



Mit einem Durchmesser Verhältnis der Schnecken von $D_a/D_i = 1,55$ und einem spezifischen Drehmoment von 18 Nm/cm^3 bietet der Doppelschneckenknetter ZSK Mc¹⁸ sehr gute Prozessbedingungen für die Masterbatchherstellung (Bilder: Coperion)

Schwarz und feindispers

Ruß-Masterbatch für Polyesterfasern aufbereiten

Ein Ruß-Masterbatch zum Einfärben von Polyesterfasern muss hohe Anforderungen erfüllen, insbesondere, wenn hauchdünne Spinnfasern für sehr weiche und anschmiegsame Stoffe entstehen sollen. Am Beispiel eines Doppelschneckenkneters von Coperion wird aufgezeigt, wie sich Schneckenkonfiguration und Prozessparameter auf die Dispergierqualität des Rußes und den Materialabbau der Polyester matrix auswirken.

Polyesterfasern finden sehr vielfältig Anwendung. Im Automobilbau entstehen daraus beispielsweise Dachhimmel und Innenraumauskleidung, Sitzbezüge oder auch komplette Cabrio-Verdecke, im Bekleidungssektor Funktionswäsche und Oberbekleidung, bei Heimtextilien Vorhänge, Bezüge für Sitzmöbel und vieles mehr. Je nach Anwendung steht dafür eine Vielzahl unterschiedlicher Fasertypen zur Verfügung. Die Unterschiede liegen in den Feinheiten, Schnittlängen sowie den unterschiedlichen textilphysikalischen Parametern, wie Festigkeit, Dehnung und Heißluftschumpf der Faser.

Polyesterfasern aus PET (Polyethylenterephthalat) entstehen im Schmelzspinnverfahren, indem die in einem Extruder aufbereitete PET-Schmelze abschließend durch Spinn Düsen gepresst wird. Die gewünschten Eigenschaften werden dabei durch die Zugabe von Funktionsadditiven und Pigmenten – meist in

Form von Masterbatches – erreicht. An diese Masterbatches werden hohe Anforderungen gestellt, speziell beim Spinnen von Polyester-Feinfasern mit wenigen μm Durchmesser, um daraus z.B. besonders weiche und anschmiegsame Textilien herzustellen.

Hohe Anforderungen an ein Ruß-Farbbatch

Schwarze Polyesterfasern werden in der Regel mit Ruß eingefärbt, den man bei der PET-Aufbereitung als Masterbatch zudosiert. Hierfür eignen sich nur wenige Ruß-Typen, die eine hohe Reinheit und Partikelfinheit aufweisen. Zum Einsatz kommt industriell hergestellter Ruß, ein Hochtechnologie-Werkstoff, der unter kontrollierten Prozessbedingungen hergestellt wird und physikalisch und chemisch spezifiziert ist: Der Industrieruß besteht zu mehr als 96 % aus Kohlenstoff und

enthält nur noch geringe Mengen an Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff und Schwefel. Je nach Anwendungsgebiet stehen heute Ruß-Typen mit maßgeschneiderten Eigenschaften zur Verfügung.

Zur Herstellung von Farbbatches für Faseranwendungen ist PET mit einer intrinsischen Viskosität (IV) von 0,6 bis 0,8 dl/g erforderlich (der IV-Wert ist ein Vergleichsmaß für das mittlere Molekulargewicht). Zu beachten ist dabei, dass PET im geschmolzenen Zustand durch Wasser hydrolytisch stark abgebaut wird. Gleichzeitig ist PET hygroskopisch und kann sehr schnell Wasser bis zur Gleichgewichtsfeuchte von 3300 ppm aufnehmen.

Doppelschnecke mit hoher Dispergierleistung

Für die Aufbereitung von Ruß-Farbbatches eignen sich gleichsinnig drehen-

de Doppelschneckenextruder besonders gut. Relevante Parameter für den Aufbereitungsprozess sind das Durchmesser Verhältnis D_a/D_i der Schnecken und das spezifische Drehmoment Md/a^3 , berechnet als Verhältnis aus dem mit den Schneckenwellen übertragbaren Drehmoment und deren Achsabstand in der dritten Potenz (**Bild 1**). Zur Aufbereitung von Ruß-Masterbatch auf PET-Basis hat sich der Doppelschneckenknetter ZSKMc¹⁸ der Coperion GmbH, Stuttgart, mit einem Durchmesser Verhältnis der Schnecken von $D_a/D_i = 1,55$ bewährt (**Titelbild**). Mit einem spezifischen Drehmoment von 18 Nm/cm^3 ist er auf das freie Schnecken volumen abgestimmt und hat eine hohe Dispergierwirkung.

Das Verfahrensteil ist nach dem Baukastensystem modular aus einzelnen Gehäusesegmenten aufgebaut. Darin entstehen mit aufgabenspezifisch konfigurierten Schneckenelementen die einzelnen Verfahrenszonen: vom Fördern, Plastifizieren, Dispergieren und Homogenisieren bis zum Entgasen und Druck-

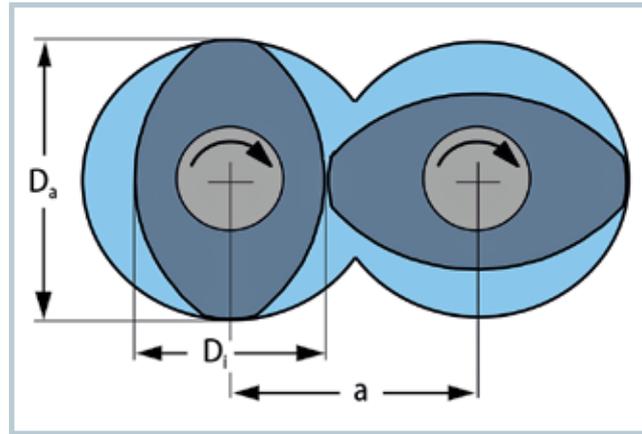


Bild 1. Schematische Darstellung der gleichsinnig drehenden Doppelschnecke mit äußerem (D_a) und innerem Schnecken-durchmesser (D_i) sowie dem Achsabstand a

aufbau der aufbereiteten Schmelze vor dem Werkzeug. Die ineinandergreifende, dichtkämmende Doppelschnecke verhindert strömungsarme Zonen über die gesamte Länge des Verfahrensteils. Erzielt wird eine konstant hohe Förderwirkung bei zugleich optimaler Selbstreinigung der Schnecken. Der Extruder arbeitet produktschonend und hat sehr gute Mischeigenschaften.

Zwei Alternativ-Verfahren beim Compoundieren

Zum Compoundieren von Ruß-Farbbatch auf PET-Basis sind das Premix-Verfahren und das Split-feed-Verfahren im Einsatz.

Beim Premix-Verfahren werden alle Komponenten – das Matrixpolymer, evtl. Additive und der Ruß – vorgemischt und gemeinsam in den Haupteinlauf des »

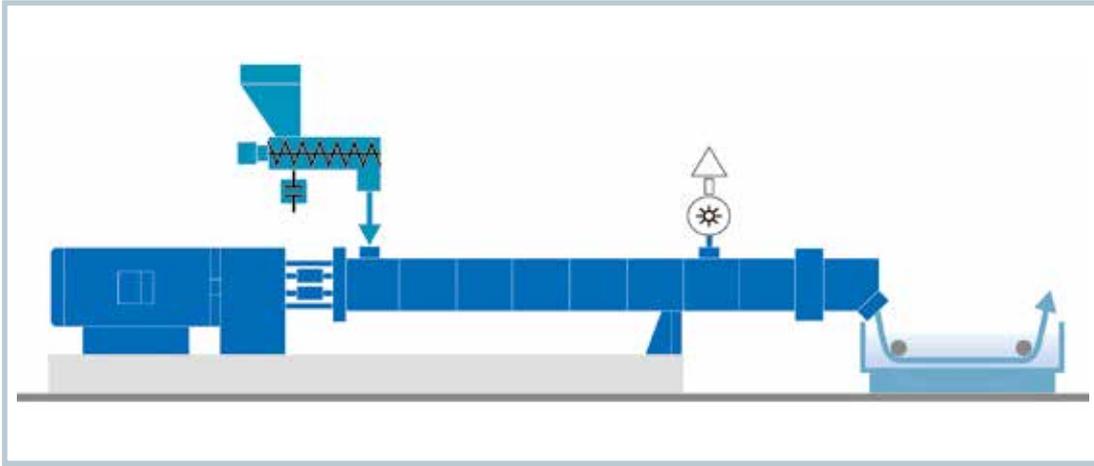


Bild 2. Verfahrensaufbau zur Herstellung von Ruß-Masterbatch im Premix-Verfahren: Die Vormischung aus PET- und Ruß-Pulver wird volumetrisch dosiert dem Einzugsbereich des Aufbereitungs-extruders zugeführt

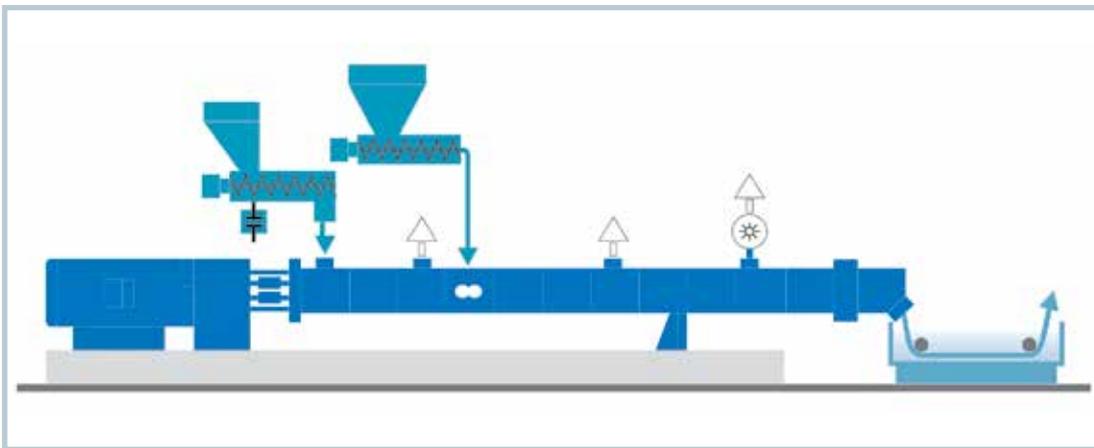


Bild 3. Verfahrensaufbau zur Herstellung von Ruß-Masterbatch im Split-feed-Verfahren: PET (Granulat oder Flakes) und Ruß-Pulver werden dem Aufbereitungs-extruder separat und gravimetrisch dosiert zugeführt, der Ruß stromab in die bereits aufgeschmolzene PET-Matrix

Doppelschneckenextruders zugegeben (**Bild 2**). Um Entmischungseffekte und Bildung von Ruß-Agglomeraten in der Einzugszone zu vermeiden, muss dabei

auch das PET in Pulverform vorliegen. Da PET auf dem Markt aber ausschließlich als Granulat oder als Chips erhältlich ist, muss es dazu vorher aufwendig und kostenintensiv zu Pulver gemahlen werden. Die mit einem Container- oder auch Schnellmischer hergestellte Mischung (Premix) wird dann dem Doppelschneckenextruder volumetrisch zudosiert, das Polymer aufgeschmolzen, der Ruß dispergiert, die Schmelze homogenisiert und entgast. Abschließend wird die Masterbatchschmelze in der Regel zu Strängen geformt und mit einer Stranggranulieranlage zu Granulaten geschnitten.

Obwohl das Premix-Verfahren kostenintensiv ist, findet es dennoch weltweit starke Verbreitung. Mit ein Grund hierfür ist, dass das Bedienpersonal der Anlage keine besonders hohe Qualifikation haben muss, auch angelernte Kräfte sind einsetzbar.

Das Split-feed-Verfahren (**Bild 3**) bietet demgegenüber wirtschaftliche Vorteile, denn der aufwendige und kostenintensive Mahlprozess sowie die Herstel-

lung der Vormischung aus PET-Pulver und Ruß entfallen. Das PET wird hierbei in beliebiger Form – ob als Granulat, als Flakes oder auch als Pulver – in das erste Gehäuse des Doppelschneckenextruders zugegeben und aufgeschmolzen. Die Rußzugabe erfolgt separat mit einer zweiwelligen Seitenbeschickung (ZS-B), stromab direkt in die Polymerschmelze. Dort wird das Pigment schonend eingearbeitet und dispergiert. Würden PET-Granulat und Ruß-Pulver zusammen in den Extrudereinzug dosiert, könnte dies zum Kompaktieren des Rußes führen. Bei den hier auftretenden besonders hohen Radialkräften kann der noch nicht ausreichend benetzte Ruß Agglomerate bilden, die sich anschließend nicht mehr komplett aufbrechen lassen.

Für die separate Zuführung der beiden Produktströme – das PET-Granulat und das Ruß-Pulver – ist beim Split-feed-Verfahren jeweils eine gravimetrische Dosierwaage erforderlich. Deren sachkundige Bedienung erfordert deutlich besser geschultes Personal als die Be-

Die Autoren

Marina Matta, B. Sc., ist Verfahrensingenieurin Engineering Plastics/Masterbatch bei der Coperion GmbH, Stuttgart; marina.matta@coperion.com

Dipl.-Ing. Matthias Weinmann ist Business Segment Manager Masterbatch and STS der Coperion GmbH; matthias.weinmann@coperion.com

Service

Digitalversion

- Ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/1058371

English Version

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

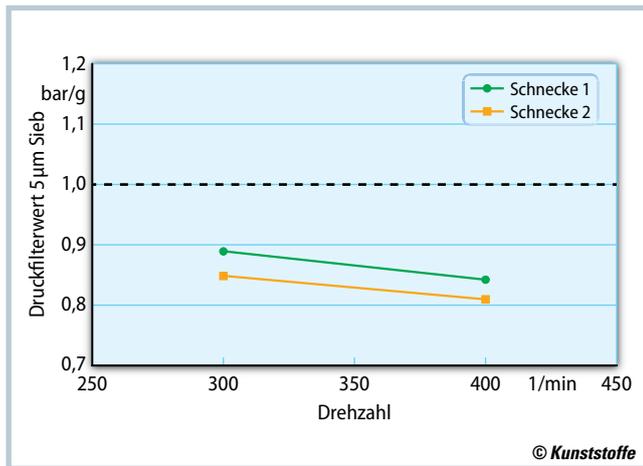


Bild 4. Einfluss von Schneckengeometrie (Schnecke 2 hat mehr Knetelemente als Schnecke 1) und Schneckendrehzahl auf die Dispergiertüte

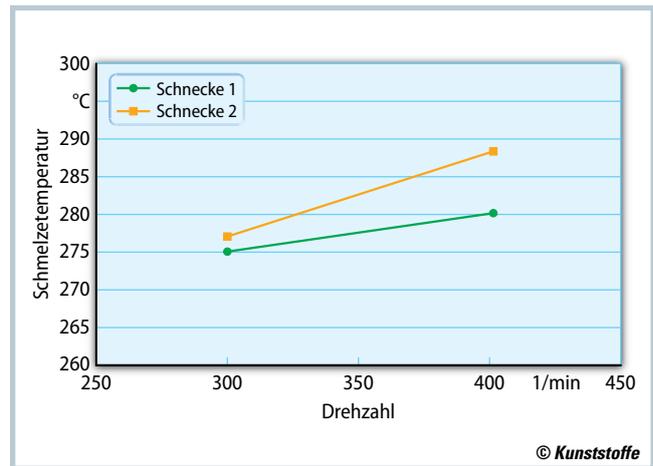


Bild 5. Einfluss von Schneckenkonfiguration und Schneckendrehzahl auf die Schmelztemperatur, Erklärung im Text

dienung einer volumetrischen Dosierung beim Premix-Verfahren.

Ruß-Masterbatch im Split-feed-Verfahren

Im Folgenden werden insbesondere Ergebnisse von Untersuchungen auf einem ZSK45Mc⁸ (Schneckendurchmesser 45mm) bei der Herstellung von Ruß-Farbbatch auf PET-Basis im Split-feed-Verfahren vorgestellt (vergleichend wurde auf dem gleichen Extruder auch exemplarisch das Premix-Verfahren untersucht). Das Masterbatch hatte einen Ruß-Anteil von 30Gew.-%; der Ausgangs-IV-Wert des PET betrug 0,62dl/g. Als Trägermaterial wurde PET-Granulat dem Haupteinlauf des Dop-

pelschneckenkneters und der Ruß direkt in die Polymerschmelze zudosiert. Variiert wurden die Schneckenkonfiguration und die Schneckendrehzahl.

Ziel war die Herstellung eines Masterbatchs mit einer sehr hohen Dispergiertüte, um damit sogenannte Fine-denierfasern einzufärben. Zur Bestimmung der Dispergiertüte diente ein Druckfiltertest nach EN 13900-5 (siehe Kasten). In der Regel werden für die Feinfaser-Anwendungen Siebe mit einer Maschenweite von 10µm eingesetzt. Bei diesen Untersuchungen wurde die Qualitätsanforderung nochmals verschärft und ein besonders feines Sieb mit einer Maschenweite von 5µm gewählt. Auch hier sollte der Druckfilterwert unter 1,0bar/g liegen.

Bild 4 gibt den Einfluss der Schneckenkonfiguration und der Schneckendrehzahl auf die erzielte Dispersion des Rußes wieder. Schnecke 2 hat mehr Knetelemente als Schnecke 1, bewirkt dadurch eine höhere Scherung des Materials. Ergebnis ist eine etwas bessere Dispergierung des Rußes (kleinerer Druckfilterwert) als mit Schnecke 1. Das Gleiche ergibt eine Erhöhung der Schneckendrehzahl: Bei gleichem Durchsatz ist der Scherenergieeintrag proportional zur Schneckendrehzahl, höhere Drehzahlen bewirken mit beiden Schneckenkonfigurationen eine verbesserte Dispersion. Der Grenzwert des für die Feinfaser-Anwendung definierten Druckfilterwerts von 1bar/g »

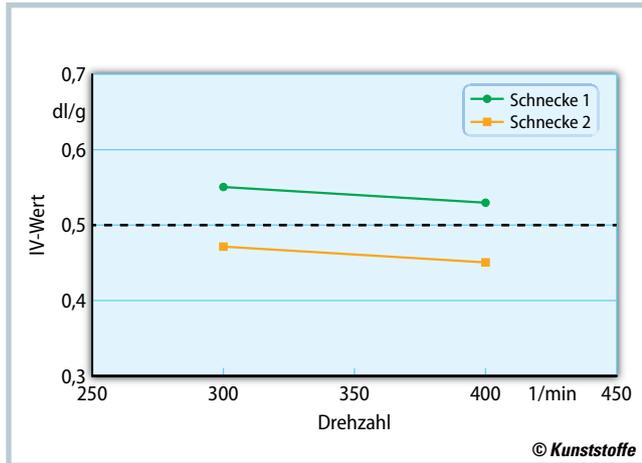


Bild 6. Einfluss von Schneckenkonfiguration und Schneckendrehzahl auf den IV-Abbau der PET-Matrix (IV-Ausgangswert 0,62 dl/g)

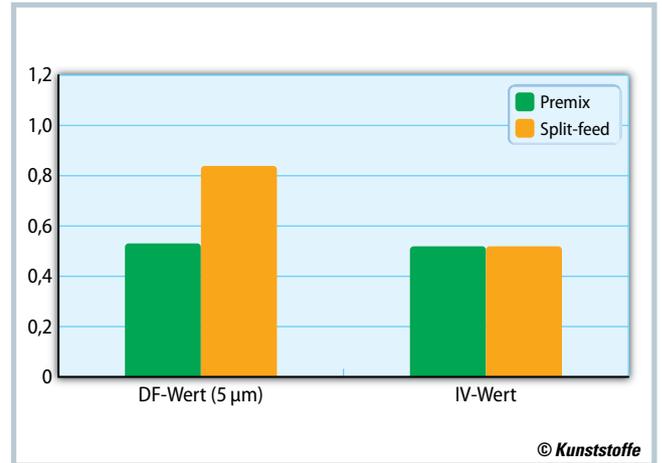


Bild 7. Eigenschaften von Ruß-Farbbatch im Vergleich der Herstellverfahren

wird mit beiden Schneckenkonfigurationen unterschritten.

Eine erhöhte Scherung führt aber nicht nur zur Verbesserung der Dispergiertüte. Die zusätzlich eingebrachte Energie dissipiert im Material gleichzeitig in Form von Wärme, wodurch die Schmelztemperatur ansteigt (Bild 5). Besonders ausgeprägt ist der Temperaturanstieg bei Schnecke 2 mit der erhöhten Anzahl an Scherelementen und gleichzeitig erhöhter Schneckendrehzahl.

Aufgrund der Temperatur- und Scherempfindlichkeit von PET (IV-Verlust durch Materialabbau) kann sich die beim Compoundieren eingebrachte Energie negativ auf die Eigenschaften des Trägerpolymers und somit des Masterbatches insgesamt auswirken. Für die Verwendung des

Ruß-Farbbatchs zum Einfärben von Polyesterfasern sollte der IV-Wert möglichst oberhalb von 0,5 dl/g liegen. Wie Bild 6 zeigt, ist dies bei Schnecke 1 gegeben, auch bei erhöhter Drehzahl; bei Schnecke 2 liegt der IV-Wert bei beiden Schneckendrehzahlen unter dem Grenzwert.

Hieraus folgt, dass die mit der Schnecke eingebrachten Scherkräfte zum einen hoch genug sein müssen, um Pigment-Agglomerate aufzubrechen und die Rußpartikel gut zu dispergieren. Zum anderen darf die Scherung jedoch nicht zu hoch sein, um das Polymer nicht übermäßig zu schädigen. Aus den Ergebnissen (Bilder 4 und 6) wird deutlich, dass Schnecke 1 bei einer Drehzahl von 400 min⁻¹ das beste Ergebnis liefert, die höhere Scherung von Schnecke 2 hingegen kaum zur

Verbesserung der Dispergierung beiträgt (Bild 4), sondern vorrangig zur erhöhten Materialschädigung (Bild 6).

Ergebnisse im Vergleich

Für den exemplarischen Vergleich zwischen Split-feed- und Premix-Verfahren wurde eine Vormischung aus PET-Pulver und 30% Ruß hergestellt und mit dem gleichen Durchsatz wie Schneckenkonfiguration 1 bei 400 min⁻¹ verarbeitet. Die Ergebnisse zeigen, dass die IV-Werte auch beim Premix-Verfahren auf einem ähnlichen Niveau liegen wie beim Split-feed-Verfahren (Bild 7). Lediglich die Dispergierleistung ist beim Verarbeiten der PET-Pulver-Ruß-Mischung etwas besser (kleinerer Druckfilterwert). Mit hierzu beigetragen haben die vergleichsweise längere Dispergierstrecke und die erhöhte mechanische Beanspruchung des Rußes in der Aufschmelzzone bei Zugabe der Komponenten als pulverige Vormischung in den Extrudereinzug. Der Druckfilter-Grenzwert von 1,0 bar/g wird allerdings auch beim Split-feed-Verfahren deutlich unterschritten.

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass bei der Herstellung von Ruß-Farbatches mit PET als Trägermatrix auf dem ZSK Mc¹⁸ sowohl im Premix- als auch im Split-feed-Verfahren gute Ergebnisse erzielt werden können. Dies gilt sowohl für die Dispergiertüte als auch für die IV-Werte des Masterbatches. Das Split-feed-Verfahren erfordert in der Anlagenbedienung zwar etwas mehr Fachkompetenz, bietet aber den großen Vorteil, dass eine Vollautomatisierung leicht zu realisieren ist. ■

Druckfiltertest nach EN 13900-5

Die Norm EN 13900-5 beschreibt eine standardisierte Methode zur Ermittlung des Druckfilterwerts als Qualitätskriterium für Masterbatches, durchgeführt mit einer Prüfmischung aus Masterbatch und Basispolymer. Die dafür eingesetzte Prüfeinrichtung besteht aus einem Einschneckenextruder, einer Schmelzepumpe und einem Filter-Testwerkzeug (Sieblochplatte mit eingelegtem Filterpaket). Mit dem Extruder wird das Material aufgeschmolzen, homogenisiert und der Schmelzepumpe zugeführt, die die Schmelze mit konstantem, definiertem Volumenstrom durch den Filter drückt. Die Maschenweite des Filters wird je nach Qualitätsanforderung (Feinheit der Dispersion) variiert.

Bei der Messung wird mit dem Basispolymer angefahren und der sich aufbauende Druck vor dem Filter ermittelt. Dann wird auf die Prüfmischung mit definiertem Pigmentgehalt umgeschaltet. Vom Filter festgehaltene Agglomerate (und andere Verunreinigungen) führen dazu, dass der Druck vor dem Filter ansteigt. Das Druckmaximum ist erreicht, sobald die gesamte Prüfmischung (das zugegebene Masterbatch) den Filter passiert hat. Aus der Druckdifferenz ($p_{\max} - p_{\min}$), bezogen auf die Masse des zugegebenen Pigments (m_{pig}), ergibt sich der Druckfilterwert (bar/g): Je kleiner dieser Wert ist, umso besser (feiner) ist die Verteilung des Additivs im Masterbatch. Beispielsweise sollte der Druckfilterwert für ein Ruß-Masterbatch auf PET-Basis zum Einfärben von Feinfasern bei einer Siebmaschenweite von 10 µm nicht höher als 1 bar/g sein.