

Kalzinierte Neuburger Kieselerde

in Thermoplasten:

Polypropylen (PP)

Verfasser: Hubert Oggermüller
Petra Zehnder

Inhalt

- 1 Einleitung

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

- 3 Ergebnisse PP Copolymer mit 20 % Füllstoff
 - 3.1 Schmelze-Volumenfließrate
 - 3.2 Schlagzähigkeit Charpy
 - 3.3 Zugversuch
 - 3.4 Wärmeformbeständigkeit
 - 3.5 Schreib- und Kratzfestigkeit

- 4 Ergebnisse PP Copolymer mit 40 % Füllstoff
 - 4.1 Schmelze-Volumenfließrate
 - 4.2 Schlagzähigkeit Charpy
 - 4.3 Zugversuch
 - 4.4 Wärmeformbeständigkeit
 - 4.5 Schreib- und Kratzfestigkeit

- 5 Ergebnisse PP Homopolymer mit 40 % Füllstoff
 - 5.1 Schmelze-Volumenfließrate
 - 5.2 Schlagzähigkeit Charpy
 - 5.3 Zugversuch
 - 5.4 Wärmeformbeständigkeit
 - 5.5 Kratzfestigkeit

- 6 Zusammenfassung

- 7 Anhang: Ergebnistabellen

1 Einleitung

Polypropylen (PP) wird als Massenkunststoff in vielen Anwendungsgebieten eingesetzt. Typische Anwendungen im Spritzgussbereich finden sich im Haushalts- und Elektrosektor, Baubereich und als großes Segment Karosserieteile und Formteile für den Innenbereich von Automobilen.

PP erfüllt dabei viele wesentliche Kriterien eines technischen Kunststoffs bei einem guten Preis-Leistungsverhältnis. Oftmals wird Talkum als typischer Füllstoff eingesetzt.

Als wichtige Eigenschaften gelten neben guter Verarbeitbarkeit auch ein ausgewogenes Verhältnis von Steifigkeit und Zähigkeit.

Vor allem im Automobil-Innenbereich ist zudem die Kratzbeständigkeit von großer Bedeutung.

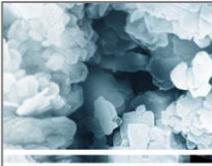
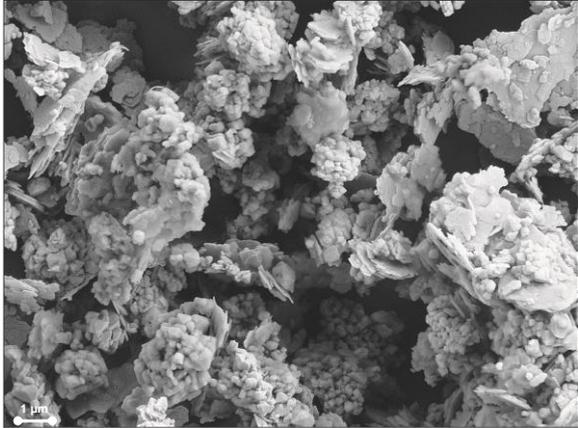
In der vorliegenden Untersuchung wird kalzinierte Neuburger Kieselerde als funktioneller Füllstoff für PP vorgestellt.

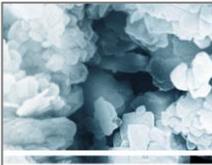
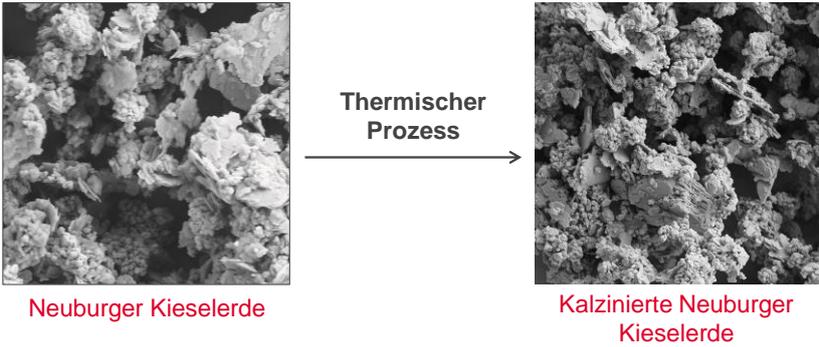
Aufgezeigt wird ein Vergleich des Eigenschaftsprofils von kalziniertem Neuburger Kieselerde und einem speziell für gute Kratzbeständigkeit und Schlagzähigkeit ausgelobtem Talkum im Hinblick auf Fließfähigkeit, Wärmeformbeständigkeit, mechanische Eigenschaften und Kratz- und Schreibbeständigkeit.

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 korpuskularer 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-01/0416/07.2018</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>
	
	<p>Zusätzliche anwendungstechnischen Vorteile sowie Entfernung des enthaltenen Kristallwassers des Kaolinitanteils. Der Kieselsäureanteil bleibt unverändert.</p>
	<p>VM-01/0416/07.2018</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.

		Talkum ultrafein*		Kalzinierte Neuburger Kieselerde	
				Silfit Z 91	Aktifit AM
EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG ANHANG	Farbwert L* (CIELAB)	90,2	95,1	95,1	
	Farbwert a* (CIELAB)	-0,5	-0,2	-0,2	
	Farbwert b* (CIELAB)	0,3	1,0	1,0	
	Korngröße d ₅₀ [µm]	3,6	1,9	1,9	
	Korngröße d ₉₇ [µm]	11	10	10	
	Ölzahl [g/100g]	47	60	61	
	Spezifische Oberfläche BET [m ² /g]	12	7,4	6,6	
	Rückstand > 40 µm [mg/kg]	2	8	21	
	Funktionalisierung	keine	keine	Amino	
	*Herstellerangabe: d ₅₀ : 1 µm, d ₉₅ : 3 µm; spezielle Type für gute Schlagzähigkeit und Kratzfestigkeit				
VM-01/0416/07.2018					

Als Vergleich diente ein Premium Talkum, eine ultrafeine und dunkle Type, die speziell für eine gute Schlagzähigkeit und Kratzfestigkeit empfohlen wird.

Aus der Reihe der kalzinierten Neuburger Kieselerden wurden Silfit Z 91 und Aktifit AM eingesetzt.

Silfit Z 91 gilt dabei als kostengünstige Variante für einen nicht oberflächenbehandelten Füllstoff.

Aktifit AM ist ein aktiviertes Silfit Z 91, bei dem die Oberfläche mit einer amino-funktionellen Gruppe modifiziert wurde.

2.3 Compoundierung und Spritzgießen

Basis für die Versuche waren ein Copolymer mit einem MFR von 16 g/10 min und ein Homopolymer mit 17 g/10 min. Beim Copolymer lag die Füllstoffdosierung bei 40 und 20 %, beim Homopolymer wurde der Füllstoff nur zu 40 % eingearbeitet.

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

Das Kunststoffgranulat wurde mit Stabilisator und Schwarzbatch vermischt und im Hauptstrom vorgegeben. Die Massetemperatur lag bei ca. 250 °C. Der Füllstoff wurde der Polymerschmelze über eine Seitenstrombeschickung zugeführt (gravimetrisches System). Die extrudierten Stränge wurden im Kaltabschlag granuliert.

Hergestellt wurden die Probekörper dann auf einer Spritzgießmaschine der Firma Krauss-Maffei unter Verwendung von Probekörperwerkzeugen nach ISO 294. Die PP-Granulate wurden bei einer Massetemperatur von 230 °C und einer Werkzeugtemperatur von 40 °C ohne Vortrocknung verspritzt.

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

3 Ergebnisse PP Copolymer mit 20 % Füllstoff

Rezepturen

EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> • Copolymer 20 % Füllstoff ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG ANHANG	Rezepturen PP Copo 20 % Füllstoff							HOFFMANN MINERAL
	Talkum			Silfit Z 91		Aktifit AM		
	---	MAH	Anti-scratch	---	MAH	---	MAH	
PP Copolymer MFR 16 g/10 min (230 °C, 2,16 kg)	77,7	74,7	76,7	77,7	74,7	77,7	74,7	
Stabilisator und Schwarzbatch	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3	
Talkum ultrafein	20	20	20	---	---	---	---	
Silfit Z 91	---	---	---	20	20	---	---	
Aktifit AM	---	---	---	---	---	20	20	
Kratzfestigkeitsadditiv Siloxanbasis	---	---	1	---	---	---	---	
MAH-modifiziertes PP (1 % MAH)	---	3	---	---	3	---	3	
Summe	100	100	100	100	100	100	100	

VM-01/0416/07.2018

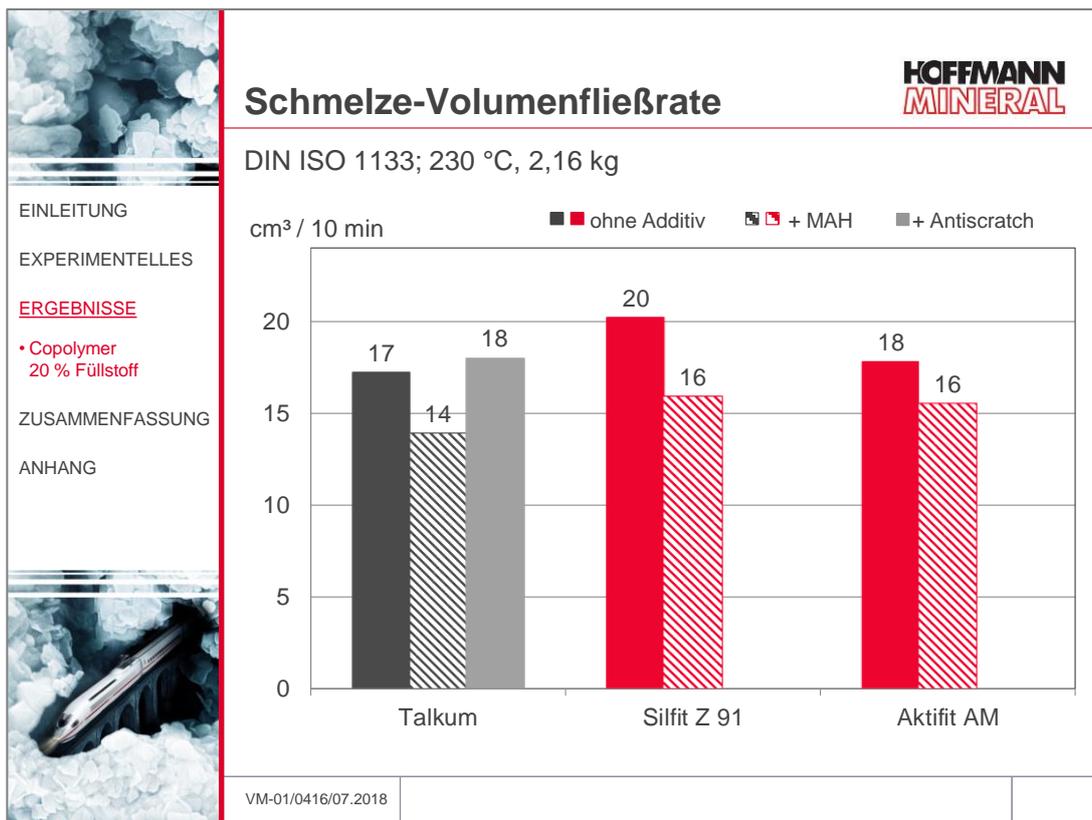
Dem PP wurden ein Stabilisator und ein schwarzer Farbbatch zugesetzt. Für diesen Versuchsblock lag die Füllstoffdosierung bei 20 Gewichtsprozent.

Die Füllstoffauswahl für diesen Versuchsblock umfasste aus der Reihe der kalzinierten Neuburger Kieselerten die Produkte Silfit Z 91 und Aktifit AM sowie als Vergleich die Premium Talkumtype.

Alle Füllstoffe wurden auch in Kombination mit einem Maleinsäureanhydrid (MAH) - gepfropften PP zur chemischen Kopplung des Füllstoffs zur PP-Matrix geprüft. Als weitere Kontrolle diente ein Compound mit dem Premium Talkum und einem speziellen Antiscratch-Additiv auf Siloxanbasis.

3.1 Schmelze-Volumenfließrate

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



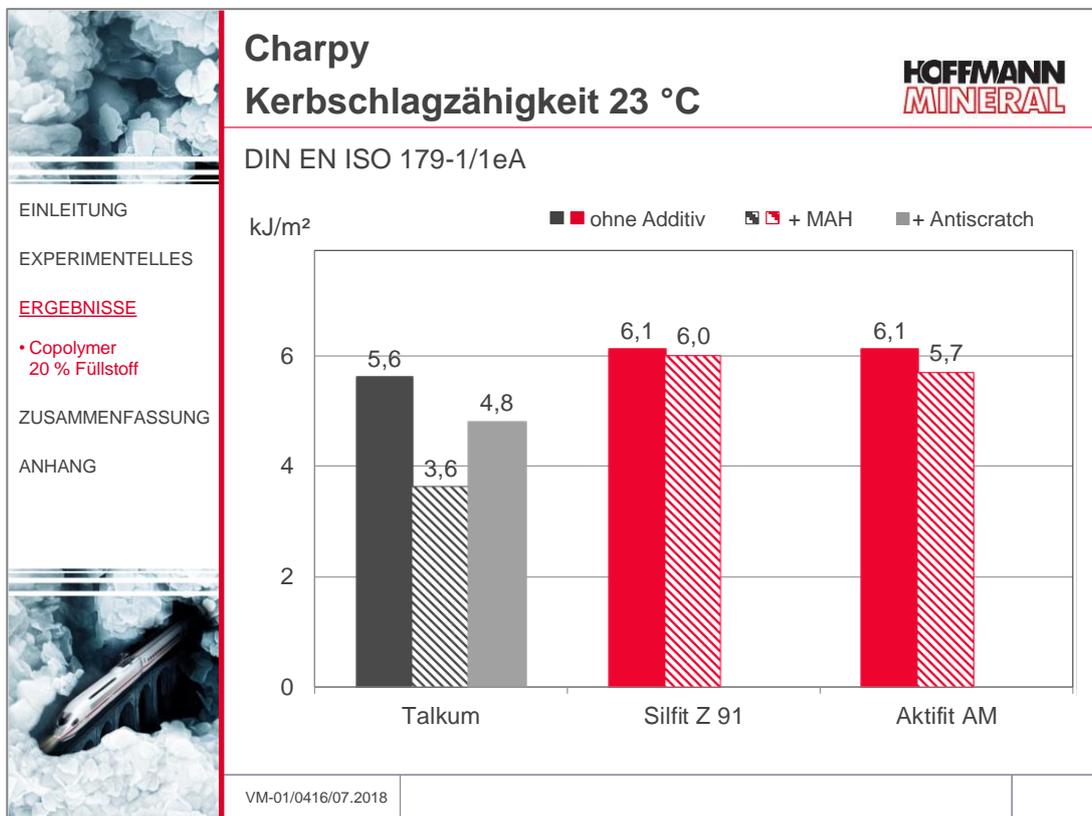
Die Fließfähigkeit der Compounds mit Neuburger Kieselerde ist auf ähnlichem Niveau wie mit Talkum. MAH hat einen geringen, bei allen Füllstoffen etwa gleichen negativen Einfluss auf die Fließfähigkeit.

3.2 Schlagzähigkeit Charpy

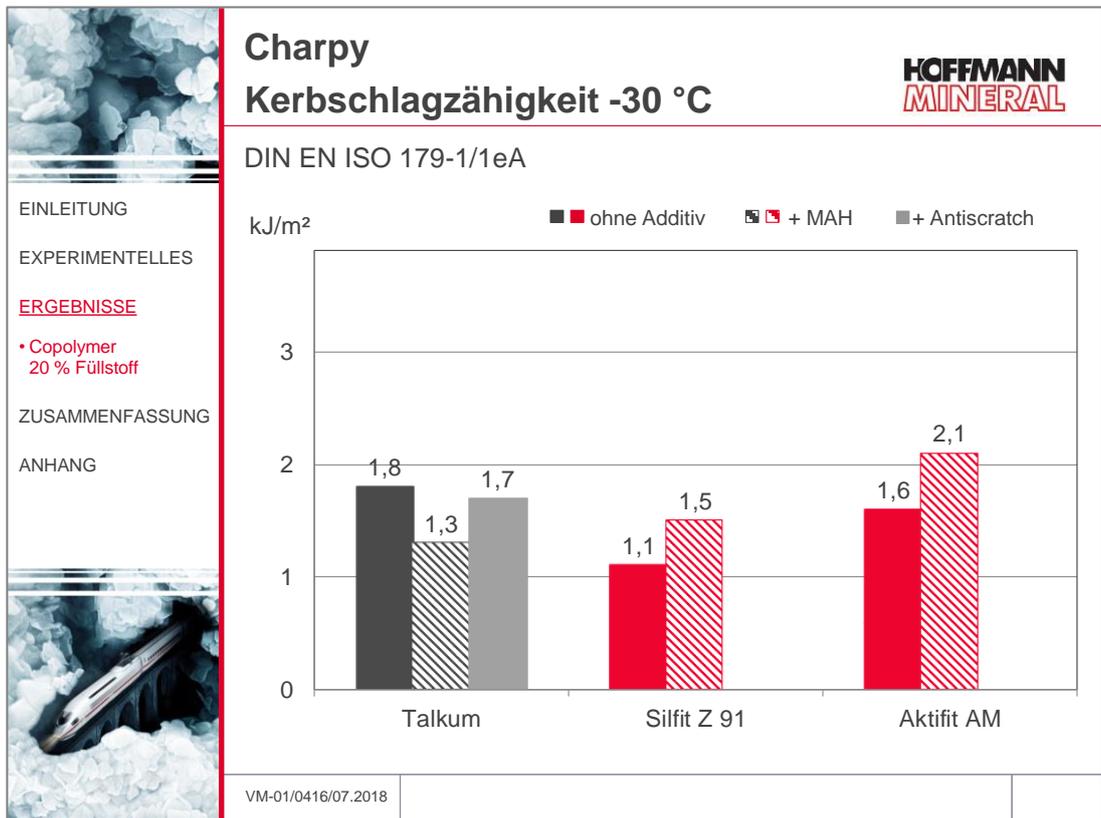
Bei der Methode nach Charpy liegt die Probe mit beiden Enden gegen zwei Widerlager und wird mittig mit einem Pendelhammer schlagartig beansprucht.

Kerbschlagzähigkeit

Für diese Prüfung wurden die Probekörper mittig mit einer Einzelkerbe der bevorzugten Kerbart A (Kerbgrundradius 0,25 mm, Restgrundbreite 8,0 mm) versehen. Die Kerbschlagzähigkeit wurde durch schmalseitigen Schlag auf die ungekerbte 4 mm Seite ermittelt.



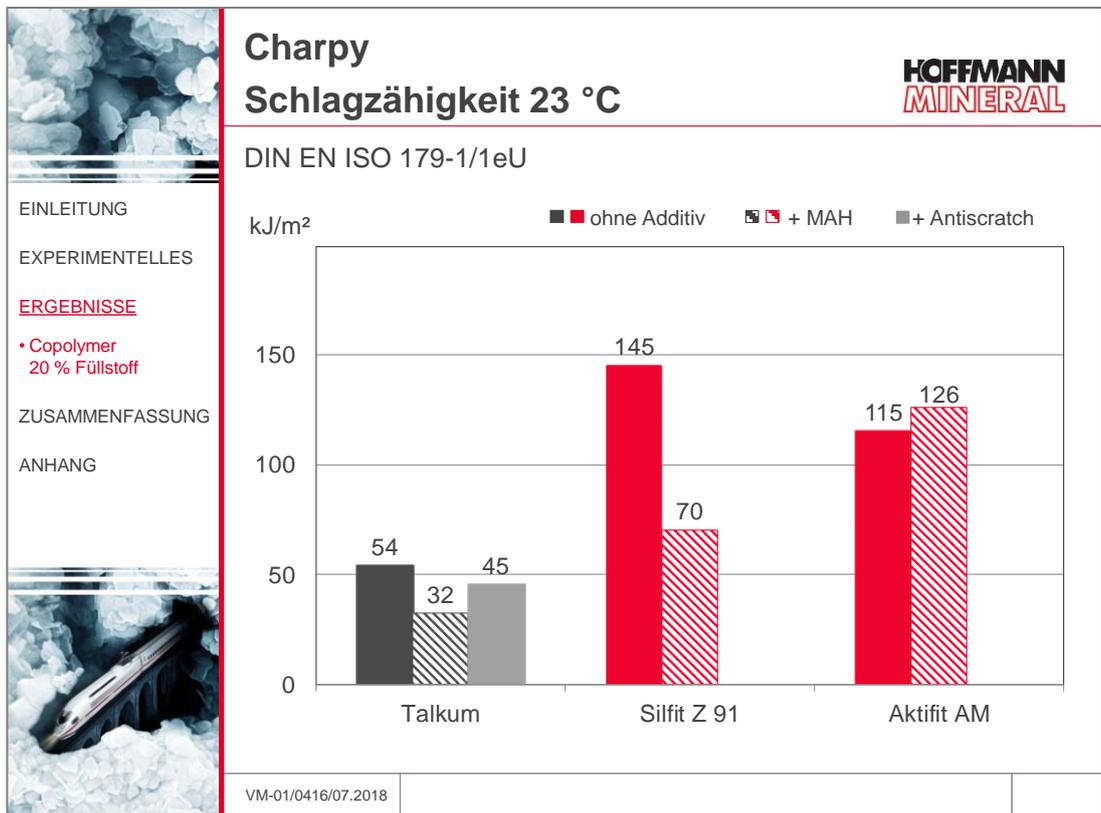
Neuburger Kieselerde ergibt dabei etwas bessere Werte als Talkum. Die Zugabe von MAH oder des Kratzfestigkeitsadditivs bewirkt bei Talkum ein Abfallen der Kerbschlagzähigkeit. Dagegen bleibt mit Neuburger Kieselerde die Kerbschlagzähigkeit jedoch nahezu unverändert bei Werten um 6 kJ/m².



Bei Tieftemperatur ist das Niveau der Kerbschlagzähigkeit erwartungsgemäß insgesamt deutlich geringer. Die Zugabe von MAH bewirkt bei Neuburger Kieselerde eine leichte Erhöhung, wobei hier Aktifit AM die besten Ergebnisse erzielt.

Schlagzähigkeit ungekerbte Proben

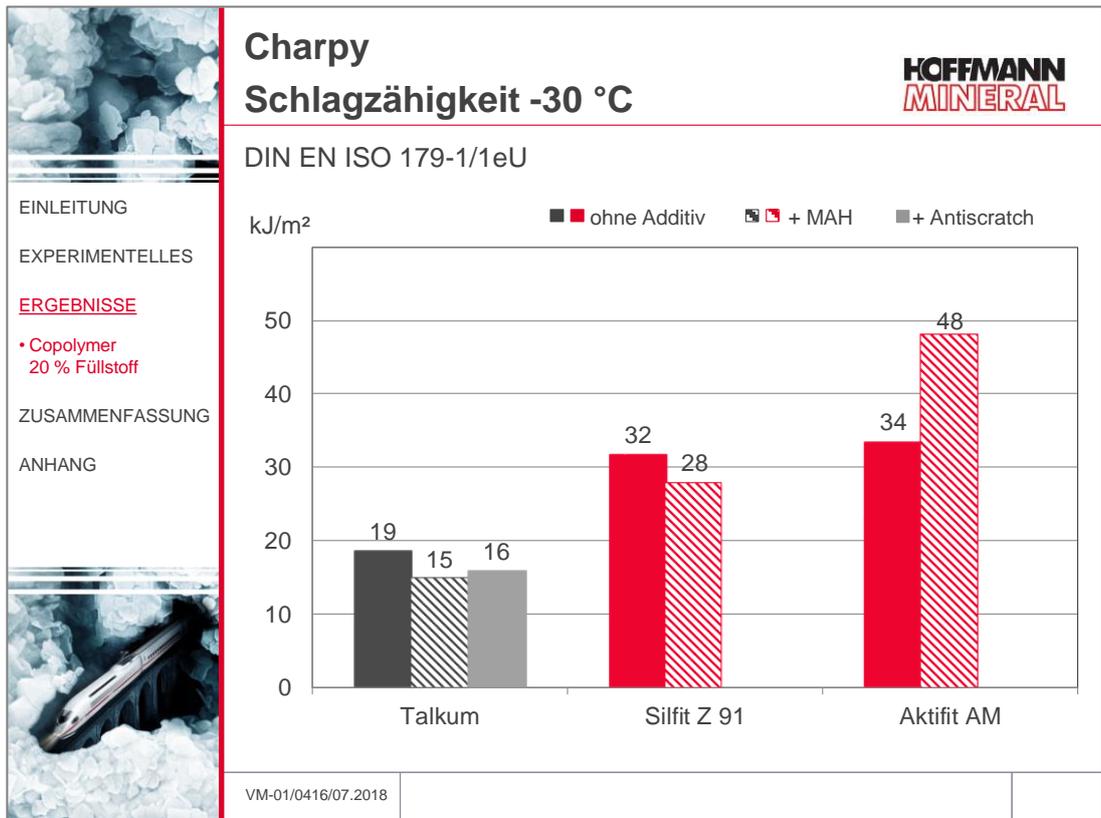
Geprüft wurden hier ungekerbte Normprobekörper, ebenfalls in schmalseitiger Schlagrichtung.



Neuburger Kieselerde kann sich in puncto Schlagzähigkeit deutlich vom Wettbewerber Talkum absetzen. Es werden gut doppelt bis annähernd dreifach höhere Werte erzielt als mit Talkum.

Dies ist umso beeindruckender, da die Talkumtype bereits für sehr gute Schlagzähigkeit vom Hersteller ausgelobt wird.

Die Zugabe von MAH bewirkt im Fall von Aktifit AM eine weitere Verbesserung der Schlagzähigkeit, bei Silfit Z 91 wirkt es umgekehrt.

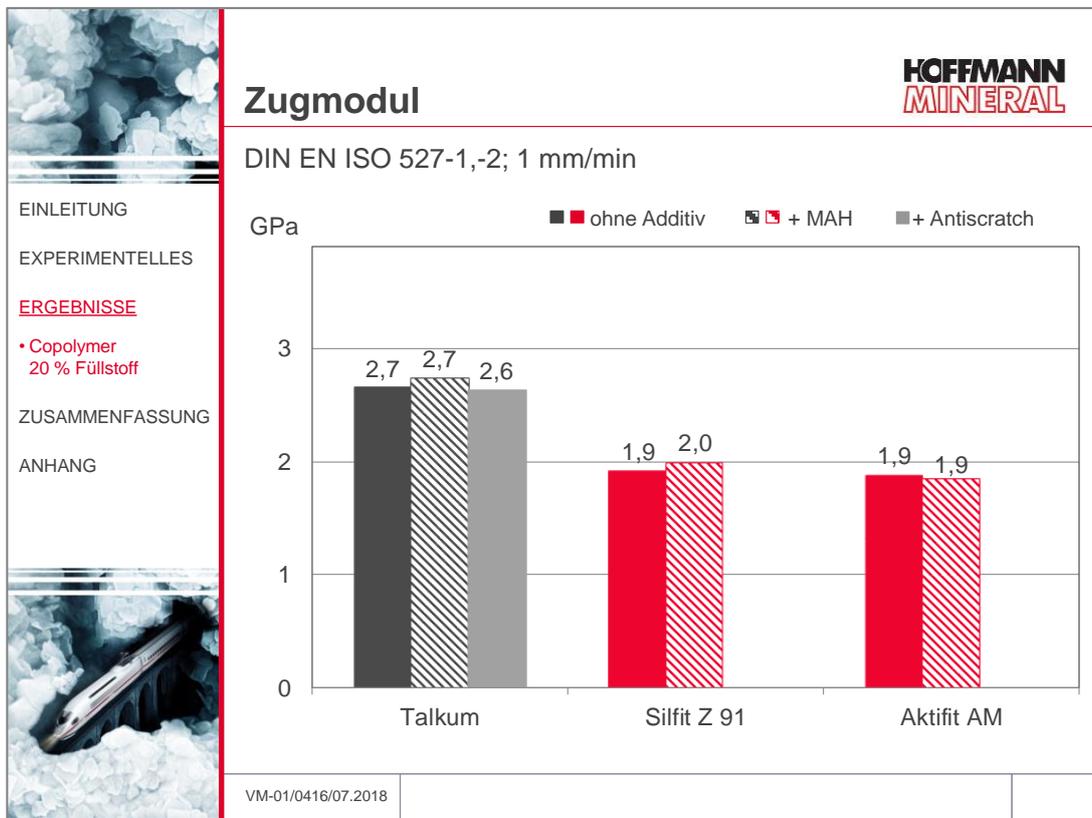


Auch bei Tieftemperatur ergibt Neuburger Kieselerde deutlich höhere Schlagzähigkeiten als Talkum. Das mit Abstand beste Ergebnis liefert die Kombination Aktifit AM mit MAH.

3.3 Zugversuch

Zugmodul

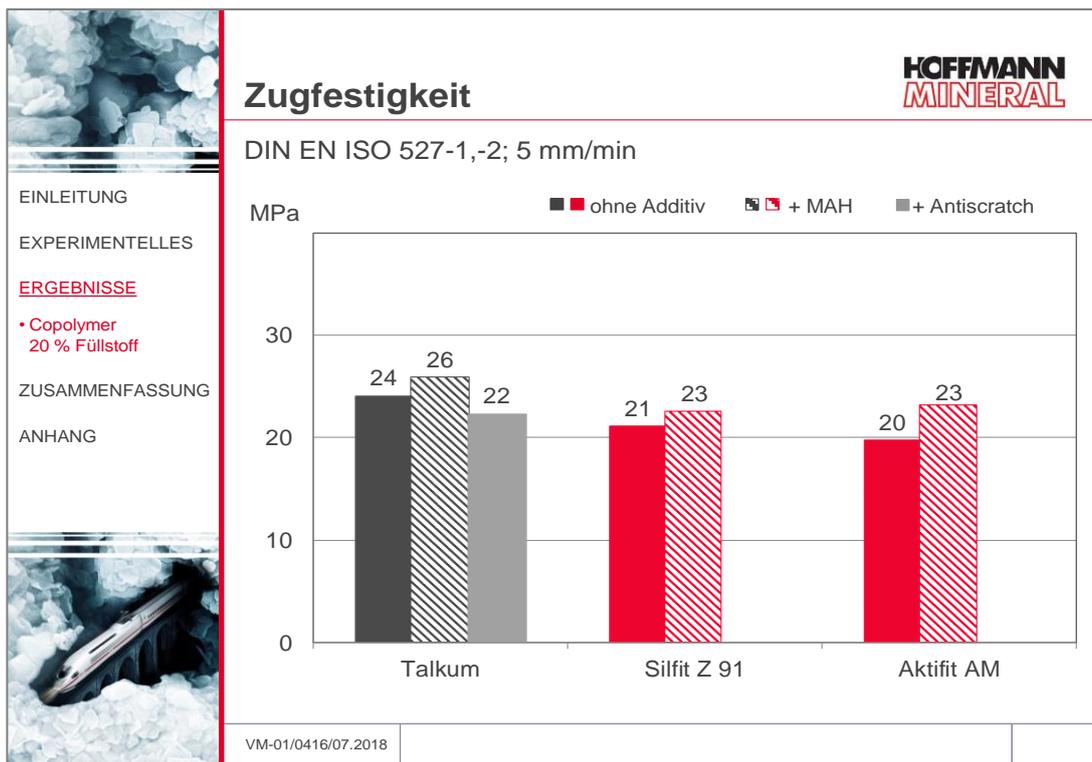
Stellvertretend für die Steifigkeit eines Materials wurde der Zugmodul im Zugversuch am Probekörper Typ 1A bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min ermittelt.



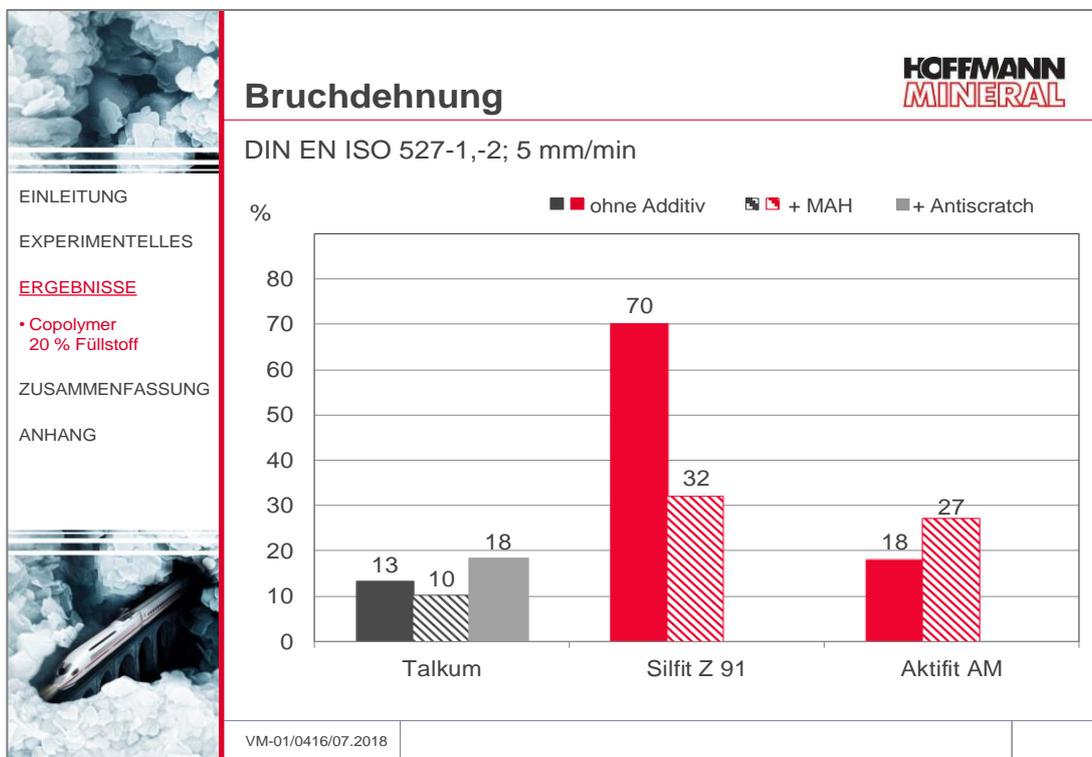
Durch die Unterschiede in der morphologischen Struktur – korpuskulare/lamellare Neuburger Kieselerde im Vergleich zu rein lamellarem Talkum – ergibt sich mit Neuburger Kieselerde eine geringere Steifigkeit als mit Talkum. Die Zugabe von Additiven hat in puncto Steifigkeit keinen signifikanten Einfluss.

Zugfestigkeit und Bruchdehnung

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



Bei Betrachtung der Compounds ohne Additiv ergibt sich für Talkum eine Tendenz zu höherer Festigkeit. Durch die Zugabe von MAH wird das Festigkeitsniveau bei allen Füllstoffen gesteigert.

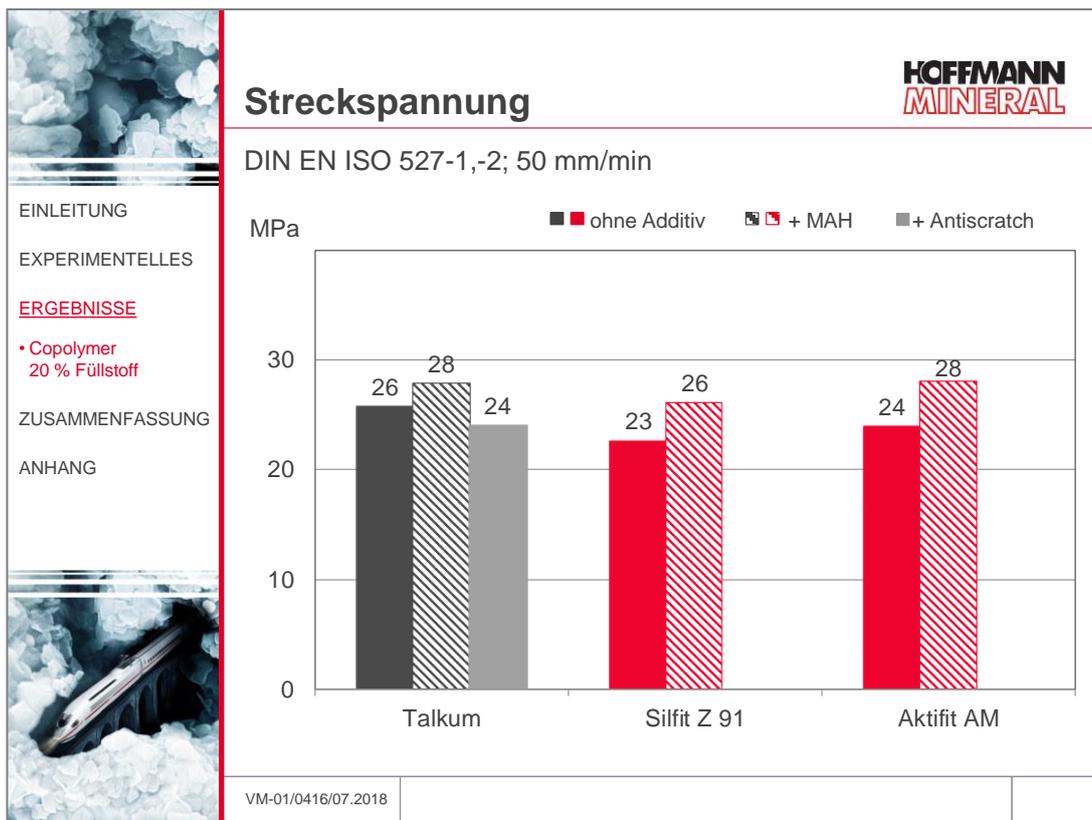


Die Bruchdehnung ist mit Neuburger Kiesel Erde deutlich höher als mit Talkum. Besonders hohe Werte ergibt dabei Silfit Z 91 – hier liegt auch die Kombination mit MAH trotz relativ starker Einbuße noch deutlich höher als alle Talkumvarianten. Aktifit AM weist dagegen nur eine leicht höhere Bruchdehnung auf, die aber durch die Zugabe von MAH weiter gesteigert wird und dann auch über dem Niveau von Talkum mit Antiscratch-Additiv liegt.

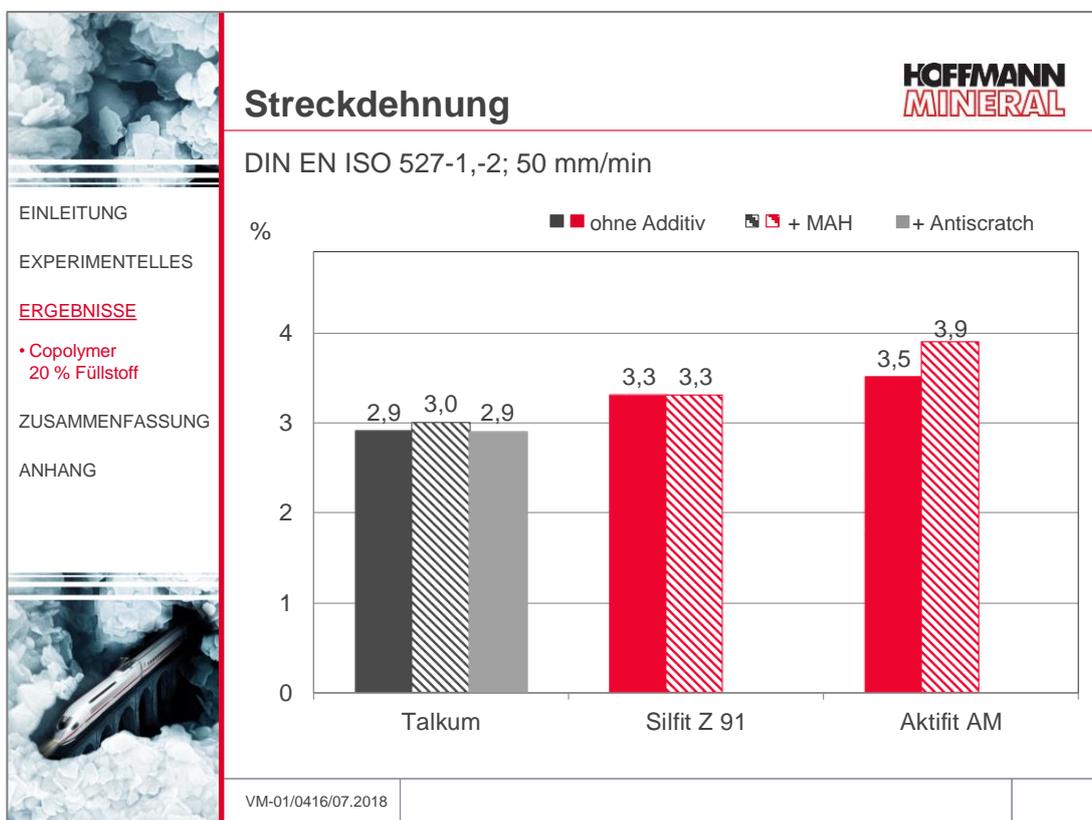
Bei Talkum beeinflusst die Zugabe von Additiven die Bruchdehnung eher moderat, MAH eher senkend, Antiscratch-Additiv moderat erhöhend.

Streckverhalten und nominelle Bruchdehnung

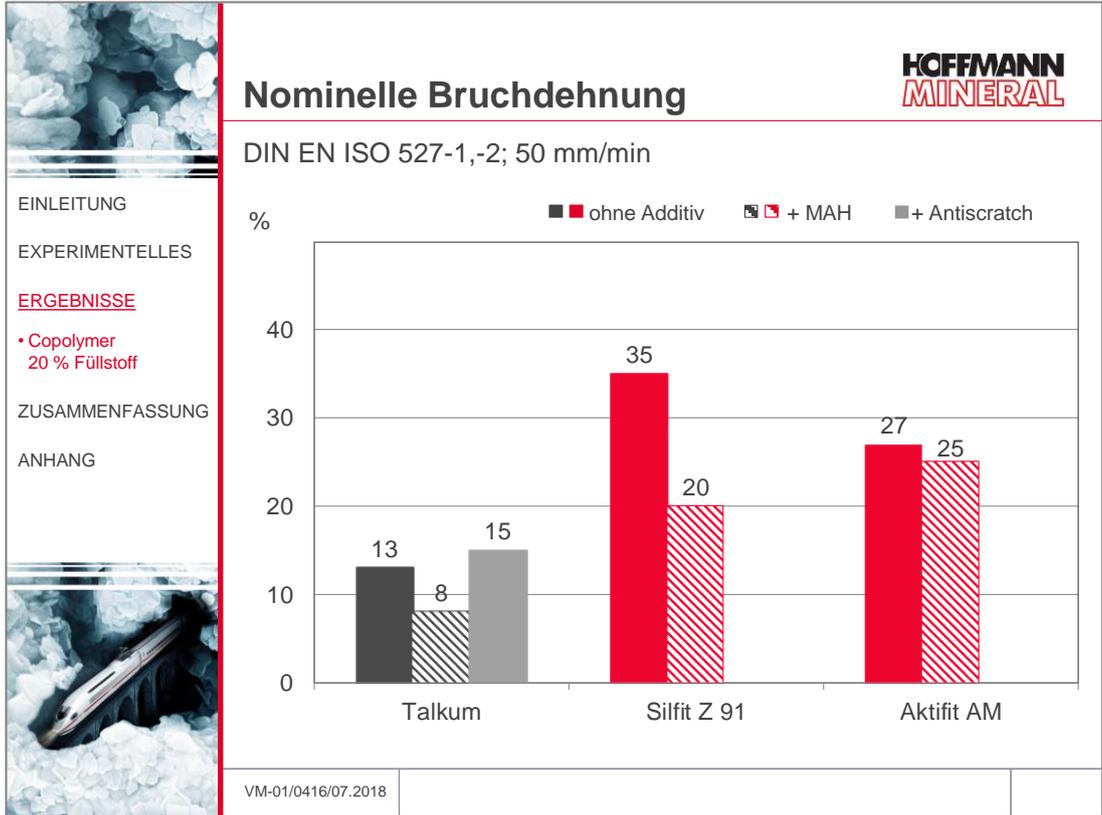
Die Prüfung erfolgte ebenfalls am Probekörper Typ 1A, jedoch mit einer höheren Prüfgeschwindigkeit von 50 mm/min bis zum Bruch der Proben.



Bei der höheren Prüfgeschwindigkeit zeigt sich hinsichtlich Streckspannung ein ähnliches Bild wie bei der Zugfestigkeit: Talkum tendiert zu höheren Werten und die Zugabe von MAH zum Compound erweist sich bei allen geprüften Füllstoffen als positiv, insbesondere bei Aktifit AM.



Die Streckdehnung ist mit Neuburger Kieselerde höher als mit Talkum. Aktifit AM ist dabei, vor allem in Kombination mit MAH, Silfit Z 91 überlegen und erreicht mit einer Erhöhung von knapp 1 % absolut gegenüber Talkum den höchsten Wert.

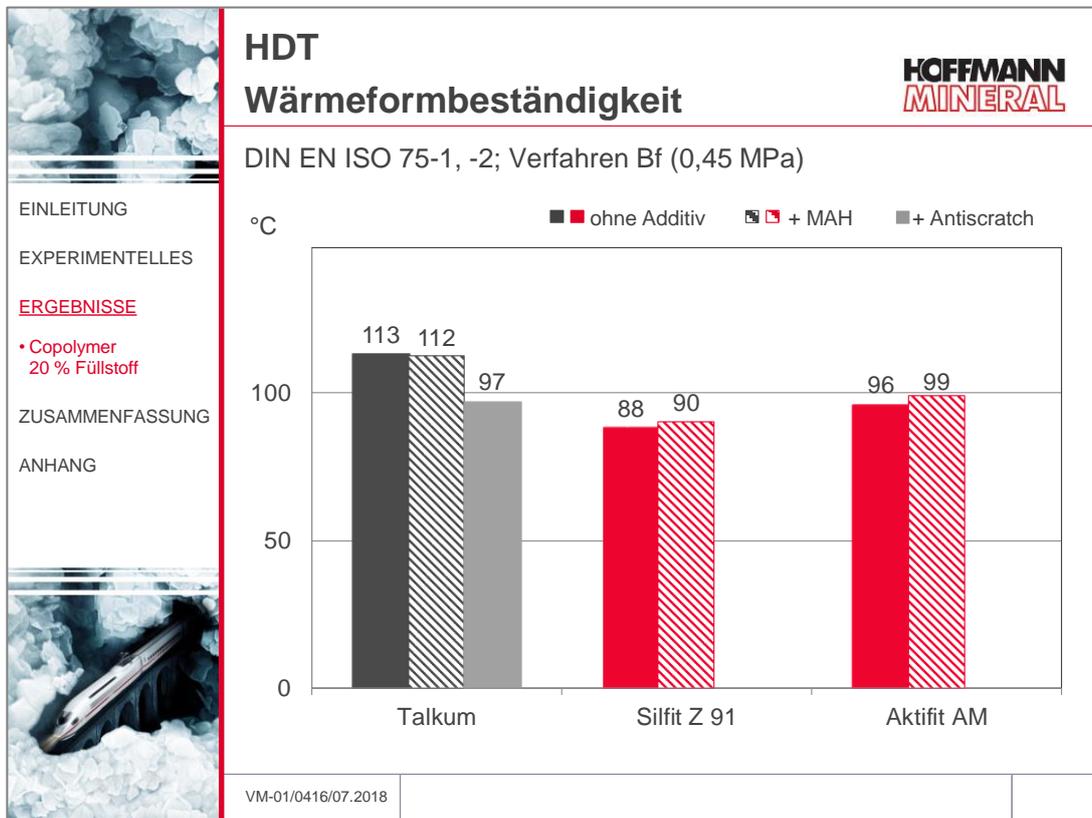


Silfit Z 91 und Aktifit AM zeigen beide eine wesentlich höhere nominelle Bruchdehnung als Talkum. Die Zugabe von MAH bewirkt bei allen Füllstoffen eine Einbuße in unterschiedlichem Ausmaß. Trotzdem ist die Dehnung bei den Kombinationen von Neuburger Kieselerde mit MAH am Ende deutlich höher als mit den Talkumvarianten. Aktifit AM erzielt hier wieder den höchsten Wert, weil die MAH-Zugabe sich kaum reduzierend auswirkt.

3.4 Wärmeformbeständigkeit

HDT

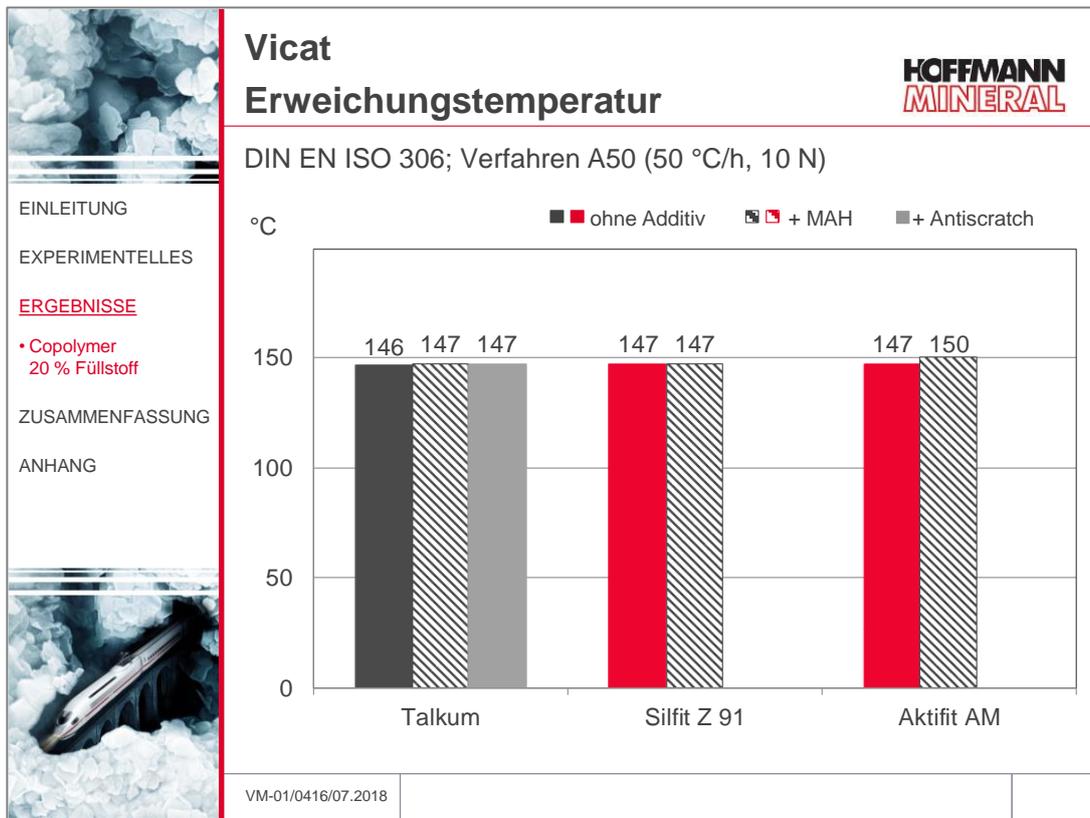
Zur Bestimmung der HDT (Heat Distortion Temperature) wird der Probekörper im 3-Punkt-Biegeprinzip einer konstanten Last ausgesetzt und mit einer Heizrate von 120 K/h erwärmt. Die benötigte Last wird in Abhängigkeit von der Probekörperdicke so berechnet, dass – beim Verfahren B – eine Randfaserspannung von 0,45 MPa anliegt. Als HDT gilt die Temperatur beim Erreichen der festgelegten Standarddurchbiegung entsprechend 0,2 % Randfaserdehnung.



Die Wärmeformbeständigkeit mit Neuburger Kieselerde ist etwas niedriger als mit Talkum. Die Ursache dafür liegt wohl hauptsächlich im ungleichen E-Modul der Compounds, was auf die unterschiedliche Morphologie der Füllstoffe zurückzuführen ist. Trotzdem erzielt Aktifit AM eine dem Talkum mit Antiscratch-Additiv vergleichbare HDT, die unter MAH-Zusatz sogar noch leicht erhöht wird.

Vicat Erweichungstemperatur

Beim Vicat-Verfahren wird die Temperatur ermittelt, bei der ein definierter Stahlstift unter vorgegebener Gewichtsbelastung und gleichmäßiger Temperatursteigerung 1 mm in den Probekörper eingedrungen ist. Die Prüfung erfolgte nach dem Verfahren A50, d.h. mit einer Heizrate von 50 K/h und einem Belastungsgewicht von 10 N.



Wird die Wärmeformbeständigkeit nach Vicat bestimmt, was ein anderes Verfahren für die gleiche Eigenschaft darstellt, dann ist zwischen den verwendeten Füllstoffen kein nennenswerter Unterschied mehr feststellbar. Nun erreicht Aktifit AM mit MAH sogar den höchsten Wert.

3.5 Schreib- und Kratzfestigkeit

Der Versuchsaufbau mit den entsprechenden Parametern entspricht der Volkswagen Prüfvorschrift PV 3974 Schreibfestigkeit bzw. PV 3952 Kratzfestigkeit.

Als Probekörper wurden Plättchen mit zwei unterschiedlichen Oberflächenstrukturen verwendet. Die gröbere Narbung wird als K 09 und die feinere Narbung als K 31 bezeichnet.

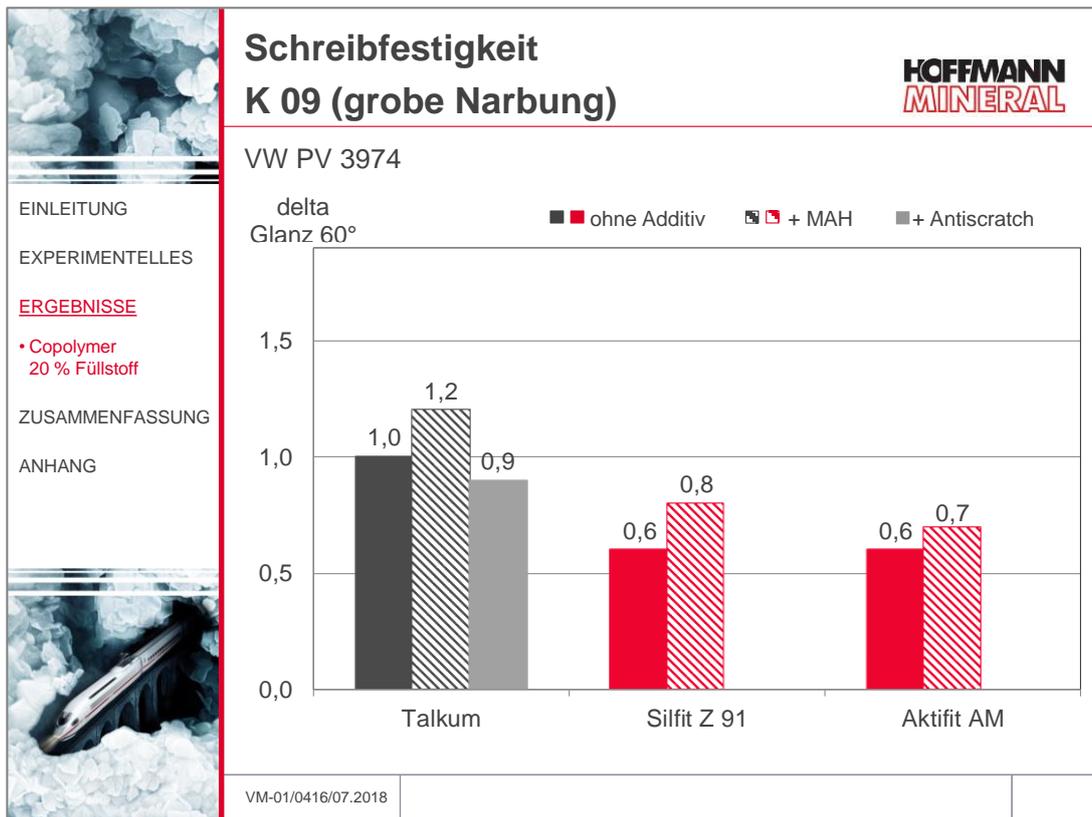
Zur Bestimmung der Schreibfestigkeit wird eine quer zur Zugrichtung angebrachte, abgerundete Hartmetallscheibe mit einer Auflagekraft von 10 N über die Probenoberfläche geführt. Dabei erfolgen je 80 Schreibvorgänge in Längs- und Querrichtung (Geschwindigkeit 1000 mm/min, Zeilenabstand 0,5 mm).

Bei dem geringen Abstand der Schreibspuren entsteht der Eindruck einer „aufpolierten Fläche“ – diese erscheint glänzender als vor dem Schreibvorgang. Ausgewertet wird die Glanzdifferenz vor und nach dem Schreiben bei einem 60° Messwinkel.

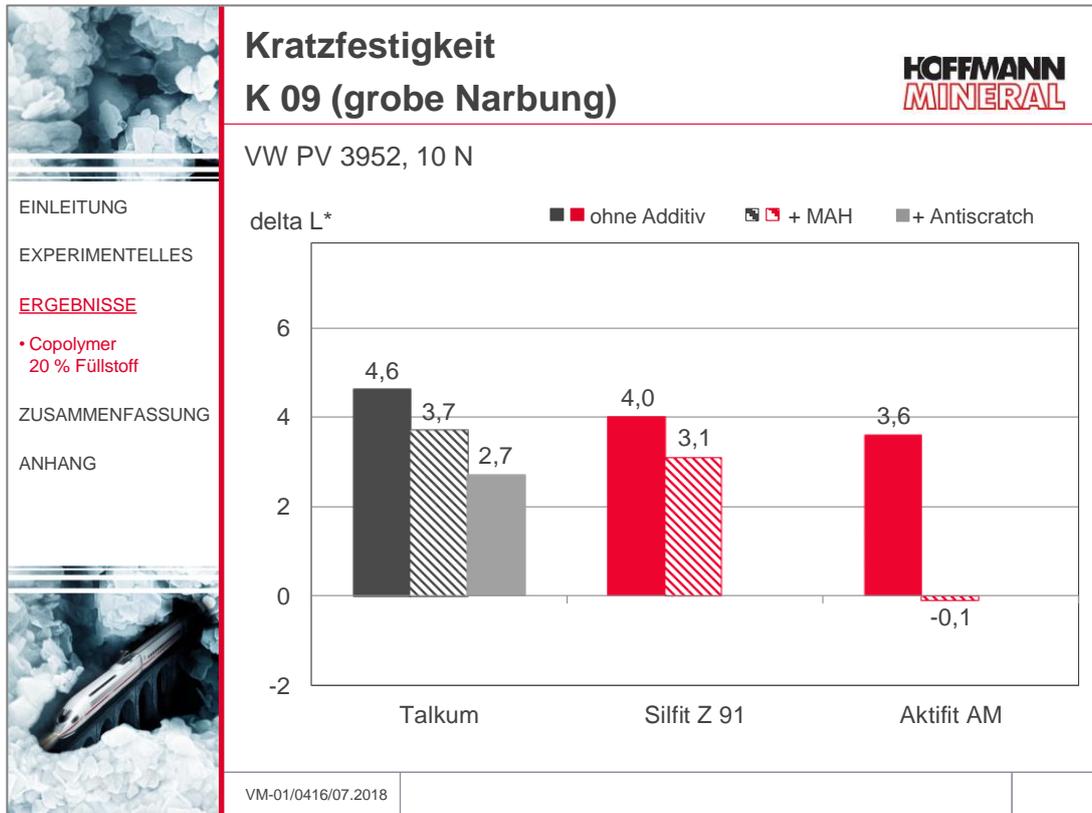
Für die Kratzfestigkeit wird ein Kratzstichel mit einer Kugelspitze von 1 mm Durchmesser unter einer Auflagekraft von 10 N über die Probenoberfläche geführt. Es wird ein Gitterschnittmuster aus je 20 Kratzspuren in Längs- und Querrichtung angebracht (Geschwindigkeit 1000 mm/min, Gitterabstand 2 mm).

Die angebrachten Kratzspuren erscheinen heller als die unverletzte Probenoberfläche. Ausgewertet wird die Differenz der Helligkeit L^* vor und nach dem Kratzen, gemessen mit einer 45/0 Optik.

Grob genarbte Oberfläche (K 09)

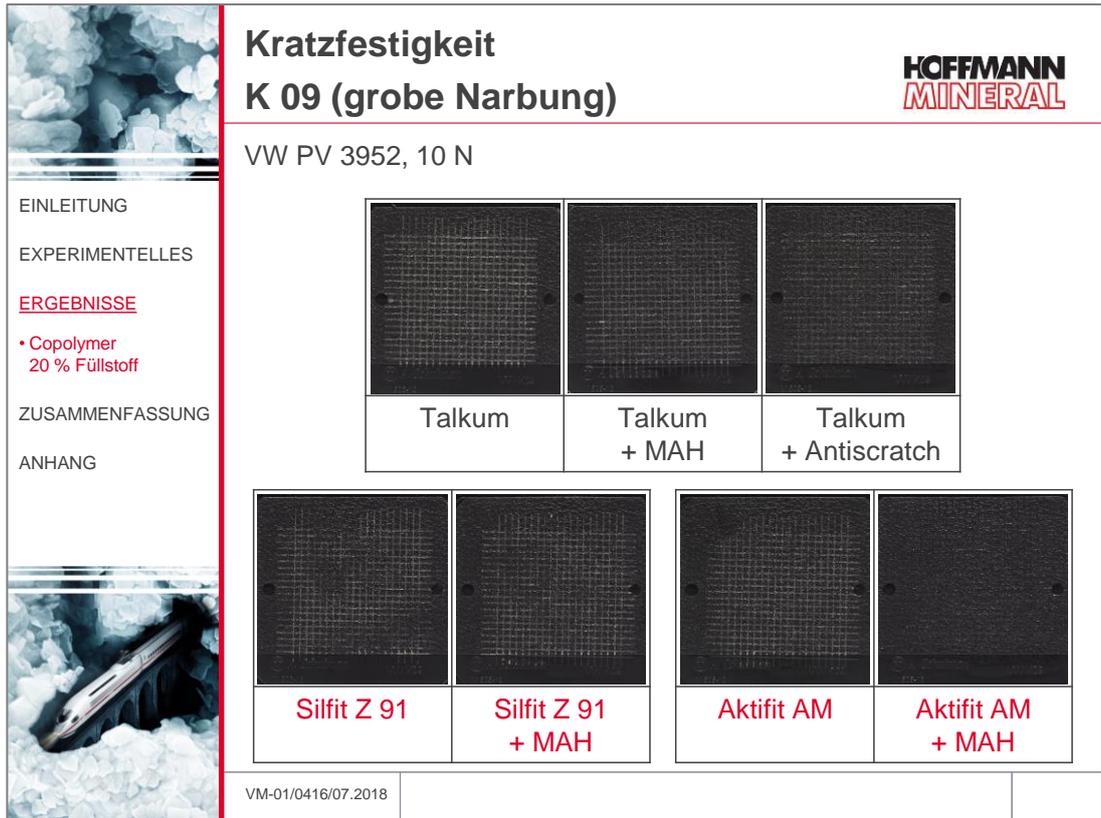


Auf Oberflächen mit grober Narbung ist die Schreibfestigkeit mit Neuburger Kieseelerde allgemein besser als mit Talkum. In der verwendeten Füllstoffdosierung von 20 % bewirkt die Zugabe von MAH keine weitere Verbesserung der Schreibfestigkeit.



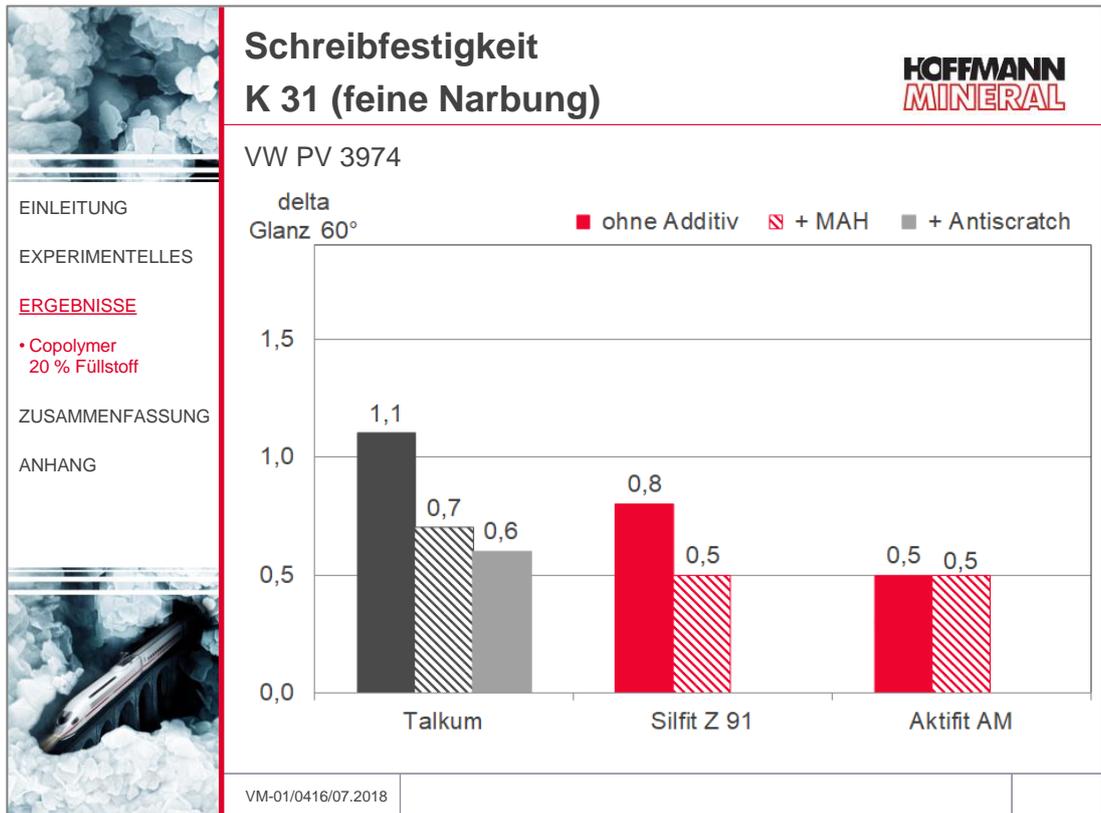
Bereits durch die Wahl des Füllstoffs kann die Kratzfestigkeit beeinflusst werden. Obwohl die verwendete Talkumtype für eine sehr gute Kratzbeständigkeit ausgelobt ist, erreicht Neuburger Kieseelerde schon beim Vergleich ohne Additivzugabe ein etwas besseres Ergebnis als Talkum. Die Zugabe von MAH resultiert bei allen Füllstoffen in einer Verbesserung, jedoch in unterschiedlicher Ausprägung.

Die Kombination Silfit mit MAH schneidet dabei bereits etwas besser ab als Talkum mit entsprechendem Zusatz. Besonders hervorzuheben ist jedoch die Kombination Aktifit AM mit MAH. Hier ist praktisch keine Aufhellung durch die Kratzspuren mehr feststellbar.

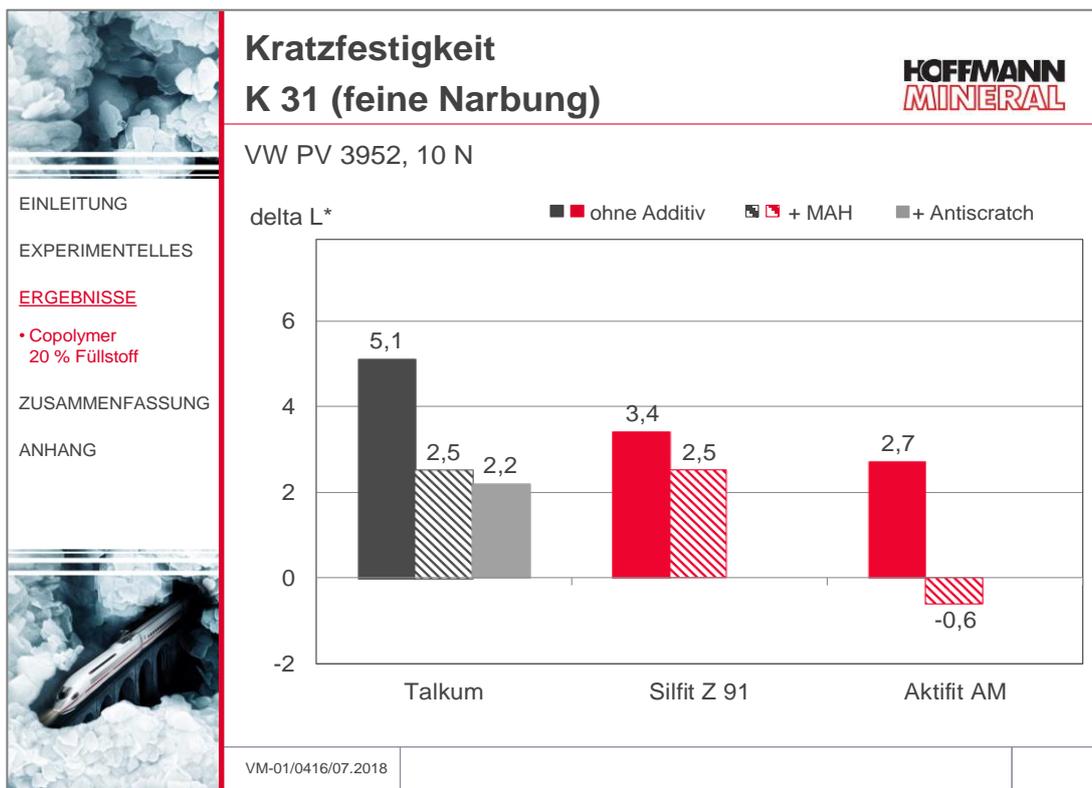


Die Fotos der gekratzten Plättchen bestätigen die gemessenen Helligkeitsunterschiede: Aktifit AM mit MAH zeigt praktisch keine Aufhellung und ergibt mit Abstand das beste Ergebnis auf grob genarbter Oberfläche.

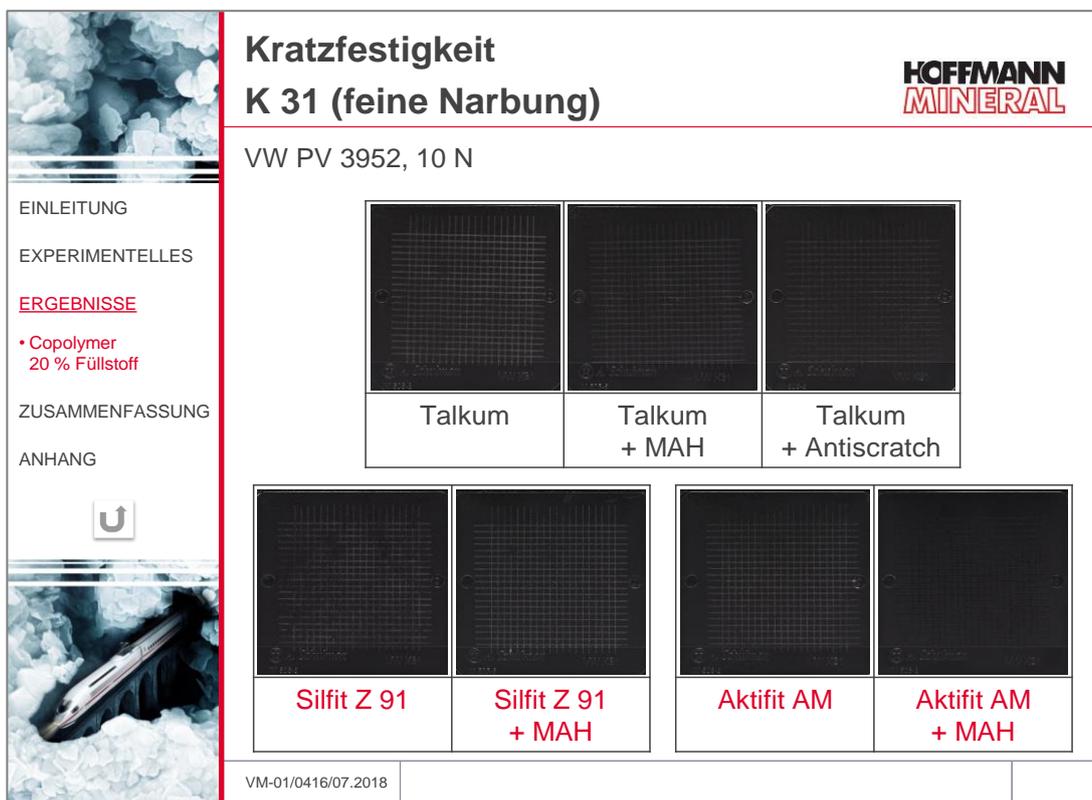
Fein genarbte Oberfläche (K 31)



Bei feiner Narbung erzielt Neuburger Kieselerde bereits Ergebnisse, die mit Talkum nur durch Zugabe von Additiven möglich sind. Der Einsatz von MAH führt bei allen Füllstoffen zu einer weiteren Verbesserung der Schreibfestigkeit. Silfit Z 91 mit MAH und Aktifit AM (mit oder ohne MAH) ergeben hier die besten Resultate.



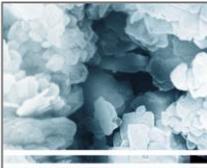
Auch bei fein genarbtten Musterplättchen ist die Oberfläche mit Neuburger Kieselerde kratzbeständiger als mit Talkum. Die Zugabe von Kratzadditiv bzw. MAH verbessert die Kratzfestigkeit weiter, jedoch auch wieder in unterschiedlicher Ausprägung. Silfit mit MAH liegt dann etwa auf dem Niveau von Talkum mit MAH bzw. Aktifit AM ohne Additiv. Auch hier ist es die Kombination Aktifit AM mit MAH, die ein beeindruckendes Ergebnis erzielt.



Die Fotos bestätigen wieder die Messwerte: Die Kombination Aktifit AM/MAH liefert eine nahezu gleichmäßige, dunkle Oberfläche ohne auffällige Kratzspuren.

4 Ergebnisse PP Copolymer mit 40 % Füllstoff

Rezepturen



EINLEITUNG

EXPERIMENTELLES

• Copolymer
40 % Füllstoff

ERGEBNISSE

ZUSAMMENFASSUNG

ANHANG



Rezepturen PP Copo 40 % Füllstoff

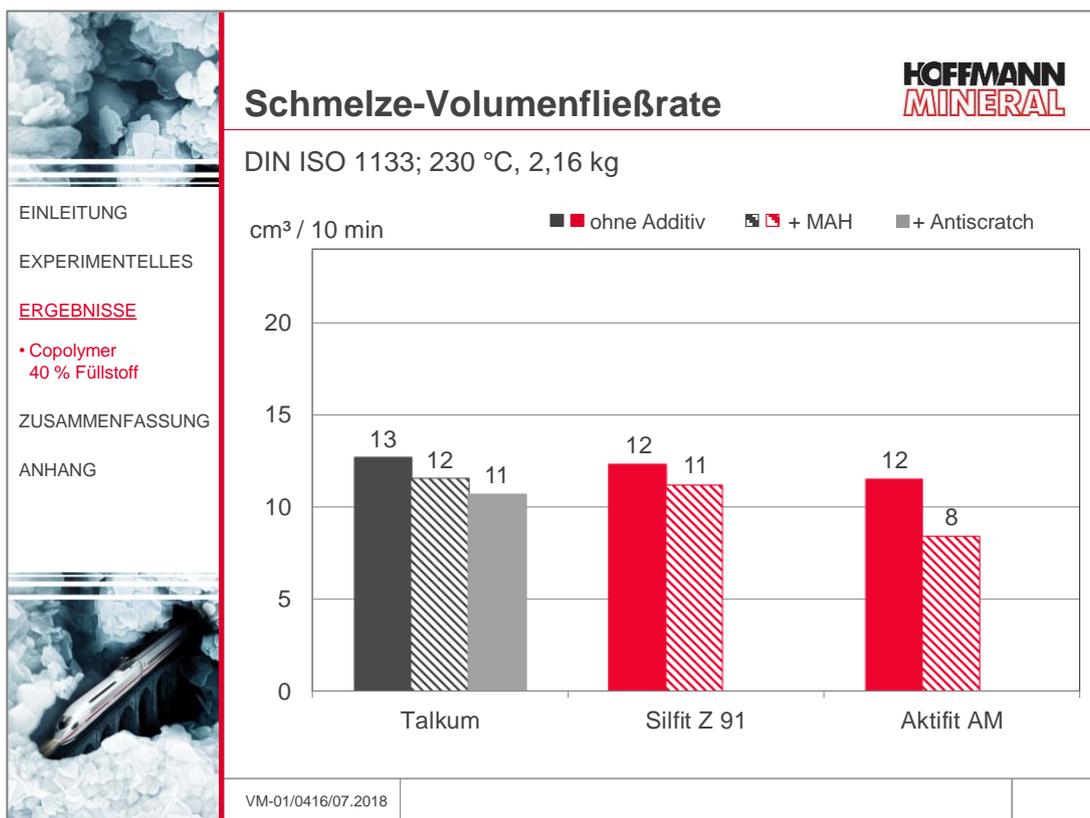


	Talkum			Silfit Z 91		Aktifit AM	
	---	MAH	Anti-scratch	---	MAH	---	MAH
PP Copolymer MFR 16 g/10 min (230 °C, 2,16 kg)	57,7	52,7	55,7	57,7	52,7	57,7	52,7
Stabilisator und Schwarzbatch	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3
Talkum ultrafein	40	40	40	---	---	---	---
Silfit Z 91	---	---	---	40	40	---	---
Aktifit AM	---	---	---	---	---	40	40
Kratzfestigkeitsadditiv Siloxanbasis	---	---	2	---	---	---	---
MAH-modifiziertes PP (1 % MAH)	---	5	---	---	5	---	5
Summe	100	100	100	100	100	100	100

VM-01/0416/07.2018

Der Versuchsaufbau für diese Reihe war analog der vorhergehenden Versuche, nur wurde diesmal eine höhere Füllstoffdosierung von 40 Gewichtsprozent gewählt. Füllstoffe waren wieder Talkum sowie Silfit Z 91 und Aktifit AM. Für die Kombinationen mit MAH-modifiziertem PP und Antiscratch-Additiv wurde die Additivkonzentration dem erhöhten Füllstoffgehalt angepasst. Es erfolgten die gleichen Prüfungen wie bei der niedrigdosierten Versuchsreihe.

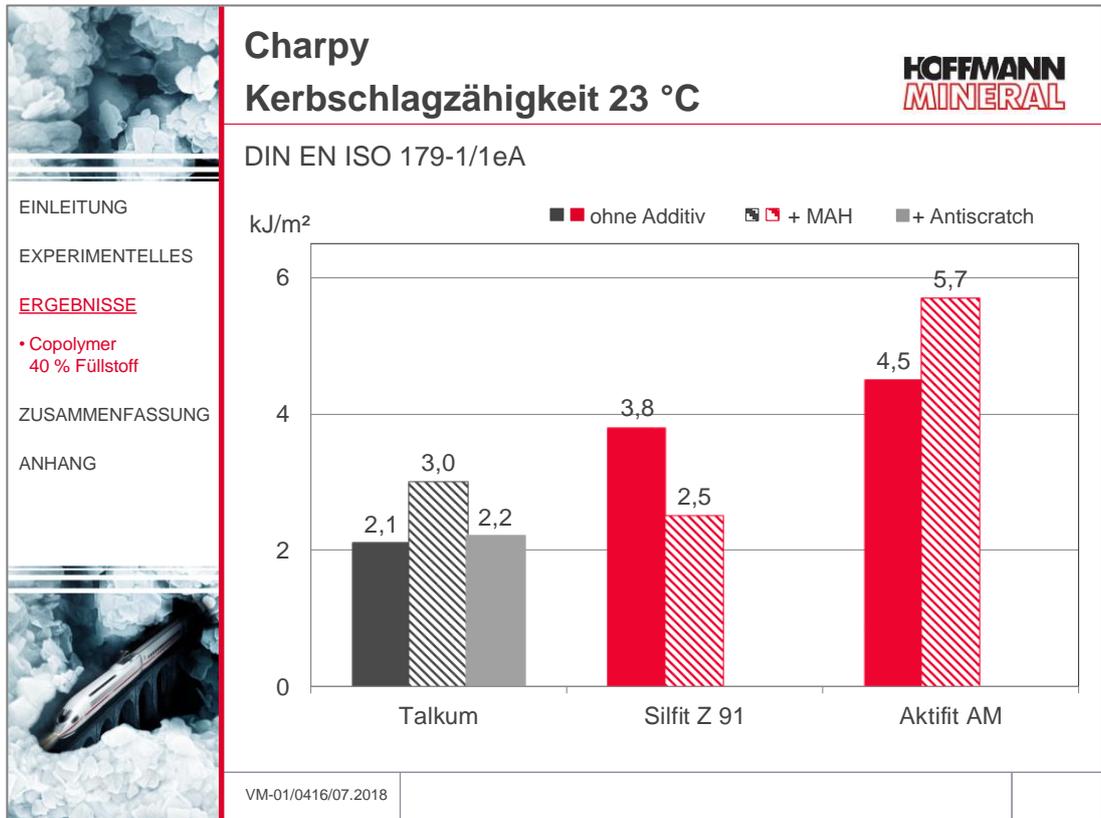
4.1 Schmelze-Volumenfließrate



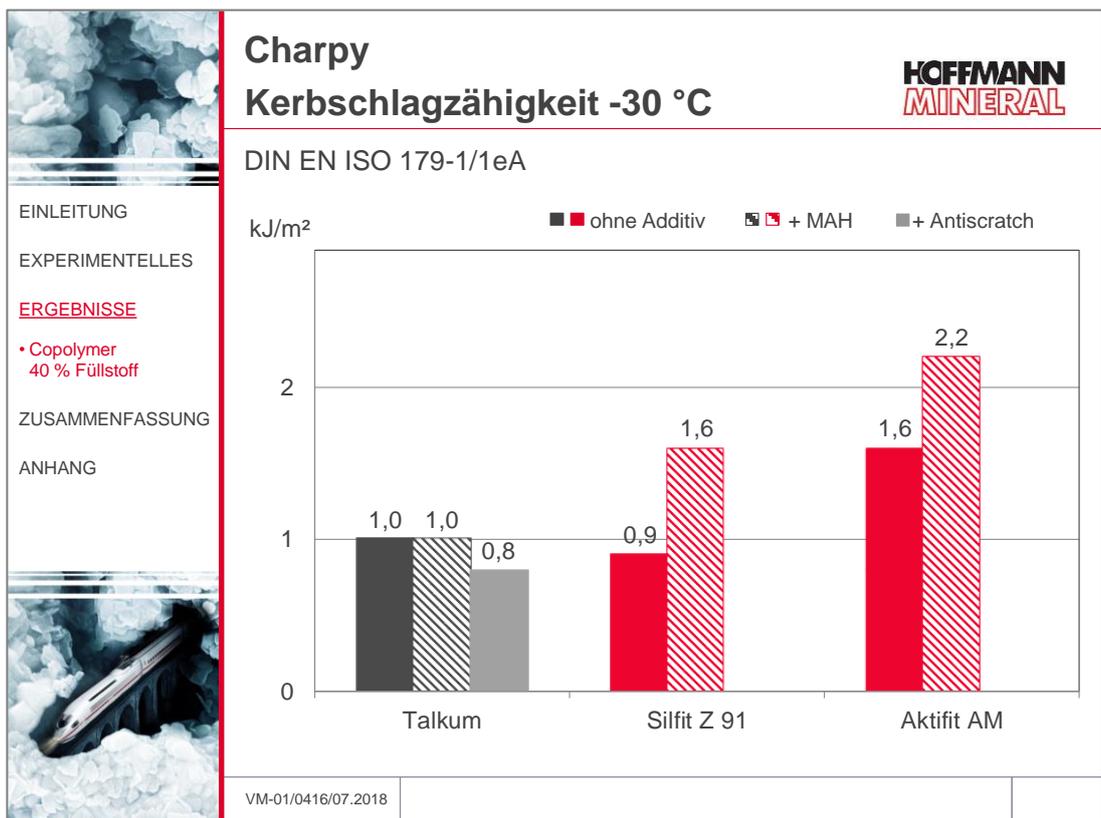
Die Fließfähigkeit der geprüften Compounds ist etwa vergleichbar. Die Zugabe von Additiven bewirkt in allen Fällen eine leichte Verringerung der Fließrate. Dies ist bei der Kombination Aktifit AM mit MAH am stärksten ausgeprägt.

4.2 Schlagzähigkeit Charpy

Kerbschlagzähigkeit



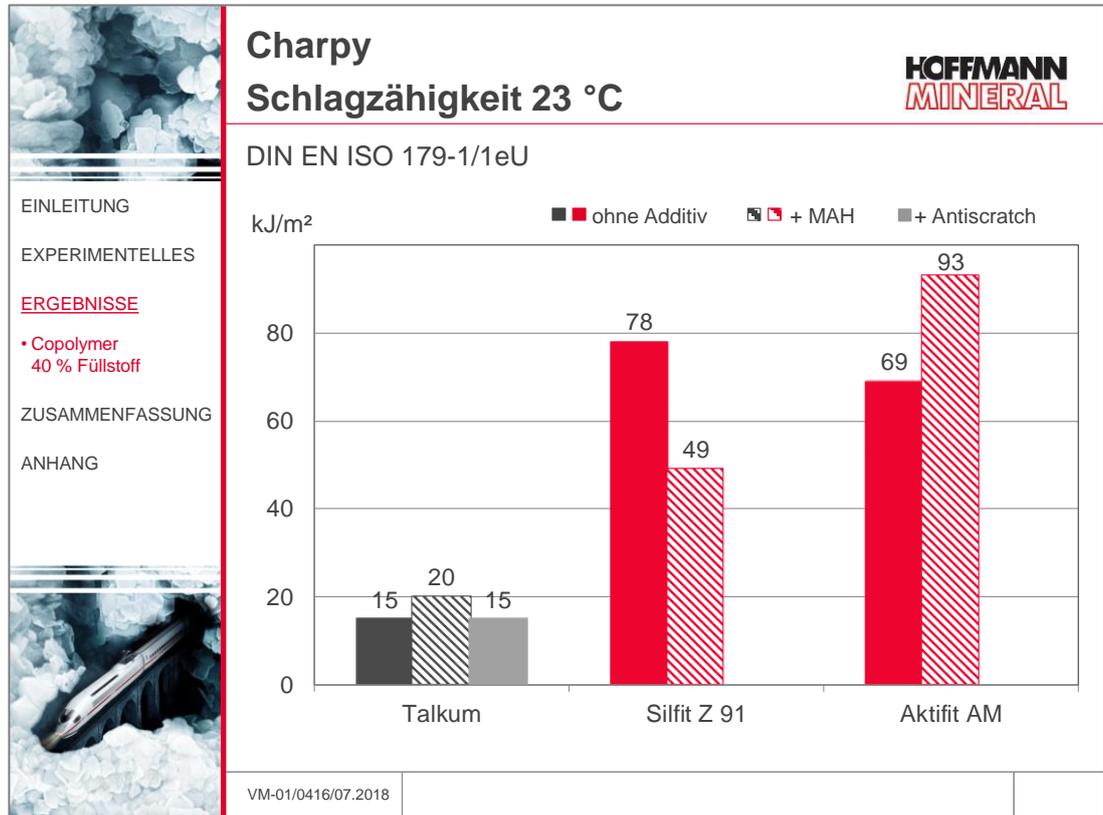
Silfit Z 91 ergibt eine bessere, in Kombination mit MAH etwa ähnliche Kerbschlagzähigkeit wie Talkum. Bereits ohne Additivzugabe erreicht dagegen Aktifit AM eine deutlich höhere Kerbschlagzähigkeit, die durch die Zugabe von MAH noch weiter ansteigt.



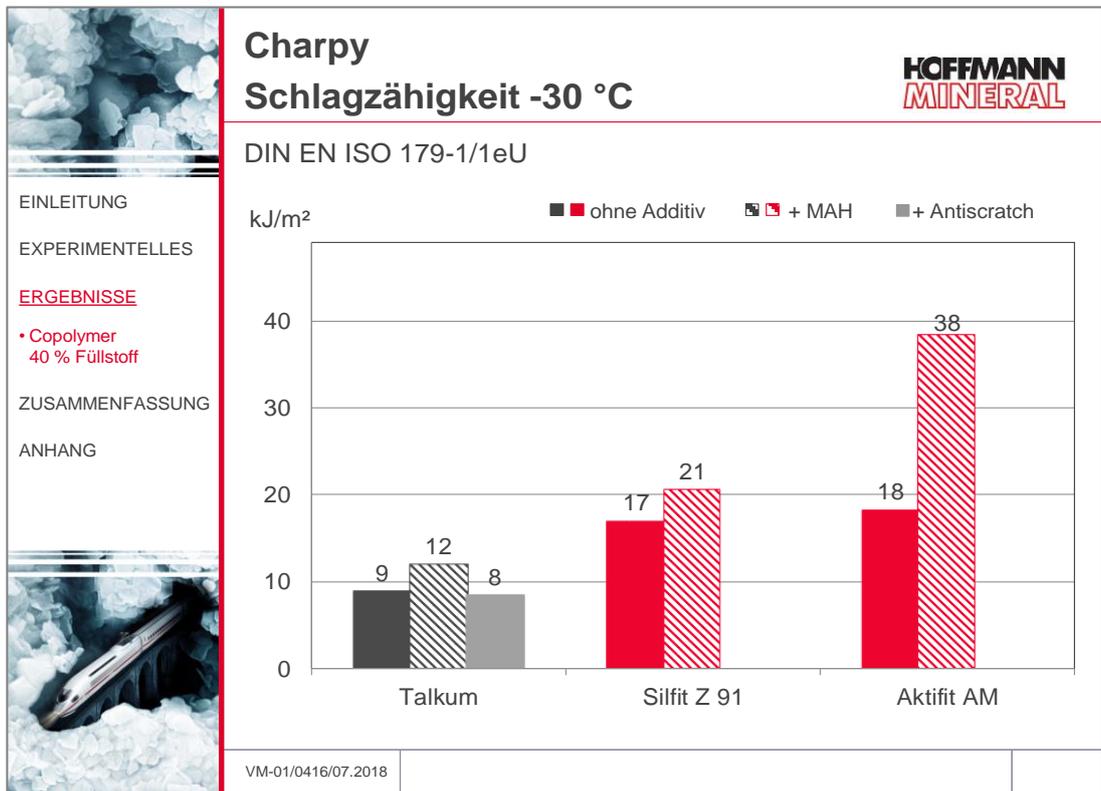
Bei Tieftemperatur liegt der Compound mit Silfit Z 91 ohne Additiv etwa auf dem Niveau der Talkumcompounds, Aktifit AM erreicht bereits einen höheren Wert.

Durch die Kombination mit MAH lassen sich die Kerbschlagzähigkeiten bei Neuburger Kieselerde verbessern, wogegen dieser Effekt bei Talkum nicht gefunden wird und das Antiscratch-Additiv eher senkend wirkt. Insgesamt zeigt wieder Aktifit AM mit MAH das beste Ergebnis.

Schlagzähigkeit ungekerbte Proben



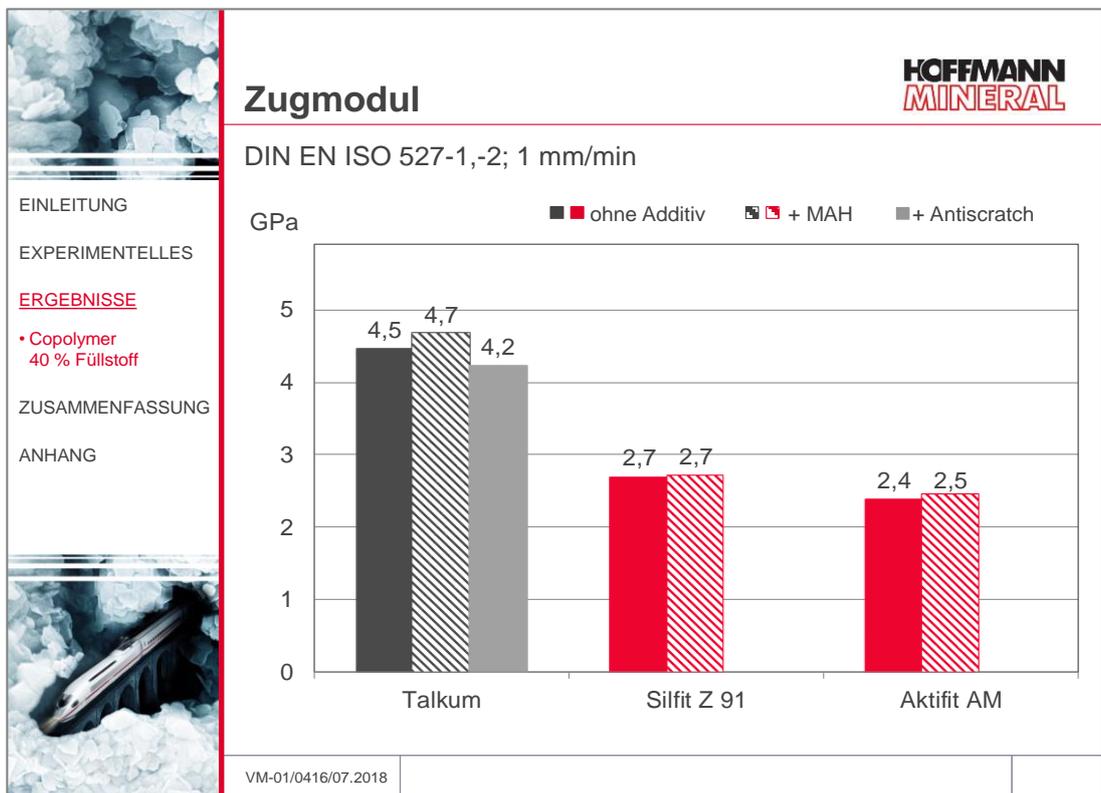
Bei ungekerbten Proben kann sich Neuburger Kieselerde auch bei der hohen Füllstoffdosierung deutlich von der für gute Schlagzähigkeit ausgelobten Talkumtype absetzen. Es werden Werte auf ca. 4-fachem Niveau erzielt. Das beste Ergebnis zeigt auch hier die Kombination Aktifit AM mit MAH mit einer Steigerung gegenüber Talkum um ca. 500 %.



Deutlich, aber nicht ganz so ausgeprägt ist das Ergebnis bei Tieftemperatur, wo Neuburger Kieselerde wieder eine markante Erhöhung der Schlagzähigkeit bewirkt und die Kombination Aktifit AM mit MAH die mit Abstand höchste Schlagzähigkeit liefert. Betrachtet man alle Zähigkeitsergebnisse, so stellt man bei 40 % Füllgrad noch deutlichere Vorteile für Aktifit AM mit MAH gegenüber Talkum und dessen Additivvarianten fest.

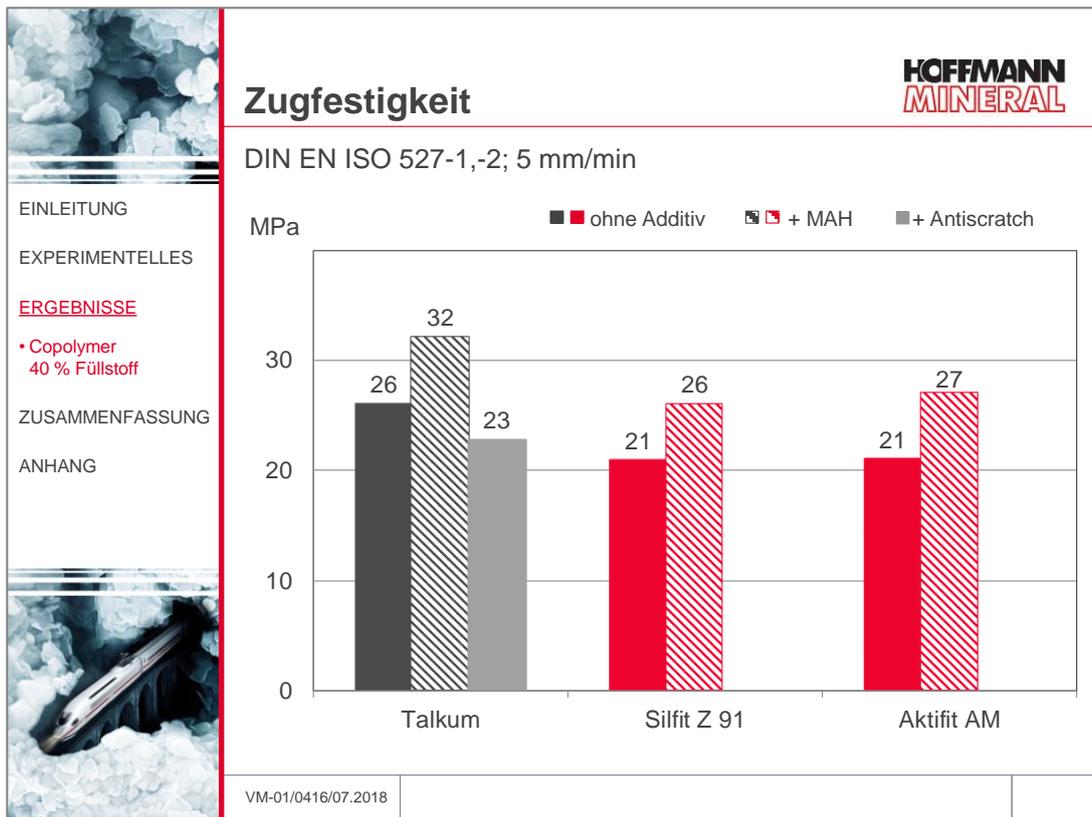
4.3 Zugversuch

Zugmodul

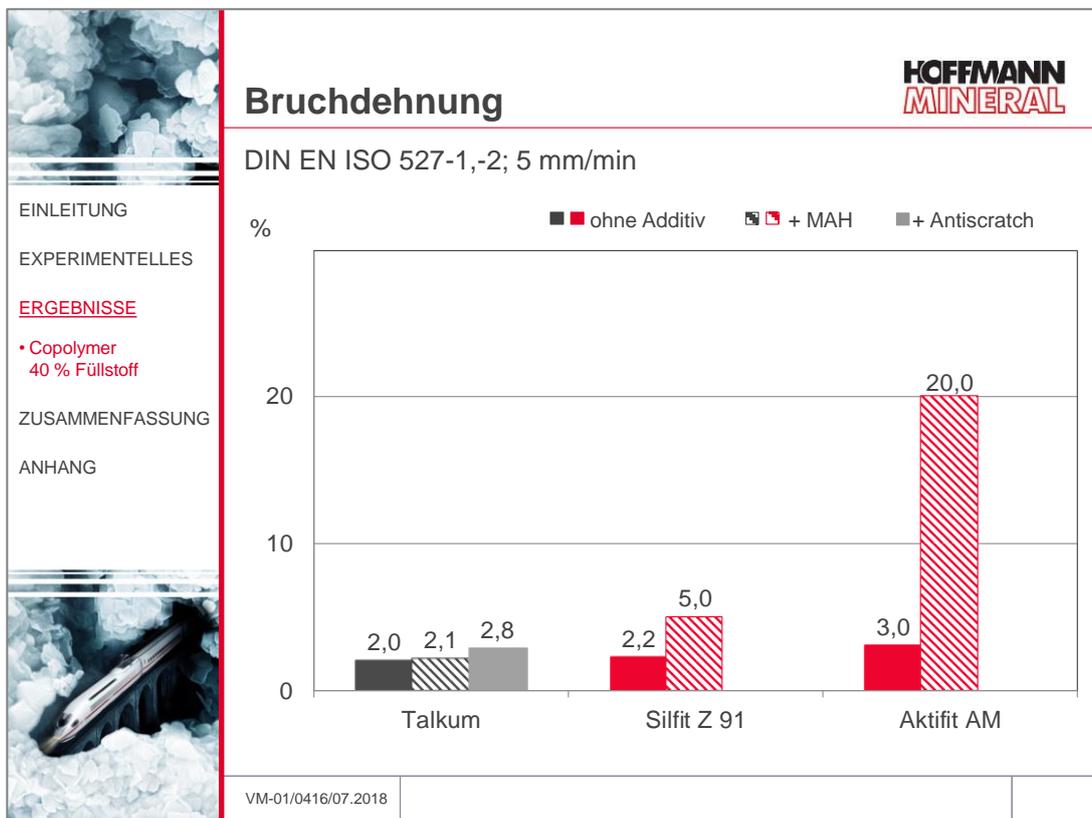


Aufgrund der morphologischen Struktur ist die Steifigkeit mit Neuburger Kieselerde geringer als mit dem plättchenförmigen, ultrafeinen Talkum. Dies wird bei der hohen Füllstoffdosierung von 40 Gewichtsprozent besonders deutlich.

Zugfestigkeit und Bruchdehnung

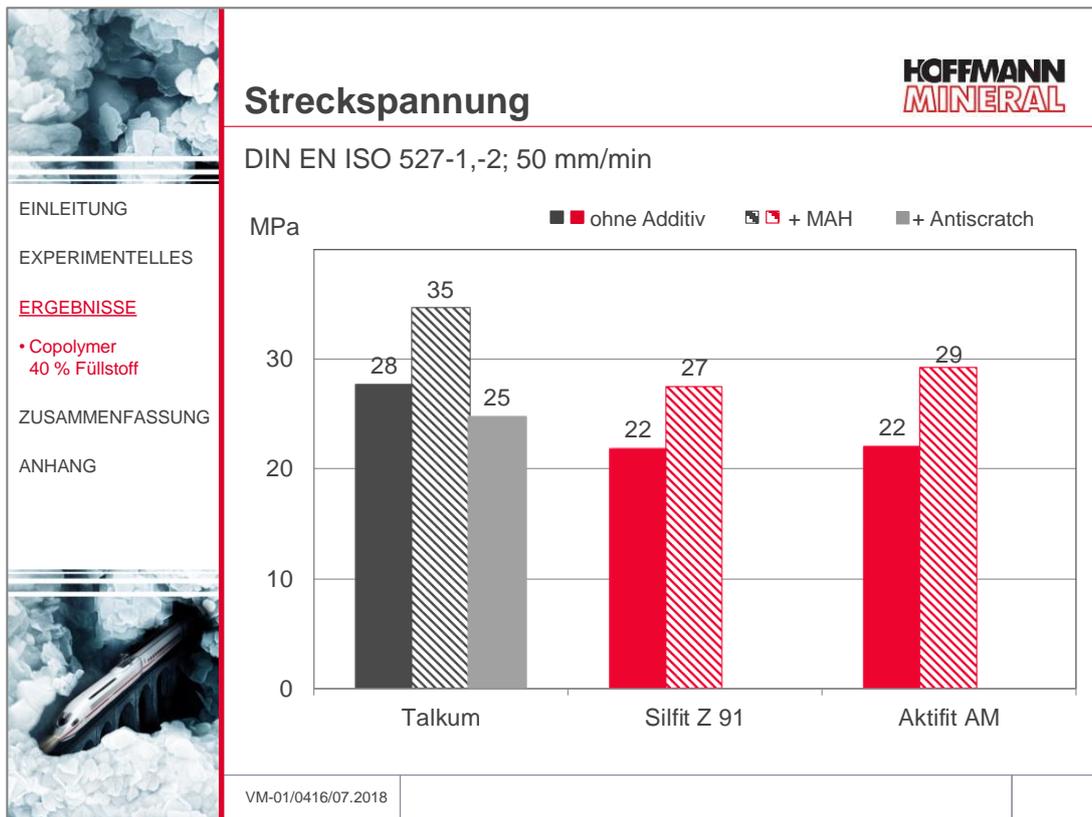


Talkum tendiert zu etwas höherer Festigkeit als Neuburger Kieselerde. Die Zugabe von MAH steigert die Festigkeit bei allen Füllstoffen und Neuburger Kieselerde erreicht dann ähnliche Werte wie Talkum ohne Additivzugabe. Auch das Ergebnis von Talkum mit Antiscratch-Additiv wird mit den MAH-haltigen Compounds mit Kieselerde übertroffen.

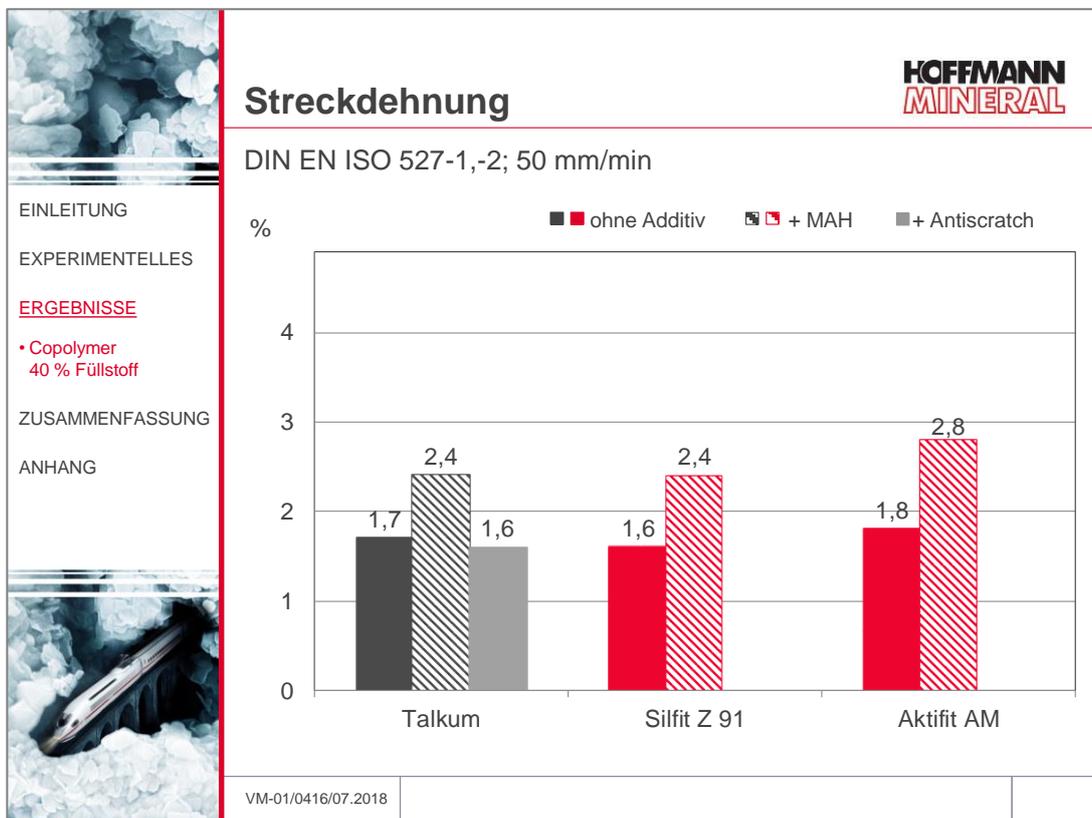


Die Bruchdehnung liegt bei allen Füllstoffen ohne Additivzugabe bei ca. 2 bis 3 %. Aktifit AM tendiert bereits hier zu etwas höherer Dehnung. Während jedoch die Zugabe von MAH bei Talkum keine nennenswerte Auswirkung zeigt, nimmt bei Neuburger Kieselerde die Dehnung dadurch signifikant zu. Dabei ist besonders die Kombination Aktifit AM + MAH hervorzuheben – hier wurde im Versuch die 10-fache Dehnung im Vergleich zu Talkum erreicht.

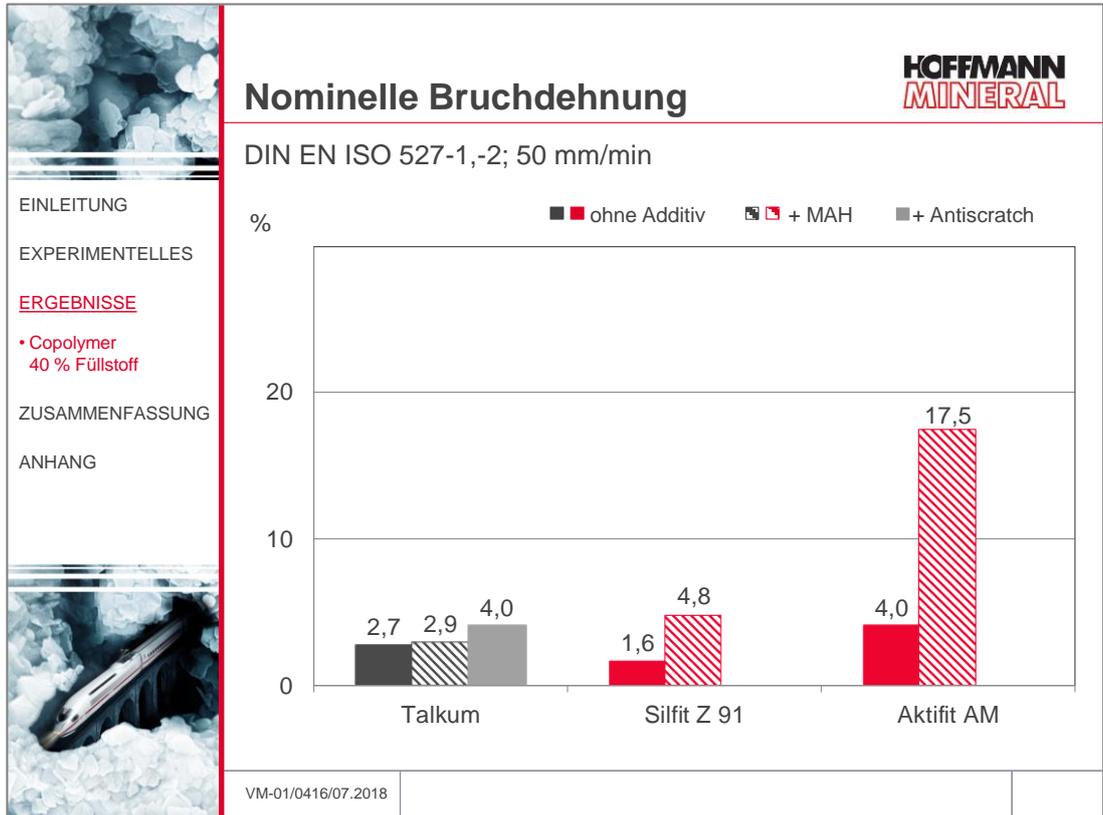
Streckverhalten und nominelle Bruchdehnung



Die schnellere Prüfgeschwindigkeit bewirkt eine Verschiebung des Festigkeitsniveaus zu etwas höheren Werten. Die Grundaussage bleibt jedoch insofern gleich, dass Talkum zu höherer Festigkeit als Neuburger Kieselerde tendiert und die Festigkeit sich generell durch die Zugabe von MAH verbessert.



Ohne Additivzugabe ist die Streckdehnung für alle Füllstoffe etwa vergleichbar. Durch die Zugabe von MAH nimmt die Streckdehnung bei Talkum und Silfit Z 91 etwa in gleichem Maß zu – bei Aktifit AM ist der Anstieg etwas größer.



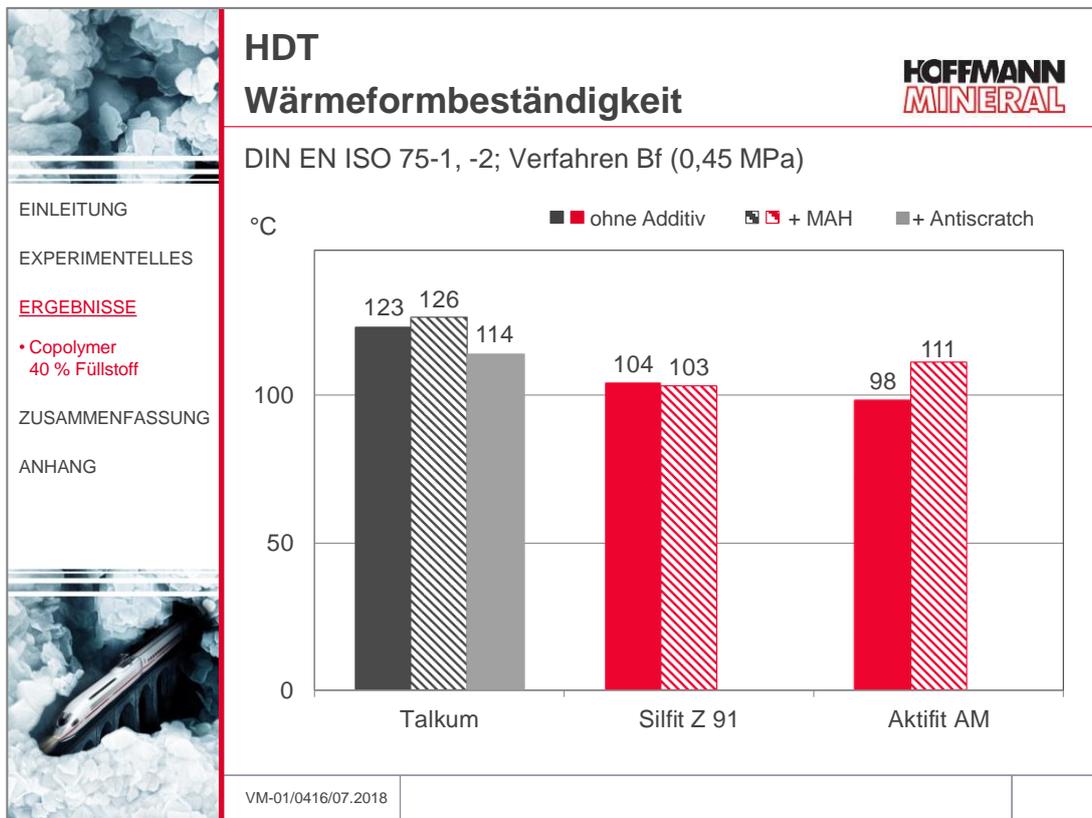
Im Vergleich zu Talkum brechen die Proben mit Silfit Z 91 bereits etwas geringerer Verformung. Dagegen ist die nominelle Bruchdehnung mit Aktifit AM bereits ohne Additiv höher.

Die Anwesenheit von MAH hat im Falle von Talkum keinen nennenswerten Effekt. Bei Silfit Z 91 wird dadurch die Dehnung bereits deutlich gesteigert. Die Kombination von Aktifit AM mit MAH ergibt jedoch eine bemerkenswert hohe nominelle Bruchdehnung trotz des Füllstoffgehalts von 40 Gewichtsprozent.

4.4 Wärmeformbeständigkeit

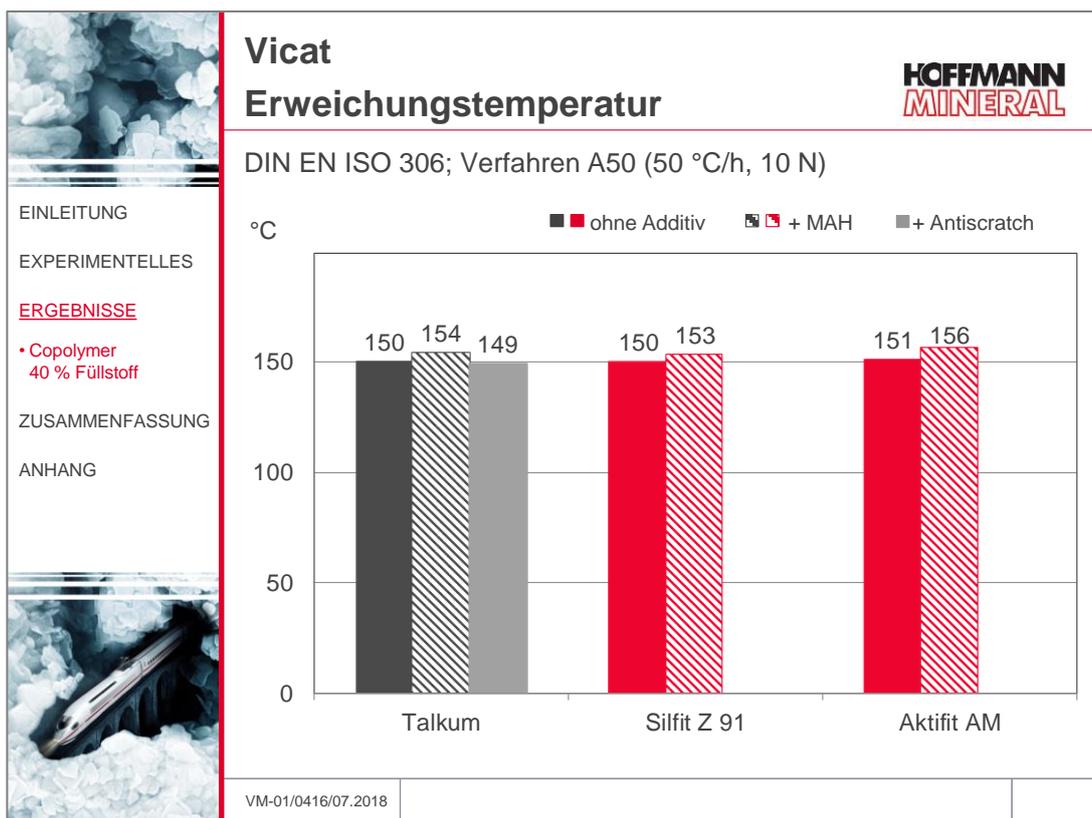
HDT

Die Wärmeformbeständigkeit wurde mit den gleichen Parametern wie bei 20 % Füllstoffdosierung bestimmt.



Auch bei der hohen Füllstoffdosierung ergeben sich – bedingt durch den Unterschied im E-Modul – Unterschiede hinsichtlich HDT. Die Zugabe von MAH führt im Fall von Aktifit AM interessanterweise zu einer Erhöhung der HDT.

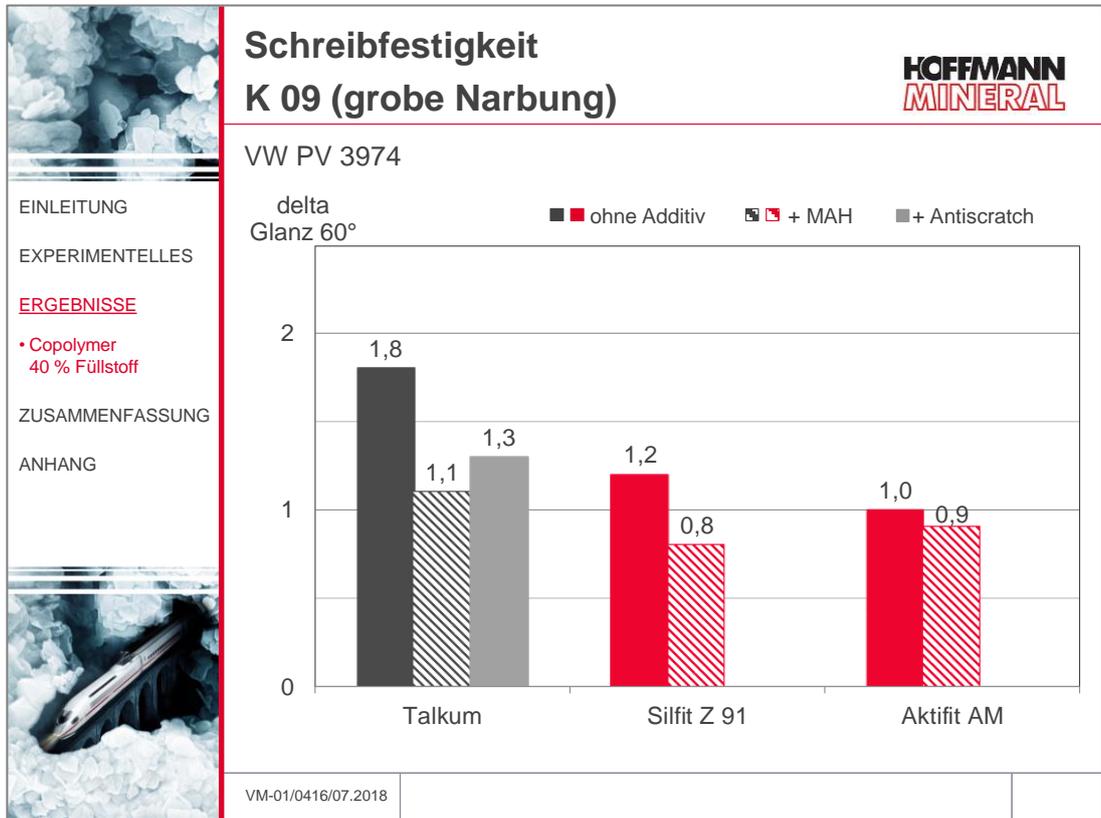
Vicat Erweichungstemperatur



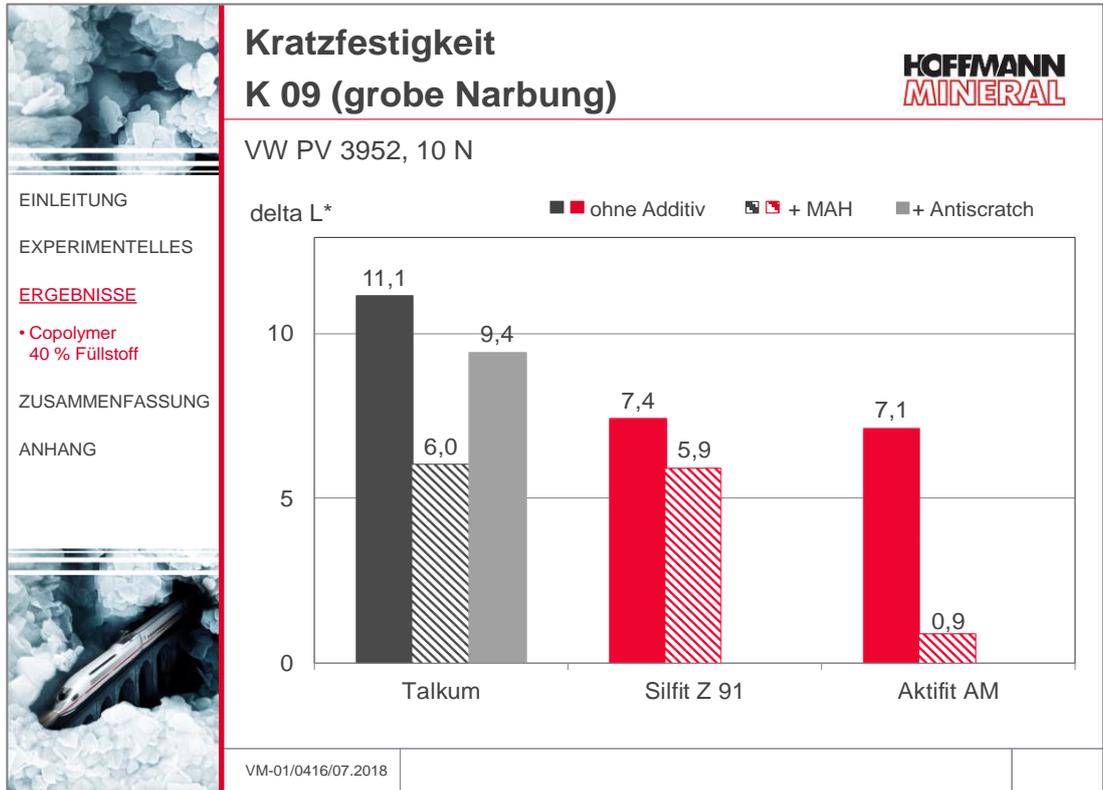
Wird die Wärmeformbeständigkeit nach Vicat bestimmt, was ein anderes Verfahren für die gleiche Eigenschaft darstellt, dann ist zwischen den verwendeten Füllstoffen kein nennenswerter Unterschied mehr feststellbar und nun erreicht Aktifit AM mit MAH sogar den höchsten Wert.

4.5 Schreib- und Kratzfestigkeit

Grob genarbte Oberfläche (K 09)



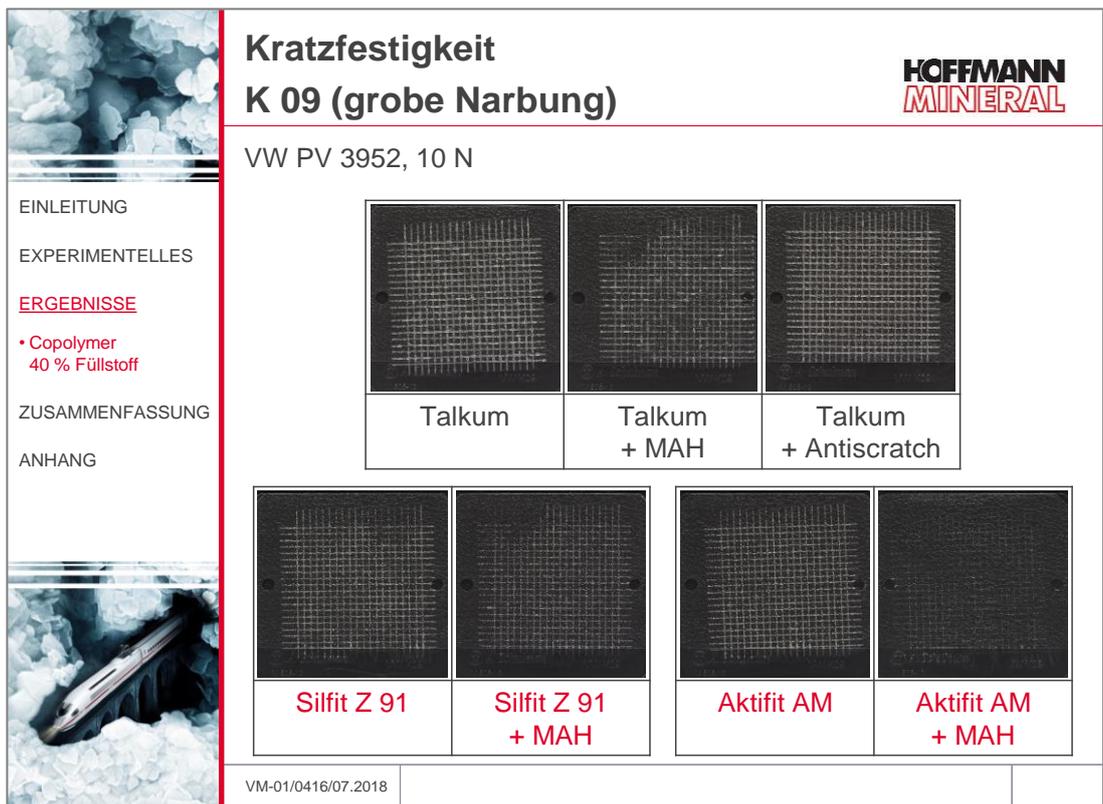
Die Schreibfestigkeit mit Neuburger Kieselerde ist bereits ohne Additivzugabe mindestens vergleichbar zu Talkum mit Additivzugabe. Durch die Zugabe von MAH zu Neuburger Kieselerde lässt sich die Schreibfestigkeit noch weiter verbessern.



Bei der hohen Füllstoffdosierung von 40 % ist der Unterschied in der Kratzfestigkeit zwischen den Füllstoffen wesentlich stärker ausgeprägt. Silfit Z 91 und Aktifit AM liegen auch ohne MAH-Zugabe bereits auf deutlich kratzfesterem Niveau als Talkum. Ebenso wie bei geringer Füllstoffdosierung bewirkt MAH eine Verbesserung bei allen Füllstoffen in unterschiedlichem Ausmaß.

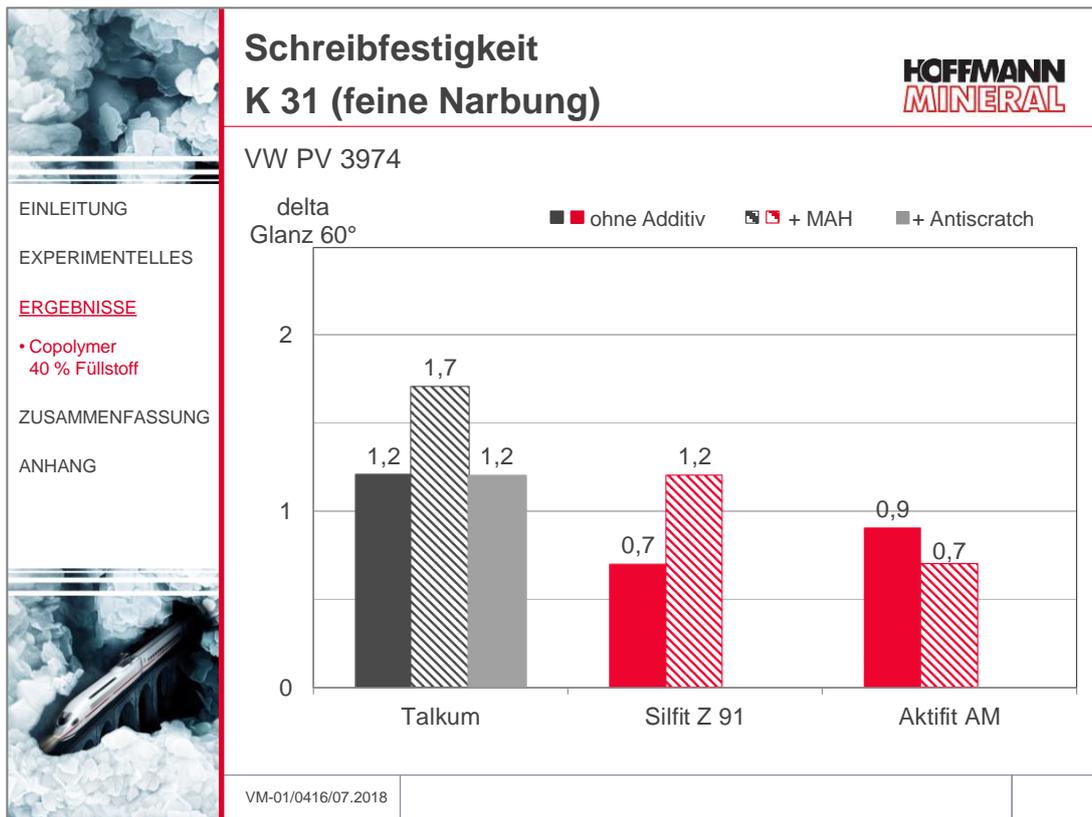
Die Kombinationen Talkum mit MAH und Silfit mit MAH zeigen dann etwa das gleiche Kratzbild. Wiederum ist es die Kombination Aktifit AM mit MAH, die ein herausragendes Ergebnis erzielt – die Aufhellung durch Kratzer wird extrem reduziert.

Das (teure) Kratzadditiv zeigt auf der grob genarbten Oberfläche übrigens nur einen geringen Effekt bei hoher Füllstoffdosierung.

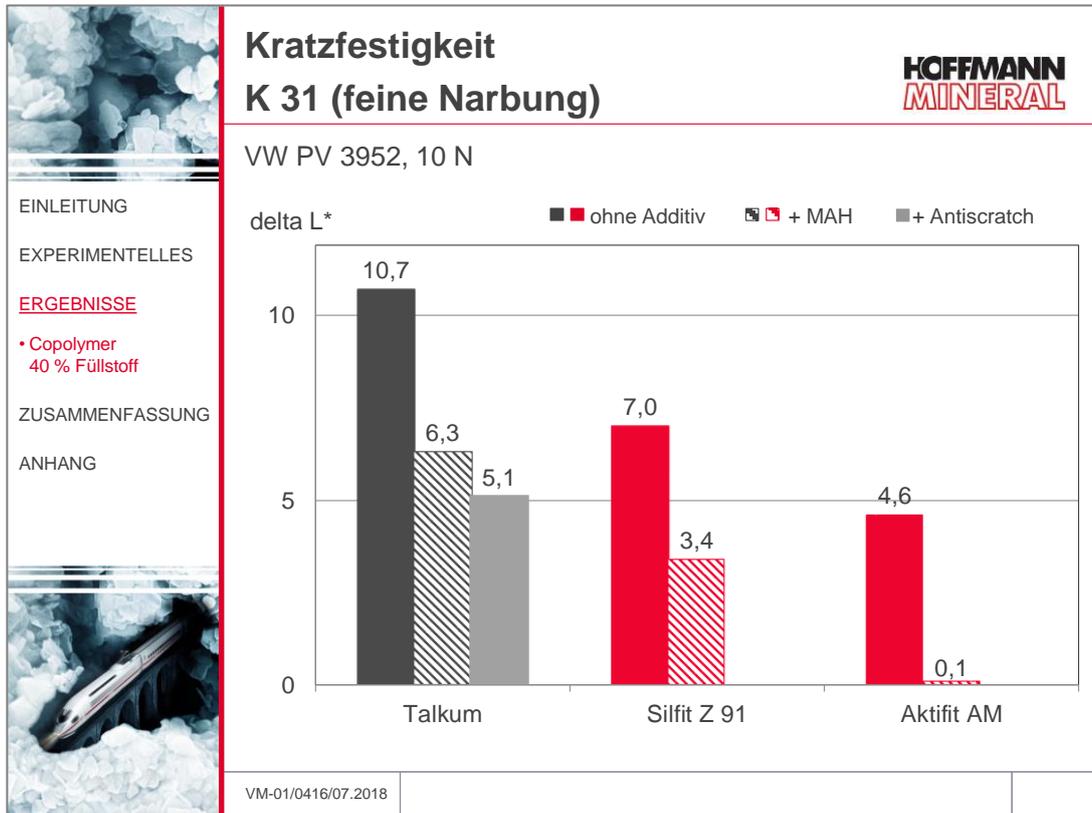


Dies zeigen auch die Fotos der gekratzten Musterplättchen: Aktifit AM mit MAH unterscheidet sich deutlich von den übrigen Mustern und erzielt mit Abstand das beste Ergebnis.

Fein genarbte Oberfläche (K 31)

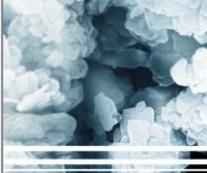


Die Schreibfestigkeit mit Neuburger Kieselerde ohne Additivzugabe ist mindestens vergleichbar zu Talkum mit Additivzugabe. Durch die Zugabe von MAH zu Aktifit AM reduziert sich der Unterschied im Glanzgrad vor/nach Schreiben auch bei der feinen Narbung.



Ohne Additive ist bereits ein großer Unterschied zwischen den geprüften Füllstoffen feststellbar. Neuburger Kieselerde zeigt deutlich weniger, durch Kratzspuren bedingte Aufhellung als der Wettbewerber Talkum. Die Verwendung von MAH verbessert die Kratzbeständigkeit bei allen 3 Füllstoffen in ähnlichem Ausmaß. Schon die Kombination Silfit Z 91 mit MAH erreicht dabei eine bessere Kratzbeständigkeit als Talkum in Kombination mit MAH oder dem (teuren) Kratzadditiv.

Herausragend zeigt sich jedoch auch bei der feinen Narbung wieder die Kombination Aktifit AM mit MAH – die Helligkeitsdifferenz von 0,1 Einheiten bedeutet praktisch keine Aufhellung bei Kratzbeanspruchung.



Kratzfestigkeit K 31 (feine Narbung)

VW PV 3952, 10 N



EINLEITUNG

EXPERIMENTELLES

ERGEBNISSE

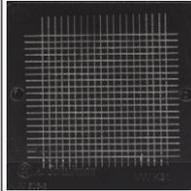
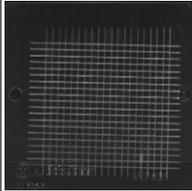
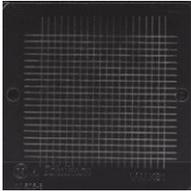
• Copolymer
40 % Füllstoff

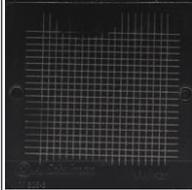
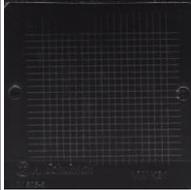
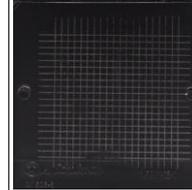
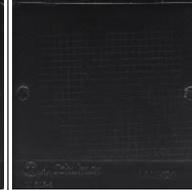
ZUSAMMENFASSUNG

ANHANG





		
Talkum	Talkum + MAH	Talkum + Antiscratch

			
Silfit Z 91	Silfit Z 91 + MAH	Aktifit AM	Aktifit AM + MAH

VM-01/0416/07.2018

Auch hier sind die Unterschiede auf den Fotos gut zu erkennen. Bei der Kombination Aktifit AM mit MAH kann das Gittermuster nur noch erahnt werden – eine Aufhellung ist praktisch nicht mehr vorhanden.

5 Ergebnisse PP Homopolymer mit 40 % Füllstoff

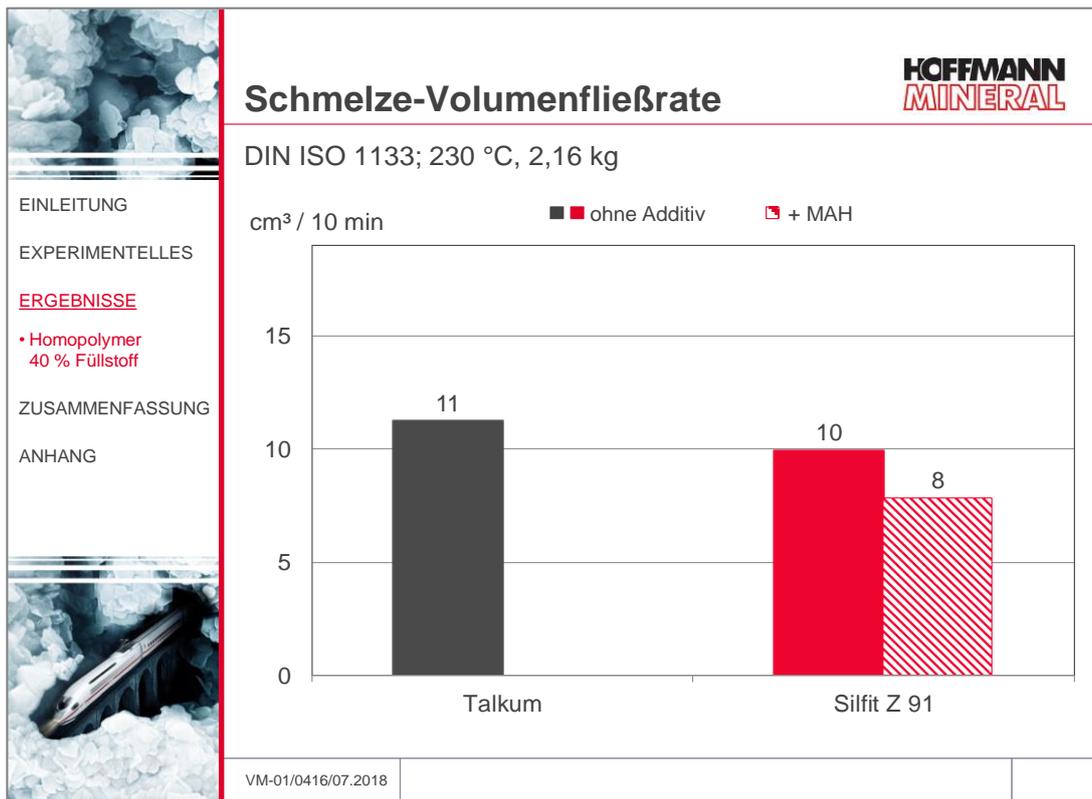
Rezepturen

Aufgrund des Umstands, dass Homo-PP eher für low-cost-Anwendungen mit geringeren Anforderungen an Schlagzähigkeit eingesetzt wird, wurde hier nur mit einem reduzierten Versuchsumfang hinsichtlich Rezepturen und Prüfungen gearbeitet.

		Talkum		Silfit Z 91		
		---	---	MAH	---	
EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> • Homopolymer 40 % Füllstoff ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG ANHANG 	Rezepturen PP Homo 40 % Füllstoff		HOFFMANN MINERAL			
	PP Homopolymer MFR 17 g/10 min (230 °C, 2,16 kg)		57,7	52,7	57,7	
	Stabilisator und Schwarzbatch		2,3	2,3	2,3	
	Talkum ultrafein		40	---	---	
	Silfit Z 91		---	40	40	
	MAH-modifiziertes PP (1 % MAH)		---	---	5	
	Summe		100	100	100	
	VM-01/0416/07.2018					

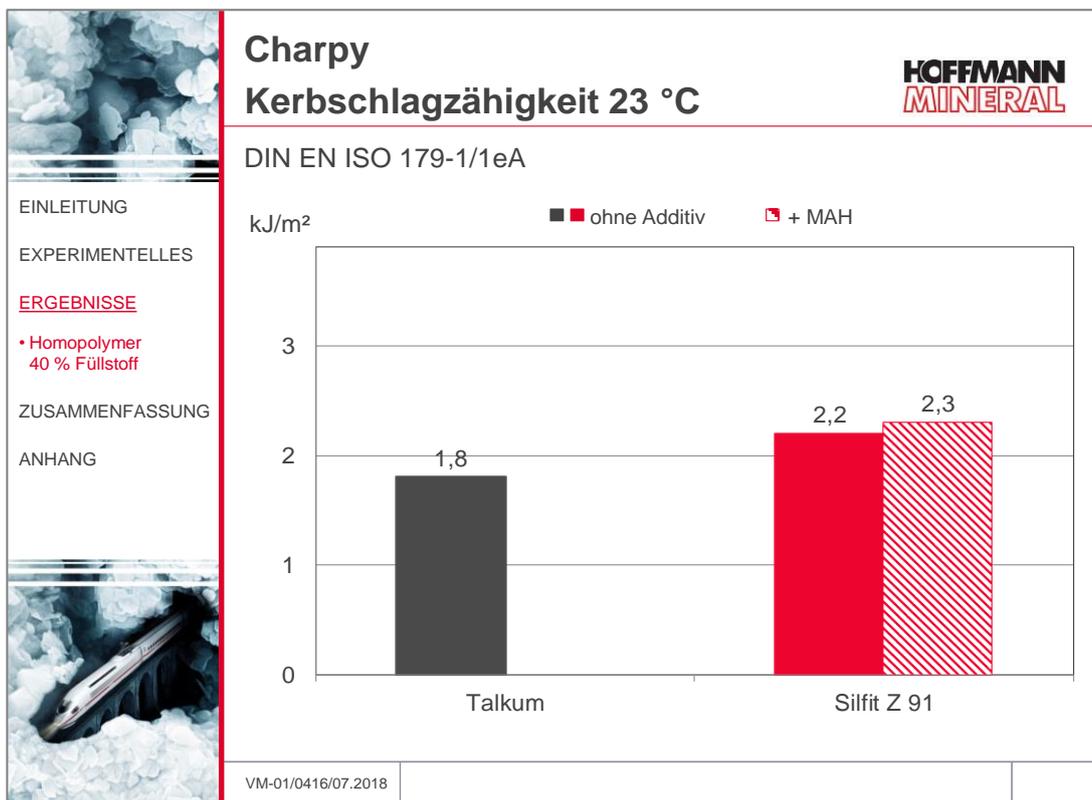
Basis war ein Standard-Homo-PP, das mit einem Stabilisator und Schwarzbatch versehen wurde. Die Füllstoffdosierung lag für diesen Versuchsblock bei 40 Gewichtsprozent. Als Füllstoffe wurden wieder das Premium Talkum und aus der Reihe der kalzinierten Neuburger Kieselerde diesmal nur Silfit Z 91 eingesetzt. Im Fall von Silfit Z 91 wurde auch eine Variante mit einem MAH-modifizierten PP mitgeprüft.

5.1 Schmelze-Volumenfließrate

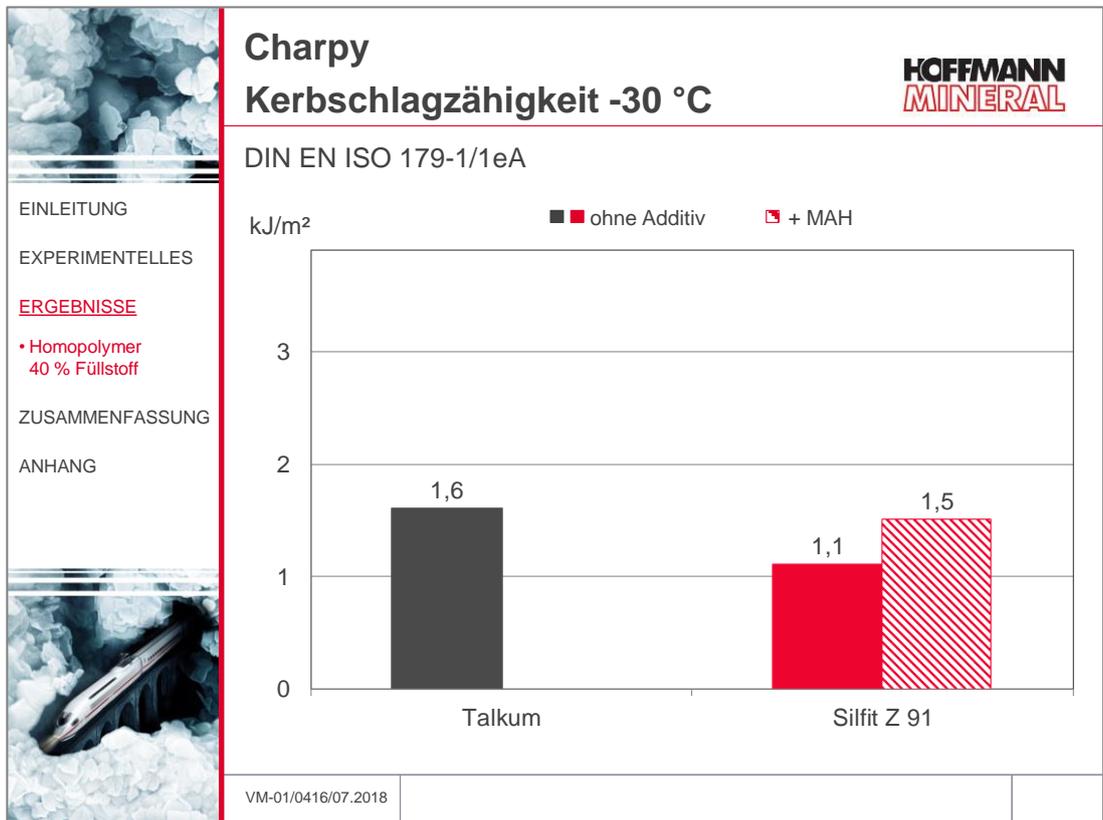


Ähnlich wie im PP Copolymer ist die Fließfähigkeit des Compounds mit Silfit Z 91 etwa vergleichbar zum Talkumcompound. Durch die Zugabe von MAH zu Silfit Z 91 verringert sich die Fließfähigkeit etwas.

5.2 Schlagzähigkeit Charpy Kerbschlagzähigkeit

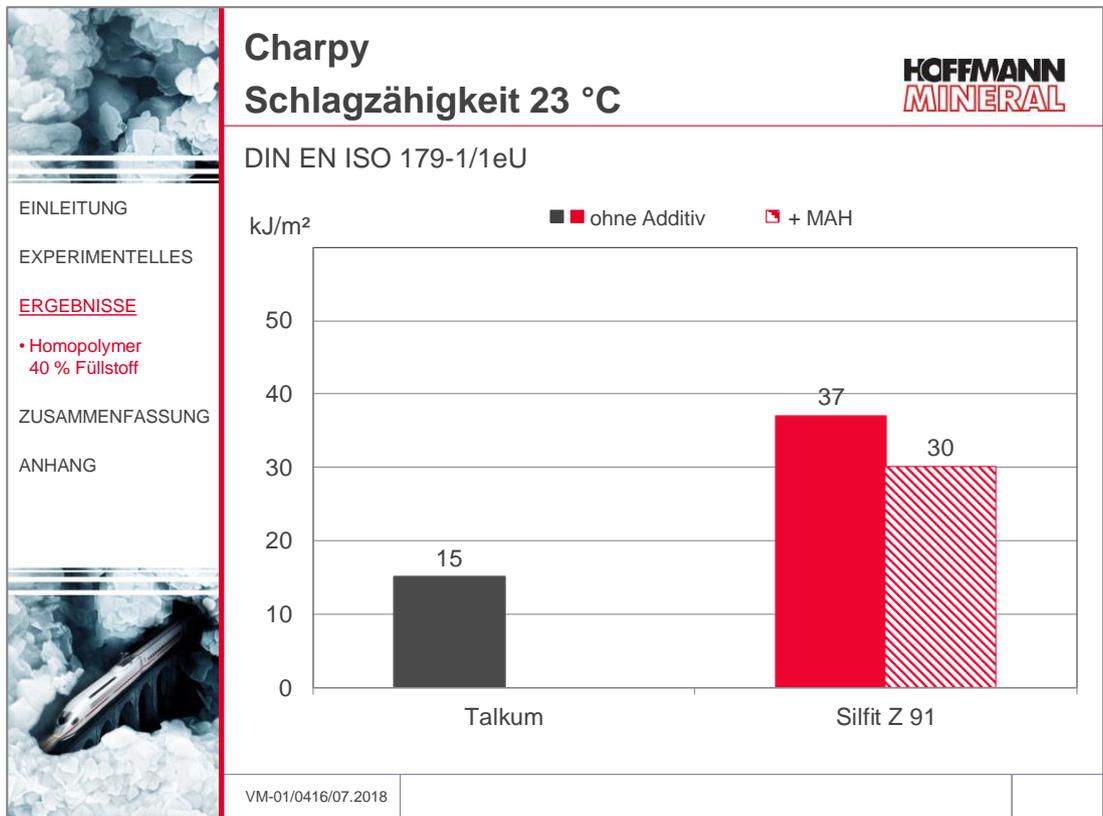


Die Compounds mit Silfit Z 91 liegen in der Kerbschlagzähigkeit etwas höher als der Talkumcompound. Die Zugabe von MAH hat hier keine Auswirkung.

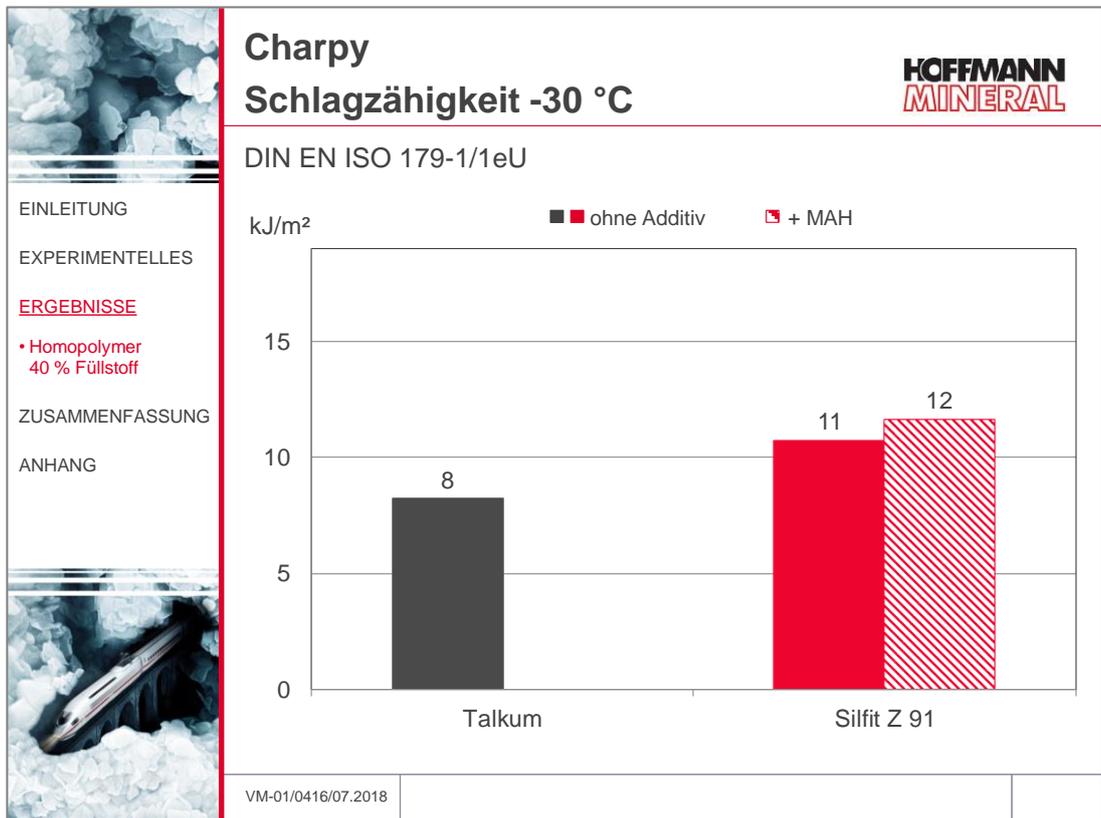


Bei Tieftemperatur fällt die Kerbschlagzähigkeit mit Silfit Z 91 zunächst weiter ab als mit Talkum. Die Zugabe von MAH korrigiert das Ergebnis wieder auf das Niveau des Talkumcompounds.

Schlagzähigkeit ungekerbte Proben

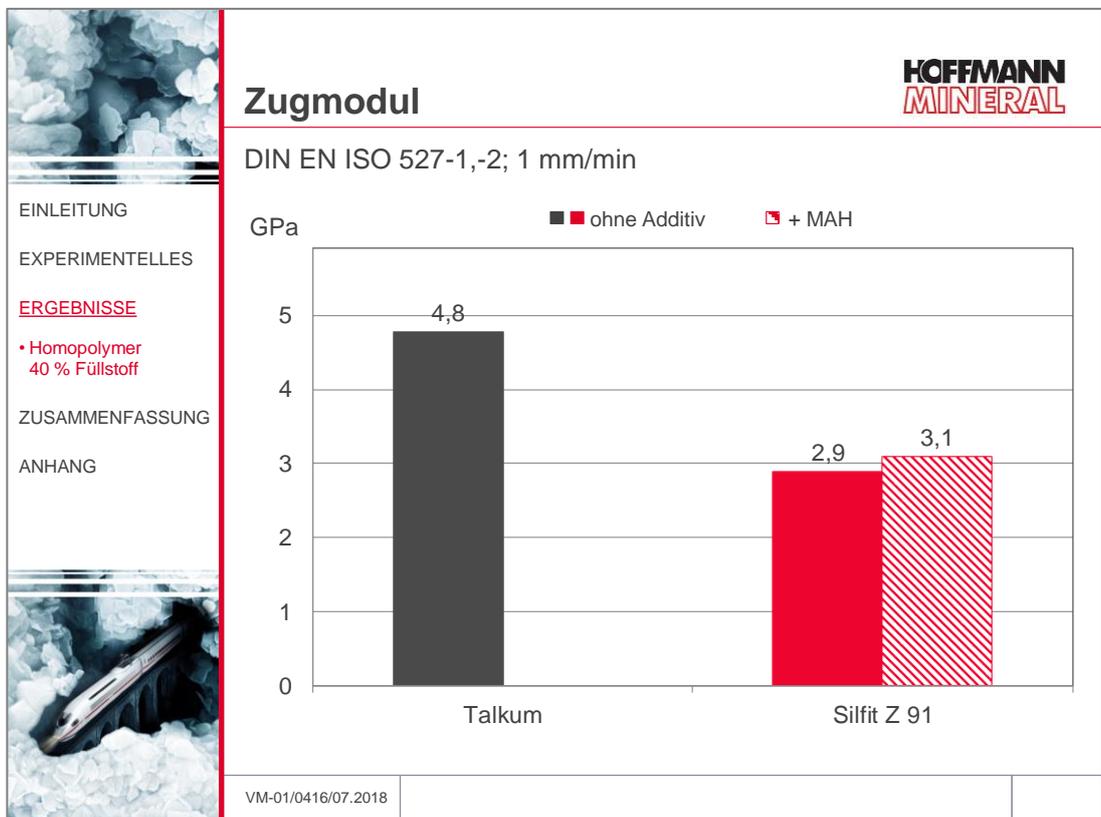


Bei Prüfung von ungekerbten Proben wird dagegen die Schlagzähigkeit durch Silfit Z 91 immerhin mindestens verdoppelt.



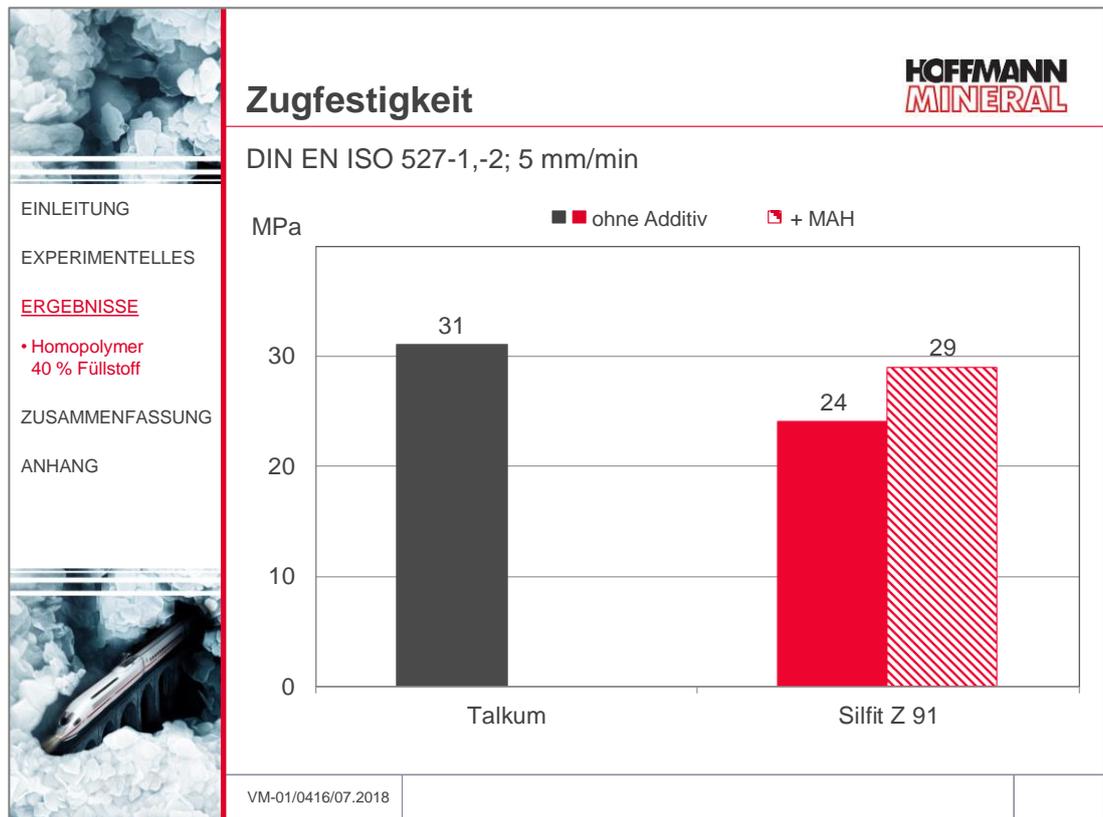
Selbst bei Tieftemperatur ist mit Silfit Z 91 noch ein Vorteil feststellbar.

5.3 Zugversuch Zugmodul

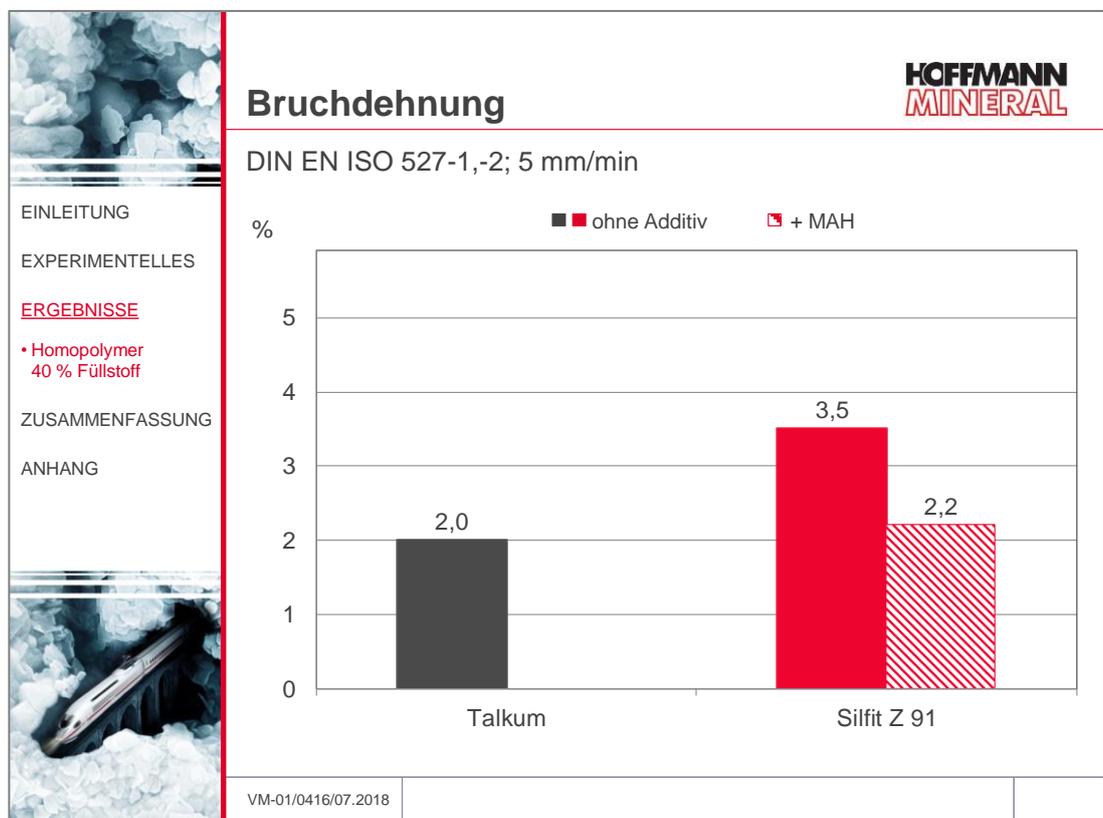


Wie bereits beim PP Copolymer festgestellt, ist die Steifigkeit mit Neuburger Kieselerde aufgrund der morphologischen Struktur des Füllstoffs geringer als mit dem plättchenförmigen, ultrafeinen Talkum.

Zugfestigkeit und Bruchdehnung



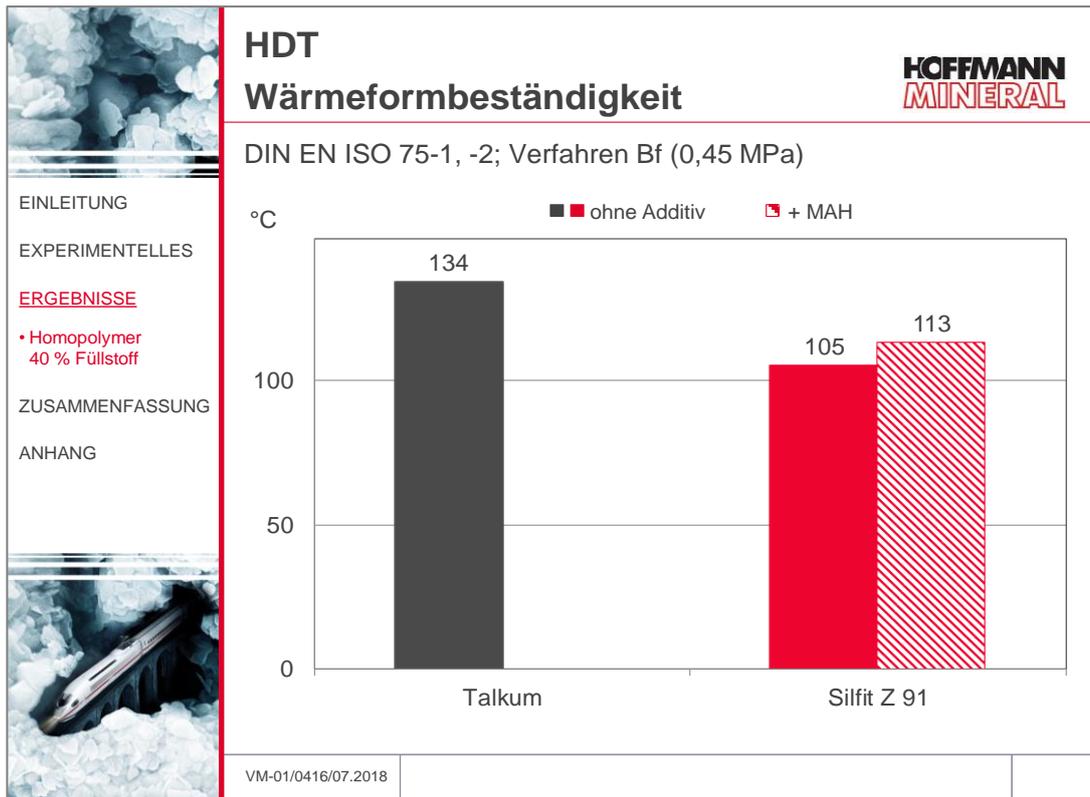
Analog zum Copolymer ist auch die Zugfestigkeit mit Silfit Z 91 etwas geringer als mit Talkum und kann mit MAH wieder auf ein zu Talkum etwa vergleichbares Niveau angehoben werden.



Als Vorteil für Silfit Z 91 bleibt die höhere Bruchdehnung, die auch in Kombination mit MAH nicht schlechter ist als mit Talkum ohne Additiv.

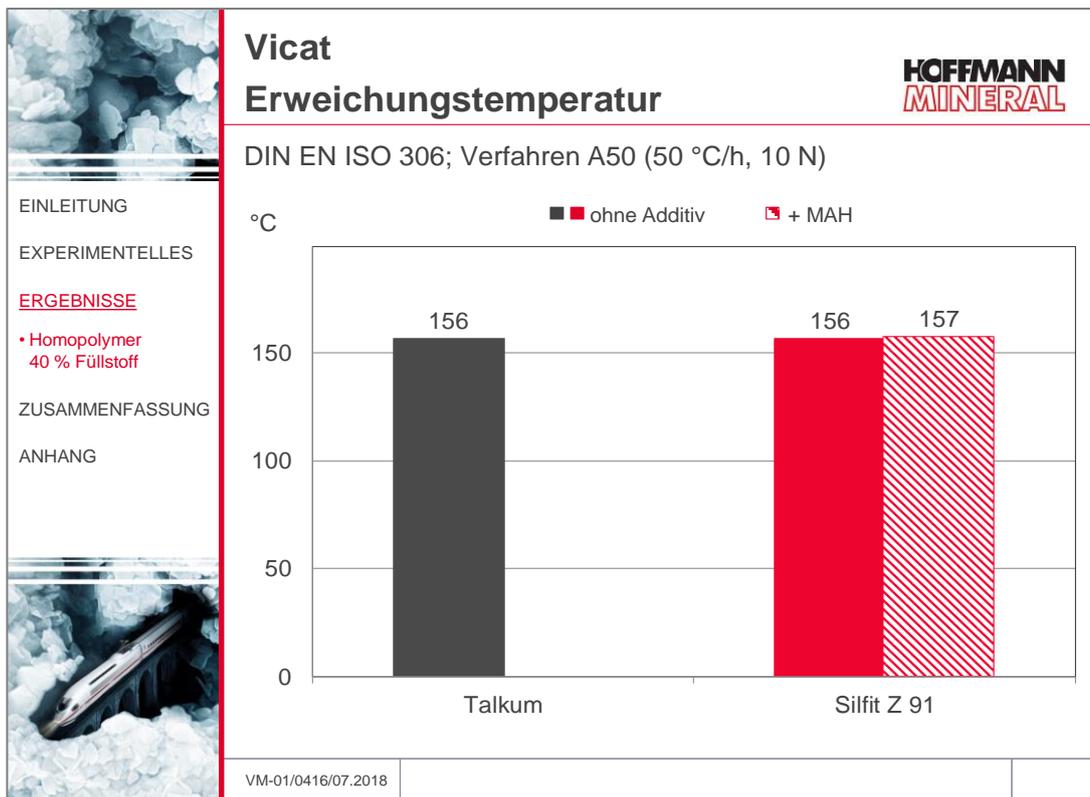
5.4 Wärmeformbeständigkeit

HDT



Bei Prüfung der Wärmeformbeständigkeit im Biegeprinzip wirkt sich wiederum der niedrigere E-Modul der Silfit-Compounds aus: die ermittelte Temperatur ist niedriger. Der MAH-Zusatz bringt auch hier eine Verbesserung.

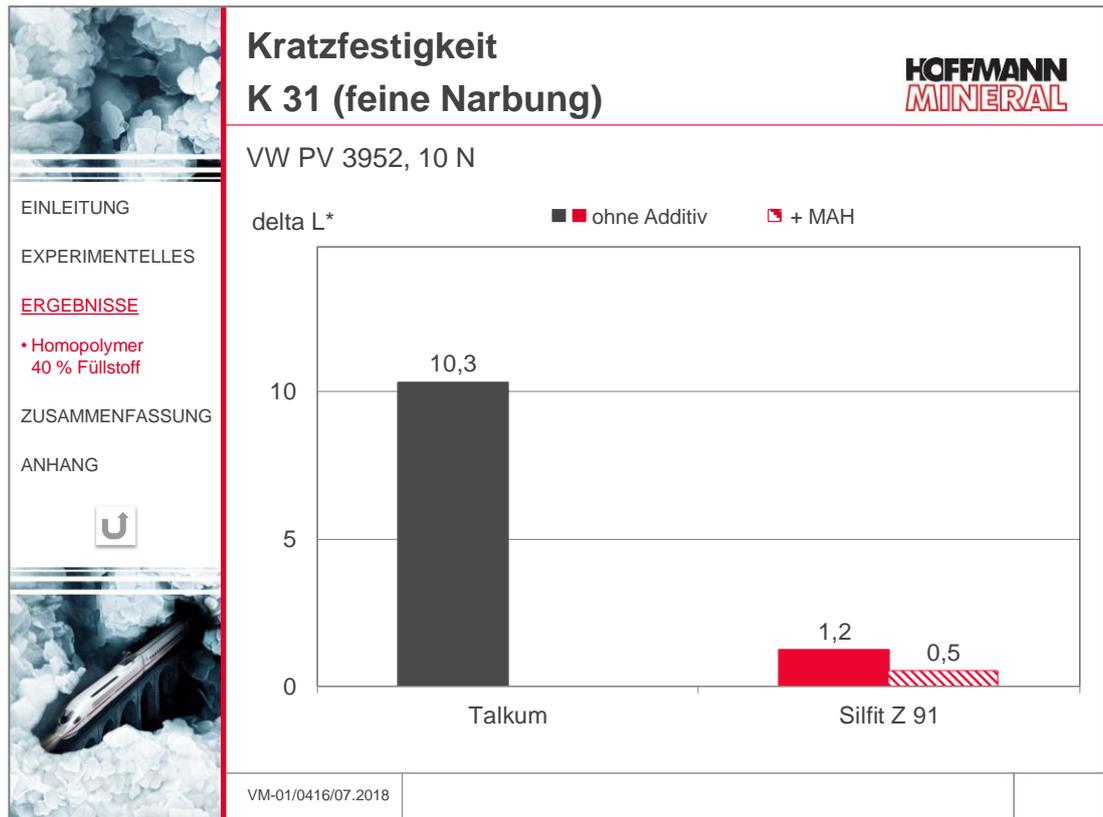
Vicat Erweichungstemperatur



Ein anderes Bild erhält man bei der Prüfung im Vicat-Verfahren. Hier gibt es keinen Unterschied in den Ergebnissen der beiden Füllstoffe.

5.5 Kratzfestigkeit

Fein genarbte Oberfläche (K 31)



Als größter Vorteil bleibt jedoch die markant verbesserte Kratzfestigkeit auf fein genarbtem Substrat bei Verwendung von Silfit Z 91, die sich mit MAH noch etwas weiter optimieren lässt.

6 Zusammenfassung

Kalzinierte Neuburger Kieselerde zeigt in PP im Vergleich zu einem Premium Talkum:

- ähnliche Schmelze-Fließfähigkeit
- etwas geringere Wärmeformbeständigkeit
- gleiche Erweichungstemperatur
- geringere Steifigkeit
- etwas geringere Festigkeit
- höhere Bruchdehnung
- höhere Schlagzähigkeit, auch bei Tieftemperatur; durch Zugabe von MAH- modifiziertem PP zum Aktifit AM Compound ist eine weitere Steigerung realisierbar
- verbesserte Schreibfestigkeit
- verbesserte Kratzfestigkeit, besonders mit der Kombination Aktifit AM + MAH- modifiziertem PP für optimale Ergebnisse

Silfit Z 91 und besonders Aktifit AM verbessern die Schlagzähigkeit und die Kratzfestigkeit in PP Compounds.

Die Zugabe von MAH modifiziertem PP bewirkt eine weitere Verbesserung der Kratzfestigkeit, speziell mit Aktifit AM. Zusätzliche Effekte sind die Verbesserung von Zugfestigkeit/Streckspannung und Dehneigenschaften sowie HDT und Schlagzähigkeit.

In PP Homopolymer zeigt bereits Silfit Z 91 sehr gute Ergebnisse.

Bei einem Vergleich von 40 % Neuburger Kieselerde zu 20 % Talkum übertreffen Silfit Z 91 und Aktifit AM den Wettbewerber hinsichtlich Schlagzähigkeit und Dehneigenschaften (Aktifit AM + MAH) trotz höherem Füllstoffgehalt.

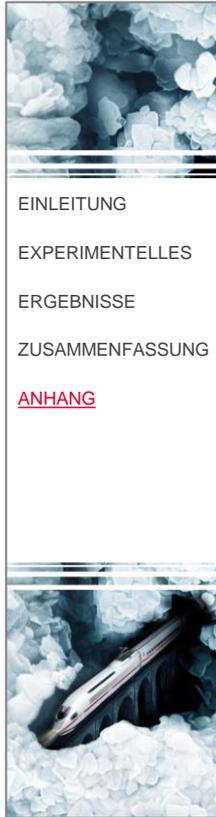
Als Folge der hohen Schlagzähigkeit von Silfit Z 91 und Aktifit AM kann bei sehr hoch schlagzäh eingestellten Compounds der Schlagzähmodifikator reduziert werden, wodurch sich auch die Steifigkeitsunterschiede relativieren sollten.

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.

7 Anhang: Ergebnistabellen

		PP Copo 20 % Füllstoff Ergebnistabelle (1)							HOFFMANN MINERAL	
EINLEITUNG	EXPERIMENTELLES	Additiv	Talkum			Silfit Z 91		Aktifit AM		
			---	MAH	Anti-scratch	---	MAH	---	MAH	
ERGEBNISSE	Dichte	g/cm ³	1,02	1,05	1,05	1,04	1,05	1,05	1,04	
ZUSAMMENFASSUNG	Füllstoffgehalt	%	20,5	22,4	20,8	21,1	20,8	20,9	20,7	
<u>ANHANG</u>	Schmelze-Volumenfließrate	cm ³ /10min	17,2	13,9	18,0	20,2	15,9	17,8	15,5	
	Wärmeformbeständigkeit									
	HDT (Bf; 0,45 MPa)	°C	113	112	97	88	90	96	99	
	Vicat A (50 °C/h; 10 N)	°C	146	147	147	147	147	147	150	
	Schreibbeständigkeit delta Glanz 60°									
	K 09 (grobe Narbung)	DGG	1,0	1,2	0,9	0,6	0,8	0,6	0,7	
	K 31 (feine Narbung)	DGG	1,1	0,7	0,6	0,8	0,5	0,5	0,5	
	Kratzbeständigkeit delta Helligkeit L*									
	K 09 (grobe Narbung)	DL	4,6	3,7	2,7	4,0	3,1	3,6	-0,1	
	K 31 (feine Narbung)	DL	5,1	2,5	2,2	3,4	2,5	2,7	-0,6	
VM-01/0416/07.2018										

		PP Copo 20 % Füllstoff Ergebnistabelle (2)							HOFFMANN MINERAL	
EINLEITUNG	EXPERIMENTELLES	Additiv	Talkum			Silfit Z 91		Aktifit AM		
			---	MAH	Anti-scratch	---	MAH	---	MAH	
ERGEBNISSE	Zugmodul 1 mm/min	GPa	2,7	2,7	2,6	1,9	2,0	1,9	1,9	
ZUSAMMENFASSUNG	Zugversuch 5 mm/min									
<u>ANHANG</u>	Zugfestigkeit	MPa	24,0	25,8	22,3	21,0	22,5	19,7	23,1	
	Bruchdehnung	%	13	10	18	70	32	18	27	
	Zugversuch 50 mm/min									
	Streckspannung	MPa	25,7	27,8	24,0	22,6	26,1	23,9	28,0	
	Streckdehnung	%	2,9	3,0	2,9	3,3	3,3	3,5	3,9	
	Nom. Bruchdehnung	%	13	8	15	35	20	27	25	
	Kerbschlagzähigkeit									
	Charpy 1eA 23 °C	kJ/m ²	5,6	3,6	4,8	6,1	6,0	6,1	5,7	
	Charpy 1eA -30 °C	kJ/m ²	1,8	1,3	1,7	1,1	1,5	1,6	2,1	
	Schlagzähigkeit									
Charpy 1eU (4 J) 23 °C	kJ/m ²	54	32	45	NB	70	NB	NB		
Charpy 1eU (7,5 J) 23 °C	kJ/m ²	---	---	---	145	---	115	126		
Charpy 1eU -30 °C	kJ/m ²	19	15	16	32	28	34	48		
VM-01/0416/07.2018										



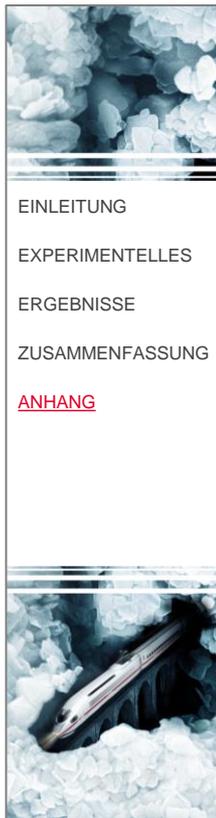
PP Copo 40 % Füllstoff Ergebnistabelle (1)

**HOFFMANN
MINERAL**

EINLEITUNG
EXPERIMENTELLES
ERGEBNISSE
ZUSAMMENFASSUNG
[ANHANG](#)

	Additiv	Talkum			Silfit Z 91		Aktifit AM	
		---	MAH	Anti-scratch	---	MAH	---	MAH
Dichte	g/cm ³	1,24	1,24	1,25	1,21	1,19	1,24	1,23
Füllstoffgehalt	%	40,2	40,1	39,8	39,3	37,9	40,4	40,2
Schmelze-Volumenfließrate	cm ³ /10min	12,6	11,5	10,7	12,3	11,2	11,5	8,4
Wärmeformbeständigkeit								
HDT (Bf; 0,45 MPa)	°C	123	126	114	104	103	98	111
Vicat A (50 °C/h; 10 N)	°C	150	154	149	150	153	151	156
Schreibbeständigkeit delta Glanz 60°								
K 09 (grobe Narbung)	DGG	1,8	1,1	1,3	1,2	0,8	1,0	0,9
K 31 (feine Narbung)	DGG	1,2	1,7	1,2	0,7	1,2	0,9	0,7
Kratzbeständigkeit delta Helligkeit L*								
K 09 (grobe Narbung)	DL	11,1	6,0	9,4	7,4	5,9	7,1	0,9
K 31 (feine Narbung)	DL	10,7	6,3	5,1	7,0	3,4	4,6	0,1

VM-01/0416/07.2018



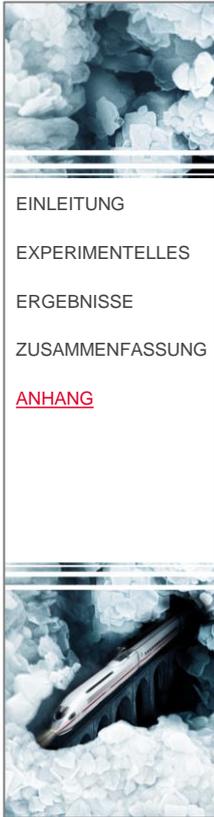
PP Copo 40 % Füllstoff Ergebnistabelle (2)

**HOFFMANN
MINERAL**

EINLEITUNG
EXPERIMENTELLES
ERGEBNISSE
ZUSAMMENFASSUNG
[ANHANG](#)

	Additiv	Talkum			Silfit Z 91		Aktifit AM	
		---	MAH	Anti-scratch	---	MAH	---	MAH
Zugmodul 1 mm/min	GPa	4,5	4,7	4,2	2,7	2,7	2,4	2,5
Zugversuch 5 mm/min								
Zugfestigkeit	MPa	26,0	32,1	22,8	20,9	26,0	21,0	27,0
Bruchdehnung	%	2,0	2,1	2,8	2,2	5,0	3,0	20,0
Zugversuch 50 mm/min								
Streckspannung	MPa	27,6	34,5	24,7	21,8	27,4	22,0	29,2
Streckdehnung	%	1,7	2,4	1,6	1,6	2,4	1,8	2,8
Nom. Bruchdehnung	%	2,7	2,9	4,0	1,6	4,8	4,0	17,5
Kerbschlagzähigkeit								
Charpy 1eA 23 °C	kJ/m ²	2,1	3,0	2,2	3,8	2,5	4,5	5,7
Charpy 1eA -30 °C	kJ/m ²	1,0	1,2	0,8	0,9	1,6	1,6	2,2
Schlagzähigkeit								
Charpy 1eU 23 °C	kJ/m ²	15	20	15	78	49	69	93
Charpy 1eU -30 °C	kJ/m ²	9	12	8	17	21	18	38

VM-01/0416/07.2018



PP Homo 40 % Füllstoff Ergebnistabelle



EINLEITUNG
EXPERIMENTELLES
ERGEBNISSE
ZUSAMMENFASSUNG
[ANHANG](#)

	Additiv	Talkum	Silfit Z 91	
		---	---	MAH
Dichte	g/cm ³	1,22	1,23	1,23
Füllstoffgehalt	%	38,5	39,6	39,7
Schmelze-Volumenfließrate	cm ³ /10min	11,2	9,9	7,8
Wärmeformbeständigkeit				
HDT (Bf; 0,45 MPa)	°C	134	105	113
Vicat A (50 °C/h; 10 N)	°C	156	156	157
Zugmodul 1 mm/min	GPa	4,8	2,9	3,1
Zugversuch 5 mm/min				
Zugfestigkeit	MPa	31	24	29
Bruchdehnung	%	2,0	3,5	2,2
Kerbschlagzähigkeit				
Charpy 1eA 23 °C	kJ/m ²	1,8	2,2	2,3
Charpy 1eA -30 °C	kJ/m ²	1,6	1,1	1,5
Schlagzähigkeit				
Charpy 1eU 23 °C	kJ/m ²	15	37	30
Charpy 1eU -30 °C	kJ/m ²	8,2	10,7	11,6
Kratzbeständigkeit delta Helligkeit L*				
K 31 (feine Narbung)	DL	10,3	1,2	0,5

VM-01/0416/07.2018