

Silfit Z 91

gegen gefälltes CaCO_3 und TiO_2

in hochwertiger, lösemittelfreier

Farbe auf VAE-Basis

Verfasser: Bodo Essen
Hubert Oggermüller



VM / Dr. Alexander Risch

Inhalt

- 1 Einleitung

- 2 Experimentelles
 - 2.1 Basisrezeptur
 - 2.2 Rezepturvariationen
 - 2.3 Kennwerte der TiO₂-Extender
 - 2.4 Herstellung, Applikation und Prüfungen

- 3 Ergebnisse
 - 3.1 Verarbeitungseigenschaften und Lagerstabilität
 - 3.2 Nassabriebbeständigkeit
 - 3.3 Glanz
 - 3.4 Farbe
 - 3.5 Deckvermögen
 - 3.6 Preis-Leistungs-Verhältnis

- 4 Zusammenfassung

1 Einleitung

Hervorragendes optisches Eigenschaftsprofil, ausgezeichnete mechanische Strapazierfähigkeit sowie Emissions- und Lösemittelfreiheit sind wesentliche Merkmale moderner hochwertiger Innendispersionsfarben. Als dekorative Beschichtungssysteme enthalten sie einen hohen Anteil Titandioxid, das als energie- und kostenintensiver Rohstoff zunehmend starken Schwankungen in Preis und Nachfrage unterworfen ist und maßgeblich die Kostenstruktur der jeweiligen Farbformulierung bestimmt.

In Konsequenz wird in jüngerer Zeit häufig der partielle Weißpigmentersatz durch geeignete, mineralische TiO₂-Extender angestrebt. Vertreter dieser Klasse sind oft sehr helle, feinteilige gefällte Calciumcarbonate, Silikate oder auch kalzinierte Kaoline.

Ziel der vorliegenden Untersuchung ist eine Beurteilung der kalzinierten Neuburger Kieselerde Silfit Z 91 als TiO₂-Extender verglichen zu gefälltem Calciumcarbonat in einer derartigen Innendispersionsfarbe.

Im Vordergrund stehen vorrangig optische Kriterien wie Farbneutralität und Helligkeit sowie Deckfähigkeit und Formulierungskosten als Maßstab für die Effizienz und Wirtschaftlichkeit. Weitere relevante Aspekte wie Verarbeitungseigenschaften und Nassabriebbeständigkeit werden durch begleitende Prüfungen beurteilt.

2 Experimentelles

2.1 Basisrezeptur

Bewertungsgrundlage ist gemäß *Abb. 1* eine in Europa marktübliche Rezeptur für eine lösemittelfreie, matte Innendispersionsfarbe auf Basis einer Vinylacetat/Ethylen-Dispersion der Fa. Celanese Emulsions. Neben einer klassischen Füllstoffkombination aus vorrangig karbonatischen Anteilen und einer natürlichen Quarz/Glimmer/Chlorit-Verwachsung liegt eine Pigmentierung mit 185 Gewichtsteilen eines oberflächenbehandelten Titandioxids vom Rutiltyp vor. In Funktion des TiO₂-Extenderns ist ein gefälltes Calciumcarbonat eingesetzt.

Basisrezeptur		HOFFMANN MINERAL	
		Gewichtsteile [Gt]	
EINLEITUNG	Wasser demineralisiert	-	291
EXPERIMENTELLES	Tylose MH 30000 YG8	Verdicker	4
ERGEBNISSE	Calgon N 10 %	Netz-/Dispergiermittel	5
ZUSAMMENFASSUNG	Lopon 895	Dispergiermittel	3
	Agitan 315	Entschäumer	2
	Parmetol MBX	Gebindekonservierung	1
	Sachtleben RDDI	TiO ₂ Pigment	185
	Gefälltes Calciumcarbonat (PCC)	TiO ₂ -Extender	70
	Omyacarb 2 GU	Füllstoff	125
	Omyacarb 5 GU	Füllstoff	90
	Omyacarb 10 GU	Füllstoff	30
	Plastorit 00	Füllstoff	40
	Agitan 315	Entschäumer	2
	Natronlauge 10 %	Neutralisationsmittel	2
	Mowilith LDM 1871 (VAE)	Bindemittel	150
	Summe		1000

VM-1/0415/10.2019

Abb. 1

2.2 Rezepturvariationen

Ausgehend von der Kontrollformulierung mit hohem Titandioxidgehalt wird gemäß *Abb. 2* zunächst nur der Anteil des gefällten Calciumcarbonats durch die kalzinierte Neuburger Kieselerde Silfit Z 91 massgleich im Verhältnis 1:1 substituiert. Zum Vergleich werden zwei analoge Varianten mit gleicher Extenderdosierung aber reduziertem Titandioxidgehalt (ohne TiO₂-Kompensation) herangezogen. Um dem zu erwartenden Deckkraftverlust entgegenzuwirken, erfolgt die TiO₂-Reduzierung in weiteren Versuchsansätzen unter Kompensation des Weißpigmentanteils durch Silfit Z 91 im Verhältnis 1:2 bzw. 1:3. Diese Formulierungsvarianten mit kombiniertem Einsatz beider TiO₂-Extender sollten bei reduziertem Weißpigmentanteil zugleich ein höheres Potenzial für Rohstoffkosteneinsparungen bieten.


		TiO ₂ regulär		- 10 %		- 20 %	
		185		166		148	
				Ohne Kompensation des reduzierten TiO ₂ -Anteils		Mit Kompensation des reduzierten TiO ₂ -Anteils	
		Kontrolle	PCC	Silfit	PCC	Silfit	Silfit
					Silfit 1 : 2	Silfit 1 : 3	Silfit 1 : 2
Gefälltes Calciumcarbonat		70	---	70	---	70	70
Silfit Z 91		---	70	---	70	38	57
Festkörper m/m [%]		63,0	63,0	62,3	62,3	63,6	64,3
PVK [%]		70,7	70,8	70,1	70,3	71,7	73,4
		Kennwerte TiO ₂ -Extender 					
VM-1/0415/10.2019							

Abb. 2

Wie der Datenvergleich zeigt, bleiben die relevanten Kenngrößen der Rezeptur annähernd erhalten.

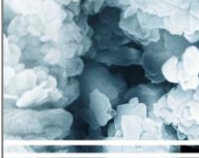

2.3 Kennwerte der TiO₂-Extender


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 die Kalzination der Kieselerde zum Silfit Z 91 wird das enthaltene Kristallwasser des Kaolinitanteils ausgetrieben und es bilden sich neue, weitestgehend amorphe Mineralphasen. Der Kieselsäureanteil bleibt bei der verwendeten Temperatur unverändert. Über einen integrierten Sichtungsprozess werden Korngrößen > 15 µm ausgeschlossen.

Entsprechend *Abb. 3* weist das als TiO₂-Extender eingesetzte gefällte Calciumcarbonat bei hoher Feinteiligkeit eine relativ geringe Ölzahl auf. Silfit Z 91 zeichnet sich durch eine moderat höhere Ölzahl aus, während Dichte und spezifische Oberfläche der zwei TiO₂-Extender vergleichbar sind.

Beide TiO₂-Extender zeigen in Pulverform bei sehr guter Farbneutralität hohe Helligkeitswerte wobei der ausgesprochen hohe L*-Wert des gefällten Carbonates von Silfit Z 91 nicht ganz erreicht wird.

 EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG	TiO ₂ -Extender								
	Korngröße		Ölzahl [g/100g]	Dichte [g/cm ³]	Spezifische Oberfläche BET [m ² /g]	Farbe			
	d ₅₀ [µm]	d ₉₇ [µm]				L*	a*	b*	
Gefälltes Calciumcarbonat	0,3	10	26	2,7	8	97,9	0,0	0,6	
Silfit Z 91	2,0	10	55	2,6	8	95,5	-0,1	0,7	

zurück 

VM-1/0415/10.2019

Abb. 3

2.4 Herstellung, Applikation und Prüfungen


Die Herstellung der Rezepturen erfolgte entsprechend der in der Rezeptur angegebenen Rohstoffreihenfolge am Labordissolver unter Wasserkühlung.


Pigment, TiO₂-Extender und Füllstoffe wurden vorgemischt und nach Zugabe zum Ansatz für 20 min bei einer Umfangsgeschwindigkeit der Zahnscheibe von 15 m/s dispergiert. Nach Zugabe des Bindemittels und der weiteren Additive wurde eine Reifungszeit von 12 h eingehalten.

Die Beschichtungen wurden unverdünnt und in der Regel per Rakel mittels automatisierten Filmziehgeräts appliziert. Die Trocknung und Konditionierung der Farbfilme sowie die Prüfungen nach 7 d Lagerung (für Nassabrieb 28 d) erfolgten im klimatisierten Labor bei 23 °C und 50 % Luftfeuchtigkeit. Detaillierte Informationen sind *Abb. 4/5* entnehmbar.

HOFFMANN MINERAL	
Herstellung	
Mischen und Dispergieren	Am Dissolver entsprechend der in der Rezeptur angegebenen Rohstoffreihenfolge. Dispergieren für 20 min mit 15 m/s Umfangsgeschwindigkeit der Zahnscheibe unter Wasserkühlung; T max. = 60°C
Komplettierung	Mit Bindemittel und weiteren Additiven
Reifung	Über Nacht
Applikation	Unverdünnt mit Rakel auf automatisiertem Filmziehgerät oder wie angegeben
Substrat	Wie angegeben, testabhängig
Konditionierung	Trocknungsbedingungen vor / während Tests: 23°C / 50% relative Luftfeuchtigkeit Trocknungszeiten: 28 d für Nassabrieb, sonst 7 d
VM-1/0415/10.2019	

Abb. 4






Prüfungen

EINLEITUNG

EXPERIMENTELLES

ERGEBNISSE

ZUSAMMENFASSUNG



Herstellung	
Einarbeitbarkeit, Schaumbildung	Subjektive Beurteilung
Nasslack	
Kornfeinheit	Grindometer 0 – 50 µm
Viskosität	1 d nach Herstellung, Rheometer 23°C, Searle System
Lagerstabilität	Unverdünnt in 1L-Metallgebinde, 6 Monate 23°C
Applikation mit Rakel, Spalthöhe 300 µm auf Lenetafolie, TSD* ~ 170 µm	
Nassabriebbeständigkeit	200 Zyklen auf Scheuerprüfgerät gemäß ISO 11998. Klassifizierung entsprechend DIN EN 13300
Applikation mit Rakel, gestufte Spalthöhe 100 - 400 µm auf Kontrastkarton	
Farbe / Glanz	L*, a*, b* über weiß, 85°-Glanz (Sheen) bei voll deckendem Film mit TSD = 120 µm
Deckvermögen	Messung der Abhängigkeit des Kontrastverhältnisses über schwarz/weiß von der Trockenschichtdicke. Bestimmung der für die jeweilige Klassifizierung gemäß DIN EN 13300 notwendigen TSD mit resultierender Ergiebigkeit

* Trockenschichtdicke zurück

VM-1/0415/10.2019

Abb. 5

3 Ergebnisse

3.1 Verarbeitungseigenschaften und Lagerstabilität

Durch das besonders im wässrigen Medium generell sehr gute Dispergierverhalten der Neuburger Kieselerde erzielt Silfit Z 91 entsprechend schnelle und gute Einarbeitbarkeit bei der Formulierungsherstellung wie die Vergleichsvarianten mit gefällttem Calciumcarbonat. Die Kornfeinheit der komplettierten Innendispersionsfarben liegt nach Grindometerbestimmung bei einheitlich 35 µm, was auf die Verwendung des relativ groben Plastorit 00 zurückzuführen ist.

Das resultierende Rheologieprofil weist die für Innendispersionsfarben typische starke Scherverdünnung auf. Die deutlich erniedrigte Viskosität von 0,36 bis 0,45 Pas unter höherer Scherbelastung (1000 s⁻¹) spiegelt die leichte Verarbeitbarkeit/Streichbarkeit wider. Hohe Viskositätswerte von 102 - 138 Pas bei geringer Scherbelastung (0,1 s⁻¹) signalisieren geringe Ablaufneigung nach der Applikation und ermöglichen die für gutes Deckvermögen notwendigen Filmschichtdicken.

Alle Formulierungen zeigen nach 6 Monaten eine ausgezeichnete Lagerstabilität ohne Phasentrennung oder Sedimentationserscheinungen.

3.2 Nassabriebbeständigkeit

Durch Einsatz von Silfit Z 91 bleibt die exzellente Nassabriebbeständigkeit der Beschichtung mit der besten Klassifizierung (Nassabrieb < 5 µm Trockenschichtdicke bei 200 Scheuerzyklen) erhalten. Selbst hoch dosiert und in Kombination mit gefällttem Calciumcarbonat werden die strengen Anforderungen der Klasse 1 gemäß Abb. 6 erfüllt.

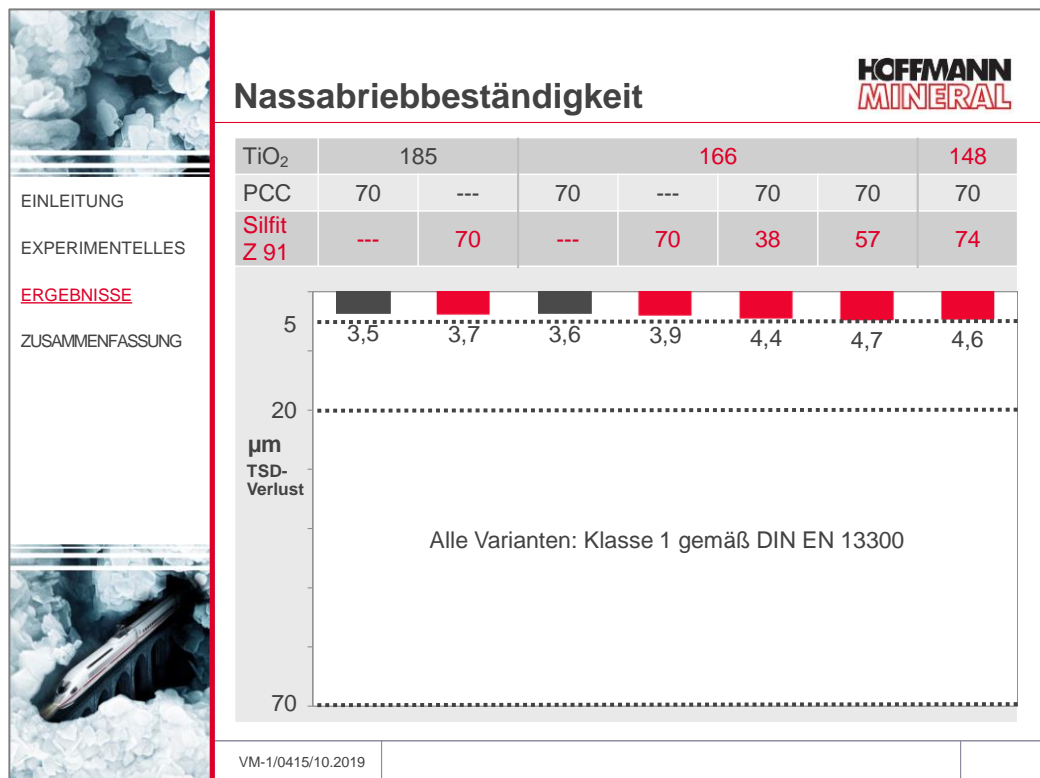


Abb. 6

3.3 Glanz

Alle Varianten zeigen mit einem 85° Glanzgrad < 10 Einheiten ein nach DIN EN 13300 „mattes“ Erscheinungsbild.

3.4 Farbe

Trotz der Helligkeitsunterschiede der Extender beim reinen Pulvermaterial bewirkt Silfit Z 91 gegenüber dem gefällten Calciumcarbonat eine annähernd vergleichbare Helligkeit der Beschichtung (Abb. 7).

Eine folgende Reduzierung des Titandioxidanteiles wirkt sich praktisch nicht auf die Farbwerte der Innendispersionsfarben aus; die Farbneutralität der Kontrollformulierung mit regulärem TiO₂-Anteil bleibt bei Einsatz von Silfit Z 91 unverändert erhalten.

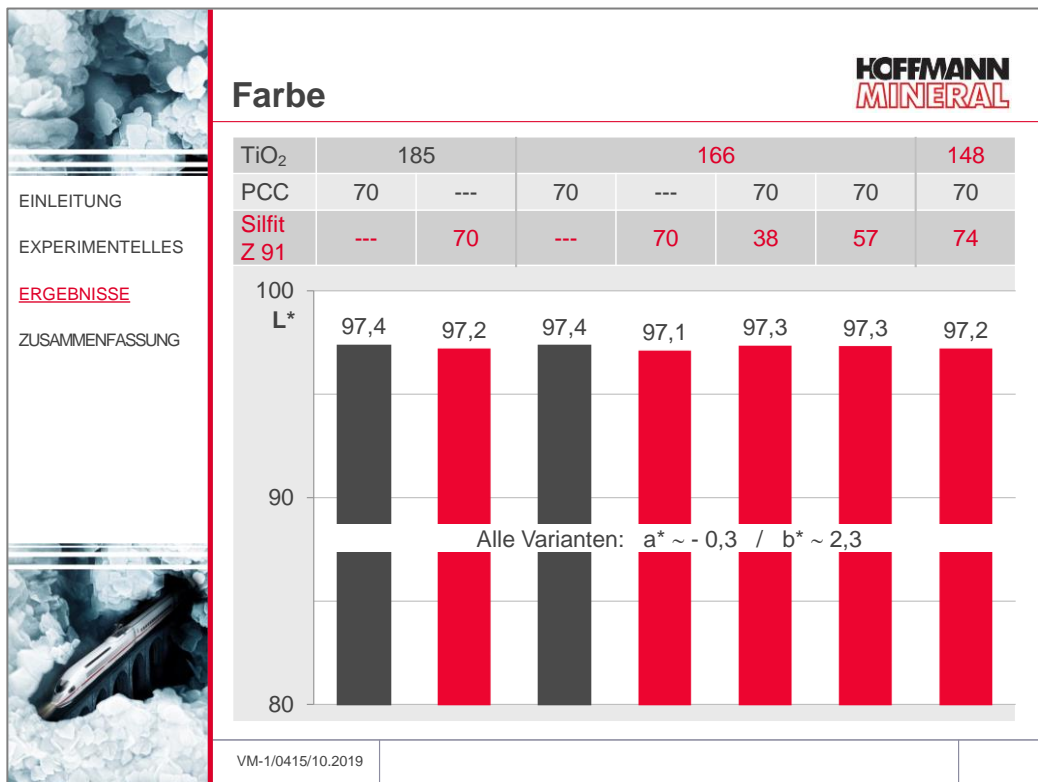


Abb. 7

3.5 Deckvermögen

Zur Beurteilung des Deckvermögens bietet das EU Ecolabel einen geeigneten Ansatz. Als Orientierungshilfe für den Verbraucher deklariert und honoriert es Produkte, welche die qualitativ hochwertigen Anforderungen des Marktes bedienen können und vorrangig einen möglichst umwelt- und gesundheitsschonenden Beitrag bei Herstellung und in der Anwendung aufweisen. Ziel des anerkannten, freiwilligen Umweltzeichens ist die Sensibilisierung für einen verbesserten Umweltschutz durch Verwendung entsprechend gekennzeichnete Produkte.

Die Reduzierung des bei der Herstellung ökologisch bedenklichen Weißpigments Titandioxid stellt einen Schritt in diese Richtung dar und wird durch die Anforderungen des Ecolabels für Innendispersionsfarben bereits berücksichtigt und quantifiziert:

- Ergiebigkeit $\geq 8 \text{ m}^2 / \text{Liter}$ bei Deckvermögen mit Kontrastverhältnis 98 %
- Gehalt an Weißpigmenten (Brechungsindex $\geq 1,8$) $\leq 40 \text{ g} / \text{m}^2$ Trockenfilm bei Deckvermögen mit Kontrastverhältnis 98 % und Nassabriebsklasse 1

Die Ecolabel-Anforderung wird von allen Formulierungsvarianten in *Abb. 8* erfüllt. Silfit Z 91 besticht durch insgesamt deutlich bessere Ergiebigkeit. In Varianten mit Silfit allein bzw. in Kombination mit PCC kann der Anteil Titandioxid daher um bis zu 20 % ohne Einbußen in der Leistungsfähigkeit gegenüber der Kontrolle gesenkt werden.

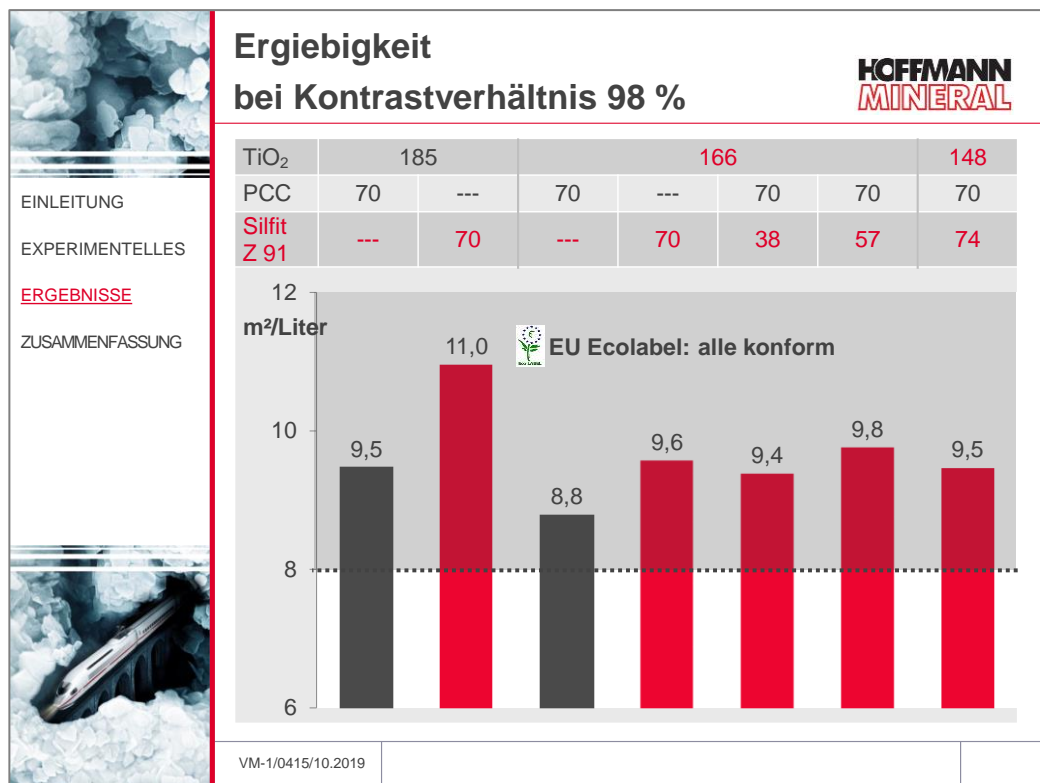


Abb. 8

Vorteilhaft wirkt sich dieser Umstand auf den flächenbezogenen Titandioxidverbrauch aus, s. folgende Abbildung.

Die Titandioxidkonzentrationen liegen bei allen Rezepturvarianten im konformen Bereich unterhalb 40 g pro m² Trockenschicht (Abb. 9).

Gegenüber gefälltem Calciumcarbonat erlaubt die höhere Deckfähigkeit/Ergiebigkeit der Formulierungen mit Silfit Z 91 hingegen die Applikation in geringerer Schichtdicke. Der effektiv verminderte Verbrauch und die damit verbundene Materialeinsparung spiegeln sich letztlich im flächenbezogen gesenkten TiO₂-Gehalt wider.

Ein bereits in der Formulierung deutlich verminderter Weißpigmentanteil wirkt sich zusätzlich und gemäß der ganz rechts dargestellten Variante besonders günstig aus.

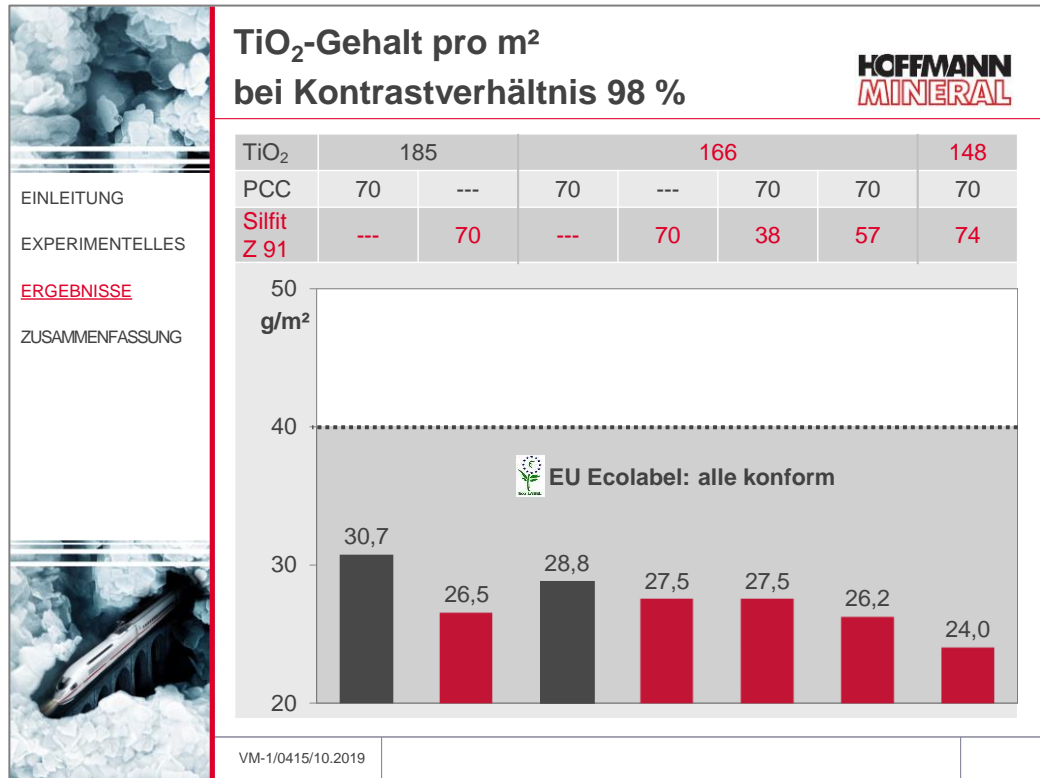


Abb. 9

Verglichen zu gefälltem Calciumcarbonat erweist sich Silfit Z 91 als geeigneter, den Verbrauch an Weißpigment zu senken und die Umwelt besser zu schonen. Wie im folgenden Abschnitt dargelegt, sind durch Verwendung von Silfit Z 91 gleichzeitig zusätzliche Kosteneinsparungen möglich.

3.6 Preis-Leistungs-Verhältnis

Zugrundegelegt und in Beziehung gesetzt sind in *Abb. 10* die volumenbezogenen Rohstoffkosten in Deutschland 2019 (obere Grafik, linke Säule), sowie die aus dem Deckvermögen resultierende volumenbezogene Ergiebigkeit (obere Grafik, rechte Säule). Die Angaben erfolgen als relative Änderung [%] bezogen auf die Kontrollformulierung mit einem Indexwert = 100.

In der unteren Grafik ist die jeweilige additive Zusammenfassung der Veränderungen bei Kosten und Ergiebigkeit als Indikator für die effektive Leistungsfähigkeit wiedergegeben.

Im 1:1 Vergleich überkompensiert die bessere Ergiebigkeit des Silfit Z 91 die gegenüber PCC relativ gesehen gering höheren Rohstoffkosten deutlich. Während der partielle TiO₂-Ersatz durch Silfit Z 91 ohne optische Nachteile möglich ist, wird der sichtbare Leistungsabfall mit gefällttem Calciumcarbonat trotz des günstigeren Formulierungsansatzes in der Gesamtbilanz nicht aufgefangen. Erst die Kombination mit Silfit Z 91 bietet Titandioxid- und Kosteneinsparungen ohne Einbußen in der Performance.

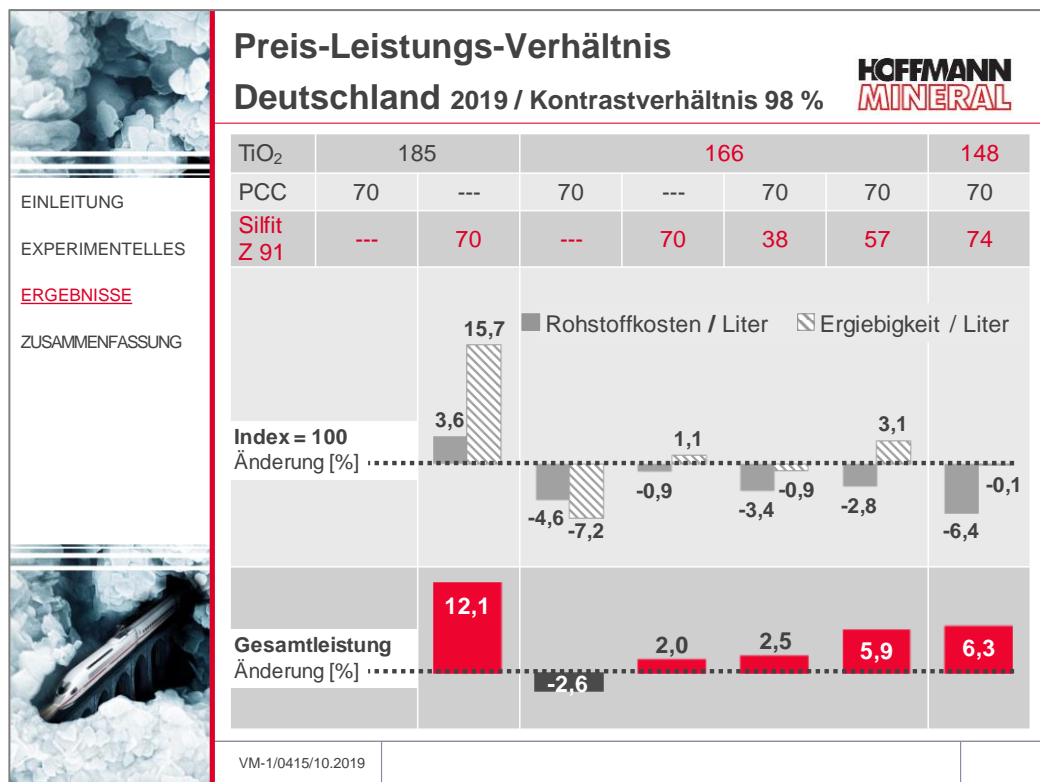


Abb. 10

4 Zusammenfassung

Silfit Z 91 erzielt gegenüber dem gefälltem Calciumcarbonat in der vorliegenden Untersuchung die folgende Performance:

- Praktisch vergleichbare Eigenschaften hinsichtlich Verarbeitung, Lagerstabilität, Farbe, Glanzgrad und Nassabriebbeständigkeit
- Signifikante Verbesserung des Deckvermögens; Deckkraftverlust nach partieller Titandioxidreduzierung problemlos kompensierbar

Daraus resultiert bei Einsatz von Silfit Z 91 in hochwertigen Innendispersionsfarben folgendes gegenüber PCC vorteilhaftes Leistungsprofil:

- Ausgezeichnete optische Farbwerte und Strapazierfähigkeit der Beschichtung
- Deutlich höhere Ergiebigkeit, wodurch prinzipiell Schichtdicke und flächenbezogener Materialverbrauch kostensenkend reduziert werden können
- Infolge verbesserter Deckkraft Möglichkeit zur TiO₂-Reduzierung mit realer Einsparmöglichkeit für Weißpigment und Rohstoffkosten ohne Leistungsverlust
- Weitere Absenkung des bereits Ecolabel-konformen flächenbezogenen Gehaltes an Titandioxid (Weißpigment-Limitierung)

Silfit Z 91 liefert mit diesem Eigenschaftsspektrum einen merklichen Beitrag zur Formulierung noch umweltfreundlicherer Beschichtungssysteme und unterstreicht in besonderer Weise seine Eignung als effektiver TiO₂-Extender für moderne Innendispersionsfarben.

Rezepturempfehlungen zur Formulierung mit Silfit Z 91 sind *Abb. 11* auf der Folgeseite entnehmbar.


		HOFFMANN MINERAL		
		Rezepturempfehlungen		
		[1]	[2]	[3]
 EINLEITUNG EXPERIMENTELLES ERGEBNISSE <u>ZUSAMMENFASSUNG</u>	[1] Sehr hohes Deckvermögen / Ergiebigkeit			
	[2] TiO₂-Reduzierung, gutes Deckvermögen			
	[3] Hohe Kosteneinsparung			
	Wasser demineralisiert		291	
	Tylose MH 30000 YG8		4	
	Calgon N 10 %		5	
	Lopon 895		3	
	Agitan 315		2	
	Parmetol MBX		1	
	Sachtleben RDDI	185	166	148
	Socal P2	---	70	70
	Omyacarb 2 GU		125	
	Omyacarb 5 GU		90	
	Omyacarb 10 GU		30	
	Plastorit 00		40	
	Agitan 315		2	
	Silfit Z 91	70	(38 bis) 57	74
	Natronlauge 10 %		2	
	Mowilith LDM 1871 (VAE)		150	
Festkörper m/m	[%]	70,8	72,5	72,7
PVK	[%]	63,0	64,3	64,3
VM-1/0415/10.2019				

Abb. 11

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