

Modellbildung von Produktwechselprozessen in Extrusionswerkzeugen

Von der Fakultät für Ingenieurwissenschaften, Abteilung Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der

Universität Duisburg-Essen
zur Erlangung des akademischen Grades

eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

Dr.-Ing.

genehmigte Dissertation

von

Levente Szöke
aus
Sankt Georgen (Rumänien)

Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Johannes Wortberg
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Wojciech Kowalczyk
Tag der mündlichen Prüfung: 21.07.2014

„Der Teufel steckt im Detail.“

- Redewendung

Vorwort / Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Konstruktion und Kunststoffmaschinen des Institutes für Produkt Engineering an der Universität Duisburg-Essen in den Jahren 2009 bis 2014.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Johannes Wortberg für die vielen inspirierenden Diskussionen, die wertvollen Ratschläge aus seiner Lebenserfahrung und die mir zur Fertigstellung dieser Arbeit gewährten großen Freiheiten.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Wojciech Kowalczyk danke ich für die Übernahme des Korreferats und das damit verbundene sorgfältige Gutachten meiner Arbeit. Mein Dank gilt ebenso der Vorsitzenden der Prüfungskommission Frau Prof. Dr.-Ing. Yan Liu und dem Mitprüfer Herrn Prof. Dr.-Ing. Andreas Kempf.

Weiterhin bedanke ich mich bei allen meinen ehemaligen Kollegen am Lehrstuhl für die durchweg gute Zusammenarbeit und den freundschaftlichen Umgang miteinander. Dabei möchte ich besonders meine langjährigen Bürokollegen Gregor Karrenberg und Burkhard Gronhoff hervorheben. Weiterhin gilt meinen Kollegen Christoph Ketteler und Oliver te Heesen großer Dank für die gute Zusammenarbeit bei einer Reihe von Veröffentlichungen. In diesem Zusammenhang bedanke ich mich ebenso bei meinen ehemaligen studentischen Mitarbeitern und Abschlussarbeitern Benjamin Buchholz, Tamas Tormasi, Maik Kersting, Sebastian Killing, Jun Mao, Sascha Hesseln, Philipp Schnettler, Benedikt Neubert und Michael Burgfeld für ihre engagierte Mitarbeit und die vielen wichtigen Beiträge. Besonders freue ich mich darüber, die beiden Letztgenannten auch zu meinen Kollegen gezählt haben zu können.

Den organisatorischen und technischen Mitarbeitern des Lehrstuhls Andrea Eckold, Rudolf Schlitt, Dieter Hetz und Iouri Kamenskikh gilt mein besonderer Dank in vielerlei Hinsicht über ihre tatkräftige Unterstützung hinaus.

Für die kritische Durchsicht meiner Arbeit bedanke ich mich sehr herzlich bei Oliver te Heesen, Gregor Karrenberg, meiner Schwester Dr. med. Réka-Emese Szöke und meiner Frau Birte Szöke.

Für die erzielten Ergebnisse in dieser Arbeit war das vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (BMWi) über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. (AiF) geförderte Gemeinschaftsforschungsprojekt „Steuer- und Regelungskonzepte für Material- und Betriebspunktwechselvorgänge“ (15853 N) in Zusammenarbeit mit dem Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) in Aachen ein wichtiger Bestandteil. Dieses Projekt ist im Rahmen der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) über den Verband Deutscher Maschinen- und Anlagenbau (VDMA) gefördert worden. Ich danke den Projektträgern für die finanzielle Förderung und besonders Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E. h. Walter Michaeli, Prof. Dr.-Ing. Christian Hopmann und Dr.-Ing. Janina Overbeck vom IKV für die gute Zusammenarbeit. Ebenso danke ich allen Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses für ihre Unterstützung.

Des Weiteren gilt der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) mein Dank für die Förderung des Forschungsprojektes „Thermo-rheologische Randschichtphänomene bei

Farb- und Materialwechseln in der Extrusion“ (WO 302/46-1), in dessen Rahmen ein Großteil der in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse entstanden ist.

Prof. Dr. rer. nat. Markus Winterer danke ich sehr für die großzügige Möglichkeit zur Nutzung der messtechnischen Geräte an seinem Lehrstuhl. In diesem Zusammenhang danke ich Alice Sandmann für die Unterstützung. Weiterhin gilt mein Dank Prof. Dr. rer. nat. Marika Schleberger und Oliver Ochedowski für die Möglichkeit zur Vermessung von Oberflächen mittels Rasterkraftmikroskop.

Martin Schwarz, Jane Schwarz, Bernd Zöller und Petra Eickmeier von der Firma Brabender GmbH & Co. KG in Duisburg danke ich sehr für die Unterstützung bei der Charakterisierung von Materialien mittels Labormessknetter.

Mathias Langner und Karl Müll von der Firma Topocrom GmbH, Stockach danke ich für die Unterstützung durch die Oberflächenbeschichtung von Versuchswerkzeugen.

Des Weiteren gilt mein Dank den Rohstoffherstellern A. Schulman GmbH in Kerpen, Borealis AG in Linz (Österreich), Basell Polyolefine GmbH in Frankfurt am Main, Dow Deutschland Anlagengesellschaft GmbH in Ahlen, Kuraray Europe GmbH in Hattersheim am Main und Sabic Deutschland GmbH in Düsseldorf für die zahlreichen großzügigen Materialspenden, die zur Durchführung der experimentellen Versuche notwendig waren. Ebenso danke ich allen Herstellern der untersuchten Reinigungscompounds.

Meiner Familie und ganz besonders meinen Eltern, meiner Schwester und meiner Frau Birte danke ich für den bedingungslosen Rückhalt, die moralische Unterstützung und den Zuspruch, auch in schwierigen Situationen weiter zu machen. Für meinen kleinen Sohn Levente bin ich besonders dankbar und für die vielen Freuden, ihm beim Aufwachsen zusehen zu können.

Meerbusch, Juli 2014

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation.....	1
1.2	Zielsetzung.....	1
2	Stand der Technik	3
2.1	Extrusionsanlagen.....	3
2.2	Produktwechsel.....	3
2.3	Extrusionswerkzeuge	5
2.4	Manuelle Reinigungsmethoden	5
2.5	Reinigungscompounds.....	6
2.6	Messmethoden Farb- und Materialwechsel	7
2.6.1	Das menschliche Auge.....	7
2.6.2	Anlagensensorik.....	8
2.6.3	Spektralphotometrie (Farbmessung)	8
2.6.4	Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (FTIR)	9
2.6.5	Weißlichtinterferometrie	10
2.6.6	Laser-Doppler-Anemometrie (LDA)	10
2.6.7	Kernspinresonanzspektroskopie (NMR)	11
2.6.8	Übersicht der Messmethoden.....	11
2.7	Geschwindigkeiten an der Wand und Wandgleiteneffekte	13
2.8	Analytische Berechnung der Schmelzeströmung	15
2.9	Fluidmechanik und numerische Strömungssimulation	17
3	Thermo-rheologische Eigenschaften	19
3.1	Beobachtungen und Voruntersuchungen	19
3.2	Rheologische Charakterisierung verwendeter Materialien	21
3.2.1	Probengenerierung	24
3.2.2	Messungen am Oszillationsrheometer	25
3.3	Validierung thermo-rheologischer Modellbildung	30
3.3.1	Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD 1)	31
3.3.2	Lineares Polyethylen niedriger Dichte (PE-LLD).....	33
3.3.3	Polyethylen hoher Dichte (PE-HD)	35
3.3.4	Polypropylen (PP)	36
3.3.5	Zusammenfassung der thermo-rheologischen Materialparameter	37
3.4	Thermo-rheologisches Verhalten von Blends	38
3.5	Messung chemischer Oberflächen-Schmelze-Interaktionen (Konzept).....	41

4	Modellbildung von Farb- und Materialwechselln	43
4.1	Bilanzräume	43
4.2	Analytische Modellbildung von Wechselprozessen.....	44
4.3	Modellierung von Zwischenstufen	51
4.4	Numerische Strömungssimulation von Wechselvorgängen	52
4.5	Kalibriertes numerisches Modell.....	56
4.6	Simulation des Einflusses der Oberflächentopologie in kleinen Skalenbereichen ...	63
5	Experimentelle Untersuchungen.....	72
5.1	Versuchsaufbau	72
5.2	Einfluss unterschiedlicher Viskositäten.....	76
5.3	Analysen von Zwischenstufen	77
5.4	Einflüsse auf den Wechsel durch den Betriebspunkt	81
5.5	Materialseitig unterstützte Wechselvorgänge	87
5.6	Konzept zur Optimierung der Versuchsdurchführung	92
6	Empfehlungen zur Durchführung effizienter Wechsel	95
7	Zusammenfassung	99
8	Anhang.....	105
8.1	Laborgeräte.....	105
8.2	Liste der untersuchten Reinigungscompounds	106
8.3	Standard Solvereinstellungen.....	107
8.4	Benutzerdefinierte Funktionen (UDF)	108
9	Literaturverzeichnis	113
10	Curriculum Vitae	122

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Darstellung der Materialströme	4
Abbildung 2-2: FTIR - Absorptionsspektren eingefärbter und naturfarbener Folienproben.....	9
Abbildung 2-3: Beschreibung des Materialverhaltens durch den Potenzansatz nach [Mi09].	15
Abbildung 2-4: Darstellung der Temperaturverschiebung nach [Mi09].....	16
Abbildung 2-5: Position des repräsentativen Radius nach [Wo78].....	17
Abbildung 3-1: Änderung der rheologischen Eigenschaften von PP und PE-HD	19
Abbildung 3-2: Dynamisches Mischelement	20
Abbildung 3-3: Drehmomenterfassung ohne Durchsatz.....	21
Abbildung 3-4: Messergebnisse der thermo-rheologisch beeinflussten Drehmomente	21
Abbildung 3-5: Vergleich von Viskositätsverläufen und MFR-Werten	23
Abbildung 3-6: Pressling.....	25
Abbildung 3-7: Amplitudensweep für PE-HD bei 190°C und 0,1 rad/s	26
Abbildung 3-8: Amplitudensweeps versch. Schergeschwindigkeiten und Temperaturen	27
Abbildung 3-9: Viskositätsverläufe unterschiedlicher PE-LD-Typen bei 190°C	27
Abbildung 3-10: Viskositätsverläufe von PE-LD 1, PE-HD, PE-LLD und PP	29
Abbildung 3-11: Thermo-rheologische Messungen PE-LD 1 (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s).....	32
Abbildung 3-12: Frequenzsweep PE-LD 1 unmittelbar und nach 5,5 h bei 230°C.....	33
Abbildung 3-13: Thermo-rheologische Messung PE-LLD (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s)	34
Abbildung 3-14: Thermo-rheologische Messung PE-HD (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s).....	36
Abbildung 3-15: Thermo-rheologische Messung PP (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s)	37
Abbildung 3-16: Wasserstoffbrückenbindung zwischen EVOH und HV nach [Wa12]	38
Abbildung 3-17: Schematische Darstellung der Knetkammer	38
Abbildung 3-18: Stabile Messkammertemperatur	39
Abbildung 3-19: Drehmomente EVOH-HV-Blends bei 230°C	39
Abbildung 3-20: Drehmomente EVOH-HV-Blends bei 245°C	40
Abbildung 3-21: Drehmomente unterschiedlicher EVOH-HV-Blends bei 1800 s und 230°C .	40
Abbildung 3-22: Entwurf des Gesamtmesssystems zur Oberflächen-Schmelze-Interaktion .	42
Abbildung 3-23: Schnittdarstellung des Messsystems zur Oberfläche-Schmelze-Interaktion	42
Abbildung 4-1: Bilanzraum der Rundstranggeometrie.....	43
Abbildung 4-2: Bilanzraum der 90°-Umlenkung	43
Abbildung 4-3: Bilanzraum des Wendelverteilers.....	44
Abbildung 4-4: Geschwindigkeitsprofile von Ausgangs- und Zielmaterial.....	45
Abbildung 4-5: Zeit- und Ortsabhängigkeit des Wechsellvorgangs	45
Abbildung 4-6: Druckverlust bei einem Wechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 4.....	46
Abbildung 4-7: Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials über Wandschubspannung ..	47
Abbildung 4-8: Zusammenhang des Wandabstands und des Viskositätsverhältnisses.....	48
Abbildung 4-9: Vergleich kalibrierter und konstanter Wandabstand	49
Abbildung 4-10: Wandschubspannung des Zielmaterials (instationäre Betrachtung)	50
Abbildung 4-11: Schematischer Ablauf des analytischen Berechnungsmodells.....	51
Abbildung 4-12: Berechnungsablauf bei zeitabhängigen Zwischenstufen.....	52
Abbildung 4-13: Vernetzung der Rundstranggeometrie	53
Abbildung 4-14: Halbierte Probenstränge und Entnahmezeitpunkte	54
Abbildung 4-15: Schichtdickenmessung am halbierten Probenstrang.....	54
Abbildung 4-16: Vergleich gemessener und berechneter Schichtdicken beim Farbwechsel .	55
Abbildung 4-17: Volumenanteil Zielmaterial am Auslass	56

Abbildung 4-18: Abweichung der numerischen Ergebnisse	57
Abbildung 4-19: Kalibrierung der numerischen Berechnung (Schema)	58
Abbildung 4-20: Vergleich berechneter und experimentell ermittelter Wechselmassen	59
Abbildung 4-21: Geschwindigkeitskomponenten Wandflächen und Zellkern	59
Abbildung 4-22: Richtung der Wandfließgeschwindigkeiten in der Umlenkung	60
Abbildung 4-23: Wandfließgeschwindigkeiten im Wendelverteiler	61
Abbildung 4-24: Vektordarstellung Wandfließgeschwindigkeiten im Wendelverteiler (Detail)	62
Abbildung 4-25: Materialwechsel im Wendelverteiler nach 90 s (PE-LD 1 auf PE-LD 2)	63
Abbildung 4-26: REM- und AFM-Aufnahme einer beschichteten Oberfläche	64
Abbildung 4-27: Vergleich Topocrom-Beschichtung und Referenzoberfläche	64
Abbildung 4-28: Schema der Berechnung der Zustände in mikroskopischen Skalen	65
Abbildung 4-29: Modellabmaße und Positionen im makroskopischen Bereich	66
Abbildung 4-30: AFM-Messung geschliffener und polierter Oberflächen	67
Abbildung 4-31: Wechselverläufe in mikroskopischen Skalen	69
Abbildung 4-32: Probenstrang mit verbliebenem Ausgangsmaterial	69
Abbildung 4-33: Wandschubspannung und Volumenanteil (geschliffen 7,5 x 7,5 µm)	70
Abbildung 4-34: Umkehr der Fließrichtung	70
Abbildung 4-35: Wechselzeiten mikroskopischer Modelle	71
Abbildung 5-1: Versuchswerkzeug	72
Abbildung 5-2: Laboranlage	73
Abbildung 5-3: Anordnung der Schmelzproben	74
Abbildung 5-4: Zusammenhang zwischen Probendicke und Blauwert	74
Abbildung 5-5: Wechselverlauf anhand der Blauwerte	75
Abbildung 5-6: Vergleich experimenteller Ergebnisse mit der analytischen Prognose	77
Abbildung 5-7: Wechsel mit vollständig durchgeführten Zwischenstufen	77
Abbildung 5-8: vollständige Zwischenstufen aus Blends	78
Abbildung 5-9: Versuchsablauf bei zeitabhängigen Zwischenstufen	79
Abbildung 5-10: Ergebnismatrix zeitabhängiger Zwischenstufen (PE-LD 1 auf PE-LD 4)	79
Abbildung 5-11: 75% Anteil Zielmaterial (PE-LD 1 auf PE-LD 4)	80
Abbildung 5-12: Analytische Ermittlung des optimalen Anteils an Zielmaterial	81
Abbildung 5-13: Wechselmassen (links); Schergeschwindigkeiten (rechts)	82
Abbildung 5-14: Viskositätsverhältnis, Schergeschwindigkeit (links); Wandabstand (rechts)	82
Abbildung 5-15: Erhöhung des Durchsatzes (PE-LD 4 auf PE-LD 2)	83
Abbildung 5-16: Schema zur Variation des Durchsatzes	83
Abbildung 5-17: Ergebnis der Durchsatzvariation im Betrieb	84
Abbildung 5-18: Variation der Wandfließgeschwindigkeiten	84
Abbildung 5-19: Wechselmasse und –zeit bei Durchsatzvariation	85
Abbildung 5-20: Durchsatzvariation im industriellen Maßstab	85
Abbildung 5-21: Wechselmasse bei 170°C und bei 190°C	86
Abbildung 5-22: Temperaturverschiebung PE-LD 1 und PE-LD 4 (mit Detailansicht)	87
Abbildung 5-23: Einsparung an Wechselmasse durch Reinigungscompounds	90
Abbildung 5-24: Vergleich der Wechselzeit und der Materialkosten (PE-LD 1 auf PE-LD 4)	90
Abbildung 5-25: Entfernung der Reinigungscompounds (PE-LD 1 und PE-LD 4)	91
Abbildung 5-26: Konzept Online-Messsystem	92
Abbildung 5-27: Messung Online-Farbmesssystem	93
Abbildung 5-28: Steigung des Blauwertes b^*	94
Abbildung 6-1: Einflussnahme auf Produktwechselprozesse	95

Abbildung 6-2: Einsatz von CaCO ₃ bei Produktwechseln	96
Abbildung 6-3: Überschlägige Prognose des Wechselverhaltens gesamter Anlagen.....	97

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Übersicht der Messmethoden	12
Tabelle 3-1: Übersicht der Materialien	24
Tabelle 3-2: Modellparameter ausgewählter Materialien.....	28
Tabelle 3-3: Thermo-rheologische Materialparameter	37
Tabelle 4-1: Vergleich numerisch und analytisch berechneter Druckverluste	66
Tabelle 5-1: Reinigungscompounds Übersicht	89

Verzeichnis der Abkürzungen und verwendeter Formelzeichen

Abkürzungen

AFM	Rasterkraftmikroskop
ASCII	American Standard Code for Information Interchange
ASE	Anlagensensorik
ATR	abgeschwächte Totalreflexion
C ₄ H ₂ O ₃	Maleinsäureanhydrit
CaCO ₃	Calciumcarbonat
CIE	Commission International de L'Eclairage
EVOH	Ethylen-Vinylalkohol-Copolymer
FDM	Finite-Differenzen-Methode
FEM	Finite-Elemente-Methode
FTIR	Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie
FVM	Finite-Volumen-Methode
HKR	Hochdruck-Kapillarrheometer
HLMI	High-Load Melt Index
HV	Haftvermittler
IR	Infrarot
LDA	Laser-Doppler-Anemometrie
LVE	linear-viskoelastischer Bereich
MA	menschliches Auge
MFR	Schmelze-Massefließrate
MVR	Schmelze-Volumenfließrate
NIR	Nahinfrarot-Spektroskopie
NMR	Kernspinresonanzspektroskopie
PA	Polyamid
PE	Polyethylen
PEEK	Polyetheretherketon
PE-HD	Polyethylen hoher Dichte
PE-LD	Polyethylen niedriger Dichte
PE-LLD	lineares Polyethylen niedriger Dichte
PP	Polypropylen
PTFE	Polytetrafluorethylen
REM	Rasterelektronenmikroskop
SPH	Spektralphotometrie
TiO ₂	Titandioxid
UDF	benutzerdefinierte Funktion

UDM	benutzerdefinierter Speicher
UDS	benutzerdefinierte Skalare
VOF	Volume-of-Fluid Ansatz
WLF	Temperaturverschiebung nach Williams-Landel-Ferry

Formelzeichen

A	[Pa s]	Nullviskosität
a^*	[-]	Rot-Grün-Achse im CIE-L*a*b*-Farbraum
a_{b^*}	[-]	Koeffizient Exponentialfunktion
α_{bas}	[mm]	Parameter Wandabstand
a_{SC}	[-]	struktureller Verschiebungsfaktor
$a_{SC,UL}$	[-]	obere Grenze des strukturellen Verschiebungsfaktors
a_T	[-]	Temperaturverschiebungsfaktor
B	[s]	reziproke Übergangsgeschwindigkeit Carreau-Ansatz
b^*	[-]	Gelb-Blau-Achse im CIE-L*a*b*-Farbraum, Blauwert
b_{b^*}	$\left[\frac{1}{kg}\right]$	Koeffizient Exponentialfunktion
β_{grad}	[-]	Parameter Wandabstand
C	[-]	Exponent Carreau-Ansatz
c_{b^*}	[-]	Koeffizient Exponentialfunktion
d_{b^*}	$\left[\frac{1}{kg}\right]$	Koeffizient Exponentialfunktion
ΔE	[-]	Farbwert im CIE-L*a*b*-Farbraum
δ	[-]	Deformation
δ_{LVE}	[-]	Grenzwert Deformation linear visko-elastischer Bereich
ΔL_x	[m]	Abschnitt auf dem Stromfaden
Δp	[Pa]	Druckverlust
d_W	[m]	Abstand zur Wand, Kalibrierfaktor
$d_{W_{mess}}$	[m]	Abstand zur Wand, empirisch ermittelt
E_0	$\left[\frac{J}{mol}\right]$	Aktivierungsenergie
e_o	[-]	Koeffizient „repräsentativer Abstand“ kreisrundes Profil (= 0,815)
G'	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Speichermodul
G''	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Verlustmodul
$\dot{\gamma}$	$\left[\frac{1}{s}\right]$	Schergeschwindigkeit
$\dot{\gamma}_A$	$\left[\frac{1}{s}\right]$	Schergeschwindigkeit Ausgangsmaterial

$\dot{\gamma}_B$	$\left[\frac{1}{s}\right]$	Schergeschwindigkeit Zielmaterial
$\dot{\gamma}_{rep}$	$\left[\frac{1}{s}\right]$	repräsentative Schergeschwindigkeit
η	$[Pa \cdot s]$	Scherviskosität
η_{rep}	$[Pa \cdot s]$	repräsentative Scherviskosität
η^*	$[Pa \cdot s]$	komplexe Scherviskosität
η_A	$[Pa \cdot s]$	Scherviskosität Ausgangsmaterial
η_B	$[Pa \cdot s]$	Scherviskosität Zielmaterial
$\eta_{B_{rep}}$	$[Pa \cdot s]$	repräsentative Scherviskosität Zielmaterial
η_C	$[Pa \cdot s]$	Scherviskosität Zwischenstufe
J_0^e	$[-]$	lineare Gleichgewichtsnachgiebigkeit
k_0	$\left[\frac{1}{s}\right]$	Koeffizient der temperaturabhängigen Reaktionsgeschwindigkeit
L	$[m]$	Länge des Bilanzraumes
L^*	$[-]$	Helligkeitsachse im CIE-L*a*b*-Farbraum
\dot{m}	$\left[\frac{kg}{h}\right], \left[\frac{kg}{s}\right]$	Durchsatz
m_W	$[kg]$	Wechselmasse
$m_{W_{mess}}$	$[kg]$	gemessene Wechselmasse
\emptyset	$[mm]$	Durchmesser
ω	$\left[\frac{1}{s}\right]$	Kreisfrequenz
π	$[-]$	Kreiszahl ($\approx 3,14159$)
R	$[m]$	Radius
R_a	$[\mu m]$	mittlere Rauheit
r_{rep}	$[m]$	repräsentativer Radius
R_m	$\left[\frac{J}{mol \cdot K}\right]$	allgemeine Gaskonstante ($\approx 8,3143$)
R_z	$[\mu m]$	gemittelte Rautiefe
T	$[K]$	Massetemperatur
t	$[s]$	Zeit
T_0	$[K]$	Referenztemperatur der Materialparameter
τ	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Schubspannung
$\tau_{B_{rep}}$	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	repräsentative Schubspannung Zielmaterial
τ_W	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Wandschubspannung
τ_{W_A}	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Wandschubspannung Ausgangsmaterial

τ_{WB}	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Wandschubspannung Zielmaterial
τ_{WC}	$\left[\frac{N}{m^2}\right]$	Wandschubspannung Zwischenstufe
$T_{Knetter}$	$[^{\circ}C]$	Kammertemperatur Knetter
T_s	$[K]$	Standardtemperatur WLF-Ansatz
t_W	$[s]$	Wechselzeit
t_{Wmess}	$[s]$	Gemessene Wechselzeit
v_C	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Geschwindigkeit im Zellkern
v_{Cx}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Geschwindigkeit im Zellkern Komponente X-Richtung
v_{Cy}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Geschwindigkeit im Zellkern Komponente Y-Richtung
v_{Cz}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Geschwindigkeit im Zellkern Komponente Z-Richtung
\dot{V}	$\left[\frac{m^3}{s}\right]$	Volumenstrom
v_W	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Wandfließgeschwindigkeit
v_{Wmess}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	gemessene Wandfließgeschwindigkeit
v_{Wx}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Wandfließgeschwindigkeit Komponente X-Richtung
v_{Wy}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Wandfließgeschwindigkeit Komponente Y-Richtung
v_{Wz}	$\left[\frac{m}{s}\right]$	Wandfließgeschwindigkeit Komponente Z-Richtung
x_c	$[-]$	Volumenanteil
ψ	$[-]$	Umrechnungsfaktor Geschwindigkeitskomponenten

1 Einleitung

Der Einsatz von Kunststoffen ist ein fester Bestandteil des täglichen Lebens. Neben den alltäglichen Produkten, wie Verpackungen oder Baustoffe, sind ebenso spezielle Lösungen, die den Einsatz von Hochleistungswerkstoffen nötig machen, etwa im Automobilbau oder in der Medizintechnik, zu finden. Trotz dieser hohen Diversität und Spezialisierung der Anwendungsbereiche steht das Ziel der wirtschaftlichen Produktion im Vordergrund. Hierzu ist die Betrachtung von Produktwechselfvorgängen ein wichtiger Ansatzpunkt. Daraus resultieren die im Folgenden dargestellte Motivation und Zielsetzung dieser Arbeit.

1.1 Motivation

Bei der Erzeugung kontinuierlich hergestellter Waren aus Kunststoff liegt auf Produktwechselprozessen insbesondere aus ökonomischen Gesichtspunkten ein besonderes Augenmerk. Dies lässt sich leicht unter anderem dadurch begründen, dass eine Anlage während eines Wechsels, sei es der Wechsel der Produktfarbe, der Additivrezeptur oder auf einen gänzlich anderen Materialtypen, die Produktion unterbricht. Dadurch sinkt die Anlagenverfügbarkeit je mehr Zeit ein Wechsel beansprucht. Wird der Wechsel im laufenden Betrieb durchgeführt, so wird weiterhin Energie eingesetzt, die nicht zur Herstellung von vertriebsfähigen Produkten genutzt werden kann. Gleichsam fällt Ausschussware an, die meist nur teilweise in die Produktion zurückgeführt werden kann und demnach zusätzliche Kosten bei der Lagerung und Entsorgung verursacht. Alternativ hierzu werden für einen Produktwechsel komplette Anlagen heruntergefahren und die Komponenten manuell gereinigt. Wirtschaftlich ist ein solches Vorgehen meist nur bei Produkten zu rechtfertigen, die sehr hohen Qualitätsanforderungen unterliegen. Dies ist beispielsweise bei der Herstellung von Medizinprodukten, deren Verpackungen oder in der Lebensmittelbranche der Fall.

Im Allgemeinen beinhalten Verpackungen durch den direkten Kontakt mit dem Endkunden wichtige Marketingaspekte, die nicht selten zur Kaufentscheidung zu Gunsten des Produktes führen. Folglich bedingen Design-Änderungen, um die Neuheit bzw. Fortschrittlichkeit des Produktes zu betonen, und Testproduktionen wie limitierte Editionen, um einen Benchmark der Marktresonanz zu erhalten, immer kleinere Losgrößen und somit einen deutlichen Anstieg der Produktwechsel. Gleichzeitig macht der Bereich Verpackungen einen beträchtlichen Anteil des verarbeiteten Kunststoffes aus. In Europa waren es 39,4% der gesamten Produktionsmenge von 45,9 mio. t im Jahr 2013 [NN13].

Aus heutiger Sicht ist es von erheblichem wirtschaftlichem und auch ökologischem Interesse die Phänomene bei Produktwechselprozessen besser zu verstehen und strategische wie auch operative Optimierungsansätze aus einem solchen Verständnis abzuleiten.

1.2 Zielsetzung

Unter Berücksichtigung unterschiedlicher Aspekte ist die Zielsetzung dieser Arbeit, Produktwechselfvorgänge in Extrusionsprozessen wissenschaftlich zu untersuchen und beschreibbar zu machen. Kennzeichnend sind dabei Aspekte, die sich materialseitig äußern, deren Ursprung jedoch im Verarbeitungsprozess begründet liegt. Auf der Grundlage dieser Untersuchungen sind Methoden zur Prognose der Wirtschaftlichkeit von Produktwechseln zu entwickeln, die sowohl material- als auch betriebspunktabhängige Einflüsse berücksichtigen.

Diese Prognosewerkzeuge dienen neben einem besseren Verständnis der Vorgänge der anwendungsseitigen Hilfestellung bei der Durchführung von Produktwechseln zur Einsparung von Ausschussware und Energiebedarf sowie zur Erhöhung der Anlagenverfügbarkeit. Dabei wird dieses Ziel aus mehreren Blickwinkeln fokussiert:

- Identifikation relevanter Einflüsse auf den Produktwechsellverlauf
- Prognose optimaler Verarbeitungsparameter für Farb- und Materialwechsel
- Identifikation der für Wechselprozesse ungünstigen Bereiche in Extrusionswerkzeugen
- Prognose von Verweilzeiten in Extrusionswerkzeugen bei Wechselvorgängen
- Betrachtung thermo-rheologischer Phänomene im Material in Folge langer Verweilzeiten
- konzeptionelle Betrachtung chemischer Oberflächen-Schmelze-Interaktionen
- Simulation wandnaher Strömungen im mikroskopischen Bereich

Die Arbeit beschränkt sich hierbei auf schmelzeführende Bereiche von Extrusionsanlagen. Dabei sind die Teilziele im Hinblick auf drei Methoden zur Optimierung der Wechselprozesse zu betrachten:

- Anpassung der schmelzeführenden Kanalgeometrie durch Kenntnis der Verweilzeiten und des Wechselverhaltens
- Untersuchung materialeitiger Einflüsse, einschließlich der Materialien, die speziell zur Begünstigung von Wechselsituationen entwickelt werden
- Möglichkeiten zur Förderung eines möglichst schnellen und sparsamen Wechselverlaufs durch geeignete Anpassung des Betriebspunktes

Gleichwohl darf die feststoffseitige Betrachtung von Produktwechseln in Peripheriegeräten in industriellen Anwendungen im Hinblick auf die Wirtschaftlichkeit des Gesamtprozesses im Allgemeinen nicht unterschätzt werden. Ferner sind Prozesse in Schneckenkanälen oder Mischelementen nicht Gegenstand der Betrachtungen, da angenommen wird, dass die Verweilzeiten im Vergleich zu denen in Extrusionswerkzeugen bei entsprechender Auslegung deutlich geringer sind. Somit wird ein Produktwechsel hauptsächlich durch die Vorgänge im Werkzeug bestimmt. Sowohl die Betrachtung der Peripherie als auch der Schnecken und Mischelemente sind aufgrund der großen Variantenvielfalt nur bedingt verallgemeinerbar.

2 Stand der Technik

In diesem Kapitel werden neben der kurzen Zusammenfassung zum Stand der Technik ebenso Verweise zur Vertiefung einzelner Themen in der Fachliteratur gegeben. Durch diese kurze Zusammenfassung werden die Grundlagen zum Verständnis der eingesetzten Methoden und Verfahren geschaffen.

2.1 Extrusionsanlagen

Zur kontinuierlichen Verarbeitung von Halbzeugen aus Kunststoffen hat sich seit vielen Jahrzehnten das Extrusionsverfahren behauptet, welches hierzu hauptsächlich in der Variante mit nur einer Schnecke eingesetzt wird. Obwohl auch diese Variante im Laufe der Zeit den spezifischen Produktanforderungen angepasst wurde, so gibt es dennoch bei Einschneckenextrudern Standards, die in allen Anlagen zu finden sind. Eine Anlage ist in mehrere funktionelle Bereiche unterteilt, die eine unterschiedlich hohe Relevanz für die Effektivität von Produktwechseln besitzen. Dabei beeinflusst die Historie des Materials im Stoffstrom durch die Anlage die jeweils nachfolgenden Bereiche. In den ersten Bereichen wird das Material aus dem Lager als Feststoff zum Extruder gefördert. In die Förderung sind meist Dosieranlagen integriert, die entweder volumetrisch oder gravimetrisch die Stoffströme kontrollieren und eine individuelle Rezeptur aus Blends oder durch Additivierung ermöglichen. Die eigentliche Extrusionseinheit einer Anlage lässt sich in Zylinder und Schnecke unterteilen. Durch das Zusammenspiel zwischen Zylinderinnenwand und rotierender Schnecke ergeben sich ein oder je nach Geometrie mehrere Kanäle für den Stofftransport. Die Schnecke wird üblicherweise aus verfahrenstechnischer Sicht in unterschiedliche funktionelle Zonen eingeteilt. Neben der feststofffördernden Einzugszone und der anschließenden Plastifizierzone ist eine Meteringzone zur thermischen und stofflichen Homogenisierung der Schmelze vorgesehen. Über Adapter und Schmelzeleitungen gelangt das Material in das formgebende Extrusionswerkzeug. Zwischen Extruder und Werkzeug sind je nach Produkt weitere Anlagenkomponenten notwendig, die Einfluss auf einen Wechselvorgang nehmen. Filter und Siebe dienen zum Entfernen von Fremdkörpern sowie Verunreinigungen aus der Schmelze, wobei diese Elemente meist im laufenden Betrieb gewechselt werden. In Schmelzeleitungen, die dem Extruder nachfolgen, werden statische Mischteile zur Homogenisierung eingesetzt. Schmelze- oder Zahnradpumpen gleichen pulsierende Durchsätze aus, die vor allem in Einschneckenextrudern vorkommen. Weiterhin wird effizient ein Druckaufbau erzeugt. Abschließend wird das Produkt in den Nachfolgeeinrichtungen abgekühlt, kalibriert und konfektioniert [Po88, Ra01, Mi09].

2.2 Produktwechsel

Um einen Produktwechsel durchzuführen, sind je nach Zielvorgabe mehrere Maßnahmen gängig. Bei einem Dimensionswechsel werden lediglich der Betriebspunkt der Anlage und die Konfiguration der Nachfolgeeinrichtungen umgestellt. Bei der Umstellung auf ein anderes Profil werden die entsprechenden Komponenten der Anlage ausgetauscht. Die Produkteigenschaften werden durch das Wechseln des Materials oder der Einfärbung erreicht. In dieser Arbeit werden unter Produktwechseln vornehmlich Farb- und Materialwechsel verstanden. Die Einflüsse einzelner Anlagenbereiche auf Produktwechsel sind systematisch entlang des Stoffstromes zu analysieren, um Überlagerungen der

Einflüsse auf den Wechsel aus den vorhergehenden Bereichen zu vermindern oder gänzlich zu vermeiden. Bevor der Feststoffstrom zur Verarbeitung in einen Extruder gelangt, sind mehrere Arten der Lager- und Förderwege in der Peripherie möglich. Unter Vernachlässigung von Fehlern in der Handhabung, beispielsweise durch Vertauschen von Stoffströmen oder Versorgungseinheiten, sind einige dieser Bereiche dennoch bereits kritisch für Produktumstellungen. In Abbildung 2-1 sind die gängigen Lager- und Fördereinrichtungen in einem Betrieb im Überblick dargestellt.

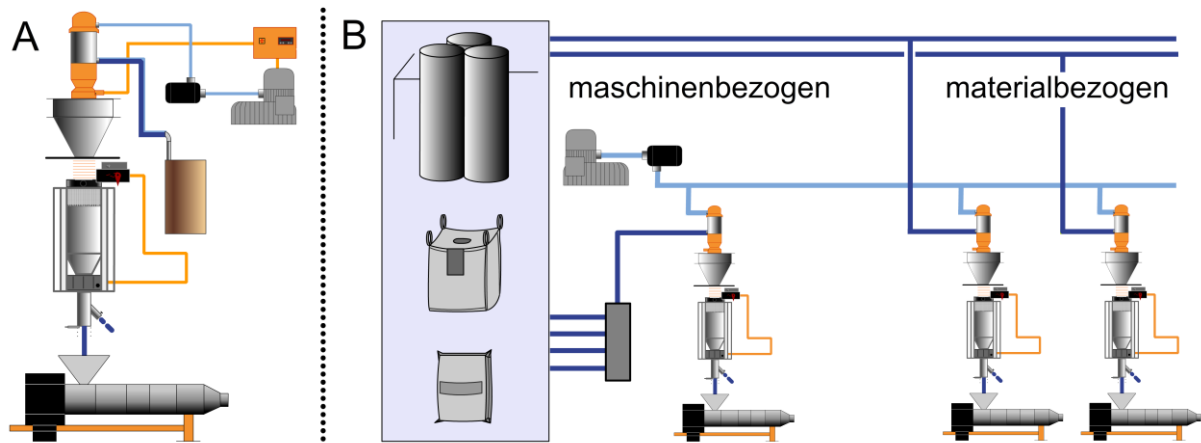


Abbildung 2-1: Darstellung der Materialströme

Bei Produktwechseln in einem Silo sind Restbestände von altem Material problematisch für die Produktqualität, da diese unkontrolliert im Laufe der Verarbeitung in den Materialstrom gelangen [Pi99]. Bei der Förderung zur Verarbeitungsanlage sind je nach Anwendung dezentrale (A) und zentrale (B) Materialversorgungen gängig. Bei einer dezentralen Versorgung sind die Leitungen, der Materialabscheider und Graviemtrie- sowie Trichtereinheiten auf verbliebene Materialreste zu prüfen. Dies ist bei einer Umstellung im laufenden Betrieb schwierig. Bei der Produktion von Blasfolien sind auch kleinste Restmengen von altem Material noch im Produkt zu erkennen. Dies ist gerade dann besonders kritisch, wenn ein Wechsel in den schmelzeführenden Anlagenteilen schon abgeschlossen ist und der Betrieb auf Produktionsbedingungen umgestellt wurde.

Bei einer zentralen Versorgung sind zwei Methoden der Stoffstromverteilung gängig, wobei ebenfalls die jeweiligen lokalen Zuleitungen, Materialabscheider, Gravimetrie- und Trichtereinheiten an den Extrusionsanlagen von Restmaterial zu reinigen sind, wie bei der dezentralen Variante. Um Restmengen in langen Leitungswegen vom Lager zur Verarbeitungsanlage zu vermeiden, sind bei einer materialbezogenen Förderung alle Stoffströme getrennt bzw. jedes Material hat eine eigene Leitung, an welche die Verarbeitungsanlagen angekoppelt werden. Als Nachteil tritt hierbei jedoch das verbliebene Material in Leitungsabschnitten auf, die längere Zeit nicht genutzt werden. Durch die langen Verweilzeiten ist eine Änderung der Materialeigenschaften nicht ausgeschlossen.

Bei einer maschinenbezogenen Versorgung werden die Stoffströme bis zu einem Kupplungsbahnhof materialbezogen gefördert, wobei die Verweilzeiten in den Leitungen kontrollierbar sind. Nach diesem führen jedoch Leitungen zu den einzelnen Anlagen, die bei einer Produktumstellung zunächst vollständig von Resten befreit werden müssen. Ebenso sind in den Dosieranlagen Überreste von Materialien und Additiven restlos zu entfernen.

Unaufgeschmolzenes Material ist vergleichsweise leichter handhabbar, da dieses die Leitungen nicht benetzt.

Das Material wird im Extruder plastifiziert und entlang des Schneckenkanals ist aufgrund der Schleppströmungen ein effizientes Wechselverhalten anzunehmen. Da der Extruder jedoch auch über die Betriebspunkte im Werkzeug entscheidet, werden in [Xu06] Variationen des Durchsatzes vorgeschlagen. Bei Mehrschichtprozessen ist dies bei geschickter Steuerung der einzelnen Extruder ohne eine Veränderung des Gesamtdurchsatzes möglich [PK01].

In Bereichen reiner Druckströmung sind je nach Geometrie hohe Verluste an Wechselmasse zu erwarten. Dies trifft auf eine Vielzahl von dynamischen Mischteilen, aber insbesondere auf statische Mischteile zu. Hohe Verweilzeiten im System entstehen auch durch Schnecken spitzen, die koaxial zur Rotationsachse liegen. Um dem vorzubeugen, werden moderne Schnecken so ausgelegt, dass deren Spitze außermittig positioniert ist. Nach Austritt aus dem Extruder beginnen die Schmelzeleitungen und Vorverteilungssysteme ins Extrusionswerkzeug. Entlang des Stoffstromes sind diese zum Teil sehr komplexen Geometrien durch die reine Abhängigkeit der Wechsel von der Druckströmung bis zum Werkzeugaustritt besonders kritisch. Davon ausgenommen sind optionale Systeme wie Schmelzepumpen, da auch hier Schleppströmungen für effiziente Wechselvorgänge sorgen. Ein weiteres optionales Element vor dem Werkzeug, welches sich unter Umständen kritisch auf den Wechselvorgang auswirkt, ist der Schmelzefilter mit Siebwechslern [Xu06]. Dabei steht die Fragestellung, wann ein wirtschaftlicher Wechsel des Siebes sinnvoll ist, im Vordergrund. Nachfolgeeinrichtungen wie Kühlung, Kalibrierung und Konfektionierung werden im Laufe des Wechsels auf das Zielmaterial eingestellt, wobei in einigen Fällen nicht die kompletten Nachfolgeeinrichtungen durchlaufen werden. In diesem Bereich wird üblicherweise die Qualitätssicherung des Produktes durchgeführt und je nach Möglichkeit der Wechselverlauf beurteilt.

2.3 Extrusionswerkzeuge

Die Aufgabe von Extrusionswerkzeugen ist das Urformen der Kunststoffschmelze zu einem qualitativ hochwertigen Halbzeug. Hierbei wird vor allem erwartet, dass die Produkteigenschaften möglichst homogen sind. Daher wird eine möglichst gleichmäßige Verteilung der Schmelze am Austritt und der Fließgeschichte des Materials im Werkzeug angestrebt. Aus Sicht der Wirtschaftlichkeit sind dabei selbst bei komplexen Kanal- und Verteilergeometrien die Druckverluste möglichst gering zu halten.

Grundsätzlich werden Extrusionswerkzeuge nach Form des Austrittsspalt in kreis- oder profilförmig unterteilt. Die Werkzeuge mit kreisförmigem Austrittsspalt finden dabei hauptsächlich Anwendung in der Blasfolien- oder Rohrextrusion sowie bei Erzeugung eines Schmelzeschlauches beim Extrusionsblasformen. Unterschiedliche Arten von Flachfolien, Platten und Profile werden mit profilförmigem Werkzeugaustritt erzeugt [Fi01, Ra01, Mi09 Sa11].

2.4 Manuelle Reinigungsmethoden

Im industriellen Alltag ist die verbreitetste Methode der manuellen Reinigung das Abbürsten der aufgeheizten Kanaloberflächen. Dabei werden die Kanäle aufwendig mit Borsten aus einem weicheren Metall behandelt, um die Oberflächen nicht zu schädigen. Um diesen

Reinigungsprozess zu unterstützen, der vor allem personalintensiv ist und zu hohen Verlusten in der Anlagenverfügbarkeit führt, kommen dennoch nicht selten abrasive Reiniger (z.B. Scheuermittel mit hohen Anteilen aus Quarzmehl oder Marmormehl) als Hilfsmittel zum Einsatz. Alternativ werden kleinere schmelzeführende Teile in Pyrolyseöfen gereinigt. Dabei werden die metallischen Komponenten auf Temperaturen über der Zersetzungstemperatur der meisten Kunststoffarten erhitzt und die organischen Bestandteile vergast. Dieses Verfahren erfordert einen hohen Zeitaufwand, insbesondere sofern keine eigene Pyrolyseanlage vorhanden ist und die Reinigung extern beauftragt werden muss. Zur Reinigung kleiner Innenradien und Spalte, wie beispielsweise in Sieben, lässt sich das Vergasen durch Pyrolyse dennoch wirtschaftlich anwenden [Ka00].

Eine Beschleunigung der manuellen Reinigung lässt sich durch ein Abstrahlen der organischen Rückstände von den metallischen Oberflächen erreichen. Da dieses Abstrahlen die Oberflächentopologie jedoch nicht verändern darf, ist ein spezielles Verfahren für Kunststoffe und Lacke auf dem Markt vorhanden. Bei diesem wird Trockeneis (gefrorenes Kohlendioxidgas) als Substrat verwendet und entweder als Granulat oder in Form abgeriebener Fragmente aus ganzen Blöcken in den Strahler eingeführt. Durch das Auftreffen des kalten Substrates auf die heiße Oberfläche der schmelzeführenden Teile sublimiert das Kohlendioxid und erzeugt eine kleine lokale Thermoschockreaktion am haftenden Kunststoffrest. Dadurch platzen die Kunststoffreste ab und es ist möglich ohne abrasive Effekte zu reinigen [Gi07].

2.5 Reinigungscompounds

Wie ein Benchmark unterschiedlicher Unternehmen in [WH11] gezeigt hat, wird häufig eine dritte Materialart als Stufe zwischen den eigentlichen Wechselepartnern eingesetzt, um einen Wechsellvorgang zu beschleunigen. Hierzu werden unter anderem Materialien genutzt, die speziell für diese Zwecke entwickelt werden. Eine umfassende Untersuchung dieser Compounds und Zusätze erfordert einen erheblichen Aufwand. Einerseits ist eine große Vielfalt an sehr unterschiedlichen chemischen Stoffen auf dem Markt erhältlich. Die genaue Zusammensetzung ist dabei vertraulich, da kleine und mittlere Unternehmen als Hersteller meist auf dieses Know-how als Geschäftsgrundlage angewiesen sind. Andererseits ist die Wirkung auf Phänomene wie Beläge und Ablagerungen im Labormaßstab nicht ohne weitere Maßnahmen zu beurteilen.

Dennoch gelingt es in [Gi07] eine Übersicht unterschiedlicher kommerziell erhältlicher Reinigungscompounds zu erstellen. Daneben sind ebenso Angaben passender Compounds zu gängigen Ausgangsmaterialien wie auch empfohlene Betriebstemperaturen während der Wechsel enthalten. Neben der Auflistung kommerzieller Compounds sind auch Hinweise auf Wechsel unterschiedlicher Materialarten mit Massenkunststoffen als Zielmaterial zur vereinfachten Entfernung der Ausgangsmaterialien aus dem System angegeben. Letzteres wird der ersten Gruppe der folgenden Kategorisierung von Reinigungscompounds zugeordnet.

1. Mechanisch wirkend
2. Abrasive Füllstoffe
3. Chemisch wirkend
4. Grenzflächenaktive Substanzen

Unter mechanischer Wirkung wird in diesem Fall der Einfluss der Viskosität verstanden. Mit Hilfe abrasiver Füllstoffe sollen die Kanaloberflächen ähnlich den Methoden der manuellen Reinigung von Resten des Ausgangsmaterials befreit werden. Wie in [Me93] jedoch gezeigt wird, sind abrasive Effekte in schmelzeführenden Bereichen lediglich im Spalt zwischen Schneckensteg und Zylinderwand zu erwarten, so dass vermeintlich abrasive Effekte vermutlich mit Partikeleffekten in einer Scherströmung, wie sie in Kapitel 2.7 in einer Modellvorstellung beschrieben ist, zusammenhängen.

Bei chemisch wirkenden Reinigungscompounds werden die Kettenlängen der Ausgangsmaterialien in einer Reaktion aufgetrennt. Dadurch wird die Viskosität des Ausgangsmaterials gesenkt und eine Verdrängung durch das Zielmaterial vereinfacht. Mit Hilfe grenzflächenaktiver Substanzen soll die Adhäsion zwischen Metalloberfläche und Ausgangsmaterial gesenkt werden. Die Angaben dieses Grundlagenwerks zu den einzelnen Compounds sind auf Grundlage der Herstellerangaben verfasst. In [Go02] werden Reinigungscompounds im Versuchsrahmen von Farbwechseln an einer Blasfolienanlage untersucht. Dabei wird festgestellt, dass grundsätzlich alle untersuchten Reinigungscompounds einen positiven Effekt auf eine Einsparung an Wechselmasse hatten. Besonders hervorgehoben werden Materialien, die eine Kombination aus der oben genannten zweiten und vierten Kategorie sind.

Insgesamt ist eine Vielzahl von unterschiedlichen Reinigungscompounds kommerziell erhältlich und eine große Zahl hiervon ist patentiert [Ba87, Co97, Es98, Bl03, Dh12].

2.6 Messmethoden Farb- und Materialwechsel

Die Erfassung von Farb- und Materialwechseln ist nicht trivial, da materialabhängig sehr dünne Schichten des Ausgangsmaterials detektiert werden müssen. Die Wahl eines geeigneten Messverfahrens ist insofern von Bedeutung, da es neben dem Kriterium der Anwendbarkeit des physikalischen Prinzips auch weitere Argumente, wie beispielsweise die Auflösengenauigkeit, berücksichtigt. Hierbei gilt, dass sich die Auflösengenauigkeit im optimalen Fall nach den Einflüssen des Restmaterials auf das Endprodukt richtet. Wird beispielsweise ein dickwandiges Rohr im Vergleich zu einer dünnen Verpackungsfolie betrachtet, so beeinflusst restliches Ausgangsmaterial beim Rohr erst in höheren Konzentrationen die Produktqualität.

2.6.1 Das menschliche Auge

Das menschliche Auge (Abk. MA) ist in der Lage sehr kleine Details wahrzunehmen und wird, wie ein Benchmark in der verarbeitenden Industrie zeigt, nach wie vor häufig zur Beurteilung des Zeitpunktes eingesetzt, zu dem ein Wechsel abgeschlossen ist. Hierzu wird im Produktionsumfeld für eine optimale Beleuchtung des Produktes gesorgt [Gr06]. Je erfahrener die beurteilende Person ist, desto effektiver wird der angemessene Zeitpunkt zur Umstellung auf die Produktion erkannt. Da persönliche Erfahrung auf die Beurteilung ebenso Einfluss nehmen, wie die Sehkraft und der Ermüdungszustand oder der emotionale Zustand des Betrachters, ist diese Art der Beurteilung über längere Zeitperioden nur bedingt geeignet.

2.6.2 Anlagensensorik

Einem Benchmark zufolge wird von einigen verarbeitenden Unternehmen die Auswertung des Massedruckes, der Stromaufnahme des Antriebes am Extruder und der Massetemperatur genutzt, um Aussagen über das Fortschreiten von Produktwechseln zu treffen [WH11]. Moderne Schmelze-Drucksensoren für Extrusionsanwendungen haben laut [Kr09] eine Messgenauigkeit von 0,1%. Der Gegendruck in Extrusionswerkzeugen wird stark von den Materialeigenschaften des Kunststoffes beeinflusst. Aus der Anlagensteuerung werden hierzu die Druckwerte während des Wechsels über der Wechselzeit betrachtet. Sobald keine Änderung der Werte mehr erkennbar ist, wird angenommen, dass der Wechsel abgeschlossen ist. Beobachtungen in der gleichen Weise erfolgen für den zeitlichen Verlauf der Massetemperatur oder die Stromaufnahme am Antrieb.

Zwar ist die Messgenauigkeit der verfügbaren Sensorik an sich hoch, zur Erfassung sehr dünner Randschichten des Ausgangsmaterials ist die vorhandene Anlagensensorik (Abk. ASE) aus unterschiedlichen Gründen jedoch weder ausgelegt noch geeignet. Zur Detektion eines abgeschlossenen Wechsels sind jedoch gerade diese dünnen Randschichten entscheidend. Wird beispielsweise ein Wendelverteilerwerkzeug zur Herstellung dünnwandiger Folien betrachtet, so sind auch kleinste Restmengen an Ausgangsmaterial einflussnehmend auf die Produktqualität. Die kleinen Druckunterschiede sobald das Ausgangsmaterial das System verlässt sind jedoch gerade bei hohen Werkzeugegendrücken nicht zu erfassen. Die Massetemperatur der Schmelze wird üblicherweise in der Kanalmitte detektiert und gerade die Störgröße der temperierten Kanalwand vom Sensorkopf abgeschirmt. Die verbliebenen Restmengen an Ausgangsmaterial sind jedoch genau an der Kanalwand zu finden. Die Stromaufnahme des Antriebs am Extruder wird neben der Dissipation der Materialien vor allem durch die Feststoffförderung beeinflusst. Keine der beiden Größen liefert Hinweise auf dünne Randschichten von Ausgangsmaterial an den Kanalwänden.

2.6.3 Spektralphotometrie (Farbmessung)

Mit Hilfe eines Spektralphotometers (Abk. SPH) wird eine Oberfläche durch eine Lichtquelle bestrahlt und die reflektierte Strahlung gemessen. Bei der Messung wird das Licht in schmale Banden der Spektralfarben zerlegt und die Intensität jeder dieser Banden bestimmt. Daraus werden die einzelnen Farbwerte errechnet und direkt in den CIE- $L^*a^*b^*$ -Farbraum (CIE: Commission International de L'Eclairage) überführt. Dieser sphärische Farbraum definiert sich durch Ebenen auf einer Helligkeitsachse ($\pm L^*$), wobei diese als kreisförmige Flächen durch zwei Achsen bestimmt werden. Diese Achsen reichen jeweils bis zu den Maximalwerten der Komplementärfarben grün ($-a^*$) und rot ($+a^*$) sowie blau ($-b^*$) und gelb ($+b^*$). Dadurch erhält jeder einzelne Farbwert eine Koordinate im Farbraum [La98, Vö01]. Zur Erfassung des Fortschritts von Farbwechseluntersuchungen wird diese Methode in [Gr06, Ni06, WH11] in Verbindung mit unterschiedlichen Farbmasterbatches als Indikator (Tracermaterial) eingesetzt.

Die Farbmessung mittels Spektralphotometrie hat sich in der Vergangenheit [Gr06, Ni06, WH11] bereits bewährt und wird im Rahmen dieser Arbeit zunächst aufgrund der vorhandenen Erfahrungswerte gewählt. Im Vergleich zu den übrigen Messmethoden bleibt diese Wahl vor allem aufgrund der Ausgewogenheit zwischen der Handhabung vieler Messpunkte und der Messgenauigkeit bestehen. Ferner sind neben Messungen an Folien

auch erstarrte Schmelzproben der in Kapitel 4.1 näher erläuterten Rundstranggeometrie möglich. In Kapitel 5.1 wird die Versuchsdurchführung zur Messung des Wechselfortschritts mittels Spektralphotometrie detailliert am konkreten Anwendungsfall erläutert und bewertet. Des Weiteren wird in Kapitel 5.6 das Konzept einer Online-Messvariante vorgestellt, die den Versuchsaufwand erheblich verringert. Dieses Konzept ist nicht mit dem in [Ma11] vorgestellten Inline-Spektrometer gleichzusetzen. Das Inline-System erfasst gemittelte Farbwerte der Schmelze im Kanal und nicht explizit an der Wand.

2.6.4 Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (FTIR)

Die Möglichkeiten zur Erfassung von Wechselprozessen einer Flachfolie mit Hilfe eines Inline-Nahinfrarot(NIR)-Spektrometers werden in [Wi10] vorgestellt. Dabei wird die Transmission bzw. als deren Kehrwert die Absorption der elektromagnetischen Wellen im Bereich des infraroten Lichtes durch die Folienprobe bestimmt. Es kommt dabei zu einer Wechselwirkung zwischen den Wellen und den Molekülgruppen der untersuchten Probe. Bei der Auswertung wird mit Hilfe einer Fourier-Transformation die jeweilige Intensität der Transmission einem Band der Wellenzahl zugeordnet. In einer Variante des Messverfahrens, der Messung durch abgeschwächte Totalreflexion (ATR), wird die Absorption der IR-Strahlung an einer dünnen Probenoberfläche anhand der Reflexion erfasst.

Materialien ähnlicher Molekülstruktur oder Farbwechsel sind mittels Infrarotspektroskopie meist nur erschwert zu detektieren, da gerade im Fingerprintbereich der Messung, dem für ein Material charakteristischen Wellenzahlbereich, die Unterschiede in den Spektren nur gering sind. Es bietet sich daher an, auch hier ein Tracermaterial einzusetzen. In Vorarbeiten wurden Messungen mit Hilfe eines offline arbeitenden, klassischen Laborinfrarotspektrometers (MIR) vorgenommen. Es zeigte sich anhand von zwei Folienproben aus PE-HD, dass sich ein blaues Farbmasterbatch in den Spektrenbanden zwischen 1155 cm^{-1} und 900 cm^{-1} anhand des charakteristischen Absorptionsverhaltens nachweisen lässt (Abbildung 2-2).

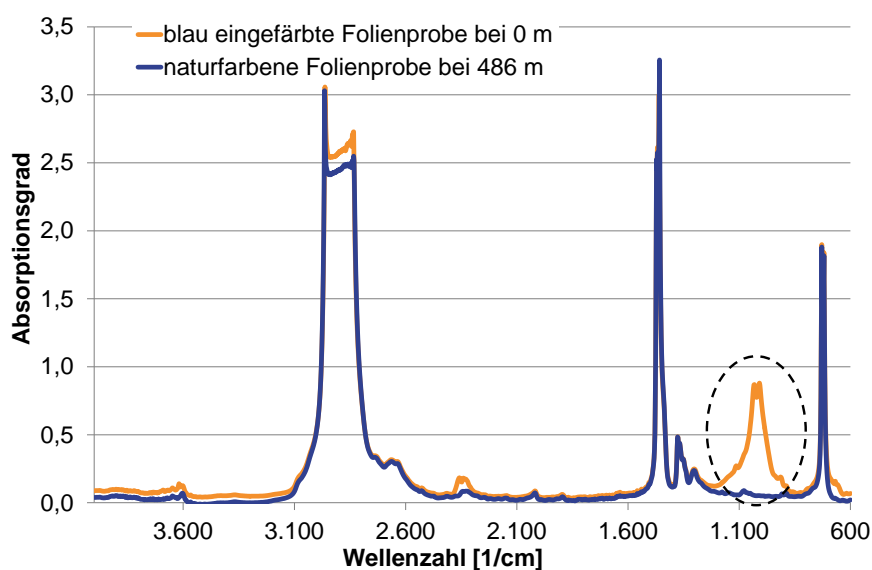


Abbildung 2-2: FTIR - Absorptionsspektren eingefärbter und naturfarbener Folienproben

2.6.5 Weißlichtinterferometrie

Bei der Weißlichtinterferometrie (Abk. WLI) wird aus der Auswertung von Interferenzen zwischen den Reflektionen eines geteilten Lichtstrahls von einer Probenoberfläche und einem Referenzspiegel eine Höhenposition bestimmt [La00, Se04, Ma12]. Vornehmlich findet das Verfahren daher Anwendung bei der Vermessung von Oberflächentopologien. In [Kn11] wird dieses Messprinzip jedoch dazu genutzt, Schichtdickenmessungen bei transparenten Mehrschichtfolien zu ermöglichen. Das vorgestellte kommerziell vertriebene System erlaubt es, Schichtdicken durch Transmission im Mikrometerbereich zu erfassen.

Standardsensoren und hochauflösende Sensoren der Firma ISIS Sentronics GmbH sind laut [Kn11] in der Lage, Messbereiche von 5 bis 200 μm bzw. von 0,3 bis 15 μm Schichtdicke abzudecken. Bei konstant geregelten, coextrudierten Schichten eignet sich dieses Verfahren zur Prozess- und Produktqualitätsüberwachung der einzelnen Schichten. Bei der Messung von Schichtdicken in solch kleinen Skalen ist eine Anwendung in den ersten Stadien eines Wechsels, bei sehr viel höheren Schichtdicken des Ausgangsmaterials nicht möglich. Im abschließenden Stadium sind nur noch sehr dünne Schichten des Ausgangsmaterials an der Wand bzw. an der Außenkontur des Produktes vorhanden, so dass sich hierbei das Messverfahren zur exakten Eingrenzung des Wechselabschlusses anwenden lässt. Durch das physikalische Messprinzip ist dieses Messverfahren jedoch stark vom Brechungsindex der Komponenten der Mehrschichtfolien abhängig. Somit ist nicht einwandfrei gewährleistet, dass Polymere der gleichen Art sich im Brechungsindex deutlich genug voneinander unterscheiden, um Messungen erfolgreich durchzuführen. In Vorversuchen zu Materialwechselln zwischen Polyethylen-Typen niedriger Dichte (PE-LD) unterschiedlicher Viskositätsniveaus (vgl. Kap. 3.2.: PE-LD 1 und PE-LD 4) sind in diesem Zusammenhang keine aussagekräftigen Ergebnisse hinsichtlich der unterschiedlichen Schichtdicken erzielt worden.

2.6.6 Laser-Doppler-Anemometrie (LDA)

In [Sc99] wird detailliert dargestellt, wie mittels Laser Doppler Anemometrie (LDA) in einem speziellen Werkzeug Geschwindigkeitsprofile messbar sind. Zur Validierung der Methode wird ein Vergleich zwischen dem gemessenen und dem aus dem Strömungsprofil errechneten Durchsatz durchgeführt. Dabei liegt die Abweichung lediglich bei 1%. Durch Hinzugabe von TiO_2 Partikeln kann die Auflösung der Geschwindigkeiten in den Bereich von 250 $\mu\text{m/s}$ verfeinert werden. Diese Auflösung entspricht theoretisch bestimmten Geschwindigkeiten an der Wand (vgl. Kap. 4.2). Doch gerade bei der Analyse der Strömung an der Wand ist die Auflösung der Messmethode begrenzt. In [Mü01] wird die Anwendung der LDA auf die Analyse von strömungsmechanisch interessanten Strömungsgebieten demonstriert. Am Beispiel des Einlaufgebietes einer Kapillarströmung lässt sich die Abhängigkeit unterschiedlich ausgeprägter wirbelförmiger Strömungen vom Materialaufbau und verfahrenstechnischen Parametern wie der Massetemperatur beobachten. Von der erweiterten Anwendung des Verfahrens auf die gezielte Untersuchung von Wandgleiteteffekten wird in [Me05] berichtet.

Das Auftreten des „sharkskin“-Defektes ist weiterführend mit der LDA in [Bu10] analysiert worden. Ungleichheiten in der Geschwindigkeitsverteilung quer zur Strömungsrichtung bei Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD) und linearem Polyethylen niedriger Dichte (PE-LLD) in einer schlitzförmigen Geometrie werden in diesem Zusammenhang als Ursache in Betracht

gezogen. Das Messverfahren ist somit auf dem Gebiet der Beurteilung von Wandgleiteffekten seit mehreren Jahren etabliert und somit Stand der Technik.

Eine Messung von Strömungsgeschwindigkeiten ist im Hinblick auf eine Validierung von Modellvorstellungen und Simulationsergebnissen sehr nützlich. Bei dem vorgestellten Verfahren werden jedoch gerade die Geschwindigkeiten an der Kanalwand extrapoliert, so dass es bei sehr kleinen Geschwindigkeiten zu Ungenauigkeiten kommt. Zur Lösung der Aufgabenstellung in dieser Arbeit wird dieses komplexe Messsystem daher nicht weiter berücksichtigt.

2.6.7 Kernspinresonanzspektroskopie (NMR)

Zur Unterscheidung einzelner Materialphasen (Ausgangs- bzw. Zielmaterial) an erstarrten Kunststoffproben ist das NMR-Verfahren getestet worden. In erster Linie lassen sich, wie in [Ad10] beschrieben, die Phasen anhand ihrer morphologischen Unterschiede, Kettendynamik und Zusammensetzung identifizieren. Hierzu ist ein spezielles mobiles Messgerät eingesetzt worden, welches unter dem Namen „NMR-Mouse“ vertrieben wird. Der Aufbau sowie die Funktionsweise des Verfahrens sind in [Bl98] beschrieben. Zunächst werden Atomkerne in der Probe durch magnetische Felder ausgerichtet und zur Schwingung angeregt. Dabei sind Resonanzfrequenzen messbar und es ergibt sich so ein auswertbares Spektrum. Die longitudinale NMR-Relaxationszeit T_1 wird vor allem ausgewertet, um festzustellen welcher Zeitabstand zwischen zwei Messungen derselben Probe nicht unterschritten werden darf, damit thermische Störeinflüsse ausgeschlossen werden. Materialphasen werden mittels der charakteristischen transversalen NMR-Relaxationszeit T_2 unterscheidbar.

Erste Voruntersuchungen des Wechselverlaufs an Proben mit zwei Polyethylen-Typen niedriger Dichte (PE-LD) unterschiedlicher Viskositätsniveaus (vgl. Kap 3.2.: PE-LD 1 und PE-LD 4) als Wechsellieferanten lieferten durch Messungen mit der Kernspinresonanzspektroskopie keine erkennbaren Unterschiede in den NMR-Relaxationszeiten T_2 , die eine Beurteilung der Schichtgrenze zwischen beiden Materialien erlaubt. Dies ist vermutlich auf Ähnlichkeiten bezüglich der Morphologie, aber auch des molekularen Aufbaus, beispielsweise mit Molekulargewichtsverteilungen gleicher Form und sich überschneidender Mengen gleicher Kettenlängen, zu erklären.

2.6.8 Übersicht der Messmethoden

Im Folgenden wird die Beurteilung der Messsysteme in einer Übersicht zusammengefasst (Tabelle 2-1). Dabei ergibt sich im konkreten Fall die beste Eignung zur Feststellung des abgeschlossenen Wechselvorgangs durch die Detektion eines Tracers im Ausgangsmaterial mittels Spektralphotometrie. Im weiteren Verlauf der Arbeit wird daher auf diese Messmethode zurückgegriffen.

Tabelle 2-1: Übersicht der Messmethoden

NMR	LDA	WLI	FTIR	SPH	ASE	MA	Physikalische Grundlage
Magnetisch, Anregung von Atomkernen	Optisch, Dopplereffekt	Optisch, Transmission	Optisch, Transmission	Optisch, Reflektion	Kontakt, elektrische Spannung	Optisch, biologisch	
Nachweis von Materialien, Morphologie	Geschwindigkeiten	Topologie, Schichtdicke	Nachweis von Materialien	Qualitätssicherung	Prozessüberwachung	Sichtkontrolle, Qualitätssicherung	Typische Anwendung
Keines	Titandioxid	Keines	evtl. Pigmente als Tracer	Farbpigmente	Keines	Farbpigmente	Tracermaterial
NMR-Mouse, Magritek Ltd.	Eigenbau, Universität Erlangen-Nürnberg	StraDex f2, ISIS sentronics GmbH	Prestige 21, Shimadzu Deutschland GmbH	Spektro-Guide sphere, BYK-Gardner GmbH	Drucksensor DA, Gneuß Kunststofftechnik GmbH	keines	Gerät
5 µm	250 µm/s	5 µm bzw. 0,3 µm	0,5 cm ⁻¹	0,2 ΔE*	0,1 % vom Endwert	keine Angabe	Genauigkeit
Keine Unterscheidung ähnlicher Materialien	Wandgeschwindigkeiten extrapoliert, hoher Aufwand	Keine Unterscheidung ähnlicher Materialien	Mit Tracer bei ähnlichen Materialien, hoher Aufwand	Zufriedenstellen- des Verhältnis von Aufwand zu Genauigkeit	Ungeeignet zur Detektion von Randschichten	Subjektiv, nicht vergleichbar	Beurteilung

2.7 Geschwindigkeiten an der Wand und Wandgleiteffekte

Aus wissenschaftlicher Sicht ist die Betrachtung von Vorgängen in den Randschichten strömender Fluide von großem Interesse und Gegenstand einer großen Bandbreite an Untersuchungen. Ein beträchtlicher Unterschied in den Arbeiten besteht maßgeblich hinsichtlich der betrachteten Medien und der Oberflächen, entlang derer eine Strömung ausgebildet wird. Im Fokus der wissenschaftlichen Analyse strömender Kunststoffschmelzen liegen dabei das Medium selbst sowie die strömungsmechanischen Besonderheiten. Aufgrund ihres makromolekularen Aufbaus verhalten sich Kunststoffschmelzen dabei sowohl strukturviskos als auch viskoelastisch.

Viskoelastische Phänomene inner- und außerhalb von Kanalströmungen sind seit langem Gegenstand der Untersuchung von Fließinstabilitäten. Dabei steht die strömungsmechanische Interaktion zwischen Kunststoffschmelze und Kanalwand in Verbindung mit der Oberflächenqualität des Produkts. Es ist daher kaum verwunderlich, dass bereits eine große Anzahl unterschiedlicher Oberflächenbeschichtungen und Kanalwerkstoffe im Zusammenhang mit der Schmelze- bzw. Produktqualität miteinander verglichen wurden. Im Hinblick auf die Extrudatqualität zeigten verschiedene Kanalwerkstoffe signifikante Unterschiede. In [Gh99] werden Untersuchungen an Werkzeugen aus Messing durchgeführt und in [Se02] um beschichtete Oberflächen aus Polyetheretherketon (PEEK) und Polytetrafluorethylen (PTFE) ergänzt. In beiden Fällen ist ein deutlicher Einfluss des Oberflächenwerkstoffs auf Wandgleiteffekte erkennbar.

Wie in [La92] gezeigt wird, lassen sich Instabilitäten und damit verbundene Oberflächenfehler auch nach Fließsituationen untergliedern. Oberflächenfehler im extrudierten Produkt lassen sich mit Wandgleiteffekten in Verbindung bringen, obwohl die Ursachen von Fließinstabilitäten aus heutiger Sicht nicht unmittelbar verallgemeinerbar sind. Verursachende Faktoren von Gleiteffekten sind jedoch nach wie vor Gegenstand der Untersuchungen und der wissenschaftlichen Diskussion.

In [Ko11], einem Grundlagenwerk für Schmelzebruchphänomene, findet sich eine Übersicht kritischer Schubspannungen für verschiedene Materialien, deren Überschreitung nach Analyse mehrerer Autoren Wandgleiten zur Folge hat. In [Br92] werden Wandgleiteffekte nach Übersteigen einer kritischen Schubspannung anhand von Makromolekülketten untersucht, die zuvor auf einer Metalloberfläche aufgepropft wurden und aneinander abgleiten. Ein weiteres Beispiel aus der Literatur im Hinblick auf kritische Schubspannungen als Auslöser von Gleitphänomenen liefert [Ha92], worin auch Einflüsse des Druckes und Normalspannungen mit in die Untersuchungen einbezogen werden.

Ein Verständnismodell zur Beschreibung dieser Vorgänge ist in [Wa97] vorgestellt. Darin wird die Neigung von Molekülketten zum Verknäulen („entanglement“) im Zusammenhang mit Gleiteffekten diskutiert. Dabei kommt es nach Überschreiten der kritischen Schubspannung zu einem Entknäulen („detanglement“) der Molekülketten nahe sowie in direkter Verbindung zur Kanalwand und dadurch verursacht zu einem Grenzschichten-Abbau („interfacial breakdown“). Diese Modellvorstellungen erscheinen ebenso noch in aktuelleren Veröffentlichungen als Stand der Technik, wie beispielsweise in [De09], wo ein allgemeiner Überblick über Einflüsse und Randbedingungen bei der Simulation des Prozessverhaltens von Kunststoffschmelze gegeben wird.

Wandgleiteneffekte und damit Schmelzebruchphänomene werden in [Ka87] auf ein Versagen der Adhäsion zwischen Kanaloberfläche und Schmelze zurückgeführt. Hierbei korreliert ein solches Versagen der Adhäsion mit periodisch auftretenden Oberflächenfehlern. Der Einfluss der Adhäsion wird in einem aktuelleren Überblick über zahlreiche thematisch zusammenhängende Veröffentlichungen breitgefächert in [Ha11] dargestellt. Im Gegensatz zu einem „klassischen“ Gleiten durch Adhäsionsversagen wird in [Es03] ein kohäsives Versagen in den Randschichten nachgewiesen. Dabei werden Polyethylentypen mit unterschiedlichem mittlerem Molekulargewicht, deren Wasserstoffatome (Protium) gegen Deuteriumatome ausgetauscht wurden, untersucht. Die Materialien werden hochauflösend mit Hilfe des abgeschwächten Totalreflexionsverfahrens (ATR) in einem Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FTIR) detektiert. Beim kohäsiven Versagen in den Randschichten lässt sich eine unbewegliche Schicht von etwa 12-17 nm nachweisen. Eine Schicht solch geringer Größenordnungen, an der das übrige Material entlanggleitet, führt in einem Extrusionswerkzeug aufgrund der sehr hohen Verweilzeiten unweigerlich zu Belägen bzw. Ablagerungen. Eine Übersicht über eine große Bandbreite an weiterführender Literatur zu Wandgleiteneffekten wird in [De01] vorgestellt.

Die in dieser Arbeit betrachteten Strömungsgeschwindigkeiten an der Wand stehen im Gegensatz zu Wandgleiteneffekten und den damit verbundenen Fehlern im extrudierten Produkt. Aus den Beobachtungen abgeschlossener Farb- und Materialwechsel wird abgeleitet, dass ohne Überschreitung einer kritischen Schubspannung eine finite Geschwindigkeit an der Kanalwand vorhanden sein muss. Ebenso zeigt sich in [Ni06] bei Farbwechseln von Polyolefinen, also bei Betrachtungen finiter Wechselzeiten bzw. endlicher Geschwindigkeiten an der Kanalwand, im Gegensatz zur Analyse von Wandgleitphänomenen kein Einfluss durch Adhäsionseffekte. Hierzu ist bei unterschiedlichen Oberflächenarten, deren Oberflächenenergien mittels Kontaktwinkelverfahren gemessen werden, keine Korrelation zu den ermittelten Wechselmassen festgestellt worden.

Demnach liegen im Folgenden kontinuierliche Vorgänge und keine phasenweise auftretenden Ausnahmezustände beim Überschreiten kritischer Schubspannungen im Fokus der Betrachtungen. Da alle beobachteten Wechsel in endlicher Zeit abgeschlossen wurden, wird im weiteren Verlauf eine Anpassung der dem Stand der Technik entsprechenden Wandhaftungsbedingung bei der Berechnung von strömenden Medien diskutiert und bewertet. Bei einer tatsächlichen Haftung der Kunststoffschmelze an der Wand kommt es zu Belägen oder zu Ablagerungen aus schwer aus dem System entfernbaren Zusatzstoffen, Zersetzungsprodukten oder Produkten aus chemischen Reaktionen zwischen Metalloberfläche und dem Polymer in Folge der theoretisch unendlich langen Verweilzeit. Solche Prozesse werden im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter betrachtet, da Ablagerungen zum einen über sehr lange Produktionszeiten entstehen, die an den bestehenden Laboranlagen nicht ohne weiteres realisierbar sind. Zum anderen sind analog zu Belägen aufgrund der Produktionshistorie sehr individuelle Kombinationen aus Edukten (in sehr unterschiedlichen Produktionsmengen bzw. -zeiten) zu betrachten. Konzeptionell soll jedoch auf Möglichkeiten zur Untersuchung von chemischen Interaktionen zwischen Kanalwerkstoff und Kunststoffschmelze tiefer eingegangen werden (vgl. Kap. 3.5). Die Wirkung thermorheologisch bedingter chemischer Umwandlungen der Kunststoffe selbst bei hohen Verweilzeiten oder sehr geringen Geschwindigkeiten an der Kanalwand hingegen sollen im Folgenden ausführlich beleuchtet werden (vgl. Kap. 3.3).

2.8 Analytische Berechnung der Schmelzeströmung

Um Fluide zum Strömen zu bewegen, ist der Fließwiderstand des jeweiligen Materials zu überwinden. Dieser Fließwiderstand wird üblicherweise durch die Viskosität oder die Zähigkeit als Materialeigenschaft beschrieben und muss zur Bewegung eines Fluidteilchens überwunden werden. Da im Rahmen dieser Arbeit keine rheologischen Effekte durch Dehnströmungen betrachtet werden, sind alle folgenden Erwähnungen strömungsmechanischer Größen auf eine Belastung durch Scherung zu beziehen. Wird demnach ein Fluid an einer Seite durch eine Schubspannung τ belastet, ergibt sich der Geschwindigkeitsgradient zur unbelasteten Seite, die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$, über die (Scher-)Viskosität η (Gl. 2-1).

$$\tau = \eta * \dot{\gamma} \quad \text{Gl. 2-1}$$

Je nach Material verhält sich die Viskosität nicht immer konstant (newtonsch), sondern ihrerseits als Funktion der Schergeschwindigkeit. Bei Polymerschmelzen sinkt die Viskosität bei steigender Schergeschwindigkeit in Folge der Änderung der Orientierung der Makromolekülketten. Sind diese in die gleiche Richtung ausgerichtet, so gleiten sie leichter aneinander ab. Um dieses strukturviskose Verhalten mathematisch zu beschreiben, sind bereits mehrere Modellansätze formuliert worden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde daraus die Formulierung des Ansatzes nach *Carreau* gewählt [Mi09]. Dieser beschreibt das Verhalten der Viskosität über einen breiten Schergeschwindigkeitsbereich im isothermen Fall mittels dreier Materialparameter (Gl. 2-2).

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{A}{(1 + B * \dot{\gamma})^C} \quad \text{Gl. 2-2}$$

Dabei entspricht A [Pa s] der Nullviskosität, B [s] der reziproken Übergangsgeschwindigkeit und C [-] dem Exponenten. Alternativ hierzu wird im Bereich hoher Schergeschwindigkeiten das strukturviskose Verhalten der Schmelze durch den Potenzansatz nach *Oswald-de Waale* eingesetzt. Je nach Verlauf der Viskositätsfunktion lässt sich dadurch nur ein kleiner Bereich ohne größere Abweichungen abbilden (Abbildung 2-3).

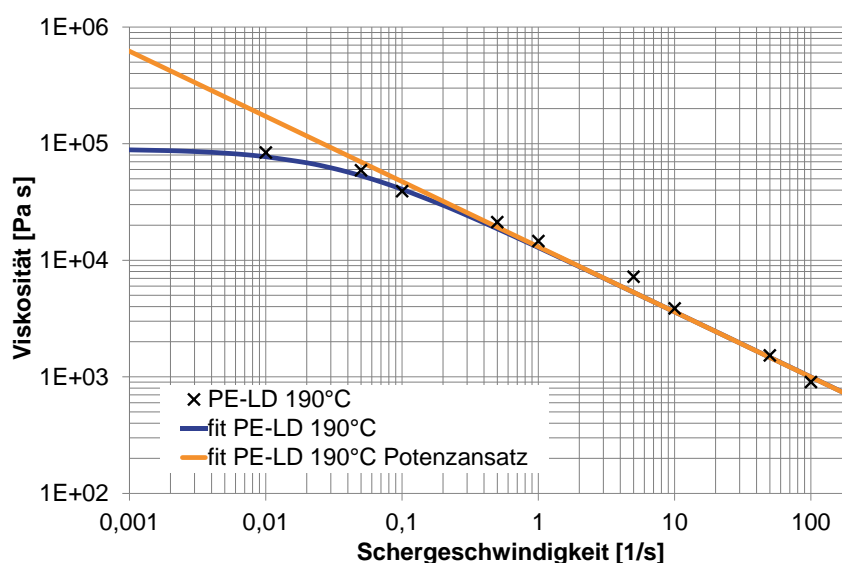


Abbildung 2-3: Beschreibung des Materialverhaltens durch den Potenzansatz nach [Mi09]

Da die Viskosität ebenso abhängig von der Temperatur T [K] des Fluides ist, wird zusätzlich mit Hilfe eines Ansatzes nach *Arrhenius* ein Verschiebungsfaktor a_T berechnet (Gl. 2-3) [Ma92].

$$a_T(T) = e^{\frac{E_0}{R_m} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)} \quad \text{Gl. 2-3}$$

E_0 $\left[\frac{J}{mol} \right]$ steht dabei für die Aktivierungsenergie, $R_m = 8,314 \frac{J}{mol K}$ für die allgemeine Gaskonstante und T_0 [K] für die Temperatur, bei welcher die Materialparameter bestimmt sind. Dabei wird der Verlauf der Viskosität bei veränderter Temperatur entlang einer konstanten Schubspannung gemäß des Masterkurvenprinzips nach *Vinogradov* und *Malkin* verschoben (Abbildung 2-4) [Mi09].

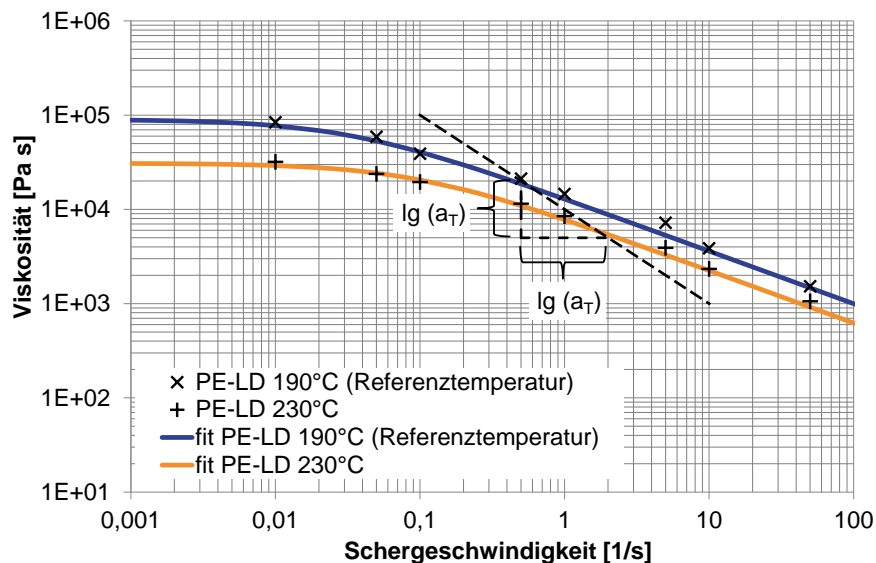


Abbildung 2-4: Darstellung der Temperaturverschiebung nach [Mi09]

Alternativ kann der Verschiebungsfaktor über den Ansatz nach *Williams-Landel-Ferry* (WLF) mit empirisch ermittelten Konstanten berechnet werden [Mi09]. Daraus ergibt sich der *Carreau*-Ansatz unter Berücksichtigung der Temperaturverschiebung zu Gl. 2-4.

$$\eta(\dot{\gamma}, T) = \frac{A * a_T}{(1 + B * a_T * \dot{\gamma})^C} \quad \text{Gl. 2-4}$$

Zur analytischen Berechnung der strömungsmechanischen Größen in einem Strömungskanal, wie dem Gegendruck, ist es gängig, eine in [Wo78] vorgestellte vereinfachte Beziehung auszunutzen. Im Rahmen dieser Arbeit soll dies anhand eines Rundstrangkanals dargestellt werden, da diese Geometrie eine zentrale Rolle im späteren Verlauf einnehmen wird. Die Strömungsprofile von newtonschen und nicht-newtonschen Fluiden kreuzen sich an einer Stelle (Radius r_{rep} [m]) im Kanal. An dieser Stelle gelten die Gleichungen zur Berechnung newtonscher Größen repräsentativ auch für die nicht-newtonschen. In Abbildung 2-5 ist der repräsentative Radius r_{rep} anhand der Schergeschwindigkeiten im kreisrunden Strömungskanal (Radius $R = 0,01$ m) dargestellt.

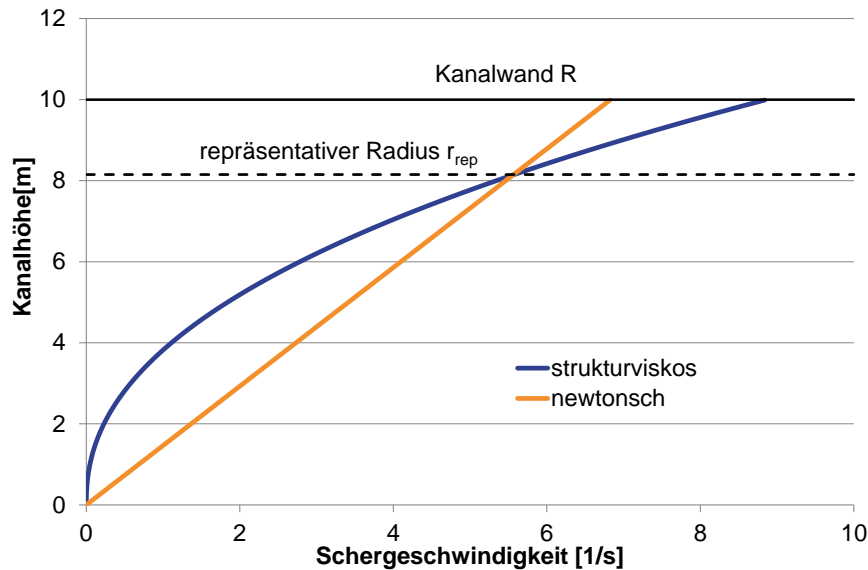


Abbildung 2-5: Position des repräsentativen Radius nach [Wo78]

Nach [Wo78] wird der repräsentative Radius r_{rep} mit geringer Abweichung durch Gl. 2-5 berechnet.

$$r_{rep} = R * e_0 \quad \text{Gl. 2-5}$$

Es gilt $e_0 = 0,815$ bei kreisrundem Querschnitt des Kanals. Daraus ergibt sich an dieser Stelle im Kanal für die repräsentative Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_{rep} \left[\frac{1}{s} \right]$ Gl. 2-6.

$$\dot{\gamma}_{rep} = \frac{4 * \dot{V}}{\pi * R^3} * e_0 \quad \text{Gl. 2-6}$$

Hierbei bezeichnet $\dot{V} \left[\frac{m^3}{s} \right]$ den Volumenstrom. Durch Einsetzen von $\dot{\gamma}_{rep}$ in Gl. 2-2 wird die repräsentative Viskosität $\eta_{rep} [Pa s]$ ermittelt und in Gl. 2-7 nach *Hagen-Poiseuille* zur Berechnung des Druckverlustes Δp eingesetzt. Dieser ist keine Funktion über den Radius des Kanals und gilt daher auch für den strukturviskosen Fall.

$$\Delta p = \frac{8 * \eta_{rep} * \dot{V}}{\pi * R^4} * L \quad \text{Gl. 2-7}$$

Dabei bezeichnet $L [m]$ die Kanallänge bzw. die Länge des Fließweges. Der Zusammenhang in Gl. 2-8 wird zur Berechnung der Wandschubspannung $\tau_w \left[\frac{N}{m^2} \right]$ genutzt.

$$\tau_w = \frac{\Delta p}{2 * L} * R \quad \text{Gl. 2-8}$$

Diese verläuft linear über den Kanalradius mit dem Ursprung in der Kanalmitte und ist daher an jeder Position bekannt [Ra01, Mi06, Mi09].

2.9 Fluidmechanik und numerische Strömungssimulation

Die in Kapitel 2.8 vorgestellten analytischen Methoden zur Beschreibung von Strömungszuständen sind lediglich unter Annahme einiger entscheidender Vereinfachungen einsetzbar. Daher werden zur Abbildung des Fluidverhaltens auf der Grundlage der Masse- und Impulserhaltungssätze die *Navier-Stokes-Gleichungen* angewendet. Bei der Betrachtung von Kunststoffschmelzen ist hierfür die Formulierung für inkompressible Fluide gültig. Es

entsteht ein partielles Differentialgleichungssystem, welches den Druck und die Strömungsgeschwindigkeit als Zustandsgröße in zeitlicher sowie örtlicher Abhängigkeit ermittelt. Da eine explizite Lösung lediglich für vereinfachte Fälle des Gleichungssystems bekannt ist, wird diese durch numerische Methoden angenähert. Da ein solches Vorgehen insbesondere zur Beschreibung komplexer Strömungssituationen mittlerweile dem Stand der Technik entspricht, bilden die Gleichungen die Grundlage der modernen numerischen Strömungssimulationswerkzeuge [We01]. Um ein solches Werkzeug einsetzen zu können, wird zunächst das Fluidvolumen modelliert und mit einer gängigen Methode diskretisiert, d.h. in endlich kleine Abschnitte, Flächen oder Volumina unterteilt. Zu den gängigsten Methoden der Berechnung zählen die Finite-Elemente-Methode (FEM), die Finite-Volumen-Methode (FVM) und die Finite-Differenzen-Methode (FDM). Hiervon findet im Rahmen dieser Arbeit nur die FVM Anwendung, weshalb für die Grundlagen der weiteren Methoden auf weiterführende Literatur verwiesen wird [Os06]. Bei dieser Methode wird das diskretisierte Fluidmodell oder auch die Berechnungsdomäne in Zellen unterteilt. Im Mittelpunkt jeder dieser Zellen werden jeweils die Erhaltungsgleichungen mit Bezug auf die benachbarten Zellen und bei instationären Berechnungen mit Bezug auf den vorangegangenen Zeitschritt gelöst. Als Ausgangspunkte werden hierfür Randbedingungen definiert. Diese enthalten typischerweise Werte für Drücke, Geschwindigkeiten oder bei nicht isothermer Betrachtung zusätzlich für Temperaturen und Wärmeströme. Zur erleichterten Vorgabe dieser Randbedingungen sind unterschiedliche Schemas vorgegeben. Diese lassen sich mit den gängigsten Benutzervorgaben, die meist programmintern in Druck oder Geschwindigkeiten umgerechnet werden, wie folgt für eine isotherme Berechnung auflisten:

- Einlass in die Domäne (Strömungsprofile, Massen- oder Volumenströme)
- Auslass aus der Domäne (Druckdifferenz zur Atmosphäre)
- Begrenzende Wand (Wandhaftung, Geschwindigkeit)
- Symmetriebedingung (Wahl der Achse bzw. Fläche)
- Grenzflächen zwischen Domänen (evtl. Vorgaben zur Durchlässigkeit)

Da die Zellen einer Berechnung Bezug aufeinander nehmen, sind die Ergebnisfelder dementsprechend abhängig von der Netzfeinheit bzw. -auflösung. Dies gilt insbesondere an Orten, an denen hohe Gradienten der Strömungsgeschwindigkeiten zu erwarten sind, wie an einer Kanalwand. Darüber hinaus wirken sich Anordnungen und unterschiedliche Arten der Elementform auf die Berechnung aus. Prinzipiell ist mit diesen Vorgaben die Vorbereitung einer Simulation (Preprocessing) abgeschlossen. Gegebenenfalls sind neben einer Anpassung der Lösungsalgorithmen, die Wahl weiterer Modelle, wie bei Mehrphasenströmungen, oder die Festlegung der Zeitschrittweite und -anzahl bei instationären Berechnungen notwendig. Das Lösen der Gleichungen wird durch den Solver durchgeführt. Da durch die numerische Methode keine exakte Lösung erzielt wird, ist die Genauigkeit der Lösung je nach Konfiguration des Solvers durch die Residuen definiert. Ein Residuum ist hierbei die Abweichung der Näherung zur gesuchten Lösung. Die numerische Lösung für Variablen, wie Druck, Komponenten und Betrag der Strömungsgeschwindigkeit, Viskosität oder abgeleiteten Größen, wie dem Betrag der Schergeschwindigkeit, werden für jeden Zellkern in einem eigenen Feld zusammengefasst. Diese Felder werden in der Nachbearbeitung der Simulation (Postprocessing) ausgewertet und interpretiert. Bei dieser Interpretation sind auch immer die Einflüsse aus dem Preprocessing zu beachten [Os06, Sa11, Wo12].

3 Thermo-rheologische Eigenschaften

Zunächst werden in diesem Kapitel einige prozessrelevante Beobachtungen zeitabhängiger Materialeigenschaften geschildert, bevor konkrete Messungen der thermo-rheologischen Eigenschaften von Polyolefinen analysiert werden. Zur Beschreibung des Materialverhaltens wird ein in [Mi12] vorgeschlagenes Modell auf diesen Anwendungsfall übertragen. Das teilweise komplexe zeitabhängige Verhalten der untersuchten Polyolefine erlaubt eine begrenzte Beschreibung durch dieses Modell. Die Beobachtung der thermo-rheologischen Eigenschaften von Blends aus thermisch sensiblen Materialien zeigt einen großen Einfluss von Mischungsgraden. Weiterhin dient eine Charakterisierung der strömungsmechanischen Eigenschaften der untersuchten Materialien zur anschließenden Modellbildung des Wechselverhaltens.

3.1 Beobachtungen und Voruntersuchungen

Material, welches in einem Stromfaden entlang der Wand und in den Randschichten strömt, verweilt aufgrund der langsamen Geschwindigkeiten je nach Aufbau der Geometrie sehr lange im System. Neben dem Einfluss der Verweilzeit nimmt sowohl die Massetemperatur als auch die Scherbelastung erheblichen Einfluss auf das Material. Je nach Materialart sind zum Teil sehr gegensätzliche Änderungen der Materialeigenschaften zu beobachten.

In Abbildung 3-1 wird sowohl für Polypropylen (PP) als auch für Polyethylen hoher Dichte (PE-HD) das Speichermodul G' über der Verweilzeit im Messsystem in einem Vorversuch gezeigt. Dieser wird jeweils bei einer konstanten Temperatur von 240°C und einer Kreisfrequenz von $\omega = 0,1 \frac{\text{rad}}{\text{s}}$ im Oszillationsversuch aus der Antwortamplitude sowie der Phasenverschiebung bestimmt. Üblicherweise dient diese Art der thermo-rheologischen Messungen in erster Linie der quantitativen Analyse der thermischen Stabilität und daran anschließend der Entscheidung, ob die Materialeigenschaften im Zeitfenster der Dauer einer Messung erfassbar sind. Der Toleranzbereich für die thermische Stabilität für die Dauer der Messzeit ist in [Sc02] mit 5% angegeben.

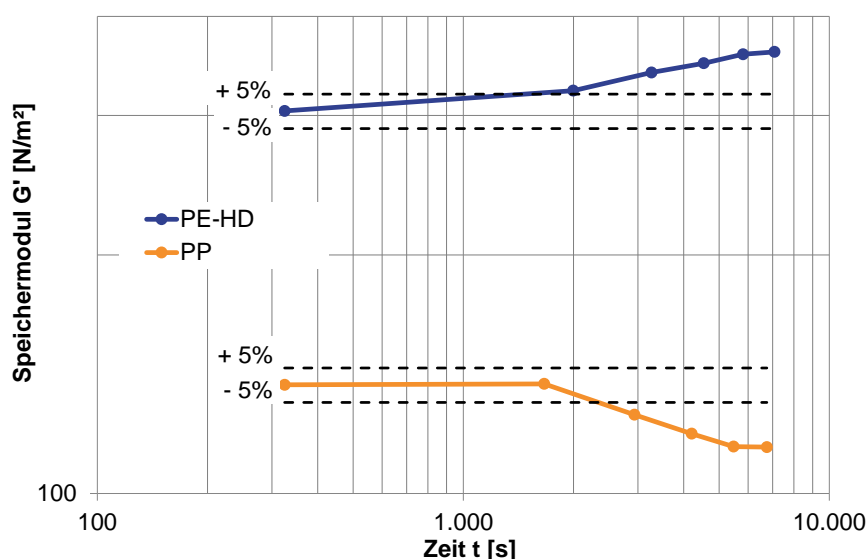


Abbildung 3-1: Änderung der rheologischen Eigenschaften von PP und PE-HD

Hierbei beschreibt Gl. 3-1 den Zusammenhang zwischen der Nullviskosität A und dem Speichermodul G' bei kleinen Kreisfrequenzen ω [He02]. Dabei ist der konstante Faktor J_e^0 die lineare Gleichgewichtsnachgiebigkeit.

$$G'(\omega) = A^2 * \omega^2 * J_e^0 \quad \text{Gl. 3-1}$$

Bei PP zeigt sich eine Verringerung des Speichermoduls (auch im Zusammenhang mit der Nullviskosität), während der Modul bei PE-HD steigt. Beide Materialien überschreiten den Toleranzbereich von 5%. So ist der Verlauf beispielsweise für das PP unter Belastung durch Scherung und Temperatur über der Verweilzeit als Abbau der Molekülketten bzw. als Verringerung des Molekulargewichtes zu deuten. In [Li12] ist dieses Verhalten anhand der Molekulargewichtsverteilungen eines PP gezeigt. Dabei wird „unbelastet“ (reines Aufschmelzen unter thermischer Belastung) und „belastet“ (Aufschmelzen unter thermischer Belastung und einer Schergeschwindigkeit) aufgeschmolzenes Material unterschieden. Die Interpretation der vorhandenen Literatur legt den Schluss nahe, dass diese thermo-rheologischen Effekte zwar bekannt sind, statt deren Analyse jedoch deren Vermeidung im Vordergrund steht.

Ein Langzeitversuch in einem Laborextruder kleiner Abmessung (Durchmesser: 20 mm, Systemlänge: 14D) zeigt unter praxisrelevanten Bedingungen beim PP die gleiche Tendenz zum thermischen Abbau, während beim PE-HD kein Hinweis auf einen molekularen Aufbau festgestellt werden kann (vgl. Abbildung 3-1). Die Materialien werden dabei durch ein dispersives Mischelement ohne Fördereigenschaften belastet. Statt mit einem distributiven Mischelement endet die Spitze strömungsmechanisch möglichst ungünstig in einer Sechskantschraube, besitzt ebenso keine Fördereigenschaften und bedingt dadurch zusätzlich hohe Verweilzeiten (Abbildung 3-2).

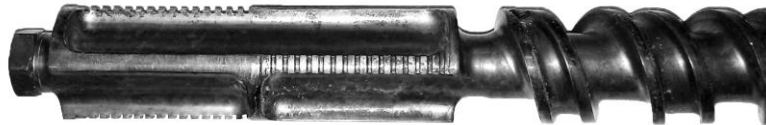


Abbildung 3-2: Dynamisches Mischelement

Ein einzelner Versuch ist in sechs Phasen unterteilt (Abbildung 3-3):

- I. Der Laborextruder wird vollständig mit Material befüllt.
- II. Das System verarbeitet das Material in einem stationären Betriebspunkt.
- III. Die Materialzufuhr wird in der Einfüllzone unterbrochen und ein konstanter Betriebspunkt wird erreicht, bei dem lediglich das abgebildete Mischteil (ohne Förderfunktion) mit Material benetzt ist.
- IV. Die Drehmomente werden über einer festgelegten Versuchszeit von etwa 4 h aufgenommen.
- V. Das System wird erneut mit thermisch unbelastetem Material gefüllt.
- VI. Bei einem stabilen Betriebspunkt wird das thermisch belastete Material mit dem unbelasteten Material aus dem System verdrängt.

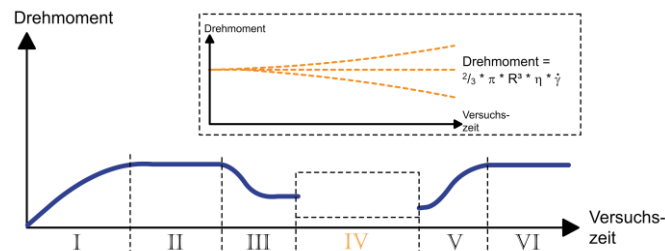


Abbildung 3-3: Drehmomenterfassung ohne Durchsatz

In Abbildung 3-4 sind die am Antrieb ermittelten Drehmomente während Phase IV über der Versuchszeit gezeigt. Aus dem Drehmoment sind laut [Ra01] Rückschlüsse auf das Fließverhalten möglich.

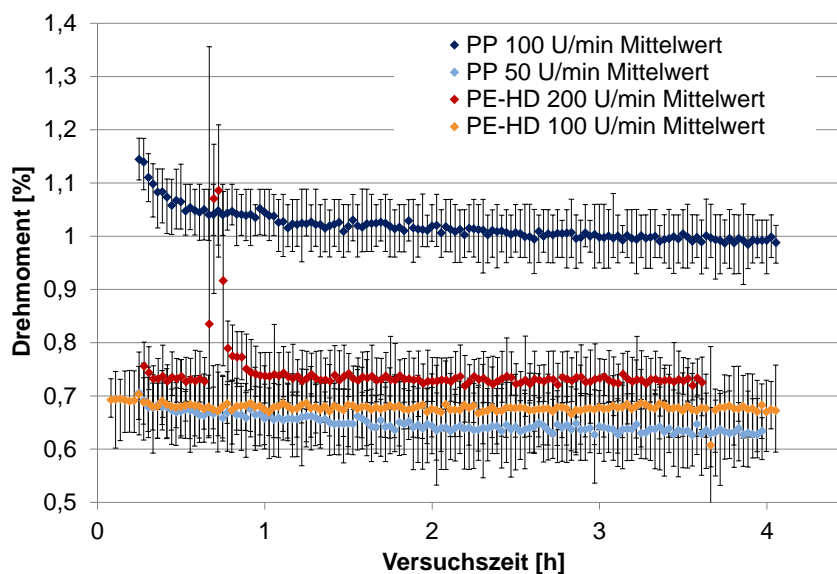


Abbildung 3-4: Messergebnisse der thermo-rheologisch beeinflussten Drehmomente

Unter der Scherbelastung zeigen sich für das PP sinkende und für das PE-HD konstante Drehmomentverläufe über der Versuchszeit. Die Streuungen der Messwerte erlauben keine detaillierte Betrachtung über die tendenziellen Beobachtungen hinaus. Insbesondere das Verhalten des PE-HD unter Scherbelastung ist zunächst jedoch im Hinblick auf die Betrachtung des Speichermoduls auffällig.

3.2 Rheologische Charakterisierung verwendeter Materialien

Zur Charakterisierung der strömungsmechanischen Eigenschaften der in dieser Arbeit verwendeten Materialien wird hauptsächlich das strukturviskose Verhalten der Scherviskosität bei unterschiedlichen Schergeschwindigkeiten ermittelt. Da die Belastung durch eine Schergeschwindigkeit Einfluss auf die physikalische Bindung zwischen den Makromolekülen nimmt, lässt sich anhand des Viskositätsverlaufs ein grober Rückschluss auf den Aufbau des untersuchten Materials ziehen. Kürzere Molekülketten verhalten sich dabei niedrigviskoser als vergleichsweise längere, da ein Abgleiten wesentlich weniger Fließwiderstand überwinden muss. Die Länge von Makromolekülketten wird im Allgemeinen über das Molekulargewicht beschrieben. Aufgrund ihrer Herstellung zeigt sich bei Kunststoffen immer eine Molekulargewichtsverteilung. Dabei bestimmen sowohl das mittlere

Molekulargewicht als auch die Breite der Verteilung das rheologische Verhalten des Materials [Kr09]. Im weitesten Sinne ist somit jeder Kunststoff ein Blend aus hoch- und niedrigmolekularen Anteilen. Materialien, die zur Verarbeitung in Extrusionsanlagen bestimmt sind, weisen im Vergleich zu Materialien für den Spritzgießprozess aufgrund der Prozessanforderungen im Allgemeinen ein deutlich höheres Viskositätsniveau auf. Eine Verarbeitbarkeit muss dennoch bei niedrigen Schergeschwindigkeiten ermöglicht werden, weshalb der erste Übergangsbereich von newtonschem zu strukturviskosem Fließverhalten ebenso bei niedrigen Schergeschwindigkeiten zu finden ist.

Neben der Möglichkeit das rheologische Materialverhalten mit Hilfe von Rotations- bzw. Oszillationsrheometern [ISO 6721] zu erfassen, werden auch Hochdruck-Kapillarrheometer (HKR), wie bereits in [La79] gezeigt, eingesetzt. Dieses genormte Verfahren [ISO 11443] erzeugt durch das Verfahren eines Kolbens einen Volumenstrom des durch Wärmeleitung aufgeschmolzenen Materials durch eine Kapillardüse. Aus der Messung des Gegendrucks der Kapillare wird die Wandschubspannung durch Einsetzen von Gl. 2-8 in die Berechnung nach *Hagen-Poiseuille* (Gl. 2-7) ermittelt. Da es bei der Messung zu Einlaufdruckverlusten in die Kapillare kommt, wird der Druck durch Messung mehrerer Kapillarlängen mittels Korrektur nach *Bagley* [Ba57] berichtigt. Durch Korrektur nach *Weissenberg-Rabinowitsch* [Hi92, Ka94] oder der Annahme repräsentativer Größen (Kap. 2.8) wird über die Schergeschwindigkeit die Viskosität ermittelt [Mi09].

Im Gegensatz hierzu wird im industriellen Alltag häufig ein ähnliches, jedoch vereinfachtes Verfahren eingesetzt. Die genormte Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR – aus dem englischen „Melt Mass-Flow Rate“) oder analog der Schmelze-Volumenfließrate (MVR – „Melt Volume-flow Rate“) erfolgt bei einer konstanten Temperatur und einer konstanten Belastung des Kolbens, welche zu einer konstanten Wandschubspannung führt [DIN EN ISO 1133]. Daraus ergibt sich ein Masse- bzw. Volumendurchsatz, der analog zum HKR über die Geometrie der Kapillare in der Düse in eine Schergeschwindigkeit an der Kanalwand umgerechnet wird. Für jedes Material lässt sich so ein punktueller Wert für den Zusammenhang zwischen Viskosität und Schergeschwindigkeit ermitteln. Da dieses Verfahren mit vergleichsweise wenig Aufwand verbunden ist, ist es insbesondere für die Wareneingangskontrolle geeignet und entsprechende Angaben finden sich, von ein paar Ausnahmen abgesehen, auf den Datenblättern der kommerziell erhältlichen Materialien wieder. Wie bereits erwähnt, lassen sich Polymere bedingt durch ihre Herstellung als Blends aus hoch- und niedrigviskosen Anteilen bzw. aus lang- und kurzkettigen Makromolekülen verstehen. Daher werden zur Eingangskontrolle nicht selten MFR-Bereiche in den Prüfzeugnissen einer Charge angegeben, die Rückschlüsse auf eventuell auftretende Schwankungen zulassen.

Für eine fundierte Beurteilung des rheologischen Materialverhaltens eignet sich diese Messmethode jedoch nicht. Zum Vergleich zwischen unterschiedlichen Materialien müssen die Messungen sowohl bei gleicher Belastung als auch bei gleicher Temperatur durchgeführt werden. Dies ist jedoch bei unterschiedlichen Polymerarten laut Norm nicht üblich. Beispielsweise wird der Kolben bei der Messung des MFR-Wertes von Polyolefinen für Extrusionsanwendungen zwar üblicherweise mit einem genormten Gewicht von 2,16 kg belastet, die Werte für Polyethylentypen werden jedoch im Unterschied zu Polypropylentypen bei 190°C anstatt bei 230°C gemessen. Zu einem Vergleich des strömungsmechanischen Verhaltens unterschiedlicher Materialien kann der MFR- bzw. MVR-Wert somit lediglich bei gleichen Messparametern (Kolbenlast und Temperatur) eingesetzt werden.

Des Weiteren muss bei einem solchen Vergleich der Verlauf der Viskositätsfunktion aller Materialien durch eine Verschiebung gemäß Masterkurven-Prinzip nach *Vinogradov* und *Malkin* [Mi09] deckungsgleich bzw. das mittlere Molekulargewicht von der Molekulargewichtsverteilung unabhängig sein [Ni06], da die punktuelle Aussage des MFR-Wertes ansonsten Raum für Fehleinschätzungen schafft. Dies wird bei Betrachtung sich kreuzender Viskositätsfunktionen klar. Liegt im schlimmsten Fall der prozessrelevante Viskositätsbereich nach und die aus der MFR-Messung resultierenden Punkte vor dem Schnittpunkt, so ist die daraus geschlossene Aussage über die strömungsmechanischen Materialeigenschaften für diesen Anwendungsfall irreführend und unbrauchbar. In Abbildung 3-5 sind Viskositätsverläufe der Materialien PE-LD 1 und PE-LD 5 gegenübergestellt. Im Bereich niedriger Schergeschwindigkeiten ist eine grobe Abschätzung des Verhältnisses der Viskositäten anhand der MFR-Werte möglich. In praxisrelevanten Schergeschwindigkeitsbereichen bei etwa $10 \frac{1}{s}$ bis $100 \frac{1}{s}$ nähern sich die Viskositäten der Materialien an und erlauben dadurch keine adäquate Beurteilung durch die MFR-Werte.

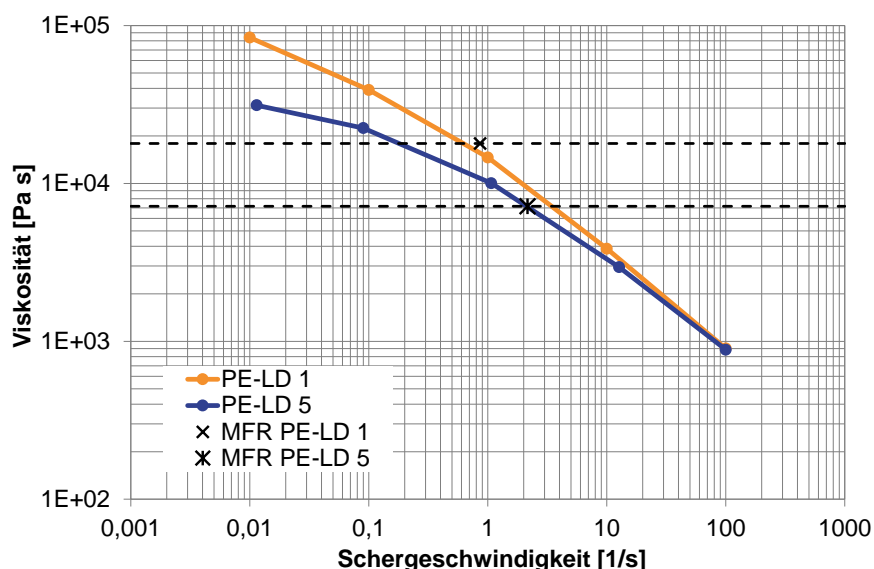


Abbildung 3-5: Vergleich von Viskositätsverläufen und MFR-Werten

In einer Variation der Methode zur Verbesserung der Aussagekraft des MFR-Wertes wird das Messverfahren um eine zweite Messung mit einer höheren Belastung (einem zweiten Punkt auf der Viskositätsfunktion), dem sogenannten High-Load Melt Index (HLMI), mit nur geringem Mehraufwand erweitert [Sh95, Ba06]. Befinden sich beide Messpunkte für jeweils ein Material im strukturviskosen Bereich der Viskositätsfunktion, so lassen sich die Viskositätsverhältnisse über den durch die Belastung erzeugten Schergeschwindigkeitsbereich (gültig bei einer bestimmten Temperatur) abschätzen. Im günstigsten Fall liegt der untersuchte Betriebspunkt innerhalb des so abgebildeten Bereichs. Im Wesentlichen sind jedoch auch bei dieser Messvariante zwei Effekte zu nennen, die eine erhebliche Minderung der erzielten Aussagekraft hinsichtlich der Untersuchung von Produktwechseln bewirken. Je nach Molekulargewichtsverteilung des jeweils betrachteten Materials ist der erste Übergangsbereich zwischen newtonschem und strukturviskosem Fließverhalten über einem breiten Schergeschwindigkeitsbereich ausgedehnt. Analog zu den Ungenauigkeiten bei der Beschreibung des Übergangsbereichs durch Anwendung des Potenzansatzes (vgl. Kap. 2.8) verhält es sich bei der erweiterten Messmethode des MFR-Wertes. Bei der Betrachtung mehrerer Materialien erweitern sich damit auch die Quellen für weitere Ungenauigkeiten und Fehleinschätzungen. Im Aufbau der Apparatur und in der

Durchführung der Messungen sind deutliche Parallelen zum Hochdruck-Kapillarrheometer zu erkennen. Ein wesentlicher Unterschied in der Durchführung ist jedoch die Korrektur des Einlaufdruckverlustes nach *Bagley* bei Messungen mit dem Hochdruck-Kapillarrheometer. Ohne die Variation der Düsenlänge und die Berücksichtigung der Einlaufdruckverluste ist die Wandschubspannung nur ungenau zu ermitteln. Da die Abweichungen zur tatsächlichen Wandschubspannung materialabhängig sind, sind Rückschlüsse auf der Grundlage von MFR-Werten bei Betrachtungen mehrerer Materialien lediglich als grobe Abschätzung verwendbar, sofern der Messaufwand nicht dem des Hochdruck-Kapillarrheometers entsprechen soll.

Die betrachteten Schergeschwindigkeitsbereiche sind mit einem Hochdruck-Kapillarrheometer nicht vollständig abzubilden. Daher eignet sich die Verwendung eines Oszillationsrheometers (als geschlossenes System, vgl. Kap. 3.2.2) aufgrund von vergleichsweise langen Zeitspannen bei der Ermittlung thermo-rheologischer Vorgänge.

In Tabelle 3-1 ist eine Übersicht über verwendete Kürzel der für diese Arbeit relevanten Polymerarten zusammengestellt. Die Materialien lassen sich eindeutig durch Handelsnamen und Angaben zum Hersteller zuordnen. Weiterhin sind die in den jeweiligen Datenblättern angegebenen MFR-Werte angegeben.

Tabelle 3-1: Übersicht der Materialien

Kürzel	Handelsname	Hersteller	Materialart	MFR-Wert [DIN EN ISO 1133]
PE-LD 1	2100 TN 00	SABIC Europe	PE niedriger Dichte	0,3 g/10 min. (190°C/2,16kg)
PE-LD 2	2101 TN 00	SABIC Europe	PE niedriger Dichte	0,85 g/10 min. (190°C/2,16kg)
PE-LD 3	Lupolen 3020H	LyondellBasell Industries Holding	PE niedriger Dichte	2,0 g/10 min. (190°C/2,16kg)
PE-LD 4	Lupolen 2420K	LyondellBasell Industries Holding	PE niedriger Dichte	4,0 g/10 min. (190°C/2,16kg)
PE-LD 5	Lupolen 2420F	LyondellBasell Industries Holding	PE niedriger Dichte	0,75 g/10 min. (190°C/2,16kg)
PE-LLD	Dowlex 5056 E	Dow Deutschland Anlagengesellschaft mbH	lineares PE niedriger Dichte	1,1 g/10 min. (190°C/2,16kg)
PE-HD	Hostalen 9255+	LyondellBasell Industries Holding	PE hoher Dichte	0,4 g/10 min. (190°C/5kg)
PP	BA110CF	Borealis AG	Polypropylen - Copolymer	0,85 g/10 min. (230°C/2,16kg)
EVOH	EVAL F171b	Kuraray Europe GmbH	Etylen-Vinylalkohol- Copolymer	1,8 g/10 min. (190°C/2,16kg)
HV	Plexar 3236	LyondellBasell Industries Holding	Haftvermittler (PE- Basis)	2,0 g/10 min. (190°C/2,16kg)

3.2.1 Probengenerierung

Bei der thermo-rheologischen Untersuchung von Polymeren gilt es, eine thermische Belastung des Materials vor einer Messung zu vermeiden oder insoweit kontrolliert und reproduzierbar zuzulassen, dass eine Vergleichbarkeit der Proben gewährleistet ist. Dies stellt insbesondere bei der Aufbereitung der Proben zur Messung in einem Oszillations-Rheometer (Platte-Platte-Geometrie) eine Herausforderung dar. Für gewöhnlich wird das Material zwischen die beiden Platten des Rheometers in Form eines Presslings eingelegt. Ein solcher Pressling kann grundsätzlich durch mehrere Verfahren erzeugt werden. Aus den

oben genannten Gründen wird von einer Herstellung durch Spritzgießen oder durch Warmpressen abgesehen und das Material aus einem pulverförmigen Zustand in einer Kaltpresse verdichtet. Um aus handelsüblichen Kunststoffgranulaten Pulver zu erzeugen, darf das Material ebenso wenig thermisch vorbelastet werden, damit diese Belastungen nicht bereits Einfluss auf die Historie des Materials nehmen. Dieser Umstand schränkt die Möglichkeiten zur Pulverherstellung ein, da jedwede Art der Scherung (bspw. durch rotierende Messer) und damit einhergehend eine dissipative Erwärmung des Kunststoffes ausgeschlossen werden muss. Denkbar sind in diesem Zusammenhang Verfahren, die zwar das Granulat mit rotierenden Messern zerteilen, dies aber bei einer hohen Geschwindigkeit und somit kurzen Verweilzeit des Materials. Um jeglichen unerwünschten Einfluss auf das Material auszuschließen, eignet sich besonders jedoch ein kryogenes Mahlen des Materials in einer Schwingmühle. Durch das Absenken der Mahlkammertemperatur mit flüssigem Stickstoff auf etwa -196°C (77,15 K) sinkt auch die Materialtemperatur, so dass auftretende Reibungswärme kompensiert und eine thermisch bedingte Reaktion des Kunststoffes sehr unwahrscheinlich wird. Das versprödete Granulat wird durch den wiederholten Aufprall eines sphärischen Mahlkörpers zerkleinert, der durch das Schwingen der gesamten Messkammer bei einer Frequenz von bis zu 30 Hz beschleunigt wird. Da das Volumen des Mahlkörpers etwa einem Drittel der Messkammer entspricht und für die Zerkleinerung ausreichend kinetische Energie aufgebracht werden soll, darf das Granulat ebenso höchstens ein Drittel der Kammer füllen (etwa 6 g je nach Granulatform und Schüttdichte). Durch die Befüllung der Kammer wird die Korngröße und damit die Feinheit des Pulvers beeinflusst. Je geringer das Volumen des Granulates gewählt wird, desto eher kommt der Mahlkörper mit der Kammerwand in Kontakt und erhöht dadurch metallischen Abrieb und somit die Kontamination des Pulvers. Die Dauer des Mahlvorgangs (bei 30 Hz) und der Zwischenkühlung (bei 5 Hz) ist dabei stark abhängig von den Materialeigenschaften und der gewünschten Feinheit der Körnung.

Eine Menge von etwa 1 g pulverförmigem Granulat wird bei Raumtemperatur unter Vakuum zu einem münzförmigen Pressling mit 20 mm Durchmesser verdichtet (Abbildung 3-6). Je nach Körnung bzw. Schüttdichte des Pulvers variiert dabei die Dicke dieses Presslings zwischen 3 und 5 mm.



Abbildung 3-6: Pressling

3.2.2 Messungen am Oszillationsrheometer

Der Pressling wird mit Hilfe einer Schablone aus Polytetrafluorethylen (PTFE) zwischen den beiden vorgeheizten Platten des Rheometers zentriert. Die obere Platte verdichtet die Probe unter Aufschmelzen des Materials bis eine Spalthöhe von 2 mm erreicht ist. Der Durchmesser der Platten beträgt 20 mm. Dabei übt die obere Platte inkrementell Druck auf das Pulver aus, da der Antrieb diesen Vorgang über die Normalkraft regelt. Das Material benetzt somit abschließend vollständig beide Plattenoberflächen, wobei die durch die

Schüttdichte bedingte, eingeschlossene Luft zwischen den Pulverkörnern entweicht. Vor der Messung ist zu beachten, dass die Messwerte der Normalkraft nicht mehr variieren, da ab diesem Zeitpunkt angenommen wird, dass ein Spannungsausgleich in der Probe stattgefunden hat. Die Messungen werden unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt.

Durch Messung der Viskosität unter Scherbelastung wird das Verständnis der Materialeigenschaften zugänglich und über die in Kapitel 2.8 vorgestellten Modelle lässt sich eine Beschreibung dieses Verhaltens im Rahmen der in Kapitel 4 beschriebenen Modellbildung erzielen. Durch Regression der Messwerte der Viskosität über der Schergeschwindigkeit werden zum einen die Materialparameter des *Carreau-Ansatzes* ermittelt und zum anderen dient die Messung dieses Verlaufs bei drei unterschiedlichen Temperaturen der Bestimmung der Aktivierungsenergie als Parameter des Temperaturverschiebungsfaktors (*Arrhenius-Ansatz*). Es werden Oszillationsmessungen, also schwingrheometrische Messungen durchgeführt, um die Bandbreite zu höheren Schergeschwindigkeiten zu erweitern [Ra01]. Dabei wird die Gültigkeit einer der Regeln nach *Cox-Merz* vorausgesetzt, indem die Kreisfrequenz ω bei der Messung der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ gleichgesetzt wird [Co58]. Demzufolge ist ebenso die erfasste komplexe Viskosität η^* gleich der Scherviskosität η . Eine Bestätigung dieser Zusammenhänge wurde in der Vergangenheit mehrfach dokumentiert, beispielsweise in [La79, Sh12]. Bevor eine Messung durchgeführt wird, ist jedoch für jedes Material ein Fehlereinfluss durch ein nichtlineares Verhalten der Deformation δ auszuschließen. Hierzu werden bei konstanter Kreisfrequenz in einem sogenannten Amplitudensweep, die Verläufe des Speichermoduls G' und des Verlustmoduls G'' über einer Bandbreite an Deformationen ausgewertet [Mä05]. In Abbildung 3-7 ist dies beispielhaft für das PE-LD bei einer Kreisfrequenz von $\omega = 0,1 \frac{\text{rad}}{\text{s}}$ und einer Temperatur von 190°C gezeigt.

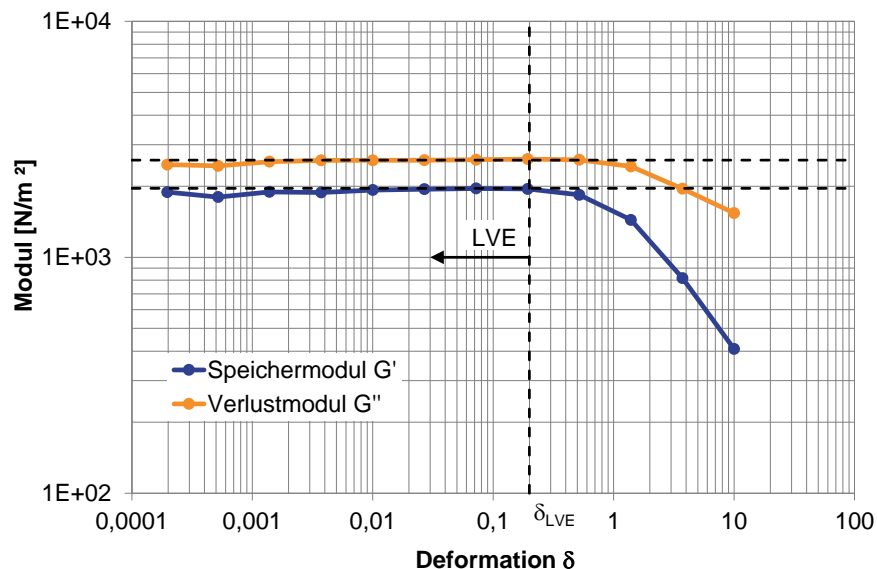


Abbildung 3-7: Amplitudensweep für PE-HD bei 190°C und $0,1 \text{ rad/s}$

Das höhere Niveau von G'' gegenüber G' zeigt eine Dominanz des viskosen Verhaltens. Daher liegt nach [Mä05] die Charakteristik einer Flüssigkeit vor. Bei Deformation bzw. Scheramplitude kleiner als δ_{LVE} ist der sogenannte linear-viskoelastische Bereich (LVE) erkennbar. Anhand Abbildung 3-8 werden Einflüsse auf die Messung bei der gewählten

Deformation anhand des Speichermoduls G' für weitere Temperaturen und Kreisfrequenzen ausgeschlossen.

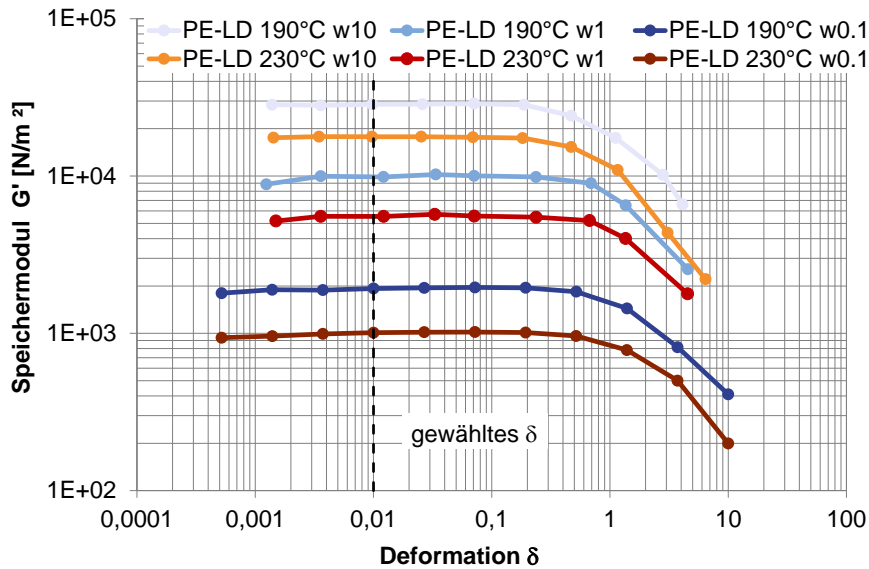


Abbildung 3-8: Amplitudensweeps versch. Schergeschwindigkeiten und Temperaturen

Da in diesem Bereich keine Einflüsse der Deformation auf die Messung zu erwarten sind, wird eine Deformation von $\delta = 0,01$ für die Messungen gewählt. Die übrigen Materialien zeigen eine äquivalente Verhaltensweise. Bei den Messungen der PE-Typen niedriger Dichte ist zu beobachten, dass die Viskositätsverläufe annähernd deckungsgleich gemäß der Masterkurve nach *Vinogradow* und *Malkin* [Mi09] ineinander verschiebbar sind. Dies ist in Abbildung 3-9 für eine Temperatur von 190°C dargestellt.

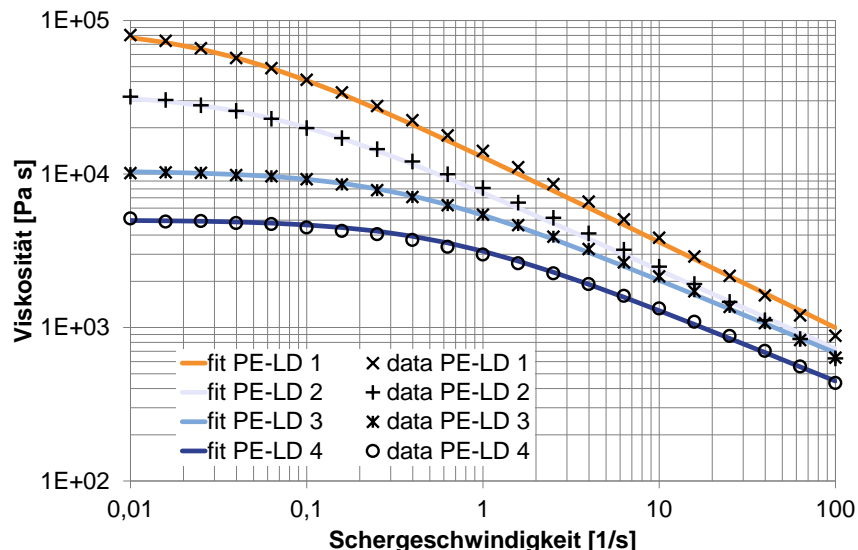


Abbildung 3-9: Viskositätsverläufe unterschiedlicher PE-LD-Typen bei 190°C

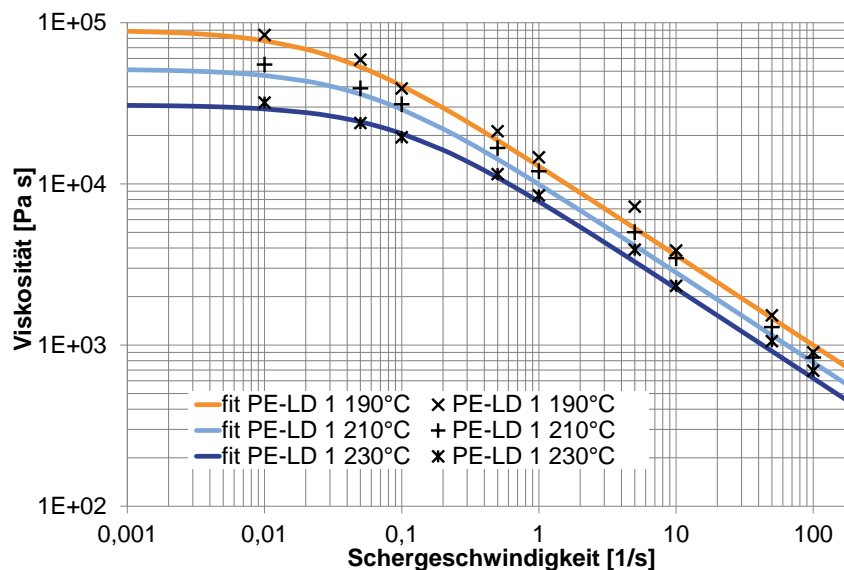
In Tabelle 3-2 sind die ausgewerteten Materialparameter für den *Carreau*-Ansatz und die Temperaturverschiebung durch den *Arrhenius*-Ansatz aufgeführt. Die Auswahl der Materialien richtet sich nach der Relevanz zur Modellbildung. Daher werden die Werte für EVOH, HV und für PE-LD 5 nicht ausgewertet.

Tabelle 3-2: Modellparameter ausgewählter Materialien

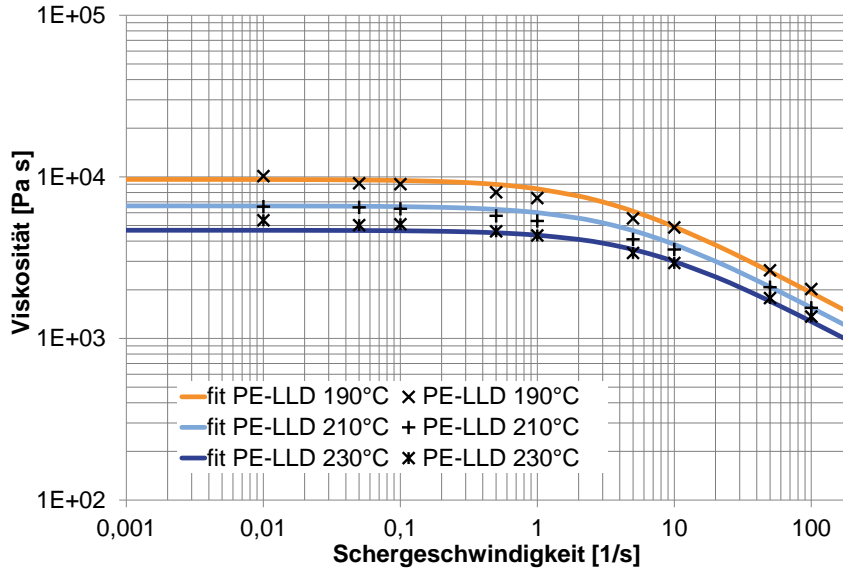
Kürzel	A [Pa s]	B [s]	C [-]	E ₀ [J/mol]	T ₀ [K]
PE-LD 1	90100	31,5	0,559	51830,07	463,15
PE-LD 2	33750	17,5	0,514	50543,89	463,15
PE-LD 3	10480	3	0,478	44554,04	463,15
PE-LD 4	5020,8	1,72	0,469	43882,91	463,15
PE-LLD	9642	0,34	0,453	35090,97	463,15
PE-HD	122000	17	0,5	24562,68	463,15
PP	50000	5	0,55	52890,46	463,15

In Abbildung 3-10 sind die Messwerte der Viskositätsverläufe für PE-LD 1, PE-LLD, PE-HD und PP den Regressionskurven bei drei unterschiedlichen Temperaturen gegenübergestellt. Hieraus ist eine qualitative Beurteilung der Regressionskurven zu entnehmen. Generell wird bei der Ermittlung der Materialparameter für den *Carreau*-Ansatz ein zufriedenstellendes Abbild der Messwerte erreicht. Wird der Viskositätsverlauf von PE-LD 1 als Referenz definiert, so lassen sich im Unterschied zu diesem einige Auffälligkeiten der übrigen Materialien herausstellen. Bei PP ist die Temperaturverschiebung bei leicht niedrigerem Viskositätsniveau ähnlich zum PE-LD 1 ausgeprägt. Der strukturviskose Bereich beginnt jedoch erst bei höheren Schergeschwindigkeiten. Beim PE-LLD ist die Temperaturverschiebung im Gegensatz zu PE-LD 1 und PP weniger ausgeprägt und der strukturviskose Bereich bei niedrigerem Viskositätsniveau beginnt erst bei deutlich höheren Schergeschwindigkeiten. Die Temperaturverschiebung beim PE-HD ist kaum ausgeprägt und das Viskositätsniveau ist von den betrachteten Materialien das höchste. Das strukturviskose Verhalten beginnt im Vergleich zu PE-LD 1 bei geringfügig höheren Schergeschwindigkeiten. Eine Analyse der Auswirkungen dieser Eigenschaften auf Produktwechsel erfolgt in Kapitel 5.2.

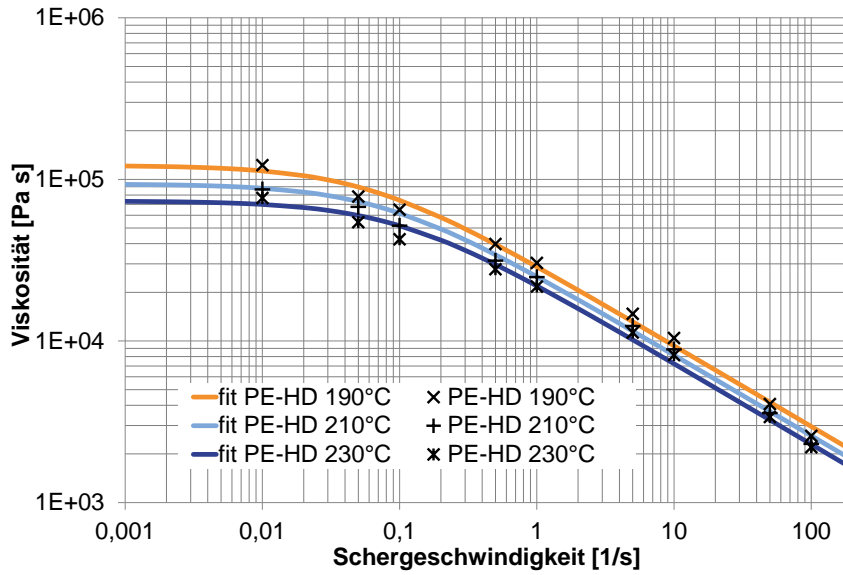
PE-LD 1



PE-LLD



PE-HD



PP

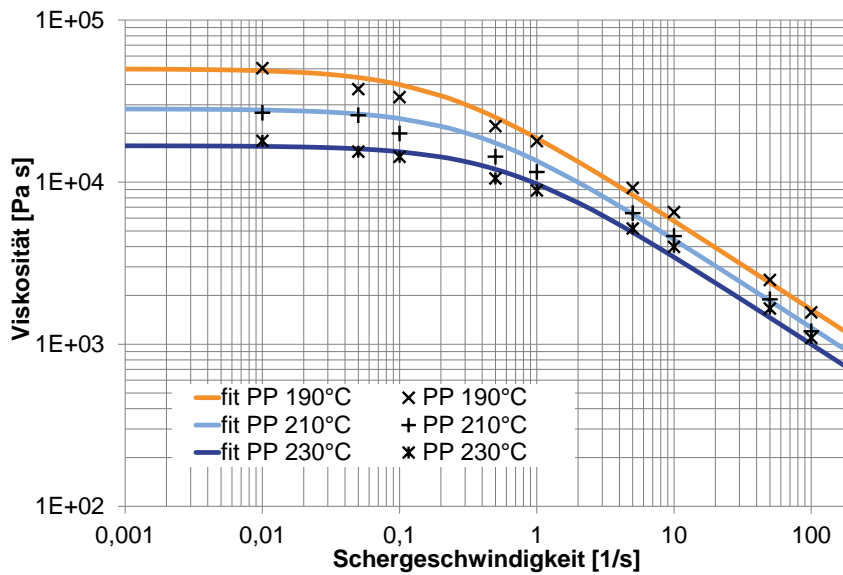


Abbildung 3-10: Viskositätsverläufe von PE-LD 1, PE-HD, PE-LLD und PP

3.3 Validierung thermo-rheologischer Modellbildung

Aus den experimentellen Untersuchungen von Wechselprozessen lässt sich entgegen der gängigen Annahme zur Berechnung strömungsmechanischer Zustände schließen, dass finite Geschwindigkeiten an der Kanalwand vorliegen (vgl. Kap. 2.7). Demnach existiert im Kanal ein Stromfaden an der Wand, entlang dessen das Material die längste Verweilzeit erfährt. Für ein Wendelverteilerwerkzeug, wie in Kapitel 4.1 beschrieben, wird in [Ke13] für einen Farbwechsel bei einem Durchsatz von $\dot{m} = 15 \frac{kg}{h}$ bereits eine Verweilzeit von 3840 s ermittelt. Diese verlängert sich erheblich je nach Geometrie, falls eine diskontinuierliche Phase entsteht. Wird die Materialschicht unterbrochen, so ergibt sich demnach ein Unterschied zwischen der längsten Verweilzeit im Gesamtsystem (ermittelt am Auslass) und der jeweiligen Anteile lokaler Verweilzeiten im Kanal selbst. Im letzteren Fall verweilt das Material tatsächlich an diesem Ort, bevor es am Auslass aus dem System / Bilanzraum tritt. Im ungünstigsten Fall, aus Sicht stetiger Produktion und Anlagenverfügbarkeit, verweilt das Material an Stagnationsstellen. Da alle Kunststoffe in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur ihre Eigenschaften ändern, ergeben sich für den Verarbeitungsprozess mehrere Effekte. Eine Betrachtung der thermo-rheologischen Eigenschaften von Materialien hilft abzuschätzen, wie diese sich im Fall hoher Verweilzeiten unter Temperaturbelastung im System verändern. So ist es möglich, dass verändertes Material aus der Stagnationsstelle in das Produkt gelangt und in Form von Stippen oder Gelteilchen die Qualität des Produktes drastisch senkt oder im schlimmsten Fall zum Ausschuss führt. Verweilt das Material bis zu seiner Zersetzung im System, beeinträchtigen die Reaktionsprodukte unter Umständen als Beläge oder Ablagerungen an den Kanalwänden die strömungsmechanischen Zustände im Kanal. Bei Materialwechseln begünstigt ein thermischer Abbau des Ausgangsmaterials den Vorgang während ein thermischer Aufbau eine hemmende Wirkung hat. Hohe Verweilzeiten des Ausgangsmaterials entstehen dabei neben den geometrischen Randbedingungen zusätzlich bei Wechseln von Materialien mit hohen auf niedrige Viskositätsniveaus (vgl. Kap. 5.2). Daher dient die Betrachtung der Viskosität als Indiz für die Beschreibung der Einflüsse auf das Wechselverhalten.

Um die Änderung der Materialeigenschaften zu prognostizieren, wird in [Mi12] ein analytischer Ansatz zur Beschreibung der thermo-rheologischen Änderung der komplexen Viskosität von Polyamid 12 (PA 12) vorgeschlagen. PA 12 gilt dabei als thermisch sensibles Material, so dass zum Teil sehr drastische Änderungen der Materialeigenschaften schon bei kürzeren Verweilzeiten bzw. Belastungsdauern beobachtet werden. Das Modell prognostiziert die Auswirkung einer solchen Änderung auf die Materialeigenschaften in Folge thermischer Belastungen des Pulverbetts bei generativen Fertigungsverfahren, um Aussagen über eine Wiederverwendbarkeit des nicht im Produkt verwendeten Pulvers zu ermöglichen. Dabei wird neben dem Temperaturverschiebungsfaktor a_T (vgl. Kap. 2.8) ein weiterer Verschiebungsfaktor a_{SC} vorgestellt, welcher strukturelle Änderungen in Abhängigkeit von Zeit und Temperatur berücksichtigt. Hierbei wird die Annahme getroffen, dass sich der Viskositätsverlauf in Folge struktureller Änderungen in der gleichen Art verschieben lässt, wie in Folge einer Temperaturänderung. Die Berechnung des strukturellen Verschiebungsfaktors ergibt sich nach Gl. 3-2.

$$a_{SC}(t, T) = a_{SC,UL} - (a_{SC,UL} - 1) * e^{-t * k_0 * e^{\left(\frac{E_0}{Rm * T}\right)}} \quad \text{Gl. 3-2}$$

Dabei sind die Werte $a_{SC,UL}$ die Obergrenze der strukturellen Verschiebung, $R_m = 8,314 \frac{J}{mol K}$ die allgemeine Gaskonstante, $t [s]$ die Verweilzeit, $k_0 \left[\frac{1}{s}\right]$ der Vorfaktor der temperaturabhängigen Reaktionsgeschwindigkeit, $E_0 \left[\frac{J}{mol}\right]$ die Aktivierungsenergie und $T [K]$ die Massetemperatur. Dieser Verschiebungsfaktor wird in den Ansatz nach *Carreau* (Gl. 2-2) eingesetzt, so dass sich die in Gl. 3-3 dargestellte Form mit beiden Verschiebungsfaktoren ergibt.

$$\eta(\dot{\gamma}, T, t) = \frac{A * a_T * a_{SC}}{(1 + a_T * a_{SC} * B * \dot{\gamma})^c} \quad \text{Gl. 3-3}$$

Das Modell wird im Rahmen dieser Arbeit zur Prognose der Materialeigenschaften von Polyolefinen untersucht und bewertet. Im Fokus liegt hierbei die komplexe Viskosität als prozessnahe Größe zur Beschreibung des Materialverhaltens insbesondere im Hinblick auf die in Kapitel 4 und Kapitel 5 gezeigten Einflüsse auf Materialwechsel.

Zur Untersuchung der thermischen Stabilität von Materialien wird in [Sr14] eine alternative Vorgehensweise diskutiert. Dabei wird die zeitliche Ableitung der komplexen Viskosität über der Messzeit untersucht. Bei einer konstanten Änderung der Viskosität über der Zeit ist nach dieser Auswertemethode ebenso ein konstanter Verlauf der zeitlichen Ableitung zu erwarten. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit der zeitliche Verlauf der komplexen Viskosität direkt als Maß zur quantitativen Analyse prozessrelevanter Änderungen der Materialeigenschaften ermittelt.

Es werden vier Polyolefine bei jeweils drei unterschiedlichen Temperaturen und sechs konstanten Schergeschwindigkeiten fünfeinhalb Stunden lang belastet. Bei den Messungen ist eine Deformation $\delta = 0,01$ vorgegeben, um im Bereich linear visko-elastischen Verhaltens zu bleiben. Die Grundlage der Modellierung bilden die in Kapitel 2.8 aufgeführten Materialparameter. Die Parameter zur Berechnung von a_{SC} werden auf der Grundlage von Messwerten ermittelt, wobei $a_{SC,UL}$ und k_0 in mehreren Kombinationen zufriedenstellende Ergebnisse liefern. Als Referenz zur Kalibrierung des Modells wird jeweils der Verlauf der komplexen Viskosität über der Zeit bei einer Temperatur von 190°C und einer Kreisfrequenz von $0,01 \frac{1}{s}$ gewählt.

3.3.1 Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD 1)

In Abbildung 3-11 sind die Messergebnisse für PE-LD 1 den Regressionskurven, die mit Hilfe des strukturellen Verschiebungsfaktors ermittelt werden, gegenübergestellt. Bei einer Kreisfrequenz von $\omega = 0,01 \frac{rad}{s}$ ist ein deutlicher Anstieg der Viskosität zu erkennen, der bei höheren Temperaturen an Intensität gewinnt. Das Modell ist in der Lage dieses Verhalten zufriedenstellend abzubilden. Bei höheren Schergeschwindigkeiten verringert sich die Zunahme der Viskosität über der Zeit jedoch zusehends. Aus dieser Beobachtung lässt sich schlussfolgern, dass abhängig von der Schergeschwindigkeit nicht nur eine reine Verschiebung des Viskositätsniveaus nach dem Masterkurven-Prinzip erfolgt, sondern sich ebenso die Molekulargewichtsverteilung des Materials ändert.

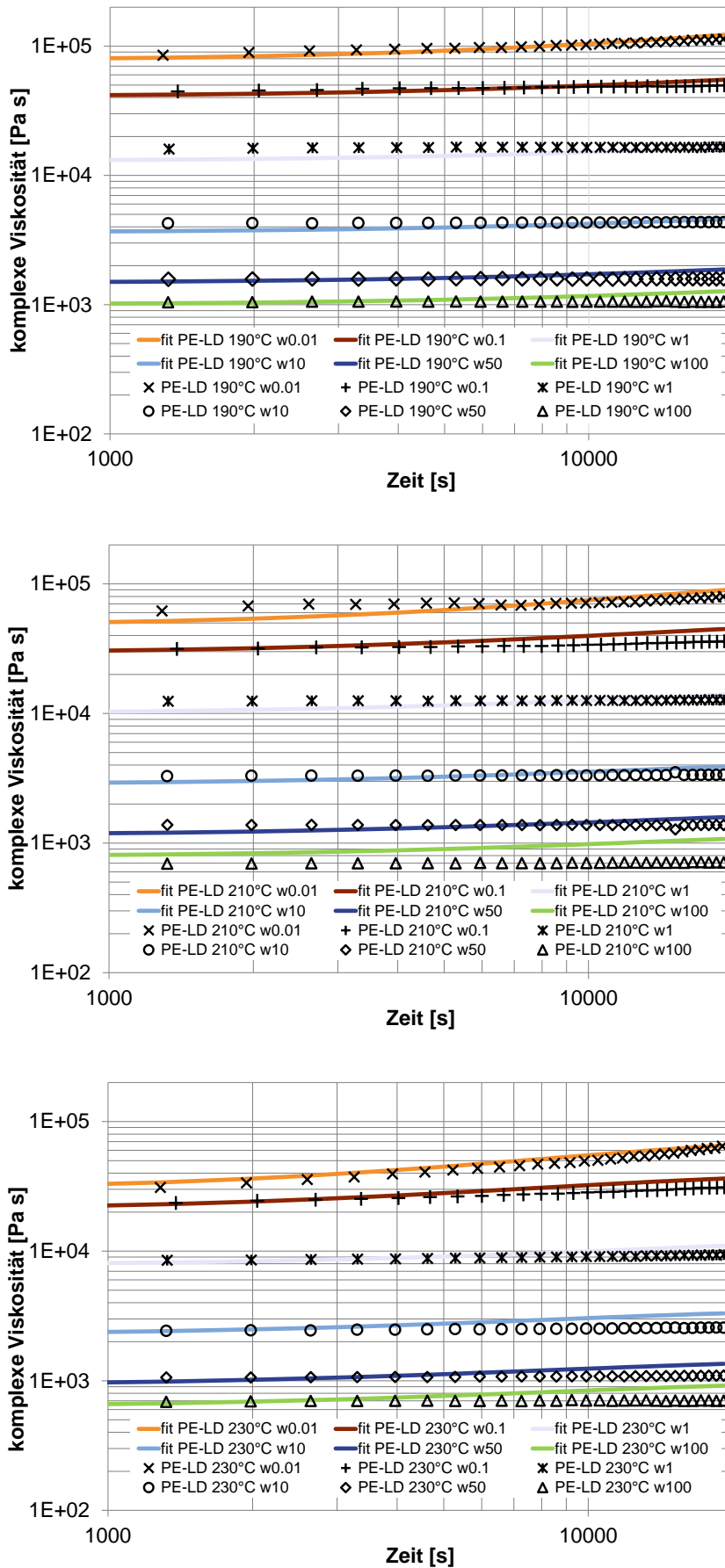


Abbildung 3-11: Thermo-rheologische Messungen PE-LD 1 (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s)

Da das Modell nur eine Verschiebung berücksichtigt, wird der zeitliche Verlauf der Viskosität bei höheren Schergeschwindigkeiten nur unzureichend prognostiziert. Bei einer Temperatur von 230°C ist die Änderung der Viskosität am deutlichsten zu erkennen. Deshalb wird nach einer Belastungsdauer von 5,5 h bei $\omega = 0,01 \frac{rad}{s}$ der Verlauf der Viskosität über der Schergeschwindigkeit ermittelt. In Abbildung 3-12 werden die Ergebnisse mit der ursprünglichen Messung des unbelasteten Materials verglichen. Neben den Regressionskurven zu den Messwerten wird auch ein durch das Modell prognostizierter Verlauf dargestellt.

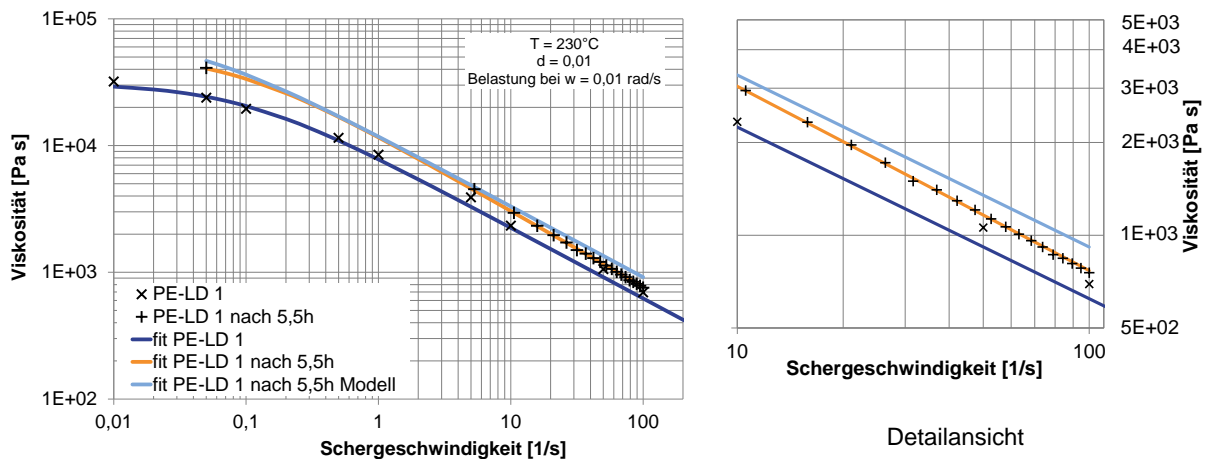
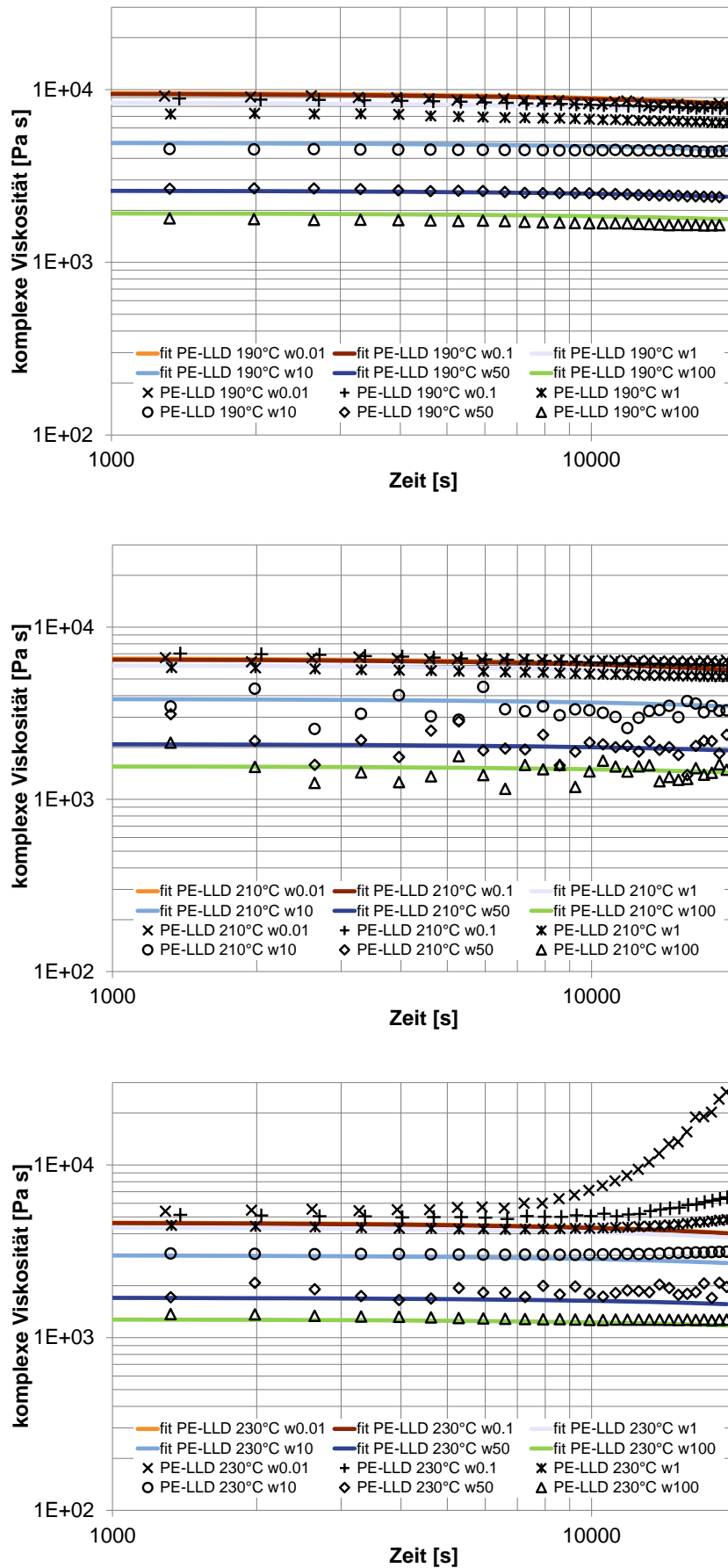


Abbildung 3-12: Frequenzsweep PE-LD 1 unmittelbar und nach 5,5 h bei 230°C

Im Bereich kleinerer Schergeschwindigkeiten ist der Unterschied zwischen belastetem und unbelastetem Material deutlich zu erkennen. Dieser Unterschied scheint bei höheren Schergeschwindigkeiten abzunehmen. Wird der Verlauf des unbelasteten Materials mittels strukturellem Verschiebungsfaktor um 5,5 h verschoben, so lässt sich anhand der Detailansicht erkennen, dass insbesondere im Bereich hoher Schergeschwindigkeiten die Prognose der Fließeigenschaften nicht zufriedenstellend gelingt. Dies lässt sich als Indiz dafür deuten, dass die Molekulargewichtsverteilung des Materials sich geändert hat. Dadurch ist die Verschiebung nach dem Masterkurven-Prinzip nur unter Vernachlässigung der Abweichungen anwendbar.

3.3.2 Lineares Polyethylen niedriger Dichte (PE-LLD)

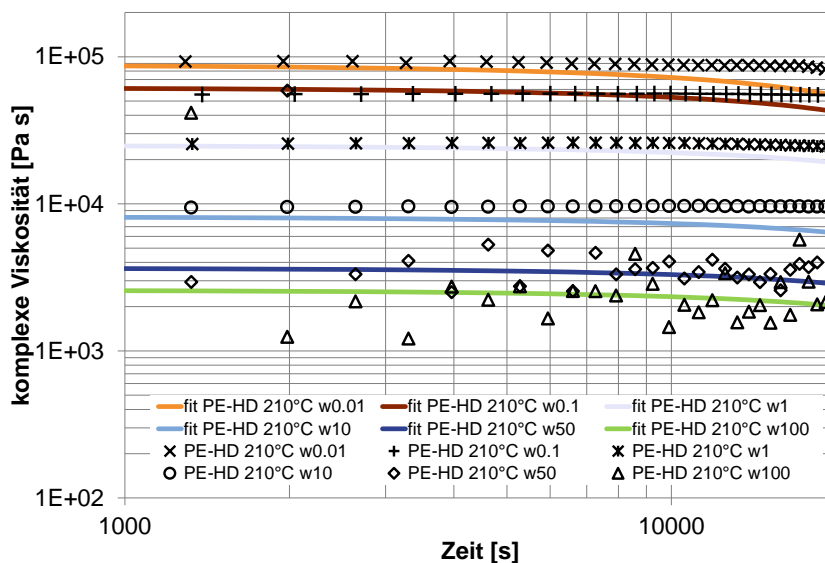
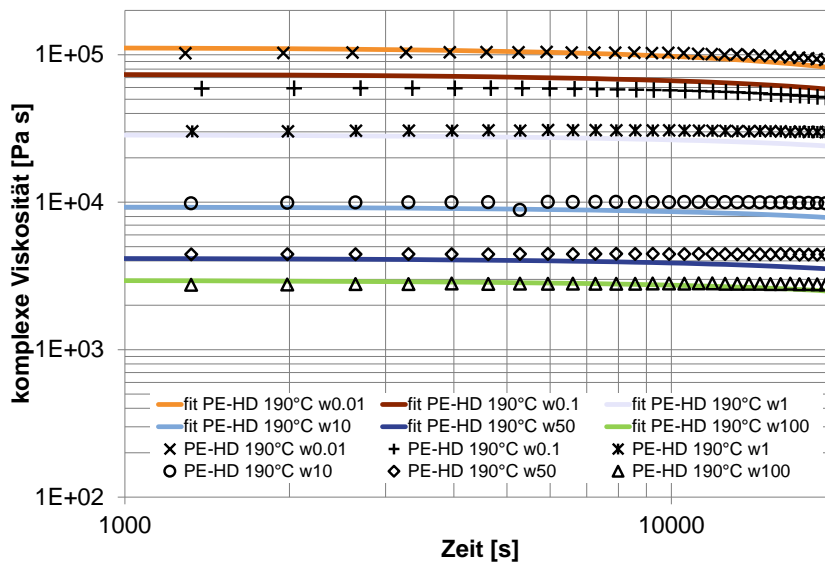
Wie Abbildung 3-13 zeigt, sinkt die Viskosität des PE-LLD bei 190°C mit zunehmender Zeit leicht ab. Der Einfluss der Schergeschwindigkeit ist dabei zunächst nicht relevant. Mit steigender Temperatur überlagert jedoch ein molekularer Aufbau das Materialverhalten, wobei sich dies am deutlichsten bei 230°C zeigt. Bei dieser Temperatur wird ebenso ein signifikanter Einfluss der Schergeschwindigkeit deutlich, wobei höhere Schergeschwindigkeiten eine Änderung der Materialeigenschaften anscheinend abschwächen. Möglicherweise wird der molekulare Aufbau bei höheren Temperaturen durch das Überschreiten einer notwendigen Aktivierungsenergie begünstigt oder das höhere Temperaturniveau wirkt beschleunigend, wobei ein molekularer Aufbau bei den niedrigeren Temperaturen erst bei längerer Versuchsdauer erreicht wird.

Abbildung 3-13: Thermo-rheologische Messung PE-LLD (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s)

Die Prognose eines überlagerten Auf- bzw. Abbaus durch ein Produkt mehrerer struktureller Verschiebungsfaktoren ist nicht sinnvoll möglich, da aus den Informationen der Messung bei 190°C und der Schergeschwindigkeit von $0,01 \frac{1}{s}$ nicht abzuleiten ist, welche Anzahl an Verschiebungsfaktoren benötigt wird und welche Parameter genutzt werden. Weiterhin berücksichtigt das Modell den Einfluss der Schergeschwindigkeit auf das thermo-rheologische Materialverhalten in der vorgestellten Formulierung nicht.

3.3.3 Polyethylen hoher Dichte (PE-HD)

Die Untersuchung von PE-HD zeigt bereits bei 190°C einen Einfluss der Schergeschwindigkeit auf das Fließverhalten über der Zeit (Abbildung 3-14). Die Interpretation der Messungen lässt auf ein Abbauphänomen schließen. Wie zuvor bei PE-LD und PE-LLD scheinen höhere Schergeschwindigkeiten die Änderung der Viskosität über der Zeit zu hemmen. Bei hohen Drehzahlen bzw. Schergeschwindigkeiten wird in Kapitel 3.1 am Laborextruder ein konstanter Verlauf der Drehmomente gemessen.



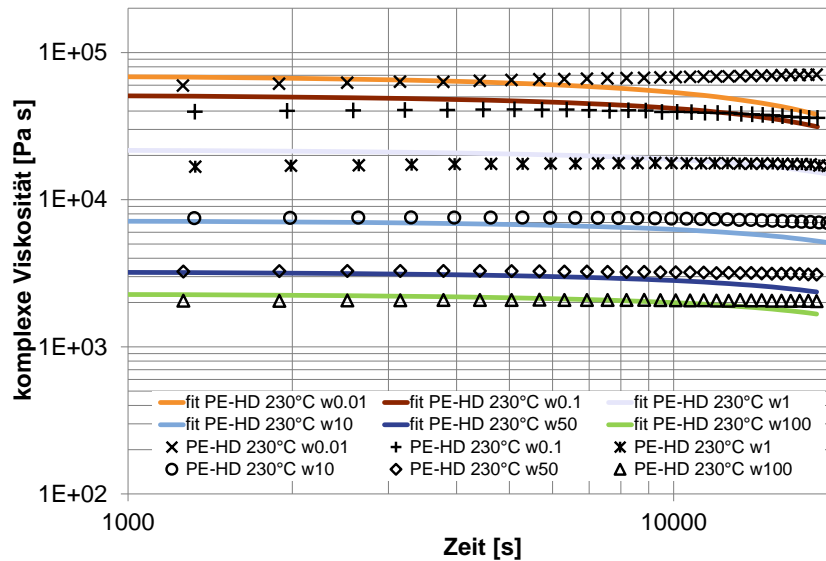
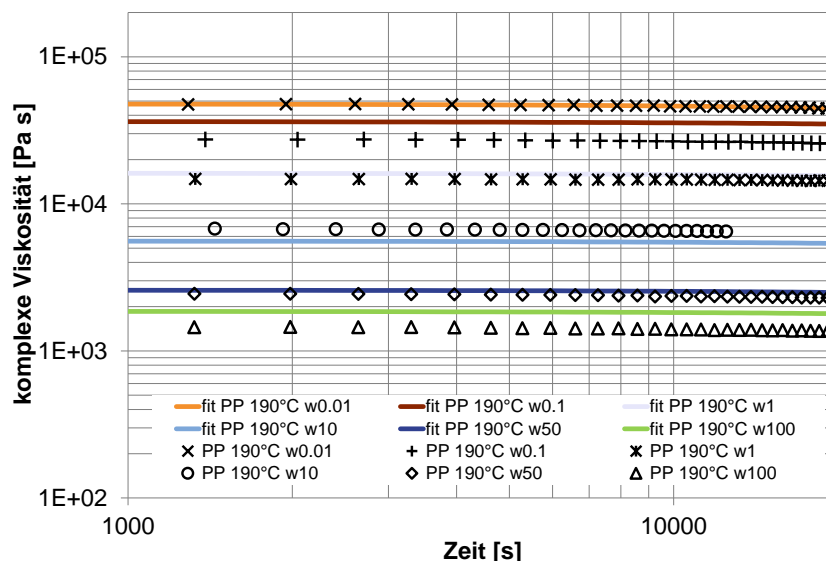


Abbildung 3-14: Thermo-rheologische Messung PE-HD (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s)

Diese Tendenz deckt sich somit mit den Beobachtungen aus den Messungen am Rheometer. Ähnlich den Beobachtungen bei PE-LLD wird ein molekularer Abbau bei kleineren Temperaturen durch einen Aufbau bei 230°C überlagert. Allerdings ist dieser Aufbau sehr viel geringer ausgeprägt und tritt im Zeitrahmen der Messung lediglich bei einer Schergeschwindigkeit von $0,01 \frac{1}{\text{s}}$ auf. Bei höheren Temperaturen prognostiziert das Modell einen stärker werdenden molekularen Abbau, welcher sich in den Messungen nicht wiederfinden lässt.

3.3.4 Polypropylen (PP)

Bei der Betrachtung von Polypropylen stellt das Modell die Viskositätsverläufe plausibel dar (Abbildung 3-15). Wie erwartet sinkt die Viskosität von PP mit zunehmender Versuchszeit (vgl. Kap. 3.1), wobei insgesamt jeweils nur eine geringe Änderung des Fließverhaltens auftritt. Ein signifikanter Einfluss der Schergeschwindigkeit ist nicht festzustellen.



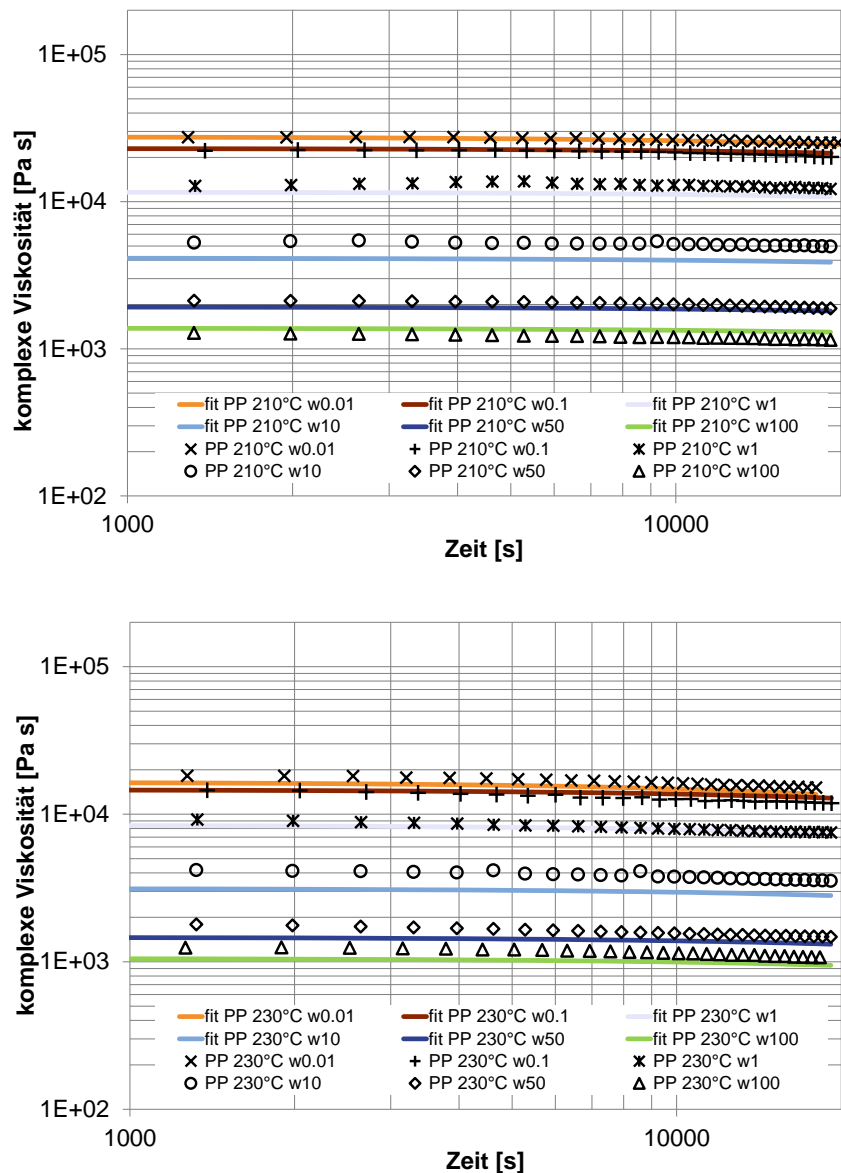


Abbildung 3-15: Thermo-rheologische Messung PP (für $\omega = 0,01$ bis 100 1/s)

3.3.5 Zusammenfassung der thermo-rheologischen Materialparameter

In Tabelle 3-3 sind die verwendeten Parameter für den strukturellen Verschiebungsfaktor bei den untersuchten Polyolefinen aufgelistet. Dabei ist zu beachten, dass auch andere Kombinationen der Parameter existieren, die zum gleichen Verlauf der Regressionskurven führen.

Tabelle 3-3: Thermo-rheologische Materialparameter

	$a_{SC,UL}$ [-]	k_0 [$\frac{1}{s}$]
PE-LD 1	2,8	19
PE-LLD	8	-0,000001
PE-HD	2,8	-0,0045
PP	0,0397	-3,5

3.4 Thermo-rheologisches Verhalten von Blends

Am Beispiel von EVOH und Haftvermittler (HV) wird der Einfluss thermo-rheologischer Effekte auf die Eigenschaften von Blends analysiert. In der industriellen Anwendung wird EVOH bereits seit langem aufgrund hervorragender Barriereigenschaften in Mehrschichtverbunden eingesetzt. Hierbei dient neben der Barrierschicht aus EVOH häufig eine Schicht aus einem Polyolefin zur mechanischen Stabilisierung des Produktes [Ma91]. Da unpolare Polyolefinschichten nicht an polarem EVOH haften, wird zwischen beiden ein HV eingesetzt [Lo93]. Dabei basiert der HV meist auf einem Polyolefintypen ergänzt um funktionelle Gruppen, die eine Wasserstoffbrückenbindung mit dem EVOH erzeugen [Wa12]. Diese funktionellen Gruppen werden durch Einfügen von Maleinsäureanhydrit ($C_4H_2O_3$) an das Polyolefin erzeugt (Abbildung 3-16).

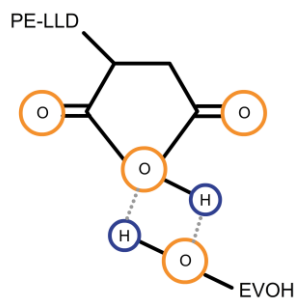


Abbildung 3-16: Wasserstoffbrückenbindung zwischen EVOH und HV nach [Wa12]

Blends aus EVOH und HV entstehen typischerweise bei der Rückführung von Mahlgut oder Recyclat in die Schicht zur mechanischen Stabilisierung des Produktes. Die thermo-rheologischen Untersuchungen der Blends unterschiedlicher Volumenanteile werden in einem Messkneteter mit Walzenschaufelelementen durchgeführt. Dabei werden die Materialproben bei unterschiedlichen Kammertemperaturen jeweils mit einer konstanten Drehzahl von $30 \frac{U}{min}$ belastet. Das EVOH wurde zuvor in einem Heißlufttrockner bei $90^\circ C$ vier Stunden lang konditioniert.

Aus der Geometrie der Walzenschaufeln (Abbildung 3-17) ergibt sich ein Spektrum an Schergeschwindigkeiten, welche die Schmelze zyklisch erfährt. Die Messkammertemperatur wird dabei in der Schmelze erfasst (Sensor $T_{Kneteter}$). Als Messgröße zur Beurteilung der Materialeigenschaften wird das Drehmoment am Antrieb genutzt.

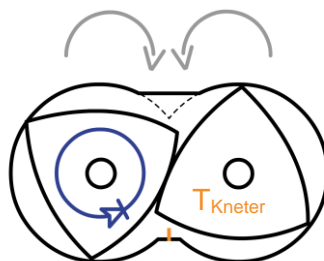


Abbildung 3-17: Schematische Darstellung der Knetkammer

Nach dem Einfüllen der Probe wird das Material zunächst plastifiziert und das System erreicht einen stabilen Betriebspunkt. Dieser Zeitpunkt lag bei den Messungen jeweils bei etwa 800 s und wurde durch die Auswertung des Temperaturverlaufs über die Messzeit bestimmt (Abbildung 3-18).

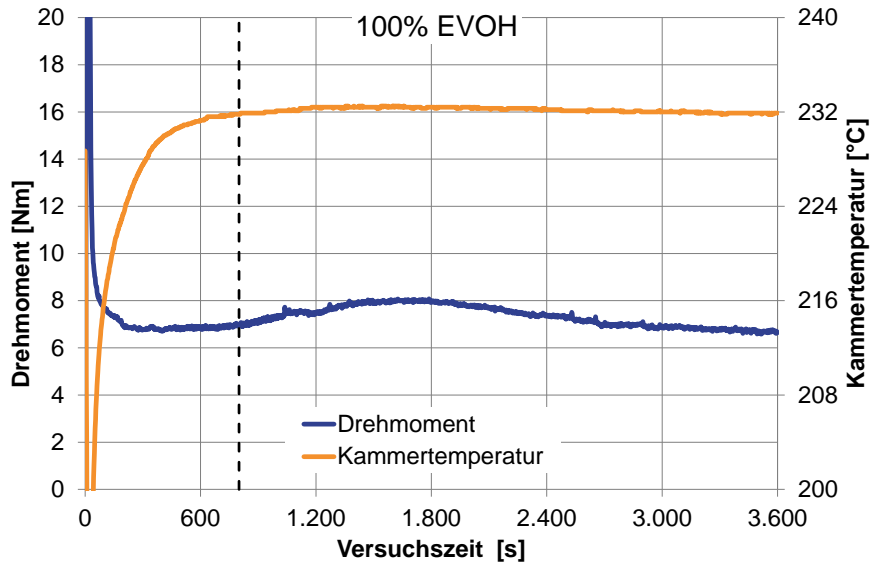


Abbildung 3-18: Stabile Messkammertemperatur

Um Änderungen im Material in Richtung kürzerer Messzeiten zu begünstigen, werden die Untersuchungen bei Umgebungsatmosphäre durchgeführt. In Abbildung 3-19 sind die resultierenden Drehmomentverläufe von reinem EVOH bzw. HV sowie mehrerer Blends unterschiedlicher Mischungsverhältnisse dargestellt. Das resultierende Drehmoment bei Betrachtung des reinen Haftvermittlers strebt mit fortschreitender Versuchszeit einem konstanten Wert entgegen. Das reine EVOH zeigt einen charakteristischen Anstieg des Drehmomentes, vermutlich in Folge struktureller Änderungen, mit einem Maximum zwischen etwa 1600 s und 1800 s. Anschließend sinkt das Drehmoment ebenfalls auf einen konstanten Verlauf herab. Eine ähnliche Charakteristik ist bei dem Blend mit 90% Volumenanteil an EVOH zu beobachten, wobei im Vergleich ein höheres Niveau des Drehmomentes bestehen bleibt. Der Verlauf des Blends aus gleichen Volumenanteilen von HV und EVOH ähnelt dem Verlauf des reinen HV. Die Drehmomente erreichen hierbei jedoch ein deutlich höheres Niveau.

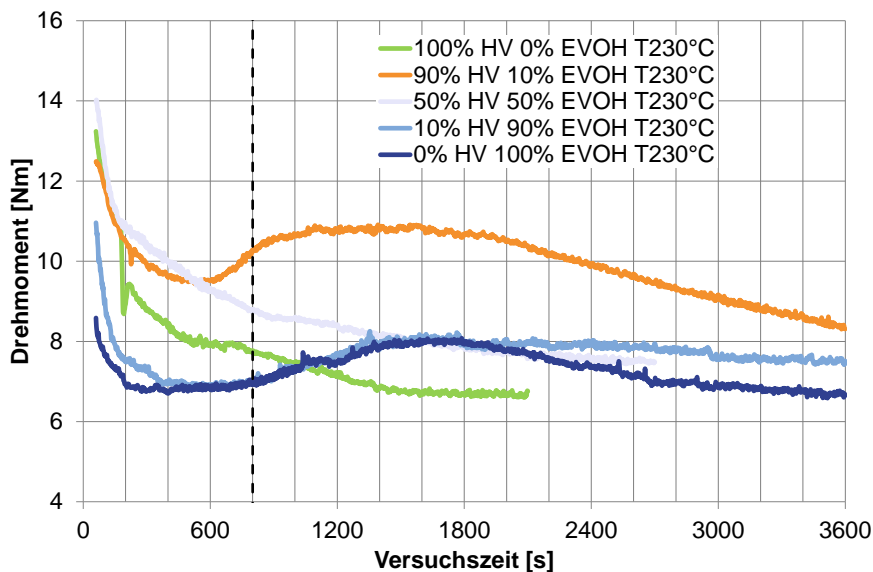


Abbildung 3-19: Drehmomente EVOH-HV-Blends bei 230°C

Bei einem Anteil von 10% EVOH im Blend ist ein sehr starker Anstieg des Drehmomentes zu beobachten. Dies ist insofern interessant, da die Drehmomentverläufe der einzelnen Materialien bei deutlich niedrigeren Niveaus liegen. In Abbildung 3-20 sind die Verläufe der Drehmomente daher im Detail bei niedrigen Volumenanteilen von EVOH dargestellt. Um Reaktionen weiter zu begünstigen und die Effekte dadurch ausgeprägter hervorzurufen, wird eine Kammertemperatur von 245°C eingestellt.

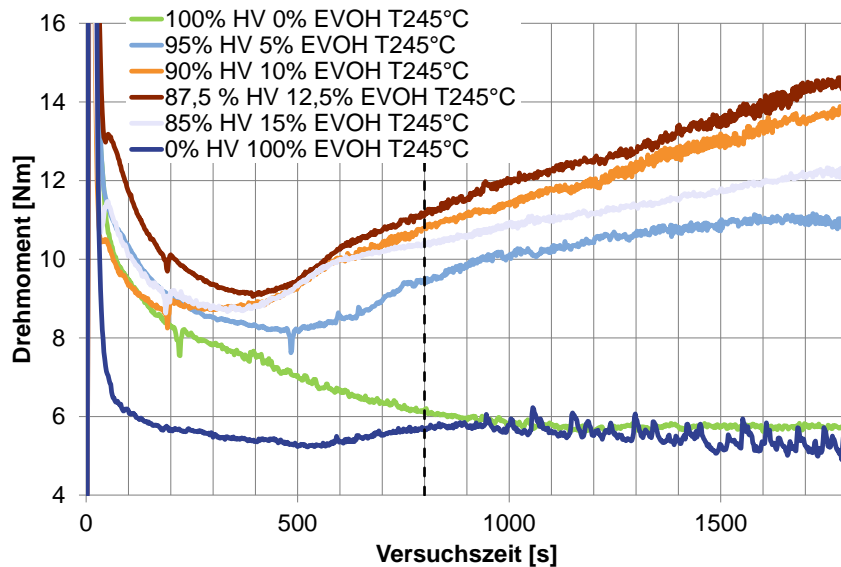


Abbildung 3-20: Drehmomente EVOH-HV-Blends bei 245°C

Bei geringen Volumenanteilen von EVOH im Blend sind gegenüber den reinen Materialien deutlich höhere Drehmomente erkennbar. Bei reinem EVOH ist jedoch zu beachten, dass der Verlauf im Vergleich zu den Beobachtungen bei der Messkammertemperatur von 230°C Auffälligkeiten durch starke Schwankungen der Messwerte aufweist und daher nicht weiter berücksichtigt wird.

Wird eine Auswertung der Drehmomente bei 1800 s vorgenommen, so ist zu erkennen, dass sich ein Peak bei einem Volumenanteil von 12,5% EVOH im Blend einstellt (Abbildung 3-21).

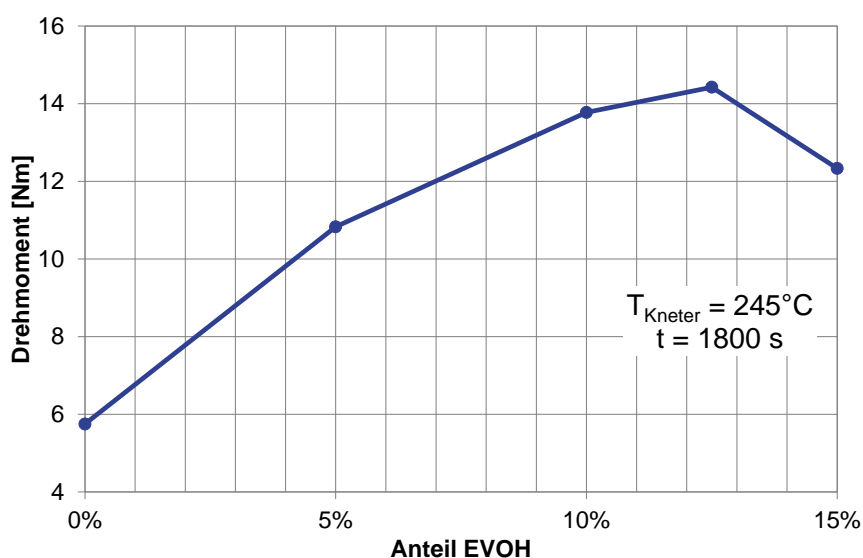


Abbildung 3-21: Drehmomente unterschiedlicher EVOH-HV-Blends bei 1800 s und 245°C

In Anbetracht der Funktionsweise des HV ist es plausibel anzunehmen, dass im Blend ein Netzwerk aus Wasserstoffbrückenbindungen entsteht und für die Erhöhung des Drehmomentniveaus verantwortlich ist. Bei weiterer Zunahme des Volumenanteils an EVOH im Blend tritt vermutlich ein Sättigungszustand ein. Ob eine Korrelation zwischen dem Anteil an funktionellen Gruppen im Haftvermittler und dem Volumenanteil an EVOH, bei dem die meisten Wasserstoffbrücken gebildet werden, besteht, lässt sich anhand der Ergebnisse nicht abschließend beurteilen.

Eine Relevanz für Materialwechsel haben diese Beobachtungen unter Berücksichtigung der im Benchmark in [WH11] vorgeschlagenen Methode, Wechsel von EVOH als Ausgangsmaterial durch Hinzugabe von Haftvermittler in ein Polyolefin als Zielmaterial zu unterstützen. Dieses Vorgehen basiert auf dem Gedanken, dass eine Haftung des Zielmaterials am EVOH bei einem Wechselvorgang von Vorteil ist. In [WH11] wird in einigen Wechseln der gegenteilige Effekt beobachtet, wobei sich dies auf die dargestellten Zusammenhänge zurückführen lässt. Es ist für diesen Fall zu argumentieren, dass sich ein Blend aus einem Polyolefin und einem passenden HV verhält, wie ein HV mit einem geringeren Anteil an funktionellen Gruppen. Weiterhin ergibt sich bei fortschreitendem Wechsel eine Verschiebung des Verhältnisses von Zielmaterial und EVOH im Kanal hin zu kleineren Volumenanteilen des EVOH. Als Folge lässt sich eine Erhöhung der Viskosität in der Randschicht vermuten, so dass diese einen deutlichen negativen Effekt auf den Wechsel ausübt. Wird der Wechselvorgang in einem Extruder aus diesen Gesichtspunkten betrachtet, so scheint die Entstehung von Blends aus HV und EVOH sehr wahrscheinlich und ebenso das Erreichen immer kritischer werdender Verhältnisse der Materialien mit fortschreitendem Wechsel. Mischungen zwischen Zielmaterial und HV, bei denen in [WH11] ein Effekt zur Erhöhung der Viskosität nachgewiesen wird, zeigen reduzierte Wechselmassen. Hieraus lässt sich annehmen, dass dieser Effekt die Bildung einer hochviskosen Randschicht aus EVOH unter Beeinflussung funktioneller Gruppen des HV überlagert. Wie in Kapitel 5.5 gezeigt wird, ist eine Erhöhung der Viskosität des Zielmaterials durch Zusätze für die Dauer des Wechsels ungünstig, da sich eine Umstellung auf die Produktion dadurch weiter verzögert.

3.5 Messung chemischer Oberflächen-Schmelze-Interaktionen (Konzept)

Die in Kapitel 3.1 beschriebene Methodik zur anwendungsbezogenen Materialanalyse wird in ein neues Konzept zur Messung von chemischen Interaktionen zwischen Kunststoffschmelze und Kanaloberfläche übertragen. Dabei wird eine Möglichkeit geschaffen, gezielt die Einflüsse chemisch reaktiver Kunststoffarten, wie beispielsweise Fluorpolymere, oder reaktiver Additive in Kontakt mit den metallischen Oberflächen zu untersuchen. Das Konzept des Gesamtsystems ist in Abbildung 3-22 dargestellt.

Das aufgeschmolzene Material wird durch einen korrosionsgeschützten Einschneckenextruder bereitgestellt, wobei die Schmelze in diesem aufgrund der Systemgröße nur eine geringe Zeit verweilt. Die dissipativ in das Material eingebrachte Wärme entsteht üblicherweise hauptsächlich im austrittsnahen Bereich des Extruders. In diesem Bereich ist daher auch das höchste Potenzial für chemische Reaktionen des Materials vorhanden.

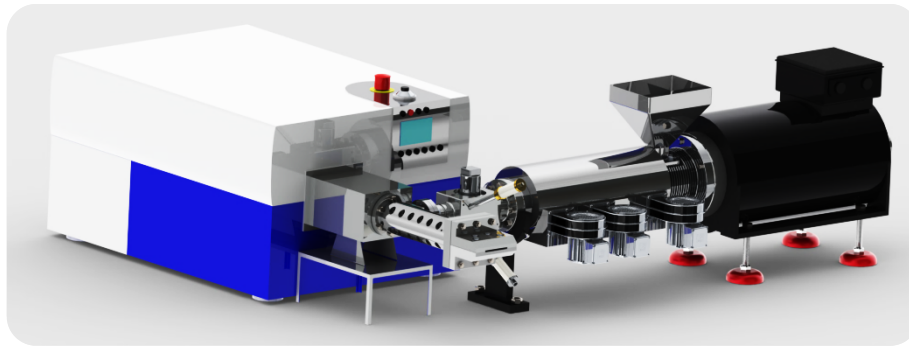


Abbildung 3-22: Entwurf des Gesamtmesssystems zur Oberflächen-Schmelze-Interaktion

Durch konstruktive Maßnahmen und der Wahl geeigneter Betriebspunkte wird dieser Bereich in die dem Extruder nachfolgende Prüfapparatur verlagert. Die chemische Interaktion findet an einem zylindrischen Probenkörper (A) im Kern des Messsystems statt (Abbildung 3-23).

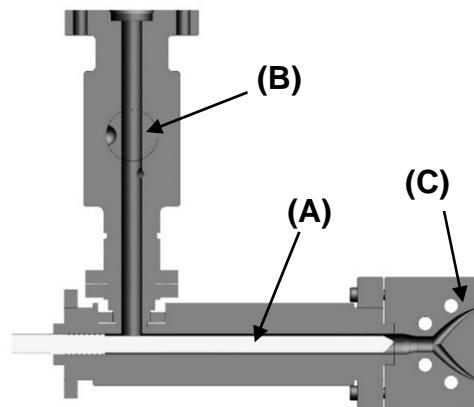


Abbildung 3-23: Schnittdarstellung des Messsystems zur Oberfläche-Schmelze-Interaktion

Der Probenkörper rotiert in einem Zylinder aus inertem Werkstoff. Dabei erlaubt die Anpassung der Drehzahl die Einstellung unterschiedlicher Schergeschwindigkeiten im konstanten Spalt zwischen Probenkörper und Zylinderwand. Die Kosten zur Herstellung der Probenkörper sind zu minimieren, da diese nach erfolgter Reaktion nicht wiederverwendet werden. Einen Hinweis auf eine chemische Reaktion bietet die Beurteilung der Massenänderung des Probenkörpers. Eine weitere quantitative Messgröße wird durch eine empfindliche Drehmomentenerfassung am Antrieb des Probenkörpers ermittelt. Dadurch sind direkte Rückschlüsse auf eine Änderung der strömungsmechanischen Materialeigenschaften möglich. Der Extruder ist über ein Bypass-Modul mit der Messapparatur verbunden (B). Dadurch sind im Messsystem unabhängig vom Extruder hohe Verweilzeiten unter Scherbelastung analysierbar. Durch ein Flachfolienwerkzeug (C) am Auslass des Systems ist die Herstellung kleiner Testfolien möglich, mit deren Beschaffenheit ein direkter Bezug zu industriellen Produkten hergestellt werden kann und deren Qualität mit den gleichen bereits etablierten Methoden quantitativ bestimmt werden kann.

4 Modellbildung von Farb- und Materialwechseln

In diesem Kapitel werden durch die Kenntnis der Materialeigenschaften und Anwendung von Grundgleichungen Wechselvorgänge modellhaft beschrieben. Dies wird zunächst unter Beachtung der im Folgenden dargestellten Annahmen analytisch erreicht, bevor eine Übertragung des analytischen Modells eine Kalibrierung numerischer Strömungssimulationen erlaubt.

4.1 Bilanzräume

Um die Ergebnisse der Berechnung von Wechselvorgängen zu bewerten, wird zunächst eine Rundstranggeometrie verwendet. Diese eignet sich hierzu hauptsächlich durch das konstante Querschnittsprofil ebenso bei der theoretischen Modellbildung wie auch zur Durchführung experimenteller Untersuchungen (vgl. Kap. 5.1). Der Bilanzraum der Rundstranggeometrie ist in Abbildung 4-1 dargestellt.

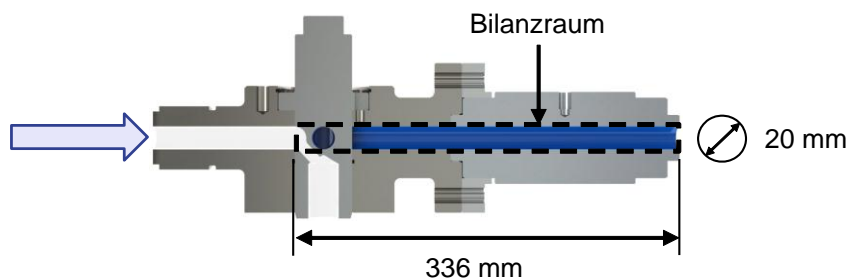


Abbildung 4-1: Bilanzraum der Rundstranggeometrie

Zur Kalibrierung der numerischen Simulation ist ein Nachweis darüber zu erbringen, dass diese auch bei einer Änderung der Strömungsrichtung plausible Ergebnisse erzeugt. Hierzu wird das Modell einer 90°-Umlenkung verwendet (Abbildung 4-2). Die Abschnitte vor und nach der Umlenkung haben dabei den gleichen Durchmesser wie die Rundstranggeometrie. Verglichen mit den Radien im äußeren Randbereich ist der innere Radius mit 2 mm sehr viel kleiner. Dadurch sind sehr unterschiedliche Wandschubspannungen und auch Wechselverläufe in beiden Randbereichen zu erwarten.

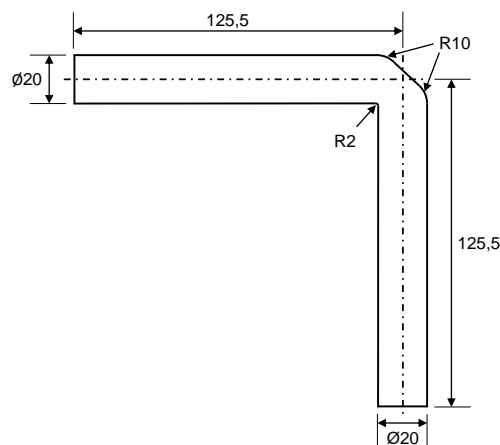


Abbildung 4-2: Bilanzraum der 90°-Umlenkung

Die Methode zur Kalibrierung der numerischen Simulation zur Abbildung von Wechselprozessen wird schließlich auf ein reales Werkzeugkonzept übertragen und bewertet. Hierzu dient ein Einschichtwendelverteiler mit Vorverteilersystem zur Anwendung in einer Blasfolienanlage (Abbildung 4-3). Der Darstellung auf der linken Seite sind die groben äußeren Abmaße der Geometrie zu entnehmen. Auf der rechten Seite ist ein 3D-Modell zur Veranschaulichung der vier Wendeln und deren Überlappung dargestellt. Hierzu ist jeweils die vordere Kanalwandfläche ausgeblendet.

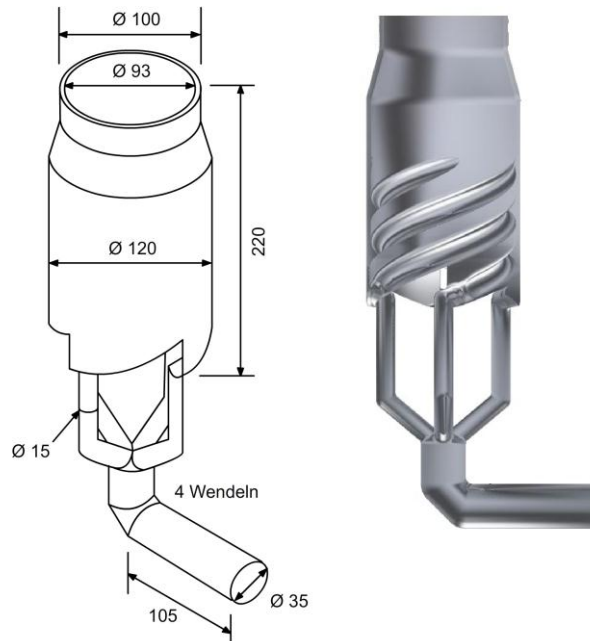


Abbildung 4-3: Bilanzraum des Wendelverteilers

4.2 Analytische Modellbildung von Wechselprozessen

Während eines Wechsels von Materialien beeinflussen sich simultan mehrere komplexe strömungsmechanische Vorgänge gegenseitig. Werden die Strömungsgeschwindigkeiten zweier Wechelpartner beispielhaft in einem Kanal mit kreisrundem Querschnitt ($\varnothing = 20$ mm, $L = 336$ mm) betrachtet, so zeigt sich bei den unterschiedlichen Phasen eine Überlagerung der Strömungsprofile. In Abbildung 4-4 ist beispielhaft eine solche Überlagerung im Vergleich mit dem Strömungsprofil des Ausgangsmaterials auf der Grundlage numerischer Simulationen dargestellt. Beim Materialwechsel wird PE-LD 1 (MFR 0,3 g/10 min.) auf PE-LD 4 (MFR 4 g/10 min.) gewechselt. Das Profil wird an einer axialen Position von 200 mm nach einer Wechselzeit von 10 s bei der Auswertung der Simulation (Postprocessing) ausgelesen. Obwohl sich nach Integration der einzelnen Profile der gleiche Volumenstrom ergibt, zeigt sich bei der Materialwechselsituation ein prägnanter Unterschied zum Strömungsprofil des Ausgangsmaterials. Die Viskosität in der Kanalmitte ist wesentlich geringer als in den Randschichten mit dem Rest des hochviskosen Ausgangsmaterials. Es kommt dadurch zu einer Verschiebung eines großen Anteils des Volumenstroms in die Kanalmitte, während am Rand die Fließgeschwindigkeiten abnehmen. Bei einer Position von etwa 7 mm im Kanalquerschnitt sind deutlich die Anteile beider Materialien zu unterscheiden. Berechnungsmodelle, welche die Position der Grenzfläche zwischen den Materialien nicht berücksichtigen, ermöglichen zwar die Berechnung von Farbwechseln, jedoch nicht von Materialwechseln.

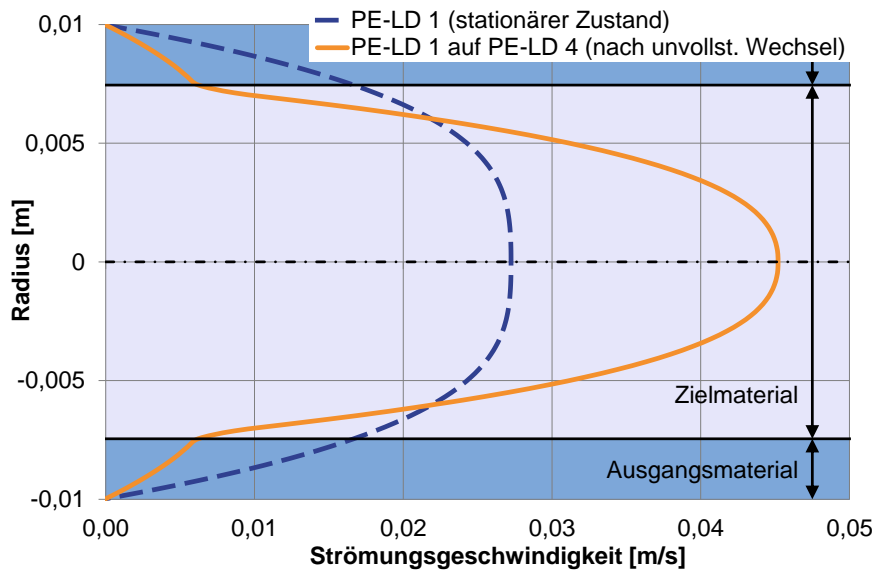


Abbildung 4-4: Geschwindigkeitsprofile von Ausgangs- und Zielmaterial

Im Unterschied zum mehrschichtigen Verlauf der Strömung, der üblicherweise bei der Coextrusion auftritt, ist am Einlass lediglich der Massestrom von nur einem der Materialien, nämlich dem des Zielmaterials, vorhanden. Dies führt zu einer kontinuierlichen Verringerung der Schichtdicke des Ausgangsmaterials im Kanal, bis dieses schließlich vollständig durch das Zielmaterial verdrängt wurde. Dabei sind die Schichtdicken der einzelnen Phasen, abhängig von den Materialeigenschaften der Wechsepartner, axial entlang des Kanals positions- und fließzeitabhängig. In Abbildung 4-5 ist der Fließkanal in zwei Hälften dargestellt, wobei der Volumenanteil an Ausgangsmaterial blau und der des Zielmaterials weiß eingefärbt ist. Die Hälften zeigen zwei unterschiedliche Zeitpunkte während des Wechsels.

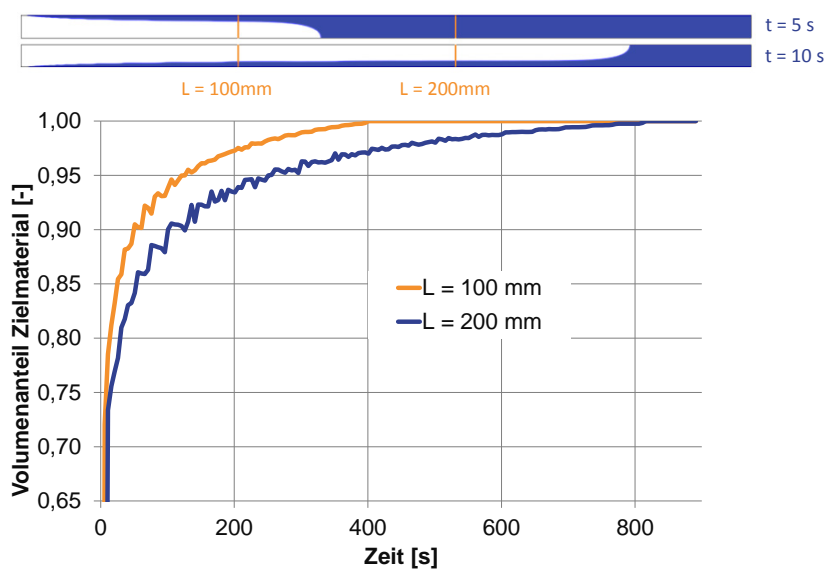


Abbildung 4-5: Zeit- und Ortsabhängigkeit des Wechselvorgangs

Bei den Positionen 100 mm bzw. 200 mm im Kanal wird jeweils auf den Querschnitt bezogen der Mittelwert des Volumenanteils an Zielmaterial über der Zeit dargestellt. Dabei ist der gemittelte Volumenanteil proportional zur Position der Grenzschicht der beiden Wechsepartner. An den Verläufen ist deutlich zu erkennen, dass die Position dieser

Grenzschicht sowohl zeit- als auch ortsabhängig ist. Dabei ist die Kenntnis dieser Position zur Berechnung der Zustände im Kanal unerlässlich. Als Schlussfolgerung aus dem Vorangegangenen ist eine umfassende Beschreibung der Zustände bereits in einem solchen Fließkanal analytisch betrachtet mit großer Komplexität verbunden und erzwingt daher den Gebrauch numerischer Lösungsansätze.

Ist die Abschätzung der benötigten Wechselzeit oder -masse das Ziel der Untersuchung, so lässt sich mit Hilfe geeigneter Vereinfachungen eine analytische Berechnung durchführen. Da kein Massestrom des Ausgangsmaterials im Wechselprozess vorhanden ist bzw. kein neues Material dieser Phase dem System zugeführt wird, muss die Schubspannung des Zielmaterials den Wechsel dominieren. In Abbildung 4-6 ist der Verlauf des Druckverlustes bei einem Wechselprozess in der zuvor beschriebenen Rundstranggeometrie von PE-LD 1 auf PE-LD 4 über der Zeit gezeigt. Nach Gl. 2-7 ist dieser Druckverlust proportional zur Schubspannung im Kanal.

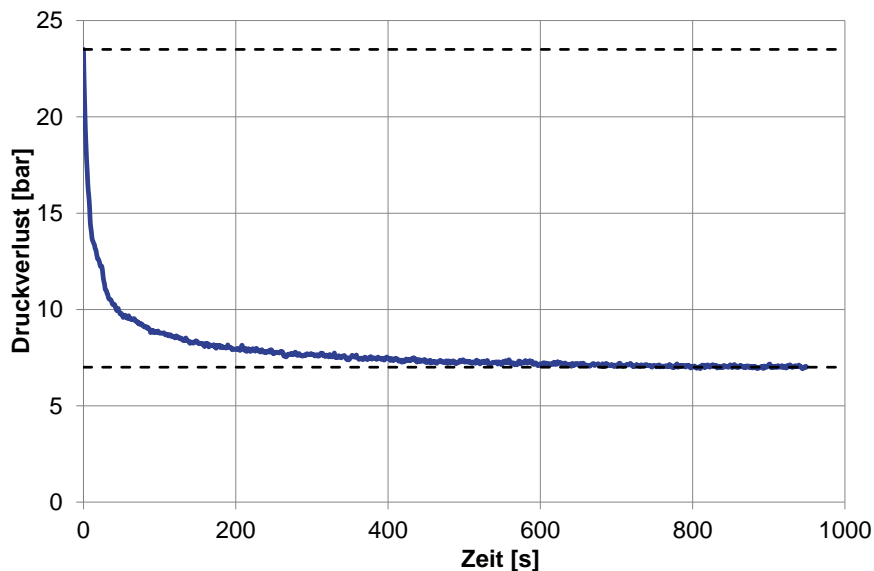


Abbildung 4-6: Druckverlust bei einem Wechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 4

Aus dieser Beobachtung heraus wird die Wandschubspannung des Ausgangsmaterials τ_{WA} vereinfachend der des Zielmaterials τ_{WB} gleichgesetzt. Weiterhin ist im Strömungskanal lediglich der Ort längster Verweilzeit zur Bestimmung eines abgeschlossenen Wechsels interessant. Ist dort der Austausch des Ausgangs- mit dem Zielmaterial abgeschlossen, so gilt dies auch für die übrigen Stellen im Kanal. Am Beispiel der Rundstranggeometrie ($\varnothing = 20$ mm, $L = 336$ mm) ohne Umlenkungen, Änderungen des Kanalquerschnitts oder makroskopischer Unregelmäßigkeiten liegt der Ort höchster Verweilzeit an der Kante zwischen der kreisrunden Auslassfläche und der Kanalwand. Dabei werden etwaige Beschleunigungen durch Vorgänge am Düsenaustritt, wie beispielsweise durch eine Strangaufweitung oder die Wirkung der Gravitation auf den Schmelzestrang, nicht berücksichtigt.

Für einen abgeschlossenen Wechselprozess wird demnach so viel Zeit benötigt, wie Ausgangsmaterial an dieser Kante entlang ins Freie strömt bzw. das Zielmaterial auf dem langsamsten Stromfaden zum Erreichen der Kante am Auslass braucht. Da in diesem Beispiel keine Richtungsänderung der Strömungsgeschwindigkeit erfolgt, verläuft der

langsamste Stromfaden, gemeinsam mit unendlich vielen weiteren parallelen Stromfäden rotationssymmetrisch über dem Umfang verteilt, unmittelbar an der Kanalwand entlang. Um weiterhin mit der Vereinfachung einer Wandhaftung rechnen zu können, wird ein Stromfaden bei einem theoretischen Abstand $d_W [m]$ zur Wand betrachtet, an welchem die Strömungsgeschwindigkeit in der Berechnung $v_W \left[\frac{m}{s} \right]$ mit der finiten Geschwindigkeit an der Wand bei einem realen Wechsel $v_{W_{mess}} \left[\frac{m}{s} \right]$ übereinstimmt. Da diese Geschwindigkeit an der Wand eine Funktion der Wechselzeit $t_{W_{mess}} [s]$ ist, wird sie durch die in Gl. 4-1 dargestellten Beziehungen aus der Messung der Masse $m_{W_{mess}} [kg]$ eines abgeschlossenen Wechsels ermittelt. Im Folgenden wird der Begriff Wandfließgeschwindigkeit für v_W verwendet. Dabei ist $L [m]$ die Kanallänge und $\dot{m} \left[\frac{kg}{s} \right]$ der Massedurchsatz. Der Wandabstand $d_{W_{mess}}$ ergibt sich folglich aus der Beziehung zwischen der Strömungsgeschwindigkeit $v_{W_{mess}}$ und der Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials $\dot{\gamma}_A$ an der Wand (Gl. 4-2).

$$v_{W_{mess}} = \frac{L}{t_{W_{mess}}} = \frac{L * \dot{m}}{m_{W_{mess}}} \tag{Gl. 4-1}$$

$$d_{W_{mess}} = \frac{v_{W_{mess}}}{\dot{\gamma}_A} \tag{Gl. 4-2}$$

Die Wandschergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials $\dot{\gamma}_A$ ist ebenso mit Gültigkeit der Gleichsetzung ($\tau_{WA} = \tau_{WB} = \tau_W$) ein Resultat aus der Wandschubspannung des Zielmaterials τ_W . In Abbildung 4-7 ist die Schergeschwindigkeit über der Schubspannung für mehrere Materialien bei einer Temperatur von 190°C abgebildet.

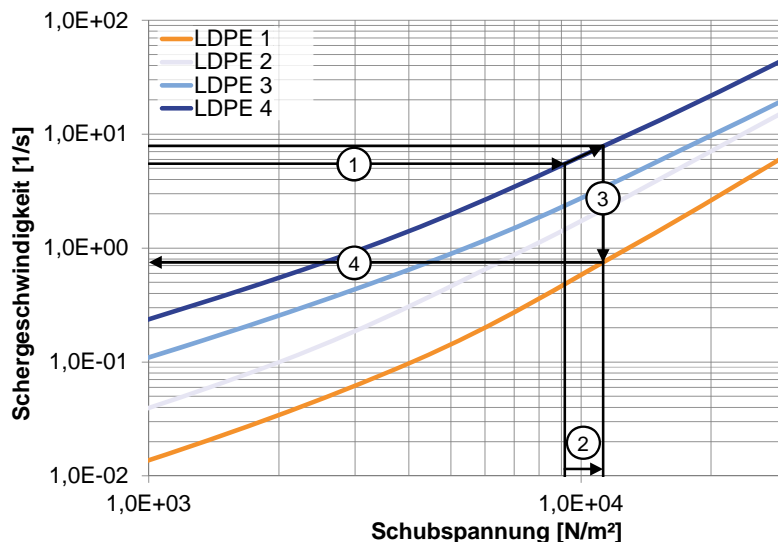


Abbildung 4-7: Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials über Wandschubspannung

Alle nachfolgenden Betrachtungen sind zunächst isotherm. Die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_{B_{rep}}$ wird an der repräsentativen Stelle im Kanal berechnet, an der ein newtonscher Berechnungsansatz gültig ist (vgl. Kap. 2.8). Aus dem Carreau-Ansatz (vgl. Gl. 2-2) mit den entsprechenden Materialparametern (Tabelle 3-2) ergibt sich die Scherviskosität $\eta_{B_{rep}}$ und

die Schubspannung τ_{Brep} an dieser Stelle im Kanal (1). Da die Schubspannung per Definition einem linearen Verlauf über dem Kanalquerschnitt folgt, wobei die Kanalmitte der Ursprung der Funktion ist, berechnet sich mit Hilfe des Verhältnisses e_o für kreisrunde Querschnitte die Wandschubspannung τ_W (2). Aus dem Verlauf der Schergeschwindigkeit des Zielmaterials lässt sich bei t die Schergeschwindigkeit an der Wand $\dot{\gamma}_B$ des Zielmaterials ermitteln. Es gilt die Annahme $\tau_{WA} = \tau_{WB} = \tau_W$ (3). Daher wird die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_A$ des Ausgangsmaterials bei τ_W ermittelt (4). Diese grafische Variante zur Ermittlung der Werte dient der Anschaulichkeit. Im Folgenden wird ausschließlich die rein rechnerische Variante genutzt, da diese eine Einbindung in ein Programmierumfeld gestattet. Hierbei wird der Carreau-Ansatz umgestellt und iterativ für $\dot{\gamma}_A$ und $\dot{\gamma}_B$ gelöst. Das Iterationsschema hierfür ist dem Anhang (Kapitel 8.4) zu entnehmen.

Die sich auf der Grundlage tatsächlich ermittelter Wandfließgeschwindigkeiten ergebenden Wandabstände d_{Wmess} lassen sich, wie in Abbildung 4-8 gezeigt, mit dem jeweiligen Verhältnis aus den Scherviskositäten des Ziel- und Ausgangsmaterials $\left(\frac{\eta_B}{\eta_A}\right)$ und der Wand in einem funktionellen Zusammenhang beschreiben.

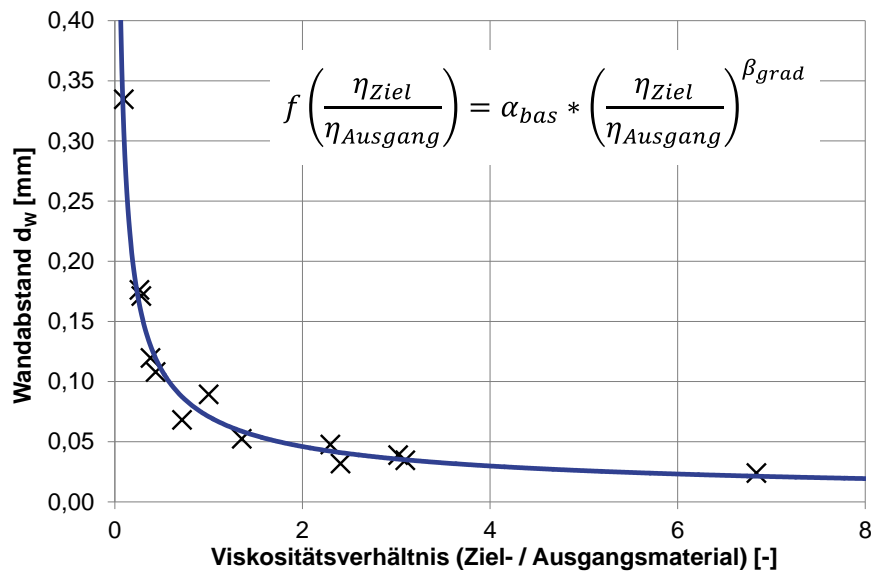


Abbildung 4-8: Zusammenhang des Wandabstands und des Viskositätsverhältnisses

Der Gedanke, eine vergleichbare Korrelation mit Hilfe eines Quotienten der MFR-Werte vorzuschlagen [Ho12a, Ho12b, Ho12c], sollte der Argumentation in Kapitel 3.2 folgend diskutiert werden. Lassen sich die Viskositätsverläufe beider Wechelpartner gemäß dem Masterkurvenprinzip deckungsgleich verschieben, so lässt sich der gezeigte Zusammenhang zum Wandabstand unter Inkaufnahme einer Ungenauigkeit durch den Einlaufdruckverlust ebenso mit dem Verhältnis bei gleichen Bedingungen gemessener MFR-Werte (gleiche Belastung und Massetemperatur) herstellen. Diese Ungenauigkeit vergrößert sich jedoch erheblich, sobald sich die Viskositätsfunktionen nicht deckungsgleich verschieben lassen.

Die Regressionskurve des in Abbildung 4-8 abgebildeten Zusammenhangs verläuft in einer Potenzfunktion der in Gl. 4-3 dargestellten Form.

$$d_w = \alpha_{bas} * \left(\frac{\eta_B}{\eta_A}\right)^{\beta_{grad}} \quad \text{Gl. 4-3}$$

Dabei ergeben sich die Parameter dieser Funktion für die in Tabelle 3-1 dargestellten Materialien zu $\alpha_{bas} = 0,07089 \text{ mm}$ und $\beta_{grad} = -0,6245$. In der gewählten linearen Darstellung der Achsen sind deutlich zwei Bereiche zu unterscheiden. Dabei markiert das Viskositätsverhältnis von $\frac{\eta_B}{\eta_A} = 1$ (Farbwechsel) die Grenze bei einem Wandabstand von $d_W = \alpha_{bas}$. Dieser Parameter repräsentiert somit die komplexen Einflüsse aus den Randbedingungen des Wechsels. Dabei interagieren Einflüsse aus der Oberflächentopologie des Kanals mit den Partikeleigenschaften des Tracers (vgl. Kap 2.7). Im Bereich der Viskositätsverhältnisse $\frac{\eta_B}{\eta_A} > 1$ und somit bei Wechseln von niedrigen zu hohen Viskositätsniveaus ist die Steigung der Regressionskurve sehr gering, daher sind zum Farbwechsel analoge Einflüsse hauptsächlich für den Wechselverlauf verantwortlich. Im Gegensatz dazu dominiert das Viskositätsverhältnis die Wechsel von hohen auf niedrige Viskositätsniveaus ($\frac{\eta_B}{\eta_A} < 1$). Die Wandabstände erhöhen sich stark mit sinkendem Viskositätsverhältnis. Dies ist insofern interessant, da ein steigender Abstand zur Wand auch eine Erhöhung der berechneten Wandfließgeschwindigkeit bedeutet, obwohl die Bedingungen für den Wechsel sich durch ein Absinken des Viskositätsverhältnisses zu Ungunsten der Wechselmassen ergeben. In Abbildung 4-9 sind Abweichungen berechneter Wechselmassen denen gemessener gegenübergestellt.

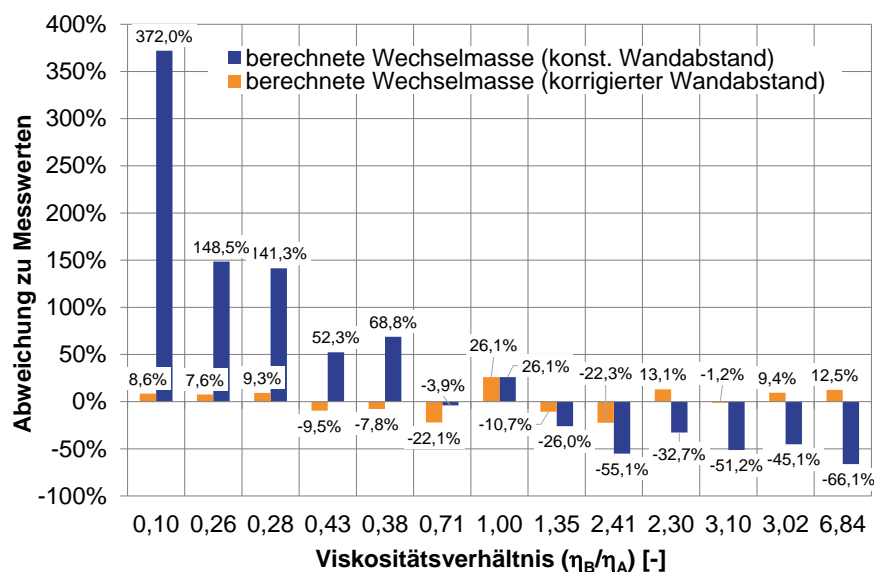


Abbildung 4-9: Vergleich kalibrierter und konstanter Wandabstand

Die Nulllinie entspricht dabei den Messwerten. Für einzelne Viskositätsverhältnisse werden Abweichungen bei einem konstanten Wandabstand entsprechend α_{bas} und jeweils einem mittels Gl. 4-3 angepassten Wandabstand verglichen. Unter Berücksichtigung des vorgestellten funktionellen Zusammenhangs zwischen Wandabstand und Viskositätsverhältnis gelingt ein zufriedenstellendes Abbild der realen Wechselmassen. Die dabei auftretenden Abweichungen werden im Hinblick auf ihre Größenordnung den Störeinflüssen auf den Prozess und der Auflösung der verwendeten Messstrecke zugeordnet (vgl. im Folgenden Kap. 5). Bei konstantem Wandabstand zeigen sich insbesondere im Bereich kleiner Viskositätsverhältnisse sehr hohe Abweichungen. Die aus der Wandschubspannung τ_W berechnete Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials $\dot{\gamma}_A$ führt

im Bereich von $\frac{\eta_B}{\eta_A} < 1$ zu überhöhten und im Bereich $\frac{\eta_B}{\eta_A} > 1$ zu vergleichsweise geringen Wechselmassen. In Abbildung 4-10 wird die Wandschubspannung des Wechsels von PE-LD 1 auf PE-LD 4 über der Versuchszeit dargestellt. Diese wird über die Messung des Werkzeuggegendruckes berechnet und gilt daher bei der instationären Betrachtung am Einfluss.

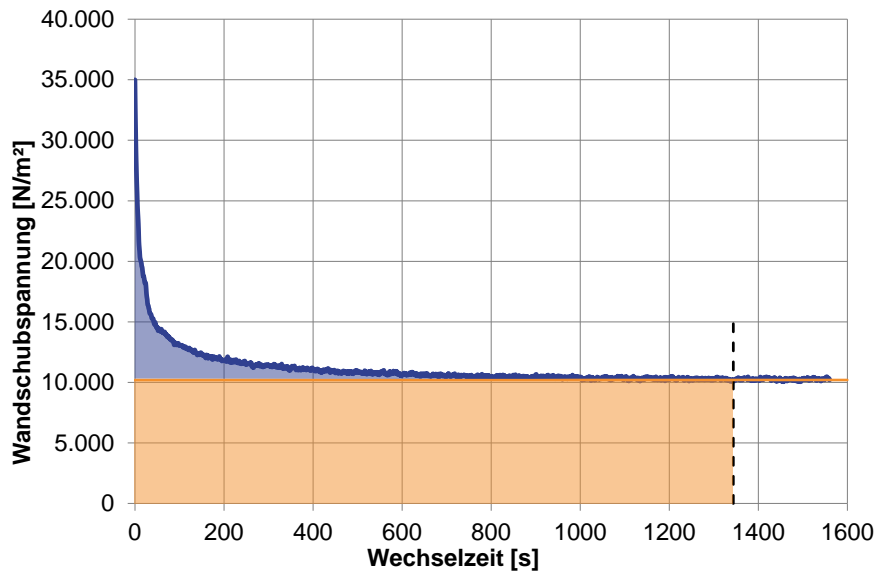


Abbildung 4-10: Wandschubspannung des Zielmaterials (instationäre Betrachtung)

Es zeigt sich, dass die Annahme einer stationären Wandschubspannung (orangener Verlauf) von dem gemessenen, instationären Verlauf (blauer Verlauf) lediglich am Anfang des Wechselprozesses abweicht. Um ein Maß dieser Abweichung zu erhalten, werden die Wandschubspannungen jeweils über der Zeit integriert. Die resultierenden Größen besitzen zwar die physikalische Einheit einer Viskosität, beschreiben jedoch lediglich die Änderung der Materialeigenschaften durch den Wechsel. Es ist erkennbar, dass die Wandschubspannung des Ausgangsmaterials über einen Teil der Wechselzeit einen erkennbaren Einfluss ausübt, dieser Einfluss jedoch bei Vergleich der integrierten Flächen lediglich eine Abweichung zur stationären Betrachtung der Schubspannung von etwa 5% erzeugt. Dabei ist der Einfluss des Ausgangsmaterials zu Beginn am höchsten und nimmt anschließend, besonders nach Austritt des Zielmaterials am Auslass, rapide ab. Bei der Berechnung des Wandabstandes ist die Größenordnung des Einflusses des Ausgangsmaterials zu gering, als dass diese allein die Größenordnung der Korrektur erklärt. Daher ist von einer Überlagerung von bisher nicht identifizierten Zusammenhängen auszugehen.

Die Vorteile der analytischen Berechnungsmethode liegen vor allem in der Möglichkeit, mit wenig Aufwand gute Prognosen über das Wechselverhalten zu ermöglichen und dazu nahezu jede Programmierumgebung nutzen zu können. Die einzige Voraussetzung hierfür ist das Ausführen von Programmschleifen, die zur iterativen Berechnung der Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials benötigt werden. Sind diese Möglichkeiten nicht vorhanden, so ist der jeweilige Zusammenhang zwischen Schergeschwindigkeiten und Schubspannung, wie in Abbildung 4-7 gezeigt, durch Näherungsfunktionen zu beschreiben. In Abbildung 4-11 ist schematisch der komplette analytische Berechnungsansatz zusammenfassend gezeigt.

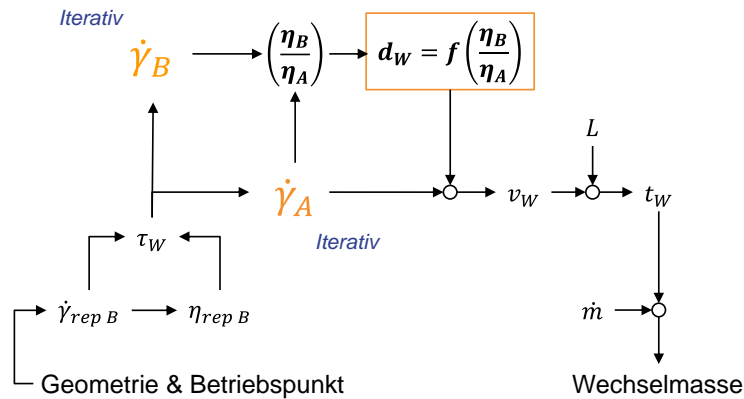


Abbildung 4-11: Schematischer Ablauf des analytischen Berechnungsmodells

4.3 Modellierung von Zwischenstufen

Um Materialwechsel zu beschleunigen, werden im industriellen Alltag Zwischenstufen während des Wechsels von Ausgangs- auf Zielmaterial vorgeschlagen [WH11]. Zur Modellierung dieser Zwischenstufen sind mehrere Möglichkeiten in Abhängigkeit von der geplanten Durchführung des gesamten Wechsels denkbar. In seltenen Fällen wird vollständig auf ein Zwischenmaterial gewechselt, wobei diese Entscheidung nicht mit der Prozessoptimierung zur Verringerung der Verluste während eines Wechsels zusammenhängt, sondern durch strategische Maßnahmen in der Produktionskampagne erklärbar ist. Bei An- und Abfahrprozessen spielt dies ebenso eine Rolle, wie bei Materialien, die zu Ungunsten des Wechsels miteinander reagieren (vgl. Kap. 3.4). In diesen Fällen ist die Kombination der Wechselmassen bzw. Wechselzeiten zweier separater Berechnungen ausreichend. Zur Verminderung der Verluste werden partiell durchgeführte Zwischenstufen vorgeschlagen, die nur einen bestimmten Anteil der Wechselzeit ausmachen, bevor auf das eigentliche Zielmaterial gewechselt wird. Im Folgenden wird daher der Begriff der zeitgesteuerten Zwischenstufen für diese Art von Wechseln verwendet.

Um dies im Modell abzubilden, wird die vorangegangene Modellbildung in drei Phasen aufgeteilt. Diese sind vor allem abhängig von der Position der Grenze zwischen den am Wechsel beteiligten Materialien. In Abbildung 4-12 ist eine schematische Darstellung der unterschiedlichen Phasen des Modells dargestellt. Zunächst wird ein Wechsel des Ausgangsmaterials (A) auf die Zwischenstufe (C) berechnet. Im Gegensatz zu den vorangegangenen Berechnungen ist die Wechselzeit eine bekannte Größe und dient zur Ermittlung eines Abschnittes ΔL_x der Gesamtlänge L des Rundstrangkanals auf dem betrachteten Stromfaden höchster Verweilzeit. Dabei wird die Wandschubspannung des Ausgangsmaterials τ_{WA} der Schubspannung der Zwischenstufe τ_{WC} gleichgesetzt. Auf diesem Abschnitt ΔL_x des Stromfadens ist das Ausgangsmaterial durch die Zwischenstufe verdrängt worden. In den zwei darauf folgenden Schritten werden sowohl das verbliebene Ausgangsmaterial als auch die Zwischenstufe durch das Zielmaterial aus dem System verdrängt ($\tau_{WC} = \tau_{WB} = \tau_{WA}$). Dazu wird im zweiten Schritt der Wechsel vom Ausgangsmaterial auf das Zielmaterial lediglich auf einer Länge von $L - \Delta L_x$ berechnet. Abschließend wird die Wechselzeit ermittelt, die nötig ist, um die Zwischenstufe im Längenabschnitt ΔL_x durch das Zielmaterial auszutauschen. Zur Beschreibung des Gesamtvorgangs werden die ermittelten Wechselzeiten bzw. Wechselmassen der drei

Teilschritte aufsummiert. Hierbei erhöht sich der in Kapitel 4.2 beschriebene Fehler durch die jeweils stationäre Betrachtung der Wandschubspannungen.

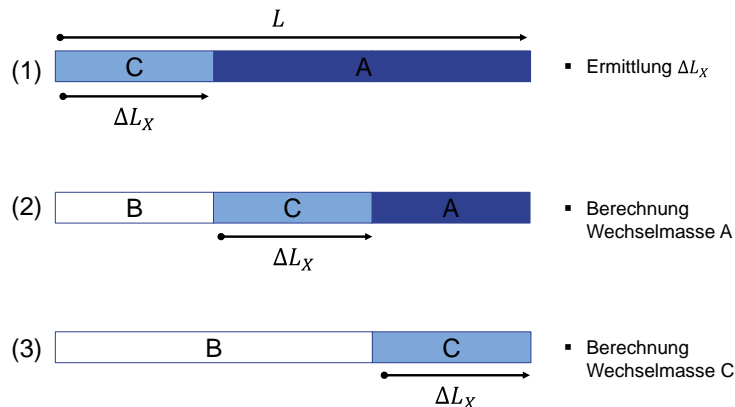


Abbildung 4-12: Berechnungsablauf bei zeitabhängigen Zwischenstufen

Handelt es sich bei der Zwischenstufe um ein Blend aus Ausgangs- und Zielmaterial, so werden die Viskositäten beider Materialien zunächst berechnet und anschließend je nach Volumenanteil x_c über die Gl. 4-4 zur Viskosität der Zwischenstufe η_c berechnet.

$$\eta_c = x_c * \eta_A + (1 - x_c) * \eta_B \quad \text{Gl. 4-4}$$

4.4 Numerische Strömungssimulation von Wechselvorgängen

Um die Effizienz von Wechselvorgängen hinsichtlich der benötigten Wechselmasse bzw. –zeit durch strategische Maßnahmen zu erhöhen, eignet sich eine Optimierung der Geometrie von Extrusionswerkzeugen mit dem Ziel möglichst geringer maximaler Verweilzeiten. Diesem Ziel ähneln die Bestrebungen, im Sinne der Produktqualität eine möglichst homogene Verweilzeitverteilung am Auslass des Werkzeugs zu erzeugen.

Diese beiden Zielsetzungen überlappen sich insofern, dass bei Annäherung der maximalen an die minimale Verweilzeit eine gleichmäßigere Verweilzeitverteilung am Auslass erfolgt. Wie in [He12] gezeigt wird, erfordert die Beurteilung der Verweilzeiten in einem Werkzeug die Kenntnis der Fließgeschichte des Materials entlang der durch die Geometrie führenden Fließwege. Dazu werden stationäre und zeitabhängige Ansätze unterschieden, wobei ein stationärer Ansatz in diesem Zusammenhang die Auswertung der Fließgeschichte entlang von Stromfäden bedeutet. Weiterführend werden die dynamisch ablaufenden Prozesse während der untersuchten Wechsel instationär durch Simulation von Mehrphasenströmungen analysiert. Dieser Einblick in die schmelzegefüllten Kanäle wird durch moderne numerische Werkzeuge und der heutigen Rechenleistung von Simulationsrechnern ermöglicht.

Im Rahmen dieser Arbeit wird die kommerzielle Simulationsumgebung Workbench CFD des Unternehmens Ansys Inc. genutzt, da in dieser bereits viele Berechnungsmodelle in die Solver implementiert sind. Zur Lösung der Gleichungssysteme bieten sich die auf der Finite Volumen Methode (FVM) basierenden Solver Fluent oder CFX an. Beiden steht der Volume-of-Fluid Ansatz (VOF), der in [Hi81] erläutert ist, zur Verfügung.

Dieser Ansatz implementiert zusätzliche Felder in die Berechnung, worin die Informationen der Volumenanteile einzelner Phasen hinterlegt sind. Der Volumenanteil nimmt in jeder Zelle einen Wert von 0 für „kein Anteil dieser Phase“ oder 1 für „vollständig gefüllt mit dieser Phase“ ein. An der Grenzschicht zwischen den Phasen wird in den Zellen ein Wert zwischen 0 und 1 für den Volumenanteil möglich. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit Fluent gegenüber CFX bevorzugt, da in diesem Solver das in [Lo11] näher erläuterte Geo-Reconstruct-Modell bereits enthalten ist und die Grenzschicht zwischen den Phasen dadurch erheblich schärfer aufgelöst wird. Das bedeutet, dass weniger Zellen einen Wert zwischen 0 und 1 für den Volumenanteil beinhalten und dadurch die Auswertung eines abgeschlossenen Wechsels deutlich präziser wird.

Bei der Berechnung der strömungsmechanischen Zustände in der Rundstranggeometrie erlaubt die Nutzung der Rotationssymmetrie um die Achse in der Kanalmitte eine erhebliche Einsparung an Netzelementen. Dies führt zu der in Abbildung 4-13 gezeigten Konfiguration der Vernetzung.

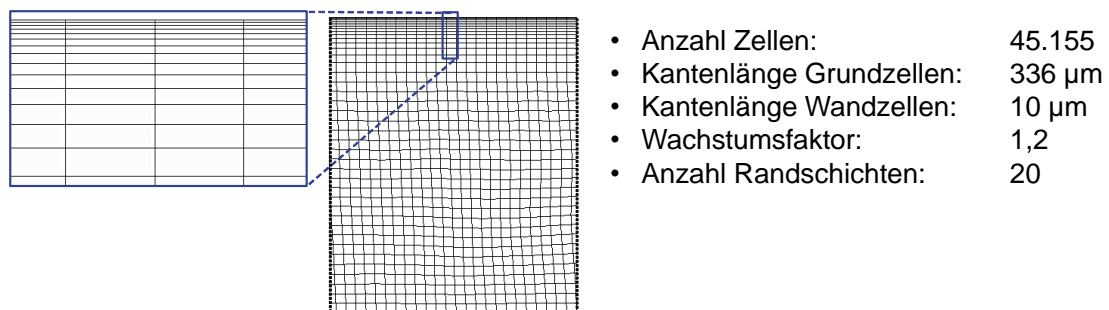


Abbildung 4-13: Vernetzung der Rundstranggeometrie

Die genaue Konfiguration der Solvareinstellungen in Fluent ist dem Anhang (Kapitel 8.3) zu entnehmen. Es wird zunächst der Fall eines Farbwechsels von PE-LD 1 betrachtet, um die Ergebnisse der Mehrphasensimulation zu validieren [Sz12, Wo12]. Dabei soll der Verlauf des Wechsels in der Simulation experimentellen Ergebnissen gegenübergestellt werden. Wie bereits in Kapitel 4 diskutiert, ist dies jedoch auf der Grundlage der Farbmessung mit dem Spektralphotometer nicht sinnvoll. Daher wird die Versuchsdurchführung in diesem Fall variiert. Es werden Farbwechsel durchgeführt, bei denen die Betriebsparameter für alle Versuche dieselben sind, die jedoch zu unterschiedlichen Zeitpunkten unterbrochen werden. Der Bilanzraum wird anschließend vom restlichen Versuchsaufbau getrennt und in einem Wasserbad sprunghaft abgekühlt. Aus dem teilbaren Werkzeug wird der Kunststoffstrang entnommen, der die Informationen über den Wechselfortschritt enthält. In Abbildung 4-14 ist eine Übersicht über die bis zur Kanalmitte abgefrästen Proben mit Angabe der jeweiligen Zeitpunkte, zu denen der Wechsel unterbrochen wurde, gezeigt.

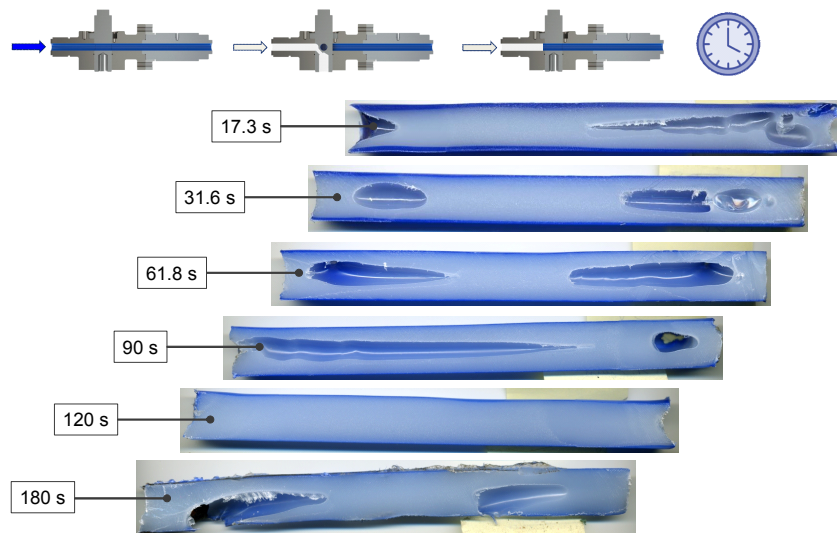


Abbildung 4-14: Halbierte Probenstränge und Entnahmezeitpunkte

Trotz der geringen Abkühlzeiten sind in der Kanalmitte deutliche Schwindungseffekte in Folge von Kristallisationsprozessen erkennbar. Da das Erstarren der Morphologie in den Randschichten sehr schnell von außen nach innen erfolgt, wird diese nicht von den Prozessen in der Kanalmitte beeinträchtigt. In der Abbildung der einzelnen Proben ist die Ausgangsphase an PE-LD 1 durch das blaue Farbmaterbatch deutlich erkennbar. Um einen quantitativen Vergleich zu den Berechnungsergebnissen zu ermöglichen, werden die Schichten hochauflösend digitalisiert und mit Hilfe einer Bildbearbeitungssoftware vermessen (Abbildung 4-15).

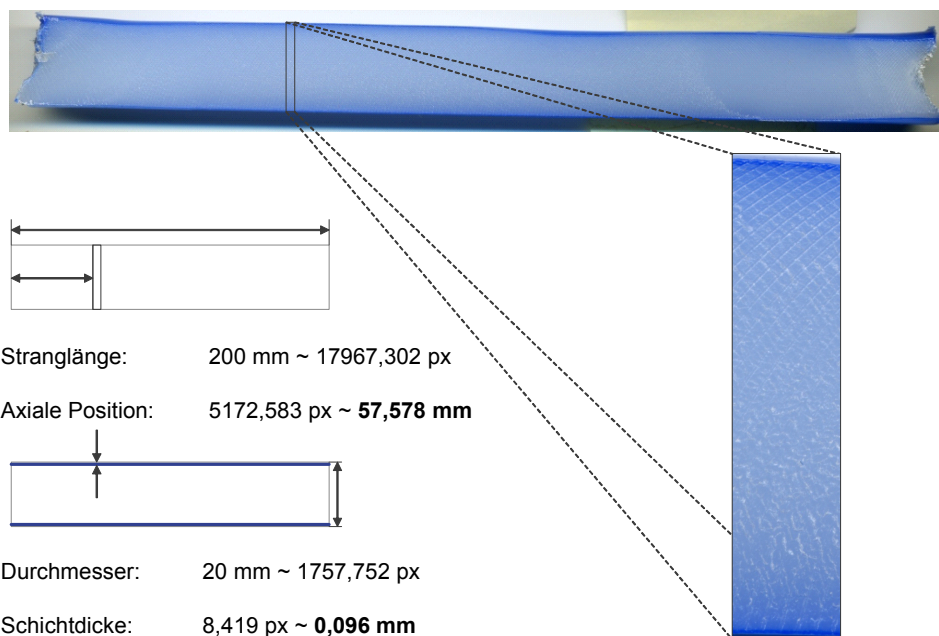


Abbildung 4-15: Schichtdickenmessung am halbierten Probenstrang

Zunächst wird die axiale Position der Messstelle auf dem Probenstrang ermittelt. Hierzu wird die gesamte Länge des Stranges von 200 mm in die Anzahl an Pixeln gemäß der Bildauflösung umgerechnet. Anschließend wird die axiale Position der Messstelle in Pixeln bestimmt und über eine Dreisatzregel in die Einheit Millimeter zurückgerechnet. Analog hierzu wird die Schichtdicke des Ausgangsmaterials an der Messstelle selbst erfasst. Da die

unmittelbar hinter der Schnittebene liegenden Randschichten in Folge des kreisrunden Kanalprofils durch das nicht vollständig opake Zielmaterial hindurchscheinen, resultiert dies in Unsicherheiten bei der Dickenmessung der Schicht an Ausgangsmaterial.

Nichtsdestotrotz zeigt sich in Abbildung 4-16 eine zufriedenstellende Übereinstimmung zwischen der gemessenen und der numerisch berechneten Randschichtdicke über der Wechselzeit.

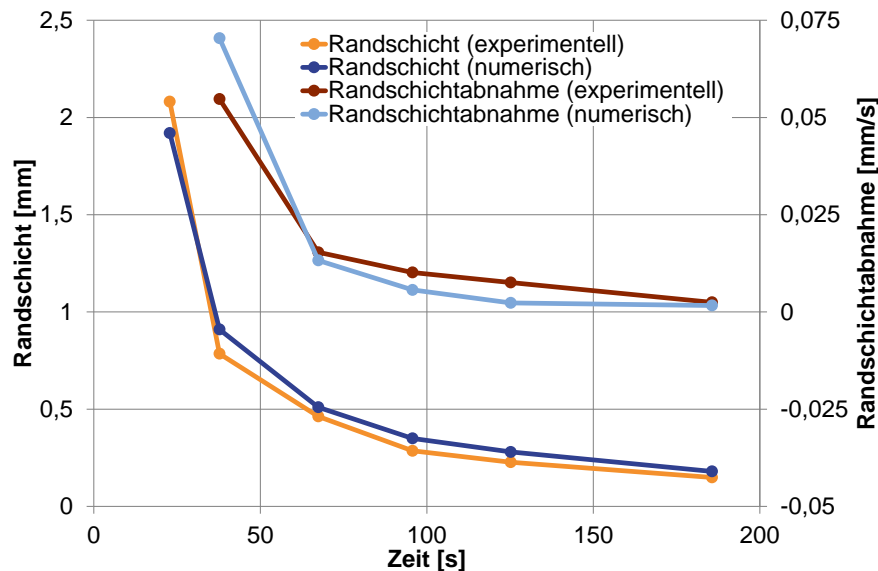


Abbildung 4-16: Vergleich gemessener und berechneter Schichtdicken beim Farbwechsel

Zusätzlich wird aus der Randschichtdicke deren zeitliche Reduktion abgeleitet. Es zeigt sich in beiden Fällen eine deutliche Verlangsamung der Abnahme der Randschicht über der Wechselzeit. Im Falle der numerischen Berechnung zeigt sich jedoch, dass sich diese Reduktionsgeschwindigkeit einem konstanten Wert annähert. Dies ist insofern schlüssig, da die Zeit für einen Abschluss des Wechsels stark von der Geometrie der Netzelemente an der Randbedingung abhängt und diese sich über die Berechnungszeit nicht ändert. Die Reduktionsgeschwindigkeit der experimentellen Untersuchung strebt dagegen insgesamt mit einer höheren Steigung gegen einen Wert von Null. In Anbetracht der Tatsache, dass jede Phase als kontinuierlich angenommen und eine unendliche Verweilzeit in diesem Farbwechsel ausgeschlossen wird, ist zu vermuten, dass ein Wert von Null erst beim Abschluss des Wechsels erreicht wird. Die angewendete Messmethodik ermöglicht bei Fortschreiten der Wechselzeit keine verlässlichen Aussagen zum Abschluss des Wechsels. Die Vielzahl an notwendigen Proben, um eine möglichst exakte Wechselzeit zu ermitteln, ist nicht handhabbar, zumal für jeden Messpunkt jeweils ein eigener Wechselvorgang durchgeführt werden muss. Weiterhin ist eine Messung der Randschichtdicke bei sehr fortgeschrittenen Wechsels nicht mehr zuverlässig durchführbar.

Für die Berechnung spielt die Netzaufösung eine übergeordnete Rolle, während Effekte der Oberflächen und Partikel auf den Wechsel gar keine Berücksichtigung finden. Es ist daher zu vermuten, dass Ergebnisse, die abgeschlossene Wechsel abbilden, eine Kalibrierung der numerischen Berechnung notwendig machen.

4.5 Kalibriertes numerisches Modell

Zur qualitativen Analyse kritischer Bereiche im Werkzeug und somit zur Detailauslegung zeigt die Simulation von Mehrphasenströmungen sehr gute Tendenzen. Ist jedoch die Vorauswahl einer Basisgeometrie Ziel der Untersuchungen, so sind quantitative Aussagen über das Verhalten in Wechselsituationen und im Besonderen bei Materialwechseln als Entscheidungsgrundlage notwendig. Da die numerischen Simulationswerkzeuge Details, wie beispielsweise Wechselwirkungen der Oberfläche mit den Partikeln von Tracer-Materialien oder die Einflüsse von Viskositätsverhältnissen, nicht berücksichtigen, werden diese durch geeignete benutzerdefinierte Funktionen (User Defined Function - UDF) nachträglich implementiert. Zur Kalibrierung der numerischen Berechnungen bietet sich das vorgestellte analytische Modell (vgl. 4.2) in abgewandelter Form an. Die Zielgröße des analytischen Ansatzes ist hierbei nicht die Wechselzeit, sondern die Wandfließgeschwindigkeit. Diese wird der Kanalwand als Randbedingung (bewegte Wand) aufgezwungen. Mit der Vorgabe der Geschwindigkeit wird die Wechselzeit anhand des Abschnittes entlang der Strömungsrichtung im Zusammenhang mit der Zeitschrittweite bestimmt. Da die Kontinuitätsbedingung gilt, kann über die Wechselzeit die Wechselmasse bestimmt und mit den Ergebnissen der Messung verglichen werden.

Um diese Überlegung zu validieren, wird in [Sz13a] für den zweidimensionalen Fall der Kanalwand des Rundstrangwerkzeugs jeweils für eine Wechselsituation eine konstante, zuvor extern berechnete Wandfließgeschwindigkeit vorgegeben. Die Zeit für einen abgeschlossenen Wechsel wird dabei am Schnittpunkt zwischen Auslass und Wand bestimmt. In Abbildung 4-17 ist ein typischer Verlauf für einen Wechsel von hohem zu niedrigem Viskositätsniveau dargestellt. Sobald Zielmaterial an dieser punktuellen Messstelle vorbeiströmt, ist kein Ausgangsmaterial mehr im Bilanzraum vorhanden.

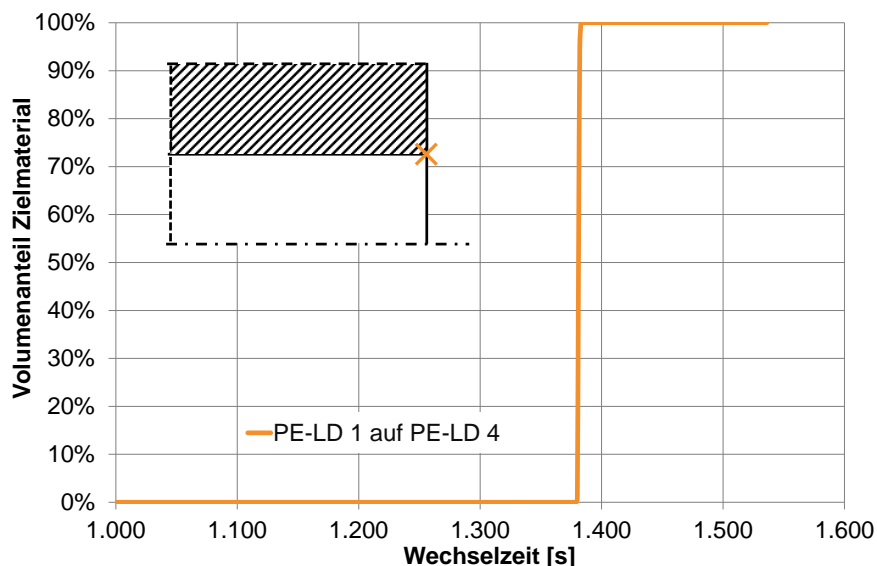


Abbildung 4-17: Volumenanteil Zielmaterial am Auslass

Als Grundlage für eine Auswertung ist die Zeit gewählt worden, zu der der letzte verbliebene Anteil an Ausgangsmaterial aus dem System geströmt ist. Dies bedeutet bei Betrachtung des Verlaufs, dass nur der Zeitwert nach dem letzten Auftreten des Volumenanteils des Zielmaterials kleiner 1 berücksichtigt wird. Ein Abgleich der numerisch berechneten Wechselmassen zu den analytischen Ergebnissen und experimentellen Daten ist in

Abbildung 4-18 dargestellt. An der Nulllinie weicht die numerische Berechnung in dieser Darstellungsform nicht von den experimentell ermittelten bzw. den analytischen Ergebnissen ab.

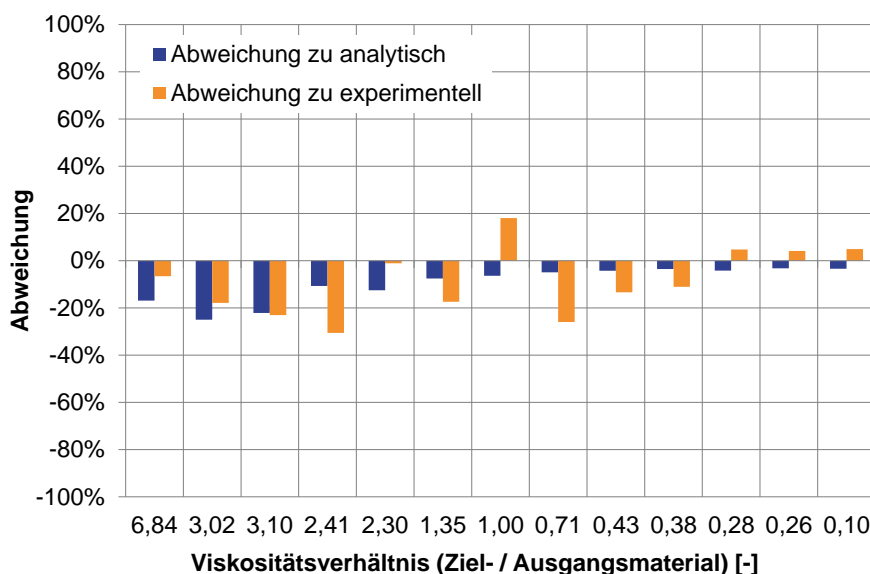


Abbildung 4-18: Abweichung der numerischen Ergebnisse

Es zeigt sich, dass die numerisch berechneten Wechselmassen durchgehend kleiner als die durch den analytischen Ansatz ermittelten sind. Besonders im Bereich hoher Viskositätsverhältnisse sind die Abweichungen der numerischen Berechnung zu den analytisch ermittelten Ergebnissen signifikant. Fehler in diesem Bereich der Viskositätsverhältnisse decken sich auch mit der Beobachtung der diskontinuierlichen Phase an Ausgangsmaterial bei der Auswertung der Wechselzeiten. Zwar ist eine fundierte Analyse dieser Abweichungen grundsätzlich von Interesse, um ein möglichst genaues Verständnis zur Übertragbarkeit des analytischen Ansatzes auf die numerische Berechnung zu ermöglichen, da jedoch diese Art von Wechsel (von niedrigen auf hohe Viskositätsniveaus) im Allgemeinen keinen grundlegenden Handlungsbedarf erfordert, liegt der Fokus der Untersuchungen in dieser Arbeit auf Wechseln im Bereich von Viskositätsverhältnissen kleiner als 1. In diesem Bereich liegen die Abweichungen unter 5%. Im Vergleich zu den experimentellen Wechselmassen lässt sich keine eindeutige Tendenz der Abweichungen erkennen. Dies ist zum Teil mit den Fehlerquellen der experimentellen Messung zu erklären (vgl. Kap. 5), jedoch auch mit den gewählten Vereinfachungen für den analytischen Ansatz (vgl. Kap. 4.2). Weiterführend gelten die Annahmen des analytischen Modells nicht ohne weiteres für komplexere Geometrien, beispielsweise unter Berücksichtigung einer Umlenkung der Strömungsrichtung oder einer Veränderung des Kanalquerschnitts. Daher wird die Berechnung der Wandfließgeschwindigkeit auf die diskreten Zellen der numerischen Berechnung verteilt. Der Aufbau der gesamten Berechnung eines Wechsels folgt dabei dem in Abbildung 4-19 dargestellten Schema [Sz14a].

Die Berechnung ist in zwei Stufen unterteilt. In der ersten Stufe wird der Zustand des Zielmaterials in der Werkzeuggeometrie berechnet. Aus den Ergebnissen wird die Schergeschwindigkeit der Zellen an der Wand (Randbedingung) herausgelesen und als Eingabe an die benutzerdefinierte Funktion (UDF) übergeben. In dieser wird entsprechend dem analytischen Ansatz die resultierende Wandfließgeschwindigkeit berechnet. Die

Übergabe der berechneten Wandfließgeschwindigkeiten an die zweite Berechnungsstufe erfolgt durch Herausschreiben in eine externe Datei im ASCII-Format und anschließendem Einlesen in ein benutzerdefiniertes Feld.

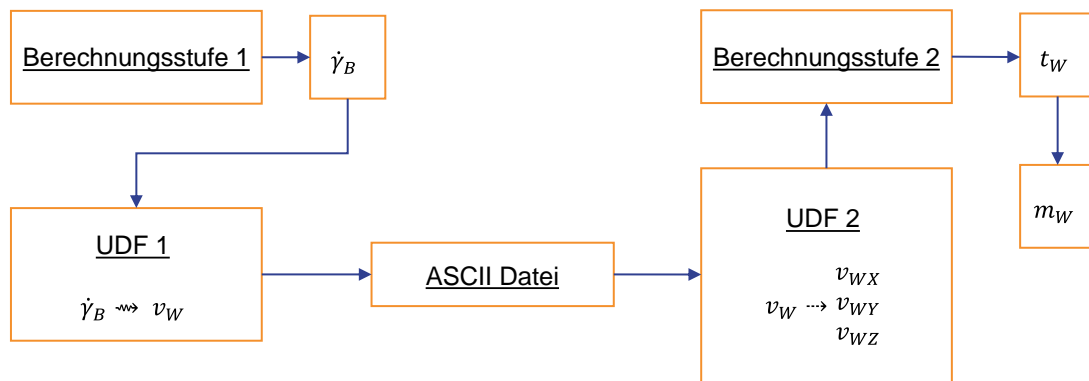


Abbildung 4-19: Kalibrierung der numerischen Berechnung (Schema)

Als Feld wird ein benutzerdefinierter Speicher (User Defined Memory - UDM) verwendet. Im Gegensatz zur Verwendung von benutzerdefinierten Skalaren (User Defined Scalar – UDS) sind die eingelesenen Geschwindigkeitsdaten über der Berechnungszeit konstant und stehen nicht in Wechselwirkung mit den benachbarten Geschwindigkeiten. In der zweiten Stufe der Berechnung wird die anhand des Zielmaterials berechnete Wandfließgeschwindigkeit mittels einer durch den Benutzer aktivierten Funktion (OnDemand - Makro) innerhalb der UDF aus dem UDM den Flächen an der Kanalwand als Randbedingung vorgegeben. Dabei durchläuft, wie bereits bei der Berechnung der Wandfließgeschwindigkeiten, auch bei der Vorgabe als Randbedingung eine Schleife alle Flächen an der Wand. Bei der Kalibrierung des Rundstrangwerkzeuges ist diese Vorgabe dadurch vereinfacht, dass die Strömungsrichtung keine Änderung erfährt und so die Geschwindigkeitskomponente in Richtung der X-Achse auch dem Betrag entspricht. In Abbildung 4-20 ist ein Vergleich der mit dieser Methode erzielten Ergebnisse denen der experimentellen Versuchsdurchführung, der analytischen sowie der numerischen Berechnung unter Vorgabe einer Wandfließgeschwindigkeit gegenübergestellt. Es werden die Wechselmassen verschiedener Wechsel verglichen, die anhand der MFR-Werte charakterisiert sind. Dabei gilt, dass Wechsel von niedrigen auf hohe MFR-Werte geringen Viskositätsverhältnissen entsprechen ($\frac{\eta_B}{\eta_A} < 1$) und umgekehrt. Es zeigt sich, dass sich mit Hilfe der Berechnungsansätze unter Berücksichtigung der messtechnischen Möglichkeiten (Kap. 5.1) ein gutes Abbild der realen Verhältnisse erzeugen lässt. Zwischen den zwei numerischen Ansätzen zeigen sich bei gleicher Einstellung der Netzauflösung, Konvergenzkriterien und Zeitschrittweite dennoch geringfügige Unterschiede in den Wechselmassen. Diese resultieren aus der Randbedingung am Einlass des Systems. Unter der Vorgabe eines Massestroms von 15 kg/h rechnet Fluent dies in ein Blockströmungsprofil im Anfangsbereich des Bilanzraumes um. Dies erzeugt für die ersten Zellen an der Wand nahe dem Einlass eine Verfälschung bei der Berechnung der Schergeschwindigkeit des Zielmaterials in der ersten Stufe. Daraus folgt eine höhere Wandfließgeschwindigkeit als Vorgabe für die nächste Berechnungsstufe.

Die Methodik zur Berechnung der Wandfließgeschwindigkeiten einzeln für jede Fläche an der Kanalwand wird auf komplexere Geometrien übertragen. Für die in Kapitel 4.1 vorgestellte 90°-Umlenkung wird zunächst eine 2D-Geometrie verwendet, um zum

berechneten Betrag der Wandfließgeschwindigkeit die entsprechende Bestimmung der jeweiligen Richtungskomponenten zu untersuchen [Sz14a].

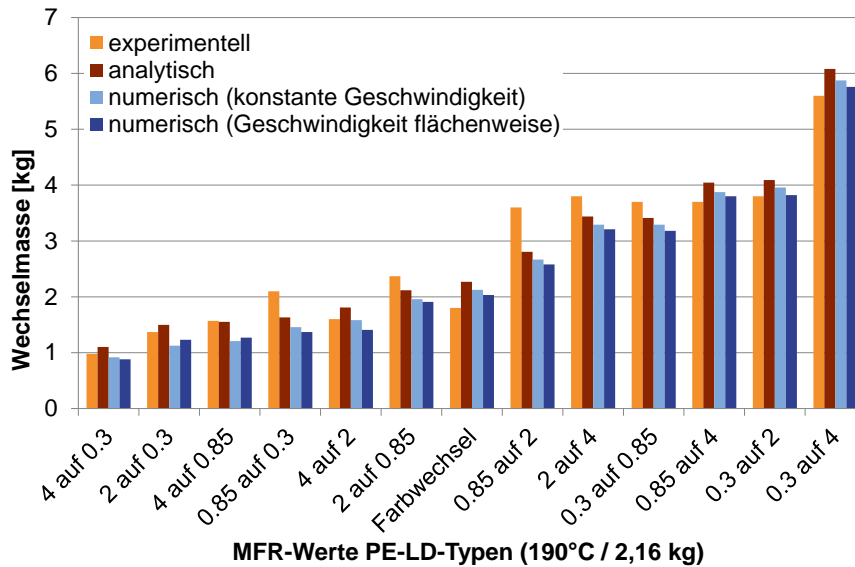


Abbildung 4-20: Vergleich berechneter und experimentell ermittelter Wechselmassen

Dabei erfolgt die Umlenkung aus der negativen Richtung der X- in die negative Richtung der Y-Achse des gewählten kartesischen Koordinatensystems. Es wird angenommen, dass die Richtung der Wandfließgeschwindigkeit an der Fläche der Kanalwand der Richtung der berechneten Geschwindigkeit im Zellkern der jeweils angrenzenden Zelle folgt. Wie in Abbildung 4-21 verdeutlicht wird, unterscheidet sich hierbei der Betrag der Geschwindigkeiten im Zellkern ($v_c \left[\frac{m}{s} \right]$) um einen Faktor ψ vom Betrag der Wandfließgeschwindigkeit ($v_w \left[\frac{m}{s} \right]$).

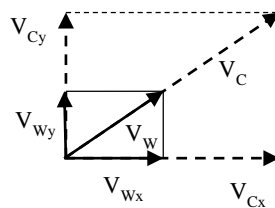


Abbildung 4-21: Geschwindigkeitskomponenten Wandflächen und Zellkern

Daher ergibt sich unter Anwendung der Beziehung nach Pythagoras Gl. 4-5.

$$v_w = \sqrt{(\psi * v_{cx})^2 + (\psi * v_{cy})^2} \tag{Gl. 4-5}$$

Diese wird anschließend nach ψ aufgelöst und resultiert in Gl. 4-6.

$$\psi = \sqrt{\frac{v_w^2}{v_{cx}^2 + v_{cy}^2}} \tag{Gl. 4-6}$$

Daraus ergeben sich zur Berechnung der einzelnen Komponenten im zweidimensionalen Fall Gl. 4-7 und Gl. 4-8.

$$v_{wx} = \sqrt{\frac{v_w^2}{v_{cx}^2 + v_{cy}^2}} * v_{cx} \quad \text{Gl. 4-7}$$

$$v_{wy} = \sqrt{\frac{v_w^2}{v_{cx}^2 + v_{cy}^2}} * v_{cy} \quad \text{Gl. 4-8}$$

Die Übergabe der Komponenten der Wandfließgeschwindigkeit aus der ersten an die zweite Berechnungsstufe erfolgt separat für beide Koordinatenachsen, so dass pro Achsenrichtung jeweils eine Datei im ASCII-Format und eine UDM benötigt werden. In Abbildung 4-22 sind die resultierenden Wandfließgeschwindigkeitsvektoren an der Wand am äußeren Rand der Umlenkung vergrößert dargestellt.

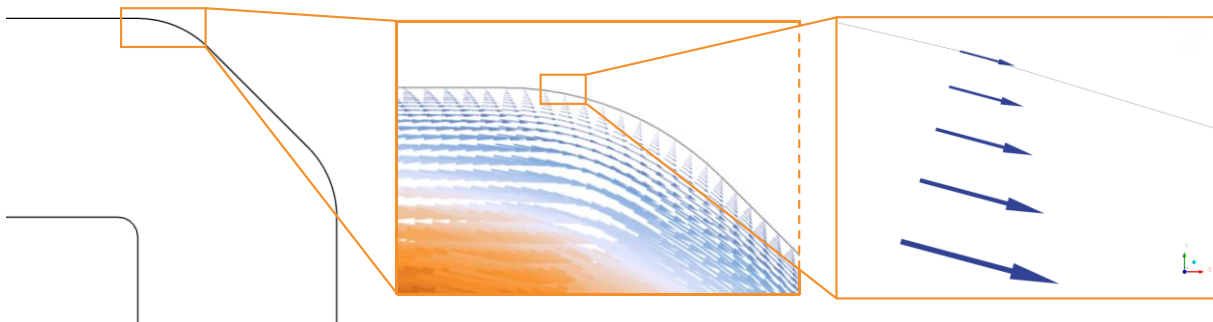


Abbildung 4-22: Richtung der Wandfließgeschwindigkeiten in der Umlenkung

Es zeigt sich, dass die Richtung der Wandfließgeschwindigkeiten mit denen der benachbarten Zellkerne übereinstimmt. Zwischen den Beträgen der Geschwindigkeiten ist lediglich ein sehr kleiner Gradient in Richtung Kanalmitte erkennbar. Dies lässt sich auf die geringen Schergeschwindigkeiten in diesem Teil der Umlenkung zurückführen. Der Einfluss der Umlenkung auf die Wechselmasse lässt sich anhand der Fließlängen entlang der Wand demonstrieren. Dabei wird für die 90°-Umlenkung die Kanalwand entlang des äußeren Randes als Ort längster Verweilzeiten im Bilanzraum gewählt. Im Vergleich zur Rundstranggeometrie ist die Strecke entlang der Wand mit 272 mm um 19% kürzer. Für einen vollständigen Wechsel von Ausgangs- auf Zielmaterial wird jedoch etwa 17% mehr Wechselmasse benötigt.

Die erarbeitete Methode zur Kalibrierung der numerischen Berechnung wird abschließend beispielhaft auf die in Kapitel 4.1 vorgestellte komplexe dreidimensionale Geometrie eines Wendelverteilerwerkzeugs übertragen. Dazu werden die Gleichungen zur Bestimmung der Richtungskomponenten im gewählten kartesischen Koordinatensystem der Wandfließgeschwindigkeit wie folgt angepasst (Gl. 4-9 bis Gl. 4-11) [He14, Sz14b]:

$$v_{wx} = \sqrt{\frac{v_w^2}{v_{cx}^2 + v_{cy}^2 + v_{wz}^2}} * v_{cx} \quad \text{Gl. 4-9}$$

$$v_{wy} = \sqrt{\frac{v_w^2}{v_{cx}^2 + v_{cy}^2 + v_{wz}^2}} * v_{cy} \quad \text{Gl. 4-10}$$

$$v_{wz} = \sqrt{\frac{v_w^2}{v_{cx}^2 + v_{cy}^2 + v_{wz}^2}} * v_{cz} \tag{Gl. 4-11}$$

Daraus ergeben sich bei der Übergabe drei Dateien im ASCII-Format und entsprechend dazu drei UDM beim Einlesen in die zweite Berechnungsstufe. In Abbildung 4-23 ist der Betrag der Wandfließgeschwindigkeiten an der Werkzeugwand für den Fall eines Materialwechsels von PE-LD 1 auf PE-LD 2 gezeigt ($\frac{\eta_B}{\eta_A} < 1$). Der Materialwechsel ist dabei mit einem für den industriellen Alltag plausiblen Viskositätsverhältnis gewählt, da im Normalfall Wechsel von Materialien mit sehr viel höherem Unterschied der Viskositäten gerade bei der Verarbeitung in einer Blasfolienanlage hinsichtlich der Prozessstabilität nach Möglichkeit vermieden werden.

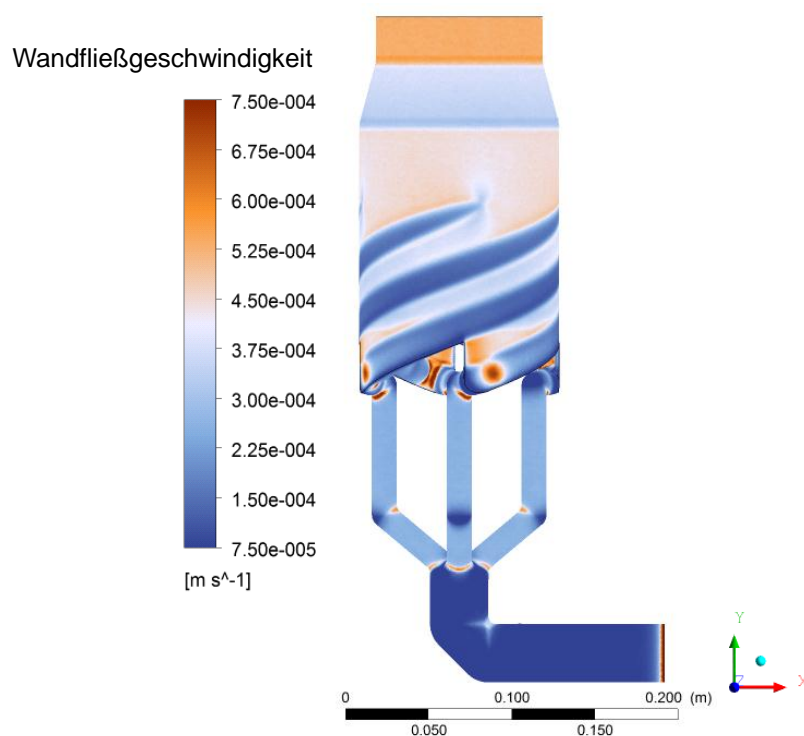


Abbildung 4-23: Wandfließgeschwindigkeiten im Wendelverteiler

Insbesondere bei Änderung der Strömungsrichtung ergeben sich im Vergleich zu der 90°-Umlenkung qualitativ plausible Werte für die Wandfließgeschwindigkeiten. Wird dabei der jeweilige Zulaufkanal einer Umlenkung (ohne Änderung der Fließrichtung) als Referenz betrachtet, so zeigen sich am inneren Radius der Umlenkung Beschleunigungseffekte, während die Geschwindigkeiten am äußeren Radius deutlich verlangsamt werden. Bei Reduktion des Fließkanalquerschnittes, wie beispielsweise im Bereich der Wendeln, zeigen sich ebenso starke Beschleunigungseffekte. In Abbildung 4-24 sind die Richtungen der Strömungsgeschwindigkeiten an der Wand durch Vektoren dargestellt. Die Detaildarstellung zeigt dabei im Schnitt durch das Modell die Vektoren der Wandfließgeschwindigkeiten im Vergleich mit den benachbarten Zellen.

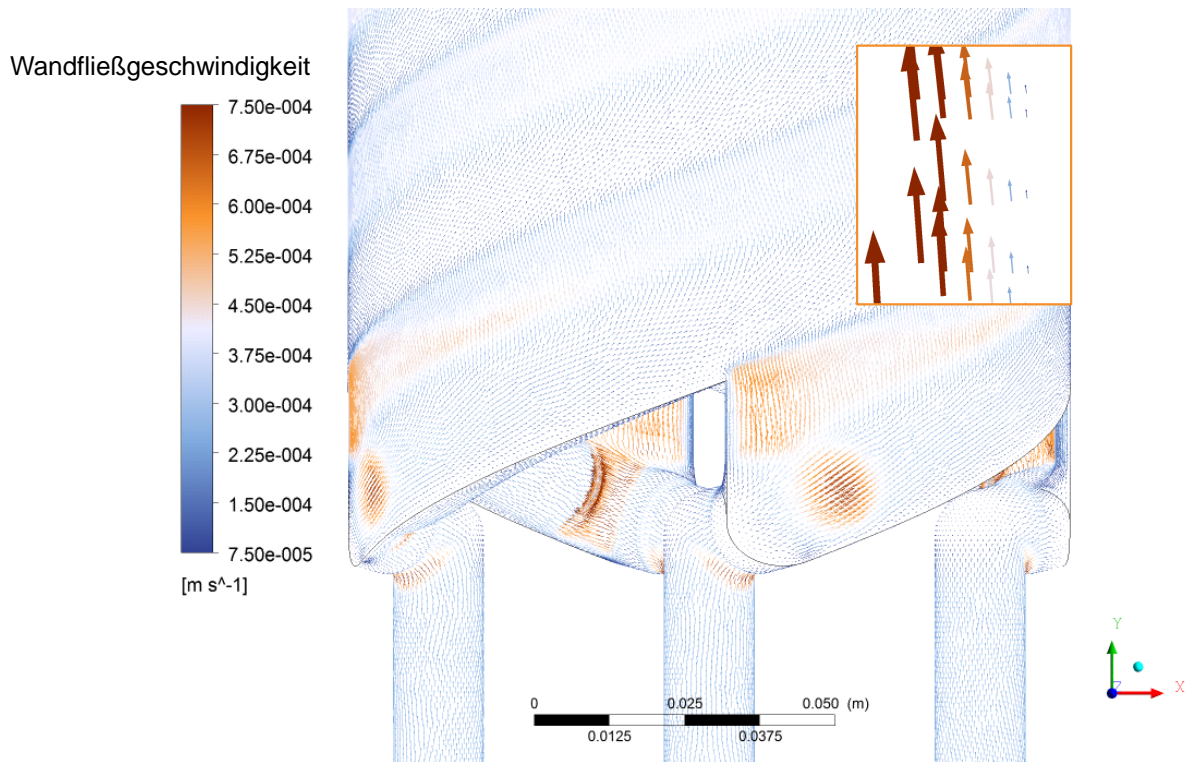


Abbildung 4-24: Vektordarstellung Wandfließgeschwindigkeiten im Wendelverteiler (Detail)

Es zeigt sich eine plausible Abbildung der Strömungsrichtung, da die Geschwindigkeitsvektoren der Zellen an der Wand im Kern jeweils in dieselbe Richtung weisen wie an deren Wandflächen. Die Ermittlung der Komponenten der Wandfließgeschwindigkeit erfolgt anhand der Berechnung des Zielmaterials in der ersten Berechnungsstufe. Diese Komponenten werden während der Berechnung der zweiten Stufe nicht erneut ermittelt. Somit gilt die vereinfachte Annahme, dass keine Änderung der Strömungsrichtung während eines Materialwechsels erfolgt. In Abbildung 4-25 ist der Volumenanteil des Zielmaterials bei einem Wechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 2 im Wendelverteiler nach 90 s mit der Ansicht auf die Auslassfläche dargestellt.

Das Zielmaterial tritt zunächst erst im mittleren Radius des Spaltes, zwischen dem äußeren und inneren Rand am Auslass, aus dem System. Weiterhin sind vier Bereiche zu erkennen, die gleichmäßig über den Umfang verteilt vollständig Ausgangsmaterial enthalten. Die Entstehung dieser Bereiche lässt sich auf die Anzahl und Anordnung der Wendeln zurückführen. Die Wandabschnitte in diesem Bereich bedingen die höchste Verweilzeit der Schmelze. Im Hinblick auf die bereits gewechselten Kanalwandabschnitte in der Vorverteilung wird das Ausgangsmaterial, welches entlang der äußeren Wand strömt, länger im System verweilen. In Verbindung mit einer Auswertung der Verweilzeiten an der Kanalwand mit Hilfe der Analyse von Stromfäden (vgl. [He12]) führt zu der Identifikation der längsten Verweilzeit lediglich anhand der Wandfließgeschwindigkeiten und somit der ersten Berechnungsstufe der Kalibrierung. Automatisiert eignet sich diese Methode zum Vergleich längster Verweilzeiten in Materialwechselsituationen im Unterschied zu reinen Farbwechseln. Zur Optimierung der Geometrie ist das Kriterium der kürzesten maximalen Verweilzeit beim Materialwechsel sinnvoll einsetzbar, wenn hierfür bei der Auslegung bereits Grenzwerte einzuhalten sind.

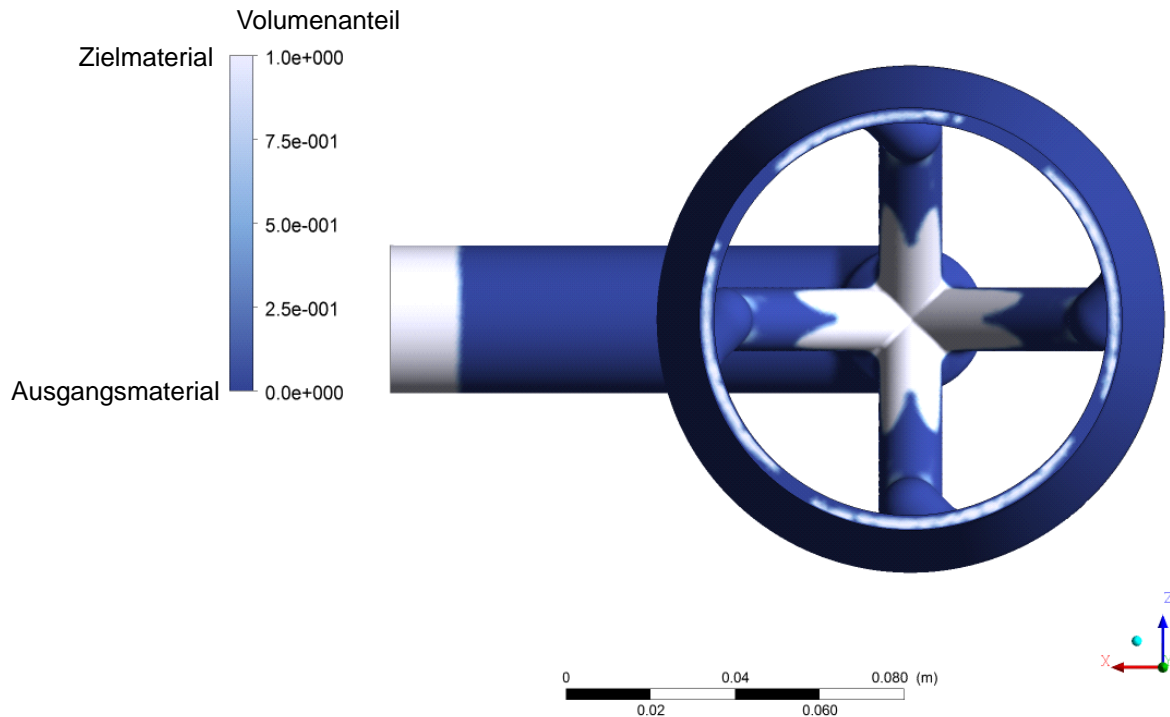


Abbildung 4-25: Materialwechsel im Wendelverteiler nach 90 s (PE-LD 1 auf PE-LD 2)

4.6 Simulation des Einflusses der Oberflächentopologie in kleinen Skalenbereichen

Üblicherweise werden alle Oberflächen, die in einer Extrusionsanlage mit der Kunststoffschmelze in Kontakt kommen, nachbearbeitet. Neben der Einstellung mechanischer und chemischer Eigenschaften, die gegen Verschleißeffekte schützen, ist insbesondere die Oberflächenqualität Ziel dieser Nachbearbeitung. Diese Qualität wird, wie es bei der Konstruktion von Maschinenteilen üblich ist, in einem Oberflächenkennwert ausgedrückt. Nach wie vor sind die häufigsten genormten Angaben hierbei die mittlere Rauheit R_a wie auch die gemittelte Rautiefe R_z . Die Vorteile dieser Kennwerte liegen vor allem in der unkomplizierten Handhabung, die eine schnelle Kontrolle über den Erfolg der Oberflächenbearbeitung während des Prozesses erlaubt. Der Hauptkritikpunkt hierbei ist eine durch die Art der Messung bedingte geringe statistische Sicherheit bei der Beschreibung der Eigenschaften der gesamten Oberfläche [Sz11b]. Durch moderne Möglichkeiten zur Oberflächenmessung ist es möglich, flächenbezogene Oberflächenkenngrößen zu erzeugen [DIN EN ISO 25178]. Am Beispiel einer speziellen chrombasierten Beschichtung wird die Bedeutung der tatsächlichen Oberflächentopologie gegenüber den zweidimensionalen Rauheitskennwerten deutlich. In Abbildung 4-26 ist die als „Topocrom“ bezeichnete Oberflächenbeschichtung des Unternehmens Topocrom GmbH, Stockach dargestellt. In zwei Vergrößerungen (a und b) mittels Rasterelektronenmikroskop (REM) ist die halbkugelförmige Oberflächentopologie qualitativ gut erkennbar. Auf der rechten Seite (c) ist eine Detailvergrößerung einer Halbkugeloberfläche durch ein Rasterkraftmikroskop (AFM) mit Maßangaben dargestellt. Die Skalierung der Achsen ist hierbei im gleichen Maßstab gewählt und die Ebene ist um 45° zum Betrachter hin geneigt und um 45° gedreht, um einen möglichst guten Eindruck der Topologie zu ermöglichen. Die Abbildung wurde durch eine OpenGL-basierte Benutzeroberfläche innerhalb des freien Auswerteprogrammes Gwyddion (Version 2.34) erstellt, wobei die Messpunkte zu Flächen vernetzt und diese mit einer Textur sowie einer virtuellen Lichtquelle gerendert werden.

Dabei hat diese Abbildung, wie auch die REM-Aufnahmen, eine Auflösung von 512 x 512 Pixeln.

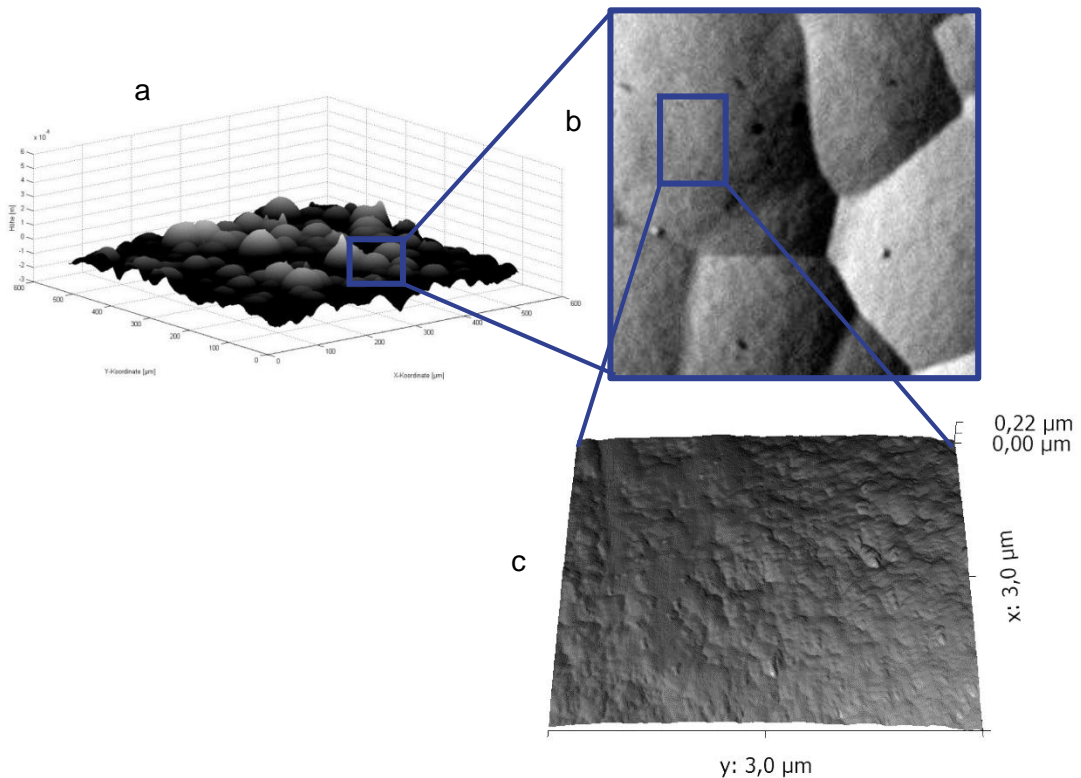


Abbildung 4-26: REM- und AFM-Aufnahme einer beschichteten Oberfläche

Zwei mit dieser Beschichtung versehene Versuchswerkzeuge werden durch Farbwechselversuche mit dem Wechselverhalten des Referenzwerkzeugs verglichen (Abbildung 4-27).

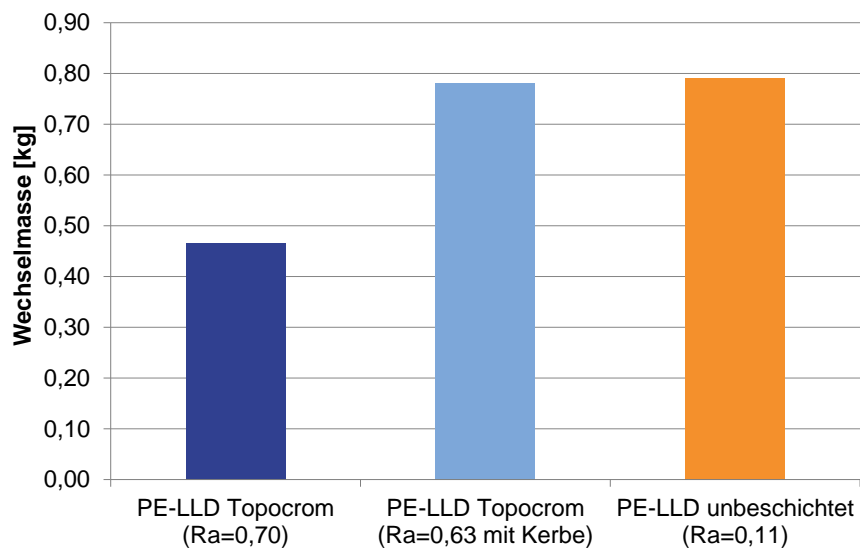


Abbildung 4-27: Vergleich Topocrom-Beschichtung und Referenzoberfläche

Die Farbwechsel werden mit PE-LLD durchgeführt. Für eine bessere Präzision bei der Auswertung werden die Schnittpunkte der Farbwerte bei einem Wechselfortschritt von 95%

bezogen auf die Eigenfarbe des Zielmaterials ausgewertet. Eines der beschichteten Werkzeuge enthält eine Einkerbung quer zur Fließrichtung. Die Charakterisierung der Oberflächen erfolgt durch die mittlere Rauheit. Obwohl das Referenzwerkzeug gegenüber beiden beschichteten Werkzeugen die niedrigste mittlere Rauheit ($R_a = 0,112 \mu m$) besitzt, zeigt der Farbwechsel eine höhere Wechselmasse. Die vermeintlich rauere Oberfläche ($R_a = 0,702 \mu m$) des ersten beschichteten Werkzeuges benötigt für einen vollständigen Farbwechsel eine deutlich geringere Wechselmasse. Das Werkzeug mit der Einkerbung quer zur Fließrichtung hat zwar die gleiche Beschichtung mit der halbkugelförmigen Topologie und zudem eine geringere Rauheit ($R_a = 0,634 \mu m$) gegenüber dem ersten beschichteten Werkzeug, die Kerbe sorgt jedoch für eine vergleichsweise hohe Wechselmasse. Offensichtlich übt die Oberflächentopologie einen wesentlichen Einfluss auf das Wechselverhalten des Systems aus.

Als Werkzeug zur Beobachtung der Phänomene in diesen mikroskopischen Skalierungen wird eine Methode zur numerischen Simulation der Strömungsvorgänge in den sehr nahen Wandbereichen entwickelt. In dieser ersten Betrachtung wird das Prozessverhalten der Materialien aus der makro- in die mikroskopische Skala übertragen. Die in Kapitel 2.7 dargestellten Modelle, die eine Vorstellung über die physikalischen Wechselwirkungen der Makromoleküle in der betrachteten Größenordnung liefern, werden zunächst aufgrund der hohen Komplexität nicht berücksichtigt. Es werden die gleichen numerischen Ansätze zur Beschreibung der Kunststoffe als Fluide genutzt, wie im makroskopischen Bereich (Kap. 2.9), wobei das Größenverhältnis zwischen Kanalgeometrie und Makromolekülketten deutlich kleiner wird.

In Abbildung 4-28 ist schematisch das Grundprinzip der mehrstufigen Berechnungsmethode dargestellt.

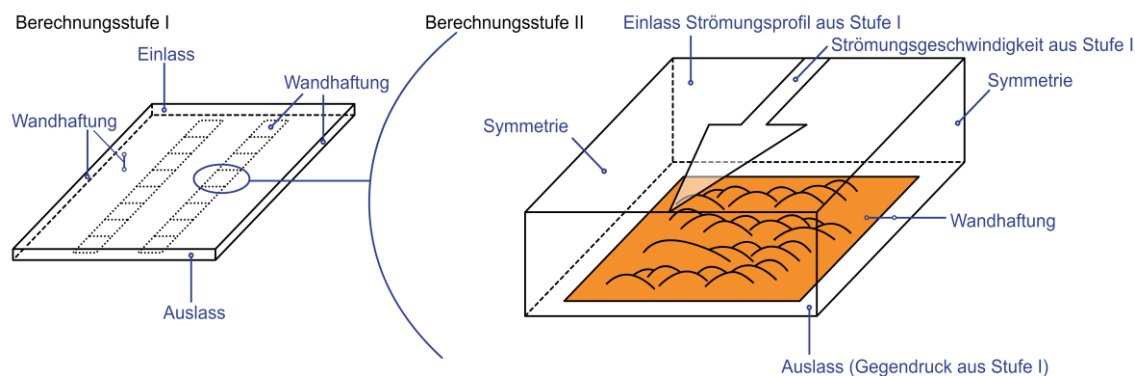


Abbildung 4-28: Schema der Berechnung der Zustände in mikroskopischen Skalen

Als Bilanzraum für die Simulation wird eine Breitschlitzgeometrie (Breite: 70 mm, Länge: 200 mm und Höhe: 5 mm) gewählt. Die Verteilergeometrie wird in der Berechnung nicht berücksichtigt. In diesem Konzept eines Bilanzraums sind austauschbare Einlegeteile zur Untersuchung unterschiedlicher Oberflächenarten vorgesehen. Unter Ausnutzung von Symmetriebedingungen wird ein konstanter Betriebspunkt bei einem Durchsatz von 15 kg/h und einer isothermen Massetemperatur von 190°C für das Material PE-LD 1 berechnet. Durch die Symmetriebedingung wird das Modellvolumen geviertelt, sodass eine Verfeinerung der Diskretisierung ermöglicht wird. Im Schema ist zu erkennen, dass die Berechnungsergebnisse aus dieser ersten makroskopischen Stufe als Randbedingungen in

die weiteren Berechnungsstufen vorgegeben werden. Als Ziel dieser Methodik sollen die Strömungszustände unter Berücksichtigung der Oberflächentopologie ermittelt und Aussagen über das Verweilzeitverhalten in diesen Bereichen ermöglicht werden. Da diese Bereiche weit unter der möglichen Auflösung der Vernetzung der wandnahen Schichten des ersten Modells liegen, sind mehrere Berechnungsstufen notwendig, um die makroskopisch ermittelten Zustände als Vorgaben in den mikroskopischen Bereich zu übertragen. Aus Abbildung 4-29 sind die Abstufungen der makroskopischen Modelle mit der jeweiligen Position dem vorangegangenen Modell zu entnehmen.

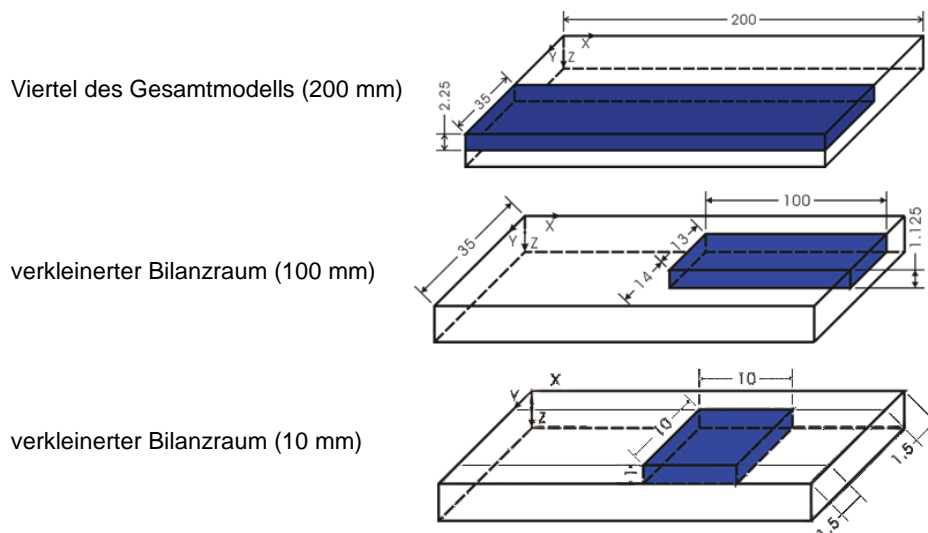


Abbildung 4-29: Modellabmaße und Positionen im makroskopischen Bereich

Die jeweilige Position der makroskopischen Modelle ist unter Berücksichtigung der vorgesehenen Einlegeteile in der Werkzeugkonzeption gewählt. An den Positionen der Randbedingungen der nächsten Berechnungsstufe werden Hilfsflächen zur Ausgabe der Strömungsgeschwindigkeiten und des jeweiligen Gegendrucks definiert. Die Werte aus diesen Flächen werden als Randbedingungen für die Berechnung der Zustände der nächst kleineren Modelle verwendet. Eine erste Validierung der Berechnungsstufen erfolgt über einen Vergleich der simulierten mit den analytisch ermittelten Gegendrücken am Einlass des jeweiligen Modells (nach Gl. 2-7 aus Kap. 2.8). Die in Tabelle 4-1 dargestellten Abweichungen liegen in einem akzeptablen Rahmen.

Tabelle 4-1: Vergleich numerisch und analytisch berechneter Druckverluste

Modell	numerisch	analytisch	Abweichung
200 mm	67,9 bar	67,6 bar	0,48 %
100 mm	33,6 bar	33,8 bar	0,54 %
10 mm	16,1 bar	16,9 bar	4,3 %

Weiterhin wird die korrekte Übergabe der Strömungsgeschwindigkeiten von dem Modell mit dem jeweils größeren Abmaß überprüft. Bei der Übergabe zeigen sich lediglich geringfügige Abweichungen der Modelle untereinander. Durch die Wahl der Diskretisierung sind offensichtlich ausreichend Stützstellen vorhanden, um die Geschwindigkeitsprofile zufriedenstellend abzubilden. Als erfolgsversprechender Ansatz wird diese Methode ebenso verwendet, um den Modellen im mikroskopischen Maßstab die Werte für die Randbedingungen vorzugeben.

Als Grundlage zur Erzeugung der Simulationsmodelle in mikroskopischen Skalenbereichen werden zunächst zwei Probenkörper aus Stahl präpariert. Die mittlere Rauheit beider Proben liegt bei $R_a = 0.1 \mu m$, es wird jedoch zwischen einer polierten und einer geschliffenen Oberfläche unterschieden. Beide Behandlungsarten werden richtungsabhängig ausgeführt, so dass die entstehenden Riefen möglichst parallel verlaufen. Dies ermöglicht gezielte Analysen mit Ausrichtung der Riefen quer zur Fließrichtung der Schmelze, um ein Verhalten bei möglichst ungünstigen Strömungsverhältnissen zu simulieren. Die Oberflächen der Proben werden mittels Rasterkraftmikroskopie (Atomic Force Microscope – AFM) vermessen und die Koordinaten der Messpunkte in eine Datei herausgeschrieben. Es werden jeweils zwei Messungen mit unterschiedlicher Skalierung zur Modellierung genutzt, wie aus Abbildung 4-30 ersichtlich wird. Im Vergleich scheint die polierte Oberfläche mit mehr Riefen, jedoch mit geringerer Eindringtiefe versehen zu sein. Bei der geschliffenen Oberfläche zeigen sich in der Anzahl zwar weniger, dafür jedoch stärker ausgeprägte Höhenunterschiede in der Topologie.

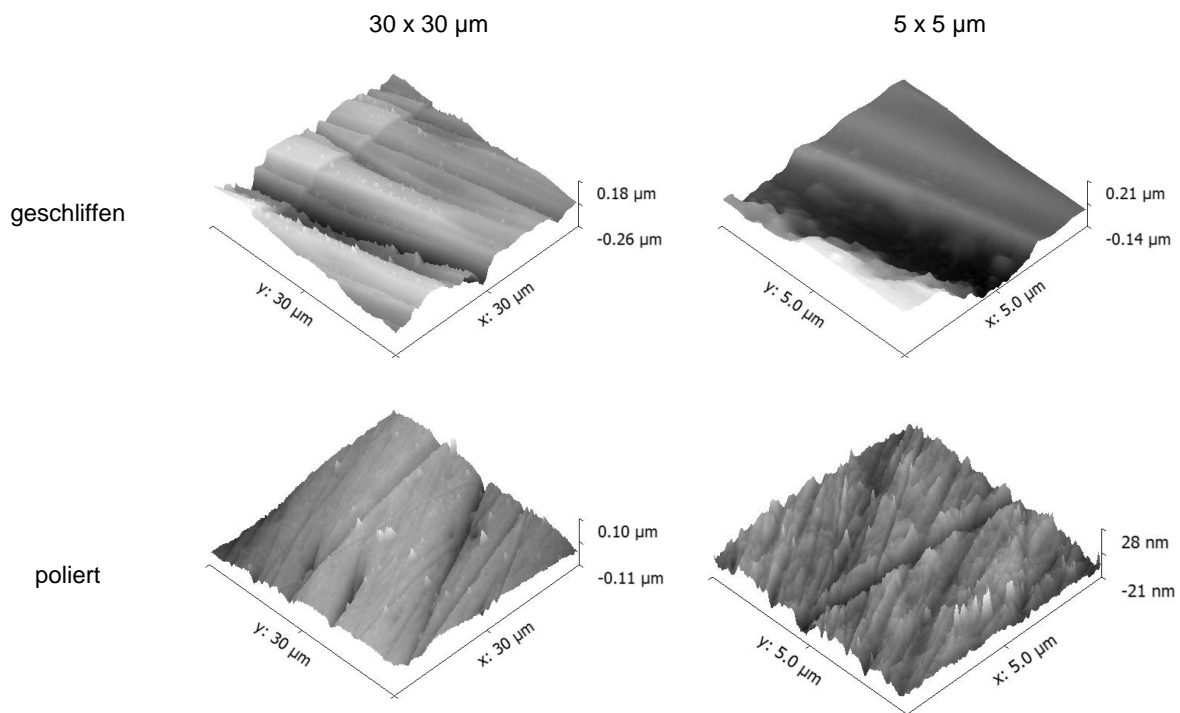
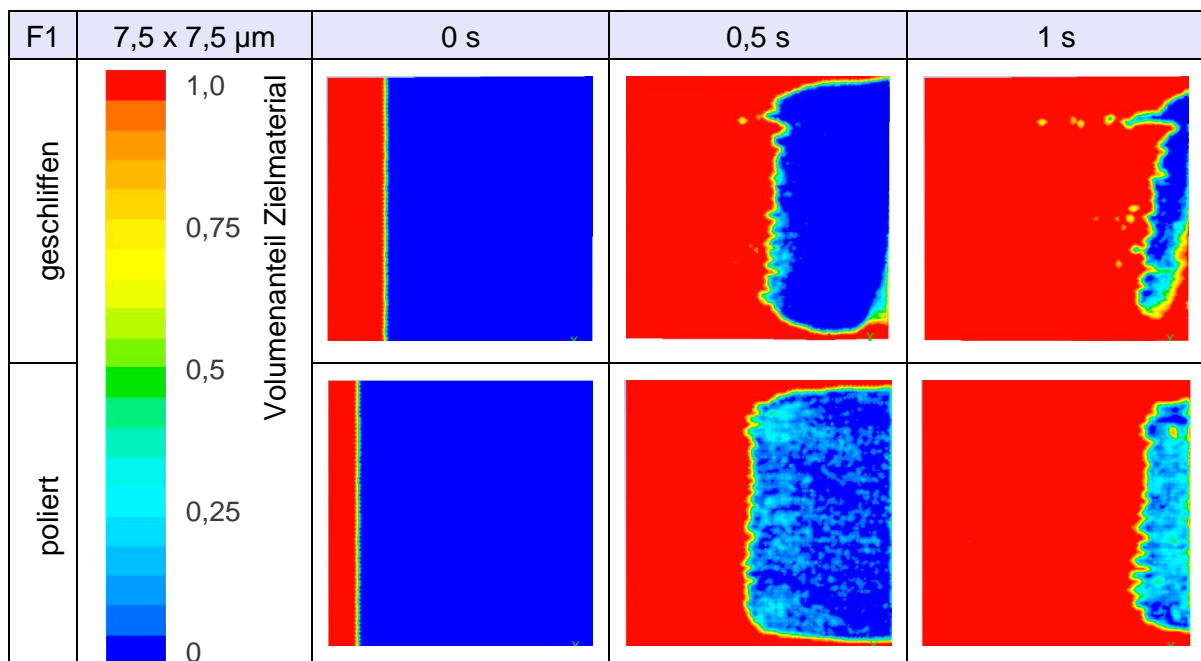


Abbildung 4-30: AFM-Messung geschliffener und polierter Oberflächen

Die Auflösung der Messungen beträgt 256 x 256 Pixel, welche jeweils auf eine Fläche von 30 x 30 µm bzw. 5 x 5 µm verteilt sind. Da die Datensätze dieser Flächen bei der Rekonstruktion zu einem Volumenmodell den Rahmen des handhabbaren Umfangs überschreiten, werden zur Weiterverarbeitung charakteristische Teilflächen ausgewählt. Dabei wird von den 30 x 30 µm großen Flächen jeweils ein Sechstel und von den 5 x 5 µm großen Flächen jeweils ein Achtel weiterverwendet. Die Messwerte dieser Teilflächen liegen als kartesische Koordinaten der einzelnen Messpunkte vor und werden daher im nächsten Schritt trianguliert, d.h. jeweils drei Messpunkte zu einer dreieckförmigen Fläche verbunden. Die resultierenden Gesamtflächen werden als Grundflächen jeweils eines Volumenmodells weiterverwendet. Die Höhe des Volumenkörpers in den Strömungskanal hinein beträgt dabei 0,5 µm und wird ausgehend von dem jeweiligen Nullniveau einer Messung erzeugt. Die

einzelnen Modelle werden durch Tetraeder-Elemente diskretisiert, deren Elementgröße sich nach der Vernetzung der vermessenen Oberflächen richtet.

Die Zustände an der Einlassbedingung und den bewegten Wänden als Randbedingungen werden durch importierte Geschwindigkeitsprofile aus dem Modell mit den Abmaßen 10 x 10 mm vorgegeben. Am Auslass wird das jeweils passende Druckprofil eingelesen. Die Oberflächentopologie wird als Wand mit Haftbedingung und ohne eine Kalibrierung gemäß der in Kapitel 4.5 vorgestellten Methode betrachtet. Zur Ermittlung des Verweilzeitverhaltens der Modelle werden instationäre Mehrphasensimulationen verwendet, die jeweils einen Farbwechsel von PE-LD 1 bei einer Zeitschrittweite von 0,01 s bei 7,5 x 7,5 µm und 0,001 s bei 1,25 x 1,25 µm abbilden. In Abbildung 4-31 sind Momentaufnahmen des Volumenanteils an Zielmaterial zu unterschiedlichen Zeiten im Verlauf des Wechsels dargestellt. In den Aufnahmen F1 sind die Modelle mit einer Grundfläche von jeweils 7,5 x 7,5 µm abgebildet. Analog hierzu sind unter der Bezeichnung F2 die Modelle mit einer Grundfläche von jeweils 1,25 x 1,25 µm während des Farbwechsels gezeigt. Bei Betrachtung der größeren Modelle (F1) zeigt sich, dass die polierte gegenüber der geschliffenen Oberfläche offenbar eine kürzere Wechselzeit des Materials bedingt. Die Randbereiche der Modelle sind aufgrund der Vorgabe von Geschwindigkeitsprofilen aus den makroskopischen Modellen bei ideal glatten Oberflächen in verhältnismäßig sehr kurzer Zeit gewechselt und werden daher in der qualitativen Betrachtung nicht berücksichtigt. Die Auswertung der kleineren Modelle (F2) zeigt gerade bei der geschliffenen Oberfläche eine sehr viel höhere Verweilzeit, deren quantitative Ermittlung den Rahmen dieser Analyse überschreitet. Qualitativ sind anhand des Volumenanteils des Zielmaterials gut die charakteristischen Bereiche höherer Verweilzeit zu erkennen.



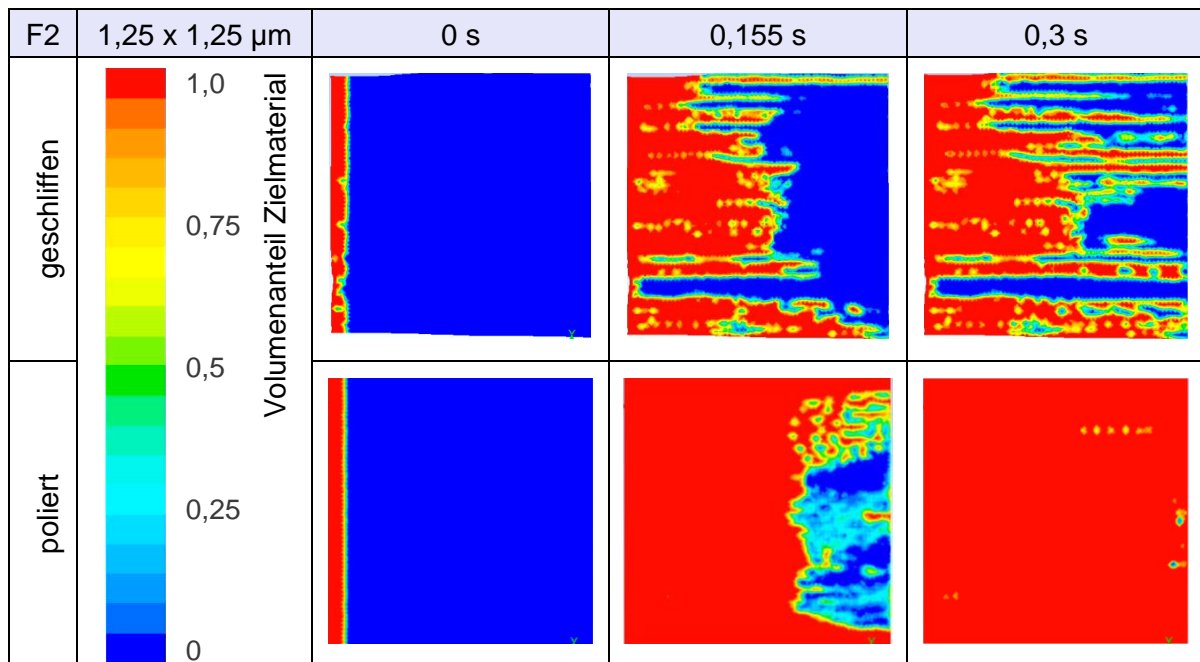


Abbildung 4-31: Wechselverläufe in mikroskopischen Skalen

Das erzeugte Muster findet sich ebenso bei Betrachtung makroskopischer Proben in dieser Form wieder (Abbildung 4-32).



Abbildung 4-32: Probenstrang mit verbliebenem Ausgangsmaterial

Anhand eines solchen Musters mit der entsprechenden zeitlichen Änderung ist ebenso der Verlauf der Farbmessung zu erklären. Die über der Zeit immer dünner werdenden Farbstreifen werden über den Messfleck des Spektralphotometers gemittelt (vgl. Kap. 5.1). Weshalb sich dieses Verhalten nicht bereits in den größeren Modellen zeigt, bleibt ungeklärt. Denkbar ist eine Glättung der Oberfläche bereits bei der Messung, da die gleiche Auflösung auf eine größere Fläche angewendet wird.

Bei der Betrachtung der geschliffenen Oberflächenprobe ($7,5 \times 7,5 \mu\text{m}$) lässt sich anhand niedriger Wandschubspannungen eine Riefe quer zur Fließrichtung identifizieren (Abbildung 4-33 linke Seite). Die Position niedriger Wandschubspannungen korreliert dabei mit hohen Verweilzeiten des Ausgangsmaterials im System (Abbildung 4-33 rechte Seite). Der Volumenanteil des Zielmaterials ist nach 1 s Wechselzeit dargestellt, wobei das Ausgangsmaterial bis auf die Position in der Riefe bereits vollständig aus dem Bilanzraum verdrängt ist. Die vorgeschlagene Methodik eignet sich somit zur Erzeugung von plausiblen Ergebnissen hinsichtlich qualitativer Aussagen zum Verweilzeitverhalten des Materials in Abhängigkeit von der Oberflächentopologie.

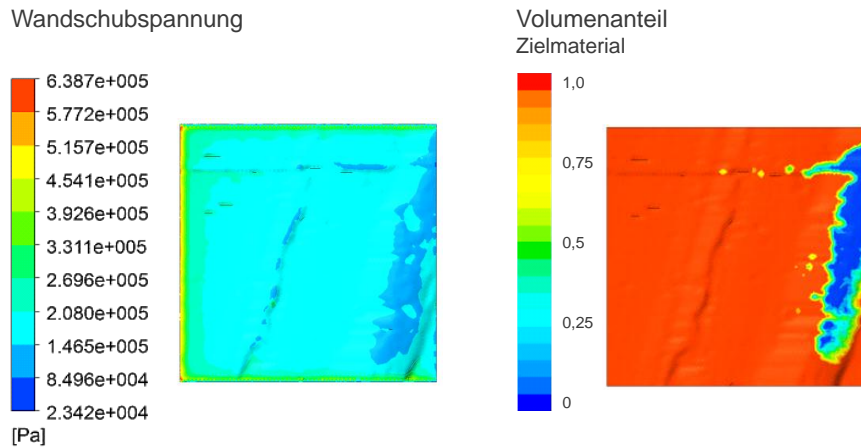


Abbildung 4-33: Wandschubspannung und Volumenanteil (geschliffen 7,5 x 7,5 µm)

In Abbildung 4-34 sind die Modelle in mikroskopisch kleinen Skalen in der Seitenansicht dargestellt. An der unteren Seite ist jeweils die Oberflächentopologie mit Wandhaftung und an der Oberseite ein Geschwindigkeitsprofil vorgegeben. Es sind zwei Strömungsrichtungen zu unterscheiden, da sich beim Modell der geschliffenen Oberfläche zunächst eine Aufweitung des Kanals zwischen Wand und konstantem Geschwindigkeitsprofil ergibt. Bei Umkehr der Strömungsrichtung findet dementsprechend eine Verjüngung statt.

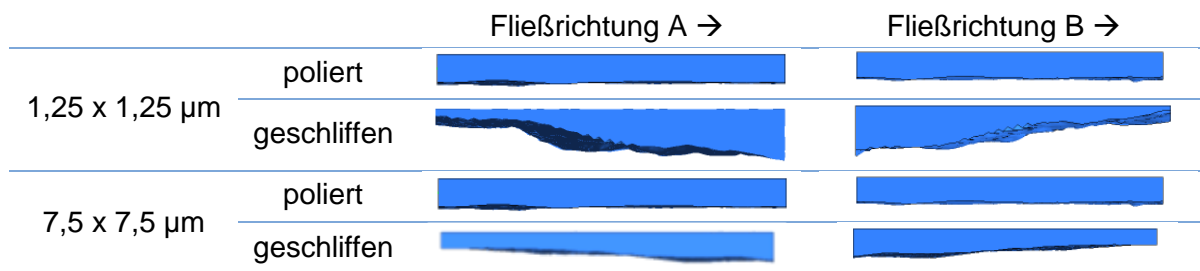


Abbildung 4-34: Umkehr der Fließrichtung

Der Einfluss dieser Aufweitung bzw. Verjüngung spiegelt sich in der Auswertung der Wechselzeiten des Ausgangsmaterials in den einzelnen Modellen wieder (Abbildung 4-35). Beim kleineren Modell mit geschliffener Oberfläche (1,25 x 1,25 µm) ist eine drastische Verkürzung der maximalen Verweilzeit in Folge einer Umkehr der Fließrichtung zu beobachten. Während die Wechselzeit bei Fließrichtung A nicht im Rahmen handhabbarer Berechnungszeiten ermittelbar ist, äußert sich der Einfluss einer Verjüngung in einer sehr kurzen Wechselzeit. Die Umkehr der Fließrichtung zeigt bei der polierten Oberfläche keine Änderung der Wechselzeit. Bei den Modellen größerer Grundflächen (7,5 x 7,5 µm) sinkt die Wechselzeit im Vergleich zu Fließrichtung A. Hier kann ebenso eine Verjüngung des Kanals mit geringer Steigung festgestellt werden. Aus den Ergebnissen lässt sich schließen, dass durch die Effekte einer Aufweitung bzw. Verjüngung des Kanals auf die Wechselzeiten ein Einfluss der Schubspannung sichtbar wird. Zwar ist die Topologie der Grundflächen (Abbildung 4-30) bei der polierten Oberfläche mit vielen Furchen durchsetzt, diese sind jedoch im Vergleich zur geschliffenen Oberfläche von geringer Tiefe. Es ist daher festzustellen, dass der Effekt niedriger Schubspannungen in einer tieferen Einkerbung die langen Fließwege vieler kleiner Furchen überwiegt, da sich die Wandfließgeschwindigkeit beim Wechsel verringert. Wird für die kürzeste Wechselzeit (Fließrichtung B, 1,25 µm,

0,14 s) diese auf eine Kanallänge von 200 mm extrapoliert, so ergibt sich eine Gesamtwechselzeit von 22.400 s bzw. 6 h.

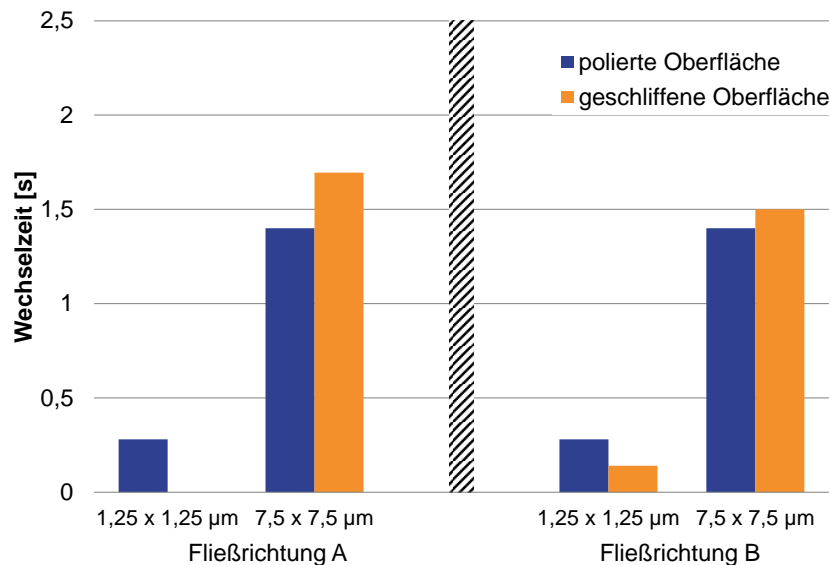


Abbildung 4-35: Wechselzeiten mikroskopischer Modelle

Bei den übrigen Modellen ergibt sich eine entsprechend längere Wechselzeit. Da dies in Anbetracht der Erfahrungswerte implausibel erscheint, sind zwei mögliche Ursachen für einen Fehlereinfluss verantwortlich. Zum einen übt die Diskretisierung des Schmelzevolumens an der Wand einen erheblichen Einfluss auf die Berechnung der Wechselzeit aus, zum anderen ist die Wahl der Ausschnitte auf der betrachteten Oberfläche in dieser Größenordnung nicht gezielt möglich, sondern erfolgt zufällig. Bislang richtet sich die Elementgröße der Vernetzung in den Wandbereichen nach dem Abstand benachbarter Messpunkte zueinander. Eine Verfeinerung in diesen kleinen Skalen ist daher schwierig. Eine statistische Absicherung durch Simulation der Wechselzeit an anderen Positionen auf der geschliffenen und polierten Probenoberfläche macht einen hohen Aufwand erforderlich. Nichtsdestotrotz zeigen sich qualitativ plausible Einflüsse der Schubspannung auf die Wechselzeiten. Die Visualisierung von Farbwechseln in diesen mikroskopischen Skalenbereichen trägt zum Verständnis makroskopischer Phänomene wie der Farbverteilung auf dem Probenstrang und des sich in diesem Zusammenhang ergebenden Verlaufs der Farbmessung bei.

5 Experimentelle Untersuchungen

Die experimentellen Untersuchungen dienen einerseits der Validierung der Modellansätze und andererseits dem Erkenntnisgewinn bei materialeitigen und betriebspunktabhängigen Einflüssen auf Wechselprozesse. Die vorgestellte Modellbildung, sowohl analytisch wie auch numerisch zeigt ein zufriedenstellendes Abbild der Versuchsergebnisse. Auf der Grundlage der Ergebnisse ist davon auszugehen, dass eine Prognose von Wechselvorgängen plausible Aussagen liefert. Weiterhin ist ein Einfluss von Betriebsparametern hauptsächlich auf die strömungsmechanischen Eigenschaften der Wechsellspartner zurückzuführen. Die Anwendung von Compounds zur Unterstützung von Wechseln wird kritisch diskutiert.

5.1 Versuchsaufbau

Um unterschiedliche Wechselsituationen beurteilen zu können, wird ein Bilanzraum festgelegt, dessen Betrachtung sich möglichst verallgemeinern lässt. Hierzu ist bereits in [Ni06] eine Rundstrangeometrie vorgestellt worden, anhand derer sich Einflüsse der Oberflächeneigenschaften auf Farbwechsel vergleichbar analysieren lassen. Die gleiche Geometrie wird im Rahmen dieser Arbeit dazu genutzt, die unterschiedlichen Einflüsse der Materialien und Betriebspunkte auf Wechselvorgänge zu untersuchen. Die Werkzeuggeometrie ist in Abbildung 5-1 dargestellt (vgl. Kap. 4.1).



Abbildung 5-1: Versuchswerkzeug

Das Werkzeug erzwingt keine Änderung der Fließrichtung und sorgt durch einen konstanten Durchmesser über der gesamten Kanallänge für konstante Schergeschwindigkeiten an der Wand. So ist zum einen sichergestellt, dass keine Einflüsse aus der Geometrie die Wechselsituation beeinflussen und zum anderen, dass die analytische Beschreibung der Zustände im Kanal auch hinsichtlich gültiger Symmetriebedingungen wesentlich erleichtert wird. Das betrachtete Rundstrangwerkzeug wird durch einen Laborextruder mit Schmelze gespeist. Um die komplexen Effekte während eines Wechsels in einem Extruder nicht mit in den Bilanzraum aufnehmen zu müssen, sind Laboranlage und Werkzeug über ein Bypass-Modul miteinander verbunden. Durch das Schließen dieses Moduls wird der Schmelzestrom ins Werkzeug unterbunden und das Material im Extruder lässt sich unabhängig wechseln. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 5-2 dargestellt. Der eingezeichnete Bilanzraum erstreckt sich dabei in das Bypass-Modul hinein bis zum Umlenkbolzen. Diese Gesamtlänge von 336 mm im Vergleich zu der Werkzeuglänge von 200 mm wird auch in den theoretischen Betrachtungen berücksichtigt. Dabei werden jedoch mögliche Effekte der Spalte sowohl am

Umlenkbolzen als auch an der Dichtfläche zwischen Bypass-Modul und Werkzeug vernachlässigt.

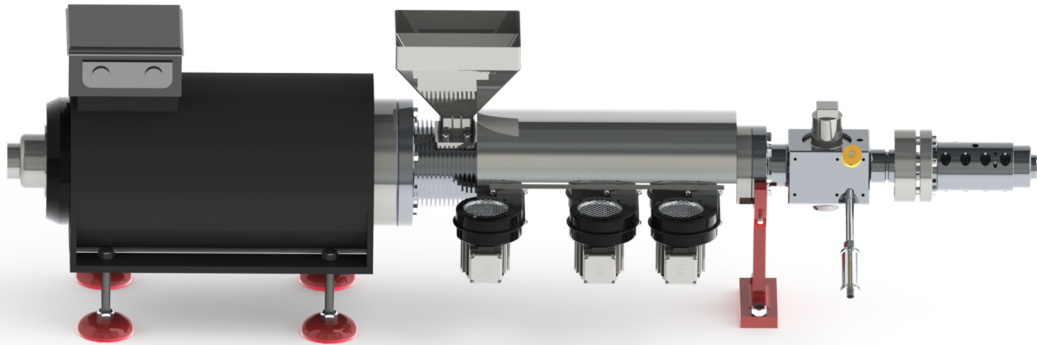


Abbildung 5-2: Laboranlage

Der Standardbetriebspunkt für die meisten Wechselversuche liegt bei einem Durchsatz von 15 kg/h und einer Massetemperatur von 190°C. Die Standardtemperatur ergibt sich aus den Herstellerangaben, da 190°C eine genormte Temperatur zur Bestimmung des MFR-Wertes ist [DIN EN ISO 1133]. Es ist daher naheliegend, dass das Betriebsfenster der Materialien so angepasst ist, um bei dieser Temperatur möglichst günstige Verarbeitungseigenschaften zu zeigen.

Die messtechnische Erfassung der Wechsel erfolgte, wie bereits bei vorangegangenen Untersuchungen [Gr06, Ni06], mit Hilfe eines Farbmasterbatches als Tracer-Material. In [Gr06] wird ein funktioneller Zusammenhang der Partikeleigenschaften im Masterbatch mit den Ergebnissen der Farbwechselversuche korreliert. Dabei nimmt vor allem die Größenverteilung der Pigmente als Resultat der Teilchengometrie bei gleicher dispersiver Mischwirkung durch die Schneckenelemente, aber auch die chemische Beschaffenheit der verwendeten Stoffe (organisch oder anorganisch), Einfluss auf die jeweiligen Farbwechsel. Es ist daher für die Betrachtung der unterschiedlichen Materialwechselsituationen notwendig, eine Überlagerung der Ergebnisse durch diese Effekte zu verhindern, indem nur eine Art von Masterbatch verwendet wird.

Im Laufe der Untersuchungen sind drei unterschiedliche Chargen des Farbmasterbatches Polybatch blue 4500 der Firma A. Schulman GmbH verwendet worden. Das Masterbatch beinhaltet laut Herstellerangaben anorganische Pigmente einer mittleren Korngröße von 5-10 µm in einem ultramarinblauen Farbton. In den Zeitabständen, in denen das Masterbatch verwendet wurde, ist herstellerseitig die Form des Granulates verändert worden, so dass eine Änderung der Pigmenteigenschaften, wie beispielsweise die Größenverteilung, nicht gänzlich ausgeschlossen werden kann.

Die Detektion des Tracers und damit des Ausgangsmaterials erfolgt zunächst manuell mit Hilfe eines Handspektralphotometers an erkalteten Schmelzproben. Dabei werden die Messsignale direkt in Koordinaten des genormten CIE-L*a*b*-Farbraums (CIE: Commission International de L'Eclairage) umgewandelt [La98, Vö01]. Um eine hohe Signalstärke zu erreichen, wird dem Ausgangsmaterial der empfohlene Anteil von 5% Masterbatch beigemischt.

Zur fehlerfreien Detektion ist eine möglichst ebene Probenoberfläche erforderlich. Hierzu werden die Stränge zwischen zwei Glasplatten gelegt und mit einem Gewicht belastet (Abbildung 5-3).

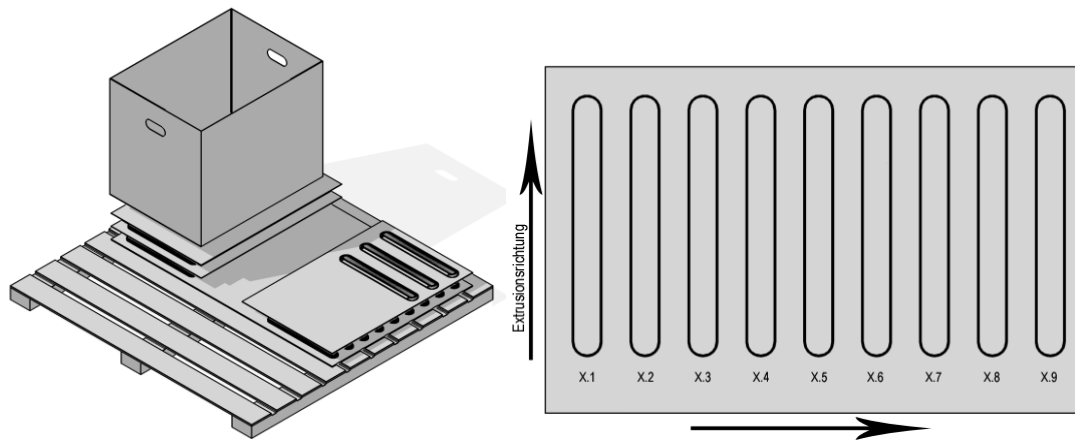


Abbildung 5-3: Anordnung der Schmelzproben

Hierbei erzeugt der zeitliche Versatz zwischen dem jeweils ersten und letzten Probenstrang auf einer Glasplatte einen Unterschied in den Probendicken aufgrund unterschiedlicher Abkühlzeiten. Unterschiedliche Probendicken nehmen Einfluss auf die Partikelkonzentration an der Oberfläche und damit auf die Ergebnisse der Farbmessung (Abbildung 5-4).

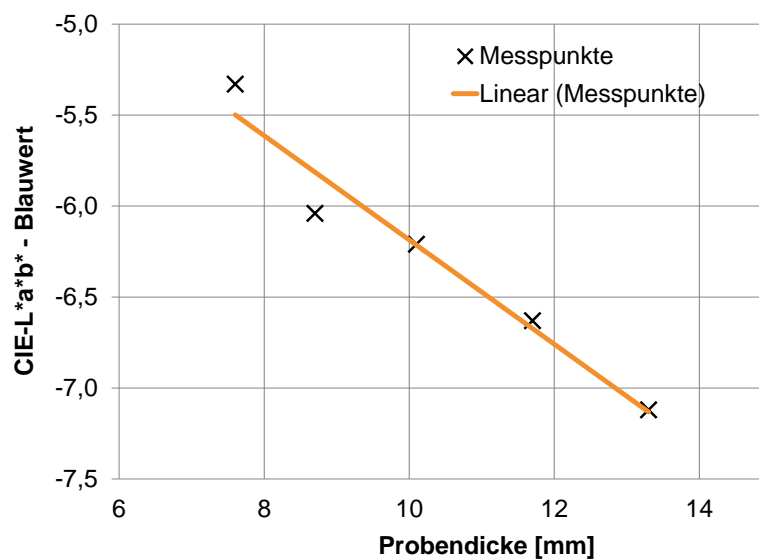


Abbildung 5-4: Zusammenhang zwischen Probendicke und Blauwert

Der in Abbildung 5-5 dargestellte Verlauf, der beispielhaft die typische Form der Ergebnisse einer Farbmessung des Blauwertes b^* mit dem Handspektralphotometer an den gepressten Probesträngen widerspiegelt, zeigt die Charakteristik einer doppelten Exponentialfunktion nach [Ni06] ähnlich zu [Ho12a, Ho12b, Ho12c, Ov13]. Die Untersuchung des Blauwertes liefert aufgrund der Eigenfarbe des Tracers die aussagekräftigsten Ergebnisse. Um ein Verständnis darüber zu erlangen, welche Bedeutung der abgebildete Verlauf hat, ist es hilfreich die Messmethode dahingehend zu analysieren.

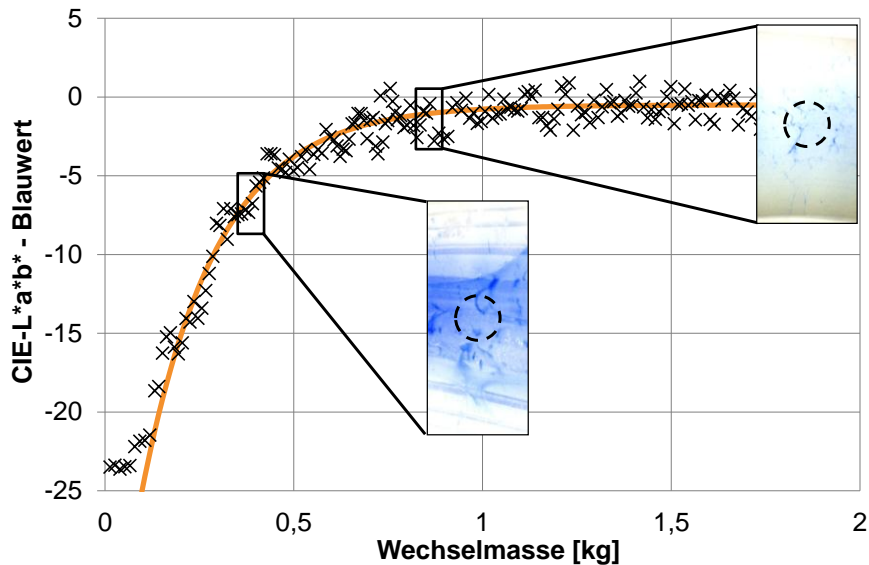


Abbildung 5-5: Wechselverlauf anhand der Blauwerte

Die Überlegungen, die zur analytischen Modellbildung geführt haben, sehen vor, dass das Material entlang eines Stromfadens an der Wand die höchste Verweilzeit erfährt. Hieraus folgt, wie bereits in Kapitel 4.2 hinsichtlich dieses Modells detailliert dargestellt, dass nach Verlassen des letzten Anteils an Ausgangsmaterial am Auslass der betrachtete Wechsel vollständig abgeschlossen ist. Es wäre somit auch experimentell ein sprungförmiger Übergang zwischen Ausgangs- und Zielmaterial zu erwarten. Dies entspricht jedoch aus mehreren Gesichtspunkten nicht den tatsächlichen Beobachtungen. Die gemessenen Farbwerte an der Oberfläche des erkalteten Schmelzestranges repräsentieren jeweils einen Mittelwert über die Fläche der Messkammeröffnung (Durchmesser 11 mm) am Spektralphotometer. Da in der Realität die Annahme einer ideal glatten und über dem Umfang homogenen Kanalwandgeometrie nicht zulässig ist, sich demnach abhängig von der Topologie im mikroskopischen Bereich eine sehr ungleiche Verteilung der Verweilzeiten entlang der Kanalwand ergibt (vgl. Kap. 4.6), äußert sich dies im Verlauf des Blauwertes b^* über den integrierten Probengewichten. In diesem Zusammenhang ist ein weiterer Einfluss ausgehend von unterschiedlichen viskoelastischen Eigenschaften der Wechelpartner denkbar. Dies äußert sich in der unterschiedlichen Strangaufweitung am Austritt, die zu Unterschieden der Partikelkonzentration an der Probenoberfläche führt. Bereits nach kurzer Wechselzeit und gerade im Endstadium der Messung, in dem nahezu ausschließlich die Eigenschaften des Zielmaterials die Proben beeinflussen, sind diese Unterschiede vernachlässigbar. Unter den gleichen Gesichtspunkten sind auch Einflüsse unterschiedlicher Eigenfarben und auch Kristallisationsgrade der naturfarbenen Zielmaterialien für die weiteren Betrachtungen von marginaler Bedeutung. Da optische Messverfahren häufig anfällig gegenüber Einflüssen des Umgebungslichts sind, werden die Messungen innerhalb einer abgedunkelten Messkammer durchgeführt und die Position der Messpunkte mit Hilfe einer Schablone von außen ermittelt. Eine Kontamination des Ausgangs- bzw. Zielmaterials mit Materialresten ist bei den Betrachtungen durch geeignete Rohstoffhandhabung auszuschließen.

Ein direkter Vergleich zwischen der Messung der Blauwerte bzw. dem sich dadurch ergebenden Fortschritt des Wechsels und den Berechnungsergebnissen ist demnach nur anhand der Werte für jeweils einen vollständig abgeschlossenen Wechsel zulässig.

In früheren Untersuchungen wurde gezeigt [Gr06, Ni06, Ho12a, Ho12b, Ho12c], dass die Detektion von vollständig abgeschlossenen Wechseln unter Umständen aufgrund des typischen Verlaufs der Blauwerte leicht zu Verfälschungen der Ergebnisse führt. Um eine größere Sicherheit zu bekommen, werden daher Zwischenstände der Wechselverläufe betrachtet und untereinander verglichen (bspw. zu 75%, 85% und 95% gewechselte Prozesse [Ni06]). Hierzu wird zunächst in einem Bereich, in dem der Wechsel mit Sicherheit abgeschlossen ist, ein Farbwert für das reine Zielmaterial ermittelt, der als 100%-Referenzmarke zur Berechnung der Zwischenstände dient. Anschließend werden die prozentualen Anteile dieses Farbwertes mit in die Auswertung eingetragen und jeweils der Schnittpunkt mit der Regressionsfunktion der Farbwerte grafisch ausgewertet. Wie bereits dargestellt, entspricht der Verlauf der Regressionsfunktion dabei nicht dem Verhalten des Wechselprozesses im Bilanzraum der Berechnungen (weder analytisch noch numerisch). Deshalb eignet sich die Auswertung eines prozentualen Wechselabschnittes auch nicht zum Vergleich mit den Berechnungsergebnissen. Im analytischen Ansatz hat der Wechselfortschritt einen linearen Zusammenhang zur Wechselzeit entlang des betrachteten Stromfadens. In der numerischen Berechnung enthält ein gewichtetes Mittel der Volumenanteile des Zielmaterials am Auslass zwar indirekt die Information über die Randschichtdicke des Ausgangsmaterials beim Verlassen des Bilanzraums, in den Experimenten wird diese jedoch von den bereits beschriebenen Einflüssen auf die Farbmessung an den Probensträngen überlagert. Mögliche Ungenauigkeiten bei der Bestimmung vollständig abgeschlossener Wechsel (unter Berücksichtigung der Auflösung der objektiven Messmethode) werden daher zwecks einwandfreier Vergleichbarkeit in Kauf genommen.

5.2 Einfluss unterschiedlicher Viskositäten

In Abbildung 5-6 sind die Wechselmassen unterschiedlicher Wechselsituationen bei gleichen Randbedingungen gezeigt und den analytisch ermittelten Daten gegenübergestellt. Hierzu wurden die Polyethylentypen niedriger Dichte, PE-LD 1 bis PE-LD 4, verwendet (Kap. 3.2) und mittels ihrer MFR-Werte charakterisiert. Wie zuvor beschrieben, kann eine solche Charakterisierung nur unter der Voraussetzung gültig sein, dass das strömungsmechanische Verhalten unter Einfluss der Schergeschwindigkeit (isotherm betrachtet) lediglich im Viskositätsniveau, nicht aber im Verlauf variiert. Der dargestellte Zusammenhang zeigt die starke Abhängigkeit der Wechselmassen von den Viskositätsniveaus der Wechsellpartner. Hierbei ist die Beobachtung, insbesondere durch die verarbeitenden Industriezweige, dass Wechsel von hohen zu niedrigen Viskositätsniveaus mehr Ausschuss durch Wechselmasse erfordern, seit längerem bekannt. In diesem Ansatz lässt sich dies jedoch quantitativ erfassen [WH11]. Es zeigt sich auch im Hinblick auf die theoretischen Werte, dass ein nicht linearer Zusammenhang zwischen Wechselmasse und dem Verhältnis der Viskositätsniveaus existiert (Kap. 4.2). Weitere Untersuchungen hinsichtlich der Einflussnahme der Viskosität auf Wechselvorgänge bei unterschiedlichen Materialtypen als Wechsellpartner sind in [Ov13] zu finden.

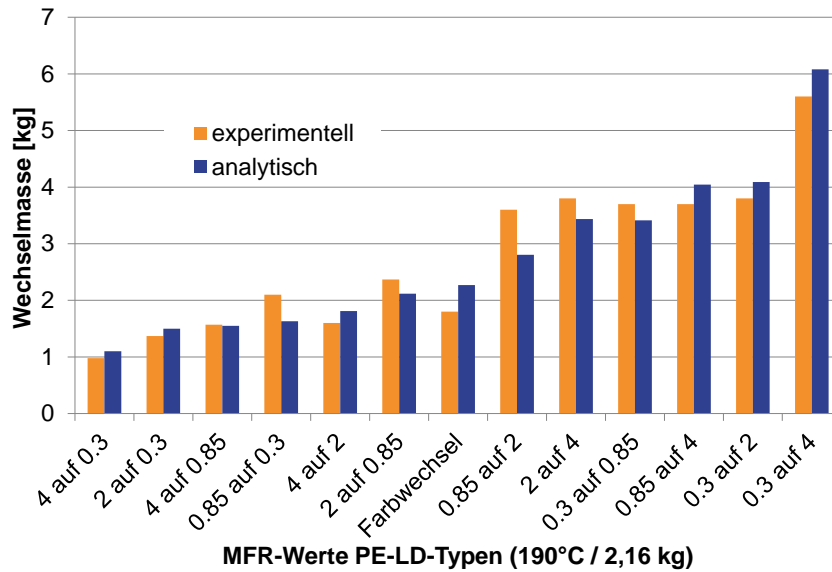


Abbildung 5-6: Vergleich experimenteller Ergebnisse mit der analytischen Prognose

5.3 Analysen von Zwischenstufen

Es hat sich gezeigt, wie deutlich die strömungsmechanischen Eigenschaften der Wechelpartner die Wechselprozesse beeinflussen. Folglich werden Möglichkeiten beleuchtet, diese Erkenntnis zur Verminderung der Wechselmasse bzw. Wechselzeit zu nutzen. Eine Art der Beeinflussung resultiert aus der Verwendung von zusätzlichen Wechelpartnern zwischen Ausgangs- und Zielmaterial. Eine solche Zwischenstufe kann auf unterschiedliche Art und Weise eingesetzt werden. In einer ersten Betrachtung werden in Abbildung 5-7 die aus den Untersuchungen der PE-LD-Typen (Kap. 3.2) stammenden Wechselmassen als Zwischenstufen bei einem Wechsel von PE-LD 4 auf PE-LD 1 (linke Seite) bzw. von PE-LD 1 auf PE-LD 4 (rechte Seite) verglichen. Die einzelnen Wechsel sind dabei jeweils vollständig abgeschlossen.

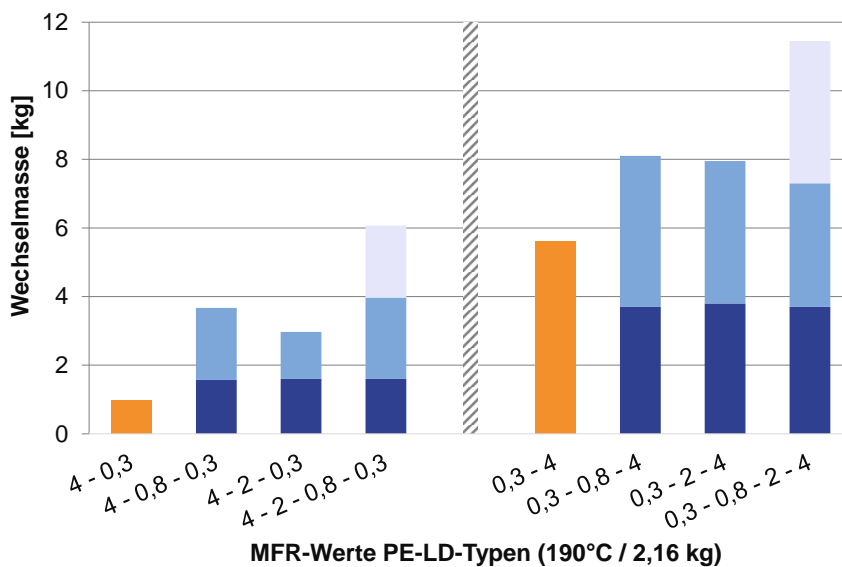


Abbildung 5-7: Wechsel mit vollständig durchgeführten Zwischenstufen

In beiden Situationen zeigt sich, dass jeweils der direkte Wechsel ohne Zwischenstufe die niedrigste Wechselmasse erfordert. Im Detail zeigt sich jedoch bei den Wechseln von hohen

auf niedrige Viskositätsniveaus (PE-LD 1 auf PE-LD 4) ein Verbesserungspotenzial, da die jeweiligen Wechsel auf die Zwischenstufe und von dieser auf das Zielmaterial weniger Wechselmasse gegenüber dem direkten Wechsel erforderlich machen. Ferner ist die Nutzung zusätzlicher Materialarten neben dem Ausgangs- und Zielmaterial hinsichtlich der Wirtschaftlichkeit im industriellen Rahmen nicht praktikabel, sofern keine explizite Funktion, wie beispielsweise bei Reinigungscompounds (Kap. 5.5) oder spezieller Additivierung, erwartet werden kann. In Abbildung 5-8 sind Wechselmassen in einem Vergleich von Zwischenstufen aus jeweils einem Blend aus Ausgangs- und Zielmaterial dargestellt.

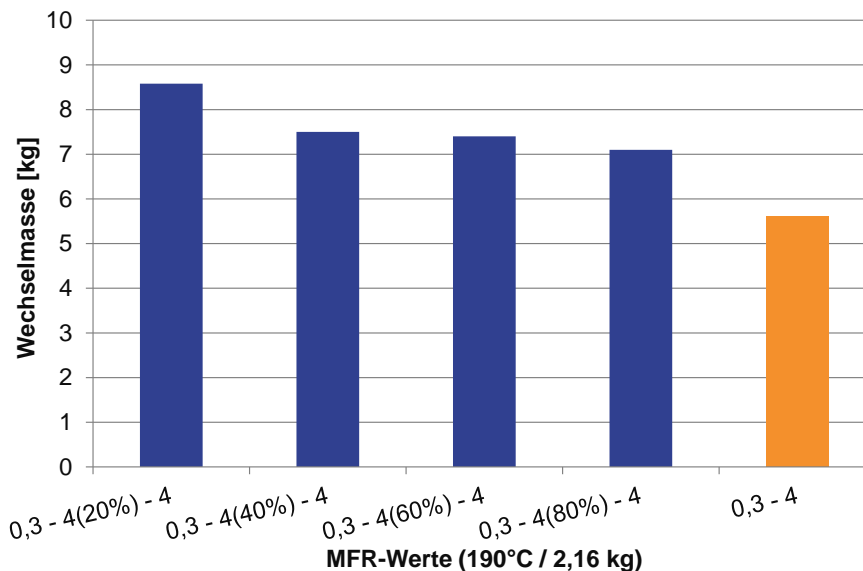


Abbildung 5-8: vollständige Zwischenstufen aus Blends

Dabei wird ausschließlich der Wechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 4 (hohes auf niedriges Viskositätsniveau) betrachtet. Die Zwischenstufen lassen sich anhand unterschiedlicher Anteile von Ausgangs- und Zielmaterial beschreiben. Bei jeweils abgeschlossenen Wechselvorgängen ist der direkte Wechsel ebenfalls die günstigste Variante aus Sicht der Ressourceneffizienz. Dennoch sind Tendenzen erkennbar, die auf einen Vorteil gegenüber den anderen Zwischenstufen bei höherem Anteil an Zielmaterial im Blend hindeuten.

Als Alternative zu vollständig abgeschlossenen Wechseln auf die Zwischenstufe und anschließend auf das Zielmaterial wird in Abbildung 5-9 eine Methode zur Untersuchung von zeitgesteuerten Zwischenstufen vorgestellt. Zunächst wird im ersten Schritt das eingefärbte Ausgangsmaterial verarbeitet, bis die Kanalwand des Bilanzraumes vollständig benetzt ist. Anschließend wird der Extruder über den Bypass von dem Bilanzraum entkoppelt und vollständig auf die ebenfalls mit demselben Farbmasterbatch eingefärbte Zwischenstufe gewechselt. Da sich dieser Wechselverlauf nicht detektieren lässt, richtet sich die Menge an Zwischenstufe nach der (aus den vorangegangenen Versuchen bereits bekannten) benötigten Größenordnung an Zielmaterial. Nach Öffnen des Bypass-Moduls wird das Ausgangsmaterial im Bilanzraum für eine zuvor festgelegte Zeit durch die Zwischenstufe verdrängt und die resultierende Masse zur späteren Wechselmasse hinzugefügt. Diese Zeit richtet sich prozentual nach der gemessenen Wechselzeit des direkten Wechsels (1344 s).

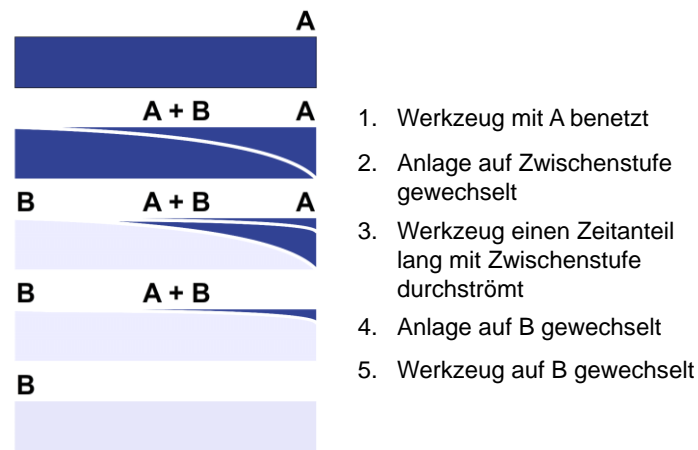


Abbildung 5-9: Versuchsablauf bei zeitabhängigen Zwischenstufen

Nach separatem Wechsel der Zwischenstufe im Extruder auf das transparente Zielmaterial wird der Bilanzraum ebenfalls auf das Zielmaterial gewechselt und die resultierende Wechselmasse messtechnisch erfasst [Wo11a, Wo11b]. In Abbildung 5-10 ist die jeweilige Wechselmasse in Matrixform dargestellt. Die Tendenz der Einsparung an Wechselmasse bei höherem Anteil an Zielmaterial in der Zwischenstufe ist deutlich ausgeprägt. Weiterhin ist ein geringer Zeitanteil der Zwischenstufe günstiger für einen ressourceneffizienten Wechsel. Bei einem Masseanteil von 75% Zielmaterial in der Zwischenstufe und einem Zeitanteil von 25% zeigt sich unter Berücksichtigung der Messunsicherheiten (Kap. 5.1) verglichen mit dem direkten Wechsel eine tendenziell geringere Wechselmasse.

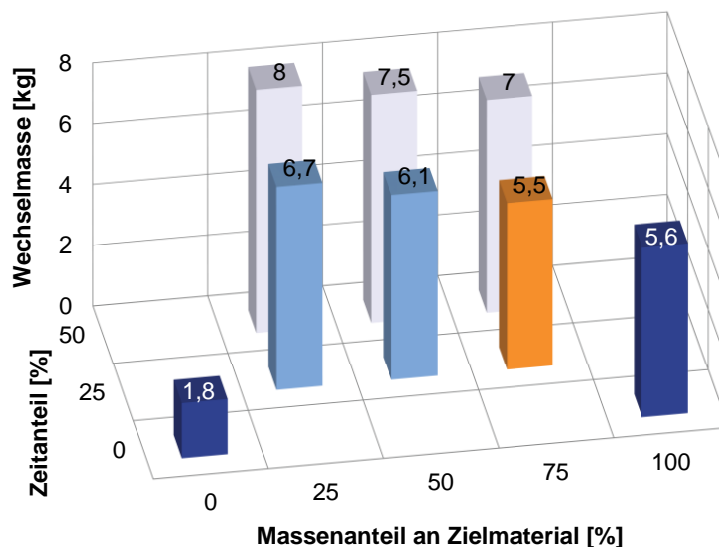


Abbildung 5-10: Ergebnismatrix zeitabhängiger Zwischenstufen (PE-LD 1 auf PE-LD 4)

Dies wird als Anhaltspunkt für weitere Untersuchungen genutzt, bei denen ein hoher Anteil an Zielmaterial bei sinkendem Zeitanteil der Zwischenstufe verglichen wird (Abbildung 5-11). Wird der Zeitanteil der Zwischenstufe verringert, so führt dies offensichtlich zu einer Verringerung der resultierenden Wechselmasse. Dementsprechend zeigt sich die größte Einsparung an Wechselmasse gegenüber dem direkten Wechsel bei einem Zeitanteil der Zwischenstufe von 5% (72 s).

Durch die höhere Viskosität verdrängt die Zwischenstufe das Ausgangsmaterial effektiver aus dem Bilanzraum als das Zielmaterial. Der hohe Anteil an Zielmaterial im Blend sorgt jedoch dafür, dass das Viskositätsverhältnis zum Zielmaterial sich an einen Wert von 1 annähert bzw. das Entfernen der Zwischenstufe selbst aus dem Bilanzraum nicht erschwert ist. Ein kurzer Zeitanteil der Zwischenstufe am Wechsel hat den Vorteil, dass nur geringe Mengen an Zwischenstufe durch das Zielmaterial ausgetauscht werden müssen und dennoch ein Vorteil bei der Verdrängung des Ausgangsmaterials erzielt werden kann. Das an zeitabhängige Zwischenstufen angepasste analytische Modell (Kap. 4.3) berechnet für die gleiche Wechselsituation eine ähnliche Tendenz. Dabei zeigt ein Vergleich mit den experimentellen Werten jedoch, dass eine Einsparung von Wechselmasse gegenüber dem direkten Wechsel nicht erreicht wird. Je geringer der Zeitanteil wird, desto mehr nähert sich die berechnete Wechselmasse dem Wert für den direkten Wechsel an.

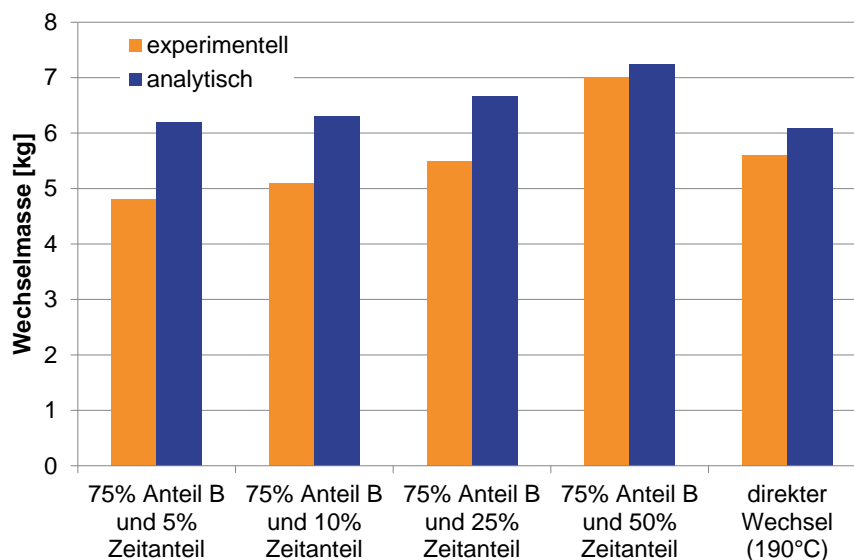


Abbildung 5-11: 75% Anteil Zielmaterial (PE-LD 1 auf PE-LD 4)

Eine Analyse der berechneten Anteile an Zielmaterial bei 5%, 10% und 15% Zeitanteil am direkten Wechsel zeigt in Abbildung 5-12 ein Minimum der Wechselmasse jeweils bei 75% Volumenanteil an Zielmaterial im Blend. Dabei ist die Achsenskalierung der Wechselmasse in einem engen Bereich gewählt, um auch kleine Unterschiede verdeutlicht darzustellen. Es wird auch in dieser Abbildung deutlich, dass geringere Zeitanteile einen positiven Einfluss auf die Verminderung der Wechselmasse zeigen. Eine Erhöhung des Volumenanteils an Zielmaterial führt jedoch ab 75% zu einem erneuten Anstieg der benötigten Wechselmasse. Aus dieser Beobachtung lässt sich schließen, dass für die betrachtete Wechselsituation die Schubspannung der Zwischenstufe verringert wird und dadurch auch eine geringere Menge an Ausgangsmaterial in der ersten Stufe aus dem Bilanzraum verdrängt wird. Es lassen sich unterschiedliche Minima der Wechselmasse bei verschiedenen Wechselsituationen feststellen, wobei die Wechselmasse des direkten Wechsels nie unterschritten wird (vgl. Abbildung 5-11). Besteht die Zwischenstufe vollständig aus Zielmaterial (Volumenanteil $x_c = 100\%$), so zeigt sich eine im Vergleich zum direkten Wechsel erhöhte Wechselmasse. Bei der Berechnung wird immer ein Unterschied zwischen der Zwischenstufe und dem Zielmaterial gemacht, obwohl beide aus demselben Material bestehen. So wird der Wechselmasse des direkten Wechsels ein der Zwischenstufe entsprechender Zeitanteil eines Farbwechsels (Zwischenstufe auf Zielmaterial) aufaddiert. In der experimentellen

Untersuchung entspricht dieser Farbwechselanteil dem Wechsel der eingefärbten Zwischenstufe auf das farblose Zielmaterial.

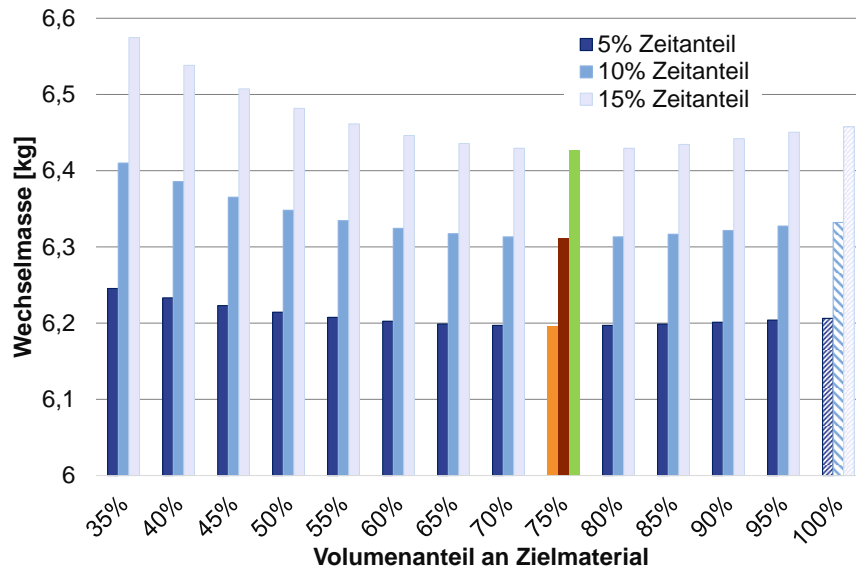


Abbildung 5-12: Analytische Ermittlung des optimalen Anteils an Zielmaterial

5.4 Einflüsse auf den Wechsel durch den Betriebspunkt

Eine Änderung von Betriebspunkten während einer Wechselsituation ist im industriellen Alltag nur bedingt möglich, da oftmals die Stabilität des Produktionsprozesses hiervon abhängt und Stillstandzeiten nicht riskiert werden. Die Entscheidung zur Änderung des Betriebspunktes einer Anlage wird üblicherweise auf Grundlage der Verarbeitungsparameter des Zielmaterials getroffen. Aus den Annahmen der analytischen Modellbildung (Kap. 4.2) wird jedoch erkennbar, dass es durchaus sinnvoll ist, Betriebspunkte gezielt für die Wechselsituation zu verändern, sofern dies im Rahmen eines stabilen Verarbeitungsprozesses geschieht. Ein zentrales Argument des analytischen Ansatzes ist die Wandschubspannung des Zielmaterials als dominierende Größe des Wechselvorgangs. Gelingt eine Erhöhung dieser Wandschubspannung, so ist eine Verminderung der Wechselmasse die Folge. Die offensichtlichste Stellgröße, um einen Einfluss auf die Wandschubspannung auszuüben, ist der Durchsatz. In Abbildung 5-13 (linke Seite) sind die resultierenden Wechselmassen des Wechsels von PE-LD 2 auf PE-LD 4 bei unterschiedlichen Durchsätzen dargestellt. Bei Erhöhung des Durchsatzes ist bei den experimentell ermittelten Ergebnissen eine deutliche Verringerung der Wechselmasse zu beobachten. Dies lässt sich mit Blick auf die Verläufe der Schubspannung (rechte Seite) auf eine höhere resultierende Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials und einer damit verbundenen Änderung des Viskositätsniveaus zurückführen.

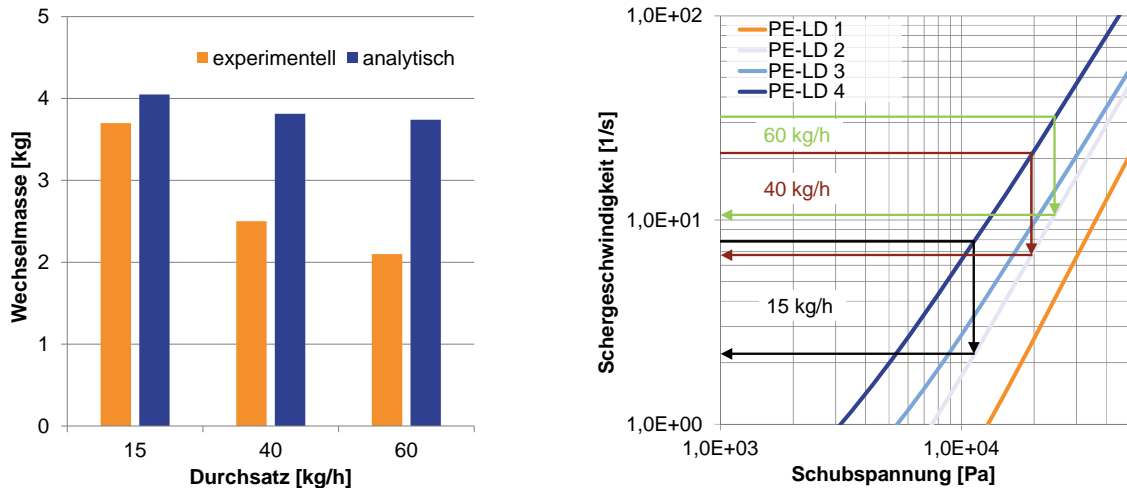


Abbildung 5-13: Wechsellmassen (links); Schergeschwindigkeiten (rechts)

Die mittels analytischem Ansatz berechneten Wechsellmassen zeigen hingegen lediglich einen geringen Einfluss des Durchsatzes. Die berechneten Schergeschwindigkeiten des Ausgangsmaterials zeigen einen starken Anstieg, während das Verhältnis der Viskositäten sich nur in geringem Maße ändert (Abbildung 5-14, linke Seite). Bei der Betrachtung des theoretischen Wandabstandes (rechte Seite) wird jedoch klar, dass in diesem Bereich niedriger Viskositätsverhältnisse auch geringe Unterschiede durch die hohe Steigung der Funktion einen großen Einfluss bedingen. Bei sinkendem Wandabstand wird auch die Wandfließgeschwindigkeit langsamer und erhöht somit die berechnete Wechselzeit. Obwohl die Ergebnisse der Messung und der Berechnung sich unterscheiden, ergibt sich für Wechsel von hohen zu niedrigen Viskositätsniveaus ein klarer Vorteil bei Erhöhung des Durchsatzes. Wie ebenfalls bereits in früheren Arbeiten gezeigt werden konnte, ergibt sich ein solcher Vorteil nicht im Falle eines Farbwechsels [Gr06, Ni06]. Dies wird mit einem Blick auf Abbildung 5-13 (rechte Seite) verständlich, da die Schergeschwindigkeiten des Ausgangs- sowie des Zielmaterials gleich sind und sich dadurch keine Änderung des Viskositätsverhältnisses ergibt.

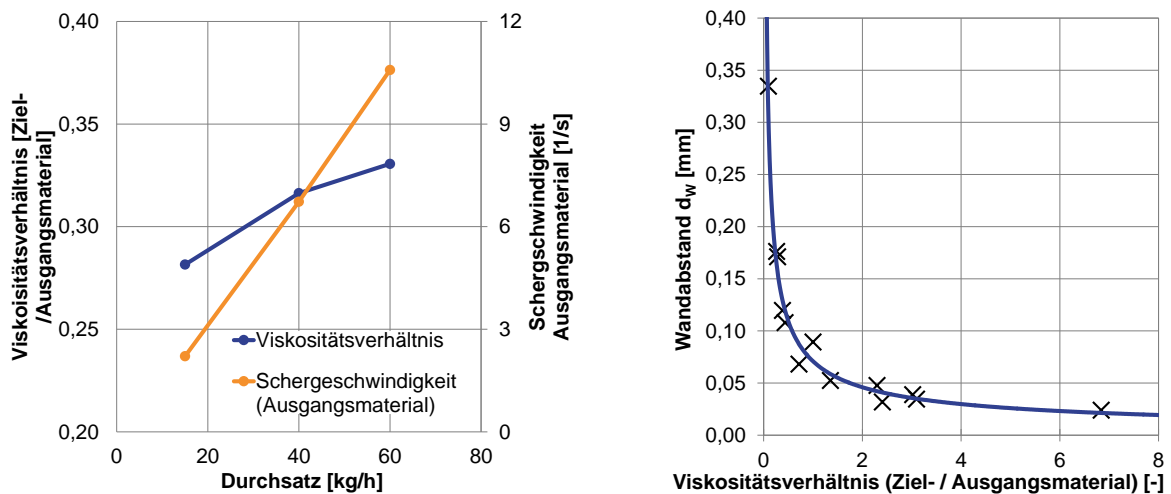


Abbildung 5-14: Viskositätsverhältnis, Schergeschwindigkeit (links); Wandabstand (rechts)

Der Einfluss auf Wechsel von einem niedrigen auf ein hohes Viskositätsniveau ergibt sich theoretisch zu Ungunsten eines materialeffizienten Wechsels. Der Einfluss ist jedoch, wie die

Regressionskurven für die gemessenen Wechselverläufe von PE-LD 4 auf PE-LD 2 zeigen, im beschriebenen Versuchsrahmen nicht zu detektieren (Abbildung 5-15).

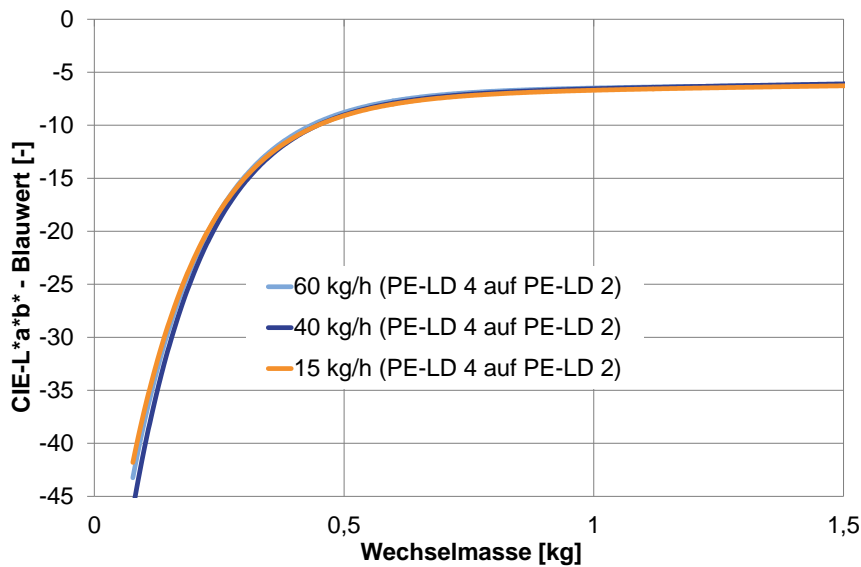


Abbildung 5-15: Erhöhung des Durchsatzes (PE-LD 4 auf PE-LD 2)

Eine Methodik zur gezielten Änderung von Durchsätzen bei Produktwechseln ohne eine Gefährdung der Stabilität von Mehrschichtblasfolienprozessen, ist in [PK01] beschrieben. Dabei werden die Durchsätze der einzelnen Extruder, die das Mehrschichtwerkzeug speisen, während der Wechsel abwechselnd variiert, so dass der Gesamtdurchsatz konstant bleibt. Diese Methodik ist in der Maschinensteuerung integriert und die Variation der Durchsätze ist zeitgesteuert. Im Rahmen dieser Arbeit wird diese Wechselstrategie nicht unter dem Gesichtspunkt der Reduktion von Ablagerungen oder Belägen untersucht, es wird jedoch im Labormaßstab analysiert, inwiefern Variationen der Durchsätze auf Materialwechsel Einfluss nehmen. Hierzu wird ein Wechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 4 als Referenz gewählt und die Änderungen des Durchsatzes in dem in Abbildung 5-16 gezeigten Zeitplan durchgeführt. Dabei sind die Wechsel mit Variation des Durchsatzes unterteilt in ein bis drei (a - c) Variationen.

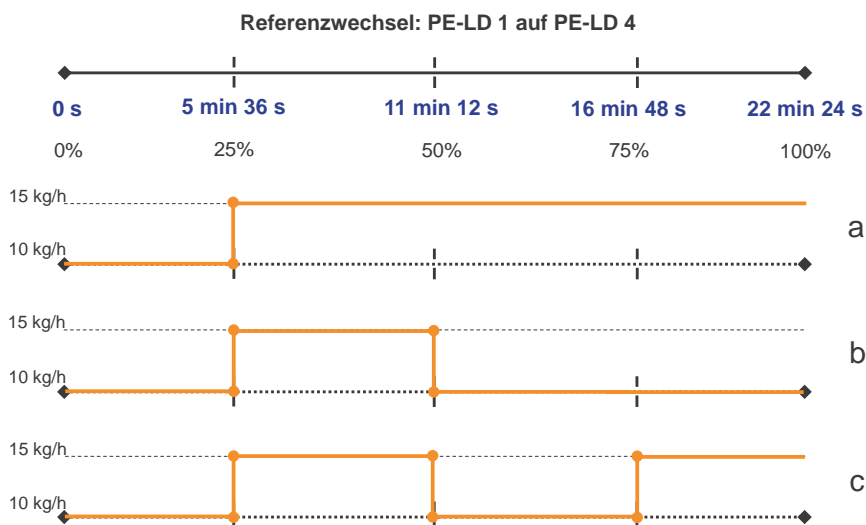


Abbildung 5-16: Schema zur Variation des Durchsatzes

Es wird davon ausgegangen, dass der maximal erreichbare Durchsatz während der Produktion lediglich zu niedrigeren Masseströmen verändert wird. Die Einteilung der Zeitperioden für die einzelnen Durchsätze wird auf Grundlage des direkten Wechsels gewählt und jeder Abschnitt entspricht somit 25% der gesamten Wechselzeit ohne Durchsatzvariation. Die resultierenden Wechselverläufe in Abbildung 5-17 zeigen keinen signifikanten Einfluss der Durchsatzvariation.

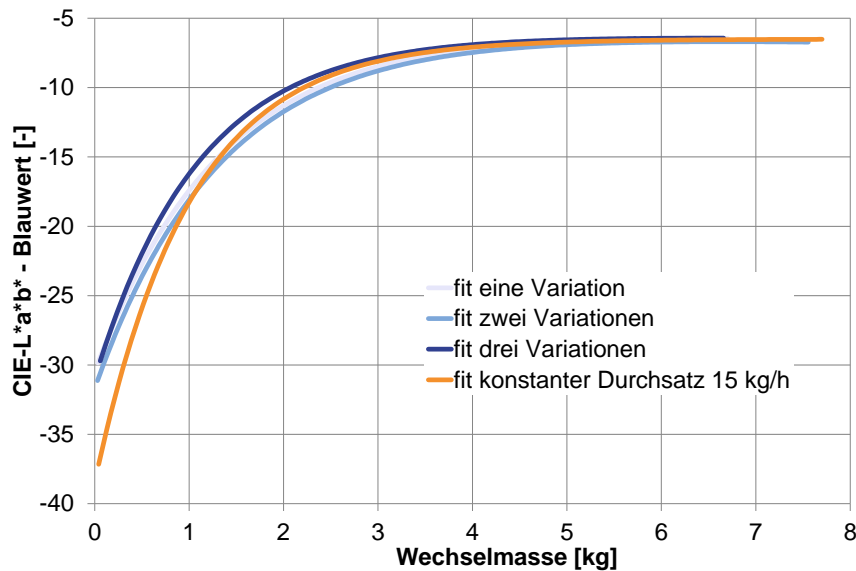


Abbildung 5-17: Ergebnis der Durchsatzvariation im Betrieb

Um einen Vergleich der Ergebnisse mit dem theoretischen Modell zu schaffen, wird die Variation des Durchsatzes in einer kalibrierten numerischen Strömungssimulation nachgestellt [Sz13b]. In Abbildung 5-18 ist zu erkennen, wie die kalibrierte Wandfließgeschwindigkeit an der Kanalwand der zeitlichen Vorgabe unterschiedlicher Durchsätze bei drei Variationen folgt.

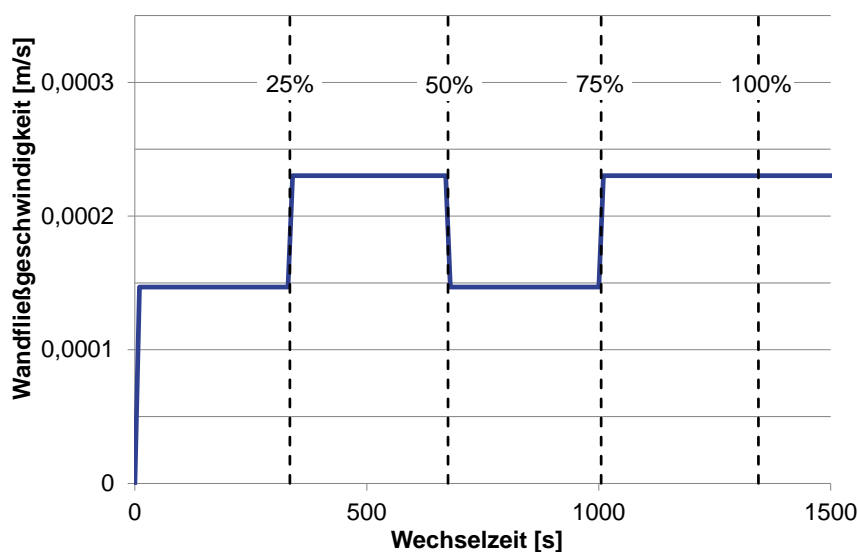


Abbildung 5-18: Variation der Wandfließgeschwindigkeiten

Die Auswertung der Berechnungsergebnisse und der Messung zeigen dabei eine gute Übereinstimmung der Wechselmassen und Wechselzeiten (Abbildung 5-19). Es ist jeweils

bei der Auswertung der experimentellen Ergebnisse, wie auch der numerischen Simulation erkennbar, dass die Wechselmassen beim direkten Wechsel und bei variiertem Durchsatz keine signifikanten Unterschiede aufweisen. Bei der Betrachtung der Wechselzeit fällt jedoch eine Erhöhung durch die Variation zu niedrigen Durchsätzen auf. Der Vorteil einer Durchsatzvariation ist somit im Versuchsrahmen nicht nachweisbar.

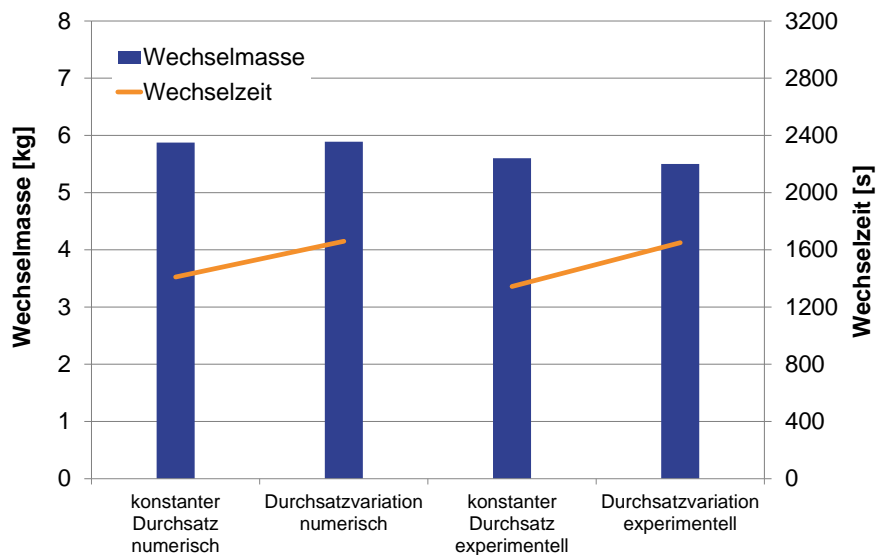


Abbildung 5-19: Wechselmasse und –zeit bei Durchsatzvariation

Eine Erweiterung des Versuchsrahmens auf Durchsätze im industriellen Maßstab zeigt ebenso wenig einen Einfluss durch die Variation des Durchsatzes (Abbildung 5-20).

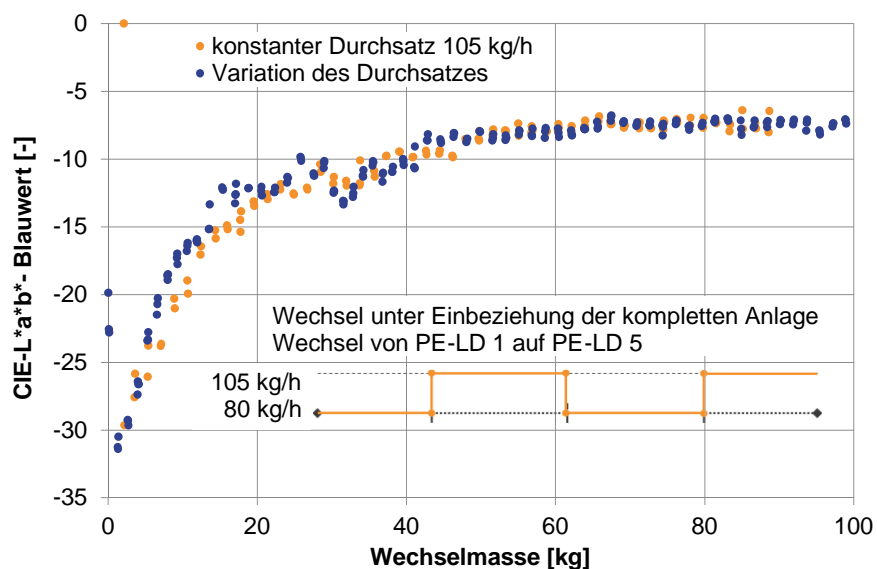


Abbildung 5-20: Durchsatzvariation im industriellen Maßstab

Aufgrund der in Anbetracht der Versuchsdurchführung hohen Durchsätze wird insbesondere hinsichtlich der Probengenerierung (vgl. Kap. 5.1) der Wechselvorgang im Extruder mitberücksichtigt und somit die Verbindung zum Bilanzraum nicht unterbrochen. Dabei dient der direkte Wechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 5 bei einem Durchsatz von 105 kg/h als Referenz. Dieser wird dreimal variiert, wobei ein unteres Durchsatzniveau von 80 kg/h

gewählt wurde. Als Extruder wird ein Prototyp mit der Bezeichnung KoAx-S-Truder verwendet [Gr11].

Ein weiterer wichtiger Verarbeitungsparameter zur Definition des Betriebspunktes ist die Massetemperatur. Diese Größe kann in einer industriellen Anlage entweder nur gekoppelt an die Wechselbeziehung zwischen Drehzahl und Durchsatz eines Extruders verändert werden oder in Werkzeugen mit engen Spalten durch deren Temperierung. Da es sich für den Durchsatz empfiehlt, den Maximalwert einzustellen, sind die Möglichkeiten zur Beeinflussung der Massetemperatur begrenzt.

Eine Anpassung der Werkzeugtemperierung ist in den meisten Fällen nicht nur träge, sondern erzeugt zudem die Gefahr, den Prozess zu destabilisieren. Ist es bei einer Rohstoffumstellung jedoch notwendig, die Verarbeitungstemperatur anzupassen, beispielsweise bei der Umstellung von PE-LD auf PP, so kann es sinnvoll sein, die Verarbeitungsreihenfolge unter entsprechender Berücksichtigung temperaturabhängiger Effekte zu planen. Der vorgestellte KoAx-S-Truder eignet sich durch die zweite Schnecke im Einzugsbereich hervorragend zur gezielten Einstellung der Massetemperatur. Bei dem überwiegend in dieser Arbeit als Referenz verwendeten Durchsatz von 15 kg/h ist es möglich, die Anlage vom Bilanzraum zu entkoppeln. Bei einem Wechsel von LD-PE 1 auf LD-PE 4 werden in Abbildung 5-21 die Wechselmassen bei einer Massetemperatur von 190°C sowie 170°C verglichen.

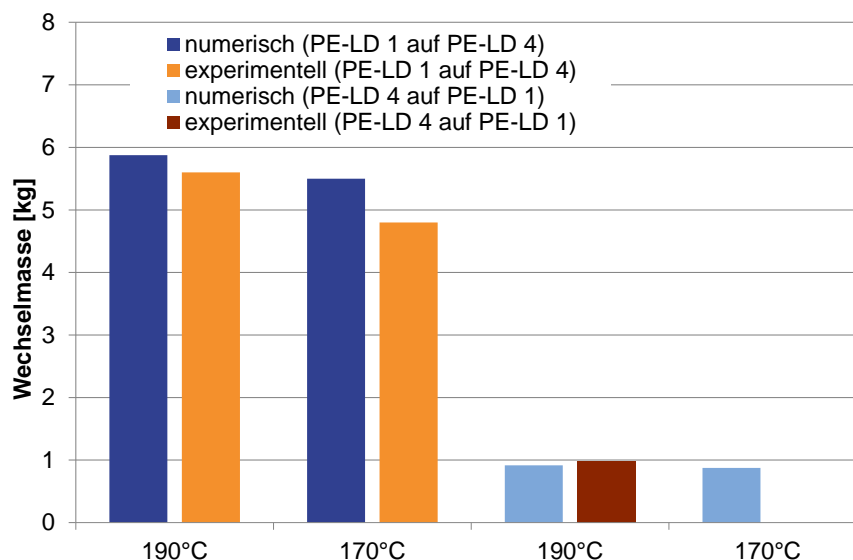


Abbildung 5-21: Wechselmasse bei 170°C und bei 190°C

Bei dem niedrigeren Temperaturniveau wird weniger Wechselmasse benötigt. Die kalibrierte numerische Simulation zeigt im Vergleich zufriedenstellende Ergebnisse für die Wechselmasse und ferner wird die gleiche Tendenz abgebildet. Für einen Wechsel mit vertauschten Wechselepartnern prognostiziert die numerische Simulation ebenfalls eine Einsparung der benötigten Wechselmasse beim niedrigeren Temperaturniveau. Der Wechsel bei 190°C wird zudem gut abgebildet. Um den Zusammenhang zur Massetemperatur näher zu untersuchen, werden die Verläufe der Viskosität der Wechselepartner bei beiden Temperaturen über der Schergeschwindigkeit betrachtet (Abbildung 5-22).

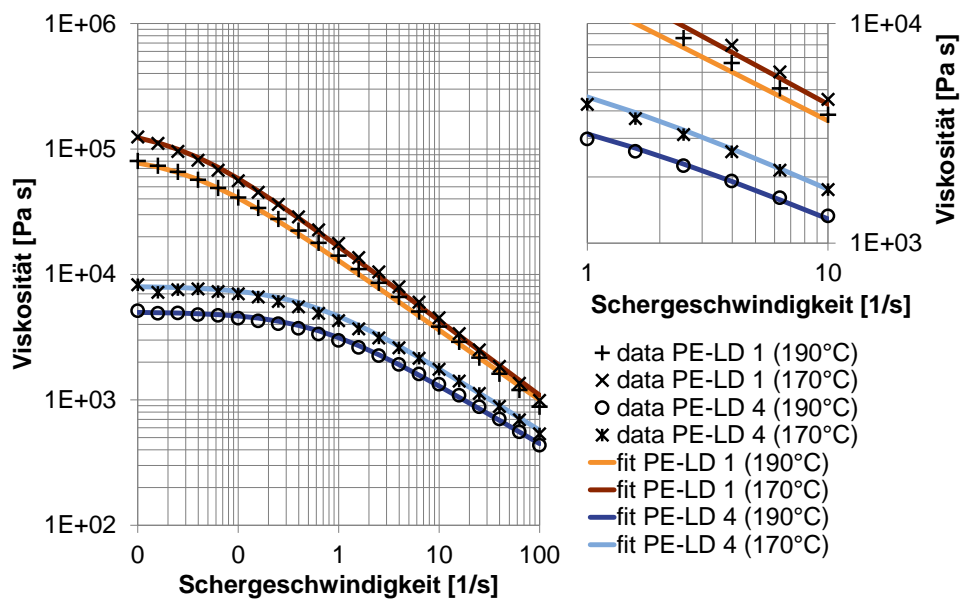


Abbildung 5-22: Temperaturverschiebung PE-LD 1 und PE-LD 4 (mit Detailansicht)

In der Detailansicht ist dabei deutlich zu erkennen, dass die Verschiebung der Viskositätsfunktionen beider Materialien sich deutlich unterscheidet. Somit ist aus dieser Beobachtung zu schlussfolgern, dass sich die Unterschiede in der Wechselmasse durch die Änderung der Viskositätsverhältnisse bei unterschiedlichen Temperaturen ergeben.

5.5 Materialeitig unterstützte Wechselvorgänge

Zur materialeitigen Unterstützung der Wechselvorgänge werden neben Zwischenstufen aus einem Blend der Wechelpartner auch kommerziell erhältliche Compounds eingesetzt. Eine Untersuchung dieser Reinigungscompounds im Rahmen dieser Arbeit ist auf die Einflüsse hinsichtlich der Farb- und Materialwechsel im Labormaßstab beschränkt und berücksichtigt keine Beläge oder Ablagerungen. Aufgrund der verweilzeitabhängigen Wirkung einiger Compounds werden die Wechselzeiten von den Wechselmassen getrennt betrachtet. Die Temperaturführung an der Laboranlage wird während der Untersuchungen aufgrund der Vergleichbarkeit konstant gehalten und lässt damit mögliche Effekte auf die Reinigungsleistung unberücksichtigt. Zunächst wird das Ausgangsmaterial auf das jeweilige Reinigungscompound als zeitabhängige Zwischenstufe und anschließend auf das Zielmaterial gewechselt. Hierbei wird das Ausgangsmaterial, jedoch nicht die Zwischenstufe eingefärbt. In einer separaten Versuchsreihe wird analysiert, wie effektiv sich das Compound durch das Zielmaterial wieder aus dem System verdrängen lässt. Dabei werden die Reinigungscompounds als Ausgangsmaterialien mit dem Masterbatch eingefärbt. Das Einfärben von Reinigungscompounds wird an dieser Stelle als vollständig möglich vorausgesetzt und als homogen angenommen. Da sich Konzentrationsunterschiede der Farbverteilung im jeweiligen Ausgangsmaterial auch auf die Messungen der für den abgeschlossenen Wechsel benötigten Masse an Zielmaterial bzw. die benötigte Zeit auswirken, sind durch diese Annahme mögliche Messunsicherheiten bedingt.

Eine Auflistung der betrachteten Reinigungscompounds und deren Hersteller ist in veränderter Reihenfolge im Anhang zu finden. Eine Zuordnung zu den Ergebnissen der

Versuche ist jedoch nicht enthalten, um keine Wettbewerbsverzerrung herbeizuführen und Geheimhaltungsvereinbarungen nicht zu verletzen.

Die Versuche mit Reinigungscompounds als Zwischenstufe lassen sich wie folgt einteilen:

- a. Farbwechsel PE-LD 1
- b. Materialwechsel PE-LD 1 (hohes Viskositätsniveau) auf PE-LD 4 (niedriges Viskositätsniveau)
- c. Materialwechsel PP auf PE-LD 1

Durch den Farbwechsel (a) sind Aussagen über den Einfluss der Compounds auf die Verdrängung der Farbpartikel im Werkzeug möglich. Eine besondere Relevanz, die den Einsatz von Reinigungscompounds rechtfertigt, haben vollständig abgeschlossene Farbwechsel in der Kosmetikindustrie oder bei Hygieneartikeln, wie beispielsweise [Gr09] zeigt. Wechsel von einem hohen auf ein weitaus niedrigeres Viskositätsniveau (b) sind typischerweise für große Mengen an Ausschuss in der Produktion verantwortlich (vgl. Kap. 5.2). Zuletzt wird die Wirkung der Reinigungscompounds bei der Umstellung auf eine andere Materialart untersucht (c). Das Entfernen der Compounds aus dem System wird mittels PE-LD 1 als hoch und PE-LD 4 als niedrigviskoses Zielmaterial betrachtet. Entgegen der in Kapitel 2.5 gezeigten üblicherweise vorgenommenen Kategorisierung der Reinigungscompounds, wird in dieser Betrachtung eine anwendungsorientierte Einteilung auf Grundlage der im Rahmen dieser Arbeit beobachtbaren Effekte vorgenommen. Dadurch ergeben sich die folgenden Kategorien:

- I. Volumenexpansion
- II. Ausschließlich strömungsmechanisch
- III. Zusätzliche Vorstufe

In der ersten Kategorie (I) wird die Wirkung der Reinigungscompounds durch eine Volumenexpansion bzw. ein Aufschäumen mittels flüchtiger Bestandteile unterstützt. Dies soll besonders bei Werkzeugen mit Stagnationsstellen Vorteile bieten, wohingegen der bei diesen Untersuchungen verwendete Bilanzraum eine Analyse solcher Vorteile aufgrund fehlender Stagnationsbereiche nicht zulässt. Weiterhin ist zu vermuten, dass dieser sichtbare Effekt des Aufschäumens auch marketingtechnische Aspekte erfüllt. Die Hauptwirkung der zweiten Kategorie wird auf rein strömungsmechanische Effekte, wie beispielsweise eine hohe Viskosität des Compounds, zurückgeführt. Eine solche ist für das Verdrängen des Ausgangsmaterials aus der betrachteten Rundstranggeometrie zunächst optimal. Es ist jedoch begründet zu vermuten, dass in Werkzeugen mit engen Spaltmaßen, wie Verteilergeometrien, die Gefahr sehr hoher Gegendrucke auftritt und deshalb höchstens mit niedrigen Durchsätzen gereinigt werden darf. Dies führt unter Umständen zu einer Relativierung der Vorteile eines solchen Reinigungsprozesses. In der dritten Kategorie werden die Compounds zusammengefasst, die eine zusätzliche Zwischenstufe notwendig machen. In Tabelle 5-1 sind die einzelnen Reinigungscompounds in den jeweiligen Kategorien einsortiert und um die Verwendungshinweise und die eventuell benötigten Einwirkzeiten ergänzt aufgeführt.

Tabelle 5-1: Reinigungscompounds Übersicht

Kürzel	Verwendungshinweis	Einwirkzeit
RA	750g RA	10 Minuten
RB	1000g Zielmaterial + 30g RB	10 Minuten
RC	1000g Zielmaterial + 30g RC	10 Minuten
RD	1. Stufe: 150g RD1 2. Stufe: 150g RD2	keine
RE	1000g RE	6 Minuten
RF	200g RF	keine
RG	1000g RG	10 Minuten
RH	200g RH	3 Minuten
RI	200g RI	3 Minuten
RK	1. Stufe: 250g Zielmaterial + 250g RK 2. Stufe: 250g RK	7 Minuten
RL	1. Stufe: 600g Zielmaterial 2. Stufe: 200g RL + 600g Zielmaterial	10 Minuten
RM	225g Zielmaterial + 25g RM	keine
RN	700g RN	5 Minuten
RO	600g RO	keine
RP	1. Stufe: 150g Zielmaterial 2. Stufe: 150g Zielmaterial + 150g RP	keine

Die Verwendungshinweise richten sich nach den Angaben der Hersteller, um die Compounds unter der jeweilig effektivsten Voraussetzung für die Wirkung zu untersuchen. Die Durchführung der Untersuchungen ist simultan zu der in Kapitel 5.3 beschriebenen Vorgehensweise bei Zwischenstufen, wobei die Reinigungscompounds nicht eingefärbt sind, um die Wirkweisen nicht zu beeinträchtigen. In einigen Fällen werden zudem Einwirkzeiten berücksichtigt. Diese beginnen nach dem sichtbaren Austritt des Reinigungscompounds am Auslass. Der Antrieb der Schnecke wird für die jeweilige Dauer der Einwirkzeit abgeschaltet.

In Abbildung 5-23 ist ein Vergleich der Einsparung an Wechselmasse (Gesamtausschuss) gegenüber den jeweiligen direkten Wechseln als Referenz dargestellt. Aufgrund begrenzter Ressourcen an einigen Reinigungscompounds fehlen die Materialwechseluntersuchungen bei RA, RO und RP. Bei RI fehlt der Materialwechsel von PP auf PE-LD 1. Bei allen Compounds ist zunächst grundsätzlich eine Einsparung an Wechselmasse gegenüber der Referenz festzustellen. Die größte Einsparung bei allen Wechselarten ist dabei unter Verwendung von RF zu erkennen. Im Detail fallen jedoch große Unterschiede bei den einzelnen Wechselarten auf. So sind beispielsweise RB, RC und auch RG als Unterstützung zur Verdrängung von PP als Ausgangsmaterial sehr hilfreich, bei PE-LD als Ausgangsmaterial zeigen sich hingegen kaum Einsparungen gegenüber den Wechselmassen der Referenz.

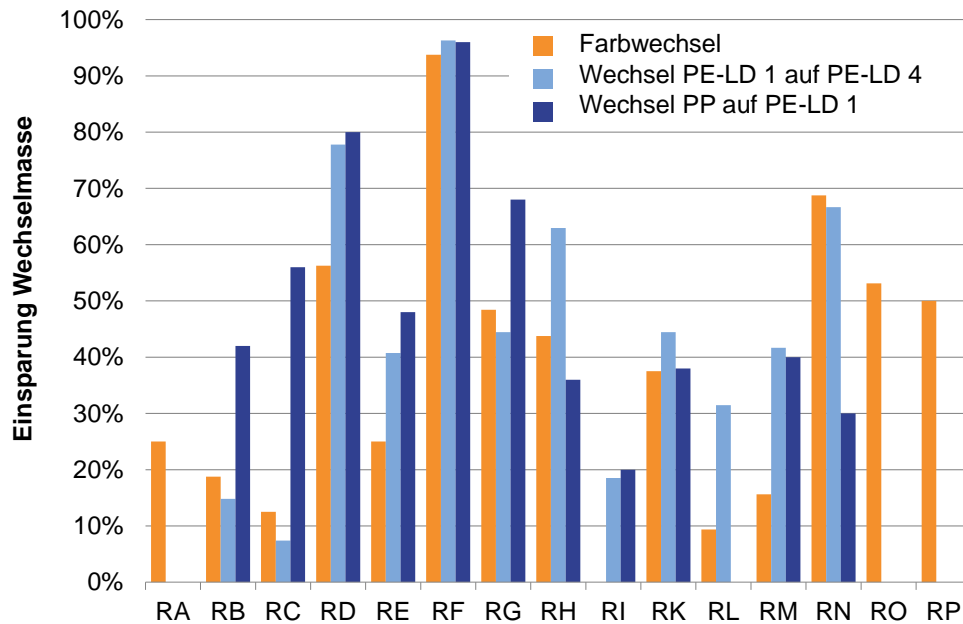


Abbildung 5-23: Einsparung an Wechselmasse durch Reinigungscompounds

Hieraus lässt sich auf eine chemische Wechselwirkung mit den Ausgangsmaterialien schließen, da die Zielmaterialien gleichartig sind. Bei RN hingegen ist die Beobachtung interessant, dass dieses Compound als einziges den Farbwechsel am effektivsten unterstützt. Dabei ist auffällig, dass hierbei PE-LD 1 als Ausgangsmaterial gut verdrängt wird, wohingegen PP als Ausgangsmaterial vergleichsweise geringere Einsparungen ergibt. Das Compound RH zeigt beim Materialwechsel von PE-LD 1 auf PE-LD 4 gegenüber den anderen beiden Wechselsituationen ein hohes Einsparpotenzial, während RD und RM besonders bei den Materialwechseln zu wirken scheinen. Das Material RK fällt durch konstante Einsparungen in allen drei Wechselsituationen auf.

Zur Beurteilung der Wirtschaftlichkeit hinsichtlich des Materialwechsels von PE-LD 1 auf PE-LD 4 werden für das untersuchte System die Materialkosten pro Wechsel mit der Wechselzeit in Beziehung gesetzt (Abbildung 5-24).

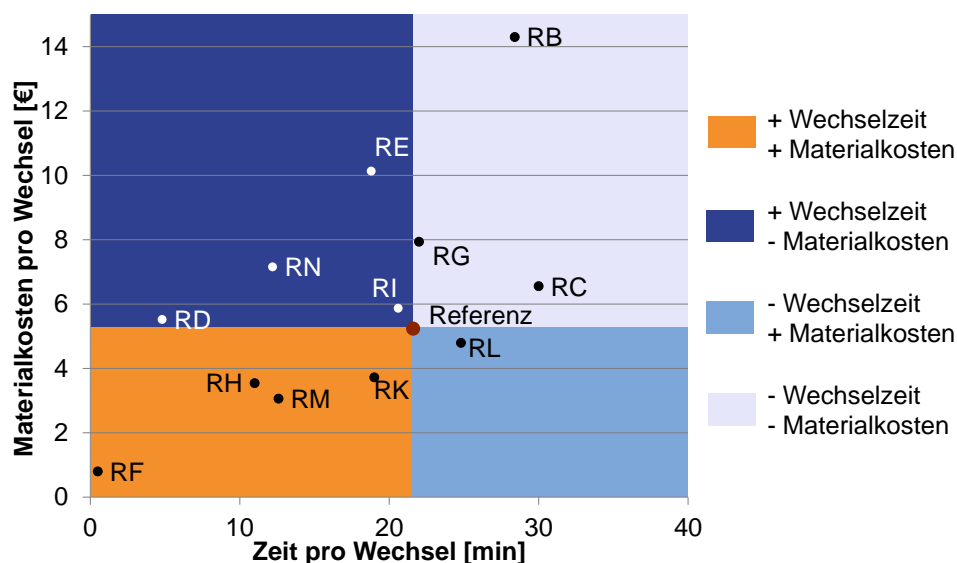


Abbildung 5-24: Vergleich der Wechselzeit und der Materialkosten (PE-LD 1 auf PE-LD 4)

Die Kosten setzen sich dabei aus dem Reinigungscompound und dem Zielmaterial in den jeweils verwendeten Mengen zusammen. Die Wechselzeit berücksichtigt die Einwirkzeit einiger Compoundarten. Im Vergleich zur reinen Betrachtung der Wechselmassen bieten nicht mehr sämtliche Arten von Compounds Vorteile gegenüber dem direkten Wechsel. Mit dem Referenzwechsel als Schnittpunkt sind vier Bereiche zu unterscheiden. Rechts oben (hellblau) sind im Vergleich höhere Wechselzeiten notwendig und die Kosten der einzelnen Wechsel übersteigen die des Referenzwechsels. Im linken unteren Bereich (orange) finden sich Compounds, die sowohl geringere Wechselkosten als auch weniger Wechselzeit benötigen. Die Compounds im linken oberen Bereich (blau) bieten zwar Vorteile bei der Wechselzeit, haben jedoch im Vergleich zur Referenz höhere Kosten pro Wechsel erzeugt. Im rechten unteren Bereich (mittlerer Blauton) findet sich im betrachteten Fall RL, welches zu einer höheren Wechselzeit bei gleichzeitig geringeren Materialkosten gegenüber der Referenz führt.

Neben der Wirkung der einzelnen Reinigungscompounds ist es ebenso wichtig, Klarheit über die Folgen eines Einsatzes zu erlangen. In Abbildung 5-25 sind die Wechselmassen gezeigt, die dazu notwendig sind, die unterschiedlichen Compounds mit dem Zielmaterial wieder aus dem System zu entfernen.

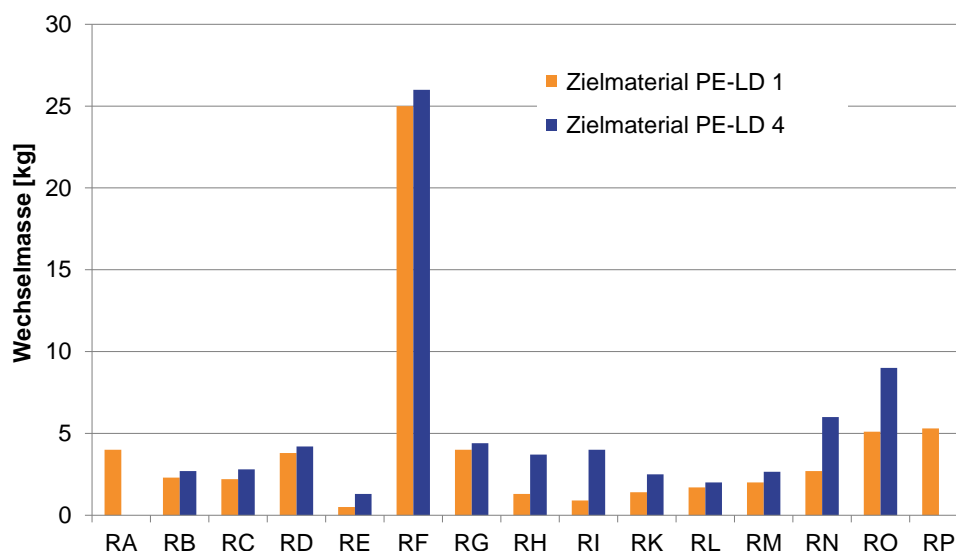


Abbildung 5-25: Entfernung der Reinigungscompounds (PE-LD 1 und PE-LD 4)

Hierbei werden die Wechselmassen mit zwei Zielmaterialien unterschiedlicher Viskositätsniveaus (PE-LD 1 und PE-LD 4) gegenübergestellt. Aufgrund unzureichender Mengen an Compounds werden RA und RP lediglich mit PE-LD 1 als Zielmaterial untersucht. Die Reinigungscompounds, die als Additiv mit dem Zielmaterial vermengt werden, sind in dieser Form nun das Ausgangsmaterial für die Untersuchung. Insgesamt relativieren diese Ergebnisse die Einsparpotentiale, da häufig hohe Mengen an Zielmaterial notwendig sind, um die Compounds aus dem System zu verdrängen. Am Beispiel von RF zeigt sich dies am deutlichsten. Zwar wird das Ausgangsmaterial durch das sehr hohe Viskositätsniveau sehr schnell und mit wenig Materialaufwand aus dem System entfernt, das Entfernen von RF selbst jedoch bedingt sehr hohe Verluste an Zielmaterial. Ein Einsatz dieses Compounds lässt sich lediglich begründen, falls ohnehin die Demontage des Gesamtsystems geplant ist und zuvor stark adhäsive Materialien oder Beläge aus dem

System zu entfernen sind. Obwohl bei allen Untersuchungen PE-LD 4 als Zielmaterial mehr Wechselmasse zur Folge hat, zeichnet sich jedoch ein wesentlicher Unterschied ab. Bei RE, RH, RI, RK, RN und RO zeigen sich deutliche Unterschiede zwischen den beiden verwendeten Zielmaterialien ab. Dies lässt den Schluss zu, dass dies auf Einflüsse der Viskosität zurückzuführen ist. Diesen Einfluss zeigen RB, RC, RD, RG, RL und RM nicht in dieser Intensität. Bei RB, RC, RL und RM ist dies dadurch erklärbar, dass diese Compounds zu dem Zielmaterial additiviert werden. In der Umsetzung sind diese Wechsel dadurch zu einem überwiegenden Anteil vergleichbar mit Farbwechseln. Die Compounds RD und RG werden nicht als Bestandteile in den Zielmaterialien aufgenommen, so dass die ähnliche Menge an Wechselmasse nicht allein durch strömungsmechanische Effekte zu erklären ist. Unter Berücksichtigung der Wirkung und Entfernbarekeit ist zusammenfassend lediglich der Einsatz von RK und RM empfehlenswert. RE zeigt eine sehr gute Entfernbarekeit aus dem System durch das Zielmaterial, ist jedoch mit sehr hohen Kosten pro Wechsel verbunden. Die Untersuchung der Compounds zeigt, dass die zum Teil sehr unterschiedlichen Wirkweisen eine Betrachtung aus einer Vielzahl von Blickwinkeln erfordert. Weiterhin sind mehrere Anwendungsszenarien zu einer umfassenderen Beurteilung notwendig.

5.6 Konzept zur Optimierung der Versuchsdurchführung

Um die Störeinflüsse durch unterschiedliche Schichtdicken während des Pressvorgangs der gewölbten Strangoberfläche auszuschließen (vgl. Kap. 5.1), wird für zukünftige Messungen eine veränderte Methodik vorgeschlagen und anhand der Ergebnisse einer Beispielmessung bewertet. Hierbei wird der Strang vergleichbar mit dem Aufbau in [Ho12b, Ov13] über ein gekühltes Walzensystem abgezogen, wodurch eine gleichmäßig ebene Oberfläche erzeugt wird (Abbildung 5-26). Weiterhin werden die Farbwerte auf der resultierenden Oberfläche mit dem Online-Spektralphotometer colorCONTROL ACS 7000 der Firma Micro-Epsilon GmbH & Co. KG gemessen.

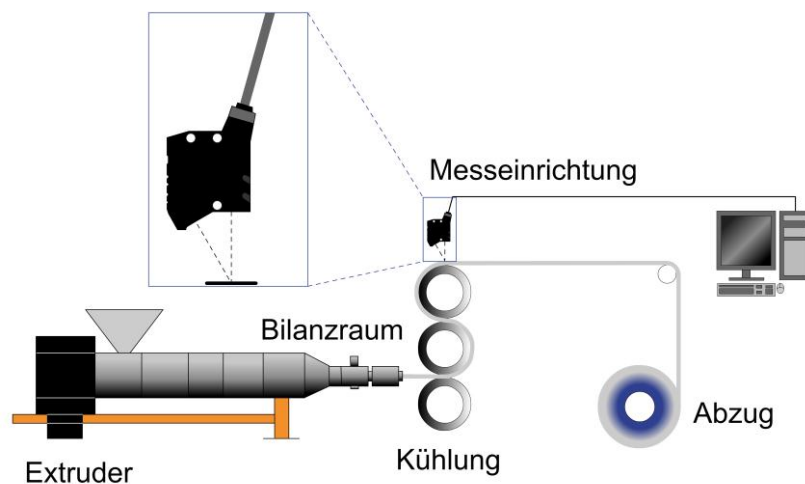


Abbildung 5-26: Konzept Online-Messsystem

Dabei wird eine Reproduzierbarkeit des Farbvektors $\Delta E \leq 0,08$ bei einer maximalen Messfrequenz von 2000 Hz erreicht. Die Methode der Farbmessung wird beibehalten, wobei die Öffnung zur Aufnahme der Messwerte einen Durchmesser von 9 mm hat. Die höhere Anzahl an Messwerten erhöht die Genauigkeit bei der Ermittlung des abgeschlossenen Wechsels. Da die Messungen durch den vorgeschlagenen Aufbau automatisiert sind,

werden menschliche Fehlereinflüsse weitestgehend ausgeschlossen. Weiterhin wirkt sich die Reduzierung des Messaufwandes positiv auf die Anzahl möglicher Untersuchungen aus und erlaubt eine Ausweitung zukünftiger Versuchsmatrizen. In Abbildung 5-27 sind die Messergebnisse für einen Materialwechsel von PE-LD 1 auf PE-LLD dargestellt. Die Regressionskurve wird gemäß der doppelten Exponentialfunktion nach [Ni06] erzeugt. Die Messfrequenz ist in diesem Beispiel auf das Minimum von 250 Hz reduziert und lediglich jeder 1000. Messwert wird zur Auswertung herangezogen. Dadurch ergibt sich je 4 s Versuchszeit ein Messwert. Bei einem konstanten Durchsatz von $15 \frac{kg}{h}$ ergibt sich jeweils bei etwa 17 g ein Messwert als Stützstelle für die Regressionskurve.

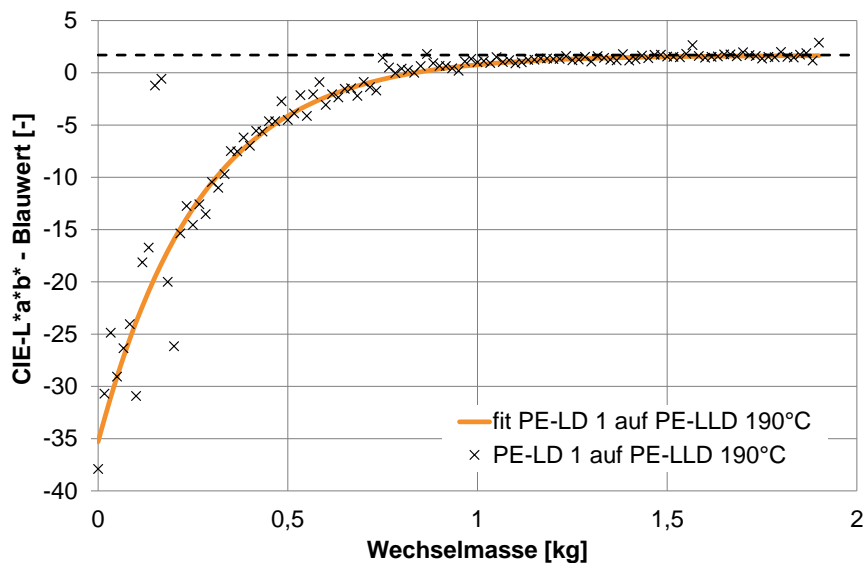


Abbildung 5-27: Messung Online-Farbmesssystem

Im Vergleich zur bisherigen Methode (vgl. Kap. 5.1) zeigt sich neben der höheren Anzahl an Stützstellen für die Regressionskurve eine deutliche Verringerung der Streuungen der Messwerte. Durch die erhöhte Genauigkeit der Regressionskurve (nach [Ni06], Gl. 5-1) ist es sinnvoll möglich, deren Steigung durch die Ableitung der Funktion nach der Wechselmasse m_W zu bestimmen (Gl. 5-2).

$$b^* = a_{b^*} * e^{b_{b^*} * m_W} + c_{b^*} * e^{d_{b^*} * m_W} \quad \text{Gl. 5-1}$$

$$\frac{db^*}{dm_W} = \Delta b^* = b_{b^*} * a_{b^*} * e^{b_{b^*} * m_W} + d_{b^*} * c_{b^*} * e^{d_{b^*} * m_W} \quad \text{Gl. 5-2}$$

Dabei ist b^* der Blau- bzw. Gelbwert im CIE-L*a*b*-Farbraum, m_W die Wechselmasse und $a_{b^*}, b_{b^*}, c_{b^*}, d_{b^*}$ sind die Parameter der Regressionskurve.

In Abbildung 5-28 ist die Ableitung des Blauwertes über der Wechselmasse dargestellt. Ab etwa 2,1 kg nimmt die Steigung stark zu.

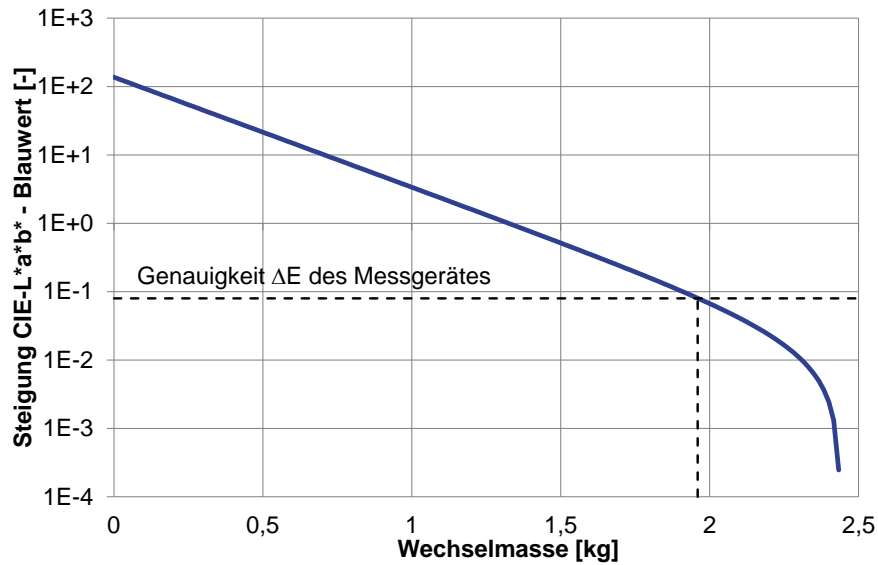


Abbildung 5-28: Steigung des Blauwertes b^*

Zur objektiven Ermittlung der Wechselmasse ist es sinnvoll diesen Verlauf hinsichtlich der Genauigkeit des Messgerätes auszuwerten. Da die Genauigkeit des Messgerätes für den Blauwert nicht im Einzelnen bekannt ist, sondern nur der maximale Wert ΔE aller Farbwerte gemeinsam, wird dieser zur Auswertung herangezogen. Dadurch ergibt sich in diesem Beispiel eine Wechselmasse von 1,96 kg.

6 Empfehlungen zur Durchführung effizienter Wechsel

Grundsätzlich sind Wechsel vor allem auf drei Arten in den unterschiedlichen Bereichen entlang des Stoffstromes zu beeinflussen (Abbildung 6-1).

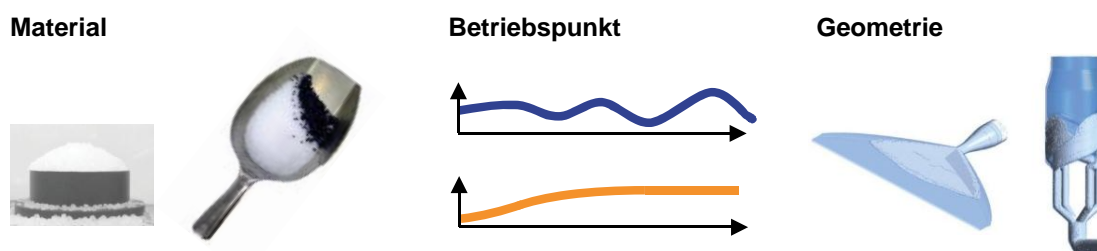


Abbildung 6-1: Einflussnahme auf Produktwechselprozesse

Zur Optimierung von Wechselprozessen ist es daher unumgänglich, dem Weg der Materialien durch die Verarbeitungslinie zu folgen und die einzelnen Bereiche zu bewerten. Da die Verarbeitungssituationen in der Extrusion sehr unterschiedlich sind, werden an dieser Stelle Beobachtungen zur Verbesserung der Wechselzeiten bzw. –massen formuliert, die jedoch auf eine konkrete Anwendbarkeit für den jeweiligen Prozess im Einzelnen zu überprüfen sind.

Am Anfang des Stoffstromes nehmen vor allem Entscheidungen, welche die Materialien betreffen, Einfluss auf den Wechsel. Dazu gehören Materialien, die speziell auf eine Unterstützung von Wechselvorgängen ausgelegt sind (Reinigungscompounds), ebenso, wie eine geschickte Strategie der Verarbeitungsreihenfolge in einer Produktionskampagne. Wie in Kapitel 2.2 dargestellt wird, sind die Voraussetzungen für ein möglichst effektives Wechselverhalten durch Ausschluss von Kontaminationen der Materialien durch Restbestände an Ausgangsmaterial zu erfüllen. Im Vergleich zu den schmelzeführenden Bereichen der Anlage ist die Handhabung des Feststoffes weniger durch physikalische Faktoren, wie einer Wandhaftung der Schmelze, als durch eine bewusste Wahrnehmung und Beseitigung von Problembereichen bestimmt.

Bei der Verwendung von Reinigungscompounds ist in Kapitel 5.5 aufgefallen, dass der überwiegende Teil der Compounds zwar einen Vorteil bei der Entfernung des Ausgangsmaterials erzielt, jedoch selbst dazu neigt im System zu verbleiben. Daher ist das Entfernen des Compounds aus dem System ein entscheidendes Kriterium für den Einsatz. Im Zuge dieser Untersuchungen ist eine Zugabe von CaCO_3 zum Zielmaterial untersucht worden (RM). Weiterhin wird dies bei einem Wechsel zwischen PE-LLD und PE-LD 1 beleuchtet (Abbildung 6-2). Das PE-LLD war hierbei der höherviskose Wechsellpartner, so dass zu einem direkten Wechsel von PE-LD auf das PE-LLD keine Verbesserung durch eine Zwischenstufe vermutet werden kann. Es wurden jeweils 10% des CaCO_3 -Masterbatches zu dem Zielmaterial hinzugegeben. Das Masterbatch hatte dabei einen Anteil von 70% CaCO_3 .

Auch ein Wechsel von PE-LLD auf PE-LD mit einer vollständig gewechselten Zwischenstufe zeigte auf die Gesamtwechselmasse bezogen keine Einsparung. Es ließ sich jedoch ein Potenzial für einen Wechsel mit einer zeitgesteuerten Zwischenstufe erkennen. Als Zeitanteil für die Zwischenstufe wurden 5% bezogen auf den direkten Wechsel als Referenz gewählt. Diese Strategie zeigte eine deutliche Einsparung an Wechselmasse. Die in Kapitel 2.7 beschriebene Modellvorstellung von rotierenden Partikeln in der Scherströmung in der Nähe

der Wand bietet für dieses Verhalten eine Erklärung. Ein solches Partikel erzeugt vermutlich Querströmungen, die verbliebenes Ausgangsmaterial gegen Zielmaterial austauschen. In [Gr06] werden Untersuchungen zu Wechselvorgängen im Zusammenhang mit Partikelgrößenverteilungen vorgestellt. Es wird unter anderem daraus ersichtlich, dass größere anorganische Partikel in geringerem Maße dazu neigen, in der Topologie der Kanalwand zu verbleiben. Dies ist bei einer Anwendung von Partikeln zur Unterstützung von Wechselvorgängen ebenso zu berücksichtigen. Weiterhin ist bei Farbwechseln immer auf eine Farbe mit höherer Deckkraft zu wechseln.

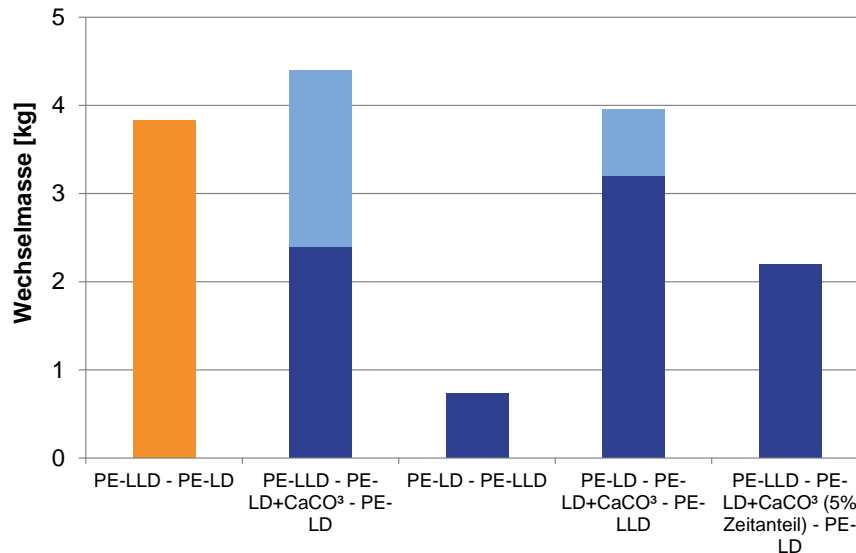


Abbildung 6-2: Einsatz von CaCO₃ bei Produktwechseln

Beim Einsatz von Zwischenstufen ist es generell empfehlenswert, diese nur mit einem geringen Zeitanteil am Wechsel durchzuführen. Dies wird in einigen Fällen insofern erschwert, dass keine Erfahrungswerte über Wechselzeiten des direkten Wechsels vorhanden sind. Hier ist es im Zweifelsfall ratsam, einen Schätzwert eher zu kürzeren Zeitanteilen zu wählen. Werden Zwischenstufen aus einem Blend von Ausgangs- und Zielmaterial durchgeführt, so ist ein deutlich höherer Anteil an Zielmaterial vorteilhaft. Die modellhafte Berechnung solcher Wechsel in Kapitel 5.3 zeigt jedoch einen maximalen Anteil für jeweils eine bestimmte Wechselsituation, die von reinem Zielmaterial verschieden ist. Der direkte Wechsel ist zwar in der theoretischen Betrachtung immer der vorteilhafteste, in den experimentellen Ergebnissen sind Verbesserungstendenzen durch den Einsatz einer kurzen Zwischenstufe mit hohem Anteil an Zielmaterial jedoch zu erkennen. Zur Ermittlung eines optimalen Anteils an Zielmaterial in der Zwischenstufe ist dieses Berechnungsschema somit sinnvoll einsetzbar. Wie nicht zuletzt die Untersuchungen an sehr hochviskosen Materialien als Reinigungscompounds in Kapitel 5.5 zeigen, ergeben Zwischenstufen, deren Viskositäten außerhalb des Bereiches zwischen Ausgangs- und Zielmaterial liegen, keine Vorteile zur Einsparung von Wechselzeit bzw. -masse. Die Kenntnis der Materialeigenschaften ist daher sehr empfehlenswert für die Einschätzung von Wechseln im Vorfeld. Wie in Kapitel 3.2 argumentiert wird, ist dabei die alleinige Kenntnis der MFR-Werte unzureichend.

Da die MFR-Werte lediglich unzureichende Aussagen über die Viskositätsverhältnisse der Wechelpartner bei den tatsächlichen Betriebsbedingungen ermöglichen, ist es

empfehlenswert die Schubspannungen bzw. Druckverluste zu betrachten. Die Messung der Druckniveaus berücksichtigt dabei Materialeigenschaften, wie auch deren Beeinflussung durch die Betriebspunkte. Daher ist immer zu Wechselepartnern mit höheren Druckverlusten zu wechseln, d.h. auf höhere Viskositäten.

Wird EVOH als Ausgangsmaterial aus dem System verdrängt, so ist eine Anwendung von Haftvermittlern zu vermeiden. Wie sich in Kapitel 3.4 gezeigt hat, führt eine Kombination mit geringen Volumenanteilen an EVOH zu einer drastischen Erhöhung der Viskosität. Das resultierende Blend ist dadurch nur mit erhöhtem Bedarf an Zielmaterial aus dem System zu entfernen.

In [Wo12] wird die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte analytische Berechnungsmethode (Kap. 4.2) auf die Prognose der Wechselvorgänge in einer realen Blasfolienanlage übertragen. Dabei wird das Modell anhand eines Farbwechsels von PE-LD 1 durch die Anpassung von Geometrieparametern auf die komplette Anlage bei einem Betriebspunkt kalibriert. Die Ergebnisse einer Gegenüberstellung der gemessenen und errechneten Wechselmassen für einen Materialwechsel von PE-HD auf PE-LD 1 sowie einem Farbwechsel von PE-HD sind dabei aus Abbildung 6-3 zu entnehmen. Unter Berücksichtigung der Einflüsse der Farbmessung, insbesondere an Folien (vgl. [Gr06, Ni06]), ergibt sich eine zufriedenstellende Abschätzung des Wechselverhaltens. Dabei liefert die Kalibrierung durch eine Variation des Durchmessers der Rundstranggeometrie (Kap. 4.1), betrachtet als Modellparameter, die beste Annäherung an die tatsächlich ermittelten Wechselmassen.

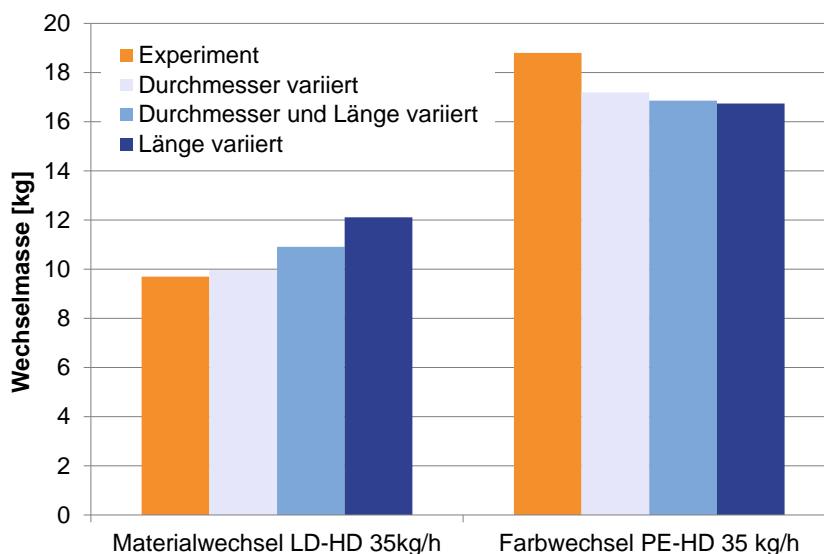


Abbildung 6-3: Überschlägige Prognose des Wechselverhaltens gesamter Anlagen

Im Bereich des Extruders ist durch die Wahl von geeigneten Betriebspunkten eine Einflussnahme auf den Wechselvorgang möglich. Grundsätzlich ist ein Maximum des Durchsatzes zu wählen, auch wenn unter einem solchen Betriebspunkt ein Produkt minderwertiger Qualität als Ausschuss entsteht. Bei empfindlichen Prozessen, wie beispielsweise der Extrusion von Blasfolien, sind dabei Randbedingungen, wie die Stabilität der Blase, unbedingt zu beachten, um unnötige Abrisse zu vermeiden. Eine Variation des Durchsatzes im laufenden Wechselvorgang zeigt keinen Vorteil bei der Betrachtung von

Wechselmassen und einen Nachteil gegenüber der Wechselzeit bei maximalem Durchsatz. Dabei werden weder Beläge noch Ablagerungen berücksichtigt.

Unter Prozessbedingungen ist eine Anpassung der Massetemperatur nicht immer ohne eine Gefährdung der Prozessstabilität vorzunehmen. Wie jedoch in Kapitel 5.4 gezeigt wird, führt diese Methode durch eine Änderung des Viskositätsniveaus beider Wechsepartner in Folge einer unterschiedlichen Temperaturverschiebung zu Einsparungen der Wechselmasse. Bei Wechseln, die ohnehin eine Anpassung der Massetemperatur erfordern, wie von PE-LD 1 auf PP, ist während des Wechsels das günstigere Temperaturniveau zu wählen, sofern das thermische Materialverhalten im Vorfeld bekannt ist.

Bei Extrusionswerkzeugen und schmelzeführenden Leitungen ist vor allem die Auslegung der Geometrie entscheidend für den Wechselverlauf. Durch die Kalibrierung numerischer Simulationswerkzeuge (vgl. Kap. 4.5) sind gerade komplexe Geometrien im Vorfeld bezüglich des Wechselverhaltens beurteilbar. Eine Abschätzung allein auf der Basis von Fließlängen ist dabei nicht ausreichend, wie [Sz14a] zeigt. Durch die Änderung der Fließrichtung der in Kapitel 4.1 vorgestellten 90°-Umlenkung resultiert am äußeren Rand eine um 17% höhere Wechselmasse verglichen mit der Rundstranggeometrie. Dabei ist zu beachten, dass die Fließlänge der Umlenkung am äußeren Rand um etwa 64 mm kürzer als die Länge der Rundstranggeometrie ist. Durch die numerische Simulation von Mehrphasenströmungen in einer Werkzeuggeometrie werden bereits erste qualitative Aussagen zu kritischen Stellen im Werkzeug erzielt. Eine quantitative Analyse zur Wahl der grundlegenden Werkzeuggeometrie oder als Grundlage von Optimierungsparametern erfordert im Gegensatz dazu eine Kalibrierung des Modells. Die Wandfließgeschwindigkeiten an der Werkzeugwand ermöglichen die Auswertung der Wechselzeiten einzelner Abschnitte entlang von Stromlinien. Werden die Wechselzeiten jeweils entlang der Stromlinien integriert, so lässt sich die längste Verweilzeit im System ermitteln. Das Geometriemodell mit einem Minimum der längsten Verweilzeiten ist in dieser Hinsicht optimiert. Wie in Kapitel 5.4 gezeigt wird, ist dies bei hohen Schubspannungen zu erwarten. Daher steht dieses Ziel im Gegensatz zur Bestrebung, möglichst kleine Gegendrucke zu erzeugen. Jedes dieser Kriterien ist den Anforderungen im Einzelfall entsprechend zu gewichten und so eine geeignete Kompromisslösung anzustreben.

7 Zusammenfassung

Die effiziente Durchführung von Produktwechseln bietet insbesondere bei der kontinuierlichen Herstellung von Waren aus Kunststoff hohe Einsparpotenziale bezüglich Material- und Energiebedarf sowie Anlagenverfügbarkeit. Um Farb- und Materialwechsel zu optimieren, sind hierzu hauptsächlich drei Möglichkeiten unterscheidbar, die situationsbedingt kombiniert eingesetzt werden. Aus strategischer Sicht wird die Geometrie schmelzeführender Anlagenteile mit dem Ziel möglichst kurzer maximaler Verweilzeiten ausgelegt. Weiterhin wird die Reihenfolge der Materialien neben den kundenspezifischen Terminvorgaben anhand wechselrelevanter Kriterien festgelegt. Als operative Maßnahme werden die Betriebspunkte entsprechend eines Kompromisses aus stabilen Produktionsbedingungen und günstigstem Wechselverhalten gewählt.

Für die Ermittlung eines abgeschlossenen Wechsels ist die Fließgeschichte entlang des Stromfadens der längsten Verweilzeit im Kanal zu berücksichtigen. Als Messmethode zur Beurteilung abgeschlossener Wechsel hat sich die Messung von Proben- bzw. Folienoberflächen mittels Spektralphotometer bewährt. In Zukunft wird es durch das vorgeschlagene Konzept der Inline-Messung neben einer höheren Qualität der Messergebnisse auch möglich sein, eine größere Anzahl an experimentellen Ergebnissen mit unterschiedlichen Wechselepartnern zu generieren. Dies ist zum einen vorteilhaft hinsichtlich einer statistischen Absicherung, zum anderen aber auch hinsichtlich der Beurteilung sehr unterschiedlicher Wechselsituationen.

Die Prognose von Wechselvorgängen gelingt durch das in dieser Arbeit vorgestellte analytische Modell. Dies zeigt sich anhand des Vergleichs der berechneten und der experimentell ermittelten Wechselmassen. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen eine starke Abhängigkeit der Wechselvorgänge zu den strömungsmechanischen Materialeigenschaften. Es ist insbesondere ein deutlicher Einfluss des Viskositätsverhältnisses beider Wechselepartner zu identifizieren. Auf die Viskositäten der Wechselepartner nimmt dabei neben der Geometrie des Werkzeuges vor allem der Betriebspunkt des Prozesses Einfluss. Durch die Annahme, dass vornehmlich die Eigenschaften des Zielmaterials, vor allem die Schubspannung, den Wechsel dominieren, wird es möglich, den Wechsel auf den einzelnen Abschnitten eines Stromfadens längster Verweilzeit zu prognostizieren. Dies ermöglicht die Prognose der Einflüsse durch die Änderung des Betriebspunktes auf den Wechsel, wobei Einflüsse aus einer Änderung des Durchsatzes durch die Kalibrierfunktion ausgeglichen werden und deren Effekt auf den Wechsel im Vergleich zu den experimentellen Ergebnissen verfälscht wird. Die Übertragung der Berechnungsmethode auf reale Anlagen gelingt durch eine überschlägige Kalibrierung der Geometrieparameter. Die Potenzfunktion zur Ermittlung des Wandabstandes ist weiterhin durch ergänzende Untersuchungen auf eine Gültigkeit bei weiteren Materialpaarungen zu analysieren. Grundlage der Funktionsparameter sind Messungen an PE-LD-Typen, deren Viskositätsverlauf gemäß dem Masterkurven-Prinzip deckungsgleich verschiebbar ist.

Zur Bestimmung des Wechselverhaltens in Extrusionswerkzeugen werden im Allgemeinen numerische Mehrschichtsimulationen vorgeschlagen. Diese zeigten bereits eine gute qualitative Möglichkeit, kritische Bereiche langer Verweilzeiten im Werkzeug zu identifizieren. Um auch quantitative Ergebnisse zu erzielen, wird die Simulation mit Hilfe des analytischen Ansatzes kalibriert. Dabei werden die Richtungskomponenten der

Wandfließgeschwindigkeiten an der Werkzeugwand vorgegeben. Dieses Vorgehen zeigt plausible Ergebnisse und führt schließlich zu einem Optimierungskriterium bei Vorgabe einzuhaltender maximaler Wechselzeiten bzw. -massen. Um aus dieser Methode ein verlässliches Kriterium zu erzeugen, wird eine reproduzierbare Berechnung von Stromlinien vorausgesetzt. Bis dahin sind die Ergebnisse dieser Arbeit zur Identifikation und manuellen Anpassung kritischer Stellen in der Werkzeuggeometrie zu nutzen. Neben der reinen Betrachtung von Wandschubspannungen und Schergeschwindigkeiten für einzelne Materialien lassen sich diese Größen nach gegenseitiger Beeinflussung während des Wechselvorgangs auswerten. Anhand der Wandschubspannung des Zielmaterials lässt sich so eine Konsequenz auf die Schergeschwindigkeit des Ausgangsmaterials prognostizieren.

Eine erste Abbildung von Wechselprozessen in mikroskopischen Skalenbereichen wird durch die Übertragung von Strömungsgeschwindigkeiten und Gegendrücken auf immer kleinere Modelle erzielt. Unter der Annahme, dass sich die Materialien im mikroskopischen Bereich durch die gleichen Materialansätze beschreiben lassen wie bei einer makroskopischen Betrachtung, ist aus den Berechnungen ein klarer Hinweis auf einen Einfluss der Oberflächentopologie auf den Wechsel erkennbar. Für zukünftige Arbeiten ist unter Berücksichtigung der Randbedingungen der Berechnung eine Möglichkeit zur Validierung der Erkenntnisse anhand makroskopischer Wechselversuche zu entwickeln. Werden die simulierten Verweilzeiten auf die Strecke eines kompletten Werkzeugs extrapoliert, resultieren daraus sehr hohe Wechselzeiten. Als Erweiterung ist die Betrachtung von Partikeln in der Scherströmung nahe der Oberflächentopologie sinnvoll. Die Geschwindigkeiten eines solchen Partikels lassen sich über benutzerdefinierte Funktionen (UDF) ähnlich der Kalibrierung der Wechselvorgänge erreichen.

In Verarbeitungsanlagen kommt es bei allen realen Polymeren in Abhängigkeit von der Temperatur und der Verweilzeit im Extrusionssystem zu Alterungsphänomenen. Bei Produktwechseln mit niedrigem Viskositätsverhältnis der Wechelpartner entstehen insbesondere in den wandnahen Schichten verhältnismäßig lange Verweilzeiten. Üblicherweise wird das strömungsmechanische Verhalten nach verlängertem Aufenthalt unter thermischer Belastung in einem System ermittelt, um die Stabilität der Materialien zu prüfen. Gezielte Untersuchungen zu veränderten Materialeigenschaften oder der Art und Weise einer solchen alterungsbedingten strukturellen Änderung werden dabei nicht vordergründig erforscht. Eine thermo-rheologische Charakterisierung von Polyolefinen zeigt unter praxisrelevanten Randbedingungen deutliche Änderungen der makromolekularen Kettenstruktur zu einem Auf- bzw. Abbau. Die Messergebnisse deuten auf eine zusätzliche Abhängigkeit der Alterungsphänomene von der Schergeschwindigkeit hin, die das Material erfährt. Diese Abhängigkeit zeigt sich sehr ausgeprägt bei PE-HD und PE-LLD unter hohen Massetemperaturen. Bei niedrigen Schergeschwindigkeiten nimmt die Viskosität in deutlich höherem Maße zu als bei hohen. Wie bei PE-LD 1 zu beobachten ist, lässt sich der Verlauf der Viskosität nicht nach dem Masterkurven-Prinzip verschieben, so dass von einer Änderung der Molekulargewichtsverteilung ausgegangen wird. Das Materialverhalten lässt sich, mit Ausnahme eines PP, unter anderem aufgrund der Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit nicht zufriedenstellend mit Hilfe eines strukturellen Verschiebungsfaktors modellieren.

Die Untersuchungen von Blends aus thermisch sensiblen Materialien (EVOH und HV) zeigen chemisch bedingte Änderungen der strömungsmechanischen Eigenschaften. Eine Untersuchung dieser Beeinflussung der Materialeigenschaften von gängigen Kombinationen

ist für die nähere Betrachtung von Wechseln auch weiterhin sehr interessant. Die Einflüsse aus chemischen Wechselwirkungen zwischen reaktiven Schmelzen, durch Zusatzstoffe oder den eigenen chemischen Aufbau, und metallischen Kanaloberflächen werden zukünftig zu thematisieren sein. Hierzu wird im Rahmen dieser Arbeit ein Konzept für eine Messapparatur vorgestellt.

Alle Reinigungscompounds zeigten zunächst eine positive Wirkung zur Einsparung an Wechselmassen. Eine vertiefte Analyse ist jedoch notwendig, da angesichts des ungünstigen Verhaltens bei der Entfernung vieler Compounds aus dem System eine vorteilhafte Wirkung zu hinterfragen ist. Dennoch existieren zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten, die einen Vorteil erahnen lassen, wie beispielsweise An- und Abfahrprozesse oder das Ablösen von Belägen.

Bei Betrachtung nicht reaktiver Blends als zeitgesteuerte Zwischenstufe eines Wechselvorgangs werden positive Tendenzen in den experimentellen Untersuchungen beobachtet, sofern geringe Zeitanteile des Wechsels gewählt werden. Weitere Untersuchungen zu den Begleitfaktoren sind durchzuführen, um die Umstände für vorteilhafte oder auch nachteilige Einflüsse zu klären. Gleichmaßen ist das Verhalten nicht mischbarer Kunststoffe interessant.

Die betriebspunktabhängigen Einflüsse auf Wechselprozesse lassen sich auf eine Veränderung der strömungsmechanischen Materialeigenschaften zurückführen. So sind Einsparungen der Wechselmasse in Abhängigkeit von der Massetemperatur damit zu begründen, dass ein höheres Verhältnis der Viskositäten von Ziel- zu Ausgangsmaterial erreicht wird. Ein solcher Effekt auf das Viskositätsverhältnis wird durch unterschiedliche Resultate bei der Ermittlung der jeweiligen Temperaturverschiebungsfaktoren erkennbar und quantitativ berechenbar.

Anhand der Untersuchungen ist davon auszugehen, dass Wechsel aufgrund hoher Schubspannungen immer bei maximalem Durchsatz durchzuführen sind. Einsparungen der Wechselmasse durch wiederholte Variationen des Durchsatzes während eines Wechsels zeigen sich nicht.

Summary

More efficient product changing processes lead to economic advantages by saving additional material, energy and production time especially by continuous production of polymer products. To optimize colour and material changes mainly three methods are used, which are at best applied in combination. In a strategic approach melt-bearing channels are designed, targeting the shortest possible maximum of residence times. Besides customer specified production sequences materials are chosen by relevance supporting efficient changing processes. A compromise is found between stable production and optimal operating conditions for product changes.

To determine completed changing processes the history of the melt flow along the streamline at the highest residence time in the channel is taken into account. As a measuring method for the evaluation of completed changes the sampling of probe surfaces with a spectrophotometer measuring colour values has proven to be most useful. The proposed concept of in-line measurement also enables the possibility to maximize the number of different changing partners in addition to a higher quality of the measurement results. This is advantageous in terms of statistical reliability and in the assessment of diverse changing situations.

Changing processes are predicted by the analytical model presented in this work, which is shown by comparison of the calculated and the experimentally determined changeover masses. A strong dependence of the changing processes to the fluid mechanical material properties is shown. In particular a significant influence from the viscosity ratio of the changing partners was identified. The viscosities are mainly influenced by the flow channel design and the operation point. Assuming that the shear stresses resulting from the target material dominate the whole changing process a prediction of the progress along the streamline of highest residence time in sections is possible.

Thus additionally enabling the calculation of effects due to the change of the operating point. However, influences from a change in throughput are compensated by the calibration function and its effect on the changing process differs compared to the experimental results. The analytical calculation method is transferred computing the behaviour in real systems through a calibration by geometric parameters. The power function to determine the wall distance as calibration value is still to be evaluated for further material combinations through future experiments. The parameters of this function are based on measurements of changes between LDPE types whose viscosity levels are possible to be shifted according to the principles of a master curve.

The usage of numerical multiphase simulations are proposed to determine the change of behaviour in extrusion dies. This already showed a good qualitative way to identify critical areas of long residence times in the die design. In order to obtain quantitative results, the simulation is calibrated by means of the analytical approach. Therefore the components of the calculated wall velocities in Cartesian coordinates are imposed on the channel walls. This approach shows reasonable results and leads to a criterion for the selection of basic die geometries. For this method to be reliable a reproducible calculation of streamlines is required. Otherwise the presented methods are to be used for identification and manual adjustment of critical areas in the die geometry. The observation of the fluid mechanical values is possible after an interaction between changing partners. Based on the wall shear

stress of the target material, the consequences to the shear rate of the starting material are predictable.

Through a transfer of resulting velocities and pressures as boundary conditions from macro- to microscopic scale models, first results of numerical calculations in these small scales are achieved. At that the material behaviour is assumed to be equal for macro and micro scales. From the calculations a strong influence of surface topology on the changing process is observable. In the future the development of a macroscopic experimental evaluation method is necessary taking the boundary conditions of the calculation method into account. Extrapolating the calculated changeover times on the length of the complete die currently results in very high residence times. Additionally, the observation of particle behaviour in the shear field near the surface topology is to be taken into consideration. The velocities of such a particle can be achieved in the same way by user defined functions (UDF) as the wall velocities simulating changing processes.

During the processing of all real polymers phenomena of aging are observable depending on temperature and residence time in the extrusion system. Especially high residence times result at product changes with low viscosity ratios in layers near the channel wall. Normally fluid mechanical properties after long durations under thermal load are measured to test the stability of materials. Analysing the changes to the properties or the way of structural changes caused by aging are not mainly focused. Thermo-rheological characterizations of polyolefines show significant alterations of the macromolecular chain structure to coupling/crosslinking or scission under practical conditions. The measurement results indicate an additional dependence between aging and the experienced shear rate. This dependence is especially visible in HDPE and LLDPE types at high melt temperatures. At low shear rates, the viscosity increases to a significantly greater extent than at high shear rates. As observable in case of LDPE 1 shifting the viscosity is not possible according to the principles of a master curve, so that the structural change is likely to effect the molecular weight distribution. With the exception of PP, it is therefore not possible to use the structural shift factor in a satisfying way, also because of the shear rate dependence.

The investigations of blends of thermally sensitive materials (EVOH and HV) show chemically induced changes in the fluid mechanical properties. Investigations of such influences from common material combinations, relevant during changing processes, persist to be of high interest. Furthermore effects of chemical interactions between reactive melt either by additives or by its own chemical structure and metallic channel surfaces will be addressed in the future. A measurement concept is already presented.

All analysed purging compounds initially showed a positive effect on saving changeover masses. However, since many compounds showed unfavorable behaviour at the removal from the system, a general beneficial effect has to be questioned. Nevertheless, many possible applications exist that offer an advantage in using purging compounds, such as removing deposits and supporting starting or shut down procedures.

Considering non-reactive blends as time controlled intermediate stage of a changing process, positive trends are observed in the experimental studies where small time amounts are selected. Additional investigations regarding accompanying factors are to be carried out in order to clarify advantageous or disadvantageous effects. Similarly, the behaviour of blends containing immiscible polymers is interesting.

Influences on changing processes resulting from variation of operation points are attributed to a change in the fluid mechanical material properties. The variation of the material temperature affects the changeover mass by leading to lower or higher viscosity ratios of the changing partners. Such influences on the viscosity ratio are noticeable from different temperature shifting factors of the materials, which can be used to calculate the outcome for the changing process. The studies show advantages performing the material changes at maximal throughputs resulting from high shear stresses. A repeatedly variation of the mass flow during the changing process shows no positive effect on the changeover mass.

8 Anhang

8.1 Laborgeräte

Laborextruder

Schneckendurchmesser:	30 mm
Verfahrenstechnische Länge:	28D
Schneckengeometrie:	Barriereschnecke, Wendelscher- mit anschließendem Rautenmischteil

Spektralphotometer

Typ:	Color Guide Sphere
Hersteller:	BYK Gardner GmbH, Geretsried

Oszillationsrheometer

Typ:	Bohlin Gemini II Rheometer
Hersteller:	Malvern Instruments GmbH, Herrenberg
Geometrie:	Platte-Platte, Durchmesser 20 mm

Messknetter

Typ:	W 50 EHT – 3 Zonen
Hersteller:	Brabender GmbH & Co. KG, Duisburg
Werkzeugtyp:	Wellenschaufeln

8.2 Liste der untersuchten Reinigungscompounds

Reinigungscompound	Hersteller oder Vertrieb in Deutschland
Delustre 75	A.Schulmann GmbH
HPC Kombination (107 & 111)	Acano GmbH
HPC 107	Acano GmbH
Rapid Purge R5000	Boytec GmbH
Z-Clean S60	BVS Ladwig GmbH
Lusin G301	Chem-Trend Deutschland GmbH
per~tas	E.S. Evelyne Schulz
ver~rus	E.S. Evelyne Schulz
Econoclean	Engineering Chemicals B. V.
Purgex 457 Plus	Kunststofftechnik U.Lapacz
Ultra Purge P-O	Moulds Plus International
Ultra Purge 5050	Moulds Plus International
ScrewClean SR47	Münch Chemie International
Asaclean SE	Velox GmbH
Clean LDPE	Velox GmbH

8.3 Standard Solvereinstellungen

Solver	Ansys Fluent 15
Type	Pressure-Based
Velocity Formulation	Absolute
Time (2D Space)	Transient (Axisymmetric)
Multiphase Model	Volume of Fluid 2 Phases Explicit
Pressure-Velocity Coupling	Scheme: PISO Skewness: Correction 1 Neighbor: Correction 1
Spacial Discretization	Gradient: Least Squares Cell Based Pressure: PRESTO! Momentum: Second Order Upwind Volume Fraction: Geo-Reconstruct
Transient Formulation	First Order Implicit
Solution Controls	Pressure: 0,3 Density: 1 Body Forces: 1 Momentum: 0,7
Solution Initialization	Standard Initialization

8.4 Benutzerdefinierte Funktionen (UDF)

Benutzerdefinierte Funktion (UDF) - erste Berechnungsstufe

```
#include "udf.h"
#include "math.h"

/*Definition des Carreau-Ansatzes und der jeweiligen Materialparameter für PE-LD 1,
PE-LD 2, PE-LD 3 und PE-LD 4*/

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_S2100, c, t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=90100;
    B=31.5;
    C=0.559;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_S2101, c, t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=33750;
    B=17.5;
    C=0.514;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_L3020H, c,t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=10480;
    B=3;
    C=0.478;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_L2420K, c, t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=5020.8;
    B=1.72;
    C=0.469;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}
```

```
/*Funktion zur Ausgabe der berechneten Wandfließgeschwindigkeiten in Dateien im
ASCII-Format. Ausführung erfolgt nach dem ersten Zeitschritt manuell*/
```

```
DEFINE_ON_DEMAND(Dateiausgabe)
```

```
{
Domain *d = Get_Domain(1);
FILE *fpx, *fpy, *fpz;
face_t f;
cell_t c;
int ID = 7;
Thread *t, *tf;
real dgB;
real vs;
real vs_x, vs_y, vs_z;
real gdotA;
real g;
real eps;
real fehler;
real res;
real res1;
real y;
real tauW;
real aT;
real etaB;
real etaA;
real ds;
real AA;
real BA;
real CnA;
real AB;
real BB;
real CnB;
```

```
t = Lookup_Thread(d, ID);
tf = THREAD_T0(t);
```

```
/*Öffnen einer Datei je Geschwindigkeitskomponente in Raumrichtung*/
```

```
fpx = fopen("vs_x.ip", "w");
fpy = fopen("vs_y.ip", "w");
fpz = fopen("vs_z.ip", "w");
```

```
/*Schleife über alle Flächen an Wand*/
```

```
begin_f_loop(f, t)
{
    c = F_C0(f, t);
```

```
/*Einlesen der Schergeschwindigkeit an der Wand für das Zielmaterial*/
```

```
dgB = C_STRAIN_RATE_MAG(c, tf);
```

```
AA=90100;
BA=31.5;
CnA=0.559;
AB=33750;
BB=17.5;
CnB=0.514;
```

```
/*Berechnung der Viskosität und der Schubspannung für das Zielmaterial*/
```

```
etaB=(AB/(pow((1+BB*dgB),CnB)));
tauW = etaB*dgB;
```

```
/*Iterationsschema (nach Newton) zur Berechnung der Schergeschwindigkeit des
Ausgangsmaterials anhand der Wandschubspannung*/
```

```
    eps=0.00001;
    fehler=eps+1;
    g=0.01;
    while (fehler > eps)
    {
        res=(tauW/g)-((AA)/(pow((1+BA*g),CnA)));
        res1=((AA*BA*CnA)/(pow((1+BA*g),(CnA+1)))-
        (tauW/(pow(g,2))));
        y=g-(res/res1);
        fehler=ABS(y-g);
        g=y;
    }
    gdotA=g;
```

```
/*Berechnung der Viskosität des Ausgangsmaterials, des Wandabstandes aus dem
Viskositätsverhältnis und des Betrags der Wandfließgeschwindigkeit */
```

```
    etaA=(AA/(pow((1+BA*gdotA),CnA)));
    ds = 0.000070889483 * (pow((etaB/etaA),(-0.624480213)));
    vs = gdotA * ds;
```

```
/*Berechnung der Komponenten der Wandfließgeschwindigkeit in den einzelnen
Raumrichtungen (kartesische Koordinaten)*/
```

```
    vs_x =
    sqrt((pow(vs,2))/(pow(C_U(c,tf),2)+pow(C_V(c,tf),2)+pow(C_W(c,tf),2)))*C_U(c,tf);
    vs_y =
    sqrt((pow(vs,2))/(pow(C_U(c,tf),2)+pow(C_V(c,tf),2)+pow(C_W(c,tf),2)))*C_V(c,tf);
    vs_z =
    sqrt((pow(vs,2))/(pow(C_U(c,tf),2)+pow(C_V(c,tf),2)+pow(C_W(c,tf),2)))*C_W(c,tf);
```

```
/*Ausgabe der Geschwindigkeitskomponenten in Dateien im ASCII-Format*/
```

```
        fprintf(fpx, "%g\n", vs_x);
        fprintf(fpy, "%g\n", vs_y);
        fprintf(fpz, "%g\n", vs_z);
    }
```

```
/*Beenden der Schleife und Schließen der Dateien*/
```

```
    end_f_loop(f,t)
    fclose(fpz);
    fclose(fpy);
    fclose(fpx);
}
```

Benutzerdefinierte Funktion (UDF) - zweite Berechnungsstufe

```
#include "udf.h"
#include "math.h"

/* Definition des Carreau-Ansatzes und der jeweiligen Materialparameter für PE-
LD 1, PE-LD 2, PE-LD 3 und PE-LD 4*/

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_S2100, c, t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=90100;
    B=31.5;
    C=0.559;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_S2101, c, t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=33750;
    B=17.5;
    C=0.514;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_L3020H, c,t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=10480;
    B=3;
    C=0.478;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

DEFINE_PROPERTY(cell_viscosity_L2420K, c, t)
{
    real mu_lam;
    real A;
    real B;
    real C;
    A=5020.8;
    B=1.72;
    C=0.469;
    mu_lam = A/(pow((1+B*C_STRAIN_RATE_MAG(c,t)),C));
    return mu_lam;
}

/* Funktion zum Einlesen der Komponenten der Wandfließgeschwindigkeit aus Dateien
im ASCII-Format. Das Einlesen in benutzerdefinierte Speicher (UDM) erfolgt nach
Konfiguration der Berechnung manuell*/

DEFINE_ON_DEMAND(vs_Dateien_Einlesen)
{
    Domain *d = Get_Domain(1);
    FILE *fpx, *fpy, *fpz;
```

```

float vs_x, vs_y, vs_z;
face_t f;
int ID = 7;
Thread *t = Lookup_Thread(d, ID);

/*Öffnen der ASCII-Dateien. Diese sind zuvor in das Verzeichnis der Berechnung
kopiert worden*/

fpx = fopen("vs_x.ip", "r");
fpy = fopen("vs_y.ip", "r");
fpz = fopen("vs_z.ip", "r");

/*Schleife über alle Einträge in den Dateien und Kopie der
Geschwindigkeitskomponenten in die jeweilige UDM*/

    begin_f_loop(f, t)
    {
        fscanf(fpx, "%g\n", &vs_x);
        fscanf(fpy, "%g\n", &vs_y);
        fscanf(fpz, "%g\n", &vs_z);
        F_UDMI(f, t, 0) = vs_x;
        F_UDMI(f, t, 1) = vs_y;
        F_UDMI(f, t, 2) = vs_z;
    }
    end_f_loop(f,t)

/*Schließen der ASCII-Dateien. Die Datenübertragung aus der ersten Berechnungsstufe
ist abgeschlossen.*/

fclose(fpz);
fclose(fpy);
fclose(fpx);
}

/*Funktionen als Verknüpfung der UDM mit der Randbedingung an der Wand*/

DEFINE_PROFILE(vel_x_s2100_l2420K, t, p)
{
face_t f;
    begin_f_loop(f, t)
    {
        F_PROFILE(f, t, p) = F_UDMI(f, t, 0);
    }
    end_f_loop(f, t)
}

DEFINE_PROFILE(vel_y_s2100_l2420K, t, p)
{
face_t f;
    begin_f_loop(f, t)
    {
        F_PROFILE(f, t, p) = F_UDMI(f, t, 1);
    }
    end_f_loop(f, t)
}

DEFINE_PROFILE(vel_z_s2100_l2420K, t, p)
{
face_t f;
    begin_f_loop(f, t)
    {
        F_PROFILE(f, t, p) = F_UDMI(f, t, 2);
    }
    end_f_loop(f, t)
}

```


9 Literaturverzeichnis

- [Ad10] Adams, A.; Adams, M.; Blümich, B.; Kocks, H.-J.; Hilgert, O.; Zimmermann, S.: *Optimierung der Umhüllung von Stahlrohren*. 3R international 49 (2010), 4, S.216-225
- [Ba57] Bagley, E.B.: *End Corrections in the Capillary Flows of Polyethylene*. J. Appl. Phys. 28 (1957), 5, S.624-627
- [Ba87] Bailey, F.W.: US4838948: *Process for Cleaning Polymer Processing Equipment*. Patentschrift, United States Patent and Trademark Office, 27.06.1987
- [Ba06] Barrera, M.A.; Vega, J.F.; Aguilar, M.; Martínez-Salazar, J.: *Melt flow index on high molecular weight polyethylene: A comparative study of experiments and simulation*. Journal of Materials Processing Technology 174 (2006), S.171-177
- [Bl03] Blanton, T.N.; Dontula, N.; Majumdar, D.; Garcia, J.L.; Freedman, G.S.; Barnes, C.L.: EP1367117A1: *Layered inorganic particles as extruder purge materials*. Patentschrift, European Patent Office, 19.05.2003
- [Bl98] Blümich, B.; Blümer, P.; Eidmann, G.; Guthausen, A.; Haken, R.; Schmitz, U.; Saito, K.; Zimmer, G.: *The NMR-Mouse: Construction, Excitation, and Applications*. Magnetic Resonance Imaging 16 (1998), 5/6, S.479-484
- [Br92] Brochard, F.; de Gennes, P.G.: *Shear-Dependent Slippage at a Polymer/Solid Interface*. Langmuir 8 (1992), S.3033-3037
- [Bu10] Burghilea, T.I.; Griess, H.J.; Münstedt, H.: *Comparative investigations of surface instabilities ("sharkskin") of a linear and a long-chain branched polyethylene*. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 165; 19-20 (2010), S.1093-1104
- [Co58] Cox, W.P.; Merz, E.H.: *Correlation of dynamic and steady flow viscosities*. Journal of Polymer Science 28; 118 (1958) S.619-622
- [Ch97] Chandraker, K.V.; Oda, H.: US 6060445: *Polymer cleaning compositions and methods*. Patentschrift, United States Patent and Trademark Office, 31.03.1997
- [De01] Denn, M.M.: *Extrusion Instabilities and Wall Slip*. Annu. Rev. Fluid Mech. 33 (2001), S.265-287
- [De09] Denn, M.M.: *Simulation of Polymer Melt Processing*. AIChE Journal 55; 7 (2009), S.1641-1647

- [Dh12] Dhar, R. S.; Triokekar, V.; D'uva, S.; Hindy, E.: US 2012/0245269 A1: *Compound For Purging Residual Polyamides From An Extruder*. Patentschrift, United States Patent and Trademark Office, 27.09.2012
- [Eb98] Eberle, J.; Schroots, R.: US6022420: *Purging Compound*. Patentschrift, United States Patent and Trademark Office, 20.02.1998
- [Es03] Esperidião, M.C.A.: *Chain-Exchange Dynamics at a Polymer-Solid Interface: Effects of Polydispersity and Shear Stress on Linear Low-Density Polyethylene Flow*. Ind. Eng. Chem. Res. 42 (2003), S.5819-5826
- [Fi01] Fischer, P.: *Werkzeuge für Mehrschichtrohre - Auslegung von Wendelverteilern*. Kunststoffe 91 (2001) 8, S. 142-145
- [Gh99] Ghanta, V.G.; Riise, B.L.; Denn, M.M.: *Disappearance of extrusion instabilities in brass capillary dies*. J. Rheol. 43 (1999), S.435-443
- [Gi07] Giles, H.F. Jr.; Mount, E.M. III., Wagner, J.R. Jr.: *Extrusion: the Definitive Processing Guide and Handbook*. Plastics Design Library, ISBN: 978-0-81551-473-2, 2007
- [Go02] Govender, M.; Focke, W.W.; Tolmay, T.A.; Graeffe, D.: *Evlauation of Commercial Plastics Purging Compounds on a Labratory Film Blower*. S A Journal of Chemical Engineering 14 (2002), 1, S.15-26
- [Gr06] Groß, C.: *Einfluss von Farbpigmentbatches auf den Produktwechsel bei der Blasfolienextrusion*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, 2006
- [Gr09] Gründel, F.: *Bunte Borsten bürsten besser*. Plastverarbeiter 60 (2009) 4, S. 62-65
- [Gr11] Großmann, M.: *Leistungs- und Effizienzsteigerung in der Einschneckenextrusion durch alternative Plastifiziertchnik*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, 2011
- [Ha92] Hatzikiriakos, S.G.; Dealy, J.M.: *Wall slip of molten high density polyethylenes. II. Capillary rheometer studies*. J. Rheol. 36 (1992), S.703-742
- [Ha11] Hatzikiriakos, S.G.: *Contributions of John Vlachopoulos to melt fracture and wall slip literature*. Tagungsunterlagen zur 26th annual meeting PPS, Banff (Canada), 2011
- [He02] Hepperle, J.: *Einfluss der molekularen Struktur auf rheologischen Eigenschaften von Polystyrol- und Polycarbonatschmelzen*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2002

- [He07] Hertel, D.; Valette, R.; Münstedt, H.: *Three-dimensional entrance flow of a low-density polyethylen (LDPE) and a linear low-density polyethylene (LLDPE) into a slit die*. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 135; 2-3 (2008), S.82-94
- [He12] te Heesen, O.; Wortberg, J.: *CFD-Based optimization of extrusion dies by analyzing the dwell time distribution and flow history*. Proceedings of Polymer Processing Society 28th, PPS, Pattaya, Thailand, 2012
- [He14] te Heesen, O.; Szöke, L.; Wortberg, J.: *Materialwechselforgänge in Extrusionsanlagen*. 11. Duisburger Extrusionstagung, Duisburg, 2014
- [Hi81] Hirth, C.W.; Nichols, B.D.: *Volume of Fluid (VOF) Method for the Dynamics of Free Boundaries*. Journal of Computational Physics 39 (1981), S.201-225
- [Hi92] Hieber, C.A.; Chiang, H.H.: *Shear-Rate-Dependence Modeling of Polymer Melt Viscosity*. Polymer Engineering and Science 32 (1992), 14, S.931-938
- [Ho12a] Hopmann, Ch.; Michaeli, W.; Overbeck, J.: *Effect of material viscosities on purging in extrusion processes*. ANTEC 2012 - Proceedings of the 70th Annual Technical Conference & Exhibition, Orlando, FL, Society of Plastics Engineers, S. 1-5
- [Ho12b] Hopmann, Ch.; Michaeli, W.; Overbeck, J.: *Einflussfaktoren auf Materialwechsel*. Tagungshandbuch zum 26. Internationalen Kunststofftechnischen Kolloquium des IKV, 2012, Aachen, Session 4: „Erfolg mit innovativen Folienkonzepten“, S. 14-19
- [Ho12c] Hopmann, Ch.; Overbeck, J.: *Einfluss der Viskosität auf Materialwechselforgänge*. Blasformen und Extrusionswerkzeuge 8 (2012) 4, S. 5-8
- [Ka87] Kalika, D.S., Denn, M.M.: *Wall Slip and Extrudate Distortion in Linear Low-Density Polyethylene*. J. Rheol. 31 (1987), S.815-835
- [Ka94] Kadijk, S.E.; van den Brule, B.H.A.A.: *On the Pressure Dependency of the Viscosity of Molten Polymers*. Polymer Engineering and Science 34 (1994), 20, S.1535-1546
- [Ka00] Kajsziika, H.: *Reinigung polymerverschmutzter Teile, porentief rein*. Plastverarbeiter 51 (2000), 5, S.50-52
- [Ke13] Kettler, C.; te Heesen, O.; Szöke, L.; Wortberg, J.: *Simulation of color and material change processes in spiral mandrel dies by a transient multiphase approach*. Society of Plastics Engineering Annual Technical Conference (SPE Antec), Cincinnati, Ohio, USA, 2013

- [Kn11] Knüttel, A.: *Optical in-line thickness evaluation of thin adhesives and coatings*. Tagungsunterlagen zur 13th TAPPI european place conference, Bregenz (Austria), 2011
- [Ko11] Koopmanns, R., den Doelder, J., Molenaar, J.: *Polymer Melt Fracture*. CRC Press, ISBN 978-1-57444-780-4, 2011
- [Kr09] van Krevelen, D.W.; te Nijenhuis, K.: *Properties of Polymers*. Elsevier, ISBN: 978-0-08-054819-7, 2009
- [Kr09] Krause, A.: *Präzise Druckmessung ohne Quecksilber*. Kunststoffe 4 (2009), S.61-63
- [La79] Laun, H.M.: *Das viskoelastische Verhalten von Polyamid-6-Schmelzen*. Rheol. Acta. 18 (1979), S.478-491
- [La92] Larson, R.G.: *Instabilities in viscoelastic flows*. Rheologica Acta 31 (1992), S.213-263
- [La98] Lapresa, G.: *Industrielle Kunststoff-Coloristik*. Carl Hanser Verlag, ISBN: 978-3-446-19623-0, 1998
- [La00] Lawall, J.; Kessler, E.: *Michelson interferometry with 10 pm accuracy*. Rev. Sci. Instrum. 71 (2000)
- [Li12] Littek, S.; Schneider, M.; Huber, K.; Schöppner, V.: *Messung zum Materialabbau von Polypropylen*. Zeitschrift Kunststofftechnik, Journal of Plastics Technology 8 (2012), 4, S.415-438
- [Lo93] Lohfink, G.W.; Kamal, M.R.: *Morphology and Permeability in Extruded Polypropylene/ Ethylene Vinyl-Alcohol Copolymer Blends*. Polymer Engineering and Science 33 (1993), 21, S.1404-1420
- [Lo11] Loh, K.; Cheong, K.B.; Uittenbogaard, R.: *Mass transfer across single bubbles*. Gas Transfer at Water Surfaces 2010, Kyoto, Japan: Kyoto University Press (2011), S.262-272
- [Ma91] Maskell, A.J.: *Long-life Ambient Food Packaging: a History-from the Tin Can to Plastics and Beyond*. Packaging Technology and Science 4 (1991), S.21-28
- [Ma92] Marvidis, H.; Shroff, R.N.: *Temperature Dependence of Polyolefin Melt Rheology*. Polymer Engineering and Science 32 (1992), 23, S.1778-1791
- [Ma11] Malzahn, T.; Eker, F.: *Direkte Prozessüberwachung im Planetwalzenextruder – mit Inline Farbmessstechnologie*. Extrusion 7 (2011)

- [Ma12] Machleidt, T.; Kollhoff, D.; Dathe, O.; Kapusi, D.; Nestler, R.; Franke, K.-H.: *Nutzung von Farbkameras für die 3D-Oberflächenmessung mittels Weißlichtinterferometrie*. 16. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme, Nürnberg, 2012
- [Mä05] Mädler, A.: *Ausbildung und Charakterisierung von permeablen Werkstoffverbunden durch Fällung von Polymerstrukturen*. Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg, 2005
- [Me87] Menges, G.; Ries, H.; Linne v. Berg, A.; Klee, D.: *Abbau von Polypropylen im Plastifizieraggregat einer Spritzgießmaschine*. *Kunststoffe* 77 (1987), S.1185-1189
- [Me93] Menning, G., Paller, G.: *Verschleißschutz in der Kunststoff-Verarbeitung durch PVD-Hartstoff schichten*. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 24 (1993), S.152-159
- [Me05] Mertens, A.: *Untersuchungen zu Fließinstabilitäten bei der Extrusion von Polymeren mit der Laser-Doppler Anemometrie*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2005
- [Me11] Metzbauer, G.; Pühringer, J.F.; Zitzenbacher, G.; Reven, P.; Kneidinger, C.; Heim, D.: *A new rheological measuring die to determine the influence of the flow channel surface on wall slippage*. Tagungsunterlagen zur Advances in Polymer Science and Technology 2 (2011), Linz (Austria)
- [Mi06] Michaeli, W.: *Einführung in die Kunststoffverarbeitung*. Carl Hanser Verlag, ISBN: 978-3-446-40580-6, 2006
- [Mi09] Michaeli, W.: *Extrusionswerkzeuge für Kunststoffe und Kautschuk 3. Auflage*. Carl Hanser Verlag, ISBN: 978-3-446-42026-7, 2009
- [Mi12] Mielicki, C.; Gronhoff, B.; Wortberg, J.: *Time, Temperature Dependent Rheological Model for Polyamid 12*. Proceedings of the Polymer Processing Society 28th Annual Meeting (PPS28), Pattaya (Thailand), 2012
- [Mü01] Münstedt, H.; Schwetz, M.; Heindl, M.; Schmidt, M.: *Influence of molecular structure on secondary flow of polyolefin melts as investigated by laser-Doppler velocimetry*. *Rheol Acta* 40 (2001), S.384-394
- [Ni06] Niemeier, H.: *Analyse und Optimierung wandnaher Schmelzeströmungen in Extrusionswerkzeugen für die Kunststoffverarbeitung*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, 2006
- [NN13] N.N.: *Plastics – the facts 2013*. Online-Veröffentlichung (Stand: 14.10.2013), <http://www.plasticseurope.org/Document/plastics-the-facts-2013.aspx?FolID=2>, (abgerufen am 07.04.2014)

- [Os06] Osswald, T.; Gries, T.: *Polymer Processing: Modelling and Simulation*. Hanser Gardner Publications, ISBN: 978-1-569-90398-8, 2006
- [Ov13] Overbeck, J.R.: *Einfluss der Viskosität auf Materialwechsel im Extrusionsprozess*. Dissertation, RWTH Aachen, 2013
- [Po88] Potente, H.: *Zum Mischen rheologisch inhomogener Stoffsysteme auf Einschneckenmaschinen*. *Rheologica Acta* 27 (1988) 4, S. 410–417
- [Pi99] Pittenger, B.H.; Carson, J.W.; Prescott, J.K.; Purutyan, H.: *Uniform Pruging of Resins in Contact Bed Purge Vessels*. *Polymer Engineering and Science* 39; 9 (1999), S.1802-1811
- [PK01] Pätzold, R.; Krause, U.: *Blaskopfspülung*. Europäische Patentanmeldung. EP 1 188 539 A2, 06.08.2001
- [Ra01] Rauwendaal, C.: *Polymer Extrusion*. Hanser Gardner Publications, ISBN: 978-1-569-99032-16, 2001
- [Sa11] Saul, K.: *Automatisierte Auslegung von Extrusionswerkzeugen*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, 2011
- [Se02] Seidel, Ch.; Merten, A.; Münstedt, H.: *Extrusionsdüsen aus Kunststoff*. *Kunststoffe* 92 (2002), S.157-160
- [Se04] Seiffert, T.: *Schnelle Signalverarbeitung in der Weißlichtinterferometrie durch nichtlineare Signalaufnahme*. 105. DGaO-Proceedings, 2004
- [Sc99] Schmidt, M.; Wassner, E.; Münstedt, H.: *Setup and Test of a Laser Doppler Velocimeter for Investigations of Flow Behavior of Polymer Melts*. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 3 (1999) S.371-393
- [Sc02] Schwetz, M.: *Untersuchungen zu Düsenströmungen von Polyolefinschmelzen mit der Laser-Doppler-Anemometrie*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2002
- [Sh95] Shroff, R.; Mavridis, H.: *New Measures of Polydispersity from Rheological Data on Polyethylene Melts*. *Journal of Applied Polymer Science* 57 (1995), S.1605-1626
- [Sh12] Sharma, V.; McKinley, G.H.: *An intriguing empirical rule for computing the first normal stress difference from steady shear viscosity data for concentrated polymer solutions and melts*. *Rheol. Acta* 51 (2012), S.487-495
- [Sr14] Srinivasan, P.: *An Alternate Method to OIT for Determination of Thermal Stability in HDPE resin*. Society of Plastics Engineering Annual Technical Conference Middle East (SPE Antec Dubai 2014), Dubai, UAE, 2014

- [Su11] Surberg, C.H.: *Tribodesign mittels Topocrom® am Beispiel von Kolbendichtungen eines Stirling Aggregats*. Vortrag auf der Topocrom-Tagung 2011, Überlingen, 2011
- [Vö01] Völz, H.G.: *Industrielle Farbprüfung: Grundlagen und Methoden*. Weinheim: Wiley VCH Verlag GmbH, ISBN: 978-3-527-30418-9, 2001
- [Wa97] Wang, S.-Q.; Drda, P.: *Molecular instabilities in capillary flow of polymer melts: interfacial stick-slip transition, wall slip and extrudate distortion*. *Macromol. Chem. Phys.* 198 (1997), S.673-701
- [Wa12] Wang, J.H.; Wang, Y.; Hao, X.G.; Zhang, T.: EP2519567 A2: *Natural biopolymer thermoplastic films*. Patentschrift, European Patent Office, 07.11.2012
- [We01] Wesseling, P.: *Principles of Computational Fluid Dynamics*. Springer Verlag, ISBN: 978-3-642-05145-6, 2001
- [Wi10] Wilkens, U.; Overbeck, J.: *Effiziente Farb- und Materialwechsel durch Einsatz geeigneter Analytik*. Tagungsunterlagen zum 25. IKV-Kolloquium, Aachen, 2010
- [WH11] Wortberg, J.; Hopmann, C.; Szöke, L.; Overbeck, J.: *Steuer- und Regelungskonzepte für Material- und Betriebspunktwechsellvorgänge*. AiF-IGF-Abschlussbersicht, VDMA, 2011
- [Wo78] Wortberg, J.: *Werkzeugauslegung für Ein- und Mehrschichtenextrusion*. Dissertation, RWTH Aachen, 1978
- [Wo11a] Wortberg, J.; Szöke, L.: *Grundlagen für schnelle Farb- und Produktwechsel*. VDI-Jahrestagung Extrusionstechnik, Bonn, 2011
- [Wo11b] Wortberg, J.; Saul, K.; Szöke, L.: *Produktwechselloptimierte Extrusionswerkzeuge durch angewandte Strömungssimulation*. VDI-Wissensforum – Blasformen, Baden-Baden, 2011
- [Wo12] Wortberg, J.; te Heesen, O.; Ketteler, C.; Szöke, L.: *Dreidimensionale, instationäre Strömungssimulation zur Analyse von Farb- und Materialwechsellvorgängen*. *Zeitschrift Kunststofftechnik, Journal of Plastics Technology*, 8 (2012), 5, S. 468 - 489
- [Xu06] Xu, P.: *Resin Transitions and Extruder Purging*. TAPPI - AsiaPLACE. Shanghai, China, 2006
- [Yu12] Yu, W.; Liu, J.; Zhou, C.: *Rheo-chemistry in reactive processing of polyolefin*. *Intern. Polymer Processing* 27; 3 (2012), S.286-298

Normen

- [ISO 6721] ISO 6721-10:1999-12 Kunststoffe - Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften - Teil 10: Komplexe Scherviskosität unter Anwendung eines Parallelplatten-Schwingungsrheometers, Beuth Verlag, Berlin
- [ISO 11443] ISO 11443:2005-03 Kunststoffe - Bestimmung der Fließfähigkeit von Kunststoffen unter Verwendung von Kapillar- und Schlitzdüsen-Rheometern, Beuth Verlag, Berlin
- [DIN EN ISO 1133] DIN EN ISO 1133-1:2012-03 Kunststoffe - Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten - Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren, Beuth Verlag, Berlin
- [DIN EN ISO 25178] DIN EN ISO 25178:2012-09 Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft -Teil 2: Begriffe und Oberflächen-Kenngrößen, Beuth Verlag, Berlin

Eigene Veröffentlichungen des Autors

- [SO10] Szöke, L.; Overbeck, J.: *Methoden für verbesserte Farb- und Materialwechsel*. 7. Duisburger Extrusionstagung, Duisburg, 2010
- [Sz11a] Szöke, L.: *Materialeinflüsse auf Produktwechsel und Spülprozesse* 8. Duisburger Extrusionstagung, Duisburg, 2011
- [Sz11b] Szöke, L.; Wortberg, J.: *Produktwechselverhalten der Topocrom®-Beschichtung an Kunststoffextrusionswerkzeugen*. Tagung der Topocrom GmbH, Überlingen, 2011
- [Sz12] Szöke, L.; te Heesen, O.; Ketteler, C.; Wortberg, J.: *New possibilities of transient simulation in describing color and material change processes in extrusion technology*. Proceedings of the 28th Polymer Processing Society (PPS-28), Pattaya, Thailand, 2012
- [Sz13a] Szöke, L.; Wortberg, J.: *The calibration of numerically simulated color and material change processes*. Proceedings of the 29th Polymer Processing Society (PPS-29), Nürnberg, Deutschland, 2013
- [Sz13b] Szöke, L.; Wortberg, J.: *CFD-Based simulation of operation point influences on product changing processes*. Proceedings of the 29th Polymer Processing Society (PPS-29), Nürnberg, Deutschland, 2013
- [Sz14a] Szöke, L.; Wortberg, J.: *Calibrated CFD-Based calculation of color and material changes in extrusion dies*. Proceedings Society of Plastics Engineering Annual Technical Conference Middle East (SPE Antec Dubai 2014), Dubai, UAE, (2014) S.175-S.179

- [Sz14b] Szöke, L.; Ketteler, C.; Wortberg, J.: *Analyzing the product changing behavior of complex extrusion die geometries based on CFD simulation*. Proceedings of the 30th Polymer Processing Society (PPS-30), Cleveland, Ohio, USA, 2014

Unveröffentlichte durch den Autor betreute Bachelor- und Masterarbeiten

- [NK11] Neubert, B.; Killing, S.: *Beurteilung des Einflusses ausgewählter Reinigungshilfen auf Farb- und Materialwechselprozesse in der Extrusionstechnik unter Einbeziehung wirtschaftlicher Aspekte*. Bachelorarbeit, Universität Duisburg-Essen, 2011
- [Bu12] Burgfeld, M.: *Konzeption und Auslegung eines Breitschlitzwerkzeuges zur Messung von Verweilzeiteffekten in Kunststoffschmelzen bei Produktwechseln*. Bachelorarbeit, Universität Duisburg-Essen, 2012
- [Ma13] Mao, J.: *Numerical calculation of the melt flow residence time behavior in microscopic scale near the channel wall of extrusion dies*. Masterthesis, University of Duisburg-Essen, 2013

10 Curriculum Vitae

Der Lebenslauf ist in der Online-Version aus Gründen des Datenschutzes nicht enthalten.