

# Trinkwasserdichtung EPDM E-DIN EN 681-1 (07/16) Teilersatz von Ruß durch Neuburger Kieselerde



**Autor: Karin Müller** 



## **Inhalt**



- Einleitung
- Experimentelles
- Ergebnisse
  - Rheologische Eigenschaften
  - Mechanische Eigenschaften
  - Wasserlagerung
  - Heißluftalterung
  - Kostenaspekte
- Zusammenfassung
- Anhang



### **Status Quo**



### **EINLEITUNG**

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

- Verwendungsbereich: Elastomere im Kontakt mit Trinkwasser Härtebereich 70 IRHD (Rezepturempfehlung von Arlanxeo).
- Strenge Vorgaben der Positivliste Teil 1 (ab 01/22), Teil 2 (bis 12/21) und Teil 3 des Umwelt Bundesamts Trinkwasser (UBA) an die Rohstoffe müssen eingehalten werden.
- PAK¹-Anteil in der Mischung nur 10 % des geforderten Grenzwertes der Trinkwasserverordnung (Stand 2011).
- Purex HS 45: reduzierter PAK-Anteil, hohe Preisschwankungen mit langfristig ansteigendem Kostenniveau, temporäre Lieferengpässe.
- Neuburger Kieselerde: Preis steigt langfristig nur geringfügig an, hohe Kalkulierbarkeit und Verfügbarkeit, zuverlässige Lieferzeiten. Reinheitsanforderungen BfR<sup>2</sup> Teil 1 A LII erfüllt, erniedrigt PAK-Anteil im Compound.

<sup>1</sup>Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe

<sup>2</sup>Bundesinstitut für Risikobewertung



# Zielsetzung



### **EINLEITUNG**

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

Teilersatz des Ruß Purex HS 45 durch

Neuburger Kieselerde

unter Einhaltung der Norm E-DIN EN 681-1 (07/16)

und zusätzlich positivem Effekt auf Kosten.



# Anforderungsprofil



### **EINLEITUNG**

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

E-DIN EN 681-1 (Entwurf Juli 2016)

Elastomer-Dichtungen – Werkstoff-Anforderungen für Rohrleitungsdichtungen für Anwendungen in der Wasserversorgung und Entwässerung Teil 1: Elastomere

- WB Kalte Trinkwasserversorgung (T ≤ 50 °C) und durchgehend warme Trinkwasserversorgung (T ≤ 110 °C)
- WD Kalte Wasserversorgung (keine Trinkwassereigenschaften)
   (T ≤50 °C) und durchgehend warme Wasserversorgung
   (keine Trinkwassereigenschaften) (T ≤110 °C)
- Härte 70 IRHD (+/-5 IRHD)



## **Basisrezeptur**



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

		phr
Keltan®2650	EPDM amorph	100,0
Zinkoxyd aktiv	Zinkoxid	3,0
Stearinsäure	Verarbeitungshilfsmittel	0,3
Purex HS 45	FEF-Ruß mit reduziertem PAK-Anteil	80,0
Caldic PIB 190	Polyisobutylen, Weichmacher	15,0
Safic Chem OMB	BPH, Alterungsschutzmittel	0,75
Luperox 101-XL 45	DHBP, Peroxid	5,33
TAC 70	Aktivator	0,7
Summe		205,08

Alle ausgewählten Rohstoffe entsprechen den Kriterien der Positivliste des UBA zur Herstellung von Elastomeren im Kontakt mit Trinkwasser Teil 1 und Teil 3 (Stand Juli 2021).



## Rezepturvarianten



Dosierungen in phr für Härtegleichheit

**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

Purex HS 45	Austausch- anteil	Sillitin Z 86	Aktisil VM 56
80			
60	25 %	40	40
50	37 %	60	60
40	50 %	80	80



### Füllstoffe und Kennwerte



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

		Purex HS 45	Sillitin Z 86	Aktisil VM 56
Dichte	[g/cm <sup>3</sup> ]	1,8	2,6	2,6
Korngröße d <sub>50</sub>	[µm]		1,9	2,2
Korngröße d <sub>97</sub>	[µm]		9,0	10
Siebrückstand > 40 µm	[mg/kg]		20	20
Siebrückstand 45 µm / 325 mesh	ppm	≥ 50		
Ölzahl	[g/100g]		55	45
Jodadsorption	[mg/g]	43 +/- 5		
Spezifische Oberfläche BET	[m²/g]		12	9
STSA Oberfläche	[m²/g]	39 +/- 5		
Funktionalisierung		ohne	ohne	Vinyl



# Mischungsherstellung und Vulkanisation



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

### Mischen

Laborwalzwerk Ø 150 x 300 mm

Batchgröße: ca. 800 cm<sup>3</sup>

Walzentemperatur: 50 °C

Mischzeit: ca. 20 min.

### Vulkanisation

Presse: 180 °C

Vulkanisationszeit:  $t_{90}$  + 10 % bzw. 12 min.

### Temperung

nur wenn angegeben, 2 h / 125 °C



## Prüfnormen



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

Prüfung	Norm
Mooney Viskosität, ML 1+4	DIN ISO 289-1
Mooney Scorch, ML +5	DIN ISO 289-2
Rotorloses Vulkameter	DIN 53 529 Part 3
Härte	DIN ISO 7619-1
Zugfestigkeit	DIN 53 504, S2
Spannungswert 100 %	DIN 53 504, S2
Reißdehnung	DIN 53 504, S2
Rückprall	DIN 53 512
Weiterreißwiderstand, Streifenprobe	DIN ISO 34-1, A
Weiterreißwiderstand, Delft	DIN ISO 34-2, A
Druckverformungsrest	DIN ISO 815-1, B
Druckverformungsrest	DIN ISO 815-2, B
Heißluftalterung	DIN 53 508
Wasserlagerung	ISO 1817



# Mooney-Viskosität



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

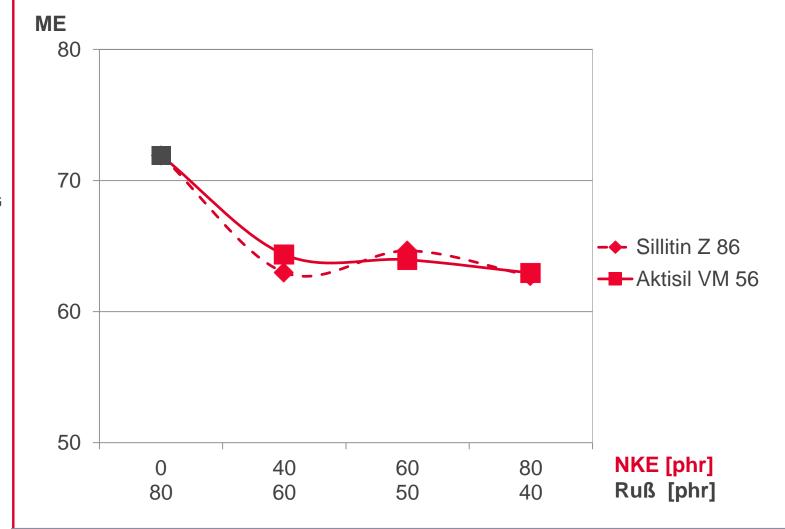
### **ERGEBNISSE**

 Rheologische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

DIN ISO 289-1, ML 1+4 100 °C



VM-1/0520/09.2021



# Umsatzzeit t<sub>90</sub>



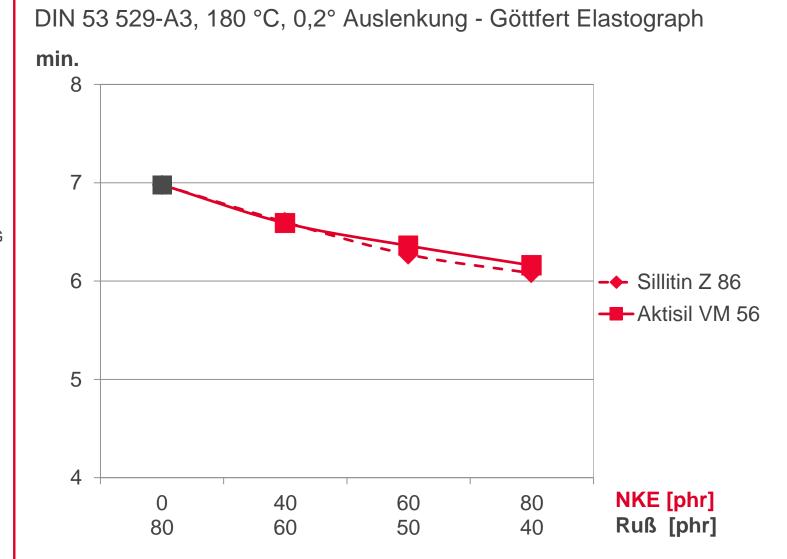
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Rheologische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





### Härte



**EINLEITUNG** 

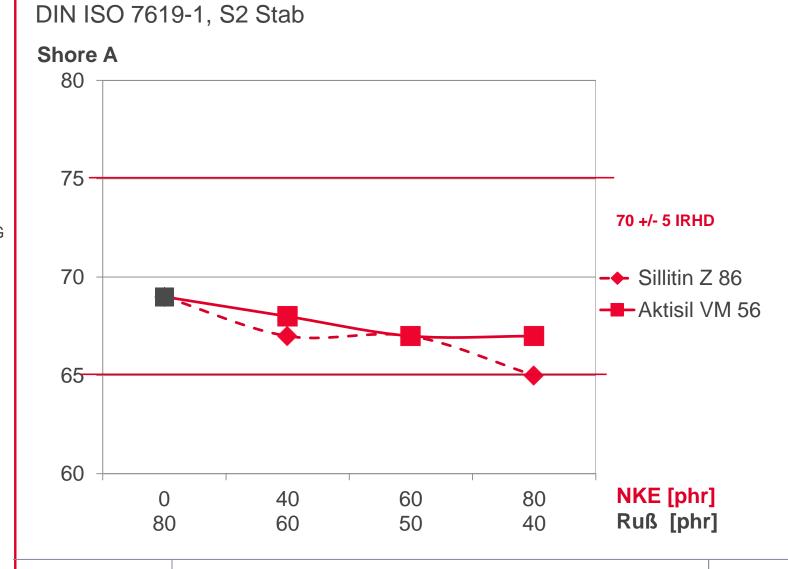
**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 



VM-1/0520/09.2021



# Zugfestigkeit



**EINLEITUNG** 

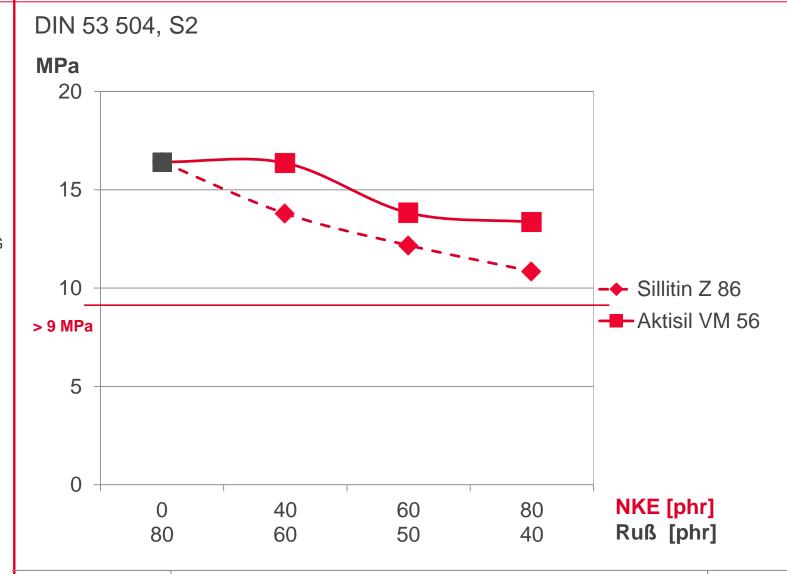
**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 



VM-1/0520/09.2021



## Reißdehnung



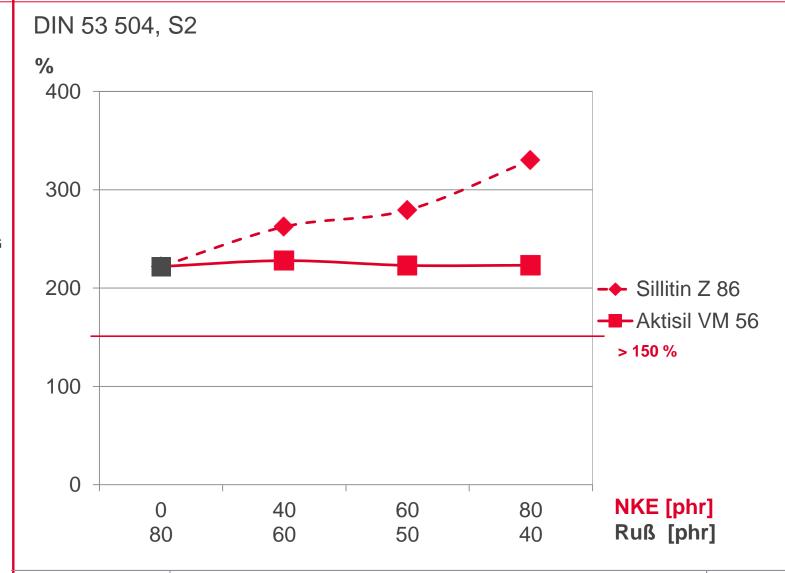
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





### Weiterreißwiderstand



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

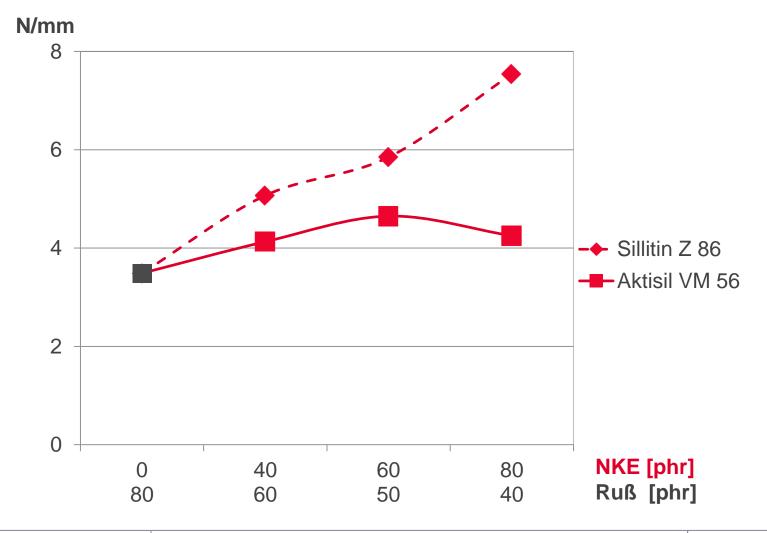
### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

DIN ISO 34-1, A (Streifenprobe)



VM-1/0520/09.2021



### Weiterreißwiderstand



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

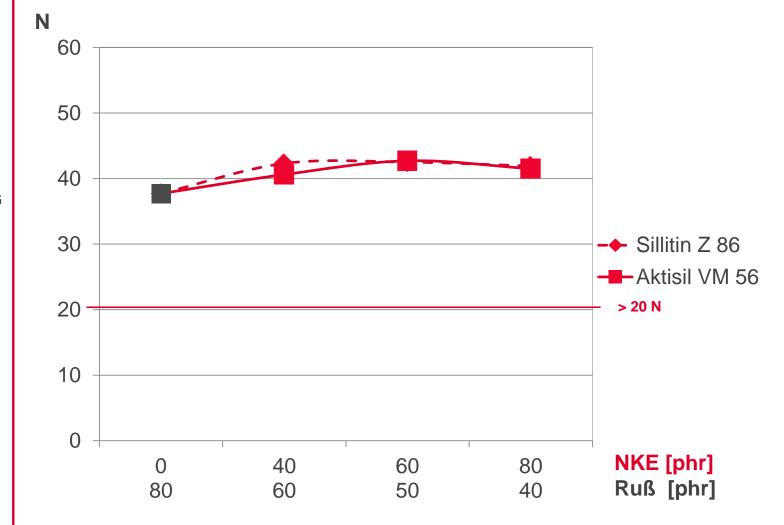
### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 





VM-1/0520/09.2021



# Druckverformungsrest 72 h / 23°C Vulkanisationszeit t<sub>90</sub> + 10 %



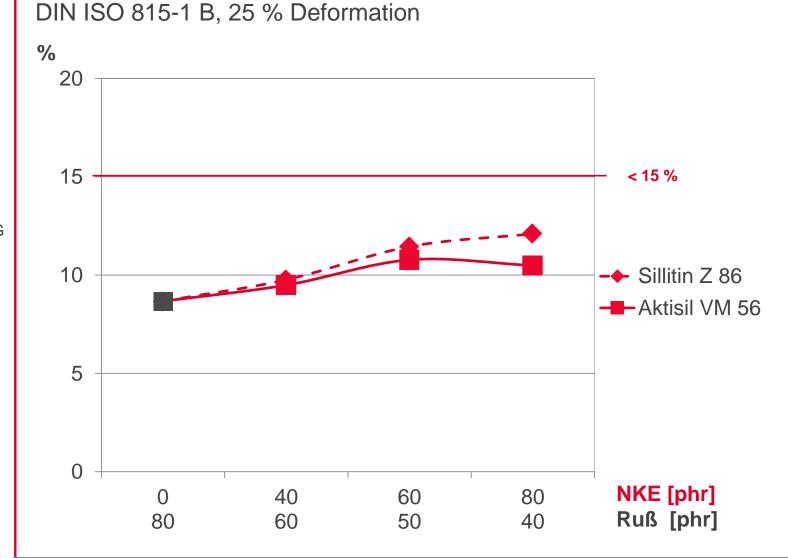
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





# Druckverformungsrest 72 h / -10 °C Vulkanisationszeit t<sub>90</sub> + 10 %



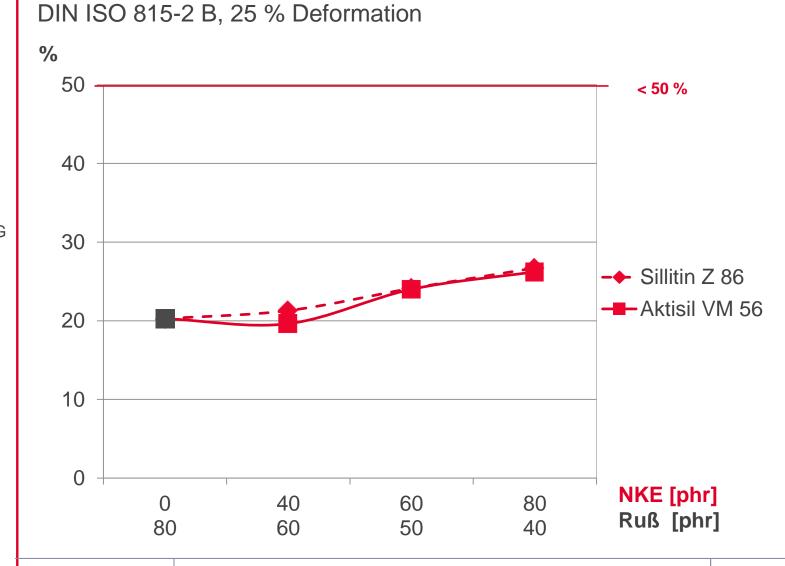
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





# Druckverformungsrest 24 h / 125 °C Vulkanisationszeit t<sub>90</sub> + 10 %



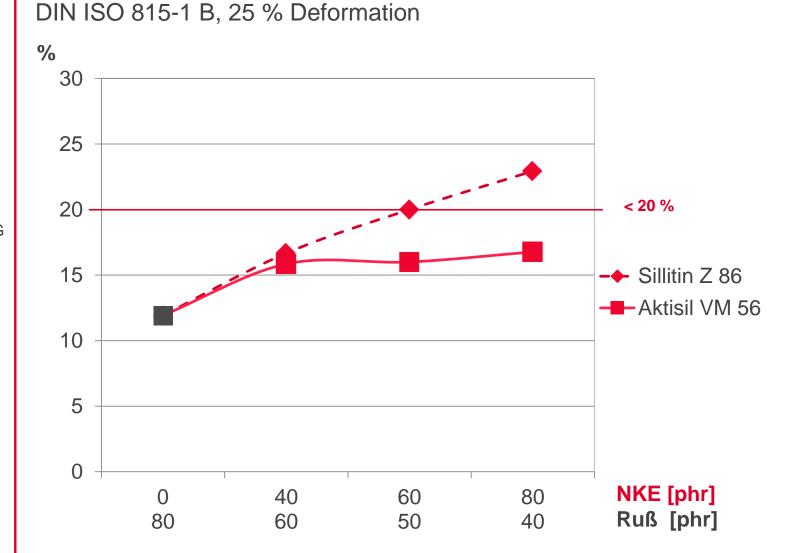
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





# Druckverformungsrest 24 h / 125 °C Vulkanisationszeit 12 min.



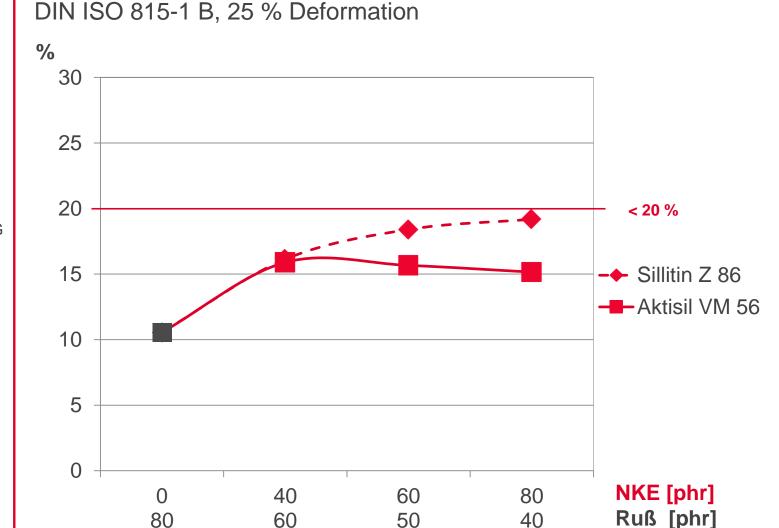
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





# Druckverformungsrest 24 h / 125 °C Temperung 2 h / 125 °C



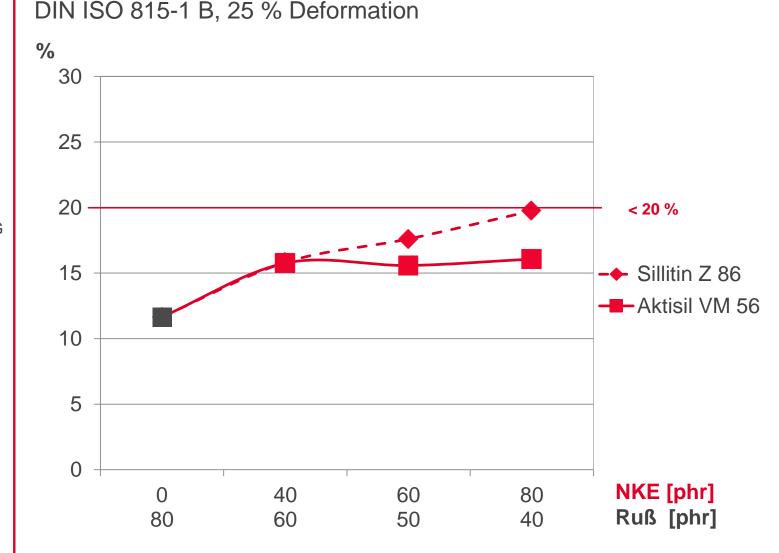
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

 Mechanische Eigenschaften

ZUSAMMENFASSUNG





# Lagerung in dest. Wasser Volumenänderung



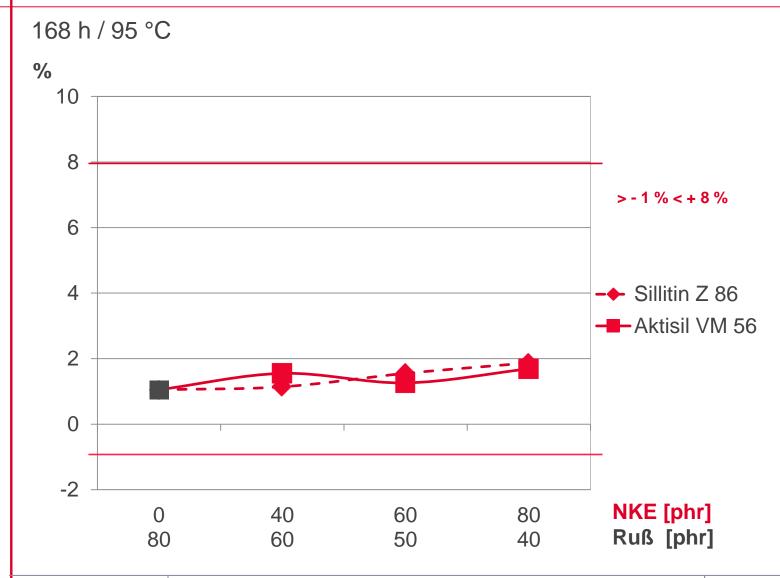
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

nach Wasserlagerung

ZUSAMMENFASSUNG





# Alterung in Heißluft Härteänderung



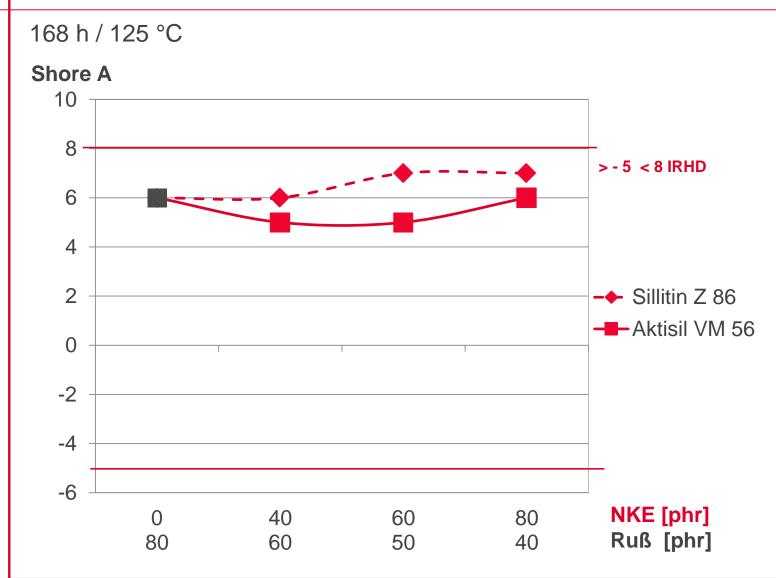
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

nach Heißluftlagerung

ZUSAMMENFASSUNG





# Alterung in Heißluft Änderung Zugfestigkeit



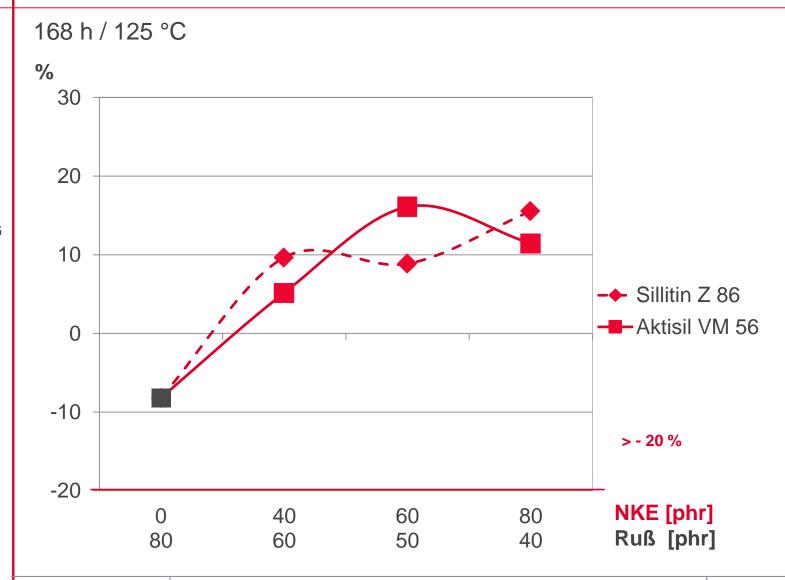
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

nach Heißluftlagerung

ZUSAMMENFASSUNG





# Alterung in Heißluft Änderung Reißdehnung



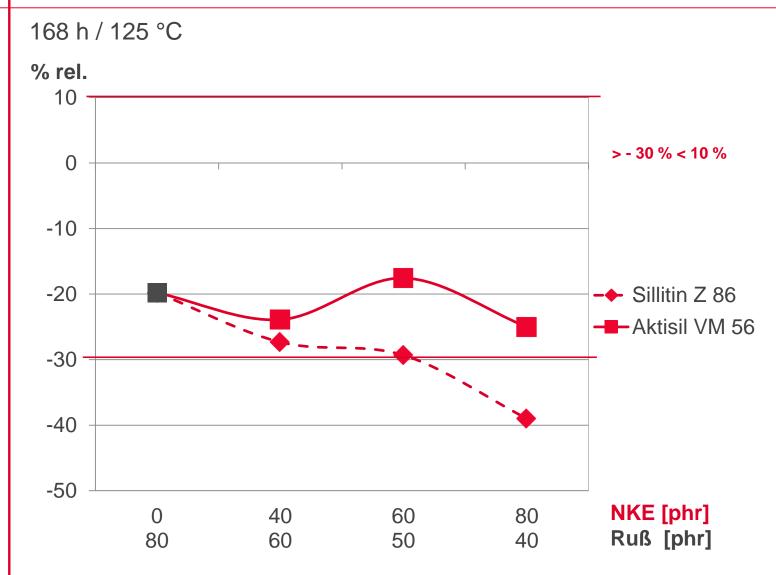
**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

nach Heißluftlagerung

ZUSAMMENFASSUNG





## Kostenaspekte

80



Ruß [phr]

40

**EINLEITUNG** 

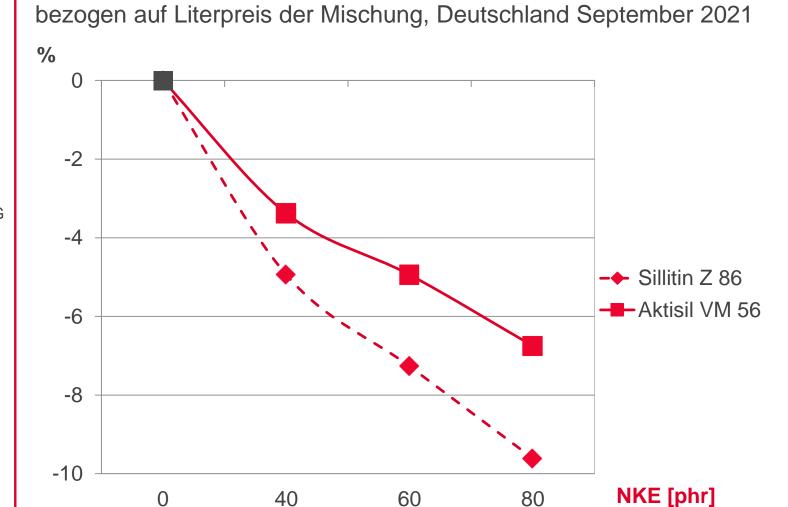
**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

Kostenaspekte

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 



VM-1/0520/09.2021 27

50



## Kostenaspekte



**EINLEITUNG** 

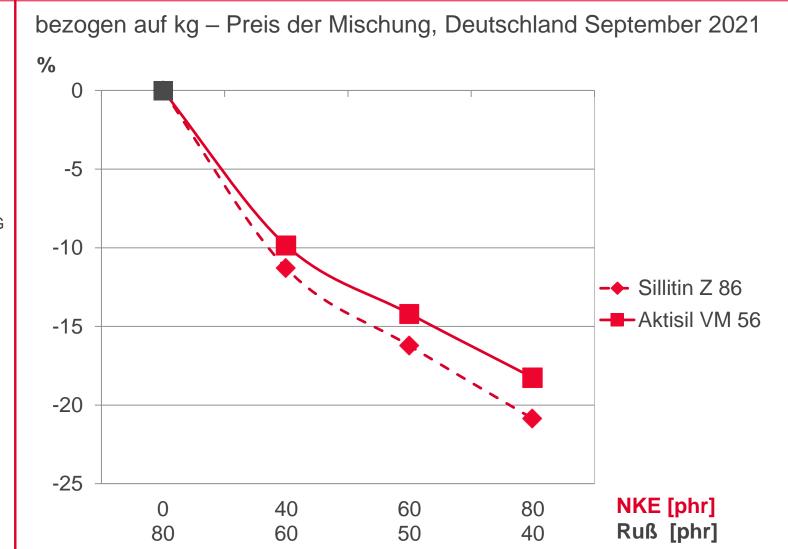
**EXPERIMENTELLES** 

### **ERGEBNISSE**

Kostenaspekte

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 



VM-1/0520/09.2021



# **Zusammenfassung 1**



EINLEITUNG

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

**ZUSAMMENFASSUNG** 

**ANHANG** 

### Aktisil VM 56

- Deutliche Kostensenkung.
- Erfüllt das Anforderungsprofil der Norm auch bis 50 % Rußaustausch auf hohem Niveau.
- Niedrigere Mooney-Viskosität und kürzere Vulkanisationszeit t<sub>90.</sub>



## **Zusammenfassung 2**



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

### Sillitin Z 86

- Noch deutlicheres Kostensenkungspotential als mit Aktisil VM 56.
- Positiver Effekt auf Weiterreißwiderstand DIN ISO 34-1 Streifenprobe.
- Niedrigere Mooney-Viskosität und kürzere Vulkanisationszeit t<sub>90.</sub>
- 25 % Rußaustausch erfüllen Anforderungsprofil .
- 37 % Rußaustausch erfordert längere Vulkanisationszeit oder Temperung wegen Druckverformungsrestanforderung, Reißdehnungsänderung nach Heißluftalterung grenzwertig.
- 50 % Rußaustausch, als kostengünstigste Alternative, erfordert jedoch Rezepturoptimierung: Beispielweise durch Tausch des Alterungsschutzmittel BPH gegen polymeres TMQ verbessern sich sowohl Druckverformungsrest als auch Eigenschaften nach Heißluftalterung deutlich. Polymeres TMQ ist aktuell (Stand September 2021) jedoch nur in Positivliste Teil 2 des Umweltbundesamts genannt.





## Wir geben Stoff für gute Ideen!

HOFFMANN MINERAL GmbH

Münchener Straße 75

DE-86633 Neuburg (Donau)

Telefon: +49 8431 53-0

Internet: www.hoffmann-mineral.de E-Mail: info@hoffmann-mineral.com

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.



# **Ergebnistabelle**



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

		Purex HS 45 Sillitin Z 86 + Purex HS 45		Aktisil VM 56 + Purex HS 45				
		80 phr	40 phr 60 phr	60 phr 50 phr	80 phr 40 phr	40 phr 60phr	60 phr 50 phr	80 phr 40 phr
Rheologie								
Mooney Viskosität, ML 1+4, 100 °C	ME	72	63	65	63	64	64	63
Mooney Viskosität, ML 1+4, 120 °C	ME	53	47	50	47	47	48	48
Temperatur Vulkameter	°C			18	30			
Rotorloses Vulkameter M <sub>min</sub>	Nm	0,10	0,08	0,09	0,08	0,08	0,08	0,08
Rotorloses Vulkameter M <sub>max</sub>	Nm	0,80	0,76	0,73	0,70	0,79	0,70	0,71
Rotorloses Vulkameter M <sub>max</sub> -M <sub>min</sub>	Nm	0,71	0,68	0,65	0,62	0,71	0,62	0,63
Rotorloses Vulkameter $V_{\rm max}$	Nm/min	0,22	0,24	0,24	0,24	0,24	0,23	0,25
Rotorloses Vulkameter t <sub>5</sub>	min.	0,47	0,48	0,47	0,46	0,48	0,47	0,45
Rotorloses Vulkameter $t_{90}$	min.	7,0	6,6	6,3	6,1	6,6	6,4	6,2



# **Ergebnistabelle**



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

		Purex HS 45	Sillitin Z 86 + Purex HS 45		Aktisil VM 56 + Purex HS 45			
		80 phr	40 phr 60 phr	60 phr 50 phr	80 phr 40 phr	40 phr 60phr	60 phr 50 phr	80 phr 40 phr
Mechanische Eigenscha	aften nac	h Vulkanisation						
Härte	Sh. A	69	67	67	65	68	67	67
Zugfestigkeit	MPa	16	14	12	11	16	14	13
Spannungswert 100 %	MPa	5,0	4,7	4,6	3,8	5,5	5,2	5,3
Reißdehnung	%	222	262	279	330	228	223	223
Weiterreißwiderstand Streifenprobe	N/mm	3,5	5,1	5,9	7,5	4,1	4,7	4,3
Weiterreißwiderstand Delft	N	38	42	43	42	41	43	42
Druckverformungsrest, 72 h / 23 °C, 25 % Def.	%	8,7	9,8	11	12	9,5	11	10
Druckverformungsrest, 72 h / -10 °C, 25 % Def.	%	20	21	24	27	20	24	26
Druckverformungsrest, 24 h / 125 °C, 25 % Def. Vulkanisation t <sub>90</sub> + 10 %	%	12	17	20	23	16	16	17
Druckverformungsrest, 24 h / 125 °C, 25 % Def. Vulkanisation 12 min.	%	11	16	18	19	16	16	15
Druckverformungsrest, 24 h / 125 °C, 25 % Def. Temperung 2 h / 125 °C	%	12	16	18	20	16	16	16



# **Ergebnistabelle**



**EINLEITUNG** 

**EXPERIMENTELLES** 

**ERGEBNISSE** 

ZUSAMMENFASSUNG

**ANHANG** 

		Purex HS 45	Sillitin Z 86 + Purex HS 45		Aktisil VM 56 + Purex HS 45			
		80 phr	40 phr 60 phr	60 phr 50 phr	80 phr 40 phr	40 phr 60phr	60 phr 50 phr	80 phr 40 phr
Mechanische Eigenscha	aften nac	h Lagerung in des	t. Wasser	168 h / 9	5 °C			
Härte	Sh. A	70	67	66	64	69	68	67
Zugfestigkeit	MPa	17	15	13	11	16	14	14
Reißdehnung	%	208	289	325	391	239	247	250
Δ Härte	Sh. A	+1	0	-1	-1	+1	+1	0
Δ Zugfestigkeit	%	+3,8	+6,5	+9,5	+4,6	-2,3	+2,4	+2,0
Δ Reißdehnung	%	-6,4	+10	+16	+18	+5,0	+11	+12
Volumenänderung	%	+1,1	+1,1	+1,6	+1,9	+1,6	+1,3	+1,7
Mechanische Eigenscha	aften nac	h Lagerung in Heiſ	Sluft 168 h	n / 125 °C				
Härte	Sh. A	75	73	74	72	73	72	73
Zugfestigkeit	MPa	17	15	14	13	15	16	15
Reißdehnung	%	169	194	212	215	170	188	176
Δ Härte	Sh. A	+6	+6	+7	+7	+5	+5	+6
Δ Zugfestigkeit	%	-8,2	+9,7	+8,9	+16	-5,2	-16	-11
Δ Reißdehnung	%	-20	-27	-29	-39	-24	-18	-25