



Kompetenzspektrum Polymerfeinzerkleinerung



Fraunhofer Institut für Umwelt-, Sicherheits-, Energietechnik

UMSICHT

Osterfelder Straße 3
46047 Oberhausen
Tel. 02 08 / 85 98-0
Fax. 02 08 / 85 98-12 90

Ansprechpartner:

Marcus Rechberger

Tel.: 02 08 / 85 98-14 05
Fax.: 02 08 / 85 98-14 24
marcus.rechberger@umsicht.fraunhofer.de

Damian Hintemann

Tel.: 02 08 / 85 98-11 76
Fax.: 02 08 / 85 98-14 24
damian.hintemann@umsicht.fraunhofer.de

Einführung in die Thematik

Polymere Pulver finden in vielen industriellen Anwendungen Einsatz. Moderne Sinterverfahren, Oberflächenbeschichtungsverfahren und die Anwendung als Füllstoffe erfordern maßgeschneiderte Partikel: Partikelgrößenverteilung, -morphologie und Oberflächeneigenschaften beeinflussen die Verarbeitbarkeit und die Qualität der Endprodukte maßgeblich. Beim Recycling kann eine selektive Zerkleinerung Verbundstoffe auftrennen und so die Basis für eine Wiederverwertung schaffen.

Die anwendungsoptimierte Herstellung feinsten polymerer Pulver stellt eine enorme technische und auch wirtschaftliche Herausforderung dar. Durch die Anwendung angepasster Zerkleinerungstechnologien – optimale Mühlen- und Werkzeuggeometrien sowie Prozessparameter – können definierte Produkteigenschaften wirtschaftlich erzeugt werden.

Dabei wird die technische Lösung der Zerkleinerungsaufgabe hauptsächlich durch das Materialverhalten bestimmt, welches wiederum durch eine Reihe von stofflichen Größen beeinflusst wird. Zu diesen zählen neben dem chemischen Aufbau sowie dem Molekulargewicht und dessen Verteilung auch der Vernetzungs- und Kristallisationsgrad sowie die Art und Menge der beigefügten Zuschlagstoffe. Trotz dieser Einschränkung kann im Allgemeinen das mechanische Verhalten von Polymeren als viskoelastisch-plastisch beschrieben werden.

Viskoelastisch-plastisches Materialverhalten

Bei einem viskoelastisch-plastischen Materialverhalten werden Spannungen, die im Material durch äußere Belastung aufgebracht werden durch plastische Verformungen langsam abgebaut. Dieses Verhalten ist im Wesentlichen bei Polymeren verbreitet und von der Zeit und der Temperatur abhängig. Eine wichtige Kenngröße zur Beschreibung der dynamischen Belastung auf Kunststoffe ist das Relaxationsmodul (Verhältnis von Spannung zu Verformung, siehe Abbildung 1). Die Verringerung des Relaxationsmoduls entspricht einem Abbau von elastischen Spannungen und damit der Bruchenergie.

Für eine Zerkleinerung von Feststoffen wird aber genau diese Energie, die in den elastischen Spannungen gespeichert ist, für ein Fortschreiten des Bruchs benötigt. Findet der Abbau der Spannungen zu schnell statt oder wird die eingetragene Energie über ein großes Volumen durch eine großflächige Verfor-

mung verteilt, so ist eine Zerkleinerung nicht möglich.

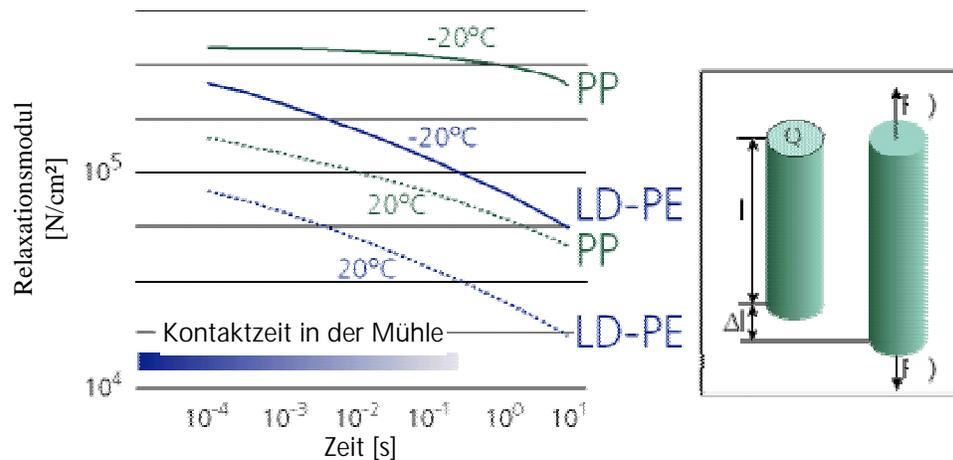


Abbildung 1: Diagramm zum Einfluss der Temperatur auf das Relaxationsmodul

Durch fallende Temperatur kann sowohl die elastische Verformung als auch das viskose Fließen vermindert werden, wodurch Spannungen räumlich konzentriert und Bruchvorgänge erleichtert werden. In einem bestimmten Temperaturbereich nimmt das Relaxationsmodul und demnach auch die Sprödbrechwahrscheinlichkeit bei Polymeren sprunghaft zu. Dieser Temperaturbereich wird auch als »Glasübergang« bezeichnet.

Kryogene Zerkleinerung

Bei der »Kryogenen Zerkleinerung« wird dieser Effekt ausgenutzt, indem das Material unter die Glasübergangstemperatur gekühlt und anschließend im versprödeten Zustand in einer Mühle zerkleinert wird. Die Kühlung des Materials erfolgt derzeit zumeist mit flüssigem Stickstoff (LN_2). Dieser Kälteüberträger erlaubt eine technisch einfache Umsetzung der Kühlung von Produkt und Mühle, verursacht jedoch in vielen Anwendungsfällen erhebliche Betriebskosten. Fraunhofer UMSICHT entwickelt für Mahlanlagen mit und ohne LN_2 hinsichtlich Mühlenwahl und Regelungstechnik innovative Konzepte, um die Betriebskosten zu senken und die Korngrößenverteilung zu optimieren.



Abbildung 2: Cryo-Schnecke (links) und Feststoffkühler (rechts) für die Produktkühlung

Darüber hinaus verfügt Fraunhofer UMSICHT über ein neues, flexibles Verfahren, das auf dem Einsatz einer mechanischen Kälteanlage basiert. Durch diese Technologie kann der Einsatz von LN_2 teilweise oder sogar ganz (abhängig vom Material) substituiert werden.

Dienstleistungsangebot

A Durchführung und wissenschaftliche Auswertung von Versuchsreihen

Fraunhofer UMSICHT verfügt über eine umfangreiche Technikumausstattung. Für die kryogene Zerkleinerung von Kunststoffen werden Zusammenhänge folgender Parameter hinsichtlich des Zerkleinerungsverhaltens untersucht und wissenschaftlich ausgewertet:

- Mühlentyp, Mahlwerkzeuge und Umfangsgeschwindigkeit
- Temperatur
- Durchsatzleistung
- Methode der Kältebereitstellung (LN₂ oder mechanische Kälteanlage)
- Mahladditive und Fließhilfsmittel

Hierbei stehen die Kornbandoptimierung und die Reduzierung des Kältebedarfs als wirtschaftliche Aspekte im Vordergrund. Die nachfolgenden Abbildungen geben einen Einblick in die Versuchsdokumentation.

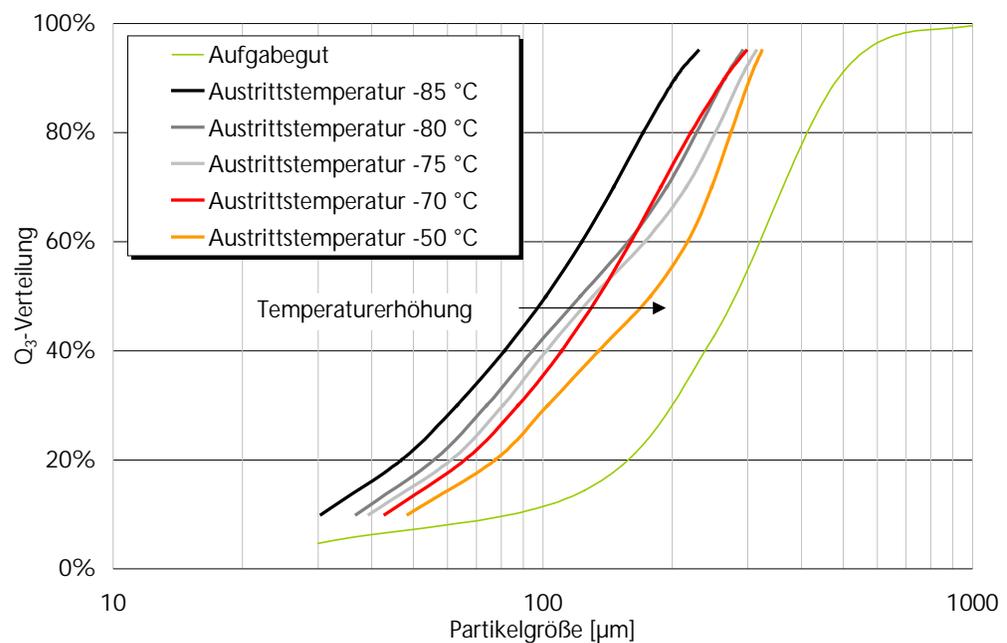


Diagramm 1: Korngrößenverteilungen eines Aramid nach kryogener Zerkleinerung

Im Diagramm 1 sind die Korngrößenverteilung nach der kryogenen Zerkleinerung eines Polyaramidtyps dargestellt. In dem Diagramm ist zu erkennen, dass die zu erreichenden Feinheiten stark von der Temperatur abhängig sind. So konnte durch die Senkung der Mühlenaustrittstemperatur von -50 °C auf -85 °C die mittlere Partikelgröße $d_{50,3}$ von $180\text{ }\mu\text{m}$ auf $100\text{ }\mu\text{m}$ reduziert werden.

Für die Untersuchungen stehen eine Vielzahl von Analysemethoden zur Verfügung (siehe D). So können beispielsweise auch Einflüsse verschiedener Parameter bei der Vermahlung auf die Rauigkeiten der Partikeloberflächen mittels REM analysiert und durch gezielte Variation dieser Parameter verändert werden.

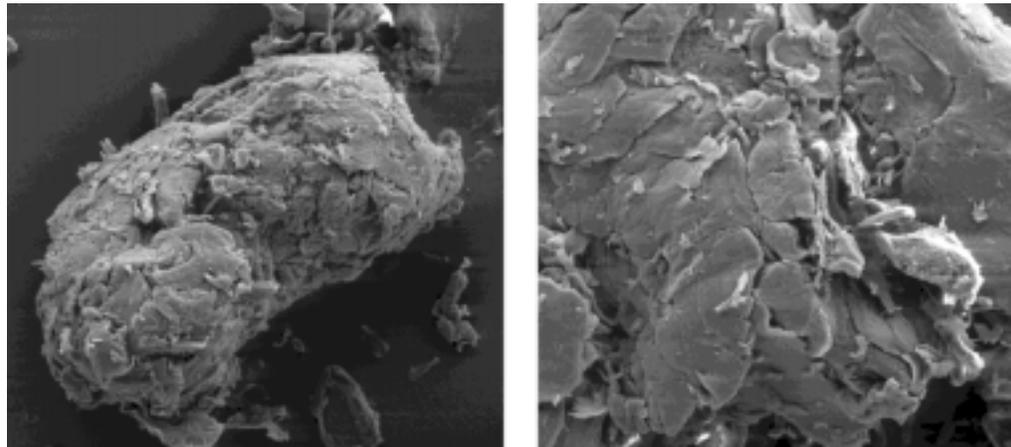


Abbildung 3: REM-Aufnahmen von kryogen zerkleinertem Aramid, Einzelpartikel (links) und Partikeloberfläche (rechts)

B Musterproduktion

Fraunhofer UMSICHT versteht sich als Partner im Bereich der Musterproduktion. Durch die Herstellung von exakt spezifizierten Musterchargen können wir Ihnen z.B. anwendungstechnische Untersuchungen oder den Markteintritt erleichtern.

Die Feinmahanlage im kleinindustriellen Maßstab (Abbildung 4) hat eine Kapazität von bis zu 300 kg/h. Die Zerkleinerung kann unter Umgebungsbedingungen, inertisiert oder mittels Kühlung von Feststoff und/oder Mühle erfolgen. Die Kühlung des Granulates erfolgt bei dieser Anlage mittels flüssigem Stickstoff oder in Kombination mit einer mechanischen Kälteanlage und ermöglicht Mühlenaustrittstemperaturen bis zu -100°C .



Abbildung 4: Kaltmahanlage mit Feststoffkühler; rechts: Beistellfilter und -zyklon

Für die Feinmahlung stehen Mühlen verschiedener Hersteller zur Verfügung, so dass für jedes Produkt die optimale Zerkleinerungslösung gefunden werden kann. Die Anlage ist aus Edelstahl gefertigt und kann bei Produktwechseln nass gereinigt werden, so dass eine Kontamination mit Fremdmaterial auszuschließen ist.

Die Ausstattung mit umfangreicher Messtechnik (von der Drehzahl bis zur online-Partikelgrößenmessung) erlaubt es, sämtliche relevanten Werte automatisch zu archivieren. Detaillierte Protokolle stellen sicher, dass auch bei Folgeaufträgen die gleichen Produktqualitäten erreicht werden können. Für die kundenspezifische Charakterisierung der hergestellten Chargen steht ein Labor mit umfangreichen chemischen und pulveranalytischen Analysengeräten zur Verfügung.



Abbildung 5: Anlagensteuerung mittels PC (links), Visualisierung Prozesssteuerung (rechts oben) und online Partikelgrößenmessung (rechts unten)

Auf der Anlage werden Musterproduktionen bis zu 10 Tonnen durchgeführt. Umfangreichere Produktionen können bei kompetenten Industriepartnern durchgeführt werden. Die auf dieser Anlage erzielten Ergebnisse sind dabei direkt übertragbar. Ergänzend zur Zerkleinerung können auch Sieb-, Sicht-, Misch- und Compoundieraufgaben übernommen werden.

C Engineering und Optimierung zur kryogenen Feinzerkleinerung

Fraunhofer UMSICHT verfügt über ein umfassendes know how bei der Entwicklung, der Planung und dem Bau von verfahrenstechnischen Anlagen. Insbesondere bei der Durchführung von Projekten zur Zerkleinerung stehen wir Ihnen gerne mit diesem Wissen eigenverantwortlich oder beratend mit folgenden Leistungen zur Seite.

- Basic Engineering
- Studien für Investitionen und Optimierungen
- Technologievergleiche
- Angebotsvergleiche

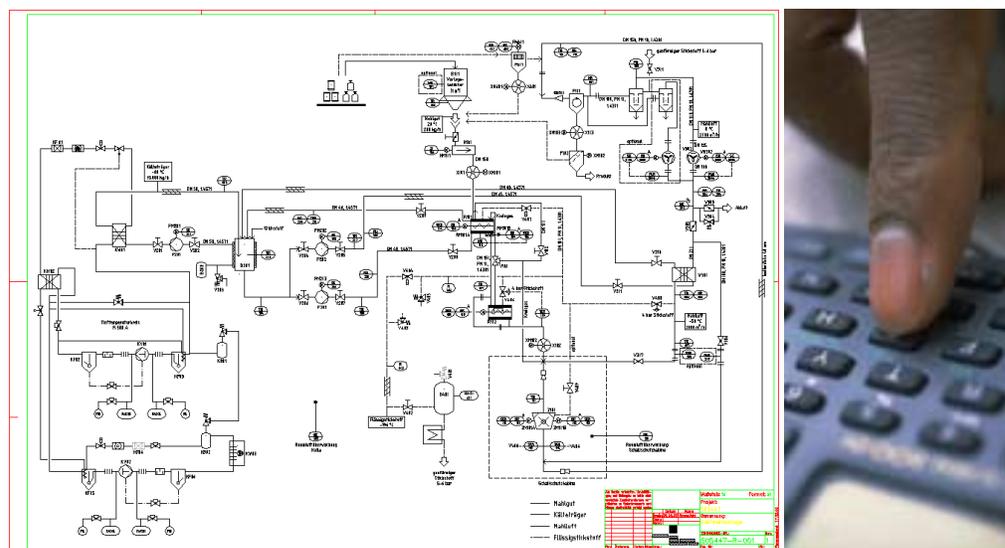


Abbildung 6: Fließbild einer bei UMSICHT entwickelten Kaltmahlanlage

Speziell bei der kryogenen Zerkleinerung sind die Betriebskosten bedingt durch den Einsatz von flüssigem Stickstoff sehr hoch. Dies liegt teilweise darin begründet, dass bis zu dem Sechsfachen des theoretischen Mindestbedarf an LN_2 in solchen Anlagen verbraucht wird. Wir analysieren Ihre Kaltmahlanlage, zeigen deren Stärken und Schwächen auf, und unterstützen Sie bei der verfahrenstechnischen Optimierung hinsichtlich der Reduzierung des Stickstoffbedarfs.

Weiterhin werden von Fraunhofer UMSICHT innovative Strategien zur Regelungstechnik von Mahlanlagen durch Verwendung von Online-Messmethoden in Kombination mit künstlichen neuronalen Netzen zur Prozessprognose und modellbasierten prädiktiven Regelung entwickelt.

D Probenaufbereitung und Charakterisierung von Pulvern

Für die Messung von Partikeleigenschaften im Rahmen der Auftragsanalytik oder zur Begleitung von Arbeiten zur Produktentwicklung und Musterproduktion steht eine Reihe von Möglichkeiten zur Verfügung:

- Partikelgröße (Luftstrahlsieb, Schwingsieb, Rotap, Laserbeugung)
- spezifische Oberfläche (Stickstoff- oder Kryptonadsorption, BET-Auswertung)
- Schüttgewicht, Stampfdichte
- Morphologie (Licht- und Elektronenmikroskopie)
- Fluidisierungsverhalten
- Feuchte
- Rheometrie, DSC, TG, FTIR



Abbildung 7: Pulvercharakterisierung im mobilen Labor

Die Probenaufbereitung und die Zerkleinerung von Kleinstmengen für nachfolgende Analytik oder anwendungstechnische Versuche kann auf verschiedenen Laborzerkleinerungsaggregate durchgeführt werden.



Wesentliche Verfahren zur schüttgutmechanischen Charakterisierung und Probenaufbereitung können auch Vor-Ort angeboten werden. In Kooperation mit der Firma RETSCH wurde ein 7,5-t-LKW mit der neuesten Technologie ausgestattet; ein umfangreiches Programm modernster Mühlen und Backenbrecher für die materialgerechte Grob-, Fein- und Feinstzerkleinerung innerhalb der Probenaufbereitung sowie Siebmaschinen zur präzisen Korngrößenbestimmung werden durch Geräte zur repräsentativen Probenteilung, zur gleichmäßigen Materialzuführung sowie zur schonenden Trocknung von Feststoffen ergänzt.

E Laborversuche zur kryogenen Feinzerkleinerung - vor Ort!

Mit Hilfe einer mobilen Laboranlage zur kryogenen Feinzerkleinerung kann Fraunhofer UMSICHT Zerkleinerungsversuche in Ihrem Unternehmen vor Ort anbieten. Das Herzstück der Anlage ist ein Ultrarotor mit einer Anschlussleistung von 11 kW. Ergänzt wird die Feinmahanlage durch Elemente zur Materialzuführung und Produktabscheidung sowie durch eine Kühlschnecke. Der LKW, in dem die Anlage montiert ist, bietet gleichzeitig die Möglichkeit zur Vorzerkleinerung (z.B. bei Recyclingfragestellungen), Probenaufbereitung und Pulvercharakterisierung (siehe »D«). Diese mobile Dienstleistung macht es möglich, die Pulverperformance durch unmittelbare Rückkopplung mit den Anwendungstests deutlich zu verbessern.