

diesem Gebiete vermittelt zu haben. Vom theoretischen Standpunkt aus ist die Mannigfaltigkeit nicht immer befriedigend, da sie eine Erfassung des Geschehens durch Gesetzmäßigkeiten und Regeln erschwert. Der Praktiker

freut sich an der Mannigfaltigkeit, denn sie läßt Möglichkeiten offen für neue Verfahren, sie zeigt, daß wir auch hier noch am Anfang einer Entwicklung stehen und noch ein reiches Arbeitsfeld vor uns haben. [A. 106.]

Vereinfachte Prüfmethode für Anstrichfilme*)

Von Dr. habil. ERNST ROSSMANN

I. G. Farbenindustrie A.-G., Ludwigshafen

Eingelegt. 18. September 1937

Anstrichfilme erfüllen nur dann ihren Zweck, wenn sie neben den geforderten chemischen auch die nötigen physikalischen Eigenschaften besitzen. Denn bei dem Versagen einer Anstrichschicht liegt oftmals der Anstrichfilm selbst noch chemisch unverändert vor, während sich seine mechanischen Eigenschaften derart verändert haben, daß der Film reißt, abplatzt oder auch durch andere Umstände, z. B. Unterrostung, von seinem Untergrund losgelöst wird. Daher hat eine chemische Prüfung der Filme nur bei gleichzeitiger Verfolgung der Veränderung der physikalischen Eigenschaften nach bestimmter künstlicher Alterung Aussicht, Angaben über Haltbarkeit in der Praxis zu gestatten. Vorbedingung hierfür ist die Möglichkeit, die verschiedenen physikalischen Eigenschaften der Anstrichfilme gut und genau messen zu können. Da dies heute noch nicht möglich ist, z. B. eine allgemein brauchbare Bestimmung der Haftfestigkeit noch nicht angewandt wird, so müssen alle Filme auf ihren jeweilig später gebrauchten Untergründen haftend auf mechanische Eigenschaften hin untersucht werden. Im folgenden sollen neue, einfache Methoden für die Prüfung der Bruchdehnung, der elastischen Kratzhärte, der Wasserempfindlichkeit und der Schichtdicke mitgeteilt werden, die sich gut bewährt haben.

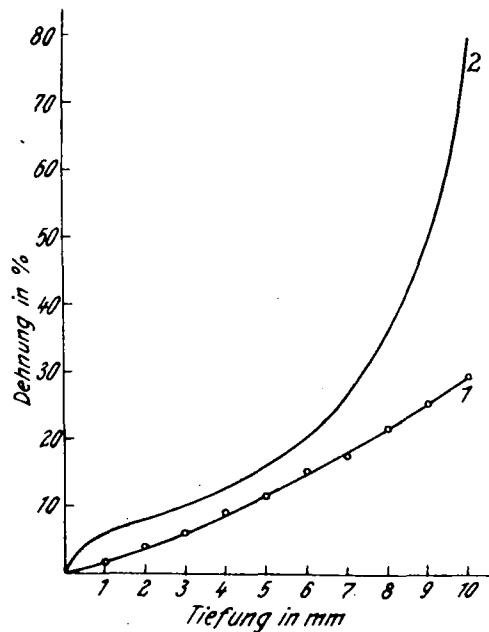


Abb. 1. Erichsen-Lackprüfung.

1 = Gesamtdehnung (Blechdicke 1 mm). 2 = Größte Teildehnung.

Zur Prüfung auf mechanische Filmeigenschaften wird in neuerer Zeit¹⁾ die Blechprüfmaschine von *Erichsen* herangezogen. Hierbei wird die Bruchdehnung von Filmen in Abhängigkeit von ihrer Haftfestigkeit bestimmt,

*) Vorgetragen in der Fachgruppe für Chemie der Körperfärberei und Anstrichstoffe auf der 50. Hauptversammlung des VDCh in Frankfurt a. M. am 8. Juli 1937.

¹⁾ A. Heck, Farbe u. Lack 8, 277, 292 [1930]; Pfanner, Farben-Chemiker 7, 209 [1936]; Hesse, ebenda 8, 122 [1937].

wobei auch Elastizität, Plastizität und Reißfestigkeit die Werte beeinflussen. Da die Filmdehnung im Kugleindruck unregelmäßig verläuft und aus der Eindrucktiefe nur schwer zu berechnen ist, wurde die pro Millimeter Tiefung erfolgte Dehnung der Oberfläche eines 1-mm-Bleches experimentell ermittelt. Aus Abb. 1 läßt sich für jede *Erichsen*-Tiefung die Gesamtdehnung und die größte lokale Dehnung der Oberfläche auffinden.

Obwohl die Maschine selbst dreistellige Zahlen genau ablesen läßt, streuen die ermittelten Tiefungswerte für Lackfilme doch stark. Dies zeigt sich auch bei den Versuchen von *R. Haug*²⁾. Es scheint daher nützlich, aufzuzeigen, von welchen Versuchsbedingungen der *Erichsen*-Test stark beeinflußt wird.

Die Beobachtung der ersten Rißbildung bei der Tiefung im Spiegel, also die Feststellung der Kugleindrucktiefe bei der Bruchdehnung der Filmoberfläche, ist ungenau und wurde daher mit einer 10 mal vergrößernden, an Stelle des Spiegels fest montierten Lupe vorgenommen. Tab. 1

Tabelle 1.
Erichsen-Lackprüfung. Abhängigkeit der Prüfwerte von den Prüfbedingungen.

Variante	Größe	Tiefungswerte, beobachtet mit	
		Lupe	freiem Auge
Filmdicke in μ	15	5,0	8,4
	50	8,2	10,3
	100	9,6	10,7
	190	7,9	10,6
Blechdicke in mm	1	5,0	7,5
	0,3	5,8	8,7
	1	6,6	9,5
	0,3	7,1	7,6
Blechoberfläche	glatt	4,2	--
	rauh	6,9	--
Blechart	gewöhnl.		
	dekap.	7,0	9,5
Tiefungsgeschwindigkeit in s/mm	Tiefzieh-blech S M	9,5	9,5
	2	4,9	7,6
	2,5	6,1	9,0
	5	8,0	9,5
Prüftemperatur	13	8,1	9,2
	25°	10,6	10,6
	0°	2,2	2,2

zeigt, daß bei der Ablesung mit der Lupe wesentlich kleinere Zahlenwerte erhalten werden, daß also die erste Rißbildung im Lackfilm oft viel früher auftritt, als mit dem freien Auge zu erkennen ist. Da auch feine Haarrisse im Lackfilm sehr gefährlich werden können, ist die Beobachtung der ersten Rißbildung mit der Lupe zur genauen Bewertung der Filme sehr zu empfehlen.

Da bei der Prüfung die Probe immer um die gleich große Kugel gebogen wird, so muß die Filmdehnung mit wachsender Film- oder Blechdicke größer, der *Erichsen*-Wert also kleiner werden. Dies wird in der Praxis bestätigt. Bei zunehmender Filmdicke kann aber auch zuerst eine

²⁾ Farben-Chemiker 8, 197 [1937].

Erhöhung des Testes, also der Dehnbarkeit, eintreten, wenn der Film wie in Tab. 1 plastisch ist. Wechselnde Filmdicke kann also den Tiefungswert nach beiden Seiten verändern. Daher muß auf gleiche Filmdicke bei vergleichenden Prüfungen geachtet, zum mindesten bei Parallel-tiefungen die Schichtdicke durch Abschleifen verringert werden, um die positive oder negative Wirkung veränderter Schichtdicke erkennen und bei der Auswertung der *Erichsen*-Teste berücksichtigen zu können.

Eine große Rolle spielt auch die mechanische Rauigkeit des Blechuntergrundes. Hängt doch die Größe der Filmdehnbarkeit wesentlich von der Größe der Filmhaftkraft ab. Rauhe Bleche geben daher höhere *Erichsen*-Werte.

Die Kristallstruktur der Prüfbleche ist insofern für die Lackprüfung wichtig, als feinere Kristalle auch eine geringere Aufrauhung der Blechoberfläche bei der Tiefung bedingen, somit bei der Dehnung des Filmes diesen nicht so leicht von unten anrätzen und zum Reißen bringen. Tiefziehbleche sind daher bei der Vergleichsprüfung anderen vorzuziehen.

Die Geschwindigkeit der Blechtiefung ist bei plastischen Filmen von großer Bedeutung für das Ergebnis. Schnellere Tiefung gibt u. U. viel kleinere Zahlenwerte (Tab. 1). In gleicher Weise kann auch die Prüftemperatur von entscheidendem Einfluß sein.

Nach V. Blom³⁾ kann auch die Luftfeuchtigkeit die Dehnung mancher Filme sehr stark verändern, so daß man jedenfalls extreme Luftfeuchtigkeitsgehalte berücksichtigen muß.

Da der *Erichsen*-Lacktest von genauer Beobachtung, Film- und Blechdicke, Blechoberfläche und Blechart, Tiefungsgeschwindigkeit, Prüftemperatur und Luftfeuchtigkeit abhängig ist, werden für die Normung dieser Prüfung folgende Richtlinien vorgeschlagen:

1. Zur Prüfung sollen nur glatte oder gleichmäßig gerauhte Tiefziehbleche von 1 mm Stärke verwandt werden.
2. Die Prüfbleche sollen so mit Anstrich versehen sein, daß die Filmdicke den Verhältnissen der Praxis entspricht. Bei Vergleichsmessungen müssen die Schichtdicken gleich gehalten werden.
3. Die Anstrichplatten sollen vor der Prüfung einige Stunden bei etwa 20° und mittlerer Luftfeuchtigkeit gelagert und dann unter gleichen Verhältnissen geprüft werden.
4. Die Geschwindigkeit der Blechtiefung soll etwa 10 s pro Millimeter Tiefung betragen. Größere Geschwindigkeit ist nur dann gestattet, wenn die Ergebnisse vom Normalwert trotz der Beschleunigung um nicht mehr als 10 % abweichen.
5. Die Beobachtung der ersten Rißbildung wird mittels einer 10 mal vergrößerten Lupe vorgenommen. Als Beginn der Rißbildung gilt das Auftreten eines größeren oder zwei kleinerer Risse, die nicht durch grobe Filmfehler verursacht worden sind.

Für die Erhaltung des Glanzes von Deckschichten ist die Größe der Filmelastizität maßgebend. Die an nähernde Prüfung der „elastischen Kratzhärte“, also der Streckgrenze oder des Elastizitätspunktes, gestaltet sich sehr einfach mit dem unter dem Namen „Kratzprüfer“ im Handel befindlichen neuen Apparat⁴⁾. Dabei wird eine nicht rollende Kugel von 1 mm Durchmesser unter gleicher Geschwindigkeit und verschiedener Belastung wellenförmig über die Anstrichoberfläche bewegt und der Belastungspunkt ermittelt, bei dem die erste bleibende Verformung der Oberfläche zu bemerken ist. Gewissen Aufschluß über die Filmplastizität bekommt man, wenn man die Kugel bis zum Durchkratzen belastet (plastische Kratzhärte). Einige so gefundene Zahlen sind in Tab. 2 zusammengestellt und zeigen, daß man in der Praxis mit sehr großen Unterschieden rechnen muß.

Die Wasserempfindlichkeit der Anstrichfilme wurde bisher meist nur mit Hilfe der Quellzahl definiert. Während diese für die Rißbildung der Filme von Bedeutung ist,

³⁾ V. Blom, Oil Col. Chem. Assoc. 20, 207 [1937].

⁴⁾ Hersteller: Hugo Keyl, Dresden A.

Tabelle 2.
Härteprüfung mit Kratzprüfer.

Film	Elastische Kratzhärte Gramm	Plastische Kratzhärte Belastung pro 1 mm Kugel
Ölfarbfilm frisch	30—50	100—200
Zinkweißfarnis, hart getrocknet . . .	200	600
Zinkweiß-EL-Farnis, hart getrocknet . . .	300	1200
Ölgrund, mager	80	1400
Chlorkautschuk-Ölgrund	100	1000
Ölglyptallack, hart getrocknet	200	1400
eingebrannt	600	2600
Bakelitlack, eingebrannt	2000	4000
Celluloid	1200	—
Cellon	1500	—
Anilinharz	2500	—

kann man aus ihr nicht erkennen, ob die Filme mehr oder weniger stark wasser- bzw. wasserdampfdurchlässig sind. Letztere Eigenschaft läßt sich nach *Laufenberg* mit Hilfe von im Handel befindlichen Musterdosen sehr leicht festlegen⁵⁾. Die Dosen werden mit Wasser gefüllt und mit Hilfe des Deckelringes mit dem zu prüfenden Anstrichfilm überspannt. Der Gewichtsverlust der aufrecht oder verkehrt aufbewahrten Dosen nach bestimmten Zeitabschnitten ergibt die Wasserdampfdurchlässigkeit bzw. die Durchlässigkeit von flüssigem Wasser. Die Durchlässigkeit bei best. Temperatur als g/cm² ist für Holz- und Eisenschutz-anstriche von großer Bedeutung. In Abb. 2 sind Durchlässigkeitskurven von Cellit- und Alkydharzlackfilmen zu sehen.

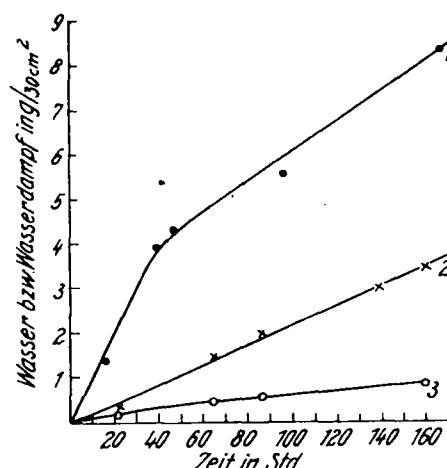


Abb. 2. Wasser- bzw. Wasserdampfdurchlässigkeit von Filmen.
1 = Cellit I. Wasserdurchgang. 2 = Cellit I. Wasserdampfdurchgang.
3 = Alkydal T Wasserdampf- und Wasserdurchgang.

Besonders wichtig für die Güte eines Anstrichfilmes ist die Schichtdicke. Zu kleine Gesamtschichtdicke gewährt zu geringen Schutz, zu große Schichtdicke kann zum Abplatzen der Filme infolge der stark vermehrten Reißfestigkeit gegenüber der gleichbleibenden Haftfestigkeit führen. Die optimale Schichtdicke sollte daher stets bekannt sein.

Zur Erzielung genügend dicker Anstrichschichten ist bisher nur die Zahl der Überstriche vorgeschrieben worden, die Prüfung der dadurch erzielten Filmdicke wurde in der Praxis vernachlässigt. Es hat sich jedoch gezeigt, daß auch bei gleicher Zahl von Anstrichschichten die Gesamtdicke und damit die Schutzwirkung von Farbfilmen sehr verschieden ausfallen kann. So haben die in Tab. 3 aufgeführten Rostschutzanstriche nach mehreren Bewitterungs-

⁵⁾ Glasmusterdosen (8 cm Dmr.) von Demmler, Wellenbach i. Th.

Tabelle 3.

Schutzwirkung von Farbfilmen in Abhängigkeit von ihrer Schichtdicke.

Farbfilm	Rostgrad Din 3210	Schichtdicke in μ
Mennigefirnis	5	10
	1	30
Mennigestandöl	3	15
	0	30
Eisenrotfirnis	5	12
	1	62
Silkarstandöl	2	18
	0	38
Graphitstandöl auf Mennigefirnis	1	250
	4	100
Grün gestrichenes Geländer, 5 Jahre im Freien	5	75
	0	200

jahren an manchen Stellen gut geschützt, an anderen dagegen versagt, obwohl angeblich überall gleich oft und gleich dick gestrichen worden war. Die Nachprüfung der Schichtdicke ergab Dickenunterschiede bis zu 500% und

somit eine befriedigende Erklärung für das unterschiedliche Verhalten derselben Farben am gleichen Objekt, da bekanntlich innerhalb gewisser Grenzen dünne Rostschutzfilme weniger schützen als dicke.

Die Messung der Gesamtschichtdicke von Lackfilmen ist mit Hilfe einer kleinen, dem Sphärometer nachgebildeten Meßuhr in der einfachsten Weise an jedem lackierten Objekt möglich. Nachdem 1 mm^2 des Anstrichfilmes mit Hilfe eines kleinen Meißels bis auf den Untergrund entfernt ist, mißt man die Höhendifferenz zwischen Filmoberfläche und Filmgrund. Abgelesen wird noch 10 μ Dickenunterschied, so daß die Dicke auf einige μ sicher geschätzt werden kann, was vollauf genügt.

Da von der Schichtdicke der Lackfilme Trockenzeit und Deckkraft, Dehnbarkeit und praktische Haftfähigkeit, Rißbildung und Porosität neben anderen Eigenschaften stark beeinflußt werden, so wäre es sicherlich zur Vermeidung von Enttäuschungen und zur Erzielung optimaler Effekte sehr nützlich, wenn vom Hersteller von Anstrichstoffen die zulässige bzw. optimale Schichtdicke der Filme angegeben, vom Verarbeiter eingehalten und vom Abnehmer der Anstricharbeiten nachgeprüft würde.

[A. 107.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

5. Internationaler Kongreß der Technik und Chemie der landwirtschaftlichen Industrie. 12. bis 17. Juli 1937 in Scheveningen.

Generalsekretär: Dr.-Ing. J. P. Dudok van Heel, Naarden.

Dr. A. C. Sloep, Delft: „Die wissenschaftlichen Grundlagen zur Standardisierung der Pektinanalyse.“

An Hand der neuesten wissenschaftlichen und praktischen Ergebnisse werden die wünschenswerten Methoden der Pektinbeurteilung besprochen. Man kann sich heute noch kein scharf umrissenes Bild von der Konstitution desjenigen Pektins machen, das für die Industrie am wertvollsten ist, das also, mit Zucker und Säure vermischt, ein Gelee bildet. Als großer Fortschritt in der Pektinchemie ist die Ermittlung der Bausteine des Pektinmoleküls von *v. Fellenberg* (Methylalkohol, Estercharakter des Pektins) und *Ehrlich* (Galakturonsäure, wichtigster Bestandteil des Pektins) anzusehen. Der Methoxylgehalt wurde bis jetzt als der einzige chemisch-wissenschaftliche Maßstab für die Qualität des Pektins betrachtet, bis die neueren Untersuchungen von *Myers* und *Baker* ergaben, daß die Gelierfähigkeit ausschließlich auf den Polymerisationsgrad der Galakturonsäure zurückzuführen ist. Diese Forscher nehmen an, daß in dem Pektinmolekül eine Oktogalakturonsäure als Hauptkern vorkommt. Die Gelpektolsäure, in der *Ehrlich* den Pektinstoff entdeckt zu haben glaubte, dessen Anwesenheit das Gelieren einer Zucker-Pektin-Säure-Mischung bedingt, ist nach Ansicht des Vortr. identisch mit der Pektinsäure anderer Forscher. Aus den Veröffentlichungen der beiden neuen Pektinforscher *Henglein* und *Schneider* ist die Analogie zwischen dem Bau des Pektins und der Cellulose beachtenswert¹⁾. Die chemischen Bestimmungsmethoden, wie die Alkoholfällung, die Calciumpektatfällung, das in Amerika viel angewandte Verfahren der Pektinsäurebestimmung haben alle großen Nachteile, und auch die bisher als einzige wissenschaftlich anerkannte Methode der Methylalkoholbestimmung ist nach neueren Forschungen unzuverlässig. Die Pektinforscher gelangten daher immer mehr zu der Überzeugung, daß sie zu physikalischen Methoden greifen müssen. Die neueren Untersuchungen zeigen, daß das Geheimnis der Qualität des Pektins nicht hinter bestimmten, chemisch im Molekül gebundenen Gruppen zu suchen ist, sondern eher in dem Polymerisationsgrad des Galakturonsäurekomplexes, der mit Hilfe von Viscositätsmessungen beurteilt werden kann. Allerdings haften auch dieser Bestimmung Nachteile an, da sie von vielen anderen Faktoren beeinflußt wird.

¹⁾ Siehe *Schneider*, Die Konstitution der Pektinstoffe, diese Ztschr. 50, 618 [1937].

Dr. R. Ripa, Aussig: „Gesichtspunkte zur Standardisierung der Pektinanalyse.“

Besondere Aufmerksamkeit wird der Wertbestimmung des Pektins gewidmet. Allgemeine Normen sind hierfür nicht zu geben, da Pektine zu verschiedenen Zwecken Anwendung finden, am meisten zur Herstellung von Obstdauerwaren: Gelees, Konfitüren usw. Es dient auch als Zusatz zu Speiseeis, Likören und Fruchtsäften, zur Stabilisierung, zu kosmetischen Präparaten, als Blutstillungsmittel und als diätetisches Tonikum gegen Magenverstimmungen usw. Die Bestimmung der Gelierkraft muß als die verlässlichste aller Proben für die Güte eines Pektins betrachtet werden. Die schon seit langem bekannte sog. „Grenzmethode“ wird für eine normierte Pektinprüfung empfohlen und näher beschrieben. Vortr. gibt auf Grund der von ihm ausgeführten Untersuchungen eine Betrachtung über den eigentlichen Vorgang des Gelierens, wobei deutlich zutage tritt, daß das Gel aus Pektinfasergebilden aufgebaut ist, und daß dadurch die Gelierfestigkeit nicht nach allen Richtungen gleich groß ist. Pektinstoffe besitzen die Fähigkeit, Fadenmoleküle zu bilden, nur dann, wenn sie eine bestimmte Molekulargröße besitzen. Zum Schluß wird ein Vorschlag gemacht, um, falls man sich zu einer Standardisierung entschließen sollte, einen Unterschied zu machen zwischen einer kleinen Analyse, welche mehr in der täglichen Praxis angewandt wird, und einer großen Analyse, die nur in besondern Fällen Anwendung findet.

P. Nottin, Paris: „Standardisierung der Methoden zur Mehlnuntersuchung.“

Die Mehlanalyse richtet sich nach den verschiedenen Verwendungszwecken. Sie dient 1. zur Prüfung auf Fälschungen, 2. zur Feststellung der Zugehörigkeit des Mehles zu einer bestimmten offiziell vorgeschriebenen Type und 3. zur Ermittlung der Backfähigkeit. Aus diesem Grunde variieren die Methoden nicht nur von Land zu Land, sondern sie sind auch in einem Lande sehr verschieden. An einigen Beispielen, wie der Definition des Mehles, der Reinheit, dem Backversuch, der Laboratoriumsbestimmung der Backfähigkeit, werden die Schwierigkeiten der Mehlnuntersuchung und die Notwendigkeit der Standardisierung der täglich vorzunehmenden Verfahren gezeigt. Um das Problem der Backfähigkeit zu klären, muß sowohl die Entwicklung des Getreidekornes in allen Einzelheiten als auch die Veränderung der Mehlpbestandteile während der Vermahlung und des Backvorganges erforscht werden.

B. van der Burg, Wageningen: „Standardisierung der Methoden zur Milchanalyse.“

Bereits seit 30 Jahren hat man in Holland an dieser Aufgabe gearbeitet. Auch andere Länder, wie England, Öster-