



(19)
 Bundesrepublik Deutschland
 Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2007 047 095 B4** 2009.10.01

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2007 047 095.0**
 (22) Anmeldetag: **01.10.2007**
 (43) Offenlegungstag: **03.04.2008**
 (45) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: **01.10.2009**

(51) Int Cl.⁸: **C09C 1/40** (2006.01)
C09C 1/30 (2006.01)
C09D 5/34 (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(66) Innere Priorität:
10 2006 047 043.5 02.10.2006

(72) Erfinder:
Kräuter, Reinhard, 92237 Sulzbach-Rosenberg, DE

(73) Patentinhaber:
Dormineral GmbH & Co. KG, 92242 Hirschau, DE

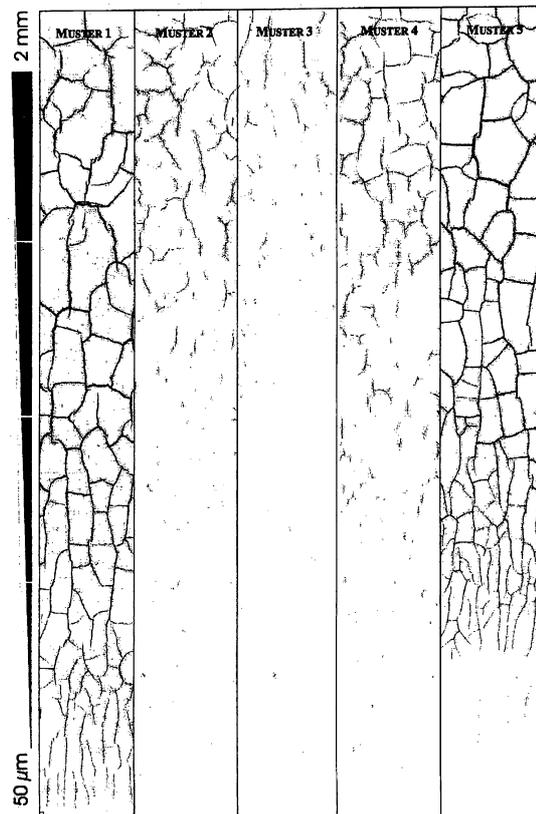
(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
 gezogene Druckschriften:

(74) Vertreter:
Hannke Bittner & Partner, 93047 Regensburg

DE 21 58 350
DE 26 40 725
DE 23 65 554
DE 26 40 725

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, deren Verwendung und Beschichtungszusammensetzung**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, dadurch gekennzeichnet, dass in einem ersten Schritt ein Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von mindestens 2 µm gemessen mittels einem Sedigraph, in Wasser dispergiert wird und in einem zweiten Schritt in einer Kugelmühle vermahlen und anschließend gepresst, getrocknet und pulverisiert wird.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, deren Verwendung sowie eine Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin.

[0002] Oberflächenbeschichtungen wie z. B. Fassaden-, Wand-, Innen- oder Aussendisperionsfarben, Lacke oder Putze sind Beschichtungszusammensetzungen enthaltend Bindemittel, Lösemittel, Farbmittel bzw. Pigmente, Füllstoffe und Additive. Sie werden industriell in großen Mengen für dekorative oder funktionelle Zwecke eingesetzt.

[0003] Bei Wand- und Fassadenfarben sind optische Eigenschaften wie beispielsweise Weißgrad und Gelbwert von großer Bedeutung, da diese Farben sehr häufig als dekorative Oberflächenbeschichtung eingesetzt werden. Weiterhin ist auch die Abdeckung der Oberflächen von Bedeutung, da ein Farbanstrich den Untergrund möglichst vollständig abdecken soll, um Farbabweichungen zu reduzieren und eine homogene Farbe zu erzeugen.

[0004] Ein Putz ist ein Belag aus Bindemitteln und Zuschlagstoffen, der an Außen- und Innenwänden sowie Decken aufgebracht wird. Als mineralischer Zuschlagstoff wird üblicherweise Sand verwendet. Je nach Einsatzart erfüllt der Putz verschiedene Zwecke, z. B. Herstellung eines glatten Untergrundes zum Fliesen, Streichen oder Tapezieren, Wärmedämmung und Wasserabweisung.

[0005] In vielen Oberflächenbeschichtungen werden anorganische Rohstoffe wie beispielsweise Kaolinprodukte als Füllstoff oder Additiv eingesetzt. So werden wässrige Kaoline als Füllstoff eingesetzt um z. B. Harz einzusparen. Kalzinierte Kaoline werden als Weißpigment bzw. TiO_2 -Extender zur Verbesserung der Weiße oder Opazität einer Beschichtung verwendet.

[0006] Weitere wichtige Eigenschaften des Beschichtungsmaterials sind z. B. seine Rheologie, Elastizität oder mechanische Stabilität. Zur Verbesserung dieser Eigenschaften können auch mineralische Rohstoffe eingesetzt werden. So werden zur Verbesserung der mechanischen Stabilität der Beschichtung, insbesondere zur Vermeidung von Rissbildung, Fasern oder Glimmerpartikel eingesetzt.

[0007] Asbest wurde in der Vergangenheit als verstärkende Faser in Farben verwendet. Die Fasern verstärken den Farbfilm und absorbieren innere Spannungen, wodurch Farben mit besseren mechanischen Werten und besserer Dauerhaftigkeit entwickelt werden konnten. Wegen seiner Karzinogenität ist Asbest als Baumaterial nunmehr verboten und durch verschiedene organische und anorganische Fasern ersetzt worden. Beispiele sind Glas-, Aramid- und Acrylfasern, die in Epoxydharzen und polyesterbasierte Beschichtungen verwendet werden. Weiterhin werden in Asphalt und Emulsionsfarben Cellulosefasern verwendet. Oftmals sind diese Fasern aber nur schwer in die Farbe einzuarbeiten und können aufgrund einer zu geringen Feinheit nicht aufgespritzt werden.

[0008] Neuere Produkte auf Basis von Mineralfasern von sehr sauberem Gestein mit fest definierter chemischer Zusammensetzung sind bereitgestellt worden. Variable Faserlängen und Ölabsorptionswerte sind notwendig für ein optimales Ergebnis.

[0009] Auch Glimmerpartikel werden zur Verbesserung der mechanischen Stabilität verschiedener Oberflächenbeschichtungen eingesetzt. Bei der Glimmergruppe bzw. Glimmer handelt es sich um komplexe Aluminium-Kalium-Magnesium-Schichtsilikate mit wechselnden Gehalten an Kalium, Magnesium, Eisen usw. Je nach Eisengehalt erscheinen sie farblos, lichtgrün, rot, braun oder schwarz-braun. Der Glimmer wird üblicherweise nasschemisch aufbereitet, klassiert, gemahlen und mikronisiert und in einer Konzentration bis etwa 10% einer Farbe zugemischt.

[0010] Allerdings weisen nur wenige Glimmertypen lagerstättenbedingt einen hohen Weißgrad auf. Diese Glimmertypen, z. B. Muskovitglimmer, sind zudem relativ teuer. So werden für den Farbenbereich Glimmertypen mit einem Weißgrad R457 nach ISO 2470 von 66 bis 77, Helligkeitswert L^* (gemessen nach CIELab) von 89 bis 93, angeboten. Diese Werte sind für handelsüblichen Glimmer zwar relativ hoch, für den Einsatz in Farben aber nachteilig. Diese relativ niedrigen Weißwerte müssen oftmals durch erhöhten Einsatz von z. B. sehr teurem TiO_2 kompensiert werden.

[0011] Eine weitere Möglichkeit, die Rissbeständigkeit von Oberflächenbeschichtungen zu verbessern, besteht in der Verwendung von speziellen Additiven oder Bindemitteln. So wird in der Druckschrift EP 0 217 380

die Herstellung von wässrigen Copolymersystemen, die zu einer besseren Filmstabilität beitragen, beschrieben. Die Herstellung durch Emulsionspolymerisation von Acryl- bzw. Methacrylsäuren, ethylenisch ungesättigten Monomeren bestehend aus Carbonsäuren, Vinylchlorid und Vinylester und Ethylen, ist aber relativ aufwendig und beschränkt den Farbenhersteller in der Auswahl des Bindemittels. Weiterhin sind diese spezifischen chemischen Lösungen des Problems relativ teuer.

[0012] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine möglichst kostengünstige Alternative zur Verwendung von Glimmer oder spezieller Additive bzw. Bindemitteln in Farbe, Papier, Kunststoff und/oder Effektpigmenten zur Verfügung zu stellen, welche zudem Risse in der Oberflächenbeschichtung verhindert und zugleich zu verbesserten optischen Werten beiträgt.

[0013] Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, deren Verwendung sowie Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin gelöst.

[0014] Kerngedanke der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, bei dem in einem ersten Schritt ein Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von mindestens 2 μm , bevorzugt mindestens 10 μm , gemessen mittels einem Sedigraph, in Wasser dispergiert wird und in einem zweiten Schritt in einer Kugelmühle vermahlen und anschließend abgepresst, getrocknet und pulverisiert wird. Die Kugelmühle dient dabei der Feinstzerkleinerung und Homogenisierung. Sie besteht aus einem in Rotation versetzten Mahlbecher, in den das zu zerkleinernde Kaolin mit den Mahlkugeln gefüllt wird.

[0015] Durch den Mahlvorgang, dessen Parameter variabel sind, werden durch das Zusammenspiel starker Reib- und Prallkräfte die Silikatschichten des Kaolins gegeneinander verschoben und zerdrückt, so dass dünne, flächige Plättchen entstehen.

[0016] Eine derart hergestellte Beschichtungszusammensetzung zeichnet sich insbesondere dadurch aus, dass das Kaolin in Form grobflächiger, dünner, plättchenartiger Partikel mit einem mittleren Durchmesser von 1–40 μm , bevorzugt 1,5–3 μm , gemessen mittels einem Sedigraph und mit einer mittleren spezifischen Oberfläche von 7,5–20 m^2/g , bevorzugt 10–15 m^2/g , gemessen nach BET, vorliegt.

[0017] Vorzugsweise weist die Beschichtungszusammensetzung ein Kaolin mit einem Weißgrad R 457 von mindestens 75, bevorzugt von mindestens 80, bevorzugt von mindestens 85, auf.

[0018] Weiterhin bevorzugt weist das Kaolin in der Beschichtungszusammensetzung einen Gelbwert von maximal 7, bevorzugt von maximal 4, sowie eine Ölaufnahme kleiner 28 g/100 g, bevorzugt 26 g/100 g, auf.

[0019] Insbesondere wird die Kaolin enthaltende Beschichtungszusammensetzung zur Beschichtung von Oberflächen, als Füllstoff und/oder Pigment in Farbe, Lack, Papier und/oder Kunststoff verwendet.

[0020] Dabei wird erfindungsgemäß ein spezielles grobflächiges dünnes Kaolin in der Oberflächenbeschichtung eingesetzt. Dieses Material weist eine gute Verarbeitbarkeit in der Farbe auf und hat einen wesentlich höheren Weißgrad als die herkömmlichen nass vermahlenden Glimmerpartikel. Weiterhin führt die Kaolin enthaltende Beschichtungszusammensetzung zu einer verbesserten Rissüberbrückung in der Farbe und ist günstiger als Glimmer.

[0021] Die plättchenförmigen Kaolinpartikel richten sich in der Farbe aus und bewirken eine Armierung der Farbe, wodurch Risse optimal überbrückt werden können. Denkbare Anwendungen liegen im Bereich qualitativ hochwertiger Farben.

[0022] Kaolin wird bereits häufig in Farben eingesetzt. Vor allem werden kalzinierte Kaoline in hochwertigen Farben zur Verbesserung oder Einstellung der optischen oder rheologischen Eigenschaften eingesetzt. Geschlammte, wenig veredelte Kaoline werden in relativ niedrigqualitativen Farben eingesetzt. Die derzeit erhältlichen Kaoline bieten aber keine ausreichende Rissüberbrückung.

[0023] Das erfindungsgemäße Verfahren dient der Herstellung spezieller grobteiliger, dünner Kaolinplättchen. Diese können überall dort eingesetzt werden, wo eine große Partikelfläche und eine geringe Dicke gewünscht ist, beispielsweise als Füllstoff und/oder Pigment in Farbe, Lack, Papier und/oder Kunststoff.

[0024] Eine weitere Einsatzmöglichkeit in der Verwendung liegt z. B. im Korrosionsschutz, wo die Kaolin enthaltende Beschichtungszusammensetzung in Korrosionsschutzlacke eingearbeitet wird. In Klebstoffen kann

die Haftung auf dem Untergrund verbessert werden. In Papier eingebracht, führen diese Produkte zu einer verbesserten Abdeckung, so dass die gleiche Papierqualität bereits mit erheblich weniger Kaolin hergestellt werden kann. Dadurch kann der Anteil anderer Komponenten wie z. B. das günstige GCC (gemahlene natürliches Calciumcarbonat) erhöht werden, was zu besseren optischen Eigenschaften führt. In Kunststoffen können die Barriere Wirkung und die mechanische Stabilität verbessert werden. Weiterhin können die erfindungsgemäßen Kaolinplättchen als Basismaterial für Effektpigmente verwendet werden.

[0025] Hierin wird mit „Weißgrad“ oder „Weiße“ immer die Weiße R457 nach ISO 2470 angegeben, auch die genannten Gelbwerte werden nach ISO 2470 bestimmt. Für die Bestimmung und den Vergleich der Korngrößenverteilung werden Messergebnisse nach zwei Verfahren angegeben: Sedigraph und Laserbeugung (Cilas). Die Unterschiedlichkeit der Resultate ergibt sich aus methodischen Unterschieden der Verfahren sowie der plättchenförmigen Morphologie der Partikel, welche die Herleitung eines durchschnittlichen Partikeldurchmessers bzw. einer Partikelgrößenverteilung, idealerweise kugelförmiger Partikel, erschwert.

[0026] Im erfindungsgemäßen Verfahren werden grobkörnige Kaoline mit einer mittleren Korngröße von mindestens 2 µm, gemessen mit einem Sedigraphen, in Wasser dispergiert und in einer Kugelmühle unter variablen Bedingungen vermahlen. Bevorzugt werden Ausgangskaoline mit einer mittleren Korngröße von mindestens 5 µm oder mindestens 10 µm verwendet, gemessen mit einem Sedigraph.

[0027] Mittels Laserbeugung betragen die mittleren Korngrößen des Ausgangskaolins mindestens 7,5 µm, vorzugsweise mindestens 10 µm. Die besten Ergebnisse werden mit Ausgangskaolin mit einem mittleren Korndurchmesser von mindestens 20 µm, vorzugsweise mindestens 25 µm erreicht, gemessen nach der Laserbeugungsmethode (Cilas).

[0028] Anschließend wird das Material abgepresst, getrocknet und pulverisiert. Die Endprodukte weisen einen mittleren Durchmesser von mindestens 1 µm, vorzugsweise 1,5 µm auf, gemessen mit einem Sedigraph. Wird das beste Ausgangsmaterial verwendet, sind mittlere Korndurchmesser nach Sedigraph von über 2 µm, vorzugsweise über 2,5 µm, eher bevorzugt 3 µm möglich.

[0029] Die mittleren Korndurchmesser nach dem Laserbeugungsverfahren betragen mindestens 5 µm, bevorzugt mindestens 7 µm. Mit dem besten Ausgangsmaterial sind mittlere Korndurchmesser nach Laserbeugung (Cilas) von mindestens 10 µm, bevorzugt mindestens 12,5 µm, eher bevorzugt mindestens 14 µm oder sogar über 15 µm möglich. Der maximale mittlere Korndurchmesser beträgt 40 µm nach beiden Messmethoden.

[0030] Vorteilhaft ist ein Weißgrad von mindestens 75, besonders vorteilhaft weist das Material einen Weißgrad von mindestens 80, bevorzugt mindestens 83 oder 85 auf.

[0031] Der Gelbwert nach ISO 2470 des Kaolins beträgt maximal 7, bevorzugt maximal 5, eher bevorzugt maximal 4. Der b*-Wert, gemessen nach CIE-L*a*b*, beträgt maximal 5, bevorzugt maximal 4, eher bevorzugt maximal 3.

[0032] Die spezifische Oberfläche des Kaolins, gemessen mittels BET-Verfahren, beträgt mindestens 7,5 m²/g. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann aber auch Material hergestellt werden, welches eine spezifische Oberfläche von mindestens 10 m²/g, mindestens 12,5 m²/g oder 15 m²/g oder über 20 m²/g aufweist.

[0033] Nur hochwertiger, teurer Glimmer weist einen Weißgrad zwischen 75 und 80 auf, die meisten handelsüblichen Glimmertypen haben Weißgrade von 40 bis 70. In der nachfolgenden Tabelle 1 werden mittlerer Durchmesser, optische Werte und spezifische Oberfläche von verschiedenen am Markt verfügbaren, herkömmlichen Glimmertypen 1–5 aufgelistet:

Tabelle 1:

	1	2	3	4	5
d50 [μm]	4,5	5	43	72	60
Weißße	77	75	68	66	43
L*	93	92	89	89	75
a*	0	0,5	0	0,5	1,5
b*	5	4,4	5	5,5	7,5
Ölaufnahme (ISO 787/5) [g/100 g]	77	83	72	70	75
Spez. Oberflä- che (BET) [m ² /g]	7,5	6,5	4	3	2,5

[0034] Der Tabelle 1 ist zu entnehmen, dass die optischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzung im Vergleich zu den herkömmlichen Glimmerprodukten deutlich günstiger sind. Die spezifische Oberfläche ist höher und die Korngrößenverteilung gröber.

Beispiel 1

[0035] In einem ersten vergleichenden Test werden ein erfindungsgemäßer Kaolin V1 und ein herkömmlicher Glimmer V2 (Glimmer GH 325 SU) in einer Fassadenfarbe auf Rissbildung getestet.

[0036] Der erfindungsgemäße Kaolin V1 weist folgende Korngrößenverteilung auf:

Tabelle 2:

	Sedigraph	Cilas
μm	Ma-%	Ma-%
> 40	0	0
30–40	0	1
20–30	0	12
10–20	1	43
4–10	18	30
2–4	27	7
1–2	23	5
< 1	31	3
d25	0,8	6,1
d50	1,9	11,0
d75	3,4	16,1

[0037] Mit beiden Materialien wird eine Dispergierlösung hergestellt. Anschließend wird eine Pigment/Füllstoff Paste hergestellt, die durch Zugabe von Bindemittel und Additiven zu einer Fassadenfarbe verarbeitet wird.

[0038] Die Rezeptur dieser Farbe wird in der nachfolgenden Tabelle 3 zusammengefasst:

Tabelle 3:

	Muster 1 Standard	Muster 2 Erfindung	Muster 3 Erfindung
Wasser	212,5	212,5	212,5
Dispergiermittel	3	3	3
Biozid	2	2	2
Verdickungsmittel	4	4	4
Dispergiermittel	1,5	1,5	1,5
Entschäumer	2	2	2
TiO ₂	180	180	180
Talkum	65	65	60
Talkum	50	50	45
CaCO ₃	75	75	70
CaCO ₃	75	75	70
Erfindung: Kaolin V1	0	20	40
Standard: Glimmer V2	20	0	0
NaOH	3	3	3
Bindemittel	280	280	280
Verdickungsmittel	2	2	2
Filmbildungshilfsmittel	20	20	20
Verdickungsmittel	5	5	5
Summe	1000	1000	1000

[0039] Zur Beurteilung der Rissbildung wird die Dispersionsfarbe mittels einer Rakel mit einem keilförmigen Spalt bis 2000 µm Nassschichtdicke auf eine Glasplatte aufgezogen. Die so beschichteten Platten werden 24 bis 48 Stunden im Normklima getrocknet. Die Stelle, an der die Rissbildung beginnt, wird gekennzeichnet (Grenzlinie) und auf dieser Linie die Trockenschichtdicke bestimmt.

[0040] Industrielle Normwerte legen Grenzen fest, die als Minimumwerte für die Rissbeständigkeit gelten. Für Fassaden-Dispersionsfarben werden Farben mit einem Grenzwert von 900 µm akzeptiert, für Emulsionsfarben liegt die Grenze bei 400 µm.

Tabelle 4:

Versuch	Rissbildung bei Trockenschicht [µm]
Muster 1 (Standard)	> 900
Muster 2 (Erfindung)	> 900
Muster 3 (Erfindung)	> 900

[0041] Tabelle 4 kann entnommen werden, dass bei Einsatz des erfindungsgemäßen Kaolins V1 (Muster 2) die Anforderungen für Fassadenfarben hinsichtlich Rissüberbrückung erreicht werden. Auch bei Muster 3 mit erhöhter Menge an dem erfindungsgemäßen Kaolin V1 und gleichzeitiger Reduzierung der Anteile an Talkum und Calciumcarbonat bleibt im Vergleich zur Standardrezeptur die Rissneigung gering.

Beispiel 2

[0042] In einer Versuchsreihe zum erfindungsgemäßen Verfahren werden 2 Kaolintypen unterschiedlicher Korngröße behandelt. Die Ausgangsmaterialien weisen gemäß Tabelle 5 einen d50-Wert, gemessen mit einem Sedigraphen, von 4,9 bzw. 13,8 µm auf. Das Aufgabematerial V1 hat einen Anteil von 24 Ma-% der Körner mit einem äquivalenten sphärischen Korndurchmesser kleiner als 2 µm. Beim Aufgabematerial V2 sind nur 5% der

Körner kleiner als 2 µm.

Tabelle 5:

	Sedigraph		Cilas	
	V1 Aufgabe	V2 Aufgabe	V1 Aufgabe	V2 Aufgabe
µm	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%
> 56	0	0	1,2	7,3
50-56	0	0	0,8	4,9
45-50	0	0	0,7	5,6
40-45	0	0,9	0,8	7,3
36-40	0,1	1,5	0,9	6,8
30-40	0,1	2,8	2,5	11,7
25-30	1,1	6	4,1	10,9
20-25	1,9	10,9	7,4	11,6
15-20	4,7	20,7	13,5	11,1
10-15	12,9	30,2	20,9	9,4
8-10	9,5	9,4	9,3	3,1
6-8	12,8	5,7	9,1	2,8
5-6	7,4	2	5	1,4
4-5	7,9	1,9	5,3	1,4
3-4	9,2	1,8	4,9	1,3
2-3	9,4	1,4	4,2	1,1
1-2	10,5	2,1	6	1,2
0,6-1	5,8	2,7	2,1	0,6
0,5-0,6	2,1	0	0,3	0,1
0,4-0,5	2,1	0	0,2	0,1
0,3-0,4	2,5	0	0,2	0,1
0,2-0,3	0	0	0,3	0,1
0-0,2	0	0	0,3	0,1

[0043] Zusammengefasst können diese Ausgangsmaterialien durch folgende Kennzahlen charakterisiert werden:

Tabelle 6:

	Sedigraph		Cilas	
	V1 Aufgabe	V2 Aufgabe	V1 Aufgabe	V2 Aufgabe
μm	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%
> 40	0	1	4	25
30–40	0	4	3	19
20–30	3	17	12	23
10–20	18	51	34	21
4–10	38	19	29	9
2–4	19	3	9	2
1–2	11	2	6	1
< 1	13	3	3	1
d25	2,2	9,6	5,3	16,0
d50	4,9	13,8	10,6	27,0
d75	8,4	19,1	17,0	40,0

[0044] Diese Materialien werden in Wasser dispergiert. Der resultierende Slurry mit einem Feststoffgehalt von 24,1% entsprechend 284 g/l wird anschließend in einer Nasskugelmühle mit Zirkonoxidkugeln verarbeitet. Der Füllgrad beträgt 75% und die Durchsatzleistung 1440 l/h.

[0045] Nach der Behandlung in der Kugelmühle wird das Material in einer Filterpresse entwässert und anschließend getrocknet. Nach der Trocknung erfolgen die Pulverisierung und eine Schutzsiebung.

[0046] Die Kornverteilung der resultierenden Materialien V1 und V2 ist in der nachfolgenden Tabelle 7 zusammengestellt:

Tabelle 7:

	Sedigraph		Cilas	
	V1	V2	V1	V2
μm	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%
> 40	0	0	4	0
30–40	0	0	3	0
20–30	0	0	12	4
10–20	0	2	34	31
4–10	11	18	29	37
2–4	23	29	9	13
1–2	24	32	6	9
< 1	41	19	3	5
d25	0,6	1,2	3,6	7,0
d50	1,3	2,0	7,3	12,0
d75	2,6	3,6	12,3	17,5

[0047] Der d50-Wert der Probe V1, gemessen mit dem Sedigraphen, hat sich durch das erfindungsgemäße Verfahren von 4,9 auf 1,3 μm verringert, entsprechend einer Reduzierung um 74%. Zugleich hat sich der d50-Wert gemessen nach Cilas von 10,6 auf 7,3 μm geändert, entsprechend einer Reduzierung um 31%. Die Ursache der Differenz liegt in der unterschiedlichen Methodik begründet.

[0048] Bei der Probe V2 gab es eine Verringerung des d50-Wertes, gemessen mit dem Sedigraph von 13,8

µm auf 2 µm, gemessen nach Cilas von 27 µm auf 12 µm.

[0049] Das Material V1 hat, nach Sedigraph gemessen, ein Anteil von 65% < 2 µm, beim Material V2 haben 51% der Körner einen Durchmesser kleiner als 2 µm.

[0050] Weitere Eigenschaften der beiden erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzungen V1 und V2 werden in der nachfolgenden Tabelle 8 zusammengefasst:

Tabelle 8:

	Muster 1	Muster 2
CIE L*	94,73	92,32
CIE a*	-0,17	-0,24
CIE b*	3,54	2,08
Weiße 457 nm	82,67	79,00
Gelbwert	6,61	3,88
BET	12,5	8,1
Dichte	2,6	2,6
Ölaufnahme	26	28

[0051] Tabelle 8 ist zu entnehmen, dass die Materialien Muster 1 und Muster 2 im Vergleich zu den herkömmlich verwendeten Glimmertypen eine wesentlich niedrigere Ölaufnahme aufweisen.

[0052] Herkömmliche Glimmer nehmen bis zum dreifachen mehr Öl auf und verbrauchen damit in der Farbe mehr Bindemittel. Da Bindemittel eine der teuersten Komponenten der Farbe sind, ist die niedrigere Ölaufnahme der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ein weiterer wichtiger Vorteil gegenüber Glimmer.

Beispiel 3

[0053] Mit der erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzung V2 sowie den Vergleichsmaterialien Glimmer 325 und einem herkömmlichen plättchenförmigen Kaolin werden Farben hergestellt. Die Rezepturen sind in der nachfolgenden Tabelle 9 zusammengefasst.

Tabelle 9

Funktion	Muster 1	Muster 2	Muster 3	Muster 4	Muster 5
Wasser	255,0	255,0	255,0	255,0	255,0
Entschäumer	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Biozid	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Verdickungs- mittel	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
Dispergiermit- tel	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
Dispergiermit- tel	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
TiO ₂	150,0	150,0	150,0	150,0	150,0
CaCO ₃	115,0	110,0	110,0	110,0	110,0
CaCO ₃	120,0	110,0	110,0	120,0	110,0
Kaolin, kalzi- niert	100,0	75,0	75,0	75,0	75,0
Diatomit	35,0	35,0	35,0	35,0	35,0
Bindemittel	210,0	210,0	210,0	210,0	210,0
Filmbildner	2,5	5,0	5,0	5,0	5,0
Kaolin V2 (Er- findung)	-	-	40,0	15,0	-
Glimmer (Stan- dard)	-	40,0	-	15,0	-
Standardkao- lin (Standard)	-	-	-	-	40,0
Summe	1.000,5	1.003,0	1.003,0	1.003,0	1.003,0

[0054] Rissbildung tritt während der Trocknung der Farbe ein. Um die Rissbildung zu analysieren, werden die Testfarben Muster 1 bis Muster 5 auf einem Trägermaterial aus Pappe keilförmig aufgestrichen. Die Filmdicke variiert von 50 µm zu 2 mm. Nach vollständiger Trocknung treten Risse auf. Anschließend wird die maximale Filmdicke bestimmt, bei der noch keine Risse auftreten.

[0055] Diese Werte ermöglichen einen qualitativen und quantitativen Vergleich von verschiedenen Streichfarben. Nach Trocknung werden die Musterplatten eingescannt und in [Fig. 1](#) graphisch dargestellt. Aus [Fig. 1](#) ist deutlich zu erkennen, dass die Farbe ohne Additiv zur Rissüberbrückung bereits bei einer Auftragsstärke von 50 µm Risse bildet. Muster 5 mit einem herkömmlichen plättchenförmigen Kaolin bildet Risse in einem Bereich 50–500 µm und erweist sich damit als wenig akzeptabel.

[0056] Muster 2 wurde mit dem herkömmlichen Glimmer 325 hergestellt und zeigt Risse in dem Bereich 1–1,5 mm. Muster 3 wurde mit dem erfindungsgemäßen Kaolin V2 hergestellt und zeigt die beste Rissüberbrückung: es sind nur wenige Risse in dem Bereich 1,5–2 mm erkennbar. Das Muster 4 mit einer Kombination aus dem herkömmlichen Glimmer und dem erfindungsgemäßen Kaolin V2 zeigt gegenüber den Mustern 2 und 3 eine leichte Verschlechterung.

[0057] In der nachfolgenden Tabelle 10 wird die maximale Schichtstärke, bei der noch keine Risse auftreten, für die 5 Muster dargestellt:

Tabelle 10

	Muster 1	Muster 2	Muster 3	Muster 4	Muster 5
Schichtstärke [µm]	50	1200	1750	900	350

[0058] Die Nullprobe, Muster 1 ohne rissüberbrückende Pigmente bzw. Additive, verfügt über keinen Widerstand gegen Rissbildung und zeigt Risse über die gesamte Fläche. Muster 5 mit herkömmlichen plättchenförmigen Kaolinen zeigt aufgrund der Plättchenförmigkeit bereits eine deutliche Verbesserung gegenüber der Nullprobe, aber ist immer noch nicht akzeptabel. Muster 2 mit dem herkömmlichen Glimmer zeigt Risse ab einer Schichtstärke von 1200 µm und entspricht damit den Anforderungen für Fassadenfarben. Die beste Rissüberbrückung zeigt aber das Muster 3 enthaltend das erfindungsgemäße Kaolin. Im Vergleich zum herkömmlichen Glimmer kann bei Einsatz dieses Materials das Risiko der Rissbildung erheblich reduziert werden.

[0059] Weiterhin werden die Proben nach Norm DIN EN ISO 4628 Teil 4 bewertet. Die Menge der Risse wird mit Werten zwischen 0 (keine erkennbaren Risse) und 5 (sehr viele Risse) angegeben. Beispiele zu diesen Werten sind in der DIN 4628 Teil 4 aufgenommen. Die Bewertung der Muster 1 bis 5 ist in Tabelle 11 aufgenommen:

Tabelle 11:

	Muster 1	Muster 2	Muster 3	Muster 4	Muster 5
50 µm–1 mm	4	1	0	1	3
1 mm–1,5 mm	5	2	0	2	5
1,5 mm–2 mm	5	4	2	4	5

[0060] Weiterhin führt die erfindungsgemäße Zusammensetzung aufgrund einer höheren Weiße zu besseren optischen Werten in der Farbe. Mit bloßem Auge ist bereits erkennbar, dass Muster 3 und 4 enthaltend erfindungsgemäßes Kaolin erheblich weißer sind als Muster 2 mit herkömmlichem Glimmer. Dies führt in der Farbe zu einem weiteren wichtigen Vorteil, da mit gleicher Rezeptur eine weißere Farbe hergestellt werden kann bzw. mit Behalt der Weiße teure Weißpigmente wie z. B. TiO_2 eingespart werden können.

[0061] Die optischen Werte der 5 Muster wurden mit einem Farbmessgerät vom Typ Elrepho 450 (Fa. Data-color) gemessen und in der nachfolgenden Tabelle 12 eingetragen:

Tabelle 12:

	Muster 1	Muster 2	Muster 3	Muster 4	Muster 5
CIE L*	96,2	95,3	96,4	95,8	96,2
CIE a*	0,24	0,25	0,22	0,24	0,19
CIE b*	2,13	3,09	2,30	2,61	2,38
Weiße 457 nm	88,01	84,56	88,03	86,23	87,44
Gelbwert	4,4	6,2	4,7	5,3	4,8
Opazität	97,91	98,28	98,32	98,24	97,83

[0062] Bei allen optischen Parametern sind jeweils die beiden günstigsten Werte grau unterlegt. Der Tabelle ist zu entnehmen, dass Muster 3 die besten optischen Eigenschaften zeigt. Die ISO 2470-Weiße, gemessen bei 457 nm, beträgt 88,03 gegenüber 88,01 einer Probe ohne Additiv. Die Weiße wird also durch Verwendung des erfindungsgemäßen Kaolins nicht negativ beeinflusst.

[0063] Erwartungsgemäß zeigt auch das Muster 5, das mit einem herkömmlichen plättchenförmigen Kaolin hergestellt wurde, relativ gute optische Werte, jedoch bietet dieser herkömmliche plättchenförmige Kaolin keine ausreichende Rissüberbrückung.

[0064] Muster 2 hergestellt mit dem herkömmlichen Glimmer zeigt nur bei der Opazität einen guten Wert. Die Abdeckung ist bei diesem sehr plättchenförmigen Material sehr gut. Die anderen optischen Werten aber, vor allem Helligkeit L^* , Weiße und Gelbwert zeigen deutlich schlechtere Werte. Dies führt in der Farbe zu einem erheblichen Nachteil, da die Weiße, eine der wichtigsten Eigenschaften einer Farbe, durch den Glimmer negativ beeinflusst wird, muss der Anteil an teuren Weißpigmenten, wie z. B. TiO_2 , erhöht werden.

[0065] Bei Einsatz der erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzung kann also, gegenüber herkömmlichen Rezepturen mit Glimmer, Weißpigment wie z. B. TiO_2 eingespart werden, was bei gleichen optischen Werten zu günstigeren Herstellkosten der Farbe führt. Alternativ kann, durch 1:1 Austausch des herkömmlichen Glimmers durch den erfindungsgemäßen Kaolin, eine Farbe mit einem höheren Weißgrad hergestellt werden. Der Preis bleibt auch in diesem Fall niedriger, da der Preis des erfindungsgemäßen Kaolins niedriger als der Preis des herkömmlichen Glimmers ist.

Beispiel 4

[0066] Auf gleiche Art und Weise wie in Beispiel 2 beschrieben wird zur Analyse der Rissbeständigkeit ein weiterer erfindungsgemäßer Kaolin V3 hergestellt.

[0067] Die Korngrößenverteilung des Aufgabematerials wird in der nachfolgenden Tabelle 13 dargestellt:

Tabelle 13:

	Sedigraph	Cilas
μm	Ma-%	Ma-%
> 40	0	0
30–40	0	3
20–30	2	12
10–20	14	38
4–10	45	30
2–4	18	9
1–2	9	5
< 1	11	3
d25	2,6	5,6
d50	5,2	10,6
d75	8,3	16,1

[0068] Die Kornverteilung des erfindungsgemäßen Endproduktes wird in der nachfolgenden Tabelle 14 dargestellt:

Tabelle 14:

	Sedigraph	Cilas
μm	Ma-%	Ma-%
> 40	0	0
30–40	0	0
20–30	0	4
10–20	0	31
4–10	11	37
2–4	23	13
1–2	24	9
< 1	41	5
d25	0,6	3,6
d50	1,3	7,3
d75	2,6	12,3

[0069] Wie in Beispiel 3 beschrieben, werden mit diesem erfindungsgemäßen Material V3 Farben hergestellt. Die Rezepturen entsprechen denen aus Beispiel 3. Die Anteile an V3 werden in der nachstehenden Tabelle 15 zusammengefasst:

Tabelle 15:

Funktion	Muster 6	Muster 7
Kaolin V3 (Erfindung)	4 Ma-%	8 Ma-%

[0070] Nach Herstellung der Musterplatten wird erneut die maximale Schichtstärke gemessen, bei der keine Risse auftreten. Diese Werte sind in der nachfolgenden Tabelle 16 zusammengefasst:

Tabelle 16:

	Muster 6	Muster 7
Schichtstärke [μm]	850	1100

[0071] Muster 6 ist demnach vergleichbar mit Muster 5 aus Beispiel 3. Muster 7, enthaltend die doppelte Menge an V3, zeigt eine verbesserte Rissüberbrückungswirkung.

[0072] Die erfindungsgemäße Beschichtungszusammensetzung kann aus Aufgabekaolin mit einem d50-Wert, gemessen mit dem Sedigraphen, von 2 bis 40 μm hergestellt werden. Vorzugsweise beträgt der d50-Wert, gemessen mit dem Sedigraphen, des Ausgangsmaterials mindestens 10 μm . Gemessen mittels Laserbeugung weist das Aufgabematerial einen mittleren Korndurchmesser von mindestens 7,5 μm , vorzugsweise mehr als 20 μm auf.

[0073] Das Material wird gemäß der vorliegenden Erfindung in Wasser dispergiert und anschließend in einer Kugelmühle, vorzugsweise in einer Nasskugelmühle, unter definierten Bedingungen vermahlen. Danach wird der resultierende Slurry entwässert und getrocknet. Die Filterplatten werden pulverisiert.

[0074] Das resultierende Material weist einen d50-Wert, gemessen mit dem Sedigraphen, von mehr mindestens 1 μm , bevorzugt mindestens 2 μm , eher bevorzugt mindestens 3 μm auf. Gemessen mit Laserbeugung liegt der d50-Wert bei mindestens 10 μm , bevorzugt mindestens 15 μm .

[0075] Die Weiße R 457 des Materials beträgt mindestens 75, vorzugsweise mindestens 80. Die spezifische

Oberfläche (BET) des Materials beträgt mindestens 7,5 m²/g.

[0076] Das erfindungsgemäße Kaolin kann in Farben eingesetzt werden und führt zu einer besseren Rissüberbrückung im Vergleich zu herkömmlichen Glimmer. In Farbrezepturen kann das Kaolin in einer Konzentration von 15% und weniger eingesetzt werden. Für ein gutes Preis/Leistungsverhältnis sind Konzentrationen unter 10% möglich. Vorzugsweise werden 2 bis 8% eingesetzt, noch vorteilhafter 2 bis 6%. Im Vergleich zum herkömmlichen Glimmer wird bei einem 1:1 Austausch des erfindungsgemäßen Kaolins gegen Glimmer eine Farbe mit verbesserten optischen Eigenschaften hergestellt.

[0077] In Wandbeschichtungen, z. B. Putz, führt der erfindungsgemäße Kaolin zu ähnlichen Effekten.

[0078] Sämtliche in den Anmeldungsunterlagen offenbarten Merkmale werden als erfindungswesentlich beansprucht, sofern sie einzeln oder in Kombination gegenüber dem Stand der Technik neu sind.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, **dadurch gekennzeichnet**, dass in einem ersten Schritt ein Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von mindestens 2 µm gemessen mittels einem Sedigraph, in Wasser dispergiert wird und in einem zweiten Schritt in einer Kugelmühle vermahlen und anschließend gepresst, getrocknet und pulverisiert wird.

2. Verfahren zur Herstellung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in dem ersten Schritt ein Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von mindestens 10 µm, gemessen mittels einem Sedigraph, verwendet wird.

3. Verwendung einer Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, welches in einer Kugelmühle vermahlen und anschließend gepresst, getrocknet und pulverisiert wurde und in Form grobflächiger, dünner, plättchenartiger Partikel mit einem mittleren Durchmesser von 1–40 µm, gemessen mittels einem Sedigraph und mit einer mittleren spezifischen Oberfläche von 7,5–20 m²/g, gemessen nach BET, vorliegt, als Füllstoff und/oder Pigment in Farbe, Lack, Papier und/oder Kunststoff.

4. Verwendung einer Beschichtungszusammensetzung nach Anspruch 3 zur Beschichtung von Oberflächen, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin der Beschichtungszusammensetzung in einer Farbe zu einem Anteil von weniger als 15 Ma.-% vorliegt.

5. Verwendung einer Beschichtungszusammensetzung nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass dabei das Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1–20 µm, gemessen mittels einem Sedigraph, vorliegt.

6. Verwendung einer Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1–10 µm, gemessen mittels einem Sedigraph, vorliegt.

7. Verwendung einer Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1,5–3 µm, gemessen mittels einem Sedigraph, vorliegt.

8. Verwendung einer Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 3 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einer mittleren spezifischen Oberfläche von 10–15 m²/g, gemessen nach BET, vorliegt.

9. Beschichtungszusammensetzung enthaltend Kaolin, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin, welches in einer Kugelmühle vermahlen und anschließend gepresst, getrocknet und pulverisiert wird, anschließend in Form grobflächiger, dünner, plättchenartiger Partikel mit einem mittleren Durchmesser von 1–40 µm, gemessen mittels einem Sedigraph und mit einer mittleren spezifischen Oberfläche von 7,5–20 m²/g, gemessen nach BET, vorliegt.

10. Beschichtungszusammensetzung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1–20 μm , gemessen mittels einem Sedigraph, vorliegt.
11. Beschichtungszusammensetzung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1–10 μm , gemessen mittels einem Sedigraph, vorliegt.
12. Beschichtungszusammensetzung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1,5–3 μm , gemessen mittels einem Sedigraph, vorliegt.
13. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–12, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin mit einer mittleren spezifischen Oberfläche von 10–15 m^2/g , gemessen nach BET, vorliegt.
14. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–13, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin einen Weißgrad R457 von mindestens 75 aufweist.
15. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–13, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin einen Weißgrad R457 von mindestens 80 aufweist.
16. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–13, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin einen Weißgrad R457 von mindestens 83 aufweist.
17. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–13, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin einen Weißgrad R457 von mindestens 85 aufweist.
18. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–14, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin einen Gelbwert von maximal 7 aufweist.
19. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–14, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin einen Gelbwert von maximal 4 aufweist.
20. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–19, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin eine Ölaufnahme kleiner 28 g/100 g aufweist.
21. Beschichtungszusammensetzung nach einem der Ansprüche 9–19, dadurch gekennzeichnet, dass das Kaolin eine Ölaufnahme kleiner 26 g/100 g aufweist.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

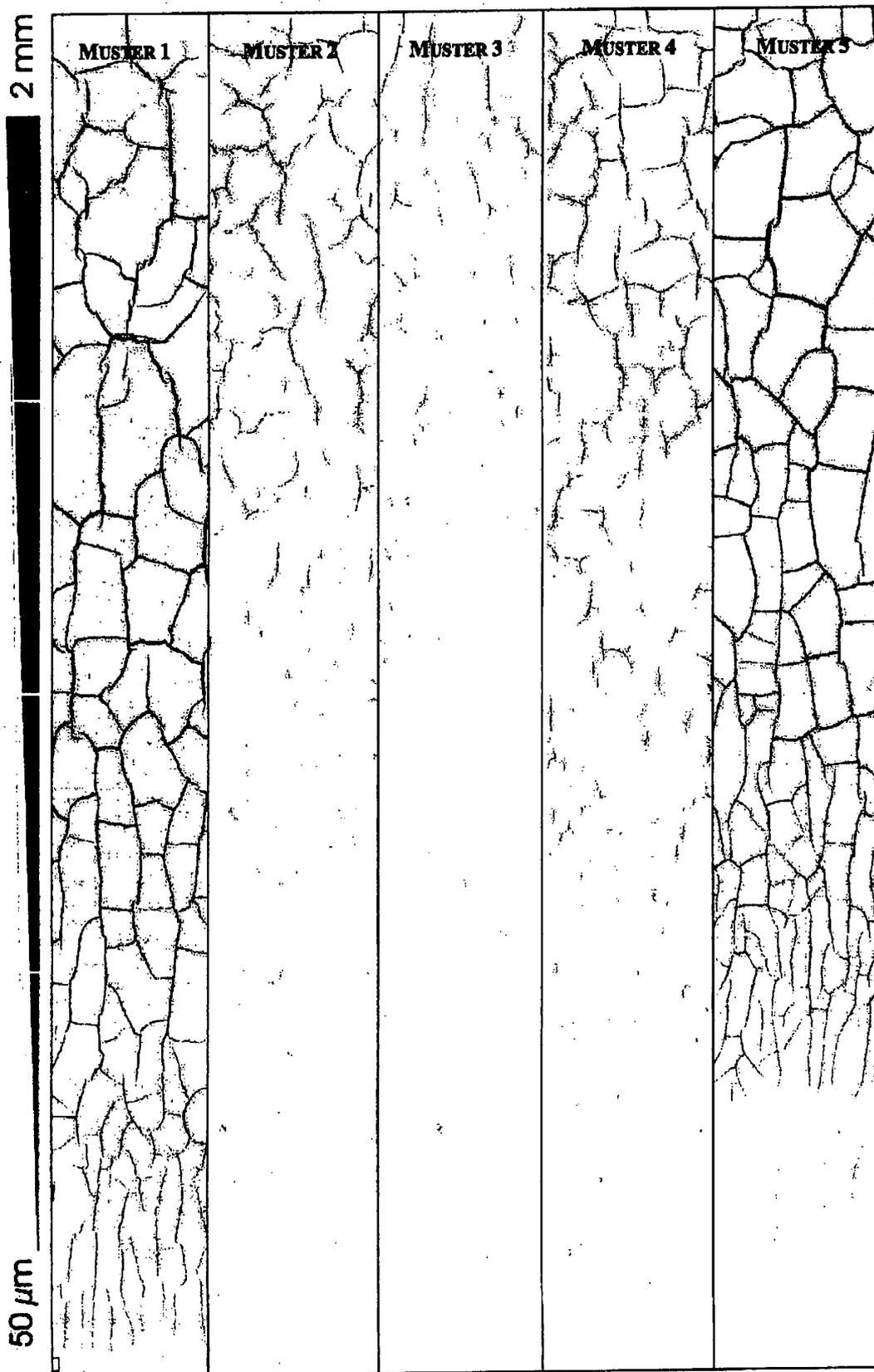


Fig. 1