

# Materialabbau im Doppelschneckenextruder

## Reproduzierbarkeitsnachweis und Handlungsempfehlungen für Polypropylen

Doppelschneckenextruder werden meist für die Aufbereitung von Kunststoffen eingesetzt. Technische Anwendungsfälle sind beispielsweise die Einarbeitung von Füll- und Verstärkungsstoffen oder das Mischen von Kunststoffen untereinander. Eine wichtige Prozesscharakteristik ist die Beanspruchung des Materials und der damit einhergehende Materialabbau. Aus Untersuchungen zum Materialabbau von Polypropylen im Doppelschneckenextruder ergeben sich Hinweise, wie sich die Abnahme der Materialeigenschaften in der Praxis reduzieren lässt.



Anlagenaufbau zur Untersuchung des Materialabbaus inklusive des Doppelschneckenextruders ZE28 BluePower von KraussMaffei © KTP

Neben dem Mischen und Aufschmelzen führt die thermische und mechanische Beanspruchung im Compoundierprozess zu Mechanismen, die eine Verkürzung der Molekülketten des Kunststoffs hervorrufen und folglich zur Abnahme des mittleren Molekulargewichts führen. Dieser Materialabbau bewirkt eine Veränderung der chemischen Struktur und beeinflusst sowohl die Fließeigenschaften während der Verarbeitung als auch die mechanischen Eigenschaften des späteren Endprodukts. Besonders kritisch ist, dass die Abnahme der mechanischen Eigenschaften bei Polypropylen (PP) zumeist irreversibel ist.

### Arten des Materialabbaus

Obwohl die einzelnen Mechanismen nicht unabhängig voneinander auftreten, lässt sich dennoch eine grobe Einteilung vornehmen. Neben dem rein thermischen, dem thermisch-oxidativen und dem thermisch-mechanischen Abbau ist ebenfalls ein hydrolytischer Abbau möglich.

Der thermisch-oxidative Abbau erfolgt aufgrund der erhöhten Temperaturen, die durch die Zylindertemperaturen sowie die durch Reibung verursachte Wärme entstehen. Der mechanische Teil des Abbaus erfolgt dagegen durch hohe

Scherkräfte, die durch die Geometrie des Doppelschneckenextruders eingebracht werden. Die Ketten des Polymers werden dabei zerteilt, sodass kürzere Ketten mit einem niedrigeren Molekulargewicht entstehen. Die Folgen sind oftmals minderwertige Materialeigenschaften der Endprodukte.

Zwei Produkte weisen in der industriellen Fertigung niemals vollkommen identische Eigenschaften auf, weil beispielsweise bereits unterschiedliche Materialchargen Schwankungen unterliegen. Welche zusätzlichen Auswirkungen die Prozessparameter auf den Materialabbau während der Verarbeitung im Doppelschneckenextruder haben, ist mit dem aktuellen Stand der Technik nur schwer zu prognostizieren.

Bei der Compoundierung von PP kann der nicht vollständig stationär zu haltende Extrusionsprozess zu Qualitätsabweichungen führen. Durchsatz-, Drehzahl-, Temperaturschwankungen und weitere Prozess- und Umwelteinflüsse sind Störfaktoren, die einen stabilen Prozess erschweren. Der Materialabbau lässt sich zudem erst nach dem Compoundieren bestimmen, was einen hohen finanziellen und zeitlichen Aufwand mit sich bringt.

Zur Entwicklung von Handlungsempfehlungen für schonende Prozesse, die außerdem Randbedingungen wie einen hohen Durchsatz erfüllen, ist eine Erweiterung der Untersuchungen und Analysen des Materialabbaus bei der Verarbeitung von Polypropylen auf dem Doppelschneckenextruder notwendig. Die im Folgenden vorgestellte Reproduzierbarkeitsanalyse stellt die Zuverlässigkeit der

Ergebnisse sicher und bildet so die Grundlage für die Materialabbauuntersuchungen. Die Untersuchungen wurden mit einer Charge Moplen HP420M (Hersteller: LyondellBasell, Rotterdam/Niederlande) auf einem Doppelschneckenextruder (Typ: ZE28 BluePower, Hersteller: KraussMaffei Extrusion GmbH, Hannover) in Kombination mit einer Unterwassergranulierung (Typ: EUP50, Hersteller: Econ GmbH, Weißkirchen an der Traun/Österreich) durchgeführt.

### Analyse der Messstreuung und Charakterisierung des Messverfahrens

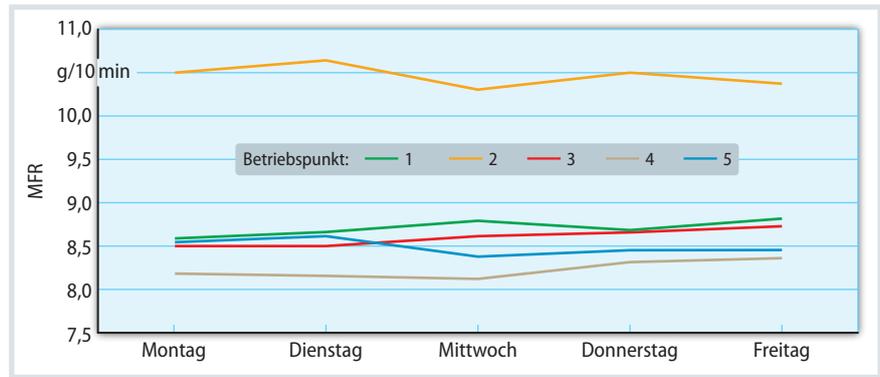
Die am Kapillarrheometer gemessenen MFR-Werte (Melt Flow Rate) eines Polymers lassen sich mathematisch durch eine Normalverteilung approximieren. Mit Hilfe der mathematischen Gesetze können Prozess- und Messstreuung aus den gemessenen Daten erhoben und beur-

Berechnung	Einheit	Wert
Mittelwert $\mu$	g/10 min	8,35
Varianz $\sigma^2$	(g/10 min) <sup>2</sup>	0,0091
Standardabweichung $\sigma$	g/10 min	0,0954
Variationskoeffizient v	-	0,0114

**Tabelle 1.** Die statistischen Kenngrößen des 10-fach gemessenen Ausgangsmaterials weisen die Eignung des Messverfahrens nach Quelle: KTP

teilt werden. Um die Messstreuung zu bestimmen, wurde das Ausgangsmaterial 10-mal gemessen (Bild 1). Aus dem Maximum von 8,51 g/10min und dem Minimum von 8,20 g/10min ergibt sich eine Spannweite von 0,31 g/10min. Weitere ermittelte Kenngrößen zeigt Tabelle 1.

Die Charakterisierung des Messverfahrens erfolgt mittels der Perzentile einer Normalverteilung. Bei einer Bereichsgrenze von  $\pm 2\sigma$  wird ein Toleranzband um einen gemessenen Wert gespannt, sodass der wahre Wert mit einer Wahrscheinlichkeit von 95,45% innerhalb des Toleranzbandes liegt. Das Toleranzband  $\pm 2\sigma$  eines Messwerts beträgt daher  $\pm 0,19$  g/10min. Zwei unterschiedliche Betriebspunkte lassen somit bereits eine gesicherte Aussage zu, wenn die Differenz der gemessenen MFR-Werte mindestens 0,38 g/10min beträgt.



**Bild 1.** Messwerte des Ausgangsmaterials im Vergleich: Das Toleranzband und die ermittelten statistischen Kenngrößen weisen die Eignung des Messverfahrens nach Quelle: KTP; Grafik: © Hanser

### Untersuchung der Prozessstreuung

Neben der Messstreuung unterliegen die Ergebnisse weiteren Schwankungen, die durch die bereits beschriebenen Einfluss- und Störfaktoren im Verarbeitungsprozess entstehen. Die Gesamtheit aller Störgrößen lassen sich unter der Prozessstreuung subsumieren, die demnach alle auftretenden Streuungen bei der Verarbeitung berücksichtigt.

An fünf aufeinanderfolgenden Tagen wurden die Betriebspunkte aus Tabelle 2 wiederholt angefahren, um die Streuungen aller Einflussfaktoren abzubilden. Eingesetzt wurde die obere reine Förderschnecke aus Bild 2. Auf Basis der ermittelten Ergebnisse der Proben (fünf Betriebspunkte an fünf Tagen) wird die Prozessstreuung beurteilt (Bild 3). Die Messstreuung ist wiederum Bestandteil der Prozessstreuung, weil diese aus den Messergebnissen der MFR-Werte abgeleitet wird.

Die verschiedenen Prozessparameter der jeweiligen Betriebspunkte machen die Berechnung der Gesamtstandardabweichung notwendig. Der Nachweis, dass die einzelnen Varianzen aus der gleichen Grundgesamtheit stammen, erfolgt über einen Hypothesentest, der aus-

schließt, dass beispielsweise ein Randpunkt mit besonders hoher Drehzahl und großem Durchsatz deutlich größeren Schwankungen unterliegt als andere Messpunkte. Damit gewährleistet der Hypothesentest, dass die Messungen im gesamten Untersuchungsbereich reproduzierbar sind, was in dieser Untersuchung der Fall war [1].

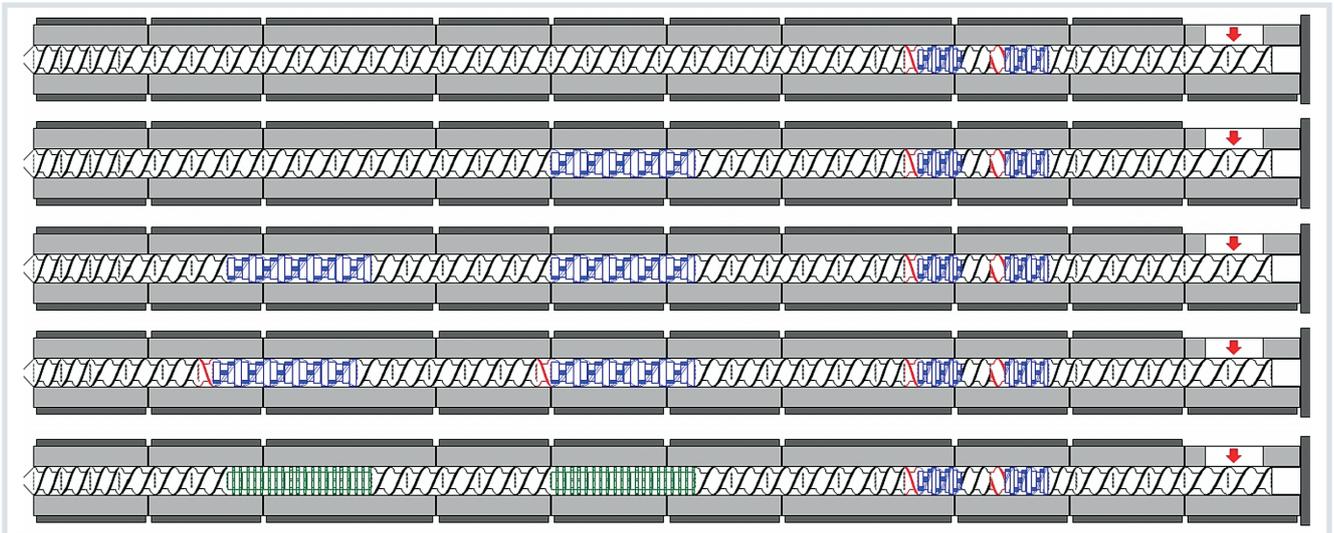
Die Gesamtstandardabweichung kann damit wie folgt berechnet werden:

$$\sigma_{ges} = \sqrt{\sigma_{Prozess}^2 + \sigma_{Mess}^2} = \frac{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_4^2 + \sigma_5^2}}{n} = 0,1048 \frac{g}{10 \text{ min}}$$

Für die Prozessstandardabweichung der gemessenen MFR-Werte im Doppelschneckenextrusionsprozess ergibt sich mit der Messvarianz (Tabelle 1) ein Wert von  $\sigma_{Prozess} = 0,043$  g/10min. Demzufolge beträgt die durch die Schwankungen des Prozesses verursachte durchschnittliche Abweichung aller Messwerte vom Mittelwert lediglich rund 0,5%. Die Reproduzierbarkeit des Materialabbaus auf dem Doppelschneckenextruder wurde somit durch die Untersuchung der Mess- und Prozessstreuung nachgewiesen. »

Betriebspunkt	Drehzahl [1/min]	Durchsatz [kg/h]	Mittelwert $\mu$ [g/10 min]	Varianz $\sigma^2$ [(g/10 min) <sup>2</sup> ]	Standardabweichung $\sigma$ [g/10 min]
#1	300	10	8,71	0,0088	0,0938
#2	600	10	10,50	0,0170	0,1305
#3	600	30	8,60	0,0099	0,0995
#4	600	50	8,23	0,0100	0,0999
#5	900	50	8,49	0,0092	0,0959

**Tabelle 2.** Die statistischen Kenngrößen der gemessenen MFR-Werte der Betriebspunkte weisen die Reproduzierbarkeit des Materialabbaus nach Quelle: KTP



**Bild 2.** Eingesetzte Schneckenkonfigurationen: Unterschiedliche Belastungen werden durch den Einsatz von Förder-, Knet-, Rückförder- und Misch-elementen realisiert. Quelle: KTP; Grafik: © Hanser

### Entwicklung von Handlungsempfehlungen

Aufbauend auf einem vollfaktoriellen Versuchsplan mit den Verfahrensparametern aus der Reproduzierbarkeitsanalyse wurden Handlungsempfehlungen erarbeitet, die Produzenten und Verarbeiter von Kunststoffcompounds für eine gleichbleibend hohe Produktqualität zu Rate ziehen können. Um die Auswirkungen verschiedener Schneckenelemente zu detektieren, wurden zusätzlich fünf unterschiedliche Schneckenkonfigurationen eingesetzt (Bild 2). Der Einfluss der Zylindertemperaturen wurde im Versuchsplan über drei verschiedene Temperaturprofile realisiert. Vom verarbeiteten Granulat

wurden die MFR-Werte gemessen und aus diesen nach Bremner et. al. [2] die Molmassen zur Beurteilung des Materialabbaus berechnet.

Zur Veranschaulichung der Untersuchungsergebnisse ist die Molmasse über die Verfahrensparameter Durchsatz, Drehzahl und Temperatur an der Schneckenspitze aufgetragen. Die im Folgenden explizit ausgewählten Ergebnisse für die Schneckenkonfiguration mit Mischelementen spiegeln sich in nahezu allen untersuchten Betriebspunkten und Schneckenkonfigurationen wieder. Eine alleinige Erhöhung der Drehzahl führt im Prozess zu einer Reduzierung der mittleren Verweilzeit, die wiederum eine materialschonende Wirkung hat. Dem wirkt jedoch die Erhöhung des

Schereintrages entgegen. Eine erhöhte Scherbelastung sorgt für einen größeren mechanischen Abbau und zusätzlich zu einer erhöhten Temperatur des Materials, die das Material zusätzlich abbaut. Weil dieser Effekt gegenüber der Verweilzeitreduzierung überwiegt, geht die alleinige Erhöhung der Drehzahl in den Untersuchungen mit einem Anstieg des Materialabbaus einher (Bild 4).

Eine Steigerung des Durchsatzes bei ansonsten konstanten Betriebsparametern bewirkt den gegenläufigen Effekt (Bild 5). Aufgrund der sich verringern den mittleren Verweilzeit und der reduzierten Temperatur der Schmelze an der Schneckenspitze baut sich das Material weniger stark ab, je größer der Durchsatz gewählt wird.

### Die Autoren

**Matthias Altepeter, M.Sc.**, ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Kunststofftechnik in Paderborn; matthias.altepeter@ktp.upb.de

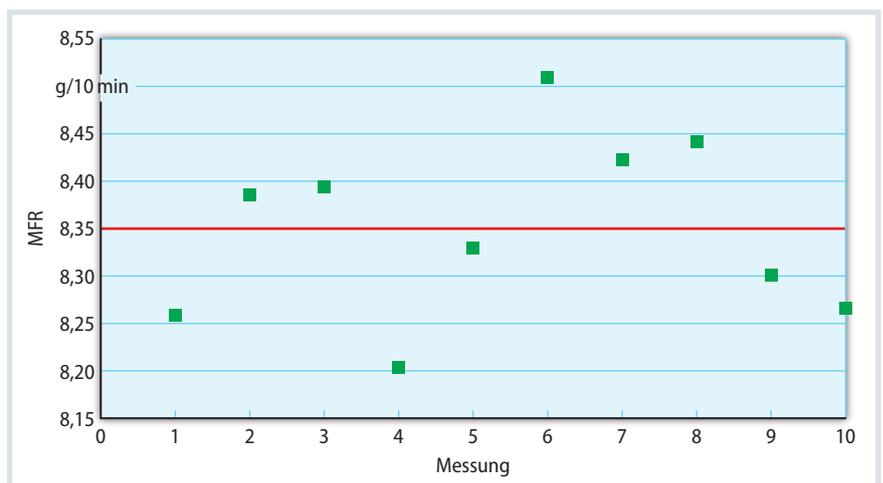
**Prof. Dr.-Ing. Volker Schöppner** ist seit 2007 als Universitätsprofessor am Institut für Kunststofftechnik in Paderborn tätig.

### Service

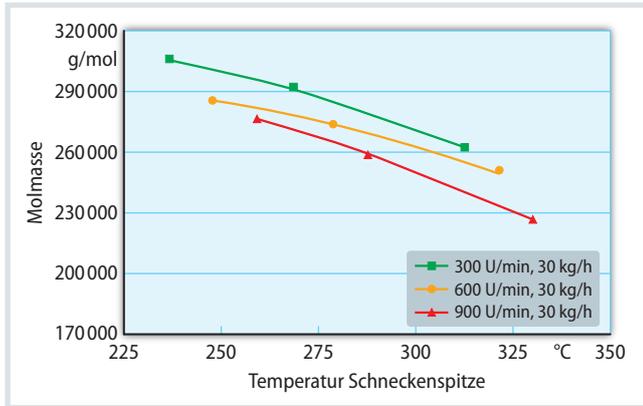
#### Literatur, Digitalversion und Hypothesentest

Das Literaturverzeichnis, ein PDF des Artikels und Details zum Hypothesentest finden Sie unter

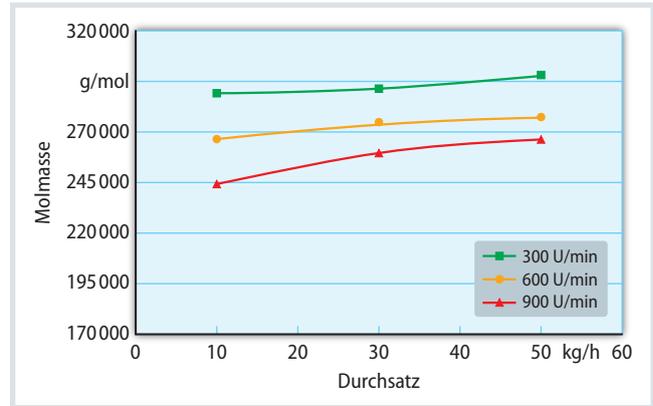
[www.kunststoffe.de/2020-12](http://www.kunststoffe.de/2020-12)



**Bild 3.** Messwerte der Prozessstreuung im Vergleich: Über statistische Methoden konnte die Reproduzierbarkeit des Materialabbaus nachgewiesen werden. Quelle: KTP; Grafik: © Hanser



**Bild 4.** Wird nur die Drehzahl erhöht, so verringert sich generell die Molmasse. Quelle: KTP; Grafik: © Hanser



**Bild 5.** Eine reine Erhöhung des Durchsatzes wirkt dem Materialabbau entgegen. Quelle: KTP; Grafik: © Hanser

Der Vergleich von Versuchspunkten bei alleiniger Veränderung des Temperaturprofils der Zylinderheizungen zeigt die Auswirkung der Schmelztemperatur auf den Molmassenabbau (**Bild 6**). Die mittels des Simulationsprogrammes Sigma (Hersteller: Kunststofftechnik Paderborn, Paderborn) ermittelten Schergeschwindigkeiten im Kanal und Spalt und die mittleren Verweilzeiten sind jeweils nahezu identisch bei Betriebspunkten mit konstanter Drehzahl, Durchsatz und Schneckenkonfiguration. Bei einer ausschließlichen Variation der Zylindertemperatur dominiert demzufolge allein der thermische Abbau, sodass eine möglichst geringe Zylindertemperatur für eine schonende Verarbeitung gewählt werden sollte.

Der Einfluss der Schneckenkonfiguration ist stark abhängig von Durchsatz und Drehzahl (**Bild 7**). Bei geringen Durchsätzen von 10 kg/h ist bei fast allen Versuchspunkten kein Einfluss der verschiedenen Konfigurationen detektierbar. Lediglich beim Einsatz von Mischelementen in Verbindung mit höheren Drehzahlen

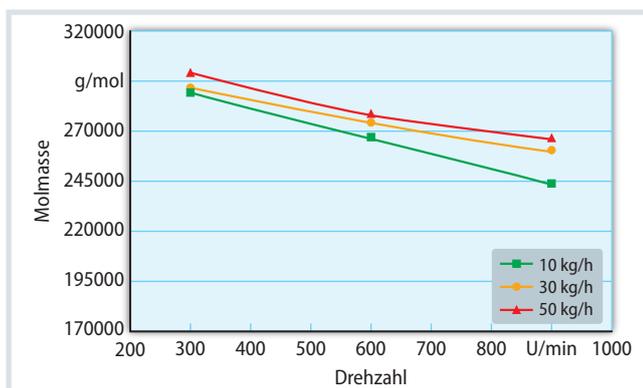
kommt es zu einem messbaren Materialabbau. Das Ersetzen von Fördererelementen durch zusätzliche 45°-Knetblöcke führt überwiegend, aber nicht zwangsläufig, zu einem stärkeren Abbau. Die Ausprägung des Materialabbaus ist insbesondere von der zusätzlichen Anzahl und dem jeweiligen Betriebspunkt abhängig. Rückförderelemente sorgen ab einem Durchsatz von 30 kg/h stets für einen zunehmenden Molmassenabbau, der mit dem Anstieg der Verweilzeit und der längeren Belastung des Materials in den Knetblöcken einhergeht. Der Einsatz von Mischelementen im Vergleich zu Knetblöcken oder Fördererelementen führt durchweg zu einem Anstieg des Abbaus. Gründe sind unter anderem die Erhöhung der mittleren Verweilzeit und die höheren Scherkräfte.

**Fazit und Ausblick**

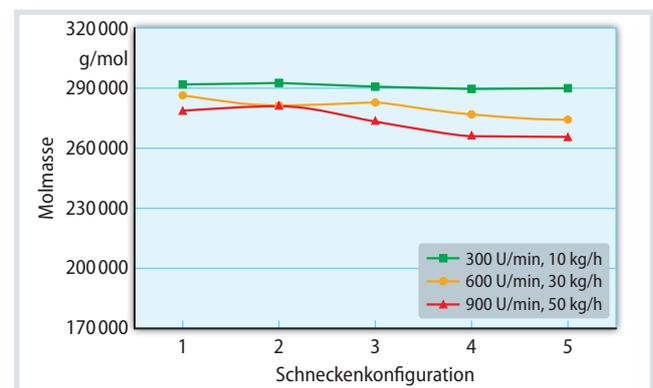
Die Grundlagenuntersuchungen zum Materialabbau von Polypropylen am Institut für Kunststofftechnik in Paderborn haben nachgewiesen, dass eine reprodu-

zierbare Materialbeanspruchung von Polypropylen während der Verarbeitung im Doppelschneckenextruder möglich ist und haben erste Erkenntnisse geliefert, um einen materialschonenden Prozess auszulegen. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der Materialabbau verringert werden kann, indem die Drehzahl gesenkt, der Durchsatz erhöht, die Zylindertemperatur reduziert oder die Schneckenkonfiguration angepasst wird. Bei einer Variation der Betriebsparameter muss jedoch stets der Einfluss auf andere Qualitätsparameter wie beispielsweise die Schmelzhomogenität berücksichtigt werden.

Die Untersuchungen werden derzeit auf einen weiteren Polypropylen-Typ ausgeweitet, um die Übertragbarkeit der Ergebnisse zu untersuchen. Für die Entwicklung von umfassenden Handlungsempfehlungen werden weitere Korrelationen zwischen Materialabbau und Verfahrensparametern geprüft. Abschließend wird eine Modellerstellung für den Materialabbau von Polypropylen auf dem Doppelschneckenextruder angestrebt. ■



**Bild 6.** Die alleinige Erhöhung des Zylindertemperaturprofils bewirkt einen stärkeren Materialabbau. Quelle: KTP; Grafik: © Hanser



**Bild 7.** Der Einfluss der Schneckenkonfiguration auf den Materialabbau ist abhängig von Drehzahl und Durchsatz. Quelle: KTP; Grafik: © Hanser