



Polyamidcompounds, gefüllt mit einer neuartigen kalzinierten Kieselerde, eröffnen für Anwendungen im Motorraum von Automobilen vielversprechende Perspektiven

(Foto: BMW)

Polyamid besser füllen

Funktioneller Füllstoff. Die neu entwickelte oberflächenbehandelte, kalzinierte Kieselerde zeigt ein ausgezeichnetes Leistungsprofil in Polyamid 66. Tests ergaben, dass die Vorteile des Füllstoffs im Vergleich zu Wettbewerbsmaterialien trotz des hohen Füllgrads zu guten mechanischen Eigenschaften des Compounds führen. Hervorzuheben sind die positiven Ergebnisse hinsichtlich Schlagzähigkeit und Bruchdehnung.

**SIEGFRIED HECKL
NICOLE KNÖR**

Aufgrund ihrer erhöhten Temperaturbeständigkeit in Kombination mit sehr guten mechanischen Eigenschaften finden Polyamide in vielen Bereichen des täglichen Lebens Anwendung. Überwiegend werden sie als Synthefaser in Textilien, in Haushalt und Elektrotechnik/Elektronik, aber auch im Automobil eingesetzt. Ihre Beständigkeit gegen Schmier- und Kraftstoffe bei Temperaturen bis über 150 °C ermöglicht die Verwendung in Ansaugsystemen, Kraftstoffleitungen und Motorabdeckungen. Daraus leiten sich auch die Anforderungen für Polyamide ab: Neben guter Ver-

arbeitbarkeit müssen sie eine hohe Oberflächengüte, hohe Steifigkeit und Zähigkeit, geringen Verzug und eine gute Wärmeformbeständigkeit aufweisen. Solche maßgeschneiderten Eigenschaften lassen

sich mit Füllstoffen – oftmals auch in Kombination mit Glas- und Kohlenstofffasern – gezielt einstellen.

Für verzugsarme Bauteile wurden bisher kalzinierte Kaoline und Wollastonit mit

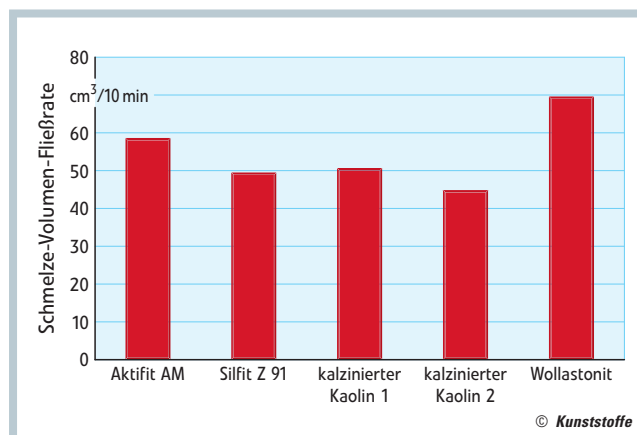


Bild 1. Die Schmelzfließfähigkeit von Polyamidcompounds mit Aktifit AM erreichte zwar nicht ganz das Niveau von Compounds mit Wollastonit als Füllstoff, liegt aber deutlich über der von mitgetesteten Kaolin-Compounds

ARTIKEL ALS PDF unter www.kunststoffe.de
Dokumenten-Nummer KU110693

Eigenschaften	Kalzinierter Kaolin		Wollastonit	Neuburger Kieselerde	
	Typ 1	Typ 2	blockige Partikelform	Silfit Z 91	Aktifit AM
Farbwert L* (Cielab)	96	96	95	94	94
Farbwert a* (Cielab)	0,1	-0,3	-0,2	0,1	0,1
Farbwert b* (Cielab)	2,5	2,3	0,8	1,6	1,6
Korngröße d ₅₀ [µm]	3,6	2,5	3,5	2,1	2,1
Korngröße d ₉₇ [µm]	17	11	16	10	10
Ölzahl [g/100 g]	66	96	32	59	55
Rückstand > 40 µm [mg/kg]	100	17	17	3	12
Oberflächenbehandlung	Aminosilan		Aminosilan	keine	Aminosilan

Tabelle 1. Eigenschaften der verwendeten Füllstoffe

blockiger Partikelform als typische Füllstoffe für Polyamid bevorzugt. Die neuartige kalzinierete Neuburger Kieselerde (Aktifit AM, oberflächenbehandelt) von der Hoffmann Mineral GmbH, Neuburg a. d. Donau, soll nun für die oben genannten Anwendungen (Titelbild) weitere Möglichkeiten eröffnen. In der beschriebenen Untersuchung wird Aktifit AM als funktioneller Füllstoff für Thermoplaste – vorzugsweise Polyamide – vorgestellt. Das Ziel ist die Verbesserung des Eigenschaftsprofils durch Aktifit AM gegenüber typischen Wettbewerbsfüllstoffen hinsichtlich Fließfähigkeit und mechanische Eigenschaften in Polyamid 66. Als Variante für einen nicht oberflächenbehandelten Füllstoff wird Silfit Z 91 herangezogen.

Füllstoffe und Kennwerte

Silfit Z 91 ist ein in der Natur entstandenes Gemisch aus amorpher und kryptokristalliner Kieselsäure und lamellarem Kaolinit, das einer thermischen Behandlung unterzogen wurde. Aktifit AM ist ein aktiviertes Silfit Z 91, bei dem die Oberfläche mit Aminosilan modifiziert wurde. Bei der Compoundierung bewirken die Aminogruppen von Aktifit AM eine gute Benetzung und sehr gute Dispergierung in der Polymermatrix. Zudem werden in Polyamid hohe Verbundfestigkeiten durch Wasserstoffbrückenbindungen erreicht. [1]

Bei den Untersuchungen kamen als Vergleichsfüllstoffe zwei verschiedene kalzinierete Kaoline und ein Wollastonit zum Einsatz. Kaolin 1 ist eine häufig verwendete Standardtype mit etwas größerer Kornverteilung. Der feinere Kaolin 2 wird speziell für gute Schlagzähigkeit, Steifigkeit und Festigkeit ausgelobt. Er zeigt ein ähnliches Kornspektrum wie die Vertreter der Neuburger Kieselerde, jedoch mit deutlich höherer Ölzahl. Als weitere Füll-

stoffklasse wurde ein Wollastonit mit blockiger Partikelform und einem niedrigen Längen-/Durchmesser-Verhältnis verwendet. Alle Füllstoffe, mit Ausnahme des Silfit Z 91, sind mit Aminosilan oberflächenbehandelt (Tabelle 1).

Compoundieren und Spritzgießen

Für die Versuche in Polyamid 66 wählte man das Polyamid Ultramid A3K, eine leichtfließende und rasch verarbeitbare Spritzgusstypen der BASF SE, Ludwigshafen. Um die typischen Füllstoffeigenschaften ohne den Einfluss von Additiven bewerten zu können, bestand die Zusammensetzung der Compounds lediglich aus 60 Gew.-% Ultramid A3K und 40 Gew.-% Füllstoff. Die Compoundierung fand auf einem Zweischnellenextruder ZSK 30 (Schneckendurchmesser 30 mm, L/D 45) der Coperion GmbH, Stuttgart statt. Das Matrixmaterial wurde mindestens 8 h bei 80°C im Trockenlufttrockner vorgetrocknet. Die Füllstoffe wurden gleich im Anlieferungszustand ohne Vortrocknung verarbeitet.

Bei der Compoundierung wurde das Polyamid im Hauptstrom vorgegeben

und der Füllstoff über eine Seitenstrombeschickung der Polymerschmelze zugeführt. Die extrudierten Stränge wurden im Kaltabschlag granuliert und das Granulat anschließend, um Chargenschwankungen zu minimieren, in einem Taumelmischer homogenisiert.

Die Herstellung der Probekörper fand auf einer Spritzgießmaschine FX 75 der Ferromatik Milacron GmbH, Malterdingen, bzw. auf einer Spritzgießmaschine 320A 600-170 der Arburg GmbH & Co. KG, Loßburg, unter Verwendung eines Probekörperwerkzeugs nach ISO 294 mit auswechselbaren Einsätzen für die entsprechenden Probekörper statt. Vor der Verarbeitung wurde das Granulat vortrocknet (Trockenluft 8 h/80°C) und in der Spritzgießmaschine gemäß ISO 1874 mit einer Massetemperatur von 305°C, einer Werkzeugtemperatur von 80°C und einer Fließfrontgeschwindigkeit von 200 mm/s verspritzt. Die entformten Probekörper wurden bis zur Prüfung luftdicht verpackt.

Compoundierung und Spritzgießen erfolgten beim Deutschen Kunststoff-Institut (DKI) in Darmstadt. Die Prüfungen wurden bei Hoffmann Mineral durchgeführt.

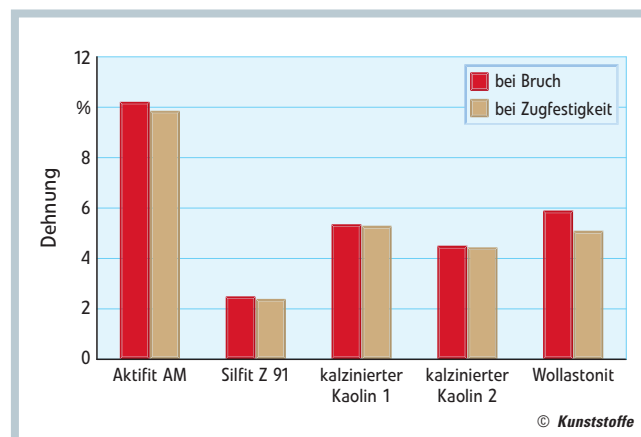
Fließverhalten und mechanische Eigenschaften

In dieser Untersuchung wurden nur spritzfrische Proben der Polyamidcompounds geprüft. Die Feuchtigkeit der Proben lag bei ca. 0,2 %.

Die Granulatproben zur Bestimmung der Schmelze-Volumen-Fließrate wurden dem homogenisierten und vorgetrockneten Granulat entnommen, das für das Spritzgießen der Probekörper vorgesehen war. Die Schmelzefließfähigkeit (Bild 1) des Polyamidcompounds mit Aktifit AM erreichte zwar nicht ganz das Niveau des Compounds mit Wollastonit, lag aber

Bild 2. Bei der Prüfung der Dehnung im Zugversuch brechen die Proben von Compounds mit Aktifit AM im Vergleich zu den Proben mit Wettbewerbsfüllstoffen erst bei nahezu doppelter Dehnbeanspruchung

(Quelle der Grafiken: Hoffmann Mineral)



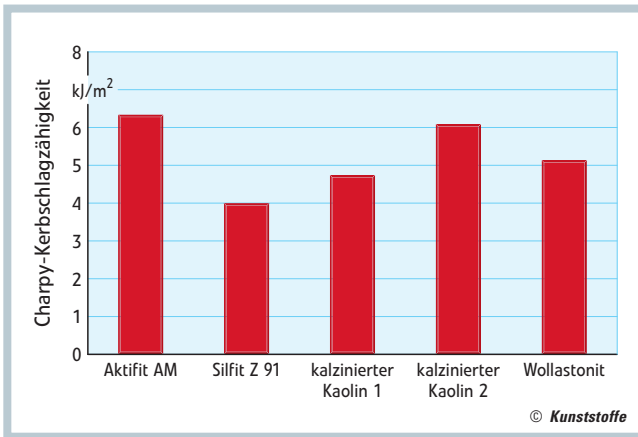


Bild 3. Der Wert der Charpy-Kerbschlagzähigkeit von Polyamidcompounds mit Aktifit AM übertrifft in geringem Umfang den Wert von Kaolin 2-Compounds, jedoch deutlich den von Kaolin 1- und Wollastonit-Compounds

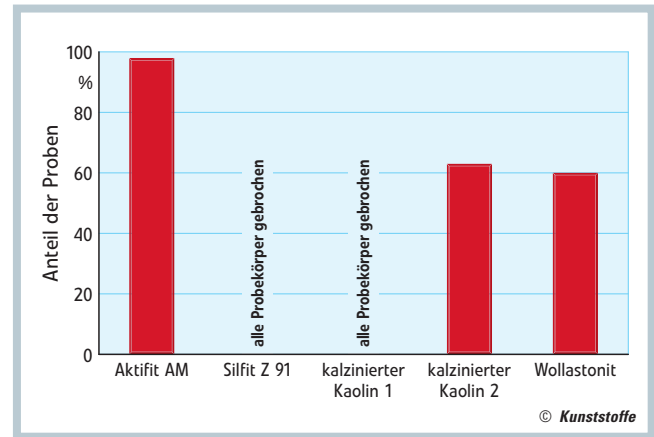


Bild 4. Der Anteil der bei der Prüfung der Charpy-Schlagzähigkeit mit einem 4 J-Pendel nicht gebrochenen Proben lag bei Polyamidcompounds mit Aktifit AM mit nahezu 100 % deutlich über dem der Wettbewerbsmaterialien

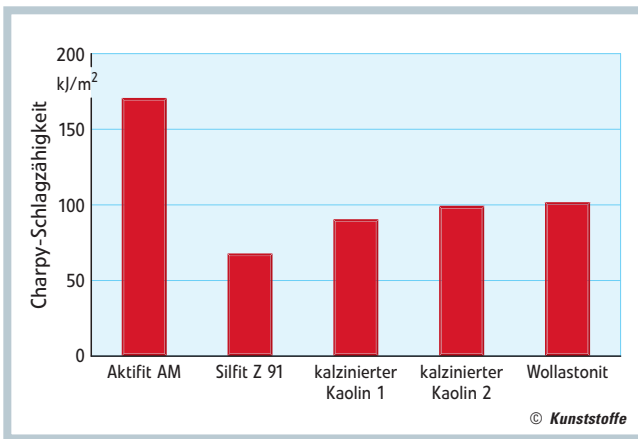


Bild 5. Auch bei der Prüfung der Charpy-Schlagzähigkeit mit dem 15 J-Pendel setzt sich das Polyamidcompound mit Aktifit AM durch eine hohe Schlagzähigkeit deutlich von den Wettbewerbern ab

deutlich über den Werten der geprüften Compounds mit kalzinierten Kaolinen.

Der Zugversuch erfolgte am Probekörper Typ 1A nach DIN EN ISO 527 mit einer Prüfgeschwindigkeit von 5 mm/min bis zum Bruch der Proben. Im Zugversuch traten keine auffälligen Unterschiede in der Festigkeit auf (ca. 90 MPa). Das Compound mit Kaolin 2 tendierte zu geringfügig höheren Ergebnissen, das Compound mit Wollastonit eher zu etwas niedrigerem Niveau. Der Bruch erfolgte

unmittelbar nach Erreichen der Maximalfestigkeit. Die Proben des Aktifit AM-Compounds brachen im Vergleich zu den Wettbewerbern erst bei nahezu doppelter Dehnbeanspruchung (Bild 2). Stellvertretend für die Steifigkeit eines Materials wurde der Zug-E-Modul im Zugversuch bei einer Prüfgeschwindigkeit von 0,5 mm/min ermittelt. Das Kaolin 2-Compound erreichte mit 6,7 GPa eine etwas höhere Steifigkeit als die Compounds mit den restlichen Füllstoffen. Das Akti-

fit AM-Compound wies mit 6,2 GPa vergleichbare Werte wie die Compounds mit Kaolin 1 und Wollastonit auf.

Zur Bestimmung der Charpy-Kerbschlagzähigkeit wurde der Normprobekörper mit den Maßen 80 × 10 × 4 mm mittig mit einer Einzelkerbe der bevorzugten Kerbart A (Kerbgrundradius 0,25 mm und Restgrundbreite 8,0 mm) versehen. Die Kerbschlagzähigkeit wurde gemäß der Norm DIN EN 179-1 durch schmalseitigen Schlag auf die ungekerbte Seite ermittelt (d. h. das Pendel trifft auf die 4 mm-Seite des Probekörpers). Die Compounds mit Aktifit AM und Kaolin 2 erreichten mit ca. 6 kJ/m² die besten Werte, gefolgt von den Compounds mit Kaolin 1 und Wollastonit (Bild 3).

Die Charpy-Schlagzähigkeit ermittelte man entsprechend DIN EN 179-1 an ungekerbten Normprobekörper in schmalseitiger Schlagrichtung. Bild 4 stellt den Anteil der nicht gebrochenen Proben bei der Prüfung mit einem 4 J-Pendel dar. Das Aktifit AM-Compound lag mit einem Anteil von nahezu 100 % nicht gebrochener Probekörper deutlich über den Wettbewerbsprodukten.



Kontakt

Hoffmann Mineral GmbH
Münchener Straße 75
D-86633 Neuburg a. d. Donau
TEL +49 8431 53-350
 → www.hoffmann-mineral.com

Um den Bruch aller Probekörper herbeizuführen wurde die Prüfung mit einem größeren Pendel (15 J Arbeitsvermögen) durchgeführt. Die resultierenden Werte der Compounds mit kalzinierten Kaolinen und Wollastonit lagen lediglich im Bereich zwischen 90 und 100 kJ/m². Das Aktifit AM-Compound erreichte mit einer Schlagzähigkeit von 170 kJ/m² fast das doppelte Niveau der Wettbewerber und damit außerordentlich hohe Werte für einen funktionellen Füllstoff in Polyamid (**Bild 5**).

Fazit

Die neuartige kalzinierte Neuburger Kieselerde, insbesondere das oberflächenaktivierte Aktifit AM, wies in den durchgeführten Untersuchungen im Vergleich zu den kalzinierten Kaolinen ein besseres Schmelzefließverhalten des Polyamidcompounds und vergleichbar hohe Zugfestigkeit (90 MPa) sowie Steifigkeit (6,2 GPa) auf. Bemerkenswert waren die auf das Doppelte gesteigerten Werte der Bruchdehnung und Schlagzähigkeit.

Dieses Eigenschaftsprofil ermöglicht zusammen mit dem sehr guten Verarbeitungsverhalten der kalzinierten Kieselerde, gekennzeichnet durch geringen Siebrückstand, gute Dosierbarkeit sowie gutes Benetzungs- und Dispergierverhalten, eindeutige Vorteile gegenüber den Wettbewerbsfüllstoffen. Beim Spritzgießen des Compounds mit kalzinierte Kieselerde lassen sich Bauteile mit geringem Verzug, hoher Oberflächengüte und hoher Wärmeformbeständigkeit herstellen.

Somit eröffnen sich zukünftige Einsatzgebiete für Aktifit AM als Füllstoff für Polyamid immer dann, wenn geringer Verzug in Kombination mit hoher Oberflächengüte ebenso von Bedeutung sind wie gute Schmelzefließfähigkeit, hohe Bruchdehnung und hohe Schlagzähigkeit bereits im spritzfrischen, trockenen Zustand. Die kalzinierte Neuburger

Kieselerde weist somit vergleichend zu den Wettbewerbsfüllstoffen ein allumfassendes Eigenschaftsportfolio auf, um Polyamid 66 „besser zu füllen“. ■

LITERATUR

- 1 Bonnet, M.: Füllstoffe – klein, aber oho! Kunststoffe 99 (2009) 9, S. 106-111

DIE AUTOREN

SIEGFRIED HECKL, geb. 1966, ist bei der Hoffmann Mineral GmbH, Neuburg a. d. Donau, als Gebietsverkaufsleiter unter anderem für die Kunststoffindustrie in Deutschland zuständig; siegfried.heckl@hoffmann-mineral.com

DR. NICOLE KNÖR, geb. 1978, ist bei der Hoffmann Mineral GmbH, Neuburg a. d. Donau, als

Gebietsverkaufsleiterin für Australien und Pazifik zuständig; nicole.knoer@hoffmann-mineral.com

SUMMARY

BETTER FILLING OF POLYAMIDES

FUNCTIONAL FILLER. The newly developed surface-treated calcined siliceous earth shows an outstanding performance profile in polyamide 66. Tests showed that, compared to its competitors, the filler's advantages lie in the good mechanical properties of the compound, despite the high filler content. Particularly good results were obtained for impact strength and elongation at break.

Read the complete article in our magazine

Kunststoffe international and on

www.kunststoffe-international.com