

Kalzinierte Neuburger Kieselerde

in weißen Bauprofilen

Verfasser: Nicole Holzmayr
Hubert Oggermüller

Inhalt

- 1 Einleitung

- 2 Experimentelles
 - 2.1 Mineralische Füllstoffe und Mischungsherstellung

- 3 Füllstoffvergleich
 - 3.1 Rezeptur
 - 3.2 Viskosität, Anvulkanisation und Vulkanisationsverhalten
 - 3.3 Mechanische Eigenschaften
 - 3.4 Farbe
 - 3.5 Teilzusammenfassung

- 4 Rezepturoptimierung - Leistungspotential von Aktifit VM
 - 4.1 Rezeptur und Mischungsvarianten
 - 4.2 Viskosität, Anvulkanisation und Vulkanisationsverhalten
 - 4.3 Mechanische Eigenschaften
 - 4.4 Farbe
 - 4.5 Extrusion
 - 4.6 Mischungsrohstoffkosten
 - 4.7 Teilzusammenfassung

- 5 Gesamtzusammenfassung

1 Einleitung

Bisher fanden in hellen Bauprofilen hauptsächlich kalzinierte Kaoline Anwendung, da sie über gute Extrusions-, sowie mechanische Eigenschaften verfügen. Ferner eignen sie sich für diesen Anwendungsbereich, da sie hohe Helligkeiten und Farbneutralitäten erzielen.

Neuburger Kieselerde ist eine hervorragende Alternative zum kalzinierten Kaolin hinsichtlich mechanischer Eigenschaften und Extrusionsverhalten. Bedingt durch ihren Gelbstich war sie bisher nur in grauen oder schwarzen Profilen verwendbar, jedoch für helle bzw. weiße eher problematisch in Bezug auf die Farbneutralität.

Da Hoffmann Mineral ständig bemüht ist, seine Produktpalette zu erweitern, um seinen Kunden ein weiteres Anwendungsfeld zu ermöglichen, gibt es nun auch kalzinierte Varianten der Neuburger Kieselerde - Silfit Z 91 und Aktifit VM.

Silfit Z 91 ist ein in der Natur entstandenes Gemisch aus amorpher und kryptokristalliner Kieselsäure und lamellarem Kaolinit, das einer thermischen Behandlung unterzogen wurde. Die Komponenten und der thermische Prozess führen zu einem Produkt, das als funktioneller Füllstoff spezielle anwendungstechnische Vorteile bietet.

Aktifit VM ist ein aktiviertes Silfit Z 91, bei dem die Oberfläche mit einer vinyl-funktionellen Gruppe modifiziert wurde.

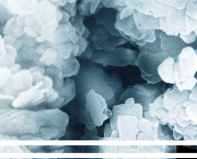
Im Rahmen dieser Untersuchung wird der Effekt der kalzinierten Neuburger Kieselerde in einer grauweißen Bauprofilrezeptur im Hinblick auf mechanische Eigenschaften, sowie Farbe und Extrusionseigenschaften hin geprüft. Die Bewertung der Ergebnisse wird an der Norm für extrudierte Dichtungsprofile der RAL GZ 716/1, Elastomerklasse B II orientiert. In Anlehnung an die RAL 9002 wird die Farbe untersucht.

Im Teil "Füllstoffvergleich" werden o.g. Eigenschaften im Vergleich zu Standard-Neuburger Kieselerden und zu einem kalzinierten Kaolin bewertet. Zusätzlich wird hier auf den Einfluss des eingesetzten Polymers eingegangen.

Das verwendete Polymer spielt, neben der Peroxidkonzentration auch im Abschnitt "Rezepturoptimierung - Leistungspotential von Aktifit VM" eine Rolle. Des Weiteren wird der Füllgrad von Aktifit VM stufenweise erhöht, da dieser das Extrusionsverhalten, sowie die Mischungskosten beeinflusst.

2 Experimentelles

2.1 Mineralische Füllstoffe und Mischungsherstellung

 EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG	Füllstoffe und Kennwerte					HOFFMANN MINERAL
		Korngröße		Ölzahl [g/100g]	Spezifische Oberfläche BET [m ² /g]	Kalziniierung
		d ₅₀ [µm]	d ₉₇ [µm]			Oberflächen- behandlung
	Polestar 200 R	3,6	19	60	6,5	mit ohne
	Sillitin Z 89	1,6	6,1	51	11	ohne ohne
	Silfit Z 91	1,9	8,6	52	6,5	mit ohne
	Aktisil VM 56/89	1,8	7,4	45	7,3	ohne Vinyl
	Aktifit VM	1,9	8,7	49	6,2	mit Vinyl
	VM-3/1010/12.2012					

Zu den beiden kalzinierten Neuburger Kieselerten Silfit Z 91 und Aktifit VM werden die beiden Standard-Kieselerten Sillitin Z 89 und - analog zur Oberflächenbehandlung mit einer vinyl-funktionellen Gruppe bei Aktifit VM - Aktisil VM 56/89, sowie der nicht oberflächenbehandelte kalzinierte Kaolin Polestar 200 R im Vergleich geprüft.

Aus der Korngrößenverteilung geht hervor, dass der kalzinierte Kaolin gröber ist, als die Produkte von Hoffmann Mineral. Sillitin Z 89 weist hiervon die niedrigste Korngröße auf, Aktisil VM 56/89 liegt etwas darüber. Die beiden kalzinierten Varianten sind etwas gröber als die beiden Standard-Kieselerten.

Die Ölzahlen der Neuburger Kieselerten liegen auf einem vergleichbaren Niveau etwas unter dem Wert von Polestar 200 R.

Wie der Tabelle zu entnehmen ist, besitzt Sillitin Z 89 die höchste spezifische Oberfläche, während die restlichen Füllstoffe diesbezüglich als vergleichbar zu bewerten sind.

Die Mischungen wurden auf einem Laborwalzwerk Ø 150 x 300 mm bei einer Walzentemperatur von 50 °C hergestellt. Die Batchgröße betrug ca. 750 cm³, die Mischungsherstellung dauerte durchschnittlich 15 Minuten.

Die Vulkanisation erfolgte jeweils 5 Minuten in der Presse bei 200 bar Druck und einer Temperatur von 180 °C.

3 Füllstoffvergleich

In diesem Teil sollen alle o.g. Füllstoffe in einem 1:1 Vergleich einander gegenübergestellt werden. Die Bewertung erfolgt nach RAL GZ 716/1, Elastomerklasse BII und RAL 9002.

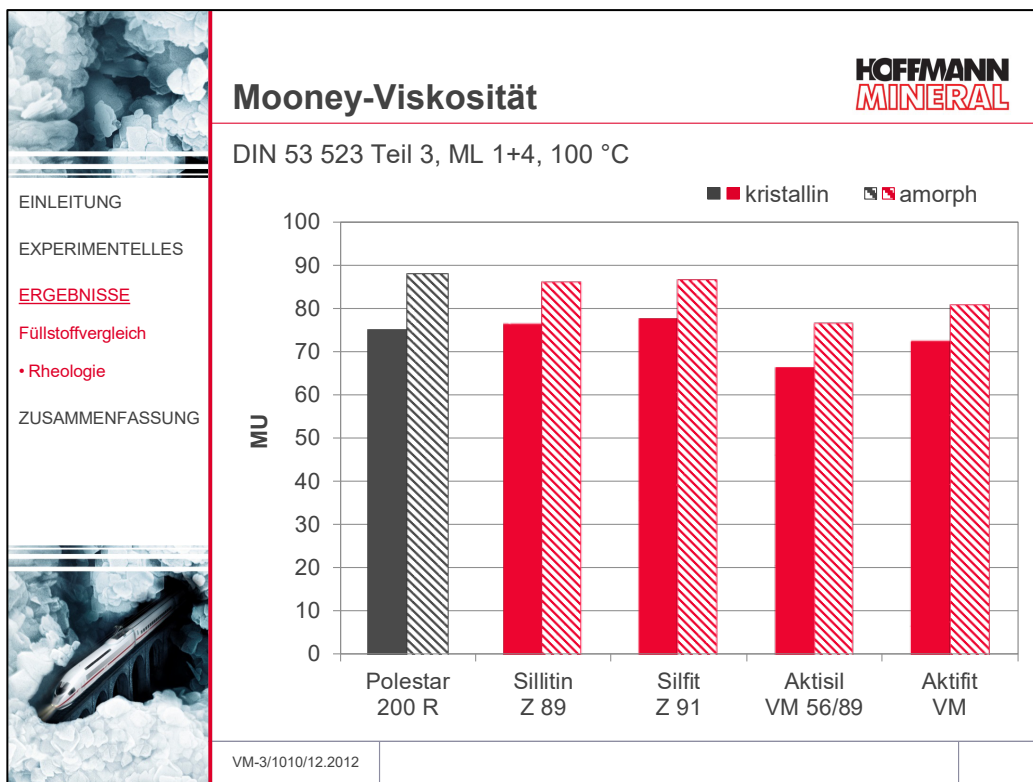
3.1 Rezeptur

HOFFMANN MINERAL		
Rezeptur		
	in phr	
EINLEITUNG	Keltan 778 Z – kristallin oder Keltan 8340 A – amorph	100,00
EXPERIMENTELLES	Zinkoxyd aktiv	5,00
Füllstoffvergleich	Stearinsäure	0,50
ERGEBNISSE	Vulkanox HS/LG	0,75
ZUSAMMENFASSUNG	Lipoxol 3000	2,00
	Kronos 2222	15,00
	Kezadol GR	10,00
	Aflux 42	2,00
	Trigonox 29/40 B pd	3,00
	Perkadox 14/40 B pd	3,00
	Rhenofit TRIM/S	1,00
	Primol 352	45,00
	Mineralischer Füllstoff	200,00
	Summe	387,25
	VM-3/1010/12.2012	

Keltan 778 Z:	EPDM, kristallin
Keltan 8340 A:	EPDM, amorph
Zinkoxyd aktiv:	Zinkoxid
Stearinsäure:	Verarbeitungshilfsmittel
Vulkanox HS/LG:	Alterungsschutzmittel, TMQ
Lipoxol 3000:	Polyethylenglykol
Kronos 2222:	Titandioxid
Kezadol GR:	Calciumoxid, 80 %
Aflux 42:	Dispergier- und Gleitmittel
Trigonox 29/40 B pd:	1,1-Di(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethylcyclohexan, 40 %
Perkadox 14/40 B pd:	Di(tert-butylperoxyisopropyl)benzol, 40 %
Rhenofit TRIM/S:	Trimethylolpropantrimethacrylat, 70 %
Primol 352:	medizinisches Weißöl

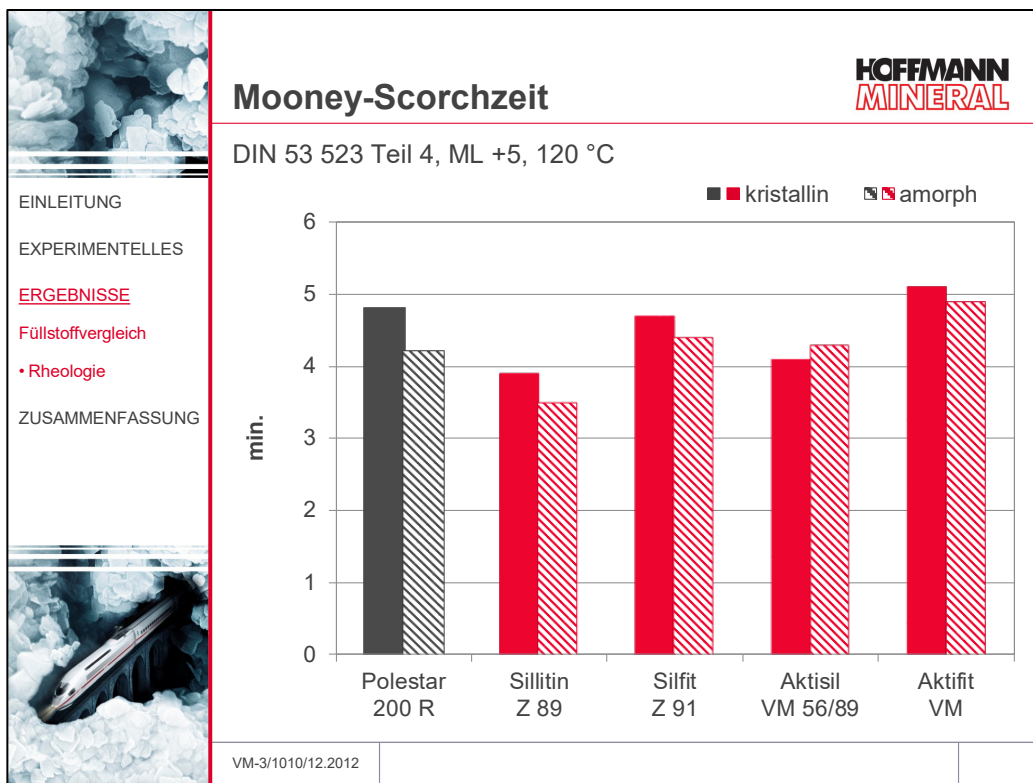
Mit einem kristallinen EPDM lassen sich die Anforderungen der RAL GZ 716/1, Elastomerklasse B II zwar erfüllen, jedoch ist zu empfehlen, eine amorphe Type zu verwenden, sollten die Anforderungen an Tieftemperatureigenschaften (Härteanstieg, Druckverformungsrest) steigen.

3.2 Viskosität, Anvulkanisation und Vulkanisationsverhalten



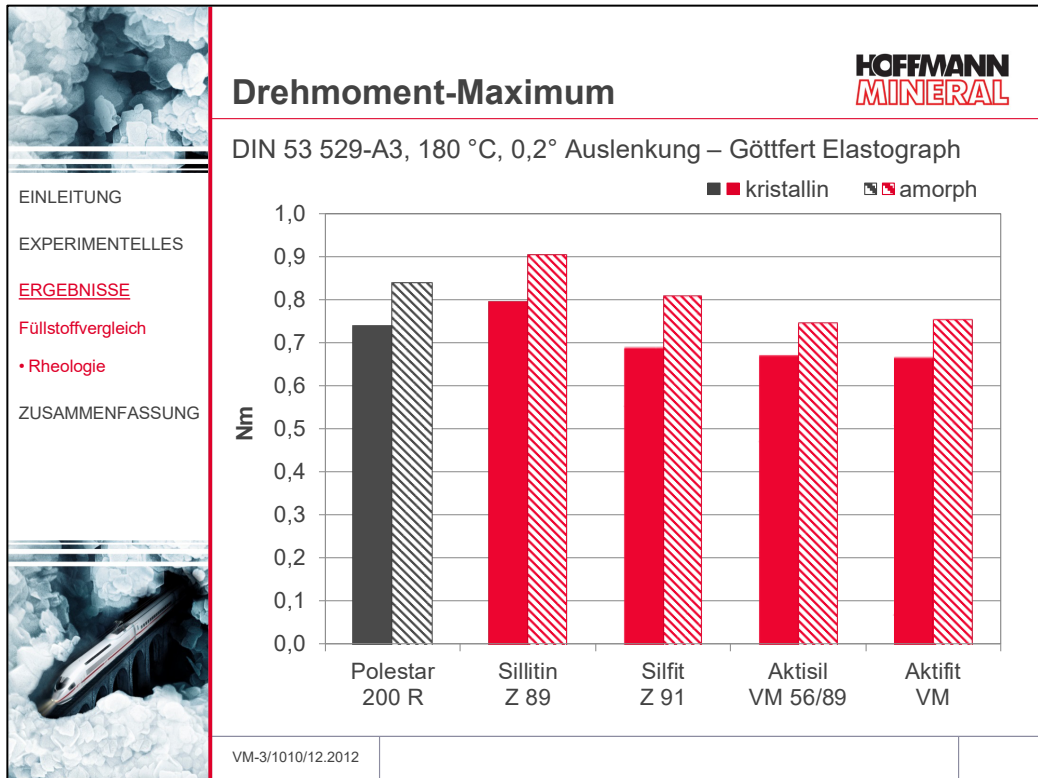
Der Grafik ist zu entnehmen, dass die Werte der nicht oberflächenbehandelten Füllstoffe auf einem vergleichbaren Niveau liegen. Die Viskosität mit Aktifit VM liegt etwas darunter, der niedrigste Wert wird mit Aktisil VM 56/89 erreicht.

Diese Tendenzen sind bei beiden Polymeren erkennbar. Die Werteniveaus mit der amorphen Type sind zum kristallinen EPDM erhöht.

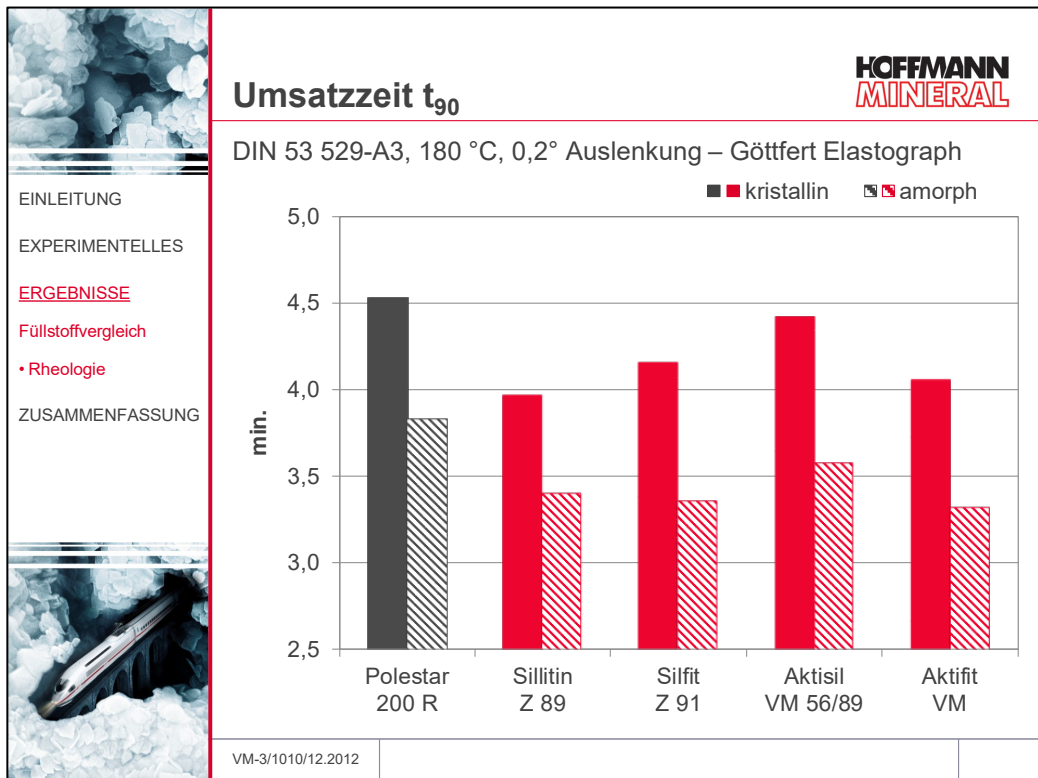


Die kürzeste Anvulkanisationszeit wird mit Sillitin Z 89 erzielt. Die beiden kalzinierten, nicht oberflächenbehandelte Füllstoffe Polestar 200 R und Silfit Z 91 siedeln sich etwas darüber an. Bedingt durch die Oberflächenbehandlung verlängern sich die Scorchzeiten mit Aktisil VM 56/89 und Aktifit VM geringfügig, verglichen zu ihren Ausgangsmaterialien Sillitin Z 89 bzw. Silfit Z 91.

Diese Trends sind bei beiden Polymeren erkennbar. Die Wertenniveaus mit dem kristallinen Polymer sind tendenziell etwas höher als mit der amorphen Type.



Das höchste Drehmoment-Maximum erreicht Sillitin Z 89. Mit dem kristallinen EPDM erzielen Polestar 200 R und Silfit Z 91 Werte knapp darunter. Die Drehmoment-Maxima mit Aktisil VM 56/89 und Aktifit VM sind miteinander vergleichbar und etwas niedriger als mit den beiden vorhergenannten Füllstoffen. Bei dem amorphen EPDM ist kein Unterschied zwischen Silfit Z 91, Aktisil VM 56/89 und Aktifit VM erkennbar. Ihre Werte liegen knapp unter dem von Polestar 200 R. Auch bei der amorphen Polymertypen markiert Sillitin Z 89 das höchste Niveau.



Die Umsatzzeit t_{90} mit Aktisil VM 56/89 ist vergleichbar mit der von Polestar 200 R. Sillitin Z 89, Silfit Z 91 und Aktifit VM erzielen etwas kürzere Umsatzzeiten, die auf einem

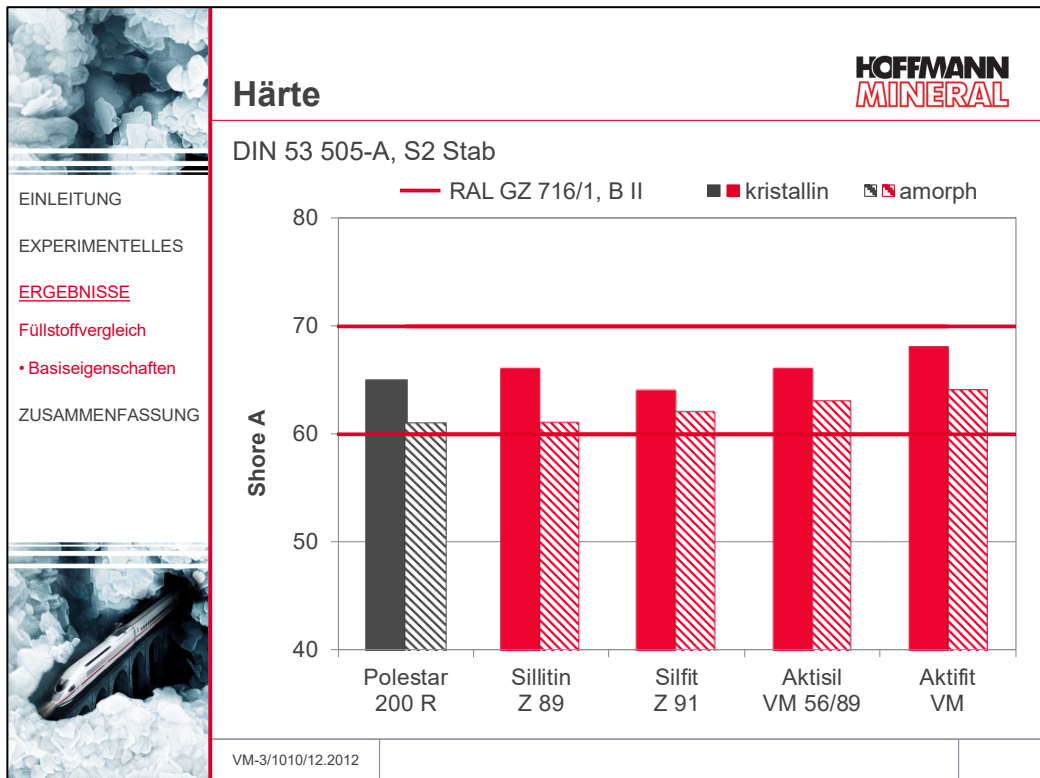
vergleichbaren Niveau liegen. Dieser kürzere Zeitbedarf wirkt sich für z.B. Aktifit VM positiv aus, da beispielsweise bei einer gegebenen Salzbadlänge und Vulkanisations-temperatur eine höhere Abzugsgeschwindigkeit als mit Polestar 200 R gefahren werden kann.

Diese Aussagen treffen sowohl auf das kristalline, als auch auf das amorphe Polymer zu, wobei die Umsatzzeiten mit der amorphen Type kürzer sind als mit dem kristallinen EPDM.

3.3 Mechanische Eigenschaften

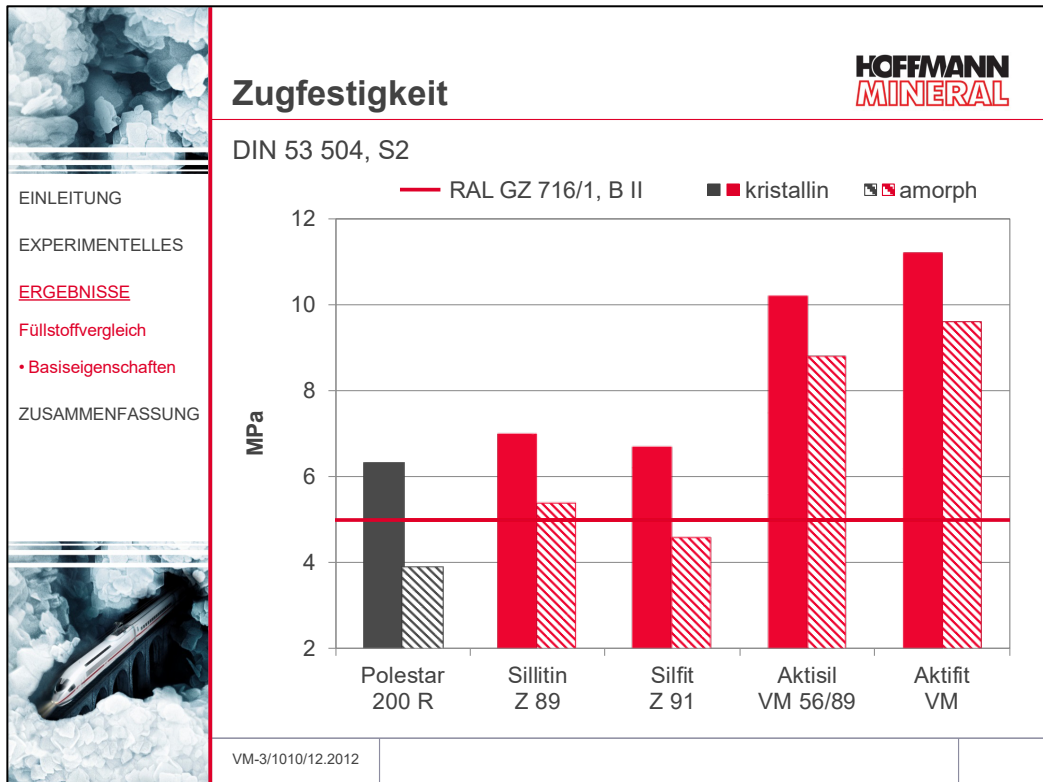
Die Mischungen wurden bei 180 °C in der Presse vulkanisiert.

Da die Umsatzzeit t_{90} unter 5 Minuten lag, wurde für alle Mischungen und deren verschiedenen Probekörperdimensionen eine fixe Vulkanisationsdauer von 5 Minuten festgelegt.



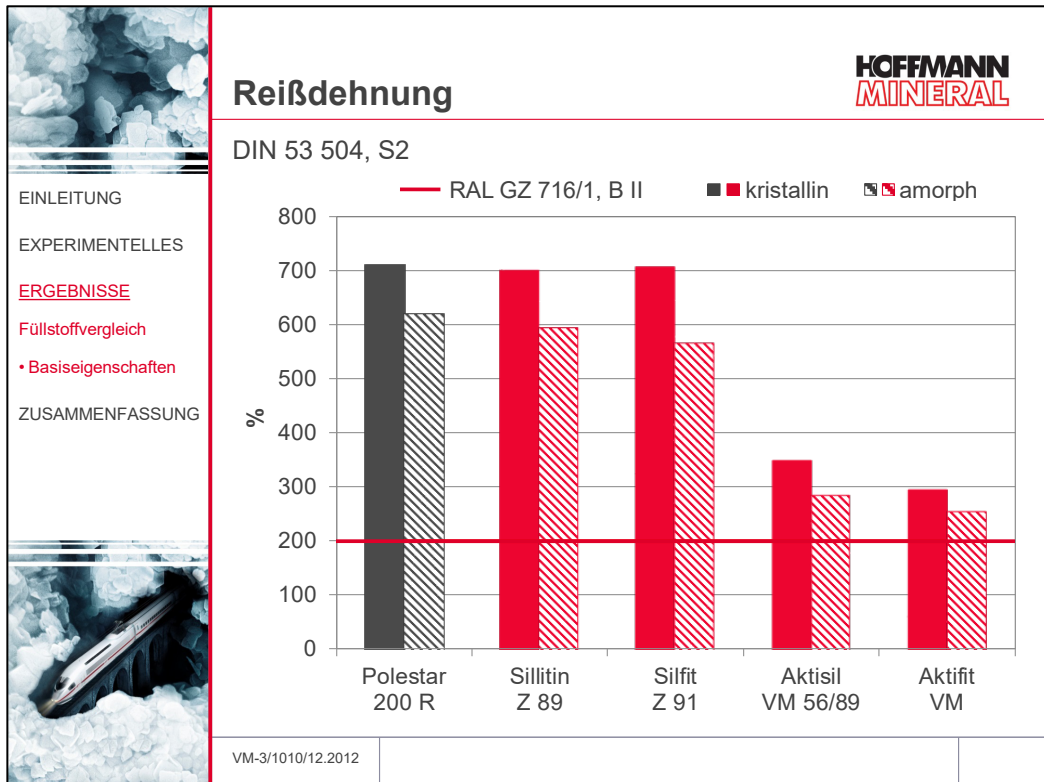
Die Härte wurde an je drei aufeinander gestapelten S2-Stäben ermittelt.

Wie der Grafik zu entnehmen ist, liegen die einzelnen Füllstoffe bei beiden Polymeren auf einem vergleichbaren Niveau und erfüllen die Anforderungen der RAL GZ 716/1, B II. Die Härten mit dem amorphen EPDM fallen niedriger aus als mit dem kristallinen.

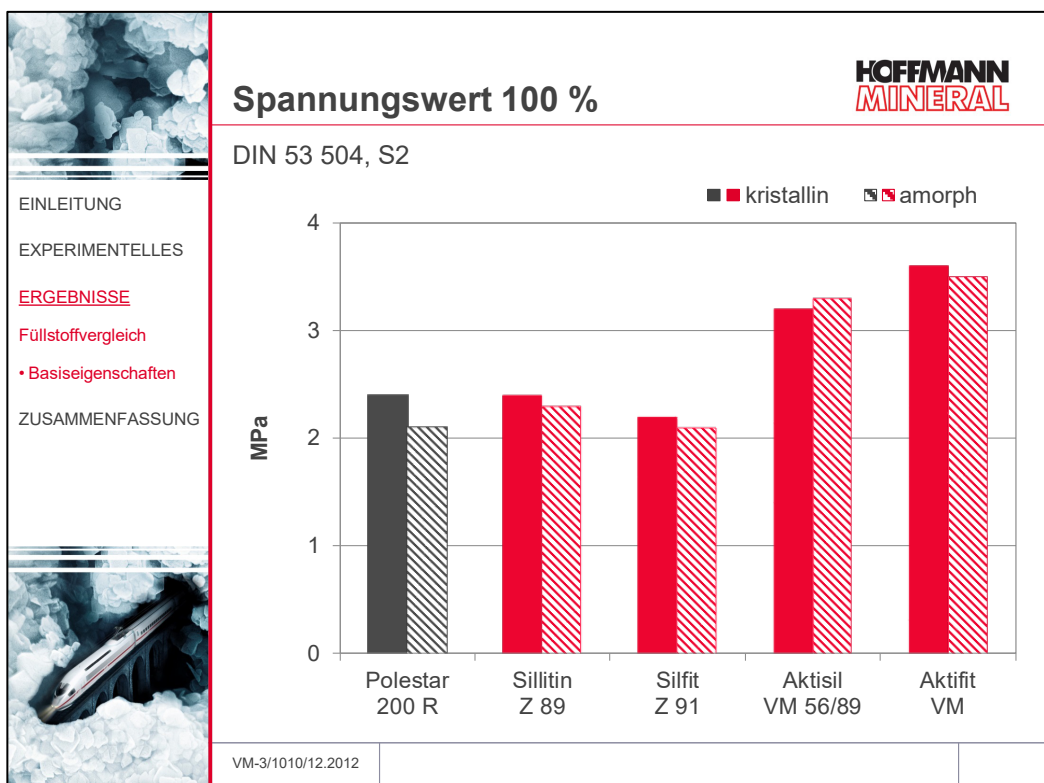


Mit dem kristallinen EPDM kann die in der RAL GZ 716/1, B II geforderte Zugfestigkeit mit allen Füllstoffen erreicht werden. Die nicht oberflächenbehandelten Polestar 200 R, Sillitin Z 89 und Silfit Z 91 siedeln sich auf einem vergleichbaren Niveau an. Die Oberflächenbehandlung von Aktisil VM 56/89 und Aktifit VM erhöht die Zugfestigkeiten mit diesen beiden Füllstoffen deutlich.

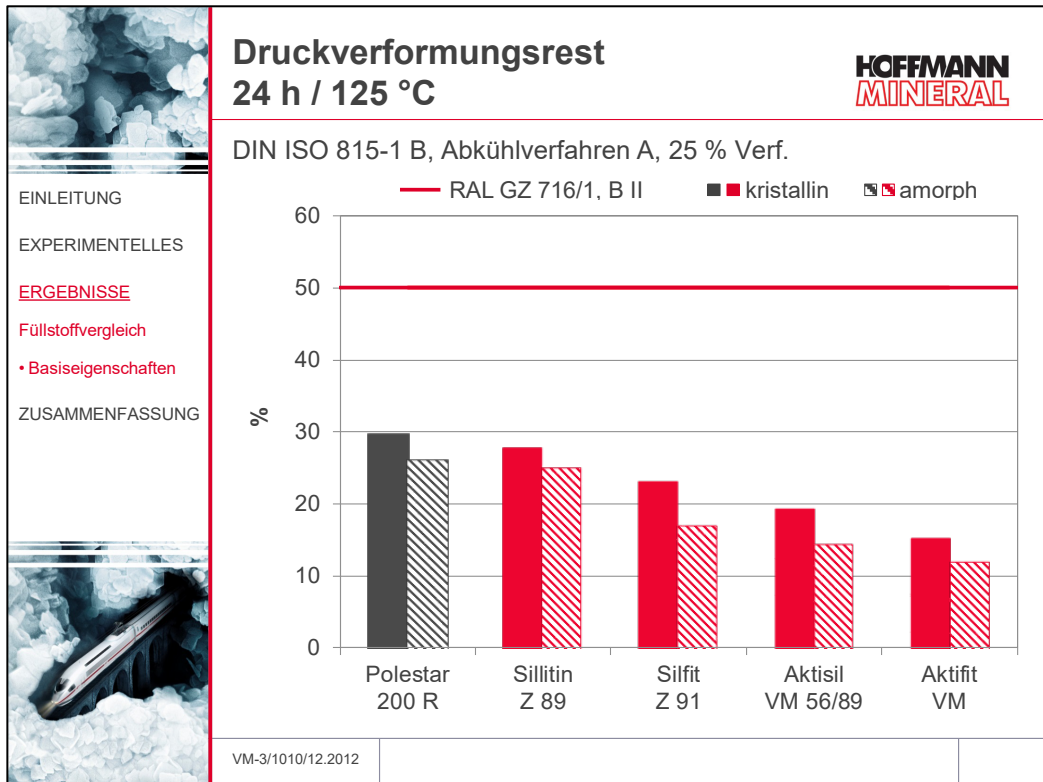
Sillitin Z 89 ist der einzige nicht oberflächenbehandelte Füllstoff, der die Anforderung der Norm in Kombination mit dem amorphen Polymer gerade noch erfüllt, während Silfit Z 91 und Polestar 200 R knapp unter den geforderten 5 MPa liegen. Silfit Z 91 erreicht hier ein etwas höheres Niveau als Polestar 200 R. Mit Aktisil VM 56/89 und Aktifit VM ist die Norm in Bezug auf die Zugfestigkeit auch mit dem amorphen EPDM problemlos zu erfüllen. Bei beiden EPDM-Typen markiert Aktifit VM den höchsten Wert.



Die nicht oberflächenbehandelten Füllstoffe erreichen vergleichbare Reißdehnungen, die erwartungsgemäß über denen der oberflächenbehandelten liegen. Das Wertenniveau des amorphen EPDM liegt etwas unter dem des kristallinen. Die Anforderung der Norm kann in allen Fällen erfüllt werden.



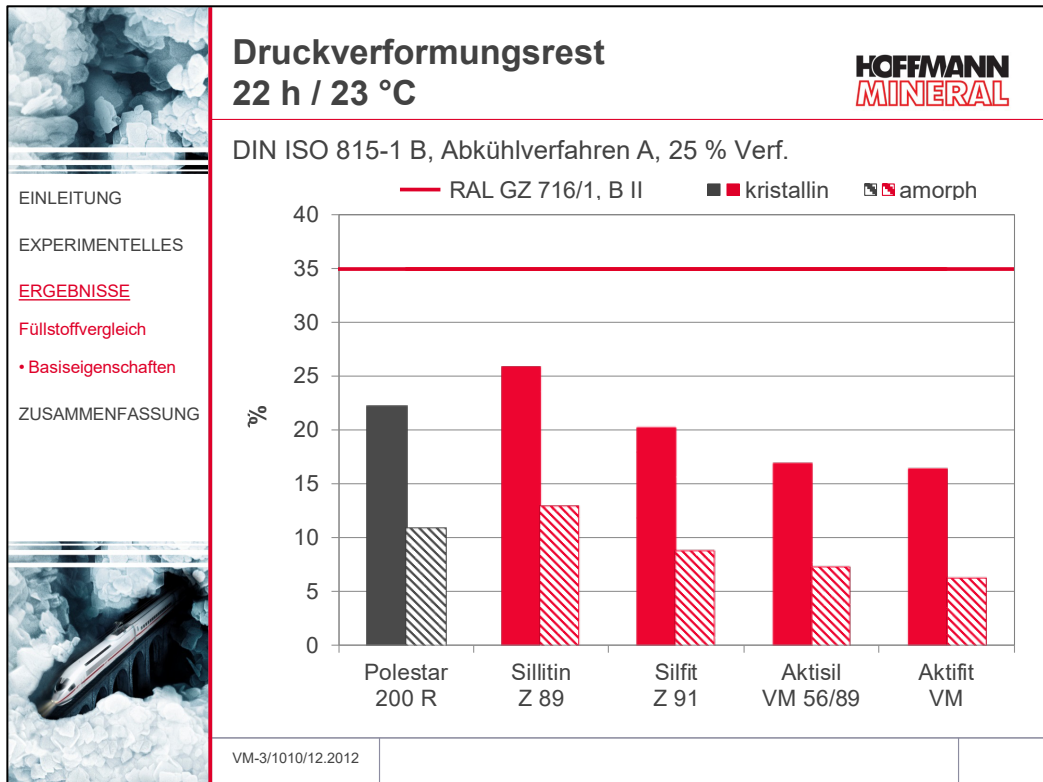
Die Spannungswerte bei 100% Dehnung der nicht oberflächenbehandelten Füllstoffe siedeln sich auf einem vergleichbaren Niveau unter denen der oberflächenbehandelten an. Aktifit VM erzielt die höchsten Spannungswerte. Zwischen den beiden Polymertypen ist hier kein signifikanter Unterschied festzustellen.



Die Prüfung des Druckverformungsrestes wurde unter der kritischeren Bedingung bei 125 °C durchgeführt und ist hier der Anforderung aus der RAL 716/1, B II von 22 h bei 70 °C gegenübergestellt. Es ist leicht zu erkennen, dass trotz der deutlich höheren Prüftemperatur Werte von weit unter 50 % erreicht werden. Somit wird die Hauptfunktion „Dichtung über lange Zeit“ weiter verbessert.

Der Grafik ist zu entnehmen, dass der Druckverformungsrest mit Sillitin Z 89 vergleichbar ist mit dem von Polestar 200 R. Von den nicht oberflächenbehandelten Füllstoffen markiert Silfit Z 91 den niedrigsten Wert. Der Druckverformungsrest mit Aktisil VM 56/89 liegt etwas darunter und wird von Aktifit VM nochmals untertroffen.

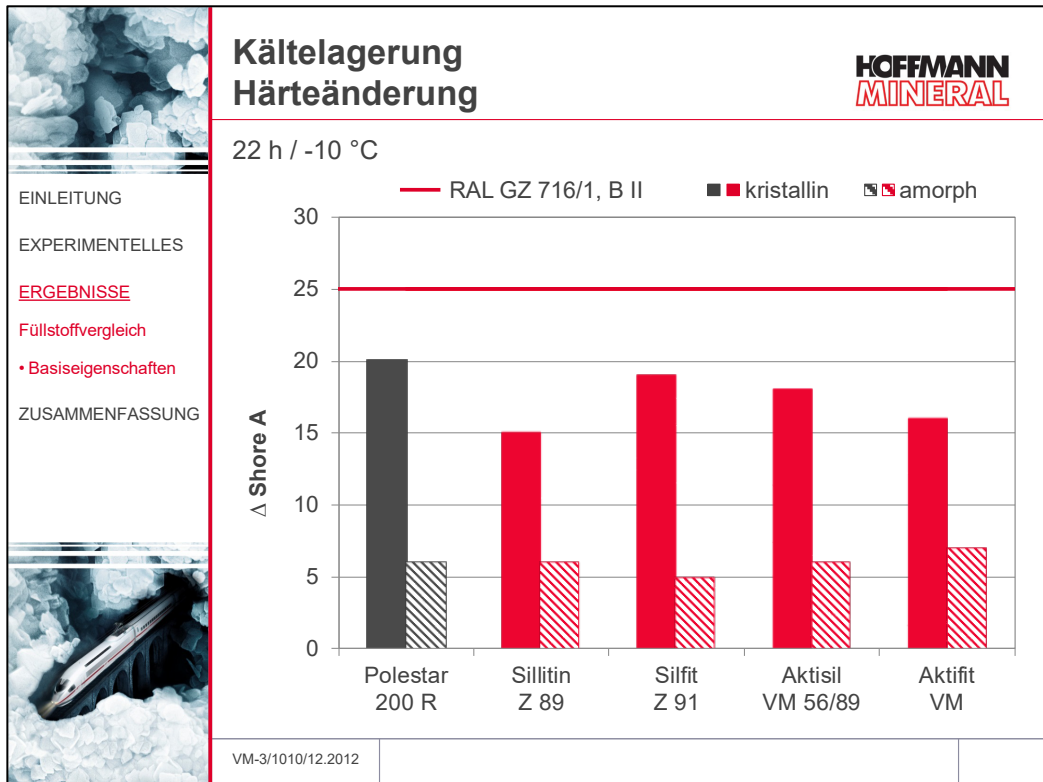
Diese Aussagen treffen sowohl auf den kristallinen, als auch auf den amorphen EPDM zu, welcher ein niedrigeres Niveau markiert.



Auch bei den Prüfbedingungen 22 Stunden bei 23 °C wird die Anforderung der Norm mit allen Füllstoffen erfüllt.

Bei 23 °C Prüftemperatur erzielt Sillitin Z 89 einen etwas höheren Druckverformungsrest als Polestar 200 R. Silfit Z 91 markiert auch hier wieder den niedrigsten Wert der nicht oberflächenbehandelten Füllstoffe. Zwischen Aktisil VM 56/89 und Aktifit VM ist kein Unterschied auszumachen.

Diese Aussagen treffen sowohl für das kristalline, als auch für das amorphe Polymer zu, welches ein deutlich niedrigeres Wertenniveau bedingt. Wie bereits erwähnt, ist dadurch ein verbessertes Tieftemperaturverhalten mit dem amorphen EPDM zu erwarten.

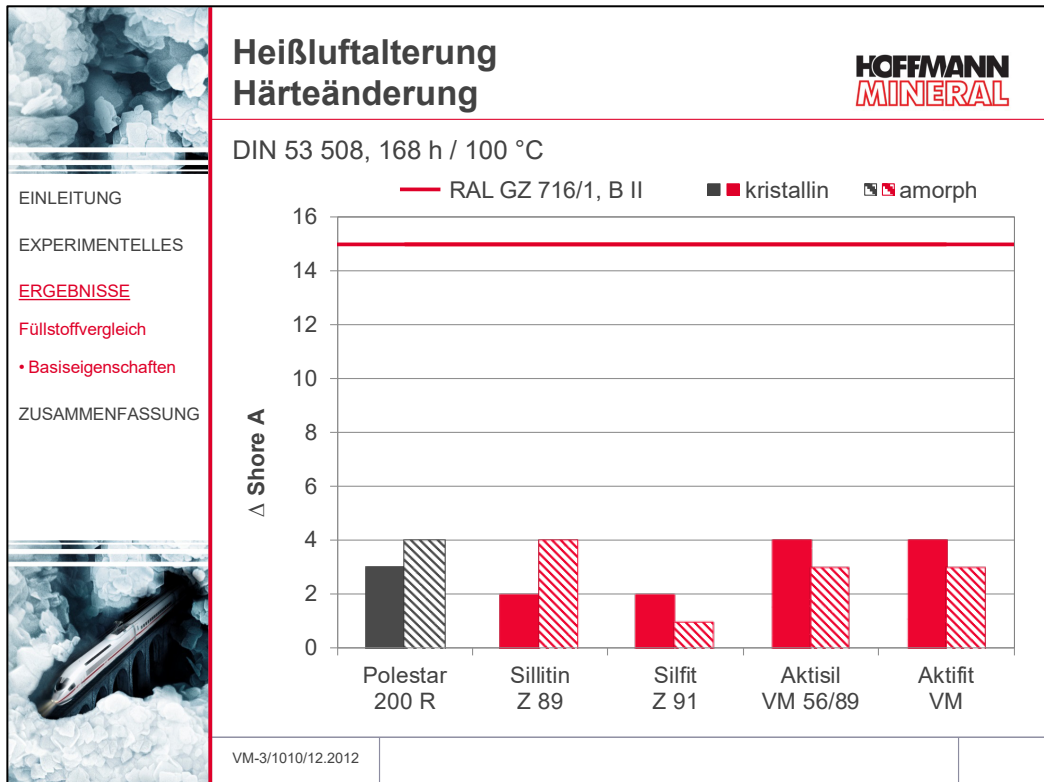


Die höchste Härteänderung nach 22 Stunden Kältelagerung bei -10 °C wird beim kristallinen Polymer durch Polestar 200 R bedingt. Silfit Z 91 und Aktisil VM 56/89 erreichen Werte knapp darunter. Sillitin Z 89 und Aktifit VM markieren in Kombination mit dem kristallinen EPDM die vergleichbaren niedrigsten Härteänderungen.

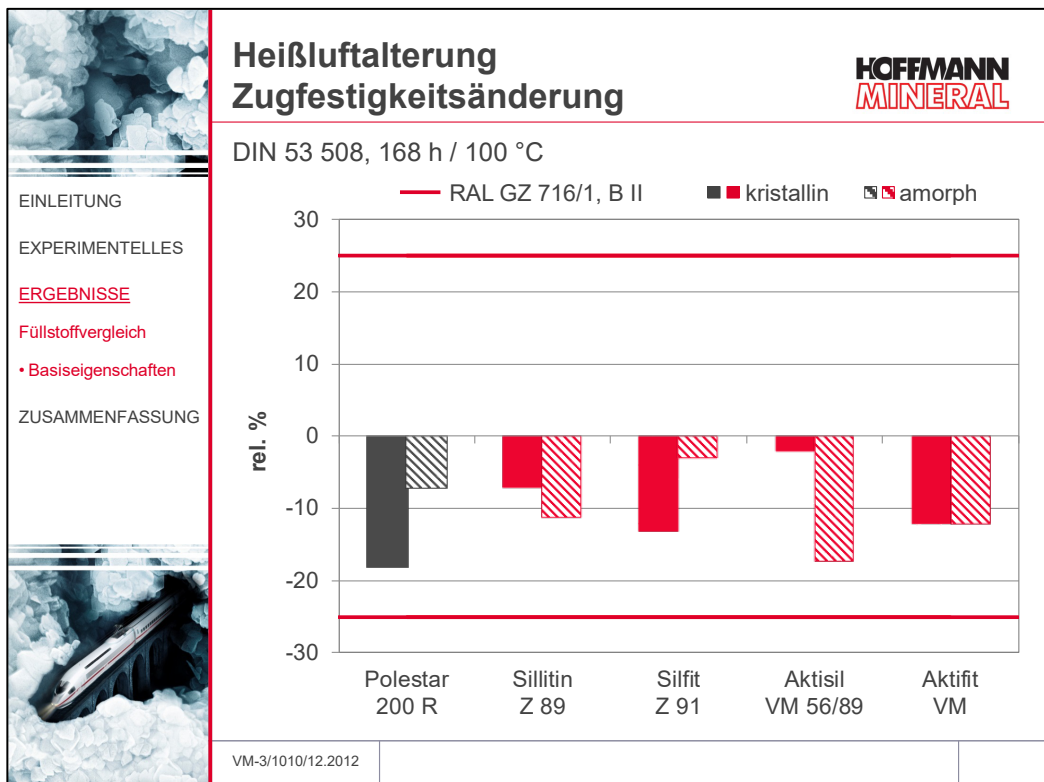
Auf der Grafik ist der Vorteil des amorphen Polymers deutlich zu erkennen. Die Härteänderungen reduzieren sich signifikant, so dass zwischen den einzelnen Füllstoffen kein Unterschied mehr erkennbar ist.

Die Verwendung des amorphen Polymers kann z.B. für die Anforderungen der DIN 7863 interessant sein, die für schwarze Bauprofile eine höchste Härteänderung von 10 Shore A nach Kältelagerung bei -10 °C vorsieht.

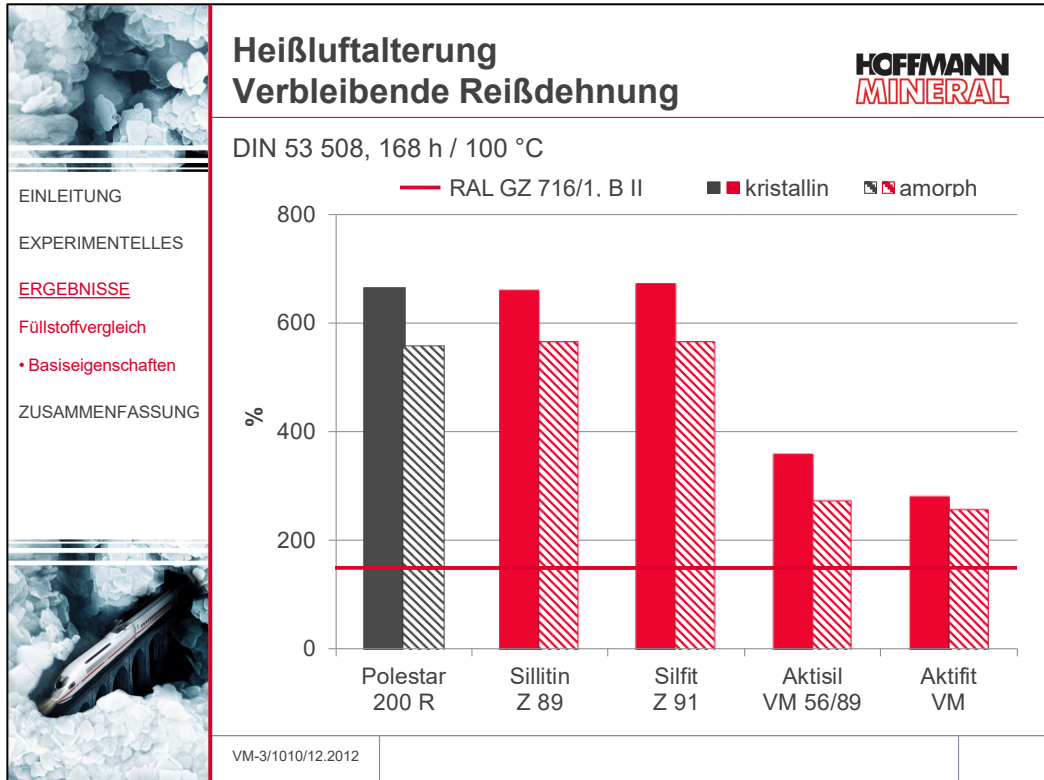
Die Anforderung der hier zugrunde gelegten RAL GZ 716/1, B II kann jedoch auch mit dem kristallinen EPDM erfüllt werden.



Die Härteänderung nach Heißluftalterung 168 Stunden bei 100 °C zeigt keine signifikanten Unterschiede, weder zwischen den einzelnen Füllstoffen, noch zwischen den beiden EPDM-Typen.
Der Höchstwert der Norm wird in allen Varianten deutlich unterschritten.



Auch bei den Zugfestigkeitsänderungen kann nach der Heißluftalterung kein großer Unterschied zwischen den Füllstoffen oder den Polymeren ausgemacht werden.
Die Anforderungen der Norm werden mit allen Varianten problemlos erfüllt.



Wie bereits vor der Heißluftalterung erreichen die nicht oberflächenbehandelten Füllstoffe vergleichbare Werte, die erwartungsgemäß über denen der oberflächenbehandelten liegen. Das Wertenniveau des amorphen EPDM liegt etwas unter dem des kristallinen.

Die Anforderung der Norm kann in allen Fällen problemlos erfüllt werden.

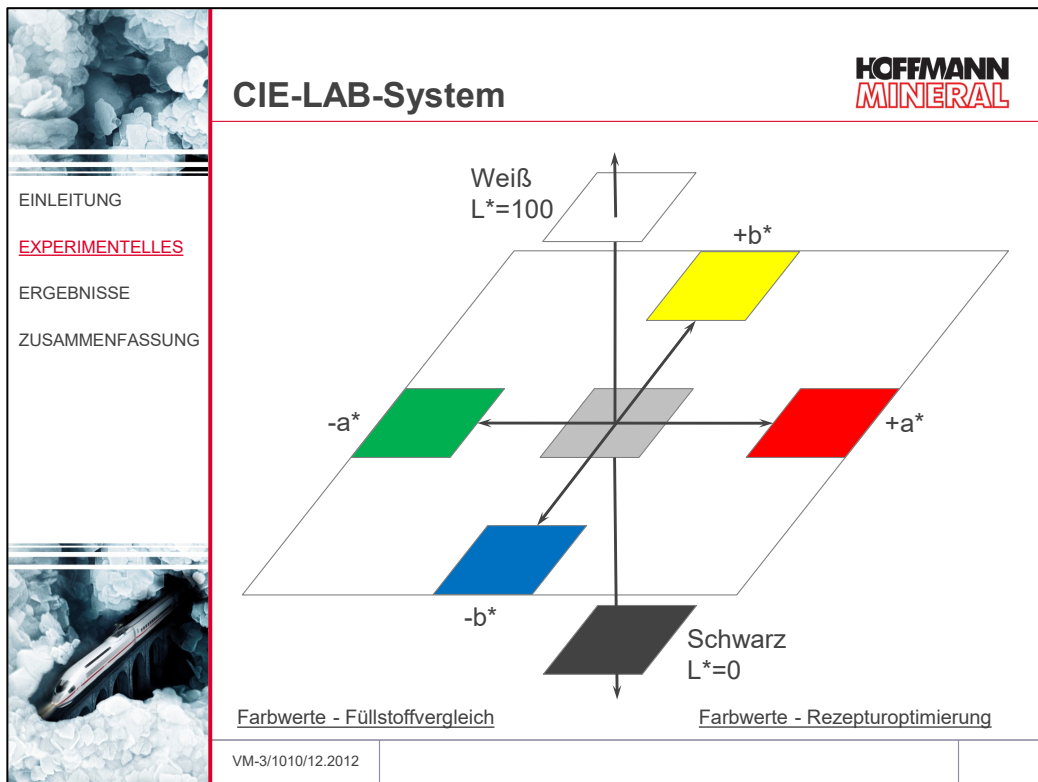
3.4 Farbe

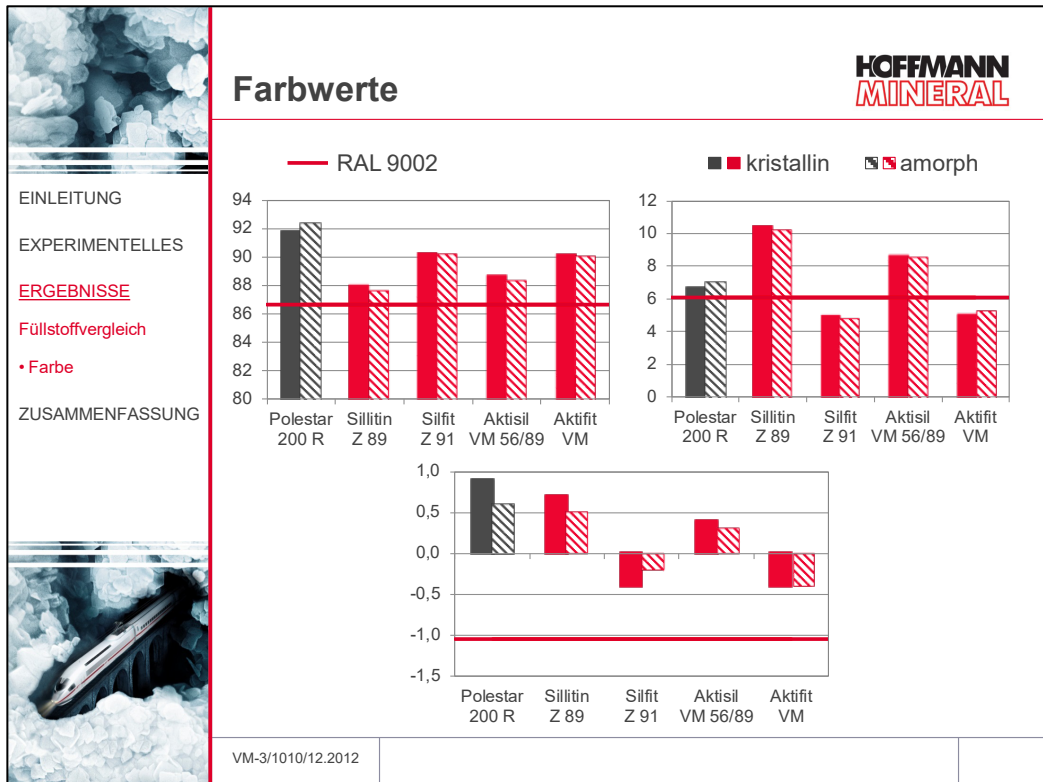
Bisher war es nicht möglich, mit den Standard-Neuburger Kieselerden helle Profile ohne Gelbstich zu erhalten. Aus diesem Grund war die Verwendung von Neuburger Kieselerde auf schwarze oder graue Profilanwendungen beschränkt.

Mit kalzinierter Neuburger Kieselerde ist es nun aufgrund ihrer hohen Helligkeit und Farbneutralität möglich, das Anwendungsspektrum der Hoffmann Mineral Produkte auf helle Profile zu erweitern.

Dies soll im Folgenden dargestellt werden. Als Bewertungsmaßstab wird die RAL 9002 herangezogen.

Die Farbmessungen wurden mit dem Spektralphotometer Luci 100 der Firma Dr. Lange, mit der Lichtart D65, der Messgeometrie $d/8^\circ$ (ohne Glanzfalle) und dem Normalbeobachterwinkel 10° durchgeführt. Es wurde jeweils der L^* -, a^* - und b^* -Wert bestimmt.





Aus den drei Grafiken geht hervor, dass mit Polestar 200 R der b^* -Wert ziemlich genau an die Anforderung der RAL 9002 herankommt, jedoch ist die Helligkeit zu hoch, wie der L^* -Wert anzeigt und statt einem geforderten Grünstich wird ein Rotstich erreicht, wie der positive a^* -Wert verdeutlicht.

Auch mit den Standard-Kieselerden Sillitin Z 89 und Aktisil VM 56/89 ist ein Rotstich messbar. Hinzu kommt der hohe Gelbstich, wie in der Grafik der gegenübergestellten b^* -Werte erkennbar ist. Lediglich die Helligkeit L^* nähert sich an die RAL 9002 an.

Mit den kalzinierten Neuburger Kieselerden Silfit Z 91 und Aktifit VM liegen die Helligkeiten etwas über dem in der Norm geforderten Wert, allerdings befinden sie sich unter dem zu hellen Niveau von Polestar 200 R. Des Weiteren kommen die a^* -Werte der Vulkanisate mit diesen beiden Füllstoffen näher an die RAL 9002 heran, wie die Grafik zeigt. Zusätzlich ist der Gelbstich mit Silfit Z 91 und Aktifit VM deutlich minimiert (Grafik b^*), sodass diese Vulkanisate deutlich farbneutraler sind als die, welche Standard-Kieselerden oder den kalzinierten Kaolin Polestar 200 R enthalten.

3.5 Teilzusammenfassung

Mit einem Füllgrad von 200 phr kann Silfit Z 91 die Anforderungen der RAL GZ 716/1, B II in Verbindung mit dem kristallinen EPDM problemlos erfüllen. Bei Verwendung des amorphen Polymertyps ist lediglich eine Optimierung der Zugfestigkeit notwendig. Im Vergleich zu Sillitin Z 89 resultiert Silfit Z 91 in einer neutraleren Farbe. Dieser Vorteil bleibt auch gegenüber dem kalzinierten Kaolin Polestar 200 R bestehen. Darüber hinaus können diesem eine verkürzte Umsatzzeit t_{90} , eine tendenziell höhere Zugfestigkeit, sowie ein niedrigerer Druckverformungsrest entgegengesetzt werden.

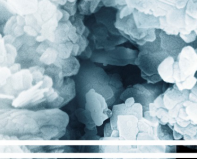

Mit Aktifit VM können in Kombination sowohl mit dem kristallinen, als auch mit dem amorphen Polymer bei einem Füllgrad von 200 phr alle Anforderungen der Norm realisiert werden. Im Vergleich zu Aktisil VM 56/89 und Polestar 200 R hat es eine neutralere Farbe der Vulkanisate zur Folge. Des Weiteren können mit Aktifit VM eine kürzere Umsatzzeit t_{90} und verbesserte mechanische Eigenschaften, wie z.B. eine höhere Zugfestigkeit und ein niedrigerer Druckverformungsrest als mit Aktisil VM 56/89 oder Polestar 200 R erreicht werden.

Die Resultate, die mit Aktifit VM erzielt werden, legen Rezepturoptimierungen bezüglich des Füllgrades und auch der Peroxidkonzentration nahe. Auch Kostenaspekte sprechen für eine Ausnutzung des Leistungspotentials von Aktifit VM.

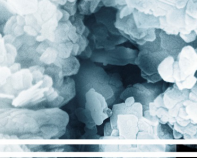

Dies wird im Folgenden beschrieben.

4 Rezepturoptimierung - Leistungspotential von Aktifit VM

4.1 Rezeptur und Mischungsvarianten

		HOFFMANN MINERAL	
		Rezeptur	
<div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div>	EINLEITUNG		in phr
	EXPERIMENTELLES		
	Rezepturoptimierung		
	ERGEBNISSE		
	ZUSAMMENFASSUNG		
		Keltan 778 Z – kristallin oder Keltan 8340 A – amorph	100,00
		Zinkoxyd aktiv	5,00
		Stearinsäure	0,50
		Vulkanox HS/LG	0,75
		Lipoxol 3000	2,00
		Kronos 2222	15,00
		Kezadol GR	10,00
		Aflux 42	2,00
	Trigonox 29/40 B pd	2 bzw. 3	
	Perkadox 14/40 B pd	2 bzw. 3	
	Rhenofit TRIM/S	1,00	
	Primol 352	45 – 95	
	Mineralischer Füllstoff	200 – 400	
	VM-3/1010/12.2012		

Das Grundgerüst der Mischung ist analog zu dem im Füllstoffvergleich. Es wurden die Füllgrade von 200 bis zu 400 phr variiert. Um härtegleiche und damit vergleichbare Mischungen zu erhalten, wurden bei Füllgraderhöhungen auch die Öldosierungen angehoben. Des Weiteren wurden die Peroxidkonzentrationen reduziert. Auch in diesem Versuchsblock wurde mit dem kristallinen Keltan 778 Z und dem amorphen Keltan 8340 A gearbeitet.

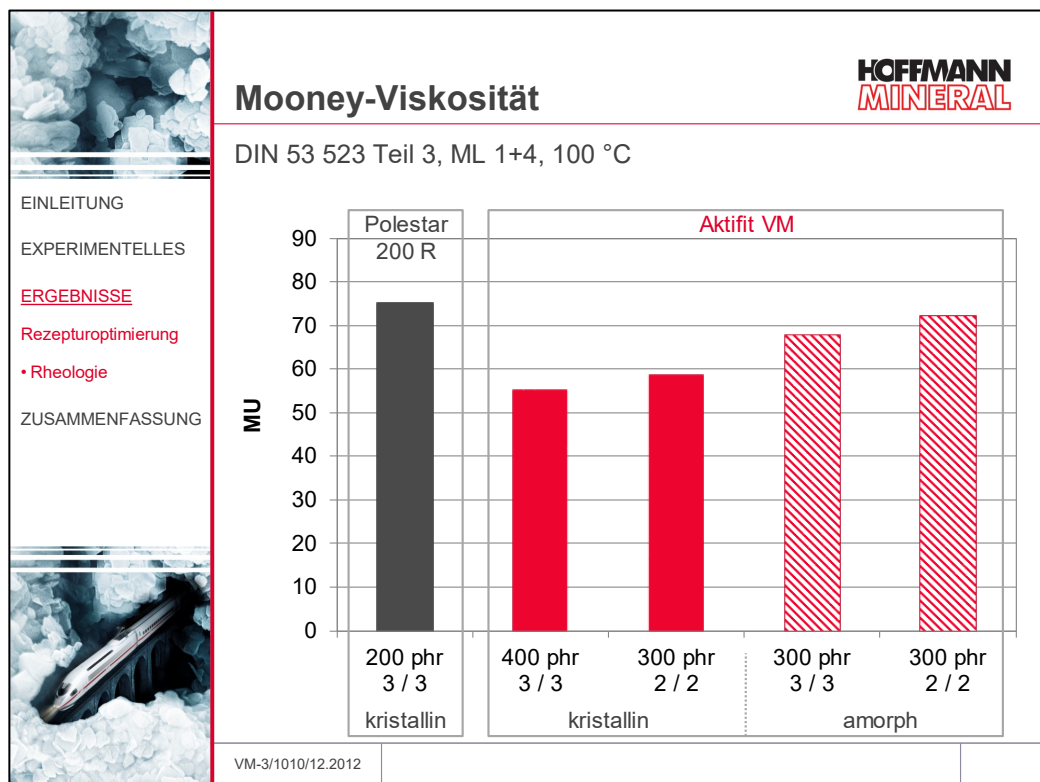
		HOFFMANN MINERAL				
		Mischungsvarianten				
<div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div>	EINLEITUNG	Dosierungen in phr				
	EXPERIMENTELLES					
	Rezepturoptimierung					
	ERGEBNISSE					
	ZUSAMMENFASSUNG					
		Polestar 200 R (Referenzmischung)	200			
		Aktifit VM		400	300	300
	Primol 352	45	95	70	70	
	Trigonox 29/40 B pd	3	3	2	3	
	Perkadox 14/40 B pd	3	3	2	3	
	VM-3/1010/12.2012					

Als Referenzmischung wird die Mischung mit 200 phr Polestar 200 R, 45 phr Weichmacher und der Trigonox 29/40 / Perkadox 14/40-Kombination (im Folgenden als Peroxidkombination bezeichnet) 3 / 3 in Verbindung mit dem kristallinen EPDM zugrunde gelegt. Dies ist die einzige Mischungsvariante mit Polestar 200 R, die die mechanischen Anforderungen der RAL GZ 716/1, B II erfüllen kann.

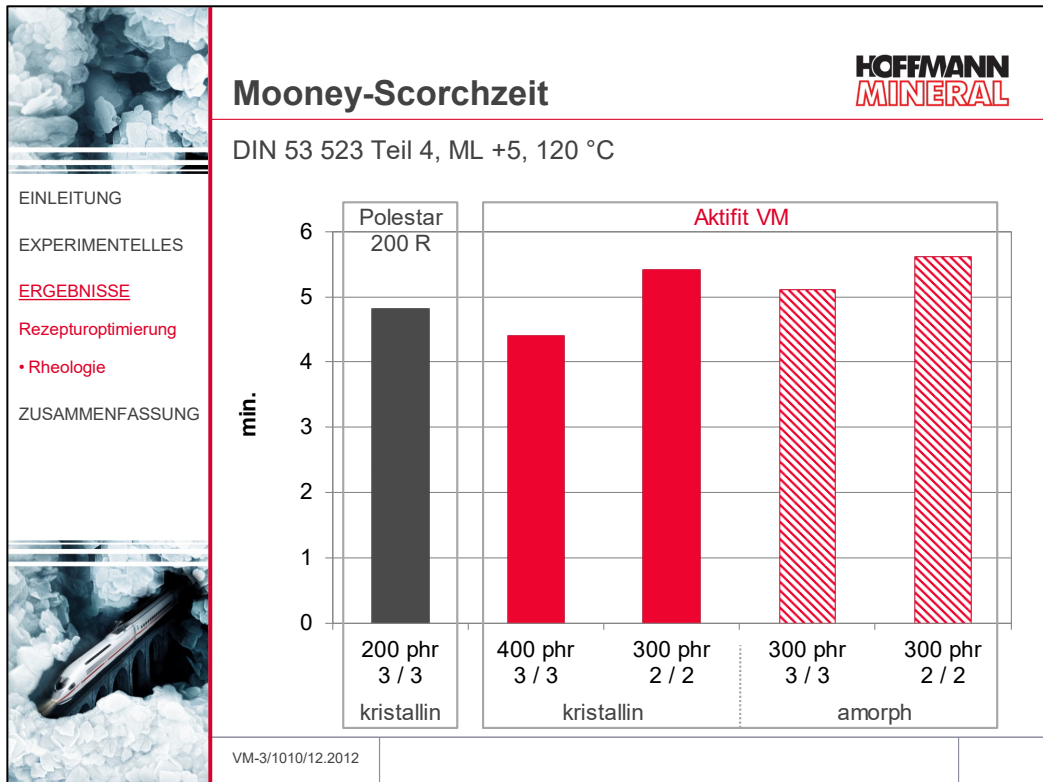
Aktifit VM wird in Verbindung mit dem kristallinen Polymer in zwei Füllgraden zur Referenzmischung verglichen. Zum einen mit 400 phr zusammen mit 95 phr Weichmacher und der Peroxidkombination 3 / 3, zum anderen mit 300 phr mit 70 phr Weichmacher und der Peroxidkombination 2 / 2.

Der 300 phr Füllgrad von Aktifit VM - zusammen mit 70 phr Weichmacher - wird hier in Verbindung mit dem amorphen Polymer mit den Peroxidkombinationen 3 / 3, sowie 2 / 2 dargestellt.

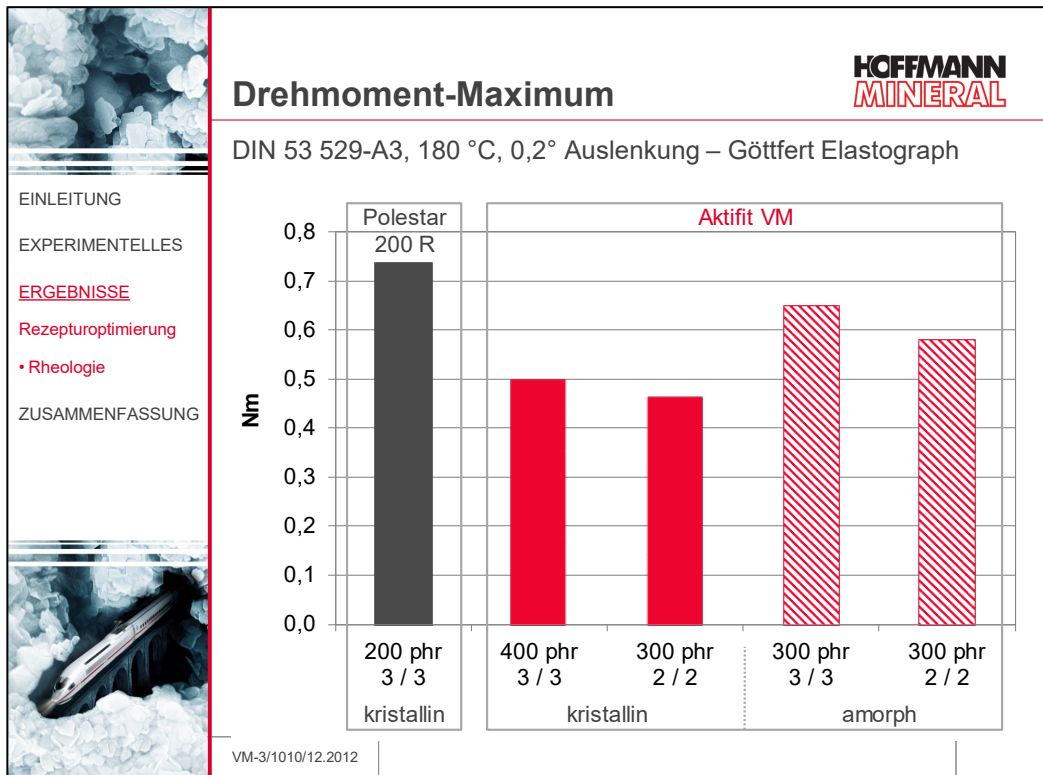
4.2 Viskosität, Anvulkanisation und Vulkanisationsverhalten



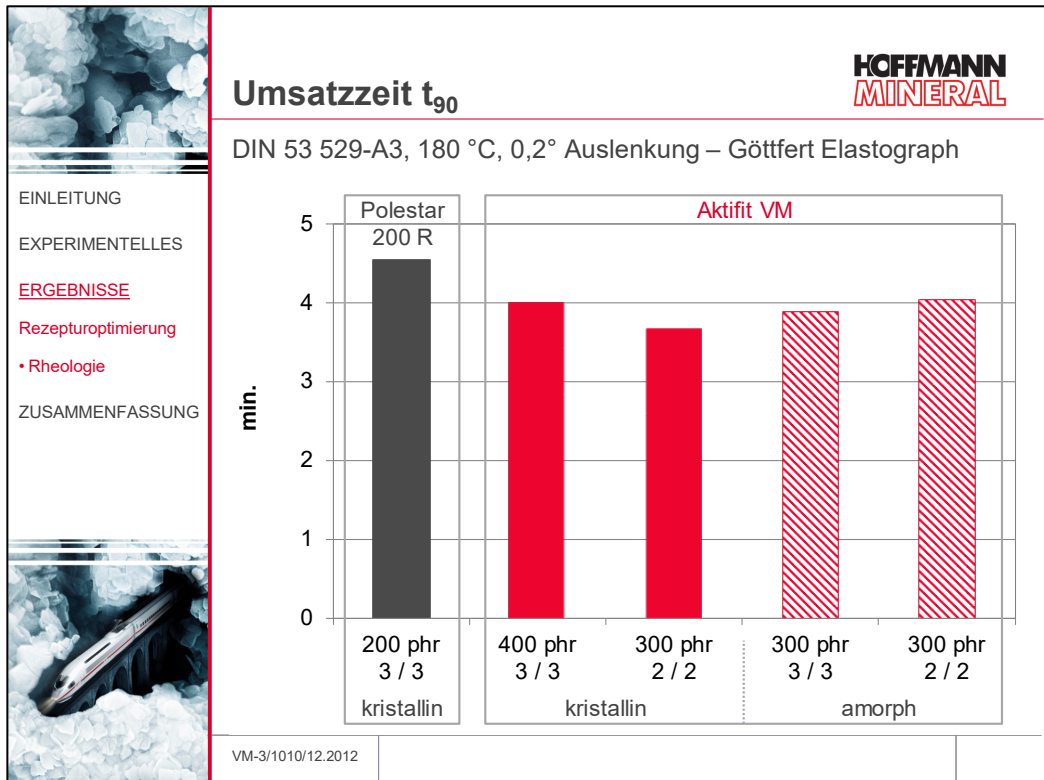
Die Mooney-Viskositäten der beiden Aktifit VM-Mischungen mit dem amorphen EPDM liegen auf einem vergleichbaren Niveau etwas unter dem der Referenzmischung. Mit dem kristallinen Polymer reduzieren sich die Viskositätswerte mit Aktifit VM noch etwas mehr. Zwischen den beiden Füllgraden von 300 und 400 phr zeichnet sich kein signifikanter Unterschied ab.



Wie der Grafik zu entnehmen ist, ergeben sich bezüglich der Anvulkanisationszeit nur minimale Unterschiede. Auch die Peroxidreduzierung zeigt kaum Auswirkung auf die Scorchzeit.



Allgemein sinkt das Drehmomentmaximum mit zunehmenden Füllgrad, was durch den geringeren Polymergehalt auch zu erwarten ist. Der gleiche Trend zeigt sich bei Reduzierung der Peroxidmenge. Letzteres wirkt sich stärker als die Füllgradanhebung aus, wie der Vergleich von 300 phr Aktifit VM mit je 2 phr der Peroxide gegenüber 400 phr Aktifit VM mit je 3 phr der Peroxide unter Verwendung des kristallinen EPDM-Typs aussagt.

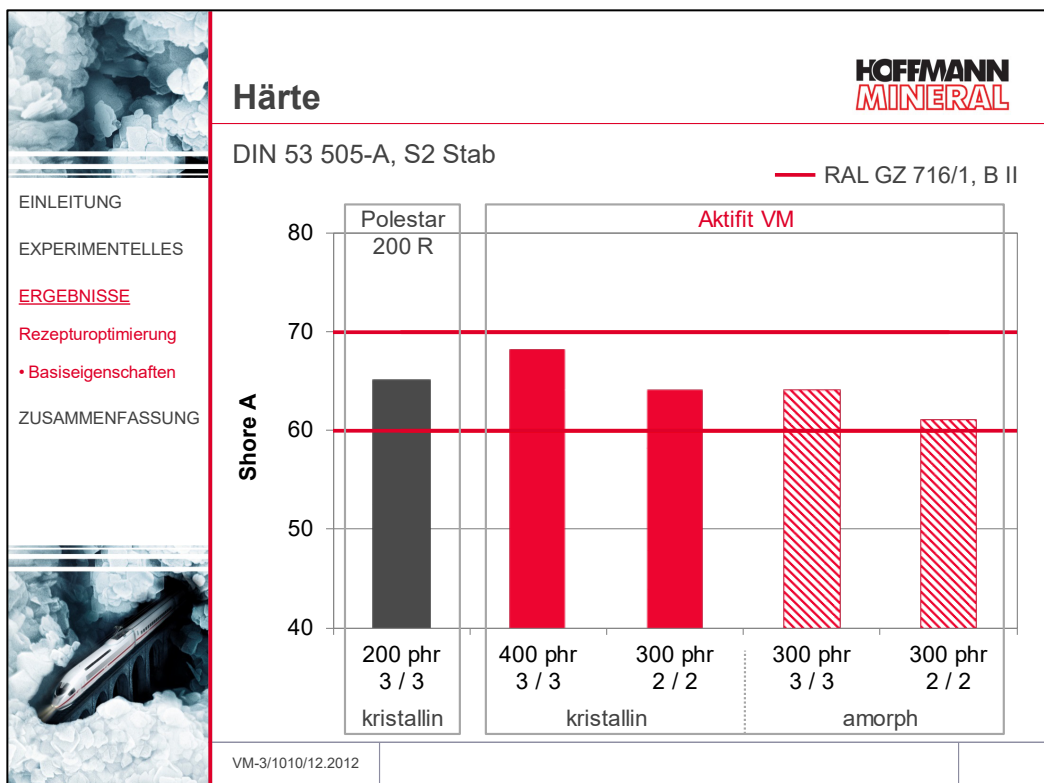


Die Umsatzzeiten t_{90} mit den verschiedenen Aktifit VM-Mischungsvarianten sind etwas kürzer als mit der Referenzmischung, was gerne positiv zur Kenntnis genommen wird.

4.3 Mechanische Eigenschaften

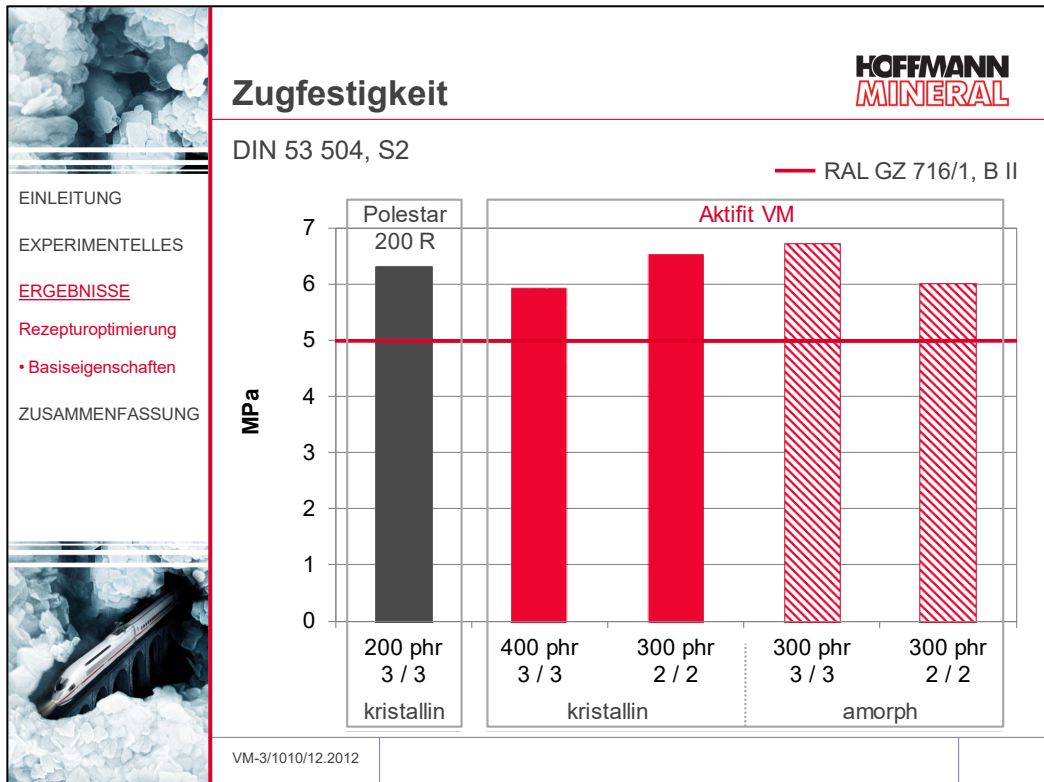
Die Mischungen wurden bei 180 °C in der Presse vulkanisiert.

Da die Umsatzzeit t_{90} unter 5 Minuten lag, wurde für alle Mischungen und deren verschiedenen Probekörperdimensionen eine fixe Vulkanisationsdauer von 5 Minuten festgelegt.

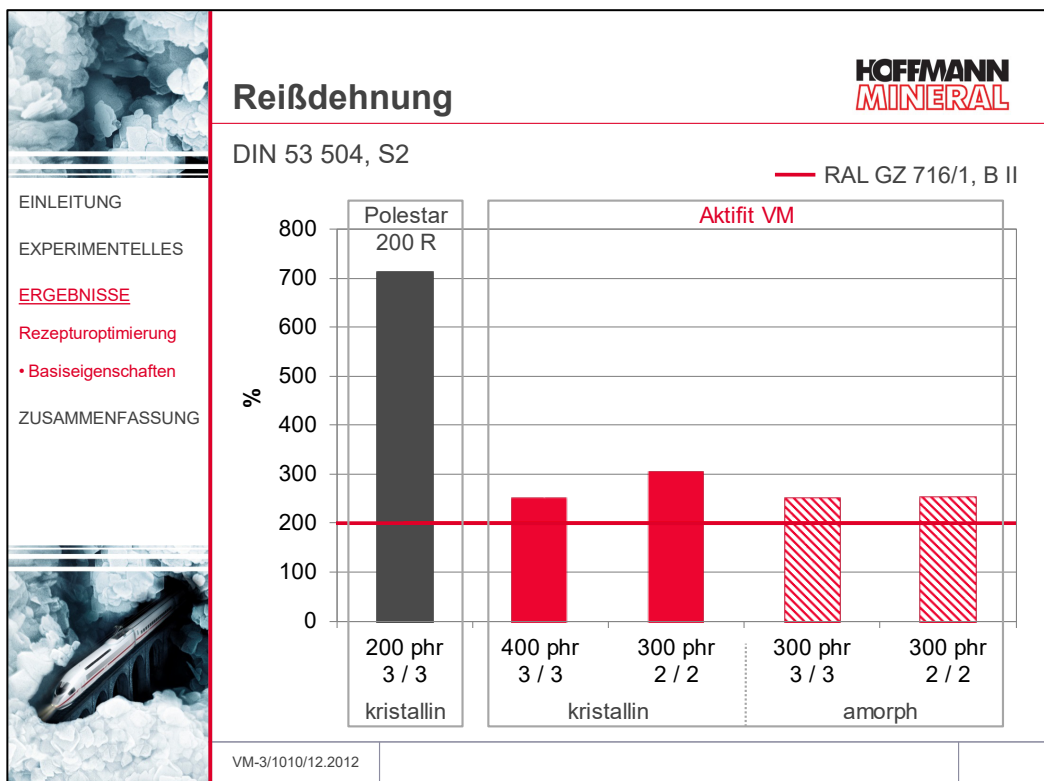


Die Härte wurde an je drei aufeinander gestapelten S2-Stäben ermittelt.

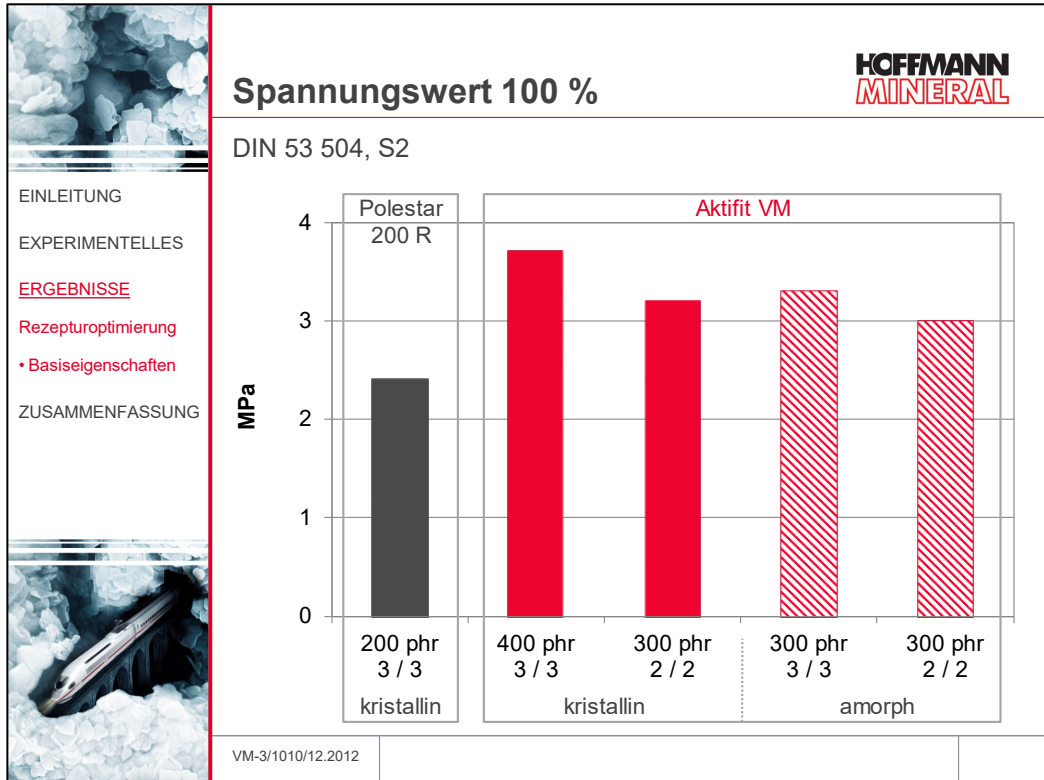
Alle Mischungsvarianten ergeben Härten im geforderten Bereich. Der höchste Wert wird mit 400 phr Aktifit VM in Verbindung mit der Peroxidkombination 3 / 3 und dem kristallinen EPDM erreicht. Den niedrigsten Wert markieren 300 phr Aktifit VM, 2 / 2 mit der amorphen Type.



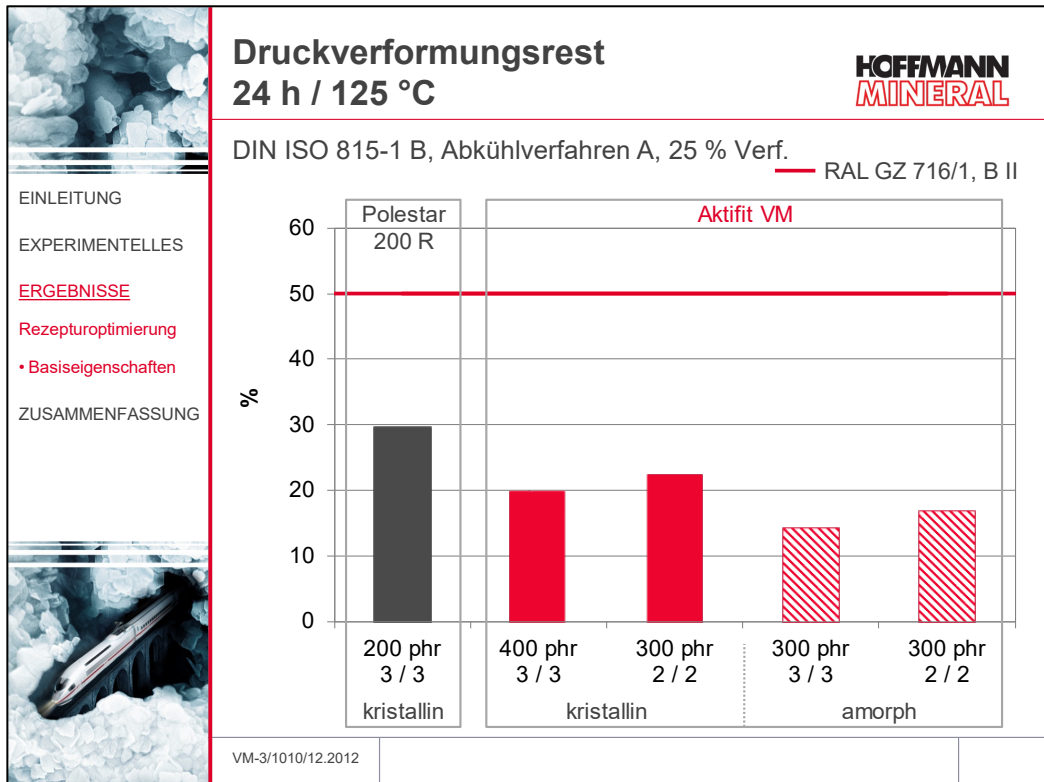
Alle Mischungsvarianten liegen auf vergleichbarem Niveau mit der nur niedrig gefüllten Referenz mit Polestar 200 R und erfüllen somit die geforderte Zugfestigkeit der RAL GZ 716/1, B II.



Die Reißdehnungswerte der Mischungen, die Aktifit VM enthalten, sind - bedingt durch die Oberflächenbehandlung des Füllstoffs - niedriger als bei der Referenzmischung, die den nicht oberflächenbehandelten Polestar 200 R beinhaltet. Alle Mischungsvarianten mit Aktifit VM überschreiten den Mindestwert der Norm von 200 %.

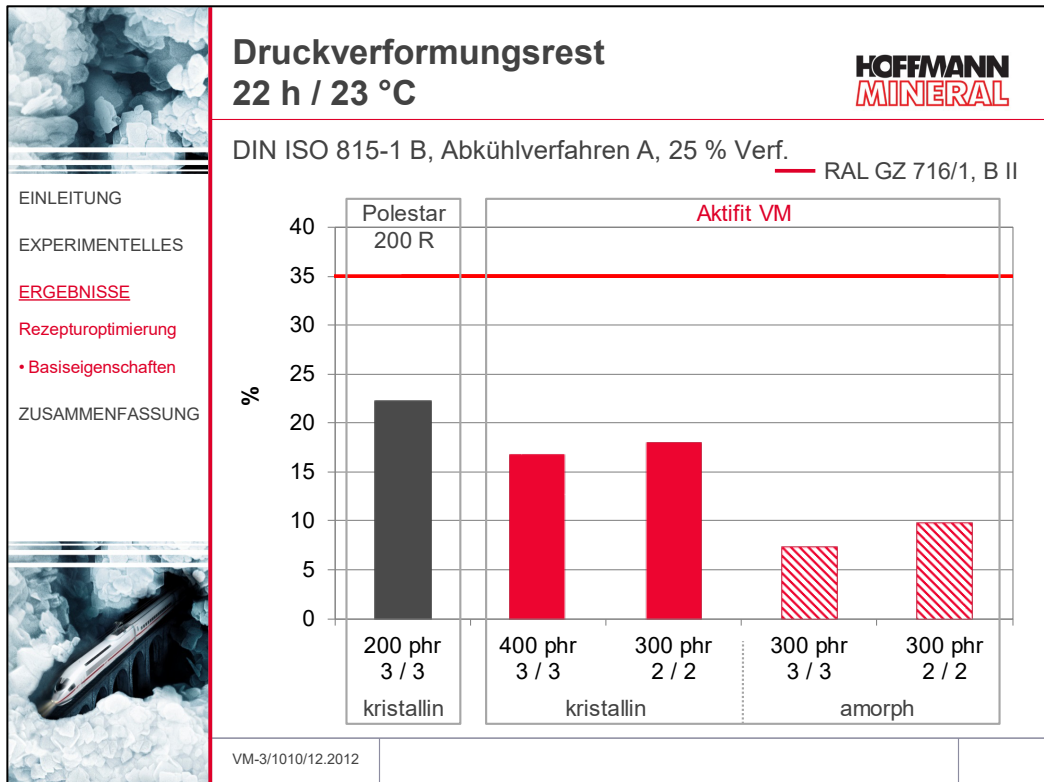


Alle Mischungsvarianten mit Aktifit VM übertreffen den Spannungswert bei 100 % Dehnung der Referenzmischung, obwohl der Füllgrad deutlich erhöht bzw. die Peroxidkonzentration gesenkt wurde. Den höchsten Spannungswert erzielt die Mischung mit 400 phr Aktifit VM zusammen mit der Peroxidkombination 3 / 3 und dem kristallinen Polymer.

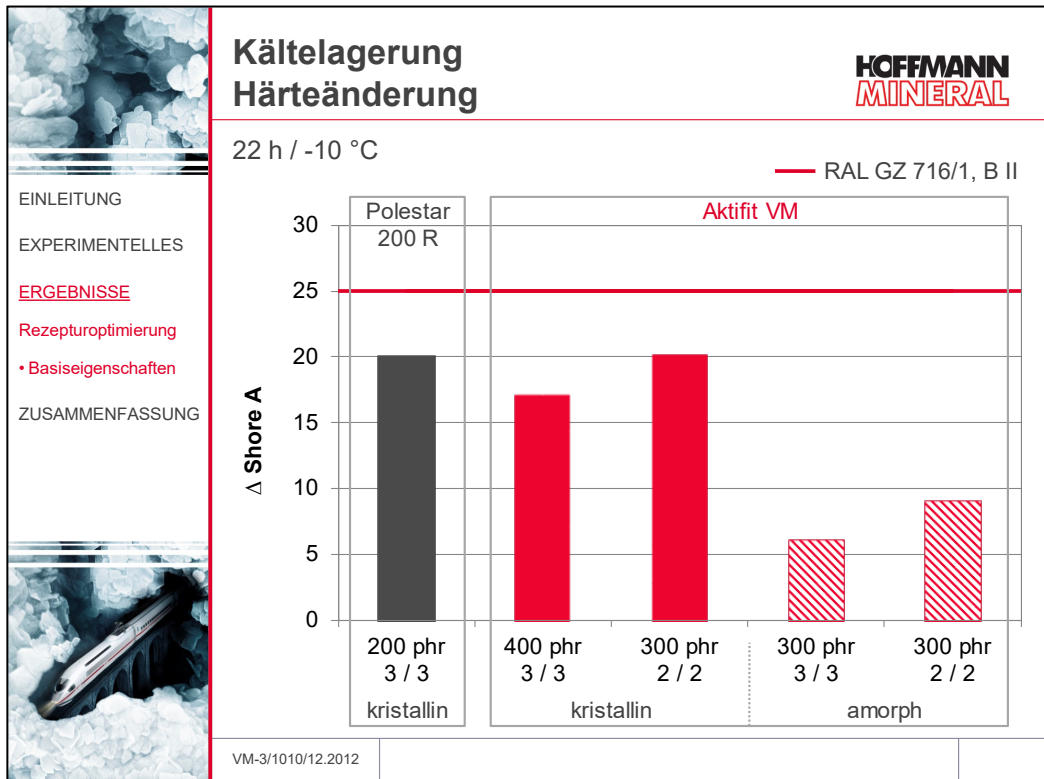


Die Prüfung des Druckverformungsrestes wurde unter der kritischeren Bedingung bei 125 °C durchgeführt und ist hier der Anforderung aus der RAL 716/1, B II von 22 h bei 70 °C gegenübergestellt. Es ist leicht zu erkennen, dass trotz der deutlich höheren Prüftemperatur Werte von weit unter 50 % erreicht werden. Somit wird die Hauptfunktion „Dichtung über lange Zeit“ weiter verbessert.

Beim kristallinen Polymer resultiert die Erhöhung des Füllgrades mit Aktifit VM in einer klaren Verbesserung des Druckverformungsrestes gegenüber der Referenzmischung. Hier ist das Ergebnis der 400 phr + 3 / 3-Variante vergleichbar mit dem der 300 phr + 2 / 2-Variante. Durch Verwendung des amorphen EPDM kann der Druckverformungsrest noch weiter gesenkt werden. Das niedrigste Resultat markiert hier die Mischung mit 300 phr Aktifit VM und der Peroxidkombination 3 / 3, welches nur die Hälfte des Wertes der Referenzmischung beträgt.

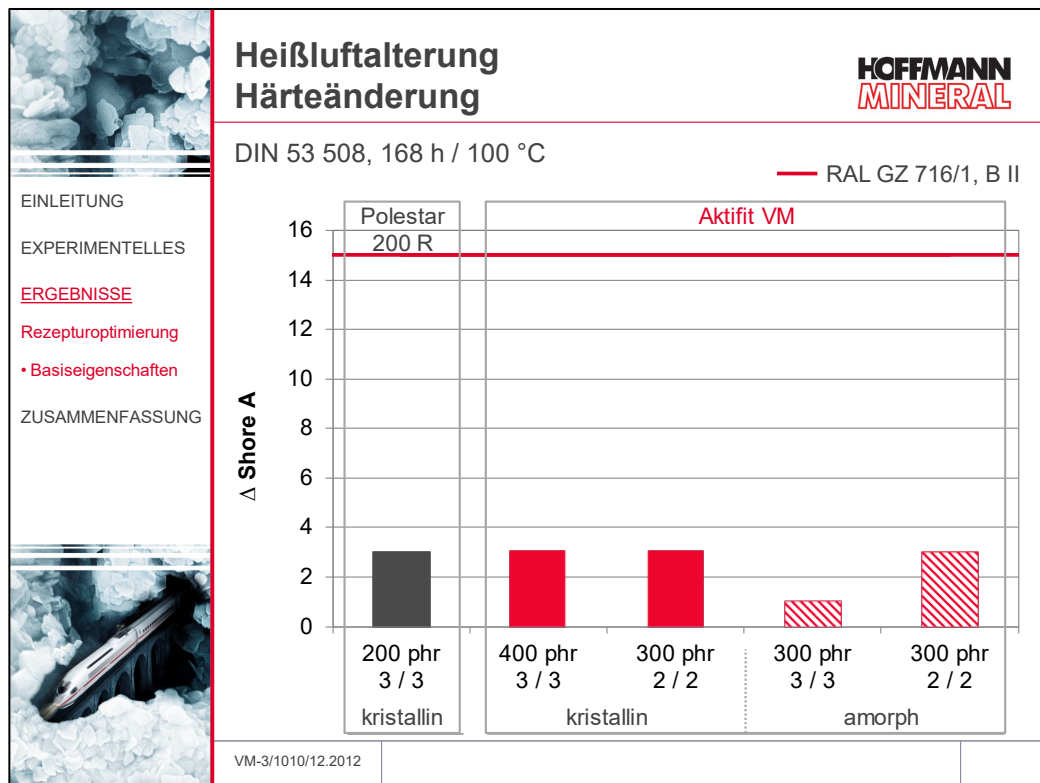


Auch bei einer Prüftemperatur von 23 °C können alle Mischungsvarianten die Norm erfüllen. Die Ergebnisse auf niedrigerem Niveau gleichen weitgehend denen bei 125 °C. Jedoch deutet sich hier bereits ein ausgeprägter Unterschied zwischen kristallinen und dem amorphen EPDM an. Wird in Verbindung mit der amorphen Type die Peroxidkonzentration 3 / 3 verwendet, so lässt sich mit 300 phr Aktifit VM ein Druckverformungsrest deutlich unter 10 % erreichen.

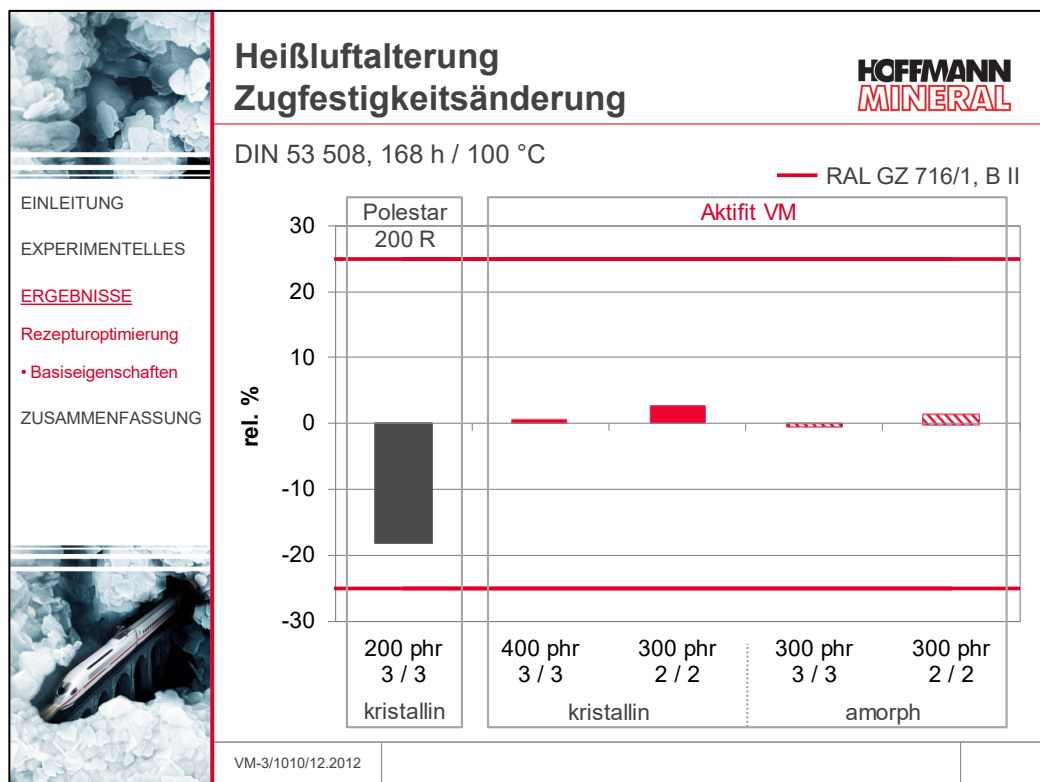


Noch deutlicher wird der Polymereinfluss bei der Kältelagerung. 300 phr Aktifit VM zusammen mit der Peroxidkombination 2 / 2 und dem kristallinen EPDM liegen bezüglich der Härteänderung nach Kältelagerung gleichauf mit der Referenzmischung, die die Anforderung der RAL GZ 716/1, B II noch erfüllt. Durch Erhöhung des Füllgrades auf 400 phr und Erhöhung der Peroxidkonzentration auf 3 / 3 kann die Härteänderung etwas reduziert werden. Ein weitaus besseres Ergebnis erzielt jedoch der Austausch des kristallinen durch einen amorphen EPDM.

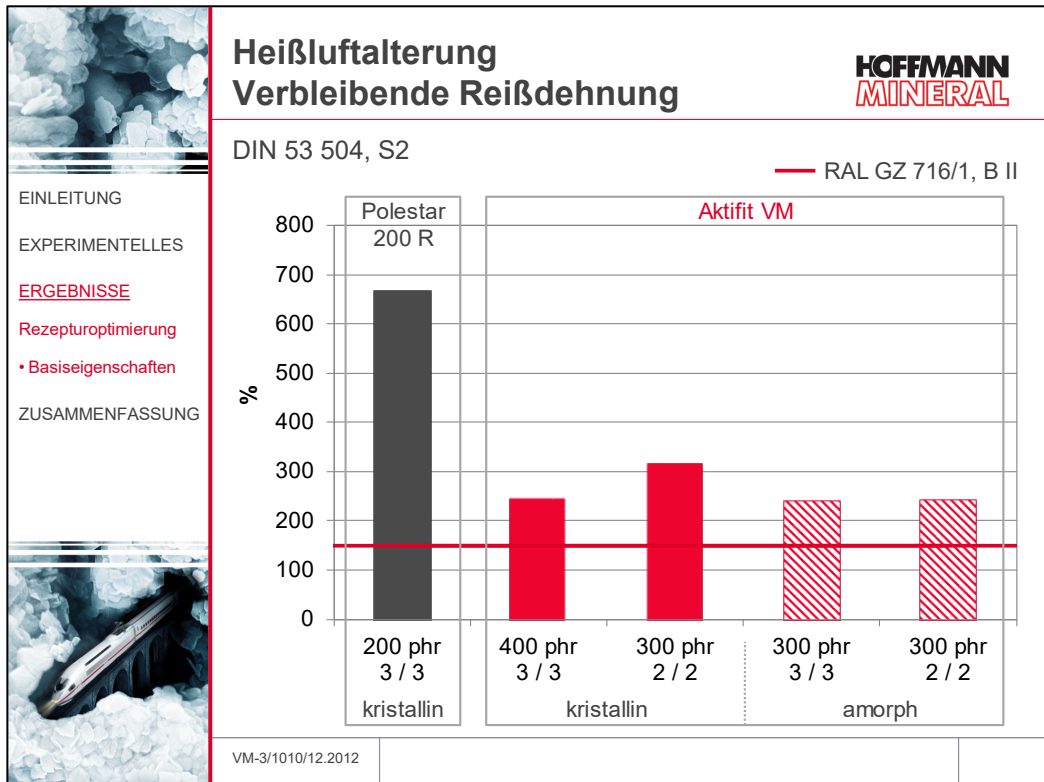
Auch hier markiert die Rezeptur mit 300 phr Aktifit VM mit dem höheren Peroxidgehalt die Bestmarke von 6 Shore A Zunahme. Grundsätzlich scheint der höhere Peroxidgehalt niedrige Härteänderungen zu bedingen.



Bezüglich Härteänderung nach Heißluftalterung kann kein signifikanter Unterschied zwischen den Mischungsvarianten festgestellt werden. Alle können die Norm problemlos erfüllen.



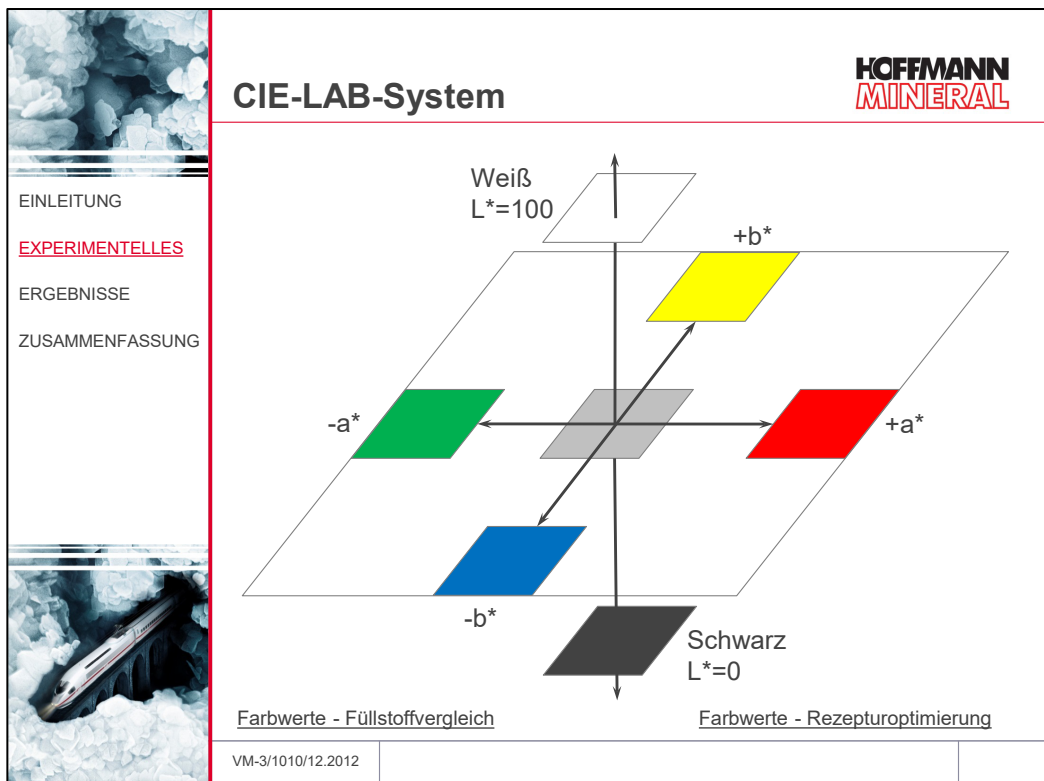
Alle Mischungsvarianten mit Aktifit VM erzielen Zugfestigkeitsänderungen $\pm 0\%$, während die Referenzmischung eine Änderung im zweistelligen negativen Bereich bedingt. Die RAL GZ 716/1, B II kann also mit allen Aktifit VM enthaltenden Mischungen leicht realisiert werden.

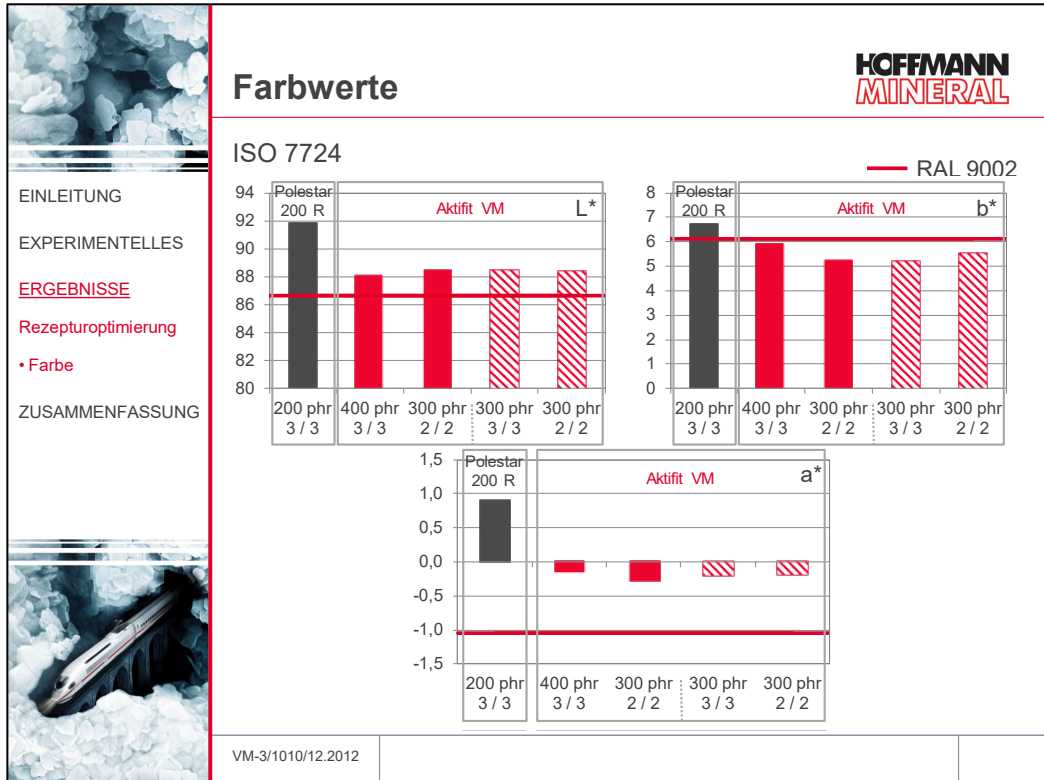


Auch nach der Heißluftalterung können alle Mischungsvarianten mit Aktifit VM die in der Norm geforderte Reißdehnung erreichen. Es zeigt sich ein sehr ähnliches Bild wie vor Alterung, praktisch ohne Änderung.

4.4 Farbe

Die Farbmessungen wurden mit dem Spektralphotometer Luci 100 der Firma Dr. Lange, mit der Lichtart D65, der Messgeometrie d/8° (ohne Glanzfalle) und dem Normalbeobachterwinkel 10° durchgeführt. Es wurde jeweils der L^{*}-, a^{*}- und b^{*}-Wert bestimmt.





Trotz des erhöhten Füllgrades auf 400 phr kann mit Aktifit VM der b*-Wert, der für das Grauweiß der RAL 9002 anzustreben ist, realisiert werden. Gleichzeitig ist die Helligkeit, dargestellt durch den L*-Wert, sehr nahe an der Anforderung und auch der a*-Wert ist im negativen Bereich, was ebenso eher der RAL 9002 entspricht. Die Mischungen mit 300 phr Aktifit VM weisen bezüglich Helligkeit und a*-Wert keinen signifikanten Unterschied auf, erreichen jedoch einen niedrigeren b*-Wert, der weniger Gelbstich anzeigt.

Im Gegensatz zur Referenzmischung mit Polestar 200 R besitzen die Aktifit VM enthaltenden Mischungen also einen deutlich verringerten Gelb- und keinen Rotstich, was in einer erkennbar höheren Farbneutralität resultiert.

4.5 Extrusion

Um eine qualitative Aussage bezüglich der Extrusionseigenschaften treffen zu können, wurde die Extrusion nach Garvey durchgeführt. Neben der üblichen Darstellung des Längenausstoßes können durch die spezielle Geometrie der Düsenöffnung gleichzeitig Kantenausformung, Oberflächengüte und Spritzquellung der Extrudate bewertet werden.

EINLEITUNG

EXPERIMENTELLES

ERGEBNISSE

ZUSAMMENFASSUNG

Garvey-Extrusion

VM-3/1010/12.2012

In der folgenden Tabelle werden die Extrusionsparameter beschrieben:

EINLEITUNG

EXPERIMENTELLES

ERGEBNISSE

ZUSAMMENFASSUNG

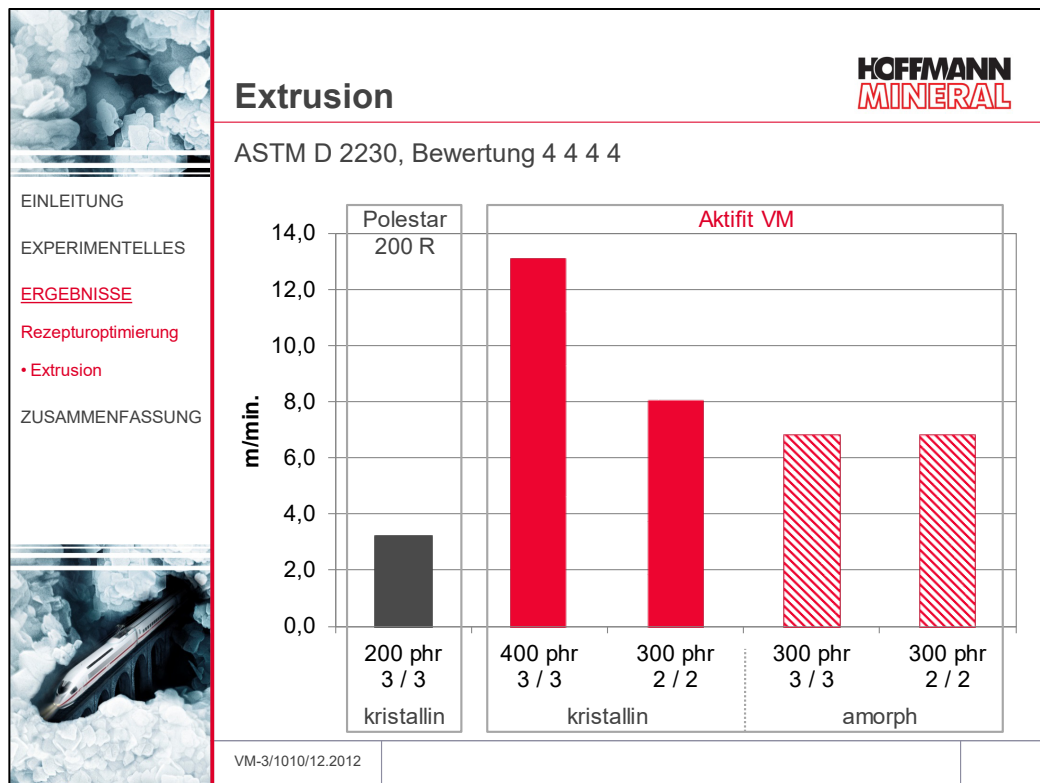
Garvey-Extrusion

Extruder		Schwabenthan Polytest 30 R
Schneckendurchmesser	[mm]	30
Prozesslänge	[mm]	450
Temperatursollwert Kopf / Zone 1 / Zone 2	[°C]	110 / 70 / 70
Drehzahl	[U/min]	variabel
Garvey-Profil		siehe Zeichnung
Bewertung Ziffer 1		Spritzquellung
Bewertung Ziffer 2		30° Kante
Bewertung Ziffer 3		Oberflächengüte
Bewertung Ziffer 4		Ecken
Extrusionsziel		max. Längenausstoß für eine 4444-Bewertung

VM-3/1010/12.2012

Für jede Mischung wurde der maximal mögliche Längenausstoß für eine "4444"-Bewertung bestimmt (4 ist die Bestnote in der Beurteilung nach Garvey, "4444" bedeutet somit sehr gute Spritzquellung, 30°-Kante, Oberflächengüte und Ecken).

Die qualitative Beurteilung wurde nach ASTM D 2230 an nicht vulkanisierten Profilen durchgeführt.



Aus der Gegenüberstellung geht deutlich hervor, dass mit den Mischungsvarianten, die Aktifit VM enthalten, deutlich höhere Abzugsgeschwindigkeiten möglich sind, als mit der Referenzmischung, welche mit Polestar 200 R gefüllt ist. So verdoppelt sich die Abzugsgeschwindigkeit bei einem Füllgrad von 300 phr Aktifit VM im Gegensatz zur Referenzmischung. In Verbindung mit dem kristallinen Polymer kann diese Geschwindigkeitserhöhung gegenüber der amorphen EPDM-Type noch etwas gesteigert werden.

Mit 400 phr Aktifit VM wird die Abzugsgeschwindigkeit um ein Vierfaches erhöht, während ein vollständig ausgeformtes Profil mit einer hervorragenden Oberflächengüte zu erhalten ist.

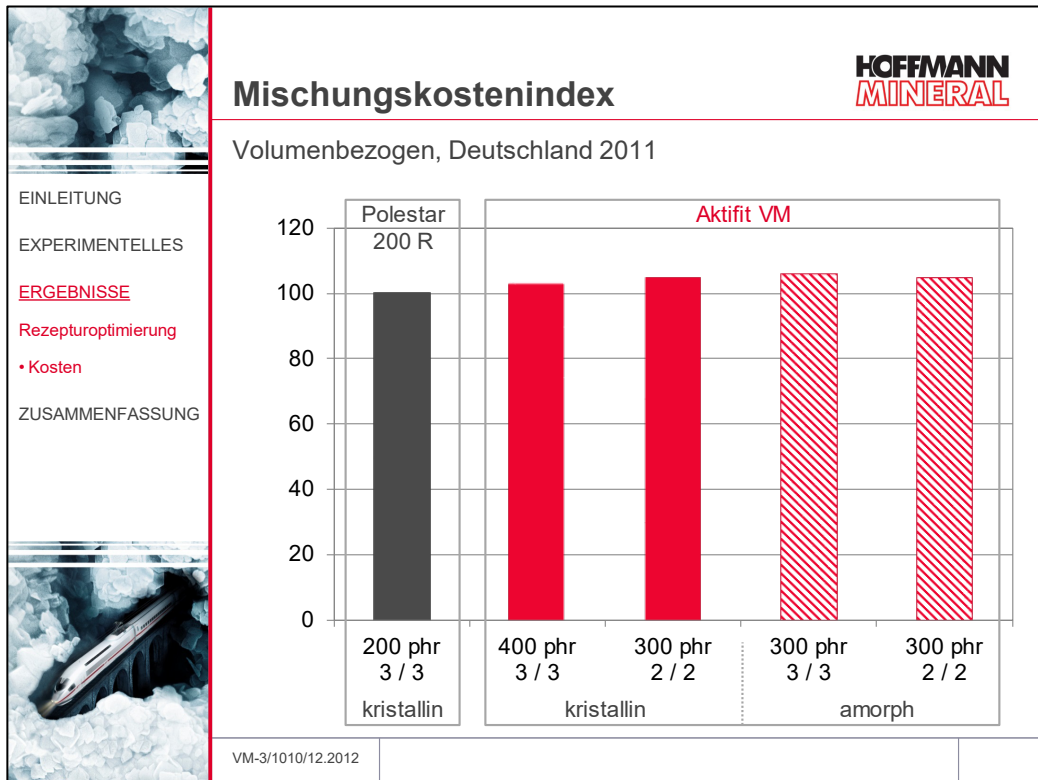
In Kombination mit der schnellen Ausvulkanisation - kurze Umsatzzeit t_{90} - könnte damit in einem gegebenen Zeitintervall die Produktionsmenge gesteigert werden, ohne Einbußen bezüglich der Profilqualität befürchten zu müssen.

4.6 Mischungsrohstoffkosten

Ein weiterer wichtiger Aspekt neben den Verarbeitungs- und Vulkanisateigenschaften sind ohne Zweifel auch die Kosten, die für die Erstellung einer Mischung aufzubringen sind.

Aus diesem Grund wurde eine volumenbezogene Mischungskostenberechnung für die in diesem Teil beschriebenen Formulierungen durchgeführt. Die verwendeten Preise gelten für Deutschland, erstes Halbjahr 2011. Zu diesem Zeitpunkt zeigte der Trend wichtiger Hauptbestandteile, wie EPDM und Weichmacheröl, deutlich nach oben.

Vereinfachungshalber wurden Kostenindices gebildet, für welche die Referenzmischung mit Polestar 200 R die Ausgangsbasis darstellte.



In der Grafik ist deutlich zu erkennen, dass sich trotz eines höheren Preises von Aktifit VM gegenüber Polestar 200 R die Kosten für die jeweiligen Mischungsvarianten nur geringfügig ändern. Die 300 phr-Mischungen bewegen sich bei maximal +5 %, eine Erhöhung des Füllgrades auf 400 phr halbiert diese auf ca. +2,5 %.

Dem stehen Kostensenkungspotentiale im Herstellungsprozess, insbesondere der Erhöhung der Extrusionsgeschwindigkeiten gegenüber, die die Rohstoffkosten mehr als kompensieren sollten.

4.7 Teilzusammenfassung

Bei einem Füllgrad von 300 phr resultiert Aktifit VM zusammen mit beiden Polymeren und mit der Peroxidkombination 2 / 2 gegenüber der Referenzmischung mit Polestar 200 R in einer verbesserten Mechanik, insbesondere in einem niedrigeren Druckverformungsrest. Hinzu kommt die erhöhte Farbneutralität durch Verminderung des Rot- und Gelbstichs bei Einsatz von Aktifit VM, wodurch eine stärkere Annäherung an die RAL 9002 möglich ist.

Der beste Druckverformungsrest und die niedrigste Härteänderung nach Kältelagerung lassen sich mit 300 phr Aktifit VM, der Peroxidkombination 3 / 3 und dem amorphen Polymer realisieren. Der Rot- und Gelbstich sind im Gegensatz zur Referenzmischung mit Polestar 200 R deutlich zurückgenommen; die Annäherung an die RAL 9002 ist also stärker mit Aktifit VM.

Die leichte volumenbezogene Mischungskostenerhöhung gegenüber der Referenzmischung mit Polestar 200 R sollte durch eine gesteigerte Produktivität aufgrund verdoppelter Abzugsgeschwindigkeit mit 300 phr Aktifit VM ausgeglichen werden.

Eine geringere Mischungskostenerhöhung gegenüber der Referenzmischung mit Polestar 200 R bei einer gleichzeitigen Vervierfachung der Extrusionsgeschwindigkeit ist mit der Mischungsvariante 400 phr Aktifit VM, Peroxidkombination 3 / 3 und dem kristallinen Polymer zu ermöglichen. Des Weiteren können hier trotz Verdoppelung des Füllgrades im Vergleich zur Referenzmischung Rot- und Gelbstich minimiert werden, was zu einer deutlicheren Annäherung an die RAL 9002 führt. Weitere Aspekte, die für diese Mischungsvariante sprechen, wären zum einen die leicht verbesserte Härteänderung nach Kältelagerung und zum anderen der niedrigere Druckverformungsrest als mit der Referenzmischung, die mit Polestar 200 R gefüllt ist.

Insgesamt eröffnet Aktifit VM eine bisher nicht realisierbare Eigenschaftskombination von hervorragenden Extrusionseigenschaften, ausreichender Zugfestigkeit - auch mit einer amorphen EPDM-Type - und einem ausgezeichnet niedrigen Druckverformungsrest, der durch die Anwendbarkeit von amorphem EPDM auch bei niedrigen Temperaturen einhergehend mit geringer Härteänderung erreicht werden kann. Trotz höherem Füllgrad bleibt die Farbneutralität gegenüber kalziniertem Kaolin erhalten, so dass die Farbe dem Grauweiß der RAL 9002 sehr nahe kommt.

5 Gesamtzusammenfassung

Aus der Untersuchung geht hervor, dass Aktifit VM in hellen bzw. grauweißen Bauprofilen verwendet werden kann, ohne eine signifikante Erhöhung der Mischungskosten zu verursachen.

Vielmehr stehen durch den Austausch von kalziniertem Kaolin durch die oberflächenbehandelte kalzinierte Neuburger Kieselerde Aktifit VM Verbesserungen der mechanischen Werte, wie z.B. Härteänderung nach Kältelagerung oder der Druckverformungsrest im Vordergrund. Selbst die gleichzeitige Reduzierung des Peroxidgehalts stellt keine Hürde in Bezug auf Realisierung hervorragender Eigenschaften dar.

Die Untersuchung zeigt auch, dass trotz der Verdoppelung des Füllgrades mit Aktifit VM gegenüber dem kalzinierten Kaolin ein geringerer Rot- und Gelbstich entsteht, was eine erhöhte Farbneutralität bedeutet.

Hinzu kommt eine mögliche Produktivitätssteigerung mit Aktifit VM im Vergleich zu kalziniertem Kaolin, da das Extrusionsverhalten verbessert wird, d.h. die Extrusionsgeschwindigkeit kann erhöht werden, ohne Einbußen in Bezug auf die Profilausformung zu erleiden.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass Aktifit VM aufgrund deutlicher Verbesserungen des Eigenschaftsprofils eine hervorragende Alternative zu kalziniertem Kaolin für grauweiße Bauprofile nach z.B. RAL GZ 716/1, Elastomerklasse BII darstellt.

Unsere anwendungstechnische Beratung und die Informationen in diesem Bericht beruhen auf Erfahrung und erfolgen nach bestem Wissen und Gewissen, gelten jedoch nur als unverbindlicher Hinweis ohne jede Garantie. Außerhalb unseres Einflusses liegende Arbeits- und Einsatzbedingungen schließen einen Anspruch aus der Anwendung unserer Daten und Empfehlungen aus. Außerdem können wir keinerlei Verantwortung für Patentverletzungen übernehmen, die möglicherweise aus der Anwendung unserer Angaben resultieren.