

# Abschlussbericht

über das von der Deutschen Bundesstiftung Umwelt geförderte  
Entwicklungsprojekt

„Entwicklung feinteiliger Celluloseprodukte als (Teil)-Ersatz von  
Pigmenten und Rheologieadditiven in Dispersionsfarben.“

## Dispersionsfarben

DBU-Aktenzeichen: 30669

von:



J. Rettenmaier + Söhne GmbH & Co. KG

Holzmühle

70494 Rosenberg

Autor: Dr. Hans-Georg Brendle

Der Bericht ist über die J. Rettenmaier & Söhne GmbH + Co. KG erhältlich.

**Projektkennblatt**  
der  
**Deutschen Bundesstiftung Umwelt**



Az	<b>30669</b>	Referat	<b>21/2</b>	Fördersumme	<b>89.000,00 €</b>
----	--------------	---------	-------------	-------------	--------------------

**Antragstitel** "Einsatz feinteiliger Celluloseprodukte als (Teil)-Ersatz von Pigmenten und Rheologieadditiven in Dispersionsfarben"

**Stichworte** Dispersionsfarben

Laufzeit	Projektbeginn	Projektende	Projektphase(n)
<b>18 Monate</b>	<b>13.12.2012</b>	<b>12.06.2014</b>	<b>I</b>

Zwischenberichte	Zwischenbericht I (13.12.2012 bis 15.07.2013) Zwischenbericht II (16.07.2013 bis 31.01.2014)
------------------	---

<b>Bewilligungsempfänger</b>	J. Rettenmaier & Söhne GmbH + Co. KG Holzmühle 1 73494 Rosenberg	Tel 07967 152-125 Fax 07967 152-500125 Projektleitung Dr. Hans-Georg Brendle Bearbeiter: Dr. Hans-Georg Brendle
------------------------------	--	--

**Kooperationspartner** ---

### Zielsetzung und Anlaß des Vorhabens

Ziel des Projekts ist die Entwicklung feinteiliger Celluloseprodukte für Dispersionsfarben, welche unterschiedliche Farbinhaltsstoffe ersetzen und deren Aufgaben übernehmen sollen:

- a) eine ultrafeine Cellulose (UFC), die als Titandioxid-Extender eingesetzt werden kann
- b) ein umweltfreundliches Cellulosegel, das als Ersatz von PU-Verdickern und Hydroxyethylcellulose zur Verbesserung der rheologischen Eigenschaften in Dispersionsfarben eingesetzt werden kann.

Titandioxid kommt als Weißpigment aufgrund seines hohen Brechungsindex und Weißgrads sowie seines geringen, positiven  $b^*$ -Werts in Farben zum Einsatz. Durch diese Eigenschaften wird eine hohe Nass- und Trockendeckkraft, welche eine der wichtigsten Kriterien für Farben sind, erreicht. Außerdem kann Titandioxid sehr fein vermahlen werden, somit kommt es zu keinen Oberflächenstörungen im trockenen Film.

Ein wesentlicher Nachteil des Pigments ist allerdings seine Herstellung, bei der es gravierende ökologische Nachteile gibt. Zudem war die Verfügbarkeit von Titandioxid in den vergangenen Jahren am Weltmarkt oft nicht ausreichend gegeben. Mit UFC soll nun ein Teilersatz von Titandioxid ermöglicht werden.

Ein anderes wichtiges Kriterium für Dispersionsfarben ist die Rheologie. Die Farbe muss einen guten Verlauf bei gleichzeitig minimierter Ablaufneigung besitzen. Sie sollte eine hohe Fließgrenze, eine optimale Thixotropie sowie eine ausreichend hohe Viskosität aufweisen. All dies ist wichtig, um die Bildung sogenannter Farbnasen zu verhindern, da diese zu Verlaufsstörungen und dadurch zu einer unebenen Oberfläche führen.

Auch andere Eigenschaften wie Deckvermögen und Verarbeitung dürfen nicht negativ beeinflusst werden. Durch den Einsatz von speziellen Rheologieadditiven erhält das Farbsystem die Eigenschaft, einerseits leicht auftragbar zu sein, andererseits aber beim Auftragen nicht zu verlaufen und außerdem eine geringe Spritzneigung aufzuweisen. Dazu sind typischerweise zwei unterschiedlich wirkende Verdicker notwendig, nämlich modifizierte Polyurethane sowie Hydroxyethylcellulose (HEC).

Der Nachteil beider Verdicker ist allerdings deren Herstellungsverfahren, in denen Lösemittel bzw. gesundheitsschädliche Chemikalien zum Einsatz kommen.

Polyurethanverdicker enthalten auch des öfteren Lösemittelanteile wie z.B. Glykole. Dies führt zu einer Erhöhung des VOC- (volatile organic compounds) Gehalts. Ziel der Lack- und Farbenindustrie ist es aber, den VOC-Gehalt deutlich zu minimieren. Das lösemittelfreie bzw. deutlich lösemittelärmere Cellulosegel ist somit eine umweltschonendere Variante und kann dadurch zur Minimierung des VOC-Gehalts beitragen. Die Herstellung eines Rheologieadditivs, das beide Arten von Rheologieadditiven ersetzen kann, ist eine große Her-

ausforderung. Im ersten Teil des Projekts sollen die angestrebten Celluloseprodukte anhand von definierten Parametern, im Labormaßstab bzw. bei externen Maschinenversuchen im Kleinmaßstab, entwickelt und geprüft werden. Wenn dieser Teil positiv abgeschlossen wird, sollen anwendungstechnische Versuche an ausgewählten Beispielrezepturen durchgeführt werden. Positive Ergebnisse bei Dispersionsfarben sollten in einem nachgeschalteten Schritt prinzipiell auch auf den Bereich der Lacke übertragbar sein.

## **Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden**

Die Projektarbeiten konzentrierten sich im Wesentlichen auf folgende Kernbereiche:

- Entwicklung eines leicht zu aktivierenden Cellulosegels
- Entwicklung einer ultrafeinen Cellulose als Titandioxidextender
- Prüfung in diversen Richtrezepturen
- Externe Untersuchungen

Die Inhalte und Ergebnisse der einzelnen Phasen sind im Projektabschlussbericht dargestellt.

## **Ergebnisse und Diskussion**

JRS ist es gelungen, für beide Teilziele geeignete Produkte zu entwickeln. Es konnten mehrere Cellulosegele entwickelt werden, welche in der Lage sind, bisherige Rheologieadditive anteilig oder vollständig zu ersetzen. Die neu entwickelten Produkte waren wie gewünscht leicht aktivierbar; bereits ein im Farbbereich üblicher Dissolver konnte eine vollständige Dispergierung erzielt werden. Um das Gel leicht aktivieren zu können, waren 30 % Abstandshalter nötig. Mit Ausnahme der thixotropen Eigenschaften lagen alle übrigen rheologischen Parameter im Zielbereich. Dabei haben die Abstandshalter CMC und Xanthan am Besten abgeschnitten. Das Produkt MCG-CMC besitzt den stärkeren Gel-Charakter und hat eine höhere Viskosität als die xanthanhaltige Type. Letztere ist dafür fließfähiger.

Zusätzlich konnte eine ultrafeine Cellulose als trockenes Pulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 8-10 µm hergestellt werden, welche einen Teilersatz von Titandioxid bis zu 30% unter Beibehaltung der Trocken- und Nassdeckkraft ermöglicht.

## **Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation**

Die Produkte werden auf Messen und in Seminaren ausführlich vorgestellt und durch das weltweite Vertriebsnetz der JRS am Markt platziert. Außerdem werden die neu entwickelten Produkte auch in anderen Anwendungsbereichen geprüft.

## **Fazit**

JRS ist es gelungen, für beide Teilziele geeignete Produkte zu entwickeln. Es konnten mehrere Cellulosegele entwickelt werden, welche in der Lage sind, bisherige Rheologieadditive anteilig oder vollständig zu ersetzen. Die neu entwickelten Produkte waren wie gewünscht leicht aktivierbar; bereits ein im Farbbereich üblicher Dissolver konnte eine vollständige Dispergierung erzielt werden.

Zusätzlich konnte eine ultrafeine Cellulose mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 8-10 µm hergestellt werden, welche einen Teilersatz von Titandioxid unter Beibehaltung der Trocken- und Nassdeckkraft ermöglicht.

---

## Inhaltsverzeichnis

1. Zusammenfassung.....	9
2. Einleitung.....	10
3. Hauptteil.....	15
3.1 Entwicklung eines leicht zu aktivierenden Cellulosegels .....	15
3.2 Entwicklung einer ultrafeinen Cellulose als Titandioxidextender.....	26
3.3 Prüfung in diversen Richtrezepturen .....	31
3.4 Externe Untersuchungen.....	40
4. Fazit .....	41
5. Ausblick.....	45
6. Literaturverzeichnis .....	46

---

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Preisspiegel Titandioxid 2007-2014.....	11
Abbildung 2 Einteilung verschiedener Carrageenane.....	17
Abbildung 3 Brookfield-Viskositätsmessungen nach 0 h und nach 24 h.....	20
Abbildung 4 Amplitudensweep- Oszillationsmessung .....	21
Abbildung 5 Thixotropie - Oszillationsmessung .....	22
Abbildung 6 Amplitudensweep .....	24
Abbildung 7 Thixotropie .....	25
Abbildung 8 Rühraufsatz Geometrie 1.....	27
Abbildung 9 Rühraufsatz Geometrie 2.....	27
Abbildung 10 Rühraufsatz Geometrie 3.....	27
Abbildung 11 Rühraufsatz Geometrie 4.....	27
Abbildung 12 Knetter mit Knethaken .....	28
Abbildung 13 Partikelgrößenverteilung.....	30
Abbildung 14 Amplitudensweep Richtrezeptur A 167.....	34
Abbildung 15 Thixotropie Richtrezeptur A 167 .....	35
Abbildung 16 Brookfieldviskosität 20 rpm, 25 °C Spindel 3 bzw. 4.....	36
Abbildung 17 Bewertung Nassdeckvermögen .....	37
Abbildung 18 Offene Zeit der einzelnen Versuchsansätze .....	39

---

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 Vergleich Weißemessung Titandioxid gegenüber reiner Cellulose .....	12
Tabelle 2 Vergleich CO <sub>2</sub> -Ausstoß .....	12
Tabelle 3 Zieldefinition der einzelnen Produkte .....	13
Tabelle 4 Übersicht Kenndaten Rheologiemessungen der unterschiedlichen Xanthantypen .....	16
Tabelle 5 Kenndaten CMC-Typen .....	18
Tabelle 6 Unterschiedliche Aktivierungsenergien .....	23
Tabelle 7 Konzentrationsreihe CMC .....	23
Tabelle 8 Konzentrationsreihe Xanthan .....	23
Tabelle 9 Aktivierung bei 2000 U/min .....	24
Tabelle 10 Kenndaten der Messung Amplitudensweep .....	24
Tabelle 11 Kenndaten Thixotropie .....	25
Tabelle 12 Knetzeit gegenüber Partikelgröße und Energieverbrauch .....	29
Tabelle 13 Bestimmung der Weiße .....	30
Tabelle 14 Übersicht Richtrezeptur A 167 mit Beschreibung der Funktionsweise der einzelnen Komponenten .....	32
Tabelle 15 Aufbau Versuchsreihe am Beispiel Richtrezeptur A 167 .....	33
Tabelle 16 Übersicht Kenndaten Amplitudensweep Richtrezeptur A 167 .....	35
Tabelle 17 Kenndaten Thixotropie Richtrezeptur A 167 .....	35
Tabelle 18 Ergebnisse Deckvermögen .....	36
Tabelle 19 Ergebnisse Verarbeitung und Spritzneigung .....	38
Tabelle 20 Übersicht Synäreseverhalten .....	39
Tabelle 21 Einteilung der Nassabriebbeständigkeit in Klassen .....	40
Tabelle 22 Einteilung des Glanz in Klassen .....	40
Tabelle 23 Zusammenfassung Ergebnisse Richtrezeptur A 167 .....	42
Tabelle 24 Vergleich CO <sub>2</sub> -Ausstoß Titandioxidherstellung und UFC-Herstellung .....	43

---

## Abkürzungsverzeichnis

MCC	mikrokristalline Cellulose
MCG	Gel aus kolloidaler mikrokristalliner Cellulose + Abstandshalter
HEC	Hydroxyethylcellulose
PU-Verdicker	Polyurethanverdicker
VOC	volatile organic compounds
T	Tonne
Jato	Jahrestonne
TiO <sub>2</sub>	Titandioxid
CO <sub>2</sub>	Kohlenstoffdioxid
TS	Trockenstoff



## 1. Zusammenfassung

Ziel des Projekts war die Entwicklung eines leicht zu aktivierenden Cellulosegels auf Basis kolloidaler mikrokristalliner Cellulose (MCC) mit geeignetem Rheologieprofil als Ersatz von herkömmlichen Rheologieadditiven wie z. B. HEC und PU-Verdickern für Dispersionsfarben, sowie die Entwicklung einer ultrafeinen Cellulose, mit einer Partikelgröße von max. 12 µm und einer Weiße von mindestens 85 %, als Titandioxidextender.

Zunächst wurden im Projekt Gele mit verschiedenen Abstandshaltern und unterschiedlichen Konzentrationsbereichen im Labormaßstab hergestellt und analysiert. Die benötigte Aktivierungsenergie, Fließgrenze und thixotrope Eigenschaften wurden analysiert und bewertet. Die Kombination aus MCC und CMC sowie insbesondere die Kombination MCC und Xanthan zeigten das gewünschte Rheologieprofil sowie eine leichte Aktivierbarkeit bei einer Drehzahl von nur 2500 U/min mit einem Propellerrührer.

Auch die Entwicklung einer ultrafeinen Cellulose (UFC) als Teilersatz von TiO<sub>2</sub> konnte mit Hilfe eines Nassverfahrens in einem speziellen Knetter erfolgreich umgesetzt werden.

Anschließend wurden die neu entwickelten Produkte in Richtformulierungen zunächst intern auf wichtige Parameter von Dispersionsfarben geprüft (Deckvermögen, Rheologie, Viskosität, Verarbeitbarkeit, offene Zeit). Die Ergebnisse zeigten, dass die Xanthan-basierte Variante den herkömmlichen Rheologieadditiven am nächsten kommt. Der PU-Verdicker konnte problemlos 1:1 ausgetauscht werden, bei HEC ergab sich ein deutlicher Viskositätsverlust; voraussichtlich ist hier aber ein Teilersatz möglich. Ebenso ergaben die Untersuchungen, dass ein Teilersatz von 28 % TiO<sub>2</sub> durch die neu entwickelte UFC möglich ist, ohne den weitaus wichtigsten Qualitätsparameter, das Deckvermögen, negativ zu beeinflussen.

Externe Praxisversuche bestätigten die positiven Ergebnisse der internen Laborversuche. Die umweltentlastende Wirkung der beiden Produkte konnte gezeigt werden. Die ökonomische Marktfähigkeit der Produkte ist aus heutiger Sicht zumindest teilweise gegeben.

## 2. Einleitung

Alleine in Deutschland werden rund 900.000 Tonnen Dispersionsfarben und Lacke jährlich produziert. Rund 70 % davon sind Dispersionsfarben. Um möglichst ökologische und gesundheitlich unbedenkliche Produkte herstellen zu können, ist es wichtig, dass auch die einzelnen Komponenten der Farbe unkritisch sind. Die neu entwickelten Produkte dürfen die Anforderungen an Dispersionsfarben wie Deckvermögen, offene Zeit, Abriebbeständigkeit und die Rheologie nicht negativ beeinflussen. In Farbsystemen werden Rheologieadditive zur Steuerung des Fließverhaltens eingesetzt. Oft handelt es sich dabei um PU-Verdicker und HEC. Andere Eigenschaften wie pseudoplastisches Fließverhalten und Thixotropie sind ebenfalls für ein Rheologieadditiv im Farbenmarkt von Bedeutung um den Verlauf und die Verarbeitung der Farbe steuern zu können. PU-Verdicker haben ökologisch gesehen einige Nachteile. Die Zahl dieser Verdicker, die Lösemittel und VOC enthalten, ist zwar mittlerweile gesunken, trotzdem sind sie noch auf dem Markt zu finden, da sie preisgünstiger sind. Aber auch die Herstellung lösemittel-/VOC-freier PU-Additive ist als kritisch anzusehen. Bei der Herstellung werden oft Glykolderivate eingesetzt, bei denen eine fortpflanzungsschädigende Wirkung bei Tieren nachgewiesen werden konnte. Ebenso wirken sie embryotoxisch und führen zu Missbildungen am Ungeborenen. Das gleiche gilt für die Produktion von HEC. Beim Herstellungsprozess wird Ethyloxid (Gas) eingesetzt, welches als giftig und krebserregend eingestuft ist. Problematisch ist dieses Gas auch, weil es erst in hohen Konzentrationen gerochen werden kann.

Als Weißpigment wird aufgrund seines hohen Brechungsindex  $\text{TiO}_2$  eingesetzt. Je nach Qualität der Farbe unterscheidet sich die Einsatzmenge. Bei hochwertigen Farben (Deckvermögen Klasse 1-2) beträgt die eingesetzte Menge in der Regel zwischen 15-20 %. Allerdings müssen zum Erreichen der Klasse 1 auch noch zusätzlich hochwertige Füllstoffe eingesetzt werden. Bei Farben der Klasse 3 werden nur noch ca. 5-12 %  $\text{TiO}_2$  zudosiert. Nimmt man an, dass im Schnitt ca. 15 %  $\text{TiO}_2$  eingesetzt werden, bedeutet dies einen Verbrauch von mindestens 94.500 t  $\text{TiO}_2$  p.a. alleine für Dispersionsfarben in Deutschland.

Negative ökologische Aspekte sind auch mit der  $\text{TiO}_2$ - Herstellung verbunden. Der Prozess ist sehr energieaufwändig und es fallen, je nach Verfahren, Nebenprodukte an, deren Aufbereitung oder Entsorgung als kritisch angesehen werden können. Bei der Herstellung über das Chloridverfahren entsteht ein Erz-/ Koksgemisch, sog. Kronocarb. Die Entsorgung dieses Gemisches ist problematisch durch die Entstehung von Nanopartikeln und der Rauchentwicklung bei der Verbrennung. Beim Sulfatverfahren fallen 6-8 t pro t  $\text{TiO}_2$  Dünnsäure an. Diese besteht im Wesentlichen aus 24 %-iger Schwefelsäure und ist unter anderem mit giftigen Metallen wie z. B.

Blei, Arsen, Chrom und Cadmium verunreinigt. Früher wurde die Dünnsäure im offenen Meer entsorgt („Dünnsäureverklappung“). 1990 wurde die Verklappung in der Nordsee gesetzlich verboten. Heutzutage kann die Dünnsäure zwar aufbereitet und zum Prozess zurückgeführt werden, allerdings ist dies sehr zeit- und energieaufwändig. Das Problem ist, dass viele Staaten der Weltgemeinschaft kein Verbot für die Dünnsäureverklappung besitzen, so dass jederzeit eine Verklappung über das Ausland möglich ist. Ökonomisch gesehen stellt auch die Verfügbarkeit von  $\text{TiO}_2$  ein Problem dar. Ein Engpass führt schnell zu erheblichem Preisanstieg.

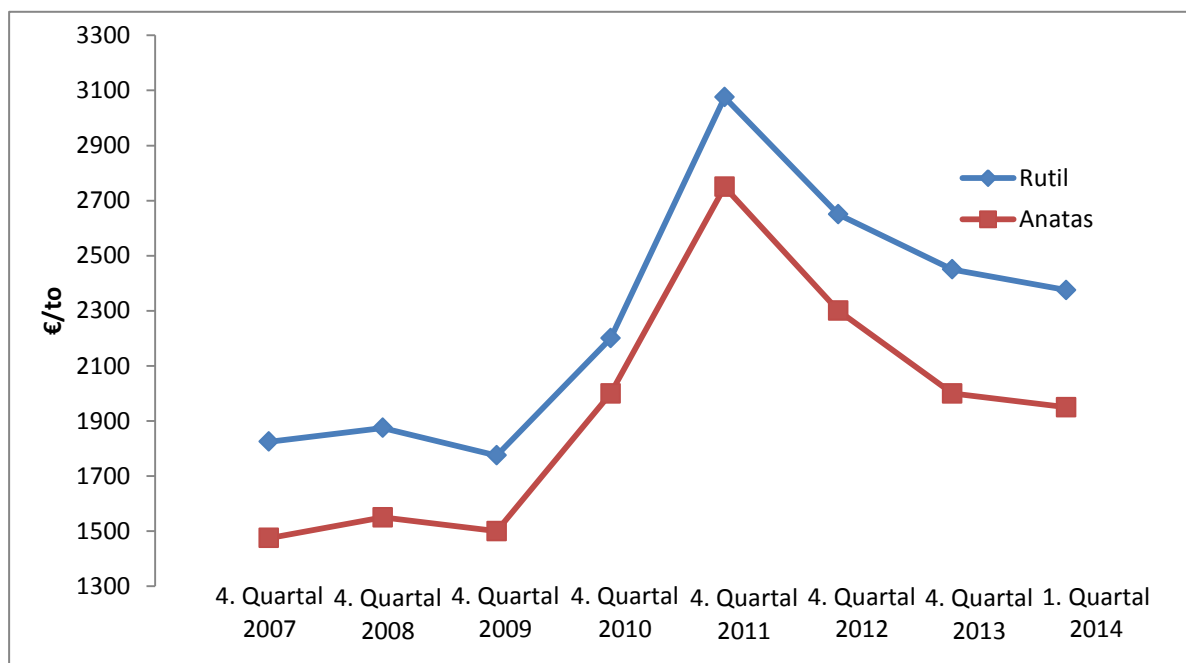


Abbildung 1 Preisspiegel Titandioxid 2007-2014

2011 erreichte der  $\text{TiO}_2$ -Preis Spitzenwerte mit einer Preissteigerung von fast 50 % gegenüber 2009. Daher bestand das Projektziel darin, neue, ökologische Produkte zu entwickeln, welche die genannten Produkte teilweise oder ganz ersetzen können.

Der Ersatz von JRS der Rheologie-Additive HEC bzw. PU-Verdicker sollte über neu zu entwickelnde Gele auf Basis chemisch unmodifizierter Cellulose erfolgen. Derartige MCG-Produkte wurden bei JRS bereits für den Lebensmittelbereich entwickelt und werden dort als Stabilisatoren und Verdicker eingesetzt. Es handelt sich dabei um Compounds aus wasserunlöslicher mikrokristalliner Cellulose mit einem wasserlöslichen Abstandshalter. Dazu muss die Cellulose in einem Nassverfahren in kolloidale Partikel zerkleinert und nach Compoundierung mit dem Abstandshalter schonend getrocknet werden. Die Gele liegen als Pulver vor und müssen beim Einsatz in das Endprodukt zunächst mit Wasser und hohen Scherkräften aktiviert werden, wobei ein stabiles MCG entsteht. In der

Lebensmittelindustrie stellt die Aktivierung in der Regel keine Probleme dar, da dort mit hohen Scherkräften gearbeitet wird (Rotor-Stator-Systeme, Homogenisatoren, usw.) Um MCG-Qualitäten eventuell auch in der Farbenindustrie vermarkten zu können, müssen diese allerdings leichter aktivierbar sein; typischerweise mit einem Dissolver (der im Farbenmarkt weit verbreitet ist) bei max. 2500 U/min.

Cellulosefasern werden bereits in Dispersionsfarben als Mattierungsmittel und Leichtfüllstoffe eingesetzt, allerdings nur in geringeren Mengen, da es sonst zu Oberflächenstörungen aufgrund der Partikelgröße kommt. Reine Cellulose besitzt schon einen hohen Weißegrad von etwa 90 %.

	Titandioxid	reine Cellulose
W	<b>98,0</b>	<b>88,0</b>
L*	<b>98,0</b>	<b>98,0</b>
a*	-0,4	-0,2
b*	1,0	3,0

Tabelle 1 Vergleich Weißmessung Titandioxid gegenüber reiner Cellulose

Daher bestand das 2. Projektziel darin, mittels einer ultrafeinen Cellulosefaser mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von etwa 10 µm einen (Teil-)Ersatz von Titandioxid zu entwickeln, ohne dass das Deckvermögen der Farbe negativ beeinflusst wird. Die Energiebilanz sollte deutlich günstiger sein als bei der TiO<sub>2</sub>-Herstellung. Gleichzeitig muss das Produkt eine trockene Darreichungsform haben und ohne Zuhilfenahme weitere Additive herstellbar sein.

Dieses Projektziel war insofern sehr ehrgeizig, als der für das Deckvermögen im Wesentlichen verantwortliche Parameter, der Brechungsindex, bei Titandioxid wesentlich höher liegt als bei Cellulose (Titandioxid Rutil  $n_{589} = 3,1$ , Cellulose  $n_{589} = 1,47$ ). Die in Vorversuchen gefundenen positiven Ansätze wurden von uns so interpretiert, dass Cellulose in der Lage ist, diesen Nachteil dadurch auszugleichen, indem sie mit ihrem dreidimensionalen Netzwerk hilft, das in der Rezeptur noch vorhandene Titandioxid besser zu suspendieren und zu verteilen.

	Titandioxid	UFC
CO <sub>2</sub> -Ausstoß/t bei der Herstellung	ca. 5,2 t	ca. 2 t (geschätzt)

Tabelle 2 Vergleich CO<sub>2</sub>-Ausstoß

Weltweit werden ca. 16,5 Mio. jato Innenwanddispersionsfarben, die im Schnitt ca. 15 % TiO<sub>2</sub> enthalten, hergestellt. Daraus ergibt sich ein Bedarf von 2,5 Mio. t TiO<sub>2</sub> alleine für diesen Farbenbereich. Wenn nur 3 % Titandioxid durch den Einsatz von 3 % UFC ersetzt werden könnten, hätte dies eine CO<sub>2</sub>-Reduzierung von 0,24 Mio. t weltweit zur Folge.

Zusammenfassend wurden diese Ziele für die neu zu entwickelten Produkte definiert:

Gel auf Basis mikrokristalliner Cellulose	Ultrafeine Cellulose
vollständige Aktivierung bei max. 2500 U/min	Partikelgröße < 12 µm
Brookfieldviskosität ca. 5000 mPas bei einer Feststoffkonzentration von 3 %	Feuchte < 15 µm
hohe Fließgrenze mind. 10 Pa	UFC sollte mind. 3 % TiO <sub>2</sub> ersetzen können, ohne das Deckvermögen negativ zu beeinflussen
thixotrope Eigenschaften d.h. Wiederaufbau innerhalb 10 sec um mind. 50 %	Weißer > 85 %, Farbwert b*:max. +4
ökologische Vorteile gegenüber HEC und PU-Verdickern	ökologische Vorteile gegenüber Titandioxid
keine negativen Auswirkungen auf das Farbsystem (technische Werte dürfen sich nicht verschlechtern)	

Tabelle 3 Zieldefinition der einzelnen Produkte

Aus den beiden Zielsetzungen leiteten sich folgende Aufgabenstellungen ab:

Zur Entwicklung leicht zu aktivierender, hochstabiler MCG-Produkte sollten diverse in Frage kommende Abstandshalter dahingehend geprüft werden, dass die jeweiligen Compounds mit kolloidaler mikrokristalliner Cellulose als trockenes Pulver sowohl ausreichend leicht dispergierbar sind als auch geeignete rheologische Eigenschaften aufweisen, um konventionelle Farbenadditive ersetzen zu können.

Kolloidale mikrokristalline Cellulosepartikel sind an sich nicht sehr stabil, daher benötigen sie ein oder auch mehrere Schutzkolloide. Diese Schutzkolloide sollen eine leichte Aktivierung gewährleisten, die kolloidalen Partikel stabilisieren sowie speziell gegen Elektrolyte und andere Stoffe abschirmen. Idealerweise ergibt sich zusätzlich ein Synergismus zwischen der Cellulose und dem Schutzkolloid. Daher wurden im Vorfeld Abstandshalter näher geprüft, welche grundsätzlich diese Eigenschaften besitzen.

Zur Entwicklung eines cellulosebasierten Titandioxidersatzes sollten verschiedene Zerkleinerungsverfahren getestet und die daraus resultierende ultrafeine Cellulose auf ihre Partikelstruktur und ihre Farbeigenschaften untersucht werden.

---

Beide zu entwickelnden Additive sollten bei positivem Abschluss der genannten Untersuchungen in Richtrezepturen von Farben auf diverse Parameter geprüft werden (Rheologie, Deckkraft, Spritzneigung, Oberflächenstruktur, Kratzfestigkeit). Schließlich sollten in externen Anwendungstests weitere relevante Eigenschaften wie Scheuerbeständigkeit und Applizierbarkeit getestet werden.

## 3. Hauptteil

### 3.1 Entwicklung eines leicht zu aktivierenden Cellulosegels

Dieser Bereich beinhaltet die Entwicklung von leicht aktivierbaren MCG-Produkten (Dissolverscheibe mit max. 2500 U/min) als Ersatz für HEC bzw. PU-Verdicker, deren thixotrope Eigenschaften nachzustellen waren. Zunächst galt es, verschiedene Abstandshalter zu prüfen. Durch bereits vorhandene Erfahrungen konnte die Vorauswahl geeigneter Abstandhalter auf vier Grundkomponenten reduziert werden: Xanthan, Carboxymethylcellulose, Carrageen, und Guar.

Zunächst wurde eine Versuchsreihe mit unterschiedlichen Xanthanqualitäten durchgeführt. Verschiedene Anbieter sowie unterschiedliche Reinheiten (Lebensmittel-, Pharma-, technisch Qualität) und Qualitäten (unterschiedliche Partikelgröße, salztolerant, staubfrei) führten letztendlich zu 8 Versuchsreihen. Die für unsere Zwecke geeignete Xanthantype sollte hochviskos sein sowie eine hohe Fließgrenze und einen starken Gel-Charakter besitzen.

Zunächst wurden die Xanthane für sich bewertet. Es wurde hierfür eine 3 %-ige Lösung hergestellt und deren charakteristische Parameter analysiert. Hierzu gehören die Brookfield-Viskosität und rheologische Messungen wie Gelaufbau, Thixotropie und Amplitudensweep. Beim Amplitudensweep handelt es sich um eine Oszillationsmessung, welche deutlich aussagekräftiger ist als eine Rotationsmessung, bei der die Frequenz konstant gehalten wird. Der Gel-Charakter wird an der Höhe von  $G'$  im linearen Bereich bewertet. Die Fließgrenze ist der Schnittpunkt von Speicher- und Verlustmodul. Je größer die Fließgrenze, desto größer ist die innere Strukturstärke eines Gels. Das bedeutet, dass umso mehr Kraft benötigt wird, um ein Gel zum Fließen zu bringen. Außerdem erhält man aus der Messmethode auch noch den Verlustfaktor, welcher Aussagen über Synärese liefert und man kann sich die Viskosität berechnen lassen. Die Thixotropie beschreibt die zeitabhängige Fließeigenschaft einer nicht-newtonschen Substanz. Hierbei handelt es sich ebenfalls um eine Oszillationsmessung, bei der die innere Struktur einer Probe nach einer Ruhephase zerstört wird. Anschließend wird der Wiederaufbau der reversibel zerstörten Struktur gemessen. Anhand dieser Messmethode kann man die Verarbeitbarkeit einer Dispersionsfarbe bewerten. Die Ruhephase beschreibt quasi die Dispersionsfarbe vor der Anwendung. Wird die Farbe dann an die Wand gestrichen, so übt man eine Kraft auf das System aus, die Viskosität sinkt, da die innere Struktur zerstört wird. An der Wand muss sich das System, ohne Einwirkung einer äußeren Kraft, wieder reversibel aufbauen, damit die Farbe nicht von der Wand „läuft“. Ohne diesen Wiederaufbau würden sogenannte Farbnasen entstehen. Ein zu rascher Wiederaufbau ist aber auch nicht von Vorteil, da man sonst die Übergänge

von den Pinselstrichen erkennen kann. Daher ist es wichtig, das Farbsystem mit der richtigen Balance einzustellen, so dass es zu keinen Oberflächenstörungen führt.

Die wichtigsten gemessenen Kennwerte sind in nachfolgender Tabelle zusammengefasst und gegenübergestellt.

	Brookfield- viskosität 24 h [mPas]	Gelauf- baufaktor	Fließgrenze [Pa]	tan $\Delta$	G´ [Pa]	Wiederaufbau nach 10 sec [%]
Xanthan Type 1 Food, grob	7340	1,16	35,76	0,350	40,31	22
Xanthan Type 2 Food, fein	10 690	1,16	34,8	0,303	100,49	33
Xanthan Type 3 Food, salztolerant	10 600	1,09	30,85	0,271	81,73	29
Xanthan Type 4 Pharma, fein	16 800	1,17	53,51	0,212	212,4	43
Xanthan Type 5 Technisch, fein	10 700	1,17	37,76	0,260	107,31	36
Xanthan Type 6 Technisch, grob	6920	1,19	32,71	0,390	28,42	25
Xanthan Type 7 Technisch, fein salztolerant	9800	1,13	39,06	0,340	53,71	22
Xanthan Type 8 Technisch, fein, staubfrei	10 300	1,11	35,06	0,308	80,91	29

Tabelle 4 Übersicht Kenndaten Rheologiemessungen der unterschiedlichen Xanthantypen

Es lassen sich folgende Erkenntnisse ziehen:

- 1) Feinere Typen sind höher viskos als gröbere.
- 2) Es ist kein Unterschied zwischen technischen und Lebensmittelqualitäten erkennbar. Die höchste Viskosität besitzt Type 4.

Unter Berücksichtigung des Preis-Leistungsverhältnisses haben wir uns dann entschlossen, unsere ersten Versuche mit der Type 5 zu starten, da neben der Viskosität auch die Parameter Fließgrenze und Gel-Charakter G´ (= Speichermodul, beschreibt den elastischen Anteil einer Substanz) sehr gut sind.



Bei der nächsten Versuchsreihe wurde Carrageen untersucht. Hier ist die Auswahl wesentlich komplexer als bei Xanthan, da Carrageen zunächst ein Überbegriff einer Familie von wasserlöslichen sauren Polysacchariden aus Rotalgen ist. Es gibt 3 kommerziell vorkommende Carrageen-Typen:  $\kappa$ -Carrageen,  $\iota$ -Carrageen und  $\lambda$ -Carrageen. Nachfolgendes Schema soll eine Übersicht der unterschiedlichen Typen und ihre Eigenschaften erläutern.

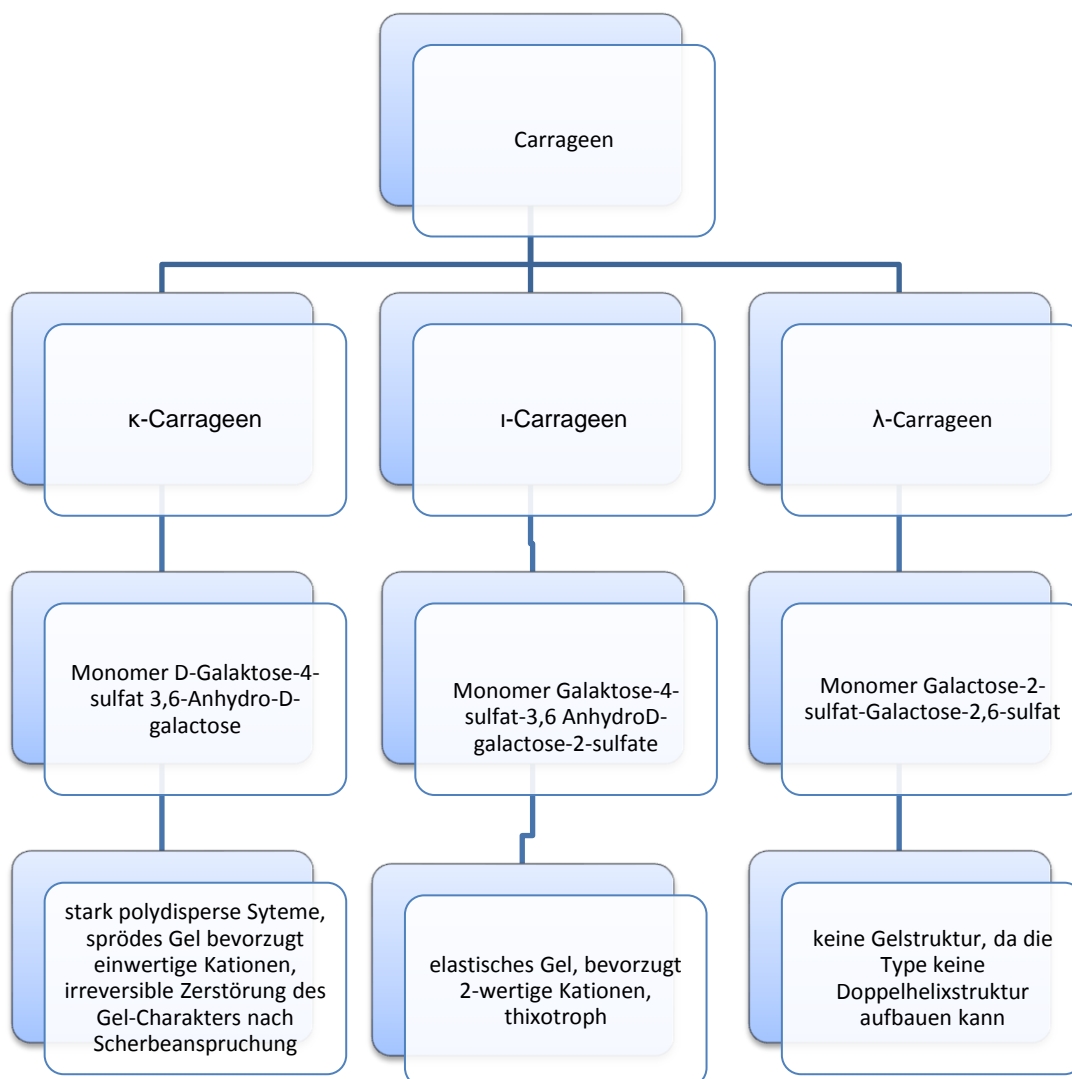


Abbildung 2 Einteilung verschiedener Carrageenane

Aufgrund der Thixotropie und der Elastizität des Gels fiel die Wahl auf ein  $\iota$ -Carrageen.

Als dritter Abstandshalter wurden unterschiedliche CMC-Typen getestet. Auch hier gibt es eine breite Produktpalette. Um herauszufinden, welche CMC sich für unsere Anwendung eignet, wurden diverse Versuchsreihen durchgeführt. Es wurde eine

Vorauswahl getroffen, bei der nur CMC-Typen mit einem Substitutionsgrad von ungefähr 0,7 weiter untersucht wurden, da dort die optimale Wasserlöslichkeit gegeben ist.

Auch bei den CMC-Typen sind unterschiedliche Partikelgrößen erhältlich. Außerdem unterscheiden sie sich auch hinsichtlich ihrer Molmasse und demzufolge besitzen sie unterschiedliche Viskositäten.

Bei der Verarbeitung der extrem hochviskosen Typen (10.000 mPas) kam es bei beiden Partikelverteilungen zu Problemen beim Compoundierprozess mit den kolloidalen Cellulosepartikeln; sie ließen sich nicht homogen vermengen. Vermutlich ist ein höherer Energieeintrag nötig.

	<b>Substitutions- Grad</b>	<b>Brookfieldviskosität nach 24 h [mPas]</b>	
Type 1	0,77	688	mittelviskos
Type 2	0,79	1320	mittelviskos (oberer Bereich)
Type 3	0,76	122	niederviskos
Type 4	0,75	92	niederviskos
Type 5	0,7	474	mittelviskos
Type 6	0,7	85	niederviskos
Type 7	0,7	3800	hochviskos
Type 8	0,7	2760	hochviskos
Type 9	0,7	262	mittelviskos (unterer Bereich)
Type 10	0,7	46	niederviskos

*Tabelle 5 Kenndaten CMC-Typen*

Auch in diesem Fall haben wir uns für die weiteren Untersuchungen für die Type mit der höchsten Viskosität entschieden.

Bei Guar bestimmt die Reinheit letztendlich die Höhe der Viskosität. Je mehr Schalenanteile bei der Vermahlung ins Endprodukt gelangen, desto mehr wird das wirkende Galactomannan verdünnt und desto niedriger ist die Viskosität. Für unsere Versuche verwendeten wir ein Guar mit der höchsten am Markt angebotenen Viskositätsspezifikation > 5000 mPas.

Nach der Vorauswahl der Abstandshalter wurden Labormuster hergestellt. Aufgrund unserer bisherigen Erfahrungen mit derartigen Systemen konnten wir davon ausgehen, dass sich dafür der Einsatz eines Laborkneters eignet. Es wurde Filterkuchen aus mikrokristalliner Cellulose (MCC) mit einer Feuchte von etwa 56 % in den Knetter gegeben. Nach dem Kneten wurde die nunmehr kolloidal vorliegende, mikrokristalline Cellulose zunächst mit den verschiedenen Abstandshaltern gecoatet. Aufgrund von Vorversuchen wurde für diesen Schritt eine Abstandshaltermenge von 6 % festgelegt. Die nötige Knetzeit hängt vom Abstandshalter ab. Dieser kann als Pulver oder vorgelöst in Wasser zugegeben werden. Im Rahmen der Versuche hat sich gezeigt, dass die Compoundierung abgeschlossen war, wenn der Knetter ein feines, homogenes Granulat erzeugt hatte.

Um die hohe stabilisierende Wirkung der Mikrokristalle erhalten zu können, muss das geknetete Material rückverdünnt werden. Die Rückverdünnung auf mind. <10 % Feststoff ist für den dreidimensionalen Netzwerkaufbau der MCC-Kristalle und die optimale Verteilung des Abstandshalters nötig. Die Rückverdünnung haben wir im Waring Blender (Mixer mit hohen Scherraten) durchgeführt. Anschließend wird das rückverdünnte Material auf eine Plexiglasplatte dünn ausgestrichen und 10 h bei 70 °C getrocknet, vermahlen und auf 250 µm abgesiebt. Der schonende Trocknungsprozess bei 70 °C ist notwendig, um die für Cellulose typischen „Verhornungen“ (verursacht durch die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen) zu verhindern. Nur so ist eine spätere leichte und vollständige Aktivierung der Mikrokristalle möglich. Dies ist auch die Grundlage für die vollständige Freisetzung der vorhandenen Effektivität des Systems.

Aus den getrockneten Platten wird letztendlich schonend über eine Labormühle mit geringer Drehzahl ein feines Pulver mit großer Oberfläche hergestellt. Die große Oberfläche soll den schnellen Zugang des Wassers garantieren, was wiederum die schnelle Aktivierung bei relativ geringen Scherkräften begünstigt.

Die pulverförmigen Produkte wurden nun bezüglich Viskosität, Rheologie und benötigte Aktivierungsenergie geprüft. Die Viskosität wurde mit einem Brookfield-Viskosimeter analysiert. Hierfür wurde Wasser vorgelegt und das Pulver 3 % bei ca. 50 V zugegeben. Anschließend wurde für 2 min bei 150 V aktiviert. Die Aktivierung ist nötig, um die enthaltenen kolloidalen Anteile freizusetzen. Danach wurde umgehend die Viskosität bei 25 °C, 20 rpm, Spindel 4 bestimmt. Die Messung wurde nach 24 h wiederholt. Die Wiederholungsmessung wird durchgeführt, um zu

überprüfen, ob das sich gebildete Gel auch stabil bleibt und ob es noch stark nachverdickt. Nachfolgendes Diagramm zeigt die Ergebnisse der Viskosität nach 0 h und nach 24 h.

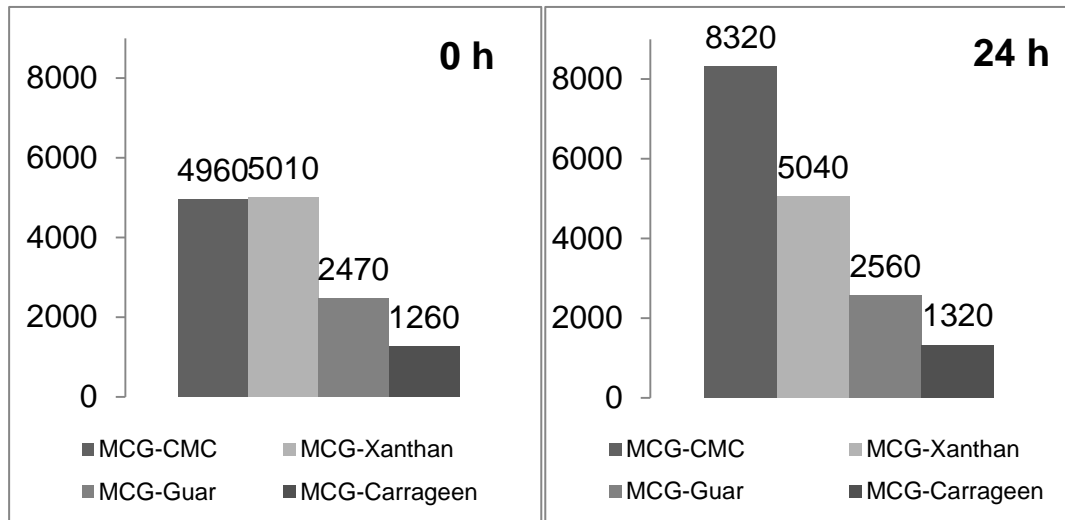


Abbildung 3 Brookfield-Viskositätsmessungen nach 0 h und nach 24 h

Die MCG-Guar- und MCG-Carrageen-Variante erbringen eine für Farben zu niedrige Viskosität, da diese bei niederen Konzentrationen sinkt und übliche Einsatzmengen von Verdickern in Farbsystemen in der Regel nur bei 0,3-0,8 % liegen. Eine in Dispersionsfarben eingesetzte HEC liefert Viskositätswerte bei 3 % Feststoffkonzentration um die 10.000 mPas.

Die unterschiedlichen MCG-Varianten wurden danach mit dem Rheometer auf Thixotropie, Fließgrenze und Gel-Charakter untersucht. Im Vergleich wurde eine bei Dispersionsfarben herkömmliche HEC und ein oft verwendeter PU-Verdicker mitgeprüft, um die hergestellten Proben besser bewerten zu können. Bei dem PU-Verdicker handelte es sich um eine Emulsion mit einem Feststoffgehalt von 25 %. Die HEC wurde ebenfalls 3 % im Alkalischen angesetzt. Ein alkalisches Medium ist wichtig, damit die HEC unmittelbar und gleichmäßig verdickt. Um die Fließgrenze und den Gel-Charakter bestimmen zu können, wurde ein Amplitudensweep als Messmethode ausgewählt.

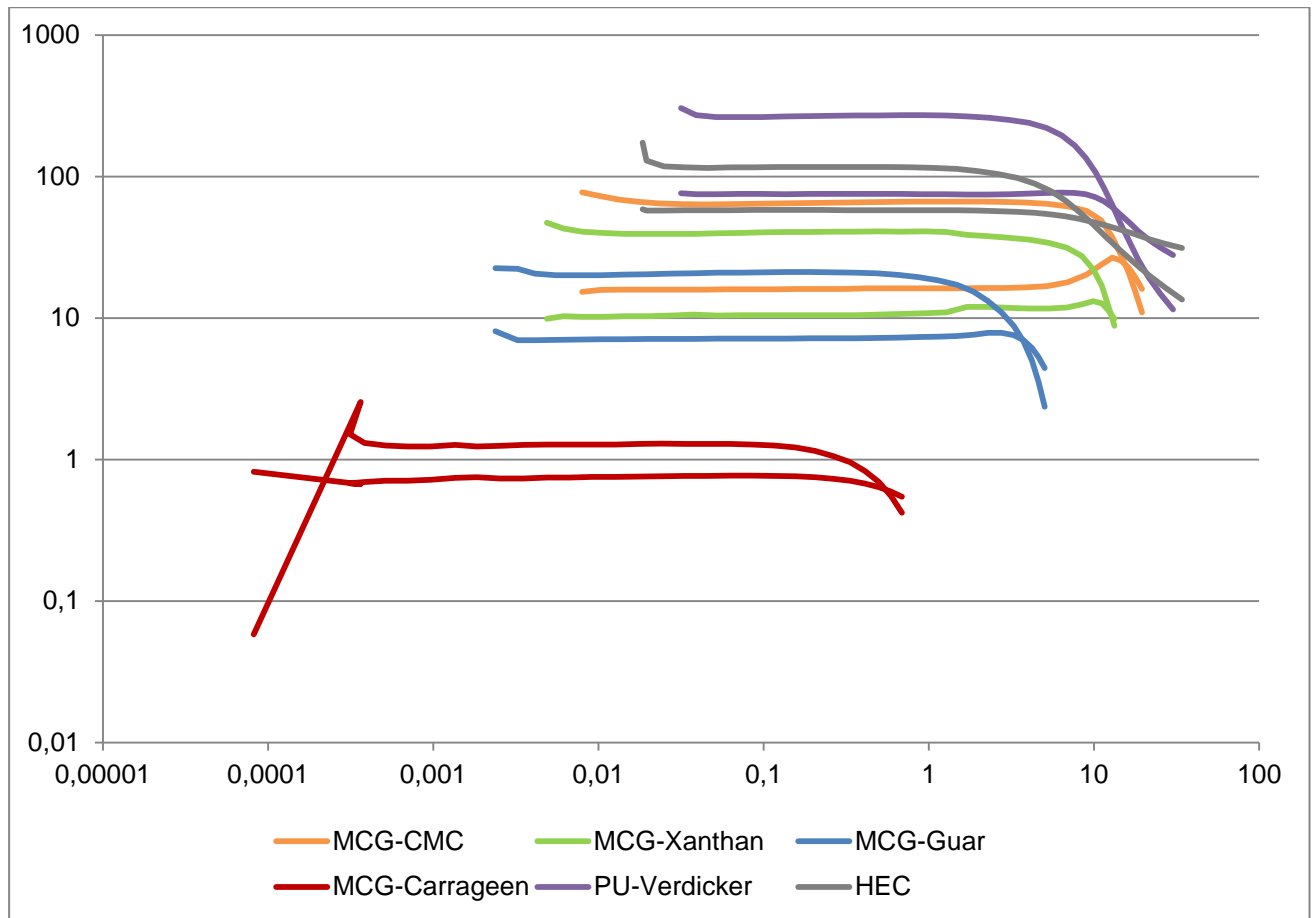


Abbildung 4 Amplitudensweep- Oszillationsmessung

Die MCG-Guar- und MCG-Carrageen-Variante besitzen die geringste Fließgrenze und den geringsten Gel-Charakter, sowie die niedrigste Viskosität. Nach dem Amplitudensweep wurde die Thixotropie bestimmt.

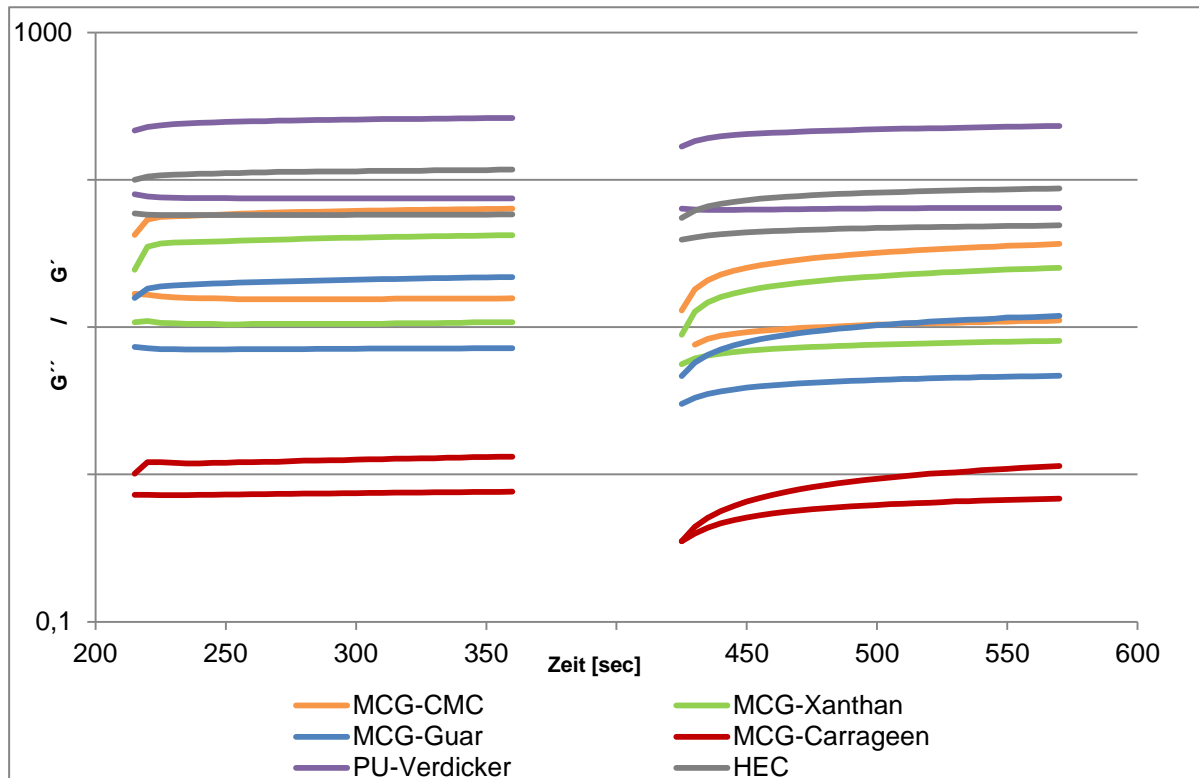


Abbildung 5 Thixotropie - Oszillationsmessung

Aus den Rheologiekurven und den Daten ist erkenntlich, dass sich die MCG-Carrageen- und die MCG-Guar-Variante nicht eignen. Die Viskosität und die Fließkurve sind zu niedrig. Auch eine Erhöhung der Abstandshaltermenge erbrachte bei diesen Kombinationen keine ausreichende Verbesserung. Diese beiden Varianten wurden daher vorerst nicht weiter untersucht. Leider konnte das Ziel des Wiederaufbaus nach 10 sec auf 50 % bei keiner der Varianten erzielt werden. Dieses Teilziel hatte aber nicht Priorität 1. Höchste Priorität hatte die leichte Aktivierung. Deswegen wurde dieses wichtige Kriterium überprüft.

Um zu klären, wieviel Aktivierungsenergie benötigt wird, um die kolloidalen Anteile freizusetzen, wurden die hergestellten Typen mit dem Waring Blender einmal bei 50 V und einmal bei 150 V aktiviert. Ist eine Differenz zwischen der Viskosität unterschiedlichen Aktivierungsenergien ersichtlich, so ist das Gel nicht leicht aktivierbar.

<b>% CMC</b>	<b>6 %</b>	<b>% Xanthan</b>	<b>6 %</b>
mPas 50 V, 0 h	3020	mPas 50 V, 0 h	3360
mPas 150 V, 0 h	4960	mPas 150 V, 0 h	5010

*Tabelle 6 Unterschiedliche Aktivierungsenergien*

Die Differenz zeigt deutlich, dass die Menge der jeweils eingesetzten Abstandhalter noch nicht für eine Aktivierung ausreicht. Deswegen wurden weitere Muster mit höheren Konzentrationen speziell mit den beiden erfolgversprechendsten Abstandshaltern Xanthan und CMC hergestellt. Der oben beschriebene Test wurde anschließend wiederholt.

<b>% CMC</b>	<b>6 %</b>	<b>10 %</b>	<b>14 %</b>	<b>18 %</b>	<b>22 %</b>	<b>26 %</b>	<b>30 %</b>
mPas 50 V, 0 h	3020	5020	5460	5970	6750	7130	7850
mPas 150 V, 0 h	4960	6230	6800	7020	7470	7590	7820

*Tabelle 7 Konzentrationsreihe CMC*

<b>% Xanthan</b>	<b>6 %</b>	<b>10 %</b>	<b>14 %</b>	<b>18 %</b>	<b>22 %</b>	<b>26 %</b>	<b>30 %</b>
mPas 50 V, 0 h	3360	-	-	5840	5980	6010	6190
mPas 150 V, 0 h	5010	-	-	6430	6350	6400	6250

*Tabelle 8 Konzentrationsreihe Xanthan*

Aus beiden Tabellen ist ersichtlich, dass man sowohl bei CMC als auch bei Xanthan etwa 30 % Abstandhalter benötigt. Um sicher zu gehen, dass unser Teilziel, nämlich eine benötigte Aktivierungsenergie von max. 2500 U/min, erfüllt ist, wurde das Gel noch mit einem Dissolver und einem Propellerrührer bei 2000 U/min aktiviert und anschließend die Viskosität mit Brookfield-Viskosimeter bestimmt. Die gleiche Viskosität bei niedriger Aktivierungsenergie zeigt das Erreichen des Teilziels.

% CMC	26 %	30 %	% Xanthan	26 %	30 %
mPas, Dissolver, 0 h	7090	7860	mPas, Dissolver, 0 h	5870	6180
mPas, Propeller, 0 h	6980	7850	mPas, Propeller, 0 h	5960	6280

Tabelle 9 Aktivierung bei 2000 U/min

Welche Auswirkungen die erhöhte Konzentration der Abstandshalter auf die rheologischen Eigenschaften hatte, musste wieder durch die Aufnahme von Rheologiekurven ermittelt werden.

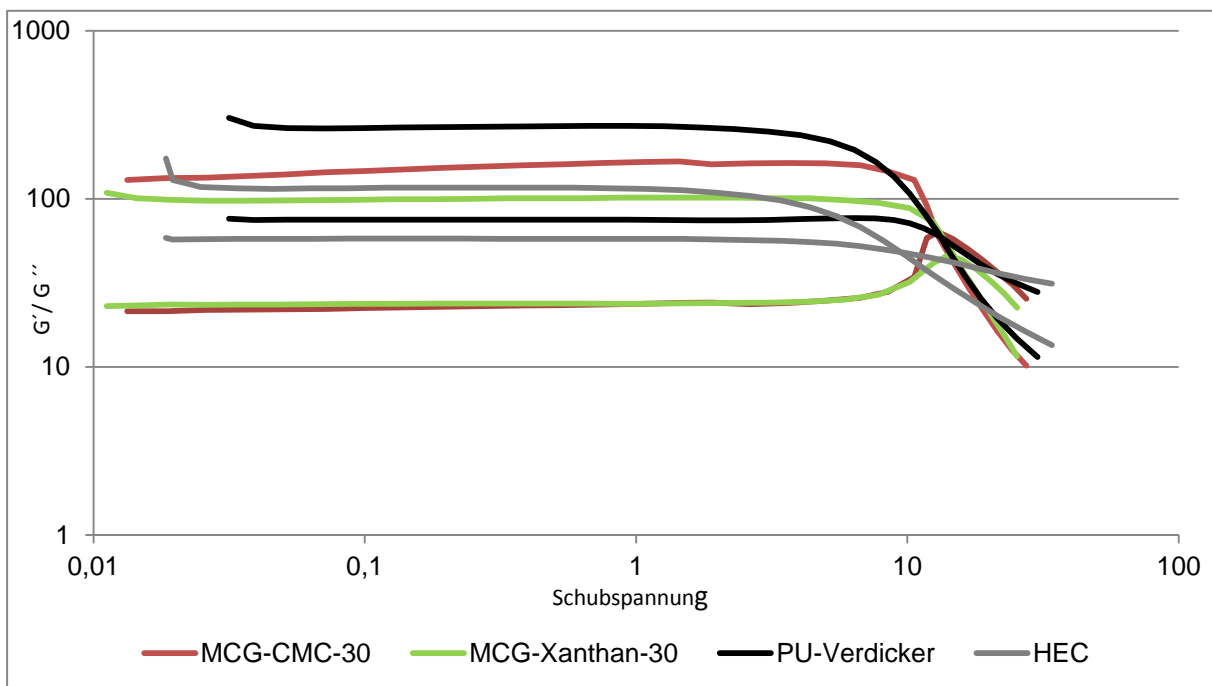


Abbildung 6 Amplitudensweep

	G' [Pa]	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pas]	Verlustfaktor
MCG-CMC	157	12,82	15,9	0,148
MCG-Xanthan	100	15,06	10,3	0,238
PU-Verdicker	271	13,00	28,1	0,496
HEC	117	9,87	13,0	0,277

Tabelle 10 Kenndaten der Messung Amplitudensweep



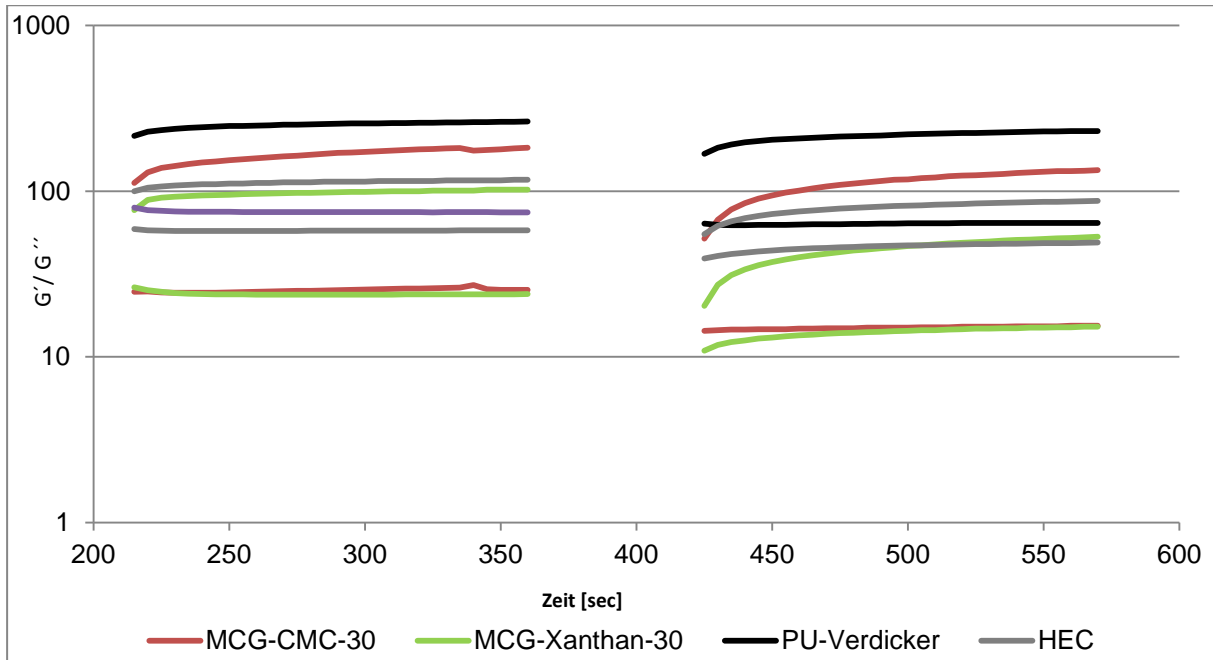


Abbildung 7 Thixotropie

	MCG-CMC	MCG-Xanthan	PU-Verdicker	HEC
Wiederaufbau nach 10 sec	38 %	27 %	70 %	53 %

Tabelle 11 Kenndaten Thixotropie

Durch die Erhöhung der Einsatzmenge der jeweiligen Abstandshalter resultierten eine höhere Viskosität, ein stärkerer Gel-Charakter, eine höhere Fließgrenze sowie ein schnellerer Wiederaufbau. Der PU-Verdicker hat einen sehr starken Gel-Charakter und eine hohe Viskosität. Die HEC dafür einen niederen Gel-Charakter und niedere Viskosität. Unsere Produkte sind der HEC ähnlicher. Auch hier konnte kein Wiederaufbau innerhalb 10 sec von 50 % erzielt werden. Farbexperten rieten uns die Produkte trotzdem in einer Farbformulierung zu prüfen, da durch synergistische Effekte oft andere Ergebnisse wie z. B. ein schnellerer Wiederaufbau erreicht werden können.

### 3.2 Entwicklung einer ultrafeinen Cellulose als Titandioxidextender

Das folgende Arbeitspaket beschreibt die Entwicklung einer ultrafeinen Cellulose (UFC), welche als Titandioxid in der Farbenindustrie zum Einsatz kommen soll. Eine Partikelgröße von  $< 12 \mu\text{m}$ , eine Feuchte von weniger als 15 % sowie eine Weiße von mind. 85 % und ein  $b^*$ -Wert von max. +4 waren die Zielsetzungen des neu zu entwickelnden Produkts. Außerdem sollten mind. 3 % Titandioxid (in absoluten Zahlen, auf die Farbrezeptur bezogen) durch die UFC ersetzt werden können, ohne dass negative Eigenschaften bei dem Endprodukt auftreten.

Technisch ist es unseres Wissens bisher noch nie gelungen, ein so feines Produkt als trockenes Pulver ohne Zuhilfenahme von Additiven herzustellen. Bei einem Nassprozess erreicht man zwar die Feinheit, aber es ist eine aufwändige Trocknung erforderlich. Außerdem ist die Vermahlung auch sehr energieaufwändig und  $\text{CO}_2$ -belastend. Um die Vermahlungsenergie so gering wie möglich zu halten, wurde versucht, den Rohstoff nass über einen Knetter zu zerkleinern. Die dort auftretenden Scherkräfte sollten die nötige Zerkleinerungswirkung erzielen. Anschließend sollte das nasse Produkt mit einem Sprühtrockner getrocknet werden.

Zunächst musste ein geeigneter Rohstoff ausgewählt werden. Um den gewünschten Weißegrad zu erreichen, kam nur ein gebleichter Zellstoff in Frage. Aufgrund unserer Erfahrungen aus Voruntersuchungen hatten wir MCC aus Fichtenzellstoff als am besten geeignet ausgewählt. Sie ist besonders scherkraftempfindlich und schien uns daher für den angedachten Zweck am besten geeignet. Im Rahmen des Projekts war zu klären, welche Feststoffkonzentrationen, Mischzeiten und Geometrien der Knetwerkzeuge am besten geeignet sind, um die gewünschte Qualität herzustellen. Außerdem musste die optimalen Bedingungen für die Trocknung ermittelt werden.

Zunächst stellten wir eine Zellstoffpulpe her, indem wir Wasser in ein 5 l Becherglas vorlegten und Zellstoff unter ständigem Rühren mit einem Dissolver dazugaben. Dann wurde eine Versuchsreihe mit unterschiedlichen Feststoffkonzentrationen und einer Knetzeit von 5 min durchgeführt. Bei einem TS von 70 % waren die Fasern eindeutig noch zu lang. Aus dem Versuch wurde deutlich, je feuchter der Rohstoff, desto feinere Partikel entstehen bei gleicher Zerkleinerungszeit. Trotzdem wurden alle Proben im Trockenschrank bei einer Temperatur von 70 °C auf ca. 10 % Restfeuchte getrocknet. Die Trocknungszeiten variierten natürlich stark. Als Optimum zwischen Zerkleinerungswirkung und Trocknungsaufwand ergab sich ein TS von etwa 50 %.

Ein weiteres Kriterium für das Gelingen unseres Vorhabens war die Geometrie und Anordnung der Knetwerkzeuge. Hierfür testeten wir diverse Modelle.

Die getesteten Geräte waren vorerst handelsübliche Geräte, z. B. aus dem Lebensmittelbereich, bei denen diverse Werkzeuge ausgetauscht werden können. Beispielhaft einige der verwendeten Geräte und Werkzeuge:



Abbildung 8 Rührraufsatz Geometrie 1



Abbildung 9 Rührraufsatz Geometrie 2



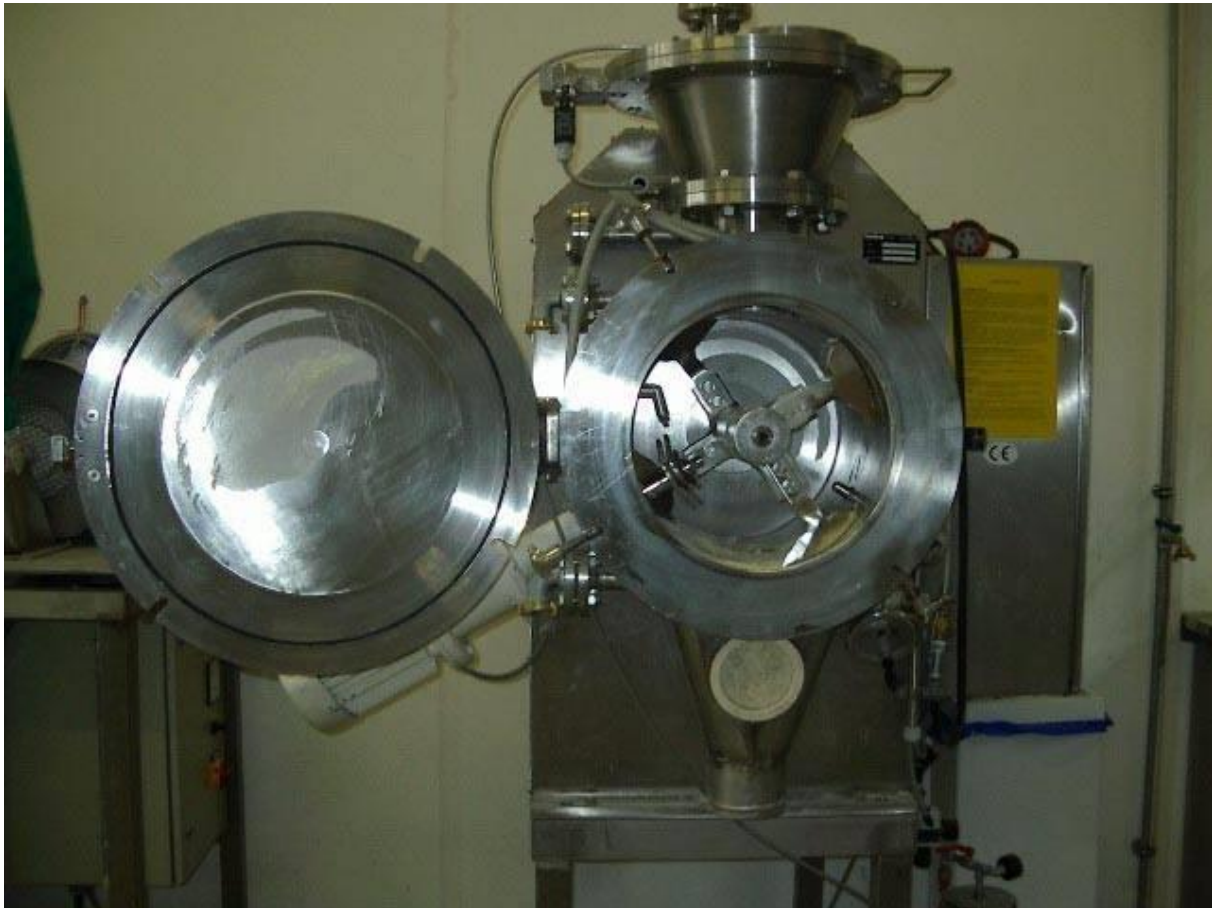
Abbildung 10 Rührraufsatz Geometrie 3



Abbildung 11 Rührraufsatz Geometrie 4

Es zeigte sich, dass diese handelsüblichen Werkzeuge für unsere Projektziele leider nicht zielführend waren. Die Pulpe, welche sich bei ca. 50 % Feststoff in einem pastösem zum Teil auch elastisch wirkendem Zustand befand, konnte nicht intensiv genug bearbeitet werden.

Überzeugende Ergebnisse erreichten wir erst mit schnell laufenden Systemen, welche die zu bearbeitende Pulpe in die Randzonen pressen und so ein Prinzip hoher Reibung an den Randzonen erzielen konnten. Als ein geeignetes Aggregat wurde der folgende Laborkneter ermittelt:



*Abbildung 12 Kneter mit Knethaken*

Vermutlich liegt die hohe Effektivität des ertüchtigten Kneters darin, dass die Zerkleinerung schwerpunktmäßig in der Randzone bei hoher Umlaufgeschwindigkeit erfolgt. Die gesamte Energie wird in der Randzone gebündelt und kann so gezielt auf die Partikel einwirken. Bei den handelsüblichen Modellen wird in der Regel die gesamte Masse mit der vorhandenen Energie gleichmäßig bearbeitet. Die Energie ist so nicht gebündelt und steht nicht in der notwendigen hohen Konzentration zur Verfügung. Dieses System haben wir durch einen leicht überdimensionierten Motor entsprechend unserer Bedürfnisse ertüchtigt und schafften so die gewünschten hohen Scherraten, welche zum Erreichen unseres Projektzieles nötig waren.

Die weiteren Untersuchungen wurden mit dem ertüchtigten Kneter und Zellstoffpulpe mit einem TS von 50 % fortgeführt. Nach je 3 Minuten Knetzeit wurde ein Muster gezogen, der Energieverbrauch ermittelt und die Partikelgröße bestimmt.

<b>Knetzeit</b>	<b>0</b>	<b>3</b>	<b>6</b>	<b>9</b>	<b>12</b>	<b>15</b>	<b>18</b>
Partikelgröße µm	300	120	40	22	9	9	9
Energie- verbrauch Wh / kg UFC Laborkneter	0	125	250	375	500	625	750

*Tabelle 12 Knetzeit gegenüber Partikelgröße und Energieverbrauch*

Nach 12 Minuten war keine Zerkleinerung der Partikel mehr zu beobachten. Die angestrebte durchschnittliche Partikelgröße von <12 µm konnte erreicht werden (die handelsüblichen Werkzeuge und Geräte erreichten hingegen auch nach über 30 min nur Partikelgrößen um ca. 30-40 µm).

Der nächste Schritt war die Trocknung. Vorab wurde die Ausgangsfeuchte der nassen Cellulose nach dem Knetprozess bestimmt. Diese betrug ca. 46 % (beim Knetprozess erwärmt sich das Material durch den Energieeintrag und ein Teil der Feuchtigkeit des Ausgangsmaterials verdampft). Für die Trocknung eines derart feinteiligen Materials ist die Sprühtrocknung das am besten geeignete Verfahren. Allerdings war die Konsistenz des entstandenen Produkts nicht direkt für eine Sprühtrocknung geeignet. Vielmehr musste es zunächst auf einen niedrigeren Feststoffgehalt verdünnt werden, um ein pump- und sprühbares Material zu erhalten. Dies war bei einem Feststoffgehalt von 25 % der Fall. Durch die Sprühtrocknung wurde eine Feuchte von ca. 6-8 % eingestellt. Da die Fasern im Rahmen der Sprühtrocknung locker agglomerieren, mussten die sprühgetrockneten Partikel mittels eines schonenden Durchgangs durch eine Rotormühle noch in die Primärfasern vereinzelt werden. Dieser Vorgang ist allerdings mit einem geringen Energieaufwand verbunden. Von der getrockneten Cellulose wurde eine Tablette gepresst und mit einem Farbmessgerät von Minolta die Weiße und der b\*-Wert bestimmt.

	Ist	Soll
<b>Weiß</b>	<b>85,9</b>	<b>&gt; 85</b>
L*	97,6	97,3
b*	<b>1,2</b>	<b>max. +4</b>

Tabelle 13 Bestimmung der Weiß

Da auch dieses Teilziel erreicht werden konnte, wurde die Partikelverteilung mit dem Lasermessgerät analysiert. Außerdem wurde unser bisher feinstes, trockenes Produkt ARBOCEL BE 600-10 TG und zwei unterschiedliche, herkömmliche Typen von Titandioxid, welche in Innenwanddispersionsfarben eingesetzt werden, mit vermessen und gegenübergestellt.

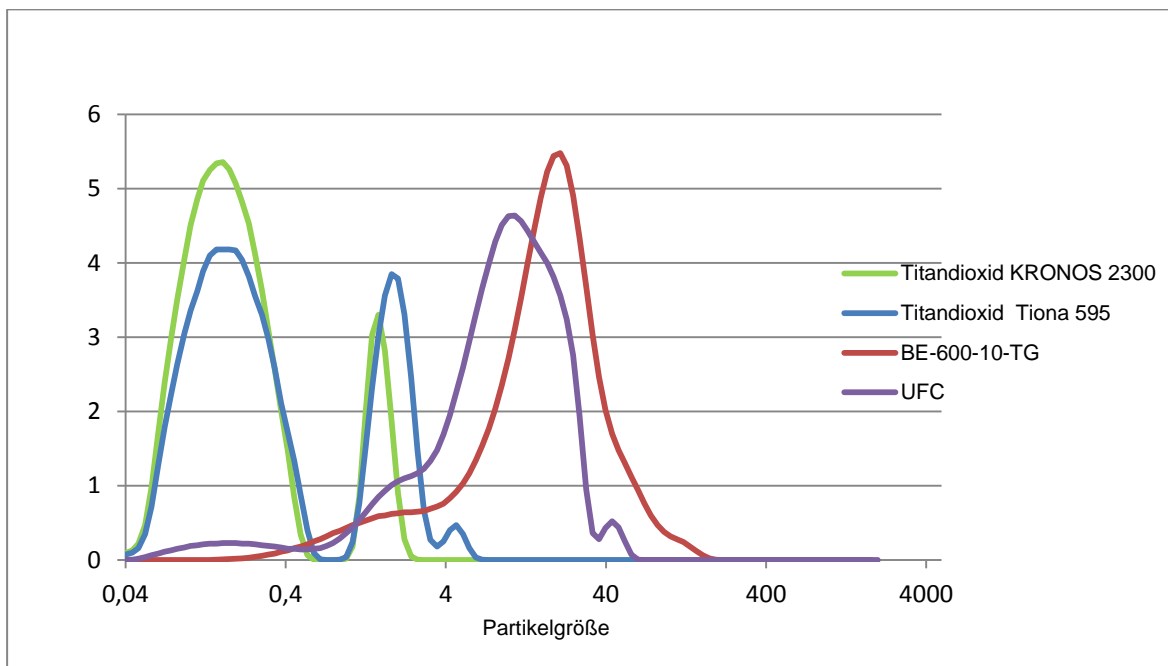


Abbildung 13 Partikelgrößenverteilung

Eine Siebanalyse mit dem Luftstrahlsieb wurde ebenfalls durchgeführt. Das feinste Sieb hat eine Maschenweite von 20 µm. Hier durfte kein Rückstand auf dem Sieb zu erkennen sein. Auch dieser Test war erfolgreich.

Das Arbeitspaket 2 beinhaltet zudem ein alternatives Herstellungsverfahren mit einer Strahlmühle. Erste Tastversuche konnten wir kostenlos bei einer externen Firma durchführen. Es zeigte sich schnell, dass der geforderte Zerkleinerungsgrad auf rein mechanischem Weg nicht zu erreichen war. Es wurde ein Siebrückstand auf

dem 20 µm-Sieb von über 15 % analysiert. Zudem war der Stromverbrauch bei diesem Verfahren unverhältnismäßig hoch. Weitere Optimierungen wurden aufgrund der ungünstigen Voraussetzungen zurückgestellt. Durch den erfolgreichen Versuchsansatz 1 wurde auf weitere Versuche mit der Strahlmühle verzichtet.

### 3.3 Prüfung in diversen Richtrezepturen

Das Arbeitspaket 3 beinhaltete die Prüfung der neu entwickelten Produkte in einer Richtformulierung. Dispersionsfarben enthalten viele Komponenten, um die gewünschten Eigenschaften wie Deckvermögen, Nassabriebbeständigkeit, Rheologie usw. optimal zu erfüllen. Jede Dispersionsfarbe ist im Allgemeinen wie folgt aufgebaut:



Dabei müssen die einzelnen Komponenten aufeinander abgestimmt sein, damit es zu keiner Unverträglichkeit führt. Eine solche Unverträglichkeit innerhalb der Komponenten macht sich oft durch eine Oberflächenstörung des trockenen Farbfilms bemerkbar (sog. „Fischaugen“ bzw. „Krater“).

Aufgrund zahlreicher Gespräche mit Farbenherstellern haben wir eine Auswahl an Richtrezepturen getroffen. Wir entschlossen uns für eine qualitativ hochwertige Farbenrezeptur der Klasse 1 bezüglich Deckvermögen und Abriebbeständigkeit sowie für eine Rezeptur der Klasse 2 hinsichtlich Deckvermögen, allerdings Klasse 1 beim Nassabrieb. Zusätzlich wurde eine Richtformulierung aus USA und Asien getestet.

Die Ergebnisse der einzelnen Rezepturen zeigten alle die gleiche Tendenz. Nachfolgende Rezeptur wurde ausgewählt, um die Ergebnisse an einem Beispiel exemplarisch aufzuzeigen:

A 167	Funktion	Standard		
		%	<b>Teil I</b> <b>(Zugabe des PU-Verdickers erst nach Teil III !)</b>	
<b>Wasser</b>		22		
<b>Calgon N</b>	Netz- und Dispergiermittel	0.1		
<b>Bermocoll EHM 200</b>	HEC-Verdicker	0.5		
<b>Ammoniak 25 %</b>	pH	0.1		
<b>Texaneinl</b>	Koaleszenz	0.5		
<b>Dowaneinl DPnB</b>	Lösemittel	1		
<b>Byk 038</b>	Entschäumer	0.3		
<b>Coapur 2025</b>	PU-Verdicker	0.3		
<b>Ecodis P 50</b>	Netzmittel	0.3		
<b>Mergal 723 K</b>	Konservierung	0.2		
<b>Tiona 595</b>	Pigment	18		<b>Teil II</b>
<b>Finntalc M 20 SL</b>	Füller	6		
<b>Omyacarb Extra CL</b>	Füller	7		
<b>Omyacarb GU 2</b>	Füller	6		
<b>Mica TF</b>	Füller	4		
<b>Omyacarb 10 AV</b>	Füller	8		
<b>Wasser</b>		3	<b>Teil III</b>	
<b>Mowilith DM 2452 (vinylacetate-copolymer)</b>	Bindemittel	20		
<b>Agitan 282</b>	Entschäumer	0.3		
<b>Wasser</b>		2.4		

*Tabelle 14 Übersicht Richtrezeptur A 167 mit Beschreibung der Funktionsweise der einzelnen Komponenten, Rezeptur: Deckvermögen Klasse 2, Nassabrieb Klasse 1*

Unser Ziel war es zum einen, herkömmliche Rheologieadditive wie Polyurethanverdicker und Hydroxyethylcellulose durch unsere Cellulosegels auszutauschen, und zum anderen einen Teil Titandioxid durch unsere UFC zu ersetzen. Von daher richtete sich unser Augenmerk auf die Produkte Bermocoll EHM 200 (HEC), Coapur 2025 (PU-Verdicker) und Tiona 595 (TiO<sub>2</sub>).



Daraus resultierte folgende Versuchsreihe:

	Standard	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
	%	%	%	%	%	%	%
Wasser	22	22	22	22	22	22	22
Calgon N	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Bermocoll EHM 200	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Ammoniac 25 %	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Texanol	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Dowanol DPnB	1	1	1	1	1	1	1
Byk 038	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Coapur 2025	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Ecodis P 50	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Mergal 723 K	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
Tiona 595	18	13	13	13	13	13	13
Finntalc M 20 SL	6	6	6	6	6	6	6
Omycarb Extra CL	7	7	7	7	7	7	7
Omycarb GU 2	6	6	6	6	6	6	6
Mica TF	4	4	4	4	4	4	4
Omycarb 10 AV	8	8	8	8	8	8	8
Wasser	3	3	3	3	3	3	3
Mowilith DM 2452 (vinylacetate- copolymer)	20	20	20	20	20	20	20
Agitan 282	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Wasser	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4
MCG-CMC	-	<b>0.5</b>	-	<b>0.3</b>	-	<b>0.8</b>	-
MCG-CMC X	-	-	<b>0.5</b>	-	<b>0.3</b>	-	<b>0.8</b>
UFC		<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>
		-HEC/ +MCG-CMC/ UFC	-HEC /+MCG- Xanthan/UFC	-PU/ +MCG-CMC/ UFC	-PU/+MCG- Xanthan/UFC	-HEC/ PU/+MCG- CMC/ UFC	-HEC/ PU/+MCG- Xanthan/ UFC

Tabelle 15 Aufbau Versuchsreihe am Beispiel Richtrezeptur A 167

Die Verdicker wurden 1:1 ersetzt. Bei V 1 und V 2 wurden jeweils 0,5 % HEC durch je 0,5 % Cellulosegel ersetzt, einmal die MCG-CMC-Variante und einmal die MCG-

Xanthan-Variante. Der PU-Verdicker wurde der Rezeptur zugefügt. 5 % Titandioxid wurden durch 5 % UFC ersetzt.

Die Formulierung V 3 und 4 enthielten dafür 0,5 % HEC, aber keinen PU-Verdicker. Dieser wurde durch 0,3 % Cellulosegel ausgetauscht. Wieder wurden 5 % Titandioxid durch 5 % UFC ersetzt.

In den nächsten beiden Versuchsreihen ersetzte man beide Verdicker durch das jeweilige Fasergel. Die Formulierung enthält gesamt 0,8 % Rheologieadditiv. Deswegen wurden auch jeweils 0,8 % MCG-CMC bzw. MCG-Xanthan in Pulverform eingesetzt. Wieder wurden 5 % Titandioxid durch 5 % UFC ersetzt.

Im Labormaßstab wurden die Farbansätze mit einem Dispermat hergestellt. Wichtig bei der Herstellung zu beachten war die Kühlung des Farbansatzes bei der Füllstoffzugabe. Hier entsteht durch die Dispergierung Wärme. Bei der Zugabe des Bindemittels würde dieses dann reagieren. Außerdem war der erste Schritt bei der Verwendung unserer Fasergel immer die Aktivierung. Anschließend wurden die restlichen Komponenten dazugegeben.

Nach der Herstellung wurden die Farben rheologisch untersucht und die Brookfieldviskosität bestimmt.

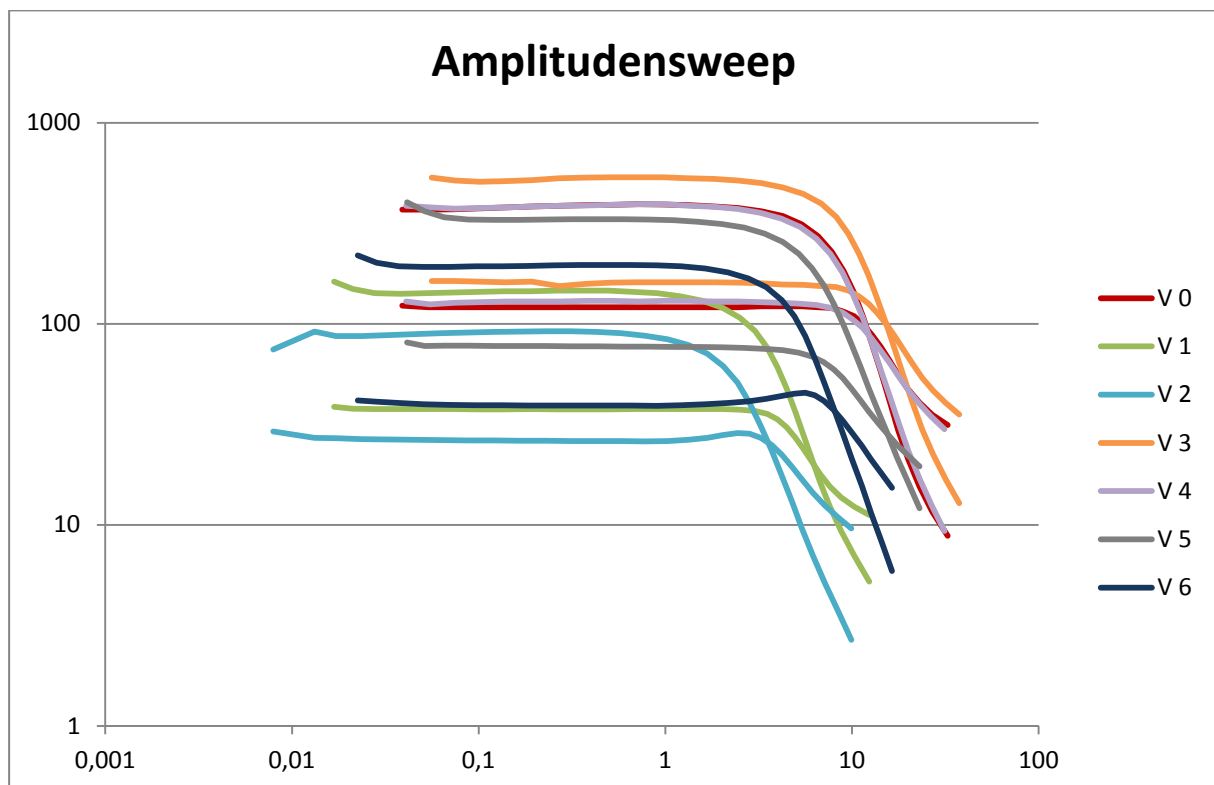


Abbildung 14 Amplitudensweep Richtrezeptur A 167

	G' [Pa]	viscosity [Pas]	loss factor	flow limit [Pa]
V 0	388	40.6	0.313	12.1
V 1	146	15.1	0.257	6.3
V 2	91,8	9.54	0.285	3.6
V 3	532	55.4	0.292	15.3
V 4	387	40.8	0.335	12.4
V 5	330	33.9	0.234	15.5
V 6	195	19.9	0.2	8.1

Tabelle 16 Übersicht Kenndaten Amplitudensweep Richtrezeptur A 167

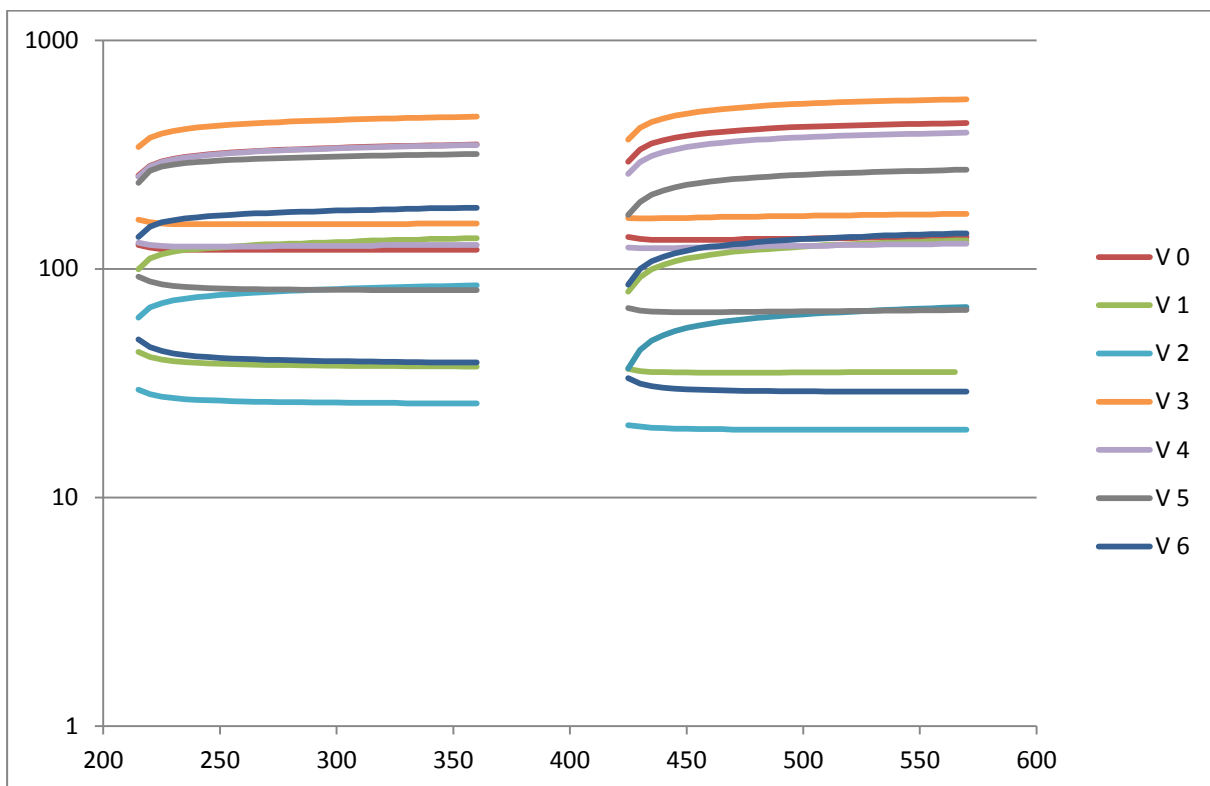


Abbildung 15 Thixotropie Richtrezeptur A 167

	V 0	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
Wiederaufbau nach 15 sec	100 %	73 %	57 %	95 %	90 %	66 %	58 %

Tabelle 17 Kenndaten Thixotropie Richtrezeptur A 167

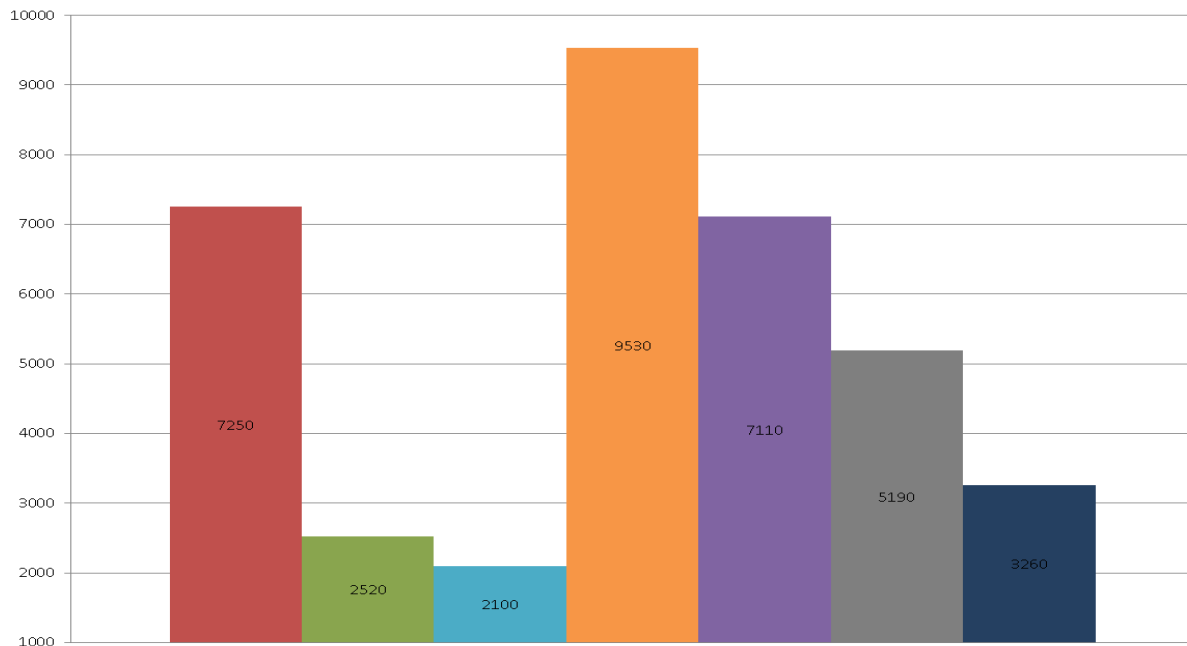


Abbildung 16 Brookfieldviskosität 20 rpm, 25 °C Spindel 3 bzw. 4

Außerdem wurde intern das Deckvermögen nach DIN 13300 analysiert. Hierfür benötigt man ein Rakel (besser automatisches Filmaufziehgerät), Schwarz-Weiß-Prüfkarten und ein Farbmessgerät.

50 µm/150 µm	V 0	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
Rx weiß	84.38 / 85.48	84.95 / 85.49	84.68 / 85.29	84.59 / 85.49	83.45 / 85.55	84.63 / 85.41	84.65 / 85.63
Ry weiß	86.19 / 87.35	86.72 / 87.37	86.45 / 87.16	86.33 / 87.34	86.34 / 87.41	86.36 / 87.25	86.41 / 87.51
Rz weiß	101.25 / 102.14	101.55 / 102.0	101.18 / 101.73	101.46 / 102.32	101.03 / 102.31	101.45 / 102.22	101.43 / 102.27
Ry schwarz	78.1 / 84.97	79.52 / 85.21	80.24 / 85.05	77.73 / 84.86	78.1 / 84.64	77.92 / 85.85	78.5 / 85.5
Kontrastverhältnis	90.62 / 97.28	92.31 / 97.53	92.82 / 97.58	90.03 / 97.17	90.46 / 96.84	90.23 / 98.40	90.85 / 97.70
Dichte g/ml	1.438	1.343	1.286	1.409	1.415	1.366	1.325
Ergiebigkeit	27.48 / 10.25	21.73 / 9.25	12.84 / 7.27	19.51 / 9.82	24.37 / 10.36	15.36 / 7.79	15.73 / 7.81
Deckvermögen bei 8 m <sup>2</sup> /l Klasse	98.6 Klasse 2	99.2 Klasse 2	97.3 Klasse 3	98.2 Klasse 2	100.0 Klasse 1	98.3 Klasse 2	97.6 Klasse 3

Tabelle 18 Ergebnisse Deckvermögen

Ein wichtiges Kriterium ist auch die Nassdeckkraft. Um diese prüfen zu können, wurde ein Anwendungstest durchgeführt. Auf eine Faserzementplatte wurde eine Raufasertapete tapeziert und mit Klebeband in gleich große Felder unterteilt. Anschließend wurde jedes Feld mit einem Versuchsansatz bestrichen und bewertet.

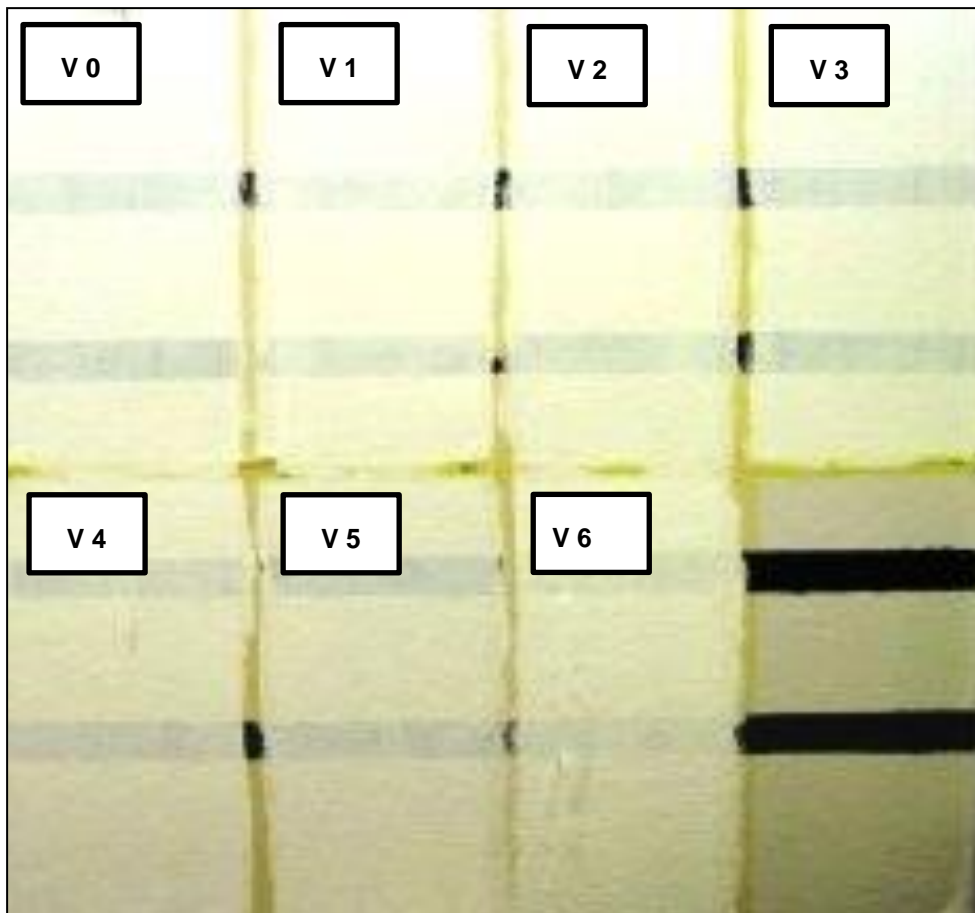


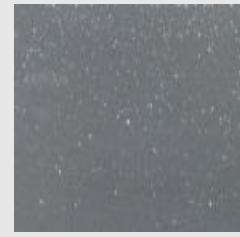



Abbildung 17 Bewertung Nassdeckvermögen

Als nächstes wurde die Verarbeitung und Spritzneigung überprüft. Hierfür wurde jeder Farbansatz mit einer Walze auf eine Raufasertapete an der Wand appliziert. Als Unterlage vor der Wand diente ein schwarzes Tonpapier. Dieses Tonpapier wurde nach dem Farbauftrag durch die Anzahl der Spritzer bewertet.

	V 0	V 1	V 2	V 3
<b>Verarbeitung</b>	gut	ok, Viskosität zu niedrig	ok, Viskosität zu niedrig	gut
<b>Spritzneigung</b>	keine Spritzer	Spritzer	Spritzer	keine Spritzer
				

	V 4	V 5	V 6
<b>Verarbeitung</b>	gut	ok-gut, ok, Viskosität zu niedrig	ok-gut, ok, Viskosität zu niedrig
<b>Spritzneigung</b>	keine Spritzer	Spritzer	Spritzer
			

Tabelle 19 Ergebnisse Verarbeitung und Spritzneigung

Aufgrund von Hinweisen aus Fachkreisen haben wir auf die Prüfung der Kratzfestigkeit verzichtet, da diese offenbar nur bei Lacksystemen sinnvoll ist. Stattdessen wurde die offene Zeit als ein weiteres wichtiges Kriterium identifiziert. Für deren Bestimmung gibt es ebenfalls keine Normprüfung. Daher haben wir zusammen mit Kunden einen einfachen Test entwickelt. Hierbei wird jeder Farbansatz mit einem Rakel auf eine Schwarz/Weiß-Prüfkarte appliziert. Die Schichtdicke betrug 100 µm. Man prüft nach regelmäßigen Zeitintervallen von jeweils 5 min, ob sich die Farbe noch mit dem Finger verstreichen lässt.

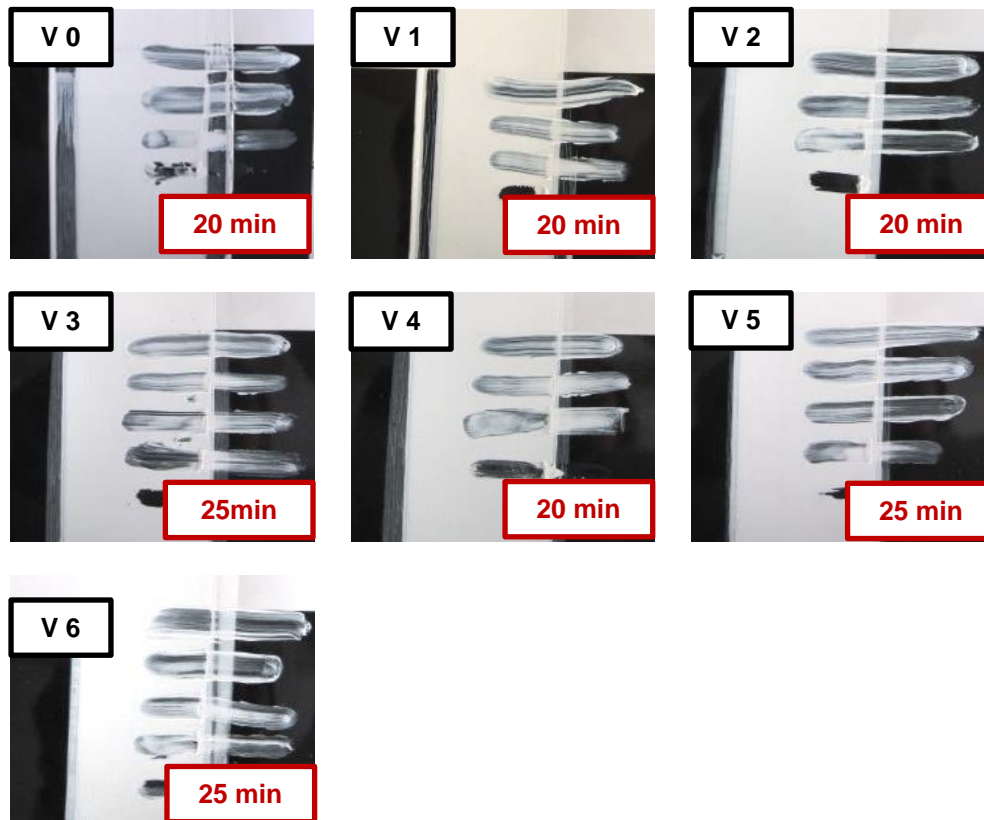


Abbildung 18 Offene Zeit der einzelnen Versuchsansätze

Um das Synäreseverhalten zu testen, wurde jeder Farbansatz in ein Gläschen gefüllt und für 8 Wochen in Ruhe stehen gelassen. Nach 8 Wochen wurde jeder Ansatz dann optisch bewertet.

	V 0	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
Synärese	nein	nein	ja	nein	nein	nein	nein

Tabelle 20 Übersicht Synäreseverhalten

Überraschenderweise zeigten die rheologischen Versuchsergebnisse, widersprüchlich zu den Ergebnissen von Arbeitspaket 1, dass sich im Endprodukt der PU-Verdicker problemlos komplett ersetzen lässt, ohne zu einem drastischen Viskositätsabfall bzw. Änderung des rheologischen Profils zu führen. Im Arbeitspaket 1 zeigten die neu entwickelten JRS-Produkte größere rheologische Ähnlichkeiten zur HEC als zum PU-Verdicker. Die Versuchsreihen der MCG-Produkte im Endprodukt revidierten somit die ersten Ergebnisse. Eine schlüssige Erklärung für dieses Phänomen liegt derzeit noch nicht vor.

Insgesamt hat der Versuchsansatz 4 am Besten abgeschnitten. Dieser war dem Standardansatz am ähnlichsten. Man konnte den PU-Verdicker vollständig durch MCG-Xanthan-Variante ersetzen und 5 % Titandioxid durch 5 % UFC.

### 3.4 Externe Untersuchungen

Das letzte Arbeitspaket befasste sich mit externen Farbuntersuchungen, da in unserem Labor bestimmte Geräte für eine vollständige Analyse der Farbansätze fehlen. Wir haben uns an das ILF Magdeburg gewandt, welches für uns die Abriebbeständigkeit sowie eine professionelle Bewertung der Applizierbarkeit unserer Farben durchführte.

	V 0	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
Nassabrieb- beständigkeit µm	4	6	4	5	5	6	4
Klasse	1	2	1	2	2	2	1

Tabelle 21 Einteilung der Nassabriebbeständigkeit in Klassen

	V 0	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
Glanz bei 85°	2.5	2.9	3.2	2.5	2.7	2.6	3.0
Klasse	stumpfmatt	stumpfmatt	stumpfmatt	stumpfmatt	stumpfmatt	stumpfmatt	Stumpfmatt

Tabelle 22 Einteilung des Glanz in Klassen

Die Ergebnisse waren positiv. V 4 ließ sich ebenso gut wie der Standard verarbeiten. V 1, V 2, V 5 und V 6 sind zu niederviskos. Dies hat eine starke Spritzneigung zur Folge. Außerdem verläuft die Farbe zu stark.



## 4. Fazit

JRS ist es gelungen, für beide Teilziele geeignete Produkte zu entwickeln. Es konnten mehrere Cellulosegele entwickelt werden, welche in der Lage sind, bisherige Rheologieadditive anteilig oder vollständig zu ersetzen. Die neu entwickelten Produkte waren wie gewünscht leicht aktivierbar; bereits ein im Farbenbereich üblicher Dissolver konnte eine vollständige Dispergierung erzielt werden. Um das Gel leicht aktivieren zu können, waren 30 % Abstandshalter nötig. Mit Ausnahme der thixotropen Eigenschaften lagen alle übrigen rheologischen Parameter im Zielbereich. Dabei haben die Abstandshalter CMC und Xanthan am Besten abgeschnitten. Das Produkt MCG-CMC besitzt den stärkeren Gel-Charakter und hat eine höhere Viskosität als die xanthanhaltige Type. Letztere ist dafür fließfähiger.

Die durchgeführten Versuchsreihen zeigten, dass der PU-Verdicker problemlos 1:1 ersetzt werden konnte, ohne dass negative Eigenschaften beim Endprodukt auftraten. Ein vollständiger Austausch von der HEC durch unsere Fasergele, bei gleicher Einsatzmenge, war jedoch nicht möglich, da die Viskosität in der Farbe zu niedrig war. Dadurch spritzte die Farbe bei der Verarbeitung stark. Zudem verlief die Farbe an der Wand. Die übrigen technischen Kennwerte waren in Ordnung. Ein Teilersatz von HEC ist allerdings sehr wahrscheinlich und wird in Kürze geprüft.

Auch der Versuch, beide Verdicker konzentrationsgleich durch die JRS-Produkte zu ersetzen, war verarbeitungstechnisch nicht optimal. Eine höhere Einsatzmenge unserer Produkte würde zwar zu einer höheren Viskosität führen, wäre dann aber nicht mehr wirtschaftlich.

Neben der bewiesenen Gleichwertigkeit beim Ersatz von PU-Verdickern haben wir Kundenrückmeldungen bekommen, dass durch den Einsatz eines Cellulosegels das Problem von Synärese beseitigt wird. Damit ergeben sich zusätzliche Möglichkeiten und Verkaufsargumente.

Teilweise (V 3, V 5, V 6) hat der Einsatz unserer Gele eine längere offene Zeit erbracht. In weiteren Versuchsreihen wird daher geprüft, ob eine Einsparung von lösemittelhaltigen Zusatzstoffen (wie z. B. Texanol, Dowanol) möglich ist.

Erfreulicherweise konnte im Projekt die Möglichkeit eines Teilersatzes von Titandioxid durch eine ultrafeine Cellulose (UFC) nachgewiesen werden. Diese hat eine durchschnittliche Partikelgröße von etwa 8-10 µm und liegt als trockenes Pulver mit einer Feuchte von ca. 10 % und einem hohen Weißegrad vor. Die Deckkraft der Farbe blieb bis zu einem Ersatz von etwa einem Drittel an Titandioxid konstant. Auch die übrigen Kennwerte der Farbe verschlechterten sich nicht. Da inzwischen die Preise für Titandioxid am Markt gesunken sind, kann es allerdings aus ökonomischer Sicht schwierig werden, unser neu entwickeltes Produkt als Titandioxidextender zu

vermarkten. Es sind allerdings Versuche im Gange, die Herstellkosten durch technische Optimierungen zu senken.

Die wichtigsten anwendungstechnischen Ergebnisse der internen und externen Untersuchungen sind in der nachfolgenden Tabelle noch einmal zusammengefasst:

	V 0 Standard	V 1 -HEC/ + MCG- CMC/+UFC	V 2 -HEC/ + MCG- Xanthan/ +UFC	V 3 -PU/ + MCG- CMC/ +UFC	V 4 -PU/ + MCG- Xanthan/ +UFC	V 5 -HEC/-PU/ + MCG- CMC/+UFC	V 6 -HEC/-PU/ + MCG- Xanthan /+UFC
<b>Brookfield Viskosität [mPas]</b>	7250	2520	2100	9530	7110	5190	3260
<b>Deckvermögen bei 8 m ²/l</b>	98.6 Klasse 2	99.2 Klasse 2	97.3 Klasse 3	98.2 Klasse 2	100.0 Klasse 1	98.3 Klasse 2	97.6 Klasse 3
<b>Nassabrieb</b>	4 Klasse 1	6 Klasse 2	4 Klasse 1	5 Klasse 2	5 Klasse 2	6 Klasse 2	4 Klasse 1
<b>Glanz</b>	2.5 stumpfmatt	2.9 stumpfmatt	3.2 stumpfmatt	2.5 stumpfmatt	2.7 stumpfmatt	2.6 stumpfmatt	3.0 stumpfmatt
<b>Offene Zeit</b>	20 min	20 min	20 min	25 min	20 min	25 min	25 min
<b>Verarbeitung Spritzneigung Nassdeckkraft</b>	gut nein ok	ok ja gut	ok ja gut	gut nein gut	gut nein gut	ok-gut ja gut	ok-gut ja gut
<b>Synärese</b>	nein	nein	ja	nein	nein	nein	nein

Tabelle 23 Zusammenfassung Ergebnisse Richtrezeptur A 167

Ökologisch haben die neu entwickelten Produkte deutliche Vorteile gegenüber herkömmlichen Verdickern basierend auf PU oder HEC. Diese liegen insbesondere bei der Herstellung. Wir benötigen keine Lösemittel und auch unsere Endprodukte sind lösemittelfrei. Unsere Produkte garantieren VOC-Freiheit und es fallen keine Entsorgungen von Nebenprodukten an. Zudem sind unsere Produkte aus einem nachwachsenden Rohstoff.

Genau Zahlen des Verbrauchs der verwendeten Lösemittel bei der Herstellung der Verdicker konnten leider nicht gefunden werden. Trotzdem ist jede Einsparung von schädlichen Stoffen ein Schritt in die richtige Richtung.

HEC wird durch die alkalische Veretherung von Cellulose und Ethylenoxid hergestellt. Um eine gute Ausbeute erreichen zu können, muss Ethylenoxid im Überschuss zugesetzt werden, da nur ca. 60 % reagieren. Nimmt man an, dass ca. 1/3 der Farben HEC (durchschnittlicher Substitutionsgrad 1) in einer Einsatzmenge von 0,5 % enthalten, dann würde zu ihrer Herstellung eine Menge von deutlich über 8.000 jato Ethylenoxid benötigt. Ethylenoxid ist ein giftiges Gas, ist krebserregend und steht im Verdacht, embryoschädigend zu sein.

PU-Verdicker werden aus Isocyanaten und Alkoholen hergestellt. Isocyanate können Allergien auslösen und stehen im Verdacht, krebserregend zu sein. Wir schätzen, dass etwa ¼ aller Dispersionsfarben einen PU-Verdicker (25 % Lsg.) zu 0,3 % enthalten, dann würde dies einen Verbrauch von mind. 1.500 t Isocyanat bedeuten.

UFC besitzt den wesentlichen Vorteil, dass bei der Herstellung sehr wenig CO<sub>2</sub> gebildet wird. Dies konnten wir durch die durchgeführten Versuche bestätigen. Die Abschätzung der CO<sub>2</sub>-Bilanz bei der Herstellung der UFC hat sich nahezu bestätigt und soll nachfolgende Tabelle verdeutlichen.

	Titandioxid	UFC
CO <sub>2</sub> -Ausstoß/t bei der Herstellung	ca. 5,2 t	ca. 2 t (geschätzt) 1,9 t hochgerechnet aus Laborversuche

Tabelle 24 Vergleich CO<sub>2</sub>-Ausstoß Titandioxidherstellung und UFC-Herstellung

Unsere Versuchsergebnisse haben gezeigt, dass es möglich ist, 5 % TiO<sub>2</sub> durch 5 % UFC zu ersetzen. Aus den Verbraucherwerten von Innenwanddispersionsfarben (ca. 16,5 Mio. jato) und der Annahme damit ca. 15 % Titandioxid durchschnittlich eingesetzt werden, hätte dies eine Einsparung von ca. 0,4 Mio. t CO<sub>2</sub> weltweit zur Folge.

Ein weiterer negativer Punkt ist die Entstehung von 6-8 t Dünnsäure/t TiO<sub>2</sub> bei dem Sulfatverfahren. Die beiden unterschiedlichen Herstellungsverfahren, Sulfat- bzw. Chloridverfahren, besitzen weltweit den gleichen Stellenwert. Nimmt man also an, dass bei einem Verbrauch von 94.500 t TiO<sub>2</sub>, allein in Dispersionsfarben in Deutschland die Hälfte davon über das Sulfatverfahren dargestellt wird, dann ergibt sich eine Menge von 330.750 t Dünnsäure, die bei dem o.g. Austausch durch Cellulose nicht entsteht und damit auch nicht entsorgt werden muss. Weltweit

---

betrachtet bedeutet eine Einsparung von 5 %  $\text{TiO}_2$  bei einer Gesamtproduktion von etwa 16,5 Mio. jato an Farben und Lacken sogar eine Reduktion um 3,5 Mio. jato Dünnsäure. Dies wäre ein enormer ökologischer Erfolg.

---

## 5. Ausblick

Derzeit sehen wir in der Entwicklung der Cellulosegele mit geringer Aktivierungsenergie die größten Chancen auf dem Farbenmarkt. Durch die Preissenkung von  $\text{TiO}_2$  sind die Vermarktungsmöglichkeiten von UFC trotz interessanter qualitativer Eigenschaften unklar. Aus Kundenbemusterungen haben wir bereits einige erfreuliche Rückmeldungen wie z. B. ein verbessertes Synäreseverhalten bekommen. Die Produkte werden auf Messen und in Seminaren ausführlich vorgestellt und durch das weltweite Vertriebsnetz der JRS am Markt platziert. Außerdem werden die neu entwickelten Produkte auch in anderen Anwendungsbereichen geprüft.

Im nächsten Schritt werden wir die Produkte auf großtechnischen Anlagen produzieren, damit wir größere Kundenbemusterungen durchführen können. Gleichzeitig versuchen wir, die Herstellkosten zu optimieren.

Außerdem möchten wir die Produkte noch in weiteren Richtformulierungen aus anderen Ländern testen, da sich Farb Rezepturen hinsichtlich ihrer Qualität und Zusammensetzung stark von Land zu Land unterscheiden.

Schließlich erhoffen wir uns von den im Projekt gewonnenen Erkenntnissen, dass wir darauf aufbauend weitere neue Produkte auf Cellulosebasis mit interessanten Eigenschaften entwickeln können.

---

## 6. Literaturverzeichnis

<http://www.lackverband.de/default2.asp?rub=649&tma=0&cmd=shd&docnr=121326&nd=&ond=m&snd=&shmode=>

### Bücherquellen

Lackharze Chemie, Eigenschaften und Anwendungen, mit 48 Tabellen, herausgegeben von Dr. Dieter Stoye und Dr. Werner Freitag, G. Beuschel, München; Wien – Hanser

Carl Hanser Verlag München Wien 1996

Lehrbuch der Lacktechnologie, Dr. Thomas Brock, Dr. Michael Groteklaes, Dr. Peter Mischeke, hrsg. Ulrich Zoll,

Vincentz Verlag, 1998

Lacke und Lösemittel: Eigenschaften, Herstellung, Anwendung, u. Biethan, 1. Nachdruck der 1. Auflage – Weinheim; New York; Chichester, Brisbane, Singapore; Toronto

Wiley-VCH, 1999

<http://www.tdma.info/index.php?id=25>

<http://www.freepatentsonline.com/EP0825199.html>

EUWID – Papier und Zellstoff Preisspiegel Titandioxid