



**Matthias Altepeter, M.Sc.**

---

Compoundierung – Untersuchung des Materialabbaus von Polypropylen auf dem Doppelschneckenextruder

---

Doppelschneckenextruder werden zumeist für die Aufbereitung von Kunststoffen eingesetzt. Technische Anwendungsfälle sind zum Beispiel die Einarbeitung von Füll- und Verstärkungsstoffen oder auch das Mischen von Kunststoffen untereinander. Eine wichtige Prozesscharakteristik ist dabei die Beanspruchung des Materials und der damit einhergehende Materialabbau.

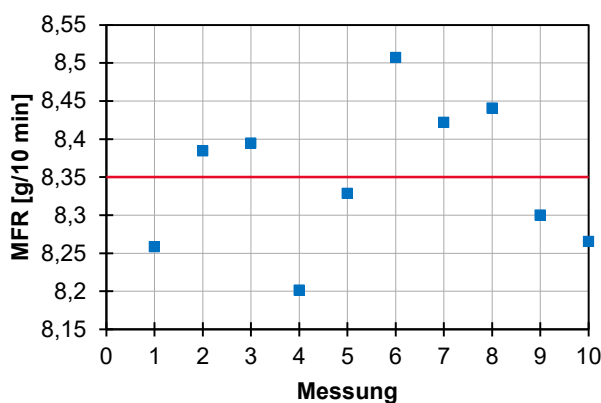
Durch thermische und mechanische Beanspruchung während der Verarbeitung kommt es neben dem Mischen und Aufschmelzen zu einem Abbau des Materials. Unter Materialabbau werden Mechanismen verstanden, die eine Verkürzung der Molekülketten des Kunststoffes hervorrufen und folglich zur Abnahme des mittleren Molekulargewichts führen. Diese Vorgänge führen zu einer Veränderung der chemischen Struktur und beeinflussen sowohl die Fließeigenschaften während der Verarbeitung als auch die mechanischen Eigenschaften des späteren Endproduktes. Verminderte Brucheigenschaften des Endproduktes können unter anderem das Ergebnis sein. Besonders kritisch ist, dass die Abnahmen der mechanischen Eigenschaften bei Polypropylen zumeist irreversibel sind. 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 auch ein hydrolytischer Abbau möglich. Der thermisch-oxidative Abbau erfolgt aufgrund der erhöhten Temperaturen, die durch die Zylindertemperaturen sowie durch die durch Reibung verursachte Wärme entstehen. Der mechanische Teil des Abbaus erfolgt durch hohe Scherkräfte, welche durch die Geometrie des Doppelschneckenextruders eingebracht werden. Die Ketten des Polymers werden dabei zerteilt, sodass kürzere Ketten mit einem niedrigeren Molekulargewicht entstehen. Dies schlägt sich in der Verarbeitungviskosität des Kunststoffes nieder. Negative Materialeigenschaften des Endproduktes sind oftmals die Folge. Ausschlaggebend für den Materialabbau sind die vorliegenden Verschlaufungen der Ketten, die Angriffspunkte für die Scherkräfte liefern. Diese Verschlaufungen liegen vermehrt bei höhermolekularen und langkettigen Polymeren vor. Generell sollte der Materialabbau möglichst geringgehalten werden, um die mechanischen Eigenschaften des Endproduktes gewährleisten zu können.

Welche Auswirkungen die einzelnen Prozessparameter auf die Beanspruchung des Kunststoffes während der Verarbeitung im Doppelschneckenextruder haben, ist schwer zu prognostizieren. Verfahrensparameter wie Verweilzeit und Schergeschwindigkeit sind im Gegensatz zum Einschneckenextruder zugleich abhängig von mehreren Einstellgrößen wie

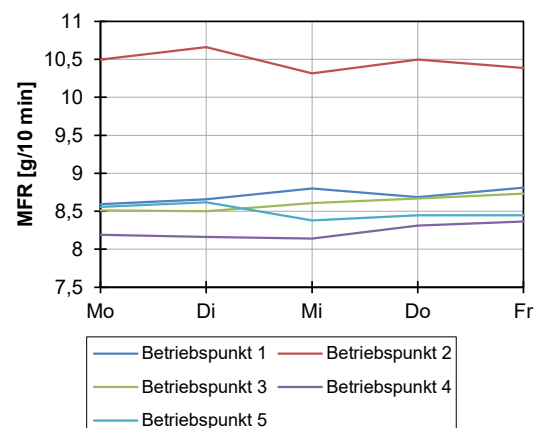
Drehzahl, Durchsatz oder Schneckenkonfiguration. Der Materialabbau lässt sich aus diesem Grund erst nach dem Compoundierprozess bestimmen, was einen hohen finanziellen und zeitlichen Aufwand mit sich bringt. In diesem Projekt ist deshalb eine Erweiterung der Untersuchungen und Analysen des Molmassenabbaus bei der Verarbeitung von Polypropylen auf dem Doppelschneckenextruder geplant. Die Zielsetzung des durchgeführten Forschungsprojekts besteht darin, Handlungsempfehlungen für die materialschonende Verarbeitung von Polypropylen auf dem Doppelschneckenextruder zu entwickeln und somit Zeit- und Kostenreduktionen beim Anwender zu ermöglichen.

Zu Beginn des Projekts wurden für die geplanten Grundlagenuntersuchungen zwei PP-Typen mit unterschiedlicher Viskosität ausgewählt. Neben dem Auswahlkriterium Viskosität wurde in der Materialauswahl auf Erfahrungswerte bezüglich des Materialabbaus verschiedener Polypropylene zurückgegriffen. Für die Untersuchungen wurden zunächst die Materialien Sabic PP500P (MFI: 3,1 g/10min) und Moplen HP420M (MFI: 8g/10min) ausgewählt. Die Beurteilung des Materialabbaus findet ebenfalls mithilfe des Melt-Flow-Index statt, da dieser eine gängige Angabe in der Industrie ist, um die Fließeigenschaften von Kunststoffen zu beschreiben. So lassen sich mithilfe mathematische Zusammenhänge Rückschlüsse auf die gewichtsmittlere Molmasse ziehen. Punktuell wurden zur Verifizierung der Ergebnisse ferner GPC-Messungen durchgeführt.

Im Vorfeld der Materialabbauuntersuchungen wurde eine Reproduzierbarkeitsanalyse durchgeführt. Die Auswirkung der Variation des Durchsatzes beziehungsweise der Drehzahl bei ansonsten konstanten Rahmenbedingungen wurde dazu an verschiedenen Tagen geprüft und miteinander auf Übereinstimmung der Messergebnisse verglichen. Durch die Reproduzierbarkeitsanalyse konnte die aufgrund der Prozessstreuung verursachte durchschnittliche Abweichung aller Messwerte vom Mittelwert von lediglich rund 0,4 % nachgewiesen werden. Unter Hinzuziehung der ermittelten Messstreuung konnte ein Toleranzband um einen Messwert von  $\pm 0,19$  g/10min von berechnet werden, sodass der wahre Wert mit einer Wahrscheinlichkeit von 95,45 % innerhalb des Toleranzbandes liegt. Zwei unterschiedliche Betriebspunkte lassen somit bereits eine gesicherte Aussage zu, wenn die Differenz der gemessenen MFR-Werte mindestens 0,38 g/10min beträgt. Die Ermittlung der Mess- und Prozessstreuung stellt somit die Reliabilität der Ergebnisse sicher. Im Folgendem sind die Messwerte zur Bestimmung der Mess- und Prozessstreuung dargestellt.



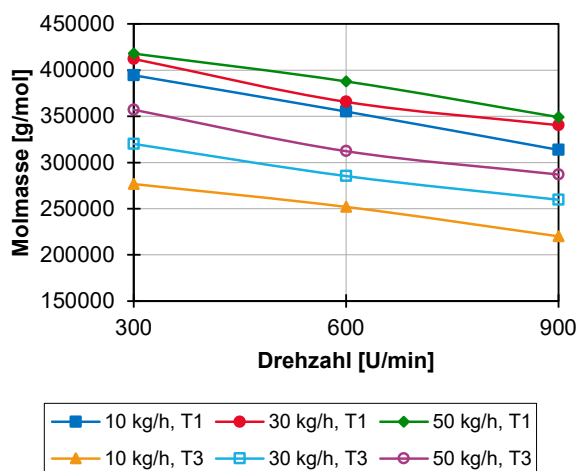
(a)



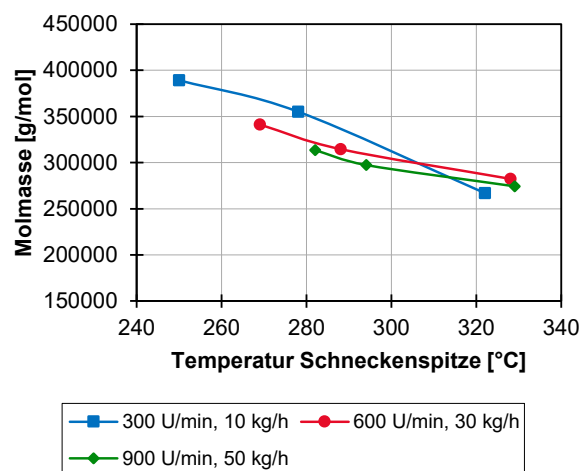
(b)

Messwerte des Ausgangsmaterials (a) und Messwerte der Prozessstreuung (b)

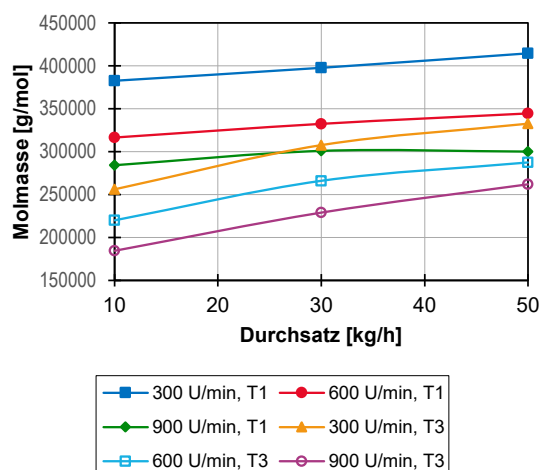
Um die Wirkung der Einflussgrößen Drehzahl, Durchsatz, Temperatur und Schneckenkonfiguration auf das Abbauverhalten bestimmen zu können, wurde ein vollfaktorieller Versuchsplan erstellt und auf dem Doppelschneckenextruder abgefahren. Die hergestellten Proben wurden anschließend hinsichtlich ihrer Schmelzefließrate untersucht und diese wiederum rechnerisch in die gewichtsmittlere Molmasse überführt. Es zeigte sich, dass beim PP500P hohe Drehzahlen (a), geringe Durchsätze (c) und hohe Massetemperaturen (b) den Materialabbau verstärken. Im Vergleich zu diesen Faktoren hat die Schneckenkonfiguration (d) einen geringen Einfluss auf das Abbauverhalten. Dies bedeutet für den Anwender, dass nahezu beliebige Schneckenelemente nach der Aufschmelzzone genutzt werden können. Da für zwei Polypropylen-Typen mit unterschiedlichem Fließverhalten übereinstimmende Auswirkungen auf den Materialabbau festgestellt wurden, kann von einer allgemeinen Gültigkeit der Handlungsempfehlungen für Polypropylen ausgegangen werden.



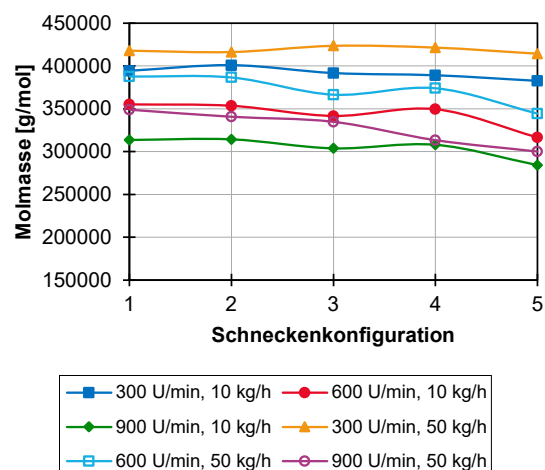
(a)



(b)



(c)



(d)

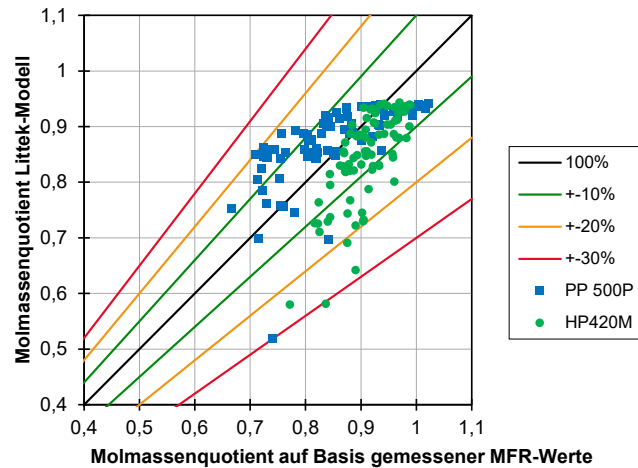
Molmasse in Abhängigkeit der Parameter Drehzahl (a), Temperatur an der Schneckenspitze (b), Durchsatz (c) und Schneckenkonfiguration (d)

Für die mathematische Beschreibung des Materialabbaus wurde das von LITTEK ET AL. für den Einschneckenextruder entwickelte Modell modifiziert und neu parametrisiert. Dies ermöglicht die Bestimmung der Molmassenreduktion in Abhängigkeit der Parameter gemittelte Schergeschwindigkeit, Verweilzeit und Temperatur.

$$\frac{M_w}{M_{w,0}} = 1 / \left[ \exp\left(\frac{T}{T_0}\right) \cdot \left(1 + \left(\frac{\dot{\gamma}_{res}}{\dot{\gamma}_0}\right)^2\right) \right]^{\frac{\Delta t_v}{t_{v,0}}}$$

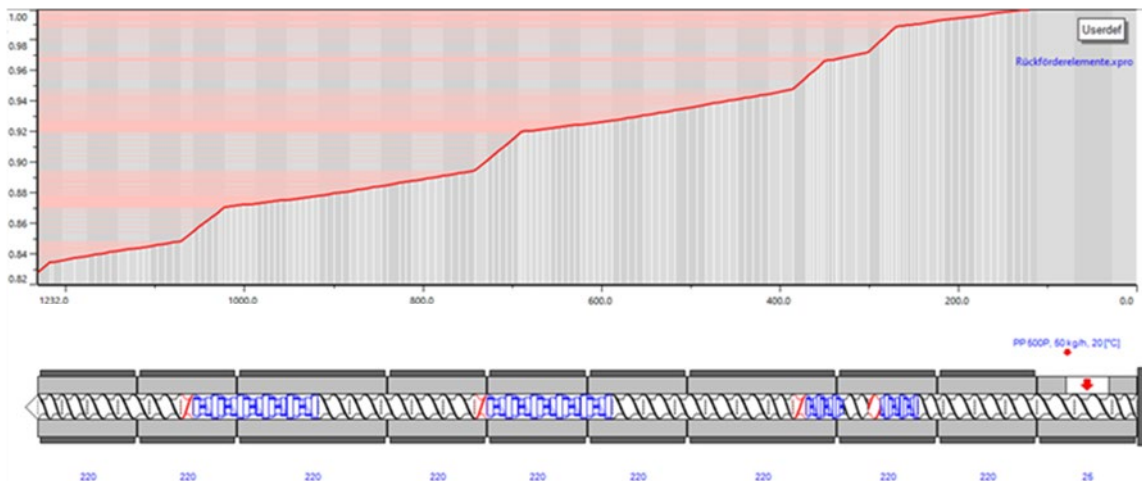
- $M_w$ : zu berechnende gewichtsmittlere Molmasse [g/mol]  
 $M_{w,0}$ : gewichtsmittlere Ausgangsmolmasse [g/mol]  
 $T, \Delta t_v, \dot{\gamma}$ : Prozessgrößen: Temperatur, Verweilzeit, gewichtete Schergeschwindigkeit [°C, s, s<sup>-1</sup>]  
 $T_0, t_{v,0}, \dot{\gamma}_0$ : Prozesskoeffizienten [°C, s, s<sup>-1</sup>]

Die mittlere prozentuale Abweichung der modellierten Molmassenquotienten von den zuvor mithilfe der MFR-Werte ermittelten Molmassenquotienten liegt bei 7,15%.



Gegenüberstellung der mittels des modifizierten Littek-Modells berechneten Molmassenquotienten und der Molmassenquotienten auf Basis der gemessenen MFR-Werte

Das entwickelte Modell liefert somit eine gute Vorhersage des Materialabbaus von Polypropylen auf dem Doppelschneckenextruder und wurde daher in die Simulationssoftware SIGMA implementiert. Für die Zukunft ist eine Erweiterung des Modells auf industrielle Maschinengrößen und verschiedene PP-Compounds geplant.



Beispielhafte Visualisierung des Materialabbaus in SIGMA

### Danksagung

Die gezeigten Ergebnisse wurden im Rahmen des Forschungsprojekts SCHO 551/39-1 erarbeitet, welches durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert wird. Ein großer Dank gilt daher der DFG für Ihre Unterstützung.