

Abschlussbericht zum Verbundvorhaben

Verbundprojekt:

„Entwicklung/Realisierung einer umweltentlastenden, energetisch günstigen und wirtschaftlichen Verfahrenstechnologie für die Herstellung von PET- u. PET/PA- Verpackungsband aus gebrauchten PET- u. PET/PA-Multilayer-Flaschen“

Teilprojekt:

„Extrusionstechnik“

Förderkennzeichen: 0330396

Laufzeit: 01.02.2002 – 31.07.2004

vorgelegt von:

**Firma
Reifenhäuser GmbH & Co.
Maschinenfabrik
Spicher Straße 46-48
53839 Troisdorf**

Projektleiter:

**Herr Dieter Thewes
Herr Frank Martin Steinbrecher**

Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
1 Aufgabenstellung	4
2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben geführt wurde	5
3 Planung und Ablauf des Vorhabens	6
4 Wissenschaftlicher und technischer Stand	7
4.1 <i>Substitution von Stahlband durch PET-Verpackungsband</i>	7
4.2 <i>Bedarf an ökologisch u. wirtschaftlich vorteilhafter Recyclingtechnologie</i>	7
4.3 <i>Stand der Technik bzgl. Direktextrusion von PET- und PET/PA-Flakes</i>	8
4.4 <i>Nutzung von Schutzrechten; Literatur</i>	11
5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen	11
6 Erzielte Ergebnisse	12
6.1 <i>Baukastenprinzip:</i>	12
6.2 <i>Anlagenkonfiguration 1 (RZE 43-41 D)</i>	13
6.2.1 PET- Granulat „Kosa T86N“	14
6.2.2 PET-Flakes „Texplast“	15
6.2.3 Zusammenfassung Anlagenkonfiguration 1 (RZE 43-41 D)	15
6.3 <i>Anlagenkonfiguration 2 (RZE 66)</i>	16
6.4 <i>Zusammenfassung der Versuche auf RZE 43 und 66</i>	17
6.5 <i>Anlagenkonfiguration 3 (RZE 85)</i>	18
6.5.1 Versuche mit Polyclear Granulat, Gruopet Granulat und Gruopet Flakes	19
6.5.2 Versuche mit Expladan Flakes	23
6.5.3 Versuche mit Kosa Granulat	23
6.5.4 Versuche mit Texplast Flakes und – Agglomerat	25
6.6 <i>Simulation der Ergebnisse der Versuche auf RZE 43 und 85</i>	27
6.7 <i>Zusammenfassung Anlagenkonfiguration 3 (RZE 85)</i>	27
6.8 <i>Anlagenkonfiguration 4 (RZE 110)</i>	28
6.9 <i>Versuche mit PET/PA-Gemischen</i>	30
6.10 <i>Zusammenfassung der Erkenntnisse</i>	32
7 Voraussichtlicher Nutzen/Verwertbarkeit der Ergebnisse	33
7.1 <i>Wirtschaftliche Erfolgsaussichten, wissenschaftliche und/oder technische Erfolgsaussichten</i>	33
7.2 <i>Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit</i>	35
8 Ergebnisse Dritter	37

Anlagen

-Erfolgskontrollbericht

-Berichtsblatt / Document Control Sheet

1 Aufgabenstellung

Aufgrund der hohen Festigkeit und Schlagzähigkeit von verrecktem Polyethylenterephthalat (PET) und der im Verhältnis zu Stahl leichteren und besseren Handhabbarkeit substituieren PET-Verpackungsbänder zunehmend Stahlbänder. Da für dieses Anwendungsgebiet geringe Verunreinigungen im Polymer tragbar sind (eine Lebensmittelzulassung ist nicht notwendig) und in erster Linie Anforderungen an die mechanischen Festigkeiten gestellt werden, bietet diese Anwendung gerade für Recyclingware aus PET- und PA/PET-Flaschenabfällen ein hervorragendes Einsatzgebiet. Mit der Einführung des Dosenpfandes nahm der Anteil an PET- und PA/PET-Flaschenabfällen rasant zu.

Die PET Flasche hat gegenüber der Glasflasche den Nachteil, dass Gas durch die Flaschenwandung diffundieren kann. Aus diesem Grunde konnte in der Vergangenheit PET zur Abfüllung von Bier, Softdrinks etc. nicht eingesetzt werden. Durch die Entwicklung u.a. von Multilayer-Flaschen, die aus insgesamt 3 Materialschichten bestehen (innen und außen PET, in der Mitte PA als Barrierschicht) können nun auch Getränke abgefüllt werden die ansonsten durch Oxidation verderben.

Der Einsatz von Multilayer-PET-Flaschen zur Abfüllung von Softdrinks, Bier etc. führt zu einem immer höheren Anteil dieses Flaschentyps am gesamten PET Markt. Dadurch nimmt der Anteil an PA, welches als Barrierschicht für die Multilayer-Flaschen benutzt wird, an den Flaschenabfällen immer mehr zu.

Ziel des Projektes war deshalb die Entwicklung und Realisierung einer umweltentlastenden, energetisch günstigen und wirtschaftlichen Verfahrenstechnologie für die Herstellung von PET- und PET/PA-Verpackungsbändern aus gebrauchten und aussortierten PET- sowie PET/PA-Multilayer-Flaschen bzw. deren geschredderten Flakes.

Für die Entwicklung der Verfahrenstechnologie zur Herstellung von PET- und PET/PA-Verpackungsband aus Flakes musste die gesamte Produktionskette von der Rohstoffdosierung über die Extrusion, Bandkühlung, Verreckung, Fixierung und Aufwicklung, sowie die Abstimmung spezieller Kundenanforderungen für das Verpackungsband mit berücksichtigt werden.

Besondere Aufmerksamkeit wurde der sorgfältigen Abstimmung der kritischen Prozesse dieser Kette geschenkt, die gleichzeitig auch den innovativen Charakter des Projektes ausmachten. Eine besondere Bedeutung hatte dabei auch eine neue Extrusionstechnik.

Das Förderprinzip der Einschnecke beruht auf der Funktion, dass der Reibungswiderstand zwischen dem zu fördernden Material und dem Zylinder größer sein muss als der Reibungswiderstand zwischen dem zu fördernden Material und der Schnecke. Bei der Extrusion von PET/PA-Gemischen auf der Einschnecke führt die geringere Schmelze-

temperatur des PA gegenüber dem PET dazu, dass sich das PA wie ein Schmierfilm um das PET legt und somit den Reibungswiderstand zwischen Zylinder und Material reduziert. Dadurch wird der Reibungswiderstand zwischen Material und Zylinder geringer als zwischen Material und Schnecke und die Förderfunktion der Einschnecke bricht zusammen.

Dieses Problem sollte durch den Einsatz einer gleichlaufenden Doppelschnecke gelöst werden. Außerdem sollte durch den Einsatz der gleichlaufenden Doppelschnecke die Verarbeitung von ungetrockneten Flakes ermöglicht werden.



Abb. 1: 66 mm Doppelschnecke

Weiterhin sollte im Rahmen des Vorhabens die gesamte Prozesskette inklusive Regelungstechnik, Bandkühlung, sowie die Verstreckungs- und Aufwickeltechnologie auf die neuen Anforderungen hin untersucht und optimiert werden.

2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben geführt wurde

Die Fa. Reifenhäuser ist ein weltweit präsenten Unternehmen, welches die Bereiche Spezialmaschinenbau und Kunststoffverarbeitung mit einer Vielfalt von Eigenentwicklungen und Patenten seit mehr als fünf Jahrzehnten konsequent ausbaut. Reifenhäuser bietet ein breites Programm hochwertiger Extrusionsanlagen für eine Vielzahl von Kunststoffprodukten.

Verschiedene Vorhaben wurden bereits durch das BMWi und das BMBF gefördert. Viele Innovationen der Fa. Reifenhäuser wurden patentrechtlich geschützt. Das „Profit Center Extruder“ veröffentlicht regelmäßig in national und international renommierten

Fachzeitschriften (seit 1999 über 15 Artikel u.a. im Plastverarbeiter, K`Zeitung, Plastics Special, Rubber Asia, Coating u.v.m.).

Mit diesem Erfahrungshintergrund und auch dem Know-how der Kooperationspartner Motech GmbH; Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) an der Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen (RWTH) sowie dem nicht geförderten Anwendungspartner Teufelberger GmbH waren gute Voraussetzungen für eine erfolgreiche Projektdurchführung gegeben.

3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Das Projekt wurde im Wesentlichen entsprechend der Planung durchgeführt. Dabei wurden folgende Arbeitspakete bearbeitet:

- AP 1 – Projektfinekonzeption
- AP 2 – Entwicklung eines modifizierten Doppelschneckenextruder-Typs
- AP 2.1 – Adaptionen für Versuchsphase I
- AP 2.2 – Adaptionen für Versuchsphase II
- AP 2.3 – Adaptionen für Versuchsphase III
- AP 3 – Adaptionen für Coextrusion: Es wurden nur grundsätzliche Überlegungen bzgl. der technischen Machbarkeit durchgeführt. Die Umsetzung wurde verworfen da mit der Coextrusion die angestrebten wirtschaftlichen und ökologischen Vorteile nicht erzielt werden können.
- AP 4 – Optimierungsmaßnahmen, Querschnittsaktivitäten, Projektmanagement und projektbegleitende Dokumentation

Als Ergebnis des Vorhabens wurde eine umwelttechnisch und wirtschaftlich vorteilhafte Extrusions- und Verfahrenstechnologie entwickelt, welche es gestattet, aus ungetrockneten PET-Flakes und aus PET/PA-Flakes sowie -Gemischen Verpackungsband auf einer Doppelschnecke durch Direktextrusion herzustellen.

Allerdings zeigten sich während der Projektdurchführung Probleme, die nicht allesamt innerhalb der Vorhabenslaufzeit inklusive Verlängerungszeitraum abschließend gelöst werden konnten. Dies bezieht sich auf den angestrebten vollständigen Verzicht der Vortrocknung im großtechnischen Maßstab (Problem: Erhebliche Zunahme der Flakes-Feuchtigkeit bei Lagerung im Außensilo) sowie auf die Verarbeitung von PET/PA-Flakes im Produktionsmaßstab.

Diese beiden Aspekte wurden im Anschluss an das Vorhaben mit viel versprechenden Lösungsansätzen weiterverfolgt.

4 Wissenschaftlicher und technischer Stand

Die Notwendigkeit zu dieser neuen Technologie resultiert aus mehreren Spannungsfeldern, die zum Zeitpunkt der Antragstellung nach dem Stand der Technik gegeben waren und auch heute noch von wachsender Bedeutung sind.

4.1 Substitution von Stahlband durch PET-Verpackungsband

Verpackungsband aus Stahl wird aus sicherheitstechnischen und praktischen Erwägungen zunehmend durch Polyester-Verpackungsband substituiert. Ein klassischer Einsatzbereich für Stahlband ist das Umreifen von Schnittholz. Da Holz beim Trocknen schrumpft, können sich nach längeren Lagerzeiten oder Transportstrecken Holzscheite infolge von Vibrationen lösen. Hier sind Polyester-Bänder eindeutig im Vorteil, da sie Verformungen, und somit auch Schrumpfprozesse ausgleichen können. Ein weiterer Vorteil des PET-Bandes liegt in der Belastbarkeit aufgrund der hohen Schlagzähigkeit des Materials. PET-Verpackungsbänder können hohe Verformungen durch Rückstellung wieder ausgleichen. Stahl ist aufgrund der wesentlich geringeren Bruchdehnung im Gegensatz zu PET nicht dazu in der Lage. Ein weiterer, anwendungstechnischer Vorteil beim Umreifen ist die einfache Verschweißbarkeit von PET-Band. Stahlbänder benötigen zusätzliche Verbindungselemente, die bei Vibrationen eine Schwachstelle darstellen. Der steigende Bedarf an PET-Verpackungsband erhöht den Bedarf an PET. Durch die Entwicklung der neuen umweltschonenden Verfahrenstechnologie kann auf die Verwendung von primärem PET, bzw. unter hohem Energieaufwand wieder aufbereitetem sekundärem PET verzichtet werden. Es entsteht durch diese Substitution kein neuer Bedarf an Originalware.

4.2 Bedarf an ökologisch u. wirtschaftlich vorteilhafter Recyclingtechnologie

Der Stand der Technik zeichnete sich zum Zeitpunkt der Antragstellung dadurch aus, dass sowohl reine PET-Flaschen, als auch PET/ PA-Multilayer-Flaschen mit hohem Aufwand recycelt werden können, insbesondere wenn sie im bottle-to-bottle-Verfahren eingesetzt werden sollen. Auch wenn bereits Pfandkonzepte vorliegen bedingen die im Verhältnis zu Glas deutlich geringeren Umlaufzeiten eine große, wachsende Menge an zu rezyklierendem post-consumer Flaschen-PET. Für den bottle-to-bottle-Wiedereinsatz sind spezielle Voraussetzungen an die Sortenreinheit gegeben, um nach der Wiederaufbereitung glasklare bzw. farbige exakt definierte (Marketing-Anforderungen!) und vor allem fremdstofffreie (Lebensmittelanforderungen) Flaschen wieder herstellen zu können. Auch Multilayer-Flaschen müssen derzeit von reinen PET-Flaschen getrennt werden, da die PET- und PA-Schichten vor der Weiterverarbeitung getrennt werden müssen (Aufschwemmprozesse).

Für die Wiederaufbereitung des Flaschen-PET sind mechanische Reinigungsprozesse, mehrstufige Waschprozesse (u.a. mit Einsatz von Trinkwasser wegen der Reinheitsanforderungen) und nachfolgende Mahlprozesse notwendig.

Da bei jedem Extrusionsprozess ein Polymer-Abbau eintritt, muss in einem nächsten Schritt das Mahlgut „aufkondensiert“ werden (Festkörperkondensation). Diese chemische Reaktion findet unter erhöhter Temperatur und Vakuum statt. Das nun wieder aufbereitete PET wird durch die nachfolgenden Schritte zu Granulat verarbeitet und kann, abhängig von der Qualität der Vorreinigungsschritte (z. B. Waschwasserqualität) entweder für eine neue Flaschenherstellung, oder auch für andere Einsatzgebiete wieder verwendet werden. Diese Verfahrenskette ist energieintensiv und mit einem hohen Wasserverbrauch zur Reinigung verbunden.

4.3 Stand der Technik bzgl. Direktextrusion von PET- und PET/PA-Flakes

Zum Zeitpunkt der Antragstellung existierte weltweit noch keine Verfahrenstechnologie, welche die Zielstellungen dieses Projektes (Direktextrusion von PET- und PET/PA-Flakes für die Bandherstellung, dabei Kopplung reaktive Extrusion mit der Schmelzentgasung etc.) erfüllt.

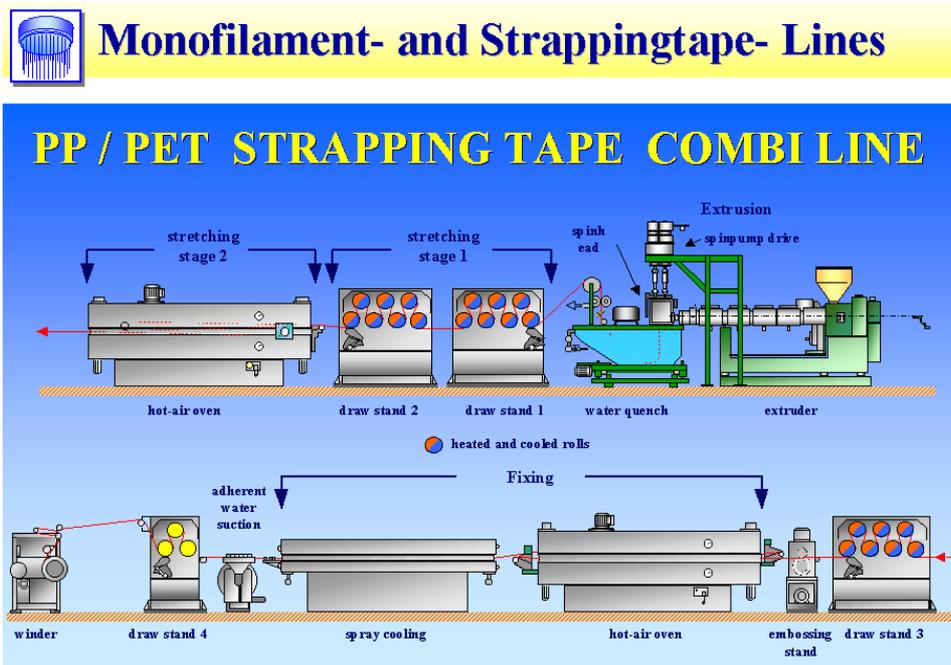
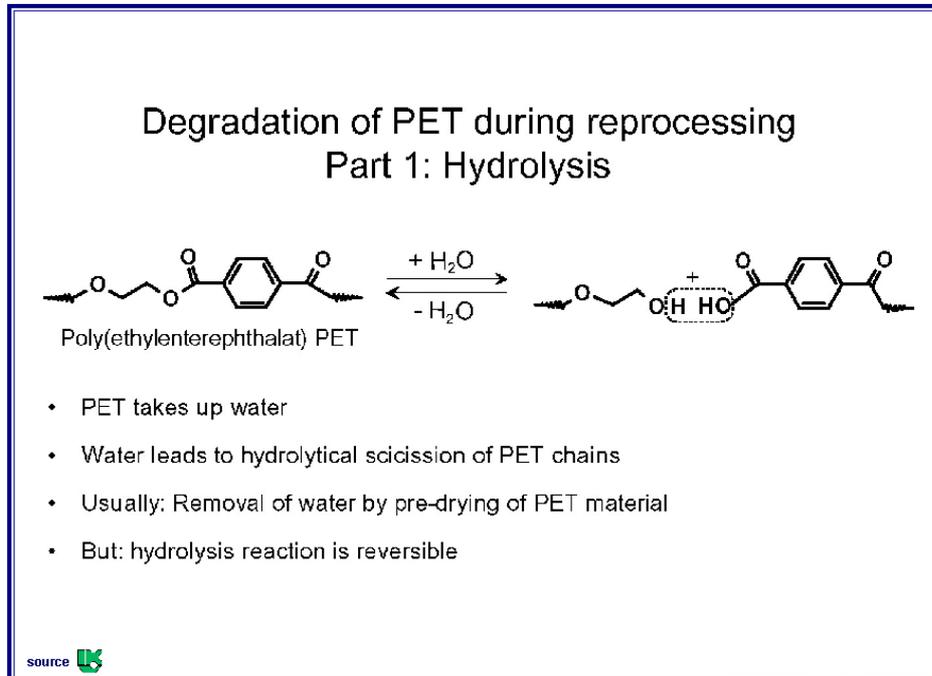


Abb. 2: Darstellung einer Einschnecken-Extrusionsanlage zur Herstellung von Verpackungsband

Die meisten PET-Verpackungsbandanlagen wurden ursprünglich mit PET-Granulat („Virgin-PET“ bzw. Prime-PET) betrieben. Zum Einsatz kamen Einschnecken-Extrusionsanlagen.

Der Kunststoff PET muss normalerweise auf eine Feuchte von maximal 50 ppm (0,005%) vorgetrocknet werden, da sonst durch den hydrolytischen Abbau die Molekülkettenlänge reduziert wird. Diese Reduktion der Molekülkettenlänge führt dazu, dass sich die Festigkeit des produzierten Bandes verringert. Außerdem spleißt das Band sehr stark.



1

Abb. 3: Hydrolytischer Abbau von PET

Im PET wird die Molekülkettenlänge durch die Messung der intrinsischen Viskosität (iV) definiert. PET-Granulat, welches in großen Mengen zur Herstellung von Flaschen eingesetzt wird, hat üblicherweise eine Viskosität von 0,82.

Ab Ende der 90er Jahre, kamen über die langsam funktionierenden Recycling-Systeme in Deutschland und später auch in Europa immer mehr PET-Flaschen-Flakes in den Handel. Beim Recyceln der Flakes nimmt das PET erheblich mehr Wasser auf als PET-Granulat. Außerdem sind PET-Flakes amorpher Struktur.

Beim Trocknen amorpher Flakes führt dies dazu, dass die Flakes miteinander verkleben und somit nicht mehr von Materialfördersystemen gefördert werden können. Aus diesem Grunde müssen Flakes vor dem Trocknen zuerst kristallisiert werden. Dazu muss zusätzlich zum Trockner ein Kristallisator installiert werden.

Dies bedingt erhebliche Investitions- und Energiekosten für eine Einschnecken-Extrusionsanlage nach dem Stand der Technik (z.B. für ca. 500 kg/h Ausstoß: 1.300.000.-- € zzgl. Kristallisator und Trockner für ca. 400.000.-- €; Energieaufwand für Kristallisieren und Trocknen ca. 150.000.-- € pro Jahr, entsprechend ca. 1.400.000 kWh).

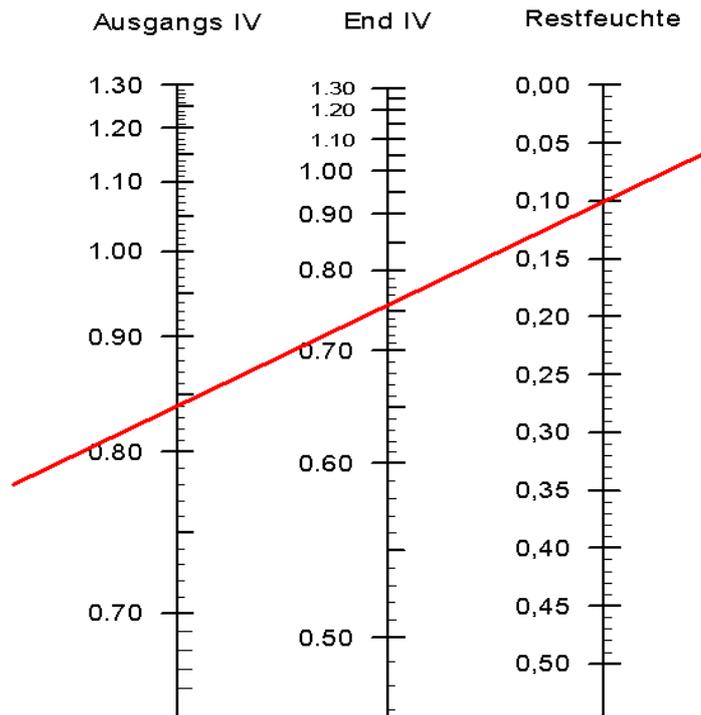


Abb. 4: Zusammenhang zwischen Feuchtigkeit und Viskositätsabbau



Abb. 5: Einschnecken-Extruder mit Kristallisator und Trockner

Mit konventioneller Einschneckentechnologie war es weiterhin auch nicht möglich, PET/PA-Flakes zu verarbeiten. Ursachen hierfür sind die unterschiedlichen Schmelzpunkte und Viskositäten von PET und PA und deren Unverträglichkeit beim Vermischen. Die Verarbeitungstemperatur von PET liegt je nach Typ zwischen 260 °C und 290 °C, wohingegen die Verarbeitungstemperatur von PA schon bei ca. 250 °C liegt.

Schon bei geringen Mengen von PA in PET kann sich somit ein dünnflüssiger Schmierfilm innerhalb des Einschneckenextruders ausbilden der dazu führt, dass die Reibung zwischen Schnecke und Zylinder drastisch abnimmt (Wandgleiten) und somit die Förderung bereits bei PA-Anteilen von > 2 % zusammenbricht.

4.4 Nutzung von Schutzrechten; Literatur

Patentrecherchen im Vorfeld der Projektdurchführung haben keinerlei Hinweise auf bereits bestehende Schutzrechte ergeben, die durch dieses Vorhaben berührt werden. Patentrecherchen wurden mit Unterstützung von Patentanwälten, oder aber eigenständig z.B. mit Hilfe von www.depatistnet.de durchgeführt. Projektbegleitende Literatur- und Technologierecherchen bezogen sich vor allem auf Fachzeitschriften und Fachmessen.

Im Rahmen des Vorhabens wurde von Motech ein Patent angemeldet (EP1440783A1: Verfahren zur Herstellung eines Verpackungsbandes; Veröffentlichungsdatum 28.07.2004).

5 **Zusammenarbeit mit anderen Stellen**

Im Rahmen des Vorhabens wurde mit folgenden Stellen zusammengearbeitet:

- Motech GmbH (Kooperationspartner): Regelungs- und Verfahrenstechnik;
- Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) an der Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen (RWTH Aachen; Kooperationspartner): Materialuntersuchungen;
- Teufelberger GmbH (nicht geförderter Anwendungspartner): Anwendungsuntersuchungen und Feldtests;
- Diverse: Komponenten- und Teilelieferanten für die Extrusionstechnologie sowie Rohstofflieferanten und Recyclingunternehmen.

6 Erzielte Ergebnisse

6.1 Baukastenprinzip:

Ausgangspunkt des neu entwickelten Extrusionsverfahrens ist ein gleichlaufender Doppelschnecken-Extruder. Wurden gleichlaufende Doppelschnecken-Extruder früher ausschließlich zum Compoundieren und Granulieren von Kunststoffen eingesetzt, sollte im Rahmen des Vorhabens mit der Entwicklung der Direktextrusion die Basis geschaffen viele neue Märkte zu erschließen.

Mit dem Doppelschneckenextruder „Reitruder“ wurde ein grundsätzlich bewährtes Maschinenkonzept zum leistungsfähigen Kernstück von Direktextrusions-Anlagen. Durch ein Baukastenprinzip können die spezifischen Anforderungen der vorgesehenen Anwendung berücksichtigt werden, indem ein aus verschiedenen Einzelkomponenten maßgeschneiderter Doppelschnecken-Extruder für die Direktextrusion zusammengestellt wird, und damit sukzessive die optimalen Konfigurationen und Parametereigenschaften ermittelt werden.

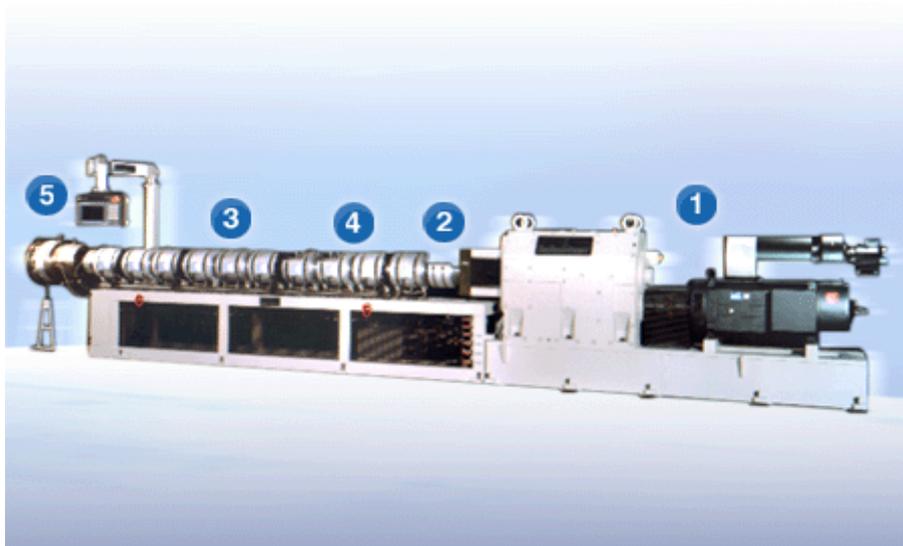


Abb. 6: Schemadarstellung „Reitruder“

Der wichtigste Bestandteil jedes Reitruders ist die Einheit von Zylinder und Schnecken. Ihre Gestaltung und Beschaffenheit, abgestimmt auf die komplexe Tribologie von Zylinder, Schnecken und Rohstoff haben maßgeblichen Einfluss auf die Extrudat- und Endprodukteigenschaften. Zylinder und Schnecken lassen sich beinahe beliebig zu einer Plastifiziereinheit mit Rohstoffzuführung, Entlüftung oder Entgasung kombinieren.

Die beiden parallel und gleichlaufenden Schnecken sind dichtkämmernd und selbstreinigend. Sie sind in Segmente aufgeteilt, so dass die Schneckengeometrie sukzessive variiert und an die Direktextrusion angepasst werden kann. Die Reihenfolge von Knet- und Mischelementen ist - rezepturorientiert - frei wählbar. Durch eine formschlüssige

Verbindung zwischen Schneckensegmenten und Schneckenschaft lassen sich einzelne Segmente auswechseln und dadurch optimal an das zu verarbeitende Material anpassen.

Weiterhin besteht der Reitruder im wesentlichen noch aus folgenden Komponenten (siehe Abbildung):

- Antriebseinheit (1)
- Dosierung (2): volumetrische oder gravimetrische Dosiereinrichtungen (sichert kontinuierliche Verwiegung der Rohstoffe und konstanten Massedurchsatz)
- Temperaturregelung (3): Durch die segmentierte Aufteilung von Zylinder und Schnecken kann ein exaktes Temperaturprofil über die gesamte Zylinderlänge eingestellt werden. Alle Zylinderzonen werden separat temperiert. Die Beheizung erfolgt durch Widerstandsheizbänder, die Kühlung durch Luft oder flüssige Medien als Wärmeträger.
- Zylinderentgasung (4): Beim System der gleichlaufenden, dichtkämmenden Schnecken sind die Schneckengänge insbesondere im Entgasungsbereich nur teilweise mit Material gefüllt. Dies ermöglicht eine besonders wirksame einstufige oder mehrstufige Entgasung. Das Vakuumaggregat mit Abscheider ist im Extruderrahmen installiert.
- Bedienungs- und Überwachungseinheit (5)

Auf der Basis der neuen Reitruder-Technologie wurden im Rahmen des Vorhabens zahlreiche Modifikationen entwickelt und im eigenen Technikum, in der Laboranlage bei der Fa. Motech sowie im Rahmen von Feldversuchen bei der Fa. Teufelberger (nicht geförderter Kooperationspartner) ausführlich getestet. Wesentliche Schritte sind im folgenden nochmals zusammengefasst:

6.2 Anlagenkonfiguration 1 (RZE 43-41 D)

Zunächst wurden Versuche auf einem RZE 43-41 D mit Luftkühlung und zwei Vakuumdomen durchgeführt. An diesem wurde ein Doppelkolbensiebwechslser und anschließend eine Spinnpumpe mit einem entsprechenden Düsenpaket angeschlossen. Beide Vakuumdome waren ohne Abscheider direkt an der Vakuumpumpe angeschlossen, so dass auf beiden Vakuumdome dasselbe Vakuum anlag. Weiterhin kamen verschiedene Schneckensteckungen zum Einsatz.

Ein wichtiger verfahrenstechnischer Parameter ist der Druck. Über den Druckabfall über einer definierten Länge kann unter bestimmten thermodynamischen Voraussetzungen (adiabates System, stationärer Zustand etc.) die Viskosität berechnet werden. Selbst wenn die thermodynamischen Randbedingungen nicht vollständig erfüllt werden, ist der Druck ein Indiz für die Viskosität. Je niedriger der Druck, desto niedrigviskoser ist die Schmelze.

Bei den durchgeführten Versuchen wird der Druck vor Schneckenspitzen und der Druck vor dem Düsenwerkzeug gemessen. Der Druck vor Schneckenspitzen dient als Regelparameter und ist somit konstant. Der Druck vor dem Düsenwerkzeug stellt sich je nach Viskosität auf einem bestimmten Niveau ein.

Der IV-Abbau wurde durch Messung des IV-Wertes des Granulats / der Flakes und der Folie / der Schmelzprobe bestimmt. Der IV-Wert wurde dabei durch das Verfahren nach Hoechst gemessen, als Lösungsmittel wurde Dichloressigsäure verwendet.

6.2.1 PET- Granulat „Kosa T86N“

Es wurden mit den verschiedenen Schneckensteckungen mit unterschiedlichen Kneterkonfigurationen Versuche sowohl mit getrocknetem als auch mit ungetrocknetem PET durchgeführt. Dabei wurden der Druck vor den Schneckenspitzen (= Regeldruck) und die Drehzahl der Spinnpumpe (= Durchsatz) konstant gehalten. Die Drehzahl des Reiters wurde den verfahrenstechnischen Gegebenheiten angepasst.

Als Referenz wurden zunächst zwei Versuche mit getrocknetem Granulat durchgeführt. Einmal wurde maximales Vakuum angelegt, das andere Mal wurde kein Vakuum angelegt. Danach wurden die gleichen Versuche mit ungetrocknetem PET durchgeführt. Von den Referenzversuchen mit getrocknetem PET wurde kein IV-Abbau bestimmt, da es nicht möglich war, das getrocknete Granulat bis zur IV-Messung unter konstanten Bedingungen zu lagern.

Abhängig von der Art der Steckung konnte ein höheres Vakuum angelegt werden. Dieses wird darauf zurückgeführt, dass die Abdichtung in Richtung des Trichters durch die beiden 45°-Knetter effektiver ist als bei einem einzigen 90°-Knetter. Durch die beiden 45°-Knetter muss vor den Knetern ein höherer Druck aufgebaut werden. Damit ist auch der Füllgrad vor und in den Knetern maximal (100 % Füllgrad). Dagegen ist der Druckverbrauch eines 90°-Knetters geringer, so dass hier eine 100 % Füllung der Schneckengänge vor dem Knetter nicht unbedingt erreicht wird und das angelegte Vakuum somit zum Trichter hin „durchschlagen“ kann.

Weiterhin zeigten sich steckungsabhängig variierende Drücke vor dem Düsenwerkzeug, und damit auch variierende Schmelzeviskositäten, durch die der IV-Abbau klein gehalten werden konnte. Diese Beobachtung gilt mit einer Ausnahme sowohl für die Fahrweise mit als auch ohne Vakuum. Zurückzuführen ist dieser Effekt darauf, dass das PET steckungsabhängig schonender plastifiziert wird.

Der IV-Abbau ist bei angelegtem Vakuum geringer, da dann das H₂O aus der Schmelze abgezogen wird und die Polymerketten polymerisieren (Polykondensationsreaktion).

Bei Fahrweise ohne Vakuum ist der Druck vor dem Düsenwerkzeug bei getrocknetem PET höher als bei ungetrocknetem. Dies ist gleichbedeutend damit, dass der Viskosi-

tätsabbau bei getrocknetem PET und Fahrweise ohne Vakuum geringer ist als bei ungetrocknetem PET. Dieses war vorauszusehen, da vorgetrocknetes Material einen geringeren Feuchtegehalt besitzt und damit die Neigung des PET zur Hydrolyse geringer ist.

Anzumerken ist, dass bei Fahrweise ohne Vakuum und ungetrocknetem PET-Granulat bei einer spezifischen Steckung ein IV-Abbau von -4,2 % (IV-Aufbau) zu verzeichnen war, der jedoch der Chemie/Physik widerspricht. Da dieses Phänomen einmalig war und durch weitere Versuche nicht verifiziert werden konnte ist hier von einem Messfehler des IV-Wertes auszugehen.

6.2.2 PET-Flakes „Texplast“

Die Versuche mit den PET-Flakes wurden ebenfalls mit variierenden Steckungen durchgeführt. Bei gleichen Parametern war der Druck vor dem Düsenwerkzeug bei den betrachteten Steckungen gleich. Dies zeigt auch der IV-Abbau. Die gewählten Schneckensteckungen schmelzen das PET gleich gut auf.

Ein Unterschied zeigte sich im gemessenen Vakuum. Bei einer Steckung betrug das Vakuum ca. 27,5 mbar (anstatt 0 mbar). Dadurch wird die Feuchtigkeit in der Schmelze nicht vollständig entfernt, so dass es nachfolgend zu einer nicht ausreichenden Polykondensation kommt. Da an dieser Stelle auch erkannt wurde, dass es mit dem RZE 43 nicht möglich ist, PET aus PET-Flakes mit dem gewünschten Durchsatz von > 70 kg/h zu produzieren, wurden keine Untersuchungen mehr zu den Ursachen für das geringe Vakuum durchgeführt.

Generell ist die Viskosität der Flakes geringer als die des Granulats. Aufgrund des vorherigen Prozesses (Flaschenherstellung) ist das PET schon thermisch/mechanisch geschädigt. Diese Schädigung kann, anders als der hydrolytische Abbau, nicht wieder rückgängig gemacht werden.

6.2.3 Zusammenfassung Anlagenkonfiguration 1 (RZE 43-41 D)

Während der Versuche stellte sich heraus, dass dieser Reitruder für den notwendigen Mindestdurchsatz von 70 kg/h zu klein dimensioniert ist. Auch die Modifikation der Schneckenengeometrie brachte keine Verbesserung.

Messungen ergaben, dass bei geeigneter Wahl der Verfahrensparameter ein sehr geringer IV-Abbau möglich ist. Teilweise lagen die Messwerte für den IV-Abbau im negativen Bereich, hier hat also ein IV-Aufbau stattgefunden.

Es hat sich gezeigt, dass das Konzept der Verarbeitung von ungetrocknetem PET und PET/PA grundsätzlich zu Erfolg versprechenden Ergebnissen führt. Dies kann am Beispiel der Verarbeitung ungetrockneter PET-Flakes bei definierter Steckung eindrucks-

voll bewiesen werden: mit Vakuum wird ein IV-Abbau von 7,9 % erreicht, ohne Vakuum beträgt der IV-Abbau 23,1 %.

6.3 Anlagenkonfiguration 2 (RZE 66)

Die ersten Versuche auf einem RZE 66-41 D mit PET-Granulat und PET-Flaschenmahlgut zeigten ebenfalls viel versprechende Ergebnisse.

Die Versuche wurden auf einem RZE 66-41D gefahren, der mit vier Vakuumöffnungen ausgerüstet wurde. Alle vier Vakuumdome waren an eine einzige Vakuumpumpe angeschlossen. Der RZE 66-41 D ist dabei mit einer modifizierten Lage der Entgasungsstellen ausgerüstet. Die gewählte Schneckensteckung basierte auf Vorversuchen bei der Fa. Motech.

Die Schmelze wurde im Anschluss an den Reitruder mittels einer Schmelzepumpe durch einen Bandsiebwechsler in eine Flachfoliendüse gefördert. Da das PET aus dem Bereich der Spinnvliesverarbeitung stammt und eine sehr geringe Viskosität aufweist, konnte es nicht auf der nachgeschalteten Chill-Roll-Anlage weiterverarbeitet werden.

Material	m(Pkt) [kg/h]	T(M) [°C]	IV-Abbau [%]	Anfangsfeuchte [%]
Wellmann-PET	90	278	6,07	0,067
	96	278	4,35	0,067
	167,5	282	6,38	0,067
	165,4	277	8,09	0,067
	160	277	4,35	0,067
	300	289	0,64	0,05
	300	297	5,25	0,1
Kosa-PET	90	259	4,85	0,193
	160	273	5,48	0,193
	300	295	2,82	0,193
	300	299	3,13	0,193
PET-Flakes	90	263	5,11	0,45
	160	270	9,45	0,45
	260	297	9,32	0,45

Tabelle 1: Versuchsergebnisse mit RZE 66-41

Der IV-Abbau wurde durch Messung des IV-Wertes des Granulats/Flakes und einer Schmelzprobe bestimmt (s.o., Verfahren nach Hoechst).

Es wurden drei verschiedene PET-Typen eingesetzt:

- Wellmann-PET, kristallin
- Kosa-PET RT 178, amorph
- PET-Flaschenmahlgut TEXPET AM 802

Bis auf eine Ausnahme (IV-Abbau = 0,64 bei Wellmann-PET), die wahrscheinlich auf einen Messfehler zurückzuführen ist, liegen bei allen drei Materialien bei dieser Anlagenkonfiguration die Werte für den IV-Abbau zwischen 3 % und 10 %. Die Abbauraten liegen bei PET-Flakes höher als bei PET Neeware. Dies ist sicherlich auch auf die deutlich höhere Anfangsfeuchte des Rohstoffs zurückzuführen.

Ein Zusammenhang zwischen einzelnen Parametern und IV-Abbau kann nicht hergestellt werden, da die Werte für den Abbau keine Regelmäßigkeit aufweisen. Zudem war es während der Versuche nicht möglich, über einen längeren Zeitraum einen konstanten Prozess einzustellen. Insbesondere der Druck vor Schneckenspitze unterlag starken Schwankungen. Diese konnten durch Angleichung der Maschinenparameter verringert, aber nicht vollständig abgestellt werden.

Für den hohen IV-Abbau bei den PET-Granulaten war u.a. die Schneckengeometrie ursächlich. Im Aufschmelzbereich waren nicht genügend Knetter implementiert, so dass zum vollständigen Aufschmelzen des Rohstoffs eine sehr hohe Schneckendrehzahl und hohe Zylindertemperaturen eingestellt werden mussten.

Aufgrund der Anlagenkonfiguration wurden alle vier Vakuumdome von einer Vakuumpumpe versorgt. Zur Erzeugung eines ausreichend geringes Vakuum (0 – 5 mbar) war die eingesetzte Vakuumpumpe zu klein dimensioniert. Dies führt zu einem erhöhten IV-Abbau, da die Feuchtigkeit im Material nicht vollständig abgeführt werden kann und die Polykondensation somit nicht vollständig durchlaufen wird.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass diese Versuche noch nicht das gewünschte Ergebnis brachten. Der IV-Abbau ist deutlich zu hoch, unabhängig von Material und Parametern. Ziel der Versuche war eine Verarbeitung von ungetrockneten PET-Flakes mit einem maximalen IV-Abbau von 3 – 5 %.

6.4 Zusammenfassung der Versuche auf RZE 43 und 66

Die Versuche auf dem RZE 66 wie auch die Versuche auf dem RZE 43 zeigten in die richtige Richtung. Es konnte eine Zylinder- und Schneckengeometrie entwickelt werden auf deren Basis eine Auslegung für einen RZE 85 möglich war. Es konnte gezeigt werden, an welcher Stelle die erste Aufschmelzzone (d.h. das erste Kneterpaket) positioniert werden darf, da sonst die mechanische und thermische Schädigung der Schmelze / des Rohstoffs und damit der IV-Abbau zu groß ist. Auch wurde erkannt, dass zur Eva-

kuierung der Schnecken eine entsprechend große Vakuumpumpe erforderlich ist, die es ermöglicht, während des laufenden Prozesses einen Druck von 0 bis 5 mbar zu erzeugen und sicher zu halten.

Weiterhin wurden wichtige Informationen zur Auslegung der Schneckengeometrie gewonnen. Der erste Knetblock muss so ausgelegt werden, dass die Schnecke „vakuumdicht“ ist, gleichzeitig aber den Rohstoff möglichst schonend aufschmilzt. Unter beiden Vakuumzonen müssen tiefe Fördersegregate eingebaut werden, die zu einer größeren Oberfläche bezogen auf das Volumen führen und damit eine möglichst vollständige Entgasung der Schmelze zulassen. Bei der Auslegung der Schneckengeometrie muss gewährleistet werden, dass die Schneckendrehzahl so gering wie möglich eingestellt werden kann und so die Scherbelastung der Schmelze gesenkt wird.

Bei den weiteren Versuchen und auch im Falle einer industriellen Anwendung muss das Material eine definierte Anfangsfeuchte aufweisen. Die durchgeführten Versuche haben gezeigt, dass die klimatischen Außenbedingungen einen großen Einfluss auf die Anfangsfeuchte des Granulats haben. Es wurde beispielsweise von ein und derselben Charge an zwei aufeinander folgenden Tagen eine Feuchte von 0,05 % und 0,1 % gemessen.

6.5 Anlagenkonfiguration 3 (RZE 85)



Abb. 7: 85 mm Doppelschnecke mit Vakuumpumpe und Siebwechsler

Aufbauend auf den Versuchsergebnissen, die mit dem RZE 43 und RZE 66 gewonnen wurden, wurde beim Kooperationspartner Motech ein RZE 85-41 D installiert, der auf-

grund seiner Größe einen deutlich höheren Durchsatz zulässt und dessen Zylinder- und Schnecken geometrie auf den Erkenntnissen der vorhergegangenen Versuche basiert.

Es hat sich schnell gezeigt, dass die Versuchsergebnisse vom RZE 43 und RZE 66 nicht ohne weiteres auf den RZE 85 übertragbar sind. Dieses resultiert vor allem aus den deutlich höheren Durchsätzen der größeren Maschine, wodurch sich die Verfahrensparameter stark verändern. Insbesondere ist die Scherbelastung der Schmelze in den Fördersegmenten bei der größeren Maschine geringer, wodurch die Schnecken- und Zylindergeometrie in mehreren Stufen angepasst werden musste (z.B. Lage und Anordnung der Entgasungsöffnungen, Anzahl der Knetelemente, Schneckenkonzept).

Weiterhin wurden verschiedene Anlagenkonfigurationen im Anschluss an den Reitruder untersucht (Nachfolge), vor allem in Hinblick auf die spätere Einbindung des Reitruders in eine Linie zur Bandherstellung. Dafür standen Schmelze- / Spinnpumpen, Siebwechsler und Drosseln zur Verfügung.

Zusätzlich zu den Versuchen, die der Optimierung der Schnecken- und Zylindergeometrie dienten wurden Versuche gefahren, bei denen die von der Fa. Motech entwickelte Regelung getestet wurde.

6.5.1 Versuche mit Polyclear Granulat, Gruopet Granulat und Gruopet Flakes

6.5.1.1 Ermittlung des maximalen Druckaufbaus des Reitruders

Mit der Anlagenkonfiguration Reitruder – Doppelkolbensiebwechsler – Spinnpumpe und einer definierten Schneckensteckung wurden verschiedene Temperaturprofile eingestellt, um den Einfluss der Zylindertemperatur auf die Schmelzequalität beurteilen zu können. Die besten Ergebnisse wurden dabei mit einem vom Trichter zur Schnecken spitze abfallenden Temperaturprofil erzielt. Die einzustellenden Temperaturen liegen dabei je nach Rohstoff zwischen 260 und 280 °C an der Einfüllöffnung und 230 und 260 °C an der Schnecken spitze. Aufgrund der Eigenschaftsschwankungen der Rohstoffe kann kein optimales Temperaturprofil angegeben werden, es muss in den o.g. Grenzen auf den jeweiligen Rohstoff angepasst werden.

Während der Versuche ergab folgendes Problem: Um einen reibungslosen Prozess zu gewährleisten muss der Druckverlust über dem Siebwechsler überwunden werden. Dafür ist ein maximaler Druck von bis zu 230 bar vor dem Siebwechsler erforderlich. Der hohe Druckbedarf ergibt sich dadurch, dass aufgrund des teilweise hohen Verschmutzungsgrades der PET-Flakes die Siebe sehr schnell zusetzen. Für einen konstanten und ökonomischen Prozess wird eine möglichst lange Zeit zwischen den Siebwechselintervallen und damit hohe Druckdifferenzen über dem Sieb gefordert. Zusätzlich muss die Druckspitze, die beim Siebwechsel von Doppelkolbensiebwechslern entsteht, kompensiert werden können.

Um zu prüfen, wie viel Druck der Reitruder vor Schneckenspitzen maximal aufbauen kann, wurden entsprechende Versuche gefahren. Als Maß, wann der maximale Druck erreicht ist, wurde der Moment gewählt, bei dem die Schmelze gerade anfängt aus dem vorderen Vakuum zu steigen.

Bei PET-Flakes kann maximal ein Druck von 60 – 85 bar aufgebaut werden (je nach Rohstofftyp). Bei Granulat kann maximal ein Druck von 115 – 140 bar aufgebaut werden (je nach Rohstofftyp).

Da Reitruder und Pumpen während der Produktion druckgeregelt betrieben werden, muss der Druck vor Schneckenspitzen mindestens 20 bar geringer sein. Daraus folgt für PET-Flakes ein Druck vor Schneckenspitze von 40 – 60 bar, bei PET-Granulat ein Druck von 95 - 120 bar. Diese Drücke sind zu gering, um den Anforderungen zu genügen.

Um den für die Überwindung des Druckverlustes im Siebwechslers erforderlichen Druck aufzubauen, wurde eine Schmelzepumpe zwischen Reitruder und Siebwechslers eingebaut (Anlagenkonfiguration: Reitruder – Schmelzepumpe – Doppelkolbensiebwechslers – Spinnpumpe). Dadurch kann der Druck vor Schneckenspitze auf ca. 30 - 50 bar eingestellt werden, der Druck für die Überwindung des Siebwechslers wird von der Schmelzepumpe aufgebaut.

Die anfängliche Befürchtung, es könne durch die thermische und mechanische Belastung in der zusätzlichen Schmelzepumpe zu einem höheren Viskositätsabbau des PET kommen, konnte während der Versuche nicht nachgewiesen werden.

Die Erwärmung der Schmelze durch die Schmelzepumpe war relativ gering (je nach Durchsatz zwischen 5 °C und 10 °C). Dies stimmt mit den Berechnungen des Pumpenherstellers überein, der eine Erwärmung von 4 – 7 °C berechnet hat (die Erwärmung ist abhängig von der Viskosität der Schmelze, es wurde mit 300 Pas und 1700 Pas gerechnet da die genaue Viskosität der PET-Schmelze nicht bekannt war). Entgegen der anfänglichen Vermutung, dass eine größere und damit langsamer laufende Schmelzepumpe zu einer geringeren Erwärmung der Schmelze führt, konnte durch die Berechnungen des Pumpenherstellers gezeigt werden, dass beide in Betracht gezogenen Pumpentypen die gleiche Erwärmung bewirken. Die große, langsam drehende Pumpe läuft bei einem Durchsatz bis 450 kg/h zu langsam und arbeitet somit auch nicht im optimalen Bereich. Bei den geringen Drehzahlen sind die Lagerkräfte sehr groß und die Schmierung der Lager entsprechend schlecht, so dass es zu einer starken Erwärmung der Lager kommt. Die kleiner Pumpe hingegen arbeitet im optimalen Bereich.

6.5.1.2 *Optimierung der Regelung*

Für die Optimierung und Parametrierung der von der Fa. Motech entwickelten Regelung wurde ein „Dauerlaufstest“ bei mittlerem Durchsatz (ca. 110 – 200 kg/h) durchgeführt. Dabei wurde auch überprüft, ob die Vakuumdome über längere Zeit frei bleiben.

Hierzu wurde die Anlagenkonfiguration RZE – Schmelzepumpe – Siebwechsler – Spinnpumpe gewählt.

Bei beiden Durchsätzen lief der Reitruder mit Regelung nach kurzer Zeit stabil. Die Schmelzequalität war optisch gut, die Schmelze trat sowohl bei der Verarbeitung von Granulat als auch bei Flakes klar aus der Spinnpumpe aus, es zeigten sich keine Luft-einschlüsse oder Sippen. Die Vakuumdome blieben frei. Lediglich die Sichtscheibe des ersten Doms in Extrusionsrichtung war nach kurzer Zeit stark durch Monomere und Wasserdampf beschlagen.

Bei diesen Versuchen wurden PET-Flakes aus zwei Bigbags verarbeitet. Trotz angeblich gleicher PET-Flakes mussten unterschiedliche Feederdrehzahlen (volumetrische Dosierung) eingestellt werden. Hier zeigt sich, dass trotz Verarbeitung des gleichen Rohstoffs (gleicher Typ und Hersteller) mit einem von Bigbag zu Bigbag deutlich unterschiedlichen Materialverhalten zu rechnen ist und damit die Verfahrensparameter je nach Rohstoff angepasst werden müssen.

6.5.1.3 *Ermittlung des maximalen Durchsatzes*

Da weder der eingesetzte Siebwechsler noch die Spinnpumpe für Durchsätze über ca. 200 kg/h ausgelegt sind, wurde an die Kopfplatte des Reitruders eine Drossel angebaut. Diese dient ausschließlich dazu, den Druck vor Schneckenspitze einstellen zu können.

Der Durchsatztest soll zeigen, welche Schneckengeometrie bei dem geforderten Durchsatz von 350 - 450 kg/h sowohl die Flakes als auch das Granulat vollständig aufschmilzt und dabei die Schädigung der Schmelze gering bleibt (geringer Viskositätsverlust). Der Reitruder wurde bei diesen Versuchen unregelt (konstante Parameter) betrieben.

Bei einem Durchsatz von 390 kg/h lag der IV-Abbau i.d.R. zwischen 6 und 12 %. Der negative IV-Abbau bei 420 kg/h (= IV-Aufbau) kann nicht erklärt werden und wird auf einen Messfehler zurückgeführt. Bei einem Durchsatz von 500 kg/h zeigte sich ein deutlich höherer IV-Abbau von 12,5 bis 20 %.

Die teils erheblichen Schwankungen des IV-Wertes bei identischer Schneckengeometrie werden auf die unterschiedliche und durchweg schlechte Rohstoffqualität zurückgeführt (s.u.).

Mit der favorisierten Schneckengeometrie trat die Schmelze bei der Verarbeitung von Granulat und Flakes ohne Lufteinschlüsse oder Stippen aus der Drossel aus. Vereinzelt Luftbläschen, die vor allem bei der Verarbeitung von Flakes auftraten, werden auf die Expansion der Schmelze hinter der Drossel zurückgeführt. Bei allen Versuchen lag ein Vakuum von 0 bis 0,6 mbar an, so dass die Schnecke „gasdicht“ ist, d.h. es wurde keine Fehlluft über die Einfüllöffnung eingezogen.

Es wurde während der Versuche beobachtet, dass sich der Schlitz des Vakuums von der Seite zusetzt. An der in Extrusionsrichtung rechten Kante bildet sich ein Bart, der sich mehr und mehr vergrößert, bis der Schlitz mit abgebauter und/oder erstarrter Schmelze verschlossen ist. Ein Versuch ohne Stopfen (der Vakuumsdom wurde direkt auf den Zylinder montiert) brachte keine Verbesserung. Dadurch, dass jetzt beide Schnecken nach oben offen sind, wird sehr viel Material aufgeworfen und an der linken Seite der Öffnung nicht wieder eingezogen. Dieser Versuch wurde deshalb nach kurzer Zeit abgebrochen.

Da durch das Zusetzen des Schlitzes die Funktion des Vakuums stark eingeschränkt wird, wurden in den Verschlussstopfen Heizpatronen eingebracht. Dadurch wurde erreicht, dass der Stopfen eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur des PET besitzt, wodurch die Schmelze nicht mehr an der Kante des Schlitzes anhaftet.

Auch die Entlüftungsöffnung setzte sich mit der Zeit zu. Dies kann nicht vermieden werden, da hier noch nicht aufgeschmolzenes Material in der Schnecke vorliegt, welches aus der Entlüftungsöffnung austritt. Da während der Versuche Dampf aus der Entlüftungsöffnung austritt, ist die Öffnung nicht vollständig verschlossen und ihre Funktion weiterhin gegeben.

6.5.1.4 Rohstoffe / Rohstoffqualität

Bei den Versuchen wurden Flakes aus insgesamt vier verschiedenen Bigbags verarbeitet. Laut Aussage des Rohstoffherstellers handelte es sich um das gleiche Material. Dass dies nicht der Fall war zeigten die Maschinenparameter: Bei einer Feederdrehzahl von 95 % wurden einmal 500 kg/h (Flakes aus Bigbag 3), das andere Mal wurden nur 360 kg/h gefördert (Flakes aus Bigbag 4).

Die Farbe der austretenden Schmelze war je nach verwendetem Bigbag unterschiedlich, die Schmelze trat von milchig-trüb über grün bis dunkelbraun/schwarz aus dem Reitruder aus. Die Verfärbung der Schmelze wird auf den Verschmutzungsgrad der Flakes (d.h. die Kontamination mit Schmutz und Fremdmaterialien) zurück geführt, da die unterschiedlichen Verfärbungen bei gleichen Maschinenparametern auftraten. Eine thermische Schädigung der Schmelze kann demnach ausgeschlossen werden.

Unter anderem wurden an Fremdpartikeln andere Kunststoffe (z.B. PP, PE, PVC, teilw. mit Additiven wie Flammhemmer), Metalle (Alu, Stahl) und Staub oder Sand in den Bigbags gefunden. Weiterhin wurden zwischen den PET-Flakes große Stücke von Flaschenhälsen sowie Granulat unbekannter Herkunft gefunden.

Um im folgenden einen Einfluss der teils starken Kontamination der PET-Flakes auf den Prozess ausschließen zu können wurden für die weiteren Versuche Flakes einer hohen und gleichbleibenden Qualität verwendet. In diesen Flakes wurden keine oder nur sehr geringe Mengen von Fremdstoffen detektiert wie z.B. Polyolefinen, die von den

Schraubverschlüssen stammen und den Prozess aufgrund der geringen Menge nicht beeinflussen.

6.5.2 Versuche mit Expladan Flakes

Mit der Anlagenkonfiguration Reitruder – Schmelzepumpe – Doppelkolbensiebwechsler – Spinnpumpe und verschiedenen Schneckensteckungen wurden Versuchsreihe durchgeführt, um die Reitruderregelung zu optimieren. Dabei wurde ein Rohstoff gewählt, dessen Qualität bzgl. der Reinheit des Materials und der Gleichmäßigkeit der Flakegröße deutlich höher war als die des zuvor verwendeten Rohstoffs.

Während der Versuche stellte sich heraus, dass mit dem neuen Rohstoff weniger Druck an den Schneckenspitzen aufgebaut werden konnte als vorher. Dies führte zu einer Modifikation der Schnecken und Zylindergeometrie im Bereich der Druckaufbauzone. Es wurden drei (statt zwei) geschlossene Zylindersegmente an der Extruderspitze installiert. Die Vakuumzonen wurden dadurch um je ein Zylindersegment in Richtung Trichter verschoben. Die Schneckengeometrie wurde dementsprechend geändert, blieb aber vom Prinzip her erhalten.

Durch diese Änderung der Schnecken- und Zylindergeometrie konnte der maximale Druck vor Schneckenspitzen von 60 – 85 bar auf 85 – 90 bar angehoben werden. Allerdings zeigten die IV-Messungen einen relativ hohen Abbau der Viskosität von 8 – 10 %. Da an beiden Vakuumdomen ein Druck von 0,3 – 0 mbar gemessen wurde kann davon ausgegangen werden, dass der hohe IV-Abbau nicht von einer nicht ausreichenden Polykondensation herrührt. Es sind zwei Ursachen für den hohen IV-Abbau denkbar. Entweder wird die Schmelze durch die Schneckengeometrie thermisch und mechanisch geschädigt, oder der Rohstoff ist so stark vorgeschädigt, dass er keinen geringeren IV-Abbau zulässt.

Im Folgenden wurden Versuche mit PET-Granulat durchgeführt, um den Einfluss des Rohstoffs auf die Schneckengeometrie und die Verfahrensparameter ausschließen zu können.

6.5.3 Versuche mit Kosa Granulat

Die Versuche mit PET-Flakes haben gezeigt, dass eine eindeutige Aussage bzgl. der Güte der Schneckengeometrie aufgrund des unterschiedlichen Materialverhaltens nicht möglich ist. Je nach eingesetzten Flakes kam es bei gleicher Schneckengeometrie und gleichen Verfahrensparametern zu zum Teil stark voneinander abweichenden Ergebnissen.

Um eine optimale Schneckengeometrie zu entwickeln und um hierzu vergleichbare Daten zu gewinnen, wurde die weitere Schneckenoptimierung mit PET-Granulat (Neuware) in der Anlagenkonfiguration Reitruder – Schmelzepumpe – Drossel und verschiede-

nen Schneckensteckungen durchgeführt. Hier kann davon ausgegangen werden, dass die Materialkennwerte konstant und damit die Ergebnisse reproduzierbar sind. Zudem ist die Korngröße des Eingangsmaterials gleichmäßig, so dass es zu keinen Schwankungen des Förderverhaltens kommt. Somit ein unmittelbarer Vergleich unterschiedlicher Schneckengeometrien möglich.

Als Ergebnis kann eine endgültige Schneckengeometrie festgelegt werden, mit welcher ungetrocknetes PET in Granulatform mit optimalen Ergebnissen verarbeitet werden kann. Aufbauend auf den gewonnenen Ergebnissen wurden in einem nächsten Schritt Versuche mit PET-Flakes einer hohen Qualität durchgeführt. Dabei wurden die Verfahrensparameter so optimiert, dass auch PET-Flakes mit optimalen Ergebnissen verarbeitet werden können.

Um einen Vergleich der Schneckensteckungen zuzulassen wurden zunächst Versuche mit der Steckung „A“ durchgeführt. Mit dieser Schneckengeometrie wurden auch die Expladan-Flakes verarbeitet. Es zeigte sich – wie erwartet – ein deutlich stabileres Verarbeitungsverhalten.

Bei der Verarbeitung des Kosa Granulats konnte wie schon bei den Versuchen mit Expladan-Flakes eine relativ hohe Massetemperatur bis 300 °C und ein IV-Abbau bis zu 4,5 % festgestellt werden. Daher wurde die Schneckengeometrie im nächsten Schritt dahingehend geändert, dass weniger Knetter eingebaut wurde um die Scherbelastung der Schmelze zu senken (Steckung „B“).

Versuche mit dieser neuen Schneckengeometrie haben sehr schnell gezeigt, dass eine Verarbeitung von PET mit dieser Steckung nicht möglich ist. Zum einen trat nicht vollständig aufgeschmolzenes Granulat aus der Drossel aus, zum anderen war es nicht möglich, am ersten Vakuumdom (trichterseitig) ein ausreichendes Vakuum anzulegen.

Die Aufschmelzleistung dieser Schneckengeometrie war also nicht ausreichend, die Schnecke war zum Trichter hin nicht vakuumdicht (es wurde Fehlluft über die Einfüllöffnung gezogen). Aufgrund der schlechten Ergebnisse wurde mit dieser Schneckengeometrie keine Versuchsreihe durchgeführt, auf IV-Messungen wurde verzichtet.

Damit war erwiesen, dass die vorherige Schneckensteckung „A“ bezüglich der Aufschmelz- und Entgasungsleistung ein Optimum darstellt. Der Rohstoff wird vollständig aufgeschmolzen und homogenisiert, die Schnecke ist zum Trichter hin vakuumdicht. Die hohe Schmelzetemperatur und der hohe IV-Abbau können also durch eine Veränderung der Schneckengeometrie hin zu weniger Scherung nicht verhindert werden.

In weiteren Versuchen mit der Steckung „A“ wurden die Verfahrensparameter optimiert. Es stellte sich heraus, dass die besten Ergebnisse bei möglichst langsamen Schneckendrehzahlen erzielt wurden. Um zu gewährleisten, dass bei unterschiedlichen Durchsätzen immer die relativ gleiche Schneckendrehzahl eingestellt wird, wird als Maß der spezifische Durchsatz $g(n)$ gewählt:

Spezifischer Durchsatz = Massestrom [kg/h] / Schneckendrehzahl [1/min]

Durch die langsame Schneckendrehzahl wird folgendes erreicht: Die Scherbelastung der Schmelze und damit ihre mechanische und thermische Belastung ist gering. Die Verweilzeit der Schmelze im Bereich des Vakuums ist hoch. Damit ergibt sich eine gute Entgasungsleistung – es wird viel H₂O aus dem Prozess abgezogen und so die Polykondensation der Molekülketten verbessert.

Ein Nachteil der geringen Schneckendrehzahl ist ein hoher Füllgrad und damit ein hohes Volumen-Oberflächen-Verhältnis. Dies wirkt dem vollständigen Entfernen des H₂O's entgegen, da die besten Entgasungsleistungen bei großen Oberflächen und geringen Volumina erreicht werden. Außerdem war durch den hohen Füllgrad der Schnecken ein sehr hohes Antriebsmoment erforderlich.

Ein weiterer Nachteil dieser „Fahrweise“ waren die relativ großen Druckschwankungen von bis zu 30 bar vor Schneckenspitze. Aus diversen Versuchen beim Kooperationspartner Motech mit anderen Rohstoffen ist bekannt, dass ein Prozess umso druckinstabiler wird (d.h. die Druckschwankungen werden umso größer) je langsamer die Schneckendrehzahl eingestellt wird. Da aufgrund der gewonnenen Ergebnisse mit PET höhere Schneckendrehzahlen nicht zulässig sind wurde eine weitere Schneckengeometrie getestet, bei der an den Schneckenspitze Schneckensegmente mit einer flacheren Steigung eingesetzt werden (Steckung „C“). Diese Steckung brachte bzgl. der Druckstabilität eine Verbesserung – der Prozess lief jetzt ruhiger. Allerdings wurde der zweite Vakuumdom beim Anfahren mehrfach mit Schmelze geflutet und die Produktion somit unterbrochen. Grund hierfür ist die längere Druckaufbauzone, die zu einer früheren vollständigen Füllung der Schneckengänge führt.

Da die Unterbrechungen zum Reinigen des Vakuumdoms es bei einer Produktionsanlage nicht zumutbar wurde die Schneckengeometrie wieder in Steckung „A“ geändert.

6.5.4 Versuche mit Texplast Flakes und – Agglomerat

Nachdem eine für PET-Granulat optimale Schneckengeometrie festgelegt werden konnte folgten weitere Versuche mit PET-Flakes in der Anlagenkonfiguration Reitruder – Schmelzepumpe – Drossel, um auch hier optimale Verarbeitungsparameter zu ermitteln oder die Schneckengeometrie ggf. anzupassen.

6.5.4.1 Texplast Flakes

Wie schon bei den Versuchen mit Granulat zeigte sich auch hier, dass die besten Ergebnisse bei einem hohen spezifischen Durchsatz (= langsame Schneckendrehzahl) erzielt werden.

Bis zu einem Durchsatz von 400 kg/h konnte bei optimaler Wahl der Verfahrensparametern ein IV-Abbau von > 6% realisiert werden. Der maximal gefahrene Ausstoß lag bei 720 kg/h bei einem IV-Abbau von 4,5%, hier ist allerdings die Schmelzetemperatur mit 330 °C für eine industrielle Produktion deutlich zu hoch.

Im Vergleich zu den ersten Versuchen mit PET-Flakes wird bei der Auswertung dieser Versuche deutlich, dass der IV-Abbau und die Prozessstabilität sehr stark von der Qualität der Flakes beeinflusst werden. Texplast Flakes weisen eine sehr hohe Reinheit und eine enge Größenverteilung der Flakes auf, so dass der Prozess nur wenig durch die Anfangseigenschaften des Rohstoffs gestört wird.

6.5.4.2 *Texplast Agglomerat*

Bei der Verarbeitung des Agglomerates zeigten sich bessere Ergebnisse als bei Flakes. Der IV-Abbau war geringer, der gesamte Prozess lief stabiler. Insbesondere die bei Flakes deutlichen Druckschwankungen wurden reduziert. Das Verarbeitungsverhalten des Agglomerats ähnelt dem von Granulat.

Aufgrund seiner regelmäßigeren Form kann das Agglomerat gleichmäßiger dosiert werden kann. Druckschwankungen, die aufgrund einer unregelmäßigen Dosierung entstehen, werden so vermieden.

Die regelmäßige Form des Agglomerates führt auch zu einer gleichmäßigeren und schonenderen Plastifizierung. Ein Indiz hierfür ist die im Vergleich zu Flakes bei gleichen Durchsätzen geringere Schmelzetemperatur. Auch hier konnte ein maximaler Durchsatz von 720 kg/h realisiert werden, allerdings bei nicht akzeptabel hohen Schmelzetemperaturen von 330 °C.

6.5.4.3 *Auswahl eines geeigneten Motors*

Schon bei der Verarbeitung von Granulat zeigte sich, dass die besten Ergebnisse bei geringen Schneckendrehzahlen erreicht werden. Der durch die langsame Schneckendrehzahl induzierte hohe Füllgrad der Schnecken und die bei Flakes hohe Schmelzviskosität führt zu sehr hohen benötigten Drehmomenten und damit zu einer sehr hohen Stromaufnahme des Motors. Dies beeinträchtigt den wirtschaftlichen Betrieb einer solchen Maschine (hoher Strombedarf).

Eine Möglichkeit, die Stromaufnahme des Motors zu minimieren, ist die Reduzierung der maximalen Schneckendrehzahl durch eine andere Untersetzung des Getriebes. Für die Verarbeitung von ungetrocknetem PET wird nicht die volle Schneckendrehzahl von 300 upm benötigt, sondern maximal eine Drehzahl von 175 upm. Daher konnte ein kleinerer Motor mit der Hälfte der Leistung eingesetzt werden, der durch eine zusätzliche Untersetzung die Schneckendrehzahl auf die o.g. Drehzahl reduziert.

Die Untersetzung wurde mit einem Riementrieb geschaffen, da dies die günstigste Lösung darstellte. Für die spätere industrielle Nutzung der Technologie kann ein Getriebe ausgewählt werden, welches die entsprechend geringe Abtriebsdrehzahl liefert.

Durch den Einsatz der Untersetzung konnte die Stromaufnahme des Motors wie gewünscht unter Beibehaltung des vollen (Schnecken-) Drehmomentes auf die Hälfte reduziert werden.

Eine andere Möglichkeit, die hohe Motorleistungen zu reduzieren, ist die Vergrößerung der Kanaltiefen der Schnecken. Dadurch wird bei gleichem Durchsatz pro Schnecken-gang ein geringeres Schmelzevolumen transportiert, so dass die Reibung zwischen Schmelze und Zylinder/Schnecken verringert wird (= geringere Motorleistung) und zudem das Oberflächen-Volumen-Verhältnis in Richtung zu einer größeren Oberfläche verschoben wird (= höhere Entgasungsleistung).

6.6 Simulation der Ergebnisse der Versuche auf RZE 43 und 85

Zusätzlich zu den Simulationsrechnungen am IKV wurde mit der bei Reifenhäuser vorhandenen Simulationssoftware (Sigma 4.6, KTP Uni Paderborn) versucht, die Versuchsergebnisse nachzustellen. Dabei stellte sich heraus, dass die Nachbildung des Prozesses aufgrund der komplizierten Vorgänge im Extruder nicht möglich ist. Während der Extrusion von ungetrocknetem PET entsteht durch die eingeschleppte Feuchte zuerst eine Degradation des Polymers, und anschließend durch die Entgasung eine Aufkondensation. Mit diesen Vorgängen gehen starke Viskositätsänderungen im Extruder einher. Aufgrund der einfachen linearen Algorithmen, mit denen das Simulationsprogramm rechnet, konnten keine der Realität entsprechenden Resultate erzielt werden.

6.7 Zusammenfassung Anlagenkonfiguration 3 (RZE 85)

Modifikationen des Anlagenaufbaus ergaben sich aus der Forderung eines hohen Drucks vor Schneckenspitze. Durch die teilweise starke Kontamination der PET-Flakes durch Fremdkörper (Staub, andere Polymere, metallische Partikel, teilw. Additive) verschmutzen die Siebe sehr schnell. Um die Siebwechselintervalle in erträglichen Grenzen zu halten, muss ein entsprechend hoher Druckverlust über dem Siebwechsler gewährleistet werden. Der zur Überwindung dieses Druckverlustes erforderliche Druck vor Schneckenspitze kann von einem Reitruder nicht aufgebracht werden. Als Lösung wurde eine Schmelzepumpe (Boosterpumpe) zwischen Reitruder und Siebwechsler implementiert. Zusätzlich wurde die Zylindergeometrie angepasst, die erste Entgasungsöffnung wurde um 4D nach hinten verschoben (längere Druckaufbauzone).

Sowohl PET-Granulat (Neuware) als auch PET-Flakes und –Agglomerat (jeweils aus PET-Flaschen) konnten mit der ermittelten Schnecken- und Zylindergeometrie verarbeitet werden. Alle Rohstoffe wurden dem Extruder dabei ungetrocknet zugeführt.

Die Auswertung der IV-Messungen ergab, dass für unterschiedliche PET-Flakes (unterschiedliche Qualitäten) mit einem unterschiedlichen IV-Abbau zu rechnen ist. Je stärker die PET-Flakes kontaminiert sind, desto höher ist der IV-Abbau. Bei der Verarbeitung von PET-Flakes mit einer hohen Reinheit (geringe Kontamination durch Fremdstoffe und –partikel) wurden bei optimaler Einstellung der Prozessparameter Werte für den IV-Abbau von < 3 – 6 % erreicht.

Während der Versuche hat sich gezeigt, dass bei hohen Masseströmen eine sehr hohe Motor- und Entgasungsleistung benötigt wird. Von den beiden Möglichkeiten, die hohe Motorleistungen zu reduzieren (Getriebeuntersetzung, Vergrößerung des Schneckenolumens), wurde die Vergrößerung der Getriebeuntersetzung gewählt. Dadurch konnte die Stromaufnahme des Motors auf die Hälfte gesenkt werden.

Der Forderung nach einer hohen Entgasungsleistung (Vakuum < 3-5 mbar) wurde durch die Auswahl ausreichend großer Vakuumpumpen nachgekommen. Insgesamt zeigten die Versuche gute bis sehr gute Ergebnisse hinsichtlich eines geringen IV-Abbaus und einer guten bis sehr guten Schmelzeshomogenität. Die Verarbeitung von nicht vorgetrockneten PET-Flakes und PET-Granulat auf einem Doppelschneckenextruder der Baureihe RZE 85-41D ist mit der vorhandenen Schnecken- und Zylindergeometrie möglich.

Nach zahlreichen Versuchen mit unterschiedlichen Schneckengeometrien, Vakuumpositionen und Prozessparametern der gesamten Versuchsanlage (Extrusion, Bandkühlung, Verstreckung, Fixierung und Aufwicklung) gelang es, auf der Laboranlage des Kooperationspartner Motech hochwertiges Verpackungsband aus ungetrockneten PET-Flakes herzustellen.

6.8 Anlagenkonfiguration 4 (RZE 110)

Im nächsten Schritt wurden Versuchsreihen zur Optimierung eines gleichlaufenden Doppelschneckenextruders RZE 110-41D durchgeführt. Dieser Extruder wurde auch in den scale-up-Versuchen beim (nicht geförderten) Entwicklungspartner Teufelberger in Wels/Österreich eingesetzt.

Bei der Optimierung wurden verschiedene Schneckengeometrien unter Einsatz von Zahnscheiben getestet. Diese sollten die Schmelze vor als auch nach der Entgasung erneut durchmischen, ohne dabei die Massetemperatur zu beeinträchtigen. Die Positionierung der Zahnscheiben in die unmittelbare Nähe der Entgasungen erfordert die Entwicklung von Distanzscheiben in konischer Form. Hiermit konnte dann der direkte Anschluss an tiefgeschnittene Fördererlemente ermöglicht werden. Der gemessene IV-Abbau der Versuchsreihe mit ungetrockneten PET-Flakes lag bei 3 – 5%.

Weitere Überlegungen zielten auf die Verbesserung der Entgasung ab:

- Einrichtung einer atmosphärischen Entlüftungszone vor dem eigentlichen Aufschmelzbereich um die Feuchtigkeit noch früher zu evakuieren.
- Entgasungsstutzen mit Doppelschlitze, Zugriff auf beide Schnecken.
- Einrichtung einer dritten Vakuumzone durch Verkürzen des Austragsbereiches.
- Einrichtung einer dritten Vakuumzone durch Verlängerung der gesamten Verfahrenseinheit.

Basierend auf den Versuchen und Ergebnissen der RZE 85 wurde eine gleichläufige Doppelschnecke RZE 110 entwickelt, welche beim Kooperationspartner Motech optimiert wurde:

- Die zunächst gewählte Schneckensteckung zeigte ein schwächeres, nicht ausreichendes Aufschmelzverhalten im Vergleich zur kleineren Maschine, bei entsprechenden Durchsätzen. Bei geringeren Durchsätzen und Füllgraden konnte das Vakuum nicht gehalten werden. Es wurde deutlich, dass ein direktes upscaling von der 85er zur 110er Maschine nicht ohne weiteres möglich ist.
- Eine neue Steckung wurde im Aufschmelzbereich um einen mehrgängigen Knetter ergänzt. Das Aufschmelzverhalten war nach dieser Modifizierung zufriedenstellend, jedoch konnten beim Austritt der Schmelze Luftblasen erkannt werden, die nicht nur auf das Expandieren der Schmelze nach Passieren der Drossel zurückzuführen waren.
- Die Schnecke wurde erneut verändert, so dass die Schmelze vor und nach der Entgasung erneut aufgerissen wird um neue Oberflächen für die Entgasung zu erzeugen. Hierbei wurde die Steckung mit mehreren Zahnscheiben versehen. Die Positionierung erfolgte unmittelbar vor und nach der Entgasung, wozu speziell gefertigte, konische Distanzscheiben notwendig waren. Eine Blasenbildung trat danach nur noch sehr vereinzelt auf, deutlich verbessert zur Steckung zuvor.

Der später gemessene iV-Abbau lag zwischen 3 und 5% bei einem Durchsatz von 650 kg/h. Der Extruder wurde mit dieser Steckung für Feldversuche bei der Fa. Teufelberger aufgebaut, auf der Verpackungsband mit einem 8-fach Spinnkopf hergestellt wurde.

Erste Feldversuche auf der vollständigen Anlage ergaben qualitativ befriedigende Ergebnisse, d.h. spleißfrei, bis zu einem Durchsatz von nur 250 kg/h. Bei diesem Durchsatz war eine starke Dampfbildung aus dem Einfülltrichter zu beobachten, die dann bei höherem Ausstoß nachließ und schließlich vollständig verschwand. Hieraus wurde geschlossen, dass die vollständige Oberflächenfeuchtigkeit der Flakes in den Extruder eingezogen wird und keine Chance mehr hat zu entweichen. Eine Messung der Eingangsfeuchtigkeit der Flakes war zu diesem Zeitpunkt nicht möglich, es wurde jedoch ein sehr hoher Wert vermutet, zumal das Material direkt aus den winterlich kalten Außensilos in die Maschine gefördert wurde.

Bei 650 kg/h konnten erneut blasenartige Einschlüsse in der Schmelze erkannt werden. Der iV-Abbau lag bei 22-25%.

Resultierend aus der Beobachtung des Abdampfens wurde mit einer anderen Steckung nun versucht die Feuchtigkeit so rechtzeitig wie möglich zu evakuieren. Die Schmelze war optisch einwandfrei. Die Produktion verlief spleißfrei bis zu einem Ausstoß von 500 kg/h. Der iV- Abbau konnte auf nun 10-13% gesenkt werden, war jedoch noch nicht zufriedenstellend.

Eine weitere Optimierung der Schnecke weist im Bereich vor der Entlüftung ein deutlich schwächeres Knetelement auf, da die Anschmelzwirkung zuvor zu stark gewesen ist und auch hierbei die Feuchtigkeit vor der Entlüftung in das Material eingearbeitet wurde. Das jetzige Element bewirkt nur noch ein Agglomerieren der PET-Flakes, die Entlüftungswirkung konnte verbessert werden. Durch Änderung der Knetelemente konnte auch die Scherbelastung der Schmelze gesenkt werden. Der iV-Abbau bei einem Ausstoß von 650 kg/h liegt nur noch zwischen 10-11 %.

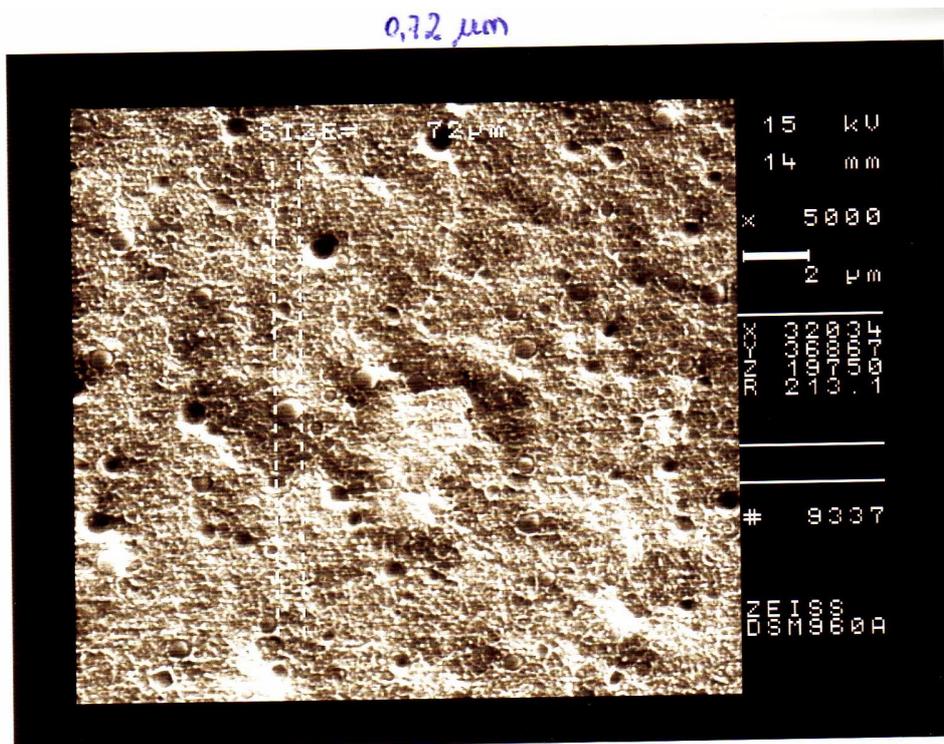
6.9 Versuche mit PET/PA-Gemischen

Die Teilaufgabe des IKV in diesem Forschungsvorhaben bestand in der Kompatibilisierung oder Verträglichkeitsverbesserung der beiden inkompatiblen Materialien PET und PA. Die Untersuchungen zum Einfluss der zur Verbesserung der Phasenhaftung eingesetzten Materialien verdeutlichten die Schwierigkeit einer Kompatibilisierung bzw. Verträglichkeit. Der Einsatz der Verträglichkeitsvermittler auf Basis einer physikalischen Haftung führte bei dem stark unverträglichen System PET/PA zu keiner wesentlichen Steigerung der mechanischen Eigenschaften.

Die Betrachtung der morphologischen Strukturen wies auf schlechte Homogenitäten und grobe Partikelgrößen hin. Die PA-Anteile bilden in der PET-Matrix größere Cluster, die dann bei der Verstreckung zu Abrissen führen.

Das am IKV untersuchte Vestamer führte zwar zu einer feineren Verteilung des PA im PET, aber bewirkte auf der anderen Seite verstärkt Schwankungen in der Partikelgröße. Auch hier kommt es in der Folge zu Abrissen entlang der größten Partikel.

Auch die parallel bei Motech durchgeführten Versuche mit diverse Additiven als Couple Agent waren leider nicht erfolgreich. Die PA-Anteile im Schmelzegemisch reagieren erheblich schneller mit der Couplern wie die PET-Anteile. Dies führt zu einer verstärkten Clusterbildung von PA. Beim Verstrecken erfolgt der Bandabriss entlang dieser großen Cluster.



3a2

Abb. 8: PA-Cluster (siehe schwarze Punkte) in PET-Matrix

Die weiteren Versuche haben sich dann darauf konzentriert, durch Modifizierung der Schneckengeometrie eine maximale Mischung der Materialien zu erreichen. Damit soll eine Anhäufung von PA-Anteilen, die dann zu einer Clusterbildung führt, vermieden werden.

Versuche auf der 85 mm Maschine haben zunächst zu keinem Erfolg geführt (ungünstiges Volumen/Durchmesser Verhältnis bzw. Volumen/Oberflächenverhältnis). Aus diesem Grunde musste wieder auf die 43 mm Anlage zurückgegangen werden.

Dabei wurde zunächst ein Gemisch aus 98 % PET und 2 % PA auf der Doppelschnecke zu PET Verpackungsband verarbeitet. Allerdings konnte im Verstreckungsprozess das Band zunächst nur mit einer Verstreckung von 1 : 4 verstreckt werden (normal ist 1: 5,8). Daraus resultierte lediglich eine Festigkeit von 300 N/mm² gegenüber 450 N/mm² von reinem PET.

Weitere Versuche mit in mehreren Stufen optimierter Schneckengeometrie, Entgasung und Verfahrensparameter führten sukzessive zu weiteren Verbesserungen hinsichtlich der Bandqualität. Durch den Einsatz vieler Knet- und Mischelemente in der Schnecke gelang zwischenzeitlich eine derart gute Dispersion des PA in der PET-Matrix, dass auch aus Multilayer-Flakes auf der Laboranlage mit der 43 mm Doppelschnecke hochwertiges Verpackungsband ohne Spleiß hergestellt werden konnte.

Auf der 43 mm Doppelschnecke ist es dem Kooperationspartner Motech auch gelungen, ein Gemisch aus bis zu 30% PA und 70% PET zu produzieren. Das Band konnte

mit einem Verstreckungsverhältnis von 1:6 verstreckt werden. Dies ist das gleiche Verstreckungsverhältnis wie bei 100% PET Flakes. Auch die Festigkeit des PET/PA-Gemisches liegt mit 450 N/mm^2 in der gleichen Größenordnung wie bei 100% PET-Flakes.

Das PET/PA-Gemisch wies allerdings zunächst einen extremen Spleiß auf. Mit Spleiß wird die Querfestigkeit des Bandes bezeichnet. Spleiß entsteht durch folgende Faktoren:

- zu hoher Viskositätsabbau,
- zu geringe Molekülkettenlänge,
- zu hohe Kristallisation,
- zu grobe Kristallstruktur.

Auch hier liegen weitere Optimierungsideen vor, wie der Spleiß in der Zukunft unterdrückt werden kann.

6.10 Zusammenfassung der Erkenntnisse

PET-Flakes ohne PA-Verunreinigung können mit der neuen Technologie im Labor- und Produktionsmaßstab zu Verpackungsband verarbeitet werden (Eingangsfuchte bis 0,5%; darüber ist noch einfache Vortrocknung notwendig, um die Fuchte auf unter 0,5 % zu reduzieren.

PET/PA-Flakes können mit dem neuen Direktextrusionsverfahren auf der Laboranlage (43 mm Doppelschnecke) ebenfalls zu Verpackungsband verarbeitet werden. Es werden zwischenzeitlich annähernd so hohe Festigkeiten wie beim Band aus PET-Flakes erreicht. Der Scale-up auf den Produktionsmaßstab ist noch nicht gelungen, wird jedoch mit vielversprechenden Ansätzen weiterverfolgt.

Die Technologie, um aus ungetrockneten PET-Flakes und aus PET/PA-Gemischen Verpackungsband auf einer Doppelschnecke herzustellen, wurde vom Kooperationspartner Motech weltweit zum Patent angemeldet (EP1440783A1: Verfahren zur Herstellung eines Verpackungsbandes; Veröffentlichungsdatum 28.07.2004).

7 Voraussichtlicher Nutzen/Verwertbarkeit der Ergebnisse

7.1 Wirtschaftliche Erfolgsaussichten, wissenschaftliche und/oder technische Erfolgsaussichten

Im Rahmen des Vorhabens wurde eine Technologie zur Herstellung von hochwertigem Verpackungsband entwickelt, die im Vergleich zum Stand der Technik folgende Vorteile aufweist:

- Ausgangsmaterial ist Sekundär-PET und Sekundär-PET/PA in Form von Flakes, welches energetisch hochwertiges granuliertes und teureres Primär-PET bzw. aufkondensiertes Sekundär-PET ersetzt.
- Der Einsatz von Einschicht- und Mehrschicht-Flaschen ohne hohen Anspruch an die Reinheit (Sortenreinheit und Verschmutzung) ist möglich.
- Das gesammelte Material wird nur grob gereinigt, bevor es zu sog. Flakes vermahlen wird.
- Die Flakes werden nicht über den Zwischenschritt der Granulatherstellung für die Verpackungsbandherstellung eingesetzt, sondern direkt dem Herstellungsprozess zugeführt.
- Separate Verfahren zur Vortrocknung entfallen bis zu einer Eingangsfeuchte von 0,5%. Bei einer Feuchtigkeit über 0,5% ist eine einfache Vortrocknung (Verweilzeit ca. 20 Minuten gegenüber 10 Stunden bei der Einschnecke) notwendig, um die Feuchte auf unter 0,5% zu reduzieren.
- Separate Verfahren zur Aufkondensation vor der Extrusion (Festkörperkondensation) entfallen.
- Damit ergibt sich bei einer Produktionsanlage ein Energieeinsparungspotential von ca. 150.000.-- € pro Jahr (entsprechend ca. 1.400.000 kWh) bei vergleichbaren Investitionskosten (d.h. Größenordnung Einschneckenextruder zzgl. Kristallisations- und Trockner vergleichbar mit der neuen Doppelschneckentechnologie; ggf. anfallende Mehrkosten werden aufgrund des Energieeinsparungspotentials in 1 bis 2 Jahren kompensiert)

Die erfolgreiche Umsetzung des Vorhabens führt somit zu zahlreichen umweltentlastenden Effekten:

- Verzicht auf aufwändiges, sortenreines Sortieren, das mit hohem Aufwand verbunden ist. Dadurch werden zusätzliche Umweltbelastungen durch diversifizierte Transportwege vermieden. Die vorliegenden Stoff-Ströme bzw. Abfall-Ströme können weiterhin genutzt werden.
- Geringerer Energiebedarf als bei der Stahlbandherstellung
- Schließen von Kreisläufen: Umsetzung eines wirtschaftlichen Recyclingprozesses, der eine Mehrfachnutzung des Kunststoffes für gleichwertige Produkte oder Endprodukte mit ähnlich hohen Anforderungen an die Materialeigenschaften er-

möglichst und dabei in der Größenordnung vergleichbare Mengenbilanzen aufweist (jährlich mehrere 100.000 Tonnen)

- Ressourceneinsparung: Der massiv wachsende PET-Bedarf erweist sich als problematisch, da vermutlich nicht im gleichen Maße die Produktion von PET Originalware steigt. Die materielle Wiederverarbeitung, zu der sich gerade PET sehr gut eignet, bietet in diesem Anwendungsfall ein enormes Potenzial an Ressourceneinsparung.
- Verlängerung von Nutzungszyklen: Durch die Verwendung von postconsumer Flaschen-PET für Verpackungsband wird hochwertiges Ausgangsmaterial wieder im Verpackungsbereich verwendet, wo die spezifischen Materialeigenschaften (u.a. Stoßelastizität und Zugfestigkeit) durch verfahrenstechnische Modifikationen, wie die Kombination von reaktiver Extrusion und Schmelzeentgasung, gezielt genutzt bzw. sogar verbessert werden. Somit wird nicht nur eine Verlängerung des Nutzungszyklus durch den Wiedereinsatz als Verpackungsband erreicht, sondern auch ein Recyclingprodukt mit hochwertigen Eigenschaften hergestellt.
- Abfallreduktion: Da es sich hier um das Recycling von PA/PET post-consumer Flaschenware handelt, kann durch die vollständige Verwendung der Flaschenabfälle eine erhebliche Abfallreduzierung erzielt werden. Das erneute Recycling von gebrauchten Bändern durch denselben Prozess ist möglich und bietet deshalb ebenfalls Potenzial für eine Abfallvermeidung, da das recycelte Material im Kreislauf geführt werden kann.
- Abwasserreduktion und Ersatz umweltschädlicher Einsatzstoffe: Da im Gegensatz zum "bottle-to-bottle-Prozess" oder "food-to-food-Recycling" Verpackungsband nicht mit Lebensmitteln in Berührung kommt, kann auf aufwendige Reinigungsprozesse verzichtet werden. Aufwändige Wasch- und Reinigungsprozesse mit hohem Verbrauch an chemischen Additiven und Frischwasser entfallen und können durch einfache Reinigung aus der Schmelze während der Extrusion z.B. mit Filtersystemen oder mittels Schmelzeentgasung kosten- und zeitsparend substituiert werden.

Diese wirtschaftlichen, ökologischen und technischen Vorteile der neuen Verfahrenstechnologie sind eine wichtige Voraussetzung für die Erschließung eines stark wachsenden Marktes. Der Verbrauch von Verpackungsband aus PET teilte sich im Jahr 2000 wie folgt auf:

- Europa ca. 60.000 Tonnen
- USA ca. 100.000 Tonnen
- Asien ca. 30.000 Tonnen

Im Jahr 2000 wurden in Europa ca. 500.000 Tonnen Stahlverpackungsband hergestellt, die bis zum Jahre 2010 teilweise durch PET-Verpackungsband substituiert werden.

In den USA wird Verpackungsband hauptsächlich aus PET-Granulat hergestellt, in Europa geht man seit ca. 3-4 Jahren vom PET-Granulat weg und setzt mehr und mehr PET-Flakes aus Flaschenabfällen ein.

Aufgrund technischer Vorteile und einem günstigeren Preis wird Stahlverpackungsband mehr und mehr durch PET-Verpackungsband ersetzt. Diese Entwicklung wird momentan durch die Stahlknappheit beschleunigt.

Es ist davon auszugehen, dass sich die Märkte bis zum Jahr 2010 wie folgt entwickeln:

- Europa ca. 200.000 Tonnen
- USA ca. 150.000 Tonnen
- Asien ca. 80.000 Tonnen

Der Einsatz von PET- bzw. PET/PA-Flaschen liegt mengenmäßig etwas darüber. Die Multilayer Flasche wird inzwischen auch verstärkt in Deutschland eingesetzt, zum Beispiel bei Granini und bei Holsten Bier (Aldi, Lidl). In benachbarten Ländern wie z.B. Holland und Belgien sind Multilayer-Flaschen schon seit längerem im Einsatz. Der Anteil an Multilayer-Flaschen nimmt tendenziell zu.

Mit diesem Hintergrund liegt das heute prognostizierte Marktvolumen in den nächsten 10 Jahren bei ca. 100 Produktionsanlagen weltweit. Dabei streben die Kooperationspartner Motech und Reifenhäuser die Marktführerschaft an.

Seit Abschluss des Vorhabens wurden bereits mehrere Extruder für die Direktextrusion von PET-Flaschenflakes zu Verpackungsband beauftragt und zum Teil in Betrieb genommen (Installationen in Europa, USA und Vorderasien). Diese Entwicklung hat bei der Fa. Reifenhäuser bereits zu mehreren Neuanstellungen geführt.

7.2 Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit

Die Doppelschnecke bietet gegenüber der Einschnecke erhebliche Vorteile. Aus diesem Grund macht die Weiterentwicklung wirtschaftlichen Sinn.

Optimierungen, die mit dem Vorhaben in unmittelbarem Zusammenhang liegen beziehen sich auf die Modifikation der Doppelschnecke im Einzugsbereich, damit auch Materialien mit einer Feuchte von 1% ganz ohne Vortrocknung verarbeitet werden können. Darüber hinaus soll durch Schneckenmodifikation auch bei großen Durchsätzen eine optimale feine Verteilung des PA im PET erreicht werden, um PET/PA-Multilayer-Flakes zu hochwertigem Verpackungsband im großtechnischem Maßstab herstellen zu können.

Eine von Reifenhäuser bereits umgesetzte Übertragung auf andere Anwendungen ist der Einsatz der neuen Extrusionstechnologie für die Herstellung von Tiefziehfolien. Das

Besondere auch an dieser Anlage ist die Extrusion des PET-Flaschen-Rezyklats ohne Vortrocknung (erhebliche Einsparung an Energiekosten) durch die Doppelschnecken-Extruder des Typs Reitruder bei minimalem IV-Abbau. Auf der Anlage werden 3-schichtige hochtransparente Folien produziert, z.B. Blister-Folien für Lebensmittel-Verpackung und technische Anwendungen. Konkrete Kundenanfragen liegen diesbezüglich bereits vor. Hierdurch ergibt sich in der Zukunft ein zusätzliches Potential im Bereich von jährlich 5 bis 10 Tiefziehfolienanlagen.

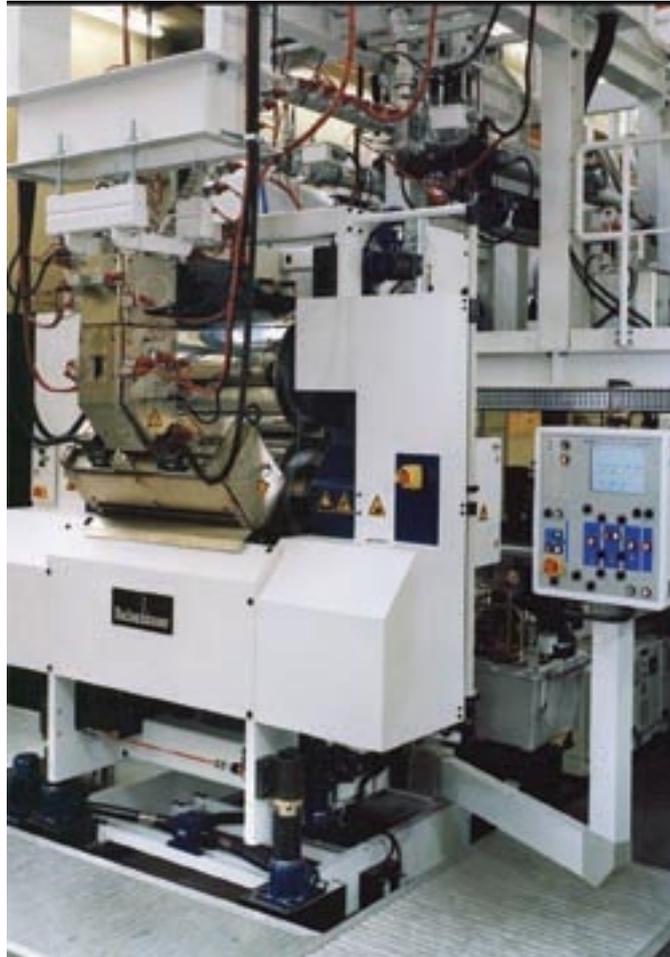


Abb. 9: Detail einer Tiefziehfolienanlage zur Herstellung von PET-Folien mit 3-Schicht-Coextrusionsadapter

Ein weiterer, noch zu untersuchender Anwendungsbereich liegt in der Herstellung von qualitativ hochwertigem Spinnvlies aus PET-Flaschen-Rezyklat mit der neuen Extrusionstechnologie. Die dabei zu untersuchende Prozesskette besteht aus den Schritten Filamentherstellung durch Extrusion, Vlieslegung und Vliesverfestigung. Anwendungsfelder sind z.B. PET Spinnvlies für Dachunterspannungen oder Dachbeläge. Für diese Anwendung müssen jedoch noch umfangreiche Prozessuntersuchungen durchgeführt werden.



PET Spinnvlies für Dachbeläge



PET Spinnvlies für Dachunterspannungen

Abb. 10: Beispielanwendungen für Spinnvlies aus PET

8 Ergebnisse Dritter

Während der Projektlaufzeit sind keine Erkenntnisse Dritter bekannt geworden, welche die Ziele des Vorhabens in Frage stellen oder eine Ergebnisvermarktung gefährden können.

Als wichtiges Ergebnis projektbegleitend durchgeführter Recherchen kann festgestellt werden, dass es derzeit noch keinen Maschinenhersteller gibt, der eine serienreife Technologie zur Verarbeitung von PET und PA (allein oder als Mischung) ohne Vortrocknung zur Herstellung von Verpackungsbändern entwickelt hat. Es gibt allerdings Maschinenhersteller, die seit einiger Zeit Anlagen zur Verarbeitung von PET ohne Vortrocknung anbieten, überwiegen zur Herstellung von Tiefziehfolien.

Weiterhin wurde festgestellt, dass sog. coupling-agents am Markt eingeführt / vorgestellt wurden, die es ermöglichen sollen, ein homogenes Blend aus den beiden unverträglichen Polymeren PET und PA herzustellen. Hierzu wurden Versuche am IKV und bei der Fa. Motech durchgeführt, die jedoch nicht erfolgreich waren. Die PA-Anteile im Schmelzegemisch reagieren erheblich schneller mit der Couplern wie die PET-Anteile. Dies führt zu einer verstärkten Clusterbildung von PA. Beim Verstrecken erfolgt der Bandabriss entlang dieser großen Cluster.

Bei Recherchen ist man auf Patente zum Thema „Verarbeitung von nicht vorgetrocknetem PET“ (EP 1226922A1) gestoßen. Diese Patent war laut Auffassung des Patentanwaltes der Fa. Motech unkritisch, da es einerseits auf die bereits bekannten Forschungsergebnisse des IKV aufbaut und sich darüber hinaus nicht spezifisch auf die

Herstellung von Verpackungsbändern bezieht. Mit diesem Hintergrund hat die Fa. Motech die Technologie zur Herstellung von Verpackungsband ohne Vortrockner und Kristallisator zum Patent angemeldet.

Alternative Lösungen zur Herstellung von Verpackungsband aus PET- und PET/PA-Flakes, welche vergleichbare Vorteile gegenüber dem bisherigen Stand der Technik aufweisen, sind ebenfalls nicht bekannt.

9 Veröffentlichung der Ergebnisse

Die Verbreitung der Projektergebnisse soll auf einschlägigen Messen und Fachtagungen, sowie in Fachpublikationen erfolgen.

Eine erste Vorstellung der Projektergebnisse fand durch den Kooperationspartner Motech bereits auf der K'2004 in Düsseldorf (Oktober 2004) statt.

Auf derselben Messe präsentierte Reifenhäuser die neue Extrusionstechnologie zur Verarbeitung von PET-Flaschen-Rezyklat ohne Vortrocknung für die Herstellung von Tiefziehfolien. Hierzu wurde ein Shuttle-Service eingerichtet, der die interessierten Fachbesucher von Düsseldorf nach Troisdorf gebracht hat. Dort wurde die Direktextrusion am Beispiel mehrschichtiger Tiefziehfolien (Stützschiicht aus PET-Flakes und Glanzschicht aus Primär-PET) unter Produktionsbedingungen demonstriert.

Die nächste Vorstellung der neuen Verpackungsbandtechnologie ist von Motech auf der interpack (Düsseldorf, April 2005) vorgesehen.

Troisdorf, den 18.02.2005

Ort, Datum

Unterschrift + Firmenstempel