HOFFMANN MINERAL
Unternehmensgruppe Hoffmann

Neuburger Kieselerde in Klebstoffen auf Basis silanterminierter Polyether z. B. für Parkett und Industrie

Verfasser: Hubert Oggermüller
Petra Zehnder

VM-5/1110/02.2019

HOFFMANN MINERAL GmbH · Münchener Straße 75 · D-86633 Neuburg (Donau) · Telefon 08431 53-0
www.hoffmann-mineral.com · E-Mail: info@hoffmann-mineral.com

Inhalt

1 Einleitung

2 Experimentelles

2.1 Basisrezeptur
2.2 Füllstoffe und Kennwerte
2.3 Versuchsplan
2.4 Mischungsherstellung

3 Ergebnisse

3.1 Wertorientierte Betrachtung
3.1.1 Viskosität
3.1.2 Hautbildung und Durchhärtung
3.1.3 Mechanische Prüfungen
3.1.4 Lagerstabilität
3.1.5 Teilzusammenfassung: wertorientierte Betrachtung

3.2 Kostenorientierte Betrachtung
3.2.1 Viskosität
3.2.2 Hautbildung und Durchhärtung
3.2.3 Mechanische Prüfungen
3.2.4 Lagerstabilität
3.2.5 Rohstoffkosten
3.2.6 Teilzusammenfassung: kostenorientierte Betrachtung

3.3 Maximale Performance
3.3.1 Viskosität
3.3.2 Hautbildung und Durchhärtung
3.3.3 Mechanische Prüfungen
3.3.4 Lagerstabilität
3.3.5 Teilzusammenfassung: maximale Performance

4 Füllstoffempfehlungen und Startrezepturen

5 Zusammenfassung

1 Einleitung

Neben den weit verbreiteten Silicon- und Polyurethansystemen erfüllen auch innovative Hybridpolymere auf Basis silanterminierter Polyether das Anforderungsprofil für moderne Kleb- und Dichtanwendungen.

Es lassen sich lösemittel-, isocyanat- und zinnfreie und somit gesundheitlich und ökologisch unbedenkliche Kleb- und Dichtstoffe mit exzellenter Haftung und hervorragenden mechanischen Eigenschaften formulieren.

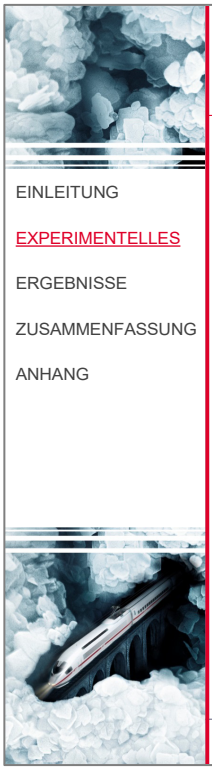
In der vorliegenden Untersuchung soll Neuburger Kieselerde und Kalzinierte Neuburger Kieselerde als funktioneller Füllstoff für (Parkett-) Klebstoffe auf Basis silanterminierter Polyether vorgestellt werden.

Ziel dabei ist die Verbesserung der Festigkeit gegenüber dem Standardfüllstoff Calciumcarbonat, woraus sich weitere Möglichkeiten zur Rezepturoptimierung ergeben.

2 Experimentelles

2.1 Basisrezeptur

Als Grundlage für die Versuche dient eine Richtrezeptur der Firma Wacker. Hauptbestandteile sind ein silanterminierter Polyether als Polymer und Polypropylenglykol als Weichmacher. Als Standardfüllstoff ist ein natürliches Calciumcarbonat enthalten. Vinylsilan wird als chemisches Trocknungsmittel und Aminosilan als Haftvermittler verwendet. Zur Rheologiesteuerung wird eine hydrophobe pyrogene Kieselsäure eingesetzt.



Basisrezeptur

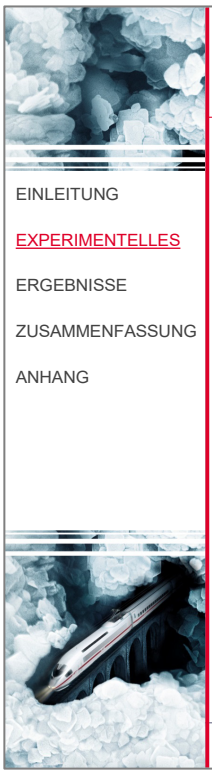
HOFFMANN MINERAL

		Gewichtsteile
GENIOSIL® STP-E 10	Polymer silanterminierter Polyether	25,5
Caradol ED 56-200	Weichmacher Polypropylenglykol	15,0
GENIOSIL® XL 10	Trocknungsmittel Vinylsilan	2,0
HDK H 18	Rheologieadditiv pyrogene Kieselsäure	2,5
NCC	Füllstoff natürliches Calciumcarbonat	54,0
GENIOSIL® GF 96	Haftvermittler Aminosilan	1,0
Summe		**100,0**

VM-05/0610/02.2019

2.2 Füllstoffe und Kennwerte

Die Tabelle gibt eine Übersicht über die wichtigsten Kennwerte der verwendeten Füllstoffe.



Füllstoffe und Kennwerte

HOFFMANN MINERAL

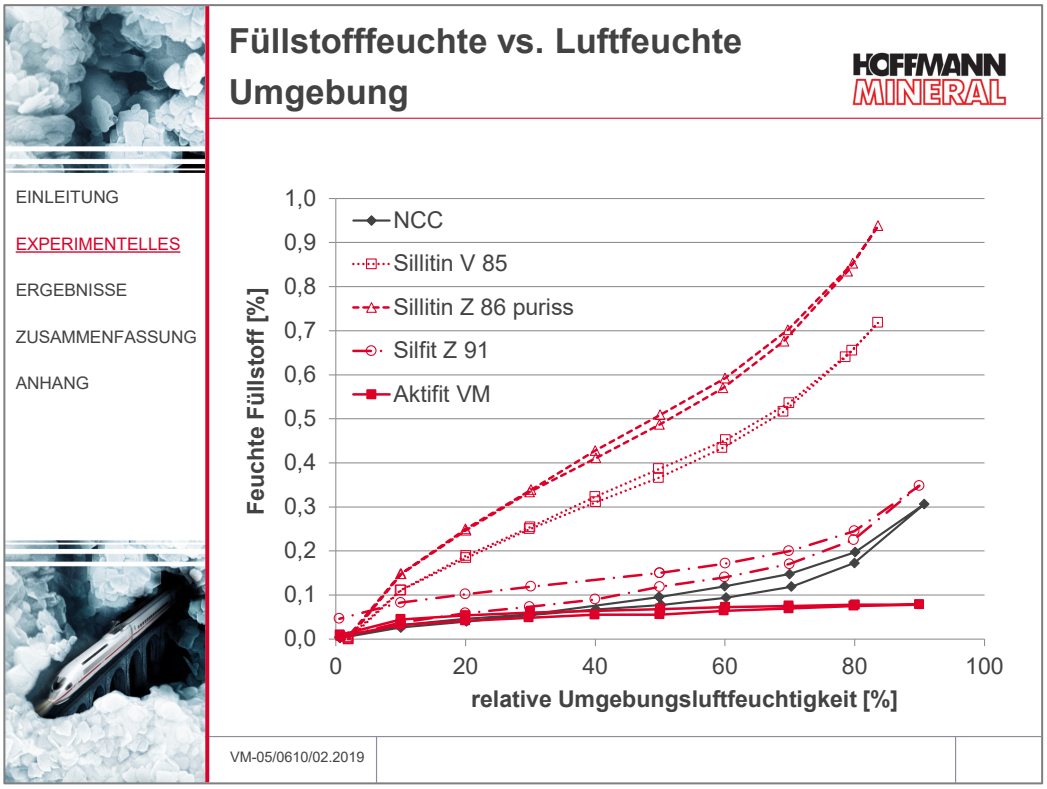
		NCC	Neuburger Kieselerde		Kalzinierte Neuburger Kieselerde	
			Sillitin V 85	Sillitin Z 86 puriss	Silfit Z 91	Aktifit VM
Flüchtige Anteile bei 105 °C	[%]	0,1	0,4	0,6	0,2	0,1
Korngröße d_{50}	[µm]	5	4	1,8	2	2
Korngröße d_{97}	[µm]	21	18	8	10	9
Ölzahl	[g/100g]	20	40	50	57	52
Spezifische Oberfläche BET	[m²/g]	2,4	7	10	7,9	7,9
Oberflächenbehandlung		---	---	---	---	Vinyl-silan
		hydrophil				hydrophob

VM-05/0610/02.2019

Das in der Basisrezeptur enthaltene natürliche Calciumcarbonat ist ein Marmormehl mit einer mittleren Feinheit (d_{50}: 5 µm).

Entsprechend der Korngröße des Wettbewerbers wird als gröbster Vertreter der Neuburger Kieselerde Sillitin V 85 eingesetzt, obwohl bereits hier eine höhere spezifische Oberfläche und Ölzahl vorliegen. Alle anderen verwendeten Kieselerdetypen sind feinere Qualitäten mit ähnlicher oder noch höherer Ölzahl und höherer spezifischer Oberfläche. Sillitin V 85 und Sillitin Z 86 puriss zählen zu den Standard-Kieselerden. Silfit Z 91 und Aktifit VM sind kalzinierte Varianten und damit deutlich hellere und farbneutralere Produkte. Weitere Unterschiede bestehen hinsichtlich Oberflächencharakter und Oberflächenbehandlung.

Die Standard-Kieselerden und Silfit Z 91 sind als unbehandelte Varianten als hydrophil einzustufen, wogegen das vinylsilanisierte Aktifit VM hydrophob ist. Es zeigt sehr niedrige flüchtige Anteile und weist zudem eine außerordentlich niedrige Feuchtigkeitsaufnahme unter feuchten klimatischen Bedingungen auf. Die folgende Grafik zeigt, wie sich der (Gleichgewichts-) Feuchtigkeitsgehalt der Füllstoffe mit der Luftfeuchtigkeit der Umgebung ändert.



Dargestellt ist jeweils die Kurve für die Aufnahme von Feuchtigkeit bei Zunahme der Umgebungsluftfeuchte sowie die Abgabekurve bei abnehmender Feuchtigkeit der Umgebungsluft.

Bei den Standard-Kieselerden ist eine deutliche Abhängigkeit der Füllstofffeuchte vom Umgebungsklima zu erkennen – sie nehmen – ihrer BET-Oberfläche entsprechend – relativ viel Feuchtigkeit auf, geben sie aber bei Trocknung im gleichen Maß auch wieder zügig ab. Das kalzinierte Silfit Z 91 zeigt bei trockenen Umgebungsbedingungen zunächst eine deutlich niedrigere Feuchte, die erst mit höherer Umgebungsluftfeuchte ansteigt.

Besonders hervorzuheben ist jedoch das kalzinierte und vinylsilanisierte Aktifit VM: unabhängig von den klimatischen Bedingungen bleibt die Füllstofffeuchte auf einem nahezu konstanten Wert kleiner 0,1 %, selbst bei extrem hoher Luftfeuchtigkeit. Dadurch kann die Vortrocknung des Füllstoffs vor der Verarbeitung entfallen.

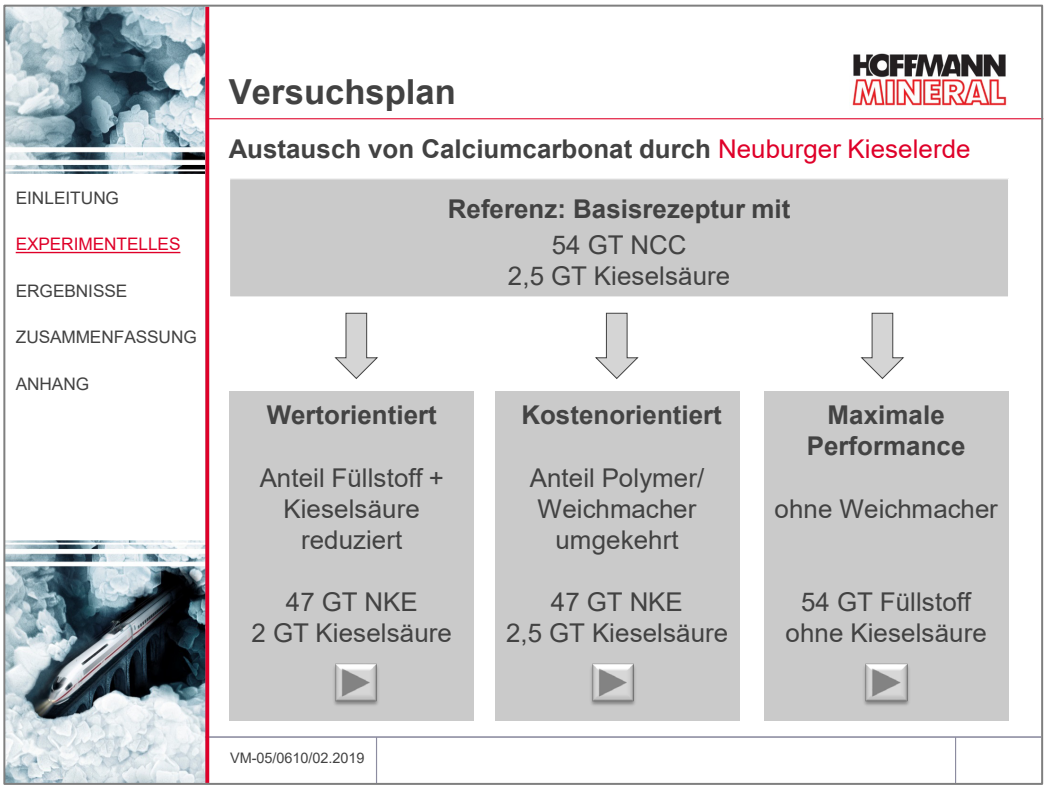
2.3 Versuchsplan

Ausgehend von der Basisrezeptur werden 3 verschiedene Ansatzpunkte betrachtet.

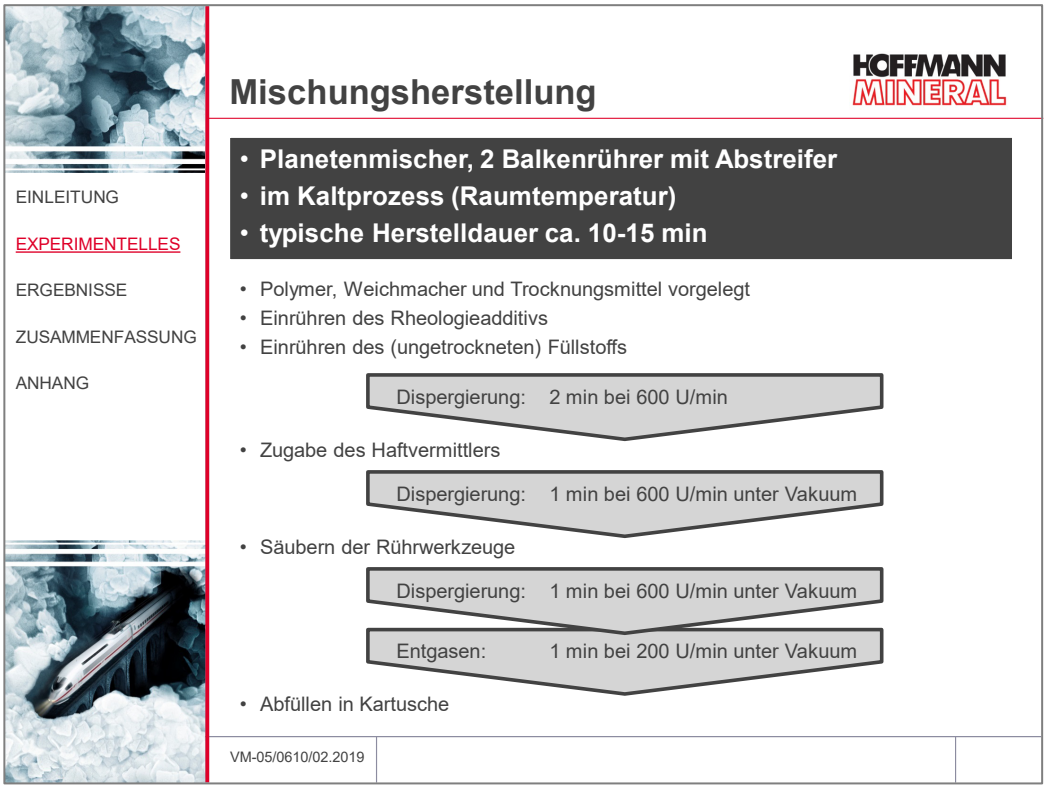
- Der erste Teil der Versuche geht in Richtung Wertorientierung. Um mit Neuburger Kieselerde (NKE) die Viskosität bei stärkerer Scherung niedrig zu halten, wird der Gehalt an Füllstoff und Kieselsäure etwas reduziert (47 und 2 Gewichtsteile).

- Der zweite Weg geht in Richtung Kostenorientierung: zur Kosteneinsparung wird der Polymeranteil reduziert und gleichzeitig der Weichmacheranteil erhöht, so dass sich ein umgekehrtes Verhältnis von Polymer zu Weichmacher ergibt.

- Als dritte Variante soll die maximale Performance aufgezeigt werden, d. h. welche Zugfestigkeit und Zugscherfestigkeit sind durch den Einsatz von Neuburger Kieselerde als verstärkender Füllstoff zu erzielen. Dafür werden Formulierungen ohne Weichmacher und Kieselsäure bewertet.

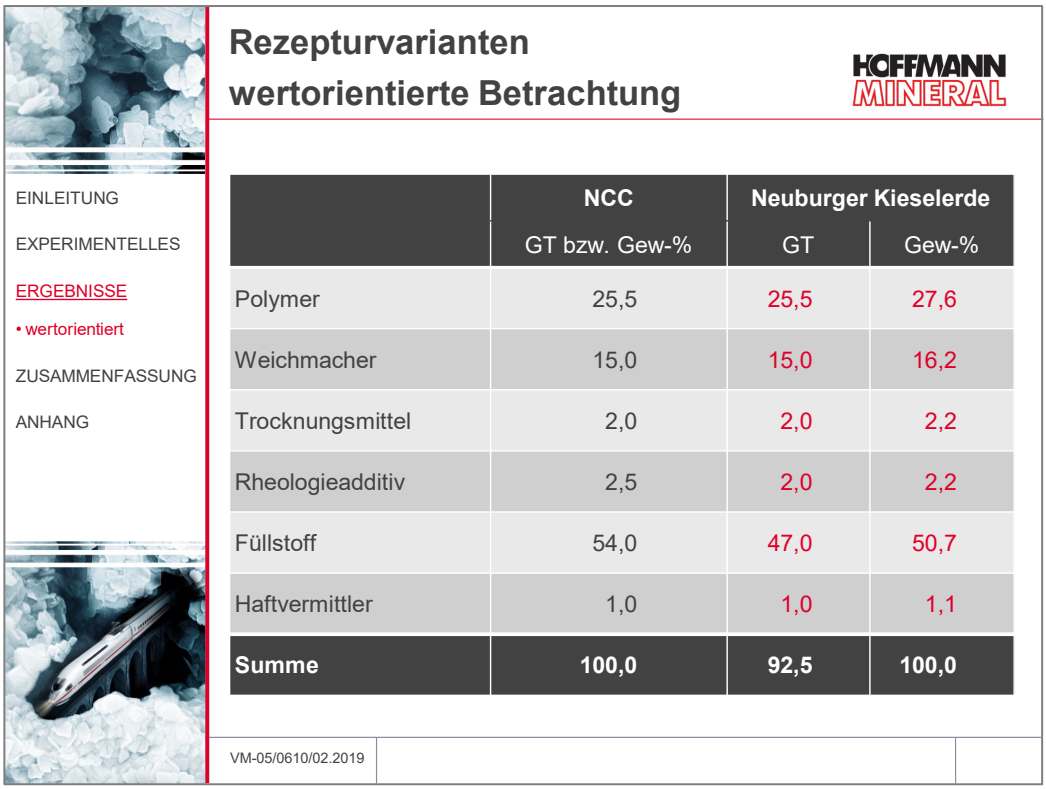


2.4 Mischungsherstellung



3 Ergebnisse

3.1 Wertorientierte Betrachtung

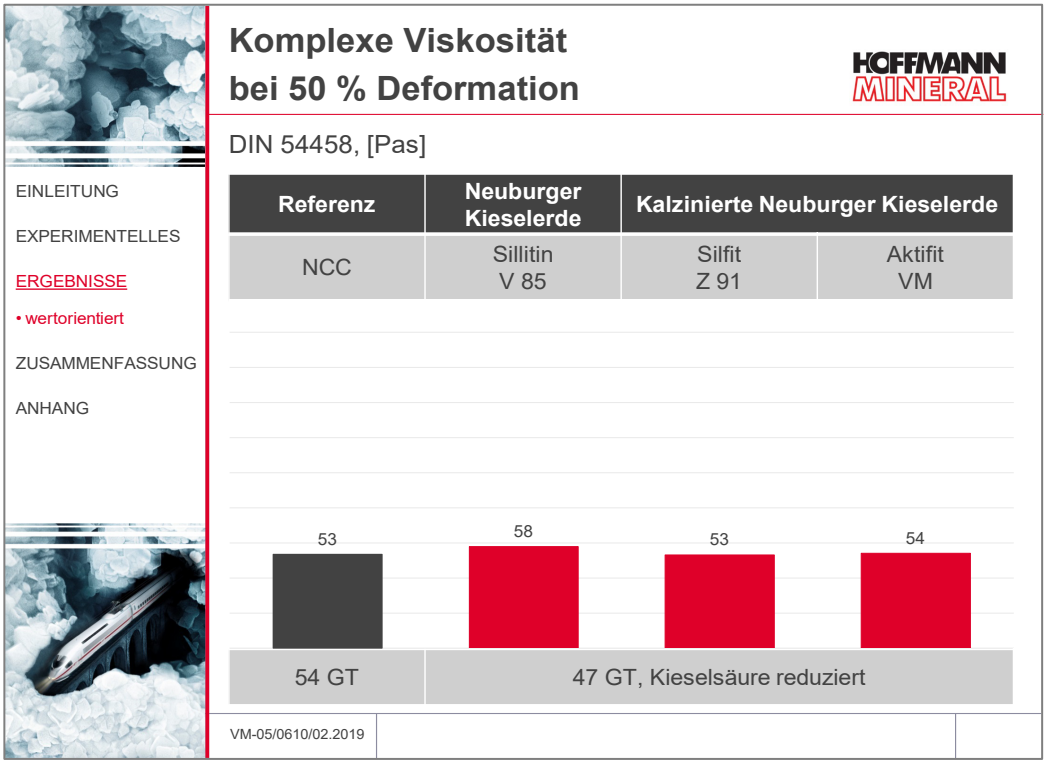


	NCC	Neuburger Kieselerde	
	GT bzw. Gew-%	GT	Gew-%
Polymer	25,5	25,5	27,6
Weichmacher	15,0	15,0	16,2
Trocknungsmittel	2,0	2,0	2,2
Rheologieadditiv	2,5	2,0	2,2
Füllstoff	54,0	47,0	50,7
Haftvermittler	1,0	1,0	1,1
Summe	**100,0**	**92,5**	**100,0**

Die Tabelle zeigt die Basisformulierung mit NCC und die für Neuburger Kieselerde angepasste Rezepturvariation mit reduziertem Füllstoff- und Kieselsäuregehalt. Aus dem Produktportfolio der Neuburger Kieselerde kommen Sillitin V 85, Silfit Z 91 und Aktifit VM zum Einsatz.

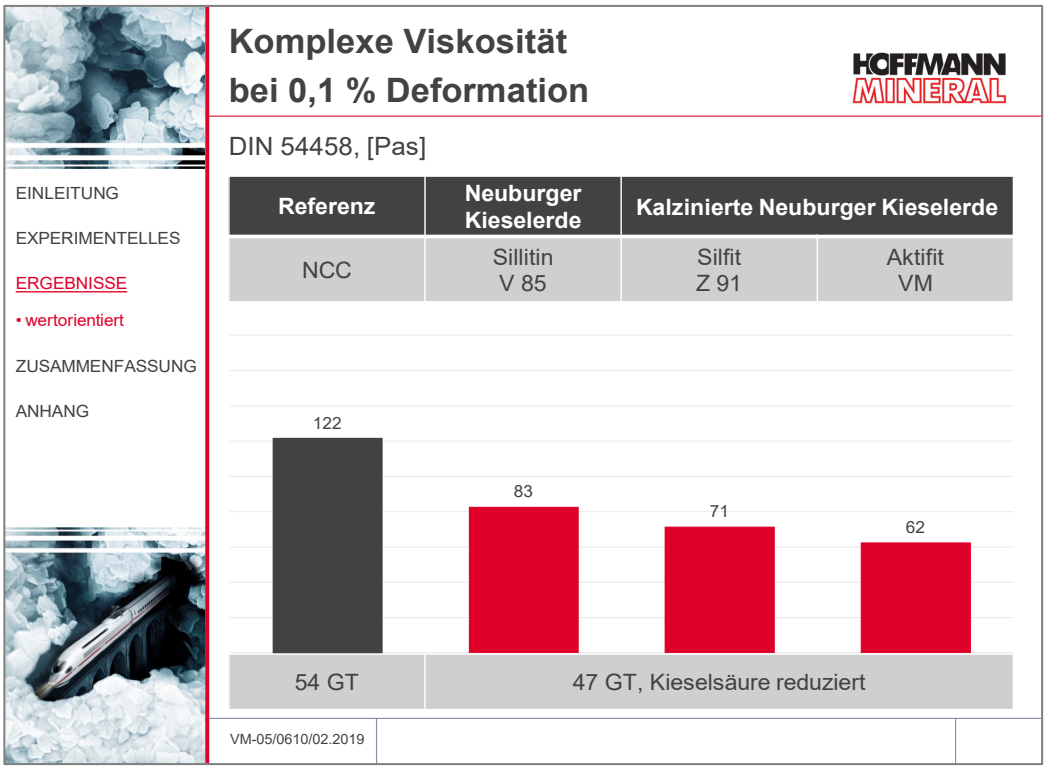
3.1.1 Viskosität

Die komplexe Viskosität wurde mit einem Platte-Platte-Rheometer in einem deformationsgesteuerten Oszillationsversuch bei einer konstanten Frequenz von 10 Hz bestimmt. Verwendet wurde ein Messsystem mit 25 mm Durchmesser, der Spaltabstand betrug 0,5 mm. In den ersten Tagen nach Herstellung der Formulierungen kommt es durch Nachbenetzungseffekte noch zu schwankenden Ergebnissen. Für die Bewertung werden daher die Messergebnisse 4 Wochen nach Herstellung betrachtet.



Alle Formulierungen zeigen etwa die gleiche niedrige komplexe Viskosität bei größerer Deformation. Für die Applikation bedeutet dies, dass die Formulierungen ähnlich leicht ausspritzbar sind wie die Formulierung mit NCC.

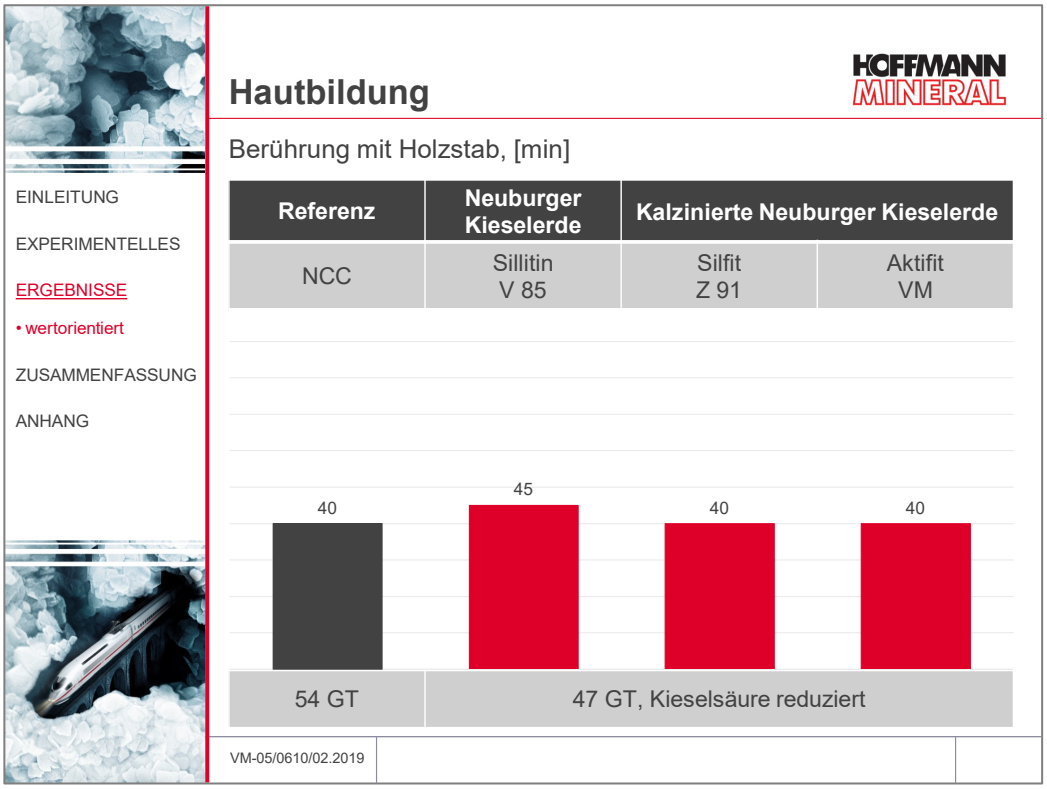
Bei geringer Deformation wird ein Quasi-Ruhezustand simuliert. So können z. B. Standfestigkeit und das Verhalten nach der Applikation beurteilt werden.



Die Neuburger Kieselerden ergeben bei niedriger Deformation eine geringere komplexe Viskosität als das Calciumcarbonat. Daraus ersichtlich ist eine verstärkte Fließneigung, was aber problemlos durch Anhebung der Kieselsäuredosierung auf 2,5-3 Gewichtsteile angepasst werden kann.

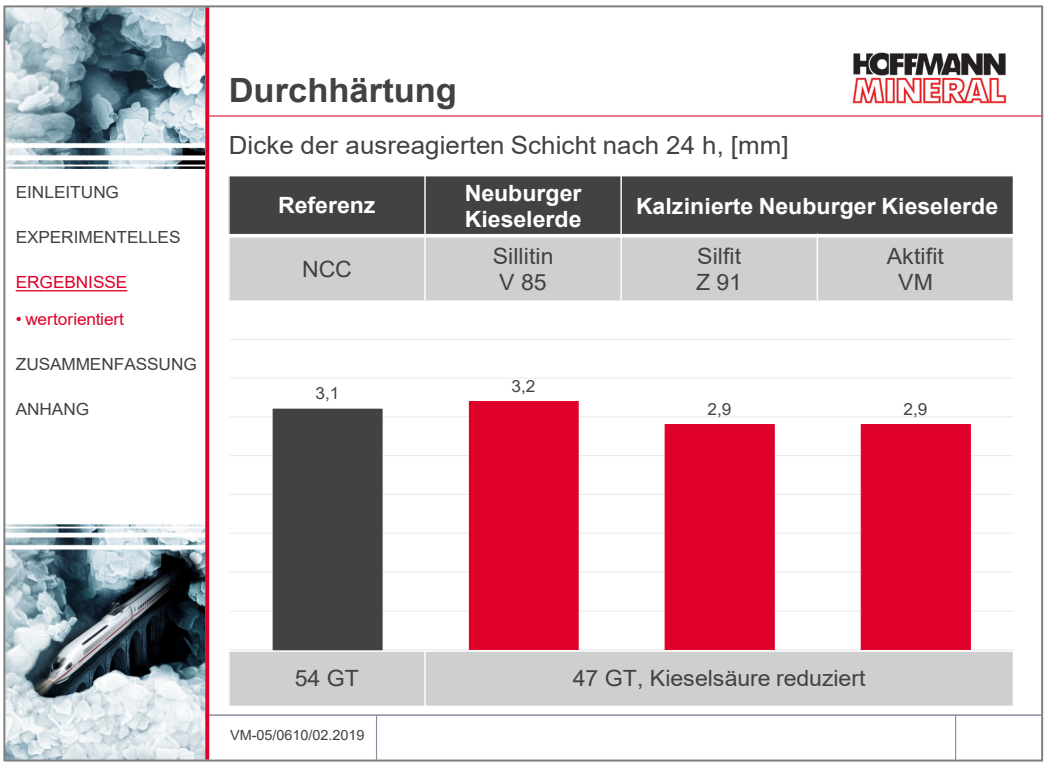
3.1.2 Hautbildung und Durchhärtung

Für die Ermittlung der Hautbildungszeit wurde die Formulierung aus der Kartusche als Strang von ca. 10 mm Durchmesser ausgespritzt. Gelagert bei Normklima 23 °C/50 % rel. Luftfeuchte, wurde der Strang nach definierten Zeiten mit einem Holzstab berührt. Die Zeit, nach der keine Formulierungsreste mehr am Holzstab zurückbleiben, wird als Hautbildungszeit gewertet.



Die Hautbildungszeit ist für alle Füllstoffe ähnlich.

Um die Durchhärtungsgeschwindigkeit zu bestimmen, wurden ca. 4 ml der Formulierung in kleine PE-Behälter (1,8 cm Durchmesser, Höhe 1,5 cm) abgefüllt und die Oberfläche glatt abgestreift. Nach 24-stündiger Lagerung bei Normklima 23/50 wurde die ausreagierte Schicht abgenommen, noch flüssige Formulierungsreste entfernt und die Dicke der ausreagierten Schicht ermittelt.



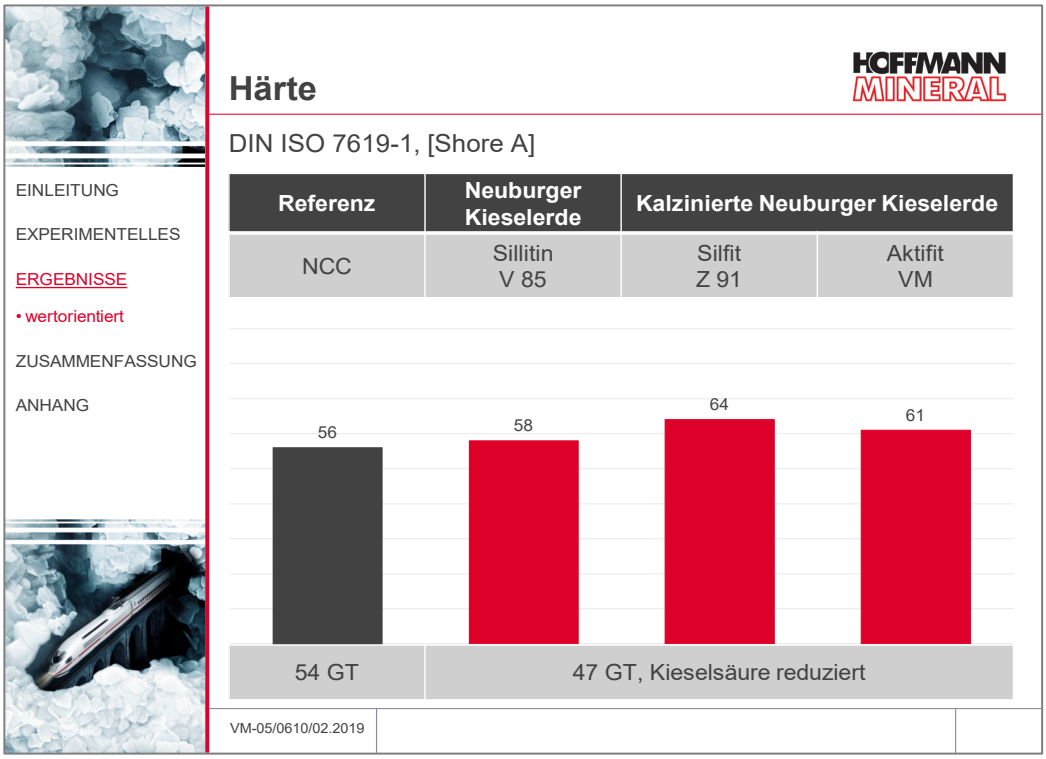
Während Sillitin V 85 eine ähnliche Durchhärtungsgeschwindigkeit wie NCC zeigt, ist die Dicke der ausreagierten Schicht mit den kalzinierten Kieselerden tendenziell etwas geringer. Die Messwerte sind jedoch insgesamt sehr eng zusammen, so dass diese minimalen Unterschiede nicht überbewertet werden dürfen.

3.1.3 Mechanische Prüfungen

Für die Ermittlung von Härte und Zugeigenschaften wurde eine Probeplatte mit ca. 2 mm Dicke hergestellt, 4 Wochen bei Normklima 23/50 ausgehärtet und anschließend S2-Stäbe ausgestanzt.

a) Härte

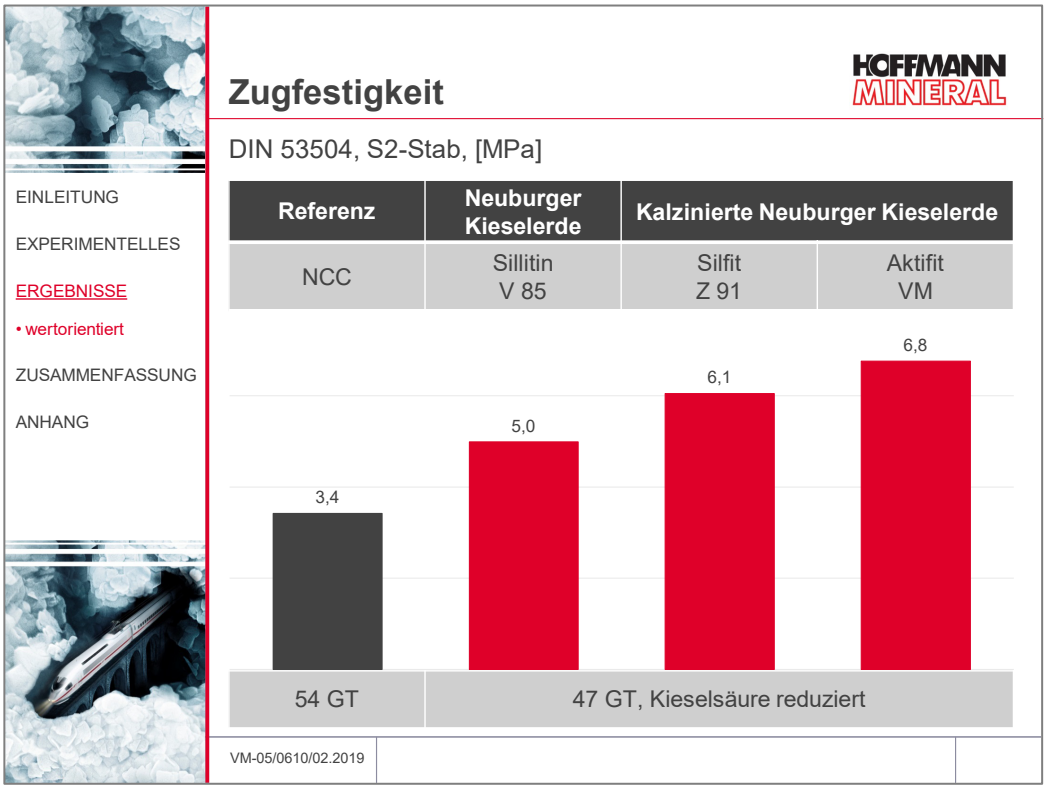
Die Härte wurde an gestapelten S2-Stäben (Gesamthöhe ca. 6 mm) bestimmt.



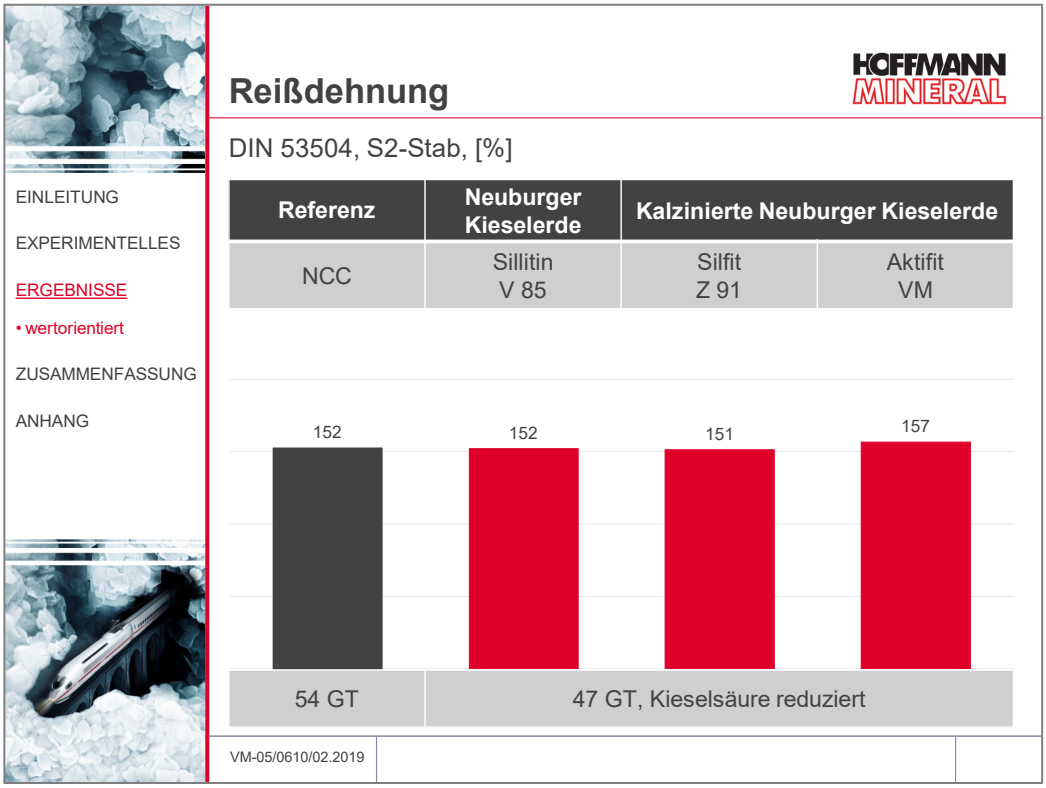
Kalzinierte Neuburger Kieselerde bewirkt – trotz verringertem Füllstoffgehalt – einen Anstieg der Härte.

b) Zugeigenschaften

Die Zuggeschwindigkeit für die Prüfung betrug 200 mm/min.



Trotz der etwas reduzierten Füllstoffdosierung ergibt Neuburger Kieselerde eine signifikante Festigkeitssteigerung. Bereits Sillitin V 85, die gröbste und sehr kosteneffektive Type, ergibt eine markante Erhöhung. Mit den kalzinierten Typen kann die Festigkeit im Vergleich zu Calciumcarbonat sogar teilweise verdoppelt werden.



Obwohl die Zugfestigkeit durch die Neuburger Kieselerde deutlich erhöht wird bleibt die Reißdehnung gleichzeitig auf dem Niveau der Basisrezeptur mit NCC.
Das verstärkende Verhalten der Neuburger Kieselerde zeigt sich in einem deutlich höheren Energieaufnahmevermögen bis zum Bruch, das als Integral der Spannung über der Dehnung ermittelt werden kann.

c) Zugscherfestigkeit auf Holz

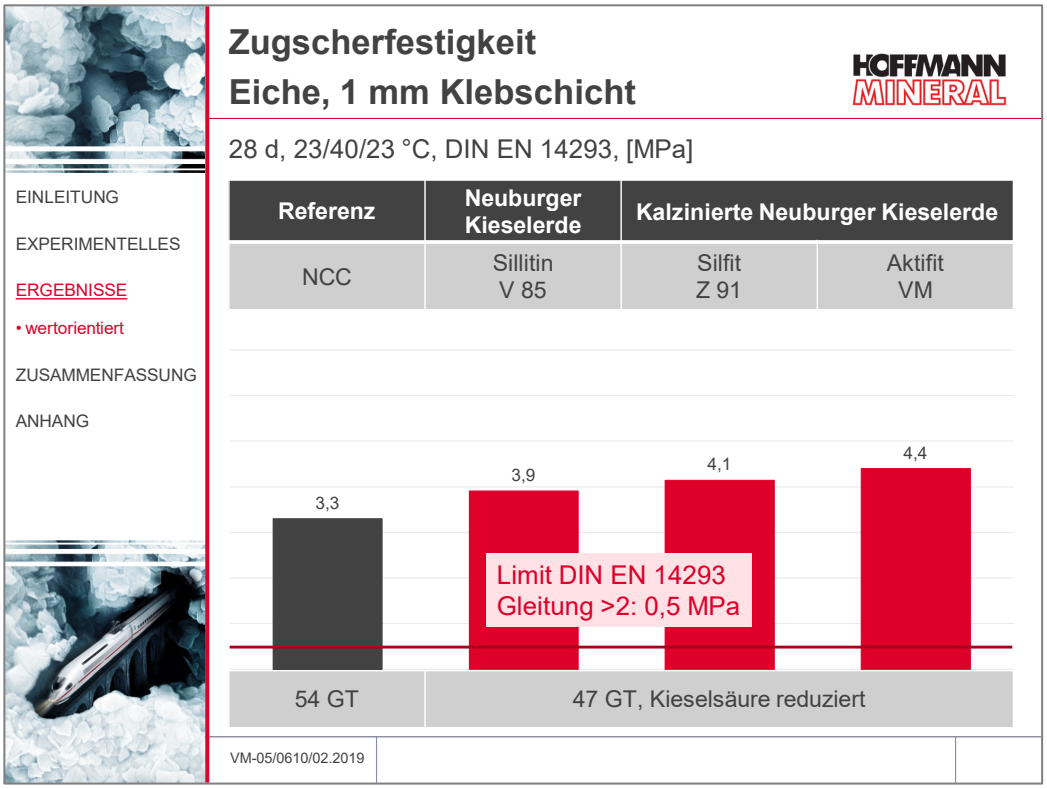
Zwei Eichenmosaikparkettlamellen der Maße 160 x 23 x 8 mm wurden mit einer Klebefläche von 23 x 26 mm (ca. 600 mm²) überlappend verklebt.

Für die Prüfung als „harter“ Klebstoff wurde der Klebstoff mit einer Zahnspachtel (Zahnung B3 nach TKB6) im rechten Winkel zur Längsrichtung der Parkettlamellen aufgetragen und die zweite Lamelle aufgelegt. Durch die Belastung der Klebfläche mit 2 kg für 60 s ergibt sich eine Klebschichtdicke von ca. 0,1 mm.

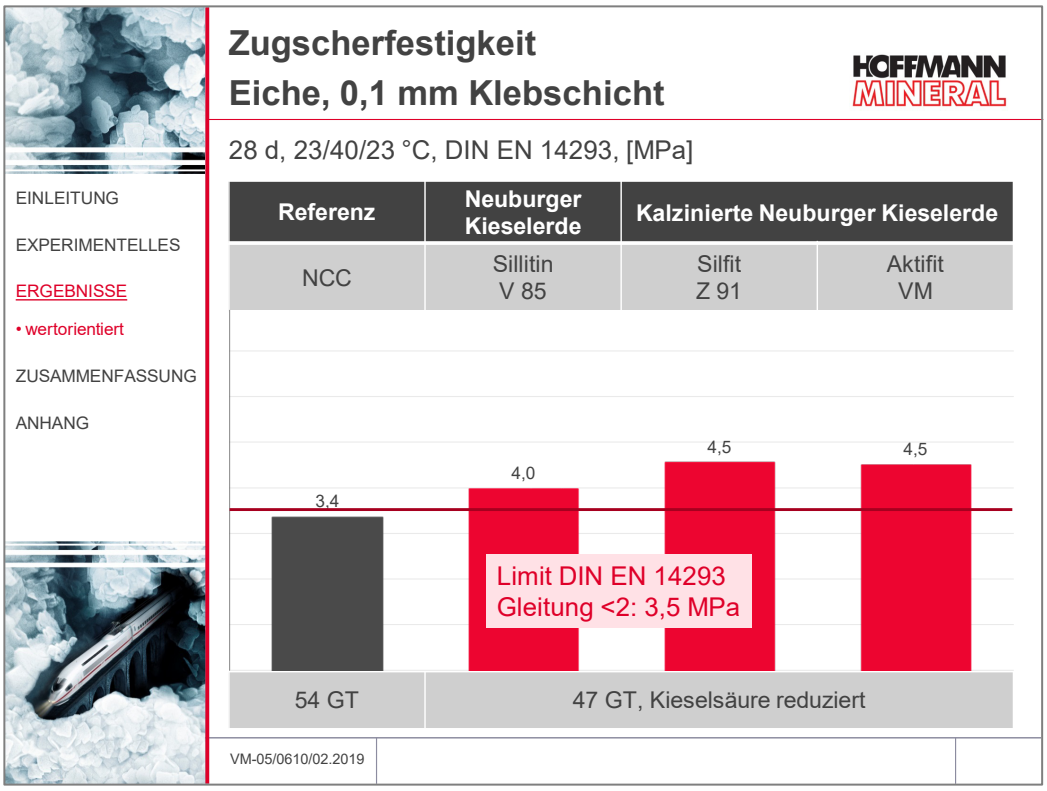
Für die Prüfung als „weicher“ Klebstoff wurde der Klebstoff mit einem Spatel vollflächig auf die Klebfläche aufgetragen. Die Klebschichtdicke von 1 mm wurde durch entsprechende Abstandshalter beim Zusammendrücken der Parkettlamellen eingestellt.

Bei beiden Prüfkörpertypen wurden überschüssige Klebstoffreste nach der Verklebung entfernt.
Die Proben mit 1 mm Klebschichtdicke und die Hälfte der Proben mit 0,1 mm Klebschichtdicke wurden insgesamt 28 Tage gelagert (7 d Normklima 23/50 + 20 d 40 °C + 1 d Normklima 23/50). Die andere Hälfte der Proben mit 0,1 mm Klebschichtdicke wurde zur Beurteilung der Festigkeit in einem frühen Stadium bereits nach 3 Tagen Normklima 23/50 geprüft.

Die Prüfung erfolgte gemäß der Norm DIN EN 14293 mit einer Zuggeschwindigkeit von 20 mm/min.

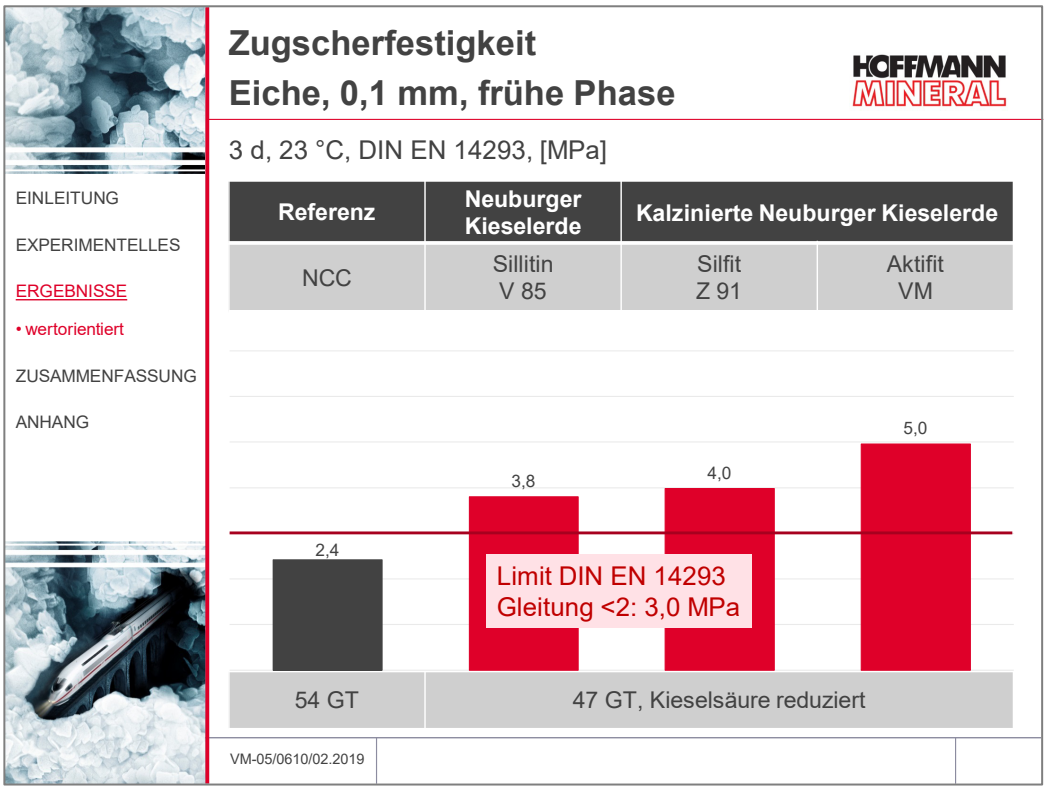


Die Norm DIN EN 14293 verlangt für „weiche“ Parkettklebstoffe – definiert durch eine Gleitung größer als 2 bei 1 mm Klebschichtdicke – eine Zugscherfestigkeit von mindestens 0,5 MPa. Diese Mindestanforderung wird von allen geprüften Rezepturvarianten problemlos überschritten. Alle Formulierungen zeigen gute Haftung auf dem Eichensubstrat. Die Produktvarianten der Neuburger Kieselerde steigern das Festigkeitsniveau deutlich mit einer Verbesserung um bis zu 33 %.



Für „harte“ Klebstoffe – definiert durch eine Gleitung kleiner als 2 – schreibt die Norm eine Zugscherfestigkeit von mindestens 3,5 MPa nach 28 Tagen Härtungsdauer vor. Im Gegensatz zur Referenzformulierung mit NCC, die das Ziel knapp verfehlt, erfüllen die NKE-haltigen Formulierungen diese Anforderung problemlos. Die kalzinierten Kieselerden erzielen dabei die besten Ergebnisse.

Zusätzlich fordert die DIN EN 14293 für „harte“ Klebstoffe eine Zugscherfestigkeit von 3,0 MPa nach einer Härtungszeit von 3 Tagen bei Normklima.

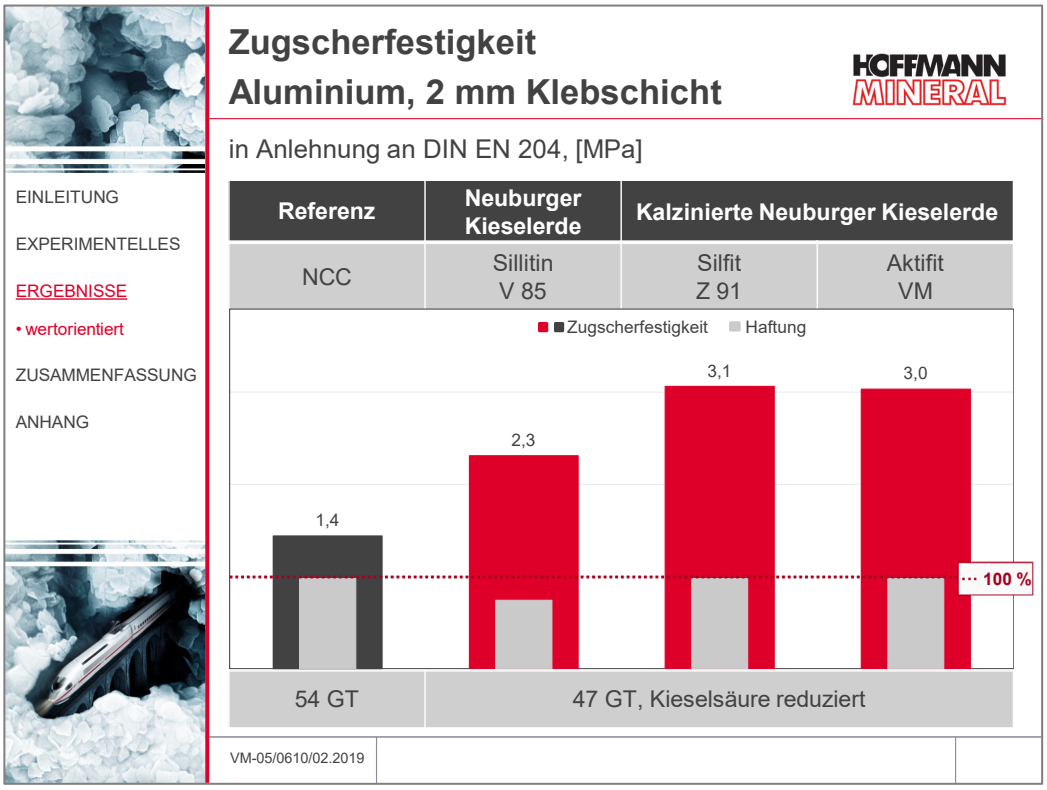


Auch hier liegen die Formulierungen mit NKE deutlich über der Mindestanforderung, wogegen mit NCC auch dieses Limit nicht überwunden werden kann.

d) Zugscherfestigkeit auf Aluminium / Heißwasserbeständigkeit

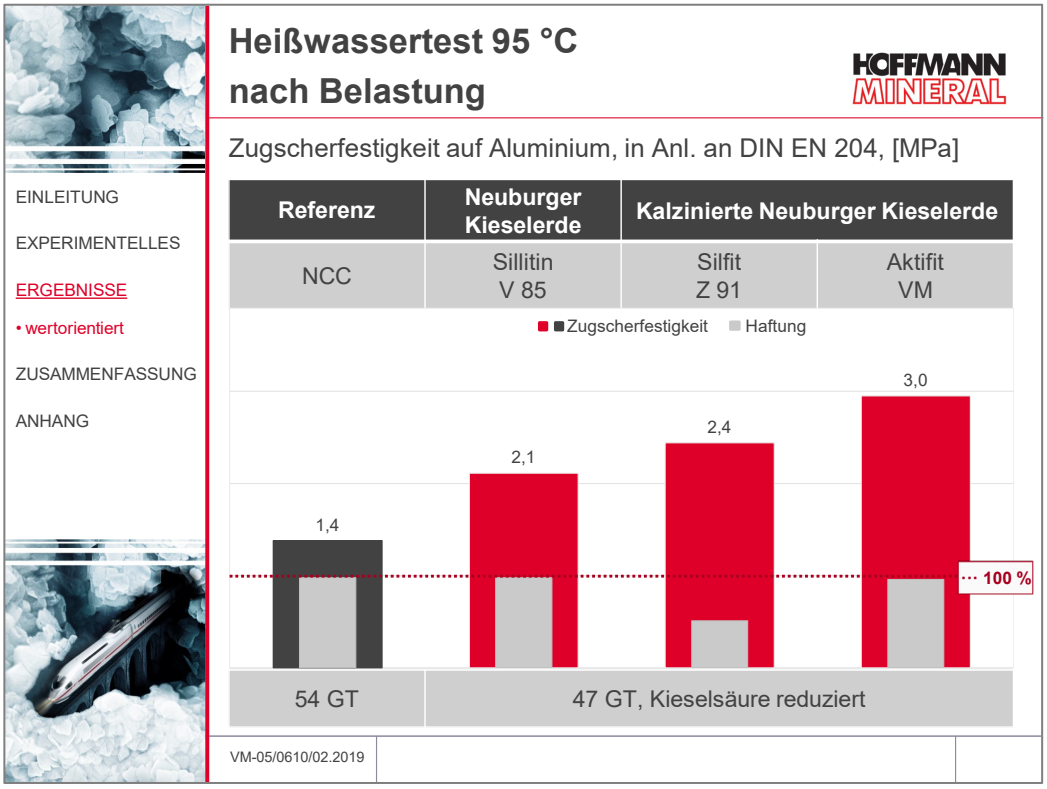
Um die Eigenschaften als multifunktionaler Klebstoff zu beurteilen, wurde Reinaluminium als zusätzliches Substrat ausgewählt.

Zwei Prüfkörper aus Reinaluminium der Maße 100 x 25 x 1,5 mm wurden mit einer Klebefläche von 25 x 12,5 mm (312,5 mm²) und einer Klebschichtdicke von 2 mm überlappend verklebt. Die Prüfung erfolgte nach einer Härtungsdauer von 14 Tagen bei Normklima 23/50.



Dabei übertreffen die Neuburger Kieselerden ebenfalls wieder signifikant das Calciumcarbonat. Speziell Silfit Z 91 und Aktifit VM verbessern die Zugscherfestigkeit um 120 %. Die hellgrauen Balken zeigen den prozentualen Anteil der Klebefläche mit Klebstoffresten nach Bruch der Probe. Die Formulierungen (Ausnahme: Sillitin V 85) zeigen ein sehr gutes Haftvermögen mit 100% Kohäsivversagen.

Die Aluminium-Proben wurden einem Heißwassertest in Anlehnung an die DIN EN 204 unterworfen. Sie wurden 6 h in heißem deionisierten Wasser (95 °C) und anschließend 2 h in kaltem Wasser (20 °C) gelagert. Danach erfolgte die Prüfung in noch nassem Zustand.



Hinsichtlich Heißwasserbeständigkeit werden die positiven Ergebnisse mit den Neuburger Kieselerden bestätigt. Selbst das kosteneffektive Sillitin V 85 übertrifft das Calciumcarbonat noch deutlich. Trotz partiellem Haftungsverlust mit Silfit Z 91 bleibt die gute Festigkeit weitestgehend erhalten.

Aktifit VM, mit dem vor und nach der Lagerung die gleiche überragende Zugscherfestigkeit und 100 % Kohäsivversagen erreicht wird, erweist sich gegenüber Heißwasser als insgesamt besonders vorteilhaft.

3.1.4 Lagerstabilität

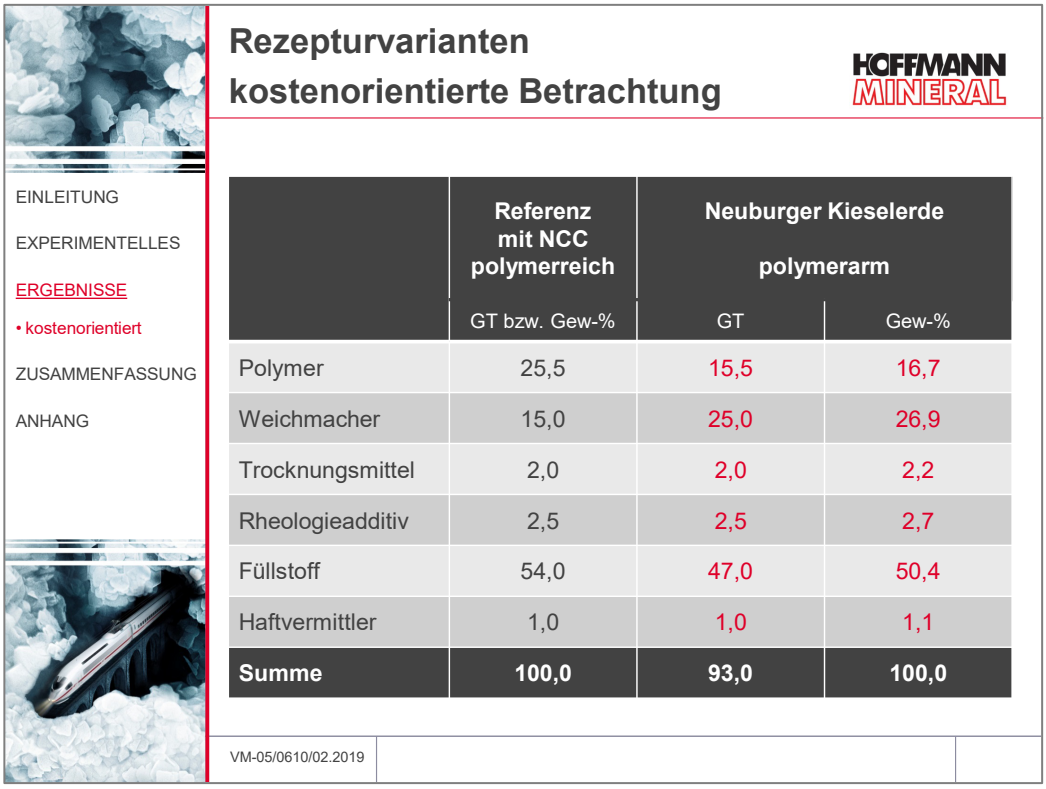
Nach 6-monatiger Lagerung der Formulierungen in einer handelsüblichen Standard- PE-Kartusche bei Raumtemperatur konnte keine vorzeitige Vernetzung festgestellt werden. Keine der Formulierungen war geliert und somit waren alle Formulierungen noch problemlos ausspritzbar.

3.1.5 Teilzusammenfassung: wertorientierte Betrachtung

Im Vergleich zum Standardfüllstoff NCC ergeben sich mit Neuburger Kieselerde folgende Eigenschaften:

- Rheologieanpassung über einen optimierten Füllstoff-/Kieselsäuregehalt
- höhere Zugfestigkeit ohne Einbußen bei der Reißdehnung
- deutlich höhere Zugscherfestigkeit
- hohe Zugscherfestigkeit auch nach Heißwasserlagerung
- die Anforderungen der DIN EN 14293 sowohl für „harte“ als auch für „weiche“ Klebstoffe werden mit Neuburger Kieselerde erfüllt

3.2 Kostenorientierte Betrachtung

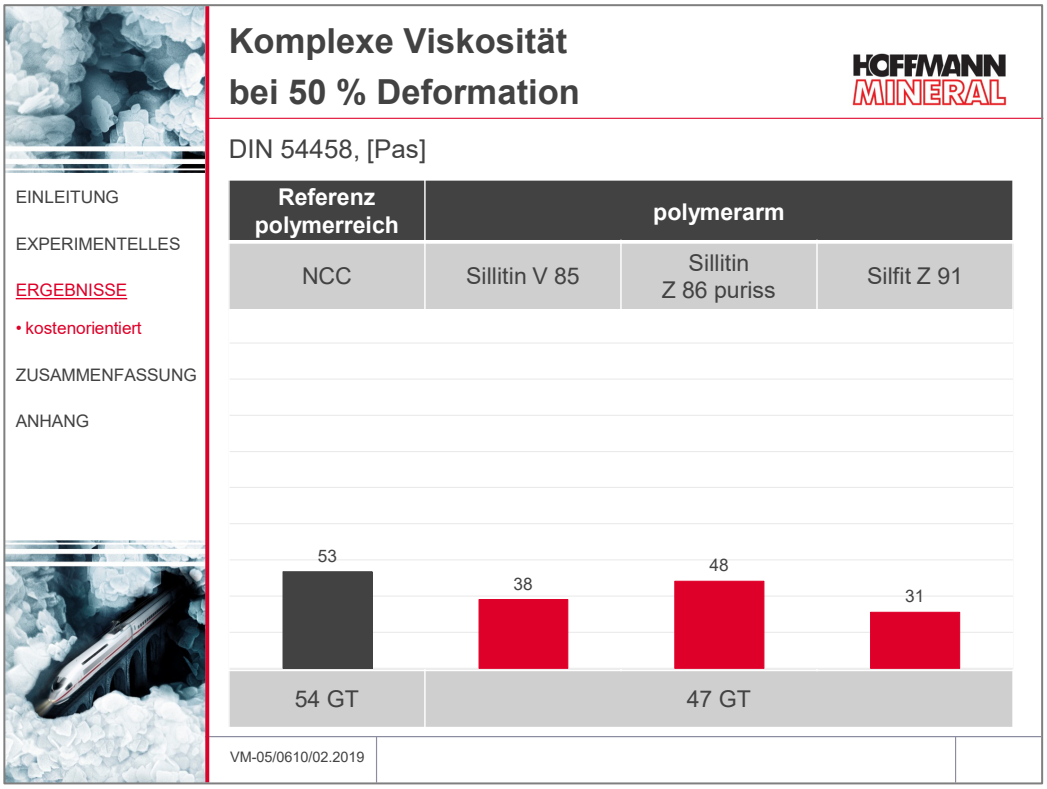


	Referenz mit NCC polymerreich	Neuburger Kieselerde polymerarm	
	GT bzw. Gew-%	GT	Gew-%
Polymer	25,5	15,5	16,7
Weichmacher	15,0	25,0	26,9
Trocknungsmittel	2,0	2,0	2,2
Rheologieadditiv	2,5	2,5	2,7
Füllstoff	54,0	47,0	50,4
Haftvermittler	1,0	1,0	1,1
Summe	**100,0**	**93,0**	**100,0**

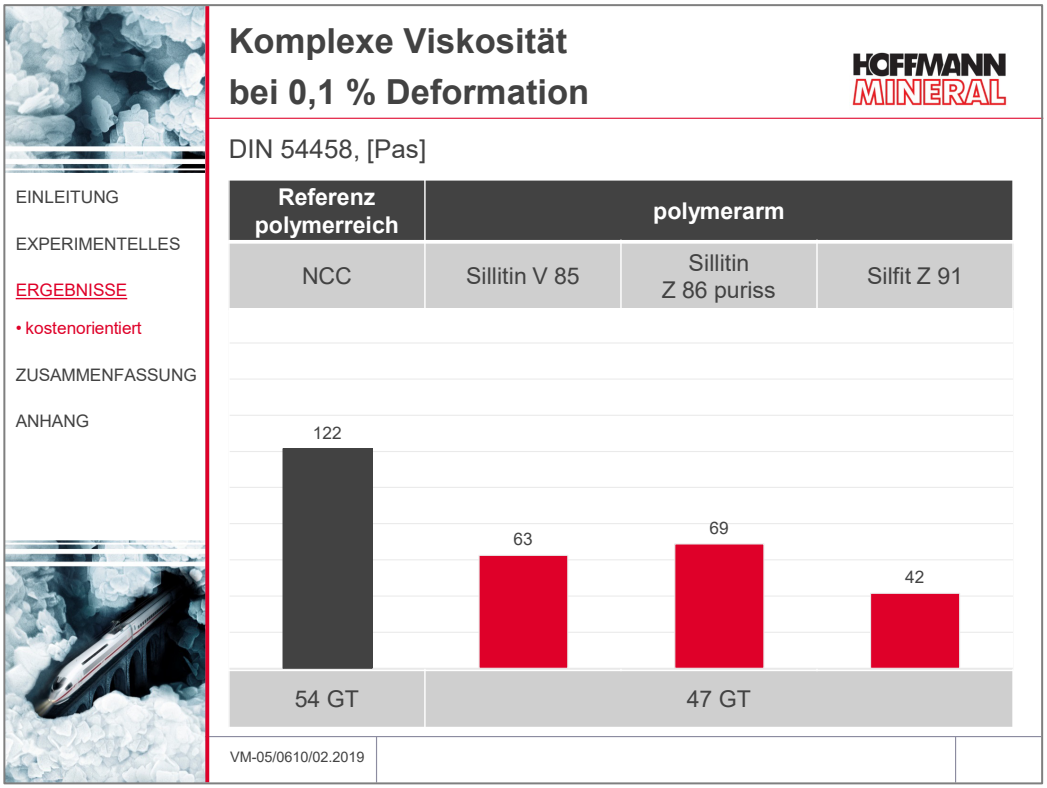
In der kostenorientierten Versuchsvariante wird die durch Neuburger Kieselerde erzielbare hohe Festigkeit genutzt. Ausgangspunkt ist wieder die polymerreiche Basisrezeptur mit Calciumcarbonat, welche als Referenz dient. Zur Kosteneinsparung wird der Polymeranteil in der Formulierung reduziert und gleichzeitig der Weichmacheranteil (Polypropylenglykol) erhöht. Der Füllstoffgehalt mit Neuburger Kieselerde wird wie bei der wertorientierten Betrachtung auf 47 GT verringert. Das Rheologieadditiv Kieselsäure wird jedoch zu Gunsten der Standfestigkeit wieder in der ursprünglichen Dosierung von 2,5 GT eingesetzt.

Als kostengünstige Füllstoffe finden hier Sillitin V 85 und Sillitin Z 86 puriss, zwei Standardtypen der Neuburger Kieselerde, sowie als farbneutrale Variante das kalzinierte, unbehandelte Silfit Z 91 Verwendung.

3.2.1 Viskosität

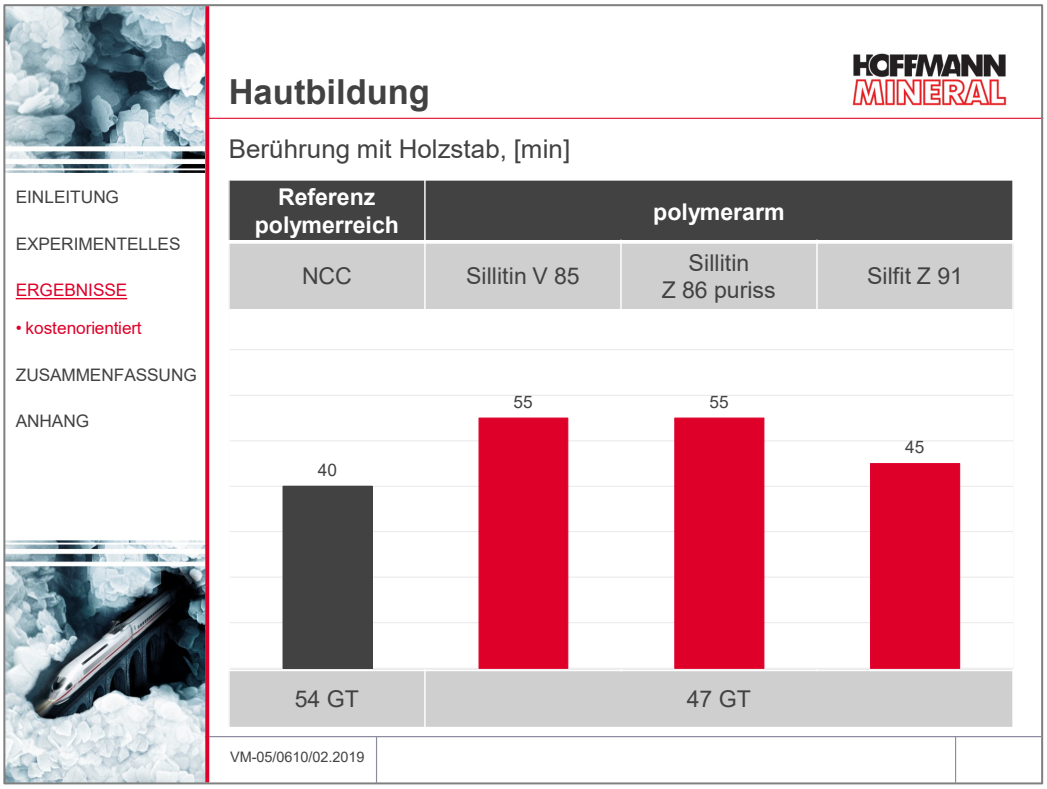


Bedingt durch den geringeren Füllstoffgehalt und das umgekehrte Polymer-/ Weichmacher-Verhältnis zeigen die Formulierungen mit Neuburger Kieselerde bei stärkerer Deformation niedrigere, maximal vergleichbare Viskositätswerte wie die Basisformulierung mit NCC.

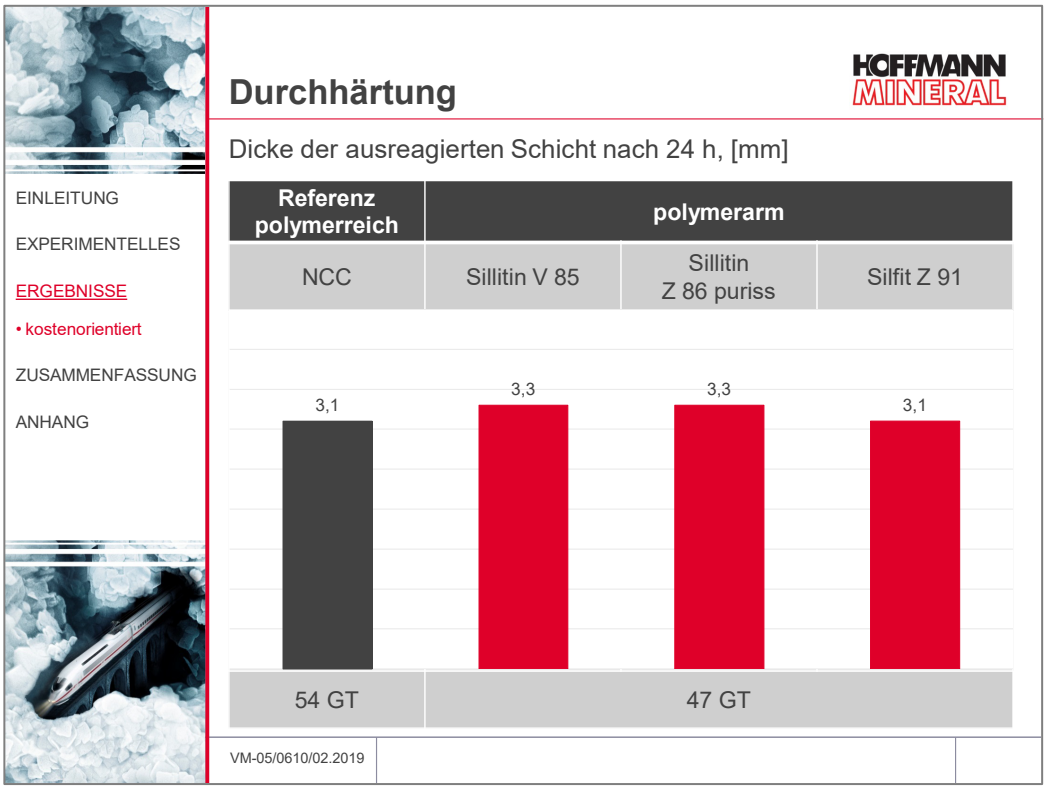


Bei geringer Deformation ist die Viskosität mit NKE deutlich geringer und die Fließneigung stärker. Besonders gilt dies für das kalzinierte Silfit Z 91. Dem könnte durch Anpassung des Füllstoff- und besonders des Rheologieadditivgehalts entgegen gewirkt werden, falls höhere Standfestigkeit gewünscht wird.

3.2.2 Hautbildung und Durchhärtung



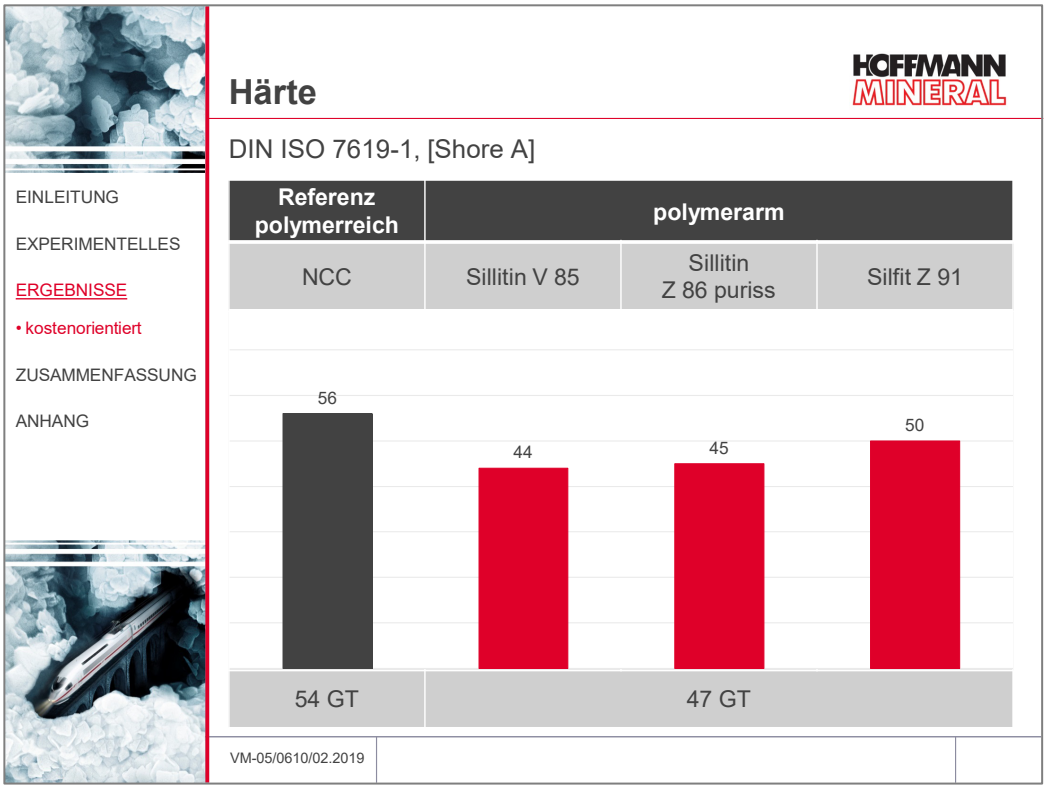
Gegenüber der polymerreichen Formulierung mit NCC verlängert sich die Hautbildungszeit durch die Weichmachererhöhung generell. Dadurch steht bei der Parkettverlegung eine längere offene Zeit zur Verfügung. Vor allem mit den Standard-Kieselerden Sillitin V 85 und Sillitin Z 86 puriss ist dieser Effekt nutzbar. Bei Verwendung von Silfit Z 91 verläuft die Hautbildung ähnlich schnell wie bei der Basisformulierung.



Die Durchhärtung bleibt dagegen relativ unbeeinflusst. Bei hohem Weichmachergehalt neigen die Standardtypen eher zu schnellerer Durchhärtung.

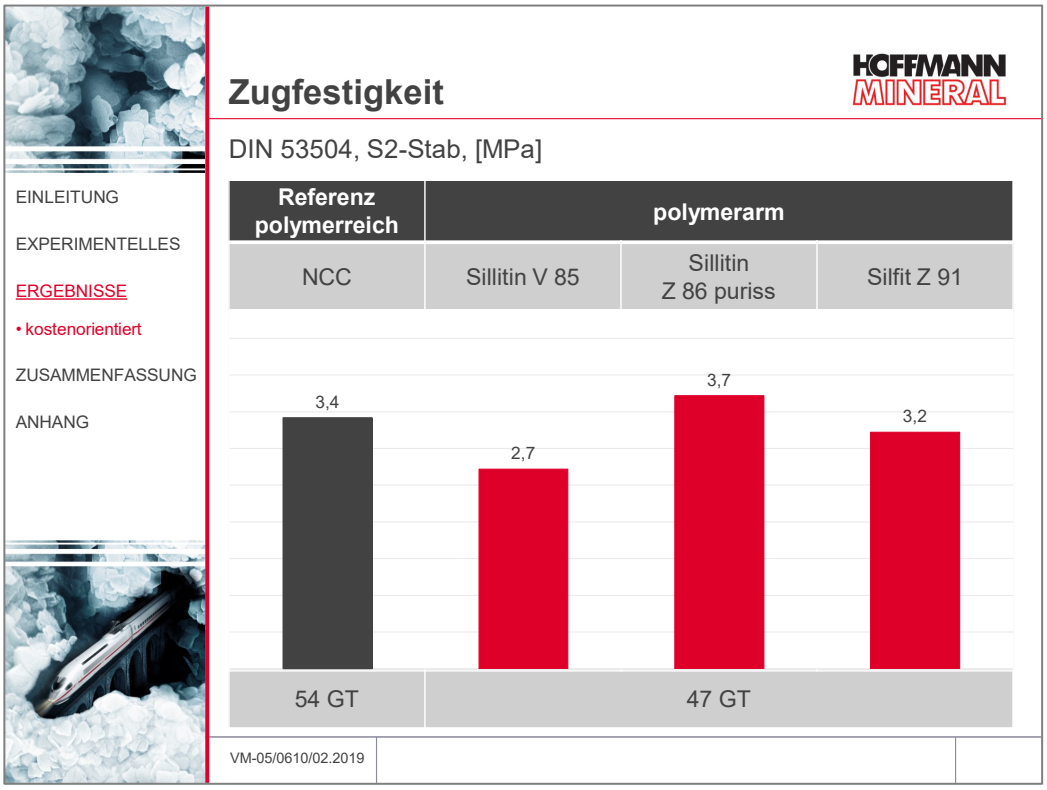
3.2.3 Mechanische Prüfungen

a) Härte

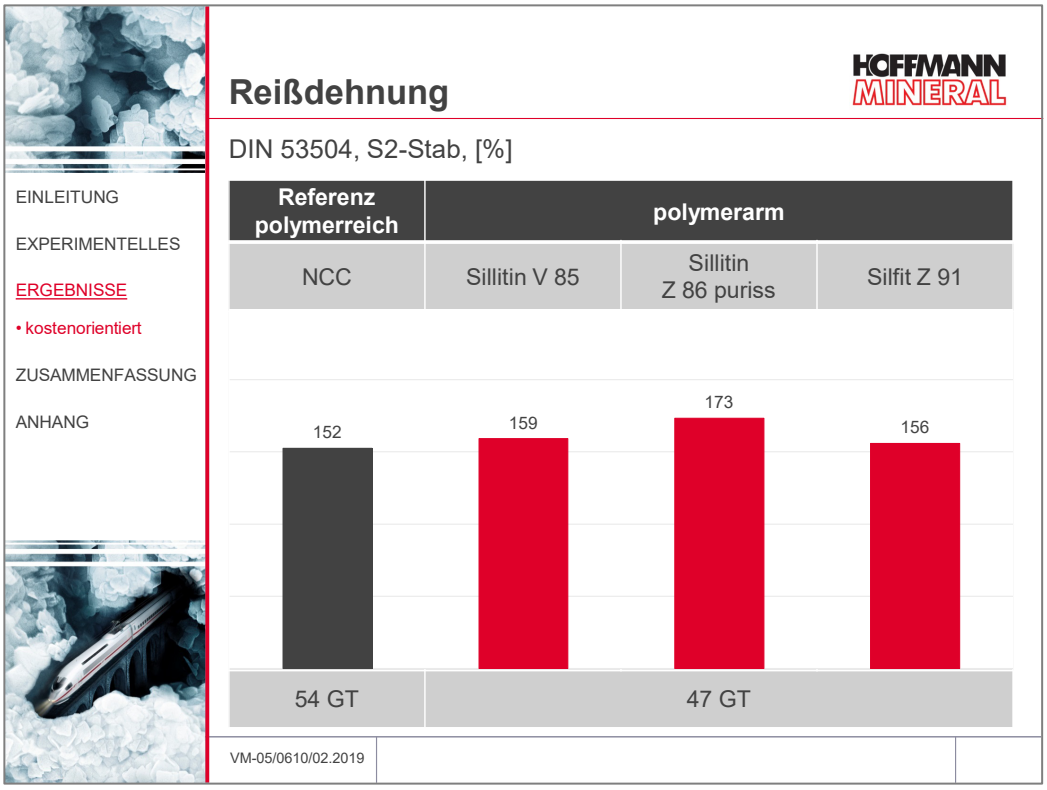


Mit geändertem Polymer-/Weichmacherverhältnis und reduziertem Füllstoffgehalt sinkt die Härte unter das Niveau der polymerreichen Referenzformulierung mit NCC. Durch die Verwendung der kalzinierten Type Silfit Z 91 kann dies teilweise kompensiert werden.

b) Zugeigenschaften

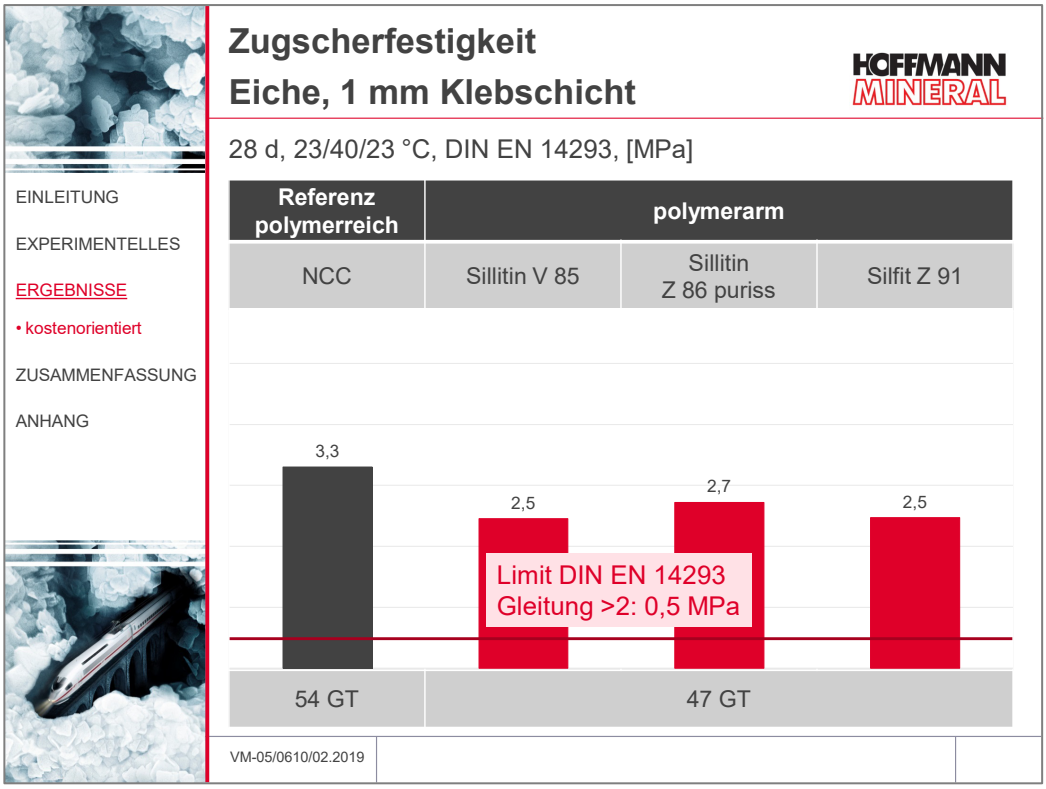


Die Zugfestigkeit bleibt mit den feineren Kieselerdetypen Sillitin Z 86 puriss und Silfit Z 91 etwa auf dem Niveau der polymerreichen Referenz mit NCC. Mit dem gröberen Sillitin V 85 ist eine leichte Einbuße zu verzeichnen.



Auch die Reißdehnung bleibt auf dem Niveau der Referenzrezeptur mit NCC. Mit Sillitin Z 86 puriss ergibt sich eine Tendenz zu höherer Dehnung.

c) Zugscherfestigkeit auf Holz



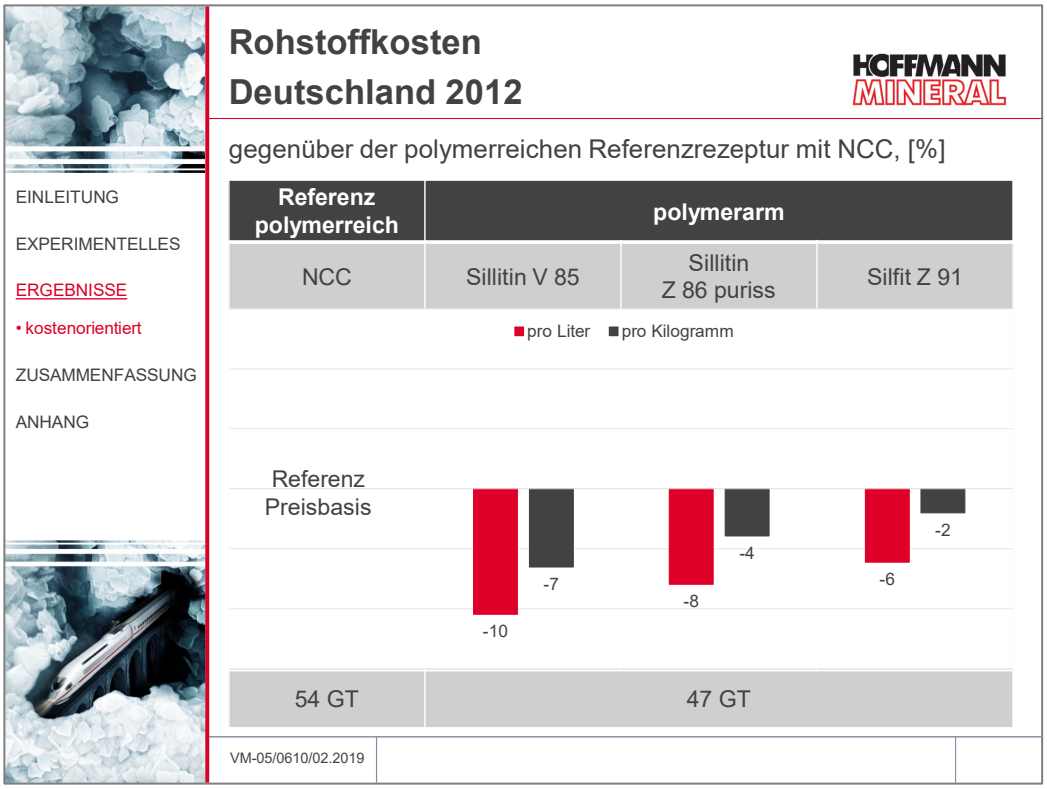
Die Zugscherfestigkeit ist zwar etwas niedriger als mit der polymerreichen NCC-Formulierung, übertrifft aber die Anforderung der DIN EN 14293 an „weiche“ Klebstoffe immer noch bei weitem. Alle Formulierungen zeigen gute Haftung auf dem Eichensubstrat.

3.2.4 Lagerstabilität

Nach 6-monatiger Lagerung der Formulierungen in einer handelsüblichen Standard- PE-Kartusche bei Raumtemperatur konnte keine vorzeitige Vernetzung festgestellt werden. Keine der Formulierungen war geliert und somit waren alle Formulierungen noch problemlos ausspritzbar. Mit Sillitin Z 86 puriss wurde eine leichte Zunahme der Viskosität beobachtet.

3.2.5 Rohstoffkosten

Dargestellt sind die Rohstoffkosten pro Liter und pro Kilogramm Formulierung im Vergleich zur polymerreichen Referenzrezeptur mit Calciumcarbonat. Basis für die Kalkulation waren die Rohstoffpreise in Deutschland 2012.



Hinsichtlich Kosteneinsparung ergeben sich gerade im Bereich „weiche Parkettkleber“ aufgrund der mit Neuburger Kieselerde erzielbaren Festigkeit mehrere Möglichkeiten. Mit einem Einsparungspotential von 10 % (volumenbezogen) bzw. 7 % (gewichtsbezogen) ist die Formulierung mit Sillitin V 85 die kostengünstigste Variante.

Sillitin Z 86 puriss bietet höhere Festigkeiten bei immer noch 8 bzw. 4 % Einsparung. Auch mit dem deutlich farbneutraleren Silfit Z 91 bleibt ein Einsparungspotential von 6 bzw. 2 % bei guter Festigkeit.

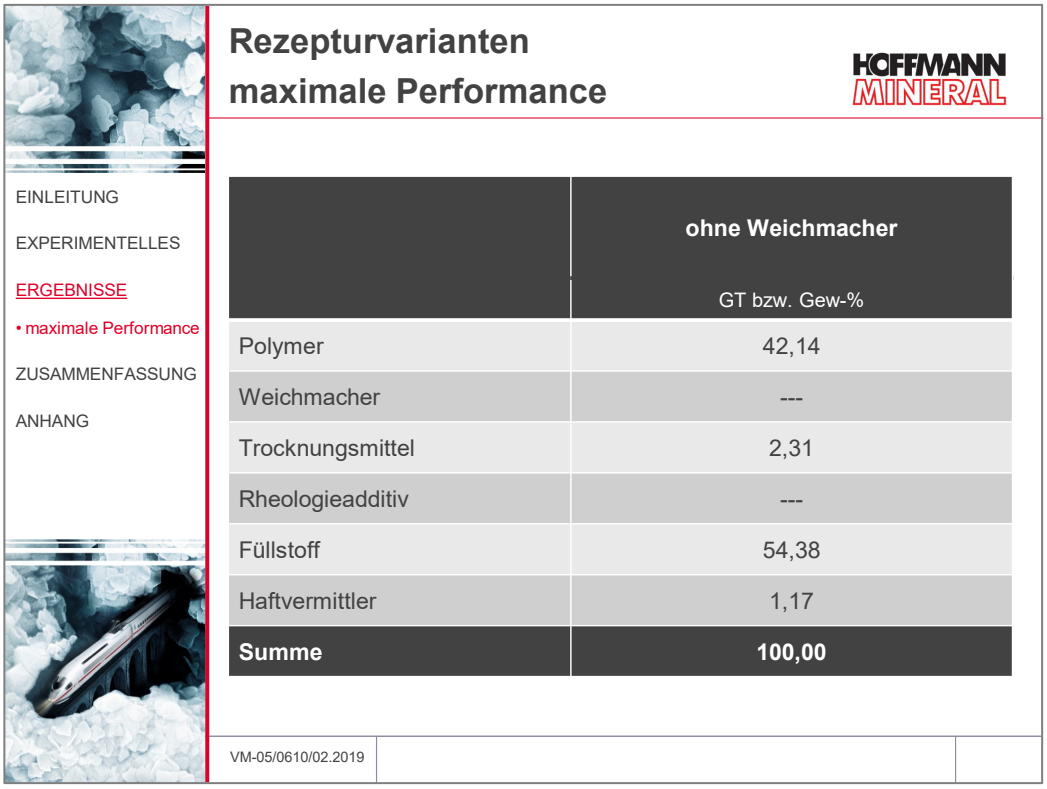
3.2.6 Teilzusammenfassung: kostenorientierte Betrachtung

Im Vergleich zur Referenzformulierung mit höherem Polymeranteil zeigen sich folgende Eigenschaften:

- ähnliche Zugfestigkeit und Reißdehnung
- etwas geringere Zugscherfestigkeit
- Erfüllung der Anforderung der DIN EN 14293 an „weiche“ Parkettklebstoffe
- Kosteneinsparungspotential durch reduzierten Polymer- und erhöhten Weichmachergehalt

3.3 Maximale Performance

Im letzten Teil der Versuchsreihe wird anhand weichmacherfreier Formulierungen das maximale Leistungsvermögen der Neuburger Kieselerden im Vergleich zu NCC untersucht. Zielstellung ist hier „Kleben mit größtmöglicher Kraftübertragung“.



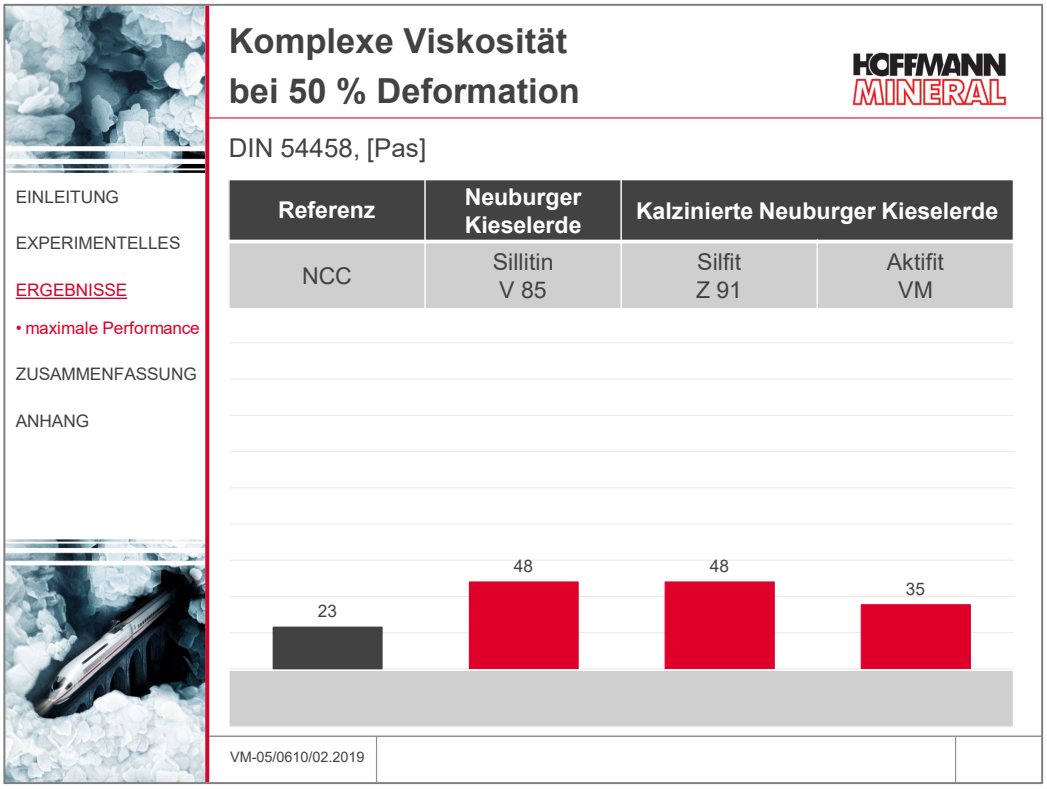
	ohne Weichmacher GT bzw. Gew-%
Polymer	42,14
Weichmacher	---
Trocknungsmittel	2,31
Rheologieadditiv	---
Füllstoff	54,38
Haftvermittler	1,17
Summe	**100,00**

Um ausschließlich den Füllstoffeinfluss beurteilen zu können, besteht die Rezeptur nur noch aus Polymer, Füllstoff, Trocknungsmittel und Haftvermittler. Auf das Rheologieadditiv Kieselsäure wird verzichtet, da es auch einen gewissen Teil zur Festigkeit beiträgt und die Viskosität zusätzlich erhöht.

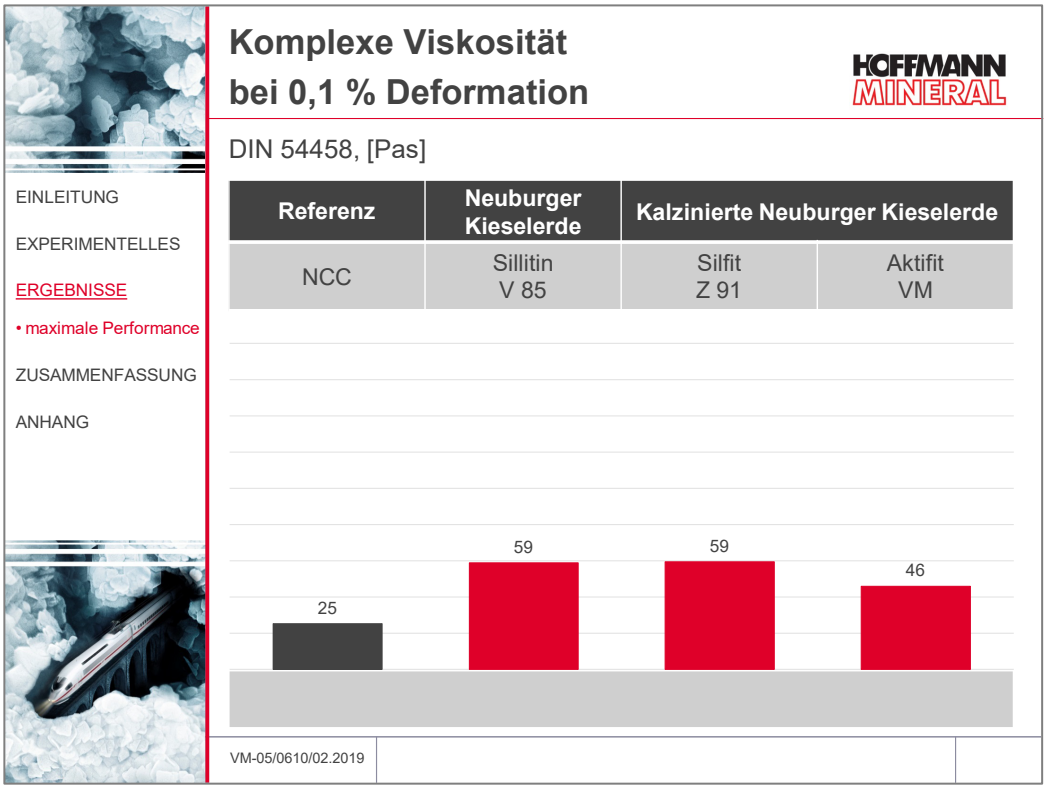
Der Rezepturaufbau ist für alle Formulierungen gleich, der Füllstoffgehalt liegt bei rund 54 %.

Aus der Produktreihe der Neuburger Kieselerde werden wieder Sillitin V 85, Silfit Z 91 und Aktifit VM verwendet.

3.3.1 Viskosität

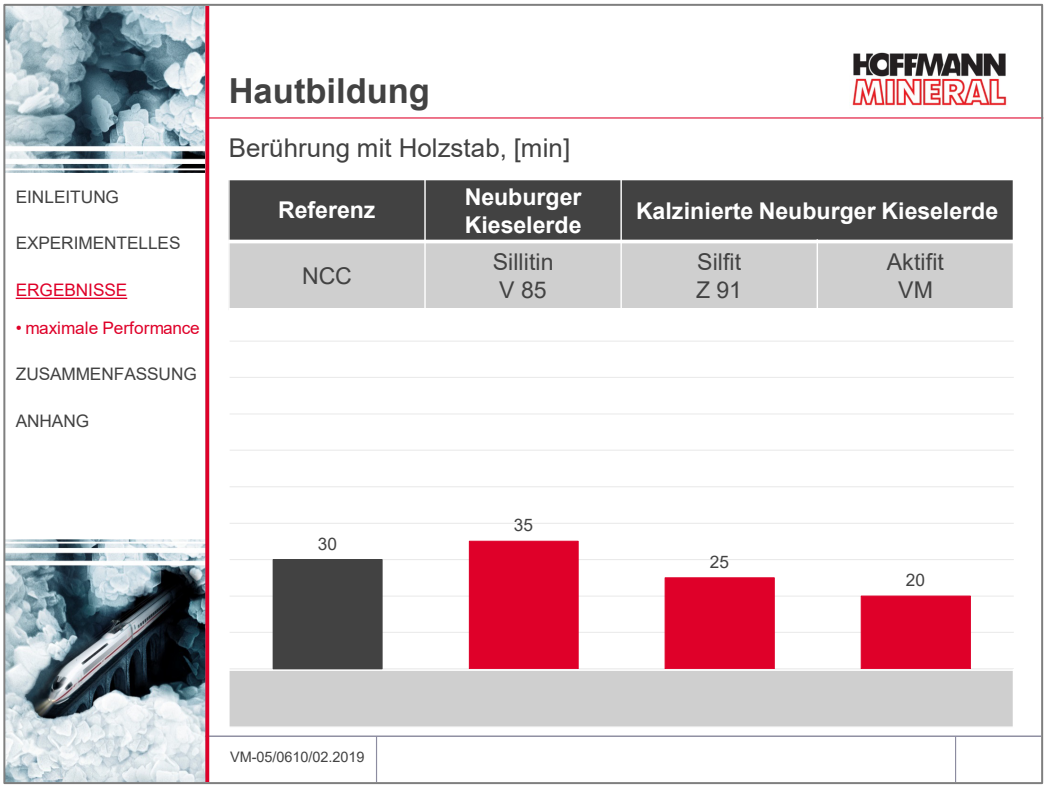


Bei stärkerer Deformation liegt die komplexe Viskosität mit Neuburger Kieselerde im direkten Vergleich höher als mit NCC. Innerhalb der Neuburger Kieselerden fällt der Anstieg mit den oberflächenbehandelten kalzinierten Typen geringer aus.

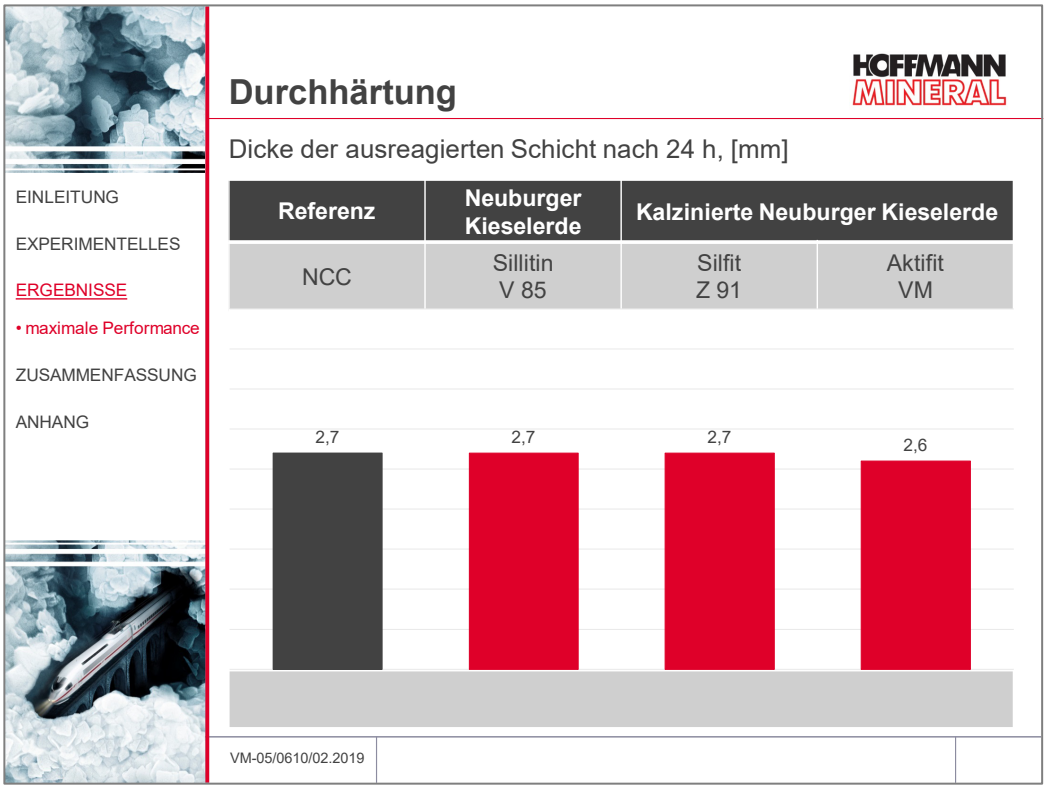


Bei niedriger Deformation ergeben sich nur geringfügig höhere Viskositätswerte. Auch im Quasi-Ruhezustand ist die Fließneigung der Formulierungen stark ausgeprägt.

3.3.2 Hautbildung und Durchhärtung



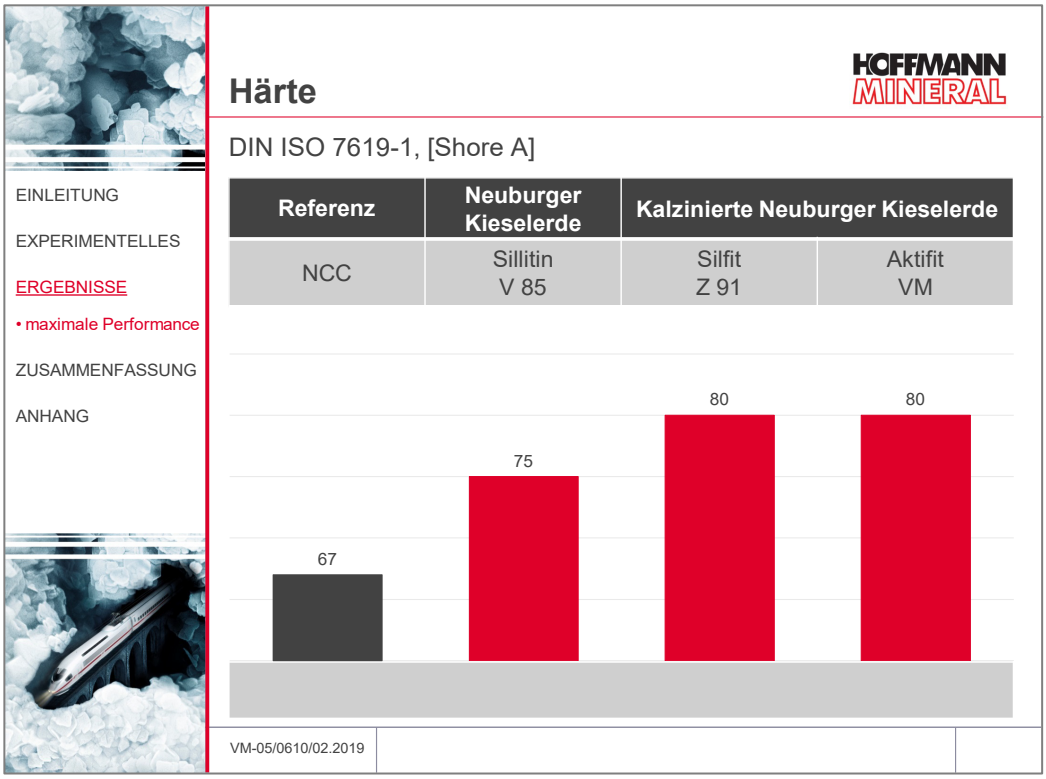
Die Formulierung mit der Standardtype Sillitin V 85 benötigt minimal länger für die Hautbildung. Mit den kalzinierten Kieselerden – speziell der oberflächenbehandelten Type – verkürzt sich die Hautbildungszeit etwas.



Bei der Durchhärtung ist nach 24 h kein signifikanter Unterschied feststellbar.

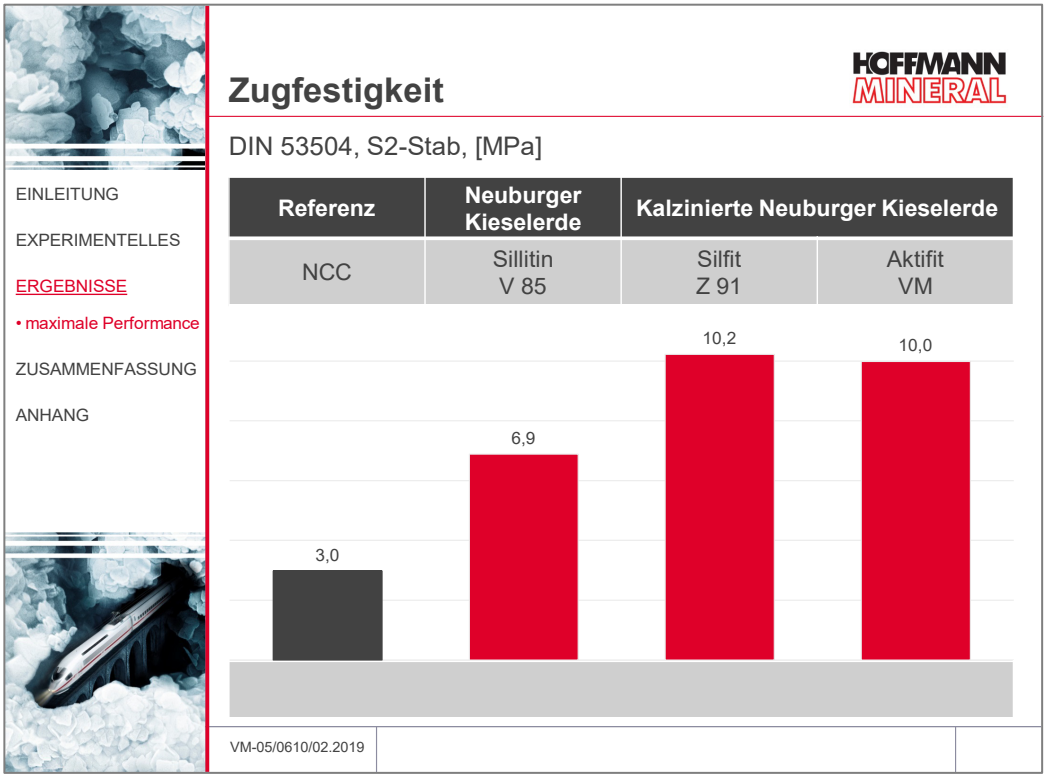
3.3.3 Mechanische Prüfungen

a) Härte

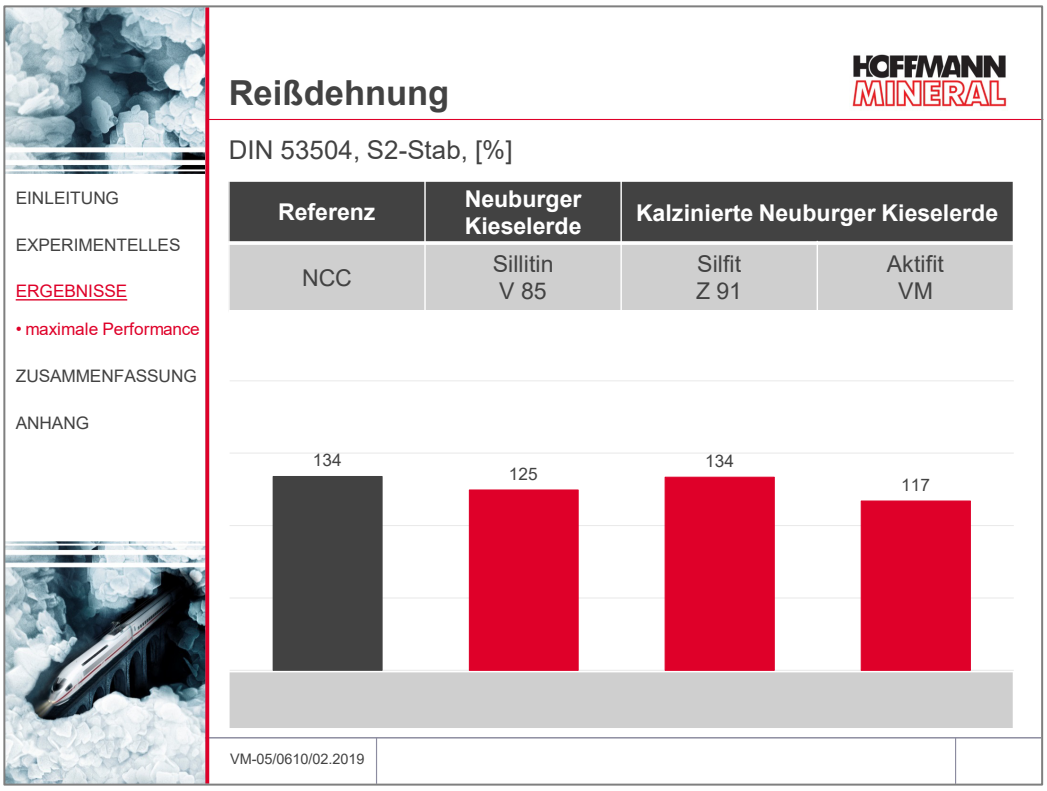


Auch in der weichmacherfreien Formulierung wird mit Neuburger Kieselerde ein deutlicher Anstieg der Shore Härte festgestellt, der mit den kalzinierten Typen noch stärker ausgeprägt ist.

b) Zugeigenschaften

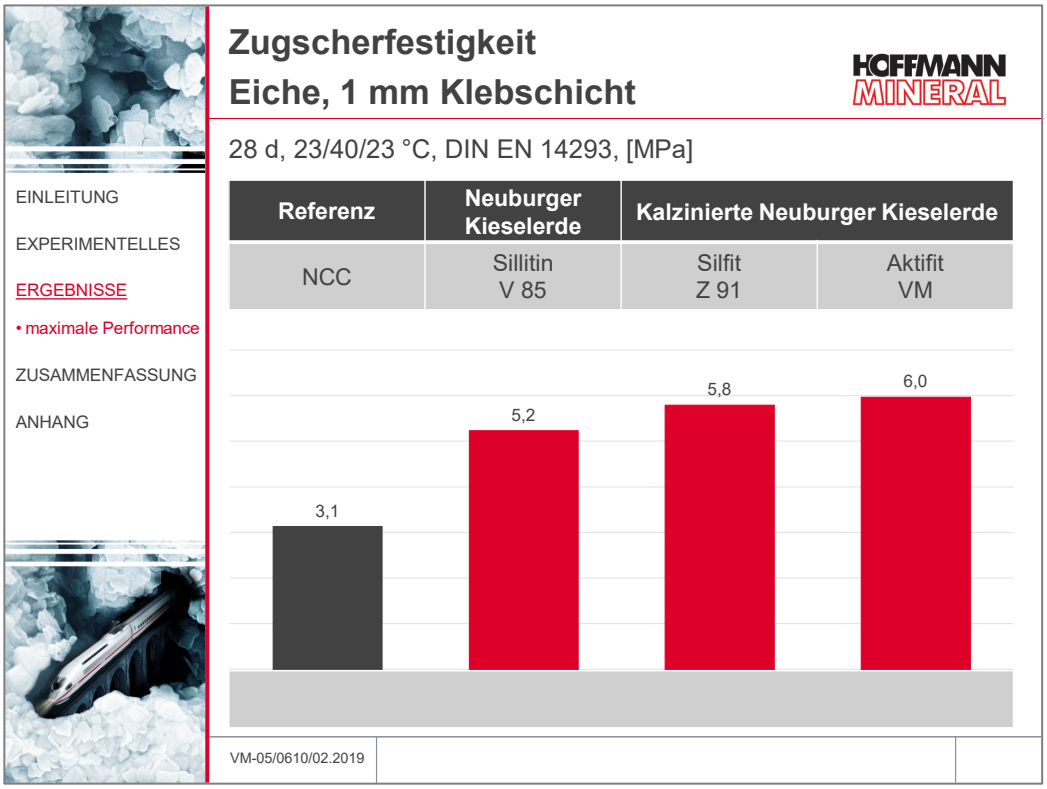


Neuburger Kieselerde bewirkt eine außerordentlich hohe Zugfestigkeit. Mit Sillitin V 85 kann die Festigkeit gegenüber NCC bereits mehr als verdoppelt werden. Silfit Z 91 und Aktifit VM ergeben mit ca. 10 MPa die besten Resultate, immerhin mehr als das Dreifache der Formulierung mit NCC.

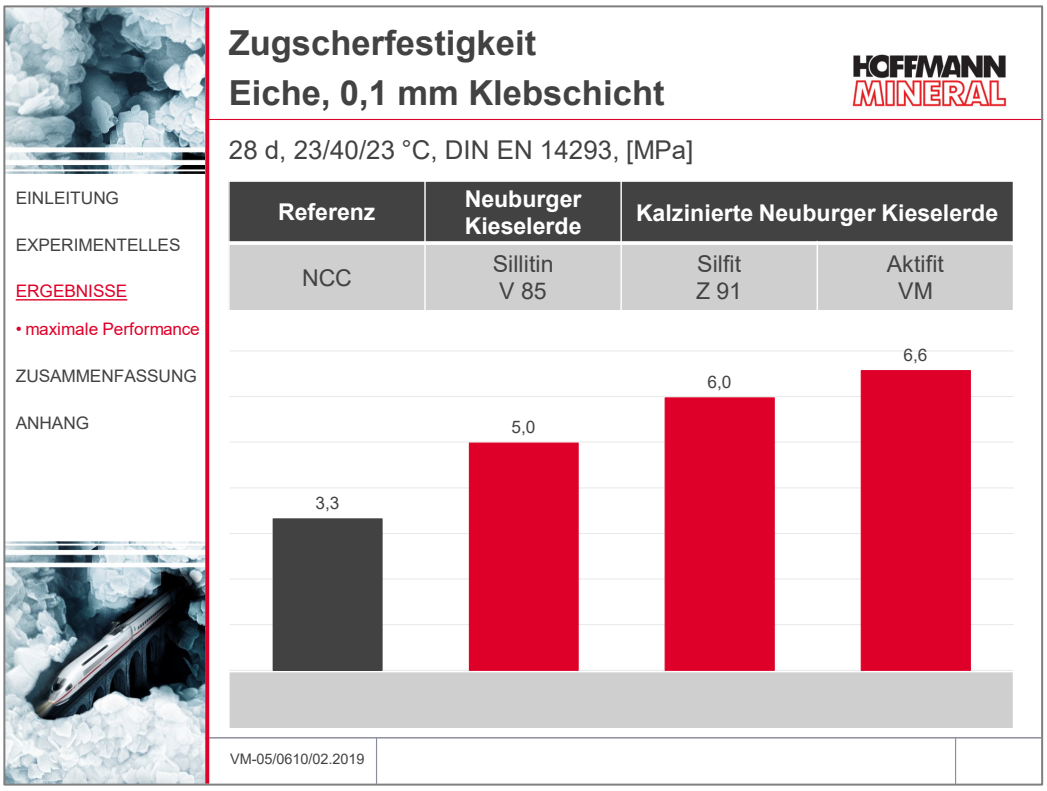


Umso bemerkenswerter wird dies, da die Reißdehnung keine signifikanten Unterschiede zeigt. Lediglich das hydrophobe Aktifit VM bleibt etwas hinter den anderen Füllstoffen zurück.

c) Zugscherfestigkeit auf Holz



Die außergewöhnlich hohe Zugfestigkeit kann trotz sehr guter Haftung zwar nicht vollständig auf das Substrat übertragen werden, aber dennoch wird gegenüber Calciumcarbonat die Zugscherfestigkeit praktisch verdoppelt – vor allem mit den kalzinierten Produkten. Dabei wird bereits die Eigenfestigkeit des Eichenholzes erreicht, so dass teilweise Holzfaserausbrüche feststellbar sind.



Das gleiche positive Ergebnis zeigt sich auch bei der geringeren Schichtdicke.

3.3.4 Lagerstabilität

Nach 6-monatiger Lagerung der Formulierungen in einer handelsüblichen Standard- PE-Kartusche bei Raumtemperatur konnte auch bei den weichmacherfreien Formulierungen keine vorzeitige Vernetzung festgestellt werden. Die Formulierungen waren nicht geliert und somit problemlos ausspritzbar.

3.3.5 Teilzusammenfassung: maximale Performance

Im Vergleich mit NCC zeigen die Neuburger Kieselerden:

- hohe Härte
- außerordentlich hohe Zugfestigkeit von bis zu 10 MPa möglich
- keine Beeinträchtigung der Reißdehnung
- deutliche Erhöhung der Zugscherfestigkeit, Werte von über 5 MPa erreichbar

4 Füllstoffempfehlungen und Startrezepturen

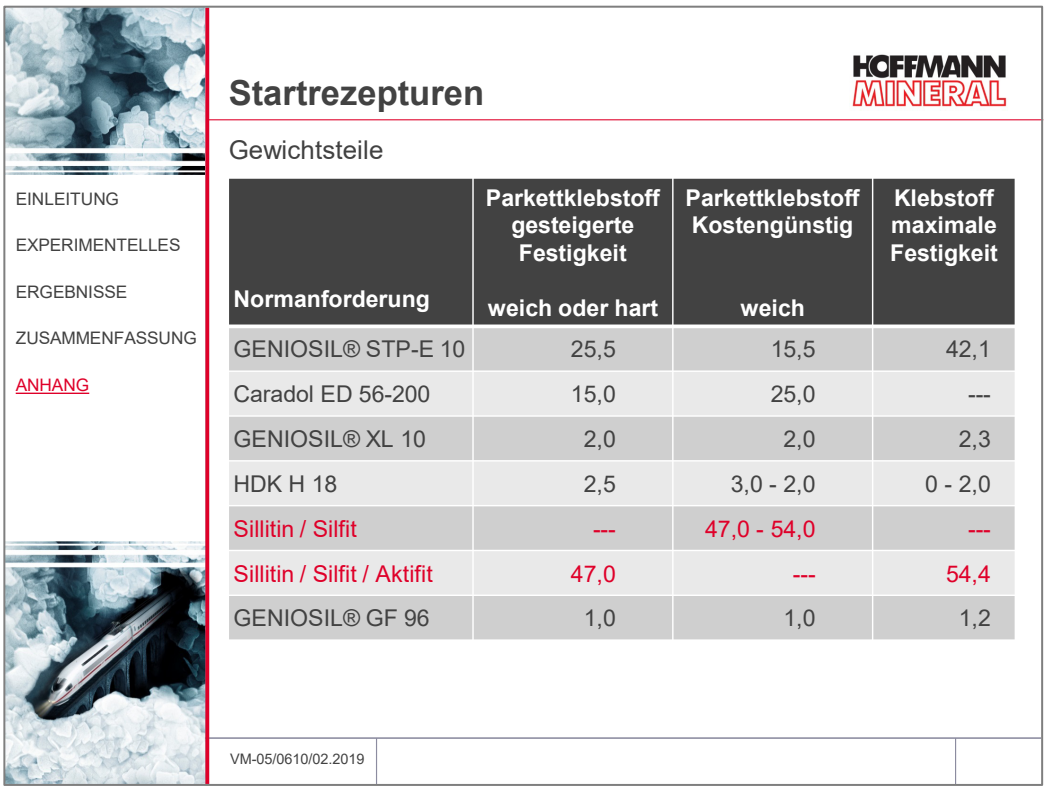
Aus der Produktpalette der Neuburger Kieselerde eignen sich besonders folgende Füllstoffe zur Formulierung von (Parkett-)Klebstoffen auf Basis silanterminierter Polyether:

Sillitin V 85
- sehr kosteneffektiv
- verbesserte Festigkeit

Sillitin Z 86 puriss
- kosteneffektiv
- hohe Festigkeit

Silfit Z 91
- geringe Feuchtigkeit
- weiß und farbneutral
- kosteneffektiv
- sehr hohe Festigkeit

Aktifit VM
- sehr geringe Feuchtigkeit und praktisch keine Erhöhung bei feuchten klimatischen Bedingungen
- weiß und farbneutral
- sehr hohe Festigkeit
- exzellente Heißwasserbeständigkeit und Haftung auf Aluminium



Bezugsquellen:

GENIOSIL® STP-E 10	Wacker Chemie
Caradol ED 56-200	Shell Chemicals
GENIOSIL® XL 10	Wacker Chemie
HDK H 18	Wacker Chemie
GENIOSIL® GF 96	Wacker Chemie

5 Zusammenfassung

Durch Verwendung von Neuburger Kieselerde in der polymerreichen Basisrezeptur werden sowohl die Anforderung der DIN EN 14293 an „weiche“ Parkettlebstoffe mit einer Gleitung größer als 2 als auch die Anforderung an „harte“ Parkettlebstoffe mit einer Zugscherfestigkeit von mindestens 3,5 MPa (bzw. 3,0 MPa nach 3 Tagen) erfüllt. Die Viskosität bzw. das rheologische Verhalten lässt sich durch einen reduzierten Füllstoff- und Kieselsäuregehalt optimieren. Besonders von Vorteil sind die gegenüber Calciumcarbonat deutlich verbesserte Zug- und Zugscherfestigkeit.

Spezielle Oberflächenmodifikation der Neuburger Kieselerde bieten Potential zur Verbesserung weiterer Eigenschaften wie z. B. die Heißwasserbeständigkeit der Verklebung.

Die durch Neuburger Kieselerde erzielbare hohe Festigkeit kann in einer polymerreduzierten Rezepturvariante, die den Anforderungen der DIN EN 14293 an „weiche“ Parkettklebstoffe gerecht wird, zur Kosteneinsparung genutzt werden.

Mit weichmacherfreien Rezepturen lassen sich Festigkeitswerte auf hervorragendem Niveau erreichen.

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.