

# **Kalzinierte Neuburger Kieselerde als Antiblock-Additiv in PET-Folie**

Verfasser: Hubert Oggermüller  
Petra Zehnder



VM / Dr. Alexander Risch

## **Inhalt**

- 1 Einleitung
  
- 2 Experimentelles
  - 2.1 Neuburger Kieselerde
  - 2.2 Mineraladditive
  - 2.3 Compoundierung und Herstellung von Monofolien
  
- 3 Ergebnisse
  - 3.1 Gleitverhalten
    - 3.1.1 Reibungskoeffizient Folie gegen Metall
    - 3.1.2 Reibungskoeffizient Folie gegen Folie
  - 3.2 Optische Eigenschaften
    - 3.2.1 Glanz 45°
    - 3.2.2 Transmission
    - 3.2.3 Bildschärfe (Clarity)
    - 3.2.4 Trübung (Haze)
  
- 4 Kostenaspekt
  
- 5 Zusammenfassung

# 1 Einleitung

Für die Herstellung von PET-Folien ist die Zugabe eines Antiblock-Additivs zwangsweise erforderlich, um das Zusammenkleben von Folienlagen (Blocking) beim späteren Verarbeiten zu verhindern. Das Antiblock-Additiv soll dabei die optischen Eigenschaften der Folie möglichst wenig beeinträchtigen und den Reibungskoeffizient stark absenken.

Für optisch anspruchsvolle Folien werden häufig synthetische Kieselsäuren als Antiblock-Additiv verwendet. Sie erzielen meist gute optische Eigenschaften, reduzieren jedoch oft aufgrund ihrer hohen Oberfläche die Wirkung anderer Additive wie z. B. Stabilisatoren oder Gleitmittel.

Kalzinierte Neuburger Kieselserde mit natürlicher Kieselsäure als Hauptbestandteil bietet sich aufgrund der mineralogischen Zusammensetzung und Morphologie für die Anwendung als Antiblock-Additiv an.

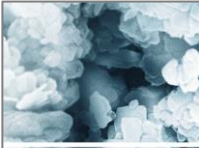

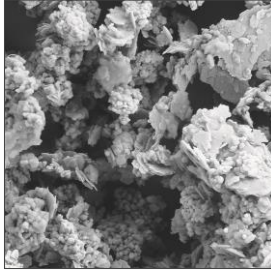
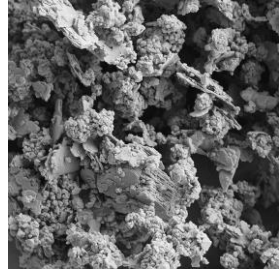

In der vorliegenden Untersuchung soll die Leistungsfähigkeit der kalzinierten Neuburger Kieselserde als Antiblock-Additiv in PET-Folien im Vergleich zu traditionellen synthetischen Kieselsäuren dargestellt werden.

## 2 Experimentelles

### 2.1 Neuburger Kieselerde

Die besondere morphologische Zusammensetzung der Neuburger Kieselerde, die eine eigene Mineralklasse darstellt, wird in einer REM-Aufnahme veranschaulicht.

	<h2>Struktur</h2> 
<p>EINLEITUNG</p> <p><b>EXPERIMENTELLES</b></p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p>	 <p>Natürlich entstandenes Gemisch aus korpuskularer Neuburger Kieselsäure und lamellarem Kaolinit; durch physikalische Methoden nicht zu trennen.</p> <p>Der Kieselsäureanteil weist eine runde Kornform auf und besteht aus ca. 200 nm großen, aggregierten Primärpartikeln.</p>
	<p>VM-05/1010/06.2018</p>

	<h2>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</h2> 
<p>EINLEITUNG</p> <p><b>EXPERIMENTELLES</b></p> <p>ERGEBNISSE</p> <p>ZUSAMMENFASSUNG</p>	<p>Durch einen nachgeschalteten thermischen Prozess entstehen die kalzinierten Produkte <b>Silfit</b> und <b>Aktifit</b>, auf Basis von SILLITIN Z 86.</p> <div style="display: flex; align-items: center; justify-content: center;"><span style="margin: 0 20px;">→ Thermischer Prozess →</span></div> <p style="text-align: center;"><b>Neuburger Kieselerde</b>                      <b>Kalzinierte Neuburger Kieselerde</b></p>
	<p>Zusätzliche anwendungstechnischen Vorteile sowie Entfernung des enthaltenen Kristallwassers des Kaolinitanteils. Der Kieselsäureanteil bleibt unverändert.</p> <p>VM-05/1010/06.2018</p>

## 2.2 Mineraladditive

Als Vergleichsadditive wurden 3 für PET-Folien empfohlene synthetische Kieselsäuren eingesetzt: eine pyrogene Type, eine hochporöse gefällte Kieselsäure (Silicagel-Type) und eine weitere gefällte Kieselsäure.

Aus der Produktreihe der Neuburger Kieselerde wurde das kalzierte Silfit Z 91 ausgewählt, welches sich aufgrund seiner Morphologie und mineralogischen Zusammensetzung mit natürlicher Kieselsäure als Hauptbestandteil für die Anwendung als Antiblock-Additiv anbietet. Aufgrund der niedrigen BET-Oberfläche lässt sich die Wechselwirkung mit anderen Additiven nahezu ausschließen.

Die Tabelle zeigt eine Übersicht über die verwendeten Mineraladditive und ihre wichtigsten Kennwerte.

Mineraladditive Kennwerte		<b>HOFFMANN MINERAL</b>	
EINLEITUNG <u>EXPERIMENTELLES</u> ERGEBNISSE ZUSAMMENFASSUNG		<b>Korngröße d<sub>50</sub> [µm]</b>	<b>Spezifische Oberfläche BET [m<sup>2</sup>/g]</b>
	Pyrogene Kieselsäure	0,04 *	200
	Gefällte Kieselsäure 1 (Silicagel-Type)	3,2	500
	Gefällte Kieselsäure 2	5	---
	<b>Silfit Z 91</b>	<b>2</b>	<b>7,5</b>
* Primärkorngröße Kennwerte sind Herstellerangaben			
VM-05/1010/06.2018			

## 2.3 Compoundierung und Herstellung von Monofolien

Zunächst wurden Masterbatches aus einer PET-Flaschen-Standard-Type mit einer intrinsischen Viskosität IV von 0,82 und den einzelnen Mineraladditiven hergestellt. Silfit Z 91 ließ sich dabei wie geplant mit 10 % Mineraladditivgehalt im Masterbatch einarbeiten, mit den synthetischen Kieselsäuren waren nur geringere Anteile (5 bis 8 %) möglich.

Für die Weiterverarbeitung zum Endcompound wurde Invista 4027 verwendet, ebenfalls eine Standard-PET-Type mit einer IV von 0,61. Die Dosierung des Masterbatches wurde für jedes Mineraladditiv so angepasst, dass der Gehalt in den Folien später bei 500 ppm (0,05 %) bzw. 1000 ppm (0,1 %) lag.

Auf einem Zweischneckenextruder ZSK 25 wurden bei 265 °C Flachfolien mit einer Dicke von ca. 150 µm extrudiert. Daraus wurden Abschnitte der Maße 85 x 85 mm entnommen und im Simultanverfahren biaxial verstreckt (gleichzeitig längs und quer zur Folienaufrichtung). Bei einer Ofentemperatur von 90 °C und 50 s Vorheizzeit wurden die Folien mit einer Geschwindigkeit von 100 %/s bis zu einem Streckverhältnis von 3,5 x 3,5 verstreckt. Es fand keine anschließende Thermofixierung statt. Die resultierende Dicke der Endfolie lag bei ca. 15 µm.

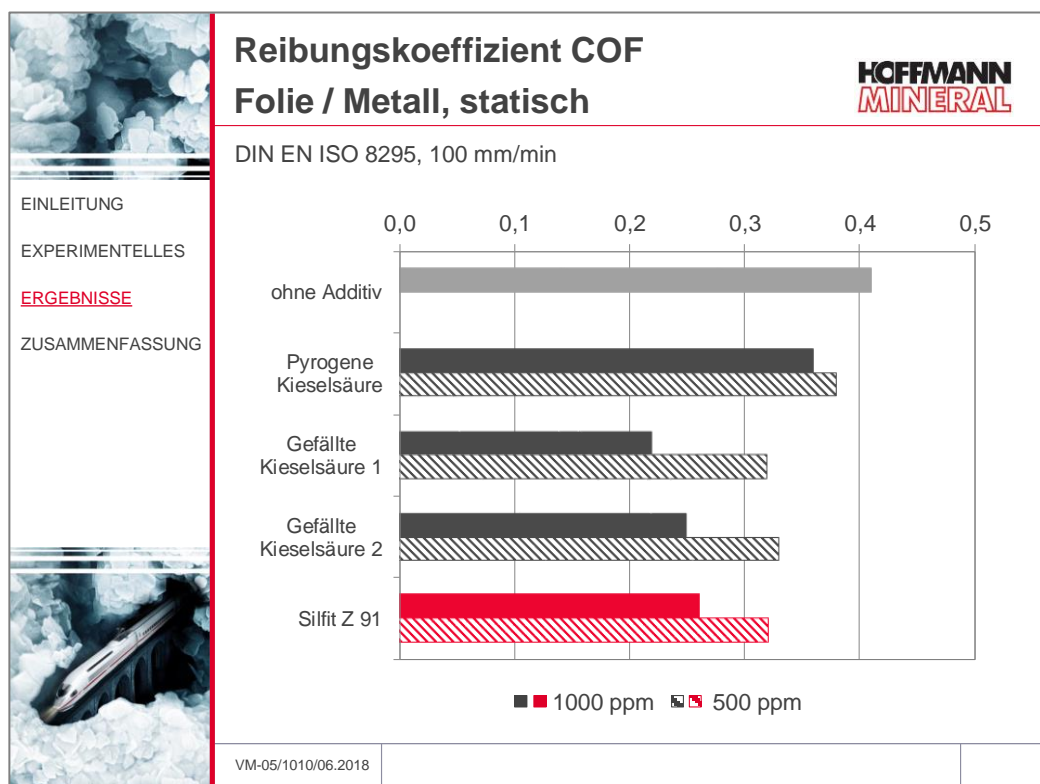
### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Gleitverhalten

Die Beurteilung des Gleitverhaltens erfolgte über den Reibungskoeffizienten (COF). Zur Prüfung nach DIN EN ISO 8295 wird ein Folienabschnitt passgenau an einem Schlitten (200 g schwer, 40 cm<sup>2</sup> Grundfläche) befestigt. Der Schlitten wird stoßfrei auf das entsprechende Substrat aufgesetzt. Nach einer Wartezeit von 15 s wird die Messung gestartet und der Schlitten mit einer Geschwindigkeit von 100 mm/min über das Substrat gezogen. Die Messung dauert 10 s, wobei aus den ersten 2 s die Haftreibung (statischer COF) und aus den restlichen 8 s die Gleitreibung (dynamischer COF) berechnet wird. Je kleiner der Wert, desto besser gleitet die Folie über das gewählte Substrat.

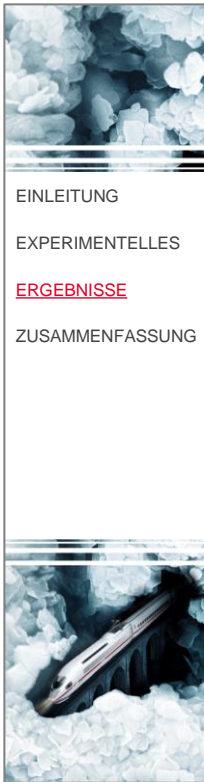
##### 3.1.1 Reibungskoeffizient Folie gegen Metall

Der Reibungskoeffizient Folie/Metall gibt Aufschluss darüber, wie sich die Folie auf schnell laufenden Verpackungsmaschinen verarbeiten lässt.



Die Zugabe von Mineraladditiv bewirkt im Falle von Silfit Z 91 und den beiden gefällten Kieselsäuren eine dosierungsabhängige, deutliche Senkung des Reibungskoeffizienten Folie/Metall. Silfit Z 91 erreicht dabei ähnliche Gleiteigenschaften wie die gefällten Kieselsäuren.

Die pyrogene Kieselsäure ist dagegen von deutlich geringerer Effektivität. Auch die höhere Dosierung von 1000 ppm beeinflusst den Reibungskoeffizienten Folie/Metall nur wenig.

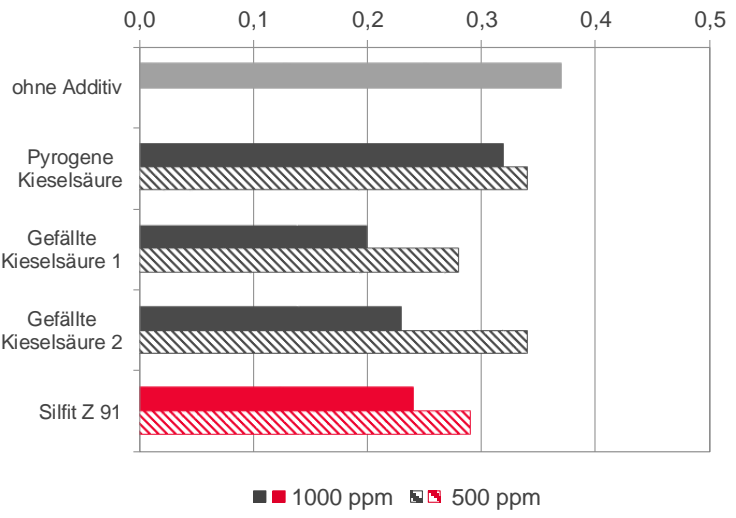


# Reibungskoeffizient COF Folie / Metall, dynamisch



DIN EN ISO 8295, 100 mm/min

- EINLEITUNG
- EXPERIMENTELLES
- ERGEBNISSE**
- ZUSAMMENFASSUNG

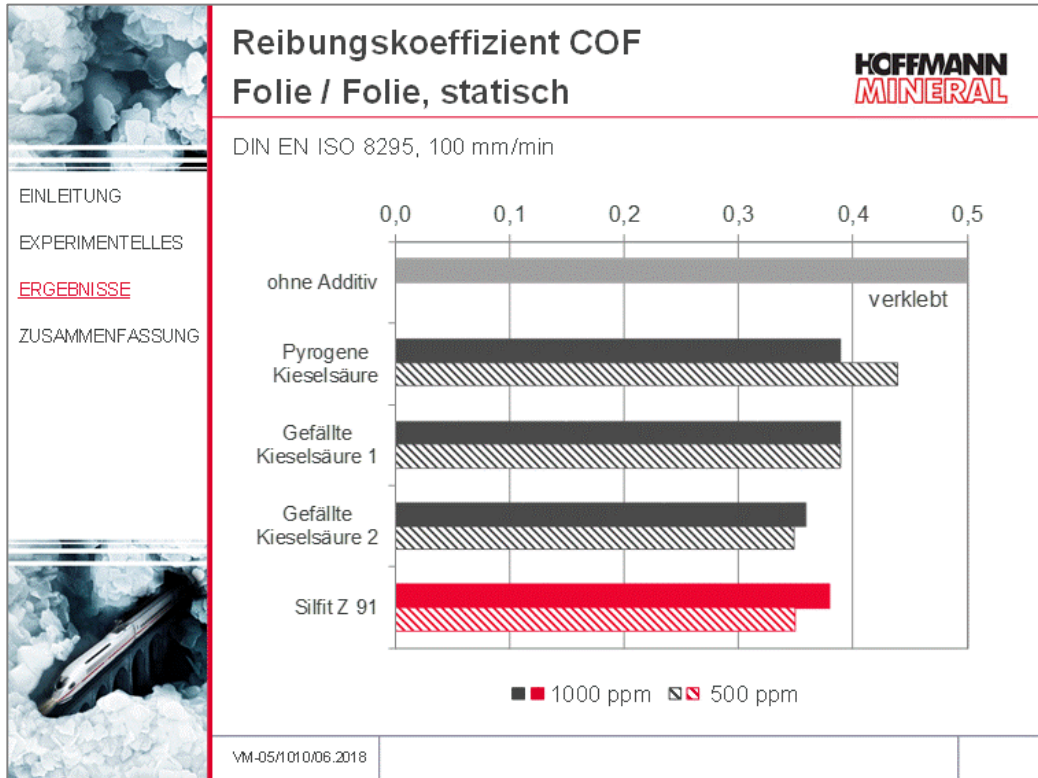


VM-05/1010/06.2018

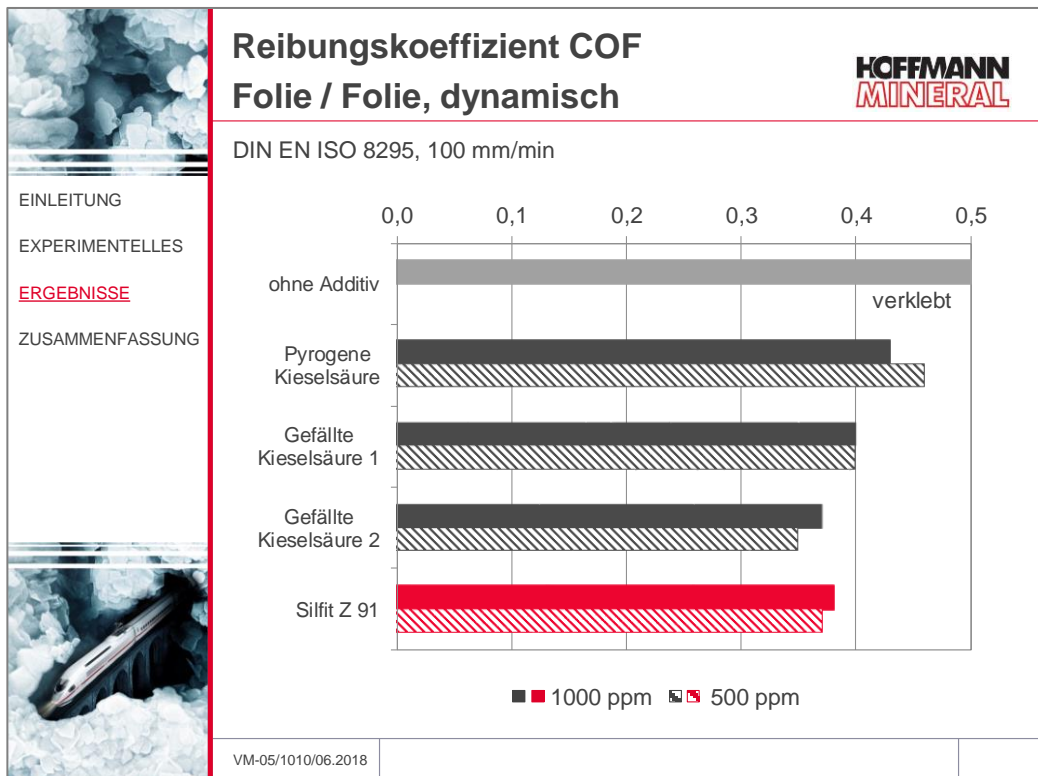
Dieses Ergebnis ist auch beim dynamischen COF Folie / Metall zu beobachten.

### 3.1.2 Reibungskoeffizient Folie gegen Folie

Anhand des Reibungskoeffizienten Folie/Folie kann das Verhalten der Folie bei der Verarbeitung von Folienrollen beurteilt werden. Je niedriger der COF, desto weniger neigen die einzelnen Folienlagen zum Zusammenkleben auf der Rolle.



Die Messung des Reibungskoeffizienten Folie/Folie war bei den Proben ohne Mineraladditiv praktisch nicht möglich. Die Folienabschnitte hafteten zu stark aufeinander (Blocking). Durch Zugabe von Mineraladditiv sinkt der COF Folie/Folie deutlich ab, es ist jedoch keine Abhängigkeit von der Dosierung feststellbar. Silfit Z 91 liegt mindestens auf gleichem Niveau wie die wesentlich teureren Kieselsäuren.



Hier ergibt sich das gleiche Bild wie beim statischen COF Folie / Folie.

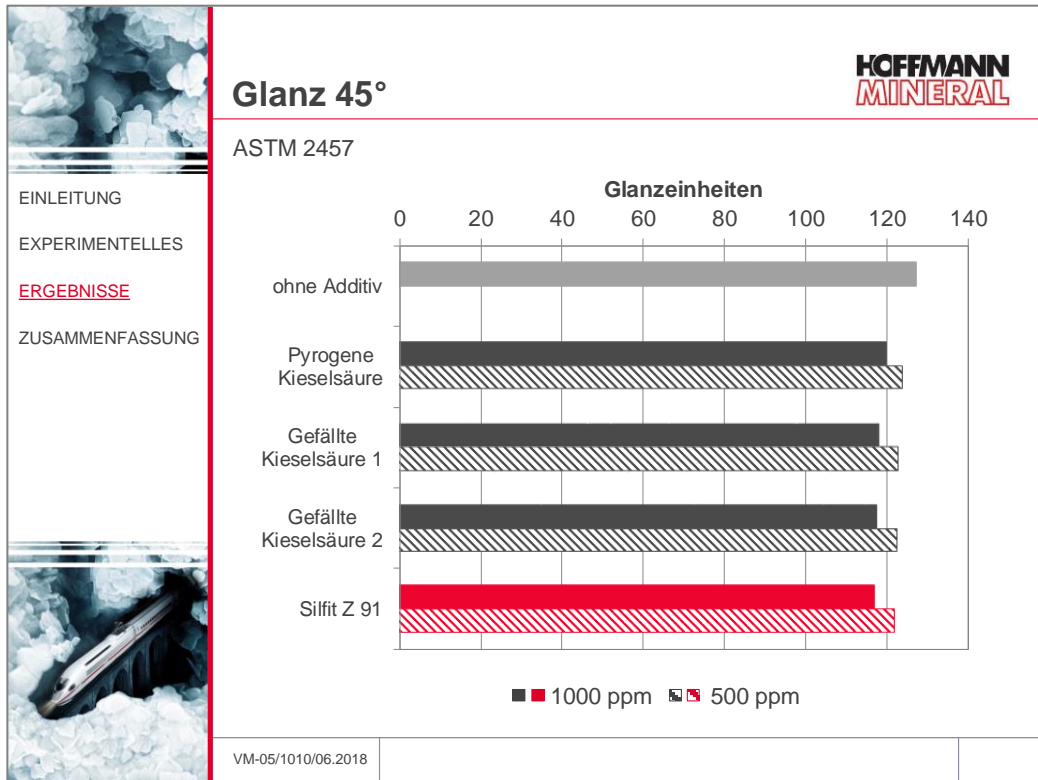


## 3.2 Optische Eigenschaften

Bei Verwendung der Folien im Verpackungssektor werden oft gute optische Eigenschaften wie hoher Glanz und Transparenz sowie eine möglichst geringe Trübung der Folie erwartet.

### 3.2.1 Glanz 45°

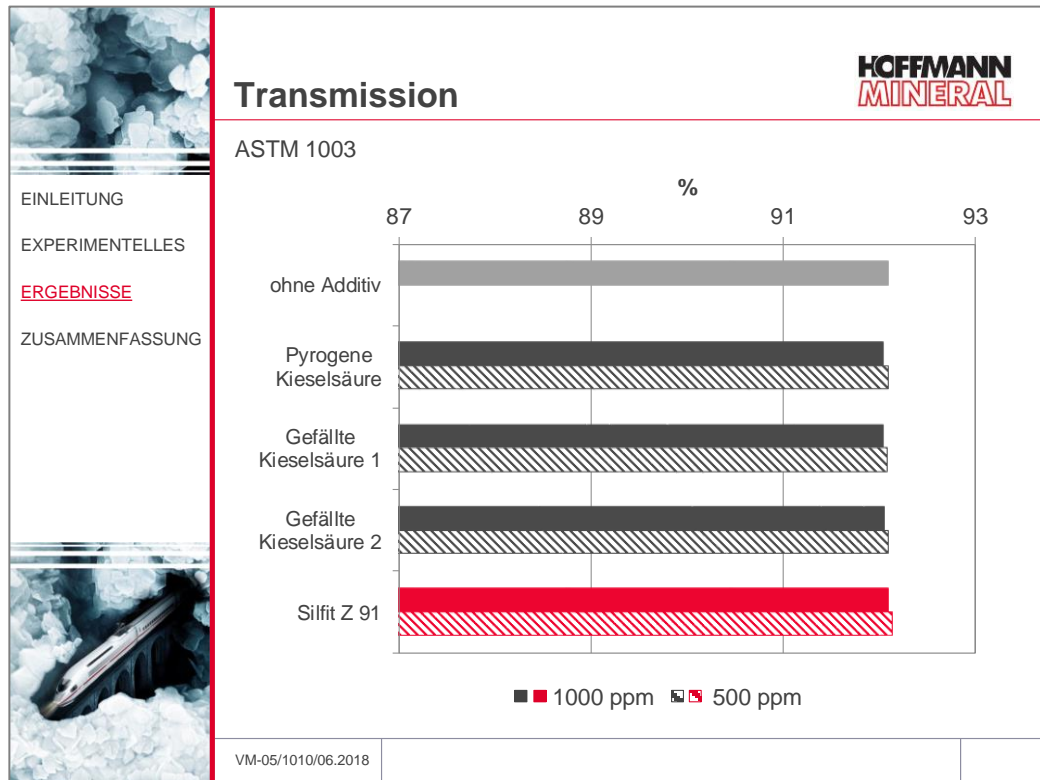
Der Glanz der Folien wurde bei einem Lichteinfallswinkel von 45° bestimmt.



Durch den Einsatz von Mineraladditiven geht der Glanz der Folie, abhängig von der Dosierung, etwas zurück. Zwischen den verwendeten Additiven ist dabei fast kein Unterschied feststellbar.

### 3.2.2 Transmission

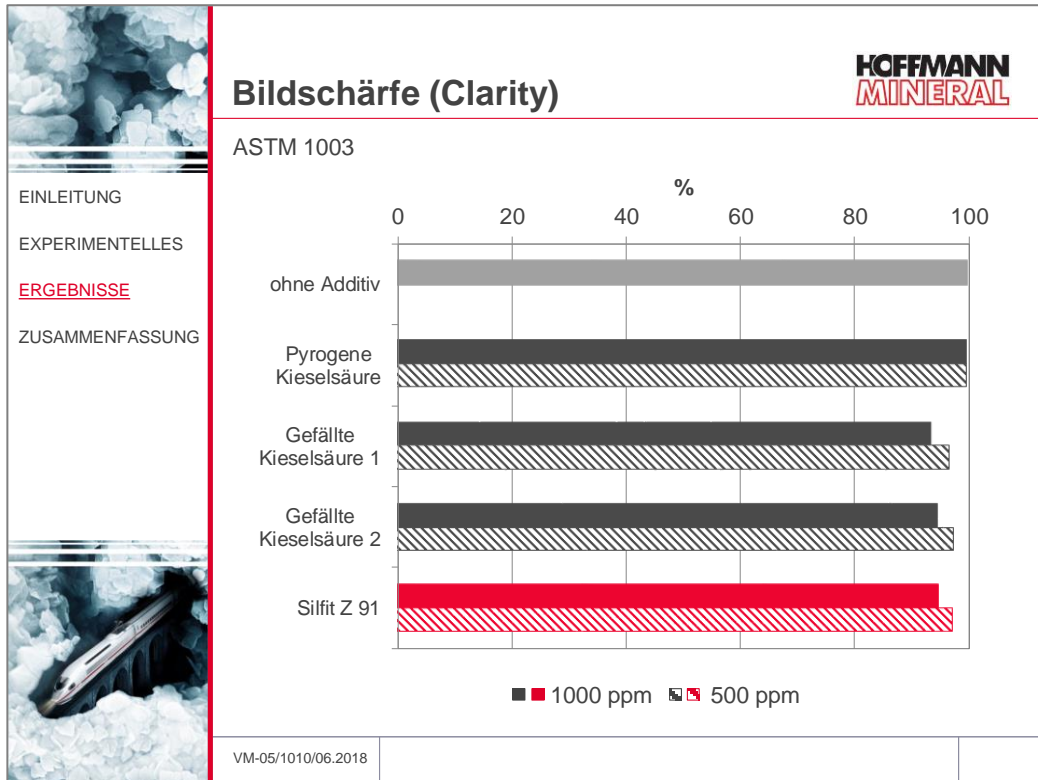
Die Transmission (Lichtdurchlässigkeit) ist das Verhältnis von durchgelassenem Licht zu einfallendem Licht. Sie kann durch Absorption und Reflexion reduziert werden. Folien mit ca. 90 % Transmission gelten bereits als glasklar.



Hier zeigt sich keine signifikante Abhängigkeit, weder vom verwendeten Additiv noch von der Dosierung. Die erreichten Werte sind auf dem Niveau der Folie ohne Mineraladditiv.

### 3.2.3 Bildschärfe (Clarity)

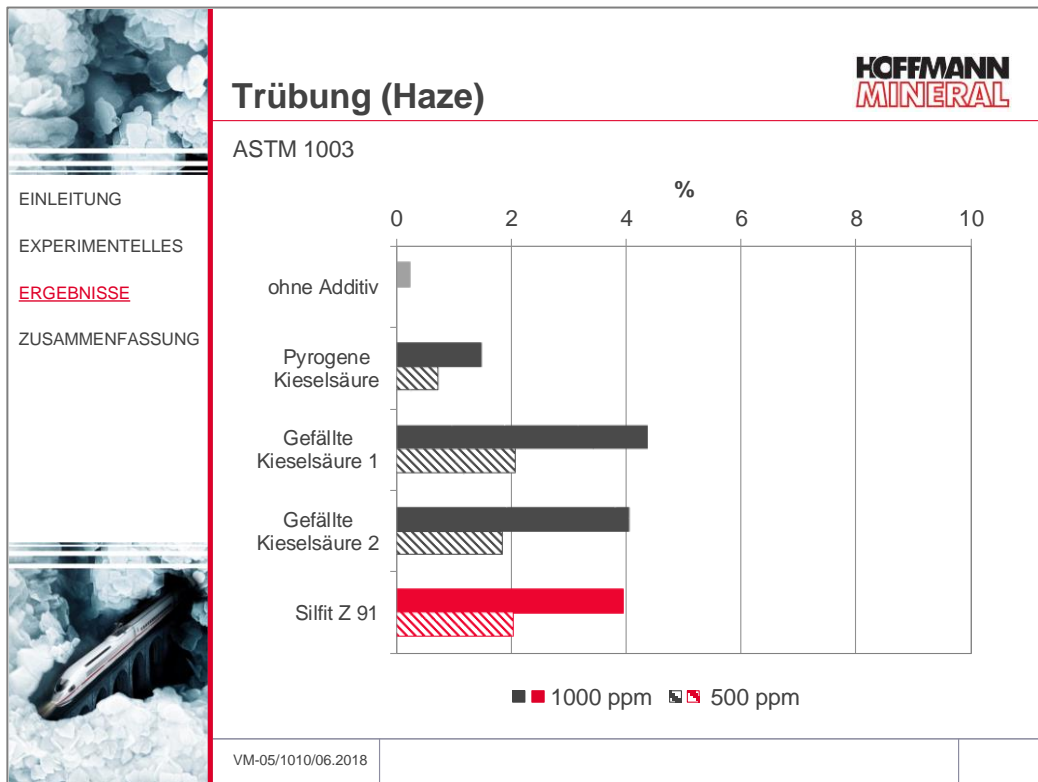
Die durchgelassene Lichtmenge teilt sich auf in einen gerichteten und einen diffusen Anteil. Für die Beurteilung der Bildschärfe (Clarity) wird der diffuse Anteil (Streulicht) in einem Winkelbereich  $< 2,5^\circ$  (Kleinwinkelstreuung) betrachtet. Durch dieses Streulicht werden Konturen verzerrt und erscheinen weniger scharf. Je größer der Wert, umso schärfer ist das Bild bei Sicht durch die Folie.



Im Gegensatz zur pyrogenen Kieselsäure führen die beiden gefällten Kieselsäuren und Silfit Z 91 zu einer geringen Beeinträchtigung der Bildschärfe.

### 3.2.4 Trübung (Haze)

Die Trübung (Haze) der Folie lässt sich anhand der Streulichtmenge in einem Winkelbereich  $> 2,5^\circ$  (Großwinkelstreuung) beurteilen. Je höher der Haze-Wert, desto milchig-trüber ist das Erscheinungsbild der Folie und umso geringer sind Kontrast, Transparenz und Glanz.



Ähnlich wie der Glanz wird auch die Trübung der Folie durch Mineraladditive erkennbar beeinflusst und es zeigt sich auch hier die Abhängigkeit von der Dosierung.

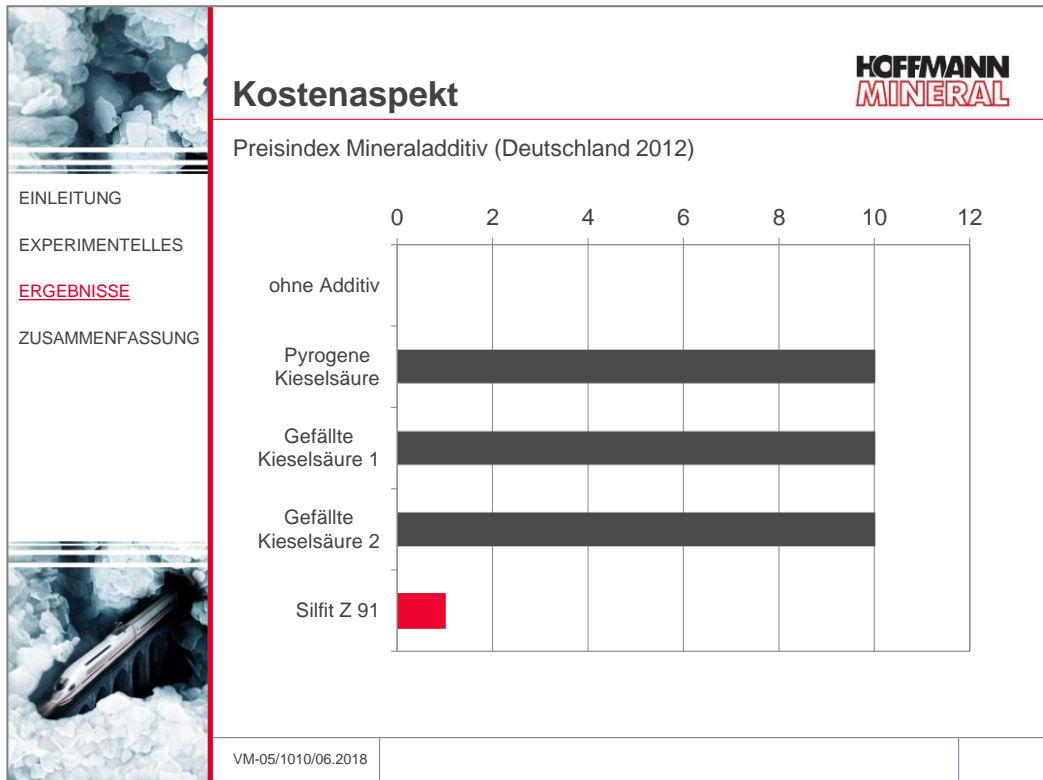
Die verwendete pyrogene Kieselsäure markiert hier den Bestwert von lediglich 0,7 bzw. 1,5 %. Dieser wird jedoch durch die vergleichsweise schwachen Ergebnisse beim Reibungskoeffizienten relativiert.

Die gefällten Kieselsäuren ergeben etwa doppelt so hohe Haze-Werte, führen jedoch zu besseren Reibungskoeffizienten als die pyrogene Variante.

Silfit Z 91 ist dabei voll vergleichbar zu den gefällten Kieselsäuren.

## 4 Kostenaspekt

Für den Preisvergleich wird der reine Mineraladditivpreis als Index bezogen auf den Preis von Silfit Z 91 betrachtet (Silfit Z 91 = 1).



Silfit Z 91 kostet nur etwa 1/10 der üblicherweise verwendeten Kieselsäuren.

## 5 Zusammenfassung

Silfit Z 91 zeigt im Vergleich zu Antiblock-Additiven auf Basis synthetischer Kieselsäuren ein ähnliches Eigenschaftsprofil wie gefällte Kieselsäuren. Neben einem niedrigen Reibungskoeffizienten werden gute optische Eigenschaften erzielt.

Durch die hohe Schüttdichte besteht nur eine geringe Staubneigung. Silfit Z 91 ist als Mineraladditiv leicht dispergierbar. Wechselwirkungen mit anderen Additiven sind aufgrund der niedrigen BET-Oberfläche nahezu auszuschließen.

Gegenüber den synthetischen Kieselsäuren, die oft für optisch anspruchsvolle Folien eingesetzt werden, besteht ein signifikanter Kostenvorteil.

Insgesamt ergibt sich bereits in geringer Dosierung eine gute Antiblock-Wirkung, kombiniert mit nur geringer Beeinträchtigung der optischen Eigenschaften. Silfit Z 91 eignet sich daher sehr gut als kosteneffektives Antiblock-Additiv für PET-Folien.

Ergänzung:

Aktifit VM, eine mit speziellem Vinylsilan oberflächenbehandelte kalzinierte Neuburger Kieselerde, dürfte die gleichen Eigenschaften in der Folie erzielen. Ein zusätzlicher Vorteil von Aktifit VM ist jedoch die sehr geringe Feuchtigkeit des Füllstoffs ohne Feuchtigkeitsaufnahme bei feuchten klimatischen Bedingungen.

*Unsere anwendungstechnische Beratung und die Informationen in diesem Bericht beruhen auf Erfahrung und erfolgen nach bestem Wissen und Gewissen, gelten jedoch nur als unverbindlicher Hinweis ohne jede Garantie. Außerhalb unseres Einflusses liegende Arbeits- und Einsatzbedingungen schließen einen Anspruch aus der Anwendung unserer Daten und Empfehlungen aus. Außerdem können wir keinerlei Verantwortung für Patentverletzungen übernehmen, die möglicherweise aus der Anwendung unserer Angaben resultieren.*