

**Neuburger Kieselerde in
wässrigem Korrosionsschutz DTM
Acrylat Einschichtsystem schwarz**

Verfasser: Barbara Mayer
Hubert Oggermüller

Inhalt

- 1 Einleitung

- 2 Experimentelles
 - 2.1 Rezeptur Lack
 - 2.2 Rezeptur Pasten
 - 2.3 Füllstoffe und Kennwerte
 - 2.4 Präparatives

- 3 Ergebnisse
 - 3.1 Viskosität Lack
 - 3.2 Lagerstabilität
 - 3.3 Glanz
 - 3.4 Haftfestigkeit
 - 3.5 Kondenswassertest
 - 3.5.1 Haftfestigkeit
 - 3.6 Salzprühtest
 - 3.6.1 Haftfestigkeit
 - 3.6.2 Enthftung am Ritz
 - 3.6.3 Gegencheck: Bariumsulfat in der Aktisil AM Rezeptur

- 4 Zusammenfassung

1 Einleitung

Heimwerken ist wieder voll im Trend und beliebt wie seit langen nicht mehr. Deshalb steigt auch die Nachfrage nach Produkten aus dem Bereich „do it yourself“. Für den Lackbereich bedeutet dies, dass vermehrt Produkte aus dem sogenannten Bereich „direct to metal“, kurz DTM, eingesetzt werden. Doch wofür steht ein DTM-Lack und welche Anforderungen soll er erfüllen?

Ein DTM Lack soll die korrosionsschützende Wirkung einer Grundierung und die hohen optischen Ansprüche an einen Decklack vereinen, die im Normalfall mit dem Auftrag von nur einer Schicht erreicht werden müssen. Daneben muss der Lack lagerstabil sein und gute Verarbeitungseigenschaften aufweisen, da oft keine spezielle Ausstattung vorhanden ist. Auch für gute Haftfestigkeit auf nicht speziell vorbehandelten Untergründen steht der DTM-Lack. Die gute Haftfestigkeit sollte dann unter korrosiver Belastung ebenso noch vorhanden sein. Und von der Beschichtung selbst wird eine möglichst lange Schutzzeit des Untergrundes vor Korrosion erwartet. Darüber hinaus sollen Umweltaspekte bezüglich Lösemittel und weiteren Inhaltsstoffen dabei ebenso berücksichtigt werden.

Diese vielfältigen Anforderungen stellen eine Herausforderung dar, weshalb im Bereich DTM Lacke hohe Entwicklungsaktivitäten erforderlich sind.

Ziel der nachfolgenden Arbeit ist es, den Entwicklern die positive Wirkung des funktionellen Füllstoffes Neuburger Kieselerde im Bereich wässriger DTM Acrylat Korrosionsschutzlacke aufzuzeigen und dadurch zur Aufwandsreduzierung der Entwicklungsarbeiten beizutragen.

2.3 Füllstoffe und Kennwerte

Abb. 3 gibt eine Übersicht über die wichtigsten Kennwerte der verwendeten Füllstoffe.

Die klassische Neuburger Kieselerde ist ein in der Natur entstandenes Gemisch aus korpuskularer Neuburger Kieselsäure und lamellarem Kaolinit, ein loses Haufwerk, das durch physikalische Methoden nicht zu trennen ist. Der Kieselsäureanteil weist durch die natürliche Entstehung eine runde Kornform auf und besteht aus ca. 200 nm großen, aggregierten Primärpartikeln. Durch diese einmalige Struktur ergeben sich die relativ hohe spezifische Oberfläche und Ölzahl. Die Korngröße wird über den physikalischen Trennprozess festgelegt. Durch Oberflächenfunktionalisierung der klassischen Neuburger Kieselerde mit Aminosilan entsteht daraus das Produkt mit der Bezeichnung Aktisil AM.

		HOFFMANN MINERAL®	
		Füllstoffe und Kennwerte	
		Bariumsulfat natürlich (BaSO ₄)	Aktisil AM
EINLEITUNG			
EXPERIMENTELLES			
ERGEBNISSE	Korngröße d ₅₀ [µm]	2,9	2,2
ZUSAMMENFASSUNG	Korngröße d ₉₇ [µm]	14	10
	Ölzahl [g/100g]	14	45
	Spezifische Oberfläche [m ² /g]	0,8	9
	Dichte [g/cm ³]	4,4	2,6
	Funktionalisierung	---	Amino
VM-0/0222/02.2022			

Abb. 3

2.4 Präparatives

Die Bedingungen zur Herstellung und Applikation der Lacke sowie die Trocknungsbedingungen der Bleche vor den Prüfungen sind aus *Abb. 4* zu entnehmen.

Die Zugabereihenfolge der Rohstoffe entspricht ihrer Position in den entsprechenden Rezepturen. Für den Korrosionsschutzlack wurden zwei Pigmentpräparationen hergestellt. Die Füllstoffpaste wurde in einer am Dissolver adaptierten Perlmühle bei 6,0 m/s für 10 Minuten angerieben. Das Volumenverhältnis Glasperlen zu Füllstoffpaste betrug 1:1. Die Pigmentpaste Schwarz wurde durch Zahnscheibendispergierung bei 4,2 m/s hergestellt. Das Verfahren des verteilenden Mischens ist möglich, da es sich beim verwendeten Pigment um eine in wässrigen Systemen besonders leicht zu dispergierende Rußzubereitung handelt. Die Mischzeit betrug 20 Minuten. Am nächsten Tag wurde der Lack am Dissolver mit Zahnscheibe hergestellt. Nach Zugabe aller Komponenten wurde für 5 Minuten bei 2,5 m/s gemischt und der fertige Lack anschließend in Metalldosen abgefüllt.

Die Applikation sollte bei einer Viskosität von 400 bis 500 mPa·s bei 25 s⁻¹ erfolgen. Dafür wurde die Aktisil AM-Formulierung vor dem Auftragen mit 10 Prozent deionisiertem Wasser verdünnt. Die Bariumsulfat-Rezeptur wurde unverdünnt aufgetragen. Als Applikationswerkzeug wurde ein Kastenraker verwendet. Die kaltgewalzten Stahlbleche vom Typ Q-Panel R 48 wurden mit Lösungsmittel gereinigt und anschließend die Lacke in einer Schicht aufgetragen. Die Trockenschichtdicke lag bei ca. 80 µm.

Als Trocknungsbedingungen wurden zwei Varianten gewählt. Sieben Tage Trocknung bei 23 °C und 50 % relativer Feuchte für die Glanz- und Haftfestigkeitsprüfung. Für die Korrosionsschutztests erfolgte nach Staubtrockenheit bei Raumtemperatur im Anschluss eine forcierte Trocknung für 30 Minuten bei 60 °C. Zwischen forcierter Trocknung und Trocknung bei Raumtemperatur wurde in den Korrosionsschutztests kein signifikanter Unterschied gefunden.

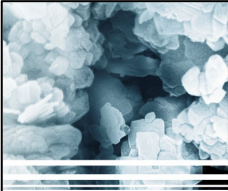


 EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG		
	<h3>Präparatives</h3>	
	Herstellung	<u>Paste Füllstoff:</u> <ul style="list-style-type: none"> • Dissolver mit adaptierter Perlmühle • 10 min bei 6,0 m/s • Perlen v/v 1:1 <u>Paste Schwarz:</u> <ul style="list-style-type: none"> • Dissolver mit Zahnscheibe • 20 min bei 4,2 m/s <u>Lack:</u> <ul style="list-style-type: none"> • Dissolver mit Zahnscheibe • Nach Zugabe aller Komponenten final 5 min bei 2,5 m/s
	Applikation	Kastenraker Applikationsviskosität: 400 bis 500 mPa·s bei 25 s ⁻¹ BaSO ₄ -Formulierung: unverdünnt Aktisil AM-Formulierung: verdünnt mit 10 % Wasser Substrat: kaltgewalzter Stahl, Q-Panel Typ R 48 TSD ca. 80 µm
	Trocknungsbedingungen	Glanz, Haftfestigkeit: 23 °C / 50 % relative Feuchte, 7 d Korrosionsschutztests: staubtrocken, dann 30 min 60 °C
VM-0/0222/02.2022		

Abb. 4

3 Ergebnisse

3.1 Viskosität Lack

Die Viskosität wurde in einem MCR 300 Rheometer mit Zylindersystem CC17 über eine logarithmische Scherrampe bestimmt. In Abb. 5 sind die Viskositätswerte nach 35 Tagen Lagerung bei Raumtemperatur dargestellt. Die Viskositätskurve der Bariumsulfatrezeptur liegt im niedrigen Scherbereich deutlich höher als die der Aktisil AM Rezeptur. Als Ursache hierfür kommen sowohl die benötigten Rheologieadditive zur Verhinderung der Sedimentation in der Füllstoffpaste des Bariumsulfats in Betracht als auch weitere Rezepturkomponenten wie beispielsweise das Korrosionsschutzpigment. In der Aktisil AM enthaltenden Füllstoffpaste wird Beides nicht benötigt.

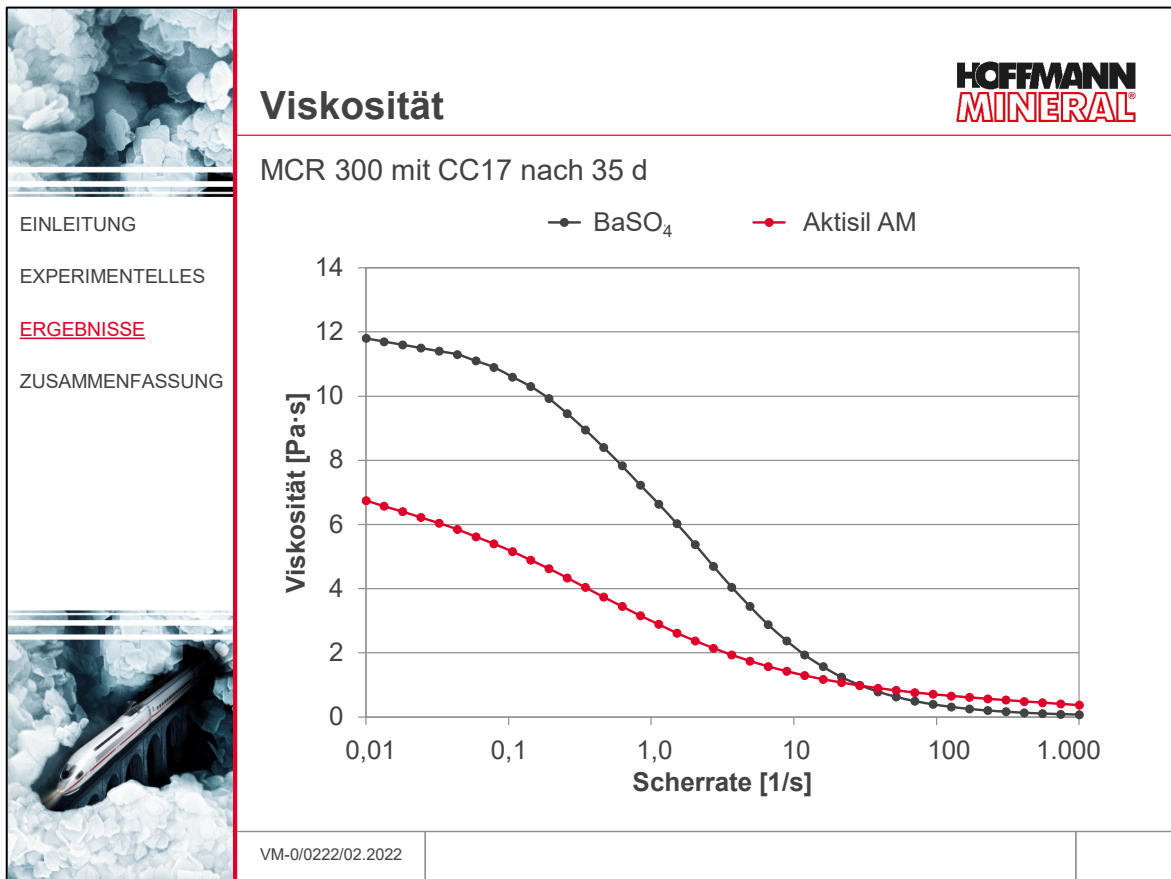


Abb. 5

3.2 Lagerstabilität

Die Lagerstabilität der Lacke wurde nach 8 Wochen Lagerung bei 40 °C bestimmt. Dazu wurde mit demselben Messverfahren wie bei 3.1 Viskosität Lack gearbeitet. Das Ergebnis ist in *Abb. 6* dargestellt. Die Viskositätsänderung der bariumsulfathaltigen Formulierung im Niederscherebereich ist grau schraffiert. Als Ursache für den Anstieg der Viskosität während der Lagerung kommen die bereits bei der Viskosität diskutierten Umstände in Frage. Dagegen ist bei der Aktisil AM enthaltenden Rezeptur praktisch keine Änderung der Viskosität über den gesamten Messbereich und Zeitraum feststellbar. Beide Lackformulierungen hatten nach 8 Wochen Lagerung kein Sediment.

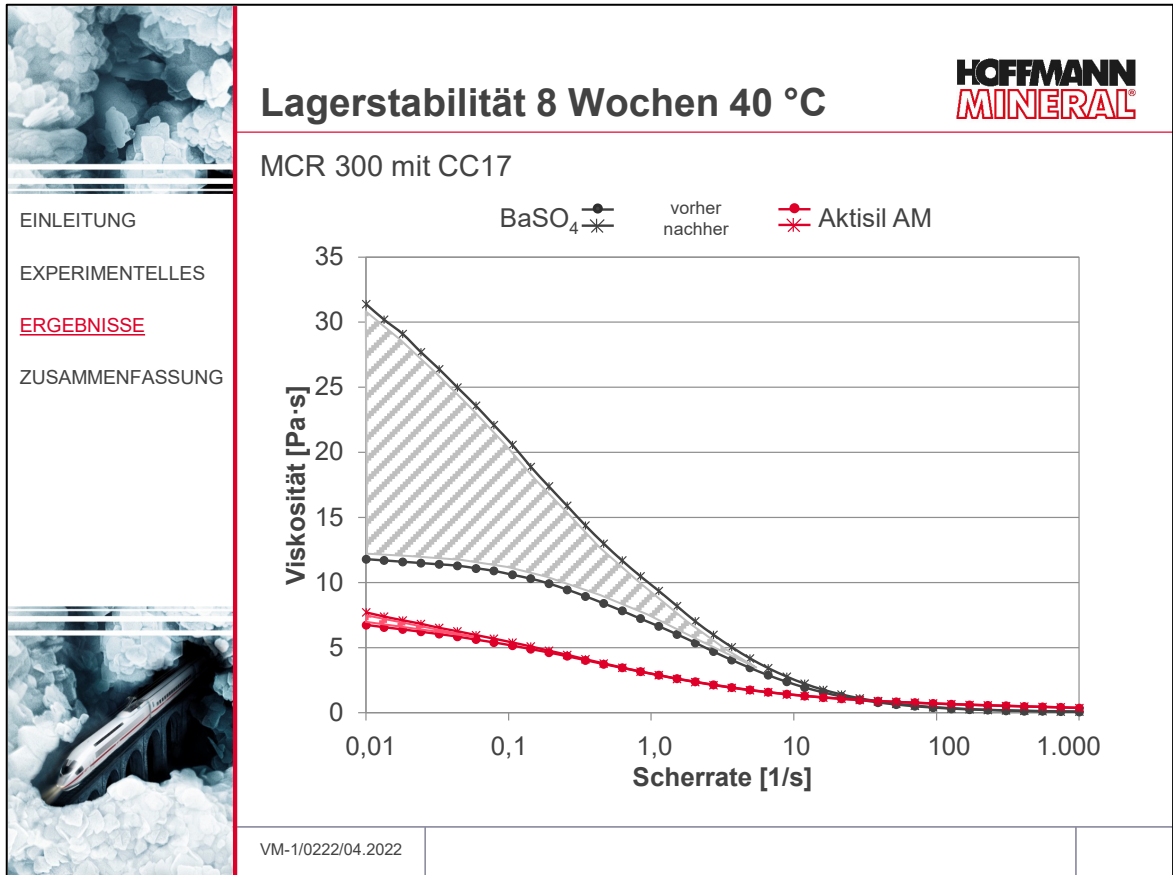


Abb. 6

3.3 Glanz

Der Glanz wurde mit einem micro-TRI-gloss Gerät der Firma Byk Gardner bestimmt (Abb. 7). Die Bariumsulfatrezeptur liegt im seidenmatten Bereich. Dagegen erzielt Aktisil AM in der entsprechenden Formulierung eine Glanzerhöhung in allen drei Messwinkeln.

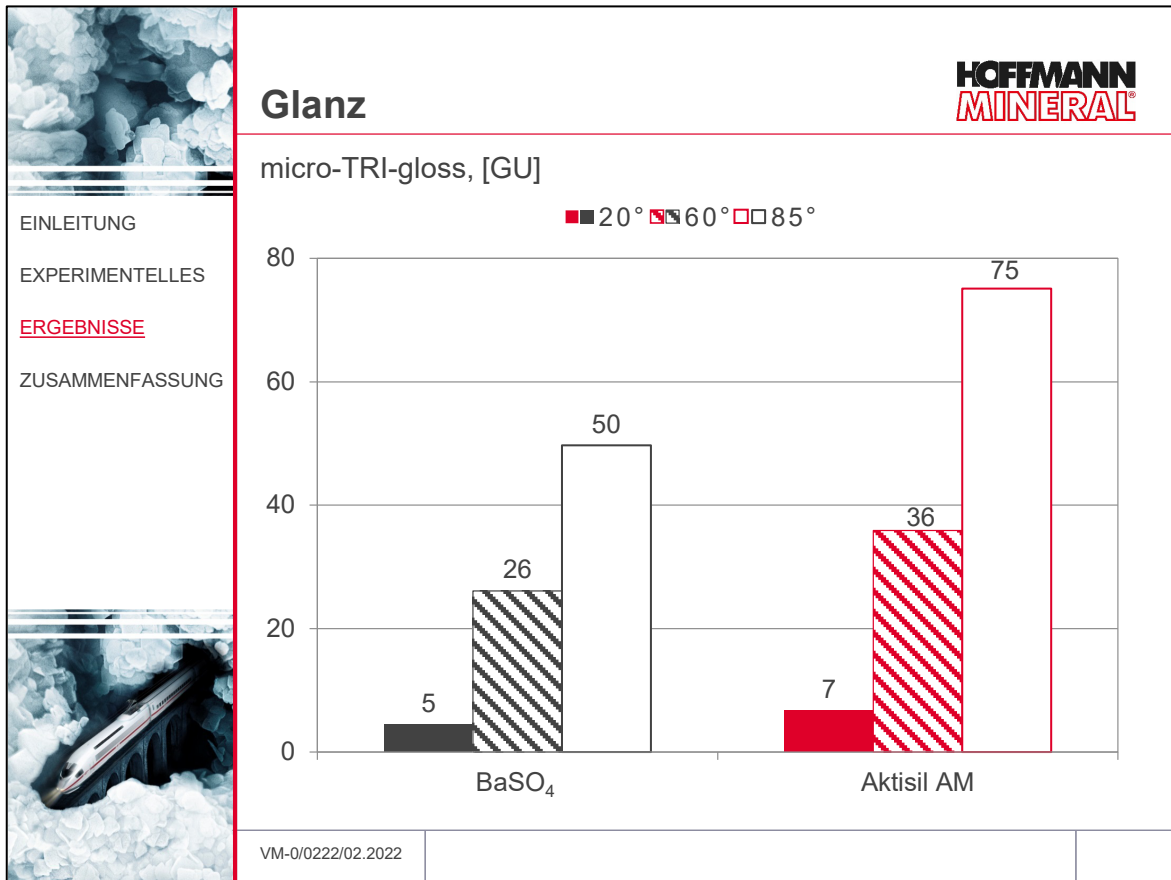


Abb. 7

3.4 Haftfestigkeit

Die Haftung der Beschichtung zum Substrat im unbelasteten Zustand wurde mittels Gitterschnittprüfung mit Klebeband gemäß DIN EN ISO 2409 getestet.

Wie in *Abb. 8* zu sehen, erzielten beide Varianten den Gitterschnittkennwert 0 und somit hervorragende Haftung zum Substrat kaltgewalzter Stahl.

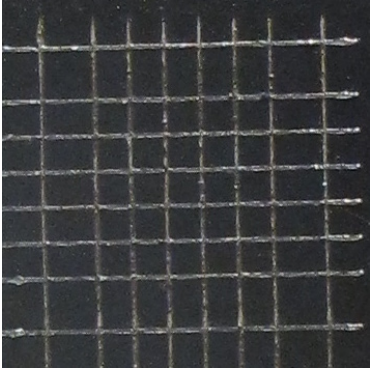
 EINLEITUNG EXPERIMENTELLES ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG 	<h2>Haftfestigkeit</h2> 
	<p>Gitterschnitt 2 mm mit Klebeband</p> <p>Alle Rezepturen zeigten exzellente Haftfestigkeit zum Substrat: Gitterschnittkennwert: 0</p> 
VM-0/0222/02.2022	

Abb. 8

3.5 Kondenswassertest

Die Prüfbleche wurden nach der forcierten Trocknung für 250 Stunden im Kondenswasser-Konstantklima (CH) bei 40 °C nach DIN EN ISO 6270-2 belastet.

3.5.1 Haftfestigkeit

Die Haftfestigkeitsprüfung wurde mittels 2 mm Gitterschnittprüfung mit Klebebandabriss durchgeführt.

Während der Kondenswasserprüfung erfolgte eine frühe Zwischenbewertung der Haftfestigkeit. Dazu wurden die Bleche nach 18 Stunden Belastung aus dem Test genommen und nach 1 Stunde Regeneration bei 23 °C und 50 % relativer Feuchte im somit noch feuchten Zustand getestet. Die Bariumsulfat-enthaltende Beschichtung zeigte zu diesem Zeitpunkt bereits keine Haftung mehr zum Substrat und wurde deshalb mit Kennwert 5 bewertet. Obwohl die Rezeptur mit Aktisil AM kein Korrosionsschutzpigment enthält war die Haftfestigkeit vollständig vorhanden und wurde deshalb mit Kennwert 0 bewertet. Nach 250 Stunden wurde die Kondenswasserprüfung beendet und wieder die Haftfestigkeit geprüft. Um diese im trockenen Zustand zu beurteilen wurden die Bleche 24 Stunden regeneriert. Auch hier erzielte die Aktisil AM Variante einen Kennwert von 0 und somit unverändert hervorragende Haftung zum Substrat. Die Beschichtung mit Bariumsulfat konnte die Haftfestigkeit nicht wieder vollständig herstellen und erreichte deshalb einen Kennwert von 1. Die Bilder der Gitterschnitte sind in *Abb. 9* zu sehen.

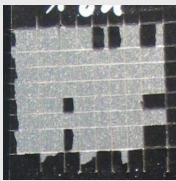
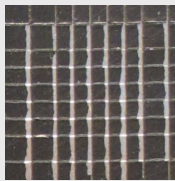
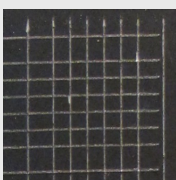
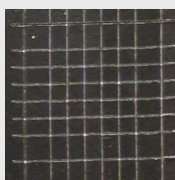
		Kondenswassertest		
		Haftfestigkeit		
EINLEITUNG EXPERIMENTELLES <u>ERGEBNISSE</u> ZUSAMMENFASSUNG		Gitterschnitt 2 mm mit Klebeband		
		Belastungsdauer	18 h	250 h
		Regenerationszeit 23 °C, 50 % rel. F.	1 h	24 h
BaSO ₄				
Kennwert		5	1	
Aktisil AM ohne Korrosions- schutz- pigment				
Kennwert		0	0	
VM-0/0222/02.2022				

Abb. 9

3.6 Salzprühtest

Es wurde die neutrale Salzsprühnebelprüfung (NSS) nach DIN EN ISO 9227 durchgeführt. Die Haftfestigkeit wurde an der unverletzten Beschichtung mittels Gitterschnitt geprüft. Zum Bewerten der von einer definierten Beschädigung ausgehenden Enthftung wurde auf weiteren Blechen mittig ein 10 cm langer Ritz mit Ritzstichel nach Sikkens (Durchmesser 1 mm) angebracht.

3.6.1 Haftfestigkeit

Analog zum Kondenswassertest erfolgte auch beim Salzprühtest eine frühe Zwischenbewertung der Haftfestigkeit nach 18 Stunden Belastung mittels 2 mm Gitterschnittprüfung mit Klebebandabriss. Nach einer Regenerationszeit von 1 Stunde bei 23 °C und 50 % relativer Feuchte wurde noch im feuchten Zustand geprüft. Das Ergebnis stellte sich wie beim Kondenswassertest dar. Die Bariumsulfat enthaltende Beschichtung hatte kompletten Haftungsverlust und somit Kennwert 5, wogegen die mit Aktisil AM ohne Korrosionsschutzpigment unverändert vollständige Haftung zum Substrat zeigte und deshalb Kennwert 0 erhielt.

Nach 250 Stunden wurde die Salzsprühnebelprüfung beendet und die Haftfestigkeit nach 1 Stunde und 24 Stunden Regeneration geprüft. Auch nach 250 Stunden konnte für die Aktisil AM enthaltende Beschichtung unverändert die vollständige Haftfestigkeit zum Substrat festgestellt werden. Der Bariumsulfat enthaltende Lack war nach 1 Stunde Regeneration unverändert schlecht wie zur frühen Zwischenbewertung. Erst nach 24 Stunden Regeneration, wenn die Beschichtung rückgetrocknet ist, baut sich die Haftfestigkeit wieder zum Substrat auf. In *Abb. 10* sind die Gitterschnittbilder zu sehen.

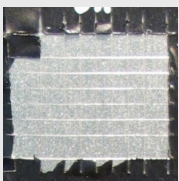
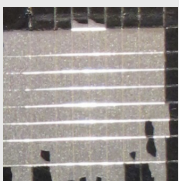
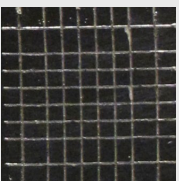
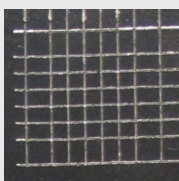
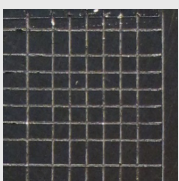
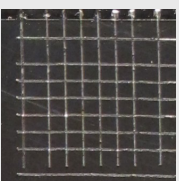
		Belastungsdauer		
		18 h	250 h	
Regenerationszeit 23 °C, 50 % rel. F.		1 h	1 h	24 h
BaSO ₄				
	Kennwert	5	5	0
Aktisil AM ohne Korrosions- schutz- pigment				
	Kennwert	0	0	0

Abb. 10

3.6.2 Enthftung am Ritz

Nach Beenden des Salzsprhntests wurde die enthftete Beschichtung mechanisch mit Hilfe eines Cuttermessers entfernt. Abgetragen wurde dabei nur die lose Beschichtung bis zur Grenze, an der wieder Haftung zum Substrat vorhanden war.

Wie bei der Haftfestigkeitsprfung wurde auch bei der Enthftung am Ritz ein frherer Zeitpunkt fr eine Zwischenbewertung gewhlt. Nach 90 Stunden Belastung und 24 Stunden Regeneration bei Normklima wurde die nicht mehr auf dem Substrat haftende Beschichtung entfernt. Dabei zeigte sich, dass der enthftete Bereich der Beschichtung bei der Bariumsulfatrezeptur mit 10 mm doppelt so breit war als der des Aktisil AM mit nur 4 mm.

Nach 250 Stunden wurde der Salzsprhntest beendet. Die frhe Enthftung nach nur 1 Stunde Regenerationszeit, welche in etwa den belasteten Zustand nachstellt, zeigte eine vollstndige Enthftung des Bariumsulfatlackes. Dagegen erzielte die Aktisil AM enthaltende Beschichtung nur 8 mm Enthftung. Nach 24 Stunden Regeneration und somit im trockenen Zustand bewertet zeigte sich, dass die Enthftung bei der Bariumsulfat enthaltenden Beschichtung 16 mm betrgt. Die Aktisil AM enthaltende Formulierung blieb mit 7 mm Enthftung weiterhin auf ihrem guten Niveau wie in Abb. 11 dargestellt.

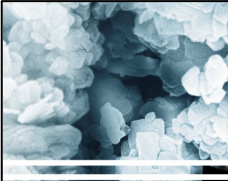

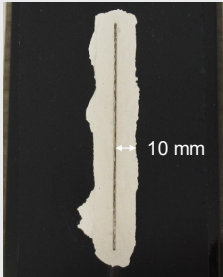


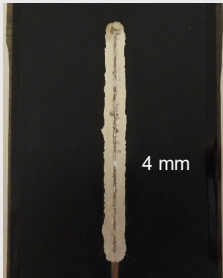
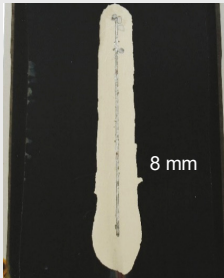
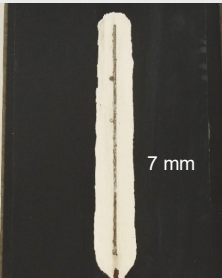
		Salzsprhntest Enthftung am Ritz					
		90 h		250 h			
		24 h		1 h		24 h	
 EINLEITUNG EXPERIMENTELLES <u>ERGEBNISSE</u> ZUSAMMENFASSUNG 	BaSO ₄						
	Aktisil AM ohne Korrosions- schutz- pigment						
VM-0/0222/02.2022							

Abb. 11

In Abb. 12 wird die Enthaffungsbreite beider Lacke nochmals als Zeitstrahl der Belastungsdauer dargestellt und verglichen. So wird deutlich, dass mit der Aktisil AM Rezeptur annähernd eine dreifach höhere Lebensdauer erreicht wird.

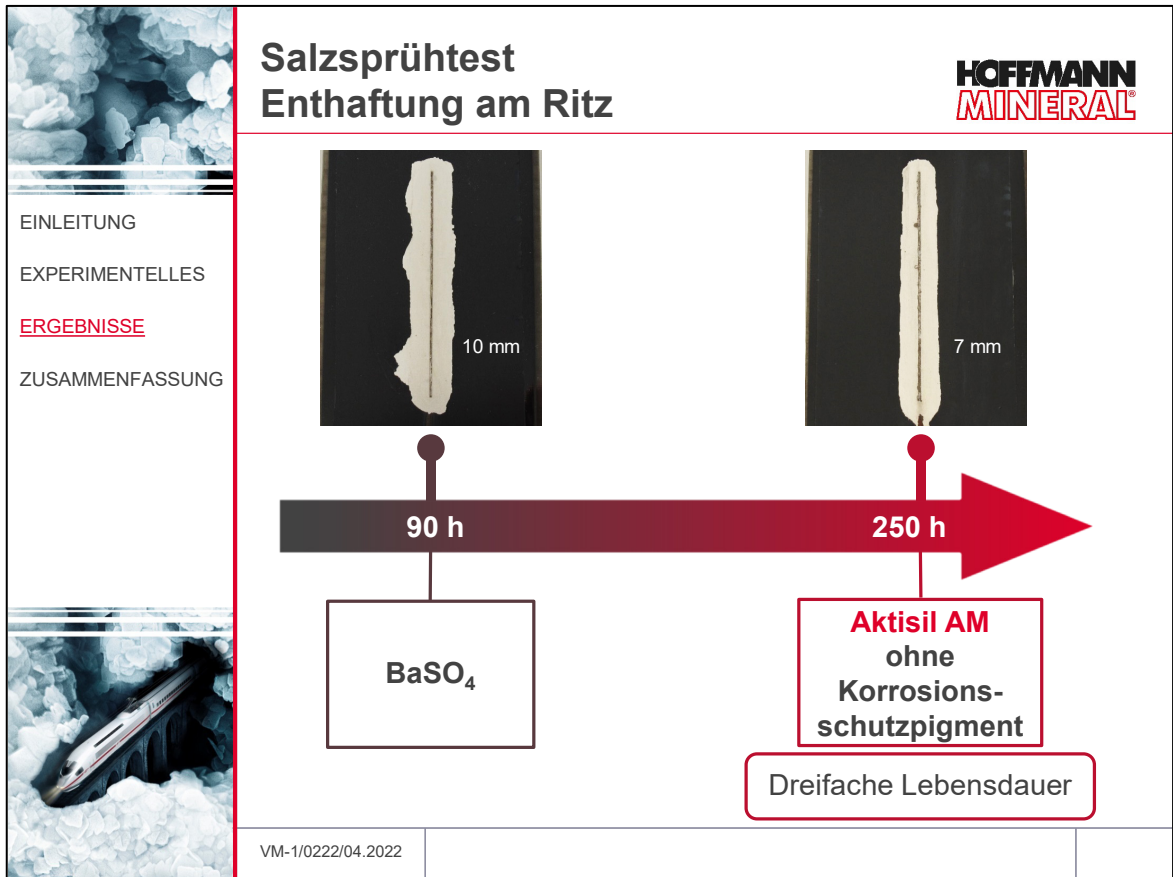


Abb. 12

3.6.3 Gegencheck: Bariumsulfat in der Aktisil AM Rezeptur

Um auszuschließen, dass die Leistungssteigerung im Korrosionsschutz der Aktisil AM Formulierung ausschließlich von der additivseitigen Rezepturänderung verursacht wird, wurde das Bariumsulfat in dieser Rezeptur auch geprüft. Das Ergebnis ist in *Abb. 13* dargestellt. Die Fotos entstanden nach 250 Stunden neutralem Salzsprühtest und die Beurteilung erfolgte nach 24 Stunden Regeneration im trockenen Zustand. Trotz langer Regenerationszeit löste sich die Beschichtung bei der Gitterschnittprüfung mit Klebeband vollständig ab und erhielt Kennwert 5. Ebenso stellte sich die vom Ritz ausgehende Enthaftung der Beschichtung maximal verschlechtert dar. Das natürliche Bariumsulfat zeigte in der Aktisil AM Rezeptur ohne Korrosionsschutzpigment damit sogar schlechtere Ergebnisse als in der Ausgangsformulierung. Dieser Gegencheck zeigt sehr anschaulich, wie wichtig eine auf den jeweiligen Füllstoff abgestimmte Rezepturierung ist.

 EINLEITUNG EXPERIMENTELLES <u>ERGEBNISSE</u> ZUSAMMENFASSUNG	<h2>Gegencheck: Bariumsulfat in der Aktisil AM Rezeptur</h2> 	
	250 h NSS und 24 h Regenerationszeit bei 23 °C, 50 % rel. Feuchte	
	Aktisil AM	BaSO₄
		
	Enthaftung: 7 mm Gitterschnitt: 0	Enthaftung: vollständig Gitterschnitt: 5
	<small>VM-0/0222/02.2022</small>	

Abb. 13

4 Zusammenfassung

Durch abgestimmte Rohstoffauswahl und Verwendung der oberflächenbehandelten Neuburger Kieselerde Aktisil AM wurde im hier getesteten Acrylat Einschichtsystem (DTM) ein Vielfaches der Korrosionsschutzdauer erreicht. Dabei wurde folgendes im Einzelnen erzielt:

- Lagerstabile Füllstoffpaste ohne Verdicker
- Lackformulierung mit höherer rheologischer Stabilität
- Höherer Glanz
- Gute Haftfestigkeit zum Substrat, auch während der Korrosionsbelastung
- Verbesserung der Enthftung am Ritz, auch während der Korrosionsbelastung
- Hohe Leistungsfähigkeit mit Korrosionsschutzinhibitor ohne Korrosionsschutzpigment

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.