

Bernburg
Dessau
Köthen



Hochschule Anhalt (FH)
Anhalt University of Applied Sciences

FB Angewandte Biowissenschaften und Prozesstechnik

Bachelorarbeit

THEMA

Untersuchung der Benetzungs- und Dispergiereigenschaften
eines organischen Pigmentpulvers unter Anwendung der
Washburn-Sorptionsmethode und der Methode der
Farbstärkenentwicklung

Name : Mihhailova Maria
Matr.Nr. : 4056423
Studiengang : Fernstudium 2012

1. Gutachter: Prof. Dr. Jens Hartmann
2. Gutachter: Prof. Dr. Georg Meichsner

Datum der Abgabe: 08.03.2018

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Theoretische Grundlagen.....	5
2.1	Benetzung und Dispergierung	5
2.1.1	Grenzflächen	7
2.1.2	Zwischenpartikuläre Wechselwirkungen und DVLO-Theorie.....	8
2.1.3	Modellvorstellungen zur Stabilisierung an Grenzflächen	11
2.1.4	Stand des Wissens zur Benetzung organischer Pigmente	14
2.1.5	Kontaktwinkelmessungen an Pulvern unter Verwendung der Washburn-Methode.....	15
2.1.6	Kurvenverlauf der Sorptionsmessung.....	17
2.1.7	Einflussfaktoren auf die Sorptionsmessung.....	19
2.2	Farbtiefe und Farbstärke	20
2.2.1	Die Bestimmung der Farbstärke	20
2.2.2	Anpassung mithilfe der Kubelka-Munk-Theorie	21
2.2.3	Zusammenhang zwischen Dispergierung, Stabilisierung und Farbstärke	24
3	Experimenteller Teil	25
3.1	Sorptionsmessungen.....	25
3.1.1	Verwendete Messgeräte.....	27
3.1.2	Verwendete Materialien	28
3.1.3	Entwicklung der Präparationstechnik.....	29
3.1.4	Parameter Bestimmung für Sorptionsmessung	30
3.1.4.1	Bestimmung der statische Oberflächenspannung mit der Wilhelmy-Plattenmethode.....	30
3.1.4.2	Bestimmung der Dichte	31
3.1.4.3	Viskositätsmessung.....	31
3.1.4.4	Ergebnisse der physikalischen Charakterisierung von Testflüssigkeiten	35
3.1.5	Ergebnisse der Sorptionsmessungen und Auswertung	36
3.1.5.1	Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen unter Verwendung der Washburn-Methode	36

3.1.5.2	Ergebnisse der Kapillarkonstante c für den Bereich der Vollbenetzung	41
3.1.5.3	Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit n-Butylacetat	43
3.1.5.4	Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit EFKA PX4751	44
3.1.5.5	Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit EFKA PU4063	47
3.1.5.6	Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit Disperbyk-111	49
3.1.5.7	Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit Disperbyk-2013	51
3.1.5.8	Normierung der Steigung	53
3.2	Die Durchführung der Farbstärkeentwicklung	53
3.2.1	Durchführung des Dispergierprozesses	54
3.2.1.1	Herstellung der Weißpaste (Vordispergierung)	54
3.2.1.2	Dispergieren des Buntpigmentes	56
3.3	Die Bestimmung der Endfarbstärke (Farbstärkemessung)	59
3.3.1	Ergebnisse der Farbstärkebestimmung	62
4	Auswertung und Diskussion der Messergebnisse	64
5	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	66
6	Literaturverzeichnis	68
7	Anhang	70
8	Abbildung und Tabellenverzeichnis	78
9	Danksagung	81
10	Eidesstatische Erklärung	81

1 Einleitung

Die Objekte der Welt erscheinen dem Menschen farbig, seien es Lichtquellen wie Sonne oder Feuer, seien es beleuchtete Körper wie Früchte oder frisches Laub. Die Höhlengemälde der Altsteinzeit sind frühe Zeugnisse absichtsvoller Gestaltung dieser Umwelt; verwendet wurden natürliche Farbmittel wie Rötel, Ocker und Kohle [1]. Man hat diese Farbmittel vermutlich mit Wasser angerührt, also wie viele moderne Farben in einem Medium fein verteilt beziehungsweise dispergiert. Nicht gelöste Farbmittel bezeichnet man als Pigmente (nach lateinisch pigmentum für Malerfarbe); sind die Substanzen dagegen in dem Anwendungsmedium – auch Beschichtungsstoff genannt – gelöst, spricht man von Farbstoffen. Letztere benötigt man insbesondere für textile Anwendungen und in durchsichtigen Materialien wie Kunststoffen, Gläsern und Tinten [2].

Pigmente werden vor allem für Lacke und Druckfarben sowie zum Einfärben von Kunststoffen, kosmetischen Produkten, Keramik und Baustoffen verwendet, insbesondere die ersten beiden Anwendungen erfordern ganz bestimmte Teilchengrößen. Pigmente sind bei farbigen Lacken häufig die teuersten Komponenten. Lackhersteller stellen höchste Ansprüche an die Sachen coloristischen Eigenschaften, PreisLeistungsverhältnis, Verfügbarkeit und Umweltverträglichkeit. Die Anforderungen an Pigmente werden allgemein gesehen immer vielfältiger und aufwändiger. Eine möglichst hohe Pigmentierung von Präparationen verringert die Einsatzmengen beim Herstellen eines Farbtons bei gutem Deckvermögen und geringem Eintrag von Inhaltsstoffen.

Die Rohstoffkosten haben für die Lackhersteller eine große Bedeutung, da mehr als 50 Prozent der Betriebskosten auf Rohstoffe entfallen. Erhöhungen der Rohstoffpreise beeinflussen somit den Endpreis des Produkts stärker als andere Positionen in der betriebswirtschaftlichen Kalkulation. In den letzten 6 Monaten haben die Preise für beinahe alle wichtigen Rohstoffe deutlich zugenommen.

Neben den preislichen Aspekten sind die Anforderungen an Farbmittel sehr vielschichtig und betreffen gleichermaßen technologische Aspekte als auch Gesetzesvorgaben. In Deutschland ist bezüglich der gesetzlichen Anforderungen an Farbmittel das Chemikaliengesetz für Gefährlichkeitsmerkmale in §3a „Gefährliche Stoffe und gefährliche Gemische“ relevant.

Die Ursache für Farbtonunterschiede kann vielfältig sein. Bei den mit Pigmenten eingefärbten Stoffen spielen die Größe und die Verteilung der Pigmentteilchen eine wichtige Rolle. Unterschiede beim Herstellungsprozess und auch prozessbedingte Spuren von Verunreinigungen können den Farbton ebenfalls beeinflussen.

Pigmentpartikel haben aufgrund ihrer geringen Abmessungen eine große Oberfläche im Verhältnis zu ihrem Volumen. Dadurch interagieren sie intensiv mit dem

einbettenden Medium, mitunter auch bevorzugt, mit einzelnen Komponenten und auch mit anderen Teilchen. Da Farbpigmente keine reguläre geometrische Form besitzen, ist eine Beurteilung der Benetzbarkeit schwierig. Eine gute Benetzung ist eine notwendige aber noch keine hinreichende Bedingung für eine gute Dispergierfähigkeit von Pigmenten in einem geeigneten Lösungsmittel. Eine einfache Aussage zur Benetzung wie die Ausbildung eines Films auf der Oberfläche ist nicht möglich. Die Benetzbarkeit muss in diesen Fällen umfassender beurteilt werden. Im Vordergrund des Interesses stehen hierbei die Messungen von Kontaktwinkeln und die Farbstärkebestimmung.

Ziel dieser Arbeit ist es, Sorptionsmessungen unter Verwendung der Washburn-Methode durchzuführen und zu prüfen, ob sich mit Hilfe dieser Messmethode eine Aussage über die Benetzbarkeit und nachfolgende Dispergierbarkeit organischer Pigmentpulver treffen lässt. Ein weiteres zusätzliches Ziel der Arbeit ist es zu prüfen, ob die Benetzungsmessungen mittels der Sorptionstechnik bereits hinreichend als Bedingung für eine gute Dispergierfähigkeit von organischen Pigmenten sein können und sich somit die zeitlich aufwendigere Methode der Farbstärkeentwicklung durch die Sorptionsmesstechnik ersetzen lässt. Hierzu wurden Sorptionsmessungen mit vier Additivlösungen unterschiedlicher Konzentration an einem organischen Pigmentpulver durchgeführt und aus den Sorptionskurven die Benetzungswinkel berechnet. Im Vergleich dazu wurde die Farbstärkeentwicklung mit zwei Additiven an diesem organischen Pigment durchgeführt. Hinsichtlich der Anwendbarkeit der beiden Methoden zur Bewertung der Benetzungseigenschaften mit den gewählten Dispergieradditiven bzw. der Dispergierstabilität des organischen Pigmentpulvers wird im Ergebnis der Arbeit eine Aussage getroffen werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Benetzung und Dispergierung

Die in Lacken und Beschichtungsstoffen eingesetzten Pigmente haben aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung sehr verschiedene Korngrößen und spezifische Oberflächen. Zusätzlich können auf diese Art und Weise verschiedenartige optische und anwendungstechnische Eigenschaften eingestellt werden. Dies bedeutet, dass auch sehr unterschiedliche Mengen an Dispergiermitteln nötig sind, um eine vollständige Benetzung der Pigmentoberfläche mit einem Dispergieradditiv zu erhalten. Die vollständige Benetzung der Oberfläche ist jedoch eine der Grundvoraussetzungen, um eine optimale Stabilisierung der dispergierten Pigmente zu erzielen.

Organische Pigmente werden synthetisch hergestellt und liegen im pulverförmigen Zustand in Form von Aggregaten und Agglomeraten vor. Bei der Herstellung von Lacken und Farben muss immer dann dispergiert werden, wenn Pigmente und

Füllstoffe einzuarbeiten sind. Dispergieren bedeutet Zerteilen der in einem Pigmentpulver vorliegenden Agglomerate in einem flüssigen Medium in kleinere Partikel und deren gleichzeitige Benetzung durch das Dispergiermedium. Ziel der Dispergierung ist es, eine stabile Dispersion aus den in die Primärteilchen aufgeteilten Agglomeraten in einer endlichen Zeiteinheit zu erreichen. Die Dispergierbarkeit eines Pigmentes lässt sich anhand der Entwicklung der Farbstärke nach der Norm DIN EN ISO 8781 verfolgen [4].

Der Prozess der Pigmentdispergierung kann in vier Einzelschritte zerlegt werden, die teils hintereinander, teils nebeneinander ablaufen:

- Benetzung der Pigmente durch das Dispergiermedium
- Zerteilen der Agglomerate
- Homogenes Verteilen der Teilchen im Medium
- Stabilisierung gegen Flockung

Im 1. Schritt werden die an der Pigmentoberfläche befindliche Luft und Feuchtigkeit verdrängt und durch Bindemittellösung (Lösungsmittel mit Additiv) ersetzt. Die Bindemittellösung benetzt die Pigmentteilchen und die Grenzfläche fest/gasförmig (Pigment/Luft) wird umgewandelt in die Grenzfläche fest/flüssig (Pigment/Bindemittellösung). Die Bindemittellösung muss hierzu in die Zwischenräume des Agglomerates eindringen.

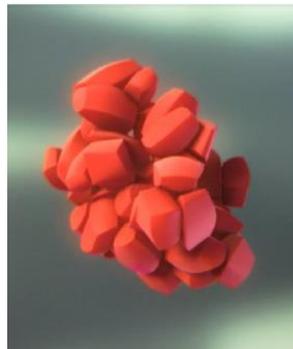


Abbildung 1: Pigmentagglomerat das zerteilt und in das Medium eingearbeitet werden muss [3]

Im 2. und 3. Schritt wird das eigentliche Dispergieren des Pigmentes dargestellt. Durch mechanische Energie (Schlagenergie, Scherkräfte) werden die Pigmentagglomerate zerteilt und so in ihrer Teilchengröße reduziert.

Im 4. Schritt müssen die zerkleinerten Pigmentpartikel durch geeignete Oberflächenbelegung (Bindemittel/Additive) an der Reagglomeration gehindert werden, so dass der erreichte Farbort sich nicht verändert und ein reproduzierbarer Endfarbton erreicht wird.

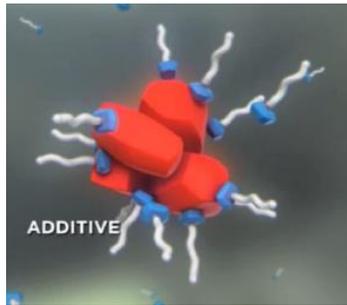


Abbildung 2: Stabilisierung mit Additiv [3]

Die Schritte 1 (Benetzen) und 4 (Stabilisieren) lassen sich durch Additive optimieren. Netzmittel beschleunigen die Benetzung der Pigmentagglomerate durch das Medium. Dispergieradditive verbessern die Stabilisierung der Pigmentdispersion.

Bei Verwendung geeigneter Benetzungs- und Dispergiermittel erhöht sich die Geschwindigkeit der Pigmentoberflächenbenetzung und aus diesem Grund kann sich die Dispersionszeit deutlich reduzieren.

2.1.1 Grenzflächen

Mischen sich Stoffe nicht vollständig, so treten mehrphasige Systeme auf. Die Phasengrenze zwischen einer Flüssigkeit und der umgebenden Gasphase oder zwischen einem Festkörper und der Gasphase bezeichnet man als Oberfläche. Die Phasengrenze zwischen zwei Flüssigkeiten oder zwischen einem Festkörper und einer Flüssigkeit wird hingegen als Grenzfläche bezeichnet. Grenzflächen sind allgegenwärtig in Wissenschaft und Technik, aber auch im Alltag und in der uns umgebenden Natur. Sie bestimmen chemische, physikalische und biologische Eigenschaften von Vorgängen ebenso wie die Funktion von modernen Bauelementen in der Farbentwicklungstechnologie. Wir haben täglich mit Grenzflächen zu tun, Verschmutzung von Oberflächen oder der „Lotus“-Effekt findet an Grenzflächen statt, also dort, wo verschiedene Materialien direkt aufeinandertreffen. Weil Grenzflächen großen Einfluss auf optische Eigenschaften und die Struktur eines Materials sowie auf sein Verhalten in chemischen Reaktionen haben, ist es wichtig, solche Vorgänge genau zu verstehen.

Bei Lacken und Beschichtungen liegen Grenzflächen zwischen Festkörper (Pigment) und Luft, Beschichtungsstoff und Luft sowie Pigment und Beschichtungsstoff vor. Grenzflächeneigenschaften bestimmen die Benetzung des Untergrundes und damit indirekt auch das Ausmaß der Haftung der Beschichtung auf dem Pigment.

Die Grenzflächenspannungen wirken dabei immer tangential zu den jeweiligen Grenzflächen. Beim Kontakt einer Flüssigkeit mit einem Festkörper in einer umgebende gasförmigen Phase besteht gemäß der Young'schen Gleichung ein Zusammenhang zwischen dem Kontaktwinkel θ , der Oberflächenspannung der

Flüssigkeit σ_{lg} , der Grenzflächenspannung σ_{sl} zwischen Flüssigkeit und Festkörper und der freien Oberflächenenergie σ_{sg} des Festkörpers. Dieser Dreiphasenkontakt wird in der folgenden Abbildung 3 verdeutlicht.

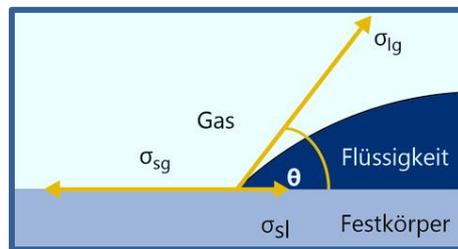


Abbildung 3: Schematische Darstellung eines liegenden Tropfes auf einer Festkörperoberfläche [5]

In der Abbildung 3 sind die Vektoren der Oberflächenspannung der Flüssigkeit σ_{lg} , der Oberflächenenergie des Festkörpers σ_{sg} und der Grenzflächenspannung zwischen dem Festkörper und der flüssigen Phase σ_{sl} sowie der sich im Dreiphasenkontakt ausbildende Kontaktwinkel θ eingezeichnet. Der Kontaktwinkel wird gebildet, wenn die Summe aller Kräfte, die in dem Punkt wirken, an dem alle drei Phasen zusammenstoßen, gleich Null wird. Damit ergibt sich für die Komponenten:

$$\sigma_{sl} + \sigma_{lg} \cdot \cos \theta - \sigma_{sg} = 0$$

Gleichung 1: Young'schen Gleichung

Damit sich Pigmentteilchen in einer Flüssigkeit fein verteilen lassen, müssen die Partikel mit der Flüssigkeit benetzt sein. Die im Pigmentpulver eingeschlossene Luft muss vollständig verdrängt und dass Pigmentteilchen vollkommen mit dem flüssigen Medium umgeben werden.

Bei vollständiger Benetzung oder auch Spreitung wird der Kontaktwinkel gleich null, wodurch der Cosinus gleich 1 wird. Dies ist der Fall, wenn:

$$\sigma_{sg} - \sigma_{sl} = \sigma_{lg}$$

Gleichung 2: Beschreibung des Spreitungsprozesses

2.1.2 Zwischenpartikuläre Wechselwirkungen und DVLO-Theorie

In vielen Prozessen spielen die Kräfte zwischen den Einzelpartikeln und die damit verbundene Stabilität einer Suspension eine entscheidende Rolle. Diese Wechselwirkungen werden umso entscheidender, je kleiner die Einzelpartikel vorliegen.

Zwischen den Partikeln wirken eine Reihe einzelner Kraftkomponenten, die in der DLVO-Theorie, benannt nach Derjugin, Landau, Verwey und Overbeek, zusammengefasst sind. Sie beschreibt die Wechselwirkung zwischen kolloidal verteilten Teilchen in einer flüssigen Umgebung als Wechselwirkung zwischen den interpartikulären Kräften. Im Detail ist das zum einen die Anziehung der Partikel aufgrund von Van-der-Waals Kräften, zum anderen die Abstoßung durch elektrostatische Kräfte. Durch Erstellen des Gesamtpotentials kann die kolloidale Stabilität einer Suspension beurteilt werden.

Die DLVO-Theorie basiert auf der Annahme, dass die Kräfte zwischen den Partikeln in einem polaren Medium durch Addition des elektrostatischen Potentials V_R , des Born'schen Potentials V_B und des van-der-Waals Potential V_A ein resultierendes Gesamtpotential V_G ergeben.

$$V_G = V_A + V_B + V_R$$

Gleichung 3: DLVO-Theorie

Voraussetzung der DLVO-Theorie ist, dass die kolloidal verteilten Teilchen (Farbpigmente) eine Oberflächenladung besitzen. Typische Kurvenverläufe der Einzelpotentiale und des resultierenden Gesamtpotentials sind in Abbildung 4 dargestellt.

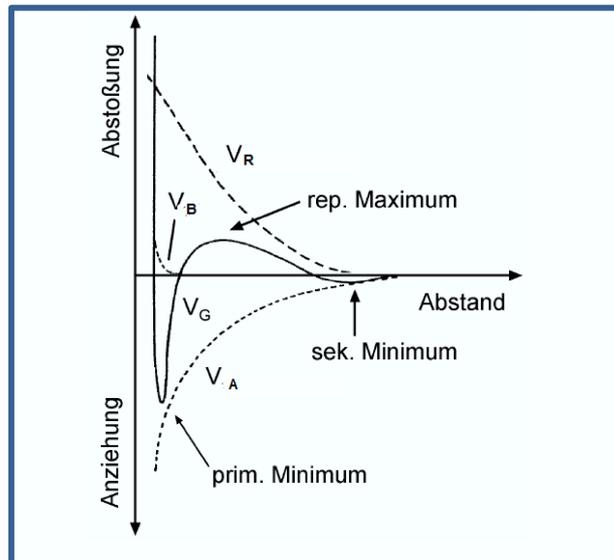


Abbildung 4: Überlagerung der Wechselwirkungspotentiale zweier ideal spherischer Partikel [6]

In Abhängigkeit von der Lösungsmittelkonzentration und dem Oberflächenpotential können sich ein primäres und ein sekundäres Minimum im Kurvenverlauf ergeben. Das primäre Minimum entsteht aufgrund eines sehr hohen elektrostatischen Potentials und einer niedrigen Lösungsmittelkonzentration. Es liegt eine starke und weitreichende Abstoßung der Partikel in der Suspension vor (abstoßende Oberflächenladung), so ist bei kleinen Abständen der Absolutwert von V_A immer

größer als der von V_R . Für sehr kleine Abstände der Partikel bzw. bei direktem Kontakt wird die Born'sche Abstoßung wirksam und die Kurve des Gesamtpotentials nähert sich dort der Born'schen Kurve an. Jedoch hat dieses abstoßende Potential keinen Einfluss auf die Stabilität einer Suspension.

Durch spezifische Abhängigkeit der Potentiale V_A und V_R vom Abstand der Partikel, entsteht in der Summe ein Potential Minimum, das sogenannte primäre Minimum. Befindet sich ein disperses System im primären Minimum, ist es irreversibel koaguliert.

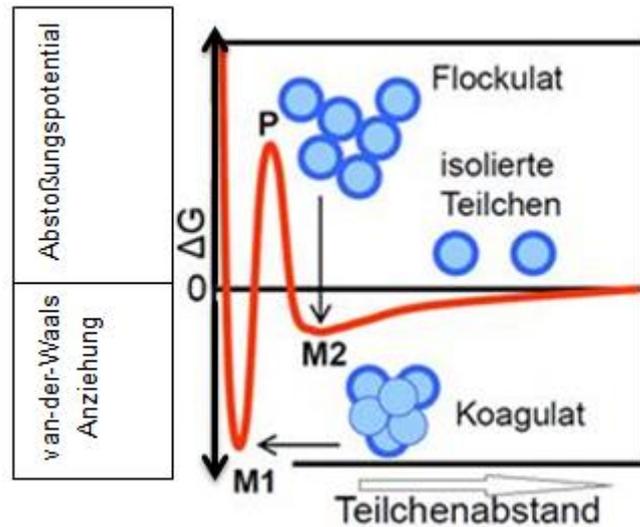


Abbildung 5: Stabilität elektrostatich stabilisierter Kolloide: M₁- primäres Minimum, M₂- sekundäres Minimum, P- Primäres Maximum [7]

In Abbildung 5 werden die vom Abstand zwischen Teilchen abhängigen Potentialverläufe für die Wechselwirkungsenergie dargestellt. Überwiegen die anziehende Kräfte, ist die Gesamtwechselwirkungsenergie negativ und die Dispersion wird instabil. Dies hat zur Folge, dass die Partikel im primären Minimum (M₁) irreversibel Zusammenlagerungen der Teilchen (Koagulat) bilden.

Sind die abstoßenden und anziehenden Kräfte zwischen den Teilchen in etwa gleich groß, spricht man von einer metastabilen Dispersion. Ist die Gesamtwechselwirkungsenergie positiv, überwiegen abstoßende Kräfte und die Dispersion ist stabil.

Die resultierende Wechselwirkung bei mittleren Abständen entscheidet über die Stabilität des dispersen Systems.

Wird im Bereich mittlerer Abstände der Einfluss des elektrostatich Potentials größer als der Einfluss des van-der-Waals Potentials, bildet sich ein Energiemaximum (Potenzialmaximum) P im Bereich positiver Gesamtpotentiale aus.

In diesem ist das System stabil, so dass die Partikel nicht agglomerieren, sondern in Dispersion bleiben.

Die Höhe des Maximums (P) einer Potentialkurve wird sowohl von den abstoßenden, als auch von den anziehenden Wechselwirkungen beeinflusst. Je ähnlicher sich Medium und Teilchen sind, umso besser werden die van-der-Waals-Wechselwirkungen auf der Teilchenoberfläche abgesättigt, umso höher wird das primäre Maximum (P) der Potentialkurve und umso besser erscheint die Dispersion gegen Koagulation stabilisiert [13]. Die Größe von primäres Maximum (P) stellt die Barriere gegen die Koaleszenz dar und eine wichtige Größe, die von Umgebungsbedingungen abhängig ist.

Dispersionen, deren Potentialkurve ein flaches sekundäres Minimum (M_2) aufweist, können flockulieren. Das sekundäre Minimum bildet sich bei einer höheren Lösungsmittelkonzentration aus. Im sekundären Minimum befindliche Partikel sind weich agglomeriert und können durch Einbringen kinetischer Energie dispergiert werden. Der Flockulationsgrad hat Einfluss auf den Farbton eines Pigmentes. Generell ist für alle pigmentierten Decklacksysteme eine gute Deflockulation aller Pigmente äußerst vorteilhaft und wünschenswert.

Mit wachsendem Abstand geht in jedem Fall der Einfluss der elektrostatischen Abstoßung zurück, so dass bei großen Abständen das resultierende Potential gleich dem Van-der-Waals Potential ist. In diesen Verlauf kann man grob zwei extreme Fälle unterscheiden:

- bei Existenz eines Potentialmaximums P führt dieses auch zu einem sekundären Energieminimum M_2 , der sogenannte Ausbildung einer Energiebarriere. Im positiven Bereich ist das System stabil.
- liegt keine Energiebarriere vor, wird das System diesen Zustand nicht lange verbleiben, es ist instabil.

Das resultierende Wechselwirkungspotential nähert sich bei großem Abstand dem Wert null an.

2.1.3 Modellvorstellungen zur Stabilisierung an Grenzflächen

Die kolloidale Verteilung der in einem Dispersionsmittel dispergierten Teilchen ist nur stabil, solange die Teilchen durch abstoßende Kräfte auseinandergehalten werden. Gegenwärtig sind drei Stabilisierungsmechanismen bekannt:

- die elektrostatische Stabilisierung (Abbildung 6 rechts)
- die sterische Stabilisierung (Abbildung 6 links)
- die elektrosterisch Stabilisierung (Abbildung 7)

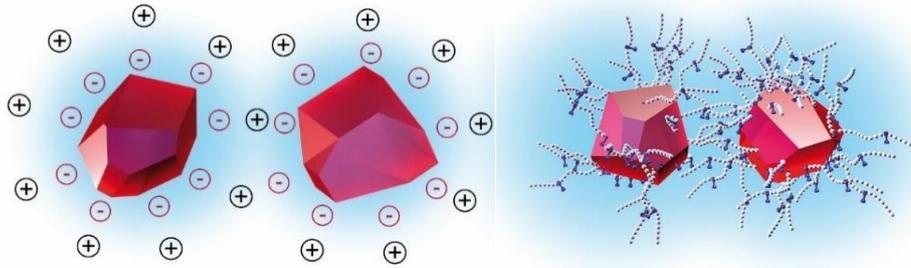


Abbildung 6 : Stabilisierung kolloidaler Teilchen: elektrostatische Stabilisierung und sterische Stabilisierung [3]

Zur elektrostatischen Stabilisierung müssen an der Oberfläche der Teilchen im Grenzbereich Ladungen vorhanden sein. Die Oberflächenladungen werden durch Gegenionen (bei negativ geladenen Oberflächenladungen also Kationen) kompensiert. Die Gegenionen sitzen nicht direkt auf der Oberfläche, sondern bilden eine diffuse Ionenschicht um die Teilchen. Die Abstoßung zwischen den diffusen Ionenschichten stabilisiert die Dispersion. Da zwischen den Teilchen auch die attraktiven Van-der-Waals-Kräfte wirken, werden die Dispersionen unter bestimmten Bedingungen instabil [8]. Der Einfluss beider Kräfte auf die Stabilität wurde durch die DLVO-Theorie oben beschrieben.

Die sterische Stabilisierung liegt vor, wenn Makromoleküle an der Teilchenoberfläche anhaften, beispielweise durch Haftgruppen. Zur Stabilisierung von Dispersionen von Pigmentdispersionen verwendet man meist hochmolekulare Dispergieradditive, die pigmentaffine Haftgruppen und im Solvens gut lösliche Molekülsegmente besitzen. Wenn das Lösungsmittel für diese Segmente der Makromoleküle der Hülle gut ist, können sich die Hüllen der Teilchen nicht ineinanderschieben, was durch osmotische und entropische Effekte verhindert wird. Die Teilchen bleiben so weit voneinander entfernt, dass die Dispersion stabil ist.

Bei rein sterischer Stabilisierung tragen weder die Teilchenoberfläche noch die Makromoleküle Ladungen. In der Praxis kombiniert man jedoch elektrostatische und sterische (elektrosterische Stabilisierung).

Dispergieradditive werden benötigt, um den nach der Pigmentanreicherung erreichten Zustand (feine Verteilung der Pigmentpartikel in der Bindemittellösung) über längere Zeiträume zu stabilisieren, das heißt, die Flockulation der Pigmente zu verhindern.

Ursache für die Flockulation sind die zwischen den Partikeln wirksamen anziehenden Van-der-Waals-Kräfte. Diese Kräfte sind zwar nur über eine geringe Distanz wirksam, aber durch die Brown'sche Molekularbewegung kommt es immer wieder zu Kollisionen der Partikel oder zumindest zu starker Annäherung und damit zur Flockulation.

Um ein System gegen Flockulation zu stabilisieren, müssen abstoßende Kräfte zwischen den Partikeln vorhanden sein. Das Zusammenspiel der Anziehungs- und Abstoßungsenergie zwischen Partikeln wird üblicherweise in Form der Potentialkurven dargestellt. Die Summe beider Kurven ergibt die Gesamtenergie (siehe Abbildung 4).

Dispergieradditive adsorbieren auf der Pigmentoberfläche und führen zu starken abstoßenden Kräften zwischen den Pigmentteilchen. Die Teilchen werden dadurch auf Abstand gehalten und die Neigung zur unkontrollierten Flockulation reduziert. In der Praxis geschieht das durch elektrostatische Abstoßung und/oder sterische Stabilisierung. Beide Stabilisierungsmaßnahmen sollen im Folgenden näher betrachtet werden.

Bei geringer Teilchengröße der deflockulierten Pigmente sind hohe Glanzgrade und hohe Farbstärke erzielbar. Desgleichen erhöhen sich Transparenz oder Deckvermögen, abhängig davon, ob das betreffende Pigment als deckendes oder transparentes Pigment vom Hersteller konzipiert wurde. Deflockulation führt ganz allgemein zu einer besseren, effizienteren Ausnutzung der Pigmente, was insbesondere bei den teilweise recht teuren organischen Pigmenten auch aus wirtschaftlichen Gründen nicht unwichtig ist.

Der Flockulationsgrad hat auch Einfluss auf den Farbton eines Pigmentes. Generell ist für alle pigmentierten Decklacksysteme eine gute Deflockulation aller Pigmente äußerst vorteilhaft und wünschenswert.

Die in der Lackindustrie gebräuchlichen Dispergieradditive, die über elektrostatische Effekte wirken, sind Polyphosphate und Polyacrylate als Kalium-, Natrium- oder Ammoniumsalze.

Neben der reinen Ladungsbeeinflussung ist teilweise (abhängig von der Polymerstruktur) auch noch ein Beitrag zur Stabilisierung durch sterische Effekte zu beobachten. Die Polyacrylate sind vom Aufbau her bindemittelähnlicher und beeinflussen damit die getrockneten Filme weniger als die Polyphosphate. Die Phosphate haben den Vorteil, dass sie auch geeignet sind, mehrwertige Ionen (z.B. Calcium) im System zu komplexieren und dadurch den negativen Einfluss dieser Ionen auf den Stabilisierungsmechanismus auszuschalten.

Dispergieradditive dieses Typs haben sich seit Jahrzehnten in wässrigen Dispersionsfarben bewährt und sind auch heute noch erfolgreich im Einsatz.

Dispergieradditive auf Polyelektrolytbasis für wässrige Systeme sind reine Dispersionsstabilisatoren und weisen praktisch nur geringe Pigmentbenetzungseigenschaften auf. Wenn die Pigmentbenetzung ebenfalls verbessert werden soll, müssen sie also mit entsprechenden Netzadditiven kombiniert werden.

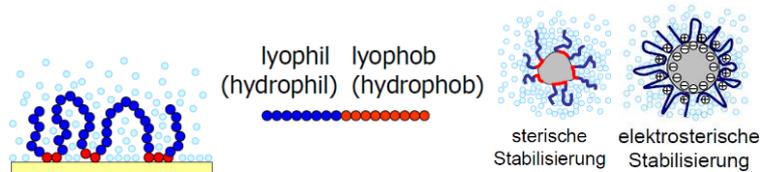


Abbildung 7: Kombiniert Stabilisierungsmechanismus [3]

Moderne Dispergiermittel kombinieren elektrostatische und sterische Stabilisierungsmechanismen. Dies wird üblicherweise als "elektrostatische Stabilisierung" bezeichnet. Speziell dispergierende Additive für hochwertige wasserbasierte Anwendungen nutzen diesen kombinierten Stabilisierungsmechanismus, um die heutigen Anforderungen d.h. die Bedingungen der Stabilität, Farbentwicklung und Kompatibilität.

2.1.4 Stand des Wissens zur Benetzung organischer Pigmente

Die zahlreichen lacktechnischen Grundbegriffe sind komplett in der Normvorschrift EN ISO 4618 erklärt. Gemäß der Normvorschrift EN ISO 4618 ist ein Pigment: "Farbmittel, das aus in der flüssigen Phase des Anwendungsmediums unlöslichen feinen Teilchen besteht". Die farbgebenden Eigenschaften von Pigmenten wie Farbstärke, Deckvermögen und Transparenz, oder auch ihr Einfluss auf den Glanz, hängen nicht nur von der chemischen Zusammensetzung, sondern auch von physikalischen Eigenschaften [9].

Die Pigmentbenetzung ist eine Voraussetzung für eine erfolgreiche Pigmentdispergierung.

Die Benetzung einer Oberfläche wird nur dann erfolgen, wenn die Oberflächenspannung des benetzenden Stoffes niedriger ist als die der zu benetzenden Oberfläche. Das bedeutet, dass für eine effektive Benetzung der Pigmente die Oberflächenspannung der flüssigen Phase eines Lacksystems deutlich unter der der Pigmente liegen muss.

Deswegen muss die Oberflächenenergie mit oberflächenaktiven Stoffen wie Netz- und Dispergiermittel gesenkt werden, dass eine Benetzung möglich ist. Netz- und Dispergieradditive senken aber nicht nur die Oberflächenspannung der Flüssigkeit. Da sie mit ihren pigmentaffinen Gruppen auf der Pigmentoberfläche adsorbieren, verändert sich auch die Grenzfläche. Die Grenzflächenspannung besteht dann nicht mehr zwischen Pigment und Flüssigkeit, sondern zwischen Additiv und Flüssigkeit.

Netz- und Dispergieradditive verringern also die Oberflächenspannung des flüssigen Mediums und die Grenzflächenspannung zwischen Pigment und flüssigen Medium. Das Additiv reduziert die Wechselwirkungen zwischen den Pigmentteilchen und verringert die Viskosität des Mahlgutes, wenn es ausreichend deflockulierend wirkt. Auf diese Weise lassen sich höhere Pigmentkonzentrationen realisieren, was für mechanischen Dispergiervorgang von besonderer Bedeutung ist.

Dispergiermittel sind unverzichtbare Komponenten in den meisten Farben und Lacken. Es handelt sich um hochspezialisierte Additive, die die Pigmente benetzen, die Dispergierung unterstützen und Pigmentteilchen in der flüssigen Formulierung stabilisieren. Dispergiermittel verbessern unterschiedliche Lackeigenschaften, wie zum Beispiel Farbstärke, Glanz und Viskosität.

2.1.5 Kontaktwinkelmessungen an Pulvern unter Verwendung der Washburn-Methode

Die Methode, die als Washburn- bzw. Sorptionsmethode bezeichnet wird, basiert auf der Messung der Sorption einer Flüssigkeit in einer Schüttung des Pulvers. Aus der Dynamik dieses Prozesses und der Kenntnis weiterer Parameter, wie Dichte und Viskosität, lässt sich ein Kontaktwinkel berechnen. Diese Methode gilt als Standardverfahren zur Ermittlung von Kontaktwinkeln an Pulvern, porösen Stoffen und auch an Textilien bzw. Faserstoffen.

Die Sorptionsmessungen werden je nach zu bestimmender Messgröße unterteilt in Steighöhemethode, bei der die Steighöhe der Flüssigkeit in der Pulverschüttung in Abhängigkeit von der Zeit gemessen wird, und der Washburn-Methode, bei der die Gewichtszunahme durch die eindringende Flüssigkeit mit der Zeit gemessen wird.

Edward Washburn beschreibt die Kinetik des Fließens einer Flüssigkeit durch eine Kapillare. Dieses Modell wandte er ebenfalls zur Beschreibung der Dynamik des Eindringens von Flüssigkeiten in einen porösen Festkörper an. Er machte hierbei die Annahme, dass sich ein Pulver bzw. ein poröser Körper als ein Bündel gleichgerichteter Kapillaren beschreiben lässt [10].

Die Washburn-Gleichung basiert auf einer Zusammenführung des Hagen-Poiseuilleschen Gesetzes mit der Young-Laplace-Gleichung. Das Fluidvolumen, das durch eine Röhre der Länge l strömt (Volumenstrom \dot{V}), entspricht direkt dem Druckunterschied Δp und ist umgekehrt proportional zur Viskosität η des strömenden Fluids und der Röhrenlänge l , dabei wächst das Durchflussvolumen in vierter Potenz mit dem Röhrenradius r :

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\pi \cdot r^4 \cdot \Delta p}{8\eta \cdot l}$$

Gleichung 4: Hagen-Poiseuille Gleichung [11]

Die treibende Druckdifferenz Δp in einer Röhre ist eine Folge der Benetzung der Röhrenwand. Die Benetzung verformt die Flüssigkeitsoberfläche und ein Druck entsteht durch die Oberflächenspannung σ_l der Flüssigkeit:

$$\Delta p = \frac{2 \cdot \cos \theta \cdot \sigma_l}{r_k}$$

Gleichung 5: Young-Laplace Gleichung [12]

Nimmt man an, dass der hydrostatische Radius r gleich dem Radius der Kapillare r_k ist ergibt sich folgende einfache Gleichung, die die Steiggeschwindigkeit in einer Röhre beschreibt:

$$\frac{dh}{dt} = \frac{r_k \cdot \cos \theta \cdot \sigma_l}{4\eta \cdot h}$$

Gleichung 6: Steiggeschwindigkeit in einer Röhre

Diese Gleichung lässt sich nach der Trennung der Variablen mit der Randbedingung, dass zum Beginn der Messung ($t=0$) die Steighöhe $h=0$ ist, einfach integrieren. Das Ergebnis ist eine nach Edward Washburn bezeichnete Gleichung:

$$h^2 = \frac{r_k \cdot \cos \theta \cdot \sigma_l}{2\eta} \cdot t$$

Gleichung 7: Washburn-Gleichung

Die Steighöhe der Flüssigkeit h kann ersetzt werden durch die Masse der eingedrungenen Flüssigkeit m . Diese ist durch Wägung einfacher und exakter zu ermitteln. Die Masse m ist über die Dichte ρ und die Querschnittsfläche der Kapillare $\pi \cdot r_k^2$ mit der Steighöhe korreliert:

$$m = \pi \cdot r_k^2 \cdot \rho \cdot h$$

Gleichung 8: Messe der eingedrungenen Flüssigkeit

Die Zunahme der Masse m mit der Zeit t ist somit gegeben durch:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{\pi^2 \cdot r_k^5 \cdot \rho^2 \cdot \sigma_l \cdot \cos \theta}{4\eta \cdot m}$$

Gleichung 9: Massezunahme mit der Zeit

Die Lösung der Gleichung durch Integration mit der Randbedingung, dass zum Zeitpunkt $t=0$ die Masse $m=0$ ist, führt zu folgendem Ergebnis:

$$m^2 = \frac{\pi^2 \cdot r_k^5}{2} \cdot \frac{\rho^2 \cdot \sigma_l \cdot \cos \theta}{\eta} \cdot t$$

Gleichung 10: Washburn-Gleichung

m =Masse; t =Fließzeit; σ_l =Oberflächenspannung der Flüssigkeit; r_k =Radius der Kapillare; ρ =Dichte der Flüssigkeit; θ =Kontaktwinkel; η =Viskosität der Flüssigkeit.

Der erste Faktor $\frac{\pi^2 \cdot r_k^5}{2}$ auf der rechten Seite der Gleichung wird häufig mit einem c abgekürzt und als Kapillaritätskonstante bzw. als „ c -Faktor“ bezeichnet. Diese Konstante beschreibt die Anzahl der Kapillaren innerhalb der Pulversäule und deren Geometrie. Erfolgt die Messung mit einer Flüssigkeit (z.B. mit n -Hexan oder n -Heptan, beides Lösungsmittel mit niedriger Oberflächenspannung), die mit dem Pulver den Kontaktwinkel $\theta = 0$ ausbildet, d.h. das Probenmaterial vollständig benetzt, dann kann c nach folgender Gleichung ermittelt werden:

$$c = \frac{m^2}{t} \cdot \frac{2\eta}{\pi^2 \cdot \rho^2 \cdot \sigma_l}$$

Gleichung 11: Kapillaritätskonstante bzw. c Faktor aus Washburn Gleichung

Falls der Kontaktwinkel θ durch Literaturdaten oder Messung an der Probe bekannt ist, kann c auch unter dieser Vorgabe berechnet werden. Die Materialkonstante c kann bei weiteren Messungen mit anderen Fluiden eingesetzt werden, um jeweilige Kontaktwinkel zu bestimmen und schließlich zum Beispiel die Bestimmung der Oberflächenenergie des Materials ermöglichen.

Bei Kontaktwinkelmessungen ist eine korrekte Bestimmung der Kapillarkonstante c die Voraussetzung. Neben den automatischen Zusammenfassungen aller Experimentaldaten, die auch Mehrfachbestimmungen von c berücksichtigt, kann der c -Wert als Mittelwert zur jeweiligen Kontaktwinkelmessung berechnet werden. Das verbessert die Qualität, da so die Empfindlichkeit dieser Konstante von der Probenpräparation berücksichtigt werden kann. Der c -Konstante ist der innere Referenzwert der Präparation.

2.1.6 Kurvenverlauf der Sorptionsmessung

Die theoretischen Grundlagen der Bestimmung von Kontaktwinkeln nach der Steighöhen- bzw. Washburnmethode wurde in Kapitel 2.1.4 auf Seiten von 15 bis 17 geschildert. Grundlage dieser Auswertung ist die Washburn-Gleichung (Gl.7). Aus der Gleichung 7 ergibt sich nach Umstellung auf $\cos \theta$:

$$\cos \theta = \frac{m^2}{t} \cdot \frac{\eta}{\rho^2 \cdot c \cdot \sigma_l}$$

Gleichung 12: Bestimmung des Kontaktwinkels

Hierzu wird die gemessene Masse der eingedrungenen Flüssigkeit quadriert und in einem Diagramm über der Zeit dargestellt. Die Washburn-Methode erfordert einen linearen Anstieg des Quadrates der Masse mit der Zeit vorher. In Abbildung 8 ist ein solcher Kurvenverlauf bei der Messung der Sorption von Butylacetat in eine Schüttung des Pigments Hostaperm Blau A2R dargestellt.

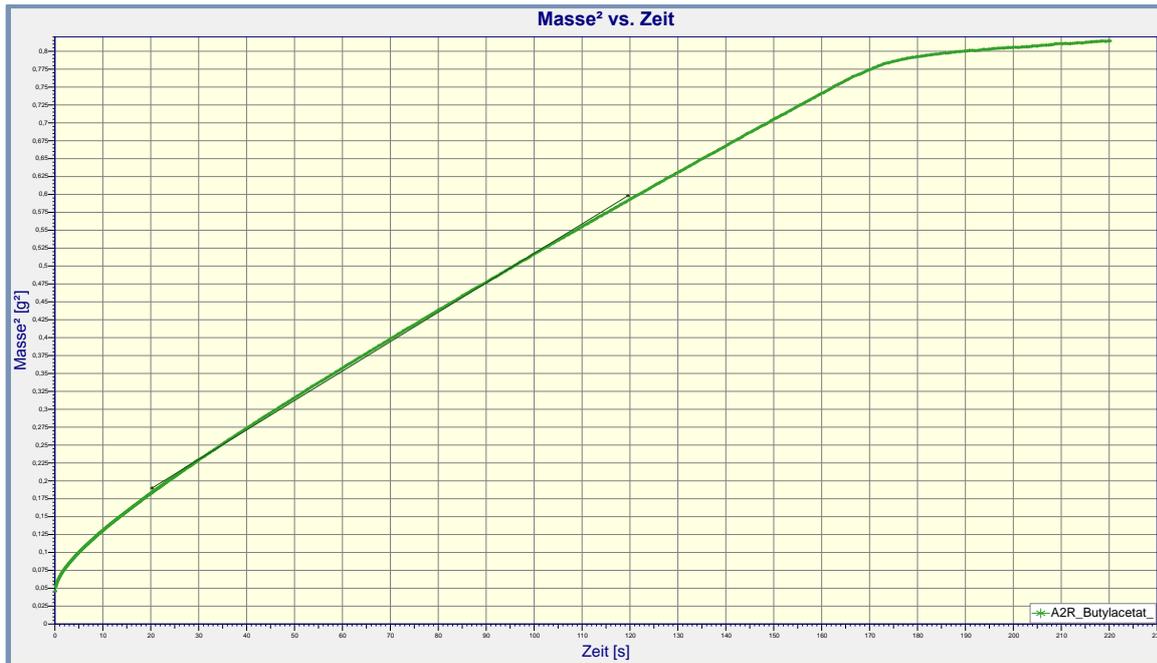


Abbildung 8: Auftragung des Quadrates der Masse gegen die Zeit bei der Sorptionsmessung von Pigment A2R mit Butylacetat

Das Diagramm ist aus der LabDesk-Software der Firma Krüss entnommen. Die LabDesk-Software steuert der Messung entsprechend der vor dem Messbeginn eingegebene Parameter und ermöglicht eine Auswertung der Messpunkte nach der Washburn-Gleichung. Der Benutzer hat dabei die Möglichkeit, Start und Endpunkt einer Regressionsgeraden zur Bestimmung der Steigung der Messkurve $m^2=f(t)$ festzulegen und in diesem Bereich die Steigung der Regressionsgeraden zu bestimmen. Anhand der Steigung dieser Geraden wird eine Kapillarkonstante (Verwendung von n-Heptan in der Messung) bzw. mittels einer nachfolgenden zweiten Messung (mit einem benetzendem Sorptionsmittel) ein Kontaktwinkel errechnet.

Die zunächst wichtigste Frage bei der Auswertung der Messungen mit dieser Methode ist die nach der korrekten Wahl von Start- und Endpunkt der Regressionsgeraden. Diese Frage lässt sich aus der Herleitung der Washburn-Gleichung in Kapitel 2.1.4 nicht beantworten. Aus den Bedingungen für die Gültigkeit

kann jedoch abgeleitet werden, dass nur der Teil der Messung auszuwerten ist, bei dem die Flüssigkeit gleichmäßig im Pulver aufsteigt. Dies ist nur im Anstiegsbereich der Kurve der Fall, die spätere Sättigung des Pulvers wird durch die Gleichung nicht beschrieben. Darüber hinaus ist zu beachten, dass bei der Herleitung der Washburn-Gleichung der Einfluss des Gewichtsdruckes der Flüssigkeitssäule im Pulver vernachlässigt wurde. Es ist somit damit zu rechnen, dass die Übereinstimmung der Washburn-Gleichung mit der Messkurve mit der Zunahme der Flüssigkeitsmenge im Pulver schlechter wird [14].

Bei der Wahl des Startpunktes ist zu beachten, dass zu Beginn der Messung zunächst die Benetzung des Metallaufsatzes am Probenhalter und des Filteransatzes erfolgt und erst danach die Flüssigkeit in das Pulver eindringt. Die dafür notwendige Zeit wurde für wässrige Systeme mit 2-3s bestimmt [14]. Eine ausführlichere Regressionsgeraden erfolgt im Kapitel 3.1.5.1.

2.1.7 Einflussfaktoren auf die Sorptionsmessung

Die Benetzung der Pigmentagglomerate durch die Bindemittelösung wird von vielen Faktoren beeinflusst. Die Eindringgeschwindigkeit der flüssigen Phase in die Agglomerat-Zwischenräume lässt sich unter stark vereinfachenden Annahmen mathematisch durch die Washburn-Gleichung (siehe Gleichung 10) beschreiben.

Die Kapillaren zwischen den Pigmentteilchen werden als zylindrische Röhren mit dem Radius r angenommen. Das auf der rechten Seite der Gleichung im Zähler enthaltene Produkt zeigt, dass für eine schnelle Benetzung (entspricht einer hohen Eindringgeschwindigkeit) lose gepackte Agglomerate (r_k ist groß) und eine niedrige Viskosität günstig sind. Die Agglomeratstruktur kann der Lackhersteller nicht beeinflussen. Sie wird im Herstellprozess der Pigmente festgelegt. Der Lackhersteller optimiert jedoch die Viskosität, um eine optimale Dispergierung zu erreichen. Die Viskosität wird auf das jeweils verwendete Dispergieraggregat angepasst [15].

Als weitere Faktoren sind zu beobachten: die Oberflächenspannung der eindringenden Flüssigkeit und der Kontaktwinkel. Beide Größen werden durch Netzadditive beeinflusst, aber sie sind nicht unabhängig voneinander. Ein geringer Kontaktwinkel und eine hohe Oberflächenspannung sind nicht gleichzeitig zu realisieren. In der Praxis wird die Oberflächenspannung durch Netzadditive soweit abgesenkt, dass der Kontaktwinkel nahe bei null liegt.

Netzadditive kann man definieren als Substanzen, die den Kontaktwinkel zwischen Pigment und Bindemittelösung reduzieren, damit eine sehr gute Benetzbarkeit (wenn möglich eine vollständige Benetzung mit einem Kontaktwinkel von 0°) als

Vorbedingung für eine gute Stabilisierung erreicht wird, um auf diese Weise die Eindringgeschwindigkeit in die Agglomeratstruktur zu erhöhen.

2.2 Farbtiefe und Farbstärke

Nach DIN 53325 ist Farbtiefe ein Maß für die Intensität einer Farbempfindung, die mit steigender Sättigung zunimmt und im Allgemeinen mit steigender Helligkeit abnimmt. In gleicher Farbtiefe hergestellte Färbungen sehen für den Beobachter so aus, als ob sie mit gleichen Konzentrationen gleich farbstarker Farbmittel hergestellt wären [16]. Die Abhängigkeit der Farbtiefe von der Konzentration eines Farbmittels, auch bei Farbmittelmischungen, ist die Grundlage für die Kalkulation von Farb Rezepten.

Die Farbstärke ist ein Maß für die Fähigkeit eines Farbmittels aufgrund seines Absorptionsvermögens farbgebend auf andere Stoffe zu wirken [22]. Bei der Einfärbung eines weiß pigmentierten Mediums verursacht das farbstärkere Farbmittel eine höhere Farbtiefe.

Nach DIN EN ISO 787-24 wird die Farbstärke definiert als die Fähigkeit eines Pigmentes, einfallendes Licht zu absorbieren, und dadurch eine Probe (ein Medium) zu färben oder abzdunkeln. Dabei wird angemerkt, dass es sich bei den geprüften Eigenschaften eigentlich um die Eigenschaften des pigmentierten Mediums handelt. Wegen der geringen Absorption des Mediums geht man davon aus, dass das dispergierte Pigment geprüft wird [17].

Die Farbstärke wird immer relativ zu einem Bezugspigment bestimmt. Die Farbstärke von Farbmitteln (Pigmente und Farbstoffe) ist eine in der Entwicklung pigmentierter Lacke und Druckfarben und der Qualitätssicherung wichtige Größe, weil sich mit ihrer Kenntnis von der Farbmittelkonzentration auf die Farbe der Oberfläche schließen lässt. Dazu ist eine Messgröße für die Farbstärke notwendig.

Farbstärke und Farbtiefe gehen nicht unbedingt parallel, da die Farbstärke außer von der Teilchengröße bzw. Teilchengrößenverteilung auch von der Struktur und dem Dispergierzustand abhängt.

2.2.1 Die Bestimmung der Farbstärke

Die farbmetrischen Methoden zur Bestimmung der relativen Farbstärke nach DIN 55986 benutzen das aus der Kubelka-Munk-Theorie sich ergebende Verhältnis der spektralen Absorption- und Streukoeffizienten K/S (siehe Gleichung 14). Hierbei wird vorausgesetzt, dass es sich um Applikationen in deckender Schichtdicke handelt und

dass die Lichtstreuung des Buntpigmentes neben des Weißpigmentes in der Testapplikation vernachlässigt werden kann. Dies ist der Fall, wenn der TiO₂-Anteil in der Weißmischung mindestens ca. 5-10mal größer ist als der des Buntpigmentes.

Das prozentuale Verhältnis der Einwaagemengen des Bezugs m_b und der Probe m_p , die benötigt werden, damit das Gleichstellungskriterium von Probe und Bezugsapplikation den gleichen Wert erhält, wird relative Farbstärke C_{rel} genannt.

$$C_{rel} = \frac{m_b}{m_p} \cdot 100\%$$

m_b - Masse von Referenzpigment, m_p - Masse von Prüfpigment

Gleichung 13: Relative Farbstärke [18]

Bei der Ermittlung der relativen Farbstärke wird die Masse des Farbmittels in der Probe solange variiert, bis die Probe der Referenz unter koloristischen Kriterien gleich ist. Dies kann durch visuellen Vergleich erfolgen [19] oder auf der Basis von Messwerten für die Farbe [20, 21, 22].

Als Gleichheitskriterium bei der Ermittlung der relativen Farbstärke sind drei Methoden gebräuchlich, bei denen eine Farbstärkekenngroße der Probe an die der Referenz (Bezug) angeglichen wird:

- Methode A: Kubelka-Munk-Summe
- Methode B: Angleichung eines Normfarbwertes (D65/10°)
- Methode C: Farbtiefe nach DIN 53235 (Standardfarbtiefe)

In dieser Bachelorarbeit wird nur eine Methode verwendet, die Kubelka-Munk-Summe.

2.2.2 Anpassung mithilfe der Kubelka-Munk-Theorie

Nach der Kubelka-Munk-Theorie ist der Kubelka-Munk-Faktor F_{KM} (Gleichung 14), der Quotient aus Absorptions- und Streukoeffizient (K/S), die Lösung eines zusammengesetzten Differentialgleichungssystems, das die Vorwärtsstreuung und die Rückwärtsstreuung in einer pigmentierten Schicht in zwei Kanälen zusammenfasst (siehe Abbildung). Dabei ist R^* der Saunderson-korrigierte Reflexionsfaktor. Die Herleitung der Kubelka-Munk-Gleichung ist in der Literatur beschrieben [18, 23].

$$F_{KM} = \frac{K}{S} = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2 \cdot R_{\infty}^*}$$

Gleichung 14: Kubelka-Munk-Faktor F_{KM}

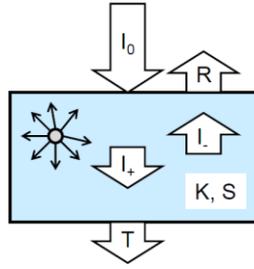


Abbildung 9: Zweikanal-Theorie-Kubelka-Munk-Funktion [mit freundlicher Genehmigung von Prof. Meichsner HS Esslingen]

Die Reflexionskurve misst man dabei üblicherweise mit einer Ulbricht-Kugel unter Glanzeinschluss ($d_i:8$) und subtrahiert den Beitrag des Glanzes der Oberfläche ($r_0=0,04$, siehe auch Gleichung 15).

Reflexionen an der äußeren und inneren Oberfläche werden berücksichtigt. Der Reflexionsfaktor R^* im Inneren einer Schicht wird durch das eingestrahlte Licht L_0 und die Reflexion an der Oberfläche (Glanz, r_0) sowie die Totalreflexion (rot) an der inneren Oberfläche bestimmt [20,24].

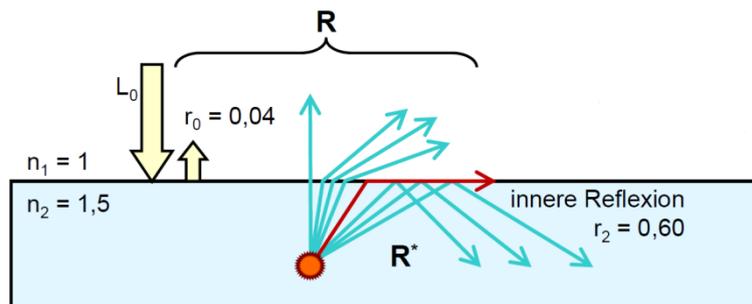


Abbildung 10: Der Saunderson korrigierter Reflexionsfaktor R^* für alle Wellenlänge [mit freundlicher Genehmigung von Prof. Meichsner HS Esslingen]

Zur der Berechnung der Kubelka-Munk-Faktoren muss der Glanz der Oberfläche (äußere Reflexion r_0) und die innere Reflexion (r_2) berücksichtigt werden. Das auf die Oberfläche treffende und dort direkt reflektierte Licht tritt mit dem absorbierenden Pigment nicht in Wechselwirkung (s. Abb.10). Das aus der Schicht zurückgeworfene Licht tritt nur vom optisch dichteren Medium ($n \approx 1,5$) nach außen in die Luft ($n=1$) ein, wenn der Auftreffwinkel kleiner als der Grenzwinkel der Totalreflexion ist. Die Saunderson-Korrektur berücksichtigt dies in Gleichung 15. Sie hat für einen Brechungsindex von $n=1,5$ die Form der Gleichung 16.

$$R^* = \frac{R - r_0}{1 - r_0 - r_2(1 - R)}$$

Gleichung 15: Der Reflexionsfaktor R^*

$$R^* = \frac{R - 0,04}{0,36 + 0,6R}$$

Gleichung 16: Der Reflexionsfaktor R^* für Lacke

Bei der Bildung der Kubelka-Munk-Summe [25] geht man davon aus, dass der Kubelka-Munk-Faktor F_{KM} bei einer Wellenlänge (λ) von der Konzentration des Farbmittels (Index col oder i, für colorant) abhängig ist. Geht man von Gleichung 14 aus, so lässt sich aus dieser Gleichung unter bestimmten Annahmen die Gleichung für die Bestimmung der Farbstärke über die Kubelka-Munk-Summe ableiten. In Gleichung 17 ist R^* der Saunderson korrigierte Reflexionsfaktor für eine Wellenlänge, K_s der Absorptionskoeffizient des Substrats, S_s der Streukoeffizient des Substrats, k_i der spezifische Absorptionskoeffizient, S_i der spezifische Streukoeffizient und C_i die Konzentration des Farbmittels i.

$$F_{KM}^* (\lambda) = \frac{(1 - R^*(\lambda))^2}{2 \cdot R^*(\lambda)} = \frac{K_s(\lambda) + \sum_{i=1}^n k_i(\lambda) \cdot C_i}{S_s(\lambda) + \sum_{i=1}^n S_i(\lambda) \cdot C_i}$$

Gleichung 17: Kubelka-Munk-Faktor für eine Wellenlänge

Zur Bestimmung der Farbstärke eines Farbmittels, setzt man dieses in einer weiß pigmentierten Lackmatrix mit konstantem Gehalt an Weißpigment ein. Gleichung 17 lässt sich in Form der Gleichung 18 formulieren:

$$F_{KM}^* (\lambda) = \frac{K_s(\lambda) + k_{TiO_2}(\lambda) \cdot C_{TiO_2} + k_{Bimi}(\lambda) \cdot C_{Bimi} + k_{Col}(\lambda) \cdot C_{Col}}{S_s(\lambda) + s_{TiO_2}(\lambda) \cdot C_{TiO_2} + s_{Bimi}(\lambda) \cdot C_{Bimi} + s_{Col}(\lambda) \cdot C_{Col}}$$

Gleichung 18: Fundamentalgleichung der Farbrezeptberechnung mit Weißpigment

Für die Bestimmung der relativen Farbstärke in Weißaufhellungen geht man von mehreren Annahmen aus:

- die Absorption des Weißpigments (TiO_2) und des Bindemittels ist vernachlässigbar ($k_{TiO_2} = 0$, $k_{Bimi} = 0$).
- die Streuung des Buntpigments und des Bindemittels ist vernachlässigbar.
- der Absorptions- und Streukoeffizient des Substrats wird vernachlässigt.

Dadurch vereinfacht sich die Gleichung 18 zur Gleichung 19:

$$F_{KM}^* (\lambda) = \frac{k_{Col}(\lambda) \cdot C_{Col}}{s_{TiO_2}(\lambda) \cdot C_{Col}} = \frac{K_{Col}(\lambda)}{S_{TiO_2}(\lambda)}$$

Färbt man ein prüfendes Pigment (Probe, Index=P) und das Bezugspigment (Bezug, Index=B) in der gleichen Weißpaste aus, so ist für beide S_{TiO_2} identisch und für die relative Farbstärke des Prüfpigments gilt nach Einsetzung in Gleichung 14 und Summation über alle Wellenlängen Gleichung 20 für die relative Farbstärke des Prüfpigments P:

$$C_{rel} = \frac{\sum_{\lambda} F_{KM,B}^*(\lambda)}{\sum_{\lambda} F_{KM,P}^*(\lambda)} = \frac{\sum_{\lambda} K_b(\lambda) \cdot S_{TiO_2}}{\sum_{\lambda} S_{TiO_2}(\lambda) \cdot K_p(\lambda)} = \frac{\sum_{\lambda} K_b(\lambda)}{\sum_{\lambda} K_p(\lambda)} = \frac{C_B \cdot \sum_{\lambda} K_B(\lambda)}{C_P \cdot \sum_{\lambda} K_p(\lambda)}$$

Gleichung 20: Die relative Farbstärke des Prüfpigments P über alle Wellenlänge

In DIN EN ISO 787-24 verwendet man zur Angabe der relativen Farbstärke den Quotienten $K_r(\lambda)$ der beiden Absorptionsindices von Probe ($K_p(\lambda)$) und Bezug ($K_B(\lambda)$).

Wiegt man Bezugspigment und Prüfpigment in einer standardisierten Weißpaste in gleichen Mengen ein, so ist deren Konzentrationen in den entsprechenden Lacken identisch. Die relative Farbstärke lässt sich dann auf einfache Weise durch den Vergleich der summierten Kubelka-Munk-Faktoren von Probe und Bezug ermitteln. Dazu ist eine Messung der Reflexionsspektren der Beschichtungen mit Prüfpigment und dem Bezugspigment notwendig. Bei der Verfolgung des Dispergiervorgangs nach DIN EN ISO 878-1 bleibt während der Dispergierung die Konzentration von Weiß und Buntpigment ebenfalls konstant und man kann die extrapolierten Kubelka-Munkfaktoren bei Erreichen der Endfarbstärke $(K/S)_{\infty}$ als Bezugswert verwenden.

Die relative Farbstärke wird üblicherweise bei der Produktion von Pigmenten und Beschichtungsstoffen verwendet. Ein Wert von 100% bedeutet, dass die Probe die identische Farbstärke wie der Standard besitzt. Größere Werte bedeuten eine höhere Farbstärke, was bedeutet, dass zur Ausfärbung eines bestimmten Farbtons weniger Pigment benötigt wird.

2.2.3 Zusammenhang zwischen Dispergierung, Stabilisierung und Farbstärke

Bei der Herstellung von Lacken und Farben muss immer dann dispergiert werden, wenn Pigmente einzuarbeiten sind. Durch den Dispergiervorgang werden die Agglomerate in Primärpartikel und kleinere Aggregate zerlegt. Die Bildung von Primärteilchen geht mit einer Vergrößerung der Grenzfläche mit dem flüssigen

Medium einher. Je höher die Grenzflächenspannung, desto höher ist das Bestreben des Feststoffes die Grenzfläche zu reduzieren. Daher reagglomerieren die Teilchen zu so genannten Flockulaten. Dispergieradditive unterdrücken die Bildung von Flockulaten.

Die Farbstärke hängt vom Absorptionsvermögen und der mittleren Teilchengröße des Pigments ab. Je kleiner die Pigmentteilchen sind, desto höher ist ihr Absorptionsvermögen. Bei großen Teilchen wird der Teilchenkern nicht mehr absorptiv wirksam, weil die elektromagnetische Strahlung nur eine gewisse Eindringtiefe in Kristalle hat. Werden die Teilchen voll durchstrahlt, dann ist das Optimum der Absorption erreicht. Ein höheres Absorptionsvermögen geht einher mit einer höheren Farbstärke. Damit die kleinen Pigmentpartikel fein verteilt bleiben und nicht zu größeren Flockulaten verklumpen, müssen sie stabilisiert werden. Dazu werden Dispergieradditive benötigt.

Um die feine Verteilung der Partikel zu stabilisieren, müssen die Additivmoleküle fest auf der Pigmentoberfläche adsorbiert sein. Dazu brauchen die Additivmoleküle Gruppen oder Segmente, die starke Wechselwirkungen in der Form von Ionenbindungen, Dipolwechselwirkungen oder Wasserstoffbrückenbindungen mit der Pigmentoberfläche eingehen können

Die Beurteilung des Dispergierverhaltens eines Pigmentes in einer Oerlmühle lässt sich nach zwei EN ISO Norm verfolgen:

- EN ISO 8780-4: Dispergieren mit einer Perlmühle
- EN ISO 8781-1: Bestimmung der Farbstärkeentwicklung von Buntpigmenten

3 Experimenteller Teil

3.1 Sorptionsmessungen

Das zu vermessende Pigmentpulver Hostaperm Blue A2R wird in einem Probenhalter gefüllt und verdichtet. Der Probenhalter besteht aus zwei Komponenten: einem Glaszylinder (Innendurchmesser 1 cm, Länge 5 cm) und einem Edelstahling. In diesen Edelstahling wird ein Papierfilter eingelegt und dieser dann mit dem Glaszylinder verbunden (siehe Abbildung 11). Dies ist wichtig, da die Flüssigkeit von unten in den Probenhalter eindringen können muss, das eingefüllte Pigmentpulver jedoch im Probenhalter verbleiben soll.

Nach dem das Pulver in dem Probenhalter eingefüllt und verdichtet wurde (siehe Kapitel 3.1.2), wird dies in eine Halterung des Force Tensiometer eingehängt. Diese

Halterung ist mit einer Waage im Force Tensiometer verbunden. Der Messaufbau ist in Abbildung 11 schematisch dargestellt.

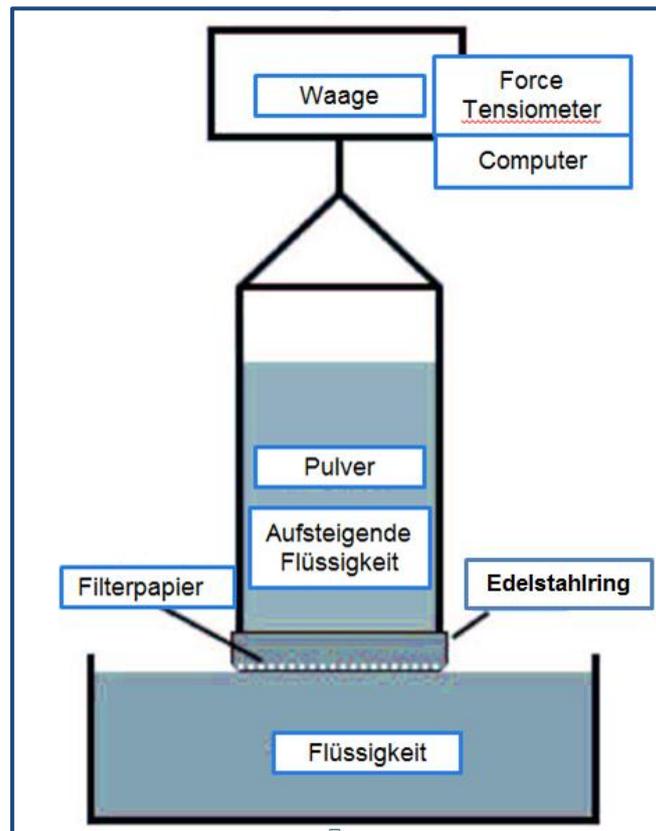


Abbildung 11: Schematische Darstellung des Messaufbaus

Unterhalb der Halterung für die Flüssigkeit befindet sich ein Hubtisch. Auf diesem Hubtisch befindet sich eine Vertiefung, in die eine Glasschale hineingestellt werden kann. Der Hubtisch kann durch Kühlflüssigkeit temperiert werden, so dass eine Temperierung der Flüssigkeit in der Glasschale stattfindet.

Vor dem Start der Messung wird der Hubtisch manuell nach oben gefahren, so dass sich die Oberfläche der Flüssigkeit in der Glasschale knapp unterhalb des Probenhalters mit dem Pulver befindet. Hierauf wird über eine Software Labdesk die Messung gestartet. Die Oberfläche der Flüssigkeit wird durch ein sehr langsames Hochfahren des Hubtisches mittels der Software Labdesk auf den Edelstahlring des Probenhalters zu bewegt. Berührt die Flüssigkeitsoberfläche der Edelstahlring und benetzt diesen, wird über die Waage, an der der Probenhalter befestigt ist, eine Gewichtszunahme registriert. In diesem Moment wird die Aufzeichnung von Messwerten gestartet und der Hubtisch nicht weiter bewegt.

Für eine Messung werden ca. 70ml der Flüssigkeit in die Glasschale eingefüllt, wobei nur wenige Milliliter der Flüssigkeit in das Pulver aufsteigen. Für die Messungen ist

es wichtig, dass der Flüssigkeitsspiegel in der Glasschale möglichst konstant bleibt, da eine Veränderung in der Höhe des Flüssigkeitsspiegels in die Auswertung einbezogen müsste.

3.1.1 Verwendete Messgeräte

Die Messung der Dynamik der Sorption von Flüssigkeiten in eine Pulverschüttung erfolgte mit dem Force Tensiometer K100 der Firma KRÜSS (siehe Abbildung 12).



Abbildung 12: Krafttensiometer K100

Das zentrale Bauelement des Tensiometers ist das oberhalbige Wägesystem. Der Probenhalter ist direkt mit dem Wägesystem verbunden und kann elektronisch arretiert und gelöst werden. Ein Temperiertopf ummantelt das Glasgefäß, in dem sich die Messflüssigkeit befindet. Durch eine Schlauchverbindung kann dieser durch ein externes Temperiergerät kontrolliert aufgeheizt oder gekühlt werden. Temperaturen von bis zu 90 °C sind dadurch möglich. Der Faltenbalg umgibt den Antrieb, auf den der Temperiertopf befestigt ist. Durch einen Motor wird er mit Hilfe einer Gewindespindel verfahren. Während einer Messung kann die Flüssigkeit positioniert werden. Das Bedienerpad erlaubt es, den Antrieb manuell zu steuern. So werden das Platzieren und die Entnahme der Proben vereinfacht. Weitere Funktionen sind beispielsweise das Ein- und Ausschalten sowie der Standby-Betrieb des Gerätes. Im hinteren Teil des Gerätes befindet sich die Hauptplatine. Hierüber wird das Gerät über eine nach außen geführte USB Schnittstelle mit dem PC verbunden. Die Steuerungs- und Datenverwaltungssoftware LabDesk wurde von der KRÜSS GmbH

entwickelt. Der Benutzer passt über diese Software methodisch jeweils notwendige Eingabe-Parameter an und steuert die Messungen.

3.1.2 Verwendete Materialien

Für die Bachelorarbeit wurde folgende Substanzwahl getroffen: als organisches Pigment wurde Hostaperm Blue A2R (Fa. Clariant), als Additive wurden Disperbyk-111, Disperbyk-2013 (Fa. Byk-Chemie) und EFKA PU 4063, EFKA PX4751 (Fa. BASF) eingesetzt. Als Lösemittel wurde Butylacetat, ein Standard-Lösemittel in der Lack- und Farbenindustrie, verwendet.

- **Hostaperm Blue A2R, Strukturformel:**

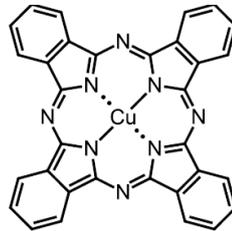


Abbildung 13: Strukturformel von Kupferphthalocyanin P.B.15:1

P.B.15:1; Kupferphthalocyanin in phasenstabilisierter α -Modifikation.

- **Disperbyk-111**
Lösemittelfreies Netz- und Dispergieradditiv für lösemittelhaltige und lösemittelfreie Lacke und Druckfarben zur Stabilisierung von anorganischen Pigmenten, insbesondere Titandioxid; starke Reduzierung der Mahlgutviskosität. Disperbyk-111 ist ein niedermolekulares Copolymer, verknüpft über eine Phosphorsäureester-Gruppe. Für organische Pigmente ist keine empfohlene Einsatzmenge bekannt [26].
- **Disperbyk-2013**
Lösemittelfreies Netz- und Dispergieradditiv für sowohl 100% UV-Systeme, als auch lösemittelhaltige und wässrige UV-Systeme für Druckfarben und Lacke. Disperbyk-2013 ist ein strukturiertes Copolymer mit quartären Ammonium-Gruppen als pigmentaffinen Gruppen. Empfehlung für organische Pigmente: 15%-25% auf organische Pigmente [27].
- **Efka PU 4063**
Modifiziertes Polyurethanpolymer. Polymeres Dispergiermittel für die Entflockung von anorganischen und organischen Pigmenten in hochwertigen lösemittelhaltigen Pigmentpasten.
- **Efka PX 4751**
Spezielles Polymer. Hochwirksames Dispergiermittel für α -blaue Kupferphthalocyanin Pigmente, gibt hohen Glanz durch hervorragende

Kompatibilität für hochwertige lösemittelbasierte Industrie- und Automobillacke und ist auch für Hochleistungs-Pigmente geeignet.

- **n-Butylacetat, C₆H₁₂O₂**
zur Analyse (>99%); Fa. Sigma-Aldrich Chemie GmbH.

Als weitere Chemikalien und Hilfsstoffe wurden verwendet:

- **n-Heptan, C₇H₁₆**
≥ 99%, Fa. Carl Roth
- **Degalan 67/11**
Niedermolekulares Polymerisat für Tiefdruckfarben und alkoholbeständige Kunststofflacke, Fa. Evonik
- **Glasperlen**
Polierte Glaskugeln aus Kalknatronglas, Fa. Netsch Feinmahletechnik GmbH.

3.1.3 Entwicklung der Präparationstechnik

Im Zusammenhang mit dem Einfüllen des Pigmentpulvers und der Präparation dieses Pulvers hinsichtlich einer reproduzierbaren Messung wird von einer Packung oder auch Schüttung des Pulvers gesprochen. Das Volumen des Pulvers setzt sich zusammen aus einem Gesamtvolumen der Partikel, einem Festkörpervolumen und einem Volumen zwischen den Partikeln, das durch Luft befüllt sein kann. Das Verhältnis zwischen diesen beiden Volumina beschreibt die Packung bzw. die Schüttung des Pulvers.

Die Vorbereitung der Pigmentpulverprobe ist der entscheidende Schritt zur Reproduzierbarkeit der Messungen. Selbst kleinste Abweichungen haben einen sehr großen Einfluss auf die Ergebnisse bei der Auswertung der Messungen.

Wichtige Punkte bei der Vorbereitung der Pigmentpulverprobe sind die Einwaage einer konstanten Menge von Pulver und das Einfüllen in den Probenhalter. Anschließend muss das Pulver reproduzierbar verdichtet werden, um eventuelle Hohlräume im Pulver zu vermeiden bzw. zu minimieren und unabhängig vom Einfüllen des Pigmentpulvers in den Probenhalter eine möglichst konstante Schüttung des Pulvers zu erreichen.

Für eine möglichst reproduzierbare Verdichtung einer Pulverschüttung durch Erschütterungen eignet sich das Stampfvolumeter. Dieses übt eine genaue Anzahl von Erschütterungen gleicher Stärke auf das Pulver aus und erreicht hierdurch eine Verdichtung des Pigmentpulvers. Variiert werden kann die Anzahl der Erschütterungen. Der Probenhalter, in den das Pigmentpulver mit 0,6 g eingefüllt wurde, wird in eine Halterung auf der Oberseite des Gerätes eingespannt und 20 mal geklopft. Für alle Messungen wurde 20 Erschütterungen festgelegt.

3.1.4 Parameter Bestimmung für Sorptionsmessung

Für die Sorptionsmessungen müssen Oberflächenspannung, Dichte und Viskosität der Testflüssigkeit als Eingabeparameter bekannt sein bzw. durch gemessen werden. Alle drei physikalischen Größen sind temperaturabhängig und wurden daher mit dem Kraft Tensiometer K100 der Firma KRÜSS bei 25° C und Ubbelohde Viskosimeter bestimmt.

3.1.4.1 Bestimmung der statische Oberflächenspannung mit der Wilhelmy-Plattenmethode

Zur Bestimmung der statischen Oberflächenspannung wurde die Wilhelmy-Platten-Methode unter Verwendung des KRÜSS Kraft Tensiometers K100 eingesetzt. Diese Methode bedient sich eines einfachen Messverfahrens (siehe Abbildung 14): eine Platinplatte bekannter Geometrie mit aufgerauter Oberfläche wird mit der zumessenden Flüssigkeit in Kontakt gebracht.

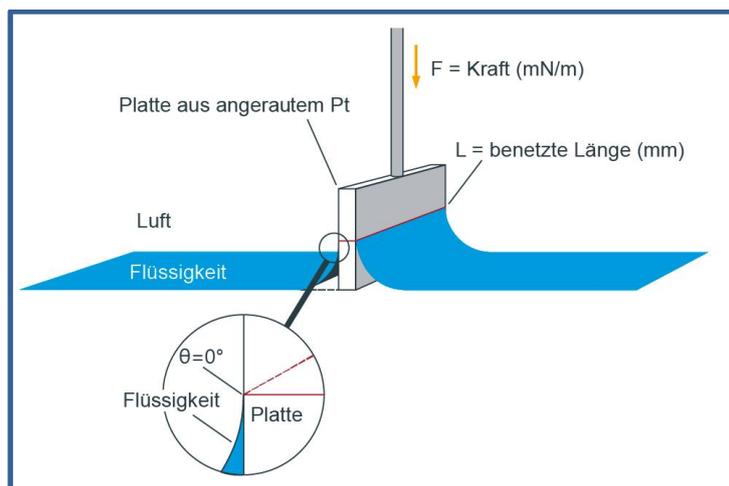


Abbildung 14: Prinzip der statischen Oberflächenspannungsmessung

Die Benetzungs- und Kontaktlinie entspricht dem Umfang der Platte. Gemessen wird die Kraft, mit der die Flüssigkeit entlang der Benetzungslinie bei einer definierten Vergrößerung der Flüssigkeitsoberfläche an der Platte wirkt. Die Oberflächenspannung ergibt sich aus folgender Formel:

$$\sigma = \frac{F}{L \cdot \cos \theta}$$

Gleichung 21: Bestimmung der Oberflächenspannung

σ – Oberflächenspannung; F – auf das Kraftmesssystem wirkende Kraft; L – Benetzte Länge; θ – Kontaktwinkel

Die mit dem Tensiometer gemessene Kraft ist direkt proportional zur Oberflächenspannung der Flüssigkeit. Die Platte besteht aus einer

hochenergetischen Oberfläche (angerautes Platin), die optimal benetzt wird, so dass der Kontaktwinkel θ nahe bei 0° liegt. Der Term $\cos \theta$ erreicht daher annähernd den Wert 1, so dass nur noch die gemessene Kraft und die Länge der Platte berücksichtigt werden müssen.

Für die Messungen wurde ein sauberes und trockenes Probengefäß mit 70 mm Durchmesser verwendet. Zur Kontrolle der Reinheit wurde das Probengefäß mit destilliertem Wasser gefüllt und die Oberflächenspannung gemessen. Als Referenzwert gilt 71,99 mN/m bei $T=25^\circ\text{C}$ [28]. Die Platinplatte wurde jeweils vor der Messung mit destilliertem Wasser und 2-Propanol gereinigt und danach ausgeglüht.

3.1.4.2 Bestimmung der Dichte

Neben der Messung von Grenz- und Oberflächenspannungen ermöglicht das K100 Tensiometer auch eine genaue Methode zur Bestimmung der Dichte von Flüssigkeiten. Für die Dichtemessung wird die Tatsache genutzt, dass durch den Auftrieb eines Festkörpers in einer Flüssigkeit die gemessene Gewichtskraft gegenüber der Gewichtskraft in Luft reduziert ist. Dabei entspricht die Masse des vom Messkörper verdrängten Flüssigkeitsvolumens genau der Gewichts Differenz. Bei Kenntnis der Dichte des Messkörpers kann durch Differenzwägung die Dichte der Flüssigkeit ermittelt werden. Hierzu wird das Dichtebestimmungsset DE0601 (Bezeichnung der Fa. KRÜSS) benötigt. Das Set besteht aus einem Pt- Ir-Spezialhalter und einem Tauchkörper aus Silizium mit einer Dichte von $2,330 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$.

Die Formel zur Berechnung lautet:

$$\rho = \rho_{MK} \cdot \frac{m_{MKL} - m_{MKF}}{m_{MKL}}$$

Gleichung 22: Bestimmung der Dichte

ρ – Dichte der Flüssigkeit; ρ_{MK} – Dichte des Messkörpers; m_{MKL} – Masse des Messkörpers in Luft; m_{MKF} – Masse des Messkörpers in der Testflüssigkeit

3.1.4.3 Viskositätsmessung

Die Viskosität einer Probe ist eine Funktion der Temperatur. Im Normalfall sinkt die Viskosität bei Erwärmung des Probenmaterials. Deshalb ist eine exakte Angabe der Temperatur bei jeder Messung unbedingt erforderlich.

Es wurde die kinematische Viskosität ν von newtonschen Testflüssigkeiten mit dem Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51562 bestimmt und die dynamische Viskosität η ermittelt [29].

Das Viskosimeter (Bild 1) befindet sich in einem temperierenden Bad und wird von Wasser umspült, dessen Temperatur mit einem Thermostaten reguliert wird. Es wurde alle Messungen bei 25°C durchgeführt.



Bild 1: Das Ubbelohde Viskosimeter

Das Ubbelohde-Viskosimeter (siehe Abbildung 15) besteht aus drei Glas-Rohrteilen. Ein Rohr (1) ist mit dem Vorratsgefäß mit Füllmarken und einem Niveaugefäß versehen. Das nächste (2) besteht aus einer Kapillare, dem Messgefäß mit seinen Messmarken und einem Sicherheitsgefäß. Das dritte Rohr (3) dient zum Ansaugen der Flüssigkeit in das Messgefäß.

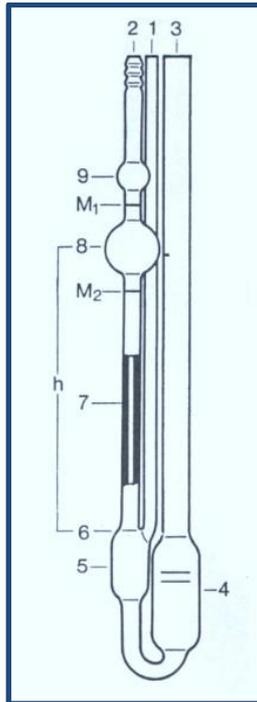


Abbildung 15: Schematische Darstellung von Ubbelohde Viskosimeter

Die Öffnung des Belüftungsröhres (2) wird mit dem Finger verschlossen. Mit Hilfe eines aufgesetzten Schlauches saugt man an Kapillarrohr (1), wodurch sich nacheinander das Niveaugefäß (5), die Kapillare (7), die Messkugel (8) und die kleine Vorlaufkugel (9) füllen. Dann wird das Saugen beendet und die Öffnung des Belüftungsröhres (2) wieder freigegeben und die Flüssigkeitssäule reißt am unteren Ende der Kapillare (7) ab. Gemessen wird die Zeitspanne der Durchlaufzeit (t), in der der untere Rand des Meniskus der Probe von der oberen Kante der Ringmarke M1 bis zur oberen Kante der Ringmarke M2 absinkt.

Das Messprinzip des Kapillarviskosimeters beruht auf dem Hagen-Poiseuille-Gesetz. Dieses lautet, nach der dynamischen Viskosität η aufgelöst:

$$\eta = \frac{\pi \cdot d^4 \cdot \Delta p \cdot t}{128 \cdot V_{Fl} \cdot l}$$

Gleichung 23: Hagen-Poiseuille-Gesetz

d – Kapillarer Durchmesser, Δp – Druckdifferenz, t – Zeit; l – Länge der Kapillare, V_{Fl} – Volumen der Flüssigkeit

Wirkt nur der Atmosphärendruck, bewegt sich die Messflüssigkeit allein durch die Schwerkraft. Damit wird die treibende Druckdifferenz zu:

$$\Delta p = \rho_{Fl} \cdot g \cdot h$$

Gleichung 24: Druckdifferenz die Messflüssigkeit

ρ_{Fl} – Dichte der Flüssigkeit, g – Erdbeschleunigung, h – mittlere geometrische Druckhöhe des Kapillarviskosimeters

Damit wird Gleichung 23 umgestellt:

$$\eta = \frac{\pi \cdot d^4 \cdot g \cdot h}{128 \cdot V_{Fl} \cdot l} \cdot \rho_{Fl} \cdot t$$

Gleichung 25: Dynamische Viskosität nach Umstellung von Gl .26

bzw. mit der Viskosimeterkonstante K_V

$$\eta = K_V \cdot \rho_{Fl} \cdot t$$

Gleichung 26: dynamische Viskosität als Funktion vom Dichte und Zeit

und mit der bekannten Beziehung $v = \eta/\rho_{Fl}$ folgt

$$v = K_V \cdot t$$

Gleichung 27: Kinematische Viskosität als Funktion der Zeit

Die Viskosität lässt sich damit über die Zeitmessung ermitteln.

Das Hagen-Poiseuille- Gesetz gilt exakt nur für eine unendlich lange Kapillare. Wegen der Abweichung vom idealen Zustand strömen die Flüssigkeiten beim Ein- und Auslauf nicht strömungsfrei aus. Die Hagenbach-Korrektur berücksichtigt die Randstörungen. Diese Störungen führen zu einer zu vergrößerten Ausflusszeit und täuschen so eine zu große Viskosität vor. Die Hagenbach-Korrektur behebt diesen Fehler.

$$v = K_v \cdot (t - t_H)$$

Gleichung 28: Kinematische Viskosität Bestimmung mit Hagenbach-Korrektur

K_V – Viskosimeterkonstante, t – gemessene Zeit, t_H – Hagenbach – Korrektur

Die Größe der Kapillare ist so ausgewählt, dass der für die Hagenbach-Korrektur zugelassenen Zeitbereich nicht überschreiten wird.

Für die Messungen wurden zwei Kapillarviskosimeter von Typ 527 und 501 mit unterschiedlichen Viskosimeterkonstanten verwendet. Die Gerätekonstante K gilt für Flüssigkeiten mit einer Oberflächenspannung von 20 bis 30 mN/m und bei einer Fallbeschleunigung von 9,8125 m/s².Tabelle1 zeigt die Übersicht aller Parameter der kinetischen Viskositätsbestimmung:

Tabelle 1: Ergebnisse der Bestimmung der kinematischen Viskosität

Prüfflüssigkeit	Kapillare Typ	K [mm ² /s ²]	Gemessene Zeit t [s]	t_H [s]	v [mm ² /s]
n-Butylacetat	0c	0,002815	270	0,92	0,76
EFKA PX4751					
4,2%	0c	0,002815	275,0	0,93	0,77

9,1%	0c	0,002815	361,5	0,54	0,90
14%	l	0,009137	156,5	0,25	1,43
20%	l	0,009137	223,5	0,12	2,04
EFKA PU4063					
4,2%	0c	0,002815	289,0	0,87	0,81
9,1%	0c	0,002815	345,0	0,58	0,97
14%	l	0,009137	146,0	0,26	1,33
20%	l	0,009137	175,0	0,20	1,60
Disperbyk 111					
4,2%	0c	0,002815	301,5	0,79	0,85
9,1%	l	0,009137	200,0	0,15	1,83
14%	l	0,009137	237,0	0,11	2,16
20%	l	0,009137	358	0,05	3,27
Disperbyk 2013					
4,2%	l	0,009137	125,5	0,39	1,14
9,1%	l	0,009137	200,5	0,15	1,83
14%	l	0,009137	294,5	0,07	2,70
20%	l	0,009137	468,2	0,03	4,28

3.1.4.4 Ergebnisse der physikalischen Charakterisierung von Testflüssigkeiten

Die aus der Zweifachbestimmung ermittelten Mittelwerte der Oberflächenspannung und der Dichte, sowie die dazugehörigen Standardabweichungen und die berechnete dynamische Viskosität sind in der Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: Physikalische Eigenschaften von Lösungsmischungen, die für Sorptionsmessungen an Pigmentpulvern eingesetzt wurde * sind Werte aus Sicherheitsdatenblatt

Prüfflüssigkeit	σ [mN/m]	ρ [g/cm ³]	η [mPa·s]
n-Butylacetat	24,8*	0,88*	0,67
n-Heptane	20,4*	0,68*	0,41*
EFKA PX4751			
4,2%	24,85±0,12	0,880±0,00	0,68
9,1%	24,82±0,03	0,888±0,00	0,80
14%	24,84±0,00	0,893±0,00	1,28
20%	24,97±0,00	0,902±0,00	1,84
EFKA PU4063			

4,2%	24,90±0,00	0,881±0,00	0,71
9,1%	24,96±0,03	0,886±0,00	0,86
14%	25,11±0,08	0,892±0,00	1,19
20%	25,26±0,06	0,896±0,00	1,43
Disperbyk 111			
4,2%	24,90±0,00	0,888±0,00	0,75
9,1%	25,01±0,00	0,898±0,00	1,64
14%	25,12±0,00	0,908±0,00	1,96
20%	25,22±0,01	0,920±0,00	3,01
Disperbyk 2013			
4,2%	24,78±0,01	0,885±0,00	1,01
9,1%	24,95±0,02	0,894±0,00	1,36
14%	25,13±0,07	0,902±0,00	2,43
20%	25,23±0,12	0,914±0,00	3,91

Die Messkurven für die jeweils durchgeführten Bestimmungen sind in Abbildungen 50-57 im Anhang dargestellt.

3.1.5 Ergebnisse der Sorptionsmessungen und Auswertung

Grundlagen der Auswertung nach der Washburn-Methode sind die in Kapitel 2.1.5 beschriebenen Kontaktwinkelmessungen an Pulverschüttungen.

3.1.5.1 Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen unter Verwendung der Washburn-Methode

Die bereits in Kapitel 2.1.6 für die Auswertung der Messungen mit Washburn-Methode erörterte Frage nach der korrekten Wahl von Start- und Endpunkt für die Bestimmung der Regressionsgraden für den nahezu linear verlaufenden Bereich der Sorptions-Messkurve soll hier einer näheren Betrachtung unterworfen werden. Anhand der in Kapitel 2.1.5 beschriebenen Herleitung der Washburn-Gleichung kann – wie bereits erwähnt - diese Frage nicht beantwortet werden. Angemerkt wurde jedoch, dass – entsprechend der für die Gültigkeit der Washburn-Gleichung gesetzten Bedingungen - nur jener Teil der Messung ausgewertet werden sollte, bei dem die Flüssigkeit gleichmäßig im Pulver aufsteigt. Mathematisch bedeutet dies, dass über die gesamte Funktion $m^2 = f(t)$ $CA = \text{const}$ für die Kontaktwinkel gelten müsste. Dies ist jedoch im Realfall oft nur für einen begrenzten Teil dieser Kurve

näherungsweise der Fall. Daher wird durch die in der LabDesk-Software gegebene Möglichkeit des Anlegens einer Regressionsgeraden versucht, diesem Zustand der notwendigen Linearität der Sorptionsfunktion möglichst nahe zu kommen. In der Arbeit von Wittstock [14] wurde versucht, den linearen Teil der Sorptionsfunktion durch Bildung der Derivative und Antiderivative zu finden und diesen für die Kontaktwinkelbestimmung zu nutzen. Der hierfür notwendige mathematische Aufwand ist jedoch sehr groß und konnte daher für die Fülle der im Rahmen dieser Bachelorarbeit gemessenen Daten nicht angewendet werden. Es wurde daher versucht, eine nicht so zeitaufwendige, empirische Auswertungsprozedur zu finden und anzuwenden.

Als eine erste Möglichkeit dazu wurde aus den Sorptionsmessungen mit n-Heptan für drei unterschiedliche Zeitbereiche der Messkurve jeweils eine Kapillarkonstante ermittelt. Diese Zeitbereiche und die dafür ermittelten Kapillarkonstanten sind in den Abbildungen 24 bis 26 dargestellt.

Mit diesen für die drei verschiedenen Zeitabschnitte berechneten Kapillarkonstanten wurden die mit den Additivlösungen unterschiedlicher Konzentration durchgeführten Sorptionsmessungen ausgewertet und die jeweiligen Kontaktwinkelwerte berechnet. Diese Kontaktwinkel sind in der Tabelle 3 dargestellt.

Als Vorversuch wurden mit drei ermittelte Kapillarkonstanten, die in verschiedene Zeitabschnitte lagen, alle Sorptionsmessungen ausgewertet.

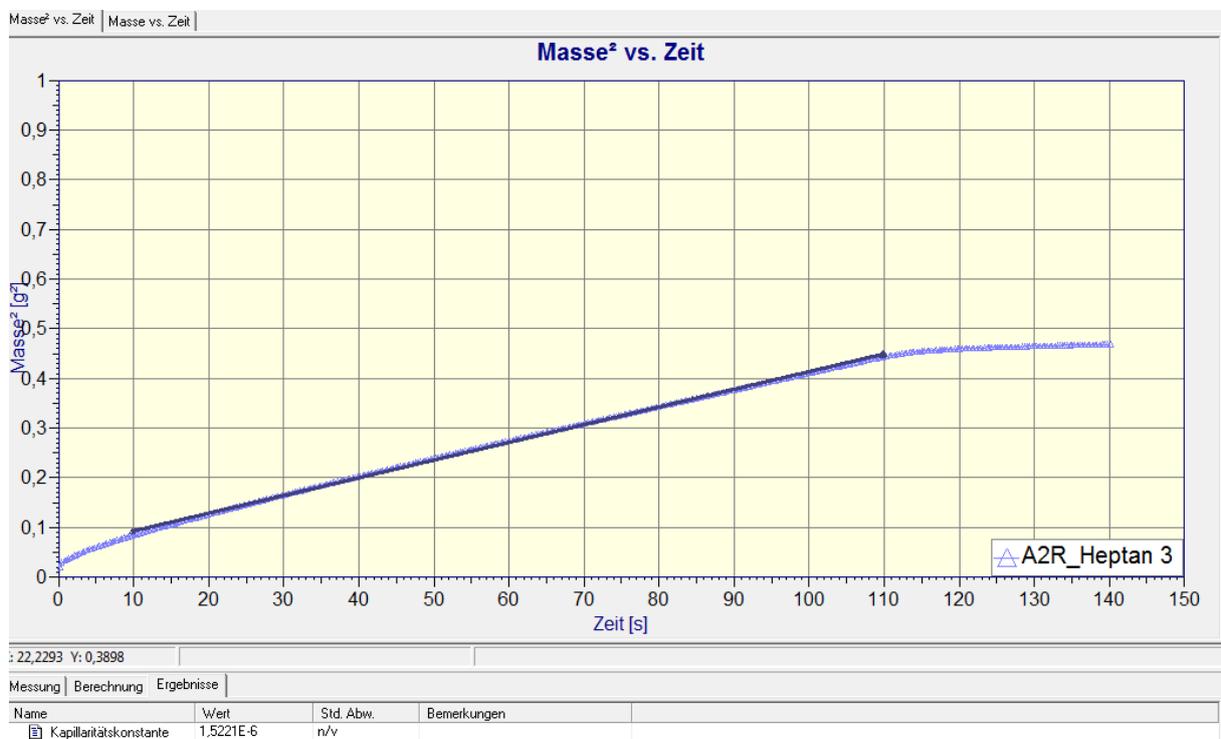


Abbildung 16: Bereich (I) der Sorptions-Messkurve

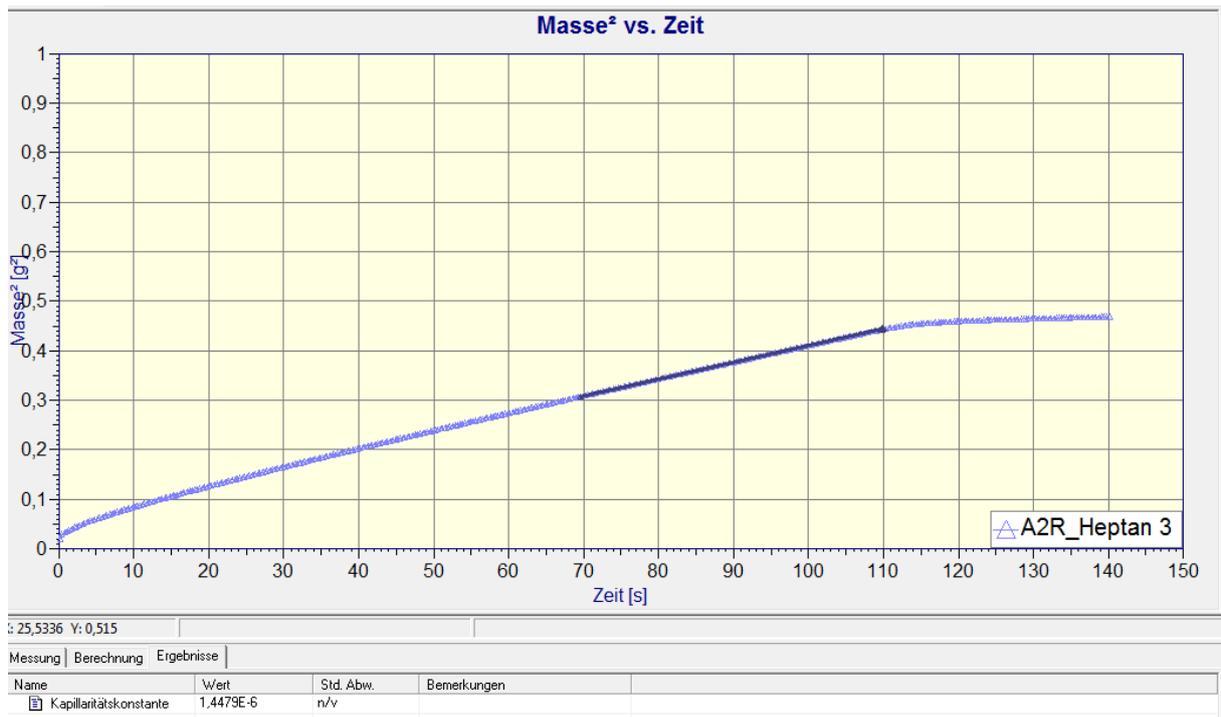


Abbildung 17: Bereich (II) der Sorptions-Messkurve

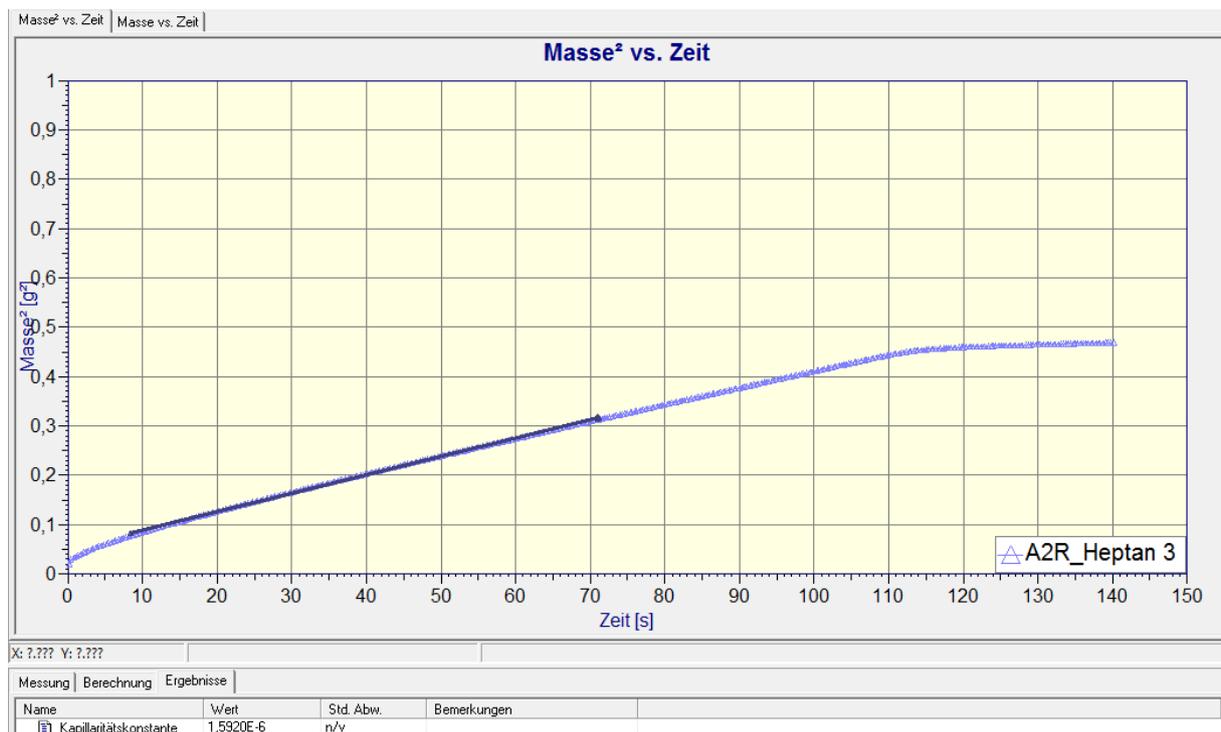


Abbildung 18: Bereich (III) der Sorptions-Messkurve

In der Tabelle 3 sind die mit den für die unterschiedlichen Zeitbereiche gültigen Kapillarkonstanten ermittelten Kontaktwinkel als Ergebnis der Benetzungsmessungen mit den Additivlösungen unterschiedlicher Konzentration dargestellt. Der Zeitabschnitt (I) repräsentiert hierbei den gesamten auswertbaren Zeitbereich der

Sorptionsmessung, d.h. den Bereich (nach Durchgang des Filters) vom Beginn der Sorption des Additivs in die Pulverschüttung bis kurz vor dem Abflachen der Sorptionskurve, die das Erreichen der Sättigung des Pulvers mit der Additivlösung ankündigt. Der zweite Bereich ist der Bereich ab Mitte bis zum Ende der Sorptionskurve (II) und der dritte Zeitabschnitt ist der Bereich vom Anfang der Sorption bis etwa zur Mitte der Sorptionskurve (III). Rot markiert wurden in der Tabelle die Ergebnisse, welche näherungsweise passenden sind zu den Zeitbereichen, für die die Kapillarkonstanten aus den Messungen mit n-Heptan ermittelt wurden.

Tabelle 3: Ergebnisse der Kontaktwinkel Messungen für die unterschiedlichen Zeitbereiche

EFKA PX4751				
[%]	CA mit Konstante A [°]	CA mit Konstante B [°]	CA mit Konstante C [°]	Zeitabschnitt
4,2	21,51	27,15	10,88	ganzes Bereich: 10s-170s (I)
	29,37	33,51	22,98	85s-170s (II)
	1,74	17,15	n/v	10-85s (III)
9,1	42,97	45,47	40,22	ganzes Bereich: 10s-260s (I)
	48,66	48,66	43,38	130s-260s (II)
	41,71	39,22	36,22	10-130s (III)
14,0	2,69	17,81	n/v	ganzes Bereich: 10s-300s (I)
	20,02	26,84	11,67	150s-300s (II)
	n/v	n/v	n/v	10-150s (III)
20,0	32,97	36,86	29,20	ganzes Bereich: 10s-450s (I)
	37,78	41,36	34,95	225s-450s (II)
	24,40	29,21	18,49	10-225s (III)
EFKA PU4063				
[%]	CA mit Konstante A [°]	CA mit Konstante B [°]	CA mit Konstante C [°]	Zeitabschnitt
4,2	35,16	39,03	31,13	ganzes Bereich: 10s-160s (I)
	38,92	42,39	35,33	80s-160s (II)
	29,91	34,60	25,08	10-80s (III)
9,1	54,90	59,48	52,66	ganzes Bereich: 10s-240s (I)
	56,56	58,51	54,44	120s-240s (II)
	52,54	54,09	50,06	10-120s (III)
14,0	34,13	37,55	29,86	ganzes Bereich: 10s-280s (I)
	39,25	42,22	35,82	160s-280s (II)
	25,69	30,59	19,16	10-160s (III)

20,0	29,21	33,57	23,28	ganzes Bereich: 10s-400s (I)			
	37,33	40,54	32,93	200s-400s (II)			
	11,80	20,65	n/v	10-200s (III)			
Disperbyk 111							
[%]	σ	ρ	η	CA mit Konstante A [°]	CA mit Konstante B [°]	CA mit Konstante C [°]	Zeitabschnitt
4,2	24,90	0,89	0,75	52,72	54,42	50,21	ganzes Bereich: 10s-220s (I)
	24,90	0,89	0,75	57,07	59,69	55,10	110s-220s (II)
	24,90	0,89	0,75	47,62	49,88	44,65	10-220s (III)
9,1	25,01	0,90	1,64	n/v	n/v	n/v	ganzes Bereich: 10s-300s (I)
	25,01	0,90	1,64	8,26	19,92	n/v	150s-300s (II)
	25,01	0,90	1,64	n/v	n/v	n/v	10-150s (III)
14,0	25,12	0,91	1,96	22,67	28,85	12,43	ganzes Bereich: 10s-360s (I)
	25,12	0,91	1,96	34,75	38,68	n/v	180s-360s (II)
	25,12	0,91	1,96	n/v	14,44	29,61	10-180s (III)
20,0	25,22	0,92	3,01	n/v	n/v	n/v	ganzes Bereich: 10s-500s (I)
	25,22	0,92	3,01	n/v	n/v	n/v	225s-500s (II)
	25,22	0,92	3,01	n/v	2,43	n/v	10-225s (III)
Disperbyk 2013							
	σ	ρ	η	CA mit Konstante A [°]	CA mit Konstante B [°]	CA mit Konstante C [°]	Zeitabschnitt
4,2	24,78	0,89	1,01	18,94	25,03	3,37	ganzes Bereich: 10s-260s (I)
	24,78	0,89	1,01	28,69	33,01	22,12	130s-260s (II)
	24,78	0,89	1,01	n/v	10,26	n/v	10-130s (III)
9,1	24,95	0,89	1,36	49,62	52,00	46,83	ganzes Bereich: 10s-425s (I)
	24,95	0,89	1,36	55,03	57,01	52,81	225s-425s (II)
	24,95	0,89	1,36	42,95	46,02	39,41	10-225s (III)
14,0	25,13	0,90	2,43	52,03	54,49	49,61	ganzes Bereich: 10s-650s (I)
	25,13	0,90	2,43	58,17	59,44	56,43	325s-650s (II)
	25,13	0,90	2,43	43,22	46,19	39,89	10-325s (III)
20,0	25,23	0,91	3,91	38,33	41,98	34,11	ganzes Bereich: 10s-800s (I)
	25,23	0,91	3,91	43,30	46,26	39,81	400s-800s (II)
	25,23	0,91	3,91	29,28	34,48	22,97	10-800s (III)

Basierend auf den in der Tabelle 3 dargestellten Ergebnissen ist kein signifikanter Unterschied der Kontaktwinkelwerte in Abhängigkeit der Additivkonzentration feststellbar. Die Ursache dafür könnte ein Viskositätseinfluss und/oder die Änderung der Kapillarkonstante mit zunehmender Additivkonzentration sein. Für eine mögliche Änderung der Kapillarkonstante wäre es denkbar, dass – resultierend aus dem Herstellungsprozess des Pigmentpulvers – auf den Agglomeratstrukturen befindliche Reste von Harzen die Kapillaren verkleben und damit verengen könnten.

Auf Grund dieser Messungen wurde der Zustand der vollständigen Benetzung $\Theta=0^\circ$ als Vorbedingung für eine besonders gute Stabilisierung als Kriterium für weitere Auswertungen ausgewählt.

3.1.5.2 Ergebnisse der Kapillarkonstante c für den Bereich der Vollbenetzung

Zur Berechnung der Kapillarkonstante c wurde eine Regressionsgrade für den Zeitbereich von 8 bis 70s nach Beginn der Aufzeichnung der Messpunkte ermittelt (siehe Abbildung 19). Das Bestimmtheitsmaß dieser Regressionsgraden, welches gleichbedeutend mit dem Quadrat des Korrelationskoeffizienten ist, liegt in allen Fällen oberhalb von 0,999. Dies stellt eine ausreichende Übereinstimmung der Regressionsgeraden mit den Messpunkten in diesem Intervall dar. Aus den Messungen wurde über die Washburn-Gleichung (Gleichung 12) unter der Annahme, dass n-Heptan auf der Oberfläche der Partikel spreitet, also einen Kontaktwinkel von 0° bildet, die Kapillarkonstante (c-Faktor) berechnet (siehe Gleichung 29).

$$c = \frac{\eta \cdot \frac{m^2}{t}}{\rho^2 \cdot \sigma}$$

Gleichung 29: Berechnung der Kapillarkonstante

In Tabelle 4 und 5 sind die Ergebnisse dieser Auswertung dargestellt. Der berechnete Wert aus Gleichung 29 mit der mittlere Steigung $3,73E-3 \frac{g^2}{s}$ beträgt $1,59E-6 \text{ cm}^5$.

Tabelle 4: Regressionsgeraden der Kapillaritätskonstanten

Versuch	Steigung [g^2/s]	y-Abschnitt [g^2]	R^2
1	0,003757	0,101676	0,999650
2	0,003936	0,113416	0,999350
3	0,003870	0,066286	0,999780
4	0,003715	0,052298	0,999560
5	0,003635	0,082197	0,999810

Tabelle 5: Statistische Auswertungen für die Kapillaritätskonstante

Mittlere Steigung [g ² /s]	Std. Abweichung [g ² /s]	Mittlerer Fehler der Mittelwerts [g ² /s]	Rel. Fehler der Mittelwerts	Variationskoeffizient	Varianz	Median	Robuster Variationskoeffizient	Vergleich Median und Mittelwert	Vergleich Variationskoeffizient
3,73E-03	1,87E-04	8,38E-05	2,24%	5,02E-02	3,51E-08	3,76E-03	6,25E-02	0,64%	24,65%



Abbildung 19: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R sorbierten n-Heptans gegen die Zeit

Messung	Berechnung	Ergebnisse
Name		Wert
Regression 1: Korrelationskoeffizient		0,999560
Regression 1: Regressionsgüte		0,999121
Regression 1: Steigung		0,003715 g ² /s
Regression 1: y-Abschnitt		0,052298 g ²

Abbildung 20: Mit der Labdesk- Software (Fa. KRÜSS) ermittelte Steigung des Messkurven

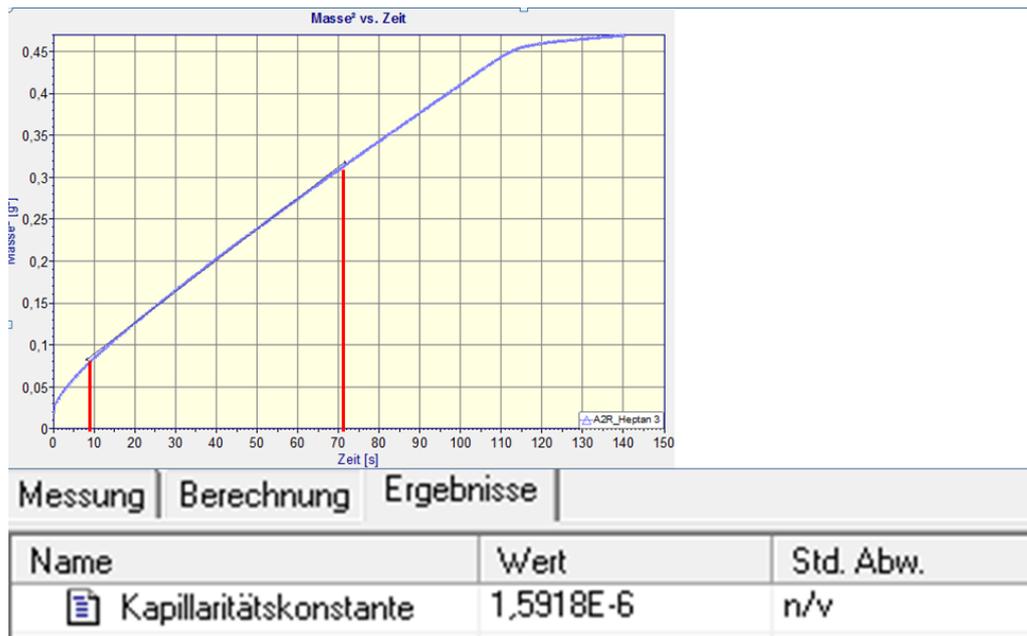


Abbildung 21: Mit der Labdesk-Software ermittelt Kapillaritätskonstante

Der mit der Software ermittelte Wert für die Kapillaritätskonstante beträgt $1,5918E-6 \text{ cm}^5$.

3.1.5.3 Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit n-Butylacetat

Die Sorptionsmessungen an dem Pigmentpulver A2R waren problemlos durchführbar. Die Form der Messkurven erlaubt es, den gesamten Anstiegsbereich durch eine Gerade zu beschreiben. Die Auswahl des auszuwertenden Kurvenbereiches ist somit sehr einfach. Die Ergebnisse der Messungen sind als signifikant zu bewerten, die Reproduzierbarkeit der Messungen ist somit sehr gut.

In Tabelle 5 sind die Messparameter für die Messungen an Pigmentpulver A2R aufgelistet. In der Abbildung 30 ist die Messkurve (Quadrat der Masse über der Zeit) für eine Sorptionsmessung an einer Schüttung von Pigmentpartikeln mit n-Butylacetat dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Flüssigkeit sehr schnell in das Pulver eindringt, d.h. die Benetzung erfolgt sehr schnell. Es wurde einer vollständigen Benetzung in dem Zeitabschnitt zwischen 20-40s gezeigt.

Tabelle 6: Die Messparameter für die Messungen mit n-Butylacetat, die Steigung und der berechnete Kontaktwinkel

Prüfflüssigkeit	σ [mN/m]	ρ [g/cm ³]	η [mPa·s]	$\frac{\Delta y}{\Delta x}$	Cos Θ
n-Butylacetat	24,80	0,88	0,67	4,56E-03	1,0
	24,80	0,88	0,67	4,52E-03	1,0
Mittelwert	24,88	0,88	0,67	4,54E-03	1,0

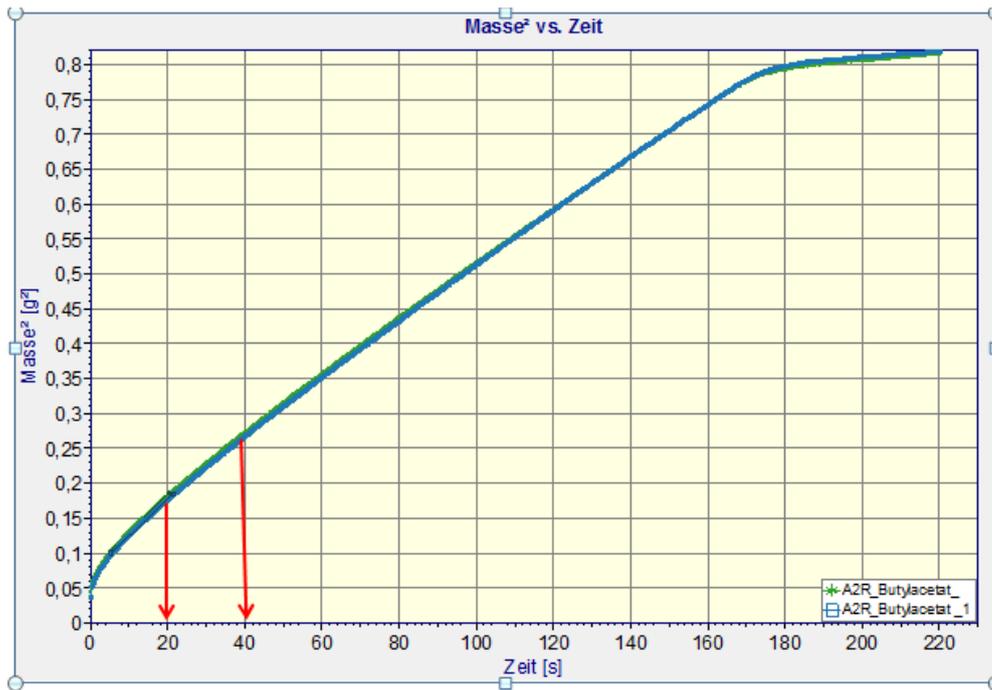


Abbildung 22: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten n-Butylacetat gegen die Zeit

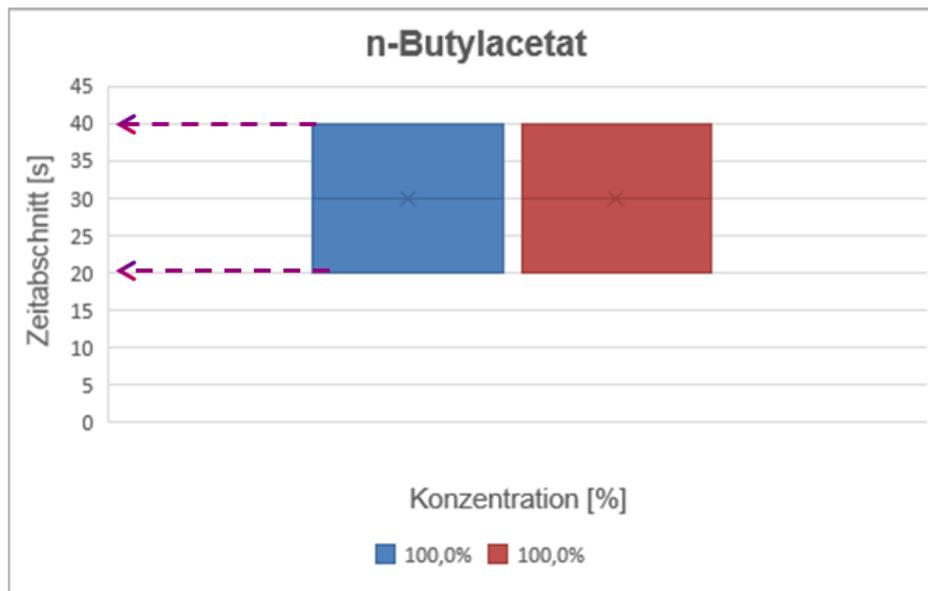


Abbildung 23: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung von A2R Pigment in n- Butylacetat

3.1.5.4 Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit EFKA PX4751

In der Tabelle 7 sind die Parameter für die Messungen der Sorption verschiedener Konzentrationen von EFKA PX475 in n- Butylacetat in eine Schüttung aus A2R Pigment aufgelistet. Die Kurven in der Abbildung 32 weisen einen linearen Anstieg

auf. Mit den steigenden Konzentrationen von EFKA PX4751 verkleinert sich der Anstieg, was eine längere Dauer der Benetzung vermuten lässt. Bei der 9,1%igen EFKA PX4751- Lösung wurde eine schnellere Vollbenetzung als beim n-Butylacetat nachwiesen. Die Benetzungszeit liegt hier zwischen 0-20s. Bei der 4,2%igen EFKA PX4751- Lösung ist kein Einfluss des Dispergieradditivs nachweisbar. Bei Verwendung der 14%igen und 20%igen EFKA 4751-Lösungen verlangsamt sich der Prozess der vollständige Benetzung.

Tabelle 7: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv EFKA PX4751

EFKA PX4751					
[%]	σ	ρ	η	$\frac{\Delta y}{\Delta x}$	Cos θ
4,2	24,85	0,88	0,68	4,46E-03	1,0
	24,85	0,88	0,68	4,33E-03	1,0
	24,85	0,88	0,68	4,21E-03	0,9
	24,85	0,88	0,68	4,54E-03	1,0
	24,85	0,88	0,68	4,36E-03	1,0
Mittelwert	24,85	0,88	0,68	4,38E-03	1,0
9,1	24,82	0,89	0,80	3,92E-03	1,0
	24,82	0,89	0,80	3,92E-03	1,0
	24,82	0,89	0,80	3,92E-03	1,0
	24,82	0,89	0,80	3,91E-03	1,0
	24,82	0,89	0,80	3,91E-03	1,0
Mittelwert	24,82	0,89	0,80	3,91E-03	1,0
14,0	24,84	0,89	1,28	2,47E-03	1,0
	24,84	0,89	1,28	2,44E-03	1,0
	24,84	0,89	1,28	2,42E-03	1,0
	24,84	0,89	1,28	2,39E-03	1,0
	24,84	0,89	1,28	2,48E-03	1,0
Mittelwert	24,85	0,89	1,28	2,44E-03	1,0
20,0	24,97	0,90	1,84	1,75E-03	1,0
	24,97	0,90	1,84	1,76E-03	1,0
	24,97	0,90	1,84	1,76E-03	1,0
	24,97	0,90	1,84	1,76E-03	1,0
	24,97	0,90	1,84	1,76E-03	1,0
Mittelwert	24,97	0,90	1,84	1,76E-03	1,0



Abbildung 24: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten EFKA PX4751 als Funktion der Zeit

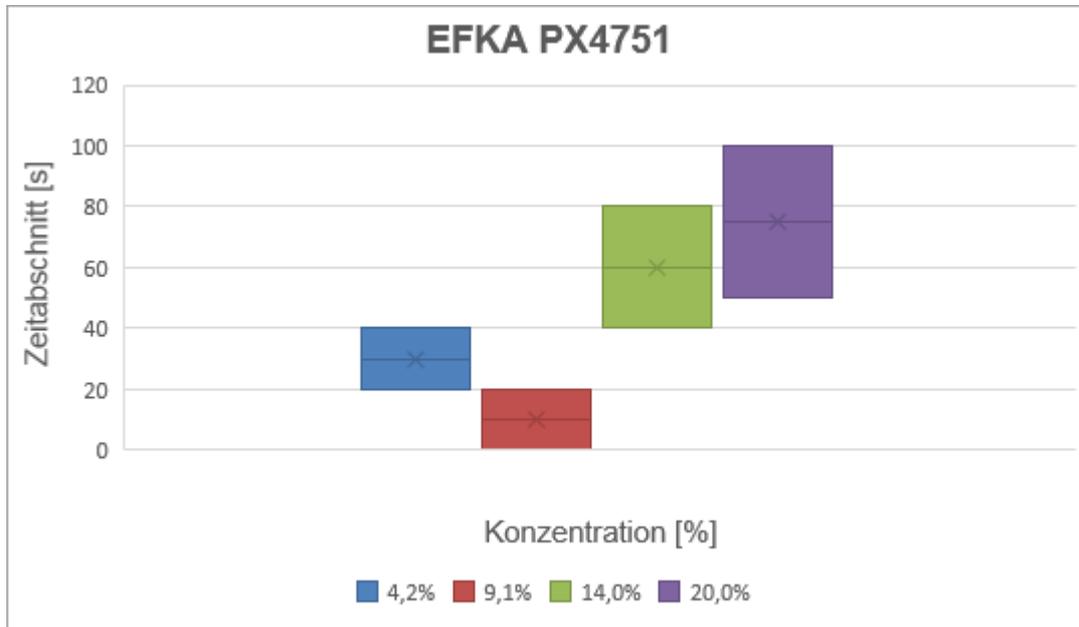


Abbildung 25: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n-Butylacetat mit EFKA PX4751

3.1.5.5 Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit EFKA PU4063

In der Tabelle 8 sind die Parameter für die Sorptionsmessungen verschiedener Konzentrationen des Additivs EFKA PU4063 in n- Butylacetat in eine Schüttung aus A2R Pigment dargestellt. Wie beim EFKA PX4751 zeigen die Messkurven ein ähnliches funktionales Verhalten. Mit der steigenden Konzentration von EFKA PX4063 verkleinert sich der Anstieg. Eine schnelle Vollbenetzung ist für die Konzentrationen 9,1% und 4,2% von EFKA PU4063 in n-Butylacetat nachweisbar. Eine höhere Konzentration zeigt eine verlangsamte Vollbenetzung.

Tabelle 8: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv EFKA PU4063

EFKA PU4063					
[%]	σ	ρ	η	$\frac{\Delta y}{\Delta x}$	$\text{Cos } \theta$
4,2	24,90	0,88	0,71	4,26E-03	1,0
	24,90	0,88	0,71	4,24E-03	1,0
	24,90	0,88	0,71	4,27E-03	1,0
	24,90	0,88	0,71	4,24E-03	1,0
	24,90	0,88	0,71	4,25E-03	1,0
Mittelwert	24,90	0,88	0,71	4,25E-03	1,0
9,1	24,96	0,89	0,86	3,62E-03	1,0
	24,96	0,89	0,86	3,61E-03	1,0
	24,96	0,89	0,86	3,62E-03	1,0
	24,96	0,89	0,86	3,60E-03	1,0
	24,96	0,89	0,86	3,61E-03	1,0
Mittelwert	24,96	0,89	0,86	3,61E-03	1,0
14,0	25,11	0,89	1,19	2,68E-03	1,0
	25,11	0,89	1,19	2,67E-03	1,0
	25,11	0,89	1,19	2,69E-03	1,0
	25,11	0,89	1,19	2,69E-03	1,0
	25,11	0,89	1,19	2,69E-03	1,0
Mittelwert	25,11	0,89	1,19	2,68E-03	1,0
20,0	25,26	0,90	1,43	2,26E-03	1,0
	25,26	0,90	1,43	2,24E-03	1,0
	25,26	0,90	1,43	2,26E-03	1,0
	25,26	0,90	1,43	2,26E-03	1,0
	25,26	0,90	1,43	2,25E-03	1,0
Mittelwert	25,26	0,90	1,43	2,25E-03	1,0

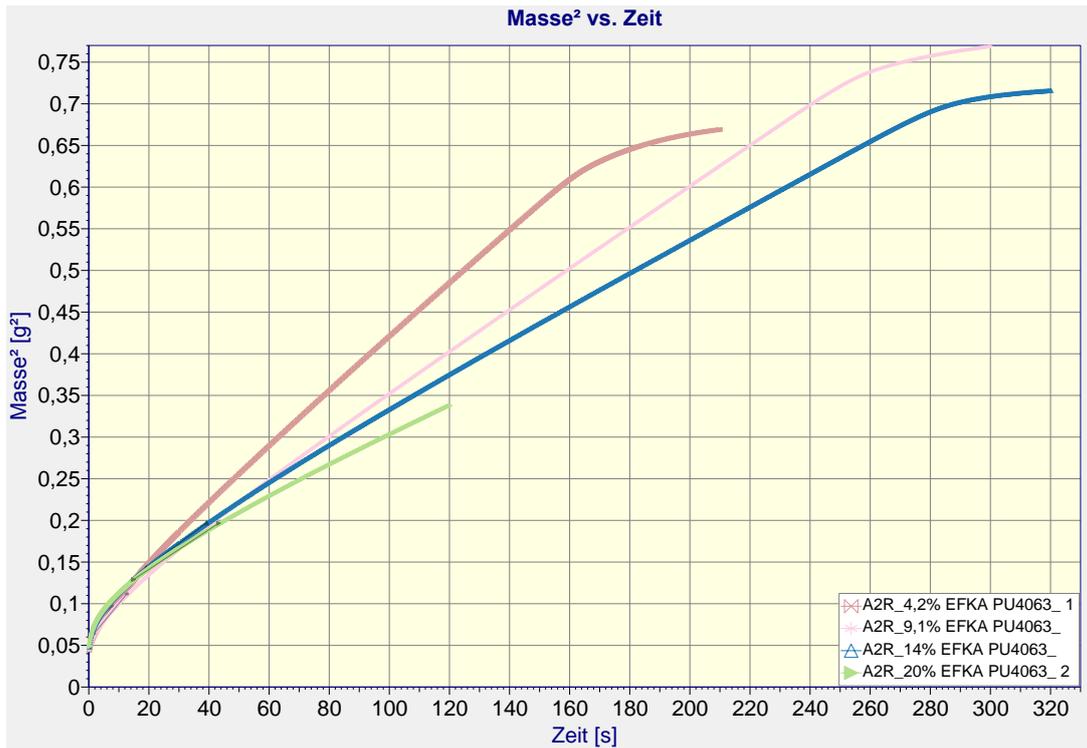


Abbildung 26: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten Additivs EFKA PU4063 als Funktion der Zeit

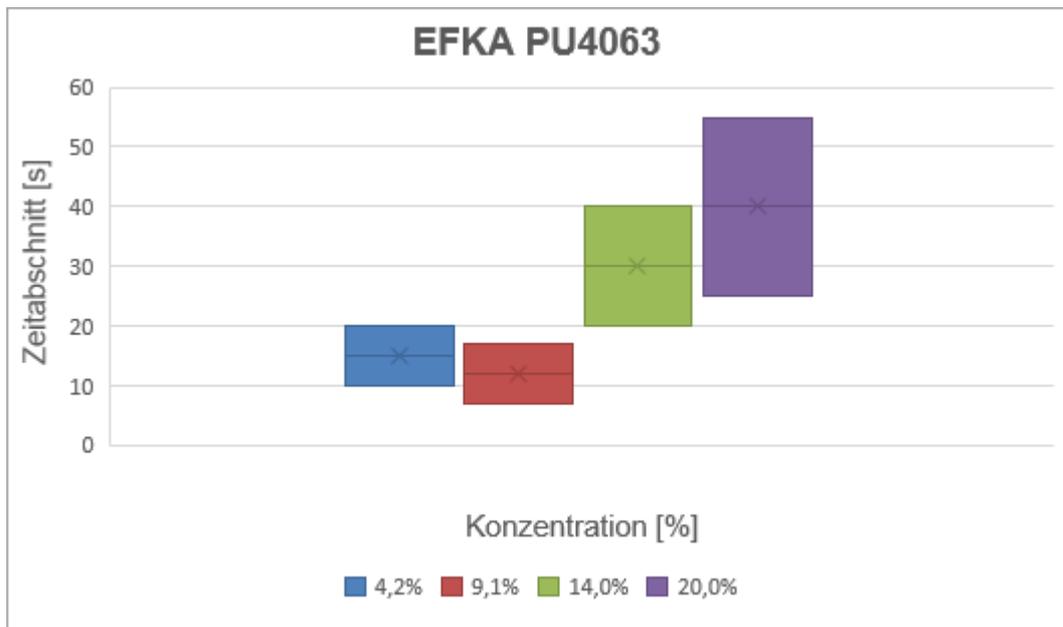


Abbildung 27: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n-Butylacetat mit EFKA PU4063

3.1.5.6 Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit Disperbyk-111

Die Sorptionsmessungen mit Disperbyk-111 zeigen Konzentrationsabhängigkeit für den Anstieg der Messkurve und sehr verlangsamte Vollbenetzung für alle Additivkonzentrationen. Der Bereich der langsamsten Benetzung liegt hier im Zeitbereich bis 450s mit einer 20,0%igen Additivlösung (siehe Abbildung 37).

Tabelle 9: Die Eingabe- und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv Disperbyk-111

Disperbyk-111					
[%]	σ	ρ	η	$\frac{\Delta y}{\Delta x}$	Cos θ
4,2	24,90	0,89	0,75	4,20E-03	1,0
	24,90	0,89	0,75	4,20E-03	1,0
	24,90	0,89	0,75	4,20E-03	1,0
	24,90	0,89	0,75	4,20E-03	1,0
	24,90	0,89	0,75	4,20E-03	1,0
Mittelwert	24,90	0,89	0,75	4,20E-03	1,0
9,1	25,01	0,90	1,64	1,97E-03	1,0
	25,01	0,90	1,64	1,97E-03	1,0
	25,01	0,90	1,64	1,97E-03	1,0
	25,01	0,90	1,64	1,97E-03	1,0
	25,01	0,90	1,64	1,97E-03	1,0
Mittelwert	25,01	0,90	1,64	1,97E-03	1,0
14,0	25,12	0,91	1,96	1,69E-03	1,0
	25,12	0,91	1,96	1,69E-03	1,0
	25,12	0,91	1,96	1,69E-03	1,0
	25,12	0,91	1,96	1,69E-03	1,0
-	25,12	0,91	1,96	1,69E-03	1,0
Mittelwert	25,12	0,91	1,96	1,69E-03	1,0
20,0	25,22	0,92	3,01	1,13E-03	1,0
	25,22	0,92	3,01	1,13E-03	1,0
	25,22	0,92	3,01	1,13E-03	1,0
	25,22	0,92	3,01	1,13E-03	1,0
	25,22	0,92	3,01	1,13E-03	1,0
Mittelwert	25,22	0,92	3,01	1,13E-03	1,0

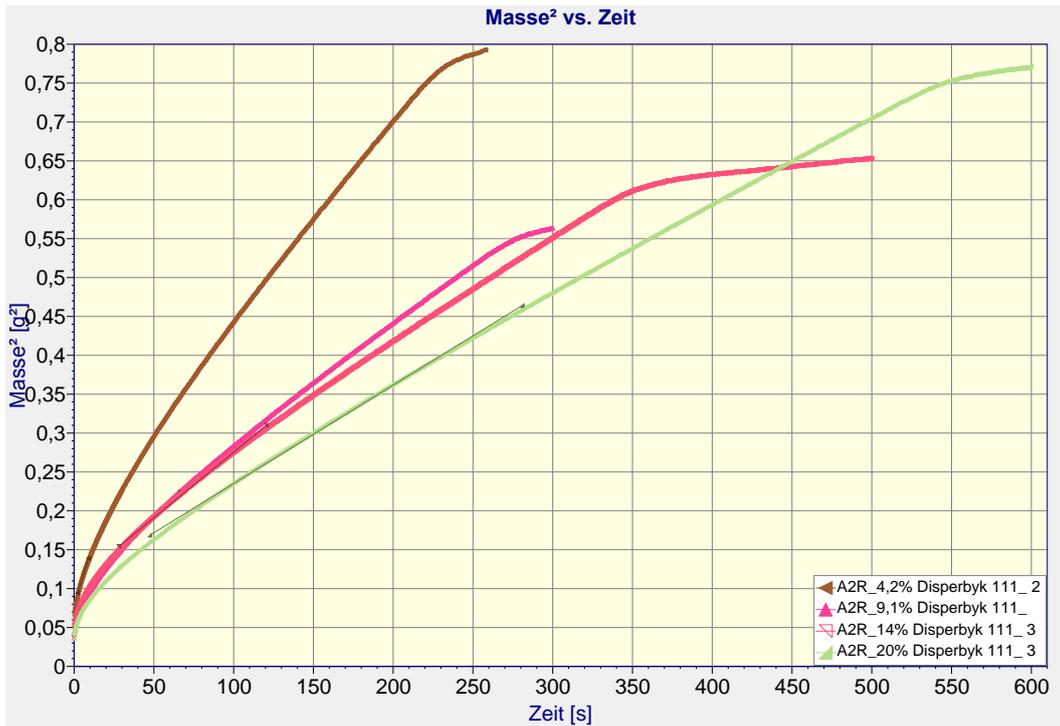


Abbildung 28: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten Additiv Disperbyk-111

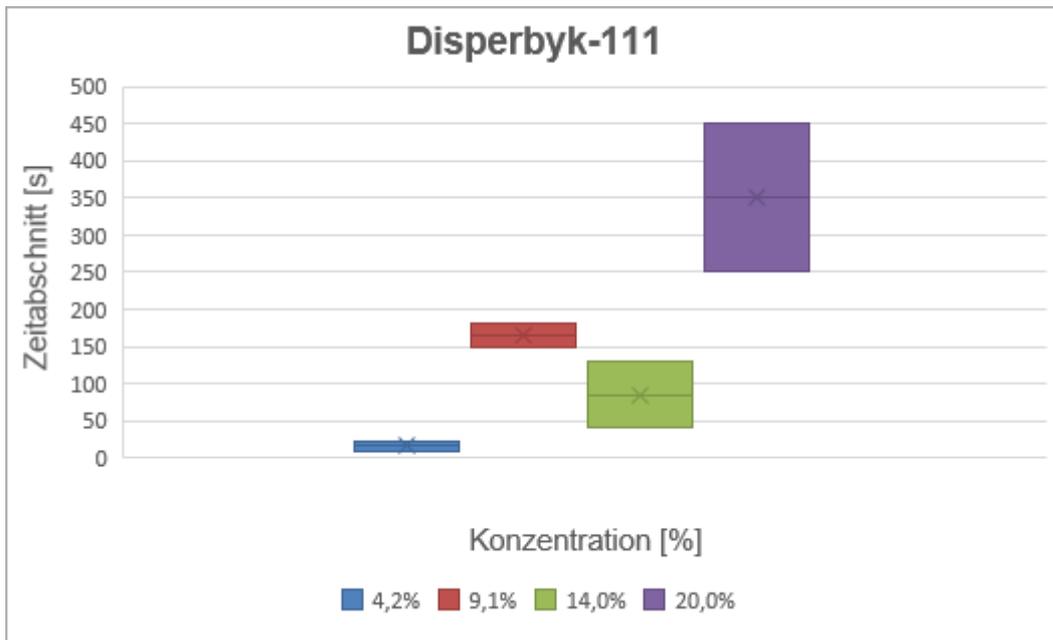


Abbildung 29: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n-Butylacetat mit Disperbyk-111

3.1.5.7 Ergebnisse der Sorptionsmessungen mit Disperbyk-2013

Die Vollbenetzung mit Disperbyk-2013 des organischen Pigmentes A2R erfolgt am schnellsten mit der 9,1%igen Lösung im Zeitbereiche von 10-35s. Dies ist deutlich langsamer im Vergleich zur Benetzung mit EFKA PX4751 und EFKA PU 4063.

Tabelle 10: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv Disperbyk- 2013

Disperbyk-2013					
	σ	ρ	η	$\frac{\Delta y}{\Delta x}$	Cos θ
4,2	24,78	0,89	1,01	3,05E-03	1,0
	24,78	0,89	1,01	3,06E-03	1,0
	24,78	0,89	1,01	3,06E-03	1,0
	24,78	0,89	1,01	3,06E-03	1,0
	24,78	0,89	1,01	3,07E-03	1,0
Mittelwert	24,78	0,89	1,01	3,06E-03	1,0
9,1	24,95	0,89	1,36	2,35E-03	1,0
	24,95	0,89	1,36	2,32E-03	1,0
	24,95	0,89	1,36	2,32E-03	1,0
	24,95	0,89	1,36	2,35E-03	1,0
	24,95	0,89	1,36	2,35E-03	1,0
Mittelwert	24,95	0,89	1,36	2,34E-03	1,0
14,0	25,13	0,90	2,43	1,34E-03	1,0
	25,13	0,90	2,43	1,34E-03	1,0
	25,13	0,90	2,43	1,34E-03	1,0
	25,13	0,90	2,43	1,35E-03	1,0
	25,13	0,90	2,43	1,34E-03	1,0
Mittelwert	25,13	0,90	2,43	1,34E-03	1,0
20,0	25,23	0,91	3,91	8,61E-04	1,0
	25,23	0,91	3,91	8,62E-04	1,0
	25,23	0,91	3,91	8,60E-04	1,0
	25,23	0,91	3,91	8,60E-04	1,0
	25,23	0,91	3,91	8,61E-04	1,0
Mittelwert	25,23	0,91	3,91	8,61E-04	1,0

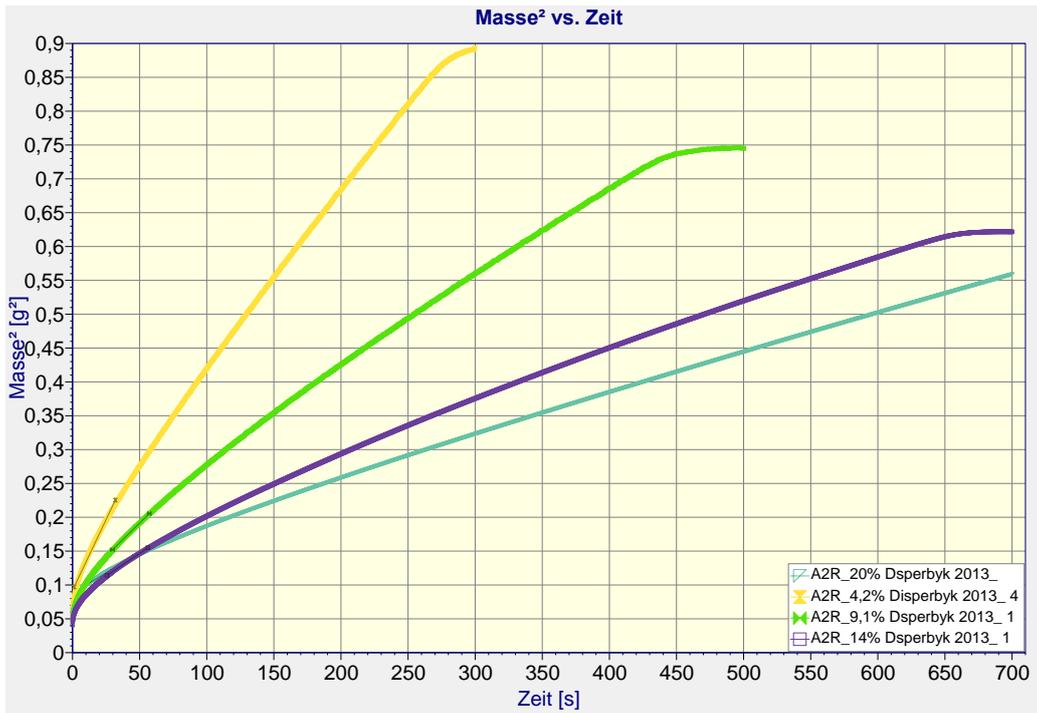


Abbildung 30: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten Additiv Disperbyk-2013

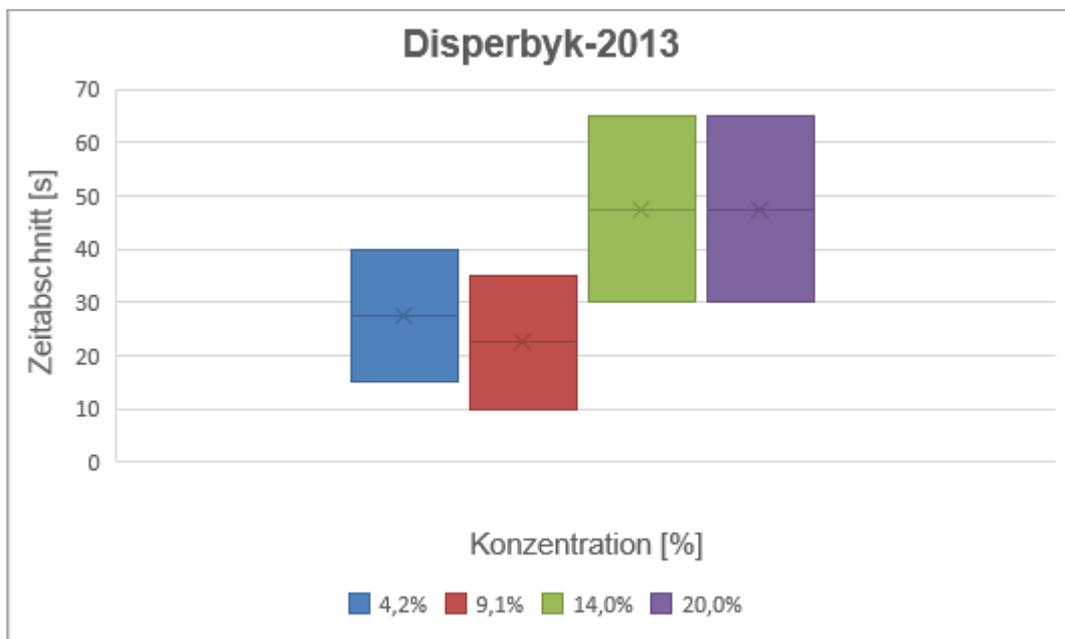


Abbildung 31: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n-Butylacetat mit Disperbyk-2013

3.1.5.8 Normierung der Steigung

Die Steigung der Messkurve ist ein Maß für die Benetzungsgeschwindigkeit der Additivlösung. Ist hingegen die reine Verbesserung der Benetzung durch das Additiv von Interesse, so muss beachtet werden, dass die restlichen Eigenschaften wie Viskosität, Oberflächenspannung und Dichte einen Einfluss haben können (siehe Abbildung 40).

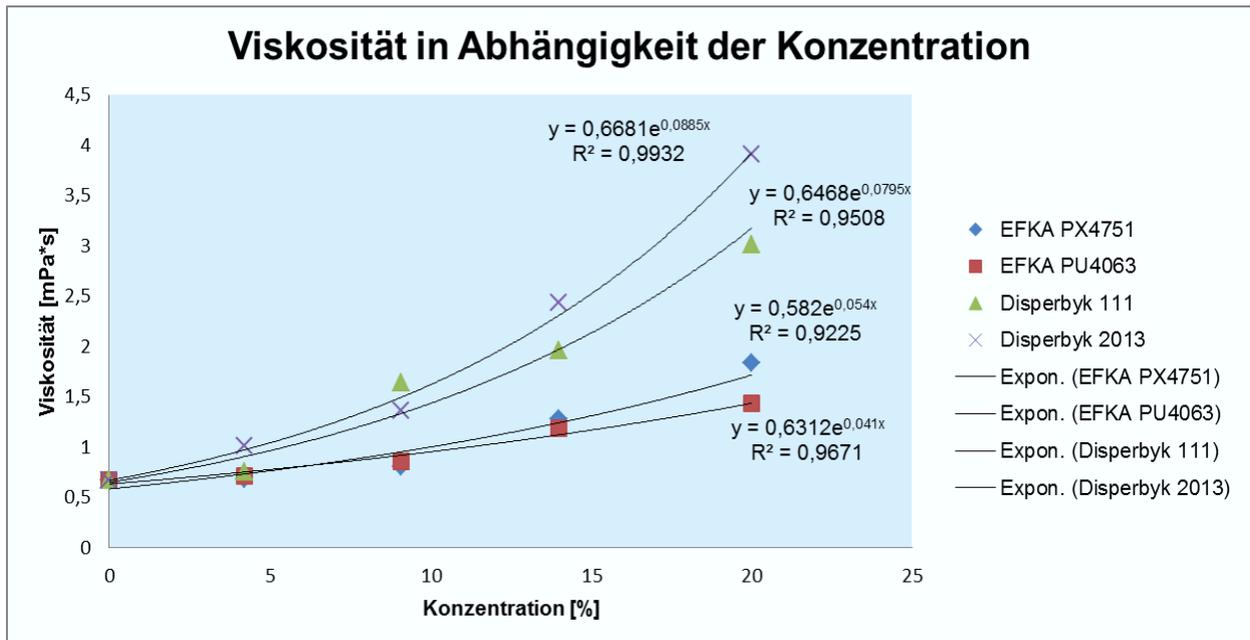


Abbildung 32: Viskosität in Abhängigkeit der Konzentration

Mit steigender Konzentration des Additivs in n-Butylacetat steigt die Viskosität der Lösung. Dies verlangsamt die Benetzungsgeschwindigkeit, verlangsamt aber nicht die vollständige Benetzung des organischen Pigments Hostaperm Blue A2R.

3.2 Die Durchführung der Farbstärkeentwicklung

Die Durchführung der Farbstärkeentwicklung wurde in mehrere Schritte unterteilt und der Farbstärke berechnet (siehe Abbildung 41):

- Vordispergierung
- Zugabe von Additiv

- Viskositätskontrolle
- Dispergierung des Buntpigmentes A2R
- Erstellung eines Kalibrierdatensatzes (Eichreihe)
- Reflexionsdaten
- Berechnung der Farbstärke

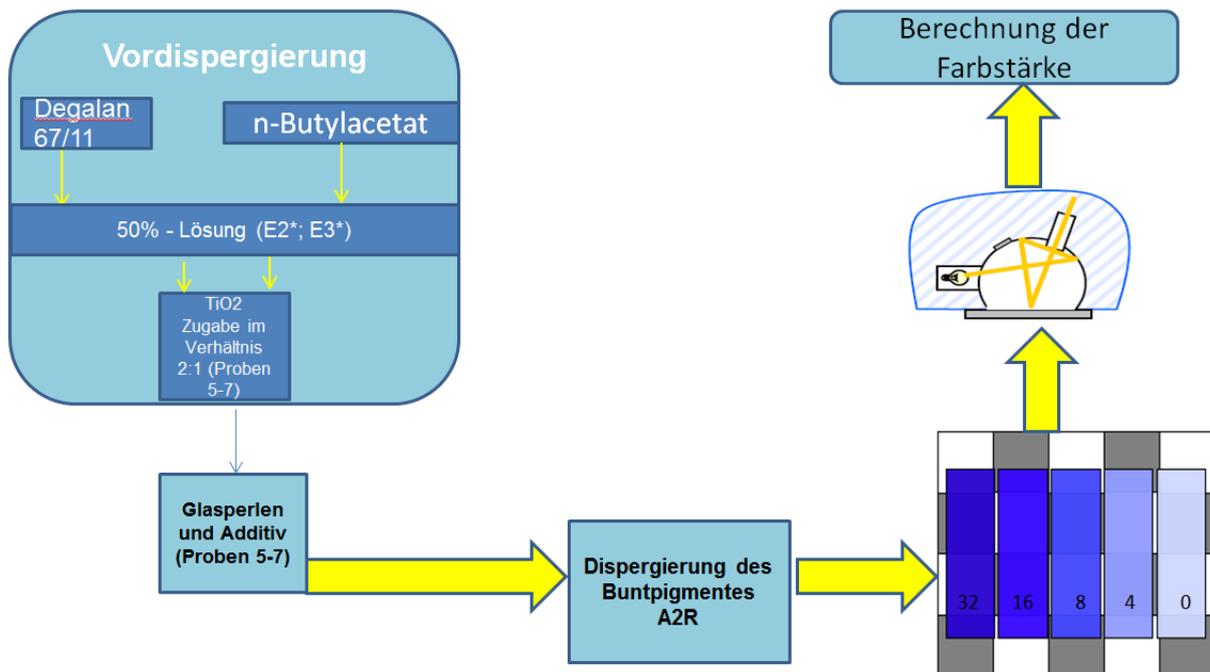


Abbildung 33: Schematische Erklärung einer Farbstärkeentwicklung

3.2.1 Durchführung des Dispergierprozesses

3.2.1.1 Herstellung der Weißpaste (Vordispergierung)

Zuerst wird das Lackbindemittel Degalan 67/11 im Butylacetat gelöst, um eine 50%-Lösung herzustellen. Mit dieser Lösung und Titandioxid TiO_2 im Verhältnis 2:1 wird in einem Kunststoffbehälter unter Verwendung einer Mini-Perlmühle (Drehzahl von 3000U/min, mit Propeller-Rührer) der Weißpaste-Ansatz für 10 Minuten vordispergiert (siehe Tabelle 11 und Tabelle 12).

Tabelle 11: Lösemittel Ansatz

Ansatz "A"	m[g]	Ansatz "B"	m[g]
Degalan 67/11	50,074	Degalan 67/11	52,236
Butylacetat	100,031	Butylacetat	104,472

Tabelle 12: Weißpaste Ansätze

Probe 4	m[g]	Probe 5	m[g]
"A"	40,075	"A"	40,026
TiO_2	20,058	TiO_2	20,116
Summe	60,133	Summe	60,142
Probe 6	m[g]	Probe 7	m[g]
"B"	40,023	"B"	40,002
TiO_2	20,054	TiO_2	20,078
Summe	60,077	Summe	60,080

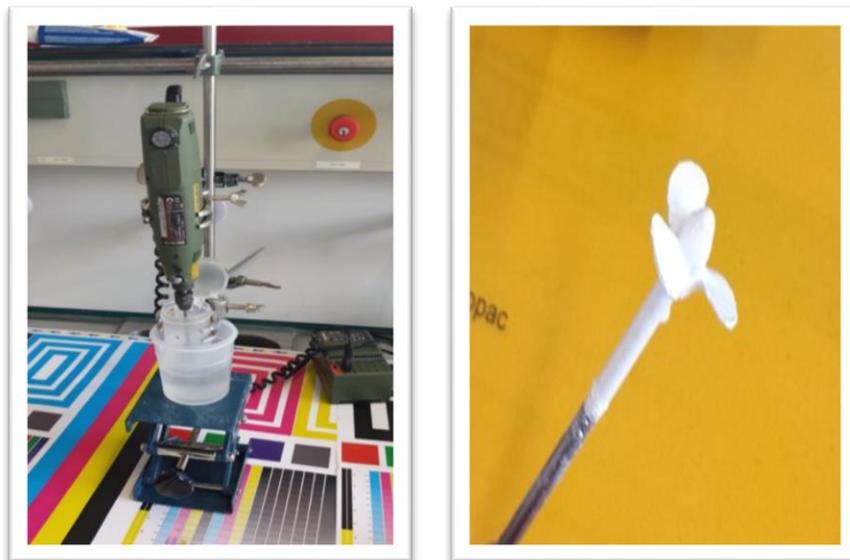


Bild 2: Aufbau der Vordispersierung und Propeller-Rührer

Der Weißpaste-Ansatz wird im Verhältnis 1:1 geteilt. Zu jedem dieser beiden Teile werden ca. 28 g Glasperlen und eine definierte Masse an Additiv zugegeben (siehe Tabelle 12). Dann erfolgt eine 30 minütige Dispergierung bei einer Drehzahl von 6000 U/min mit einem Lochscheiben-Rührer in der Mini-Perlmühle unter Wasserbad-Kühlung bei Raumtemperatur.



Bild 3: Weißpaste mit Glasperlen und Lochscheiben-Rührer

Es wurden von jedem Additiv vier verschiedene Konzentrationen untersucht:

- Disperbyk-111 mit 1,1%, 1,9%, 2,4% und 3,1%
- Disperbyk-2013 mit 4,8%, 6,0%, 7,3% und 8,0%

Mit jedem dieser Weißpaste-Ansätze unterschiedlichen Konzentration wurde eine Blindwertauftragung (Applikation der reinen Weißpaste) auf Farbprüfkarte durchgeführt.

3.2.1.2 Dispergieren des Buntpigmentes

Nach der Blindwertauftragung wird die berechnete Menge (Hostaperm Blue A2R : Titandioxid = 1:10) des Pigmentes Hostaperm Blue A2R unter Rühren mit einem Lochscheiben-Rührer (6000U/min) zugegeben und nach 4,8,16 und 32 Minuten jeweils eine Probe entnommen und auf eine Prüfkarte gezogen. Die aufgezugene Fläche muss auf der Prüfkarte deckend und groß genug für die Farbmessung sein (siehe Bild 4). Nach Auftragen aller Farbausstriche wird die Prüfkarte für 1 Stunde im Ofen (Fa. Heraeus) bei 50°C getrocknet. Nach Trocknung jeder Prüfkarte werden die Reflexionskurven gemessen und ausgewertet.



Bild 4: Prüfkarte mit Blindwertauftragung des Weißpastes-Ansatzes und Pigment-Ansatzes

Bei jedem Versuchsschritt wird die Masse der Lösung bestimmt und notiert (siehe Tabelle 13-16), damit die Konzentrationen ausgerechnet werden können. Die tatsächlichen Einwaagen sind in der Arbeit auf 1mg genau angegeben.

Tabelle 13: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-2013, Probe 4a und 4b

Probe 4a	m[g]	%	Probe 4b	m[g]	%
E2+TiO ₂	28,186		E2+ TiO ₂	27,984	
TiO ₂	9,402		TiO ₂	9,334	
E2	18,784		E2	18,650	
Disperbyk-2013	0,456	4,850	Disperbyk-2013	0,685	7,338
Glasperlen	14,321		Glasperlen	14,438	
Summe	42,963		Summe	43,107	
Summe ohne Perlen	28,642		Summe ohne Perlen	28,669	
Verlust von Masse	2,979		Verlust von Masse	3,936	
Summe ohne Perlen + Viskositätsmessung	25,663		Summe ohne Perlen + Viskositätsmessung	24,733	
Massenverhältnisse			Massenverhältnisse		
Lösungsmittel (E2)	0,656	65,583	Lösungsmittel (E2)	0,651	65,052
Disperbyk-2013	0,016	1,592	Disperbyk-2013	0,024	2,389
TiO ₂	0,328	32,825	TiO ₂	0,326	32,559
TiO ₂ in gebliebener Lösung	8,424		TiO ₂ in gebliebener Lösung	8,053	
Pigment A2R	0,842		Pigment A2R	0,805	

Tabelle 14: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-2013, Probe 5a und 5b

Probe 5a	m[g]	%	Probe 5b	m[g]	%
E2+ TiO ₂	27,532		E2+ TiO ₂	28,662	
TiO ₂	9,209		TiO ₂	9,587	
E2	18,323		E2	19,075	
Disperbyk-2013	0,553	6,005	Disperbyk-2013	0,767	8,001
Glasperlen	14,307		Glasperlen	14,248	
Summe	42,392		Summe	43,677	
Summe ohne Perlen	28,085		Summe ohne Perlen	29,429	
Verlust von	5,538		Verlust	4,114	
Summe ohne Perlen+ Viskositätsmessung	22,547		Summe ohne Perlen+ Viskositätsmessung	25,315	
Massenverhältnisse			Massenverhältnisse		
Lösungsmittel (E2)	0,652	65,242	Lösungsmittel (E2)	0,648	64,818
Disperbyk-2013	0,020	1,969	Disperbyk-2013	0,026	2,606
TiO ₂	0,328	32,789	TiO ₂	0,326	32,576
TiO ₂ in gebliebener Lösung	7,393		TiO ₂ in gebliebener Lösung	8,247	
Pigment A2R soll (1:10)	0,739		Pigment A2R soll (1:10)	0,842	

Tabelle 15: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-111, Probe 6a und 6b

Probe 6a	m[g]	%	Probe 6b	m[g]	%
E3+ TiO ₂	28,461		E3+ TiO ₂	28,408	
TiO ₂	9,500		TiO ₂	9,483	
E3	18,961		E3	18,925	
Disperbyk-111	0,105	1,105	Disperbyk-111	0,175	1,845
Glasperlen	13,847		Glasperlen	14,232	
Summe	42,413		Summe	42,815	
Summe ohne Perlen	28,566		Summe ohne Perlen	28,583	
Verlust von Masse	4,549		Verlust Von Masse	4,318	
Summe ohne Perlen +Viskositätsmessung	24,017		Summe ohne Perlen+ Viskositätsmessung	24,265	
Massenverhältnisse			Massenverhältnisse		
Lösungsmittel (E3)	0,664	66,375	Lösungsmittel (E3)	0,662	66,212
Disperbyk-111	0,004	0,368	Disperbyk-111	0,006	0,612
TiO ₂	0,333	33,258	TiO ₂	0,332	33,176
TiO ₂ in gebliebener Lösung	7,988		TiO ₂ in gebliebener Lösung	8,050	
Pigment A2R soll (1:10)	0,799		Pigment A2R soll (1:10)	0,805	

Tabelle 16: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-111, Probe 7a und 7b

Probe 7a	m[g]	%	Probe 7b	m[g]	%
E3+ TiO ₂	25,809		E3+ TiO ₂	30,471	
TiO ₂	8,625		TiO ₂	10,183	
E3	17,184		E3	20,288	
Disperbyk-111	0,210	2,435	Disperbyk-111	0,315	3,093
Glasperlen	14,045		Glasperlen	14,232	
Summe	40,064		Summe	45,018	
Summe ohne Perlen	26,019		Summe ohne Perlen	30,786	
Verlust von Masse	4,105		Verlust von Masse	4,115	
Summe ohne Perlen +Viskositätsmessung	21,914		Summe ohne Perlen+ Viskositätsmessung	26,671	
Massenverhältnisse			Massenverhältnisse		
Lösungsmittel (E3)	0,660	66,044	Lösungsmittel (E3)	0,659	65,900
Disperbyk-111	0,008	0,807	Disperbyk-111	0,010	1,023
TiO ₂	0,331	33,149	TiO ₂	0,331	33,077
TiO ₂ in gebliebener Lösung	7,264		TiO ₂ in gebliebener Lösung	8,822	
Pigment A2R soll (1:10)	0,726		Pigment A2R soll (1:10)	0,882	

E2, E3- Nummer des jeweils verwendeten Ansatzes der Lösungsmittel.

3.3 Die Bestimmung der Endfarbstärke (Farbstärkemessung)

Die Dispergierung eines Pigments lässt sich durch Messung der Reflexionskurven in einer definierten Weißaufhellung sowie der Buntpigmentsätze verfolgen (siehe Abbildungen 43-44). Dazu misst man die Reflexionskurven der auf den Prüfkarten applizierten Weiß- und Buntpigmentauftragungen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Farb-Prüfkarten mit dem Handmessgerät i1 der Fa. X-rite gemessen (siehe Abbildung 42).



Abbildung 34: Verwendetes Messgerät i1der Fa. X-rite

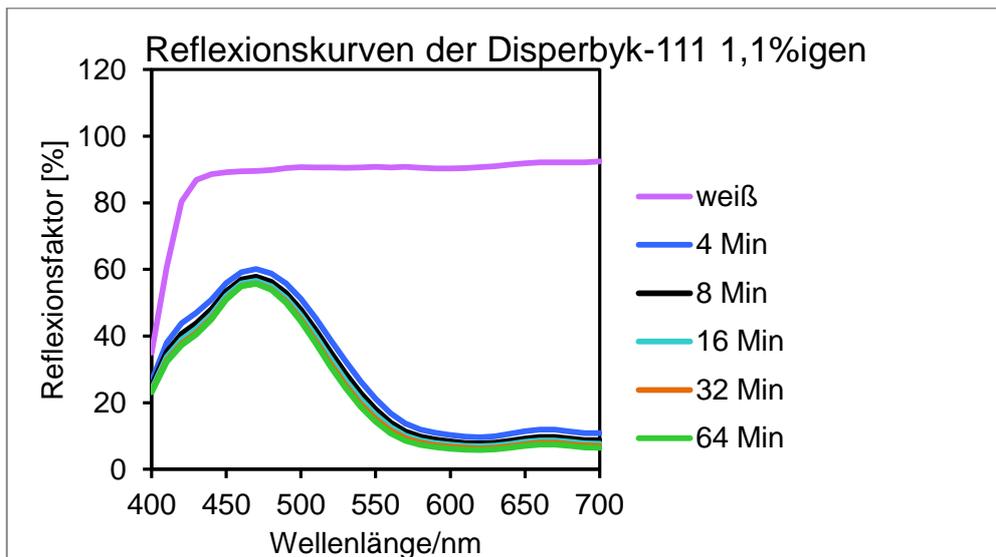


Abbildung 35: Reflexionskurven des Weißlackes, der Dispergierstufen eines A2R Pigments mit 1,1% gen Disperbyk-111 Lösung im Wellenlängenbereich 400-700nm

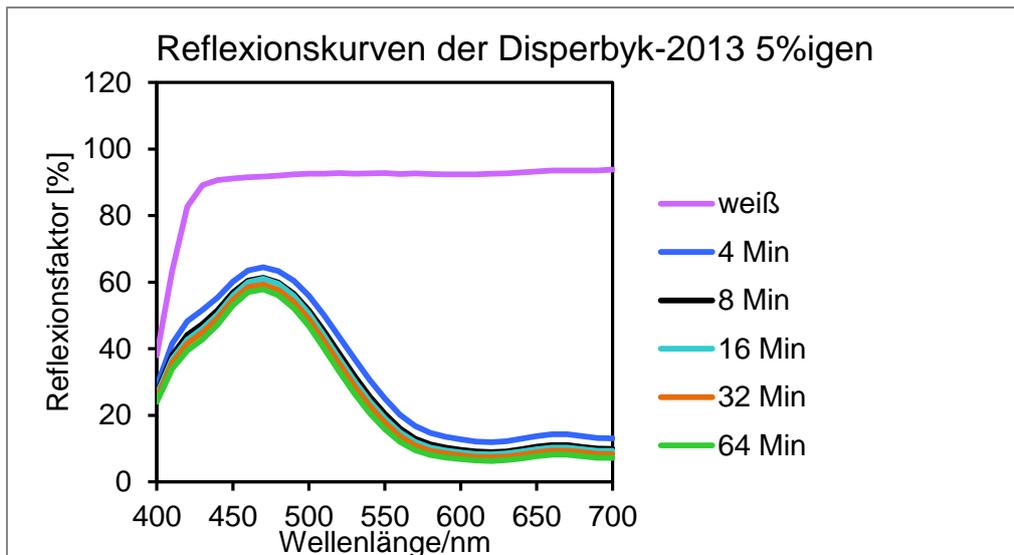


Abbildung 36: Reflexionskurven des Weißlackes , der Dispergierstufen eines A2R Pigments mit 5% igen Disperbyk-2013 Lösung im Wellenlängenbereich 400-700nm

Zu jeder Wellenlänge berechnet man nach der Saunderson-Korrektur (siehe Abbildungen 45-46) die wellenlängenabhängigen Kubelka-Munk-Faktoren und durch Summation über alle Wellenlängen die resultierenden Kubelka-Munk-Summen ΣFKM .

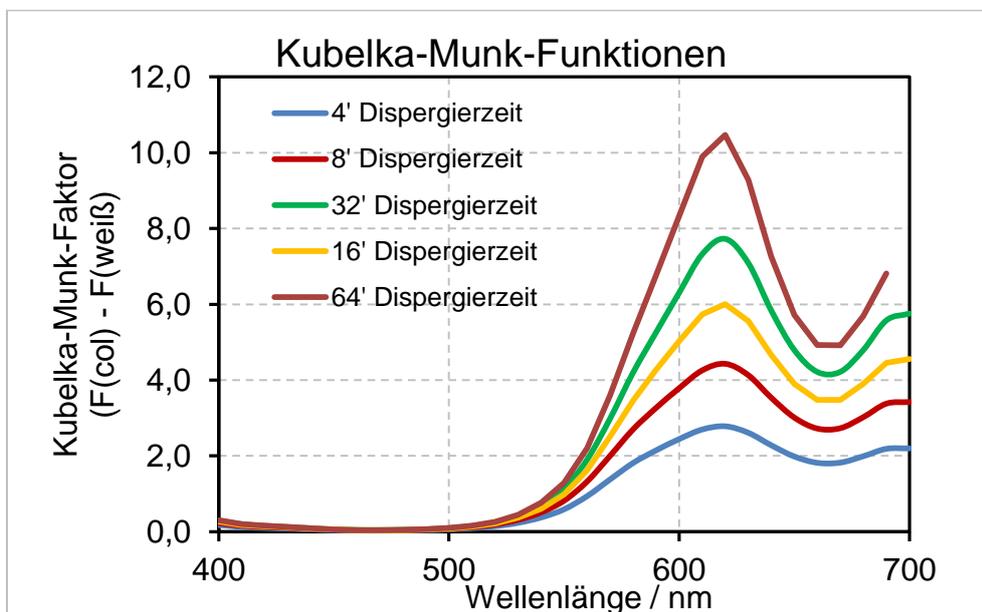


Abbildung 37: Kubelka-Munk-Funktionen der 1,1%igen Disperbyk-111 Lösung im Wellenlängenbereich 400-700nm

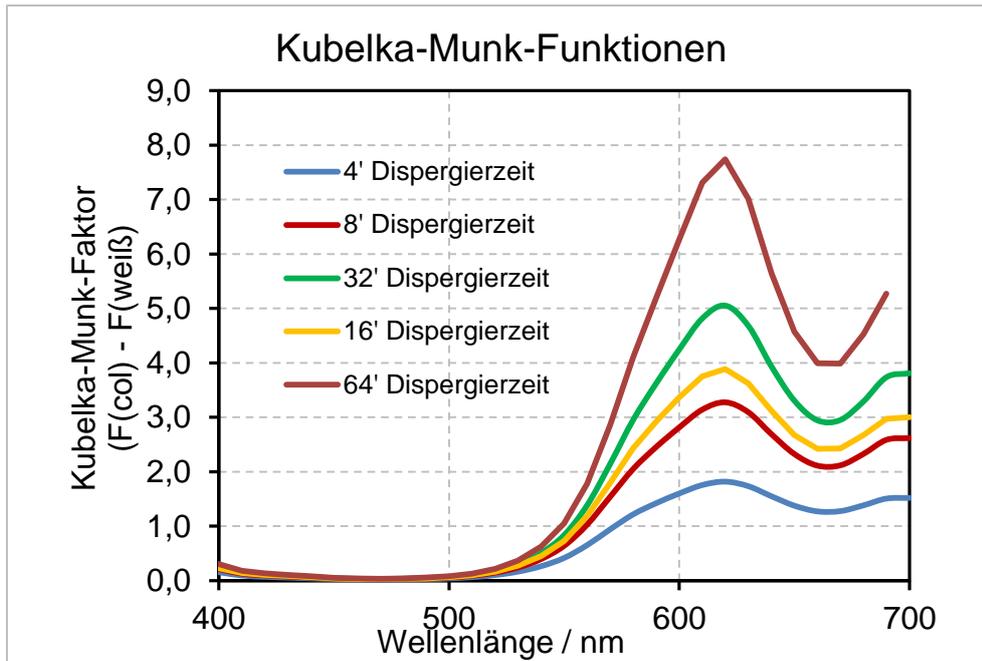


Abbildung 38: Kubelka-Munk-Funktionen der 5%igen Disperbyk-2013 Lösung im Wellenlängenbereiche 400-700nm

3.3.1 Ergebnisse der Farbstärkebestimmung

In der Tabelle 17 sind die Ergebnisse der Farbstärkemessungen an den Dispergieransätzen mit dem Pigment Hostaperm Blue A2R unter Verwendung von zwei Dispergieradditiven und deren Konzentrationsvariationen dargestellt.

Tabelle 17:Farbstärkebestimmung

Lösung	Zeit der Dispergierung (t) [min]	Σ FKM	$\frac{1}{t}$ [min ⁻¹]	$\frac{1}{\Sigma \text{FKM}}$
Disperbyk-111 1,1%	4	33,31	0,25	0,03
	8	50,65	0,13	0,02
	16	66,03	0,06	0,02
	32	81,84	0,03	0,01
	64	102,42	0,02	0,01
Disperbyk-111 1,8%	4	33,54	0,25	0,03
	8	49,85	0,13	0,02
	16	69,60	0,06	0,01
	32	91,23	0,03	0,01
	64	144,23	0,02	0,01
Disperbyk-111 2,4%	4	43,51	0,25	0,02
	8	57,89	0,13	0,02
	16	75,47	0,06	0,01
	32	96,00	0,03	0,01
	64	129,31	0,02	0,01

Disperbyk-111 3,1%	4	29,32	0,25	0,03
	8	45,80	0,13	0,02
	16	63,50	0,06	0,02
	32	88,56	0,03	0,01
	64	119,14	0,02	0,01
Disperbyk-2013 5%	4	22,65	0,25	0,04
	8	38,51	0,13	0,03
	16	44,85	0,06	0,02
	32	55,79	0,03	0,02
	64	79,20	0,02	0,01
Disperbyk-2013 6%	4	23,90	0,25	0,04
	8	38,53	0,13	0,03
	16	69,40	0,06	0,01
	32	94,17	0,03	0,01
	64	141,00	0,02	0,01
Disperbyk-2013 7%	4	22,67	0,25	0,04
	8	40,73	0,13	0,03
	16	50,24	0,06	0,02
	32	63,60	0,03	0,02
	64	114,50	0,02	0,01
Disperbyk-2013 8%	4	7,10	0,25	0,14
	8	18,96	0,13	0,05
	16	22,41	0,06	0,04
	32	37,90	0,03	0,03
	64	65,52	0,02	0,02
Ohne Additiv	4	10,21	0,25	0,10
	8	19,71	0,13	0,05
	16	32,17	0,06	0,03
	32	48,91	0,03	0,02
	64	60,09	0,02	0,02

Nach messtechnischer Ermittlung der Farbstärke wird der reziproke Kubelka-Munk-Wert $1/F_{\Sigma KM}$ über der reziproken Zeit $1/t$ aufgetragen und der Kubelka-Munk-Wert F_{∞} (maximal erreichbare Farbstärke bzw. Endfarbstärke) bestimmt. Auf die Endfarbstärke lässt sich aus dem Ordinatenabschnitt ($1/F_{\infty}$) der erhaltenen Geraden schließen. Die Steigung m der Geraden ist ein Maß für die mittlere Dispergiertgeschwindigkeit

$$\frac{1}{\Sigma FKM} = m \cdot \frac{1}{t} + \frac{1}{F_{\infty}}$$

Gleichung 30: Umgekehrte Kubelka-Munk-Summe als Funktion

In den Abbildungen 47-55 im Anhang ist die reziproke Kubelka-Munk-Summe als Funktion der reziproken Zeit für die Dispergieradditive und der verwendeten Konzentrationen dargestellt. In den Abbildungen 56 und 57 im Anhang ist die

Endfarbstärke als Funktion der Konzentration für die beiden verwendeten Dispergieradditive Disperbyk-111 und Disperbyk-2013 dargestellt.

4 Auswertung und Diskussion der Messergebnisse

In der vorliegenden Arbeit wurden die Benetzungs- und Dispergiereigenschaften von einem organischen Pigmentpulver untersucht. Hierzu wurden Dispergieransätze mit einem ausgewählten organischen Buntpigment und vier in ihren Benetzungs- und Adhäsionseigenschaften differenziert wirksamen Dispergieradditiven in unterschiedlichen Konzentrationen hergestellt. Die Dispergiereigenschaften des organischen Pigments Hostaperm Blue A2R und der vier Dispergieradditive Disperbyk-111, Disperbyk-2013, EFKA PU4063 und EFKA PX4751 wurden mittels der Sorptionsmethode und der Methode der Farbstärkeentwicklung untersucht.

Die Auswertung der Sorptionsmessungen wurde in Kapitel 3.1.5 Seite von 40 bis 57 beschrieben. Bei der Ermittlung des Kontaktwinkels an einem Pigmentpulver nach der Washburn-Methode wird gemäß der Washburn-Gleichung (Gleichung 10 bzw. 12), ein Parameter, der sogenannte c-Faktor, benötigt. Zur Bestimmung dieses Parameters wurde n-Heptan gewählt, da diese Flüssigkeit eine geringe Oberflächenspannung besitzt und daher die Oberfläche des Pigmentes vollständig benetzen sollte. Dies lässt sich methodisch nachweisen und stellt somit nicht nur eine Annahme, sondern als ein beweisfähiges Ergebnis dar. Die Anwendung des Washburn-Verfahrens erfüllt nicht immer alle geforderten Kriterien. So wird beispielweise ein von Washburn gefordertes Kriterium, dass in jedem Punkt der Funktion $m^2=f(t)$ $\Theta=\text{const}$ gewährleistet sein muss (der Anstieg dieser Funktion also einer linearen Gleichung entsprechen müsste) nicht stetig erfüllt. In Fällen, in denen diese Forderung nicht erfüllt ist, führt die Anwendung des Sorptionsverfahrens häufig hinsichtlich der Kontaktwinkelbestimmung zu keinem eindeutigen Ergebnis. In diesem Fall ergeben sich je nach Wahl des Start- und Endpunktes der Regressionsgeraden unterschiedliche Steigungen der Geraden und somit unterschiedliche Ergebnisse in der Kontaktwinkelbestimmung.

Um diesen Mangel an Eindeutigkeit – der in Kapitel 3.1.5.1 Anhang die Ergebnisse in Tabelle 3 bei der Auswertung der Messkurven zu beseitigen, wurde die Auswertung der Messkurven $m^2=f(t)$ folgendermaßen modifiziert:

- In den Messkurven wurde jeweils der Bereich gesucht, für den $\cos \Theta=1$ ist. Zu diesem Bereich wurde jeweils ein Start- und Endpunkt auf der Zeitachse ermittelt.

Dieser Bereich kann in Abhängigkeit der Linearität der Funktion, einem definierten Abschnitt der Messkurve entsprechen oder - im Idealfall - den gesamten Bereich der

Messkurve umfassen, sofern diese Funktion von $t=0$ bis $t=\infty$ einer linearen Funktion entspricht. Kann ein solcher Bereich der Messkurve, für den $\cos\Theta=1$ gültig ist, gefunden werden, so kann für diesen Teilprozess der Benetzung die Annahme getätigt werden, dass eine vollständige Benetzung (d.h. mit einem Kontaktwinkel von 0°) stattfindet. Kurven oder Kurvenbereiche, für die sich keine Positionen in der Funktion finden lassen, für die $\cos\Theta=1$ gilt, können hingegen nur Prozesse mit unvollständiger Benetzung repräsentieren. Aus diesem Grund wurde für die in dieser Arbeit durchgeführte Auswertung aller Sorptionsmessungen der Zustand der vollständigen Benetzung betrachtet.

Die Auswertung der mit dem reinen Lösungsmittel und allen für die Sorption verwendeten Additiven ermittelten Messkurven hat ergeben, dass bei der Sorption mit den Additiven die normierte Steigung kleiner ist als im Falle der Sorption mit reinem n-Butylacetat. Das zeigt, dass die Benetzung durch die Additive langsamer als durch das reine Lösungsmittel erfolgt. Das Additiv EFKA PX4751 mit 9,4% zeigt die schnellste Vollbenetzung zwischen 0-20s mit einer Steigung von $3,91E-03$. Da dieser Wert nicht der größte der Steigungswert im Vergleich der eingesetzten EFKA-Lösungs-Konzentrationen ist, erzeugt dies die Annahme, dass der Steigungswert nicht allein das Kriterium für die Schnelligkeit der Vollbenetzung sein kann. Es wurde jedoch eindeutig festgestellt, dass das Additiv EFKA PX4751 - im Vergleich mit allen untersuchten Additiven - am besten geeignet ist für die Benetzung des Pigmentes Hostaperm Blue A2R.

Als Resultat der an den Dispersionen durchgeführten Farbstärkebestimmungen lassen sich folgende Ergebnisse zusammenfassen:

- Die Bestimmung der Farbstärke als Funktion der Zeit an Hostaperm Blue A2R-Dispersion ohne Additiv weist ein sehr hohes Bestimmtheitsmaß ($R^2= 0,9977$) auf. Dies weist auf eine sehr gute Durchführung des Dispergierprozesses hin.
- Die Farbstärkebestimmungen an mit Disperbyk-111 hergestellten Dispersionen unterschiedlicher Konzentrationen ($c=1,1\%$, $1,8\%$, $2,4\%$ und $3,1\%$) weisen ebenfalls hohe bis sehr gute Bestimmtheitsmaße auf ($R^2= 0,99$; $0,97$; $0,96$ und $0,99$). Dies lässt auf eine homogene Dispergierung und damit zusammenhängend auf eine homogene Verteilung der für die Stabilität der Dispersion verantwortlichen Wechselwirkungskräfte schließen.
- Die Farbstärkebestimmungen an mit Disperbyk-2013 hergestellten Dispersionen unterschiedlicher Konzentrationen ($c=4,8\%$, $6,0\%$, $7,3\%$ und $8,0\%$) weisen – bis auf die Dispersion mit der höchsten Konzentration - gute bis sehr gute Bestimmtheitsmaße auf ($R^2=0,97$; $0,99$; $0,97$ und $0,96$). Dies lässt - im Bereich der Konzentrationen bis $7,3\%$ - auf eine homogene und stabile Dispergierung schließen. Im Bereich höherer Konzentrationen des Disperbyk-2013 ist eine Abweichung von diesem Verhalten sichtbar, das die stabilisierende Wechselwirkung zwischen Buntpigment und Dispergiermittel beeinflusst.

- Deutlich wird ein möglicher Einfluss der Konzentrationserhöhung auf eine Veränderung der die Dispersionsstabilität beeinflussenden Wechselwirkungskräfte durch die Bestimmung der Maximalfarbstärke in Abhängigkeit der Konzentration des Dispergiermittels. Hier zeigt der funktionelle Zusammenhang für das Dispergiermittel Disperbyk-111 eine erkennbare Korrelation zwischen maximaler Farbstärke und Konzentration des Dispergiermittels.
- Für das Dispergiermittel Disperbyk-2013 ist ein solcher funktioneller Zusammenhang nicht erkennbar. Eine mögliche Ursache hierfür könnten Flockulat-Bildungen sein, die bei höheren Konzentrationen des Dispergiermittels Disperbyk-2013 auftreten.

Das mittels der Viskositätsmessungen untersuchte rheologische Verhalten der Dispergiermittel deutet durch eine sprunghafte Erhöhung der Viskosität für das Dispergiermittel Disperbyk-2013 bei höheren Konzentrationen (ab 7,3%) ebenfalls hierauf hin.

Somit wäre aus den Ergebnissen der Farbstärkeentwicklung zu schlussfolgern, dass – im Vergleich mit den BYK-Dispergieradditiven - das Dispergiermittel Disperbyk-111 geeigneter wäre für die Dispergierung eines organischen Buntpigmentes als das Dispergiermittel Disperbyk-2013, das zudem offensichtlich höhere Konzentrationen für die Dispergierung eines Buntpigmentes benötigt, da es sich bevorzugt an das anorganische Titandioxid anlagern könnte.

5 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Die Ergebnisse der im Rahmen dieser Bachelorarbeit durchgeführten Untersuchungen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Die Benetzbarkeit des organischen Pigmentpulvers Hostaperm Blue A2R wurde unter Verwendung der Washburn- Sorptions-Methode untersucht. Die Dispergierstabilität dieses Pigmentes wurde mit Hilfe der Methode der Farbstärkeentwicklung untersucht.
- Anhand der mittels der Sorption erhaltenen Benetzungsergebnisse lässt sich schlussfolgern, dass die Benetzung des Buntpigmentes Hostaperm Blue A2R charakterisierbar ist, sofern die für die Auswertung der Messungen gesetzte Bedingung $\cos\Theta = 1$ (Bereich der vollständiger Benetzung) für den auszuwertenden Messbereich erfüllt ist.

Unter Einhaltung dieser Voraussetzung lässt sich feststellen, dass zwei Additive hinsichtlich der vollständigen Benetzung des Hostaperm Blue A2R sehr gute Eigenschaften aufweisen:

- Dies ist einerseits das Additiv EFKA PX4751. Es weist die effektivste Benetzungseigenschaft hinsichtlich der vollständigen Benetzung des Buntpigmentes Hostaperm Blue A2R in Bezug auf die notwendige Benetzungszeit auf. Bei einer Konzentration von 9,1% wird hier die vollständige Benetzung mit einer Benetzungszeit von maximal 20s erreicht.

- Das Additiv EFKA PU 4036 weist die effektivste Benetzung hinsichtlich der Konzentration auf. Mit einer Konzentration von nur 4,2% und einer Benetzungszeit von maximal 20s wird hier bereits eine vollständige Benetzung erreicht. Alle anderen untersuchten Additive erfordern im Vergleich dazu für eine vollständige Benetzung des organischen Pigmentes eine höhere Benetzungszeit und/oder eine höhere Konzentrationen des Additivs.

Die Messungen zur Untersuchung der Farbstärkeentwicklung konnten – aus Gründen der eingeschränkten Verfügbarkeit der Additive der EFKA-Reihe – nur an den Additiven der Fa. Byk durchgeführt werden. Daher beziehen sich die Ergebnisse dieser Untersuchungen ausschließlich auf den Vergleich von Disperbyk-Additiven. Die Ergebnisse dieser mit der Methode der Farbstärkeentwicklung durchgeführten Messungen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Die Dispergiermittel Disperbyk-111 und Disperbyk-2013 (Fa. Byk) sind sowohl aufgrund der für die Stabilisierung der Dispersion notwendigen höheren Konzentration als auch von den wesentlich höheren Benetzungszeiten her nichts so effizient wie die Additive der EFKA-Reihe (Fa. BASF).

Als Ergebnis aus den Untersuchungen mit der Washburn-Sorptionsmethode und der Methode der Farbstärkeentwicklung kann geschlussfolgert werden:

- Es konnte kein eindeutiger Zusammenhang zwischen dem Kontaktwinkel und der Konzentration der Additive nachgemessen werden mit der Washburn-Sorptionsmethode.

- Für Aussage für Benetzung des organischen Pigments Hostaperm Blue A2R können jeweils nur der Bereich der vollständigen Benetzungen und hinsichtlich der unterschiedlichen Additive und ihrer Konzentration verglichen werden. Innerhalb dieser Auswertung wurde festgestellt, dass das Additiv EFKA 4751 die besten Benetzungseigenschaften am Hostaperm Blue A2R aufweist.

- Mit der Methode der Farbstärkeentwicklung konnte das organische Pigment Hostaperm Blue A2R hinsichtlich der Dispergierstabilität unter Verwendung der zwei Additive nicht signifikant charakterisiert werden.

Daher ist zu empfehlen, eine weitere Methode zu untersuchen, die sowohl die Benetzung als auch die Dispergierstabilität des organischen Pigmentes und der Dispergieradditive charakterisieren. Eine Möglichkeit hierfür wäre Messung der Viskosität.

6 Literaturverzeichnis

- 1] Spektrum der Wissenschaft, August 1982, Seite 52
- [2] Spektrum der Wissenschaft 10 / 1997, Seite 94
- [3] Dispergiermittel BASF Formulation Additives, Farbenlabor Würzburg, 19-20.09.2017
- [4] Verfahren zur Beurteilung des DIN EN ISO 8781: Verfahren zur Beurteilung des Dispergiervfahrens, Teil 1: Bestimmung der Farbstärkeentwicklung von Buntpigmenten, 1995
- [5] Fa. KRÜSS GmbH, Schulung/Theorie, intern
- [6] G.Meichsner, T.G.Mezger, J.Schröder, Lackeigenschaften messen und steuern, Hrsg. von Ulrich Zorll, Hannover: Vincentz, 2016, Seite 185
- [7] G.Lagaly, Grundzüge der Kolloidwissenschaft, Steinkopff, Darmstadt, 1992
- [8] G.Lagaly, O.Schulz, R.Zimehl, Dispersionen und Emulsionen, 2010, Seite 15
- [9] T.Brock, M.Groteklaes, P.Mischke, B.Strehmel, Lehrbuch der Lacktechnologie, 2017, Seite 18
- [10] Washburn, E.W. Phys.Rev.1921,17(3), Seite 273
- [11] G.Meichsner, T.G.Mezger, J.Schröder, Lackeigenschaften messen und steuern, Hrsg. von Ulrich Zorll, Hannover: Vincentz, 2016, Seite 59
- [12] G.Meichsner, T.G.Mezger, J.Schröder, Lackeigenschaften messen und steuern, Hrsg. von Ulrich Zorll, Hannover: Vincentz, 2016, Seite 131
- [13] G.Meichsner, T.G.Mezger, J.Schröder, Lackeigenschaften messen und steuern, Hrsg. von Ulrich Zorll, Hannover: Vincentz, 2003, Seite 174
- [14] Arne Wittstock, Benetzungphänomene an Pulvern, Diplomarbeit, Universität Bremen 2006, s.29-30
- [15] DIN EN ISO 8780
- [16] T.Brock, M.Groteklaes, P.Mischke, B.Strehmel, Lehrbuch der Lacktechnologie, 2017, Seite 148
- [17] DIN EN ISO 787-24: Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe - Teil 24: Bestimmung der relativen Farbstärke von Buntpigmenten und des relativen Streuvermögens von Weißpigmenten; Photometrische Verfahren,(1995)

- [18] H.G.Völz, Industrielle Farbpüfung, John Wiley & Sons, 2008
- [19] DIN EN ISO 787-16: Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe, Bestimmung der relativen Farbstärke und der Farbe in Weißaufhellung von Buntpigmenten, Visuelles Angleichverfahren, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1995
- [20] DIN EN ISO 787-24: Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 24: Bestimmung der relativen Farbstärke von Buntpigmenten und des relativen Streuvermögens von Weißpigmenten; Photometrische Verfahren, (1995)
- [21] DIN 55986: Bestimmung der relativen Farbstärke und des Restfarbabstandes in Weißaufhellungen, 1981
- [22] DIN 55603: Bestimmung der relativen Farbstärke und des Restfarbabstandes von anorganischen Pigmenten in Weißaufhellungen nach dem Helligkeitsverfahren, Beuth Verlag, 2003
- [23] G.A.Klein, Industrial color physics, English ed., Springer, New York, 2010
- [24] DIN 55943: Farbmittel, Begriffe, 2001
- [25] L.Gall, Farbmetrik und Farbprezeptierung, in: J. Spille (Ed.), H. Kittel Lehrb. Lacke Beschichtungen, S. Hirzel Verlag, Stuttgart, Leipzig, 2003
- [26] Byk- Chemie GmbH, „Merkblatt Disperbyk-111“, Wesel, November 2012
- [27] Byk- Chemie GmbH, „Merkblatt Disperbyk-2013“, Wesel, Juni 2013
- [28] David R. Lide, CRC handbook of Chemistry and Physics, London, New York, Washington, 2000
- [29] Viskosimetrie; Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter, 1988

7 Anhang

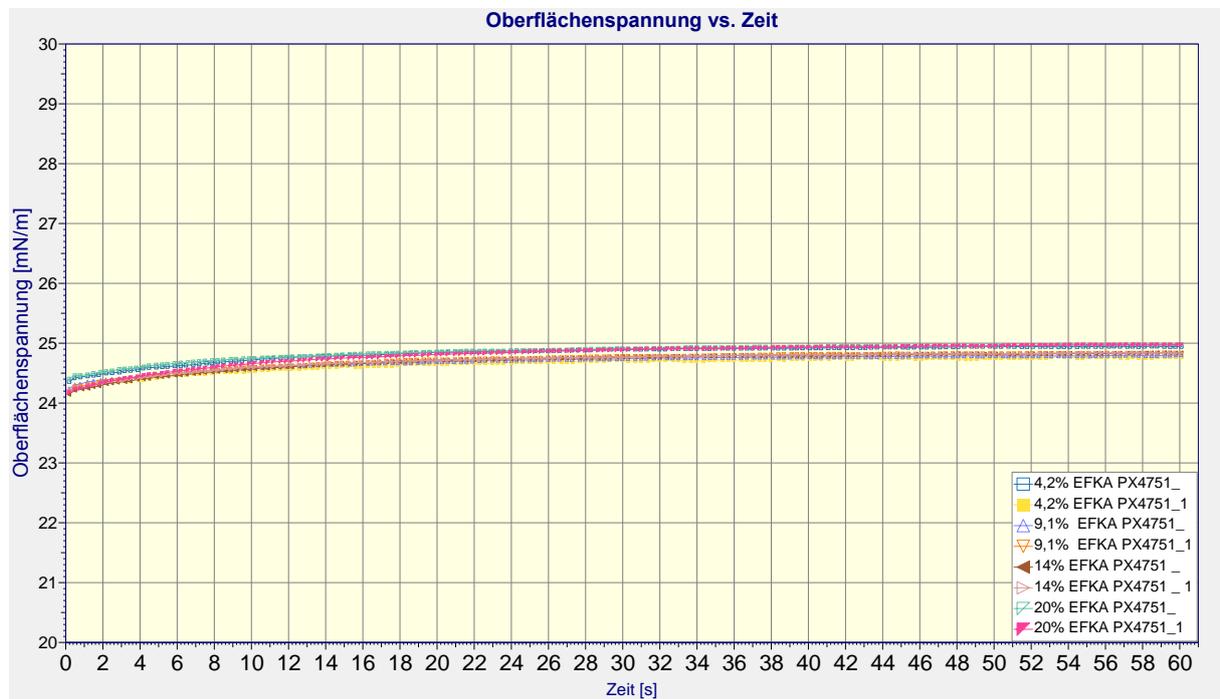


Abbildung 39: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PX4751 Proben

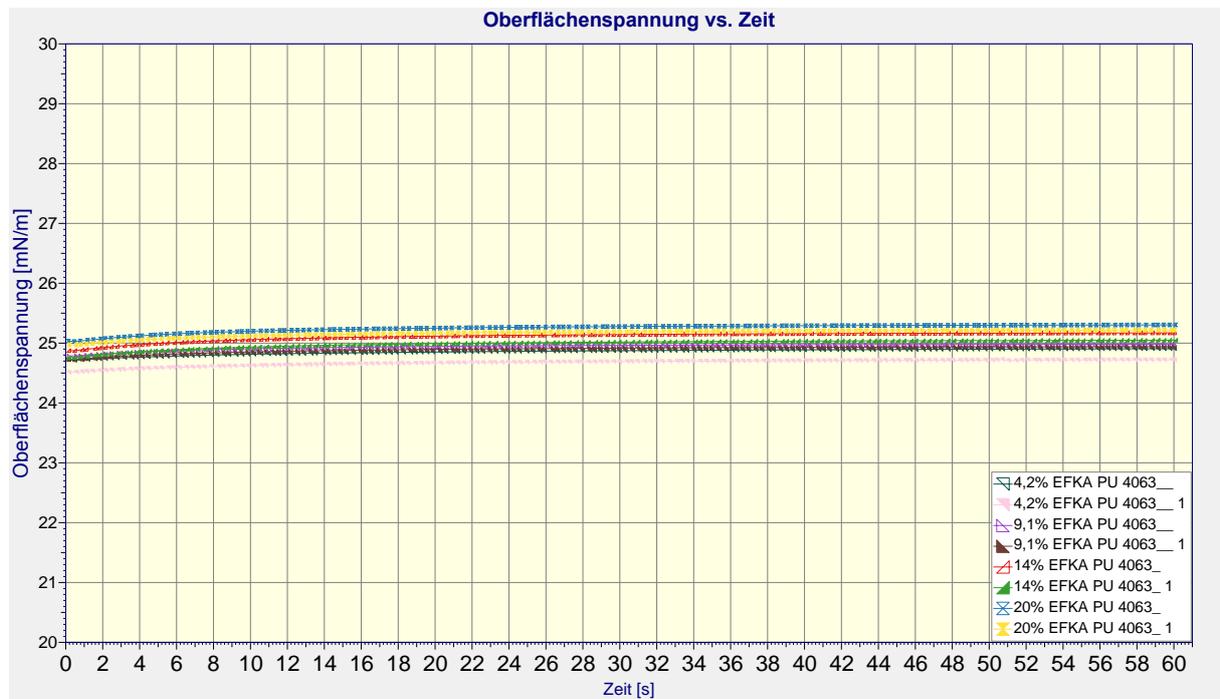


Abbildung 40: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PU4063 Proben

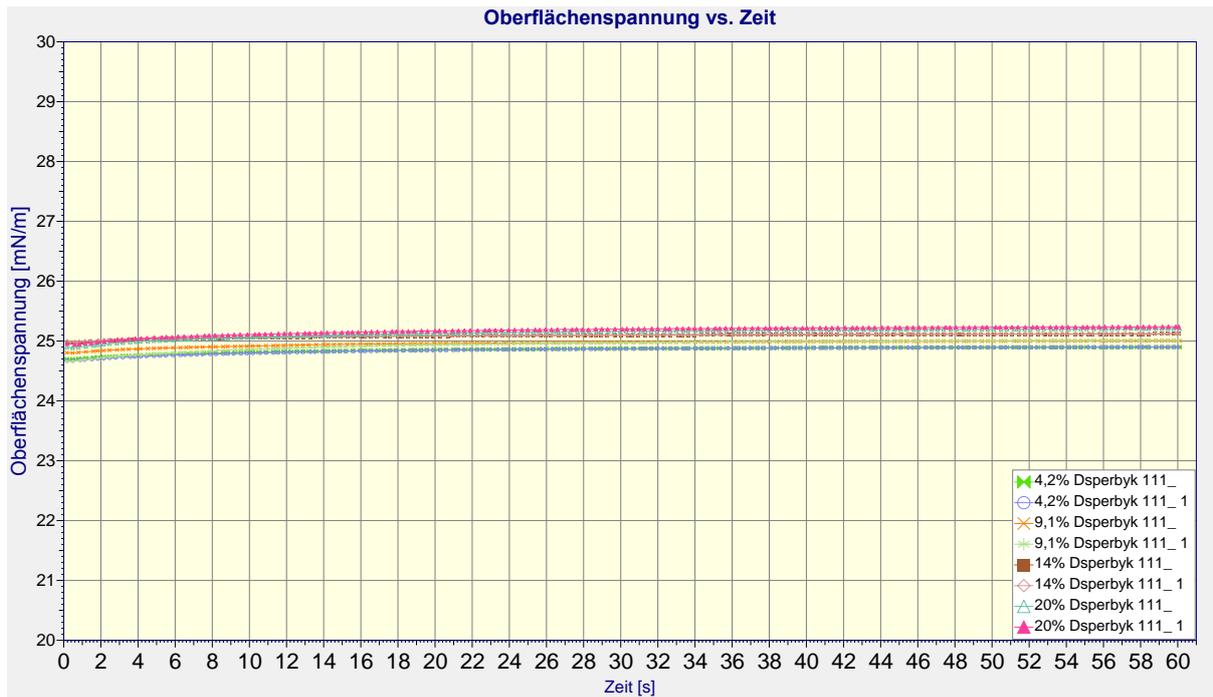


Abbildung 41: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk-111 Proben

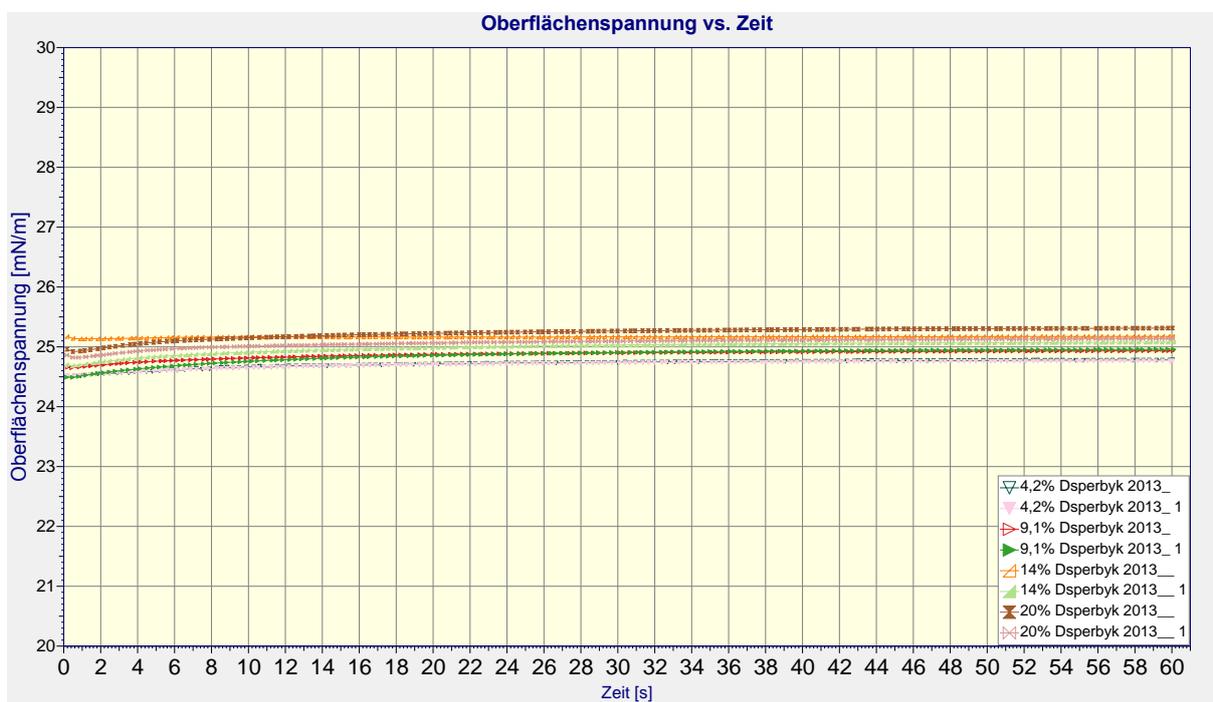


Abbildung 42: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk-2013 Proben

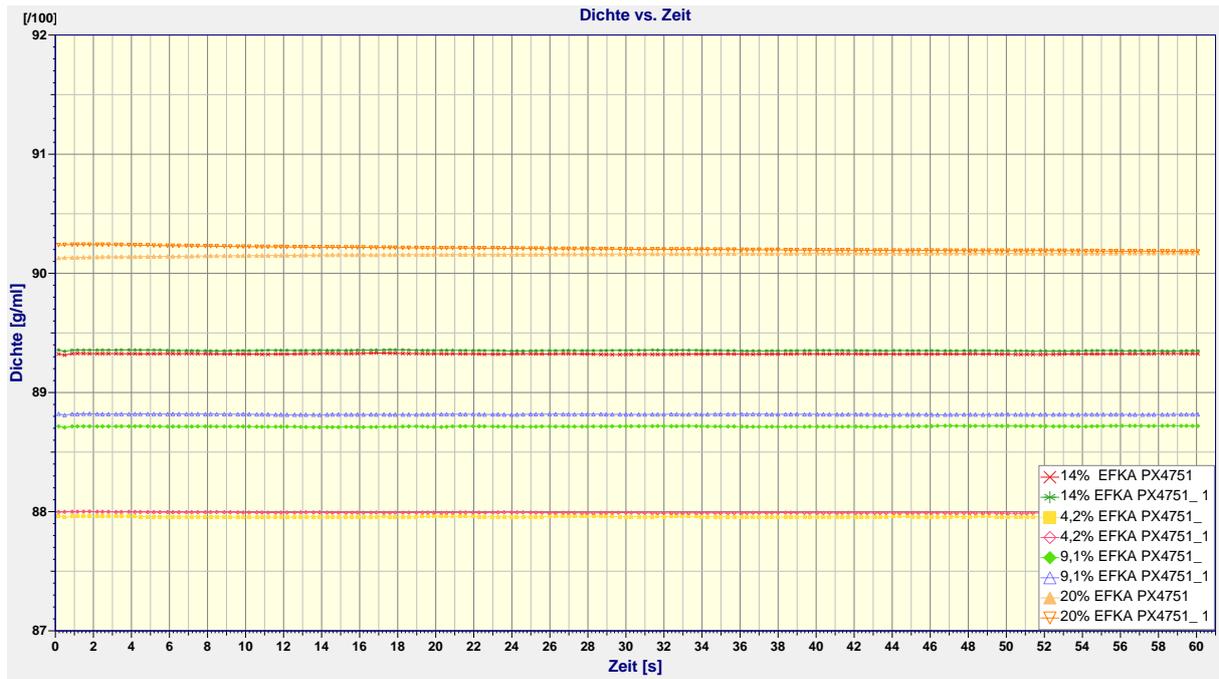


Abbildung 43: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PX4751 Proben

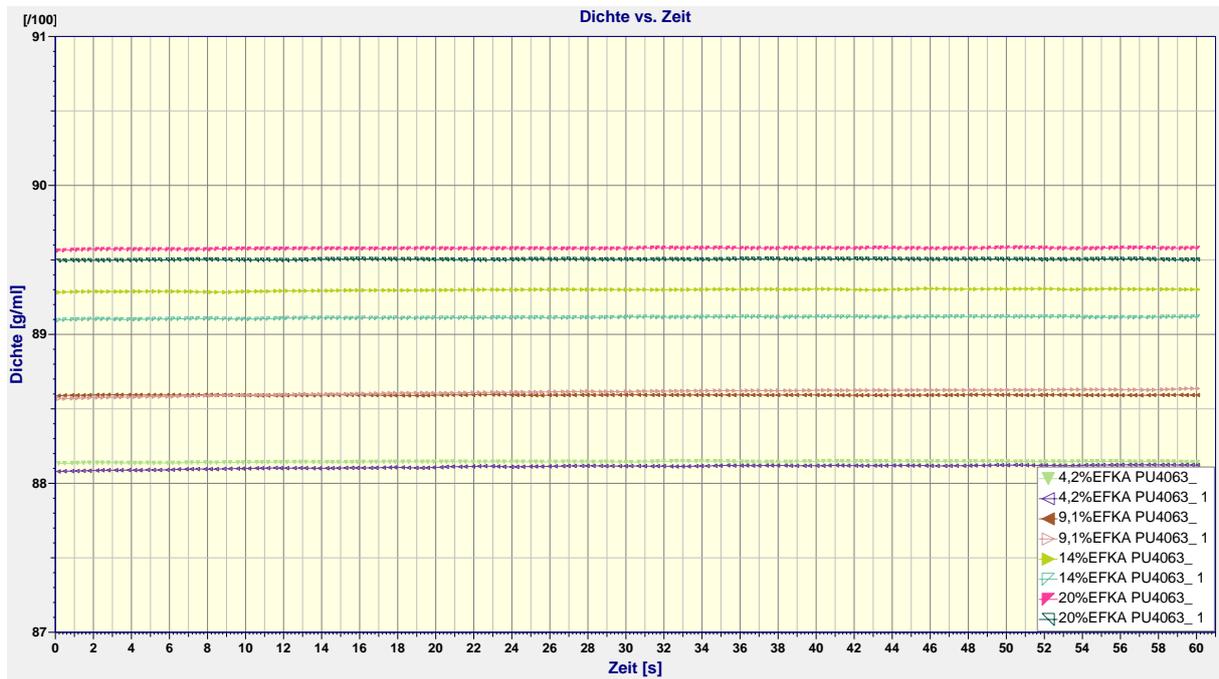


Abbildung 44: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PU4063 Proben

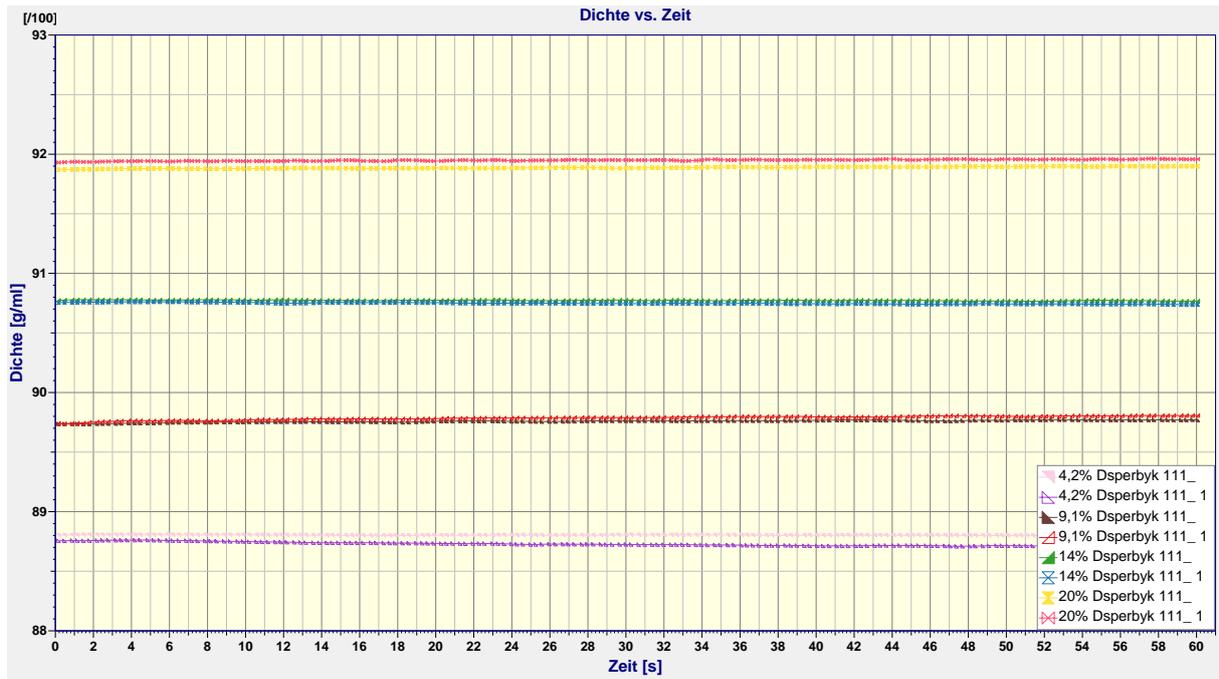


Abbildung 45: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk111 Proben

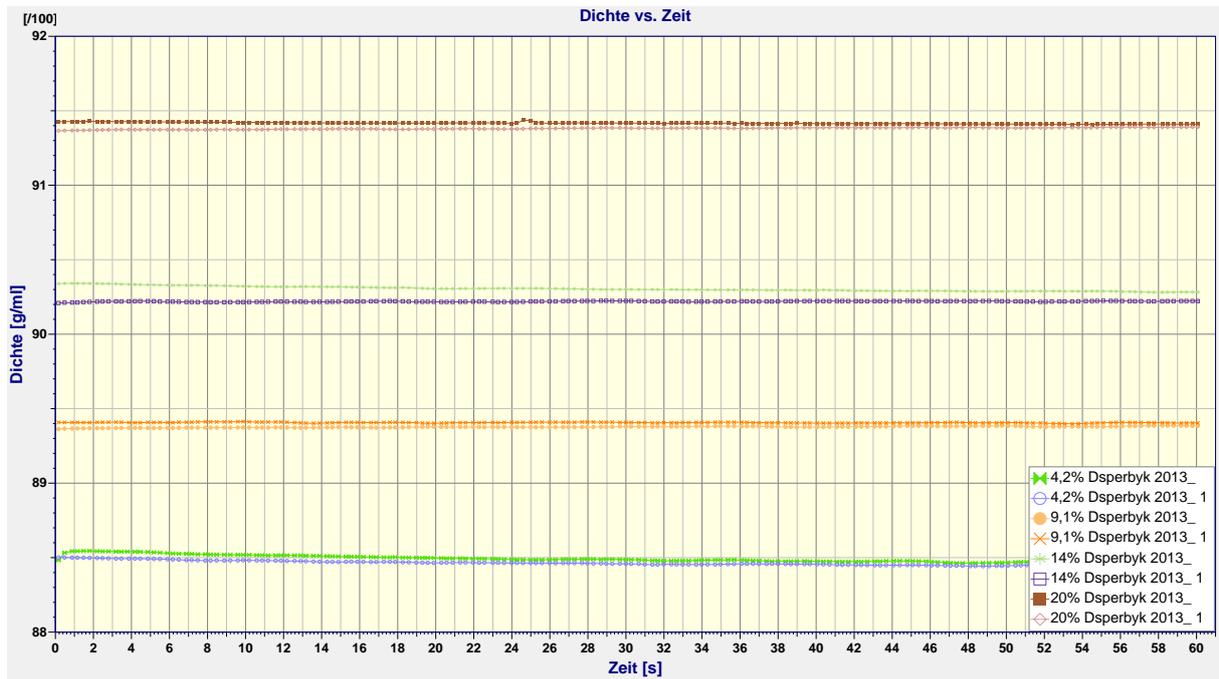


Abbildung 46: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk2013 Proben

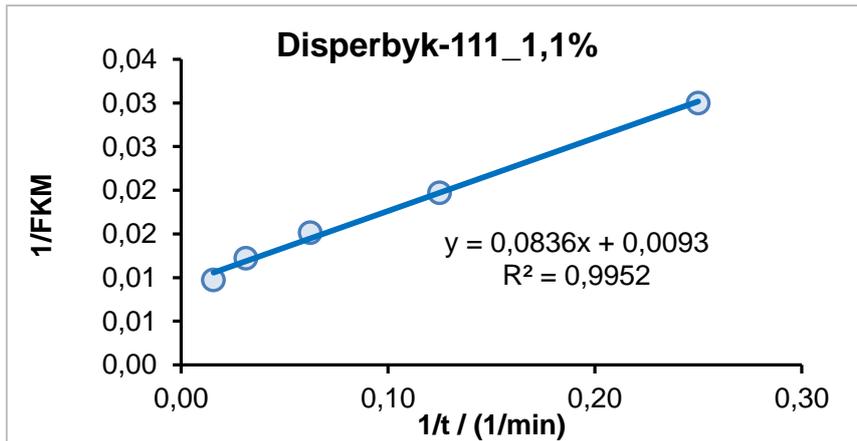


Abbildung 47: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (1,1%)

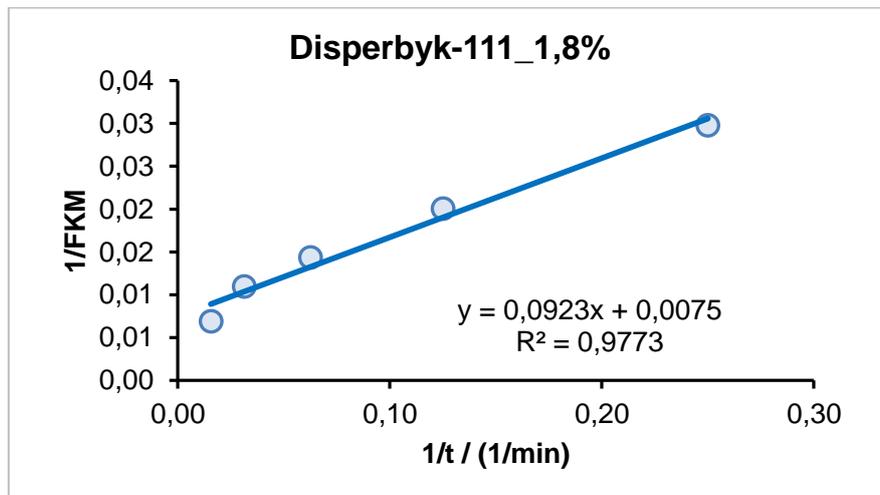


Abbildung 48: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (1,8%)

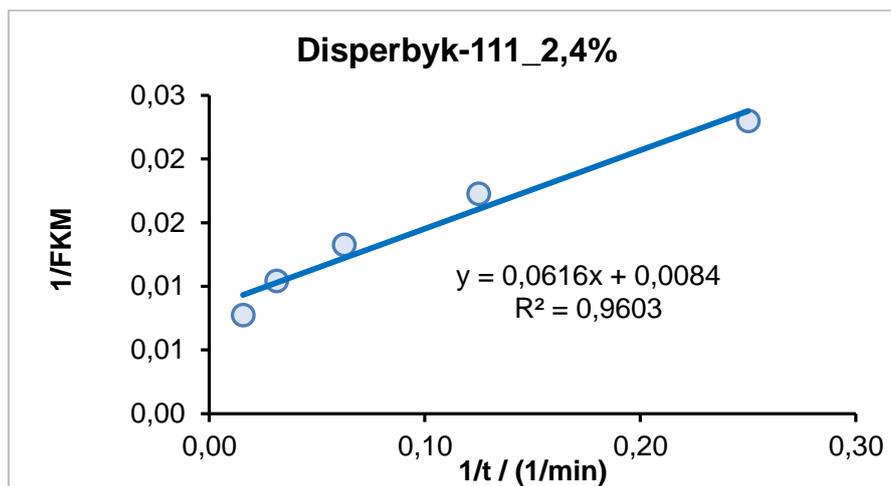


Abbildung 49: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (2,4%)

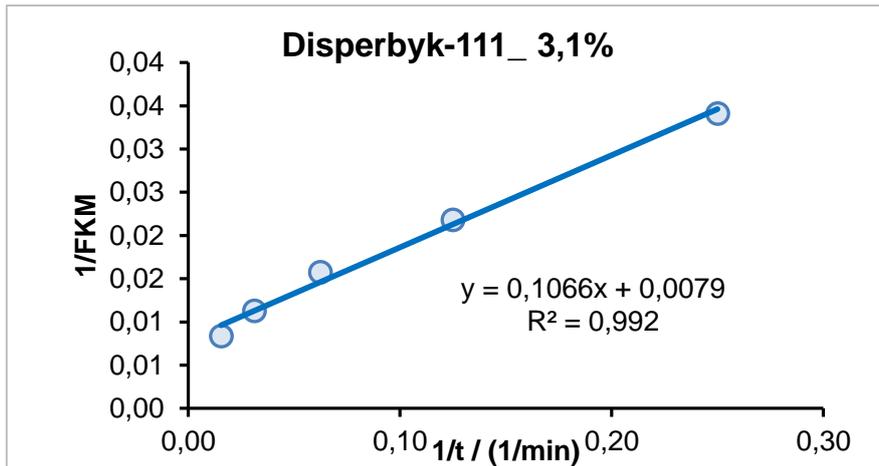


Abbildung 50: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (3,1%)

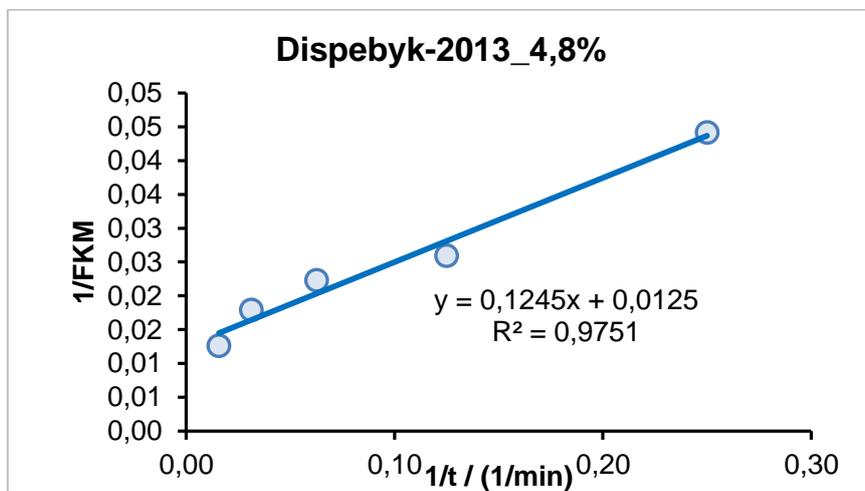


Abbildung 51: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (4,8%)

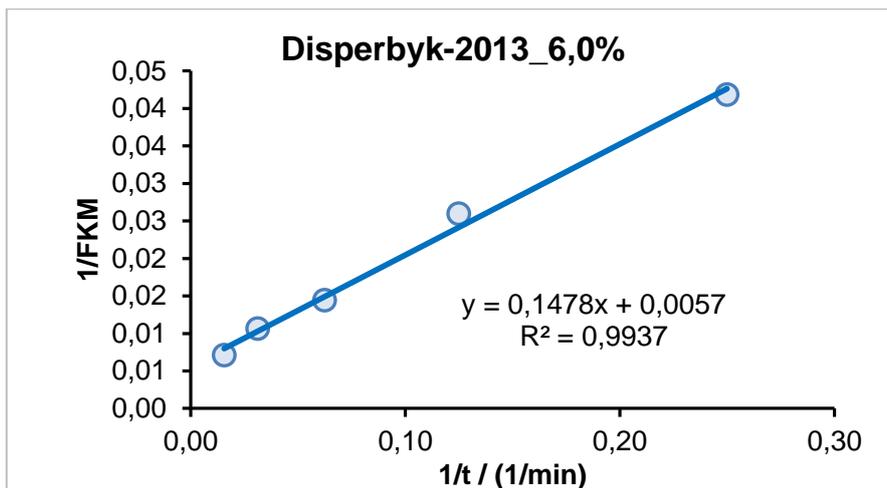


Abbildung 52: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (6,0%)

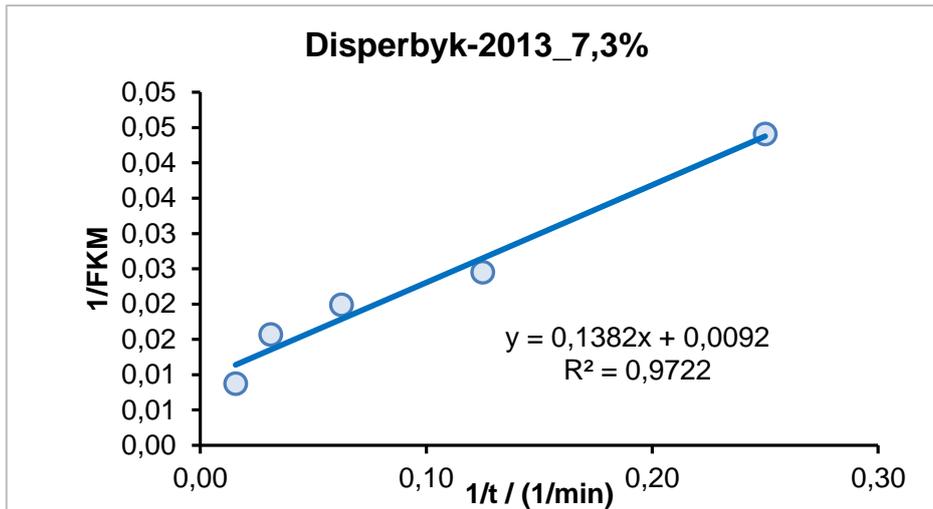


Abbildung 53: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (7,3%)

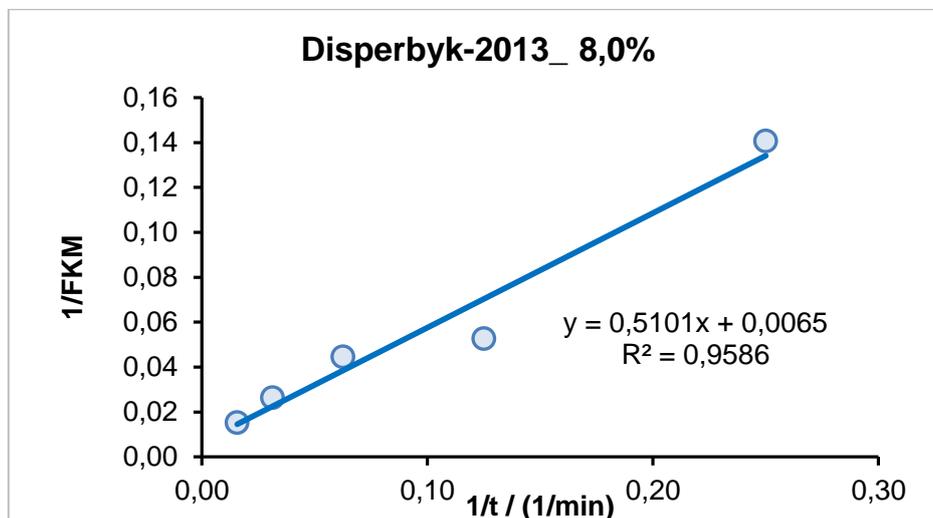


Abbildung 54: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (8,0%)

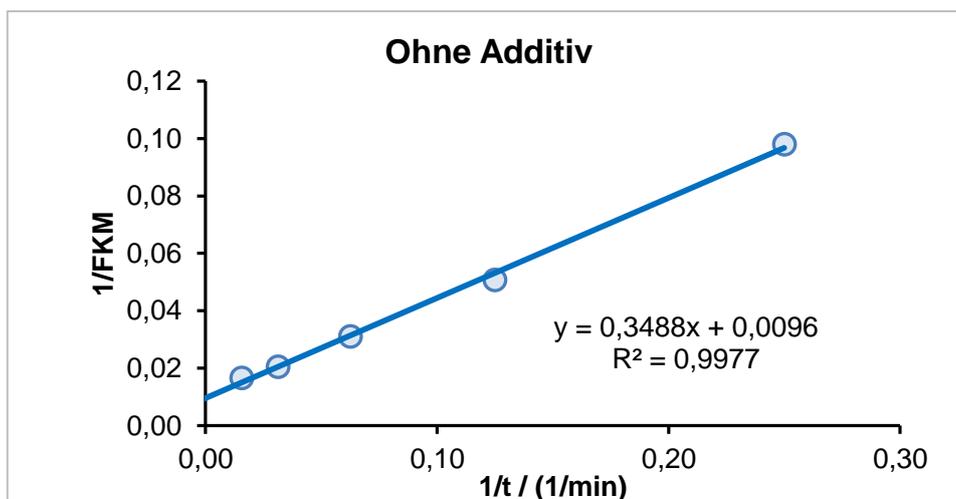


Abbildung 55: Farbstärkeentwicklung ohne Additiv

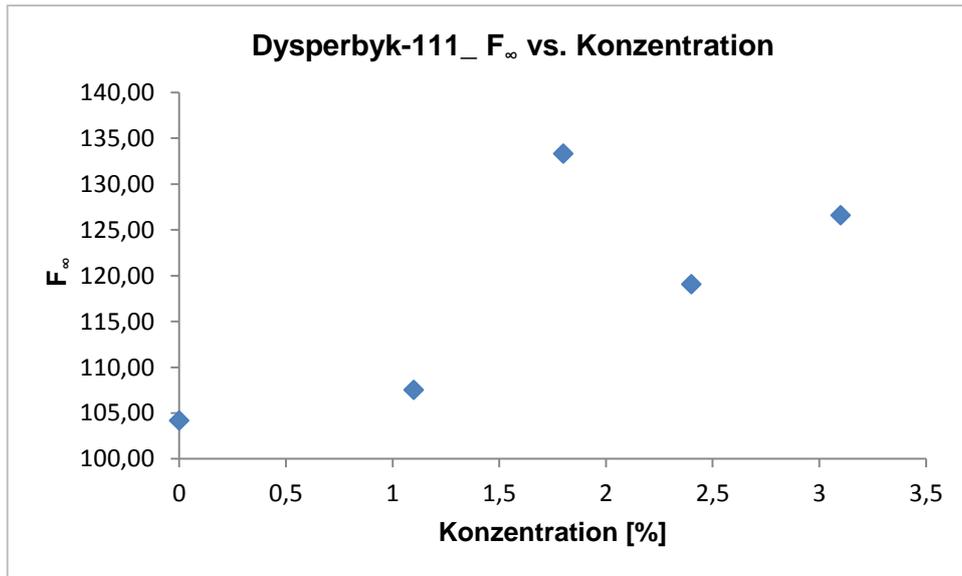


Abbildung 56: Abhängigkeit der Endfarbstärke von der Konzentration für das Additiv Disperbyk-111

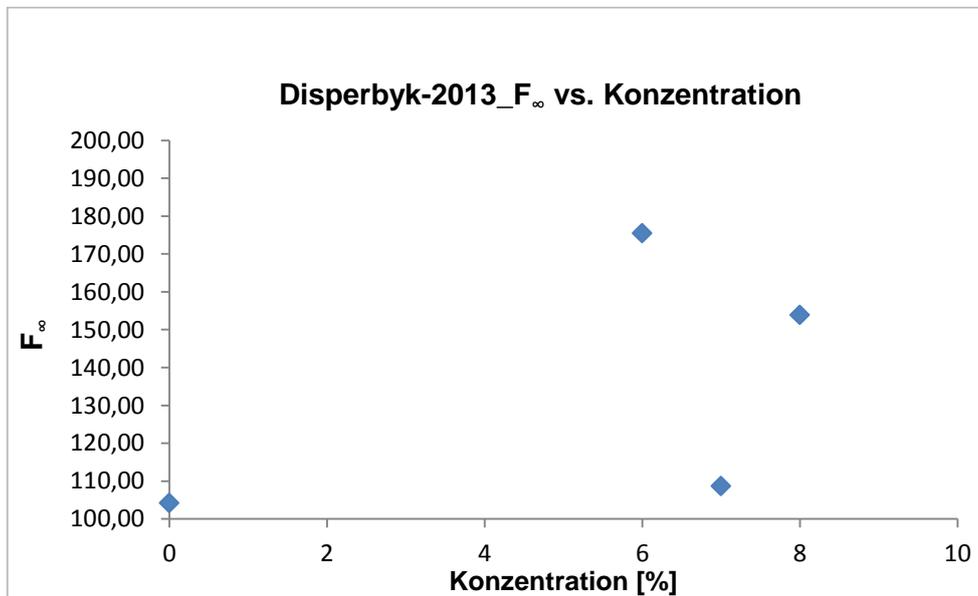


Abbildung 57: Abhängigkeit der Endfarbstärke von der Konzentration für das Additiv Disperbyk-2013

8 Abbildung und Tabellenverzeichnis

Abbildung 1: Pigmentagglomerat das zerteilt und in das Medium eingearbeitet werden muss [3].....	6
Abbildung 2: Stabilisierung mit Additiv [3].....	7
Abbildung 3: Schematische Darstellung eines liegenden Tropfes auf einer Festkörperoberfläche [5]....	8
Abbildung 4: Überlagerung der Wechselwirkungspotentiale zweier ideal spherischer Partikel [6].....	9
Abbildung 5: Stabilität elektrostatisch stabilisierter Kolloide: M_1 - primäres Minimum, M_2 - sekundäres Minimum, P - Primäres Maximum [7]	10
Abbildung 6 : Stabilisierung kolloidaler Teilchen: elektrostatische Stabilisierung und sterische Stabilisierung [3].....	12
Abbildung 7: Kombiniert Stabilisierungsmechanismus [3].....	14
Abbildung 8: Auftragung des Quadrates der Masse gegen die Zeit bei der Sorptionsmessung von Pigment A2R mit Butylacetat.....	18
Abbildung 9: Zweikanal-Theorie-Kubelka-Munk-Funktion [mit freundlicher Genehmigung von Prof. Meichsner HS Esslingen].....	22
Abbildung 10: Der Saunderson korrigierter Reflexionsfaktor R^* für alle Wellenlänge [mit freundlicher Genehmigung von Prof. Meichsner HS Esslingen].....	22
Abbildung 11: Schematische Darstellung des Messaufbaus.....	26
Abbildung 12: Krafttensiometer K100.....	27
Abbildung 13: Strukturformel von Kupferphthalocyanin P.B. 15:1.....	28
Abbildung 14: Prinzip der statischen Oberflächenspannungsmessung.....	30
Abbildung 15: Schematische Darstellung von Ubbelohde Viskosimeter	33
Abbildung 16: Bereich (I) der Sorptions-Messkurve.....	37
Abbildung 17: Bereich (II) der Sorptions-Messkurve	38
Abbildung 18: Bereich (III) der Sorptions-Messkurve	38
Abbildung 19: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R sorbierten n -Heptans gegen die Zeit	42
Abbildung 20: Mit der Labdesk- Software (Fa. KRÜSS) ermittelte Steigung des Messkurven	42
Abbildung 21: Mit der Labdesk-Software ermittelt Kapillaritätskonstante.....	43
Abbildung 22: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten n -Butylacetat gegen die Zeit.....	44
Abbildung 23: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung von A2R Pigment in n - Butylacetat.....	44
Abbildung 24: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten EFKA PX4751 als Funktion der Zeit.....	46
Abbildung 25: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n -Butylacetat mit EFKA PX4751	46
Abbildung 26: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten Additivs EFKA PU4063 als Funktion der Zeit.....	48
Abbildung 27: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n -Butylacetat mit EFKA PU4063	48
Abbildung 28: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten Additiv Disperbyk-111.....	50
Abbildung 29: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n -Butylacetat mit Disperbyk-111	50
Abbildung 30: Auftragung des Quadrates der Masse des in die Schüttung von A2R Pigment sorbierten Additiv Disperbyk-2013.....	52
Abbildung 31: Zeitabschnitt einer Vollbenetzung des A2R Pigments in n -Butylacetat mit Disperbyk-2013.....	52

Abbildung 32: Viskosität in Abhängigkeit der Konzentration.....	53
Abbildung 33: Schematische Erklärung einer Farbstärkeentwicklung	54
Abbildung 34: Verwendetes Messgerät i1der Fa. X-rite.....	60
Abbildung 35: Reflexionskurven des Weißlackes, der Dispergierstufen eines A2R Pigments mit 1,1% gen Disperbyk-111 Lösung im Wellenlängenbereich 400-700nm	60
Abbildung 36: Reflexionskurven des Weißlackes , der Dispergierstufen eines A2R Pigments mit 5% igen Disperbyk-2013 Lösung im Wellenlängenbereich 400-700nm	61
Abbildung 37:Kubelka-Munk-Funktionen der 1,1%igen Disperbyk-111 Lösung im Wellenlängenbereich 400-700nm	61
Abbildung 38: Kubelka-Munk-Funktionen der 5%igen Disperbyk-2013 Lösung im Wellenlängenbereiche 400-700nm.....	62
Abbildung 39: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PX4751 Proben	70
Abbildung 40: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PU4063 Proben	70
Abbildung 41: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk- 111 Proben.....	71
Abbildung 42: Verlauf der Oberflächenspannung als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk- 2013 Proben.....	71
Abbildung 43: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PX4751 Proben....	72
Abbildung 44: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen EFKA PU4063 Proben ...	72
Abbildung 45: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk111 Proben.....	73
Abbildung 46: Verlauf der Dichte als Funktion der Zeit für die gemessenen Disperbyk2013 Proben...	73
Abbildung 47:Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (1,1%).....	74
Abbildung 48: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (1,8%).....	74
Abbildung 49: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (2,4%).....	74
Abbildung 50: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-111 (3,1%).....	75
Abbildung 51: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (4,8%)	75
Abbildung 52: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (6,0%)	75
Abbildung 53: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (7,3%)	76
Abbildung 54: Farbstärkeentwicklung mit dem Additiv Disperbyk-2013 (8,0%)	76
Abbildung 55: Farbstärkeentwicklung ohne Additiv	76
Abbildung 56: Abhängigkeit der Endfarbstärke von der Konzentration für das Additiv Disperbyk-111.	77
Abbildung 57: Abhängigkeit der Endfarbstärke von der Konzentration für das Additiv Disperbyk-2013	77

Gleichung 1: Young'schen Gleichung	8
Gleichung 2: Beschreibung des Spreitungsprozesses.....	8
Gleichung 3: DLVO-Theorie	9
Gleichung 4: Hagen-Poiseuille Gleichung	16
Gleichung 5: Young-Laplace Gleichung [7*seite 131]	16
Gleichung 6: Steiggeschwindigkeit in einer Röhre.....	16
Gleichung 7: Washburn-Gleichung.....	16
Gleichung 8: Messe der eingedrungenen Flüssigkeit.....	16
Gleichung 9: Massezunahme mit der Zeit.....	16
Gleichung 10: Washburn-Gleichung.....	17
Gleichung 11: Kapillaritätskonstante bzw. c Faktor aus Washburn Gleichung.....	17
Gleichung 12: Bestimmung des Kontaktwinkels.....	18

Gleichung 13: Relative Farbstärke	21
Gleichung 14: Kubelka-Munk-Faktor FKM	21
Gleichung 15: Der Reflexionsfaktor R^*	22
Gleichung 16: Der Reflexionsfaktor R^* für Lacke.....	23
Gleichung 17: Kubelka-Munk-Faktor für eine Welle.....	23
Gleichung 18: Fundamentalgleichung der Farbrezeptberechnung mit Weißpigment.....	23
Gleichung 19: Die relative Farbstärke in Weißaufhellungen.....	24
Gleichung 20: Die relative Farbstärke des Prüfpigments P über alle Wellenlänge.....	24
Gleichung 21: Bestimmung der Oberflächenspannung.....	30
Gleichung 22: Bestimmung der Dichte.....	31
Gleichung 23: Hagen-Poiseuille-Gesetz.....	33
Gleichung 24: Druckdifferenz die Messflüssigkeit.....	33
Gleichung 25: Dynamische Viskosität nach Umstellung von Gl .26.....	34
Gleichung 26: dynamische Viskosität als Funktion vom Dichte und Zeit.....	34
Gleichung 27: Kinematische Viskosität als Funktion der Zeit.....	34
Gleichung 28: Kinematische Viskosität Bestimmung mit Hagenbach-Korrektur	34
Gleichung 29: Berechnung der Kapillarkonstante	41
Gleichung 30: Umgekehrte Kubelka-Munk-Summe als Funktion	63
Tabelle 1: Ergebnisse der Bestimmung der kinematischen Viskosität	34
Tabelle 2: Physikalische Eigenschaften von Lösungsmischungen, die für Sorptionsmessungen an Pigmentpulvern eingesetzt wurde * sind Werte aus Sicherheitsdatenblatt (siehe Anlagen)	35
Tabelle 3:Ergebnisse der Kontaktwinkel Messungen für die unterschiedlichen Zeitbereiche	39
Tabelle 4: Regressionsgeraden der Kapillaritätskonstanten.....	41
Tabelle 5: Statistische Auswertungen für die Kapillaritätskonstante.....	42
Tabelle 6: Die Messparameter für die Messungen mit n-Butylacetat, die Steigung und der berechnete Kontaktwinkel.....	43
Tabelle 7: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv EFKA PX4751	45
Tabelle 8: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv EFKA PU4063.....	47
Tabelle 9: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv Disperbyk-111.....	49
Tabelle 10: Die Eingabe-und Ergebnisparameter der Sorptionsmessungen mit dem Additiv Disperbyk-2013.....	51
Tabelle 11: Lösemittel Ansatz	54
Tabelle 12: Weißpaste Ansätze	55
Tabelle 13: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-2013, Probe 4a und 4b.....	57
Tabelle 14: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-2013, Probe 5a und 5b.....	58
Tabelle 15: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-111, Probe 6a und 6b.....	58
Tabelle 16: Berechnungstabelle von dem Additiv Disperbyk-111, Probe 7a und 7b.....	59
Tabelle 17:Farbstärkebestimmung.....	62
Bild 1: Das Ubbelohde Viskosimeter	32
Bild 2: Aufbau der Vordispersgierung und Propeller-Rührer.....	55
Bild 3: Weißpaste mit Glasperlen und Lochscheiben-Rührer	56
Bild 4: Prüfkarte mit Blindwertauftragung des Weißpastes-Ansatzes und Pigment-Ansatzes	57

9 Danksagung

Ich danke allen, die mich während meiner Studiumzeit durch tatkräftige Hilfe oder gute Ratschläge unterstützt haben und so einen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet haben. Besonders bedanken möchte ich mich bei:

- Herrn Professor Dr. Meichsner , für seine Unterstützung bei der Anfertigung dieser Arbeit durch wertvolle Anregungen und hilfreiche Gespräche sowie das Ermöglichen dieser Bachelorarbeit.
- Frau Dr. Christine Bilke-Krause für die Unterstützung für die kritische Durchsicht meines Manuskriptes.
- Herrn Priv. Doz. Dr. Hubert Rein, und seinen Kollegen aus der Pharmazeutische Universität Bonn für die Unterstützung von Geräte und Räume für die Viskositätsbestimmung sowie die sehr guten Arbeitsbedingungen.
- Mitarbeiter von HS Esslingen für das sehr angenehme Arbeitsklima, in dem die Zusammenarbeit viel Spaß gemacht hat.
- Florian Weser (Krüss GmbH) für die Förderung der meines Studium.

10 Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere hiermit, dass ich die Projektarbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Das bearbeitete Thema wurde nicht schon früher im Rahmen einer anderen Arbeit behandelt und/oder anderswo als Prüfungsarbeit eingereicht.

Hamburg, den 28.03.2018

M. Mikhailov