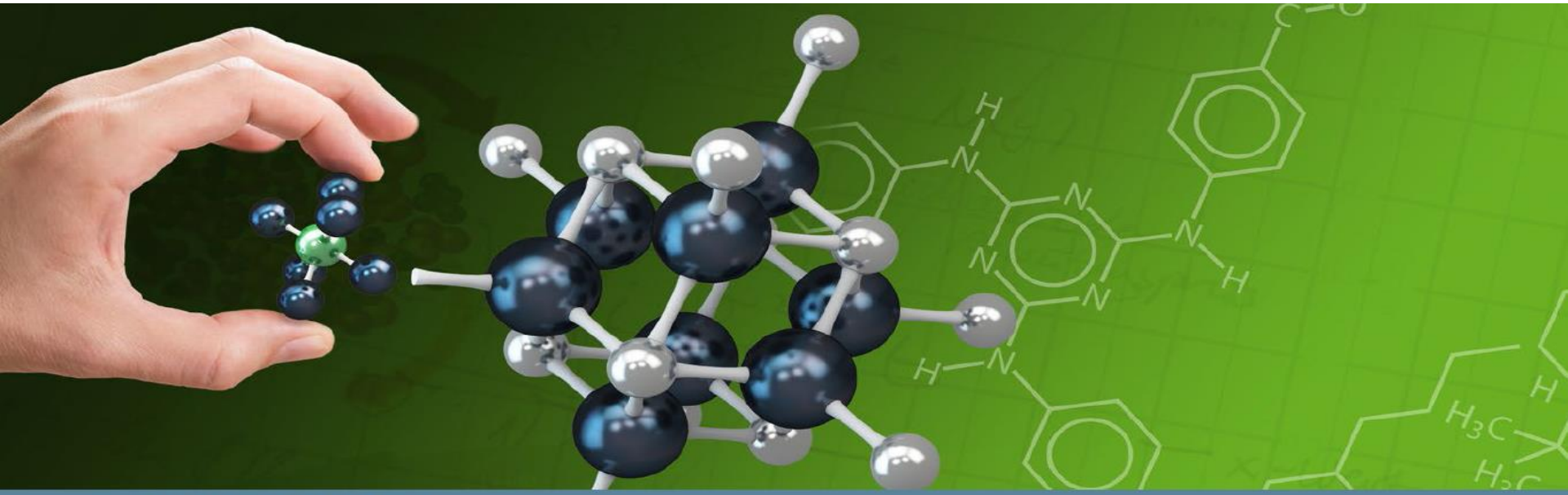
pa des partikeldesign thüringen
from particle to functionality.

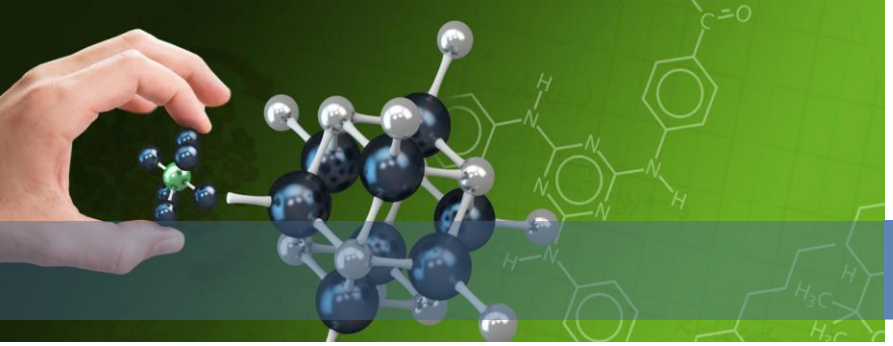


PARTIKELDESIGN

ProcessNet Jahrestagung ▪ 13.-17. Februar 2017, Bruchsal

Hot-Melt-Wirbelschichtgranulation – eine effektive und scherarme Methode zur Herstellung von Polymerpellets mit hoher Additivbeladung

M. Jacob / Glatt Ingenieurtechnik GmbH Weimar
M. Mühlstädt, J. Bossert, Friedrich-Schiller-University Jena
J. Stadermann, GRAFE Color Batch GmbH Blankenhain

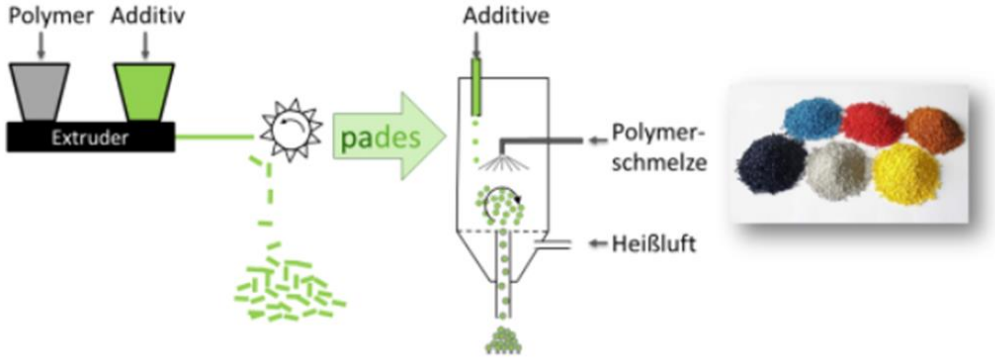


PADES - PARTIKELDESIGN THÜRINGEN

ZIELSTELLUNG

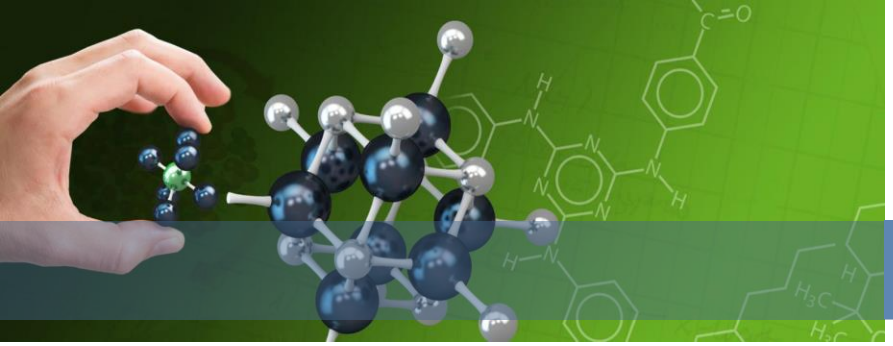
Entwicklung von Kunststoffkonzentraten (Masterbatches) mittels Wirbelschicht-Technologie

- Masterbatches mit höherer Funktionsdichte
- Masterbatches mit verarbeitungsempfindlichen Additiven
- Masterbatches, die über Extrusion nicht realisierbar sind



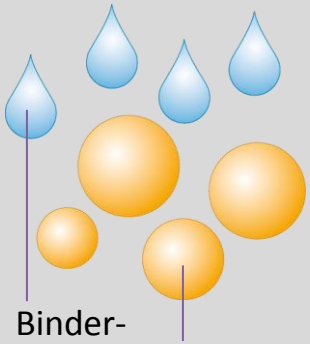
- Weiterentwicklung WS-Granulation zur Hochtemperaturverarbeitung von Kunststoffen und scherarmen Integration der Additive
- Entwicklung eines Prozesses zur Oberflächenfunktionalisierung (Coating) von feinskaligen Additiven

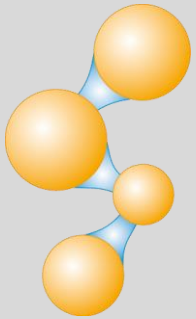
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



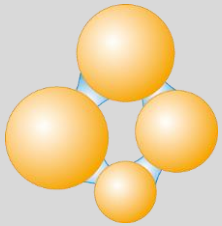
GRANULATION - AGGLOMERATION

Sprühen → Befeuchten → Verfestigen → fertiges Granulat

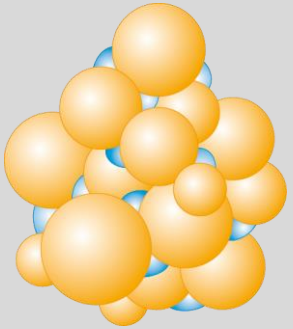




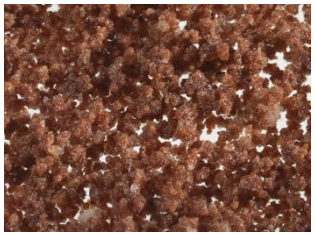
Flüssigkeitsbrücken



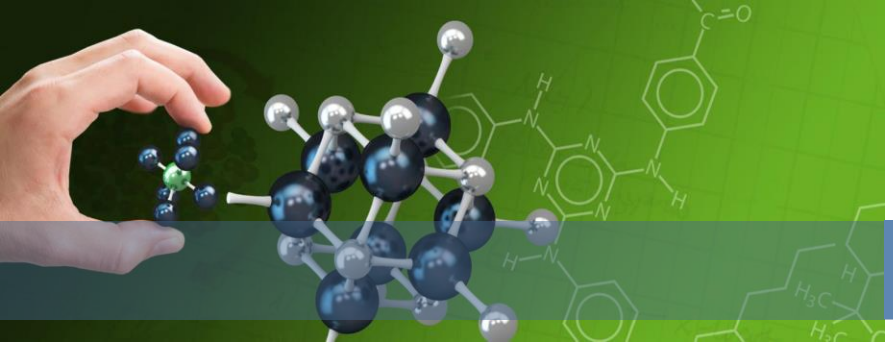
Feststoffbrücken



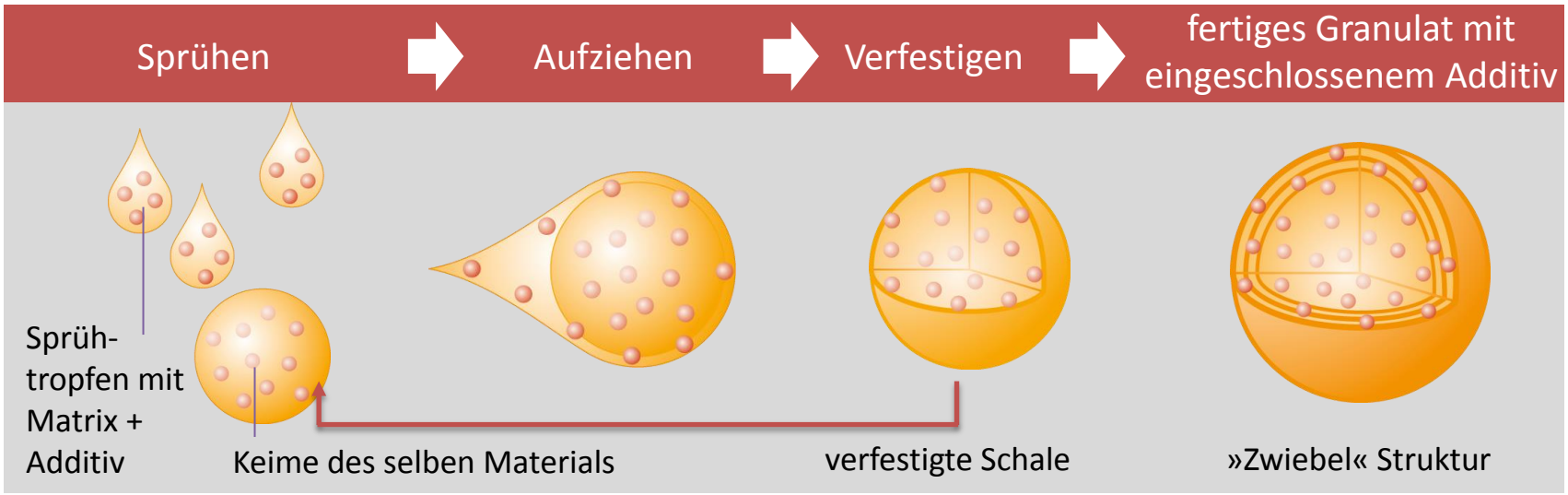
»Brombeer« Struktur

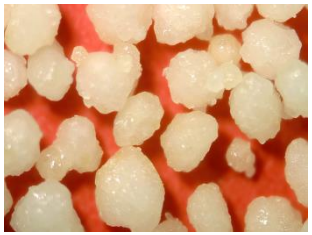
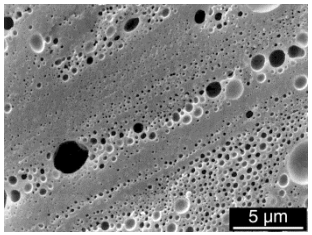


Gefördert durch:

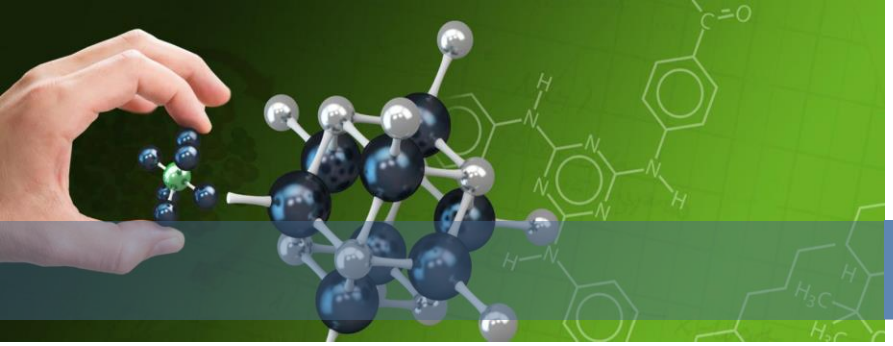


GRANULATION - SPRÜHGRANULATION



Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

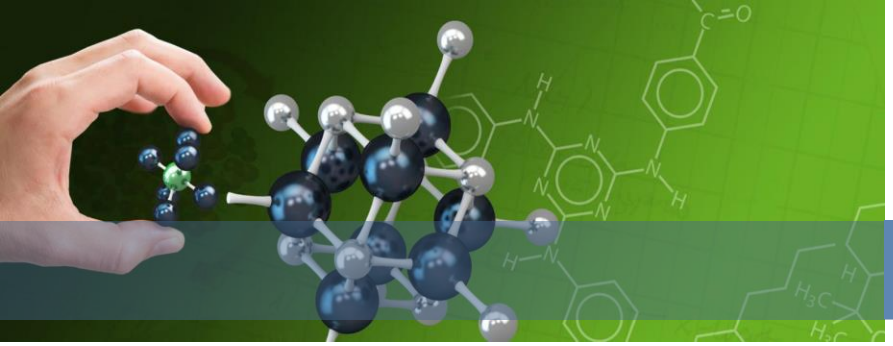


PADES - PARTIKELDESIGN THÜRINGEN

ZIELSTELLUNGEN

Modellsubstanzen	Versuche	Zielvorgabe
Wachse : **-> Sasolwachs 105: ca. 100-80°C** **-> Montanesterwachs: ca. 75-40°C** **-> Sorbitantristearat: ca. 45-25°C**	Granulierung	Stabile rieselfähige Granulate
Flüssiges Antistatikum **-> „Atmer 163“**	Immobilisierung/Coating	Stabiles rieselfähiges Granulat; möglichst hoher Anteil an Antistatikum
UV Stabilisator mit niedrigem Smp. **-> „SaboSTAB UV 91“ (Tm ca. 30°C)**	- Granulation - Coating mit höher schmelzendem PE Wachs	Stabiles rieselfähiges Granulat
Nachleuchtpigment SP000045 **„LumiNova BGW-300M“ + PE Wachs**	Granulierung zu Pigment-Konzentraten (Masterbatches)	Stabiles rieselfähiges Granulat; möglichst hoher Pigmentanteil
Thermochromes Pigment TC000005 **„Pergascript Blau I-2R C“ + PE Wachs**	Granulierung zu Pigment-Konzentraten (Masterbatches)	Stabiles rieselfähiges Granulat; möglichst hoher Pigmentanteil
Effektpigment SP030 **„Iriodin 119“ (5 – 25 mm) + PE Wachs**	Granulierung zu Pigment-Konzentraten (Masterbatches)	Stabiles rieselfähiges Granulat; möglichst hoher Pigmentanteil
Effektpigment SP011 **„Iriodin 153“ (20– 100 mm) + PE Wachs**	Granulierung zu Pigment-Konzentraten (Masterbatches)	Stabiles rieselfähiges Granulat; möglichst hoher Pigmentanteil
Flüssiger Aromastoff + EVA Wachs (bzw. Esterwachs)	Immobilisierung/Coating -> Herstellung „Duftbatch“	Stabiles rieselfähiges Granulat
Komplettes UV-Stabipaket	Granulierung der UV-Stabi-Rezeptur (mit Additiv als Batchträger)	Stabiles rieselfähiges Granulat

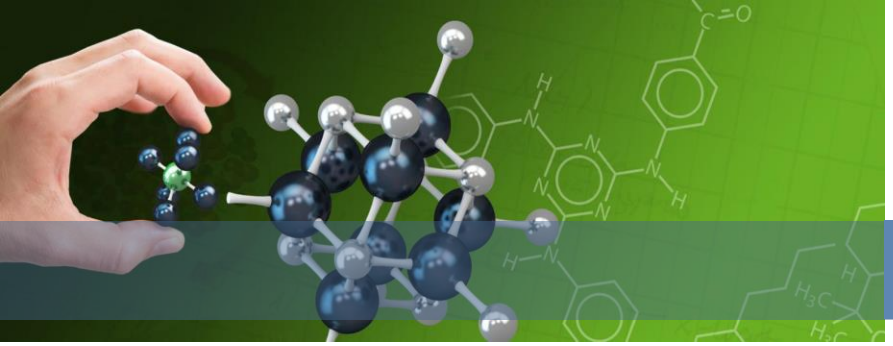
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



POLYMERE MIT UNTERSCHIEDLICHEM ERSTARRUNGSVERHALTEN

- Polymere zeigen unterschiedliches Schmelz- und Erstarrungsverhalten
- Erstarrungstemperatur bei der Schmelzgranulation entscheidend für Kristallstrukturbildung

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



POLYMERE MIT UNTERSCHIEDLICHEM ERSTARRUNGSVERHALTEN

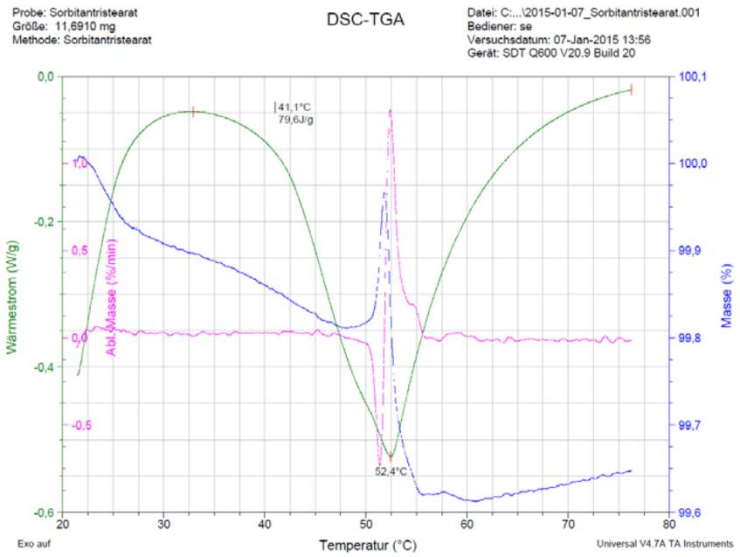


Abb. 6: Beispielanalyse DSC/TGA für ein Modellwachs (niedrigschmelzend, breiter Erstarrungsbereich)

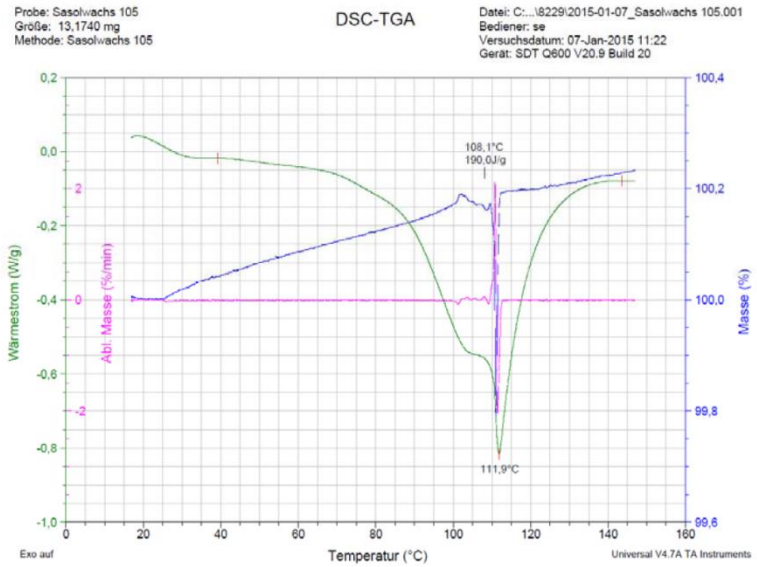
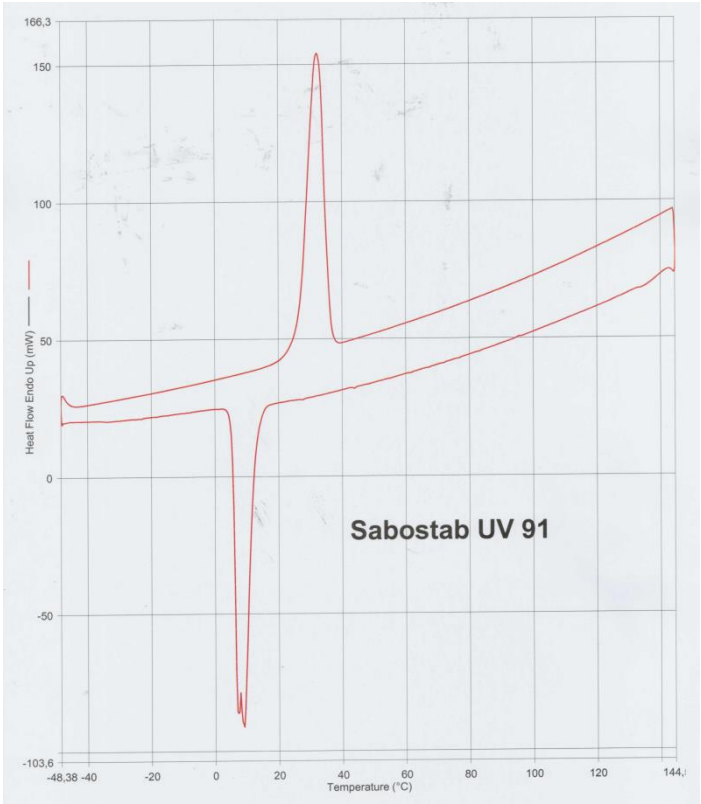


Abb. 5: Beispielanalyse DSC/TGA für ein Modellwachs (höherschmelzend, enger Erstarrungsbereich)

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

POLYMERE MIT UNTERSCHIEDLICHEM ERSTARRUNGSVERHALTEN

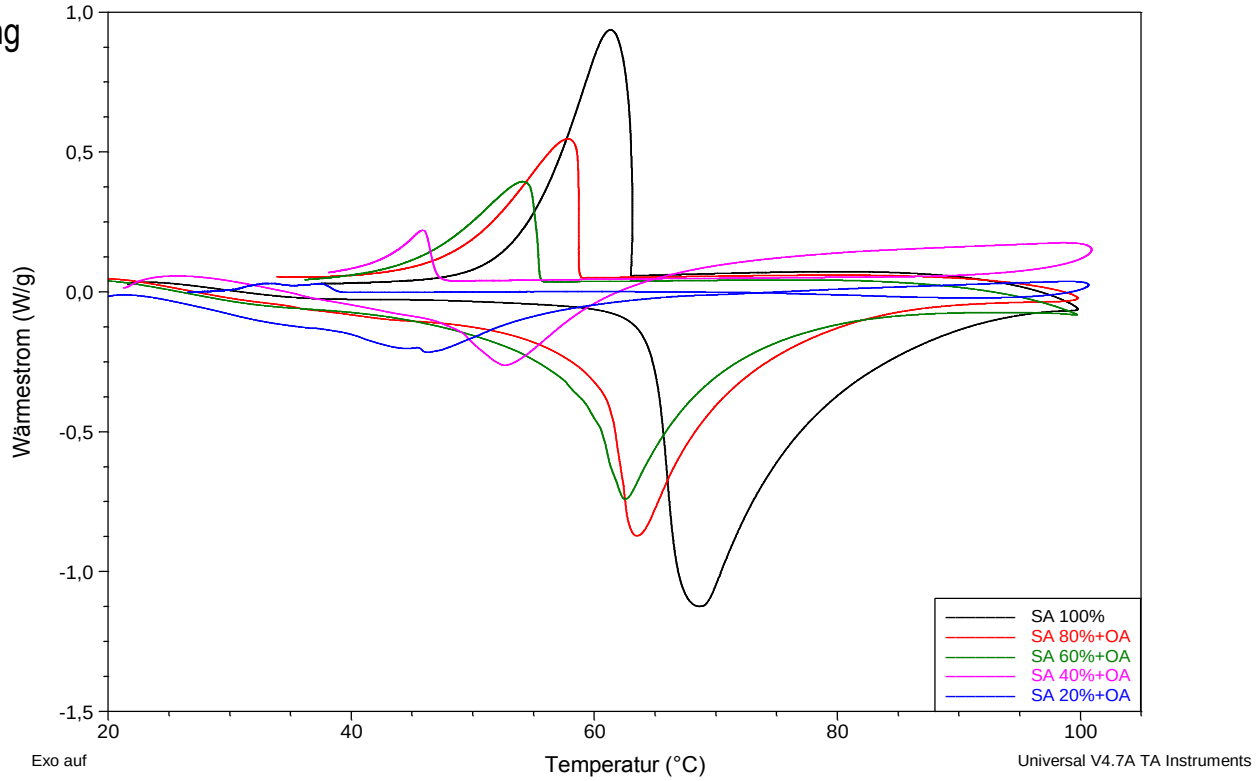
Sabostab UV 91



Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

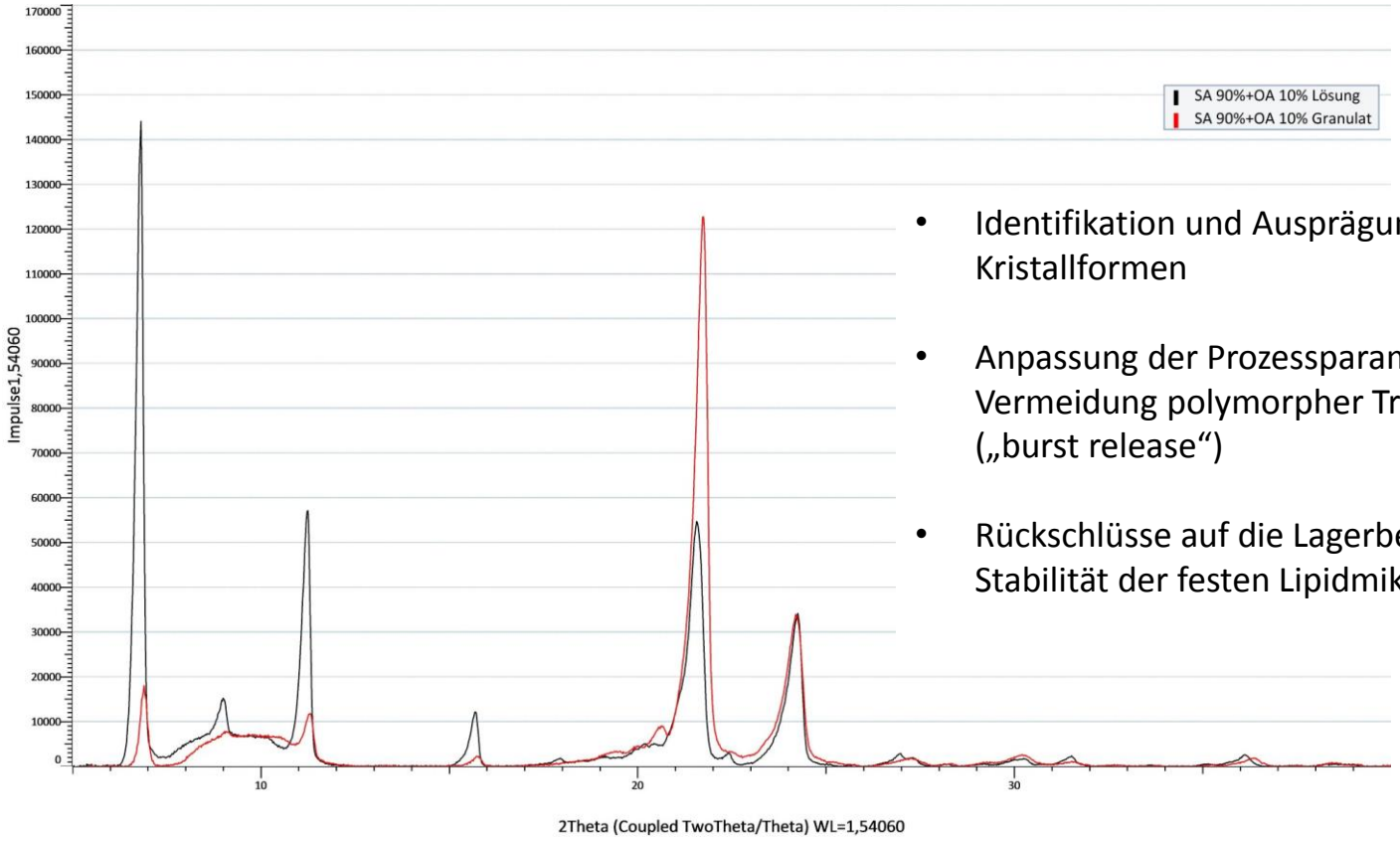
POLYMERE MIT UNTERSCHIEDLICHEM ERSTARRUNGSVERHALTEN BEI WIRKUNG VON ADDITIVEN

- Schmelzpunktverschiebung nach Zusatz von Ölsäure



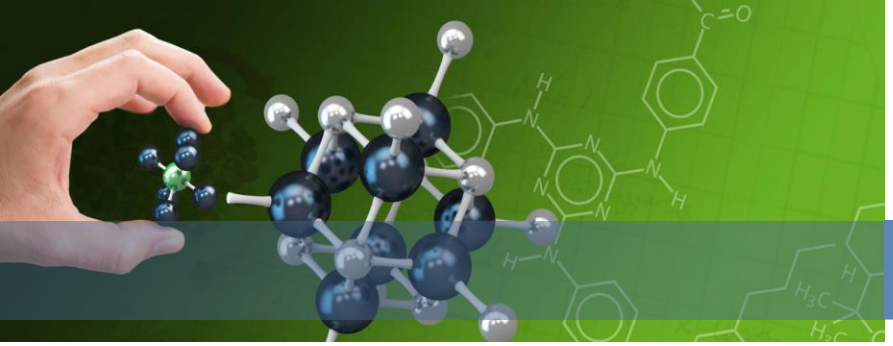
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION, Bundesministerium für Bildung und Forschung

POLYMERE MIT UNTERSCHIEDLICHEM ERSTARRUNGSVERHALTEN BEI WIRKUNG VON ADDITIVEN



- Identifikation und Ausprägung der Kristallformen
- Anpassung der Prozessparameter zur Vermeidung polymorpher Transformationen („burst release“)
- Rückschlüsse auf die Lagerbedingungen und Stabilität der festen Lipidmikropartikel

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION, Bundesministerium für Bildung und Forschung



MODELLSTOFFSYSTEM

WACHSKOMPONENTE

Name	Stearinsäure
Summenformel	C18 H36 O2
Beschreibung	Weißer, geruchloser Feststoff (meist Plättchenförmig)
Molare Masse	284,48 g/mol
Dichte	0,94 g/cm3
Schmelzpunkt	69°C
Löslichkeit	Fast unlöslich in Wasser, Löslich in Laugen und heißen Ethanol
ph-Wert	---

ADDITIVKOMPONENTE

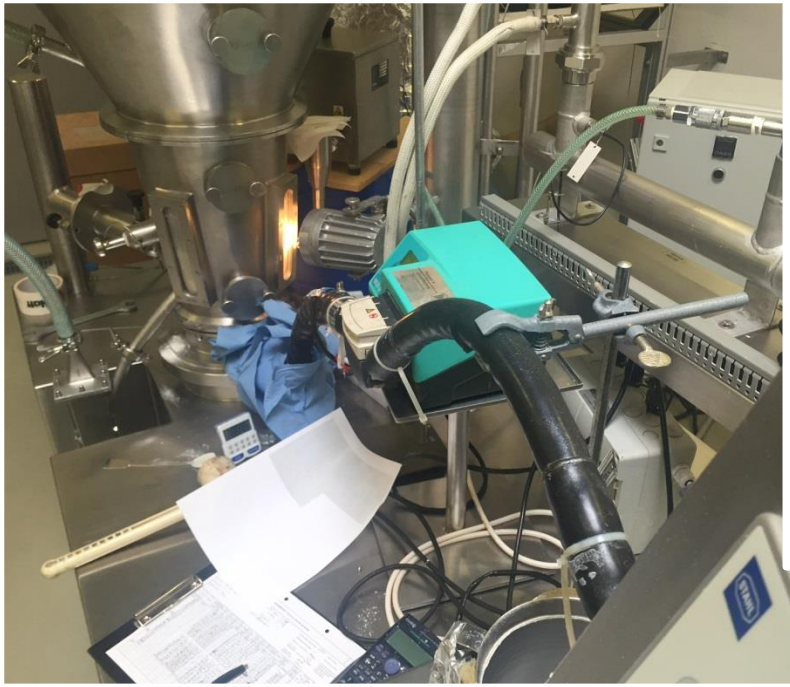
Name	Iriodin 153 Polarweiß
Aggregatzustand	Trockenes, rieselfähiges Pulver
Beschreibung	Silberweiß, geruchloser Feststoff
Interfernzfarbe	Silberweiß
Löslichkeit	unlöslich
ph-Wert	7,5- 11,5

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

LABORANLAGE – PROCELL LABSYSTEM – VARIO 3

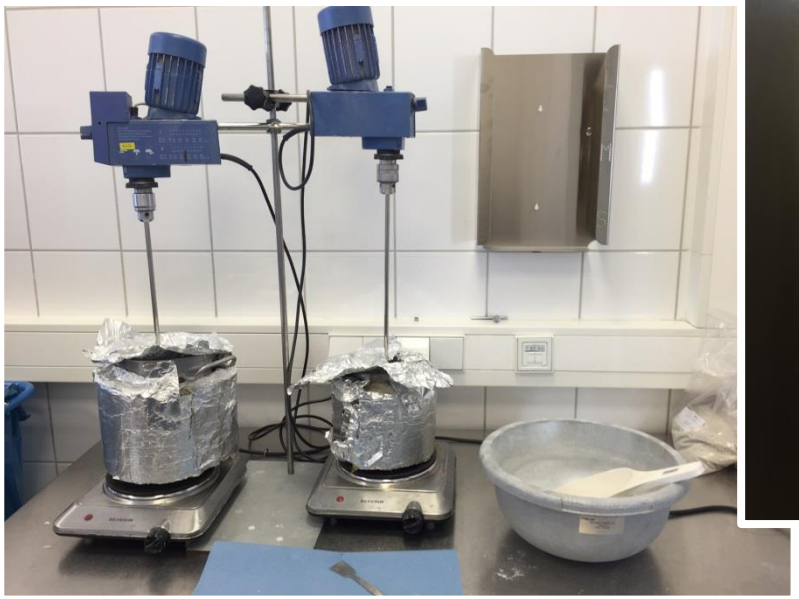
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

VERSUCHSBETRIEB



Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

VERSUCHSBETRIEB – AUS SCHMELZE WIRD GRANULAT



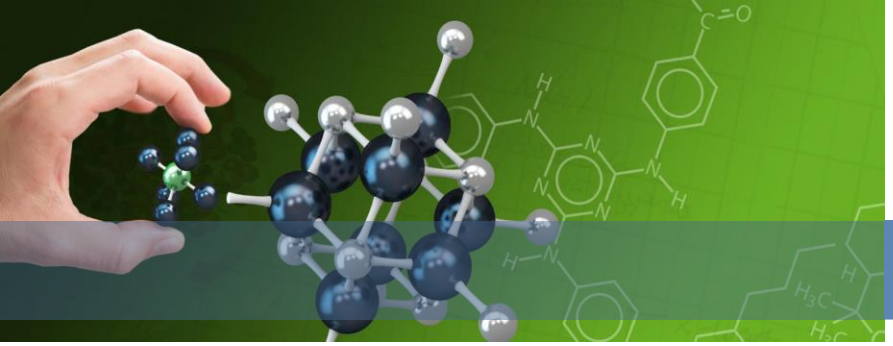
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

VERSUCHSBETRIEB – GRANULATION MIT PULVERINJEKTION

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

VERSUCHSBETRIEB – GRANULATION NIEDRIGSCHMELZENDER SYSTEME

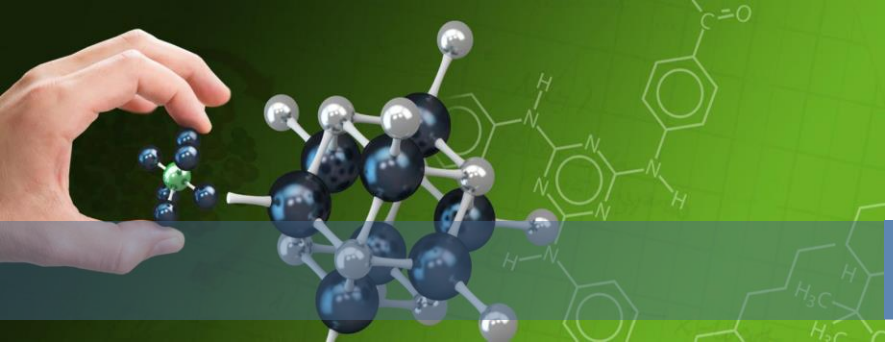
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



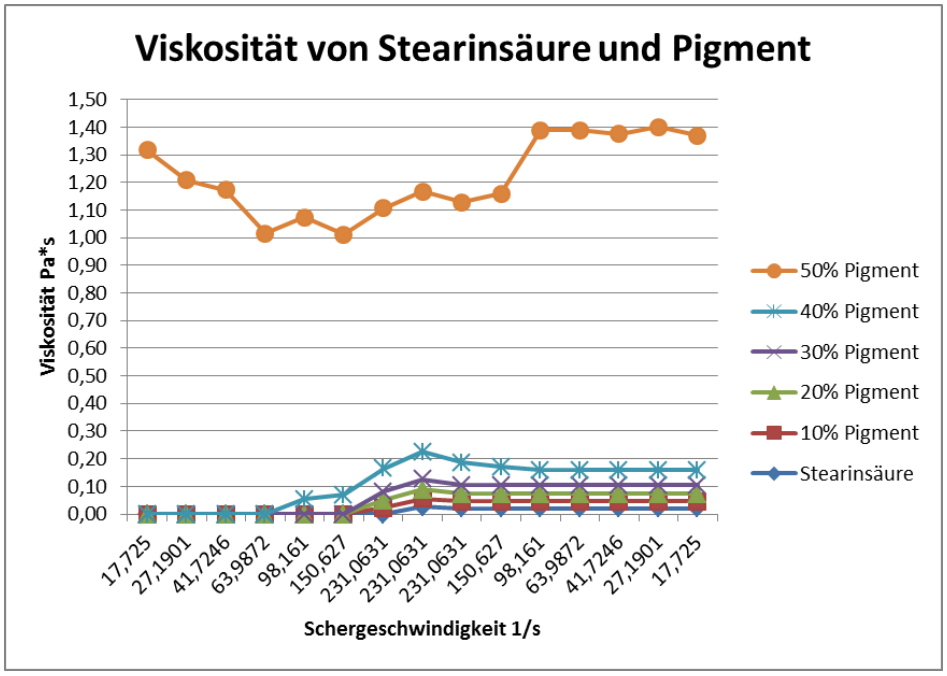
VERWENDETE AUSRÜSTUNGEN

	Typ/ Beschreibung	Firma
Prozesseinsatz	Vario 3	Glatt Ingenieurtechnik Weimar (GIT- Weimar)
Siebboden	100µm	GIT- Weimar
Zweisstoffdüse	Typ (970) / 1,2 und 1,8	Schlick
Viskosimeter	R180	proRheo
Partikelgrößenmessung	CAMSIZER X-Dry	Retsch
Schüttdichte	100ml ISO-konform	Glatt
Waage	Messbereich 2kg	Satorius
Heizplatte	Heizplatte mit Magnetrührer	IKA Ret control VISC
Düsenheizung	2005 0001 252 100 272	Schniewind
Schlauchheizung	M 200-005-12-T1	Hillesheim
Rührer	RW 28	IKA Labortechnik

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



VERSUCHSPROGRAMM - MISCHUNGSVERHÄLTNISSE



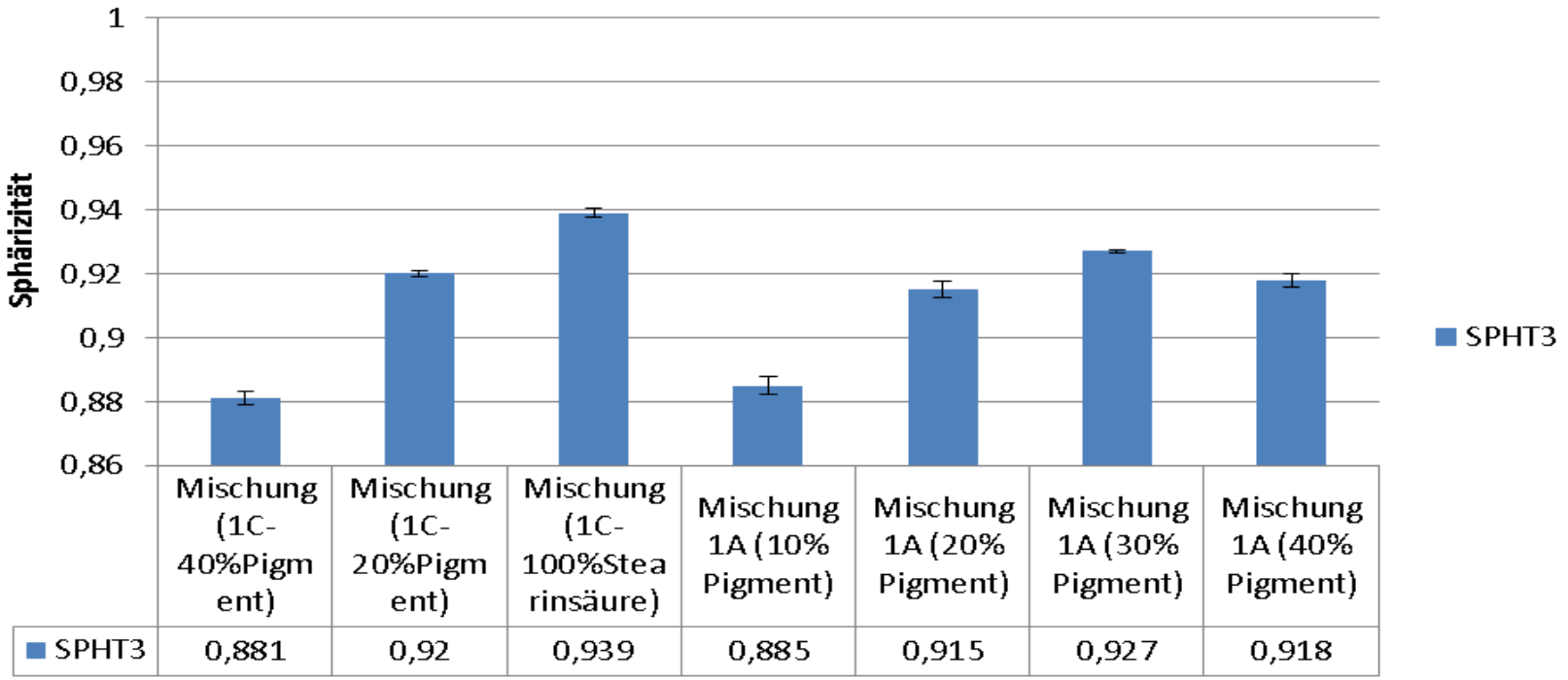
Stoffgemisch	
Stearinsäure [Masse-%]	Pigment [Masse-%]
100	0
90	10
80	20
70	30
60	40
50	50
40	60
30	70
20	80
10	90

direkte Sprühgranulation

Kombination Sprühgranulation & Agglomeration

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION, Bundesministerium für Bildung und Forschung

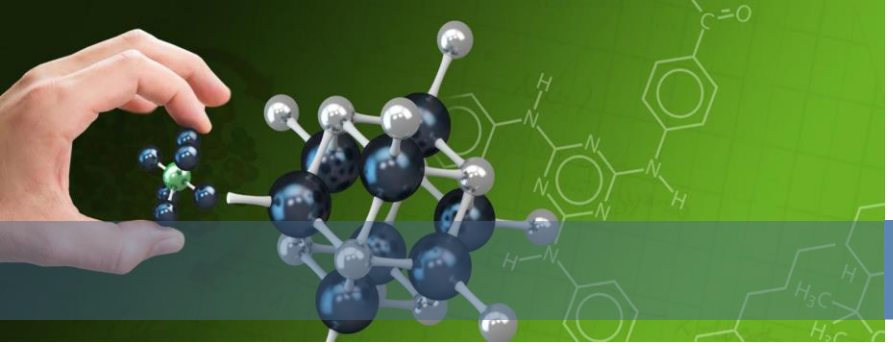
VERSUCHSPROGRAMM - ERGEBNISSE



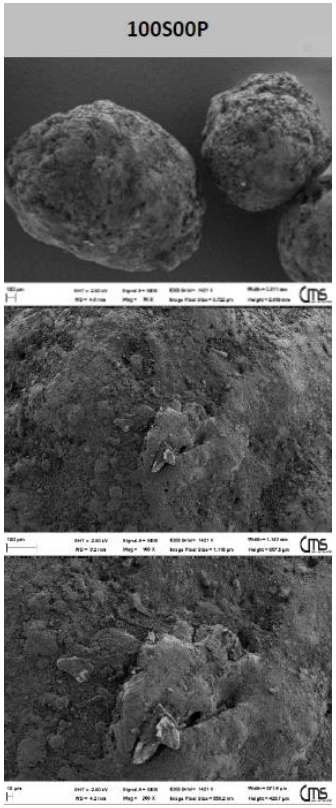
	Mischung (1C-40%Pigment)	Mischung (1C-20%Pigment)	Mischung (1C-100%Stearinsäure)	Mischung 1A (10% Pigment)	Mischung 1A (20% Pigment)	Mischung 1A (30% Pigment)	Mischung 1A (40% Pigment)
SPHT3	0,881	0,92	0,939	0,885	0,915	0,927	0,918

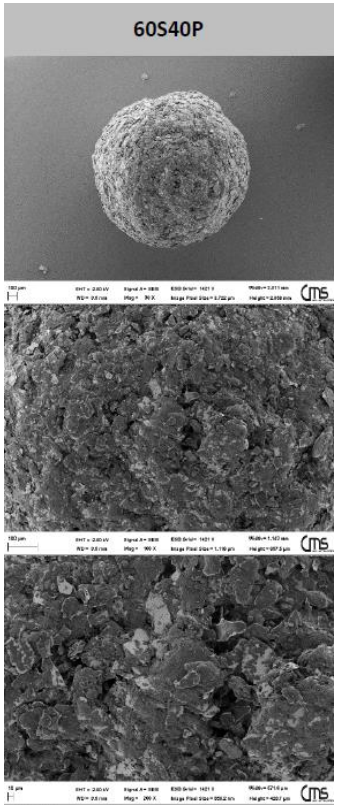
Rundheitsfaktoren
Stearinsäure mit variablen Pigmentanteilen

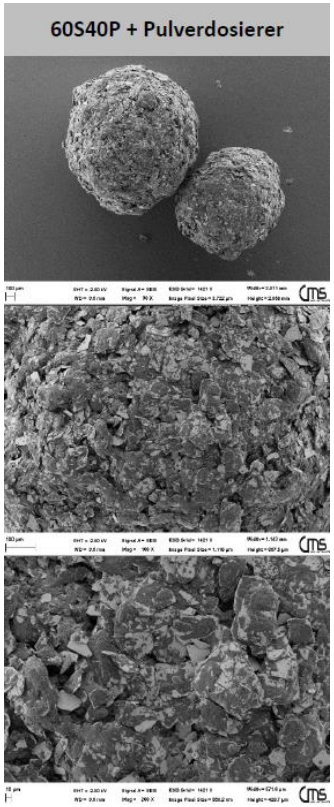
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

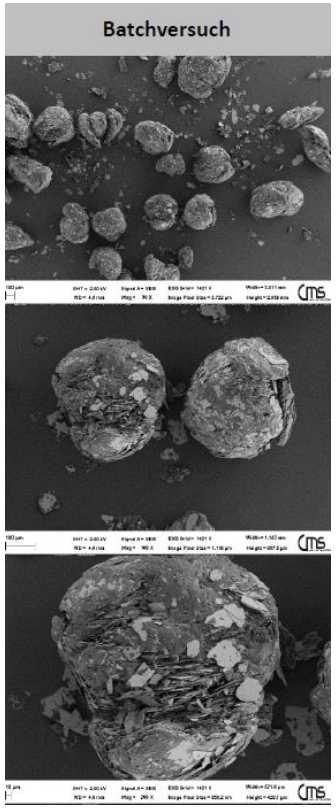


VERSUCHSPROGRAMM - ERGEBNISSE

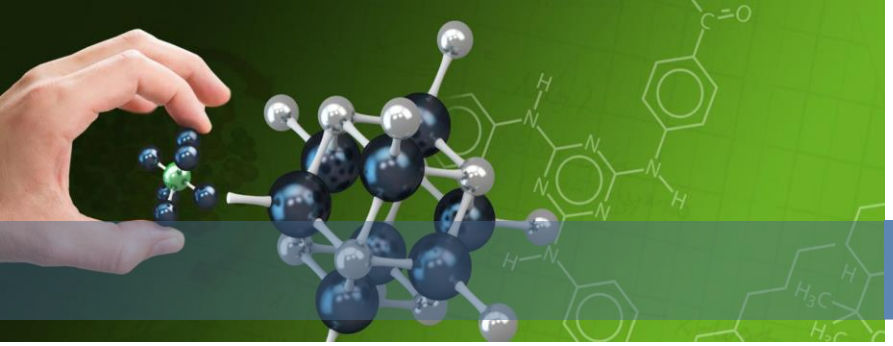




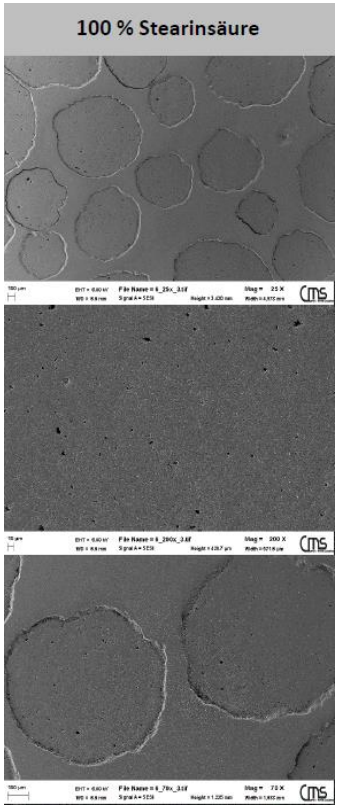


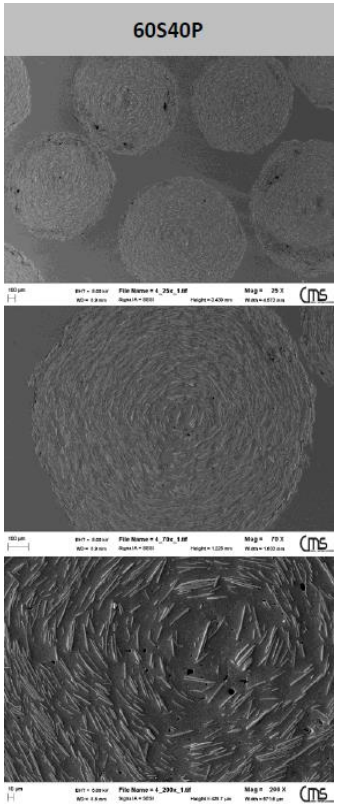


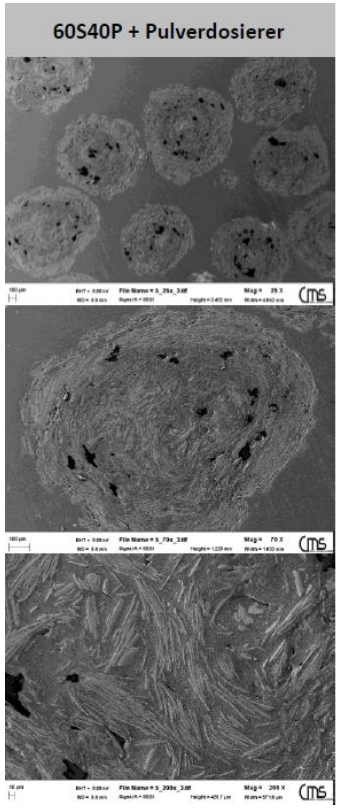
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

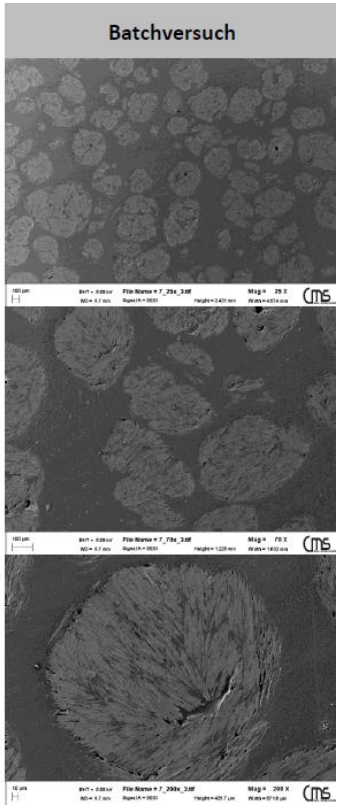


VERSUCHSPROGRAMM - ERGEBNISSE

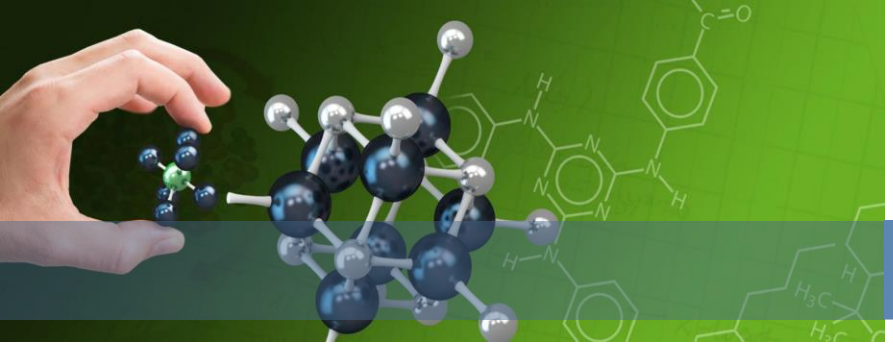




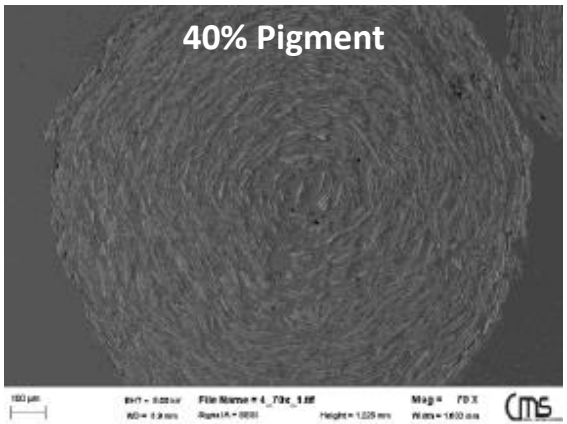


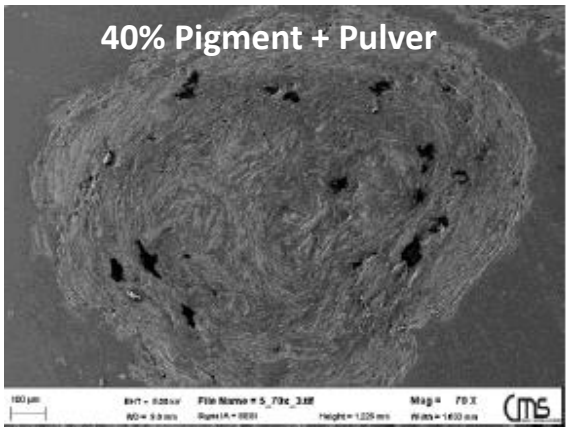


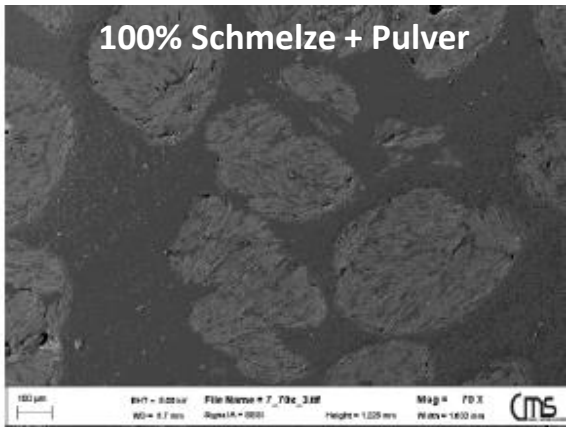
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



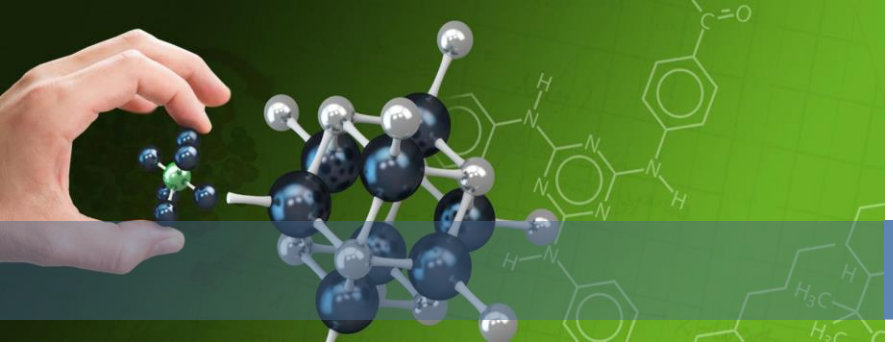
VERSUCHSPROGRAMM - ERGEBNISSE





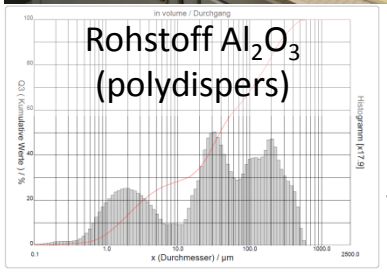


Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung

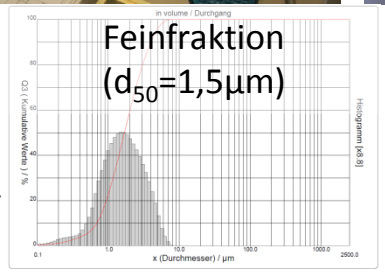


OBERFLÄCHENMODIFIKATION VON ADDITIVEN – CORE-SHELL-ANSATZ

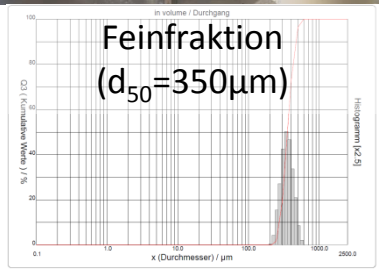
- Beschichtungen von feindispersen Systemen (z.B. Al_2O_3, Pigmente..)
- Partikel im gelösten Coatingmaterial suspendiert (z.B. Hexamethyldisilazan in Azeton…)
- Eindüsung der Suspension
- Partikelaustrag über Zyklon und/oder Sichter
- „trockene Fahrweise“
  Zulufttemperatur 175°C
  Produkttemperatur 100°C
  Gasmenge (N_2) 150m³/h



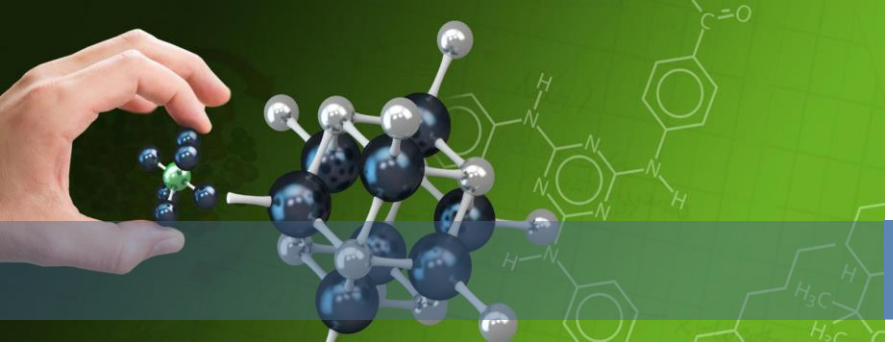
→



+



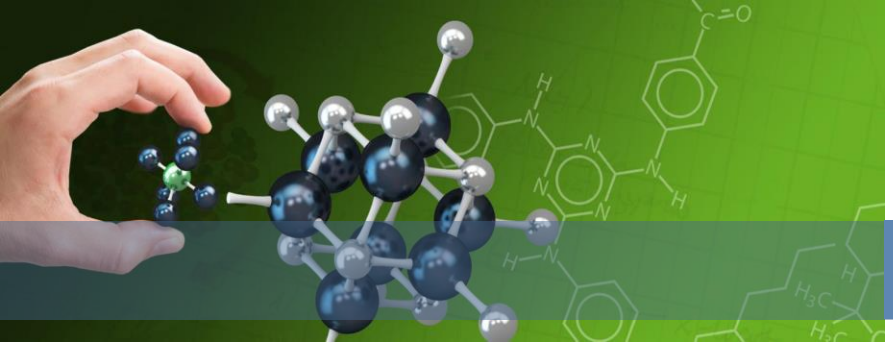
Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



ZUSAMMENFASSUNG

- Polymere zeigen unterschiedliches Schmelz- und Erstarrungsverhalten, die Erstarrungstemperatur bei der Schmelzgranulation ist entscheidend für Kristallstrukturbildung
- Hot-Melt-Granulation bietet eine Vielzahl von Möglichkeiten für das Produktdesign
- Flüssige und feste Additive können homogen in Granulate eingebettet werden
- Additive lassen sich durch Oberflächenmodifikation leichter bzw. zu höheren Anteilen in Polymere eingebettet werden
- Die Struktur scherempfindlicher Additive bleibt erhalten
- Hohe Additivbeladungen (Pigmente) lassen sich durch eine Kombination aus Sprühgranulation einer pigmenthaltigen Schmelze bei gleichzeitige Pigmentzudosierung über Injektoren ermöglichen (bis zu 80%)
- Alle Prozesse lassen sich kontinuierlich durchführen, sind energetisch effektiv und automatisierbar
- Das Potenzial ist noch nicht ausgeschöpft, die wirtschaftlichen Erfolgsaussichten sind überaus positiv.

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



PADES - PARTIKELDESIGN THÜRINGEN

NUTZEN SIE UNSERE GEBÜNDELTE TECHNOLOGISCHE KOMPETENZ

Glatt

GRAFE

seit 1558

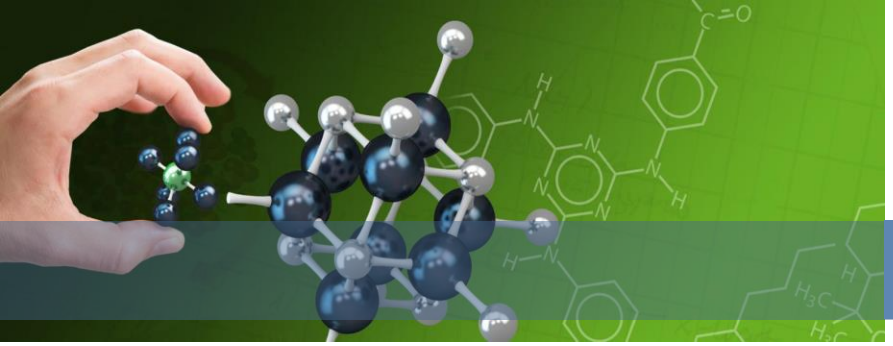
Fraunhofer IKTS

Mehr Informationen
www.pades-net.de
info@pades-net.de

pades – Partikeldesign thüringen

Individuelle Materialentwicklung. Funktionalisierung. Überführung in anwendbare Verarbeitungsformen.

Gefördert durch: WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Bundesministerium für Bildung und Forschung



DANKSAGUNG

- Dem Projektträger sowie dem BmBF
  - für die finanzielle Unterstützung
  - für ständige Diskussionsbereitschaft
  - für die enge Begleitung unseres Bündnisses sowie des Projektes