



Thema

Erarbeitung einer Handlungsanweisung zur Charakterisierung von Verschmutzungen im industriellen Umfeld

Name, Vorname: Kricke, Sebastian

geboren am: 05.07.1991
in: Zwickau

Großer Beleg (500h-Beleg)

Tag der Einreichung: 01.09.2015

Betreuender Hochschullehrer: Prof. Dr.-Ing. J.P. Majschak

Betreuer der TU: Dipl.-Ing. Hannes Köhler

Geheimhaltungsgrad: keiner

Prof. Dr.-Ing. Jens-Peter Majschak
Professur Verarbeitungsmaschinen/ Verarbeitungstechnik
am Institut für Verarbeitungsmaschinen und Mobile Arbeitsmaschinen



AUFGABENSTELLUNG FÜR DEN GROßEN BELEG

im Studiengang	Maschinenbau
Studienrichtung	Verarbeitungsmaschinen und Verarbeitungstechnik
Name des Studenten	Sebastian Kricke

Thema: Erarbeitung einer Handlungsanweisung zur Charakterisierung von Verschmutzungen im industriellen Umfeld
Development of an instruction to characterize soils for industrial use

Kurzthema: Industrienähe Verschmutzungscharakterisierung

Zielsetzung:

Die Reinigung von Maschinen und Anlagen ist ein komplexer Prozessschritt in der Pharma- und Lebensmittelindustrie. Für die Auslegung von Reinigungsprozessen im Allgemeinen und zur Parametrierung eines Prozessmodells im Speziellen ist es erforderlich Verschmutzungen zu charakterisieren.

Im Rahmen der Belegarbeit sind zwei Verschmutzungen mit bereits erprobten Methoden umfassend zu untersuchen und zu beschreiben. Dies sind eine Stärkeverschmutzung und eine noch näher zu konkretisierende Verschmutzung, die vorrangig durch viskoses Fließen beim Reinigen mit Flüssigkeitsstrahlen gekennzeichnet ist (z. B. Zahnpasta, Vaseline oder Pudding). Die Charakterisierung der Verschmutzungen bezieht sich hauptsächlich auf die folgenden Methoden: 1) Messung des Quellverhaltens a) mittels Gravimetrie, b) mittels optischer Vermessung der Phasengrenze und 2) Bestimmung der Bindungskräfte unter Scherbeanspruchung. Bei den Versuchsreihen sind unterschiedliche Ausgangsschmutzmengen, Quellzeiten und Quelltemperaturen für zwei Quellmedien zu untersuchen. Für die Messungen am Bindungskraftversuchsaufbau wird weiterhin der Rakelspalt und die Abzugsgeschwindigkeit variiert. Die Messdaten werden in geeigneter Form aufgearbeitet und interpretiert. Beispielhaft ist auch an weiteren Verschmutzungen zu prüfen, ob ein vereinfachter Aufbau der Bindungskraftmesseinrichtung für eine Unterscheidung hinsichtlich „überwiegend kohäsiven oder adhäsiven Versagen“ industriell realisiert werden kann. Als Ergebnis der Arbeit entsteht eine Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung welche im industriellen Umfeld angewandt werden soll. Die Ergebnisse der Arbeit werden mündlich verteidigt.

Betreuer der TU: Dipl.-Ing. Hannes Köhler

Ausgehändigt am: 03.10.2014

Einzureichen am: 03.03.2015

Zu beachten ist die „Richtlinie zur Anfertigung und Gestaltung der Studienarbeiten: Interdisziplinäre Projektarbeit, Großer Beleg, Diplomarbeit“.

Prof. Dr.-Ing. Majschak
Studienrichtungsleiter
Betreuender Hochschullehrer

Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis der verwendeten Formelzeichen	V
Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen	IX
1 Einleitung	1
2 Stand der Technik	2
2.1 Grundlagen der Reinigung	2
2.2 Einfluss der Bindungskräfte.....	3
2.3 Versuchsaufbau zur Bestimmung der Bindungskräfte	3
2.3.1 Versuchsprinzip nach LIU et al.	3
2.3.2 Provisorischer Bindungskraftversuchsaufbau	5
2.3.3 Bindungskraftversuchsaufbau.....	6
2.3.4 Differentiation der wirkenden Kräfte bei Verschmutzungsabzug	9
3 Zielsetzung und Lösungsweg	11
4 Modellverschmutzungen	12
4.1 Vaselineverschmutzung	12
4.1.1 Allgemeines	12
4.1.2 Chemischer Aufbau und physikalische Eigenschaften der Vaseline	12
4.1.3 Reproduzierbare Herstellung der Vaselineverschmutzung.....	13
4.2 Stärkeverschmutzung.....	14
4.2.1 Allgemeines	14
4.2.2 Chemischer Aufbau und physikalische Eigenschaften der Stärke.....	15
4.2.3 Reproduzierbare Herstellung der Stärkeverschmutzung	16
5 Quellverhalten der Modellverschmutzungen	18
5.1 Zielsetzung und Vorbetrachtung	18
5.2 Validierung der Umgebungseinflüsse mittels Vaseline.....	18

5.3	Gravimetrische Betrachtung der Stärkequellung	21
5.3.1	Versuchsdurchführung	21
5.3.2	Messergebnisse	21
5.3.3	Erstellung eines Prozessmodells	24
5.4	Optische Vermessung der Phasengrenze der Stärke	30
5.4.1	Versuchsdurchführung	30
5.4.2	Messergebnisse	32
5.4.3	Erstellung eines Prozessmodells	34
6	Einflüsse verschiedener Parameter auf Bindungskräfte	36
6.1	Versuchsplanung	36
6.2	Vaselineverschmutzung	38
6.2.1	Auswertung des Versuchsplans	38
6.2.2	Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts	39
6.2.3	Einfluss des Rakelspalts	40
6.2.4	Einfluss der Rakelgeschwindigkeit	41
6.2.5	Einfluss der Temperatur	42
6.2.6	Einfluss des Reinigungsmediums	44
6.3	Stärkeverschmutzung	45
6.3.1	Auswertung des Versuchsplans	45
6.3.2	Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts	47
6.3.3	Einfluss der Quelldauer	48
6.3.4	Einfluss des Rakelspalts	50
6.3.5	Einfluss der Rakelgeschwindigkeit	52
6.3.6	Einfluss des rheologischen Verhaltens	53
6.3.7	Einfluss des Quellmediums	55
7	Kombination der Erkenntnisse aus Bindungskraftversuchen und Quellverhalten 57	
7.1	Differentiation der wirkenden Kräfte bei Abzug der Modellverschmutzungen	57

7.1.1	Vorbetrachtung.....	57
7.1.2	Vaselineverschmutzung.....	57
7.1.3	Stärkeverschmutzung.....	61
7.2	Einfluss der Konzentration der Stärkeverschmutzung.....	63
8	Industrienahe Verschmutzungscharakterisierung.....	65
8.1	Vereinfachter Versuchsaufbau.....	65
8.1.1	Konstruktive Umsetzung.....	65
8.1.2	Bestimmung der Versagensart weiterer Verschmutzungen.....	67
8.2	Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung.....	70
9	Zusammenfassung.....	71
10	Ausblick.....	73
	Literaturverzeichnis.....	X
	Abbildungsverzeichnis.....	XII
	Tabellenverzeichnis.....	XV
	Anlagenverzeichnis.....	XVI

Verzeichnis der verwendeten FormelzeichenLateinisch

d	Durchmesser	mm
R_a	Arithmetischer Mittelrauhigkeitswert	μm
v_{Rakel}	Geschwindigkeit des Rakels	$\frac{mm}{s}$
F	Kraft	N
t	Zeit	s
W	Arbeit	J
x	Weg	mm
$l_{Substrat}$	Substratlänge	mm
t_1	Zeitpunkt des ersten Verschmutzungskontakts durch Rakel	s
t_2	Zeitpunkt des letzten Verschmutzungskontakts durch Rakel	s
A	Oberflächeninhalt der Verschmutzungsschicht	mm^2
F_I	Kraft zur Verformung der Verschmutzung	N
F_{II}	Kraft zur Verdrängung der verformten Verschmutzung	N
F_{III}	Kraft zur Überwindung des Scherwiderstandes der Verschmutzung	N
L	Breite des Rakels	mm
FVG	Flächenverschmutzungsgewicht	$\frac{g}{m^2}$
w/V	Gewicht pro Volumen	$\frac{g}{ml}$

$FVG_{trocken}$	Flächenverschmutzungsgewicht der trockenen Verschmutzung	$\frac{g}{m^2}$
FVG_{nass}	Flächenverschmutzungsgewicht der frischen Verschmutzung	$\frac{g}{m^2}$
t_{quell}	Quelldauer	s
T_{quell}	Temperatur des Quellmediums	$^{\circ}C$
FVG_{quell}	Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Verschmutzung	$\frac{g}{m^2}$
$FVG_{quellEmp}$	Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Verschmutzung nach empirisch physikalischem Prozessmodell	$\frac{g}{m^2}$
a_{FVG}	Faktor des Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Verschmutzung für empirisch physikalisches Prozessmodell	
$e_{FVG_{trocken}}$	Potenz des Ausgangsverschmutzungsgewichts für empirisch physikalisches Prozessmodell	
$e_{t_{quell}}$	Potenz der Quelldauer für empirisch physikalisches Prozessmodell	
c	Konzentration	
D	Diffusionskoeffizient	$\frac{m^2}{s}$
c_S	Konzentration der Stärke	
c_W	Konzentration des Wassers	
m_{ges}	Gesamtmasse	g
m_S	Masse der Stärke	g
m_W	Masse des Wassers	g
c_0	Ausgangskonzentration der Stärke	

x_{Grenz}	Höhe der Grenzschicht	m
c_{Grenz}	Grenzkonzentration	
k	Faktor	
$\Delta FVG_{\text{Beginn}}$	Absolute Gewichtszunahme zu Beginn des Quellvorganges	$\frac{g}{m^2}$
$FVG_{\text{quellDiff}}$	Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Verschmutzung nach Diffusionsmodell	$\frac{g}{m^2}$
m	Anstieg	
n	Versatz	
R^2	Bestimmtheitsmaß	
a_δ	Faktor der Schichthöhe der gequollenen Verschmutzung für empirisch physikalisches Prozessmodell	
x_{Vi}	Einflussparameter der Vaselineverschmutzung	
x_{Si}	Einflussparameter der Stärkeverschmutzung	
y_{Vi}	Zielgröße der Vaselineverschmutzung	
y_{Si}	Zielgröße der Stärkeverschmutzung	
s^2	Varianz	
b_{Vi}	Regressionskoeffizient der Vaselineverschmutzung	
b_{Si}	Regressionskoeffizient der Stärkeverschmutzung	

Griechisch

σ	„offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“	$\frac{J}{m^2}$
α	Anteil der vollständig gereinigten Fläche	
δ	Rakelspaltmaß	μm
$\Delta\delta$	Abgezogene Schichtdicke	μm
δ_0	Schichthöhe der trockenen Verschmutzung	μm
ρ_s	Dichte der Stärke	$\frac{g}{cm^3}$
ρ_w	Dichte des Wassers	$\frac{g}{cm^3}$
ρ	Dichte	$\frac{g}{cm^3}$
δ_{quell}	Schichthöhe der gequollenen Verschmutzung	μm
$\delta_{quellEmp}$	Schichthöhe der gequollenen Verschmutzung nach empirisch physikalischem Prozessmodell	μm
$\delta_{quellmax}$	Maximale Schichthöhe der gequollenen Verschmutzung	μm
$\Delta\sigma$	Differenz der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“	$\frac{J}{m^2}$
$\dot{\gamma}$	Scherrate	s^{-1}
$\sigma_{Verformung}$	Flächenbezogene Verformungsenergie	$\frac{J}{m^2}$
$\sigma_{Kohäsion}$	Flächenbezogene Kohäsionsenergie	$\frac{J}{m^2}$

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

CIP	Cleaning-in-Place
BKVA	Bindungskraftversuchsaufbau
FVG	Flächenverschmutzungsgewicht

1 Einleitung

Um die Sicherheit von Lebensmitteln zu garantieren und die Gesundheit des Verbrauchers zu schützen existieren strenge Vorschriften bezüglich der Hygiene an die Lebensmittelindustrie. Diese sind unter anderem in der Lebensmittelverordnung EG 852/2004 zusammengefasst und von den betreffenden Betrieben einzuhalten. Um diesen Anforderungen gerecht zu werden ist die Industrie dazu aufgefordert entsprechende Reinigungssysteme in ihren Lebensmittelanlagen zu implementieren und regelmäßige Reinigungen durchzuführen. [1] Bei solchen Systemen handelt es sich häufig um Nassreinigungssysteme, welche nach empirischen Werten ausgelegt und auf die entsprechende Reinigungsaufgabe angepasst werden. [2]

Um diese verbrauchsintensiven Prozesse energieeffizienter zu gestalten und dabei den hygienischen Anforderungen weiterhin gerecht zu werden besteht der Wunsch der Industrie nach einem geeigneten Prozessmodell zur Optimierung der Reinigungsparameter und Auslegung des Reinigungssystems. Zur Entwicklung eines solchen Prozessmodells sind jedoch tiefgreifende Kenntnisse zu den Wechselwirkungen zwischen den einstellbaren Reinigungsparametern und den entsprechenden Verschmutzungscharakteristiken erforderlich. In Vorarbeiten wurde daher bereits ein Versuchsaufbau entwickelt, welcher bezugnehmend auf spezielle Verschmutzungseigenschaften qualitative sowie quantitative Ergebnisse generiert. Der Reinigungsprozess wird hierfür modellartig durchgeführt und Reinigungseinflüsse mittels der Bindungskräfte der Verschmutzungen charakterisiert. [3], [4]

Erfahrung und Forschung haben gezeigt, dass vor allem bei Reinigung durch einen sogenannten Fallfilm, sprich ein Überströmen der Verschmutzung durch das Reinigungsfluid in offenen Reinigungssystemen, die Quellung der Verschmutzungen besonders günstige Auswirkungen auf den Reinigungsprozess hat. Durch sie werden die Bindungskräfte der Verschmutzungsbestandteile herabgesetzt und deren Diffusion in das Reinigungsmedium bzw. deren Abtrag begünstigt. [2]

Ziel dieser Arbeit soll es nun sein den Quellungsprozess spezieller Modellverschmutzungen näher zu charakterisieren und mithilfe des entwickelten Versuchstandes dessen Auswirkung auf die wirkenden Bindungskräfte zu bestimmen. Zudem soll am Ende der Arbeit eine Anleitung erstellt werden, welche dem Industriepartner einfache Methoden für eine solche Verschmutzungscharakterisierung aufzeigt.

2 Stand der Technik

2.1 Grundlagen der Reinigung

Nach dem Chemiker HERBERT SINNER umfasst jedes Nassreinigungssystem die drei Komponenten Schmutz, Reinigungsgut und Reinigungsmedium. Durch die Reinigungslösung werden die Effektoren Temperatur, Chemie, Mechanik und Zeit eingebracht, welche die einstellbaren Parameter eines Reinigungsverfahrens bilden und gemeinsam den Reinigungserfolg bewirken (Abbildung 2-1). In begrenztem Maß ist eine gegenseitige Substitution dieser Parameter möglich. *„Damit bietet sich die Möglichkeit Reinigungsverfahren zu optimieren, etwa hinsichtlich Energieeinsparung, Materialschonung, Zeitersparnis oder verminderter Abwasserbelastung.“* [2]

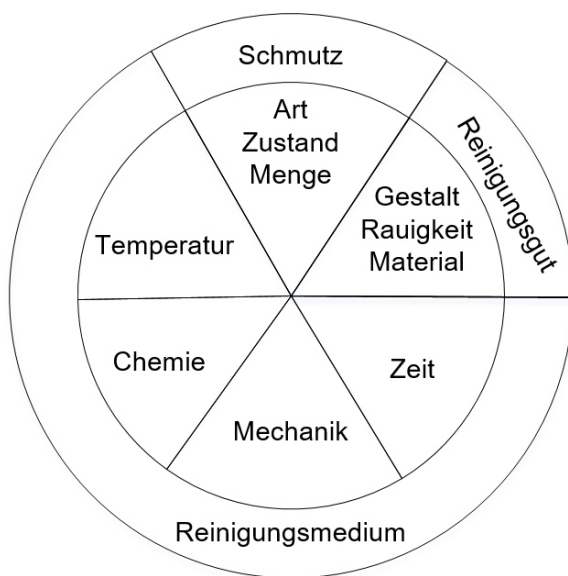


Abbildung 2-1: Erweiterter SINNER'SCHER Kreis nach WILDBRETT (2006) [2]

In aktuellen Lebensmittelanlagen erfolgt die Reinigung meist automatisiert mithilfe sogenannter Zirkulationsreinigung (engl.: Cleaning-in-Place, kurz: CIP), welche sowohl in geschlossenen als auch in offenen Systemen Anwendung findet. Bei geschlossenen Systemen handelt es sich um solche, bei denen die produktberührenden Oberflächen einer manuellen Reinigung nicht zugänglich sind und die ohne Demontage mittels durchströmendem Reinigungsfluid ohne Luftkontakt gereinigt werden. In offenen Systemen existiert ein solcher Luftkontakt. Hier wird das Reinigungsfluid meist mittels spezieller Sprühkugeln auf

die zu reinigenden Flächen gesprüht. Die Reinigung erfolgt hierbei zum größten Teil durch das ablaufende Reinigungsmedium, dem sogenannten Fallfilm. Dieser benetzt zunächst die Verschmutzung, wirkt dann chemisch und thermisch auf diese ein und trägt sie letztlich durch Diffusionsprozesse und strömungsbedingte Scherspannungen ab. [2], [5]

2.2 Einfluss der Bindungskräfte

Schmutzablagerungen bilden sich als Zusammenspiel von adhäsiven Bindungskräften zwischen der Verschmutzung und der produktberührenden Oberfläche sowie kohäsiven Kräften innerhalb der Verschmutzung selbst. Die für die Adhäsion verantwortlichen Hauptfaktoren sind hierbei VANDERWAALS- und elektrostatische Kräfte, Wasserstoffbrückenbindungen und spezifische Oberflächeneffekte. Kohäsive Effekte zwischen den Verschmutzungsbestandteilen entstehen hingegen durch chemische Bindungen oder sie werden physikalisch zusammengehalten. [4], [6]

Zum Abtrag der Verschmutzung müssen ebendiese Bindungskräfte durch Energieeintrag überwunden werden, wobei zwischen adhäsivem und kohäsivem Versagen der Verschmutzung unterschieden wird. Bei adhäsivem Versagen sind die kohäsiven Bindungskräfte innerhalb der Verschmutzung größer als die Bindungen zwischen Verschmutzung und produktberührender Oberfläche. Dies hat ein Ablösen der Verschmutzung im Ganzen von der Oberfläche zur Folge. Bei einem kohäsiven Versagen der Verschmutzung werden hingegen zunächst die geringeren zwischenmolekularen Kohäsionskräfte überwunden und die Verschmutzung löst sich zu kleinen Teilen ab. [2]

Nach WILDBRETT (2006) lassen sich die wirkenden Adhäsions- und Kohäsionskräfte bei bestimmten Verschmutzungsstoffen durch Quellung signifikant verringern, was eine Reinigung begünstigt. [2]

2.3 Versuchsaufbau zur Bestimmung der Bindungskräfte

2.3.1 Versuchsprinzip nach LIU et al.

Zur näheren Charakterisierung dieser Bindungskräfte in Verschmutzungen wurde von LIU et al. (2002) an der University of Birmingham, GB ein Versuchsprinzip entwickelt, welches die Bestimmung der zur Reinigung einer verschmutzten Oberfläche notwendigen Kräfte ermöglicht. Dazu werden diverse Modellverschmutzungen auf einem kreisrunden

Edelstahlsubstrat mit einem Durchmesser von $d = 26 \text{ mm}$ und einem arithmetischen Mittelrauhigkeitswert von $R_a = 0,2 \text{ }\mu\text{m}$ aufgebracht und nach entsprechender Hydratation mithilfe eines Rakels mit einer konstanten Geschwindigkeit von $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ von dieser abgezogen. Der Abstand zwischen Rakelunterkante und Edelstahlsubstrat kann dabei zur Differenzierung von Verformungs-, Kohäsions- und Adhäsionskräften variiert werden. Mithilfe eines Kraftsensors wird während des so modellierten Reinigungsvorganges die zur Reinigung benötigte Kraft $F(t)$ ermittelt und daraus die sogenannte „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ σ generiert. [4], [6], [7] Dies geschieht durch die Bestimmung der sich aus dem Abtrag der Verschmutzung ergebenden Arbeit als Integral

$$dW = F dx \quad (1)$$

mit

$$dx = v_{Rakel} dt \quad (2)$$

sodass

$$W = \frac{l_{Substrat}}{(t_2 - t_1)} \int_{t_1}^{t_2} F dt \quad (3)$$

wobei $l_{Substrat}$ die Länge des Substrats und $t_2 - t_1$ den Zeitbereich für den Abzug der Verschmutzung angibt. Die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ σ ergibt sich letztlich aus dem Verhältnis der in (3) bestimmten Arbeit zur abgetragenen Fläche

$$\sigma = \frac{W}{\alpha A} \quad (4)$$

wobei A den Verschmutzungsoberflächeninhalt und α den Anteil der vollständig gereinigten Fläche angibt. Durch dieses Prinzip lassen sich die einzelnen Parameter des SINNER'SCHEN Kreises modellartig variieren und ihr Effekt anhand der Zielgröße Mechanik bestimmen (vgl. Abbildung 2-1). [4]

Das beschriebene Versuchsprinzip ist in Abbildung 2-2 schematisch dargestellt.

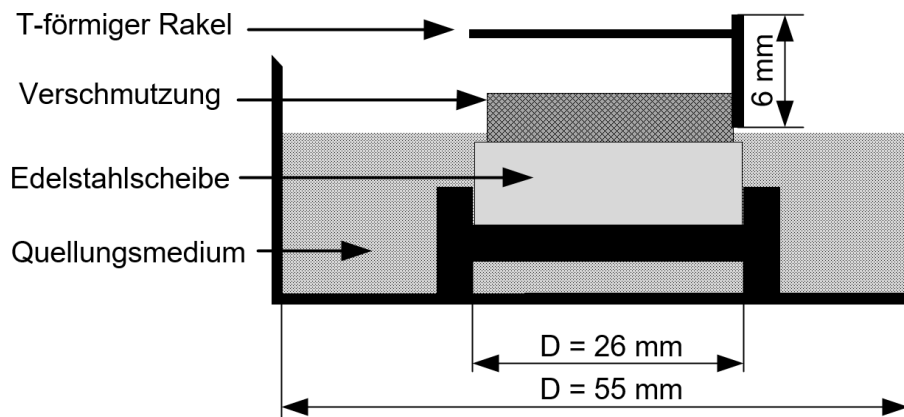


Abbildung 2-2: Versuchsprinzip nach Liu et al. (2002) [4]

2.3.2 Provisorischer Bindungskraftversuchsaufbau

Nach dem beschriebenen Versuchsprinzip wurde im Rahmen von Voruntersuchungen an der TU Dresden ein provisorischer Bindungskraftversuchsaufbau (kurz: BKVA) in einer Zugprüfmaschine (Zwick GmbH & Co. KG) installiert. Die vertikale Zugbewegung der Zugprüfmaschine wurde mithilfe eines Seilzuges und einer Umlenkrolle in eine horizontale Bewegung umgelenkt und das an einem gleitenden Block befestigte Raker über die Verschmutzungsproben gezogen. Die Spaltmaßeinstellung wurde durch Passscheiben unter den Proben realisiert und brachte für erste Betrachtungen eine ausreichende Genauigkeit. Hinderlich für die Erzeugung reproduzierbarer Messwerte war unter anderem die externe Hydratation der Verschmutzungsproben in einer Petrischale, da sich hier bei der manuellen Entnahme Teile der Verschmutzungsschicht ablösen konnten. Als problematisch stellte sich auch die Art der Kraftmessung dar, welche mit der vorinstallierten Kraftmessdose der Zugprüfmaschine am oberen Ende des Seilzuges realisiert wurde. Die Bindungskräfte waren nicht signifikant größer als die Reibkräfte des Rakerblocks, weswegen Messungen nicht möglich waren. Durch die Anbringung eines neuen Kraftsensors (KD40s, ME-Meßsysteme GmbH, Anlage A) zwischen Rakerblock und Raker konnten diese Reibeffekte eliminiert und die neugewonnenen Erkenntnisse für die Entwicklung eines zuverlässigeren und genaueren Bindungskraftversuchsaufbaus genutzt werden, welcher in Abbildung 2-3 abgebildet ist. [3]

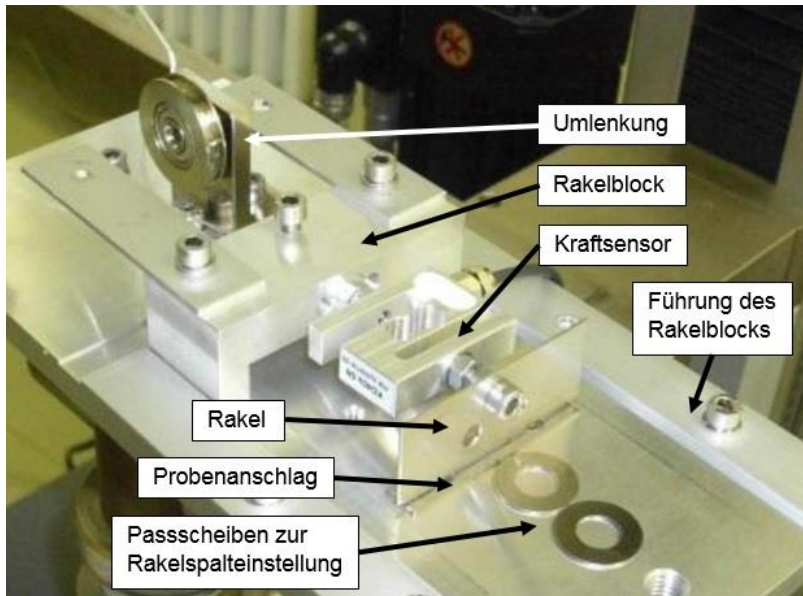


Abbildung 2-3: Provisorischer Bindungskraftversuchsaufbau

2.3.3 Bindungskraftversuchsaufbau

Nach dem in Kapitel 2.3.1 beschriebenen Versuchsprinzip und den in Kapitel 2.3.2 gewonnenen Erkenntnissen wurde innerhalb einer interdisziplinären Projektarbeit ein präziser Bindungskraftversuchsaufbau entwickelt und umgesetzt. Die wichtigsten Bedingungen für diese Entwicklung wurden nach POHL (2008) [8] innerhalb einer Hauptanforderungsliste zusammengestellt und lauteten nachfolgend

- **Rahmenbedingungen**
 - Probenabmaße 40 mm x 20 mm x 1 mm
- **Funktionalanforderungen**
 - Kraft-Weg-Messung
 - Einweichen der Probe
 - Möglichkeit der Parametereinstellung
 - Spaltgröße variabel
 - Abzugsgeschwindigkeit variabel
 - Art des Quellmediums
 - Temperatur des Quellmediums
 - Einwirkdauer des Quellmediums
 - Mehrere Proben messbar

- Qualitätsanforderungen

- Hochpräzise Spaltmaßeinstellung
- Gleichförmige Bewegung des Rakels
- Gleichmäßige Abzugsgeschwindigkeit
- Keine Reibungseinflüsse in der Messung
- Sehr geringe Fertigungstoleranzen

Innerhalb eines konstruktiven Entwicklungsprozesses wurden diese Hauptanforderungen bei der Realisierung eines neuen BKVA einbezogen und konstruktiv umgesetzt. Dieser ist in Abbildung 2-4 dargestellt.

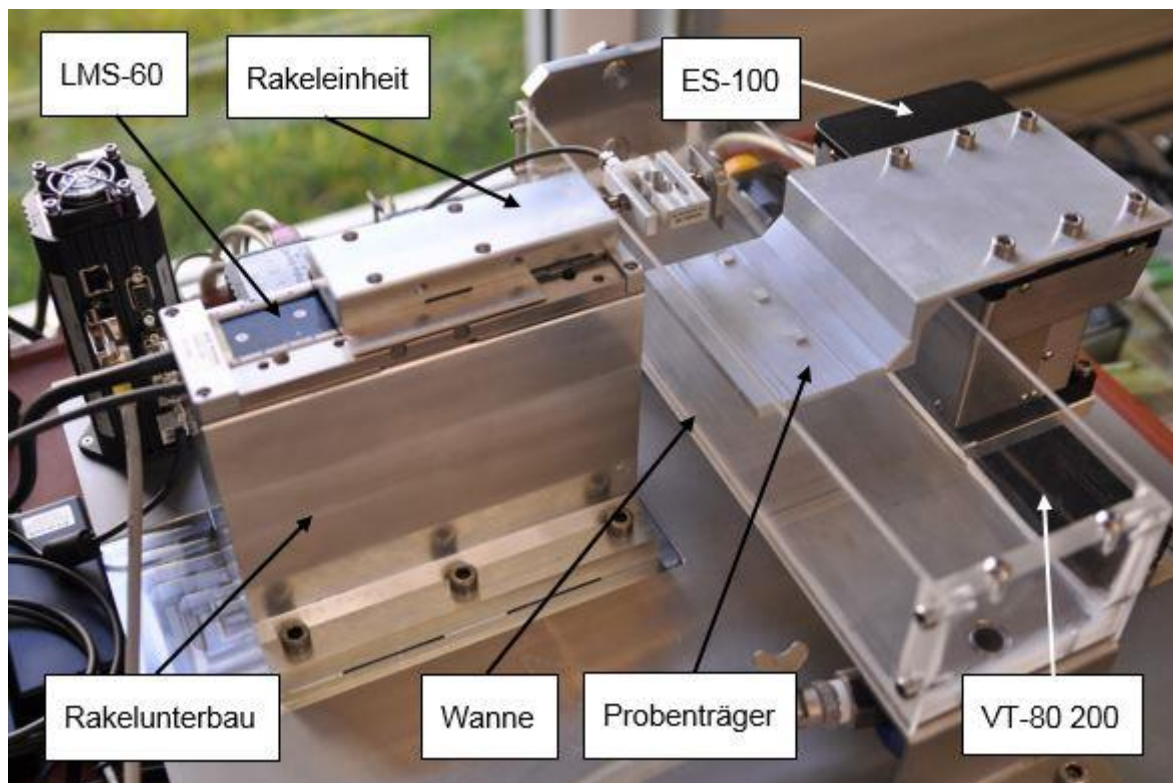


Abbildung 2-4: Finale konstruktive Umsetzung des Bindungskraftversuchsaufbaus

Zur Realisierung der Bewegungsaufgaben wurden Linearachsen der Firma PI micos GmbH entsprechend der an sie gestellten Anforderungen ausgewählt. So wird die Rakeleinheit mithilfe der Linearachse LMS-60 (Anlage A), welche einen großen Geschwindigkeitsbereich mit bis zu 500 mm/s bietet, gleichförmig in x-Richtung über der Probe verfahren. Die Linearachse ES-100 (Anlage A), welche die Probe in z-Richtung bewegt, zeichnet sich vor allem

durch ihre hohe Positioniergenauigkeit von $\pm 3 \mu\text{m}$ aus und bietet durch einen Verfahrweg von 26 mm die Möglichkeit die Probe vor dem Abzug in einer Wanne einzutauchen. Um mehrere Proben untersuchen zu können und die Handhabung des BKVA zu verbessern wurde die Linearachse VT-80 200 (Anlage A) zur Bewegung in y-Richtung ausgewählt. Durch ihre hohe Wiederholgenauigkeit und den 200 mm langen Verfahrweg ist sie ideal für diese Aufgaben geeignet.

Zur Untersuchung der Bindungskräfte der verschiedenen Verschmutzungen werden diese auf $40 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ große Edelstahlsubstrate aufgetragen und nach ausreichender Trocknung in der Wanne des BKVA zur Hydratation durch den an die ES-100 befestigten Probenträger eingetaucht. Hierbei ist bereits eine Variation des Quellprozesses möglich. So können Art, Quelldauer und Temperatur des Quellmediums verändert werden. Anschließend werden die Proben mit einem definierten Abstand zur Rakelunterkante in z-Richtung positioniert und durch die Bewegung der Rakeleinheit abgezogen. Die Spaltmaßeinstellung wird durch die ES-100 realisiert und vorher mittels unverschmutztem Substrat und Passscheiben wie in Abbildung 2-5 dargestellt referenziert. Die Parameter Spaltmaß und Rakelgeschwindigkeit sind jeweils variabel. Die Bestimmung der zum Abzug benötigten Kräfte erfolgt durch den Kraftsensor KD40s (ME-Messsysteme GmbH, Anlage A), welcher über einen Messbereich von $\pm 5 \text{ N}$ verfügt und hinter dem Rakel installiert ist. Die Auswertung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ σ erfolgt anschließend mithilfe des Excel Programms „Kraft-Weg-txt Auswertung v0.1.xlsb“ nach der in Kapitel 2.3.1 beschriebenen Berechnung (3) und (4), wobei der Anteil der vollständig gereinigten Fläche $\alpha = 1$ angenommen wird.



Abbildung 2-5: Spaltmaßreferenzierung des BKVA

Aufgrund des langgezogenen Aufbaus der Rakeleinheit mit Rakeblock, Kraftsensor und Rakel ist diese stark schwingungsanfällig, was zu Abweichungen der Ist-Position von der Soll-Position und zu häufigen Not-Stopps der LMS-60 führte. Durch Anpassung der Parameter des integrierten PID-Reglers konnte dem bedingt entgegengewirkt werden. Jedoch sind Fahrgeschwindigkeiten der LMS-60 größer als $5,2 \text{ mm/s}$ noch nicht möglich.

Die Funktionsfähigkeit des Bindungskraftversuchsaufbaus wurde im Rahmen von Voruntersuchungen überprüft und mithilfe eines Prüfstandes für Nassreinigungsprozesse, dem sogenannten Spritzreinigungsversuchsstand, am Fraunhofer IVV Dresden verifiziert. Qualitativ konnte der reinigungsbegünstigende Einfluss der Quellung (vgl. Kapitel 2.2) an einer stärkebasierten Modellverschmutzung gezeigt werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 2-6 dargestellt und lassen den Schluss zu, dass eine weitere Betrachtung der Quellungsprozesse für eine detaillierte Verschmutzungscharakterisierung zielführend ist.

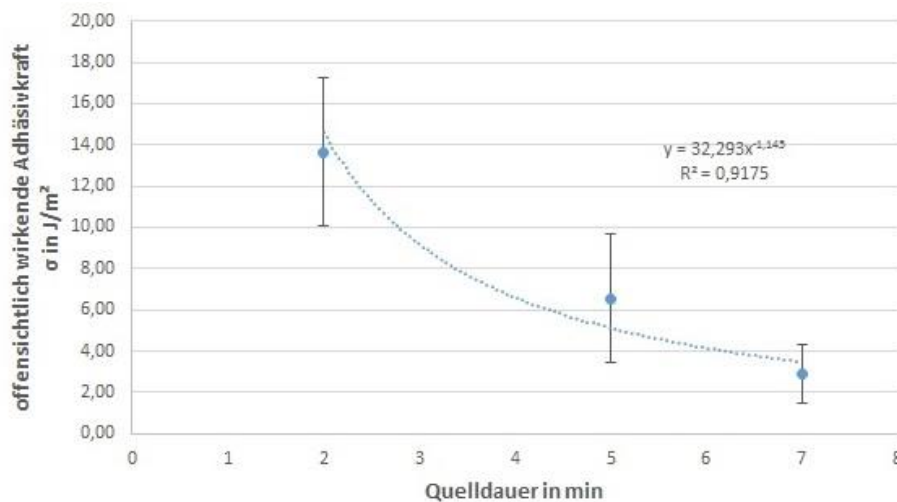


Abbildung 2-6: Einfluss der Quellung auf „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ aus Voruntersuchungen [3]

2.3.4 Differentiation der wirkenden Kräfte bei Verschmutzungsabzug

Das von LIU et al. (2002) entwickelte Prinzip zur Ermittlung der Bindungskräfte wurde ebenfalls an der University of Cambridge, GB etabliert. ALI et al. (2014) führt eine in Kapitel 2.3.1 bereits angedeutete Differentiation der bei Abzug der Verschmutzung wirkenden Kräfte ein. [9] Demnach setzt sich die Gesamtkraft, welche durch den Kraftsensor ermittelt wird, aus der Summe von drei Komponenten zusammen, so dass

$$F = F_I + F_{II} + F_{III} \quad (5)$$

In Abbildung 2-7 sind die Bereiche, in denen diese Kräfte wirken, schematisch dargestellt.

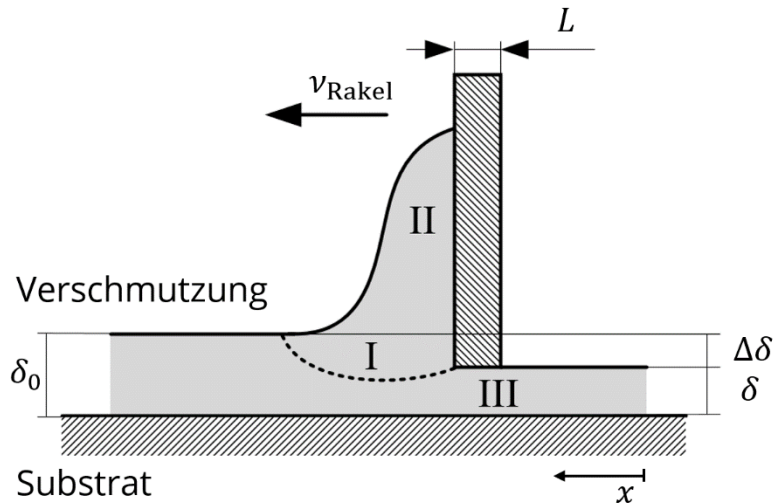


Abbildung 2-7: Schematische Differentiation der wirkenden Kräfte nach ALI et al. (2014) [9]

Die Komponenten ergeben sich dabei wie folgt:

- (I) Verformung der Verschmutzung vor dem Rakele
- (II) Verdrängung der verformten Verschmutzung in vertikaler Richtung entlang dem Rakele
- (III) Überwindung des Scherwiderstandes an der Unterkante des Rakeles

Dabei wird die Scherung, welche durch Aufwärtswandern der Verschmutzung entlang dem Rakele erzeugt wird, nicht direkt gemessen. Jedoch spiegelt sich die Kraft, welche zum Transport der Verschmutzung notwendig ist, in der gemessenen Kraft wider. [9]

Unter der Bedingung, dass

$$F_I = F_{II} = 0 \quad (6)$$

und δ nahe *null*, kann F mit der Adhäsionskraft verglichen werden. Dies kann auch für die Kohäsionskraft bei $\delta > 0$ übernommen werden. [9]

3 Zielsetzung und Lösungsweg

In Kapitel 2 wurde bereits auf die Notwendigkeit der Bestimmung von Bindungskräften innerhalb von Verschmutzungen und von Verschmutzungen zum Substrat eingegangen und die Entwicklung eines entsprechenden Versuchsaufbaus erläutert. Im Rahmen dieser Arbeit soll nun die Verschmutzungscharakterisierung zur perspektivischen Erstellung eines Prozessmodells weiter detailliert werden. Dazu werden zunächst zwei reinigungstechnisch relevante Verschmutzungen ausgewählt und auf ihre Quellungseigenschaften hin näher untersucht. Eine besondere Stellung nimmt hierbei eine stärkebasierte Modellverschmutzung ein, da diese bereits in vorherigen Prozessschritten beleuchtet wurde und voraussichtlich auch in folgenden Arbeiten näher charakterisiert werden wird. Der Quellungsablauf der Modellverschmutzungen soll zunächst gravimetrisch und darauffolgend durch eine optische Vermessung der Phasengrenze während der Quellung betrachtet werden. Die Ergebnisse beider Verfahren werden anschließend jeweils in einem Prozessmodell zusammengeführt.

Mithilfe des Bindungskraftversuchsaufbaus werden die Modellverschmutzungen auf Einflüsse der Variation der Eingangsparameter Ausgangsschmutzmenge, Quelldauer, Quelltemperatur und Quellmedium sowie Veränderung des Rakelspaltes und der Abzugsgeschwindigkeit hin untersucht. Zur Validierung der Umgebungseinflüsse wie beispielsweise auf den Proben aufliegendes Wasser und zur Differentiation der wirkenden Kräfte wird Vaseline wegen ihrer hydrophoben und rheologischen Eigenschaften als zweiter Verschmutzungsstoff ausgewählt und eingesetzt.

Die gewonnenen Erkenntnisse aus den Untersuchungen des Quellverhaltens und der Bindungskräfte der Modellverschmutzungen sollen anschließend zusammengeführt werden.

Weiterhin soll auf Grundlage der Erfahrungen aus den Voruntersuchungen mit dem provisorischen Bindungskraftversuchsaufbau und den in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnissen zur Charakterisierung des Quellungsverhaltens der Modellverschmutzungen eine Anleitung erstellt werden, die es den Industriepartnern ermöglicht eigene Modellverschmutzungen mit geringem technologischen Aufwand auf ihre Versagensart bei der Reinigung hin zu kategorisieren und ihr Quellverhalten näher zu charakterisieren.

Letztlich werden Empfehlungen für ein weiteres Vorgehen bei der Verschmutzungscharakterisierung mithilfe des Bindungskraftversuchsaufbaus gegeben.

4 Modellverschmutzungen

4.1 Vaselineverschmutzung

4.1.1 Allgemeines

Die Anwendungsgebiete der Vaseline sind breit gestreut. Relevanz hat sie besonders in der Kosmetik und Pharmazie, wo sie als Grundlage für die Herstellung von Salben dient. Im pharmazeutischen Bereich wird sie vor allem als Hautschutz eingesetzt und findet beispielsweise zur Behandlung rissiger Haut Anwendung. Genutzt wird sie ebenfalls zur Melkfettproduktion oder in der Lederverarbeitung als Imprägnierungssalbe. [10]

Aufgrund ihrer pharmazeutischen Relevanz und besonders wegen ihrer rheologischen und hydrophoben Eigenschaften scheint Vaseline für Untersuchungen in Bezug auf die Bindungskräfte vielversprechend. Daher wird sie zur Verifikation gewonnener Ergebnisse und Thesen innerhalb dieser Arbeit näher betrachtet.

4.1.2 Chemischer Aufbau und physikalische Eigenschaften der Vaseline

Nach BAUER et al. (1999) stellt Vaseline „... ein Gemisch aus flüssigen und festen gereinigten, gebleichten und gesättigten Paraffinkohlenwasserstoffen aus den dunklen halbfesten Rückständen der Erdöldestillation dar (Naturvaselin[e]). [Sie] liegt in Form eines plastischen Geles mit netzartigem Gerüst vor.“ [11] Die mobile beziehungsweise flüssige Phase und die immobile Gerüstphase sind schichtartig angeordnet. Dabei besteht die flüssige Phase aus stark verzweigten Paraffinen mit niedrigem Ordnungsgrad. Die Gerüstphase hingegen setzt sich aus wenig verzweigten, kristallinen Paraffinen mit hohem Ordnungsgrad zusammen und beherrscht letztlich die mechanischen Eigenschaften des Gesamtsystems.

Weiterhin beschreiben BAUER et al. (1999) und BELITZ (1965) das rheologische Verhalten der Vaseline als plastisch thixotropes Fließverhalten mit CASSON-Charakteristik, wobei die Fließgrenze relativ niedrig liegt. [11], [12] Es handelt sich bei der Vaseline also um ein Nicht-NEWTON'SCHES plastisches Fluid, das heißt, ihre Viskosität ist von der Schergeschwindigkeit abhängig und besitzt keinen konstanten Wert. Nach dem Überschreiten der Fließgrenze liegt im Gegensatz zu BINGHAM-Fluiden keine lineare Proportionalität zwischen der Schergeschwindigkeit und der Schubspannung vor, sondern die Schubspannung steigt nichtlinear mit der Schergeschwindigkeit an. Die Vaseline zeigt dann pseudo-plastisches Verhalten. Vor

dem Erreichen der Fließgrenze verhält sie sich wie ein Festkörper und nach Ende der Scherbeanspruchung steigt ihre Viskosität mit der Zeit wieder auf den ursprünglichen Wert an.

Dieses rheologische Verhalten kommt zustande, da die Paraffinkohlenwasserstoff-Ketten lediglich über schwache VAN DER WAALS-Kräfte zusammengehalten werden und bei mechanischer Beanspruchung aneinander abgleiten können ohne direkt getrennt zu werden. *„Aufgrund der unterschiedlichen Überlappungen ist die Energie, die erforderlich ist, um das System irreversibel zu verformen, breit gestreut. Hieraus ergibt sich die Casson-Charakteristik, wonach die Fließfähigkeit des Systems mit zunehmender Scherbeanspruchung zunimmt.“* [11]

Nach mehrmonatiger Lagerung der Vaseline nimmt ihre Kristallinität durch Wachstum bestehender und Bildung neuer Kristallite zu, wodurch sich die physikalischen Eigenschaften der Vaseline wie Trübung und Konsistenz ändern. Zu erkennen ist dies deutlich an dem Austreten flüssiger Bestandteile der Vaseline an deren Oberfläche. Dies tritt ein, da das Netzwerk mit zunehmendem Alter grobmaschiger wird und dadurch an Kapillarität verliert. Letztlich können die flüssigen Paraffinkohlenwasserstoffe nicht mehr aufgenommen werden und werden unter Zusammensacken des Kristallit-Verbandes nach oben abgestoßen. [11]

4.1.3 Reproduzierbare Herstellung der Vaselineverschmutzung

Zur Herstellung einer reproduzierbaren vaselinebasierten Modellverschmutzung muss die ausgewählte Vaseline (Gold Label, Trilanco Ltd.) nicht weiter vorbehandelt werden. Sie wird mithilfe eines Spatels gleichmäßig auf die $40\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ Edelstahlsubstrate aufgetragen. Diese werden vor dem Auftrag in einem Ultraschallbad mit Ethanol und anschließend mit einem in Ethanol getränkten Mikrofaser Tuch vorgereinigt. Nach einem Spülen mit entionisiertem Wasser werden die Substrate zur Bestimmung der aufgetragenen flächenbasierten Verschmutzungsmasse (Flächenverschmutzungsgewicht, kurz: FVG) mithilfe einer Laborwaage (Mettler-Toledo GmbH) gewogen. Um eine gleichmäßige und einstellbare Schichthöhe der Vaseline auf den Substraten zu erzeugen werden diese nun an einem Anschlag quer in Dreier- oder Vierergruppen aneinandergereiht und zwei $1,5\text{ mm}$ breite Folienstreifen mit definierter Höhe über deren Randbereiche geklebt. Durch die Anzahl der aufeinandergereihten Folienstreifen ergibt sich letztlich die spätere Schichthöhe der Verschmutzung. Nach dem Auftrag der Vaseline auf alle Substrate wird der überstehende Rest durch eine Spachtel, welche auf die Folienstreifen gedrückt wird, langsam manuell abgezogen. Das Verfahren ist in Abbildung 4-1 schematisch dargestellt.

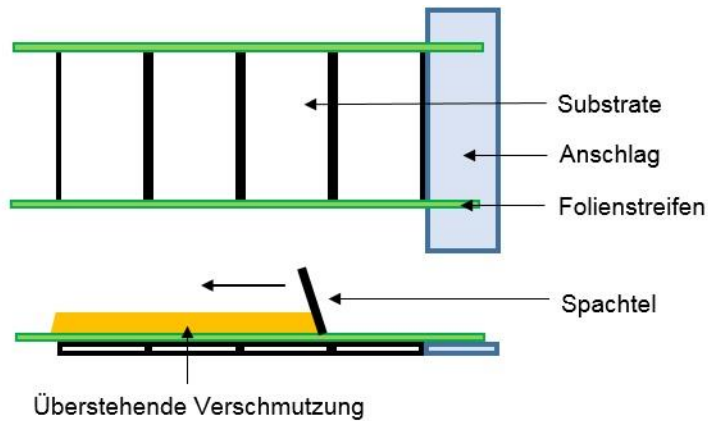


Abbildung 4-1: Auftrag der Modellverschmutzung

Die nun verschmutzten Substrate werden erneut gewogen und das aufgetragene Flächenverschmutzungsgewicht ermittelt. Dazu wird die Differenz der ermittelten Gewichte vor und nach Auftrag der Verschmutzung gebildet und anschließend durch den Oberflächeninhalt der Substrate geteilt.

Da sich fettige oder wachsig verschmutzende Stoffe erfahrungsgemäß selbst nach intensiver Reinigung nicht mehr komplett rückstandsfrei von den Substraten entfernen lassen und Wechselwirkungen mit anderen Modellverschmutzungen unbedingt zu vermeiden sind, dürfen die Substrate ausschließlich für Versuche mit Vaseline verwendet werden.

4.2 Stärkeverschmutzung

4.2.1 Allgemeines

Die Stärke hat im Bereich der Lebensmittelchemie und Ernährung eine außerordentlich große Relevanz. Weltweit werden von ihr jährlich über 58 Mio. t hergestellt, wovon allein 56% im Lebensmittelbereich ihre Verwendung finden (2005). Des Weiteren wird sie für die Herstellung von Papier oder im Bereich der Kosmetik, Pharmazie, Bau- und Textilindustrie eingesetzt. Allein in Deutschland werden aus Mais, Kartoffeln und Weizen jährlich etwa 1,58 Mio. t Stärke gewonnen (2011). [13]

Stärke stellt jedoch auch wegen ihrer Neigung zur Bildung klebriger Kleister in Wasser unter Hitzeeinwirkung eine reinigungstechnische Herausforderung dar. Aufgrund ihrer hohen lebensmitteltechnischen Relevanz ist eine genaue Betrachtung der Reinigungseigenschaften der Stärke von großer Bedeutung. Für solche Betrachtungen wurde in Voruntersuchungen

bereits eine stärkebasierte Modellverschmutzung generiert und wie in Kapitel 2.3.3 erwähnt erste Versuche zur Charakterisierung ihrer Reinigungseigenschaften in Bezug auf die Quellung durchgeführt. [3] Im Rahmen dieser Arbeit sollen diese Erkenntnisse noch weiter vertieft werden.

4.2.2 Chemischer Aufbau und physikalische Eigenschaften der Stärke

Die Stärke wird wegen ihres chemischen Aufbaus aus Polysacchariden der Stoffgruppe der Kohlenhydrate zugeordnet. Im Speziellen ist sie aus α -D-Glucose-Einheiten aufgebaut, die durch glykosidische Bindungen in 1-4 bzw. 1-6 Stellung miteinander verknüpft sind. Die lediglich aus 1-4 Bindungen verknüpften Glucose-Einheiten werden dabei als Amylose bezeichnet. Treten zusätzlich noch 1-6 Bindungen auf, welche eine Verzweigung bewirken, handelt es sich bei dieser Glucose-Einheit um das sogenannte Amylopektin. [14], [15]

Die Amylose ist aufgrund der Bindungswinkel zwischen ihren Bausteinen in einer Helix gewickelt, was die Einlagerung von Iod-Molekülen erlaubt und ihre physikalischen Eigenschaften maßgeblich beeinflusst (Abbildung 4-2). So zeigt Amylose ein sehr geringes Wasseraufnahmevermögen, ist in kaltem Wasser nur schwer löslich und neigt nach der Lösung in heißem Wasser dazu mit anderen Amylosemolekülen zu aggregieren. Bei Herabsetzen der Temperatur gehen diese Aggregate in einen kristallinen, unlöslichen Zustand über und fallen aus der Lösung aus. Dieser Vorgang wird als Retrogradation bezeichnet. [14–16]

Amylopektin liegt aufgrund der Verzweigungen durch die 1-6 Bindungen in einer Clusterstruktur vor (Abbildung 4-2). Wegen seiner geringen Neigung zur Bildung von Spiralen und der großen Oberfläche der weniger dicht gepackten Randbereiche des Amylopektins lässt es sich leicht in Wasser lösen. Zudem zeigt Amylopektin keine Neigung zur Retrogradation. [16] Durch gezielte Züchtung ist es möglich reine native Amylopektinstärken zu erzeugen, welche wegen ihrer wachsartigen Erscheinung nach der Lösung in Wasser auch als „wachsige Stärken“ oder „Wachsmaisstärken“ bezeichnet werden. [14]

Die Stärke zeigt im Allgemeinen ein strukturviskoses, thixotropes Fließverhalten. Sie gehört also zu den Nicht-NEWTON'SCHEN Fluiden und ihre Viskosität nimmt mit steigender Scherbeanspruchung ab, was auch als scherverdünnendes Verhalten bezeichnet wird. [17]

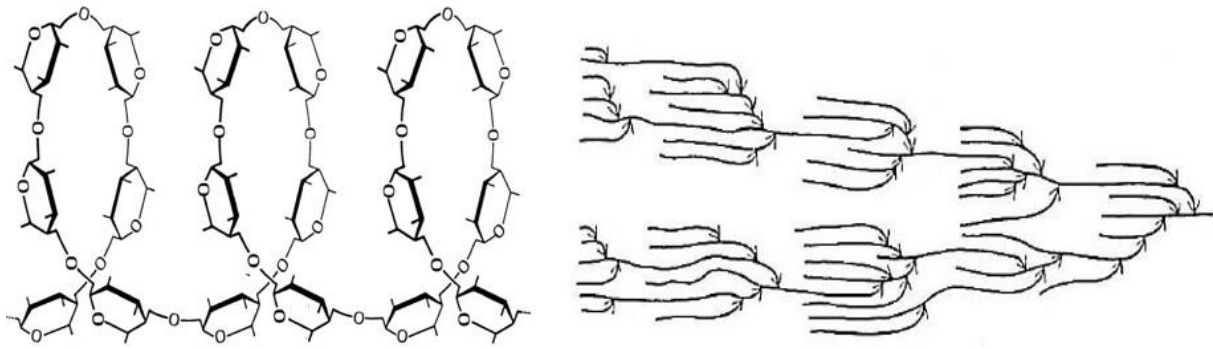


Abbildung 4-2: Helikale Struktur der Amylose und Clusterstruktur des Amylopektins

4.2.3 Reproduzierbare Herstellung der Stärkeverschmutzung

Wegen ihrer Löslichkeit in Wasser, dem Quellvermögen und keiner Neigung zur Retrogradation wurde in Vorbetrachtungen und Voruntersuchungen zur Herstellung einer stärkebasierten Modellverschmutzung eine Wachsmaisstärke ausgewählt. Konkret handelt es sich bei der verwendeten Stärke um die vorverkleisterte kaltlösliche Wachsmaisstärke C Gel – Instant 12410 (Cargill Deutschland GmbH, Anlage A). Außerdem wurden bereits eine geeignete Stärkekonzentration und eine Methode zur Herstellung der Stärkeverschmutzung bestimmt. Dieser Stärkeverschmutzung wird zusätzlich ein Tracer zur Detektion unter UV-Licht für Vergleichsmessungen hinzugefügt. Die Herstellung verläuft nach [3] wie folgt:

- Ausgangsstoffe und Apparate
 - o 100 ml entionisiertes Wasser
 - o 15 % (w/V, 15 g) vorverkleisterte Wachsmaisstärke (C Gel – Instant 12410, Cargill)
 - o 0,4 % (w/V, 4 g) StoreLite (Tracer)
 - o Becherglas mit 600 ml Fassungsvermögen
 - o Stärkerührer
 - o Geregelter Heizplatte
- Herstellungsschritte
 - o Konstante Temperatur des Wassers von 23 °C
 - o Zuerst StoreLite in Wasser lösen
 - o Drehzahl 400 U/min
 - o Stärke langsam einstreuen
 - o Drehzahl erhöhen

- Enddrehzahl 1000 U/min
- 30 min verrühren

Vor dem Auftrag des Stärkegels auf die Substrate werden diese gründlich durch ein Ultraschallbad mit Ethanol und anschließendem Spülen mit entionisiertem Wasser gereinigt. Außerdem findet eine Wägung der unverschmutzten Substrate zur Bestimmung der aufgetragenen Verschmutzungsmasse statt. Um eine Wechselwirkung mit anderen Verschmutzungsstoffen zu vermeiden werden die Substrate ausschließlich für die stärkebasierte Modellverschmutzung verwendet.

Das hergestellte Stärkegel wird nun auf die Substrate aufgebracht. Dazu werden diese wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben mit der gewünschten Anzahl Folien versehen, das Stärkegel mithilfe einer Pipette vor dem ersten Substrat platziert und dieses anschließend mit einer auf den Folien aufliegenden Spachtel manuell über die Substrate gezogen und gleichmäßig verteilt. Sollte sich auf den Substraten ein Agglomerat der Stärke wiederfinden, kann dieses vorsichtig mit der Pipette entfernt und der beschriebene Vorgang wiederholt werden. Die Proben werden nun für die Trocknung des Stärkegels für mindestens sechs Stunden bei 23 °C und 50 % rel. Luftfeuchte in den Klimaschrank VC-0020 (Vötsch Industrietechnik GmbH) gegeben. Das Flächenverschmutzungsgewicht der getrockneten Stärke $FVG_{trocken}$ wird nun durch erneutes Wiegen der Proben wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben ermittelt.

5 Quellverhalten der Modellverschmutzungen

5.1 Zielsetzung und Vorbetrachtung

Wie anfangs beschrieben setzt sich diese Arbeit unter anderem zum Ziel das Quellverhalten der Modellverschmutzungen genauer zu charakterisieren und schließlich mit den gewonnenen Erkenntnissen aus den Bindungskraftversuchen zu verknüpfen (vgl. Kapitel 3).

Bei der Vaseline handelt es sich, wie in Kapitel 4.1.2 erwähnt, um einen hydrophoben Stoff. Eine Quellung der vaselinebasierten Modellverschmutzung in entionisiertem Wasser ist also nicht zu erwarten, was mittels vorbetrachtender Versuche unter anderen verifiziert werden soll. Aufgrund ihrer hydrophoben Eigenschaft ist die generierte Vaselineverschmutzung gut dazu geeignet entsprechende Umgebungseinflüsse bei den folgenden Bindungskraftversuchen zu validieren. So lässt sich beispielsweise der bisher unbekannte Einfluss von Wasser, welches nach dem Quellvorgang auf den Modellverschmutzungen aufliegt, während des Abzuges ermitteln.

Besonderes Augenmerk soll bei der Charakterisierung des Quellverhaltens auf die stärkebasierte Modellverschmutzung gelegt werden, da gerade Wachsmaisstärken, wie aus Kapitel 4.2.2 bekannt, wegen ihres Amylopektinanteils ein besonders hohes Quellvermögen besitzen und dieses den Reinigungsprozess begünstigt. Die Gewichtszunahme sowie die damit verbundene zunehmende Schichthöhe der Stärkeverschmutzung werden dafür als Zielgrößen gewählt und im Folgenden näher betrachtet. Zur Quantifizierung dieser Zielgrößen wird jeweils eine geeignete Methode entwickelt, wobei eine gravimetrische Erfassung der Gewichtszunahme und eine optische Ermittlung der Schichthöhe am sinnvollsten erscheinen.

5.2 Validierung der Umgebungseinflüsse mittels Vaseline

Zur Verifizierung des Herstellungsprozesses der Vaselineverschmutzung und zur Validierung des Einflusses von aufliegendem Wasser nach dem Quellvorgang bei Bindungskraftversuchen der Modellverschmutzungen wurden zwölf Proben nach dem in Kapitel 4.1.3 beschriebenen Verfahren hergestellt. Dabei wurde die aufgetragene Schichthöhe durch gleiche Anzahl der verwendeten Folienstreifen jeweils konstant gehalten (sechs Folienstreifen entspricht Schichthöhe $\delta_0 = 405 \mu\text{m}$) und das Flächenverschmutzungsgewicht der frischen Proben zu $FVG_{nass} = 426,2 \pm 31,4 \text{ g/m}^2$ bestimmt. Zur Ermittlung eines Trocknungseinflusses wurden diese Proben über Nacht im Klimaschrank gelagert und ihr Flächenverschmutzungs-

gewicht danach zu $FVG_{trocken} = 425,8 \pm 31,4 \text{ g/m}^2$ ermittelt. Es kann geschlussfolgert werden, dass sich die Vaselineverschmutzung im Gegensatz zur Stärke direkt nach der Probenherstellung für Versuche im BKVA verwenden lässt, da eine Trocknung nach der Herstellung keinen Einfluss auf die Beschaffenheit der Proben hat. Basierend auf dieser Grundlage wird im Folgenden auf eine begriffliche Unterscheidung des Flächenverschmutzungsgewichts der Vaselineverschmutzung vor oder nach einer Trocknung verzichtet.

Weiterhin wurden die Proben analog zu den Quellungsversuchen der Stärkeverschmutzung für variierte Zeiten in entionisiertes Wasser mit einer Temperatur von $23 \text{ }^\circ\text{C}$ gegeben. Die Ergebnisse der darauffolgenden Messungen der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ mittels BKVA bei einer Rakelspalteinstellung von $\delta = 100 \text{ }\mu\text{m}$ und einer Rakelgeschwindigkeit von $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ sind in Abbildung 5-1 dargestellt und belegen, dass dieser Vorgang erwartungsgemäß keinen Einfluss auf die Bindungskräfte hat. Da drei Proben nicht in das Wasserbad getaucht wurden (siehe $t_{quell} = 0$), lässt sich hieraus ebenfalls ablesen, dass Wasser, welches nach dem Herausfahren der Proben aus der Wanne auf den Verschmutzungsschichten verbleibt, einem Abtrag der Verschmutzung keinen signifikanten Widerstand entgegenbringt. Ein Vorgang zur Entfernung dieses Restwassers ist für Messungen der Bindungskräfte verschiedener Modellverschmutzung also nicht notwendig. Wegen des Quellverhaltens der Stärke ist jedoch bei Festlegung der Quelldauer darauf zu achten, dass aufliegendes Quellmedium bis zum Abzug der Verschmutzungsschicht durchaus weiterhin in die Stärkeschicht eingelagert wird.

Da die betrachteten zwölf Proben auf gleiche Weise hergestellt wurden und konstanten Bedingungen bei der Messung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ unterlagen, kann aus den durchgeführten Versuchen eine Standardabweichung von $0,40 \text{ J/m}^2$ ermittelt werden. Diese Abweichung in der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ ist eventuell auf Schwankungen des Flächenverschmutzungsgewichts der Vaselineverschmutzung zurückzuführen (vgl. Abbildung 5-2). Dies soll später bei der separaten Betrachtung dessen Einflusses überprüft werden.

Zur Ermittlung eines Einflusses der Temperatur der Vaselineverschmutzung auf deren „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“, scheint den gewonnenen Kenntnissen nach ein Eintauchen in ein temperiertes Wasserbad sinnvoll.

In Vergleichsmessungen der ausgewählten Vaseline (Gold Label, Trilanco Ltd.) mit handelsüblicher Vaseline zur Pflege von Pferdefell zeigten sich starke Unterschiede in der gemessenen „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ bei gleichen Versuchsparametern

(Abbildung 5-2). Auffällig war hierbei, dass bereits eine flüssige Phase aus der Vergleichsvaseline austrat, was nach Kapitel 4.1.2 auf einen vorangeschrittenen Alterungsprozess zurückzuführen ist. Auf Basis dieser Erkenntnis wird für folgende Betrachtungen keine Änderung der Vaseline in Art und Charge vorgenommen.

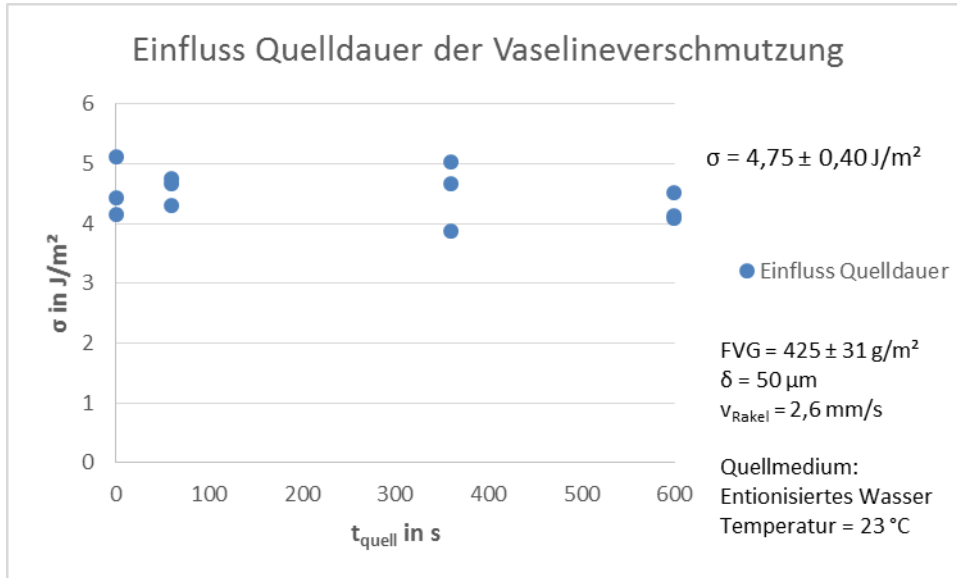


Abbildung 5-1: Einfluss der Quelldauer der Vaselineverschmutzung

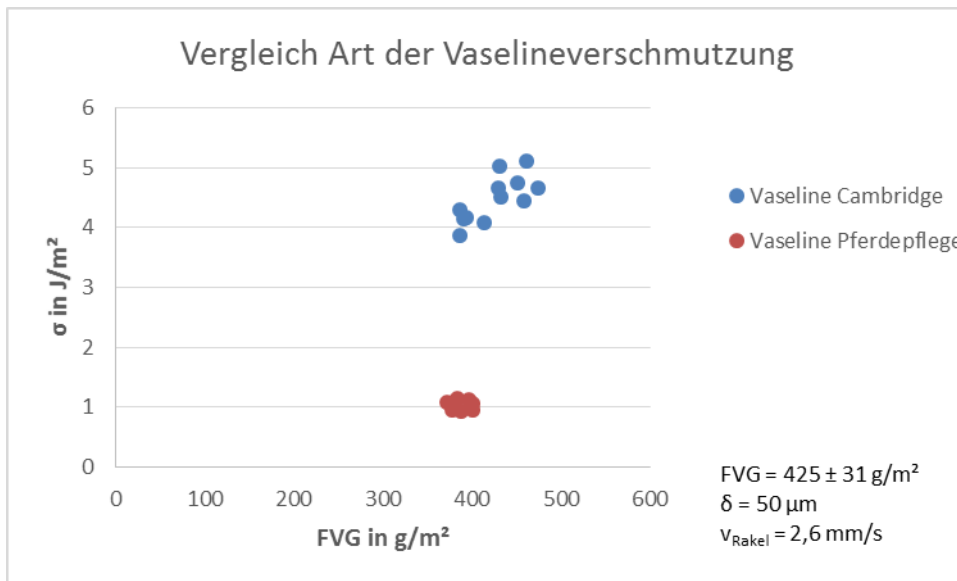


Abbildung 5-2: Vergleich der Art der Vaselineverschmutzung

5.3 Gravimetrische Betrachtung der Stärkequellung

5.3.1 Versuchsdurchführung

Zur Untersuchung des Quellverhaltens der stärkebasierten Modellverschmutzung mittels Gravimetrie wurden die Proben gemäß der in Kapitel 4.2.3 dargestellten Verfahrensweise hergestellt und nach der Trocknung der Verschmutzung deren Flächenverschmutzungsgewicht $FVG_{trocken}$ bestimmt. Die Proben wurden nun vorsichtig auf dem Probenträger des BKVA positioniert und in die mit dem Quellmedium entionisiertes Wasser gefüllte Wanne verfahren. Nach definierter Quelldauer t_{quell} wurde der Quellvorgang abgebrochen und anhaftendes sowie aufliegendes Wasser mithilfe von Papiertüchern vorsichtig von den Proben entfernt. Durch anschließendes Wiegen konnte nun die Zielgröße FVG_{quell} in Abhängigkeit der variierten Einstellparameter ermittelt werden. Die absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung errechnet sich nun aus der Differenz von FVG_{quell} und $FVG_{trocken}$.

Für die Untersuchungen blieb die Temperatur des Quellmediums konstant bei $T_{quell} = 23\text{ °C}$ und die Parameter $FVG_{trocken}$ und Quelldauer t_{quell} wurden variiert. Zur näheren Bestimmung des Quellverhaltens wurden außerdem fünfzehn Kurzzeitquellungsversuche durchgeführt, bei denen die Proben direkt nach dem Eintauchen in das Wasser wieder entnommen und gewogen wurden. Insgesamt sind 164 Versuche zur Ermittlung der Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung während des Quellvorgangs durchgeführt worden. In Anlage C sind drei Versuchsprotokolle exemplarisch und die gesamten Ergebnisse der Versuche in der Anlage-CD hinterlegt.

5.3.2 Messergebnisse

In Abbildung 5-3 sind die Ergebnisse der gravimetrischen Ermittlung des Quellvorganges in Form der absoluten Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über dem variierten, flächenbezogenen Ausgangsverschmutzungsgewicht $FVG_{trocken}$ für unterschiedliche Quelldauern t_{quell} dargestellt.

Anhand der Messergebnisse lässt sich der Quellvorgang der Stärkeverschmutzung als Diffusionsprozess des entionisierten Wassers in die Verschmutzungsschicht beschreiben. Die durchgeführten Kurzzeitquellungsversuche mit $t_{quell} = 1\text{ s}$ machen deutlich, dass zu Beginn des Quellvorganges eine gleiche Menge Wasser durch die Phasengrenze der Stärkeverschmutzung in diese hineindiffundiert. Dies geschieht unabhängig von deren Ausgangsverschmutzungsgewicht.

Eine Abhängigkeit der absoluten Gewichtszunahme vom Ausgangsverschmutzungsgewicht wird bei Betrachtung höherer Quelldauern $t_{quell} \geq 600 \text{ s}$ deutlich. Hier zeigt sich, dass Proben mit erhöhtem Ausgangsverschmutzungsgewicht nach gleicher Quelldauer eine größere Gewichtszunahme aufweisen als Proben mit geringerem Ausgangsverschmutzungsgewicht. Dies kommt dadurch zustande, dass bereits aufgenommenes Wasser in tiefere Schichten der Stärkeverschmutzung diffundieren kann und gleichzeitig weiteres Wasser durch die Phasengrenze hindurch in die Stärkeschicht aufgenommen wird.

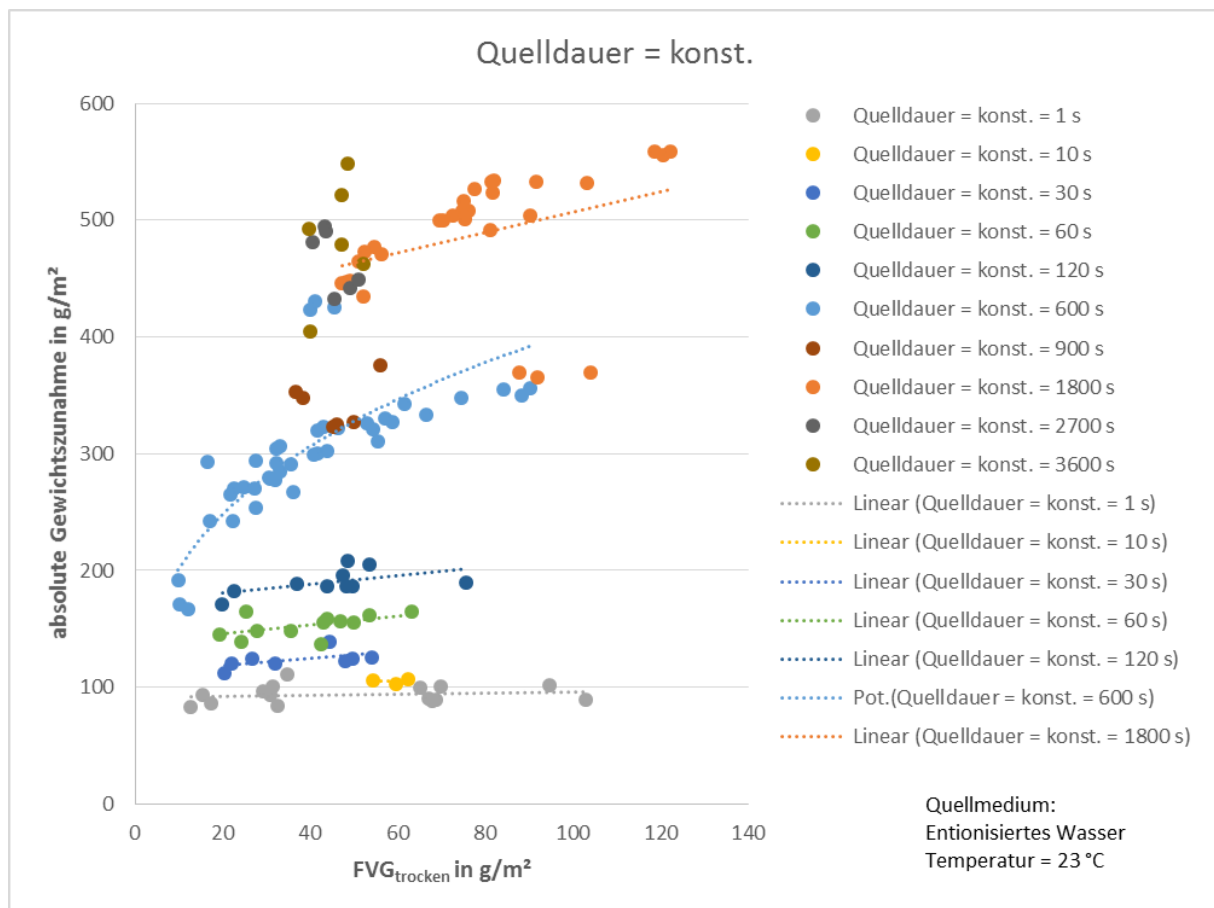


Abbildung 5-3: Absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über $FVG_{trocken}$ mit Abweichungen

Die ermittelten Messergebnisse aus Abbildung 5-3 weisen gerade bei höheren Quelldauern teilweise große Streuungen auf. Gründe dafür könnten sein, dass sich bei der Entnahme der Proben aus der Wanne und dem Durchstoßen der Wasseroberfläche ein Teil der aufgeweichten oberen Stärkeverschmutzungsschicht von der noch festeren Schicht löst oder bereits während des langen Quellvorganges Bestandteile der Stärke in das Quellmedium übergehen. Für eine Identifikation solcher fehlerbehafteten Messwerte wird nun davon

ausgegangen, dass die absolute Gewichtszunahme von Proben mit ähnlichem Ausgangsverschmutzungsgewicht $FVG_{trocken}$ bei gleicher zunehmender Quelldauer äquivalent steigen müsste. Proben, bei denen dies nicht der Fall ist, wurden identifiziert und aus der weiteren Betrachtung ausgeschlossen. Zur Bildung eines empirisch physikalischen Prozessmodells der Gewichtszunahme bei der Stärkequellung wurden die in Abbildung 5-4 dargestellten 142 Werte herangezogen.

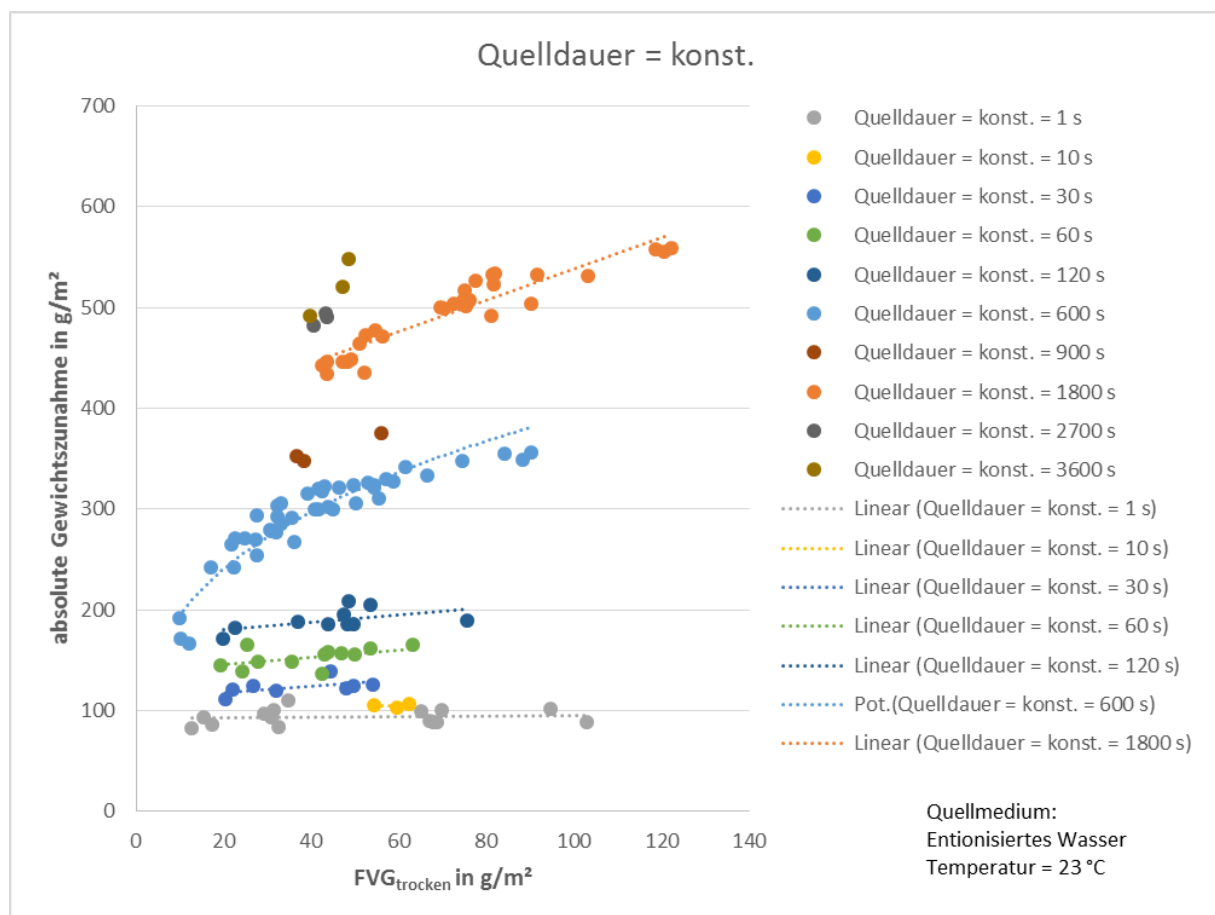


Abbildung 5-4: Absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über $FVG_{trocken}$ ohne Abweichungen

Abbildung 5-5 stellt den Quellvorgang der Stärkeverschmutzung in Bezug auf die Quelldauer dar. Dafür wurde die absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über der entsprechenden Quelldauer für Versuchsreihen mit konstanten Ausgangsverschmutzungsgewichten aufgetragen. Eine Regression der 76 Messergebnisse deutet stark auf einen Zusammenhang hin, welcher sich in Form einer Potenzfunktion beschreiben lässt. So steigt die Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung zu Beginn des Quellvorganges

rasant an, stagniert jedoch mit erhöhter Quelldauer aufgrund der zunehmenden Sättigung der Stärkeschicht. Aus der videographischen Langzeitaufnahme der Stärkequellung (siehe Anlage-CD) wird außerdem ersichtlich, dass der Quellvorgang der Stärke nach mehreren Stunden komplett zum Erliegen kommt und kein weiteres Wasser mehr aufgenommen wird. Eine Sättigung der Stärke und ein damit verbundenes maximales Wasseraufnahmevermögen scheinen dann erreicht zu sein.

Auffällig ist auch hier die Streuung der Werte der absoluten Gewichtszunahme für die hohe Quelldauer $t_{quell} = 3600\text{ s}$ trotz gleichem Ausgangsverschmutzungsgewichts. Analog zu den vorherigen Betrachtungen könnten diese durch Sedimentation der Stärkeschicht im Wasser oder durch ein Ablösen von Bestandteilen bei der Entnahme zustande kommen.

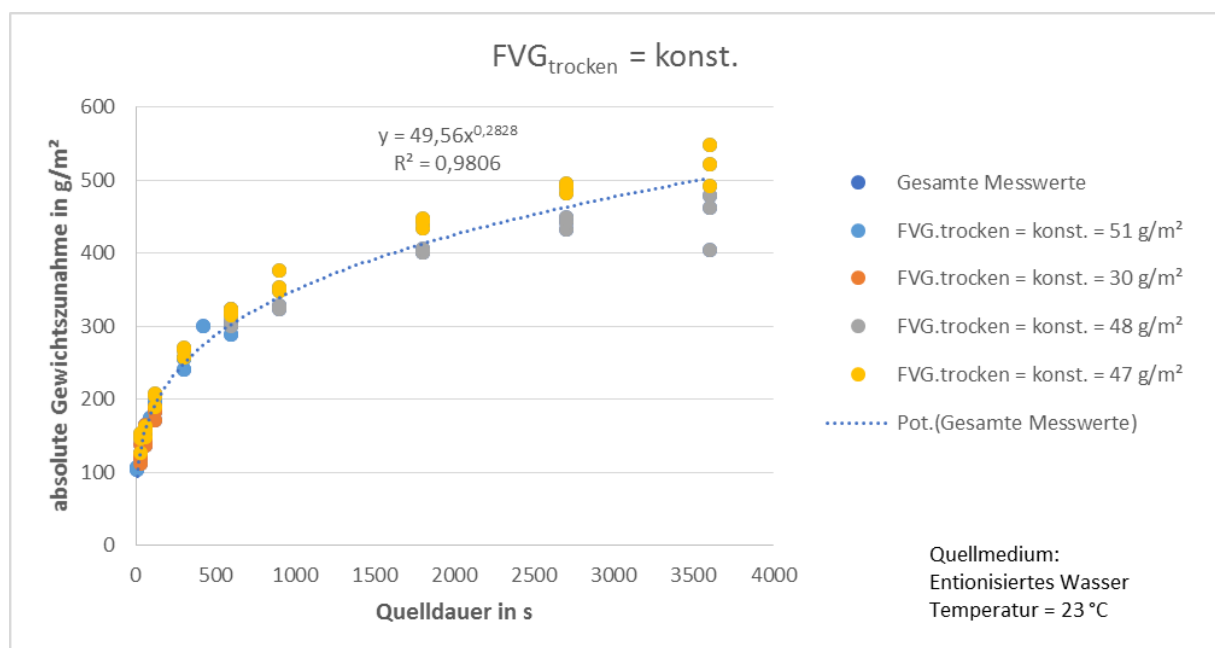


Abbildung 5-5: Absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über der Quelldauer

5.3.3 Erstellung eines Prozessmodells

1. Empirisch physikalisches Prozessmodell

Mittels der gewonnenen Messergebnisse wurde im Folgenden nach [18] ein empirisch physikalisches Prozessmodell zur Bestimmung des Flächenverschmutzungsgewichts FVG_{quell} der Stärke in Abhängigkeit von ihrem Ausgangsverschmutzungsgewicht und der Quelldauer in Form der Potenzfunktion

$$FVG_{quellEmp}(FVG_{trocken}, t_{quell}) = a_{FVG} * FVG_{trocken}^{e_{FVG_{trocken}}} * t_{quell}^{e_{t_{quell}}} \quad (7)$$

Mithilfe von „Microsoft Excel 2013“ gebildet. Dafür wurde zunächst die Gewichtszunahme der aussortierten Proben über der Quelldauer in einem Diagramm aufgetragen und iterativ die Potenz $e_{t_{quell}}$ durch Regression der Messwerte näherungsweise ermittelt. Anschließend wurde dieser Prozess für die Bestimmung von $e_{FVG_{trocken}}$ analog für die Regression der Werte von $FVG_{quell} / t_{quell}^{e_{t_{quell}}}$ über $FVG_{trocken}$ durchgeführt. Die Umstellung von (7) lieferte nun den Faktor a_{FVG} nach

$$a_{FVG} = \frac{FVG_{quell}}{FVG_{trocken}^{e_{FVG_{trocken}}} * t_{quell}^{e_{t_{quell}}}} = konst. \quad (8)$$

Die Ergebnisse der Kurzzeitquellungsversuche wurden für den beschriebenen Prozess nicht hinzugezogen. Letztlich konnten die ermittelten Potenzen $e_{FVG_{trocken}}$ und $e_{t_{quell}}$ sowie der Faktor a_{FVG} in (7) eingesetzt und die nun generierten Modellwerte über den tatsächlichen Messwerten aufgetragen werden. Die Potenzen wurden anschließend innerhalb einer Residuenanalyse iterativ angepasst und der Abstand der Modellwerte von den realen Ergebnissen minimiert (vgl. Abbildung 5-6). Das empirisch physikalische Modell für das flächenbezogene Quellungsgewicht der Stärkeverschmutzung in Abhängigkeit vom Ausgangsgewicht und der Quelldauer ergibt sich für einen Bereich von $10 \text{ s} < t_{quell} < 3600 \text{ s}$ letztlich zu

$$\frac{FVG_{quellEmp}(FVG_{trocken}, t_{quell})}{g/m^2} = 20,265 * \left(\frac{FVG_{trocken}}{g/m^2} \right)^{0,370} * \left(\frac{t_{quell}}{s} \right)^{0,232} \quad (9)$$

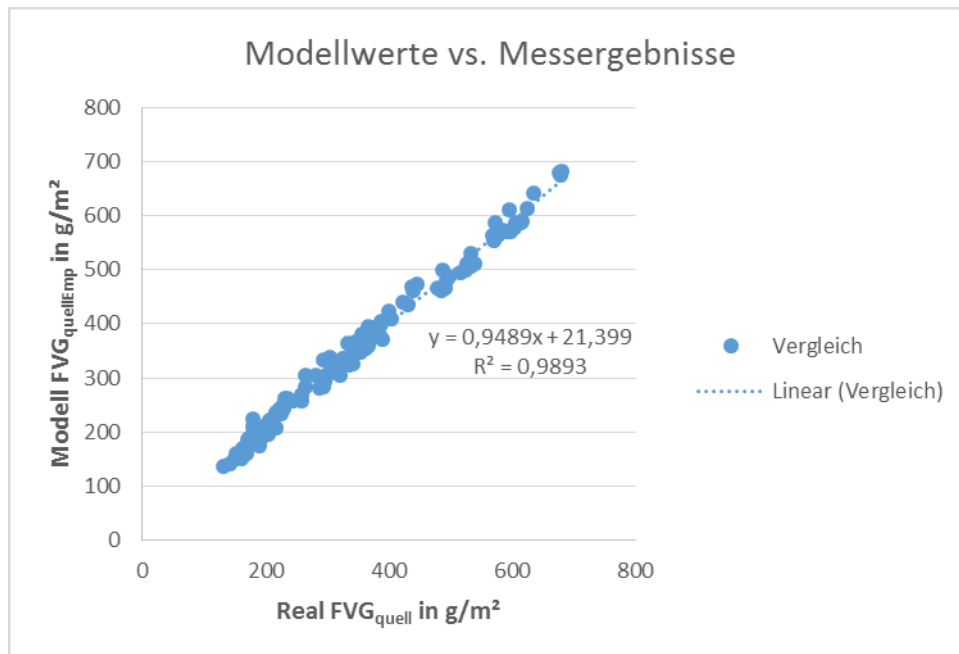


Abbildung 5-6: Vergleich der empirischen Modellwerte mit Messergebnissen der Stärkequellung

2. Theoretisches Diffusionsmodell

Nach [18] lässt sich der Quellvorgang der Stärke in Wasser als eindimensionaler Diffusionsprozess beschreiben. Damit kann das 2. FICK'SCHE Gesetz, welches die Konzentration $c(x, t)$ an einem bestimmten Ort x zu einem Zeitpunkt t innerhalb eines Körpers beschreibt, mit

$$\frac{\partial c}{\partial t}(x, t) = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}(x, t) \quad (10)$$

zur Ermittlung eines theoretischen Prozessmodells angewendet werden. [19]

Im konkreten Fall der Quellung der Stärkeverschmutzung leitet sich die Konzentration entsprechend

$$c = c_{\text{Stärke}} = c_S = 1 - c_{\text{Wasser}} = 1 - c_W \quad (11)$$

mit

$$c_i = \frac{m_i}{m_{\text{ges}}} \rightarrow c = c_S = \frac{m_S}{m_S + m_W} \rightarrow c_W = \frac{m_W}{m_S + m_W} \quad (12)$$

her. Zum Lösen von (10) wird die Anfangsbedingung aufgestellt, dass zum Zeitpunkt $t = 0$ die zwei separaten Schichten trockene Stärke mit der Höhe δ_0 und Wasser als endliche Quelle mit angenommener unendlicher Höhe nach [19] für den eindimensionalen Fall existieren.

$$c(x, t = 0) = \begin{cases} c_0, & 0 < x < \delta_0 \\ 0, & x > \delta_0 \end{cases} \quad (13)$$

Außerdem gilt die Randbedingung, dass zu keinem Zeitpunkt ein Stofftransport durch die untere Grenzschicht, welche durch die Substratoberfläche gebildet wird, stattfindet.

$$\left. \frac{\partial c(x, t > 0)}{\partial x} \right|_{x=0} = 0 \quad (14)$$

Laut [18] nach [19] löst sich (10) durch die Anfangs- und Randbedingungen nun zu

$$c(x, t) = \frac{c_0 * \delta_0}{\sqrt{\pi D t}} e^{-\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)^2} \quad (15)$$

Da sich der Diffusionskoeffizient D nicht analytisch ermitteln lässt, sind einige weitere Schritte zur Bestimmung des Diffusionsmodells notwendig. So wird die Ausgangskonzentration der Stärkeverschmutzung zu Beginn des Diffusionsprozesses mit

$$c_0 = 1 \quad (16)$$

definiert und die Höhe der reinen trockenen Stärkeschicht mittels der Dichte nach

$$\delta_0 = \frac{FVG_{trocken}}{\rho_S} \quad (17)$$

bestimmt. Zur Bestimmung der Dichte der trockenen Stärkeverschmutzung wurde die Schichthöhe δ_0 nach der Trocknung mittels einer Messuhr an fünf Punkten der Proben vermessen. Der Mittelwert der Messungen wurde mit dem Flächenverschmutzungsgewicht verrechnet und die Dichte mit (17) zu $\rho_S \approx 1 \pm 0,2 \text{ g/cm}^3$ ermittelt (Anlage-CD). Somit kann angenommen werden, dass

$$\rho_S \approx \rho_W = 1 \text{ g/cm}^3 = \rho \quad (18)$$

Für weitere Betrachtungen kann damit die Höhe der Grenzschicht x_{Grenz} näherungsweise als

$$x_{Grenz} = \frac{FVG_{quell}}{\rho} \quad (19)$$

angenommen werden. Die Ermittlung dieser Höhe ist notwendig, da angenommen werden kann, dass beim Befreien der Proben von anhaftendem Wasser zwischen dem Quellungsabbruch und der Wägung auch ein geringfügiger Teil Stärke in das Wasser ausgetreten ist und sich ebenfalls von der Probe löst. In [18] wird davon ausgegangen, dass die Trennung der betrachteten Stärkeschicht und der in Wasser gelösten Stärketeilchen beim Quellungsabbruch an der Höhe einer bestimmten Konzentration c_{Grenz} stattfindet. Diese Konzentration bleibt für jeden Versuch gleich, wenn die äußeren Kräfte beim Trennen reproduzierbar sind, sprich auf gleichbleibende Bedingungen beim Quellungsabbruch geachtet wird. Diese Konzentration beträgt somit

$$c(x = x_{Grenz}, t = t_{quell}) = c_{Grenz} = k * c_0 \quad (20)$$

wobei $k = konstant$.

Mit den weiteren, gewonnenen Erkenntnissen aus (16) bis (20) ergibt sich die Lösung von (15) nach Umstellen von

$$c(x_{Grenz}, t_{quell}) = c_{Grenz} = k * c_0 = \frac{c_0 * \delta_0}{\sqrt{\pi D t_{quell}}} e^{-\left(\frac{x_{Grenz}}{2\sqrt{D t_{quell}}}\right)^2} \quad (21)$$

und durch Addition der absoluten Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung zu Beginn des Quellungsvorganges ΔFVG_{Beginn} , die mithilfe der beschriebenen Kurzzeitquellungsversuche ermittelt wurde und mit $\Delta FVG_{Beginn} \approx 93,8 \text{ g/m}^2$ angenommen werden kann (vgl. Abbildung 5-4), zu

$$FVG_{quellDiff} = \rho \sqrt{-4D t_{quell} * \ln\left(\frac{k * \rho}{FVG_{trocken} \sqrt{\pi D t_{quell}}}\right)} + \Delta FVG_{Beginn} \quad (22)$$

Die Faktoren k und D können als konstant angenommen werden und wurden nun nach [18] iterativ durch Anpassung der Modellwerte für das Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Stärkeverschmutzung an die entsprechenden tatsächlichen Messwerte mittels einer linearen Regression der Form

$$FVG_{quellDiff} = m * FVG_{quell} + n \quad (23)$$

bestimmt. Dazu wurden die Konstanten k und D so angepasst, dass $m \rightarrow 1$, $n \rightarrow 0$ und das Bestimmtheitsmaß $R^2 \rightarrow 1$ tendieren (vgl. Abbildung 5-7). Letztlich ergab sich $k = 0,050$ und $D = 2,55 * 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$.

Die lineare Regression in Abbildung 5-7 verläuft mit einem Versatz von $n = 19,819 \text{ g/m}^2$ nicht durch den Ursprung des Diagramms, jedoch entspricht diese Abweichung den Standardabweichungen der realen Flächenverschmutzungsgewichte der gequollenen Stärkeverschmutzung (vgl. Anlage C). Auch die Messungen der Schichthöhe der trockenen Stärkeverschmutzung mittels Messuhr zur Bestimmung der Dichte weisen Abweichungen auf. Aus [18] geht daher die Vermutung hervor, dass die tatsächliche Dichte der getrockneten Stärkeschicht mit $1,1 \text{ g/cm}^3$ etwas über dem verwendeten Wert liegt. Für eine Bildung des Diffusionsmodells scheint die getroffene Annahme in (18) jedoch ausreichend. Für verhältnismäßig kleine Ausgangsflächenverschmutzungsgewichte und hohe Quelldauern zeigen sich in Abbildung 5-7 zudem Fehler des generierten Modells. Dies betrifft jedoch lediglich drei Proben. Insgesamt kann eine Beschreibung des Flächenverschmutzungsgewichts der Stärkeverschmutzung bei Quellung mittels theoretischem Prozessmodell als vertrauenswürdig angesehen werden.

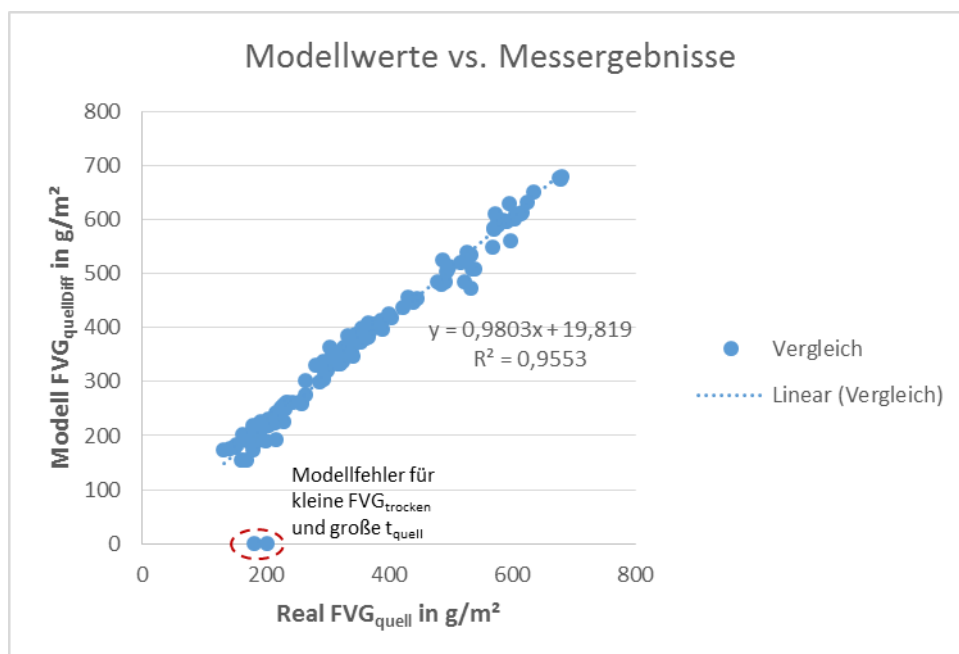


Abbildung 5-7: Vergleich der Diffusionsmodellwerte mit Messergebnissen der Stärkequellung

3. Vergleich der generierten Modelle

Die generierten Prozessmodelle liefern für das Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Stärkeverschmutzung jeweils eine gute Näherung und lassen sich innerhalb der ausgewerteten Quelldauern für weitere Betrachtungen verwenden. Unterschiede liegen jedoch vor allem in ihrem Verhalten bei unendlicher Quelldauer vor. So zeigt das empirisch physikalische Prozessmodell hier aufgrund seines Aufbaus auf Basis einer Potenzfunktion ein ebenfalls unendliches Ansteigen des Gewichts der quellenden Stärkeverschmutzung. Wie aus der Langzeitaufnahme des Quellvorgangs bekannt, kommt der Quellungsprozess bei einer bestimmten und verhältnismäßig hohen Quelldauer komplett zum Erliegen. Außerdem berücksichtigt dieses Modell nicht, dass direkt zu Beginn der Quellung eine konstante und vom Ausgangsverschmutzungsgewicht unabhängige Menge Wasser in die Stärkeverschmutzung aufgenommen wird.

Das Diffusionsmodell nimmt diesen Effekt in seine Betrachtung auf. Außerdem zeigt es für einen bestimmten Zeitbereich ebenfalls ein Wachstum der Stärkeverschmutzung in Form einer Potenzfunktion. Im Modell kommt es bei hohen Quelldauern zum Ausbilden eines Maximums, nach welchem das Flächenverschmutzungsgewicht wieder leicht absinkt und letztlich auf *null* herabfällt. Zu welchem Zeitpunkt dieses Maximum erreicht wird scheint dabei abhängig vom Ausgangsverschmutzungsgewicht zu sein. [18]

5.4 Optische Vermessung der Phasengrenze der Stärke

5.4.1 Versuchsdurchführung

Zur Ermittlung der zu einem bestimmten Zeitpunkt erreichten Schichtdicke δ_{quell} der stärkebasierten Modellverschmutzung während des Quellvorgangs wurden bereits im Rahmen von Voruntersuchungen einige berührungslose Messverfahren auf ihre Eignung hin überprüft. Die Ergebnisse zeigten, dass sich lichtbasierte berührungslose Messverfahren aufgrund der lichtbrechenden und –reflektierenden Eigenschaften der transparenten Stärkeschicht und der Substratoberfläche zur direkten Bestimmung der Schichtdicke nicht eignen. [3] Im Rahmen dieser Arbeit wurde nun versucht die Schichtdicke der Stärkeverschmutzung anhand optischer Erfassung der Phasengrenze zwischen Verschmutzung und Quellmedium zu bestimmen.

Dafür wurde zunächst eine handelsübliche Digitalkamera (Canon Digital IXUS 60) mithilfe der Open Source Software „Canon Hack Development Kit“ um die Funktionen manuelle

Fokussierung und Intervallaufnahme erweitert. Die Kamera wurde nun so vor der Wanne des BKVA positioniert, dass sich die Probe auf der mittleren Achse des Bildbereiches befindet, wobei der Abstand zum Substrat möglichst gering gehalten wurde. Durch die manuelle Fokussierung war es möglich mithilfe eines unverschmutzten Substrates im Quellmedium den Abstand der Kamera zur Wanne zu referenzieren und den Fokuspunkt auf die Substratvorderkante einzustellen. Wie in Abbildung 5-8 zu sehen ist, war der Bildausschnitt trotz möglichst naher Positionierung der Kamera am Substrat sehr groß und eine genaue Bestimmung der wachsenden Stärkeschicht daher nur schwer möglich. Außerdem ließ sich der Fokuspunkt aus technischen Gründen nicht reproduzierbar auf die Substratvorderkante einstellen, was letztlich zu leicht unscharfen Bildergebnissen führte und eine präzise Differenzierung der Phasengrenze unmöglich machte.

Um die beschriebenen Probleme mit Bildausschnitt und Fokussierung zu umgehen wurde ein weiteres Kamerasystem bestehend aus einer Laborkamera und einem Makroobjektiv auf seine Eignung hin überprüft. Referenziert wurde die Position der Kamera auch hier mit einem unverschmutzten Substrat im entionisierten Wasser. Erste Ergebnisse schienen aufgrund der hohen Vergrößerung des Bildausschnittes durch das Makroobjektiv und die Schärfe der Phasengrenze vielversprechend (Abbildung 5-8). Allerdings änderte sich durch Hydratation der Stärkeverschmutzung deren Grauwert an der Phasengrenze, was eine automatisierte Bildauswertung basierend auf der Unterscheidung der Grauwerte verhinderte.

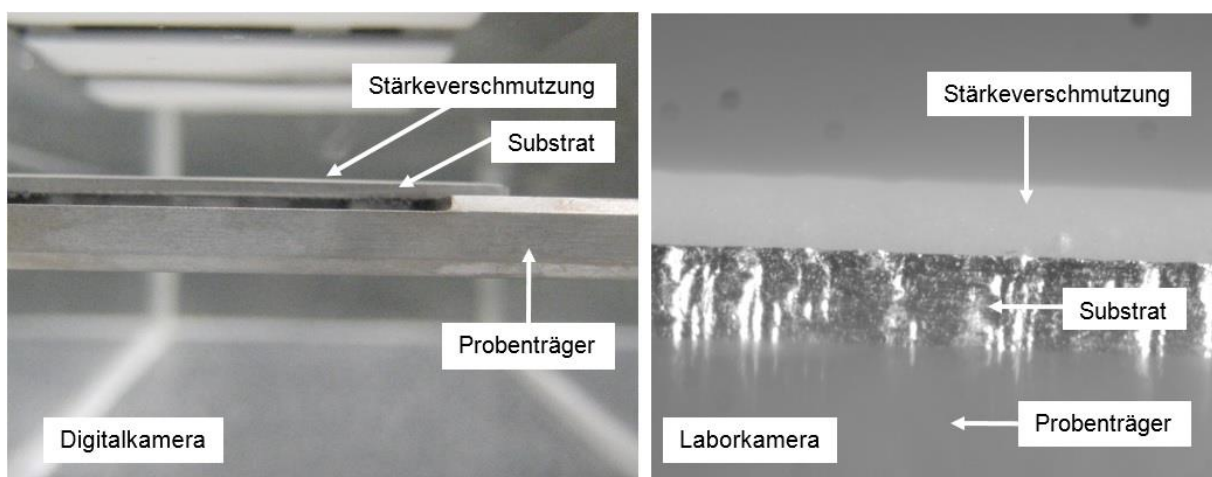


Abbildung 5-8: Bildausschnitte der Digitalkamera und Laborkamera mit Makroobjektiv

Letztlich wurde zur Bestimmung der Schichtdickenzunahme während der Quellung der Stärke auf bereits vorhandenes Bildmaterial aus Vorversuchen zurückgegriffen. Auch hier wurde die

stärkebasierte Modellverschmutzung nach dem in Kapitel 4.2.3 beschriebenen Verfahren hergestellt und in einer Wanne aus Plexiglas in entionisiertem Wasser mit einer Temperatur von $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ für 20 min gequollen. Variiert wurde dabei das Ausgangsverschmutzungsgewicht der Stärkeverschmutzung. Der Quellvorgang wurde für 29 Versuche mit einer Kamera intervallartig aufgezeichnet. Da sich auch hier die Grauwerte der Verschmutzung durch Hydratation änderten, musste eine manuelle Bildauswertung durchgeführt werden. Nach digitaler Vergrößerung des Bildausschnitts ließ sich die Phasengrenze leicht erkennen. Mithilfe der javabasierten Open Source Software „ImageJ“ wurde nun die Schichtdicke für jeden Quellungsversuch zu bestimmten Zeitpunkten anhand der Anzahl der Pixel zwischen Substratoberfläche und Phasengrenze vermessen. Die Größe der Pixel wurde dafür mithilfe eines im Bild befindlichen Maßstabs referenziert (Abbildung 5-9).

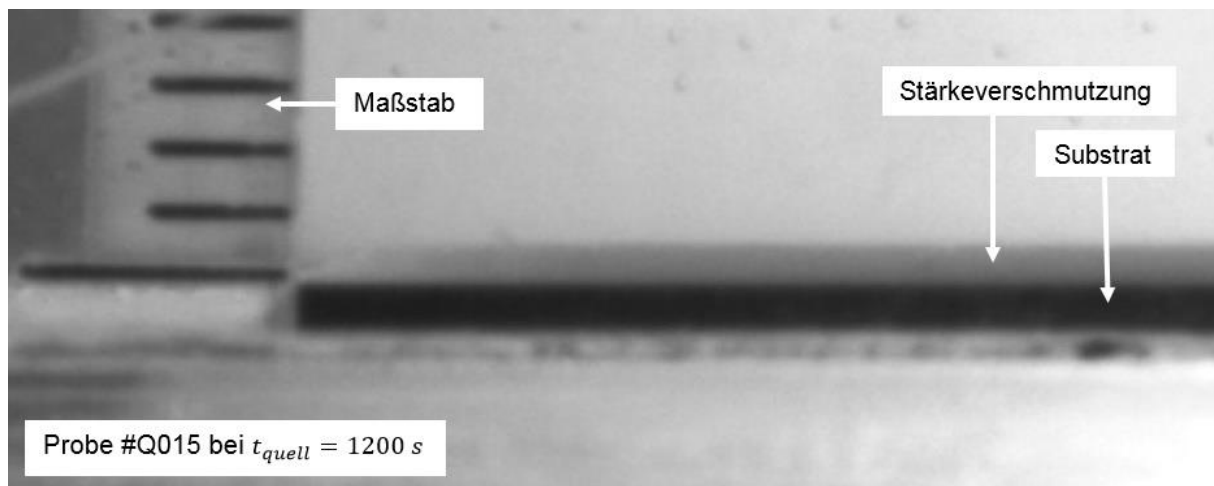


Abbildung 5-9: Vergrößerter Bildausschnitt aus Voruntersuchungen

5.4.2 Messergebnisse

In Abbildung 5-10 ist der typische Verlauf der Zunahme der Schichthöhe während eines 20 minütigen Quellvorganges exemplarisch für die Probe #Q015 dargestellt. Es wird deutlich, dass die Schichtdickenzunahme für diese Quelldauer durchaus mithilfe einer Potenzfunktion beschrieben werden kann, was sich mit den gewonnenen Erkenntnissen aus der gravimetrischen Betrachtung des Quellvorganges deckt.

Zur Überprüfung des Langzeitquellverhaltens verblieben einige Proben zusätzlich für mehrere Stunden im Wasserbad. Das Ergebnis einer solchen Messung zeigt exemplarisch Abbildung 5-11 für die Probe #Q004. Das beschriebene stagnierende Verhalten der Schichtdicken-

zunahme wird hier deutlich sichtbar. Es deutet darauf hin, dass das maximale Wasseraufnahmevermögen der Stärkeverschmutzung mit einem Ausgangsverschmutzungsgewicht von $FVG_{trocken} = 94,8 \text{ g/m}^2$ nach einer Quelldauer von ungefähr 8 h weitestgehend erreicht wird.

Die weiteren Messergebnisse sind in den Versuchsprotokollen in Anlage D sowie der Anlage-CD hinterlegt.

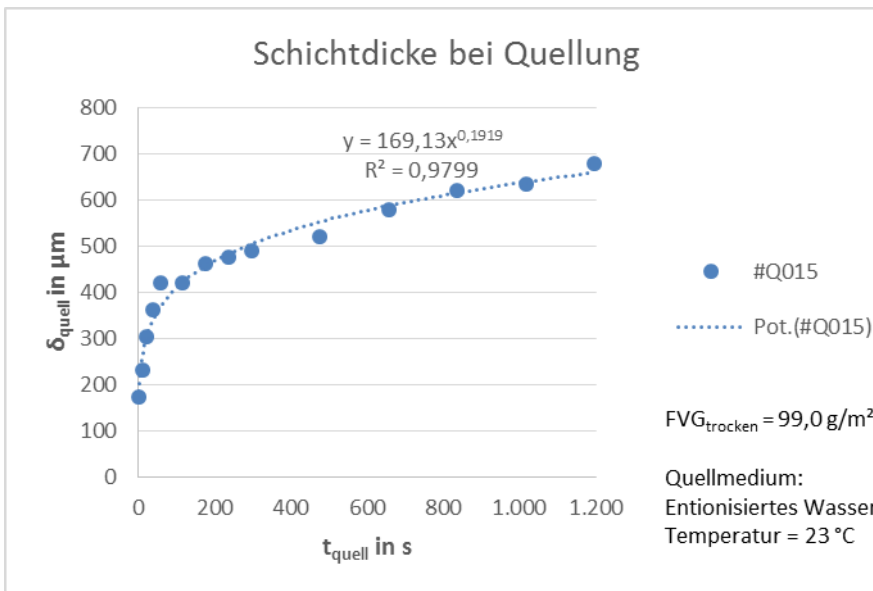


Abbildung 5-10: Schichtdicke der Stärkeverschmutzung bei Quellung für Versuch #Q015

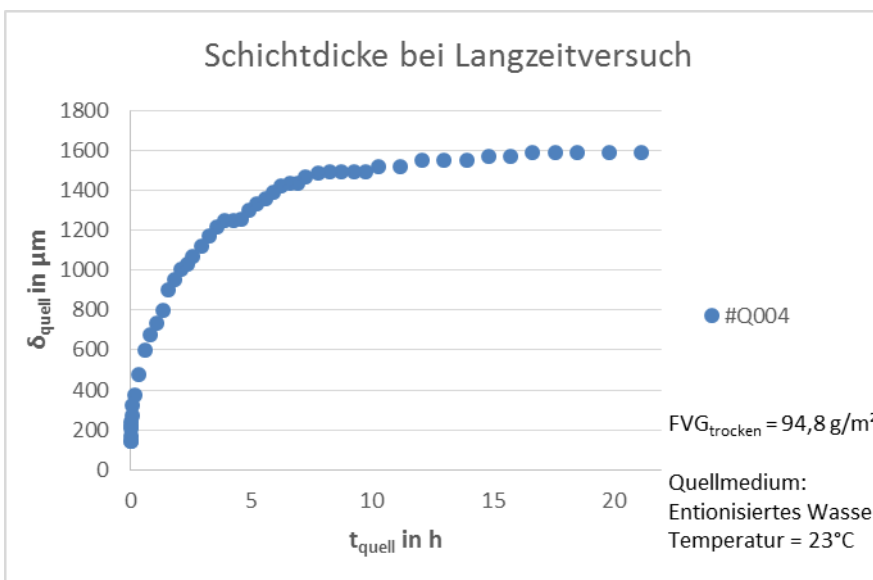


Abbildung 5-11: Schichtdicke der Stärkeverschmutzung bei Langzeitquellung für Versuch #Q004

5.4.3 Erstellung eines Prozessmodells

Zur Ermittlung eines empirisch physikalischen Prozessmodells für die Beschreibung des Stärkewachstums bei der Quellung in Abhängigkeit der Quelldauer und des Ausgangsverschmutzungsgewichts wurde wie in Kapitel 5.3.3 ein Potenzansatz der Form

$$\delta_{quellEmp}(FVG_{trocken}, t_{quell}) = a_{\delta} * FVG_{trocken}^{e_{FVG_{trocken}}} * t_{quell}^{e_{t_{quell}}} \quad (24)$$

verwendet. In „Microsoft Excel 2013“ wurden die aus der Bildauswertung ermittelten Schichthöhen zunächst über der Quelldauer aufgetragen und eine Regression der Messwerte in Form einer Potenzfunktion nach

$$\delta_{quellEmp,i}(t_{quell}) = a_{\delta t} * t_{quell}^{e_{t_{quell},i}} \quad (25)$$

für jeden Versuch erstellt (vgl. Abbildung 5-10). Das arithmetische Mittel der Potenzen $e_{t_{quell},i}$ der jeweiligen Regressionskurven ergibt nun die erste gesuchte Potenz aus (24) mit

$$e_{t_{quell}} = 0,158 \quad (26)$$

Zur Bestimmung des Einflusses des Ausgangsverschmutzungsgewichts wurde die Schichthöhe der Stärkeverschmutzungen nach einer Quelldauer von $t_{quell} = 1200 \text{ s} \pm 30 \text{ s}$ herangezogen und über $FVG_{trocken}$ abgetragen (Abbildung 5-12). Auch hier zeigte sich ein physikalischer Zusammenhang in Form einer Potenzfunktion. Aus der gebildeten Regressionsfunktion wurde nun die Potenz

$$e_{FVG_{trocken}} = 0,171 \quad (27)$$

extrahiert. Durch Einsetzen von (26) und (27) in (24) ergibt sich nun der Faktor a_{δ} zu

$$a_{\delta} = \frac{\delta_{quell}}{FVG_{trocken}^{e_{FVG_{trocken}}} * t_{quell}^{e_{t_{quell}}}} = 99,098 \quad (28)$$

Nach Überprüfung des Bestimmtheitsmaßes der modellierten Schichthöhe und der gemessenen Schichthöhe (Abbildung 5-13) ergibt sich das empirisch physikalische Prozessmodell der Schichthöhe während des Quellvorganges für eine Quelldauer bis zu 1200 s nach (24) zu

$$\frac{\delta_{quellEmp}(FVG_{trocken}, t_{quell})}{\mu m} = 99,098 * \left(\frac{FVG_{trocken}}{g/m^2} \right)^{0,171} * \left(\frac{t_{quell}}{s} \right)^{0,158} \quad (29)$$

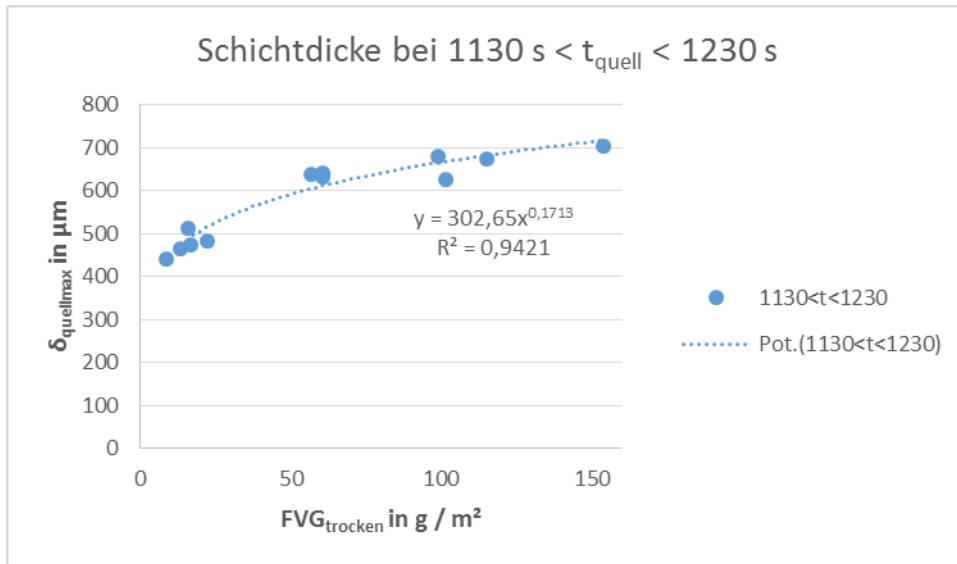


Abbildung 5-12: Schichthöhe der Stärkeverschmutzung bei t_{quell} = 1200 s

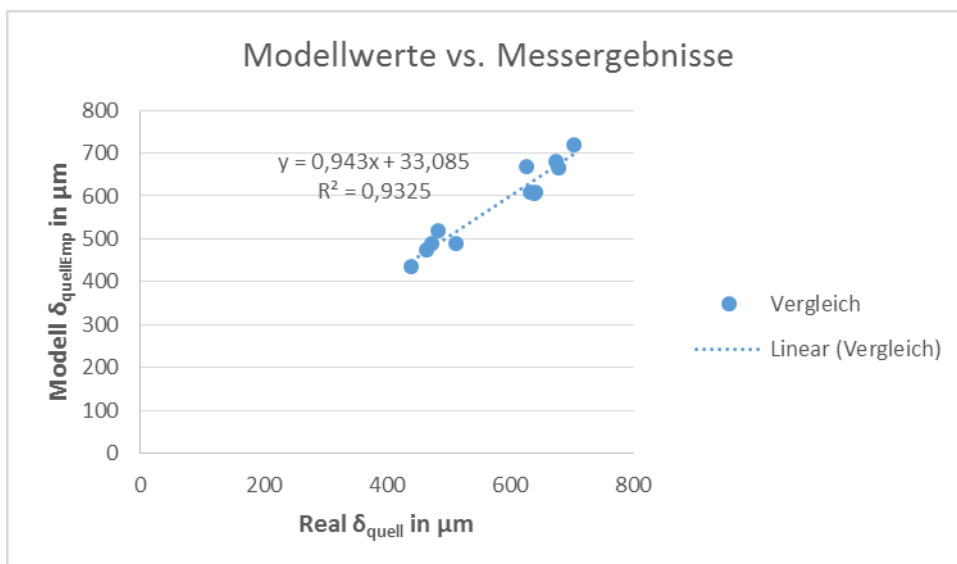


Abbildung 5-13: Vergleich der empirischen Modellwerte mit Messergebnissen der Schichtdicke

6 Einflüsse verschiedener Parameter auf Bindungskräfte

6.1 Versuchsplanung

Tabelle 1: Normierung der Einstellparameter

Vaselineverschmutzung					Stärkeverschmutzung						
Parameter	Einheit	Niveau			Parameter	Einheit	Niveau				
		-1	0	+1			-1	0	+1		
FVG	x_{V1}	g/m^2	150	300	450	$FVG_{trocken}$	x_{S1}	g/m^2	45	75	95
					t_{quell}	x_{S2}	s	120	360	600	
δ	x_{V2}	μm	0	50	100	δ	x_{S3}	μm	50	100	150
v_{Rakel}	x_{V3}	mm/s	2,6	3,9	5,2	v_{Rakel}	x_{S4}	mm/s	2,6	3,9	5,2
Zielgröße					Zielgröße						
σ	y_V	J/m^2				σ	y_S	J/m^2			

Tabelle 2: Versuchsplan der Vaselineverschmutzung

Vers.	Parameter				Vers.	Parameter			
	x_{V1}	x_{V2}	x_{V3}	y_V		x_{V1}	x_{V2}	x_{V3}	y_V
1	+1	+1	+1	4,270	7	-1	-1	+1	3,142
2	+1	+1	-1	3,465	8	-1	-1	-1	2,346
3	+1	-1	+1	5,540	9	0	0	0	3,590
4	+1	-1	-1	4,603	10	0	0	0	3,797
5	-1	+1	+1	1,976	11	0	0	0	3,673
6	-1	+1	-1	1,605					
					Mittelwert 9 - 11				3,687
					Varianz s^2				0,011
					Variation				3 %

Tabelle 3: Versuchsplan der Stärkeverschmutzung

Parameter					y_S	Parameter					y_S
Vers.	x_{S1}	x_{S2}	x_{S3}	x_{S4}		Vers.	x_{S1}	x_{S2}	x_{S3}	x_{S4}	
1	-1	-1	-1	-1	5,247	11	+1	-1	+1	-1	7,652
2	-1	-1	-1	+1	5,189	12	+1	-1	+1	+1	9,417
3	-1	-1	+1	-1	1,674	13	+1	+1	-1	-1	4,984
4	-1	-1	+1	+1	0,728	14	+1	+1	-1	+1	8,285
5	-1	+1	-1	-1	1,583	15	+1	+1	+1	-1	5,645
6	-1	+1	-1	+1	1,962	16	+1	+1	+1	+1	8,048
7	-1	+1	+1	-1	0,951	17	0	0	0	0	4,495
8	-1	+1	+1	+1	1,244	18	0	0	0	0	4,258
9	+1	-1	-1	-1	24,263	19	0	0	0	0	3,732
10	+1	-1	-1	+1	40,067						
						Mittelwert 17 - 19					4,162
						Varianz s^2					0,152
						Variation					9 %

Zur Abschätzung der Parametereinflüsse auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Vaseline- und Stärkeverschmutzung wurde jeweils ein entsprechender zweistufiger vollfaktorieller Versuchsplan mit Zentrumsversuch erstellt. Als variierte Einstellparameter für Versuche der Vaselineverschmutzung wurden das Flächenverschmutzungsgewicht, das Abzugsspaltmaß und die Rakelgeschwindigkeit gewählt. Zusätzlich zu diesen Parametern wurde für die Stärkeverschmutzung noch der Einfluss der Quelldauer auf die Zielgröße „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ überprüft.

Die Einstellparameter wurden für eine Regressionsanalyse entsprechend Tabelle 1 normiert, wobei ihre unteren und oberen Grenzen empirisch und entsprechend der technologischen Möglichkeiten festgelegt wurden. Das jeweilige Flächenverschmutzungsgewicht ergab sich dabei aus der Anzahl der verwendeten Folienstreifen. Für das untere Niveau waren das zwei, für die Zentrumsversuche vier und für das obere Niveau sechs. Das Rakelspaltmaß δ konnte bei den Untersuchungen der Stärkeverschmutzung im Gegensatz zur Vaselineverschmutzung

für das untere Niveau nicht auf $0 \mu m$ gestellt werden, da es hier bei unzureichender Quellung erfahrungsgemäß zu Überlasten und Not-Stopps der LMS-60 kommen kann. Für das obere Niveau der Rakelgeschwindigkeit wurde die bereits beschriebene derzeit mögliche technologische Grenze des BKVA mit $v_{Rakel} = 5,2 \text{ mm/s}$ gewählt. Das mittlere Niveau der Quelldauern der Stärkeverschmutzung orientiert sich mit $t_{quell} = 360 \text{ s}$ den erläuterten Versuchen zur Bestimmung des Quellungsvorganges.

Die generierten Versuchspläne sind in Tabelle 2 und Tabelle 3 dargestellt. Da sich die Parameter wegen der hohen Wiederholgenauigkeiten der Bewegungsachsen des BKVA präzise und konstant einstellen lassen und die Proben jeweils nur für einen Versuch verwendet werden, konnte auf eine sonst übliche zufällige Reihenfolge bei der Versuchsdurchführung verzichtet werden. Da die einbezogenen Parametereinflüsse in weiteren Versuchsreihen separat näher charakterisiert werden sollen und die Ergebnisse der Versuchsauswertung nur als Übersicht dienen, wurde auf eine Wiederholung der einzelnen Versuchspunkte verzichtet. Zur Abschätzung der Varianz der Messungen fand jedoch eine dreimalige Durchführung des Zentrumsversuches statt.

6.2 Vaselineverschmutzung

6.2.1 Auswertung des Versuchsplans

Die Ergebnisse der Versuche nach dem erstellten Versuchsplan zur Abschätzung der Parametereinflüsse auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Vaselineverschmutzung sind bereits in Tabelle 2 protokolliert. Nach dem wiederholten Zentrumsversuch lässt sich die Variation der Versuchsergebnisse mit 3 % abschätzen und auch bei näherer Betrachtung der jeweiligen Werte der Zielgröße zeigen sich keine Auffälligkeiten. Aufgrund der relativ geringen Variation wurden die Ergebnisse als vertrauenswürdig angesehen und nach [20] für ein lineares Beschreibungsmodell der Form

$$y_V = b_{V0} + b_{V1}x_{V1} + b_{V2}x_{V2} + b_{V3}x_{V3} + b_{V12}x_{V1}x_{V2} + b_{V13}x_{V1}x_{V3} + b_{V23}x_{V2}x_{V3} \quad (30)$$

ausgewertet. Dieses ergibt sich nach Einsetzen der ermittelten Regressionskoeffizienten (Abbildung 6-1) zu

$$\begin{aligned} \sigma = & 3,37 + 1,10 * FVG_{trocken} - 0,54 * \delta + 0,36 * v_{Rakel} - 0,06 * FVG_{trocken} * \delta \\ & + 0,07 * FVG_{trocken} * v_{Rakel} - 0,07 * \delta * v_{Rakel} \end{aligned} \quad (31)$$

Für einen Signifikanztest der Effekte und Wechselwirkungen wurden nun sowohl die positive als auch die negative Konfidenzgrenze mit einem Konfidenzniveau von 99,9 % bestimmt. Diese beträgt $\pm 0,345$. Durch Anlegen dieser Grenze an die Regressionskoeffizienten ergibt sich, dass die Wechselwirkungen der Einstellparameter keinen signifikanten Einfluss auf die Bindungskräfte der Vaselineverschmutzung aufweisen (vgl. Abbildung 6-1). Der Einfluss der Rakelgeschwindigkeit liegt mit einem Regressionskoeffizienten von $b_{V3} = 0,36$ nur sehr knapp über der ermittelten Konfidenzgrenze, wohingegen das Flächenverschmutzungsgewicht der Vaselineverschmutzung und der eingestellte Rakelspalt deutliche Effekte auf die ermittelte „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ zeigen.

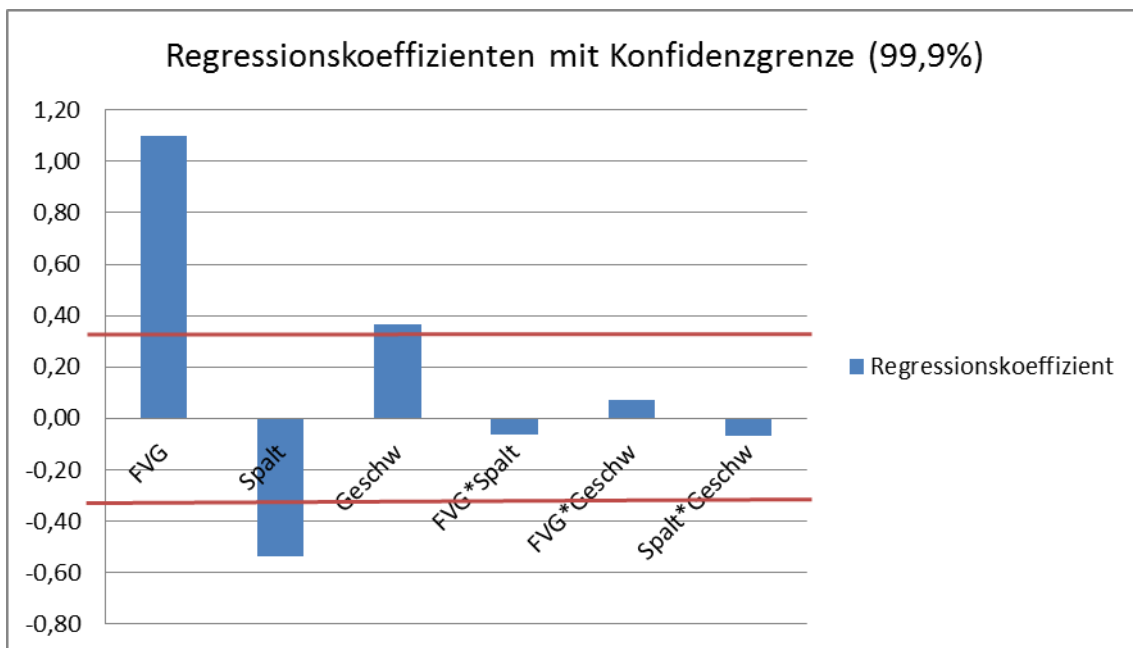


Abbildung 6-1: Regressionskoeffizienten mit Konfidenzgrenze für Vaselineverschmutzung

6.2.2 Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts

Zur Ermittlung des Einflusses des Flächenverschmutzungsgewichts der Vaseline auf deren „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ wurde dieses zwischen 160 g/m^2 und 445 g/m^2 variiert und fünfzehn Versuche durchgeführt. Dabei wurden das Spaltmaß des Rakels mit $\delta = 50 \text{ }\mu\text{m}$ und dessen Abzugsgeschwindigkeit mit $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ konstant gehalten. Die Ergebnisse der Versuche sind in Anlage E hinterlegt und in Abbildung 6-2 dargestellt. Hier zeigen sie einen linearen Zusammenhang zwischen der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ und dem steigenden Flächenverschmutzungsgewicht. In Hinblick auf die in Kapitel 2.3.4 beschriebenen

wirkenden Kräfte, liegt die Vermutung nahe, dass sich durch Erhöhung des Flächenverschmutzungsgewichts bei konstanter Rakelspalteneinstellung nicht die kohäsiven oder adhäsiven Bindungskräfte vergrößern, sondern sich mehr Verschmutzung vor dem Rakel befindet, was letztlich zu einer zunehmenden notwendigen Kraft für deren Verformung führt.

In Kapitel 5.2 wurde die Vermutung geäußert, dass die dort bestimmte Standardabweichung durch Varianzen des Flächenverschmutzungsgewichts beeinflusst wurde (vgl. Abbildung 5-2). Die nun ermittelten Messergebnisse bestätigen diesen Eindruck teilweise, da ein äquivalenter Anstieg der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ bei ähnlicher Zunahme des Flächenverschmutzungsgewichts in Abbildung 6-2 deutlich wird. Die hier ersichtlichen Abweichungen bei gleichen Flächenverschmutzungsgewichten haben jedoch nahezu ähnliche Werte. Die in Kapitel 5.2 bestimmte Standardabweichung von $0,40 \text{ J/m}^2$ kann also durchaus als Näherung an die tatsächliche Standardabweichung verwendet werden. Um diese zu präzisieren sind weitere Wiederholungen der Messungen bei gleichen Einstellparametern notwendig.

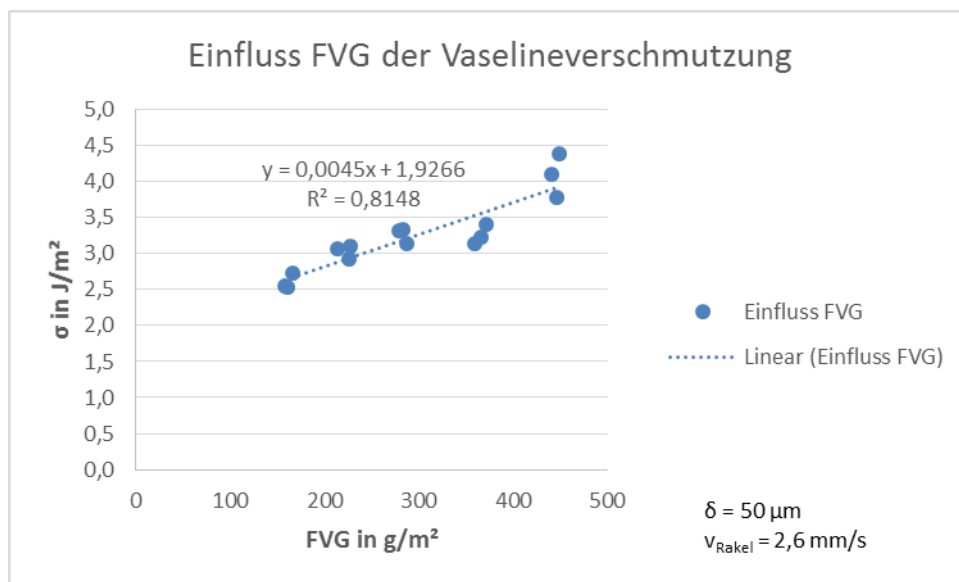


Abbildung 6-2: Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts der Vaselineverschmutzung

6.2.3 Einfluss des Rakelspalts

Das Spaltmaß des Rakels über der Substratoberfläche wurde zur Ermittlung seines Einflusses im Bereich von etwa $0 \mu\text{m}$ bis $200 \mu\text{m}$ variiert. Um einen direkten Metallkontakt und eine damit verbundene Beschädigung des BKVA bei der Nullstellung des Spaltmaßes zu vermeiden existierte hierbei jedoch eine positive Toleranz von bis zu $20 \mu\text{m}$. Für die vierzehn Versuche

wurde die Vaselineverschmutzung mit einem konstanten Flächenverschmutzungsgewicht von etwa 420 g/m^2 hergestellt und die Abzugsgeschwindigkeit des Rakels auf $v_{\text{Rakel}} = 2,6 \text{ mm/s}$ eingestellt. Die Messergebnisse sind in Abbildung 6-3 dargestellt und auf der Anlage-CD hinterlegt. Eine Regression der ermittelten Werte liefert eine leicht abfallende Gerade über dem größer werdenden Spaltmaß, was letztlich erneut darauf schließen lässt, dass die ermittelte „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ maßgeblich durch die Verformung der Vaseline beeinflusst wird.

Die dargestellten Messergebnisse zeigen bei $\delta = 50 \mu\text{m}$ die größten Abweichungen von der Regressionsgeraden, liegen damit jedoch immer noch innerhalb der ermittelten Standardabweichung. Dies bestätigt auch das Bestimmtheitsmaß der Regression mit $R^2 = 0,9223$.

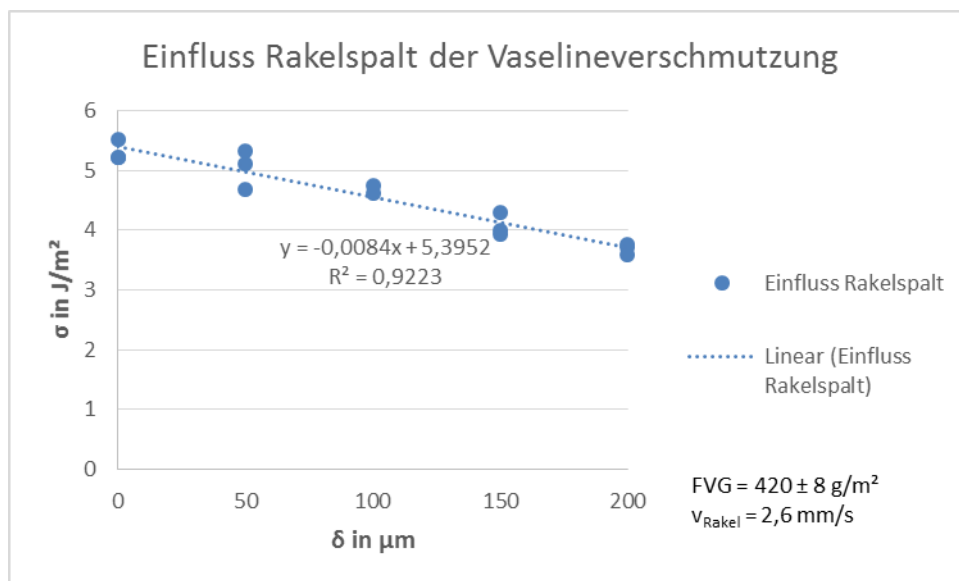


Abbildung 6-3: Einfluss des Rakelspaltes der Vaselineverschmutzung

6.2.4 Einfluss der Rakelgeschwindigkeit

Aus der Versuchsplanauswertung wird sichtbar, dass die Rakelgeschwindigkeit in dem derzeit technologisch möglichen Bereich von bis zu maximal $5,2 \text{ mm/s}$ offenbar einen nur sehr geringen Effekt auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ aufweist (vgl. Kapitel 6.2.1).

Von ALI et al. (2014) wird zudem aufgezeigt, dass die Rakelgeschwindigkeit gerade bei Substraten mit rechteckiger Geometrie keinen signifikanten und differenzierbaren Einfluss auf die gemessene Kraft hat. Dafür wurde hier eine Schmalzverschmutzung, welche mit der in dieser Arbeit betrachteten Vaselineverschmutzung vergleichbar ist, in einem

Geschwindigkeitsbereich von 1 mm/s bis zu 8 mm/s jeweils auf einer kreisrunden sowie einer rechteckigen Substratgeometrie getestet. Bei den Versuchen mit runden Substraten zeigten sich zwar unterschiedliche Kraftverläufe bei Verschmutzungsabzug, jedoch auch erst bei höheren Geschwindigkeit oberhalb der im BKVA derzeit technologisch möglichen $5,2 \text{ mm/s}$. Die Ergebnisse der Messungen mit rechteckigen Substraten, wie sie derzeit ebenfalls für Versuche mittels BKVA verwendet werden, ließen sich nicht weiter differenzieren. [9] Auf eine nähere Charakterisierung des Einflusses der Abzugsgeschwindigkeit wird daher verzichtet.

6.2.5 Einfluss der Temperatur

Die Bestimmung des Temperatureinflusses auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Vaselineverschmutzung erfolgte mithilfe eines Wasserbades. Entionisiertes Wasser, welches nach den Erkenntnissen aus Kapitel 5.2 die Bindungskräfte der Vaselineverschmutzung in keiner Weise beeinflusst, wurde mithilfe einer geregelten Heizplatte auf eine Temperatur von etwa $60 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt und in die Wanne des BKVA gegeben. Durch die Messung der Temperatur von Referenzproben konnte der Zeitpunkt der Bindungskraftmessung für die variierten Temperaturen der Vaselineverschmutzung von $28,5 \text{ }^\circ\text{C}$, $35,0 \text{ }^\circ\text{C}$, $38,5 \text{ }^\circ\text{C}$ und $40,0 \text{ }^\circ\text{C}$ bestimmt werden. Das Flächenverschmutzungsgewicht betrug dabei $FVG = 398 \pm 9 \text{ g/m}^2$ und der Rakel wurde mit einer Geschwindigkeit von $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ und einem Spaltmaß von $\delta = 100 \text{ }\mu\text{m}$ über die Proben verfahren. In Abbildung 6-4 sind die Ergebnisse der Messungen über der variierten Temperatur aufgetragen. Um den Einfluss zunehmender Temperatur besser einschätzen zu können sind hier zusätzlich Ergebnisse aus drei Messungen mit gleichen Parametern bei Raumtemperatur eingefügt (vgl. Abbildung 5-2).

Die Ergebnisse zeigen bereits eine deutliche Abnahme der gemessenen „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ bei einem Temperaturanstieg von 5 K zur Raumtemperatur, stagnieren jedoch bei weiter zunehmender Temperatur. Es scheint, als sei der Schmelzpunkt der Vaseline in einem Bereich zwischen $30 \text{ }^\circ\text{C}$ und $35 \text{ }^\circ\text{C}$ erreicht und ihre feste immobile Phase in einen fluiden Zustand übergegangen, in welchem sie einer Scherung und Verformung nur noch geringen Widerstand entgegen bringt.

Die ermittelten Ergebnisse lassen durchaus eine qualitative Abschätzung des Temperatureinflusses zu, werden aber aufgrund der umständlichen und ungenauen Methode zur Bestimmung der Temperatur der Vaselineverschmutzung für quantitative Betrachtungen als ungenügend vertrauenswürdig bewertet. So steigt die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ am Messpunkt $40 \text{ }^\circ\text{C}$ wieder leicht an, was den Erwartungen widerspricht.

Außerdem konnte wegen des hohen Versuchsaufwandes nur eine geringe Anzahl Proben untersucht und kaum Wiederholungen durchgeführt werden. Für präzisere Ergebnisse wird daher die Installation einer temperierten Quellwanne empfohlen, was eine Bestimmung der Temperatur der Vaselineverschmutzung durch Referenzproben unnötig macht. Durch Ermittlung des Wärmeübergangs- und Wärmedurchgangskoeffizienten der Vaseline ließe sich so eine definierte Temperierdauer bestimmen, nach welcher die Vaselineverschmutzung die zu betrachtende Temperatur angenommen hat.

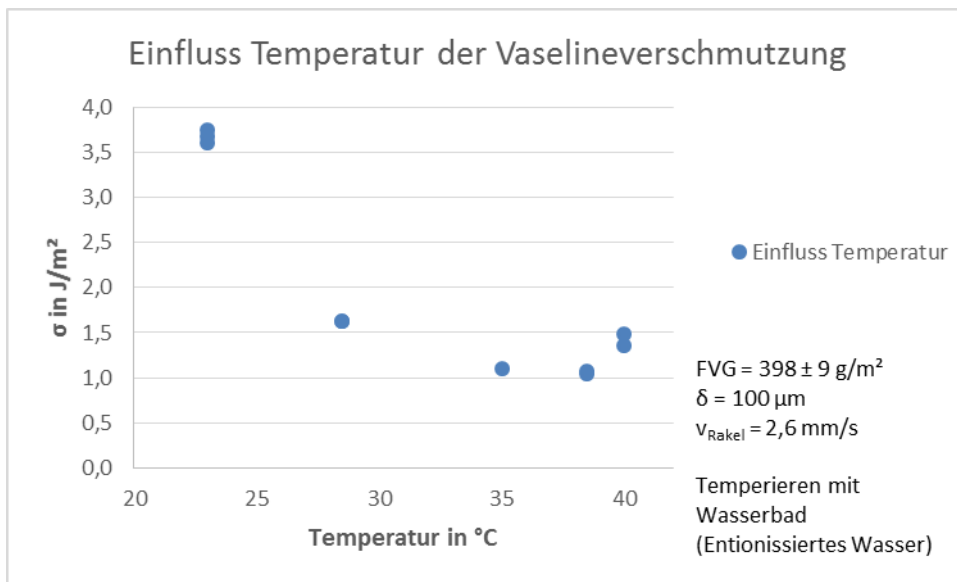


Abbildung 6-4: Einfluss der Temperatur der Vaselineverschmutzung

6.2.6 Einfluss des Reinigungsmediums

Tabelle 4: Einfluss des Reinigungsmediums der Vaselineverschmutzung

Vers.	σ		$\Delta\sigma$	Vers.	σ		$\Delta\sigma$
		NaOH				NaOH	
1	4,270	4,351	-0,081	7	3,142	2,765	0,377
2	3,465	3,443	0,022	8	2,346	2,021	0,325
3	5,540	4,738	0,803	9	3,590	3,567	0,023
4	4,603	3,791	0,812	10	3,797	3,440	0,357
5	1,976	1,738	0,238	11	3,673	3,076	0,597
6	1,605	1,451	0,154				
		Mittelwert 9 - 11			3,687	3,361	
		Varianz s^2			0,011	0,065	
		Variation			3 %	8 %	

Da entionisiertes Wasser keinen Einfluss auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Vaselineverschmutzung zeigt, wird nun geprüft, ob sich diese durch ein anderes Reinigungsmedium herabsetzen lässt. Dazu wurden die Proben mit Vaselineverschmutzung in Natronlauge mit einer Konzentration von 2 % für zehn Minuten eingetaucht und der in Kapitel 6.1 generierte Versuchsplan für weitere elf Messungen wiederholt. Die Normierung und Reihenfolge der Einstellparameter blieb dabei bestehen und kann Tabelle 1 und Tabelle 2 entnommen werden.

Tabelle 4 zeigt nun die Messergebnisse der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ nach der Lösung in Natronlauge zusammen mit den Ergebnissen der Versuchsplandurchführung ohne Reinigungsmedium. $\Delta\sigma$ gibt die Differenz dieser Ergebnisse an, wobei hier ein positiver Wert die Abnahme der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ nach der Lösung wiedergibt. Bei Betrachtung dieser Werte wird schnell deutlich, dass eine solche Abnahme für fast alle variierten Einstellparameter stattgefunden hat. Gerade aus den Ergebnissen der Versuche 3 und 4 geht dies besonders hervor. Hier wurde ein hohes Flächenverschmutzungsgewicht bei geringer Rakelspalteneinstellung überprüft, was der in Kapitel 6.2.2 und 6.2.3 geäußerten Vermutung nach zu einer steigenden notwendigen Kraft zur Verformung der Verschmutzung

führt. Höchstwahrscheinlich wurde diese notwendige Verformungskraft nun durch die Lösung in Natronlauge herabgesetzt. Ein Ansatz zur Erklärung hierfür könnte sein, dass die Natronlauge die Bindungskräfte der Vaseline minimiert sowie ihre feste immobile Phase durchsetzt und letztlich dekonstruiert, was zu einem geminderten Widerstand bei Scherung und Abzug durch den Rakel führt.

In Versuch 1 wurde die Kombination aus hohem Flächenverschmutzungsgewicht, maximaler Rakelspalteneinstellung und Rakelgeschwindigkeit untersucht. Die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Vaselineverschmutzung weist für diesen Versuch nach der Lösung einen höheren Wert im Gegensatz zu den Messungen ohne Reinigungsmedium auf. Jedoch könnte es sich hierbei auch um eine Abweichung handeln. So liegt die mittels der Zentrumsversuche geschätzte Variation der Messergebnisse mit 8 % relativ hoch und auch trotz der geringen Variation von lediglich 3 % der Versuche ohne Reinigungsmedium könnten hier bei Versuch 1 Abweichungen aufgetreten sein. Da bei diesem Versuchspunkt eine große Rakelspalteneinstellung betrachtet wurde, liegt ebenfalls die Vermutung nahe, dass der verformungskrafttherabsetzende Effekt der Natronlauge bei geringen abgezogenen Schichtdicken noch nicht ausreichend zu Tage tritt. Die geringe Differenz der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkräfte“ von $\Delta\sigma = 0,022 \text{ J/m}^2$ aus Versuch 2 unterstützt diesen Erklärungsansatz. Hierbei wurde analog zu Versuch 1 ebenfalls ein hohes Flächenverschmutzungsgewicht bei maximalem Rakelspalt getestet und lediglich die Rakelgeschwindigkeit variiert.

Für eine erste qualitative Abschätzung des Einflusses von Natronlauge mit einer Konzentration von 2 % auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ scheinen die durchgeführten Versuche ausreichend und genügend vertrauenswürdig. Um diesen Einfluss jedoch zu präzisieren ist eine separate Betrachtung der Auswirkungen einer Lösung auf die weiteren Einstellparameter unbedingt erforderlich.

6.3 Stärkeverschmutzung

6.3.1 Auswertung des Versuchsplans

Analog zur Auswertung des Versuchsplans der Vaselineverschmutzung wurde auch der Versuchsplan der Stärkeverschmutzung nach [20] mittels eines linearen Beschreibungsmodells ausgewertet. Da hier vier Einstellparameter variiert wurden, ergibt sich das Grundgerüst des Beschreibungsmodells nach der Form

$$y_S = b_{S0} + b_{S1}x_{S1} + b_{S2}x_{S2} + b_{S3}x_{S3} + b_{S4}x_{S4} + b_{S12}x_{S1}x_{S2} + b_{S13}x_{S1}x_{S3} + b_{S14}x_{S1}x_{S4} + b_{S23}x_{S2}x_{S3} + b_{S24}x_{S2}x_{S4} + b_{S34}x_{S3}x_{S4} \quad (32)$$

In Tabelle 3 sind die Messergebnisse der durchgeführten Versuche hinterlegt und in Abbildung 6-5 die ermittelten Regressionskoeffizienten dargestellt, welche durch einsetzen in (32) das Beschreibungsmodell zu

$$\begin{aligned} \sigma = & 7,98 + 5,61 * FVG_{trocken} - 3,85 * t_{quell} - 3,51 * \delta + 1,43 * v_{Rakel} - 2,96 \\ & * FVG_{trocken} * t_{quell} - 2,34 * FVG_{trocken} * \delta + 1,48 * FVG_{trocken} \\ & * v_{Rakel} + 3,40 * t_{quell} * \delta - 0,64 * t_{quell} * v_{Rakel} - 0,99 * \delta * v_{Rakel} \end{aligned} \quad (33)$$

ergeben.

Die Versuchsdurchführung mittels BKVA gestaltete sich für die Stärkeverschmutzung gelegentlich problematisch. So kam es mitunter zu Abbrüchen der Rakelbewegung aufgrund von Schwingungen in der Rakelachse bei höheren Geschwindigkeiten (vgl. Kapitel 2.3.3). Die bis dahin gewonnenen Kraftverläufe der betroffenen Versuchspunkte ließen sich nur bedingt auswerten und sind daher wahrscheinlich fehlerbehaftet (Versuche 10, 12 und 14). In den Versuchen 9 und 10, in denen jeweils ein hohes Flächenverschmutzungsgewicht, eine niedrige Quelldauer sowie ein kleiner Rakelspalt bei Variation der Rakelgeschwindigkeit untersucht wurden, zeigen sich ungewöhnlich hohe Werte für die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“, welche nicht den Erfahrungen aus Voruntersuchungen entsprechen. Das lineare Beschreibungsmodell aus (33) erscheint daher nicht vertrauenswürdig und es wurde auf eine Bildung der Konfidenzgrenzen zur Bestimmung der Signifikanz der Effekte und Wechselwirkungen verzichtet.

Abbildung 6-5 soll jedoch dennoch einen qualitativen Eindruck über die Einflüsse der Einstellparameter vermitteln. Es wird deutlich, dass sich die Rakelgeschwindigkeit gegenüber dem Ausgangsflächenverschmutzungsgewicht, der Quelldauer und dem eingestellten Rakelspalt nur geringfügig auf die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ auswirkt. Großen Einfluss auf das Messergebnis hat die Wechselwirkung zwischen dem Flächenverschmutzungsgewicht der trockenen Stärkeverschmutzung und der Quelldauer. Dies könnte sich in Hinblick auf die Kraftbereiche auf eine höhere erforderliche Kraft zur Verformung der noch nicht durchgequollenen Stärke zurückführen lassen (vgl. Kapitel 2.3.4). Ebenfalls auf diesen Effekt zurückzuführen scheint die Wechselwirkung zwischen dem Flächenverschmutzungsgewicht und dem eingestellten Rakelspalt. Wird eine große Menge der Stärkeverschmutzung bei kleiner Spalteinstellung vom Substrat abgetragen, werden hohe

Kräfte zur Verformung beziehungsweise zum Transport der vor dem Rakel liegenden Stärke-schicht notwendig. Rückblickend auf Kapitel 5.3.3 könnte die Wechselwirkung zwischen der Quelldauer und dem eingestellten Rakelspalt durch die am Ort der Trennung befindliche Konzentration der Stärkeverschmutzung eine Erklärung dafür sein.

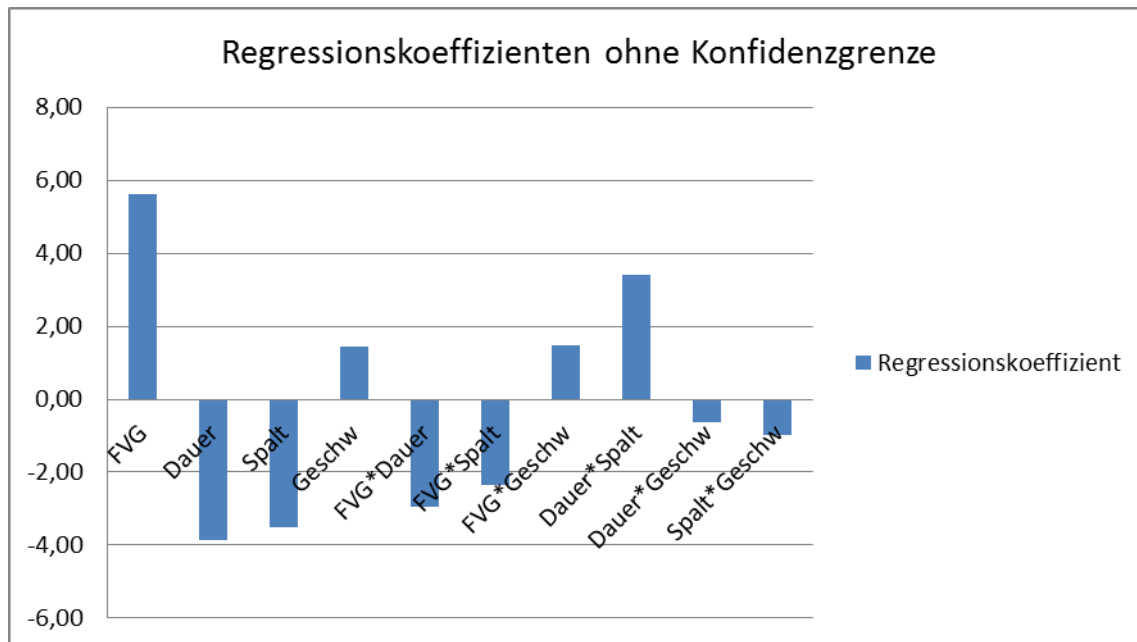


Abbildung 6-5: Regressionskoeffizienten ohne Konfidenzgrenze für Stärkeverschmutzung

6.3.2 Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts

Zur separaten Betrachtung des Einflusses des Flächenverschmutzungsgewichts der trockenen Stärkeverschmutzung auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ wurde dieses in einem Bereich von $FVG_{trocken} = 25 \text{ g/m}^2$ bis $FVG_{trocken} = 90 \text{ g/m}^2$ variiert und die Parameter eingestellter Rakelspalt und Rakelgeschwindigkeit mit $\delta = 100 \mu\text{m}$ und $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ konstant gehalten. Als Quellmedium diente entionisiertes Wasser mit einer Temperatur von $23 \text{ }^\circ\text{C}$ und die Proben wurden jeweils für eine Dauer von 360 s in die Wanne eingetaucht.

In Abbildung 6-6 sind die Ergebnisse der zehn durchgeführten Messungen dargestellt. Es zeigt sich eine eindeutige Steigerung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ bei zunehmendem Flächenverschmutzungsgewicht der Stärkeverschmutzung, welche bei Regression wahrscheinlich in Form einer Potenzfunktion dargestellt werden kann. Da der Rakelspalt mit $\delta = 100 \mu\text{m}$ relativ hoch über dem Substrat verfahren wurde, kann von einem Anstieg der

wirkenden Bindungskräfte abgesehen werden. Es wird dagegen erwartet, dass sich vorrangig die zur Verformung und zum Transport der Stärkeverschmutzung notwendigen Kräfte in den Messergebnissen widerspiegeln.

Die dargestellten Messergebnisse können aufgrund der niedrigen Streuungen und einer durchgeführten Prüfung auf Fehler im Versuchsablauf als vertrauenswürdig angenommen werden.

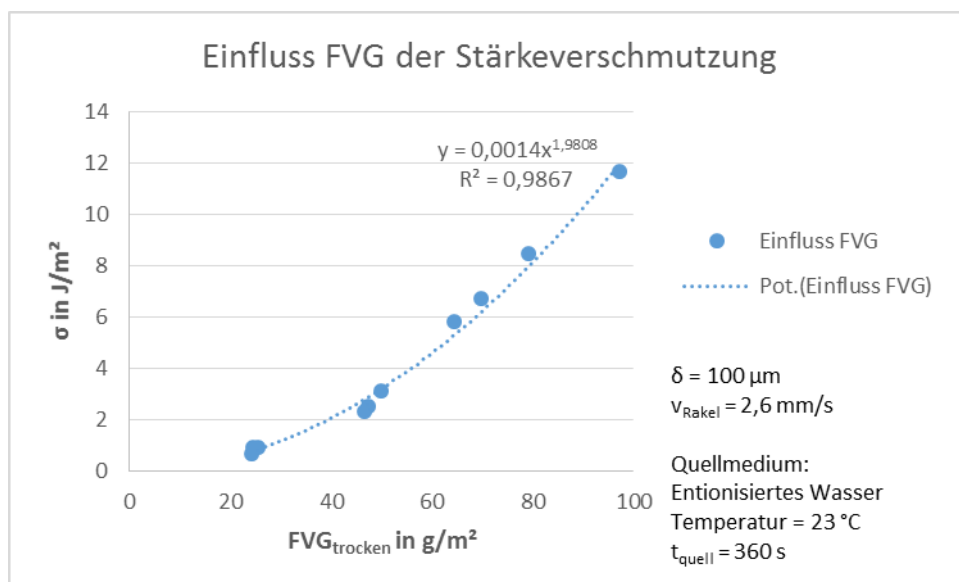


Abbildung 6-6: Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts der Stärkeverschmutzung

6.3.3 Einfluss der Quelldauer

Die Quelldauer wurde zur Ermittlung ihres Einflusses auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ in einem Bereich von $t_{quell} = 60 \text{ s}$ bis $t_{quell} = 600 \text{ s}$ variiert. Die Proben wurden mit einem Flächenverschmutzungsgewicht von 70 g/m^2 hergestellt und zeigen mit 4 g/m^2 eine geringe Standardabweichung. Zur Messung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ wurde das Spaltmaß des Rakels mit $\delta = 100 \mu m$ eingestellt und mit einer Geschwindigkeit von $2,6 \text{ mm/s}$ verfahren. Entionisiertes Wasser mit einer Temperatur von $23 \text{ }^\circ C$ diente wieder als Quell-medium.

Die Ergebnisse der Versuchsreihe sind in Abbildung 6-7 dargestellt und zeigen eine sinkende „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ in Bezug auf eine höhere Quelldauer. Ob es sich bei der Regression der Messwerte hierbei um einen linearen oder einen Zusammenhang in Form einer Potenzfunktion handelt, kann aus den gewonnenen Ergebnissen aufgrund einer hohen

Streuung nicht eindeutig geschlussfolgert werden. In Bezug auf Kapitel 2.3.3 lässt sich jedoch ein potenzartiger Zusammenhang vermuten.

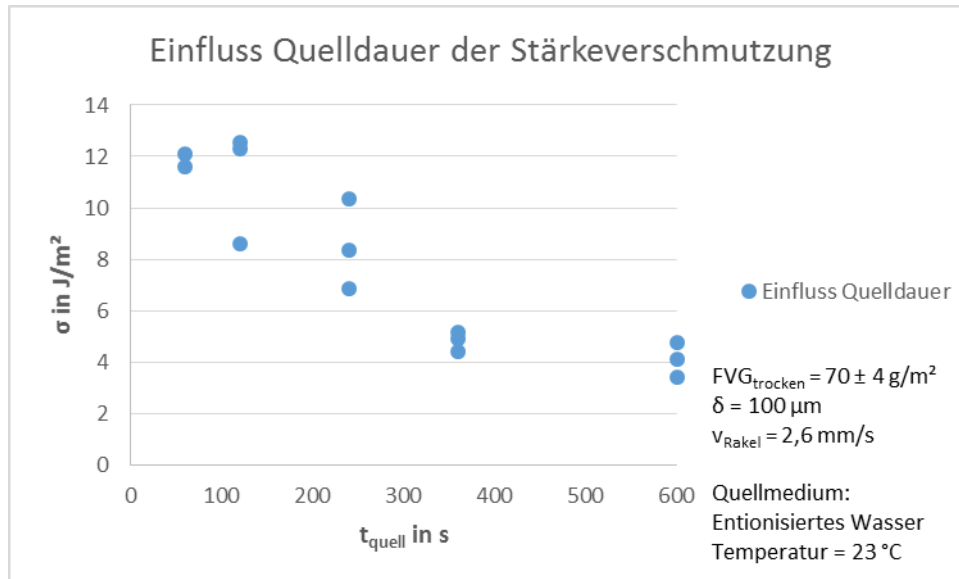
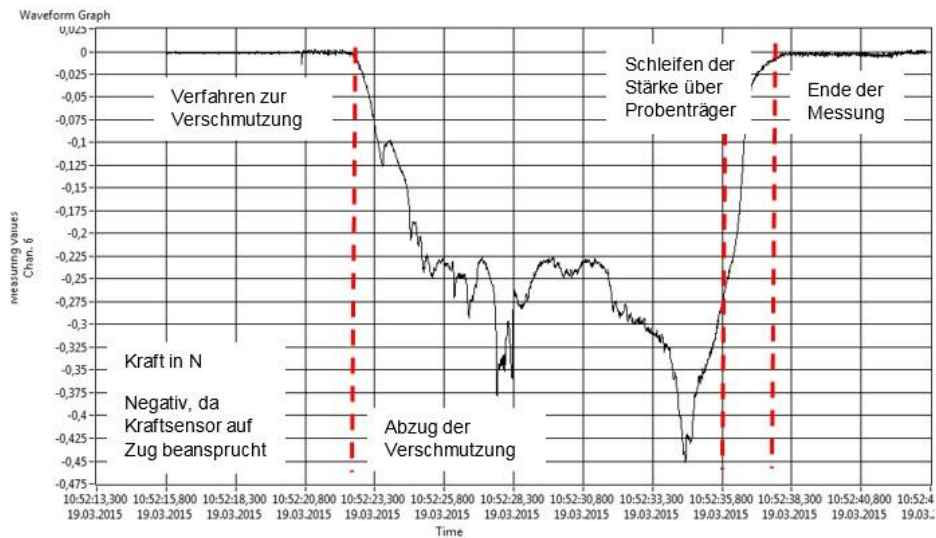


Abbildung 6-7: Einfluss der Quelldauer der Stärkeverschmutzung

Auffällig wird bei Betrachtung der Messergebnisse in Abbildung 6-7 besonders die hohe Streuung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ bei niedrigen Quelldauern. Eine Prüfung der zur Bestimmung dieser Zielgröße ermittelten Kraftverläufe zeigt bereits Unterschiede in deren prinzipiellen Verläufen. So zeigt sich bei Versuchen mit Quelldauern bis zu 360 s ein Anstieg in der gemessenen Kraft mit auffälligen Ungleichmäßigkeiten bis das Rakel das Ende der Stärkeschicht erreicht (Abbildung 6-8). Es hat den Anschein, dass der Quellvorgang abhängig von der genauen Beschaffenheit der Stärkeverschmutzung der Proben unregelmäßig verläuft beziehungsweise ein Durchquellen nach kurzen Quelldauern noch nicht vollständig stattgefunden hat. Dies wiederum könnte erklären, dass die nicht vollständig durchgequollene Stärkeverschmutzung einer Verformung und einem Abtransport durch den Rakel einen Widerstand abhängig vom Quellungszustand entgegen bringt und so die hohen Streuungen erzeugt.

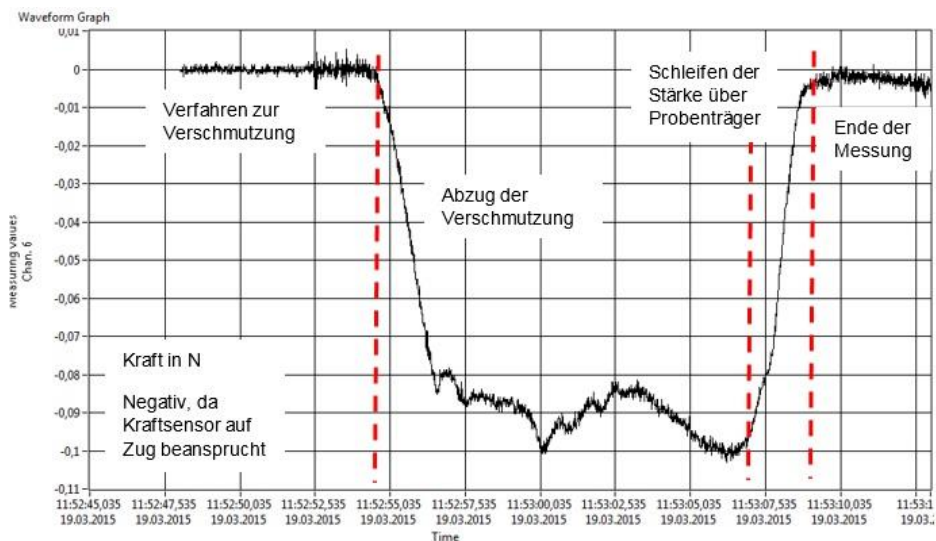
Die Kraftverläufe der Bindungskraftmessungen bei einer Quelldauer von $t_{\text{quell}} = 600 \text{ s}$ zeigen bereits vom ersten Probenkontakt an eine plateauartige Form (Abbildung 6-9). Dies lässt auf einen vollständig durchgequollenen Zustand der Stärkeverschmutzung schließen und führt letztlich zu gleichmäßigen Ergebnissen bei der Ermittlung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“.



Probe 0007-09 aus 150319 SeKr BKVA Einfluss Dauer Stärke 15%

FVG_{trocken} = 67 g/m², δ = 100 μ m, v_{Rakel} = 2,6 mm/s, t_{quell} = 120 s, σ = 12,305 J/m²

Abbildung 6-8: Kraftverlauf der Stärkeverschmutzung bei geringer Quelldauer



Probe 0007-29 aus 150319 SeKr BKVA Einfluss Dauer Stärke 15%

FVG_{trocken} = 72 g/m², δ = 100 μ m, v_{Rakel} = 2,6 mm/s, t_{quell} = 600 s, σ = 4,121 J/m²

Abbildung 6-9: Kraftverlauf der Stärkeverschmutzung bei hoher Quelldauer

6.3.4 Einfluss des Rakelspalts

Zur Ermittlung des Einflusses der Rakelspalteinstellung auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ wurde das Spaltmaß zwischen Rakel und Substrat in einem Bereich von $\delta = 0 \mu\text{m}$ bis $\delta = 200 \mu\text{m}$ variiert, wobei auch hier analog zu den Messungen der

Vaselineverschmutzungen eine Toleranz von bis zu $20\ \mu\text{m}$ bei Versuchen mit Nullstellung des Rakels gegeben wurde. Die Proben wurden mit einem Flächenverschmutzungsgewicht von $76\ \text{g}/\text{m}^2$ im trockenen Zustand hergestellt und zeigen mit $2\ \text{g}/\text{m}^2$ eine sehr niedrige Standardabweichung von diesem Wert. Verfahren wurde das Rakel erneut mit $2,6\ \text{mm}/\text{s}$ und die Stärkeverschmutzung wurde in entionisiertem Wasser bei $23\ ^\circ\text{C}$ für $360\ \text{s}$ gequollen.

In Abbildung 6-10 sind die Ergebnisse der zwölf Versuche dargestellt. Deutlich zeigt sich ein linear abfallender Verlauf der Regression der gemessenen „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ in Bezug auf die Rakelspalteinstellung. Dieser Verlauf könnte sich auch hier wiederum aus der mit steigendem Spaltmaß sinkenden Menge der vor dem Rakel befindlichen Stärkeverschmutzung und der damit verbundenen niedrigeren notwendigen Kraft für Verformung und Transport erklären.

Mithilfe des in Kapitel 5.4.3 erstellten empirisch physikalischen Prozessmodells wurde die Schichthöhe der Stärkeverschmutzung nach einer Quelldauer von $t_{\text{quell}} = 360\ \text{s}$ zu $h_{\text{quellEmp}}(FVG_{\text{trocken}} = 76, t_{\text{quell}} = 360) = 526 \pm 2\ \mu\text{m}$ errechnet. Der linear abfallende Verlauf der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ in Abbildung 6-10 lässt jedoch bereits vor Erreichen dieses Spaltmaßes einen Nulldurchgang erwarten. In Hinblick auf die in Kapitel 5.3.3 angestellte Betrachtung des Quellvorgangs der Stärke als Diffusionsprozess scheint die Erklärung sinnvoll, dass die Konzentration der Stärkeverschmutzung in ihren oberen Schichten so niedrig ist, dass ihr Abtrag dem Rakel keinen signifikanten Widerstand mehr entgegenbringt. Vergleichbar ist dies mit dem Einfluss des auf der Verschmutzung aufliegenden Wassers auf die Messung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“, welcher in Kapitel 5.2 erläutert wurde.

Eine hohe Streuung der Messergebnisse zeigt sich vor allem bei einer Spaltmaßeinstellung von $\delta = 50\ \mu\text{m}$. Eine nähere Betrachtung der ermittelten Kraftverläufe dieser Versuche zeigt auch hier massive Ungleichmäßigkeiten. Wie in Kapitel 6.3.3 beschrieben scheint sich der unregelmäßige Quellvorgang besonders bei Messungen mit niedrigem Rakelspalt bemerkbar zu machen, da die Stärkeverschmutzung je nach Beschaffenheit unterschiedlich tief durchquillt. Bei Messungen in höheren Schichten der Stärkeverschmutzung tritt dieser Effekt aufgrund einer gleichmäßigen Quellung offenbar nicht mehr auf, was die niedrigen Abweichungen der Messergebnisse erklären würde.

Zur Verifizierung dieser Vermutung und Quantifizierung einer Standardabweichung in diesen Schichtbereichen wären noch weitere Messpunkte mit niedriger Rakelspalteinstellung notwendig. Jedoch kam es bei Versuchen in Nullstellung des Rakels teilweise zu fehlerhaften Versuchsabläufen durch leicht schleifenden Kontakt zwischen Rakel und Substrat, der sich

auf Toleranzen der Ebenheit der Substrate zurückführen lässt. Etwaige Messergebnisse wurden vor der Auswertung aussortiert und nicht weiter in Betracht gezogen.

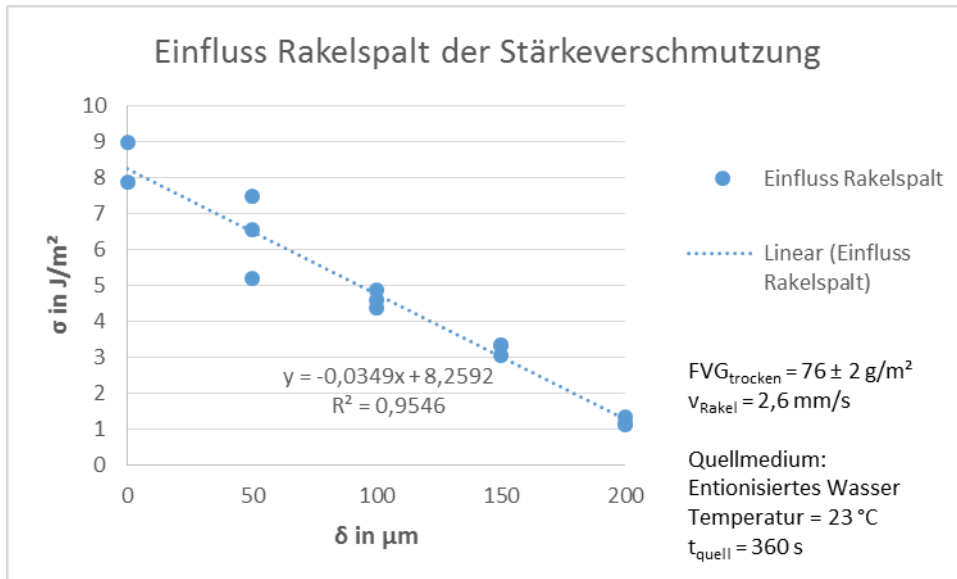


Abbildung 6-10: Einfluss des Rakelspaltes der Stärkeverschmutzung

6.3.5 Einfluss der Rakelgeschwindigkeit

Bei der Auswertung des Versuchsplans der Stärkeverschmutzung wurde bereits auf den vermutlich geringen Einfluss der Rakelgeschwindigkeit eingegangen. Dennoch wurde dieser in einer separaten Versuchsreihe betrachtet und dafür die Geschwindigkeit des Rakels in einem Bereich von $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ bis $v_{Rakel} = 6,5 \text{ mm/s}$ variiert. Die Proben wurden dafür mit einem Flächenverschmutzungsgewicht von $FVG_{trocken} = 74 \pm 3 \text{ g}/\text{m}^2$ hergestellt. Der Abzug der Verschmutzung erfolgte bei einer Spaltmaßeinstellung von $\delta = 50 \mu\text{m}$ und gequollen wurde die Stärkeverschmutzung erneut in entionisiertem Wasser mit einer Temperatur von $23 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer Dauer von 360 s .

Die elf Messungen in Abbildung 6-11 zeigen entsprechend den Ergebnissen der Versuchsauswertung einen leicht ansteigenden Verlauf der Regression der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ bei zunehmender Geschwindigkeit. In Kapitel 4.2.2 wurde bereits auf das rheologische Verhalten der Stärke eingegangen, welches als Grund für die ansteigende „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ herangezogen wird.

Die hohe Streuung der Messergebnisse kann wahrscheinlich auf den bereits beschriebenen unregelmäßigen Quellvorgang zurückgeführt werden. Die Parameter der hier

durchgeführten Versuche entsprechen mit dem eingestellten Rakelspalt von $50\ \mu\text{m}$, den angegebenen Quellbedingungen und einer Rakelgeschwindigkeit von $2,6\ \text{mm/s}$ den Messpunkten aus der Versuchsreihe zur Bestimmung des Einflusses des Rakelspalts, an welchen die näher betrachteten Streuungen auftraten (vgl. Abbildung 6-10).

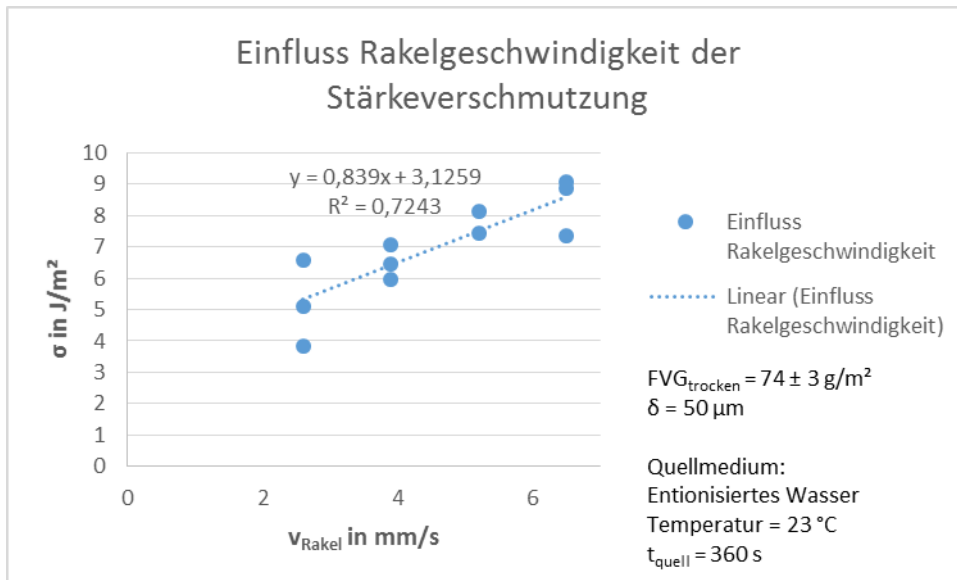


Abbildung 6-11: Einfluss der Rakelgeschwindigkeit der Stärkeverschmutzung

6.3.6 Einfluss des rheologischen Verhaltens

An der TU Dresden wurde im Rahmen paralleler Betrachtungen der Eigenschaften der Stärke deren Fließverhalten untersucht. Dafür wurde die in dieser Arbeit verwendete Wachsmaisstärke (C Gel – Instant 12410, Cargill) in variiertem Konzentration einem definierten Schergeschwindigkeitsprogramm unterzogen und die entsprechende Viskosität ermittelt. Es zeigte sich, dass sich abhängig von der Konzentration der Stärke ihre Viskosität nach Erreichen einer kritischen Schergeschwindigkeit irreversibel erhöht. [21] Dieses Phänomen wird besonders für Wachsmaisstärken in der Literatur vielfach beschrieben. [22–24] Im Rahmen dieser Arbeit wurde nun geprüft, ob sich dieser Effekt ebenfalls mithilfe des BKVA qualitativ erfassen lässt.

Dafür wurde das Verhalten der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ der Stärkeverschmutzung in Bezug auf eine Vorscherung und in ungetrocknetem sowie getrocknetem Zustand betrachtet. Ein Teil der Stärkelösung mit einer Konzentration von 15 % (w/V) wurde dafür durch das in [21] beschriebene Schergeschwindigkeitsprogramm mit einer maximalen Scherrate von $\dot{\gamma} = 1000\ \text{s}^{-1}$ vorgeschert. Sowohl die ungescherte als auch die vorgescherte

Stärkelösung wurden nun mit einem Flächenverschmutzungsgewicht von $FVG_{nass} = 345 \pm 30 \text{ g/m}^2$ im frischen Zustand auf die Substrate gebracht und jeweils die Hälfte der ungescherten und vorgescherten Proben daraufhin zur Trocknung für 22 Stunden in den Klimaschrank gegeben. Direkt nach der Herstellung der Proben beziehungsweise nach der Trocknung wurde die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ mithilfe des BKVA bei einem Rakelspalt von $\delta = 100 \text{ }\mu\text{m}$ und einer Rakelgeschwindigkeit von $v_{Rakel} = 2,6 \text{ mm/s}$ nach einer Quelldauer von 360 s in entionisiertem Wasser bei $23 \text{ }^\circ\text{C}$ ermittelt. Das Flächenverschmutzungsgewicht der trockenen Stärkeproben betrug dabei $FVG_{trocken} = 67 \pm 7 \text{ g/m}^2$.

Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Abbildung 6-12 dargestellt. Die getrockneten vorgescherten Proben zeigen mit $\sigma = 6,21 \pm 0,52 \text{ J/m}^2$ eine deutliche Zunahme der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ gegenüber den getrockneten ungescherten Proben mit $\sigma = 3,73 \pm 0,67 \text{ J/m}^2$. Das beschriebene Phänomen der Viskositätserhöhung nach Erreichen einer kritischen Schergeschwindigkeit der Stärkeverschmutzung lässt sich also qualitativ eindeutig für getrocknete Verschmutzungen mithilfe des BKVA nachweisen. Im frischen Zustand deuten die Messergebnisse aus Abbildung 6-12 ein ähnliches Verhalten an. Jedoch ist liegt es nahe, dass hier bereits ein Antrocknen der vorgescherten Stärkeverschmutzung aufgrund hoher Herstellungszeiten dieser Proben stattgefunden hat und die Messergebnisse dadurch verfälscht wurden.

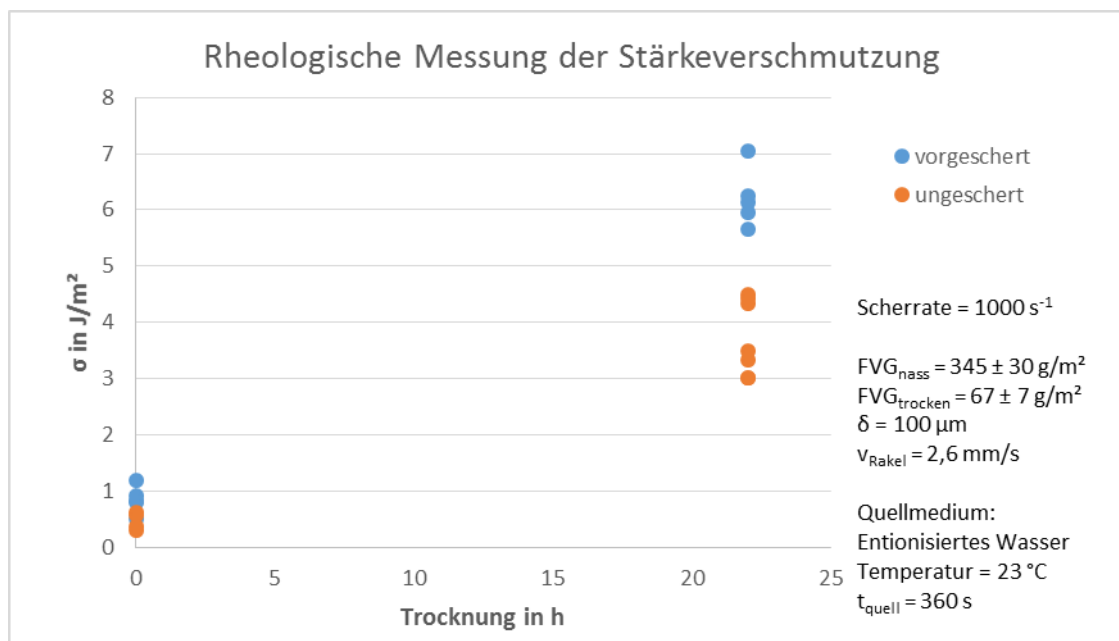


Abbildung 6-12: Rheologisches Verhalten der Stärkeverschmutzung

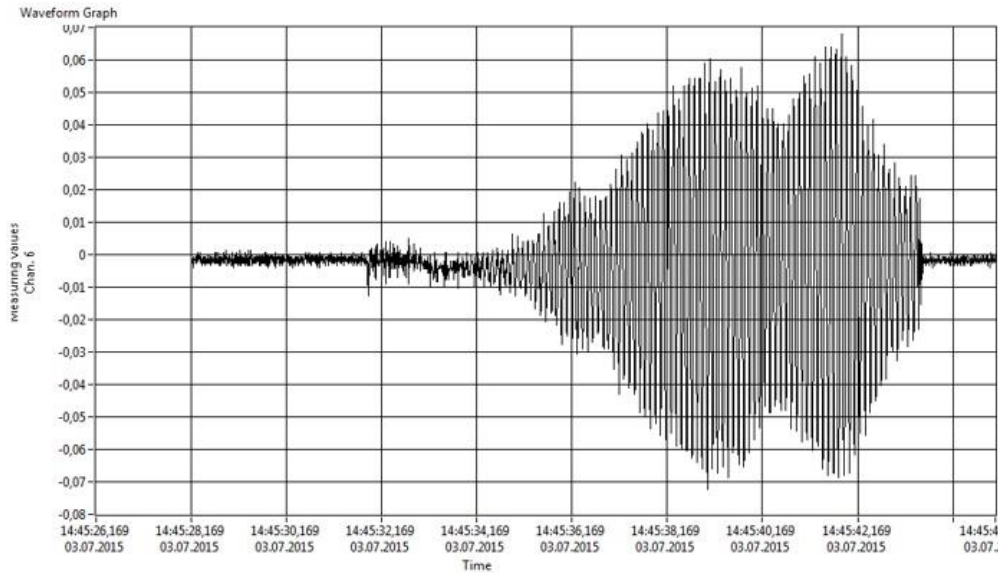
6.3.7 Einfluss des Quellmediums

Tabelle 5: Einfluss des Quellmediums der Stärkeverschmutzung

Vers.	σ		$\Delta\sigma$
	H ₂ O	NaOH	
2	5,247	0,238	5,009
9	24,263	3,441	20,822
10	40,067	5,958	34,109
11	7,652	0,389	7,262
15	5,645	0,421	5,224
18	4,258	0,669	3,589
19	3,732	1,288	2,444

Zur Bestimmung des Einflusses des Quellmediums auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Stärkeverschmutzung wurde erneut Natronlauge mit einer Konzentration von 2 % als Quellmedium gewählt. Analog zum Verfahren mit der Vaselineverschmutzung wurde der in Tabelle 3 erstellte Versuchsplan für die Stärkeverschmutzung wiederholt durchgeführt und die Normierung der zu variierenden Einstellparameter dabei erneut äquivalent zu Tabelle 1 vorgenommen.

Bei der Versuchsdurchführung kam es zu massiven Problemen mit der Rakelachse LMS-60. Der in Kapitel 2.3.3 bereits beschriebene Fehler der PID-Regelung der Achse trat für den Großteil der durchzuführenden Messungen auf und beeinflusste die Messungen stark. Aus Abbildung 6-13, welche die Auswirkungen dieses Fehlers auf die Messungen exemplarisch darstellt, wird deutlich ersichtlich, dass eine Auswertung solcher fehlerbehafteten Ergebnisse nicht möglich ist.



Probe 0027-312 aus 150702 SeKr BKVA Parameter NaOH Stärke 15%

FVG_{trocken} = 22 g/m², δ = 150 μ m, v_{Rakel} = 5,2 mm/s, t_{quell} = 120 s

Abbildung 6-13: Fehler der PID-Regelung der LMS-60

Durch interaktive Justierung der Regelparameter konnten dennoch einige Versuchspunkte erfolgreich untersucht werden. Deren Messergebnisse sind zusammen mit den entsprechenden Ergebnissen aus der Versuchsplandurchführung der Stärkeverschmutzung mit entionisiertem Wasser als Quellmedium in Tabelle 5 hinterlegt. $\Delta\sigma$ ergibt sich erneut als Differenz der jeweiligen Versuchsergebnisse und beschreibt mit einem positiven Wert eine Abnahme der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“. Diese Abnahme der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ ist für nahezu alle zur Verfügung stehenden Messpunkte enorm. Bereits nach kurzer Quelldauer von 120 s scheint die Natronlauge die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Stärkeverschmutzung auf ein Minimum herabgesetzt zu haben (Versuche 2, 9, 10 und 11).

Für weitere Betrachtungen des Einflusses des Quellmediums ist hierfür zunächst die Generierung zusätzlicher Messpunkte erforderlich. Zur Erzeugung verwertbarer Ergebnisse ist eine Neufestlegung des Normierungsniveaus in Bezug auf die Quelldauer ebenso notwendig wie die Verwendung einer niedriger konzentrierten Natronlauge.

7 Kombination der Erkenntnisse aus Bindungskraftversuchen und Quellverhalten

7.1 Differentiation der wirkenden Kräfte bei Abzug der Modellverschmutzungen

7.1.1 Vorbetrachtung

In Kapitel 2.3.4 wurde bereits erläutert, dass sich die mittels BKVA ermittelten Kraftverläufe zur Bestimmung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ σ offenbar aus der Summe drei verschiedener Kräfte zusammensetzen, die in unterschiedlichen Bereichen der Verschmutzung während des Abzugs wirken (vgl. Abbildung 2-7). Im folgenden Kapitel soll nun untersucht werden, ob eine klare quantitative Differentiation dieser Kräfte für die betrachteten Modellverschmutzungen möglich ist. Zur Bestimmung der tatsächlich wirkenden Kohäsiv- beziehungsweise Adhäsivkraft F_{III} müssen dabei nach (6) die Kraft zur Verformung der Verschmutzung vor dem Raker F_I und die Kraft zum Transport der verformten Verschmutzung F_{II} von der im BKVA gemessenen Kraft abgezogen werden.

Bei der von LIU et al. (2002) benannten „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ σ in J/m^2 handelt es sich physikalisch um eine flächenbezogene Energie, welche nach (3) und (4) aus der bei Abzug der Verschmutzung gemessenen Kraft bestimmt wird. [4] Zum besseren Verständnis werden die Anteile dieser „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ σ im Folgenden als flächenbezogene Energien beziehungsweise zur Vereinfachung nur als Energien und nicht weiter als Kräfte bezeichnet.

7.1.2 Vaselineverschmutzung

Von CHANG et al. (2003) wurde der sogenannte „wall-slip-Effekt“ untersucht. Dabei handelt es sich um ein Phänomen Nicht-NEWTON'SCHER Flüssigkeiten vertikale Wandungen unter gewissen Scherbeanspruchungen mit geringem Widerstand hinaufzukriechen. Dabei weist die Vaseline dieses Verhalten in besonderem Maße auf. [25] Bei Versuchen zur Ermittlung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ der Vaseline im BKVA konnte ein äquivalentes Phänomen beobachtet werden. So gleitet die getrennte Vaselineschicht das Raker hinauf ohne sich vor diesem zu sammeln. In Kapitel 4.1.2 wurde außerdem bereits auf den schichtartigen Aufbau der Vaseline aus mobiler flüssiger und immobilere fester Phase eingegangen.

Scheinbar begünstigt die flüssige Phase ein widerstandsarmes Gleiten der Vaseline auf der glatten Metalloberfläche des Rakels vergleichbar mit dem Verhalten eines Schmierfetts. Ein Video dieses Vorgangs wurde beispielhaft für eine im BKVA untersuchte Schmierfettverschmutzung in Voruntersuchungen aufgezeichnet und der Arbeit beigelegt (Anlage-CD). Auf Basis dieser Beobachtungen und Kenntnisse kann die für den Transport notwendige Kraft F_{II} also als *null* angenommen werden.

Bei der separaten Betrachtung der Einflüsse der Parameter Flächenverschmutzungsgewicht und Rakelspalt wurde bereits mehrfach die Vermutung geäußert, dass sich das lineare Verhalten der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ auf die zur Verformung der Verschmutzung notwendige Kraft F_I zurückführen lässt. Bei Betrachtung des in Abbildung 7-1 dargestellten beispielhaften Kraftverlaufs eines Versuchs mit Vaselineverschmutzung wird dessen plateauartige Form deutlich. Diese spricht dafür, dass sich keine bereits verformte Verschmutzung vor dem Rakel sammelt, sondern wie erläutert vertikal entlang des Rakels entweicht und sich die gemessene Kraft bei der Vaselineverschmutzung aus der Summe der konstanten Kräfte F_I und F_{III} zusammensetzt.

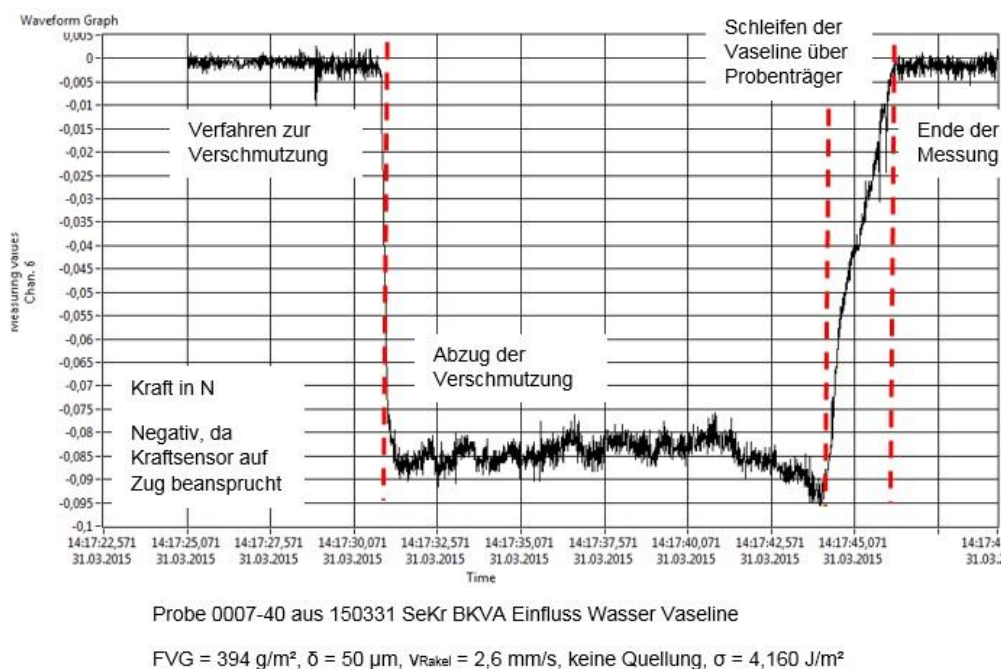


Abbildung 7-1: Exemplarischer Kraftverlauf der Vaselineverschmutzung

Zur Ermittlung der flächenbezogenen Verformungsenergie $\sigma_{\text{Verformung}}$ wurde nun die abgezogene Schichtdicke $\Delta\delta$ gebildet. Da die Vaseline kein Quellverhalten in entionisiertem

Wasser aufweist und sich ihr Flächenverschmutzungsgewicht auch nach Trocknung nicht reduziert, kann davon ausgegangen werden, dass die aufgetragene Schichtdicke bei der Probenherstellung bis zum Versuchsbeginn konstant bleibt. Die abgezogene Schichtdicke $\Delta\delta$ ergibt sich damit als Differenz der aufgetragenen Schichtdicke δ_0 und des eingestellten Rakelspalts δ zu

$$\Delta\delta = \delta_0 - \delta \quad (34)$$

Für die aus Kapitel 6.2.2 und 6.2.3 bekannten Messungen des Einflusses des Flächenverschmutzungsgewichts und der Rakelspalteinstellung auf die „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ sowie für die Vergleichsmessungen der Vaseline (Gold Label, Trilanco Ltd.) zur Überprüfung der Eignung anderer Vaselinen (Vaseline zur Pferdepflege) wurde nach (34) die abgezogene Schichtdicke $\Delta\delta$ gebildet und die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ über ihr aufgetragen (Abbildung 7-2). Die Regression der gesamten Werte liefert einen ansteigenden linearen Zusammenhang mit positivem Versatz vom Ursprung des Diagramms. Unter der Annahme, dass die zur Scherung der Vaselineverschmutzung notwendige flächenbezogene Energie aufgrund der konstanten Vaselinekonzentration von $c = 1$ bei jeder Rakelspalteinstellung $\delta > 0$ gleichbleibt und damit deren Kohäsionsenergie widerspiegelt, kann die erhaltene lineare Regressionskurve aus Abbildung 7-2 in die Form

$$\sigma = \sigma_{\text{Verformung}}(\Delta\delta) + \sigma_{\text{Kohäsion}} \quad (35)$$

überführt werden. Daraus ergibt sich die flächenbezogene Verformungsenergie zu

$$\sigma_{\text{Verformung}}(\Delta\delta) = 0,0074 \text{ J/m}^2 * \frac{\Delta\delta}{\mu\text{m}} \quad (36)$$

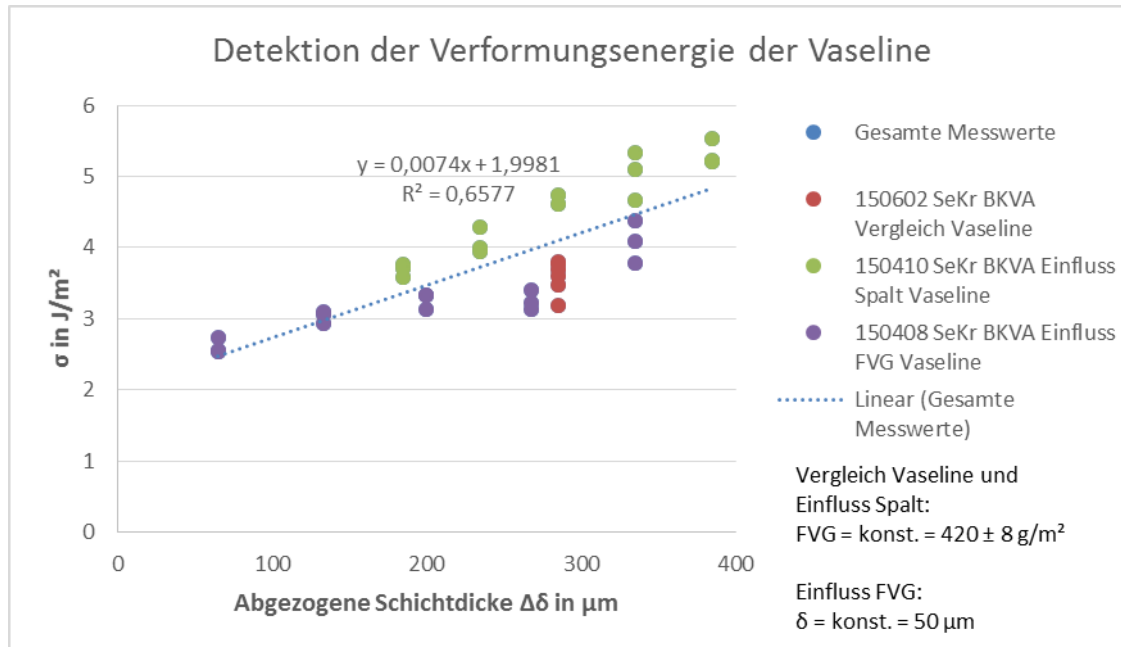


Abbildung 7-2: Detektion der Verformungsenergie der Vaselineverschmutzung

Die in (36) ermittelte Beziehung wurde nun auf die in Abbildung 7-2 dargestellten Messwerte der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ der Vaselineverschmutzung angewendet und gemeinsam mit der durch Bildung der Differenz von σ und $\sigma_{\text{Verformung}}(\Delta\delta)$ resultierenden flächenbezogenen Kohäsionsenergie in Abbildung 7-3 über der abgezogenen Schichtdicke $\Delta\delta$ aufgetragen. Die flächenbezogene Kohäsionsenergie der Vaselineverschmutzung ergibt sich gemäß dem in Abbildung 7-2 durch Regression ermittelten Versatz zu

$$\sigma_{\text{Kohäsion}} = \text{konst.} = 2,00 \text{ J}/\text{m}^2 \quad (37)$$

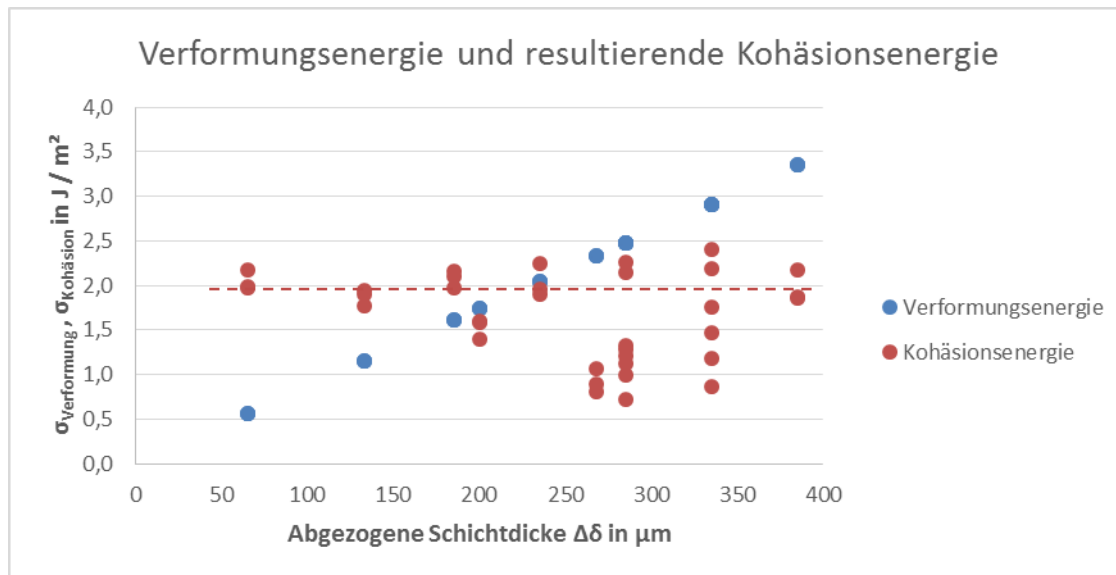


Abbildung 7-3: Verformungsenergie und resultierende Kohäsionsenergie der Vaselineverschmutzung

Die Ergebnisse zeigen eine hohe Abweichung von der als konstant angenommenen flächenbezogenen Kohäsionsenergie in Abbildung 7-3. Bereits in Abbildung 7-2 wird diese Abweichung in Hinblick auf die beiden durchgeführten Versuchsreihen zur Ermittlung der Parametereinflüsse deutlich. Hier zeigt sich eine maximale Streuung der Ergebnisse bei $\Delta\delta = 335 \mu\text{m}$ mit etwa $\pm 0,60 \text{ J}/\text{m}^2$. Durch die in Kapitel 5.2 ermittelte Standardabweichung der Messergebnisse der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ σ von $0,40 \text{ J}/\text{m}^2$ lässt sich diese Streuung gerade noch erklären. Für die in dieser Arbeit angestellte erste quantitative Betrachtung der Verformungs- und Kohäsionsenergie sind diese Ergebnisse durchaus verwertbar. Für detaillierte gesicherte Betrachtungen sind jedoch weitere stützende Messpunkte notwendig.

7.1.3 Stärkeverschmutzung

Das generierte Verfahren zur Differentiation der wirkenden Kräfte bei Verschmutzungsabzug wurde ebenfalls auf die Messungen der Stärkeverschmutzung angewendet. Die Schichthöhe δ_{quellEmp} der Stärkeverschmutzung während der Quellung ist durch das erstellte empirisch physikalische Prozessmodell bekannt (vgl. Kapitel 5.4.3). Durch Einsetzen von δ_{quellEmp} für δ_0 in (34) lässt sich hier ebenfalls die abgezogene Schichtdicke $\Delta\delta$ bestimmen. In Bezug auf die betrachteten Parametereinflüsse Rakelspalteinstellung und Quelldauer (vgl. Kapitel 6.3.3 und 6.3.4) wurden in Abbildung 7-4 die ermittelten „offensichtlich wirkenden Adhäsivkräfte“

über der abgezogenen Schichtdicke aufgetragen und die jeweiligen linearen Regressionskurven gebildet. Dabei weist der lineare Zusammenhang zwischen der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ und der abgezogenen Schichtdicke bei Variation der Rakelspalt-einstellung einen negativen Versatz zum Ursprung des Diagramms auf. Die Anwendung des beschriebenen Verfahrens zur Ermittlung der flächenbezogenen Verformungsenergie $\sigma_{\text{Verformung}}(\Delta\delta)$ der Vaselineverschmutzung lässt sich dadurch hier nicht analog anwenden. Hinzu kommt, dass eine variierte Quelldauer die notwendige flächenbezogene Energie zur Verformung der Stärkeverschmutzung zusätzlich verändert, was eine Detektion erschwert.

Außerdem kann für die Stärkeverschmutzung nicht angenommen werden, dass die für den Transport der verformten Verschmutzung notwendige Kraft F_{II} keinen Einfluss auf die Messung hat. Dies wird an dem in Abbildung 7-5 dargestellten beispielhaften Kraftverlauf einer typischen Messung der Stärkeverschmutzung deutlich. Hier zeigt sich ein Anstieg der gemessenen Kraft über der Zeit und damit über dem zurückgelegten Weg bei Verschmutzungsabzug. In dem erstellten Video (Anlage-CD) wird deutlich, dass sich die abgetrennte Stärkeschicht vor dem Rakel sammelt und mit stetiger Rakelbewegung vor diesem auftürmt sowie weiter verformt.

Für die Detektion und Differentiation der wirkenden Kräfte bei Abzug der Stärkeverschmutzung muss aus den beschriebenen Gründen ein neues Erklärungsmodell gefunden werden.

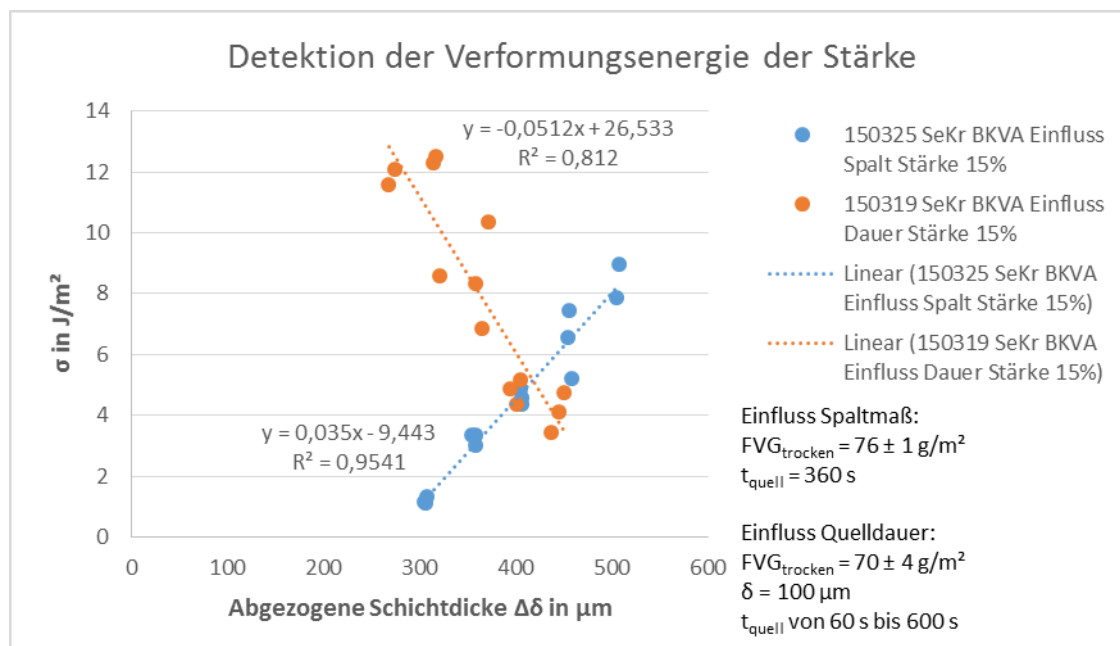
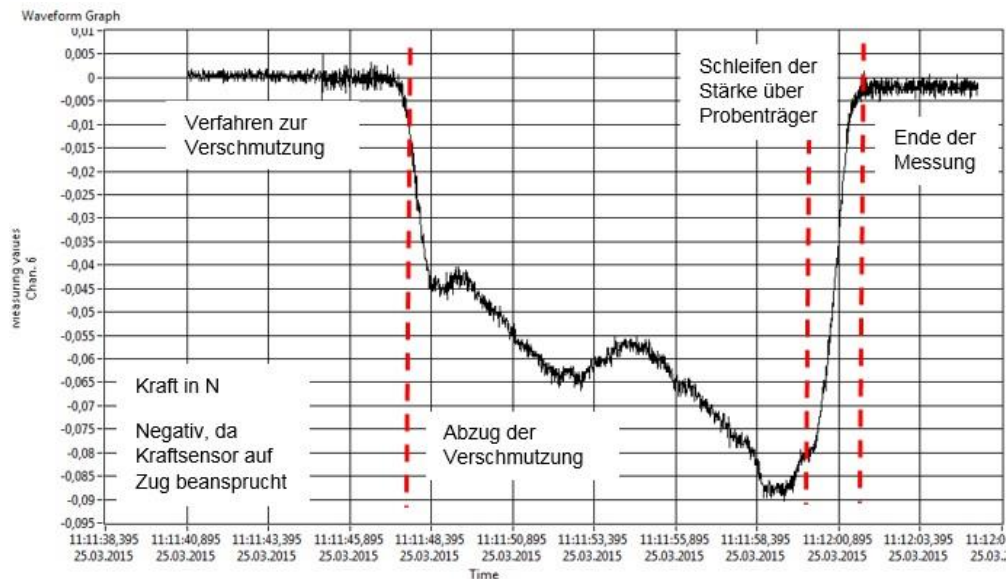


Abbildung 7-4: Detektion der Verformungsenergie der Stärkeverschmutzung



Probe 0007-27 aus 150325 SeKr BKVA Einfluss Spalt Stärke 15%

FGTrocken = 75 g/m², δ = 100 μ m, v_{Rakel} = 2,6 mm/s, t_{quell} = 360 s, σ = 4,868 J/m²

Abbildung 7-5: Exemplarischer Kraftverlauf der Stärkeverschmutzung

7.2 Einfluss der Konzentration der Stärkeverschmutzung

Das theoretische Diffusionsmodell aus (15) soll im Folgenden verwendet werden um den Einfluss der Konzentration der Stärkeverschmutzung auf die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ zu bestimmen. Dazu wurde die Konzentration der Stärkeverschmutzung nach bekannter Quelldauer t_{quell} in Höhe der Trennung durch die Rakelunterkante δ ermittelt. Betrachtet wurden dabei die Versuchsreihen zur Bestimmung der Einflüsse des Ausgangsflächenverschmutzungsgewicht und der Rakelspalteinstellung. In Abbildung 7-6 wurde die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ über der ermittelten Konzentration $c(\delta, t_{\text{quell}})$ aufgetragen und die Regressionskurve gebildet. Diese ergibt sich in Form einer Potenzfunktion, wobei die gemessenen Werte ab einer Konzentration von etwa $c = 0,25$ in Bezug auf die betrachtete Versuchsreihe von dieser abweichen. Eine Erklärung für dieses Verhalten konnte im Rahmen dieser Arbeit bisher nicht gefunden werden, es scheint jedoch, dass hierfür eine detaillierte Betrachtung aller beteiligten Parameter notwendig ist. Für eine solche Analyse sind weitere stützende Messpunkte unbedingt erforderlich.

Interessant erscheint ebenfalls die Betrachtung der tatsächlich wirkenden flächenbezogenen Kohäsionsenergie in Abhängigkeit von der Konzentration. Jedoch wird dafür ein

funktionsfähiges Beschreibungsmodell zur Differentiation benötigt, welches wie bereits erläutert mit den derzeit zur Verfügung stehenden Mitteln noch nicht generiert werden konnte.

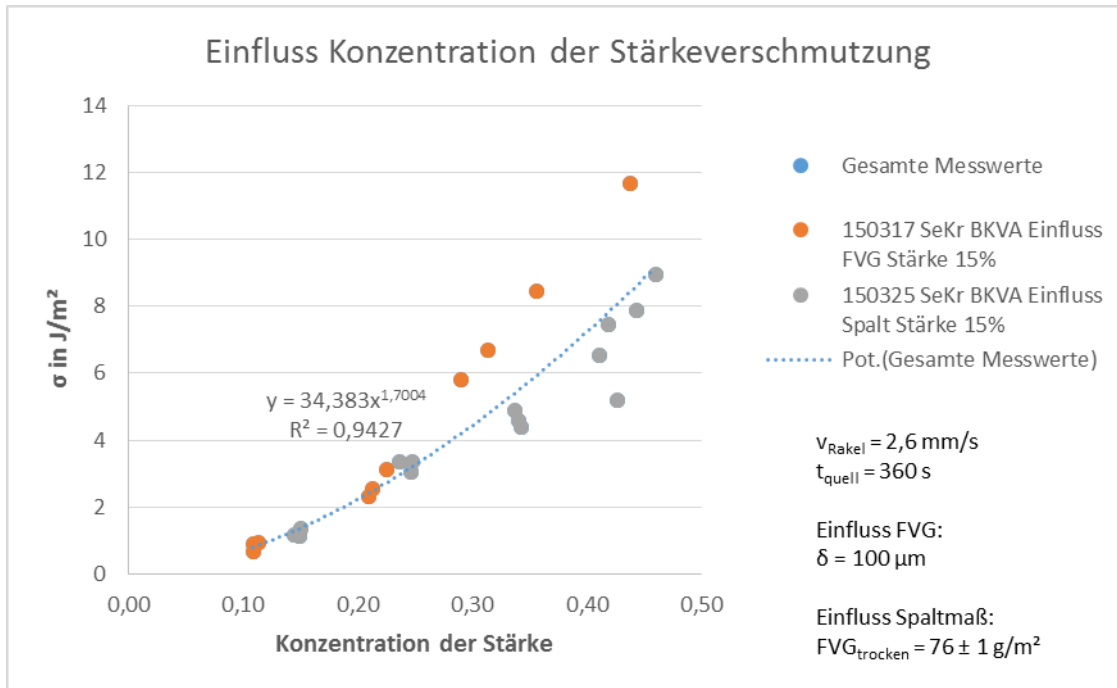


Abbildung 7-6: Einfluss der Konzentration der Stärkeverschmutzung

8 Industrienae Verschmutzungscharakterisierung

8.1 Vereinfachter Versuchsaufbau

8.1.1 Konstruktive Umsetzung

Um zu prüfen, ob eine Unterscheidung der Versagensart von Verschmutzungen bei der Reinigung hinsichtlich „überwiegend kohäsiven oder adhäsiven Versagen“ mit geringem, technologischem Aufwand industriell realisiert werden kann, wurde ein vereinfachter Versuchsaufbau entwickelt. Dabei dienten die gesammelten Erfahrungen mit dem provisorischen BKVA sowie die gewonnenen Erkenntnisse aus den hier angestellten Betrachtungen als Grundlage.

Zur Prüfung einer Verschmutzung auf ihre Versagensart hin ist lediglich ein Abtrag der Verschmutzungsschicht bei definierter Höhe erforderlich (vgl. Kapitel 2.2), weswegen auf eine Messung der „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“ σ für eine solche Unterscheidung verzichtet werden kann. Ebenfalls wird davon ausgegangen, dass eine Feineinstellung der Rakelgeschwindigkeit v_{Rakel} nicht notwendig ist und ein möglichst gleichmäßiges, manuelles Verfahren des Rakels über der Probe für die Betrachtung ausreicht. Für die Umsetzung eines solchen vereinfachten Versuchsaufbaus wurden daher die Grundplatte, der Rakelblock mit Rakel, eine entsprechende Führung und der Probenanschlag aus dem provisorischen BKVA übernommen (Abbildung 8-1). Die Grundplatte dient dabei als Gleitfläche für den Rakelblock, an dem das Rakel befestigt ist, und garantiert eine ebene Auflage der Proben. Diese werden mithilfe des Probenanschlages, welcher zusätzlich ein Verrutschen bei Verschmutzungsabzug verhindert, gerade positioniert. Eine Quellung der Verschmutzung erfolgt erneut in einem separaten, externen Gefäß wie beispielsweise einer Petrischale oder flachen Wanne und anhaftendes Quellmedium wird nach dem Quellungsabbruch mithilfe von Papiertüchern von den Substraten entfernt. Durch manuelles Verfahren des Rakelblocks entlang der Führungen kann nun die Verschmutzungsschicht durch den Rakel abgezogen werden.

Die Einstellung des Rakelspalts δ erfolgt analog zum provisorischen BKVA mithilfe von Passscheiben. Dazu wird eine Passscheibe, deren Dicke dem gewünschten Rakelspalt δ entspricht, auf ein Referenzsubstrat gelegt und dieses anschließend unterhalb der Rakelunterkante positioniert. Weitere Passscheiben kommen nun solange unter das Referenzsubstrat bis kein Spalt mehr zwischen der aufgelegten Passscheibe und der Rakelunterkante erkennbar ist. Die Spaltmaßreferenzierung ist in Abbildung 8-2 dargestellt.

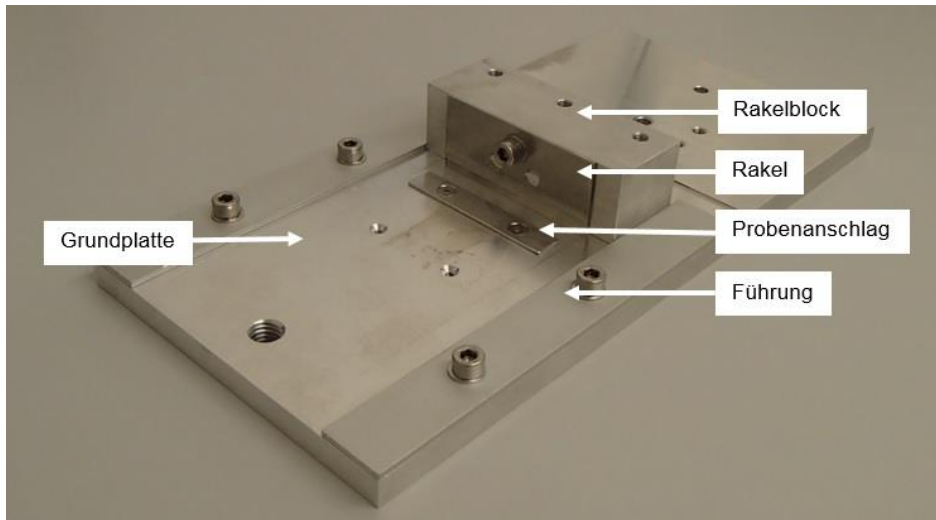


Abbildung 8-1: Vereinfachter Versuchsaufbau

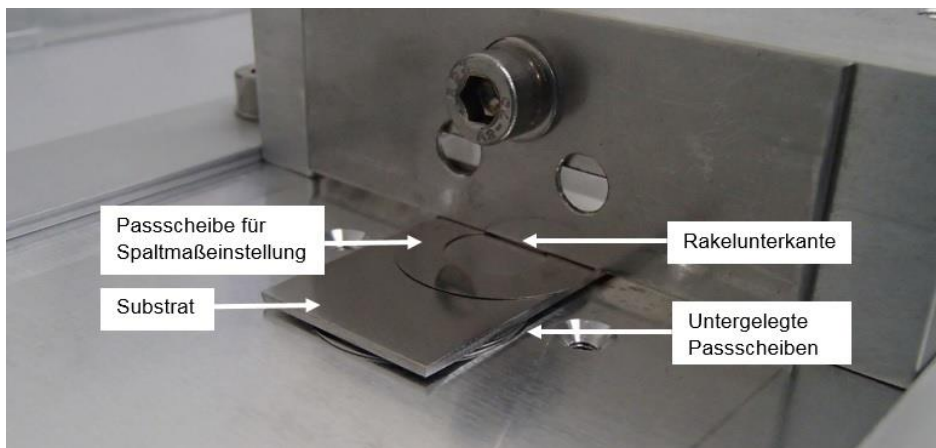


Abbildung 8-2: Spaltmaßreferenzierung im einfachen Versuchsaufbau

8.1.2 Bestimmung der Versagensart weiterer Verschmutzungen

Tabelle 6: Versagensart verschiedener Verschmutzungen im vereinfachten Versuchsaufbau

Verschmutzung	$FVG_{trocken}$ in g/m^2	Versagensart
Zahnpasta	281 ± 2	Überwiegend kohäsiv
Senf	111 ± 5	Überwiegend adhäsiv
Vanillepudding	132 ± 3	Teilweise kohäsiv und adhäsiv
Ketchup	166 ± 11	Überwiegend adhäsiv
Vaseline	435 ± 12	Rein kohäsiv
Stärke	61 ± 1	Rein kohäsiv

Zur Verifizierung des vereinfachten Versuchsaufbaus wurden verschiedene weitere Modellverschmutzungen generiert und auf ihre Versagensart bei der Reinigung hin untersucht. Als Basis dieser Verschmutzungen wurden die handelsüblichen Konsumgüter Zahnpasta, Senf, Vanillepudding und Ketchup sowie die bereits beleuchtete Vaseline und Stärke gewählt. Es wurden jeweils drei Proben entsprechend dem aus Kapitel 4.1.3 bekannten Verfahren hergestellt, wobei wegen der dickflüssigen Beschaffenheit der neuen Verschmutzungsstoffe keine weiteren Behandlungen vor dem Auftrag auf die Substrate notwendig waren. Alle Proben verblieben nach der Herstellung für 20 Stunden zur Trocknung im Klimaschrank und wurden vor dem Abzug der Verschmutzung für sechs Minuten in entionisiertem Wasser bei $23\text{ }^\circ\text{C}$ eingeweicht. Der Rakelspalt δ wurde wie beschrieben für $100\text{ }\mu\text{m}$ referenziert und die Verschmutzungen nach der Quellung durch manuelle Bewegung des Rakels über den Proben abgezogen. Mittels einer genauen Betrachtung der auf den Substraten verbliebenen Verschmutzung konnte die Versagensart der Verschmutzungen nach folgenden Kriterien identifiziert werden:

- I) Kompletter Abzug der gesamten Verschmutzungsschicht → adhäsives Versagen
- II) Definierte Trennung der Verschmutzungsschicht an Rakelunterkante → kohäsives Versagen
- III) Einzelne Verschmutzungsbestandteile verbleiben auf Substrat → teilweise adhäsives und kohäsives Versagen

Die Ergebnisse der Unterscheidung des Bindungsverhaltens der Verschmutzungen bei Abzug sind in Tabelle 1 und auf der Anlage-CD hinterlegt. Die handelsübliche Zahnpasta zeigte bereits während des Quellungsvorganges eine Neigung zur Sedimentation, versagte jedoch beim Abzug durch den Rakel für alle drei Proben überwiegend kohäsiv. In Abbildung 8-3 ist die Zahnpastaverschmutzung nach der Trocknung, der Quellung und dem Abzug beispielhaft dargestellt. Die Senfverschmutzung zeigte ein überwiegend adhäsives Versagen und ist in Abbildung 8-4 dargestellt. Der handelsübliche Vanillepudding wurde zu großen Teilen vom Substrat abgezogen, jedoch blieben einige Bestandteile auf den Substraten zurück, weswegen sein Versagen als teilweise kohäsiv und adhäsiv eingeschätzt wird (Abbildung 8-5). Wie schon die Senfverschmutzung, deutete auch der handelsübliche Ketchup ein überwiegend adhäsives Versagen beim Abzug durch den Rakel an. Bereits während der Quellung begann sich die Verschmutzung leicht von den Edelstahlsubstraten zu lösen (Abbildung 8-6). Die bereits bekannten Vaseline- und Stärkeverschmutzungen wiesen reines kohäsives Versagen auf, wobei die Verschmutzungsschicht jeweils glatt durch den Rakel abgeschert wurde. Dies ist in Abbildung 8-7 und Abbildung 8-8 dargestellt.

Die gewonnenen Ergebnisse stimmen mit den Erfahrungen aus weiteren Untersuchungen zur Bestimmung des Reinigungsverhaltens verschiedener Verschmutzungen überein und belegen die Funktionsfähigkeit des vereinfachten Versuchsaufbaus.



Abbildung 8-3: Versuchsdurchführung bei Zahnpastaverschmutzung

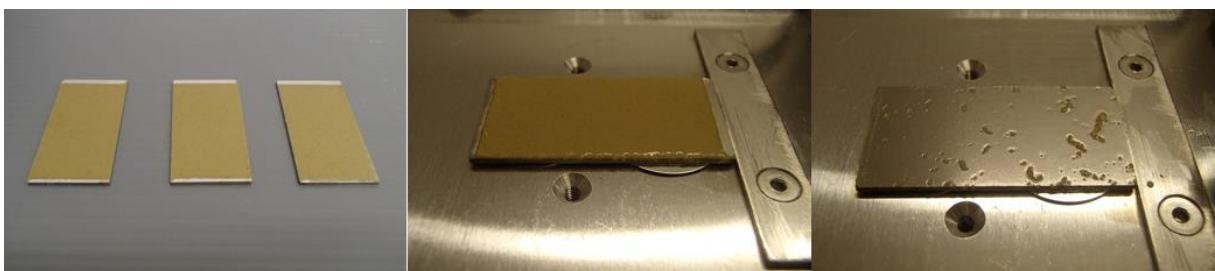


Abbildung 8-4: Versuchsdurchführung bei Senfverschmutzung



Abbildung 8-5: Versuchsdurchführung bei Vanillepuddingverschmutzung

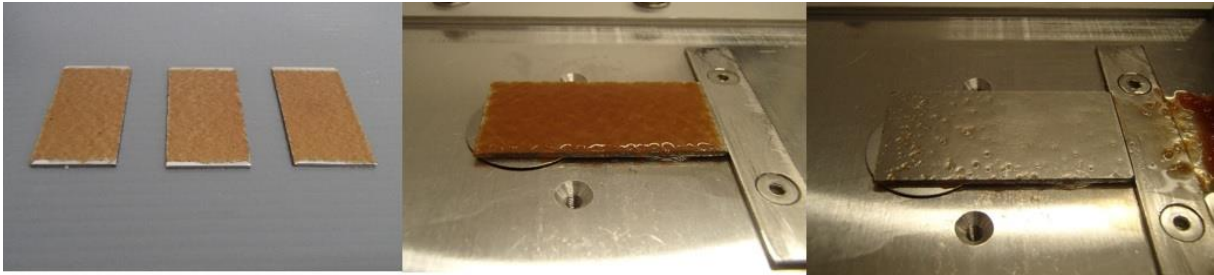


Abbildung 8-6: Versuchsdurchführung bei Ketchupverschmutzung



Abbildung 8-7: Versuchsdurchführung bei Vaselineverschmutzung



Abbildung 8-8: Versuchsdurchführung bei Stärkeverschmutzung

8.2 Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung

Um es dem Industriepartner zu ermöglichen eigene Verschmutzungen hinsichtlich ihrer Versagensart sowie ihrem Quellungsverhalten zu spezifizieren wurde aufbauend auf den bisher gewonnenen Erkenntnissen aus dieser Arbeit eine Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung erstellt. Diese ist in Anlage F abgelegt.

Innerhalb der erstellten Anleitung werden zunächst Hinweise für eine konstruktive Umsetzung eines geeigneten Versuchsaufbaus zur Bestimmung des Bindungsverhaltens der betrachteten Verschmutzungen mit geringem, technologischem Aufwand gegeben. Diese Bestimmung des Bindungsverhaltens soll dabei in der Form einer Unterscheidung zwischen „überwiegend kohäsiven oder adhäsiven Versagen“ erfolgen, weswegen hierfür auf die Erkenntnisse aus Kapitel 8.1 zurückgegriffen wird. Kriterien zur Unterscheidung der Versagensart nach der Versuchsdurchführung werden innerhalb der Arbeit erläutert und anhand von verschiedenen Versuchsergebnissen beispielhaft dargestellt.

Des Weiteren wird eine geeignete Methode zur Herstellung von Modellverschmutzungen generiert um reproduzierbare Untersuchungen vornehmen zu können und die Möglichkeit einer gezielten Parametervariation zu etablieren. Um es dem Industriepartner außerdem zu ermöglichen das Quellungsverhalten eigener Verschmutzungen näher zu charakterisieren wurden die in dieser Arbeit angewendeten Methoden zur gravimetrischen Betrachtung der Gewichtszunahme der Verschmutzung bei der Quellung sowie die optische Vermessung der Phasengrenze zur Bestimmung der Schichtdickenzunahme aufgezeigt.

9 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit konnte eine Verschmutzungscharakterisierung hinsichtlich des Quellungsverhaltens und der Bindungskräfte der zwei betrachteten Modellverschmutzungen größtenteils erfolgreich durchgeführt werden. Bei den Modellverschmutzungen handelte es sich dabei im Speziellen um eine Vaseline- sowie eine Stärkeverschmutzung, welche mithilfe eines definierten Herstellungsverfahrens für die Untersuchungen reproduzierbar aufbereitet werden konnten.

Da es sich bei der Vaseline um einen hydrophoben Stoff handelt, war ein Quellvorgang nicht zu erwarten, was jedoch die Validierung von Umgebungseinflüssen auf die folgenden Bindungskraftversuche ermöglichte. So konnte gezeigt werden, dass entionisiertes Wasser, welches nach dem Quellvorgang auf den Verschmutzungsschichten verbleibt, die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ nicht beeinflusst. Jedoch kann sich dieses nach dem Quellungsabbruch durchaus weiter in quellbare Stoffe, wie beispielsweise die Stärkeverschmutzung, einlagern. Mithilfe einer gravimetrischen Betrachtung der Gewichtszunahme nach verschiedenen Quelldauern konnte deren Quellungsverhalten näher charakterisiert werden. Auf Basis der angestellten Messungen war es möglich ein empirisch physikalisches Prozessmodell dieses Vorgangs zu erstellen. Des Weiteren wurde unter Betrachtung des Quellvorganges als Diffusionsprozess ein theoretisches Prozessmodell generiert und beide Modelle sowohl mit den tatsächlichen Messungen als auch direkt miteinander verglichen. Es zeigte sich jeweils eine gute Näherung an den realen Quellungsprozess im betrachteten Zeitbereich, jedoch versagen die Modelle bei höheren Quelldauern. Zusätzlich konnte der Quellvorgang der Stärkeverschmutzung anhand ihrer Schichtdickenzunahme durch eine optische Vermessung der Phasengrenze während der Quellung charakterisiert und in ein empirisch physikalisches Prozessmodell überführt werden. Für den betrachteten Zeitbereich scheint dieses aussagekräftig, deckt sich aber ebenfalls nicht mit dem tatsächlichen Quellvorgang nach langen Quelldauern. Die Messungen der Schichtdickenzunahme nach mehreren Stunden zeigen ein Stagnieren der Wasseraufnahme, wohingegen das empirisch physikalische Prozessmodell wegen seines Aufbaus als Potenzfunktion nach langen Quelldauern eine weitere Schichtdickenzunahme aufzeigt.

Zur Bestimmung verschiedener Parametereinflüsse auf die Bindungskräfte wurde zunächst sowohl für die Vaseline- als auch die Stärkeverschmutzung ein Versuchsplan zu deren Einschätzung erstellt und im weiteren Verlauf eine separate detailliertere Betrachtung vorgenommen. Bei der Variation der Parameter Flächenverschmutzungsgewicht und

Rakelspalt zeigte sich für beide Verschmutzungen eine Zunahme der gemessenen „offensichtlich wirkenden Adhäsivkraft“, welche wahrscheinlich nicht auf eine steigende Bindungskraft der Verschmutzungen zurückzuführen ist. In Hinblick auf die Literatur wurde die Vermutung aufgestellt, dass die Verformung der Verschmutzungsschicht vor dem Raket einen signifikanten Einfluss auf die Messungen ausübt. Die generierten Messergebnisse wirken größtenteils vertrauenswürdig, jedoch kam es bei der Bestimmung des Einflusses der Quelldauer der Stärkeverschmutzung zu größeren Schwankungen der Ergebnisse. Ein Erklärungsansatz hierfür könnte eine unvollständige Durchquellung der Stärkeverschmutzung bei verhältnismäßig geringen Quelldauern darstellen. Nähere Betrachtungen der ermittelten Kraftverläufe scheinen diese Erklärung zu stützen, jedoch ist eine weitere Untersuchung dieser streuenden Messergebnisse erforderlich.

Innerhalb dieser Arbeit wurde zusätzlich der Versuch angestellt die Erkenntnisse aus den Bindungskraftversuchen und dem Quellungsverhalten miteinander zu verknüpfen. Für die Vaselineverschmutzung konnte so die beschriebene flächenbezogene Verformungsenergie in erster Näherung quantifiziert und die resultierende flächenbezogene Kohäsionsenergie ermittelt werden. Für die Stärkeverschmutzung war dies aufgrund von bisher unerklärtem Verhalten der abgezogenen Verschmutzungsschicht nicht möglich. Jedoch ließ sich auf Basis des generierten Diffusionsmodells die Stärkekonzentration am Ort der Trennung durch den Raket bestimmen und mit den gemessenen „offensichtlich wirkenden Adhäsivkräften“ vergleichen.

Um dem Industriepartner eine Verschmutzungscharakterisierung hinsichtlich des Bindungs- und Quellungsverhaltens mit geringem, technologischem Aufwand zu ermöglichen wurde weiterhin ein vereinfachter Versuchsaufbau entwickelt. In beispielhaften Versuchen mit weiteren Verschmutzungen konnte gezeigt werden, dass sich eine Unterscheidung der Versagensart der Verschmutzung bei der Reinigung hinsichtlich „überwiegend kohäsiven oder adhäsiven Versagen“ durch diesen Versuchsaufbau treffen lässt. Mithilfe dieser Ergebnisse und den Erfahrungen aus den Quellungsuntersuchungen war es so letztlich möglich eine industriennahe Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung zu erstellen.

10 Ausblick

Für folgende Betrachtungen zur Verschmutzungscharakterisierung scheint zunächst die Generierung weiterer, stützender Ergebnisse zu bestimmten durchgeführten Versuchen sinnvoll. So sollte das entwickelte empirisch physikalische Prozessmodell zur Ermittlung der Schichtdickenzunahme der quellenden Stärkeverschmutzung durch zusätzliche Messungen gestützt beziehungsweise angepasst werden. Für die durchgeführten Bindungskraftversuche der Vaselineverschmutzung empfiehlt es sich den Temperatureinfluss zu präzisieren. Dafür könnte eine temperierte Wanne für ein Wasserbad mit konstanter Temperatur im BKVA etabliert werden. Für die Betrachtung der Parametereinflüsse auf die gemessene „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ der Stärkeverschmutzung ist eine Wiederholung der Messungen mit Natronlauge als Quellmedium erforderlich. Dafür sollte deren Konzentration in geeigneter Weise angepasst werden. Für diese Versuchsreihe, aber auch im Allgemeinen, ist eine Anpassung der Regelung beziehungsweise eine Minimierung der auftretenden Schwingungen der Bewegungsachse LMS-60, welche den Rakel mit Kraftmessdose über der Probe verfährt, zwingend notwendig.

Außerdem sollte geprüft werden, ob sich die bereits erfolgreiche Differentiation der wirkenden Kräfte bei der Vaselineverschmutzung auf weitere Verschmutzungen mit ähnlichem rheologischem Verhalten übertragen lässt. Zur weiterführenden Kombination der Erkenntnisse aus den Bindungskraftversuchen und dem Quellungsverhalten der Stärkeverschmutzungen ist ein solches, funktionsfähiges Beschreibungsmodell zur Differentiation der wirkenden Kräfte bei deren Abzug zu generieren. Mit diesem Modell ließe sich letztlich der Einfluss der Konzentration am Ort der Trennung durch den Rakel auf die wirkende flächenbezogene Kohäsionsenergie bestimmen und eine Charakterisierung dieser Verschmutzung präzisieren.

Innerhalb der Arbeit wurde aufgezeigt, dass die Benennung „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ physikalisch nicht der durch den BKVA ermittelten Zielgröße entspricht. Bei dieser handelt es sich um eine flächenbezogene Energie, welche die beschriebenen drei wirkenden Vorgänge Transport, Verformung und Scherung der Verschmutzung während des Abzugs einbezieht. Eine Umbenennung in „flächenbezogene Abzugsenergie“ würde diesen Vorgang präzisieren und wird daher letztlich für folgende Betrachtungen empfohlen.

Dresden, den 01.09.2015 _____

Literaturverzeichnis

- [1] DAS EUROPÄISCHES PARLAMENT UND DER RAT DER EUROPÄISCHEN UNION: Lebensmittelhygieneverordnung, 2004
- [2] WILDBRETT, GERHARD [HRSG: *Reinigung und Desinfektion in der Lebensmittelindustrie*. 2. Aufl. Aufl. : Behr, 2006 — ISBN 3-89947-177-6
- [3] KRICKE, SEBASTIAN: Interdisziplinäre Projektarbeit (2014)
- [4] LIU, W. ; CHRISTIAN, G. K. ; ZHANG, Z. ; FRYER, P. J.: Development and Use of a Micromanipulation Technique for Measuring the Force Required to Disrupt and Remove Fouling Deposits. In: *Food and Bioproducts Processing, Fouling, Cleaning and Disinfection*. Bd. 80 (2002), Nr. 4, S. 286–291
- [5] HELBIG, MANUEL: Vorlesung Betriebshygiene und Reinigungstechnik.
- [6] W. LIU, P. J. FRYER: Identification of cohesive and adhesive effects in the cleaning of food fouling deposits. In: *Innovative Food Science & Emerging Technologies* Bd. 7 (2006), Nr. 4, S. 263–269
- [7] LIU, W. ; ZHANG, Z. ; FRYER, P. J.: Identification and modelling of different removal modes in the cleaning of a model food deposit. In: *Chemical Engineering Science* Bd. 61 (2006), Nr. 22, S. 7528–7534
- [8] POHL, KLAUS: *Requirements Engineering / Grundlagen, Prinzipien, Techniken*. 2., korr. Aufl. Aufl. : dpunkt-Verl, 2008 — ISBN 978-3-89864-550-8
- [9] ALI, AKIN ; ATH, DOMINIC DE' ; GIBSON, DOUGLAS ; PARKIN, JENNIFER ; ALAM, ZAYEED ; WARD, GLENN ; WILSON, D. IAN: Development of a 'millimanipulation' device to study the removal of soft solid fouling layers from solid substrates and its application to cooked lard deposits. In: *Food and Bioproducts Processing* Bd. 93 (2014), S. 256–268
- [10] SCHÖBEL, KATHRIN: *Liposomen, Gerbstoffe und essentielle Fettsäuren für die Pflege und Regeneration der Haut* : Kovač, 1995 — ISBN 978-3-86064-366-2
- [11] BAUER, KURT H. ; FRÖMMING, KARL-HEINZ ; FÜHRER, CLAUS: *Lehrbuch der pharmazeutischen Technologie / mit 92 Tabellen*. 6., durchges. und korrigierte Aufl. Aufl. : WissVerl-Ges, 1999 — ISBN 978-3-8047-1700-8
- [12] BELITZ, HANS-DIETER [BEARB: *Bd. 2. Analytik der Lebensmittel ; Teil 1 : Physikalische und physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden* : Springer, 1965
- [13] TEGGE, GÜNTHER [HRSG: *Stärke und Stärkederivate*. 3. vollst. überarb. Aufl., unveränd. Nachdr. Aufl. : Behr, 2007 — ISBN 978-3-89947-075-8
- [14] BALTES, WERNER ; MATISSEK, REINHARD: *Lebensmittelchemie*. 7., vollst. überarb. Aufl. Aufl. : Springer, 2011 — ISBN 978-3-642-16538-2
- [15] EBERMANN, ROBERT ; ELMADFA, IBRAHIM: *Lehrbuch Lebensmittelchemie und Ernährung*. 2., korr. und erw. Aufl. Aufl. : Springer, 2011 — ISBN 978-3-7091-0210-7
- [16] STACHETZKI, JÖRG: *Untersuchungen zu mechanischen Eigenschaften und Quellung von mit Schwefelverbindungen vernetzten Stärkemaleaten*. Stuttgart, Universität Stuttgart, 2003

- [17] KÖHLER, KARSTEN ; SCHUCHMANN, PROF DR-ING HEIKE P.: *Emulgiertechnik: Grundlagen, Verfahren und Anwendungen* : Behr's Verlag DE, 2012 — ISBN 978-3-89947-086-4
- [18] KÖHLER, HANNES: Swelling of Starch Type 12410 modelling as a diffusion process (Article in Press). Dresden, 2015
- [19] BUDER, TORALF: Diffusion von Dotanten in Silizium, FH Lausitz (2004)
- [20] SIEBERTZ, KARL ; VAN BEBBER, DAVID THEO ; HOCHKIRCHEN, THOMAS: *Statistische Versuchsplanung / design of experiments (DoE)* : Springer, 2010 — ISBN 978-3-642-05492-1
- [21] ZAHN, SUSANN: Abschlussbericht UA Stärkerheologie (Article in Press). Dresden, 2015
- [22] KIM, S. ; WILLETT, J.L. ; CARRIERE, C.J. ; FELKER, F.C.: Shear-thickening and shear-induced pattern formation in starch solutions. In: *Carbohydrate Polymers* Bd. 47 (2002), Nr. 4, S. 347–356
- [23] WANG, BAO ; LI, DONG ; WANG, LI-JUN ; ÖZKAN, NECATI: Anti-thixotropic properties of waxy maize starch dispersions with different pasting conditions. In: *Carbohydrate Polymers* Bd. 79 (2010), Nr. 4, S. 1130–1139
- [24] WANG, BAO ; WANG, LI-JUN ; LI, DONG ; ZHOU, YU-GUANG ; ÖZKAN, NECATI: Shear-thickening properties of waxy maize starch dispersions. In: *Journal of Food Engineering* Bd. 107 (2011), Nr. 3–4, S. 415–423
- [25] CHANG, GAP-SHIK ; KOO, JA-SEUNG ; SONG, KI-WON: Wall slip of vaseline in steady shear rheometry, Pusan National University, Korea (2003)

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Erweiterter SINNER'SCHER Kreis nach WILDBRETT (2006) [2].....	2
Abbildung 2-2: Versuchsprinzip nach LIU et al. (2002) [4]	5
Abbildung 2-3: Provisorischer Bindungskraftversuchsaufbau.....	6
Abbildung 2-4: Finale konstruktive Umsetzung des Bindungskraftversuchsaufbaus	7
Abbildung 2-5: Spaltmaßreferenzierung des BKVA	8
Abbildung 2-6: Einfluss der Quellung auf „offensichtlich wirkende Adhäsivkraft“ aus Voruntersuchungen [3].....	9
Abbildung 2-7: Schematische Differentiation der wirkenden Kräfte nach ALI et al. (2014) [9]10	
Abbildung 4-1: Auftrag der Modellverschmutzung	14
Abbildung 4-2: Helikale Struktur der Amylose und Clusterstruktur des Amylopektins	16
Abbildung 5-1: Einfluss der Quelldauer der Vaselineverschmutzung.....	20
Abbildung 5-2: Vergleich der Art der Vaselineverschmutzung.....	20
Abbildung 5-3: Absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über FVG_{trocken} mit Abweichungen.....	22
Abbildung 5-4: Absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über FVG_{trocken} ohne Abweichungen.....	23
Abbildung 5-5: Absolute Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung über der Quelldauer	24
Abbildung 5-6: Vergleich der empirischen Modellwerte mit Messergebnissen der Stärkequellung	26
Abbildung 5-7: Vergleich der Diffusionsmodellwerte mit Messergebnissen der Stärkequellung	29
Abbildung 5-8: Bildausschnitte der Digitalkamera und Laborkamera mit Makroobjektiv.....	31
Abbildung 5-9: Vergrößerter Bildausschnitt aus Voruntersuchungen.....	32
Abbildung 5-10: Schichtdicke der Stärkeverschmutzung bei Quellung für Versuch #Q015 ..	33

Abbildung 5-11: Schichtdicke der Stärkeverschmutzung bei Langzeitquellung für Versuch #Q004	33
Abbildung 5-12: Schichthöhe der Stärkeverschmutzung bei $t_{\text{quell}} = 1200 \text{ s}$	35
Abbildung 5-13: Vergleich der empirischen Modellwerte mit Messergebnissen der Schichtdicke	35
Abbildung 6-1: Regressionskoeffizienten mit Konfidenzgrenze für Vaselineverschmutzung.	39
Abbildung 6-2: Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts der Vaselineverschmutzung	40
Abbildung 6-3: Einfluss des Rakelspaltes der Vaselineverschmutzung	41
Abbildung 6-4: Einfluss der Temperatur der Vaselineverschmutzung	43
Abbildung 6-5: Regressionskoeffizienten ohne Konfidenzgrenze für Stärkeverschmutzung.	47
Abbildung 6-6: Einfluss des Flächenverschmutzungsgewichts der Stärkeverschmutzung....	48
Abbildung 6-7: Einfluss der Quelldauer der Stärkeverschmutzung	49
Abbildung 6-8: Kraftverlauf der Stärkeverschmutzung bei geringer Quelldauer	50
Abbildung 6-9: Kraftverlauf der Stärkeverschmutzung bei hoher Quelldauer	50
Abbildung 6-10: Einfluss des Rakelspaltes der Stärkeverschmutzung.....	52
Abbildung 6-11: Einfluss der Rakelgeschwindigkeit der Stärkeverschmutzung	53
Abbildung 6-12: Rheologisches Verhalten der Stärkeverschmutzung.....	54
Abbildung 6-13: Fehler der PID-Regelung der LMS-60	56
Abbildung 7-1: Exemplarischer Kraftverlauf der Vaselineverschmutzung	58
Abbildung 7-2: Detektion der Verformungsenergie der Vaselineverschmutzung	60
Abbildung 7-3: Verformungsenergie und resultierende Kohäsionsenergie der Vaselineverschmutzung	61
Abbildung 7-4: Detektion der Verformungsenergie der Stärkeverschmutzung	62
Abbildung 7-5: Exemplarischer Kraftverlauf der Stärkeverschmutzung	63
Abbildung 7-6: Einfluss der Konzentration der Stärkeverschmutzung.....	64
Abbildung 8-1: Vereinfachter Versuchsaufbau	66
Abbildung 8-2: Spaltmaßreferenzierung im einfachen Versuchsaufbau.....	66
Abbildung 8-3: Versuchsdurchführung bei Zahnpastaverschmutzung	68

Abbildung 8-4: Versuchsdurchführung bei Senfverschmutzung	68
Abbildung 8-5: Versuchsdurchführung bei Vanillepuddingverschmutzung.....	69
Abbildung 8-6: Versuchsdurchführung bei Ketchupverschmutzung	69
Abbildung 8-7: Versuchsdurchführung bei Vaselineverschmutzung.....	69
Abbildung 8-8: Versuchsdurchführung bei Stärkeverschmutzung	69

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Normierung der Einstellparameter	36
Tabelle 2: Versuchsplan der Vaselineverschmutzung	36
Tabelle 3: Versuchsplan der Stärkeverschmutzung	37
Tabelle 4: Einfluss des Reinigungsmediums der Vaselineverschmutzung.....	44
Tabelle 5: Einfluss des Quellmediums der Stärkeverschmutzung	55
Tabelle 6: Versagensart verschiedener Verschmutzungen im vereinfachten Versuchsaufbau	67

Anlagenverzeichnis

Anlage A.	Datenblätter.....	XVII
Anlage B.	Versuchsprotokoll Validierung der Umgebungseinflüsse mittels Vaselineverschmutzung	XXVII
Anlage C.	Versuchsprotokolle Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung	XXIX
Anlage D.	Versuchsprotokolle optische Vermessung der Phasengrenze der Stärkeverschmutzung.....	XXXIII
Anlage E.	Versuchsprotokolle Bindungskraftversuche.....	XXXV
Anlage F.	Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung	XL

Anlage A. Datenblätter

Kraftsensor KD40S

Nennkraftbereiche $\pm 2\text{N}$, $\pm 10\text{N}$, $\pm 20\text{N}$, $\pm 50\text{N}$, $\pm 100\text{N}$, $\pm 200\text{N}$, $\pm 500\text{N}$, $\pm 1000\text{N}$, $\pm 2000\text{N}$

Der Kraftsensor KD40S eignet sich wegen seiner kompakten Bauform hervorragend für Prüfaufgaben in der Qualitätssicherung sowie in der Werkstoffprüfung. Krafteinleitungs- und Kraftausleitung sind zentrisch angeordnet.

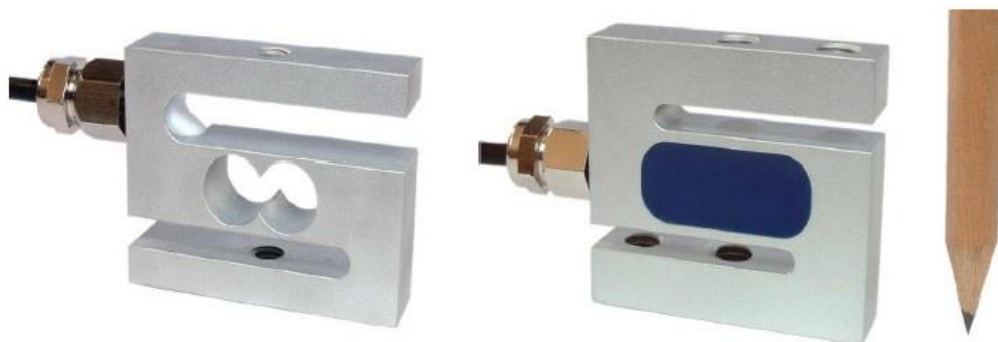
Die Kraftsensoren KD40S bis 100N sind als Mehrbereichssensoren ausgeführt: Die Genauigkeit von 0,1% wird bereits bei einem Kennwert von 0,5 mV/V erreicht. Das bedeutet, die Nullpunktstabilität ist um den Faktor 4 gegenüber einem Sensor mit Nennkennwert von 2 mV/V enger toleriert. Die Kraftsensoren KD 40S bis 100N können bis zu einem Ausgangssignal von 2 mV/V bzw. bis zum Vierfachen der jeweils angegebenen Nennkraft verwendet werden.

Der Kraftsensor KD40s (bis 100N) wird so montiert, dass der Kabelabgang dem unbeweglichen Seite des Messaufbaus zugeordnet wird. Dadurch haben Kräfte über das Anschlusskabel keinen Einfluss auf das Messergebnis. Ab 200N haben die Kraftsensoren KD40s einen Kennwert von 1,0mV/V. Sie sind überlastsicher bis zum 1,5-fachen ihrer Nennkraft.

Der Kabelabgang ist in der Mitte zwischen den beiden Krafteinleitungsbügeln angeordnet. Zur Krafteinleitung dienen je 1 Gewinde M5 (bis 100N) bzw. M6 (ab 200N) auf Ober- und Unterseite des Kraftsensors.

Zusätzlich steht ein Gewinde M6 (ab 200N) zur Verfügung, das als Verdrehsicherung genutzt werden kann.

Die Höhe des Kraftsensors beträgt 34mm ab einer Nennkraft von 200N.





Kraftsensor KD40S

Nennkraftbereiche $\pm 2\text{N}$, $\pm 5\text{N}$, $\pm 10\text{N}$, $\pm 20\text{N}$, $\pm 50\text{N}$, $\pm 100\text{N}$

Technische Daten 2N ... 100N

Kraftsensor	Zug / Druck	
Bauform	Doppelbiegebalken	
Länge \diamond Breite \diamond Höhe	40 \diamond 30 \diamond 10	mm \diamond mm \diamond mm
Krafteinleitung	M5	mm
Befestigung	M5	mm
Material	Aluminium	
Genauigkeitsklasse	0,1	
Nennkraft (F_N)	$\pm 2 \dots \pm 100$	N
Nennmessweg (ca.)	< 0,05	mm
Gebrauchskraft	400	% F_N
Bruchkraft	> 600	% F_N
Nenntemperaturbereich	+10...+60	$^{\circ}\text{C}$
Gebrauchstemperaturbereich	- 20...+80	$^{\circ}\text{C}$
Lagertemperaturbereich	- 40...+80	$^{\circ}\text{C}$
Nennkennwert (S_N)	0,5 \pm 0,1%	mV/V
Nullsignaltoleranz	\neq 10	% F_N
max. Speisespannung	10	V
Eingangswiderstand	400 \pm 20	Ohm
Ausgangswiderstand	350 \pm 2	Ohm
Isolationswiderstand	> 5 \leq 10 ⁹	Ohm
Anschluss 4 Leiter offen	2	m
Linearitätsfehler	0,1	% S_N
Umkehrspanne	0,1	% S_N
Temperaturkoeffizient des Nullsignals	\neq 0,02	% F_N /K
Temperaturkoeffizient des Kennwertes	\neq 0,01	% S_N /K
Nullpunktrückkehrfehler (30 min)	0,1	% S_N
Kriechfehler (30 min)	0,1	% S_N

Wiring-Scheme LMS-60 65 1Vpp SMC hydra

Linear-Motor 3-Phase

magnetic period	30 mm
coil-resistance	36 Ohms
coil-inductance	12 mH
back-EMF	3.6 V/(m/s)
cont.force	7 N
cont.current	0.64 A. rms
peak force	25 N
peak current	2.88 A. rms
force constant	11 N/A. rms



Interface REF 1Vpp Output—SMC hydra 1Vpp HD15
 Cable type: LYCY 4x2x0.14mm²
 l=1.45 m

DB15 female 4+5	Signal +5V	HD15 male	Color
9	A+	11	Yellow
1	A-	12	Green
10	B+	13	Brown
2	B-	14	White
3	C+	9	Grey
11	C-	10	Pink
12+13	GND	15	Blue

Motor Pinout SMC hydra compatible

DB15 male	Function
1+9	red U
2+10	black W
3+11	nc.
4+12	white V
Shell	Earth
6	+5V (Hallsensor Limit)
13	E1 (limit reverse)
14	E2 (limit forward)
15	Gnd (Hallsensor Limit)

E1: hard-limit in negative direction (near cable)
 E2: hard-limit in positive direction

Technical Data:

Grating period	µm	20
Signal Period	µm	20
Grating material		steel
Interpolator		external
Signal output, channels	n	2+1 index, 1 Vpp signal level
Supply voltage	Vcc	5 V ±5%
Current consumption, typical (Vcc = 5 V DC)	Icc	<100 mA
Operating temperature	°C	0..55 (32 to 131 °F)
Linear expansion coefficient		app. 10.5 e ⁻⁶
Absolute accuracy	µm	+/- 3µm
Index position		close to limit reverse

Resolution: depends on interpolation

Hall-Sensor Limit Switch

Voltage, Current	5 VDC ; 50 mA
Output Type	npn; normally open
Output rating	<50 mA
Operating Temp.	-25 to +75 °C

Encoder- Pinout:

Readhead RGH25-F

DB15 male	Signal
8	+5V
9	GND
3	Servo
6	A phase
5	B phase
4	C Phase
1	Hall (reference)
15	Inner Shield
Case	Outer Shield

Detailed description please refer to RGH25F installation guide

Wiring-Scheme ES-100 2SM HLS LIK21 1Vpp

2 Phase Stepper - Motor PK244-01-B

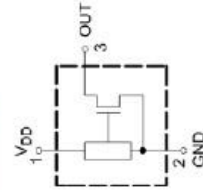
motor-type	2 phase half coil
phase current	1.2A
step angle	1.8°
steps	200
coil-resistance	3.3 Ohms
coil-inductance	6.4 mH
holding-torque	0.33 Nm
pitch	1 mm/rev
resolution/fullstep	5 µm

Motor Pinout & Cable

Cable type: LIYcY 4x2x0.14mm² open-end

HD-15m (stage) HD-15f (cable)	Function	Colour
1	A+	Red
2	A-	Blue
5	B+	Grey
6	B-	Pink
10	Vdd	White
13	E2 (NC)	Green
14	E1 (NC)	Yellow
15	Common	Brown

Hall-Sensor Limit-switches are normal-closed, outputs tied to ground (Pin 15)
 Limit-switches are wired as normal-closed!
 E1: hard-limit in negative direction (platform down)
 E2: hard-limit in positive direction



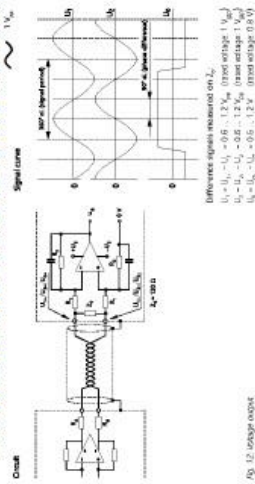
Hall-

Sensor Limit-Switches:

Supply Voltage	3.8 ... 24 VDC
Supply Current	<5 mA
Output Configuration	Open Collector
Max. Sink Current	20 mA
Contact Type	normal closed
Operating Temperature	-40 to +85 °C (-40 to 185 °F)

Optical Encoder LIA 20 1Vpp

Resolution: 15.26 nm with SMC-corsus 12-bit 1Vpp interface



Encoder- Pinout & Cable

Cable type: LIYcY 4x2x0.14mm²

DSub15m (stage)	Function	Colour	DB9male SMC 1Vpp
14	A+	Yellow	3
13	B+	Brown	5
12	I+	Grey	7
9	GND	Blue	9
8	5V	Red	1
6	A-	Green	4
5	B-	White	6
4	I-	Pink	8

Technical Data:

Grating period	µm	20
Grating material		steel
Interpolator	n	-
Signal output channels		2+1 index 1Vpp signal level
Supply voltage	Vcc	4.5 to 5.5 V DC
Current consumption, typical (Vcc = 5 V DC)	Icc	<50 mA
Frequency range, capability of the counter	f	400 kHz
Operating temperature	°C	0...55 (32 to 131 °F)
Linear expansion coefficient		app. 10.5 e ⁻⁶
Absolute accuracy	µm	+/- 1
Index position		all 50 mm starting in the middle of travel

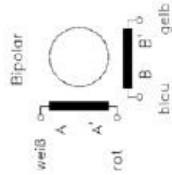
Order #: 6611-9-2X11
 Version: 4.00
 20.02.2013 09:28:00

VAR0001

Wiring-Scheme VT-80 2SM MLS

2 Phase Stepper - Motor SH4018L1704

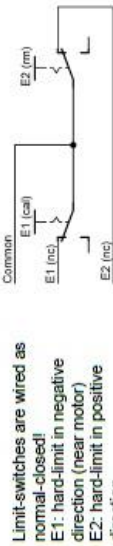
motor-type	2 phase bipolar
phase current	1.7 A
step angle	1.8°
steps	200
coil-resistance	1.7 Ohms
coil-inductance	3.3mH
holding-torque	260 mNm
pitch	1 mm/rev
resolution/fullstep	5 µm



Motor Pinout & Cable

Cable type: LIYcY 4x2x0.14mm² open-end

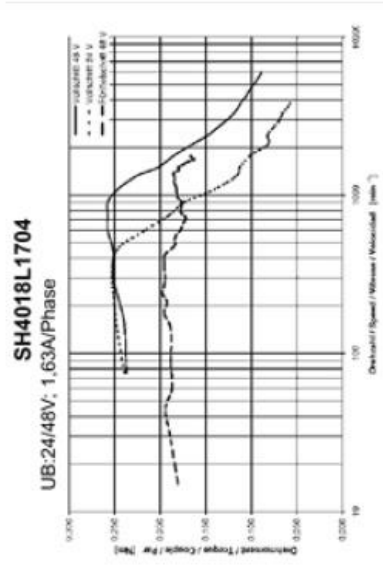
HD15m (stage) HD15f (cable)	Function	Colour
1	A+	Red
2	A-	Blue
5	B+	Grey
6	B-	Pink
13	E2 (NC)	Green
14	E1 (NC)	Yellow
15	Common	Brown



Limit-switches are wired as normal-closed!
E1: hard-limit in negative direction (near motor)
E2: hard-limit in positive direction

Mechanical Limit-Switches:

Contact Rating	0.5 A 30 V resistive load
Contact Type	normal closed
Operations	>2x10 ⁶
Operating Temperature	-25 to +80 °C (-13 to 176 °F)



Order #: 6230-9-2X0
Version: 4.00
02.02.2012 14:13:00

VAR 0000



C☆Gel - Instant 12410

DESCRIPTION

Pregelatinised waxy maize starch

RAW MATERIAL

Waxy corn (maize)

PRODUCT LABEL

Package labelling Pregelatinized starch

Ingredients [Listed in Descending Order] Starch

PRODUCT CLASSIFICATION

CN Code 3505 10 90

Country of Origin

Netherlands

SPECIFICATIONS

Chemical/physical specifications

Parameter		Unit	Min	Typical	Max	Text
Moisture	-	%			10	
Bulk Density	loose	g/l	340		510	
Bulk Density	packed	g/l	540		680	
Granulometry	> 300 µm	%			4	
Granulometry	< 63 µm	%	25		55	
Non soluble residue	-					pass test
Protein	Nx6.25 on d.b.	%			0.4	
Sulphur dioxide	-	mg/kg			10	
Visc: Cold RVA	6%ds	mPa.s	100		475	

Microbiological specifications

Parameter		Unit	Min	Typical	Max	Text
Total plate count	/g				2000	
Yeasts	/g				100	
Moulds	/g				100	
Salmonella	/25g					absent

Typical product data

Parameter		Unit	Typically
Ash	-	%	0.5
pH pregel	5%		6


Allergens (Legal directives)
Allergen information

	Presence	Comment
Cereals containing gluten and products thereof	No	
Crustaceans and products thereof	No	
Eggs and products thereof	No	
Fish and products thereof	No	
Peanuts and products thereof	No	
Soybeans and products thereof	No	
Milk and products thereof (including lactose)	No	
Nuts and products thereof	No	
Celery and products thereof	No	
Mustard and products thereof	No	
Sesame seeds and products thereof	No	
Sulphur dioxide and sulphites	No	** SO ₂ <10 mg/kg
Lupins and products thereof	No	
Molluscs and products thereof	No	

The above list of allergens is in accordance with Annex IIIa of the European Food Labelling Directive 2000/13/EC as amended.

The above list of allergens is in accordance with Food Allergen Labeling and Consumer Protection Act (FALCPA)

The above list of allergens is in accordance with Health Canada, the Canadian Food Inspection Agency (CFIA)

** Sulphur dioxide <10ppm allergen labelling not required according to the European Food Labeling Directive 2000/13/EC as amended.

Dietary information

Suitable for	Certified		Comment
Halal	Yes	Yes	
Kosher	Yes	Yes	
Lacto-vegetarian	Yes	No	
Ovo-vegan	Yes	No	
Vegan	Yes	No	
Vegetarian	Yes	No	

GMO statement

For its operations in Europe, Cargill complies with the EU GMO requirements as principally laid down under EC Regulation No 1829/2003 on 'genetically modified food and feed' and EC Regulation No 1830/2003 on 'the traceability and labelling of food and feed products produced from GMO's'. By ensuring the supply of conventional ingredients in the EU, Cargill thus ensures that there is no need to label its products under either 1829/2003 or 1830/2003.

Legal requirements

Our products produced by European locations comply with:
Council Regulation 93/315/EEC, setting the basic principles of EU legislation on contaminants and food, and Commission Regulation (EC) No 1881/2006 setting maximum limits for certain contaminants in food.

STANDARD PACKAGING

Paper Bags

RECOMMENDED STORAGE CONDITIONS

Store inside, under dry conditions



SHELF LIFE FOR PACKED PRODUCT

Shelf life after production date (months):	24
Minimum remaining shelf life after delivery (months):	6

COMMENTS TO SHELF LIFE

The specified shelf life can only be guaranteed for this product if the above mentioned recommended storage conditions are respected. For products delivered in bulk, there should be a clean storage (and circulation) system, protected from any potential contamination.

FUNCTIONALITY

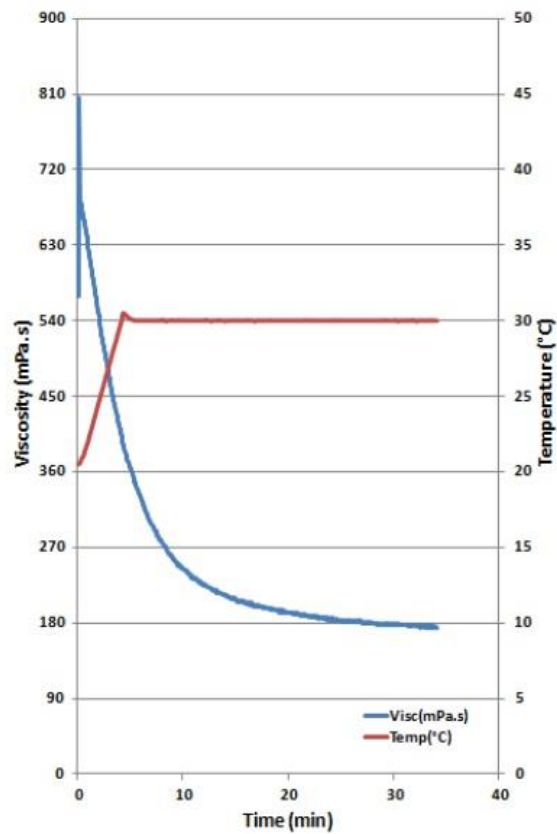
- instant viscosity without cooking
- hydrates quickly
- high paste clarity
- cohesive texture

APPLICATION

The product is an instant thickener with a fine granulation used for:

- baby food
- bakery mixes
- cake mixes

To ensure smooth incorporation preblend with sugar or other dry ingredients prior to mixing into the aqueous system.





Disclaimer:

The information contained herein is believed to be true and accurate. However, all statements, recommendations or suggestions are made without any guarantee, representation or warranty, express or implied, on our part. WE THEREFORE DISCLAIM TO THE FULLEST EXTENT PERMITTED BY LAW, ANY AND ALL WARRANTIES, EXPRESS OR IMPLIED REGARDING THE INFORMATION OR PRODUCTS REFERRED TO HEREIN, INCLUDING BUT NOT LIMITED TO, ANY IMPLIED WARRANTIES OF SATISFACTORY QUALITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE. We accordingly also exclude all liability in connection with the purchaser's/user's use of the products or the information referred to herein. All such risks are assumed by the purchaser/user. Further, the information contained herein is subject to change without notice. For the avoidance of doubt, however, nothing in this document excludes or limits our liability for death or personal injury caused by our negligence or for fraudulent misrepresentation.

Country of origin definition:

Country of Origin or product origin is defined as the country where the material was manufactured/produced/cultivated.

When the material undergoes substantial transformation in a second country, the country in which the transformation is performed shall be considered the country of origin.

**Anlage B. Versuchsprotokoll Validierung der
Umgebungseinflüsse mittels Vaselineverschmutzung**

**150331 SeKr BKVA Einfluss Wasser
Vaseline**

Herstellungsprozess:
 Vaseline Cambridge
 Trocknung: 24 h

Quellung:
 Medium Entionisiertes H₂O
 Temperatur 23 °C
 Dauer variiert

Auftrag: Spachtelmodul
 Folien 6 Stk

Abzug:
 Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
 Rakelspalt 50 µm

Probe 0007-xy	FVG _{nass} g/m ²	FVG _{trocken} g/m ²	ΔFVG g/m ²	Quelldauer s	σ J/m ²
1	458,50	458,20	0,30	0	4,436
27	461,23	460,71	0,51	0	5,113
40	394,35	394,04	0,31	0	4,160
26	475,25	474,91	0,34	60	4,668
8	451,50	451,14	0,36	60	4,752
7	386,91	386,28	0,64	60	4,294
6	431,37	430,89	0,49	360	5,028
45	429,83	429,65	0,18	360	4,657
19	387,44	386,90	0,54	360	3,865
32	432,39	432,04	0,35	600	4,515
4	414,25	413,57	0,67	600	4,077
3	391,35	390,86	0,49	600	4,140
Mittelwert	426,20	425,77	0,43		4,475
Stabw.	31,35	31,42	0,15		0,386

150519 SeKr BKVA Vergleich Vaseline

Herstellungsprozess:
 Vaseline Pferdebedarf

Abzug:
 Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
 Rakelspalt 100 µm

Auftrag: Spachtelmodul
 Folien 6 Stk

Probe 0007-xy	FVG g/m ²	σ J/m ²
46	401,34	0,959
19	388,13	0,927
26	371,55	1,093
12	399,51	1,005
52	401,15	1,056
4	383,75	1,152
29	396,25	1,133
32	398,62	1,009
45	378,10	0,964
Mittelwert	390,93	1,033
Stabw	11,03	0,080

Anlage C. Versuchsprotokolle Gewichtszunahme der Stärkeverschmutzung

150116 SeKr Hydratation Stärke 15%

Herstellungsprozess:

Stärke
 C Gel-Instant 12410 30 g
 Entionisiertes H2O 200 ml
 StoreLite 0,8 g

 Temperatur 23 °C
 Rührart 1000 U/min
 45 min

Auftrag: Rakelmodul
 Schichthöhe variiert

Quellung:

Medium Entionisiertes H2O
 Temperatur 23 °C
 Dauer 600 s
 1800 s

Trocknung: 18 h

Quelldauer 600 s					
Probe 0007-xy	FVG_{nass} g/m²	FVG_{trocken} g/m²	ΔFVG_{Trockn} g/m²	FVG_{quell} g/m²	ΔFVG_{quell} g/m²
40	111,78	16,57	95,20	293,35	276,78
19	151,68	22,39	129,29	241,96	219,57
18	214,64	32,15	182,49	304,10	271,95
46	107,34	17,21	90,12	242,00	224,79
30	144,89	22,67	122,21	270,63	247,95
27	206,82	32,34	174,49	292,29	259,95
Mittelwert	156,19	23,89	132,30	274,05	250,16
Stabw	41,81	6,34	35,51	24,75	21,84
52	183,81	27,61	156,20	294,16	266,55
42	183,26	27,36	155,90	270,13	242,76
33	220,10	33,14	186,96	306,45	273,31
17	139,36	21,91	117,45	264,68	242,76
3	160,35	24,78	135,58	271,54	246,76
32	232,87	36,24	196,64	267,58	231,34
Mittelwert	186,63	28,51	158,12	279,09	250,58
Stabw	35,22	5,31	29,95	17,05	15,99
Quelldauer 1800 s					
16	561,04	81,59	479,45	523,50	441,91
20	522,66	76,15	446,51	507,89	431,74
9	510,36	75,41	434,95	501,00	425,59
8	518,15	77,46	440,69	526,76	449,30
4	505,85	74,87	430,98	507,63	432,75
26	509,09	75,14	433,95	516,58	441,44
Mittelwert	521,19	76,77	444,42	513,89	437,12
Stabw	20,49	2,54	18,03	10,07	8,61
14	331,94	48,41	283,53	446,61	398,20
7	322,30	47,20	275,10	445,81	398,61
29	352,19	52,15	300,04	434,98	382,82
12	343,09	51,04	292,05	464,56	413,52
22	330,05	49,25	280,80	448,40	399,15
45	371,95	56,24	315,71	471,05	414,81
Mittelwert	341,92	50,71	291,20	451,90	401,19
Stabw	18,08	3,24	14,87	13,35	11,79

150109 SeKr Hydratation Stärke 15%

Herstellungsprozess:

Stärke
 C Gel-Instant 12410 30 g
 Entionisiertes H2O 200 ml
 StoreLite 0,8 g
 Temperatur 23 °C
 Rührart 1000 U/min
 45 min

Auftrag: Rakelmodul

Schichthöhe 100 µm

Quellung:

Medium Entionisiertes H2O
 Temperatur 23 °C
 Dauer variiert

Trocknung: 18 h

Probe 0027-xyz	FVG _{nass} g/m ²	FVG _{trocken} g/m ²	ΔFVG _{Trockn} g/m ²	Quelldauer s	FVG _{quell} g/m ²	ΔFVG _{quell} g/m ²
374	349,55	48,39	301,16	30	175,34	126,95
290	395,92	53,82	342,10	30	200,21	146,39
373	461,59	62,86	398,73	30	216,32	153,46
368	380,89	53,43	327,46	60	215,63	162,20
422	258,99	35,47	223,52	60	184,21	148,74
397	319,06	42,99	276,07	60	198,88	155,89
400	400,29	75,68	324,61	120	264,82	189,14
399	440,55	53,61	386,94	120	258,51	204,90
378	348,10	48,60	299,50	120	256,98	208,39
279	312,36	42,48	269,89	300	300,08	257,60
377	373,13	50,83	322,30	300	317,60	266,78
309	398,76	54,75	344,02	300	325,41	270,66
370	292,66	39,14	253,52	600	354,96	315,81
244	321,08	42,58	278,49	600	360,28	317,70
369	371,85	49,76	322,09	600	373,50	323,74
365	409,48	55,93	353,54	900	431,72	375,79
277	330,35	38,40	291,95	900	386,04	347,64
372	265,60	36,61	228,99	900	389,90	353,29
371	311,51	42,63	268,88	1800	485,33	442,70
296	326,46	43,69	282,77	1800	490,28	446,59
293	322,26	43,63	278,63	1800	478,49	434,86
298	303,51	40,56	262,95	2700	522,27	481,71
346	322,39	43,45	278,94	2700	538,31	494,86
354	329,20	43,50	285,70	2700	534,47	490,97
327	358,81	48,55	310,26	3600	596,87	548,33
211	339,86	47,10	292,77	3600	568,36	521,26
358	296,46	39,78	256,68	3600	532,17	492,39
Mittelwert	345,95	47,34	298,61		368,78	321,43
Stabw	49,70	8,69	42,52		133,56	136,70

150220 SeKr Kurzzeitquellung Stärke 15%

Herstellungsprozess:

Stärke
 C Gel-Instant 12410 15 g
 Entionisiertes H2O 100 ml
 StoreLite 0,4 g

 Temperatur 23 °C
 Rührart 1000 U/min
 60 min

Auftrag: Rakelmodul
 Schichthöhe variiert

Quellung:

Medium Entionisiertes H2O
 Temperatur 22 °C
 Dauer 1 s

Trocknung: 18 h

Probe 0007-xy	FVG _{nass} g/m ²	FVG _{trocken} g/m ²	ΔFVG _{Trockn} g/m ²	FVG _{quell} g/m ²	ΔFVG _{quell} g/m ²
9	643,24	94,54	548,70	196,34	101,80
17	696,06	103,06	593,00	192,09	89,03
8	448,73	65,21	383,51	164,55	99,34
7	461,04	67,11	393,92	157,08	89,96
46	467,69	68,68	399,01	157,75	89,07
30	475,23	69,89	405,34	170,08	100,19
29	456,84	67,90	388,94	156,60	88,70
40	216,59	31,59	185,00	132,74	101,15
19	209,74	30,99	178,75	124,69	93,70
32	235,00	34,85	200,15	145,48	110,63
45	217,98	32,63	185,35	116,90	84,27
4	188,15	29,11	159,04	125,81	96,70
12	105,85	15,53	90,33	109,08	93,55
1	114,78	17,51	97,26	103,50	85,99
6	80,45	12,78	67,67	95,68	82,90

**Anlage D. Versuchsprotokolle optische Vermessung der
Phasengrenze der Stärkeverschmutzung**

150420 HK SeKr Übersicht Quellungsmessung

Herstellungsprozess:

Stärke
 C Gel-Instant 12410 30 g
 Entionisiertes H2O 200 ml
 StoreLite 0,8 g
 Temperatur 23 °C
 Rührart 1000 U/min
 45 min

Auftrag: Rakelmodul
 Schichthöhe variiert

Quellung:
 Medium Entionisiertes H2O
 Temperatur 23 °C

Trocknung: 21 h

#Q001		#Q007		#Q015		#Q024	
FVG _{trocken} 125,65 g/m ²		FVG _{trocken} 22,39 g/m ²		FVG _{trocken} 99,04 g/m ²		FVG _{trocken} 13,81 g/m ²	
Quelldauer s	Sch.dicke µm	Quelldauer s	Sch.dicke µm	Quelldauer s	Sch.dicke µm	Quelldauer s	Sch.dicke µm
1	205	1	209	1	173	1	174
10	205	10	250	10	231	10	203
20	205	20	281	20	303	20	203
30	233	30	302	40	361	40	217
60	260	40	302	60	419	60	217
118	288	50	333	116	419	118	275
178	329	60	333	176	462	178	304
238	370	136	344	236	477	238	319
288	411	176	354	296	491	348	319
468	466	236	365	476	520	528	362
648	507	336	385	656	578	708	377
888	548	516	427	836	621	888	421
1128	603	696	458	1016	635	1068	421
1368	671	876	490	1196	679	1248	449

Anlage E. Versuchsprotokolle Bindungskraftversuche

150408 SeKr BKVA Einfluss FVG Vaseline

Herstellungsprozess:

Vaseline Cambridge

Abzug:

Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
Rakelspalt 50 µm

Auftrag: Spachtelmodul

Schichthöhe variiert

Probe 0007-xy	FVG _{trocken} g/m ²	δ ₀ µm	Δδ µm	σ J/m ²
3	157,52	135	65	2,547
29	165,93	135	65	2,735
6	160,39	135	65	2,543
27	213,35	203	133	3,063
32	226,03	203	133	2,931
4	226,81	203	133	3,103
1	286,45	270	200	3,135
16	283,11	270	200	3,338
19	279,18	270	200	3,325
46	365,98	338	268	3,225
12	371,61	338	268	3,405
52	358,53	338	268	3,133
45	449,36	405	335	4,386
8	440,87	405	335	4,096
26	445,73	405	335	3,777

150410 SeKr BKVA Einfluss Spalt Vaseline

Herstellungsprozess:

Vaseline Cambridge

Abzug:

Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
Rakelspalt variiert

Auftrag: Spachtelmodul

Schichthöhe konstant

Probe 0007-xy	FVG _{trocken} g/m ²	δ ₀ µm	Δδ µm	δ µm	σ J/m ²
52	423,75	405	385	0	5,222
8	433,15	405	385	0	5,526
3	417,85	405	385	0	5,213
26	435,26	405	335	50	5,102
12	425,77	405	335	50	5,325
1	427,09	405	335	50	4,674
16	423,68	405	285	100	
4	412,11	405	285	100	4,746
32	417,27	405	285	100	4,620
45	422,71	405	235	150	4,289
29	421,89	405	235	150	4,001
27	414,01	405	235	150	3,940
19	407,84	405	185	200	3,588
46	419,48	405	185	200	3,766
6	407,64	405	185	200	3,718

**150317 SeKr BKVA Einfluss FVG Stärke
15%**

Herstellungsprozess:

Stärke
 C Gel-Instant 12410 15 g
 Entionisiertes H2O 100 ml
 StoreLite 0,4 g

 Temperatur 23 °C
 Rührart 1000 U/min
 60 min

 Trocknung: 20 h

Auftrag: Rakelmodul
 Schichthöhe variiert

Quellung:
 Medium Entionisiertes H2O
 Temperatur 23 °C
 Quelldauer 360 s

Abzug:
 Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
 Rakelspalt 100 µm

Probe 0007-xy	FVG _{trocken} g/m ²	FVG _{quellEmp} g/m ²	δ ₀ µm	Δδ µm	σ J/m ²
40	24,21	258,17	433	313	0,669
4	24,32	258,61	433	313	0,891
9	25,33	262,50	436	316	0,928
12	47,30	330,76	486	366	2,535
6	46,45	328,54	484	364	2,294
16	49,97	337,56	490	370	3,102
26	73,70	389,74	524	404	
46	69,68	381,72	519	399	6,688
17	64,38	370,71	512	392	5,821
8	79,06	400,00	530	410	8,472
29	90,42	420,37	543	423	
7	97,16	431,70	549	429	11,664

150319 SeKr BKVA Einfluss Dauer Stärke 15%

Herstellungsprozess:

Stärke
 C Gel-Instant 12410 15 g
 Entionisiertes H2O 100 ml
 StoreLite 0,4 g

 Temperatur 23 °C
 Rührart 1000 U/min
 60 min

 Trocknung: 20 h

Auftrag: Rakelmodul

Schichthöhe 405 µm

Quellung:

Medium Entionisiertes H2O
 Temperatur 23 °C
 Quelldauer variiert

Abzug:

Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
 Rakelspalt 100 µm

Probe 0007-xy	FVG _{trocken} g/m ²	Quelldauer s	FVG _{quellEmp} g/m ²	δ ₀ µm	Δδ µm	σ J/m ²
6	72,88	60	256,11	394	274	12,089
4	68,19	60	249,89	390	270	
26	66,45	60	247,51	388	268	11,583
1	74,39	120	303,09	441	321	8,592
3	70,40	120	296,97	437	317	12,525
9	67,40	120	292,23	434	314	12,305
7	73,41	240	354,23	491	371	10,343
8	68,80	240	345,83	486	366	6,860
19	62,46	240	333,68	478	358	8,344
16	74,29	360	390,88	525	405	5,148
45	71,19	360	384,77	521	401	4,384
32	65,93	360	373,99	514	394	4,881
27	76,02	600	443,85	571	451	4,744
29	71,69	600	434,30	565	445	4,121
40	65,74	600	420,60	557	437	3,424

**150325 SeKr BKVA Einfluss Spalt Stärke
15%**

Herstellungsprozess:

Stärke
C Gel-Instant 12410 15 g
Entionisiertes H2O 100 ml
StoreLite 0,4 g

Temperatur 23 °C
Rührart 1000 U/min
60 min

Trocknung: 40 h

Auftrag: Rakelmodul

Schichthöhe 405 µm

Quellung:

Medium Entionisiertes H2O
Temperatur 23 °C
Quelldauer 360 s

Abzug:

Rakelgeschwindigkeit 2,6 mm/s
Rakelspalt variiert

Probe 0007-xy	FVG _{trocken} g/m ²	FVG _{quellEmp} g/m ²	δ ₀ µm	Δδ µm	δ µm	σ J/m ²
7	77,30	396,68	528	508	0	8,961
40	74,54	391,37	525	505	0	7,879
19	73,43	389,20	524	504	0	
1	76,95	396,01	528	458	50	5,191
4	75,54	393,30	526	456	50	7,465
29	74,12	390,57	524	454	50	6,548
16	75,54	393,30	526	406	100	4,576
9	76,05	394,29	527	407	100	4,387
27	74,89	392,05	525	405	100	4,868
26	77,33	396,72	528	358	150	3,033
3	74,41	391,13	525	355	150	3,351
6	77,75	397,53	529	359	150	3,338
45	76,05	394,29	527	307	200	1,124
32	74,08	390,47	524	304	200	1,175
8	76,87	395,87	528	308	200	1,346

Anlage F. Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung



Fakultät Maschinenwesen Institut für Verarbeitungsmaschinen und Mobile Arbeitsmaschinen
Professur Verarbeitungsmaschinen/ Verarbeitungstechnik

Anleitung zur Verschmutzungscharakterisierung

Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis der verwendeten Formelzeichen.....	3
Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen	3
1 Vorwort.....	4
2 Konstruktive Umsetzung eines provisorischen Bindungskraftversuchsaufbaus	6
3 Methode zur Herstellung reproduzierbarer Modellverschmutzungen	9
4 Methode zur Bestimmung des Bindungsverhaltens	13
5 Methoden zur Bestimmung des Quellungsverhaltens	17

Verzeichnis der verwendeten Formelzeichen

Lateinisch

FVG	Flächenverschmutzungsgewicht	$\frac{J}{m^2}$
$m_{verschmutzt}$	Masse des Substrats mit aufgetragener Modellverschmutzung	g
$m_{unverschmutzt}$	Masse des Substrats ohne aufgetragene Modellverschmutzung	g
$A_{Substrat}$	Oberflächeninhalt des Substrats	m^2
$FVG_{trocken}$	Flächenverschmutzungsgewicht der trockenen Verschmutzung	$\frac{J}{m^2}$
FVG_{quell}	Flächenverschmutzungsgewicht der gequollenen Verschmutzung	$\frac{J}{m^2}$
t_{quell}	Quelldauer	s

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

BKVA	Bindungskraftversuchsaufbau
FVG	Flächenverschmutzungsgewicht

1 Vorwort

1 Vorwort

Bei der Reinigung von Maschinen und Anlagen handelt es sich um einen komplexen Prozessschritt in der Lebensmittel- und Pharmaindustrie. Eine qualitative Charakterisierung der Verschmutzung ist daher notwendig um die Vorgänge bei der Reinigung zu verstehen und diese letztlich zu optimieren.

Die Ablagerung von Verschmutzungen kommt durch ein Zusammenspiel von adhäsiven Kräften zwischen der Verschmutzung und der produktberührenden Oberfläche sowie kohäsiven Kräften innerhalb der Verschmutzung selbst zustande. Hauptverantwortlich für die Adhäsion sind dabei VAN DER WAALS- und elektrostatische Kräfte, Wasserstoffbrückenbindungen und spezifische Oberflächeneffekte. Kohäsive Effekte zwischen den Verschmutzungsbestandteilen entstehen hingegen durch chemische Bindungen oder sie werden physikalisch zusammengehalten. Durch Quellung bestimmter Verschmutzungsstoffe lassen sich diese Bindungskräfte signifikant verringern, was eine Reinigung begünstigt.

Bei Abtrag der Verschmutzungen durch Energieeintrag werden die Bindungskräfte überwunden. Prinzipiell unterscheidet man dabei zwei Arten des Versagens der Bindungen, wobei ebenfalls eine Mischung der Versagensarten möglich ist:

I) Adhäsives Versagen

Die Bindungskräfte zwischen Verschmutzung und produktberührender Oberfläche sind geringer als die Kohäsionskräfte, was zu einem Ablösen im Ganzen führt.

II) Kohäsives Versagen

Die Kohäsionskräfte der Verschmutzung sind geringer als die adhäsiven Bindungen, was zu einem Ablösen einzelner Teile führt.

Die folgende Anleitung soll es dem Industriepartner ermöglichen mit einfachen technologischen Mitteln eine qualitative Spezifikation von Verschmutzungen in Bezug auf ihr Reinigungsverhalten vorzunehmen und Methoden aufzeigen ihr Quellungsverhalten zu charakterisieren.

Dafür werden zunächst Hinweise zur konstruktiven Umsetzung eines geeigneten Versuchsaufbaus zur Bestimmung des Bindungsverhaltens der betrachteten Verschmutzungen bei der Reinigung gegeben. Um diese Bestimmung reproduzierbar vornehmen zu können und den Einfluss variierter Parameter auf das Bindungsverhalten zu ermitteln ist die Generierung einer

1 Vorwort

Modellverschmutzung notwendig, wofür im Folgenden eine geeignete Methode dargestellt wird.

Des Weiteren werden zwei Methoden zur Charakterisierung und Quantifizierung des Quellungsverhaltens der betrachteten Verschmutzungen mittels gravimetrischer Betrachtung und optischer Vermessung der Phasengrenze aufgezeigt.

2 Konstruktive Umsetzung eines provisorischen Bindungskraftversuchsaufbaus

2 Konstruktive Umsetzung eines provisorischen Bindungskraftversuchsaufbaus

In Abbildung 2-1 ist eine technologisch einfache konstruktive Umsetzung des Bindungskraftversuchsaufbaus (kurz: BKVA) dargestellt. Dieser besteht aus einer Grundplatte als Auflage für die Proben und Gleitfläche für den Rakelblock, an welchem das Rakel befestigt ist, einem Anschlag für eine genaue Positionierung der Proben und zwei Führungsschienen für den Rakelblock.

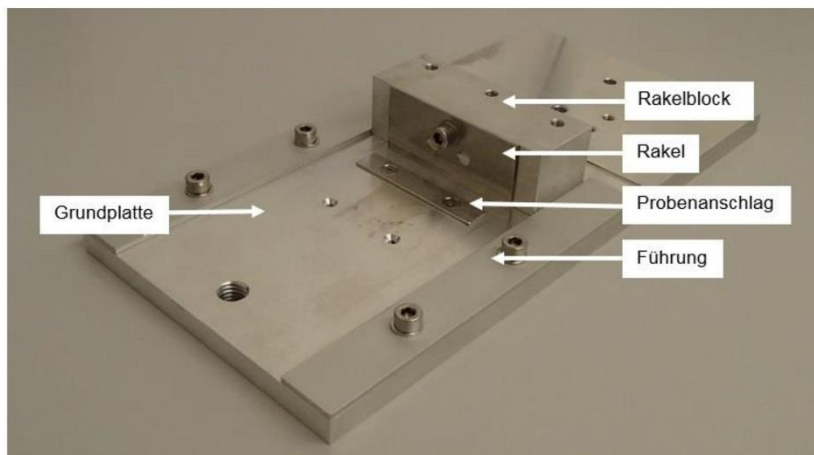


Abbildung 2-1: Konstruktive Umsetzung des Bindungskraftversuchsaufbaus

Im Folgenden werden die Funktionen der genannten Bauteile sowie wichtige Gestaltungskriterien aufgeführt:

Grundplatte

- Funktion:
 - Montagefläche für Führung des Rakelblocks und Anschlag zur Probenpositionierung
 - Gleitfläche für Bewegung des Rakelblocks
 - Auflagefläche der Proben

2 Konstruktive Umsetzung eines provisorischen Bindungskraftversuchsaufbaus

- Konstruktive Kriterien:
 - o Niedrige Rauigkeit der Gleit- und Probenauflagefläche
 - o Ausreichende Ebenheit der Gleit- und Probenauflagefläche

Rakelblock

- Funktion:
 - o Halterung für Rakel
 - o Gleitende Bewegung für Abzug der Verschmutzung
- Konstruktive Kriterien:
 - o Niedrige Rauigkeit der unteren Gleitflächen
 - o Ausreichende Ebenheit der unteren Gleitfläche und Montagefläche für Rakel
 - o Rechtwinkligkeit zwischen Gleit- und Rakelfläche
 - o Sicherheit gegen Verdrehen des Rakels vorsehen (bspw. durch Passstift)
 - o Ausreichender Versatz zur Rakelunterkante

Rakel

- Funktion:
 - o Abzug der Verschmutzung
- Konstruktive Kriterien:
 - o Breiter als Substrat zur Vermeidung von Einflüssen in Randbereich bei Abzug
 - o Möglichst dünne Ausführung des Rakels
 - o Abmaße des dargestellten Rakels (Abbildung 2-1) $60\text{ mm} \times 35\text{ mm} \times 1\text{ mm}$
 - o Enge Toleranz der Geradheit der Rakelunterkante
 - o Ausreichende Ebenheit der Montagefläche für Rakelblock

Probenanschlag

- Funktion:
 - o Gerade Positionierung der Proben
 - o Verhindern eines Verrutschens der Proben bei Verschmutzungsabzug
- Konstruktive Kriterien:
 - o Etwas niedriger als Substrat
 - o Befestigung auf Grundplatte mit Senkkopfschrauben um Abzug nicht zu behindern
 - o Enge Toleranz der Geradheit der Anschlagfläche

2 Konstruktive Umsetzung eines provisorischen Bindungskraftversuchsaufbaus

Führung

- Funktion:
 - o Gerade Führung der Bewegung des Rakelblocks
- Konstruktive Kriterien:
 - o Länge entsprechend der Bewegungsbahn
 - o Bei Montage auf verhakungsfreie Bewegung des Rakelblocks achten

3 Methode zur Herstellung reproduzierbarer Modellverschmutzungen

3 Methode zur Herstellung reproduzierbarer Modellverschmutzungen

Um das Bindungs- sowie Quellungsverhalten der betrachteten Verschmutzungen reproduzierbar zu erfassen und eine Betrachtung variiertener Einstellparameter bei den Versuchen einzubeziehen ist die Generierung einer in Aufbau und Art gleichbleibenden Modellverschmutzung notwendig. Zu deren Bestimmung werden im Folgenden Kriterien und erforderliche Schritte gegeben:

Kriterien

- Schichtdicken der Modellverschmutzung bis 1 mm
- Möglichst Verlaufen der Verschmutzung unterbinden
 - o Durch Trocknung
 - o Durch Anbacken
 - o Durch geeignete Konzentration
- Rissbildung der Verschmutzungsschicht durch Trocknung / Anbacken vermeiden
 - o Durch geeignete Konzentration
 - o Durch geeignete Verschmutzungsmenge auf Substrat
- Bildung von Agglomeraten bei zu lösenden Verschmutzungen vermeiden
 - o Durch homogene Verschmutzung
 - o Durch geeignete Konzentration

Pasten, pastenartige Verschmutzung

- In ihrer Art und Zusammensetzung meist direkt als Modellverschmutzung verwendbar
- Beispiele: Vaseline, Zahnpasta, Senf, Ketchup

Zu lösende Verschmutzungen

- Bestimmung einer geeigneten Herstellungsmethode:
 - o Herstellungsmethode entsprechend den realen Bedingungen
 - o Lösungsmittel (bspw. Entionisiertes Wasser) mit konstanter Temperatur
 - o Einrühren des Verschmutzungsstoffes in entionisiertes Wasser nach definiertem Rührprogramm (Drehzahl, Rührdauer)
 - o Apparate und Geräte gleichbleibend (bspw. Heizplatte, Rührer, Volumen und Form des Füllgefäßes)
 - o Beispiele: Xanthan, Stärke, Ovalbumin

3 Methode zur Herstellung reproduzierbarer Modellverschmutzungen

- Bestimmung einer geeigneten Konzentration
 - o Verschiedene Konzentrationen des Verschmutzungsstoffes testen
 - o Auf Verhalten der Verschmutzungsschicht nach Trocknung / Anbacken hin prüfen

Zur Probenherstellung ist neben der Generierung einer geeigneten Modellverschmutzung die Auswahl geeigneter Substrate nötig. Kriterien hierfür sind:

- Material (Edelstahl, Kunststoff, etc.)
- Form (rechteckig, rund)
- Geometrische Abmaße
- Oberflächenrauigkeit
- Bisher verwendet: Edelstahl, rechteckig, 40 mm x 20 mm x 1 mm, gewalzt / elektroliert

Die Modellverschmutzung wird nun definiert auf die Substrate aufgetragen. Dafür werden folgende Utensilien benötigt:

Waage

- Zur Bestimmung der aufgetragenen Verschmutzungsmenge
- Messbereich bis zu 20 g
- Möglichst genaue Messung $\pm 10 \text{ mg}$

Grundplatte

- Für definierte Positionierung und ebene Auflage der Probenträger
- Glatte und ebene Oberfläche
- Anschlag für Substrate vorsehen

Folienstreifen

- Zur Einstellung der Schichthöhe der aufgetragenen Modellverschmutzung
- Folienstreifen bspw. in Schneidplotter zuschneiden (schmal, 1,5 mm)
- Sollten definierte gleichmäßige Höhe aufweisen
- Höheneinstellung der Modellverschmutzung durch vergleichbares Mittel ebenfalls möglich

3 Methode zur Herstellung reproduzierbarer Modellverschmutzungen

Spachtel

- Handelsübliche Spachtel zum Abzug der Modellverschmutzung und Erzeugung einer glatten Oberfläche

Spatel, Pipette

- Zum Auftragen der Modellverschmutzung

Das Verfahren zum Auftragen der Modellverschmutzung auf die Substrate ist in Abbildung 3-1 schematisch dargestellt und verläuft wie folgt:

Vorbereitung

- Masse der Substrate vor Verschmutzungsauftrag erfassen
- Substrate in Gruppen bis zu vier quer aneinanderreihen
- Gerade an Anschlag der Grundplatte positionieren
- Folienstreifen gleichmäßig über die Randbereiche kleben
- Auf beiden Seiten gleiche Anzahl verwenden
- Anzahl und Höhe der Folienstreifen definieren die Schichthöhe der aufgetragenen Modellverschmutzung

Auftrag

- Pasten, pastenartige Modellverschmutzungen über gesamte Substratfläche mit Spatel auftragen
- Gelöste Modellverschmutzungen mit Pipette vor erstem Substrat aufbringen
- Spachtel auf Folienstreifen vor Verschmutzung platzieren
- Leicht nach vorn geneigt händisch über Folienstreifen ziehen
- Überstehende Verschmutzungsschicht wird so abgetragen und glatte Oberfläche entsteht

Nachbereitung

- Mit Spatel übergelaufene Verschmutzung von Grundplatte entfernen
- Folienstreifen vorsichtig von Substraten abziehen
- Substrate und Verschmutzungsschicht vorsichtig mit Spatel trennen
- Proben ggf. trocknen
- Nach Trocknung / Anbacken Masse der Proben erfassen

3 Methode zur Herstellung reproduzierbarer Modellverschmutzungen

Zur Bestimmung der Menge der aufgetragenen Verschmutzung wird nun das sogenannte Flächenverschmutzungsgewicht (kurz: FVG) gebildet. Dies ergibt sich zu

$$FVG = \frac{m_{verschmutzt} - m_{unverschmutzt}}{A_{Substrat}} \quad (1)$$

wobei

$m_{verschmutzt}$ Masse des Substrats mit aufgetragener Modellverschmutzung

$m_{unverschmutzt}$ Masse des Substrats ohne aufgetragene Modellverschmutzung

$A_{Substrat}$ Oberflächeninhalt des Substrats

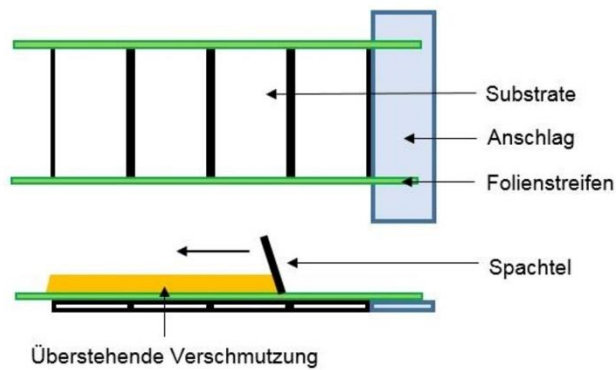


Abbildung 3-1: Schematische Darstellung des Auftrags der Modellverschmutzung

4 Methode zur Bestimmung des Bindungsverhaltens

4 Methode zur Bestimmung des Bindungsverhaltens

Mithilfe des BKVAs kann die Modellverschmutzung nun auf ihr Bindungsverhalten bei der Reinigung hin untersucht werden. Dazu wird zunächst das Spaltmaß des Rakels mithilfe eines Referenzsubstrats und Passscheiben eingestellt (Abbildung 4-1):

Spaltmaßeinstellung

- Passscheibe auf Referenzsubstrat positionieren
- Dicke der Passscheibe entspricht gewünschtem Spaltmaß
- Substrat mit Passscheibe unter Rakelunterkante an Anschlag positionieren
- Weitere Passscheiben unter Substrat legen bis kein Spalt mehr zur Rakelunterkante erkennbar
- Untergelegte Passscheiben dienen nun als Unterlage bei Versuchsdurchführung

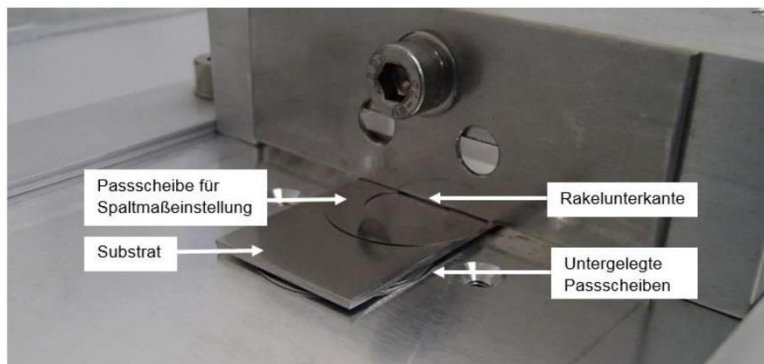


Abbildung 4-1: Spaltmaßeinstellung mit Passscheiben

4 Methode zur Bestimmung des Bindungsverhaltens

Die chemische Wirkung des Reinigungsmediums auf die Verschmutzung kann für Versuche mit dem BKVA modellartig durch ein separates externes Einweichen der Proben nachempfunden werden.

Quellung der Modellverschmutzung

- Petrischale, flache Wanne etc.
- Bestenfalls Möglichkeit zur einfachen Entnahme der Proben
- Definiertes Quellmedium, Temperatur, Quelldauer
- Substrate nach Quellungsabbruch von anhaftendem Reinigungsmedium befreien (auf Papiertücher legen, Neigen zum Ablauf)

Die Modellverschmutzung kann nun mithilfe des BKVAs auf ihr Bindungsverhalten hin betrachtet werden. Dazu wird sie in der eingestellten Höhe des Spaltmaßes durch den Rakel vom Substrat abgezogen.

Abzug der Modellverschmutzung

- Proben auf eingestellte Passscheiben legen
- Gerade an Anschlag ausrichten
- Rakelblock mit Rakel vor Verschmutzung positionieren
- Vorsichtig und gleichmäßig Rakel händisch über Verschmutzung ziehen
- Probe vorsichtig entnehmen
- Rakel und BKVA reinigen (Empfehlung: Entionisiertes Wasser, Ethanol)

Durch die konstruktive Umsetzung des BKVAs und die Art der modellhaften Untersuchung eröffnen sich einige Möglichkeiten zur Parametervariation gemäß den Abläufen bei der tatsächlichen Reinigung:

Substrat

- Gestalt
- Rauigkeit
- Material

Verschmutzung

- Art (Stoff, Konzentration)
- Zustand (Trocknung, Anbacken, Alter)
- Menge (FVG)

4 Methode zur Bestimmung des Bindungsverhaltens

Reinigung

- Reinigungsmedium
- Quelldauer
- Quelltemperatur
- Rakelspalt

Zur qualitativen Identifikation des Bindungsverhaltens wird die Probe nach dem Abzug genau betrachtet und folgende Kriterien herangezogen:

- Kompletter Abzug der gesamten Verschmutzungsschicht → adhäsives Versagen
- Definierte Trennung der Verschmutzungsschicht an Rakelunterkante → kohäsives Versagen
- Einzelne Verschmutzungsbestandteile verbleiben auf Substrat → teilweise adhäsives und kohäsives Versagen

Die folgenden Abbildungen zeigen beispielhaft verschiedene Modellverschmutzungen nach der Trocknung über Nacht, nach sechsminütiger Quellung in entionisiertem Wasser bei 23 °C sowie nach dem Abzug durch den Rakel im BKVA mit einem Spaltmaß von 100 µm. Dabei zeigte sich folgendes Reinigungsverhalten:

- Abbildung 4-2, Senf ($FVG_{trocken} = 114 \text{ g/m}^2$) → überwiegend adhäsives Versagen
- Abbildung 4-3, Zahnpasta ($FVG_{trocken} = 281 \text{ g/m}^2$) → kohäsives Versagen
- Abbildung 4-4, Vanillepudding ($FVG_{trocken} = 135 \text{ g/m}^2$) → teilweise adhäsives und kohäsives Versagen

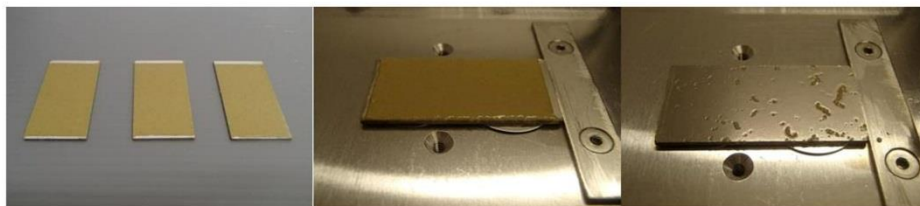


Abbildung 4-2: Reinigungsverhalten der Modellverschmutzung aus Senf

4 Methode zur Bestimmung des Bindungsverhaltens

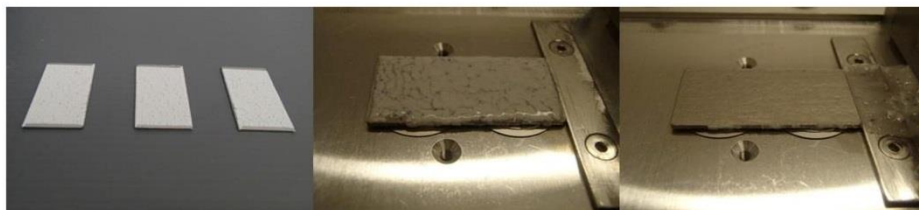


Abbildung 4-3: Reinigungsverhalten der Modellverschmutzung aus Zahnpasta



Abbildung 4-4: Reinigungsverhalten der Modellverschmutzung aus Vanillepudding

5 Methoden zur Bestimmung des Quellungsverhaltens

Die Charakterisierung des Quellungsverhaltens der Modellverschmutzungen erfolgt anhand des zunehmenden FVGs und der Schichthöhe. Zu deren Erfassung wurde jeweils eine entsprechende Methode entwickelt.

Gravimetrisches Verfahren

Die Ermittlung des FVGs nach einer bestimmten Quelldauer wird auf Basis eines gravimetrischen Messverfahrens realisiert. Dafür sind keine weiteren Apparate und Geräte notwendig, sondern die bisher verwendeten ausreichend.

Durchführung

- Proben nach Kapitel 3 herstellen
- FVG der trockenen Verschmutzung bestimmen ($FVG_{trocken}$)
- Petrischale, flache Wanne oder ähnliches Behältnis mit Quellmedium befüllen
- Probe vorsichtig eintauchen
- Verschmutzungsschicht sollte vollständig mit Quellmedium bedeckt sein
- Nach bestimmter Quelldauer t_{quell} Probe entnehmen
- Substrate von anhaftendem Reinigungsmedium befreien (auf Papiertücher legen, Neigen zum Ablauf)
- Masse der Probe mittels Waage bestimmen

Das FVG der gequollenen Modellverschmutzung FVG_{quell} wird nun für den Zeitpunkt t_{quell} durch Bildung der Differenz des FVGs der Verschmutzung vor und nach dem Quellungs-vorgang ermittelt.

Der beschriebene Vorgang wird für mehrere Proben mit möglichst gleichem $FVG_{trocken}$ und konstanten Einstellparametern nach verschiedenen Quelldauern wiederholt. Aus den gewonnenen Ergebnissen kann so die Gewichtszunahme in Abhängigkeit der Quelldauer bestimmt werden.

Weiterhin ist der Einfluss des $FVG_{trocken}$ durch dessen Variation und die Erfassung der Gewichtszunahme nach konstanter Quelldauer t_{quell} zu prüfen. Eine Verknüpfung der beiden Betrachtungen liefert letztlich eine Quantifizierung des Quellungsvorganges.

5 Methoden zur Bestimmung des Quellungsverhaltens

Des Weiteren können für unterschiedliche Versuchsreihen folgende Parameter variiert und deren Einfluss auf den Quellvorgang betrachtet werden:

- Art der Verschmutzung
- Quellmedium
- Quelltemperatur

Optische Erfassung der Phasengrenze

Um die Schichthöhenzunahme der quellenden Verschmutzung einzuschätzen wird deren Phasengrenze während des Quellvorganges optisch vermessen. Dafür ist ein geeignetes Kamerasystem notwendig, welches folgende Kriterien erfüllt:

- hohe Vergrößerung (Makroaufnahmen möglich)
- Fokuspunkt manuell einstellbar
- Intervallaufnahmen möglich

Vorbereitung

- Kamerasystem vor Wanne mit durchsichtiger Wand positionieren
- Referenzmaßstab auf Probenhöhe in Wanne in Bildausschnitt
- Referenzsubstrat in Wanne auf definierte Position
- Fokuseinstellung anhand Vorderkante des Referenzsubstrats
- Auf ausreichend Licht achten
- Proben gemäß Kapitel 3 herstellen

Durchführung

- Intervallaufnahme beginnen
- Probe in Wanne positionieren und Quellung starten
- Nach gewünschter Dauer Quellungsabbruch

Durch die Intervallaufnahmen werden für eine Probe mit bekanntem $FVG_{trocken}$ mit steigender Quelldauer auswertbare Aufnahmen der Schichtdickenzunahme generiert. Die Auswertung erfolgt mittels eines Bildverarbeitungsprogramm (bspw. „ImageJ“) wie folgt:

- Reale Größe eines Pixels anhand des Maßstabs bestimmen
- Schichtdicke anhand Substratoberfläche und Phasengrenze bestimmen
- Werte für bestimmte Zeitpunkte t_{quell} erfassen

5 Methoden zur Bestimmung des Quellungsverhaltens

Bei mehrmaliger Wiederholung des beschriebenen Vorgangs kann die Schichtdickenzunahme für ein bekanntes $FVG_{trocken}$ ermittelt werden. Durch Variation des FVGs lässt sich analog zur gravimetrischen Betrachtung der Quellvorgang anhand der Schichtdickenzunahme der Modellverschmutzung beschreiben.

Dabei ist zu beachten, dass diese Vorgänge nicht äquivalent sein müssen, da sich die Schichtdickenzunahme aufgrund der veränderlichen Konzentration der Modellverschmutzung während der Quellung anders verhalten kann als deren zunehmendes FVG.

Auf die beschriebene Weise können erneut folgende Einstellparameter variiert werden:

- Art der Verschmutzung
- Quellmedium
- Quelltemperatur