

**Neuburger Kieselerte**  
**für Epoxy-Pulverlack**  
**Pipelinebeschichtungen**

Verfasser:           Hubert Oggermüller  
                          Susanne Reiter

## **Index**

1. Einleitung
  
2. Experimentelles
  - 2.1. Basisrezeptur und Variationen
  - 2.2. Verwendete Füllstoffe und deren Kennwerte
  - 2.3. Herstellung und Applikation
  
3. Ergebnisse
  - 3.1. Prüfungen ohne signifikanten Einfluss der Füllstoffe auf das Ergebnis
  - 3.2. Fluidisierbarkeit
  - 3.3. Abscheidewirkungsgrad
  - 3.4. Ablaufneigung
  - 3.5. Glanz 60°
  - 3.6. Visuelle Beurteilung der Oberfläche
  - 3.7. Impact / Reverse Impact
  - 3.8. Tiefung
  - 3.9. Dornbiegeversuch
  - 3.10. Abrieb (Taber) mit CS 17 Reibrädern und S 42 Schmirgelstreifen
  - 3.11. Salzsprühtest
  - 3.12. Kondenswassertest
  - 3.13. Chemikalienbeständigkeit in Wasser bei 90°C
  
4. Zusammenfassung und Ausblick

# 1 Einleitung

In dem vorliegenden Bericht wird die Neuburger Kieselerde im Vergleich zu verschiedenen Füllstoffklassen in einer Pulverlack Pipelinebeschichtung auf Epoxidharzbasis geprüft. Ziel der Untersuchung war es, durch Variation der Füllstoffe das Eigenschaftsprofil der Pipelinebeschichtung zu verbessern.

Die Projektdurchführung erfolgte durch das iLF in Magdeburg unter der Leitung von H. Dipl. Ing. Markus Witter, von November 2005 bis Mai 2006. Korrosionsschutzprüfungen und Chemikalienbeständigkeitsprüfungen, ohne kathodische Enthftung, wurden im Lacklabor von Hoffmann Mineral durchgeführt.

## 2 Experimentelles

### 2.1 Basisrezeptur und Variationen

Die in *Abb. 1* dargestellte Richtrezeptur der Firma Hexion (ehemals Resolution) diene als Grundlage für die Untersuchung. Epikote 1055 ist ein Epoxidfestharz auf Basis Bisphenol A / Epichlorhydrin mit einer Epoxidäquivalentmasse von ca. 850, Epi-Cure 104, ein beschleunigtes Dicyanamid als Härter. Hervorgehoben ist der Füllstoff, der variiert wurde.

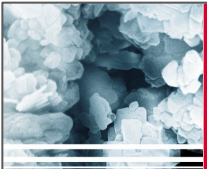
 <b>EXPERIMENTELLES</b>		<b>Rezeptur</b>		<b>HOFFMANN MINERAL</b>	
		Basisrezeptur (Fa. Hexion)			
ERGEBNISSE				<b>Gewichtsteile</b>	
• Applikationseigenschaften		Epikote 1055	Epoxidfestharz	827	
• Optische Eigenschaften		Epi-cure Curing Agent P-104	Härter	33	
• Mechanik		BYK 368-P	Verlaufsadditiv	10	
• Beständigkeiten		Eisenoxid rot 3296	Farbpigment	15	
ZUSAMMENFASSUNG		Schwerspat	Füllstoff	120	
		Summe		1005	
		Dichte		1,32	
		PVK (%)		4,2	
		VM-01/1207/03.2009			

Abb. 1

Ausgehend von den 120 Teilen Schwerspat, entsprechend einer PVK von 4,2 %, wurde eine Rezeptur ganz ohne Füllstoff als Nullprobe ergänzt. Unter Beibehaltung der PVK wurde Sillitin Z 86 eingesetzt. Aufgrund bestehender Rezepturen aus der Praxis wurde die PVK auf 7,6 % erhöht und die in *Abb.2* dargestellten Füllstoffe eingesetzt.

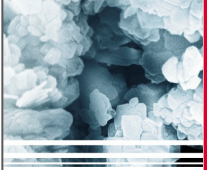

		<b>Rezeptur</b>										
		<b>HOFFMANN MINERAL</b>										
 <p><b>EXPERIMENTELLES</b></p> <p>ERGEBNISSE</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Applikations-eigenschaften</li> <li>• Optische Eigenschaften</li> <li>• Mechanik</li> <li>• Beständigkeiten</li> </ul> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p> 	Füllstoffvariationen											
	Ohne Füllstoff											
	Schwerspat		120									
	<b>Sillitin Z 86</b>			74								
	Schwerspat				240							
	<b>Sillitin Z 86</b>					149						
	<b>Aktisil AM</b>					149						
	<b>Aktisil MM</b>					149						
	(NCC) Natürliches Calciumcarbonat						154					
	Wollastonit							163				
	Kaolin								149			
	Glimmer									162		
	Talkum										159	
	PVK (%)		0,4	4,2	4,2	7,6	7,6	7,6	7,6	7,6	7,6	7,6
	VM-01/1207/03.2009											

Abb. 2

## 2.2 Verwendete Füllstoffe und deren Kennwerte

Die Neuburger Kieselerde, die nahe Neuburg an der Donau abgebaut wird, 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 natürliche Entstehung eine runde Kornform auf und besteht aus ca. 200 nm großen, aggregierten, kryptokristallinen Primärpartikeln. Durch diese Struktur ergeben sich die relativ hohe spezifische Oberfläche und Ölzahl, woraus neben rheologischer Aktivität auch gute mechanische Eigenschaften resultieren.

Stellvertretend für die Neuburger Kieselerde werden als Basismaterial Sillitin Z 86 sowie die oberflächenmodifizierten (gecoateten) Typen Aktisil AM (ein aktiviertes Sillitin Z 86, bei dem die Oberfläche mit einer amino-funktionellen Gruppe modifiziert wurde) und eine analoge Variante mit einer mercapto-funktionellen Gruppe als Aktisil MM den Untersuchungen unterzogen. Als Referenzfüllstoffe dienen Schwerspat, Calciumcarbonat (nachfolgend mit NCC gekennzeichnet), Wollastonit, Kaolin, Glimmer und Talkum.

In *Abb. 3* dargestellt sind die mittleren und oberen Korngrößen, die Ölzahlen und spezifischen Oberflächen der verwendeten Füllstoffe. Bis auf den etwas gröberen Wollastonit und Glimmer sind die Füllstoffe von ihrer Korngrößenverteilung ungefähr vergleichbar. Schwerspat und Calciumcarbonat haben eine sehr geringe Ölzahl, alle anderen liegen vergleichbar zwischen 47 und 66 g Öl pro 100 g Füllstoff. Die kleinste Oberfläche von 0,7 m<sup>2</sup>/g weist Schwerspat auf, gefolgt von Wollastonit (1,1 m<sup>2</sup>/g) und Calciumcarbonat (3,4 m<sup>2</sup>/g). Glimmer und Talkum sind gleich mit ca. 5 m<sup>2</sup>/g Füllstoff. Aktisil MM, AM und Sillitin Z 86 haben höhere BET Oberflächen von 7,4 bis 11,1 m<sup>2</sup>/g, die höchste hat Kaolin mit 17,8 m<sup>2</sup>/g.

	Korngröße $d_{50} / d_{97}$		Ölzahl	Spezifische Oberfläche BET	Oberflächen- behandlung
	[ $\mu\text{m}$ ]		[g/100 g]	[ $\text{m}^2/\text{g}$ ]	
Schwerspat	4,3	17	12	0,7	ohne
<b>Sillitin Z 86</b>	<b>1,9</b>	<b>8</b>	<b>47</b>	<b>11,1</b>	<b>ohne</b>
<b>Aktisil AM</b>	<b>2,2</b>	<b>10</b>	<b>53</b>	<b>9,0</b>	<b>amino- funktionalisiert</b>
<b>Aktisil MM</b>	<b>2,3</b>	<b>10</b>	<b>48</b>	<b>7,4</b>	<b>mercapto- funktionalisiert</b>
NCC	1,9	7	27	3,4	ohne
Wollastonit	12,3	77	55	1,1	ohne
Kaolin	2,0	11	65	17,8	ohne
Glimmer	14,5	53	66	5,7	ohne
Talkum	7,1	20	55	4,5	ohne

VM-01/1207/03.2009

Abb. 3

## 2.3 Herstellung und Applikation

Zur Herstellung der Pulverlackrezepturen wurden zunächst die einzelnen Komponenten eingewogen und anschließend in einem Universalmischer (Fa. MIT Mischtechnik GmbH) 10 Minuten lang bei  $500 \text{ min}^{-1}$  gemischt.

Diese Vormischung wurde in einem Doppelschnecken-Extruder MP 19 (Fa. APV Baker,  $D = 19\text{mm}$ ,  $L = 25 D$ ) extrudiert. Die Temperaturen des Extruders lagen im Eintrittsbereich bei  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  und in der Prozesszone bei  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ . Die Extrusion erfolgte bei einer Drehzahl von  $300 \text{ min}^{-1}$  und einer Belastung von 55 % bis 65 %.

Das Extrudat wurde grob gebrochen, in einer Ultrazentrifugalmühle (Pulverisette 14, Fa. Fritsch) bei  $16000 \text{ min}^{-1}$  gemahlen und über ein Sieb mit  $100 \mu\text{m}$  Maschenweite gesiebt. Substratabhängig wurde mit zwei verschiedenen Methoden appliziert:

- mit einer Corona-Pulverpistole (70 kV) auf Q-Panel R 36 Stahlbleche für die optischen Prüfungen und der Martenshärte, Schichtdicke 100 - 150  $\mu\text{m}$ .
- mit Triboapplikation auf gestrahlten Stahlblechen (50 - 70  $\mu\text{m}$  Rautiefe) für die mechanischen Prüfungen außer der Martenshärte, wobei die Bleche auf  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  vorgewärmt wurden, um die hohen Schichtdicken von 300 bis 500  $\mu\text{m}$  realisieren zu können.

Die Härtung erfolgte bei  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  Objekttemperatur für 10 min.

### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Prüfungen ohne signifikanten Einfluss der Füllstoffe auf das Ergebnis

Folgende Prüfungen wurden zwar durchgeführt, werden jedoch nicht näher erläutert, da kein signifikanter Einfluss der Füllstoffe auf das Ergebnis festgestellt werden konnte (Abb. 4). Die Kathodische Enthftung wurde in einer 3 %-igen Natriumchloridlösung (Potential: -1050 mV) 38 Tage lang bei 23°C durchgeführt, wobei jedoch keine Enthftung zu erkennen war. Deshalb wurde die Prüfung verschärft und die Temperatur erhöht. Nach 38 Tagen bei 60°C war bei allen Füllstoffen eine Enthftung von 0-1 mm erkennbar, nur die Nullprobe ohne Füllstoffe hatte eine größere Enthftung von ca. 10 mm.

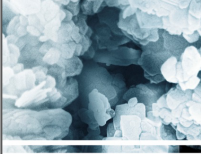


	<h2>Ergebnisse</h2> 
<p><u>EXPERIMENTELLES</u></p> <p>ERGEBNISSE</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• Applikations-eigenschaften</li><li>• Optische Eigenschaften</li><li>• Mechanik</li><li>• Beständigkeiten</li></ul> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p>	<p>Bei den folgenden Prüfungen konnte kein signifikanter Einfluss der Füllstoffe auf die Ergebnisse festgestellt werden:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>• Gelzeit (ISO 8130-6) 40 - 48 s</li><li>• Schmelzviskosität (EN ISO 3219)</li><li>• Martenshärte (EN ISO 14577) auf Q-Panel R 36 Blechen; Schichtdicke 100-150 µm Werte: 140 - 160 N/mm<sup>2</sup></li><li>• Gitterschnitt (DIN EN ISO 2409): Gt 0 auf gestrahlten Blechen (Schichtdicke 300-600 µm) auch nach Kondenswassertest und Wasserlagerung bei 90° C</li><li>• Kathodische Enthftung (DIN EN ISO 15711); 0-1 mm, schlechtere Ergebnisse nur bei der füllstofffreien Formulierung (ca. 10 mm)</li><li>• Chemikalienbeständigkeit:<ul style="list-style-type: none"><li>• 1000 h H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (10 %ig) bei 23 °C (DIN EN ISO 2812-1)</li><li>• 1500 h NaOH (10 %ig) bei 23 °C (DIN EN ISO 2812-1)</li></ul></li></ul>
	<p>VM-01/1207/03.2009</p>

Abb. 4

### 3.2 Fluidisierbarkeit

Die Bestimmung der Fluidisierbarkeit erfolgte gemäß DIN ISO 8130-8 in einem Fluidimeter (AS 100, Fa. Sames). Das Fluidimeter wird mit 250 g Pulverlack gefüllt. Durch den porösen Boden des Geräts wird saubere, trockene Luft mit einer zum optimalen Fluidisieren der Probe ausreichenden Durchflussmenge eingeleitet. Das Pulver rührt man mit einem Spatel so lange, bis die Höhe des Fließbettes konstant bleibt. Die Höhe des fluidisierten Pulverlackes wird gemessen (h1). Nach Abschalten der Luftzufuhr und Absetzen des Pulvers wird die Höhe des gesetzten Pulvers (h0) ermittelt. Dann fluidisiert man das Pulver mit der gleichen Luftdurchflussmenge erneut. Nachdem die Höhe des Fließbettes konstant bleibt, wird die Menge an Pulverlack ermittelt (m), die innerhalb von 30 s aus einer Öffnung am Fluidbehälter austritt. Die Fließgeschwindigkeit (R) wird durch  $m \cdot (h1/h0)$  berechnet.

Die Prüfung erfolgte ohne Rieselhilfsmittel.

Eine gute Fluidisierbarkeit zeigen die Nullprobe ohne Füllstoff, Sillitin Z 86, Aktisil AM und MM sowie Kaolin. Dagegen lassen sich Calciumcarbonat und Talkum sehr schlecht fluidisieren (Abb. 5).

		Fluidisierbarkeit ISO 8130-8		HOFFMANN MINERAL	
				Bewertung der Fluidisierbarkeit	
EXPERIMENTELLES <b>ERGEBNISSE</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Applikations-eigenschaften</li> <li>• Optische Eigenschaften</li> <li>• Mechanik</li> <li>• Beständigkeiten</li> </ul> ZUSAMMENFASSUNG	PVK 0,4	ohne Füllstoff	+	0 mäßig (80 – 120) – schlecht (< 80) + gut (120 – 140)	
	PVK 4,2	Schwerspat	0		
		Sillitin Z 86	+		
	PVK 7,6	Schwerspat	0		
		Sillitin Z 86	+		
		Aktisil AM	+		
		Aktisil MM	+		
		NCC	-		
		Wollastonit	0		
		Kaolin	+		
	Glimmer	0			
	Talkum	-			
			VM-01/1207/03.2009		

Abb. 5

### 3.3 Abscheidewirkungsgrad

Der Abscheidewirkungsgrad stellt den Massenanteil an versprühtem Pulverlack dar, der auf einem Standard Prüfziel abgeschieden wird. Als Standard Prüfziel dienen fünf in Aluminiumfolie gewickelte Stahlrohre (25 mm äußerer Durchmesser, 500 mm Länge). Die für das zentrale mittlere Rohr verwendete Folie wird vorab gewogen. Dann sprüht man den Pulverlack mit konstantem Abstand 60 Sekunden lang auf die Prüfziele. Diese werden in den Ofen gegeben und nach dem Aufschmelzen wird die verbleibende (abgekühlte) Lackmenge gewogen.

Der Abscheidewirkungsgrad E (als Massenanteil in %) berechnet sich aus:

$E = (m \times 60 \times 100) / (Pf \times t)$ , wobei m die Masse des auf der Folie abgelagerten Pulverlackes in Gramm, t die Sprühdauer in Sekunden und Pf die Durchflussrate des Pulvers in Gramm pro Minute ist.

Die angegebenen Werte des Abscheidewirkungsgrads in Abb. 6 sind keine absoluten Werte, sondern differenzieren je nach Anwendungsprofil. Trotzdem können die Füllstoffe wie folgt unterschieden werden: einen guten Abscheidewirkungsgrad hat Talkum, nicht ganz so optimal verhalten sich die Nullprobe, Sillitin Z 86 mit PVK 4,2 %, Calciumcarbonat, Wollastonit und Glimmer.

		<b>Abscheidewirkungsgrad</b>		<b>HOFFMANN MINERAL</b>	
		<b>ISO 8130-10</b>			
			Bewertung des Abscheidewirkungsgrades	Werte in %	
EXPERIMENTELLES <b>ERGEBNISSE</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Applikations-eigenschaften</li> <li>• Optische Eigenschaften</li> <li>• Mechanik</li> <li>• Beständigkeiten</li> </ul> ZUSAMMENFASSUNG	PVK 0,4	ohne Füllstoff	0-	7,5	
		PVK 4,2	Schwerspat	0	9,3
	Sillitin Z 86		-	5,6	
	PVK 7,6	Schwerspat	0	9,0	
		Sillitin Z 86	0	8,9	
		Aktisil AM	0	8,8	
		Aktisil MM	0	9,7	
		NCC	-	6,9	
		Wollastonit	0-	7,8	
		Kaolin	0	8,3	
	Glimmer	0-	7,3		
	Talkum	+	13,6		
	VM-01/1207/03.2009				

Abb. 6



### 3.4 Ablaufneigung

Um die sehr hohen Schichtdicken realisieren zu können, wurden die Bleche vorgewärmt. Während der Applikation beginnt der Pulverlack deshalb bereits schon aufzuschmelzen. Bei der Bewertung der Ablaufneigung treten nur geringe Unterschiede zwischen den Füllstoffen auf, nennenswert ist die höhere Standfestigkeit des Talkums, wobei auch Wollastonit und die Kieselerdetypen tendenziell weniger zum Ablaufen neigen (Abb. 7).

		Ablaufneigung		HOFFMANN MINERAL	
		Bewertung der Ablaufneigung beim Einbrennen			
EXPERIMENTELLES <b>ERGEBNISSE</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Applikationseigenschaften</li> <li>• Optische Eigenschaften</li> <li>• Mechanik</li> <li>• Beständigkeiten</li> </ul> ZUSAMMENFASSUNG	PVK 0,4	ohne Füllstoff	-		
	PVK 4,2	Schwerspat	0		
		Sillitin Z 86	-		
	PVK 7,6	Schwerspat	0		0 mittelstark
		Sillitin Z 86	+		- stark
		Aktisil AM	+		+ gering
		Aktisil MM	+		++ keine
		NCC	0		
		Wollastonit	+		
		Kaolin	-		
Glimmer		0			
Talkum	++				
VM-01/1207/03.2009					

Abb. 7

### 3.5 Glanz 60°

Auf den glatten Q-Panel Blechen mit einer Trockenschichtdicke von ca. 130 µm ist der 60° Glanz bestimmt worden. Die meisten Füllstoffe haben einen hohen Glanz über 90 Einheiten, nur Wollastonit und Glimmer fallen mit 80 bis 85 Einheiten etwas ab. Talkum hat den geringsten Glanz von nur 70 Einheiten (Abb. 8). Dieses Ergebnis ist angesichts der relativ geringen PVK durchaus überraschend.

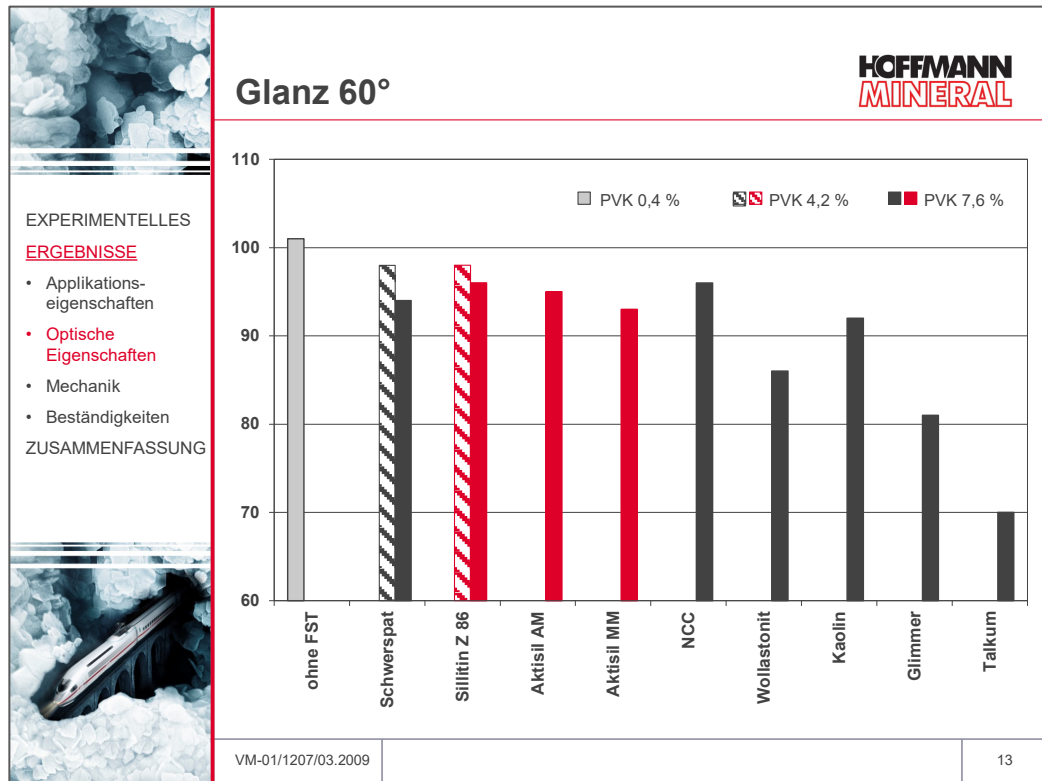


Abb. 8

### 3.6 Visuelle Beurteilung der Oberfläche

Bei der visuellen Beurteilung wurde die Welligkeit der Oberfläche und die Oberflächenstruktur (Abbildegengenauigkeit der Deckenleuchte in Reflexion, in Anlehnung an DOI = Distinctness of Image) bei ca. 450 µm Trockenschichtdicke beurteilt. Die Rezeptur ohne Füllstoff hatte den besten, die mit Talkum den schlechtesten Verlauf (Abb. 9).

EXPERIMENTELLES

**ERGEBNISSE**

- Applikations-eigenschaften
- **Optische Eigenschaften**
- Mechanik
- Beständigkeiten

ZUSAMMENFASSUNG

## Visuelle Beurteilung der Oberfläche

gut	mäßig	schlecht
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">                     PVK 0,4%: ohne FST                 </div>	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">                     PVK 4,2%: Schwerspat und <b>Sillitin Z 86</b> </div>	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">                     PVK 7,6%: Talkum                 </div>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">                     PVK 7,6%: Schwerspat, <b>Sillitin Z 86</b>, Glimmer, NCC, Kaolin, Wollastonit, <b>Aktisil AM und MM</b> </div>		

VM-01/1207/03.2009

Abb. 9

### 3.7 Impact Test

Zur Prüfung der raschen Verformbarkeit durch ein fallendes Gewichtsstück wurde der Impact bzw. Reverse Impact Test nach DIN EN ISO 6272 geprüft. Die Trockenschichtdicke betrug 300 - 500 µm, Substrat: gestrahlte Stahlbleche. Beim Impact Test lässt man ein 2 kg Gewichtsstück auf die beschichtete Seite, beim Reverse Impact Test auf die unbeschichtete Rückseite fallen. Die schraffierten Balken stellen die Spannweiten der ermittelten Einzelwerte dar.

Bei der Schlagtiefung auf der beschichteten Seite sind keine Unterschiede innerhalb der Füllstoffe erkennbar, alle zeigen gute Impact Test Werte von größer 200 kg x cm. Wird die Schlagtiefung jedoch auf der Blechrückseite durchgeführt, so zeigen die Nullprobe, Sillitin Z 86 in der niedrigen PVK und Aktisil MM sogar in der höheren Dosierung die besten Reverse Impact Werte von größer 100 kg x cm.

Innerhalb der Reihe mit der erhöhten PVK von 7,6 zeigt sich folgendes Ranking: Aktisil MM ist am besten, gefolgt von Aktisil AM (ca. 70 kg x cm), Sillitin Z 86 (ca. 50 kg x cm), Schwerspat und Wollastonit mit ca. 35 kg x cm, Calciumcarbonat (ca. 25 kg x cm), Kaolin und Glimmer (ca. 15 kg x cm) sowie dem Talkum mit kleiner 10 kg x cm (Abb. 10). Die Neuburger Kieselerde zeigt hier aufgrund ihrer Struktur Vorteile, die durch die reaktive Oberflächenbehandlung der Aktisile noch deutlicher zum Tragen kommt.

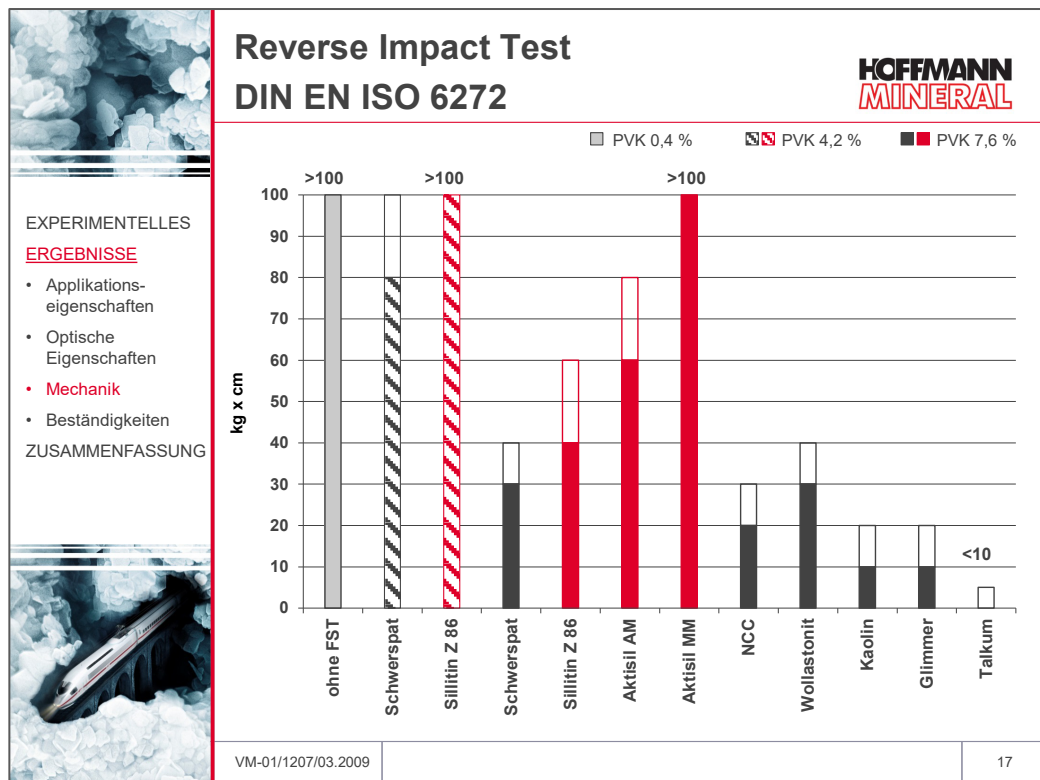


Abb. 10

### 3.8 Tiefung

Zur Prüfung der Verformbarkeit bei geringer Geschwindigkeit wurde die Erichsen Tiefung nach DIN EN ISO 1520 durchgeführt (Abb. 11). Auch hier war die Trockenschichtdicke 300 - 500 µm, das Substrat gestrahlte Stahlbleche. Die Rezepturen mit der niedrigen PVK, die Nullprobe, sowie alle Neuburger Kieselerde Typen lassen sich sehr gut verformen. Calciumcarbonat und Wollastonit weisen mit 8 bis 9 mm eine relative gute Verformbarkeit auf. Kaolin und Schwerspat in der hohen PVK zeigen schon bei ca. 6 mm Risse. Sehr spröde mit früher Rissbildung bei ca. 1 mm sind Glimmer und Talkum. Somit ergibt sich die gleiche Aussage wie schon beim Reverse Impact. Sillitin und Aktisile erreichen hervorragende Resultate.

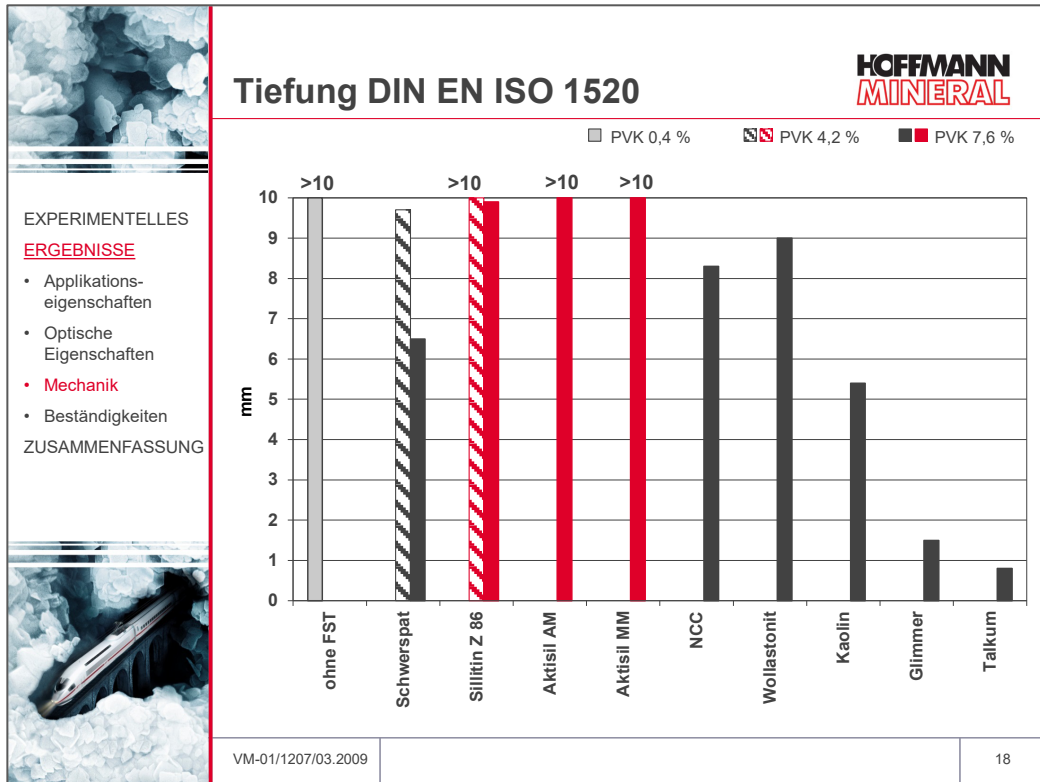


Abb. 11

### 3.9 Dornbiegeversuch

Als weitere mechanische Prüfung zur Verformbarkeit wurde der Dornbiegeversuch nach DIN EN ISO 1519 durchgeführt. Ein beschichtetes Probeblech mit einer Trockenschichtdicke von 300 – 500 µm wird über einen Dorn mit einem Durchmesser von 32 mm gebogen. Glimmer und Talkum platzten ganz ab. Schwerspat in der hohen PVK und Calciumcarbonat wiesen grobe bis mittlere Risse auf. Alle anderen geprüften Rezepturen hatten eine bessere Biegefähigkeit, da nur feine Risse sichtbar waren (Abb. 12).

		Dornbiegeversuch [Dorn = 32 mm]	
PVK 0,4	ohne Füllstoff	feine Risse	
	Schwerspat	feine Risse	
PVK 4,2	Sillitin Z 86	feine Risse	
	Schwerspat	grobe Risse	
PVK 7,6	Sillitin Z 86	feine Risse	
	Aktisil AM	feine Risse	
	Aktisil MM	feine Risse	
	NCC	mittlere Risse	
	Wollastonit	feine Risse	
	Kaolin	feine Risse	
	Glimmer	abgeplatzt	
	Talkum	abgeplatzt	

bb. 12

Fazit zu den Prüfungen, die Flexibilität zum Ausdruck bringen:

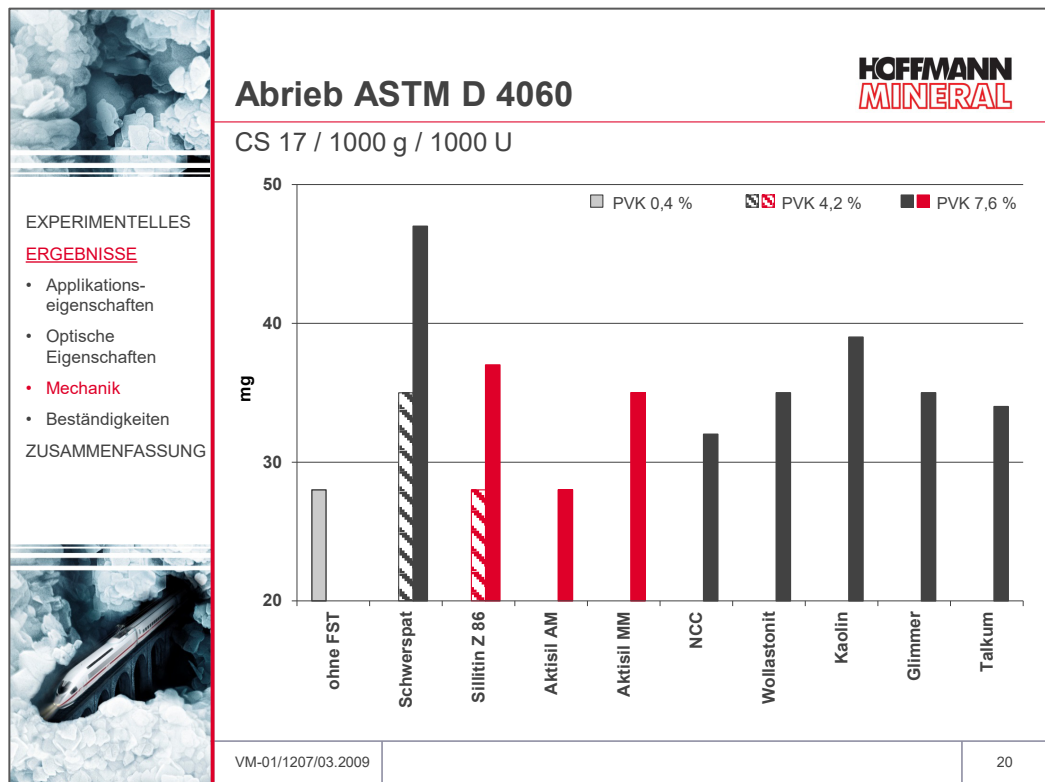
Glimmer und Talkum zeigen durchgehend die schlechtesten Ergebnisse. Die Neuburger Kieselerde Typen Sillitin Z 86, Aktisil AM und Aktisil MM zeichnen sich durch hervorragende Verformbarkeit aus.

### 3.10 Abrieb (Taber) mit CS 17 Reibrädern und S 42 Schmirgelstreifen

Die Abriebprüfung wurde nach zwei verschiedenen Normen durchgeführt:

ASTM D 4060: mit CS 17 Reibrädern (nur leicht abrasiv), bei einer Belastung von 1 kg. *Abb. 13* zeigt den Gewichtsverlust in mg nach 1000 Umdrehungen.

DIN 53754: mit S 42 Schmirgelstreifen (deutlich abrasiver als CS 17), bei einer Belastung von 5,4 N. In *Abb. 14* angegeben ist der Gewichtsverlust in mg als Mittelwert nach 100 Umdrehungen.



*Abb. 13*

Beim Abrieb mit den leicht abrasiven CS 17 Reibrädern fällt besonders Sillitin Z 86 in der geringeren PVK und Aktisil AM in der erhöhten PVK mit einer vergleichbar guten Abriebfestigkeit wie die Nullprobe ohne Füllstoff auf. Alle anderen Varianten verschlechtern die Abriebbeständigkeit, besonders Schwerspat.

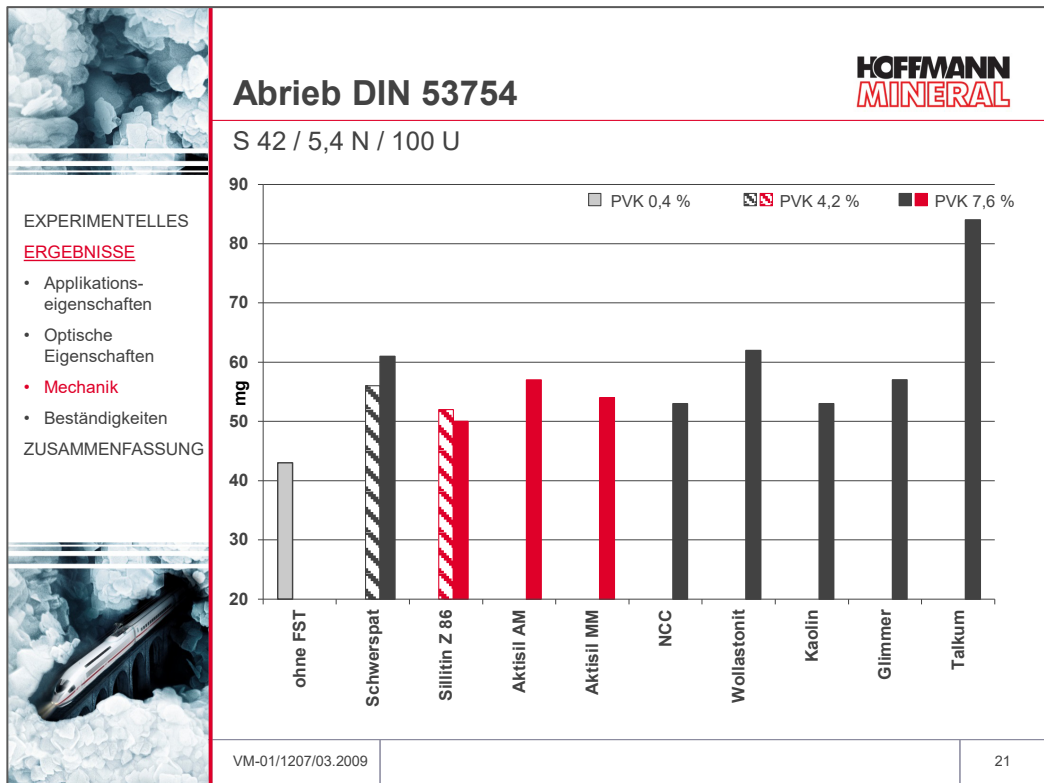


Abb. 14

Werden die deutlich abrasiveren S 42 Schmirgelstreifen gewählt, die nicht nur die oberflächennahen Schichten abreiben, so zeigt Sillitin Z 86 (bei Betrachtung der PVK gleichen Rezepturen) bessere Ergebnisse als Schwerspat oder die übrigen Wettbewerbsfüllstoffe. Besonders negativ fällt Talkum mit einem sehr hohen Abriebswert auf, wobei dies seiner geringen mineralogischen Härte zuzuordnen ist.



### 3.11 Salzsprühtest

Pro Rezeptur sind zwei Bleche (Trockenschichtdicke 300 - 500 µm, Substrat: gestrahlter Stahl) mit einem Ritzstichel nach van Laar angeritzt und dann für 2000 Stunden im Salzsprühtest (nach DIN EN ISO 9227) belastet worden. Die Auswertung, als Mittelwert aus den zwei Blechen, erfolgte nach DIN EN ISO 4628-8 als Grad der Enthftung in mm (= die durchschnittliche Enthftungsbreite am Ritz minus der Ritzbreite geteilt durch 2), siehe Abb. 15.

Auf der Fläche sowie am Ritz war keine Blasenbildung ersichtlich (somit alle Rezepturen m 0 / g 0).

Eine geringe Enthftung kann bei allen Neuburger Kieselerte Produkten sowie Calciumcarbonat, Kaolin, Glimmer und Talkum festgestellt werden. Schwerspat, Wollastonit und die Probe ohne Füllstoffe zeigen im Durchschnitt doppelt soviel Unterwanderung.

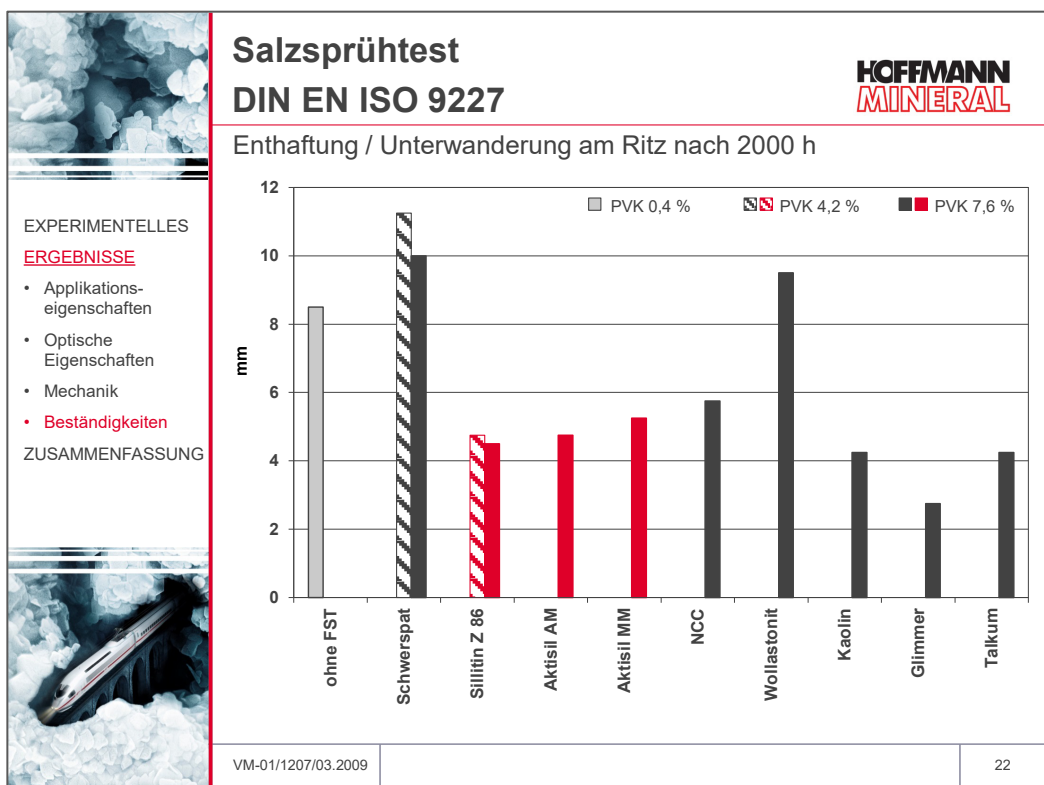


Abb. 15

In Abb. 16 ist die Auswertung, als Mittelwert aus den zwei Blechen, nach DIN EN ISO 4628-8 als Grad der Korrosion aufgetragen (= die durchschnittliche Rostbreite am Ritz minus der Ritzbreite geteilt durch 2). Eine geringe Unterrostung weisen die Nullprobe, Schwerspat, Calciumcarbonat, Wollastonit und alle Neuburger Kieselerde Typen auf. Deutlich mehr Rost am Ritz verursachen Kaolin, Glimmer und Talkum.

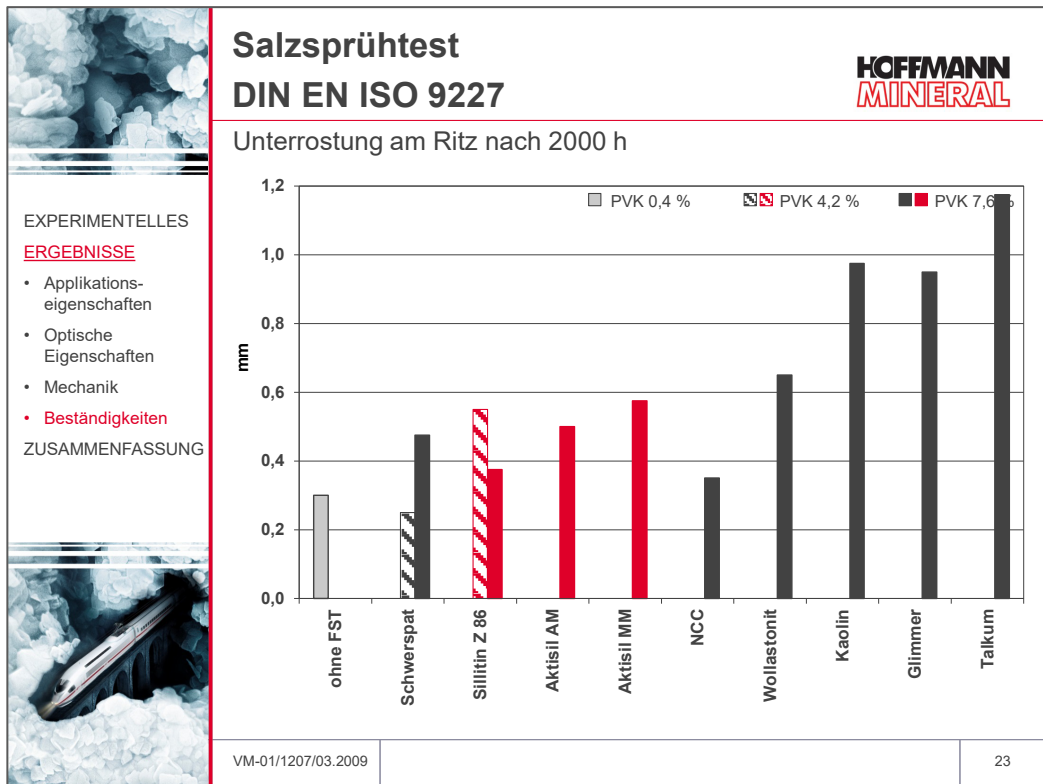


Abb. 16

### 3.12 Kondenswassertest

Das Blech (Trockenschichtdicke 300 – 500 µm, Substrat: gestrahlter Stahl) wurde mit einem Ritzstichel nach van Laar angeritzt und für 4000 Stunden im Kondenswasser Konstantklima CH (40 °C und 100 % relative Luftfeuchte: DIN EN ISO 6270-2) belastet. Die Auswertung erfolgte nach DIN EN ISO 4628-8 als Grad der Enthftung in mm (= die durchschnittliche Enthftungsbreite am Ritz minus der Ritzbreite geteilt durch 2).

Die Beschichtungen zeigten alle keine Blasen auf der Fläche. In *Abb. 17* sind die Ritze und die Enthftung bildlich zu sehen, in *Abb. 18* ist die dazugehörige durchschnittliche Enthftung in Millimeter als Grafik aufgetragen. Schwerspat und Talkum haben eine sehr hohe, Sillitin Z 86, Aktisil AM, Calciumcarbonat und Glimmer eine sehr geringe Enthftung. Die Nullprobe ohne Füllstoff, Wollastonit, Kaolin und Aktisil MM zeigen keine Unterwanderung.

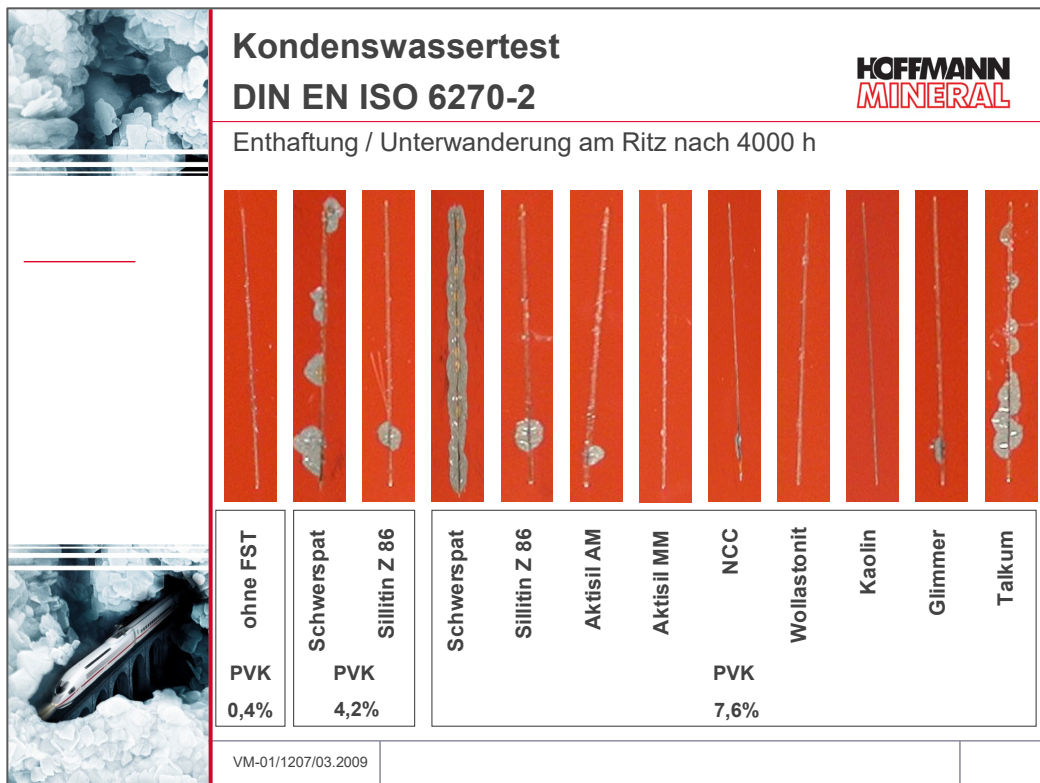


Abb. 17

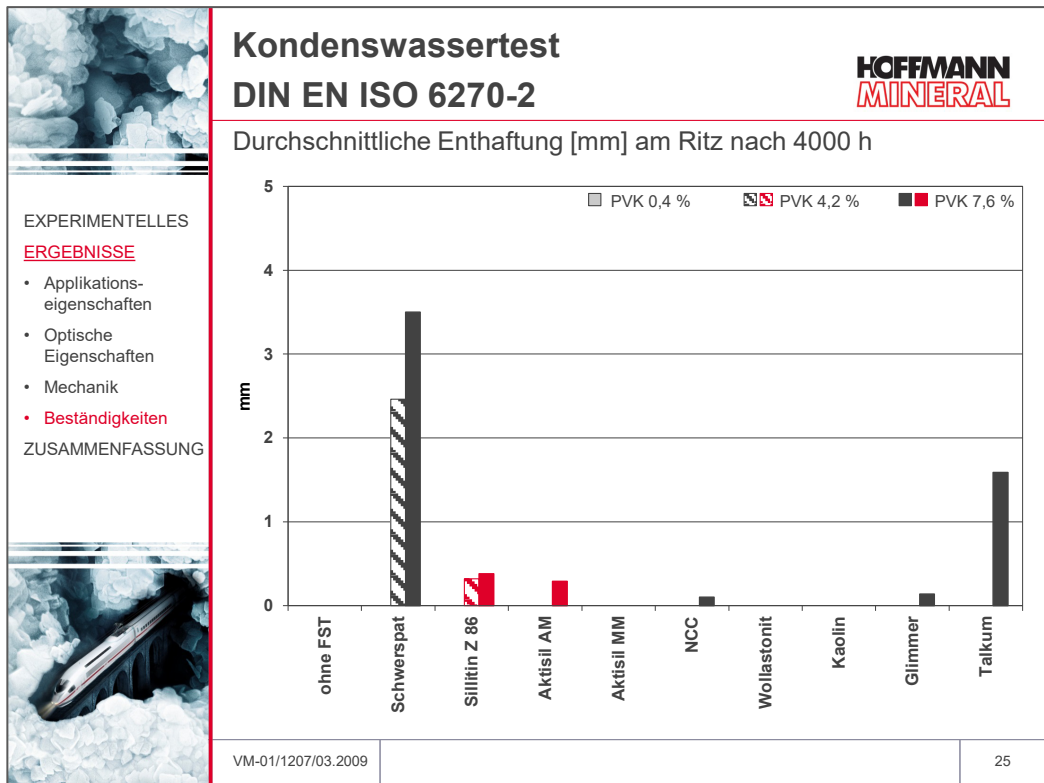


Abb. 18

An nicht angeritzten Blechen wurde nach den 4000 Stunden Kondenswassertest die Tiefung nach DIN EN ISO 1520 durchgeführt. Es zeigt sich ein ähnliches Bild wie vor der Belastung, wobei für den Schwerspat bessere, für Wollastonit und Kaolin jedoch deutlich schlechtere Ergebnisse feststellbar sind (Abb. 19).

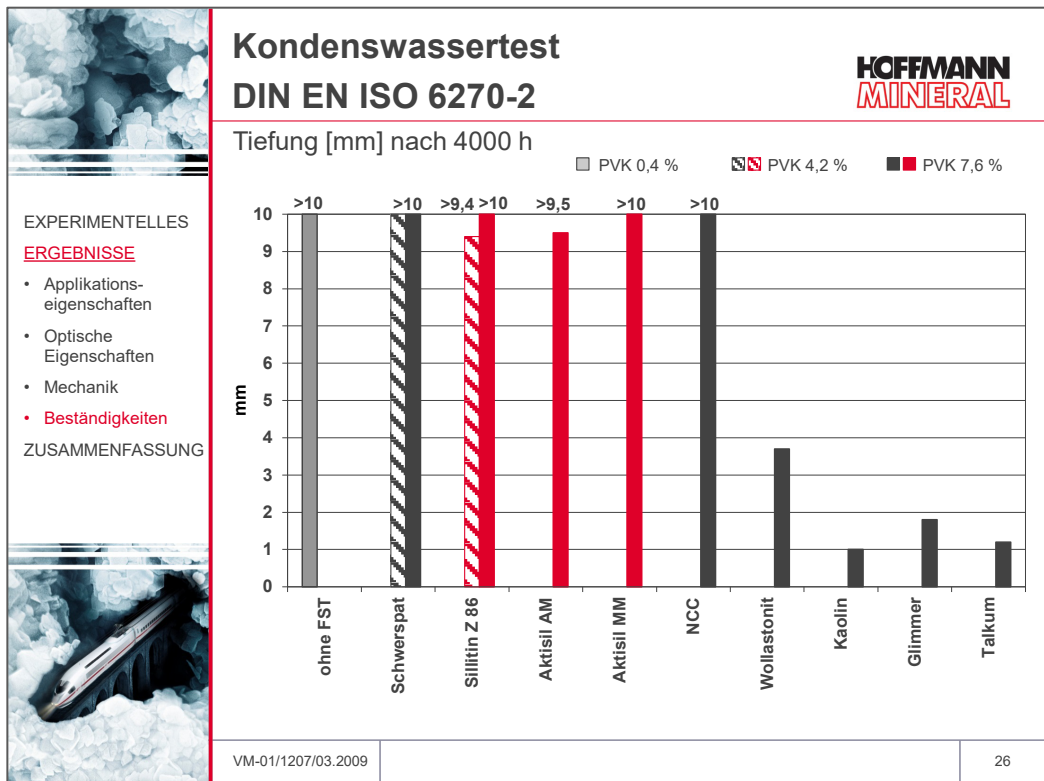


Abb. 19

### 3.13 Chemikalienbeständigkeit in Wasser bei 90 °C

Um die Heißwasserbeständigkeit zu testen sind die Prüfbleche (Trockenschichtdicke 300 - 500 µm, Substrat: gestrahlter Stahl) für 1700 Stunden in 90 °C heißes destilliertes Wasser getaucht worden. In Abb. 20 sieht man, wie stark die verschiedenen Rezepturen ausgebleicht sind, in Abb. 21 ist die dazugehörige Farbänderung Delta E angegeben. Am stärksten aufgehellt sind Calciumcarbonat und Wollastonit, kaum angegriffen, d.h. am besten heißwasserbeständig waren Sillitin Z 86 und Aktisil AM.

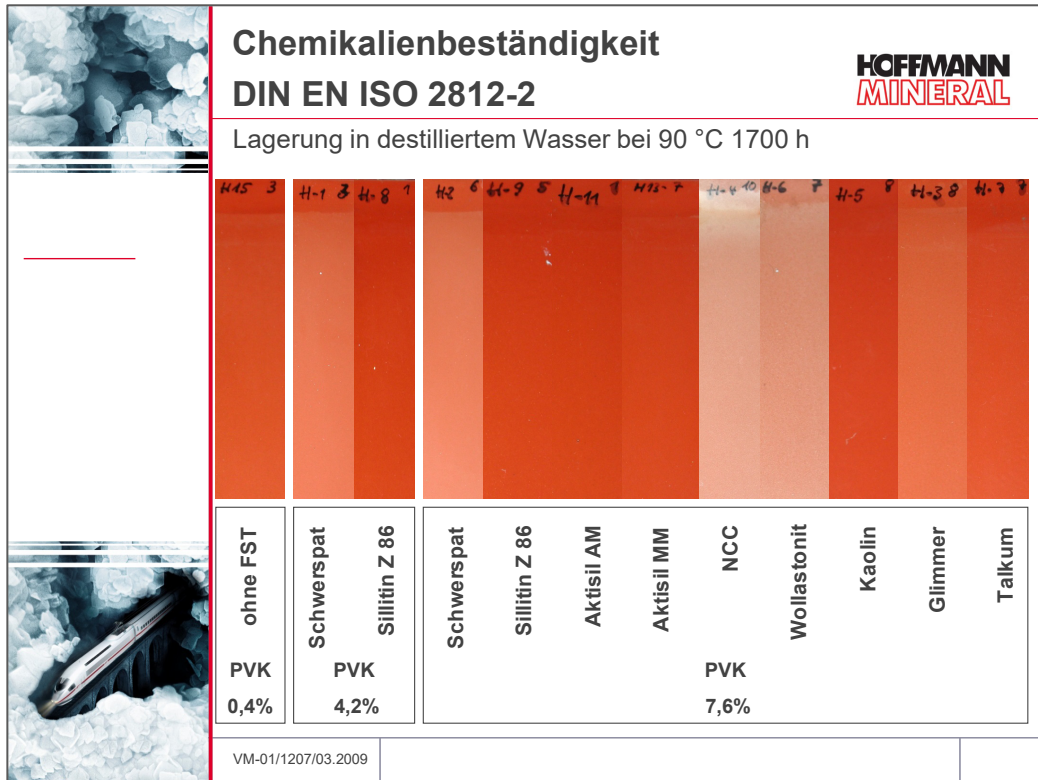


Abb. 20

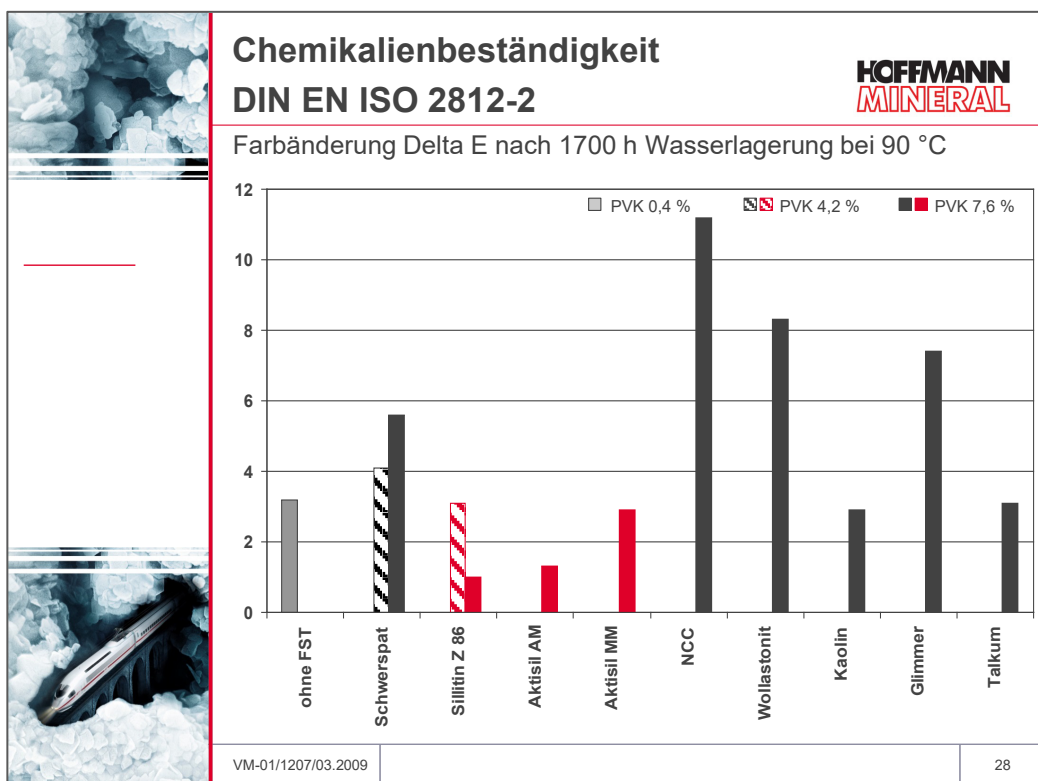
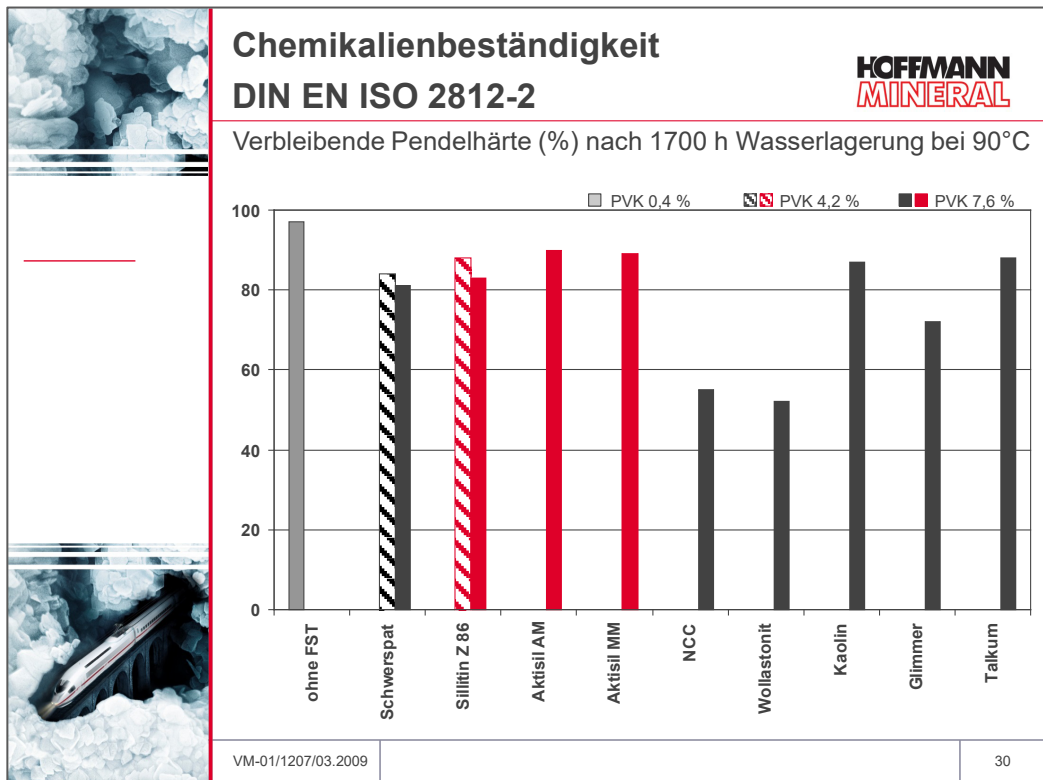


Abb. 21

Die verbleibende, relative Pendelhärte ist in *Abb. 22* angegeben. Auch hier haben Calciumcarbonat und Wollastonit die geringsten Werte, dies zeigt, dass sie während der Lagerung am stärksten aufgeweicht sind.



*Abb. 22*

Beim verbleibenden, relativen Glanz 60° nach der Heißwasserlagerung zeigt sich ein ähnliches Füllstoffranking wie bei der Pendelhärte und der Farbänderung: Calciumcarbonat und Wollastonit sind matt geworden. Glimmer verliert während der Lagerung fast die Hälfte an Glanz. Sillitin Z 86 zeigt mehr verbleibenden Glanz als Schwerspat. Sehr gute Glanzhaltung mit annähernd gleichem Glanz wie vor der Belastung haben die Nullprobe ohne Füllstoff, Sillitin Z 86 mit PVK 4,2 %, die beiden Aktisile, Kaolin und Talkum (*Abb. 23*).

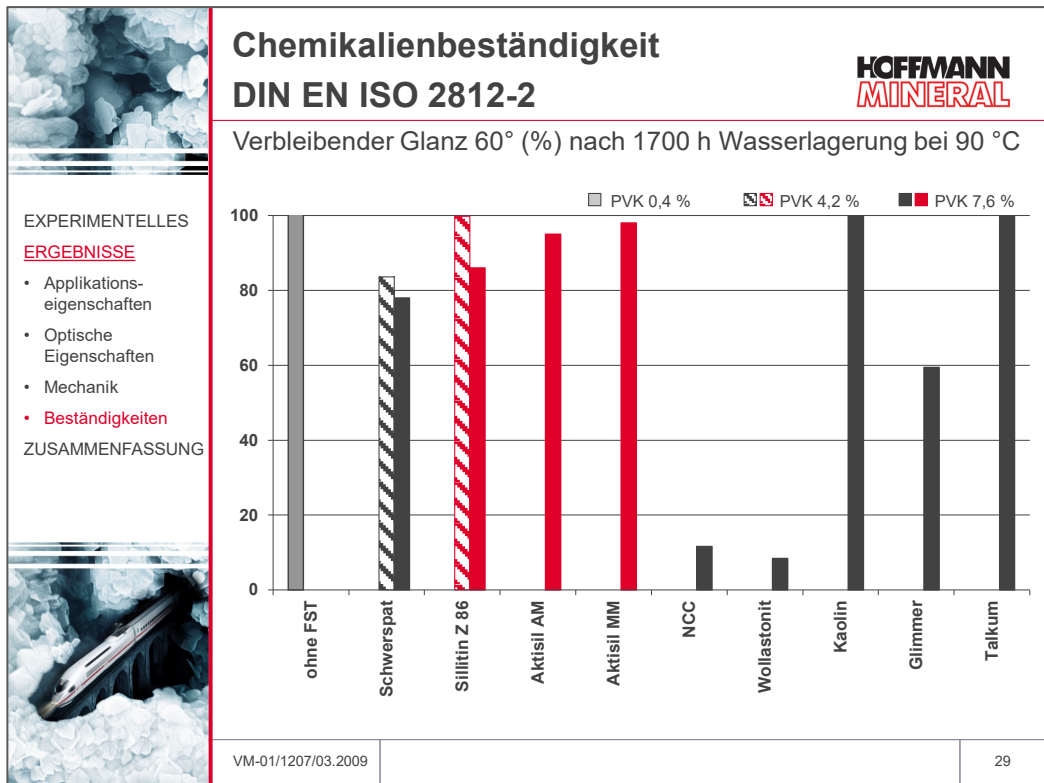


Abb. 23

Fazit zu Kondenswasser-, Salzsprühtest und Heißwasserlagerung:

Durchgehend gute bis sehr gute Ergebnisse bei allen Beständigkeitsprüfungen zeigen nur die Neuburger Kieseelerde Typen Sillitin Z 86, Aktisil AM und Aktisil MM.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

In Abb. 24 ist eine Zusammenfassung der Füllstoffe und deren Vor- bzw. Nachteile bei den durchgeführten Prüfungen dargestellt, wobei als Bezug die Rezeptur mit Schwerspat (PVK 4,2 %) gesetzt ist.

		<b>Zusammenfassung</b>													<b>HOFFMANN MINERAL</b>				
Bezug: Standard (mit Schwerspat PVK 4,2)		Fluidisierbarkeit	Abschleudwirkungsgrad	Ablaufneigung beim Applizieren	Glanz 60°	visuelle Beurteilung der Oberfläche	Impact Test	Reverse Impact Test	Tiefung	Dornbiegeversuch	Abrieb (CS17)	Abrieb (S 42)	Salzprüfetest (Unterwanderung)	Salzprüfetest (Unterrostung)	Kondenswassertest (Unterwanderung)	Kondenswassertest (Tiefung nach Belastung)	Wasserlagerung 90 °C (Farbänderung)	Wasserlagerung 90 °C (Verbleibender Glanz 60°)	Wasserlagerung 90 °C (Verbleibende Pendelhärte)
ohne FST (PVK 0,4)		+	0-	-	0	+	0	+	+	0	+	+	+	0	++	0	0	0	+
Sillitin Z 86 (PVK 4,2)		+	-	-	0	0	0	+	+	0	+	0	++	0	+	0	0	0	+
Schwerspat (PVK 7,6)		0	0	0	0	0	0	-	-	-	-	-	0	0	0	0	0	0	0
Sillitin Z 86 (PVK 7,6)		+	0	+	0	0	0	0-	0	0	0	0+	++	0	+	0	+	0	+
Aktisil AM (PVK 7,6)		+	0	+	0	0	0	0	+	0	+	0	++	0	+	0	+	0	+
Aktisil MM (PVK 7,6)		+	0	+	0	0	0	+	+	0	0	0	++	0	++	0	0	0	+
NCC (PVK 7,6)		-	-	0	0	0	0	-	0	0-	0	0	++	0	+	0	--	--	-
Wollastonit (PVK 7,6)		0	0-	+	-	0	0	-	0	0	0	-	0	0	++	-	--	--	-
Kaolin (PVK 7,6)		+	0	-	0	0	0	--	0-	0	0	0	++	-	++	--	--	0	+
Glimmer (PVK 7,6)		0	0-	0	-	0	0	--	--	0	0	0	++	-	+	--	--	-	0-
Talkum (PVK 7,6)		-	+	++	--	-	0	--	--	--	0	--	++	-	0	--	0	+	0

VM-01/1207/03.2009

Abb. 24

Durch den Einsatz von Neuburger Kieselerde wird:

- die Fluidisierbarkeit verbessert.
- das optische Eigenschaftsprofil auf hohem Niveau gehalten.
- die Mechanik (Flexibilität, Schlagprüfung) deutlich verbessert.
- die Abriebfestigkeit verbessert.
- die Unterwanderung/Enthaftung deutlich verbessert und die Unterrostung gering gehalten.
- die Heißwasserbeständigkeit erhöht.

Diese positiven Effekte werden auch bei der erhöhten PVK Variante weitgehend erzielt.

Das Sillitin Z 86 empfiehlt sich durch ein gutes Preis-/Leistungsverhältnis.

Das Aktisil AM erzielt die besten Ergebnisse in den Beständigkeiten.

Das Aktisil MM hat eine geringere Unterwanderung/Enthaftung und bessere mechanische Eigenschaften.

*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.*