

Verfasser: Siegfried Heckl

Freigabe: Mai 2008



VM / Dr. Alexander Risch

Vergleichende
Untersuchung an
wässrigen, bindemittelfreien
Füllstoffdispersionen

SEDIMENTATION

Zusammenfassung

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

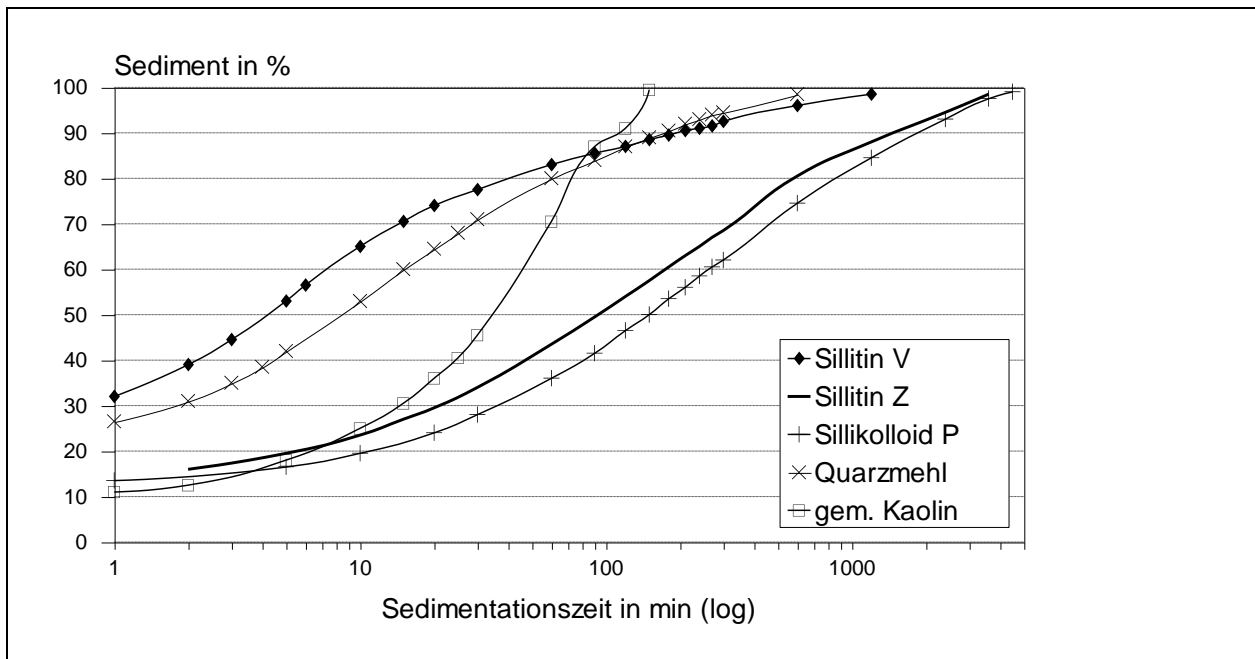


Abb. 1 Sedimentationsverhalten der Neuburger Kieselerde im Vergleich mit Quarz und Kaolin

Bei den Untersuchungen zeigte sich, dass die Neuburger Kieselerde in ihrem Sedimentationsverhalten den Wettbewerbsprodukten deutlich überlegen ist.

Beim Vergleich der einzelnen Typen der Neuburger Kieselerde ist eine deutliche Abhängigkeit des Sedimentationsverhaltens von der Korngröße und der Oberflächenbehandlung feststellbar. Die feinste Type, **Sillikolloid P**, weist die geringste, die größte Type, **Sillitin V**, die größte Sedimentationsneigung auf.

Die oberflächenbehandelten (gecoateten) Typen der Neuburger Kieselerde, **Aktisil MM** und **Aktisil EM**, weichen allerdings in ihrem Sedimentationsverhalten vom Basismaterial **Sillitin Z 86** (siehe Abb. 7) ab.

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlagen
2	Aufgabenstellung
3	Versuchsdurchführung
3.1	Rohstoffkennwerte
3.2	Dispersionsherstellung
3.3	Gerät / Methode
4	Sedimentationskurven
4.1	Isotrope Füllstoffe
4.2	Anisotrope Füllstoffe
4.3	Neuburger Kieselerde
4.3.1	Sillitin und Sillikolloid
4.3.2	Aktisil

1 Grundlagen

Dem Hersteller von Anstrich- und Klebstoffen sowie Dichtmassen steht heute eine breite Palette von Füllstoffen aller Aktivitätsklassen zur Verfügung.

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. Damit 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 geht sogar soweit, 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 ihres Sedimentationsverhaltens zu treffen.

Durch die Auswahl typischer Vertreter der einzelnen Füllstoffklassen wurde ein möglichst breites Spektrum aller Füllstofftypen abgehandelt.

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 faseriger oder plättchenförmiger (lamellarer) Struktur.

Neuburger Kieselerde (Sillitin, Sillikolloid und Aktisil)

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

Messmethoden der Helligkeit

Die Helligkeit Y und Z wurde einmal nach DIN 53 163 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 Gebrauchswerteigenschaften.

Füllstoff	Ölzahl in g/100g	Korn- größe d_{50} in μm	Helligkeit			pH-Wert	Preisindex Sillitin Z 86 = 1,0
			Y (45°C)	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°C)	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°C)	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 Kieselerde werden einem nachgeschalteten 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 *puriss*-Versionen sind besonders bei sehr dünnen Lackschichten zu empfehlen! Die übrigen anwendungstechnischen Eigenschaften sind identisch mit denen der Basismaterialien.

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°C)	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

Von den verschiedenen Füllstoffen wurden 5 %ige Dispersionen in deionisiertem Wasser hergestellt, wobei jeweils 9 g Füllstoff in 171 g Wasser dispergiert wurden. Die Füllstoffdispersionen wurden mit einem Ultra-Turrax 10 min dispergiert, danach in das Messgerät eingebracht und direkt vor Messbeginn mit einem Spatel homogenisiert.

3.3 Gerät / Methode

Die Sedimentationsuntersuchungen wurden mit einem "Dynometer" der Firma Byk-Gardner durchgeführt. Mit diesem Gerät kann die Sedimentation über einen beliebigen Zeitraum quantitativ erfasst werden. Als Sedimentaufnehmer dient ein Messteller, wie in Abb. 2 beschrieben, der mit einer Kraftmessdose verbunden ist. Mit einem X-Y Schreiber wird die Menge an Füllstoff in "mg" erfasst, die pro Zeiteinheit auf dem Teller sedimentiert. Die Messung ist beendet, wenn keine weitere Gewichtszunahme erfolgt, d. h. wenn sich über dem Sedimentationsteller eine Klarphase gebildet hat. Die Eintauchtiefe des Tellers in die Flüssigkeit wurde so gewählt, dass nach vollständiger Sedimentation (Klarphase) 1 g Füllstoff auf dem Teller sedimentiert ist. Nach Beendigung des Versuches wurde aus der Schreiberaufzeichnung die Sedimentationskurve errechnet.

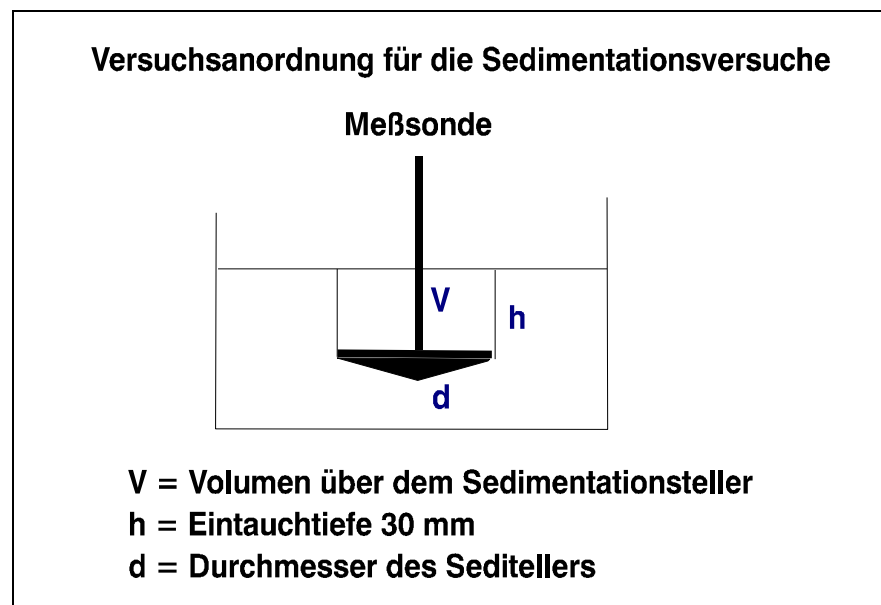


Abb. 2 Versuchsanordnung für die Sedimentationsuntersuchungen

4 Sedimentationskurven

Sillitin Z 86 dient bei allen Grafiken als Vergleichsmaterial.

4.1 Isotrope Füllstoffe

Die Abb. 3 verdeutlicht, dass die isotropen Füllstoffe mit Ausnahme des Quarzmehls und des calcinierten Kaolins bereits nach wenigen Minuten vollständig sedimentiert sind.

Sillitin Z 86 zeigt im Vergleich zu den isotropen Füllstoffen eine deutlich geringere Sedimentationsneigung.

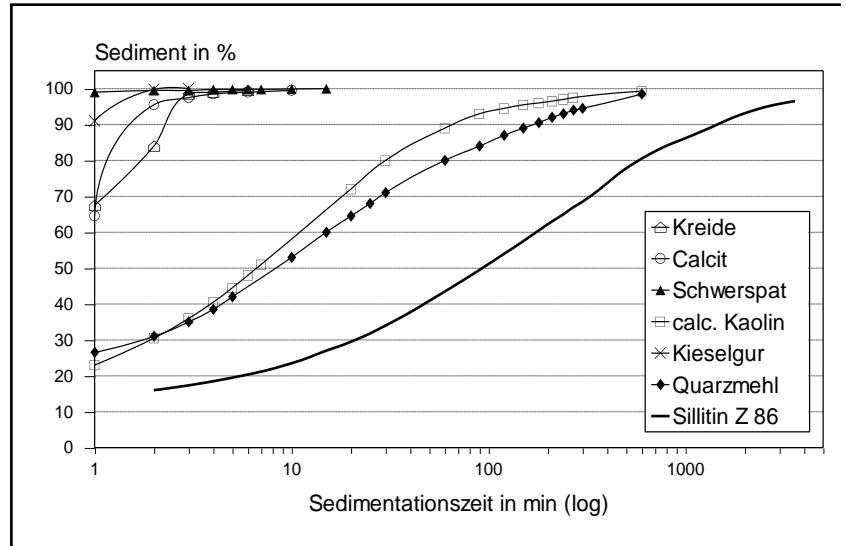


Abb. 3 Isotrope Füllstoffe

4.2 Anisotrope Füllstoffe

Ein ähnliches Bild wie bei den isotropen Füllstoffen zeigt sich auch bei den anisotropen Materialien. Auch hier nimmt die Neuburger Kieselerde eine Ausnahmestellung ein. Wollastonit, ungemahlener Kaolin und feiner Talkum sind bereits nach wenigen Minuten vollständig sedimentiert. Jedoch ist zu erwähnen, dass der feine Talkum aufgrund seines hydrophoben und plättchenförmigen Charakters schichtenförmig sedimentiert und daher die Ergebnisse nur schwer mit denen der anderen anisotropen Füllstoffe vergleichbar sind.

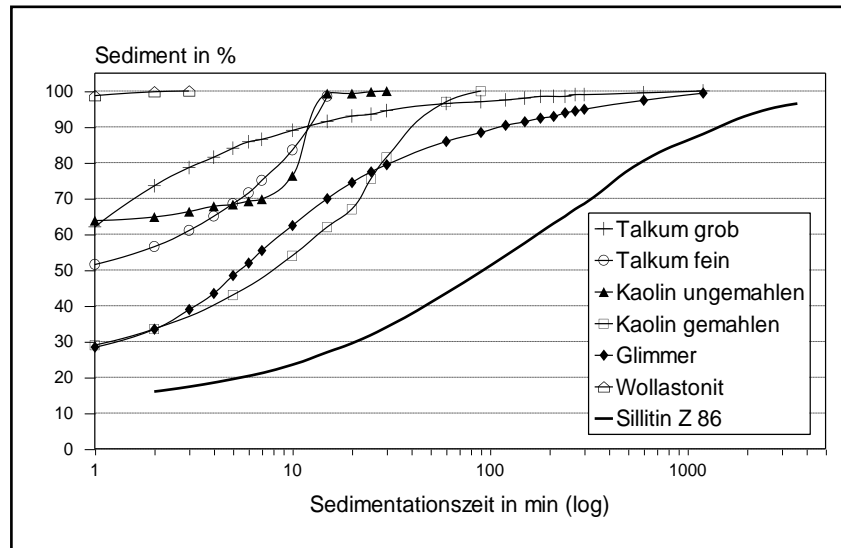


Abb. 4 Anisotrope Füllstoffe

4.3 Neuburger Kieselerde

4.3.1 Sillitin und Sillikolloid

Bei der Neuburger Kieselerde stellt neben der mineralogischen Zusammensetzung die Korngröße die Haupteinflussgrösse auf die Sedimentationsgeschwindigkeit dar.

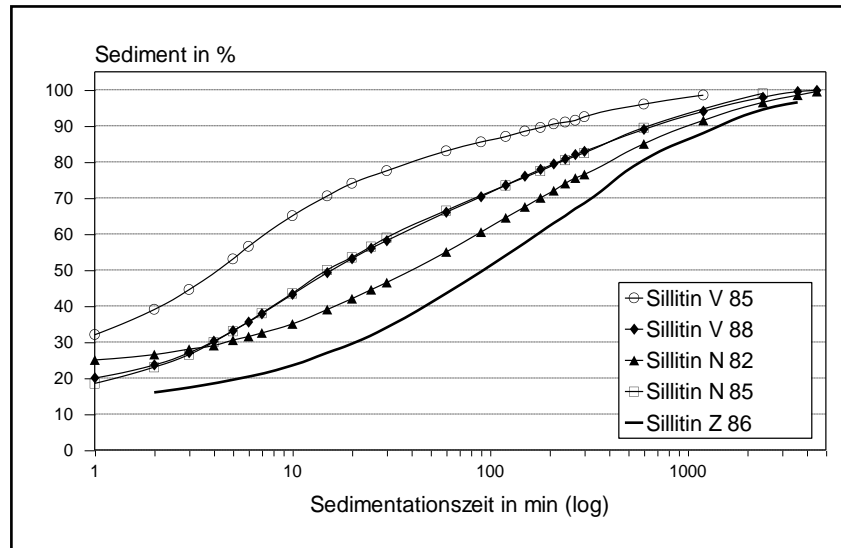


Abb. 5 "Grobe" Typen der Neuburger Kieselerde

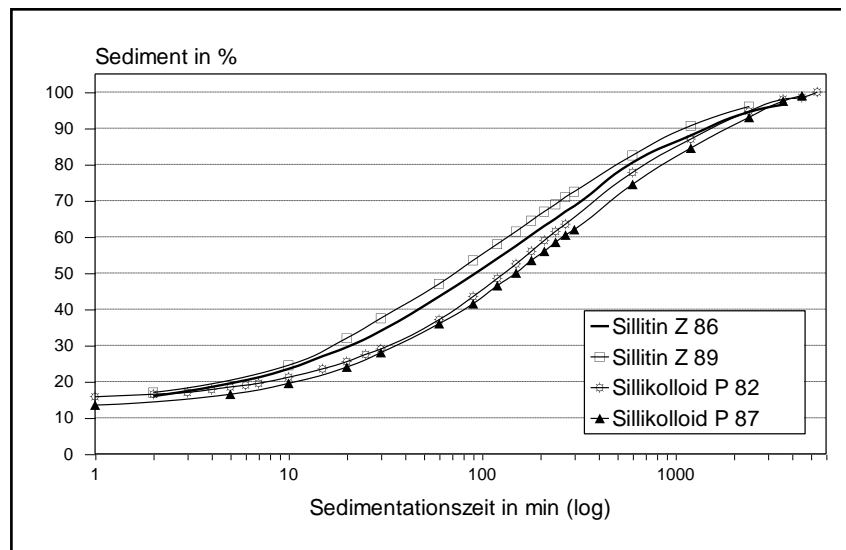


Abb. 6 "Feine" Typen der Neuburger Kieselerde

4.3.2 Oberflächenbehandelte Neuburger Kieselerde (Aktisil-Typen)

Bei den oberflächenbehandelten Typen der Neuburger Kieselerde zeigt sich der Einfluss des Coatingmittels auf die Sedimentationsneigung. Die Vorteile dieser Produkte liegen im Bereich der mechanischen Eigenschaften des fertigen Lacksystemes.

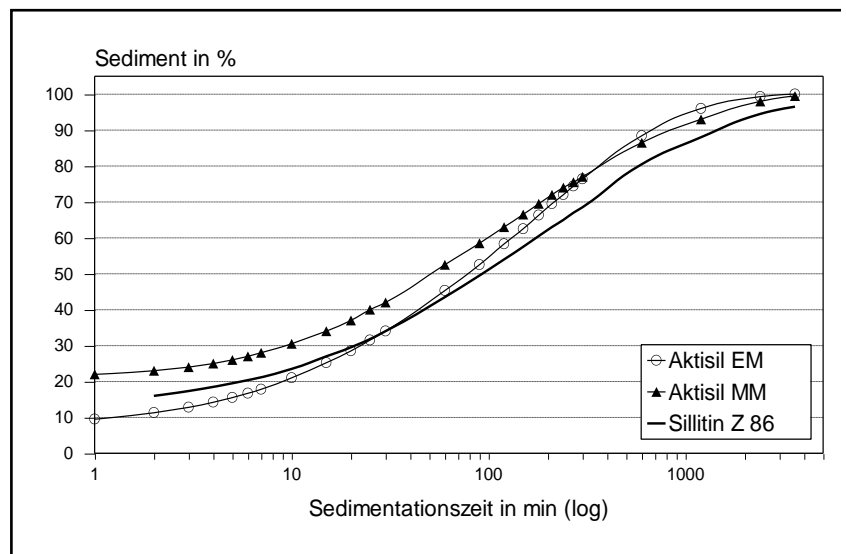


Abb. 7 Aktisil-Typen
(oberflächenbehandelte Neuburger Kieselerde)

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.