

**Matte UV-Klarlacke, Topcoat:
Mattierungskonstanz und
Kostenreduzierung durch
Neuburger Kieselerde**

Verfasser: Hubert Oggermüller
Barbara Mayer



VM / Dr. Alexander Risch

Inhalt

- 1 Einleitung

- 2 Experimentelles
 - 2.1 Basisrezeptur
 - 2.2 Teilersatz des Mattierungsmittels und Rezepturvarianten
 - 2.3 Füllstoffe und Kennwerte
 - 2.4 Herstellung, Applikation und Härtung

- 3 Ergebnisse
 - 3.1 Rheologie
 - 3.2 Glanz
 - 3.2.1 Niedrige Schichtdicke
 - 3.2.2 Mittlere Schichtdicke
 - 3.3 Transparenz
 - 3.4 Abriebbeständigkeit
 - 3.5 Einsparpotential bei Formulierungskosten

- 4 Zusammenfassung

1 Einleitung

Die Mattierung von 100 % UV-Lacken stellt sich grundsätzlich schwieriger als in lösemittelhaltigen Formulierungen dar. Aufgrund der schnellen und lösemittelfreien Härtung kommt es zu keinem Volumenschwund, weshalb sich die sonst für Mattierung verantwortliche Mikrorauigkeit hier kaum ausbilden kann. Trotzdem gibt es mehrere Möglichkeiten für die Mattierung eines lösemittelfreien UV-Lacks. Formulierungstechnisch zu den neueren Methoden zählen die Oberflächenstrukturierung oder interne Lichtstreuung. Als verfahrenstechnische Variante wäre die Excimer-Laser-Härtung zu nennen.

Am weitesten verbreitet und auch effektivsten ist aber die herkömmliche, klassische Variante mit Hilfe von Wachsen oder mittels eines Mattierungsmittels wie der Kieselsäure. Wachse und Kieselsäuren können, abhängig von der Einsatzmenge, eine ausreichende Mattierung erreichen, und das bei hervorragender Transparenz.

Je matter die Oberfläche werden soll, desto mehr Mattierungsmittel muss eingesetzt werden. Eine starke Mattierung wird dann schnell zur Kostenfrage, da hohe Mengen Mattierungsmittel auch höhere Rohstoffkosten bedeuten und dies wiederum höhere Formulierungskosten zur Folge hat. Des Weiteren kann eine hohe Wachs- oder Kieselsäurekonzentration zu starkem Viskositätsanstieg im Flüssiglack führen. All diese Faktoren machen es schwer eine geeignete und auch wirtschaftlich interessante Lösung zu finden.

In der vorliegenden Untersuchung soll deshalb die Mattierungseffizienz und -konstanz der Neuburger Kieselerde gegenüber den marktüblichen Mattierungsmitteln vorgestellt werden.

Ziel dabei ist die Eigenschaften des besten Mattierungsmittels zu erhalten oder sogar zu verbessern und gleichzeitig die Formulierungskosten zu senken.

Marktübliche Mattierungsmittel

Alle der in 100 % UV-Lacken eingesetzten Mattierungsmittel können nicht unabhängig von der Schichtdicke mattieren. Es wurde eine Vielzahl von Mattierungsmitteln wie mehrere Silicagel Kieselsäuren, aber auch verschiedene Wachse und Compounds mit organischen Polymeren geprüft, wobei die besten Ergebnisse die vier in der folgenden Grafik dargestellten Produkte erreichten. Wie in *Abb. 1* zu sehen ist bietet Silica C gute Mattierung zusammen mit relativ guter Konstanz bei variierenden Trockenschichtdicken (TSD). Silica C wird daher im Folgenden als Kontrolle und als Kombinationspartner für die verschiedenen Neuburger Kieselerde Produkte verwendet.

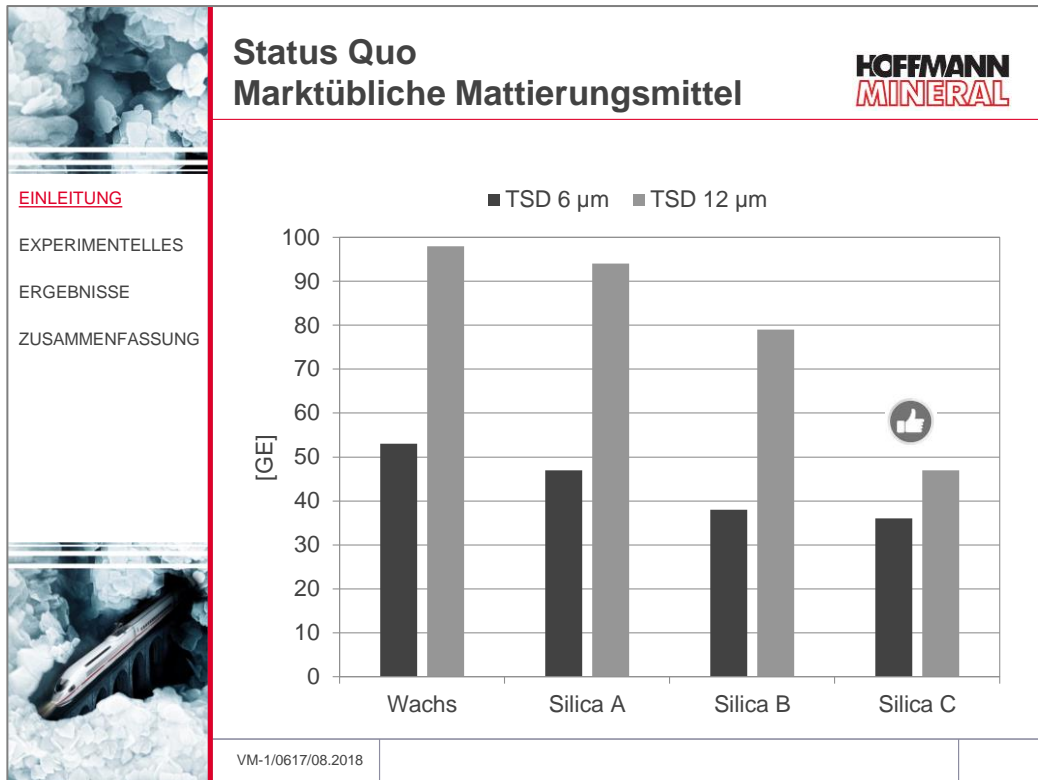


Abb. 1

2 Experimentelles

2.1 Basisrezeptur

Als Grundlage der Untersuchung wurde eine Richtrezeptur der Firma BASF verwendet (Abb.2). Das Bindemittelsystem besteht aus einer Kombination eines aromatischen Epoxyacrylats (Laromer LR 8986) und eines Polyetheracrylats (Laromer PO 8967). Neben Photoinitiator, Verlaufsmittel und Entschäumer ist Silica C als einziges Mattierungsmittel in der Rezeptur mit 8,7 Prozent enthalten.

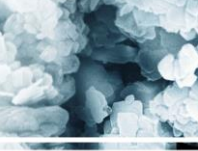

		Basisrezeptur		HOFFMANN MINERAL
		Richtrezeptur PW 14103 von BASF		
EINLEITUNG			Beschreibung	
<u>EXPERIMENTELLES</u>		Laromer LR 8986	aromatisches Epoxyacrylat	43,5
ERGEBNISSE		Laromer PO 8967	Polyetheracrylat	43,5
ZUSAMMENFASSUNG		Omnirad 184	Photoinitiator α -Hydroxyketon	3,5
		Silica C	Mattierungsmittel	8,7
		EFKA FL 3741	Verlaufsmittel	0,4
		FoamStar ST 2438	Entschäumer	0,4
		Summe		100,0 %
		VM-1/0617/08.2018		

Abb. 2

2.2 Teilersatz des Mattierungsmittels und Rezepturvarianten

Die Kontrolle enthält 8,7 % Silica C. Dieser Anteil wurde reduziert und in Vorversuchen durch Neuburger Kieselerde ersetzt, so dass wieder ein Glanzgrad ähnlich der Kontrolle erreicht wurde. Der Anteil der Silica C konnte so um 50 % reduziert und im Verhältnis 1 zu 4 durch Neuburger Kieselerde ersetzt werden. Aus Abb. 3 können die neuen Konzentrationen, 4,35 % von Silica C und 17,4 % von der Neuburger Kieselerde, entnommen werden.

Die Vorgehensweise, die Hälfte der enthaltenen Silica durch das Vierfache an Neuburger Kieselerde zu ersetzen, kann auch auf andere UV-Lacksysteme für erste Versuche übernommen werden.

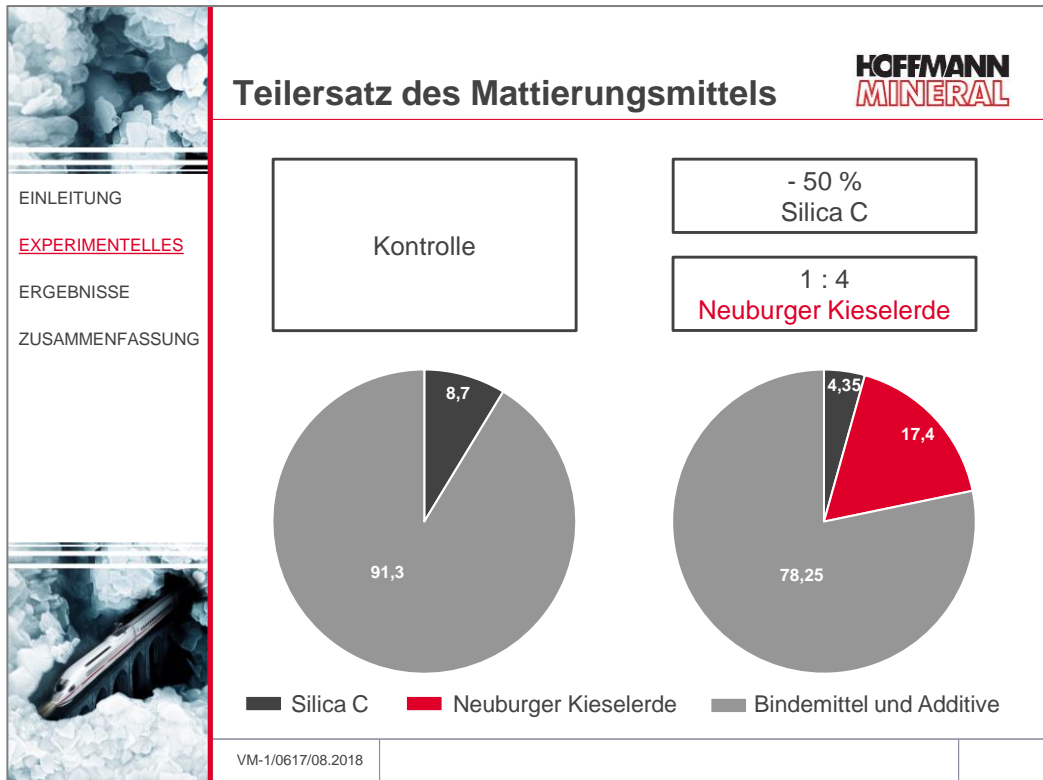


Abb. 3

Aus oben beschriebenem Teilersatz des Mattierungsmittels ergeben sich folgende in Abb. 4 dargestellte Rezepturvarianten. Geprüft wurden die für Mattierung geeigneten Produkte Sillitin V 88 und Aktisil MAM. Die PVK der Kontrolle lag bei 5,2 %, aufgrund der höheren Füllstoffdosierung durch den Teilersatz wird sie auf 11,9 % erhöht.

		HOFFMANN MINERAL		
		Rezepturvarianten		
		Prozent		
		Kontrolle	- Silica + Sillitin V 88	- Silica + Aktisil MAM
EINLEITUNG				
<u>EXPERIMENTELLES</u>				
ERGEBNISSE				
ZUSAMMENFASSUNG				
		Laromer LR 8986	43,50	37,28
		Laromer PO 8967	43,50	37,28
		Omnirad 184	3,50	3,00
		Silica C	8,70	4,35
		Sillitin V 88		17,40
		Aktisil MAM		17,40
		EFKA FL 3741	0,40	0,34
		FoamStar ST 2438	0,40	0,34
		Summe	100,0	100,0
		PVK	5,2	11,9
VM-1/0617/08.2018				

Abb. 4

2.3 Füllstoffe und Kennwerte

Abb. 5 gibt eine Übersicht über die wichtigsten Kennwerte der verwendeten Füllstoffe. Bei Silica C handelt es sich um eine organisch modifizierte Kieselsäure, deren mittlerer Teilchendurchmesser d_{50} bei 11 μm liegt. Das Sillitin V 88 ist mit einem d_{50} von um die 4,5 μm deutlich feiner als Silica C. Aktisil MAM ist die mit Methacrylsilan oberflächenbehandelte Variante von Sillitin V 88 und hat den selben d_{50} wie das Basisprodukt. Die Ölzahl, den Bindemittelbedarf repräsentierend, liegt bei der Kieselsäure mit 300 g/100g sehr hoch. Die beiden Neuburger Kieselerdetypen liegen mit rund einem sechstel an Bindemittelbedarf deutlich niedriger wie die Kieselsäure. Dies macht sich sehr positiv beim Einarbeiten des Füllstoffes in das Bindemittel bemerkbar, in dem die Einarbeitung deutlich schneller bei weniger Staubbildung erfolgt.

		HOFFMANN MINERAL		
		Füllstoffe und Kennwerte		
		Silica C	Sillitin V 88	Aktisil MAM
EINLEITUNG	EXPERIMENTELLES	Farbe X	86,0	80,1
ERGEBNISSE	ZUSAMMENFASSUNG	Farbe Y	90,6	84,5
		Farbe Z	95,7	86,4
		Korngröße d_{50} [μm]	11	4,5
		Korngröße d_{97} [μm]	27	15
		Ölzahl [g/100g]	300	45
		Oberflächenbehandlung	organisch	keine
				Methacrylsilan
VM-1/0617/08.2018				

Abb. 5

2.4 Herstellung, Applikation und Härtung

Alle UV-Lacke ließen sich einfach mittels Zahnscheibendispergierung bei einer niedrigen Umfangsgeschwindigkeit von nur 4,2 m/s herstellen.

Um Filme mit ausreichend niedriger Schichtdicke von 6 µm bis 12 µm zu erhalten wurden die Lacke auf Glasplatte mit Hilfe einer Linolwalze appliziert. Für mittlere Schichtdicken von 20 bis 40 µm wurden Filme auf Kontrastkarton mit einem Kastenraker gezogen.

Die Aushärtung erfolgte am UV-Härtegerät Aktiprint L mit einer Quecksilber – Lampe bei einer Intensität von 120 W/cm und einer Bandgeschwindigkeit von 10 m/min. Nach sechs Durchläufen durch das UV-Härtegerät wurde eine vollständig ausgehärtete Lackschicht erhalten. Die nötige Anzahl an Durchläufen wurde durch eine Kaliumpermanganatprüfung ermittelt.

Für die Prüfung wurde eine wässrige 1 %ige Kaliumpermanganatlösung hergestellt. Die Lösung wurde auf die Lackfilme 1 Tag nach der Bestrahlung punktförmig auf die weiße Fläche des Kontrastkartons aufgetragen. Nach einer Verweilzeit von 1 Minute wurde die Lösung mit einem Tuch aufgesaugt und mit einem feuchten Tuch nachgewischt. Die entstandene Verfärbung des Films, repräsentierend für verbliebene Doppelbindungen, wurde nach 1 Stunde Ruhezeit mit einem Spektralphotometer vermessen. Aus den Farbwerten des unbelasteten und belasteten Films wurde das delta E der Verfärbung berechnet. In einer Graphik wurde die Dosis, entsprechend der Anzahl der Durchläufe, gegen das delta E aufgetragen. Nach sechs Durchläufen blieb das delta E weitgehend konstant, so dass eine maximale Umsetzung und damit vollständige Härtung angenommen werden kann.

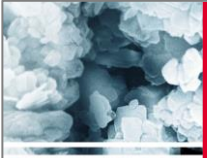

	Herstellung / Applikation / Härtung HOFFMANN MINERAL	
EINLEITUNG	<u>Dispergierung:</u>	<ul style="list-style-type: none"> • Dissolver mit Zahnscheibe • 10 min bei 4,2 m/s
EXPERIMENTELLES	<u>Applikation:</u>	<ul style="list-style-type: none"> • auf Glasplatte mittels Linolwalze • auf Kontrastkarton mittels Kastenraker
ERGEBNISSE	<u>Härtung:</u>	<ul style="list-style-type: none"> • Aktiprint L mit Hg – Lampe • Intensität 120 W/cm • Bandgeschwindigkeit 10,0 m/min • sechs Durchläufe
ZUSAMMENFASSUNG	VM-1/0617/08.2018	
		

Abb. 6

3 Ergebnisse

3.1 Rheologie

Die Viskosität wurde in einem Platte-Platte-Rheometer über eine logarithmische Scherrampe bestimmt. Verwendet wurde ein Messsystem mit 50 mm Durchmesser, der Spaltabstand betrug 0,5 mm.

Stellvertretend für den Niedrigscherbereich wurde die Viskosität bei $0,1 \text{ s}^{-1}$ Schergeschwindigkeit ausgewertet (Abb. 7). Alle Formulierungen resultieren in ähnlichen Viskositäten, lediglich die der Variante mit Aktisil MAM ist minimal höher.

Auch bei 500 s^{-1} ergeben sich sehr ähnliche Resultate.

Somit erreichen alle Varianten mit Neuburger Kieselerde ein ähnliches Fließverhalten wie die Kontrolle mit Silica C und lassen sich somit ebenso einfach verarbeiten.

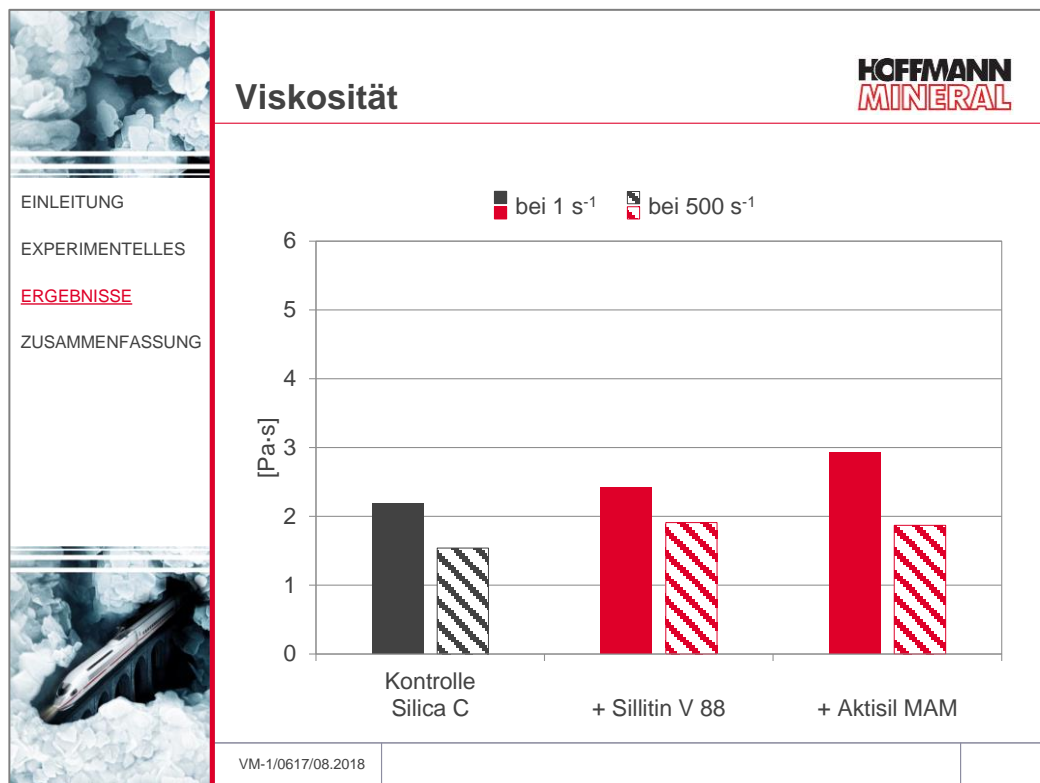


Abb. 7

3.2 Glanz

Grundsätzlich sollte ein möglichst niedriger Glanzwert erreicht werden, der idealerweise unabhängig von der Schichtdicke wäre. Der Glanz wurde im niedrigen (6 µm bis 12 µm) und mittleren (25 µm bis 40 µm) Schichtdickenbereich betrachtet. Ausgewählt wurden diese zwei Bereiche, da es Situationen gibt, die eine höhere Schichtdicke bedingen und dabei kein optischer Unterschied im Glanz feststellbar oder der mattierte Lack für mehrere Verwendungen mit unterschiedlicher Filmdicke geeignet sein sollte.

3.2.1 Niedrige Schichtdicke

In Abb. 8 sind die Glanzresultate bei niedriger Schichtdicke dargestellt. Mit Sillitin V 88 und Aktisil MAM wird bei 6 µm Schichtdicke dieselbe Mattierung wie mit Silica C erreicht. Wird die Schichtdicke verdoppelt, so haben Sillitin V 88 und Aktisil MAM noch eine ähnlich gute Mattierung wie die Kontrolle.

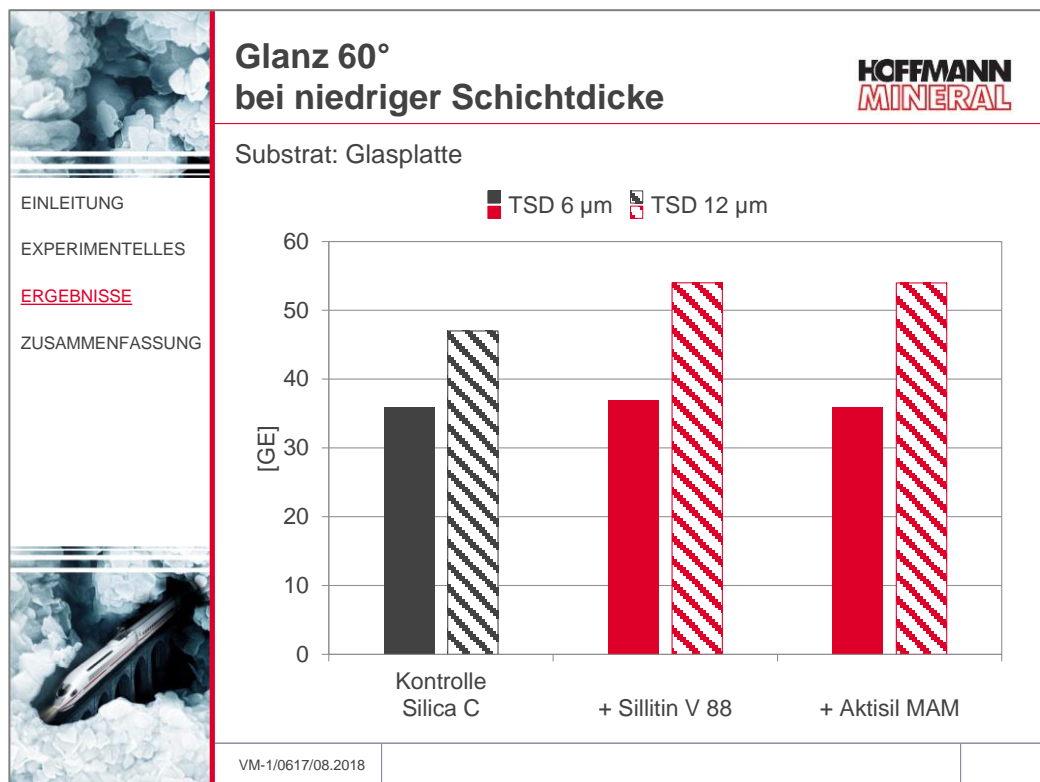


Abb. 8

3.2.2 Mittlere Schichtdicke

Betrachtet man nun den Glanz auch bei einer höheren Schichtdicke im Bereich von 25 μm und 40 μm , so ist zwischen der Kontrolle und Sillitin V 88 bzw. Aktisil MAM kein Unterschied in der Mattierungsleistung feststellbar (Abb. 9).

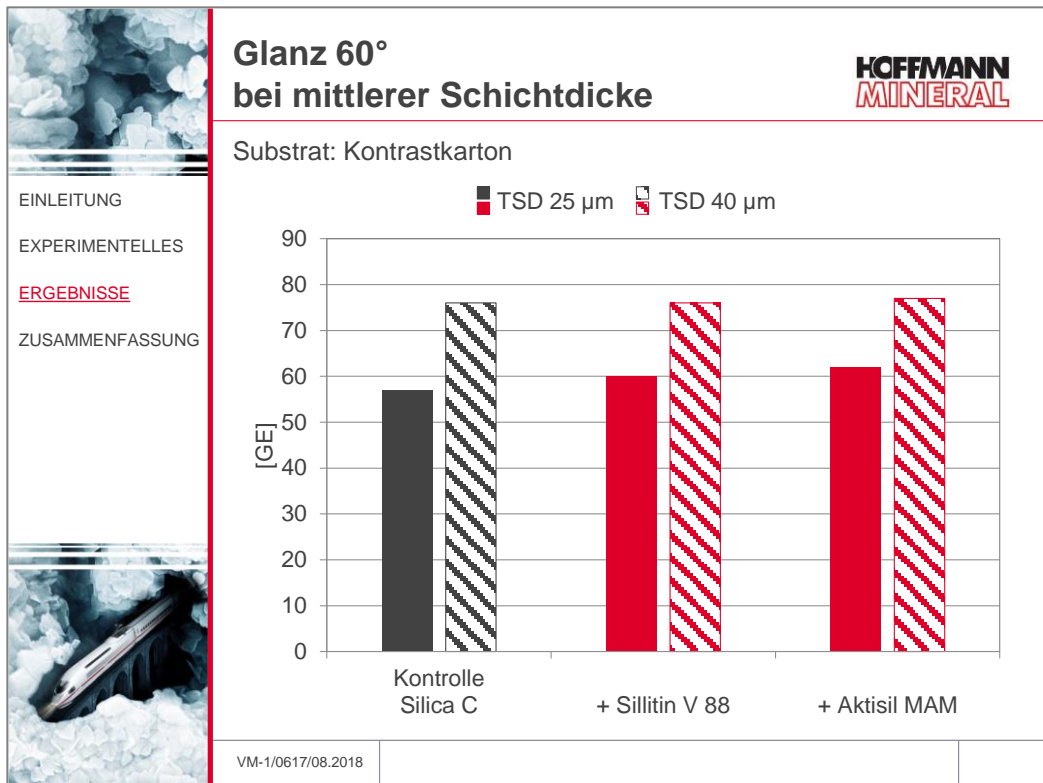


Abb. 9

3.3 Transparenz

Die Transparenz wurde bei 20 µm und 40 µm auf den schwarzen Feldern eines Kontrastkartons durch Farbmessung mit einem Spektralfotometer bestimmt. Der mittlere Schichtdickenbereich wurde gewählt, da dieser kritischer als der niedrige Bereich ist. Als Bezugswert diente die mattierungsmittelfreie Basisrezeptur. Deren Helligkeitswerte L^* wurden als Referenz gesetzt und daraus das ΔL^* für alle anderen Formulierungen berechnet.

Die in *Abb. 10* dargestellten Ergebnisse zeigen, dass sowohl mit der Kontrolle, als auch mit Sillitin V 88 und Aktisil MAM eine sehr gute Transparenz erreicht wird.

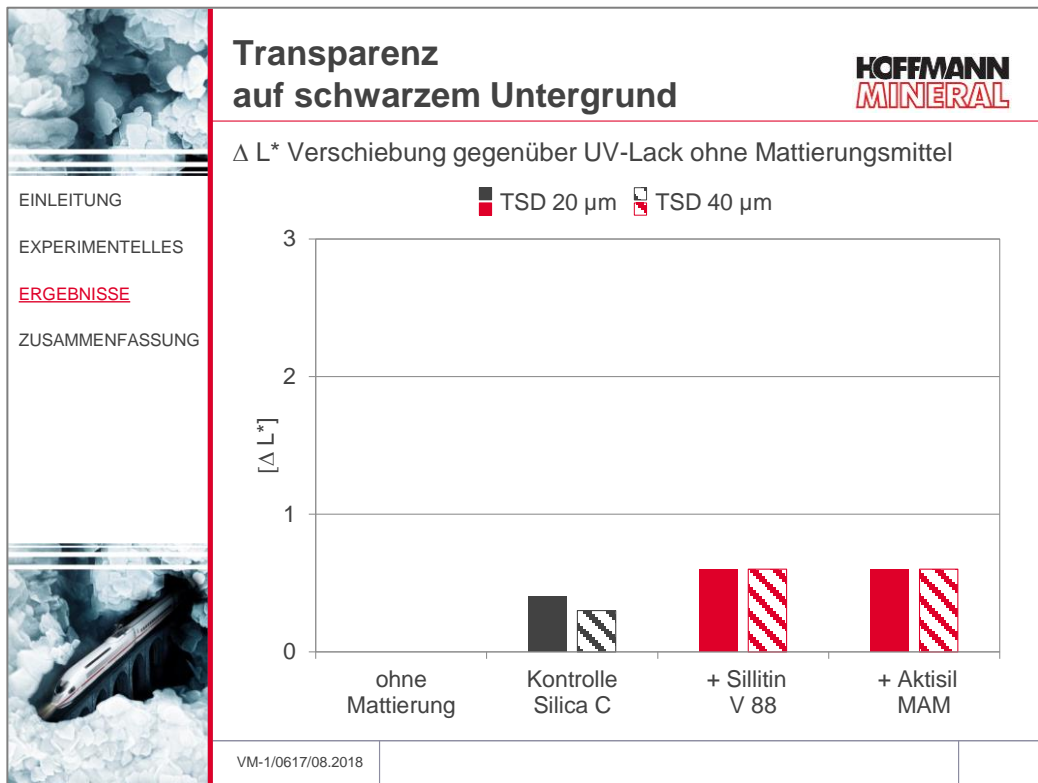


Abb. 10

3.4 Abriebbeständigkeit

Der Abriebverlust wurde nach zwei unterschiedlichen Verfahren mittels Taber Abraser bestimmt, unter den eher moderaten Bedingungen nach ASTM D 4060 mit CS17 Reibrädern und 1 kg Auflagegewicht nach 1000 Umdrehungen, sowie deutlich kritischer nach DIN 53754 mit S42 Schmirgelstreifen und 5,4 N Auflagegewicht nach 100 Umdrehungen. Für beide Normen wurde am Taber Gerät eine Umdrehungsgeschwindigkeit von 55 min⁻¹ eingestellt.

Der Abrieb der Basisrezeptur ohne Mattierungsmittel, identische Formulierung wie bei der Transparenz, wurde dabei mitbestimmt.

Da sich die Beschichtungen in ihrer Dichte unterscheiden wird in *Abb. 11* der Abrieb nach ASTM D 4060 als Volumenabrieb in Kubikmillimeter, und nicht in Masse wie es die Norm fordert, dargestellt.

Die Formulierung ohne Mattierungsmittel hat den höchsten Volumenabriebverlust. Silica C wie auch die untersuchten Produkte von Hoffmann Mineral erhöhen gegenüber der ungefüllten Rezeptur die Abriebbeständigkeit deutlich.

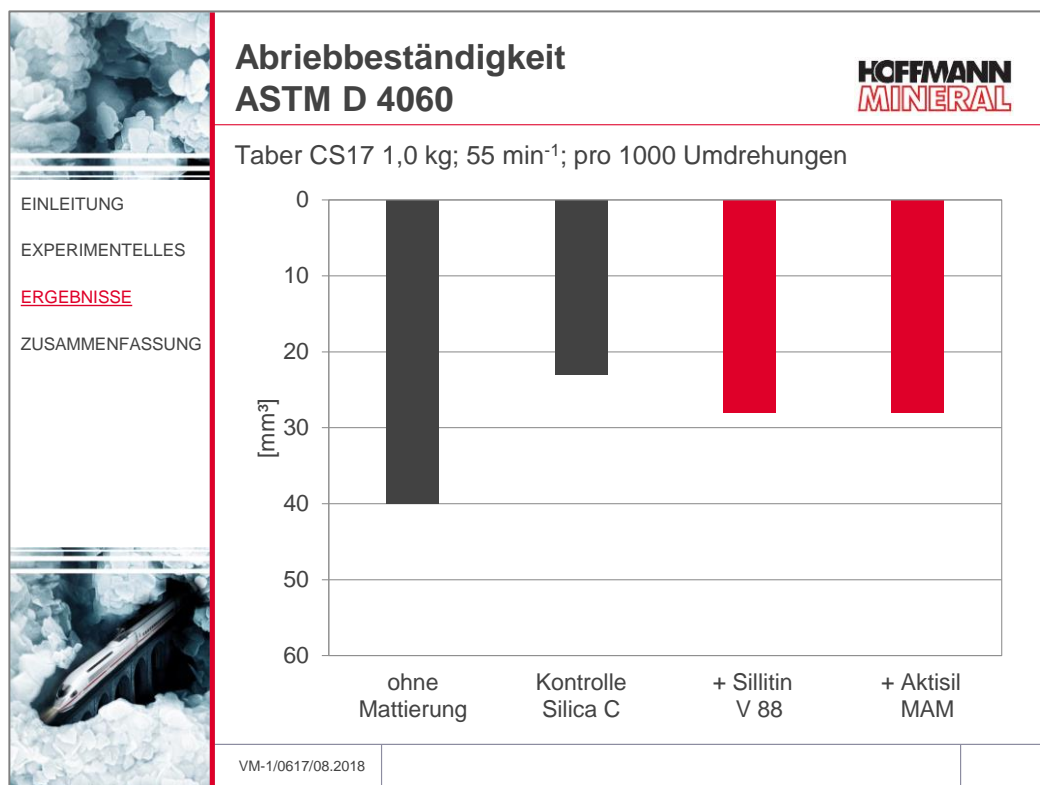


Abb. 11

Auch die Ergebnisse des Abriebs bei Verwendung der deutlich aggressiveren und damit kritischeren S 42 Schmirgelstreifen zeigen positive Effekte für die Varianten mit Neuburger Kieselerde (Abb. 12). Während Sillitin V 88 noch die gleiche Abriebbeständigkeit wie Silica C erreicht wird mit Aktisil MAM nochmals eine Verbesserung der Abriebbeständigkeit erzielt.

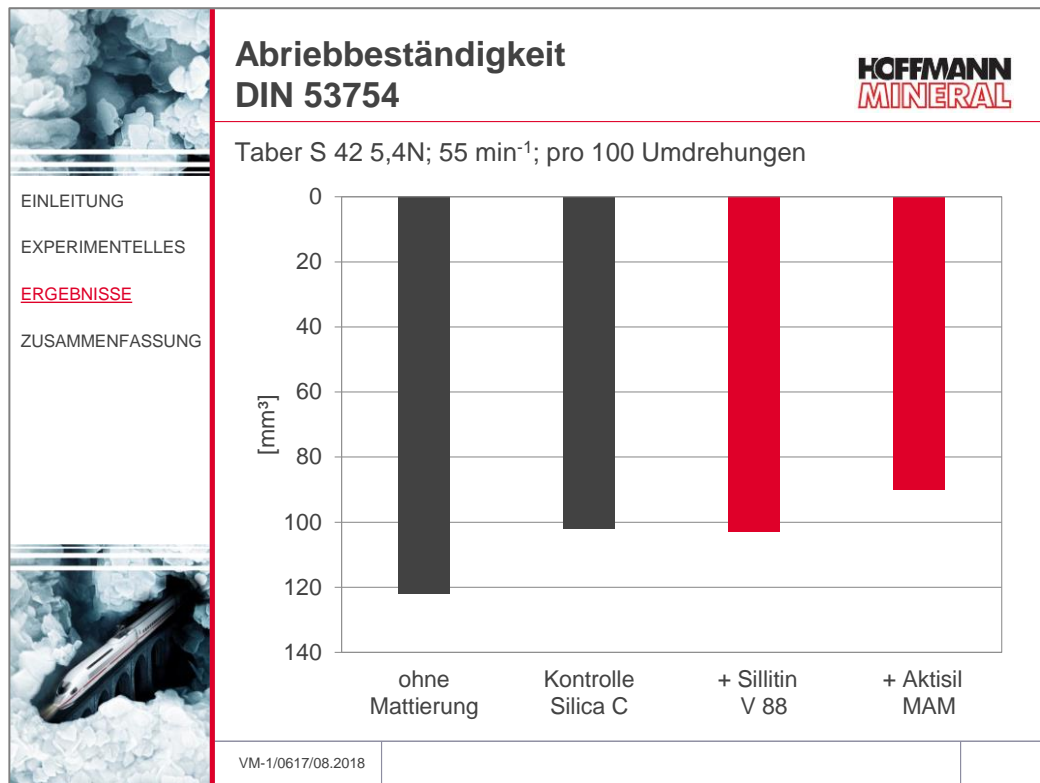


Abb. 12

3.5 Einsparpotential bei Formulierungskosten

Die Abb. 13 gibt eine Übersicht zum Einsparpotential der Formulierungskosten auf Basis der Rohstoffpreise von Deutschland in 2018. Mit Bezug auf die Kontrolle mit ausschließlich Silica C lassen sich durch die Verwendung von Aktisil MAM bis zu 4,2 % der Kosten einsparen. Wird Sillitin V 88 eingesetzt, so können die Formulierungskosten sogar um bis zu 8,5 % gesenkt werden.

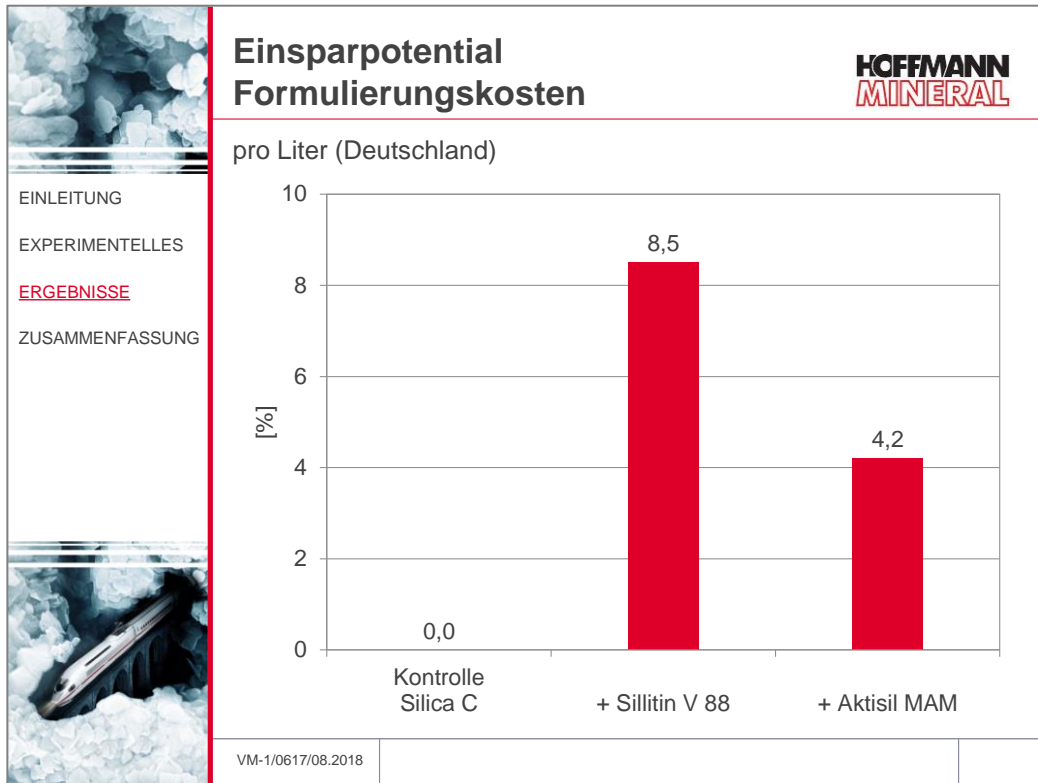


Abb. 13

4 Zusammenfassung

In 100 % UV-Klarlacken wird mit einem Teilersatz des Mattierungsmittels durch Neuburger Kieselerde eine deutliche Reduzierung der Formulierungskosten realisiert. Die vorgestellten Typen können dabei das Eigenschaftsprofil der Kontrolle mindestens halten oder sogar noch verbessern.

Beim gewählten Austauschverhältnis von 1 zu 4 von Silica zu Neuburger Kieselerde wird die Viskosität des lösemittelfreien UV-Lackes nicht erhöht und die gute Transparenz bleibt erhalten.

Weiterhin wird eine ausgezeichnete Mattierung erreicht sowie die Abriebbeständigkeit zusätzlich verbessert.

Produktempfehlungen:

Sillitin V 88

- gute Transparenz
- gute Mattierung

Aktisil MAM

- gute Transparenz
- gute Mattierung
- verbesserte Abriebbeständigkeit

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.