

Glanzgradabweichung auf den Grund gehen

Die Bestimmung des Isocyanatanteils per IR-Spektroskopie führte einen Lackhersteller und Kunden in die Irre

DAVID HOFFMANN

Bei einem Beschichter von Kunststoffbauteilen kommt ein wasserbasiertes 2K-Polyurethan-Lacksystem zum Einsatz. In der Vergangenheit kam es bei diesem Lacksystem regelmäßig zu chargenabhängigen Abweichungen im Glanzgrad der Beschichtung, was in Absprache mit dem Lackhersteller über die Zugabemenge der isocyanatbasierten Härterkomponente „korrigiert“ wurde. Eine Analyse zeigte aber, ein Dosierproblem lag nicht vor.

Nachdem die Glanzgradabweichungen immer stärker ausfielen, versuchte man der Ursache dafür auf den Grund zu gehen. Hierzu wurden von Seiten des Lackherstellers vor Ort Proben von ausgelitertem, also direkt aus der Farbdüse am Zerstäuber aufgefangenem, bereits vorgemischtem 2K-Lackmaterial entnommen und im Labor des Lackherstellers untersucht. Das Ergebnis war, dass die zugegebene Härtermenge ca. 40% unterhalb der Sollmenge lag. Folglich wurde der Kunde aufgefordert, die Härtermenge entsprechend zu erhöhen. Der Beschichter bezweifelte allerdings die Ergebnisse, da die absoluten Verbrauchsmengen beider Lackkomponenten damit nicht in Einklang zu bringen waren. Auch konnten keine negativen Auswirkungen bspw. auf die Chemikalienbeständigkeit beobachtet werden, was bei einem derartigen Härtermangel zu erwarten gewesen wäre. Die DFO Service GmbH wurde damit beauftragt, die Methode des Lackherstellers zur Bestimmung der Härtermenge zu prüfen.

Härtergehalt spektroskopisch bestimmen

Um den Härtergehalt in der ausgeliterten Lackprobe zu bestimmen, führte der Lackhersteller IR-spektroskopische Untersuchungen an den ausgehärteten Beschichtung durch. Zu diesem Zweck muss im Vorhinein eine Versuchsreihe mit Beschichtungsproben, die unterschiedliche bekannte Härtermengen beinhalten, erstellt und vermessen werden. Abhängig vom



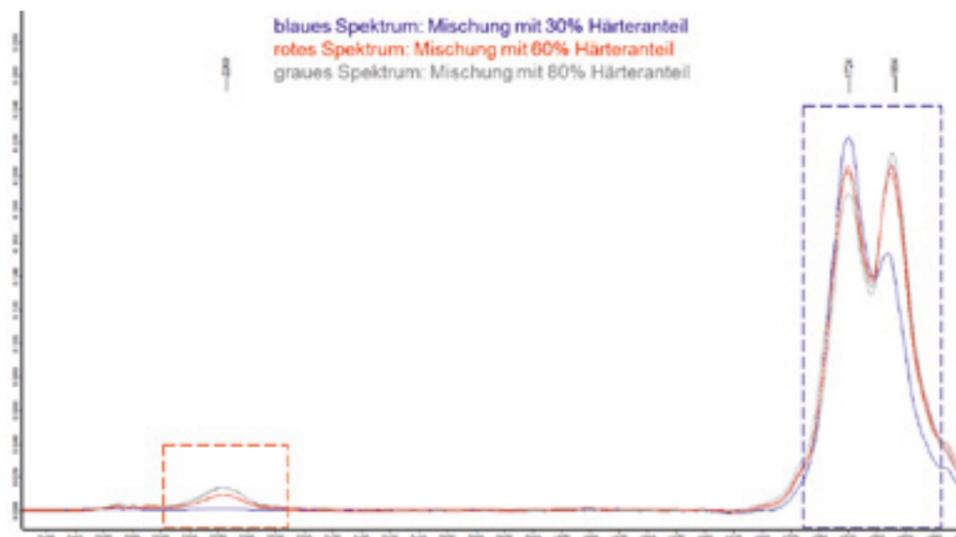
Unterschiede im Glanzgrad sind ärgerlich, die Fehlerursache aber mitunter gar nicht so einfach zu finden.

Foto: DFO

Beschichtungssystem und unter Berücksichtigung weiterer Einflussgrößen ist es so möglich, eine Probe des gleichen Beschichtungssystems zu untersuchen und dessen unbekannte Härtermenge über Interpolation näherungsweise zu bestimmen.

Diese Methode ist allerdings komplex und es gibt einiges zu beachten. Beispielsweise ist zunächst zu prüfen, ob die Ergebnisse überhaupt für eine relativ lineare Interpolation geeignet sind bzw. eine ausreichende Auflösung ermöglichen, was schwierig und aufwendig sein kann. Auch die Gefahr von Fehlinterpretationen muss berücksichtigt werden, da insbesondere in Beschichtungsstoffen eine Vielzahl an organischen Substanzen enthalten sind, die alle einen Einfluss auf die IR-Spektroskopie-Ergebnisse haben. Hinzu kommt, dass eine Beschichtung im mikroskopischen Maßstab nicht homogen ist, weil lokal Füllstoffe, Pigmente und Bindemittel unterschiedlich konzentriert vorliegen. Das kann zu minimalen Abweichungen in den IR-Spektren derselben Probe führen, abhängig von der Messstelle.

Der Lackhersteller hatte seine Schlussfolgerungen zum Härtergehalt aus einem Teilbereich der gemessenen IR-Spektren gezogen (Wellenzahlbereich zwischen ca. 1600 und 1800 cm^{-1}). Das ist sinnvoll, da in diesem Bereich zwei



Beispielhafte Darstellung verschiedener Spektren mit unterschiedlichen Härtermengen bezogen auf die Sollmenge.

Grafik: DFO

stark vom Vernetzungsgrad der Beschichtung abhängige Absorptionsbanden liegen (s. Grafik). Über deren Intensitätsverhältnis zueinander lassen sich also Aussagen über den Härtergehalt machen. Leider ist dies aber nur die halbe Wahrheit, da die Ergebnisse immer in Relation zum Gesamtspektrum bzw. weiteren charakteristischen Absorptionsbanden (Kontrollbanden) gesehen werden müssen.

Bei der IR-spektroskopischen Auswertung von ausgehärteten 2K-Polyurethanlacksystemen sind erfahrungsgemäß drei Wellenzahlbereiche von Interesse:

- ca. 2800-3000 cm^{-1} – hier sind (vereinfacht gesagt) C-H-Verbindungen zu fin-

den. Sie sind in großer Menge sowohl im Härter (Isocyanat) als auch im Stammlack typischer 2K-Polyurethanlacke enthalten, so dass sie zur Normierung der gemessenen und zu vergleichenden IR-Spektren herangezogen werden können.

- ca. 2200-2300 cm^{-1} – hier sind (vereinfacht gesagt) nicht mit dem Stammlack (Polyol) chemisch vernetzte Isocyanate nachweisbar.
- ca. 1720 cm^{-1} und ca. 1680 cm^{-1} – über diese beiden Absorptionsbanden lässt sich (vereinfacht gesagt) der Vernetzungsgrad einer 2K-Polyurethan-Beschichtung bzw. deren Isocyanat-An-

teil bestimmen. Dabei ist vor allem das Intensitätsverhältnis dieser beiden Absorptionsbanden ausschlaggebend.

Ausreichend Messpunkte nötig

Außerdem wurden vom Lackhersteller für die Versuchsreihe zur Interpolation lediglich drei Mischungen mit großen Sprüngen bzgl. der Härtermenge angesetzt (33%, 66% und 100% der Sollhärtermenge). Eine ausreichende Auflösung für die Interpolation konnte so nicht sichergestellt werden. Die interpolierte Härtermenge wurde dennoch prozentual bis zur ersten Nachkommastelle angegeben.

Die IR-spektroskopischen Untersuchungen der DFO zeig-

ten jedoch, dass die Bestimmung der Härtermenge mittels der Versuchsreihe vom Lackhersteller nicht möglich war. Der Grund dafür war der stark nicht-lineare Verlauf der Änderung des Intensitätsverhältnisses der beiden Absorptionsbanden bei ca. 1720 cm^{-1} und 1680 cm^{-1} (s. Abb., blauer Bereich). Dies konnte in einer Versuchsreihe mit sechs unterschiedlichen Härtermengen festgestellt werden. Insbesondere im Bereich zwischen 60-120% der Sollmenge an Härter waren die Intensitätsunterschiede dieser beiden Absorptionsbanden derart schwach ausgeprägt, dass sie nicht mehr von den Schwankungen, die durch die normale Inhomogenität der Beschichtung im mikroskopischen Bereich verursacht werden, unterschieden werden konnten. Das heißt, dass (bei diesem Lacksystem) IR-spektroskopisch über die Änderung des Intensitätsverhältnisses dieser beiden Absorptionsbanden gar keine zuverlässige Aussage über den Härtergehalt gemacht werden konnte, wenn dieser im Bereich zwischen 60-120% der Sollmenge (evtl. sogar darüber hinaus) lag. Ein Blick auf den Spektrenbereich von ca. 2200-2300 cm^{-1} (s. Grafik, roter Bereich) ermöglichte in diesem Fall eine bessere Differenzierung und eine grobe Einschätzung der Härtermenge bei ausreichend vielen Messungen in der Versuchsreihe. Nebenbei zeigte sich, dass sich der Glanzgrad bei diesem Beschichtungssystem im Bereich von 60-120% der Sollmenge an Härter ebenfalls nur marginal änderte. Somit konnte ein Dosierproblem des Härters als Ursache für die massiven Glanzgradschwankungen ausgeschlossen werden. ■

Zum Netzwerken:
Deutsche Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V., Neuss, David Hoffmann, Tel.: +49 2131 40811-12, hoffmann@dfo-online.de, www.dfo-online.de

