



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 602 11 403 T2 2006.09.21

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 236 766 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 602 11 403.9

(96) Europäisches Aktenzeichen: 02 003 181.1

(96) Europäischer Anmeldetag: 18.02.2002

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 04.09.2002

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: 17.05.2006

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 21.09.2006

(51) Int Cl.⁸: C08K 5/17 (2006.01)

C08L 23/28 (2006.01)

C08J 3/20 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
2339080 02.03.2001 CA

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB, IT

(73) Patentinhaber:
Lanxess Inc., Sarnia, Ontario, CA

(72) Erfinder:
**Hopkins, William, Sarnia, ON N7S 6G2, CA;
Resendes, Rui, Sarnia, ON N7S 4H7, CA**

(74) Vertreter:
Zobel, M., Dipl.-Chem. Dr., Pat.-Anw., 51061 Köln

(54) Bezeichnung: **Füllstoffhaltige elastomere Butylverbindungen**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft halogenierte Butylelastomere, insbesondere Brombutylelastomere.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Verstärkende Füllstoffe wie Ruß und Siliciumdioxid verbessern bekanntlich in hohem Maße die Festigkeits- und Ermüdungseigenschaften von Elastomercompounds. Außerdem ist bekannt, daß zwischen dem Elastomer und dem Füllstoff eine chemische Wechselwirkung auftritt. So tritt beispielsweise zwischen Ruß und hoch ungesättigten Elastomeren wie Polybutadien (BR) und Styrol-Butadien-Copolymeren (SBR) eine gute Wechselwirkung auf, da in diesen Copolymeren eine große Zahl von Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindungen vorliegt. Butylelastomere können nur ein Zehntel oder noch weniger der in BR und SBR anzutreffenden Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindungen aufweisen, und aus Butylelastomeren hergestellte Compounds weisen bekanntlich eine schlechte Wechselwirkung mit Ruß auf. So führt beispielsweise ein durch Mischen von Ruß mit einer Kombination von BR und Butylelastomeren hergestelltes Compound zu BR-Domänen, die den größten Teil des Rußes enthalten, und Butyldomänen, die sehr wenig Ruß enthalten. Es ist auch bekannt, daß Butylcompounds eine schlechte Abriebfestigkeit aufweisen.

[0003] Die kanadische Patentanmeldung 2,293,149 zeigt, daß durch Vereinigung von Halogenbutylelastomeren mit Siliciumdioxid und speziellen Silanen gefüllte Butylelastomerzusammensetzungen mit stark verbesserten Eigenschaften erhältlich sind. Diese Silane wirken als Dispergiermittel und Haftvermittler zwischen dem halogenierten Butylelastomer und dem Füllstoff. Nachteilig ist an der Verwendung von Silanen jedoch die Entwicklung von Alkohol während des Fertigungsverfahrens und möglicherweise während der Verwendung des danach hergestellten Erzeugnisses. Außerdem erhöhen Silane in erheblichem Maße die Kosten des resultierenden Erzeugnisses.

Kurze Darstellung der Erfindung

[0004] Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung von Halogenbutylelastomere enthaltenden Zusammensetzungen mit verbesserter Wechselwirkung zwischen dem Elastomer und einem Füllstoff, insbesondere einem mineralischen Füllstoff oder Ruß, bereit. Außerdem stellt die Erfindung gefüllte Halogenbutylelastomerzusammensetzungen mit verbesserten Eigenschaften im Vergleich zu bekannten rußgefüllten Halogenbutylelastomerzusammensetzungen bereit. Insbesondere stellt sie eine Möglichkeit zur Herstellung derartiger gefüllter Zusammensetzungen ohne Alkoholentwicklung und zu erheblich verringerten Kosten im Vergleich zu an sich bekannten Verfahren bereit.

[0005] Es wurde überraschenderweise entdeckt, daß bestimmte Aminoalkohole der Formel HO-A-NH₂, worin A für eine C₁- bis C₂₀-Alkylengruppe, die linear oder verzweigt sein kann, steht, die Wechselwirkung von Halogenbutylelastomeren mit mineralischen Füllstoffen und Ruß verbessern, was zu verbesserten Compoundeigenschaften, wie Zugfestigkeit und Abrieb (DIN), führt. Von besonderem Interesse sind Verbindungen mit primären Amino- und Hydroxylgruppen, wie Ethanolamin. Es wird angenommen, daß diese organischen Verbindungen den Füllstoff dispergieren und an die halogenierten Elastomere binden.

[0006] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demgemäß in einem Aspekt ein Verfahren, bei dem man ein Halogenbutylelastomer in Gegenwart von Aminoalkoholen der Formel HO-A-NH₂ mit einem Füllstoff, insbesondere einem mineralischen Füllstoff oder Ruß, vermischt und das erhaltene gefüllte Halogenbutylelastomer härtet. Die resultierende Zusammensetzung, die verbesserte Eigenschaften aufweist, bildet einen anderen Aspekt der Erfindung.

[0007] Bei dem Halogenbutylelastomer, das mit dem Füllstoff vermischt wird, kann es sich um eine Mischung mit einem anderen Elastomer oder Elastomercompound handeln. Das Halogenbutylelastomer sollte mehr als 5% einer derartigen Mischung ausmachen. Vorzugsweise sollte das Halogenbutylelastomer mindestens 10% einer derartigen Mischung ausmachen. In einigen Fällen ist es bevorzugt, keine Mischungen zu verwenden, sondern das Halogenbutylelastomer als alleiniges Elastomer zu verwenden. Wenn Mischungen zu verwenden sind, kann es sich jedoch bei dem anderen Elastomer beispielsweise um Naturkautschuk, Polybutadien, Styrol-Butadien oder Polychloropren oder eines oder mehrere dieser Elastomere enthaltendes Elastomercompound handeln.

[0008] Das gefüllte Halogenbutylelastomer kann zu einem Produkt gehärtet werden, das verbesserte Eigenschaften aufweist, beispielsweise bezüglich Abriebfestigkeit, Rollwiderstand und Bodenhaftung. Die Härtung kann mit Schwefel vorgenommen werden. Die bevorzugte Schwefelmenge liegt im Bereich von 0,25 bis 2,1 Gewichtsteilen pro hundert Teile Kautschuk. Außerdem kann ein Aktivator, beispielsweise Zinkoxid, in einer Menge von 5 bis 2 Gewichtsteilen verwendet werden. Das Elastomer kann vor der Härtung außerdem auch noch mit anderen Bestandteilen, beispielsweise Stearinsäure, Antioxidantien oder Beschleunigern, versetzt werden. Dann wird die Schwefelhärtung auf bekannte Art und Weise vorgenommen. Siehe beispielsweise Kapitel 2, „The Compounding and Vulcanization of Rubber“, „Rubber Technology“, 3. Auflage, Verlag Chapman & Hall, 1995, worauf hiermit ausdrücklich Bezug genommen wird.

[0009] Es können auch andere für die Härtung von Halogenbutylelastomeren bekannte Härter verwendet werden. Man kennt eine Reihe von Verbindungen zur Härtung von BIIIR, wie beispielsweise Bisdienophile (beispielsweise HVA2), Phenolharze, Amine, Aminosäuren, Peroxide, Zinkoxid und dergleichen. Es kommen auch Kombination der oben aufgeführten Härter in Betracht.

[0010] Das erfindungsgemäße Halogenbutylelastomer kann vor der Härtung mit Schwefel oder anderen bekannten Härtern mit anderen Elastomeren oder Elastomercompounds vermischt werden. Dies wird weiter unten erörtert.

Nähere Beschreibung der Erfindung

[0011] Der Begriff „Halogenbutylelastomer(e)“ bezieht sich im Rahmen der vorliegenden Erfindung auf chloriertes oder bromiertes Butylelastomer. Bromierte Butylelastomere sind bevorzugt, und die Erfindung wird anhand derartiger Brombutylelastomere beispielhaft erläutert. Es versteht sich jedoch, daß die Erfindung sich auch auf die Verwendung von chlorierten Butylelastomeren erstreckt.

[0012] Zur Verwendung bei der Ausübung der vorliegenden Erfindung geeignete Halogenbutylelastomere sind daher u.a. bromierte Butylelastomere. Derartige Elastomere sind durch Bromierung von Butylkautschuk erhältlich (bei welchem es sich um ein Copolymer von Isobutylen und einem Comonomer, üblicherweise einem konjugierten C₄- bis C₆-Diolefins, vorzugsweise Isopren, handelt). Es kommen jedoch auch andere Comonomere als konjugierte Diolefins in Betracht; erwähnt seien alkylsubstituierte vinylaromatische Comonomere, wie C₁- bis C₄-alkylsubstituiertes Styrol. Ein im Handel erhältliches Beispiel ist bromiertes Isobutylen-Methylstyrol-Copolymer (BIMS), in dem es sich bei dem Comonomer um p-Methylstyrol handelt.

[0013] Bromiertes Butylelastomer enthält in der Regel 0,1 bis 5 Gewichtsprozent Isopren und 95 bis 99,9 Gewichtsprozent Isobutylen, bezogen auf den Kohlenwasserstoffgehalt des Polymers, und 0,1 bis 5 Gewichtsprozent Brom, bezogen auf das Brombutylpolymer. Ein typisches Brombutylpolymer hat ein Molekulargewicht, ausgedrückt als Mooney-Viskosität (ML 1 + 8 bei 125°C), von 28 bis 55. Ein derartiges bromiertes Butylelastomer ist nach an sich bekannten Verfahren zugänglich oder im Handel erhältlich, z.B. als Bayer Bromobutyl® 2030 von Bayer Inc., Kanada, bei dem es sich um ein Isobuten-Isopren-Copolymer mit einem ML-Wert von 32 ± 4 und einem Bromgehalt von 2 Gew.-% handelt.

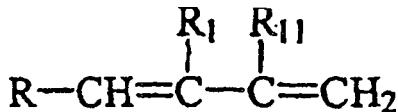
[0014] Zur Verwendung bei der vorliegenden Erfindung enthält das bromierte Butylelastomer vorzugsweise 1 bis 2 Gewichtsprozent Isopren und 98 bis 99 Gewichtsprozent Isobutylen, bezogen auf den Kohlenwasserstoffgehalt des Polymers, und 0,5 bis 2,5 Gewichtsprozent und vorzugsweise 0,75 bis 2,3 Gewichtsprozent Brom, bezogen auf das bromierte Butylpolymer.

[0015] Dem bromierten Butylelastomer kann ein Stabilisator zugesetzt werden. Geeignete Stabilisatoren sind u.a. Calciumstearat und epoxidiertes Sojabohnenöl, vorzugsweise in einer Einsatzmenge im Bereich von 0,4 bis 5 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des bromierten Butylkautschuks.

[0016] Beispiele für geeignete bromierte Butylelastomere sind Bayer Bromobutyl® 2030, Bayer Bromobutyl® 2040 (BB2040) und Bayer Bromobutyl® X2, die im Handel von Bayer Inc. erhältlich sind. Bayer BB2040 hat eine Mooney-Viskosität (RPML 1 + 8 bei 125°C) von 39 ± 4, einen Bromgehalt von 2,0 ± 0,3 Gew.-% und ein ungefähres Molekulargewicht Mw von 500.000 Gramm pro Mol.

[0017] Bei dem bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten bromierten Butylelastomer kann es sich auch um ein Ppropfcopolymer aus einem bromierten Butylkautschuk und einem Polymer auf Basis eines konjugierten Diolefinmonomers handeln. Die eigene, gleichzeitig anhängige kanadische Patentanmeldung 2,279,085 betrifft ein Verfahren zur Herstellung derartiger Ppropfcopolymere durch Vermischen von festem bro-

miertem Butylkautschuk mit einem festen Polymer, das auf einem konjugierten Diolefinmonomer basiert und außerdem einige C-S-(S)_n-C-Bindungen enthält, wobei n für eine ganze Zahl von 1 bis 7 steht, bei einer Temperatur von mehr als 50°C und über einen für die Ppropfung ausreichenden Zeitraum. Auf diese Anmeldung wird hiermit ausdrücklich Bezug genommen. Bei dem Brombutylelastomer des Ppropfcopolymers kann es sich um ein beliebiges der oben beschriebenen Elastomere handeln. Die konjugierten Diolefine, die in das Ppropf-copolymer eingearbeitet sein können, haben im allgemeinen die Strukturformel:



worin R für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen steht und R₁ und R₁₁ gleich oder verschieden sein können und aus der Gruppe bestehend aus Wasserstoffatomen und Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ausgewählt sind. Einige repräsentative nichteinschränkende Beispiele für geeignete konjugierte Diolefine sind 1,3-Butadien, Isopren, 2-Methyl-1,3-pentadien, 4-Butyl-1,3-pentadien, 2,3-Dimethyl-1,3-pentadien, 1,3-Hexadien, 1,3-Octadien, 2,3-Dibutyl-1,3-pentadien, 2-Ethyl-1,3-pentadien, 2-Ethyl-1,3-butadien und dergleichen. Konjugierte Diolefinmonomere mit 4 bis 8 Kohlenstoffatomen sind bevorzugt, wobei 1,3-Butadien und Isopren ganz besonders bevorzugt sind.

[0018] Bei dem Polymer auf Basis eines konjugierten Dienmonomers kann es sich um ein Homopolymer oder ein Copolymer aus zwei oder mehr konjugierten Dienmonomeren oder ein Copolymer mit einem vinylaromatischen Monomer handeln.

[0019] Die vinylaromatischen Monomere, die gegebenenfalls verwendet werden können, werden so gewählt, daß sie mit den eingesetzten konjugierten Diolefinmonomeren copolymerisierbar sind. Im allgemeinen kann jedes vinylaromatische Monomer verwendet werden, das bekanntlich mit Organoalkalimetall-Initiatoren polymerisiert werden kann. Derartige vinylaromatische Monomere enthalten in der Regel 8 bis 20 Kohlenstoffatome, vorzugsweise 8 bis 14 Kohlenstoffatome. Einige Beispiele für so copolymerisierbare vinylaromatische Monomere sind Styrol, alpha-Methylstyrol, verschiedene Alkylstyrole einschließlich p-Methylstyrol, p-Methoxystyrol, 1-Vinylnaphthalin, 2-Vinylnaphthalin, 4-Vinyltoluol und dergleichen. Styrol ist für die Copolymerisation mit 1,3-Butadien alleine oder für die Terpolymerisation mit 1,3-Butadien und Isopren bevorzugt.

[0020] Der Füllstoff besteht aus Teilchen aus Ruß oder einem Mineral, und Beispiele sind u.a. Siliciumdioxid, Silicate, Ton (wie Bentonit), Gips, Aluminiumoxid, Titandioxid, Talk und dergleichen sowie Mischungen davon. Die Mineralteilchen weisen an ihrer Oberfläche Hydroxylgruppen auf (in erheblich höherer Konzentration als bei Ruß), welche sie hydrophil und oleophob machen. Dies macht es noch schwieriger, eine gute Wechselwirkung zwischen den Teilchen aus mineralischem Füllstoff und dem Butylelastomer zu erreichen. Außerdem machen die geringen Ungesättigtheitsgehalte in Butylelastomeren es noch schwieriger, eine gute Wechselwirkung zwischen dieser Klasse von Elastomeren und Ruß zu erreichen. Für zahlreiche Zwecke ist als Mineral Siliciumdioxid bevorzugt, insbesondere durch Kohlendioxiddämmung von Natriumsilicat hergestelltes Siliciumdioxid.

[0021] Getrocknete amorphe Siliciumdioxidteilchen, die zur erfindungsgemäßen Verwendung geeignet sind, haben eine mittlere Agglomeratteilchengröße zwischen 1 und 100 Mikron, vorzugsweise zwischen 10 und 50 Mikron und ganz besonders bevorzugt zwischen 10 und 25 Mikron. Vorzugsweise haben weniger als 10 Volumenprozent der Agglomeratteilchen eine Größe von weniger als 5 Mikron oder mehr als 50 Mikron. Ein geeignetes amorphes getrocknetes Siliciumdioxid hat außerdem eine gemäß DIN 66131 gemessene BET-Oberfläche zwischen 50 und 450 Quadratmeter pro Gramm und eine gemäß DIN 53601 gemessene DBP-Absorption zwischen 150 und 400 Gramm pro 100 g Siliciumdioxid und einen gemäß DIN ISO 787/11 bestimmten Trocknungsverlust von 0 bis 10 Gewichtsprozent. Geeignete Siliciumdioxid-Füllstoffe sind unter den Warenzeichen HiSil 210, HiSil 233 und HiSil 243 von PPG Industries Inc. erhältlich. Geeignet sind auch Vulkasil® S und Vulkasil® N von der Bayer AG.

[0022] Beispiele für Ruße sind nach dem Flammruß-, Furnaceruß- oder Gasrußverfahren hergestellte Ruße mit spezifischen BET-Oberflächen von 20 bis 200 m²/g, z.B. SAF-, ISAF-, HAF-, SRF-, FEF- oder GPF-Ruhe.

[0023] Das Additiv enthält mindestens eine Hydroxylgruppe und mindestens eine Gruppe mit einem basischen Stickstoffatom. Diese Gruppen besitzen die Fähigkeit, (ohne Festlegung auf irgendeine bestimmte Theorie) mit dem Füllstoff oder mit dem aktiven Halogen in einem halogenierten Butylelastomer (beispielsweise mit dem aktiven Brom in einem bromierten Butylelastomer) zu reagieren. Bevorzugt sind primäre Alkylamin-

gruppen, wie Aminoethyl, Aminopropyl und dergleichen.

[0024] Besonders bevorzugt sollte die Zahl der Methylengruppen zwischen diesen beiden funktionellen Gruppen im Bereich von 1 bis 4 liegen. Beispiele für bevorzugte Additive sind Monoethanolamin und 3-Amino-1-propanol.

[0025] Die in das Halogenbutylelastomer einzuarbeitende Füllstoffmenge kann innerhalb weiter Grenzen variieren. Typische Füllstoffmengen liegen im Bereich von 20 bis 120 Gewichtsteilen, vorzugsweise im Bereich von 30 bis 100 Teilen und besonders bevorzugt im Bereich von 40 bis 80 Teilen pro hundert Teile Elastomer. Die Einsatzmenge des Additivs hängt von dem Molekulargewicht/Äquivalentgewicht jeder speziellen Verbindung ab. Ein wichtiger Faktor ist die Stickstoffzahl/das Stickstoffgewicht pro Gewichtseinheit der Verbindung. Der Stickstoffgehalt kann im Bereich von 0,1 bis 5 Teilen pro hundert (phr) Halogenbutylkautschuk, vorzugsweise von 0,125 bis 1 phr und besonders bevorzugt von 0,3 bis 0,7 phr liegen. Es können bis zu 40 Teile Prozeßöl und vorzugsweise 5 bis 20 Teile pro hundert Teile Elastomer vorhanden sein. Ferner kann ein Gleitmittel, beispielsweise eine Fettsäure wie Stearinsäure, in einer Menge von bis zu 3 Gewichtsteilen und besonders bevorzugt in einer Menge von bis zu 2 Gewichtsteilen vorhanden sein.

[0026] Ruß kann in einer Menge von bis zu 40 phr vorhanden sein. Wenn der mineralische Füllstoff Siliciumdioxid ist und in Abmischung mit Ruß verwendet wird, sollte das Siliciumdioxid mindestens 55 Gew.-% der Gesamtmenge von Siliciumdioxid und Ruß ausmachen. Wenn die erfindungsgemäße Halogenbutylelastomerzusammensetzung mit einer anderen Elastomerzusammensetzung vermischt wird, kann diese andere Zusammensetzung mehr Ruß als Füllstoff enthalten.

[0027] Das Halogenbutylelastomer, der Füllstoff und das Additiv werden zusammengemischt, zweckmäßigerverweise bei einer Temperatur im Bereich von 25 bis 200°C. Vorzugsweise ist die Temperatur in einer der Mischstufen größer als 60°C, und eine Temperatur im Bereich von 90 bis 150°C ist besonders bevorzugt. Normalerweise beträgt die Mischzeit höchstens eine Stunde; üblicherweise reicht eine Zeit im Bereich von 2 bis 30 Minuten aus. Das Mischen wird zweckmäßigerverweise auf einem Zweiwalzenmischwerk durchgeführt, das für eine gute Dispergierung des Füllstoffs in dem Elastomer sorgt. Das Mischen kann auch in einem Banbury-Mischer oder einem Haake- oder Brabender-Miniaturinnenmischer durchgeführt werden. Auch ein Extruder ergibt eine gute Durchmischung und hat den weiteren Vorteil, daß er kürzere Mischzeiten erlaubt. Man kann das Mischen auch in zwei oder mehr Stufen durchführen. Ferner kann man das Mischen in verschiedenen Apparaturen durchführen, beispielsweise eine Stufe in einem Innenmischer und eine andere in einem Extruder.

[0028] Die verbesserte Wechselwirkung zwischen dem Füllstoff und dem Halogenbutylelastomer führt zu verbesserten Eigenschaften des gefüllten Elastomers. Zu diesen verbesserten Eigenschaften gehören höhere Zugfestigkeit, höhere Abriebfestigkeit, geringere Permeabilität und bessere dynamische Eigenschaften. Aufgrunddessen eignen sich die gefüllten Elastomere besonders gut für eine Reihe von Anwendungen einschließlich u.a. die Verwendung in Reifenlaufflächen und Reifenseitenwänden, Reifen-Innerlinern, Behälterauskleidungen, Schläuchen, Walzen, Förderbändern, Heizbälgen, Gasmasken, pharmazeutischen Umhüllungen und Dichtungen.

[0029] Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden Brombutylelastomer, Siliciumdioxidteilchen, Additiv und gegebenenfalls Prozeßöl-Streckmittel auf einem Zweiwalzenmischwerk bei einer nominellen Mischwerktemperatur von 25°C vermischt. Das gemischte Compound wird dann auf ein Zweiwalzenmischwerk aufgebracht und bei einer Temperatur über 60°C gemischt. Vorzugsweise ist die Mischtemperatur nicht zu hoch und geht besonders bevorzugt nicht über 150°C hinaus, da höhere Temperaturen ein unerwünscht weites Fortschreiten der Härtung verursachen und somit die nachfolgende Verarbeitung beeinträchtigen können. Das Produkt des Vermischens dieser vier Bestandteile bei einer Temperatur von höchstens 150°C ist ein Compound mit guten Spannungs-/Dehnungseigenschaften, das auf einem warmen Mischwerk unter Zugabe von Härtern leicht weiterverarbeitet werden kann.

[0030] Die erfindungsgemäßen gefüllten Halogenbutylkautschukzusammensetzungen und insbesondere gefüllte Brombutylkautschukzusammensetzungen finden zahlreiche Anwendungen, aber erwähnt sei insbesondere die Verwendung in Reifenlaufflächenzusammensetzungen. Wichtig ist bei einer Reifenlaufflächenzusammensetzung, daß sie einen geringen Rollwiderstand, eine gute Bodenhaftung, insbesondere bei Nässe, und eine gute Abriebfestigkeit aufweist, so daß sie verschleißfest ist. Erfindungsgemäße Zusammensetzungen zeigen diese wünschenswerten Eigenschaften. Ein Indikator für die Bodenhaftung ist hierbei der tan-δ-Wert bei 0°C, wobei ein großer tan-δ-Wert mit guter Bodenhaftung korreliert. Ein Indikator für den Rollwiderstand ist der tan-δ-Wert bei 60°C, wobei ein kleiner tan-δ-Wert mit einem geringen Rollwiderstand korreliert. Der Rollwider-

stand ist ein Maß für den Widerstand des Reifens gegen Vorwärtsbewegung, und ein kleiner Rollwiderstand ist zur Verringerung des Kraftstoffverbrauchs erwünscht. Kleine Werte für den Verlustmodul bei 60°C sind ebenfalls Indikatoren für geringen Rollwiderstand. Wie die nachstehenden Beispiele belegen, zeigen erfundungsgemäße Zusammensetzungen einen großen tan- δ -Wert bei 0°C, einen kleinen tan- δ -Wert bei 60°C und einen kleinen Verlustmodul bei 60°C.

[0031] Die erfundungsgemäßen gefüllten Halogenbutylelastomere können ferner mit anderen Kautschuken, beispielsweise Naturkautschuk, Butadienkautschuk, Styrol-Butadien-Kautschuk und Isoprenkautschuken, und diese Elastomere enthaltenden Compounds vermischt werden.

[0032] Die Erfindung wird nun in den folgenden Beispielen und der beigefügten [Fig. 1](#) näher erläutert.

Beschreibung von Prüfungen

Abriebfestigkeit: DIN 53-516 (Schmiegelpapier, Körnung 60)

Prüfung der dynamischen Eigenschaften:

[0033] Die dynamischen Prüfungen (tan δ bei 0°C und 60°C, Verlustmodul bei 60°C) wurden auf einer RSA-II-Apparatur von Rheometrics durchgeführt. Dabei handelt es sich um ein Gerät zur dynamisch-mechanischen Analyse zur Bestimmung der Eigenschaften von vulkanisierten elastomeren Materialien.

[0034] Die dynamisch-mechanischen Eigenschaften ergeben ein Maß für die Bodenhaftung, wobei die beste Bodenhaftung in der Regel mit hohen tan- δ -Werten bei 0°C erhalten wird. Niedrige tan- δ -Werte bei 60°C und insbesondere kleine Verlustmoduln bei 60°C sind Indikatoren für einen geringen Rollwiderstand.

Härtungs rheometrie: ASTM D 52-89, MDR2000E-Rheometer bei 3°-Bogen und 1,7 Hz

Permeabilität: ASTM D 14-34

[0035] Die Erfindung wird in den folgenden Beispielen näher erläutert.

Beschreibung von Bestandteilen und allgemeiner Mischvorschrift:

Hi-Sil 233 – Siliciumdioxid von PPG.

Sunpar 2280 – Paraffinöl von Sun Oil.

[0036] Pro-Cote® 5000 ist ein niedermolekulares, chemisch modifiziertes Sojapolymer, das als multifunktionelles Beschichtungsadditiv und Bindemittel konzipiert ist. Es wird von Protein Technologies International, St. Louis, MO, USA, hergestellt.

[0037] Das bromierte Butylelastomer (Bayer Bromobutyl® 2030), Siliciumdioxid, Öl und ein Bindemittel wurden auf einem 6"x12"-Zweiwalzenmischwerk mit Walzengeschwindigkeiten von 24 und 32 U/min vermischt. Die Mischwerkswalze war auf 25°C eingestellt; die Gesamteinarbeitungszeit betrug 10 Minuten. Die gemischten Compounds wurden dann weitere 10 Minuten „wärmbehandelt“, wobei die Walzentemperatur 110°C betrug. Die Endtemperatur des Kautschuks betrug 125°C. Dann wurden der abgekühlten Probe mit dem Mischwerk bei 25°C Härter zugesetzt.

Beispiel 1

[0038] Eine Reihe von verschiedenen Additiven mit Hydroxylgruppen und Stickstoffatomen wurde mit 3 verschiedenen Silanadditiven, die in Elastomer-Siliciumdioxid-Compounds üblicherweise verwendet werden, verglichen. Als Kontrollprobe wurde auch ein Compound ohne Bindemittel hergestellt.

[0039] Die verwendeten Bindemittel waren:

- (i) 6-Aminocapronsäure;
- (ii) Asparaginsäure;
- (iii) Pro-Cote® 5000 (Sojaprotein)
- (iv) Triethanolamin;
- (v) 2-Amino-2-methyl-1-propanol;
- (vi) 3-Amino-1-propanol und
- (vii) Monoethanolamin.

[0040] Die drei zu Vergleichszwecken verwendeten üblichen Silane waren:

- (a) Aminopropyltriethoxysilan;
- (b) Si69, Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]tetrasulfan
[(C₂H₅O)₃Si-(CH₂)₃-S₄-(CH₂)₃-Si(OC₂H₅)₃] und
- (c) Silquest 1589, Bis[3-(triethoxysilyl)propyl]disulfan
[(C₂H₅O)₃Si-(CH₂)₃-S₂-(CH₂)₃-Si(OC₂H₅)₃].

[0041] Bromierter Isopren-Isobutylen-Kautschuk (BIIR) wurde auf einem 6"x12"-Mischwerk unter den oben beschriebenen Mischbedingungen mit dem Additiv, 60 Teilen pro hundert Teile Kautschuk (phr) Siliciumdioxid-Füllstoff und 10 phr Ölstreckmittel (Sunpar 2280) vermischt. Dann wurden auf einem kalten Mischwerk identische Härtungsbestandteile (1 phr Stearinsäure und Schwefel und 1,5 phr ZnO) zu jedem der Compounds gegeben. Die Compounds wurden dann entweder über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 10$ Minuten bei 170°C (für die DIN-Abriebprüfung) oder über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 5$ Minuten bei 170°C gehärtet und geprüft. Die Produktzusammensetzungen und die physikalischen Eigenschaften für drei übliche Silane und ein Compound ohne Füllstoffbindemittel sind in Tabelle 1 aufgeführt.

[0042] Die Daten in Tabelle 1 zeigen klar den Effekt des Zusatzes von Silanen zur Unterstützung der Dispergierung und Bindung des Füllstoffs in dem bromierten Butylelastomer. Das M300/M100-Verhältnis wird gemeinhin als relatives Maß für den Füllstoffverstärkungsgrad in einem Elastomercompound verwendet (je größer das Verhältnis, desto größer die Verstärkung). Der M300/M100-Wert für die Kontrolle (ohne Silan) beträgt 1,6 und liegt für Silane im Bereich von 5,4 bis 7,3.

[0043] Die Produktzusammensetzungen und physikalischen Eigenschaften für repräsentative Additive, die bei der Ausübung der vorliegenden Erfindung verwendet werden, sind in Tabelle 2 aufgeführt.

[0044] Die Daten in Tabelle 2 zeigen, daß die erfindungsgemäß Produkte M300/M100-Werte zwischen 2,4 und 7,0 aufweisen. Im Vergleich mit den Daten in Tabelle 1 zeigt dies, daß alle Additive in Tabelle 2 einen gewissen Verstärkungsgrad bereitstellen. Diese Verstärkung zeigt sich auch in [Fig. 1](#), einer Auftragung der Spannungs-Dehnungs-Daten.

[0045] Aus den DIN-Abriebprüfungsdaten geht hervor, daß die Additive den Verschleiß verbessern, wenn gleich die Probe ohne Bindemittel für die Prüfung zu weich war. Es ist auch bemerkenswert, daß durch 3-Amino-1-propanol und Monoethanolamin exemplifizierte bevorzugte Additive viel größere Werte für tan δ bei 60°C und viel kleinere Werte für den Verlustmodul bei 60°C zeigen als die anderen Additive.

Beispiel 2

[0046] In einem BIIR + Hi-Sil 233 enthaltenden Compound wurden Vergleiche für Mono-, Di- und Triethanolamin angestellt.

[0047] Bromierter Isopren-Isobutylen-Kautschuk (BIIR) wurde auf einem 6"x12"-Mischwerk unter den oben beschriebenen Mischbedingungen mit den verschiedenen Additiven und 60 phr Siliciumdioxid-Füllstoff (HiSil 233) vermischt. Dann wurden auf einem kalten Mischwerk identische Härtungsbestandteile, 1 phr Stearinsäure und Schwefel und 1,5 phr ZnO, zu jedem der Compounds gegeben. Die Compounds wurden dann entweder über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 10$ Minuten bei 170°C (für die DIN-Abriebprüfung) oder über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 5$ Minuten bei 170°C gehärtet und geprüft. Die Produktzusammensetzungen und die physikalischen Eigenschaften im Vergleich mit Aminopropyltriethoxysilan sind in Tabelle 3 aufgeführt.

[0048] Die M300/M100-Daten in Tabelle 3 zeigen, daß das primäre Amin bei der Dispergierung und Bindung des Füllstoffs an den BIIR besser ist als das sekundäre Amin, welches besser ist als das tertiäre Amin. Das Monoethanolamin hat auch den größten tan-δ-Wert bei 60°C und die kleinsten Werte für den Verlustmodul bei 60°C.

Beispiel 3

[0049] Zur Untersuchung des Effekts der Konzentration des Dispergier- und Bindemittels wurde die Konzentration von 3-Amino-1-propanol von 1,4 über 2,8 bis 4,5 phr variiert.

[0050] Bromierter Isopren-Isobutylen-Kautschuk (BIIR) wurde auf einem 6"x12"-Mischwerk unter den oben beschriebenen Mischbedingungen mit 3-Amino-1-propanol und 60 phr Siliciumdioxid-Füllstoff (HiSil 233) ver-

mischt. Dann wurden auf einem kalten Mischwerk identische Härtungsbestandteile, 1 phr Stearinsäure und Schwefel und 1,5 phr ZnO, zu jedem der Compounds gegeben. Die Compounds wurden dann entweder über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 10$ Minuten bei 170°C (für die DIN-Abriebprüfung) oder über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 5$ Minuten bei 170°C gehärtet und geprüft. Die Produktzusammensetzungen und die physikalischen Eigenchaften im Vergleich mit Aminopropyltriethoxysilan sind in Tabelle 4 aufgeführt.

[0051] Die Daten in Tabelle 4 zeigen, daß ein Gehalt von 2,8 phr besser ist als 1,4 oder 5,4 phr 3-Amino-1-propanol.

Beispiel 4

[0052] Zur Untersuchung des Effekts der Zahl von Methylengruppen (-CH₂-) zwischen der Amin- und der Alkoholfunktion wurden Monoethanolamin, 3-Amino-1-propanol und 5-Amino-1-pentanol mit der gleichen Äquivalenzzahl von Aminogruppen verglichen. Die Daten sind in Tabelle 5 aufgeführt.

[0053] Die Daten in Tabelle 5 zeigen schlechtere Eigenschaften für 5-Amino-1-pentanol im Vergleich zu Monoethanolamin und 3-Amino-1-propanol.

Beispiel 5

[0054] Zur Demonstration des Effekts auf Compounds mit Ruß als Füllstoff wurde bromierter Isopren-Isobutylen-Kautschuk (BIIR) auf einem 6"x12"-Mischwerk unter den oben beschriebenen Mischbedingungen mit 8 phr verschiedener Aminoalkohole und Aminosäuren und 50 phr Ruß (N234 von Degussa) vermischt. Dann wurden auf einem kalten Mischwerk als Härtungsbestandteile 1 phr Stearinsäure, 0,5 phr Schwefel, 1,3 phr Dibenzothiazyldisulfid (Vulkacit® DM) und 1,5 phr ZnO, zu jedem der Compounds gegeben. Die Compounds wurden dann über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 5$ Minuten bei 170°C gehärtet und geprüft, um den Effekt der Aminoalkohole/Aminosäuren auf die Spannung bei gegebener Dehnung zu ermitteln (siehe [Fig. 2](#): DIN 275 = Kontrolle, DIN 281 = 6-Aminocapronsäure, DIN 191 = 2-Amino-1-propanol; DIN 207 = 3-Amino-1-propanol).

Beispiel 6

[0055] Zur Demonstration des Effekts von Substituenten an den Aminoalkoholen in Compounds mit Siliciumdioxid als Füllstoff wurde bromierter Isopren-Isobutylen-Kautschuk (BIIR) auf einem 6"x12"-Mischwerk unter den oben beschriebenen Mischbedingungen mit 8 phr verschiedener Aminoalkohole und 60 phr Siliciumdioxid-Füllstoff (HiSil 233) vermischt. Dann wurden auf einem kalten Mischwerk identische Härtungsbestandteile, 1 phr Stearinsäure und Schwefel und 1,5 phr ZnO, zu jedem der Compounds gegeben. Die Compounds wurden dann über einen Zeitraum von $t_{c(90)} + 5$ Minuten bei 170°C gehärtet und geprüft, um den Effekt der Aminoalkohole auf die Spannung bei gegebener Dehnung zu ermitteln (siehe [Fig. 3](#): DMAE = N,N-Dimethylethanolamin, MEA = Ethanolamin, MEA(HCl) = Ethanol-HCl-Addukt, EAE = Ethylaminoethanol, MAE = Methylaminoethanol).

[0056] Die Beispiele mit den folgenden „Codes“ liegen außerhalb des Schutzbereichs der Ansprüche: 93, 95, 96, 100, 105, 106, 107, 108, 217, 219 und 220.

TABELLE 1

| | | | | |
|--|-----------------------------|------|------|------|
| CODE: 00CW | 96 | 106 | 105 | 93 |
| Additiv | (Kontrolle) | (c) | (b) | (a) |
| Additivmenge (phr) | 0 | 8,6 | 9,8 | 8 |
| SPANNUNG-DEHNUNG (SCHULTERSTÄBE, DIE C, Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei 23°C) | | | | |
| Shore-A2-Härte Inst. (Punkte) | 61 | 62 | 59 | 51 |
| Reißfestigkeit (MPa) | 6,6 | 16,2 | 16,9 | 15,2 |
| Reißdehnung (%) | 890 | 431 | 494 | 309 |
| Spannung bei 50 (MPa) | 0,89 | 1,13 | 1,03 | 0,95 |
| Spannung bei 100 (MPa) | 0,87 | 1,83 | 1,59 | 2 |
| Spannung bei 200 (MPa) | 1,01 | 4,8 | 4,23 | 6,89 |
| Spannung bei 300 (MPa) | 1,39 | 9,94 | 8,88 | 14,5 |
| M300/M100 | 1,6 | 5,43 | 5,58 | 7,3 |
| REIßVERSUCH, DIE C (Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei RT) | | | | |
| Reißfestigkeit (kN/cm) | 18,7 | 25,8 | 30,3 | 18,8 |
| DIN-ABRIEB (Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | | |
| Abrieb - Volumenverlust (mm³) | NR Proben- verformung | 235 | 198 | 230 |
| RSA II, Temperatursweep (2°C/min, 60 s Halten, 70 rad/s, Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | | |
| $\tan \delta$ bei 0°C | 0,32 | 0,65 | 0,66 | 0,77 |
| $\tan \delta$ bei +60°C | 0,10 | 0,16 | 0,16 | 0,11 |
| Verlustmodul bei +60°C | 1,90 | 0,79 | 0,63 | 0,45 |

| MDR-HÄRTUNGSKENNWERTE (1,7 Hz, 170°C, 3°-Bogen, 60 min) | | | | |
|---|------|------|------|------|
| MH (dN.m) | 22,8 | 34,5 | 32,8 | 38,4 |
| ML (dN.m) | 14,7 | 6,7 | 7,3 | 11,8 |
| ts1 (min) | 1,02 | 0,72 | 0,54 | 0,66 |
| ts2 (min) | 1,98 | 0,9 | 0,66 | 0,84 |
| t'10 (min) | 0,86 | 1,11 | 0,74 | 0,94 |
| t'50 (min) | 5,61 | 5,84 | 2,34 | 3,36 |
| t'90 (min) | 23,9 | 22,3 | 10,8 | 9,1 |
| t'95 (min) | 28,6 | 26,2 | 13,1 | 11,0 |

TABELLE 2

| CODE: 00CW | 100 | 107 | 95 | 108 | 98 | 99 | 101 |
|---|------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Additiv | (i) | (ii) | (iii) | (iv) | (v) | (vi) | (vii) |
| Additivmenge (phr) | 4,8 | 4,8 | 8 | 5,4 | 3,25 | 2,7 | 2,2 |
| SPANNUNG-DEHNUNG (SCHULTERSTÄBE, DIE C, Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei 23°C) | | | | | | | |
| Shore-A2-Härte | 61 | 60 | 58 | 62 | 64 | 54 | 50 |
| Inst. (Punkte) | | | | | | | |
| Reißfestigkeit (MPa) | 13,1 | 12,9 | 9,5 | 16,3 | 15,8 | 19,0 | 17,8 |
| Reißdehnung (%) | 853 | 856 | 702 | 768 | 807 | 453 | 395 |
| Spannung bei 50 (MPa) | 0,82 | 0,82 | 0,88 | 0,86 | 1,02 | 1,03 | 0,91 |
| Spannung bei 100 (MPa) | 0,94 | 0,94 | 1,04 | 1,09 | 1,27 | 1,9 | 1,76 |
| Spannung bei 200 (MPa) | 1,4 | 1,39 | 1,75 | 1,95 | 2,23 | 5,74 | 5,77 |
| Spannung bei 300 (MPa) | 2,28 | 2,32 | 2,99 | 3,27 | 3,96 | 11,48 | 12,27 |
| M300/M100 | 2,4 | 2,47 | 2,9 | 3,00 | 3,1 | 6,0 | 6,97 |
| REISSLVERSUCH, DIE C (Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei RT) | | | | | | | |
| Reißfestigkeit (kN/cm) | 48,3 | 56,0 | 27,0 | 51,9 | 55,2 | 29,5 | 25,0 |
| DIN-ABRIEB (Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | | | | | |
| Abrieb - | 615 | 210 | 651 | 543 | 422 | 262 | 423 |

| | | | | | | | |
|--|------|------|------|------|------|------|------|
| Volumenverlust (mm ³) | | | | | | | |
| RSA II, Temperatursweep (2°C/min, 60 s Halten, 70 rad/s, Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | | | | | |
| tan δ bei 0°C | 0,33 | 0,31 | 0,45 | 0,36 | 0,33 | 0,55 | 0,59 |
| tan δ bei +60°C | 0,13 | 0,13 | 0,14 | 0,11 | 0,11 | 0,10 | 0,11 |
| Verlustmodul bei +60°C | 2,23 | 2,36 | 1,42 | 2,27 | 1,60 | 0,86 | 0,77 |
| MDR-HÄRTUNGSKENNWERTE (1,7 Hz, 170°C, 3°-Bogen, 60 min) | | | | | | | |
| MH (dN.m) | 29,6 | 30,3 | 25,2 | 38,5 | 34,9 | 42,6 | 37,2 |
| ML (dN.m) | 12,1 | 11,8 | 12,4 | 9,3 | 9,0 | 10,4 | 9,0 |
| ts1 (min) | 0,72 | 0,66 | 0,96 | 0,6 | 0,9 | 0,48 | 0,66 |
| ts2 (min) | 0,96 | 0,9 | 1,38 | 0,72 | 1,2 | 0,6 | 0,84 |
| t'10 (min) | 0,85 | 0,84 | 1,05 | 0,82 | 1,37 | 0,71 | 0,95 |
| t'50 (min) | 3,08 | 3,13 | 5,47 | 2,55 | 5,38 | 3,08 | 4,26 |
| t'90 (min) | 9,6 | 9,6 | 26,4 | 8,5 | 14,6 | 9,5 | 12,3 |
| t'95 (min) | 12,0 | 12,3 | 32,8 | 11,3 | 17,5 | 12,0 | 14,9 |

TABELLE 3

| CODE: 00CW... | 217 | 218 | 219 | 220 |
|---|-------|-------|--------------------|------|
| Additiv | (a) | (vii) | Diethanol- amin | (iv) |
| Additivmenge (phr) | 8 | 2,2 | 3,9 | 5,4 |
| SPANNUNG-DEHNUNG (SCHULTERSTÄBE, DIE C, Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei 23°C) | | | | |
| Shore-A2-Härte | 57 | 58 | 67 | 70 |
| Inst. (Punkte) | | | | |
| Reißfestigkeit (MPa) | 16,5 | 18,5 | 20,1 | 17,6 |
| Reißdehnung (%) | 278 | 329 | 545 | 658 |
| Spannung bei 50 (MPa) | 1,17 | 1,3 | 1,37 | 1,17 |
| Spannung bei 100 (MPa) | 2,43 | 2,69 | 2,08 | 1,46 |
| Spannung bei 200 (MPa) | 8,75 | 8,5 | 5,21 | 2,94 |
| Spannung bei | 17,92 | 16,81 | 10,1 | 6 |

| | | | | |
|---|-------|-------|-------|-------|
| 300 (MPa) | | | | |
| 300M/100M | 7,4 | 6,2 | 4,9 | 4,1 |
| REIßVERSUCH, DIE C (Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei RT) | | | | |
| Reißfestigkeit (kN/cm) | 19,0 | 27,8 | 42,1 | 47,3 |
| DIN-ABRIEB (Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | | |
| Abrieb - Volumenverlust (mm³) | 113 | 90 | 138 | 145 |
| RSA II, Temperatursweep (2°C/min, 60 s Halten, 70 rad/s, Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | | |
| tan δ bei 0°C | 0,806 | 0,639 | 0,436 | 0,374 |
| tan δ bei +60°C | 0,109 | 0,105 | 0,096 | 0,085 |
| Verlustmodul bei +60°C | 0,397 | 1,040 | 1,928 | 2,309 |
| MDR-HÄRTUNGSKENNWERTE (1,7 Hz, 3°-Bogen, 60 min bei 170°C) | | | | |
| MH (dN.m) | 46,9 | 45,3 | 46,6 | 48,0 |
| ML (dN.m) | 16,3 | 12,3 | 10,8 | 12,8 |
| ts1 (min) | 0,6 | 0,48 | 0,66 | 0,96 |
| ts2 (min) | 0,78 | 0,54 | 0,9 | 1,26 |
| t'10 (min) | 0,88 | 0,65 | 1,16 | 1,64 |
| t'50 (min) | 2,81 | 2,59 | 4,8 | 5,44 |
| t'90 (min) | 7,5 | 7,63 | 13,09 | 12,63 |
| t'95 (min) | 9,16 | 9,48 | 15,94 | 14,9 |

TABELLE 4

| | | | |
|--|------|------|------|
| CODE: 00CW... | 221 | 222 | 223 |
| 3-Amino-1- propanol (phr) | 1,4 | 2,8 | 5,4 |
| SPANNUNG-DEHNUNG (SCHULTERSTÄBE, DIE C, Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei 23°C) | | | |
| Shore-A2-Härte | 60 | 58 | 79 |
| Inst. (Punkte) | | | |
| Reißfestigkeit (MPa) | 18,1 | 18,0 | 10,0 |
| Reißdehnung (%) | 402 | 319 | 202 |
| Spannung bei 50 | 1,37 | 1,24 | 2,42 |

| | | | |
|---|-------|-------|-------|
| (MPa) | | | |
| Spannung bei 100 (MPa) | 2,3 | 2,49 | 4,31 |
| Spannung bei 200 (MPa) | 6,2 | 8,14 | 9,83 |
| Spannung bei 300 (MPa) | 12,61 | 16,5 | |
| 300M/100M | 5,5 | 6,6 | |
| REIßVERSUCH, DIE C (Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei RT) | | | |
| Reißfestigkeit (kN/cm) | 32,6 | 25,6 | 30,2 |
| 200M/50M | 4,5 | 6,6 | 4,1 |
| DIN-ABRIEB (Härtung tc90 + 10 bei 170°C) | | | |
| Abrieb - Volumenverlust (mm³) | 135 | 109 | 298 |
| RSA II, Temperatursweep (2°C/min, 60 s Halten, 70 rad/s, Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | |
| tan δ bei 0°C | 0,591 | 0,644 | 0,407 |
| tan δ bei +60°C | 0,106 | 0,108 | 0,080 |
| Verlustmodul bei +60°C | 1,176 | 0,888 | 1,303 |
| MDR-HÄRTUNGSKENNWERTE (1,7 Hz, 3°-Bogen, 60 min bei 170°C) | | | |
| MH (dN.m) | 41,0 | 45,6 | 61,5 |
| ML (dN.m) | 10,1 | 13,3 | 26,2 |
| ts1 (min) | 0,72 | 0,48 | 0,42 |
| ts2 (min) | 0,84 | 0,6 | 0,48 |
| t'10 (min) | 1,01 | 0,69 | 0,58 |
| t'50 (min) | 4,12 | 2,4 | 1,8 |
| t'90 (min) | 11,4 | 6,66 | 5,44 |
| t'95 (min) | 13,91 | 8,28 | 6,7 |

TABELLE 5

| | | | |
|---------------|-------|------|--------------------|
| CODE: 00CW... | 218 | 222 | 224 |
| Additiv | (vii) | (vi) | 5-Amino-1-pentanol |
| Additivmenge | 2,2 | 2,8 | 3,8 |

| (phr) | | | |
|--|-------|------|-------|
| SPANNUNG-DEHNUNG (SCHULTERSTÄBE, DIE C, Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei 23°C) | | | |
| | | | |
| Shore-A2-Härte | 58 | 58 | 75 |
| Inst. (Punkte) | | | |
| Reißfestigkeit (MPa) | 18,5 | 18,0 | 14,6 |
| Reißdehnung (%) | 329 | 319 | 227 |
| Spannung bei 50 (MPa) | 1,3 | 1,24 | 2,03 |
| Spannung bei 100 (MPa) | 2,69 | 2,49 | 4,16 |
| Spannung bei 200 (MPa) | 8,5 | 8,14 | 12,05 |
| Spannung bei 300 (MPa) | 16,81 | 16,5 | |
| 300M/100M | 6,2 | 6,6 | |
| 200M/50M | 6,5 | 6,6 | 5,9 |
| REISSVERSUCH, DIE C (Härtung tc90 + 5 bei 170°C, Prüfung bei RT) | | | |
| Reißfestigkeit (kN/cm) | 27,8 | 25,6 | 24,9 |
| DIN-ABRIEB (Härtung tc90 + 10 bei 170°C) | | | |
| Abrieb - Volumenverlust (mm³) | 90 | 109 | 173 |
| RSA II, Temperatursweep (2°C/min, 60 s Halten, 70 rad/s, Härtung tc90 + 5 bei 170°C) | | | |
| tan δ bei 0°C | 0,64 | 0,64 | 0,49 |
| tan δ bei +60°C | 0,10 | 0,11 | 0,09 |
| Verlustmodul bei +60°C | 1,04 | 0,89 | 0,99 |
| MDR-HÄRTUNGSKENNWERTE (1,7 Hz, 3°-Bogen, 60 min bei 170°C) | | | |
| MH (dN.m) | 45,3 | 45,6 | 56,7 |
| ML (dN.m) | 12,3 | 13,3 | 21,4 |
| ts1 (min) | 0,48 | 0,48 | 0,42 |
| ts2 (min) | 0,54 | 0,6 | 0,54 |
| t'10 (min) | 0,65 | 0,69 | 0,59 |
| t'50 (min) | 2,59 | 2,4 | 1,78 |

| | | | |
|------------|------|------|------|
| t'90 (min) | 7,63 | 6,66 | 5,72 |
| t'95 (min) | 9,48 | 8,28 | 7,42 |

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines gefüllten Halogenbutylelastomers, bei dem man ein Halogenbutylelastomer, Füllstoffteilchen und Aminoalkohole der Formel HO-A-NH₂, worin A für eine C₁- bis C₂₀-Alkylengruppe, die linear oder verzweigt sein kann, steht, vermischt und das erhaltene gefüllte Halogenbutylelastomer härtet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem A für eine C₁- bis C₄-Alkylengruppe steht.
3. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die verwendete Aminoalkoholmenge zu einem Stickstoffgehalt in dem Elastomer von 0,1 bis 5 Teilen pro hundert Teile Elastomer führt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die verwendete Aminoalkoholmenge zu einem Stickstoffgehalt in dem Elastomer von 0,125 bis 1 Teilen pro hundert Teile Elastomer führt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem es sich bei dem Füllstoff um Siliciumdioxid oder Ruß oder eine Mischung davon handelt.
6. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem man das gefüllte Halogenbutylelastomer vor der Härtung mit einem anderen Elastomer oder einer elastomeren Masse vermischt.
7. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem man das gefüllte Halogenbutylelastomer mit 0,3 bis 2,0 Gewichtsteilen Schwefel härtet.
8. Gemäß Anspruch 1 hergestellte gefüllte, gehärtete Elastomerzusammensetzung in Form einer Lauffläche für einen Fahrzeugreifen.
9. Gemäß Anspruch 1 hergestellte gefüllte, gehärtete Elastomerzusammensetzung in Form eines Innerliners für einen Fahrzeugreifen.

Es folgen 4 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

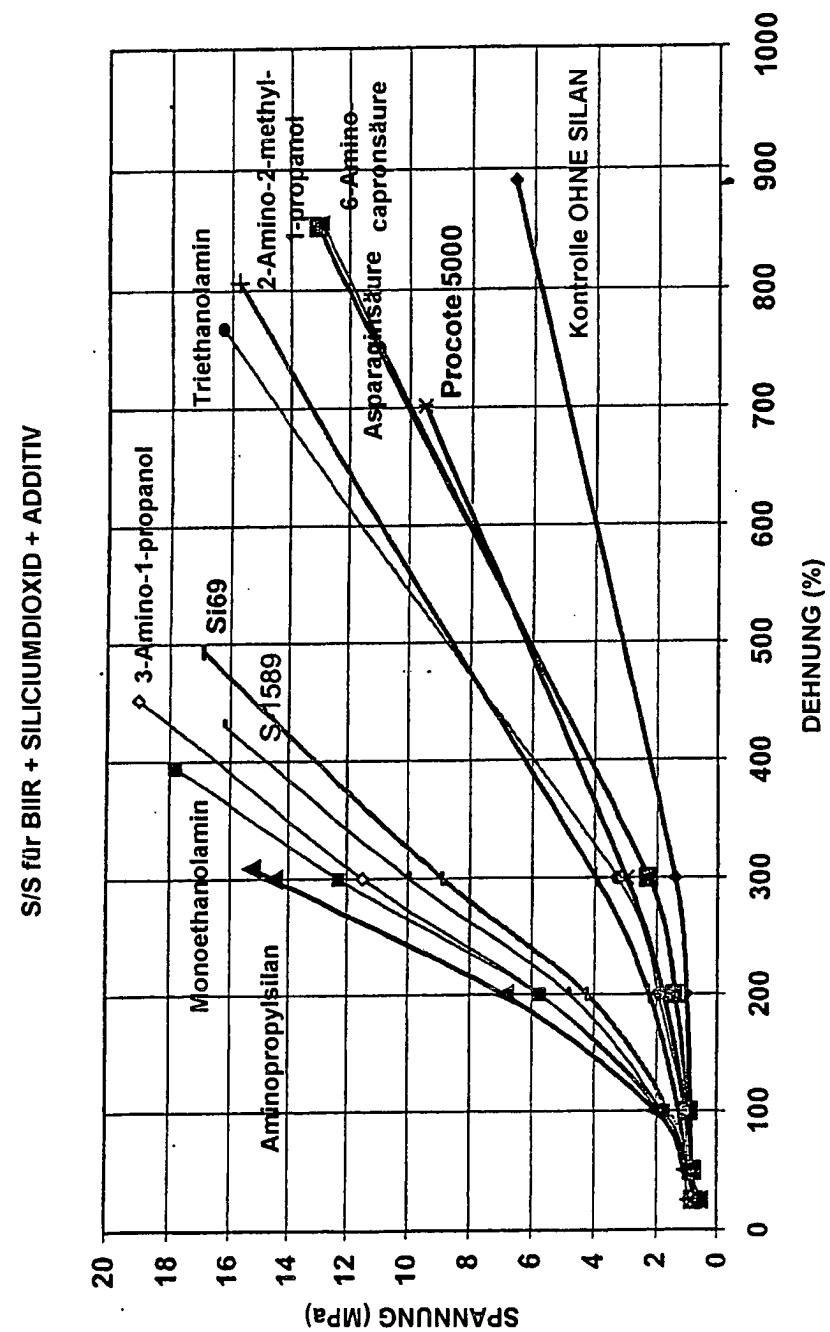
Fig.1

Fig. 2

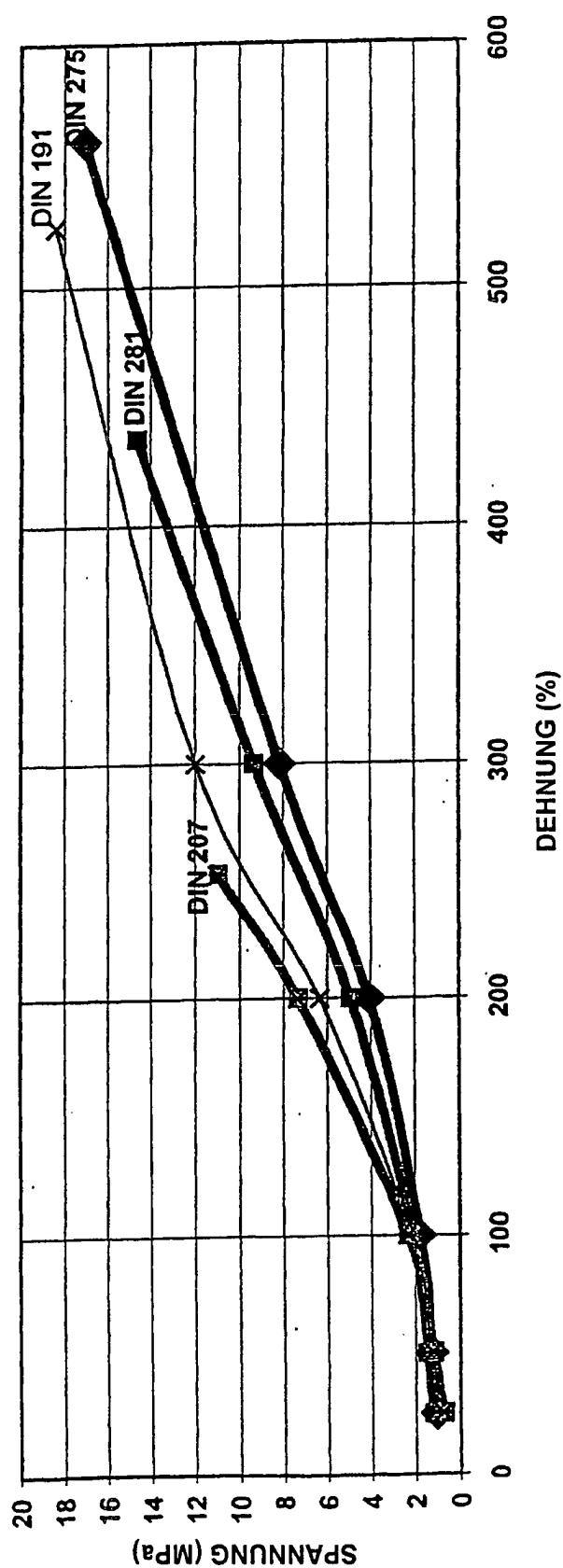


Fig. 3

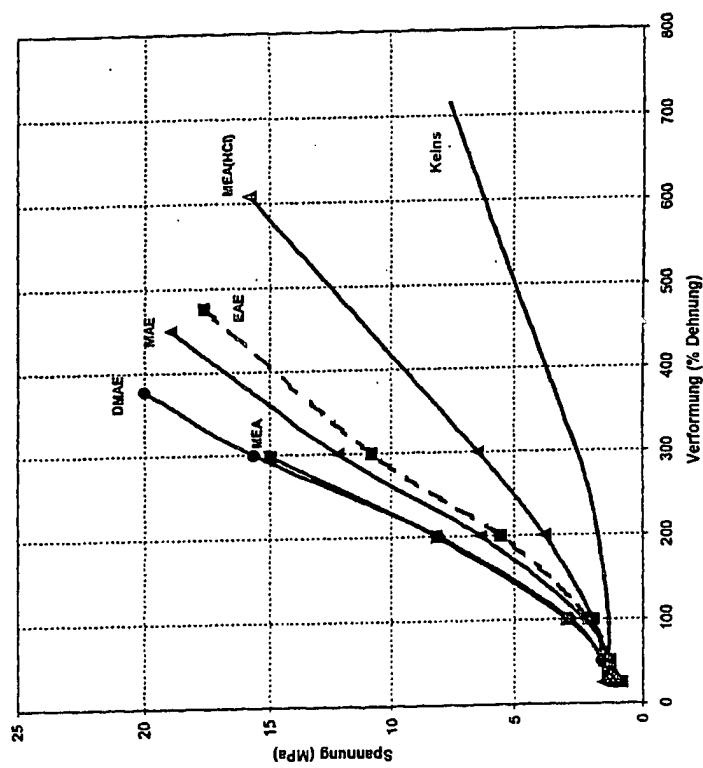


Fig. 4

