

Titandioxidreduzierung

am Beispiel von

Innendispersionsfarben

Verfasser: Siegfried Heckl

Zusammenfassung

Diese Ausarbeitung zeigt Möglichkeiten, wie Titandioxid in wässrigen Innendispersionsfarben reduziert werden kann. Die Ergebnisse sind auch eine Orientierung für andere Anwendungsbereiche und Bindemittelsysteme.

Dem Versuchsprogramm liegt die Tatsache zugrunde, dass feinteilige Füllstoffe mit sehr lockerem Strukturaufbau wie die Neuburger Kieselerde eine gute Spacerwirkung besitzen, ohne dabei die Waschbeständigkeit nachhaltig zu beeinflussen.

Verglichen wurden reiner Calcit sowie Abmischungen von Calcit mit Talkum bzw. Neuburger Kieselerde.

Ergebnisse:

- ➔ Durch Zusatz der silikatischen Spacerfüllstoffe ist trotz Reduzierung des Gehaltes an Titandioxidpigment eine deutliche Verbesserung des Deckvermögens möglich.
- ➔ Der partielle Austausch von Titandioxid führt zu einer Reduzierung der Scheuerbeständigkeit. Dieser negative Einfluss ist bei Verwendung von Neuburger Kieselerde deutlich geringer als bei Talkum.

INHALTSVERZEICHNIS

| | |
|-------|---|
| 1 | Grundlagen |
| 2 | Aufgabenstellung |
| 3 | Versuchsdurchführung |
| 3.1 | Rohstoffkennwerte |
| 3.2 | Rezepturen |
| 3.3 | Probenherstellung |
| 3.3.1 | Herstellung der Dispersionen |
| 3.3.2 | Prüfkörperherstellung |
| 3.4 | Charakterisierung der Dispersionsfarben |
| 4 | Ergebnisse |
| 4.1 | Optische Prüfungen |
| 4.1.1 | Normfarbwert Y |
| 4.1.2 | Normfarbwert Z |
| 4.1.3 | Trockenkontrastverhältnis |
| 4.1.4 | Nasskontrastverhältnis |
| 4.1.5 | Glanz |
| 4.2 | Wasch- und Scheuerbeständigkeit |
| 5 | Gesamtbeurteilung |

1 Grundlagen

Ausgehend von den ständig wachsenden Kosten für Weißpigmente wurden verschiedene Strategien der Rezepturanpassung bei wässrigen Dispersionsfarben entwickelt. Wichtige Impulse auf diesem Wege wurden von Huber¹ gegeben. Eine weitere Grundlage für das Versuchskonzept bildeten verschiedene frühere Untersuchungen zum Einsatz von Neuburger Kieselerde in Straßenmarkierungs- und Fassadenfarben², die zeigten, dass sowohl das Antrocknungsverhalten wie auch die Atmungsaktivität und Abriebbeständigkeit durch diesen funktionellen Füllstoff positiv beeinflusst werden.

Der Preisdruck ist auf dem Sektor der kostengünstigen Innendispersionsfarben für den Do-it-yourself-Bereich sehr stark. Deshalb ist die Senkung der Fertigungskosten ein wichtiger Faktor für den Erfolg neuer Formulierungen. Um dabei gleichzeitig den anspruchsvolleren Anwendern gerecht werden zu können, ist der Einsatz von Rohstoffen mit ausgewogenem Preis/Leistungsverhältnis unerlässlich.

Aufgrund der unterschiedlichen Teilchenstruktur erfolgte die Titandioxidreduzierung beim Talkum im Verhältnis 1:2, bei der Neuburger Kieselerde im Verhältnis 1:4 zu Lasten des Calcitanteils.

2 Aufgabenstellung

Zielsetzung war die Rohstoffkosten durch Reduzierung des Titandioxidanteiles zu senken. Zusätzlich sollte der Gebrauchswert der Anstrichstoffe verbessert werden.

¹ Huber, Heinz "farbe + lack" 96 H. 1/1990 S. 24 - 26

² HOFFMANN MINERAL "Füllstoffoptimierung in Straßenmarkierungsfarben"
HOFFMANN MINERAL "Füllstoffvergleich in lösemittelhaltigen Fassadenfarben"

3 Versuchsdurchführung

3.1 Rohstoffkennwerte

Die wichtigsten Kennwerte (aus Herstellerunterlagen) sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst.

| Füllstoff/Pigment | Ölzahl in g/100g | Korngröße d ₅₀ in µm | Helligkeit (DIN 53 163) ³ | | pH-Wert | Preisindex ⁴ |
|-------------------|---------------------|------------------------------------|--------------------------------------|-----|---------|-------------------------|
| | | | Y | Z | | |
| Talkum | 50 | 2,5 | 96 | 103 | 8,6 | 2,8 |
| Calcit | 15 | 5 | 94 | 97 | 9 | 0,6 |
| Sillitin Z 89 | 50 | 1,8 | 89 | 89 | 8,5 | 1,0 |
| Titandioxid | 20 | -- | -- | -- | -- | 9,3 |

3.2 Rezepturen

Alle Versuche basieren auf einer einheitlichen Rezeptur (R0), bei der nur die Füllstoff-/Pigmentanteile variiert wurden (siehe letzte Seite).

| Rohstoffe | Masseteile | Einsatzzweck | Hersteller |
|--|------------|--------------------|--------------|
| Wasser deionisiert | 20,3 | Lösemittel | |
| Tylose 6000xp (2 %ige Lösung in deionisiertem Wasser) | 10,5 | Verdickungsmittel | Hoechst AG |
| Nopco 8034 | 0,3 | Entschäumer | Henkel KGaA |
| Additol XW 330 | 0,7 | Netzmittel | Hoechst AG |
| Ammoniak 25 %ig | 0,2 | pH-Korrektur | |
| Texanol | 1,0 | Verlaufhilfsmittel | Krahn Chemie |
| Acronal 290 D | 10,0 | Bindemittel | BASF AG |
| Titandioxid (Rutil 96 % TiO ₂) | 18 | Pigment | |
| Calcit | 39 | Füllstoff | |

³ Die Werte wurden durch Vergleichsmessungen im eigenen Labor ermittelt.

⁴ Die Basis für die Berechnung der Preisindizes war der ab-Werk-Preis von Sillitin Z 89 (Index = 1)

Füllstoff- und Pigmentanteile der Rezepturen mit Talkum

| | R0 | R1T | R2T | R3T | R4T | R5T | R6T |
|-------------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|
| Titandioxid | 18 | 16 | 14 | 12 | 10 | 8 | 6 |
| Calcit | 39 | 37 | 35 | 33 | 31 | 29 | 27 |
| Talkum | | 4 | 8 | 12 | 16 | 20 | 24 |
| PVK [%] | 79,64 | 79,83 | 80 | 80,16 | 80,31 | 80,49 | 80,64 |

Füllstoff- und Pigmentanteile der Rezepturen mit Sillitin Z 89

| | R0 | R1Z89 | R2Z89 | R3Z89 | R4Z89 | R5Z89 | R6Z89 |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Titandioxid | 18 | 16 | 14 | 12 | 10 | 8 | 6 |
| Calcit | 39 | 33 | 27 | 21 | 15 | 9 | 3 |
| Sillitin Z 89 | | 8 | 16 | 24 | 32 | 40 | 48 |
| PVK [%] | 79,64 | 79,96 | 80,29 | 80,56 | 80,86 | 81,11 | 81,4 |

3.3 Probenherstellung

3.3.1 Herstellung der Dispersionsfarben

Mit einem Labordissolver "Dispermat F 105" der Firma VMA Getzmann wurden die Ansätze von je 1 kg nach folgender einheitlicher Methode hergestellt:

- Wasser vorlegen und 2 %ige Tyloselösung zugeben;
- Nopco 8034 D, Additiol XW 330, Ammoniak und Texanol einrühren;
- Pigment und Füllstoffe hinzufügen und danach 20 min mit einer Umfangsgeschwindigkeit von 15 bis 20 m/s im Dissolver dispergieren;
- Acronal 290 D zugeben, ca. 10 min homogenisieren und über ein Sieb (150 µm) filtrieren;

Vor der weiteren Verarbeitung wurden die Farben mindestens 24 h bei Raumtemperatur konditioniert.

3.3.2 Prüfkörperherstellung

Die Dispersionen wurden durch Wasserzugabe auf eine Viskosität von 18 ± 6 sec mit dem DIN Auslaufbecher 6 mm eingestellt. Die Kornfeinheit wurde mit einem "Grindometer nach Hegman" laut DIN 53 203 bestimmt.

Die Filme wurden mit dem "Universal-Filmzieh- und Trocknungsprüfgerät" Modell 509/3 der Firma Erichsen gezogen.

Als Trägermaterial für die optischen Prüfungen dienten Kontrastkartons Form 10 H-BW der Leneta Company. Da die Feststoffgehalte bei allen Rezepturen annähernd gleich sind und demzufolge gleiche Trockenschichtdicken der Prüfkörper resultieren, wurden einheitliche Nassfilmdicken von 200 µm appliziert. Die Vermessung der Prüfkörper erfolgte nach einer Trocknungszeit von 48 h bei Raumtemperatur.

Die Scheuerprüfung erfolgte in Anlehnung an DIN 53 778, wobei jeweils eine Trockenschichtdicke von 100 ± 5 µm auf Folien, Typ 255 der Fa. Erichsen, appliziert wurde. Vor der Prüfung wurden die beschichteten Folien 28 Tage bei Raumtemperatur gelagert.

3.4 Charakterisierung der Dispersionsfarben

Von den Rezepturen wurde pH-Wert, Viskosität und Kornfeinheit bestimmt. Dabei zeigte sich, dass die Art der Füllstoffkombination keine signifikanten Unterschiede bei diesen Eigenschaften verursacht. Tendenziell liegen die pH-Werte bei Talkum geringfügig höher.

4 Ergebnisse

4.1 Optische Prüfungen

4.1.1 Normfarbwert Y

Die Messungen erfolgten mit dem Spektralphotometer "Mini-Scan" (Messoptik $d/8^\circ$) der Firma Hunterlab. Als Lichtquelle diente die Normlichtart D 65. Als Beobachtungswinkel waren 10° eingestellt.

Die Messwerte wurden an zwei Prüfstreifen ermittelt, an denen jeweils drei Punkte vermessen wurden. Die Auswertung erfolgte durch Mittelwertbildung.

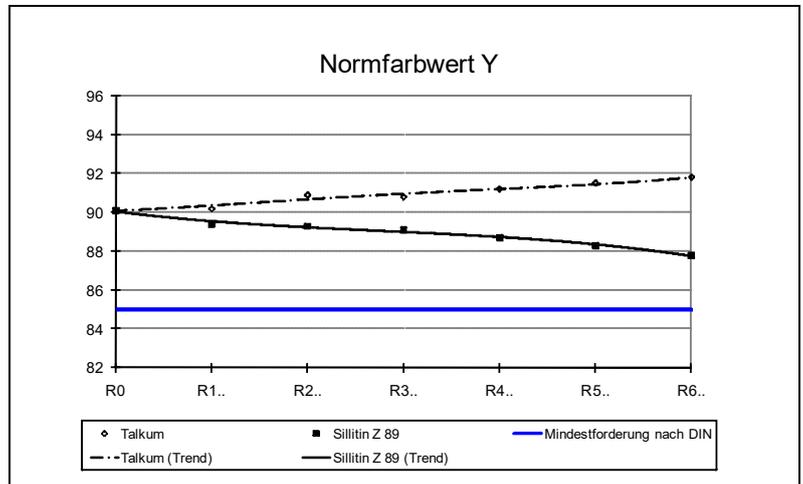


Abb. 1

Die Mindestanforderung der DIN 53 778 wird von allen Rezepturen erfüllt.

4.1.2 Normfarbwert Z

Die Messung des Normfarbwertes Z erfolgte analog der unter 4.1.1 beschriebenen Methode. Subjektiv beschreibt dieser Wert den Gelbstich der Prüfkörper.

Die Eigenfarbe von **Sillitin Z 89** führt bei höherer Dosierung zu einer Reduzierung des Normfarbwertes Z.

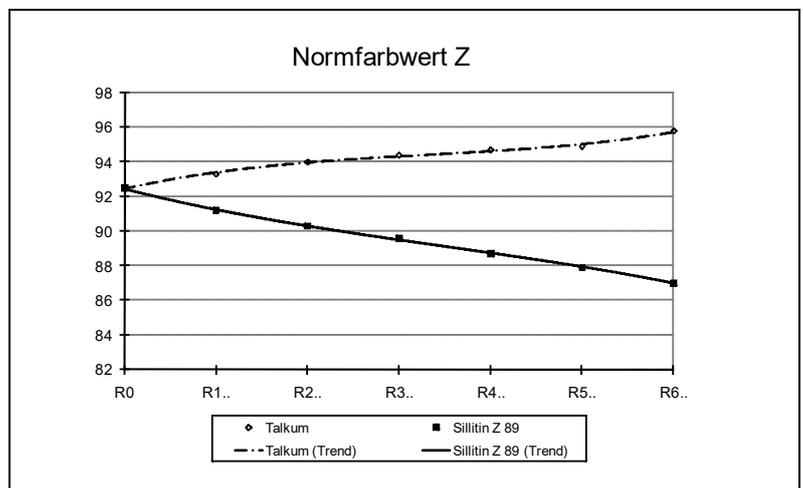


Abb. 2

4.1.3 Trockenkontrastverhältnis nach DIN 53 778 Teil III

Die Bestimmung erfolgte durch Messung des Normfarbwertes Y der Beschichtung über den schwarzen und weißen Feldern des Untergrundes. Das Kontrastverhältnis wurde nach folgender Formel berechnet:

$$KV = \frac{Y_{\text{(schwarz)}}}{Y_{\text{(weiß)}}} \times 100 \quad [\%]$$

Neuburger Kieselerde besitzt im Vergleich zum Talkum ein besseres Trockenkontrast-

verhältnis (Spacerwirkung). Dadurch besteht die Möglichkeit die Schichtdicke des Anstriches zu reduzieren. Dies würde nicht nur zu einer Verringerung der Materialkosten führen, sondern würde sich auch vorteilhaft auf die Atmungsaktivität der Beschichtung auswirken.

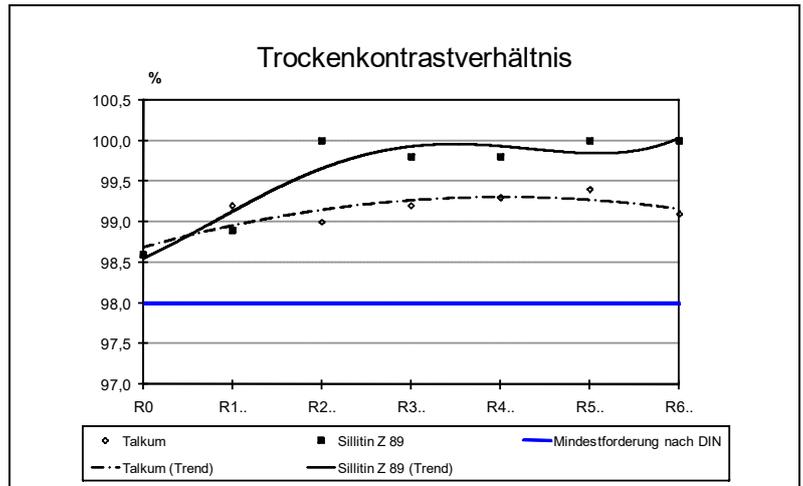


Abb. 3

4.1.4 Nasskontrastverhältnis

Zur Messung des Nasskontrastverhältnisses wurden die getrockneten Beschichtungen 15 Minuten in deionisiertes Wasser gestellt, so dass die vorhandenen Mikroporen vollständig mit Wasser gefüllt sind und es so zu keiner Lichtbrechung an der Porengrenzfläche kommen kann (Aufhebung des "High-Dry-Hiding-Effektes"). Nach der Wasserlagerung wurden die Beschichtungen sofort mit einer dünnen, farblosen PVC-Folie abgedeckt, um das Verdunsten des Wassers zu verhindern. Mit der unter 4.1.3 beschriebenen Methode wurde anschließend das Kontrastverhältnis in nassem Zustand bestimmt.

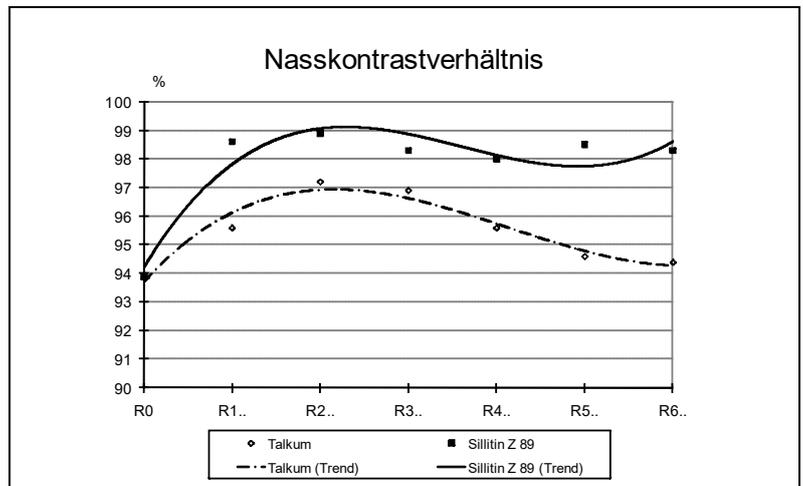


Abb. 4

Ein hohes Nasskontrastverhältnis wirkt sich wegen der Vermeidung von unnötigen Mehrfachbeschichtungen günstig auf den Materialverbrauch und die erforderliche Arbeitszeit aus. Der Aufwand für Nachbesserungen kann deutlich verringert werden.

Die Ergebnisse zeigten die gleiche Tendenz auf, die sich bereits beim Trockenkontrastverhältnis abzeichnete. Auch hier wird die hervorragende Spacerwirkung der Neuburger Kieselerde deutlich. Bei höherer Talkumdosierung fällt das Nasskontrastverhältnis deutlich ab.

4.1.5 Glanz nach DIN 67 530

Die Glanzmessungen wurden mit einem "mini glossmaster" der Fa. Erichsen durchgeführt.

Pro Rezeptur wurden zwei Folien beschichtet und 48 h bei Raumtemperatur getrocknet. Anschließend wurden an den Probekörpern jeweils 5 Einzelmessungen durchgeführt und aus den 10 Messwerten das arithmetische Mittel berechnet.

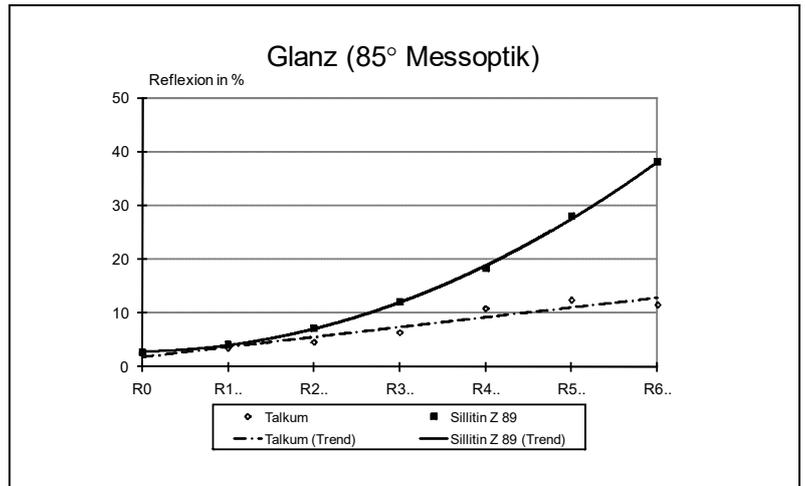


Abb. 5

Die Basisrezeptur R0 (mit Calcit) konnte die Forderung der DIN 53 778 für matte Innendispersionsfarben nicht erfüllen. Die Rezepturen R3T und R2Z89 erreichen den Sollwert von 7 ± 1 .

4.2 Wasch- und Scheuerbeständigkeit nach DIN 53 778 Teil II

Die Wasch- und Scheuerbeständigkeit wurde mit dem Scheuerprüfgerät, Modell 494 der Fa. Erichsen nach DIN 53 778 Teil II ermittelt. Sie dient als Maß für die Beständigkeit bei wiederholtem Reinigen von Innendispersionsfarben.

Die Messergebnisse zeigen, dass die Scheuerbeständigkeit mit zunehmender Titandioxidreduzierung generell abnimmt. Der Einsatz von Talkum verursacht einen stärkeren Rückgang der Scheuerbeständigkeit als dies bei der Neuburger Kieselerde der Fall ist.

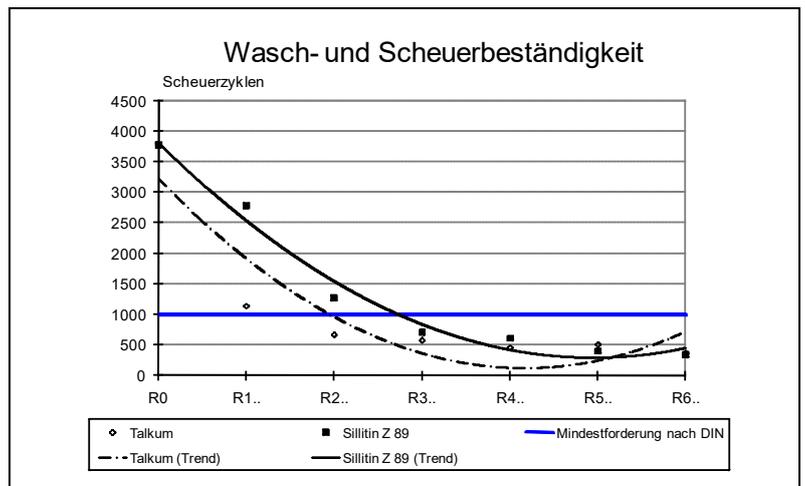


Abb. 6

Das bedeutet, dass mit Talkum eine Reduzierung des Titandioxidgehaltes von ca. 11 % (2 Teile) und mit **Sillitin Z 89** von ca. 22 % (4 Teile) erreichbar ist. Die DIN-Forderung von 1000 Scheuerzyklen für die Waschbeständigkeit wird dabei nicht unterschritten.

5 Gesamtbeurteilung

Die Ergebnisse der Untersuchung stimmen mit denen von Huber¹ überein. Die Überlegung, dass die ausgeprägte Spacerwirkung von besonders locker strukturierten Füllstoffen trotz Reduzierung des Pigmentgehaltes (TiO₂) eine Verbesserung des Deckvermögens bewirkt, wurde bestätigt.

Aufgrund der besonderen Struktur des Gemisches von korpuskularer, kryptokristalliner und amorpher Kieselsäure mit lamellarem Kaolinit erreicht die Neuburger Kieselerde eine deutlich bessere Spacerwirkung als der Talkum (rein lamellare Struktur).

Von entscheidender Bedeutung für die Gesamtaussage waren die Ergebnisse der Scheuerprüfung. Dabei zeigte sich, dass bei Einhaltung der DIN-Forderung mit Neuburger Kieselerde 22 % Titandioxid, mit Talkum dagegen nur 11 % Titandioxid eingespart werden können.

Mit **Sillitin Z 89** können preisgünstige Innendispersionsfarben formuliert werden. Die Auswirkung auf die Materialkosten sind aus der folgenden Tabelle ersichtlich.

| Rezepturen | R0 | R1T | R1Z89 | R2Z89 |
|----------------------------------|-----|-----|-------|-------|
| Rohstoffkostenindex ⁵ | 100 | 95 | 92 | 86 |

⁵ Basisrezeptur R0 = 100; Rohstoffpreise von 1991 in Deutschland.

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.