

Aluminium Effektpigmente

Einleitung

Effektpigmente sind Pigmente, die dem System, in dem sie eingebettet sind, zusätzliche Eigenschaften wie winkelabhängige Farbton- oder Glanzänderungen oder Textur verleihen. Effektpigmente werden in Metalleffektpigmente und spezielle Effektpigmente eingeteilt. Metalleffektpigmente sind Glanzpigmente aus Metall, die sich in der Anwendung parallel orientieren und einen durch Reflexion des Lichts an den Metallplättchen erzeugten, metallähnlichen Effekt zeigen. Wichtige Metalleffektpigmente sind Aluminium-, Messing- und Kupferplättchen. Nicht metallische Effektpigmente sind beispielsweise Glimmer (Schichtsilikate), Graphit, Eisenoxide oder Molybdänsulfid. Den meisten Effektpigmenten gemeinsam ist die plättchenförmige Struktur der Partikel. Im Gegensatz zu klassischen Pigmenten beruht ihre Wirkung nicht primär auf Absorption bestimmter Wellenlängen, sondern auf Reflexion und Interferenz. Während klassische Pigmente wie Titandioxid oft Partikelgrößen von wenigen 100 Nanometern aufweisen, haben die plättchenförmigen Effektpigmente meist einen Durchmesser von 5 - 100 µm, jedoch deutlich geringere Schichtdicken.

In dem vorliegenden Beispiel wurde die Partikelgrößenverteilung von zwei Aluminium-Effektpigmenten mit Laserbeugung untersucht (ISO 13320). Die Analysen konnten in wässriger Dispersion durchgeführt werden. Das verwendete Messgerät SYNC von Microtrac verfügt über einen Messbereich von 10 nm bis 4 mm und ist für alle Arten von Pigmenten geeignet. Durch die standardmäßig verfügbare Kamera lässt sich zusätzlich zu Laserbeugung auch eine Dynamische Bildanalyse (ISO 13322-2) durchführen und so Informationen über die Partikelform gewinnen. Ebenfalls ist die Empfindlichkeit für geringe Mengen Überkorn durch die Bildanalyse deutlich erhöht.

Messeinstellungen

Mit dem SYNC erweitert Microtrac MRB seine etablierte Tri-Laser Technologie um eine leistungsstarke Bildanalyse, die Anwendern eine neue, einzigartige Messerfahrung bietet. Die Partikelgrößenmessung mittels Laserbeugung (LD) ist die meistgenutzte Technologie in Forschung und Industrie und gilt als Standard für die Qualitätskontrolle. Die Messung basiert auf der Wechselwirkung von Laserlicht mit Partikeln einer Dispersion. Dabei

entsteht ein Streulichtmuster, das mit der Microtrac MRB-Technologie über einen Winkelbereich von $0.02 - 163^\circ$ aufgezeichnet wird und die Berechnung der Größenverteilung erlaubt. Der SYNC verwendet zwei Detektorarrays und drei Laser, welche die Probe aus verschiedenen Winkeln erfassen. Der Analysator kann mit roten Lasern oder einer Kombination aus roten und blauen Lasern ausgestattet werden (Abbildung 1).

Kleine Partikel streuen das Licht zu großen Winkeln, während große Partikel das Licht zu kleinen Winkeln streuen. Die Auswertung erfolgt mit der innovativen modifizierten Mie-Streutheorie von Microtrac MRB. Dieser Algorithmus liefert genaue Partikelgrößenverteilungen sowohl für runde und nicht-sphärische Partikel als auch für transparente, reflektierende und absorbierende Materialien.

Von modernen Partikelanalysatoren wird oft mehr erwartet als eine einfache Größenanalyse. Die Dynamische Bildanalyse (DIA) liefert wichtige Erkenntnisse über die Partikelform und somit detaillierte Informationen über physikalische Materialeigenschaften. Während die Laserbeugung lediglich einen Äquivalentdurchmesser basierend auf der Annahme sphärischer Partikel liefert, kann die Bildanalyse neben Formparametern auch Länge und Breite der Partikel getrennt auswerten. Ein mittels Stroboskoplichtes beleuchteter Partikelstrom wird von einer hochauflösenden Digitalkamera fotografiert, aus den Bildern wird eine Videodatei des Partikelstroms erstellt.

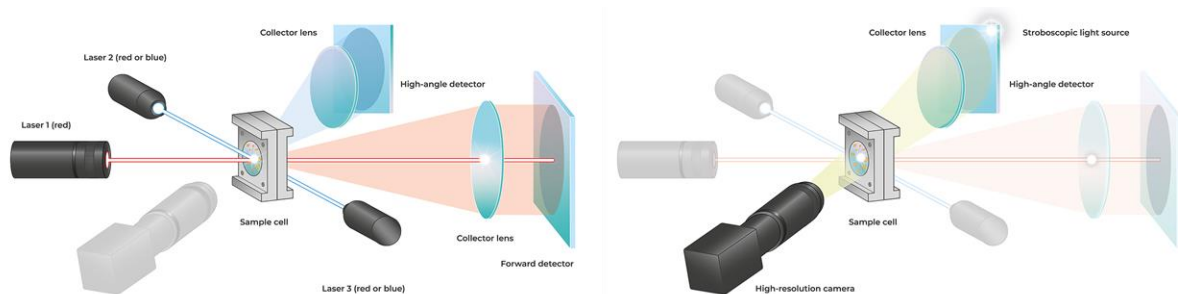


Abbildung 1: Optisches Design des SYNC-Analysators. Für Laserbeugung (links) werden drei rote oder blaue Laser und zwei Detektor-Arrays verwendet. Die Dynamische Bildanalyse (rechts) wird in der gleichen Messzelle über eine Stroboskop-Lichtquelle und eine Kamera durchgeführt. Die Partikel werden als Schattenprojektionen detektiert.

Die pastösen, hochkonzentrierten Pigmentdispersion wurden mit demineralisiertem Wasser vermischt und gut aufgeschüttelt (Abbildung 2). Davon wurden dann 1-2 Tropfen in den SYNC-Analysator gegeben, bis eine geeignete Konzentration für die Analyse erreicht wurde. Die Signalstärke wird durch die Mess- und Auswertesoftware erkannt und dem Anwender als ein „Loading Factor“ angezeigt. Ist dieser zu gering, muss mehr Probe zugegeben werden. Ist die Beladung zu hoch, kann automatisch verdünnt werden.

Folgende Messeinstellungen wurden verwendet:

- SYNC Analysator Konfiguration 3R L (3 rote Laser, „low-range“ Kamera)
- Nassmessung mit „FlowSync“ Dispergiermodul
- Durchflussrate: 50%
- Messzeit: 30 Sekunden
- Auswertung: optischen Modell für reflektierende Partikel



Abbildung 2: Bereits vorverdünnte Pigmentdispersionen „Hydroshine“ und „Mirrorshine“. Hiervon wurden nur 1-2 Tropfen für die Analyse verwendet.

Messergebnisse

Ergebnisse der Laserbeugungsanalyse

Abbildung 3 zeigt das Ergebnis der Laserbeugungsanalyse für beide Pigmentproben „Hydroshine“ und „Mirrorshine“. Die Größenverteilung reicht von ca. 2 μm bis ca. 50 μm , wobei Mirrorshine etwas größere Partikel aufweist. Die Tabelle zeigt die Perzentilwerte bei 10%, 50% (Median) und 90%.

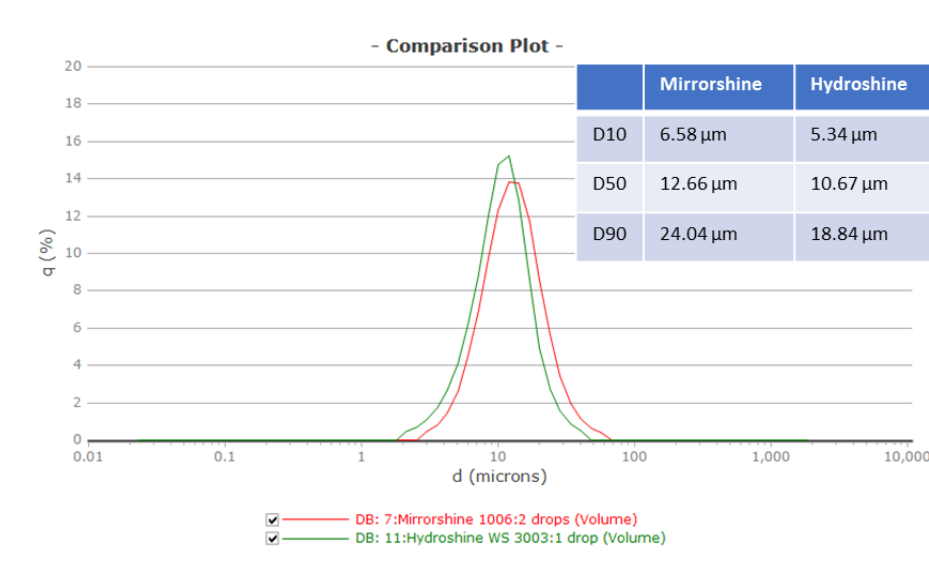


Abbildung 3. Vergleich der Größenverteilung von Mirrorshine (rot) und Hydroshine (grün).

Beide Proben wurden dreimal analysiert, die Abbildung 4 zeigt die Resultate der Wiederholungsmessungen, die sehr gut vergleichbar sind.

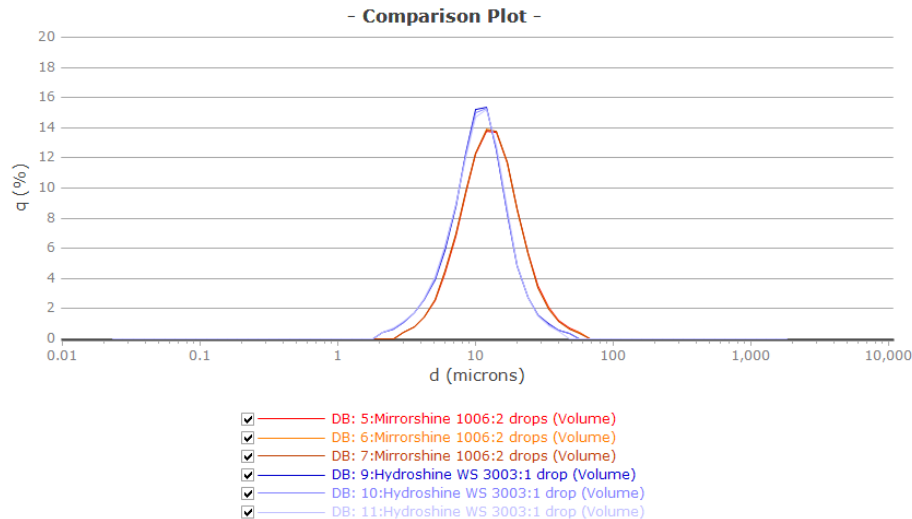


Abbildung 4: Ergebnisse der Wiederholungsmessungen von Mirrorshine (rot) und Hydroshine (blau)

Eine wichtige Einstellung bei der Auswertung von Laserbeugungsdaten, insbesondere für kleine Partikel, ist das sogenannte optische Modell. Dies beinhaltet die optischen Eigenschaften der Partikel und des umgebenden Mediums. Im Wesentlichen handelt es sich dabei um die Brechungsindizes und die Absorptionseigenschaften. Für große Partikel kann in einigen Fällen auf vereinfachte Auswertungen wie die Fraunhofer-Näherung zurückgegriffen werden.

Bei der Analyse von Beugungsmustern wird bei Microtrac Analysatoren zunächst festgelegt, ob es sich um absorbierende, transparente oder reflektierende Partikel handelt. Die Abbildung 5 zeigt einen Vergleich der Auswertung mit den Einstellungen „reflektierend“ und „absorbierend“ für die Probe „Hydroshine“. Es handelt sich dabei um den gleichen Rohdatensatz, der lediglich mit verschiedenen Modellen ausgewertet wurde. Bei dem Modell „absorbierend“ zeigt sich ein Feinanteil bei 100 – 200 nm. Da die Partikel Licht zu hohen Winkeln reflektieren, wird dies fälschlicherweise als Signal kleiner Partikel interpretiert, die charakteristischerweise Licht zu hohen Winkeln streuen. Mit der Einstellung „reflektierend“ wird eine korrekte Verteilung ausgegeben.

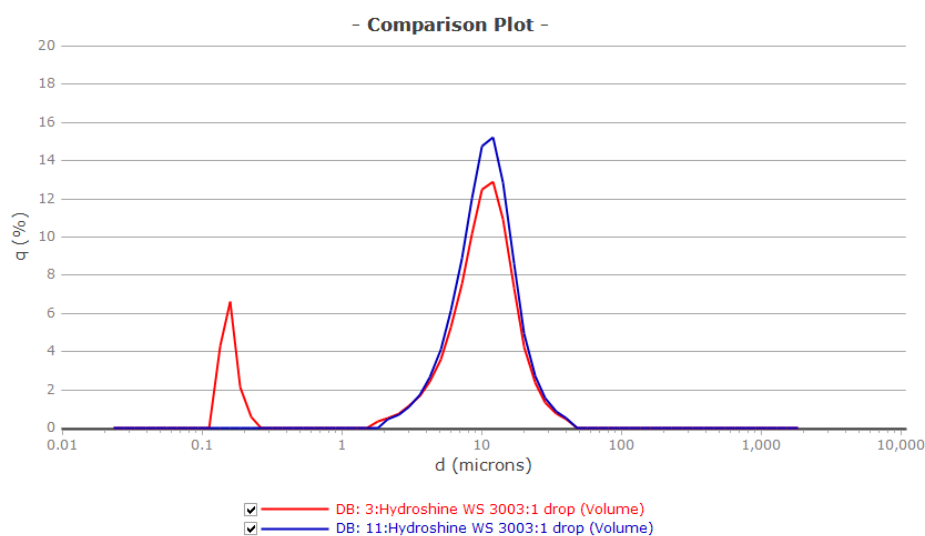


Abbildung 5: Vergleich der Auswertung für „absorbierende Partikel“ (rot) mit einem unrealistischen Feinanteil und der Auswertung für „reflektierende Partikel“ (blau) mit dem korrekten Ergebnis.

Dynamische Bildanalyse

Über die eigentliche Laserbeugungsmessung hinaus bietet der Microtrac SYNC die Möglichkeit, simultan eine Bildanalyse durchzuführen. Besonders für große Partikel bietet dieses Verfahren eine höhere Genauigkeit und Empfindlichkeit. Die Ergebnisse lassen sich über einen BLEND Algorithmus mit denen der Laserbeugung zu einer Größenverteilung kombinieren (Abbildung 6). Während bei der Probe „Hydroshine“ kein Unterschied zwischen dem Laserbeugungsergebnis und der kombinierten Auswertung besteht, zeigt sich bei „Mirrorshine“ ein Grobanteil, wenn Bildanalysedaten berücksichtigt werden. Aufgrund des geringen Anteils dieses Überkorns, kann die Laserbeugung diesen nicht erkennen.

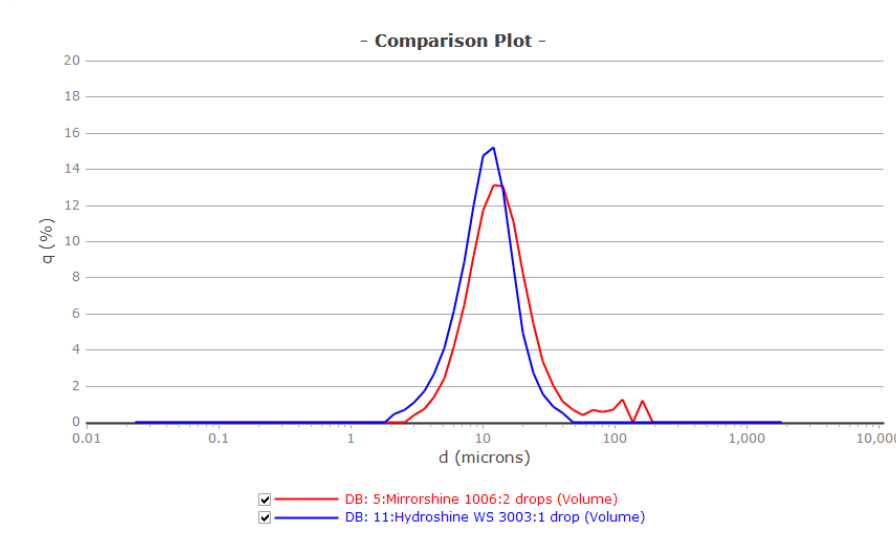


Abbildung 6: Auswertung mit BLEND-Algorithmus (Kombination aus Bildanalyse und Laserbeugung). Bei Hydroshine bleibt das Ergebnis im Vergleich zur reinen Laserbeugung unverändert, bei Mirrorshine zeigt sich ein Grobanteil.

Zum Beweis, dass es sich bei dem Grobanteil tatsächlich um Partikel handelt, können die Bilder angezeigt werden. In Abbildung 7 sind die größten Partikel der Probe Mirrorshine abgebildet. Die Zahlen unter den Schattenprojektionen sind die Größen in μm . In der Probe Hydroshine fehlen Partikel in diesem Größenbereich.

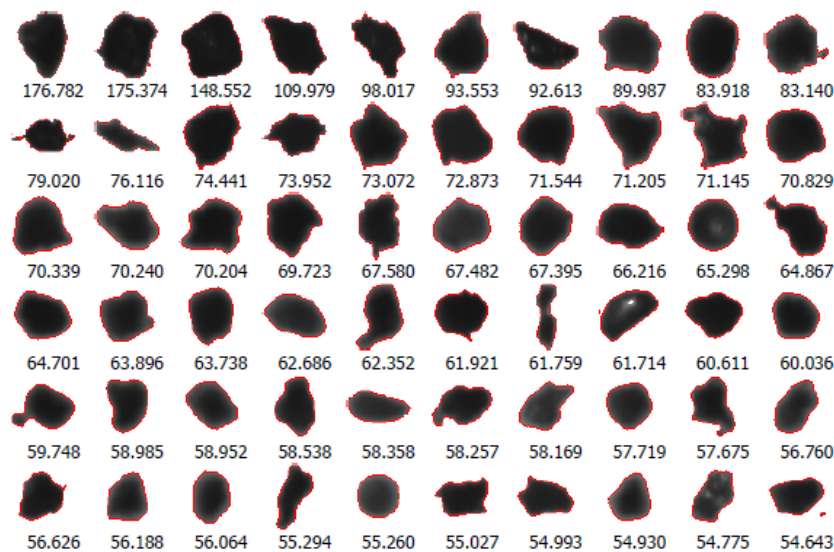


Abbildung 7: Partikelbilder inklusive Größe in μm von Probe Mirrorshine.

Zusammenfassung

Laserbeugung eignet sich zur schnellen und einfachen Charakterisierung von Effektpigmenten mit einer Messdauer von nur wenigen Sekunden. Da das Messgerät sich automatisch spült und reinigt, sind Probendurchlaufzeiten von 1-2 Minuten realistisch. Hervorragende Reproduzierbarkeit und flexible Einsatzmöglichkeiten zeichnen die Methode aus. Zuverlässige Auswertelgorithmen für reflektierende Partikel liefern verlässliche Ergebnisse.

Durch die simultane Verwendung der Bildanalyse ist die Nachweiswahrscheinlichkeit geringer Mengen Überkorn deutlich erhöht.

