



(19) österreichisches
patentamt

(10) **AT 503 115 B1** 2007-08-15

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 1295/2006 (51) Int. Cl.⁸: **C09D 5/03** (2006.01)
(22) Anmeldetag: 2006-08-01 **C09D 07/12** (2006.01)
(43) Veröffentlicht am: 2007-08-15

(73) Patentanmelder:
TIGERWERK LACK- UND
FARBENFABRIK GMBH & CO. KG.
A-4600 WELS (AT)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HARTSTOFFPARTIKEL ENTHALTENDEN
PULVERLACKEN**

(57) Verfahren zur Herstellung von zumindest eine
filmbildende Polymerkomponente und Hartstoffparti-
kel mit einer Mohs-Härte > 7 als nicht-filmbildende
Komponente enthaltenden, im Zuge ihrer Herstel-
lung und Verarbeitung Anlagen, insbesondere
Extruder, Mischer oder dgl. schonenden, hitze-
sowie strahlungshärtbaren Pulverlacken, wobei der
einen Hauptbestandteil bildenden, aus zumindest
einem primär teilchenförmigen, filmbildenden Poly-
mermaterial bestehenden Polymerkomponente zur
Steigerung der Abriebfestigkeit mikroskalige, mit
polymerem Material und/oder Wachs umhüllte
Hartstoffteilchen zugesetzt werden.

AT 503 115 B1 2007-08-15

DVR 0078018

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zumindest eine filmbildende Polymerkomponente und Hartstoffpartikel mit einer Mohs-Härte > 7 als nicht-filmbildende Komponente enthaltenden, im Zuge ihrer Herstellung und Verarbeitung Anlagen, insbesondere Extruder, Mischer und Applikationsgeräte schonenden, hitze- sowie strahlungshärtbaren Pulverlacken.

Pulverlacke haben aufgrund der hohen Wirtschaftlichkeit des Verfahrens sowie der günstigen Beurteilung aus Sicht des Umweltschutzes bei der Beschichtung von Materialien wie Metall, Glas, Keramik, etc., breite Anwendung gefunden.

Eine Vielzahl verschiedener Bindemittelsysteme, Pigmente, Füllstoffe und Additive haben Pulverbeschichtungen die unterschiedlichsten Anwendungen erschlossen. Beispielsweise sind dekorative Überzüge, Korrosionsschutzsysteme, hitzeresistente Beschichtungen, wetterfeste Lackierungen an Fassaden und Fahrzeugen sowie vielfältige funktionale Überzüge im glänzenden bis matten, glatten bis strukturierten Finish heute längst Stand der Technik.

Trotz ihrer wirtschaftlichen Vorzüge und ihrer Vielzahl an möglichen Einsatzgebieten sind Pulverlacken jedoch auch manche Einschränkungen, verglichen mit Nasslacken, zu eigen. Der Verzicht auf Lösemittel sowie einengende Vorgaben an die Bindemittel hinsichtlich der Glasübergangstemperatur- und Viskositätsbereiche macht es beispielsweise schwierig, besonders verschleißfeste, abriebbeständige Pulverbeschichtungen herzustellen.

Da in zahlreichen Fällen das dekorative Aussehen der pulverbeschichteten Objekte eine wesentliche Rolle spielt, ist es wünschenswert, dass diese ihr makellooses Aussehen möglichst unverändert beibehalten, weshalb der Erhöhung der Abriebfestigkeit von Pulverbeschichtungen schon ein lange bestehendes Anliegen ist. Daneben kann es durch Verschleiß zu funktionellen Einschränkungen kommen, da mit dem Abnehmen der Schichtdicke eines Lacküberzuges natürlich auch dessen Schutzwirkung gegenüber dem Untergrund abnimmt.

Die US 2004/0063813 A1 beschreibt, dass Pulverlackzusammensetzungen, welche reaktive Nanopartikel enthalten, in vielerlei Belangen, so auch hinsichtlich ihrer Verschleißfestigkeit, herkömmlichen Pulverlacken - das sind solche ohne die entsprechenden Partikel oder solche, bei welchen die verwendeten Nanopartikel unmodifiziert sind und somit keine kovalente Anbindung an das Bindemittel erfahren - überlegen sind. Im Sinne des vorgenannten Dokuments sind die reaktiven Nanopartikel anorganische Partikel im Größenbereich zwischen 1 und 400 nm, welche durch chemische Modifizierung ihrer Oberfläche mit organofunktionellen Gruppen ausgestattet sind, die zur Herstellung kovalenter Bindungen zu Bindemittelkomponenten der betreffenden 3 Pulverlackformulierung in der Lage sind; jene ermöglichen somit eine dauerhafte Verbindung zwischen Bindemittel und den darin verteilten Partikeln.

Es stellt sich allerdings heraus, dass bei den gemäß US 2004/0063813 A1 formulierten Pulverbeschichtungen die Verbesserung der Abriebfestigkeit nicht sonderlich groß ist. So zeigt der Vergleich der Beispiele 1 (Vergleichsbeispiel) und 4 (erfindungsgemäß) im Taber Abrasion Test eine Verminderung der Abriebsmenge um nicht einmal 20 %. Eigene Untersuchungen zu diesem Thema führten zu ähnlichen Resultaten.

Die DE 102 48 799 A1 offenbart anorganische Partikel umfassende Flüssigbeschichtungs-Zusammensetzungen, die dadurch gekennzeichnet sind, dass sie - ggf. neben anderen Hartstoffpartikeln - Mikrohohlpartikel aus Materialien der Mohs'schen Härte $> 5,5$ enthalten. Die Partikel weisen - zusammen gemessen - eine durchschnittliche Partikelgröße von 0,01 bis 20 μm , vorzugsweise 0,05 bis 15 μm , ganz besonders bevorzugt im Bereich von 0,25 bis 10 μm und vor allem von 0,5 bis 7 μm auf. Aufgrund des geringen durchschnittlichen spezifischen Gewichts jener Mikrohohlpartikel und der den Flüssigformulierungen inhärenten niedrigen Viskosität reichern sich diese bevorzugt an der Oberfläche der Beschichtung an und machen diese besonders hart und abriebfest, während allfällige weitere Hartstoffteilchen auch für Härte in den darunter liegenden Schichten sorgen. Nach der Lehre dieser Offenlegung ist es aus Gründen

der Transparenz vorteilhaft, Partikel, die im Wesentlichen kleiner als 0,5 µm sind, einzusetzen, während zur Erzielung besonderer Härte die Partikel vielfach deutlich größer als 1 µm sein sollten.

- 5 Die Beschichtungen gemäß DE 102 48 799 A1 können bei hohen Anteilen entsprechender Partikel so verschleißfest sein, dass sie beim Taber Abrasion Test im Vergleich zu den unmodifizierten Beschichtungen nur noch einen Bruchteil deren Abriebs erleiden. Allerdings gibt die genannte DE-A1 keinen Hinweis, wie die geoffenbarten Strategien zur Herstellung kratzfester, abriebbeständiger Pulverbeschichtungen angewendet werden können, sondern schließt viel-
- 10 mehr implizit eine derartige Übertragung durch den Hinweis auf die Bedeutung der Dünnschichtigkeit von Flüssigbeschichtungen für das Funktionieren des betreffenden Verfahrens aus.

- Die DE 103 00 118 A1 beschreibt die Verbesserung der Abriebbeständigkeit von Beschichtungsmitteln auf der Basis flüssiger, härtbarer Polyurethanzusammensetzungen durch den
- 15 Zusatz wachsgecoateter Polyamidpartikel. Aus den geoffenbarten Beispielen ergibt sich eine signifikante Verminderung des im Taber Abrasion Test abgetragenen Materialsanteils; der Materialabtrag wird bei Zusatz wachsgecoateter Polyamidpartikel um bis zu zwei Drittel reduziert.

- 20 Die EP 1 245 627 A2 beschreibt strahlungshärtbare Flüssigbeschichtungen auf der Basis von Acrylaten, welche durch die Verwendung so genannter Nano-/Mikrohybridsysteme oder Mikrohybridsysteme auf der Basis nano- bzw. mikroskaliger oxidischer Partikel, welche durch eine in situ-Reaktion im als organischem Bindemittel dienenden Acrylmonomeren mit einer siliziumorganischen Umhüllung versehen werden, eine im Vergleich zu unmodifizierten Flüssigbeschichtungen auf Acrylbasis vielfach höhere Abriebbeständigkeit aufweisen. Bei den obligat zu verwendenden mikroskaligen Partikeln handelt es sich gemäß der Offenbarung dieses Dokuments bevorzugt um Korund mit einem mittleren Korndurchmesser von 13 µm.
- 25

- Nach der Lehre der EP 1 245 627 A2 werden die siliziumorganischen Umhüllungen jener Partikel in den Acrylmonomeren als Matrix bei 60 - 70°C vorgenommen, ein Temperaturbereich, mit welchem im Hinblick auf die wesentlich höheren Viskositäten und Prozesstemperaturen bei der Herstellung von Pulverlack-Bindemitteln nicht das Auslangen gefunden wird. Die vielfach höheren Viskositäten der Pulverlack-Bindemittel führen darüber hinaus beim Standardverfahren zur Herstellung von Pulverlacken, dem bei etwa 90 - 140°C ablaufenden Extrusionsprozess, zu
- 30
- 35 derart hohen Scherraten, dass die Verwendung mikroskaliger Korundpartikel oder ähnlich harter Stoffe in Pulverlackformulierungen unweigerlich zu sehr starkem Verschleiß an den wertvollen Maschinen führen würde.

- Die DE 44 26 831 A1 betrifft strahlenhärtbare Mischungen auf der Basis von Acrylat-Oligomeren, welche durch Zugabe von mindestens 1% einer Kombination feinteiliger anorganischer Verbindungen hoher Härte - Korund, Siliziumcarbid, Quarz und Wolframcarbid - in ihrer Abriebfestigkeit wesentlich gesteigert werden. Die Größe der Hartstoffteilchen liegt zwischen 1 und 50, vorzugsweise 5 bis 20 µm. Auch hier ist bei einer Übertragung auf Pulverlacke mit sehr starkem Verschleiß an den Maschinen zu rechnen.
- 40

- 45 EP 0 539 385 B1 beschreibt Verfahren, mittels welcher zahlreiche Stoffe, deren Passage durch den Extruder aus den unterschiedlichsten Gründen unvorteilhaft ist und deshalb vermieden werden muss, haltbar an die Partikel einer primären filmbildenden Komponente agglomeriert werden können. Dies geschieht in bevorzugter Weise durch Bearbeiten der Mischung der Partikel jener primären filmbildenden Komponente mit den Partikeln des Additivs in einem Hochgeschwindigkeitsmischer. Durch die solcherart in die Mischung eingebrachte hohe mechanische Energie kommt es zu einem Temperaturanstieg der Masse; dabei werden die Additiv-Partikel - anders als bei herkömmlichem Vermengen - untrennbar mit den Partikeln der primären filmbildenden Komponente verbunden („agglomeriert“); in besonderen Ausformungen des Verfahrens
- 50
- 55 können auch sorgfältig zudosierte Lösungsmittel zum oberflächlichen Anlösen (Klebrigmachen)

der primären filmbildenden Komponente(n) oder sorgfältig zudosierte Lösungen oder Dispersionen von Polymeren, die ihrerseits ein partielles Zusammenkleben zwischen den Primär- und den Additivpartikeln bewirken, zur Anwendung kommen. Die Agglomerate werden zunächst unter Kühlen und/oder Entzug des/der eingesetzten Lösungsmittel weiter bewegt und fallen schließlich in rieselfähiger Form an.

Die EP 0 539 385 B1 verweist auf die vorteilhafte Anwendung des Verfahrens zur Herstellung von abriebbeständigen Pulverlacken, welche durch das Agglomerieren abrasiver Bestandteile wie Korund (Mohs-Härte 9) oder Metallcarbide an eine primäre pulverförmige filmbildende Komponente hergestellt werden können. Eine Fertigung hartstoffhaltiger Pulverlacke nach herkömmlicher Methode, bei welcher alle Bestandteile der Formulierung, also einschließlich der Hartstoff-Partikel, zunächst trocken vorgemischt und anschließend extrudiert werden, würde hingegen zu unvermeidbar starkem Verschleiß im Inneren des Extruders führen.

Es überrascht allerdings nicht, dass bei Verwendung abrasiver Partikel und einer Verfahrensweise gemäß EP 0 539 385 B1 nun anstelle des Extruders das hochtourige Mischwerkzeug starkem Verschleiß ausgesetzt ist, umso mehr, als bei diesem Verfahren jedes einzelne Hartstoff-Partikel im Zuge des Prozesses wiederholt in intensiven Kontakt mit dem Schnellläufer-Rotor und der Innenwand des Mixers kommt und kommen muss, soll der Prozess zum gewünschten Ziel führen. Darüber hinaus sind natürlich auch die bei der Pulverlack-Applikation verwendeten Förder- und Sprüheinrichtungen sehr starkem Verschleiß unterworfen, befinden sich doch der Großteil der Hartstoffteilchen an der Außenseite der erzeugten Agglomerate.

Die EP 1 095 110 B1 betrifft die Verminderung des Glanzgrades oder sonstige Änderungen des Erscheinungsbildes von Pulverbeschichtungen. Dies geschieht gemäß Offenbarung durch Vermischen einer filmbildenden Pulverlackkomponente, einer filmbildenden oder nicht-filmbildenden, das Erscheinungsbild modifizierenden Komponente, sowie einer weiteren Additiv-Komponente, bei welchen es sich um bestimmte Kombinationen von Aluminiumoxid (auch als Al_2O_3 = Korund), Aluminiumhydroxid und mit Wachs überzogenem, vorzugsweise amorphem Siliziumdioxid, oder gegebenenfalls letzteres alleine, handelt. In bevorzugter Weise sind die drei letztgenannten Stoffe maximal 1 μm groß.

Die EP 1 095 110 B1 offenbart nichts hinsichtlich der Abriebfestigkeit nach ihrer Lehre hergestellten Beschichtungen, ebenso wenig sind Angaben auf einen möglichen Verschleiß von Anlagenteilen darin zu finden.

Es ist festzuhalten, dass nach dem Stand der Technik keine Pulverbeschichtungen bekannt sind, welche eine gegenüber herkömmlichen Pulverbeschichtungen markant höhere Abriebfestigkeit nach Taber aufweisen und welche bei ihrer Herstellung und Verarbeitung keinen Verschleiß an den berührenden Anlagenteilen verursachen, der über das Maß hinausgeht, welches für herkömmliche Pulverlacke üblich ist.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass die Erzeugung von Hartstoffteilchen mit einer Mohs-Härte > 7 enthaltenden Pulverlacken in einem Agglomerationsprozess und ihre Verarbeitung zur Herstellung abriebsfester Pulverbeschichtungen ohne Verschleißschäden an den beteiligten Anlagen unter Vermeidung der oben geschilderten Nachteile des Standes der Technik möglich ist, wenn erfindungsgemäß der einen Hauptbestandteil bildenden, aus zumindest einem primär teilchenförmigen, filmbildenden Polymermaterial bestehenden Polymerkomponente zur Steigerung der Abriebfestigkeit mikroskalige, mit polymerem Material und/oder Wachs umhüllte Hartstoffpartikel zugesetzt werden. In unerwarteter Weise hat sich weiters gezeigt, dass die Verwendung polymer- und/oder wachsumhüllter Hartstoffpartikel auch bei bloßem loseem Vermengen mit einer primären teilchenförmigen filmbildenden Polymerkomponente zu weitgehend entmischungsstabilen Pulverlack-Qualitäten führt, welche die Herstellung abriebsfester Pulverbeschichtungen ermöglichen.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es nach erfindungsgemäßen Ausführungsformen besonders vorteilhaft, wenn zumindest eine primär teilchenförmige, filmbildende Polymerkomponente mit mindestens einer teilchenförmigen, nicht filmbildenden Komponente aus mit polymerem Material und/oder Wachs umhüllten Hartstoffteilchen vermengt oder auch durch Agglomeration verbunden wird.

Als filmbildende Komponente können härtbare Polymersysteme dienen. Ein härtbares Polymersystem umfasst i. a. eine oder mehrere Härterkomponente/n; alternativ können auch koreaktive Polymere zum Einsatz kommen. Die Härtung dieser Polymere kann durch Wärme- und/oder Strahlungsenergie (UV, Elektronenstrahl) bewirkt werden.

Als Bindemittel für die hitzehärtbaren Polymersysteme kommen carboxylfunktionelle Polyester in bevorzugter Weise und/oder hydroxylfunktionelle Polyester, (Meth-)Acrylharze - carboxyl-, hydroxyl- oder glycidylfunktionell - oder auch Epoxidharze in Betracht.

Zur Härtung carboxylfunktioneller Harze werden häufig epoxidfunktionelle Komponenten verwendet. Dabei kann es sich entweder um epoxidfunktionelle Harze handeln wie beispielsweise Kondensationsprodukte aus Bisphenol A und Epichlorhydrin, oder es niedermolekulare Verbindungen wie beispielsweise Triglycidylisocyanurat. Weitere potentielle Härter carboxylfunktioneller Harze sind α -Hydroxyalkylamide.

Zur Umsetzung hydroxylfunktioneller Harze können isocyanatfunktionelle Härter verwendet werden, weiters Amin-Formaldehyd-Kondensate wie Melaminharze, Harnstoff-Formaldehydharze oder auch Glycoluril-Systeme.

Die zur Umsetzung mit (Meth-)Acrylharzen geeigneten Härter sowie co-reaktiven Polymere orientieren sich in Analogie zu den zuvor erörterten Polyestern an den im Acrylharz verfügbaren funktionellen Gruppen. Zur Härtung glycidylfunktioneller (Meth-)Acrylharze sind längerkettige aliphatische Dicarbonsäuren, darüber hinaus auch deren Anhydride, verwendbar.

Zur Härtung von Epoxidharzen kommen beispielsweise aminofunktionelle Stoffe in Betracht; eine weitere Möglichkeit stellen carboxylfunktionelle Polymere (Polyester, [Meth-]Acrylate) dar.

Als strahlungshärtbare Polymere können ungesättigte Polyesterharze dienen. Zu ihrer Härtung sind andere ungesättigte Stoffe wie Acrylurethane oder Vinyletherurethane verwendbar.

Die Größe der Teilchen der filmbildende(n) Komponente(n) liegt gängigerweise zwischen 10 und 120 μm , mit einem Mittelwert zwischen 15 und 75 μm . Die Glasübergangstemperatur(en) liegen üblicherweise im Bereich von 35 bis 85°C, vorzugsweise von 40 bis 75°C und besonders bevorzugt von 45 bis 70°C.

Alternativ können thermoplastische Polymersysteme als filmbildende Komponente verwendet werden. Beispiele sind Fluorocarbon-Polymere - z. B. Polyvinylidenfluorid -, weichgemachtes Polyvinylchlorid, Polyethylen, Ethylen-Vinylacetat-Copolymere und Polyamide.

Die vorgenannten Polymersysteme können optional weitere Stoffe wie Pigmente, Füller und Additive enthalten.

Als Pigmente können anorganische Stoffe wie Titandioxid, Chrom(III)-oxid, Ruß oder Eisenoxide, weiters organische Pigmente wie Phthalocyanin-, Azo-, Anthraquinon-, Thioindigo- oder Quinacridonpigmente verwendet werden. Als Füller sind beispielsweise Bariumsulfat und Calciumcarbonat verwendbar. An Additiven können beispielsweise Verlaufsmittel, UV- und Oxidationsstabilisatoren, Härtungsbeschleuniger und Entgasungshilfsstoffe zum Einsatz kommen.

Die erfindungsgemäß als primäre filmbildende Komponente dienenden teilchenförmigen filmbil-

denden Polymeren finden verbreitet als Pulverlack Verwendung. Eine sehr detaillierte und aktuelle Übersicht zum Thema vermittelt dazu beispielsweise Pieter Gillis de Lange, Powder Coatings - Chemistry and Technology, Vincentz Network, Hannover, 2004.

5 Es hat sich gezeigt, dass unter Verwendung von Partikeln mit einer Mohs-Härte ≤ 7 hergestellte Pulverlacke im Taber Abrasion Test zwar Verbesserungen der Abriebbeständigkeit gegenüber unmodifizierten Pulverbeschichtungen erkennen lassen, diese Verbesserungen aber eher bescheiden ausfallen.

10 Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden hingegen als Hartstoffteilchen Korund, Siliziumcarbid und/oder Borcarbid eingesetzt. Erfindungsgemäß haben die Hartstoffteilchen eine Teilchengröße im Bereich von 1 bis 50 μm , vorzugsweise 5 bis 30 μm .

15 Die erfindungsgemäß für die Herstellung der Hülle an den genannten Hartstoffteilchen verwendbaren Wachse und Polymere sind vielfältig. Bevorzugt werden Stoffe verwendet, welche in feinteiliger Form auch für sich alleine genommen als Additive in Pulverlacken eingesetzt werden, und unter diesen bevorzugt teilkristalline Materialien. Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besteht die Hülle der Hartstoffteilchen aus gegebenenfalls Amid- oder PTFE-modifizierten Polyethylen- sowie Polypropylen-Wachsen, aus Amidwachsen oder deren
20 Kombinationen.

Die Wachshüllen können durch an sich bekannte Verfahren auf die Teilchen aufgebracht werden; als Beispiel sei die Möglichkeit der Sprühtrocknung bzw. Sprühmikronisierung genannt.

25 Das Herstellen der Agglomerate aus primärer filmbildender Komponente und den wachs- und/oder polymerumhüllten Hartstoffteilchen erfolgt nach bekannten Verfahren, wie beispielsweise in EP 0 539 385 B1 geoffenbart. Erfindungsgemäß ist es aber auch möglich, die Komponenten lediglich lose miteinander zu vermengen, die Abriebsfestigkeit der aus solchen Mischungen herstellbaren Pulverbeschichtungen entspricht jener durch Agglomerieren gewonnenen weitgehend.
30

In jedem Fall zeichnen sich die erfindungsgemäßen Pulverlacke neben ihrer hohen Abriebfestigkeit dadurch aus, dass sie bei ihrer Herstellung und Verarbeitung die betreffenden Anlagen nicht stärker verschleifen als dies die als primäre filmbildende Komponente dienenden Massen tun.
35

Die nachfolgenden Beispiele sollen die stark ausgeprägte Abriebbeständigkeit der erfindungsgemäßen Pulverbeschichtungen verdeutlichen. Dabei soll den konkreten Darstellungen keinerlei einschränkender Charakter zukommen.
40

Beispiele

Bei allen Beispielen kommt die nachstehende filmbildende Polymerkomponente zum Einsatz, ohne jedoch auf die nachfolgend angegebene Polymerkomponente eingeschränkt zu sein:
45

Zusammensetzung

Rohstoffkategorie	Rohstoff-Name (Hersteller)	Gew. Teile
50 Bindemittel	Crylcoat 1573-0 (Cytac Surface Specialities)	344
Bindemittel	Araldit GT 7203 (Huntsman)	288
Additiv	Byk 363 P (Byk Chemie)	7
55 Additiv	Benzoin	3

Rohstoffkategorie	Rohstoff-Name (Hersteller)	Gew. Teile
Additiv	Luwax AM 3 Pulver (BASF)	3
Pigment	Titan TR 81 (Huntsman Tioxide)	300
Füllstoff	Omyacarb 1 SV (Omya)	40

Die Rohstoffe wurden in einem Mischer der Type Pilot 3 der Fa. Thermo Prism 2 Minuten lang bei einer Drehzahl von 2500 min^{-1} vorgemischt und anschließend über einen Extruder der Type Prism Twinscrew 16 mm, Schneckenlänge = 24-facher Schneckendurchmesser, extrudiert (Temperierung der Heizzonen in Richtung des Materialflusses: 100, 130 und 125°C , Drehzahl 400 min^{-1}). Das gekühlte Extrudat wurde gebrochen, auf einer Sichtertermühle gemahlen und mit einer Kornobergrenze von $85 \mu\text{m}$ abgesiebt.

Hartstoffkomponente in allen erfindungsgemäßen Beispielen:

Edelkorund der Korngröße F 320, überzogen mit DEUREX ® 9720 (Polyethylen). Der Wachsanteil der Hartstoffkomponente betrug 31,8 Gew. %.

Verschleißmindernde Komponenten gemäß Stand der Technik in Vergleichsbeispielen:

Polyamid 12 - Partikel der mittleren Korngröße $\sim 20 \mu\text{m}$, naturfarben (Vestosint 2158 nf, Fa. Degussa), sowie detto, gemäß DE 103 00 118 A1 mit 4 % Wachs (mikronisiertes Fischer-Tropsch/PTFE-Wachs) gecoatet.

Beispiel 1 (agglomeriertes Pulverlack-Endprodukt, erfindungsgemäß)

In den Friktionsmischer einer Heiz-/Kühlmischer-Kombination TSHK/KGU in Laborausführung (10 l Nennvolumen, Fa. Papenmeier) wurden 2430 g der obigen pulverförmigen, filmbildenden Polymerkomponente sowie 70 g der wachsumhüllten Hartstoffkomponente vorgelegt. Anschließend wurde das Mischwerkzeug in Betrieb genommen und bis zu einer maximalen Umfangsgeschwindigkeit von 27 m/sec. bewegt, und zwar so lange, bis eine Innentemperatur von 52°C erreicht war. Durch Rücknahme der Drehzahl wurde diese Temperatur für 2 Minuten konstant gehalten. Anschließend wurde das Material in den nachgeschalteten Kühlmischer überführt und unter Kühlen weiter gerührt, bis die Massetemperatur 30°C unterschritt.

Eine anschließende Untersuchung der verwendeten Heiz-/Kühlmischer-Kombination ließ keine Verschleißspuren erkennen.

Beispiel 2 (lose gemischtes Pulverlack-Endprodukt, erfindungsgemäß)

972 g der obigen pulverförmigen, filmbildenden Polymerkomponente sowie 28 g der wachsumhüllten Hartstoffkomponente werden in einem Mischer der Type Pilot 3 der Fa. Thermo Prism 2 Minuten lang bei einer Drehzahl von 1500 min^{-1} vermischt.

Eine anschließende Untersuchung des verwendeten Mixers ließ keine Verschleißspuren erkennen.

Vergleichsbeispiel 1

972 g der obigen pulverförmigen, filmbildenden Polymerkomponente sowie 28 g der oben genannten wachsumhüllten Polyamidpartikel werden analog zu Beispiel 2 miteinander vermischt.

Vergleichsbeispiel 2

972 g der obigen pulverförmigen, filmbildenden Polymerkomponente sowie 28 g der oben genannten nicht umhüllten Polyamidpartikel werden analog zu Beispiel 2 miteinander vermischt.

Vergleichsbeispiel 3

5

Die obige pulverförmige, filmbildende Polymerkomponente wird ohne jeden Zusatz verwendet.

Verarbeitung:

10 Die Pulverlacke aus den vorgenannten Beispielen und Vergleichsbeispielen wurden mit einer Gema Easy Tronic Beschichtungsanlage auf Prüfbleche aus Aluminium, Größe 100 x 100 x 0,7 mm, appliziert, Schichtdicke ca. 100 µm. Anschließend wurden die Pulverlacke in einem Umluftofen der Type Heraeus UT 12 15 Minuten lang bei 160°C eingebrannt.

15 Zur Untersuchung des Abrasionspotenzials der erfindungsgemäßen Pulverlacke wurden weiters je 200 kg der entsprechenden Pulverlacke über eine industrielle Beschichtungsanlage (DDF Pumpe 20-40® der Fa. Ramseier Technologies AG, Sprühpistole Easytronic Select® der Fa. ITW Gema) verarbeitet. Eine anschließende Untersuchung zeigte keinerlei Hinweise auf starken Verschleiß, wie er bei Verarbeitung von Pulverlacken, die herkömmliche Hartstoffpartikel enthalten, zu beobachten ist.

20

Prüfung der Abriebbeständigkeit:

Die Bestimmung der Abriebfestigkeit erfolgte mittels Taber® Abraser 5130 der Fa. BYK-Gardner in Anlehnung an die DIN 68861 T2. Als Schleifmittel dienten Sandpapierstreifen der Type S-33, welche nach 100 Umdrehungen gegen neue ausgetauscht wurden. Es wurde der Gewichtsverlust der Prüflinge nach 200 Umdrehungen und einer Belastung mit 500 g ermittelt.

Ergebnisse:

30

Die nachstehenden Ergebnisse stellen die jeweiligen Mittelwerte aus 3fach-Bestimmungen dar.

35

40

Probe	Gewichtsverlust [mg]
Beispiel 1	93,6
Beispiel 2	97,6
Vergleichsbeispiel 1	150,5
Vergleichsbeispiel 2	150,2
Vergleichsbeispiel 3	165,9

45

50

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass Pulverlacke, welche mit Polyamidpartikeln als nicht-filmbildende Komponente, gleichgültig ob mit Wachs gecoated oder nicht, ausgestattet werden, im Vergleich zu unmodifizierten Pulverlacken (Vergleichsbeispiel 3) einen in der Größenordnung von ungefähr knapp 10% verringerten Gewichtsverlust aufweisen. Ohne wesentlichen Einfluss von der Art der eingesetzten filmbildenden Polymerkomponente bewirkt die erfindungsgemäße Verwendung von wachsumhüllten Hartstoffpartikeln als nicht-filmbildende Komponente hingegen einen in der Größenordnung von gut 40% verringerten Gewichtsverlust im Vergleich zu unmodifiziertem Pulverlack.

55

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von zumindest eine filmbildende Polymerkomponente und Hartstoffpartikel mit einer Mohs-Härte > 7 als nicht-filmbildende Komponente enthaltenden, im Zuge ihrer Herstellung und Verarbeitung Anlagen, insbesondere Extruder, Mischer oder dgl. schonenden, hitze- sowie strahlungshärtbaren Pulverlacken, *dadurch gekennzeichnet*, dass der einen Hauptbestandteil bildenden, aus zumindest einem primär teilchenförmigen, filmbildenden Polymermaterial bestehenden Polymerkomponente zur Steigerung der Abriebfestigkeit mikroskalige, mit polymerem Material und/oder Wachs umhüllte Hartstoffteilchen zugesetzt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, *dadurch gekennzeichnet*, dass zumindest eine primär teilchenförmige, filmbildende Polymerkomponente mit mindestens einer teilchenförmigen, nicht-filmbildenden Komponente aus mit polymerem Material und/oder Wachs umhüllten Hartstoffteilchen vermengt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, *dadurch gekennzeichnet*, dass zumindest eine primär teilchenförmige, filmbildende Polymerkomponente mit mindestens einer teilchenförmigen, nicht-filmbildenden Komponente aus mit polymerem Material und/oder Wachs umhüllten Hartstoffteilchen durch Agglomeration verbunden wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, *dadurch gekennzeichnet*, dass als Hartstoffteilchen Korund, Siliziumcarbid und/oder Borcarbid eingesetzt werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Hartstoffteilchen eine Teilchengröße im Bereich von 1 bis 50 μm , vorzugsweise 5 bis 30 μm haben.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Hülle der Hartstoffteilchen aus gegebenenfalls Amid- oder PTFE modifizierten Polyethylen- sowie Polypropylen-Wachsen, aus Amidwachsen oder deren Kombinationen bestehen.

Keine Zeichnung