

Neuburger Kieselerde in UV-härtenden Holzbeschichtungen: Spachtel und Top Coat

Verfasser: Hubert Oggermüller



VM / Dr. Alexander Risch

Inhalt

1 Spachtel auf Basis Epoxyacrylat

- 1.1. Einleitung
- 1.2. Füllstoffkennwerte
- 1.3. Basisrezeptur
- 1.4. Applikation, Prüfungen und Parameter
- 1.5. Ergebnisse Spachtel
 - 1.5.1. Viskosität vs. Füllstoffdosierung
 - 1.5.2. Viskosität und Fließgrenze
 - 1.5.3. Farbverschiebung
 - 1.5.4. Transparenzverlust
 - 1.5.5. Abriebbeständigkeit
 - 1.5.6. Formulierungskosten

2 Top Coat auf Basis eines aliphatischen Urethanacrylates

- 2.1. Einleitung
- 2.2. Füllstoffkennwerte
- 2.3. Basisrezeptur
- 2.4. Versuchsplan
- 2.5. Applikation, Prüfungen und Parameter
- 2.6. Ergebnisse Top Coat
 - 2.6.1. Viskosität
 - 2.6.2. Farbverschiebung
 - 2.6.3. Glanz 60°
 - 2.6.4. Abriebbeständigkeit
 - 2.6.5. Formulierungskosten
- 2.7. Leistungsvergleich

3 Zusammenfassung

Die Untersuchungen wurden in Zusammenarbeit mit der Firma UCB Chemie (inzwischen Allnex) durchgeführt. Vielen Dank für die geleistete Unterstützung.

1 Spachtel auf Basis Epoxyacrylat

1.1 Einleitung

Ziel dieser Untersuchung war es, den Einfluss von verschiedenen Füllstofftypen auf wichtige Eigenschaften von Spachteln für Parkettböden aufzuzeigen.

Dafür sollte ein mineralischer Füllstoff bieten:

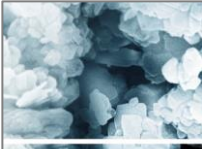


- hoher Anteil in der Formulierung
- Viskositätsanstieg, besonders in Kombination mit einer Fließgrenze (wichtig für das Verarbeitungsverhalten auf der Spachtelwalze)
- gute Transparenz
- hohe Abriebbeständigkeit
- Kostenreduktion

Als weitverbreitete Füllstoffe für diesen Bereich wurden zwei verschiedene Talkumtypen, ein gefälltes Bariumsulfat und zum Vergleich drei Produkte auf Basis Neuburger Kieselerde ausgewählt: Sillitin V 88, Sillitin Z 89 und Aktisil MAM.

1.2 Füllstoffkennwerte

Als Auswahlkriterien dienten Kornform, Korngröße und Oberflächenbehandlung.

In der Tabelle sind die Füllstoffkennwerte dargestellt. Die Kornform ist primär durch den jeweiligen Mineraltyp definiert, wobei sich die beiden Talkumtypen in ihrer Struktur (stark lamellar zu lamellar gestapelt) als auch in ihrer chemischen Zusammensetzung unterscheiden. Die Korngrößen sind mit Ausnahme von Talkum 1 und Sillitin Z 89 vergleichbar: Talkum 1 ist gröber und Sillitin Z 89 feiner. Als oberflächenbehandeltes Material wurde Aktisil MAM verwendet, das auf Sillitin V 88 basiert und mit Methacrylsilan gecoatet ist.

		 Füllstoffkennwerte 						
INHALT		Talkum 1	Talkum 2	Blanc Fixe	Sillitin Z 89	Sillitin V 88	Aktisil MAM	
<p>TEIL 1: SPACHTEL</p> <p>EINLEITUNG</p> <p>EXPERIMENTELLES</p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>TEIL 2: TOP COAT</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p> 		Mineralische Beschreibung	Talkum + andere	Talkum + andere	gef. Bariumsulfat	Kieselsäure/ Kaolinit	Kieselsäure/ Kaolinit	Kieselsäure/ Kaolinit
		Chemische Zusammensetzung	55 % SiO ₂ 32 % MgO 5 % Al ₂ O ₃	32 % SiO ₂ 31 % MgO 22 % Al ₂ O ₃	99 % BaSO ₄	82 % SiO ₂ 12 % Al ₂ O ₃	88 % SiO ₂ 8 % Al ₂ O ₃	88 % SiO ₂ 8 % Al ₂ O ₃
		Kornform	lamellar	lamellar, mehr Stapel	rhomboidrisch	korpuskular aggregiert und lamellar	korpuskular aggregiert und lamellar	korpuskular aggregiert und lamellar
		Korngröße d ₅₀ [µm]	7,8	3,2	4,4	2	4	4
		Korngröße d ₉₇ [µm]	27	17	16	9	18	18
		Ölzahl [g/100 g]	47	42	17	55	45	45
		Dichte [g/cm ³]	2,8	2,8	4,4	2,6	2,6	2,6
		Oberflächenbehandlung	keine	keine	keine	keine	keine	Methacrylsilan
		VM-3/1207/09.2019						

1.3 Basisrezeptur

Als Basisrezeptur diente eine Richtrezeptur der Firma UCB Chemie (inzwischen Allnex).

HOFFMANN MINERAL	
Basisrezeptur	
INHALT	Gew.-Teile
TEIL 1: SPACHTEL	
EINLEITUNG	Ebecryl 6040 42,4
EXPERIMENTELLES	
ERGEBNISSE	OTA 480 50,8
TEIL 2: TOP COAT	
ZUSAMMENFASSUNG	Benzophenon 3,4
	Omnirad BDK 3,4
	Füllstoff variabel X
	Gesamt 100 + X
VM-3/1207/09.2019	

Der Füllstoff wurde additiv zu 100 Gewichtsteilen der Ausgangsformulierung dosiert.

Aufgrund der stark unterschiedlichen Dichte der verwendeten Füllstoffe sind im Folgenden die Volumenteile Füllstoff angegeben, um eine bessere Vergleichbarkeit zu gewährleisten.

1.4 Applikation, Prüfungen und Parameter

Viskosität

Rotationsviskosimeter MC 1 der Fa. Anton Paar, 23 °C; Aufzeichnung von Fließkurven bei aufsteigender Schergeschwindigkeit von 0-100 s⁻¹

Der angegebene Wert entspricht der gemessenen Viskosität bei 100 s⁻¹.

Fließgrenze

Rotationsviskosimeter MC 1 der Fa. Anton Paar, 23 °C; Ermittelt durch Schubspannungsversuch (kontinuierlich ansteigende Schubspannung bis zum Erreichen einer kontinuierlichen Fließbewegung der Substanz)

UV-Härtung Spachtel

Quecksilber-UV-Strahler mit 80 W/cm; Geschwindigkeit 15 m/min; zwei Durchgänge

Farbverschiebung

Ermittlung des Farbwertes b* (CIELAB Farbsystem) der Beschichtung auf weißem Untergrund mit Farbmessgerät Luci 100; Trockenschichtdicke 40 µm.

Die Farbänderung Δb* ist die Differenz aus dem gemessenen Wert und dem Farbwert b* der Formulierung ohne Füllstoff; je höher der Wert desto stärker der Gelbstich

Transparenzverlust

Ermittlung der Helligkeit L* (CIELAB Farbsystem) der Beschichtung auf schwarzem Untergrund mit Farbmessgerät Luci 100; Trockenschichtdicke 40 µm.

Der Transparenzverlust ΔL* (Helligkeitsänderung) ergibt sich als Differenz aus der Messung auf schwarzem Untergrund ohne Beschichtung und der Messung mit appliziertem Film; je geringer die Differenz, desto besser ist die Transparenz.

Abriebbeständigkeit

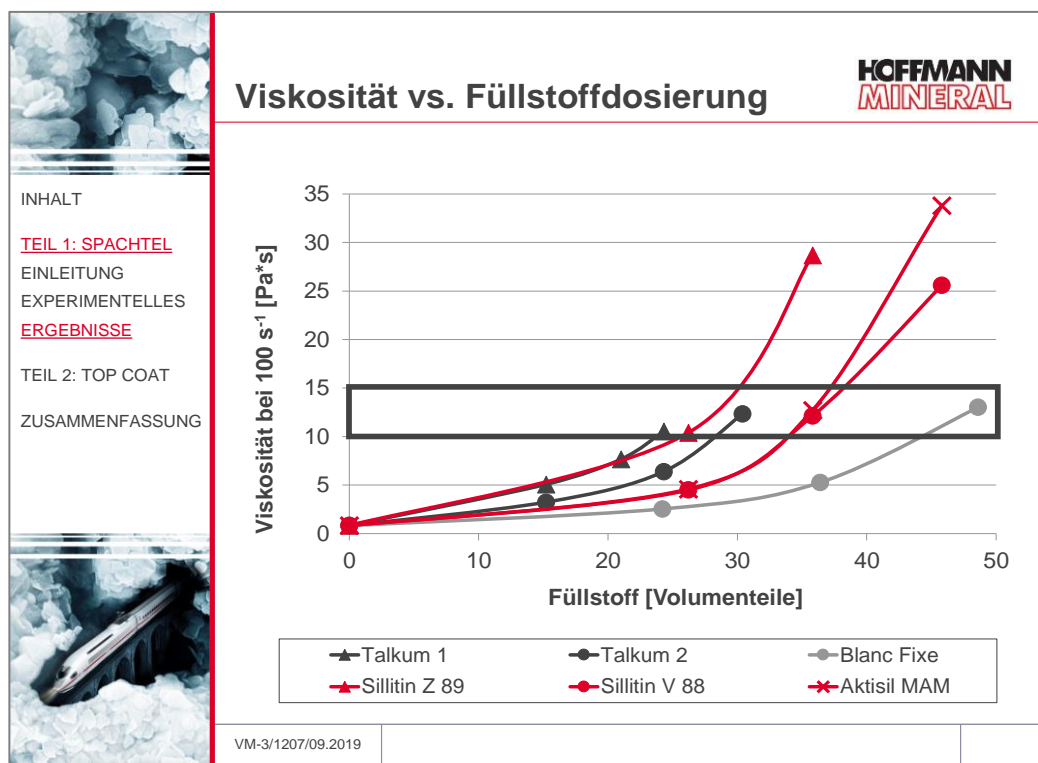
Durchführung mittels Taber Abraser mit S 42 Schmirgelstreifen bei einer Belastung von 0,5 kg. Der Abriebverlust wurde nach 100 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 55 U/min durch Wiegen des Probekörpers und Berechnung des Volumenverlustes bestimmt (unter Beachtung der unterschiedlichen Dichten). Als Substrat wurden MDF-Platten verwendet.

1.5 Ergebnisse Spachtel

1.5.1 Viskosität vs. Füllstoffdosierung

Die Füllstoffe unterscheiden sich sowohl durch die maximal herstellbaren Dosierungen als auch in ihrem Verdickungseffekt. Da für die Anwendung als Spachtel hauptsächlich der Viskositätsbereich zwischen 10 und 15 Pa*s (siehe schwarzes Rechteck) von Interesse ist, ergeben sich unterschiedliche Füllstoffdosierungen.

Talkum 1 erreicht bereits bei ca. 24 Volumenteilen die Grenze der Herstellbarkeit, wogegen mit Talkum 2 ca. 30 Volumenteile darstellbar sind. Blanc fixe kann am höchsten dosiert werden und erzielt dabei nur einen geringen Viskositätsanstieg. Mit den Neuburger Kieselerde-Typen lassen sich hohe Füllgrade sowie hohe Viskositäten realisieren. Für die folgenden Versuche wurden die Füllstoffkonzentrationen aus dem Rechteck ausgewählt.

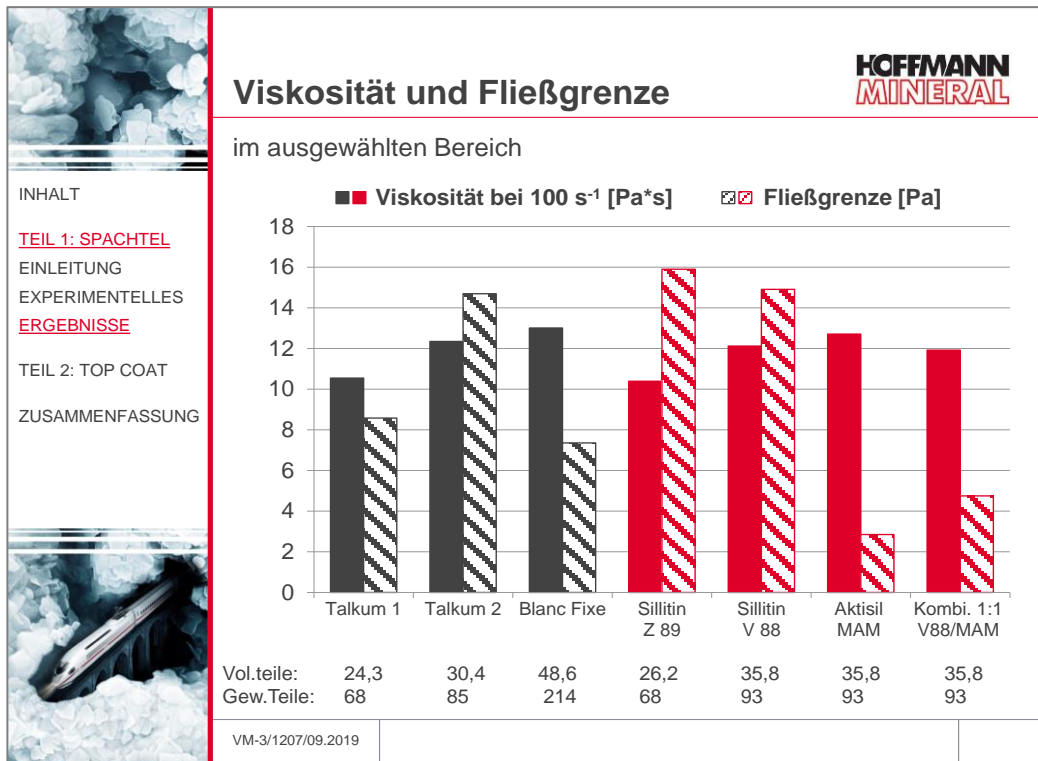


1.5.2 Viskosität und Fließgrenze

Die ausgefüllten Balken zeigen die Viskosität bei 100 s^{-1} bei den entsprechenden Volumenteilen Füllstoff.

Die Fließgrenze – dargestellt als schraffierte Balken – gibt den subjektiven Eindruck der „Pastenkonsistenz“ einer Formulierung als Messwert wieder.

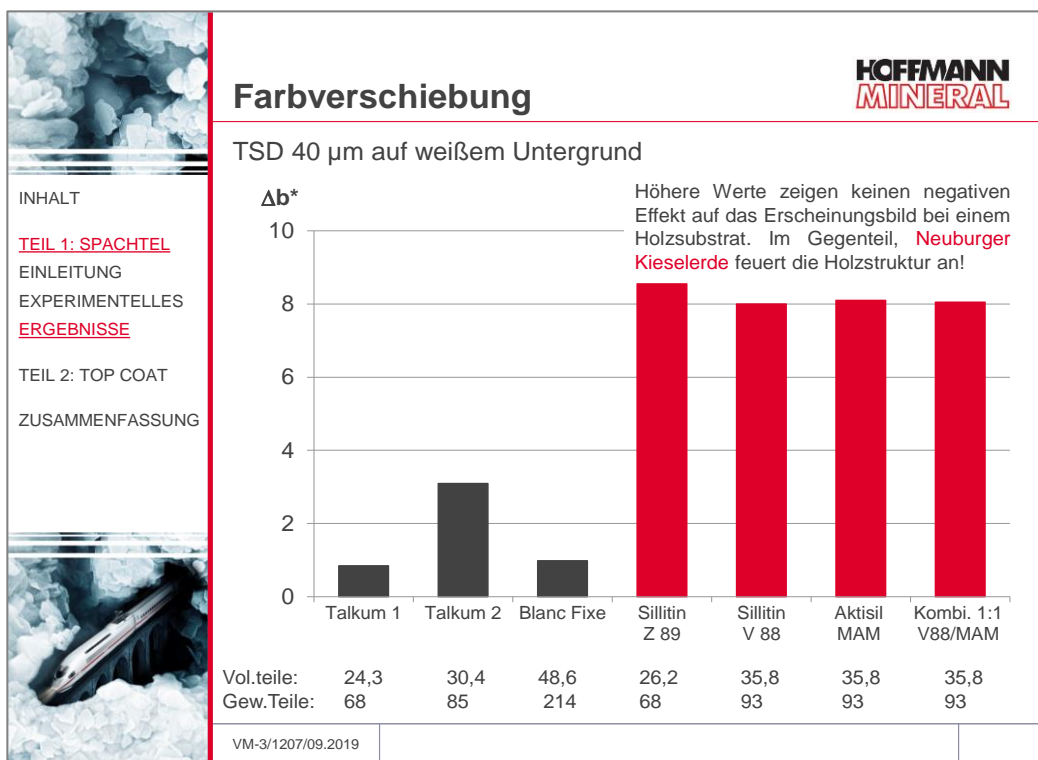
Die Werte für die Fließgrenze variieren zwischen 3 und 16 Pa, wobei Sillitin Z 89 die höchste und Aktisil MAM die niedrigste Fließgrenze aufweist. Besonders interessant erscheint, dass Sillitin V 88 und Aktisil MAM bei gleicher Viskosität stark differierende Fließgrenzen haben. Darum wurde auch eine Kombination (1:1) geprüft. Mittels Kombinationen beider Materialien kann somit die Fließgrenze ohne Einfluss auf die Viskosität eingestellt werden.



1.5.3 Farbverschiebung

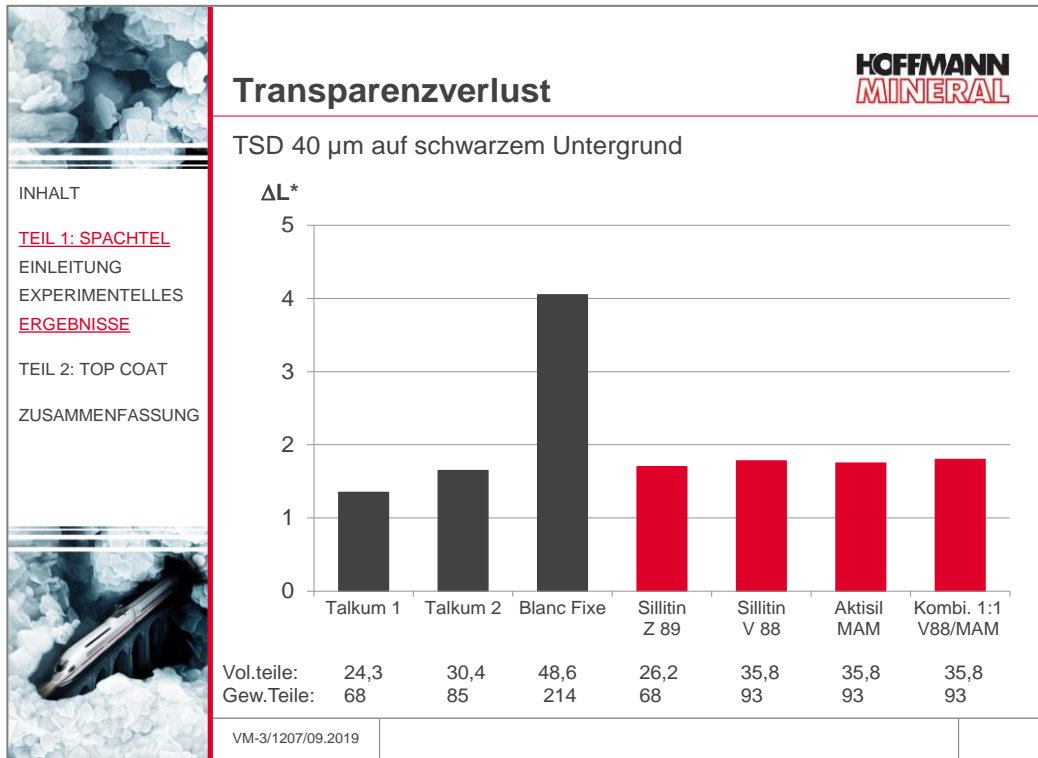
Alle Füllstoffe bewirken eine Farbänderung gegenüber der Basisrezeptur, wobei vor allem der Gelbstich der Beschichtung zunimmt. Dies zeigt die Zunahme des b^* -Wertes (nach CIE-LAB-System) gegenüber der ungefüllten Rezeptur und ist in der Grafik als Δb^* dargestellt.

Alle Kieselerde-Typen weisen im Vergleich zu den anderen Füllstoffen höhere Werte auf. Auf Buchenholz als Substrat wirkt sich der Gelbstich jedoch nicht negativ aus; es zeigt sich sogar eine „anfeuernde“ Wirkung durch die Kieselerdeprodukte.



1.5.4 Transparenzverlust

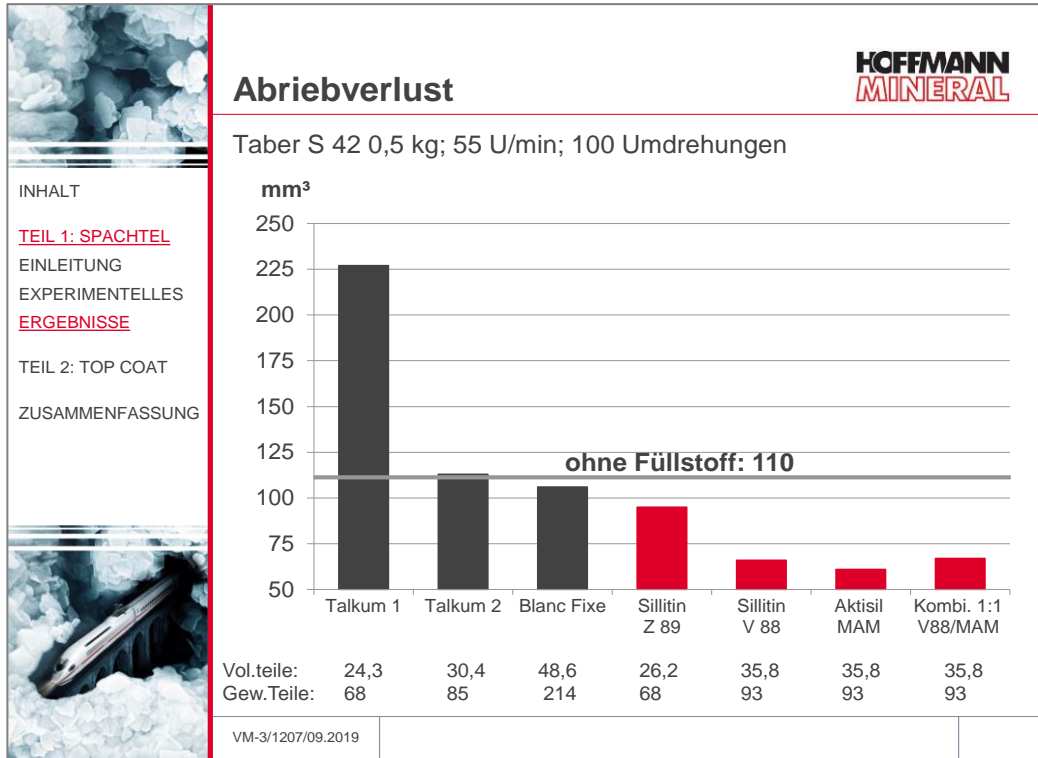
Die Grafik gibt die Helligkeitsänderung als ΔL^* Wert wieder. Alle Füllstoffe bewirken eine Verschiebung des L^* Wertes, wobei der Blanc fixe aufgrund des höheren Brechungsindex und der hohen Dosierung den größten Transparenzverlust aufweist. Die Talkumtypen und die Kieselerde Variationen zeigen alle eine geringere Änderung im L^* Wert und somit eine bessere Transparenz.



1.5.5 Abriebbeständigkeit

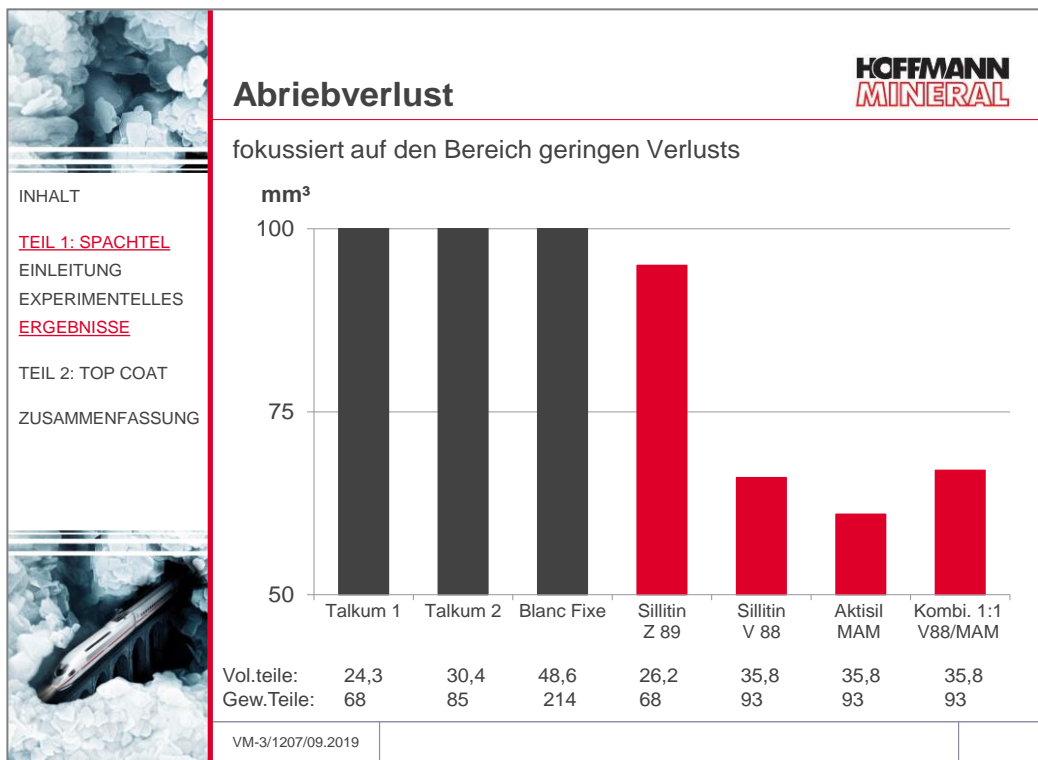
Da sich die Beschichtungen in ihrer Dichte unterscheiden, ist in der Grafik der Volumenabrieb in mm^3 dargestellt.

Die ungefüllte Basisrezeptur hat einen Abriebverlust von 110 mm^3 . Die Talkumtypen erzielen stark unterschiedliche Resultate, wobei Talkum 1 den höchsten Abriebverlust im Vergleichsspektrum aufweist. Talkum 2 und das gefällte Bariumsulfat liegen etwa auf gleichem Niveau im Mittelfeld. Die besten Werte erreichen die Kieselerde-Typen mit nur 60 bis 70 mm^3 .



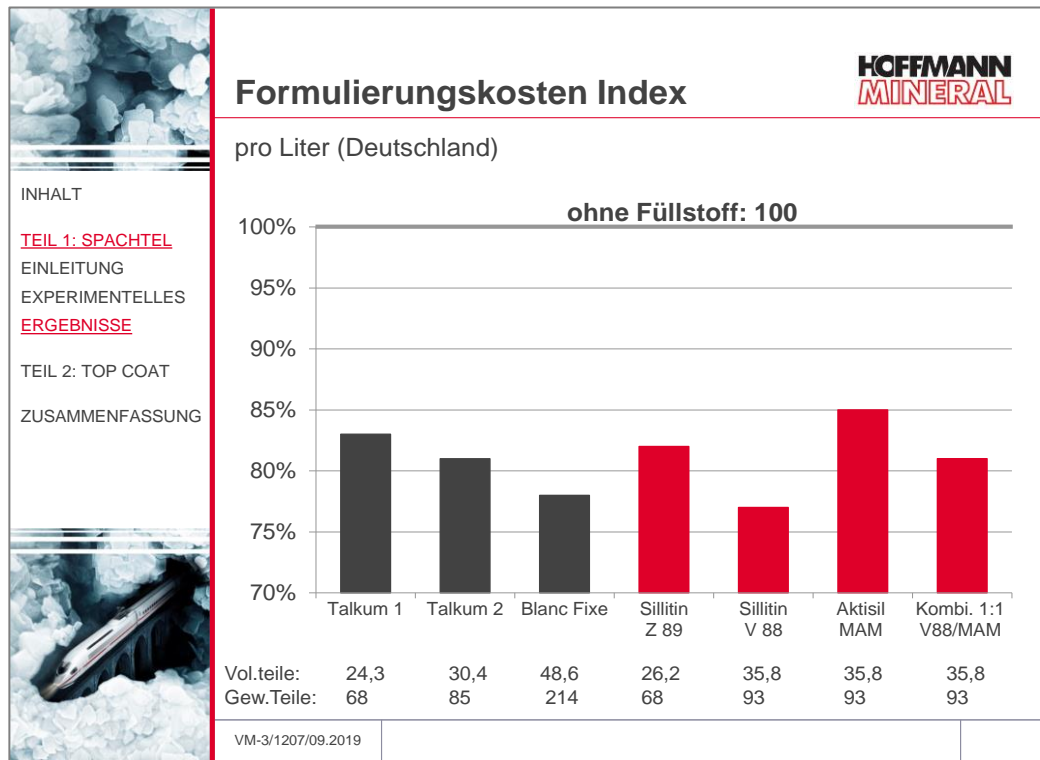
Die nächste Grafik zeigt den Abriebverlust nochmals differenzierter. Mit Aktisil MAM ist der beste Wert erreichbar, gefolgt von Sillitin V 88 und der Kombination aus beiden. Deutlich schwächer stellt sich Sillitin Z 89 dar, was allerdings auch durch den niedrigeren Füllgrad erklärbar ist.

Die maschinelle Schleifbarkeit der mit Kieselerde gefüllten Formulierungen wurde mit gut beurteilt, wobei der Abtrag geringer ist als bei den anderen Füllstoffen



1.5.6 Formulierungskosten

Die Grafik zeigt den Kostenindex pro Liter Formulierung, berechnet für Deutschland. Die „Bezugslinie“ bei 100 % entspricht der Rezeptur ohne Füllstoff. Die niedrigsten Rohstoffkosten lassen sich mit Sillitin V 88 realisieren, wogegen Aktisil MAM etwa auf dem Niveau von Talkum 1 liegt. Interessant erscheint die Kombination von Sillitin V 88 mit Aktisil MAM, die sich etwas über dem Blanc fixe, aber unterhalb der beiden Talkumtypen platziert.



2 Top Coat auf Basis eines aliphatischen Urethanacrylates

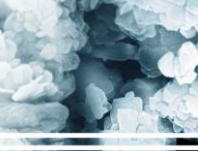

2.1 Einleitung

UV-härtende Beschichtungen, als 100 %-Systeme ohne flüchtige Anteile, sind sehr schwierig zu mattieren. Selbst klassische Mattierungsmittel, wie auf Silicagel basierende Produkte, ermöglichen nur einen moderaten Mattierungseffekt, während ein dramatischer Viskositätsanstieg beobachtet werden kann.

Ziel war es, eine gute Mattierung bei möglichst niedrigem Viskositätsanstieg zu erreichen und zusätzlich auch den Abrieb weitestgehend zu minimieren. Somit wird im Folgenden der Einfluss eines handelsüblichen Mattierungsmittels auf Basis Silicagel bzw. von Aktisil MAM und Kombinationen beider Materialien untersucht.

2.2 Füllstoffkennwerte

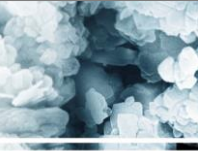

Als Mattierungsmittel wurde eine für 100 % UV-Systeme empfohlene Type ausgewählt. Neben der Zusammensetzung und der Kornform unterscheiden sich die mineralischen Additive in der BET-Oberfläche und der Oberflächenbehandlung. Die Korngrößenverteilungen dagegen sind sich sehr ähnlich.

		HOFFMANN MINERAL		
 INHALT TEIL 1: SPACHTEL <u>TEIL 2: TOP COAT</u> EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG 		Füllstoffkennwerte		
			Mattierungsmittel	Aktisil MAM
		Mineralbeschreibung	Silicagel	Neuburger Kieselerde
		Zusammensetzung (ca.)	SiO ₂	88 % SiO ₂ 8 % Al ₂ O ₃
		Kornform	korpuskular aggregiert, hoch porös	korpuskular aggregiert und lamellar
		Korngröße d ₅₀ [µm]	4	4
		Korngröße d ₉₇ [µm]	12	18
		BET Oberfläche [m ² /g]	400	11
		Oberflächenbehandlung	keine	Methacrylsilan
		VM-3/1207/09.2019		

2.3 Basisrezeptur

Als Basisrezeptur wurde eine Empfehlung der Firma UCB Chemie (inzwischen Allnex) verwendet.

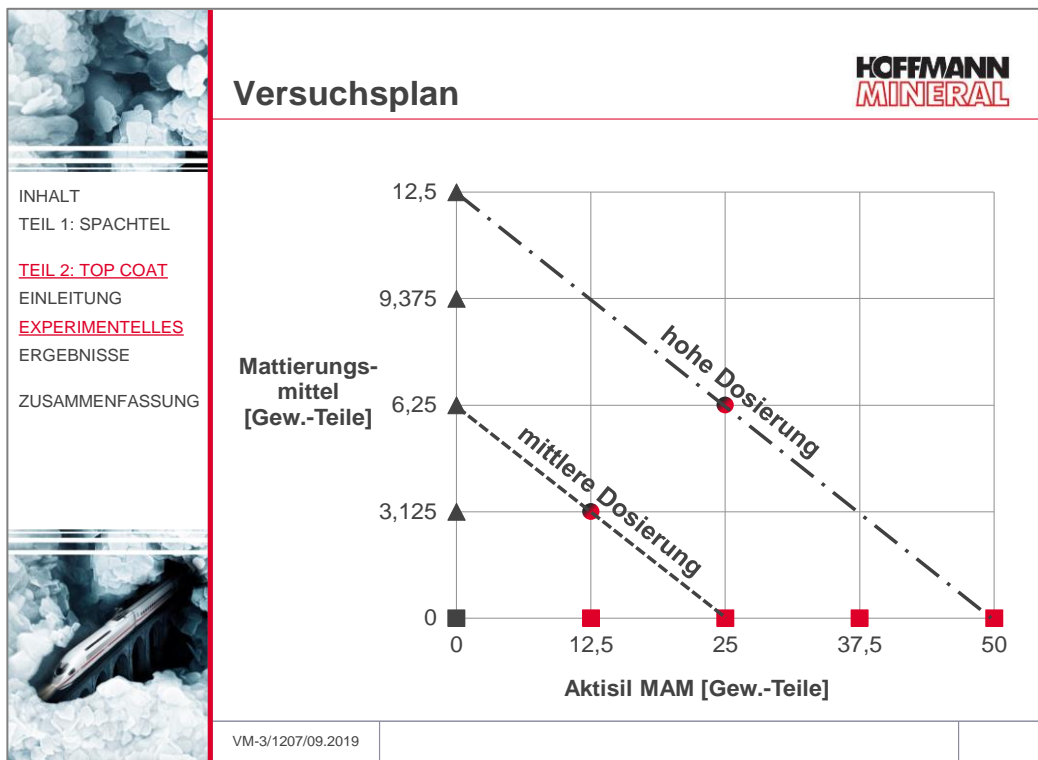
Die Dosierung von Mattierungsmittel und Aktisil MAM erfolgte additiv zu 100,3 Gewichtsteilen der Ausgangsformulierung.

		HOFFMANN MINERAL	
 INHALT TEIL 1: SPACHTEL <u>TEIL 2: TOP COAT</u> EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG 		Basisrezeptur	
			Gew.-Teile
		Ebecryl 294	65,0
		HDDA	30,0
		Benzophenon	3,0
		Omnirad 1173	2,0
		Byk 088	0,3
		Mattierungsmittel	variabel X
		Aktisil MAM	variabel Y
		Gesamt	100,3 + X + Y
VM-3/1207/09.2019			

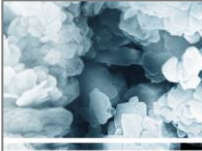
Anmerkung: Ebecryl 294 (aliphatisches Urethantriacrylat, 85%ige Lösung in HDDA) ist mittlerweile nicht mehr verfügbar. Die neue Lieferform trägt die Bezeichnung Ebecryl 294/25 und enthält nun 25% HDDA.

2.4 Versuchsplan

Zur Abdeckung des ganzen Versuchsraumes, bot sich ein statistischer Versuchsplan an. Die Grafik zeigt das Versuchsdesign – jedes Quadrat stellt eine Rezeptur dar.




Beispiele für den Versuchsplan in tabellarischer Form:




INHALT
TEIL 1: SPACHTEL

TEIL 2: TOP COAT
EINLEITUNG
EXPERIMENTELLES
ERGEBNISSE
ZUSAMMENFASSUNG



Versuchsplan Beispiele



Dosierung		Gew.-Teile
„ohne“		0
„mittel“	Mattierungsmittel Aktisil MAM	6,25 oder 25,0 oder
	Kombination: Mattierungsmittel und Aktisil MAM	3,125 und 12,5
„hoch“	Mattierungsmittel Aktisil MAM	12,5 oder 50,0 oder
	Kombination: Mattierungsmittel und Aktisil MAM	6,25 und 25,0

VM-3/1207/09.2019

Im Folgenden werden nur noch die Bezeichnungen „ohne“, „mittel“ und „hoch“ für die Angabe der Dosierung der beiden Materialien bzw. Kombination daraus verwendet.

2.5 Applikation, Prüfungen und Parameter

Viskosität

Rotationsviskosimeter MC 1 der Fa. Anton Paar, 23 °C; Aufzeichnung von Fließkurven bei aufsteigender Schergeschwindigkeit von 0-500 s⁻¹
Der angegebene Wert entspricht der gemessenen Viskosität bei 500 s⁻¹.

UV-Härtung Top Coat

Quecksilber-UV-Strahler mit 80 W/cm; Geschwindigkeit 15 m/min; zwei Durchgänge

Glanz

Ermittlung des Glanzes der Beschichtung auf weißem Untergrund mit Erichsen Mini-Glossmaster (60° Winkel); Trockenschichtdicke 40 µm.

Farbverschiebung

Ermittlung des Farbwertes b* (CIELAB Farbsystem) der Beschichtung auf weißem Untergrund mit Farbmessgerät Luci 100; Trockenschichtdicke 40 µm.

Die Farbänderung Δb^* ist die Differenz aus dem gemessenen Wert und dem Farbwert b* der Formulierung ohne Füllstoff; je höher der Wert desto stärker der Gelbstich.

Abriebbeständigkeit

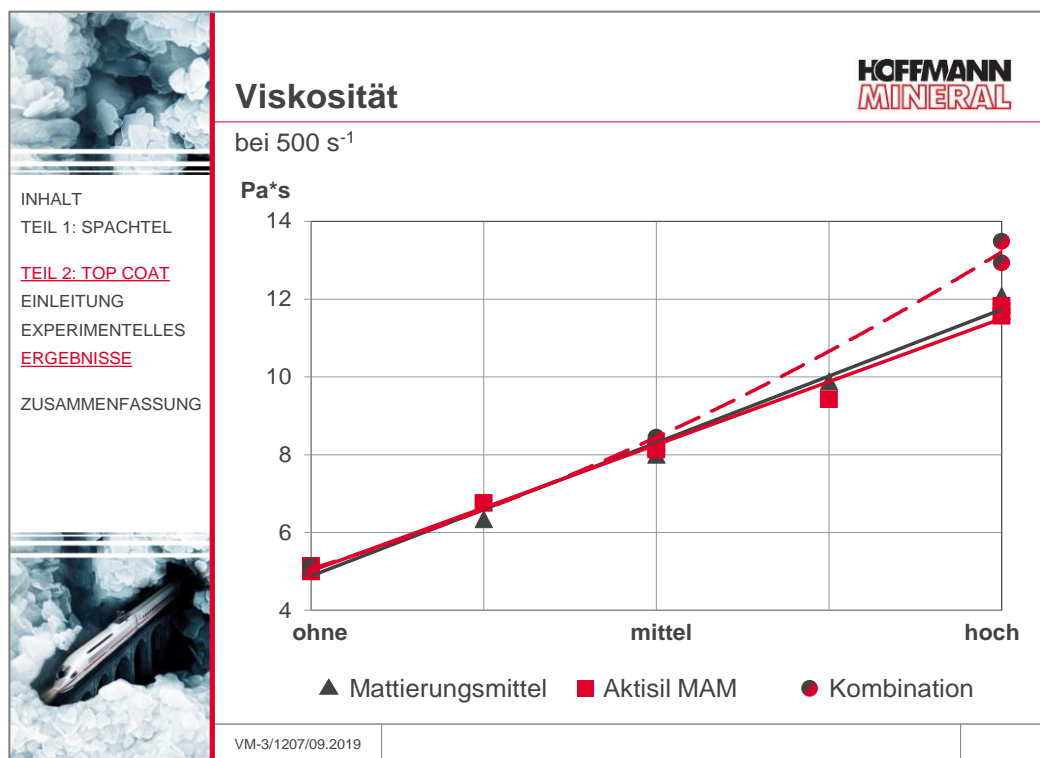
Durchführung mittels Taber Abraser mit S 42 Schmirgelstreifen bei einer Belastung von 0,5 kg. Der Abriebverlust wurde nach 100 Umdrehungen bei einer Geschwindigkeit von 55 U/min durch Wiegen des Probekörpers und Berechnung des Volumenverlustes bestimmt. Als Substrat wurden Sperrholzplatten aus Buche verwendet.

2.6 Ergebnisse Top Coat

2.6.1 Viskosität

Die in der Grafik dargestellte Viskosität kann für die puren Materialien als praktisch gleich bezeichnet werden. Dabei ist jedoch zu beachten, dass Aktisil MAM immer um den Faktor 4 höher dosiert ist als das Mattierungsmittel.

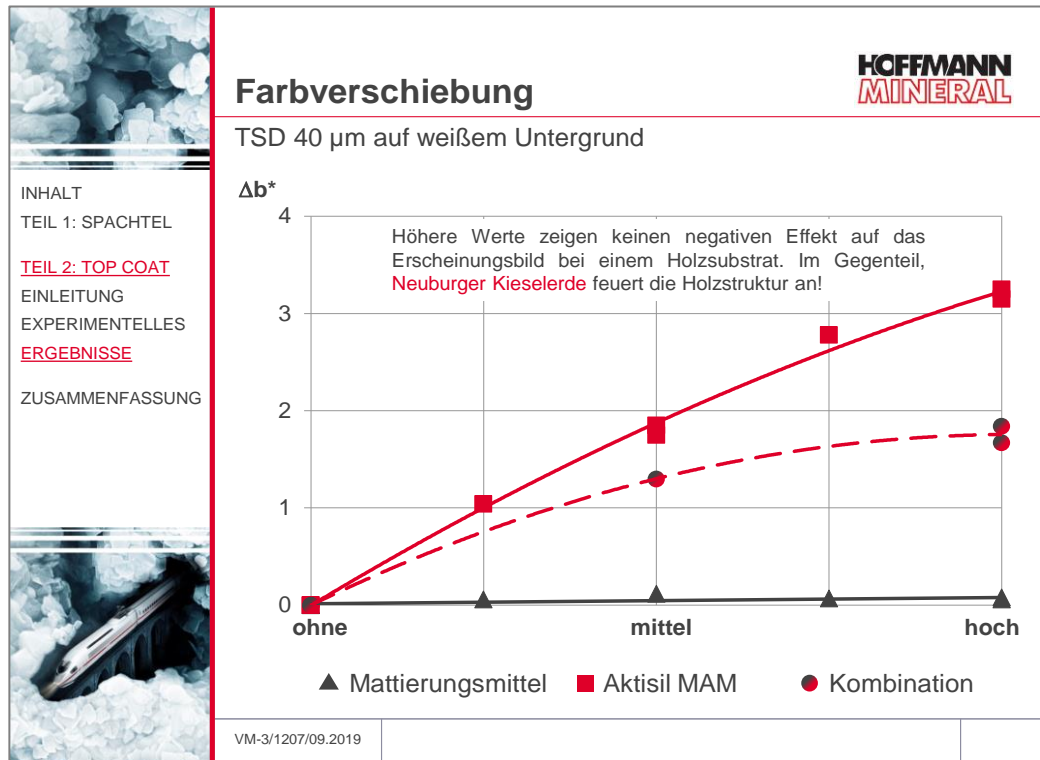
Die Kombination zeigt ein abweichendes Verhalten zu den puren Stoffen. Ab der mittleren Dosierung steigt die Viskosität stärker an. Eine Erklärung dieses Phänomens könnte in der Packungsdichte liegen.



2.6.2 Farbverschiebung

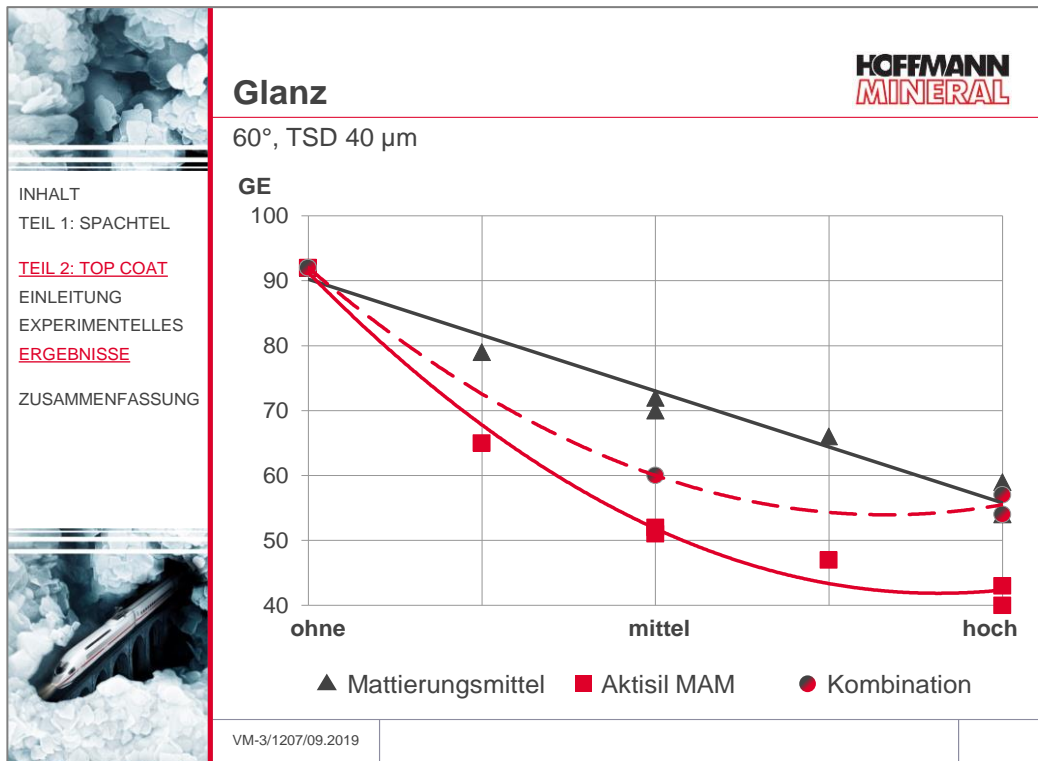
Der Gelbstich, ausgedrückt als Δb^* -Wert gegenüber der Basisformulierung, steigt durch Aktisil MAM an, wogegen das Mattierungsmittel keinen signifikanten Einfluss ausübt. Die Kombination tendiert im Bereich niedriger Dosierungen mehr zum Verhalten von Aktisil MAM, in der hohen Dosierung nivelliert es sich.

Auf Buchenholz als Substrat wirkt sich der Gelbstich jedoch nicht negativ aus; es zeigt sich eine „anfeuernde“ Wirkung durch die Kieselerdeprodukte.



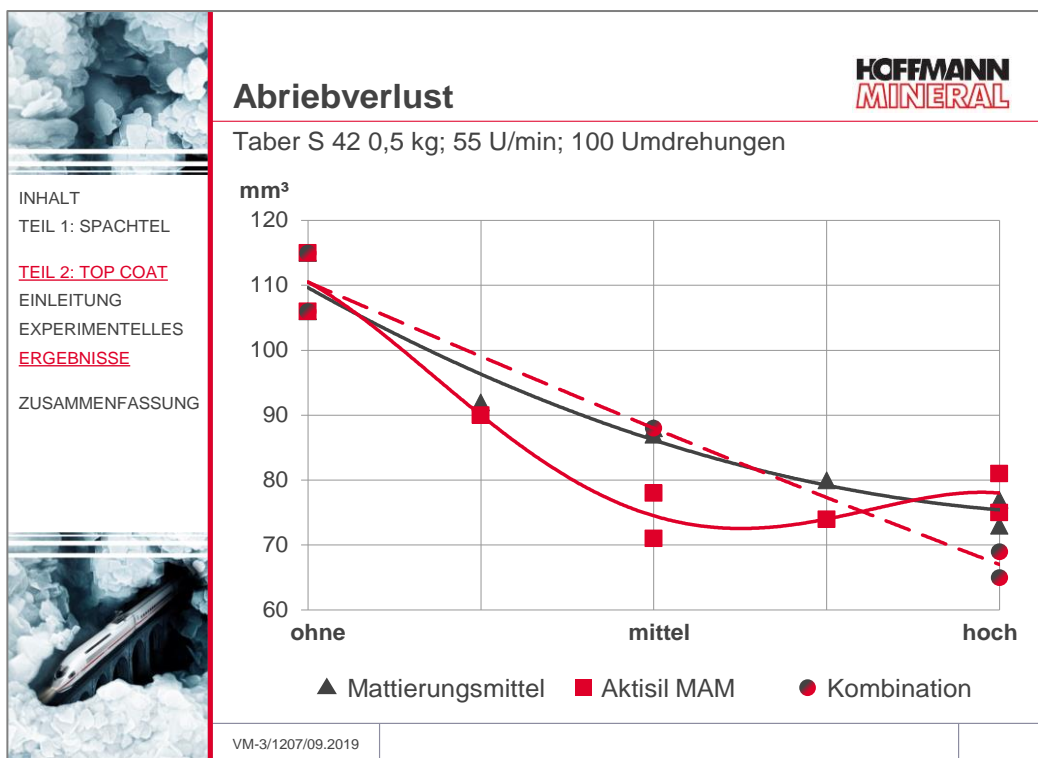
2.6.3 Glanz 60°

Durch Zugabe von Mattierungsmittel bzw. Aktisil MAM reduzieren sich die Glanzwerte deutlich. Der Effekt kann im Fall des Mattierungsmittels als lineare Funktion der Dosierung bezeichnet werden und die maximal erreichbare Mattierung muss als mäßig gewertet werden. Aktisil MAM erreicht deutlich niedrigere Werte, wobei sich der Effekt im Bereich zwischen mittlerer und hoher Dosierung etwas abschwächt. Die Kombination tendiert im niedrigen Dosierungsbereich zum Verhalten von Aktisil MAM, wogegen sie im höheren Bereich sich bis an den Wert des puren Mattierungsmittels annähert.



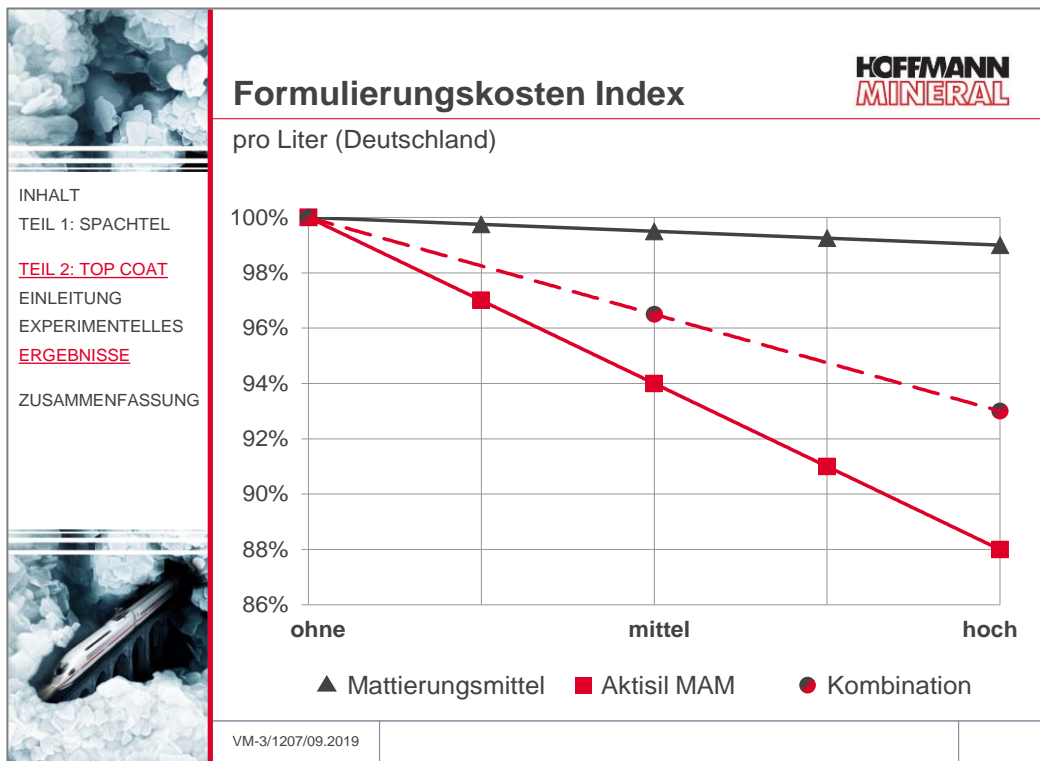
2.6.4 Abriebbeständigkeit

Dargestellt ist der Volumenabrieb in mm³. Beide Materialien verringern den Abriebverlust, wobei das Mattierungsmittel nur bei der hohen Dosierung den Wert von Aktisil MAM erreicht. Letzteres zeigt bereits bei niedrigen Dosierungen einen starken Effekt und ab der mittleren Dosierungshöhe bildet sich ein Plateau aus. Die Kombination tendiert weitgehend zum Verhalten des Mattierungsmittels, wobei sie im Bereich der hohen Dosierung den geringsten Abriebverlust erzielt.



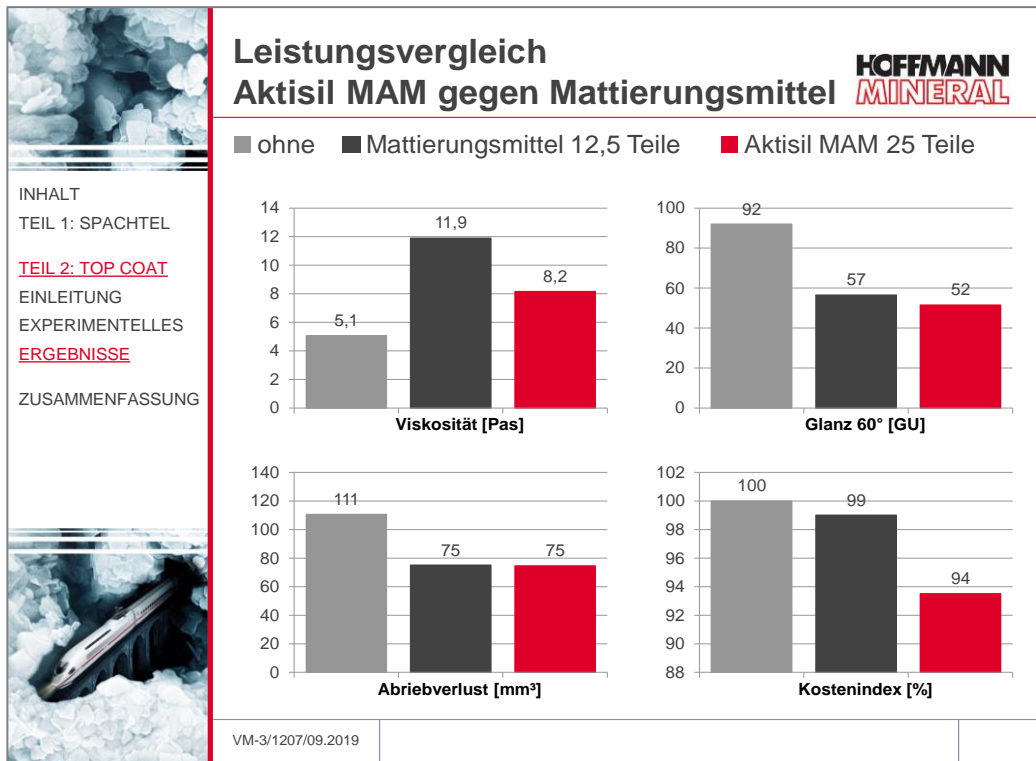
2.6.5 Formulierungskosten

Wie der Grafik entnommen werden kann, beeinflusst das Mattierungsmittel (Silicagel) die Kosten kaum. Im Gegensatz dazu bewirkt Aktisil MAM eine deutliche Kostenreduzierung von mehr als 10 %. Die Kombination liegt dazwischen.



2.7 Leistungsvergleich

In den Grafiken sind die Rezepturen ohne Füllstoff, mit 12,5 Teilen Mattierungsmittel und mit 25 Teilen Aktisil MAM in Bezug auf Viskosität, Glanz, Abrieb und Kosten dargestellt. Die Mattierungswirkung und die Abriebbeständigkeit von Aktisil MAM sind sehr gut mit denen des Mattierungsmittels vergleichbar. Aktisil MAM bewirkt jedoch deutlich weniger Viskositätssteigerung. Ebenso können die Formulierungskosten beim Einsatz von Aktisil MAM stark reduziert werden.



3 Zusammenfassung

Die Typen der Neuburger Kieselerde Sillitin V 88, Sillitin Z 89 und das oberflächenbehandelte Aktisil MAM zeigen in UV-härtenden Holzbeschichtungen hervorragende optische und mechanische Eigenschaften.

Spachtel:

Mit Neuburger Kieselerde lassen sich Spachtel mit minimalem Abrieb ohne Beeinträchtigung der maschinellen Schleifbarkeit herstellen.

Das rheologische Verhalten (Fließgrenze) kann durch eine Kombination von Sillitin V 88 mit Aktisil MAM gezielt gesteuert werden.

Top Coat:

Mit Aktisil MAM erzielt man gute Mattierung bei moderatem Viskositätsanstieg und niedrigem Abriebverlust.

Das hervorragende Preis-/ Leistungsverhältnis ergänzt das Gesamtergebnis.

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.