
 *Calcined Neuburg Siliceous Earth in adhesives with high strength based on silane terminated polyurethane (STP-U)*

 Terre silicee calcinate Neuburg per adesivi dotati di un grado elevato di tenacità a base di poliuretani a terminazione silanica (STP-U)

Petra Zehnder, Hubert Oggermüller - HOFFMANN MINERAL

 **INTRODUCION**

Apart from the widely introduced silicone and polyurethane systems, also hybrid prepolymers based on silane terminated polyurethanes (STP-U) offer themselves for the preparation of sealants and adhesives. They combine the benefits of a polyurethane base structure with a silane based curing mechanism. The formulations prepared are non-hazardous with respect to health and environment and are distinguished by outstanding mechanical properties along with excellent adhesion characteristics.

The standard filler here is calcium carbonate, and for highly demanding adhesives in preference precipitated calcium carbonate (PCC) with a higher specific surface area. This study will present Calcined Neuburg Siliceous Earth grades as functional fillers for high

 **INTRODUZIONE**

Oltre ai sistemi siliconici e poliuretanicamente presentati, anche i prepolimeri ibridi a base di poliuretani a terminazione silanica (STP-U) costituiscono una valida soluzione per la preparazione di sigillanti e adesivi.

Essi associano in sé i vantaggi di una struttura a base poliuretanicamente con il meccanismo di reticolazione a base silanica.

Le formulazioni preparate non sono pericolose per quanto concerne la salute e l'ambiente e si distinguono per le notevoli proprietà meccaniche e per le eccellenti caratteristiche di adesione.

Il riempitivo standard in questo caso è il carbonato di calcio e per adesivi dotati di requisiti rigorosi, lo standard è preferibilmente il carbonato di calcio



strength adhesives based on silane terminated polyurethanes. The objective was to improve the strength of the adhesive and take advantage of this effect for upgrading traditional compounds formulated with the established filler calcium carbonate.

BASE FORMULATION

The tests were conducted using a guide formulation from Covestro. The employed binding agent is recommended for structural adhesives with high tensile strength and lap shear strength. The basic formulation contains precipitated calcium carbonate as a filler. Hydrophobic fumed silica is used for rheology control. Vinyl silane is the chemical drying agent and the two amino silanes are used as an adhesion promoter to the substrate.



precipitato (PCC) con area superficiale specifica superiore.

In questo studio sono presentate le varianti di terre silicee Neuburg calcinate come riempitivi funzionali per adesivi ad alta tenacità, a base di poliuretani a terminazione silanica.

L'obiettivo era migliorare la tenacità dell'adesivo e trarre vantaggio da questo effetto per migliorare i composti tradizionali, formulati con il riempitivo prestabilito carbonato di calcio.

FORMULAZIONE DI BASE

I test sono stati compiuti utilizzando una formulazione modello di Covestro. Il legante impiegato è consigliato per adesivi strutturali dotati di alta resistenza alla trazione e allo scorrimento di elementi sovrapposti.

La formulazione di base contiene il carbonato di calcio precipitato come riempitivo.

La silice pirogenica idrofoba viene utilizzata per il controllo delle proprietà reologiche.

Il vinil silano è l'agente essiccante chimico e come promotori di adesione al substrato sono impiegati due silani amminici.

Il DBU (diazabicycloundecene) viene usato come catalizzatore. Altri ingredienti della formulazione includono un pigmento giallo e un antiossidante.

I RIEMPITIVI E LE LORO PROPRIETÀ

In Tabella 1 sono riportate le proprietà principali dei riempitivi.

Il carbonato di calcio precipitato nella formulazione guida di Covestro è una variante fine con una grana dalla forma speciale. In questa categoria di PCC, grazie a questa variante è possibile ottenere proprietà meccaniche di massima efficacia.

Tab. 1 - Basis: Guide formulation BBB 7507 from Covestro

		Part or % by weight <i>Parte o % di peso</i>
Desmoseal S XP 28 1	Polymer: silane terminated polyurethane <i>Polimero: Poliuretano a terminazione silanica</i>	8
Irganoxl 13	Antioxi dant <i>Antiossidante</i>	06
BayferroxG elb 45	Pigment <i>Pigmento</i>	08
Cab-O-Sil TS 20	Rheological additive: fumed silica <i>Additivo reologico: silice progenica</i>	09
Filler / Riempitivo		3
Dynasylan VTMO	Drying agent: vinyl silane <i>Agente essiccante: silano vinilico</i>	26
DBU	Catalyst: diazabicycloundecene <i>Catalizzatore: diazabicycloundecene</i>	01
Dynasylan 146	Adhesion promoter: amino silane <i>Promotore di adesione: ammino silano</i>	05
Dynasylan AMEO	Adhesion promoter: amino silane <i>Promotore di adesione: ammino silano</i>	05
Total / Totale		100

Tab. 1 - Formulazione di base BBB 7507 di Covestro



DBU (diazabicycloundecene) is used as catalyst. Further ingredients of the formulation include a yellow pigment and an antioxidant.

FILLERS AND THEIR CHARACTERISTICS

Table 1 summarizes the most important typical properties of the fillers. The precipitated calcium carbonate in the guide formulation from Covestro is a fine type with a special grain shape. In this category of PCCs, maximum mechanical properties can be achieved with this type. Silfit Z 91, Aktifit PF 111, and Aktifit PF 115 are calcined variants from the Neuburg Siliceous Earth series and are



Silfit Z 91, Aktifit PF 111 e Aktifit PF 115 sono varianti calcinate delle serie di Terre Silicee Neuburg e sono quindi prodotti brillanti e dal colore neutro.

Esistono delle differenze per quanto concerne la natura della superficie e il trattamento superficiale.

Come variante non trattata, Silfit Z 91 può essere classificata come idrofila, mentre Aktifit PF 111 trattato con alchil silani e Aktifit PF 115, trattato con un silano amminico speciale sono idrofobi.

Lo scopo del trattamento superficiale speciale di Aktifit PF 111 con alchil silani è quello di permettere

il controllo della reologia: la viscosità nel range di basse forze di taglio aumenta migliorando la stabilità della striscia adesiva senza incrementare la viscosità nel range delle alte forze di taglio di processo. Con Aktifit PF 115, l'adesione e la tenacità adesiva traggono beneficio dalla funzionalizzazione attivata da un silano ammina.

Entrambe le varianti idrofobe si caratterizzano per un contenuto volatile molto ridotto.

Inoltre, essi si caratterizzano per un assorbimento di umidità estremamente ridotto in condizioni di umidità.

La Figura 1 illustra come il contenuto di umidità (equilibrio) dei riempitivi cambia con il mutare dell'umidità dell'aria.

Le curve si riferiscono all'assorbimento di umidità con un tasso di umidità crescente dell'aria circostante e alla perdita di umidità con tassi decrescenti nell'aria dell'am-

biente. PCC dà prova di una chiara dipendenza del contenuto di acqua nel riempitivo dal clima dell'ambiente: in condizioni di alti tassi di umidità nell'aria esso ne assorbe fino allo 0,75%.

Silfit Z 91, tuttavia, in condizioni climatiche secche mostra un contenuto di umidità marcatamente ridotto che aumenta soltanto a tassi di umidità dell'aria superiori.

D'altronde, Aktifit PF 111 ne assorbe molto meno anche in condizioni di tassi di umidità dell'aria elevati e la variante calcinata Aktifit PF 115 trattata con

Fig. 1 - Moisture content of fillers vs. ambient air humidity

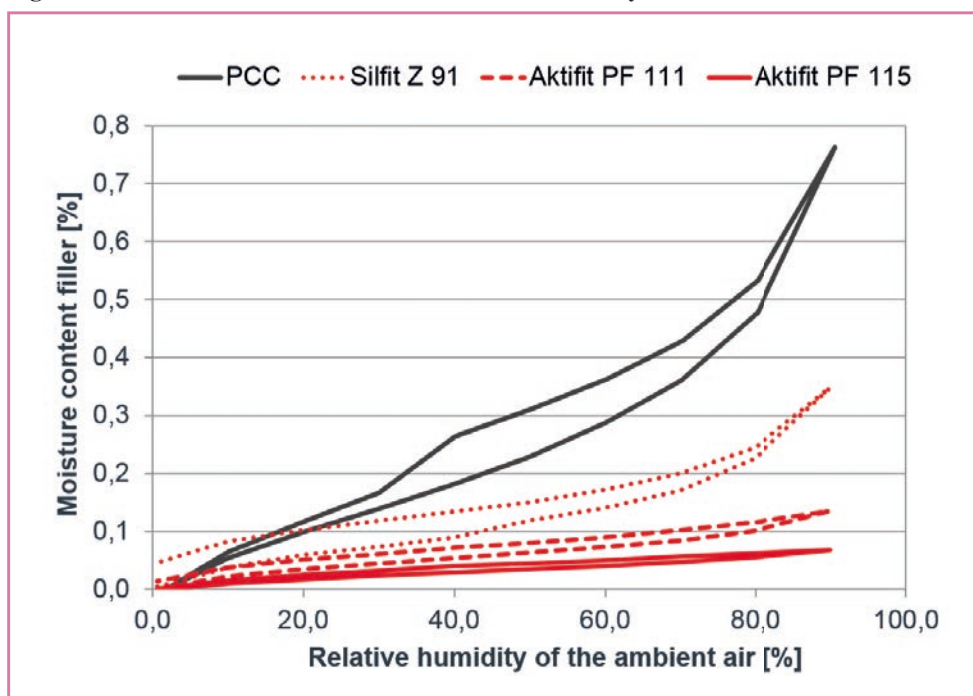




Fig. 1 - Contenuto di umidità nei riempitivi a confronto con l'umidità dell'ambiente

therefore bright and color-neutral products.

There are differences with regard to surface character and surface treatment. As an untreated variant, Silfit Z 91 can be classified as hydrophilic, whereas Aktifit PF 111 treated with alkyl silane and Aktifit PF 115 treated with a special amino silane are hydrophobic.

The purpose of the special surface treatment of Aktifit PF 111 with alkyl silane is to enable rheology control: viscosity in the low shear range is increased, thus improving the stability of the adhesive bead without increasing viscosity in the process-relevant high shear

 For the overall assessment, therefore, the results after 4 weeks following the preparation were taken into account. At low deformations, a quasi-static condition is simulated.

 *evitato o almeno ridotto in modo considerevole nella concentrazione.*

Con un grado di deformazione superiore al 50%, è possibile dimostrare la risposta di processo, ad esempio

Tab. 2 - Table of results

		PCC	Calcined Neuburg Siliceous Earth <i>Terre silicee calcinate Neuburg</i>		
			Silfit Z 91	Aktifit PF 111	Aktifit PF 115
<i>Rheology / Reologia</i>					
Complex viscosity at 0.1% deformation / <i>Viscosità complessa allo 0.1% di deformazione</i>	Pa ^s	86	227	9	222
Complex viscosity at 50% deformation / <i>Viscosità complessa al 50% di deformazione</i>	Pa ^s	48	5	0	43
<i>Curing / Reticolazione</i>					
Skin Formation / <i>Formazione di pelle</i>	min	25	45	25	5
In-depth cure after 8 h / <i>Reticolazione dopo 8 ore</i>	mm	4	1	3	3
In-depth cure after 24 h / <i>Reticolazione dopo 24 ore</i>	mm	23	21	22	21
<i>Mechanical properties / Proprietà meccaniche</i>					
Hardness / <i>Durezza</i>	Shore D	47	5	49	5
Tensile strength / <i>Resistenza alla trazione</i>	MPa	0	42	26	41
Elongation at break / <i>Allungamento a rottura</i>	%	8	20	0	22
Tear resistance Graves / <i>Resistenza allo strappo</i>	N/mm	14	3	19	8
<i>Lap shear strength / Resistenza allo scorrimento di elementi sovrapposti</i>					
Beech wood, layer 0 mm / <i>Legno di faggio, strato di 0,1 mm</i>	MPa	10	9	43	0

Tab. 2 - Tabella dei risultati

