

Partieller Rußersatz

durch Neuburger Kieselerde

in zelligen EPDM-Profilcompounds

Verfasser: Nicole Holzmayr
Hubert Oggermüller

Inhalt

- 1 Einleitung
- 2 Experimentelles
 - 2.1 Rezepturbestandteile, Mischungsherstellung und Vulkanisation
 - 2.2 Prüfungen
- 3 Ergebnisse
 - 3.1 Elektrische Eigenschaften
 - 3.2 Dichte und mechanische Eigenschaften
 - 3.3 Zellstruktur und Wasseraufnahme
 - 3.4 Mischungskosten
- 4 Zusammenfassung

Alle numerischen Ergebnisse tabellarisch

1 Einleitung

Zellige Profile finden aufgrund der Möglichkeit zur Gewichtsreduzierung häufig Anwendung im Automobilbereich. Meist ist es notwendig, dass diese Profile elektrisch isolierend ausgerüstet sind, um elektrochemische Korrosion zu vermeiden.

Aufgrund seines guten Eigenschaftsprofils ist Ruß oft der Füllstoff der Wahl für Extrusionsanwendungen. Allerdings ist er nur dann einsetzbar, wenn das Vulkanisat elektrisch leitfähig sein darf. Außerdem ist er stark abhängig von den Rohölpreisen, wodurch es immer wieder zu großen Preisschwankungen kommt.

Im Gegensatz dazu ist Neuburger Kieselerde kaum abhängig von den Veränderungen auf dem Rohölmarkt. Sie ermöglicht es zudem, elektrisch isolierende Bauteile zu entwickeln, so dass sie sich hervorragend für den Einsatz in z.B. elektrisch nicht leitfähigen Extrusionsprofilen eignet.

Ziel dieser Untersuchung ist es, den Ruß in einer zelligen EPDM-Profilrezeptur teilweise durch Neuburger Kieselerde (NKE) zu ersetzen. Dabei wird neben den elektrischen und mechanischen Eigenschaften auch die Zellstruktur und deren Einfluss auf die Wasseraufnahme diskutiert und die Auswirkungen auf die Mischungskosten werden beleuchtet.

2 Experimentelles

2.1 Rezepturbestandteile, Mischungsherstellung und Vulkanisation

		Füllstoffkombinationen			
		in phr	klassisch rußgefüllt	klassisch Rußaustausch, partiell	nicht elektrisch leitfähig
EINLEITUNG					
<u>EXPERIMENTELLES</u>					
ERGEBNISSE		N 550 [vol. %]	18,8	15,3	11,9
ZUSAMMENFASSUNG		N 550	85	70	55
		NKE	-	30	60
		VM-3/1220/03.2025			

Abb. 1

		Basisrezeptur	
		Rohstoff	phr
EINLEITUNG		Keltan 8550C	100
<u>EXPERIMENTELLES</u>		N 550	wie angegeben
ERGEBNISSE		Neuburger Kieselerde (NKE)	wie angegeben
ZUSAMMENFASSUNG		Process Oil P 460	70
		Zinkoxyd aktiv	8
		Stearinsäure	1
		Kezadol GR	2,25
		PEG 4000	2
		Rhenogran DPG-80	1,1
		Rhenogran MBT-80	2
		Rhenogran ZBEC-70	2
		Rhenogran TP-50	4
		Mahlschwefel	1,52
		Rhenogran CLD-80	1
		TRACEL K 3/95	2,5
		TRACEL OBSH 75 EPR-1	1,9
		VM-3/1220/03.2025	

Abb. 2

Die rußgefüllte Mischung mit 85 phr N 550 dient als Vergleichsgrundlage mit 18,8 vol.% Ruß (Abb. 1). Diese Variante ist im Weiteren als "klassisch", gleichbedeutend mit "elektrisch leitfähig", bezeichnet.

In der klassischen Variante ersetzen 30 phr Neuburger Kieselerde 15 phr des Rußes und reduzieren dessen Dosierung auf 70 phr. So ergeben sich Vulkanisate, die in einem vergleichbaren Härtebereich liegen. Der Volumenanteil des Rußes beträgt hier 15,3 %.

Um nicht leitfähige Vulkanisate zu erhalten, muss der Rußanteil auf ca. 12 vol.% reduziert werden, wie aus vorangegangenen Untersuchungen bekannt ist. Für ein vergleichbares Härteniveau ergibt sich daraus eine Kombination von 55 phr N 550 mit 60 phr Neuburger Kieselerde.

In Abb. 2 ist die Basisrezeptur notiert, in welcher die genannten Füllstoffkombinationen geprüft werden.

Die verwendeten Rohstoffe werden im Folgenden näher beschrieben:

Keltan 8550C	EPDM, ML 1+4, 125 °C: 80 MU, Ethylengehalt: 48 %, ENB-Gehalt: 5,5 %
Process Oil P 460	paraffinischer Weichmacher
Zinkoxyd aktiv	Vernetzungsaktivator
Stearinsäure	Vernetzungsaktivator / Verarbeitungshilfe
Kezadol GR	CaO, Feuchtigkeitsabsorber
PEG 4000	PEG, Verarbeitungshilfe
Rhenogran DPG-80	Diphenylguanidin (80 %), Beschleuniger
Rhenogran MBT-80	Mercaptobenzothiazol (80 %), Beschleuniger
Rhenogran ZBEC-70	Zinkdibenzylthiocarbamat (70 %), Beschleuniger
Rhenogran TP-50	Zinkdialkyldithiophosphat (50 %), Beschleuniger
Mahlschwefel	Schwefel
Rhenogran CLD-70	Caprolactamdisulfid (70 %), Beschleuniger
TRACEL K 3/95	Azodicarbonamid, Treibmittel
TRACEL OBSH 75 EPR-1	Oxybisbenzolsulfonylhydrazid (75 %), Treibmittel


		Füllstoffe und Kennwerte		HOFFMANN MINERAL
EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG	Füllstoff	Beschreibung	Funktionali- sierung	
	N 550	FEF-Ruß	-	
	Sillitin P 87	Neuburger Kieselerde, d ₅₀ : 1,5 µm	-	
	Sillitin Z 86	Neuburger Kieselerde, d ₅₀ : 1,9 µm	-	
	Sillitin N 75*	Neuburger Kieselerde, d ₅₀ : 3,0 µm	-	
	Aktisil PF 216	Neuburger Kieselerde, d ₅₀ : 2,2 µm Basis: Sillitin Z 86	Tetrasulfan, hydrophob	
	Aktifit PF 115	Kalzinierte Neuburger Kieselerde, d ₅₀ : 2,0 µm Basis: Sillit Z 91	Amino, hydrophob	
<small>*Die Untersuchungen wurden mit Sillitin N 82 durchgeführt. Dieses Produkt ist nicht mehr verfügbar. Empfehlung: Sillitin N 75</small>				
<small>VM-3/1220/03.2025</small>				

Abb. 3

Die drei unbehandelten Typen Sillitin P 87, Sillitin Z 86 und Sillitin N 75 werden den beiden funktionalisierten Kieselerden Aktisil PF 216 und Aktifit PF 115 gegenübergestellt (Abb. 3).



 Mischungsherstellung, Extrusion und Vulkanisation 		
EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG	Mischen	
	Laborwalzwerk	Ø 150 x 300 mm
	Batchgröße	ca. 800 g
	Walzentemperatur	50 °C
	Mischzeit	ca. 15 min.
	Extrusion, Band 30 x 2 mm	
	Geschwindigkeit	3 m/min.
	Temperatur Zone 1+2 / Kopf	70 / 70 / 110 °C
	Vulkanisation	
	Salzbad	3 min. / 200 °C
VM-3/1220/03.2025		

Abb.4

Die Compoundierung erfolgte auf einem Laborwalzwerk (Schwabenthan Polymix 150 L). Das Polymer wurde bei 50 °C auf die Walze gegeben, anschließend wurden alle weiteren Zutaten bei konstanter Walzentemperatur aufgemischt. Die typische Mischzeit betrug 15 Minuten.

Mit dem Laborextruder wurden Bänder extrudiert, die in 15 cm lange Abschnitte geschnitten und dann im Salzbad vulkanisiert wurden.

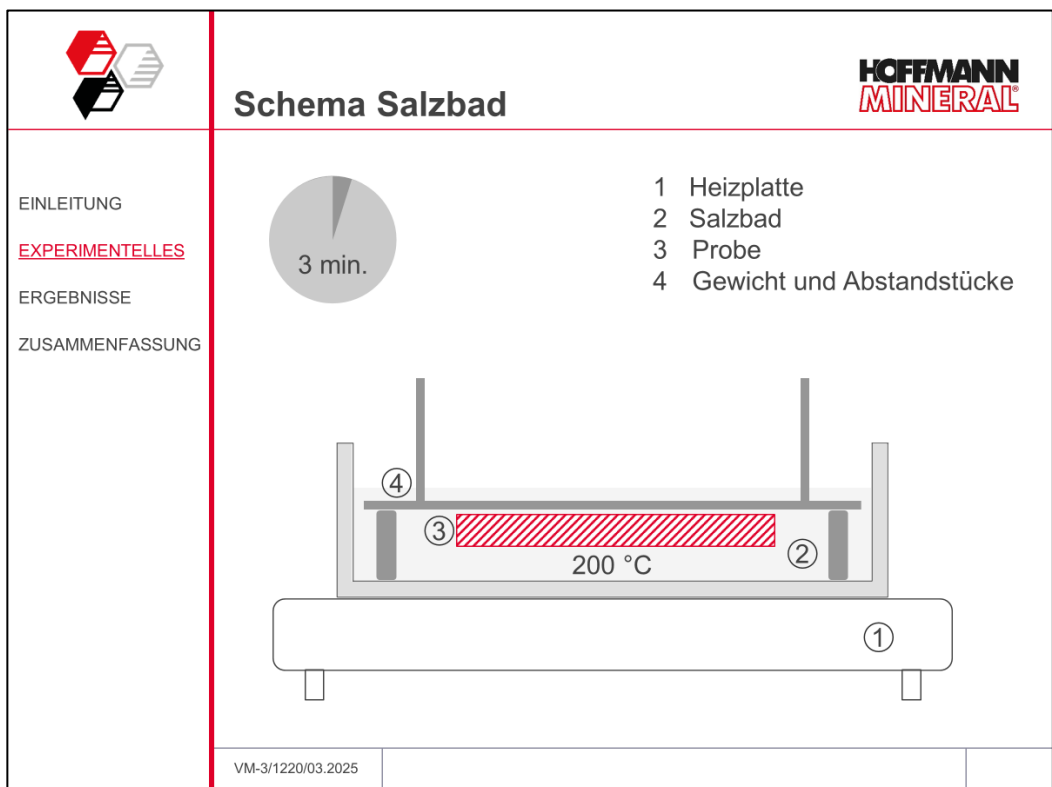


Abb. 5

Abb. 5 zeigt eine schematische Darstellung der Salzbadvulkanisation.

Die Temperatur des Salzbad wurde auf 200 °C eingestellt. Die zu vulkanisierende Probe wurde zwischen den beiden Abstandshaltern eingelegt, auf die das Gewicht aufgelegt wurde. Dieses verhinderte ein Aufschwimmen des geschäumten Vulkanisates, so dass die Vulkanisationszeit von 3 Minuten für alle Proben problemlos eingehalten werden konnte.

Nach der Vulkanisation im Salzbad zeigte sich für alle Vulkanisate eine vergleichbare Volumenzunahme um ca. 140 %

2.2 Prüfungen



		Prüfnormen		
		Prüfung	Norm	
EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG		Härte	DIN ISO 7619-1	
		Zugfestigkeit	DIN 53 504, S2	
		Spannungswert 10 bzw. 100 %	DIN 53 504, S2	
		Reißdehnung	DIN 53 504, S2	
		Weiterreißwiderstand	DIN ISO 34-1, A	
		Druckverformungsrest ¹	DIN ISO 815-1, B	
		Spez. Durchgangswiderstand	DIN IEC 93	
		Wasseraufnahme	ASTM D 1056	
		Dicke der Platte, aus der die entsprechenden Probekörper entnommen wurden: 4-5 mm ¹ 2 ausgestanzte Probekörper wurden gestapelt		
		VM-3/1220/03.2025		

Abb. 6

Neben der Härtemessung und den Zugversuchen wurden der Druckverformungsrest, der spezifische Durchgangswiderstand und die Wasseraufnahme geprüft. Die Dicke der Probekörper wich dabei etwas von den Vorgaben der Prüfnormen ab. Vorversuche aber ergaben, dass dies so gut wie keinen Einfluss auf das Messergebnis hat, dabei aber eine zuverlässigere Kombination aus Schäumen und Vernetzen möglich ist.

3 Ergebnisse

3.1 Elektrische Eigenschaften

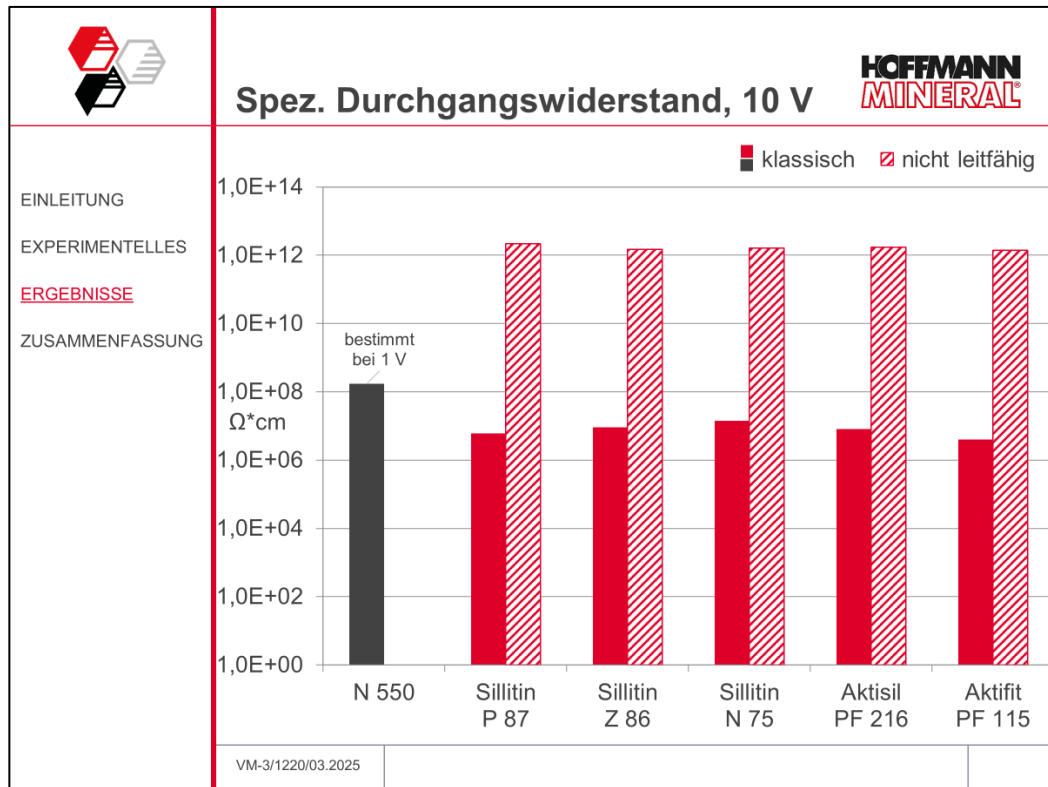


Abb. 7

Der Durchgangswiderstand der nur mit Ruß gefüllten Probe konnte aufgrund der hohen Leitfähigkeit lediglich bei 1 V gemessen werden. Die übrigen Messungen konnten alle bei 10 V durchgeführt werden.

Wie aus Abb. 7 hervorgeht, sind nach dem Austausch des Rußes praktisch keine Unterschiede zwischen den NKE-Typen feststellbar. Durch die Reduzierung des Volumenanteils des Rußes auf 12 % steigt der spezifische Durchgangswiderstand erwartungsgemäß an, so dass diese Mischungsvarianten elektrisch nicht leitfähig sind.

3.2 Dichte und mechanische Eigenschaften

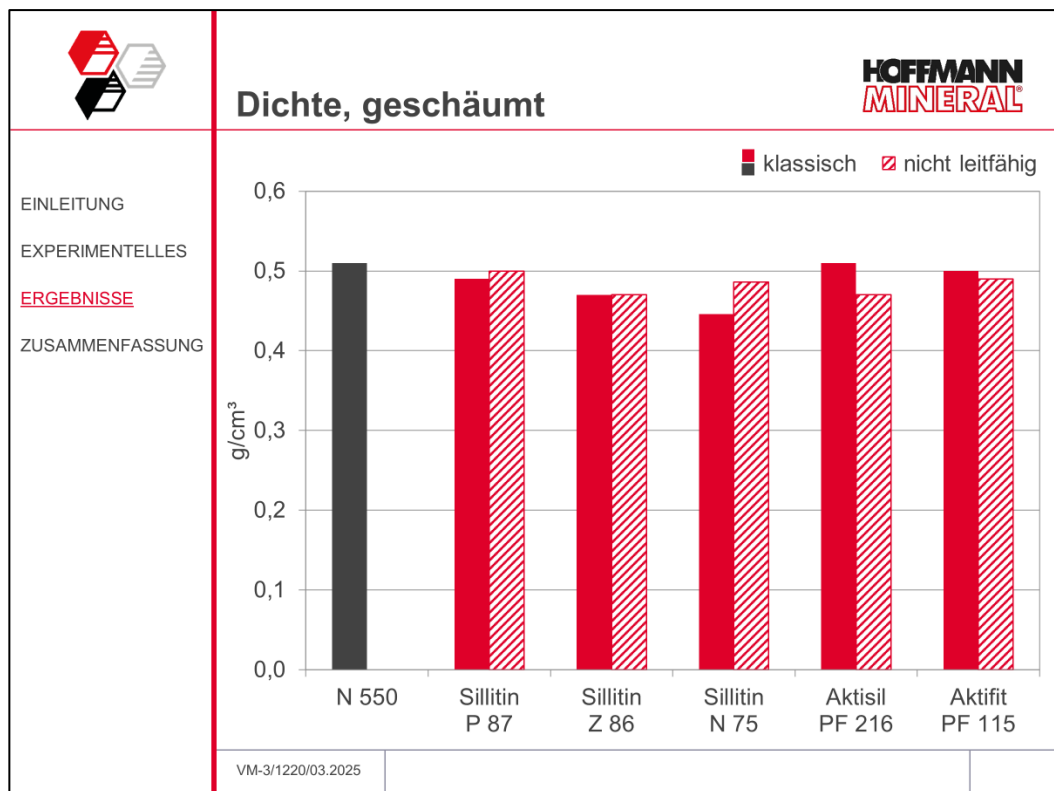


Abb. 8

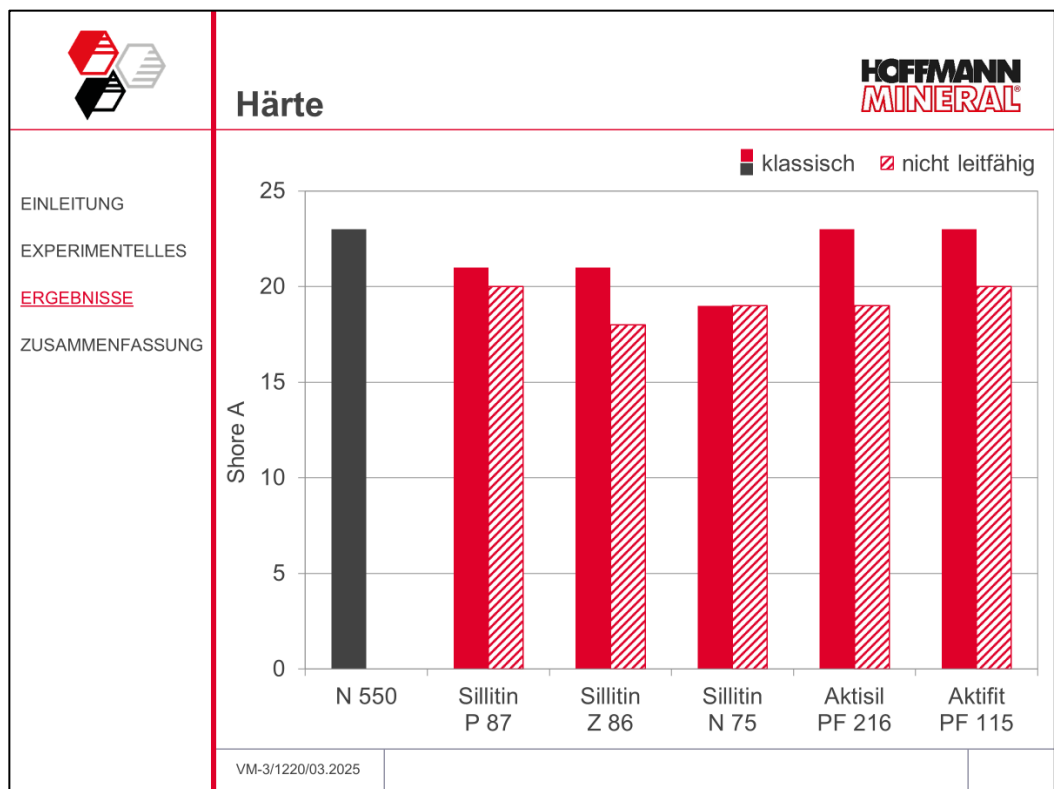


Abb. 9

Die Dichte (Abb. 8) wurde aus den Abmessungen und dem Gewicht von geschäumten Probekörpern des Weiterreißwiderstandes ermittelt. Die Werte liegen bei ca. 0,5 g/cm³. Signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen NKE-Typen können nicht festgestellt werden.

Die Härte (Abb. 9) bleibt in der klassischen Mischungsvariante in etwa vergleichbar, wenn der Ruß durch Neuburger Kieselerde ersetzt wird. Das Wertenniveau sinkt mit der nicht leitfähigen Version etwas ab.

Weder in der klassischen, noch in der nicht leitfähigen Variante unterscheiden sich die Typen der Neuburger Kieselerde.

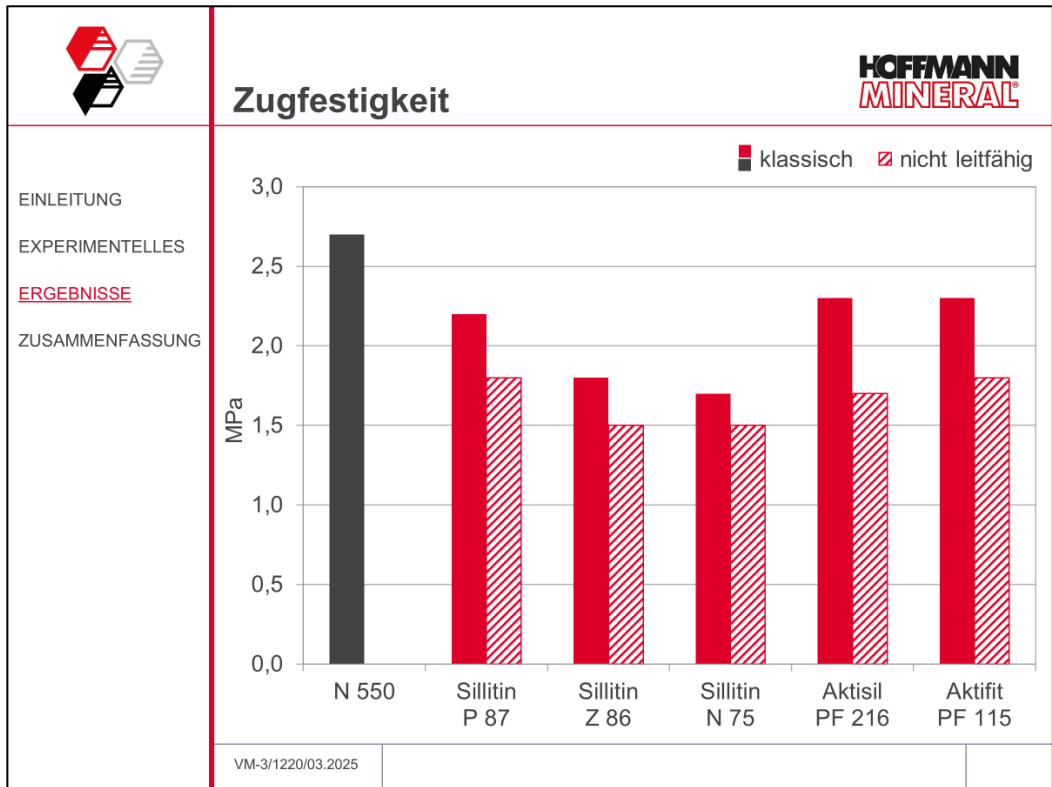


Abb. 10

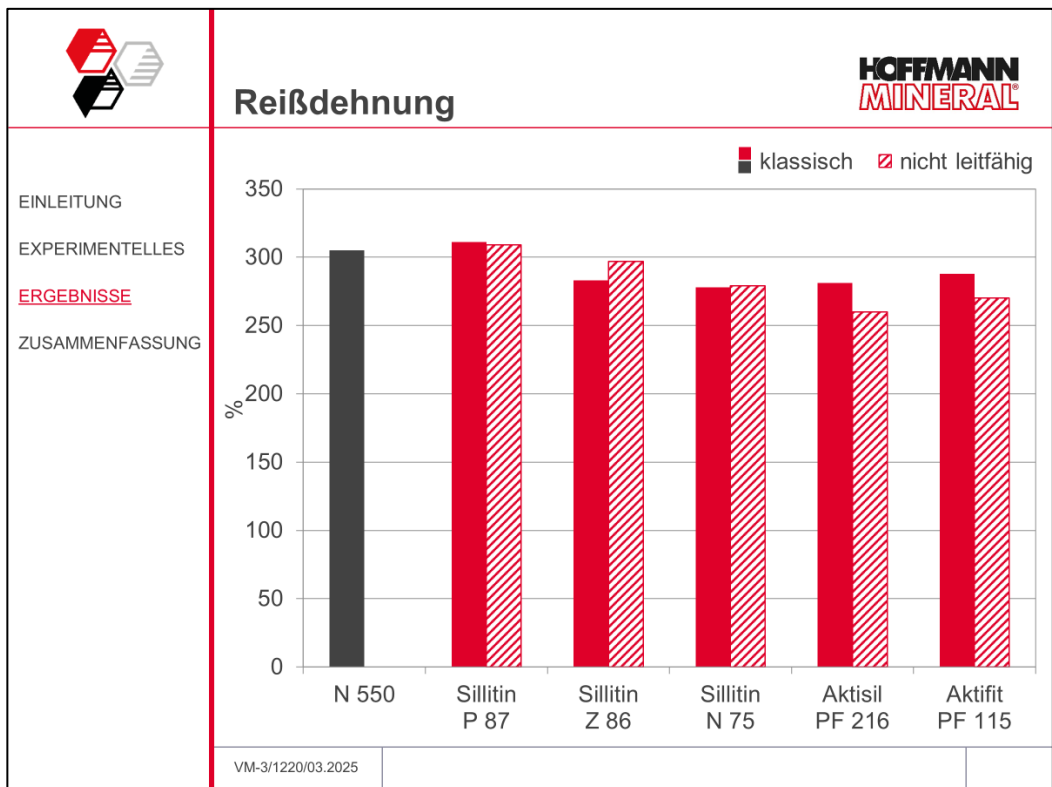


Abb. 11

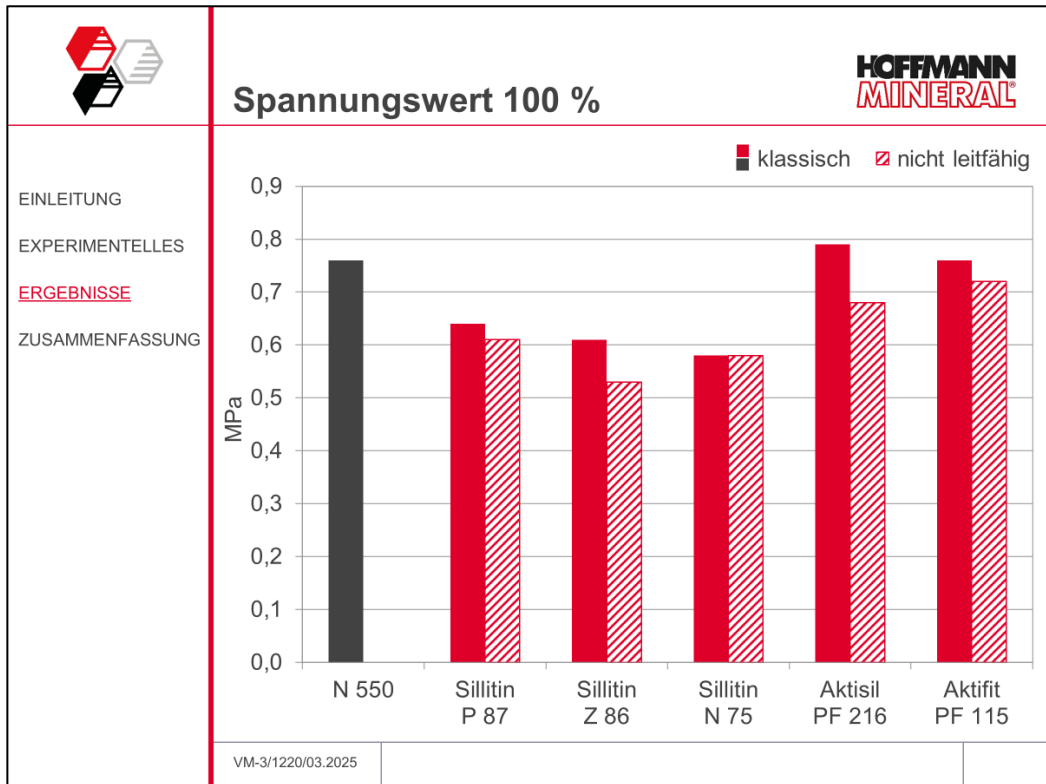


Abb. 12

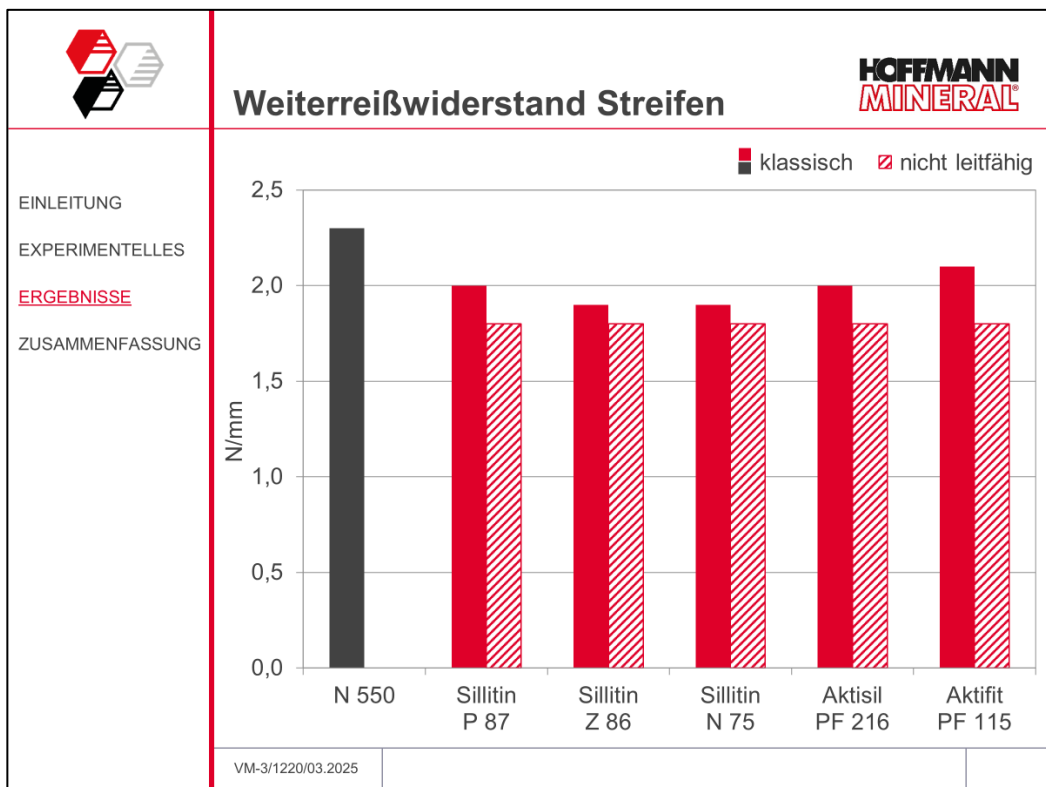


Abb. 13

Abb. 10 zeigt die Zugfestigkeit, die nach dem partiellen Rußaustausch in der nicht leitfähigen Variante generell etwas niedriger ausfällt als in der klassischen. In dieser können Sillitin P 87, Aktisil PF 216 und Aktifit PF 115 mit dem reinen Ruß auf einem hohen Wertenniveau annähernd gleichziehen.

Sillitin P 87 führt in beiden Dosierungen zu einer mit Ruß pur vergleichbaren Reißdehnung (Abb. 11). Mit den übrigen NKE-Typen fällt die Dehnung gegenüber dem Ruß zwar etwas ab, doch liegen die Wertenniveaus noch ausreichend hoch.

Analog zur Zugfestigkeit sind auch die Spannungswerte bei 100 % Dehnung (Abb. 12) in der nicht leitfähigen Mischungsversion nach dem Rußaustausch durch NKE etwas niedriger als in der klassischen Variante. Die beiden funktionalisierten Füllstoffe Aktisil PF 216 und Aktifit PF 115 erreichen v.a. in der klassischen Mischungsausrichtung ein absolut mit dem Ruß vergleichbares Wertenniveau.

Der teilweise Austausch von Ruß durch NKE führt zu einer generellen leichten Reduzierung des Weiterreißwiderstands (Abb. 13). In der klassischen Variante kann Aktifit PF 115 annähernd mit dem Ruß gleichziehen.

Aufgrund des allgemein niedrigen Wertenniveaus sind die Unterschiede in den Zugversuchen jedoch nicht sehr ausgeprägt.

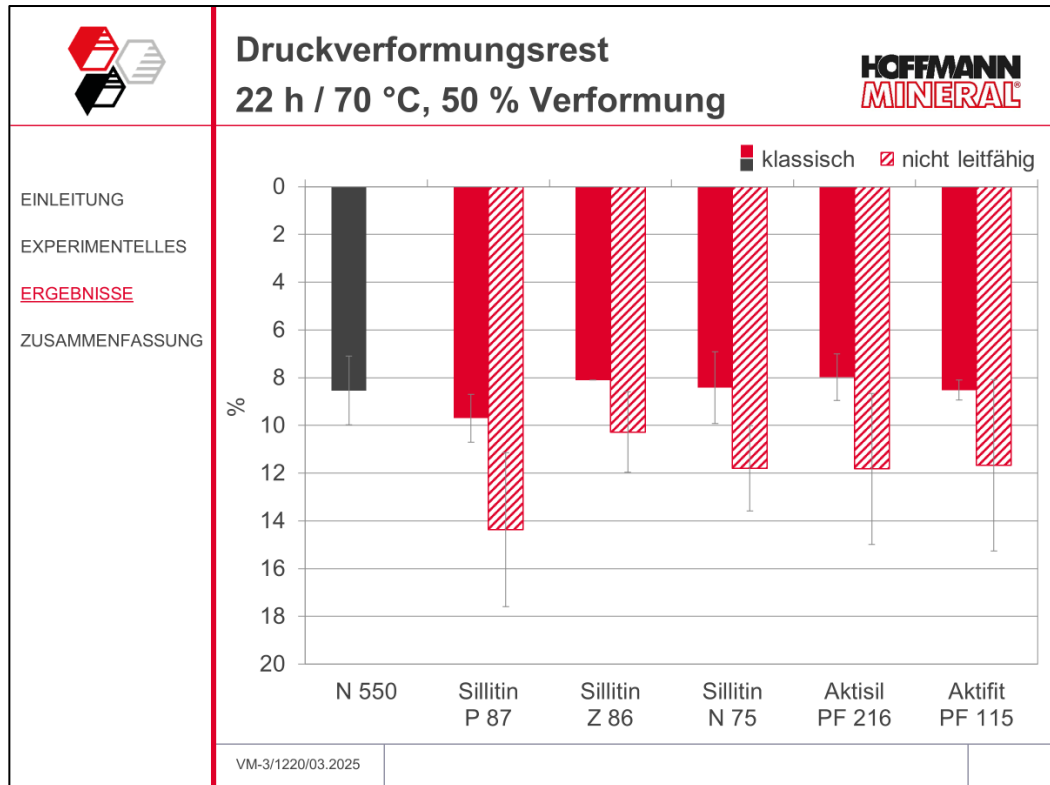


Abb. 14

Der teilweise Austausch des Rußes wirkt sich nicht auf den Druckverformungsrest aus, wenn die Mischung klassisch gehalten ist (Abb. 14). Mit der nicht leitfähigen Variante fallen die Werte zwar etwas höher aus als in der klassischen, doch sind diese Unterschiede bei genauerer Betrachtung der Skalierung nicht mehr sehr groß.

3.3 Zellstruktur und Wasseraufnahme

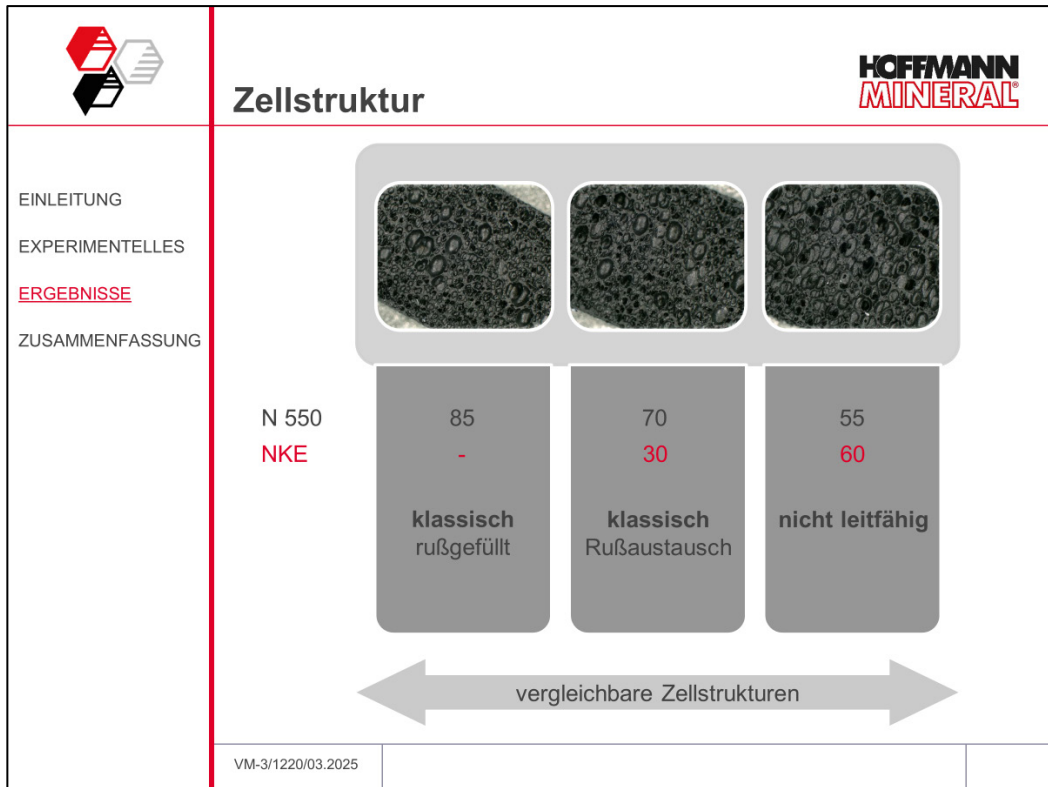


Abb. 15

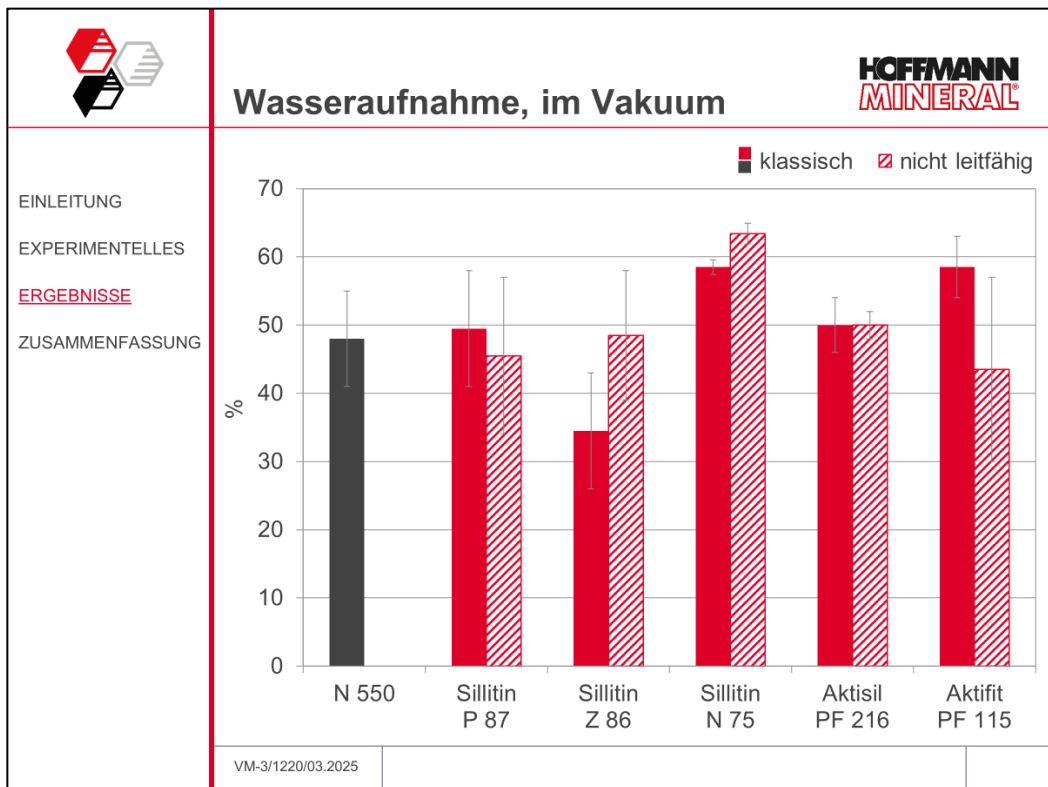


Abb. 16

Abb. 15 zeigt exemplarische Aufnahmen für jede Mischungsvariante. Es wird hier darauf verzichtet, jedes Vulkanisat abzubilden, da weder zwischen den Varianten, noch zwischen den verschiedenen NKE-Typen signifikante Unterschiede bezüglich der Zellstrukturen erkennbar sind.

Das spiegelt sich ähnlich auch in der Wasseraufnahme (Abb. 16) wider, deren Werte sich zwar etwas unterscheiden, jedoch nicht sicher differenzieren lassen und alle in einem ähnlichen Bereich mit dem Ruß liegen. In der klassischen Variante kann mit Sillitin Z 86 sogar eine Verbesserung gegenüber dem Ruß festgestellt werden.

3.4 Mischungskosten

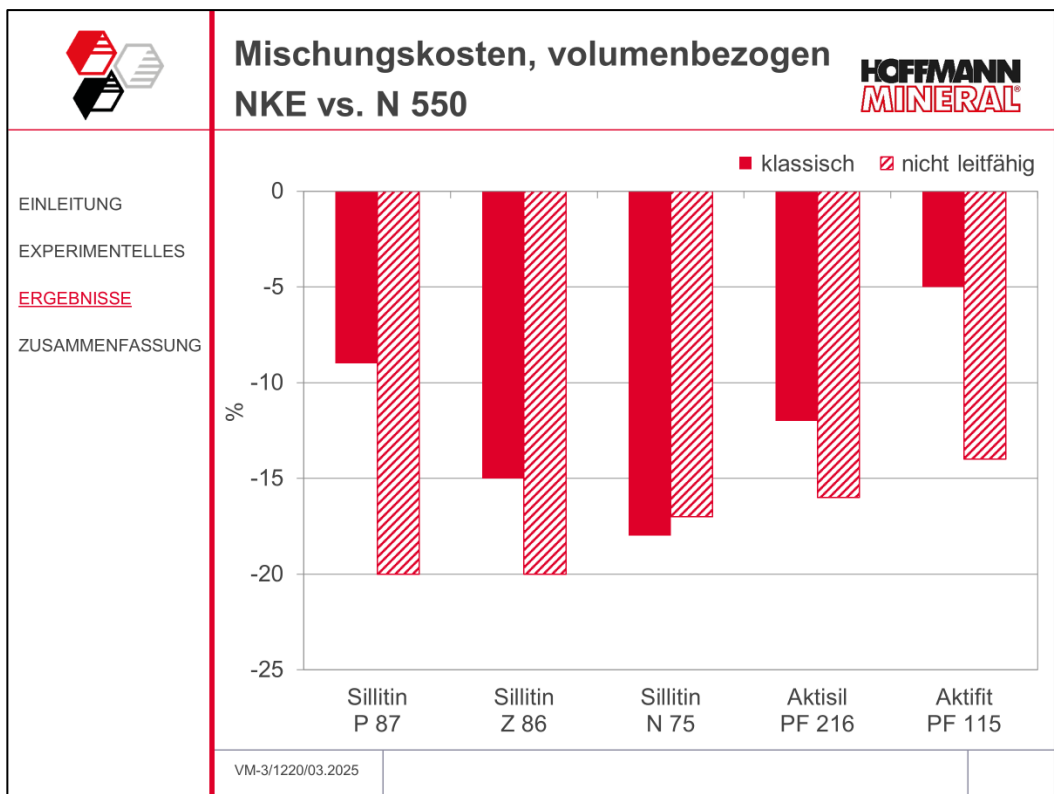


Abb. 17

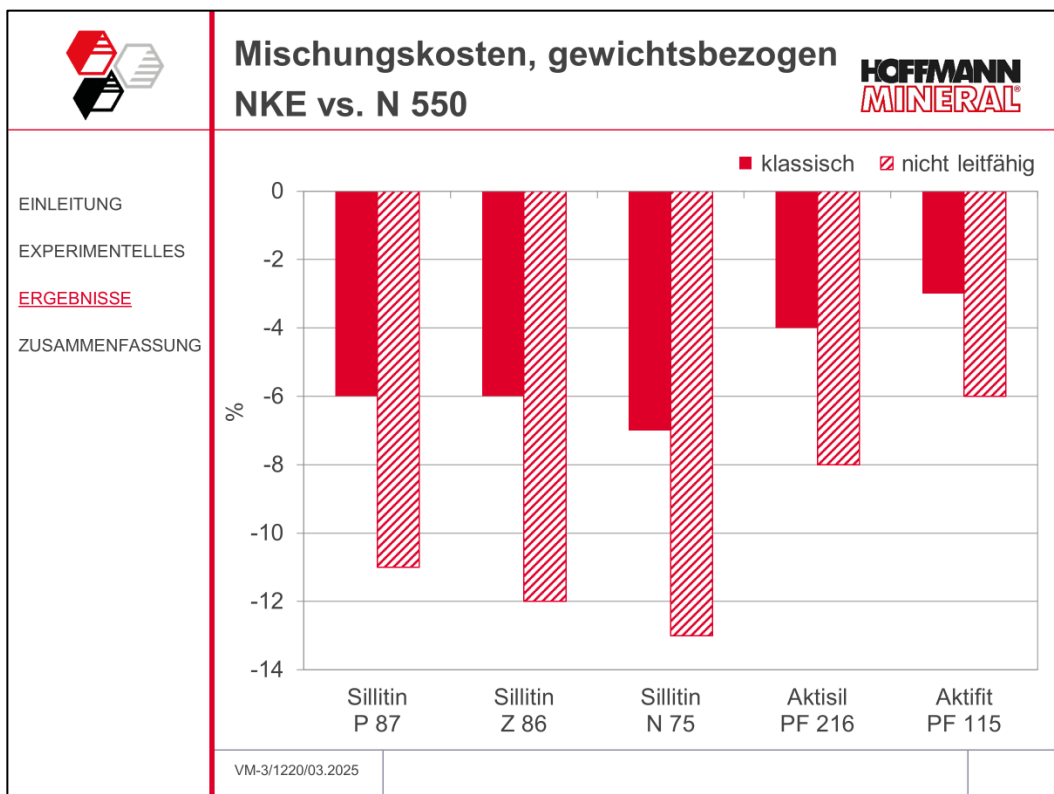


Abb. 18

Für die Berechnung der Mischungskosten wurden die Preise aus dem Jahr 2020 zugrunde gelegt. Abb. 17 und 18 zeigen die prozentualen Änderungen, die aus dem Rußaustausch mit Neuburger Kieselerde im Vergleich zur mit Ruß pur gefüllten Mischung resultieren.

Setzt man z.B. eine nicht funktionalisierte NKE-Type wie Sillitin P 87, Sillitin Z 86 oder Sillitin N 75 in der nicht leitfähigen Variante ein, so ermöglicht das eine Senkung des Volumenpreises zwischen -15 und -20 %. Doch auch mit den funktionalisierten NKE-Produkten ist noch eine deutliche Reduzierung der Mischungskosten realisierbar.

Die Betrachtung der gewichtsbezogenen Kosten ergibt mit allen NKE-Typen sinkende Mischungspreise durch den Rußaustausch.

4 Zusammenfassung

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, dass sich nach dem teilweisen Rußaustausch mit Neuburger Kieselerde in der klassischen Mischungsvariante ein vergleichbares Eigenschaftsprofil, wie z.B. einem gleichbleibenden Druckverformungsrest, sowie einheitliche Zellstrukturen ergeben.

Mit Aktisil PF 216 und Aktifit PF 115 ist es zudem möglich, mit dem hohen Spannungswertniveau, welches der Ruß markiert, gleichzuziehen.

Außerdem können die Mischungskosten teils deutlich reduziert werden.

Erwartungsgemäß führt die Reduzierung des Rußanteils zu einer deutlichen Erhöhung des elektrischen Widerstands.

Auch in dieser nicht leitfähigen Variante entstehen nach dem teilweisen Ersatz des Rußes vergleichbare Zellstrukturen.

Die Spannungswertniveaus, die hier mit Aktisil PF 216 und Aktifit PF 115 erreicht werden, ähneln stark dem des pur eingesetzten Rußes.

Die Reduzierung der Mischungskosten fällt in der nicht leitfähigen Mischungsvariante aufgrund des höheren Anteils an mineralischem Füllstoff etwas höher aus als in der klassischen. Das bedeutet, dass auch die funktionalisierten NKE-Typen zu einer deutlichen Senkung der Mischungskosten führen.

Neuburger Kieselerde ermöglicht es also, den Ruß in einer zelligen EPDM-Profilrezeptur zu ersetzen und dabei das Eigenschaftsprofil weitestgehend gleich zu halten bzw. in manchen Fällen sogar etwas zu verbessern.

Neben der Reduzierung der Mischungskosten lässt sich mit Hilfe der Neuburger Kieselerde das Problem der elektrochemischen Korrosion lösen, da die Vulkanisate elektrisch isolierend ausgerüstet werden können, so dass sie hervorragend für den Einsatz für Anwendungen dieser Art geeignet ist.

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

**HOFFMANN
MINERAL**

		klassisch						
		N 550	Sillitin P 87	Sillitin Z 86	Sillitin N 75	Aktisil PF 216	Aktifit PF 115	
EINLEITUNG								
EXPERIMENTELLES	Rheologie							
	Mooney Viskosität, ML 1+2, 120 °C	MU	40	41	43	43	45	43
ERGEBNISSE	Mooney Scorch ML +5, 120 °C	min.	5,0	4,6	4,5	4,5	4,4	4,6
ZUSAMMENFASSUNG	Rotorloses Vulkameter $M_{max}-M_{min}$ 200 °C	Nm	0,60	0,63	0,64	0,59	0,67	0,65
<u>ANHANG</u>	Rotorloses Vulkameter V_{max} 200 °C	Nm/min.	1,27	1,25	1,33	1,32	1,31	1,31
	Rotorloses Vulkameter t_{90} 200 °C	min.	1,1	1,1	1,1	1,1	1,2	1,1
	Vulkanisation im Salzbad, 3 min. / 200 °C							
	Dichte	g/cm ³	0,51	0,49	0,47	0,45	0,51	0,50
	Härte	Sh. A	23	21	21	19	23	23
	Zugfestigkeit	MPa	2,7	2,2	1,8	1,7	2,3	2,3
	Spannungswert 10 %	MPa	0,12	0,11	0,10	0,09	0,12	0,11
	Spannungswert 100 %	MPa	0,8	0,6	0,6	0,6	0,8	0,8
	Reißdehnung	%	305	311	283	278	281	288
	WRW Streifen	N/mm	2,3	2,0	1,9	1,9	2,0	2,1
	Druckverformungsrest 22 h / 70 °C, 50 % Def.	%	8,6	9,7	8,1	8,4	8,0	8,5
	Wasseraufnahme	%	48	50	35	59	50	59
	Spez. Durchgangswiderst. 10 V (N 550 bei 1 V)	Ω*cm	1,7 x 10 ⁸	6,1 x 10 ⁶	9,2 x 10 ⁶	1,4 x 10 ⁷	8,0 x 10 ⁶	4,0 x 10 ⁶
	VM-3/1220/03.2025							



Ergebnistabelle

**HOFFMANN
MINERAL**

		nicht leitfähig					
		Sillitin P 87	Sillitin Z 86	Sillitin N 75	Aktisil PF 216	Aktifit PF 115	
EINLEITUNG							
EXPERIMENTELLES	Rheologie						
	Mooney Viskosität, ML 1+2, 120 °C	MU	39	42	43	42	41
ERGEBNISSE	Mooney Scorch ML +5, 120 °C	min.	4,9	4,5	4,5	4,5	4,7
ZUSAMMENFASSUNG	Rotorloses Vulkameter $M_{max}-M_{min}$ 200 °C	Nm	0,57	0,60	0,61	0,59	0,58
<u>ANHANG</u>	Rotorloses Vulkameter V_{max} 200 °C	Nm/min.	1,29	1,28	1,28	1,25	1,28
	Rotorloses Vulkameter t_{90} 200 °C	min.	1,3	1,2	1,1	1,2	1,1
	Vulkanisation im Salzbad, 3 min. / 200 °C						
	Dichte	g/cm ³	0,50	0,47	0,49	0,47	0,49
	Härte	Sh. A	20	18	19	19	20
	Zugfestigkeit	MPa	1,8	1,5	1,5	1,7	1,8
	Spannungswert 10 %	MPa	0,11	0,09	0,10	0,10	0,10
	Spannungswert 100 %	MPa	0,6	0,5	0,6	0,7	0,7
	Reißdehnung	%	309	297	279	260	270
	WRW Streifen	N/mm	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
	Druckverformungsrest 22 h / 70 °C, 50 % Def.	%	14	10	12	12	12
	Wasseraufnahme	%	46	49	63	50	44
	Spez. Durchgangswiderst. 10 V	Ω*cm	2,2 x 10 ¹²	1,5 x 10 ¹²	1,6 x 10 ¹²	1,7 x 10 ¹²	1,4 x 10 ¹²
	VM-3/1220/03.2025						