

# Kalzinierte Neuburger Kieselerde

## in Thermoplasten:

## Polyphenylensulfid (PPS)

Verfasser: Hubert Oggermüller  
Petra Zehnder



VM / Dr. Alexander Risch

## Inhalt

- 1 Einleitung
  
- 2 Experimentelles
  - 2.1 Neuburger Kieselerde
  - 2.2 Füllstoffkennwerte
  - 2.3 Compoundierung und Spritzgießen
  
- 3 Ergebnisse
  - 3.1 Schmelze-Volumenfließrate
  - 3.2 Zugversuch
    - Zugmodul
    - Zugfestigkeit und Bruchdehnung
  - 3.3 Biegeversuch
    - Biegemodul
    - Biegefestigkeit und Biegedehnung
  - 3.4 Schlagzähigkeit Charpy
  - 3.5 Farbe der Compounds
  - 3.6 Übersicht: Performance in PPS
  
- 4 Zusammenfassung
  
- 5 Anhang: Ergebnistabelle

# 1 Einleitung

Polyphenylensulfid (PPS) findet als Werkstoff überwiegend Anwendung für mechanisch, thermisch und chemisch hoch beanspruchbare Formteile in den Bereichen Fahrzeug- und Maschinenbau sowie Elektrotechnik.

Neben hoher Steifigkeit und Festigkeit sind die ausgezeichnete Temperaturbeständigkeit und die herausragende chemische Beständigkeit gegenüber Lösemitteln, Säuren und Laugen wichtige Eigenschaften.

Zur Eigenschaftsanpassung werden oft Glaskugeln eingesetzt.

Rein mineralisch gefüllte Compounds sind bisher kaum verfügbar.

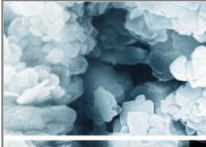
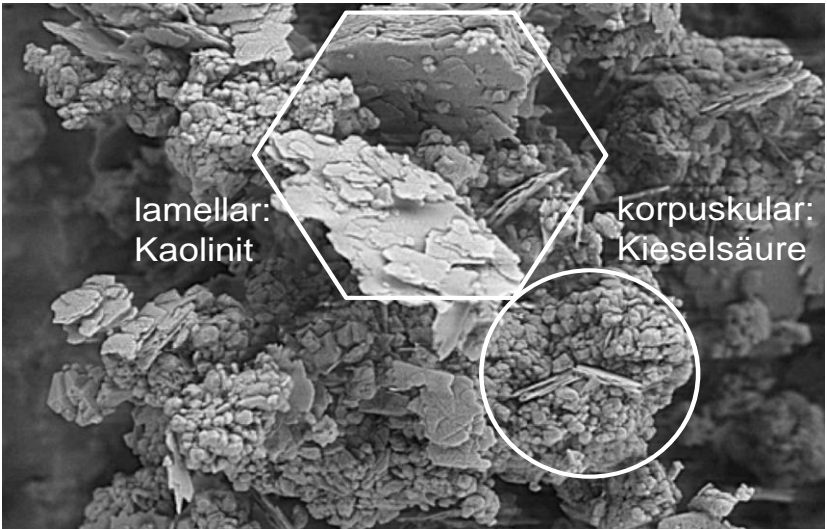

In der vorliegenden Untersuchung wird kalzinierte Neuburger Kieselerde als funktioneller Füllstoff für PPS vorgestellt.


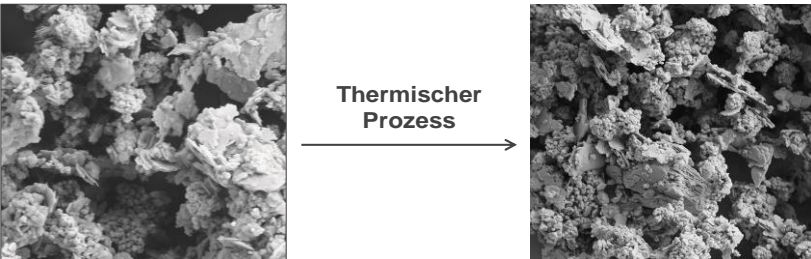

Aufgezeigt wird ein Vergleich des Eigenschaftsprofils von kalzinierter Neuburger Kieselerde und Glaskugeln im Hinblick auf Fließfähigkeit, Compoundfarbe und mechanische Eigenschaften.

## 2 Experimentelles

### 2.1 Neuburger Kieselerde

Die Neuburger Kieselerde, die nahe Neuburg an der Donau abgebaut wird, ist ein in der Natur entstandenes Gemisch aus korpuskularer Neuburger Kieselsäure und lamellarem Kaolinit: ein loses Haufwerk, das durch physikalische Methoden nicht zu trennen ist. Der Kieselsäureanteil weist durch die natürliche Entstehung eine runde Kornform auf und besteht aus ca. 200 nm großen, aggregierten kryptokristallinen Primärpartikeln. Die besondere morphologische Zusammensetzung der Neuburger Kieselerde, die eine eigene Mineralklasse darstellt, wird in einer REM-Aufnahme veranschaulicht.


	<h3>Struktur der Neuburger Kieselerde</h3> <p><b>HOFFMANN MINERAL</b></p>
<p>EINLEITUNG</p> <p><b>EXPERIMENTELLES</b></p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p> <p>ANHANG</p>	<p>10.000-fache Vergrößerung</p>  <p>lamellar: Kaolinit</p> <p>korpuskular: Kieselsäure</p>
	<p>VM-01/0715/02.2019</p>

	<h3>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</h3> <p><b>HOFFMANN MINERAL</b></p>
<p>EINLEITUNG</p> <p><b>EXPERIMENTELLES</b></p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p> <p>ANHANG</p>	<p>Durch einen nachgeschalteten thermischen Prozess entstehen die kalzinierten Produkte <b>Silfit</b> und <b>Aktifit</b>, auf Basis von SILLITIN Z 86.</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-01/0715/02.2019</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	Oberflächen- behandlung
		Glaskugeln	$d_{50}$ : 15-30 $\mu\text{m}$ , $d_{90}$ : 30-80 $\mu\text{m}$	ja
		Silfit Z 91	Kalzinierte Neuburger Kieselerde $d_{50}$ : 2 $\mu\text{m}$ , $d_{97}$ : 10 $\mu\text{m}$	nein
		Aktifit AM	Basis: Silfit Z 91	Aminosilan
		Aktifit PF 115	Basis: Silfit Z 91	alternatives Aminosilan
		VM-01/0715/02.2019		

Als Vertreter der kalzinierten Neuburger Kieselerde wurden Silfit Z 91, Aktifit AM und Aktifit PF 115 herangezogen.

Silfit Z 91 ist eine Neuburger Kieselerde, die einer thermischen Behandlung unterzogen wurde. Aktifit AM ist ein aktiviertes Silfit Z 91, bei dem die Oberfläche mit Aminosilan modifiziert wurde.

Für Aktifit PF 115 wurde ein alternatives, spezielles Aminosilan zur Oberflächenbehandlung verwendet.

Als Vergleich diente eine für PPS geeignete Glaskugeltype.

## 2.3 Compoundierung und Spritzgießen

Basis für die Versuche war ein stabilisiertes Polyphenylensulfid (PPS). Die Zusammensetzung der Compounds bestand aus 60 Gewichtsprozent Polymer und 40 Gewichtsprozent Füllstoff bzw. Glaskugeln.

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

Bei der Compoundierung wurde das PPS 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 80 °C vorgetrocknet. Die Restfeuchte lag dann bei < 0,04 %.

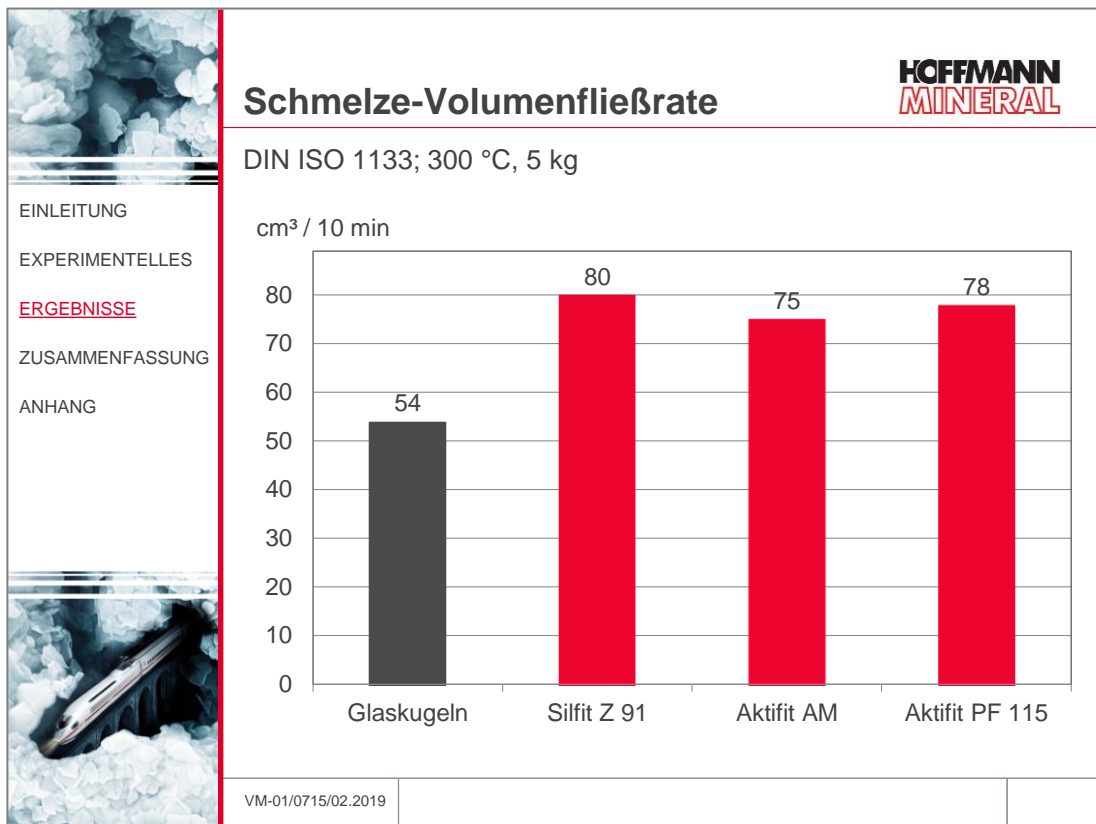
Die PPS-Granulate wurden bei einer Massetemperatur von 315 °C und einer Werkzeugtemperatur von 150 °C verspritzt.

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

### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Schmelze-Volumenfließrate

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

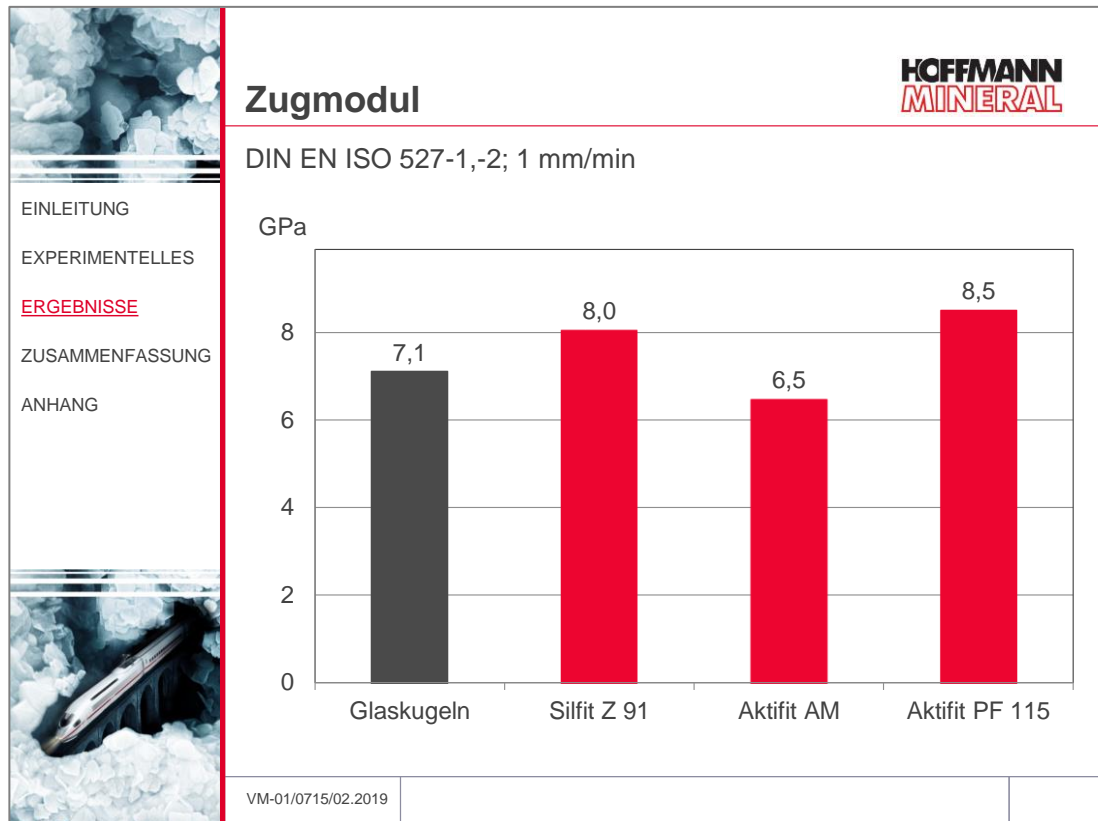


Die Compounds mit Neuburger Kieselerde sind deutlich fließfähiger als der Glaskugelcompound.

## 3.2 Zugversuch

### Zugmodul

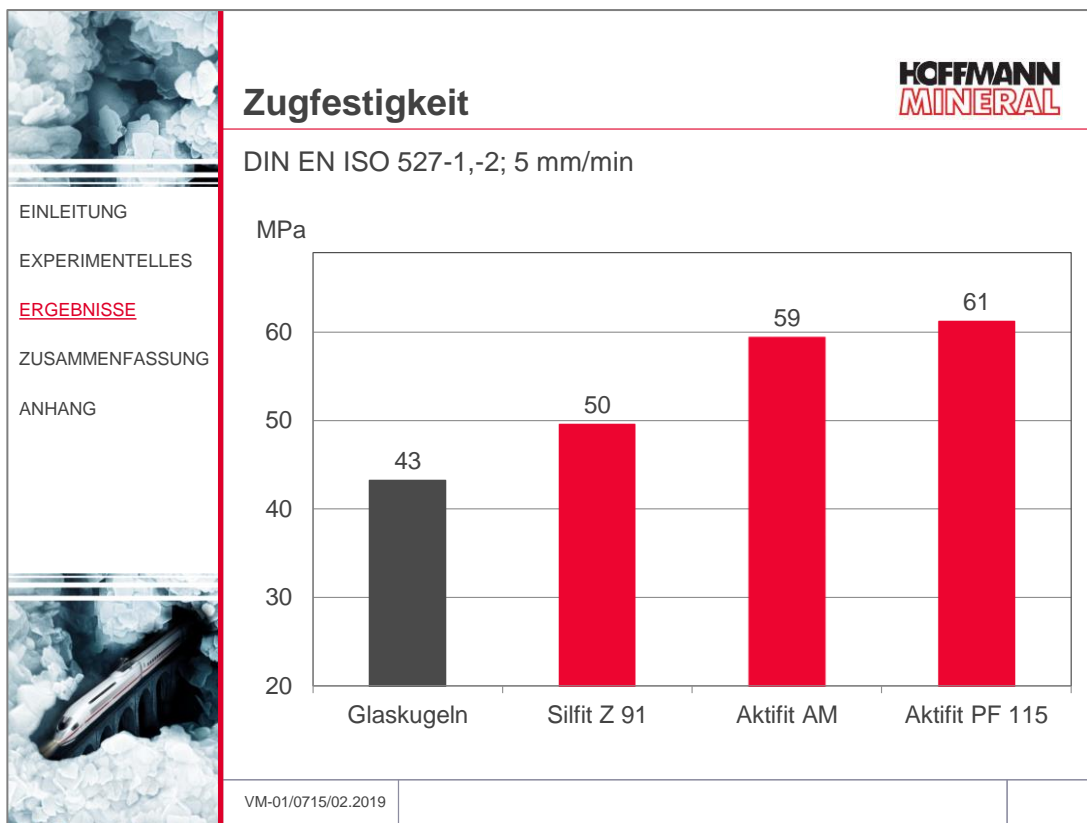
Stellvertretend für die Steifigkeit eines Materials wurde der Zugmodul im Zugversuch bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min ermittelt.



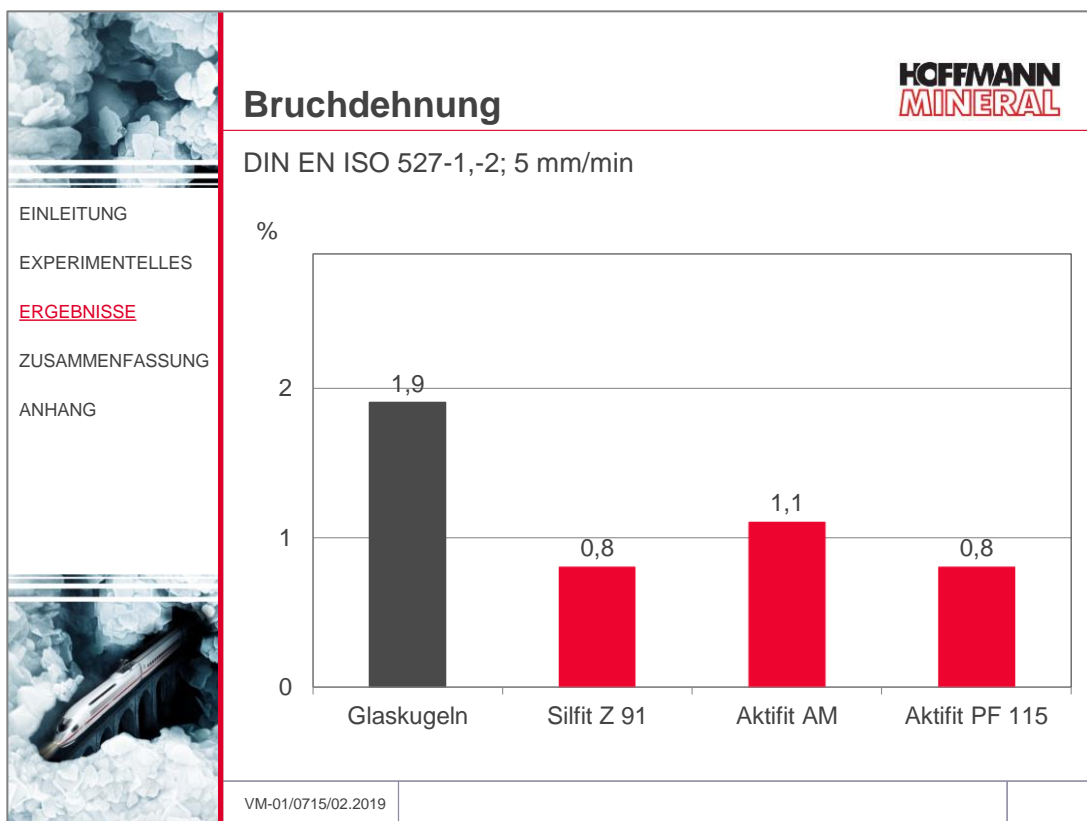
Mit Aktifit AM ist die Steifigkeit etwas niedriger. Dagegen ergeben Silfit Z 91 und besonders Aktifit PF 115 eine bis zu 20 % höhere Steifigkeit als die Glaskugeln.

## Zugfestigkeit und Bruchdehnung

Die Prüfung erfolgte am Probekörper Typ 1A mit einer Prüfgeschwindigkeit von 5 mm/min bis zum Bruch der Proben.



Bereits das nicht oberflächenbehandelte Silfit Z 91 bewirkt eine höhere Festigkeit als die Glaskugeln. Durch die Oberflächenbehandlung mit Aminosilan lässt sich die Festigkeit weiter steigern, so dass sie das Ergebnis mit den Glaskugeln um rund 40 % übertrifft.



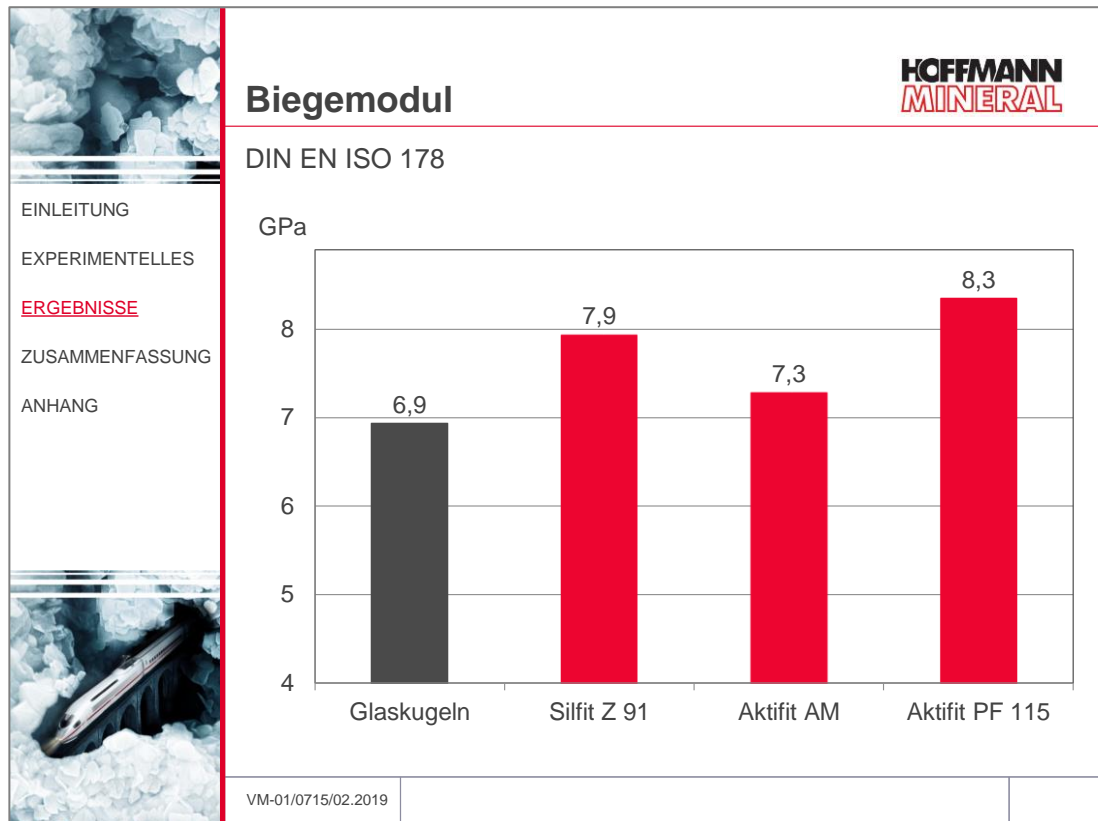
Die Bruchdehnung liegt mit Glaskugeln bei ca. 2 %, mit den anderen Füllstoffen bei ca. 1 %.



### 3.3 Biegeversuch

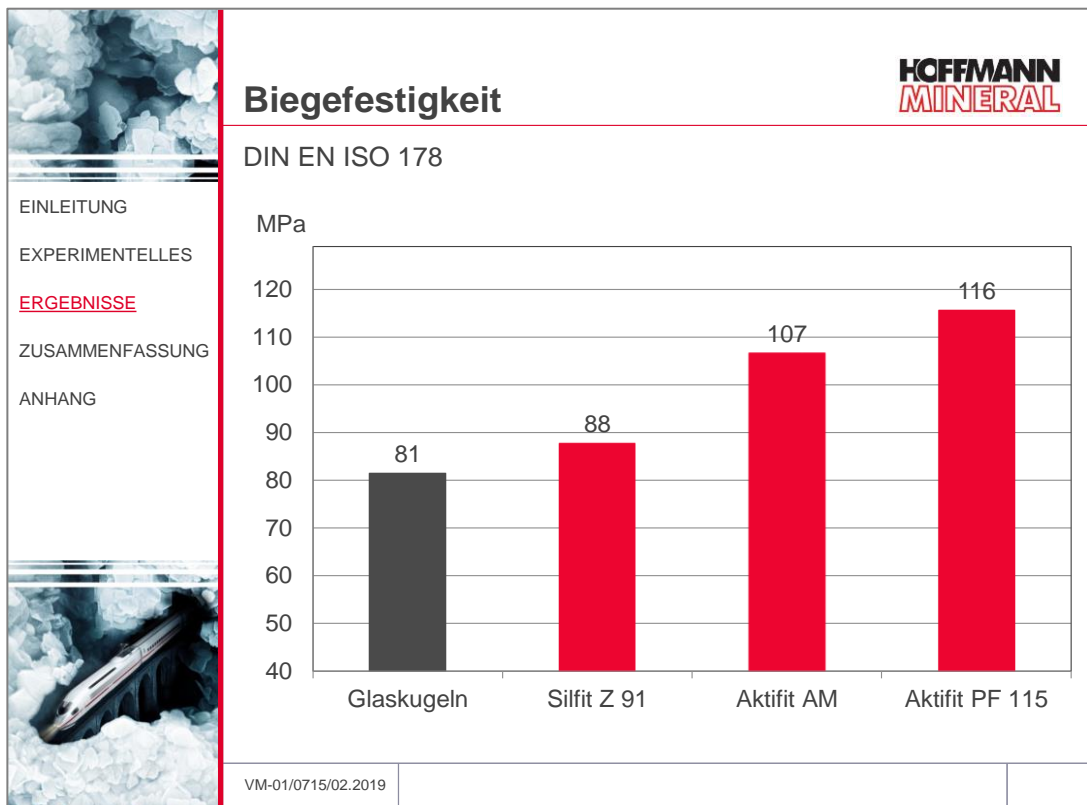
Der 3-Punkt-Biegeversuch wurde gemäß DIN EN ISO 178 durchgeführt. Grundsätzlich resultieren im Biegeversuch hinsichtlich Festigkeit und Dehnung ähnliche Ergebnisse wie im Zugversuch.

#### Biegemodul

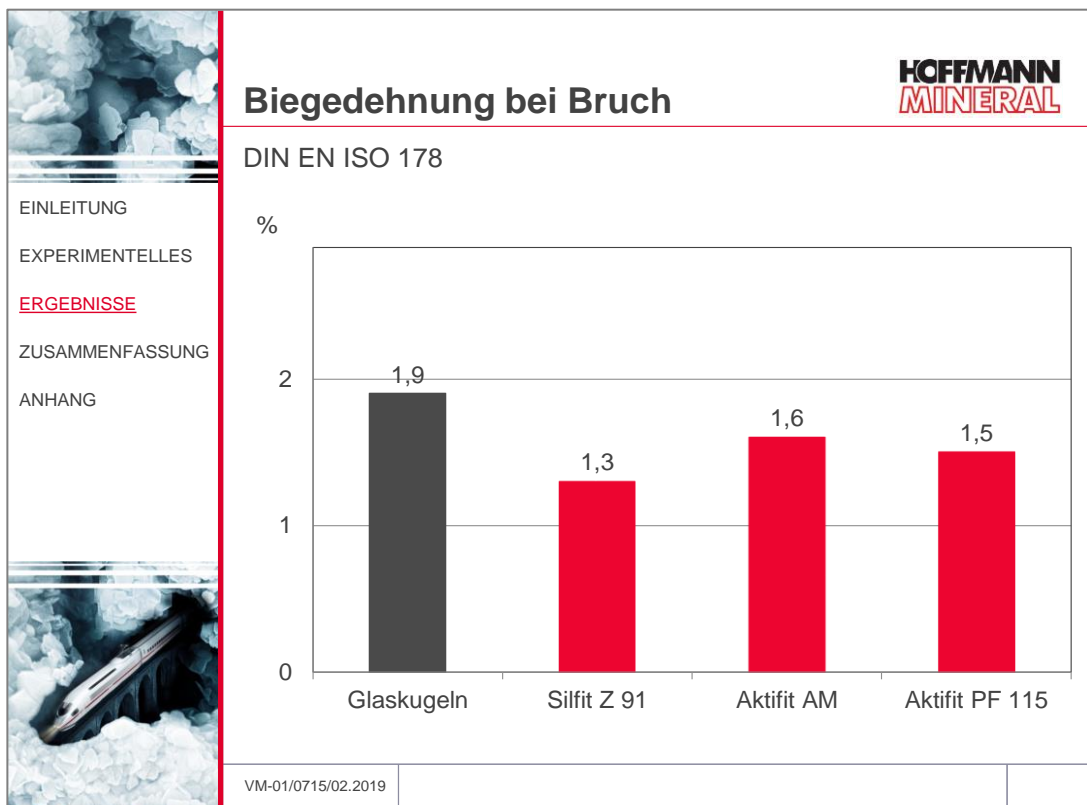


Silfit Z 91 und besonders Aktifit PF 115 ergeben eine um bis zu 20 % höhere Steifigkeit als Glaskugeln. Im Gegensatz zum Zugmodul erzielt auch Aktifit AM einen leicht erhöhten Biegemodul.

## Biegefestigkeit und Biegedehnung



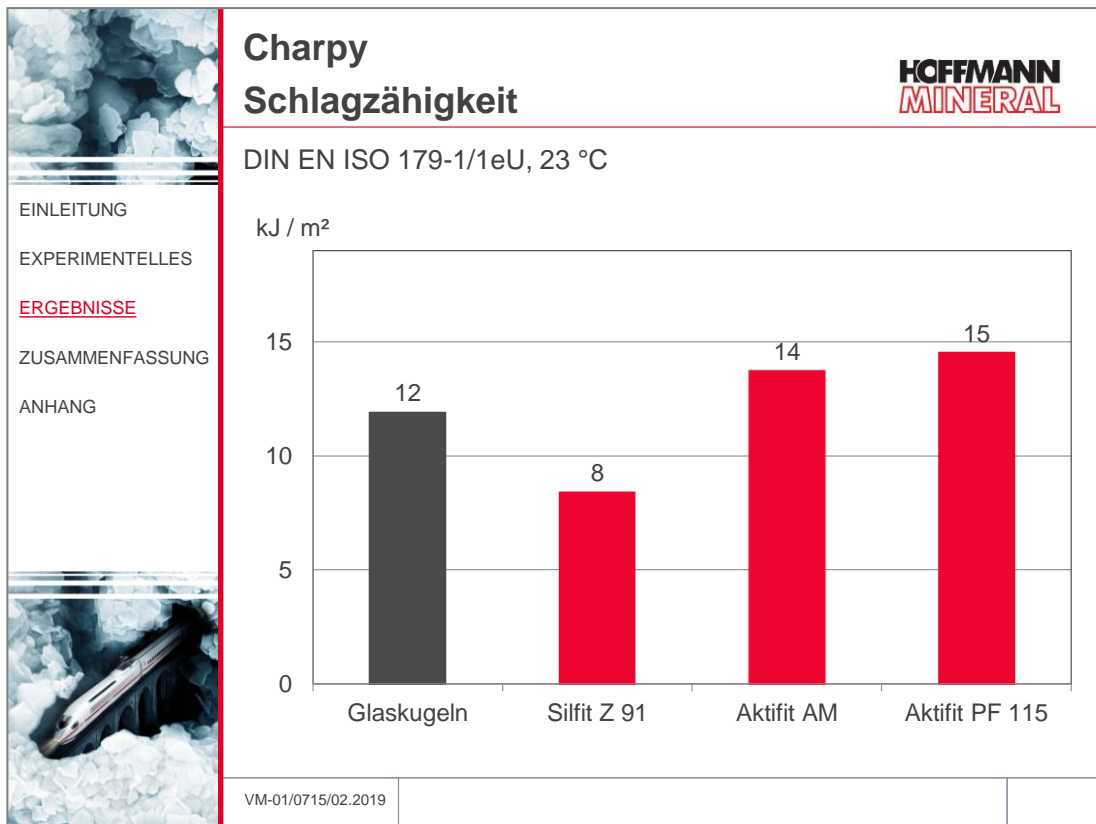
Die Festigkeit im Biegeversuch liegt insgesamt auf einem höheren Niveau als im Zugversuch. Bereits das nicht oberflächenbehandelte Silfit Z 91 bewirkt eine höhere Festigkeit als die Glaskugeln. Durch die Oberflächenbehandlung mit Aminosilan lässt sich die Festigkeit weiter steigern und übertrifft so das Ergebnis der Glaskugeln um bis zu 43 %.



Auch hier ist die Bruchdehnung des Glaskugelcompounds mit ca. 2 % am höchsten. Die Differenz zu den Neuburger Kieselerden fällt jedoch allgemein geringer aus als im Zugversuch. So führen die mit Aminosilan modifizierten Produkte Aktifit AM und Aktifit PF 115 nur zu einer Reduzierung um 16 bis 21 %, was in Anbetracht der um über 40 % erhöhten Festigkeit als durchaus guter Kompromiss erscheint.

### 3.4 Schlagzähigkeit Charpy

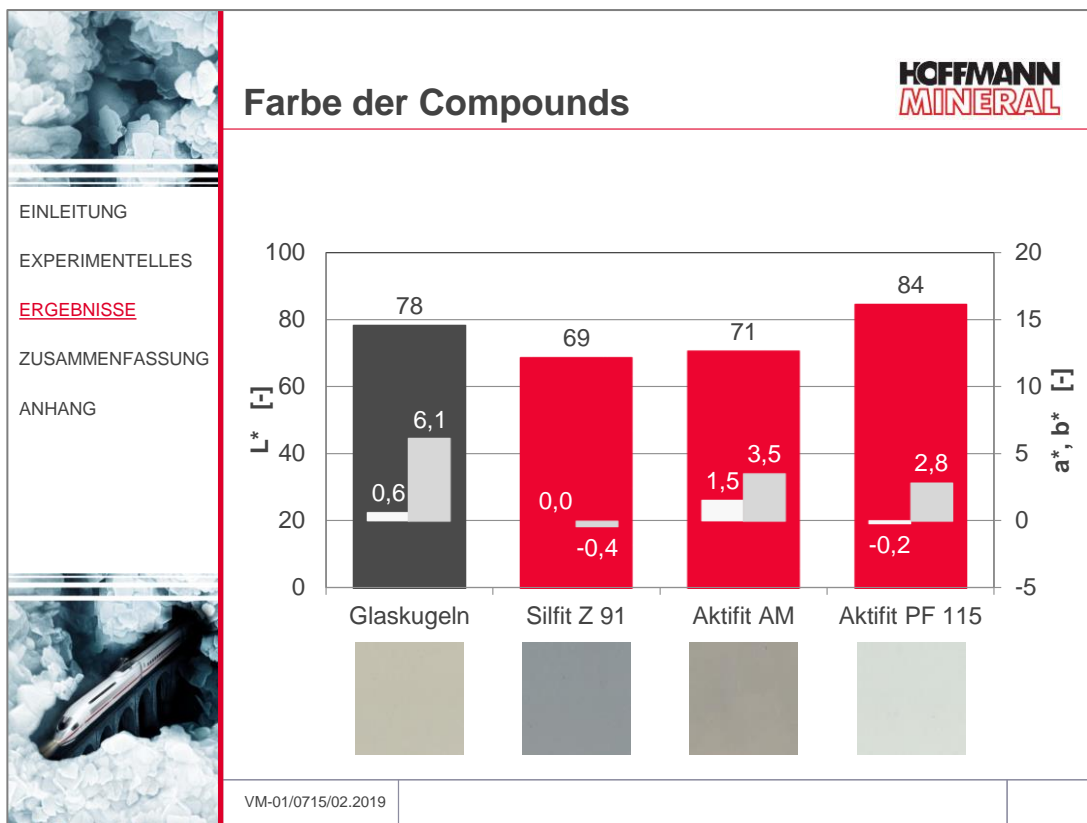
Bei der Methode nach Charpy liegt die Probe mit beiden Enden gegen zwei Widerlager und wird mittig mit einem Pendelhammer schlagartig beansprucht. Geprüft wurden hier ungekerbte Normprobekörper der Maße 80 x 10 x 4 mm in schmalseitiger Schlagrichtung, d.h. das Pendel trifft auf die 4 mm Seite des Probekörpers auf.



Die beiden aminosilanisierten Produkte Aktifit AM und Aktifit PF 115 ergeben eine leicht höhere Schlagzähigkeit als die Glaskugeln und Silfit Z 91.

### 3.5 Farbe der Compounds

Die Grafik zeigt die Farbwerte CIELab der Compounds. Die Bildausschnitte unter der Grafik zeigen Bereiche der Musterplatten, fotografiert unter gleichen Lichtbedingungen.

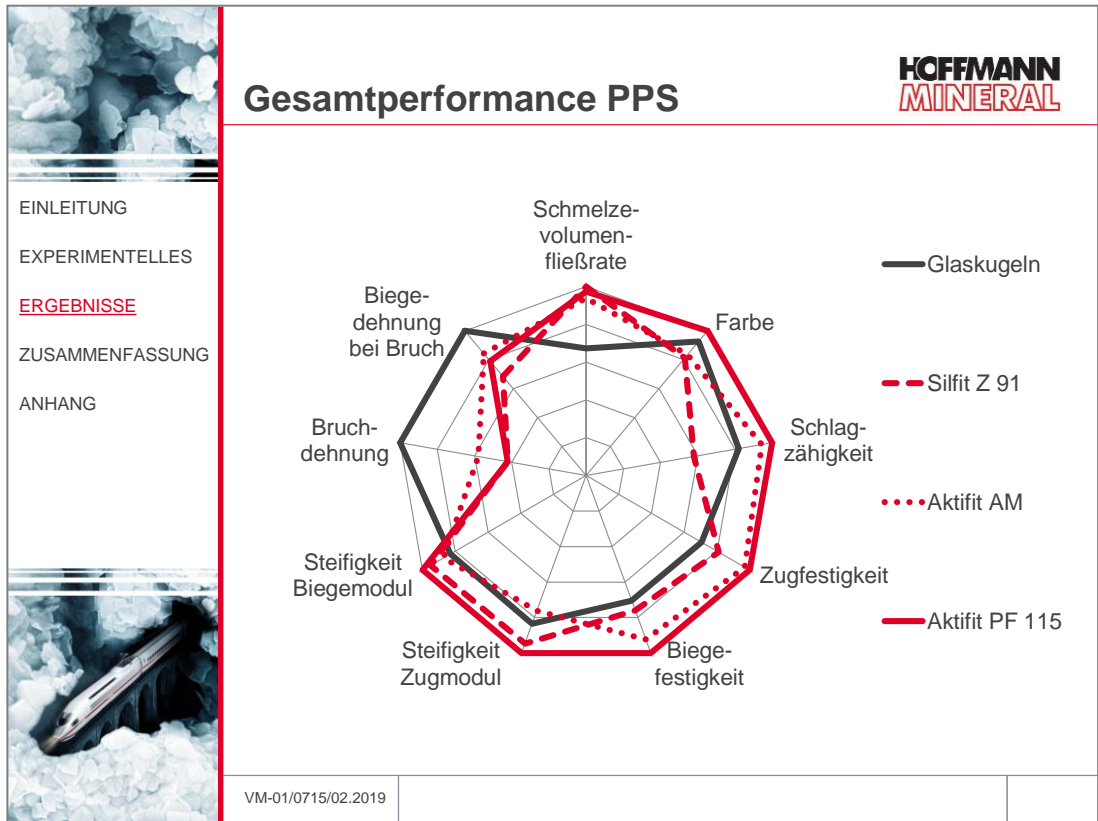


Der Compound mit den Glaskugeln ist relativ stark gelbstichig.

Silfit Z 91 und Aktifit AM führen zwar zu einem etwas dunkler gefärbten Compound, jedoch mit deutlich weniger Gelbstich. Dies führt im Falle von Silfit Z 91 zu einer nahezu neutralgrauen Farbe.

Den mit Abstand hellsten Compound mit gleichzeitig geringem Farbstich liefert Aktifit PF 115 und bietet so mehr Möglichkeiten zur farblichen Einstellung als die Glaskugeln.

### 3.6 Übersicht: Performance in PPS



Glaskugeln bewirken die höchste Bruchdehnung und eine relativ helle, gelbstichige Compoundfarbe.

Dagegen ergeben Aktifit AM und Aktifit PF 115 ein ausgewogenes Eigenschaftsbild mit bester Fließfähigkeit und einer Kombination aus guter Steifigkeit, Festigkeit und Schlagzähigkeit.

Gegenüber Aktifit AM bietet Aktifit PF 115 eine höhere Steifigkeit und Biegefestigkeit und als besonderen Vorteil eine sehr helle und neutrale Compoundfarbe.

## 4 Zusammenfassung

**Aktifit AM** zeigt in PPS im Vergleich zu oberflächenbehandelten Glaskugeln:

- deutlich höhere Schmelze-Fließfähigkeit
- deutlich höhere Festigkeit bei reduzierter Bruchdehnung
- höhere Schlagzähigkeit
- geringerer Gelbstich des Compounds

**Aktifit PF 115** bietet zusätzlich:

- höhere Steifigkeit
- höhere Biegefestigkeit
- noch hellere, praktisch weiße Eigenfarbe des Compounds

Gegenüber Glaskugeln zeigen die aminosilanisierten kalzinierten Neuburger Kieselerden Vorteile in Hinblick auf Verarbeitungsverhalten, Festigkeit und Schlagzähigkeit. Erwähnenswert ist außerdem die deutlich neutralere Eigenfarbe der Compounds, insbesondere mit Aktifit PF 115.

Einsatzgebiete für kalzinierte Neuburger Kieselerde in PPS sind immer dort, wo geringer Verzug in Kombination mit hoher Oberflächengüte ebenso bedeutungsvoll ist wie gute Verarbeitbarkeit, hohe Festigkeit und Schlagzähigkeit sowie eine neutrale Farbe des Compounds.

*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

		<b>HOFFMANN MINERAL</b>						
		<b>Ergebnistabelle</b>						
			<b>Glas- kugeln</b>	<b>Silfit Z 91</b>	<b>Aktifit AM</b>	<b>Aktifit PF 115</b>		
EINLEITUNG								
EXPERIMENTELLES								
ERGEBNISSE								
ZUSAMMENFASSUNG								
<a href="#">ANHANG</a>								
		Schmelze-Volumenfließrate	cm <sup>3</sup> /10 min	54	80	75	78	
		Zugmodul	GPa	7,1	8,0	6,5	8,5	
		Zugfestigkeit	MPa	43	50	59	61	
		Bruchdehnung	%	1,9	0,8	1,1	0,8	
		Biegemodul	GPa	6,9	7,9	7,3	8,3	
		Biegefestigkeit	MPa	81	88	107	116	
		Biegedehnung beim Bruch	%	1,9	1,3	1,3	1,5	
		Schlagzähigkeit 23 °C Charpy, 1eU	kJ/m <sup>2</sup>	12 C	8 C	14 C	15 C	
		Kerbschlagzähigkeit 23 °C Charpy, 1eA	kJ/m <sup>2</sup>	1,4 C	1,0 C	1,0 C	1,0 C	
		Farbwerte CIELab	L*	-	78,1	68,6	70,5	84,4
			a*	-	0,6	0,0	1,5	-0,2
			b*	-	6,1	-0,4	3,5	2,8
		VM-01/0715/02.2019						