

Verwendung von Di(2-ethylhexyl)terephthalat (DEHT) in verschäumbaren PVC-Formulierungen

Gegenstand der Erfindung ist eine schäumbare Zusammensetzung enthaltend mindestens ein Polymer ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinylbutyrat, Polyalkyl(meth)acrylat und Copolymeren davon, einen Schaumbildner und/oder Schaumstabilisator und Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) als Weichmacher.

Polyvinylchlorid (PVC) ist eines der wirtschaftlich bedeutendsten Polymere und wird sowohl als Hart-PVC wie auch als Weich-PVC in vielfältigen Anwendungen eingesetzt. Wichtige Anwendungsbereiche sind beispielsweise Kabelummantelungen, Fußbodenbeläge, Tapeten sowie Rahmen für Kunststofffenster. Zur Erhöhung der Elastizität werden dem PVC Weichmacher zugesetzt. Zu diesen üblichen Weichmachern gehören beispielsweise Phthalsäureester wie Di-2-ethylhexylphthalat (DEHP), Diisononylphthalat (DINP) und Diisodecylphthalat (DIDP).

In vielen PVC-Artikeln ist es üblich, durch Aufbringen von Schaumschichten das Gewicht der Produkte und somit auch die Kosten auf Grund des geringeren Materialeinsatzes zu reduzieren. Für den Anwender kann ein geschäumtes Produkt, beispielsweise bei Fußbodenbelägen, den Vorteil einer besseren Trittschalldämmung mit sich bringen. Die Güte der Verschäumung ist innerhalb der Formulierung von vielen Komponenten abhängig, neben Art und Menge des Schaumbildners spielen auch der verwendete PVC-Typ und der Weichmacher eine wichtige Rolle. So ist bekannt, dass besonders dann eine gute Verschäumung erreicht werden kann, wenn gut gelierende Weichmacher (sog. Schnellgelierer) wie BBP (Benzyl-butyl-phthalat) zumindest anteilig in der Rezeptur verwendet werden. In vielen Fällen ist jedoch die alleinige Verwendung von DINP auch aus Kostengründen etabliert.

Im Zusammenhang mit der Diskussion um ortho-Phthalate im Kinderspielzeug sind verschiedene gesetzliche Maßnahmen zur Regulierung dieser Stoffgruppe erlassen wor-

den, und eine weitere Verschärfung ist prinzipiell nicht auszuschließen. Somit arbeitet die Industrie intensiv an der Entwicklung neuer ortho-Phthalat freier Weichmacher, die toxikologisch unbedenklich sind und auch in ihren technischen Eigenschaften den Phthalaten ebenbürtig sind. So sind in neuerer Zeit Terephthalsäureester wie beispielsweise Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) oder Cyclohexansäureester wie Diisoo-
5 nonyl-1,2-cyclohexandicarbonsäureester (DINCH) als mögliche Alternativen diskutiert worden.

Die EP 1 505 104 beschreibt eine schäumbare Zusammensetzung, die als Weichma-
10 cher Benzoessäureisononylester enthält. Die Verwendung von Benzoessäureisonony-
lestern als Weichmacher hat jedoch den erheblichen Nachteil, dass Benzoessäureisono-
nylester sehr flüchtig sind und daher während der Verarbeitung und auch mit zuneh-
mender Lager- und Benutzungszeit aus dem Polymer entweichen. Dies liefert insbe-
sondere bei Anwendungen beispielsweise in Innenräumen erhebliche Probleme. Es
15 werden daher im Stand der Technik die Benzoessäureisononylester häufig als Weich-
macherbeimischungen mit üblichen anderen Weichmachern verwendet wie beispiels-
weise Phthalsäureestern. Benzoessäureisononylester werden weiterhin auch als
Schnellgelierer verwendet. Weiterhin würde die Verwendung von Schnellgelierern wie
BBP oder auch Benzoessäureisononylester einen zu starken Anstieg der Viskosität des
20 entsprechenden Plastisols mit der Zeit verursachen.

Als weitere Weichmacher sind im Stand der Technik auch gewisse Terephthalsäuralky-
lester für den Einsatz in PVC bekannt. So beschreibt die EP 1 808 457 A1 den Einsatz
von Terephthalsäuredialkylestern, die dadurch gekennzeichnet sind, dass die Alkylreste
25 eine längste Kohlenstoffkette von zumindest vier Kohlenstoffatomen aufweisen und eine
Gesamtzahl an Kohlenstoffatomen pro Alkylrest von fünf aufweisen. Es wird angege-
ben, dass Terephthalsäureester mit vier bis fünf C-Atomen in der längsten Kohlenstoff-
kette des Alkohols als schnellgelierende Weichmacher für PVC gut geeignet sind. Es
wird auch beschrieben, dass dies insbesondere überraschend war, da vorher im Stand
30 der Technik solche Terephthalsäureester mit PVC als unverträglich angesehen wurden.
Die Druckschrift gibt weiterhin an, dass die Terephthalsäuredialkylester auch in che-

misch oder mechanisch geschäumten Schichten oder in Kompaktschichten bzw. Grundierungen eingesetzt werden können. Aber auch diese Weichmacher sind als relativ flüchtige Schnellgelierer zu klassifizieren, so dass die o.g. Probleme prinzipiell weiter bestehen.

5

Das bereits oben erwähnte Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) ist seit Jahrzehnten als Weichmacher für PVC und andere Polymere bekannt. Anwendungstechnische Daten zu diesem Produkt sind in zahlreichen Veröffentlichungen, insbesondere auch in Form von Konferenzberichten und Präsentationen beschrieben. Hier seien beispielhaft die Veröffentlichung von Don Beeler („Terephthalate esters, a new class of plasticizers for poly(vinyl chloride“) in Technical Papers - Society of Plastics Engineers (1976), 22 613-15, sowie die Präsentation von M. Stimpson und M. Holt auf der PVC Formulation-Konferenz im März 2009 in Köln mit dem Titel „DEHT: an Alternative to ortho-Phthalates in flexible PVC Compound Applications“ genannt. Hier wurde beispielsweise auch auf 15 die im Vergleich zu DINP geringere Gelierfähigkeit des DEHT hingewiesen. Auch auf zahlreichen weiteren Konferenzen wurden Versuchsergebnisse zu diesem Produkt vorgestellt. Angaben über die Eignung in DEHT als Weichmacher für oder in schäumbaren Zusammensetzungen sind bisher jedoch nicht bekannt.

20 Es ist jedoch davon auszugehen, dass sich das schlechtere Gelierverhalten von DEHT im Vergleich zu DINP negativ auf die Verschäumbarkeit, d.h. die prozentuale Aufschäumung pro Zeiteinheit bei gegebener Temperatur auswirken wird. Dies ist auch aus einer Aussage in dem bekannten Fachbuch „Handbook of Vinyl Formulating“, Second Edition, Verlag John Wiley (ISBN 978-0-471-71046-2), S. 384, zu schließen, dass nämlich („...with slower fusing plasticizers..., it may be necessary to... run at higher oven 25 temperatures“) schlechter gelierende Weichmacher für Verschäumungen höhere Temperaturen benötigen. Höhere Temperaturen allerdings sind für den Verarbeiter nachteilig, da zum einen die Energiekosten steigen und zum anderen das Produkt durch thermisches Altern verfärbt wird.

30

Somit besteht die Aufgabe der Erfindung darin, solche Weichmacher zu identifizieren, die auch ohne die Verwendung von Schnellgelierern Verschäumungseigenschaften zeigen, die denen des DINP ebenbürtig sind und die daher die oben genannten Schwierigkeiten des schnelleren Viskositätsanstiegs der entsprechenden Plastisole mit der Zeit
5 (Lagerstabilität) und die deutlich höhere Flüchtigkeit nicht mehr zeigen. Gleichermäßen sollten auch diese Plastisole gut verarbeitbar sein, d.h. eine Viskosität zeigen, die ähnlich der des derzeitigen Standards DINP liegt, weil sonst wieder durch vermehrte Zugabe von Verdünnern die Viskosität des Plastisols eingestellt und danach der Verdünner bei der Verarbeitung wieder thermisch ausgetrieben werden müsste, was ökonomisch
10 und ökologisch nachteilig ist.

Diese technische Aufgabe wird gelöst durch eine schäumbare Zusammensetzung enthaltend mindestens ein Polymer ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinylbutyrat, Polyalkyl(meth)acrylat und Copolymeren
15 davon, einem Schaumbildner und/oder Schaumstabilisator und Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) als Weichmacher.

Völlig überraschend wurde gefunden, dass Zusammensetzungen, die Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) und einen Schaumbildner oder einen Schaumstabilisator
20 enthalten, zur Herstellung von Schäumen oder geschäumten Schichten geeignet sind, die gegenüber entsprechenden DINP haltigen Zusammensetzungen bei gleicher Temperatur und Verweilzeit deutlich stärkeres Expansionsverhalten zeigen, obwohl die Geliergeschwindigkeit herabgesetzt ist. Hierdurch ist es möglich, entweder die Verarbeitungstemperatur abzusenken oder bei der gleichen Temperatur die Verweilzeit im Ofen
25 abzusenken, was zu einem höheren und somit für den Verarbeiter vorteilhaften Produktausstoß pro Zeiteinheit führt. Dies ist insofern überraschend, als dies im Widerspruch zur gängigen Lehrbuchmeinung (z.B. „Handbook of Vinyl Formulating“, Second Edition, Verlag John Wiley (ISBN 978-0-471-71046-2), Seite 384) steht, dass besser gelierende Weichmacher auch zu höheren Expansionsraten bei der Verschäumung füh-
30 ren.

Ein weiterer Vorteil ist es, dass die schäumbaren Zusammensetzungen bei niedrigeren Temperaturen verarbeitet werden können und daher auch einen deutlich geringeren Gelbwert zeigen. Auch bei gleicher Verarbeitungstemperatur ist der Gelbwert der entsprechenden Schaumfolien aus den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen geringer
5 als der einer entsprechenden DINP-Rezeptur, so dass hier weniger Weißpigment zur Kaschierung der Gelbfärbung eingesetzt werden kann.

Weiterhin ist festzustellen, dass Di-2-ethylhexylterephthalat gemäß der Erfindung deutlich weniger flüchtig ist als Benzoessäureisononylester, die im Stand der Technik in
10 schäumbaren Zusammensetzungen verwendet werden. Durch die Möglichkeit des Verzichts auf – in der Regel – flüchtige Schnellgelierer wird auch der Einsatz für Anwendungen in Innenräumen erleichtert, da die Weichmacher aus der erfindungsgemäßen Zusammensetzung weniger flüchtig sind und weniger stark aus dem Kunststoff entweichen.

15 Mindestens ein Polymer, das in der schäumbaren Zusammensetzung enthalten ist, ist ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinylbutyrat, Polyalkyl(meth)acrylat und Copolymeren davon.

20 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann das Polymer ein Copolymer von Vinylchlorid mit einem oder mehreren Monomeren ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Vinylidenchlorid, Vinylbutyrat, Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat oder Butyl(meth)acrylat sein.

25 In bevorzugter Weise ist die Menge an Diisononyl-1,2-cyclohexandicarbonsäure-ester in der schäumbaren Zusammensetzung 5 bis 150 Massenteile, bevorzugt 10 bis 100 Massenteile, besonders bevorzugt 10 bis 80 Massenteile und ganz besonders bevorzugt 15 bis 90 Massenteile pro 100 Massenteile Polymer.

30 In der schäumbaren Zusammensetzung können gegebenenfalls weitere zusätzliche Weichmacher, ausgenommen Di-2-ethylhexylterephthalat, enthalten sein.

Die Solvatations- und/oder Gelierfähigkeit der zusätzlichen Weichmacher können hierbei höher, gleich oder niedriger sein als die der erfindungsgemäßen Di-2-ethylhexylterephthalate. Das Massenverhältnis der eingesetzten zusätzlichen Weichmacher zu den eingesetzten erfindungsgemäßen Di-2-ethylhexylterephthalaten liegt insbesondere zwischen 1:10 und 10:1, bevorzugt zwischen 1:10 und 8:1, besonders bevorzugt zwischen 1:10 und 5:1 und insbesondere bevorzugt zwischen 1:10 und 1:1.

Insbesondere handelt es sich bei den zusätzlichen Weichmachern um Ester der ortho-Phthalsäure, der Isophthalsäure, der Terephthalsäure (ausgenommen Di-2-ethylhexylterephthalat), der Cyclohexandicarbonsäure, der Trimellitsäure, der Zitronensäure, der Benzoesäure, der Isononansäure, der 2-Ethylhexansäure, der Octansäure, der 3,5,5-Trimethylhexansäure und/oder um Ester des Butanol, Pentanol, Octanol, 2-Ethylhexanol, Isononanol, Decanol, Dodecanol, Tridecanol, Glycerin und/oder Isosorbid sowie deren Derivate und Mischungen. Bevorzugt können Zitronensäureester wie beispielsweise Acetyl-tributyl-citrat oder Benzoate verwendet werden.

Grundsätzlich kann die schäumbare Zusammensetzung chemisch oder mechanisch aufgeschäumt werden. Hierbei wird unter einem chemischen Aufschäumen verstanden, dass die schäumbare Zusammensetzung einen Schaumbildner enthält, der durch thermischen Zerfall bei höherer Temperatur gasförmige Komponenten bildet, die dann das Aufschäumen bewirken.

Es ist daher weiterhin bevorzugt, dass die schäumbare Zusammensetzung gemäß der Erfindung einen Schaumbildner enthält. Dieser Schaumbildner kann eine Gasblasen entwickelnde Verbindung, die optional einen Kicker enthält, sein. Als solche Kicker werden Metallverbindungen bezeichnet, die den thermischen Zerfall der Gasblasen entwickelnden Komponente katalysieren und dazu führen, dass der Schaumbildner unter Gasentwicklung zerfällt und die schäumbare Zusammensetzung aufgeschäumt wird. Schaumbildner werden auch als Treibmittel bezeichnet. Als Gasblasen entwickelnde Komponente wird vorzugsweise eine Verbindung verwendet, die unter Wärmeeinfluss in

gasförmige Bestandteile zerfällt und damit ein Aufblähen der Zusammensetzung bewirkt. Ein typischer Vertreter solcher Verbindungen ist z. B. Azodicarbonamid, welches beim thermischen Zerfall überwiegend N_2 und CO freisetzt. Die Zerfallstemperatur des Treibmittels kann durch den Kicker verringert werden.

5

Ein weiteres einsetzbares Treibmittel ist p,p'-Oxybis(benzolsulfonhydrazid), auch OBSH genannt. Dieses zeichnet sich durch eine im Vergleich zu Azodicarbonamid niedrigere Zersetzungstemperatur aus. Weitere Informationen zu Treibmitteln können dem „Handbook of Vinyl Formulating“, Second Edition, Verlag John Wiley (ISBN 978-0-471-71046-2), Seiten 379 ff entnommen werden. Besonders bevorzugt handelt es sich bei dem Treibmittel um Azodicarbonamid.

10

Im Gegensatz zum chemischen Aufschäumen wird beim mechanischen Aufschäumen der Schaum dadurch hergestellt, dass ein Gas, bevorzugt Luft, durch starkes Rühren, ähnlich dem Herstellen von Schlagsahne, in die Zusammensetzung eingetragen wird (sog. Schlagschaum). Der Schaum wird dann beispielsweise auf einen Träger aufgetragen und danach durch die hohe Verarbeitungstemperatur fixiert. Um den Zerfall der Schaumblasen mit der Zeit zu verhindern, werden bevorzugt in mechanischen Schäumen Schaumstabilisatoren eingesetzt. Als Schaumstabilisatoren können handelsübliche Schaumstabilisatoren in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung vorhanden sein. Solche Schaumstabilisatoren können z.B. auf Silikon oder Seife basieren und werden z.B. unter den Markennamen BYK (Fa. Byk-Chemie) angeboten. Diese werden in Mengen von 1 bis 10, bevorzugt 1 bis 8, besonders bevorzugt 2 bis 4 Massenteilen pro 100 Massenteilen Polymer eingesetzt. Weitere Details zu einsetzbaren Schaumstabilisatoren (z. B. Calciumdodecylbenzolsulfonat) werden beispielsweise in der DE 10026234 C1 genannt.

20

25

Grundsätzlich kann es sich bei den erfindungsgemäßen schäumbaren Zusammensetzungen beispielsweise um Plastisole handeln, die durch Mischen von Emulsions- oder Mikrosuspensions-PVC mit flüssigen Komponenten wie Weichmachern hergestellt werden können.

30

Es ist weiterhin bevorzugt, dass die schäumbare Zusammensetzung ein Emulsions-PVC enthält. Ganz besonders bevorzugt weist die erfindungsgemäße schäumbare Zusammensetzung ein Emulsions-PVC auf, das ein Molekulargewicht angegeben als K-Wert (Fikentscher Konstante) von 60 bis 95 und besonders bevorzugt von 65 bis 90 aufweist.

Die schäumbare Zusammensetzung kann weiterhin bevorzugt zusätzliche Additive enthalten, die insbesondere ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Füllstoffen, Pigmenten, Thermostabilisatoren, Antioxidantien, Viskositätsregulierer, (weitere) Schaumstabilisatoren, Flammschutzmittel, Haftvermittler und Gleitmittel.

Die Thermostabilisatoren neutralisieren u. a. während und/oder nach der Verarbeitung des PVCs abgespaltene Salzsäure und verhindern einen thermischen Abbau des Polymeren. Als Thermostabilisatoren kommen alle üblichen PVC-Stabilisatoren in fester und flüssiger Form in Betracht, beispielsweise auf Basis von Ca/Zn, Ba/Zn, Pb, Sn oder organischer Verbindungen (OBS), sowie auch säurebindende Schichtsilikate wie Hydrotalcit. Die erfindungsgemäßen Gemische können einen Gehalt von 0,5 bis 10, bevorzugt 1 bis 5, besonders bevorzugt von 1,5 bis 4 Massenteilen pro 100 Massenteile Polymer an Thermostabilisatoren aufweisen.

Als Pigmente können im Rahmen der vorliegenden Erfindung sowohl anorganische als auch organische Pigmente eingesetzt werden. Der Gehalt an Pigmenten liegt zwischen 0,01 bis 10 Massen-%, bevorzugt 0,05 bis 5 Massen-%, besonders bevorzugt 0,1 bis 3 Massen-% pro 100 Massenteile Polymer. Beispiele für anorganische Pigmente sind CdS, CoO/Al₂O₃, Cr₂O₃. Bekannte organische Pigmente sind beispielsweise Azofarbstoffe, Phthalocyaninpigmente, Dioxazinpigmente sowie Anilinpigmente.

Als viskositätssenkende Reagenzien können aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe aber auch Carbonsäurederivate wie beispielsweise das als TXIB (Fa. Eastman) bekannte 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiol-diisobutyrat eingesetzt werden. Letz-

teres lässt sich auch auf Grund ähnlicher Eigenviskosität sehr leicht durch Benzoesäureisononylester substituieren. Bedingt durch die ähnliche Viskosität von Plastisolen auf Basis der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ist der zusätzliche Verbrauch an viskositätssenkenden Reagenzien eher gering. Viskositätssenkende Reagenzien werden
5 in Anteilen von 0,5 bis 30, bevorzugt 1 bis 20, besonders bevorzugt 2 bis 15 Massenteilen pro 100 Massenteile Polymer zugegeben. Spezielle, die Viskosität absenkende Additive werden beispielsweise unter dem Handelsnamen Viskobyk (Fa. Byk-Chemie) angeboten.

- 10 Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Anmeldung ist die Verwendung der schäumbaren Zusammensetzung für Fußbodenbeläge, Tapeten oder Kunstleder. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Fußbodenbelag enthaltend die schäumbare erfindungsgemäße Zusammensetzung, eine Wandtapete enthaltend die schäumbare erfindungsgemäße Zusammensetzung oder Kunstleder enthaltend die schäumbare erfindungsgemäße Zusammensetzung.
15

Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) wird technisch entweder durch Umestern von Dimethylterephthalat mit dem großvolumigen Oxo-Alkohol 2-Ethylhexanol oder durch Verestern von Terephthalsäure mit diesem Alkohol hergestellt. Eine weitere Herstellmöglichkeit bietet auch die Umsetzung von PET-Recyclingmaterial mit 2-Ethylhexanol. Ent-
20 sprechende Herstellverfahren sind beispielsweise in WO 2008094396, US 2007038001 oder in Huagong Jinzhan (2008), 27(1), 143-146, beschrieben. DEHT ist kommerziell beispielsweise erhältlich bei dem amerikanischen Hersteller Eastman Chemical unter der Bezeichnung Eastman 168.

- 25 Die Herstellung der erfindungsgemäßen schäumbaren Zusammensetzung kann auf verschiedene Weisen erfolgen. In der Regel wird jedoch die Zusammensetzung durch intensives Mischen aller Komponenten in einem geeigneten Mischbehälter hergestellt. Hierbei werden die Komponenten bevorzugt nacheinander zugegeben (siehe auch E. J. Wickson, „Handbook of PVC Formulating“, John Wiley and Sons, 1993, S. 727).
30

Die erfindungsgemäße schäumbare Zusammensetzung kann zur Herstellung von geschäumten Formkörpern, die zumindest ein Polymer ausgewählt aus der Gruppe Polyvinylchlorid oder Polyvinylidenchlorid oder Copolymere davon enthalten, eingesetzt werden.

5

Als solche geschäumte Produkte sind beispielsweise Kunstleder, Fußböden oder Wandtapeten zu nennen, insbesondere die Verwendung der geschäumten Produkte in Cushion-Vinylfußböden und Tapeten.

- 10 Die geschäumten Produkte aus der schäumbaren Zusammensetzung gemäß der Erfindung werden so hergestellt, dass zunächst die schäumbare Zusammensetzung auf einen Träger oder eine weitere Polymerschicht aufgebracht wird und die Zusammensetzung vor oder nach dem Aufbringen geschäumt wird und die aufgebrachte und / oder geschäumte Zusammensetzung abschließend thermisch verarbeitet wird.

15

Im Unterschied zum mechanischen Schaum wird bei chemischen Schäumen der Schaum erst bei der Verarbeitung, in der Regel in einem Gelierkanal, gebildet, d. h., dass die noch ungeschäumte Zusammensetzung auf den Träger, bevorzugt durch Aufstreichen, aufgebracht wird. Bei dieser Ausführungsart des Verfahrens kann eine Profilierung des Schaums durch selektive Auftragung von Inhibitorlösungen, beispielsweise über eine Rotationssiebdruckanlage, erreicht werden. An den Stellen, auf denen die Inhibitorlösung aufgetragen wurde, findet die Expansion des Plastisols während der Verarbeitung entweder überhaupt nicht oder nur verzögert statt. In der Praxis wird die chemische Verschäumung gegenüber der mechanischen in deutlich stärkerem Masse eingesetzt. Weitere Informationen über das chemische und mechanische Schäumen können z.B. E.J. Wickson, "Handbook of PVC Formulating", 1993, John Wiley & Sons, entnommen werden. Gegebenenfalls kann auch im Anschluss durch das sogenannte mechanische Prägen bspw. mittels einer Prägewalze eine Profilgebung erreicht werden.

20

- 25 Bei beiden Verfahren können als Träger solche Materialien verwendet werden, die mit dem hergestellten Schaum fest verbunden bleiben, wie z.B. Gewebe- oder Vliesbah-

30

nen. Ebenso können die Träger aber auch nur temporäre Träger sein, von denen die hergestellten Schäume als Schaumschichten wieder entfernt werden können. Solche Träger können z.B. Metallbänder oder Release-Papier (Duplex-Papier) sein. Ebenfalls kann eine weitere, ggf. schon ganz oder teilweise (= vorgelierte) ausgelierte Polymer-
5 schicht als Träger fungieren. Dies wird insbesondere bei CV-Fußböden praktiziert, die aus mehreren Schichten aufgebaut sind.

Die abschließende thermische Verarbeitung erfolgt in beiden Fällen in einem sogenannten Gelierkanal, in der Regel ein Ofen, der von der auf dem Träger aufgebrachten
10 Schicht aus der erfindungsgemäßen Zusammensetzung durchlaufen wird oder in den der mit der Schicht versehene Träger kurzzeitig eingeführt wird. Die abschließende thermische Verarbeitung dient der „Verfestigung“ der geschäumten Schicht. Bei der chemischen Verschäumung kann der Gelierkanal mit einer Vorrichtung, die zur Erzeugung des Schaums dient, kombiniert werden. So ist es z.B. möglich, nur einen Gelier-
15 kanal zu verwenden, bei dem im vorderen Teil bei einer ersten Temperatur durch Zersetzung einer Gas bildenden Komponente chemisch der Schaum erzeugt wird und dieser Schaum im hinteren Teil des Gelierkanals bei einer zweiten Temperatur, die vorzugsweise höher als die erste Temperatur ist, ins Halbzeug oder Endprodukt überführt wird. Je nach Zusammensetzung ist es außerdem möglich, dass Gelierung und
20 Schaumbildung zeitgleich bei einer einzigen Temperatur erfolgen. Typische Verarbeitungstemperaturen (Geliertemperaturen) liegen im Bereich von 130 bis 280 °C, vorzugsweise im Bereich von 150 bis 250 °C. Die Gelierung erfolgt vorzugsweise so, dass die geschäumte Zusammensetzung bei den genannten Geliertemperaturen für eine Dauer von 0,5 bis 5 Minuten, vorzugsweise für eine Dauer von 0,5 bis 3 Minuten be-
25 handelt wird. Die Dauer der Temperaturbehandlung kann dabei bei kontinuierlich arbeitenden Verfahren durch die Länge des Gelierkanals und die Geschwindigkeit, mit der der den Schaum aufweisende Träger durch diesen hindurch läuft, eingestellt werden. Typische Schaumbildungstemperaturen (chemischer Schaum) liegen im Bereich von 160 bis 240 °C, bevorzugt 180 bis 220 °C.

Bei mehrschichtigen Systemen werden in der Regel die einzelnen Schichten zuerst durch eine sogenannte Vorgelierung des aufgetragenen Plastisols bei einer Temperatur, die unter der Zersetzungstemperatur des Treibmittels liegt, in ihrer Form fixiert, danach können weitere Schichten (zum Beispiel eine Deckschicht) aufgetragen werden.

- 5 Wenn alle Schichten aufgetragen sind, wird bei einer höheren Temperatur die Gelierung - und im Falle der chemischen Verschäumung auch die Schaumbildung - durchgeführt. Durch diese Verfahrensweise kann die gewünschte Profilierung auch an die Deckschicht übertragen werden.
- 10 Die erfindungsgemäßen schäumbaren Zusammensetzungen haben gegenüber dem Stand der Technik den Vorteil, dass sie entweder bei gleichen Temperaturen schneller oder alternativ bei tieferen Temperaturen verarbeitet werden können und damit die Effizienz des Herstellungsprozesses der PVC-Schäume erheblich verbessert wird. Weiterhin sind die im PVC-Schaum verwendeten Weichmacher weniger flüchtig als beispielsweise die im Stand der Technik erwähnten Benzoessäureisononylester und damit ist der
- 15 PVC-Schaum insbesondere auch für Innenraumanwendungen besonders geeignet.

Analytik:**1. Bestimmung der Reinheit**

- 5 Die Bestimmung der Reinheit des hergestellten Esters mittels GC erfolgt mit einem GC-Automaten „6890N“ von Agilent Technologies unter Verwendung einer DB-5-Säule (Länge: 20m, Innendurchmesser: 0,25 mm, Filmdicke 0,25 µm) von J&W Scientific und einem Flammenionisationsdetektor bei folgenden Rahmenbedingungen:

- | | | |
|----|--|--|
| 10 | Starttemperatur Ofen: 150 °C
(1) Heizrate 150-300 °C: 10 K/min
(3) Heizrate 300-350 °C: 25 K/min.
Gesamtlaufzeit: 27 min. | Endtemperatur Ofen: 350 °C
(2) Isotherm : 10 min. bei 300 °C |
| 15 | Eingangstemperatur Einspritzblock: 300 °C
Splitfluss: 121,1 ml/min
Trärgas: Helium | Splittverhältnis: 200:1
Gesamtfluss: 124,6 ml/min.
Injektionsvolumen: 3 Mikroliter |
| 20 | Detektortemperatur: 350 °C
Flussrate Wasserstoff: 40 ml/min.
Makeup-Gas: Helium | Brenngas: Wasserstoff
Flussrate Luft: 440 ml/min.
Fluorite Makeup-Gas: 45 ml/min. |

- Die Auswertung der erhaltenen Gaschromatogramme erfolgt manuell gegen vorhandene Vergleichssubstanzen, die Angabe der Reinheit erfolgt in Flächenprozent. Auf Grund
- 25 der hohen Endgehalte an Zielsubstanz von > 99,7 % ist der zu erwartende Fehler durch fehlende Kalibrierung auf die jeweilige Probensubstanz gering.

2. Bestimmung der Plastisolviskosität

Die Messung der Viskosität der PVC-Plastisole wurde mit einem Physica MCR 101 (Fa. Anton-Paar) durchgeführt, wobei der Rotationsmodus und das Meßsystem „Z3“ (DIN 5 25 mm) verwendet wurden.

Das Plastisol wurde zunächst im Ansatzbehälter unter Verwendung eines Spatels manuell homogenisiert, anschließend in das Messsystem eingefüllt und isotherm bei 25 °C vermessen. Während der Messung wurden folgende Punkte angesteuert:

- 10 1. Eine Vorscherung von 100 s^{-1} für den Zeitraum von 60 s, bei der keine Messwerte aufgenommen wurden (zur Nivellierung eventuell auftretender thixotroper Effekte).
2. Eine Scherraten-Abwärtsrampe, beginnend bei 200 s^{-1} und endend bei $0,1 \text{ s}^{-1}$, aufgeteilt in eine logarithmische Reihe mit 30 Schritten mit jeweils 5 Sekunden Messpunkt-
15 dauer.

Die Messungen wurden in der Regel (wenn nicht anders angegeben) nach einer Lagerung / Reifung der Plastisole von 24h durchgeführt. Zwischen den Messungen wurden die Plastisole bei 25 °C gelagert.

20

3. Bestimmung der Geliergeschwindigkeit

Die Untersuchung des Gelierverhaltens der Plastisole wurde im Physica MCR 101 im Oszillationsmodus mit einem Platte-Platte Meßsystem (PP25), welches schubspannungsgesteuert betrieben wurde, vorgenommen. Eine zusätzliche Temperierhaube
25 wurde an das Gerät angeschlossen, um die bestmögliche Wärmeverteilung zu erreichen.

Messparameter:

Modus: Temperatur-Gradient (Temperaturrampe linear)

Start-Temperatur: 25 °C

5 End-Temperatur: 180 °C

Heiz/Kühlrate: 5 K/min

Oszillations-Frequenz: 4 - 0,1 Hz Rampe (logarithmisch)

Kreisfrequenz Omega: 10 1/s

Anzahl Messpunkte: 63

10 Messpunktdauer: 0,5 min

keine automatische Spaltnachführung

konstante Messpunktdauer

Spaltweite 0,5 mm

15 Durchführung der Messung:

Auf die untere Messsystemplatte wurde mit dem Spatel ein Tropfen des zu messenden Plastisols luftblasenfrei aufgetragen. Dabei wurde darauf geachtet, dass nach dem Zusammenfahren des Messsystems etwas Plastisol gleichmäßig aus dem Messsystem herausquellen konnte (nicht mehr als ca. 6 mm rundum). Anschließend wurde die Temperaturhaube über der Probe positioniert und die Messung gestartet.

Bestimmt wurde die sog. komplexe Viskosität des Plastisols in Abhängigkeit von der Temperatur. Ein Einsetzen des Geliervorganges war in einem plötzlichen starken Anstieg der komplexen Viskosität zu erkennen. Je früher dieser Viskositätsanstieg einsetzte, desto besser war die Gelierfähigkeit des Systems.

25 Aus den erhaltenen Messkurven wurden durch Interpolation für jedes Plastisol die Temperaturen bestimmt, bei der eine komplexe Viskosität von 1000 Pa*s bzw. 10.000 Pa*s erreicht war. Zusätzlich wurde mittels Tangentenmethode die im vorliegenden Versuchsaufbau maximal erreichte Plastisolviskosität bestimmt, sowie durch Fällen eines Lotes die Temperatur, ab der die maximale Plastisolviskosität auftritt.

4. Herstellung der Schaumfolien und Bestimmung der Expansionsrate

Das Aufschäumverhalten wurde mit Hilfe eines Dickenschnellmessers mit Eignung für Weich-PVC Messungen (KXL047, Fa. Mitutoyo) mit einer Genauigkeit von 0,01 mm bestimmt. Für die Folienherstellung wurde am Rollraker eines Mathis Labcoaters (Typ: LTE-TS; Hersteller: Fa. W. Mathis AG) ein Rakelspalt von 1 mm eingestellt. Dieser wurde mit einer Fühlerblattlehre kontrolliert und ggf. nachgestellt. Die Plastisole wurden auf ein in einem Rahmen plan eingespanntes Trennpapier (Warran Release Paper; Fa. Sappi Ltd.) mittels dem Rollraker des Mathis Labcoaters aufgerakelt. Um die prozentuale Aufschäumung errechnen zu können, wurde bei 200 °C / 30 Sekunden Verweilzeit zunächst eine angelierte und nicht geschäumte Folie hergestellt. Die Foliendicke (= Ausgangsdicke) dieser Folie betrug bei dem angegebenen Rakelspalt in allen Fällen zwischen 0,74 und 0,77 mm. Die Messung der Dicke wurde an drei unterschiedlichen Stellen der Folie durchgeführt.

Anschließend wurden ebenfalls mit dem bzw. im Mathis-Labcoater die geschäumten Folien (Schäume) bei 4 unterschiedlichen Ofen-Verweilzeiten (60s, 90s, 120s und 150s) hergestellt. Nach Abkühlung der Schäume wurden die Dicken ebenfalls an drei unterschiedlichen Stellen vermessen. Der Mittelwert der Dicken und die Ausgangsdicke wurden für die Berechnung der Expansion benötigt. (Beispiel: $(\text{Schaumdicke} - \text{Ausgangsdicke}) / \text{Ausgangsdicke} * 100\% = \text{Expansion}$).

5. Bestimmung des Gelbwertes

Der Gelbwert (Index YD 1925) ist ein Maß für Gelbverfärbung eines Probekörpers. Bei der Beurteilung von Schaumfolien ist der Gelbwert in zweierlei Hinsicht von Interesse. Zum einen zeigt er den Zersetzungsgrad des Treibmittels (= gelb im unzersetzten Zustand) an, zum anderen ist er ein Maß für die Thermostabilität (Verfärbungen in Folge thermischer Belastung). Die Farbmessung der Schaumfolien erfolgte mit einem Spectro Guide der Fa. Byk-Gardner. Als Hintergrund für die Farbmessungen wurde eine weiße Referenz-Kachel benutzt. Folgende Parameter wurden eingestellt:

Lichtart: C/2°

Anzahl Messungen: 3

Anzeige: CIE L*a*b*

5 Messindex: YD1925

Die Messungen selbst wurden an 3 unterschiedlichen Stellen der Proben (für Effekt- und Glattschäume bei einer Plastisol-Rakeldicke von 200 µm) durchgeführt. Die Werte aus den 3 Messungen wurden gemittelt.

10

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern.

Beispiele:

15

Beispiel 1:

Herstellung von expandierbaren / schäumbaren PVC-Plastisolen enthaltend das erfindungsgemäß verwendete Di-2-ethylhexylterephthalat (DEHT) (unter Verwendung von Füllstoff und Pigment)

20

Im Folgenden sollen die Vorteile der erfindungsgemäßen Plastisole an Hand eines Füllstoff und Pigment enthaltenden thermisch expandierbaren PVC-Plastisols verdeutlicht werden. Die nachstehenden erfindungsgemäßen Plastisole stehen dabei u.a. beispielhaft für thermisch expandierbare Plastisole, die bei der Herstellung von Fußbodenbelä-

25 gen zum Einsatz kommen. Insbesondere sind die nachstehenden erfindungsgemäßen Plastisole beispielhaft für Schaumschichten welche als bedruckbare und/oder inhibierbare Oberseitenschäume in mehrschichtig aufgebauten PVC-Fußböden Verwendung finden.

30

Die verwendeten Einwaagen der Komponenten für die verschiedenen Plastisole sind der nachfolgenden Tabelle (1) zu entnehmen. Die flüssigen und festen Formulierungs-

bestandteile wurden getrennt in je einem geeigneten PE-Becher eingewogen. Von Hand wurde die Mischung mit einem Salbenspatel so eingerührt, dass kein unbenetztes Pulver mehr vorhanden war. Das Mischen der Plastisole erfolgte mit einem Kreiss-Dissolver VDKV30-3 (Hersteller Fa. Niemann). Der Mischbecher wurde in die Klemm-
 5 vorrichtung des DissolVERRührers eingespannt. Mit einer Mischerscheibe (Zahnscheibe, fein gezahnt, Ø: 50 mm) wurde die Probe homogenisiert. Dabei wurde die Drehzahl des Dissolvers von 330 U/min kontinuierlich bis 2000 U/min erhöht, und so lange gerührt, bis die Temperatur an der Digitalanzeige des Thermofühlers 30,0 °C (Temperaturerhöhung in Folge der Friktionsenergie / Energiedissipation; siehe beispielsweise
 10 N.P.Cheremisinoff: „An Introduction to Polymer Rheology and Processing“; CRC Press; London; 1993) erreichte. Damit war sicher gestellt, dass die Homogenisierung des Plastisols bei einem definierten Energieeintrag erreicht wurde. Danach wurde das Plastisol sofort auf 25,0 °C temperiert.

15 Tabelle 1: Zusammensetzung der gefüllten und pigmentierten expandierbaren PVC-Plastisole gemäß Beispiel 1. [Alle Angaben in phr (= Massenteile pro 100 Massenteile PVC)]

Plastisolrezeptur	1**	2*
VESTOLIT P1352 K (Fa. Vestolit)	100	100
VESTINOL® 9	70	
Eastman 168		70
Calcilit 8 G	100	100
KRONOS 2220	7	7
Isopropanol	3	3
Unifoam AZ Ultra 1035	2,5	2,5
Zinkoxid	1,5	1,5

** = Vergleichsbeispiel * = erfindungsgemäß

Die verwendeten Stoffe und Substanzen werden im Folgenden näher erläutert:

VESTOLIT P1352 K: Emulsions-PVC (Homopolymer) mit einem K-Wert (bestimmt gemäß DIN EN ISO 1628-2) von 68; Fa. Vestolit GmbH & Co. KG

Eastman 168: Di-2-ethylhexylterephthalat; Fa. Eastman Chemical

5 **VESTINOL® 9:** Diisononyl(ortho)phthalat (DINP), Weichmacher; Fa. Evonik Oxeno GmbH

Unifoam AZ Ultra 1035: Azodicarbonamid; thermisch aktivierbares Treibmittel; Fa. Hebron S.A.

Calcilit 8G: Calciumcarbonat; Füllstoff; Fa. Alpha Calcit.

10 **KRONOS 2220:** Mit Al und Si stabilisiertes Rutilpigment (TiO₂); Weißpigment; Fa. Kronos Worldwide Inc.

Isopropanol: Colösungsmittel zur Absenkung der Plastisolviskosität sowie Additiv zur Verbesserung der Schaumstruktur (Fa. Brenntag AG).

15 **Zinkoxid aktiv®:** ZnO; Zersetzungskatalysator („Kicker“) für thermisches Treibmittel; setzt die substanzeigene Zersetzungstemperatur des Treibmittels herab; wirkt gleichzeitig auch als Stabilisator; zur besseren Verteilung wurde das Zinkoxid mit dem entsprechenden Weichmacher (Massenverhältnis 1:2) angebatcht und über einem 3 Walzenstuhl abgerieben; Fa. Lanxess AG

Beispiel 2:

20 **Bestimmung der Plastisolviskosität der gefüllten und pigmentierten thermisch expandierbaren Plastisole aus Beispiel 1 nach einer Lagerdauer von 24 h (bei 25°C).**

Die Messung der Viskositäten der in Beispiel 1 hergestellten Plastisole erfolgte wie unter Analytik, Punkt 2 (siehe oben) beschrieben, mit einem Rheometer Physica MCR 101
25 (Fa. Anton Paar). Die Ergebnisse werden in der nachfolgenden Tabelle (2) exemplarisch für die Schergeschwindigkeiten 100/s und 10/s dargestellt.

Tabelle 2: Scherviskosität der Plastisole aus Beispiel 1 nach 24h Lagerung bei 25 °C.

Plastisolrezeptur gemäß Bsp. 1	1**	2*
Scherviskosität bei Schergeschwindigkeit= 100/s [Pa*s]	9,5	11,4
Scherviskosität bei Schergeschwindigkeit= 10/s [Pa*s]	8,4	7,8

** = Vergleichsbeispiel

* = erfindungsgemäß

5

Die Plastisolviskositäten der erfindungsgemäßen Zusammensetzung sind zwar höher, aber in einer vergleichbaren Größenordnung wie die des Vergleichsbeispiels. Somit wäre die Menge an zusätzlich notwendigem Viskositätserniedriger begrenzt.

10 **Beispiel 3:**

Bestimmung des Gelierverhaltens der gefüllten und pigmentierten thermisch expandierbaren Plastisole aus Beispiel 1

Die Untersuchung des Gelierverhaltens der in Beispiel 1 hergestellten gefüllten und pigmentierten thermisch expandierbaren Plastisole erfolgte wie unter Analytik, Punkt 3 (siehe oben) beschrieben, mit einem Physica MCR 101 im Oszillationsmodus nach einer Lagerung der Plastisole bei 25 °C für 24h. Die Ergebnisse werden in der nachfolgenden Tabelle (3) dargestellt.

20 Tabelle 3: Aus den Gelierkurven (Viskositätskurven) bestimmte Eckpunkte des Gelierverhaltens der gemäß Beispiel 1 hergestellten gefüllten und pigmentierten expandierbaren Plastisole.

Plastisolrezeptur (gemäß Bsp. 1)	1**	2*
Erreichen einer Plasti- solvviskosität von 1.000 Pa*s bei [°C]	80	83
Erreichen einer Plasti- solvviskosität von 10.000 Pa*s bei [°C]	84	106
Maximale Plasti- solvviskosität [Pa*s]	39700	32900
Temperatur beim Er- reichen der max. Plastisolvviskosität [°C]	127	132

** = Vergleichsbeispiel * = erfindungsgemäß

Hiermit kann nochmals gezeigt werden, dass, wie auch schon im Stand der Technik genannt, DEHT eine schlechtere Gelierneigung aufweist als das DINP.

5

Beispiel 4:

Herstellung der Schaumfolien und Bestimmung des Expansions- bzw. Aufschäumverhaltens der in Beispiel 1 hergestellten thermisch expandierbaren Plastisole bei 200 °C.

10

Die Herstellung der Schaumfolien und die Bestimmung des Expansionsverhaltens erfolgte analog zu der unter Analytik, Punkt 4 beschriebenen Verfahrensweise jedoch unter Verwendung der in Beispiel 1 hergestellten gefüllten und pigmentierten Plastisole. Die Ergebnisse werden in der nachfolgenden Tabelle (4) dargestellt.

15

Tabelle 4: Expansion der aus den gefüllten und pigmentierten thermisch expandierbaren Plastisolen (gemäß Bsp. 6) bei unterschiedlichen Ofen-Verweilzeiten im Mathis Labcoater (bei 200 °C) hergestellten Polymerschäume bzw. Schaumfolien.

Plastisolrezeptur (gemäß Bsp. 1)	1**	2*
Expansion nach 60 s [%]	3	5
Expansion nach 120 s [%]	332	359
Expansion nach 150 s [%]	346	386

5 ** = Vergleichsbeispiel * = erfindungsgemäß

Es werden mit den Plastisolen, welche das erfindungsgemäß verwendete Di-2-ethylhexylterephthalat enthalten, im Vergleich mit entsprechenden Plastisolen enthaltend den Standard-Weichmacher DINP nach einer Verweilzeit von 120 und 150 Sekunden höhere Schaumhöhen bzw. Expansionsraten erreicht.

Es werden somit thermisch expandierbare Plastisole mit Füllstoffen zur Verfügung gestellt, die trotz augenscheinlicher Nachteile beim Gelierverhalten (siehe Beispiel 3) Vorteile bei der thermischen Expandierbarkeit aufweisen.

15 Bei Plastisolen mit Füllstoffen lässt sich (trotz des Gehaltes an Weißpigment) die Vollständigkeit der Zersetzung des verwendeten Treibmittels und damit der Fortschritt des Expansionsprozesses auch an der Farbe des hergestellten Schaumes ablesen. Je geringer die Gelbfärbung des Schaumes, desto weiter ist der Expansionsprozess abgeschlossen.

20 Der gemäß Analytik, Punkt 5 (siehe oben) bestimmte Gelbwert der in Beispiel 4 hergestellten Polymerschäume bzw. Schaumfolien ist in der nachfolgenden Tabelle (5) dargestellt.

Tabelle 5: Gelbwerte (YI D1925) der gemäß Beispiel 4 hergestellten Polymerschäume.

Plastisolrezeptur (gemäß Bsp. 1)	1**	2*
Gelbwert nach 60 s [%]	19,5	20,1
Gelbwert nach 120 s [%]	12,1	10,7
Gelbwert nach 150 s [%]	12,8	9,9

- 5 Die auf Basis der erfindungsgemäßen Zusammensetzung hergestellten Plastisole weisen im aufgeschäumten Zustand (ab 120 s) eine deutlich niedrigere Farbzahl auf. Dem Wert bei 60 s kommt aufgrund der gerade beginnenden Verschäumung praktisch keine Bedeutung bei.
- 10 Es werden somit gefüllte Plastisole zur Verfügung gestellt, die trotz augenscheinlicher Nachteile bei der Gelierung eine schnellere Verarbeitungsgeschwindigkeit und/oder niedrigere Verarbeitungstemperaturen bezüglich der Verschäumung erlauben.

Beispiel 5 (variiertes Füllgrad)

- 15 Um die Breite der Erfindung weiter zu untermauern, werden in einer weiteren Serie unter Verwendung eines anderen PVC-Typs die Mengen an Füllstoff (hier Kreide) von 0 (d.h. ungefülltes, aber pigmentiertes System bis 133 phr (d.h. hochgefüllte Formulierung) variiert.
- Die Herstellung der Plastisole und der hieraus produzierten Schaumfolien sowie die
- 20 Bestimmung der Expansionsrate und der Gelbwerte wurden analog zu den oberen Beispielen durchgeführt.

Tabelle 6: Rezepturen

	V1	V2	V3	V4	V5	E1	E2	E3	E4	E5
Vestolit E 7012 S	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Calibrite OG	0	33	67	100	133	0	33	67	100	133
Kronos 2220	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
Unifoam AZ Ultra 1035	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
ZnO	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Isopropanol	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3
VESTINOL 9	73	73	73	73	73					
Eastman 168						73	73	73	73	73

- 5 **Vestolit E 7012 S:** Emulsions-PVC (Homopolymer) mit einem K-Wert (bestimmt gemäß DIN EN ISO 1628-2) von 67; Fa. Vestolit GmbH & Co. KG.

Calibrite OG: Mineralischer Füllstoff ; Fa. Omya GmbH

- 10 Alle anderen Rezepturbestandteile wurden im ersten Beispiel bereits detailliert beschrieben.

Von den im o.a. Beispiel hergestellten Schaumfolien wurde jeweils die Dicke der aufgeschäumten Folie ermittelt und hieraus die Expansionsrate in Prozent errechnet.

Tabelle 7: Expansion der aus den gefüllten und pigmentierten thermisch expandierbaren Plastisolen (gemäß Bsp. 5) bei unterschiedlichen Ofen-Verweilzeiten im Mathis Labcoater (bei 200 °C) hergestellten Polymerschäume bzw. Schaumfolien.

	V1	V2	V3	V4	V5	E1	E2	E3	E4	E5
VWZ 1,5 min	332	319	285	272	249	353	312	299	268	249
VWZ 2 min.	332	316	299	301	284	389	355	351	318	319
VWZ 2,5 min.	350	335	315	305	289	357	347	322	315	292

5 Alle Angaben zu Expansionsraten in Prozent

Aus der in Tabelle 7 aufgeführten Beispielen ist klar zu kennen, dass das Verschäumungsverhalten von DEHT enthaltenden Zusammensetzungen (E1 bis E5), ausgedrückt durch die Expansionsraten in % durchweg besser beurteilt werden kann als die
 10 vergleichbaren Zusammensetzungen mit dem Weichmacher DINP (Stand der Technik, V1 bis V5)

Diese Aussage wird noch unterstrichen durch die mit den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen erhältlichen niedrigeren Gelbwerten (Yellowness Indices), siehe Tabelle
 15 8:

	V1	V2	V3	V4	V5	E1	E2	E3	E4	E5
VWZ 1,5 min	10,9	12,0	13,3	13,8	14,4	9,3	10,5	11,8	13,6	14,2
VWZ 2 min.	11,6	11,9	12,7	12,7	13,3	8,5	9,8	10,9	11,5	12,2
VWZ 2,5 min.	10,9	11,7	12,3	13,4	13,9	8,5	9,7	10,9	11,5	12,3

Alle Angaben zu YI-Werten sind dimensionslos

Somit konnte gezeigt werden, dass bei Verwendung der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen deutlich bessere Ergebnisse erzielt werden.

Überraschend ist, dass DEHT trotz des etwas schlechteren Gelierverhaltens im Gegensatz zur gängigen Lehrbuchmeinung diese Effekte zeigt.

Patentansprüche:

1. Schäumbare Zusammensetzung enthaltend mindestens ein Polymer ausgewählt
aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinyl-
5 butyrat, Polyalkyl(meth)acrylat und Copolymeren davon, einen Schaumbildner
und/oder Schaumstabilisator und Di-2-ethylhexylterephthalat als Weichmacher.
2. Schäumbare Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
dass das Polymer Polyvinylchlorid ist.
- 10 3. Schäumbare Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
dass das Polymer ein Copolymer von Vinylchlorid mit einem oder mehreren Mo-
nomeren ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Vinylidenchlorid, Vinylbuty-
rat, Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat oder Butyl(meth)acrylat ist.
- 15 4. Schäumbare Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis
3, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge an Di-2-ethylhexylterephthalat 5 bis
150 Massenteile pro 100 Massenteile Polymer beträgt.
- 20 5. Schäumbare Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis
4, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich weitere Weichmacher ausgenom-
men Di-2-ethylhexylterephthalat in der schäumbaren Zusammensetzung enthal-
ten sind.
- 25 6. Schäumbare Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis
5, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung eine Gasblasen entwi-
ckelnde Komponente als Schaumbildner und optional einen Kicker enthält.

7. Schäumbare Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung Emulsions-PVC enthält.
- 5 8. Schäumbare Zusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung Additive aufweist ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Füllstoffen, Pigmenten, Thermostabilisatoren, Antioxidantien, Viskositätsregulierer, Schaumstabilisatoren und Gleitmittel.
- 10 9. Verwendung der schäumbaren Zusammensetzung gemäß den Ansprüchen 1 bis 8 für Fußbodenbeläge, Tapeten oder Kunstleder.
10. Geschäumter Formkörper enthaltend die schäumbare Zusammensetzung gemäß den Ansprüchen 1 bis 8.
- 15 11. Fußbodenbelag enthaltend die schäumbare Zusammensetzung in geschäumtem Zustand gemäß den Ansprüchen 1 bis 8.
12. Wandtapete enthaltend die schäumbare Zusammensetzung in geschäumtem Zustand gemäß den Ansprüchen 1 bis 8.
- 20 13. Kunstleder enthaltend die schäumbare Zusammensetzung in geschäumtem Zustand gemäß den Ansprüchen 1 bis 8.