

Kalzinierte Neuburger Kieselserde

in Thermoplasten:

Polyketon (PK)

Verfasser: Hubert Oggermüller
 Petra Zehnder

Inhalt

- 1 Einleitung

- 2 Experimentelles
 - 2.1 Neuburger Kieselerde
 - 2.2 Füllstoffkennwerte
 - 2.3 Compoundierung und Spritzgießen

- 3 Ergebnisse
 - 3.1 Verarbeitbarkeit
 - Schmelze-Volumenfließrate
 - Fließspirale
 - 3.2 Zugversuch
 - Zugmodul
 - Streckspannung und Streckdehnung
 - 3.3 Biegeversuch
 - Biegemodul
 - Biegefestigkeit und Biegedehnung
 - 3.4 Schlagzähigkeit Charpy
 - Kerbschlagzähigkeit
 - Schlagzähigkeit ungekerbte Proben
 - 3.5 Farbe der Compounds

- 4 Zusammenfassung

- 5 Anhang: Ergebnistabelle

1 Einleitung

Polyketon ist ein vielseitiger Hochleistungskunststoff für technische Bauteile mit hohen Anforderungen an mechanische Eigenschaften, chemische Beständigkeit und tribologischen Eigenschaften; es ist seit 2014 wieder kommerziell verfügbar.

Neben hervorragender Verschleißfestigkeit und chemischer Beständigkeit zeigt es gute mechanische Eigenschaften und eine geringe Wasseraufnahme.

Aufgrund der Neigung, den polymereigenen Viskositätsanstieg während der Verarbeitung zu verstärken, sind mineralgefüllte Compounds bisher kaum erhältlich.

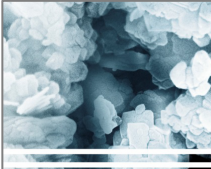

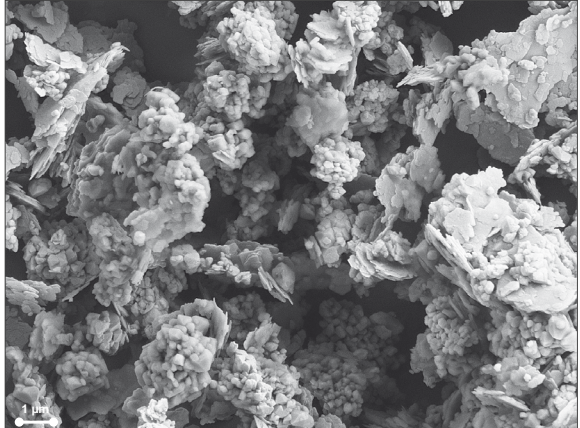

In der vorliegenden Untersuchung soll kalzinierte Neuburger Kieselerde als Füllstoff für Polyketon vorgestellt werden.

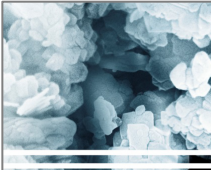


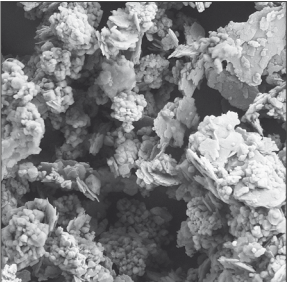
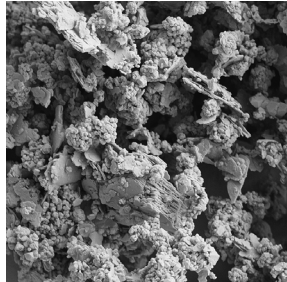
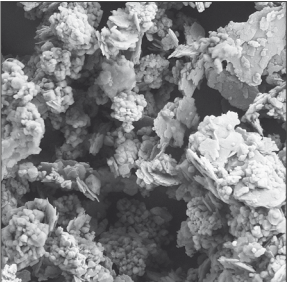
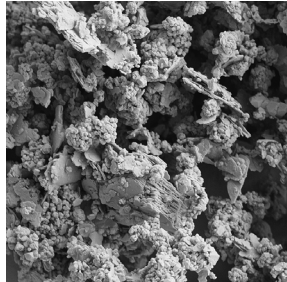
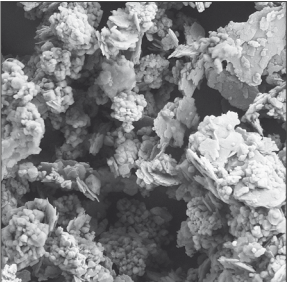
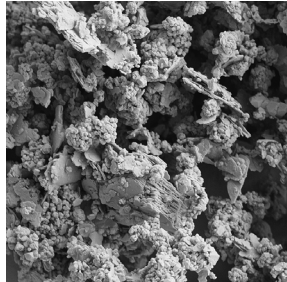
Aufgezeigt werden die Leistungen von Compounds mit kalziniertem Neuburger Kieselerde im Vergleich zu ungefülltem Polyketon im Hinblick auf Fließfähigkeit, Verarbeitbarkeit, Compoundfarbe und mechanische Eigenschaften.

2 Experimentelles

2.1 Neuburger Kieselerde

Die besondere morphologische Zusammensetzung der Neuburger Kieselerde, die eine eigene Mineralklasse darstellt, wird in einer REM-Aufnahme veranschaulicht.

	<h2>Struktur</h2> 
<p>EINLEITUNG</p> <p><u>EXPERIMENTELLES</u></p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p> <p>ANHANG</p>	
	<p>Natürlich entstandenes Gemisch aus korpuskulärer Neuburger Kieselsäure und lamellarem Kaolinit; durch physikalische Methoden nicht zu trennen.</p> <p>Der Kieselsäureanteil weist eine runde Kornform auf und besteht aus ca. 200 nm großen, aggregierten Primärpartikeln.</p>
	<p>VM-03/0116/02.2019</p>

	<h2>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</h2> 						
<p>EINLEITUNG</p> <p><u>EXPERIMENTELLES</u></p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p> <p>ANHANG</p>	<p>Durch einen nachgeschalteten thermischen Prozess entstehen die kalzinierten Produkte Silfit und Aktifit, auf Basis von SILLITIN Z 86.</p>						
	<table border="0"><tr><td></td><td><p>Thermischer Prozess</p><p>→</p></td><td></td></tr><tr><td><p>Neuburger Kieselerde</p></td><td></td><td><p>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</p></td></tr></table>		<p>Thermischer Prozess</p> <p>→</p>		<p>Neuburger Kieselerde</p>		<p>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</p>
	<p>Thermischer Prozess</p> <p>→</p>						
<p>Neuburger Kieselerde</p>		<p>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</p>					
	<p>Zusätzliche anwendungstechnischen Vorteile sowie Entfernung des enthaltenen Kristallwassers des Kaolinitanteils. Der Kieselsäureanteil bleibt unverändert.</p>						
	<p>VM-03/0116/02.2019</p>						

Beim Kalzinieren wird die Neuburger Kieselerde einer thermischen Behandlung unterzogen. Die Komponenten und der thermische Prozess führen zu einem Produkt, das als funktioneller Füllstoff spezielle anwendungstechnische Vorteile bietet.

2.2 Füllstoffkennwerte

Die Tabelle gibt einen Überblick über die wichtigsten Kennwerte der verwendeten Füllstoffe.

 EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG ANHANG 		Füllstoffe und Kennwerte		HOFFMANN MINERAL
		Füllstoff	Beschreibung	Funktionali- sierung
		Aktifit AM	Kalzinierte Neuburger Kieselerde $d_{50}: 2 \mu\text{m}, d_{97}: 10 \mu\text{m}$	Amino
		Aktifit PF 115	Kalzinierte Neuburger Kieselerde $d_{50}: 2 \mu\text{m}, d_{97}: 10 \mu\text{m}$	Amino
		VM-03/0116/02.2019		

Aktifit AM ist eine aktivierte kalzinierte Neuburger Kieselerde, bei der die Oberfläche mit einer speziellen amino-funktionellen Gruppe modifiziert wurde.

Für Aktifit PF 115 wurde ebenfalls eine amino-funktionelle Gruppe zur Oberflächenbehandlung verwendet.

2.3 Compoundierung und Spritzgießen

Basis für die Versuche war das Polyketon (PK) M330A, eine Type mit mittlerer Fließfähigkeit der Fa. Hyosung. Die Dosierung der mineralischen Füllstoffe lag bei 30 Gewichtsprozent.

Compoundiert wurde auf einem Zweischnckenextruder ZSK 30 (Schneckendurchmesser 30 mm) der Firma Werner & Pfleiderer.

Bei der Compoundierung wurde das Polyketon im Hauptstrom vorgegeben und der Füllstoff über eine Seitenstrombeschickung der Polymerschmelze zugeführt. Die extrudierten Stränge wurden im Kaltabschlag granuliert.

Die Herstellung der Probekörper fand auf einer Schnecken-spritzgießmaschine der Firma Krauss Maffei unter Verwendung eines Probekörperwerkzeugs nach ISO 294 mit auswechselbaren Einsätzen für die entsprechenden Probekörper statt. Vor der Verarbeitung wurde das Compoundgranulat mindestens 16 Stunden in einem Vakuum-Trockenofen bei 60 °C vorgetrocknet. Die Restfeuchte lag dann bei < 0,04 %.

Die Polyketon-Granulate wurden bei einer Massetemperatur von 245 °C und einer Werkzeugtemperatur von 80 °C verspritzt.

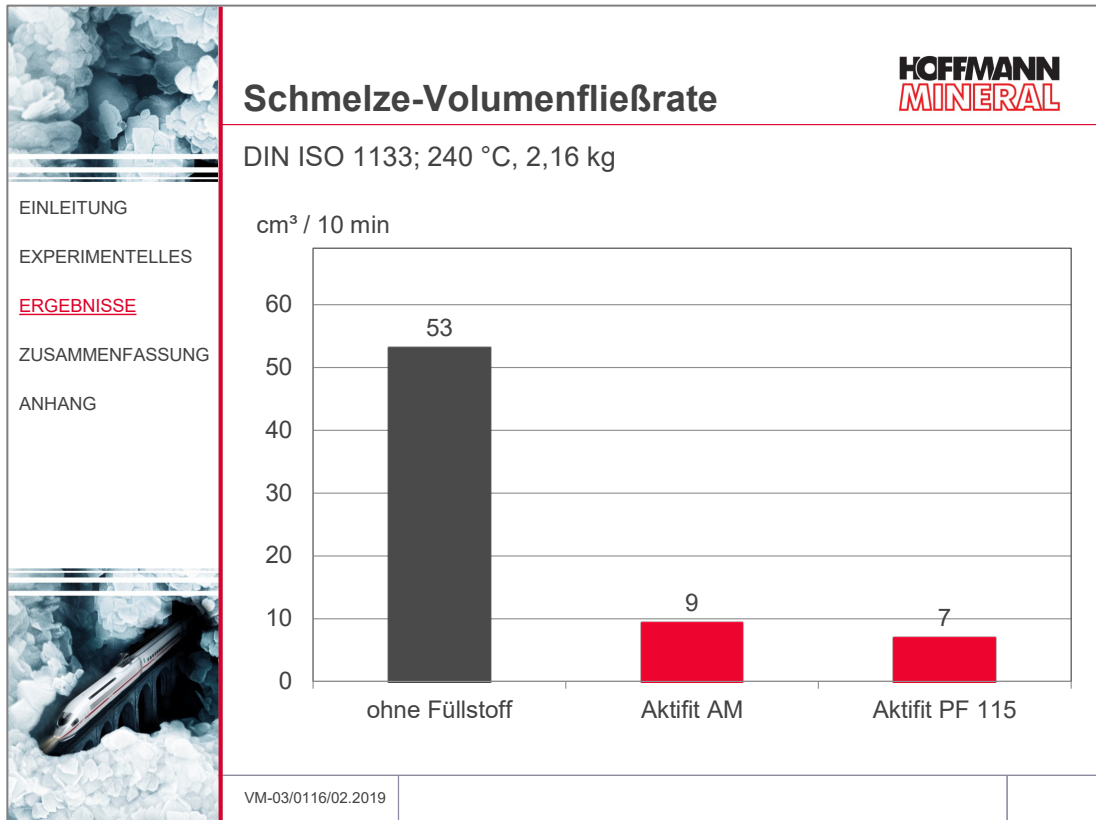
Compoundierung, Spritzgießen und anschließende Prüfungen erfolgten bei A. Schulman in Kerpen.

3 Ergebnisse

3.1 Verarbeitbarkeit

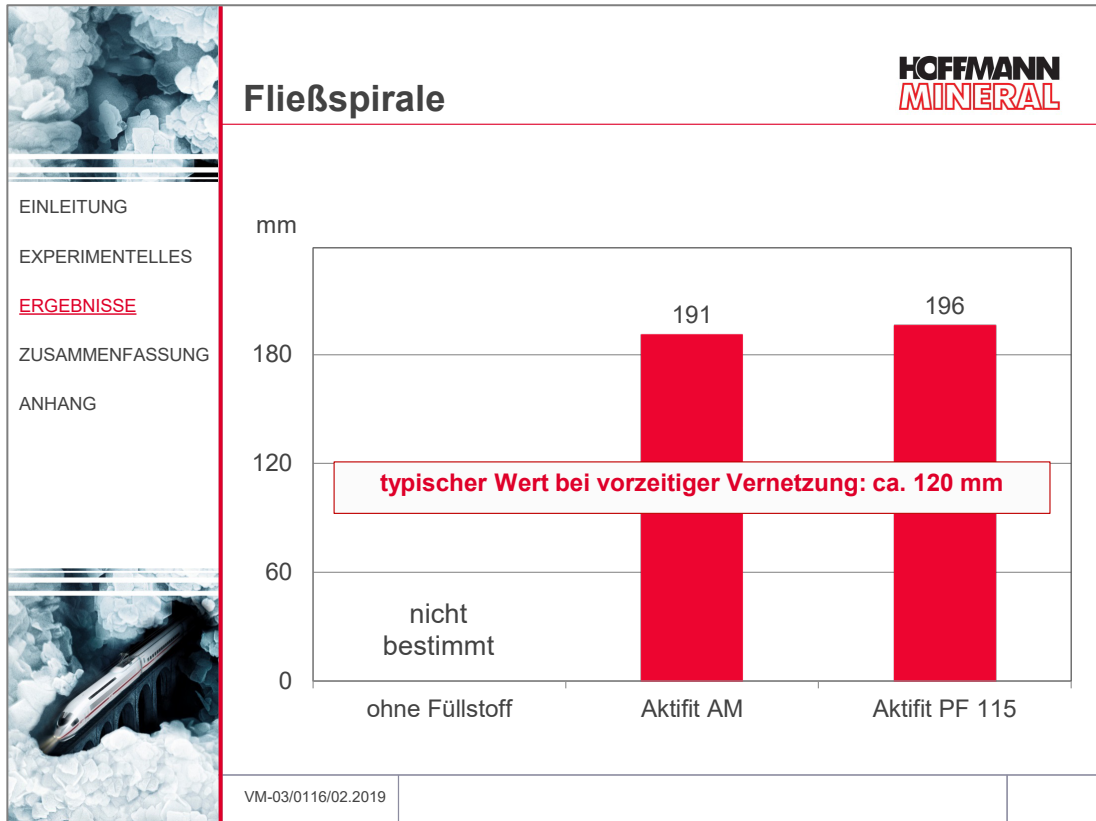
Schmelze-Volumenfließrate

Granulatproben für diese Prüfung wurden aus dem vorgetrockneten Granulat für das Spritzgießen der Probekörper entnommen.



Die Compounds mit Füllstoff weisen eine deutlich niedrigere Volumenfließrate auf als der ungefüllte Compound. Sie lassen sich jedoch problemlos verspritzen ohne vorzeitig zu vernetzen.

Fließspirale

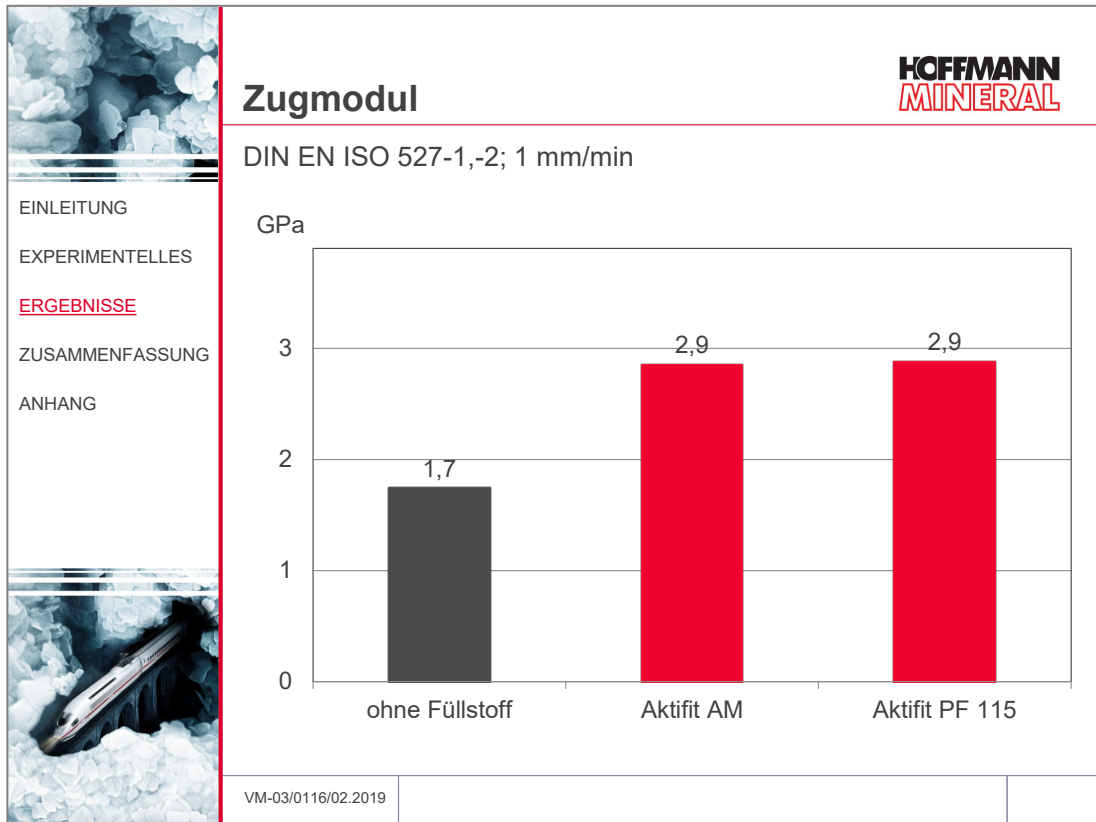


Der zurückgelegte Fließweg gibt Aufschluss darüber, ob ein Compound bereits während dem Spritzvorgang vernetzt. Typische Werte für vorzeitig vernetzende Compounds liegen bei dem gegebenen Werkzeug bei <120 mm. Die mit den beiden Neuburger Kieselerden erreichten Fließwege von ca. 190 mm zeigen an, dass die Compounds gut und ohne vorzeitige Vernetzung verspritzbar sind.

3.2 Zugversuch

Zugmodul

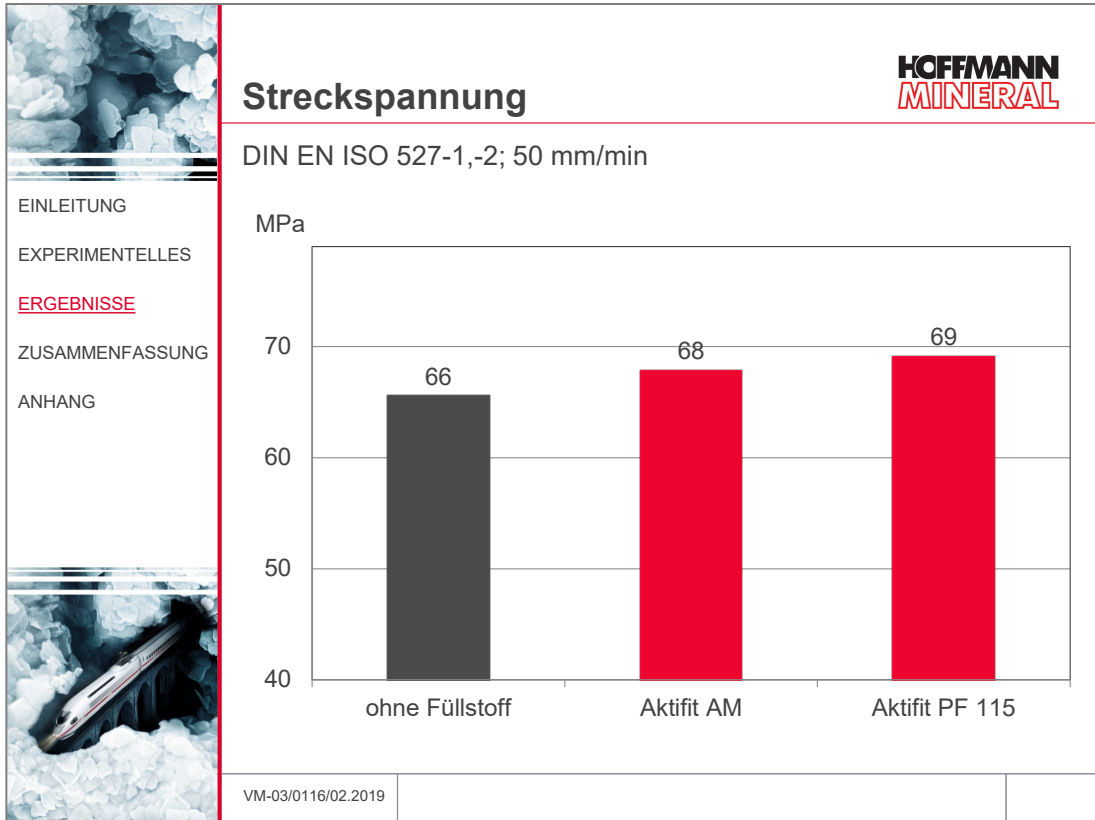
Stellvertretend für die Steifigkeit eines Materials wurde der Zugmodul im Zugversuch bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min ermittelt.



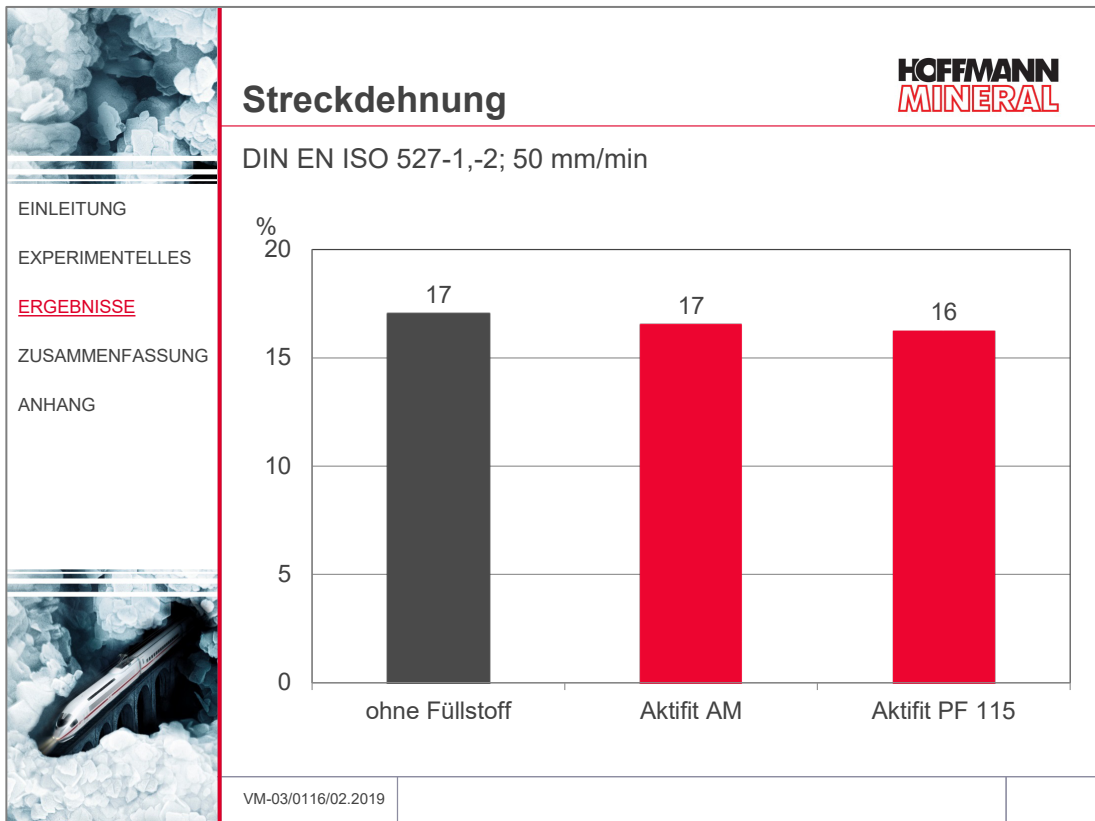
Die Compounds mit den Kieselerden ergeben erwartungsgemäß eine um etwa 70 % höhere Steifigkeit als der ungefüllte Compound.

Streckspannung und Streckdehnung

Die Prüfung erfolgte am Probekörper Typ 1A mit einer Prüfgeschwindigkeit von 50 mm/min bis zum Bruch der Proben.



Durch die Zugabe von Füllstoffen steigt das Festigkeitsniveau geringfügig an.

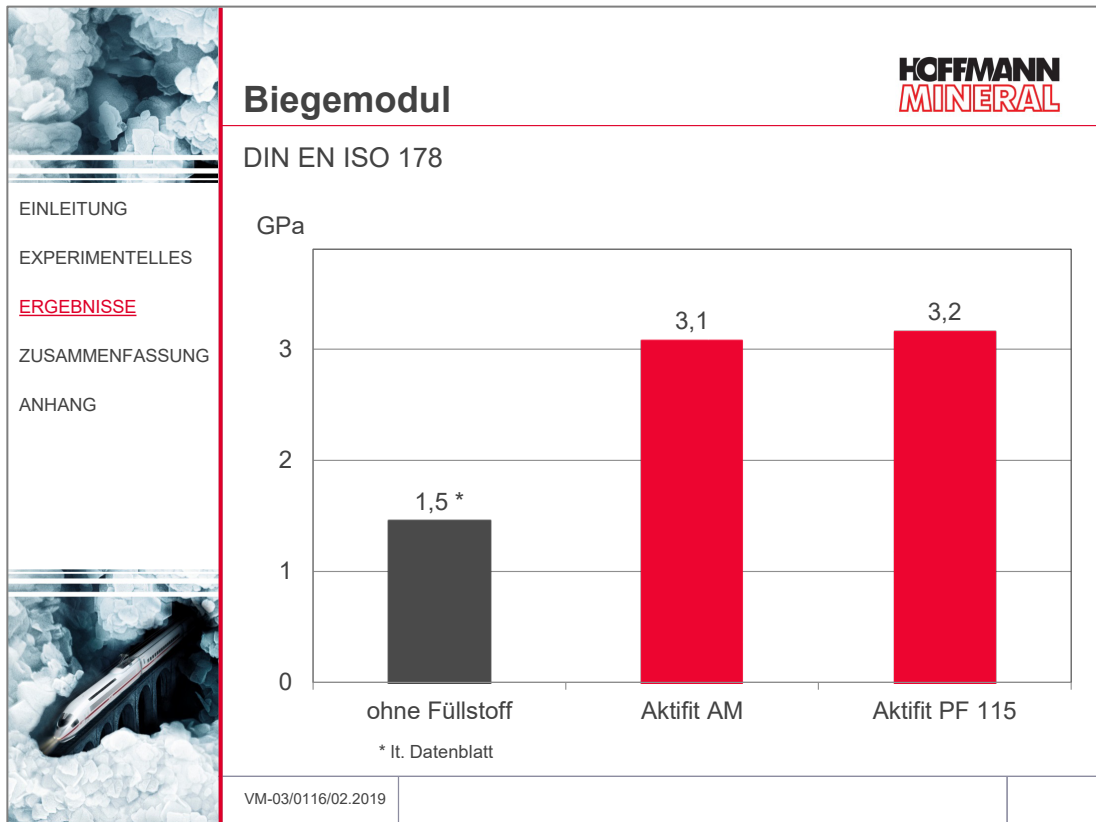


Hinsichtlich Streckdehnung ergeben sich keine Einbußen durch den mineralischen Füllstoff: die beiden gefüllten Compounds zeigen die gleiche Streckdehnung wie das ungefüllte Polymer.

3.3 Biegeversuch

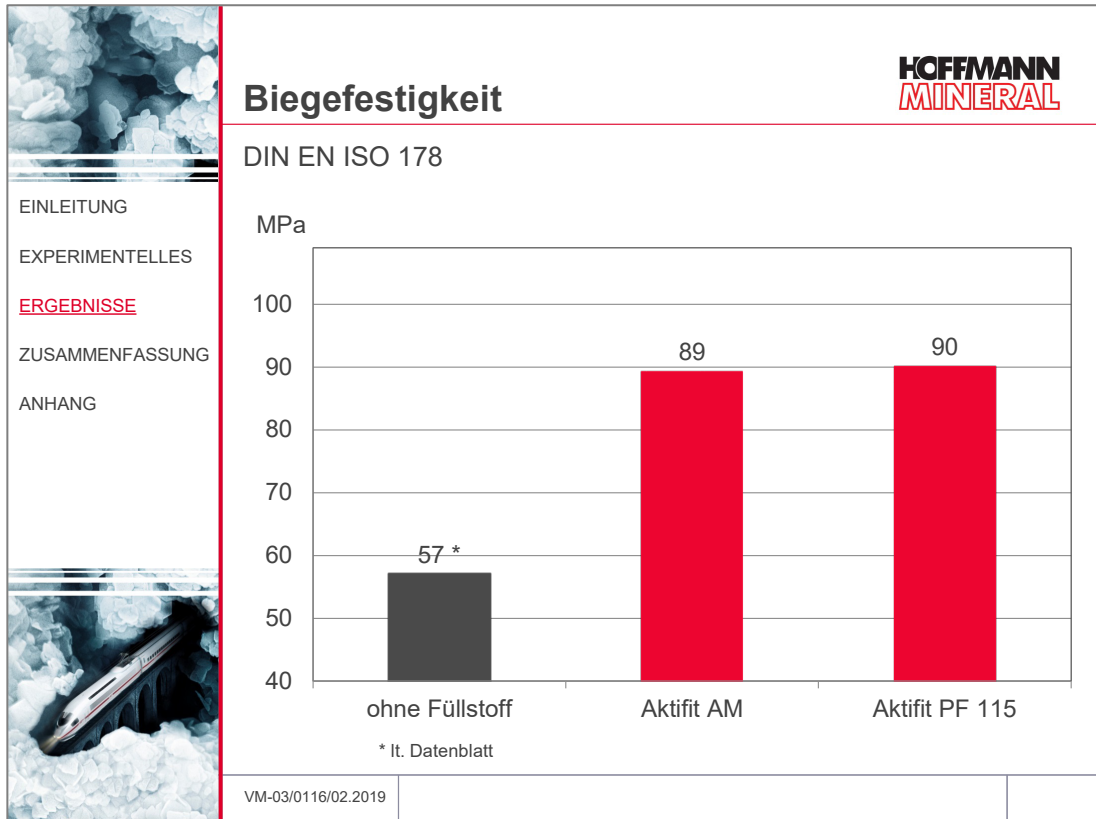
Der 3-Punkt-Biegeversuch wurde gemäß DIN EN ISO 178 durchgeführt. Grundsätzlich resultieren im Biegeversuch ähnliche Ergebnisse wie im Zugversuch.

Biegemodul



Das ungefüllte Polymer hat mit 1,5 GPa eine deutlich geringere Steifigkeit als die beiden gefüllten Compounds, wobei zwischen den beiden Füllstoffen kein bemerkenswerter Unterschied erkennbar ist. Die Biegesteifigkeit liegt leicht über der im Zugversuch bestimmten Steifigkeit von 2,9 GPa und damit ist die resultierende Steifigkeitserhöhung tendenziell etwas über den 70 % des Zugmoduls.

Biegefestigkeit



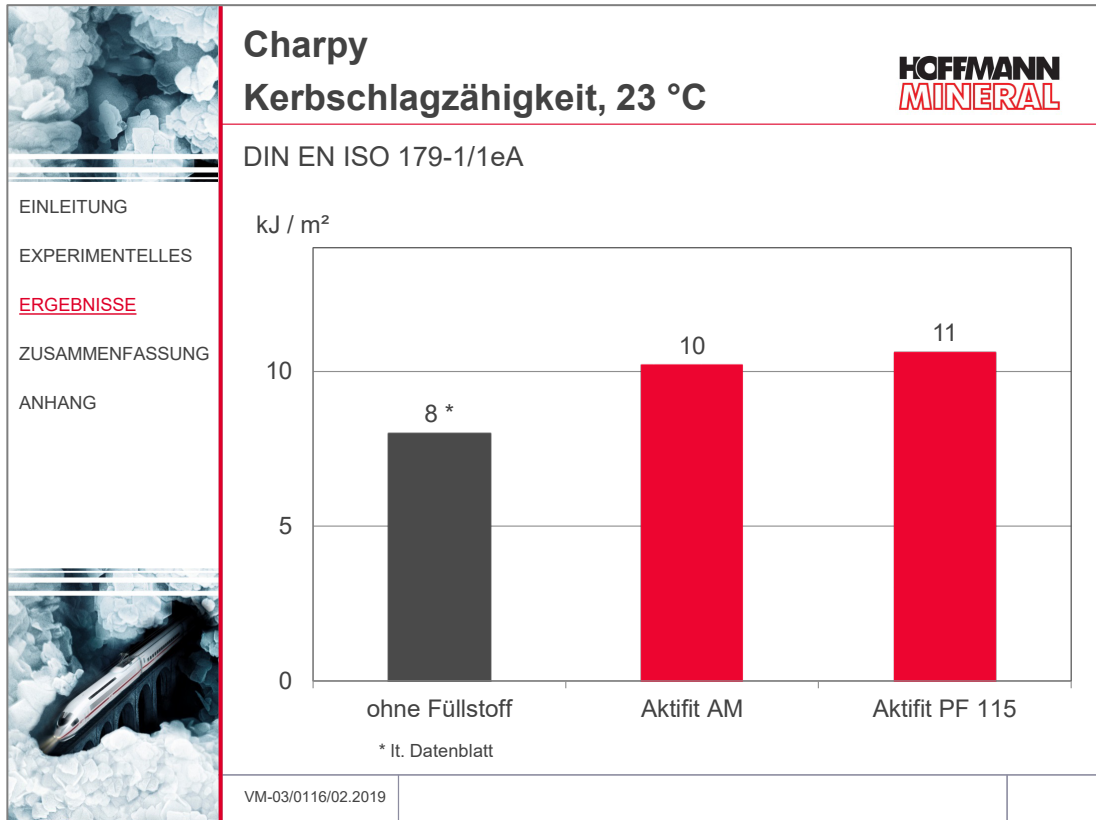
Auch die Biegefestigkeit der beiden gefüllten Compounds ist deutlich höher als die des ungefüllten Compounds. Zwischen den beiden Füllstoffen ergibt sich kein nennenswerter Unterschied. Die Biegefestigkeit ist aber deutlich höher als die im Zugversuch bestimmte Streckspannung und wird durch die beiden Kieselerdeprodukte gegenüber dem ungefüllten Polymer um mehr als 50 % verbessert.

3.4 Schlagzähigkeit Charpy

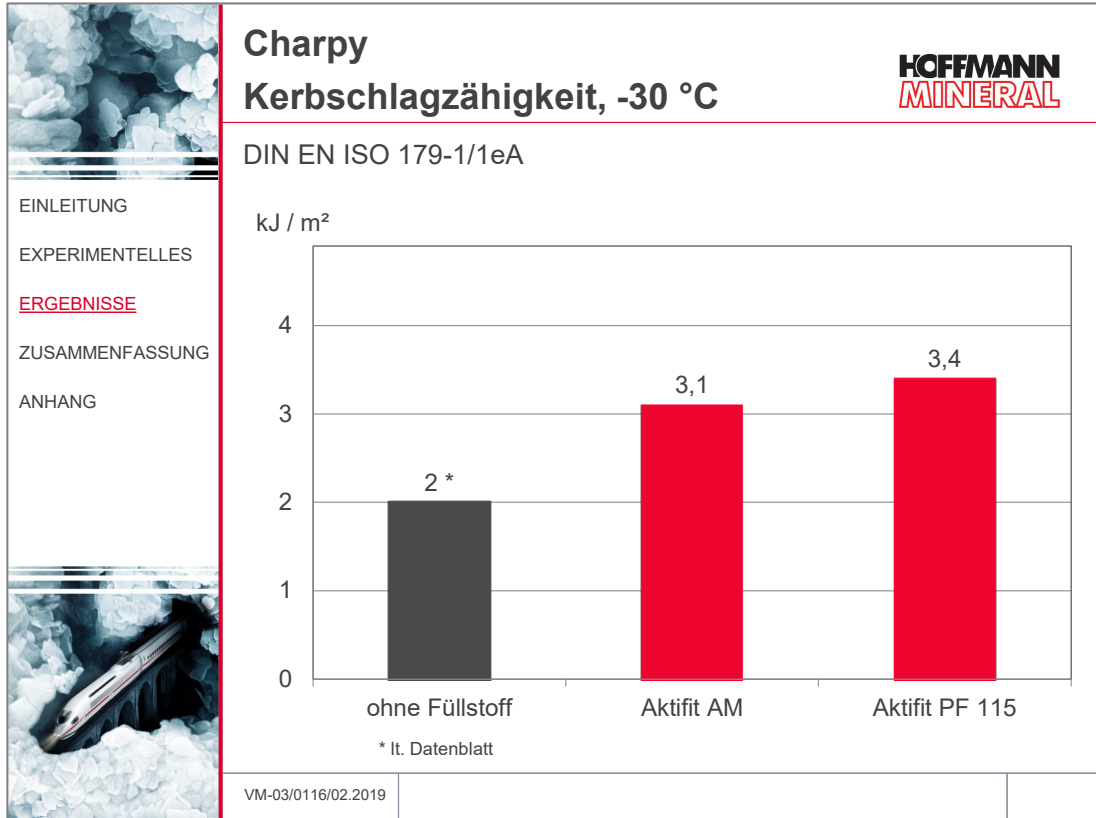
Bei der Methode nach Charpy liegt die Probe mit beiden Enden gegen zwei Widerlager und wird mittig mit einem Pendelhammer schlagartig beansprucht.

Kerbschlagzähigkeit

Zur Prüfung der Kerbschlagzähigkeit wurden die Probekörper mittig mit einer Einzelkerbe der bevorzugten Kerbart A (Kerbgrundradius 0,25 mm, Restgrundbreite 8,0 mm) versehen. Die Kerbschlagzähigkeit wurde durch schmaleitigen Schlag auf die ungekerbte Seite ermittelt.



Die Kerbschlagzähigkeit kann durch die Füllstoffzugabe von 8 kJ/m² auf ca. 10 kJ/m² gesteigert werden.



Auch bei Tieftemperatur zeigt sich eine Erhöhung der Kerbschlagzähigkeit durch den Füllstoff. Aktifit PF 115 tendiert dabei zu geringfügig höheren Werten.

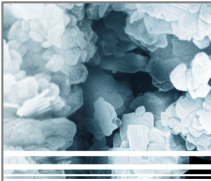
Schlagzähigkeit ungekerbte Proben

Geprüft wurden hier ungekerbte Normprobekörper der Maße 80 x 10 x 4 mm in schmalseitiger Schlagrichtung, d.h. das Pendel trifft auf die 4 mm Seite des Probekörpers auf. Die Prüfung erfolgte mit dem oft üblichen 4 J Pendel, mit dem Schlagzähigkeiten von maximal 100 kJ/m² differenziert werden können.

Es erfolgte kein Bruch der Proben bei der Prüfung bei Raumtemperatur und bemerkenswerterweise auch nicht bei Tieftemperatur (-30 °C). Eine Differenzierung zwischen ungefülltem Polymer und mineralgefüllten Proben ist nicht gegeben.

3.5 Farbe der Compounds

Die Grafik zeigt Ausschnitte der Musterplatten, fotografiert unter gleichen Lichtbedingungen.




EINLEITUNG

EXPERIMENTELLES

ERGEBNISSE


ZUSAMMENFASSUNG

ANHANG




**HOFFMANN
MINERAL**

Farbe der Probekörper



Aktifit AM



Aktifit PF 115

VM-03/0116/02.2019

Die Farbe mit Aktifit PF 115 ist deutlich heller als mit Aktifit AM.
Vom ungefüllten Polymer liegt kein Foto vor.

4 Zusammenfassung

Aktifit AM und **Aktifit PF 115** sind interessante mineralische Füllstoffe für Polyketon, weil sie keine vorzeitige Vernetzung während der Verarbeitung verursachen.

Gegenüber dem ungefüllten Polymer zeigen sie folgende Eigenschaften:

- niedrigere Schmelze-Fließfähigkeit
- höhere Steifigkeit
- leicht höhere Streckspannung bei vergleichbarer Streckdehnung
- deutlich höhere Biegefestigkeit
- vergleichbare bis leicht höhere Kerbschlagzähigkeit
- gute Schlagzähigkeit: kein Bruch mit dem 4 Joule Pendel, auch nicht bei Tieftemperatur
- hellere und farbneutralere Compounds mit Aktifit PF 115

Aktifit AM und Aktifit PF 115 sind aus der Produktreihe der Neuburger Kieselerde die beste Wahl für Polyketon hinsichtlich Schmelzestabilität, Verformbarkeit und Schlagzähigkeit bei Raum- und Tieftemperatur. Die erreichte Steifigkeit und Festigkeit liegen höher als mit dem ungefüllten Polymer.

Aus der Erfahrung mit anderen Polymeren werden weitere Verbesserungen hinsichtlich Kratz- und Abriebbeständigkeit, chemische Beständigkeit und Barriereigenschaften erwartet.

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.

5 Anhang: Ergebnistabelle

			HOFFMANN MINERAL		
			Ergebnistabelle		
			M330A ungefüllt	Aktifit AM	Aktifit PF 115
EINLEITUNG					
EXPERIMENTELLES	Schmelze-Volumenfließrate	cm³/10 min	53,2	9,3	6,9
ERGEBNISSE	Zugmodul	GPa	1,74	2,85	2,88
ZUSAMMENFASSUNG	Streckspannung	MPa	65,5	67,8	69,1
<u>ANHANG</u>	Streckdehnung	%	17,0	16,5	16,2
	Nominelle Bruchdehnung	%	224	21	16
	Biegemodul	GPa	1,45 *	3,08	3,16
	Biegefestigkeit	MPa	57 *	89,2	90,0
	Schlagzähigkeit	23 °C	kein Bruch	kein Bruch	kein Bruch
	Charpy, 1eU	-30 °C	-	kein Bruch	kein Bruch
	Kerbschlagzähigkeit	23 °C	8 *	10,2	10,6
	Charpy, 1eA	-30 °C	2 *	3,1	3,4
* lt. Datenblatt					
VM-03/0116/02.2019					