

Dr. H. JANESCHITZ - KRIEGL, Centraal Laboratorium T. N. O., Delft, Niederlande

# Einige Betrachtungen über die Grundlagen des Strangpressens von Polymeren\*

Herrn Professor Dr. H. C. Brinkman zum Gedenken

DK 678.7:678.027.7

## Einleitung

Auf Anregung von H. C. Brinkman wurde vor einigen Jahren im Centraal Laboratorium T.N.O. eine Arbeitsgruppe zur Untersuchung der Grundlagen des Extrudierens geschaffen. Im folgenden werden einige Resultate zusammengefaßt, die von dieser Arbeitsgruppe erhalten wurden.

Drei wichtige Probleme wurden getrennt untersucht, nämlich die Förmung in Kapillaren, die isotherme Arbeitsweise der Schnecke und die Wärmeübertragung. In der vorliegenden Arbeit wird auf die Untersuchung des dritten Problems besonderer Nachdruck gelegt. Außerdem wird eine Beschreibung der Temperaturerhöhung gegeben, die als Folge der inneren Reibung auftritt. Eine Methode zur Messung und Regelung dieser Temperaturerhöhung wird dargelegt.

Die einschlägige Literatur wird nur zitiert, wenn sie in direktem Zusammenhang mit den mitgeteilten Untersuchungen steht.

## 1. Das Fließen der polymeren Schmelze in einer Kapillare

Für die Untersuchung des Fließens durch Kapillaren werden im allgemeinen zylindrische Kapillaren verwendet, deren Länge im Vergleich zum Durchmesser relativ klein gewählt wird (vgl. E. B. Bagley [1]). Einlaufeffekte, die bei solchen Kapillaren nicht vernachlässigt werden können, sind zu eliminieren, indem Messungen an Kapillaren mit verschiedenem Verhältnis von Länge zu Durchmesser kombiniert werden. Ein überraschendes Resultat derartiger Experimente ist, daß offenkundig auch dann, wenn nur sehr kurze Kapillaren verwendet werden, für Polyäthylen stationäre Fließeigenschaften ermittelt werden. Zur Prüfung dieses Ergebnisses schien es wünschenswert, Druckmessungen entlang der Kapillaren auszuführen. Wenn — abgesehen von einer äußerst kurzen Einlaufstrecke — die Fließeigenschaften in der Kapillare stationär sind, erwartet man, daß der Druck linear mit dem Abstand von der Einlaufstelle abnimmt.

Ein Viscosimeter wurde entwickelt, das für die Bestimmung von Drucken in der Kapillare geeignet ist. Es enthält eine Schlitz-Kapillare. Diese Bezeichnung wurde für eine Kapillare gewählt, die einen rechteckigen Querschnitt besitzt, dessen eine Rechteckseite groß gegenüber der anderen ist. Mehrere elektrische Druckgeber werden mit ihren Endflächen in die flache

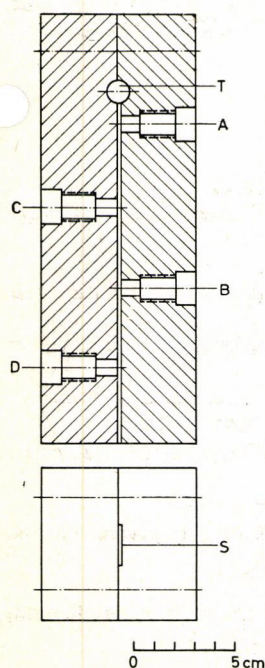


Bild 1. Schlitzviscosimeter, Querschnitt und Ansicht von unten

T = horizontaler Tunnel

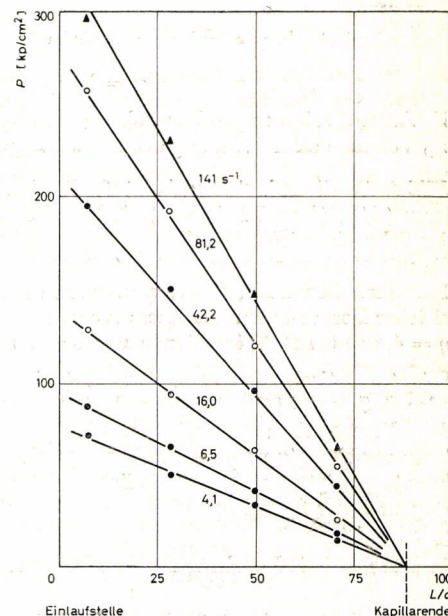
A, B, C, D = Bohrungen mit Gewinde zum Einschrauben der Druckgeber, S = Austrittsöffnung des Schlitzes

Kapillarwand eingepaßt, die der langen Rechteckseite des Querschnittes entspricht (siehe Bild 1).

Besonders überzeugend ist das in Bild 2 gezeigte Resultat. Ein praktisch linearer Druckabfall entlang der Kapillaren wurde bei allen angewendeten Geschwindigkeitsgefällen erhalten. Bild 2 gibt die Ergebnisse für Marlex 5003 TR 212 (mit Rußgehalt) bei 180 °C wieder. Das Kapillarende übte keinen Einfluß aus. Einlaufeffekte wurden noch nicht genauer untersucht. Ein merklicher Einfluß des hydro-

Bild 2.

Druckabfall im Inneren der Schlitzkapillare für Marlex 5003 TR 212 mit Rußgehalt als Funktion des reduzierten Abstandes vom Einlauf, für die angegebenen Schergefälle. L = Abstand vom Einlauf, d = Schlitzweite



statischen Druckes auf die Fließeigenschaften würde in konkaven Kurven zum Ausdruck kommen, da zu erwarten ist, daß die Viscositäten bei höheren Drucken größere Werte besitzen (vgl. [2]).

## 2. Isotherme Arbeitsweise der Schnecke

Der für diese Untersuchung verwendete Extruder ist in Bild 3<sup>1)</sup> dargestellt. Die Ausstoßzone der Schnecke, in der sich die Dimensionen des Schneckenganges in axialer Richtung nicht ändern, ist mit M angegeben. In der Zylinderwand befindet sich eine große Öffnung. Auf diese Weise wird der Einfluß der Umwandlungszone der Schnecke auf den Polymertransport im effektiven Teil der Ausstoßzone, der mit E angedeutet ist, ausgeschaltet (vgl. B. H. Maddock [3]). Im Spritzkopf wurden Kapillaren mit verschiedenem Verhältnis von Länge zu Durchmesser (L/D) verwendet. Außerdem wurden elektrische Heizelemente oder Thermostاتمäntel H (für die Zirkulation einer Wärmeübertragungsflüssigkeit) angebracht. Die

\* Übersetzung des vor dem 4. Internationalen Kongreß über Rheologie, Brown University, Providence, R.I., 1963, gehaltenen Vortrages „Some fundamental aspects of polymer extrusion“. Dem Verlag John Wiley & Sons, New York, sei für die Erlaubnis zum Abdruck der deutschen Fassung dieser Arbeit gedankt.

<sup>1)</sup> Schneckenpresse U.P.30 der Maschinenfabrik Paul Troester, Hannover.

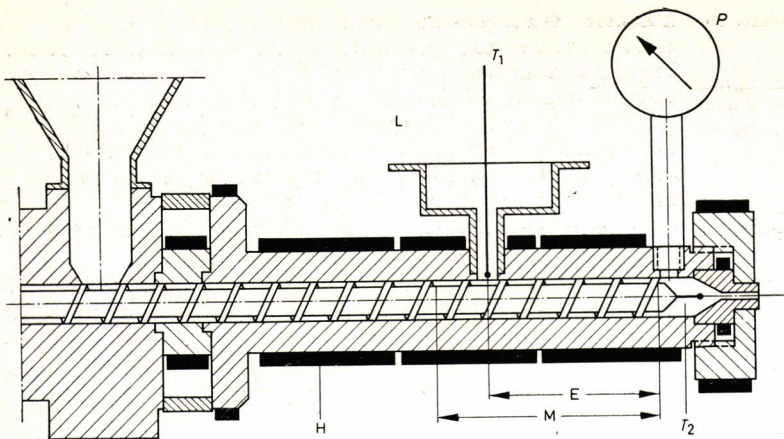


Bild 3. Troester Extruder U. P. 30, für die Untersuchung der Arbeitsweise der Ausstoßzone angepaßt

M = Ausstoßzone der Schnecke, H = Heizelemente oder Thermostatmäntel, L = Gefäß zum Sammeln der aus der seitlichen Öffnung ausströmenden polymeren Schmelze, E = effektiver Teil der Ausstoßzone, P = Manometer,  $T_1$ ,  $T_2$  = Thermoelemente. Dimensionen der eingängigen Rechtsschraube (Schnecke) in der Ausstoßzone: äußerer Durchmesser = 30 mm, Ganghöhe = 30 mm, Breite des Gewindesteges (axial) = 3 mm, Gangtiefe = 1,85 mm. Die Länge der Ausstoßzone ist gleich sechsmal dem Durchmesser. Die Länge der effektiven Ausstoßzone war 135 mm

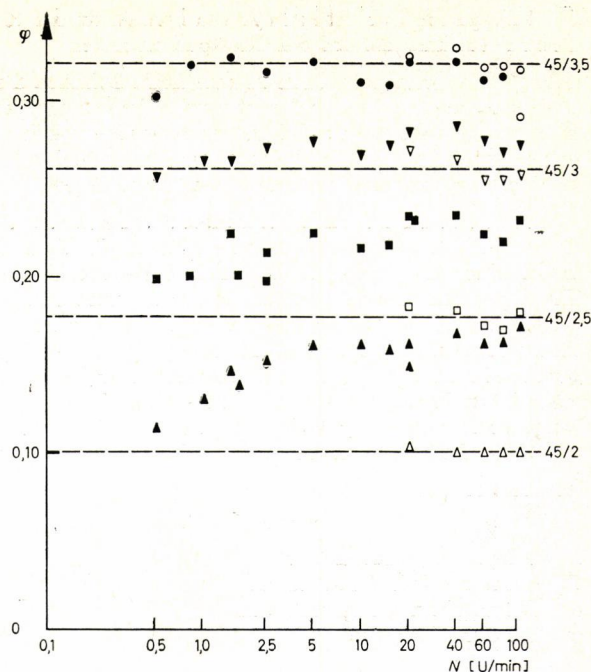


Bild 4. Das reduzierte Ausstoßvolumen  $\varphi$  als Funktion der Umdrehungszahl  $N$  der Schnecke für verschiedene Kapillaren im Spritzkopf. Die Kapillaren werden durch ihr Länge-Durchmesser-Verhältnis in mm/mm charakterisiert. Offene Zeichen: Meßergebnisse mit dem Newton'schen Öl (Talona 30, 5h bei 20 °C. Geschlossene Zeichen derselben Form: Resultate für Alkathene WJG 11 bei 180 °C

Schmelztemperaturen wurden bei  $T_1$  und  $T_2$  ermittelt. Die Einstellung der Temperaturen in den verschiedenen Maschinenteilen wurde so angepaßt, daß  $T_1 = T_2$  wurde.

Das reduzierte Ausstoßvolumen  $\varphi$  wird wie folgt definiert:

$$\varphi = V/V_p \quad (1)$$

$V$  Ausstoßvolumen pro Umdrehung der Schnecke  
 $V_p$  Volumen einer Windung des Schneckenganges

Bild 4 gibt die reduzierten Ausstoßvolumina für verschiedene Kapillaren ( $L/D$ ) ( $L$  und  $D$  in mm) als Funktion der Umdrehungszahl  $N$  der Schnecke wieder. In Bild 4 wurden die geschlossenen Zeichen für die mit Hochdruck-Polyäthylen (Alkathene WJG 11, M.I. 2.0) bei 180 °C erhaltenen Ergebnisse verwendet, während die offenen Zeichen gleicher Form für die mit einem Newton'schen Öl (Shell; Talona 30;  $\eta = 4,2$  P) bei 20 °C erhaltenen Ergebnisse benutzt wurden.

Wie theoretisch vorausgesagt wird (vgl. z.B. J. M. McKelvey [4] oder G. Schenkel [5]), sind die reduzierten Ausstoßvolumina, die mit dem Newton'schen Öl erhalten wurden, für alle verwendeten Kapillaren unabhängig von der Umdrehungszahl der Schnecke. Hingegen konnte gezeigt werden, daß die lichte Weite zwischen dem Gewindesteg und der Zylinderwand von Einfluß auf die quantitativen Ergebnisse ist.

In bezug auf die Resultate mit dem Polymeren können die folgenden Feststellungen gemacht werden:

- Das reduzierte Ausstoßvolumen bei freiem Ausstoß (bei verschwindendem Widerstand in der Spritzdüse) ist für das Polymere und für das Öl gleich (nämlich  $\varphi_0 = 0,45$ ). Diese Schlußfolgerung gilt auch noch für die Kapillare (45/3,5) mit einem Durchmesser von 3,5 mm, wobei  $\varphi = 0,32$  erhalten wird, und annähernd sogar für die Kapillare (45/3,0) mit einem Durchmesser von 3,0 mm, wobei  $\varphi = 0,26$  ist.
- Für die Kapillaren mit kleineren Durchmessern wird die reduzierte Ausstoßmenge für das Polymere stets größer gefunden als für das Öl, und sie nimmt mit der Umdrehungszahl zu. Beide Effekte müssen dem vom Newton'schen Verhalten abweichenden Verhalten der polymeren Schmelze zugeschrieben werden.
- Der größte Unterschied zwischen dem für das Polymere und dem für das Öl gefundenen reduzierten Ausstoßvolumen wurde mit Kapillare (45/2) bei der maximalen Umdrehungszahl  $N = 100$  U/min erhalten.
- Bei genügend kleiner Umdrehungszahl jedoch verhält sich das Polymere sogar mit Kapillare (45/2) wie eine Newton'sche Flüssigkeit. Das erhaltene Ausstoßvolumen ist so gering wie das des Newton'schen Öles. (Es sei daran erinnert, daß sich in diesem Scherbereich die Viskosität des Polymeren von der des

Öles um einen Faktor  $10^4$  unterscheidet.) Für eine mehr ins einzelne gehende Beschreibung sei auf [6] verwiesen.

Schließlich sei erwähnt, daß auch Ch. Maillefer [7] mit Öl und mit Polymeren erhaltene Ergebnisse verglichen hat. Seine Messungen wurden jedoch nicht auf solche bei kleinen Umdrehungszahlen der Schnecke ausgedehnt.

### 3. Wärmeübertragung im Schneckengang

Wärmeübertragungsmessungen wurden in der Ausstoßzone der Schnecke ausgeführt. Diese wurde für diesen Zweck in der aus Bild 5 ersichtlichen Weise modifiziert. Das eigentliche Meßgerät paßt gleitend in die axiale Bohrung der Schnecke. Diese Bohrung wurde für diesen Zweck auf einen geeigneten Durchmesser erweitert. Das Meßgerät enthält einen Heizdraht (Basis-Heizung  $H_B$ ), der in einem Röhrchen aus rostfreiem Stahl geführt wird. (Die Isolation erfolgt hierbei mit Magnesiumoxid.) Das genannte Röhrchen ist mit Silber in eine als Linksspirale in die äußere Oberfläche des zylindrischen Meßgerätes geschnittene Rinne gelötet. Die von dieser Heizspirale erzeugte Wärmemenge  $H_B$  wird aus der zugeführten elektrischen Energie berechnet. Eine zweite Spirale am hinteren Ende des Meßgerätes (zusätzliche Heizung  $H_A$ ) sorgt für die Kompensation der Wärmeverluste an dem übrigen Teil der Schnecke. Die elektrischen Leitungen werden durch die axiale Bohrung zum hinteren Ende der

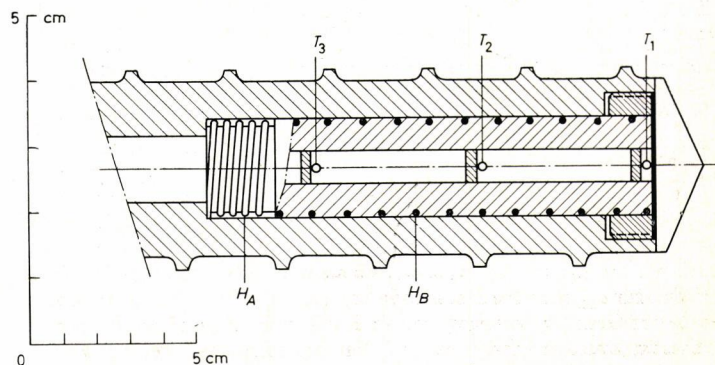


Bild 5. Meßgerät für Wärmeübertragungsmessungen, in die axiale Bohrung der Ausstoßzone der Schnecke passend.  $H_B$  = Basis-Heizspirale,  $H_A$  = zusätzliche Heizspirale,  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$  = Thermoelemente

Schnecke geführt, wo Schleifringe und Bürsten für den Kontakt mit den Meßinstrumenten und den Kraftquellen sorgen.

Dasselbe Meßgerät paßt auch in zwei hohle Zylinder, die am Ende einer kürzeren Schnecke befestigt werden können. Auf diese Weise können Ringspalte mit der Zylinderwand gebildet werden. Die Spaltbreite  $d$  wurde in einem Falle gleich der Gangtiefe der Schnecke gewählt und im anderen Falle ungefähr zweimal so groß.

Wenn der Zylinder auf einem konstanten Temperaturniveau  $T_0$  gehalten wurde, erhielt man für die Temperaturen  $T_1$ ,  $T_2$  und  $T_3$  in der inneren Bohrung des Meßgerätes gleiche Werte, sobald die zusätzliche Heizung auf ein geeignetes Niveau eingestellt wurde. Axiale Wärme-konvektion mit der polymeren Schmelze wurde verhindert, indem ein am Spritzkopf befestigter Hahn während der Messung geschlossen wurde. Offenkundig waren die Wärmeverluste am Ende der Schnecke vernachlässigbar. Das innere Temperaturniveau  $T_i (= T_1 = T_2 = T_3)$  hängt unter diesen Umständen also nur von der Wärmemenge  $H_B$  (pro Zeiteinheit) und von der radialen Wärmeübertragung ab.

Man darf schreiben:

$$w = \alpha (T_i - T_0) \quad (2)$$

$T_i$  inneres Temperaturniveau  
 $T_0$  konstante Zylindertemperatur  
 $\alpha$  Wärmeübertragungskoeffizient  
 $w$  radialer Wärmefluß

Der radiale Wärmefluß  $w$  wird mit genügender Genauigkeit gegeben durch den Quotienten aus der Wärmeproduktion  $H_B$  und dem Inhalt inner gedachten Zylinderfläche, die sich in gleichem Abstand von der Zylinderwand und vom Boden des Schneckenganges oder der Oberfläche des inneren Zylinders befindet.

Ergebnisse für ein niedrigviscoses Polyäthylen (Stamylan 1000, M.I. 30), die bei stillstehendem inneren Zylinder (Ringspalt aufstellung) und bei stillstehender sowie bei rotierender Schnecke erhalten wurden, sind in Bild 6 wiedergegeben. Gemäß Gleichung (2) sind die Wärmeübertragungskoeffizienten  $\alpha_N$  den reziproken Werten der Anstiege der Geraden gleich, die bei den angegebenen Umdrehungszahlen  $N$  erhalten wurden. Bedenkt man, daß der Wärmeübertragungskoeffizient für den Ringspalt praktisch dem Quotienten aus der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  der polymeren Schmelze und der Spaltbreite  $d$  gleich ist, dann darf man die Ergebnisse wie folgt zusammenfassen:

$$\left. \begin{array}{l} \lambda/d = 2,3 \\ \alpha_0 = 4,3 \\ 4,3 < \alpha_{s,0} < 5,9 \end{array} \right\} \cdot 10^{-3} \frac{\text{cal}}{\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{grd}}$$

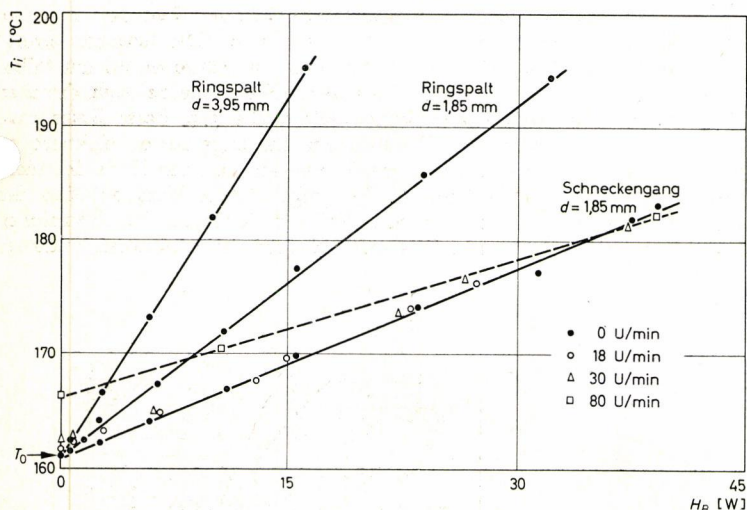


Bild 6 (links).

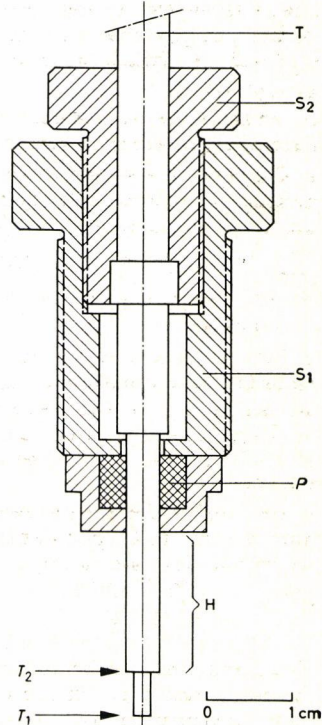
Ergebnisse der Wärmeübertragungsmessungen

Innere Temperatur  $T_i$  des Meßgerätes als Funktion der der Basis-Heizspirale zugeführten elektrischen Energie für zwei Ringspalte und für die Schnecke. Nur mit letzterer wurden verschiedene Umdrehungszahlen verwendet.  $T_0$  = Temperatur der Zylinderwand

Bild 7 (rechts).

Temperatursonde für strömende polymere Schmelzen

$S_1$  = Gewinde zum Einschrauben des Instrumentes in die Maschinenwand,  $P$  = Packungsring,  $S_2$  = Gewinde zum Einstellen der Eindringtiefe des Instrumentes in die strömende Schmelze. Die Meßzone wird durch den kleinen Zylinder an der Spitze gebildet. Thermoelemente sind in diesem Zylinder an den durch die Pfeile angegebenen Stellen angeordnet ( $T_1$ ,  $T_2$ ). Die mit Hilfe eines Heizdrahtes beheizbare Strecke ist durch die Klammer und den Buchstaben H angedeutet



erzeugten Reibungswärme. Dieser Reibungswärme Rechnung tragend, müßte man zur linken Seite der Gleichung (2) einen positiven Term hinzufügen (vgl. Abschnitt 5). Da dieser Term mit zunehmender innerer Temperatur abnimmt, würde die Neigung der bei 80 U/min erhaltenen Geraden in Abwesenheit der Reibungswärme größer sein. Der eigentliche Wert von  $\alpha_{s,0}$  ist daher kleiner. Auf der anderen Seite ist es klar, daß  $\alpha_{s,0}$  größer als  $\alpha_0$  ist, da die gestrichelte Gerade für 80 U/min die ausgezogene Gerade für Umdrehungszahl Null bei  $H_B = 35$  W schneidet. Der erwähnte Term für die Reibungswärme bleibt ja auf jeden Fall positiv.

Aus der ersten der zuletzt angegebenen drei Gleichungen erhält man einen vernünftigen Wert für die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  von Stamylan 1000, gültig im gegebenen Temperaturbereich:

$$\lambda = 4,2 \cdot 10^{-4} \frac{\text{cal}}{\text{cm} \cdot \text{s} \cdot \text{grd}}$$

Nach J. Hennig, W. Knappe und P. Lohe [8] besitzt hochmolekulares Polyäthylen eine Wärmeleitfähigkeit von  $\lambda = 6,3 \cdot 10^{-4}$  cal/cm s grd, während für niedermolekulares Paraffin ein Wert von  $3,0 \cdot 10^{-4}$  cal/cm s grd gefunden wurde. Das Molekulargewicht des Stamylan liegt zwischen den Molekulargewichten der erwähnten Materialien.

Es ergibt sich, daß das einzige signifikante Resultat dieser Untersuchung im Unterschied zwischen  $\alpha_0$  und  $\lambda/d$  zu suchen ist. Bei stillstehender Schnecke wird ein bedeutender Teil der in der Heizspirale des Meßgerätes erzeugten Wärme (50% in unserem Falle) offenbar durch den Gewindesteg an den Zylinder abgegeben. Nach C. H. Jepson [9] darf man erwarten, daß der andere Teil der Wärme, der durch die polymere Schmelze übertragen wird, mit zunehmender Umdrehungszahl der Schnecke zunimmt. Dies sollte als Folge der Schabwirkung eintreten, die von dem an der Zylinderwand entlang gleitenden Gewindesteg ausgeht. Bekanntlich tritt hierdurch Zirkulation in der Schmelze auf, wodurch ein Mischeffekt erzielt wird. Dieser Effekt auf die Wärmeübertragung könnte unter Umständen jedoch nur bei einer größeren Gangtiefe von Bedeutung sein. Wie dem auch sei, müßte man für eine mehr quantitative Untersuchung die Verwendung einer noch weniger viscosen Flüssigkeit empfehlen.

#### 4. Wärmeübertragung und Temperaturmessung

Eine andere Methode zur Messung der Wärmeübertragung kann mit Hilfe einer Temperatursonde, wie sie in unserem Institut entwickelt wurde, durchgeführt werden (vgl. H. Janeschitz-Kriegl, J. Schijf und J. A. M. Telgenkamp [10]). Die verwendete Anordnung wird in Bild 7 gezeigt. Das eigentliche Instrument ist in einem länglichen Teil

Die Werte für  $\alpha_{18}$  und  $\alpha_{30}$  ergeben sich als nicht wesentlich größer als der Wert für  $\alpha_{80}$ , der für stillstehende Schnecke gilt. Der Grund, warum für  $\alpha_{30}$  nur Grenzwerte angegeben sind, soll zunächst erörtert werden. In diesem Zusammenhang sei auf den beträchtlichen Temperaturanstieg hingewiesen, der bei dieser Umdrehungszahl auftritt, wenn die Basis-Heizung noch ausgeschaltet ist ( $H_B = 0$ ). Dieser Temperaturanstieg ist eine Folge der in der strömenden polymeren Schmelze

T mit zylindrischer Symmetrie enthalten. Die gesamte Anordnung ist wie ein Druckgeber mit Gewinde  $S_1$  in eine Bohrung in der Maschinenwand eingeschraubt. Da der Teil, der den Packungsring P aus Teflon enthält, gegen eine vorstehende Kante gedrückt wird, wird der Packungsring P komprimiert und sorgt für die Abdichtung. Mit Hilfe des Gewindes  $S_2$  kann das Instrument in das Innere der Schmelze gedrückt werden. Diese strömt senkrecht zur Achse des Instrumentes. Für die Rückwärtsbewegung genügt es, das Gewinde  $S_2$  zu lockern, da der normalerweise in der Schmelze herrschende Druck das Instrument dann zurückschiebt.

Die Meßzone wird von dem kleinen zylindrischen Teil an der Spitze des Instrumentes gebildet. Im Inneren dieses Teiles befinden sich zwei Thermoelemente, eines am Ende (Temperatur  $T_1$  anzeigend), das andere an der Verbindungsstelle mit dem Halter (Temperatur  $T_2$  angehend). Außer den Leitungsdrähten der Thermoelemente enthält der Halter noch einen mit einem Röhrchen aus rostfreiem Stahl abgeschirmten Heizdraht für zusätzliche Erwärmung über die Strecke, die durch H angedeutet ist. Das Instrument kann verwendet werden, wenn sich die Wandtemperatur auf einem tieferen Niveau befindet als die Temperatur der Schmelze. Die Wärmeverluste zur Wand werden dann durch die zusätzliche Heizung kompensiert, wobei  $T_2$  gleich  $T_1$  gemacht wird.

Die Wärmeübertragung zwischen der zylindrischen Oberfläche der Meßzone und der senkrecht anströmenden Schmelze kann bestimmt werden, indem  $T_2$  nacheinander auf verschiedene Werte eingestellt wird. Dies geschieht durch Veränderung des Heizstromes. Die erhaltenen Temperaturdifferenzen ( $T_1 - T_2$ ) werden dann gegen  $T_2$  aufgetragen (vgl. Bild 8). Aus der Steigung der erhaltenen Geraden kann

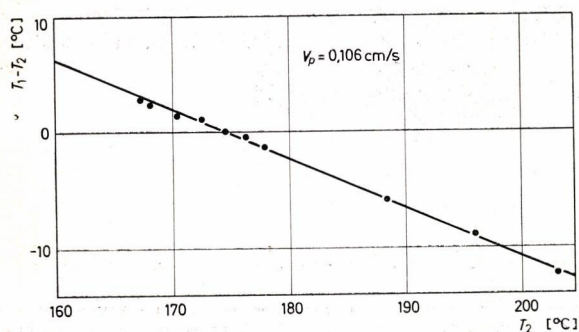


Bild 8. Temperaturdifferenz ( $T_1 - T_2$ ), in der Meßzone der Temperatursonde erhalten, als Funktion der Temperatur  $T_2$ , die mit Hilfe der Heizung H eingestellt wird. Als Geschwindigkeit  $v_p$  der senkrechten Anströmung wurde die mittlere Geschwindigkeit der polymeren Schmelze im Tunnel verwendet

der Wärmeübertragungskoeffizient für die gegebene Geschwindigkeit der senkrechten Anströmung abgeleitet werden. Vom physikalischen Gesichtspunkt aus betrachtet wird in diesem Instrument die Wärmeübertragung an der zylindrischen Oberfläche mit der axialen Wärmeleitung in der Wand der Meßzone verglichen.

Es wurden Anströmgeschwindigkeiten im folgenden Bereich angewendet:  $0,03 < v < 0,3$  cm/s.

Dies bedeutet für die Reynolds'sche Zahl  $Re = vD/\nu$  einen Bereich von  $10^{-6} < Re < 10^{-5}$ .

$v$  Anströmgeschwindigkeit

$D$  Durchmesser der Meßzone

$\nu$  kinematische Viskosität der Schmelze (geschätzt)

Die Nusselt'schen Zahlen  $Nu = \alpha D/\lambda$  wurden hierfür im folgenden Bereich gefunden:  $1 < Nu < 3$ .

$\alpha$  Wärmeübertragungskoeffizient für senkrechte Anströmung

$\lambda$  Wärmeleitfähigkeit der Schmelze

Der Wert der Prandtl'schen Zahl  $Pr = c v \rho / \lambda$  war für das verwendete Polymere ungefähr  $10^7$ .

$c$  Wärmekapazität der Schmelze

$\rho$  Dichte der Schmelze

Eine Fortsetzung dieser Untersuchung steht auf dem Programm, da man wichtige Daten für den Entwurf einfacher Temperaturmeßgeräte erwarten darf.

## 5. Reibungswärme

Die Erzeugung von Reibungswärme in der polymeren Schmelze wurde bereits in Abschnitt 3 erwähnt. Im allgemeinen spielt die Erwärmung durch innere Reibung eine wichtige Rolle im Extrusionsprozeß. Da die Wärmeübertragung relativ schlecht ist, ist es in vielen Fällen günstig, daß ein Teil der zur Erreichung der Verarbeitungstemperatur erforderlichen Wärme durch innere Reibung geliefert wird (vgl. z.B. J. M. McKelvey [4]). Auf der anderen Seite kann die innere Reibung auch zu gefährlicher Überhitzung führen, wodurch das Polymere innerhalb der Maschine zersetzt wird. Zur Untersuchung des Effektes der inneren Reibung wurde dasselbe Meßgerät verwendet, das in Abschnitt 3 beschrieben ist. Die Basis-Heizung wurde jedoch nicht eingeschaltet. Nur die zusätzliche Heizung wurde jedesmal zur Vermeidung eines axialen Wärmestromes angepaßt. Axiale Wärmeleitung wurde wie zuvor vermieden, indem der Hahn im Spritzkopf geschlossen wurde.

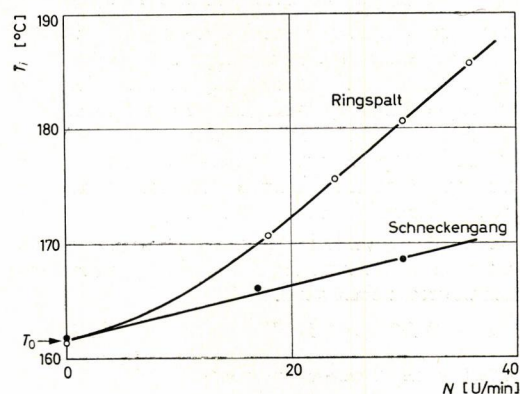


Bild 9. Aufheizung durch innere Reibung, dargestellt durch die innere Temperatur  $T_1$ , als Funktion der Umdrehungszahl für den Ringspalt (geschlossene Kreise) und für den Schnecken-gang (offene Kreise). Die Spaltbreite war gleich der Gangtiefe gewählt worden.  $T_0$  = Temperatur der Zylinderwand

Für diese Untersuchung wurde ein ziemlich viscoses Polyäthylen (Marlex 5003, TR 212) verwendet. In Bild 9 sind die inneren Temperaturen  $T_1$  für die Ringspaltanstellung und für die Schnecke als Funktionen der Umdrehungszahl dargestellt. Die Spaltbreite war gleich der Gangtiefe gewählt worden. Beträchtlich höhere innere Temperaturen wurden für den Spalt gefunden, obwohl im Prinzip die Wärmeerzeugung pro Volumeneinheit im Spalt bei gleicher Umdrehungszahl geringer sein muß. Offenbar muß die Wärmeübertragung der Schnecke wesentlich besser sein. Eine Erklärung mit Hilfe des Effektes der Wärmeleitung durch den Gewindesteg scheint ungenügend. Tatsächlich war  $\alpha_0$  nur zweimal so groß wie  $\lambda/d$  gefunden worden, während ( $T_1 - T_0$ ) für den Spalt um einen Faktor 3 größer ist. Die genannte Schabwirkung muß also ebenfalls eine Rolle spielen.

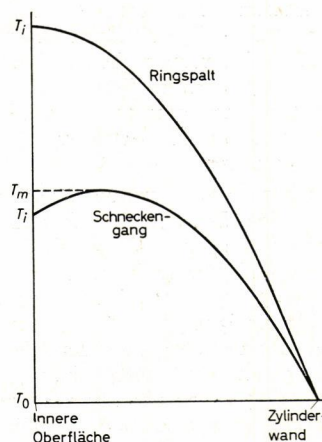


Bild 10. Illustration der Bedeutung der Brinkman'schen Zahl. Theoretische Temperaturprofile über den Ringspalt und über den Schnecken-gang werden gegeben. Die innere Oberfläche stimmt im Falle des Ringspaltes mit der Oberfläche des adiabatischen inneren Zylinders, im Falle der Schnecke mit dem Boden des Schnecken-ganges überein

Im Falle des Ringspalt, bei dem der innere Zylinder völlig adiabatisch gemacht wird, befindet sich das Temperaturmaximum in der Schmelze unter allen Umständen an der Oberfläche dieses Zylinders. Mit anderen Worten: diese maximale Temperatur ist gleich der inneren Temperatur  $T_i$ . Im Schneckengang wird sich das Temperaturmaximum jedoch in einem gewissen Abstand vom Boden des Schneckenganges befinden, da ein Teil der Reibungswärme zunächst zum Boden des Ganges strömt und dann erst durch den Gewindesteg zur Zylinderwand (Bild 10 möge zur Illustration dienen). Eine Frage von praktischer Bedeutung ist, inwiefern sich das gemessene innere Temperaturniveau von der maximalen Temperatur in der Schmelze unterscheidet.

Die in Bild 10 gezeigten Kurven wurden unter der Annahme einer homogenen Erzeugung von Reibungswärme in der Schmelze berechnet. (Für eine realistischere Beschreibung der Vorgänge im Ringspalt vgl. R. E. Colwell [11].) Der Einfluß des Gewindesteges auf die Flüssigkeitsströmung wurde vernachlässigt. Dies bedeutet, daß die gleiche Reibungswärme für den Ringspalt und für den Schneckengang angenommen wurde, und daß die Wärmeübertragung durch die Schmelze als eine reine Folge der Wärmeleitung betrachtet wurde. Tatsächlich verschwindet der Einfluß des Gewindesteges völlig aus dem gegebenen Bild, mit Ausnahme einer Art Tunneleffekt für den radialen Wärmetransport vom inneren Zylinder zur Zylinderwand der Maschine. Überdies wird die Krümmung der zylindrischen Wände vernachlässigt.

Für diese vereinfachte Vorstellung kann Gleichung (2) unter Hinzunahme des Terms für die Reibungswärme folgendermaßen geschrieben werden:

$$w + (Wd/2) = (\lambda/d) (T_1 - T_0) \quad (3)$$

$w$  Wärmefluß an der inneren Oberfläche

$W$  Reibungswärme pro Volumen- und Zeiteinheit

$d$  Gangtiefe

$\lambda/d$  Wärmeübertragungskoeffizient für reine Wärmeleitung durch die Flüssigkeit

Wie von R. B. Bird, W. E. Stewart und E. N. Lightfoot [12] vorgeschlagen wurde, kann die Brinkman'sche Zahl eingeführt werden. Diese kann für unseren Fall wie folgt geschrieben werden:

$$Br = \frac{Wd}{(\lambda/d) (T_1 - T_0)} \quad (4)$$

Diese Zahl ist ein Maß für die Bedeutung der Reibungswärme neben dem Wärmefluß, der durch die Temperaturdifferenz  $(T_1 - T_0)$  verursacht wird. In Abwesenheit des Gewindesteges befindet sich das Temperaturmaximum an der adiabatischen inneren Oberfläche. Folglich ergibt sich mit  $w = 0$  aus Gleichung (3), daß  $Br = 2$ . Eine Abnahme von  $(T_1 - T_0)$  bei konstantem  $W$  ergibt einen höheren Wert von  $Br$ , der ein Temperaturmaximum in der Flüssigkeit anzeigt. Aus Bild 10 erkennt man jedoch, daß für  $Br = 4$ , d.h. bei einer Reduzierung von  $(T_1 - T_0)$  (als Folge des genannten Tunneleffektes) auf die Hälfte des ursprünglichen Wertes, die Differenz  $(T_m - T_0)$  zwischen der maximalen Temperatur in der Flüssigkeit und der Temperatur der Zylinderwand nur um 11% höher ist als die Differenz  $(T_1 - T_0)$  zwischen der Schneckentemperatur und der Wandtemperatur des Zylinders.

Eine Brinkman'sche Zahl  $Br = 4$  wurde für diese Betrachtung in Übereinstimmung mit dem Ergebnis des Abschnittes 3 gewählt, in dem gefunden wurde, daß  $\alpha_0$  ungefähr gleich  $2 \lambda/d$  ist. Eine noch höhere Brinkman'sche Zahl, wie sie beim ersten Anblick durch das Resultat von Bild 9 nahegelegt werden könnte, würde kein geeignetes Bild ergeben, da die Erniedrigung von  $(T_1 - T_0)$  in der Schnecke auf ein Drittel des mit dem Ringspalt gefundenen Wertes eine Folge der durch die Schabwirkung des Gewindesteges hervorgerufenen Zirkulation und der damit verbundenen effektiven Vergrößerung von  $\lambda/d$  sein dürfte. Tatsächlich konnte eine meßbare Differenz zwischen der inneren Schneckentemperatur und der Temperatur der aus dem Schneckengang ausgestoßenen Schmelze, wie sie mit der beschriebenen Temperatursonde oder mit einem in der Schneckenspitze angebrachten Thermoelement (vgl. Bild 3) gemessen wurde, niemals gefunden werden. Dies soll im nächsten Abschnitt näher diskutiert werden.

## 6. Temperaturregelung

Auf Grund der in den vorhergehenden Abschnitten berichteten Erfahrungen wurden Pläne entwickelt, denen zufolge die Extruderschnecke selbst zur Temperaturmessung im praktischen Extrusionsprozeß herangezogen werden sollte. Für diesen Zweck wurde die Schnecke als praktisch unzerstörbare Temperatursonde im Sinne des Abschnittes 4 betrachtet. Da eine zusätzliche Heizung in der Schnecke vermieden werden sollte, wurde die in Bild 11 gezeigte Anordnung gebaut. Ein relativ dünnwandiger Zwischenzylinder A wurde zwischen den Teil der Maschine, der den Fülltrichter trägt, und den eigentlichen dickwandigen Zylinder, in dem die hohen Extrusionsdrucke aufgebaut werden, eingeschaltet. Die nötige Biegesteifigkeit wurde durch Verwendung einer äußeren Schale B erzielt. Der dünnwandige Teil vermindert die axiale Wärmeleitung gerade an der Stelle, an der dem schmelzenden Polymeren und der Schnecke eine genügende Wärmemenge zugeführt werden muß. Mit dieser Anordnung ist es auch leicht, den dickwandigen Zylinder auf dem erwünschten konstanten Temperaturniveau zu halten.

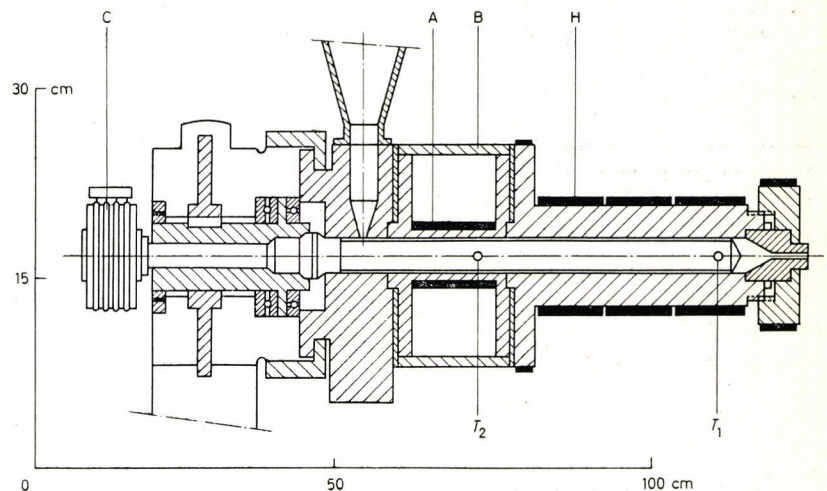


Bild 11. Experimenteller Extruder für Temperaturmessungen und Temperaturregelung in der Schnecke

A = dünnwandiger Zwischenzylinder, B = äußere Schale, C = Schleifringe, H = Heizelemente oder Thermostatmäntel,  $T_1$ ,  $T_2$  = die für die Temperaturregelung angebrachten Thermoelemente

Als Regler wurde einer mit proportionaler und integrierender Wirkung gewählt, mit dessen Hilfe der Heizstrom auf dem Zwischenzylinder so geregelt wird, daß die Temperaturdifferenz zwischen zwei Punkten in der Schnecke Null wird. Diese beiden Punkte befinden sich in der Spitze ( $T_1$ ) der Schnecke und auf der Höhe des Zwischenzylinders ( $T_2$ ). Auf diese Weise kann eine zu hohe Temperatur an der zuletzt genannten Stelle vermieden werden, während zur gleichen Zeit ein genügend konstantes Temperaturniveau in der Schnecke erhalten wird. Dieses Niveau hängt von der Menge der erzeugten Reibungswärme und von der Temperatureinstellung des dickwandigen Zylinders ab. Die letztere kann erstaunlich niedrig gewählt werden, wenn die Erzeugung von Reibungswärme gefährlich für die polymere Schmelze ist (J. A. M. Telgenkamp, in Vorbereitung [13]).

Bild 12 vermittelt eine Vorstellung von den Temperaturmessungen. In die Bohrung der Schnecke wurden drei Thermoelemente eingeführt. Ihre Abstände vom Fülltrichter können auf der Z-Achse abgelesen werden. Ein viertes Thermoelement wurde am Ende eines dünnwandigen Röhrchens befestigt, das in die Spitze der Schnecke eingesetzt wurde (vgl. Bild 3). Die mit diesen Thermoelementen erhaltenen Meßpunkte sind durch geschlossene Zeichen angegeben. Bild 12 enthält auch Temperaturen, die in der Wand des Zwischenzylinders gemessen wurden (offene Kreise). Eine gestrichelte horizontale Gerade gibt die Temperatureinstellung des dickwandigen Zylinders an. Die Messungen wurden bei zwei Umdrehungszahlen der Schnecke ausgeführt, wobei der Heizstrom auf dem Zwischenzylinder nicht geändert wurde. Da eine extrem hochviscose Mischung mit hohem Füllstoffgehalt extrudiert wurde, war die Temperaturerhöhung in der Schnecke als Folge der inneren Reibung beträchtlich. Dies galt

vor allem für  $N = 30$  U/min. Die mit dem aus der Spitze der Schnecke herausragenden Thermoelement gemessene Temperatur stimmt gut mit der Schneckentemperatur überein. Dies zeigt, daß das aus dem Schneckengang ausgestoßene Material praktisch die gleiche Temperatur besitzt.

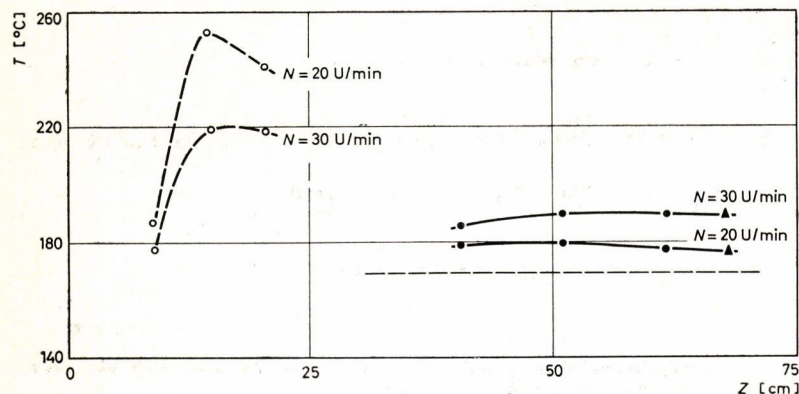


Bild 12. Beispiele für Temperaturmessungen mit Thermoelementen in der Schnecke (geschlossene Kreise) und mit einem Thermoelement, das aus der Spitze der Schnecke ragt (geschlossene Dreiecke).  
 $Z$  = Abstand vom Fülltrichter,  $N$  = Umdrehungszahl der Schnecke. Die gestrichelte Horizontale gibt die Temperatureinstellung der Zylinderwand. Offene Kreise geben die Temperaturen in der Wand des Zwischenzylinders für den gleichen Heizstrom auf diesem Zylinder, wenn zwei verschiedene Umdrehungszahlen verwendet werden.

## 7. Zusammenfassung

Die Untersuchungen erfolgten nach drei wichtigen Gesichtspunkten:

- Fließen der polymeren Schmelze in einer Kapillare.
- Arbeitsweise der Schnecke unter annähernd isothermen Bedingungen.
- Wärmeübertragung im Schneckengang.

Zu a) Es wird über die Entwicklung eines Schlitzviscosimeters berichtet. Die flache Wand der Schlitzkapillaren, deren Querschnitt durch ein Rechteck mit einer langen und einer sehr kurzen Seite gebildet werden, erlaubt den Gebrauch elektrischer Druckgeber, die mit ihren Endflächen in die flache Kapillarwand eingepaßt werden. In diesen Kapillaren wurde für Polyäthylene ein exakt linearer Druckabfall gefunden. Das Kapillarende übte keinen Einfluß aus. Einlaufeffekte wurden noch nicht im einzelnen untersucht.

Zu b) Die Eichung des Ausstoßvolumens der Ausstoßzone einer Schneckenpresse wurde unter annähernd isothermen Bedingungen mit Kapillaren verschiedenen Durchmessers, die in den Spritzkopf eingesetzt wurden, ausgeführt. Eine seitliche Öffnung in der Zylinderwand schaltete jeglichen Einfluß der Umwandlungszone der Schnecke auf den Transport der polymeren Schmelze in der Ausstoßzone aus. Bei niedriger Umdrehungszahl der Schnecke (0,5 U/min) war das Ausstoßvolumen für ein Hochdruckpolyäthlen (M. I. 2) praktisch gleich dem für ein Newton'sches Öl, obwohl ein extremer Unterschied in den Viscositäten bestand. Bei der höchsten Umdrehungszahl von 100 U/min war das Ausstoßvolumen für das Polyäthlen unter keinen Umständen mehr als doppelt so groß wie das für das Öl.

Zu c) Wärmeübertragungsmessungen wurden mit einem Gerät ausgeführt, das in die axiale Bohrung der Ausstoßzone der Schnecke oder in einen hohlen Zylinder paßte, der am Ende einer kürzeren Schnecke befestigt wurde. Dieser Zylinder bildet einen Ringspalt mit der inneren Oberfläche des Extruderzylinders. Das Meßgerät enthält eine Basis-Heizspirale, deren Wärmezeugung aus der zugeführten elektrischen Energie berechnet wird. Eine zusätzliche Heizspirale verhindert das Entstehen eines axialen Wärmestromes in der Schnecke.

Die Wärmeübertragung durch den Ringspalt, wie sie bei Stillstand gemessen wurde, ergibt einen vernünftigen Wert für die Wärmeleitfähigkeit der polymeren Schmelze. Beim Gebrauch der Schnecke wird die Wärmeübertragung auf etwa das Doppelte des mit dem Ringspalt gefundenen Betrages bei Stillstand erhöht. Dies muß dem Kontakt zwischen dem Gewindesteg und der Zylinderwand zugeschrieben werden. Bei endlicher Umdrehungszahl wird die Wärmeübertragung weiter erhöht. Die Messungen wurden durch das Auftreten von Reibungswärme gestört.

Wärmeübertragungsmessungen mit Hilfe einer Temperatursonde für strömende polymere Schmelzen wurden mitgeteilt.

Die Temperaturerhöhung im erwähnten Meßgerät wurde als Funktion der Reibungswärme, die im Ringspalt oder im Schneckengang erzeugt

wird, untersucht. Diese innere Temperatur ist nahezu gleich der maximalen Temperatur in der Schmelze, selbst wenn ein bedeutender Wärmestrom durch den Gewindesteg auftritt.

Auf Grund dieser Erfahrung wurde ein System zur praktischen Temperaturregelung entwickelt. Durch geeignete Formgebung des Extruder-

derzylinders und durch Anordnung ausreichender Heizelemente wurde die Notwendigkeit einer zusätzlichen Heizung in der Schnecke vermieden.

## Danksagung

Der Autor ist den Herren Dr. F. R. Schwarzl und Prof. Dr. A. Staverman für ihr lebhaftes Interesse und für wertvolle Ratschläge bei der Abfassung dieser Arbeit zu aufrichtigem Dank verpflichtet. Dank gebührt ebenfalls den Herren Ir. J. Heijboer, Ir. J. van Leeuwen\*) und Drs. J. L. den Otter für viele Diskussionen. Herr J. A. M. Telgenkamp trug zum Verständnis der Temperaturregelung bei. Herr Ir. H. E. den Hamer\*\*) entwarf freundlicherweise Teile unserer Druckgeber.

Der Autor möchte des weiteren einer großen Anzahl von Mitarbeitern seinen Dank aussprechen: Herrn J. Schijf für die Leitung der experimentellen Arbeiten, den Herren J. Jansen, R. Nauta und R. Sheriff als Feinmechanikern, Herrn J. Lock für die Betreuung der elektrischen Apparatur, den Herren W. van Wijk\*), J. Th. Krassenburg\*), W. van Spingelen\*) und M. J. Wensveen für ihre Unterstützung beim Entwurf von Maschinenteilen und den Herren P. van der Kruk und J. W. Otterloo für die Ausführung der Messungen. Die zentrale Werkstätte „Instrumentum T.N.O.“ hat viele Bestandteile schnell und mit großer Sorgfalt hergestellt.

Der Springer-Verlag in Wien erteilte in freundlicher Weise die Erlaubnis zur Verwendung der Bilder 3 und 4, die bereits früher in der Österr. Chemiker-Ztg. **63** (1962), S. 115, veröffentlicht wurden.

\*) Kunststoffinstitut T.N.O.

\*\*) Instituut voor Werktuigkundige Constructies T.N.O.

## Literatur

- E. B. Bagley, J. appl. Physics **28** (1957), S. 624.
- R. Eswaran, H. Janeschitz-Kriegl und J. Schijf, Rheologica Acta **3** (1963), S. 83.
- B. H. Maddock, SPE-J. **16** (1960), S. 373.
- J. M. McKelvey, Polymer Processing. John Wiley & Sons, 1962, S. 228.
- G. Schenkel, Schneckenpressen für Kunststoffe. Carl Hanser-Verlag, München 1959, S. 68.
- H. Janeschitz-Kriegl, Österr. Chemiker-Ztg. **63** (1962), S. 115.
- Ch. Maillefer, British Plastics **27** (1954), S. 394 u. 437.
- J. Hennig, W. Knappe und P. Lohe, Kolloid-Z. u. Z. Polymere **189** (1963), S. 114.
- C. H. Jepson, Ind. Engng. Chem. **45** (1953), S. 992.
- H. Janeschitz-Kriegl, J. Schijf und J. A. M. Telgenkamp, J. Sci. Instr. **40** (1963), S. 415.
- R. E. Colwell, SPE-J. **11** (1955), S. 24.
- R. B. Bird, W. E. Stewart und E. N. Lightfoot, Transport Phenomena. John Wiley & Sons, 1962, 2. Auflage, S. 278.
- J. A. M. Telgenkamp, Interner Bericht T.N.O.