

## **Abschlussbericht über ein Projekt zur Ressourceneinsparung - gefördert unter dem Az: 35284/01 von der Deutschen Bundesstiftung Umwelt**

---

„Entwicklung eines energieeffizienten Mahlverfahrens zur Erzeugung von funktionalisiertem Talkum mit hohem Flächen-Kanten-Verhältnis (Aspect Ratio)“

Oberflächenfunktionalisierung von Talkum während der energieeffizienten Mahlung in der Prallmühle

**Förderbeginn:** 01.07.2020

**Aktenzeichen:** 35284/01

### **Zuwendungsempfänger**

**NobelMin GmbH**  
Renneckermühle 1  
73489 Jagstzell

**Geschäftsführer:** Alexander Alborna von Laufenberg und Michael Oesterreicher

**Projektleiter R & D:** Dr. Josef Eckl

# 1 INHALTSVERZEICHNIS

---

1.1	Verzeichnis der Tabellen.....	4
1.2	Verzeichnis der Abbildungen und Grafiken.....	4
2	Zusammenfassung .....	5
3	Einleitung und Projektmotivation .....	6
4	Projektablauf.....	7
5	Projektergebnisse .....	9
5.1	Anforderungsanalyse: Erstellung eines Pflichtenhefts anhand von Anforderungsprofilen bzw. Spezifikationen für die unterschiedlichen Produkteinsatzbereiche .....	9
5.1.1	Weitergehende Recherchen zu Talkum und seinen spezifischen Eigenschaften.....	9
5.1.2	Produkt- und Qualitätsanforderung von Märkten und Kunden .....	10
5.1.3	Literaturarbeit .....	13
5.1.4	Zusammenfassung Pflichtenheft.....	14
5.2	Bestimmung und Bewertung des Einflusses der spezifischen Mahlanlagenparameter auf die Partikelgrößenverteilung und die Produkteigenschaften unter Produktionsbedingungen.....	15
5.2.1	Rahmenbedingungen bei der Mahlung und Sichtung.....	15
5.2.2	Untersuchung und Bewertung der Einflussparameter an der Prallmühle hinsichtlich Produktqualität und Energieverbrauch.....	18
5.2.3	Ermittlung des Energieaufwandes für die unterschiedlichen Prozessstufen.....	20
5.2.4	Ermittlung des Zusammenhang Mühlenaufgabe und Mahlergebnis.....	21
5.2.5	Kompaktierung.....	26
5.2.6	Untersuchung und Bewertung des Mahlprozesses in Abhängigkeit von den Regelgrößen und Bewertung möglicher Dosierstellen für die Zugabe der Hilfsmittel und Additive.....	26
5.3	Untersuchung und Bewertung der Möglichkeiten zur Optimierung der Zerkleinerungsprozesse durch Rohstoffauswahl, Formulierungen und chemische Additive auf Laborebene / Analytische Untersuchung und Bewertung der Versuchsprodukte .....	29
5.3.1	Mahl- und Modifikationsversuche auf Laborebene .....	29
5.3.2	Einsatzmengen an Funktionaladditiven und mechano-chemische Oberflächenmodifikation .....	30
5.3.3	Schüttguteigenschaften und Fließverhalten .....	33

---

5.3.4	Versuche zur Bewertung der Nukleierungseigenschaften .....	34
5.3.5	Einfluss der Talkum-Modifikation auf die Schmelzeigenschaften .....	35
5.3.6	Dispergiereigenschaften und Schmelzeviskosität .....	36
5.3.7	Schmelze und Opazität .....	38
5.4	Produktionsversuche entsprechend den Voruntersuchungen in AP 2 und AP3 / Analytische Untersuchung und Bewertung der Testprodukte .....	39
5.4.1	Versuche beim IKT (Institut für Kunststofftechnik) in Stuttgart.....	39
5.4.2	Versuche bei Evonik / Ravago .....	45
5.5	Weitere Optimierung und Übertragung der Versuchsergebnisse in die Produktion .....	46
5.5.1	Versuche zur alternativen Modifikation von Talkum im Hentschel Mischer .....	46
5.6	Testung der Versuchsprodukte in Kundenanwendungen und Bewertung der Endproduktergebnisse.....	46
5.6.1	Mechano-chemische Modifikation und Oberflächenfunktionalisierung des Talkums.....	47
5.6.2	Compoundierversuche.....	47
5.7	Öffentlichkeitsarbeit, Veröffentlichungen, Vorträge.....	47
5.8	Fazit und Ausblick .....	48
6	Literatur .....	49

## 1.1 VERZEICHNIS DER TABELLEN

Tabelle 1 Probenbezeichnung und Versuchsbedingungen.....	43
Tabelle 2 Ergebnisse der mechanischen Untersuchung der Polymercompounds .....	44

## 1.2 VERZEICHNIS DER ABBILDUNGEN UND GRAFIKEN

Abbildung 1 Bilder aus der Produktionsanlage der Fa. NobelMin mit den Zwischenlagersilos nach der Mahlung (rechts) und Teilen der Abfüllanlage (links) .....	16
Abbildung 2 Untere und obere Prallscheibe der Prallmühle Nr. 4 bei einer Wartungsbesichtigung .....	18
Abbildung 3 Mühlerdurchsatz an Talkum bei variabler Zellradeinstellung .....	20
Abbildung 4 Verlauf der Energieaufnahme der Antriebsmotoren der Mühle bei unterschiedlichen Mahlgut-Aufgabemengen (Zellradeinstellungen) .....	21
Abbildung 5 Partikelgrößenanteil bei variabler Zellradeinstellung .....	22
Abbildung 6 Massiver Anstieg des Partikelgrößenanteils über Zellradeinstellung 200 (für eine Mühle) ..	23
Abbildung 7 Zufuhr an Talkum in die Mühle und Auswirkung auf die Partikelgrößenverteilung entsprechend der Sichter ausbeute .....	24
Abbildung 8 Deutlicher Abfall der TTD-Feinstgutausbeute bei steigender Sichterbeladung .....	25
Abbildung 9 Effekte der Additivierung in der Mühle: Chemische Zusätze zur Veränderung der Oberflächeneigenschaften beeinflussen auch die Mahleffizienz und die Partikelgrößenverteilung des Fertigproduktes.....	30
Abbildung 10 Drei Talkummodifikationen mit unterschiedlichem Fließverhalten .....	34
Abbildung 11 Schmelztemperaturdiagramme von Paraffin und Paraffin mit Talkum.....	35
Abbildung 12 Vergleich der Partikelgrößenverteilung von Produkten aus der Labormahlung mit Hilfsmittel und einem TTD-Produkt aus der Produktion .....	38
Abbildung 13 Unterschiedliche Auswirkung von Talkum-Füllstoff in Abhängigkeit von der Oberflächenmodifikation auf die Farbe und Opazität des Polymercompounds. Bei gleicher Talkummenge: die Formulierung links ist am dunkelsten, die in der Mitte am hellsten, Die rechts leicht gelblich, hoch opak und mit unebener Oberfläche. ....	39
Abbildung 14 Vorlagebehälter des Compoundierextruders mit der Talkum-Polymer-Vormischung.....	40
Abbildung 15 Compounder-Extruder mit Drahtver Streckung, Kühlwasserbad und nachgeschaltetem Granulierer am IKT in Stuttgart .....	41
Abbildung 16 Auslaufdüse des Compounder-Extruders, Ver Streckung und Abkühlung des PP-Talkum-Compounds im Wasserbad.....	42

---

## 2 ZUSAMMENFASSUNG

---

Die Fa. NobelMin ist Hersteller von Talkum als Füllstoff für Polymere und will sich durch Innovationen im Markt abheben:

Im Rahmen eines DBU-Forschungsprojektes erarbeitete das Unternehmen neue Möglichkeiten und Rahmenbedingungen zur Modifikation der Füllstoffoberfläche zur Verbesserung der Kompatibilität von Polymer und Füllstoff durch funktionale Zusatzstoffe während der Trockenmahlung ohne weitere energieaufwändige Prozessschritte.

Die im Rahmen des Projektes erarbeiteten Ergebnisse bestätigten und übertrafen die Annahmen und die erwarteten Möglichkeiten der eingesetzten Technologie. Anders als bei den bisher eingesetzten technischen Prozessen, bei denen in einem nasschemischen Verfahren eine nachträgliche Oberflächenbehandlung erfolgt oder bei denen im Nassmahlprozess Additive zugesetzt werden, bestehen bei dem NobelMin-Mahlprozess hinsichtlich des Einsatzes an Additiven und Hilfsmitteln bisher keine Beschränkungen:

- Die Oberfläche des Talkums konnte im Mahlprozess gleichermaßen mit niedermolekularen und polymeren Hilfsmitteln problemlos modifiziert werden.
- Es konnten trockene oder flüssige Hilfsmittel mit niederem oder höheren Schmelzpunkten gleichermaßen eingesetzt und auf die Mineraloberfläche aufgebracht werden.

Die Eigenschaften des Talkums wurden über einen weiten Bereich modifiziert und es ergaben sich Möglichkeiten zur:

- Vereinfachung der Dispergierbarkeit und die Einbindung in die Kunststoffmatrix
- Optimierung der Partikelgrößenverteilung
- Beeinflussung der viskosen Wechselwirkungen in der Polymermatrix
- Verbesserung der Fließeigenschaften (frei fließende oder strukturierte Pulver) und Kompaktierbarkeit des mineralischen Füllstoffes
- weitergehenden Hydrophilierung oder Hydrophobierung der Oberfläche
- Verbesserung der Dispergierbarkeit und Herstellung selbstdispergierender Systeme (in wässriger Umgebung)

Der multifunktionale, trockene Mahl- und Modifizierungsprozess der NobelMin bietet im Vergleich zu den bislang üblichen Prozessen höchste Flexibilität bei geringstem Energieeinsatz. Es werden keine zusätzlichen Mahlhilfsmittel benötigt, kosten- und energieaufwändige Entwässerungs- und Trocknungsprozesse entfallen. **Entscheidende Energieeinsparungen** werden möglich und durch die **kosteneffiziente Produktion** werden neue Märkte durch die Vielzahl neuer und technologisch-funktionaler Pro-

dukte eröffnet. Die **Vermahlungseffizienz** konnte signifikant verbessert werden. Zudem haben die richtige Dosierung der Zuführungsmenge von vorzerkleinerten Rohstoffen in den Mahl- und Modifizierungsprozess sowie Modifikation der Mechanik in der Prallmühle und deren Steuerung (Überwachung der Vibrationsdynamik, Hydraulik) im optimierten Zusammenspiel der Einflussparameter dazu geführt, dass der **Energieverbrauch respektive die Stromkosten** pro Tonne von ursprünglich 80 EUR pro Tonne Mahlgut auf zuletzt 63 EUR pro Tonne ceteris paribus **gesunken sind**, womit unsere Erwartungen erfüllt wurden.

Die NobelMin wird daher neue Wege einschlagen: Flexibler und energiesparsamer als mit Luftstrahlmühlen oder im Nassverfahren wird die NobelMin veredelte Talkum-Qualitäten für spezifische Einsatzbereiche entwickeln und zukünftig herstellen – hier in Deutschland, speziell für ihre Kunden.

### 3 EINLEITUNG UND PROJEKTMOTIVATION

---

Die Fa. NobelMin GmbH ist ein Spezialunternehmen mit umfassendem Know-how im Bereich von Industriemineralien und insbesondere dem Mineral TALK. Dies betrifft die Auswahl und Beschaffung der Rohware, die Aufbereitung, das Produktdesign, aber vor allem die Vermarktung hochqualitativer bzw. veredelter Produkte auf globaler Basis. In Westendorf betreibt das Unternehmen eine Veredelungsanlage mit mehreren Mühlen und der Möglichkeit zur Feinmahlung und Delaminierung von Talk.

Der hohe Preisdruck auf dem Gebiet der Industriemineralien erfordert auch von dem mittelständischen Unternehmen eine kontinuierliche Optimierung von Produktionsanlage, Produktqualität und Produktfunktionalität.

Obwohl die Produktionsanlage mit ihren Alleinstellungsmerkmalen (trockene Feinstmahlung und Delaminierung von Talkum) insbesondere vor dem Hintergrund der in den letzten Jahren überproportional gestiegenen Energiepreisen und den zunehmenden Lieferschwierigkeiten ausländischer Hersteller an Kundenakzeptanz gewonnen hat, ist die Wirtschaftlichkeit der Produktion nur dann dauerhaft zu gewährleisten, wenn für die hochwertigen Rohstoffe und Produkte der NobelMin auch neue Hochtechnologiemärkte erschlossen werden. Diese Märkte benötigen aber funktionalisierte Produkte die in den mit dem Talkum hergestellten Verbundwerkstoffen neue, verbesserte Eigenschaften und Rohstoffeinsparungen durch verbesserte Rezyklierbarkeit in Verbindung mit geschlossenen Wertstoffkreisläufen ermöglichen.

Da das natürliche Mineral Talkum mit seinen einmaligen spezifischen Eigenschaften ein optimaler Ausgangsstoff für derartige Einsatzbereiche ist und darüber hinaus die NobelMin-Produktionsanlagen eine mechano-chemische Oberflächenfunktionalisierung mit höchster Flexibilität wirtschaftlich ermöglichen, wurde das Projekt gestartet.

Diese Oberflächenfunktionalisierung von Talkum während der Mahlung in den energieeffizienten Prallmühlen stellt dabei eine einmalige Möglichkeit dar, die Stärken der Fa. NobelMin hervorzuheben und der Kunststoffindustrie neue Hilfsstoffe beizustellen.

Energieeinsparung, Funktionalitätssteigerungen und Rohstoffeinsparungen werden möglich und ermöglichen gesteigerte Wertschöpfung und bessere Renditen.

## 4 PROJEKTABLAUF

---

Das Projekt wurde entsprechend den ursprünglichen Planungen in mehreren Etappen durchgeführt:

1. Anforderungsanalyse: Erstellung eines Pflichtenheftes anhand von Anforderungsprofilen bzw. Spezifikationen für die unterschiedlichen Produkteinsatzbereiche
2. Entwicklung und Charakterisierung der spezifischen Mahlanlagenparameter auf die Partikelgrößenverteilung und die Produkteigenschaften unter Produktionsbedingungen
3. Entwicklung und Erforschung des Zerkleinerungsprozesses durch Rohstoffauswahl, Formulierungen und chemische Additive auf Laborebene / Analytische Untersuchung und Bewertung der Versuchsprodukte
4. Entwicklung einer prototypischen Verfahrenstechnologie aus den Ergebnissen der Voruntersuchungen bzw. Produktionsversuche / Analytische Untersuchung und Bewertung der Testprodukte
5. Entwicklung eines Optimierungskonzeptes und Übertragung der Versuchsergebnisse in die Produktion
6. Durchführung von Testversuchen bei Kundenanwendungen und Verifizierung der Endproduktergebnisse
7. Redesign der Produktionsergebnisse und Evaluierung der Produkteigenschaften
8. Projektbegleitende Dokumentation / Abschlussbericht

Aufgrund der durch die Corona – Pandemie weitgehend eingeschränkten Kontakte mit Kunden und deren Forschungs- und Entwicklungsabteilungen wurden insbesondere die in den Punkten 6 und 7 vorgesehenen Versuchsreihen stark beeinträchtigt. Insbesondere die Durchführung von vor-Ort Versuchen im Kundenlabor oder auf Produktionsanlagen waren nicht oder nur in Abwesenheit möglich.

Erst jetzt nach Abschluss des Projektes konnten die Kontakte wieder aufleben und die Arbeiten an der Umsetzung der Ergebnisse bzw. die Weiterentwicklung der Produkte wieder Fahrt aufnehmen. Die Bedeutung direkter Kontakte und enger Zusammenarbeit zeigen sich dabei umso mehr.

Besondere Probleme ergeben sich auch aus der Tatsache, dass die Mahlanlagen nach mikroanalytischen Untersuchungen hinsichtlich der Kontamination durch Ölleckagen neu überarbeitet werden mussten und über lange Zeit nicht einsetzbar waren. Da während dieser Zeit auch keine Versuchsmahlungen durchgeführt werden konnten, mussten die Versuchsprodukte auf Laborebene hergestellt werden.

Aufgrund von Lieferkettenproblemen waren deutliche Verzögerungen die Folge, die nur durch erhöhte Laboraufwendungen kompensiert werden konnten.

---

## 5 PROJEKTERGEBNISSE

---

### 5.1 ANFORDERUNGSANALYSE: ERSTELLUNG EINES PFLICHTENHEFTS ANHAND VON ANFORDERUNGSPROFILIEN BZW. SPEZIFIKATIONEN FÜR DIE UNTERSCHIEDLICHEN PRODUKTEINSATZBEREICHE

#### 5.1.1 Weitergehende Recherchen zu Talkum und seinen spezifischen Eigenschaften

Talk ist ein wasserhaltiges Magnesiumsilikat mit einer  $Mg_3(Si_2O_5)_2(OH)_2$  – Basis-Einheit mit zweidimensionaler Blattstruktur. Aufgrund der Tatsache, dass sich aus den abgesättigten, kovalenten Sauerstoff-Silicium Bindungen in den Schichtoberflächen keine Ladungen ergeben, liegen in dem Schichtverbund auch keine bindungsvermittelnden Zwischenschichtionen vor. Da sich dadurch auch keine Hydratisierung von Ionen ergeben kann, werden an diese Oberflächen und in die Zwischenschichten deutlich geringere Mengen an Wasser gebunden oder eingelagert. Die Wasseranlagerung an die Oberfläche kann nur über die schwachen polaren Wechselwirkungen erfolgen. Dies führt zu einer Entnetzung der Oberfläche, sobald größere Mengen an Wasser vorhanden sind und sobald damit die Bildung der energetisch günstigeren Wasser-Wasser-Cluster möglich wird: Talkum erscheint hydrophob und wird in der Literatur als wenig reaktiv dargestellt. Die Schichten lassen sich leicht voneinander lösen und entsprechend leicht delaminieren. Chemische Wechselwirkungen und ionische Ladungen treten dementsprechend nur an den Kristallitkanten der Mineralplättchen auf und sind aufgrund des hohen Flächen/Kanten-Verhältnisses anteilmäßig nur gering.

Ausgehend von der Annahme, dass für eine Optimierung der Wechselwirkung von Füllstoff und Polymer systemabhängig unterschiedliche Oberflächenmodifikationen des Talkums erforderlich sind, ist die Grundvoraussetzung hierfür die Definition der Polymermatrix, in der der funktionalisierte Füllstoff eingesetzt werden soll. Dabei ist entscheidend in welchen Marktsegmenten die angestrebten Produktmengen abgesetzt werden können und in welchen Anwendungsbereichen optimierte Talkumprodukte kosteneffizient eingesetzt werden können.

Eine detailliertere Kostenbetrachtung hinsichtlich der möglichen Einsparungen durch den Ersatz von Polymer durch Füllstoff ergibt, dass die Mindesteinsatzmenge bei ca. 15% Füllstofftalkum liegt, (Filled Polymers I: Science and Technology (Advances in Polymer Science (96), Band 96) 1990) ohne Berechnung funktionaler Vorteile. Bei höherpreisigen Talkumqualitäten (feiner und/oder weißer und reiner) liegt die erforderliche Einsatzmenge für die Erreichung eines Kostenvorteils entsprechend höher.

Dies wurde auch durch die im Zuge dieser Projektarbeiten durchgeführten Marktrecherchen bestätigt.

In den meisten Fällen sind es allerdings funktionale Vorteile und verbesserte Eigenschaften, die den Einsatz von Talkum als Füllstoff in den Polymercompounds maßgeblich und entscheidend beeinflussen.

Dies sind vor allem

- ein höheres Elastizitätsmodul,
- eine verbesserte thermische Beständigkeit
- ein verringertes Schrumpfen in der Spritzgussform (Dimensionsstabilität).

Eine Reihe weiterer funktionaler Eigenschaften wird bei der Diskussion der Füllstoffthematik meist ausgeklammert, da sie scheinbar funktional mit dem Füllstoff als fest gegeben und nicht beeinflussbar in Verbindung gebracht werden.

Dies sind z.B.:

- Die Schmelze-Viskosität bei der Extrusion
- die Kratzbeständigkeit
- das Vergrauungsverhalten,
- die Oberflächenglätte und -homogenität,
- die Lackierbarkeit.

In den Fällen, in denen es bei Bauteilen auf die Gewichtseinsparung ankommt, ist das Ziel weiterhin die Erreichung der Endigenschaften mit minimalen Einsatzmengen (höhere Dichte des Talkums)

### 5.1.2 Produkt- und Qualitätsanforderung von Märkten und Kunden

#### 5.1.2.1 Lieferanten und Rohstoffqualitäten

Vor dem Hintergrund der Kundenanforderungen ist die Verfügbarkeit geeigneter Rohstoffqualitäten eine Grundvoraussetzung. Dabei kommen bei der NobelMin unterschiedliche Lieferanten aus dem asiatischen Bereich grundsätzlich für die Lieferung von Talk in Frage. Im Rahmen der Kunden-Lieferanten-Beziehung wurden daher mehrere Rohstoffqualitäten von Lieferanten aus Afghanistan, Indien und Pakistan beprobt und hinsichtlich ihrer Qualität und den Vorgaben nach dem Lieferkettengesetz bewertet.

Für die Produktqualität selbst ist dabei vor allem die absolute Freiheit von Asbest gefordert. Der Gehalt an Verunreinigungen, Schwermetallen, Wasser, Calciumcarbonat und organischen Bestandteilen ist dabei nicht nur hinsichtlich der Endproduktqualität ein entscheidender Faktor, sondern führt auch in der Aufbereitungsanlage u.U. zu Problemen. Hier spielt u.A. die Härte der Begleitminerale eine wichtige Rolle, da sie in der Anlage eine deutlich höhere Abrasion verursachen als das sehr weiche Mineral Talkum selbst.

### **5.1.2.2 Hersteller von Kunststoffteilen**

Einer der bestehenden Hauptmärkte für NobelMin-Talkum ist der Einsatz als Füllstoff für Polypropylen zur Herstellung von Verbundwerkstoffen für die Automobilindustrie. Die herausragenden Eigenschaften von Talkum zeigen sich bereits darin, dass in einem Auto im Durchschnitt heute bereits 20 – 40 kg an Talkum als Füllstoff Verwendung finden. Die Polymermatrix ist in diesen Fällen oft Polypropylen. Hier werden auch die erwarteten Verbesserungen der Werkstofffunktionalität erreicht. Die großen Bedarfsmengen an Talkum für die bestehenden Märkte in diesem Bereich sind darüber hinaus ebenfalls ein Kriterium, das im Rahmen des Projekts für die Auswahl von Polypropylen als Substrat für die Herstellung von Compounds für dieses Marktsegment entscheidend war.

Weiterhin zeigte sich bei den Gesprächen mit diversen Herstellern und Lohnproduzenten von Haushaltsgegenständen, Gerätegehäusen etc. aus Kunststoff, dass auch diese in der Produktion talkumhaltige Compounds in großen Mengen einsetzen. In vielen Fällen betreiben allerdings diese Unternehmen selbst keine Produktentwicklung im Sinne der Polymercompound / Formulierungsentwicklung, sondern setzen die von ihren Kunden vorgegebenen Polymere und Polymercompounds ein. Alternativ dazu kaufen diese Unternehmen geeignete Fertigcompounds oder Rohstoffe ein, mit denen die Anforderungen, die an ihre Produkte gestellt werden, erreichbar sind. Auch wenn durch den separaten Einsatz von Talkum und Polymer in vielen Fällen rechnerisch deutliche Kostenvorteile zu generieren wären, sind die Anforderungen hierfür meist nicht gegeben: Erst große Verbrauchsmengen und Investitionen in Compounder (spezielle Mischextruder), sowie entsprechende Entwicklungskapazitäten machen diesen Prozess rentabel.

Dennoch ergaben die Gespräche, dass es auch Hersteller gibt, die vor dem Hintergrund möglicher Kosteneinsparungen und möglicher Know-how- und Wettbewerbsvorteile im Hinblick auf Produkte mit höherer Funktionalität und besseren Eigenschaften (z.B. bessere Kratzbeständigkeit etc.) eigene Polymercompounds entwickeln und einsetzen, bzw. künftig einsetzen möchten.

### **5.1.2.3 Hersteller und Lieferanten von Kunststoffen und Kunststoffcompounds**

Eine weitere wichtige Gruppe von Unternehmen, die als Kunden für die Fa. NobelMin in Betracht kommen sind die Polymerhersteller und die Compoundeure, die in sehr großen Anlagen auf der Basis eigener Grundpolymere mit Talkum unterschiedlicher Zulieferer Fertigcompounds herstellen. Sie beliefern mit ihren Fertigprodukten dann die Spritzgießer und die polymerverarbeitenden Unternehmen.

Diese Kundengruppe war die zweite Kundengruppe, die für eine Entwicklungszusammenarbeit ausgewählt wurde. Große Unternehmen im Rahmen dieser Gruppe sind die Firmen BASF, Ravago und Lyondell Basell, die im Rahmen der Zusammenarbeit mit NobelMin Talkum und modifizierten Qualitäten eigene Versuche durchführten. Mit der Fa. Ravago konnten mittlerweile auch anwendungsbezogene Versuche mit weitergehend funktionalisiertem Talkum durchgeführt werden. Die Preis-Leistung- bzw. Kosten-Nutzen-Abschätzung ist noch nicht abgeschlossen.

### **5.1.2.4 Papierindustrie**

Die Papierindustrie war lange Zeit einer der größten Abnehmer für Talkum. Das Mineral wurde dabei einerseits als Produktionshilfsmittel zur Bekämpfung von Problemen mit Harzen und klebenden Verunreinigungen in Papiermaschinenkreisläufen eingesetzt, andererseits in Streichfarben zur Verbesserung der Oberflächeneigenschaften. Bei Einsatzmengen von wenigen Prozent in der Papiermasse oder im Strich handelt es sich dabei um große Mengen: Eine „kleine“ Papiermaschine mit einer Jahresproduktion von 100000 t Papier pro Jahr benötigt damit selbst bei einer Einsatzmenge von nur 1% bezogen auf das Endprodukt Papier 1000 t an Talkum.

Die fortschreitende Vereinheitlichung der Papierqualitäten führte allerdings ebenso wie die immer härteren Kosteneinsparungen zu einem fast vollständigen Ersatz von Talkum in der Papierproduktion.

Vor dem Hintergrund, dass feinst gemahlenes Talkum sehr schwer zu dispergieren ist und daher in der Papierindustrie aufgrund der Handhabung praktisch fast ausschließlich wässrige Dispersionen eingesetzt werden/wurden, stellte dieser Industriebereich keinen Zielmarkt dar. Weitere Gründe dafür waren, dass Talkum im Vergleich zu den anderen eingesetzten Füllstoffen und Pigmenten (mit Ausnahme einiger Spezialqualitäten) deutlich teurer ist. Damit werden in der Papiermasse nur geringe Mengen eingesetzt und in diesen Fällen führen dann auch schlechtere und billigere Qualitäten, wie sie die NobelMin nicht anbieten kann, zu keinen qualitativen Nachteilen.

### **5.1.2.5 Talkum – Produktqualitäten und Anforderungen**

Die Anforderungen an die Produktqualität bei Talkum ist von den Anwendungen abhängig. Dies wurde auch bei den Kundengesprächen bestätigt. Dabei betrifft das Interesse der Hersteller von Kunststoffcompounds als Großabnehmer in vor allem kosteneffiziente Produkte. Die hohe Weiße und Reinheit der NobelMin-Produkte ist dabei weniger ausschlaggebend und dementsprechend können die erforderlichen hohen Verkaufspreise der NobelMin nur schwer erreicht werden. In jedem Fall ist die auch hier geforderte Feinheit nur durch einen optimal eingestellten Sichtungsprozess zu erreichen.

Die bei der NobelMin herstellbaren Produktqualitäten ATP (mittelfein gemahlenes Talkum) und TTD (hochfein gemahlenes Talkum) entsprechend dabei den Produkthanforderungen weitestgehend. In diesen Fällen betreffen die Qualitätseigenschaften vor allem die Partikelgrößenverteilungen und die Reinheit des Rohstoffes (Asbestfreiheit, geringe Schwermetallgehalte, hohe Weiße etc.).

Je nach Kundenanforderung kann dabei ggf. auch ein Mischprodukt aus ATP und TTD bei der Compoundherstellung eingesetzt werden.

Im Zuge der Belieferung einzelner Kunden mit Versuchsprodukten ergaben sich allerdings immer weitere Anforderungen, die auch weitere Investitionen und Anlagenumbauten zur Folge hatten. Dabei betrafen die Forderungen nicht nur qualitätsbezogene Kriterien, sondern stellten auch an die Logistik neue Anforderungen die gleichzeitig die Qualität der Produkte betrafen: Für den Eintrag des mikronisierten

Talkums in größeren Mengen wurden daher ebenso wie für die Verpackung zum Verkauf als Sackware eine Kompaktierung erforderlich.

Weitere Anforderungen von Kunden zur Thematik der Produktsensorik wurden aufgeworfen und analytische Probleme zum Gehalt an gesättigten und ungesättigten bzw. aromatischen Kohlenwasserstoffen (MOSH/MOAH) mussten gelöst werden.

Die Fragen und Thematik der Qualität des Aspekt-Verhältnisses und der Relevanz der Ölzahl, der Nassweiße und Opazität sind auch bis heute noch nicht abschließend gelöst.

### 5.1.3 Literaturarbeit

In der Literatur wird in vielen Veröffentlichungen der positive Effekt von Talkum auf die Eigenschaften von Polypropylen-Compounds dargestellt. Dies betrifft

- die Festigkeit
- die Temperaturbeständigkeit
- die Kristallinität

Auch die Verschlechterung der Produkteigenschaften der Polymer-Compounds bei mehrmaligem Recycling wird durch den Talkumanteil vermindert, da bei der Aufarbeitung durch die zunehmende Delaminierung und Vereinzeln von Talkumplättchen (Steigerung des Aspect-Ratio) der durch die Mahlung und Extrusion induzierte thermo-mechanische Abbau des Polymers überkompensiert wird.

Im Gegensatz dazu ist zur spezifischen und funktionalen Oberflächenmodifikation von Talkum keine Literatur zu finden. Auch zu den spezifischen Oberflächeneigenschaften werden nur vereinzelt Erklärungen zu den hydrophoben Eigenschaften des Minerals gegeben.

Deutlich mehr Literatur gibt es zu den Einsatzbereichen von Talkum als Füllstoff oder als Hilfsmittel in unterschiedlichen industriellen Anwendungen. Hier sind vor allem die bereits erwähnten Einsätze als Füllstoff und Nukleierungsmittel in Polymercompounds und die Verwendung als Störstoffabsorber in der Papierindustrie zu nennen.

Die vereinzelt im Vertrieb anzutreffenden aminofunktionalisierten und silanisierten Qualitäten von Wettbewerbern der Fa. NobelMin werden hinsichtlich der dahinterstehenden und angestrebten Funktionalitäten und Vorteile nicht genauer beschrieben.

Vor dem Hintergrund der Einsatzgebiete in der Kunststoffindustrie zeigte sich aber, dass auch hier die Funktionalisierung des Talkums hinsichtlich der Wechselwirkung mit dem Polymer eine Rolle spielt. In diesen Anwendungen wird allerdings nicht von einer Funktionalisierung des Talkums gesprochen, sondern die Thematik als Additivierung der Compounds bezeichnet. Die hierfür eingesetzten Wachse und

Harze adsorbieren zwar ebenfalls an die Oberfläche des Talkums und beeinflussen insgesamt die Eigenschaften des Compounds, werden als separate Komponente im Compound aber nicht ursächlich in Verbindung mit den Eigenschaften des Füllstoffes gebracht.

Prinzipiell stellt die Compoundierung mit dem Verfahren von NobelMin einen im Wettbewerb stehenden Prozess dar, durch den die Wechselwirkung von Füllstoff und Polymer ebenfalls modifiziert werden kann. Vor dem Hintergrund der Optimierung von Partikelgrößenverteilung, Dispergierbarkeit und Funktionaler Wechselwirkung in der Polymerphase des Compounds ist die Zugabe von Additiven in den Compoundierextrudern aber deutlich weniger geeignet: die Zusätze müssen Schmelzen, viskos spreiten und im Polymer löslich sein, um in der kurzen Zeit im Extruder eine optimale Verteilung zu erreichen. Im Gegensatz dazu ist die Additivierung und Funktionalisierung des Talkums in der Mühle deutlich effizienter: Im Hochenergiezerkleinerungsprozess ist der intensivste Kontakt von neu entstandenen Talkum-Oberflächen mit den Zusatzstoffen und Reaktanten gegeben und führt zu einer optimalen Verteilung von flüssigen und festen Additiven bis in den Submicron-Bereich. Literatur und Ergebnisse derartiger mechano-chemischen Behandlung von Talkum konnte nicht gefunden werden.

### 5.1.4 Zusammenfassung Pflichtenheft

Für die Produktion wurden im Rahmen des Projektes die Rohstoffqualitäten eines Lieferanten aus Indien ausgewählt und zertifiziert. Die Talkumqualität ist asbestfrei und besitzt höchste Weiße und Reinheit.

Vor dem Hintergrund bestehender Kundenanfragen und Produktlieferungen wurde das Polypropylen Moplen 2000 als Matrix für die Compoundherstellung ausgewählt. Das Produkt der Fa. PolyIC ist ein Standard-Polypropylen, wie es vor allem auch im Automobilbau eingesetzt wird. In diesem Marktsegment ergeben sich für NobelMin Talkum vor allem durch die hohe Reinheit und den geringen Schwermetall- und Carbonat-Anteil weitere Marktvorteile und Alleinstellungsmerkmale.

Die hierfür vorgesehenen Talkumqualitäten sind Produkte mit einer Partikelgrößenverteilung von  $D_{98} < 5 \mu\text{m}$  und  $d_{50} > 1,5 \mu\text{m}$ , wie auch die etwas gröberen Produktqualitäten mit einem  $d_{98} < 8 \mu\text{m}$  und einem  $d_{50} < 2,5 \mu\text{m}$ .

Da die Grobfraction in dem Bereich  $> 8$  bis  $10 \mu\text{m}$  für diesen Markt nicht geeignet ist, war hierfür die Möglichkeit der Nachmahlung zu prüfen.

Die Anwesenheit von Kohlenwasserstoffen (MOSH/MOAH, Gerüche etc.) muss ausgeschlossen werden.

Eine weitergehende Funktionalisierung der Talkumoberfläche zur weiteren Verbesserung der Endprodukteigenschaften von Polypropylencompounds ist dabei grundsätzlich von hohem Interesse. Die Verbesserungen können sich in vielfältiger Weise ausdrücken und wären für unterschiedlichste Anwendungsbereiche vorteilhaft:

- Festigkeit und Elastizitätsmodul (alle industriellen Bereiche)
- Kratzbeständigkeit (Automobilindustrie)
- Lackhaftung (Automobilindustrie)
- Oberflächenglätte (Haushaltsgeräteindustrie)

Vor dem Hintergrund der Energieeffizienz ist neben der Oberflächenfunktionalisierung im Hinblick auf die Dispergierung und oberflächenchemisch-physikalische Einbindung von Talkum in der Polymermatrix die Minimierung der spezifischen Mahlenergie ein Ziel des Projektes.

## **5.2 BESTIMMUNG UND BEWERTUNG DES EINFLUSSES DER SPEZIFISCHEN MAHLANLAGENPARAMETER AUF DIE PARTIKELGRÖßENVERTEILUNG UND DIE PRODUKTEIGENSCHAFTEN UNTER PRODUKTIONSBEDINGUNGEN**

### **5.2.1 Rahmenbedingungen bei der Mahlung und Sichtung**

Bei dem Produktionsprozess der Fa. NobelMin handelt es sich um einen mehrstufigen Trockenzerkleinerungsprozess. Dabei wird das Mineral ausgehend von selektierten Brocken und Bruchstücken mit einer Größe von weniger als 20 - 30 cm zuerst mit einem Brecher auf Größen unter 3 cm, in einer darauffolgenden Zerkleinerung in einer Hammermühle auf unter 0,6 mm gebracht. Dieses vorzerkleinerte Mineralgranulat ist das Aufgabegut für die nachfolgende Feinstmahlung in den Prallmühlen der Fa. NobelMin. Dabei wird das grobe Mineralgranulat in einem Prozessdurchgang auf eine Partikelgröße von  $90 - 95\% < 10 \mu\text{m}$  gebracht.

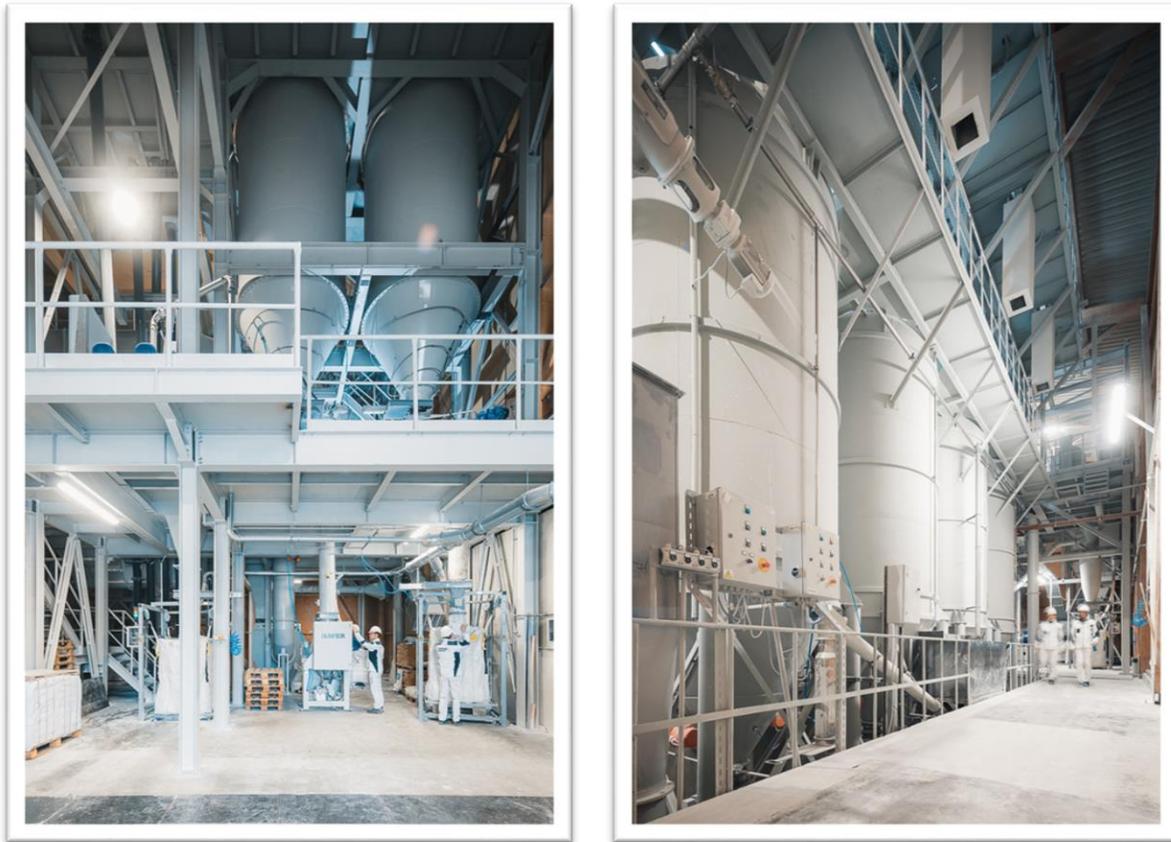


Abbildung 1 Bilder aus der Produktionsanlage der Fa. NobelMin mit den Zwischenlagersilos nach der Mahlung (rechts) und Teilen der Abfüllanlage (links)

Da das Produkt in dieser Form, entgegen den ursprünglichen Erwartungen, nicht den Anforderungen der Industrie entsprach wurde im Rahmen der Projektlaufzeit zusätzlich eine Sichteranlage in Betrieb genommen, die die störenden Grobkornanteile (GG) mit einer Teilchengröße über  $8\ \mu\text{m}$  abtrennt und darüber hinaus die Produktion einer mittelfeinen Qualität (ATP) mit einem Topcut  $D_{98} = 8\ \mu\text{m}$  einer mittleren Partikelgröße von  $D_{50} = 2,5\ \mu\text{m}$ , sowie einer feinen Qualität (TTD) mit einem Topcut  $D_{98} = 5\ \mu\text{m}$  einer mittleren Partikelgröße von  $D_{50} = 1,4\ \mu\text{m}$  ermöglicht.

Bei ATP und TTD handelt es sich um übliche marktgängige Produktqualitäten wie sie auch von Wettbewerbern der Fa. NobelMin angeboten werden. Die prinzipiellen Qualitätsvorteile der NobelMin-Produkte liegen in der hohen Reinheit der Talkum-Qualitäten, die sich durch niedrigere Schwermetallanteile und hohe Weiße auszeichnen und in spezifischen Anwendungen höhere Margen ermöglichen.

### 5.2.1.1 Modellierung des Mahlprozesses in einer Gewürzmühle

Vor dem Hintergrund der Anlagengröße und des Materialverbrauches bei Versuchen auf der Produktionsanlage war die Durchführung von Entwicklungsversuchen mit unterschiedlichen Chemikalienzusätzen nicht möglich. Daher wurden nur Versuche zur Variation des Energieeintrages durchgeführt. Da für die Versuche zur Oberflächenmodifikation der Talkumpartikel im Rahmen einer mechano-chemischen Reaktion einerseits die Generierung frischer Oberfläche (ohne adsorbierte Schichten von Wasser etc.) ebenso wie andererseits die Zerkleinerung und feinste Verteilung der Funktionaladditive erforderlich sind, musste eine alternative mechanische Oberflächenbehandlung gefunden werden.

Da die Mahlung bei den üblichen Labormahlverfahren (Mörsermühle, Kugelmühle, Hammermühle etc.) in einem Reibprozess zwischen einem Rotor und einem Stator stattfindet, und der Eintrag von festen, elastischen, pastösen oder flüssigen Additiven oder Partikeln wie z.B. Polymergranulaten nicht möglich ist (Ablagerungen, Anbackungen, Verklumpungen) wurde auf ein dem industriellen Prozess zumindest funktional ähnlichen Mahlverfahren zurückgegriffen. Um dabei etwas größere Mengen an Talkum verarbeiten zu können wurde hierbei eine Schneidmühle zur Gewürzmahlung eingesetzt. Bei einer Rotationsgeschwindigkeit von annähernd 20000 UpM werden in derartigen Mühlen mit dem eingesetzten Messer bei einem Messerradius von 6 cm ebenfalls Stoß- und Umfangsgeschwindigkeiten von über 200 m/s erreicht. Um gleichzeitig höhere Stoßhäufigkeiten zu erreichen musste die Mahlzeit allerdings verlängert werden. In den Versuchen wurde daher eine Mahlzeit von 5 min. pro Versuchspunkt gewählt.

Der auch in der Versuchsmühle erreichte hohe Energieeintrag zeigte sich daran, dass auch bei den Mahlversuchen in dieser Gewürzmühle die Temperatur des behandelten Talkums auf 130 bis 150°C anstieg. Dies führte dazu, dass sich die zugegebenen Additive (sofern sie nicht vollständig schmelzen) zumindest plastifiziert wurden und damit besser und effektiver im Scherfeld der Mühle auf der Oberfläche des hochfeinen Talkums zu verteilen waren.

Durch das Mahlverfahren ergaben sich keine Einschränkungen hinsichtlich des Einsatzes an möglichen Hilfsmitteln. Flüssige Additive konnten ebenso wie feste thermoplastische Polymere problemlos eingearbeitet werden.

Die Art der mechano-chemischen Reaktion und der Art der Wechselwirkung zur Adsorption an die Talkumoberfläche wiederum ist abhängig von den chemisch-physikalischen Eigenschaften der Zusatzstoffe:

- Entropisch-statistische Adsorption
- polar – assoziative Anlagerung
- chemisch-ionische Fällung und Bindung
- hydrophob-assoziative Wechselwirkung

## 5.2.2 Untersuchung und Bewertung der Einflussparameter an der Prallmühle hinsichtlich Produktqualität und Energieverbrauch

### 5.2.2.1 Prozessbeschreibung

Für die Feinmahlung entscheidend sind die Rahmenparameter des Betriebs der Prallmühlen. Bei dem hier bei der NobelMin eingesetzten Mühlenkonstruktion handelt es sich um eine russische Technologie bei der zwei ineinandergreifende Mahlscheiben mit hoher Geschwindigkeit gegenläufig rotieren. Das Mahlgut wird mittig aufgebracht und von der Scheibenmitte zentrifugal nach außen beschleunigt. Bei einer Rotationsgeschwindigkeit von bis zu fast 3000 UpM werden die Mineralpartikel durch die Mahlscheiben auf die Rotationsgeschwindigkeit beschleunigt und Reiben dabei aufgrund ihrer Trägheit aneinander und an den keramischen Prallflächen der Mahlscheiben. In den Übergangsspalten treffen die Mineralpartikel auf ihrem Weg von der Scheibenmitte nach außen auf die mit gleicher Geschwindigkeit gegenläufig rotierende Mahlscheibe. Durch die bei der Umkehr der Rotationsrichtung entstehenden Trägheitskräfte und die daraus resultierenden Stöße und Reibungskräfte werden die Partikel bei Stoßgeschwindigkeiten von 50 m/s bis 300 m/s in den sich ergebenden 8 Prallspalten mikronisiert.

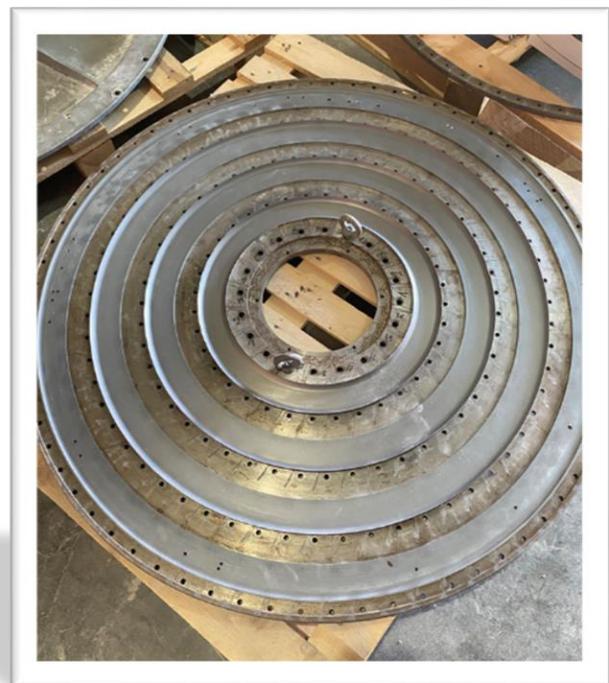


Abbildung 2 Untere und obere Prallscheibe der Prallmühle Nr. 4 bei einer Wartungsbesichtigung

In dem Unternehmen sind insgesamt 4 Mühlen für einen Parallelbetrieb installiert. Das feingemahlene Talkum wird mit der Prozessluft in nachgelagerte Silos transportiert und von diesen aus über Schnecken und Kettenförderer in die neu errichtete 3-stufige Sichteranlage befördert. Hier werden Feinstanteil (TTD)), Mittelfeingut(ATP) und Grobgut(GG) voneinander getrennt und in separate Silos bzw. direkt in Big Bags abgefüllt.

Das in den Silos für die weitere Verpackung zwischengelagerte Feinmaterial (ATP und TTD) auch über eine Sackabfüllanlage für den Markt konfektioniert werden. Ein bereits in Auftrag gegebener automatischer Palettierer wird ab November 2022 zur Erhöhung der Arbeitsproduktivität beitragen.

In einem Kompaktor kann das Feinstmaterial zur Steigerung der Schüttdichte und zur Verringerung des Transportvolumens vor der Abfüllung ggf. zusätzlich entlüftet und kompaktiert werden.

### **5.2.2.2 Mechano-chemische Oberflächenmodifikation**

Für die mechano-chemische Oberflächenbehandlung von Talkum kommt für eine ausreichende Verteilung und die Erreichung der hierfür erforderlichen Energie bei der Fa. NobelMin nur eine Additivzugabe vor bzw. in die Prallmühle in Frage, da nur dann eine gleichmäßige Verteilung und Verankerung der Hilfsmittel auf der Oberfläche der neu generierten und mikronisierten Talkumpartikel erreicht werden kann. Erst in den Prallmühlen wird auch die reaktive und frisch generierte zu belegende Oberfläche zugänglich.

Feststoffe, die als Pulver zugegeben werden, werden vergleichbar mit dem Talkum zerkleinert und mit der Oberfläche des Talkums in innigen Kontakt gebracht, um eine Verankerung zu ermöglichen. Idealerweise wird dieser Prozess in der Mühle durch die entstehende Reibungswärme weiter gesteigert:

- niedermolekulare und polymere Zusätze werden weich und schmelzen teilweise,
- die Diffusionsgeschwindigkeit wird erhöht,
- Reaktionsgeschwindigkeiten werden gesteigert,
- die Verteilung wird durch den innigen Kontakt verbessert,
- die adsorbierten Schichtdicken werden reduziert,
- die Additiv-Funktionalität und die Effizienz werden maximiert.

Nur in einem derartigen Prozess können daher ohne vorhergehendes Lösen und den dadurch bedingten zusätzlichen Lösungsmiteleintrag bzw. den für einen nachgeschalteten Trocknungsprozess erforderlichen Energieaufwand, Polymere und andere Feststoffe feinstverteilt in einem Mineralpulver verteilt werden.

Da bei dem Prozess sowohl das Mineral als auch das zugesetzte organische Material in intensivstem Kontakt und unter hohem Energieeintrag bei hoher Temperatur mikronisiert werden, können durch die mechanischen Zwangs-Wechselwirkungen der feinsten Partikel auch chemisch-physikalisch inkompatible Oberflächen miteinander in Kontakt gebracht werden.

### 5.2.3 Ermittlung des Energieaufwandes für die unterschiedlichen Prozessstufen

Prinzipiell wurde der Produktionsprozess in 3 grundlegende Schritte aufgeteilt und die Energieverbräuche dementsprechend ermittelt:

1. Vorzerkleinerung und Gesteinsaufbereitung
2. Feinstmahlung und Mikronisierung
3. Sichtung, Kompaktierung und Abfüllung

Die Vorzerkleinerung, bei der das Gestein durch einen Walzenbrecher und eine Hammermühle mit nachgeschalteter Siebung von maximal 20 – 30 cm Stücken auf 100% < 3 mm gebracht wird, erfordert dabei mit einem Energieaufwand von 140 kWh/t den geringsten Energieanteil.

Der nachgeschaltete Prozess der Mikronisierung in der Prallmühle liegt mit einem Energieaufwand von 260-280 kWh/t am höchsten. Auch die Anlagen und Ventilatoren des abschließenden Sichtungsprozesses und der nachgeschalteten Konfektionierungs- und Abfüllanlagen, verursachen mit 230 kWh/t einen beträchtlichen Stromverbrauch.

Bei einer detaillierten Untersuchung des Stromverbrauchs und der Durchsatzmengen zeigt sich, dass über die Einstellung der vorgeschalteten Zelleräder der Durchsatz der Prallmühlen zwar über einen weiten Bereich geregelt werden kann, dies jedoch keine signifikanten Auswirkungen auf den spezifischen Energieverbrauch hat.

Die Linearität des Durchsatzes scheint dabei für die Zelleräder in Abhängigkeit von deren Einstellung zumindest für zwei parallel betriebene Mühlen in dem Bereich von jeweils 800kg/h bis 1600 kg/h uneingeschränkt zu gelten.

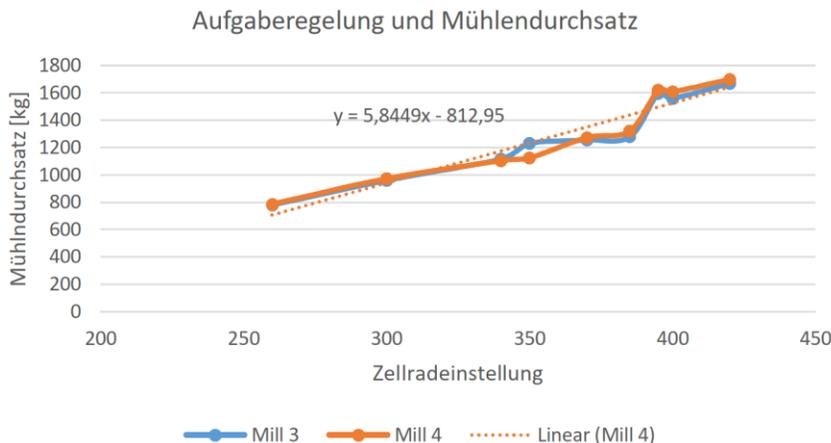


Abbildung 3 Mühlendurchsatz an Talkum bei variabler Zellradeinstellung

Deutlich komplexer ist der Zusammenhang zwischen Mineralaufgabe und Mahlergebnis.

Neben der Qualität sind diese Parameter aber auch entscheidend für den Durchsatz der Anlage und damit für die Energieeffizienz des Mahlprozesses.

Bei den dazu durchgeführten Versuchen zeigte sich, dass die Leistungsaufnahme der Mühle nur unbedeutend von der Mahlgutzufuhr (= Mahlgutaufgabe) beeinflusst wird. Selbst bei einer Vervielfachung der Mühlenaufgabe ist keine signifikante Steigerung der Aufnahmeleistung zu beobachten. Lediglich die unbelastete Mühle (Leerlauf) weist eine um ca. 30% niedrigeren Stromverbrauch auf.

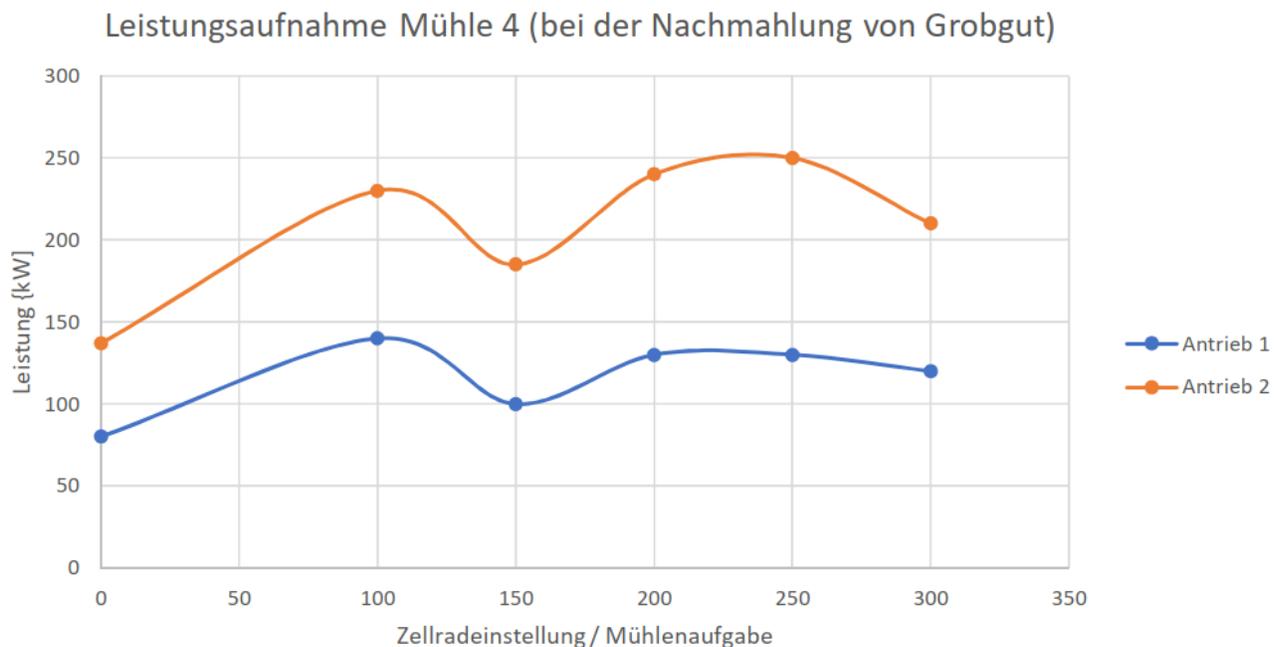


Abbildung 4 Verlauf der Energieaufnahme der Antriebsmotoren der Mühle bei unterschiedlichen Mahlgut-Aufgabemengen (Zellradeinstellungen)

Ein Zusammenhang zwischen den Betriebsvarianten des Brechers und der Hammermühle und dem Feinmahlergebnis konnte bislang noch nicht nachgewiesen werden.

#### 5.2.4 Ermittlung des Zusammenhang Mühlenaufgabe und Mahlergebnis

Entscheidenden Einfluss auf das Mahlergebnis hat die Aufgabemenge auf die Feinstmühle. Hier hat sich gezeigt, dass, anders als bei vielen anderen Mahlanlagen, bei niedriger Mühlenbelastung das Mahlergebnis hinsichtlich der Generierung von Feinstgut deutlich schlechter wird. Dabei ergibt sich bei der in der betrachteten Versuchsreihe eine Art Minimumkurve bei mittlerer Mühlenbelastung. Die Unterschiede sind beträchtlich, da die Kurven für den hochinteressanten Partikelgrößenbereich von unter 1,5 bzw. 2

$\mu\text{m}$  (entsprechend TTD-Feinstqualität) bei optimaler Fahrweise der Prallmühle entsprechend Durchsatzmengen von 1600 kg/h pro Mühle eine 2% bis 3% höhere Produktausbeute bedeuten.

Für die Gesamtproduktion bedeutet dies eine um 5 bis 10% höhere Ausbeute an TTD Feinstqualität bei einem um 10% bis 20% reduzierten Energieverbrauch.

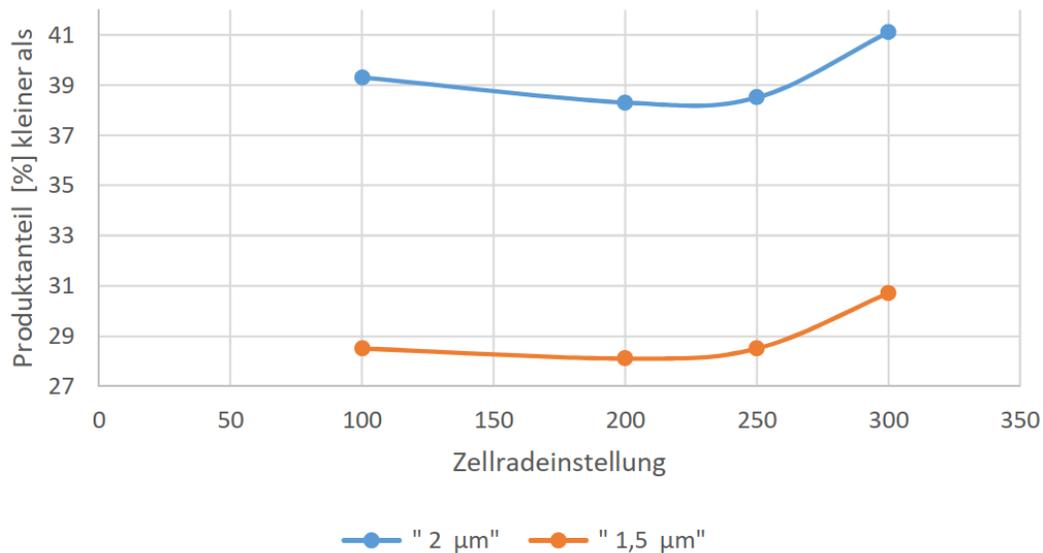


Abbildung 5 Partikelgrößenanteil bei variabler Zellradeinstellung

Von höchstem Interesse ist darüber hinaus, dass nicht nur der Anteil an der Korngrößenfraktion von kleiner 2  $\mu\text{m}$  zunimmt, sondern scheinbar vor allem auch der Anteil in dem Bereich unter 0,4  $\mu\text{m}$ , der mit Hilfe des Micromeritics Sedigraphen hinsichtlich der Partikelgrößenverteilung aufgrund der sehr geringen Sedimentationsgeschwindigkeit nur noch sehr schwer detaillierter aufzulösen ist.

Dieser Bereich ist aber gerade hinsichtlich der überproportional ansteigenden sehr hohen Oberfläche und der daraus resultierenden hohen Absorptivität und Wechselwirkung für viele Anwendungen mit entscheidend.

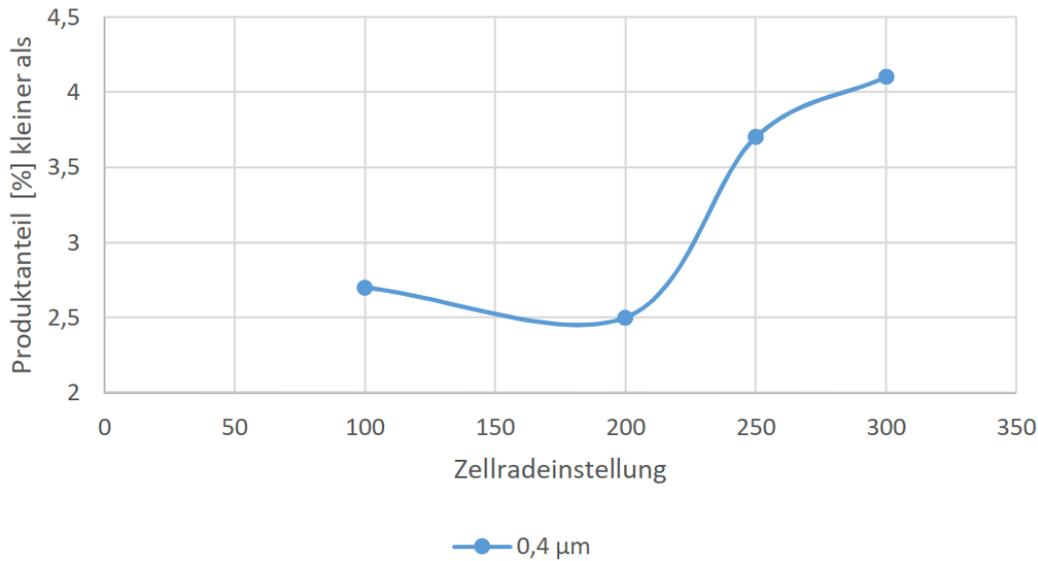


Abbildung 6 Massiver Anstieg des Partikelgrößenanteils über Zellradeinstellung 200 (für eine Mühle)

Da die Mahlung und die Sichtung für die Talkumfunktionalität (Partikelform, -größe und Formfaktor) unabhängig von der Oberflächenfunktionalisierung von entscheidender Bedeutung sind, ist die Optimierung und die Kontrolle der Betriebsrahmenbedingungen qualitätsentscheidend. Unabhängig von der Qualität sind diese Parameter aber auch entscheidend für den Durchsatz der Anlage und damit für die Energieeffizienz des Mahlprozesses. Da für die Modifikation der Talkumoberfläche beim Mahlprozess die genaue Durchsatzmenge als Basis für die Zugabe an chemischen Additiven erforderlich ist, wurden Kalibrierversuche an der Mahlanlage durchgeführt.

## MASSEBILANZ

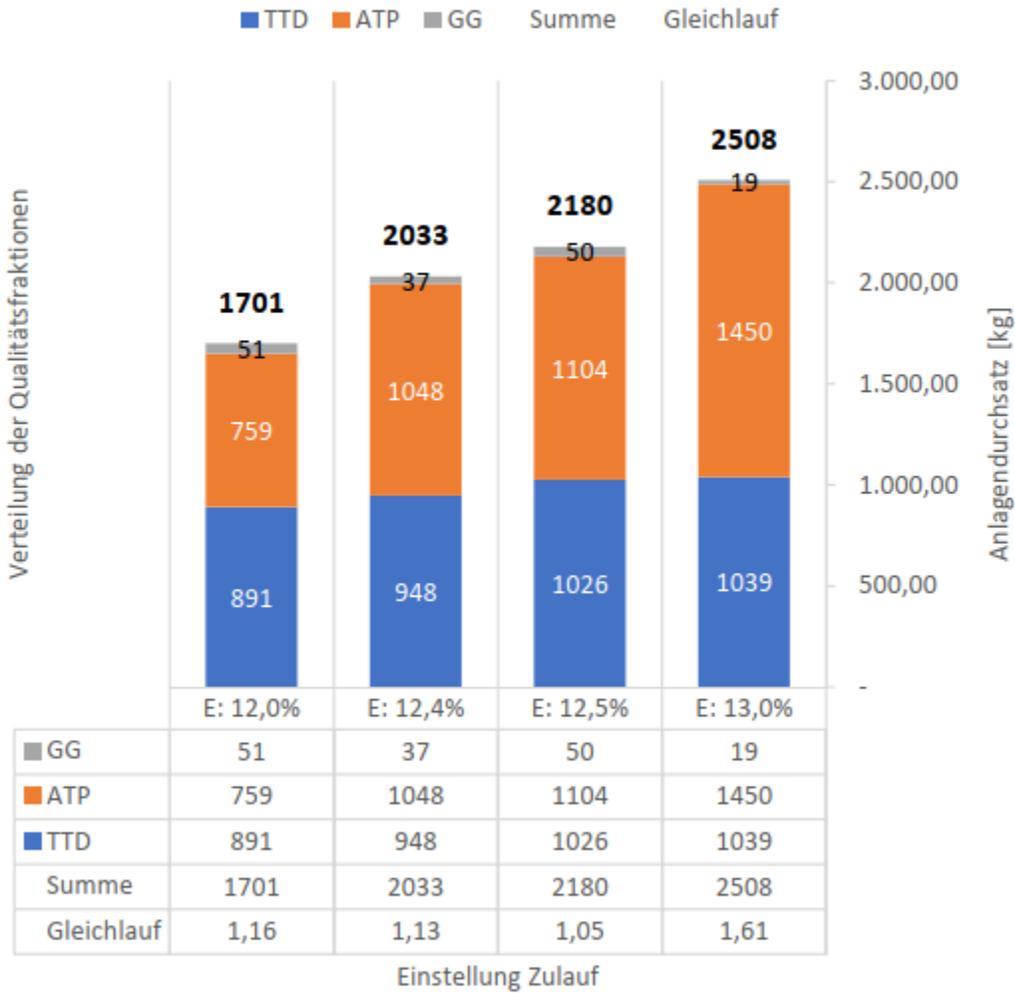


Abbildung 7 Zufuhr an Talkum in die Mühle und Auswirkung auf die Partikelgrößenverteilung entsprechend der Sichterausbeute.

Aus den Untersuchungen geht hervor, dass mit steigender Aufgabemenge die Partikelgrößenverteilung hin zu dem mittelfeinen Produkt verschoben wird. Dabei ist allerdings zu beachten, dass auch durch die höhere Befahrung des TTD-Sichters dessen Trennschärfe abnimmt: Das TTD-Produkt enthält mehr ATP-Anteile (größere Partikel) und das ATP-Produkt enthält mehr Feianteile.

Aus den Untersuchungen geht hervor, dass mit steigender Aufgabemenge die Partikelgrößenverteilung hin zu dem mittelfeinen Produkt verschoben wird.

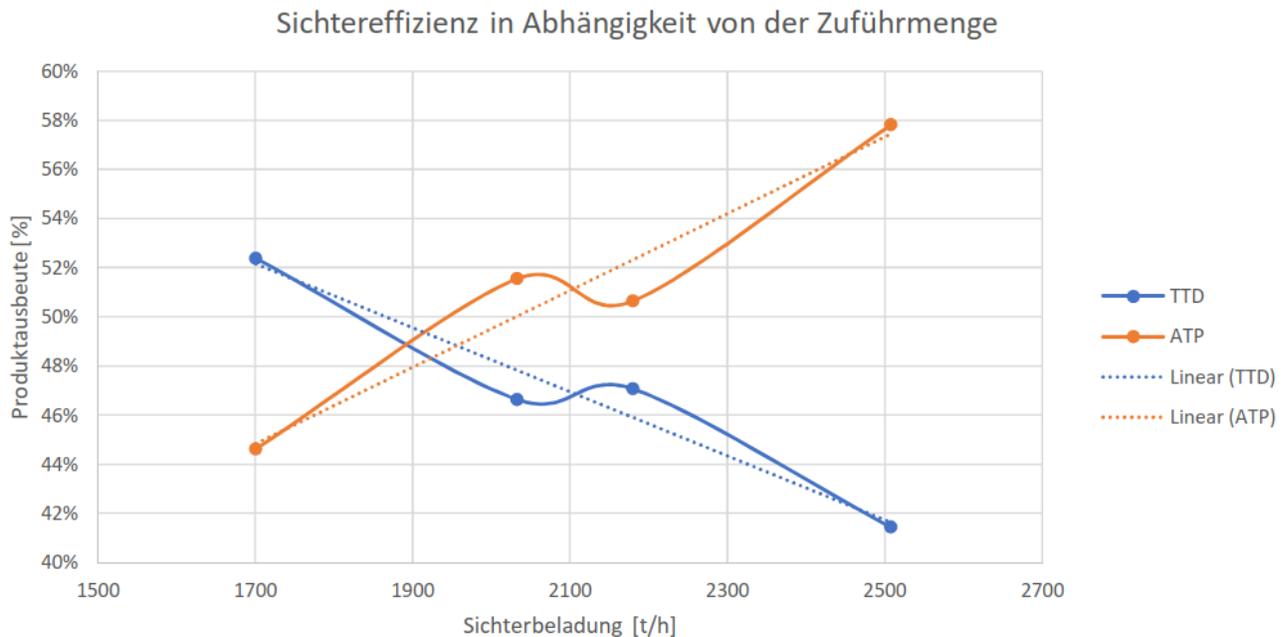


Abbildung 8 Deutlicher Abfall der TTD-Feinstgutausbeute bei steigender Siefterbeladung

Dabei ist wurde beobachtet, dass dadurch die Befahrung der Sichter (insbesondere auch die des TTD zur Abtrennung des Feinstmaterials) zu hoch werden kann, da bei ansteigender Menge an ATP das Verteilungsgleichgewicht der Austragsmengen von TTD und ATP nicht mehr gewährleistet ist. Ein übermäßiger Anstieg der ATP-Menge führt zu einem starken Mitreißen von TTD in die ATP-Fraktion. Unter diesen Umständen ist die Abtrennung des Feinstanteils von den größeren Talkumfraktionen nicht mehr ausreichend gewährleistet. Die Ausbeute an TTD (vgl. Abb.) sinkt von über 52% um mehr als 10% auf unter 42% ab.

Wie die Versuche ebenfalls ergaben, ist dieses Gleichgewicht der Siefterbeladung aber nicht einfach zu ermitteln, da bei sehr effizienter Mahlweise, der Feinstanteil steigt und damit der erste der Sichter (TTD) ebenfalls stärker belastet wird. In diesem Fall aber wird die Trennqualität ebenfalls massiv beeinträchtigt: Bei zu hoher Beladung des Luftstromes ist eine Vereinzelnung der Partikel nicht mehr gegeben, die scheinbare Luftdichte nimmt zu und die Trennqualität nimmt ab. Dies bedeutet: im Feinstgut ist mehr Grobanteil und im Grobgut mehr Feinstanteil.

Dies zeigte sich bei Versuchen bei denen ATP-Produktfraktionen nachträglich noch einmal gesichtet wurden und dabei mehr als 20-30% TTD-Produkt abgetrennt werden konnten.

Rein rechnerisch und effizienzmäßig betrachtet bedeutet die mangelhafte Trennung des Mahlgutes in die unterschiedlichen Feinstfraktionen eine substantielle Verschlechterung der Anlageneffizienz, da bei sinkender Feinstanteilausbeute der Mahlaufwand für die Feinstqualität steigt, gleichzeitig aber die Ausbeute an dem Produkt mit dem höchsten Verkaufspreis sinkt.

Damit ergibt sich ein beträchtlicher Verlust an Wertschöpfung für die gesamte Aufbereitungsanlage.

Darüber hinaus bleibt allerdings auch zu beachten, dass die Sichteranlage neben der Mahlung den zweithöchsten Energiebedarf hat. Damit führt eine verringerte Beladung dieser Anlage zwangsläufig auch zu einer verringerten Sichtereffizienz und zu gesteigerten Energiekosten im Rahmen der Produktion der unterschiedlichen Produktqualitäten.

Je nach Anforderungen ist vor der Abfüllung ggf. eine Kompaktierung erforderlich, die hinsichtlich des Energieverbrauchs keine nennenswerte Kostensteigerung (<10% des Mahlergiebedarfes) darstellt. Kritischer zu sehen ist in diesem Zusammenhang die eingeschränkte Kapazität und der gesteigerte Personal- und Handhabungsaufwand.

### 5.2.5 Kompaktierung

Die Produkte aus der Mahlanlage haben nach der Sichtung je nach Partikelgrößenschnitt eine sehr niedere Schüttdichte. Dies stellt sowohl die Lieferlogistik wie auch die Anwender vor größere Herausforderungen, da das Produkt beim Transport und in der Dosierung beim Verbraucher ein sehr großes Volumen einnimmt. Der Flächenbedarf beim Transport ist höher und LKWs können nicht so schwer beladen werden (= höhere Transportkosten). Im Rahmen der Produktdosierung bei der Weiterverarbeitung des Talkums sind zusätzliche Aufwendung erforderlich, um die mit dem feingemahlten Talkumfüllstoff, z.B. in das Polymercompound, eingetragene Luft im Compounder-Extruder wieder abzutrennen. Je nach Anforderungen ist daher vor der Abfüllung ggf. eine Kompaktierung erwünscht bzw. erforderlich. Durch diesen Konfektionierungsprozess kann die Produktdichte von 0,3 bis 0,4 g/cm<sup>3</sup> auf Werte zwischen 0,6 und 0,9 g/cm<sup>3</sup> gesteigert werden.

Durch die Modifikation der Talkumoberfläche im Rahmen der vorausgehenden Mahlung können auch die Kompaktiereigenschaften signifikant beeinflusst werden, so dass höhere Dichten und kompaktere Talkum-Produkte erreichbar werden. Entsprechend der Literatur kann dies über Schüttkegelhöhen und Stampfdichten auf Laborebene abgeschätzt werden.

### 5.2.6 Untersuchung und Bewertung des Mahlprozesses in Abhängigkeit von den Regelgrößen und Bewertung möglicher Dosierstellen für die Zugabe der Hilfsmittel und Additive

Die Tatsache, dass es sich bei der Produktionsanlage um eine Durchlaufanlage ohne Rücklauf handelt, stellt an die Einstellung des Betriebspunktes besondere Anforderungen. Kritisch ist dabei vor allem, dass selbst bei optimalen Produktionsbedingungen aus dem dreistufigen Zerkleinerungs- und Mahlprozess

mit nachfolgender Sichtung immer drei unterschiedliche Produktqualitäten in variablen Mengen und Qualitäten entstehen: TTD, ATP und Grobgut.

Die Produktqualität, Partikelgrößenverteilung und Produktionsleistung, entsprechend auch die Ausbeute an den unterschiedlichen Talkum-Produkten, sind dabei entscheidend vom Rohstoff und der Anlageneinstellung abhängig. Da nicht anzunehmen ist, dass von allen Produkten jederzeit gleiche bzw. dem Produktionsprozess entsprechende Mengen an TTD, ATP und GG vom Markt benötigt und abgenommen werden, führt ein Ungleichgewicht an Produkthanforderung zum Aufbau eines Überlagers. Je nach Marktanforderung und Bedarf sammeln sich Übermengen einer weniger verkaufbaren Nebenprodukt-Qualität im Produktlager an. Da dieses Problem umso kritischer wird je spezieller und teurer das Produkt ist, stellt diese Thematik insbesondere für die in der Oberfläche einsatzspezifisch funktional modifizierten Talkumprodukte ein Problem dar. Während nicht modifiziertes NobelMin-Talkum zu geringerem Preis ggf. auf dem Spot-Markt unter Wert verkauft werden kann, entspricht eine oberflächenmodifizierte Qualität nicht mehr dem Standard-Talkumprodukt des Wettbewerbs. Es kann daher nicht davon ausgegangen werden, dass derartige Spot-Mengen an modifiziertem Talkum von möglichen potenziellen Kunden ggf. anstelle bestehender Standardprodukte zertifiziert werden ohne gleichzeitig für die NobelMin ggf. das Problem eines neuen Produktionsungleichgewichtes zu schaffen.

Für die Herstellung modifizierter Produkte muss daher die Problematik der Entstehung modifizierter Nebenprodukte grundsätzlich umgangen werden. Da auch die Reinigung der betroffenen Produktionsanlageanteile und hier insbesondere die Reinigung der Luftfilter zur Staubabscheidung nicht gewährleistet werden kann, eine Kontamination der Standardprodukte aber in jedem Fall ausgeschlossen werden muss, bleibt für die Produktion der funktionalisierten Talkumqualitäten nur die Planung einer eigenen Produktionslinie.

### **5.2.6.1 Anpassung des Produktkonzeptes an die Produktionsmöglichkeiten bei der Fa. NobelMin**

Aus der Bilanzierung der Produktionsmengen und der Anforderungen an hochwertige Talkumqualitäten, wie sie von der Fa. NobelMin als Produkt in den Markt gebracht werden sollen, sowie den anlagentechnischen Möglichkeiten zur Herstellung der entsprechenden Produkte ergab sich als Konsequenz für die Produktion der oberflächenmodifizierten Produktqualitäten folgendes:

1. Die Produktion funktionalisierter Produkte aus dem Gesteinsrohstoff ist in einem Durchgang nicht möglich, da eine Sichtung des gemahlten und modifizierten Talkums nicht möglich ist. Die mit den Sichern verbundenen Anlageanteile sind für eine Reinigung zu komplex und können daher nicht gereinigt werden.
2. Das Gesamtprodukt nach der Mahlung enthält ohne Sichtung geringe Mengen an Grobanteilen (GG + ATP + TTD) und ist daher für einen Einsatz in der Industrie zur Herstellung von hochwertigen Produkten nicht geeignet. Ohne Sichtung können die erforderlichen Qualitäten und Verkaufserlöse nicht erzielt werden und eine Produktion wäre nicht rentabel.

3. Ohne Sichtung sind auch die ATP-Qualität neben der TTD-Qualität oder umgekehrt nicht separat funktionalisierbar.
4. Eine Talkum-Qualität mit funktionalisierter Oberfläche kann nur hergestellt werden, indem ein bereits von Grobanteilen befreites (vorgesichtetes) Talkum-Produkt erneut durch einen weiteren Nachmahlprozess in einer separaten Mühle funktionalisiert wird. Als Ausgangsstoff kommen damit nur ein Gemisch aus ATP und TTD bzw. ATP oder TTD allein in Frage:
  - Eine in einem zweiten Mahlgang funktionalisierte Talkum-Qualität kann durch die Funktionalisierung eine deutlich höhere Wertschöpfung erzielen als ein reines ATP bzw. TTD,
  - es treten keine Verunreinigungen der Sichter auf,
  - es entstehen keine funktionalisierten Nebenprodukte,
  - aus dem ATP-Anteil wird durch die Funktionalisierung (separat oder gemeinsam mit dem ohnehin bereits höherpreisigen TTD) ein gleichermaßen werthaltiges und mit höherer Marge zu erzielendes Zusatzprodukt

#### **5.2.6.2 Anpassung der Produktionsmöglichkeiten bei der Fa. NobelMin an das Produktkonzept**

Die bestehenden Anlagenteile sollten mit geringem Kostenaufwand entsprechend anzupassen sein indem:

- Die Möglichkeit zur Nachmahlung durch eine Verbindung zwischen dem Fertigprodukt-silo und der Mühle zur Funktionalisierung geschaffen wird,
- Eine direkte Verbindung zwischen dem Produktsilo und den Abpackanlagen hergestellt wird
- Die Kompaktierung sollte weiterhin möglich sein, da sie von Kunden z.T. als erforderlich eingestuft wird.
- Durch die Möglichkeit der Verwendung von ATP, TTD und ATP und TTD als Mischung und als Ausgangsmaterial zur Funktionalisierung wird die Flexibilität und die Funktionalität der Produktionsanlage weiter gesteigert: ggf. ist durch die Maßnahmen auch eine Weiterverarbeitung und Nachveredelung von ATP zu einem TTD – analogen Produkt mit vergleichbarer Wertschöpfung möglich (Verhinderung des Aufbaus eines ATP-Überlagers).

Nach den ersten Labor-Versuchsreihen, die mit dem grobem Aufgabematerial für die Feinmühlen durchgeführt wurden, wurde daher im weiteren Projektverlauf als Ausgangsprodukt bei den Laborversuchen eine ATP – Standardqualität eingesetzt.

In der Folge ergaben sich daraus auch Konsequenzen für die Verteilung und Wirksamkeit / Effizienz der einzusetzenden Hilfsmittel und Chemikalien.

### **5.3 UNTERSUCHUNG UND BEWERTUNG DER MÖGLICHKEITEN ZUR OPTIMIERUNG DER ZERKLEINERUNGSPROZESSE DURCH ROHSTOFFAUSWAHL, FORMULIERUNGEN UND CHEMISCHE ADDITIVE AUF LABOREBENE / ANALYTISCHE UNTERSUCHUNG UND BEWERTUNG DER VERSUCHSPRODUKTE**

Durch den Ausbruch der Corona – Pandemie wurde in der Folge von strikten Besuchsbeschränkungen und Zutrittsregelungen bei bestehenden und potenziellen Kunden die Durchführung von Entwicklungsprojekten und Versuchen massiv beeinträchtigt. Es nicht zuletzt auch aufgrund von Home-Office Regelungen nicht nur beträchtlich schwerer technologisch innovativen Wissenstransfer zu generieren, auch die Durchführung von Vor-Ort-Versuchen mit den Technikumanlagen der Unternehmen waren praktisch nicht möglich.

Um die Bewertung der Funktionalität der modifizierten Talkumqualitäten durchführen zu können, mussten eigene Analysetechniken entwickelt werden.

#### **5.3.1 Mahl- und Modifikationsversuche auf Laborebene**

Für die Mahlung auf Laborebene wurde ein Schlagmahlwerk einer Gewürzmühle eingesetzt. Ähnlich wie bei dem technischen Produktionsmahlprozess findet hier die Mahlung, Zerkleinerung und die Delamination des Talkums bei einer Vielzahl von Stößen zwischen den Talkumpartikeln und den Prallkörpern der Mühle statt. Bei diesem Prozess werden die zugegebenen Additive und die Mineralpartikel gleichermaßen zerkleinert und in innigem Kontakt miteinander verrieben (bei dem innigen Kontakt mit den frisch entstandenen Oberflächen und den heißen, beim Mahlprozess teilweise auch aufgeschmolzenen Additiven). Wie bei dem industriellen Prozess wurde auch bei den Mahlversuchen mit der Gewürzmühle Grob- gut aus der Hammermühle nach Vorsiebung mit Hilfe einer Allgaier Schwingsieb-Anlage und einer Partikelgröße  $100\% < 3 \text{ mm}$  (= Aufgabegut für die Feinmühlen) eingesetzt.

Bei den Laborversuchen zeigte sich aber, dass dieses Vorgehen nicht praktikabel war: Aufgrund des statistischen Mahlprozesses in der Gewürzmühle und der fehlenden Sichtungsmöglichkeiten war die Mahleffizienz zu gering und es blieben zu viele Grobpartikel übrig. Eine Einarbeitung der auf der Gewürzmühle gemahlten Grobfraction in eine Kunststoffmatrix war daher nicht möglich bzw. sinnvoll. Auch die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung mit dem Sedigraph führt dabei infolge der nicht bestimm- baren und sehr schnell sedimentierenden Grobpartikelfraction zu einem nicht zu vernachlässigenden Analysefehler.

Um diese Unsicherheiten zu umgehen, musste als Ausgangsprodukt für die weitergehende Oberflächenmodifikation bereits gemahlenes und gesichtetes Talkum eingesetzt werden. Vor dem Hintergrund wirtschaftlicher Überlegungen und der technischen Umsetzbarkeit wurde daher in den weiteren Versuchen das ATP –Produkt mit einer mittleren Partikelgrößenverteilung eingesetzt.

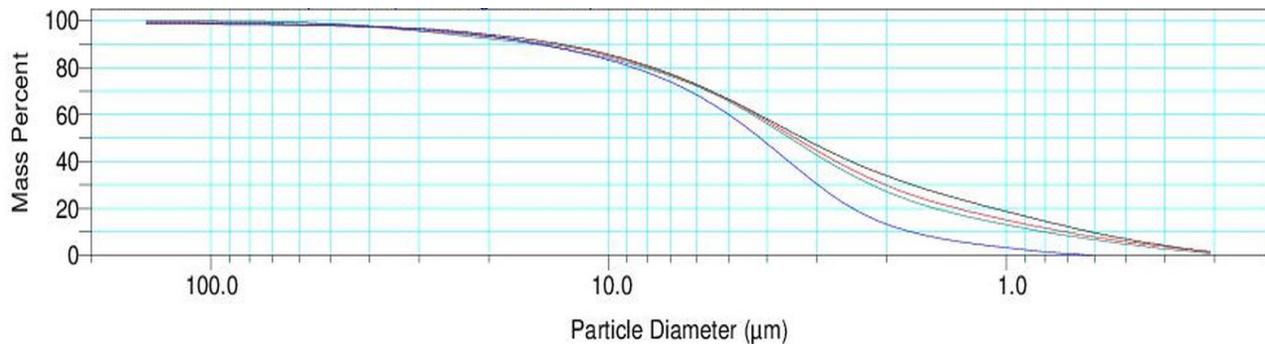


Abbildung 9 Effekte der Additivierung in der Mühle: Chemische Zusätze zur Veränderung der Oberflächeneigenschaften beeinflussen auch die Mahleffizienz und die Partikelgrößenverteilung des Fertigproduktes

### 5.3.2 Einsatzmengen an Funktionaladditiven und mechano-chemische Oberflächenmodifikation

#### 5.3.2.1 Kriterien und Auswahl der Funktionaladditive

Für die Oberflächenfunktionalisierung von Talkum-Partikeln werden bei handelsüblichen Spezialprodukten der NobelMin-Wettbewerber entsprechend Literaturberichten z.B. Silane, Amine, Glycole, Stearate, Sorbate oder Titanate eingesetzt. Bei der chemischen Modifikation von Oberflächen ist nicht nur die Einsatzmenge ein entscheidender Faktor, sondern insbesondere auch die Verteilung der Zusätze im Talkum die sowohl die Funktionalität als auch die Wirtschaftlichkeit des Endproduktes betrifft.

Darüber hinaus bestimmt die Art der eingesetzten Additive auch die chemisch-physikalische Stabilität des Compounds und Eigenschaften wie die Pigment-Polymer-Wechselwirkung, thermische Stabilität und Migration, Wasseraufnahme und Auswaschverhalten etc. niedermolekulare Stoffe (wie z.B. die o.g. Additive) sind hiervon deutlich stärker betroffen als hochmolekulare Polymere. Deren Verträglichkeit wiederum muss aufgrund der intra- und intermolekularen, entropischen und energetischen Wechselwirkungen zwischen Polymer, Pigment und Compatibilizer deutlich genauer abgestimmt werden, um Entmischungsprozesse und Funktionsverluste zu verhindern.

In vielen Fällen kann die Bewertung der komplexen Wechselwirkungen (entsprechend der Funktionalität und Wirksamkeit der Additive), die sich aus Lösungsprozessen, kohäsivem und adhäsivem Verhalten ergeben nur durch aufwändige Versuchsreihen ermitteln.

Anders als bei den o.g. Additiven, die durch einfache Mischprozesse mehr oder weniger gleichmäßig auf die Talkumoberfläche aufgebracht und verteilt werden, können im NobelMin-Prozess nicht nur Flüssigprodukte eingesetzt werden. Durch den high-impact Mahlprozess werden bei den vielfachen Stößen Mineralpartikel und Additive gleichermaßen zerkleinert und feinstverteilt. Je nach Schmelzpunkt und Erweichungstemperatur werden die Additive beim Mahlprozess sogar verflüssigt oder teil-verflüssigt, auf der Mineraloberfläche verschmiert, feinst verteilt und adsorbiert. Wie die Versuchsergebnisse zeigten, ist hinsichtlich der Verarbeitbarkeit im Rahmen des Mahlprozesses grundsätzlich eine sehr breite Palette an Chemikalien für eine derartige Additivierung und Funktionalisierung einsetzbar. Im Vorscreening wurden daher auch unterschiedlichste Hilfsmittel ausgewählt. Auswahlkriterien waren, neben den entsprechenden rechtlichen Richtlinien (Zulassung im Rahmen der Empfehlungen des BFR für Kunststoffe im Lebensmittelkontakt und der VERORDNUNG (EU) Nr. 10/2011 DER KOMMISSION vom 14. Januar 2011 über Materialien und Gegenstände aus Kunststoff, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen), unter anderem auch Schmelztemperatur, Molekulargewicht, Polarität, die Wasseraufnahme und Löslichkeit, die als treibende Kräfte für die Oberflächenanlagerung beim Talkum und für die Kompatibilisierung und den Kraftschluss mit dem Polymer entscheidend sein sollten. Die Additive umfassten u.a. folgende festen und flüssigen oder gelösten Polymere und makromolekularen Stoffe als Modifikatoren:

### Polymere

- Polyester
- Polyethylenglycol
- Polypropylen
- Polymilchsäure
- Polyethylen
- Polyethylenacrylat
- Polyvinylacetat
- Polyamid
- Polyacralate
- Carboxymethylzellulose
- Polyvinylalkohol

### Makromolekulare grenzflächenaktive Stoffe

- Alkylamid
- Alkylcitrat und Lactat-Lösungsmittel und Weichmacher
- Niedermolekulare Polyethylenglycole

### Wachse

- Paraffinwachs
- Polyethylenwachs
- Polypropylenwachs
- Carnaubawachs

Bei einer spezifischen Oberfläche von  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  ergeben sich entsprechend der Literatur Additivmengen im Bereich von 0,5% bis 3%, die dabei funktional unterschiedlichen Wirkungen in der Talkum-Polymer-Mischung entwickeln können. Diese Mengen sind unabhängig von der chemischen Zusammensetzung und Migrationseffekten sowohl funktional als auch hinsichtlich der Kosten in einem machbaren Bereich.

#### **5.3.2.2 Mahlprozess und Oberflächenmodifikation**

Bei den ersten Mahlversuchen im Labor wurde Grobgut aus der Hammermühle (nach Vorsiebung mit Hilfe einer Allgaier Schwingsieb-Anlage) mit einer Partikelgröße  $100\% < 3 \text{ mm}$  (= Aufgabegut für die Feinmühlen) mit unterschiedlichen Additiven eingesetzt. Ziel der Untersuchungen war dabei zu prüfen, ob und wenn ja welche Art von Additiven im Mahlprozess ggf. zu Problemen durch Ablagerungen Anbackungen etc. führte. Darüber hinaus wurde in diesen Versuchsreihen die Mahleffizienz in Abhängigkeit von der Mahldauer untersucht.

1. Unabhängig vom Einsatz der Art an Modifikatoren konnten keine Anbackungen oder Anhaftungen in der Mühle festgestellt werden. Das gesamte Mahlgut konnte frei fließend aus der Mühle geschüttet werden.
2. Es waren zwar deutliche Unterschiede in den Fließeigenschaften erkennbar, eine Agglomeratbildung wurde bei keinem der eingesetzten Additive beobachtet.
3. Es haben sich im Mahlgut Temperaturen von bis zu  $140^\circ\text{C}$  ergeben.
4. Der Grobkornanteil entsprechend den Siebschnitten der untersuchten Mahlproben ging von 46% auf unter 10% zurück. Das Additiv schien dabei auch die Mahleffizienz bereits deutlich zu beeinflussen, da hier eine deutliche Schwankungsbreite der Ergebnisse zu beobachten war. Die besten Versuchsprodukte (geringster Grobkornanteil) lagen bei 3% der Partikel über  $75\mu\text{m}$  Siebschnitt; die schlechtesten Proben lagen bei einem  $75\mu\text{m}$  Siebschnitt von ca.8%.

5. Vor dem Hintergrund der auch für eine weitere Partikelgrößenanalytik noch nicht ausreichenden Feinheit sowie den immer noch hohen Grobgutanteilen wurde versucht durch die weitere Verlängerung der Mahlzeiten, die Feinheit des Produktes weiter zu steigern. Die Ergebnisse zeigten aber, dass selbst die Steigerung der Mahldauer auf 5 Minuten und eine weitere Verdopplung der Prozesslaufzeit (2x 5 min.) nur geringe Auswirkungen auf den Restanteil an Grobkorn besitzt.
6. Unerwünschte bzw. unkontrollierbare Nebeneffekte bei der Mahlung traten auf, wenn temperaturinstabile, reaktive oder lösemittelhaltige Additive eingesetzt werden. Bei Temperaturen über 100°C werden Wasser und leicht flüchtige Bestandteile aus der Mahlgutmischung ausgetrieben. Gasförmige Lösemittelanteile ergeben je nach Konzentration und Flammpunkt u.U. brennbare oder explosive Atmosphären und durch verdampftes Lösungsmittel oder Wasser entsteht in der Mühle ein Überdruck, der das feinstgemahlene Mineral staubförmig aus allen bestehenden Poren treibt.  
Diese Effekte treten vor allem auch dann auf, wenn z.B. gelöste wässrige Produkte eingesetzt werden, bei denen das Wasser sich bei den im Mahlprozess auftretenden Temperaturen von bis zu 140°C verflüchtigt, einen sehr hohen Volumenstrom erzeugt und dann gasförmig im Bereich von Temperaturen über 100°C zur Vermeidung von Kondensation abgetrennt werden muss.

Da für Compoundierversuche aber in keinem Fall gröbere Partikel enthalten sein sollten, wurde in den weiteren Versuchsreihen zur Vermeidung von Grobanteilen als Ausgangsmaterial für die Mahlung auf Laborebene die mittelfeine Produktqualität ATP eingesetzt. Dieses Material mit einem D98 von < 20 µm und einem D50 von ca. 2,5 µm enthält keine Grobanteile mehr und hat damit nach der Modifikation auch keinen Sichtungsprozess mehr zu durchlaufen. Ohne Nebenprodukte und Abfall stellt es damit auch für die Produktion das optimale Ausgangsmaterial dar: Durch die Nachmahlung im Vergleich zu ATP in der Feinheit verbessert und durch die Oberflächenmodifikation funktionalisiert ist das Produkt mit hoher Wertschöpfung fertig für den Verkauf.

### 5.3.3 Schüttguteigenschaften und Fließverhalten

Das Mineral Talkum in seiner feinstgemahlene Form weist entsprechend den physikalisch-chemischen Eigenschaften keine geladenen oder stark polaren Kristallitoberflächen auf. Dies führt dazu, dass unter leichten Vibrationen eine sehr starke Verdichtung des Minerals erfolgen kann.

Je nach Dichte und Oberflächenbelegung unterscheidet sich deutlich auch das Fließverhalten des Produktes: Fließen wie Wasser oder stehen wie ein Berg – in den folgenden Abbildungen sind bei drei unterschiedlich modifizierten Talkum-Qualitäten die Unterschiede im Fließverhalten makroskopisch erkennbar.



Abbildung 10 Drei Talkummodifikationen mit unterschiedlichem Fließverhalten

Unterschiedliches Fließverhalten des Talkum-Pulvers weist dabei entsprechend der Literatur auf unterschiedliches Kompaktierverhalten hin. Ein gutes Fließverhalten ist auch entscheidend für die Weiterverarbeitung und die Dosierung in den Compoundierextruder. Vor allem dann, wenn hohe Mengen an Talkum in Polymere eingearbeitet werden müssen, stören Agglomeratbildung und Anbackungen nach Kundenangaben den Einlauf des Füllstoffes und dessen homogene Verteilung in der Polymermatrix. In der Abbildung 10 ist deutlich erkennbar bei der mittleren Probe ein deutlich besseres Fließen erkennbar.

#### 5.3.4 Versuche zur Bewertung der Nukleierungseigenschaften

Zur Bewertung der Nukleierungseigenschaften der modifizierten Talkumqualitäten wurden an einem Polymeranaloges System mit Paraffinwachs Misch- und Kristallisationsversuche unternommen.

Dazu wurden in einer Reihe von Vorversuchen aus Paraffinen mit unterschiedlichen Schmelzbereichen ein Paraffin mit einem hohen Schmelzpunkt von 68-70°C ausgewählt.

Für die Versuche wurde dann ein Gemisch aus 7g Paraffinwachs 68/70 und 3g Talkum hergestellt. Das Wachs-Talkum-Gemisch wurde auf eine Temperatur von 120-130°C gebracht und gut durchmischt. Da Paraffin bei dieser Temperatur nur noch eine sehr niedere Viskosität besitzt und Talkum von Paraffin aufgrund der partiellen Hydrophobie gut benetzt wird, lassen sich beide Komponenten in der Regel sehr gut mischen.

Im Anschluss daran lässt man die Probe unter Kontrolle der Temperatur während der folgenden 10 Minuten langsam abkühlen. Bei beginnender Kristallisation wird die Kristallisationswärme freigesetzt und die Abkühlung verlangsamt sich, was sich in einem Knick der Abkühlkurve äußert. Durch den Vergleich der Trends der linearen Kurvenabschnitte kann (Alternativ zur Extrapolation und graphischen Auswertung der Kurvenschnittpunkte) der Knickpunkt der Kurve entsprechend dem Beginn der Kristallisation des Polymer-Talkum Compounds berechnet werden.

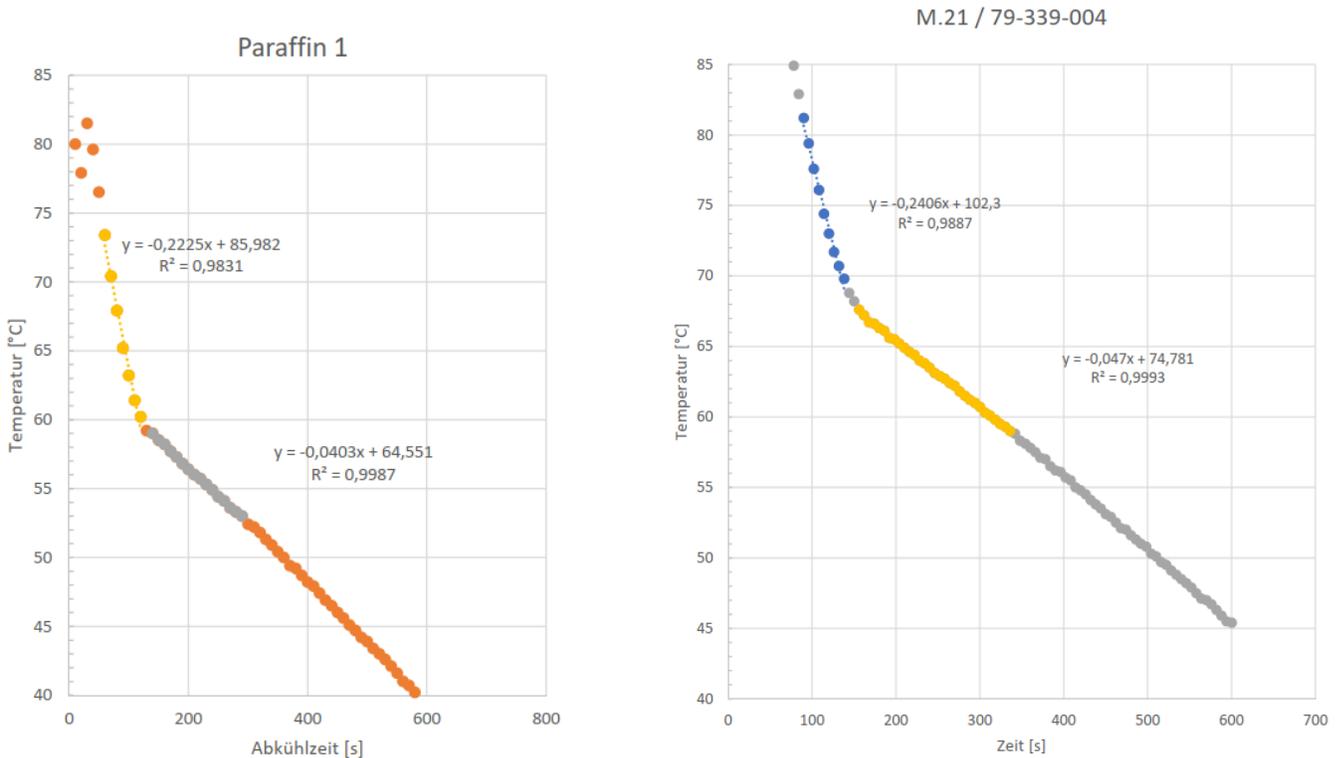


Abbildung 11 Schmelztemperaturdiagramme von Paraffin und Paraffin mit Talkum

Am deutlichsten zeigt sich der Einfluss des Additivs bei der Probe M21/ 79-339-004 bei der ein mit einem Ethylenacrylsäure –Copolymer modifiziertes Talkum eingesetzt wurde. Beim Vergleich der Kurven des reinen Paraffins mit dem Talkum-Compound wird deutlich, dass der Knick und entsprechend die Kristallisation durch die Nukleierungsfunktionalität von Talkum bei der Mischung bereits fast 10 °C früher einsetzt. Diese Ergebnisse entsprechen den Ergebnissen früherer Versuche mit Polymeren, in denen bei Polypropylen ebenfalls Schmelzpunktsteigerungen von bis zu 20 °C und Anstiege des Elastizitätsmoduls beobachtet wurden<sup>1</sup>. Die für eine optimale Nukleierung erforderliche Menge an Talkum liegt dabei aber deutlich niedriger (sehr effizient bereits unter 0,2% Talkum-Zusatzmengen).

### 5.3.5 Einfluss der Talkum-Modifikation auf die Schmelzeigenschaften

Ein für die Verarbeitung ebenfalls sehr wichtiger Parameter ist die Schmelzviskosität von Polymeren und deren Compounds. Da die Herstellung der Compounds nur auf speziellen Extrudern möglich ist und darüber hinaus die Extrusionsbedingungen die Schmelzeigenschaften, die Pigment- bzw. Füllstoffverteilung, die Schmelztemperatur und andere Eigenschaften beeinflussen ist eine Untersuchung des Einflusses der Oberflächenmodifikation von Talkum in einer Polymermatrix nur sehr schlecht durchzuführen.

<sup>1</sup> Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites, Hartun G.Karian, Marcel Dekker Inc. 2003, S.638 ff

ren. Vor diesem Hintergrund wurden auch diese Untersuchungen an dem Modellsystem Paraffin-Talkum durchgeführt. Bei diesem System ist das Compounding ebenso wie die Bewertung der Schmelzeigenschaften einfacher möglich, so dass bei vergleichenden Versuchen mehr Untersuchungen durchgeführt werden können. Die einfache Compoundierung von Talkum mit Paraffin, die einfache und selbstständig ablaufende Entgasung der in die Schmelze eingetragenen Luft und die einfache und visuell mögliche Bewertung des Versuchsablaufes erlauben eine deutlich bessere Bewertung der systemspezifischen Wechselwirkungen zwischen dem kurzkettigen, hydrophoben Polyethylen Paraffin.

Darüber hinaus sind nach Rücksprache mit der Universität Stuttgart und der Hochschule Aalen für einen Compoundierversuch mit Polymer und Talkum in der Regel Polymermengen von 10-20 kg und 3 – 6 kg modifiziertes Talkum erforderlich. Während das Basispolymer kein Problem ist, stellt die Herstellung von 6 kg modifiziertem Talkum in 100 – 300g Ansätzen in der Gewürzmühle durchaus ein größeres Problem dar. Bei den Versuchen mit dem System Talkum-Paraffin sind Versuchsmengen an Talkum von deutlich unter 1 kg ausreichend.

### **5.3.6 Dispergiereigenschaften und Schmelzeviskosität**

Durch die Oberflächenfunktionalisierung haben sich auch bei der Dispergierung in hydrophoben und hydrophilen Systemen deutliche Unterschiede ergeben, die vor allem auch hinsichtlich der Verteilung des feinstgemahlten Minerals in einer hoch- oder niedermolekularen Matrix große Unterschiede erwarten lassen.

#### ***5.3.6.1 Dispergierung in Paraffin und andere organische Polymersysteme***

Für die Versuchsreihe wurden aus der Reihe der Mahlmodifikationsversuche vergleichbar mit den Versuchen zur Keimbildung (Nukleierung) ein Paraffin-Talkum-Modellcompounds hergestellt.

Bereits beim Eindispergieren des Füllstoffes in das Paraffin wurden deutliche Unterschiede im Benetzungsverhalten des modifizierten Talkums mit dem Paraffin beobachtet. Es wurden dabei neben unverändert niederstviskosen Schmelzen auch sehr starke Viskositätssteigerungen und die Ausbildung einer Fließgrenze beobachtet: unmittelbar nach dem Ende der Scherung bleibt die Schmelze stehen und fließt nicht mehr frei, so dass durch die schnell ansteigende Viskosität keine glatte Oberfläche mehr entsteht.

Derartige Unterschiede könnten vor allem bei Flüssigklebstoffen auf Epoxyd-Basis z.B. (vgl. Produktanfrage der Fa. Hexpol) Produkte mit neuer Funktionalität darstellen und eine Differenzierung zum Wettbewerb ermöglichen.

#### ***5.3.6.2 Compoundherstellung mit Polypropylen***

Für ein weiteres Upscaling der Laborergebnisse wurden mit einem Doppelschnecken-Extruder-Compounder an der Universität in Stuttgart Compounds mit Moplen 2000 (dem ausgewählten Polypropylen-Basis-Polymer) und unterschiedlich modifizierten Talkum-Qualitäten Compounds hergestellt.

Der Extruder wurde dazu mit 3 Funktionszonen betrieben: 2 davon waren Knetter-Zonen und eine Zone war eine Misch- und Verteilerzone.

Obwohl die Dispergierung von Talkum und deren Auswirkungen auf die Schmelzeviskosität bei Paraffin augenscheinlich erkennbar waren, konnten bei den Compoundierversuchen an der Pilotanlage des IKT in Stuttgart keine signifikanten Unterschiede im Leistungseintrag beim Compoundierextruder festgestellt werden.

Die beobachteten Unterschiede von +/-1,5% im Drehmoment-Wert konnten bei einem Gesamt-Drehmoment von 25 % insgesamt keiner signifikanten Änderung des Talkumproduktes zugewiesen werden. Es muss davon ausgegangen werden, dass die Unterschiede in der Energieaufnahme bezogen auf den Gesamtenergiebedarf im Verhältnis zu den Änderungen im Füllstoff an der Versuchsanlage nicht relevant sind.

### ***5.3.6.3 Dispergierung in wässrigen Lösungen***

Auch die Dispergierung in Wasser betreffend wurden nach der Oberflächenmodifikation bei den Talkum-Proben massive Unterschiede festgestellt. Einzelne polymere Hilfsmittel haben beim Talkum zu einer gesteigerten Hydrophobie geführt, so dass die Ergebnisprodukte nicht mehr mit dem Sedigraph vermessen werden konnten (die Benetzung mit dem Standard-Dispergiersystem war nicht mehr möglich).

Andere Additive (LacEt) haben im krassen Gegensatz dazu zu einer vollständigen, selbsttätigen Dispergierung geführt, so dass die Partikel des gemahlene Talkums ohne mechanische Einwirkung und ohne Rühren innerhalb kürzester Zeit benetzt und in Wasser eingetragen wurden. Mit dem Additiv LacEt wurde für das im Labor nachgemahlene ATP-Material auch der bislang höchste Anteil an Feinstmaterial gemessen und übertrifft in diesem Anteil unter 0,6 µm bis 0,8 µm sogar das Feinstprodukt TTD (vgl. Abbildung 12).

Vor diesem Hintergrund muss der Vergleich der unterschiedlichen Kompatibilisierungsadditive allerdings möglicherweise auch relativiert werden: Es ist derzeit nicht auszuschließen, dass durch stabilisierende und benetzende Hilfsmittel nicht nur die Mahlung beeinflusst wird, sondern auch die Analytik, indem die feinsten Partikel durch die Verbesserung der Benetzung und Stabilität vor einer Agglomeratbildung geschützt und analytisch in ihrer eigentlichen Größe (ohne Zusammenlagerung) erfasst werden.

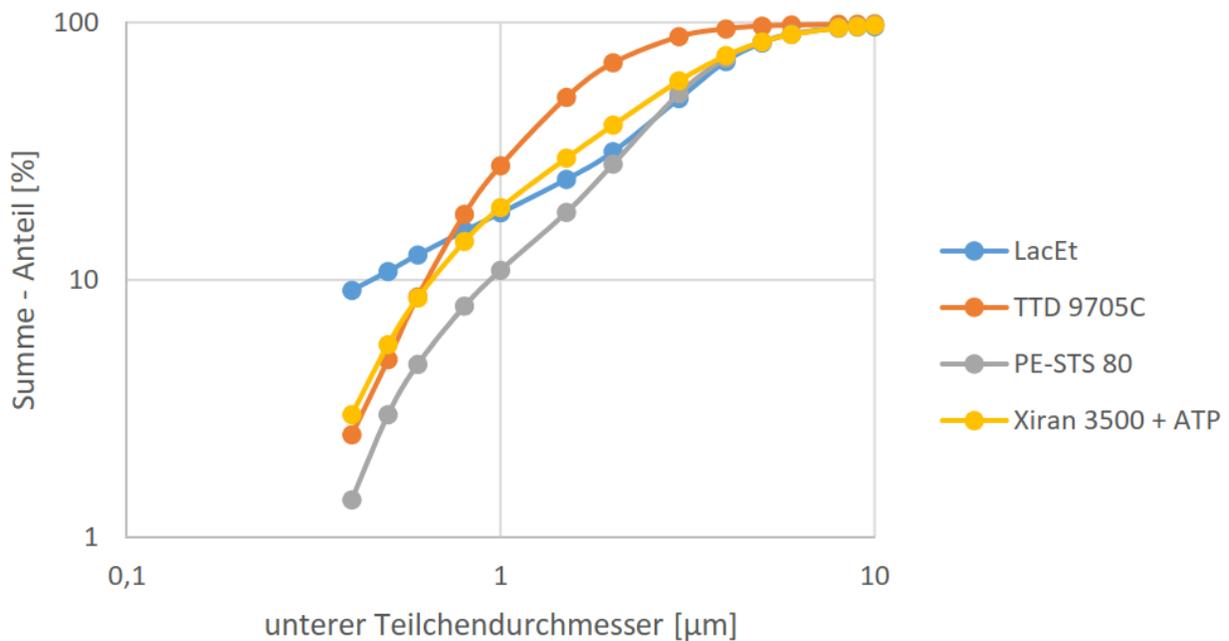


Abbildung 12 Vergleich der Partikelgrößenverteilung von Produkten aus der Labormahlung mit Hilfsmittel und einem TTD-Produkt aus der Produktion

Beim Einsatzes von Talkum als Streichfarbenzusatz in wässrigen Systemen steht die Benetzbarkeit und der effiziente Einsatz an Additiven ohne Störung der Funktionalität im Vordergrund. Obwohl diese Thematik aufgrund der Marktanfragen derzeit nicht auf höchster Prioritätsstufe ist, stellen die Schwierigkeiten bei der Dispergierung und die schlechte Benetzbarkeit beim Einsatz von Talkum in der Papierindustrie z.B. ein gewaltiges Problem dar: Kosten, Handhabung und Funktionalität gehen Hand-in-Hand.

### 5.3.7 Schmelze und Opazität

Ein deutliches Zeichen für die Wirkung der Additive ist auch deren Auswirkung auf die Opazität (Transparenz und Farbe) des Polymercompounds. Entscheidenden Einfluss scheint dabei auch das Benetzungsverhalten zu haben, das bei unvollständiger Benetzung für die Ausbildung von lichtstreuenden Hohlräumen / Mikroblasen und Lufteinschlüssen führen kann. Eine dunklere Färbung könnte dabei auch auf eine teilweise Oxidation der Additive an der Mineraloberfläche unter Einfluss möglicher katalytischer Effekte der Silikatoberfläche des Talkums beim Hochenergie-Mahlprozess haben (bei länger andauernden Mahlprozessen und bei höheren Additivkonzentrationen wurden derartige Abbauprozesse deutlich stärker und ergaben auch ohne Einbindung in eine Polymer-Matrix bereits deutlich verfärbte Talkum Mischungen).



Abbildung 13 Unterschiedliche Auswirkung von Talkum-Füllstoff in Abhängigkeit von der Oberflächenmodifikation auf die Farbe und Opazität des Polymercompounds. Bei gleicher Talkummenge: die Formulierung links ist am dunkelsten, die in der Mitte am hellsten, Die rechts leicht gelblich, hoch opak und mit unebener Oberfläche.

## 5.4 PRODUKTIONSVERSUCHE ENTSPRECHEND DEN VORUNTERSUCHUNGEN IN AP 2 UND AP3 / ANALYTISCHE UNTERSUCHUNG UND BEWERTUNG DER TESTPRODUKTE

### 5.4.1 Versuche beim IKT (Institut für Kunststofftechnik) in Stuttgart

Ausgehend von den verschiedenen Vorversuchen wurde für eine Pilotversuchsreihe beim IKT in Stuttgart eine Reihe von Produkten ausgewählt, die im Vergleich zu nicht modifizierten Talkum Qualitäten hinsichtlich ihrer Funktionalität als Füllstoff in Moplen 2000 getestet werden sollten.

Die Kriterien für die Selektion waren wie folgt:

- Signifikant unterschiedliches Verhalten in den Vorversuchen
- Polymere oder makromolekulare Stoffe mit geringer Migrationstendenz,
- keine Gesundheitsgefahren oder gesetzlichen Einschränkungen oder Risiken beim Einsatz.

Daraufhin wurden ausgewählt:

- |                             |   |
|-----------------------------|---|
| • Versuchsnummer 79-302-010 | niederschmelzende Polyester (PE-ST5 80)           |
| • Versuchsnummer 79-302-009 | langkettiges Fettsäureamid (Lico LAB FAIP)        |
| • Versuchsnummer 79-302-006 | Isobutylen-Maleinsäureanhydrid-Copolymer (Isobam) |
| • Versuchsnummer 79-302-004 | Ethylen-Acrylsäure-Copolymer (Primacor)           |
| • Versuchsnummer 79-302-002 | Styrol-Maleinsäureanhydrid-Copolymer (Xiran)      |
| • Versuchsnummer 79-344-006 | organisch modifiziertes Siloxan (Tegomer 6879)    |

- Nicht modifiziertes ATP (Mittelfeine Talkum-Qualität der NobelMin)
- Nicht modifiziertes TTD (feinste Talkum-Qualität der NobelMin)
- Nicht modifiziertes TTD (feinste Talkum-Qualität der NobelMin, kompaktiert)

Für die Herstellung der modifizierten Talkumproben wurden die unterschiedlichen Hilfsstoffe in mehreren Chargen zusammen mit NobelMin Talkum (ATP) in der Labormühle jeweils 5 Minuten vermahlen. Die Temperatur des Mahlgutes stieg dabei ausgehend von der Umgebungstemperatur auf 130 – 140 °C an (ähnlich wie beim Produktionsprozess). Für den Vergleich mit nicht modifizierten Talkum Qualitäten wurden in der Versuchsreihe auch unmodifizierte ATP-Qualität sowie TTD-Qualität mit und ohne Kompaktierung eingebunden.



Abbildung 14 Vorlagebehälter des Compoundierextruders mit der Talkum-Polymer-Vormischung

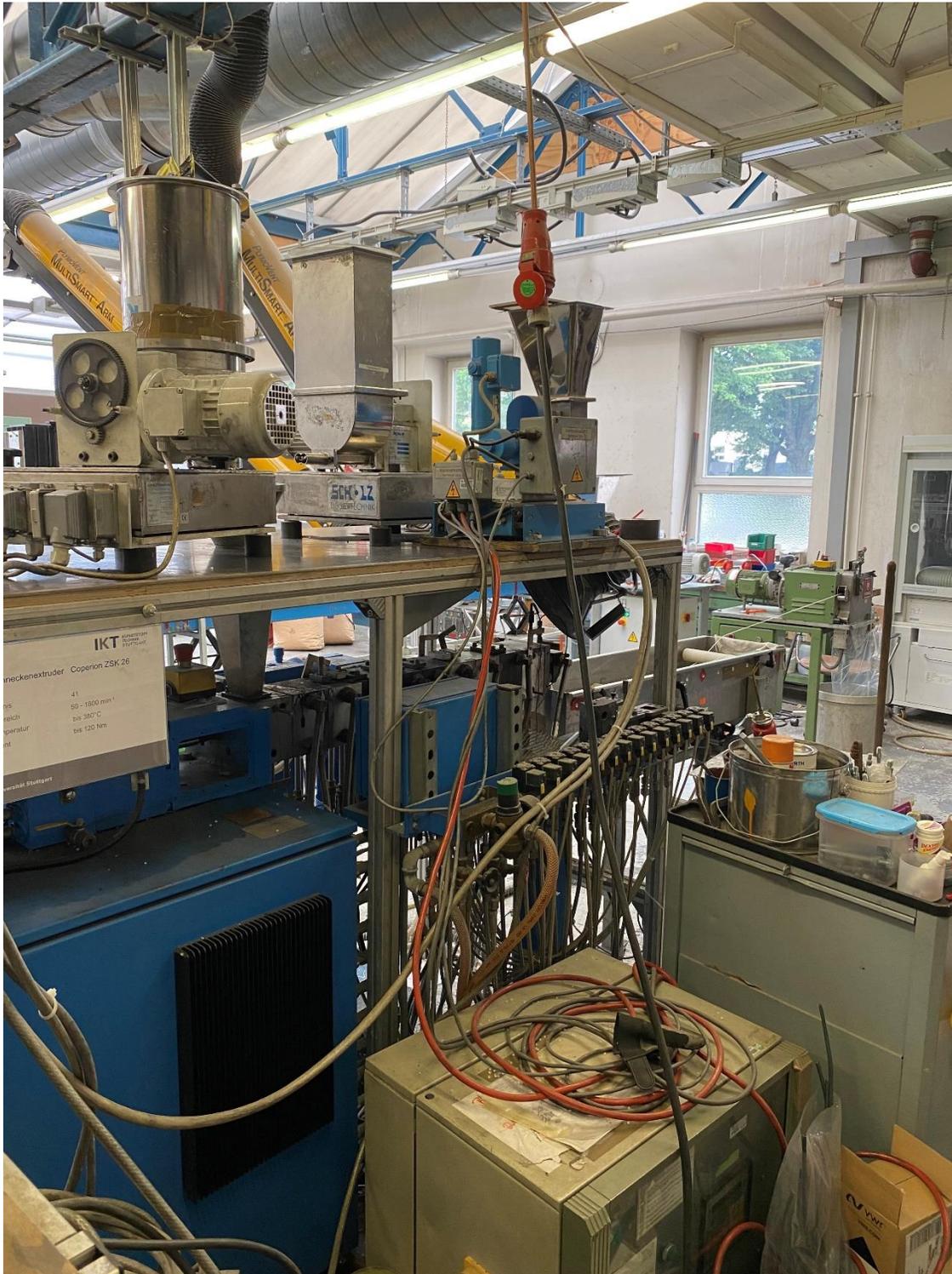


Abbildung 15 Compounder-Extruder mit Drahtversteckung, Kühlwasserbad und nachgeschaltetem Granulierer am IKT in Stuttgart



*Abbildung 16 Auslaufdüse des Compounder-Extruders, Verstreckung und Abkühlung des PP-Talkum-Compounds im Wasserbad*

Mit dem hergestellten Compound wurden im weiteren Verlauf Prüfkörper hergestellt, die entsprechend den technischen Standardmethoden hinsichtlich der relevanten mechanischen Eigenschaften untersucht wurden.

Die Probenbezeichnungen und Versuchsbedingungen der Versuchsserie sind in der folgenden

	Bezeichnung IKT	Probenbezeichnung	Drehzahl [rpm]	Drehmoment [%]	Schmelze- temperatur [°C]	Schmelze- druck [bar]	Abzugs- geschwindigkeit
	Spüldurchgang (reines PP)		148	30	204	2	35
b1	21-0035-01	PP + 20 % unmodifiziertes Talk (ATP)	146	32	205	1	35
b2	21-0035-02	PP + 20 % modif. Talk 79-302-010	150	28	205	1	35
b3	21-0035-03	PP + 20 % modif. Talk 79-302-009	149	28	205	1	35
b4	21-0035-04	PP + 20 % modif. Talk 79-302-012	150	28	205	1	35
b5	21-0035-05	PP + 20 % modif. Talk 79-302-006	148	28	204	1	35
b6	21-0035-06	PP + 20 % modif. Talk 79-302-002	147	28	205	2	35
b7	21-0035-07	PP + 20 % modif. Talk 79-302-004	148	29	205	1	35
c1	21-0035-08	PP + 20 % kompaktiertes Talk (TTD)	151	28	205	2	35
c2	21-0035-09	PP + 20 % unkompaktiertes Talk (TTD)	150	29	204	2	35

Tabelle 1 gegeben

	Bezeichnung IKT	Probenbezeichnung	Drehzahl [rpm]	Drehmoment [%]	Schmelze- temperatur [°C]	Schmelze- druck [bar]	Abzugs- geschwindigkeit
	Spüldurchgang (reines PP)		148	30	204	2	35
b1	21-0035-01	PP + 20 % unmodifiziertes Talk (ATP)	146	32	205	1	35
b2	21-0035-02	PP + 20 % modif. Talk 79-302-010	150	28	205	1	35
b3	21-0035-03	PP + 20 % modif. Talk 79-302-009	149	28	205	1	35
b4	21-0035-04	PP + 20 % modif. Talk 79-302-012	150	28	205	1	35
b5	21-0035-05	PP + 20 % modif. Talk 79-302-006	148	28	204	1	35
b6	21-0035-06	PP + 20 % modif. Talk 79-302-002	147	28	205	2	35
b7	21-0035-07	PP + 20 % modif. Talk 79-302-004	148	29	205	1	35
c1	21-0035-08	PP + 20 % kompaktiertes Talk (TTD)	151	28	205	2	35
c2	21-0035-09	PP + 20 % unkompaktiertes Talk (TTD)	150	29	204	2	35

Tabelle 1 Probenbezeichnung und Versuchsbedingungen

In der folgenden

	Probenbezeichnung	Elastizitäts- modul [Mpa]	Fließ- spannung [Mpa]	Fließ- dehnung [%]	Bruch- spannung [Mpa]	Bruch- dehnung [%]
	Moplen 2000 (PP-Matrixpolymer)	1000	19	5	14	100
b1	PP + 20 % unmodifiziertes Talk (ATP)	1820	18,7	2,8	14,8	27
b2	PP + 20 % modif. Talk 79-302-010	1740	18,2	2,9	14,5	26
b3	PP + 20 % modif. Talk 79-302-009	1730	18,1	3	14,4	26
b4	PP + 20 % modif. Talk 79-302-012	1770	18,6	2,9	14,7	27
b5	PP + 20 % modif. Talk 79-302-006	1910	19	2,6	15,3	18
b6	PP + 20 % modif. Talk 79-302-002	1850	19,1	2,6	15,4	19
b7	PP + 20 % modif. Talk 79-302-004	1780	18,9	2,8	15,2	17
c1	PP + 20 % kompaktiertes Talk (TTD)	2050	19,3	2,6	15,3	21
c2	PP + 20 % unkompaktiertes Talk (TTD)	2010	19,2	2,7	15,3	20

Tabelle 2 sind die Prüfergebnisse der Untersuchung der Spritzgussprobekörper dargestellt.

	Probenbezeichnung	Elastizitätsmodul [Mpa]	Fließspannung [Mpa]	Fließdehnung [%]	Bruchspannung [Mpa]	Bruchdehnung [%]
	Moplen 2000 (PP-Matrixpolymer)	1000	19	5	14	100
b1	PP + 20 % unmodifiziertes Talk (ATP)	1820	18,7	2,8	14,8	27
b2	PP + 20 % modif. Talk 79-302-010	1740	18,2	2,9	14,5	26
b3	PP + 20 % modif. Talk 79-302-009	1730	18,1	3	14,4	26
b4	PP + 20 % modif. Talk 79-302-012	1770	18,6	2,9	14,7	27
b5	PP + 20 % modif. Talk 79-302-006	1910	19	2,6	15,3	18
b6	PP + 20 % modif. Talk 79-302-002	1850	19,1	2,6	15,4	19
b7	PP + 20 % modif. Talk 79-302-004	1780	18,9	2,8	15,2	17
c1	PP + 20 % kompaktiertes Talk (TTD)	2050	19,3	2,6	15,3	21
c2	PP + 20 % unkompaktiertes Talk (TTD)	2010	19,2	2,7	15,3	20

Tabelle 2 Ergebnisse der mechanischen Untersuchung der Polymercompounds

Aus technologischer Sicht haben die erreichten Unterschiede in den Messwerten keine Relevanz und könnten so interpretiert werden, dass die Modifikationen keinen signifikanten Vorteil erbringen. Dies ist auch hinsichtlich der Tatsache zu verstehen, dass mit anderen Polypropylen-Copolymeren allein durch die Modifikation des Polymers deutlich größere Unterschiede erreicht werden können.

Vor dem Hintergrund, dass die Modifikationen hier aber lediglich mit einem Additivzusatz von 2% erreicht wurden und weitere Optimierungsversuche ausstehen, ist es dennoch bemerkenswert, dass mit einem ATP-Talkum durch dessen Modifikation mit einer Einsatzmenge von 2% eines Isobutylen-Maleinsäureanhydrid-Copolymers fast 50% des Unterschieds zwischen dem mittelfeinen Talkum ATP und dem Feingut-Talkum TTD überbrückt werden konnten.

Parallel dazu ist bei der Betrachtung des Ergebnisses der Versuche b2 und b3 erkennbar, dass sich hier eine deutliche Verringerung der Elastizitätsmoduli ergab. Dies war nicht das Ziel, wenn aber durch die Additivierung und Oberflächenmodifikation des Talkums Verbesserungen möglich sein sollten, dann müssen in gleichem Zusammenhang logischerweise auch Verschlechterungen erreichbar sein.

Vor dem Hintergrund, dass zur mechano-chemischen Oberflächenmodifikation von Talkum bislang keine Informationen in Literatur oder von Versuchsergebnissen vorlagen und hier technologisches Neuland betreten wurde, stellen die Ergebnisse daher eine wichtige Basis für weitere Untersuchungen dar.

Die Nukleierungseigenschaften betreffend haben die Untersuchungen keine weiteren Erkenntnisse ergeben. Talkum ist als Nukleierungshilfsmittel so effizient, dass bereits mit einer Einsatzmenge von unter 0,2% eine Sättigung des Nukleierungseffektes erreicht wird und weitere Verbesserungen nicht mehr nachweisbar sind. Die Oberflächenspannung der mit modifiziertem Talkum hergestellten Compounds war leicht (aber nicht entscheidend / signifikant) geringer als die des Compounds mit dem nicht modifizierten Talkum.

#### 5.4.2 Versuche bei Evonik / Ravago

Vor dem Hintergrund der Herstellung eines oberflächenmodifizierten Talkums zur Verbesserung der Kratz- und Scheuerempfindlichkeit von Kunststoffoberflächen wurden in einem Hentschel-Mischer in Zusammenarbeit mit der Fa. Evonik Formulierungen auf der Basis von NobelMin Talkum (TTD) hergestellt.

Obwohl beim Einsatz der Evonik Produkte *Tegomer* in der Mühle und bei den nachfolgenden Compoundversuchen (vgl. Abs 5.4.1 Versuchsnummer 79-344-006 mit organisch modifiziertem Siloxan (Tegomer 6879)) keine speziellen Effekte beobachtet wurden, haben sich bei den anschließend durchgeführten Kundenversuchen (Begleitung wg. Corona-Sicherheitsmaßnahmen nicht möglich) nach Kundenberichten interessante Resultate ergeben. Ziel der Versuche mit diesen Produkten ist die Verbesserung der Kratzfestigkeit. Dies wurde erreicht. Weitere Schritte und Versuche zur Umsetzung der Ergebnisse sind geplant.

## 5.5 WEITERE OPTIMIERUNG UND ÜBERTRAGUNG DER VERSUCHSERGEBNISSE IN DIE PRODUKTION

### 5.5.1 Versuche zur alternativen Modifikation von Talkum im Hentschel Mischer

Beim Einsatz flüssiger Additive sind deutlich geringere Scherenergieeinträge erforderlich, um trotzdem eine ausreichende Verteilung zu gewährleisten. Um den Einfluss der Oberflächenmodifikation mit Silanen zu bewerten, wurden Versuche durchgeführt bei denen die unterschiedlichen Additive als Flüssigkeiten in einen Hentschel Mischer eingebracht wurden.

Bei Hentschel Mixern handelt es sich um rotierende Trommelmischer. Alternativ zur Modifikation des Talkums in der Mühle ist prinzipiell auch eine Additivierung in derartigen Mixern möglich. Allerdings kann selbst in einem Hochenergiemischer kein mit den Prallmühlen vergleichbarer Energieeintrag stattfinden und die Zugänglichkeit der Oberfläche des vor-mikronisierten Minerals ist geringer.

Die Limitierungen in diesem Prozess sind klar: hier können nur flüssige Adsorbentien eingesetzt werden, da nur diese bei entsprechender Eignung auch in die Poren der feinsten Agglomerate eindiffundieren können. Feste Partikel werden nicht zerkleinert und bleiben in ihrer Größe erhalten. Bei sehr feinen Pulvern kann eine gute Verteilung durchaus möglich sein, sofern keine Agglomeratbildung eine entropisch begünstigte Entmischung zur Folge hat. Es ist in jedem Fall davon auszugehen, dass eine vergleichbar feine Verteilung und Adsorption auf der frisch generierten Talkumpartikeloberfläche, wie sie bei der gemeinsamen Vermahlung in der Prallmühle stattfindet, in keinem Fall erreicht werden kann: Agglomerate bleiben erhalten, feinste Talkumpartikel werden nicht erreicht und die Talkumboberflächen wird nur zum geringen Teil physikalisch mechano-chemisch modifiziert.

Die Gefahr einer durch Dichteunterschiede induzierten Entmischung von derartigen Talkummischungen ist deutlich größer. Im Hentschel Mischer werden keine hohen Temperaturen oder Prallenergiekräfte erreicht und auch die Verteilung der Additive ist schlechter.

## 5.6 TESTUNG DER VERSUCHSPRODUKTE IN KUNDENANWENDUNGEN UND BEWERTUNG DER ENDPRODUKTERGEBNISSE

Für die Testung der Ergebnisse waren ursprünglich kundenspezifische Untersuchungen in den Versuchs- und Entwicklungslaboren bei den NobelMin-Kunden: Hexpol, Rehau und Lyondel Basell vorgesehen und bereits abgesprochen. Aufgrund der strikten Besuchsbeschränkungen während der Coronapandemie waren derartige Versuche jedoch bei keinem der Unternehmen möglich. Aus diesem Grund

wurden die Versuche zusammen mit dem Institut für Kunststofftechnologie (IKT) der Universität Stuttgart in mehreren Stufen durchgeführt: Talkummodifikation – Compoundherstellung – Prüfteilspritzguss – Probeteiltestung.

In Zusammenarbeit mit dem Additivzulieferer Evonik konnte eine weitere Versuchsserie zur Modifikation der Talkum-Polymer-Wechselwirkung durchgeführt werden. In diesem Fall wurden die Versuche in den anwendungstechnischen Laboren der Fa. Evonik durchgeführt.

### **5.6.1 Mechano-chemische Modifikation und Oberflächenfunktionalisierung des Talkums**

Die für die Versuche erforderlichen Mengen an oberflächenfunktionalisiertem Talkum wurden entsprechend den Vorversuchen im Labor in mehreren Schritten mit den Labormøhlen hergestellt. Als Ausgangsmaterial wurde dazu ein bereits vorgemahlenes und gesichtetes mittelfeines Produkt eingesetzt, wie dies auch bei den Upscaling-Prozessen gegeben ist. Wie sich bei den Vorversuchen ergeben hatte, führte bereits eine Additivzugabe in dem Bereich von 1 – 2 % zu deutlich erkennbaren Änderungen des Talkum-Produktes (vgl. Nukleierungseigenschaften, Schmelzeviskosität und Schmelzeopazität), so dass auch für diese Versuchsserien diese Einsatzmengen beibehalten wurden.

### **5.6.2 Compoundierversuche**

Für die Versuche beim IKT in Stuttgart wurde nach Rücksprache mit den Kunden das entsprechende Basispolymer beschafft, das mit einer Reihe von modifizierten Talkum-Produkten compounding wurde. Die zusammengefassten Ergebnisse sind in Abs. 5.4 mit eingeschlossen.

## **5.7 ÖFFENTLICHKEITSARBEIT, VERÖFFENTLICHUNGEN, VORTRÄGE**

Die Möglichkeiten des Einsatzes derartig modifizierter Talkum-Qualitäten zur Optimierung der Funktionalität von Polymercompounds wurde in einer Vielzahl von Gesprächen und Kontakten mit Kunden und potenziellen Kunden diskutiert. In einigen Fällen haben sich bereits Entwicklungskooperationen ergeben, so z.B. mit der Fa. Südpack (großer Hersteller von Verpackungen auf Kunststoffbasis für funktionale Packstoffe mit verbesserter Funktionalität und Rezyklierbarkeit), der Fa. Evonik (für die Herstellung modifizierter Talkumqualitäten zur Verbesserung der Kratzfestigkeit von Kunststoffoberflächen), mit der Fa. Hofmann Minerals zur Herstellung modifizierter Talkum-Qualitäten zur verbesserten Verankerung der Pigmentpartikel in einer maleinierten Polypropylen-Kunststoffmatrix etc..

Das industrielle Interesse ist an diesen Verfahren hoch.

## 5.8 FAZIT UND AUSBLICK

Die Oberflächenfunktionalisierung von Talkum beim Mahlprozess kann (wie in der Industrie auch bei anderen Mineralien) zu einer weitergehenden Funktionalisierung des Minerals eingesetzt werden. Dabei können einige der nachteiligen Eigenschaften des Talkums umgangen werden, ohne dass die speziellen Eigenschaften des Minerals beeinträchtigt werden. Die beobachteten Änderungen umfassen dabei fast alle Bereiche der Produkt- und der Anwendungseigenschaften:

- Die Benetzbarkeit wird verbessert
- Die Dispergierbarkeit und die Verteilung wird vereinfacht
- Das Fließverhalten wird anpassbar
- Die Kompaktierbarkeit wird besser (höhere Dichten werden erreichbar)
- Die Partikelgrößenverteilung wird feiner
- Die Kompatibilität mit Polymeren wird besser (die Wechselwirkung der Partikel mit dem Polymer wird gesteigert)
- Die Viskosität der Polymercompounds wird verändert
- Die Weiße, Färbung und Opazität der Polymercompounds ändern sich

Der hocheffizient verlaufende Mahlvorgang wird dabei nicht beeinträchtigt, vielmehr wurden additivabhängig sogar weitere positive Einflüsse auf das Mahlergebnis und Effizienzsteigerungen beobachtet.

In dem Prozess kommt auch der größte Vorteil der Modifikation in der Mühle zum Tragen: die für die Modifikation einzusetzende Funktionalchemie ist so gut wie nicht beschränkt und es ist kein zusätzlicher Trocknungsaufwand erforderlich. Mit funktionalen Polymeren modifizierte Produkte sind ebenso möglich, wie das einfache Einbringen von geringsten Mengen an flüssigen oberflächenaktiven Stoffen und Siliconen.

Die trockene Modifikation erfordert keinen zusätzlichen Trocknungsenergieaufwand und die hohen Scherenergien sorgen für eine höchsteffiziente Verteilung der funktionalen Zusätze bei geringsten Einsatzmengen. Weder für die Zusätze noch für das Talkum sind zusätzliche energieaufwändige Vor- oder Nachbehandlungen erforderlich (Cryomahlung, Dispergierung, Emulgierung, Trocknung etc.).

Die Palette der Modifikationen ist dabei nahezu unerschöpflich und es gilt hier nur die optimalen Kombinationen für die angestrebte Anwendung zu finden. Dies ist allerdings nicht einfach, da die erforderlichen Tests, bei denen die Kompatibilität und die Funktionalität von Talkum im Kunststoffcompound untersucht werden muss, sehr aufwändig sind.

Für die Entwicklung und die Zertifizierung der entsprechenden modifizierten Talkumqualitäten sind noch detailliertere Laboruntersuchungen erforderlich. In Zusammenarbeit mit potenziellen Anwendern und Kunden sollten der erfolgreiche Einsatz derartiger Produkte aber deutlich näher rücken.

## 6 LITERATUR

---

Compatibilizing Agents: Structure and Function in Polyblends, N.G.Gaylord, J.Macromol. Sci.\_chem., A26(8)), pp. 1211-1229 (1989)

Compatibilizing Effekt of Block Copolymers Added to Polymer/Polymer Interface, S.H.Anastasiadis, I.Gancarz, J.T.Koberstein, Macromolecules, 1989, 22, 1449-1453

Chemical modification routes of synthetic Talc: Influence on its nucleating and on its dispersion state, B.Fiorentino, R.Fulchiron, et.al., Applied Clay Sci., Vol 109-110, June 2015, 107-118

A Novel Bioresidue to Compatibilize Sodium Montmorillonite and Linear Low Density Polyethylene, B. Høgsaa, E.H. Fini, J. de Claville Christiansen et al., Ind. Eng. Chem. Res. 2018, 57, 1213–1224

Effects of surface modification of talc on mechanical properties of polypropylene/talc composites, K.Liu, W.Stadlbauer, G.Zitzenbacher, et al., AIP Conference Proceedings 1713, 120008 (2016)

Anisotropic robustness of talc particles after surface modifications probed by atomic force microscopy force spectroscopy, V.Dokma, K.Sinthiptharakoon, W. Phuthong, V.Pavarajar, Particuology Volume 58, October 2021, Pages 308-315

DE69806364T2, Behandlung von lamellaren Füllstoffen für Polymere, Talc de Luzenac (1997))

WO2014/001158A1, Nucleation Efficiency of Talc in the Foaming Behaviour and Cellular Structure of Polymer Based Foams, Imerys Talc Europe (2012)

WO2014/044680A1, Process for the Preparation of Composition Comprising Heterophasic Propylene Copolymer and Talc, Saudi Basic Industries Corporation (2012)