

NEUE TECHNOLOGIEN ZUR HERSTELLUNG THERMOPLASTISCHER PULVER

C. Eloo, M. Rechberger

Fraunhofer-Institut für Umwelt-, Sicherheits- und Energietechnik UMSICHT, Osterfelder Str. 3, Oberhausen,
e-mail: christina.eloo@umsicht.fraunhofer.de

1 Einleitung

Thermoplastische Werkstoffe in Pulverform kommen in verschiedensten Verfahren zum Einsatz. Beispiele sind generative Fertigungsverfahren, wie das Selektive Lasersintern und Beschichtungsverfahren, das Wirbelsintern, Rotationssintern oder elektrostatische Beschichten. Die Auswahl verschiedener Werkstoffe ist jedoch vor allem beim Selektiven Lasersintern sehr gering. Aufgrund der immer größeren Akzeptanz dieses Verfahrens steigt der Bedarf nach funktionellen Werkstoffen auf Basis unterschiedlicher Thermoplaste. Auch in der Pulverbeschichtungsbranche besteht ein großes Anwendungspotenzial für thermoplastische Beschichtungspulver, da diese bei hohen Anforderungen an die Funktionalität der Beschichtung den etablierten duroplastischen Pulverlacken meist deutlich überlegen sind. Bisher scheitert ein breiter Einsatz allerdings daran, dass kein Verfahren zur wirtschaftlichen Herstellung von ausreichend feinen Thermoplastpulvern besteht. Es werden Partikeldurchmesser kleiner 100 μm benötigt.

Die industrielle Herstellung pulverförmiger Kunststoffe erfolgt üblicherweise durch Tieftemperatur-Mahlung von Kunststoffgranulaten [1]. Aufgrund der visko-elastischen Eigenschaften ist dies jedoch nur mit hohem mechanischem Aufwand, bei gleichzeitiger intensiver Kühlung möglich. Die erhaltenen Pulver haben eine kubische Morphologie mit glatten Bruchkanten [2]. Fällungsprozesse während der Polymerisation liefern kugelförmige Partikel, allerdings ist eine Aditivierung des Polymers schwierig. Weitere Verfahren sind nur im Labormaßstab umgesetzt [1, 3, 4]. Als Alternative wurden einige Verfahren im Bereich der Hochdrucksprühprozesse unter Verwendung nahe- oder überkritischer Fluide (z.B. CO_2) entwickelt. Zu nennen ist das vergleichsweise einfache und kostengünstige, jedoch diskontinuierliche PGSS-Hochdrucksprühverfahren (Particles from Gas Saturated Solutions), mit dem hauptsächlich niedrigviskose Polymere pulverisiert werden. Es können feine Pulver mit unterschiedlichen Partikelformen erzeugt werden [5, 6].

Mit der hier vorgestellten Technologie werden die Compoundierung hochviskoser Thermoplaste und ihre Pulverisierung in einer kontinuierlichen Anlage kombiniert. Durch Verwendung von

überkritischem Kohlendioxid ($scCO_2$) werden hohe Drücke im Extruder aufgebaut. Der Einsatz von $scCO_2$ als Prozesshilfsmittel bei der Compoundierung sorgt aufgrund der mit dem Einlösen in die Polymerschmelze verbundenen Viskositätsniedrigung - insbesondere bei hochviskosen Polymerschmelzen - im Extruder für eine leichtere Verarbeitung [7]. Es können Viskositätsreduzierungen bis zu 80 % und eine deutliche Verbesserung der Dispergierwirkung erzielt werden [8]. In diesem Beitrag werden der Stand der Entwicklung und erste Erfahrungen über den Einfluss der Prozessparameter auf die Morphologie und Größe der erzeugten Polymerpartikel vorgestellt.

2 Versuchsanlage

Die Versuchsanlage besteht aus einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 25 mm und einem L/D-Verhältnis von 50. Der Extruder ist zur Verarbeitung hochviskoser Polymerschmelzen bei gleichzeitig hoher Dispergierwirkung von Füllstoffen geeignet. Durch spezielle Schneckenelemente und eine präzise Gehäusefertigung wird eine gasdichte Absperrung und eine gute distributive Einmischung des Kohlendioxids erreicht. Die in den Versuchen eingesetzte Schnecke ist so konzipiert, dass durch den Einsatz verschiedener förderaktiver Elemente ein Druckaufbau stattfindet. Rückfördernde Knetblöcke bauen zusätzlich ein Materialpolster vor der CO_2 -Eindosierung auf. Um eine gute Dispergierung des zudosierten CO_2 und der zu compoundierenden Additive in die Polymerschmelze zu erreichen, werden Knetblöcke und Zahnradelemente verwendet.

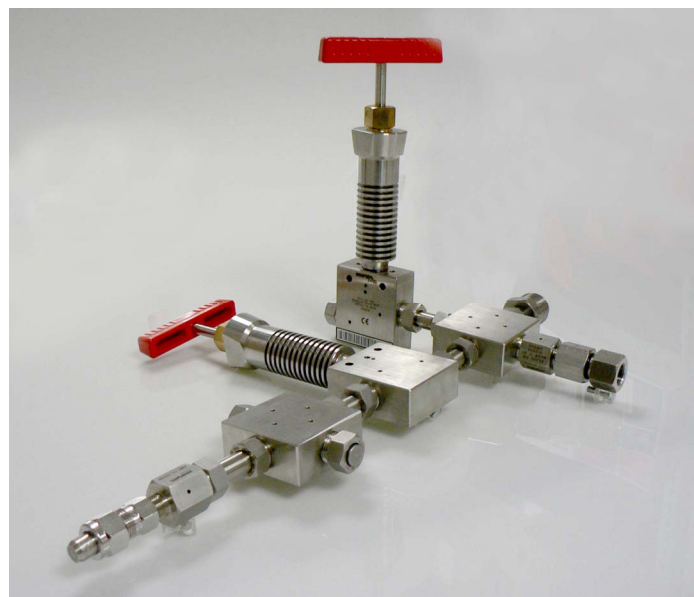


Abb. 1: Hochdruckextruder-Versuchsanlage (links) und Hochdrucksprüheinheit (rechts)

Bereits ein Polymer-Massenstrom von 3 kg/h ist ausreichend, um einen Sperrdruck von über 150 bar im Extruder aufzubauen, wodurch das Austreten des CO₂ verhindert wird. Am Ausgang des Extruders wurde die übliche Strangdüse durch eine Hochdrucksprüheinheit ersetzt. In dieser Einheit befinden sich zusätzliche statische Mischer, die für eine intensive Dispergierung von scCO₂ und Polymerschmelze sorgen, sowie zusätzliche Temperatur- und Druckfühler. Die gesamte Einheit wird durch einen elektrisch beheizten Kupferblock isoliert, um das Einfrieren der Polymerschmelze zu verhindern (Abb 1; rechts). Zum Anfahren des Systems und zum sicheren Betrieb wurden ein Bypass und eine Berstscheibe integriert. Die Düse ragt in einen Sprühturm. Es werden Vollkegeldüsen mit verschiedenen Öffnungsquerschnitten verwendet.

Mittels Kreisgasführung werden die entstehenden Partikel über einen Zyklon und einen Feinstfilter abgeschieden (Abb. 1; links), dabei dient das entspannte Kohlendioxid als Trägergas. Um dem Joule-Thomson-Effekt an der Düse entgegenzuwirken, kann das im Kreis geführte CO₂ beheizt und somit die Bildung der Partikelform beeinflusst werden. Mit der beschriebenen Konstruktion ist es möglich, bis zu 100 kg/h CO₂ direkt in die Polymerschmelze einzudüsen. Das Kohlendioxid kann an zwei Stellen im Extruder sowie an einer Stelle in der Hochdrucksprüheinheit eingespeist werden.

3 Materialien und Methoden

3.1 Polybutylenterephthalat

Die Ergebnisse werden exemplarisch an den Untersuchungen von Polybutylenterephthalat (PBT), einem teilkristallinen Thermoplast, dargestellt. PBT wird durch Polykondensation von Terephthalsäure und 1,4-Butandiol hergestellt. In Abbildung 2 ist die schematische Struktur des PBT zu sehen.

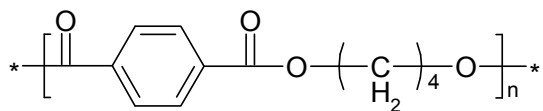


Abb. 2: Allgemeine Strukturformel des PBT

PBT gehört zu den Polyestern und zeichnet sich durch hohe Festigkeit und Steifigkeit aus. Das Pulver soll als Werkstoff für das Selektive Lasersintern eingesetzt werden, wobei es besonders für Bauteile aus dem Automotive-Bereich interessant ist.

Das verwendete PBT ist niedrigviskos, was für den späteren Anwendungsprozess aber auch für die Pulverherstellung von Vorteil ist. Zusätzlich wurden Organoclays als nanoskalige Additive eingesetzt.

Tabelle 1: Eigenschaften von Polybutylenterephthalat

Eigenschaft	Einheit	
Dichte	g/cm ³	1,25 – 1,35
Viskosität (bei 230 °C)	Pa s	400
Schmelzbereich	°C	220 - 230

Abbildung 3 zeigt die Schmelzdruckkurve von PBT. Durch das Einlösen von CO₂ tritt bei höheren Drücken eine Schmelztemperaturabsenkung auf. Während unter Luftatmosphäre die Schmelztemperatur des reinen Polymers noch bei 227 °C liegt, wird sie durch eine Druckerhöhung auf 150 bar um fast 15 K auf 215 °C erniedrigt.

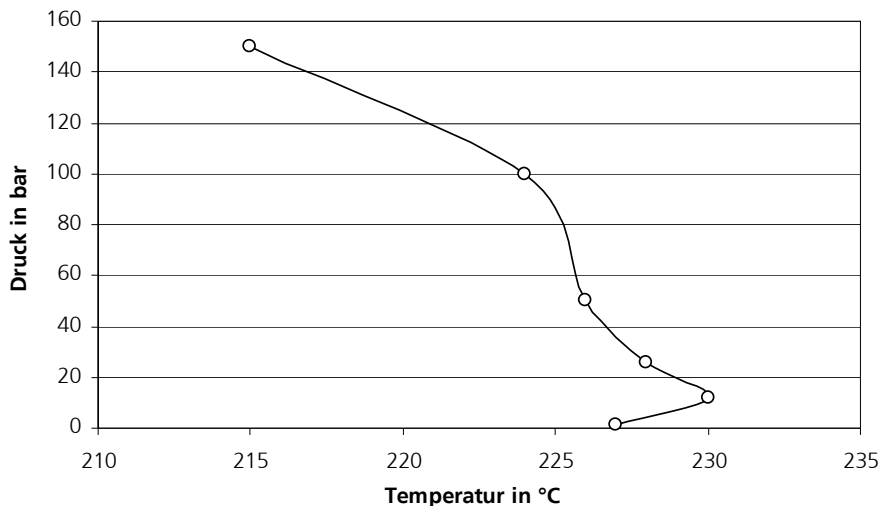


Abb. 3: Schmelzdruckkurve von PBT in Gegenwart von CO₂ [9]

3.2 Bestimmung der Partikelmorphologie

Die Partikelmorphologie der hergestellten Pulver wurde mit einem Raster-Elektronenmikroskop (REM) untersucht. Von jeder Probe wurden Übersichts- und Detailaufnahmen aufgenommen, sodass auch die Oberflächenstruktur der Partikel zu erkennen ist. Anhand dieser REM-Aufnahmen wurde die Qualität der erzeugten Partikel beurteilt.

3.3 Bestimmung der Partikelgröße

Die Partikelgrößenverteilung der Pulver wurde mittels Laserbeugung in wässrigen Dispersionen bestimmt (Mastersizer 2000 mit Dispergiereinheit Hydro S/Malvern). Als Berechnungsgrundlage wurde das Fraunhofer-Modell für irreguläre Partikel verwendet. Je nach Dispersionsverhalten war es notwendig, Tenside als Dispergierhilfsmittel einzusetzen. Zur Zerstörung von losen Agglomeraten wurde die Probe während der Messung mit Ultraschall behandelt. Jede Probe wurde unter gleichen Bedingungen zweimal vermessen. Das Ergebnis ist eine Volumensummenverteilung. Bei Annahme gleicher Partikeldichte kann somit zu jeder Partikelgröße der Massenanteil in der Pulverprobe unterhalb dieser Partikelgröße angegeben werden. Zum Beispiel entspricht die mittlere Partikelgröße d_{50} der Partikelgröße, die von 50 Gew.-% der Partikel unterschritten wird.

4 Probenahme

Die Probennahmen fanden im stationären Zustand des Sprühprozesses statt. Die Stationarität wurde als gegeben angenommen, wenn sich die folgenden Parameter (Tabelle 2) für mindestens fünf Minuten nur im genannten Bereichen bewegten. Die Pulver wurden hinsichtlich Morphologie und Partikelgrößenverteilung charakterisiert.

Tabelle 2: Zulässige Parameterschwankungen für stationären Zustand

Prozessparameter	Einheit	Bereich
CO ₂ -Massenstrom	kg/h	± 1
Vorexpanionsdruck	bar	± 5
Vorexpanionstemperatur	°C	± 2

5 Ergebnisse und Diskussion

Es wurden verschiedene Parameterkombinationen getestet, um Bereiche zu identifizieren, in denen ein Versprühen der Schmelze möglich ist. Direkt einstellbar sind das Temperaturprofil und die Schneckendrehzahl des Extruders und damit indirekt die Masstemperatur der Schmelze beziehungsweise der Druckaufbau in der Anlage. Außerdem der Polymer-Massenstrom sowie die Frequenz der CO₂-Pumpe. Durch Kombination dieser Parameter stellen sich die Vorexpanionstemperatur, der Vorexpanionsdruck und der CO₂-Massenstrom ein. In den in Tabelle 3 dargestellten Parameterbereichen fanden Versuche zur Pulverisierung von PBT statt.

Tabelle 3: Untersuchte Parameterbereiche zur Pulverisierung von PBT

Prozessparameter	Einheit	Bereich
Massetemperatur (Extruder)	°C	230 bis 280
Vorexpanionsdruck	bar	1 bis 200
Polymer-Massenstrom	kg/h	3 bis 25
CO ₂ -Massenstrom	kg/h	10 bis 105
Lösemittelverhältnis	-	1 bis 15
Schneckendrehzahl	min ⁻¹	50 bis 800
Düsendurchmesser	mm	0,7; 1; 1,6

Insgesamt wurden über 50 Versuche unter Verwendung von drei verschiedenen Düsendurchmessern mit PBT durchgeführt. Es hat sich gezeigt, dass Temperaturen von mindestens 20 °C über dem Schmelzpunkt des Polymers günstige Prozessbedingungen ergeben. Hohe Lösemittelverhältnisse (Verhältnis CO₂-Massenstrom/Polymer-Massenstrom, LMV) erniedrigen die Viskosität der Schmelze und vereinfachen somit den Sprühprozess. Von der Austrittsbohrung der Düse hängt der Gesamtdurchsatz ab, da hierdurch der Rückstaudruck in der gesamten Anlage definiert wird (zulässiger Höchstdruck der Anlage: 200 bar). Im Folgenden werden die Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen dargestellt und die Abhängigkeit von den eingestellten Prozessparametern diskutiert.

5.1.1 Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit der Prozessparameter

Die Haupteinflussgrößen des Prozesses auf die Partikelgrößenverteilung sind

- die Massetemperatur,
- das Lösemittelverhältnis,
- die Schneckendrehzahl und
- der Düsendurchmesser.

Abbildung 4 zeigt die Volumensummenverteilung zweier Pulver in Abhängigkeit der Massetemperatur. Die Pulver wurden unter vergleichbaren Bedingungen hergestellt, lediglich die Massetemperatur liegt in Versuch 20 etwa 20 °C über der Massetemperatur von Versuch 18. Es zeigt sich, dass durch Erhöhung der Massetemperatur - und somit Reduzierung der Viskosität - die Partikelgröße um fast 25 % reduziert werden kann. In Versuch 18 wurde bei einer Massetemperatur von 275 °C ein grobes Pulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 174 µm hergestellt. Die Korngrößenverteilung in Versuch 20 ist zu kleineren Partikelgrößen verschoben ($d_{50} = 24 \mu\text{m}$). Dieser Trend ist auch bei weiteren Versuchen zu erkennen.

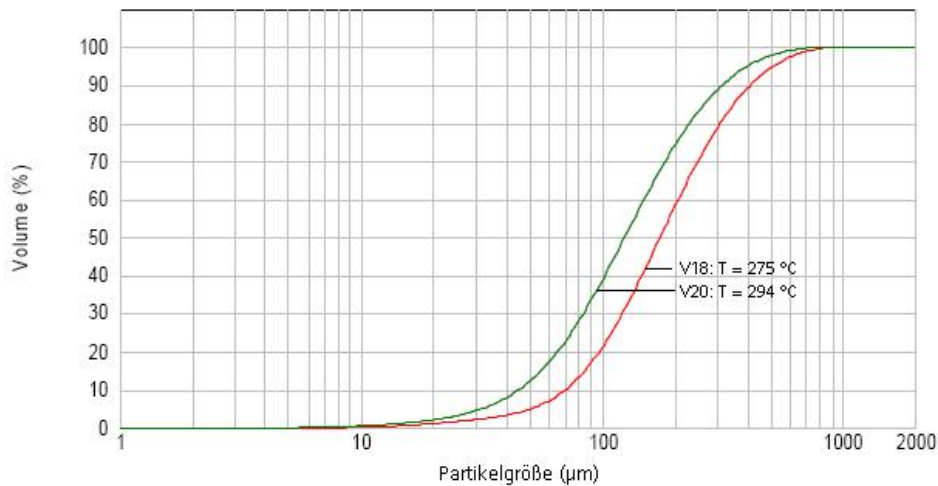


Abb. 4: Volumensummenverteilung in Abhängigkeit der Massetemperatur (Versuch 18 / Versuch 20)

Die Abhängigkeit der Partikelgröße vom Lösemittelverhältnis wird in Abbildung 5 exemplarisch dargestellt. In Versuch 2 wurde bei einem Lösemittelverhältnis von 4,5 ein grobes Pulver mit einer mittleren Partikelgröße von 558 µm hergestellt. Versuch 3 wurde mit einem höheren Lösemittelverhältnis (7,1) durchgeführt, und die mittlere Partikelgröße verringerte sich auf 406 µm.

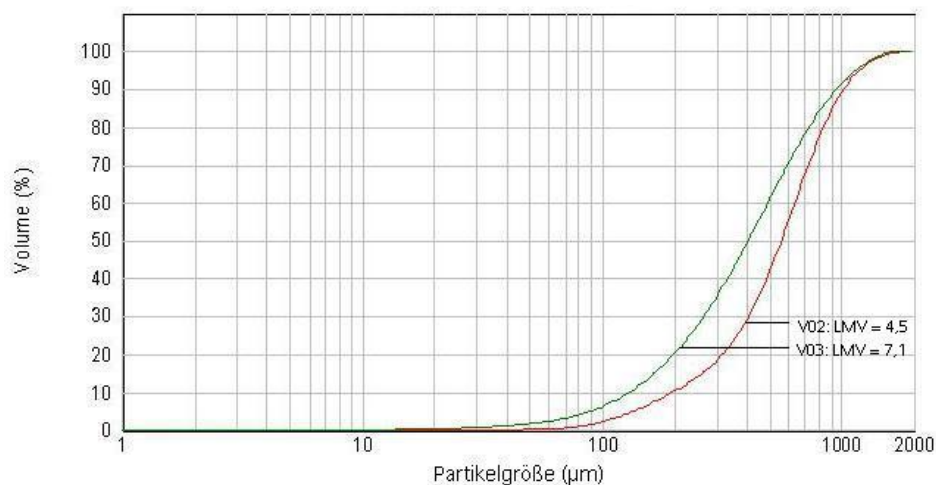


Abb. 5: Volumensummenverteilung in Abhängigkeit des Lösemittelverhältnisses (Versuch 2 / Versuch 3)

Es hat sich gezeigt, dass die Partikelgrößenverteilung durch Erhöhung des Lösemittelverhältnisses reduziert werden kann, allerdings ist dieser Effekt weniger ausgeprägt, als die Erhöhung der Massetemperatur.

Abbildung 6 zeigt den Zusammenhang zwischen der Partikelgrößenverteilung und der Schneckendrehzahl. Die Pulverherstellung in den Versuchen 16 und 17 wurde bei nahezu identischen Bedingungen durchgeführt. Bei Versuch 16 wurde bei einer Schneckendrehzahl von 700 min⁻¹ ein Pulver mit einer mittleren Partikelgröße von 133 µm hergestellt. Durch eine Erhöhung der Schneckendrehzahl auf 800 min⁻¹ konnte die mittlere Partikelgröße auf 113 µm (Versuch 17)

verringert werden. Der Vergleich zeigt, dass mit steigender Schneckendrehzahl bei sonst vergleichbaren Bedingungen die Partikelgröße abnimmt.

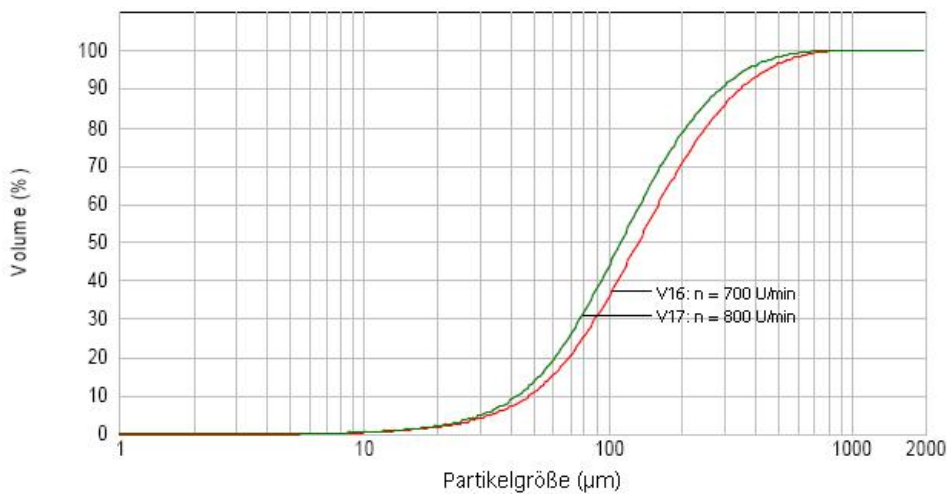


Abb. 6: Volumensummenverteilung in Abhängigkeit der Schneckendrehzahl (Versuch 16 / Versuch 17)

Der gleiche Effekt ist auch bei weiteren Versuchspaaren zu erkennen. Die Schneckendrehzahl hat einen unmittelbaren Einfluss auf die Mischung der im Extruder erzeugten Dispersion.

Interessant ist, dass sich dieser Trend bei den Versuchen mit der größten Düse (Austrittsbohrung 1,57 mm) umzukehren scheint. Hier erhöht sich die Partikelgrößenverteilung mit steigenden Schneckendrehzahlen bei sonst vergleichbaren Bedingungen. Eine Erklärung hierfür könnten die geringeren Drücke im Extruder sein, die sich aufgrund des kleineren Sperrdrucks der Düse einstellen. Durch den kleineren Druck fällt auch der Joule-Thomson-Effekt geringer aus, die Polymerschmelze wird weniger abgekühlt und es können sich vermehrt Agglomerate im Sprühturm bilden.

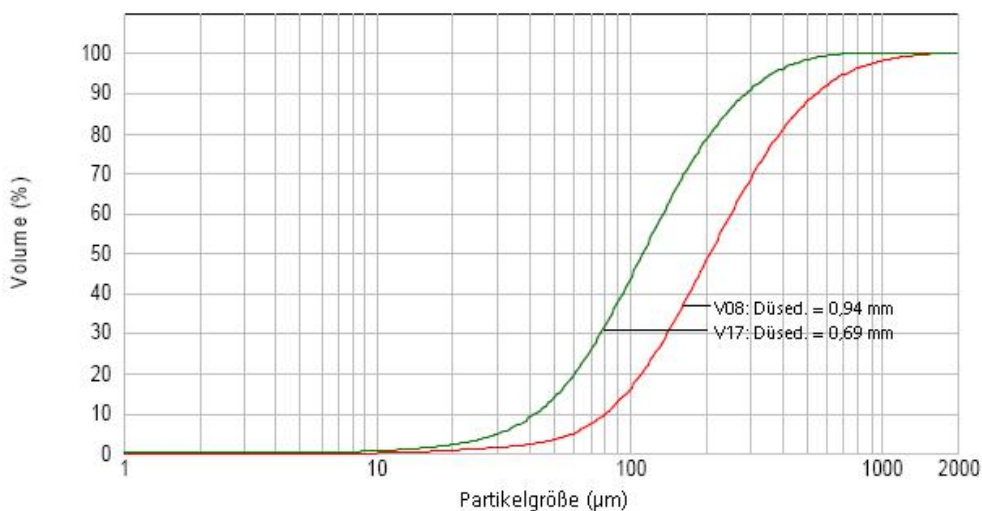


Abb. 7: Volumensummenverteilung in Abhängigkeit des Düsendurchmessers (Versuch 8 / Versuch 17)

Abbildung 7 vergleicht die Partikelgrößenverteilung der erzeugten Pulverproben aus den Versuchen 8 und 17 in Abhängigkeit des Düsendurchmessers. Der Vergleich lässt erkennen, dass die Partikelgröße von Pulvern mit dem Durchmesser der Düsenöffnung bei ähnlichen Bedingungen abnimmt. Ein kleinerer Düsendurchmesser führt zu einer kleineren Korngröße der einzelnen Partikel. Da jedoch der Rückstaudruck im Extruder durch die kleinere Düsenöffnung zunimmt und der Druck im Extruder auf 200 bar begrenzt ist, kann nur eine geringere Menge des Kohlendioxids im Extruder hinzugefügt werden.

5.1.2 Partikelmorphologie in Abhängigkeit der Prozessparameter

Mit dem Rasterelektronenmikroskop wurden verschiedene geometrische Formen der Partikel festgestellt. Abbildung 8 zeigt die verschiedenen Strukturen: Fasern, unregelmäßige Knollen und kugelförmige Partikel. Bei manchen Versuchen entstanden keine Pulver, sondern Polymerstränge oder watteähnliche Agglomerate; diese Proben wurden nicht mittels REM untersucht. Eine eindeutige Zuordnung zwischen eingestellten Parametern und Partikelmorphologie konnte nicht gefunden werden.

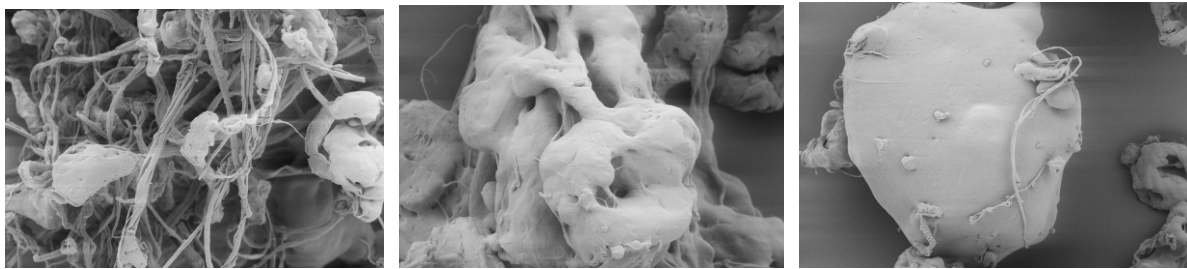


Abb. 8: PBT-Partikel mit faserförmiger, unregelmäßiger und kugelförmiger Struktur (von links nach rechts)

Fasern entstehen vor allem bei kleinen Düsendurchmessern. Die Länge der Fasern reicht von wenigen Mikrometern bis zu ca. 300 μm . Insgesamt gilt, dass höhere Massetemperaturen und höhere Schneckendrehzahlen zu einer geringeren Fadenbildung führen.

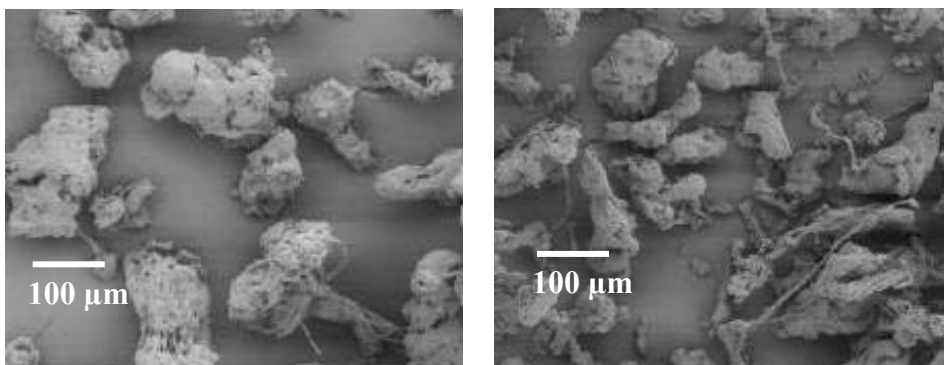


Abb. 9: Knollenförmige Strukturen der PBT-Partikel (links: Versuch 8; rechts: Versuch 10)

In den meisten Versuchen wurden Pulver mit unregelmäßig geformten Partikeln und einem geringen Faseranteil hergestellt. Abbildung 9 zeigt exemplarische REM-Aufnahmen von Partikeln der Versuche 8 und 10. Bei diesen Versuchen wurde eine Düse mit mittlerem Öffnungsquerschnitt eingesetzt.

Die in Abbildung 10 dargestellten REM-Aufnahmen zeigen einzelne stark vergrößerte Partikel aus den Versuchen 7 und 13. Das Pulver aus Versuch 7 wurde mit einem Lösemittelverhältnis von 8,7 hergestellt. Die Oberfläche der Partikel aus diesem Versuch erscheint glatt und weist keine durch entweichendes Kohlendioxid entstehenden Krater auf. Die Oberfläche ist mit einigen Fäden belegt, die sich sehr wahrscheinlich durch die Bewegung im Sprühturm bis zur Erstarung der Polymerschmelze um die Partikel gewickelt haben. Das Lösemittelverhältnis aus Versuch 13 ist hingegen mit 11,1 relativ hoch. Es entstehen unregelmäßig geformte Partikel, deren Oberflächen sehr porös sind. Sehr wahrscheinlich entstehen Krater bzw. Kanäle durch austretendes CO₂ direkt nach der Pulverisierung, solange die Polymertröpfchen noch ausreichend weich sind. Das entweichende CO₂ führt zu einer hohen Porosität der einzelnen Pulverpartikel und somit zu geringeren Schüttdichten der Pulver.

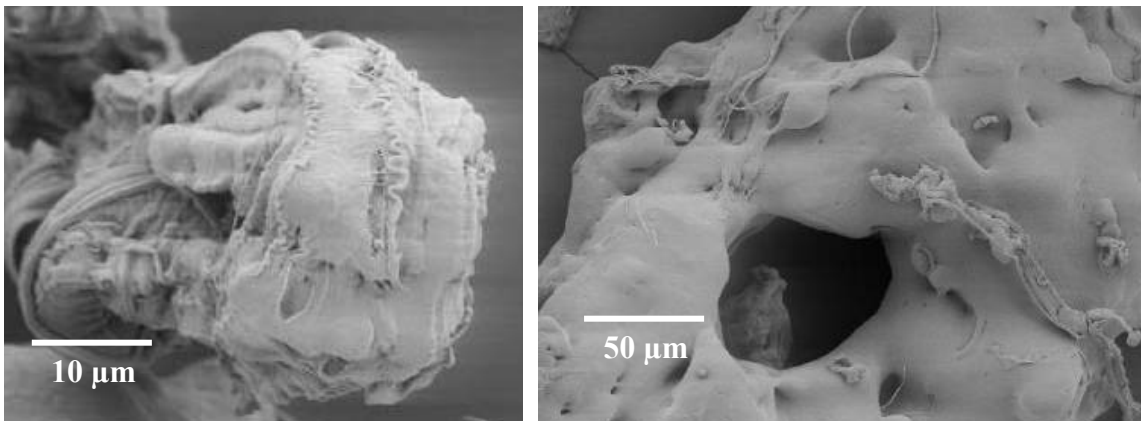


Abb. 10: Oberflächenbetrachtung einzelner Partikel (links: Versuch 7; rechts: Versuch 13)

In einigen Versuchen entstanden auch nahezu kugelförmige Partikel mit glatten Oberflächen. Neben den Kugeln sind teilweise noch dünne Fasern auf der Oberfläche zu erkennen. Abbildung 11 zeigt REM-Aufnahmen von Partikeln der Versuche 19 und 22, bei denen eine Vollkegeldüse mit einer Bohrung von 0,69 mm eingesetzt wurde. Es scheint, dass hohe Schnecken-drehzahlen bei hohen Massetemperaturen und relativ niedrigen LMV die Bildung von sphärischen Partikeln mit glatten Oberflächen begünstigen. Durch die höhere Massetemperatur erniedrigt sich die Viskosität der Schmelze. Dadurch wird die Entgasung des Tropfens begünstigt.

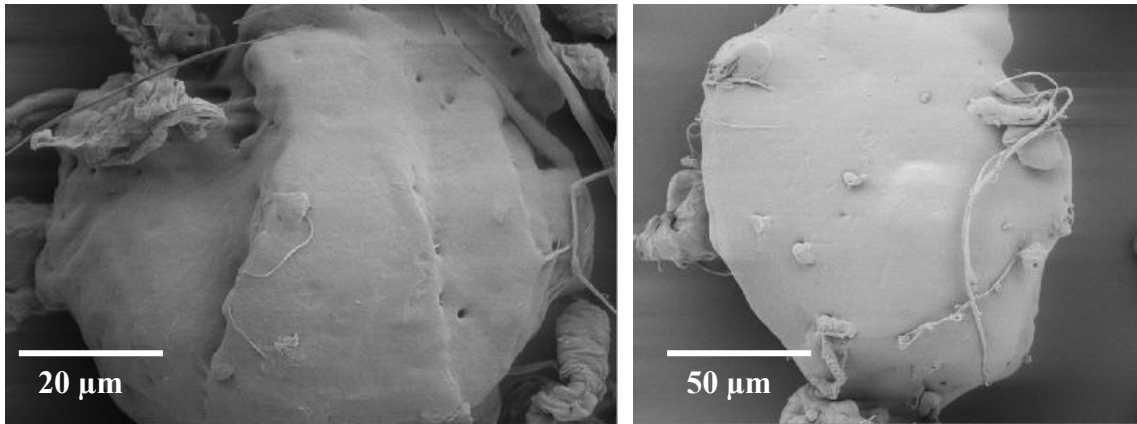


Abb. 11: Nahezu kugelförmige Partikel mit glatten Oberflächen (links: Versuch 19; rechts: Versuch 22)

Durch eine Zunahme der Sprühturmtemperatur können die Partikel unter der Bildung von Agglomeraten miteinander verkleben oder verschmelzen. Bei einer Nachexpansionstemperatur von über 150 °C im Sprühturm wurden Agglomerate aus kugelähnlichen Knollen, wie sie in Abbildung 12 zu sehen sind, hergestellt.

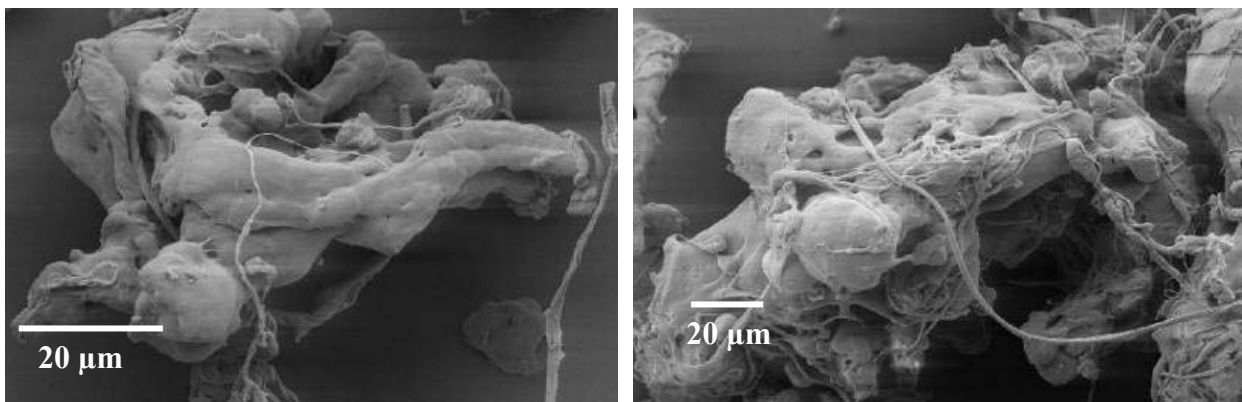


Abb. 12: Agglomerate durch zu hohe Nachexpansionstemperaturen (Versuch 22)

Bei den Versuchen mit der großen Düsenaustrittsbohrung von 1,57 mm konnten Partikel bei geringeren Drücken, und im Vergleich zu den Versuchen mit kleineren Austrittsbohrungen, mit höheren LMV hergestellt werden. Anhand der REM-Aufnahmen ist der Trend erkennbar, dass weniger Fäden in den Pulvern vorhanden sind. Durch die größere Austrittsbohrung entstehen allerdings auch größere Partikel.

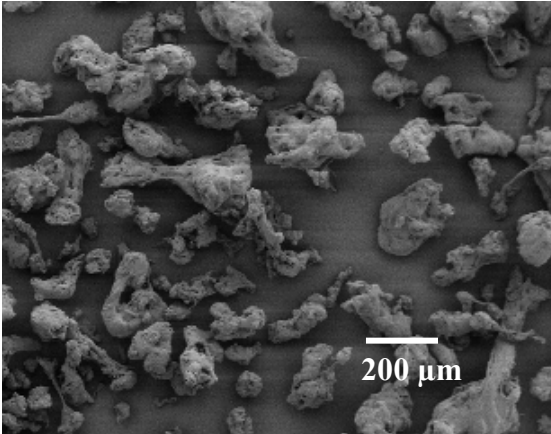


Abb. 13: Kaum Fadenbildung bei Verwendung einer Düse mit größerer Austrittsbohrung

5.1.3 Einfluss von nanoskaligen Additiven

Bei der Verwendung von Organoclay-gefüllten Masterbatches konnten bei der Zerstäubung der Komposite ähnliche Parameter wie bei den Versuchen mit reinem PBT eingestellt werden. Es zeigte sich, dass (sehr wahrscheinlich durch eine geringere Viskosität) schon bei niedrigeren Temperaturen und/oder Lösungsmittelverhältnissen ein kontinuierlicher Sprühprozess eintrat. Ein Einfluss der Nanopartikel auf die Morphologie der Pulverpartikel war nicht erkennbar. Es entstanden hauptsächlich unförmige Partikel. Besonders bei hohen LMV waren Krater/Kanäle auf den Partikeloberflächen zu erkennen.

5.1.4 Zusammenfassung

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass bei höherer Massetemperatur die Viskosität der Schmelze abnimmt und somit der Dispergiervorgang zwischen Polymerschmelze sowie Kohlendioxid und damit die Zerstäubung der Tröpfchen verbessert wird. Weiterhin ist die Ausformung der Schmelze zu Tropfen bei höheren Temperaturen begünstigt, wodurch sich eine Abnahme der Partikelgrößen der erzeugten Pulver einstellt. Die Fadenbildung wird unterbunden, und es entstehen eher kugelförmige Partikel. Mit größeren Lösemittelverhältnissen wird ebenfalls die Viskosität der Polymerschmelze reduziert und die Zerteilung der Tropfen während der Entspannung begünstigt. Darüber hinaus steigen mit dem Lösemittelverhältnis ebenfalls Strömungsgeschwindigkeiten und die auf die Polymerschmelze wirkenden Dehn- und Scherspannungen, die eine Vordispersierung und Zerteilung des Polymerstranges bewirken, wodurch die eigentliche Zerstäubung begünstigt wird. Das Ergebnis sind Pulver mit kleineren Partikelgrößen und wenig Fadenbildung. Nachteil sind poröse Partikel, die sich aufgrund des hohen CO₂-Anteils bilden.

Eine höhere Schneckendrehzahl hat bei gleichbleibenden geometrischen Abmessungen eine höhere Strömungsgeschwindigkeit zur Folge. Dadurch werden auch die Scherraten erhöht, was wiederum zu einer besseren Durchmischung führt. Die Dispergierung des Kohlendioxids in die

Polymerschmelze kann dadurch verbessert werden. Die mechanischen Kräfte nehmen durch höhere Strömungsgeschwindigkeiten und höhere Scherraten in der Düse zu. Dadurch werden kleinere Tröpfchen bei der Verdüsung gebildet. Allerdings ist der Einfluss der Schneckendrehzahl im Vergleich zu Lösemittelverhältnis und Massetemperatur eher gering. Außerdem gibt es einen signifikanten Einfluss auf die Partikelgröße durch die Wahl der Düse. Je größer der Öffnungsquerschnitt, desto größer die resultierenden Partikel. Hohe Nachexpansionstemperaturen, begünstigt durch hohe Massetemperaturen und geringe Vorexpanionsdrücke, führen zu einer Erhitzung des Sprühturms, was eine Agglomeratbildung zur Folge hat.

6 Ausblick

Optimierungspotenzial der Pulverpartikel hinsichtlich Morphologie und Größe besteht in der Anpassung des kompletten Zerstäubersystems. Der Einsatz mehrerer Düsen könnte sinnvoll sein. Dabei müssen jedoch spezielle Geometrien entwickelt werden, die eine Überlappung der Sprühkegel vermeiden. Außerdem soll der Einfluss weiterer Düsenbauarten und -geometrien - wie zum Beispiel Zweistoffdüsen - auf die Partikelbildung untersucht werden. Erst dann ist der Einsatz als fließfähiges Pulver mit Partikelgrößen kleiner 100 µm für das selektive Lasersintern möglich. In weiteren Forschungsarbeiten soll - neben weiteren Polymeren - auch der Einfluss höherer Vorexpanionsdrücke geprüft werden. Denkbar ist die Verwendung einer Schmelzepumpe.

7 Literatur

- [1] Otaigbe J., McAvoy J., Gas Atomization of Polymers I: Feasibility Studies and Process Development, *Advances in Polymer Technology*; Vol. 17; No. 2; p. 145-160, 1998.
- [2] Vauck W., Müller H., *Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik*, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, p. 257, 1989.
- [3] Shekunov B.Y., Edwards A.D., Forbes R., Crystallization and plasticization of poly(l-lactide) (PLLA) with supercritical CO₂, *Proceedings of the Sixth International Symposium on Supercritical Fluids*, Versailles, France, 28–30 April 2003, pp. 1801–1806, 2003.
- [4] Jung, J., Perrut, M., Particle design using supercritical fluids: Literature and patent survey, *The Journal of Supercritical Fluids*, Vol. 20, p. 179-219, 2001.
- [5] Kappler P., Partikelbildung und -morphologie bei der Hochdruckmikronisierung gashaltiger Lösungen, *Dissertation*, Ruhr-Universität Bochum, 2003.
- [6] Kilzer A., Herstellung von Feinpulvern aus hochviskosen Polymerschmelzen mit Hochdrucksprühverfahren, *Dissertation*, Ruhr-Universität Bochum, 2004.

- [7] Carcia-Leiner M., Lesser A.J., Processing of intractable polymers using high-pressure carbon dioxide, Annual Technical Conference –Society of Plastics Engineers 61, p. 1610-1614, 2003.
- [8] Elkowith M.D., Lee L.J., Tomasko D.L., Effect of supercritical carbon dioxide on morphology development during polymer blending; Polymer Engineering and Science 4, p. 1850-1861, 2000.
- [9] Petermann M., Abschlussbericht zum BMBF-Projekt „Verdichtetes Kohlendioxid als Prozessadditiv zur Herstellung polymerer und mikronisierter Nanokomposite - nanocrosser« (Förderkennzeichen: 03X0009), Ruhr-Universität Bochum, 2008.