

Verfasser: Siegfried Heckl

Freigabe: Mai 2008



VM / Dr. Alexander Risch

Vergleichende
Untersuchung an
wässrigen, bindemittelfreien
Füllstoffdispersionen

R H E O L O G I E

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden die Produktgruppen **Sillitin**, **Sillikolloid** und **Aktisil** hinsichtlich ihres rheologischen Verhaltens mit im Farben- und Lacksektor gebräuchlichen Füllstoffen verglichen, unterteilt in Strukturgruppen: isotrope und anisotrope Füllstoffe sowie Neuburger Kieselerde.

Sämtliche Messungen wurden mit einem stufenlos einstellbaren Rotationsviskosimeter durchgeführt. Die Viskosität der Produkte wurde konzentrations- und schergeschwindigkeitsabhängig gemessen und dargestellt. Die Viskositätsanomalien (Strukturviskosität, Dilatanz, Thixotropie, Rheopexie und Fließgrenze) wurden gesondert ausgewertet.

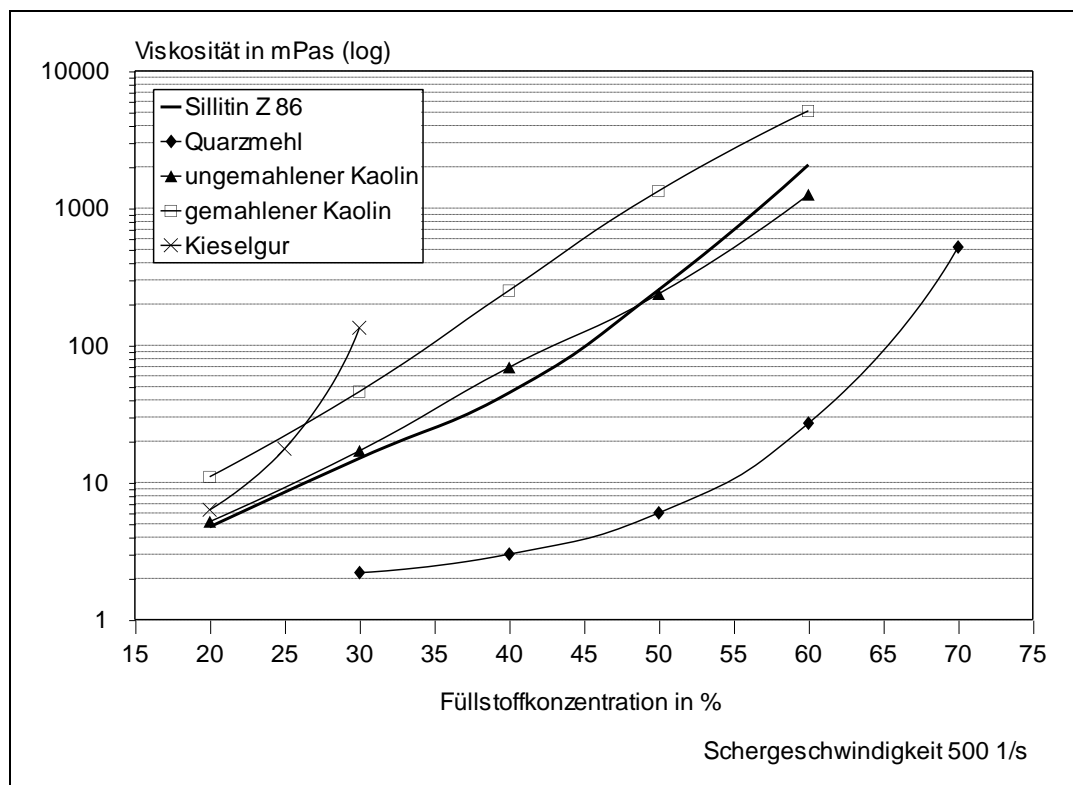


Abb. 1 Viskositätskurven

Die Neuburger Kieselerde zeigte, dass sie trotz des geringen Kaolinitgehaltes (je nach Type ca. 20 bis 30 %) in ihrem rheologischen Verhalten enger mit den anisotropen Füllstoffen als mit den isotropen Füllstoffen verwandt ist. Im Fließverhalten ähneln die **Sillitin**-Typen dem ungemahlenem Kaolin (Abb. 1). Interessant ist die Erkenntnis, dass aus der Partikelstruktur der Füllstoffe keine Voraussage auf das rheologische Verhalten in Wasser gemacht werden kann. Die Korngrößenverteilung und die Oberfläche haben meistens einen größeren Einfluss auf das rheologische Verhalten als die Kristallstruktur des Füllstoffes.

Die oberflächenbehandelte (gecoatete) Type der Neuburger Kieselerde **Aktisil MM** weicht in ihrem Viskositätsverhalten nicht vom Basismaterial **Sillitin Z 86** (siehe Abb. 9 und 10) ab. **Aktisil EM** erreicht im gesamten Bereich wesentlich niedrigere Viskositäten. Bei den Viskositätsanomalien zeigt **Aktisil MM** den höchsten Thixotropiefaktor aller untersuchten Füllstoffe.

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlagen
2	Aufgabenstellung
3	Versuchsdurchführung
3.1	Rohstoffkennwerte
3.2	Dispersionsherstellung
3.3	Gerät und Meßmethode
4	Rheologische Untersuchungen
4.1	Viskositätskurven
4.1.1	Isotrope Füllstoffe
4.1.2	Anisotrope Füllstoffe
4.1.3	Neuburger Kieselerde
4.1.3.1	Sillitin und Sillikolloid
4.1.3.2	Aktisil
4.2	Rheologische Effekte
4.2.1	Isotrope Füllstoffe
4.2.2	Anisotrope Füllstoffe
4.2.3	Neuburger Kieselerde
4.2.3.1	Sillitin und Sillikolloid
4.2.3.2	Aktisil

1 Grundlagen

Dem Hersteller von Anstrich- und Klebstoffen wie auch Dichtmassen bietet sich eine ständig wachsende Palette von Füllstoffen für die unterschiedlichsten Anwendungsgebiete.

Zu Beginn der Lack-, Kunststoff- und Kautschukentwicklung dienten Füllstoffe vorrangig zum "Füllen" (verbilligen) der teuren Polymere. Dieser rein ökonomische Aspekt hat bis heute nichts von seiner Bedeutung verloren. Mit Zunahme des Ökologie- und Qualitätsbewusstseins hat sich jedoch die Komplexität erweitert. Dies hat eine zunehmende Spezialisierung und Erhöhung der Ansprüche an Anstrichstoffe, Klebstoffe und Dichtmassen zur Folge. Dadurch wandeln und erweitern sich die Anforderungen an die eingesetzten Füllstoffe. Sie dienen nicht mehr nur zur Verbilligung der Rezepturen, sondern sollen auch die physikalischen und/oder optischen Eigenschaften der Rezepturen verbessern. Das zeigt sich auch darin, dass Füllstoffe durch Oberflächenbehandlung mit Silanen oder anderen Substanzen gezielt zur Verbesserung der Eigenschaften modifiziert werden.

2 Aufgabenstellung

Im Rahmen der Arbeiten wurden vergleichende Untersuchungen an hellen Füllstoffen in Wasser durchgeführt. Damit wollen wir dem Entwickler ein Hilfsmittel zur Verfügung stellen, welches ihm erlaubt, eine Vorauswahl der Füllstoffe hinsichtlich des rheologischen Verhaltens zu treffen.

Durch die Auswahl typischer Vertreter der einzelnen Füllstoffklassen wurde ein breites Spektrum möglicher Füllstofftypen abgehandelt. Der Scherbereich wurde den in der Praxis auftretenden Bedingungen bei der Verarbeitung weitgehend angepasst.

Es wurde untersucht, wie sich die Neuburger Kieselerde mit ihrer besonderen Struktur (Kieselsäure-Kaolinit-Gemisch) in die verschiedenen Füllstoffklassen einordnet. Deshalb wurde das gesamte Spektrum der Neuburger Kieselerde, vom **Sillitin V 85** bis zum **Sillikolloid P 87** einschließlich der **puriss**-Typen sowie die oberflächenbehandelten **Aktisil**-Typen untersucht.

3 Versuchsdurchführung

3.1 Rohstoffkennwerte

In den Tabellen 1 bis 4 sind die für Lackhersteller wichtigsten physikalischen Füllstoffkennwerte zusammengestellt. **Die Angaben dienen lediglich als Richtwerte.**

Zur übersichtlicheren Darstellung erfolgte eine Untergliederung der Füllstoffe in Strukturgruppen.

Isotrope Füllstoffe (Kreide, Calcit, Schwerspat, calc. Kaolin, Kieselgur, Quarzmehl)

Füllstoffe mit weitgehend gleichmäßiger dreidimensionaler Partikelstruktur.

Anisotrope Füllstoffe (Talkum, Kaolin, Glimmer, Wollastonit)

Füllstoffe mit fasriger oder plättchenförmiger (lamellarer) Struktur.

Neuburger Kieselerde (Sillitin, Sillikolloid, Aktisil)

bildet eine eigene Gruppe, kann aber den isotropen Füllstoffen zugeordnet werden, da sich der plättchenförmige Kaolin durch die zwischengelagerten Kieselsäureteilchen nicht ausrichten kann.

Messmethode der Helligkeit

Die Helligkeit Y und Z wurde einmal nach DIN 53163 mit einem Spektralphotometer, Lichtart D 65/10°, Beobachtungswinkel $d/8^\circ$ bestimmt (Mini-Scan von Hunterlab). Des weiteren wurde die Helligkeit Y mit einem Dreibereichsmessgerät, Lichtart C, Beobachtungswinkel $45^\circ/0$ ermittelt (D 25-9 von Hunterlab).

Isotrope Füllstoffe

Diese Füllstoffe zeichnen sich durch eine weitgehend kubische bis sphärische Struktur aus. Im Verbund mit der Polymermatrix ergeben sich keine verarbeitungsbedingten Vorzugsrichtungen von Gebrauchseigenschaften.

Füllstoff	Ölzahl in g/100g	Korn- größe d_{50} in μm	Helligkeit			pH-Wert	Preisindex Sillitin Z 86 = 1,0
			Y (45°)	Y (DIN 53 163)	Z (DIN 53 163)		
Kreide	18	2,0	88	85	85	9	0,2
Calcit	18	1,5	94	92	95	9	0,8
Schwerspat	12	1,1	95	93	99	---	1,5
calc. Kaolin	80	4,0	90	94	98	6,5	1,5
Kieselgur	132	6,0	88	94	100	10,0	5,1
Quarzmehl	31	3,0	90	88	93	7	0,9

Tabelle 1

Anisotrope Füllstoffe

Mit anisotropen Mineralien gefüllte Polymere weisen nach Verarbeitungsprozessen, bei denen Scherkräfte auftreten mehr oder weniger große Richtungsabhängigkeiten der physikalischen Eigenschaften auf.

Füllstoff	Ölzahl in g/100g	Korn- größe d ₅₀ in µm	Helligkeit			pH-Wert	Preisindex Sillitin Z 86 = 1,0
			Y (45°)	Y (DIN 53 163)	Z (DIN 53 163)		
Talkum grob	32	10,0	87	86	92	9,3	2,0
Talkum fein	40	2,8	79	80	84	9,5	1,6
Kaolin ungemahlen	55	---	---	77	75	4,5	1,4
Kaolin gemahlen	39	0,6	87	89	90	4,0	2,6
Glimmer	48	8,0	79	80	80	8,4	3,6
Wollastonit	32	3,4	88	91	96	9,8	2,3

Tabelle 2

Neuburger Kieselerde

Sillitin und Sillikolloid

Die Typen der Neuburger Kieselerde werden zum einen nach ihrer Korngröße und zum anderen nach ihrer Helligkeit klassifiziert, wobei der Buchstabe in der Produktbezeichnung (V, N, Z, und P) die Korngröße charakterisiert und der Zahlenwert die Helligkeit Y (45°/0) ausdrückt.

Füllstoff	Ölzahl in g/100g	Korn- größe d ₅₀ in µm	Helligkeit			pH-Wert	Preisindex Sillitin Z 86 = 1,0
			Y (45°)	Y (DIN 53 163)	Z (DIN 53 163)		
Sillitin V 85	45	3,0	85	83	79	8,0	0,8
Sillitin N 82	45	2,3	82	80	71	8,0	0,8
<i>Sillitin N 85</i> *	45	2,3	85	84	79	8,0	0,9
<i>Sillitin Z 86</i> *	50	1,8	86	84	79	8,2	1,0
<i>Sillitin Z 89</i> *	50	1,8	89	89	89	8,5	1,2
Sillikolloid P 82	50	1,6	82	79	70	8,2	1,6
<i>Sillikolloid P 87</i> *	50	1,6	87	85	80	8,2	1,6

Tabelle 3

* auch als **puriss** Version lieferbar

puriss-Versionen

Die *puriss*-Versionen der Neuburger Kieselerte werden einem nachgeschaltetem Windsichtungsprozess unterworfen, um den ohnehin schon extrem niedrigen Gritanteil (Überkornanteil) gegenüber den Standardtypen um ca. 90 % zu senken.

Dies vermindert die Abrasionswirkung dieser Produktreihe deutlich und schont die Verarbeitungsgeräte (z. B. Airless-spritzgeräte) der Anwender. Die übrigen anwendungstechnischen Eigenschaften sind identisch mit denen der Basismaterialien. Die *puriss*-Versionen sind besonders bei sehr dünnen Lackschichten zu empfehlen!

Die Ergebnisse wurden in den Grafiken nicht dargestellt, da sie identisch zu den Standard-Typen sind.

Aktisil

Bei den aufgeführten **Aktisil**-Typen handelt es sich um aktiviertes **Sillitin Z 86**, die durch die Modifizierung der Sillitin-Oberfläche mit verschiedenen organofunktionellen Haftvermittlern entstanden sind.

In die vorliegende Untersuchung wurden nur **Aktisil**-Typen einbezogen, die für bindemittelfreie wässrige Systeme geeignet sind:

- **Aktisil EM** (mit epoxifunktionellem Silan gecoatet)
- **Aktisil MM** (mit mercaptofunktionellem Silan gecoatet)

Füllstoff	Ölzahl in g/100g	Korn- größe d ₅₀ in µm	Helligkeit			pH-Wert	Preisindex Sillitin Z 86 = 1,0
			Y (45°)	Y (DIN 53 163)	Z (DIN 53 163)		
AKTISIL EM	50	1,8	86	84	78	8,5	2,5
AKTISIL MM	50	1,8	86	84	78	7,3	2,3

Tabelle 4

3.2 Dispersionsherstellung

Die Füllstoffdispersionen wurden mit einem Labordissolver mit einer Umfangsgeschwindigkeit von 10 bis 15 m/s 20 min dispergiert. Die Füllstoffdispersionen wurden 24 h gelagert, damit sich Viskositätsanomalien (Thixotropie und Strukturviskosität) wieder ausbilden können. Nach kurzem Homogenisieren wurden die Fließkurven aufgezeichnet.

3.3 Gerät und Messmethode

Die Messungen erfolgten mit einem Rotationsviskosimeter, das aus folgenden Komponenten besteht:

Rheometer Messeinrichtung Viscolab LM
Rotations-Rheometer Viscolab LC 10
Fließkurven-Programmer Viscolab FP 10
X-Y Recorder PM 8043

Hersteller:
Physica Meßtechnik GmbH u. Co. KG, Stuttgart

Je nach Viskositätsniveau der Proben wurden unterschiedliche Messsysteme ausgewählt. Tabelle 5 zeigt die Messbereiche.

Messsysteme	empfohlener Viskositätsbereich in Pas	Schergeschwindigkeitsbereich in 1/s	Schubspannungsbereich in Pa
MS-Z1 DIN (Doppelspaltmeßsystem)	0,001 - 1	4,97 - 3979	0,676 - 67
MS-Z2 DIN	0,02 - 15	1,291 - 1033	1,958 - 195
MS-Z3 DIN	0,118 - 100	1,291 - 1033	11,42 - 1140
MS-Z4 DIN	0,672 - 500	1,291 - 1033	65,01 - 6500

Tabelle 5

Der Füllgrad der Dispersionen wurde bis zum Verlust der Fließfähigkeit (Abreißen der Strömung im Messgefäß) gesteigert. Die Abstufung erfolgte in 10 %-Schritten, bei höheren Füllgraden in 5 %-Schritten.

Die Prüftemperatur betrug $(23 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. Die Aufnahme der Fließkurven erfolgte ohne Vorscherung (keine Rampenzeiten) mit:

- zunehmender Schergeschwindigkeit bis 500 s^{-1}

und

- abnehmender Schergeschwindigkeit von 500 bis 0 s^{-1}
- mit einer linearen Änderung von $4,17 \text{ s}^{-2}$.

Die Viskositätskurven wurden im Schergeschwindigkeitsintervall von $8,9$ bis 500 s^{-1} ausgewertet. Die Messungen erfolgten als Doppelbestimmung, wobei das Meßsystem jedes Mal neu befüllt wurde. Zur Auswertung der Viskosität wurden nur die Fließkurven mit steigender Schergeschwindigkeit (Aufwärtskurve) herangezogen. Die Abwärtskurve diente zur Bestimmung der Hysterese (Thixotropie bzw. Rheopexie) sowie der Fließgrenze.

4 Rheologische Untersuchungen

4.1 Viskositätskurven

Das **Sillitin Z 86** dient bei allen Grafiken als Vergleichsmaterial.

4.1.1 Isotrope Füllstoffe

Abb. 2 verdeutlicht die besondere Stellung, die der Schwerspat auf Grund seines hohen spezifischen Gewichts und seines geringen Bindemittelbedarfs einnimmt. Fließfähige Dispersionen mit einer Füllstoffkonzentration von mehr als 85 Gew.% können erzeugt werden. Da viele Farben nicht mehr nach Gewicht, sondern nach Volumen verkauft werden, ist höhere Füllbarkeit der Schwerspatrezepturen nur bedingt von Vorteil, da man dadurch auch das spezifische Gewicht der Rezepturen erhöht. Dagegen wird bei Füllstoffen mit größerem Volumen die Pigmentvolumenkonzentration wesentlich stärker beeinflusst als die Dichte der Rezeptur.

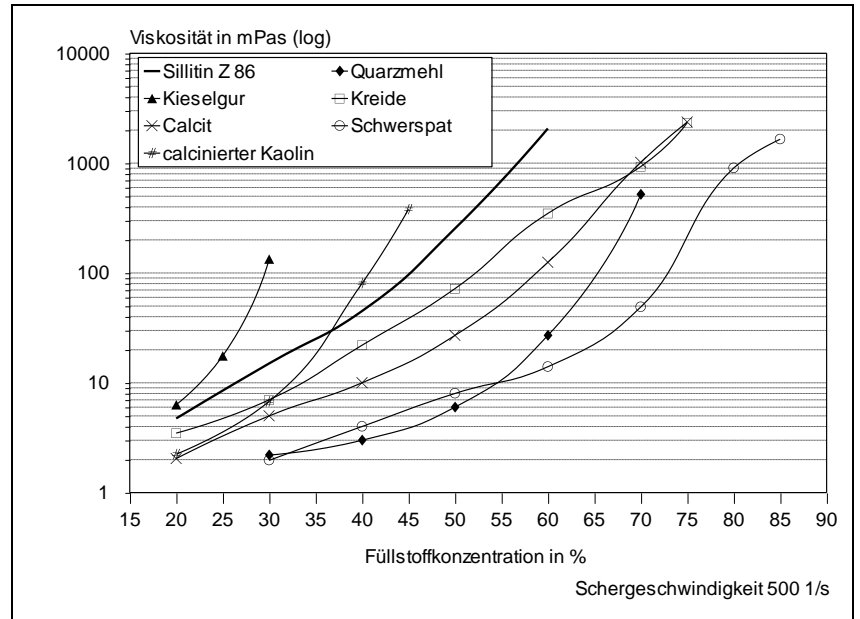


Abb. 2

Abb. 3 zeigt, dass die Füllstoffdispersionen im Bereich $< 100s^{-1}$ eine deutliche Strukturviskosität aufweisen. Sie ist beim calcinierten Kaolin und beim Quarzmehl am wenigsten ausgeprägt. Kieselgur wurde nicht berücksichtigt, da seine maximale Füllhöhe bei 35 % liegt.

Sillitin Z 86 zeigt eine etwas größere Schergeschwindigkeitsabhängigkeit der Viskosität, die wahrscheinlich auf die besondere Struktur der Neuburger Kieselerde zurückzuführen ist.

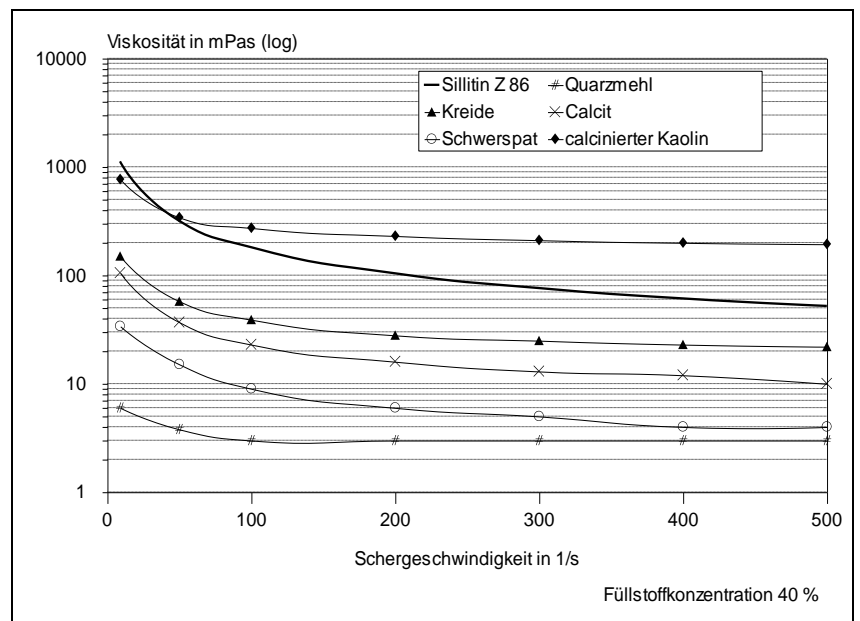


Abb. 3

4.1.2 Anisotrope Füllstoffe

Die Messungen verdeutlichen, dass das Fließverhalten von **Sillitin Z 86** den anisotropen Füllstoffen ähnlicher ist, als den isotropen Füllstoffen.

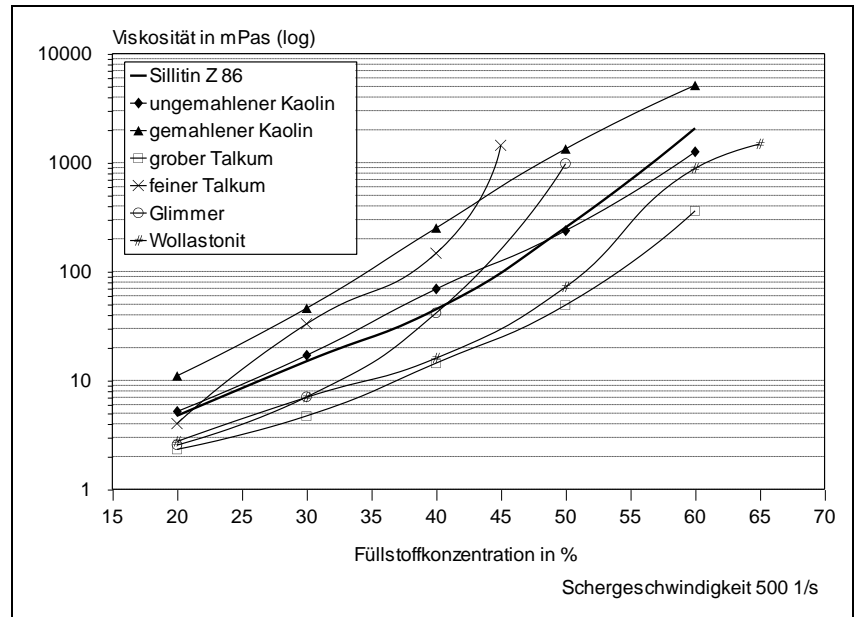


Abb. 4

Beim Vergleich der Viskositätskurven ist auffällig, dass der nadelförmige Wollastonit eine sehr starke Strukturviskosität aufweist. Dagegen zeigen die Glimmerdispersionen ein nahezu "Newtonsches Fließverhalten". Die anderen Füllstoffe liegen zwischen diesen beiden Extrema.

Ein typisches Fließverhalten aus der Struktur abzuleiten ist, wie aus Abb. 5 ersichtlich, nicht möglich.

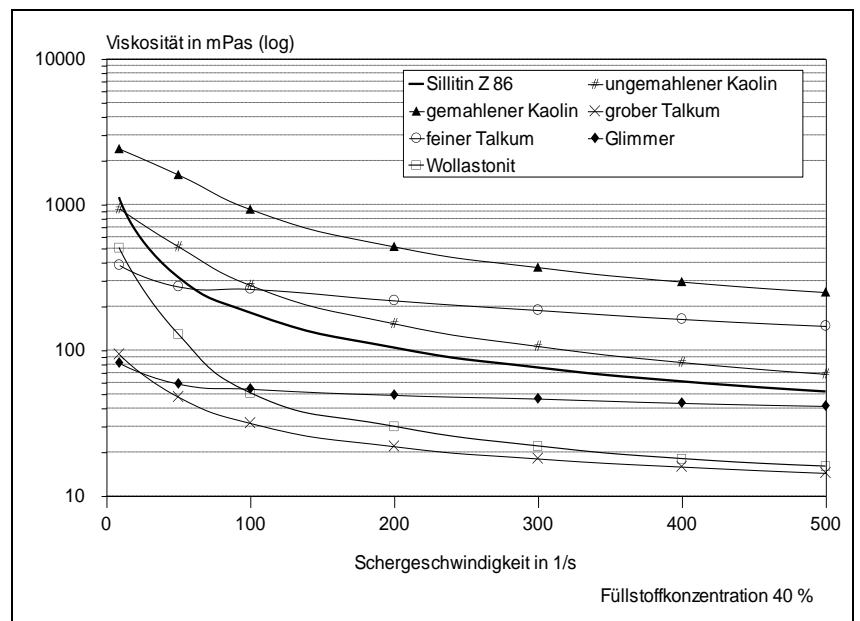


Abb. 5

4.1.3 Neuburger Kieselerde

Die besondere Partikelstruktur der Neuburger Kieselerde prägt entscheidend die anwendungstechnischen Eigenschaften. Die Neuburger Kieselerde ist sehr leicht dispergierbar. Im Gegensatz zu den rein lamellaren Füllstoffen, wie Talkum oder Kaolin, bildet die Neuburger Kieselerde keine Füllstoffnester.

4.1.3.1 Sillitin und Sillikolloid

In den folgenden Diagrammen (Abb. 6 und 7) sind die Viskositätskurven der einzelnen Typen der Neuburger Kieselerde konzentrationsabhängig dargestellt.

Beim Vergleich der einzelnen Kurvenverläufe stellten sich einige nicht erwartete Effekte heraus. So liefern Produkte des gleichen Kornspektrums aber unterschiedlicher Helligkeit deutlich unterscheidbare Kurvenverläufe, die häufig näher an der benachbarten Korngrößenfraktion liegen.

Besonders ausgeprägt ist der Unterschied zwischen **Sillitin V 85** und **Sillitin V 88**.

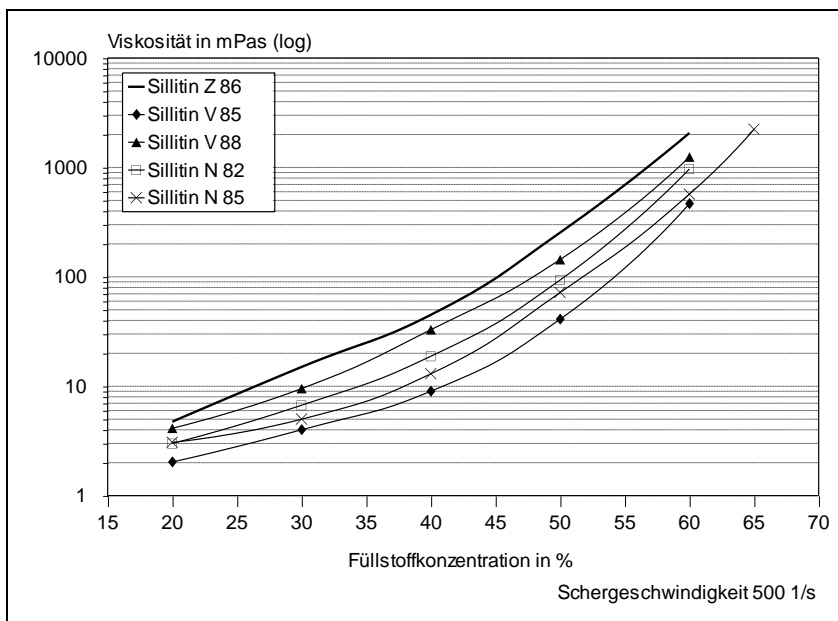


Abb. 6

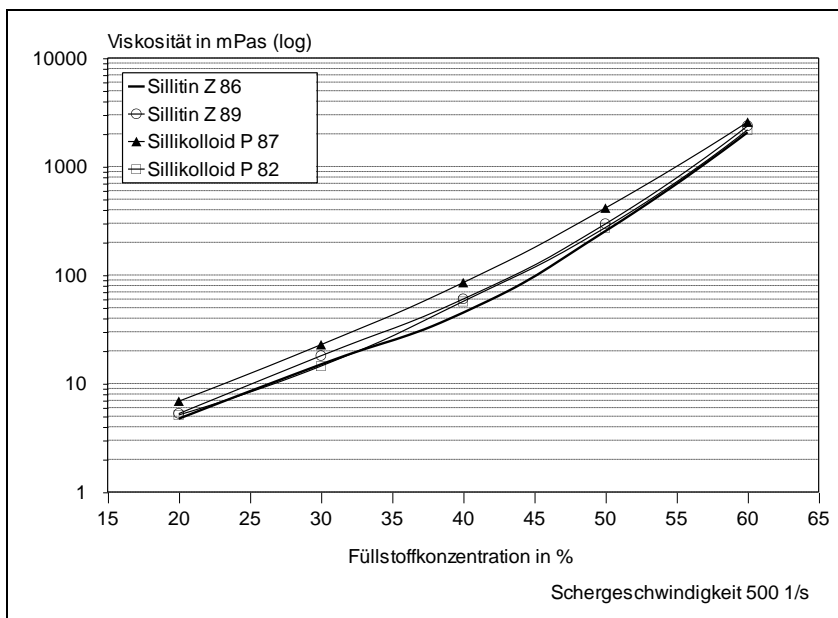


Abb. 7

Abb. 8 stellt die verschiedenen Typen der Neuburger Kieselerde bei einer Füllstoffkonzentration von 40 % in Abhängigkeit der Schergeschwindigkeit dar.

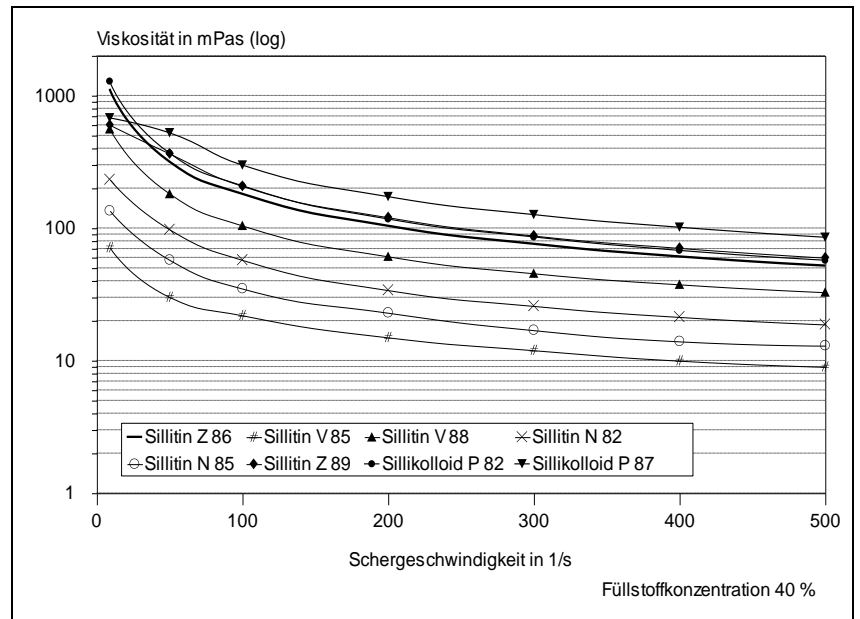


Abb. 8

Aufgrund des mineralischen Gehalts von nur 20 bis 30 % Kaolinit war nicht zu erwarten, dass das Fließverhalten der Neuburger Kieselerde fast identisch ist mit dem des ungemahlene Kaolins. Es zeigt sich aber um so deutlicher, dass aufgrund des Rheologieverhaltens die Neuburger Kieselerde als eigenständige Füllstoffgruppe angesehen werden muss. Die Neuburger Kieselerde hat ein eigenes charakteristisches Eigenschaftsprofil!

4.1.3.2 Aktisil

Den untersuchten Aktisil-Typen ist gemeinsam, dass die Silane praktisch vollständig chemisch an der Füllstoffoberfläche gebunden sind¹. Das hat zur Folge, dass eine Wechselwirkung bzw. chemische Reaktion des Bindemittels mit dem Aktisil, über die organofunktionellen Gruppen des Silans, stattfindet.

Würde die Zugabe des Silans erst während der Formulierung des Anstrichstoffes erfolgen, so bestünde die Gefahr, dass das Silan "frei vagabundierend" im Anstrichstoff verbleibt und dadurch an der Grenzfläche (Beschichtung-Substrat) zu Haftungsproblemen führen könnte. Zudem besteht die Möglichkeit, dass Silananteile zu Oberflächenstörungen (z. B. Fischaugen) im Lackfilm führen.

Aus den Abb. 9 und 10 ist zu erkennen, dass **Aktisil EM** ein wesentlich niedrigeres Viskositätsniveau als **Aktisil MM** und **Sillitin Z 86** aufweist.

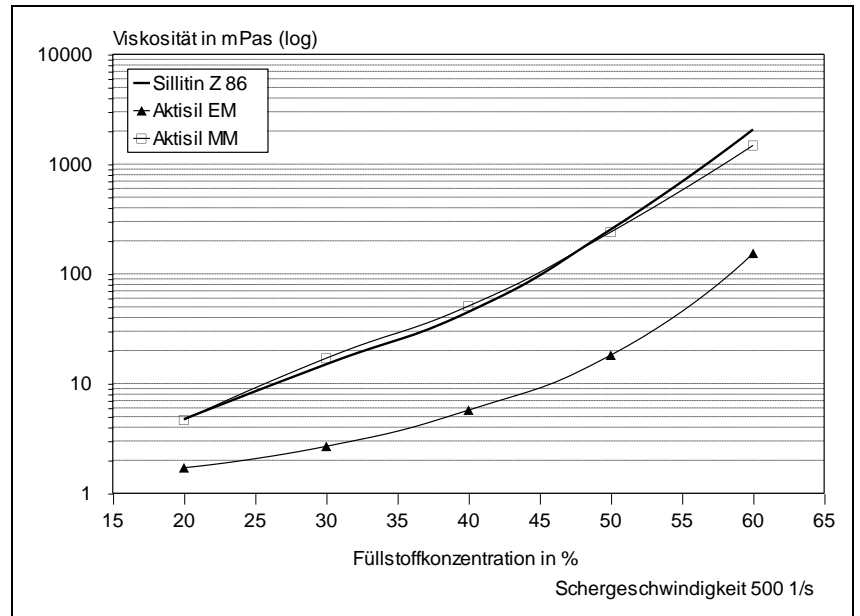


Abb. 9

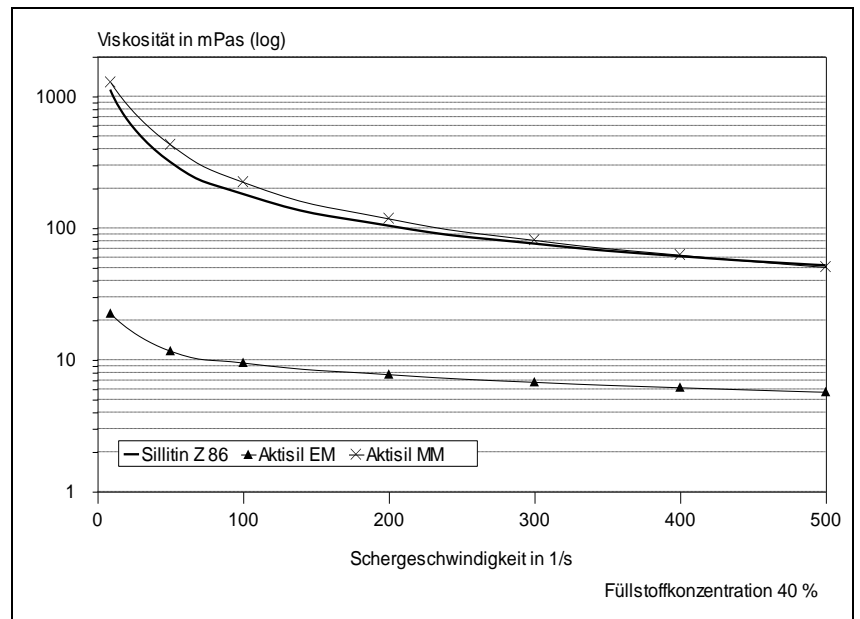


Abb. 10

¹Albers u. Lechner Kunststoffe 81 (1991) H.5 S. 420 ff

4.2 Rheologische Effekte

Im folgenden Kapitel wurden Abweichungen des Fließverhaltens der Füllstoffdispersionen vom Newtonschen Fließverhalten quantifiziert. Die Füllstoffe wurden, wie bei den Viskositätskurven, nach der Partikelstruktur eingeteilt.

Mit dem Rotationsversuch ist die (physikalisch) exakte Beschreibung von Thixotropie, Rheopexie und der Fließgrenze nicht möglich. Deshalb wurden Hilfsgrößen definiert, die einen praktischen Vergleich der quantitativen Abweichungen vom Newtonschen Fließverhalten gestatten.

Bei der Auswertung ist zu beachten, dass die Viskositätsanomalien nicht als Absolutwerte angesehen werden dürfen, sondern immer in Relation zur Viskosität des jeweiligen Systems gesetzt werden müssen.

Beschreibung der Methoden für die Viskositätsanomalien:

1. Strukturviskositätsfaktor

Neben dem Newtonschen Fließverhalten, bei dem die Viskosität unabhängig von der Schergeschwindigkeit ist, gibt es Stoffsysteme, deren Fließverhalten abhängig ist vom Schergefälle. Nimmt die Viskosität mit steigendem Schergefälle ab, spricht man von strukturviskosem oder pseudoplastischem Fließverhalten. Nimmt sie mit steigendem Schergefälle zu, spricht man von Dilatanz.

Für die nachfolgende Auswertung wurde die Hilfsgröße Strukturviskositätsfaktor (SVF) folgendermaßen definiert:

SVF = Verhältnis: Viskosität bei 50 s^{-1} / Viskosität bei 500 s^{-1} (Aufwärtskurve)

SVF = 1 Newtonsches Fließverhalten

SVF < 1 Dilatantes Fließverhalten

SVF > 1 Strukturviskoses Fließverhalten

2. Fließgrenze

Stoffe mit einer Fließgrenze sind Substanzen, die erst fließen, wenn die von außen angelegte Kraft größer ist als die im Stoff wirkenden Strukturkräfte. Unterhalb der Fließgrenze verhält sich der Stoff plastisch.

Zur Auswertung der Fließgrenze wurde die Schubspannung bei einer Schergeschwindigkeit von 5 s^{-1} (von der Abwärtskurve) herangezogen.

3. Thixotropie / Rheopexie

Unter Thixotropie versteht man einen Abbau der Struktur, messbar als Verringerung der Viskosität, unter dem zeitlichen Wirken von äußeren Scherkräften. Nach einer bestimmten Relaxationszeit stellt sich die ursprüngliche Struktur wieder ein.

Bei der Rheopexie kommt es zu einem zeitlichen Strukturaufbau unter dem Einfluss äußerer Scherkräfte (Viskositätsanstieg).

Mit der zur Verfügung stehenden Messanordnung war nur eine Einpunktauswertung der Thixotropie durchführbar, welche thixotropes bzw. rheopexes Fließverhalten allerdings nicht ideal charakterisiert. Jedoch liefert sie einen praktikablen Anhaltswert zum Vergleich der Füllstoffe untereinander.

Für die Bewertung wurde deshalb ein Thixotropiefaktor (TF) definiert:

$$TF = 100 \cdot \left[\frac{\text{Visk.}_{\text{Abwärtsk. bei } 300 \text{ s}^{-1}}}{\text{Visk.}_{\text{Aufwärtsk. bei } 300 \text{ s}^{-1}}} - 1 \right] \cdot 100$$

TF > 0 ==> thixotropes Fließverhalten

TF < 0 ==> rheopexes Fließverhalten

Dieser Thixotropiefaktor gibt die Abweichung der Viskosität bei der Abwärtskurve (nach Scherbelastung) von der Viskosität der Aufwärtskurve (ohne Scherbelastung), bei einem Schergefälle von 300 s^{-1} , in Prozent an.

Da sich die Thixotropiewerte der untersuchten Füllstoffe, mit Ausnahme der Aktisile, keine signifikanten Unterschiede ergaben wurden die Thixotropien nicht grafisch dargestellt.

4.2.1 Isotrope Füllstoffe

Die Strukturviskositätsfaktoren weisen sehr unterschiedliche Konzentrationsabhängigkeiten auf. Das **Sillitin Z 86** liefert, im Vergleich zu den isotropen Füllstoffen, die höchsten Strukturviskositätsfaktoren. Bei der Kreide, dem Calcit und dem Kieselgur ändert sich der Strukturviskositätsfaktor mit steigender Füllstoffkonzentration nur unwesentlich. Das Quarzmehl weist als einziges Produkt bei höheren Füllstoffkonzentrationen dilatantes Fließverhalten auf. Bei allen untersuchten Füllstoffen ist ein deutlicher Abfall des Strukturviskositätsfaktor bei den höchsten Füllstoffkonzentrationen ersichtlich.

Sillitin Z 86 hat über den ganzen Konzentrationsbereich die höchste Fließgrenze. Beim Kieselgur ist ein sehr starker Anstieg der Fließgrenze festzustellen, der jedoch durch die niedrige Füllhöhe begrenzt wird.

Alle untersuchten isotropen Füllstoffe zeigen erst beim höchsten Füllgrad thixotropes Fließverhalten. Dies trifft in ausgeprägtem Maße auf die Kreide zu, die im Konzentrationsbereich zwischen 30 und 60 % sogar deutlich rheopexes Fließverhalten aufweist, was aus rheologischer Sicht sehr ungünstig ist.

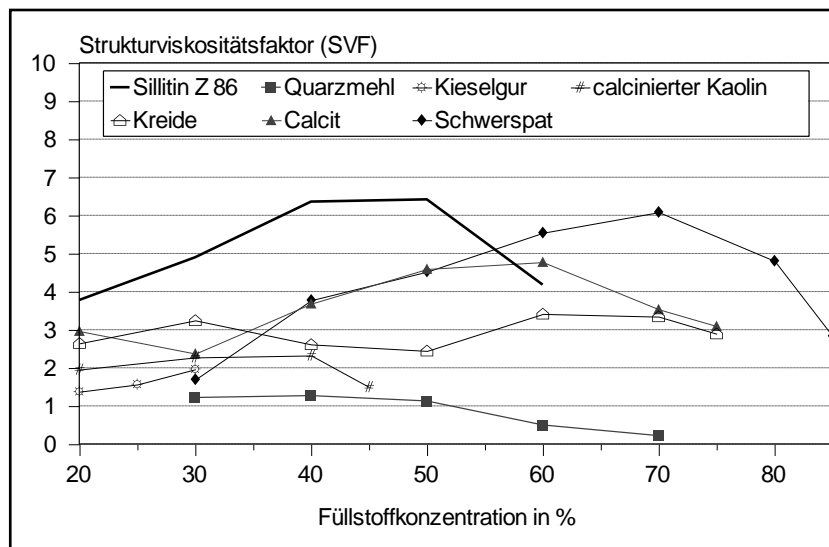


Abb. 11 Strukturviskositätsfaktoren der isotropen Füllstoffe

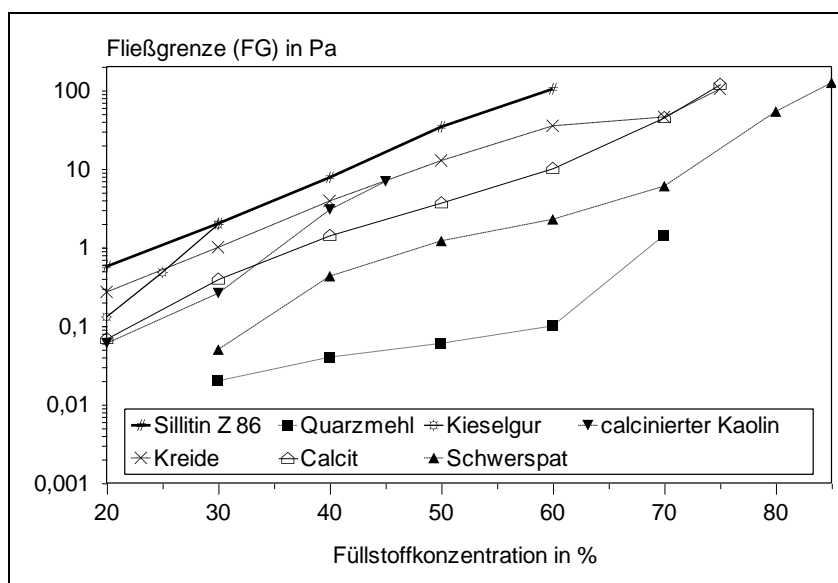


Abb. 12 Fließgrenzen der isotropen Füllstoffe

4.2.2 Anisotrope Füllstoffe

Die Strukturviskositätsfaktoren zeigen wie bei den isotropen Füllstoffen ein uneinheitliches Bild. Neben Füllstoffen mit geringer Konzentrationsabhängigkeit, wie Glimmer, feiner und grober Talkum gibt es sehr große Unterschiede bei den anderen untersuchten Füllstoffen. Der ungemahlene Kaolin zeigt, genauso wie bei den Viskositätskurven, fast das gleiche rheologische Verhalten wie **Sillitin Z 86**. Wie bei den isotropen Füllstoffen fallen die Strukturviskositätsfaktoren fast aller Füllstoffe bei der höchsten Füllstoffkonzentration wieder deutlich ab.

Der gemahlene Kaolin liefert bei der Fließgrenze über den gesamten Bereich die höchsten Werte.

Sillitin Z 86 weist annähernd die gleichen Werte auf, wie der ungemahlene Kaolin. Den stärksten Anstieg der Fließgrenze besitzt feines Talkum, das allerdings in Wasser nur bis zu 45 % füllbar ist.

Die Gegenüberstellung der Thixotropiefaktoren der anisotropen Füllstoffe zeigt ein sehr uneinheitliches Bild. Der gemahlene Kaolin zeigt über den gesamten Füllbereich leicht rheopexes, der Wollastonit leicht thixotropes Fließverhalten. Die anderen Füllstoffe zeigen, wie schon bei den isotropen Füllstoffen beobachtet, erst bei der größten Füllhöhe thixotropes Fließverhalten.

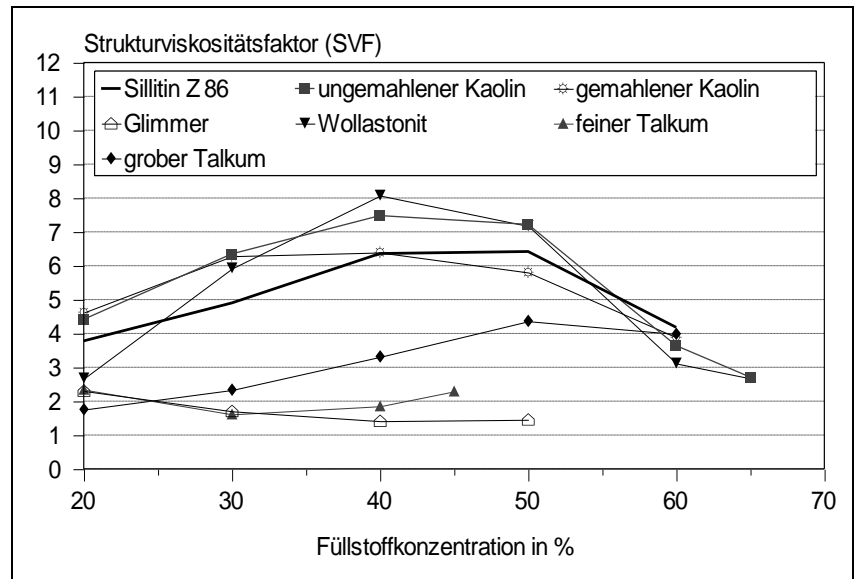


Abb. 13 Strukturviskositätsfaktoren der anisotropen Füllstoffe

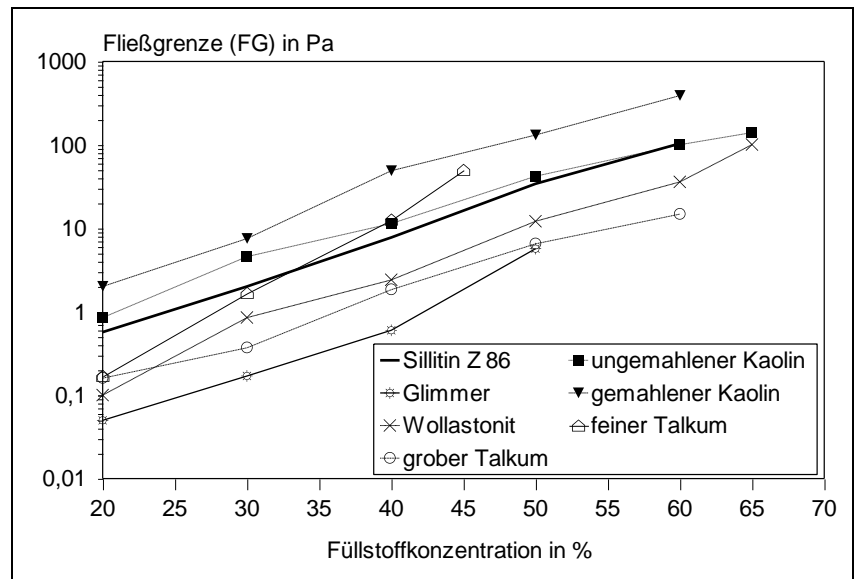


Abb. 14 Fließgrenzen der anisotropen Füllstoffe

4.2.3 Neuburger Kieselerte

4.2.3.1 Sillitin und Sillikolloid

Die feinen Neuburger Kieselerteprodukte **Sillitin Z 89**, **Sillikolloid P 82** und **Sillikolloid P 87** weisen, bei der Fließgrenze und beim Strukturviskositätsfaktor, fast die gleichen Werte wie das Vergleichsmaterial **Sillitin Z 86** auf und wurden deshalb in den Grafiken nicht weiter berücksichtigt. Tendenziell wurde beobachtet, dass der Strukturviskositätsfaktor der Neuburger Kieselerte mit sinkender Korngröße

zunimmt. Eine Ausnahme macht dagegen das neu entwickelte Produkt **Sillitin V 88**.

Die Abhängigkeit des rheologischen Verhaltens von der Korngröße spiegelt sich auch bei der Fließgrenze wieder. Wie bereits beim Strukturviskositätsfaktor erwähnt, bildet **Sillitin V 88** auch bei der Fließgrenze die Ausnahme. Der Wert liegt deutlich unter den Werten der anderen Typen gleicher Korngröße.

Beim Thixotropiefaktor zeigt sich das gleiche Bild wie bei den isotropen und anisotropen Füllstoffen, erst bei der höchsten Füllstoffkonzentration (60 %) ist bei den Kieselerteprodukten eine deutliche Thixotropie ersichtlich. **Sillitin Z 86** weist von allen unbehandelten Typen der Neuburger Kieselerte den größten Thixotropiefaktor auf.

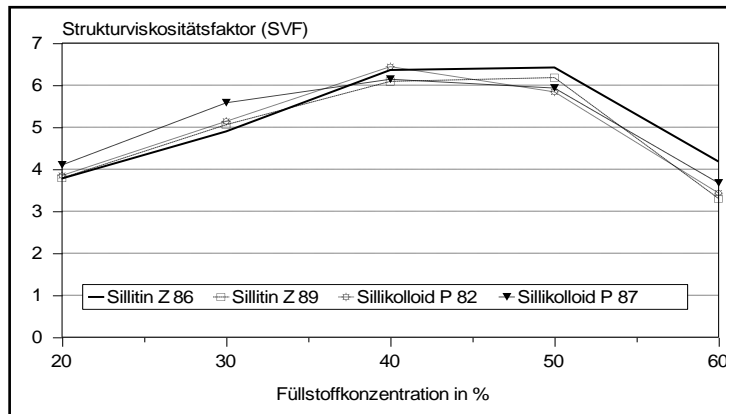


Abb. 15 Strukturviskositätsfaktoren

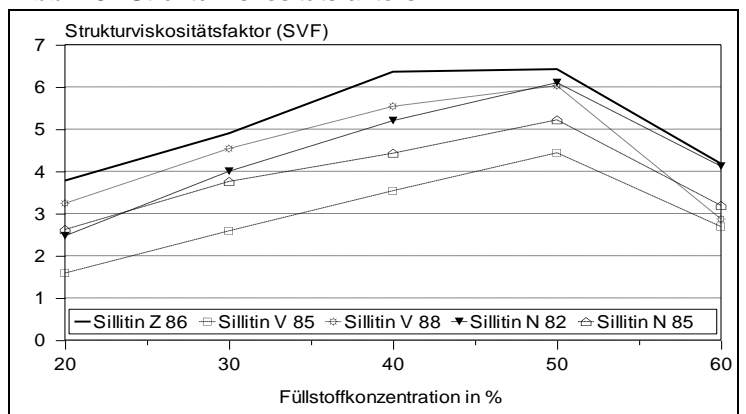


Abb. 16 Strukturviskositätsfaktoren

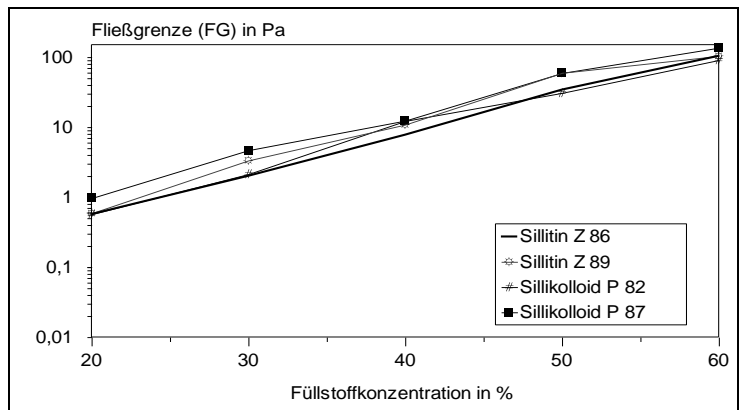


Abb. 17 Fließgrenzen der Neuburger Kieselerte

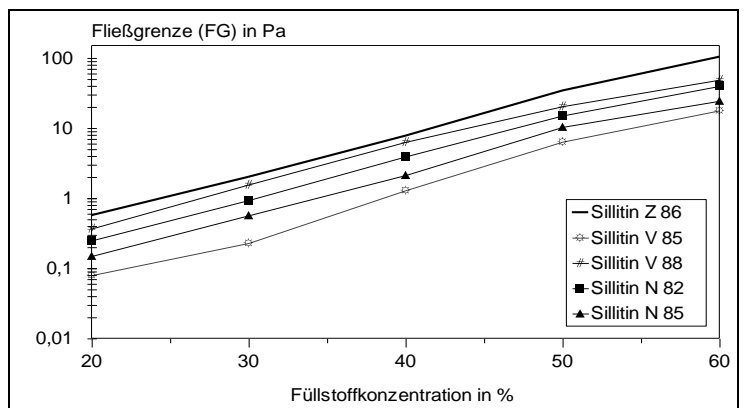


Abb. 18 Fließgrenzen Neuburger Kieselerte

4.2.3.2 Aktisil

Wie schon bei den Viskositätskurven beschrieben, fällt auch bei den Viskositätsanomalien die besondere Rolle des oberflächenbehandelten **Aktisil EM** auf. Es weist hinsichtlich Strukturviskositätsfaktor und Fließgrenze die geringsten Abweichungen vom "Newtonschen Fließverhalten" auf, und unterscheidet sich deutlich vom Ausgangsmaterial **Sillitin Z 86**. **Aktisil EM** zeigt aber über den gesamten Untersuchungsbereich, wie auch das **Aktisil MM**, eine deutliche Thixotropie.

Aktisil MM besitzt den höchsten Strukturviskositätsfaktor von allen untersuchten Füllstoffen. Die Fließgrenze von **Aktisil MM** entspricht der Fließgrenze vom Ausgangsmaterial **Sillitin Z 86**.

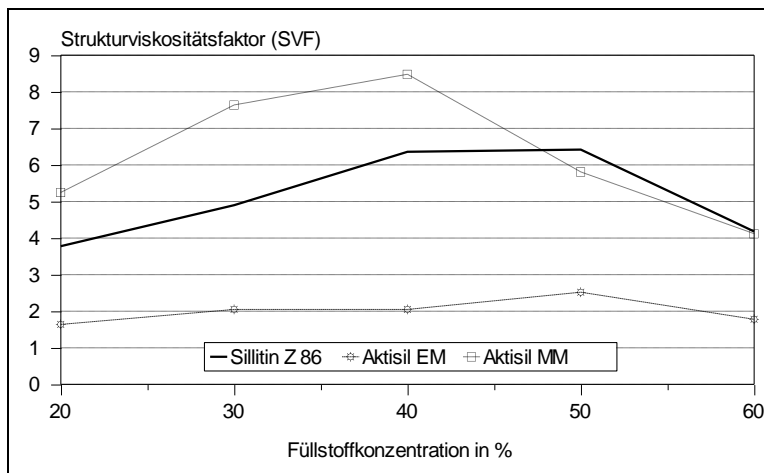


Abb. 19 Strukturviskositätsfaktoren

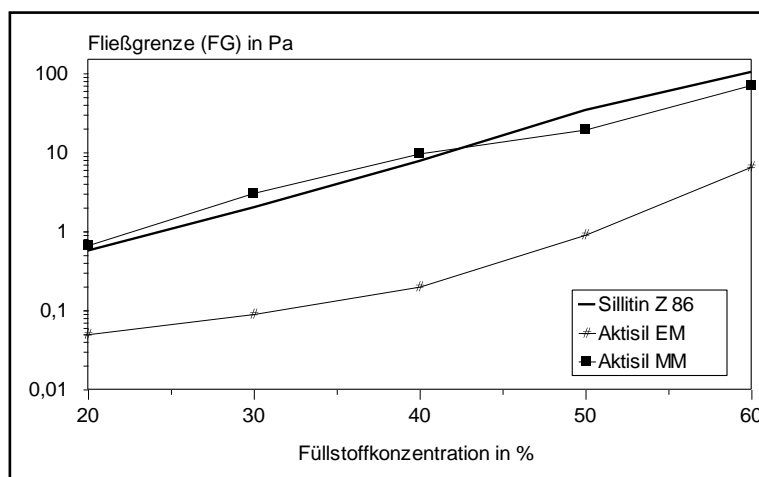


Abb. 20 Fließgrenzen

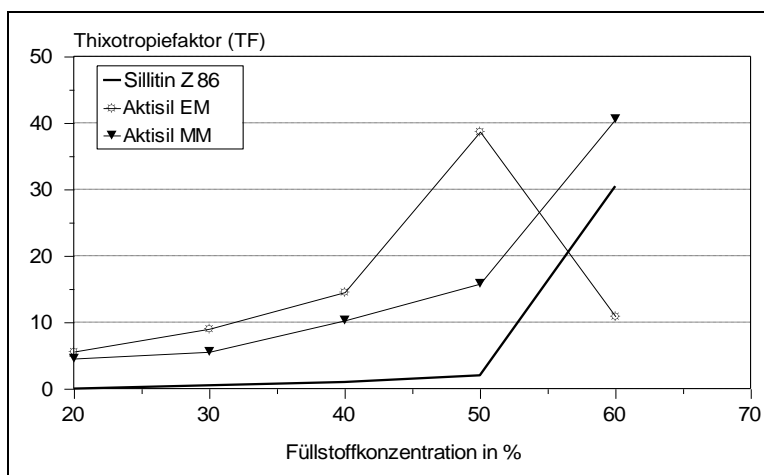


Abb. 21 Thixotropiefaktor

Unsere anwendungstechnische Beratung und die Informationen in diesem Bericht beruhen auf Erfahrung und erfolgen nach bestem Wissen und Gewissen, gelten jedoch nur als unverbindlicher Hinweis ohne jede Garantie. Außerhalb unseres Einflusses liegende Arbeits- und Einsatzbedingungen schließen einen Anspruch aus der Anwendung unserer Daten und Empfehlungen aus. Außerdem können wir keinerlei Verantwortung für Patentverletzungen übernehmen, die möglicherweise aus der Anwendung unserer Angaben resultieren.