



Masterarbeit

Einfluss von Material und Prozessparameter auf Verstippung von Bag-in-Box-Folien

verfasst von

Manuel Doler



Leiter: Univ.-Prof. Dr. Clemens Holzer

Betreuer: Dipl.-Ing. Markus Piontek

Leoben, Juni 2012

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Datum

Unterschrift

Danksagung

Für ihre Geduld, ihr Wohlwollen und ihre Unterstützung möchte ich den Betreuern dieser Arbeit, Herrn Univ.-Prof. Dr. Clemens Holzer und Herrn Dipl.-Ing. Markus Piontek meinen größten Dank aussprechen.

Einen besonderen Dank gilt der Firma Mondi Napiag GmbH, insbesondere Herrn Dipl.Ing Günter Leitner und Herrn Andreas Müllner für das Zustandekommen der Arbeit und die tatkräftige Unterstützung meiner Tätigkeiten. Weiter möchte ich meinen Dank an die Mitarbeiter der Firma Mondi Napiag GmbH richten die durch ihre angaschierte Mitarbeit für eine reibungslose Durchführung der Faktorenversuchspläne einen wesentlichen Beitrag leisteten.

Mein Dank gilt auch den Projektpartnern dieses Projektes, welche ebenso zum Zustandekommen dieser Arbeit beitrugen. Bei den Mitarbeitern des Lehrstuhls für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben und dem Polymer Competence Center Leoben GmbH möchte ich mich für die Bereitstellung von Gerätschaften und Räumlichkeiten, ihre Unterstützung und ihr herzliches Entgegenkommen bedanken.

Kurzfassung

Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss von Prozessparametern sowie Materialeigenschaften auf die Bildung von Stippen bei der Herstellung von Mehrschichtfolien zu ermitteln. Zu diesem Zweck wurden mit drei unterschiedlichen Materialkombinationen (M1, M2, M3) Barrierefolien im Folienblasverfahren hergestellt. Zur Bestimmung der Prozessparameter wurde ein 2^3 Faktorenversuchsplan erstellt. Als Einflussgrößen wurden dabei der Massedurchsatz, die Temperatur des Haftvermittlers (HVs) und die Temperatur der Deckschicht (DS) gewählt. Um die Ergebnisse in Bezug auf die Materialeigenschaften interpretieren zu können, wurden DSC Messungen sowie rheologische Untersuchungen durchgeführt. Für die Materialkombinationen wurden die Hauptkomponente der DS sowie die Wirkungskomponente des HVs verändert. Des Weiteren wurden zwei unterschiedliche Chargen untersucht, die in der Produktion zu sehr unterschiedlichen Stippenlevels führten. Zusätzlich wurde versucht die Stippen mittels Raman Spektroskopie und DSC Messungen näher zu charakterisieren.

Zu Beginn der Arbeit wurden alle verwendeten Materialien mittels DSC auf ihre Schmelztemperatur und Enthalpie untersucht. Diese Untersuchungen ergaben nur bei den HV-Typen einen Unterschied in der Enthalpie. Im Anschluss daran wurden die Materialkombinationen inkl. der Additive aller Einzelschichten der Folien zu Compounds verarbeitet. Diese Schichtcompounds wurden im Anschluss rheologisch untersucht. Dabei ergaben sich Unterschiede in den Nullviskositäten.

Die Untersuchung der Stippen mittels Raman Spektroskopie und DSC führte zu keiner näheren Spezifikation der Stippen.

Die Materialkombination M 1 repräsentiert die Standardrezeptur mit dem Material M10 in der DS und dem Material W34 im HV. Es konnte gezeigt werden, dass sowohl die Temperaturerhöhung der DS als auch des HV eine Verringerung der Stippen ergab. Bei M 2 wurde im Vergleich zur Standardrezeptur der HV von Material W34 auf Material W35 geändert. Die niedrigere Enthalpie sowie die niedrigere Nullviskosität führt zu einer Verringerung des Stippenlevels. Besonders stark zeichnete sich der Einfluss von Einlaufvorgängen in diesem Versuch ab. Darüber hinaus führt auch die Temperaturerhöhung der DS und des HV zu einer Stippenreduktion. Bei M 3 wurde ausgehend von der Standardrezeptur die Hauptkomponente der DS von Material M10 auf Material M45 geändert. In diesem Versuch konnte erstmals eine starke Stippenreduktion bei einer Durchsatzsteigerung festgestellt werden. Die Erhöhung der HV Temperatur führte ebenfalls zu einer Stippenminderung. Die Erhöhung der DS Temperatur führte in diesem Vergleich zu einer Stippensteigerung. Es wird vermutet, dass bei höheren Temperaturen durch die höhere Nullviskosität von M45 das Lösen von Ablagerungen begünstigt wird.

Abstract

The goal of this study was the investigation of the influence of processing parameters as well as material properties on the creation of specs during the production of multilayer films. Therefore so called barrier films have been produced in three different material combinations. To determine the influence of the processing parameters a 2³ factorial design was realized. As variable process parameters the temperature of die bonding layer, the temperature of the cover layer and the mass flow rate was chosen. The material of the main component of the cover layer and the bonding layer were altered. The other layers were not changed. To interpret the results in reference to the material properties DSC and rheological analyses have been performed. Further two different lots which showed different speclevels have been compared.

The first task was the analyses of the used polymers by DSC testing. The bonding agents were the only materials which showed a difference in the melting enthalpy. After this one compound of every layer of the examined films was produced. These compounds were used to measure the rheological properties of the single layers of the films. It could be seen that the zero shear viscosity of the materials was different.

The investigation of the specs with DSC and Raman spectroscopy could not specify the specs better.

The material combination 1 is the standard material with material M10 in the cover layer and material W34 in the bonding layer. It could be seen that the increase of both temperatures reduces the spec level significantly. In the material combination 2 the material in the bonding layer had been altered from material W34 to material W35 which led to a decrease of the speclevel. The lower zero shear viscosity and the lower enthalpy can be named as reasons for this. The influence of the running in processes showed a strong impact on the speclevel. The increase of temperature of both components led also to a decrease of the speclevel. In the material combination 3 the material of the cover layer had been altered form material M10 to material M45. This combination caused a decrease of the speclevel by increasing the temperature of the cover layer or the mass flow rate. The increase of the temperature of the cover layer increased the speclevel. The theory is that the higher zero shear viscosity of material M45 in combination with the higher temperature loosens particles from the tool.

Inhaltsverzeichnis

1	EINFÜHRUNG UND ZIELSETZUNG	1
2	THEORETISCH GRUNDLAGEN	3
2.1	EXTRUSION	3
2.2	WERKZEUGE	6
2.2.1	<i>Stegdornhalter</i>	<i>6</i>
2.2.2	<i>Pinolen.....</i>	<i>8</i>
2.2.3	<i>Wendelverteiler</i>	<i>8</i>
2.3	EXTRUSION VON MEHRSCHICHT BLASFOLIEN.....	10
2.4	AUFBAU VON MEHRSCHICHT- UND BARRIERE- FOLIEN	12
2.4.1	<i>Linear-low-density-Polyethylen mit Metallocen Katalysator</i>	<i>13</i>
2.4.2	<i>Ethylen Vinyl Alkohol (EVOH)</i>	<i>14</i>
2.4.3	<i>Haftvermittler.....</i>	<i>14</i>
2.4.4	<i>Additive</i>	<i>15</i>
2.5	BAG IN BOX (BIB)	17
2.6	STIPPEN	18
2.7	RHEOMETRIE	19
2.8	DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC) [8].....	22
2.9	MIKROSKOPIE	24
2.9.1	<i>Probenvorbereitung (Mikrotomschnitt)</i>	<i>24</i>
2.9.2	<i>Durchlichtmikroskopie.....</i>	<i>25</i>
2.10	RAMAN SPEKTROSKOP.....	25
2.11	FAKTORENVERSUCHSPLAN	29
3	EXPERIMENTELLES	32
3.1	VERWENDETE MATERIALIEN.....	32
3.2	VERWENDETE GERÄTE.....	34
3.2.1	<i>Mehrschichtextrusionsblasanlage FBA 312.....</i>	<i>35</i>
3.2.2	<i>DSC.....</i>	<i>36</i>
3.2.3	<i>Compounder</i>	<i>36</i>
3.2.4	<i>Rheometer</i>	<i>37</i>
3.2.5	<i>Bahnfehlerdetektion.....</i>	<i>38</i>
3.2.6	<i>Raman Spektroskop.....</i>	<i>40</i>
3.2.7	<i>Mikroskop</i>	<i>40</i>
3.3	VERSUCHSPLAN	40
3.4	COMPOUNDHERSTELLUNG	42
3.5	FOLIENHERSTELLUNG	44
3.6	RHEOMETRIE	47

3.7	DSC-MESSUNG	49
3.8	PROZESSBESCHREIBUNG	49
3.8.1	<i>Materiallagerung und Förderung</i>	49
3.8.2	<i>Dosierung</i>	51
3.8.3	<i>Extruder</i>	51
3.8.4	<i>Flansch und Siebhalter</i>	52
3.8.5	<i>Werkzeug</i>	53
3.8.6	<i>Kalibrierkorb</i>	55
3.8.7	<i>Flachlegung und Wendestangen</i>	55
3.8.8	<i>Dickenmessung</i>	56
3.8.9	<i>Seitenkantensteuerung</i>	57
3.8.10	<i>Wickler</i>	58
3.8.11	<i>Steuerung</i>	58
3.8.12	<i>Stippendetektor</i>	59
3.8.13	<i>Nachfolgeeinrichtungen</i>	59
4	ERGEBNISSE	61
4.1	WERKSTOFFEIGENSCHAFTEN	61
4.1.1	<i>Rheologie</i>	61
4.1.2	<i>Thermische Eigenschaften (DSC)</i>	74
4.1.3	<i>Raman Spektroskopie</i>	79
4.2	FAKTORENVERSUCHSPLAN	80
4.2.1	<i>Materialkombination 1 (M1) Standartrezeptur</i>	80
4.2.2	<i>Materialkombination 2 (M2) Alternativer Haftvermittler</i>	89
4.2.3	<i>Materialkombination 3 (M3) Alternatives Deckschichtmaterial</i>	99
5	ZUSAMMENFASSUNG	108
6	LITERATURANGABE	111
7	ABKÜRZUNGEN UND SYMBOLE.....	113
8	TABELLENVERZEICHNIS	114
9	ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....	115
10	ANHANG	119

1 Einführung und Zielsetzung

Verpackungen haben eine sehr lange Geschichte und hatten seit Anbeginn immer dieselben Aufgaben zu erfüllen. Sie sollten das verpackte Produkt bestmöglich schützen und es des Weiteren möglichst lange frisch halten. Mit der Industrialisierung und der Herstellung von Lebensmitteln in riesigen Fabriken hat die Aufgabe der Verpackungsmittel immer weiter an Bedeutung gewonnen, da Lebensmittel über immer größere Distanzen transportiert werden mussten und dadurch immer länger frisch sein sollten. Dieser Umstand hat die Entwicklung neuer besserer Verpackungsmittel ständig vorangetrieben. Mit der Einführung der Kunststoffe im Verpackungssektor haben sich die Möglichkeiten erneut erheblich vergrößert. Mit Kunststoffen konnten eine Vielzahl von anderen Verpackungsmaterialien wie z.B. Glasflaschen und Weißblechdosen teilweise substituiert werden. Jedoch ergaben sich bereits in den Anfängen erhebliche Mengen an Abfällen, welche mit dem ständig steigenden Verbrauch auch immer weiter zunahmen. Daher wurden und wird laufend nach müllarmen Verpackungsvarianten gesucht. Eine solche scheint nun in den so genannten „BAG IN BOX“ (folgend als „BIB“ bezeichnet) gefunden worden zu sein.

Die Kunststoffkomponenten bei BIB Verpackungen sind der Kunststoffsack im Inneren, sowie die Entnahmevorrichtung. Aufgrund der großen Kontaktfläche mit dem Füllmedium muss dem Sack ein besonderes Augenmerk geschenkt werden. Daher unterliegt dieser Sack sehr hohen Qualitätsanforderungen. Die komplexen Anforderungen an die Folie können nur unter Verwendung von sogenannten Mehrschicht-Barrier-Folien erreicht werden. Ein besonderes Augenmerk wird dabei auf die Dichtheit gegen Sauerstoff und Aromen gelegt, um die Produkte möglichst lange frisch zu halten. Jedoch stellt die Herstellung dieser Folien einige verfahrenstechnische Schwierigkeiten dar. Als besonders kritisch kann hier das Auftreten von Stippen gesehen werden. Stippen sind kleine Fehlstellen, welche aus den unterschiedlichsten verfahrenstechnischen Gründen auftreten können. Sie führen zu einer signifikanten Minderung der Eigenschaften der Folie und können Löcher in der Folie verursachen. Diese Fehlstellen können erhebliche Schäden verursachen und zum Versagen des Produktes führen.

Das Phänomen dieser Stippen ist jedoch noch weitgehend unerforscht, wodurch die richtigen Produktionsparameter meist nur empirisch ermittelt werden können, was einen erheblichen Aufwand bedeutet. Des Weiteren kann keine Aussage darüber getroffen werden, woher Stippen tatsächlich kommen bzw. welche Umstände die Entstehung begünstigen.

Bei Folien, welche die vom Kunden geforderte Stippenqualität nicht erfüllen, muss nach der Produktion in einem zweiten Schritt die Folie umgerollt und die Stippen ausgeschnitten werden. Diese Tätigkeiten verursachen zusätzliche Kosten und führen somit zu einer Verringerung der Produktivität. In der Mondi Napiag GmbH entstanden durch solche Umrollvorgänge in den Jahren 2010 und 2011 Kosten in der Höhe von 200.000 Euro pro

Jahr. Diese Kosten inkludieren noch nicht den zusätzlichen Ausschuss durch Stippen in der Produktion. Daraus ist gut zu erkennen, welche Wichtigkeit dem Thema Stippen zukommt. Jede Verbesserung und Reduktion der Stippen trägt dazu bei, diese Kosten auf ein Minimum zu reduzieren.

Ziel der Arbeit war es, mögliche Einflussfaktoren, die zur Bildung von Stippen in Mehrschichtfolien beitragen, zu identifizieren. Insbesondere sollten alle prozesstechnischen Einflussfaktoren, sowie deren Zusammenhang mit den Materialeigenschaften wie z.B. Viskosität, auf ihren Beitrag zur Stippenbildung hin betrachtet werden. Dafür sollte der Einfluss auf die Art, Größe und Häufigkeit der Stippen in Abhängigkeit von Prozessparametern wie Ausstoßleistung, Temperaturführung und Druck dargestellt werden. Des Weiteren sollte ein tiefergehendes Verständnis über das Auftreten von Stippen erlangt werden.

Dieses Wissen soll gezielt in die Produktion einfließen und somit langfristig zu einer Reduktion der Stippen führen.

Um dies zu erreichen wurde ein systematischer Versuchsplan aufgestellt. Zu Beginn wurde eine vollständige Untersuchung der Materialparameter der verwendeten Materialien durchgeführt. Dazu wurden zuerst die vom Rohstoffhersteller mitgelieferten Protokolle erfasst und darauf basierend die weiteren Messmethoden abgestimmt. Einer der wichtigsten Analysemethoden ist die Bestimmung der rheologischen Eigenschaften, welche mittels Rotationsviskosimeter und Hochdruckkapillarrheometer durchgeführt wird. Ziel dieser Messung sollte es sein, festzustellen in wie weit die rheologischen Eigenschaften mit der Stippenbildung zusammenhängen.

Ein weiterer Versuch ist die Messung der cp-Kurve mittels DSC. Diese Messung sollte am Rohmaterial, sowie an der Folie und an mehreren Stippen durchgeführt werden. Daraus sollte ermittelt werden, ob bzw. wie stark sich die Materialien während der Verarbeitung verändern, sowie ob es zum Abbau des Materials durch zu hohe thermische Belastung kommt. Des Weiteren sollte mittels DSC die Zusammensetzung der Stippe und der Folie in der Nähe von Stippen bestimmt werden.

Neben den Versuchen zur Bestimmung der Materialeigenschaften sollte auch ein Faktorenversuchsplan aufgestellt werden. Dieser Versuchsplan sollte die Variation von zwei Prozessparametern, Ausstoßleistung und Extrudertemperatur, sowie von zwei Materialien der Außenschicht und zwei Haftvermittlern umspannen. Als Zielgröße des Faktorenversuchsplans wurden die durchschnittliche Stippendichte, sowie Stippengröße und Stippenart ausgewertet. Das Ziel war eine möglichst geringe Stippenkonzentration zu erhalten, sowie die Vermeidung von großen Stippen.

2 Theoretisch Grundlagen

2.1 Extrusion

Extrusion ist eine kontinuierliche Methode zur Verarbeitung von Kunststoffen. Das Wort Extrusion ist von dem lateinischen Wort „extrudere“ abgeleitet, was so viel wie herausdrücken bedeutet. Diese Wortdefinition beschreibt schon grundlegend den Extrusionsprozess. Hierbei wird das Kunststoffgranulat aufgeschmolzen und durch ein am vorderen Ende angebrachtes Werkzeug gedrückt.

Bei der Extrusion wird rieselfähiges Kunststoffgranulat oder auch Pulver mit Hilfe des so genannten Extruders in eine schmelzflüssige Form gebracht und anschließend über ein Werkzeug in Form gebracht und kontinuierlich abgezogen. Hierbei werden Endlosprodukte hergestellt, die anschließend entweder aufgerollt oder auf Länge abgeschnitten werden können. Der Extruder besteht im Wesentlichen aus einer oder mehreren Schnecken, die sich im Zylinder befinden und durch eine Drehbewegung den Kunststoff fördern, verdichten, aufschmelzen und homogenisieren. Die Schnecke kann als einfache Standard-Dreizonenschnecke ausgeführt sein oder als Sonderbauform wie z.B. Barrierschnecken, kernprogressive Schnecken usw. Des Weiteren können noch zusätzliche Scher- und Mischteile eingebracht werden, um die Materialhomogenität zu verbessern. Einige Beispiele für Schneckenbauformen sind in Abbildung 1 dargestellt. Die Größe des Extruders kann je nach erforderlicher Förderleistung von 30 mm bis 200 mm Schneckendurchmesser reichen. Typische Längen sind je nach Anforderung und Bauart 15 bis 45 x Durchmesser.

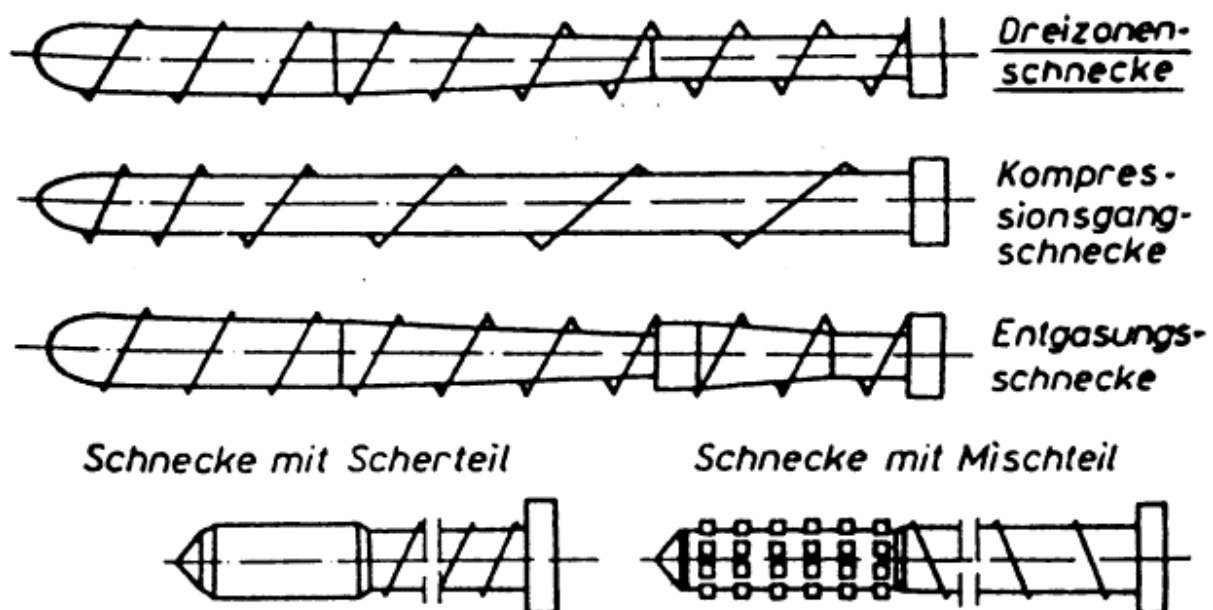


Abbildung 1: Prinzipskizzen unterschiedlicher Schneckenbauformen [6]

Das Funktionsprinzip eines Extruders kann unter Zuhilfenahme von Abbildung 2 erklärt werden. Im ersten Schritt wird das granulatformige Material über den Trichter in die Einzugszone geleitet, von der Schnecke mitgenommen und mittels Feststoffförderung weitertransportiert. Auf dem Weg Richtung Kompressionszone werden die ersten Materialpartikel geschmolzen. Die treibende Kraft für den Aufschmelzprozess ist hierbei die Friktion zwischen den Partikeln und der Zylinder-, bzw. Schneckenwand und nicht die von außen eingebrachte Wärme der Heizbänder. Diese werden nur im Anfahrprozess sowie zur Temperaturregelung benötigt. In der Kompressionszone wird das Material verdichtet, damit die restliche eingeschlossene Luft nach hinten entweichen kann. Am Ende der Kompressionszone sollte das Material annähernd vollständig geschmolzen und frei von Luft sein. Die darauf folgende Meteringzone, oder auch Ausstoßzone, hat die Aufgabe das aufgeschmolzene Material zu homogenisieren und kleine noch nicht aufgeschmolzene Partikel zu schmelzen. Um einen stabilen Prozess zu erreichen, müssen Drehzahl, Temperatur und Gegendruck optimal aufeinander abgestimmt werden.

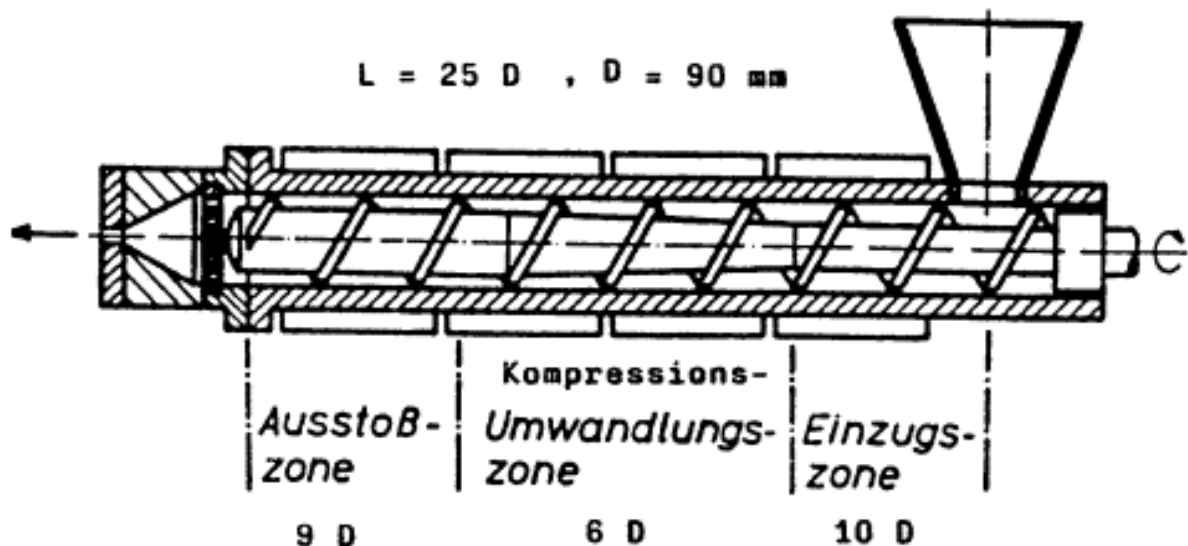


Abbildung 2: Skizze eines Extruders [6]

Eine Sonderbauform des Extruders ist der sogenannte fördersteife Extruder, welcher sich durch eine höhere und weitgehend gegendruckunabhängige Förderrate auszeichnet. Dies wird durch eine genutete Einzugszone erreicht, wodurch die Reibung zur Zylinderwand und somit die Förderrate erheblich gesteigert werden kann. Durch die stark ausgeprägte Feststoffförderung baut sich der Maximaldruck bereits in der Einzugszone auf, und nicht wie bei Standardschnecken in der Meteringzone. Dadurch werden alle anderen Zonen des Extruders überfahren und es stellt sich ein in Extrusionsrichtung abnehmendes Druckprofil ein [9]. In Abbildung 3 und Abbildung 4 sind zum besseren Verständnis der Druckaufbau eines konventionellen und fördersteifen Extruder abgebildet.

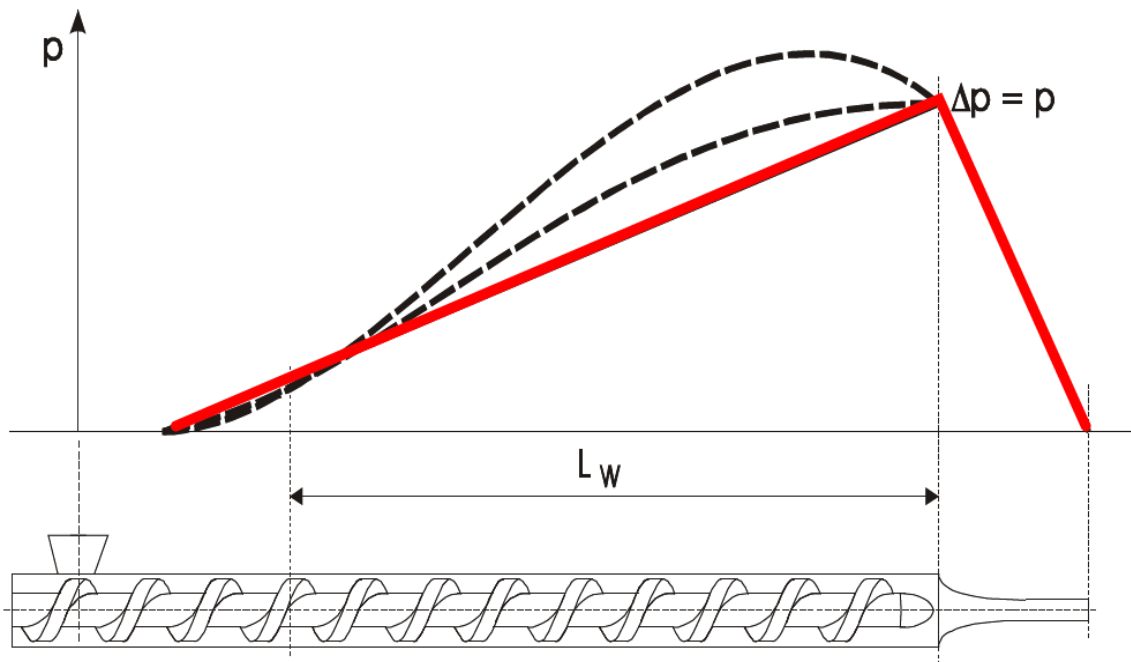


Abbildung 3: Druckaufbau eines konventionellen Extruders [7]

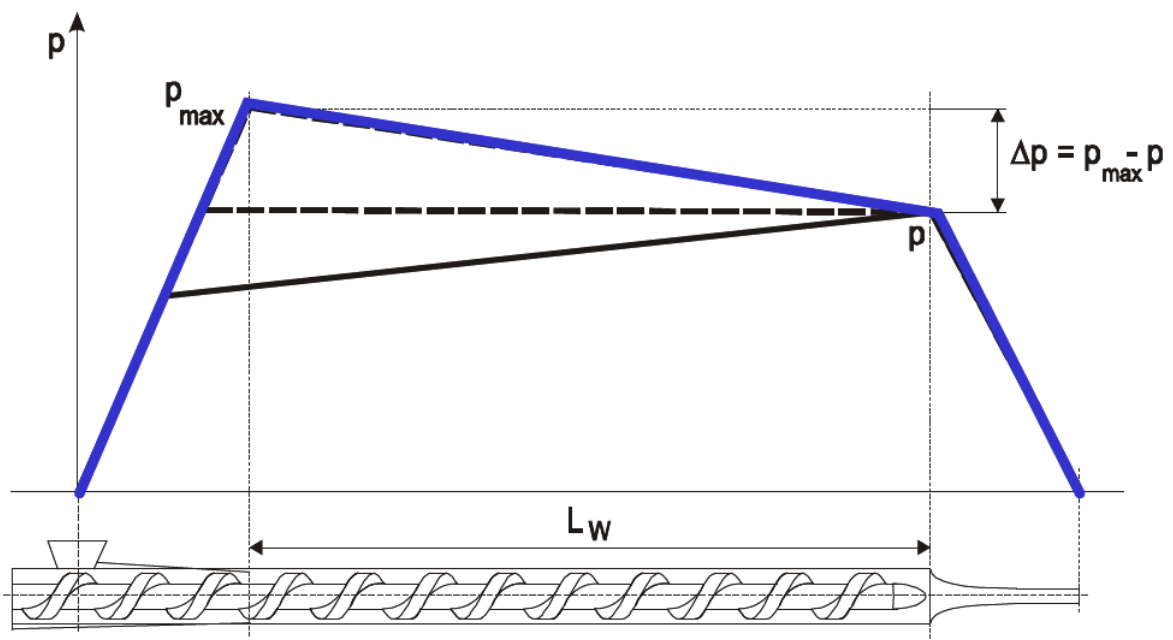


Abbildung 4: Druckaufbau eines fördersteifen Extruders [7]

2.2 Werkzeuge

Die Extrusionswerkzeuge haben die Aufgabe den vom Extruder gelieferten Schmelzestrom so umzulenken und zu verändern, dass das gewünschte Endprodukt entsteht.

Da aus materialspezifischen, kostentechnischen und herstellungsbedingten Gründen kein ideales Werkzeug für jedes Produkt möglich ist, muss je nach Anwendungsfall ein guter Kompromiss aus diesen Faktoren gefunden werden. Da die Anforderungsprofile bei unterschiedlichen Produktgruppen jedoch stark unterschiedlich sind, haben sich zahlreiche Werkzeugtypen mit unterschiedlichen Vor- und Nachteilen entwickelt. Werkzeuge, die für ein Produkt den optimalen Kompromiss aus Kosten und Qualität stellen, können für andere Produkte nicht geeignet sein.

Im folgenden Teil werden einige der wichtigsten Werkzeugbauformen zur Herstellung von Kreisringprofilen kurz erläutert.

2.2.1 Stegdornhalter

Das Stegdornhalter-Werkzeug ist eines der einfachsten Möglichkeiten aus einem zylindrischen Strang einen Rohrquerschnitt herzustellen. Hierbei wird der Schmelzestrang über einen in der Mitte angebrachten Verdrängungskörper, den Dorn, von einem zylindrischen zu einem kreisrunden Querschnitt umgeformt. Dafür wird die in Abbildung 5 rot dargestellte Schmelze im ersten Schritt in die gewünschte Extrusionsrichtung umgelenkt (1). Anschließend wird diese über den Dorn (2) geführt, welcher als Strömungskörper ausgelegt ist und am stärksten Querschnitt mittels rund um den Umfang angebrachten Stegen in Position gehalten wird. Diese zum Teil sehr dünnen Stege stellen die einzige Möglichkeit dar, Stützluft oder andere Komponenten wie Fasern oder Drähte, die im Inneren benötigt werden bereitzustellen. Im vorderen Bereich des Werkzeuges befinden sich noch bewegliche Hülsen, mit dessen Hilfe eine Feinjustierung möglich ist (3). Der letzte Bereich des Werkzeuges wird Bügelzone genannt und sorgt für eine Vereinheitlichung der Oberfläche vor dem Austritt.

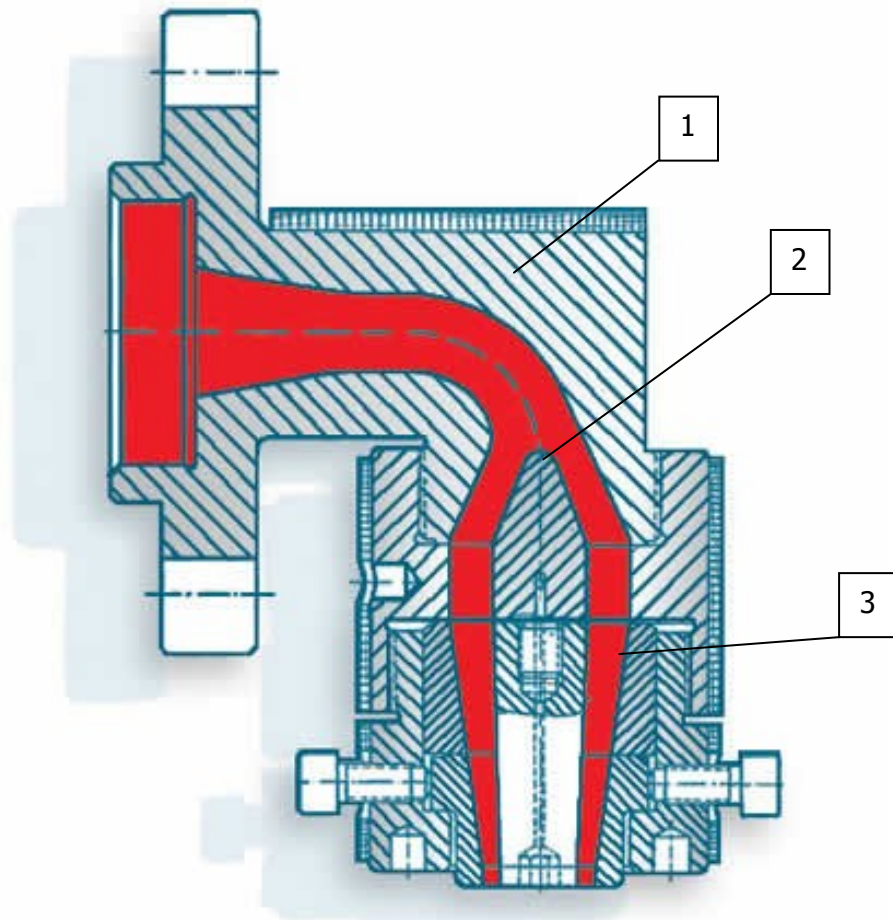


Abbildung 5: Stegdornhalterwerkzeug [2]

Der größte Vorteil dieser Methode sind die geringen Werkzeugkosten. Ein Nachteil ist jedoch, dass sich hinter den Stegen ein Zusammenfluss ergibt, welcher in weiterer Folge nicht mehr restlos aus dem Bauteil entfernt werden kann und somit eine Schwachstelle bleibt. Um diese Schwachstellen etwas zu verbessern, kann in der Bügelzone ein so genanntes Verwischgewinde eingebaut werden (Abbildung 6).

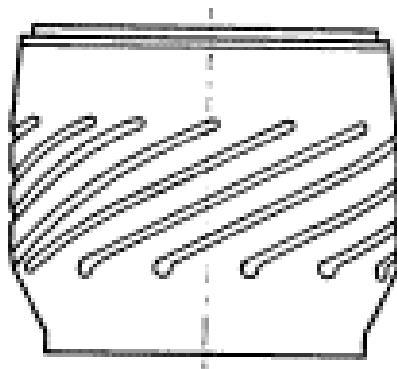


Abbildung 6: Verwischgewinde [6]

Diese Werkzeugbauform wird aus den oben genannten Gründen oft für Kleinserien oder Produkten mit größeren Dickentoleranzen eingesetzt. Große Bedeutung hat diese Werkzeugbauform in der Rohrherstellung.

2.2.2 Pinolen

Beim Pinolenwerkzeug wird die Schmelze um 90° umgelenkt und um den Pinolenkopf herumgeleitet. Dadurch ergibt sich nur eine Stelle des Zusammenflusses, wodurch die Eigenschaften über den Umfang wesentlich homogener sind. Die Schmelzeführung läuft in der sogenannten Herzkurve, die im Gegensatz zum Stegdornhalter besser auf die Strömungsverhältnisse abgestimmt werden kann. Diesem Vorteil steht der Nachteil gegenüber, dass die Herstellung wesentlich komplizierter ist als bei Stegdornhalterwerkzeugen, wodurch die Herstellungskosten empfindlich steigen.

Diese Werkzeugtypen werden oft dann herangezogen, wenn Halbzeuge ummantelt werden sollen (z.B. Kabelummantelung), da die Einführung von Drittmitteln wie Drähten, Profilen, oder auch Luft auf Grund der geometrischen Gegebenheiten gut möglich ist.

In Abbildung 7 ist eine Prinzipskizze eines Pinolekopfes dargestellt. Die fließende Schmelze ist in dieser Darstellung schematisch mit roten Pfeilen eingezeichnet. Es ist gut zu erkennen wie die Schmelze von einer Seite einströmt und sich über die Herzkurve in eine axiale Strömung aufteilt.

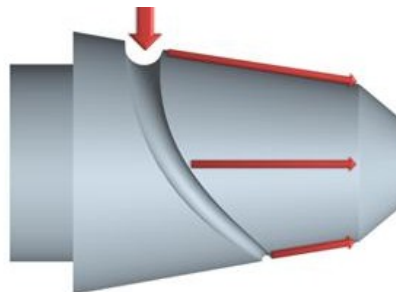


Abbildung 7: Prinzip einer konischen Pinole [18]

2.2.3 Wendelverteiler

Der Wendelverteiler ist strömungstechnisch gesehen die beste Variante, jedoch auch die teuerste. Bei diesen Werkzeugen wird die Schmelze im unteren Bereich in mehreren Kanälen in das Werkzeug eingeleitet. Diese Kanäle laufen spiralförmig nach oben aus, wobei die Kanalquerschnitte stetig abnehmen. Dadurch wird der Schmelzestrang in eine axiale und rotatorische Bewegung aufgeteilt, wodurch sich ein möglichst gleichmäßiges Dickenprofil ergibt. Am Ende des Werkzeuges soll somit eine Überlagerung einer rotierenden Strömung und einer reinen axialen Strömung erreicht werden. Diese Überlagerung der Strömungen

führt zu einer optimalen Homogenität über den Umfang. Ein weiterer Vorteil des Wendelverteilers ist die materialunabhängige Auslegung, wodurch unterschiedliche Materialien mit demselben Werkzeug verarbeitet werden können. Ein Nachteil ist jedoch der hohe konstruktive sowie fertigungstechnische Aufwand. Die Abbildung 8 zeigt eine schematische Darstellung eines Wendelverteilers. Anhand dieser Skizze ist das Funktionsprinzip einfach erklärbar und nachvollziehbar. Die Schmelze wird bei der Einspeisung in den Kopf eingebracht und breitet sich durch die Wendeln sowie über den Steg weiter aus. Der Dorn wie auch das Gehäuse sind hierbei fest verbunden und nicht beweglich. Am Ende des Werkzeuges wird der Folienschlauch durch den Ringspalt ausgebracht.

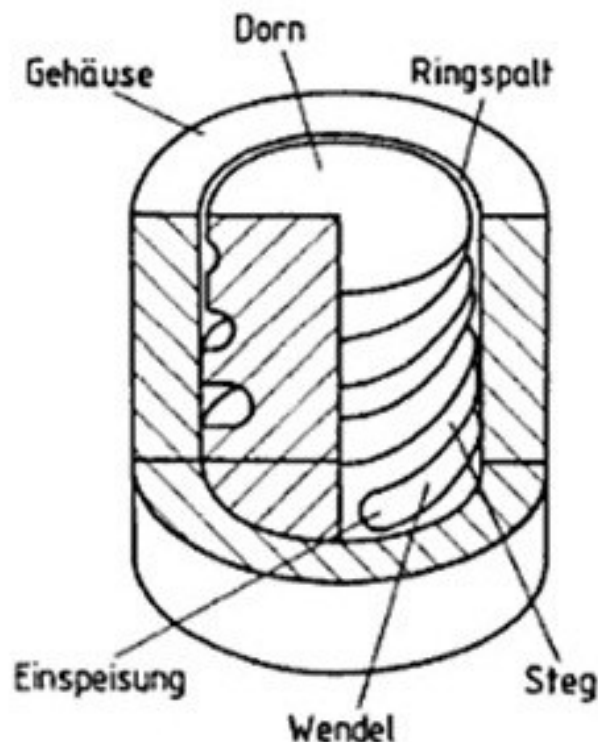


Abbildung 8: Prinzip-Skizze eines Wendelverteilers [18]

In Abbildung 9 ist ein Wendelverteiler dargestellt wie er auch zur Produktion von Folien herangezogen wird. Die unterschiedlichen Einlassöffnungen, die in den Wendeln auslaufen sind hier gut zu erkennen.

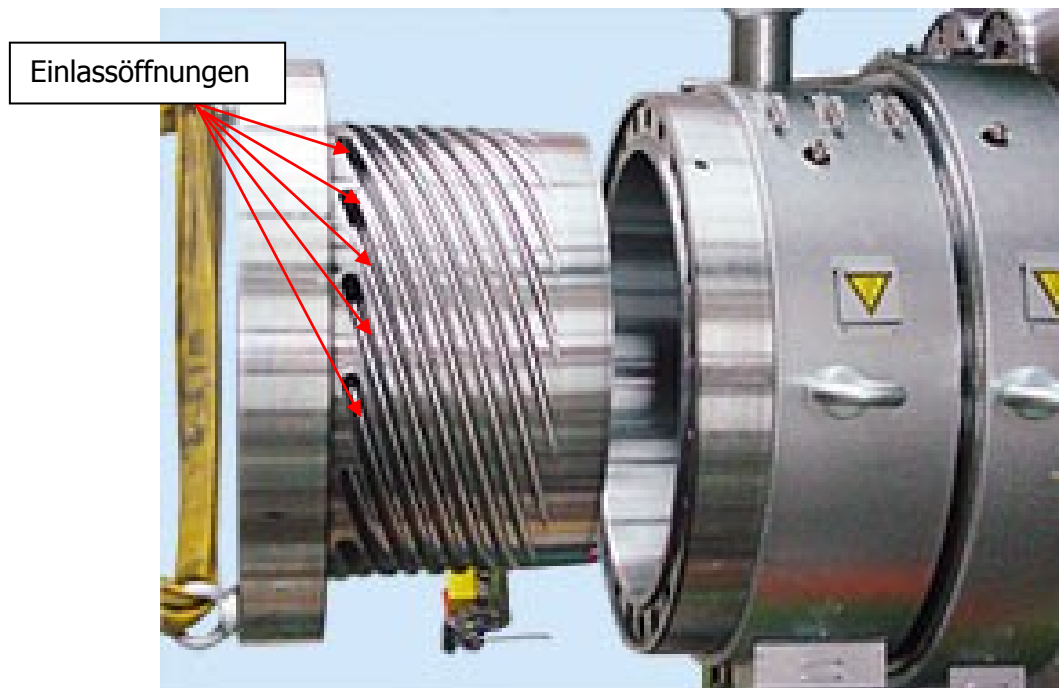


Abbildung 9: Wendelverteiler [5]

Wendelverteiler werden oft dann eingesetzt, wenn sehr dünne Profile hergestellt werden sollen, bei denen die Homogenität über den Umfang von essenzieller Bedeutung ist. Die Herstellung von Blasfolien ist genau ein solcher Fall.

2.3 Extrusion von Mehrschicht Blasfolien

Die Extrusion von Mehrschicht Blasfolien ist eine der am weitest verbreitete Herstellungsvariante von Mehrschichtfolien. Hierbei werden die unterschiedlichen Schichten in rund um einen Blaskopf aufgestellten Extrudern aufgeschmolzen, homogenisiert und dem Werkzeug zugeführt. Die eingesetzten Schnecken sind im Regelfall Standard-Dreizonenschnecken mit diversen Misch- und Scherteilen. Die Schneckengeometrie kann je nach den zu verarbeitenden Materialien abgestimmt werden, wobei jedoch meist ein Kompromiss getroffen wird, um eine möglichst große Materialvielfalt verarbeiten zu können.

Die geschmolzenen und homogenisierten Polymere werden über ein Siebfiltersystem und einen Adapter dem Blaskopf zugeführt, wo die Schmelzestränge in Form gebracht und zusammengeführt werden. Dies kann durch die in Punkt 2.2 genannten Werkzeugarten wie Pinolen-, Stegdornhalter- oder Wendelverteilerwerkzeuge realisiert werden. Aufgrund seiner ausgezeichneten rheologischen Eigenschaften werden für Blasfolien zu großen Teilen Wendelverteilerwerkzeuge eingesetzt.

Der so gefertigte mehrschichtige Schlauch wird nach dem Verlassen der Düse auf seinen Enddurchmesser aufgeblasen. Mit dem Aufblasen des Schlauches auf den gewünschten

Enddurchmesser wird die Kühlung der Folie in Gang gesetzt. Je nach Kundenanforderungen wird die Folienblase abgekühlt und im Bereich der Flachlegung nur flachgelegt oder verklebt. Die Folienblase wird sowohl von außen als auch von innen permanent mit frischer Luft gekühlt. Die gesamte Flachlegung wird während der Produktion kontinuierlich gedreht um Dickenschwankungen auszugleichen. Nach der Flachlegung durchläuft die Folie mehrere Nachfolgeeinrichtungen, wie eine automatische Dickenmessung mittels Strahlung. Neben der Dicke werden auch die Folienbreite sowie der Stippenlevel gemessen. Diese Werte werden laufend an die Steuerung übermittelt um den Prozess innerhalb der vorgegebenen Schranken regeln zu können. Nach den Nachfolgeeinrichtungen wird die Folie noch nach den Kundenanforderungen konfektioniert. Dies umfasst Corona Behandlungen sowie Zuschnitt auf die gewünschte Folienbreite. Als letzter Arbeitsschritt wird die Folie aufgerollt und auf Paletten abgelegt. Diese Prozessschritte werden in Kapitel 3.8 noch ausführlicher in Bezug auf die verwendete Anlage beschrieben. In Abbildung 10 ist eine schematische Darstellung einer solchen Extrusionsblasanlage zu sehen.

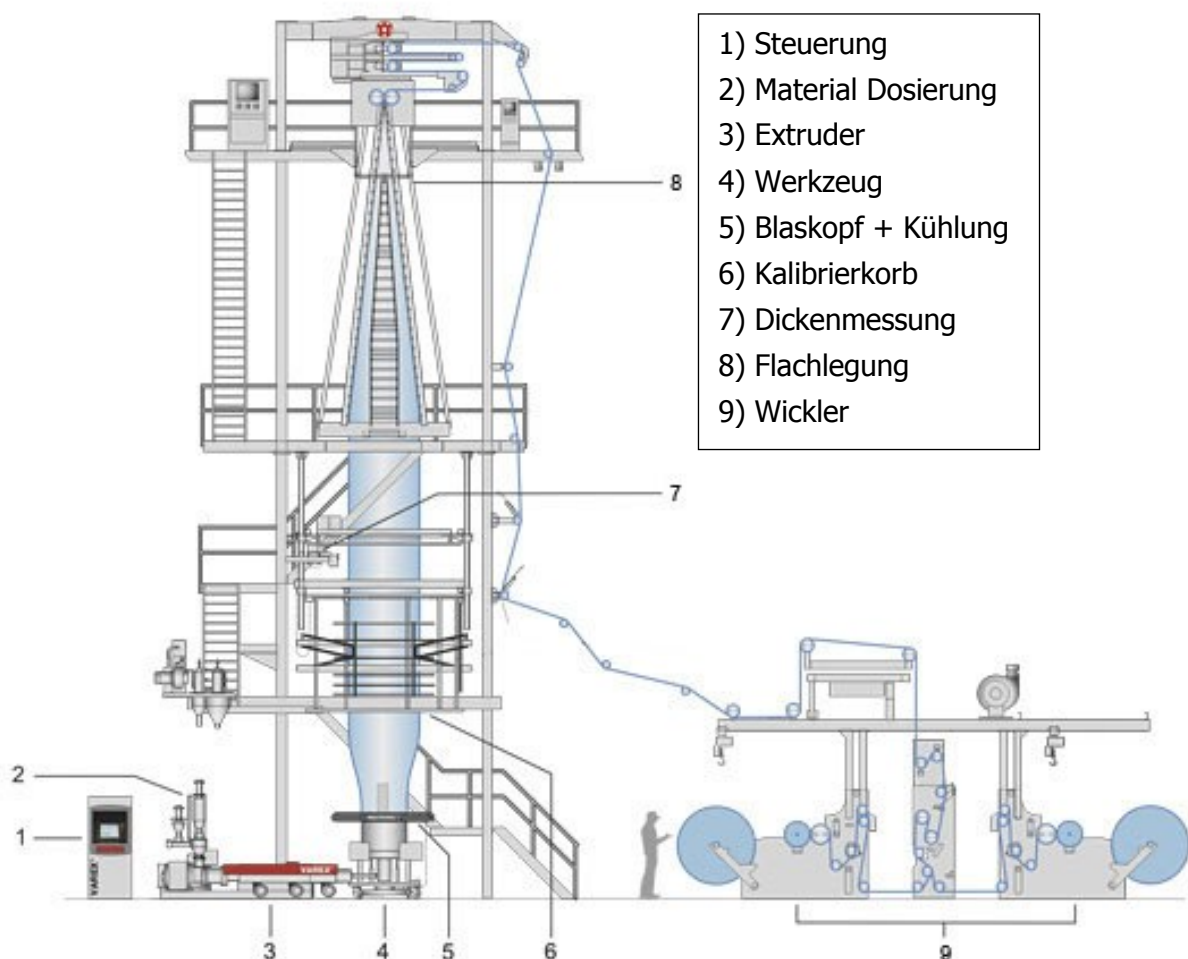


Abbildung 10: Schematische Darstellung einer Folienblasanlage [20]

2.4 Aufbau von Mehrschicht- und Barriere- Folien

Bei der Folienherstellung kann grundlegend zwischen Mono- und Mehrschichtfolien unterschieden werden. Während Monofolien in westeuropäischen Produktionsbetrieben aufgrund der hohen Produktionskosten an Bedeutung verlieren, sind Mehrschichtfolien nach wie vor aufgrund ihrer komplexen Fertigung stark konkurrenzfähig. Der Vorteil von Mehrschichtfolien liegt in der Kombination von verschiedenen Eigenschaften, wie z.B. mechanische Festigkeit, Organoleptik und Aromaundurchlässigkeit. Diese Folienverbunde besitzen somit Eigenschaften, welche mit Monofolien niemals erreicht werden könnten. Der aktuelle Stand der Technik bei Mehrschichtfolien sind fünf bis sieben Schichten, jedoch können bei Herstellern wie W&H oder KUHNE auch Anlagen mit neun bis zu elf Schichten geordert werden. Diese Anlagen sind jedoch noch wenig verbreitet.

Eine Hauptanwendung von Mehrschichtfolien sind die sogenannten Barrierefolien. Hierbei handelt es sich um Folienverbunde, bei denen zumindest eine Komponente die Aufgabe übernimmt, den von der Folie eingeschlossenen Inhalt gezielt und besser gegenüber Umwelteinflüssen, welche das Packgut negativ verändern bzw. zerstören können, zu schützen. Diese Folien werden z.B. in der Lebensmittelindustrie eingesetzt um eine Reaktion der eingeschweißten Lebensmittel mit Luftsauerstoff zu vermeiden. Bei diesen Verpackungen besteht die Außenschicht mit Füllstoffkontakt aus einem Kunststoff, welcher den Geschmack neutral hält und keinerlei Reaktion mit dem Füllmedium eingeht. Die Innenschicht besteht aus einer so genannten Barrierschicht, welche eine geringe Durchlässigkeit für Aromen und Sauerstoff bieten soll. Für diese Schicht wird sehr oft EVOH eingesetzt, da dieses Material eine sehr geringe Sauerstoffdurchlässigkeit besitzt. Bei der Außenschicht, welche keinen Kontakt mit dem Füllmedium hat, sind mechanische und optische Eigenschaften sowie die Bedruckbarkeit und die Haptik vordergründig. Aus materialspezifischen Gründen muss zum Teil zwischen diesen Schichten noch eine weitere Schicht eingebracht werden, um eine ausreichende Haftung zu erzielen. Diese Schicht wird als Haftvermittler bezeichnet und wird auf die jeweiligen Materialien abgestimmt.

Eine besondere Art der Barrierefolien finden in den so genannten BIB Folien Anwendung. Hierbei handelt es sich um Verpackungsfolien für flüssige Lebensmittel, sowie auch Chemikalien. Eine nähere Beschreibung wird in Kapitel 2.5 gegeben. Bei BIB-Folien bestehen die Außenschichten aus verschiedenen PE-Typen, welche zum einen optimale organoleptische Eigenschaften aufweisen und zum anderen hervorragende Siegeleigenschaften besitzen. Um diese Eigenschaften möglichst gut abzudecken, werden mLLDPE/LDPE mit einigen Additiven wie Verarbeitungshilfen und Antiblockmittel eingesetzt. Die Siegelschicht besteht aus einem EVOH mit einem 29 mol% Anteil an Ethylen. Diese EVOH Type hat sich in der Praxis am besten bewehrt. Da diese beiden Materialien nur schlechte Haftung zueinander aufweisen, wird mit Maleinsäure- Anhydrid modifiziertes LLDPE als Haftvermittler eingesetzt [13].

2.4.1 Linear-low-density-Polyethylen mit Metallocen Katalysator

Die Herstellung von PE mit Hilfe von Metallocen Katalysatoren ist eine relativ neue Technik bei der die Polymerisation immer von einem einheitlichen Zentrum aus abläuft. Wie in Abbildung 11 zu sehen ist, ergibt sich durch das einheitliche Zentrum eine wesentlich gleichmäßigere Polymerisationsgeschwindigkeit und somit auch eine engere Molmassenverteilung.

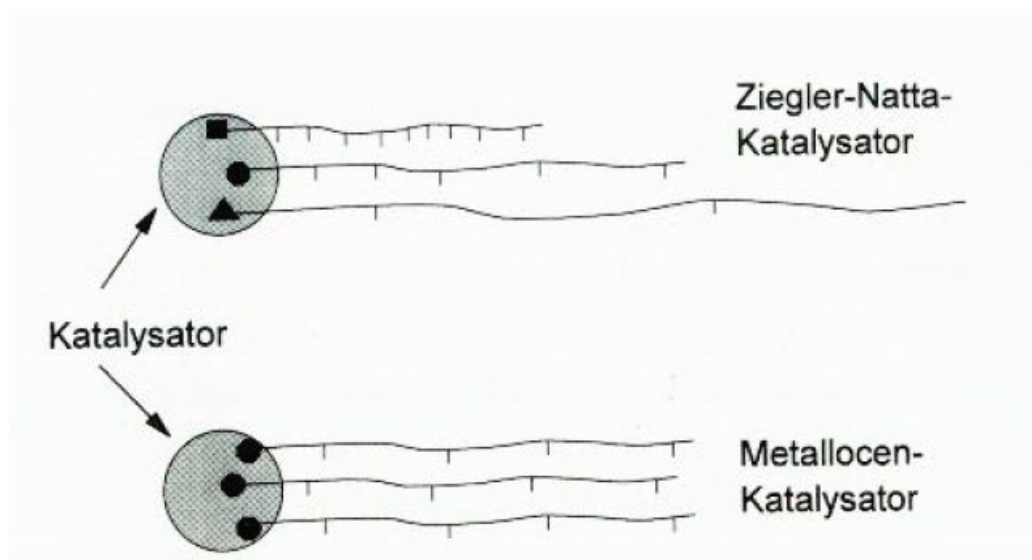


Abbildung 11: Wirkungsweise von Katalysatoren bei Olefinpolymerisation [18]

Des Weiteren lassen sich Copolymere mit sehr gleichmäßigem Comonomergehalt erzielen. Auch die Verarbeitung von Monomeren oder Monomer-Mischungen bei denen bisher keine Reaktion möglich war, ist mit Metallocen Katalysatoren möglich.

Die Metallocen Katalysatoren weisen eine sehr hohe Effektivität auf, wodurch mit nur geringen Mengen an Katalysator eine große Menge Polymer erzeugt werden kann. Aus diesem Grund ist es oft nicht nötig den Katalysator wieder aus dem Polymer zu entfernen.

Folien aus m-LLDPE (LLDPE mit Metallocen Katalysatoren hergestellt) zeigen eine wesentliche Verbesserung in den wichtigsten optischen und mechanischen Eigenschaften wie Transparenz, Steifigkeit, Stoßfestigkeit und Ausziehfähigkeit. Dies ist durch das Fehlen von Kurzkettenmolekülen und niedermolekularen Bestandteilen erreichbar. Dadurch ist auch die Wanderfähigkeit der Moleküle weitgehend eingeschränkt und somit die Organoleptik bei empfindlichen Nahrungsmittel erheblich verbessert.

Ein weiterer Vorteil der m-LLDPE ist die erhöhte Siegelnahtfestigkeit sowie das verbesserte Hot-Tack (Warmnahtfestigkeit) bei gleichzeitig geringerer Siegeltemperatur. Diese Faktoren sind besonders beim Befüllen wichtig, da die Zeiten zwischen Schweißen bzw. Siegeln und Füllen erheblich verringert werden können.

Trotz der vielen Vorteile der m-LLDPE geht die Umstellung nur sehr langsam voran, da die Verarbeitungsmaschinen erst an die neuen Materialien angepasst werden müssen [18].

2.4.2 Ethylen Vinyl Alkohol (EVOH)

EVOH wird durch die teilweise Verseifung von Vinylacetat hergestellt und weist ein polares und ein unpolares Ende auf, wodurch die Nutzung als Faserwerkstoff naheliegt. Jedoch verlor EVOH in diesem Segment mit der Entwicklung neuer Faserwerkstoffe an Bedeutung.

Heute wird EVOH sehr stark in der Verpackungsindustrie eingesetzt. Im Mehrschichtverbund mit PE-LD, PP, PA, PET lassen sich sehr gute Barriereigenschaften erzielen, wodurch sie große Anwendungsfelder in der Lebensmittelindustrie finden wie z.B. Wurstverpackungen, Getränkebeutel und Obstverpackungen [4].

In Abbildung 12 ist die Strukturformel von EVOH zum besseren Verständnis abgebildet. Hierbei ist der polare Teil jener mit der OH Gruppe und der unpolare jener mit reiner C-C Bindung.

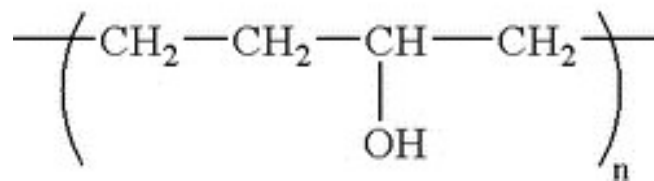


Abbildung 12: Chemischer Aufbau von EVOH [11]

2.4.3 Haftvermittler

Haftvermittler werden oft als Zwischenschicht in der Herstellung von Mehrschichtverbundfolien eingesetzt, um eine Haftung von inkompatiblen Materialien, wie EVOH und LLDPE, zu ermöglichen. Mehrschichtfolien aus diesen Materialien würden ohne Haftvermittler delaminieren. Beim Einsatz in der Lebensmittelindustrie ist darauf zu achten, dass auch die Haftvermittler, obwohl sie nicht direkt mit dem Lebensmittel in Kontakt kommen, eine Lebensmittelfreigabe besitzen.

Bei der Verarbeitung von Haftvermittlern muss darauf geachtet werden, dass sie beim Abstellen des Extruders nicht in diesem verbleiben, da sie thermisch nicht sehr stabil sind und es somit beim Aufheizen zur Beschädigung von Zylinder und Schnecke kommen kann. Der Extruder muss stets mit Polyolefinen gespült werden, da diese Materialien thermisch stabiler sind und somit die Extruderbauteile nicht gefährden [14].

In der Folienproduktion werden häufig Haftvermittlersysteme eingesetzt dessen Hauptwirkungskomponenten Anhydrid modifizierte Polyolefine sind.

2.4.4 Additive

Neben den Grundpolymeren werden bei der Verarbeitung von Kunststoffen oft Additive eingesetzt, um bestimmte Eigenschaften zu verbessern. Es können Stabilisatoren, Farbstoffe, organische und anorganische Füllstoffe, sowie Verarbeitungshilfen beigemischt werden. Während Stabilisatoren oder Farbstoffe die Anwendungseigenschaften verbessern und Verarbeitungshilfsstoffe die Verarbeitbarkeit erleichtern, gibt es auch organische und anorganische Füllstoffe die lediglich den Preis reduzieren, indem sie einen nicht unwesentlichen Teil des Verarbeitungsvolumen stellen, jedoch nicht wesentlich zu den Anwendungseigenschaften beitragen. Diese Füllstoffe sind meist wesentlich günstiger als das Grundpolymer. In der Folienindustrie, vor allem in jener für Lebensmittelfolien, werden in erster Linie Verarbeitungshilfsmittel sowie Farbstoffe zugegeben. Dabei muss darauf geachtet werden, dass sich diese in der Anwendung nicht aus der Folie lösen, sowie dass jedes Additiv für sich eine Lebensmittelzulassung besitzt.

Im Falle der BIB Folien werden folgende Additive verwendet.

Antiblock

Antiblockmittel werden zugegeben um das Verkleben der Folienbahnen zu verhindern. Die Haftung der Folienbahnen nach der Produktion miteinander kann mehrere Gründe haben. Auf der einen Seite werden durch zu glatte Folien die adhäsiven Kräfte sehr groß, auf der anderen Seite kann es passieren, dass die Folie im aufgewickelten Zustand noch etwas nachschwindet und somit auf die inneren Folienschichten aufschumpft. Dadurch bildet sich ein Vakuum zwischen den Schichten und die Folie lässt sich nur schwer abwickeln. Das Blocken der Folie kann bei der anschließenden Weiterverarbeitung Probleme durch ungleichmäßiges Abrollen verursachen. Dies wird durch die Zugabe von Antiblockmittel verhindert. Wobei es zwei unterschiedliche Kriterien für die Wirksamkeit dieser Mittel gibt, die Partikelgröße und die Anzahl der Partikel an der Folienfläche. Die Partikel wirken sozusagen als Platzhalter zwischen den Folienschichten, wodurch die Adhäsionskräfte verringert werden und Freiräume entstehen, welche das Aufbauen eines Vakuums erschweren bzw. ganz vermeiden sollen. Als Partikel werden vorwiegend Kieselsäure, Talkum und Calciumcarbonat (Abbildung 13) eingesetzt.



Abbildung 13: Talkum (1) [12], Kieselsäure (2) [10], Calciumcarbonat (3) [19]

In der Lebensmittelindustrie wird aufgrund des hohen Reinheitsgrades und der geringen Beeinflussung der optischen Eigenschaften synthetische Kieselsäure eingesetzt (Abbildung 14). Diese ist sehr fein dispergiert, wodurch es zur Absorption anderer Additive wie Gleitmittel und Antistatiker kommen kann. Führt dieser Effekt zu Problemen in der Produktion muss auf natürliche Kieselsäure zurückgegriffen werden, wodurch jedoch die optischen Eigenschaften verschlechtert werden [11].

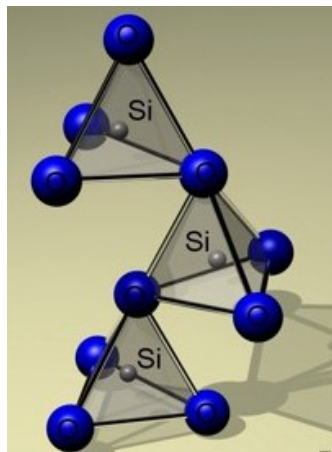


Abbildung 14: Struktur einer Kieselsäure [18]

Gleitmittel

Gleitmittel sind jene Stoffe, welche im Allgemeinen den Extrusionsprozess positiv beeinflussen, indem sie den Reibungskoeffizient zwischen Kunststoff und Werkzeug verringern und somit einen höheren Ausstoß oder eine verbesserte Qualität gewährleisten. Hierfür werden Wachse, Stearate aber auch Fluorelastomere und Fluorpolymere (PPA) eingesetzt.

PPAs werden vor allem bei der Extrusion von LLDPE eingesetzt um den Schmelzebruch zu vermeiden und den Ausstoß zu erhöhen. LLDPEs neigen zu Schmelzebruch, da sie eine hohe Affinität zu Metall im geschmolzenen Zustand aufweisen. PPAs haben jedoch eine noch viel

höhere Affinität zu Metallen als LLDPE. Aus diesem Grund wandern sie im Verarbeitungsprozess an die Randschichten und bilden dort einen dünnen Gleitfilm an dem die LLDPE Schmelze abgleiten kann. Bei neueren Anlagen sind die Werkzeuge bereits mit einer PTFE Schicht ausgekleidet, welche die Haftung von LLDPE an ihrer Oberfläche reduziert [11].

2.5 Bag in Box (BIB)

Die BIB Verpackung, wie sie in Abbildung 15 dargestellt ist, ist eine leichte und umweltfreundliche Verpackung für Flüssigkeiten. Wie der Name sagt, eine kombinierte Verpackung in der sich ein Kunststoffsack („Bag“) in einer Schachtel („Box“) befindet. Diese Art der Verpackung bietet eine Vielzahl an Vorteilen gegenüber den herkömmlichen Verpackungen wie Flaschen oder Fässern. Ein Haupteinsatzgebiet der BIB Verpackungen ist der Transport und die Lagerung von Wein, Fruchtsäften, Milchprodukten, jegliche Art von flüssigen Lebensmitteln, aber auch diverse Chemikalien oder Klebstoffe.



Abbildung 15: Bag in Box [20]

Am konkreten Beispiel des Weines können die Vorteile der BIB-Verpackung anschaulich dargestellt werden. Der erste Vorteil ist die optimale Ausnutzung des Transportvolumens im Vergleich zu anderen üblichen Verpackungsformen, wie Flaschen oder Fässer. Beim Transport mit dem LKW ist die übliche begrenzende Größe die Anzahl der zu ladenden Paletten. Somit ist die Menge an Gebinden pro Paletten die zu betrachtende Zielgröße. Im Fall von Fässern mit einem Volumen von 30 l können maximal 18 Stk. geladen werden. Dies entspricht einem Volumen von 5,4 hl, einem Leergewicht von 180 kg und einem Vollgewicht von 720 kg. Im Vergleich dazu können bei BIB Verpackungen 36 Stk. BIBs zu je 25 l auf eine Palette geladen werden. Dies entspricht einem Volumen von 9,0 hl, bei einem Leergewicht von 34,2 kg und einem Vollgewicht von 936 kg. Daraus ergeben sich die logistischen Vorteile von einer 66%igen Erhöhung der Platzausnutzung im vollen Zustand und zugleich eine Gewichtsreduktion von 81 % beim Leergewicht. Des Weiteren kann die bessere Platzausnutzung auch beim Endverkäufer als Vorteil gesehen werden, da mehr Waren in den

Verkaufsregalen gelagert werden können. In Abbildung 16 ist das Transportschema für ein besseres Verständnis grafisch dargestellt.



Abbildung 16: Transportvergleich von BIB mit Fässern [16]

Für den Endverkäufer bietet die Verpackung in BIB einen weiteren Vorteil indem die äußere Verpackung von allen Seiten optisch ansprechend gestaltet werden kann. Somit bietet sie ein ansprechendes Bild im Verkaufsraum, sowie eine wesentlich größere Werbefläche als Flaschen oder Dosen.

Nach dem Verkauf an den Endkunden können weitere Vorteile dieser Verpackung genannt werden. Im Fall von Wein oder Fruchtsäften kann nach Öffnen der Verpackung eine wesentlich längere Haltbarkeit der Produkte erreicht werden, da beim Entleeren kein Sauerstoff in den „Bag“ rückströmt und somit, im Gegensatz zu anderen Verpackungen, der Kontakt mit dem Luftsauerstoff auf ein Minimum reduziert werden kann. Somit tritt das Verderben wesentlich langsamer ein als dies bei anderen Verpackungen der Fall ist.

Ein zu erwähnender Vorteil der BIB Verpackung ist die lose Einbettung des „Bags“ in die „Box“, wodurch der Karton z.B. bei einem Sturz vom Küchentisch die Kraft und Deformation aufnehmen kann und somit der Foliensack nicht beschädigt wird.

Ein weiterer Vorteil dieser Verpackung ist die bessere Ökobilanz im Vergleich mit anderen Verpackungen. Diese ergibt sich aus mehreren Faktoren, wie dem geringeren Materialaufwand in der Verpackungsproduktion, dem geringeren Leergewicht, dem Wegfallen von Reinigungsschritten der Leergebinde und dem besseren Recycling durch Trennung von Karton und Kunststoff. Eine ausführliche Ökobilanz kann auf der Webseite von Performance BIB gefunden werden [19, 16].

2.6 Stippen

Stippen sind Verunreinigungen oder nicht aufgeschmolzene hochmolekulare Partikel, welche in der Verarbeitung auftreten und zu Fehlern und Löchern in der Folie führen können. Das Auftreten von Stippen kann laut Literatur folgende Ursachen haben:

- Verunreinigungen wie Staub oder Schmutzteilchen
- Vernetzte oder besonders hochmolekulare Bestandteile im Material
- Durch falsche Temperaturführung oder nicht geeignete Rezepturen kann es zu hoher thermischer Belastung und somit zum Abbau des Materials kommen. Dies tritt oft bei regeneriertem Material auf.
- Verschmutzung der Düse
- Schlechte Verteilung von Füllstoffen

Stippen können laut Literatur durch geeignete Prozessführung vermieden werden, jedoch wird in der Literatur nicht darauf hingewiesen, wie die Prozessführung gestaltet werden muss um ein optimale Ergebnisse zu erzielen.

Des Weiteren haben gewisse Materialien eine höhere Neigung Stippen zu bilden. Eine Aussage über den Grund oder den Einfluss von thermischen oder rheologischen Eigenschaften wird in der Literatur nicht gegeben [12].

In der Firma MONDI Napiag GmbH wurden zu diesem Thema, im Zuge des Qualitätsmanagements, die auftretenden Stippen in Fehlerklassen unterteilt, um je nach Kunden die zu akzeptierende Menge an Stippen quantifizierbar zu machen. Es hat sich gezeigt, dass eine Produktion gänzlich ohne Stippen bei bestimmten Materialien technisch nach dem heutigen Wissensstand nicht möglich ist. Da die Qualitätsansprüche an die Folien vor allem in der Lebensmittelindustrie jedoch stark steigen, werden immer geringere Stippenlevel akzeptiert.

2.7 Rheometrie

Die Rheometrie ist die Kunde über die Fließeigenschaften von Materialien. Eine der wichtigsten Größen in der Rheometrie ist die Viskosität. Sie ist ein Maß dafür wie die Schubspannung mit der Schergeschwindigkeit zusammenhängt. Das bedeutet ganz allgemein wie die Fließneigung des Materials aussieht. Bei der einfachsten Form, dem newtonschen Fluid, herrscht ein linearer Zusammenhang, jedoch sind die anderen Viskositätsarten mathematisch sehr schwer bis gar nicht durchgängig beschreibbar.

Wie in Abbildung 17 gesehen werden kann unterscheiden sich die verschiedenen Viskositätsarten grundlegend in ihrem Verhalten bei einer Veränderung der Schergeschwindigkeit. So ist bei strukturviskosen Proben ein Abfall der Schubspannung bei höheren Schergeschwindigkeiten festzustellen. Dadurch kann das Material leichter fließen. Bei dilatanten Proben steigt die tatsächliche Fließkurve stärker als die lineare Approximation. Dadurch wird das Fließen bei höheren Schergeschwindigkeiten erschwert. Eine Sonderform der Fluide stellt das so genannte Bingham Fluid dar. Dieses Fluid verhält sich im Ruhezustand wie ein Festkörper und erst nach Überschreiten einer bestimmten Grenzschubspannung τ_0 wie eine Flüssigkeit. In Abbildung 17 ist ein Bingham Fluid mit linearer Fließkurve abgebildet.

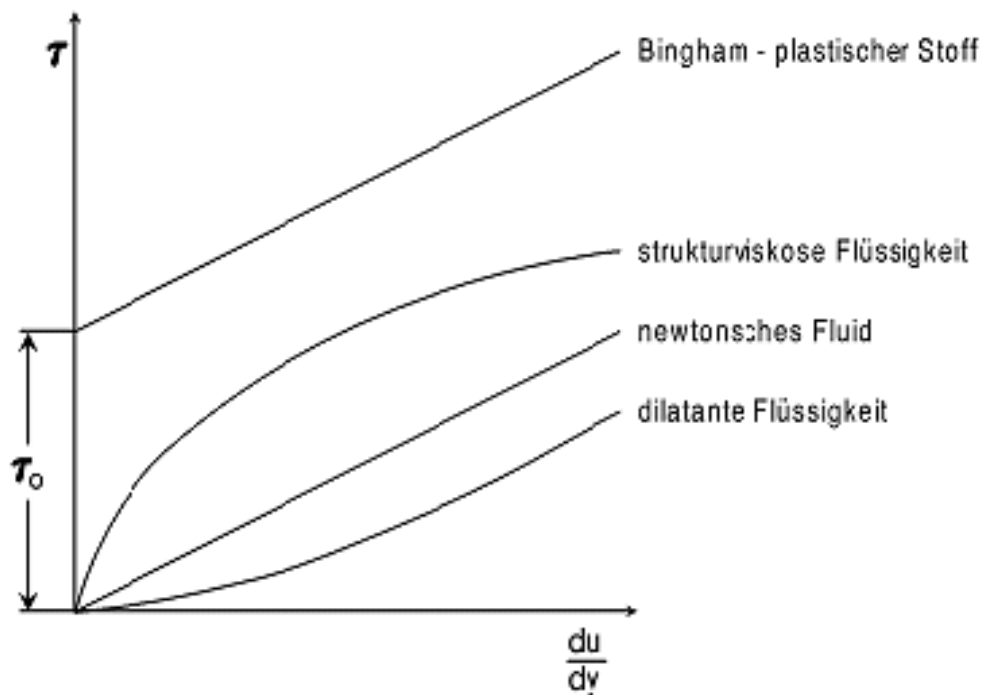


Abbildung 17: Fließkurven der unterschiedlichen Viskositätsklassen [16]

Neben dem Bingham Fluid mit linearer Fließkurve können auch alle anderen Viskositätsarten als Bingham Fluid auftreten. In Tabelle 1 können einige Beispiele für Flüssigkeiten der unterschiedlichen Viskositätsarten gesehen werden.

Tabelle 1: Beispiele Viskositätsarten

Viskositätsart	Beispiel
Newtonsches	Wasser
Strukturviskos	Kunststoffe
Dilatant	Stärkebrei
Bingham	Bohrschlamm für Ölbohrungen, Zahnpaste

Wie in Tabelle 1 zu sehen ist, weisen Kunststoffe ein strukturviskoses Verhalten auf.

Zur Bestimmung der Viskosität wurden unterschiedliche Rechenmodelle und Messmethoden entwickelt. Alle von ihnen decken nur einen bestimmten Bereich der Viskositätskurve ab. In Abbildung 18 sind die unterschiedlichen Rheometertypen mit den von ihnen abgedeckten Schergeschwindigkeiten dargestellt.

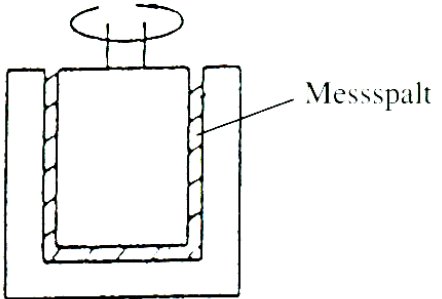


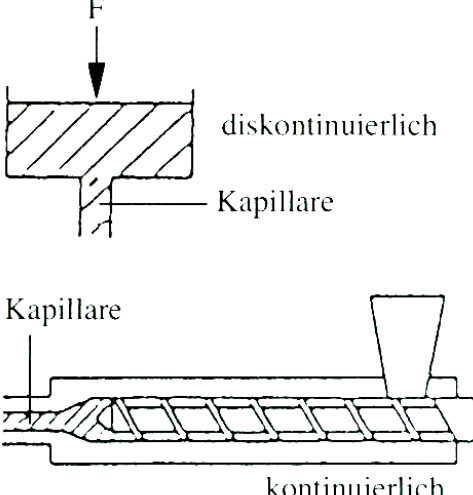
<p>Rotations-Rheometer</p>  <p>Koaxiale Zylinder Searl- bzw. Couette-Rheometer</p>  <p>Parallel-Platten-Rheometer</p>  <p>Kegel-Platte-Rheometer</p>	<p>experimentell erfassbarer Schergeschwindigkeitsbereich</p> <p>$(10^{-2} \text{ bis } 10^2) \text{ s}^{-1}$</p>	<p>zu ermittelnde Materialfunktionen</p> <p>rotierender Betrieb: $\tau, \eta = f(\rho, T, \dot{\gamma}, t)$</p> <p>oszillierender Betrieb: $\eta', \eta''; G', G''$</p> <p>rotierender Betrieb: $\tau, \eta, \sigma = f(\rho, T, \dot{\gamma}, t)$</p> <p>oszillierender Betrieb: $\eta', \eta''; G', G''$</p>																																	
<p>Kapillar-Rheometer</p>  <p>Kapillare</p> <p>Kapillare</p>	<p>$(10^{-2} \text{ bis } 10^5) \text{ s}^{-1}$</p>	<p>$\tau, \eta, \sigma = f(\rho, T, \dot{\gamma})$</p> <table border="1" data-bbox="742 1120 1364 1512"> <tr> <td>ρ</td> <td>= Druck</td> <td>Pa</td> </tr> <tr> <td>t</td> <td>= Zeit</td> <td>s</td> </tr> <tr> <td>T</td> <td>= Temperatur</td> <td>°C</td> </tr> <tr> <td>σ</td> <td>= Zugspannung</td> <td>Pa</td> </tr> <tr> <td>τ</td> <td>= Schubspannung</td> <td>Pa</td> </tr> <tr> <td>γ</td> <td>= Scherung</td> <td>m</td> </tr> <tr> <td>$\dot{\gamma}$</td> <td>= Schergeschwindigkeit</td> <td>$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$</td> </tr> <tr> <td>$\eta$</td> <td>= Viskosität</td> <td>$\text{Pa} \cdot \text{s}$</td> </tr> <tr> <td>G</td> <td>= Schubmodul</td> <td>Pa</td> </tr> <tr> <td>$\eta'; G'$</td> <td>= elastischer Anteil</td> <td>$\text{Pa} \cdot \text{s}$</td> </tr> <tr> <td>$\eta''; G''$</td> <td>= viskoser Anteil</td> <td>$\text{Pa} \cdot \text{s}$</td> </tr> </table>	ρ	= Druck	Pa	t	= Zeit	s	T	= Temperatur	°C	σ	= Zugspannung	Pa	τ	= Schubspannung	Pa	γ	= Scherung	m	$\dot{\gamma}$	= Schergeschwindigkeit	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	η	= Viskosität	$\text{Pa} \cdot \text{s}$	G	= Schubmodul	Pa	$\eta'; G'$	= elastischer Anteil	$\text{Pa} \cdot \text{s}$	$\eta''; G''$	= viskoser Anteil	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
ρ	= Druck	Pa																																	
t	= Zeit	s																																	
T	= Temperatur	°C																																	
σ	= Zugspannung	Pa																																	
τ	= Schubspannung	Pa																																	
γ	= Scherung	m																																	
$\dot{\gamma}$	= Schergeschwindigkeit	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$																																	
η	= Viskosität	$\text{Pa} \cdot \text{s}$																																	
G	= Schubmodul	Pa																																	
$\eta'; G'$	= elastischer Anteil	$\text{Pa} \cdot \text{s}$																																	
$\eta''; G''$	= viskoser Anteil	$\text{Pa} \cdot \text{s}$																																	

Abbildung 18: Rheometertypen und Rechenmodelle [13]

Die Rotationsrheometer werden hauptsächlich zur Bestimmung der Viskosität bei geringen Schergeschwindigkeiten eingesetzt. Durch ihre Bauform ist es möglich die Viskosität mit hoher Genauigkeit in diesen Schergeschwindigkeitsbereichen zu bestimmen. Bei hoher Geschwindigkeit kann es jedoch zu erhöhten Störeinflüssen kommen, wodurch die Genauigkeit abnimmt. Bei den Kapillar-Rheometern ist dieser Effekt genau gegenläufig. Das

bedeutet, dass die Genauigkeit bei höheren Schergeschwindigkeiten besser ist als bei niedrigen. Diese Rheometer beschreiben jene Schergeschwindigkeitsbereiche die z.B. bei der Extrusion auftreten sehr gut, da im Regelfall in der Anwendung ebenfalls Masse durch einen mehr oder weniger engen Spalt (Kapillare) gepresst wird. Für eine ganzheitliche Bestimmung der rheologischen Eigenschaften ist es jedoch nötig Messungen mit beiden Rheometertypen durchzuführen. Die Viskositätskurven aus den unterschiedlichen Rheometertypen können im Anschluss in eine Viskositätskurve zusammengefasst werden. Dies wird durch die Zusammenführung der Ergebnisse in einem Diagramm und der Darstellung der für jedes Messverfahren optimalen Schergeschwindigkeiten. Dadurch entsteht eine durchgängige Viskositätskurve aus mehreren Rheometermessungen. Diese Zusammenführung ist jedoch nur zulässig wenn die so genannte Cox-Merz Regel (Formel 9) erfüllt ist, welche besagt dass die Schergeschwindigkeit und die Winkelgeschwindigkeit gleich betrachtet werden kann wenn die Viskosität η gleich der komplexen Viskosität η^* ist. Das bedeutet die Viskositätskurven aus dem stationären und dem dynamischen Versuch müssen sich schneiden.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta^*(\omega) \quad \dot{\gamma} = \omega \quad (9)$$

2.8 Differential Scanning Calorimetry (DSC) [8]

DSC Messungen beruhen auf der unterschiedlichen Wärmeaufnahme einer Probe im Vergleich zu einer Referenz während eines kontrollierten Aufheiz- oder Abkühlprozesses.

DSC kann in folgenden Bereichen als Testmethode herangezogen werden:

- Charakterisierung von Materialien
- Vergleich und Bestimmung von Materialqualitäten
- Stabilitätsuntersuchungen
- Ermittlung von Phasendiagrammen
- Sicherheitsuntersuchungen
- Ermittlung der Wärmekapazität und der komplexen Wärmekapazität

Grundlegend können DSC Messmethoden in zwei unterschiedliche Verfahren unterteilt werden, die Temperaturänderungs-DSC und die Energiekompensations-DSC.

Das Messprinzip der Variante der Temperaturänderung beruht darauf, dass der Wärmeaustausch mit der Umgebung über einen streng definierten Pfad erfolgt. Die primäre Messgröße ist die Temperaturänderung der Tiegel als Resultat der Wärmeaufnahme.

In Abbildung 19 ist eine Temperaturänderungs-DSC mit „disktype measuring system“ dargestellt. Hierbei handelt es sich um eine Möglichkeit, die Temperatur in die Probe einzubringen. Diese Variante zeichnet sich durch eine einfache Realisierung bei hoher Sensibilität aus. Es werden zur Untersuchung nur kleine Probenmengen benötigt. Ein Nachteil dieser Variante ist die begrenzte Aufheiz- und Kühlrate. Im linken Teil der Abbildung ist die Messkammer dargestellt, in welcher sich der Referenztiegel R und der Probentiegel S (sample) befinden. Beide Tiegel liegen im Probenraum, welcher thermisch isoliert ist um Umwelteinflüsse zu verringern. Auf die genaue Regelanordnung soll hier nicht näher eingegangen werden. Im rechten Teil der Abbildung ist eine schematische Messkurve dargestellt. Es wird der Wärmefluss über die Zeit dargestellt.

Die in dieser Arbeit dargestellten DSC Messungen wurden mit dieser Messmethode bestimmt.

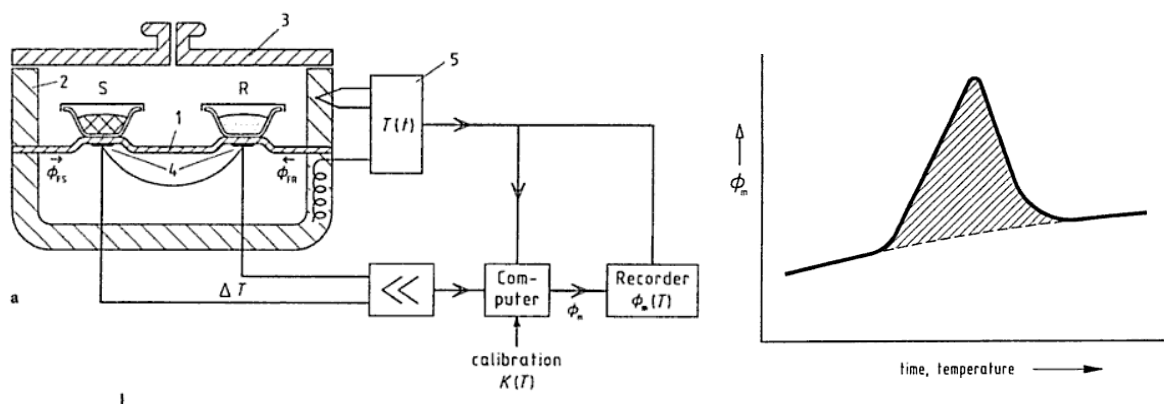


Abbildung 19: Temperaturänderungs-DSC mit Disk-Type measuring System [8]

Bei der Messmethode der Energiekompensation wird versucht, die Probe (S) im gleichen Maß zu erwärmen wie die Referenz (R). Dazu werden die Proben, wie in Abbildung 20 zu sehen, in zwei separate Aluminiumblöcke gestellt und mittels Draht 1 erwärmt. Draht 2 dient als Thermoelement und detektiert die Temperaturzunahme in den beiden Kammern. Durch eine erhöhte Wärmeaufnahme der Probe muss ihrem Heizdraht mehr Leistung zugeführt werden. Diese Differenz ist die Messgröße in diesem Versuch.

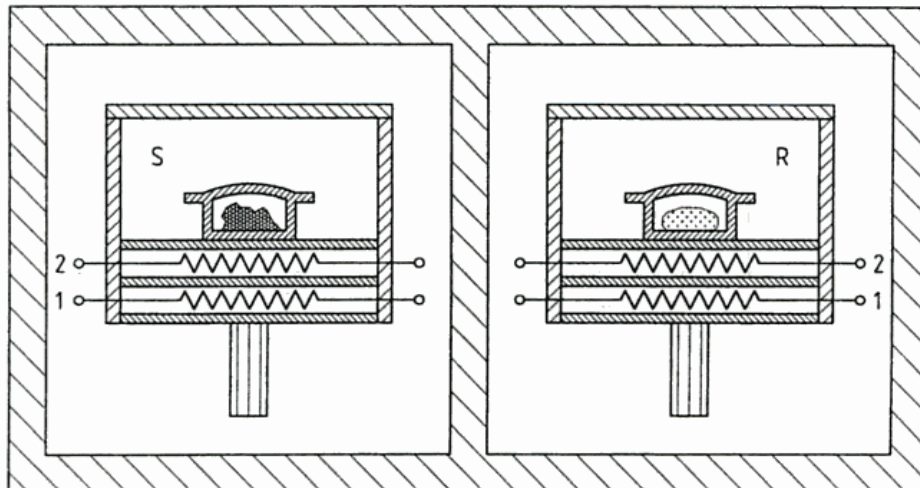


Abbildung 20: Prinzipskizze der Energiekompensations-DSC [8]

Neben den oben genannten DSC-Typen können auch Kombinationen dieser Typen für spezielle Anwendungen herangezogen werden.

2.9 Mikroskopie

2.9.1 Probenvorbereitung (Mikrotomschnitt)

Mikrotomschnitte werden eingesetzt um den genauen Aufbau oder das Innere von kleinen Objekten analysieren zu können. Bei Folien werden Mikrotomschnitte eingesetzt um den genauen Folienaufbau kontrollieren zu können. Hierzu wird die Folie in einen Objektträger eingespannt und an einer Seite mittels eines scharfen Schnittes auf Länge abgeschnitten. Die so entstandene scharfe Kante kann anschließend mittels Mikroskop untersucht werden. Neuere digitale Mikroskope sind oft mit einer Kamera ausgestattet, wodurch die Bilder am PC ausgewertet werden können. In Abbildung 21 ist ein solches Mikrotom Gerät abgebildet. Wobei (1) hier die eingespannte Probe ist und (2) die Klinge für den Schnitt.

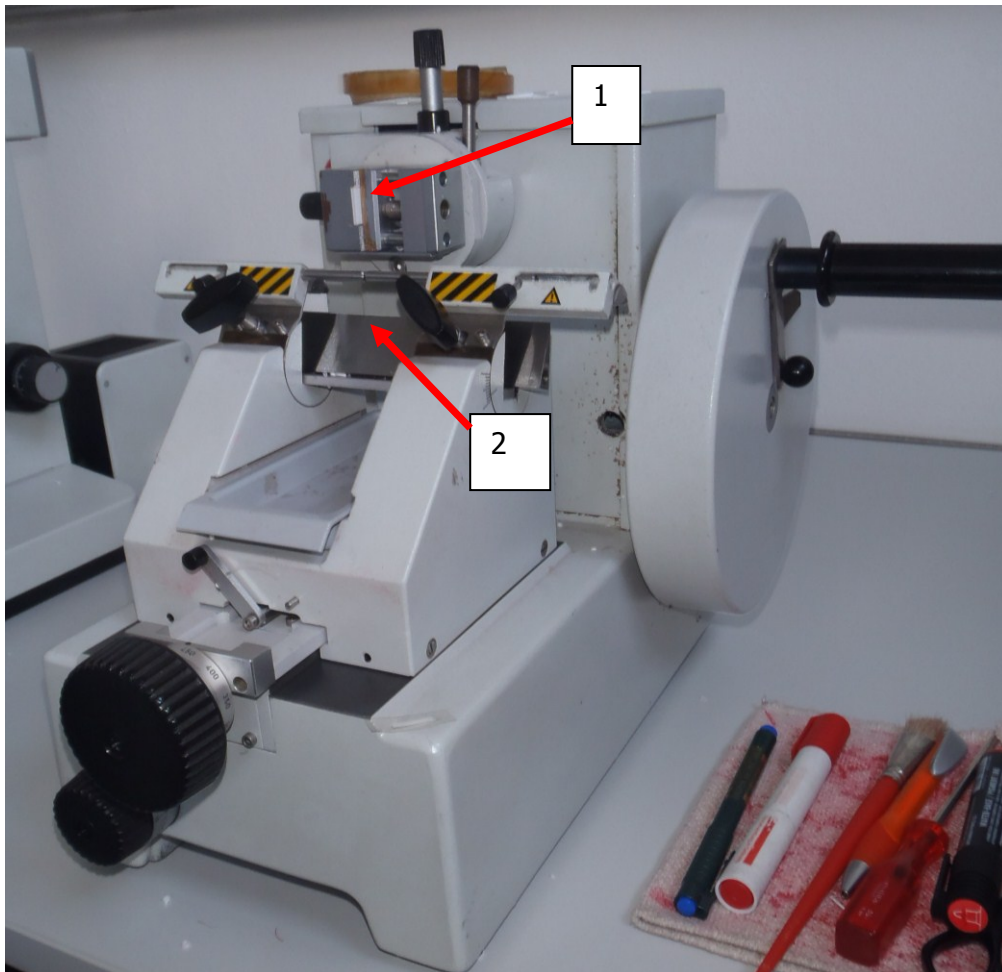


Abbildung 21: Gerät für Mikrotomschnitt mit Probe

Bei der Untersuchung von Folien wird nicht die Probe im Probenhalter sondern der Schnitt untersucht.

2.9.2 Durchlichtmikroskopie

Der mittel Mikrotomschnitt vorbereitete Folienschnitt wird auf einem Objektträger fixiert. Dies wird so realisiert, dass ein transparentes Klebeband auf die Probe geklebt und anschließend ein weiterer Schnitt durchgeführt wird. Der Schnitt wird unter Zuhilfenahme des Klebestreifens auf einen Objektträger geklebt und mittels Durchlichtmikroskop untersucht. Mittels digitaler Fotos ist es möglich die genaue Dickenverteilung zu bestimmen, sowie Fehlstellen zu vermessen.

2.10 Raman Spektroskop

Bei der Raman Mikroskopie werden Proben mittels eines monochromen Lasers belichtet. Ein Großteil der Lichtintensität wird dabei gestreut und nur ein sehr geringer Teil des Lichtes

wird mit dem so genannten Raman Effekt gestreut. Durch den Raman Effekt ist es möglich Rückschlüsse auf das Material und den Kristallinitätsgrad zu schließen.

Der Raman-Effekt [3]

Bestrahlt man Moleküle mit monochromatischem Licht, so wird das eingestrahlte Licht gestreut. Nach Zerlegung des Streulichtes zeigen sich neben der intensiven Spektrallinie der Lichtquelle zusätzliche Spektrallinien, die gegenüber der Frequenz der Lichtquelle verschoben sind. Die letzteren Linien nennt man Raman-Linien. Sie sind nach dem indischen Physiker Chandrasekhara Venkata Raman benannt, der im Jahr 1928 als erster über die experimentelle Entdeckung dieser Linien berichtete.

Moleküle und Molekülgitter führen stets Schwingungen aus. Die Wechselwirkung von Licht mit Molekülen und Molekülgittern kann als ein Stoßvorgang angesehen werden. Dabei ergeben sich die folgenden Möglichkeiten:

Beim elastischen Stoß eines Photons bestimmter Energie (grüner Pfeil siehe Abbildung 22) mit einem Molekül verändert sich der Energiezustand des Moleküls nicht. Auch die Frequenz der Streustrahlung verändert sich nicht zur Frequenz der Lichtquelle. Diese Streuung wird als Rayleigh-Streuung bezeichnet.

Die beiden anderen Möglichkeiten stellen den Raman-Effekt dar, der als unelastischer Stoß zwischen einem Photon und einem Molekül aufgefasst werden kann. Die Energie, die dabei abgegeben oder aufgenommen wird, entspricht der Differenz zwischen zwei Energieniveaus einer Molekülschwingung.

Energieerhöhung

Bei der Energieerhöhung besitzt das Molekül nach dem Stoß eine höhere Schwingungsenergie. Das Streulicht ist dabei energieärmer geworden (roter Pfeil siehe Abbildung 22) und weist damit eine geringere Frequenz auf. Die beobachtbaren Spektrallinien werden als Stokes-Linien bezeichnet.

Energieminderung

Bei der Energieminderung besitzt das Molekül nach dem Stoß eine niedrigere Schwingungsenergie. Die Energie des gestreuten Lichts ist dabei größer geworden (blauer Pfeil siehe Abbildung 22) und weist eine höhere Frequenz auf. Die beobachtbaren Spektrallinien werden als Anti-Stokes-Linien bezeichnet. Dieser Fall ist nur möglich, wenn das Molekül vor dem Stoß sich in einem höheren Energiezustand befindet.

Wie in Abbildung 22 zu sehen ist kann bei der Raman-Streuung die Wellenlänge des eingestrahnten Lichts (grüner Pfeil) entweder zum langwelligen Spektralbereich (Stokes-

Raman-Streuung: roter Pfeil) bzw. zum kurzwelligeren Spektralbereich (Anti-Stokes-Raman-Streuung: blauer Pfeil) verschoben sein. S_0 , N_0 : elektronischer bzw. Schwingungsgrundzustand; S_1 , N_1 : 1. elektronischer- bzw. schwingungsangeregter Zustand.

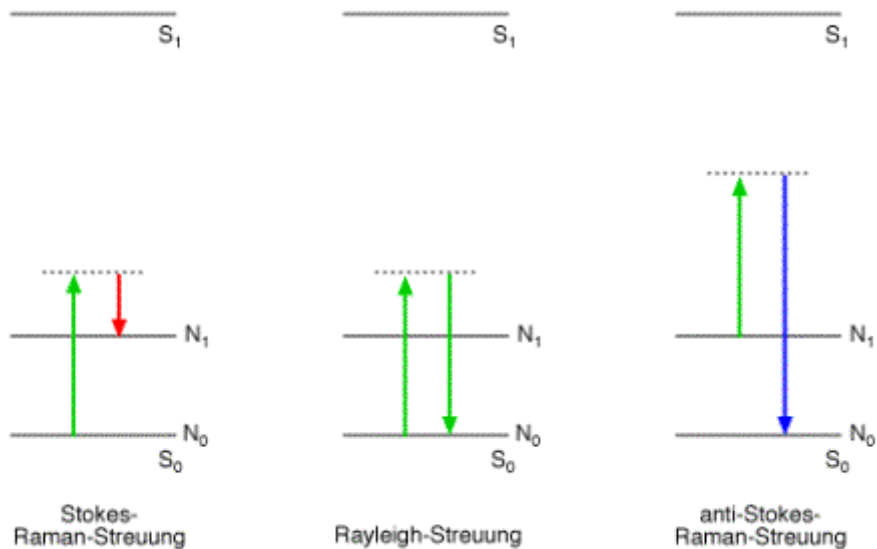


Abbildung 22: Schematische Darstellung der Energiezustände bei der Rayleigh- und Raman-Streuung [3]

Ein Raman-Spektrometer besteht üblicherweise aus mindestens 4 Elementen. In Abbildung 23 ist der prinzipielle Aufbau eines solchen Raman Spektrometers dargestellt. In dieser Abbildung sind einige der Grundbestandteile etwas feiner aufgeteilt.

- Monochromatische Lichtquelle (Laser)
- Probenkammer und Sammelohtik (Sample)
- Einheit für die spektrale Zerlegung des Lichts (Holographic beam Splitter, High efficiency filter)
- Detektor (Spectrometer, CCD)

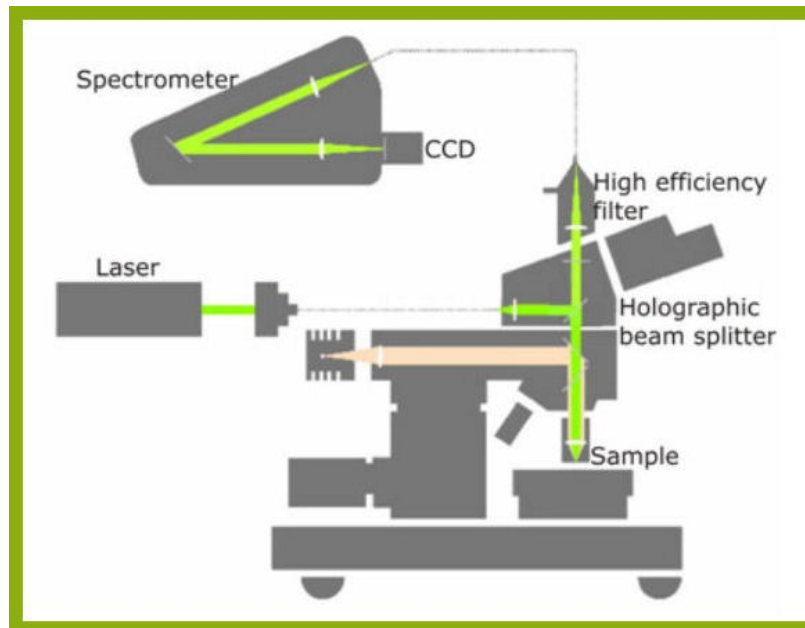


Abbildung 23: Prinzipieller Aufbau eines Raman Spektroskops [17]

Eine hohe Empfindlichkeit wird durch die hohe Beleuchtungsstärke eines fokussierten Laserstrahls, durch gute Sammeleigenschaften für das Raman-Streulicht, durch einen hohen Lichtdurchsatz der Optik und durch einen empfindlichen Detektor erreicht. Das gesamte System wird durch einen Computer gesteuert. Dieser stellt zudem die Raman-Spektren oder direkt das Ergebnis einer spektralen Auswertung dar.

Raman-Spektren können bei nahezu jeder Anregungswellenlänge erzeugt werden. Die Auswahl der Wellenlänge hängt vom verfügbaren Laser und von der erforderlichen Empfindlichkeit der Analyse ab. Die Raman-Streuintensität ist umgekehrt proportional abhängig von der vierten Potenz der Anregungswellenlänge. Darüber hinaus kann bei bestimmten Anregungswellenlängen der Resonanz-Raman-Effekt genutzt oder Fluoreszenz vermieden werden.

Laser stehen vom ultravioletten (UV) über den sichtbaren (VIS) bis hin zum nahen infraroten (NIR) Spektralbereich zur Verfügung. Eine hohe Empfindlichkeit des Raman-Spektrometers wird erst durch einen für den Spektralbereich passenden Detektor erzielt. Für den sichtbaren Spektralbereich werden üblicherweise auf Silizium aufgebaute CCD-Detektoren verwendet. Im NIR werden Raman-Spektren mit Indium-Gallium-Arsenid (InGaAs) oder Germanium-Detektoren aufgezeichnet.

Mit einem NIR-Laser ist die Raman-Streuintensität um mindestens den Faktor 1/4 verringert. Zusätzlich sind für die grundsätzlich geringe Intensität der Raman-Streuung InGaAs- und Germanium-Detektoren weniger empfindlich als CCD-Detektoren. Interferometerbasierte Spektrometer können gegenüber dispersiven Spektrometern, die auf Gittern oder Filtern

basieren, einen Teil dieser Einbußen ausgleichen. Das Raman-Spektrum wird dabei über eine Fourier-Transformation (FT) aus dem Interferogramm berechnet.

Üblicherweise werden für verdünnte Bestandteile in Mischungen und Lösungen, für schwach streuende oder temperaturempfindliche Proben dispersive CCD/Diodenlaser-System bevorzugt. Allerdings bieten die FT-Raman-Systeme eine bessere Wellenlängengenauigkeit, einen größeren Spektralbereich und eine höhere Auflösung. Zudem weisen sie in der Regel weniger Störungen durch Fluoreszenz auf, besonders wenn die Anregung bei letztlich 1064 nm erfolgt.

Folglich hängt die Wahl des Spektrometertyps im Wesentlichen von der Probenart ab [3].

2.11 Faktorenversuchsplan

Faktorenversuchspläne werden erstellt, um den Einfluss unterschiedlicher Prozessgrößen, weiter als Faktoren bezeichnet, auf eine bestimmte Zielgröße mit möglichst geringem Aufwand zu erhalten. Dazu werden z.B. bei einem 2^n -Versuchsplan von jedem der n Faktoren zwei Stufen festgelegt, eine hohe und eine niedrige. Dabei ist stets zu beachten, dass alle Kombinationen der Faktoren auch technisch realisierbar sind, um einen vollständigen Versuchsplan aufzeichnen zu können. Die Auswertung der Zielgrößen ergibt sogenannte Haupteffekte sowie Wechselwirkungen.

Unter einem Haupteffekt versteht man die mittlere Wirkung eines Faktors auf die Zielgröße, wenn man von der unteren Stufe des Faktors auf die obere Stufe übergeht.

Unter Wechselwirkung zweier Faktoren versteht man den kombinierten Einfluss zweier Faktoren. Es beschreibt wie sich der Einfluss des ersten Faktors unter Veränderung des zweiten verändert und umgekehrt.

Es können unterschiedliche Arten von Faktorenversuchsplänen erstellt werden, die sich nach Art der Berechnung, Anzahl der Parameter sowie dem Aufwand unterscheiden.

Ein Standardbeispiel für einen 2^3 -Faktorenversuchsplan sieht wie in Tabelle 2 abgebildet aus. Ein Minus (-) kennzeichnet dabei die niedrige Stufe, ein Plus (+) die hohe Stufe.

Um den Einfluss systematische Fehler möglichst gering zu halten werden die Versuche idealer Weise zufällig angeordnet und produziert. Aus Prozesstechnischen Gründe ist dies jedoch nicht immer möglich. In solchen Fällen wird oft versucht, den Versuchsplan mit möglichst geringen umstellaufwand zu realisieren. Meist werden die trügsten Parameter am seltensten verändert [9].

Tabelle 2: Vollständiger 2³-Faktorenversuchsplan [9]

Versuchs Nr.	Einflussgröße (Faktor)		
	A	B	C
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

Aus den so gewonnenen Werten können die Einflussgrößen wie in Formel (2) – (4) wie folgt berechnet werden. Die Ergebnisse der unterschiedlichen Einstellungen (1 - 8) des Versuchsplanes werden in dieser Berechnung mit $y_1 - y_8$ bezeichnet [9].

$$\text{Effekt}(A) = \frac{y_2 + y_4 + y_6 + y_8}{4} - \frac{y_1 + y_3 + y_5 + y_7}{4} \quad (1)$$

$$\text{Effekt}(B) = \frac{y_3 + y_4 + y_7 + y_8}{4} - \frac{y_1 + y_2 + y_5 + y_6}{4} \quad (2)$$

$$\text{Effekt}(C) = \frac{y_5 + y_6 + y_7 + y_8}{4} - \frac{y_1 + y_2 + y_3 + y_4}{4} \quad (3)$$

Die Wechselwirkungen werden analog wie in Formel (5) - (8) berechnet:

$$\text{Wechselwirkung } AB = \frac{y_1 + y_4 + y_5 + y_8}{4} - \frac{y_2 + y_3 + y_6 + y_7}{4} \quad (4)$$

$$\text{Wechselwirkung } BC = \frac{y_1 + y_2 + y_7 + y_8}{4} - \frac{y_3 + y_4 + y_5 + y_6}{4} \quad (5)$$

$$\text{Wechselwirkung } AC = \frac{y_1 + y_3 + y_6 + y_8}{4} - \frac{y_2 + y_4 + y_5 + y_7}{4} \quad (6)$$

$$\text{Wechselwirkung } ABC = \frac{y_2 + y_3 + y_5 + y_8}{4} - \frac{y_1 + y_4 + y_6 + y_7}{4} \quad (7)$$

Die so errechneten Effekte geben Aufschluss darüber wie stark die einzelnen Faktoren Einfluss auf die Zielgröße besitzen. Das bedeutet bei Effekt(A)= 1 wird bei der Steigerung der Faktor A um Eins die Zielgröße ebenso um Eins erhöht. Bei Effekt(A)= -1 wird bei Erhöhung der Faktor A um Eins die Zielgröße um Eins verringert. Bei den Wechselwirkungen ist wird ähnlich vorgegangen, nur wird hierbei betrachtet wie stark sich die Zielgröße verändert, wenn man zwei Faktoren zugleich verändert. Somit können verstärkende und abschwächende Wechselwirkungen ermittelt werden.

3 Experimentelles

3.1 Verwendete Materialien

Die folgenden Materialien wurden im Zuge dieser Arbeit untersucht und in den Folienverbund eingebaut. Die Bezeichnungen sind firmeninterne Codes, da die genauen Materialkombinationen der Geheimhaltung unterliegen.

M10

Hierbei handelt es sich um ein auf Ethylen basierendes, mit Hilfe von „metallocen single site catalysts“ hergestelltes Polymer. Es zeichnet sich durch eine besonders hohe Zugfestigkeit, sowie hoher Durchschlagfestigkeit und ausgezeichnete Siegeleigenschaften aus. Dieses mLLDPE wird als Hauptkomponente sowohl in der Außenschicht als auch in der Innenschicht verwendet.

Diesem Material wird auf Grund von langjähriger Erfahrung eine große Bedeutung bei der Stippenbildung zugeschrieben. Aus vergangenen Produktionen konnte festgestellt werden, dass bei unterschiedlichen Chargen sich unterschiedliche Stippenlevel einstellen. Daher wurden zwei Chargen für die Untersuchung herangezogen, bei denen in der Produktion unterschiedliche Stippenlevel festgestellt wurden:

Lot.: 46506 RGNR1 08299

Lot.: 46407 RGNR1 04405

M13, M14

Bei M13 und M14 handelt es sich ebenfalls um mLLDPE, welche jedoch mit Octen als Comonomer hergestellt wurden. Dieses Polymer wird als Comaterial in den Außenschichten eingesetzt. Wobei das Material M13 aufgrund seiner hohen Klebrigkeit als Blockschicht eingesetzt wird und das Material M14 wegen seinen guten Siegeleigenschaften herangezogen wird.

M45

M45 ist ebenfalls ein mLLDPE mit einem ähnlichen Eigenschaftsprofil wie M10. Daher wird dieses Material als möglicher Substituent von M10 betrachtet.

B09

B09 ist eine LDPE-Type, die für das Folienblasen von Verpackungsfolien ausgelegt ist. Sie zeichnet sich weiter durch ihre guten optischen Eigenschaften aus.

F38

Bei F38 handelt es sich um ein in der Gasphase hergestelltes PE Copolymer aus Ethylen und Buten, welches speziell für die Blasfolienherstellung konzipiert wurde und bei hohem Ausstoß und moderaten Drücken verarbeitet werden kann.

X15

Bei diesem Material handelt es sich um eine EVOH-Type mit einem 29 mol%igem Gehalt an Ethylen. Diese Type zeichnet sich besonders durch ihre hervorragende Sauerstoff- und Aromaundurchlässigkeit aus, wodurch bereits bei dünnen Schichten ausgezeichnete Barriereigenschaften erzielt werden können. Des Weiteren kann X15 sowohl für das Extrusionsblasformen, die Rohrextusion sowie die Extrusion von Mehrschichtblasfolien verwendet werden.

Bei der zu untersuchenden Folie wird X15 als Hauptkomponente in der Mittelschicht eingesetzt.

W34

W34 ist ein extrudierbares Haftvermittlerkonzentrat, welches unter anderem EVOH und Polyolefine verbindet. Dieser Haftvermittler wird auf Grund der starken Konzentration seiner Wirksubstanz in der Anwendung mit LLDPE vermischt, wodurch die Kosten reduziert werden können. Er ist des Weiteren für Verpackung von Lebensmittel freigegeben und kann somit unbedenklich eingesetzt werden.

W35

W35 ist ebenso ein Haftvermittler und wird als Alternativmaterial zu W34 eingesetzt. Dieser Haftvermittler besitzt ebenfalls die Lebensmittelzulassung.

Z17, Z28

Diese zwei Zusatzstoffe werden lediglich als Verarbeitungshilfsmittel eingesetzt und nur in relativ geringen Mengen (1 - 2 Gew%) beigegeben. In erster Linie werden Gleitmittel eingesetzt, um eine Verbesserung der Folienqualität bei erhöhtem Ausstoß zu erreichen. Hierbei soll im Speziellen das Auftreten von Schmelzebruch verhindert werden. Antiblockmittel werden eingesetzt, um in erster Linie das Verkleben des Schlauches bei der Flachlegung zu verhindern und des Weiteren das Verkleben (Verblocken) der Folienbahnen auf der Rolle zu verhindern. Die Zusatzstoffe Z17 (Gleitmittel) und Z28 (Antiblock) werden in derselben Schicht eingesetzt um ihre Eigenschaften zu kombinieren.

3.2 Verwendete Geräte

In Tabelle 3 sind alle Geräte dargestellt, die zur Durchführung dieser Arbeit benötigt werden.

Tabelle 3: Verwendete Geräte

Verfahren	Besitzer	Gerätebezeichnung
Mehrschicht-extrusionsblasanlage	MONDI Napiag GmbH	Varex [®] Windmüller und Höllscher
DSC	MONDI Napiag GmbH	Mettler Toledo DSC 822 ^e
Rotationsviskosimeter	PCCL GmbH	Anton Paar MCR 501
Hochdruckkapillar-rheometer	Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung	Göttfert
Stippen Detektor	MONDI Napiag GmbH	SMASH [®] ISRA Vision AG
Raman-Mikroskop	Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe	LabRam HR800 (Horiba Jobin Yvon GmbH)
Mikroskop	MONDI Napiag GmbH	Olympus BX51 mit ColorView
Compounder	Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung	Einschneckenextruder (Brabender Plasticorder PL2000)
Plattenpresse	Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung	Vakuumpresse (Dr. Collin GmbH)

3.2.1 Mehrschichtextrusionsblasanlage FBA 312

Die Folien für diese Arbeit wurden auf der Folienblasanlage mit der firmeninternen Bezeichnung FBA 312 hergestellt. Hierbei handelt es sich um eine Anlage der Firma Windmüller und Höllscher, welche seit 2007 im Einsatz ist und die Anlagenbezeichnung VAREX[®] trägt. Diese Anlage wurde herangezogen, da sie am Stand der Technik ist und trotzdem bereits lange genug im Einsatz war, um genügend Erfahrungswerte über diese Anlage zu besitzen. Somit können unerwartete Probleme minimiert werden. Die genauen Komponenten werden in den folgenden Punkten genauer erläutert.

Extruder

Als Extruder wird ein fördersteifer Einschneckenextruder verwendet. Hierbei handelt es sich um ein von W&H entwickeltes Gesamtsystem mit der Bezeichnung VAREX[®]. Dieses System umfasst den Zylinder inklusive der Temperierung sowie die Schnecke mit drei Zonen und nachfolgenden Misch- und Scherteilen. Die genauen technischen Spezifikationen werden aus Wettbewerbsgründen von W&H nicht veröffentlicht.

Blaskopf und Kühlung

Als Extrusionswerkzeug wird das W&H Modell OptifilP2K[®] verwendet. Bei diesem Werkzeug handelt es sich um ein Mehrfachwendelverteilerwerkzeug für die Fertigung von Fünfschichtfolien. Für die Blasenregelung und die Kühlung wird das von W&H entwickelte Multitool[®] System verwendet. Dieses System zeichnet sich durch eine sehr stabile Blase bei gleichzeitig hohem Ausstoß aus. Ähnlich wie beim Extruder werden auch beim Blaskopf technische Daten nicht veröffentlicht.

Dickenmessung

Die Dickenmessung vom Typ Betacontrol (Indicon one compact), wird mittels berührungslosen Durchstrahlungssensors mit Röntgenstrahlung realisiert, welcher in Traversenrichtung montiert ist. Die dadurch ermittelten Querschnittsprofile können direkt an die W&H Steuerung als Eingangswert übergeben werden. Eine Gefährdung durch Verstrahlung ist nur bei unsachgemäßen Vorgehen oder absichtlicher Falschanwendung gegeben.

Als Detektor wird eine sehr stabil arbeitende Ionisationskammer verwendet. Die Kammer liefert einen elektrischen Strom, der zur einfallenden Spannung proportional ist. Der Strom wird linear verstärkt und einem AD-Wandler zugeführt. Das digitale Signal wird anschließend in das Betriebssystem eingespeist und mit der voreingestellten Eichkennlinie überlagert. Diese kann vom Anwender nicht mehr geändert werden. Es besteht lediglich die Möglichkeit

einen Korrekturwert einzugeben um die Strahlenabsorption des Messgutes zu berücksichtigen.

Seitenkantenregelung

Die Seitenkantenregelung wird mittels Kündig control systems vom Typ Breitenmessgerät FE-7 mit RS-485 Schnittstelle realisiert. Der Messbalken misst mit zwei Infrarot-Reflektionslichtschranken die Position der flachgelegten Folienkante. Die Position wird dabei über ein Regelmodul und einen Schrittmotor ermittelt. Zur genaueren Messung erfolgt jede Minute ein Empfindlichkeitsabgleich und alle 30 Minuten ein Nullabgleich bei dem die Sensoren in die Ausgangsposition zurückfahren und die Kante neu anfahren. Mittels des so genannten Messbalkeninterface werden alle ermittelten Daten an die Steuerung übermittelt.

Flachlegung und Wendestangensystem

Das Flachlege- und Wendestangensystem dieser Anlage besitzt die Bezeichnung MULTINIP® und ist in das Gesamtsystem der Anlage eingegliedert.

Wickler

Der Wickler mit der Typenbezeichnung Filatic S zeichnet sich durch eine besonders gute Abzugsqualität und ein komfortables Rollenwechselsystem aus. Die genauen technischen Daten des Wicklers stehen nicht zur Verfügung.

3.2.2 DSC

Die DSC-Messungen wurden im Labor der MONDI Napiag durchgeführt. Der Hersteller des Messgeräts ist TA Analysis und das Modell nennt sich DSC Q10. Diese DSC ist ohne Probenmagazin ausgestattet. Jedoch hat sich in der Vergangenheit gezeigt, dass dieses Modell eine höhere Genauigkeit aufweist als die Alternativgeräte mit Probenmagazin. Die Messung wurde über das TA Analysis Messsystem erstellt und die anschließende Auswertung der Messung erfolgt über das Programm Universal Analysis 2000.

3.2.3 Compounder

Beim Compounder mit der Typenbezeichnung Brabender Plasticorder PL2000 handelt es sich um einen Einschneckenextruder im Labormaßstab, welcher mit Misch und Scherelementen für eine gute Schmelzeshomogenität ausgeführt ist. Dem Extruder ist eine Mehrfachrundlochdüse für die Granulatherstellung nachgeschaltet. Die so produzierten

Schmelzestränge werden in einem Wasserbad gekühlt und mittels einer Schneidmühle kalt abgeschlagen.

3.2.4 Rheometer

Kegel-Platte-Rheometer

Beim Kegel-Platte-Rheometer wurde ein Gerät der Firma Anton Paar mit der Typenbezeichnung Physica MCR 501 verwendet (Abbildung 24). Es handelt sich hierbei um ein Rheometer der Oberklasse, welches sich durch eine hohe Präzision auszeichnet. Dieses Messgerät ist Eigentum des PCCL's und wurde für die Dauer der Masterarbeit zur Verfügung gestellt [1].

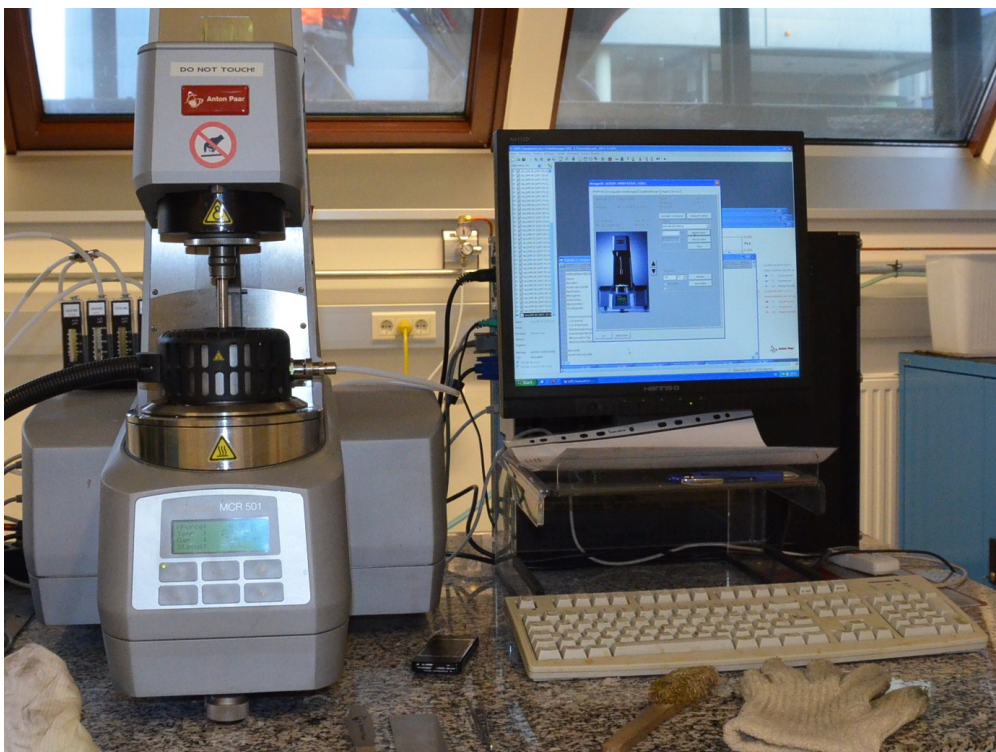


Abbildung 24: Anton Paar Kegel-Platte-Rheometer

Hochdruckkapillarrheometer (HKR)

Beim verwendeten HKR handelte es sich um ein HKR der Firma Göttfert mit der Typenbezeichnung Rheograph 2002 (Abbildung 25). Dieses Gerät befindet sich am Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben. Das Gerät ist mit mehreren Düsen für unterschiedliche Messanforderungen ausgestattet. Die Auswertung der Daten wird mittel angeschlossenem PC und dazugehörigem Messprogramm durchgeführt.



Abbildung 25: Göttfert Hochdruckkapillarrheometer

3.2.5 Bahnfehlerdetektion

Für die online Detektion von Stippen während der Verarbeitung wird ein Oberflächen-Inspektionssystem des Typen SMASH der Firma ISRA Vision AG herangezogen. Dieses Inspektionssystem ist speziell für die Detektion von Bahnfehlern bei Endlosprodukten, wie Folien oder Platten, konzipiert und kann je nach Kundenanforderung auf die individuellen Bedürfnisse abgestimmt werden. Grundlegend ist dieses System in zwei unterschiedlichen Ausführungen erhältlich. Diese unterschiedlichen Ausführungen ermöglichen die Fehlerermittlung mittels Auflicht-, Durchlicht- oder Transmissionsdetektion.

Die wichtigsten Hauptbestandteile des Inspektionssystems sind:

- Kamera
- Beleuchtung
- Bedieneroberfläche
- Drucker
- Alarm
- Weggeber

Jede Kamera ist über eine Schnittstelle mit dem PC verbunden, wo die Bildverarbeitung und die Fehlerklassifizierung durchgeführt werden. Die Kameras können in unterschiedlichen Konfigurationen je nach Bahngröße und zu detektierende Fehlergröße eingebaut werden. So sind die Kameras mit 8192, 6144, 4096, 2048 oder 1024 Pixel erhältlich. Des Weiteren kann die Anzahl der Kameras je nach Bedarf auf bis zu maximal sechs Kamerabänke mit bis zu 16 Kameras erweitert werden. Jede der Kameras besitzt noch zusätzlich eine Linse und ein Positionierungssystem. Die Kameras detektieren Fehler als Abweichung von der nominellen Helligkeit. Die genauere Unterscheidung sowie die Einteilung in die Fehlerklassen wurden am PC durchgeführt.

Die Beleuchtung wird in der Regel als hochfrequente Lichtquelle ausgeführt und je nach Kundenbedürfnis so abgestimmt, dass die zu detektierenden Fehler möglichst hohen Kontrast bieten. Hierzu werden LEDs, Apparaturbeleuchtungen und optische Faserleitungsbeleuchtungen eingesetzt.

Der Weggeber wird benötigt um die laufenden Meter der Materialbahn zu ermitteln. Er wird über die Software ausgewertet.

Das Bedienersoftwaresystem dient als Schnittstelle zwischen dem Maschinenbediener und dem Kamerasystem. Es wandelt die Eingangsdaten des Kamerasystems und des Weggebers um und weist jedem detektierten Fehler eine genaue Position auf der Folie zu. Diese Positionen werden am Monitor ausgegeben. Die von der Software aufgenommenen Daten können mit den auftragsbezogenen Daten kombiniert und in einer Maske zusammengefasst werden. Diese gesamten Produktionsdaten können gemeinsam lokal oder auch über das Firmennetzwerk abgelegt werden, wobei die Gesamtproduktion wie auch die einzelnen Rollen separat abgerufen werden können.

Es besteht auch die Möglichkeit über das Inspektionssystem unterschiedliche Alarme auszulösen. Diese können bei Auftreten besondere Fehler (Größe) oder am Anfang bzw. Ende einer extremen Fehlerdichte ausgelöst werden.

Über das Softwaresystem ist es möglich Fehlereigenschaften separat zu untersuchen. Hierzu werden jedem Fehler mehrere Fehlereigenschaften zugewiesen. Einige der Wichtigsten sind in der Folge angeführt und näher erläutert.

- Fehlernummer: Beginnt nach jedem Rollen-Reset bei null und zählt, bei vom System festgelegten Fehlern hoch.
- Klasse: Hierbei kann nach Art des Fehlers unterteilt werden.
- Fehlersymbol: Die Fehlersymbole sind abgekürzte Beschreibungen des Fehlers.
- Zeit und Datum: Gibt den Zeitpunkt an, an dem der Fehler detektiert wurde.
- Position: Bei dieser Eigenschaft wird die genaue Position des Fehlers auf der Folie angegeben.
- Fehlergröße: Bei dieser Eigenschaft sind sowohl die Fehlerlänge, die Fehlerbreite als auch die Fehlerfläche abrufbar.

Des Weiteren wird jeder Fehler fotografiert und in einer Bilderliste den Fehlern hinterlegt, wodurch jeder Fehler bei Bedarf vom Bediener manuell neu beurteilt werden kann. Dies wird vor allem bei großen Fehleranhäufungen durchgeführt um zusätzliche Informationen über die Art der Fehler zu erhalten.

3.2.6 Raman Spektroskop

Bei dem verwendeten Raman Mikroskop handelt es sich um eines des Typen LabRam HR800 des Herstellers Horiba Jobin Yvon GmbH. Dieses Raman ist mit einem grünen Laser ausgestattet und wird hauptsächlich zur Charakterisierung von Polyurethanen herangezogen.

3.2.7 Mikroskop

Hierbei handelt es sich um ein Durchlichtmikroskop des Typen Olympus BX51 mit ColorView, welches mit einer Digitalkamera ausgestattet ist. Dadurch ist es möglich die Bilder digital auszuwerten und weiter zu verarbeiten. Dies wird mit einer mitgelieferten Software realisiert.

3.3 Versuchsplan

In dieser Arbeit wurde ein so genannter „vollständiger, faktorieller Versuchsplan“ durchgeführt. Konkret handelt es sich dabei um einen 2^3 Versuchsplan, wobei 2 die Anzahl der Stufen und 3 die Anzahl der zu untersuchenden Faktoren ist. Dies führt bei einem vollständigen 2^3 -Versuchsplan zu 8 unterschiedlichen Versuchseinstellungen.

Der Versuchsplan setzt sich aus drei unterschiedlichen Materialkombinationen zusammen, die in Tabelle 4 zusammengefasst sind. In weitere Folge werden diese Materialkombinationen mit M1, M2 und M3 abgekürzt.

Tabelle 4: Materialkombinationen

	Hauptkomponente der Deckschicht	Haftvermittler
Materialkombination 1	M10	W34
Materialkombination 2	M10	W35
Materialkombination 3	M45	W34

In Tabelle 5 ist schematisch ein 2^3 -Faktorenversuchsplan dargestellt nach dessen Vorbild die Versuchsplanung durchgeführt wurde. Die Versuche wurden jedoch nicht in der unten angegebenen Reihenfolge gefertigt, sondern so realisiert, dass der Prozess möglichst stabil

lief und der Umstellaufwand als gering als möglich blieb. Durch die Kombination von Tabelle 4 und Tabelle 5 ergeben sich somit 24 praktische Versuche, die direkt an der Produktionsanlage realisiert wurden.

Die Kombination von M45 und W35 wurde aus produktionstechnischen Überlegungen nicht durchgeführt. Der Grund dafür liegt darin, dass die produzierten Folien nicht als Ausschuss, sondern als Verkaufsware betrachtet wurden. Laut Kundenvereinbarung ist es jedoch nicht gestattet mehr als ein Testmaterial in jeder Folie zu verarbeiten. Diese Bedingung wäre bei M45 / W35 nicht erfüllt, da sich beide Materialien im Versuchsstatus befinden.

Tabelle 5: 2³ Faktorenversuchsplan

	Massedurchsatz M_{Punkt} (kg/h)	Extrudertemperatur der Deckschicht T_{Ds} (°C)	Extrudertemperatur des Haftvermittlers T_{HV} (°C)
1	+	+	+
2	+	-	+
3	+	+	-
4	+	-	-
5	-	+	+
6	-	-	+
7	-	+	-
8	-	-	-

Die Einflussgrößen von diesem Versuchsplan sind, wie in Tabelle 5 zu sehen, der Massedurchsatz und die Temperaturen der Deckschicht und des Haftvermittlers. Der Massedurchsatz bezieht sich auf die gesamte Anlage, wodurch sich eine Erhöhung für alle Schichten und Extruder anteilmäßig gleich auswirkt. Bei der Extrudertemperatur der Deckschicht handelt es sich um die laut Steuerung eingestellte Temperatur. Diese Temperatur bezieht sich nur auf einen Extruder. Im Gegensatz dazu bezieht sich die Extrudertemperatur des Haftvermittlers auf zwei Extruder. In diesen beiden Extrudern befindet sich dasselbe Material, wodurch sie im Versuchsplan als eine Einheit betrachtet werden. Diese Einflussgrößen wurden ausgewählt, da aufgrund der langjährigen Erfahrung bei diesen Faktoren der größte Einfluss auf die Bildung von Stippen vermutet wird.

Als Zielgröße für den Faktorenversuchsplan wurde die Stippenqualität herangezogen. Die verwendete Stippendetektion kann unter den in Tabelle 6 angegebenen Fehlerklassen unterscheiden.

Tabelle 6: Einteilung der Stippenqualitäten

Klasse	Größe	Beschreibung
Black	<5 mm ²	Alle schwarzen Stippen, die flächenmäßig kleiner als 5 mm ² sind
	>5 mm ²	Alle schwarzen Stippen, die flächenmäßig größer als 5 mm ² sind
Gel	<2 mm ²	Alle transparenten oder weißen Stippen, die flächenmäßig kleiner 2 mm ² sind
	2-10 mm ²	Alle transparenten oder weißen Stippen, die flächenmäßig zwischen 2 und 10 mm ² sind
	>10mm ²	Alle transparenten oder weißen Stippen, die flächenmäßig größer als 10 mm ² sind

Bei nicht runden Stippen wird ein Umkreis um die Stippe gebildet. Dieser Kreis bildet die Berechnungsgrundlage für die Stippenfläche.

Die so ermittelten Daten wurden neben den statistischen Versuchsauswertungen auch jeweils als Säulendiagramme gegenübergestellt. Für diese Gegenüberstellung wurden eine prozentuelle Abweichung nach Formel (8) ermittelt.

$$\frac{(\text{hohe Einstellung} - \text{niedrige Einstellung}) \times 100}{\text{hohe Einstellung}} \quad (8)$$

Zusätzlich zu den gefertigten Proben werden alle verwendeten Materialien rheologisch charakterisiert und die auftretenden Stippen mittels DSC, Durchlichtmikroskopie und Raman-Spektroskopie näher untersucht.

3.4 Compoundherstellung

Für die spätere Durchführung der DSC und rheologischen Messungen wurden ausgehend von der Folienrezeptur unterschiedliche Materialkombinationen, die in Tabelle 7 zusammengefasst sind, mittels Compounder hergestellt. Beim Compounder handelte es sich um einen Einschneckenextruder mit kreisrunder Düse und nachgeschalteter Kaltabschlagung. Die Compoundereinstellungen zu den einzelnen Proben sind in Tabelle 8 angegeben.

Tabelle 7: Zusammensetzung der untersuchten Compounds

Probenbezeichnung (Schicht in der Folie)	Materialbezeichnung	Menge	Lot Nr.
P1 (Deckschicht)	B09 (LDPE)	30%	
	M14 (mLLDPE)	30%	
	M10 (mLLDPE)	40%	Lot.: 46506 RGNR1 08299
P2 (Deckschicht)	B09 (LDPE)	30%	
	M14 (mLLDPE)	30%	
	M10 (mLLDPE)	40%	Lot.: 46407 RGNR1 04405
P3 (Haftvermittler)	W34 (HV Konzentrat)	20%	
	F38 (LLDPE)	80%	
P4 (Deckschicht 2)	M10 (mLLDPE)	67%	Lot.: 46506 RGNR1 08299
	B09 (LDPE)	20%	
	M13 (mLLDPE)	10%	
	Z17 (Zusatzstoffe)	2%	
	Z28 (Zusatzstoffe)	1%	
P5 (Deckschicht 2)	M10 (mLLDPE)	67%	Lot.: 46407 RGNR1 04405
	B09 (LDPE)	20%	
	M13 (mLLDPE)	10%	
	Z17 (Zusatzstoffe)	2%	
	Z28 (Zusatzstoffe)	1%	
P6 (Deckschicht)	B09 (LDPE)	30%	
	M14 (mLLDPE)	30%	
	M45 (mLLDPE)	40%	
P7 (Deckschicht 2)	M45 (mLLDPE)	67%	

	B09 (LDPE)	20%	
	M13 (mLLDPE)	10%	
	Z17 (Zusatzstoffe)	2%	
	Z28 (Zusatzstoffe)	1%	
P8 (Barrierschicht)	X15 (EVOH)	100%	
P9 (Haftvermittler)	W35 (HV Konzentrat)	20%	
	F38 (LLDPE)	80%	

Tabelle 8: Compoundierbedingungen

Proben- bezeichnung	Extrudertemperatur (°C)			Drehmoment (Nm)
P1	200	220	230	33
P2	200	220	230	34
P3	200	220	230	36
P4	200	220	230	36,7
P5	200	220	230	36,9
P6	200	220	230	30,8
P7	200	220	230	36,8
P9	200	220	230	35

3.5 Folienherstellung

Die in dieser Arbeit hergestellten Folien wurden mittels Wendelverteilerdüsen hergestellt. Da es sich um mehrschichtige Folienverbunde handelt, sind in einem Werkzeug mehrere Wendelverteiler ineinander gebaut. Das Funktionsprinzip und die Eigenschaften sind jedoch gleich wie beim Einfachwerkzeug, welches in Kapitel 2.2.3 genauer erörtert wird.

Die gefertigten Folienmuster wurden alle nach demselben Schema durchbenannt. Zuerst wird die Materialkombination M1, M2, M3 angegeben und anschließend der Versuchsdurchlauf und nach dem Punkt die Einstellungsnummer aus dem Versuchsplan. Bei der ersten Materialkombination wurden mehrere Versuchsdurchläufe erstellt, da bei V1 und V2 nur Teilbereiche des Faktorenversuchsplanes realisiert wurden. Da die Versuche mit M1

als Erstes durchgeführt wurden, war dies notwendig um mögliche ungewünschte Auswirkungen bei der Erstellung des vollständigen Versuchsplanes zu vermeiden.

Die Beschreibung des Schichtenaufbaus der unterschiedlichen Materialkombinationen wurde mit einer Tabelle, wie sie hier angeführt ist, realisiert. Die Folie setzt sich, wie in Tabelle 9 dargestellt, aus fünf Schichten zusammen. Die beiden Deckschichten werden mit DS und DS 2 bezeichnet. Diese Schichten kommen in Kontakt mit dem Füllmedium und der Umgebung. Bei der DS wurde sowohl die Extrudertemperatur verändert, als auch eine Materialänderung durchgeführt. Die DS2 wurde im Zuge dieser Arbeit nicht verändert. Im Inneren befindet sich die sogenannte Barrierschicht, die für minimale Sauerstoff- und Aromadurchlässigkeit sorgt. Auch diese Schicht wurde während des gesamten Versuchsplans nicht verändert. Zwischen diesen Schichten befindet sich der Haftvermittler (HV), der für eine optimale Haftung zwischen den Schichten sorgt. Bei den HV wurden gleich wie bei der DS sowohl die Temperatur variiert als auch ein Alternativmaterial eingesetzt.

Die Compoundbezeichnung bezieht sich auf die in Tabelle 7 angeführten Compounds der einzelnen Schichten. Damit soll eine Verbindung zu den rheologisch untersuchten Compounds der einzelnen Schichte hergestellt werden, um den Einfluss der Prozessparameter erklären zu können.

In der Zeile der Hauptkomponente sind die Haupt- bzw. Wirkungskomponenten der einzelnen Schichten angeführt, um jede Schicht mit dem untersuchten Grundmaterial in Verbindung bringen zu können. Die Grundmaterialien wurden mittels DSC-Messung analysiert und sollen somit ebenso helfen den Einfluss der Prozessparameter zu erklären.

Tabelle 9: Vorlage für die Darstellung des Schichtenaufbaus

Schichtbezeichnung	DS	HV	Barriere	HV	DS 2
Compoundbezeichnung					
Hauptkomponente					

Materialkombination 1 (M1)

In Tabelle 10 sind die genauen Spezifikationen vermerkt nach denen die Versuchsreihe mit Materialkombination 1 durchgeführt wurde. Bei dieser Materialkombination handelt es sich um die Kombination von M10 und W34. Diese Materialkombination ist die aktuell verwendete Standardrezeptur.

Tabelle 10: Faktorenversuchplan M1

Versuchs Nr.	M _{Punkt} (kg/h)	T _{Ds} (°C)	T _{HV} (°C)
M1 V3.1	430	220	230
M1 V3.2	430	200	230
M1 V3.3	430	220	210
M1 V3.4	430	200	210
M1 V3.5	390	220	230
M1 V3.6	390	200	230
M1 V3.7	390	220	210
M1 V3.8	390	200	210

Materialkombination 2 (M2)

Die Produktionseinstellungen für die Materialkombination 2 sind in Tabelle 11 angeführt. Bei dieser Materialkombination wurde das Haftvermittlersystem gegenüber der Standardrezeptur verändert, somit ergibt sich eine Kombination von M10 mit W35.

Tabelle 11: Faktorenversuchplan M2

Versuchs Nr.	M _{Punkt} (kg/h)	T _{Ds} (°C)	T _{HV} (°C)
M2 V1.1	440	230	230
M2 V1.2	440	210	230
M2 V1.3	440	230	210
M2 V1.4	440	210	210
M2 V1.5	410	230	230
M2 V1.6	410	210	230
M2 V1.7	410	230	210
M2 V1.8	410	210	210

Materialkombination 3 (M3)

In Tabelle 12 sind die Produktionseinstellungen für die Materialkombination 3 aufgelistet. Hierbei wurde M45 mit W34 kombiniert, das bedeutet, es wurde das Standard-Haftvermittlersystem und das Alternative m-LLDPE verwendet.

Tabelle 12: Faktorenversuchplan M3

Versuchs Nr.	M _{Punkt} (kg/h)	T _{Ds} (°C)	T _{HV} (°C)
M3 V1.1	430	220	230
M3 V1.2	430	200	230
M3 V1.3	430	220	210
M3 V1.4	430	200	210
M3 V1.5	390	220	230
M3 V1.6	390	200	230
M3 V1.7	390	220	210
M3 V1.8	390	200	210

3.6 Rheometrie

Die rheologischen Eigenschaften wurden für jede Materialkombination und jede Schicht des Mehrschichtverbundes einzeln bestimmt. Für diese Untersuchungen wurden wie in Kapitel 3.4 beschrieben im Vorfeld Compounds mit den Schichtzusammensetzungen laut Rezeptur hergestellt. Diese Compounds wurden für das Kegel-Platte-Viskosimeter zu Platten verpresst. Dafür wurde eine Vakuumpresse von Dr. Collin GmbH mit einem Pressprofil, wie es in Tabelle 13 angegeben ist, verwendet.

Tabelle 13: Pressprofil für die Plattenverpressung der Compounds

Pressphase	Temperatur (°C)	Zeit (min)	Pressdruck (bar)
Aufschmelzen	190	3	1
Pressen 1	190	2	60
Pressen 2	190	10	100
Abkühlen	40	10	100

Für die Untersuchungen im HKR musste das Compound-Granulat nicht weiter vorbehandelt werden. Die genaue Zusammensetzung der Compounds wurde in Tabelle 7 zusammengefasst.

Mit dem Kegel-Platte-Rheometer wurden jeweils zwei bis drei Proben bei jeder Einstellung untersucht. Hierbei wurde zur Bestimmung der optimalen Winkelauslenkung vor jeder Versuchsreihe ein so genannter „Strain sweep“ erstellt. Anschließend wurden ein „Frequency sweep“ und ein „Rate sweep“ durchgeführt. Dies wurde bei allen neun Proben bei den Temperaturen 220 °C, 230 °C und 240 °C realisiert.

Beim HKR wurden ebenfalls Proben bei den Temperaturen 220 °C, 230 °C und 240 °C untersucht. Zur Berechnung der Bagley Korrektur wurde bei jeder Probe mit drei unterschiedlichen Düsen gemessen. Die genauen Düsenabmessungen wurden in Tabelle 14 zusammengefasst. Zur Auswertung der rheologischen Kurven wurde ein von den Mitarbeitern der Kunststoffverarbeitung Leoben entworfenes Auswertungsprogramm verwendet.

Tabelle 14: Düsenspezifikation für die HKR Messung

	Düse 10	Düse 20	Düse 30
Kapillardurchmesser (mm)	1	1	1
Einlasswinkel (°)	180	180	180
Düsenlänge (mm)	10	20	30

Die rheologischen Messungen mittels HKR und Kegel-Platte-Rheometer wurden bei denselben Temperaturen durchgeführt, wodurch die Kurven im Anschluss miteinander kombiniert werden konnten. Dies wurde durch eine gemeinsame Darstellung der Daten in einem Diagramm und anschließender Zusammenführung auf eine Kurve erreicht. Es wurde versucht eine möglichst durchgängige Viskositätskurve über den gesamten Schergeschwindigkeitsbereich zu bekommen. Da bei den Messungen mittel Kegel-Platte-Rheometer die Winkelgeschwindigkeit und die Schergeschwindigkeit bestimmt wurden, musste überprüft werden, ob die Cox-März Bedingung erfüllt ist. Diese wurde bereits in Kapitel 2.7 näher erläutert. Ist diese Bedingung erfüllt, können alle Kurven miteinander kombiniert werden.

3.7 DSC-Messung

Für die DSC-Messungen wurden die von MONDI Napiag verwendeten Messparameter für Granulat sowie für Folien mit EVOH herangezogen.

Für Messungen am Granulat wurden die Proben auf eine Temperatur von -70 °C bis +250 °C aufgeheizt und daraus die charakteristischen Temperaturen ermittelt. Die Untersuchung wurde bei einer Heizrate von 20 K/min durchgeführt.

Die Folien wurden sowohl im Aufheizmodus als auch im Abkühlmodus von -70 °C bis +250 °C gemessen. Die Heizrate betrug, ebenfalls wie beim Granulat, 20 K/min.

3.8 Prozessbeschreibung

In den folgenden Unterpunkten werden alle Prozessschritte beschrieben, die zur Herstellung von Mehrschichtfolien benötigt werden.

3.8.1 Materiallagerung und Förderung

Je nach benötigter Menge und Häufigkeit werden die angelieferten Rohstoffe in Silos oder in Säcken gelagert (Abbildung 26). Zum Teil werden ein und dieselben Materialien sowohl in Säcken als auch im Silo gelagert. Gründe dafür können Lieferungsbedingungen sein, sowie dass ein und dasselbe Material bei unterschiedlichen Produkten einmal als Hauptkomponente und einmal als Nebenkomponente benötigt wird. Daher wird aus prozesstechnischer Sicht das eine Mal Sackware und das anderen Mal Siloware verwendet.

Es kann bei der Verarbeitung von Materialien derselben Charge, einmal aus dem Silo und einmal aus dem Sack, jedoch zu Unterschieden in der Qualität kommen. Insbesondere werden bei Siloanlieferungen höhere Mengen an Fäden und Staubanteilen festgestellt. Fäden im Speziellen können bei der Förderung zum Extruder Klumpen bilden und so die Materialförderung unterbrechen. Laut Rohstoffherstellern entstehen diese Fäden durch zu lange pneumatische Förderungen in Rohrleitungen direkt bei der Herstellung. Dieser Unterschied der Qualität von Sack- und Silowaren wird von den Rohstoffherstellern so begründet, dass die Sackabfüllstation direkt in Reaktornähe angesiedelt ist, wogegen die Lagersilos am Rande des Werksgeländes angelagert sind. Dadurch ergeben sich zum Teil zu überwindende Rohrlängen von über 1000 m. Bei der Folienproduktion der Firma MONDI Napiag GmbH spielt die unterschiedliche Rohrlänge eine eher untergeordnete Rolle, da sich die Leitungslängen von Silo- und Sackbereitstellung nicht wesentlich unterscheiden.



Abbildung 26: Materiallagerungsvarianten Oktapin, Sack (Tonne) und Silo

Die Förderung des Materials wird unabhängig vom Lagerort durch ein zentrales pneumatisches System realisiert. Dieses System fördert mittels Druckluft die jeweilige Komponente in einen über dem Extruder angebrachten Lagerbehälter. Dieser Lagerbehälter (Abbildung 27) stellt die unterschiedlichen Komponenten für die nachfolgende Dosiereinrichtung zur Verfügung. Das zentrale Fördersystem ist prinzipiell so gestaltet, dass jedes Material aus jedem Behältnis in jede Schicht gefördert werden kann. Es muss jedoch darauf geachtet werden, dass die Leitungen und Behälter bei einem Materialwechsel vom verbleibenden Material befreit werden.



Abbildung 27: Druchluftfördereinrichtung mit Lagerbehälter

3.8.2 Dosierung

Die Dosierung des Materials erfolgt mittels einer gravimetrischen Messung. Wie in Abbildung 28 gesehen werden kann, wird das Material über einen Schlauch von den oberhalb angebrachten Vorratsbehältern bereitgestellt. Die Hauptkomponente wird in der Mitte eingespeist. Die NebenkompONENTEN, meist Additive, werden in den seitlich rund um die Hauptkomponente angebrachter Dosierzellen bereitgestellt. Die NebenkompONENTEN werden durch eine Förderschnecke in den zentralen Behälter gefördert. Die Drehzahl der Schnecke wird durch die Messung der Gewichtsabnahme in den Dosierzellen und in Abhängigkeit der Ausstoßleistung geregelt. Je nach Art und Mengen der NebenkompONENTEN können unterschiedliche Förderschnecken eingebaut werden, welche sich in ihrer Gangtiefe und somit ihrer Förderleistung unterscheiden. Dadurch kann ein möglichst breites Leistungsspektrum abgedeckt werden.

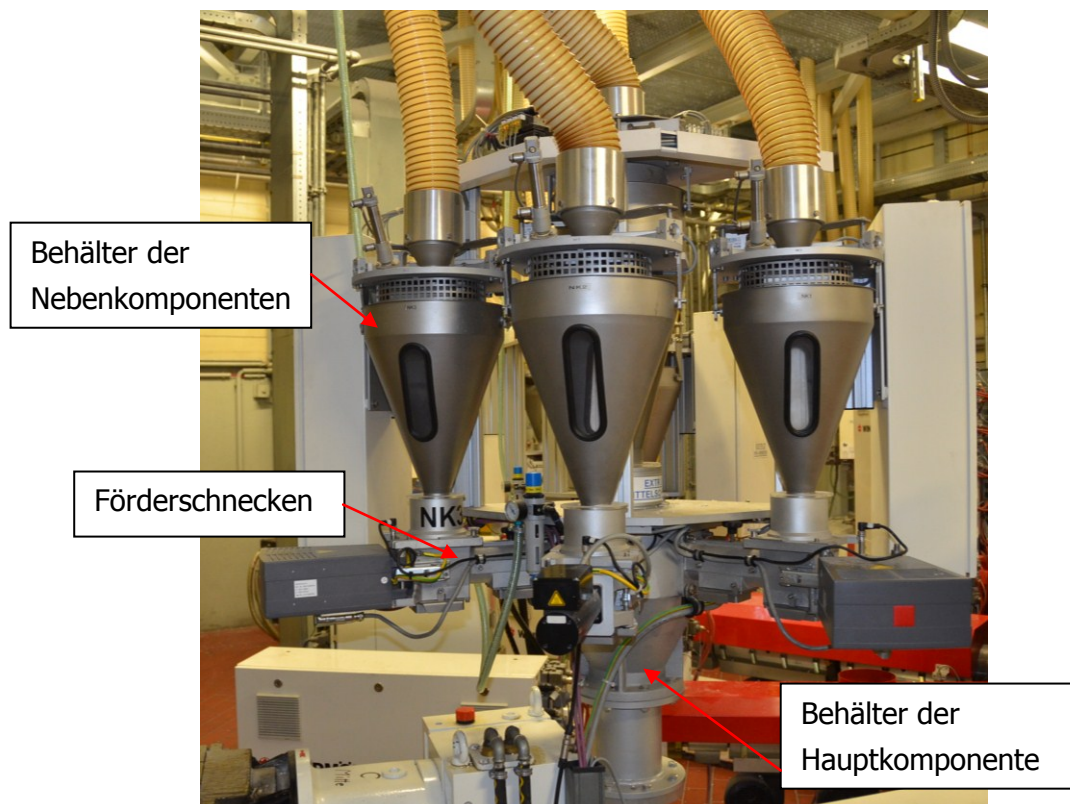


Abbildung 28: Gravimetrische Dosiereinrichtung

3.8.3 Extruder

Bei den Extrudern handelt es sich um fördersteife Einschneckenextruder der Firma W&H vom Typen Varex[®] (Abbildung 29). Die genauen Schneckengeometrie sowie die Misch- und Scherteile sind Eigenentwicklungen der Firma W&H. Die Schnecken sind auf die beim Kauf der Anlage angegebenen Materialkombinationen ausgelegt, wobei sie nicht auf eine spezielle

Rezeptur, sondern auf eine breite Produktpalette eingestellt sind. Die Extruder sind fortlaufend mit den Buchstaben A-E durchnummeriert, wobei A der Extruder der äußersten Schicht und E jener der innersten Schicht ist. Die beiden Extruder mit der Bezeichnung B und D sind wesentlich kleiner und nur für die Haftvermittlerkomponenten ausgelegt.

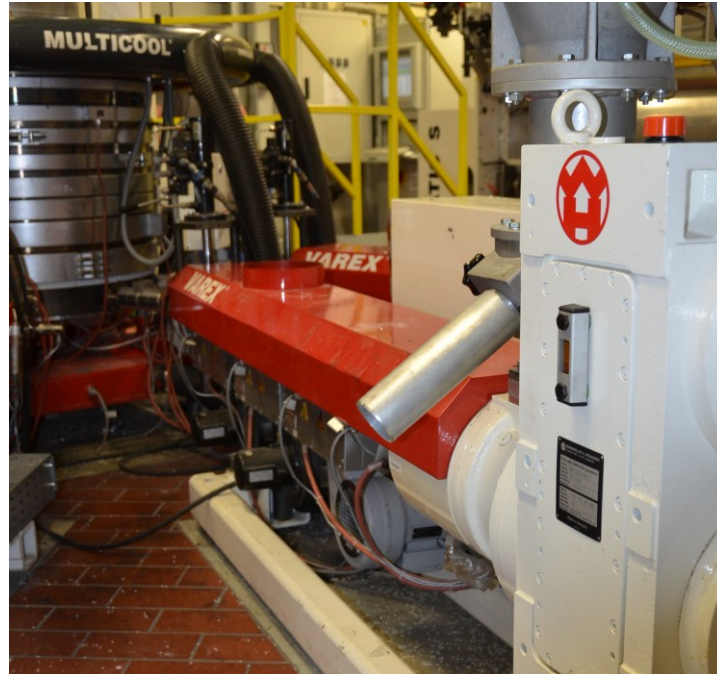


Abbildung 29: Fördersteifer Einschneckenextruder

3.8.4 Flansch und Siebhalter

Der Schmelzeflansch mit dem eingelagerten Siebhalter, wie er in Abbildung 30 zu sehen ist, bildet die Verbindung zwischen dem Extruder und dem darauf folgenden Werkzeug. Der Flansch besitzt an und für sich lediglich eine Verbindungsaufgabe und sollte den Prozess nicht weiter beeinflussen. In der Tat zeigen Erfahrungswerte, dass durch die verminderte Schergeschwindigkeit im Flansch, in Bezug auf die Stippenbildung, durchaus zum Teil kritisch betrachtet werden muss. Die Siebhalter hingegen haben eine für den Prozess essentielle Aufgabe zu erfüllen, sie bilden die Aufnahme für die Schmelzesiebe. Diese sollen nicht aufgeschmolzene Partikel sowie Verunreinigungen zurückhalten. Dabei bilden sie selber einen Druckverbraucher sowie ein weiteres Scherelement. Bei der Wahl der Siebzusammenstellung müssen daher mehrere Faktoren berücksichtigt werden. Zum einen sollen so wenige Verunreinigungen wie möglich das Siebssystem passieren können, zum anderen soll das Sieb das Material nicht unnötig hoch belasten sowie einen akzeptablen Druckverbrauch verursachen. Die Siebzusammensetzungen werden bei allen Extrudern und Materialkombinationen gleich belassen. So sind sie in Strömungsrichtung folgendermaßen aufgebaut: grob (17 mesh) – mittel (31 mesh) – fein (60 mesh) – grob (17 mesh).

Wie in Abbildung 30 zu sehen ist, kann das Siebpaket mittels Hebel aus dem Flansch herausgefahren werden, wodurch es möglich ist das Siebpaket zu wechseln. Das ist nötig, da sich mit der Zeit Verunreinigungen ansammeln, wodurch der Druckverbrauch unzulässig steigt. Des Weiteren muss ebenfalls nach einem Materialwechsel das Siebpaket gewechselt werden, um eine Verunreinigung durch Fremdmaterial zu vermeiden. Der Aufbau des Siebpakets, sowie die Wechselintervalle haben somit erheblichen Einfluss auf die Qualität der produzierten Folien.



Abbildung 30: Flansch mit Siebhalter

3.8.5 Werkzeug

Als Extrusionswerkzeug wird das W&H OptifilP2K[®]-System und als Kühlung das W&H Multicool eingesetzt (Abbildung 31 und Abbildung 32). Dieses System ist das Herz der ganzen Anlage und ermöglicht ein homogenes und gleichmäßiges Dickenprofil über den gesamten Umfang. Um das zu gewährleisten wird ein so genanntes Wendelverteilerwerkzeug eingesetzt. Dieses Werkzeug zeichnet sich, wie in Kapitel 2.2.3 näher beschrieben, durch hervorragende Fließbedingungen und somit durch eine besonders gleichmäßigen Schlauchqualität über den gesamten Umfang aus. Bei dieser Folienblasanlage (FBA 312) handelt es sich um eine Mehrschichtenanlage, wodurch auch das Werkzeug für mehrere Schichten in Form eines Mehrschichtwerkzeuges ausgelegt ist. Das bedeutet, dass sich im Werkzeugkörper fünf Wendelverteiler befinden, welche ineinander gestaffelt sind. Dadurch können optimale Bedingungen für jede Schicht eingestellt und somit auch sehr unterschiedliche Materialien verarbeitet werden. Nachdem von jedem Material separat ein Schlauch gebildet wurde, werden diese noch im Werkzeug zueinander geführt. Nach dem

Passieren einer kurzen Bügelzone zur besseren Homogenisierung und Beruhigung der Schmelzeoberfläche wird der mehrschichtige Schmelzeschlauch aus der Düse geführt und auf seinen Enddurchmesser aufgeblasen. Die Luft für diesen Vorgang wird ebenfalls durch den Werkzeugkörper geführt. Die Luft im Inneren der Blase wird ständig ausgetauscht, um ein rascheres Abkühlen der Blase zu ermöglichen. Hierbei wird die Luft im unteren Bereich eingeblasen und anschließend mittels Sauglanze im oberen Bereich des Werkzeuges wieder eingesaugt. Durch das Zirkulieren der Luft in der Blase kann die Anlage mit höherer Ausstoßleistung betrieben werden, wodurch die Produktivität gesteigert wird. Des Weiteren wird auch Luft von außen am Folienschlauch entlang geblasen, wodurch auch die Außenhaut besser gekühlt wird. Die dafür nötige Druckluft wird von einer zentralen Druckluftanlage erzeugt, welche das ganze Jahr über Luft mit annähernd derselben Temperatur und Feuchte bereitstellt.



Abbildung 31: Extrusionswerkzeug



Abbildung 32: Blaskopf mit Kühlung

3.8.6 Kalibrierkorb

Der höhenverstellbare Kalibrierkorb (Abbildung 33) erfüllt mehrere Aufgaben. Zum einen beherbergt er die Messsonde für die Bestimmung des Blasendurchmessers und zum anderen soll er die Blase während des Abkühlvorganges stützen. Aus diesem Grund kann der Korb auch in der Höhe verstellt werden, um diese beiden Aufgaben bestmöglich erfüllen zu können. Vor allem für die Stützaufgaben ist es wichtig, dass die Folie an der Außenhaut ausreichend abgekühlt ist, damit sie nicht am Kalibrierkorb ankleben kann. Die Stützung des Folienschlauches ist wichtig für eine hohe Blasenstabilität, damit der Abzug optimal gesteuert werden kann. Im linken Teil der Abbildung ist die Messsonde mit einem Roten Kreis markiert und im linken Teil der Abbildung ist der Blaskopf unten und der Kalibrierkorb im oberen Bildbereich dargestellt.

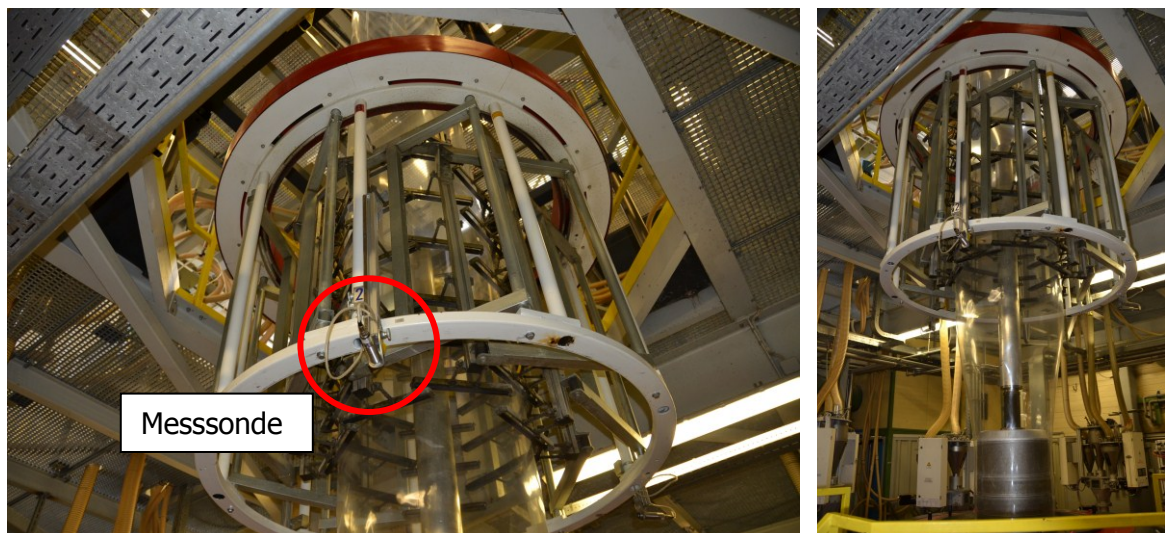


Abbildung 33: Kalibrierkorb

3.8.7 Flachlegung und Wendestangen

Bei der Flachlegung handelt es sich um eine in einem spitzen Winkel zusammenlaufende Rollenanordnung, welche den aufgeblasenen Folienschlauch allmählich in eine flache Folienbahn ablegen soll. Am Ende der Flachlegung befinden sich zwei Quetschwalzen, welche die Luft aus der Blase abquetschen sollen. Da es bei der Produktion der Folie über den Umfang zu geringfügigen Dickenschwankungen kommen kann, wird um ein einheitliches Rollenbild zu erzeugen, die Flachlegung während des Produktionsprozesses langsam gedreht. Um nicht die gesamten Nachfolgeeinrichtungen um die Anlage rotieren zu lassen, ist nach der Flachlegung ein so genanntes Wendestangensystem angebracht. Dieses ermöglicht

durch mehrerer, mit unterschiedlicher Geschwindigkeit rotierenden Walzen eine Rotation von $\pm 180^\circ$ oder $\pm 360^\circ$ der Flachlegung bei feststehendem Extrusionswerkzeug und feststehender Nachbearbeitung. In Abbildung 34 wird die Flachlegung mit dem anschließenden Wendestangensystem dargestellt.



Abbildung 34: Flachlegung und Wendestangensystem

3.8.8 Dickenmessung

Die genaue Funktionsweise der Dickenmessung, wie sie in Abbildung 35 dargestellt ist, wurde schon in Kapitel 3.2.1 beschrieben. Hier soll darauf eingegangen werden, wie die Dickenmessung den Prozess beeinflusst. Die Dickenmessung liefert ein Eingangssignal für die Steuerung, welche wiederum durch Anpassung von Ausstoß, Aufblasrate und Abzugsgeschwindigkeit versucht die Dicke möglichst konstant zu halten. Daher ist eine gut auf die Anlage abgestimmte Dickenmessung von besonderer Wichtigkeit, um einen stabilen Prozess zu gewährleisten. Somit kann gesagt werden, dass die Dickenmessung einen nicht unwesentlichen Einfluss auf die Folienqualität hat. In Abbildung 35 ist der Messkopf der Dickenmessung zu erkennen, welcher sich über der produzierten Folien hin und her bewegt.



Abbildung 35: Dickenmessung

3.8.9 Seitenkantensteuerung

Die Seitenkantensteuerung wird dafür benötigt, dass etwaige Lageschwankungen der Folie vor dem Aufwickeln ausgeglichen werden können und somit eine gute Rollenqualität gewährleistet werden kann. Sie hat somit keine unmittelbare Auswirkung auf die Qualität der gefertigten Folie, sorgt jedoch für eine gleichmäßige Aufrollung und ein verbessertes Rollenbild. In Abbildung 36 ist die Seitenkantensteuerung einmal gesamt und im Detail dargestellt.

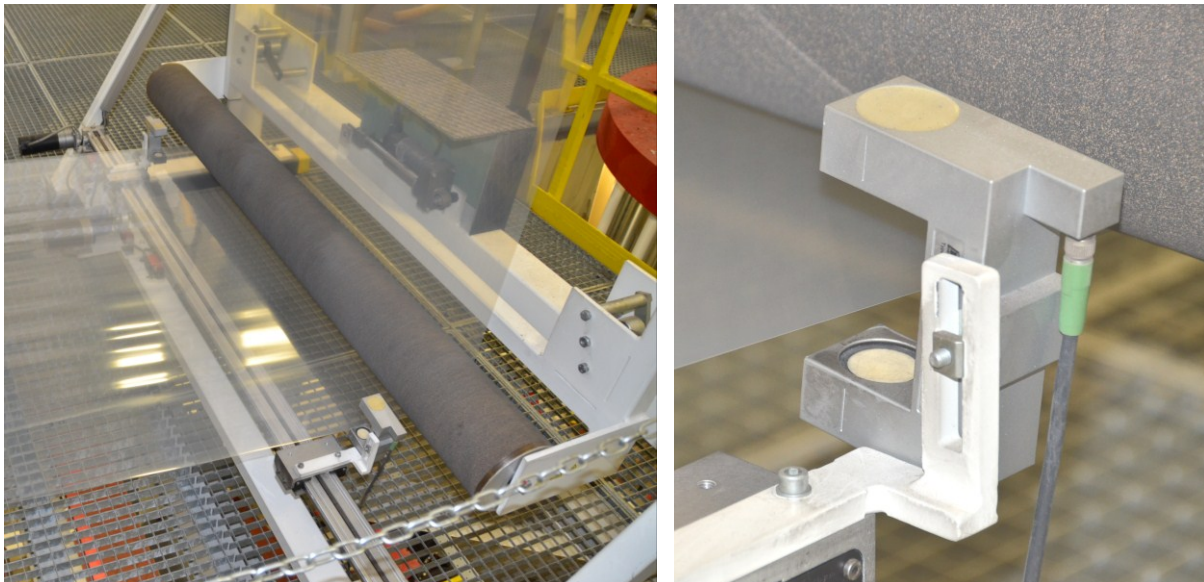


Abbildung 36: Seitenkantensteuerung

3.8.10 Wickler

Im letzten Prozessschritt wird die Folie auf eine Rolle gewickelt (Abbildung 37). Dieser letzte Prozessschritt scheint zwar auf den ersten Blick sehr trivial, jedoch kann bei genauerer Betrachtung gesehen werden, dass er erheblichen Einfluss auf die Qualität des Endproduktes hat. Besonderes Augenmerk wird dabei auf eine möglichst konstante Abzugskraft sowie Abzugsgeschwindigkeit gelegt, da der gesamte Prozess sich nur gut einregeln kann, wenn die Folie immer konstant abgezogen wird. Eine weitere Schwierigkeit ist ein möglichst geringer Einfluss auf die Abzugparameter während eines Rollenwechsels. Neben dem konstanten Abzug muss auch die Folienrolle mit der nötigen Wickelkraft aufgewickelt werden, um sowohl genügend Stabilität für die Lagerung und den Transport zu besitzen als auch eine problemlose Weiterverarbeitung zu gewährleisten. Es kann somit auch gezeigt werden, dass sich die Folienqualität innerhalb bestimmter Schranken verbessern lässt, wenn ein besserer Wickler verwendet wird. Des Weiteren ist es nicht möglich optimale Folienqualitäten ohne modernen Wickler zu erreichen.



Abbildung 37: Wickler

3.8.11 Steuerung

Die Steuerung ist das Gehirn der gesamten Anlage. Sie verarbeitet die Daten der Messsensoren und regelt den Prozess in den vorgegebenen Schranken. Die Steuerung hat den wohl wesentlichsten Einfluss auf die Folienqualität, da es von essentieller Bedeutung ist, dass alle Temperaturen, Geschwindigkeiten und Drücke exakt aufeinander abgestimmt sind. Neben dieser Aufgabe dient die Steuereinheit auch als Schnittpunkt zwischen Anlage und Bediener. Die Eingabe sowie die Ausgabe der Prozessparameter werden mittels Touchscreen realisiert. Diese in Abbildung 38 dargestellte Bedieneroberfläche bietet eine sehr komfortable Möglichkeit der Prozessüberwachung.



Abbildung 38: Steuereinheit

3.8.12 Stippendetektor

Der Stippendetektor bildet eine zusätzliche Überwachungseinheit mit dessen Hilfe die Qualität der produzierten Folie bestimmt werden kann. Das Funktionsprinzip ist in Kapitel 3.2.5 ausführlich beschrieben. Je nach Kundenanforderungen werden die Stippenanzahl und die Verteilung mit der Folie mitgeschickt.

3.8.13 Nachfolgeeinrichtungen

Hier werden jene Verfahrensschritte zusammengefasst, welche keinen unmittelbaren Einfluss auf die Folienqualität besitzen. Sie dienen lediglich zur gezielten Behandlung der Folie für die spätere Weiterverarbeitung. Grundlegend können Nachfolgeeinrichtungen unter anderem Oberflächenbehandlungen, Perforationen, Bedruckungen, Beschnitte oder Schweißen sein. Bei der für diese Arbeit verwendeten Anlage sind folgende Nachfolgeeinrichtungen installiert.

Der Steitenkantenbeschnitt wird durchgeführt um aus dem gefertigten Schlauch zwei Folienbahnen zu machen. Bei verlockten Folien (zusammengeklebter Schlauch) werden meist ebenfalls Seitenkantenbeschnitte durchgeführt, da bei der Fertigung die Breite und Folienlage geringfügig schwanken kann und schwer zu regeln ist. Daher werden bei allen Folien Randbeschnitte durchgeführt um eine saubere Rollenkante zu erhalten. In Abbildung 39 ist die Schnitfführung des Seitenkantenbeschnittes und die Absaugung des entstehenden Randstreifens zu sehen.

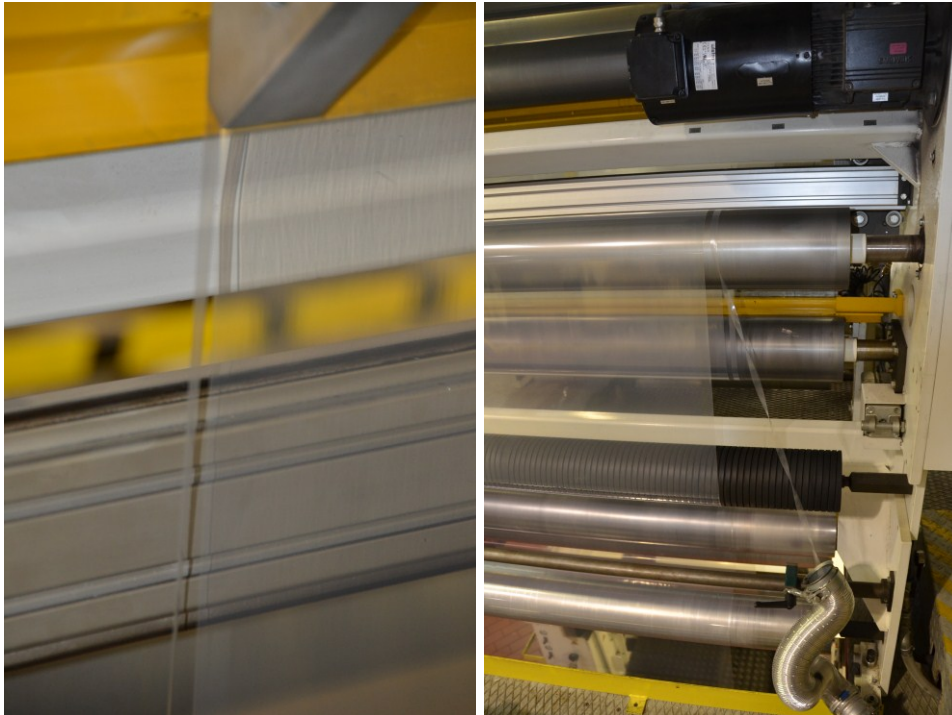


Abbildung 39: Seitenkantenbeschnitt

Als Nachfolgetätigkeiten werden alle Arbeitsschritte bezeichnet, die nach dem Aufrollen durchgeführt werden. Diese Prozessschritte haben ebenfalls keinen direkten Einfluss auf die Folienqualität, sondern dienen zur Veredelung gemäß der vom Kunden geforderten Spezifikation. In erster Linie werden hier Prozessschritte durchgeführt, die wesentlich höhere Geschwindigkeiten zulassen als die Extrusion. Darunter fallen meist Bedruckungen oder Perforationen. Ein weiterer wichtiger Prozess ist das so genannte Rollen schneiden. Hierbei werden aus der in der Extrusion gefertigten Mutterrolle (maximaler Extrusionsbreite und Durchmesser) kleinere, vom Kunden geordnete Rollen geschnitten. Diese Rollen weisen meist Breiten von 30 - 80 cm auf und Längen von einigen hundert Laufmetern. Diese kleinen Rollen werden nicht oder kaum an der Extrusionsanlage direkt hergestellt, da bei so kleinen Rollen die maximale Anlagenleistung nicht optimal ausgenutzt werden kann.

4 Ergebnisse

4.1 Werkstoffeigenschaften

4.1.1 Rheologie

In den folgenden Abbildungen ist die Viskosität über die Scherrate, sowie die komplexe Viskosität über die Winkelgeschwindigkeit dargestellt. Diese Darstellung wird dafür herangezogen, um festzustellen ob die Cox-Merz Regel gilt. Cox Merz gilt wenn sich die Kurven aus „Frequency sweep“ und „Rate sweep“ Messung schneiden.

Wie in Abbildung 40, Abbildung 41 und Abbildung 42 zu sehen ist, scheiden sich die Kurven bei allen Temperaturen. Somit ist die Cox-Merz Regel erfüllt. Das bedeutet, dass die Kurven aus dem stationären „Rate sweep“ mit den Viskositätskurven aus dem Frequenz sweep und dem HKR kombiniert werden können. Somit kann eine durchgehende Viskositätskurve erstellt werden.

Die Darstellung der Cox-Merz Beziehung wurde für die Probe P1 bei allen Temperaturen als Beispiel durchgeführt. Bei allen anderen Proben konnte die Cox-Merz Regel ebenfalls erfüllt werden. Somit können bei allen Materialien durchgängige Viskositätskurven dargestellt werden.

Die Abkürzungen in den Legenden beziehen sich jeweils auf die Art der Messmethode, Fs für „Frequency sweep“ und Rs für „Rate sweep“, und der dazugehörigen Messtemperatur 220°C, 230 °C und 240°C.

Die Viskositätskurve in Abbildung 41 konnte nur bis $0,1 \text{ s}^{-1}$ ausgewertet werden, da bei niedrigeren Schergeschwindigkeiten Messfehler auftraten. In Abbildung 42 kann hingegen eine ideale Viskositätskurve bis hin zu sehr niedrigen Schergeschwindigkeiten gesehen werden. Anhand dieser Kurve lässt sich die Nullviskosität sehr gut bestimmen.

4. Ergebnisse

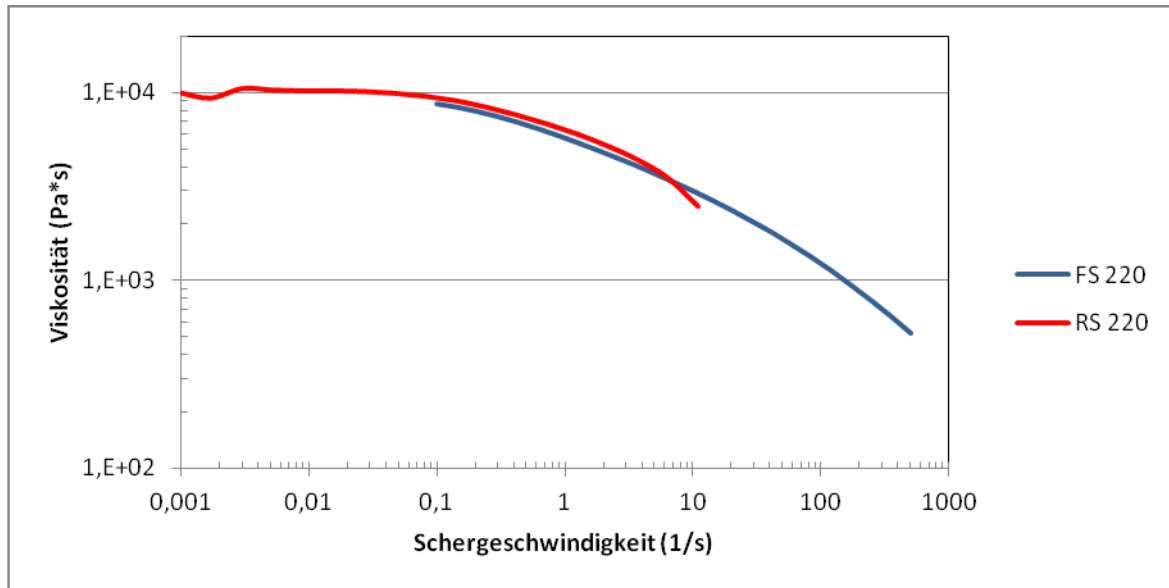


Abbildung 40: Viskositätskurve des Frequency sweep (Fs) und Rate sweep (Rs) für die Probe 1 bei 220°C

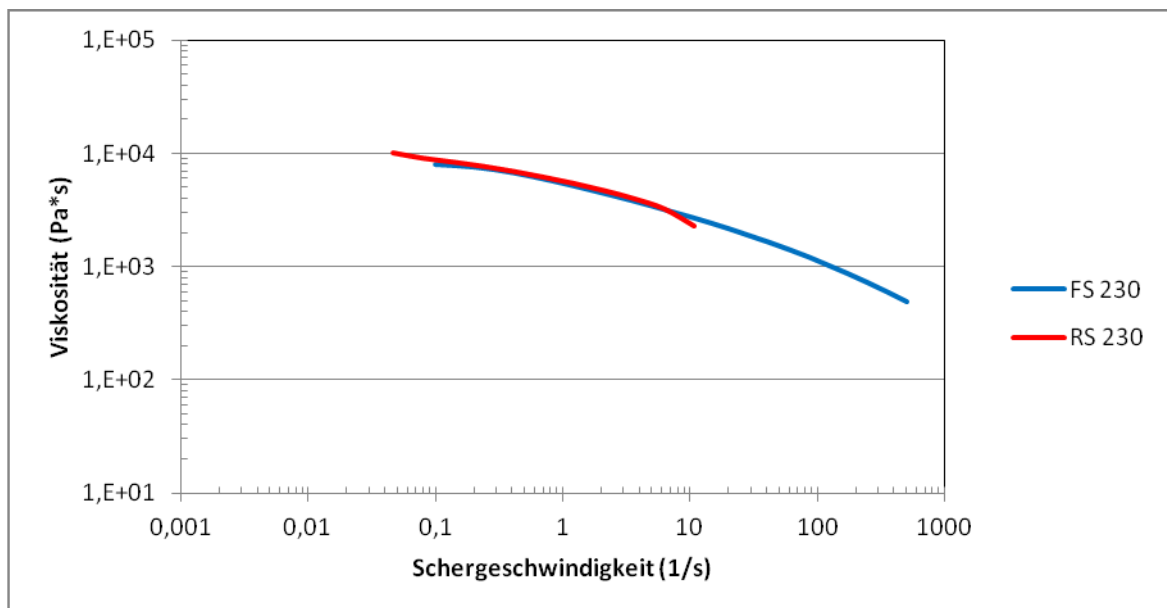


Abbildung 41: Viskositätskurve des Frequency sweep (Fs) und Rate sweep (Rs) für die Probe 1 bei 230°C

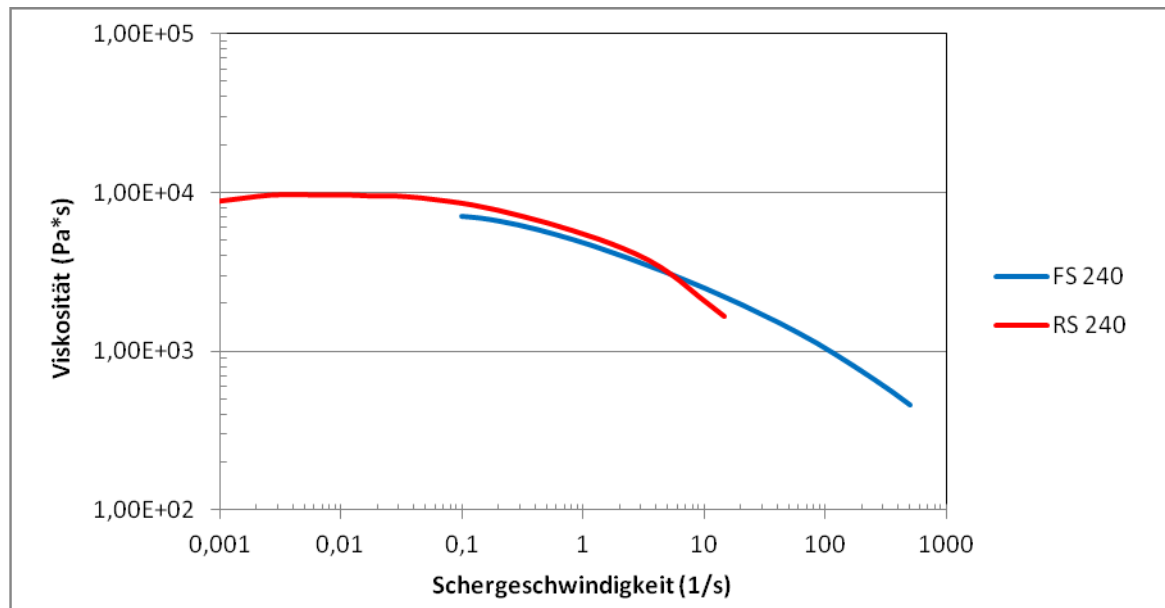


Abbildung 42: Viskositätskurve des Frequency sweep (Fs) und Rate sweep (Rs) für die Probe 1 bei 240°C

Aus den HKR Messungen wurden die wahre Schergeschwindigkeit und die wahre Viskosität berechnet. Diese Berechnung wird hier exemplarisch für die Probe P1 bei 220 °C dargestellt. Diese Berechnung der Stoffdaten wurde für die anderen Proben nach demselben Schema durchgeführt. Die Auswertungen dazu befinden sich im Anhang.

Tabelle 15: Beispiel für eine Berechnungstabelle der rheologischen Daten (P1 220°C)

L/H	v_K	p _v	Vol_Durch	τ _s	γ _s	η _s	pe (aus Bagley_LIN)
30	mm/s	bar	cm ³ /s	Pa	s ⁻¹	Pa*s	bar
1	0,009	42,4	0,00098	35,4	10	3529,3	3,07
2	0,217	277,4	0,024	231,2	250	924,8	8,85
3	0,434	363,0	0,049	302,5	500	605,0	16,18
4	0,868	527,3	0,098	439,5	1000	439,4	7,53
5	2,170	676,2	0,25	563,5	2500	225,4	30,33
6	4,340	767,3	0,49	639,5	5000	127,9	46,50

Die Kolbengeschwindigkeit (v_K) und der Druck (p_v) werden als Messwerte in die Tabelle 15 eingefügt. Der Volumendurchsatz wird über die Kolbengeschwindigkeit und die Kapillarquerschnittsfläche berechnet. Die Abmessungen der Kapillardüsen sind in Tabelle 14 zusammengefasst. Die scheinbare Schubspannung (τ_s) wird wie in Formel (10) unter Zuhilfenahme der Kapillarlänge (L_K) und des Kapillardurchmessers (D_K) berechnet.

$$\tau_s = \frac{p_v * D_K}{4 * L_K} * 10^5 \quad (10)$$

4. Ergebnisse

Die scheinbare Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma}_s$) wurde wie in Formel (11) zu sehen ist berechnet.

$$\dot{\gamma}_s = \frac{4 * Vol_durch}{\pi * \left(\frac{D_K}{2}\right)^3} \quad (11)$$

Aus der scheinbaren Schubspannung und der scheinbaren Schergeschwindigkeit wurde über die Beziehung in Formel (12) die scheinbare Viskosität (η_s) berechnet.

$$\tau_s = \eta_s * \dot{\gamma}_s \quad (12)$$

Zur Bestimmung des Einlaufdruckverlust wurde eine Bagley Korrektur durchgeführt, bei der die drei Drücke der unterschiedlichen Düsenlängen linear zur Düsenlänge null extrapoliert wurden. Der Druck beim Nulldurchgang entspricht dem Einlaufdruckverlust. Dieser wird bei der Berechnung der Viskosität berücksichtigt.

Ein Beispiel für die Darstellung der Bagley Korrektur wird in Abbildung 43 und Abbildung 44 gegeben.

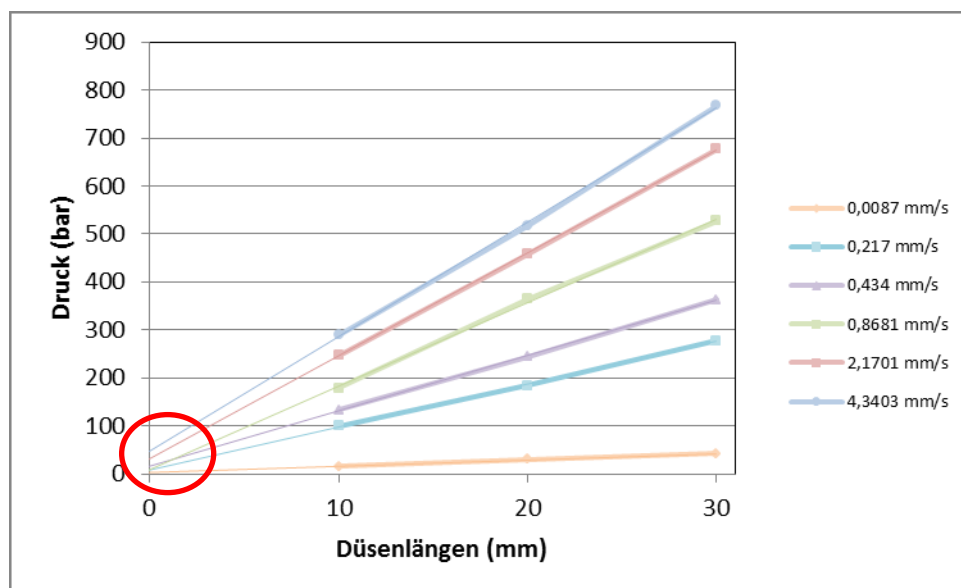


Abbildung 43: Bagley Korrektur bei der Probe 1 mit 220°C

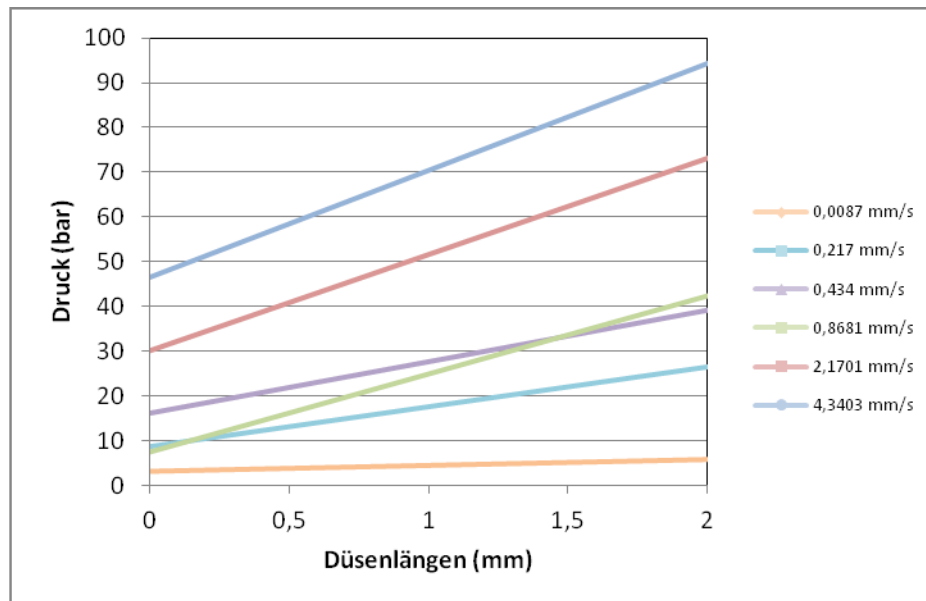


Abbildung 44: Detailvergrößerung Bagley Korrektur bei der Probe 1 mit 220°C

Zur Berechnung der wahren Schubspannung (τ_w) werden die Einlaufdruckverluste vom gemessenen Druck abgezogen (Formel (13)).

$$\tau_w = \frac{(p_v - p_e) * D_K}{4 * L_K} * 10^5 \quad (13)$$

Die wahre Schergeschwindigkeit wird mittels Polynomentwicklung aus der wahren Schubspannung und der scheinbaren Viskosität berechnet. Die wahre Viskosität wird im Anschluss wieder über Formel (12) berechnet. Die Werte der wahren Schubspannung, Schergeschwindigkeit und Viskosität sind in Tabelle 16 zusammengefasst.

Tabelle 16: Werte der wahren Schubspannung, Schergeschwindigkeit und Viskosität

τ_w	$\dot{\gamma}_w$ (poly)	η_w (poly)
Pa	1/s	Pa*s
32	19	1651
223	257	867
289	599	482
433	1.601	270
538	4.723	113
600	10.269	58

Die Ergebnisse beider rheologischen Untersuchungen wurden in einer Kurve zusammengeführt. Dadurch ist es möglich das Materialverhalten über einen sehr breiten Schergeschwindigkeitsbereich dazustellen. Dazu werden, wie in Abbildung 45 zu sehen, die Kurven in einem Diagramm angeordnet und jeweils die gut abgebildeten Bereiche jeder

4. Ergebnisse

Messmethode dargestellt. Dadurch lässt sich eine Viskositätskurve über den gesamten gemessenen Schergeschwindigkeitsbereich erstellen. In Abbildung 45 ist diese Kurvenzusammenführung exemplarisch für die Probe P1 bei 220 °C dargestellt. Alle weiteren Viskositätskurven befinden sich im Anhang.

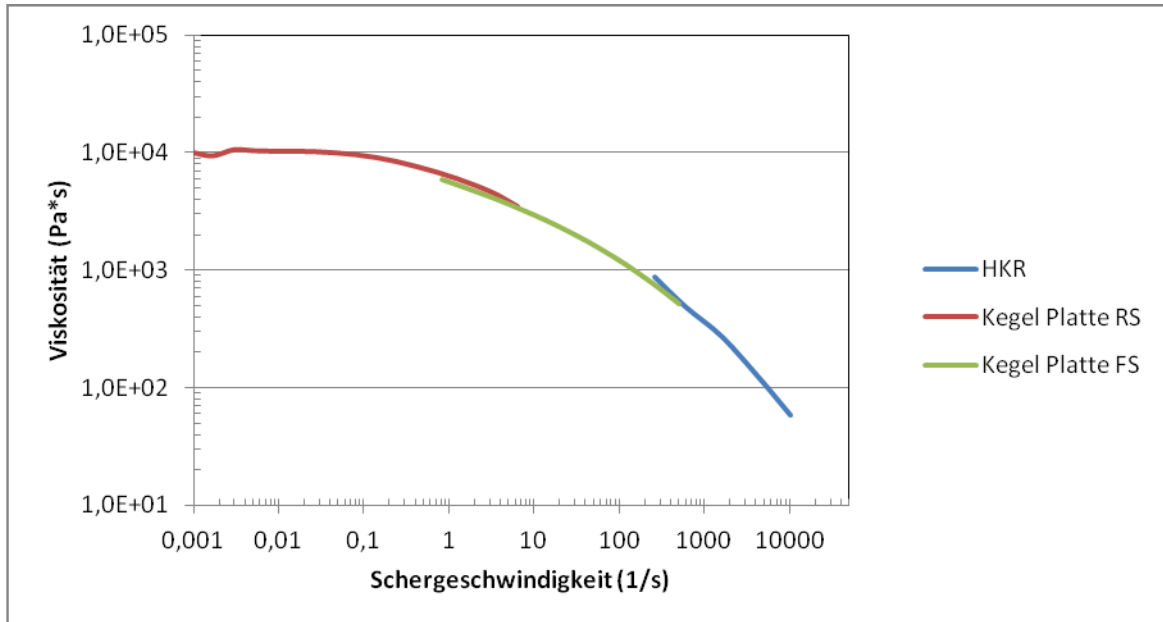


Abbildung 45: Viskositätskurve für Probe 1 bei 220°C über den gesamte gemessenen Schergeschwindigkeitsbereich

Aus den zusammengeführten Kurven lassen sich die Materialkonstanten nach dem Carreau-Ansatz ermitteln. Wie in Abbildung 46 gesehen werden kann, beschreibt dieser Ansatz den Verlauf der Viskosität über den gesamten Schergeschwindigkeitsbereich und wurde daher für die Auswertung herangezogen. Der Carreau-Ansatz ist in Formel 14 angegeben. Die Konstanten A, B und C sind Materialkonstanten und werden empirisch aus den gemessenen Kurven ermittelt. Der Faktor A entspricht der Nullviskosität, welche aus der Messung bestimmt wird. Der Faktor C entspricht der Steigung des linearen Bereiches. Hierbei ist darauf zu achten, dass es sich um eine doppelt logarithmische Darstellung handelt. Der Schnittpunkt der Geradengleichung und der Verlängerung der Nullviskosität wird als γ_c (kritische Schergeschwindigkeit) bezeichnet. Aus diesem Wert errechnet sich der Faktor B (Formel 15).

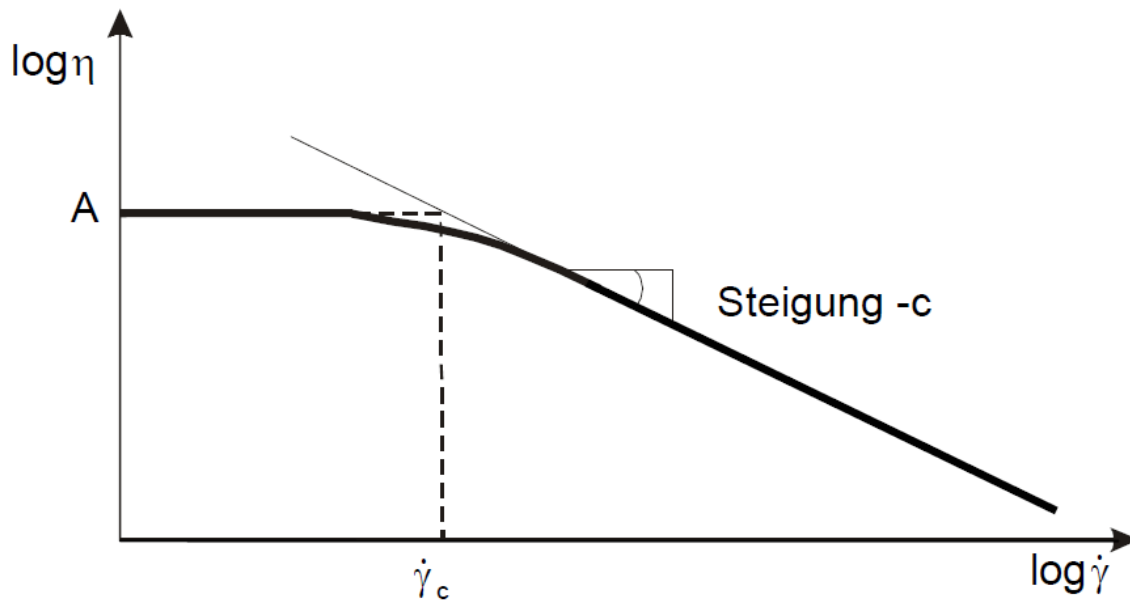


Abbildung 46: Beschreibung der Viskositätskurve nach dem Carreau-Ansatz

$$\eta = \frac{A}{(1 + B \dot{\gamma})^c} \quad (14)$$

$$\dot{\gamma}_c = \frac{1}{B} \quad (15)$$

Wie in Abbildung 47 zu sehen ist, deckt sich die errechnete Kurve des Carreau-Ansatzes sehr gut mit der gemessenen Viskositätskurve. Dies ist hier für die Probe P1 bei 220°C exemplarisch dargestellt. Die Materialkonstante A, B und C aller gemessenen Proben befinden sich in Tabelle 17.

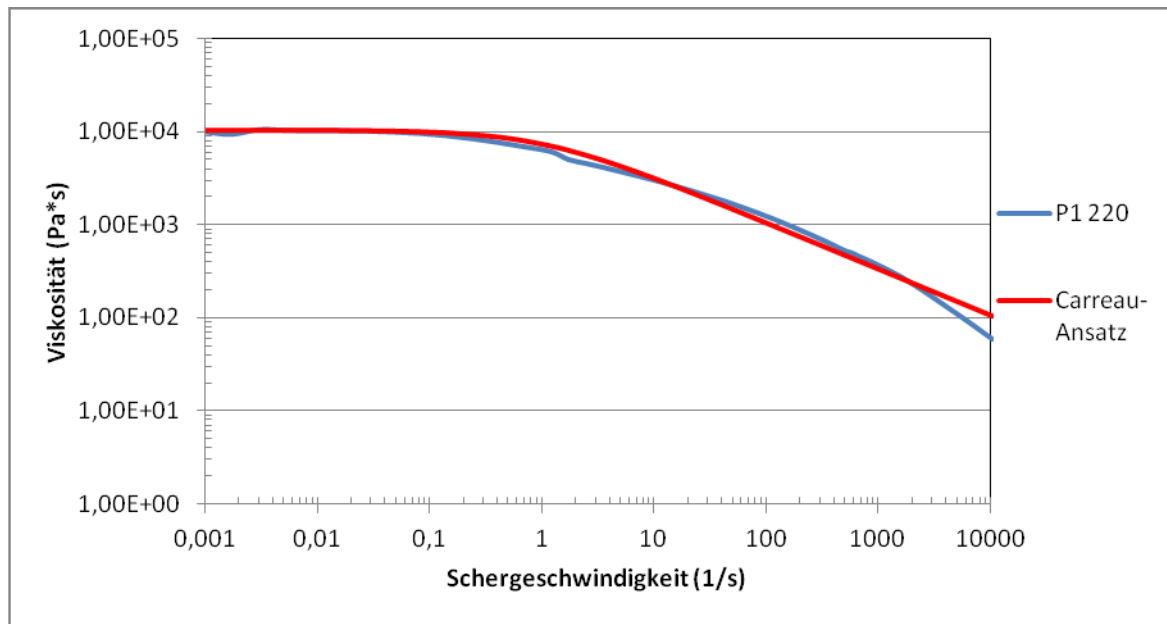


Abbildung 47: Viskositätskurve aus Messung im Vergleich zur Berechneten aus dem Carreau-Ansatz für P1 bei 220°C

Der Faktor A in Tabelle 17 entspricht der Nullviskosität der unterschiedlichen Proben. Diese ist in Tabelle 18 noch einmal für alle Proben zusammengefasst. Hier kann gesehen werden, dass sowohl zwischen P1 und P6 sowie auch zwischen P3 und P9 ein erheblicher Unterschied in der Nullviskosität auftritt. Dieser Einfluss wird in weiterer Folge noch im Detail untersucht. Auf die Veränderung der Viskosität bei steigender Temperatur wird ebenfalls noch näher eingegangen. Die gemessenen rheologischen Kurven aller nicht in den folgenden Vergleichen vorkommenden Materialien sind im Anhang beigelegt.

Tabelle 17: Materialkonstanten aus dem Carreau-Ansatz

	220			230			240		
	A (Pa*s)	B (s)	C (1)	A (Pa*s)	B (s)	C (1)	A (Pa*s)	B (s)	C (1)
P1	10.500	1,0	0,5	10.000	1,0	0,5	9.500	1,0	0,5
P2	10.500	1,0	0,5	10.000	1,0	0,5	9.500	1,0	0,5
P3	35.000	4,0	0,56	33.000	4,0	0,56	30.000	4,0	0,56
P4	10.000	0,1	0,7	7.400	0,1	0,7	7.000	0,1	0,7
P5	10.000	0,1	0,7	7.700	0,1	0,7	7.400	0,1	0,7
P6	16.000	3,0	0,5	14.000	3,0	0,5	14.000	3,0	0,5
P7	15.000	1,0	0,55	13.000	1,0	0,55	12.000	1,0	0,55
P8	5.500	0,03	0,8	2.900	0,02	0,77	2.000	0,02	0,7
P9	13.000	0,2	0,7	12.000	0,2	0,7	12.000	0,2	0,7

Tabelle 18: Nullviskosität aller gemessenen Compounds

	η_0 bei 220 °C (Pa*s)	η_0 bei 230 °C (Pa*s)	η_0 bei 240 °C (Pa*s)
P1	10.500	10.000	9.500
P2	10.500	10.000	9.500
P3	35.000	33.000	30.000
P4	10.000	7.400	7.000
P5	10.000	7.700	7.400
P6	16.000	14.000	14.000
P7	15.000	13.000	12.000
P8	5.500	2.900	2.000
P9	13.000	12.000	12.000

Materialvergleiche der Compounds P1 und P6 – Verschieden mLLDPE Typen

Bei diesen Compounds handelt es sich um jene Compounds, die dem Aufbau der Deckschicht entsprechen. Sie unterscheiden sich durch die Substitution des mLLDPE M10 bei P1 durch M45 bei P6. Der genaue Aufbau dieser Schichten ist in Tabelle 7 zusammengefasst. Es soll der rheologische Unterschied zwischen dem Material M10 und seinem Substituenten M45 dargestellt werden, um Rückschlüsse auf ein mögliches unterschiedliches Stippenlevel ziehen zu können.

In Abbildung 48 ist zu sehen, dass die Viskosität der beiden Materialien im Bereich hoher Schergeschwindigkeiten annähernd gleich ist, jedoch kommt es im Bereich der Nullviskosität zu einer Differenz von 5500 Pa*s was ungefähr einer Erhöhung von 50% ausgehend von der Standardrezeptur entspricht. Diese Differenz kann einen Einfluss auf die Stippen haben. Bei unterschiedlichen Ergebnissen in der Produktion der beiden Materialkombinationen müssen vor allem Bereiche der Produktionsanlage näher betrachtet werden, bei denen besonders niedrige Schergeschwindigkeiten auftreten. Ein solcher Bereich ist die Flanschverbindung zwischen Extruder und Werkzeug, da dort die geringsten Strömungsgeschwindigkeiten erwartet werden.

Der hier gezeigte Effekt konnte auch bei allen anderen Temperaturen festgestellt werden (Tabelle 18). Die Viskositätskurven dazu befinden sich im Anhang.

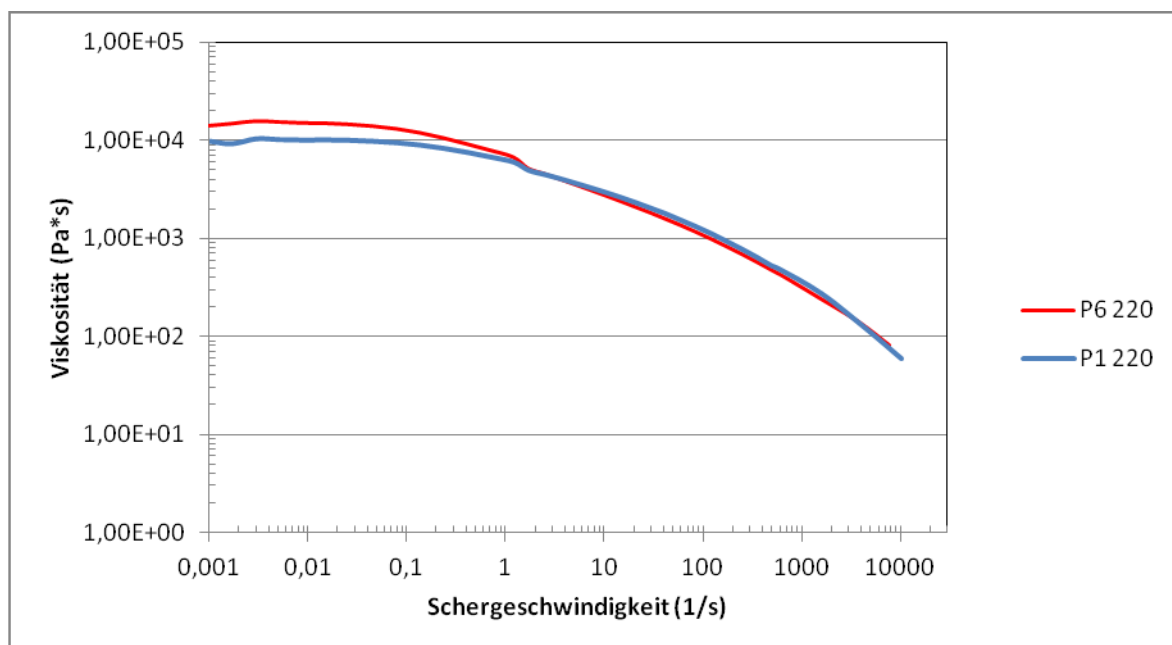


Abbildung 48: Viskositätskurven der Deckschichtcompounds P1 und P6 bei 220°C

Materialvergleiche der Compounds P1 und P2 – Zwei unterschiedliche Chargen der gleichen mLLDPE Type

Bei den Compounds P1 und P2 handelt es sich um Materialkombinationen, wie sie in der Deckschicht eingesetzt werden. Der Unterschied zwischen diesen beiden Compounds besteht lediglich in der Charge der mLLDPE Komponente M10. Diese unterschiedlichen Chargen führten im Laufe der Produktion zu erheblichen Unterschieden im Stippenlevel. Die Viskositätskurven dieser beiden Proben wurden verglichen, um festzustellen, ob das unterschiedliche Stippenlevel auf rheologische Unterschiede zurückzuführen ist.

Wie in Abbildung 49 zu sehen ist, unterscheiden sich die unterschiedlichen Chargen jedoch nicht in ihren rheologischen Eigenschaften. Diese Aussage kann auch über die anderen getesteten Verarbeitungstemperaturen gesagt werden. Die Abbildungen dazu befinden sich im Anhang.

Aus dieser Erkenntnis kann der Schluss gezogen werden, dass sich die hier getesteten unterschiedlichen Chargen prozesstechnisch gleich verhalten und somit neben den Prozessparametern noch andere, bisher nicht berücksichtigte Faktoren einen Einfluss auf die Stippenbildung haben müssen. Im konkreten Fall dieser beiden Chargen konnte durch Veränderung der Maschinenparameter in der Produktion keine signifikante Verbesserung im Stippenlevel erreicht werden, was durch die gleichen rheologischen Eigenschaften begründet werden kann.

Es kann vermutet werden, dass sich die Neigung zur Bildung von Agglomerat verändert oder dass sich ein höhere Anteile an hochmolekularen Bestandteilen im angelieferten Material befanden. Im Zuge dieser Masterarbeit konnte diese Theorie jedoch nicht bestätigt werden. Es wird empfohlen in möglichen Folgearbeiten näher auf diese Thematik einzugehen.

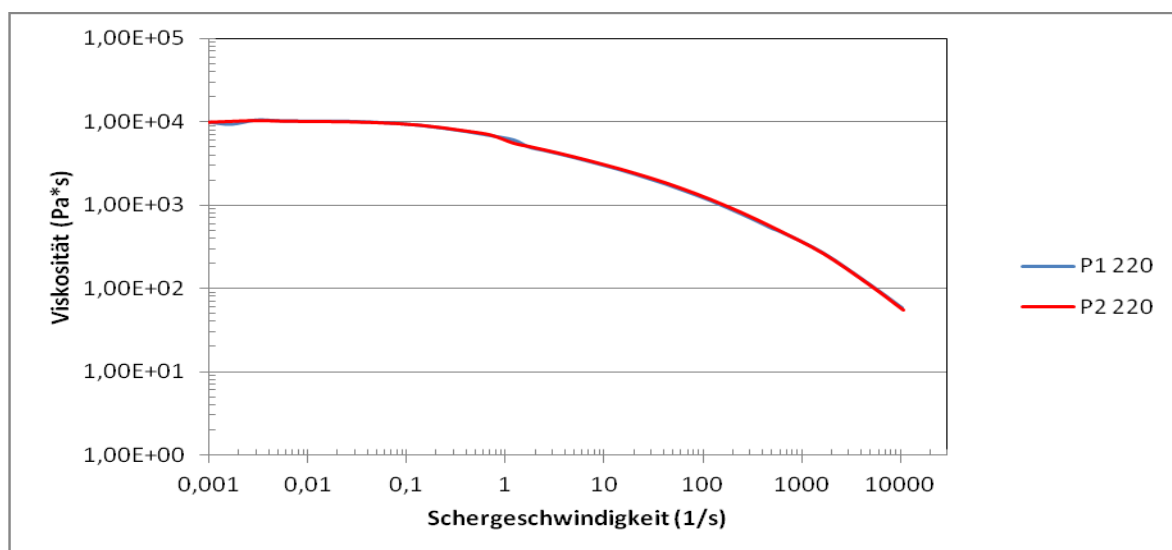


Abbildung 49: Viskositätskurven des Chargenvergleichs von M10 in P1 und P2 bei 220°C

Materialvergleiche der Compounds P3 und P9 – Zwei unterschiedliche Haftvermittlersysteme

Dieser Materialvergleich beschäftigt sich mit den unterschiedlichen Haftvermittlersystemen. Die Probe P3 stellt hierbei die Standardrezeptur mit W34 und P9 eine mögliche Alternative mit W35 dar. Es sollte untersucht werden, ob und welche rheologischen Unterschiede diese beiden System besitzen. In der anschließenden Folienproduktion sollte ermittelt werden, ob und welchen Einfluss mögliche rheologische Unterschiede des Haftvermittlers auf die Stippenbildung besitzen.

Wie in Abbildung 50 zu sehen ist, unterscheiden sich die beiden Haftvermittlersysteme erheblich in ihren rheologischen Eigenschaften. Besonders stark ist der Viskositätsunterschied bei niedrigen Schergeschwindigkeiten ausgeprägt. Hier weist P9 mit 13000 Pa*s eine deutlich niedrigere Viskosität auf als P3 mit 35000 Pa*s auf. Das entspricht einer Verringerung um ungefähr 60% ausgehend von der Standardrezeptur. Im Bereich von höheren Schergeschwindigkeiten ist der Viskositätsunterschied der beiden Proben wesentlich geringer. Es kann somit die Schlussfolgerung gezogen werden, dass bei unterschiedlichen Ergebnissen in der Produktion vor allem jene Bereiche eine Rolle für die Stippenbildung spielen, in denen niedrige Schergeschwindigkeiten auftreten.

Dieses Verhalten konnte bei allen gemessenen Temperaturen festgestellt werden (Tabelle 18). Die Abbildungen dazu sind im Anhang beigelegt.

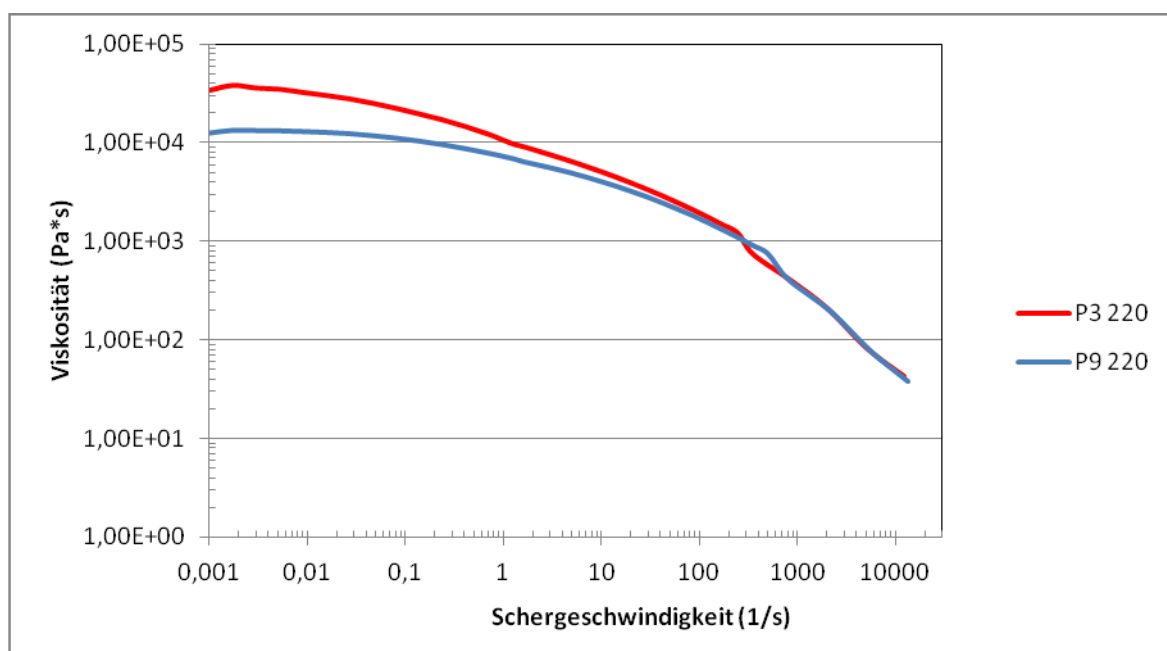


Abbildung 50: Viskositätskurven des Haftvermittlers für P3 und P9 bei 220°C

Einfluss der Temperaturänderung auf das Compound P1 – Deckschicht mit Standardrezeptur

Das hier untersuchte Compound P1 entspricht der Materialzusammensetzung der Standardrezeptur der Deckschicht. Die Hauptkomponente dieser Schicht ist das mLLDPE M10. Ziel dieses Vergleiches ist es festzustellen, welchen Einfluss die Temperaturerhöhung auf die rheologischen Eigenschaften besitzt. Dies ist wichtig, um Rückschlüsse bei einer Veränderung des Stippenlevel bei Temperaturerhöhung vor allem der Deckschicht ziehen zu können. Aus langjähriger Erfahrung wird der Temperatur im Hinblick auf die Stippenbildung eine hohe Bedeutung zugemessen.

Aus den in Abbildung 51 dargestellten Kurven kann gesehen werden, dass sich die Viskosität wie erwartet bei steigender Temperatur verringert. Diese Veränderung ist jedoch nicht besonders stark ausgeprägt und des Weiteren sind keine signifikanten Viskositätsveränderungen bei höheren Temperaturen zu erkennen, welche auf einen Abbau des Materials durch zu hohe thermische Belastung hinweisen könnten. Der Einfluss der Temperaturerhöhung ist somit auf die normale Viskositätsminderung zurückzuführen. Die Kurve bei 230 °C wurde nicht bis zur Nullviskosität aufgezeichnet, da die Messung fehlerhaft war. Eine genaue Messung der Nullviskosität für alle Materialien und Temperaturen wurde aufgrund des erheblich größeren messtechnischen Aufwandes nicht durchgeführt.

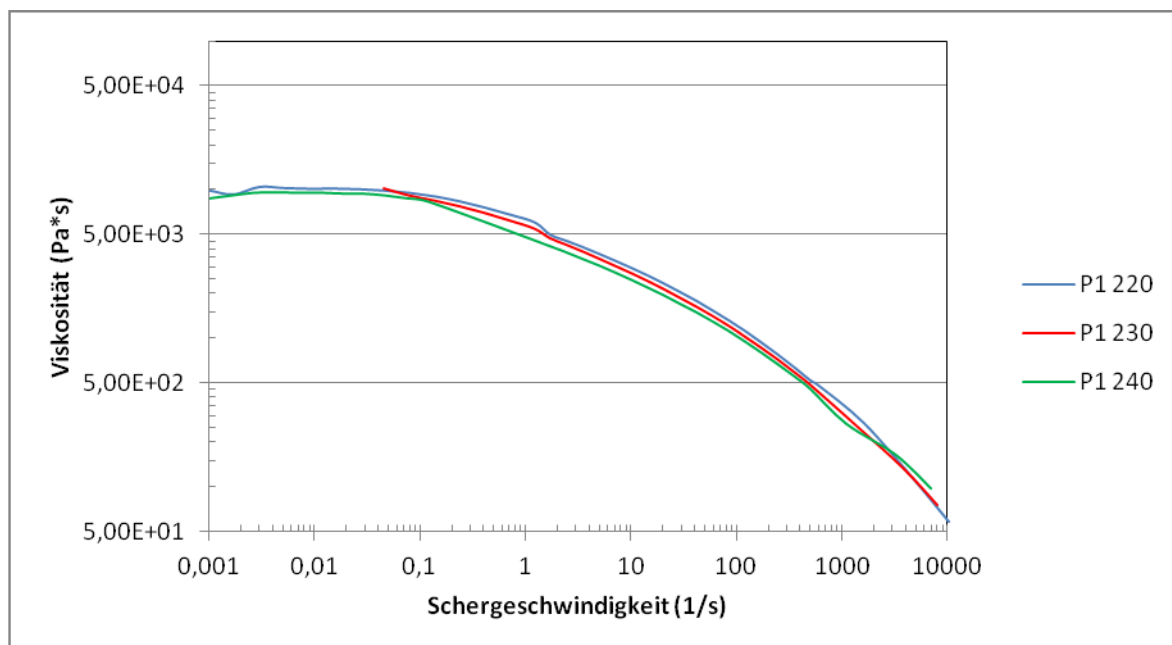


Abbildung 51: Viskositätskurven der Proben P1 (M10) bei unterschiedlichen Temperaturen

Einfluss der Temperaturänderung auf das Compound P6 – Deckschicht mit Alternativmaterial

Bei diesem Vergleich handelt es sich ebenfalls um das Deckschichtcompound, jedoch wurde diesmal die Hauptkomponente durch M45 ersetzt. Ziel dieses Vergleiches ist es ebenfalls festzustellen, welchen Einfluss eine Temperaturerhöhung auf die Viskosität besitzt. Des Weiteren sollen mögliche Unterschiede zwischen dem Temperaturverhalten von P1 und P6 gefunden werden.

Bei den in Abbildung 52 dargestellten Viskositätskurven ist ebenfalls eine geringe Verringerung der Viskosität bei höheren Temperaturen zu erkennen. Diese Verringerung zeigt sich auch wie erwartet und nicht besonders signifikant. Im Vergleich zu P1 kann ein ähnliches Verhalten festgestellt werden. Jedoch unterliegen diese Messungen auch einer bestimmten Standardabweichung, wodurch der tatsächliche Unterschied nicht eindeutig bestimmt werden kann und somit ein möglicher Einfluss auf die Stippenbildung nicht mit Sicherheit gegeben werden kann.

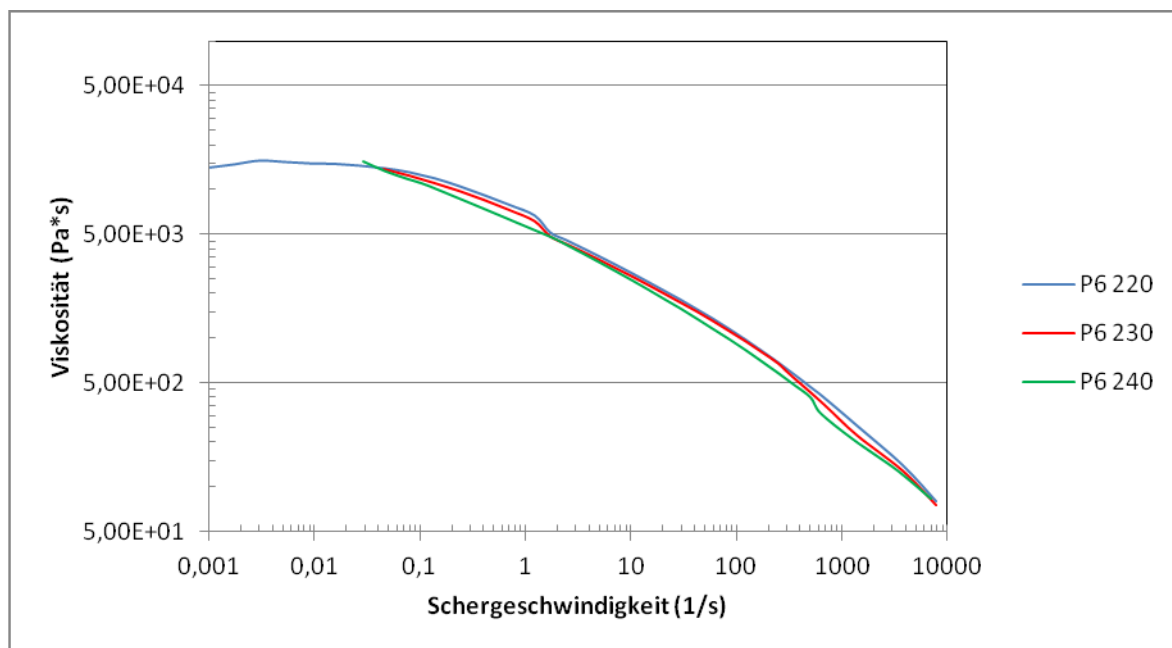


Abbildung 52: Viskositätskurven der Proben P6 (M45) bei unterschiedlichen Temperaturen

4.1.2 Thermische Eigenschaften (DSC)

Zur umfassenden Erfassung der Materialdaten wurden DSC Analyse des Ausgangsmaterials durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sollen mögliche Erkenntnisse über die Stippenbildung geben und helfen die Einflüsse der Prozessparameter des Faktorenversuchsplans zu interpretieren. In Tabelle 19 sind alle Ergebnisse aller

durchgeführten Messungen in tabellarischer Form zusammengefasst. Die wichtigsten Vergleiche sind anschließend noch näher erläutert.

Tabelle 19: Auswertung DSC-Kurven des Ausgangsmaterials

Materialbezeichnung	Materialklasse	Ts (°C)	Enthalpie (J/g)
B09	LDPE	112,64	108,8
M10	m-LLDPE	118,55	85,64
M13	m-LLDPE	96,47	12,81
M14	m-LLDPE	78,51	2,89
M45	m-LLDPE	116,15	87,62
W34	HV-Konzentrat	120,99	102,9
W35	HV-Konzentrat	114,16	84,96
X15	EVOH	186,22	56,74
Z17	Gleitmittel & PPA	124,71	80,34
Z28	Antiblock, Antislip	106,24	10,84

Jene Materialien, welche in den folgenden Vergleichen nicht vorkommen, werden bei allen Einstellungen und Materialkombinationen nicht verändert, wodurch sie keinen Einfluss auf unterschiedlichen Stippenlevel haben sollten.

Materialvergleich von M10 und M45 – Zwei alternative mLLDPE Typen der Deckschicht

Beim Vergleich der DSC Kurven der beiden Deckschichtmaterialien M10 und M45 in Abbildung 53 kann gesehen werden, dass die Schmelztemperatur sowie die Enthalpie der beiden Materialien annähernd gleich ist. Da dies der Fall ist, kann keine Aussage über den Einfluss des Schmelzverhaltens der beiden Materialien getroffen werden. Dem Aufschmelzverhalten nach müssten sich die beiden Materialien annähernd gleich verhalten.

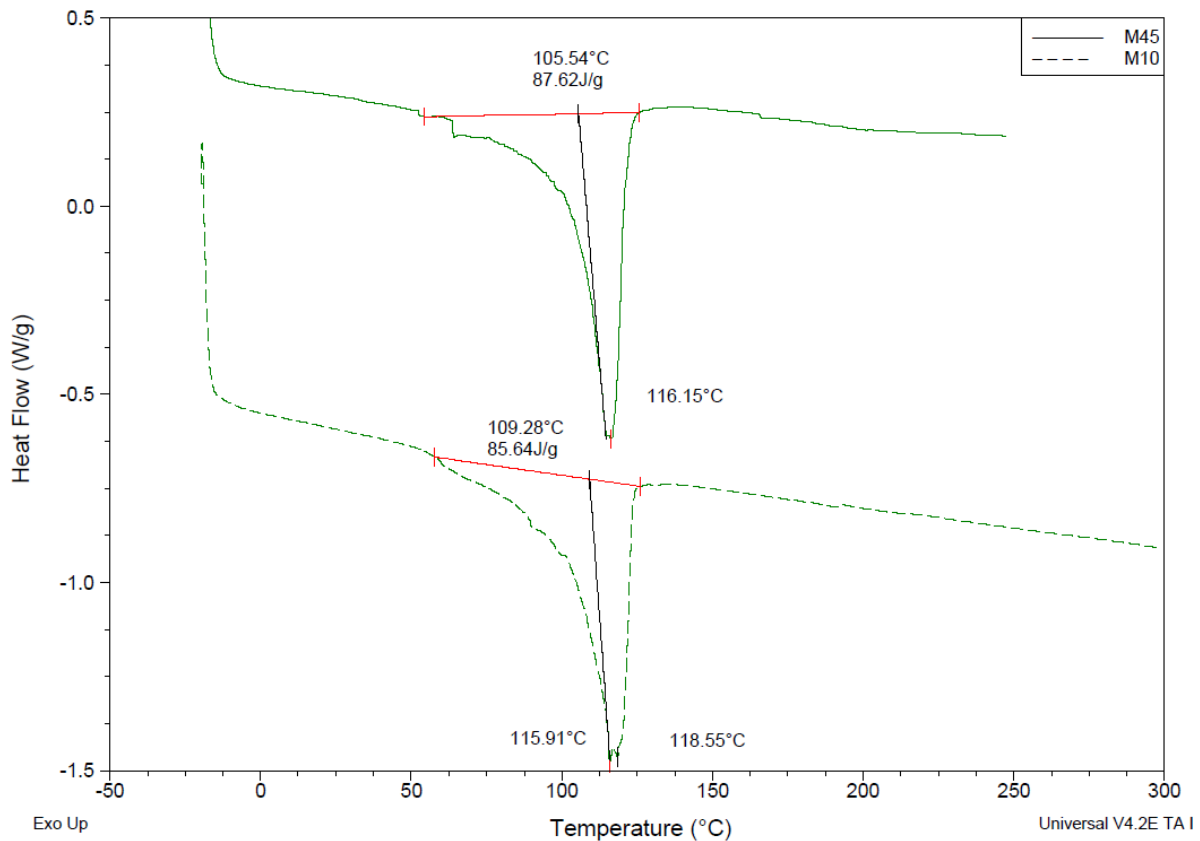


Abbildung 53: DSC-Kurven der Deckschichtmaterialien M10 und M45 (zwei mLLDPE-Typen)

Chargenvergleich der Standard mLLDPE Typen M10

Der Vergleich der Chargen, wie er in Abbildung 54 dargestellt ist, kann auch keine weiteren Erkenntnisse darüber bringen, weshalb es im Laufe der Produktion zu so unterschiedlichen Stippenlevel gekommen ist. Da alle gemessenen Werkstoffeigenschaften bei den unterschiedlichen Chargen gleich waren, kann vermutet werden, dass sich die Stippen in Form von hochmolekularen Bestandteilen im Granulat befanden oder die Stippen durch eine höhere Neigung zur Agglomeratbildung zu Stande kamen, was mit den durchgeführten Messungen nicht nachweisbar war.

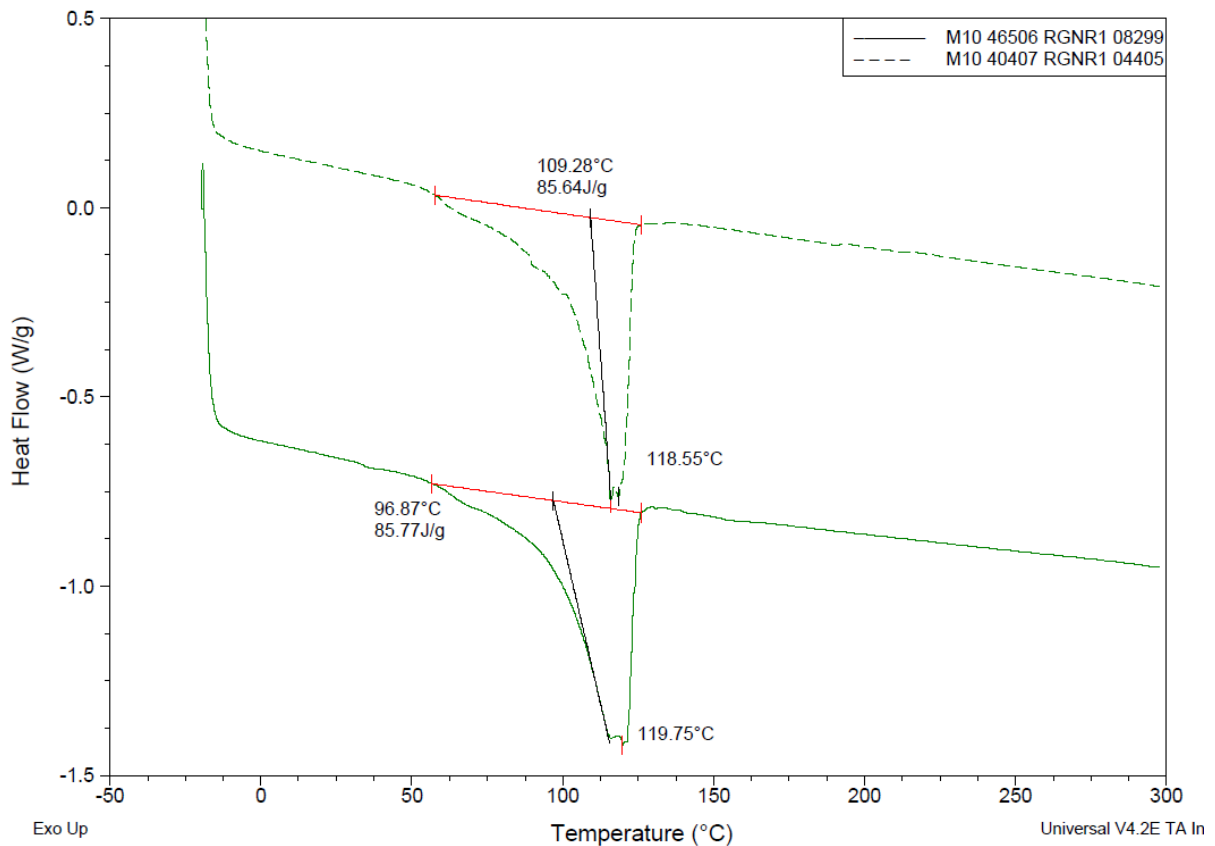


Abbildung 54: DSC-Kurven zweier Chargen einer mLLDPE Typen (M10)

Haftvermittler Vergleiche

Der Vergleich der DSC-Kurven für den Haftvermittler zeigt einen signifikanten Unterschied zwischen den beiden Typen. Wie in Abbildung 55 gesehen werden kann, ist sowohl die Schmelztemperatur als auch die Enthalpie bei W35 geringer als bei W34. Wie stark sich dieser Effekt auf die Bildung von Stippen auswirkt, kann nicht mit Sicherheit gesagt werden, da nicht bekannt ist, welche Effekte grundlegend zur Entstehung von Stippen beitragen. Sollte jedoch die Theorie bestätigt werden, dass es sich bei Stippen zu großen Teilen um nicht aufgeschmolzene Partikelrückstände handelt, so ist es sicher von Vorteil möglichst geringe Energie für das Aufschmelzen zu benötigen. Daher sollten bei der Produktion mit W35 weniger Stippen entstehen als bei der Produktion mit W34.

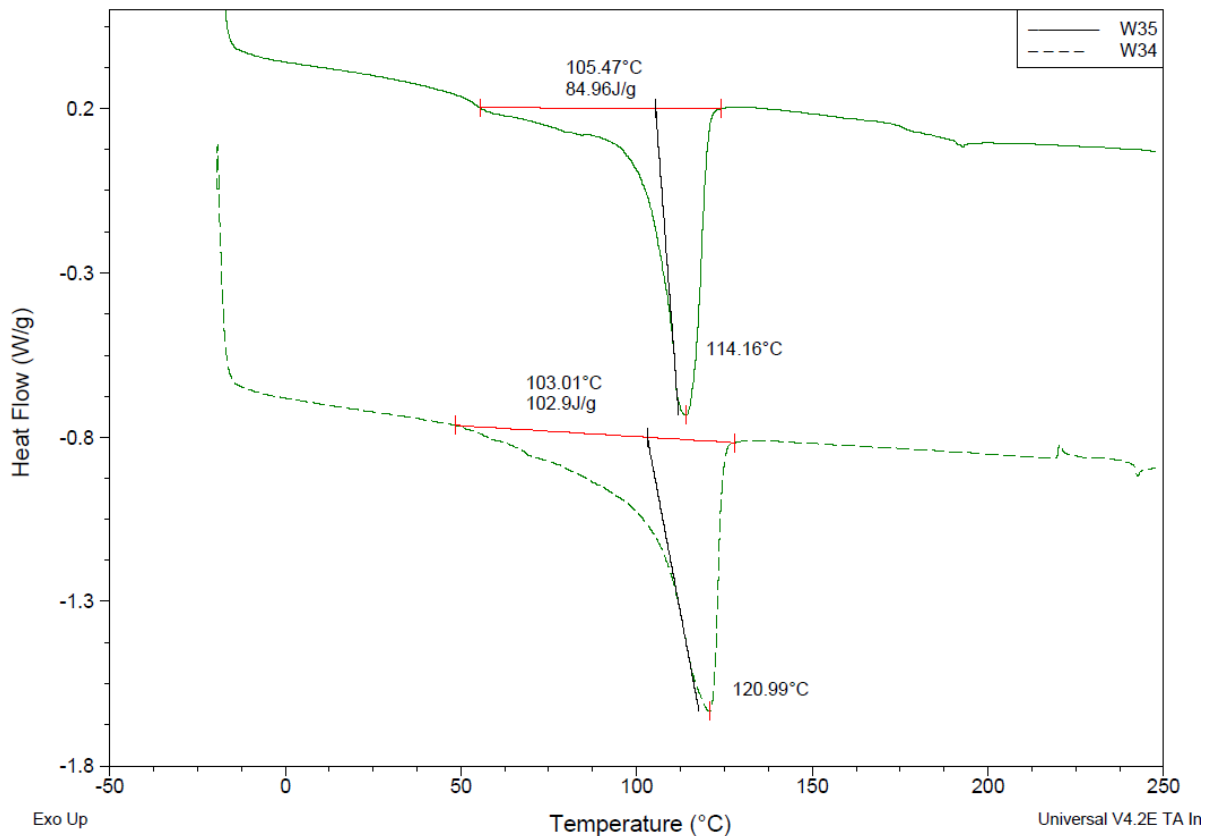


Abbildung 55: DSC-Kurven zweier Haftvermittler W34 und W35

Neben den DSC-Messungen des Ausgangsmaterials wurden auch die produzierten Folien vermessen. Diese Messungen wurden durchgeführt um ausschließen zu können, dass das Material während der Produktion zu hohen thermischen Belastungen ausgesetzt war. Eine zu hohe thermische Belastung des Materials kann zum Abbau und somit zu zusätzlichen Stippen in Form von Abbauprodukten führen. Eine solche übermäßige thermische Belastung konnte jedoch nicht nachgewiesen werden und ebenso konnten im Laufe der Produktion keine dunklen Stippen detektiert werden, welche auf verbranntes oder abgebautes Material hinweisen.

Es wurde außerdem versucht die Stippen mittels DSC-Messung zu charakterisieren. Hierzu wurden DSC-Kurven von Folienbereichen die keine Stippen aufweisen und von jenen die welche aufweise verglichen. Das Problem bei diesen Messungen ist, dass die Stippen so klein sind, dass sich bei der Messung kein Unterschied zu einem Folienbereich ohne Stippe zeigt. Somit kann diese Untersuchungsmethode nicht zur Charakterisierung von Stippen herangezogen werden.

4.1.3 Raman Spektroskopie

Für die Untersuchung mittels Raman Spektroskopie wurde eine der gefertigten Testfolien untersucht, um festzustellen, ob der Aufbau der Stippen mittels dieser Methode bestimmt werden kann. Hierzu wurden zuerst Messungen neben sowie direkt auf der Stippe durchgeführt, um mögliche Unterschiede zu erkennen. Die in Abbildung 56 gezeigten Ramanspektren wurden in einer so genannten Linienaufnahme gemessen. Dabei werden mehrere Messpunkt entlang einer vordefinierten Linie aufgenommen und in einem Diagramm gegenübergestellt. In Abbildung 57 ist eine Aufnahme der gemessenen Stippe zu sehen, in welcher die Messstrecke für den durchgeführten Versuch mit einer roten Linie eingezeichnet ist.

Die Intensitäten der unterschiedlichen Spektren sind für die Auswertung nicht weiter relevant. Relevant sind jedoch die Lage der Peaks, da diese Aufschluss über das an diesem Punkt befindliche Material gibt. Wie in Abbildung 56 gut zu sehen ist, verändern sich die Spektren über die verschiedenen Messpunkte nicht. Die hier zu erkennende Spektren zeigen ein typisches PE Spektrum. Das Problem dieser Methode ist, dass die Unterscheidung innerhalb einer Materialklasse nur schwer möglich ist. Leider konnte im Zuge der Messungen keine Stippe gefunden werden, bei der sich ein anderes Ergebnis zeigte. Da in der produzierten Folie auch keinen verbrannten Stippen auftraten, konnte auch eine Untersuchung dieser Stippenart nicht durchgeführt werden.

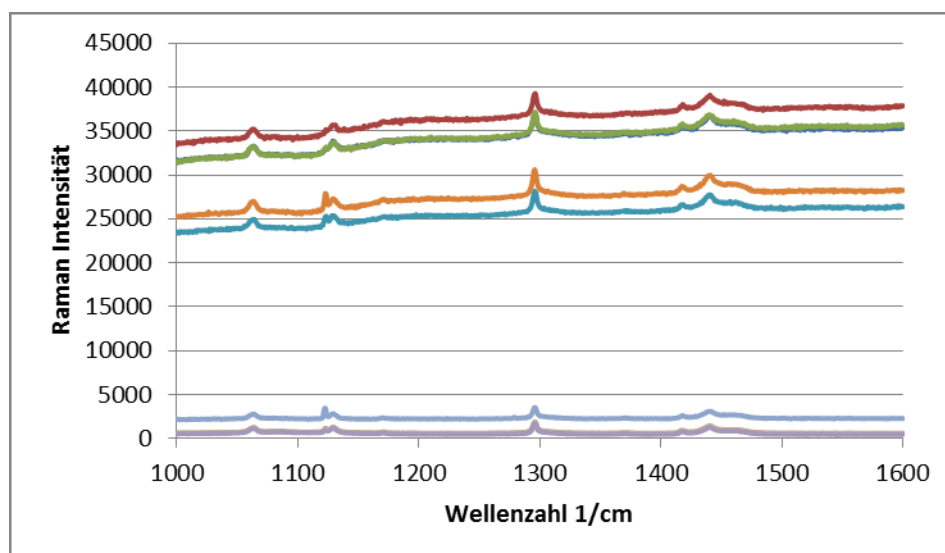


Abbildung 56: Ramanspektren bei Linienmessung für eine Folie der Materialkombination 3

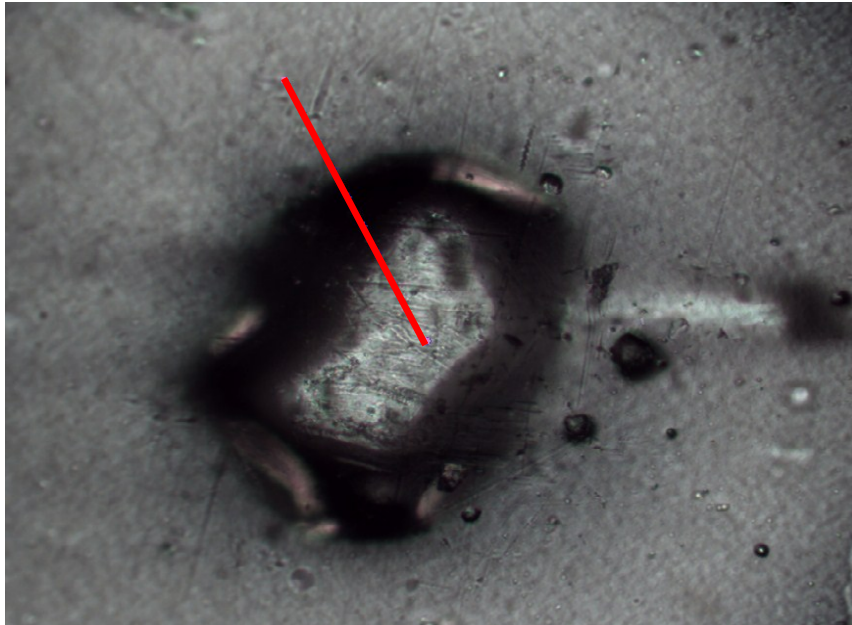


Abbildung 57: Stippe mit Linien für Linierabtastung der Ramanspektroskopie

Als Resümee dieser Messungen kann gesagt werden, dass die Untersuchung der Stippen mittels Raman die Erkenntnis brachten, dass es sich bei den Stippen um PE-Stippen handelt. Diese können im Raman nur schwer von der Folie unterschieden werden. Eindeutige Unterschiede können nur gesehen werden, wenn es sich tatsächlich um ein Fremdmaterial, vorzugsweise einer anderen Polymerklasse handelt. Es hat sich weiter bei den Versuchen gezeigt, dass es mitunter schwierig ist zu bestimmen, ob tatsächlich die Stippe oder die umgebende Folie gemessen wird. Daher wird empfohlen die zu untersuchende Folie mittels Mikrotom vorzubereiten um ein optimales Ergebnis erzielen zu können.

4.2 Faktorenversuchsplan

Bei der Auswertung der Faktorenversuchspläne konnte gesehen werden, dass die Fehlerklassen Black $<5 \text{ mm}^2$ und Black $>5 \text{ mm}^2$ nicht auftraten, wodurch sie bei den Darstellungen der Ergebnisse nicht berücksichtigt wurden.

4.2.1 Materialkombination 1 (M1) Standardrezeptur

Bei Materialkomponente 1 handelt es sich um die in der Produktion verwendete Standardrezeptur.

Bei dem Material der Deckschicht (DS) in Tabelle 20 handelt es sich nicht um dieselbe Charge, die für die rheologischen Untersuchungen und die DSC Analysen verwendet wurde. Diese Charge stand zur Zeit der Produktion nicht mehr zur Verfügung. Da jedoch beim

4. Ergebnisse

Chargenvergleich kein Unterschied in den Eigenschaften festgestellt wurde, wurde auf die gezielte Auswahl von Chargen verzichtet.

Die andere Deckschicht (DS2) und die Barrierschicht wurden während des Versuchsplans nicht verändert.

Tabelle 20: Schichtenaufbau der Materialkomponente 1

Schichtbezeichnung	DS	HV	Barriere	HV	DS 2
Compoundbezeichnung	P1	P3	P8	P3	P4
Hauptkomponente	M10	W34	X15	W34	M10

Der Faktorenversuchsplan wurde in Anlehnung an die standardisierten Produktionseinstellung nach dem in Tabelle 21 angeführten Versuchsplan durchgeführt. Der Durchsatz von seiner Standardeinstellung um +/-20 kg/h variiert und die beiden Temperaturen wurden jeweils um +/- 10 °C geändert. Das System der Versuchsbezeichnung und die genaue Bedeutung der einzelnen Faktoren und dessen Auswahlkriterien wurde bereits in Kapiteln 3.5 und Kapitel 3.3 ausführlich erläutert.

Tabelle 21: Faktorenversuchsplan für M1

Versuchs Nr.	M _{Punkt} (kg/h)	T _{DS} (°C)	T _{HV} (°C)
M1 V3.1	430	220	230
M1 V3.2	430	200	230
M1 V3.3	430	220	210
M1 V3.4	430	200	210
M1 V3.5	390	220	230
M1 V3.6	390	200	230
M1 V3.7	390	220	210
M1 V3.8	390	200	210

In Abbildung 58 sind die Stippenlevel der gefertigten Folienmuster über ihre Einstellungsnummern dargestellt. Hierbei ist gut zu erkennen, dass hauptsächlich Unterschiede in den Stippenlevel bei Stippen <2 mm² detektiert wurden. Bei den Stippen zwischen 2 mm² und 10 mm² zeigt sich lediglich bei der Temperaturerhöhung der Deckschicht ein Stippenrückgang. Daher wird in den folgenden Auswertungen das

Hauptaugenmerk auf die Auswirkungen der Prozessparameter auf die Stippenklasse $<2 \text{ mm}^2$ gelegt.

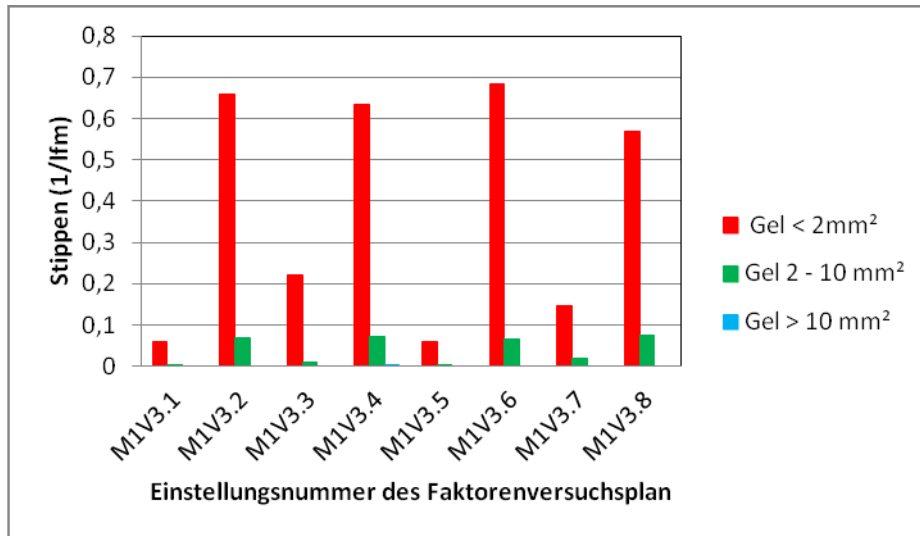


Abbildung 58: Stippenleaven der untersuchten Einstellungen der Materialkomponente 1

In Tabelle 22 sind die Ergebnisse der Auswertung des statistischen Versuchsplans angegeben. Darin kann ebenfalls gesehen werden, dass die Prozessparameter den stärksten Einfluss auf die Bildung von Stippen $<2 \text{ mm}^2$ besitzen. In der Folge wird diese Fehlerklasse näher untersucht. Die Werte der Tabelle wurden im Anschluss in zwei Diagrammen dargestellt.

Tabelle 22: Ergebnisse des Faktorenversuchsplan für M1

Stippen				
Einflussgrößen	Gel			Gesamt
	< 2mm ²	2 - 10 mm ²	> 10 mm ²	
Durchsatz	0,028	-0,002	0,000042	0,0262
Extrudertemperatur der Deckschicht	-0,515	-0,060	-0,000042	-0,5746
Extrudertemperatur der Haftvermittler	-0,027	-0,009	-0,000042	-0,0365
Durchsatz & Extrudertemperatur der Deckschicht	0,008	-0,003	-0,000042	0,0050
Extrudertemperatur der Haftvermittler & der Deckschicht	-0,098	-0,002	0,000042	-0,1006
Durchsatz & Extrudertemperatur der Haftvermittler	-0,041	0,003	-0,000042	-0,0380
Kombination aller Faktoren	0,003	0,001	0,000042	0,0042

Abbildung 59 zeigt die Haupteinflussfaktoren und deren Auswirkung auf das Stippenlevel. Es kann gesehen werden, dass die Temperatur der Deckschicht den stärksten Einfluss besitzt. Bei einer Erhöhung dieser Temperatur wird das Stippenlevel stark gesenkt. Für die weitere Produktion dieser Materialtype bedeutet dies, dass beim Auftreten von Stippen zuerst versucht werden soll die Temperatur der Deckschicht zu erhöhen. Neben Extrudertemperatur der Deckschicht bewirkt auch die Erhöhung der Extrudertemperatur des Haftvermittlers eine, wenn auch geringere, Reduktion der Stippen. Somit kann dies als zweiter Ansatzpunkt für eine Verringerung der Stippen gesehen werden. Der Erhöhung des Durchsatzes, wird bei dieser Materialkombination keine stippenmindernde Wirkung nachgewiesen.

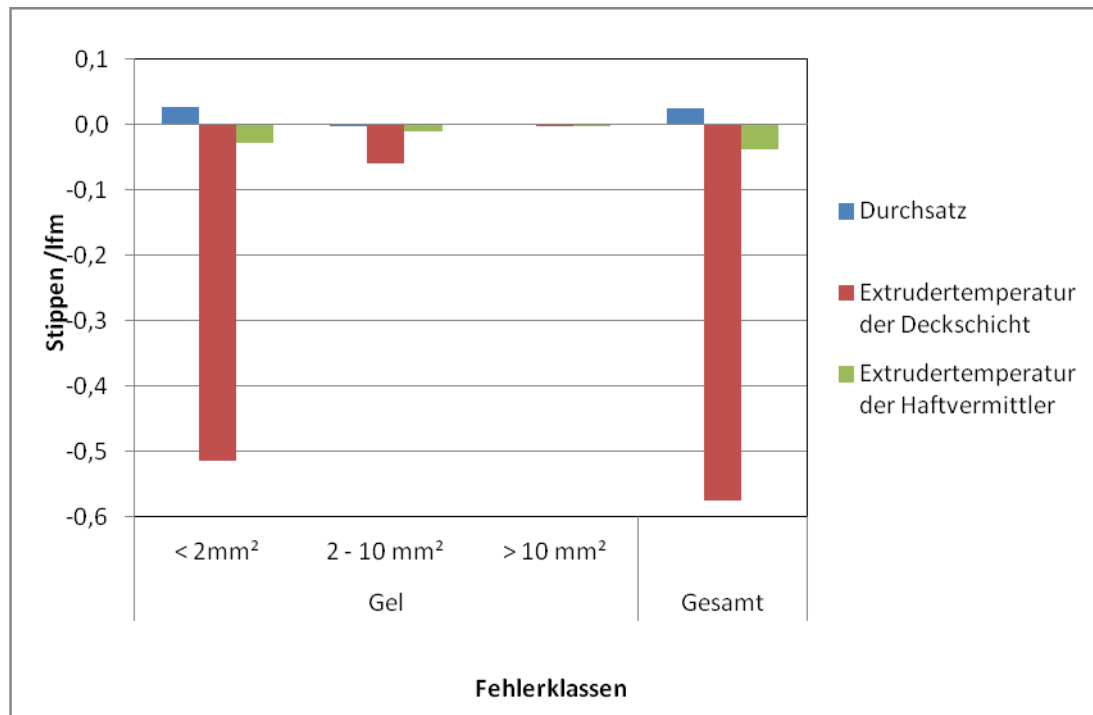


Abbildung 59: Auswertung der Haupteffekte des Faktorenversuchsplan mit der Standardrezeptur (M1)

In Abbildung 60 sind die Wechselwirkungen der Faktoren des Versuchsplanes dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Kombination von Temperaturerhöhung der Deckschicht und des Haftvermittlers den stärksten Einfluss auf die Stippenreduktion besitzen. Somit trägt nicht nur die Erhöhung einer Komponententemperatur zu einer Stippenreduktion bei, sondern auch die Erhöhung beider Temperaturen gleichzeitig. Dieser Effekt kann für diese Materialkombination als höchste Priorität gesehen werden. Das bedeutet, dass bei zu hohem Stippenlevel die Erhöhung der beiden Temperaturen die empfohlene Vorgehensweise zur Stippenreduktion ist. Des Weiteren zeigt sich, dass eine Erhöhung der Haftvermittlertemperatur in Kombination mit einer Erhöhung des Durchsatzes ebenfalls den Stippenlevel verringert. Der Einfluss dieser Kombination kann dadurch erklärt werden, dass die zusätzliche Scherenergie durch den höheren Durchsatz die Aufschmelzvorgänge weiter begünstigt. Da der Haftvermittler eine relativ hohe Enthalpie aufweist, scheint die reine Temperaturerhöhung alleine nicht genügend Energie für die Aufschmelzvorgänge zur Verfügung zu stellen. Bei Problemen mit Stippen kann diese Wechselwirkung als möglicher Lösungsansatz herangezogen werden.

Der Kombination des Durchsatzes und der Temperatur der Deckschicht kann in diesem Versuch kein stippenreduzierender Effekt nachgewiesen werden. Es kann jedoch gesehen werden dass die Stippen mit 2 - 10 mm² etwas reduziert werden. Es kann vermutet werden, dass durch den höheren Durchsatz in Kombination mit der Temperaturerhöhung größere Stippen, die in der Deckschicht entstehen in kleinere umgewandelt werden. Des Weiteren

wird vermutet, dass durch die geringere Temperatur des Haftvermittlers mehr Stippen in dieser Schicht entstehen.

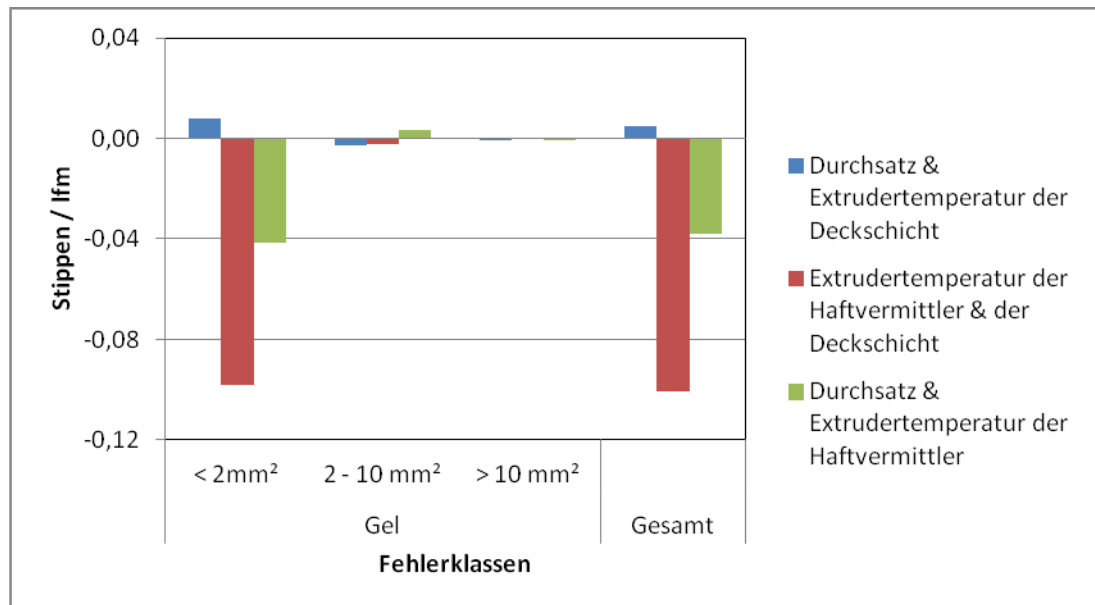


Abbildung 60: Auswertung der Wechselwirkungen des Faktorenversuchsplan mit der Standardrezeptur (M1)

Die in diesem Versuchsplan gewonnenen Erkenntnisse sind von besonderer Aussagekraft, da sie in einer nicht durchgängigen Produktion hergestellt wurden. Das bedeutet, dass die unterschiedlichen Einstellungen des Versuchsplans jeweils an unterschiedlichen Tagen nach einer normalen Serienproduktion hergestellt wurden. Trotz dieser Tatsache zeigen die Ergebnisse eine klare Systematik. Es kann bei dieser Serie davon ausgegangen werden, dass Einlaufprozesse, sowie Verschleppungen von Fehlern keinen Einfluss auf die Ergebnisse haben. Nachteile dieser uneinheitlichen Produktion können jedoch die möglichen Fehler durch veränderte Randbedingungen sein. Daher müssen jene Parameter, die nur geringen Einfluss auf den Stippenlevel besitzen, kritisch betrachtet werden.

Extrudertemperatur der Deckschicht

Bei dem in Abbildung 61 gezeigten Vergleich kann gut gesehen werden, dass durch die Reduktion der Extrudertemperatur der Deckschicht ein wesentlich höherer Stippenlevel resultiert. Diese Veränderung ist sehr signifikant und kann durch die größere Wärmemenge und der damit verbundenen verbesserten Aufschmelzleistung bei höheren Temperaturen begründet werden. Dies legt die Vermutung nahe, dass es sich bei den Stippen um nicht vollständig aufgeschmolzene Partikel handelt. Diese Darstellung bestätigt somit auch das Ergebnis der statistischen Versuchsauswertung. Es wird aufgrund dieses Vergleiches erneut

darauf verwiesen, dass bei hohem Stippenlevel in der Produktion bei dieser Materialkombination eine Erhöhung der Extrudertemperatur empfohlen wird.

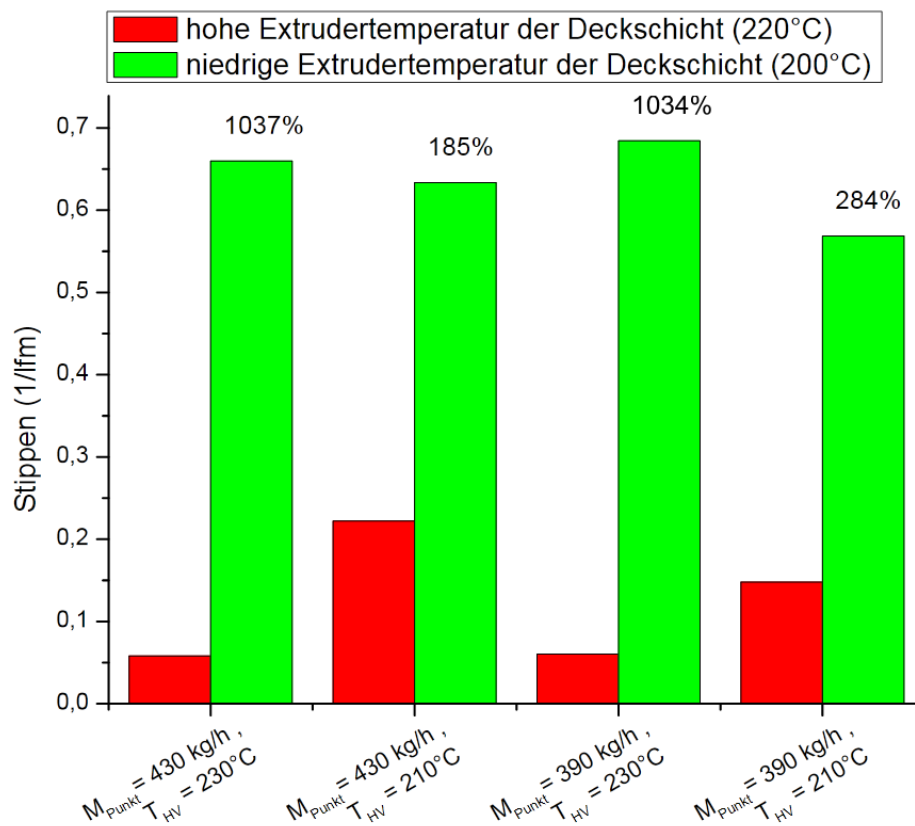


Abbildung 61: Einfluss Extrudertemperatur der Deckschicht auf den Stippenlevel <2 mm² (M1)

Extrudertemperatur des Haftvermittlers

In Abbildung 62 kann gesehen werden, dass es bei der Erhöhung der Haftvermittlertemperatur zu zwei unterschiedlichen Ergebnissen kommt. Bei zusätzlich hoher Temperatur der Deckschicht ergibt sich eine signifikante Verringerung des Stippenlevels. Das bedeutet, dass das Stippenlevel in erster Linie durch die Erhöhung der Extrudertemperatur der Deckschicht verringert werden kann. Ist das bereits erfolgt, führt eine weitere Steigerung der Haftvermittlertemperatur zu einer weiteren Verringerung des Stippenlevel.

Bei hohen Temperaturen der Deckschicht führt eine Erhöhung der Extrudertemperatur des Haftvermittlers zu einer Reduktion der Stippen. Bei niedriger Temperatur der Deckschicht kann dieser Zusammenhang nicht gefunden werden. Das kann damit begründet werden, dass ein Großteil der Stippe womöglich aus der Deckschicht kommt und die Temperaturerhöhung des Haftvermittlers allein zu geringe Auswirkungen auf den Stippenlevel besitzt um alleine signifikante Ergebnisse zu erzielen.

Somit kann für das weitere Vorgehen gesagt werden, dass die Kombination von hoher Deckschichttemperatur und hoher Haftvermittlertemperatur die Stippen reduziert. Jedoch führt eine reine Erhöhung der Haftvermittlertemperatur nicht zum gewünschten Ziel.

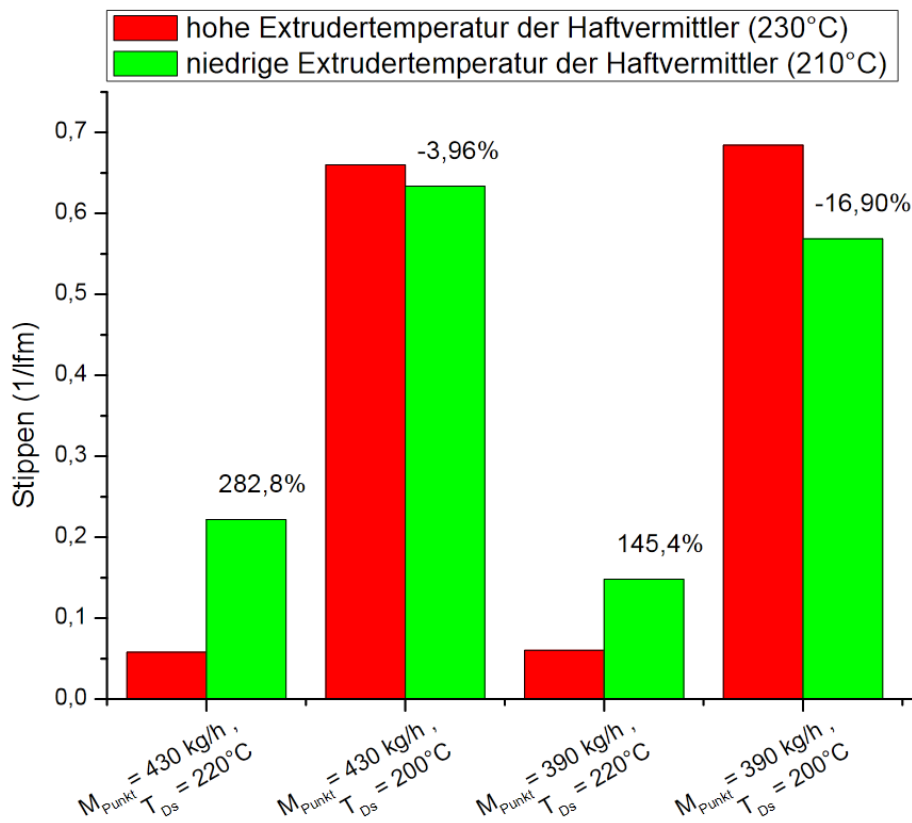


Abbildung 62: Einfluss der HV-Extrudertemperatur auf den Stippenlevel <2mm² (M1)

Massendurchsatz

Bei dem Vergleich des Einflusses des Massedurchsatzes (Abbildung 63) kann gesehen werden, dass dieser Faktor den geringsten Einfluss auf die Stippenbildung besitzt. Die Einstellungen mit den hohen Temperaturen weisen den niedrigsten Stippenlevel auf. Das wurde bereits bei den vorangegangenen Vergleichen festgestellt. Des Weiteren zeigt sich, dass bei den Einstellungen mit niedriger Haftvermittlertemperatur eine Erhöhung des Massedurchsatzes zu einer Erhöhung des Stippenlevels führt. Dies kann damit begründet werden, dass sich womöglich bei höherem Durchsatz mehr Partikel aus Totstellen und Materialablagerungen lösen. Dies kann nicht nur im Extruder sondern in allen schmelzeführenden Teilen geschehen. Der Effekt kann durch eine höhere Viskosität noch weiter verstärkt werden. Die Schmelze besitzt in weitere Folge nicht genügend thermische Energie um die gelösten Partikel restlos aufzuschmelzen. Da die Enthalpie des Haftvermittlers wesentlich höher ist als die des Deckschichtmaterials wird dieser Effekt bei der Deckschicht nicht festgestellt.

Es wird für die Produktion empfohlen den Durchsatz nur dann zu erhöhen, wenn auch die Temperatur des Haftvermittlers erhöht wird. Ansonsten ist bei dieser Materialkombination mit einer Erhöhung des Stippenlevels zu rechnen. Bei Erhöhung der Temperaturen der Deckschicht und des Haftvermittlers scheint der Durchsatz keine Auswirkungen mehr auf den Stippenlevel zu besitzen.

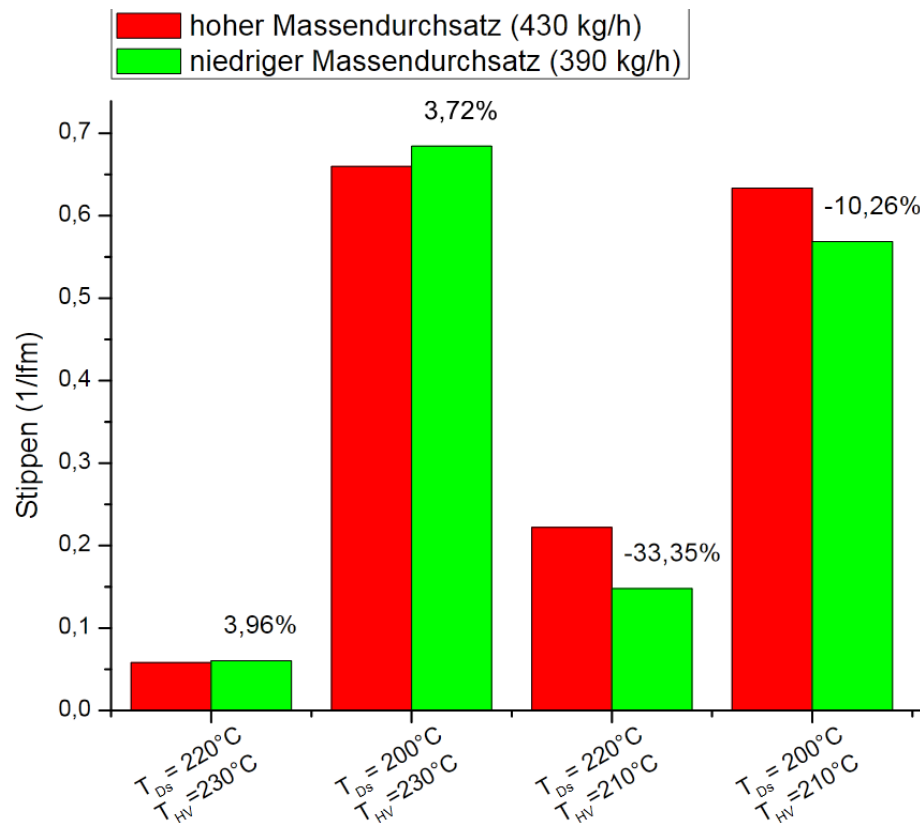


Abbildung 63: Einfluss des Massendurchsatzes auf den Stippenlevel $<2\text{mm}^2$ (M1)

Abschließend kann über diese Materialkombination gesagt werden, dass beim Auftreten von Stippen der erste und auch stärkste Einflussfaktor die Erhöhung der Temperatur der Deckschicht zu sein scheint. Sollte es in der Produktion zu Problemen mit Stippen kommen, wird empfohlen zuerst die Temperatur der Deckschicht zu erhöhen. Sollte dies nicht ausreichen kann in einem zweiten Verbesserungsschritt auch die Temperatur des Haftvermittlers erhöht werden. Dies sollte zu einer weiteren Reduktion des Stippenlevels führen. Eine Veränderung des Durchsatzes wird eher nicht empfohlen. Bei hohen Temperaturen beider Komponenten ist der Einfluss nur sehr gering. Es konnte zwar eine Reduktion des Stippenlevels bei geringerem Massedurchsatz und niedriger Haftvermittlertemperatur nachgewiesen werden, jedoch ist die Verringerung des Stippenlevels bei einer Temperaturerhöhung des Haftvermittlers wesentlich stärker ausgeprägt. Zusätzlich dazu bedeutet eine Reduktion des Massedurchsatzes auch eine Verringerung der Produktivität und somit zusätzliche Kosten.

4.2.2 Materialkombination 2 (M2) Alternativer Haftvermittler

Bei der Materialkombination 2 wurde das Haftvermittlersystem (HV) der Standardeinstellung gegen ein Alternativmaterial mit der Bezeichnung W35 ersetzt. Alle anderen Schichten wurden unverändert zur Standardrezeptur gefertigt. Der genaue Aufbau der Folie setzt sich wie in Tabelle 23 angegeben zusammen. Bei dem Material der Deckschicht (DS) in Tabelle 23 handelt es sich nicht um dieselbe Charge, die für die rheologischen Untersuchungen und die DSC-Analysen verwendet wurde. Diese Charge stand zur Zeit der Produktion nicht mehr zur Verfügung. Da jedoch beim Chargenvergleich kein Unterschied in den Eigenschaften festgestellt wurde, wurde auf die gezielte Auswahl von Chargen verzichtet.

Die andere Deckschicht (DS2) und die Barrierschicht wurden während des Versuchsplans nicht verändert.

Die Bedeutung der Abkürzungen und eine detaillierte Erklärung wie in Tabelle 23 zu lesen ist, wurde in Kapitel 3.5 gegeben.

Tabelle 23: Schichtenaufbau der Materialkomponente 2

Schichtbezeichnung	DS	HV	Barriere	HV	DS 2
Compoundbezeichnung	P1	P9	P8	P9	P4
Hauptkomponente	M10	W35	X15	W35	M10

Ähnlich wie schon bei Materialkombination 1 wurden auch die in Tabelle 24 angeführten Einstellungen für den Faktorenversuchsplan in Anlehnung an die Produktionseinstellungen und im Rahmen der beherrschbaren Schranken erstellt. Bei dieser Produktion wurden die Faktoren jedoch innerhalb anderer Schranken variiert. Dies war nötig um alle Einstellungen des Versuchsplans ohne Probleme fertigen zu können. Der Massedurchsatz wurde auf 440 kg/h, was den Maximalwert für diese Rezeptur entspricht, erhöht. Ein höherer Durchsatz würde zum Überschreiten der Druckgrenze im Werkzeug führen. Als untere Grenze wurde bei dieser Folie 410 kg/h ermittelt, da bei geringerem Durchsatz die Folie zur Faltenbildung im Abzug neigt. Die Temperatur der Deckschicht wurde zwischen 210 °C und 230 °C variiert. Diese ist um 10 °C wärmer als bei Materialkomponente 1. Die Temperatur des Haftvermittlers wurde im Vergleich zu M1 gleich gelassen und ebenfalls zwischen 210 °C und 230 °C variiert. Der Versuchsplan wurde nicht von Einstellung M2 V1.1 – M2 V1.8 chronologisch durchgeführt, sondern wurde nach dem geringsten möglichen Umstellaufwand realisiert. Die genaue Abfolge des Versuchsplans ist in Abbildung 65 dargestellt.

Die genaue Bedeutung der einzelnen Faktoren und dessen Auswahlkriterien wurden bereits in Kapitel 3.3 ausführlich erklärt.

Tabelle 24: Faktorenversuchsplan für M2

Versuchs Nr.	M _{Punkt} (kg/h)	T _{Ds} (°C)	T _{HV} (°C)
M2 V1.1	440	230	230
M2 V1.2	440	210	230
M2 V1.3	440	230	210
M2 V1.4	440	210	210
M2 V1.5	410	230	230
M2 V1.6	410	210	230
M2 V1.7	410	230	210
M2 V1.8	410	210	210

Das Stippenlevel in dieser Materialkombination (Abbildung 64) ist im Vergleich zum Stippenlevel der Materialkombination 1 wesentlich geringer. Dies kann auf mehrere Gründe zurückgeführt werden. Ein möglicher Grund für den insgesamt niedrigeren Stippenlevel ist, dass aus prozesstechnischer Notwendigkeit die Temperatur der Deckschicht im Mittel um 10°C erhöht wurde. Diese war nötig um den Grenzdruck im Werkzeug bei hohem Durchsatz nicht zu überschreiten. Wie bei M1 festgestellt wurde, trägt diese Temperaturerhöhung zu einer Stippenminderung bei. Dieser Effekt ist, unter Betrachtung der Ergebnisse aus dem Versuch mit M1 jedoch nicht stark genug um die gesamte Höhe der Stippenminderung erklären zu können. Ein weiterer Effekt der zu dieser Verringerung beiträgt ist der neue Haftvermittler. Der Einfluss des Haftvermittlers konnte direkt an der Produktionsanlage erkannt werden. Wie bei jedem Materialwechsel während der Produktion konnte auch beim Haftvermittlerwechsel von W34 auf W35 zunächst der erwartete Anstieg des Stippenlevels erkannt werden. Nach kurzer Einlaufzeit fiel das Stippenlevel sofort ohne Veränderung der Prozessparameter auf einen wesentlich niedrigeren Wert als zuvor. Dieser Effekt kann unter Zuhilfenahme der DSC-Analyse in Abbildung 55 erklärt werden. In dieser Abbildung ist gut zu erkennen, dass der Haftvermittler W35 eine wesentlich geringere Schmelzenthalpie besitzt als W34. Das bedeutet, dass wesentlich weniger Energie in die Schmelzvorgänge dieses Haftvermittlers investiert werden muss. Somit kann gesehen werden, dass die Schmelzenthalpie einen direkten Einfluss auf die Stippenbildung besitzt. Aus dieser Überlegung heraus wird die Theorie bestärkt, dass es sich bei Stippen größtenteils um nicht aufgeschmolzene Partikel handelt. Ein dritter Einflussfaktor kann die unterschiedliche Nullviskosität der Haftvermittlersysteme sein, wie sie in Abbildung 50 dargestellt ist. Durch die niedrigere Nullviskosität des Haftvermittlers im Materialversuch 2 wird das Fließen in

Bereichen niedriger Schergeschwindigkeiten erleichtert, wodurch sich Agglomerate schwerer bilden. Besonders kritisch muss in diesem Zusammenhang der Flansch betrachtet werden.

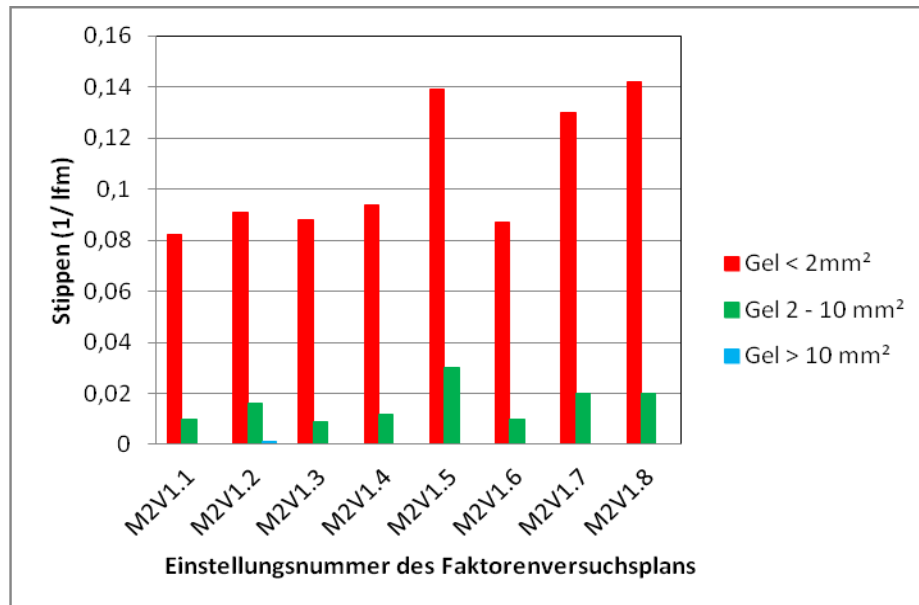


Abbildung 64: Stippenlevel der gefertigten Einstellungen der Materialkomponente 2

Im Unterschied zu Materialkombination 1 wurde die Produktion von Materialkombination 2 in einer durchlaufenden Produktion gefertigt, wodurch sich einige Vorteile ergeben. Es kann der Einfluss durch uneinheitliche Chargen vernachlässigt werden, da eine durchgängige Produktion chargenrein geführt werden kann. Des Weiteren ergeben sich keine Unterschiede in der Temperatursituation im Produktionsbereich durch unterschiedliche Wetterlagen. Ein Zusammenhang der Temperatursituation mit dem Stippenlevel wurde im Vorfeld auch diskutiert, jedoch wurde dieser Einflussfaktor nicht in die Arbeit aufgenommen. Dessen Einfluss kann jedoch nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden. Ein weiterer problematischer Einflussfaktor ist der Zustand des Werkzeuges sowie die vorangegangene Produktion und der Abstand zum letzten Reinigungsintervall. Die Reinigungen der Werkzeuge werden regelmäßig durchgeführt und es hat sich gezeigt, dass das Stippenlevel vor einer solchen Reinigung meist höher ist als danach. Alle diese Faktoren können bei einer durchgängig geführten Produktion vernachlässigt werden. Jedoch kann der Einfluss von Einlaufvorgängen und Fehlerverschleppungen nicht ausgeschlossen werden.

Bei einer Darstellung wie sie in Abbildung 65 realisiert wurde, lässt sich ein starker Abfall zwischen Einstellung M2V1.5 und M2V1.6 erkennen. Bei dieser Darstellung handelt es sich um eine chronologische Aufstellung der durchgeführten Versuche. Diese Darstellung lässt die Vermutung zu, dass sich erst nach der dritten und mit Beginn der vierten Einstellung ein allgemein niedrigeres Stippenlevel einstellt. Diese Vermutung ergibt sich daraus, da der Unterschied der beiden Einstellungen M2V1.5 und M2V1.6 wesentlich höher ist, als er eigentlich erwartet wurde. Im Vergleich mit M1 kann ein so starker Abfall nicht auf die

Veränderung der Extrudertemperatur der Deckschicht zurückgeführt werden. Daher wird vermutet, dass dies auf diverse Anfahr- und Einschwingvorgänge zurückgeführt werden kann. Trotz der unterschiedlichen durchschnittlichen Stippenlevel ergeben sich die Zusammenhänge von Prozessparameter und Stippenlevel bei hohem und niedrigem Stippenlevel gleich. Dies lässt die Vermutung zu, dass der hohe Stippenlevel durch die Einfahrvorgänge gegenüber den Prozessparametern invariant ist.

Für die weitere Vorgehensweise kann jedoch die Anweisung erstellt werden, dass die bisher üblichen Zeiten für das Einlaufen des Prozesses neu überdacht werden müssen. Offensichtlich sind die Einschwingvorgänge wesentlich träger als zunächst vermutet, sodass es in diesem konkreten Fall über vier Stunden gedauert hat, bis sich das vermutlich endgültige Stippenlevel ausgebildet hatte. Diese Erkenntnis muss vor allem bei der Durchführung von Materialversuchen berücksichtigt werden, da bisher meist nur kleine Serien von wenigen Rollen einer Auftragsproduktion nachgeschaltet wurden.

In Kombination mit Tabelle 24 kann in dieser Darstellung gesehen werden, dass die Einstellungen die noch einen höheres Stippenlevel besitzen jene mit hohem Massedurchsatz sind. Daher werden diese Werte die Ergebnisse des Faktorenversuchsplans erheblich beeinflussen. Somit muss zumindest die Aussage über den Durchsatz kritisch betrachtet werden.

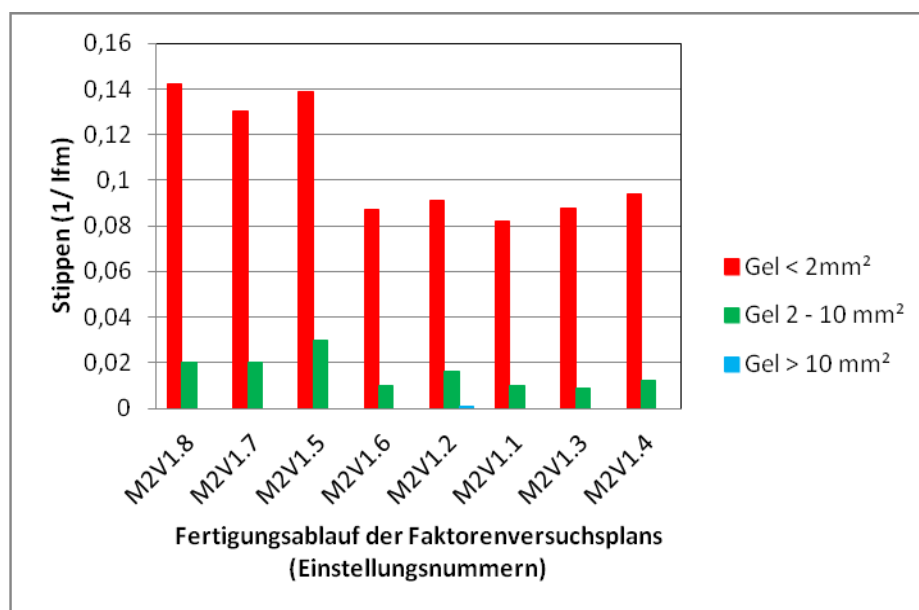


Abbildung 65: Produktionsabfolge Faktorenversuchsplan für M2

Tabelle 25 zeigt die Auswertung des statistischen Versuchsplans, welcher anschließend in den Abbildung 66 und Abbildung 67 grafisch aufbereitet wurde. Im Gegensatz zu dem Versuchsplan von Materialkombination 1 kann bei dieser Materialkombination auch ein Einfluss auf die Bildung von Stippen mittlerer Größe festgestellt werden. Der größte Einfluss

der Prozessparameter kann jedoch erneut auf die Bildung von Stippen $< 2 \text{ mm}^2$ erkannt werden.

Tabelle 25: Ergebnisse des Faktorenversuchsplan für M2

Stippen				
Einflussgrößen	Gel			gesamt
	$< 2 \text{ mm}^2$	2 - 10 mm^2	$> 10 \text{ mm}^2$	
Durchsatz	-0,0440	-0,0108	0,00025	-0,0545
Extrudertemperatur der Deckschicht	-0,0020	0,0002	-0,00025	-0,0020
Extrudertemperatur der Haftvermittler	-0,0055	0,0038	0,00025	-0,0015
Durchsatz & Extrudertemperatur der Deckschicht	-0,0055	-0,0048	-0,00025	-0,0105
Extrudertemperatur der Haftvermittler & der Deckschicht	0,0070	0,0018	-0,00025	0,0085
Durchsatz & Extrudertemperatur der Haftvermittler	0,0010	-0,0013	0,00025	0,0000
Kombination aller Faktoren	-0,0085	-0,0033	-0,00025	-0,0120

Wie in Abbildung 66 gut zu sehen, hat der Durchsatz laut statistischer Auswertung den größten Einfluss auf die Stippenhäufigkeit. Bei einer Steigerung der Ausstoßleistung kann laut Versuchsauswertung eine erhebliche Reduktion des Stippenlevels erreicht werden. Dieser sehr signifikante Wert muss jedoch unter Berücksichtigung der Vorgangs erwähnten Einlaufvorgänge kritisch betrachtet werden. Die Erhöhung der Extrudertemperatur der Deckschicht führt, wie auch schon bei Materialkombination 1, zu einer Verringerung der Stippen. Die Stärke dieses Einflusses ist jedoch wesentlich geringer als es bei Materialkombination 1 der Fall war. Dies kann womöglich mit der höheren Durchschnittstemperatur des Versuchsplanes begründet werden und mit der Annahme, dass sich die Verringerung des Stippenlevels nicht linear mit der Temperatursteigerung verhält. Der Einfluss des Haftvermittlers zeigt ein zweigeteiltes Bild. So führt eine Erhöhung der Haftvermittlertemperatur zu einer Verringerung der kleinen Stippen, jedoch zu einer Steigerung der mittleren. Eine Erklärung dafür kann im Rahmen dieser Arbeit nicht gegeben werden. Es wird empfohlen diesen Effekt im Rahmen einer weiteren Arbeit näher zu untersuchen.

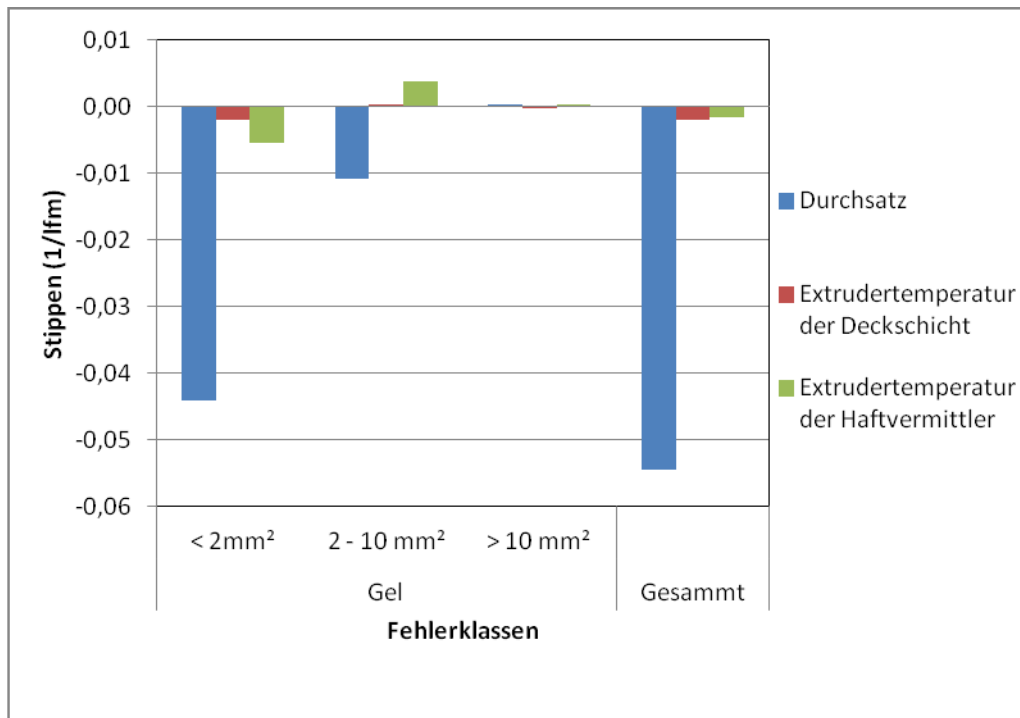


Abbildung 66: Auswertung der Haupteffekte des Faktorexperiments mit dem alternativen Haftvermittler (M2)

Bei den berechneten Wechselwirkungen wie sie in Abbildung 67 dargestellt sind, kann gesehen werden, dass lediglich die Kombination von Erhöhung des Durchsatzes mit der Erhöhung der Extrudertemperatur der Deckschicht zu einer Reduktion des Stippenlevels führt. Dies kann vor allem auf den starken Einfluss des Durchsatzes zurückgeführt werden. Der Kombination der beiden Temperaturen wird in der Berechnung der Wechselwirkungen ein stippensteigernder Zusammenhang zugeschrieben. Dieses Ergebnis wurde nicht erwartet, da bei M1 diese Kombination den stärksten Einfluss auf die Stippenreduktion besitzt. Aus den Beobachtungen bei Materialkombination 1 ergab sich die Theorie, dass höhere Temperaturen zu einer besseren Aufschmelzleistung und somit zu einem geringeren Stippenlevel führen. Diese Theorie kann durch dieses Ergebnis nicht gestützt werden. Eine Erklärung für dieses Phänomen konnte jedoch nicht gefunden werden. Die Kombination der Erhöhung des Durchsatzes mit der Erhöhung der Temperatur des Haftvermittlers konnte bei den mittleren Stippen zu einer Reduktion des Stippenlevels führen. Bei den kleinen Stippen zeigt sich zugleich eine leichte Erhöhung. Die Kombination dieser Effekte lässt die Vermutung zu, dass sich keine neuen Stippen <2 mm² bilden, sondern, dass diese Stippen durch teilweises Schmelzen oder Aufteilen größerer Stippen entstehen. Somit führt diese Kombination trotz einer Stippensteigerung kleiner Stippen zu einer Verbesserung der Folienqualität.

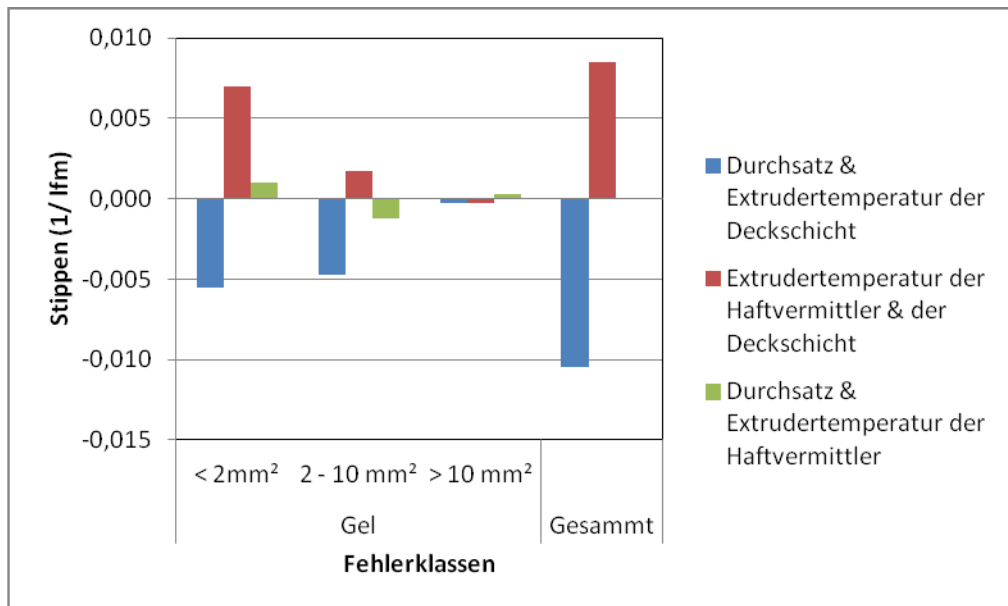


Abbildung 67: Auswertung der Wechselwirkungen des Faktorenversuchsplan mit dem alternativen Haftvermittler (M2)

Ausgehend von den bisherigen Ergebnissen kann die Aussage getroffen werden, dass die Spül- und Einlaufvorgänge eine wesentlich höhere Bedeutung für das Stippenlevel besitzen als angenommen. In Abbildung 65 zeigt sich, dass die Einflüsse der Prozessparameter wesentlich geringere Auswirkungen auf das Stippenlevel besitzen als die Einlaufvorgänge. Für alle weiteren Untersuchungen wird die Empfehlung gegeben, die Einlaufzeiten signifikant zu verlängern, um den tatsächlichen Einfluss der Prozessparameter abbilden zu können. Des Weiteren wird auch bei Materialwechseln eine längere Spülzeit empfohlen, um ein optimales Produktionsergebnis zu erzielen. Damit geht auch die Empfehlung einher, dass die Auftragsgrößen ohne Materialwechsel möglichst groß gehalten werden sollen, um Stippen aufgrund von Materialwechseln möglichst gering zu halten.

Extrudertemperatur der Deckschicht

Wie in Abbildung 68 zu sehen ist, führt die Erhöhung der Extrudertemperatur der Deckschicht zu einer Reduktion des Stippenlevels. Dieses Verhalten konnte auch schon bei M1 beobachtet werden. Die geringere prozentuelle Verbesserung bei einer Temperaturerhöhung im Vergleich zu M1 (200 % - 1000 % Erhöhung des Stippenlevels bei Verringerung der Temperatur), kann womöglich auf zwei unterschiedliche Gründe zurückgeführt werden. Zum Einen ergibt sich durch den veränderten Haftvermittler ein insgesamt niedriger Stippenlevel, sodass eine gleich starke Reduzierung des Stippenlevels wie sie bei M1 auftrat nicht möglich macht. Zum Anderen ist die Durchschnittstemperatur dieser Versuchsreihe um 10 °C höher als bei M1. Dadurch besteht die Möglichkeit, dass bereits bei der geringeren Temperatur die Stippen, die von der Deckschicht beeinflusst

werden, besser geschmolzen sind. Somit kann bei einer Temperaturerhöhung keine wesentliche Verbesserung des Stippenlevels erzielt werden.

Die Abweichung der Systematik beim dritten Vergleichspaar ($M_{\text{Punkt}}=410 \text{ kg/h}$ $T_{\text{HV}}= 230^\circ\text{C}$) kann auf die in Abbildung 65 verwiesenen Einlaufvorgänge zurückgeführt werden. Da zuerst die Einstellung M2V1.5 und anschließend Einstellung M2V1.6 gefertigt wurde und genau zwischen diesen beiden Einstellungen das Stippenlevel abfällt. Dieser Abfall des Stippenlevels ergibt sich genau entgegen dem Einfluss der Temperaturerhöhung. Diese Erkenntnis sollte bei der Betrachtung dieses Vergleichspaares stets mitberücksichtigt werden, indem man das Vergleichspaar welches den Einlaufvorgängen unterliegt nur gering gewichtet.

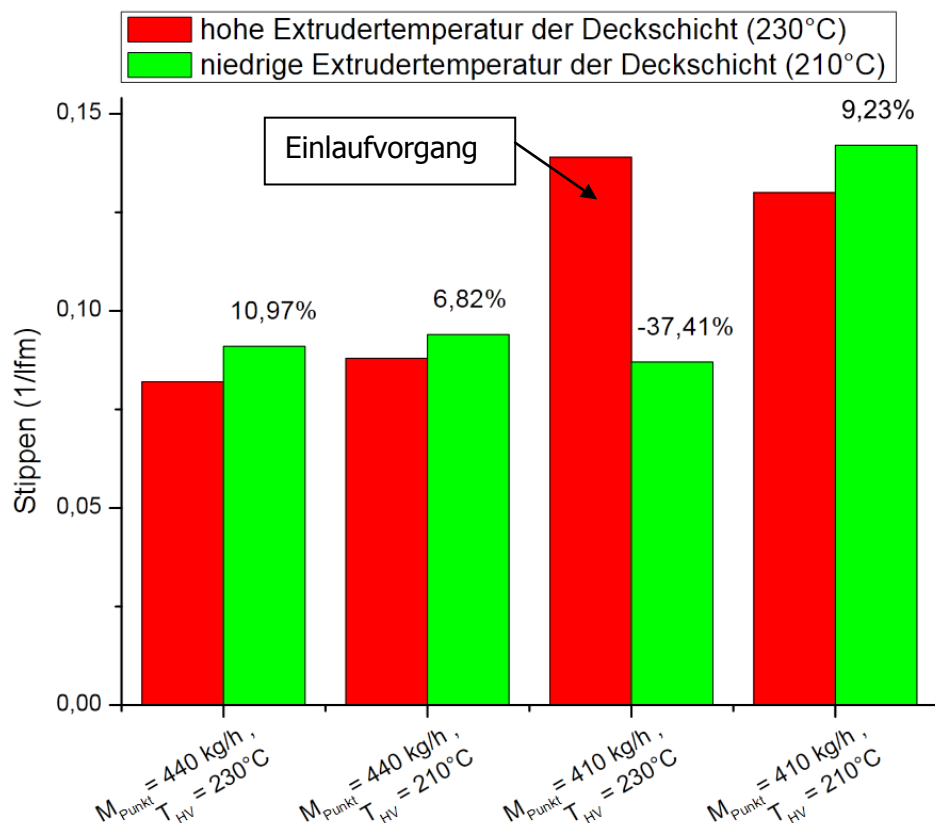


Abbildung 68: Einfluss der Extrudertemperatur der Deckschicht auf den Stippenlevel $<2\text{mm}^2$ (M2)

Extrudertemperatur des Haftvermittlers

Die Erhöhung der Haftvermittlertemperatur führt bei den beiden Vergleichspaares mit hohem Durchsatz in Abbildung 69 zu einer Verringerung des Stippenlevels. Dies kann dadurch erklärt werden, dass durch den höheren Massedurchsatz in Kombination mit der höheren Haftvermittlertemperatur genügend Energie für die Aufschmelzung der Stippen vorhanden ist. Bei geringeren Durchsätzen reicht die eingebrachte Scherenergie anscheinend nicht aus

um die Stippen zu schmelzen. Dieser Effekt konnte bei M1 nicht festgestellt werden, da der Haftvermittler aus M1 eine wesentlich höhere Enthalpie besitzt und somit anscheinend die erzeugte Energie für das Schmelzen der Stippen nicht ausreicht.

Das vierte Vergleichspaar zeigt mit 63,22% einen sehr großen Einfluss des Haftvermittlers. Im Vergleich mit den anderen Paaren und der doch wesentlich unterschiedlichen Auswirkung der Haftvermittlertemperatur wird dieser Einfluss den Einlaufvorgängen zugeschrieben.

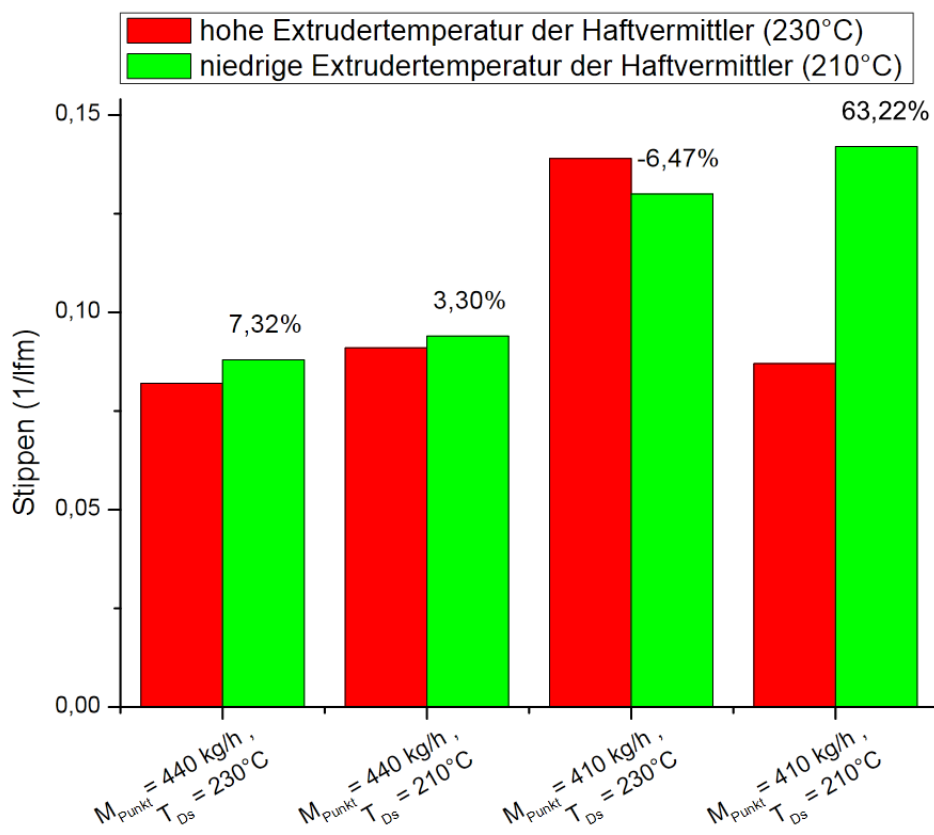


Abbildung 69: Einfluss der HV-Extrudertemperatur auf den Stippenlevel <math>< 2 \text{ mm}^2</math> (M2)

Massendurchsatz

Der Einfluss des Massedurchsatzes, wie in Abbildung 70 dargestellt, lässt auf einen starken Zusammenhang zwischen dem Massendurchsatz und dem Stippenlevel schließen. Dieser Zusammenhang wurde auch bei der statistischen Versuchsauswertung festgestellt. Es muss jedoch in Betracht gezogen werden, dass der Einfluss des Massendurchsatzes in diesem Fall möglicherweise durch die Einlaufvorgänge zu Stande gekommen ist und nicht auf Grund der tatsächlichen Prozessparameter entstand. Im Vergleich mit Abbildung 65 kann gesehen werden, dass die drei wesentlich höheren Werte, den ersten gefertigten Proben entsprechen. Der Abfall nach diesen Proben kann wie bereits ausführlich beschrieben auf Einlaufvorgänge und nicht auf den Durchsatz an sich rückgeführt werden. Das einzige Vergleichspaar das

nicht von diesen Einlaufvorgängen betroffen ist, ist das zweite. Der umgekehrte Effekt bei diesem Vergleichspaar lässt die Vermutung zu, dass der Massedurchsatz wie bei M1 tatsächlich nicht von so starker Bedeutung ist, wie es hier den Anschein macht.

Um den Effekt der Einlaufvorgänge bei fortführenden Messungen besser beschreiben zu können, wird empfohlen den tatsächlichen Einfluss der Einlaufvorgänge näher zu untersuchen. Insbesondere soll die zeitliche Komponente stärker berücksichtigt werden.

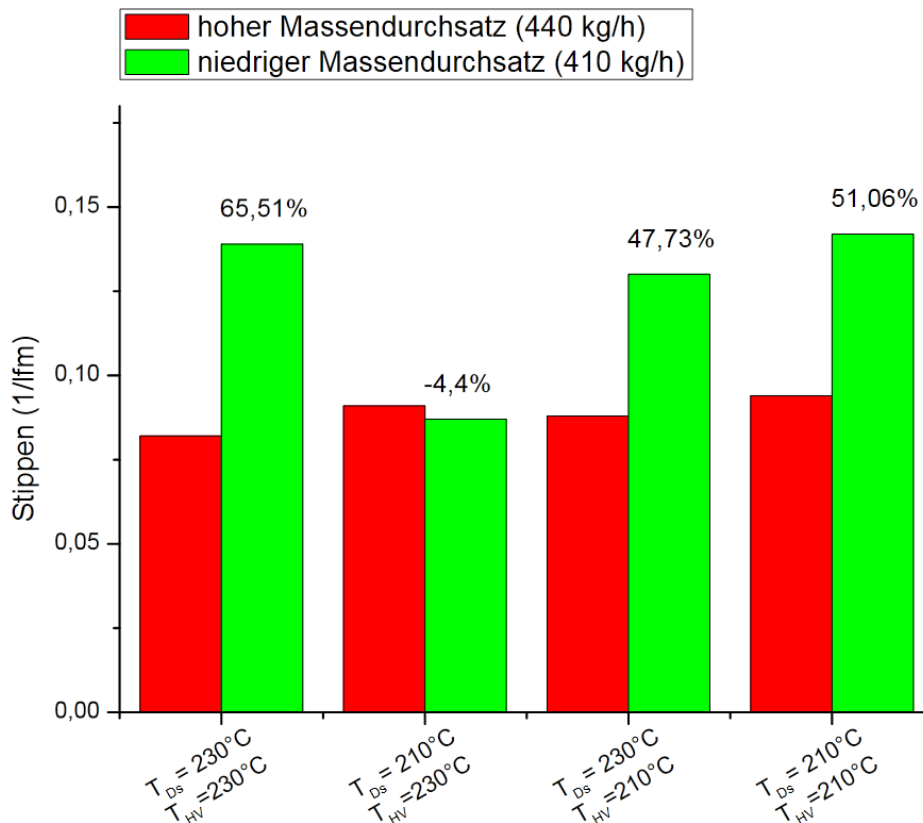


Abbildung 70: Einfluss des Massendurchsatzes auf den Stippenlevel <math>< 2 \text{ mm}^2</math> (M2)

Dem Einfluss der Erhöhung der Extrudertemperatur der Deckschicht konnte auch bei dieser Materialpaarung eine Stippen verringernde Wirkung nachgewiesen werden. Die Auswirkungen auf das absolute Stippenlevel sind jedoch wesentlich geringer als bei M1. Bei der Temperaturveränderung des Haftvermittlers konnte gesehen werden, dass bei hohem Durchsatz die Erhöhung der Temperatur zu einer Verringerung der Stippen führt. Dies kann über die zusätzlich eingebrachte Scherwärme und der dadurch verbundenen Aufschmelzung der Stippen begründet werden. Der positive Effekt der Durchsatzerhöhung muss mit etwas Vorsicht gesehen werden, da dieser Effekt durch Einlaufvorgänge überlagert ist und somit die Ergebnisse nicht mit Sicherheit rein auf den Durchsatz zurückzuführen sind.

Als Erkenntnis aus dieser Versuchsreihe konnte zunächst der starke Einfluss der Einlaufvorgänge hervorgehoben werden. Für alle weiteren Produktionen, vor allem bei Materialwechsel, sind die Vorgehensweisen und die üblichen Einlaufzeiten neu zu bewerten.

Für den weiteren Produktionsprozess mit diesem Material kann die Empfehlung gegeben werden, dass beim Auftreten von Stippen sowohl die Erhöhung der Temperatur der Deckschicht als auch die des Haftvermittlers zu einer Verbesserung des Stippenlevels führt. Bei hoher Haftvermittlertemperatur bringt auch die Erhöhung des Durchsatzes eine weitere Verbesserung. Die Erhöhung aller drei Faktoren gleichzeitig führte bei dieser Materialkombination zum besten Ergebnis.

4.2.3 Materialkombination 3 (M3) Alternatives Deckschichtmaterial

Bei der Materialkombination 3 wurde ausgehend von der Standardrezeptur die Hauptkomponente der Deckschicht das mLLDPE M10 durch eine alternative mLLDPE Type M45 ersetzt. Dieses Material soll in der Zukunft eine Alternative zu M10 bieten. Die genaue Zusammensetzung des Folienverbundes ist in Tabelle 26 zusammengefasst.

Die Deckschicht (DS2) und die Barrierschicht wurden während des Versuchsplans nicht verändert.

Die Bedeutung der Abkürzungen und eine detaillierte Erklärung wie Tabelle 26 zu lesen ist wurde in Kapitel 3.5 gegeben.

Tabelle 26: Schichtenaufbau der Materialkomponente 3

Schichtbezeichnung	DS	HV	Barriere	HV	DS 2
Compoundbezeichnung	P6	P3	P8	P3	P6
Hauptkomponente	M45	W34	X15	W34	M45

Die Einstellungen für den Faktorenversuchsplan, wie in Tabelle 27 angegeben, wurden wie bereits bei den vorangegangenen Materialkombinationen in Anlehnung an die Produktionseinstellungen erstellt. Bei diesem Versuch wurden die Intervalle der Faktoren gleich wie bei M1 gewählt. Dadurch sollten diese beiden Materialkombinationen besonders gut vergleichbar sein. Der Produktionsabfolge der Versuche aus dem Versuchsplan wurde nicht der Reihe nach realisiert sondern nach dem geringsten Umstellaufwand. Die genaue Reihung ist in Abbildung 72 zu sehen.

Die genaue Bedeutung der einzelnen Faktoren und dessen Auswahlkriterien wurde bereits in Kapitel 3.3 ausführlich erklärt.

Tabelle 27: Faktorenversuchsplan für M3

Versuchs Nr.	M _{Punkt} (kg/h)	T _{Ds} (°C)	T _{HV} (°C)
M3 V1.1	430	220	230
M3 V1.2	430	200	230
M3 V1.3	430	220	210
M3 V1.4	430	200	210
M3 V1.5	390	220	230
M3 V1.6	390	200	230
M3 V1.7	390	220	210
M3 V1.8	390	200	210

Der durchschnittliche Stippenlevel, wie in Abbildung 71 dargestellt, deckt sich zumindest ungefähr mit dem durchschnittlichen Stippenlevel der Materialkombination 1. Diese Tatsache bestätigt die Theorie, dass das mittlere Stippenlevel von der Art des Haftvermittlers abhängt. Somit kann die Wahl des Haftvermittlers für die Bildung von Stippen als wichtige Komponente gesehen werden.

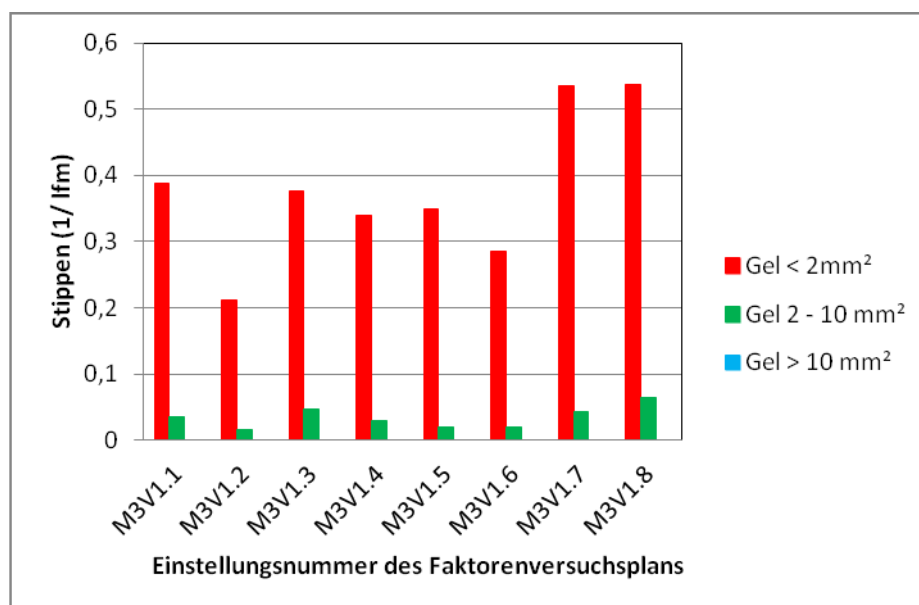


Abbildung 71: Stippenleveln der gefertigten Einstellungen der Materialkomponente 3

In Abbildung 72 kann gesehen werden, dass bei der Produktion der Proben für die Materialkomponente 3 im Gegensatz zu Materialkomponente 2 keine dominanten Einlaufvorgänge auftraten. Die unterschiedlichen Stippenlevels können alle auf die veränderten Prozessparameter zurückgeführt werden. Es konnten keine starken Veränderungen im Stippenlevel festgestellt werden welche entgegen den Prozessparametern und in aufeinanderfolgenden Proben auftraten. Daher können die statistischen Auswertungen direkt auf die eingestellten Faktoren umgelegt werden.

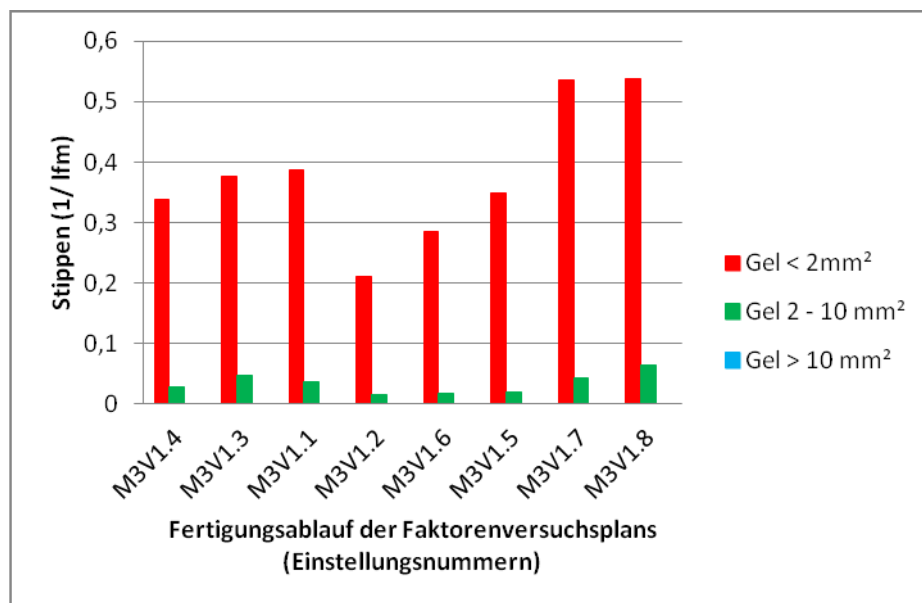


Abbildung 72: Produktionsabfolge des Faktorenversuchsplan für M3

Die Ergebnisse des Faktorenversuchsplans für diese Materialkombination sind in Tabelle 28 zusammengefasst. Im Vergleich zu den beiden anderen Materialkombinationen sind die Einflüsse sowie die Wechselwirkungen wesentlich stärker ausgeprägt. Das gibt Auskunft darüber, dass die Einstellfaktoren sich wesentlich stärker auf die Stippenbildung auswirken als bei den anderen Materialkombinationen. Das bedeutet im Vergleich mit der Materialkombination 1, dass sich das Alternativmaterial M45 stärker durch die Prozesssteuerung im Hinblick auf die Stippenbildung beeinflussen lässt als das Standard-mLLDPE M10.

Tabelle 28: Ergebnisse des Faktorenversuchsplans für M1

Stippen				
Einflussgrößen	Gel			Gesamt
	< 2mm ²	2 - 10 mm ²	> 10 mm ²	
Durchsatz	-0,0980	-0,00475	0,000	-0,1028
Extrudertemperatur der Deckschicht	0,0690	0,00425	0,000	0,0733
Extrudertemperatur der Haftvermittler	-0,1385	-0,02325	0,000	-0,1618
Durchsatz & Extrudertemperatur der Deckschicht	0,0375	0,01475	0,000	0,0523
Extrudertemperatur der Haftvermittler & der Deckschicht	0,0510	0,00625	0,000	0,0573
Durchsatz & Extrudertemperatur der Haftvermittler	0,0810	0,01125	0,000	0,0923
Kombination aller Faktoren	0,0185	-0,00525	0,000	0,0133

Die statistische Auswertung des Faktorenversuchsplans, wie sie in Abbildung 73 dargestellt ist, ergab eine Verringerung des Stippenlevels bei Erhöhung des Ausstoßes. Durch den höheren Durchsatz wird gleichzeitig die Strömungs- und Schergeschwindigkeit in allen Bereichen gesteigert. Durch diese Steigerung der Schergeschwindigkeit werden weniger Agglomeraten gebildet. Da, wie in Abbildung 73 zu sehen, die Temperaturerhöhung der Deckschicht eine Erhöhung der Stippen mit sich führt, kann davon ausgegangen werden, dass die Stippen, die von der Deckschicht beeinflusst werden, nicht durch schlechtes Aufschmelzen entstehen. Es wird vermutet, dass sie durch Agglomeration gelöster Partikel entstehen. Diese Partikel können aus Totstellen in den schmelzeführenden Teilen kommen. Das verstärkte Auftreten bei höheren Temperaturen kann damit begründet werden, dass sich diese Partikel durch die höheren Temperaturen besser lösen. Ein Grund dafür, dass dieser Effekt bei M3 auftritt, kann der Unterschied der Nullviskosität von M10 und M45 wie in Abbildung 52 beschrieben, sein. M45 weist demzufolge eine höhere Nullviskosität auf, wodurch das Lösen von Ablagerungen gerade im Bereich niedriger Schergeschwindigkeiten verbessert wird. Ein besonders kritischer Bereich ist unter diesen Gesichtspunkten der Flansch. Die Erhöhung der Temperatur des Haftvermittlers führt bei dieser Materialkombination zu einer starken Reduzierung der Stippen. Die kann durch die verbesserte Aufschmelzleistung bei höheren Temperaturen begründet werden.

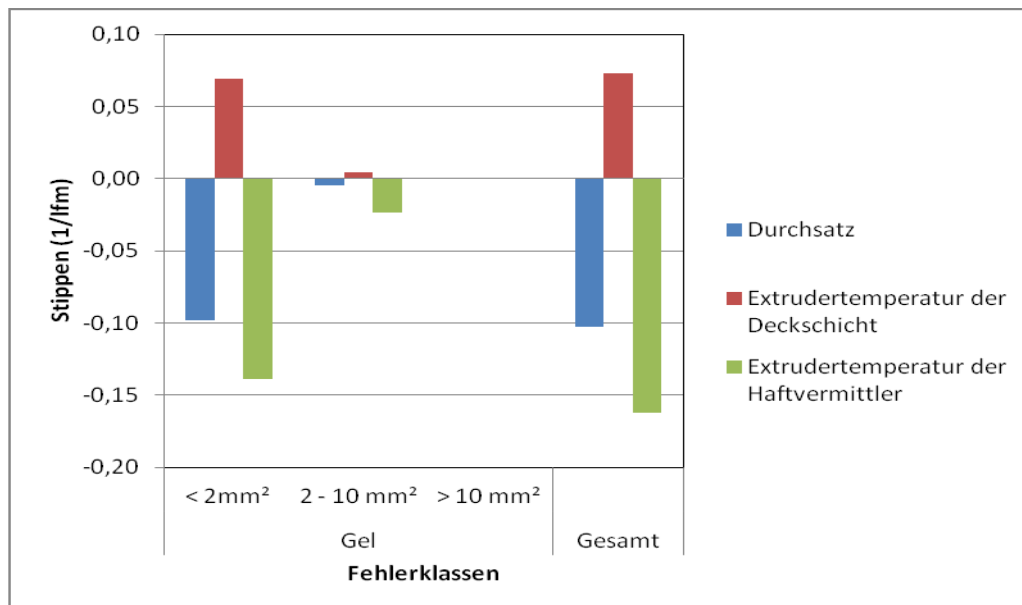


Abbildung 73: Auswertung der Haupteffekte des Faktorentsuchsplan mit dem Alternativmaterial der Deckschicht M3

Bei den Wechselwirkungen in Abbildung 74 ist neben der Tatsache, dass auch für Stippen mittlerer Größe gute Ergebnisse zu erkennen sind, vor allem zu erwähnen, dass alle Wechselwirkungen sich stippensteigernd erweisen. Das bedeutet, dass die gleichzeitige Erhöhung zweier Parameter zu einer vermehrten Stippenbildung führt. Somit muss bei der Prozesssteuerung zur Stippenreduzierung jeder Parameter einzeln variiert werden, um den Einfluss der Wechselwirkungen zu vermeiden.

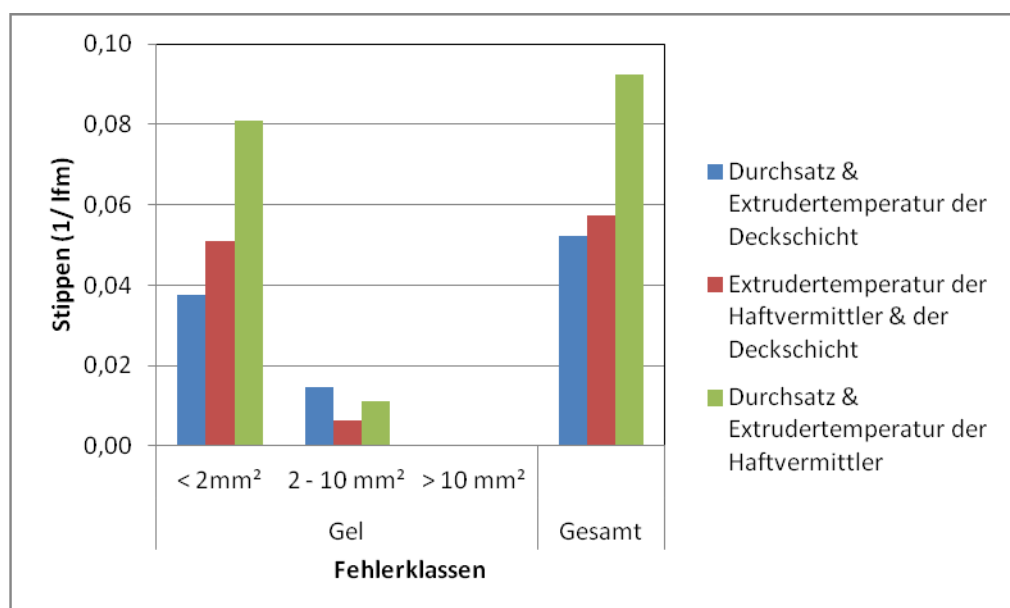


Abbildung 74: Auswertung der Wechselwirkungen des Faktorentsuchsplan mit dem Alternativmaterial der Deckschicht M3

Die Ergebnisse des Versuchsplans der Materialkombination 3 stellen sich wesentlich anders dar als die der vorangegangenen Versuchspläne. Die einzige Parallele konnte bei der Betrachtung der Haftvermittlertemperatur gefunden werden. Eine Erhöhung dieser führt, wie auch schon bei allen anderen Materialkombinationen, zu einer Verringerung des Stippenlevels. Die Erhöhung des Durchsatzes und die damit verbundene Erhöhung der Schergeschwindigkeit zeigten ebenfalls einen starken Einfluss auf die Reduzierung der Stippen. Die Erhöhung der Temperatur der Deckschicht führte erstmals zu einer Erhöhung des Stippenlevels. Daraus lässt sich schließen, dass die Stippen die von der Deckschicht beeinflusst werden nicht durch schlechtes Aufschmelzen entstehen.

Aus der momentanen Sicht kann für die weitere Produktion dieser Materialkombination nur die Empfehlung gegeben werden, den Durchsatz möglichst hoch zu halten oder die Haftvermittlertemperatur zu steigen.

Extrudertemperatur der Deckschicht

In Abbildung 75 ist zu sehen, dass die Erhöhung der Extrudertemperatur der Deckschicht zu einer Erhöhung des Stippenlevels führt. Dieser Effekt konnte bei den anderen Materialpaarungen genau gegenläufig festgestellt werden. Dies kann womöglich auf einen unterschiedlichen Mechanismus der Stippenbildung zwischen den beiden Materialien M10 und M45 hinweisen. Während sich bei Materialkombination 1 und 2, die beide mit M10 in der Deckschicht gefertigt wurden, durch Steigerung der Temperatur sich die Stippen reduzieren ließen, hatte eine solche Temperatursteigerung bei Materialkombination 3 mit M45 eine Steigerung der Stippen zur Folge. Daher wird vermutet, dass die Stippen bei M10 durch schlechtes Aufschmelzen und die Stippen bei M45 durch Agglomeration entstehen. Die Entstehung dieser Agglomerate konnte im Zuge dieser Arbeit nicht ergründet werden. Es gibt jedoch unterschiedliche Ansätze. Eine Theorie besagt, dass sich Partikel im Schmelzbereich lösen können, oder dass Reste des zuvor produzierten Materials noch im Schmelzbereich vorhanden sind und diese beiden Materialien Agglomerate bilden. Eine andere Theorie beschäftigt sich mit dem Einfluss von Materialfäden und Staubanteile, die während dem Transport entstehen. Es wird empfohlen die genaue Herkunft dieser Agglomerate im Zuge einer weiteren Arbeit zu untersuchen.

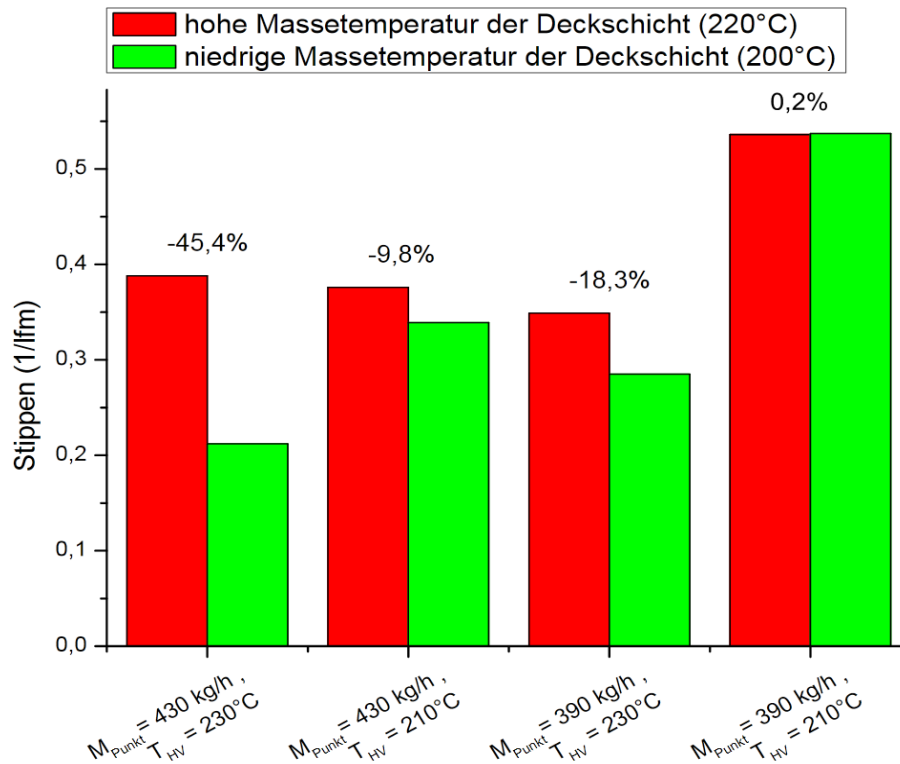


Abbildung 75: Einfluss der Extrudertemperatur der Deckschicht auf den Stippenlevel <math>< 2 \text{ mm}^2</math> (M3)

Extrudertemperatur des Haftvermittlers

Wie in Abbildung 76 zu sehen, führt die Erhöhung der Haftvermittlertemperatur durchschnittlich zu einer signifikanten Verringerung des Stippenlevels. Dieser Einfluss lässt sich direkt auf den Haftvermittler zuschreiben, da dieselbe Erkenntnis auch bei M1 gefunden wurde. Der höhere Stippenlevel bei hoher Haftvermittlertemperatur beim ersten Vergleichspaar kann jedoch nicht erklärt werden. Auf Grund der geringen Veränderung des Stippenlevels in diesem Paar kann es als nicht signifikant betrachtet werden.

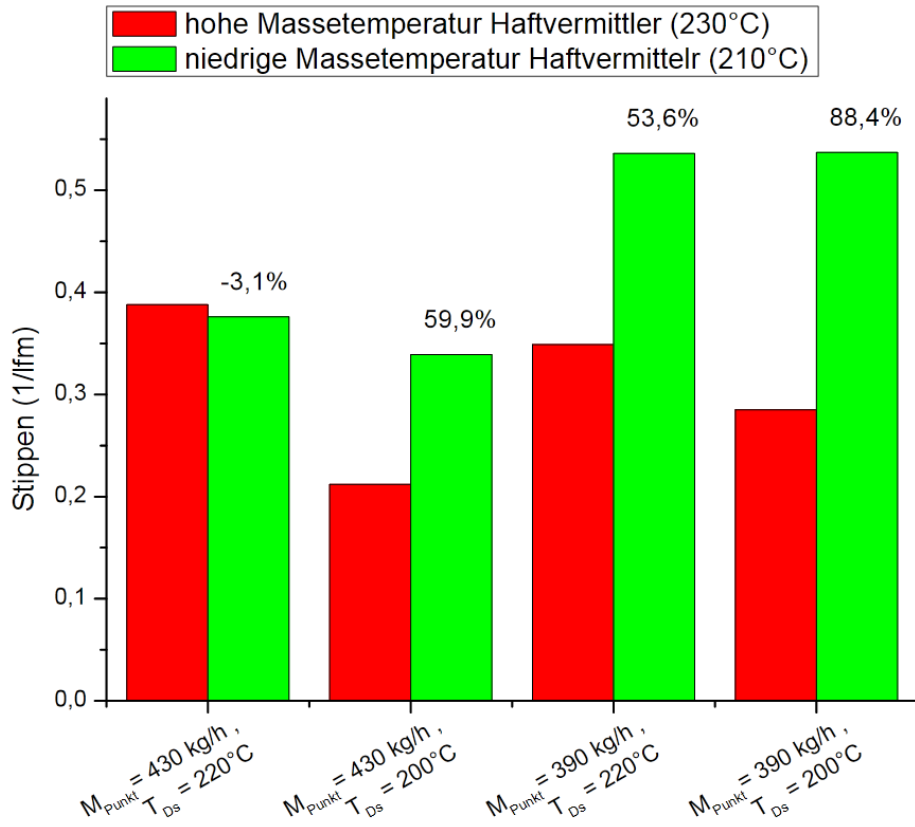


Abbildung 76: Einfluss der HV-Extrudertemperatur auf den Stippenlevel <math><2 \text{ mm}^2</math> (M3)

Massendurchsatz

Bei der in Abbildung 77 dargestellten Auswertung ist die Verringerung des Stippenlevels bei der Erhöhung des Massedurchsatzes gut zu sehen. Eine Abweichung von dieser Systematik ergibt sich nur bei der Einstellung mit hohen Temperaturen. Es wird vermutet, dass durch die bereits erhöhte Haftvermittlertemperatur große Teile der Stippen bereits geschmolzen sind und dass durch die erhöhte Scherung des Massedurchsatzes keine starke Verbesserung erzielt werden kann. Gleichzeitig führt die hohe Temperatur der Deckschicht zu einer verstärkten Anhäufung von Agglomeraten, welche durch die höhere Scherung nicht verringert werden können.

Grundlegend kann jedoch gesagt werden, dass eine Erhöhung des Massedurchsatzes bei dieser Materialkombination vorteilhaft ist.

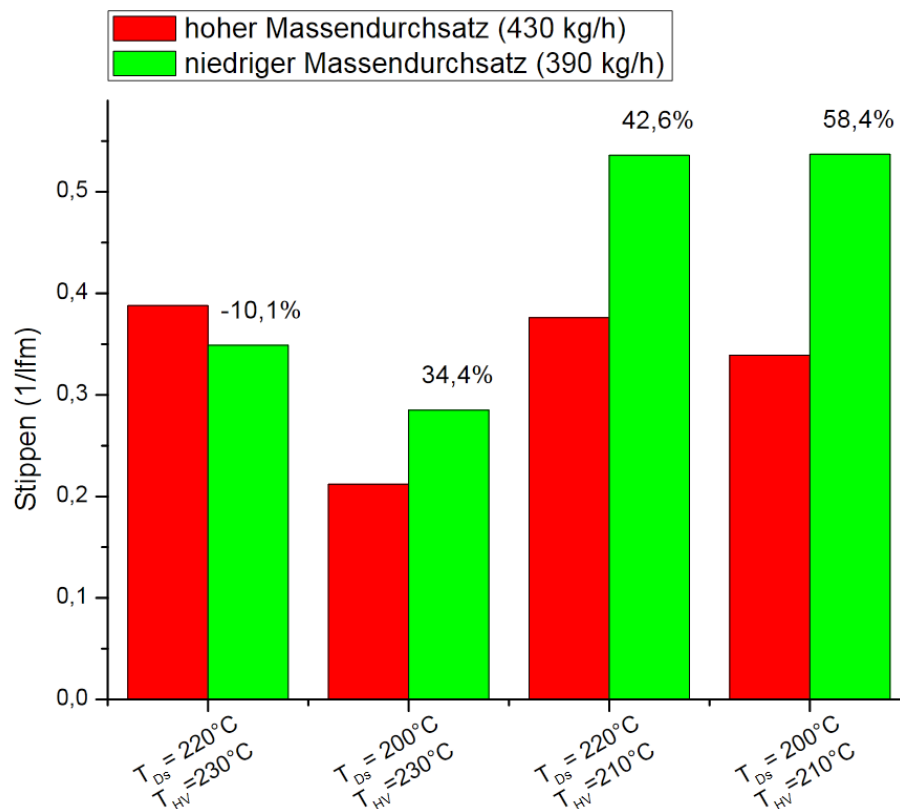


Abbildung 77: Einfluss des Massendurchsatzes auf den Stippenlevel <math>< 2 \text{ mm}^2</math> (M3)

Bei dieser Materialkombination ist sehr gut die Komplexität des Stippenproblems zu erkennen. Im Gegensatz zu M1 und M2 scheinen hier zwei gegenläufige Effekte in unterschiedlichen Schichten zu wirken. Zum einen werden im Haftvermittler höhere Temperaturen für die Aufschmelzvorgänge der Stippen benötigt und zu anderen soll der Durchsatz bei möglichst geringer Temperatur gesteigert werden um eine Agglomeration von Stippen in der Deckschicht zu vermeiden. Die Einstellung die diesen Kompromiss am besten erfüllte war M3 V1.2. Sie zeichnet sich durch hohen Durchsatz, niedriger Temperatur in der Deckschicht und hoher Temperatur der Haftvermittler aus. Diese Kombination wird auch als Empfehlung für die Produktion dieser Materialpaarung gegeben.

Da die Bildung von Agglomeraten mit steigender Temperatur aber vor allem mit sinkender Schergeschwindigkeit steigt, müssen jene Bereiche näher betrachtet werden bei denen eine Temperaturüberhöhung oder eine geringe Schergeschwindigkeit auftreten. Ein solcher Bereich kann womöglich der Flansch sein. Nach den Scherelementen an der Schneckenspitze folgt ein Bereich in dem die geringste Schergeschwindigkeit im ganzen Verarbeitungsprozess herrscht. Diese Situation könnte erheblich verbessert werden wenn im Flanschbereich zusätzliche Scherelemente eingesetzt werden, um die Schergeschwindigkeit auf einem höheren Level zu halten. In einer möglichen Folgearbeit sollte der Flansch näher betrachtet werden. Des Weiteren können in diesem Zusammenhang auch die Einflüsse des Schmelzesiebs betrachtet werden.

5 Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es grundlegende Erkenntnisse über die Entstehung von Stippen und den Einfluss von Prozessparametern sowie Materialeigenschaften auf deren Entstehung zu erhalten. Um dies zu ermöglichen wurde aus drei unterschiedlichen Materialkombinationen eine Mehrschichtfolie mittels Folienblasverfahren hergestellt. Die verwendeten Materialien wurden mit thermischen und rheologischen Messmethoden analysiert und ausgewertet. Diese Ergebnisse sollten bei der Interpretation der Einflüsse der Prozessparameter auf die Entstehung von Stippen helfen. Der Einfluss der Prozessparameter wurde mit einem 2^3 Faktorenversuchsplan ermittelt. Neben dem Einfluss des Prozesses wurde auch versucht die Stippen selbst besser zu charakterisieren. Dies wurde mittels DSC-Analyse und Raman Spektroskopie versucht. Bei den unterschiedlichen Materialproben wurden zum eine die Hauptkomponente der Deckschicht und zum anderen die Wirkungskomponente des Haftvermittlersystems verändert. Die zweite Deckschicht sowie die Barrierschicht wurden in dieser Arbeit nicht verändert. Neben diesen Materialvariationen wurden auch zwei unterschiedliche mLLDPE Chargen verglichen, die in vorangegangenen Produktionen zu sehr unterschiedlichen Stippenleveln führten.

Zu Beginn der Arbeit wurden die Grundmaterialien mittels DSC-Messungen nach ihren Schmelztemperaturen und nach ihren Schmelzenthalpien charakterisiert. Hierbei konnte nur bei den unterschiedlichen Haftvermittlern eine signifikante Veränderung der Schmelzenthalpie festgestellt werden.

Als Nächstes wurde ausgehend von der später gefertigten Folienzusammensetzung jede Schicht des Mehrschichtverbundes als eigenes Compound hergestellt, um den Einfluss aller Schichtmaterialien und Additive zu bestimmen. Diese Compounds wurden anschließend rheologisch untersucht, um Rückschlüsse auf das unterschiedliche Materialverhalten der untersuchten Schichten im Bezug auf die Prozessparameter zu erhalten. Für die rheologischen Untersuchungen wurden sowohl HKR-Messungen als auch Messungen mit dem Kegel-Platte-Rheometer durchgeführt. Es konnte gezeigt werden, dass sich die Materialien vor allem in ihrer Nullviskosität unterscheiden, wodurch Bereiche mit niedriger Schergeschwindigkeit unterschiedlichen Einfluss auf die Materialien besitzen können.

Für die Betrachtung der beiden unterschiedlichen Chargen des Deckschichtmaterials M10 konnte sowohl bei den thermischen als auch bei den rheologischen Eigenschaften kein Unterschied festgestellt werden. Daher wurde bei der weiteren Produktion der Folien nicht auf bestimmte Chargen Rücksicht genommen. Das stark unterschiedliche Stippenlevel zwischen verschiedenen Chargen kann somit weder über die Rheologie noch über die thermischen Eigenschaften begründet werden. Es liegt die Vermutung vor, dass der Grund für die erhöhte Stippenbildung im angelieferten Rohstoff liegt. Mögliche Faktoren dazu können ein höherer Anteil an hochmolekularen Bestandteilen oder Verunreinigungen sein,

die in der Folge Agglomerate bilden. Es kann jedoch auch nicht ausgeschlossen werden, dass Faktoren, welche die Bildung von Stippen beeinflussen, im Rahmen der vorliegenden Arbeit gar nicht in Betracht gezogen wurden.

Für die Materialkombination 1, welche der Standardrezeptur mit was dem mLLDPE M10 in der Deckschicht und dem Haftvermittler W34 im Haftvermittlersystem entspricht, konnten folgende Ergebnisse aus dem Faktorenversuchsplan gewonnen werden. Die Erhöhung der Temperatur der Deckschicht verringerte die Bildung von Stippen am stärksten. Wodurch dieser Faktor als besonders wichtig gesehen wird. Des Weiteren konnte durch die Erhöhung der Temperatur des Haftvermittlers das Stippenlevel noch weiter gesenkt werden. Somit ist auch dieser Faktor signifikant für die Verbesserung des Stippenlevels. Dem Durchsatz konnte bei dieser Materialpaarung nur eine untergeordnete Bedeutung zugeschrieben werden.

Bei der Materialkombination 2 wurde das Haftvermittlersystem im Vergleich zur Standardrezeptur verändert. Somit wird für die Deckschicht das mLLDPE M10 und für den Haftvermittler W35 eingesetzt. Durch das veränderte Haftvermittlersystem konnte auch das durchschnittliche Stippenlevel gesenkt werden. Dies kann durch die geringere Schmelzenthalpie des Haftvermittlers erklärt werden. Wie bereits bei Materialkombination 1 führt auch bei Materialkombination 2 eine Erhöhung der Temperatur der Deckschicht zu einer Verringerung des Stippenlevels. Ebenfalls führte eine Erhöhung der Haftvermittlertemperatur zu einer wenn auch nur geringen Verbesserung des Stippenlevels. Der Einfluss des Durchsatzes konnte bei dieser Materialkombination sehr stark gesehen werden. Es ist jedoch nicht sicher in wie weit diese Effekte tatsächlich auf den Durchsatz zurückzuführen sind, da der Versuchsplan von Einlaufvorgängen stark beeinflusst wurde. Als wichtigste Erkenntnis aus dieser Materialkombination kann mit Sicherheit gesehen werden, dass die Einlaufvorgänge einen wesentlich höheren Einfluss auf die Bildung von Stippen besitzen als ursprünglich angenommen. Des Weiteren konnte gesehen werden, dass eine geringer Schmelzenthalpie sowie eine geringere Nullviskosität zu einer Stippenreduktion führt.

Die Materialkombination 3 besitzt denselben Haftvermittler wie die Standardrezeptur, jedoch wurde die Hauptkomponente der Deckschicht durch das mLLDPE M45 ersetzt. Bei dieser Materialkombination wurde erstmals ein starker Einfluss des Durchsatzes festgestellt. Durch eine Erhöhung des Durchsatzes kann das Stippenlevel deutlich gesenkt werden. Neben dem Durchsatz hat auch die Erhöhung der Temperatur des Haftvermittlers einen stippenmindernden Effekt. Die Erhöhung der Temperatur der Deckschicht führt bei dieser Materialpaarung zu einer Erhöhung des Stippenlevels. Daher kann vermutet werden, dass die Stippen, die bei dieser Materialkombination von der Deckschicht beeinflusst werden nicht aus schlecht aufgeschmolzenen Partikeln bestehen. Diese Partikel könnten sich aus Totstellen bei den schmelzeführenden Bauteilen lösen. Durch eine höhere Temperatur wird dieser Effekt verstärkt. Durch die höhere Nullviskosität von M45 im Vergleich mit M10 kann die Vermutung aufgestellt werden, dass das Lösen dieser Partikel in Bereichen niedriger

Schergeschwindigkeiten auftritt. Für diese Materialkombination wird somit empfohlen, den Durchsatz bei niedriger Temperatur der Deckschicht und hoher Temperatur des Haftvermittlers hoch zu halten.

Bei den im Anschluss an die Produktion durchgeführten Untersuchungen der Stippen gelang es jedoch nicht diese genauer zu spezifizieren. Da die Stippen mit hoher Wahrscheinlichkeit aus demselben Material wie die Folie bestehen, ist die Analyse der Stippen sehr schwierig. Des Weiteren bestehen auch alle Schichten, abgesehen von der Barrierschicht, aus derselben Polymerklasse. Dadurch ist nicht einmal mit Sicherheit feststellbar aus welcher Schicht die Stippen kommen.

Für die untersuchten Materialkombinationen konnten folgende Empfehlungen für die weitere Produktion erstellt werden:

Bei M1 und M2 soll versucht werden, die Temperaturen des Haftvermittlers sowie die der Deckschicht möglichst hoch zu halten. Dem Massedurchsatz wird keine besondere Bedeutung zugeschrieben.

Bei M3 hingegen hat sich gezeigt, dass ein hoher Durchsatz gekoppelt mit einer hohen Haftvermittlertemperatur und einer geringen Temperatur der Deckschicht zu den besten Ergebnissen führt.

Neben den untersuchten Parametern konnte bei M2 festgestellt werden, dass die Bemessung der Einlaufvorgänge neu überdacht werden muss. Es konnte gezeigt werden, dass die Einlaufvorgänge wesentlich stärkeren Einfluss auf die Stippen besitzen als die übrigen Prozessparameter. So dauerte es in diesem konkreten Fall mehr als vier Stunden bis sich der endgültige Stippenlevel einstellte. Aus diesem Grund muss das Handling mit den Einlaufvorgängen sowie die Produktion von Mustern neu überdacht werden.

Als weitere Vorgehensweise für diese Thematik wird empfohlen, die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse durch Langzeitversuche zu bestätigen. Des Weiteren sollen einige Bereiche, die in dieser Arbeit als kritisch betrachtet wurden, im Detail analysiert werden. Besonders ist hier der Flansch zu erwähnen. Es könnte untersucht werden, welchen Einfluss die zusätzliche Einbringung von Scherelemente im Flansch tatsächlich hat. Des Weiteren kann auch der Einfluss der Schmelzesiebe näher untersucht werden, um diese eventuell durch andere Siebpakete zu ersetzen. Neben den Prozess- und Maschinenparametern kann auch der Materialeinfluss insbesondere die Nullviskosität und die Schmelzentropie aber auch die Neigung zur Agglomeratbildung unterschiedlicher Materialien untersucht werden. Durch die große Komplexität dieses Themas ergeben sich noch zahlreiche Ansatzpunkte, die in späteren Arbeiten im Detail untersucht werden müssen. Diese Arbeit kann einen guten Ansatzpunkt für weitere detaillierte Untersuchungen geben.

6 Literaturangabe

- [1] Anton Paar,
<http://www.anton-paar.com/Rheometer-der-MCR-Serie/Rheometer>
(aufgerufen am 07.03.2012)
- [2] Bayer Material Science,
http://tpe-u.com/tpu/emea/de/homepage/Home_neu.html
(abgerufen am 17.01.2012).
- [3] Dippel D.: Grundlagen und Technik, <http://www.raman.de>
(aufgerufen am 07.03.2012)
- [4] Domininghaus, H, et al., Kunststoffe - Eigenschaften und Anwendungen. 7. Auflage. Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2008
- [5] Extrudex Kunststoffmaschinen Online 2012.
URL: <http://www.extrudex.de/02Rohrwerkzeuge/Rohrwerkzeuge.htm>
(abgerufen am 29. März 2012)
- [6] Häberlein M.: HTML Vorlesungsunterlagen Kunststofftechnologie,
URL: <http://www.mhaeberl.de/KUT/54Extrusion.htm>
(abgerufen am 13. Oktober 2011).
- [7] Hensen F.; Knappe W.; Potente H.: Handbuch der Kunststoffextrusionstechnik 1; Carl Hanser Verlag Munchen, Wien 1989
- [8] Höhne G.W.H., W.F. Hemminger, H.-J Flammersheim: Differential scanning calorimetry; Second Edition; Springer Verlag, 2003
- [9] Linß G.: Qualitätsmanagement für Ingenieure, 2.Auflage, Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag, Deutschland, 2005.
- [10] Lyondellbasell: Homepage Veröffentlichung
URL: <http://www.lyondellbasell.com/index.htm>.
(abgerufen am 17. 06 2011.)
- [11] Masterbatch Verband: Farb- und Additiv- Masterbatches in der Praxis.VM Verlag GmbH Köln-Eggenstein - Germany, 2003.
- [12] Nentwig, J.: Kunststoff-Folien Herstellung - Eigenschaften - Anwendung, 3.Auflage, Karl Hanser Verlag München Wien, 2006.
- [13] Oberbach K.: Saechtling Kunststoffaschenbuch 28. Ausgabe, Carl Hanser Verlag, Deutschland, 2001.

- [14] Performance BIB: Technical Specifications of wine BIB Packaging: Principles and Key Parameters.
URL:<http://www.b-i-b.com>.
(abgerufen am 06. Juli 2011)
- [15] Rapak. Homepage Veröffentlichung 2010, URL: www.rapak.com (abgerufen am 09. Mai 2011)
- [16] Richter T.: IBR Zerstäubungstechnik GmbH,
URL: <http://www.duesen.biz/rheologie/viskositat-duesen.html>
(abgerufen am 14. November 2011).
- [17] Ruhr Universität Bochum: Homepage Veröffentlichung
URL: <http://www.ruhr-uni-bochum.de/pc2/forschungdrei.html.de>
(abgerufen am 01. 06 2012.)
- [18] Schenck, H. E.: Coextrusion von Folien: Barrierematerialien und Haftvermittler, Verein Deutscher Ingenieure. Düsseldorf : VDI-Verlag GmbH, 1996.
- [19] Tausch M. W.: Hochdisperse Kieselsäure für thixotrope Flüssigkeiten,
URL: http://www.chemiedidaktik.uni-wuppertal.de/alte_seite_du/material/silicon/anwend/kiesel.htm
(abgerufen am 5. Oktober 2011).
- [20] W&H: W&H Produktprogramm Online 2011. URL: <http://www.wuh-lengerich.de>
(abgerufen am 1. August 2011)

7 Abkürzungen und Symbole

Unterteilt in griechische und lateinische Buchstaben und nach dem Alphabet sortiert. Zuerst die lateinische Buchstaben und dann griechische.

Abkürzung	Bedeutung	Einheit
HV	Haftvermittler	/
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	1/s
BIB	Bag in Box	/
DS	Deckschicht	/
DSC	Differential scanning calometry	/
HKR	Hochdruckkapillarrheometer	/
lfm	Laufmeter	m
M1, M2, M3	Materialkombination 1-3	/
mLLDPE	Metalocen linear low density Polyethylen	/
M_p	Massedurchsatz der Anlage Summe aller Extruder	Kg/h
P 1- P 9	Compoundierte Probe 1-9	/
T_{Ds}	Eingestellte Zylindertemperatur der Deckschicht Extruder	/
T_{HV}	Eingestellte Zylindertemperatur Haftvermittler Extruder	/
η	Viskosität	Pa*s
η^*	Komplexe Viskosität	Pa*s
ω	Winkelgeschwindigkeit	1/s

8 Tabellenverzeichnis

TABELLE 1: BEISPIELE VISKOSITÄTSARTEN	20
TABELLE 2: VOLLSTÄNDIGER 2 ³ -FAKTORENVERSUCHSPLAN [9]	30
TABELLE 3: VERWENDETE GERÄTE.....	34
TABELLE 4: MATERIALKOMBINATIONEN.....	40
TABELLE 5: 2 ³ FAKTORENVERSUCHSPLAN	41
TABELLE 6: EINTEILUNG DER STIPPENQUALITÄTEN.....	42
TABELLE 7: ZUSAMMENSETZUNG DER UNTERSUCHTEN COMPOUNDS	43
TABELLE 8: COMPOUNDIERBEDINGUNGEN	44
TABELLE 9: VORLAGE FÜR DIE DARSTELLUNG DES SCHICHTENAUFBAUS.....	45
TABELLE 10: FAKTORENVERSUCHSPLAN M1	46
TABELLE 11: FAKTORENVERSUCHSPLAN M2.....	46
TABELLE 12: FAKTORENVERSUCHSPLAN M3.....	47
TABELLE 13: PRESSPROFIL FÜR DIE PLATTENVERPRESSUNG DER COMPOUNDS.....	47
TABELLE 14: DÜSENSPEZIFIKATION FÜR DIE HKR MESSUNG	48
TABELLE 15: BEISPIEL FÜR EINE BERECHNUNGSTABELLE DER RHEOLOGISCHEN DATEN (P1 220°C).....	63
TABELLE 16: WERTE DER WAHREN SCHUBSPANNUNG, SCHERGESCHWINDIGKEIT UND VISKOSITÄT	65
TABELLE 17: MATERIALKONSTANTEN AUS DEM CARREAU-ANSATZ.....	69
TABELLE 18: NULLVISKOSITÄT ALLER GEMESSENEN COMPOUNDS	69
TABELLE 19: AUSWERTUNG DSC-KURVEN DES AUSGANGSMATERIALS.....	75
TABELLE 20: SCHICHTENAUFBAU DER MATERIALKOMPONENTE 1.....	81
TABELLE 21: FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M1	81
TABELLE 22: ERGEBNISSE DES FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M1	83
TABELLE 23: SCHICHTENAUFBAU DER MATERIALKOMPONENTE 2.....	89
TABELLE 24: FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M2	90
TABELLE 25: ERGEBNISSE DES FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M2	93
TABELLE 26: SCHICHTENAUFBAU DER MATERIALKOMPONENTE 3.....	99
TABELLE 27: FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M3	100
TABELLE 28: ERGEBNISSE DES FAKTORENVERSUCHSPLANS FÜR M1	102

9 Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 1: PRINZIPSKIZZEN UNTERSCHIEDLICHER SCHNECKENBAUFORMEN [6].....	3
ABBILDUNG 2: SKIZZE EINES EXTRUDERS [6]	4
ABBILDUNG 3: DRUCKAUFBAU EINES KONVENTIONELLEN EXTRUDERS [7]	5
ABBILDUNG 4: DRUCKAUFBAU EINES FÖRDERSTEIFEN EXTRUDERS [7].....	5
ABBILDUNG 5: STEGDORNHALTERWERKZEUG [2]	7
ABBILDUNG 6: VERWISCHGEWINDE [6]	7
ABBILDUNG 7: PRINZIP EINER KONISCHEN PINOLE [18].....	8
ABBILDUNG 8: PRINZIP-SKIZZE EINES WENDELVERTEILERS [18].....	9
ABBILDUNG 9: WENDELVERTEILER [5]	10
ABBILDUNG 10: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG EINER FOLIENBALSANLAGE [20]	11
ABBILDUNG 11: WIRKUNGSWEISE VON KATALYSATOREN BEI OLEFINPOLYMERISATION [18].....	13
ABBILDUNG 12: CHEMISCHER AUFBAU VON EVOH [11]	14
ABBILDUNG 13: TALKUM (1) [12], KIESELSÄURE (2) [10], CALCIUMCARBONAT (3) [19].....	16
ABBILDUNG 14: STRUKTUR EINER KIESELSÄURE [18]	16
ABBILDUNG 15: BAG IN BOX [20].....	17
ABBILDUNG 16: TRANSPORTVERGLEICH VON BIB MIT FÄSSERN [16]	18
ABBILDUNG 17: FLIEßKURVEN DER UNTERSCHIEDLICHEN VISKOSITÄTSKLASSEN [16]	20
ABBILDUNG 18: RHEOMETERTYPEN UND RECHENMODELLE [13].....	21
ABBILDUNG 19: TEMPERATURÄNDERUNGS-DSC MIT DISK-TYPE MEASURING SYSTEM [8]	23
ABBILDUNG 20: PRINZIPSKIZZE DER ENERGIEKOMPENSATIONS-DSC [8].....	24
ABBILDUNG 21: GERÄT FÜR MIKROTOMSCHNITT MIT PROBE	25
ABBILDUNG 22: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER ENERGIEZUSTÄNDE BEI DER RAYLEIGH- UND RAMAN-STREUUNG [3].....	27
ABBILDUNG 23: PRINZIPIELLER AUFBAU EINES RAMAN SPEKTROSKOPS [17]	28
ABBILDUNG 24: ANTON PAAR KEGEL-PLATTE-RHEOMETER.....	37
ABBILDUNG 25: GÖTTFERT HOCHDRUCKKAPILLARRHEOMETER.....	38
ABBILDUNG 26: MATERIALLAGERUNGSVARIANTEN OKTAPIN, SACK (Tonne) UND SILO	50
ABBILDUNG 27: DRUCHLUFTFÖRDEREINRICHTUNG MIT LAGERBEHÄLTER	50
ABBILDUNG 28: GRAVIMETRISCHE DOSIEREINRICHTUNG.....	51
ABBILDUNG 29: FÖRDERSTEIFER EINSCHNECKENEXTRUDER.....	52
ABBILDUNG 30: FLANSCH MIT SIEBHALTER	53
ABBILDUNG 31: EXTRUSIONSWERKZEUG	54
ABBILDUNG 32: BLASKOPF MIT KÜHLUNG	55
ABBILDUNG 33: KALIBRIERKORB.....	55
ABBILDUNG 34: FLACHLEGUNG UND WENDESTANGENSYSTEM	56
ABBILDUNG 35: DICKENMESSUNG.....	57
ABBILDUNG 36: SEITENKANTENSTEUERUNG	57
ABBILDUNG 37: WICKLER	58
ABBILDUNG 38: STEUEREINHEIT.....	59

9. Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 39: SEITENKANTENBESCHNITT	60
ABBILDUNG 40: VISKOSITÄTSKURVE DES FREQUENCY SWEEP (Fs) UND RATE SWEEP (Rs) FÜR DIE PROBE 1 BEI 220°C	62
ABBILDUNG 41: VISKOSITÄTSKURVE DES FREQUENCY SWEEP (Fs) UND RATE SWEEP (Rs) FÜR DIE PROBE 1 BEI 230°C	62
ABBILDUNG 42: VISKOSITÄTSKURVE DES FREQUENCY SWEEP (Fs) UND RATE SWEEP (Rs) FÜR DIE PROBE 1 BEI 240°C	63
ABBILDUNG 43: BAGLEY KORREKTUR BEI DER PROBE 1 MIT 220°C.....	64
ABBILDUNG 44: DETAILVERGRÖßERUNG BAGLEY KORREKTUR BE DER PROBE 1 MIT 220°C.....	65
ABBILDUNG 45: VISKOSITÄTSKURVE FÜR PROBE 1 BEI 220°C ÜBER DEN GESAMTE GEMESSENEN SCHERGESCHWINDIGKEITSBEREICH.....	66
ABBILDUNG 46: BESCHREIBUNG DER VISKOSITÄTSKURVE NACH DEM CARREAU-ANSATZ	67
ABBILDUNG 47: VISKOSITÄTSKURVE AUS MESSUNG IM VERGLEICH ZUR BERECHNETEN AUS DEM CARREAU-ANSATZ FÜR P1 BEI 220°C	68
ABBILDUNG 48: VISKOSITÄTSKURVEN DER DECKSCHICHTCOMPOUNDS P1 UND P6 BEI 220°C	70
ABBILDUNG 49: VISKOSITÄTSKURVEN DES CHARGENVERGLEICHS VON M10 IN P1 UND P2 BEI 220°C	71
ABBILDUNG 50: VISKOSITÄTSKURVEN DES HAFTVERMITTLERS FÜR P3 UND P9 BEI 220°C.....	72
ABBILDUNG 51: VISKOSITÄTSKURVEN DER PROBEN P1 (M10) BEI UNTERSCHIEDLICHEN TEMPERATUREN	73
ABBILDUNG 52: VISKOSITÄTSKURVEN DER PROBEN P6 (M45) BEI UNTERSCHIEDLICHEN TEMPERATUREN	74
ABBILDUNG 53: DSC-KURVEN DER DECKSCHICHTMATERIALIEN M10 UND M45 (ZWEI MLLDPE-TYPEN)	76
ABBILDUNG 54: DSC-KURVEN ZWEIER CHARGEN EINER MLLDPE TYPEN (M10)	77
ABBILDUNG 55: DSC-KURVEN ZWEIER HAFTVERMITTLER W34 UND W35	78
ABBILDUNG 56: RAMANSPEKTREN BEI LINIENMESSUNG FÜR EINE FOLIE DER MATERIALKOMBINATION 3	79
ABBILDUNG 57: STIPPE MIT LINEN FÜR LINIERABTASTUNG DER RAMANSPEKTROSKOPIE	80
ABBILDUNG 58: STIPPENLEVEN DER UNTERSUCHTEN EINSTELLUNGEN DER MATERIALKOMPONENTE 1	82
ABBILDUNG 59: AUSWERTUNG DER HAUPTEFFEKTE DES FAKTORENVERSUCHSPLAN MIT DER STANDARDREZEPTUR (M1)	84
ABBILDUNG 60: AUSWERTUNG DER WECHSELWIRKUNGEN DES FAKTORENVERSUCHSPLAN MIT DER STANDARDREZEPTUR (M1).....	85
ABBILDUNG 61: EINFLUSS EXTRUDERTEMPERATUR DER DECKSCHICHT AUF DEN STIPPENLEVEL <2 MM ² (M1).....	86
ABBILDUNG 62: EINFLUSS DER HV-EXTRUDERTEMPERATUR AUF DEN STIPPENLEVEL <2MM ² (M1)	87
ABBILDUNG 63: EINFLUSS DES MASSENDURCHSATZES AUF DEN STIPPENLEVEL <2MM ² (M1).....	88
ABBILDUNG 64: STIPPENLEVEN DER GEFERTIGTEN EINSTELLUNGEN DER MATERIALKOMPONENTE 2.....	91
ABBILDUNG 65: PRODUKTIONSABFOLGE FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M2	92
ABBILDUNG 66: AUSWERTUNG DER HAUPTEFFEKTE DES FAKTORENVERSUCHSPLAN MIT DEM ALTERNATIVEN HAFTVERMITTLER (M2)	94
ABBILDUNG 67: AUSWERTUNG DER WECHSELWIRKUNGEN DES FAKTORENVERSUCHSPLAN MIT DEM ALTERNATIVEN HAFTVERMITTLER (M2)	95
ABBILDUNG 68: EINFLUSS DER EXTRUDERTEMPERATUR DER DECKSCHICHT AUF DEN STIPPENLEVEL <2MM ² (M2).....	96
ABBILDUNG 69: EINFLUSS DER HV-EXTRUDERTEMPERATUR AUF DEN STIPPENLEVEL <2 MM ² (M2)	97
ABBILDUNG 70: EINFLUSS DES MASSENDURCHSATZES AUF DEN STIPPENLEVEL <2 MM ² (M2).....	98
ABBILDUNG 71: STIPPENLEVEN DER GEFERTIGTEN EINSTELLUNGEN DER MATERIALKOMPONENTE 3.....	100
ABBILDUNG 72: PRODUKTIONSABFOLGE DES FAKTORENVERSUCHSPLAN FÜR M3	101

9. Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 73: AUSWERTUNG DER HAUPTEFFEKTE DES FAKTORENVERSUCHSPLAN MIT DEM ALTERNATIVMATERIAL DER DECKSCHICHT M3.....	103
ABBILDUNG 74: AUSWERTUNG DER WECHSELWIRKUNGEN DES FAKTORENVERSUCHSPLAN MIT DEM ALTERNATIVMATERIAL DER DECKSCHICHT M3.....	103
ABBILDUNG 75: EINFLUSS DER EXTRUDERTEMPERATUR DER DECKSCHICHT AUF DEN STIPPENLEVEL <2 MM ² (M3)..	105
ABBILDUNG 76: EINFLUSS DER HV-EXTRUDERTEMPERATUR AUF DEN STIPPENLEVEL <2 MM ² (M3)	106
ABBILDUNG 77: EINFLUSS DES MASSENDURCHSATZES AUF DEN STIPPENLEVEL <2 MM ² (M3).....	107
ABBILDUNG 78: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 2 BEI 220°C	119
ABBILDUNG 79: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 2 BEI 230°C	119
ABBILDUNG 80: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 2 BEI 240°C	119
ABBILDUNG 81: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 3 BEI 220°C	120
ABBILDUNG 82: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 3 BEI 230°C	120
ABBILDUNG 83: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 3 BEI 240°C	120
ABBILDUNG 84: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 4 BEI 220°C	121
ABBILDUNG 85: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 4 BEI 230°C	121
ABBILDUNG 86: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 4 BEI 240°C	121
ABBILDUNG 87: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 5 BEI 220°C	122
ABBILDUNG 88: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 5 BEI 230°C	122
ABBILDUNG 89: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 5 BEI 240°C	122
ABBILDUNG 90: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 6 BEI 220 °C	123
ABBILDUNG 91: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 6 BEI 230 °C	123
ABBILDUNG 92: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 6 BEI 240 °C	123
ABBILDUNG 93: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 7 BEI 220°C	124
ABBILDUNG 94: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 7 BEI 240°C	124
ABBILDUNG 95: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 8 BEI 220°C	124
ABBILDUNG 96: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 8 BEI 230°C	125
ABBILDUNG 97: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 8 BEI 240°C	125
ABBILDUNG 98: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 9 BEI 220°C	125
ABBILDUNG 99: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 9 BEI 230°C	126
ABBILDUNG 100: VISKOSITÄTSKURVE DES FS UND RS FÜR DIE PROBE 9 BEI 240°C	126
ABBILDUNG 101: VISKOSITÄTSVERGLEICH DER DECKSCHICHTCOMPOUNDS P1 UND P6 BEI 230°C.....	126
ABBILDUNG 102: VISKOSITÄTSVERGLEICH DER DECKSCHICHTCOMPOUNDS P1 UND P6 BEI 240°C.....	127
ABBILDUNG 103: CHARGENVERGLEICH M10 DER DECKSCHICHT BEI 230°C	127
ABBILDUNG 104: CHARGENVERGLEICH M10 BEI DER DECKSCHICHT BEI 240°C.....	127
ABBILDUNG 105: HAFTVERMITTLERVERGLEICH P3 UND P9 BEI 230°C.....	128
ABBILDUNG 106: HAFTVERMITTLERVERGLEICH P3 UND P9 BEI 240°C.....	128
ABBILDUNG 107: TEMPERATURVERSCHIEBUNG HAFTVERMITTLER P3	128
ABBILDUNG 108: TEMPERATURVERSCHIEBUNG HAFTVERMITTLER P9	129
ABBILDUNG 109: DSC KURVE B09	129
ABBILDUNG 110: DSC KURVE F38	129
ABBILDUNG 111: DSC KURVE M10	130
ABBILDUNG 112: DSC KURVE M13	130

9. Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 113: DSC KURVE M14	130
ABBILDUNG 114: DSC KURVE M45	131
ABBILDUNG 115: DSC KURVE W34.....	131
ABBILDUNG 116: DSC KURVE W35.....	131
ABBILDUNG 117: DSC KURVE X15	132
ABBILDUNG 118: DSC KURVE Z17	132
ABBILDUNG 119: DSC KURVE Z28	132
ABBILDUNG 120: DSC KURVE P1	133
ABBILDUNG 121: DSC KURVE P2	133
ABBILDUNG 122: DSC KURVE P3	133
ABBILDUNG 123: DSC KURVE P4	134
ABBILDUNG 124: DSC KURVE P5	134
ABBILDUNG 125: DSC KURVE P6	134
ABBILDUNG 126: DSC KURVE P7	135
ABBILDUNG 127: DSC KURVE P9	135
ABBILDUNG 128: EINFLUSS DER HV-EXTRUDERTEMPERATUR AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M1)	135
ABBILDUNG 129: EINFLUSS DES MASSENDURCHSATZES AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M1).....	136
ABBILDUNG 130: EINFLUSS EXTRUDERTEMPERATUR DER DECKSCHICHT AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M1).....	136
ABBILDUNG 131: EINFLUSS DER HV-EXTRUDERTEMPERATUR AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M2)	136
ABBILDUNG 132: EINFLUSS DES MASSENDURCHSATZES AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M2).....	137
ABBILDUNG 133: EINFLUSS EXTRUDERTEMPERATUR DER DECKSCHICHT AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M2).....	137
ABBILDUNG 134: EINFLUSS DER HV-EXTRUDERTEMPERATUR AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M3)	137
ABBILDUNG 135: EINFLUSS DES MASSENDURCHSATZES AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M3).....	138
ABBILDUNG 136: EINFLUSS EXTRUDERTEMPERATUR DER DECKSCHICHT AUF DEN STIPPENLEVEL 2-10MM ² (M3).....	138

10Anhang

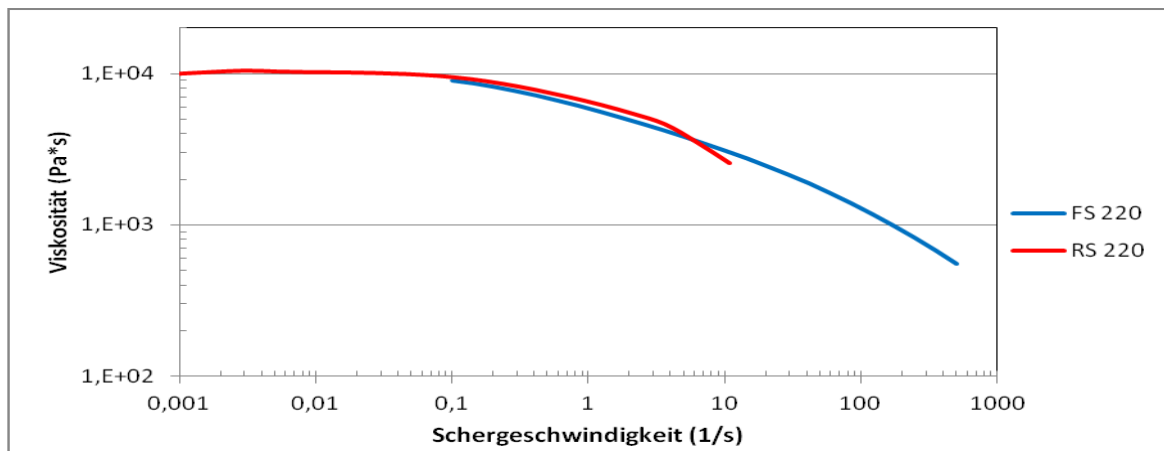


Abbildung 78: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 2 bei 220°C

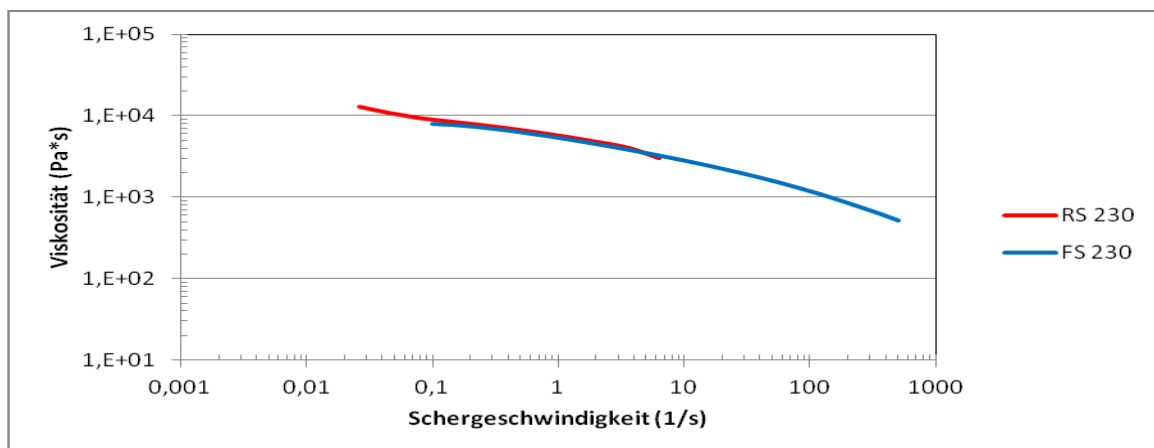


Abbildung 79: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 2 bei 230°C

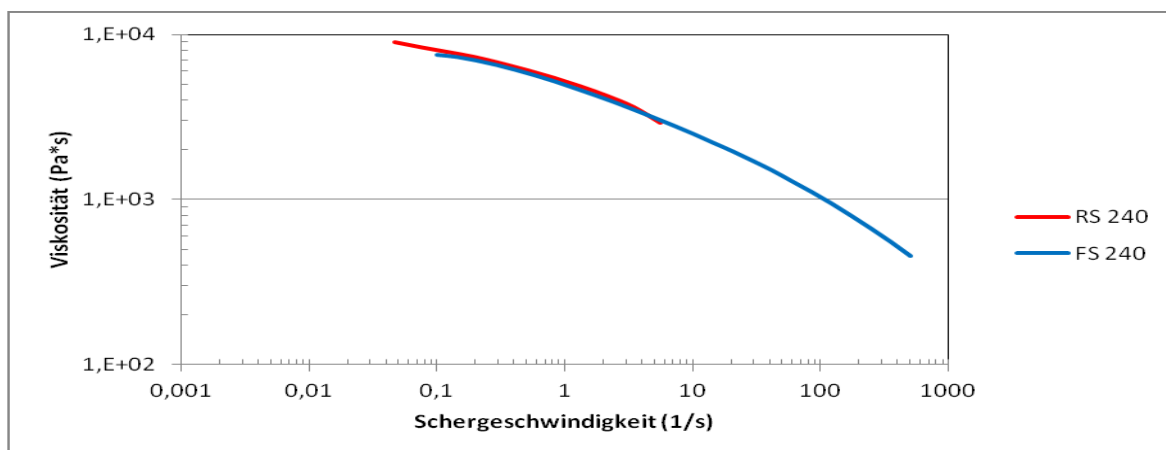


Abbildung 80: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 2 bei 240°C

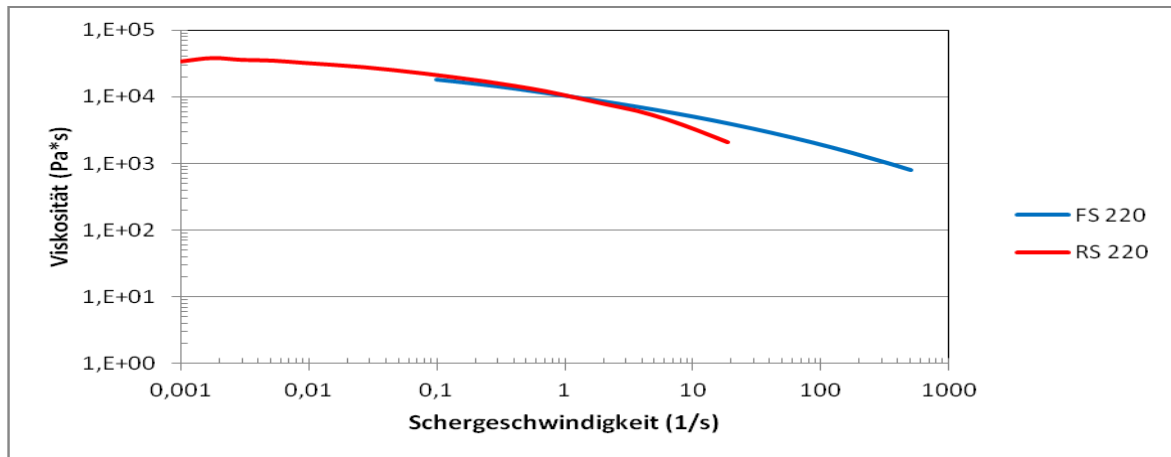


Abbildung 81: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 3 bei 220°C

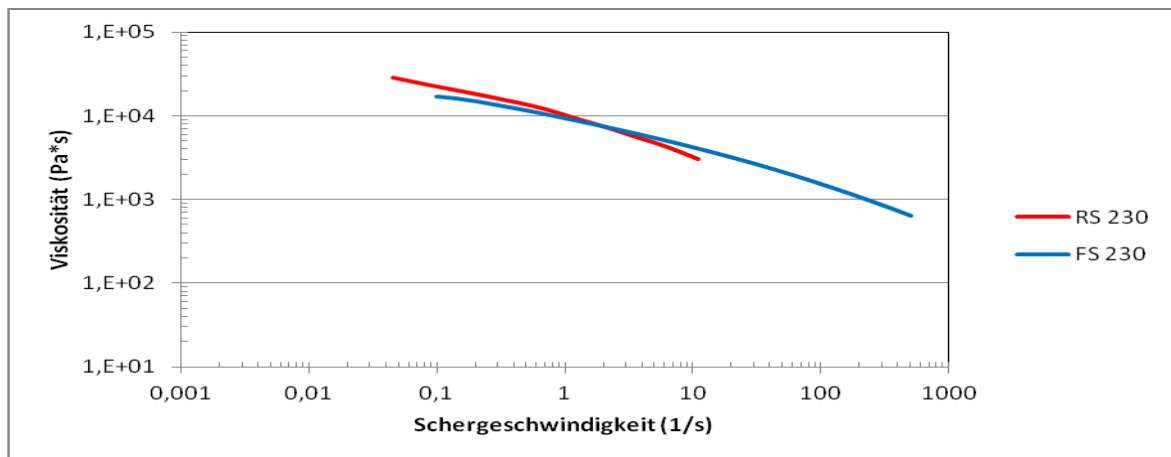


Abbildung 82: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 3 bei 230°C

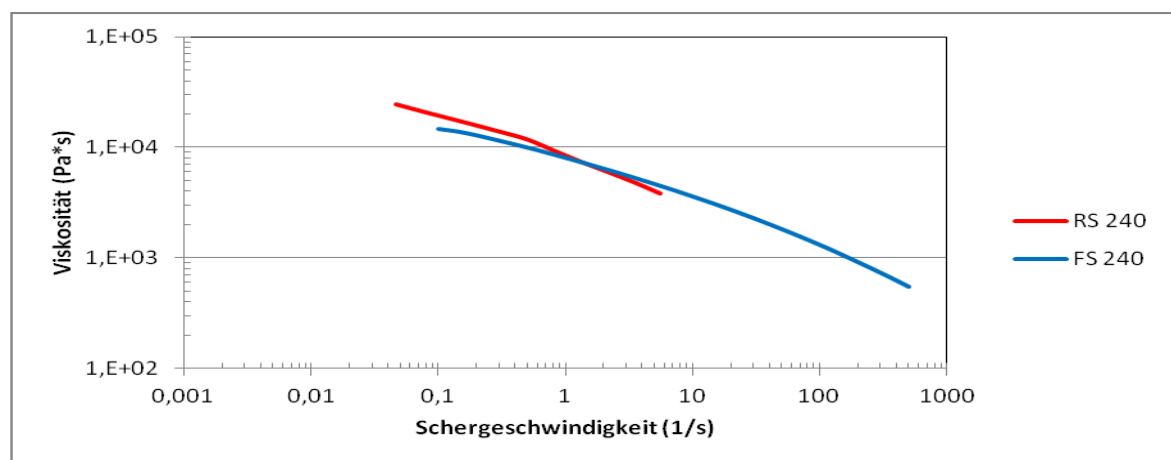


Abbildung 83: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 3 bei 240°C

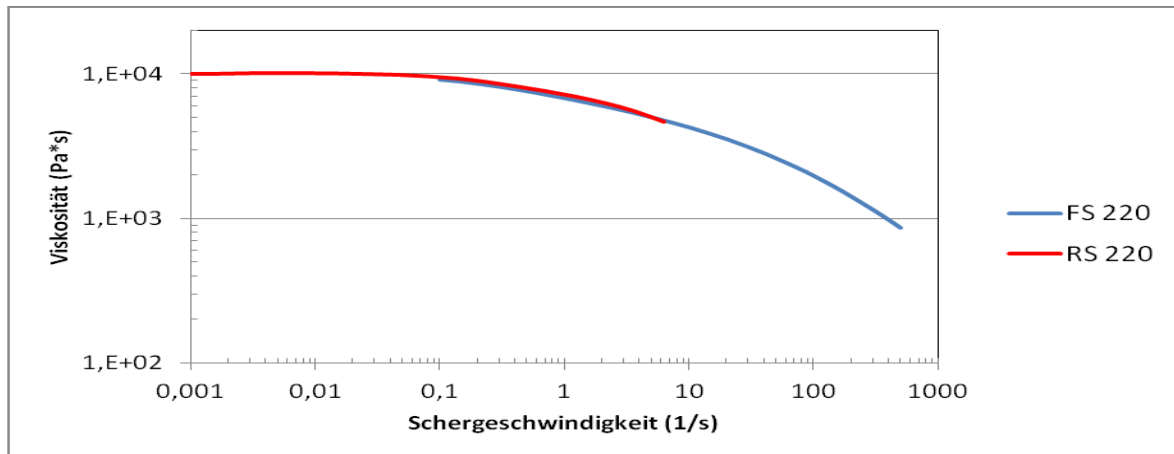


Abbildung 84: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 4 bei 220°C

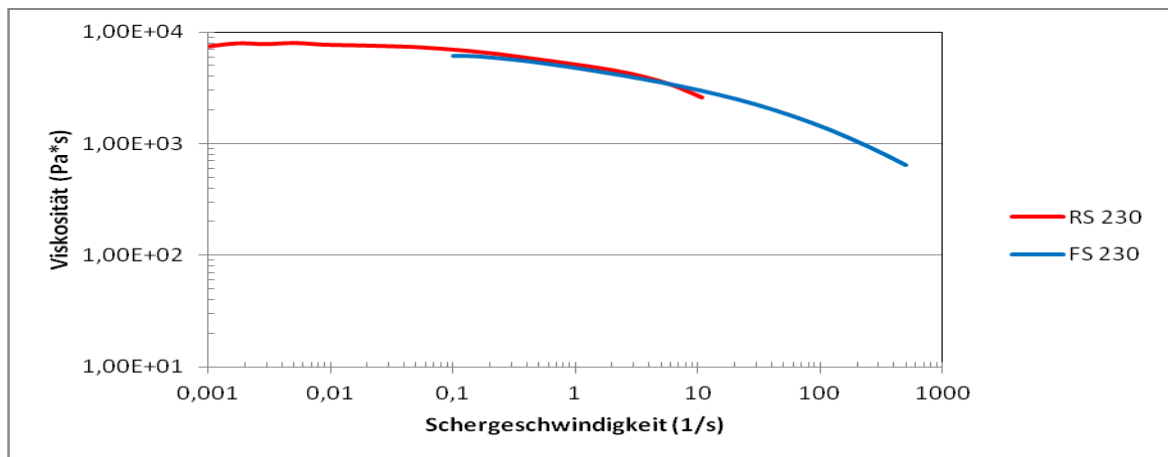


Abbildung 85: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 4 bei 230°C

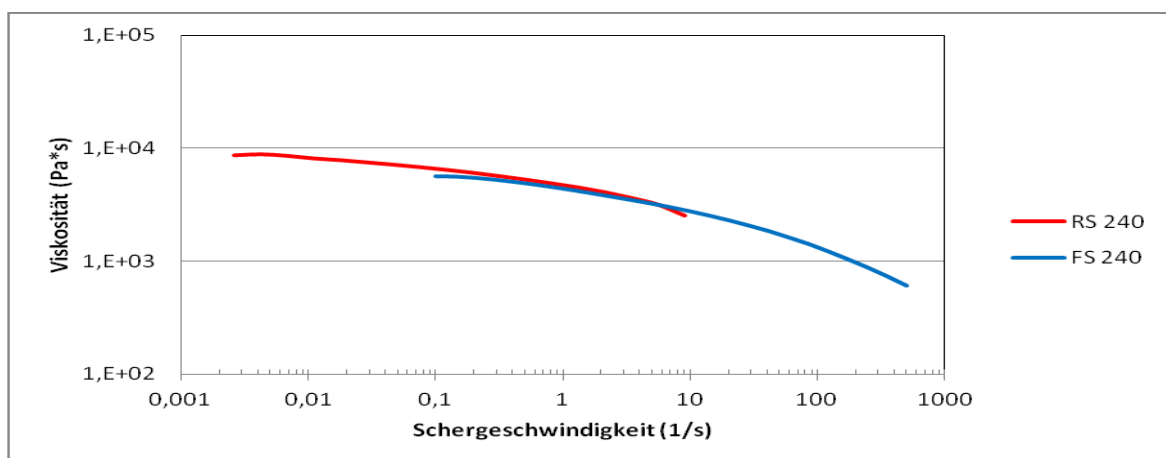


Abbildung 86: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 4 bei 240°C

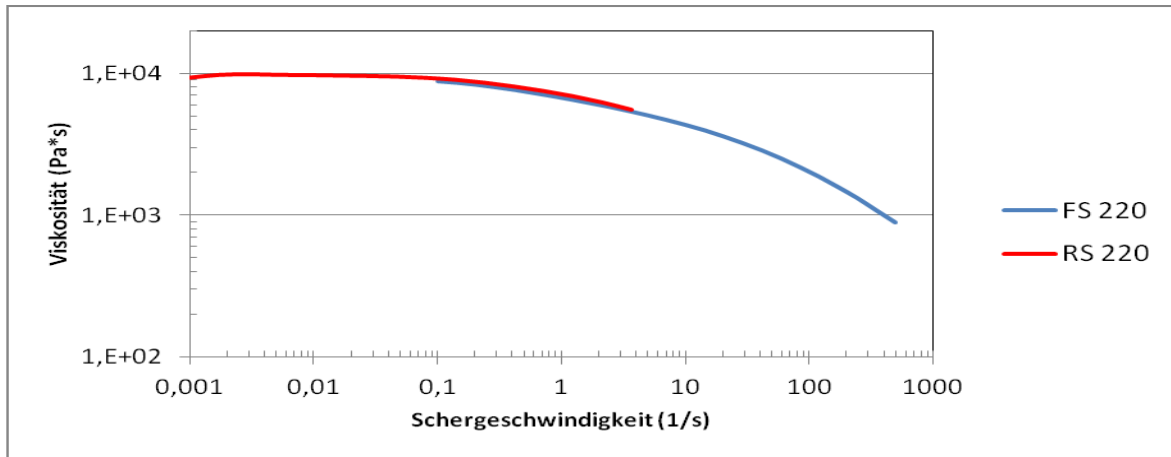


Abbildung 87: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 5 bei 220°C

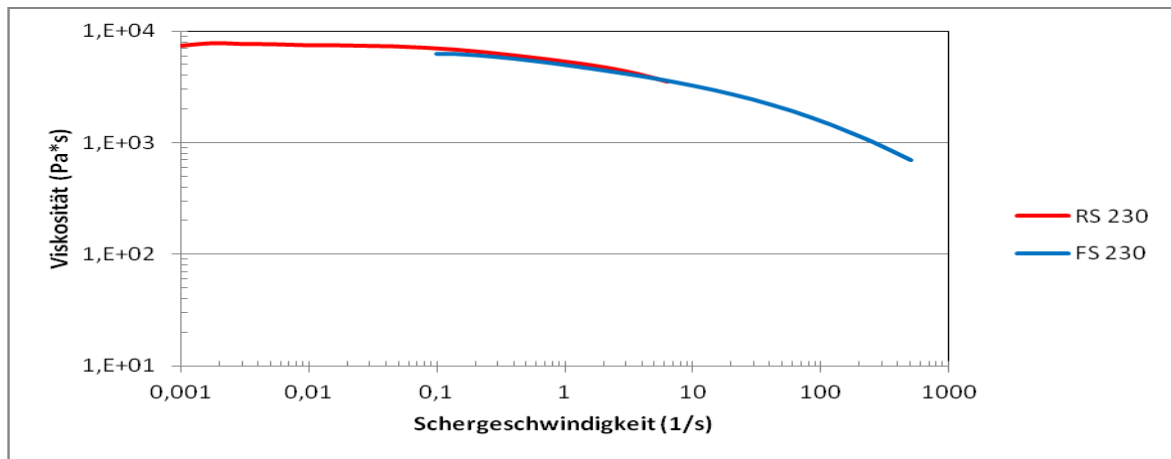


Abbildung 88: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 5 bei 230°C

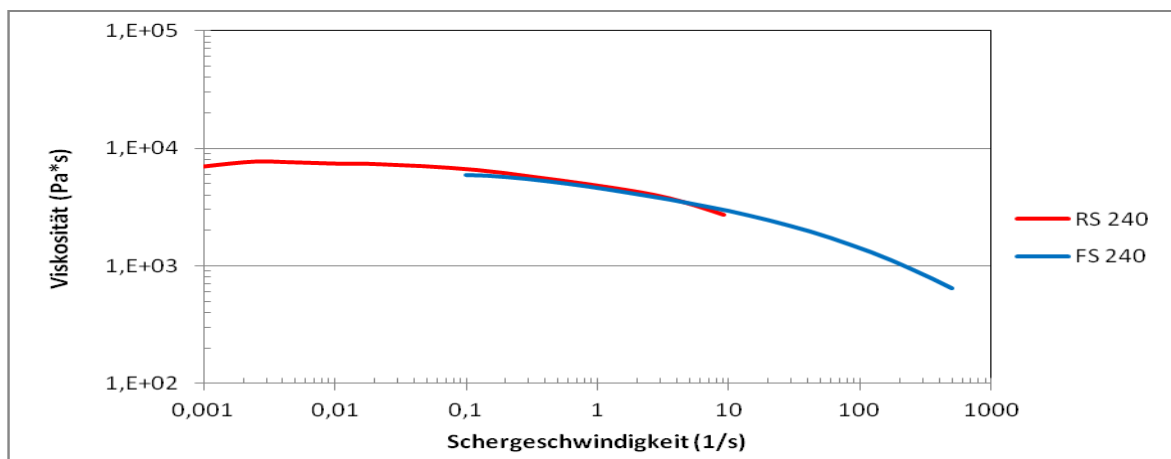


Abbildung 89: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 5 bei 240°C

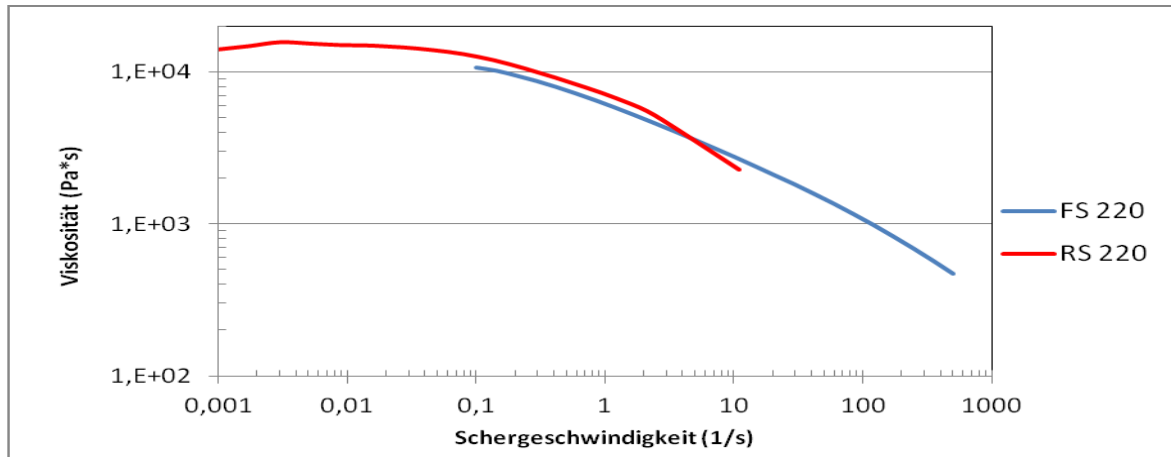


Abbildung 90: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 6 bei 220 °C

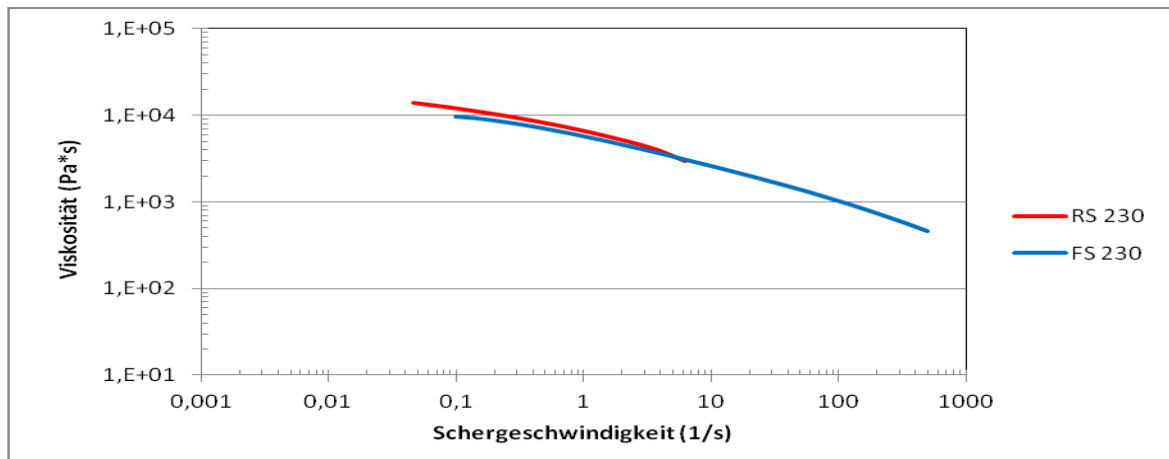


Abbildung 91: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 6 bei 230 °C

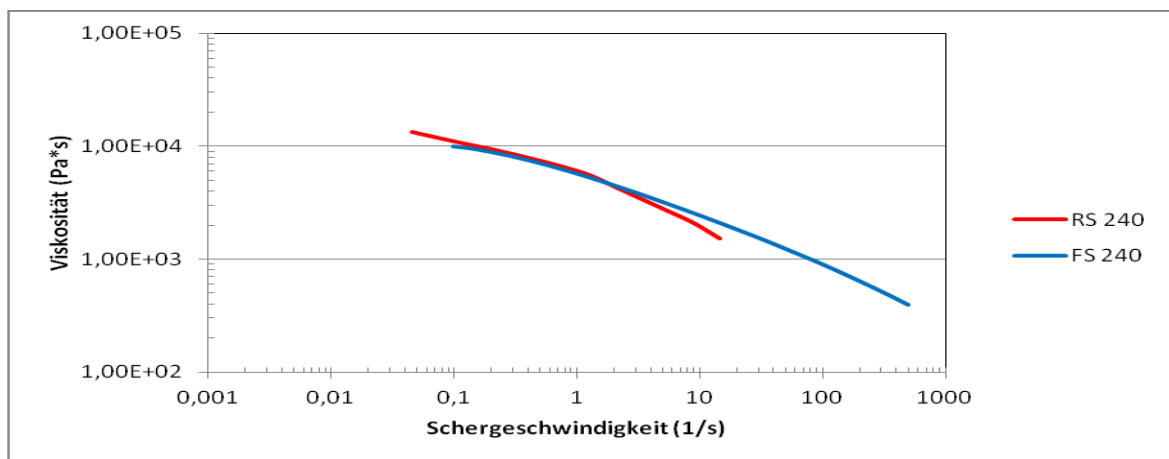


Abbildung 92: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 6 bei 240 °C

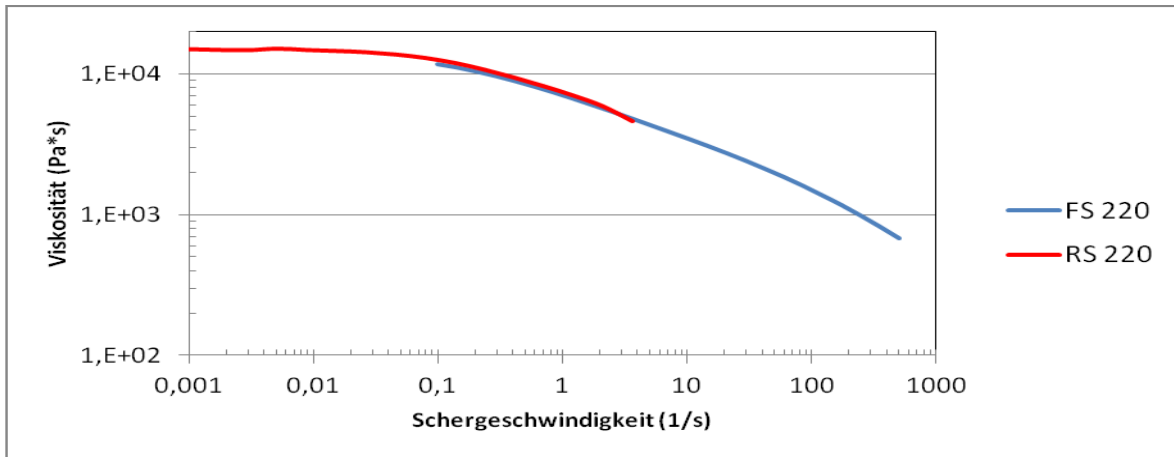


Abbildung 93: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 7 bei 220°C

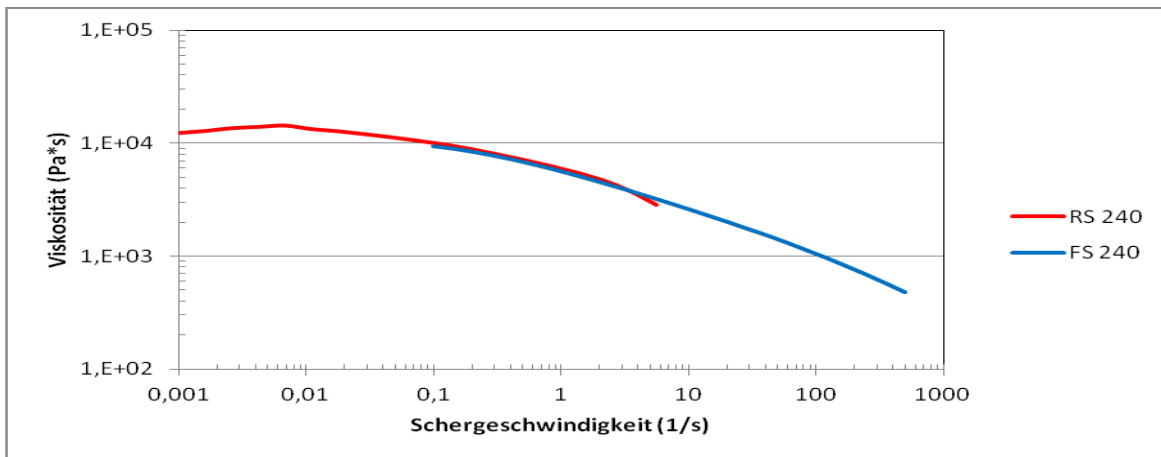


Abbildung 94: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 7 bei 240°C

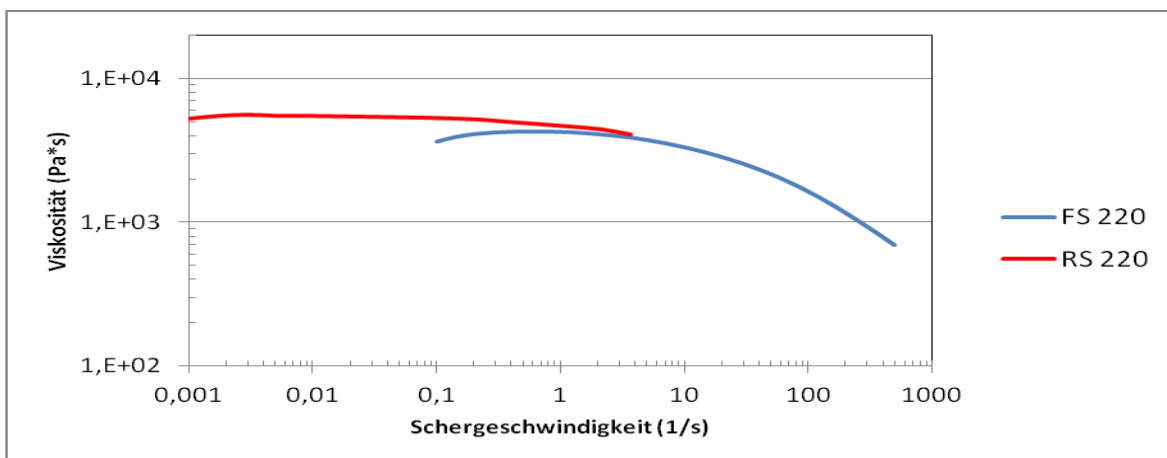


Abbildung 95: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 8 bei 220°C

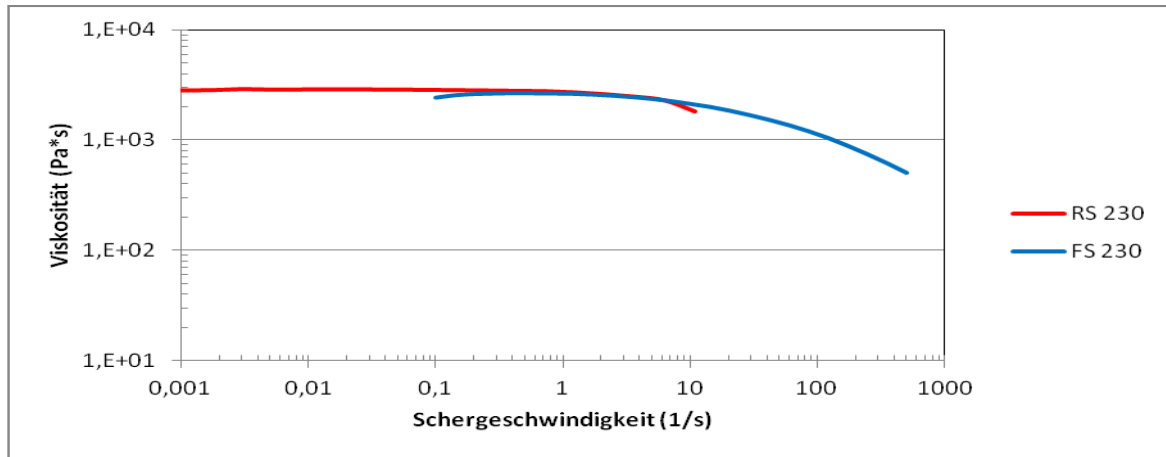


Abbildung 96: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 8 bei 230°C

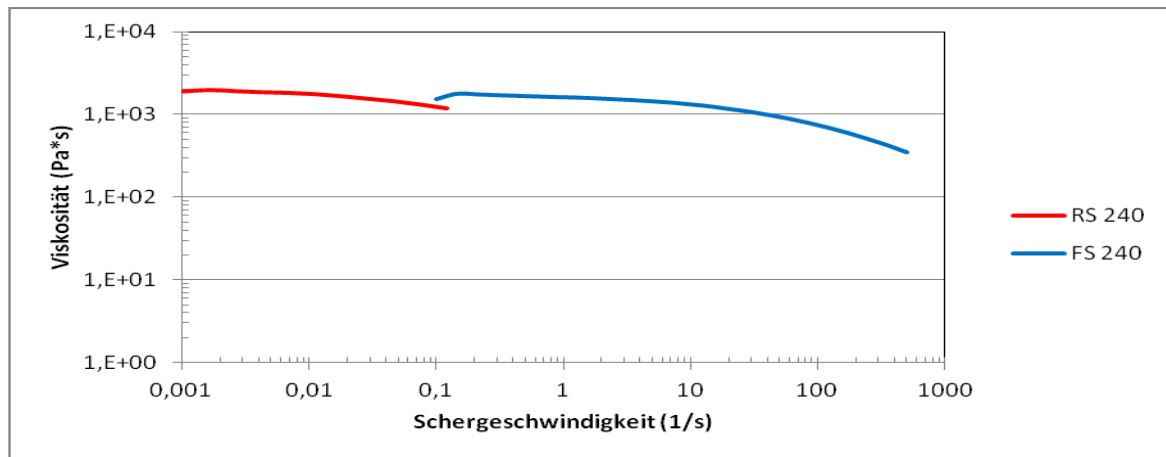


Abbildung 97: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 8 bei 240°C

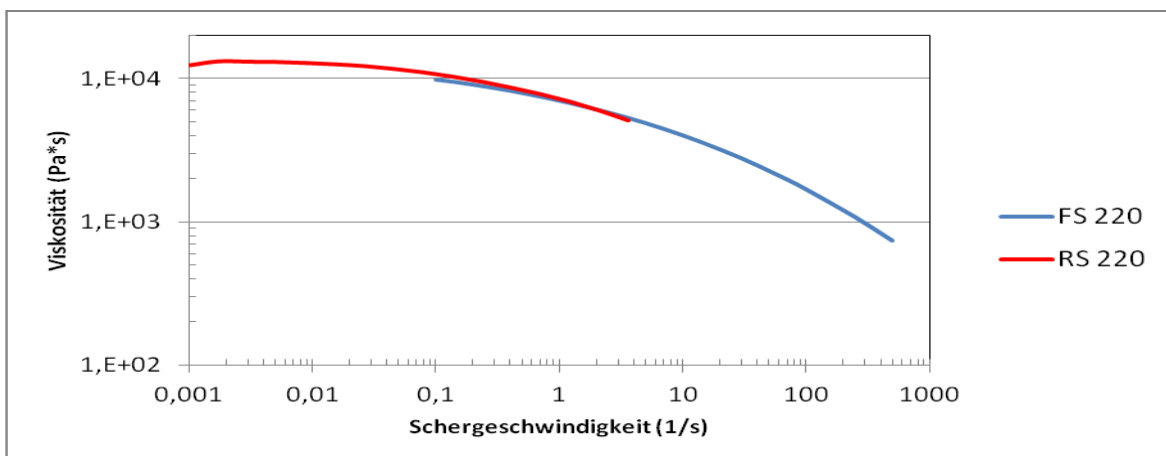


Abbildung 98: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 9 bei 220°C

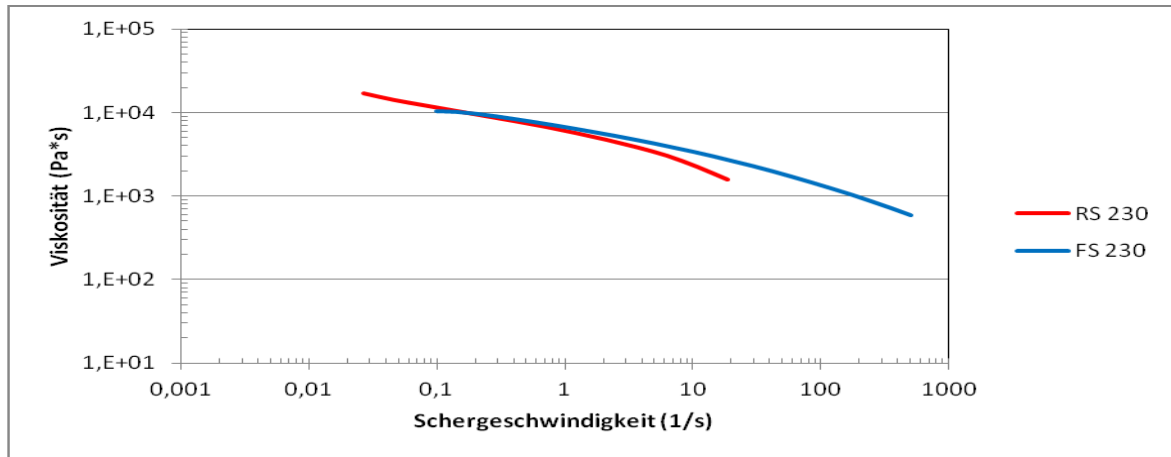


Abbildung 99: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 9 bei 230°C

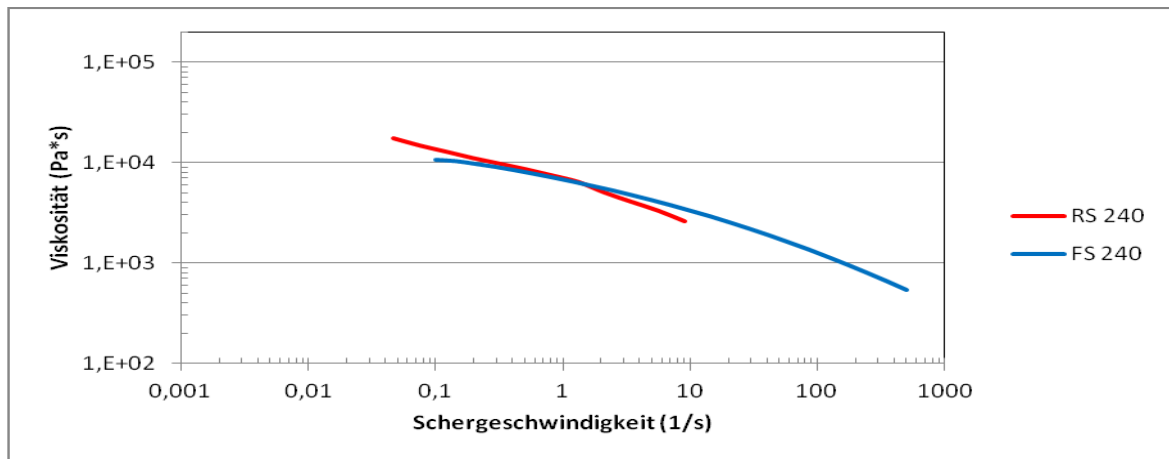


Abbildung 100: Viskositätskurve des Fs und Rs für die Probe 9 bei 240°C

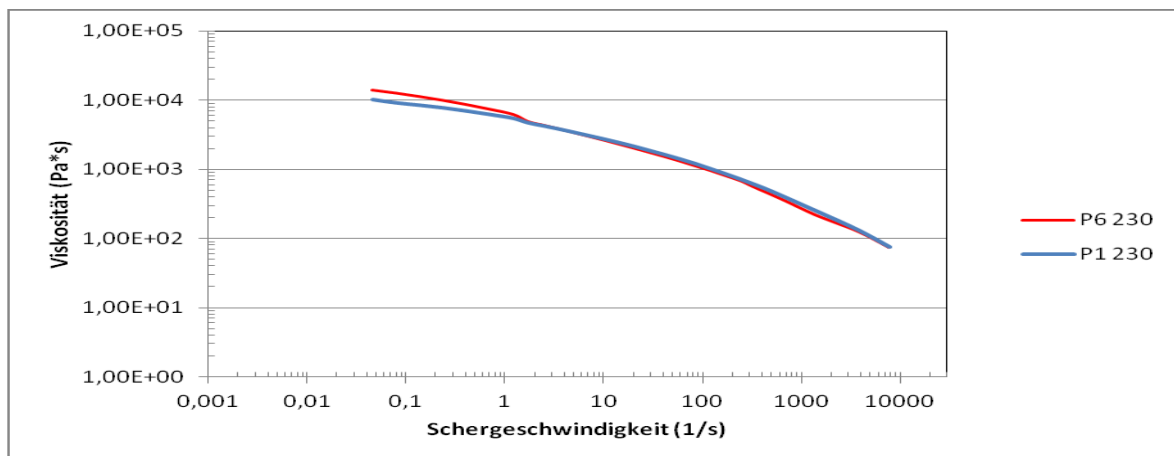


Abbildung 101: Viskositätsvergleich der Deckschichtcompounds P1 und P6 bei 230°C

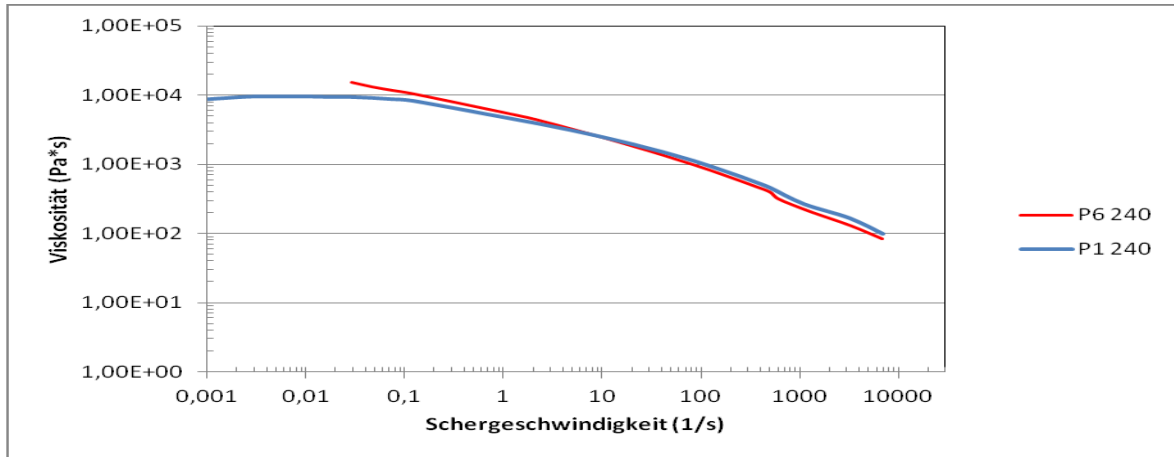


Abbildung 102: Viskositätsvergleich der Deckschichtcompounds P1 und P6 bei 240°C

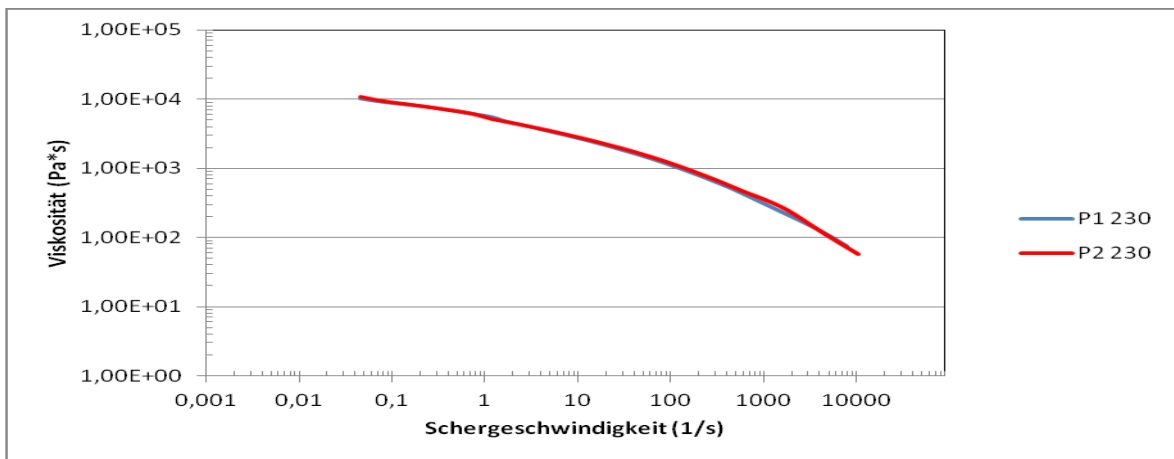


Abbildung 103: Chargenvergleich M10 der Deckschicht bei 230°C

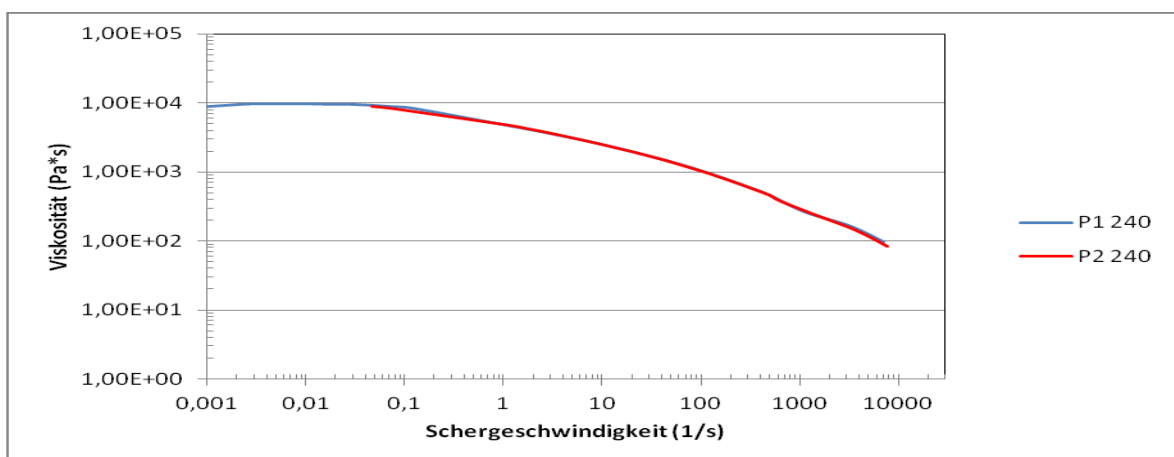


Abbildung 104: Chargenvergleich M10 bei der Deckschicht bei 240°C

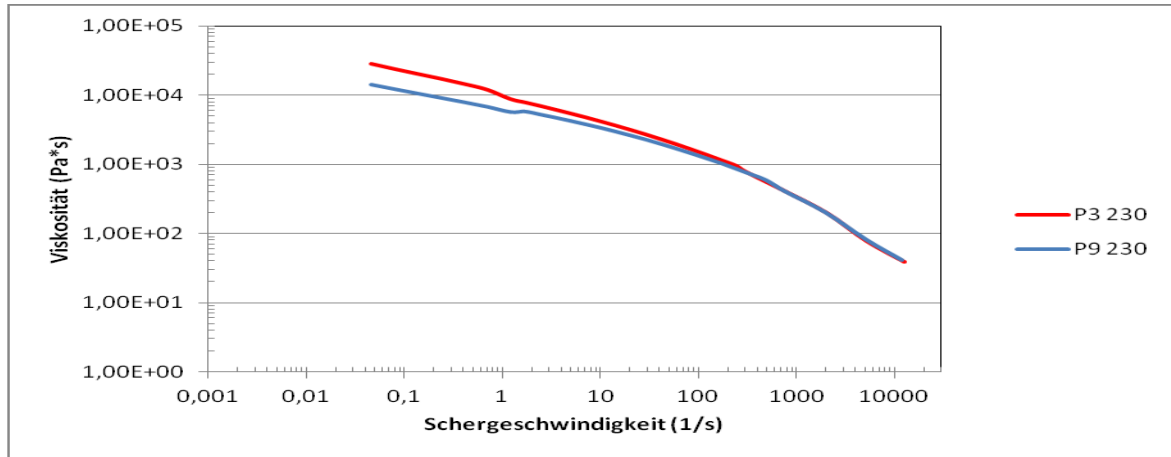


Abbildung 105: Haftvermittlervergleich P3 und P9 bei 230°C

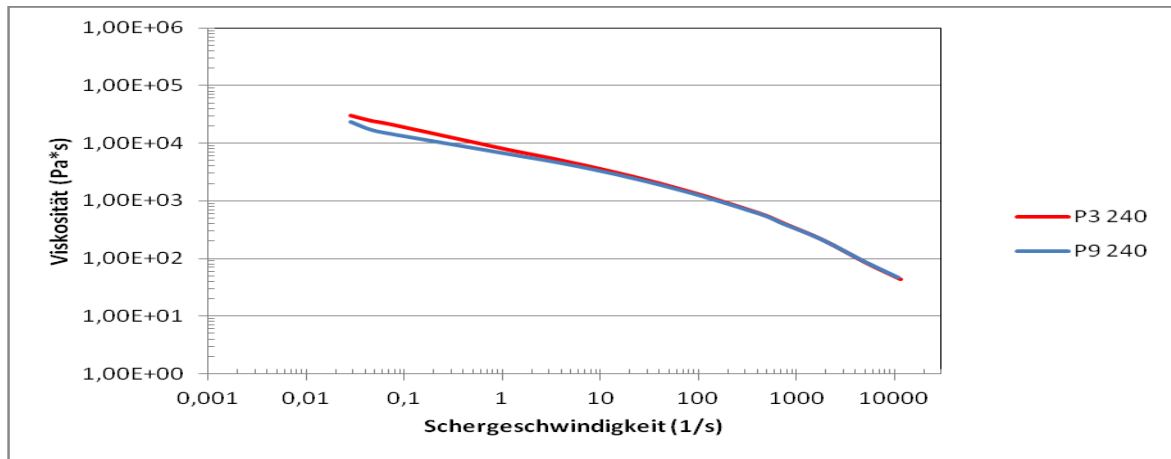


Abbildung 106: Haftvermittlervergleich P3 und P9 bei 240°C

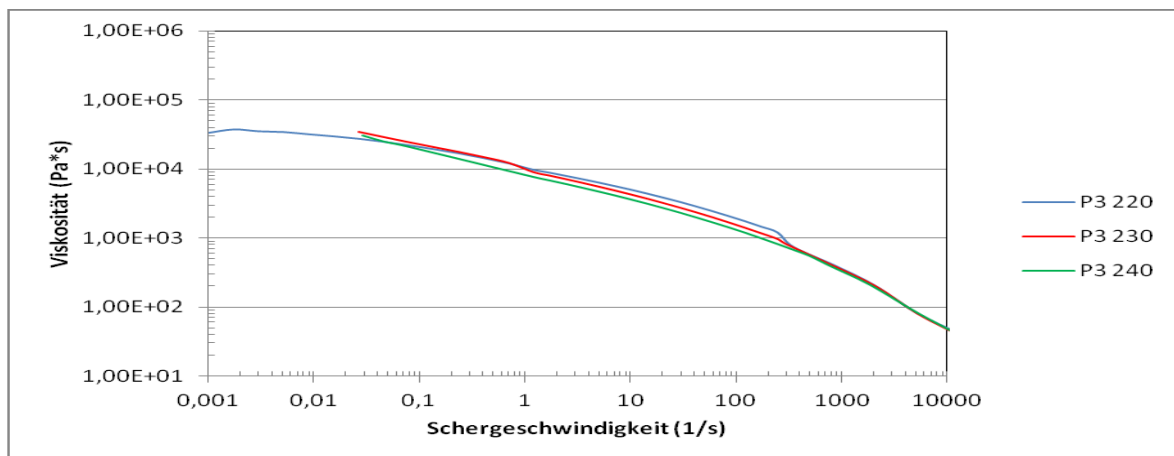


Abbildung 107: Temperaturverschiebung Haftvermittler P3

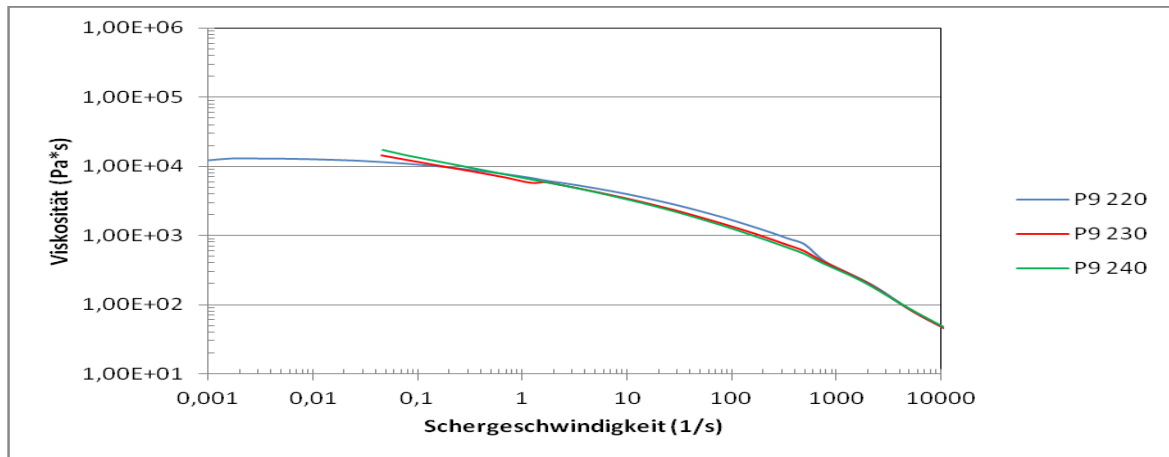


Abbildung 108: Temperaturverschiebung Haftvermittler P9

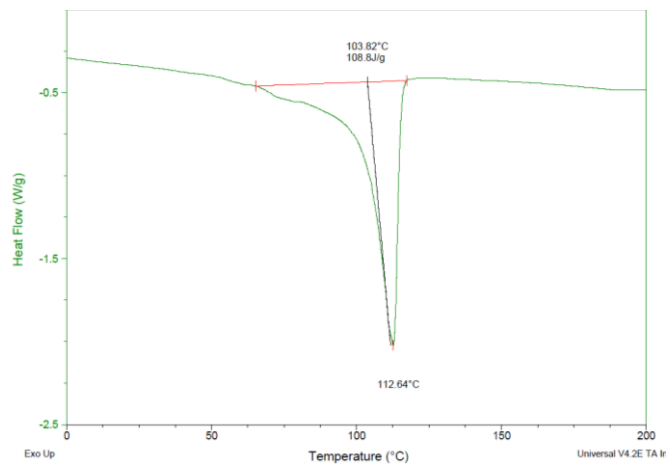


Abbildung 109: DSC Kurve B09

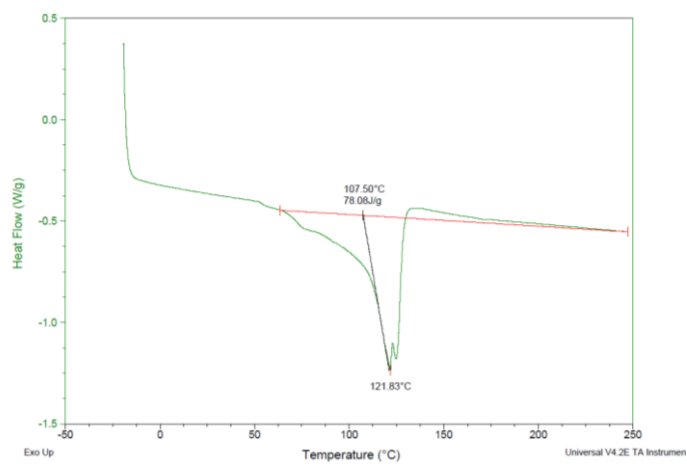


Abbildung 110: DSC Kurve F38

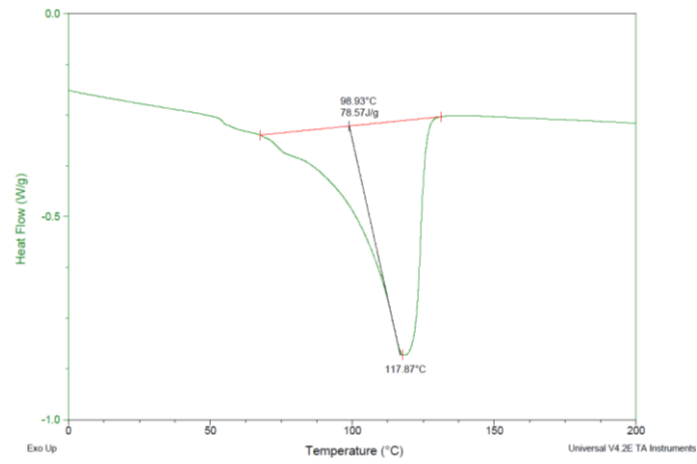


Abbildung 111: DSC Kurve M10

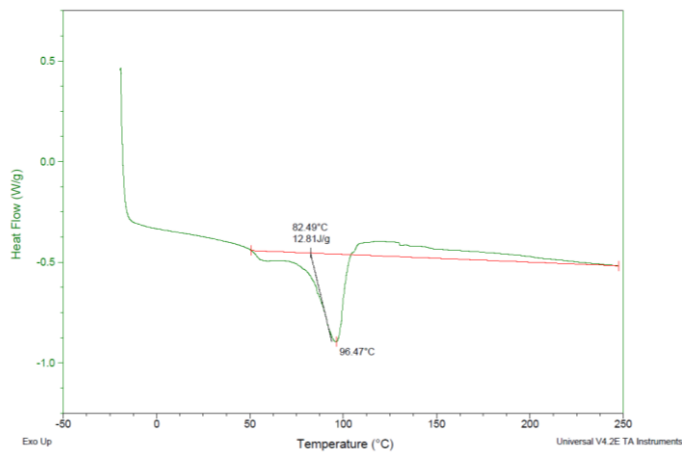


Abbildung 112: DSC Kurve M13

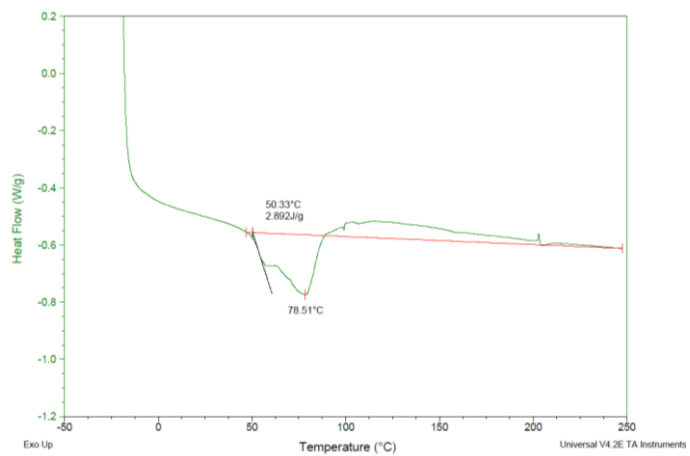


Abbildung 113: DSC Kurve M14

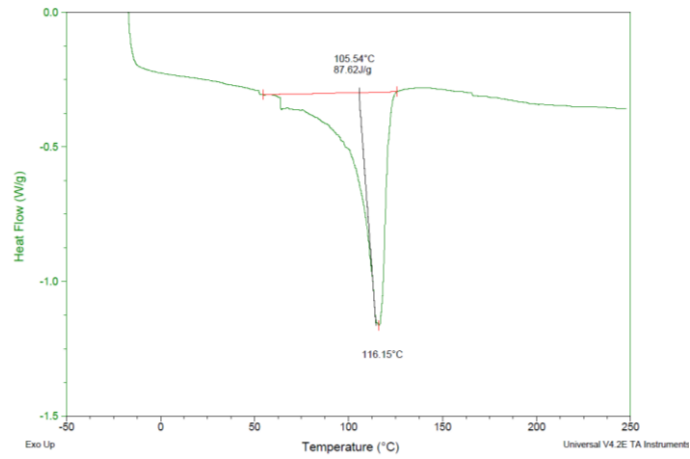


Abbildung 114: DSC Kurve M45

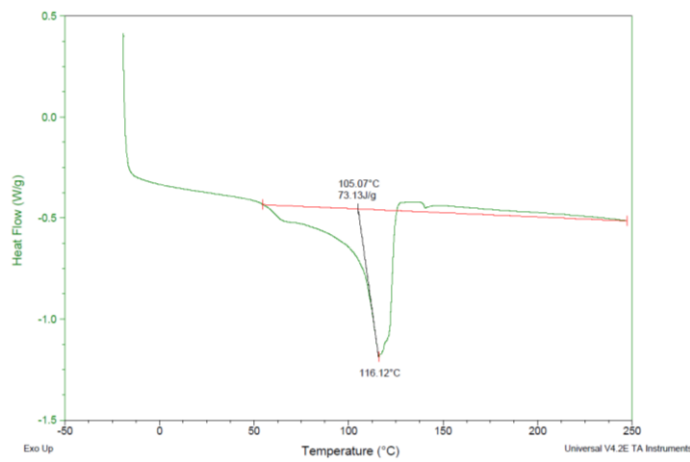


Abbildung 115: DSC Kurve W34

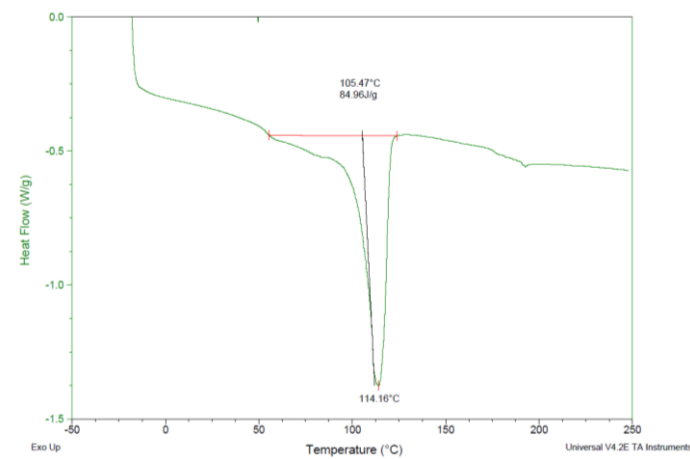


Abbildung 116: DSC Kurve W35

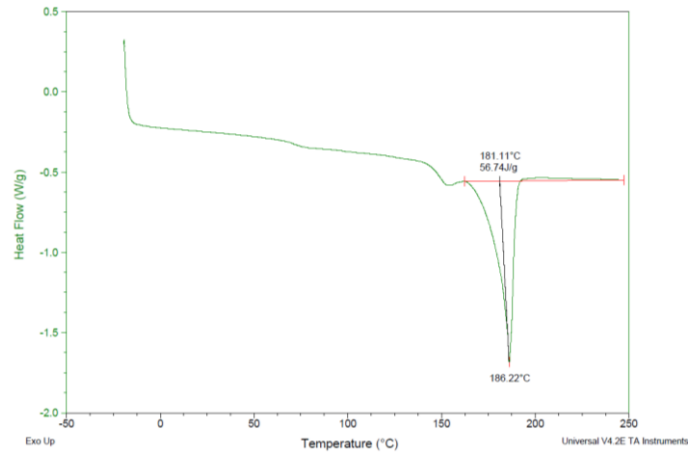


Abbildung 117: DSC Kurve X15

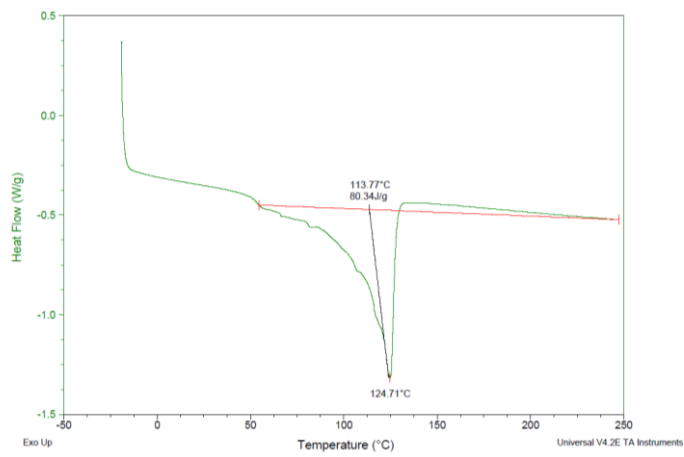


Abbildung 118: DSC Kurve Z17

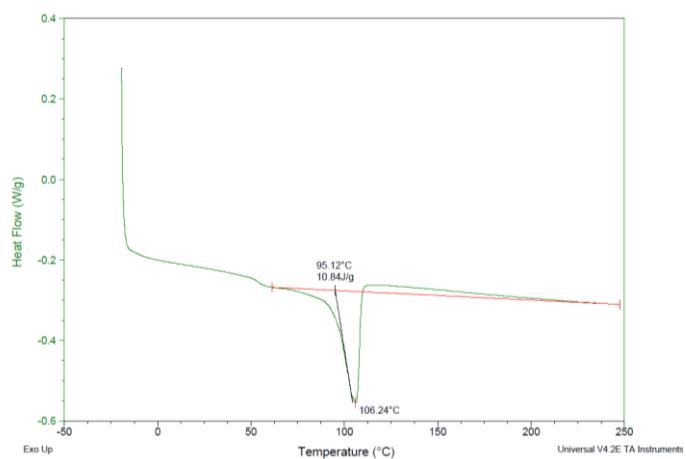


Abbildung 119: DSC Kurve Z28

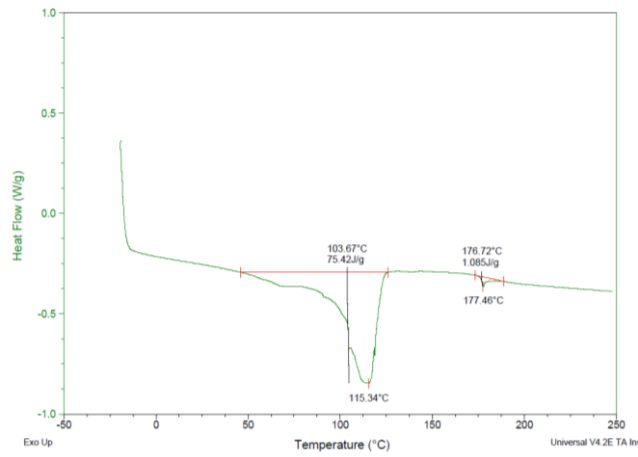


Abbildung 120: DSC Kurve P1

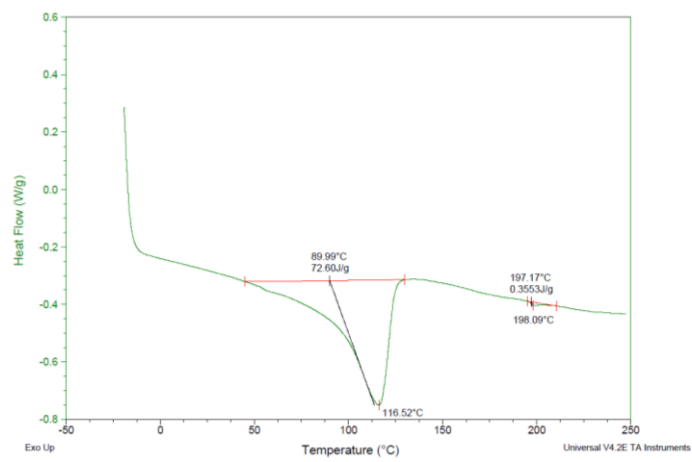


Abbildung 121: DSC Kurve P2

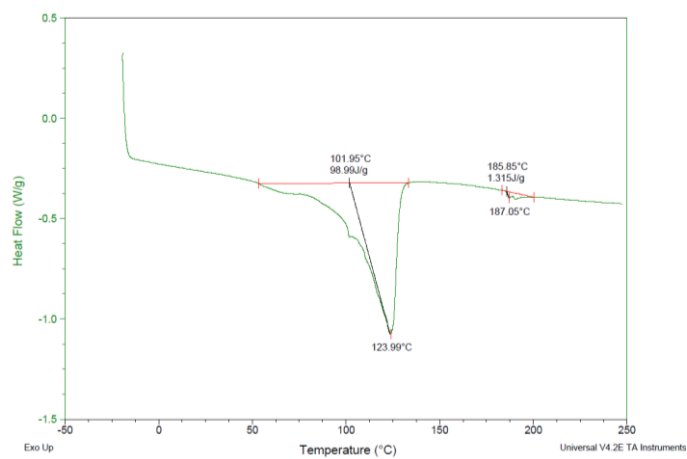


Abbildung 122: DSC Kurve P3

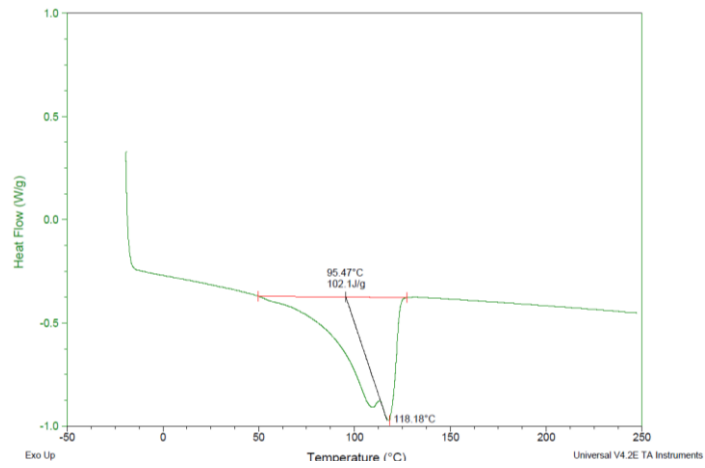


Abbildung 123: DSC Kurve P4

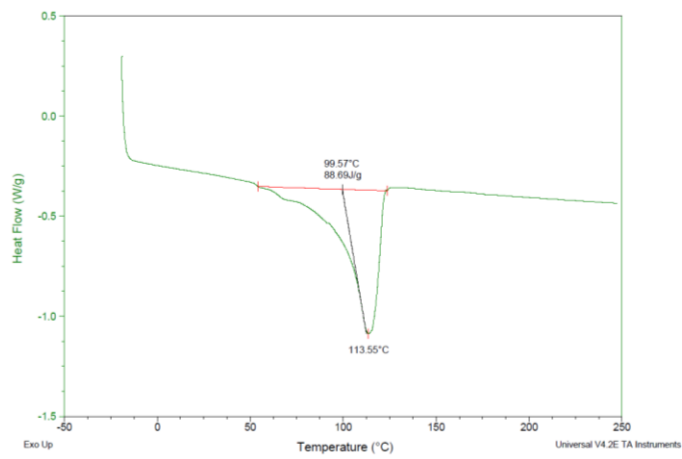


Abbildung 124: DSC Kurve P5

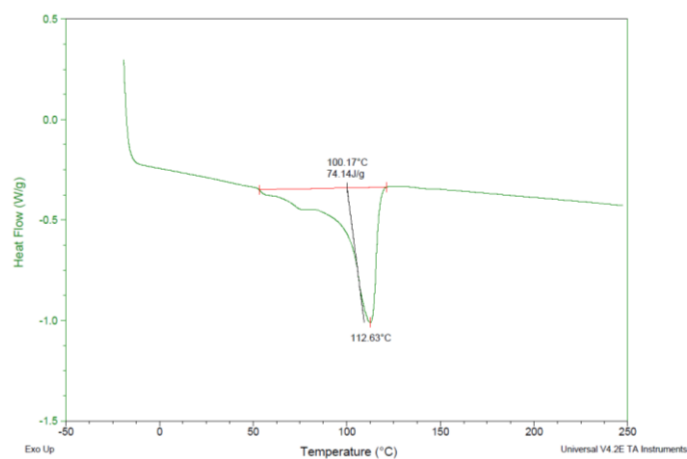


Abbildung 125: DSC Kurve P6

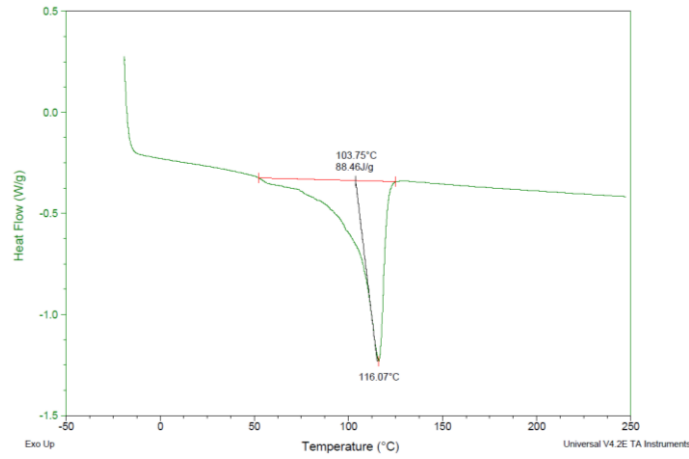


Abbildung 126: DSC Kurve P7

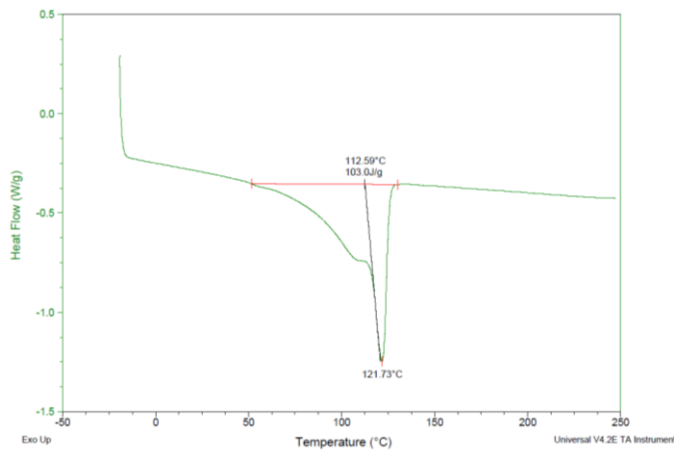


Abbildung 127: DSC Kurve P9

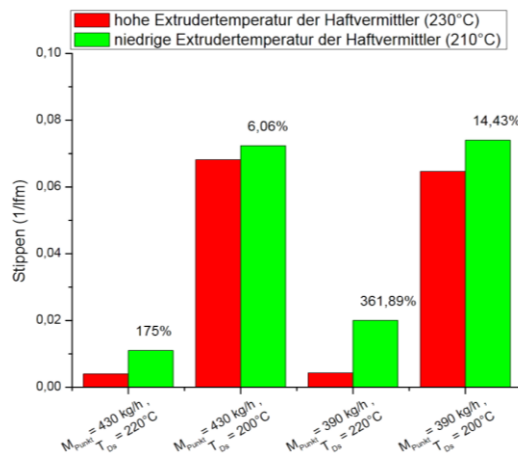


Abbildung 128: Einfluss der HV-Extrudertemperatur auf den Stippenlevel 2-10mm² (M1)

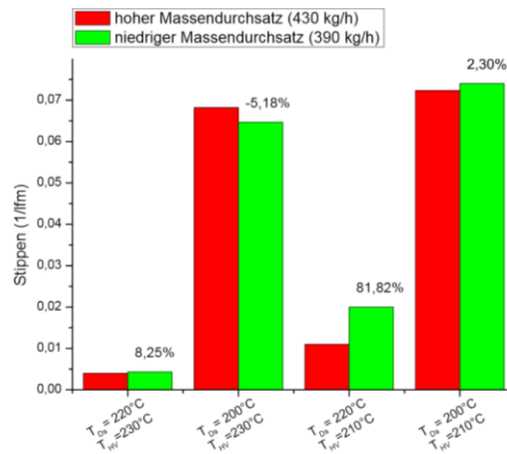


Abbildung 129: Einfluss des Massendurchsatzes auf den Stippenlevel 2-10mm² (M1)

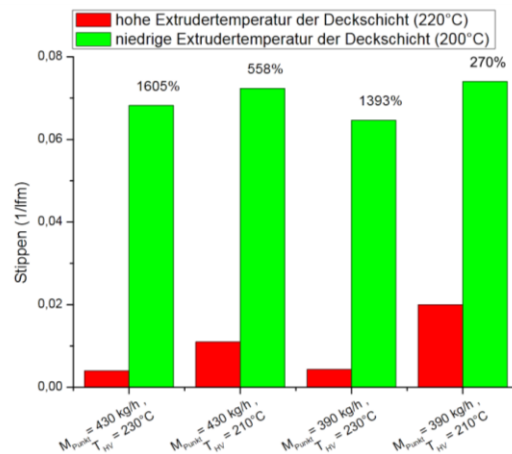


Abbildung 130: Einfluss Extrudertemperatur der Deckschicht auf den Stippenlevel 2-10mm² (M1)

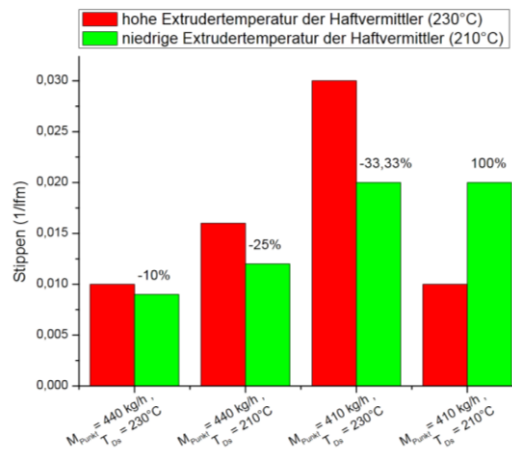


Abbildung 131: Einfluss der HV-Extrudertemperatur auf den Stippenlevel 2-10mm² (M2)

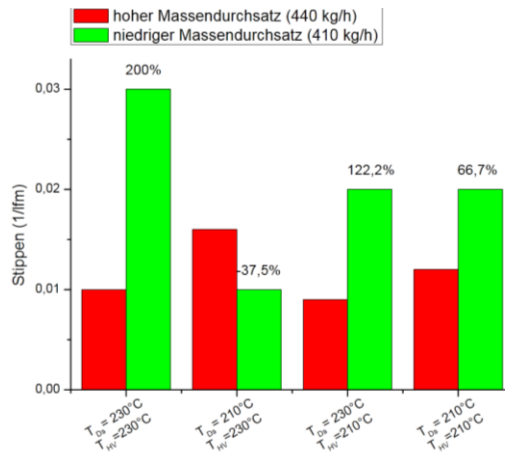


Abbildung 132: Einfluss des Massendurchsatzes auf den Stippenlevel 2-10mm² (M2)

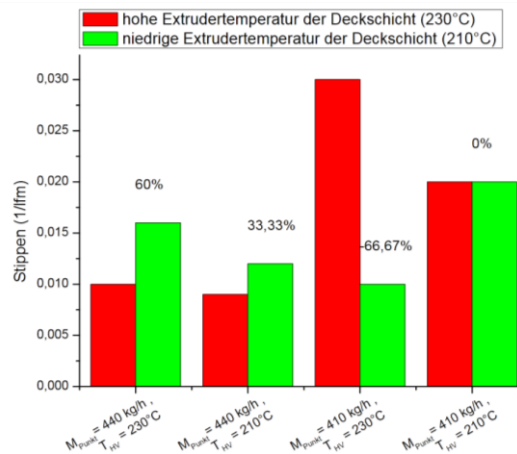


Abbildung 133: Einfluss Extrudertemperatur der Deckschicht auf den Stippenlevel 2-10mm² (M2)

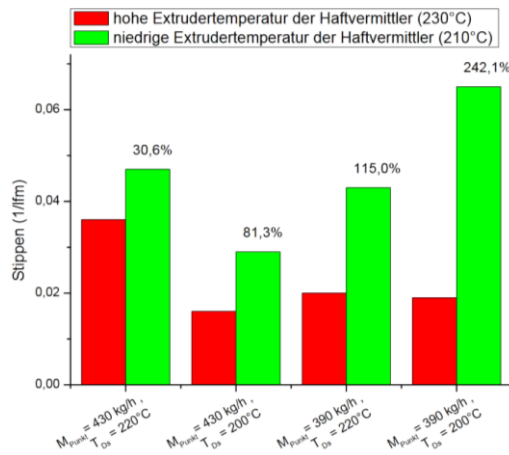


Abbildung 134: Einfluss der HV-Extrudertemperatur auf den Stippenlevel 2-10mm² (M3)

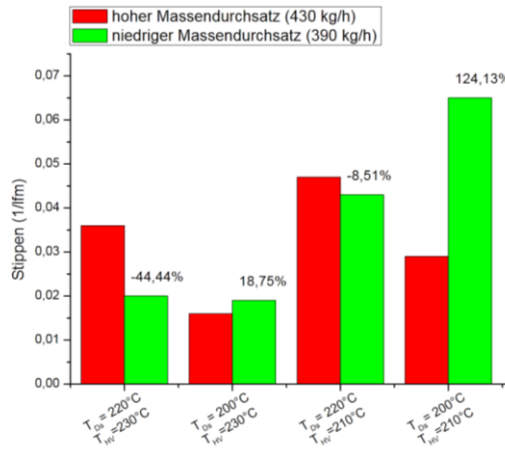


Abbildung 135: Einfluss des Massendurchsatzes auf den Stippenlevel 2-10mm² (M3)

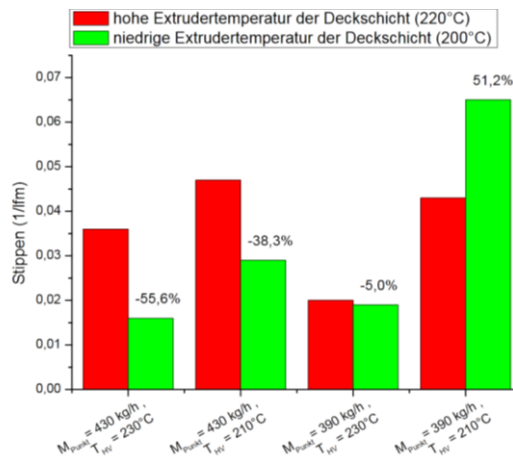


Abbildung 136: Einfluss Extrudertemperatur der Deckschicht auf den Stippenlevel 2-10mm² (M3)