

Extrusion von kohlefaserverstärktem Polyetheretherketon (PEEK)

Herstellung von FFF-Filamenten

Die Herstellung von hochwertigen Kunststofffilamenten für den 3D-Druck ist anspruchsvoll. Die Herausforderungen variieren je nach verwendetem Polymer und der eingesetzten Füllstoffe. Im Rahmen einer Forschungsstudie am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der Technischen Universität Clausthal wurden die Anforderungen an den Prozess erprobt, insbesondere hinsichtlich der erforderlichen Vorbereitungsmaßnahmen und der dafür notwendigen Anlagenperipherie.

Das Schmelzschichtungsverfahren oder Fused Filament Fabrication (FFF) ist ein additives Fertigungsverfahren, mit dem Thermoplaste verarbeitet werden. Hierbei kann es sich sowohl um amorphe als auch um teilkristalline Thermoplaste handeln. Spezifisch für dieses Verfahren ist die Materialverarbeitung auf Basis eines Filaments. Für dessen Herstellung müssen die zu verarbei-

teten Thermoplaste im Vorhinein extrudiert und anschließend gewickelt werden. Die Herausforderungen dieses Prozederes sind in Abhängigkeit der jeweiligen Polymere und der verwendeten Füllstoffe unterschiedlich stark ausgeprägt und liegen zum Beispiel in der Verarbeitungstemperatur, der Fließeigenschaft, dem Abrasionsverhalten oder der Elastizität.

Polyetheretherketon (PEEK) ist eines der bekanntesten Hochleistungspolymere. Es wird insbesondere in der Automobil- sowie der Luft- und Raumfahrtbranche eingesetzt. Der Thermoplast zeichnet sich durch hohe Festigkeitswerte und eine hohe Temperaturbeständigkeit aus [1]. Die Schmelztemperatur von PEEK liegt bei etwa 340 °C. Verarbeitet wird dieser Kunststoff im Temperatur-

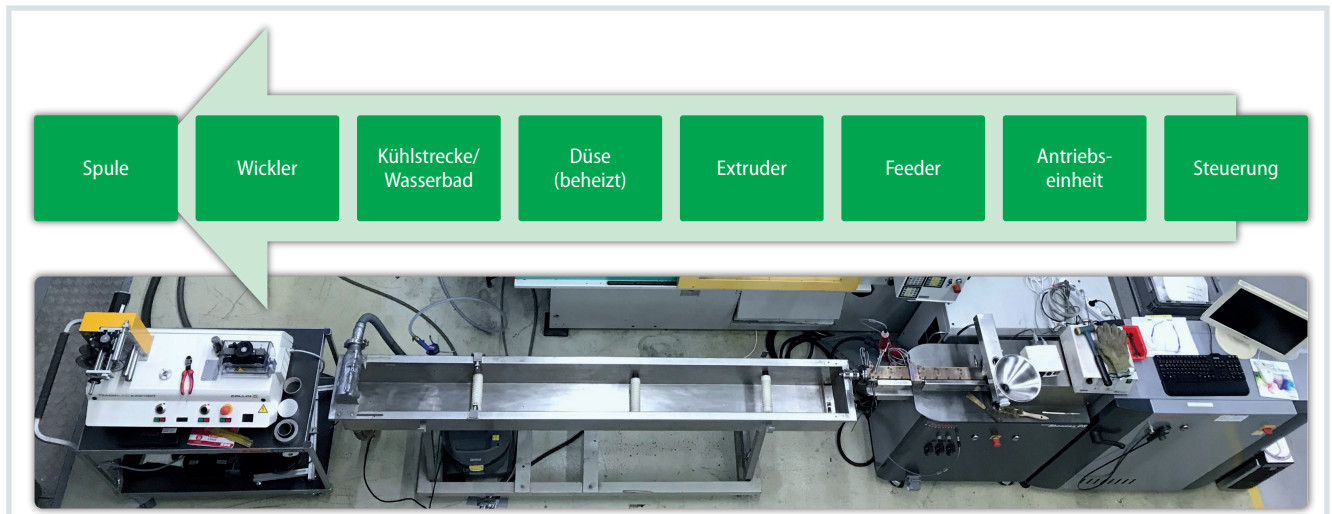


Bild 1. Schematische Darstellung der Fertigungsstrecke zur Herstellung von Kunststofffilament. © Prigann / Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal

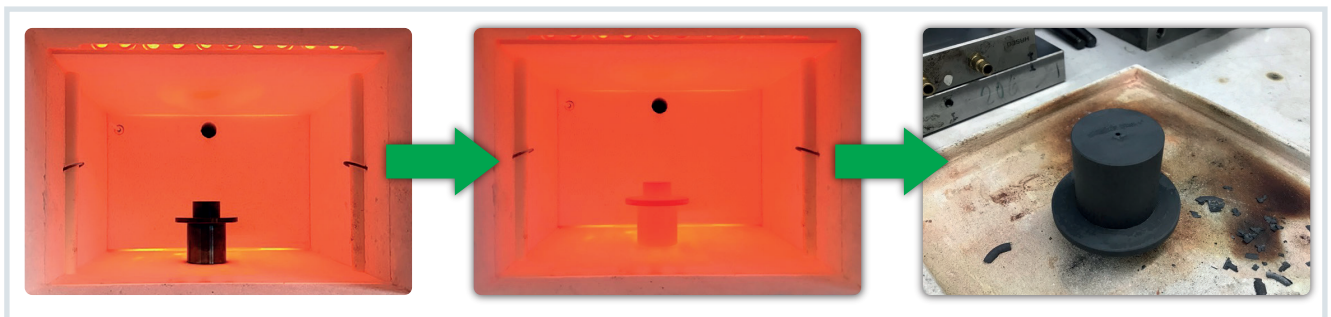


Bild 2. Notwendiges Oberflächenhärten der Extruder-Düse für die Filamentherstellung von kohlefasergefülltem Kunststoff (standardmäßiger Härteprozess 42CrMo4). © Prigann / Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal

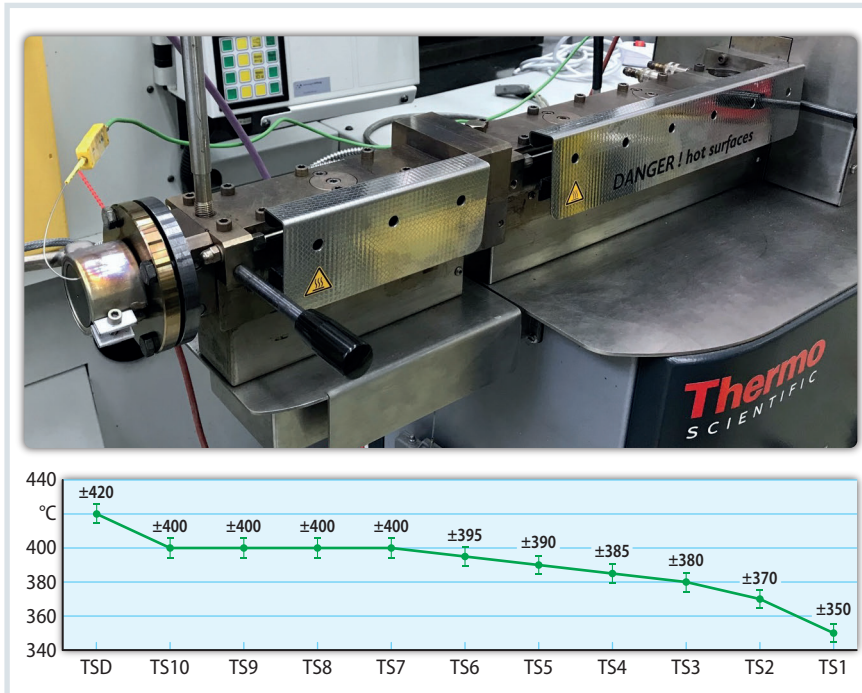


Bild 3. Temperaturführung im Extrusionsprozess von kohlefaserverstärktem PEEK.

© Prigann / Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal

bereich von 370 bis 420 °C [2]. Daraus resultiert ein hoher Leistungsbedarf der gesamte Verarbeitungsperipherie.

In der additiven Fertigung können heutzutage nur wenige 3D-Drucker Polyetheretherketon verarbeiten. Dies liegt vor allem an der erforderlichen Temperaturführung. Aufgrund der relativ hohen Abkühlraten beim FFF-Verfahren wirkt sich das Kristallisationsverhalten des Hochleistungspolymeres signifikant auf die Qualität der Druckergebnisse aus. Reines Polyetheretherketon neigt zu starkem Materialverzug (Warping) [3; 4], insbesondere dann, wenn große, flächige Bauteile mit hohem Füllanteil 3D-gedruckt werden. Aus diesem Grund setzen führende Filament-Hersteller vermehrt auf den Einsatz von Kohlefasern (Kurzfasern < 600 µm). Durch die hohe Steifigkeit der Kohlefaser wird dem Bauteilverzug im 3D-Druckprozess entgegengewirkt [5].

Anlagenperipherie zur Filament-Herstellung

Im Rahmen einer Forschungsstudie am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der Technischen Universität Clausthal wurde die Filament-Herstellung von Polyetheretherketon mit einem Kohlefaseranteil von 30 %

erprobt. Der Forschungshintergrund bestand darin, die Vorkehrungen zu untersuchen, die notwendig sind, um eine hinreichende Prozessstabilität entlang der gesamten Fertigungslinie zu erreichen. Grundlage der Untersuchung ist das PEEK 450CA30 Granulat des Polymerherstellers Victrex. Die dazugehörige Fertigungsstrecke zur Filament-Herstellung kann der schematischen Darstellung in **Bild 1** entnommen werden.

Die Fertigungsstrecke besteht aus einem Zweischnecken-Extruder (Haake Rheomex 05 PTW16) samt Antriebseinheit (Haake PolyLab 05 RheoDrive 7) von Thermo Fisher Scientific. Das Kunststoffgranulat wird durch eine Einspeisung (Haake Metering Feeder MF 1) vom gleichen Gerätehersteller zugeführt.

Bei der Extruder-Düse handelt es sich um eine Eigenkonstruktion aus 42CrMo4 (Vergütungsstahl). Dieser Werkstoff wurde oberflächengehärtet, weil Vorversuche mit kohlefasergefülltem Polyetheretherketon hohes Abrasionsverhalten zeigten (**Bild 2**). Der Innendurchmesser der Düse beträgt in dieser Forschungsstudie 2,00 mm ± 0,10 mm bei einer Länge von 40,00 mm ± 0,10 mm (L/D-Verhältnis: 20). Dieser Wert orientiert sich an bereits validierten Herstellungsprozessen von handelsüblichem 1,75 mm-Filament. »



Unsere „kundenorientierte“ Philosophie ermöglicht uns, hochinnovative Lösungen anzubieten, die in der Lage sind, Produktionsprozesse und Energieeffizienz zu optimieren, die CO₂-Bilanz zu verbessern und recycelte Materialien zu behandeln und eine digitale Verbindung in der gesamten Produktionskette sicher zu stellen. Aus dieser Perspektive sind Nachhaltigkeit, Technologie und Digitalisierung die Säulen, die uns in der kunststoffverarbeitenden Industrie auszeichnen.



Moretto Deutschland

Tel. +49 (0) 9123 98087-0
info@moretto-deutschland.de

moretto.com

Info

Text

Dennis Prigann, M.Sc. und MBA, ist seit 2018 als externer Doktorand im Bereich Additiver Formeinsätze im Spritzguss am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der Technischen Universität Clausthal tätig; dennis.prigann@tu-clausthal.de

Prof. Dr.-Ing. Dieter Meiners ist seit 2012 Institutsdirektor am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der Technischen Universität Clausthal; dieter.meiners@tu-clausthal.de

Dank

Die Autoren bedanken sich besonders bei Christoph Herden, Fabian Hartkopf, Dr. Leif Steuernagel und Martin Novotny für ihre Hilfe, den regelmäßigen Wissensaustausch und die fachliche Unterstützung, die signifikant zur Realisierung der Forschungsarbeit beitrugen. Darüber hinaus bedanken sich die Autoren auch bei den operativ tätigen Kollegen Markus Lenk, Dareck Imkhaimer, Petra Dröttboom, Harald Weiss und Peter König für ihre Unterstützung.

Literatur & Digitalversion

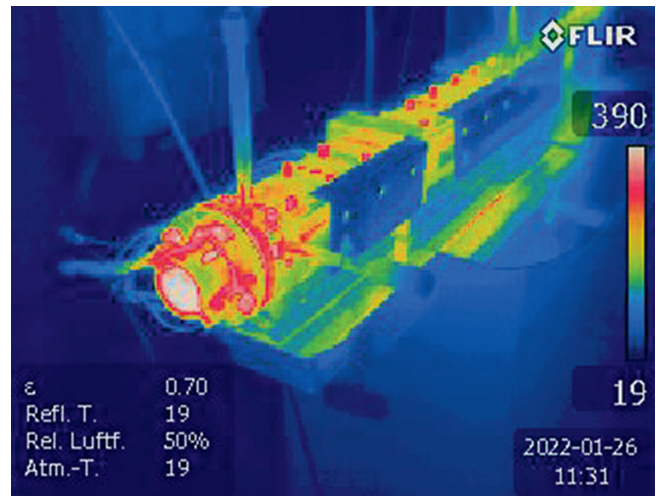
Das Literaturverzeichnis und ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/onlinearchiv

English Version

Read the English version of the article in our magazine *Kunststoffe international* or at www.kunststoffe-international.com

Bild 4. Thermografie der Extruder- und Düsentemperatur im Extrusionsprozess von kohlefaser-verstärktem PEEK. ©

Prigann / Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal



Die Extrusion von Hochtemperaturkunststoffen erfordert eine externe Düsenheizung. Hierfür wurde eine handelsübliche Heizbandmanschette verwendet (Leistung 300 Watt; Versorgungsspannung 230 V). Zur Abkühlung des extrudierten Kunststoffs wird dieser durch eine Kühlstrecke geführt. In der Regel handelt es sich dabei um ein temperaturgesteuertes Wasserbad. Für Polyetheretherketon trifft dies allerdings nicht zu, weil der Temperaturgradient zwischen Schmelzpunkt und Umgebungstemperatur zu hoch ist. Aus diesem Grund ist die Kühlung an Luft ausreichend. Die Schwierigkeit besteht dabei in der schnellen Abkühlung des Kunststoffs und der damit einhergehenden Versteifung des Filaments, weshalb die Kühlstrecke entweder kurz zu halten oder zu temperieren ist.

Die Aufwicklung des Filaments erfolgte sowohl über einen Filament-

wickler (Teach Line AZW130T) des Anlagenherstellers Collin Lab & Pilot Solutions als auch über eine schrittmotorgesteuerte Spule Marke Eigenbau. Aufgrund des Sprödbbruchverhaltens von kohlefasergefülltem Polyetheretherketon sind Schweißdrahtspulen zu bevorzugen. Diese weisen gegenüber herkömmlicher 3D-Druck-Spulen einen höheren Außendurchmesser auf.

Prozessparametrierung zur Filament-Herstellung von PEEK-CF30

Die Verarbeitungstemperatur von Victrex Polyetheretherketon liegt im Bereich von 350 bis 400 °C [6]. Vorversuche zeigten einen stabilen Herstellungsprozess bei einem Temperaturverlauf von 350 bis 420 °C (**Bild 3**). In Abhängigkeit der Heizraten und aufgrund der thermischen Trägheit sind nach der Aufheizphase ausreichende Haltezeiten einzuräumen,

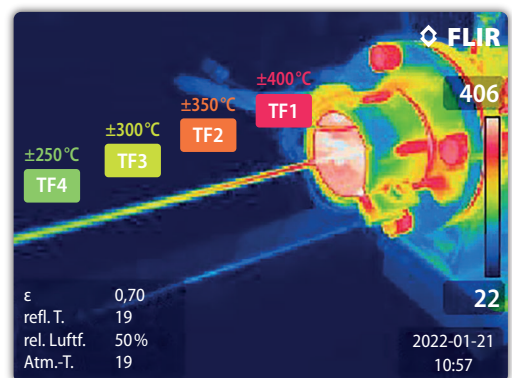


Bild 5. Temperaturverlust bei der Filamentherstellung von Hochtemperaturkunststoffen (ohne zusätzlichen Nachtemperierungsprozess). © Prigann /

Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal

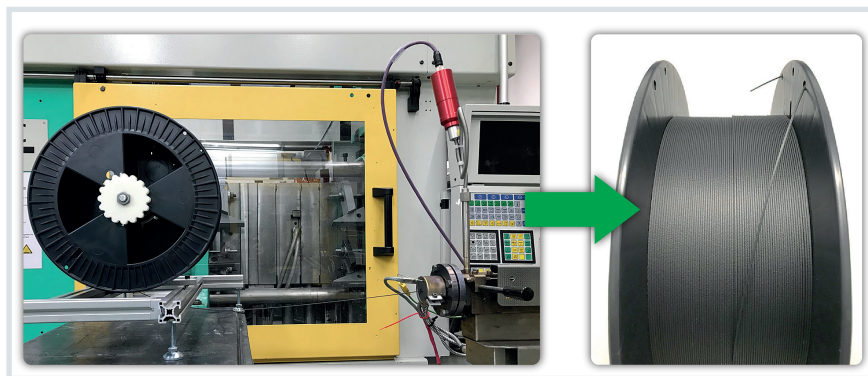


Bild 6. Aufwicklung von kohlefaserverstärktem PEEK (Schweißdrahtrolle).

© Prigann / Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal

um die eingestellten Prozesstemperaturen sicherzustellen. Die Haltezeit bei der hier durchgeführten Forschungsstudie betrug 60 Minuten \pm 5 Minuten. Ein zusätzlicher Temperaturabgleich zweier unabhängiger Temperaturmessverfahren ist von Vorteil (**Bild 4**).

Zur Einstellung der gesamten Fertigungsstrecke, bestehend aus Feeder, Extruder und Wickler, ist es erforderlich die Drehzahlen aller Geräte aufeinander abzustimmen. Die Austragsgeschwindigkeit des extrudierten Materials (Filament) und die Umfangsgeschwindigkeit des Wicklers sind hierfür deckungsgleich auszulegen. Beim Materialaustrag ist darauf zu achten, dass die Förderrate unterhalb des kritischen Verhältnisses von Fördergeschwindigkeit zu Düsenlänge bleibt, da es andernfalls zu Qualitätseinbußen der Oberfläche kommt (zum Beispiel Haifischhaut) [7]. Auf Basis der gewonnenen Erkenntnisse aus Vorversuchen sind die Fördergeschwindigkeiten bei Polyetheretherketon niedrig zu halten, um eine ausreichende Homogenisierung in Bezug auf die eingebrachte Wärmemenge zu erzielen.

Die Drehzahl der Antriebseinheit betrug $30 \text{ min}^{-1} \pm 0,1 \text{ min}^{-1}$, mit einem daraus resultierenden Drehmoment von $100 \text{ Nm} \pm 10 \text{ Nm}$. Der Druck vor Düsen einlauf stieg dabei auf $95 \text{ bar} \pm 5 \text{ bar}$ an. Diese Werte variieren je nach Aufbau und Konfiguration des eingesetzten Extruders, insbesondere in Abhängigkeit der Extruderstrecke.

Nach der Extrusion wird das Kunststofffilament durch die Kühlstrecke gefördert. Hierbei wurde keine zusätzliche Temperierung verwendet, weshalb die Filamentwicklung im unmittelbaren Anschluss an den Extruderdüsenauslass

erfolgte. Andernfalls würde das Filament im Umlenkungsvorgang, wie oben beschrieben, aufgrund seines spröden Materialverhaltens brechen.

Bei einer Raumtemperatur von $20 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ betrug der Temperaturverlust innerhalb der ersten 100 Millimeter nach Extruderauslass in etwa 150 °C (**Bild 5**). Mit der beschriebenen Fertigungsstrecke

und auf Grundlage der dargelegten Prozessparameter konnte PEEK-CF30-Filament mit einem Durchmesser von $1,2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ hergestellt werden (**Bild 6**). In Anbetracht des hier verwendeten L/D-Verhältnis der Extruderdüse ergibt sich daraus eine zu berücksichtigende Durchmesserreduktion von circa 40 % in Bezug auf das extrudierte Kunststofffilament. Ausschlaggebend dafür ist die gewählte Abzugsgeschwindigkeit des Wicklers, die den Filamentdurchmesser – bedingt durch die daraus resultierende Zugkraft auf das Extrudat – maßgeblich reduziert.

Entsprechend des Materialdurchmessers kommerzieller 3D-Druck-Filamente wird ein Düsendurchmesser von $3,00 \text{ mm} \pm 0,10 \text{ mm}$ empfohlen. Hierbei ist jedoch mit einer Neuparametrierung der gesamten Fertigungsstrecke zu rechnen. Validierungsversuche zu der hier aufgestellten Forschungshypothese stehen am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik aktuell noch aus. ■

**Wir sind auf der K 22:
Halle 9, Stand B16**

COLLIN 
LAB & PILOT SOLUTIONS



COLLIN Messe-HIGHLIGHTS auf der K 2022: **Es warten zahlreiche Anlagen im Livebetrieb auf Sie!**

PILOT LINE Blasfolienanlage. Leistungsstark & 5 m hoch, ist die Blasanlage für Mehrschicht-Coextrusion für Metallocene optimiert, aber auch bestens für die Verarbeitung von Recycling-Material geeignet.

MEDICAL LINE Schlauchanlage. Die innovative Linie verfügt über ein neues, modulares 3000 mm Wasserbad mit optimiertem Wasserkreislauf.

Außerdem am Messestand: TEACH LINE Extruder, Compounder & Chill Roll mit Kamerasystem sowie LAB LINE Presse & Walzwerk.