



Schmelzebruch bei der PE-Extrusion vermeiden

Fanxin Zeng, Applications Laboratory Shanghai



1 Rosand RH10

Einleitung

Als Schmelzebruch bezeichnet man das Phänomen, bei dem Polymerschmelzen während der Extrusion eine Oberflächeninstabilität aufweisen, wenn die Scherraten einen kritischen Schwellenwert überschreiten. Die Oberfläche des extrudierten Materials wird dadurch rau und weist Verformungen wie „Haifischhaut“, Unebenheiten, bambusartige Muster oder spiralförmige Verzerrungen auf. Schmelzebruch kann die Produktqualität und die Produktionseffizienz erheblich beeinträchtigen.

Als klassisches rheologisches Messgerät ermöglicht das Kapillarrheometer die Untersuchung von Schmelzen über einen weiten Scherraten- und Temperaturbereich für verschiedene Materialien.

In dieser Studie wurde daher ein Kapillarrheometer vom Typ NETZSCH Rosand RH10 (siehe Abbildung 1) eingesetzt, um die Auswirkungen von Temperatur, Eingangswinkel der Düse und Längen-Durchmesser-Verhältnis der Düse auf den Schmelzebruch bei Polyethylen-(PE)-Werkstoffen systematisch zu untersuchen. Ziel dieser Untersuchung ist es, praxisrelevante Empfehlungen für die Extrusion von Polyethylen (PE) abzuleiten, um das Auftreten von Schmelzebruch zu verhindern und somit die Produktionseffizienz und die Produktqualität zu verbessern.

Messbedingungen und Prüfmethode

Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Nach der Installation der Düsen unterhalb des linken Messzylinders und nachdem sich die Temperatur stabilisiert hatte, wurden PE-Granulate langsam in den Zylinder eingefüllt, auf 1 MPa vorverdichtet und anschließend fünf Minuten lang bei konstanter Temperatur vorgewärmt. Anschließend führte das Gerät die Prüfung automatisch gemäß der festgelegten Scherraten-Tabelle durch und zeichnete die Daten zu Schmelzdruck, Scherviskosität und Temperatur auf.

Tabelle 1 Messbedingungen

Gerät	NETZSCH Rosand RH10
Proben	Polyethylen
Druckaufnehmer	10000 psi
Prüftemperatur	180 °C / 220 °C / 250 °C
Scherratenbereich	50 bis 1000/s
Düsenspezifikation	
Länge, Durchmesser und Eingangswinkel der Düsen	8 mm, 1 mm, 180° 16 mm, 1 mm, 180° 32 mm, 1 mm, 180° 16 mm, 1mm, 90°

Messergebnisse und Diskussion

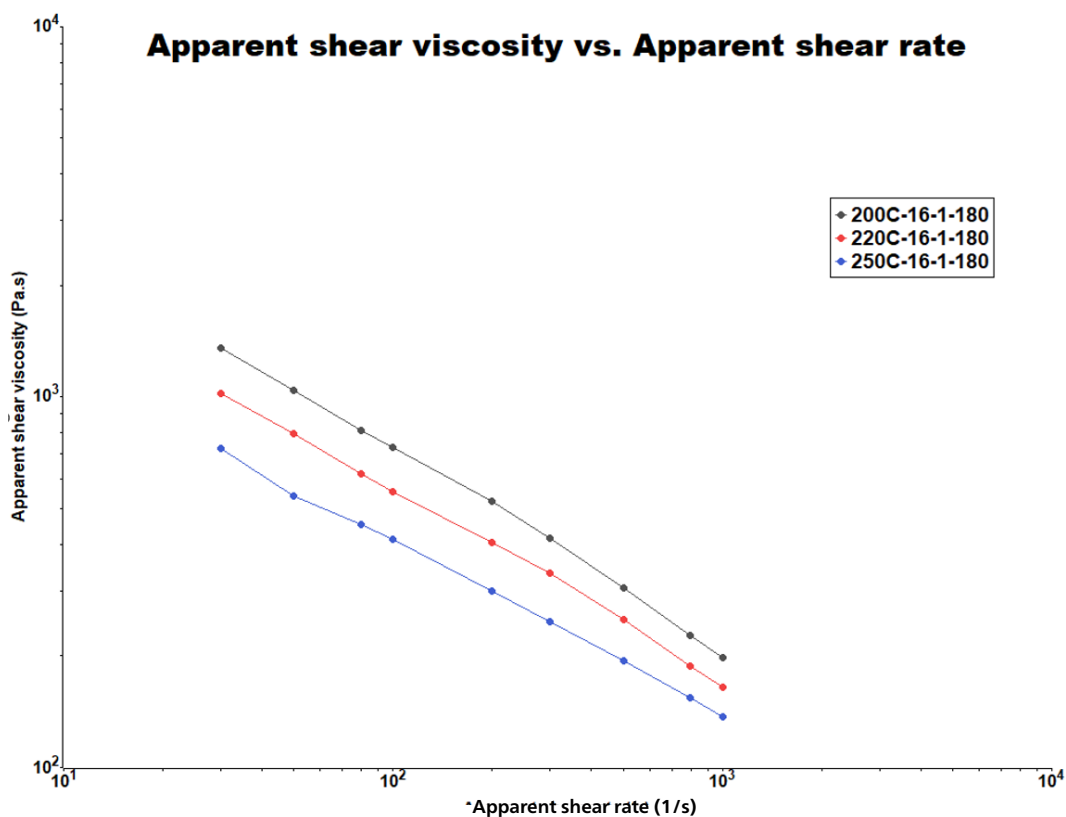
Einfluss der Verarbeitungstemperatur auf den Schmelzebruch von PE

In Abbildung 2 sind die Kurven der scheinbaren Scherviskosität¹ in Abhängigkeit von der scheinbaren Scherrate² für PE-Proben bei verschiedenen Temperaturen dargestellt. Die scheinbare Scherviskosität der PE-Proben nimmt bei allen Temperaturbedingungen mit steigender Scherrate allmählich ab und zeigt ein typisches scherverdünnendes Verhalten. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Scherkräfte innerhalb der Kapillardüse die Verschlaufungen zwischen den PE-Molekülketten lösen.

Dadurch verringern sich die intermolekularen Wechselwirkungen und die scheinbare Scherviskosität nimmt ab. Darüber hinaus dehnt sich mit steigender Temperatur das freie Volumen der PE-Schmelze aus. Dies erhöht die Mobilität der Kettensegmente und schwächt die intermolekularen Kräfte; die Fließfähigkeit der PE-Schmelze nimmt zu. Daher nimmt bei gleicher scheinbarer Scherrate die scheinbare Scherviskosität der PE-Proben mit steigender Temperatur ab.

¹Die scheinbare Scherviskosität ist die direkt berechnete Scherviskosität ohne Korrektur des Strömungsfeldes oder von Einlauffeffekten.

²Die scheinbare Scherrate ist die direkt berechnete Scherrate ohne Korrektur des Strömungsfeldes.

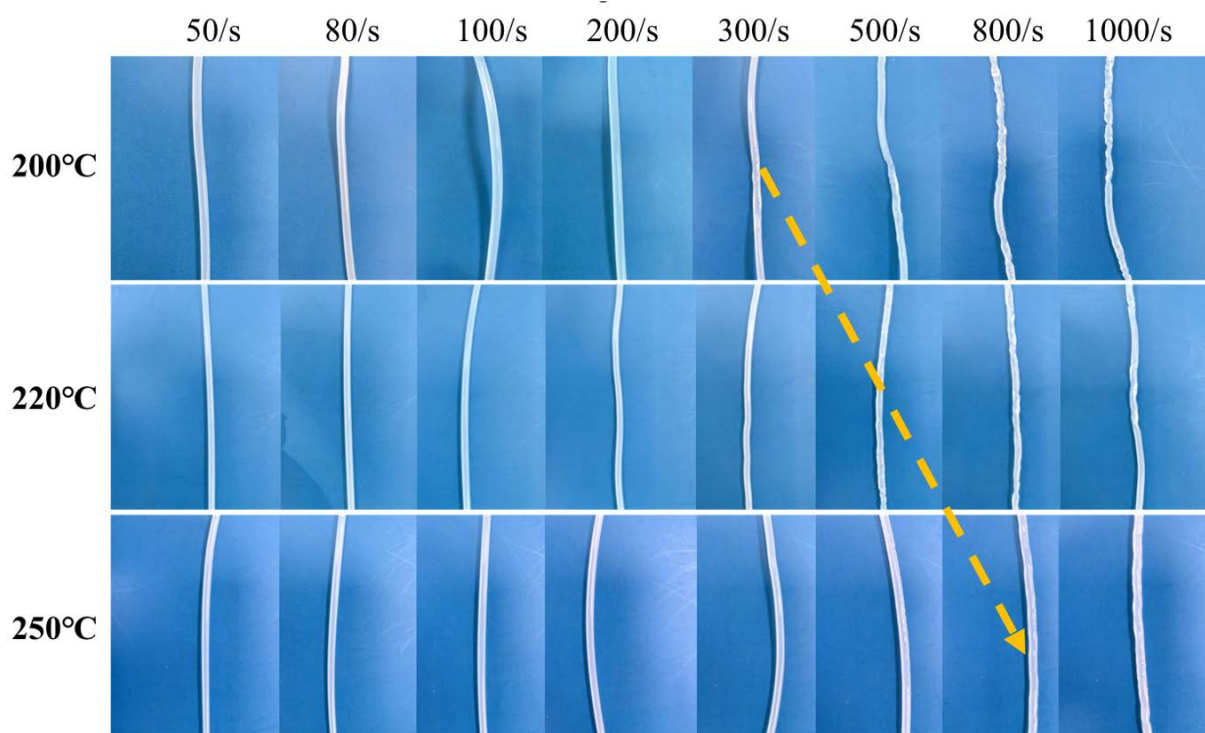


2 Zusammenhang zwischen scheinbarer Scherviskosität und scheinbarer Scherrate bei unterschiedlichen Temperaturen

APPLICATIONNOTE Schmelzebruch bei der PE-Extrusion vermeiden

Abbildung 3 zeigt Aufnahmen der Oberflächenmorphologie von PE-Schmelzen, die bei unterschiedlichen Temperaturen und Scherraten durch eine Kapillardüse extrudiert wurden. Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, bleiben die Oberflächen der PE-Extrudate bei relativ niedrigen Scherraten von maximal 300 s^{-1} verhältnismäßig glatt. Mit steigender Scherrate treten jedoch Unregelmäßigkeiten an der Oberfläche der Extrudate auf. Insbesondere bei 200°C kommt es im PE-Extrudat bei einer Scherrate von 300 s^{-1} zu einem Schmelzebruch. Bei einer Erhöhung der Temperatur auf 220°C steigt die kritische scheinbare Scherrate für den Beginn des Schmelzebruchs auf 500 s^{-1} an. Bei einer weiteren Temperaturerhöhung auf 250°C verzögert sich der Schmelzebruch, bis eine

scheinbare Scherrate von 800 s^{-1} erreicht ist. Dieses Verhalten ist auf die verstärkte thermische Bewegung der Molekülketten bei höheren Temperaturen zurückzuführen. Diese wirkt den durch äußere Scherkräfte verursachten Orientierungs- und Entflechtungseffekten entgegen. Mit steigender Temperatur erhöht die verstärkte Bewegung der Molekülketten die kritische Scherrate, die für das Auftreten eines Schmelzebruchs erforderlich ist. Sofern eine ausreichende Schmelzefestigkeit aufrechterhalten wird, kann eine Erhöhung der Verarbeitungstemperatur während der Extrusion daher die Oberflächenqualität von PE-Produkten effektiv verbessern.

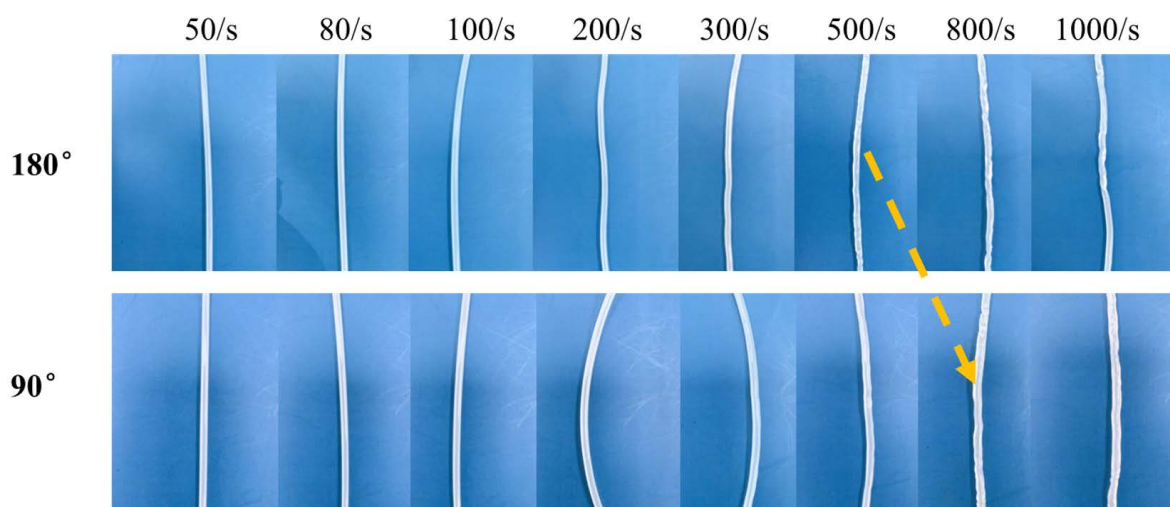


3 Oberflächenmorphologie der extrudierten PE-Schmelze beim Durchlaufen der Kapillardüsen bei unterschiedlichen Temperaturen

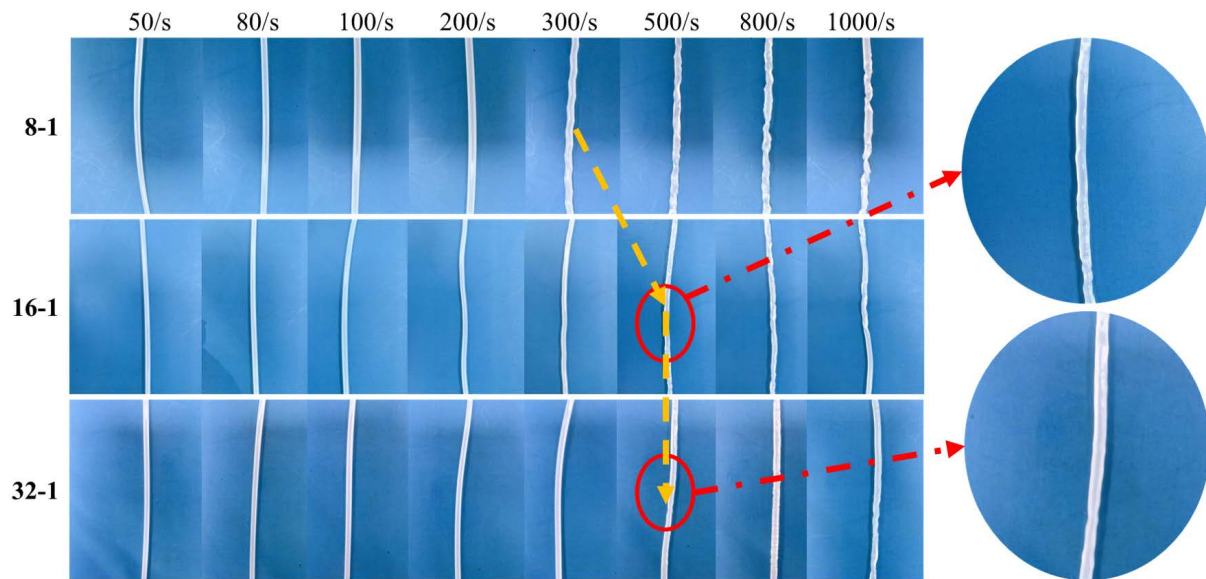
Einfluss des Düseneintrittswinkels auf das Schmelzebruchverhalten von PE-Produkten

Abbildung 4 zeigt die Oberflächenmorphologie von PE-Schmelzen, die bei einer Temperatur von 220 °C und verschiedenen Scherraten durch Kapillardüsen mit unterschiedlichen Eintrittswinkeln extrudiert wurden. Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, bleiben die Oberflächen der Extrudate bei niedrigen scheinbaren Scherraten (unter 500 s⁻¹) relativ glatt. Mit steigender Scherrate treten jedoch Unregelmäßigkeiten an der Oberfläche auf. Insbesondere bei einem Düseneintrittswinkel von 180° kommt es bereits bei einer scheinbaren Scherrate von 500 s⁻¹ zu einem Schmelzebruch.

Bei Verwendung einer Düse mit einem Eintrittswinkel von 90° steigt die kritische Scherrate, ab der ein Schmelzebruch auftritt, auf 800 s⁻¹ an. Dieses Phänomen lässt sich auf die abrupte Verengung der Schmelzströmungslinien zurückführen, wenn das Polymer aus dem Zylinder in eine Düse mit kleinerem Eintrittswinkel fließt. Dadurch entsteht eine signifikante Dehnungsflusskomponente. Bei hoher Dehnungsgeschwindigkeit werden die PE-Molekülketten stark orientiert, was zu einer verstärkten elastischen Rückstellung nach dem Austritt aus der Düse führt. Dies hat eine erhöhte Strangaufweitung zur Folge. Gleichzeitig kann eine hohe Konzentration von Zugspannungen einen Schmelzebruch auslösen. Daher kann die Verringerung des Düseneintrittswinkels dazu beitragen, PE-Produkte mit glatterer Oberfläche zu erhalten.



4 Oberflächenmorphologie von PE-Schmelzen, extrudiert durch Kapillardüsen mit unterschiedlichen Eingangswinkeln



5 Oberflächenmorphologie von PE-Schmelzebruch, extrudiert durch Kapillaren mit unterschiedlichen Längen-Durchmesser-Verhältnissen

Einfluss des Verhältnisses von Düsenlänge zu Durchmesser auf das Schmelzebruchphänomen bei PE für die Herstellung von PE-Produkten mit glatterer Oberfläche.

In Abbildung 5 sind Aufnahmen der Oberflächenmorphologie von PE-Schmelzen zu sehen, die durch Kapillardüsen mit unterschiedlichen Längen-zu-Durchmesser-Verhältnissen (L/D) und verschiedenen scheinbaren Scherraten extrudiert wurden. Wie zu erkennen ist, bleiben die Oberflächen der PE-Extrudate bei relativ niedrigen Scherraten (nicht mehr als 300 s^{-1}) glatt. Mit steigender Scherrate treten jedoch Unregelmäßigkeiten auf. Insbesondere tritt bei einem L/D-Verhältnis von 8:1 bei einer Scherrate von 300 s^{-1} ein Schmelzebruch auf. Werden hingegen L/D-Verhältnisse von 16:1 oder 32:1 verwendet, so steigt die kritische Scherrate, ab der es zum Schmelzebruch kommt, auf 500 s^{-1} an.

Betrachtet man die vergrößerten Aufnahmen der Extrudatmorphologie bei einer Scherrate von 500 s^{-1} , so zeigt sich, dass die Oberfläche des mit einem L/D-Verhältnis von 32:1 hergestellten Extrudats glatter ist als die des mit einem Verhältnis von 16:1 hergestellten. Dies ist darauf zurückzuführen, dass ein kleineres L/D-Verhältnis der Düse zu einer kürzeren Relaxationszeit für die PE-Molekülketten innerhalb der Kapillare führt. Infolgedessen kann die während des Fließens gespeicherte elastische Energie nicht vollständig freigesetzt werden, wodurch

die Schmelze anfälliger für Brüche wird. Daher kann die Anpassung des L/D-Verhältnisses der Düse ebenfalls eine wirksame Methode zur Verbesserung der Oberflächenqualität von PE-Produkten sein.

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden die morphologischen Veränderungen von Polyethylen-(PE)-Extrudaten bei verschiedenen Scherraten, unterschiedlichen Temperaturen, Düseneintrittswinkeln und Längen-Durchmesser-Verhältnissen der Düse mithilfe eines Kapillarrheometers vom Typ Rosand RH10 untersucht. Unterhalb eines bestimmten kritischen Scherratenschwellenwerts wiesen die Extrudate glatte Oberflächen auf. Sobald die Scherrate diesen kritischen Wert überschritt, wurde die Oberfläche rau und es kam zu Schmelzbrüchen. Es zeigte sich, dass eine Erhöhung der Verarbeitungstemperatur, eine Verringerung des Düseneintrittswinkels und die Verwendung eines größeren Längen-Durchmesser-Verhältnisses der Düse dazu beitragen, Schmelzebrüche zu unterdrücken. Da die Oberflächenmorphologie der PE-Extrudate nur bei diskreten Scherratenwerten untersucht wurde, wird eine detailliertere Untersuchung im Prüfmodus „Schmelzebruch“ empfohlen, um die kritische Scherrate für das Einsetzen des Schmelzebruchs genau zu bestimmen.