



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg
Hamburg University of Applied Sciences

Analyse der Einflussfaktoren zur Reduzierung der Blasenbildung eines gefüllten Bindemittelsystems auf Resolbasis

Bachelorarbeit im Studiengang Verfahrenstechnik

**Vorgelegt von
Christine Krieger
am 28. Februar 2013**

1. Gutachter: Prof. Dr. Rainer Stank
2. Gutachter: Dipl.-Chem. Dr. Dirk-Olaf Damrau
Hermes Schleifmittel GmbH & Co. KG Hamburg

Danksagung

Zunächst möchte ich mich an dieser Stelle bei all denjenigen bedanken, die mich während der Anfertigung dieser Bachelor-Arbeit unterstützt und motiviert haben.

Ganz besonders gilt dieser Dank Herrn Dr. Damrau, der meine Arbeit betreut hat. Ich danke Ihm für die fürsorgliche und zielgerichtete Unterstützung während der Bearbeitungszeit. Seine Anregungen waren stets sehr konstruktiv. Vielen Dank für die Geduld und Mühe.

Des Weiteren möchte ich Herrn Prof. Dr. Stank danken, der die Co-Betreuung übernommen hat.

Auch meine Vorgesetzten und Kollegen bei Hermes haben maßgeblich dazu beigetragen, dass diese Bachelorarbeit nun so vorliegt. Vielen Dank, dass Sie mir die Möglichkeit gegeben haben, bei Ihnen zu forschen und zu arbeiten.

Weiterhin möchte ich auch meinen Freunden und Kommilitonen für die schöne und spannende Studienzeit danken.

Summarium

Diese Arbeit befasst sich mit den Einflussgrößen der Blasenbildung in einem Bindemittelsystem für Schleifmittel auf Unterlage. Schleifmittel auf Unterlage bestehen aus einem Träger, mindestens zwei Bindemittelschichten und Schleifkörnern. Für bestimmte Anwendungen wird auf die Schleifkörner eine Bindemittelmasse mit Wirkstoffen aufgetragen, um die Schleifeigenschaften zu verbessern. Diese Massen besitzen in der Regel einen hohen Feststoffanteil, sind deshalb sehr viskos und neigen während der Zubereitung zur Schaumbildung. Dieses Phänomen vermindert die Einbindung des Schleifkorns durch die Masse und es kommt zu erhöhten Kornverlust. In dieser Arbeit werden die Einflussgrößen für die Blasen- bzw. Schaumbildung während des Mischprozesses und der Trocknung der Bindemittelmasse untersucht. Außerdem wird durch Änderungen der Rezeptur, die Wirkung der Bestandteile auf das Gesamtsystem ermittelt.

Inhalt

1	Einleitung	3
1.1	Allgemeines	3
1.2	Problemstellung	4
1.3	Zielsetzung.....	5
2	Theoretische Grundlagen	6
2.1	Verarbeitung des Bindemittels	6
2.1.1	Allgemeines über Rührapparate	6
2.1.2	Wirkmechanismus des Dissolvers.....	7
2.1.3	Modellübertragung	8
2.2	Fließverhalten von Fluiden.....	9
2.3	Reaktionsmechanismus des Resols	10
2.4	Verhalten von Schaum.....	13
2.4.1	Schaumstabilisierung	13
2.4.2	Schaumzerstörung	15
2.4.3	Einfluss von Feststoffpartikel auf das System gasförmig-flüssig	17
3	Material und Methode	19
3.1	Material.....	19
3.1.1	Harz	19
3.1.2	Feststoffe	19
3.1.3	Additive.....	22
3.2	Methode	24
3.2.1	Dispergieren mittels Dissolver	24
3.2.2	Rakeln.....	25
3.2.3	Thermische Härtung	25
3.2.4	Beurteilung der Rakelfilme	26
4	Vorversuche	27
4.1	Verarbeitung des reinen Resols	27
4.2	Zugabe der Entschäumer zum Resol	28
4.3	Einarbeitung der einzelnen Feststoffe im Resol	28
4.3.1	Blasenmenge in Abhängigkeit des Feststoffs.....	29
4.3.2	Blasenmenge in Abhängigkeit des Festkörperverhältnisses	29
4.4	Fazit der Vorversuche.....	30
5	Hauptversuche	31
5.1	Reihenfolge der Komponentenzugabe in der Standardrezeptur	31
5.1.1	Ergebnisse	31
5.1.2	Auswertung	32
5.1.3	Schlussfolgerung	33
5.2	Ansatzmenge und Behältergeometrie	34
5.2.1	Ergebnisse	34
5.2.2	Auswertung	34
5.3	Variation der Entschäumerart und -menge.....	35
5.3.1	Ergebnisse	35

5.3.2	Auswertung	36
5.4	Variation des Temperaturprofils.....	36
5.4.1	Ergebnisse	36
5.4.2	Auswertung	37
5.4.3	Vergleich Entnahme der Masse mit Spatel und Pipette	37
5.5	Festkörperverhältnis	38
5.5.1	Ergebnisse	38
5.5.2	Auswertung	39
5.6	Auslassen einer Komponente	39
5.6.1	Ergebnisse	40
5.6.2	Auswertung	40
5.6.3	Einfluss des Farbansatzes.....	41
5.7	Alterung des Resols im Verlauf der Versuche	43
6	Auswertung	44
7	Ausblick	47
8	Zusammenfassung.....	48
9	Symbolverzeichnis	50
	Literaturverzeichnis.....	51

1 Einleitung

1.1 Allgemeines

Ein Bindemittelsystem besteht aus einem Bindemittel, Lösungsmittel, Pigmenten, Füllstoffen, Wirkstoffen und Additiven. Es wird verwendet, um einen Untergrund zu beschichten. Durch die Beschichtung bekommt der Untergrund neue Eigenschaften. So wird beispielsweise die Chemikalienbeständigkeit erhöht oder das Aussehen, z.B. Farbe oder Textur, verändert.

Das Bindemittel, auch Filmbildner genannt, ist die Basis jedes Beschichtungsstoffes. Es bildet einen zusammenhängenden Film, der die Pigmente, Füllstoffe und Wirkstoffe einbettet und diese untereinander und mit einem Untergrund verbindet. Aufgrund einer chemischen Reaktion oder physikalischen Trocknung härtet dieser Film aus und wird fest.

Um den Filmbildner wirtschaftlicher einzusetzen, werden Füllstoffe zugegeben. Es handelt sich um Feststoffe, die anders als die Lösungsmittel, nicht flüchtig sind. Sie verbleiben nach der Härtung im Film zurück und können daher auch dazu dienen, die Volumenabnahme des Bindemittels während der Härtung zu kompensieren. Dadurch wird die Schrumpfung des Bindemittelsystems reduziert. Außerdem erhöhen sie die Viskosität des Gesamtsystems und beeinflussen die Festigkeitseigenschaften des gehärteten Films.

Farbpigmente verleihen dem System das charakteristische Aussehen, dies kann zur Unterscheidung von Endprodukten dienen oder die Optik verbessern.

Lösungsmittel setzen die Viskosität des Systems herab. Sie verdünnen das Bindemittel. Dies ist für die Herstellung, die Lagerung und das spätere Auftragen auf dem Untergrund von Bedeutung.

Zu den Additiven gehören unter anderem Entschäumer, Entlüftungsmittel, Dispergierhilfsstoffe und Rheologiehilfsmittel. Sie werden nur in geringer Menge der Bindemittelmasse zugegeben. Entschäumer und Entlüftungsmittel sind Hilfsmittel, um die Lufteinlagerung im System zu minimieren. Dispergierhilfsstoffe begünstigen die Einarbeitung der Feststoffe in die Masse. Rheologiehilfsmittel sind Zusätze, die das Fließverhalten beeinflussen.

Die Herstellung eines Bindemittelsystems verläuft ohne chemische Reaktionen. Die Qualität und die Eigenschaften werden maßgeblich von der Rezeptur und der Prozessführung gesteuert. Somit spielt die Chargengröße, die Dosierung und der Mischprozess eine wichtige Rolle für die Herstellung des optimalen Produkts [1].

In dieser Arbeit wird ein Bindemittelsystem für die Schleifmittelindustrie untersucht. Die Produktpalette der Schleifmittel ist sehr breit gefächert. Dies ist durch die hohe Anzahl an Werkstoffen bedingt. Metalle, Holz, Kunststoffe, Glas und Keramik sind einige Beispiele für Werkstoffe die mit Schleifmittel bearbeitet werden können. Sie unterscheiden sich in ihren Eigenschaften wie z.B. Härte, Sprödeheit, Staubentwicklung und Wärmeentwicklung während des Schleifvorgangs. Wichtig ist auch, ob nur poliert oder ein hoher Abtrag gefordert wird. So spielt die Beschaffenheit des Schleifstaubs (Form, Größe, elektrostatische Aufladung) auch eine wichtige Rolle für die Wahl des richtigen Schleifmittels.

Schleifmittel werden in diversen Ausführungen produziert. Abhängig von der Schleifaufgabe, werden Schleifmittel auf Unterlage, Schleifscheiben, Schleifvliese, Schleifpasten oder Schleifkörper verwendet. Aufgrund der Anwendungsvielfalt stellt die Zusammensetzung der Masse, also die Anteile an Pigmenten, Füllstoffen, Flüssigphase und sonstigen Additiven und die Verarbeitung dieser zu einer homogenen Masse, eine große Herausforderung für die Entwickler dar.

1.2 Problemstellung

Schleifmittel auf Unterlage bestehen aus einem Träger, mindestens zwei Bindemittelschichten und Schleifkörnern. Im ersten Herstellungsschritt wird der Träger mit der Bindemittelmasse, der sogenannten Grundleimung, beschichtet. Anschließend werden die Schleifkörner auf die noch nicht ausgehärtete Bindemittelschicht gestreut. Der beschichtete Träger durchläuft eine Wärmebehandlung, um das Bindemittel zu härten. Anschließend wird eine Nachleimung aufgebracht. Der schematische Aufbau eines Schleifmittels auf Unterlage wird in Abbildung 1 dargestellt.



Abbildung 1: Schematischer Aufbau von Schleifmittel auf Unterlage [8]

Für bestimmte Anwendungen wird auf der Kornschicht eine Bindemittelmasse mit Wirkstoffen aufgetragen, um die Schleifeigenschaften zu verbessern. Ziel ist es, dass sich das Schleifgut während des Schleifvorgangs nicht so stark erwärmt. Diese Massen sind in der Regel hochgefüllt, um einen möglichst hohen Effekt zu erreichen. Folglich sind sie meistens

hochviskos und neigen während der Zubereitung zur Schaumbildung. Dieses Phänomen führt zur verminderten Einbindung des Schleifkorns durch die Masse. Dadurch verschlechtern sich die Produkteigenschaften während der Anwendung, es kommt zu erhöhtem Kornverlust.

1.3 Zielsetzung

In dieser Arbeit sollen die Einflussgrößen für die Blasen- bzw. Schaumbildung während des Mischprozesses und der Trocknung der Bindemittelmasse bestimmt werden. Außerdem soll durch Änderungen der Rezeptur die Wirkung der Bestandteile auf das Gesamtsystem ermittelt werden. Ziel ist es, Lösungen zu finden, um die Blasenbildung zu verhindern.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Verarbeitung des Bindemittels

2.1.1 Allgemeines über Rührapparate

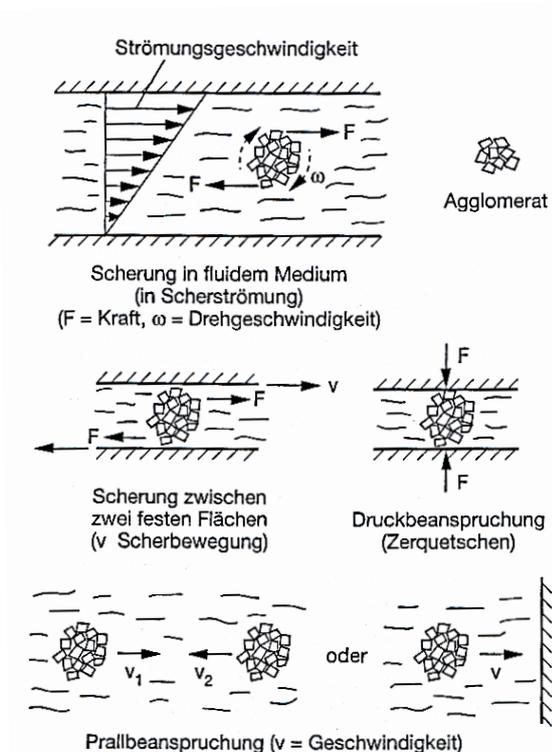


Abbildung 2: Beanspruchungsarten bei der Zerteilung von Agglomeraten [1]

Abbildung 2 verdeutlicht die Beanspruchungsarten bei der Zerteilung von Agglomeraten. Die Zerkleinerung der Agglomerate kann durch das umgebende Fluid, durch die Scherung an zwei festen Flächen, durch Druck oder durch Prall geschehen.

Einen Überblick über die Beanspruchungsmechanismen einiger Rührgeräte liefert Tabelle 1.

Tabelle 1: Beanspruchungsmechanismen der unterschiedlichen Rührgeräte [1]

Beanspruchung	Gerät				
	Dissolver	Rotor-Stator-Dispergierer Zahnkolloidmaschine	Dreiwalze	(Rührwerks-) Kugelmühle	Extruder/Kneeter
Scherung in fluidem Medium	● (t)	● (t)	● (l)	○	● (h)
Scherung zwischen zwei festen Flächen (Mischreibung)			○	●	○
Druckbeanspruchung (Zerquetschen)				●	
Prallbeanspruchung	○	○		○	

● stark wirksam
 ○ schwach wirksam
 (t) turbulent (im Feld der Feinstrukturwirbel, Viskosität relativ niedrig)
 (l) laminar (im laminaren Strömungsfeld, Viskosität relativ hoch)
 (h) hochviskos (zäh Harzschmelze bzw. hochviskoses Knetgut)

Zur homogenen Verteilung der Feststoffe und Additive im Bindemittel stehen diverse Apparate zur Verfügung: Rührer, Dissolver, Dreiwalzenstühle und Rührwerkskugelmühlen sowie Rotor-Stator-Systeme können zum Mischen verwendet werden. Die Wahl des geeigneten Rührapparats hängt von der Rühraufgabe ab. Um das geeignete Gerät zu bestimmen und um die ideale Vermischung zu erreichen, ist es notwendig, die Viskosität des Systems und die Eigenschaften der Feststoffe und der sonstigen Komponenten zu berücksichtigen. Wichtig ist auch die Eigenschaften der Rührapparate zu kennen, da die Agglomeratteilchen von den verschiedenen Geräten unterschiedlich beansprucht werden.

Für Bindemittelsysteme mittlerer Viskosität eignen sich Rührgeräte, die die Scherwirkung hauptsächlich über das umgebende Fluid ausüben, wie z.B. Rotor-Stator-Dispergierer, Dreiwalzenstühle oder Dissolver. Rotor-Stator-Systeme weisen durch die Zwangsführung des Fluids eine sehr gute Verteilung der Feststoffe auf, da keine Totzonen entstehen. Im Gegenzug sind sie verschleißanfällig, was mit hohen Wartungskosten verbunden ist. Dreiwalzenstühle besitzen eine sehr gute und schonende Dispergierwirkung jedoch ist der Durchsatz relativ gering, was die Produktionsdauer erhöht. Dissolver weisen einen hohen Durchsatz auf. Die Dispergierleistung ist zwar schlechter, jedoch reicht sie für die Herstellung von Bindemittelmassen aus. Aus diesen Gründen hat sich der Dissolver, zur Einarbeitung von Feststoffen in Flüssigkeiten, in der industriellen Anwendung durchgesetzt.

2.1.2 Wirkmechanismus des Dissolvers

In dieser Arbeit wird der Dissolver als Rührapparat verwendet weshalb hier nicht näher auf die anderen Rührgeräte eingegangen wird. Beim Dispergieren mittels Dissolver wird eine Rührwelle angetrieben, an dessen Ende eine Zahnscheibe befestigt ist. Die Scheibe wird in die Flüssigkeit eingetaucht, in die die weiteren Substanzen eingearbeitet werden sollen. Durch die Rotation der Welle setzt sich die Flüssigkeit in Bewegung. Beim Rühren bildet sich durch Überlagerung von horizontalen und vertikalen Strömungen im Rührbehälter ein charakteristisches Fließbild aus. In Abbildung 3 ist die Strömung für das Rühren mittels Dissolver dargestellt.

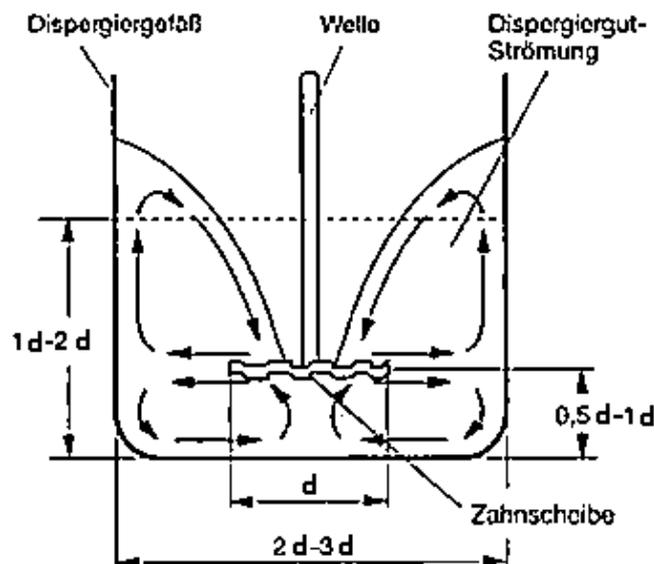


Abbildung 3: Strömung des Dispergiertguts im Rührbehälter und empfohlene geometrische Verhältnisse für das Dispergieren mittels Dissolver; d = Zahnscheibendurchmesser [1]

Im Dissolver wird ein Zahnscheibenrührer verwendet. Dieser ist radialfördernd d.h. die Strömung fließt in radialer Richtung auf die Behälterwand zu. Dort teilt sie sich, ein Teil fließt nach oben, der andere Teil geht Richtung Behälterboden. Es bildet sich eine Trombe um die Rührerachse.

Die Zähne des Zahnscheibenrührers sind in Bezug auf den Umfang so orientiert, dass sich an ihrer Außenseite ein Überdruck und an ihrer Innenseite ein Unterdruck aufbaut. Das Dispergiertgut, das in den Wirkungsbereich der Zähne gelangt, ist starken Druckschwankungen ausgesetzt. Wenn das bewegte Fluid die Zähne auf der Drehscheibe trifft, entstehen dort zahlreiche Verwirbelungen, welche die Agglomerate scheren und somit zerteilen. Der gezahnte Rand der Rührscheibe übt die Dispergierwirkung aus. Dort ist die Scherwirkung am größten, daher wird als Betriebsparameter meistens die Scheibenumfangsgeschwindigkeit u gewählt. Sie lässt sich mit Hilfe der Umdrehungszahl n und des Rührscheibendurchmessers d berechnen.

$$u = \pi \cdot n \cdot d \quad (Gl. 1)$$

Die mechanische Rührleistung P ist definiert als: $P = 2 \cdot \pi \cdot n \cdot M$ (Gl. 2)

Die typische Umfangsgeschwindigkeit beim Betrieb von Dissolvern liegt zwischen 10 und 25m/s. Um gute Dispergiererergebnisse zu erzielen, sollten die optimalen geometrischen Verhältnisse im Rührbehälter beachtet werden. Die empfohlenen Verhältnisse sind in Abbildung 3 dargestellt.

Nur ein Teil der Leistung, die in das Dispergieren eingebracht wird, wird für die Zerteilung der Agglomerate verbraucht. Der überwiegende Anteil wird in Wärme umgewandelt. Bedingt durch die Agglomerat-Bindungskräfte, können die Agglomeratteilchen nur bis zu einem bestimmten Grad zerkleinert werden. Auch durch beliebig langes Weiterdispergieren werden die Agglomerate nicht kleiner [1].

2.1.3 Modellübertragung

Für die praktische Lösung von Rührproblemen werden meist Versuche durchgeführt, um die geeigneten Prozessparameter zu ermitteln. Diese Versuche werden zunächst in kleinen Apparaten (Modellausführung) durchgeführt. Nach Erprobung und Ermittlung der günstigsten Betriebsbedingungen werden die Erkenntnisse auf die Hauptausführung übertragen. Dieser Prozess der Hochrechnung von Modell- auf Hauptausführung wird als „Scale-up“ bezeichnet. Grundvoraussetzung für eine gelungene Modellübertragung ist, dass in der Modell- und in der Hauptausführung die gleichen Stoffe eingesetzt werden und vergleichbare Betriebsbedingungen herrschen. Außerdem müssen die geometrischen Verhältnisse beider

Ausführungen gleich sein. Letzteres bedeutet, dass im Idealfall alle Maße in einem festen Verhältnis zueinander stehen müssen, den sogenannten Vergrößerungsmaßstab μ .

$$\mu = \frac{d_H}{d_M} = \frac{D_H}{D_M}$$

d = Rührscheibendurchmesser

D = Behälterdurchmesser

Index H: Hauptausführung

Index M: Modellausführung

Als Übertragungskriterien werden physikalische Kennwerte verwendet die gemäß der Rühraufgabe plausibel sind. Die wichtigsten Kriterien sind:

- Gleiche Volumenbezogene Leistung: $\left(\frac{P}{V}\right)_H = \left(\frac{P}{V}\right)_M$
- Gleiche Rührer-Umfangsgeschwindigkeit: $u_H = u_M$
- Gleiche Wärmeübergangszahl: $\alpha_H = \alpha_M$
- Gleicher Suspenderzustand

Da die Dispergierleistung und die Zerkleinerung der Agglomerate im Dissolver hauptsächlich an den Zähnen der Rührscheibe stattfinden, wird in der Regel die Scheibenumfangsgeschwindigkeit als Übertragungskriterium gewählt [2].

2.2 Fließverhalten von Fluiden

Festkörper können durch Zugbelastung gedehnt oder durch Schubspannung verformt werden. Flüssigkeiten hingegen können nur mit Schubspannungen belastet werden. Spannungen in Festkörpern bewirken eine Änderung der Länge bezogen auf die Anfangslänge, auch Dehnung genannt. Schubspannungen bewirken eine Winkeländerung wie in Abbildung 4 zu erkennen ist.

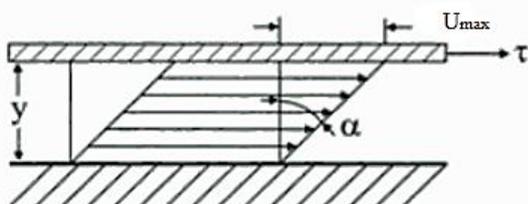


Abbildung 4: Schematische Darstellung des Scherfließens mit einer bewegten Platte (Zwei-Platten-Modell) [3]

In einem fließenden Medium werden die Moleküle gegeneinander verschoben. Durch das aneinander Gleiten wird Reibung erzeugt. Diese Reibung verursacht einen Widerstand, der dem Fließen entgegen wirkt. Dieser Widerstand wird Viskosität genannt. Der Quotient aus der Kraft, die benötigt wird um das Fluid in Bewegung zu

setzen und der Fläche, wird als Schubspannung bezeichnet. Die Schubspannung bewirkt also das Fließen einer Flüssigkeit. Betrachtet man in Abbildung 4 das Zwei-Platten-Modell, so ist

ein Geschwindigkeitsabfall der einzelnen Fluidteilchen zu erkennen. Dieser Geschwindigkeitsabfall wird Schergeschwindigkeit oder Scherrate genannt [3].

Die Viskosität beschreibt den Widerstand, welches ein Fluid ausübt, um sich in Bewegung zu setzen. Sie ist also ein Maß für die Fließfähigkeit. Die Viskosität kann von der Scherung abhängen, je nachdem, wie sich das Fluid verhält. In Abbildung 5 sind beispielhaft die Viskositätskurven von Fluiden mit unterschiedlichen Fließverhalten dargestellt.

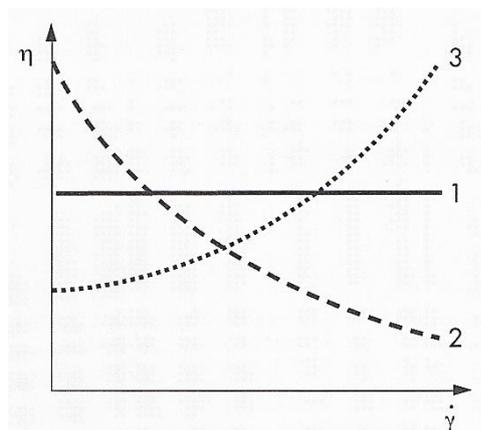


Abbildung 5: Viskositätskurven unterschiedlicher Fluide in Abhängigkeit der Scherrate
 (1) newtonsches Fließverhalten
 (2) strukturviskoses Fließverhalten
 (3) dilatantes Fließverhalten [20]

Newtonsche Fluide zeigen keine Veränderung der Viskosität mit zunehmender Scherbeanspruchung. Die Viskositätskurve stellt eine Waagerechte dar.

Nicht newtonsche Fluide haben eine gekrümmte Viskositätskurve da die Viskosität mit zunehmender Scherrate entweder zunimmt (dilatantes Verhalten) oder abnimmt (strukturviskoses Verhalten). Außerdem weisen einige Fluide ein zeitabhängiges Fließverhalten auf. Rheopexie wird das Verhalten bezeichnet, wenn die Viskosität mit zunehmender Scherung steigt und im Ruhezustand anschließend wieder abnimmt. Thixotropes Verhalten liegt vor falls die Viskosität mit steigender Scherung abnimmt und in Ruhe zunimmt, also das umgekehrte Zeitverhalten zur Rheopexie. Viskositätskurven sind stark temperaturabhängig und werden mit einem Rheometer aufgenommen [4].

2.3 Reaktionsmechanismus des Resols

Die Hauptkomponente des Bindemittelsystems ist der Filmbildner. Für Schleifmittel werden hauptsächlich Phenol-Formaldehyd-, Epoxid-, Harnstoff-Formaldehydharze oder Hautleim als Filmbildner verwendet [5]. In dieser Arbeit wird Phenol-Formaldehydharz (Resol) verwendet weshalb nicht näher auf die anderen Bindemittel eingegangen wird.

Phenolharze werden unter anderem in Lacken oder als Bindemittel in Spanplatten, Isolierstoffen, Reibbelägen sowie Schleifmitteln eingesetzt. Sie zeichnen sich durch hohe

Temperatur- und Chemikalienbeständigkeit aus und sind schwer entflammbar. Phenolharze sind spröde. Dieses Verhalten lässt sich durch Zugabe von Holz-, Gesteinsmehl oder Glasfasern beeinflussen [6].

Phenolharze entstehen durch Reaktion von Phenol mit Formaldehyd. Unter sauren Bedingungen entstehen Novolake. Wird die Reaktion im basischen Milieu durchgeführt, so entstehen Resole. Als Katalysatoren eignen sich Alkali- und Erdalkalihydroxide sowie Ammoniak oder Hexamethyltetramin. Resole werden mit einem molaren Überschuss an Formaldehyd synthetisiert. In Abbildung 6 wird die Reaktion von Phenol und Formaldehyd zu Resol dargestellt.

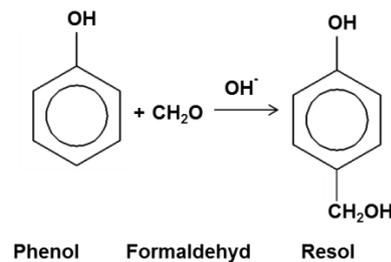


Abbildung 6: Reaktion von Phenol und Formaldehyd in alkalischer Umgebung

Die Polymerisationsreaktion findet statt, indem zwei einzelne Moleküle, die Monomere, miteinander reagieren. Das resultierende Molekül kann die Molekülverknüpfung nach dem gleichen Reaktionsschema fortsetzen. Ein Monomeres kann sowohl mit anderen Monomeren als auch mit einer wachsenden Kette reagieren. Es entstehen immer größere Molekülketten. Im Fall von Phenolharz handelt es sich um eine Polykondensationsreaktion. Dabei wird nach jedem Reaktionsschritt ein niedermolekulares Molekül freigesetzt, die sogenannte Abgangsgruppe, hier Wasser [7].

Die Vernetzung der Resolmoleküle kann durch Wärmezufuhr oder durch Zugabe von starken Säuren erfolgen. Die Resole tragen freie Methylolgruppen, die miteinander reagieren. Es bildet sich ein dreidimensionales Polymernetzwerk. Das flüssige Resol wird mit fortschreitender Reaktion fest, unlöslich und unschmelzbar. Die Reaktion ist exotherm.

Reagieren zwei Resolmoleküle unter Wärmeeinfluss, so wird Wasser abgespalten. Dabei bilden sich Methylenbrücken. Es kommt ebenfalls vor, dass zwei Resolmoleküle mit dem Wasser vorangegangener Reaktionen reagieren, dann bilden sich Etherbrückenbindungen (siehe Abbildung 7).

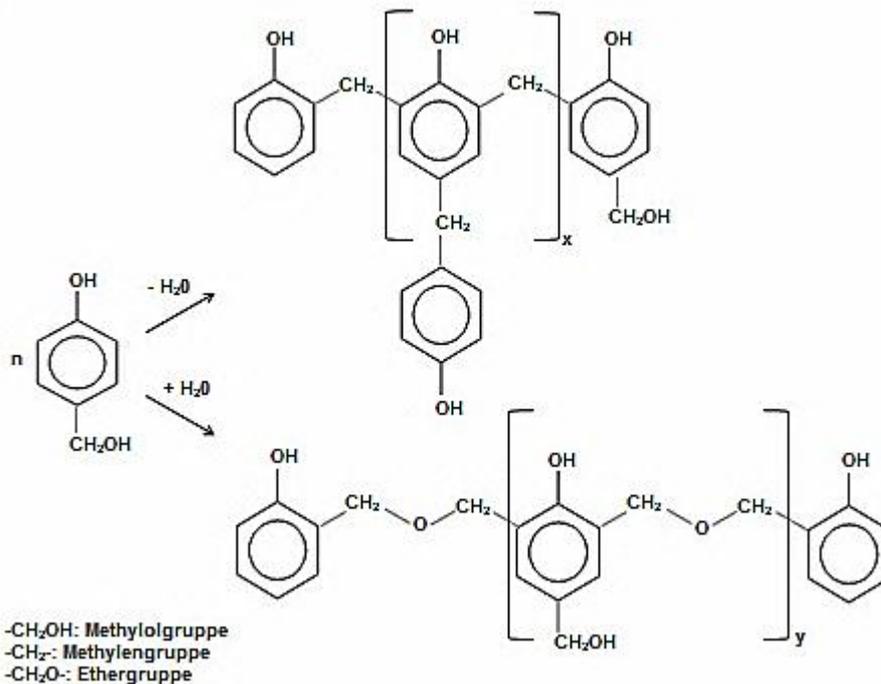


Abbildung 7: Polymerisationsreaktion des Resols

Die Härtung durch Wärmebehandlung erzeugt überwiegend Etherbrücken, da diese sich schneller bilden als die Methylenbrücken. Bei Temperaturen über 160°C wandeln sich die Etherbrücken unter Abspaltung von Formaldehyd in Methylenbrücken um. Die Säurehärtung führt zu einer Vernetzung über Methylenbrücken [6].

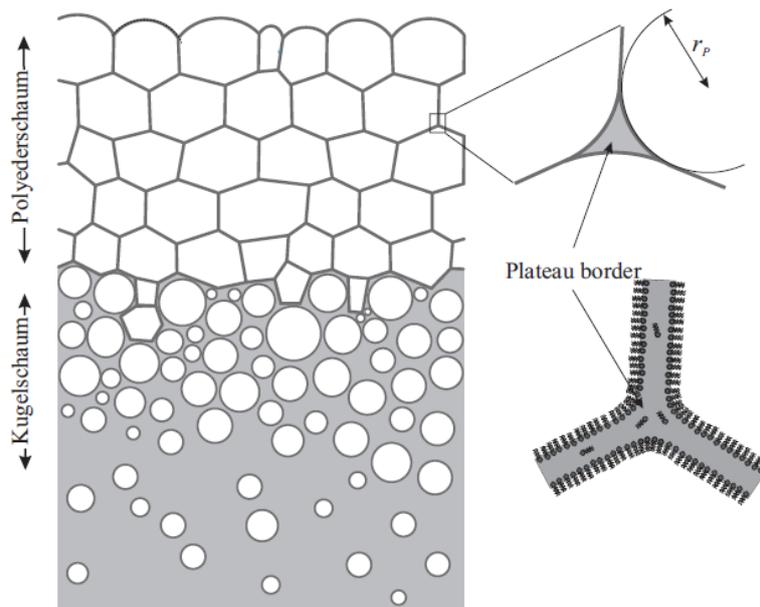
Die Härtung resolgebundener Produkte erfolgt üblicherweise bei Temperaturen von 60°C bis 130°C wobei die Temperaturerhöhung stufenweise erfolgt um eine blasenfreie Durchhärtung zu gewährleisten. Die Verweilzeit und das Temperaturprofil richten sich nach dem jeweiligen Produkt. Bei Schleifmittel auf Unterlage sind die Schleifmittelkörnung und die Art der Unterlage entscheidend zur Bestimmung der Verweilzeit. Beispielsweise benötigen Produkte mit grober Körnung wegen der dickeren Bindemittelschicht länger, bis sie vollständig ausgehärtet sind. Die Trocknungszeiten können bis zu 4 Stunden betragen.

Resole befinden sich in einer alkalischen Lösung. In der Lösung ist ebenfalls freies Formaldehyd und Phenol enthalten, um die Reaktionsfähigkeit zu erhalten. Nach der Härtung nimmt die Masse und das Volumen aufgrund von Verdunstung und höhere Ordnung der Moleküle ab.

Entscheidend für die Verarbeitbarkeit der Resole sind die Reaktivität, die Wasserverdünnbarkeit und die Viskosität. Resole sind selbsthärtende Polymere und altern, d.h. die Resolmoleküle reagieren, trotz sachgerechter Lagerung miteinander. Mit fortschreitender Reaktion entstehen längere Ketten. Dadurch nimmt die Wasserverdünnbarkeit ab und die Viskosität der Lösung steigt [8].

2.4 Verhalten von Schaum

Voraussetzung für die Entstehung von Schaum ist, dass ein System in Bewegung ist. Es handelt sich um Gasblasen (disperse Phase), die von einer Flüssigkeit oder einem Feststoff (kontinuierliche oder äußere Phase) umhüllt sind. Wenn wenig Gas in der Flüssigkeit verteilt ist, bildet sich Kugelschaum. Die Blasen werden durch eine dicke Fluidschicht getrennt. Gelangen diese an die Grenzfläche Gas-Fluid, bleiben sie noch eine gewisse Zeit bestehen.



Andere Gasblasen folgen und kommen in Kontakt mit den ersten Blasen. Die runden Blasen ändern ihre Form und werden zu Polyedern. In diesem Polyederschaum werden die Blasen nur durch eine dünne Fluidschicht getrennt. Die Schaumbildung wird in Abbildung 8 verdeutlicht [9].

Abbildung 8: Schematische Darstellung der Schaumbildung, r_p = Radius der Blase am Plateauborder [9]

2.4.1 Schaumstabilisierung

Grundsätzlich neigt das System dazu, die Grenzfläche zwischen den beiden Phasen möglichst gering zu halten. Im Prinzip bedeutet dies, dass sich beide Phasen nach einer gewissen Zeit vollständig trennen würden. In der Praxis kann das System jedoch durch günstige thermodynamische Bedingungen stabil bleiben. Ist beispielsweise die Viskosität der äußeren Phase zu hoch und die Blase eventuell zu klein, so ist der Widerstand der kontinuierlichen Phase zu groß und die Blase kann nicht genug Auftrieb aufbringen, um an die Grenzfläche zu gelangen.

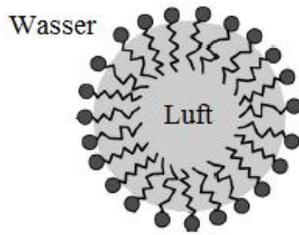


Abbildung 9: Mizelle [9]

Eine weitere Möglichkeit ist die Stabilisierung des Schaums durch oberflächenaktive Stoffe. Eine oberflächenaktive Substanz, ein sogenanntes Tensid, ist ein Molekül mit einem hydrophilen und einem hydrophoben Teil. In einem System von Wasser und Luft richten sich die hydrophile Seite (hydrophile funktionelle Gruppen) des Moleküls zum Wasser hin und die hydrophobe Seite (langkettige Kohlenwasserstoffe) in Richtung Luft. Viele solcher Teilchen verteilen sich um eine Gasblase herum und bilden gemeinsam eine Mizelle (Abb. 9) [9].

Tenside werden in vier Gruppen eingeteilt:

1. Anionische Tenside, bei denen die hydrophile Gruppe eine negative Ladung trägt (z.B. Carboxylate)
2. Kationische Tenside, bei denen die hydrophile Gruppe positiv geladen ist (z.B. quartäre Ammoniumverbindungen)
3. Nicht ionische Tenside, bei denen die Moleküle ungeladen sind, die Wasserlöslichkeit wird durch polare funktionelle Gruppen gewährleistet (z.B. Alkoxygruppe)
4. Amphotere Tenside, bei denen die Moleküle in Abhängigkeit des pH-Wertes der Lösung positiv oder negative geladene Teile besitzen [10].

Die Grenzflächenspannung der Flüssigkeit wird durch Zugabe von Tensiden herabgesetzt. Wegen der geringen Differenz der Oberflächenspannungen zwischen Flüssigkeit und Gas bleibt die Blase stabil. Außerdem werden benachbarte Blasen abgestoßen, da deren Oberfläche durch die Ausrichtung der Tensidmoleküle, gleichartig geladen ist. Wegen der Abstoßung erhöht sich der Abstand der Blasen zueinander und das Zusammenfließen wird verzögert.

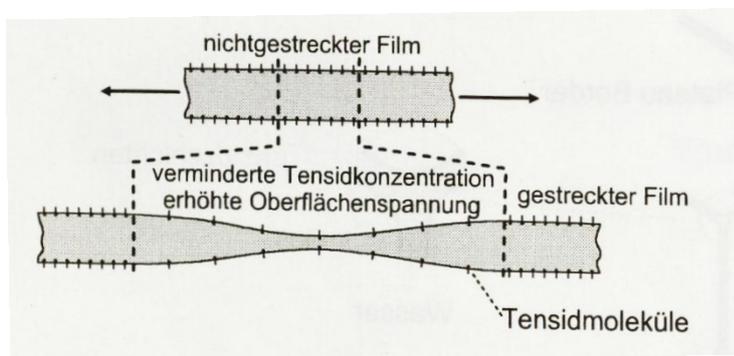


Abbildung 10: Der Gibbs-Marangoni Effekt [11]

Weitere Faktoren die zur Stabilisierung von Schaum beitragen, sind der Gibbs und der Marangoni Effekt. Sie treten auf, wenn ein dünner Film, in dem Tensidmoleküle gelöst sind, gestreckt wird (Abb. 10). Durch die Streckung vergrößert sich die Oberfläche des Films und

mehr Tensidmoleküle können dort Platz einnehmen. Nach der Ausdehnung sind nicht genügend Tensidmoleküle vorhanden, um die Oberfläche so zu besetzen, wie es vor der Streckung der Fall war. Dadurch erhöht sich die Oberflächenspannung des Fluids und der ausgedehnte Film versucht sich zusammenzuziehen (Gibbs-Effekt). Gleichzeitig wird Flüssigkeit an diese Stelle transportiert (Marangoni-Effekt) und somit wird die Grenzschicht wieder dicker [11].

2.4.2 Schaumzerstörung

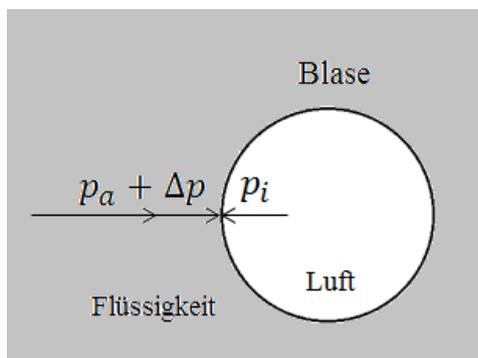


Abbildung 11: Druckgleichgewicht an der Grenzfläche einer Luftblase

Die Druckverhältnisse einer einzelnen, kugelförmigen Blase im Gleichgewicht lassen sich folgendermaßen beschreiben. Der Innendruck p_i entspricht dem von außen wirkenden Druck. Von der Flüssigphase wirkt der Außendruck p_a und einem Betrag Δp auf die Grenzfläche der Blase. Dieser Sachverhalt wird in Abbildung 11 dargestellt.

Die Druckdifferenz Δp wird durch die Oberflächenspannung der Flüssigkeit verursacht und ist die Differenz von Innen- und Außendruck.

$$\Delta p = p_i - p_a \quad (Gl. 3)$$

Die Arbeit, die aufgewendet werden muss um die Oberfläche der Blase zu vergrößern, entspricht der Volumenänderungsarbeit $dW_\gamma = dW_{Vol}$ (Gl. 4).

Anders ausgedrückt: $\gamma \cdot dA = \Delta p \cdot dV$ (Gl. 5).

Die Oberfläche A und das Volumen V einer Kugel sind als

$$A = 4 \cdot \pi \cdot r^2 \quad (Gl. 6) \quad \text{und} \quad V = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r^3 \quad (Gl. 7) \quad \text{definiert.}$$

Differentiation liefert:

$$dA = 8 \cdot \pi \cdot r \cdot dr \quad (Gl. 8) \quad \text{und} \quad dV = 4 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot dr \quad (Gl. 9)$$

Einsetzen der Gleichungen 8 und 9 in 5 liefert:

$$\Delta p = \frac{2 \cdot \gamma}{r} \quad (Gl. 10)$$

Gleichung 10 stellt den Druckunterschied an einer Blase dar [12].

Wie schon beschrieben nehmen die anfangs kugelförmigen Gasblasen des Schaums die Struktur eines Polyederschaums an (siehe Abbildung 8). Betrachtet man im Polyederschaum zwei benachbarte Blasen, so ist zu erkennen, dass die einzelne Blase im Umfang unterschiedliche Krümmungen aufweist und, dass benachbarte Blasen durch eine ebene Seiten verbunden sind (siehe Abbildung 12).

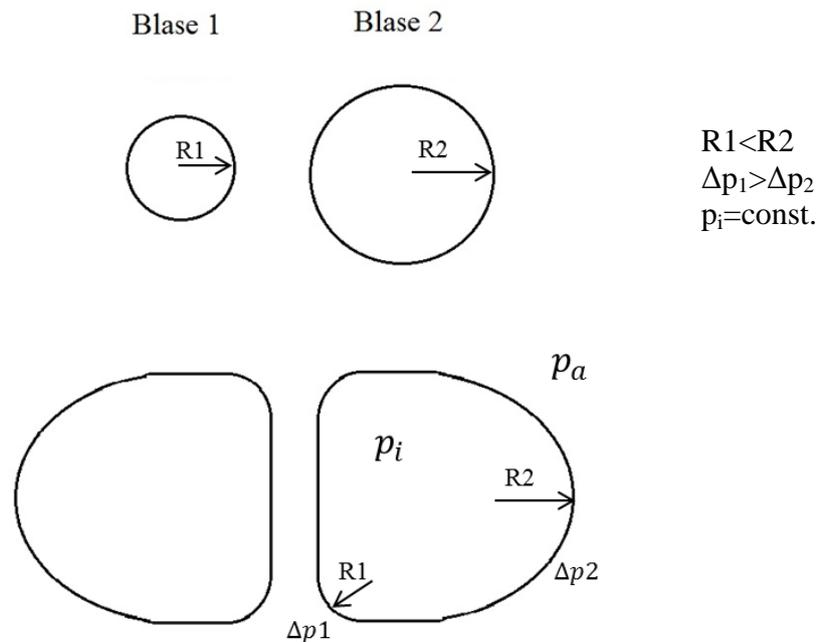


Abbildung 12: Darstellung zwei benachbarter Blasen im Polyederschaum

Durch Gleichung 10 ist ersichtlich, dass der Druck an einem Punkt im Umfang der Blase von dem Krümmungsradius abhängt. Je kleiner der Radius, desto größer ist die Druckdifferenz.

Dies bedeutet dass Δp_1 größer ist als Δp_2 .

Überall in der Blase herrscht der gleiche Innendruck. Ändert sich allerdings die lokale Druckdifferenz im Umfang durch die unterschiedliche Krümmung, so muss sich der Außendruck im Fluid ändern. Dies bedeutet, dass im Bereich mit kleiner Krümmung ein niedrigerer Außendruck des Fluids herrscht als im Bereich der ebenen Seite. Demzufolge fließt das Fluid aus den weniger gewölbten Seiten zu den Bereichen mit stärkerer Krümmung. Die Grenzschicht verdünnt sich, bis sie dem Innendruck nicht mehr standhält und beide Blasen sich zu einer größeren Blase formen. Dieser Drainageeffekt wird ebenfalls von der Schwerkraft gefördert.

Das Gebiet, wo drei Gasblasen zusammenstoßen, wird als „Plateau Border“ bezeichnet (siehe Abbildung 8). In Abbildung 13 wird die Flüssigkeitsströmung an dieser Grenzschicht abgebildet.

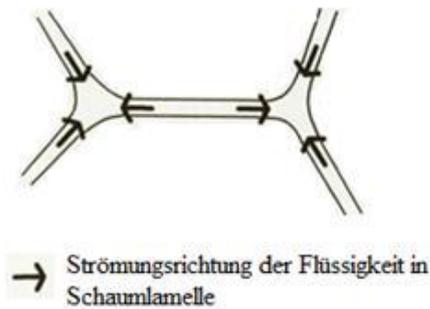


Abbildung 13: Flüssigkeitsströmung im Plateau-Border (Drainageeffekt) [11]

Die stabilisierende Struktur, die die Blasen umgibt (die Tensidschicht) ist ebenfalls ein Fluid und kann durch Faktoren wie Vibrationen, Staubpartikel, Verdunstung, Umgebungsdruck und -temperatur beeinflusst werden. Mit der Zeit werden sich die kleinen Blasen treffen und größeren Blasen formen, die das System verlassen. Eine Ausnahme bilden die festen Schäume, deren Oberfläche eine starre Struktur bildet [9].

2.4.3 Einfluss von Feststoffpartikel auf das System gasförmig-flüssig

Als Grenzfläche wird der Randbereich zweier nicht mischbarer Phasen bezeichnet. An dieser Grenze besitzen Stoffe andere Eigenschaften als im Inneren des Materials. Im Inneren sind die Moleküle von gleichartigen Molekülen umgeben, an der Grenze nicht. Deshalb werden die Moleküle im Inneren aus allen Seiten gleichmäßig angezogen. Im Randbereich hingegen werden sie von einer Seite stärker angezogen. Dadurch entsteht eine Oberflächenspannung. Diese Oberflächenspannung ist stark von Druck, Temperatur und der Zusammensetzung beider Phasen abhängig. Kleine Änderungen können schon ausreichen, um die Grenzflächenspannung zu beeinflussen. Bedingungen, die die Oberflächenspannung ändern, beeinflussen meistens auch die Grenzflächenenergie [10].

Wenn ein Feststoffpartikel im System „gasförmig-flüssig“ vorhanden ist, wird es von der Grenzfläche angezogen, die die flüssige und die gasförmige Phase bilden [13]. In Abbildung 14 wird das Zusammentreffen eines Partikels mit einer Luftblase und im Vergleich das Zusammentreffen zweier Blasen in einer Flüssigkeit dargestellt.

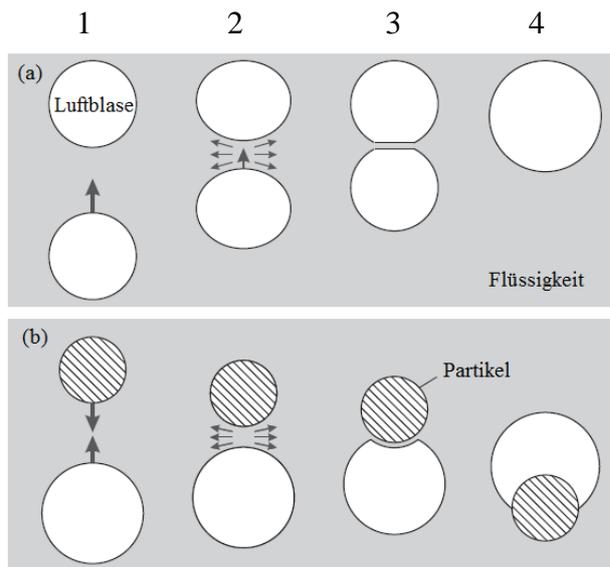


Abbildung 14: Wechselwirkung zwischen einer steigenden und einer ruhenden Blase (a) und eines Feststoffpartikel mit einer Luftblase (b) in einer Flüssigkeit [14]

(1) stellt die Näherungsphase dar. Anschließend folgt die Drainage (2). Durch die Drainage wird der Flüssigkeitsfilm stetig dünner (3) bis es zum Zusammenfließen kommt (4). Für dünne Flüssigkeitsfilme ($\approx 100\text{nm}$) ist eine Abstoßung der zwei Grenzflächenphasen notwendig um den Film stabil zu halten. Folglich wird das Zusammenbrechen des Films zwischen einem Partikel und einer Luftblase oder zweier Blasen durch die gegenseitige Anziehung verursacht [14]. Dieser Effekt kann bei der Entwicklung von Entschäumer genutzt werden. In manchen Formulierungen werden kleine Feststoffpartikel (z.B. hydrophobe Kieselsäure) eingearbeitet um die Zerstörung der Blasen zu fördern [15].

Die Benetzung eines Partikels mit einer Flüssigkeit hängt maßgeblich vom Kontaktwinkel Θ ab, den die Flüssigkeit an der Grenzfläche bildet (Abbildung 15). Je besser die Benetzung durch die Flüssigkeit ist, desto kleiner ist der Winkel. Der Kontaktwinkel entsteht durch die Oberflächenspannung der Flüssigkeit.

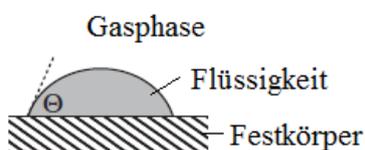


Abbildung 15: Bestimmung des Kontaktwinkels Θ einer Flüssigkeit [14]

3 Material und Methode

3.1 Material

3.1.1 Harz

Es wird ein Phenol-Formaldehydharz (Resol) verwendet. Resole sind selbsthärtende Prepolymere und altern, d.h. die Moleküle reagieren, trotz sachgerechter Lagerung miteinander. Mit fortschreitender Reaktion entstehen längere Molekülketten dadurch verschlechtert sich die Wasserverdünnbarkeit und die Viskosität der Lösung steigt. Damit die Reaktivität des Harzes gewährleistet ist, wird in regelmäßigen Abständen kontrolliert ob sich das Harz für die Versuche eignet. Dafür wird die Viskosität mittels Rotationsviskosimeter gemessen. Sie soll bei 20°C zwischen 2000 und 6000mPas liegen. Der nichtflüchtige Anteil im verwendeten Resol liegt zwischen 75% und 81%.

3.1.2 Feststoffe

Die Feststoffe erfüllen unterschiedliche Aufgaben im Bindemittelsystem. Sie lassen sich in Füllstoffe, Wirkstoffe und Additive unterteilen. Als Füllstoff dient in der zu untersuchenden Bindemittelmasse gemahlene Kreide (CaCO_3). Ihre Aufgabe ist es die Schrumpfung des Bindemittels nach der Härtung zu mindern und die Sprödheit des Resols zu reduzieren [6]. Als Wirkstoff dienen hier Kaliumtetrafluoroborat (KBF_4) und Kryolith. Deren Aufgabe ist es, die Oberflächentemperatur des Schleifguts während des Schleifens möglichst niedrig zu halten. Additive in fester Form können beispielsweise Rheologiehilfsmittel (z.B. pyrogene Kieselsäure) oder Pigmente sein. Verwendet wird hier Titandioxid als Weißpigment. In den nachfolgenden Abbildungen (Abb. 16 bis 19) sind Rasterelektronenmikroskop (REM) Aufnahmen der Feststoffe dargestellt.

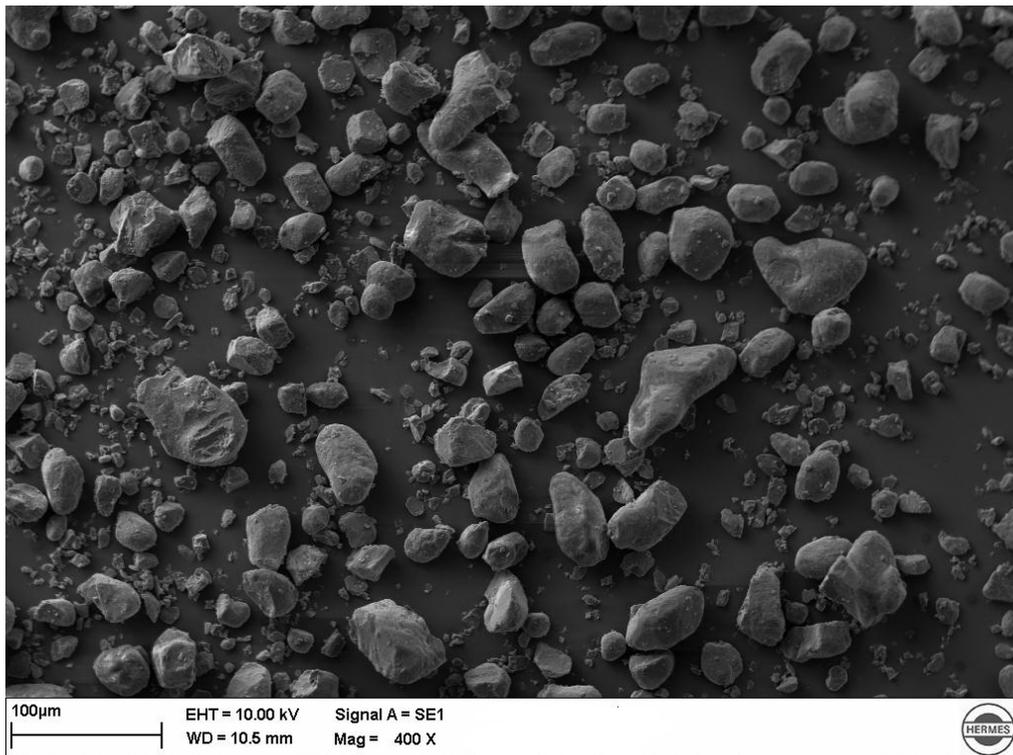


Abbildung 16: REM-Aufnahme des verwendeten Kaliumtetrafluorborats (KBF₄)

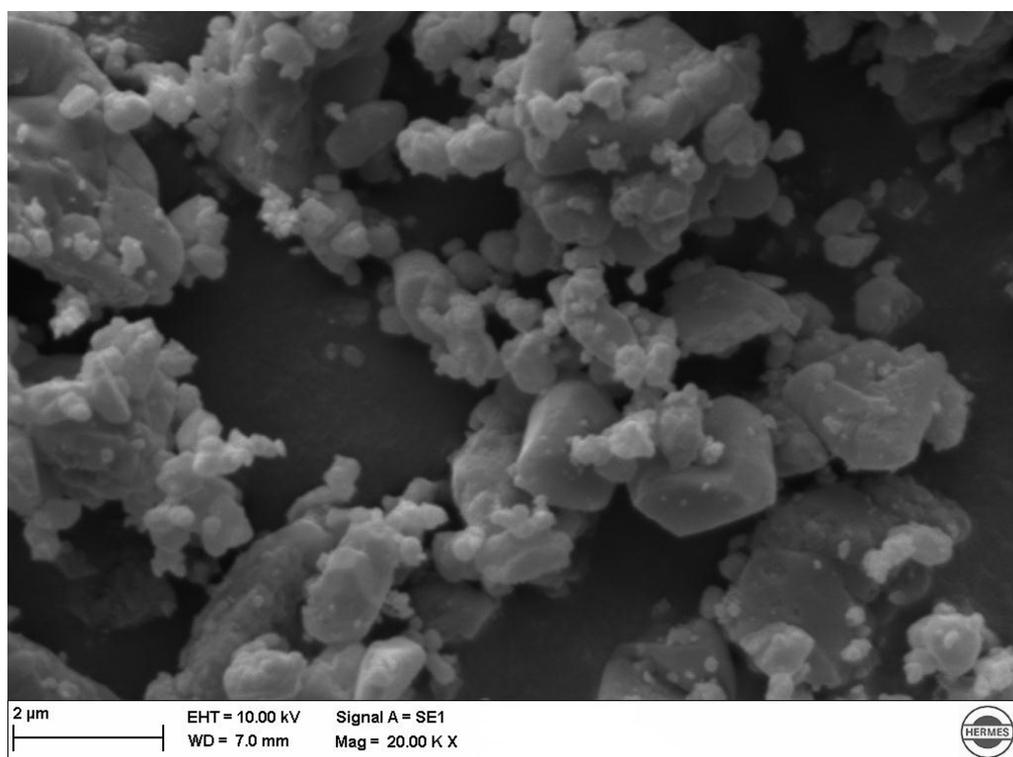


Abbildung 17: REM-Aufnahme des verwendeten Kryoliths

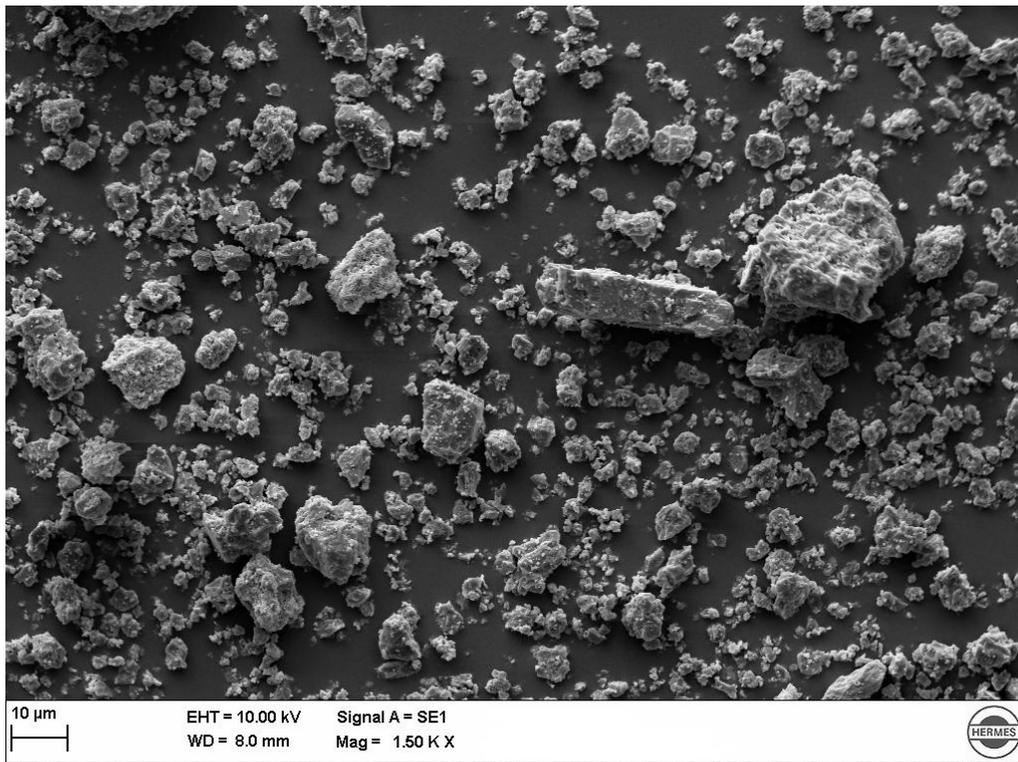


Abbildung 18: REM-Aufnahme der verwendeten Kreide

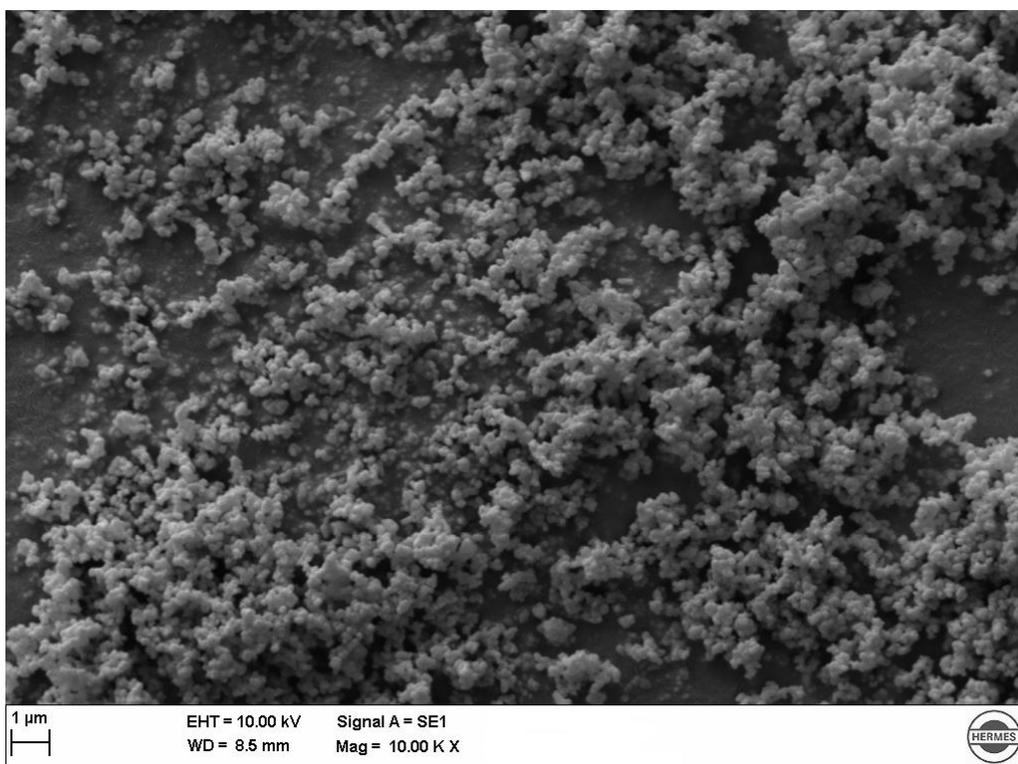


Abbildung 19: REM-Aufnahme des verwendeten Titandioxids

In der nachfolgenden Tabelle (Tabelle 2) ist die mittlere Partikelgröße der verwendeten Feststoffe aufgeführt (Herstellerangaben).

Tabelle 2: Partikelgröße der verwendeten Feststoffe

Feststoff	Partikelgröße d_{50} [μm]
gemahlene Kreide	6-10
KBF ₄	15-20
Kryolith	2
Titandioxid	< 1

3.1.3 Additive

Die Additive, die in dieser Arbeit verwendet werden, sind vier unterschiedliche Entschäumer, eine Farbpaste und Titandioxid als Weißpigment. Letzteres wird unter den Feststoffen aufgeführt.

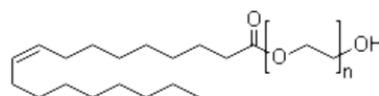
Entschäumer

Die Entschäumer sollen die Luftentweichung im Bindemittelsystem fördern. Getestet werden folgende Entschäumer: Ölsäureethoxylat (nichtionisches Tensid), Paraffinöl, Polidimethylsiloxan mit hydrophober Kieselsäure und organomodifiziertes Polysiloxan ebenfalls mit hydrophober Kieselsäure (SiO₂).

Entschäumer

Strukturformel

Ölsäureethoxylat:



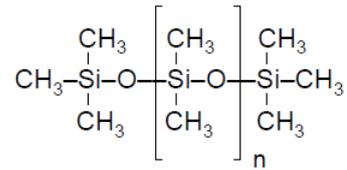
Paraffinöl:



[16]

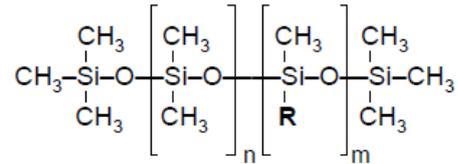
Entschäumer**Strukturformel**

Silikonöl
(Polydimethylsiloxan):



[17]

Organomodifiziertes
Polysiloxan:



[17]

Farbpaste

Die Farbpaste hat die Aufgabe, den Film blau einzufärben. Die Zusammensetzung wird in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3: Zusammensetzung der verwendeten Farbpaste

Komponente	Masse [g]
Heliogenblau	20
Resol	50
Ethanol	30

3.2 Methode

3.2.1 Dispergieren mittels Dissolver

Für den Rührvorgang wird ein Dissolver verwendet. Er besteht aus Antrieb, Welle und Rührscheibe. In Abbildung 20 sind ein Dissolver und eine Dissolverscheibe dargestellt.

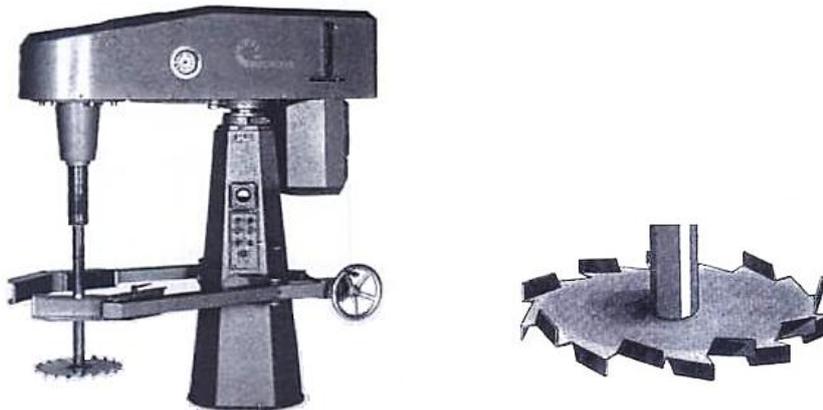


Abbildung 20: Darstellung eines Dissolvers (links) und einer Dissolverscheibe (Zahnscheibenrührer) (rechts) [1]

Durch Anpassung der Behältergeometrie (Kugel-, Klöper- oder Flachboden), des Verhältnisses des Rührer- und Behälterdurchmessers und durch Variation der Drehzahl, lässt sich die gewünschte Rührintensität einstellen.

Um eine homogene Masse herzustellen, werden die Füllstoffe und Additive unter Rühren in das Phenolharz eingearbeitet. Würde die Flüssigkeit zu den Feststoffen zugegeben werden, so ließe sich mit einem Dissolver keine homogene Masse herstellen. Es würden sich Klumpen im Behälterboden bilden und Teile des Feststoffs wären nicht mit Flüssigkeit benetzt.

Ausgewählte Versuche werden im Verlauf der Untersuchungen wiederholt um die Reproduzierbarkeit sicherzustellen. Die Rührparameter sind in Tabelle 4 aufgelistet.

Tabelle 4: Rührparameter (wenn nicht anders im jeweiligen Versuch angegeben):

Verwendetes Gerät:	Dispermat CN10F2 der Firma VMA-Getzmann
Geometrie des Rührbehälters:	Flachboden
Durchmesser des Rührbehälters:	70mm
Rührertyp:	Zahnscheibenrührer
Rührerdurchmesser:	40mm
Vergrößerungsmaßstab μ:	8,75
Dauer des Rührvorgangs :	10 Minuten
Umfangsgeschwindigkeit der Rührscheibe:	10m/s
Temperatur des Harzes vor dem Rührvorgang:	19-21°C
Ansatzmenge:	300g

3.2.2 Rakeln

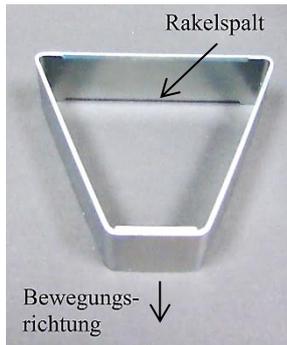


Abbildung 21:
Dreiecksrakel

Mit einer Dreiecksrakel werden Filme auf eine Kunststoffolie gezogen. Im Inneren der Rakel wird an der oberen Kante, am Rakelspalt, etwas Masse zugegeben und anschließend wird die Rakel zügig nach unten gezogen (siehe Abbildung 21). Aufgrund des Spalts wird die Masse homogen auf der Folie dosiert. Wenn nicht anders angegeben ist, beträgt der Rakelspalt in den Vorversuchen 100 μ m und 1000 μ m und in den weiteren Untersuchungen 100 μ m und 300 μ m.

Diese Auftragsmenge wird gewählt, weil die Dicke der Bindemittelschicht der Nachleimung auf dem Schleifmittel in der Regel zwischen 100 μ m und 300 μ m liegt. 1000 μ m wird verwendet um die Effekte besser zu erkennen. Die Filme sind ca. 6cm breit und haben eine Länge von 13 bis 15cm.

Die Entnahme der Probe aus dem Rührgefäß erfolgt mit einem Holzspatel. Diese Methode spiegelt am besten die Beschichtungsverhältnisse in der Produktion wieder. Dort wird die Bindemittelmasse mittels Walzen aufgetragen, d.h. die Masse wird hauptsächlich an der Grenzfläche Luft-Flüssigkeit geschöpft. Dort sammeln sich die meisten Blasen. Bei der Entnahme mit einem Spatel werden, wie bei der Entnahme mit der Walze, einige der Blasen aus der Grenzfläche auf dem Film aufgetragen.

3.2.3 Thermische Härtung

Standardmäßig wird im Ofen mit folgendem Temperaturprofil gehärtet: 15 Minuten bei 90°C, 15 Minuten bei 110°C und anschließend 30 Minuten bei 130°C. Die Temperaturen entsprechen typischen Betriebsbedingungen in der Produktion. Die Verweilzeit ist jedoch an die Laborbedingungen angepasst. Im Werk wird der Träger samt Grundleimung und Schleifkörnern erst angehärtet und anschließend wird die Nachleimung aufgetragen. Danach werden beide Schichten gemeinsam vollständig gehärtet. Im Labor wird nur das Verhalten der Nachleimung untersucht. Daher ist die Bindemittelmenge geringer und benötigt weniger Zeit, um vollständig zu trocknen.

3.2.4 Beurteilung der Rakelfilme

Für die Beurteilung werden die Rakelfilme unter der Stereolupe untersucht. Die Blasen der 300µm Filme des kompletten Bindemittelsystems werden zusätzlich auf einem Sichttisch gezählt, da unter der Stereolupe der Bildausschnitt zu klein ist, um das typische Bild wiederzugeben. Es werden drei Quadrate mit einer Fläche von je 1cm² ausgezählt. Die Platzierung der Quadrate wird so gewählt, dass das Blasenbild repräsentativ ist. Der Anfangsbereich wird nicht ausgewertet da dort weniger Blasen auftreten als im übrigen Film. Dies ist durch das Rakeln bedingt. In diesem Bereich befindet sich zunächst eine große Menge Masse die anschließend abgestreift wird. Die Blasen sammeln sich auf der Oberfläche der Masse und werden mit der Rakel abgetragen. Die ausgehärteten Filme werden mit einer Schablone abgedeckt um die Blasen an der gleichen Stelle der Filme und um die gleiche Fläche in jedem Versuch abzuzählen.

4 Vorversuche

Das Phenolharz ist die Hauptkomponente des Bindemittelsystems. Deshalb wird zu Beginn der Untersuchungen das Verhalten des reinen Harzes im Rührvorgang untersucht. Anschließend werden die Einflüsse einzelner Bestandteile auf das Harz analysiert. Am Ende der Arbeit wird das Gesamtsystem betrachtet.

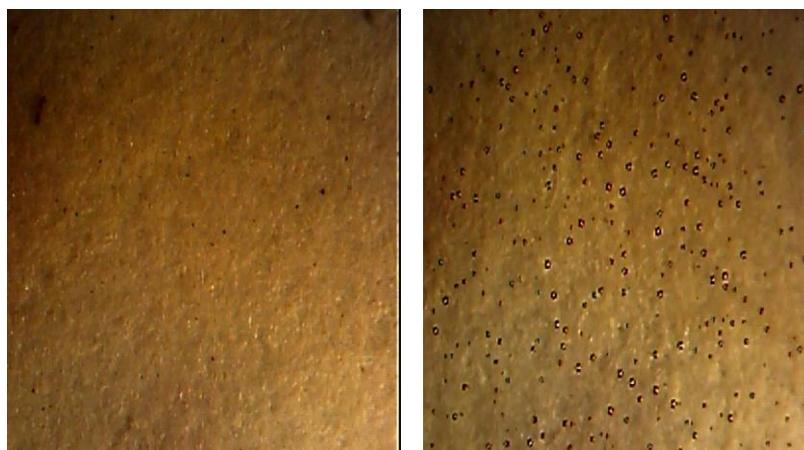
Die Zusammensetzung der Bindemittelmasse wird in Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Standardrezeptur

Komponente	Masse [g]	Bemerkung
Resol	51,696	Bindemittel
Farbpaste	5,442	Farbstoff
Ölsäureethoxylat	0,054	Entschäumer
KBF ₄	18,139	Wirkstoff
Kryolith	9,069	Wirkstoff
Kreide	9,069	Füllstoff
Titandioxid	1,088	Weißpigment
Wasser	5,442	Lösungsmittel
	Σ 99,999	

4.1 Verarbeitung des reinen Resols

Um die Bestandteile des Bindemittelsystems zu einer homogenen Masse zu verarbeiten, werden die Komponenten mit einem Dissolver dispergiert. Es ist also wichtig zu untersuchen, wie sich dieser Vorgang auf das Harz auswirkt. Dafür wird nur das Harz im Labor-Dissolver gerührt. Zum Vergleich wird das Harz ohne Rühreinwirkung ebenfalls gehärtet. Die Schichtdicke der Rakelfilme beträgt 100µm und 1000µm. In Abbildung 22 ist die gehärtete 100µm Schicht des reinen Harzes mit und ohne Rühreinwirkung abgebildet.



Resol ohne
Rühreinwirkung

Resol mit
Rühreinwirkung

Abbildung 22: Vergleich der 100µm Schicht des gehärteten Resols, 20-fache Vergrößerung, Größe der Blasen:< 1mm

Das Harz, das nicht gerührt wurde, weist in beiden Schichtdicken nur vereinzelt Blasen auf wobei in der 1000µm Schicht sich ein Areal ausbildet, das zu sehr großen Blasen (ca.3cm) neigt. Das gerührte Harz dagegen hat sehr viele Blasen. In der 1000µm Schicht sind die Blasen größer als in der 100µm Schicht. Die 1000µm Schicht des gerührten Harzes weist ebenfalls einen Bereich auf, wo sehr große Blasen entstehen.

4.2 Zugabe der Entschäumer zum Resol

Kurz nach Beginn des Rührvorgangs werden die Entschäumer (Ölsäureethoxylat, Paraffinöl, Polidimethylsiloxan mit hydrophober Kieselsäure und organomodifiziertes Polysiloxan ebenfalls mit hydrophober Kieselsäure) jeweils einzeln dem Harz zugegeben und 3 Minuten dispergiert. Die Konzentration beträgt 0,1%. Der gehärtete 100µm Film weist in allen Versuchen keine Blasen auf. In der 1000µm Schicht ist der Bereich, der zu großen Blasen neigt, kleiner als das des reinen dispergierten Harzes und die Größe der Blasen ist ebenfalls kleiner.

4.3 Einarbeitung der einzelnen Feststoffe im Resol

Die Standardmasse weist ein Festkörperverhältnis von 1:1 (Resol zu Feststoffe) auf. Dies bedeutet, dass der gehärtete Film zu gleichen Teilen aus Resolmolekülen und Feststoffpartikel besteht. Um den Effekt der jeweiligen Feststoffe auf das Harz zu ermitteln, wird das Harz mit der Kreide und den Wirkstoffen einzeln verarbeitet.

Wie in den theoretischen Grundlagen bereits erläutert, nimmt die Masse des Resols nach der Härtung ab. Im gehärteten Film befinden sich durchschnittlich 78% der anfänglichen Masse. Die angegebenen Massenverhältnisse werden demzufolge auf den Festkörperanteil des Harzes bezogen. Es wird angenommen, dass nach der Härtung 78% der anfänglichen Harzmasse als Festkörper im Film verbleiben und, dass die Füllstoffe sich nicht im Harz lösen und somit am Ende vollständig als Feststoff vorliegen.

Beispielrechnung für einen 300g Ansatz, Festkörperverhältnis 1:1

$$x + 0,78 \cdot x = 300g$$

Die Lösung der Gleichung liefert:

$$x = 168,54g \hat{=} \text{Menge des Harzes}$$

$$0,78 \cdot 168,54 = 131,46g \hat{=} \text{Menge des Feststoffes}$$

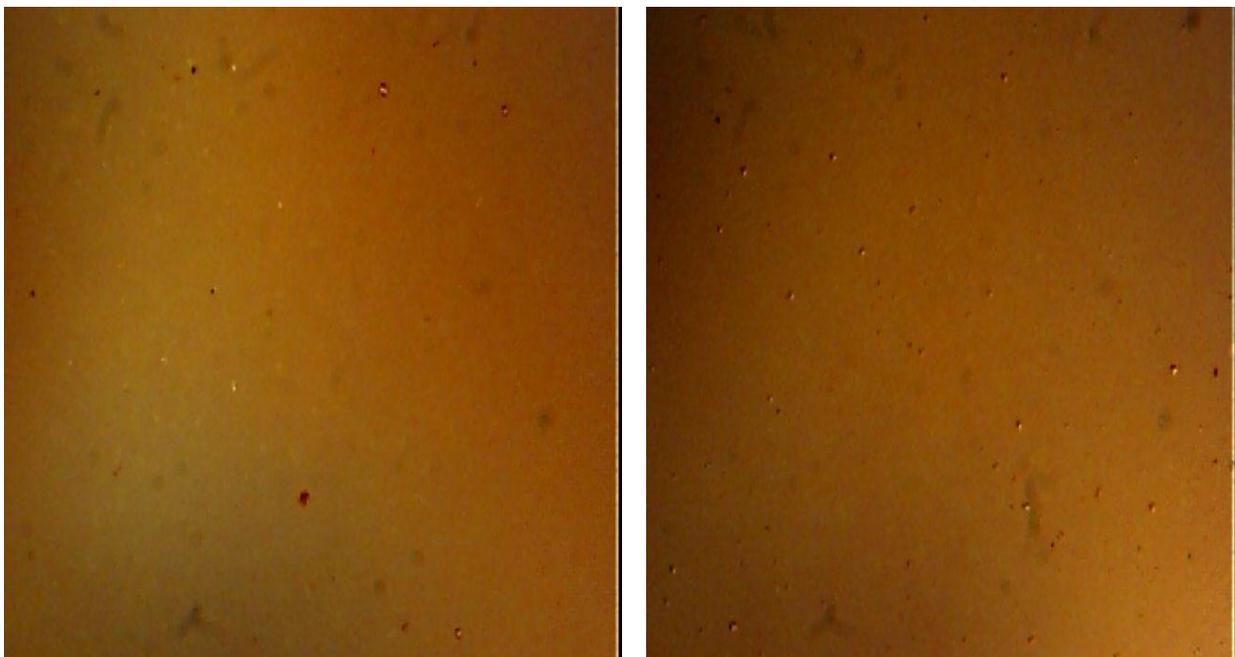
Es wird der Einfluss der einzelnen Feststoffe (Kreide, KBF_4 , Kryolith) im Festkörperverhältnis von 1:1 und 1:0,5 untersucht, mit Ausnahme von Titandioxid, da dieses nur in geringer Menge im System vorhanden ist. Die Schichtdicke der Rakelfilme beträgt $100\mu\text{m}$ und $1000\mu\text{m}$.

4.3.1 Blasenmenge in Abhängigkeit des Feststoffs

In beiden Verhältnissen ist die Blasenmenge bei Verwendung von KBF_4 am größten. Mit Kreide versetzt treten mäßig viel Blasen auf. Am wenigsten Blasen sind in den Mischungen mit Kryolith zu erkennen. Dort sind die Blasen sehr klein und schlecht mit der Stereolupe zu erfassen.

4.3.2 Blasenmenge in Abhängigkeit des Festkörperverhältnisses

Der Vergleich der beiden Festkörperverhältnisse zeigt, dass bei niedrigerer Feststoffmenge weniger Blasen im gehärteten Film zurückbleiben. Dieses Phänomen tritt sowohl mit KBF_4 als auch mit Kreide und Kryolith auf. In Abbildung 23 sind die gehärteten Filme der Kreide im Verhältnis 1:0,5 und 1:1 dargestellt.



Resol mit Kreide im Verhältnis 1:0,5

Resol mit Kreide im Verhältnis 1:1

Abbildung 23: Vergleich der Blasenmenge in Abhängigkeit der Feststoffmenge, 20-fache Vergrößerung
Größe der Blasen: $<1\text{mm}$

4.4 Fazit der Vorversuche

Durch das Rühren des Resols mittels Dissolver wird Luft in das Harz eingebracht. Werden Feststoffe oder Entschäumer dem Resol beigemischt, so nimmt die Blasenmenge, verglichen zu den Filmen des gerührten Harzes ohne Zusätze, ab. In Abhängigkeit der Menge des eingearbeiteten Feststoffes ändert sich das Blasenbild. Je mehr Feststoff zugegeben wird, desto mehr Blasen bleiben im gehärteten Film zurück, jedoch sind es weniger Blasen als im gerührten Resol ohne Zusätze. Die Zugabe von Feststoffen reduziert die Blasenmenge, weil die Partikel an die Grenzfläche Luft-Flüssigkeit gelangen und eine Brücke bilden, wodurch die Flüssigkeit besser in die Blase gelangt. Sind jedoch viele Partikel in Lösung wäre denkbar das die Partikel die Grenzschicht schlechter durchdringen da mehrere Partikel die Grenzfläche gleichzeitig passieren wollen und somit die Grenzflächenspannung auf einer größeren Feststofffläche verteilt wird und die Kraft des einzelnen Partikels dann nicht mehr ausreicht um die Grenzfläche zu durchbrechen.

Die einzelnen Feststoffe wirken sich unterschiedlich auf das Blasenbild aus. Bei gleicher Menge verbleiben im gehärteten Film der Mischung mit Kryolith wenig, sehr kleine, mit Kreide mäßig viel und mit Kaliumtetrafluoroborat am meisten Blasen zurück.

Grund dafür sind die Eigenschaften der jeweiligen Feststoffe wie Partikelgröße, Partikelform und Oberflächenkräfte.

5 Hauptversuche

Diese Versuche werden alle mit der gleichen Resolcharge durchgeführt. Da Resol nur begrenzt lagerfähig ist, wird in regelmäßigen Zeitabständen die Viskosität des reinen Harzes gemessen um die Qualität zu kontrollieren. Die Viskositätskurve ist am Ende dieses Kapitels dargestellt (Abb. 28 in Abschnitt 5.7). Um die Entwicklung des Harzes in Verbindung zu den Versuchen zu bringen, wird an jedem Versuch der Versuchstag angegeben. Für die Auszählung der Blasen werden die gehärteten Filme mit einer Schablone abgedeckt um die Blasen an der gleichen Stelle der Filme zu zählen und um die gleiche Fläche abzudecken. Gezählt wird an einem Sichttisch. Betrachtete Fläche: 3cm^2 .

5.1 Reihenfolge der Komponentenzugabe in der Standardrezeptur

Aufgrund der Erkenntnis, dass die Feststoffe sich unterschiedlich auf das Blasenphänomen auswirken, wird untersucht, ob die Reihenfolge der Zugabe der Inhaltsstoffe ebenso das System beeinflusst. Möglicherweise ist die Zugabe von Kryolith als erster Feststoff sinnvoll, um das Entweichen der durch den Rührprozess eingebrachten Blasen zu fördern. Andererseits wäre denkbar, dass die Zugabe von Kryolith als letzter Feststoff sich günstig auswirkt und die restlichen Blasen, die nach Beifügung von KBF_4 und Kreide noch im System verbleiben, besser die Masse verlassen können.

In allen Versuchen werden die Komponenten in das Resol eingearbeitet. Die Zugabe des Resols zu den Feststoffen ist in der Rührtechnik unüblich, weil die Vermischung sehr schlecht wäre. Am Behälterboden würden Teile des Feststoffs vom Rührer nicht erfasst werden und unvermischt in den Behälterwandungen zurückbleiben. Die Zugabe der Komponenten erfolgt unter Rühren und schrittweise, um Verklumpungen zu vermeiden.

5.1.1 Ergebnisse

Die $100\mu\text{m}$ Filme weisen in allen Versuchen keine oder nur geringfügig Blasen auf.

Die Ergebnisse in der $300\mu\text{m}$ Schicht sind in Tabelle 6 aufgeführt. Die Reihenfolge wird von links nach rechts angegeben (links- erste Komponente, rechts letzte Komponente). Die Viskosität der durchgeführten Versuche unterscheidet sich kaum voneinander deshalb wird nur eine typische Viskositätskurve dargestellt (Abbildung 24).

Tabelle 6: Ergebnisse der Versuche in der 300µm Schicht (links- erste Komponente, rechts letzte Komponente).

Versuchsnummer	Versuchstag	Reihenfolge der Zugabe	Anzahl Blasen
1	1	PF - KB - Kry - Kre - W+Ent - FA - Ti	22
2	3	PF - Kry - KB - Kre - W+Ent - FA - Ti	60
3	3	PF - KB - Kre - Kry - W+Ent - FA - Ti	77
4	3	PF - KB - Kry - Kre - W+Ent - Ti - FA	57
5	4	PF - Ent - Ti - KB - Kry - Kre - FA - W	39
6	4	PF - Ti - KB - Kry - Kre - W+Ent - FA	76
7	7	PF - Ent - Ti - KB - Kry - Kre - FA - W	43
8	8	PF - Ti - KB - Kry - Kre - FA - W - Ent	54
9	8	PF - Ti - KB - Kry - Kre - FA - W+Ent	23
10	9	PF - FA - Ent - Ti - KB - Kry - Kre - W	37
11	9	PF - FA - Ti - KB - Kry - Kre - W+Ent	44

Abkürzungen:

PF: Phenol-Formaldehydharz (Resol)

Ti: Titandioxid

KB: Kaliumtetrafluoroborat

Kry: Kryolith

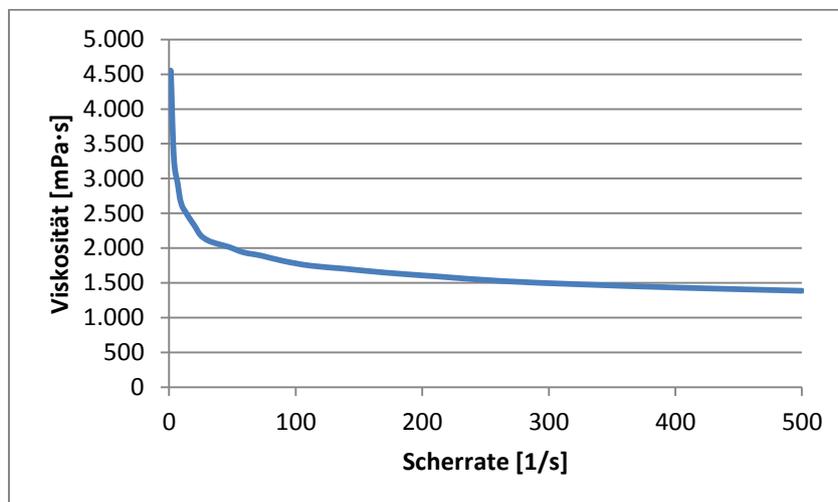
Kre: Kreide

FA: Farbansatz (Farbpaste)

Ent: Entschäumer (hier Ölsäureethoxylat)

W: Wasser

W+Ent: Wasser und Entschäumer vor Zugabe miteinander vermischt

**Abbildung 24:** Typische Viskositätskurve des untersuchten Bindemittelsystems bei 24°C**5.1.2 Auswertung**

In Versuch 1 wurden die ersten 5 Komponenten in einem 800g Ansatz gerührt ($D=90\text{mm}$, $d=60\text{mm}$, $u=10\text{m/s}$) und anschließend wurde ein Teil entnommen und der Farbansatz und das Titandioxid beigemennt ($D=70\text{mm}$, $d=40\text{mm}$, $u=10\text{m/s}$). Dies könnte zu dem recht guten Ergebnis von 22 Blasen pro 3 cm^2 geführt haben, da die Luft an der Oberfläche des Ansatzes

sich sammelt und beim Überführen der Masse in das zweite Gefäß in der Masse des ersten Gefäßes zurückblieb. Dieser Versuch wird nicht wiederholt, weil die Zugabe von Titandioxid als letzte Komponente ein schlechtes Dispergierergebnis zeigt. Die Pigmentpartikel werden nicht gut in der Bindemittelmasse verteilt.

Versuch 9 ist nicht in der Praxis umsetzbar, weil die Viskosität des Ansatzes am Anfang zu hoch ist. Dieser Ansatz würde bei größerer Menge zu warm werden und das Harz würde möglicherweise schon im Rührbehälter anfangen zu reagieren. Außerdem könnte es vorkommen, dass sich die Bindemittelmasse mit der gleichen Geschwindigkeit wie der Rührer bewegt und so keine Dispergierung mehr stattfindet.

Die Versuche 2, 3, 4 und 6 zeigen, dass wenn das Wasser vor der Farbpaste beigefügt wird mehr Blasen im gehärteten Film verbleiben. Dies geschieht, weil durch die frühe Zugabe von Wasser die Viskosität stark sinkt und somit die Turbulenz im Rührbehälter steigt. Dadurch wird mehr Luft in das System eingearbeitet. Das Wasser sollte als letzte Komponente beigemischt werden, auch weil in höher viskosen Medien das Anreiben der Feststoffe effektiver ist.

Die Reihenfolge der Feststoffzugabe hat keinen deutlichen Unterschied im Blasenbild des gehärteten Films ergeben. Das geringste Blasenbild ist zu sehen, wenn die Farbpaste direkt zum Harz zugegeben und anschließend der Entschäumer hinzugefügt wird.

5.1.3 Schlussfolgerung

Am wenigsten Blasen sind in der Bindemittelmasse enthalten, bei der die Farbpaste und der Entschäumer direkt zum Harz hinzugefügt wurden und anschließend die Feststoffe eingearbeitet wurden. Das Wasser wird als letztes beigemischt, weil die Viskosität des Systems nach der Zugabe stark sinkt und die Verreibung der Feststoffe bei einer höheren Viskosität wirksamer ist. Diese Abfolge erweist sich als besonders gut, weil das Volumen vor dem Rührvorgang möglichst hoch ist. Die Drehscheibe ist tiefer in der Flüssigkeit eingetaucht und bringt weniger Luft in das System ein, da sie mit mehr Flüssigkeit bedeckt ist. Die Feststoffe werden gut mit dem Bindemittel angerieben, da die Viskosität des Systems zu Beginn hoch ist und erst am Ende durch die Zugabe des Wassers sinkt. Dadurch werden die Agglomerate am besten zerkleinert, der Entschäumer kann bereits am Anfang der Dispergierung wirken und die Blasen benetzen sodass diese besser entweichen. Die Reihenfolge der Zugabe der Feststoffe hat wenig Einfluss auf die Blasen. Jedoch ist es sinnvoll Titandioxid als ersten Feststoff zuzugeben. Diese Substanz dient als Weißfarbstoff und sollte daher möglichst gut in der Masse verteilt werden, weil sie großen Einfluss auf das

Aussehen hat. Bei der Zugabe direkt nach dem Entschäumer wird das Pigment länger dispergiert und das Aussehen der Masse erscheint homogener als bei Zugabe am Ende. Wird Titandioxid am Ende beigelegt, so ist eine längere Dispergierdauer notwendig um den Farbstoff gleichmäßig in der Masse zu verteilen.

5.2 Ansatzmenge und Behältergeometrie

Es wird untersucht ob die Ansatzmenge und das Verhältnis von Behälter- zu Rührerdurchmesser Einfluss auf das Blasenbild haben, da die Ansatzgröße in der Produktion nicht konstant ist. Die Umfangsgeschwindigkeit der Rührerscheibe beträgt in allen Versuchen 10m/s. Die Komponenten werden in der Reihenfolge von Versuch 7 gemischt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 aufgeführt.

5.2.1 Ergebnisse

Die 100 μ m Filme weisen in allen Versuchen keine oder nur geringfügig Blasen auf.

Tabelle 7: Ergebnisse bei unterschiedlicher Ansatzmenge und Variation von Behälter- zu Rührerdurchmesser (300 μ m Filme) d = Rührscheibendurchmesser, D = Behälterdurchmesser

Versuchsnummer	Versuchstag	300g Ansatz	Temperatur der Masse nach Rührvorgang	Anzahl Blasen
12	7	D/d= 70/60	40°C	22
13	7	D/d = 70/40	30°C	43
		700g Ansatz		
14	9	D/d = 110/90	38°C	14
15	9	D/d = 110/60	28°C	41

5.2.2 Auswertung

Die Ansatzmenge hat wenig Einfluss auf die Blasenmenge. Günstig erweist sich ein Verhältnis von Behälter- zu Rührerdurchmesser von 1,2 (Versuche 12 und 14). Betrachtet man die Temperatur dieser Versuche, so ist diese 10°C höher als die Temperatur der Versuche bei einem Verhältnis von 1,8 (Versuche 13 und 15) bei gleicher Rührdauer. Dies deutet darauf hin, dass die Scherung des Fluids in den Fällen, bei denen die Scheibe fast so groß ist wie der Rührbehälter, größer ist, als in den restlichen Versuchen. Die Viskosität der Bindemittelmasse nimmt mit steigender Scherung ab (strukturviskoses Fließverhalten, siehe Abschnitt 2.2). Dies würde bedeuten, dass die Viskosität der Masse in den Versuchen 12 bzw. 14 im Rührbehälter geringer ist, als in den Versuchen 13 bzw. 15. Außerdem ist die Viskosität

temperaturabhängig und nimmt mit steigender Temperatur ab. Die höhere Temperatur und die höhere Scherung könnten also dazu beitragen, dass die Viskosität der Masse abnimmt. Durch die niedrigere Viskosität kann die Luft das System besser verlassen und es bleiben weniger Blasen im gehärteten Film zurück.

In den weiteren Versuchen wird jedoch weiterhin mit dem Verhältnis $D/d = 70/40$ gearbeitet weil dies den Gegebenheiten der Produktion eher entspricht.

5.3 Variation der Entschäumerart und -menge

Es wird die Wirkung von Entschäumer mit unterschiedlichem Chemismus getestet. Die Eigenschaften wie Löslichkeit und Oberflächenspannung sind für jeden Entschäumer spezifisch und beeinflussen dessen Wirkung. Wie ein Entschäumer sich in einem komplexen System verhält, lässt sich kaum vorhersagen und muss erprobt werden. Da in diesen Versuchen ein schon gealtertes Harz eingesetzt wird und dessen Viskosität mit der Zeit zunimmt, wird der Standardansatz wiederholt um möglichst gleiche Bedingungen dieser Experimente zu gewährleisten und die Ergebnisse vergleichbar zu machen. Alle Versuche werden in der Reihenfolge von Versuch 10 durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgelistet.

5.3.1 Ergebnisse

Die 100 μ m Filme weisen in allen Versuchen keine oder nur geringfügig Blasen auf.

Tabelle 8: Ergebnisse der Versuche mit unterschiedlichen Entschäumern (300 μ m Film),
Entschäumer der Standardmasse: 0,054% Ölsäureethoxylat

Versuchsnummer	Entschäumer	Anzahl Blasen Versuch 1	Anzahl Blasen Versuch 2	Anzahl Blasen Versuch 3
		36. Tag	37. Tag	64. Tag
16	ohne Entschäumer	94		
17	0,054% Ölsäureethoxylat	35		
18	0,054% Silikonöl mit SiO ₂ -Partikel	9	14	
19	0,054% Paraffinöl	22	43	36
20	0,054% organomod. Polysiloxan mit SiO ₂ -Partikel	54	65	
21	0,108% Ölsäureethoxylat	44		
22	0,108% Silikonöl mit SiO ₂ -Partikel		3	
23	0,108% Paraffinöl	25	18	
24	0,108% organomod. Polysiloxan mit SiO ₂ -Partikel	71	65	

5.3.2 Auswertung

Der Einsatz der Entschäumer reduziert die Blasenmenge im System. Am besten wirkt der Entschäumer auf Silikonbasis mit hydrophober Kieselsäure, gefolgt von Paraffinöl, Ölsäureethoxylat und organomodifiziertes Polysiloxan mit hydrophober Kieselsäure.

Der Polydimethylsiloxan Entschäumer wirkt zwar sehr gut, darf jedoch aufgrund von Kundenanforderungen nicht im Bindemittelsystem eingesetzt werden. Die Verdoppelung der Entschäumermenge führt nur bedingt zu einer Reduzierung der Blasenmenge.

5.4 Variation des Temperaturprofils

Diese Versuche werden mit der Reihenfolge von Versuch 10 und mit dem Entschäumer auf Paraffinbasis durchgeführt, weil dieser in vorherigen Versuchen (siehe Abschnitt 5.3) eine bessere Wirkung gezeigt hat, als der Standard Entschäumer (Ölsäureethoxylat). Die Konzentration des Entschäumers beträgt 0,108% statt 0,054%. Sie wird erhöht, weil diese Zusammensetzung bessere Auswirkung auf die Blasen hat. Der Polydimethylsiloxan Entschäumer lieferte zwar die besten Ergebnisse, wird jedoch nicht verwendet weil zu wenig Blasen aufgetreten sind, um den Einfluss der unterschiedlichen Temperaturführungen zu erkennen. Untersucht wird wie eine langsame Erwärmung sich auf die Bindemittelmasse auswirkt und ob der Beginn der Härtung bei einer geringen Temperatur das Blasenbild mindert. Hintergrund ist, dass die Reaktionsgeschwindigkeit stark von der Temperatur abhängt und dass Reaktionen bei höheren Temperaturen schneller ablaufen. Wird die Temperatur etwas gedrosselt, so wäre denkbar, dass das Resol langsamer härtet und die Luft besser entweichen kann, da die Viskosität des Systems langsamer steigt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9 dargestellt.

5.4.1 Ergebnisse

Die 100µm Filme weisen in allen Versuchen keine oder nur geringfügig Blasen auf.

Tabelle 9: Ergebnisse bei Variation des Temperaturprofils (300µm Film).
Ansatz 25e ist Standardtemperaturprofil

Versuchsnummer	Temperaturprofil					Versuch 1 38. Tag	Versuch 2 39. Tag	Versuch 3 53. Tag
	Temperatur [°C]	70	90	110	130			
25	Zeit [min]	30	30	30	30	46	54	30
a			30	30	30	30	45	34
b				30	30		97	
c		15	15	15	30	42	41	52
d			15	15	30	30	49	56

5.4.2 Auswertung

Es macht kaum einen Unterschied ob die Masse bei 70°C oder direkt bei 90°C in den Ofen gegeben wird. Allerdings, wenn sie bei 110°C in den Ofen gelangt sind so viele Blasen vorhanden, wie in der Masse ohne Entschäumer. Bei dieser Temperatur bilden sich Wasserdampfblasen. Die Viskosität des Resols steigt zu schnell und nachdem die Wasserdampfblasen das System verlassen haben, ist das System zu fest, um den Platz des Wassers einzunehmen. Die Lücken werden nicht mehr gefüllt, weil die Masse zu zäh ist und sich nicht mehr gleichmäßig verteilen kann.

In Versuch 1 haben die Versuche, die bei gleicher Temperatur in den Ofen gegeben werden (Versuche 25 a und d bei 70°C bzw. 25 b und e bei 90°C) vergleichbar viele Blasen. Dort macht es keinen Unterschied, ob die Temperatur alle 15 oder alle 30 Minuten geändert wird. Die Versuche, die bei 90°C in den Ofen kommen, haben weniger Blasen, als die Versuche die bei 70°C beginnen zu härten. Eine mögliche Ursache dafür ist die Wartezeit zwischen den Rakeln. Es wurde die gleiche Masse verwendet und diese wurde 30 bzw. 15 Minuten später aufgetragen. In diesen Zeitraum könnten einige der Blasen die Masse verlassen haben.

In Versuch 2 schwanken die Ergebnisse stark. Ein Möglicher Grund für die Schwankungen ist, dass durch die Entnahme mit einem Spatel die Blasen, die sich an der Oberfläche gesammelt haben, am Spatel hängen bleiben. Außerdem ist denkbar, dass die manuelle Durchführung nicht immer exakt gleich abläuft. Die Einwaage der Ausgangsstoffe sowie die Rührdauer oder das Auftragen mit der Rakel können geringe Abweichungen haben und somit das Blasenbild beeinträchtigen. Außerdem unterliegt die Partikelgrößenverteilung der Feststoffe ebenso gewissen Schwankungen was die Blasenmenge ebenso beeinflussen könnte. In Versuch 3 scheint die Tendenz vorhanden zu sein, dass bei langsamer Temperaturerhöhung weniger Blasen im Film verbleiben.

Insgesamt schwanken die Ergebnisse dieser Versuchsreihe sehr stark. Es lassen sich keine klaren Schlussfolgerungen ziehen.

5.4.3 Vergleich Entnahme der Masse mit Spatel und Pipette

Aufgrund der starken Schwankungen in Versuch 25 (siehe Ergebnisse in Abschnitt 5.4.1), wird der Unterschied der Entnahme der Masse aus dem Rührgefäß mit einem Holzspatel und mit einer Pipette untersucht. Mittels Pipette kann die Masse besser aus den mittleren Bereich des Behälters entnommen werden. Dagegen werden mit dem Holzspatel, selbst wenn er tief

die Flüssigkeit eingetaucht wird, Blasen aus der Oberfläche mittransportiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 10 aufgeführt.

Tabelle 10: Ergebnisse bei unterschiedlicher Entnahme der Masse, Versuchstag 64 (300 μ m Film)

Versuchsnummer	Vergleich Entnahme (0,054% Tego 2291)	Anzahl Blasen
26	Spatel	36
27	Pipette	29

Die Entnahme mit der Pipette ist etwas besser als die Entnahme mit dem Holzspatel, es macht jedoch wenig Unterschied. Die Entnahme mit Spatel entspricht eher den Verhältnissen des Auftragens mit Walzen, da dort die Flüssigkeit hauptsächlich aus der Oberfläche geschöpft wird.

5.5 Festkörperverhältnis

Aufgrund der Tatsache, dass in den Vorversuchen (Abschnitt 4.3) die Feststoffmenge die Blasenmenge beeinflusst hat, wird die Standardmasse einmal mit der Hälfte und mit der doppelten Menge an Feststoffe angesetzt. (Berechnungsgrundlage siehe Abschnitt 4.3) Außerdem wird jeweils nur die Menge an Kaliumtetrafluoroborat und Kreide halbiert. Wegen der Alterung des Harzes wird für den besseren Vergleich die Standardmasse erneut angesetzt. Gerührt wird in der Reihenfolge von Versuch Nummer 10. Die Ansatzmenge beträgt in diesen Versuchen 300g. Die Ergebnisse sind in Tabelle 11 und die Viskositätskurven in Abbildung 25 dargestellt.

5.5.1 Ergebnisse

Die 100 μ m Filme weisen in allen Versuchen keine oder nur geringfügig Blasen auf.

Tabelle 11: Ergebnisse der 300 μ m Filme mit unterschiedlichen Festkörperanteilen

Versuchsnummer	Versuchstag	Festkörperverhältnis (Harz zu Feststoff)	Anzahl Blasen
28	56	1:0,5	85 (auffällig große Blasen)
29	57	1: 1 (Standard)	49
30	56	1: 2	44 (auffällig kleine Blasen)
31	57	1:0,73 (Hälfte der Menge KBF ₄)	41
32	57	1: 0,84 (Hälfte der Menge Kreide)	47

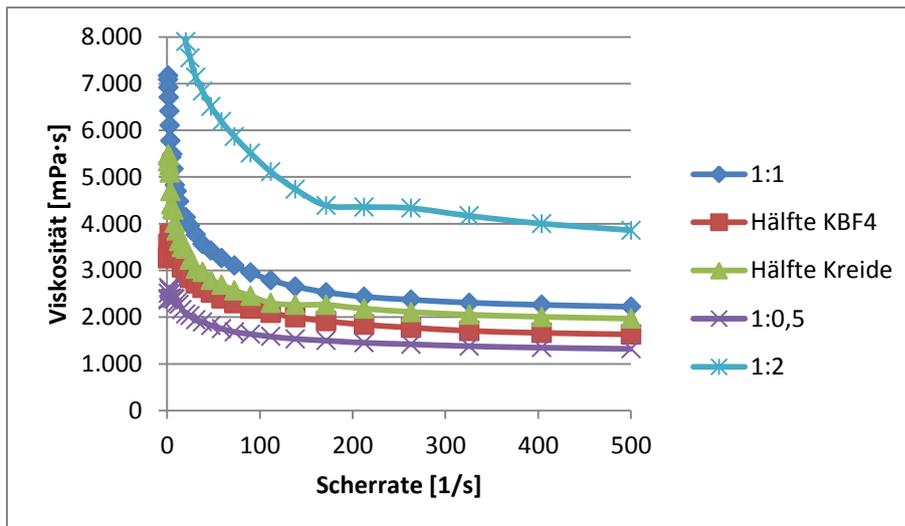


Abbildung 25: Viskositätskurven der Massen mit unterschiedlichen Festkörperverhältnissen bei 24°C

5.5.2 Auswertung

Je höher der Festkörperanteil ist, desto höher ist die Viskosität. Bei einem Festkörperanteil von 1:0,5 verbleiben die meisten Blasen im gehärteten Film zurück. Diese sind besonders groß im Vergleich zur Standardmasse. Dies tritt auf, obwohl die Viskosität bei diesem Versuch am niedrigsten ist und die Blasen besser entweichen können. Andererseits ist denkbar, dass durch die geringere Viskosität, bei gleicher Rührintensität mehr Turbulenzen beim Rühren entstehen. Folglich wird mehr Luft in die Masse eingearbeitet. Die anderen Ansätze haben vergleichbar viel Blasen aber bei einem Festkörperanteil von 1:2 sind sie sehr klein verglichen zur Standardmasse. Dies wird möglicherweise durch kleinere Zwischenräume zwischen den Feststoffpartikeln verursacht.

5.6 Auslassen einer Komponente

Es soll untersucht werden, ob bei Entzug einer Komponente, das Bindemittelsystem ein anderes Verhalten aufweist, als die Standardmasse. Bei Auslassen einer Komponente könnten möglicherweise Unverträglichkeiten oder sonstige Wechselwirkungen dieser Substanz zugeordnet werden. Die Ansatzmenge beträgt 300g. Gerührt wird nach der Reihenfolge von Versuch Nummer 10. Die Ergebnisse sind in Tabelle 12 und die Viskositätskurven in Abbildung 26 dargestellt.

5.6.1 Ergebnisse

Die 100µm Filme weisen in allen Versuchen keine oder nur geringfügig Blasen auf.

Tabelle 12: Ergebnisse der Versuche bei Entzug einer Komponente (300µm Film)

Versuchsnummer	Versuchstag	Standardmasse ohne eine Komponente	Festkörperverhältnis	Anzahl Blasen
33	57	ohne KBF ₄	1:0,5	55
34	57	ohne Kryolith	1:0,73	70
35	57	ohne Kreide	1:0,73	68
36	59	ohne Farbansatz (FA)	1:1	1 (Nur Mikroblasen, schlecht zu beurteilen)
37	59	ohne TiO ₂	1:1	48

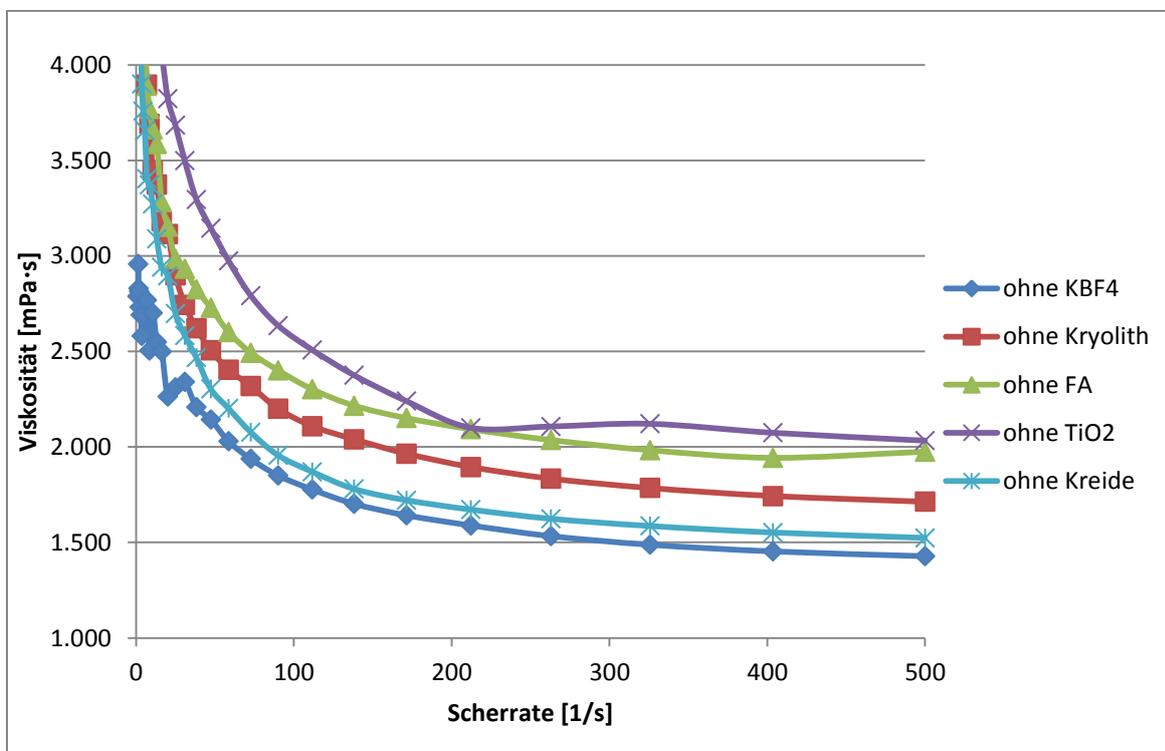


Abbildung 26: Viskositätskurven der Massen bei Auslassen einer Komponente

5.6.2 Auswertung

Der Ansatz ohne Farbpaste weist kaum Blasen auf. Die Blasen sind sehr klein und kaum mit bloßem Auge zu erkennen. Daraus lässt sich schließen, dass die Blasen zum größten Teil von der Farbpaste stammen. Die Farbpaste enthält Resol (Zusammensetzung siehe Tabelle 3, Abschnitt 3.1.3). Wie in Abschnitt 3.1.1 beschrieben, sind Resole selbsthärtende Prepolymere und altern, d.h. die Moleküle reagieren im Verlauf der Zeit miteinander. Mit fortschreitender Reaktion entstehen längere Molekülketten folglich verschlechtert sich die Wasserverdünnbarkeit und das System wird instabil. Im Harz sind Resolmoleküle die größere

Ketten gebildet haben und dadurch nicht mehr wasserlöslich sind und ausfallen. Das System besteht also aus Molekülen mit unterschiedlicher Kettenlänge. Es ist denkbar, dass durch diese Abweichung manche Moleküle schneller vollständig ausgehärtet sind als die restlichen Moleküle des Systems. Dies bedeutet, dass es Bereiche gibt, die bereits ausreagiert haben während andere Gebiete noch polymerisieren. Die komplett ausreagierten Bereiche, weil sie zu lange der Wärmebehandlung ausgesetzt waren, könnten möglicherweise Abbauprodukte bilden, die Blasen verursachen. Denkbar ist auch, dass das Harz mit den anderen Komponenten des Farbansatzes im Verlauf der Lagerung reagiert und Zwischenprodukte entstehen, die während der Wärmehärtung zur Gasbildung neigen. Beides könnte zum Auftreten der Blasen beitragen.

Das Weglassen von Titandioxid hat kaum Einfluss auf das Blasenphänomen. Dieser Ansatz enthält vergleichbar viele Blasen, wie der Standardansatz (Versuch 29, Abschnitt 5.5.1). Der Versuch 33 (ohne KBF_4) besitzt einen Feststoffanteil von 1:0,5 und hat weniger Blasen als Versuch 28 (Standardmasse mit Hälfte der Feststoffmenge, Abschnitt 5.5.1) obwohl der Festkörperanteil gleich ist. Versuch 33 enthält hauptsächlich Kreide und Kryolith als Feststoffe. Beide weisen kleinere Partikel auf als KBF_4 (siehe Abschnitt 3.1.2). Die kleineren Partikel können unter Umständen die Blasen besser durchbrechen, sodass diese schneller entweichen.

Das Weglassen von Kryolith und Kreide hat einen ähnlichen Effekt. Beide Ansätze weisen vergleichbar viele Blasen auf.

5.6.3 Einfluss des Farbansatzes

Um zu überprüfen, ob die Blasen aus dem alten Farbansatz stammen, wird die Standardmasse mit einer frisch zubereiteten Farbpaste angesetzt. Außerdem werden der alte und der frische Farbansatz pur gerakelt. Die Ergebnisse sind in den Tabellen 13 und 14 aufgeführt. Die Viskositätskurve der Bindemittelmasse ist in Abbildung 27 dargestellt.

5.6.3.1 Ergebnisse

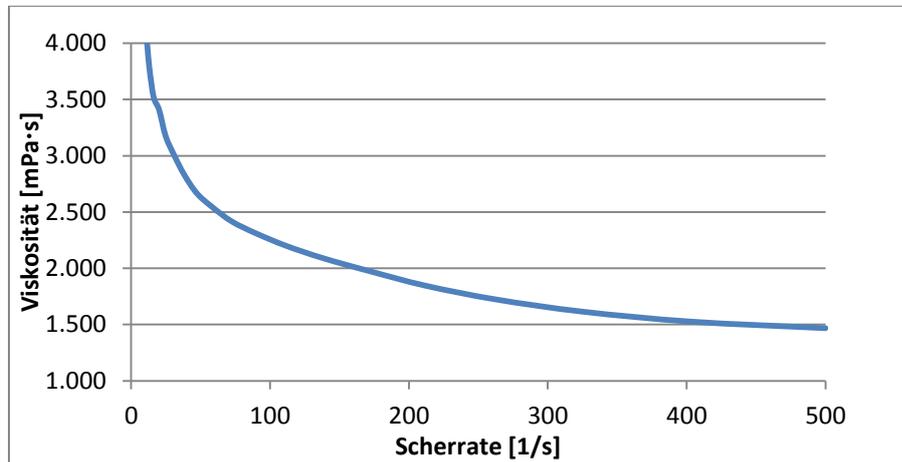
Die 100 μm Filme der Bindemittelmasse und der frischen Farbpaste weisen kaum oder nur geringfügig Blasen auf. Im Film des alten Farbansatzes sind zahlreiche Klumpen zu erkennen.

Tabelle 13: Ergebnis des Ansatzes der Standardmasse mit frischer Farbpaste (300 μm Film)

Versuchsnummer	Versuchstag	Festkörperverhältnis (Harz zu Feststoff)	Anzahl Blasen
38	60	1:1	13

Tabelle 14: Ergebnisse der Härtung des reinen Farbansatzes (300µm Film)

Versuchsnummer	Versuchstag	FA pur	Anzahl Blasen
39	60	FA von Tag 59	11, sehr klein
40	63	FA alt	79

**Abbildung 27:** Viskositätskurve der Standardmasse mit frischem Farbansatz

5.6.3.2 Auswertung

Die Standardmasse mit frischer Farpaste weist fast einen Viertel der Blasen des Ansatzes mit der alten Farbverreibung auf. Der gehärtete Film des frischen Farbansatzes besitzt, ebenso wie bei dem Bindemittelsystem, deutlich weniger Blasen als der Film des alten Farbansatzes. Dies zeigt, dass das Blasenphänomen stark mit der Qualität der Farpaste zusammenhängt. Diese Zubereitung ist demnach begrenzt lagerfähig.

5.7 Alterung des Resols im Verlauf der Versuche

In Abbildung 28 ist die Viskositätskurve des reinen Harzes im Verlauf der Versuchstage dargestellt. In den ersten 30 Tagen steigt die Viskosität leicht an. Zwischen Tag 30 und Tag 40 ist die Zunahme etwas höher. Ab Tag 40 steigt sie schnell an. Die Versuche der Tage 60 und 64 wurden mit Harz durchgeführt, welches unter besseren Bedingungen gelagert wurde. Die Viskosität betrug $5820 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bei 20°C und einer Scherrate von $171,2 \text{ s}^{-1}$.

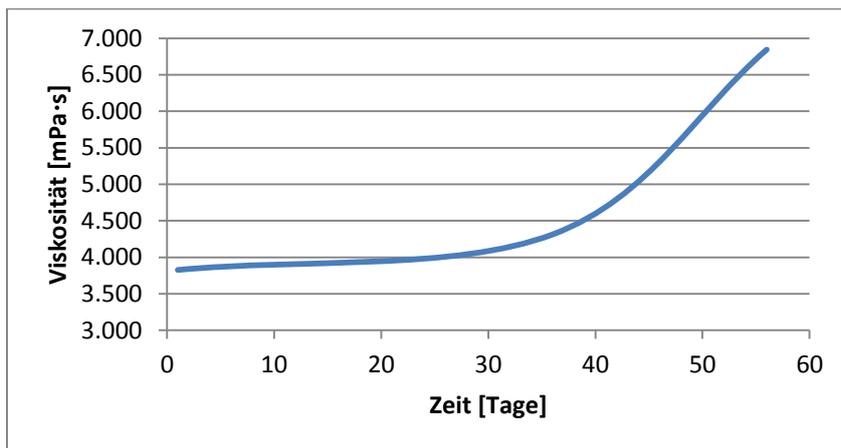


Abbildung 28: Alterung des Resols im Verlauf der Versuche,
Viskosität bei 20°C und einer Scherrate von $171,2 \text{ s}^{-1}$

6 Auswertung

In allen mit dem Gesamtsystem durchgeführten Versuchen, sind kaum oder nur eine geringe Anzahl an Blasen im 100 µm Film vorhanden. Ursache dafür könnte der enge Rakelspalt sein, der die Blasen zerquetscht und somit zerstört. Außerdem ist der Weg, den die Blasen zurücklegen müssen, aufgrund der kleineren Schichtdicke, kürzer als in der 300µm Schicht. Deshalb benötigen die Blasen weniger Zeit um zu entweichen. Dadurch findet die Entlüftung statt bevor das System fest ist. Folglich sind im gehärteten Film kaum Blasen zu sehen.

Im Gesamtsystem ist die Zugabe des Farbansatzes als zweite Komponente zum Resol, gefolgt von Entschäumer, Feststoffe und als letztes Wasser die Abfolge, die die besten Ergebnisse liefert. Diese Abfolge erweist sich als besonders gut, weil das Volumen vor dem Rührvorgang möglichst hoch ist. Die Drehscheibe ist tiefer in der Flüssigkeit eingetaucht und bringt weniger Luft in das System ein, da sie mit mehr Flüssigkeit bedeckt ist. Die Dispergierung kann am besten stattfinden, weil in höher viskosen Medien das Anreiben der Feststoffe effektiver ist. Deshalb ist es sinnvoll das Wasser zum Schluss hinzuzufügen, weil durch die Zugabe die Viskosität sinkt. Bei Zugabe des Entschäumers zu Beginn des Rührprozesses kann dieser über die ganze Zeit wirken. Dadurch werden die Blasen gut benetzt und entweichen besser.

Die Änderung der Reihenfolge der Feststoffzugabe hat keine Auswirkung, jedoch sollte das Weißpigment (Titandioxid) recht früh beigemischt werden, um eine gute Verteilung in der Masse zu gewährleisten. Erfolgt die Zugabe des Pigments als letzter Feststoff, muss die Masse länger dispergiert werden.

Bei einem Verhältnis von Behälter- zu Rührerdurchmesser von 1,2, ist das Blasenphänomen weniger stark ausgeprägt, als bei einem Verhältnis von 1,8, unabhängig von der Ansatzmenge. Mögliche Ursache ist die stärkere Scherung und die dadurch etwas erhöhte Temperatur der Masse im Rührbehälter. Beides trägt zur Reduzierung der Viskosität bei und erleichtert das Entlüften des Systems.

Der Einsatz der Entschäumer reduziert die Blasenmenge im System. Von den getesteten Entschäumer, hat sich das Silikonöl mit hydrophoben Kieselsäure-Partikeln als bester Entschäumer erwiesen. Bereits bei einer Konzentration von 0,108% verbleiben kaum Blasen im Film zurück. Der zweitbeste Entschäumer war Paraffinöl gefolgt von Ölsäureethoxylat (Standard) und organomodifiziertes Polysiloxan mit hydrophober Kieselsäure. Eine Verdoppelung der Entschäumermenge führt nur bedingt zu einer Reduzierung der Blasenmenge.

Die Variation des Temperaturprofils ergibt keine eindeutige Änderung des Blasenbilds. Die Ergebnisse schwanken sehr stark und es können keine klaren Tendenzen festgestellt werden. Ein Grund dafür ist die Entnahme der Masse an der Oberfläche des Ansatzes. An der Grenzfläche sammeln sich die Blasen. Beim Eintauchen des Holzspatels in die Masse variiert die Blasenmenge, die aus der Oberfläche geschöpft wird. Die manuelle Durchführung der Versuche läuft ebenso nicht immer exakt gleich ab. Die Einwaage der Ausgangsstoffe sowie die Rührdauer oder das Auftragen mit der Rakel können geringe Abweichungen haben und somit das Blasenbild beeinträchtigen. Außerdem unterliegt die Partikelgrößenverteilung der Feststoffe gewissen Schwankungen, welche die Blasenmenge ebenso beeinflussen können.

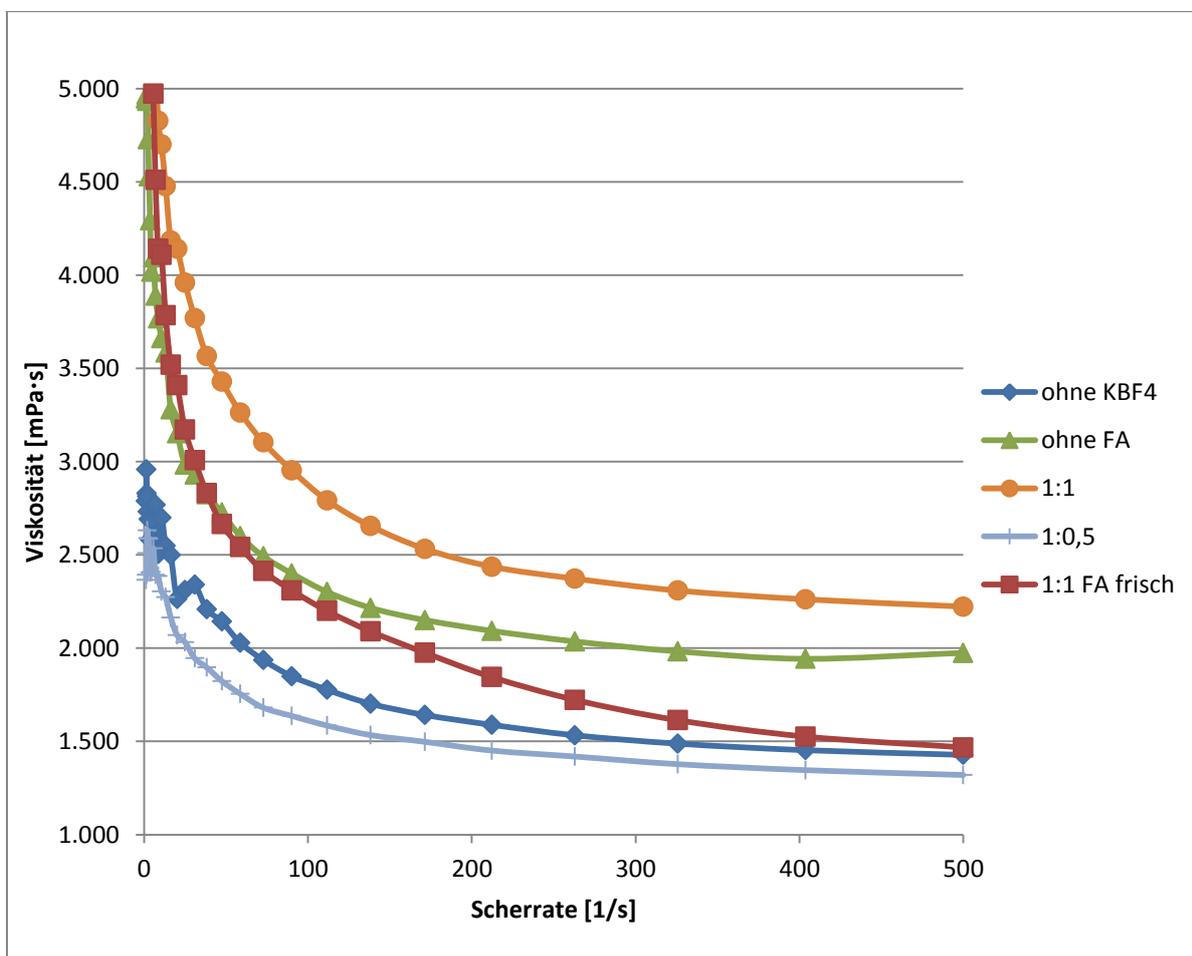


Abbildung 29: Vergleich der Viskositäten einiger Versuche

Die Halbierung der gesamten Feststoffmenge ergibt im Vergleich zum Standardsystem viele, große Blasen. Wird jedoch die Feststoffmenge verdoppelt, verbleiben etwa gleichviele Blasen im gehärteten Film zurück, wie bei der Standardmasse. Diese sind jedoch deutlich kleiner. Mögliche Ursache sind die kleineren Zwischenräume der Feststoffpartikel, die die Ausbreitung der Luft im System verhindern.

Wird das Bindemittelsystem ohne KBF_4 angesetzt, so hat die Masse dasselbe Festkörperverhältnis wie bei Halbierung der Gesamtfeststoffmenge. Beide Viskositäten sind vergleichbar (siehe Abbildung 29) dennoch weist die Masse ohne KBF_4 deutlich weniger Blasen auf. Mögliche Ursache sind die kleineren Partikel im System. Diese können die Blasen im höheren Maße zerstören, weil sie besser an die Grenzfläche „Flüssigkeit-Gas“ gelangen.

Bei Auslassen des Farbansatzes treten kaum Blasen auf. Die Härtung der reinen Farbpaste zeigt, dass die Blasen hauptsächlich aus dieser Verreibung stammen. Wird die Standardmasse mit einer frischen Farbpaste hergestellt, so treten fast viermal weniger Blasen auf. Dies geschieht, obwohl das verwendete Resol schon gealtert ist und aus diesem Grund schlechtere Bedingungen vorliegen. Durch die Alterung wird das System instabil und die Wasserverträglichkeit des Harzes nimmt ab. Es bleiben Klumpen im gehärteten Film zurück. Diese Klumpen sind Resolmoleküle, die größere Ketten gebildet haben und deshalb nicht mehr wasserlöslich sind. Das System besteht also aus Molekülen mit unterschiedlicher Kettenlänge. Es ist denkbar, dass durch diese Abweichung manche Moleküle schneller vollständig ausgehärtet sind als die restlichen Moleküle des Systems. Dies bedeutet, dass es Bereiche gibt, die bereits ausgehärtet haben während andere Gebiete noch polymerisieren. Möglich ist, dass die komplett ausgehärteten Bereiche, weil sie zu lange der Wärmebehandlung ausgesetzt sind, Abbauprodukte bilden, die Blasen verursachen.

7 Ausblick

Um künftig die besten Ergebnisse bei der Zubereitung der Bindemittelmasse zu erreichen, sollte das Verhalten der Farbverreibung weiter untersucht werden. Durch eine lange und unsachgemäße Lagerung verringert sich die Qualität und es treten vermehrt Blasen im Bindemittelsystem auf. Die frische Zubereitung der Farbpaste wirkt sich gut auf das System aus.

Die Zugabe des Wassers verringert die Viskosität der Masse. Bei konstanter Drehgeschwindigkeit verursacht dies stärkere Turbulenzen und es wird mehr Luft in die Flüssigkeit eingearbeitet. Daher sollte die Geschwindigkeit der Dissolverscheibe, dem Fließwiderstand der Flüssigkeit angepasst werden. Nimmt der Widerstand ab, so muss die Geschwindigkeit der Scheibe reduziert werden, um weniger Luft durch das Rühren in die Masse einzubringen. Dafür können Dissolver mit automatischer Drehzahlregelung verwendet werden.

Die Viskosität ist stark temperaturabhängig, je niedriger die Temperatur ist, desto höher ist die Viskosität. Das Resol wird kühl gelagert um die Alterung zu verzögern. Wird das Harz gleich nach der Dosierung gerührt, so ist die Viskosität recht hoch. Es ist denkbar, dass in diesem Fall mehr Blasen in der Flüssigkeit verbleiben, weil der Flüssigkeitswiderstand höher ist. Würden das Resol oder die Feststoffe temperiert werden, so wäre möglich, dass dies Einfluss auf das Blasenbild hat.

Des Weiteren sollte der Einfluss der Partikelgrößenverteilung in der Masse untersucht werden. Beispielsweise könnte überprüft werden, ob das System bei Verwendung von kleineren KBF_4 Partikel oder bei Erhöhung des Kryolithanteils, die Blasen besser entweichen. Denkbar ist, dass nicht nur die Größe der Partikel sondern auch deren Form unterschiedliche Auswirkungen aufweisen. Dies könnte durch Einarbeitung von Glaspartikel (Kugeln bzw. Splitter) in unterschiedlichen Partikelgrößen und Mischungsverhältnissen überprüft werden. Sicherlich spielt der Rührapparat eine entscheidende Rolle für das Dispergierergebnis. Mittels Dissolver wird Luft in das System eingebracht. Wird unter Unterdruck gemischt, wie mit einem Rotor-Stator-System, ist das System geschlossen und weniger Umgebungsluft gelangt in die Masse.

8 Zusammenfassung

Schleifmittel auf Unterlage bestehen aus einem Träger, mindestens zwei Bindemittelschichten und Schleifkörnern. Für bestimmte Anwendungen wird auf die Schleifkörner eine Bindemittelmasse mit Wirkstoffen aufgetragen, um die Schleifeigenschaften zu verbessern. Diese Massen besitzen in der Regel einen hohen Feststoffanteil, sind deshalb sehr viskos und neigen während der Zubereitung zur Schaumbildung. Die Schleifkörner werden aufgrund dieses Effekts schlechter durch die Masse eingebunden und es kommt zu erhöhtem Kornverlust. In dieser Arbeit werden die Einflussgrößen für die Blasen- bzw. Schaumbildung während des Mischprozesses und der Trocknung der Bindemittelmasse untersucht. Außerdem wird durch Änderungen der Rezeptur die Wirkung der Bestandteile auf das Gesamtsystem ermittelt.

Zu Beginn wird untersucht, welchen Einfluss der Dispergiervorgang, die Zugabe von Feststoffen und der Einsatz von unterschiedlichen Entschäumern auf das Bindemittel hat. Die Hauptversuche beginnen mit der Variation der Zugabereihenfolge der Komponenten. Anschließend werden die Rührparameter und die Trocknungsbedingungen geändert. Als letztes wird die Rezeptur abgewandelt. Dabei wird der Feststoffanteil insgesamt halbiert bzw. verdoppelt und einzelne Komponenten werden nicht in die Masse eingearbeitet.

Die Verarbeitung des Resols im Dissolver hat gezeigt, dass durch den Rührvorgang Luft in das System eingearbeitet wird. Die Zugabe von verschiedenen Entschäumern (Ölsäureethoxylat, Paraffinöl, Polidimethylsiloxan mit hydrophober Kieselsäure und organomodifiziertes Polysiloxan ebenfalls mit hydrophober Kieselsäure) mindert das Blasenbild. Die Feststoffe reduzieren ebenso die Blasenmenge im gehärteten Film. Am wenigsten Blasen sind in den Filmen mit Kryolith zu sehen. Mit Kreide bleiben mäßig viele und mit Kaliumtetrafluoroborat am meisten Blasen zurück.

Die Zugabe des Farbansatzes als zweite Komponente zum Resol, gefolgt von Entschäumer, Titandioxid, restlichen Feststoffen und Wasser ist die Abfolge mit dem besten Ergebnis. Die Änderung der Reihenfolge der Feststoffzugabe, mit Ausnahme von Titandioxid, hat keine Auswirkung.

Bei einem Verhältnis von Behälter- zu Rührerdurchmesser von 1,2 ist das Blasenphänomen weniger stark ausgeprägt, als bei einem Verhältnis von 1,8, unabhängig von der Ansatzmenge. Als Ursache werden die stärkere Scherung und die höhere Temperatur der Masse angesehen.

Von den getesteten Entschäumern, hat sich das Silikonöl mit hydrophoben Kieselsäure-Partikeln als bester Entschäumer erwiesen. Der zweitbeste Entschäumer ist Paraffinöl gefolgt

von Ölsäureethoxylat und organomodifiziertes Polysiloxan mit hydrophober Kieselsäure. Eine Verdoppelung der Entschäumermenge führt nur bedingt zu einer besseren Reduzierung der Blasenmenge.

Die Variation des Temperaturprofils ergibt keine eindeutige Änderung des Blasenbilds. Die Ergebnisse schwanken sehr stark und es können keine klaren Tendenzen festgestellt werden. Bei Halbierung der Feststoffmenge verbleiben viele, auffällig große Blasen im Film zurück. Wird die Feststoffmenge verdoppelt, verbleibt eine ähnliche Anzahl Blasen zurück wie im Standardsystem, diese sind jedoch kleiner. Als Ursache wird der kleinere Zwischenraum der Partikel angesehen, weil die Luft sich dort schlechter ausbreitet. Grund für den ersten Effekt ist die höhere Turbulenz im Rührbehälter, zumal die Viskosität aufgrund des geringeren Feststoffanteils abnimmt und die Rührleistung konstant gehalten wird.

Der Versuch ohne Kaliumtetrafluoroborat besitzt einen Feststoffanteil von 1:0,5, ebenso wie der Ansatz mit der Hälfte der Feststoffe, jedoch verbleiben weniger Blasen im Film. Mögliche Ursache sind die kleineren Partikel. Diese gelangen besser an die Grenzfläche der Blasen und unterstützen dabei die Entlüftung.

Bei Auslassen des Farbansatzes treten kaum Blasen auf. Die Härtung der reinen Farbpaste zeigt, dass die Blasen hauptsächlich aus dieser Verreibung stammen. Wird die Standardmasse mit einer frischen Farbpaste hergestellt, so treten fast viermal weniger Blasen auf als im Standardsystem.

9 Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Bedeutung
d	m	Rührerdurchmesser
D	m	Rührbehälterdurchmesser
F	N	Kraft
$\dot{\gamma}$	s^{-1}	Schergefälle
H	-	Hauptausführung
M	Nm	Drehmoment
M	-	Modellausführung
μ	-	Vergrößerungsmaßstab
n	s^{-1}	Drehzahl
η	$\text{Pa} \cdot \text{s}$	Dynamische Viskosität
P	W	Rührleistung
p	Pa	Druck
R, r	m	Radius
τ	N/m^2	Schubspannung
Θ	Grad	Kontaktwinkel
u	m/s	Umfangsgeschwindigkeit
v	m/s	Geschwindigkeit
V	m^3	Volumen
W	J	Arbeit

Literaturverzeichnis

- [1] T. Brock, Lehrbuch der Lacktechnologie, 2 Hrsg., Hannover: Vincentz, 2000.
- [2] M. Stieß, Mechanische Verfahrenstechnik-Partikeltechnologie 1, 3 Hrsg., Berlin Heidelberg: Springer, 2009.
- [3] H. Greif, Technologie der Extrusion, München Wien: Carl Hanser, 2004.
- [4] D. S. Christen, Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik, Berlin Heidelberg: Springer, 2010.
- [5] A. Gardziella, L. A. Pilato und A. Knop, Phenolic Resins: chemistry, applications, standardization, safety and ecology, Berlin Heidelberg: Springer, 2000.
- [6] G. W. Ehrenstein und E. Bittman, Duroplaste: Aushärtung, Prüfung, Eigenschaften, München Wien: Carl Hanser, 1997.
- [7] D. Stoye und W. Freitag, Lackharze: Chemie, Eigenschaften und Anwendungen, München Wien: Carl Hanser, 1996.
- [8] W. Becker und D. Braun, Kunststoffhandbuch Band 10: Duroplaste, W. Woebcken, Hrsg., München: Carl Hanser, 1988.
- [9] H.-J. Butt, K. Graf und M. Kappl, Physics and Chemistry of Interfaces, Weinheim: Wiley-VCH, 2003.
- [10] D. Myers, Surfactant Science and Technology, Weinheim: VCH, 1988.
- [11] H. Mollet und A. Grubenmann, Formulierungstechnik: Emulsionen, Suspensionen, Feste Formen, Weinheim: Wiley-VCH, 2000.
- [12] G. Meichsner, T. G. Mezger und J. Schröder, Lackeigenschaften messen und steuern, Hannover: Vincentz, 2003.
- [13] R. Aveyard, J. Clint und D. Nees, „Small solid particles and liquid lenses at fluid/fluid interfaces,“ *Colloid and Polymer Science*, pp. 155-163, Nr. 278 2000.
- [14] H.-J. Butt und M. Kappl, Surface and Interfacial Forces, Weinheim: Wiley-VCH, 2010.
- [15] M. Dittrich, S. Miederer, B. Havertz und R. Krastev, „Schaumzerstörung und Schaumverhinderung: Der Wirkmechanismus von Simeticon in vitro,“ *Journal für Gastroenterologische und Hepatologische Erkrankungen*, pp. 19-25, August 2010.
- [16] „chemBlink,“ [Online]. Available: <http://www.chemblink.com/products/9004-96-0.htm>. [Zugriff am 21 Februar 2013].
- [17] Evonik Goldschmidt GmbH, „No Fear of Siloxanes,“ Januar 2008.
- [18] H. Schubert, Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik, Weinheim: Wiley-VCH, 2003.
- [19] M. Kraume, Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik, Berlin Heidelberg: Springer, 2012.
- [20] T. G. Mezger, Das Rheologie Handbuch, Hannover: Vincentz Network, 2006.