

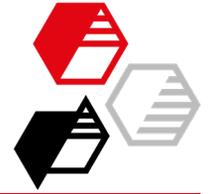
---

## Neuburger Kieselerde in zähmodifiziertem 2K-Epoxy-Strukturklebstoff

Autor: Petra Zehnder



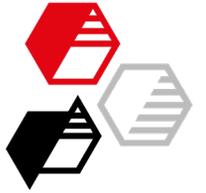
- Einleitung
- System 1: A-Komponente mit Epoxidharz-Silikon-Blockcopolymer
  - Experimentelles
  - Ergebnisse
  - Zusammenfassung
- System 2: B-Komponente mit reaktivem Flüssigkautschuk (ATBN)
  - Experimentelles
  - Ergebnisse
  - Zusammenfassung
- Anhang



## Status Quo

---

- Klebtechnisches Fügen ersetzt bereits in vielen technischen Anwendungen herkömmliche mechanische Verbindungstechniken.
- Besonders im Fahrzeug- und Konstruktionsbau werden Strukturklebstoffe immer wichtiger.
- 1- oder 2-komponentige Klebstoffe auf Epoxidharz-Basis bieten hohe Festigkeit bei gleichzeitig guter Chemikalien- und Temperaturbeständigkeit.
- Oft werden Zähigkeitsmodifikatoren zugesetzt, um die Flexibilisierung zu verbessern und somit die Scher- und Schälfestigkeit zu erhöhen.
- Geeignete Füllstoffe können ebenfalls dabei helfen, die Rezeptur zu optimieren.



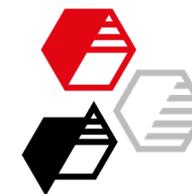
---

## System 1

**A-Komponente mit Epoxidharz-Silikon-Blockcopolymer**

## System 2

**B-Komponente mit reaktivem Flüssigkautschuk (ATBN)**

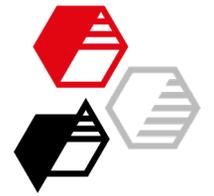


## Rezepturen

Komponente A		Gewichtsteile [GT]		
Epikote Resin 828LVEL	Epoxidharz auf Basis Bisphenol A	80	80	80
Albiflex 297	Epoxidharz-Silikon-Blockcopolymer	20	20	20
Dynasytan 9116	Alkylsilan, Haftvermittler	3	3	3
pyrogene Kieselsäure	Füllstoff	---	5	---
<b>Neuburger Kieselerde</b>	<b>Füllstoff</b>	---	---	<b>50</b>
<b>Summe</b>		<b>103</b>	<b>108</b>	<b>153</b>
Komponente B				
Ancamine 2719	aliphatisches Amin (Mannichbase)	34,37	34,37	34,37
<b>Gesamt A + B</b>		<b>137,37</b>	<b>142,37</b>	<b>187,37</b>

Herstellung



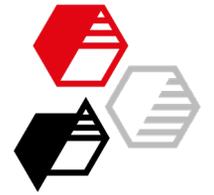


## Füllstoffe und Kennwerte

	Korngröße		Farbe CIELab			Ölzahl [g/100g]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Spez. Oberfläche BET [m <sup>2</sup> /g]	Oberflächen- behandlung
	d <sub>50</sub> [µm]	d <sub>97</sub> [µm]	L* [-]	a* [-]	b* [-]				
pyrogene Kieselsäure	-	-	-	-	-	-	2,0	80-120	ja
Sillitin V 85	4,5	18	93,3	1,0	9,2	45	2,6	10	-
Sillitin Z 86 puriss	1,9	9	93,9	1,0	9,7	55	2,6	12	-
Aktisil PF 777	2,2	10	93,6	1,2	10,0	35	2,6	9	alkyl-funktionell
Aktisil Q	4,0	18	94,7	0,3	4,1	43	2,6	6	methacryl-funktionell

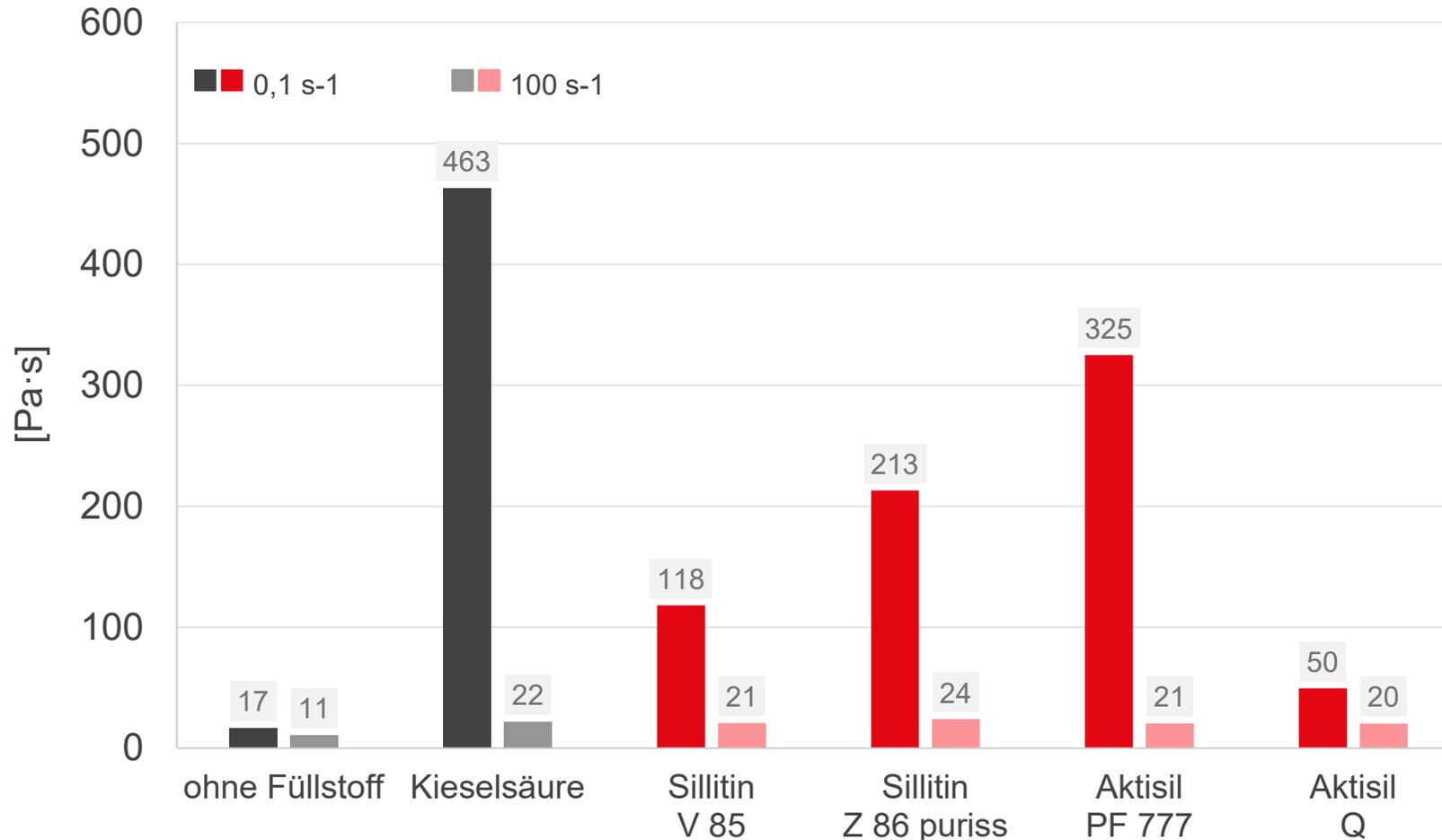
Struktur der Neuburger Kieselerde





## Viskosität Komponente A

MCR 300, Platte/Platte PP25, Messung 7d nach Herstellung



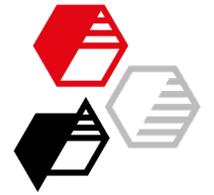
Durch die Zugabe des Füllstoffs steigt die Viskosität merklich an, vor allem im Niedrigscherbereich.

**Aktisil Q** bleibt trotz der Dosierung von 50 GT auf sehr niedrigem Niveau, wogegen **Aktisil PF 777** die höchste Viskosität ergibt.



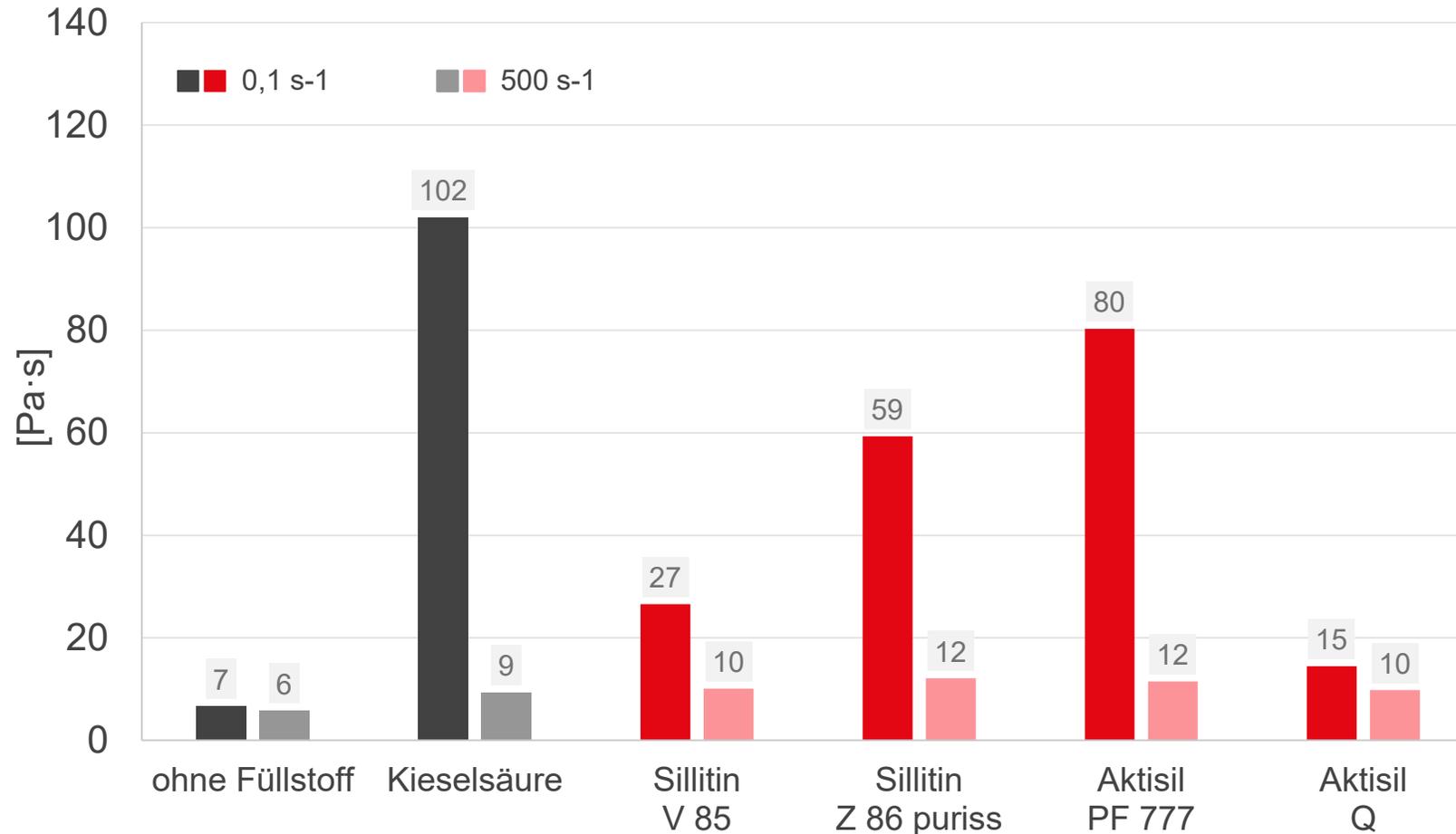
## Lagerstabilität

Sedimentation	bis 8 Wochen Lagerung bei Raumtemperatur: keine Sedimentation	✓
Rheologie	bis 12 Wochen Lagerung bei Raumtemperatur: keine Veränderung des rheologischen Verhaltens	✓



## Viskosität Komponente A+B

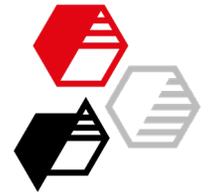
MCR 300, Platte/Platte PP25



Nach Zugabe des niedrigviskosen Härters:

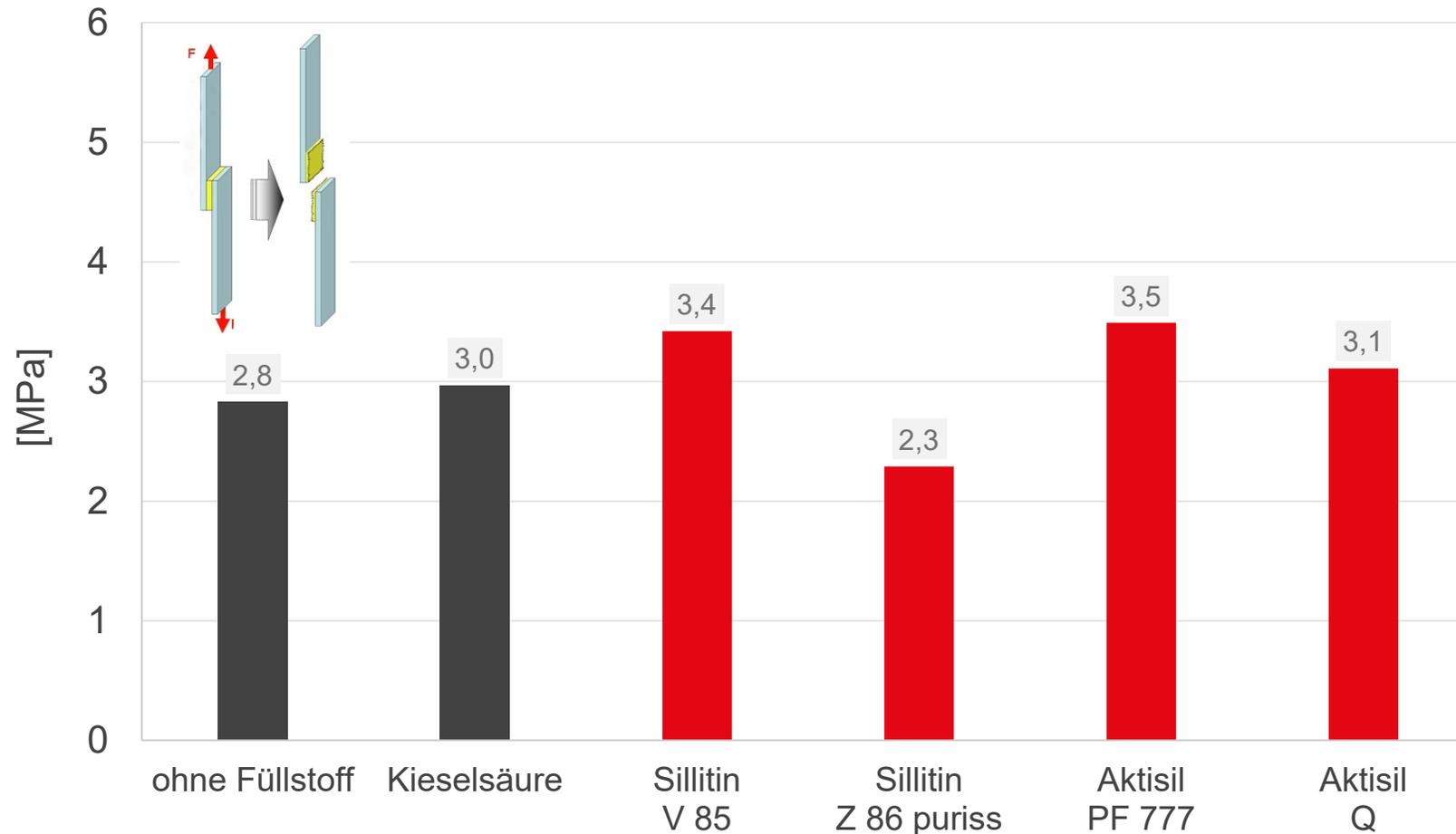
**Aktisil Q** zeigt immer noch die niedrigste Viskosität, wogegen die anderen geprüften Füllstoffe eine aufsteigende Reihung der Niederscherviskosität bzw. Fließgrenze ergeben.

**Aktisil PF 777** markiert nach Kieselsäure den höchsten Wert und damit die ausgeprägteste Scherverdünnung und Thixotropie.

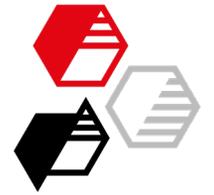


## Zugscherfestigkeit

DIN EN 1465, Cr3 passiviertes Aluminium, Klebschichtdicke 100 µm

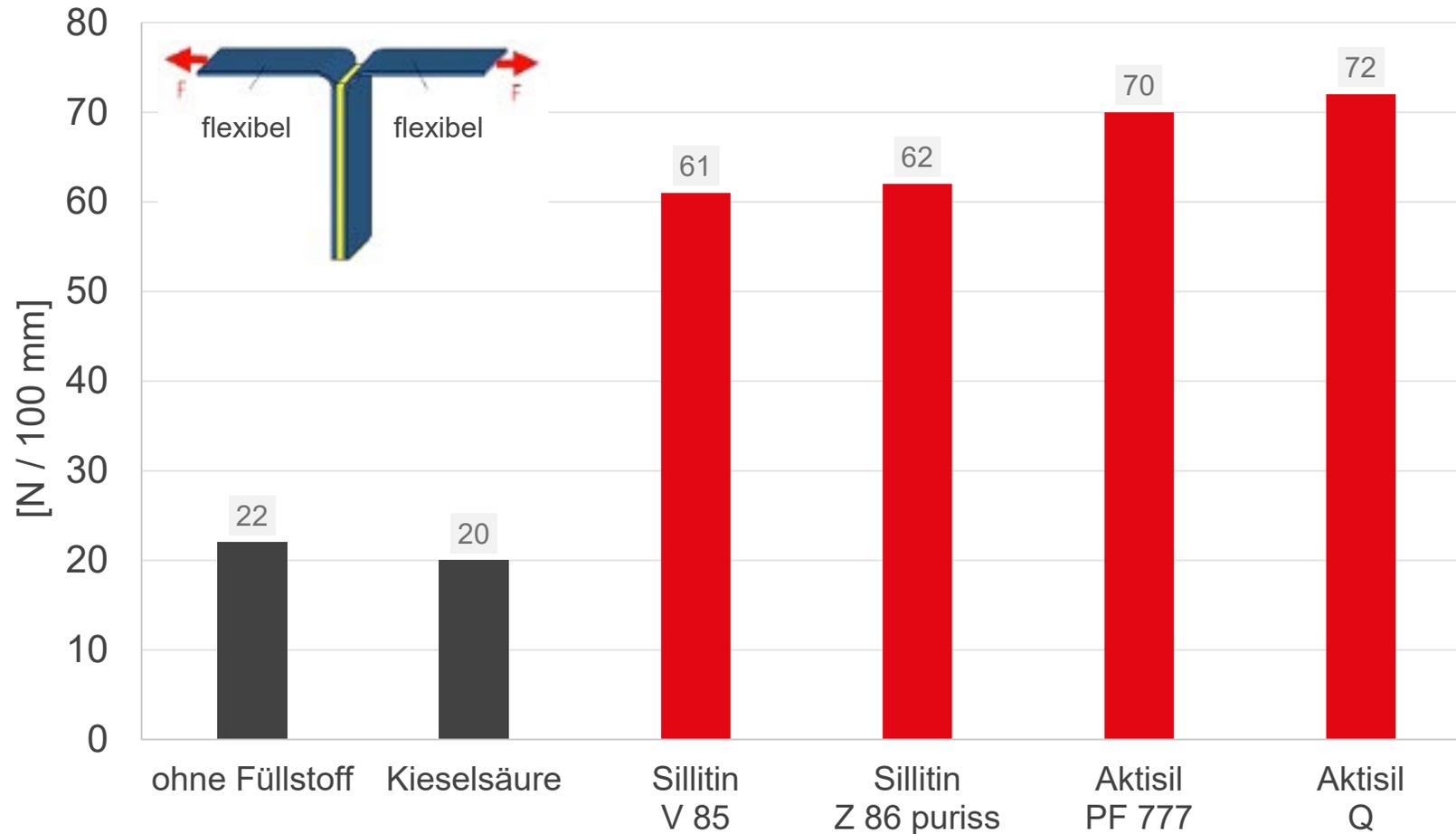


**Neuburger Kieselerde** ergibt eine ähnliche bis leicht gesteigerte Zugscherfestigkeit im Vergleich zur ungefüllten Formulierung oder dem Wettbewerber Kieselsäure.



## Schälwiderstand T-Peel

DIN EN ISO 11339, Cr3 passiviertes Aluminium, Klebschichtdicke 100 µm



Mit **Neuburger Kieselerde** kann der Schälwiderstand mehr als verdreifacht werden.



## Bewertung

	Kiesel- säure	Sillitin V85	Sillitin Z 86 puriss	Aktisil PF 777	Aktisil Q
Viskosität	↑↑	↑↑	↑↑	↑↑	0/↑
Zugscherfestigkeit	0	0 / +	0	0 / +	0
Schälwiderstand	0	++	++	++	++
Kostenaspekt	---	+++	+++	++	++
Bemerkung		Standard- produkt	leicht dispergier- bar	rheologisch aktiv	niedrig- viskos

Bewertung der **Neuburger Kieselerde** gegenüber der ungefüllten Formulierung:

vergleichbare oder höhere Zugscherfestigkeit

signifikant höherer Schälwiderstand

positiver Kostenaspekt durch Einsatz von Füllstoff



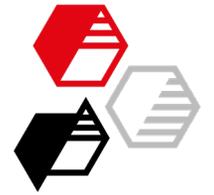
---

## System 1

A-Komponente mit Epoxidharz-Silikon-Blockcopolymer

## System 2

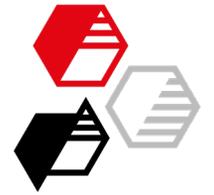
**B-Komponente mit reaktivem Flüssigkautschuk (ATBN)**



## Rezepturen

Komponente A		Gewichtsteile [GT]	
Epikote Resin 320	Epoxidharz auf Basis Bisphenol A/F	100	100
<b>Neuburger Kieselerde</b>	<b>Füllstoff</b>	---	<b>50</b>
<b>Summe</b>		<b>100</b>	<b>150</b>
Komponente B			
Epikure Curing Agent 05903	Epoxidhärter (Mannichbase)	34	34
Hypro 1300x16 ATBN	reaktiver Flüssigkautschuk	8,5	8,5
<b>Gesamt A + B</b>		<b>142,5</b>	<b>192,5</b>

Herstellung 

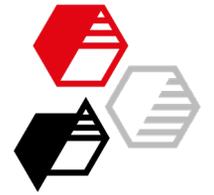


## Füllstoffe und Kennwerte

	Korngröße		Farbe CIELab			Ölzahl [g/100g]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Spez. Oberfläche BET [m <sup>2</sup> /g]	Besondere Merkmale - Oberflächen- behandlung
	d <sub>50</sub> [µm]	d <sub>97</sub> [µm]	L* [-]	a* [-]	b* [-]				
Sillitin V 85	4,5	18	93,3	1,0	9,2	45	2,6	10	-
Sillitin Z 86 puriss	1,9	9	93,9	1,0	9,7	55	2,6	12	-
Aktisil PF 777	2,2	10	93,6	1,2	10,0	35	2,6	9	alkyl-funktionell

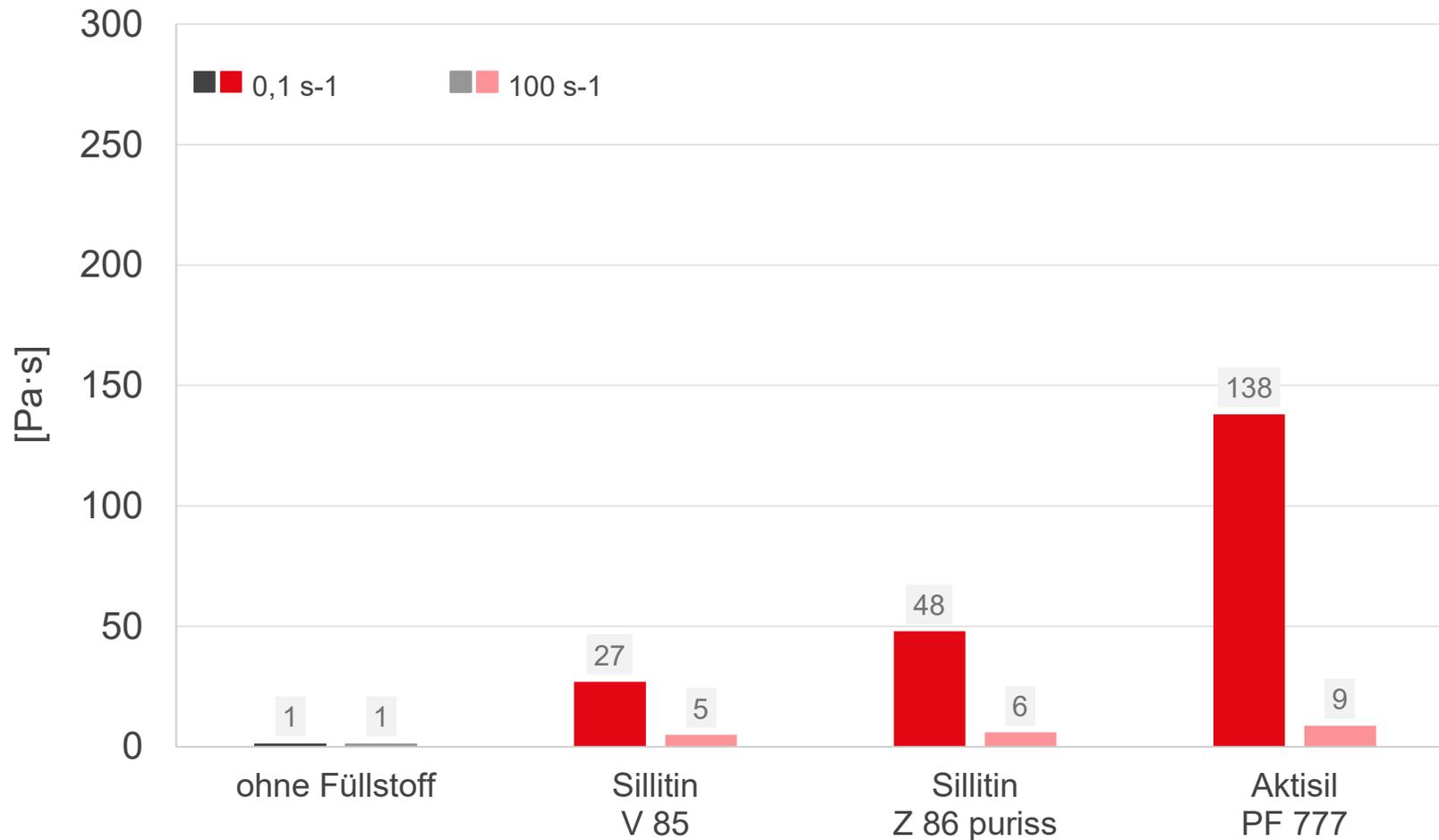
Struktur der Neuburger Kieselerde





## Viskosität Komponente A

MCR 300, Platte/Platte PP25, Messung 7d nach Herstellung



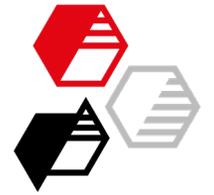
Durch die Zugabe des Füllstoffs steigt die Viskosität merklich an, vor allem im Niedrigscherbereich.

**Sillitin V 85** bleibt trotz der Dosierung von 50 GT auf moderaten Niveau, wogegen **Aktisil PF 777** die höchste Viskosität ergibt.



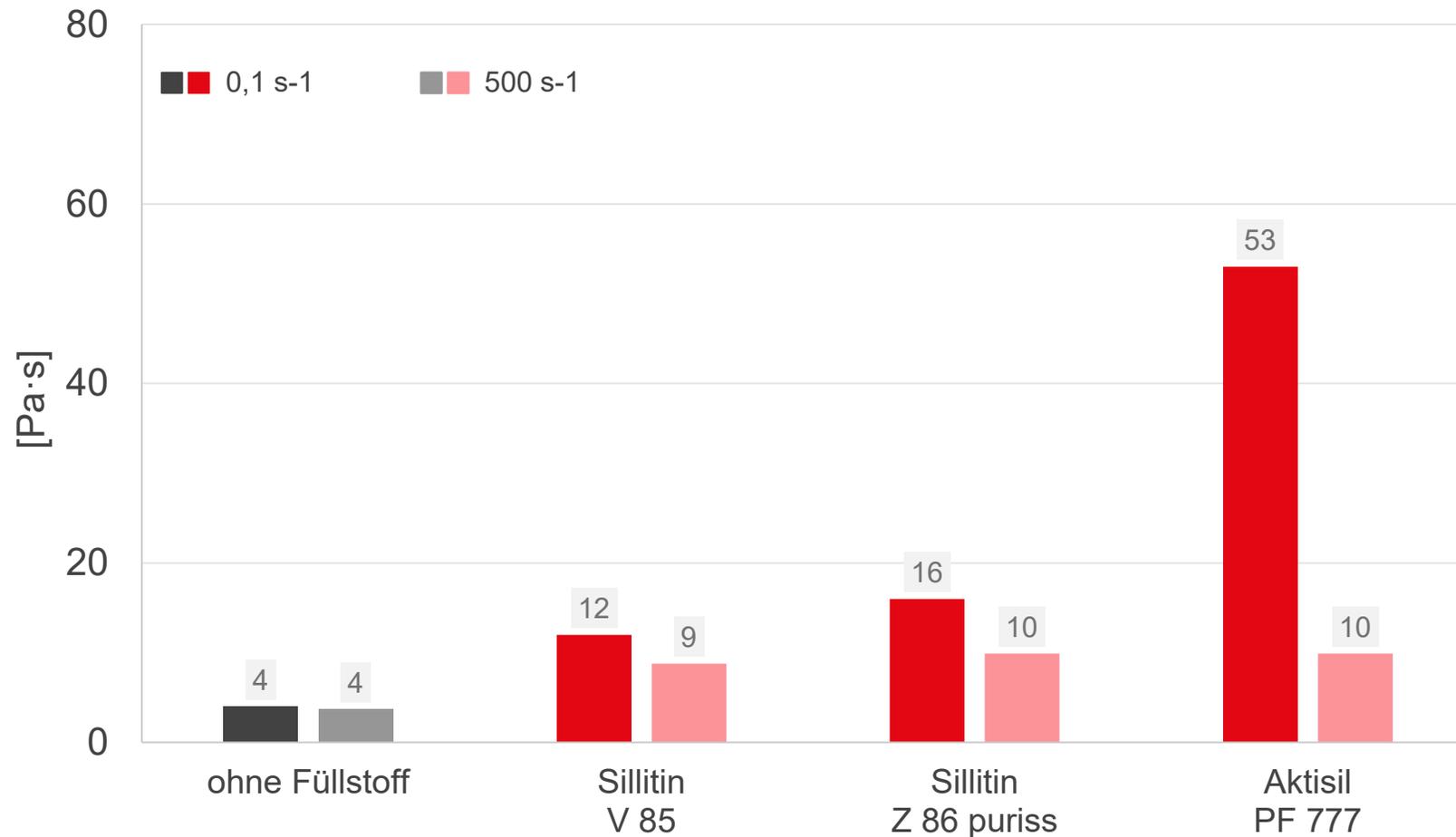
## Lagerstabilität

Sedimentation	bis 8 Wochen Lagerung bei Raumtemperatur: keine Sedimentation	✓
Rheologie	bis 12 Wochen Lagerung bei Raumtemperatur: keine Veränderung des rheologischen Verhaltens	✓



## Viskosität Komponente A+B

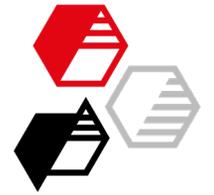
MCR 300, Platte/Platte PP25



Nach Zugabe des Härters:

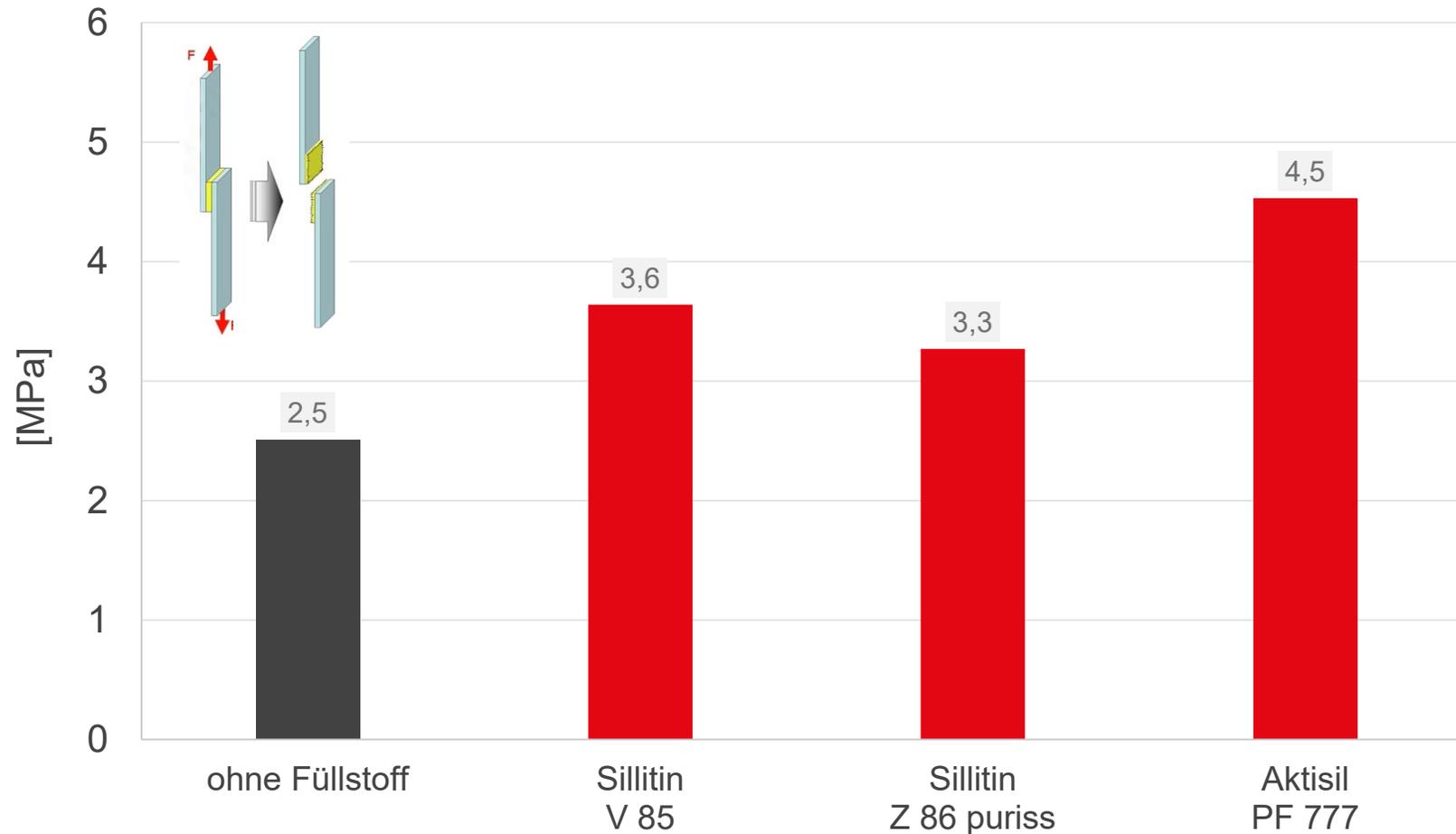
Die Formulierung mit **Sillitin V 85** zeigt immer noch die niedrigste Viskosität, wogegen die anderen geprüften Füllstoffe eine aufsteigende Reihung der Niedrigscherviskosität bzw. Fließgrenze bewirken.

**Aktisil PF 777** markiert den höchsten Wert und damit die ausgeprägteste Scherverdünnung und Thixotropie.

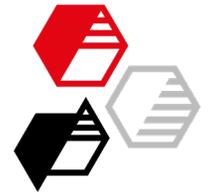


## Zugscherfestigkeit

DIN EN 1465, Cr3 passiviertes Aluminium, Klebschichtdicke 100 µm

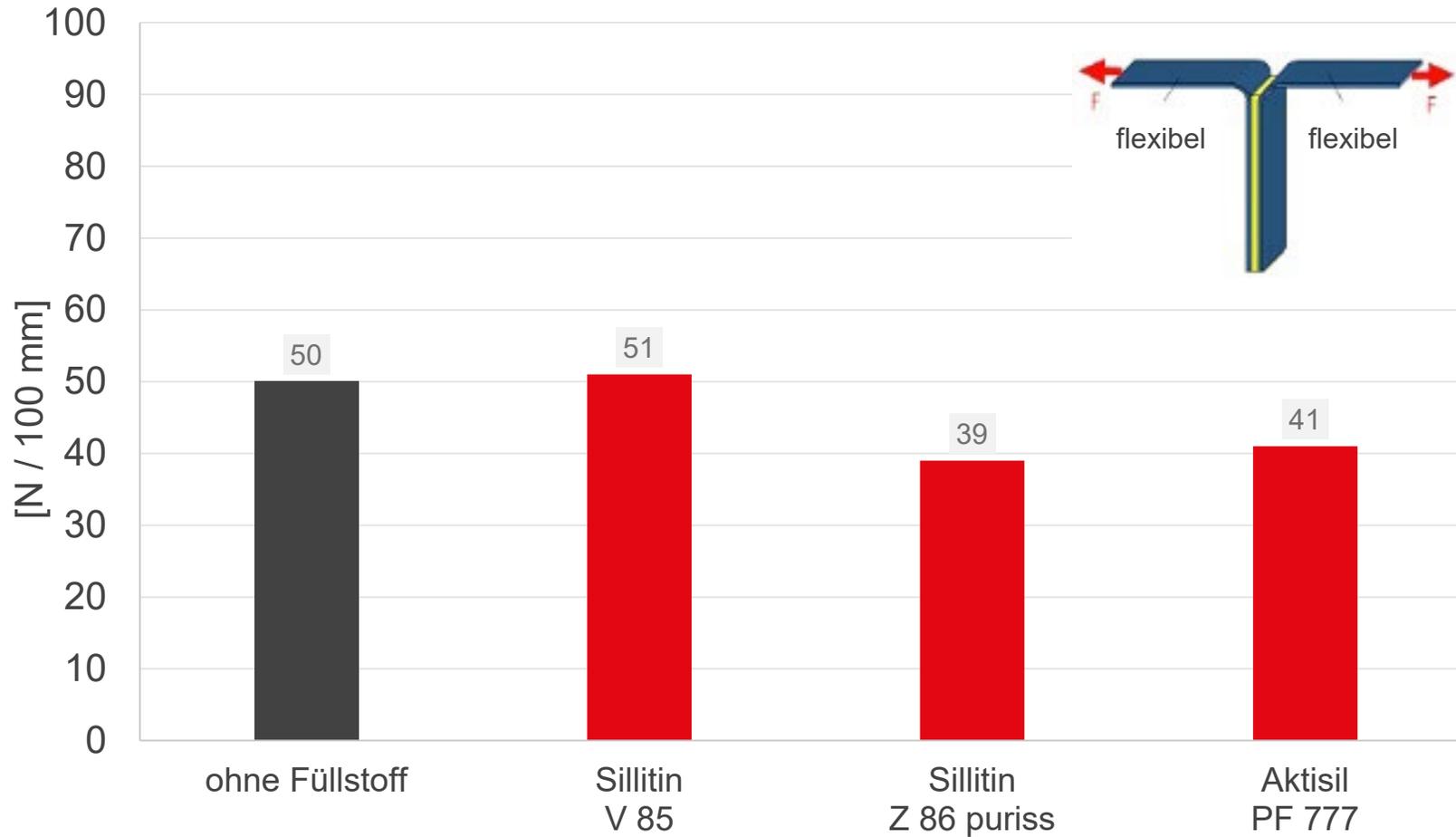


Neuburger Kieselerde bewirkt eine höhere Zugscherfestigkeit.

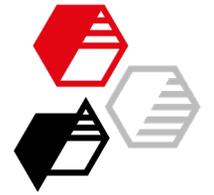


## Schälwiderstand T-Peel

DIN EN ISO 11339, Cr3 passiviertes Aluminium, Klebschichtdicke 100 µm



Der Schälwiderstand mit **Neuburger Kieselerde** ist etwa auf dem Niveau der ungefüllten Formulierung.



## Bewertung

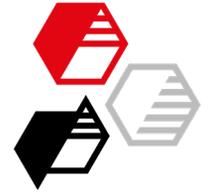
	Sillitin V85	Sillitin Z 86 puriss	Aktisil PF 777
Viskosität	↑↑	↑↑	↑↑
Zugscherfestigkeit	+	0 / +	+
Schälwiderstand	0	0 / -	0 / -
Kostenaspekt	+++	+++	++
Bemerkung	Standard- produkt	leicht dispergierbar	rheologisch aktiv

Bewertung der **Neuburger Kieselerde** gegenüber der ungefüllten Formulierung

vergleichbare oder höhere Zugscherfestigkeit

vergleichbarer Schälwiderstand

positiver Kostenaspekt durch Einsatz von Füllstoff



## Wir geben Stoff für gute Ideen!

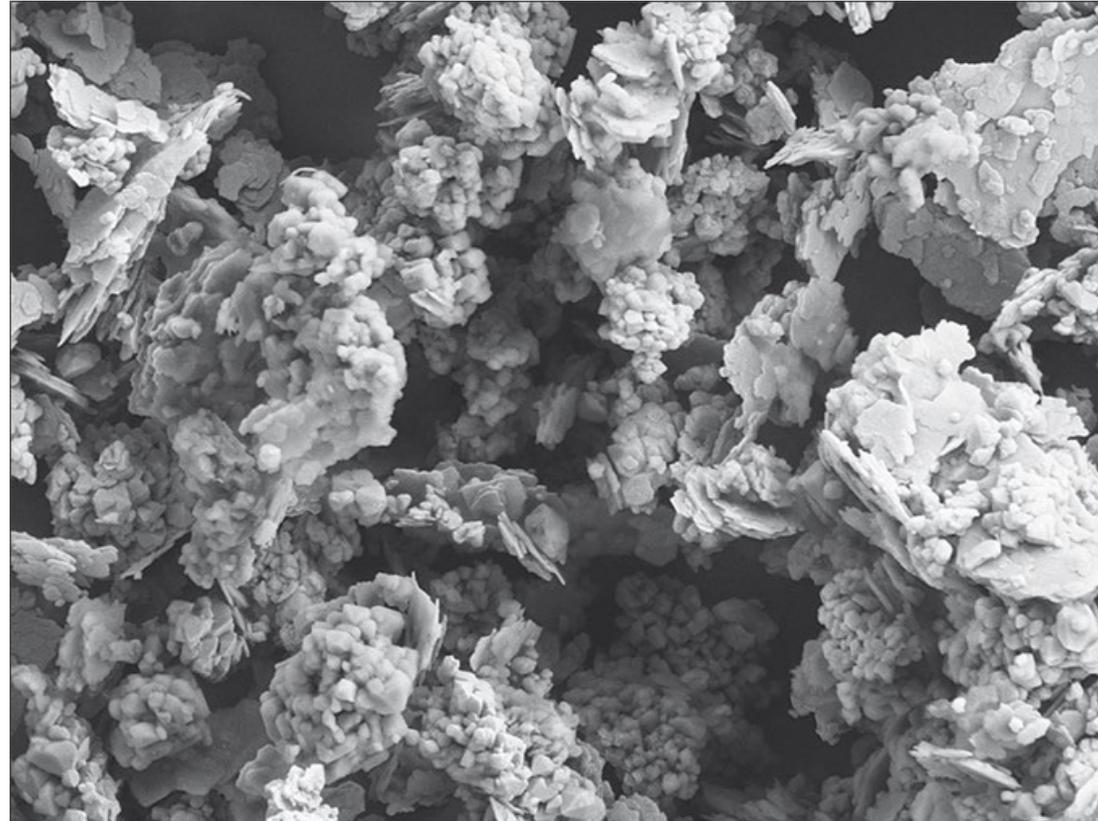
HOFFMANN MINERAL GmbH  
Münchener Straße 75  
DE-86633 Neuburg (Donau)

Telefon: +49 8431 53-0  
Internet: [www.hoffmann-mineral.de](http://www.hoffmann-mineral.de)  
E-Mail: [info@hoffmann-mineral.com](mailto: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.

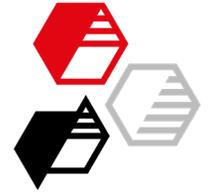


## Neuburger Kieselerde

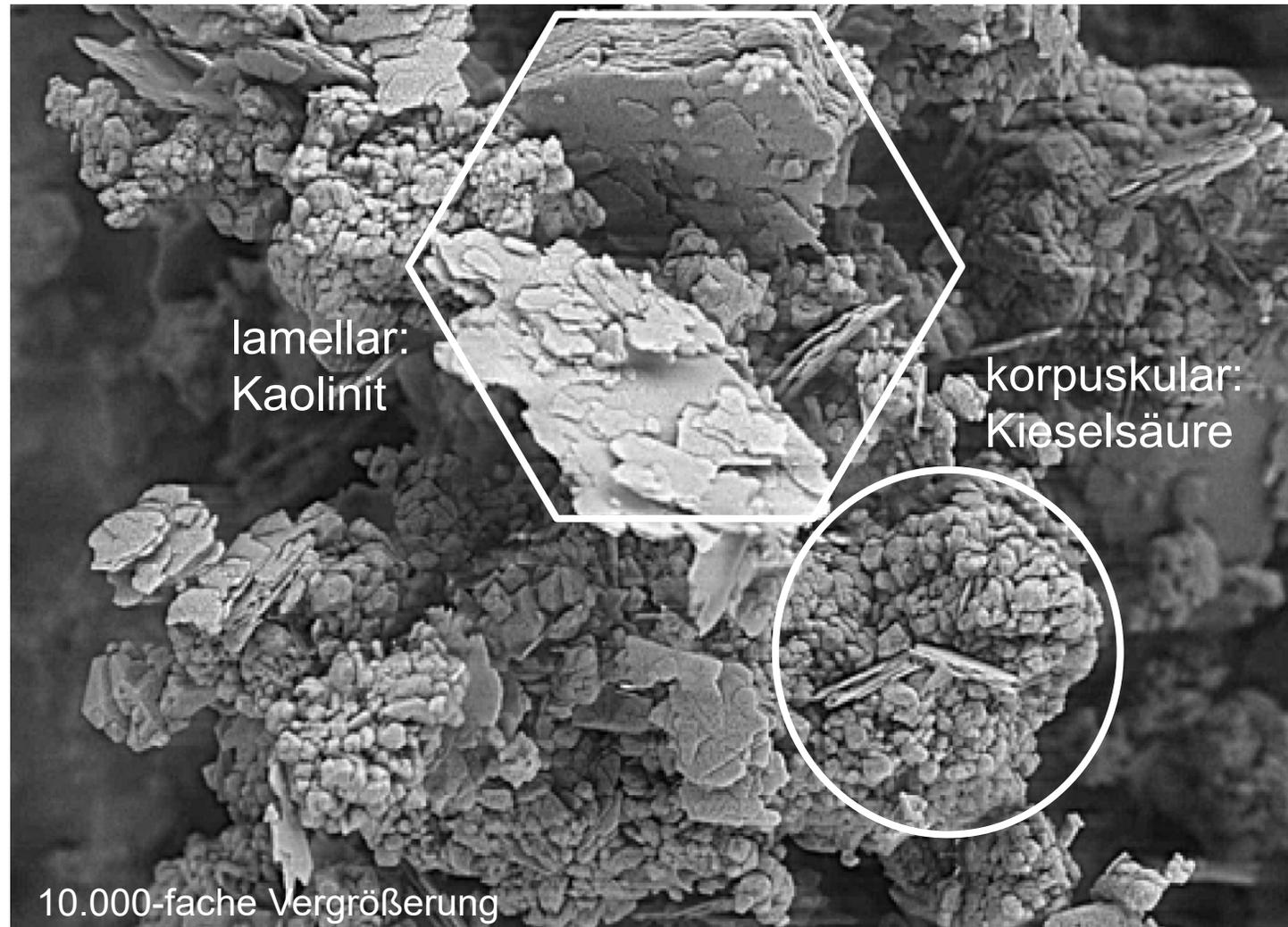


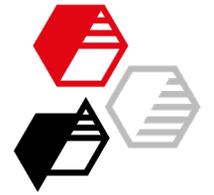
Natürlich entstandenes Gemisch aus korpuskularer Neuburger Kieselsäure und lamellarem Kaolinit; durch physikalische Methoden nicht zu trennen. Der Kieselsäureanteil weist eine runde Kornform auf und besteht aus ca. 200 nm großen, aggregierten Primärpartikeln.





## Struktur der Neuburger Kieselerde





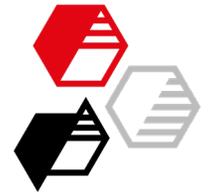
## Herstellung System 1

<p>Komponente A</p>	<p>Speedmixer</p> <p>Harz, Abiflex und Silan                      60 s @ 1000 U/min + 120 s @ 2000 U/min                  + 1. Hälfte Füllstoff                      30 s @ 800 U/min                  + 2. Hälfte Füllstoff                      30 s @ 800 U/min                  Deckel und Rand säubern                  60 s @ 1000 U/min                  Deckel, Rand, Boden säubern            300 s @ 2000 U/min                  Deckel, Rand, Boden säubern            60 s @ 1000 U/min + 120 s @ 2000 U/min</p>
<p>Vermischen Komponente A+B</p>	<p>Speedmixer</p> <p>60 s @ 1000 U/min + 120 s @ 2000 U/min</p>



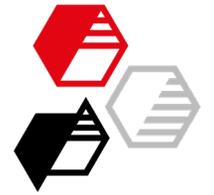
Quelle: Hauschild





## Ergebnisse in tabellarischer Form – System 1

		ungefüllt	pyrogene Kieselsäure	Sillitin V 85	Sillitin Z 86 puriss	Aktisil PF 777	Aktisil Q	
<b>Rheologie</b>								
Komponente A	Viskosität @ 0,1 s <sup>-1</sup>	Pa·s	17	463	118	213	325	50
	Viskosität @ 100 s <sup>-1</sup>		11	22	21	24	21	20
Komponente A+B	Viskosität @ 0,1 s <sup>-1</sup>	Pa·s	7	102	27	59	80	15
	Viskosität @ 100 s <sup>-1</sup>		6	9	10	12	12	10
<b>Lagerstabilität Komponente A</b>								
Sedimentation, 8 w @ RT								
Änderung Rheologie, 12 w @ RT			-	keine nein	keine nein	keine nein	keine nein	keine nein
<b>Mechanische Eigenschaften</b>								
Zugscherfestigkeit Cr3 passiviertes Aluminium, 100 µm		MPa	2,8	3,0	3,4	2,3	3,5	3,1
Schälwiderstand T-Peel Cr3 passiviertes Aluminium, 100 µm		N / 100 mm	22	20	61	62	70	72



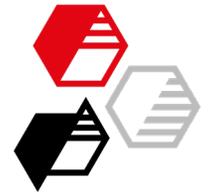
## Herstellung – System 2

<p>A-Komponente</p>	<p>Speedmixer</p> <p>Harz + 1. Hälfte Füllstoff                      30 s @ 800 U/min                  + 2. Hälfte Füllstoff                            30 s @ 800 U/min                  Deckel und Rand säubern                    60 s @ 1000 U/min                  Deckel, Rand, Boden säubern              300 s @ 2000 U/min</p>
<p>Vermischen A+B</p>	<p>Speedmixer</p> <p>60 s @ 1000 U/min + 120 s @ 2000 U/min</p>



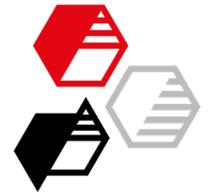
Quelle: Hauschild





## Ergebnisse in tabellarischer Form – System 2

			ungefüllt	Sillitin V 85	Sillitin Z 86 puriss	Aktisil PF 777
<b>Rheologie</b>						
Komponente A	Viskosität @ 0,1 s <sup>-1</sup>	Pa·s	1	27	48	138
	Viskosität @ 100 s <sup>-1</sup>		1	5	6	9
Komponente A+B	Viskosität @ 0,1 s <sup>-1</sup>	Pa·s	4	12	16	53
	Viskosität @ 100 s <sup>-1</sup>		4	9	10	10
<b>Lagerstabilität Komponente A</b>						
Sedimentation, 8 w @ RT			-	keine	keine	keine
Änderung Rheologie, 12 w @ RT				nein	nein	nein
<b>Mechanische Eigenschaften</b>						
Zugscherfestigkeit Cr3 passiviertes Aluminium, 100 µm		MPa	2,5	3,6	3,3	4,5
Schälwiderstand T-Peel Cr3 passiviertes Aluminium, 100 µm		N / 100 mm	50	51	39	41



## Übersicht Prüfungen

Rheologie	MCR 300, PP25, 1 mm Spalt, 23 °C, logarithmische Fließkurve von 0,05-500 s <sup>-1</sup> (Rotation)
Sedimentation	Lagerung 8 Wochen bei Raumtemperatur
Applikation	mittels Einwegspritze, unmittelbar nach Vermischen der beiden Komponenten
Zugscherfestigkeit	<p>DIN EN 1465</p> <p>Substrat: Aluminium 5005 H24 (AlMg1(B)) mit Cr3-Passivierung</p> <p>Klebschicht: 100 µm, eingestellt durch 0,2 bzw. 0,5 Vol-% Glasperlen (auf Gesamtansatz)</p> <p>Härtung: 14 Tage bei Normklima 23/50</p> <p>Prüfgeschwindigkeit: 1 mm/min</p> <p>Auswertung: Mittelwert Maximalspannung (Zugscherfestigkeit)</p>
T-Schälprüfung	<p>DIN EN ISO 11339</p> <p>Substrat: Aluminium 3003 H24 (AlMg1Cu) mit Cr3-Passivierung</p> <p>Klebschicht: 100 µm, eingestellt durch 0,2 bzw. 0,5 Vol-% Glasperlen (auf Gesamtansatz)</p> <p>Härtung: 14 Tage bei Normklima 23/50</p> <p>Prüfgeschwindigkeit: 100 mm/min</p> <p>Auswertung: Mittelwert mittlere Schälkraft, gemäß Norm bezogen auf 100 mm Probenbreite</p>