

Es kommt auf die Korngröße an

Mikrogranulat verbessert die Verteilung feindisperser Füllstoffe in der Direktcompoundierung

Neue Untersuchungen der Kunststofftechnik Paderborn zur Spritzgieß-Direktcompoundierung (SGDC) weisen einen sicheren Weg, wie sich feindisperse Füllstoffe homogen in die Kunststoffschmelze einarbeiten lassen. Die Verwendung niederviskoser Polymere und die Zerkleinerung des Granulats steigern die Desagglomeration von pulverförmigen Flammenschutzmitteln auch ohne Verarbeitungshilfen signifikant.

Aufgereichte fraktionierte Mahlgutklassen, wie sie für die Versuche zur homogenen Einarbeitung der feindispersen Flammenschutzmittel verwendet wurden © KTP



Die Entwicklung von Kombinations-technologien, die etablierte Einzelverfahren miteinander vereinen, wird in der Kunststoffindustrie seit längerem vorangetrieben. Dazu zählt auch die Spritzgießcompoundierung, ein Verfahren, bei dem eine Maschine die Materialaufbereitung und Bauteilherstellung in einem Schritt kombiniert. Direktcompoundierende Spritzgieß-Sonderverfahren werden vorrangig für Verstärkungsstoffe (Glas-, Kohlefasern) eingesetzt, weil ohne mehrfache thermische und mechanische Schädigung, wie sie bei getrennten Prozessen der Fall ist, nachweislich ein geringerer Faserlängenabbau eintritt. Zahlreiche Untersuchungen belegen höhere mechanische Materialeigenschaften für den Einstufenprozess, wenn man die Direktcompoundierung der Rezepturbestandteile mit einer konventionellen Fertigungskette (Compoundierung, Granulierung, Spritzgießen) vergleicht. Durch die Integration des Compoundierprozesses ent-

fallen nicht wertschöpfende Zwischenschritte wie Verpackung, Lagerung und Kommissionierung. Auf der volkswirtschaftlichen Ebene ergibt der reduzierte Ressourcenverbrauch entlang der gesamten Prozesskette bis hin zum fertigen Artikel hohe Einsparpotenziale. Im größeren Maßstab und bei einer Vielzahl von Spritzgießcompoundern lassen sich der Energie- und Ressourceneinsatz und somit der CO₂-Fußabdruck in der Fertigung von Kunststoffbauteilen deutlich reduzieren [1–3]. Daher ist es aus Gründen der Wirtschaftlichkeit ebenso wie der Nachhaltigkeit sinnvoll, eine Ausweitung der direktcompoundierenden Verfahren auf weitere Füll- und Verstärkungsstoffe anzustreben.

Einarbeitung pulverförmiger Flammenschutzmittel

An der Kunststofftechnik Paderborn (KTP) der Universität Paderborn wird die Einarbeitung feindisperser Füllstoffe am

Beispiel von pulverförmigen Flammenschutzmitteln mithilfe der Spritzgieß-Direktcompoundierung (SGDC) untersucht (siehe Infokasten S. 26). Dabei kommt eine vollelektrische Spritzgießmaschine (Typ: e-motion 200/100; Hersteller: Engel Austria GmbH, Schwertberg/Österreich) zum Einsatz, die mit einer 3-Zonen-Standardmischschnecke (Durchmesser 30 mm, L/D-Verhältnis 20,5) ausgerüstet ist. Als Spritzgießdüse wird auf eine konventionelle federgelagerte Nadelverschlussdüse zurückgegriffen. Maschinenseitig stehen weitere Schnecken mit Scher- und Mischteilen sowie statische Mischdüsen zur Verfügung, um ein möglichst homogenes Compound zu erzielen.

Die Spritzgießmaschine wird über eine gravimetrische Dosierung (Typ: DDW-MD2-DDSR20/28–5; Hersteller: Brabender Technologie GmbH & Co. KG, Duisburg) beschickt, die eine prozessstabile Zufuhr der Kunststoffrezeptur sicherstellt. Die Homogenisierung der Materialkomponenten erfolgt bei dem Verfahren über

eine rein mechanische Vormischstation (Typ: Mischer DX4; Hersteller: digicolor Gesellschaft für Kunststoffmaschinen-technik mbH, Herford), um eine ausreichende Verteilung der Rezepturbestandteile zu gewährleisten.

Analyseverfahren und Materialmischung

Um die Dispergiergüte zu beurteilen, wird der Agglomerationsgrad der Füllstoffe mit einer Doppelplattenprobe nach EN ISO 294-3-D2 (Größe: 60 x 60 x 2 mm) analysiert, in Anlehnung an das in [4] vorgestellte Durchlichtverfahren an fünf Proben. Zu diesem Zweck werden die Probekörper auf einer Seite mit einer diffusen Lichtquelle beleuchtet und auf der anderen Seite mit einer Spiegelreflexkamera aufgenommen.

Mit einer anschließenden Grauwertanalyse mit der Software ImageJ und Binarisierung (Methode: Triangle) der Bilddaten wird der Grad der Feststoffagglomeration Θ aus dem Verhältnis der schwarzen Komponenten zur Gesamtfläche bestimmt [5]. Die Parameter der Spritzgießmaschine werden in allen Untersuchungen auf dem mittleren Niveau der Verarbeitungsempfehlungen eingestellt. Nur die Temperatur wird bis zur oberen Grenze der Empfehlungen erhöht, weil diese Einstellung nach vorhergehenden Parameterstudien den Desagglomerationseffekt der Füllstoffe begünstigt.

Die in dieser Studie verwendeten Ausgangspolymere sind zum einen drei Polypropylentypen von Sabic, zum anderen ein niedrigviskoses Polypropylen von LyondellBasell (Tabelle 1). Als Füllstoff wird ein pulverförmiges Flammenschutzmittel auf APP-Basis (Ammoniumpolyphosphat) der Clariant AG (Typ: Exolit AP 766 (TP)) verwendet. Bisherige Untersuchungen zeigen, dass der Desagglomerationsprozess durch Dispergierhilfsmittel unterstützt wird. Als besonders wirksam hat sich das Mittel Addforce MPA 2600 der Walter Thieme Handel GmbH erwiesen. Dessen Wirkungsweise beruht auf dem sehr niedrigen Schmelzpunkt von nur 100 °C. Es liegt bereits in der Feststoffförderzone in einem sehr niedrigen Viskositätsbereich vor, sodass eine frühzeitige Infiltration der Füllstoffe mit dem Dispergieradditiv und dem anteilig aufgeschmolzenen Polymer möglich ist.

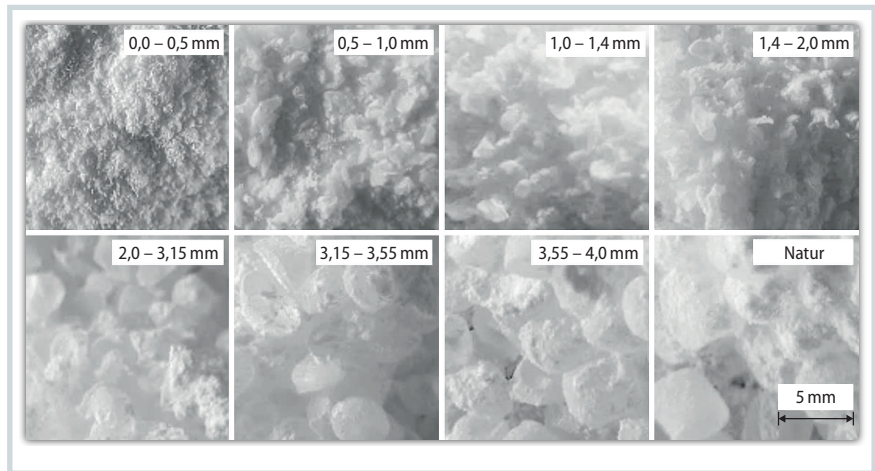


Bild 1. Trockenmischungen mit jeweils 15 Gew.-% Flammenschutzmittel nach abgeschlossener Dosierung. Die Korngrößenklasse resultiert aus der Maschenweite der Siebe © KTP

Homogene Einarbeitung erfordert Vorbehandlung des Standardgranulats

Die feindispersen Flammenschutzmittel lassen sich nur bedingt mit einem konventionellen Standardgranulat (durchschnittlicher Granulatdurchmesser ca. 4 mm) in der mechanischen Vormischung als Dry-Blend homogen aufbereiten [6]. Das Pulver neigt dazu, während des Mischvorgangs durch das Granulat durchzusickern. Deshalb werden hierfür Mischzeitanalysen für die jeweilige Kombination aus Polymer und feindispersen Füllstoff benötigt. Voruntersuchungen zeigen,

dass die Aufbereitung homogener und mischzeitunabhängiger verläuft, wenn die Granulat- und Füllstoffpartikel in einem geeigneten Größenverhältnis vorliegen. Daher wird das Granulat in einer Labormühle (Typ: SM 300; Hersteller: Retsch GmbH, Haan) zerkleinert und anschließend mit einem Siebturm in Partikelgrößenklassen fraktioniert. Die Mischgüte wird durch den Soll-Ist-Vergleich der eingestellten Konzentration mit Siebturmanalysen entlang des gesamten Füllstands nach abgeschlossenem Mischvorgang bewertet. Sie nimmt mit abnehmender Partikel-

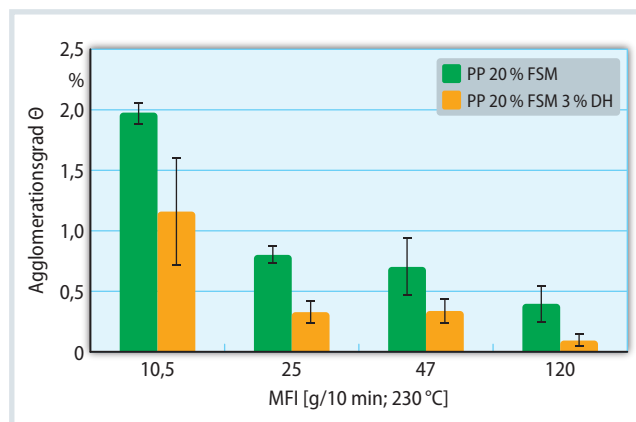


Bild 2. Ermittelte Desagglomeration für PP (20% Flammenschutzmittel) mit absteigender Viskosität und Zugabe einer Dispergierhilfe (DH)

Quelle: KTP; Grafik: © Hanser

Typ	MFI [g/10 min, 230 °C]	η_0 ($T_m = 220$ °C)	σ_m [MPa]	E_t [MPa]
Sabic PP575P	10,5	1000	43	1800
Sabic PP578N	25	510	42	2100
Sabic PP579S	47	280	41	1900
Moplen HP500V	120	–	35	1450

Tabelle 1. Eigenschaften der untersuchten Kunststofftypen Quelle: KTP

Pro & Contra

Die Spritzgieß-Direktcompoundierung (SGDC) weist folgende Vor- und Nachteile im Vergleich zu weiteren am Markt befindlichen Direktcompoundern auf.

Vorteile des Systems:

- anpassbar an bestehende konventionelle Spritzgießmaschinen
- weiterhin als Standard-Spritzgießsystem verwendbar
- hohe Kosteneffizienz laut wirtschaftlichen Berechnungen
- hohe Energieeffizienz, da das Material nur einmal zu trocknen und zu plastifizieren ist
- geringe Schulungskosten, da ein erweiterter Standard-Spritzgießprozess vorliegt

Nachteile des Systems:

- geringeres Mischvermögen der Einschnecken-Plastifiziereinheit
- Agglomerationen sind nach dem Plastifizierungsprozess möglich

Die Autoren

M.Sc. Jannik Jilg war von 2016 bis 2020 als wissenschaftlicher Mitarbeiter der Kunststofftechnik Paderborn (KTP) an der Universität Paderborn tätig; jannik.jilg@ktp.upb.de

B.Sc. Tobias Rücker war von 2016 bis 2020 als wissenschaftliche Hilfskraft der KTP tätig.

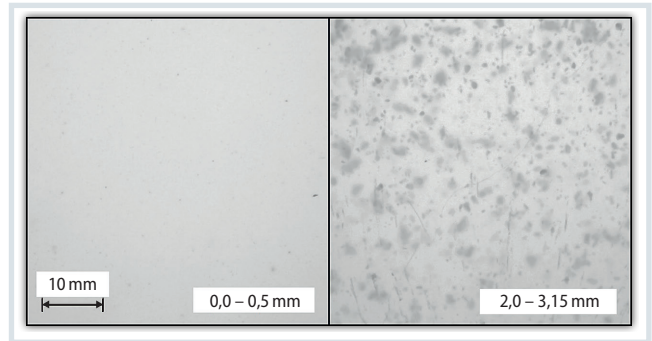
Prof. Dr.-Ing. Elmar Moritzer ist seit 2008 Leiter der KTP; elmar.moritzer@ktp.upb.de

Service

Literatur & Digitalversion

- Das Literaturverzeichnis und ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/onlinearchiv

Bild 3. Durchlichtproben im Vergleich: links fein gemahlene Polymer nahezu ohne Agglomeration, rechts grob gemahlene Polymer mit noch erkennbaren Füllstoffanhäufungen © KTP



klasse des Granulats zu, sodass eine homogene Sollkonzentration entlang des Füllstands möglich wird (**Bild 1**). Die kleinste Korngrößenverteilung liegt im Bereich von Kunststoffpulver (50 µm) bis hin zum Mikrogranulat (ca. 500 µm).

Untersuchungen zur Materialviskosität

Im ersten Schritt wird evaluiert, wie die Materialviskosität die Einarbeitung des Flammenschutzmittels beeinflusst. Die Untersuchungen mit den unterschiedlichen Polymeren erfolgen jeweils auf Basis eines einfach geschredderten Granulats, da sich bereits mit der einfachen Zerkleinerung eine homogenere Trockenmischung aufbereiten lässt. Die ermittelte Häufigkeitsverteilung der Partikelklasse 1,4 bis 2,0 mm liegt bei ca. 40% der Gesamtmasse. Die weiteren Partikelklassen folgen nahezu einer Gaußschen Normalverteilung.

Auf die verhältnismäßig aufwendige Fraktionierung in weitere Klassen wird für die Viskositätsuntersuchungen verzichtet und auf die zuvor ermittelten Mischzeiten zur mechanischen Vormischung zurückgegriffen. Die Ergebnisse zeigen einen fortschreitenden Desagglomerationsprozess infolge der abnehmenden Viskosität (**Bild 2**). Während der ermittelte Agglomerationsgrad bei dem hochviskosen PP575P (MFI = 10,5 g/10 min) bei ca. 2% liegt,

sinkt dieser durch den Einsatz des ultraniedrigviskosen HP500V (MFI = 120 g/10 min) bereits unter 0,5% – ohne Einsatz einer Dispergierhilfe. Bei Zugabe von 3 Gew.-% Dispergierhilfe setzt für jede Rezeptur eine weitere Desagglomeration der Füllstoffe ein, die bei den mittel- und niederviskosen Typen zu einer Reduktion von ca. 50% der Referenzrezeptur ohne Verarbeitungshilfe führt.

Vorhergehende Untersuchungen weisen bei dem niederviskosen PP579S und ohne vorhergehende Zerkleinerung auch bei Zugabe von 3% Dispergierhilfe einen Agglomerationsgrad von ca. 2% auf [7]. Diese Erkenntnis zeigt, dass bereits die einfache Zerkleinerung des Granulats den Agglomerationsgrad von 2 auf unter 0,5% (bei gleicher Rezeptur) drückt.

Untersuchungen zur Korngröße

In den weiteren Untersuchungen geht es darum zu ermitteln, wie die Korngröße die Einarbeitung der feindispersen Füllstoffe beeinflusst. Hierfür kommen die selektierten Partikelgrößenklassen bis 3,15 mm zum Einsatz (**Bild 1**). Für die Untersuchungen wird das niederviskose PP579S mit 20 Gew.-% Flammenschutzmittel ohne Dispergierhilfe verwendet. Bereits ohne weiterführende Analyse ist eine signifikante Abnahme der Agglomerate in den Prüfplatten zu verzeichnen (**Bild 3**).

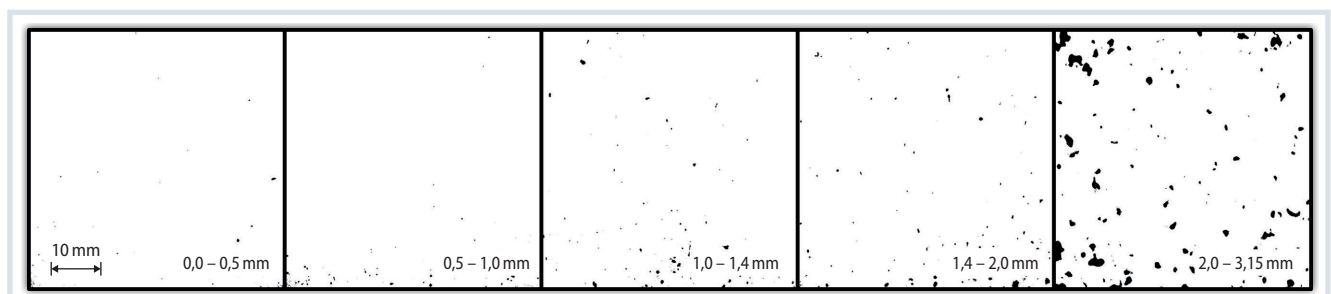


Bild 4. Exemplarische Bilddaten nach der Binarisierung mit ImageJ. Die kleineren Korngrößen zeigen den geringsten Schwarzanteil © KTP

Die Korngrößenverteilung von 2 bis 3,15 mm weist noch deutlich erkennbare Füllstoffanhäufungen in den Prüfplatten auf, während in der kleinsten Korngrößenfraktion nahezu keine Agglomerationen mehr vorliegen.

Der Desagglomerationsprozess entlang aller Korngrößenverteilungen ist anhand der binarisierten Proben dargestellt (**Bild 4**). Die kleineren Korngrößenfraktionen bis 1 mm zeigen nach der Binarisierung einen sehr geringen Schwarzanteil. Die weiteren Fraktionen im Bereich von 1 bis 2 mm weisen demgegenüber einen erhöhten Schwarzanteil auf. Die Korngrößenverteilung von 2 bis 3,15 mm, die im unteren Bereich von Standardgranulat liegt, enthält verglichen mit den weiteren Fraktionen einen massiven Schwarzanteil.

Auch die Auswertung der Messung verdeutlicht, dass die Desagglomeration steigt, je kleiner die Korngröße ausfällt (**Bild 5**). Nach den Ergebnissen der vorherigen Untersuchungen ist davon auszugehen, dass mit der Zugabe eines Dispergierhilfsmittels eine weitere Desagglomeration der Füllstoffe eintritt.

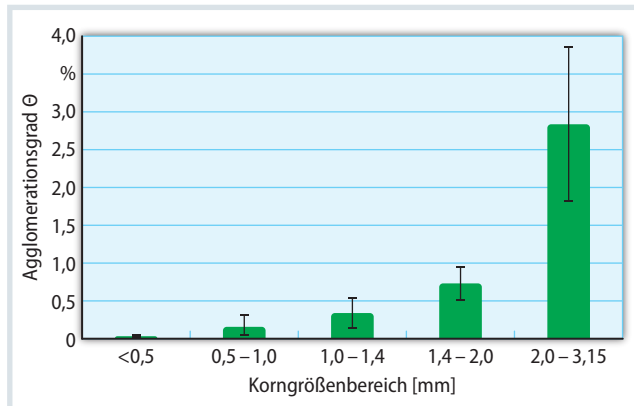


Bild 5. Agglomerationsgrad der Korngrößenklassen ohne Dispergierhilfe: je kleiner, umso besser das Ergebnis

Quelle: KTP; Grafik: © Hanser

Ausblick

Diese Ergebnisse liefern wesentliche Erkenntnisse zur Verarbeitung feindisperser Füllstoffe mit der Spritzgieß-Direktcompoundierung. Eine geringere Viskosität des Matrixmaterials und kleinere Partikel in Form eines Kunststoffpulvers oder Mikrogranulats erleichtern die homogene Einarbeitung von feindispersen Flammschutzmitteln. Die Untersuchungen sollen noch auf die Gebrauchs-

eigenschaften (Brandverhalten, mechanische Kennwerte) ausgeweitet werden.

Um die Einarbeitung der Füllstoffe weiter zu verbessern, bietet sich der Einsatz von Plastifizierschnecken mit Scher- und Mischteil und statischen Mischdüsen an. Untersuchungen dazu stehen noch aus. Derzeit werden die Plastifizierungsversuche auf weitere Kunststoffe und feindisperse Füllstoffe (z.B. Cellulosefasern) ausgeweitet, um die Einsatzgrenzen des Verfahrens zu ermitteln. ■

Praxisforum Kunststoffrezyklate

Qualitätssteigerung bei Material & Verarbeitung

09. – 10. März 2021

**Sicher - Informativ - Interaktiv
Jetzt digital teilnehmen!**

 **Digitales Event**

Jetzt zur Tagung anmelden: www.kunststoffrezyklate.de

 **HANSER
Tagungen**