

Zusammenfassung Inliner 01IF22315N

Grundlegendes Ziel der Arbeiten im IPF war die Synthese polymerbasierter Antistatikadditive, die über reaktive Gruppen kovalent in das Netzwerk einer Pulverlackmatrix eingebunden sind. Auf diese Weise sollten antistatisch ableitfähige Pulverlackfilme mit hoher Permanenz der Ableitfähigkeit angestrebt werden. Aufgrund der organischen und polymeren Basis wurde auch erwartet, dass die Additive selbst mit der Matrix kompatibel sind, sodass eine gute Verteilung der Additive ohne hohe Scherung realisiert werden kann. Das Konzept an sich war ursprünglich im IPF für duromere Holzwerkstoffe auf Basis MDF entwickelt worden und wurde anschließend erfolgreich auf andere Bulkwerkstoffe, wie Faserverbund-Thermosets und Elastomere übertragen. Es hatte sich gezeigt, dass die kovalente Einbindung der Antistatikadditive neben einer hohen und permanenten Wirksamkeit auch zu einer Verbesserung der Material-Bulkeigenschaften führt. Gegenstand der Arbeiten in diesem Projekt war nachzuweisen, dass dieses Konzept auch auf dünne Schichten, in diesem Fall Pulverlacke, übertragbar ist.

In einem Screening zur antistatischen Ableitfähigkeit der reinen Additive wurden geeignete Substanzen ausgewählt, deren Wirksamkeit anschließend in Pulverlackbasisrezepturen hinsichtlich der resultierenden antistatischen Wirksamkeit sowie deren Einfluss auf die Pulver- sowie die mechanischen Filmeigenschaften und die Oberflächenerscheinung im Vergleich zur unadditivierten Standardrezeptur getestet wurden.

Zur Synthese neuer Antistatikadditive wurden zwei Konzepte verfolgt:

- Synthese polymerbasierter Antistatikadditive über Integration ionischer Strukturen mittels polymeranaloger Reaktionen zur Modifizierung von kommerziellen Polyesterharzen
- Synthese polymerbasierter Antistatikadditive über Polymeraufbaureaktionen aus Monomerbausteinen mittels Schmelzepolykondensation

In beiden Fällen ist es gelungen Antistatikadditive zu generieren, die zu spezifischen Oberflächenwiderständen zwischen $10^6 \Omega/\square$ und $10^9 \Omega/\square$ führen.

Für die erste Variante hat sich die Anbindung von GMAC (GA-Additiv) bzw. epoxidiertem Natriumoleat (NA-Additiv) an die endständigen Carboxylgruppen verschiedener kommerzieller Polyesterharze als besonders wirksam erwiesen. Die Additive auf Basis von GMAC lieferten mit den gleichen Polyesterharzen bessere Ergebnisse als die NA-Additive. Mit wirksamen Additiven war es möglich, uretdionbasierte Polyallophanat-Niedertemperatur-Pulverlacke herzustellen, die nach Vernetzung bei Temperaturen zwischen 140 und 170 °C/ 15 min im Film antistatisch wirksam sind. Um den spezifischen Oberflächenwiderstand in den ableitfähigen Bereich ($\leq 10^9 \Omega/\square$) abzusenken, ist ein Additivanteil von mindestens 15 Ma% erforderlich. Die elektrostatische Applikation der additivierten Pulverlacke auf Gradientenbleche verlief ohne negative Rückpralleffekte, zu einer stabilen Pulverschicht. Das optische Erscheinungsbild der PL-Filme war von Art und Menge des zugegebenen Additivs abhängig und führte bei niedrigen Additivgehalten nur zu geringfügigen Änderungen im Vergleich zur Referenz. Ab einer Additivkonzentration von 15 Ma% erfolgte eine starke Absenkung des Glanzwertes und zusätzlich bei allen Additiven eine leichte Gelbfärbung des reinweißen Referenzfilmes. Letzteres sollte sich in Zukunft über die Zugabe einer geringen Menge an Pigment in Komplementärfarbe nivellieren lassen. Die Abnahme des Glanzgrades der Filme mit hohem Polyelektrolytanteil ist vermutlich auf nicht vollständige Kompatibilität der Matrixharze mit den Polyelesterharzen zurückzuführen, zumal die verwendeten Ausgangsharze auch nicht für hochglänzende Filme konzipiert waren. Die mechanische Beständigkeit der resultierenden Pulverlackfilme gegenüber Schlagbeanspruchung im Impacttest war erst ab einer Einbrenntemperatur von $\geq 150^\circ\text{C}$ gegeben. Zu den Ursachen gehören eine geringere Reaktivität und daraus resultierende

Untervernetzung der additivierten Pulverlackrezepturen, die Vermahlung zu undefinierten Korngrößenverteilungen im Labormaßstab und insgesamt höhere Partikelgrößen, die dann auch nur Filme von 100 µm Schichtdicke ermöglichen.

Abschließend haben weiterführende orientierende Synthesen gezeigt, dass bei Nutzung rein ionischer Monomere auch über Polymeraufbaureaktionen Polyelektrolyte mit hoher antistatischer Wirksamkeit erhalten werden. Eine Synthese aus Monomerbausteinen könnte sich u. U. auch positiv auf die Kompatibilität zwischen Harz und Polyelektrolyt auswirken, wenn die Molmassen beider Komponenten in einem ähnlichen Bereich liegen. Untersuchungen zu einem diesem und weiteren Einflussfaktoren sind in der Literatur bisher nicht vertiefend untersucht. Eine Hochskalierung der Synthese eines Polyelektrolyten aus ionischen Monomeren und Tests in Pulverlacken waren aus Kapazitätsgründen im Rahmen dieses Projektes nicht mehr möglich.

Bei den intrinsisch ableitfähigen Pulverlacken konnte kein Leitadditiv bzw. keine Leitadditivkonzentration die robust auch nach Alterung noch die erwünschten Werte hinsichtlich der Ableitfähigkeit liefert, es sei denn, es werden Poren in der Pulverlacksschicht akzeptiert. Was die Messtechnik anbetrifft, so ist die beste Methode bei der Bestimmung des Oberflächenwiderstandes über die Ableitfähigkeit der Pulverlacksschicht, wenn auf leitfähigem Untergrund bei minimalem Abstand Feldmühle/Aufladeort gemessen wird. (Abb. 112) Eine ausreichend genaue Kalibrierung zu den Werten, generiert mit einem hochgenauen Picoamperemeter ist möglich. Die Methode ist auch im Feld beim Endanwender, beispielsweise bei Reklamationen möglich da sie keine spezielle Probenpräparation erfordert. Es kann ein breiter Messbereich mit dieser Methode abgedeckt werden

Förderhinweis

Das Vorhaben Inliner 01IF22315N der Forschungsvereinigung Forschungsgesellschaft für Pigmente und Lacke e.V. – FPL, Allmandring 37, 70569 Stuttgart, wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.



Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages



**FORSCHUNGSGESELLSCHAFT
FÜR PIGMENTE UND LACKE E.V.**

Danksagung

Dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz wird für die Finanzierung und der IGF für die Förderung des Projekts gedankt. Den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses danken wir für die Bereitschaft zur Unterstützung des Projekts.