

Masterarbeit

Einfluss des Verarbeitungsprozesses auf physikalische Eigenschaften von Nanocomposites

verfasst von

Ing. Stefan Meister BSc

eingereicht am



Institut für Kunststoffverarbeitung Vorstand: Univ.Prof. Dipl.-Ing.Dr.mont. Clemens Holzer Montanuniversität Leoben Leoben, 20.09.2010

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.

Leoben, August 2010

Sten durt

Ing. Stefan Meister BSc

Danksagung

Herrn Univ.Prof. Dipl.-Ing.Dr.mont. Clemens Holzer, dem Vorstand des Institutes für Kunststoffverarbeitung, möchte ich für die Begutachtung meiner Masterarbeit danken, sowie für seine hilfreichen Hinweise für die schriftliche Abfassung der Arbeit.

Mein besonderer Dank gilt den Herrn Dipl.-Ing. Andreas Witschnigg und Dr. Milan Kracalik für die Unterstützung und die Betreuung meiner Arbeit, sowie für die raschen Hilfestellungen bei den entstandenen Problemen.

Mein weiterer Dank gilt den Mitarbeitern des Institutes für Kunststoffverarbeitung für ihre stetige Unterstützung.

Weiters möchte ich mich herzlich bei Dipl.-Ing. Heinz Strassonig, dem Leiter der Abteilung LEW1, der MAN-Diesel SE in Augsburg, für die Bereitstellung und den Kauf sämtlicher von mir benötigter Normen bedanken.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie sowie meinen Freunden bedanken, die mich in den teils schwierigen Zeiten während meiner Studienzeit unterstützten.

Die vorliegende Diplomarbeit wurde an der Montanuniversität Leoben im Rahmen des Projektes PoSiComp und gefördert durch die österreichische Forschungsförderungsgesellschaft GmbH durchgeführt.



MASTERARBEIT

für Herrn Ing. Stefan Meister BSc

Thema: Einfluss des Verarbeitungsprozesses auf physikalische Eigenschaften von Nanocomposites

Bei polymeren Nanocomposites auf Montmorillonitbasis ist es wesentlich, die stapelförmigen Silikatschichten von einander zu trennen und homogen im Material zu verteilen. Wenn dies gelingt, ist es möglich grundlegende Verbesserungen in den Eigenschaften der Compounds zu erzielen. Die Qualität von Nanocompositecompounds lässt sich durch die während der Verarbeitung zugeführte Scherleistung und Verweilzeit gezielt beeinflussen, da diese maßgeblichen Einfluss darauf haben, wie gut die Silikatschichten voneinander getrennt und in der Polymermatrix verteilt werden können.

Ziel dieser Arbeit ist es daher die Schereinträge sowie Verweilzeiten der einzelnen Verarbeitungsschritte zu berechnen und den Effekt von zusätzlich generierter Scherenergie in Form eines zweiten Compoundierschrittes auf mechanische Eigenschaften von Polyethylen- und Polypropylenrohrtypen zu untersuchen.

Beginn: November 2009

C. Her

Univ.-Prof. Dr. Clemens Holzer

IKV - Institut für Kunststoffverarbeitung Vorstand: Univ.-Prof. Dr. Clemens Holzer Otto Glöckel-Straße 2, A-8700 Leoben, Tel.: +43 3842 402-3501, Fax-DW: 3502 ikv@unileoben.ac.at, http://www.kunststofftechnik.at



Kurzfassung

Die Produktion von maßgeschneiderten polymeren Werkstoffen erlangte in den letzten Jahren große Bedeutung, da es dadurch möglich wird, für eine geforderte technische Anwendung den geeigneten Werkstoff zu kreieren. Neben den Standard-Füllstoffen wie Kreide, Talk, Ton und Ruß wird der Einsatz von nanoskaligen Füllstoffen immer wichtiger. Diesen Füllstoffen wird eine große Zukunft prognostiziert, da neben den mechanischen auch andere physikalische Eigenschaften mit bereits niedrigem Füllstoffgehalt verbessert werden können. Die Qualität, der durch Schmelzeinterkalation hergestellten Nanocomposites ist, von der prozesstechnischen Seite betrachtet, maßgeblich abhängig von den zugeführten Scherleistungen und Verweilzeiten im Zuge der einzelnen Verarbeitungsschritte. Das Ziel dieser Arbeit war es die Schereinträge der einzelnen Verarbeitungsschritte zu messen oder wenn nötig analytisch zu berechnen und eine Korrelation zu den physikalischen Eigenschaften der erzeugten Bauteile zu finden. Aus diesem Grund wurden Nanocomposites mit unterschiedlichen Schereinträgen hergestellt. Dazu wurde im ersten Schritt ein Polyethylen- bzw. ein Polypropylen-Masterbatch mit 50% Schichtsilikatanteil an einem Doppelschneckenextruder produziert, welches einerseits durch einen weiteren Compoundierschritt, andererseits durch Vermischen direkt bei der Bauteilherstellung auf 5% Schichtsilikatanteil verdünnt wurde. Bei der anschließenden weiteren Verarbeitung wurden Folien und Rohre durch Extrusion sowie Universalzugprüfkörper durch Spritzgießen hergestellt. In dieser Masterarbeit wurden vor allem die Einflüsse eines zweiten Compoundierschrittes auf spätere Bauteileigenschaften untersucht. Eine klare Verbesserung konnte dadurch an den Barriereeigenschaften und an den Zeitstandinnendruckergebnissen nachgewiesen werden. Beim Spritzgießen kam es jedoch, durch die zusätzliche Scherenergie des zweiten Compoundierschritt, zu einer leichten Erniedrigung der mechanischen Eigenschaften. Diese Erniedrigung läßt ein mögliches Energie-Plateau vermuten, bei dem optimale Werkstoffeigenschaften erzielt werden können. Zusätzlich eingebrachte Schereinträge können sich negativ auf physikalische Bauteileigenschaften auswirken. Diese Ergebnisse lassen den Schluss nahe, dass jeder Verarbeitungsschritt gesondert zu untersuchen ist und für die Beurteilung am Halbzeug entscheidend ist.

Abstract

In the last years tailor-made polymeric materials acquired more importance due to the possibility to create the right material for technical appliance. Besides the standard additives like calcium carbonate, talc, clay and carbon black, the application of nanofillers becomes more and more important. These materials have a high potential because they can improve different physical properties with an effective low filler loading. The quality of nanocomposites prepared by melt mixing is, from the processing point of view, depending on the shear energy and the residence time applied during processing. In this master thesis shear energies applied by using different processing technologies have been measured or calculated and finally correlated with the selected physical properties of the produced components. Therefore nanocomposites were produced in two different ways, in the "one-step" and "two-step compounding". First of all a polyethylene and polypropylene masterbatch with 50 wt% layered silicate was produced. This masterbatch was used to produce two different compounds. On the one hand a compound with 5 wt% was diluted directly during the form giving process like pipe or film extrusion as well as injection molding of the test specimen used (one-step compounding). On the other hand the dilution to 5 wt% layered silicate was achieved with a second compounding step (two-step compounding). In this master thesis the influences of this additional second compounding step on the chosen physical properties have been pointed out. The results show that the second compounding step improves the properties of O₂barrier and increases the resistance to internal pressure. The results from the injection molding specimen show that the second compounding step is leading to a very slow decrease of the E-Modulus and the scratch resistance. Nevertheless the results show that an energy plateau exists may on which optimal properties can be achieved. If more shear energy is induced on to the material, the material properties decrease. Therefore each process must be investigated for its own to figure out whether one-step ore two-step process is better for the final properties of the semifinished products.

Inhaltsverzeichnis

1		Ein	leitu	ng und Zielsetzung	1						
2		The	eore	tische Grundlagen	2						
	2.1		Nanofüllstoffe								
		2.1	.1	Verträglichkeit							
	2.1.2			Struktur	5						
	2.2	2	Her	stellverfahren von Nanocomposites	6						
	2.3	3	Eig	enschaften von Nanocomposites	8						
		2.3	.1	Mechanische und thermische Eigenschaften	8						
		2.3	.2	Barriereeigenschaften	10						
		2.3	.3	Kristallinität	10						
	2.4	4	Cor	npoundieren	12						
		2.4.1		Doppelschneckenextruder	12						
		2.4.2		Austragteile für Doppelschneckenextruder	15						
		2.4	.3	Granulierung	16						
		2.4	.4	Granulatformen	16						
	2.5	5	Flac	chfolienextrusion	17						
	2.6	6	Roł	nrextrusion	19						
3		Unt	ersu	uchungsmethoden	20						
	3.′	1	Bes	timmung der Gasdurchlässigkeit nach DIN 53380-3	20						
	3.2	2	Zug	jversuch nach DIN EN ISO 527-2							
	3.3		Erm	nittlung der Kratzfestigkeit nach ASTM G 171-03							
	3.4	.4 Ern		nittlung des Zeitstand- Innendruckversuch nach DIN EN ISO 1167-1							
	3.5	5	Erm	nittlung des Längsschrumpfes nach DIN EN 743	24						
	3.6	6	Glü	hverlustmessung nach DIN 53568	25						

	3.7	Herstellung des Compounds und des Masterbatches	27
	3.8	Herstellung der Zugprüfkörper	34
	3.9	Herstellung der Flachfolien	40
	3.10	Herstellung der Rohre	44
4	Erg	ebnisse und Diskussion	47
	4.1	Glühverlust	47
	4.2	Vergleich der Scherleistung bei der Zugprüfkörperherstellung	48
	4.2	.1 Einfluss der Scherleistung auf den E-Modul	51
	4.2	.2 Einfluss der Scherleistung auf die Kratzfestigkeit	53
	4.3	Vergleich der Scherleistung bei der Folienherstellung	55
	4.4	Vergleich der Scherleistung bei der Rohrherstellung	58
	4.4	.1 Einfluss der Scherarbeit auf den Zeitstandinnendruck bei Rohren	59
	4.4	.2 Einfluss der Scherarbeit auf das Schrumpfverhalten der Rohre	60
	4.5	Gegenüberstellung der Ergebnisse	61
5	Sch	nlussfolgerung und Ausblick	63
6	Lite	eraturverzeichnis	64
7	Abl	kürzungsverzeichnis	67
8	Anl	hang	69
	8.1	Errechnete Scherleistung am Compounder	69
	8.2	Errechnete Scherleistung an der Spritzgießmaschine	70
	8.3	Errechnete Scherleistung bei der Folienextrusion	102
	8.4	Errechnete Scherleistung bei der Rohrextrusion	103

1 Einleitung und Zielsetzung

Die Produktion von maßgeschneiderte polymeren Werkstoffen wurde in den letzten Jahren verstärkt forciert um für eine geforderte technische Anwendung auch den geeigneten Werkstoff bereitstellen zu können. Neben den "Standard-Füllstoffen" wie Kreide, Talk, Ton und Ruß wird der Einsatz von nanoskaligen Füllstoffen immer wichtiger. Diesen Materialien wird eine große Zukunft prognostiziert, da neben den mechanischen auch andere physikalische Eigenschaften verbessert werden können [9]. Polymernanocomposites, besonders Nanocomposites auf Basis von Schichtsilikaten, besitzen eine aussichtsreiche Zukunft, da bereits geringe Mengen der Schichtsilikate die Eigenschaften des Basispolymers positiv beeinflussen. Durch gezielte Verwendung der Silikatmenge können u.a. die thermische Stabilität, chemische Resistenz, Barriereeigenschaften sowie der Flammschutz, die UV-Stabilität und viele mechanische Eigenschaften verbessert werden. Neben dem Schichtsilikatgehalt ist auch die Größe der Grenzflächen, die mit dem Grad der Exfolierung steigt, maßgebend. Diese eigenschaftsbestimmenden thermodynamischen Vorgänge sind, prozesstechnisch betrachtet, neben der Verweilzeit auch eine Funktion der Scherarbeit.

Im Zuge dieser Diplomarbeit sollte anhand zweier unterschiedlicher Basispolymere untersucht werden, ob bereits bei der Masterbatchherstellung der Nanoclay ausreichend exfoliert wird und somit bereits hier eine homogene Einmischung des Silikates in die Polymermatrix erreicht wird. Dabei soll zuerst ein Masterbatch mit 50% Schichtsilikatanteil hergestellt werden, wobei ein Teil dieses Masterbatches mit dem Compounder, der andere Teil direkt im formteilgebenden Prozess, auf 5% Schichtsilikatanteil verdünnt wird. Im formteilgebenden Prozess sollen einerseits Folien und Rohre durch Extrusion sowie Universalzugprüfkörper durch Spritzgießen hergestellt werden. Mittels Aufstellen der Energiebilanz sollen die bei den einzelnen Prozessen eingebrachten Scherarbeiten bestimmt werden. Um Aussagen über den Dispersionsgrad der Nanopartikel geben zu können, sollen verschiedene mechanische Kenngrößen, wie E-Modul, Zug- und Reißfestigkeiten aber auch Barriere- und Schrumpfeigenschaften bestimmt werden. Anschließend ist zu untersuchen, ob eine signifikante Änderung dieser Eigenschaften in Abhängigkeit des Verarbeitungsprozesses auftritt.

2 Theoretische Grundlagen

Grundsätzlich werden unterschiedliche Klassen von Füllstoffen verwendet. Im Zuge der Kunststoffverarbeitung kommen meist anorganische Zusätze zum Einsatz, die entweder den Kunststoff ersetzen und dadurch den Preis erniedrigen oder um eine direkte Eigenschaftsveränderung zu erzielen. An der Zahl der am Markt befindlichen Füll- und Verstärkungsstoffen lässt sich ihre große technische Bedeutung in der Kunststoffindustrie ablesen. Die Verstärkungswirkung aktiver Füllstoffe kann mehrere Ursachen haben. Einerseits kann eine chemische Bindung zwischen Füllstoff und Polymermatrix entstehen, andererseits kann die Beweglichkeit der Molekülketten an der Grenzzone Füllstoff/Polymer erniedrigt werden, was zu einer Versteifung des gesamten Materials führt. Damit möglichst viele Moleküle an der Füllstoffoberfläche gebunden werden, ist eine homogene Verteilung des Füllstoffes in der Polymermatrix notwendig. Weiteres spielen die Polarität und die spezifische Oberfläche des Füllstoffes eine große Rolle. Ein weiterer möglicher Effekt beruht darauf, dass bei mechanischer Beanspruchung Polymerketten von der Füllstoffoberfläche abgleiten können. Dadurch kann auch die Schlagenergie besser verteilt werden, wodurch die Schlagzähigkeit der Materialien erhöht wird [8].

2.1 Nanofüllstoffe

Bei Nanofüllstoffen liegt mindestens eine der drei Raumrichtungen des Füllstoffpartikels im Nanometerbereich. Häufig verwendete sind Silikate, Whisker, Glaskugeln, Zeolithe und flüssigkristalline Polymere. Durch die geringe Füllstoffgröße entstehen große spezifische Oberflächen, wodurch bereits durch geringe Füllstoffmengen eine signifikante Verbesserung verschiedener Eigenschaften erreicht werden kann. Die kommerzielle Nutzung von Nanofüllstoffen scheiterte bisher vor allen an den hohen Herstellungskosten. Schichtsilikate hingegen bieten eine Alternative, da erst bei der "kostengünstigen" Compoundierung die Primärpartikel durch Scherung in Nanopartikel übergeführt werden und dies somit nicht schon während der Füllstoffherstellung geschieht. In Abhängigkeit des Matrixpolymers, Schichtsilikates und der eingebrachten Scherleistung können die Silikatpartikel im Idealfall ein Aspect Ratio von 1:1000 erreichen [16]. Bei der Nanocompositeherstellung werden hauptsächlich Dreischichtsilikate (2:1), wie der natürlich vorkommende Montmorillonit, verwendet. Montmorillonit besteht aus zwei tetraedrischen $[SiO_4]^{4-}$ -Schichten, die mit einer $[Al(OH)_6]$ Oktaeder- Schicht verbunden sind. Die Struktur des Dreischichtsilikates ist in Abbildung 1 dargestellt.



Abbildung 1: Struktur des Montmorillonites in Anlehnung an [4]

Die Silikatschichten besitzen eine negative Gesamtladung, die durch in der Zwischenschicht eingelagerten Kationen (Alkali- oder Erdalkalimetallionen) ausgeglichen werden. Kationische Tenside können mittels Ionenaustauschreaktion interkaliert werden und ersetzen die hydrophilen Schichten durch organophile Schichtsilikatzwischenschichten. Als kationische Tenside finden Ammonium- und Phosphonium-Ionen Verwendung. Eine verbesserte Benetzbarkeit des Füllstoffs ergibt sich durch die Tatsache, dass die Oberflächenenergie durch das Ammonium-Ion herabgesetzt wird. Zusätzlich können durch diese Tenside funktionelle Gruppen interkaliert werden, wodurch eine Reaktion mit dem Polymer stattfinden kann und eine verbesserte Wechselwirkung zwischen Polymer und Füllstoff erreicht werden kann [9].

2.1.1 Verträglichkeit

Für die Erzeugung von exfolierten Nanocomposites ist die Anpassung der Polarität von unpolaren Polymeren an den Füllstoff unerlässlich. Dies geschieht zumeist durch die Zugabe eines Compatibilizer. Solche Compatibilizer erhöhen die Polarität des Polymers und setzen die Oberflächenspannung herab, sodass eine bessere Benetzbarkeit des anorganischen Füllstoffes gewährleistet ist. Ab einer Tensidlänge von zwölf Kohlenstoffatomen erreicht man eine Aufweitung der Schichten. In Abbildung 2 ist die Abhängigkeit des E-Moduls von der Tensidlänge bei vorhandensein eines Compatibilizer dargestellt [16].



Abbildung 2: Abhängigkeit des E-Moduls von der Tensid-Molekülgröße bei Vorhandensein eines Compatibilizer bei PP [16]

In Abbildung 2 lässt sich auch die Wichtigkeit von Compatibilizer bei unpolaren Polymeren erkennen, da ohne Compatibilizer selbst eine große Schichtaufweitung zu keiner Modulerhöhung führt. Als Compatibilizer werden vorzugsweise polare Moleküle wie das Maleinsäureanhydrid verwendet [16].

2.1.2 Struktur

Die Struktur von Nanocomposites ist u.a. abhängig von den bei der Verarbeitung auftretenden Scherkräften wie auch Verweilzeiten. Die Literatur unterscheidet zwischen drei grundsätzlichen Typen, die in Abbildung 3 dargestellt sind. Der erste Typ zeigt ein Silikat-Agglomerat, dass wie ein konventioneller Füllstoff (a) in die Polymermatrix eingebracht wird. Beim interkaliertem Füllstoff (b) sind die einzelnen Silikatteilchen durch den Schereintrag bereits aufgeweitet, allerdings wird erst beim exfoliertem Typ (c) eine vollständige Deagglomeration und eine homogene Dispergierung des Füllstoffs erreicht [16].



a) Konventioneller Füllstoff b) Interkalierter Füllstoff

c) Exfolierter Füllstoff

Abbildung 3: Unterschiedliche Strukturen von Nanocomposites in Abhängigkeit der Schereinträge [9]

Exfolierte Nanocomposites unterscheidet man je nach Grad der Entstehung einer Vorzugsrichtung in isotropen und anisotropen Nanocomposites. In Abbildung 4 sind die unterschiedlichen Typen dargestellt. Wobei bei anisotropen Nanocomposites bereits bei niedrigen Füllstoffkonzentrationen gute Verstärkungswirkungen auftreten [9].



Abbildung 4: Vorzugsrichtung von exfolierten Nanocomposites; links: isotroper Typ; rechts: anisotroper Typ [9]

2.2 Herstellverfahren von Nanocomposites

Um eine homogene Dispergierung der Schichtsilikate in der Polymermatrix zu ermöglichen, werden in einem Masterbatchprozess die organophilen Schichtsilikate in der Polymermatrix verteilt. Dabei gibt es im Wesentlichen drei Methoden um homogen exfolierte Nanocomposites zu erhalten (siehe Abbildung 5) [16].

Eine Möglichkeit ist die in-situ Polymerisation. Dabei wird das Schichtsilikat durch ein Monomer angequollen. Zur notwendigen Interkalation kommt es durch die wachsenden Polymerketten, die zu einer Schichtaufweitung der Silikate führen. Dieses Verfahren wird vor allem zur Herstellung von Polystyrol-, Polymethylmethacrylat-, Polyimin-, Polyamid sowie Epoxidharz-Nanocomposites verwendet.

Eine weitere häufig genutzte Möglichkeit ist die Schmelzeextrusion, in der man das Polymer mit organophilen Schichtsilikaten verarbeitet. Dieses Verfahren ist auch ein Teil dieser Masterarbeit und wird nachstehend genauer betrachtet.

Die dritte und unbedeutendste Methode ist die Herstellung aus einer Polymer/Schichtsilikat/Lösungsmittel-Suspension. Bei dieser Methode wird das Polymer in einem Lösungsmittel gelöst und mit den organophilen Schichtsilikaten vermischt. Anschließend wird das Lösungsmittel entfernt. Ein Problem hierbei ist die Reagglomeration der Nanopartikel, die bei dieser Methode nicht vollständig verhindert werden kann [9].



Abbildung 5: Methoden um interkalierte Nanocomposites herzustellen [19]

Um Nanocomposites mit industriellen Produktionsmethoden herzustellen, werden Polymer und organophiles Schichtsilikat in einem Doppelschneckenextruder, wie in 2.4 verarbeitet. wird Kapitel beschrieben. Dabei das Schichtsilikat im aufgeschmolzenen Polymer dispergiert. Die Scherarbeit und Verweilzeit lassen sich einerseits von der Drehzahl, andererseits auch maßgeblich von der Schneckengeometrie beeinflussen. Dabei ist aber besonders darauf zu achten, dass die eingebrachte Scherenergie nicht beliebig hoch sein kann, da ansonsten Materialabbau eintritt. Einschneckenextruder finden bei der Nanocompositeherstellung nur selten Verwendung, da keine ausreichende Scherund Mischwirkung für die Dispergierung der Silikatpartikel erreicht werden kann [16].

2.3 Eigenschaften von Nanocomposites

Schichtsilikate, in exfolierter nanoskaliger Form, können aufgrund ihrer großen spezifischen Oberfläche schon bei geringen Mengen enorme Eigenschaftsverbesserungen erzielen. In den folgenden Kapiteln wird eine Auswahl an Materialeigenschaften, die durch gezielten Einsatz von Schichtsilikaten modifiziert werden, beschrieben.

2.3.1 Mechanische und thermische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften wie E-Modul, die Zugfestigkeit und die Streckdehnung lassen sich bereits durch geringe Füllstoffanteile an exfolierten Nanofüllstoffen signifikant steigern. So verbessert sich, wie in Abbildung 6 dargestellt, die Steifigkeitswerte und Reißdehnung nach DIN EN ISO 527 um rund 50% an einem 5% Schichtsilikat gefülltem PE-HD [23].

Eigenschaft	Methode/ Norm	Standard- typ	Nanocomposite Variante 1	Nanocomposite Variante 2
Gesamtgewicht		530	468	450
Organoclay, %		0	~ 5	~ 4
E-Modul, MPa	DIN EN ISO 527	765	1450	1300
Zugfestigkeit, MPa	DIN EN ISO 527	23	39	41
Streckdehnung, %	DIN EN ISO 527	10,0	5,0	5,5
Reißdehnung, %	DIN EN ISO 527	>220	>500	>450
HDT @ 1,82 MPa, °C	ASTM D648	36	42	42
Toluolpermeabilität bei 23 °C, g · mm/(m² · Tag)	gravimetrisch	35	17	14
Sauerstoffpermeabilität bei 23 °C, ml · mm/(m² · Tag · bar)	DIN 53380	40	29	29

Abbildung 6: Nanofüllstoff bedingte Eigenschaftsänderung eines PE-HD [23].

Des Weiteren konnte Tomova et al. eine signifikante Abhängigkeit der Molmasse des Basispolymeres auf die Steifigkeit nachweisen, wie in Abbildung 7 ersichtlich. Dabei wurden spritzgegossene Zugstäbe mit unterschiedlichen MFR untersucht, wobei die TEM-Analyse zeigte, dass mit steigendem MFR der Grad der Exfolierung anstieg und daraus eine Erhöhung der Steifigkeit resultierte. Es konnte am PE-HD eine Änderung der Steifigkeit bis zu 90% beobachtet werden.



Abbildung 7: Verstärkungsgrad von Schichtsilikat-Nanocomposites in Abhängigkeit des Molekulargewichts [23].

Außerdem ist zu beachten, dass neben dem geeigneten Compatibilizer und der notwendigen Scherenergie und Verweilzeit, auch die geeignete Füllstoffmenge eine wichtige Größe ist, um gezielte Eigenschaftsveränderungen zu bewirken.



Abbildung 8: Abhängigkeit des E-Moduls vom Füllstoffanteil [20]

In Abbildung 8 ist die E-Moduländerung in Abhängigkeit des Schichtsilikatanteils dargestellt. Auch hier ist zu erkennen, dass bereits geringe Mengen an Nanofüllstoffen eine signifikante Erhöhung des E-Moduls bewirken [20].

2.3.2 Barriereeigenschaften

Für die Lebensmittelindustrie sind besonders die Durchlässigkeitseigenschaften von Sauerstoff und Wasserdampf ausschlaggebend. Um eine geringe Gaspermeabilität zu erreichen, muss eine exfolierte und parallele Anordnung der Schichtsilikate in der Polymermatrix erzielt werden. Ein diffundierendes Gasteilchen ist dadurch gezwungen einen längeren Weg zurückzulegen, wodurch eine längere Zeit benötigt wird um die Folie vollständig zu durchdringen. In Abbildung 9 sind die unterschiedlichen Durchdringungswege einer Folie mit konventionellem Füllstoff und einer Folie mit orientierten Nanofüllstoffen dargestellt [20].



Abbildung 9: Durchdringungsweg von Composites: links: konventioneller Füllstoff, rechts: ausgerichteter Nanofüllstoff [20]

2.3.3 Kristallinität

Der Füllstoff hat großen Einfluß auf die Morphologie von Nanocomposites. Dabei spielen die Art und der mengenmäßige Anteil des Schichtsilikates eine entscheidende Rolle, da sie neben den Grad der Kristallinität auch die Form und Struktur der Sphärolite beinflussen. In Abbildung 10 ist der Einfluss des Gewichtsanteils der Schichtsilikate auf den Schmelzpunkt dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass mit zunehmenden Füllgrad eine Abnahme des Schmelzpunktes erfolgt. P. Svoboda et al. sieht als Ursache die Abnahme der Sphärolitgröße, die entscheidenden Einfluss auf energieabhängige Phasenumwandlungsprozesse hat. Als Grund der Sphärolitgrößenabnahme wird in der Literatur eine mögliche

Wachstumsbehinderung durch den exfolierten Nanofüllstoff beschrieben, wodurch die Kristallisationsgeschwindigkeit zunimmt [22].



Abbildung 10: mit zunehmenden Anteil an Schichtsilikaten tritt eine Abnahme der Schmelztemperatur ein [22]

Außerdem konnte man nachweisen, dass nicht exfolierte Nanopartikel als Nuklierungsmittel fungieren, wodurch es zu einer Vergrößerung der Sphärolitanzahl kommt. Eine Vergrößerung der Sphärolitanzahl bewirkt ein feineres Gefüge, sodass eine Eigenschaftsverbesserung hinsichtlich Schlagbeanspruchung stattfindet. Bei vollständiger Exfolierung konnte dieser Effekt bisher allerdings nicht nachgewiesen werden [22].

2.4 Compoundieren

Der Begriff Compoundierung stammt aus der Kunststofftechnik und beschreibt einen Veredelungsprozess von Kunststoffen zur Eigenschaftsverbesserung durch das Beimischen von Zusatzstoffen. Das Spektrum der Zuschlagstoffe ist groß und reicht von antibakteriellen Additiven bis hin zu Metalllegierungen. Die wichtigste verfahrenstechnische Maschine für die Compoundierung ist der Doppelschneckenextruder [12].

2.4.1 Doppelschneckenextruder

Doppelschneckenextruder können gleich- oder gegensinnig rotieren, konisch, vollständig, teilweise oder nicht ineinandergreifen. Jede Ausführung hat jeweils unterschiedliche Auswirkungen auf das Einzugs-, Förder- und Homogenisierungsverhalten sowie auf Selbstreinigung, Energieeinleitung, Höhe und Gleichmäßigkeit der Scherbeanspruchung, Druckaufbauvermögen, Verschleißverhalten, den Durchsatz und die Wirtschaftlichkeit [11].

Eingriff		System	Gegendrallschnecke	Gleichdrallschnecke			
	-	längs und quer •geschlossen		2. theoretisch nicht möglich			
	lig kämmenc	längs offen und quer geschlossen	3. theoretisch nicht möglich	Schnecken			
	vollständ	längs und quer offen	5. theoretisch möglich praktisch nicht verwirklicht	Khet- scheiben -9			
dergreifend	end	längs offen und quer geschlossen	7.	8. theoretisch nicht möglich			
ineinan	eise kämm	längs und quer offen	9a	100			
	teilwe		⁹⁶	10b			
ander - end	kämmend .	längs und quer offen	n Ala				
nicht inein greife	nicht						

Abbildung 11: Übersicht der Doppelschneckensysteme [11]

Wie in Abbildung 11 ersichtlich, kann man grundsätzlich zwischen Gegendrall und Gleichdrall sowie nach der Art des Eingriffs in ineinandergreifend und nicht ineinandergreifend unterscheiden. Des Weiteren kann man noch nach der Art der Wirkungsweise, in offener und geschlossener Bauart unterscheiden [11]. Im Zuge dieser Masterarbeit wird eine vollständig kämmende Gleichdrallschnecke mit Knetscheiben in längs und quer offenem System für die Compoundierung verwendet. Dieser Schneckentyp verhindert tote Ecken am Schneckengrund und erzwingt eine ständige Selbstreinigung der Schnecken. Schnecke und Gehäuse sind nach einem Baukastensystem, wie in Abbildung 12 dargestellt, aufgebaut [14].



Abbildung 12: Baukastensystem eines Doppelschneckenextruders [14]

Bei der Schneckenzusammenstellung werden unterschiedliche Förder-, Knet- und Mischteile auf die Schneckenwelle aufgeschoben. Durch die Knetscheiben werden gezielt Schub und Dehnspannungen eingeleitet, sodass eine vollständige, gleichmäßige und örtlich fixierte Plastifizierung des Kunststoffes stattfindet. Abbildung 13 zeigt die Wirkungsweise der Knetscheiben in zwei- und dreigängiger Ausführung [14].



Abbildung 13:Arbeitsweise der Knetscheiben bei zwei und dreigängigen Schnecken [14]

Durch die Wahl und Anordnung der Knetscheiben und Scherteile ergeben sich unterschiedliche Scher und Mischeffekte. Um eine gute Vermischung und Homogenisierung zu erzielen gibt es eine Vielzahl an Mischelementen, wodurch eine gute Durchmischung gewährleistet ist. Die am häufigsten verwendeten sind in Abbildung 14 dargestellt [14].



Abbildung 14 : Typische Mischelemente [14]

2.4.2 Austragteile für Doppelschneckenextruder

Die wichtigsten Austragteile eines Doppelschneckenextruders sind in Abbildung 15 dargestellt. Dabei handelt es sich um Drossel (7), Schmelzepumpe (8), Schmelzefilter (9) und Granulierungssystem (11) [14].



 Abbildung 15: Stellt dar: (1) Dosierzone, (2) Schnecke, (3) Gehäuse, (4) Plastifizierzone, (5) Entgasungszone, (6) Anfahrventil, (7) Auslauf für Anfahrprodukt, (8) Zahnradpumpe, (9) Schmelzefilter, (10) Rheometer, (11) Unterwassergranulierung, (12) Wasser, (13) Wasser und Granulat, in Anlehnung nach [14]

Drosseln erlauben einen weiteren Freiheitsgrad bei der Optimierung der notwendigen Schereinträge ohne einen aufwendigen Schneckenwechsel durchzuführen. Zu den wichtigsten Drosselsystemen zählen Flügel- sowie Axial- und Radialdrossel. Ein wichtiger Trennprozess in der Schmelzphase ist die Filtration. Dabei wird der Schmelzestrom durch ein Filterelement geleitet und fließt anschließend in Richtung Granulierung, wodurch sich Verunreinigungen aller Art absetzen und somit entfernt werden können. Eine Schmelzepumpe hat im konventionellen Einsatz, mit Förderrichtung in Richtung des Extruderstromes, die Aufgabe den Aufschmelz- und Homogenisierungsbereich von dem Bereich des Druckaufbaus zu trennen [14]. Arbeitet eine Schmelzepumpe gegen die Flussrichtung, wie am Institut für Kunststoffverarbeitung in Leoben der Fall, dann bekommt sie einen drosselähnlichen Charakter, wodurch Verweilzeit und Schereintrag erhöht werden können.

2.4.3 Granulierung

Unter Granulierung versteht man die Umformung eines Stoffes auf eine geeignete Körnung, die eine weitere Verarbeitung ermöglicht. Zurzeit haben sich Granulierverfahren etabliert, bei denen der Kunststoff vorerst in Schmelze übergeführt und dann zu Granulatteilchen geschnitten wird. Grundsätzlich unterscheidet man zwischen Heiß- und Kaltabschlag. Beim Heißabschlag wird die heiße Kunststoffschmelze und beim Kaltabschlag die bereits erstarrte Schmelze zerteilt. Dabei hat die Art der Herstellung entscheidende Auswirkung auf die entstehenden Granulatformen [12].

2.4.4 Granulatformen

Die Form des Granulates hat Einfluss auf die Schüttdichte und den inneren Reibungskoeffizienten und beeinflusst somit den Durchsatz von Verarbeitungsmaschinen sowie die Rieselfähigkeit des Granulates. In Abbildung 16 sind die in der Literatur beschriebenen unterschiedlichen Granulatformen dargestellt [12].

	A	В	С	D	E	F	G	Н	J	K	L
Form L/D=1			$\begin{array}{c} \\ \hline \\ \\ \end{array}$			Ð	<u>}</u> {	\ominus	\ominus	\bigcirc	Ð
Form $L/D = \frac{1}{3}$		Ð	Ð	Ð	$ \left(\right) $	€	¥		€	$\overrightarrow{\mathbf{O}}$	₽

Abbildung 16: Herstellungsabhängige Granulatformen [12]

Wenn die erkalteten Kunststoffbänder formstabil sind, entstehen die Formen A und B durch Kaltabschlag. Die Formen C bis L entstehen beim Heißabschlag. Die Qualitätskriterien sind unter anderem der Einzelkornanteil, der Staub- bzw. Feinanteil, die Korngleichmäßigkeit, die Schüttdichte, die Oberflächenstruktur und die Oberflächenfeuchte [12].

2.5 Flachfolienextrusion

Flachfolien finden u.a. Verwendung als Konsumgüterverpackungen, Medizin- und Hygienefolien und als Folien für technische Anwendungen. Flachfolien lassen sich ihrer Dicke entsprechend unterteilen in Feinfolien (10 bis 50 µm), Flachfolien (100 bis 400 µm) und Tiefziehfolien (0,2 bis 2,5 mm). Bei der Flachfolienherstellung wird das Granulat im Extruder aufgeschmolzen und anschließend mit Hilfe einer Breitschlitzdüse auf einer gekühlten Walze abgelegt. Man unterscheidet zwischen dem Chill-Roll-Verfahren (Abbildung 17) und dem Verfahren mit einem Glättwerk. Beim Chill-Roll-Verfahren, welches für Foliendicken kleiner 100 µm angewendet wird, schließen mehrere kleinere Walzen an die Kühlwalze größerer Durchmesser an. Beim Verfahren mit einem Glättwerk, welches Anwendung für Foliendicken ab 100 µm findet, wird die Schmelze zwischen zwei Walzen gebracht, mit denen die gewünschte Foliendicke eingestellt wird [14].



Abbildung 17: Chill-Roll-Flachfolienanlage: (a) Misch und Dosiereinrichtung, (b) Extruder, (c) Filter, (d) Adaptersystem, (e) Breitschlitzwerkzeug, (f) Kühlwalzenabzug, (g) Dickenmessanlage, (h) Druckvorbehandlungsanlage, (i) Folienverlegeeinrichtung, (k) Zwischenabzug, (l) Wickelmaschine [14]

Die Düse ist dabei für die gleichmäßige Schmelzeverteilung verantwortlich, sodass ein Schmelzeaustritt mit konstanter Austrittgeschwindigkeit entlang der gesamten Werkzeugbreite erfolgt. Hierfür wird meistens eine Breitschlitzdüse mit Kleiderbügelverteiler verwendet. Breitschlitzdüsen werden in der Praxis unterschiedlich ausgeführt. Sie unterscheiden sich einerseits in der Ausführung des Verteilerkanals, der die Schmelze in die Breite verteilt, und anderseits in der Inselform. Der in der Praxis am häufigsten eingesetzte Schmelzeverteiler ist der Kleiderbügelverteiler. Die Breitenbereiche sind bei der Flachfolienextrusion durch die Breite der Düse und Anlagennachfolge sowie von der Kühlleistung der Kühlwalze bestimmt. Die Kühlwalze kann mit verschiedenen Oberflächenstrukturen versehen werden. sodass Folien mit mattierter Folienoberfläche entstehen. Ein Qualitätskriterium bei der Folienherstellung ist die Einhaltung kleiner Dickenabweichungen. Etwaige ungewollte Änderungen der Foliendicke, können zum Beispiel durch Schmelzeinhomogenitäten oder Temperaturschwankungen verursacht werden [14].

2.6 Rohrextrusion

Neben Polyvinylchlorid sind Polyethylen und Polypropylen die am häufigsten verwendeten Polymere für die Erzeugung von Kunststoffrohren. Polyethylen wird meist für Gas-, Kaltwasser- und Abwasserrohre eingesetzt, während Polypropylen für Warmwasserrohre Verwendung findet [14]. Abbildung 18 zeigt einen typischen Aufbau einer Rohrextrusionsanlage. Sie besteht aus Extruder mit Nachfolgeeinrichtung, die für die Ausformung des Rohres verantwortlich ist [18].



Abbildung 18: Aufbau einer Rohrextrusionsanlage [18]

Siebkorbwerkzeugen werden Neben Stegdornhalterhäufiger und immer Rohrwerkzeuge mit Wendelverteiler eingesetzt, da sie keine Bindenähte und eine homogene Verteilung der Schmelze aufweisen. Um formgenaue Rohre zu erhalten erfolat anschließend eine Kalibrierung mit Hilfe der Innendruckoder Vakuumkalibrierung. Dabei wird das noch deformierbare Rohr mit Druck gegen eine Kalibrierhülse gepresst. Damit die dadurch gewonnene Formgenauigkeit nicht verloren geht, wird das Rohr in einer anschließenden Kühlstrecke gekühlt. Dabei ist allerdings zu beachten, dass die Länge der Abkühlstrecke weitgehend durch die Wärmeleitung im Inneren der Rohrwand bestimmt wird und nicht von der Kühlwassertemperatur. Um eine verarbeitungsgerechte Abzugskraft auf das extrudierte Rohr auszuüben, werden hauptsächlich Raupenabzüge verwendet. Bei druckempfindlichen Rohren und Schläuchen kommen auch Bandabzüge zum Einsatz [14].

```
DA Meister
```

3 Untersuchungsmethoden

Im Zuge dieser Masterarbeit wurden von geeigneten Institutionen physikalische und mechanische Untersuchungen zur Charakterisierung der hergestellten Nanocomposite-Prüfkörper durchgeführt. Die nachstehenden Kapitel sollen einen Überblick über die angewandten Prüfmethoden bringen.

3.1 Bestimmung der Gasdurchlässigkeit nach DIN 53380-3

Die Prüfung nach DIN 53380-3 dient dazu, die Sauerstoffpermeation von Kunststofffolien zu bestimmen. Hierbei wird die unter definierten Bedingungen, die durch die Probe hindurchgewanderten Menge an Sauerstoff ermittelt. Diese Norm beschreibt neben dem Prüfverfahren der flächenbezogenen Sauerstoffdurchlässigkeit, die bei Folien zur Anwendung kommt, auch die hohlkörperbezogene und längenbezogene Sauerstoffdurchlässigkeit. Im Zuge dieser Masterarbeit wurde eine Bestimmung der Gasdurchlässigkeit an extrudierten Polyethylenfolien von der Ostthüringischen Materialprüfgesellschaft, Deutschland durchgeführt. Dabei wird der Folienprobekörper gasdicht in der Permeationskammer eingespannt. In Abbildung 19 ist der Aufbau einer Permeationskammer dargestellt [2].



 Abbildung 19: Aufbau der Permeationskammer: (B) O2 bzw. Trägergaszuleitung, (T) Bohrung für Thermometer, (OK) obere Permeationskammerhälfte, (R) O-Ring, (VB) Folie, (L) gasdicht eingelötete oder eingeschraubte Metallrohre, (UK) untere Permeationskammerhälfte, (A) Zu- und Ableitung des Trägergases [2] Durch den ersten Kammerteil strömt moderat Stickstoff, durch den zweiten Sauerstoff. Der Sauerstoff der durch die Folie in das Stickstoff-Trägergas wandert wird von einem elektrochemischen Sensor detektiert. Anhand der Größe der Stromstärke, die der Sauerstoff erzeugt, wird die flächenbezogene Sauerstoffdurchlässigkeit q_A in (cm³/(m²·d·bar)) mit Gleichung (1) berechnet [2].

$$q_{A} = \frac{\left(U_{E} - U_{0}\right) \cdot Q_{A} \cdot 100}{A \cdot R \cdot \rho_{O2} \cdot P_{amb}}$$
(1)

Wobei hier U_E die End- und U₀ die Anfangsspannung in Millivolt (mV) sind. Q_A ist die Kalibrierkonstante in (cm³·cm²·Ohm/(m²·d·bar)), dessen Größe einerseits von der Baugröße der Permeationskammer und andererseits vom jeweiligen Sensor abhängt. A ist die Messfläche des Probekörpers in Quadratzentimeter (cm²) und der Meßwiderstand R wird in Ohm (Ω) angegeben. Der Volumenanteil an Sauerstoff im Meßgas wird in Prozent mit ρ_{O2} berücksichtigt. P_{amb} gibt den Atmosphärendruck in (bar) an [2].

3.2 Zugversuch nach DIN EN ISO 527-2

Der Zugversuch wurde vom Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich nach DIN EN ISO 527-2 an den spritzgegossenen Zugprüfkörpern durchgeführt. Der Zugversuch dient der Untersuchung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens bei einer quasi einachsigen Zugbeanspruchung. Dabei wird der Probekörper bis zum Bruch belastet und die einwirkende Kraft wird in Abhängigkeit der Längenänderung des Probekörpers aufgezeichnet. Die dabei auftretende Kraft wird dabei auf den Anfangsquerschnitt A_0 bezogen und ergibt die Spannung σ . Diese Definition der Spannung ist in Gleichung (2) dargestellt [21].

$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$
(2)

Die aus der wirkenden Kraft resultierende Längenänderung ΔI wird auf eine definierte Anfangslänge L₀ bezogen und wird als Dehnung ϵ bezeichnet. Gleichung (3) zeigt diesen Zusammenhang [21].

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} \cdot 100\%$$
(3)

Unter Einbeziehung der Spannung und Dehnung erhält man das Spannungs-Dehnungs-Diagramm, das Aussagen über das Verformungsverhalten des Kunststoffprobekörpers ermöglicht.

Der Elastizitätsmodul (E-Modul) ist ein Werkstoffkennwert, der von der Verformungsgeschwindigkeit, der Temperatur sowie von vorgegeben Prüfvorschriften abhängt. Da die Kunststoffprobekörper bei einer festgelegten Verformungsgeschwindigkeit und konstanter Temperatur geprüft werden, sind die bestimmten Moduli nicht auf andere Bedingungen übertragbar. Um die Vergleichbarkeit der Moduli zu gewährleisten, wurde die Verformungsgeschwindigkeit auf 1 %/min festgelegt und die Auswertung auf den Bereich 0,05% und 0,25% (linearer Bereich) Dehnung begrenzt. Gleichung (4) zeigt die Beziehung zur Bestimmung des E-Moduls [21].

$$\mathsf{E} = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \tag{4}$$

Bei rechnerunterstützter Auswertung kann der E-Modul ebenso über den Sekantenmodul oder über graphische Verfahren ermittelt werden [21].

3.3 Ermittlung der Kratzfestigkeit nach ASTM G 171-03

Die Kratzfestigkeit wurde nach ASTM G 171-03 am Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich durchgeführt. Bei diesem Versuch wird ein Kratzer an einer Oberfläche eines Festkörpers unter definierten Bedingungen erzeugt. Hierfür wird eine Diamantspitze mit bestimmter Geometrie entlang eines definierten Weges unter konstanter Anpresskraft und mit konstanter Geschwindigkeit bewegt, sodass ein sichtbarer Kratzer am Probekörper entsteht. Abbildung 20 zeigt den schematischen Ablauf der Kratzfestigkeitsprüfung [1].



Abbildung 20: Ermittlung der Kratzfestigkeit: Anpresskraft (P), Breite des Kratzers (w) [1]

Um die Kratzfestigkeiten miteinander vergleichen zu können, wird die sogenannte Scratch Hardness Number nach Gleichung (5) berechnet. Dabei wird die Normalkraft durch die projizierte Kontaktfläche dividiert.

$$HS_{P} = \frac{8 \cdot P}{\pi \cdot w^{2}}$$
(5)

Wobei HS_P die Scratch Hardness Number in Pascal, P die Normalkraft in Newton und w die Weite des Risses in Meter ist [1].

3.4 Ermittlung des Zeitstand- Innendruckversuch nach DIN EN ISO 1167-1

Der Zeitstand-Innendruckversuch wurde von Pipelife Austria GmbH & Co KG nach DIN EN ISO 1167-1 am Rohrbauteil durchgeführt. Die Rohrstücke mit definierter Länge (1m) werden mit Verschlusskappen oben und unten verschlossen bis zum Versagen einem festgelegten konstanten hydrostatischen Innendruck von 5,3 bar ausgesetzt. Während der Prüfung verbleiben die Probekörper in einem Umgebungsmedium bei festgelegter konstanter Temperatur. Als Umgebungsmedium wurde Wasser mit 80°C gewählt. Anschließend wird die Zeit bis zum Bauteilversagen aufgezeichnet [5].

3.5 Ermittlung des Längsschrumpfes nach DIN EN 743

Beim Schrumpfen kommt es zu einer Verknäuelung orientierter Makromoleküle. Dies geschieht vor allem bei erhöhten Temperaturen, wodurch es zu einer Abnahme der Länge und zu einer Zunahme des Querschnittes kommt. Das Bauteilvolumen bleibt dabei konstant [6]. Die Messung des Längsschrumpfes erfolgt nach DIN EN 743 und wurde von Pipelife Austria GmbH & Co KG durchgeführt. Dabei werden die extrudierten Rohre mit Abstandsmarkierungen entlang der Mantelfläche versehen und vermessen. Anschließend werden die Rohre im Warmluftofen für 60 min getempert und nach dem Abkühlen erneut vermessen. Der Längsschrumpf ergibt sich durch die Differenz der Abstandsmarkierungen vor und nach dem Tempern [4].

3.6 Glühverlustmessung nach DIN 53568

Um den anorganischen Anteil an Füllstoffen in den erzeugten Nanocomposites zu überprüfen, wurde eine Glühverlustmessung nach DIN 53568 am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben durchgeführt. Dabei wird die Kunststoffprobe in einem vorgeglühten Tiegel eingewogen und in dem Glühofen auf 550°C erhitzt. Anschließend wird der Tiegel mit dem Glührückstand im Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt und mit Gleichung (6) der Glührückstand in Prozent berechnet.

$$G_{t} = \frac{m_2 - m_1}{m_E} \cdot 100 \tag{6}$$

Hierin ist m_2 das Gewicht (g) des geglühten Tiegels mit Rückstand und m_1 das Leergewicht des vorgeglühten Tiegels (g). Die Einwaage m_E wird auf 0,0002 (g) genau eingewogen. Die Ergebnisse dürfen maximal 5 Prozent relativ von Mittelwert abweichen, ansonsten sind die Messungen zu wiederholen [3].

Im Zuge dieser Masterarbeit sollte der Einfluss von Scherrate und Verweilzeit, während der Einarbeitung und beim Verarbeiten von organisch modifizierten Schichtsilikaten auf die mechanischen und physikalischen Eigenschaften des Nanocomposites, untersucht werden. In Abbildung 21 ist der gesamte prozesstechnische Ablauf zur Nanocompositeherstellung dargestellt.



Abbildung 21: Vorgehensweise bei der Herstellung der Nanocomposite-Bauteile

Dazu wurde im ersten Schritt ein Polyethylen- bzw. ein Polypropylen-Masterbatch mit 50% Schichtsilikatanteil an einem Doppelschneckenextruder produziert, welches einerseits durch einen weiteren Compoundierschritt, andererseits durch Vermischen direkt bei der Halbzeugherstellung auf 5% Schichtsilikatanteil verdünnt wurde. Bei der anschließenden weiteren Verarbeitung wurden Folien und Rohre durch Extrusion sowie Universalzugprüfkörper durch Spritzgießen hergestellt. Bei den einzelnen Verarbeitungsschritten wurden die notwendigen Parameter zur Berechnung der Scherenergien gemessen und anschließend mit den mechanischen Eigenschaften in Korrelation gebracht.

3.7 Herstellung des Compounds und des Masterbatches

Die Masterbatches und die im zusätzlichen Compoundierschritt (Zweistufenverfahren) hergestellten Nanocomposites (Abbildung 21) wurden an der Compoundieranlage des Institutes für Kunststoffverarbeitung hergestellt. Abbildung 22 zeigt den gleichlaufenden Doppelschneckenextruder TSK30/40D, der Firma Theyson GmbH, Deutschland und die Unterwassergranulierungsmaschine EUP100L, der Firma ECON GmbH, Österreich.



Abbildung 22: Doppelschneckencompounder TSK30/40D, Fa. Theysohn, Deutschland mit Unterwassergranulierungsmaschine EUP100L, Fa. ECON GmbH, Österreich

Während der Verarbeitung wurde stets darauf geachtet, dass das Temperatur- und Druckprofil über die Schneckenlänge, die Schneckendrehzahl sowie die Anteile an Füllstoff, Compatibilizer und Polymer konstant gehalten wurde. Bei der Verarbeitung fand eine Schmelzepumpe, die als Drossel betrieben wurde, Verwendung. Durch die rückwärtsfördernde Schmelzepumpe kommt es zu einem Druckanstieg im Extruder, wodurch es zu einer Erhöhung der Verweilzeit und zu einer Erhöhung der Schereinträge kommt. Der Schneckendurchmesser D beträgt 30 mm mit einer Schneckenlänge von 40 D. Der Compounder besitzt 10 Gehäuseeinheiten, die unterschiedlich zusammensetzbar sind. Über geeignete Sensoren wurden Druckund Temperaturprofil erfasst und über eine Schnittstelle aufgezeichnet. Das Temperaturprofil wurde bei allen Compoundiersschritten konstant gehalten. Tabelle 1 zeigt das Temperaturprofil am Compounder.

Zone	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
T (°C)	RT	160	180	190	200	200	200	200	200	200

Ein wesentlicher Einflussfaktor auf die Qualität des Nanocomposites ist die Schneckenkonfiguration. Die Schneckenelemente können je nach Anforderung im Baukastensystem zusammengestellt werden, wodurch man mit unterschiedlichen Förder-, Scher- und Knetzonen die eingebrachte Scherarbeit beeinflussen kann. Die Schneckengeometrie wurde bei allen Compoundierschritten beibehalten. Abbildung 23, Tabelle 2 und Tabelle 3 zeigen die Zusammenstellung der verwendeten Compoundierschnecke, wobei drei Knet- und Scherbereiche verwendet wurden.



Abbildung 23: Aufbau der verwendeten Compoundierschnecke
Stück	Bozoichnung	Elementtyn	Steigung	Elementlänge
Sluck	Bezeichnung	стетненицур	(mm)	(mm)
2	SE20/20	Schneckenelement	20	20
2	SE60/60	Schneckenelement	60	60
7	SE40/40	Schneckenelement	60	60
2	SE30/30	Schneckenelement	30	30
2	SE30/15	Schneckenelement	30	15
_	0200,102	linksgängig		10
2	SE30/15	Schneckenelement	30	15
2	SE20/40	Schneckenelement	20	40
6	SE30/60	Schneckenelement	30	60

Tabelle 2:Verwendete Schneckenelemente

Tabelle 3: Verwendete Knetblöcke

Stück	Bozoichnung	Elementtyn	Voreatz (°)	Knetscheiben-	Knetblock-	
Sluck	Dezeichnung	стетенттур	Versalz ()	dicke (mm)	länge (mm)	
Δ	KBW/45/5/20	Knetblock	45	5	20	
	1101140/0/20	ohne Schulter		5	20	
2	KBW/45/5/40	Knetblock	45	5	40	
		ohne Schulter		Ŭ	-10	
		Knetblock				
1	KBW45/5/20L	ohne Schulter,	45	5	20	
		links gängig				
2	KB\N/90/3/20	Knetblock	90	3	20	
		ohne Schulter	30	5	20	

Des Weiteren wurde nach den Knetblöcken je ein linksgängiges Schneckenelement eingesetzt, wodurch zusätzlich eine Erhöhung der Verweilzeit und der Scherung erfolgt. Im Zuge dieser Masterarbeit wurde ein schichtsilikatgefülltes Polyethylen bzw. Polypropylen mit jeweils 5% Füllstoffanteil hergestellt. Damit eine thermodynamische Verträglichkeit und somit eine mögliche Vermischung der beiden Komponenten gewährleistet werden kann, muss ein Compatibilizer bei der Herstellung des Masterbatches verwendet werden. Als Compatibilizer wurde ein mit 1% Maleinsäureanhydrid gegraftetes Polyethylen bzw. Polypropylen verwendet. Für Polyethylen fand Scona TSPE 2002 GAHDI und für Polypropylen Scona TPPP 2112 FA der Firma Kometra und als Nanofüllstoff Nanofil5, ein modifiziertes organophiles Schichtsilikat der Firma Rockwood-Additives, Verwendung. In Abbildung 24 ist der Prozess der Masterbatchherstellung dargestellt. Dabei werden Masterbatches mit einem 50% Schichtsilikat/Compatibilizer Verhältnis am Compounder hergestellt.



Abbildung 24: Darstellung des Masterbatch-Prozesses

In Tabelle 4 sind die zur Masterbatchherstellung notwendigen Verfahrensschritte mit den Materialien, Maschinendurchsätzen und sich ergebenden Verweilzeiten dargestellt.

Tabelle 4: Für	Masterbatchherstellun	a notwendiae	Verfahrenschritte
		gnenege	

Bezeichnung	Nanofil5	Compatibilizer	Durchsatz (kg/h)	Verweilzeit (s)
PE-MB	50 (%)	50 (%) Scona TSPE 2002 GAHDI	6	365
PP-MB	50 (%)	50 (%) Scona TPPP 2112 FA	6	385

Am Compounder erfolgt auch der Schritt zur Herstellung der Nanocomposites für das Zweistufenverfahren, wie schematisch in Abbildung 21 dargestellt. Dabei wurde der Anteil an Nanofil5 im Masterbatch durch Zumischen eines Polymers (PE bzw. PP) auf 5% verdünnt. Der PE-Masterbatch wurde mit Hostalen CRP100 black, der Firma Basell Polyolefine GmbH und der PP-Masterbatch mit BorEco BA212E, der Firma Borealis, verdünnt. Bei beiden Materialien handelt es sich um hochmolare Rohrwerkstoffe. In Abbildung 25 ist der Prozess der Nanocompositeherstellung am Compounder dargestellt.



Abbildung 25: Darstellung des Prozesses bei der Nanocompositeherstellung.

Tabelle 5 zeigt alle notwendigen Verarbeitungsschritte, Materialen, Maschinendurchsätze und Verweilzeiten, die am Compounder durchgeführt wurden.

Bezeichnung	Nanofil5	Compatibilizer	Durchsatz (kg/h)	Polymer	Verweilzeit (s)
		5 (%) Scona		Hostalen	
PE5C	5 (%)	TSPE 2002	5	CRP100	330
		GAHDI		black	
PP5C	5 (%)	5 (%) Scona	5	BorEco	260
1130	5 (70)	TPPP 2112 FA	5	BA212E	200

 Tabelle 5: Verarbeitungsschritte am Compounder

Während der einzelnen Compoundierschritten wurden die Parameter wie Drehmoment, Antriebsleistung, Druck und Temperatur aufgezeichnet, um anschließend eine Energiebilanzierung und damit die analytische Berechnung der Scherenergien nach Gleichung (12) zu ermöglichen.

Analytische Berechnung der Scherenergie am Compounder

Zur Ermittlung der Energiebilanz wurde eine Bilanzhülle über den Compounder gelegt. Dabei sind die zu- und abfließenden Energieanteile wie Antriebsleistung, Heizleistung, die Enthalpieerhöhung und die Pumpleistung zu berücksichtigen. Zugeführte Energieteile werden dabei positiv und die abgeführten Energien negativ gewertet [17]. Abbildung 26 zeigt die am Compounder zu- und abgeführten Energieterme.



Abbildung 26: Energiebilanz am Compounder [10]

Der bilanzielle Zusammenhang ist in Gleichung (7) dargestellt.

$$P \pm H = \frac{d}{dt} \mathbf{m} \cdot \mathbf{c}_{v} \cdot \Delta T + p \frac{d}{dt} V$$
(7)

Wobei P die Antriebsleistung und H die Heiz- bzw. Kühlleistung auf der linken Seite stehen. Die Enthalpieerhöhung $(\frac{d}{dt}m\cdot c_v\cdot\Delta T)$ und die Pumpleistung $(p\cdot\frac{d}{dt}V)$ stehen auf der rechten Seite der Energiebilanz. Die Enthalpiedifferenz ist mit Wärmekapazität mal der Temperaturdifferenz definiert (siehe Gleichung (8)).

$$\Delta h = c_{v} \Delta T \tag{8}$$

Mit Gleichung (7) und Gleichung (8) folgt Gleichung (9).

 $P \pm H = \frac{d}{dt}m \cdot \Delta h + p\frac{d}{dt}V$ (9)

Institut für Kunststoffverarbeitung 32 Montanuniversität Leoben

DA Meister

Die Enthalpie ist grundsätzlich ein Maß für die Energie eines thermodynamischen Systems und zeigt, die dem Material zugeführte Wärmeleistung (Gleichung (10)).

$$\frac{d}{dt}m\cdot\Delta h = P\pm H - p\frac{d}{dt}V$$
(10)

Für eine erste Bestimmung wurde die Heizleistung vernachlässigt. Damit gilt für den energetischen Schereintrag Gleichung (11).

$$\frac{d}{dt}m\cdot\Delta h = P - p\cdot\frac{d}{dt}V$$
(11)

Um die einzelnen Schereinträge der einzelnen Verarbeitungsschritte miteinander vergleichen zu können, wurde eine Normierung der Schereinträge auf den Massedurchsatz und auf die Verweilzeit durchgeführt (Gleichung (12)).

$$P_{\text{Normiert}} = \frac{\frac{d}{dt} \mathbf{m} \cdot \Delta \mathbf{h}}{\frac{d}{dt} \mathbf{m} \cdot \mathbf{t}_{\text{Verweilzeit}}}$$
(12)

Die gesamte Berechnung zur analytischen Ermittlung der Scherleistungen, die dem Material während der Verarbeitung zugefügt wurde, ist im Anhang ersichtlich.

3.8 Herstellung der Zugprüfkörper

Um die eingebrachte Scherenergie mit den mechanischen Eigenschaften, wie der Zugfestigkeit oder Steifigkeit in Korrelation zu bringen, wurden an der vollhydraulischen Spritzgießmaschine der Marke Engel ES330/80H, Schwertberg, Österreich mit 800 kN Schließkraft, Zugprüfkörper nach DIN EN ISO 527-2 hergestellt. Beim Werkzeug handelte es sich um ein Zweiplatten-Werkzeug der Firma Hasco. Die vier Kavitäten sind symmetrisch verteilt und mit einem Filmanguß versehen. Als Auswerfsystem werden Stifte verwendet, die gleichzeitig als Entlüftungssystem dienen.



Abbildung 27: Spritzgießmaschine Engel ES330/80H mit einem Zweiplattenwerkzeug.

Es wurde für beide Materialen die gleiche Verarbeitungstemperatur verwendet. Tabelle 6 zeigt die Temperaturen der einzelnen Maschinenbereiche und die des verwendeten Werkzeuges.

Tabelle 6: Temperaturen	beim Spritzgießen
-------------------------	-------------------

Spritzgießmaschine					Werkzeug
Zone	1	2	3	4	
T (°C)	215	220	225	230	50

Als Plastifizierschnecke in der Spritzgießmaschine findet eine 3-Zonenschnecke Verwendung. Die Schneckengeometrie, die für die späteren Berechnungen notwendig ist, ist in Tabelle 7 dargestellt.

Tabelle 7: Abmessungen der Plastifizierschnecke

Gangtiefe Einzugszone (mm)	6,44
Einzugszonenlänge (mm)	337,5
Kompressionszonenlänge (mm)	182,5
Gangtiefe Meteringzone (mm)	2,8
Meteringzonenlänge (mm)	180
Steigung (mm)	45
Stegbreite (mm)	5,4

Die erzeugten Zugprüfkörper wurden dabei in zwei verschiedenen Verfahren hergestellt. Im Einstufenverfahren, wo Masterbatch und Polymer mit einem 3D-Mischer vermischt und anschließend verarbeitet wurden und bei dem Zweistufenverfahren, wo ein zusätzlicher Compoundierschritt zur Erzeugung der Nanocomposites vor der Verarbeitung an der Spritzgießmaschine durchgeführt wurde. Abbildung 28 zeigt die unterschiedlichen Verarbeitungsprozesse, die an der Spritzgießmaschine durchgeführt worden sind. Weiters wurde reines PE- und PP-Polymer verarbeitet, um Eigenschaftsveränderungen, die durch den Nanofüllstoff hervorgerufen wurde, aufzuzeigen.



Abbildung 28: Verarbeitungsprozesse an der Spritzgießmaschine

Die jeweils an der Spritzgießmaschine unterschiedlich hergestellten Zugprüfkörper sind in Tabelle 8 dargestellt.

Tabelle 8: Unterschiedlich hergestellte Zugprüfkörper

Bezeichnung	Material
PE-Zugprüfkörper	PE Hostalen CRP100 black
PEM-Zugprüfkörper	PE-MB + PE Hostalen CRP100 black
PEC-Zugprüfkörper	PE5C Nanocomposite
PP-Zugprüfkörper	PP BorEco BA212E-20
PPM-Zugprüfkörper	PP-MB + PP BorEco BA212E-20
PPC-Zugprüfkörper	PP5C Nanocomposite

Analytische Berechnung der Scherenergie an der Spritzgießmaschine

Beim Spritzgießen treten einerseits Scherbeanspruchungen durch das Aufdosieren im Plastifizierzylinder, andererseits durch Fließvorgänge im Werkzeug auf. Die Scherarbeit die auf das Material durch das Einspritzen in die Kavität wirkt, wurde mittels Einspritzintegral berechnet. Dazu wird das Druckintegral entlang des Einspritzweges gebildet. In Abbildung 29 ist die Einspritzarbeit, die der Fläche unter der Funktion entspricht, dargestellt [15].



Abbildung 29: Ermittlung des Einspritzintegral in Anlehnung an [15]

$$W_{\text{Einspritzen}} = A_{\text{S}} \cdot \int_{s_0}^{s_1} p_{\text{S}}(s) \, ds$$
 (13)

Gleichung (13) zeigt das Einspritzintegral, wobei A_S die Schneckenquerschnittsfläche und $p_S(s)$ der Schneckenspitzendruck ist, der an der Spritzgießmaschine entlang des Einspritzweges aufgezeichnet wurde. Anschließend wurde die Einspritzarbeit mit der Einspritzzeit dividiert, um die Einspritzleistung zu berechnen. Gleichung (14) zeigt diesen Zusammenhang.

$$P_{\text{Einspritzen}} = \frac{W_{\text{Einspritzen}}}{t_{\text{Einspritzen}}}$$
(14)

Die Einspritzleistung beinhaltet neben der Scherleistung allerdings auch Dehnungsund Kompressionsleistung. Die aufgebrachte Leistung der Kompression wurde mit Gleichung (15) berechnet [25].

$$\mathsf{P}_{\mathsf{Kompression}} = \mathsf{T} \cdot \frac{1}{\mathsf{V}_{\mathsf{Spez}}} \cdot \frac{\Delta \mathsf{V}_{\mathsf{Spez}}}{\Delta \mathsf{T}} \cdot \frac{\Delta \mathsf{p}}{\Delta \mathsf{t}} \cdot \mathsf{V}$$
(15)

Das spezifische Volumen V_{Spez} wird mittels pvT- Diagramm ermittelt. Gleichung (16) zeigt die kombinierte Leistung, die nur noch Scher- und Dehnungsanteile beinhaltet.

$$P_{kombiniert} = P_{Einspritzen} - P_{Kompression}$$
 (16)

Diese kombinierte Scher- und Dehnenergie dürfte strenggenommen nicht mit den Schereinträgen der Extrusionsprozesse verglichen werden, da die Größe der Dehnenergie nur mit Hilfe einer aufwendigen Simulation ermittelbar ist. Als erste Abschätzung der einzelnen Größen, was auch ein Ziel dieser Arbeit ist, ist die Gegenüberstellung der Einträge allerdings legitim. Des Weiteren wurde auch der Schereintrag beim Dosieren berechnet und mit den Einträgen beim Einspritzen verglichen. Um die Berechnung der Scherarbeit beim Dosieren zu erleichtern, wurde eine isotherme Extruderströmung einer newtonschen Schmelze in der Meteringzone angenommen. Mit Gleichung (17) wird der Volumendurchsatz pro Schneckengang berechnet, wobei b die Kanlbreite, h die Kanaltiefe und v_{bz} die Schergeschwindigkeit in z-Richtung ist [17].

$$\frac{d}{dt}V = b \cdot \int_{0}^{h} v_{Z}(y) dt = \frac{b \cdot h \cdot v_{bZ}}{2} - \frac{b \cdot h^{3}}{12 \cdot \eta} \cdot \frac{d}{dz}p$$
(17)

Da der Volumenstrom gemessen wurde, wurde Gleichung (17) in eine Druckfunktion in Abhängigkeit der abgewickelten Schneckenlänge umgeformt (Gleichung (18)).

$$p_{d}(z) = \int_{z_{0}}^{z_{1}} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - \frac{d}{dt} V \right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$
(18)

Anschließend wurde die Scherarbeit mit Gleichung (19) berechnet, wobei A_{Kanal} der Querschnitt des Schneckenkanals und $p_d(z)$ die analytisch berechnete Druckverteilung entlang der Meteringzone ist. Um aus der Arbeit die Leistung zu berechnen, wurde die Dosierarbeit durch die Dosierzeit dividert (20).

$$W_{\text{Dosieren}} = A_{\text{Kanal}} \int_{z_0}^{z_1} p_d(z) \, dz$$
(19)

$$P_{\text{Dosieren}} = \frac{W_{\text{Dosieren}}}{t_{\text{Dosieren}}}$$
(20)

Anschließend wurden die einzelnen Scherleistungen durch Dosieren und Einspritzen addiert (21) und auf die Prüfkörpermasse normiert (22), damit eine Vergleichbarkeit mit den anderen Verarbeitungsverfahren gegeben ist.

$$P_{Gesamt} = P_{Kombiniert} + P_{Dosieren}$$
 (21)

$$P_{\text{Normiert}} = \frac{P_{\text{Gesamt}}}{m_{\text{Prüfkörper}}}$$
(22)

Die gesamte Berechnung der beim Spritzgießen auftretenden Schereinträge ist im Anhang ersichtlich.

3.9 Herstellung der Flachfolien

Um die Barriereeigenschaften nach DIN 53380-3 messen zu können, wurden im Zuge dieser Arbeit Polyethylen-Flachfolien auf einer Collin Flachfolien-Coextrusionsanlage hergestellt. Die Anlage besteht aus einem Hauptextruder E 30P mit einem L/D-Verhältnis von 30 (A) und zwei Beistellextrudern E20TH mit einem L/D-Verhältnis von 25 sowie aus einem 3-Schicht-Adapter mit Düse (B) und einer Chill Roll (C). Abbildung 30 zeigt die vollständige 3-Schicht-Flachfolien-Anlage. Im Rahmen dieser Masterarbeit wurde allerdings nur der Hauptextruder (A) verwendet.



Abbildung 30: 3-Schicht-Flachfolien-Anlage der Dr. Collin GmbH, Deutschland [7]

Die einzelnen Temperaturbereiche des Hauptextruders sowie die Düsentemperatur während der Verarbeitung der Polyethylenfolien sind in Tabelle 9 ersichtlich. Die Drehzahl betrug jeweils 7 (1/min).

	Hauptextruder						Düse
Zone	1	2	3	4	5	6	
T (°C)	160	180	190	210	220	240	230

Tabelle 9: Temperaturbereiche des Folienextruder

Im Hauptextruder ist eine Mehrstufenschnecke mit einem Schertorpedo in der Schneckenmitte eingebaut. Dieser Schertorpedo bewirkt, dass die Scherung in diesem Bereich erhöht wird und somit Agglomerate aufgebrochen und aufgeschmolzen werden.



Abbildung 31: Schnecke des Hauptextruders der Folienanlage: (d) 30 mm, (d1) 19,8 mm, (d2) 25 mm, (d3) 28,6 mm, (d4) 14,7 mm, (d5) 21,4 mm,(L1) 7xd, (L2) 4xd, (L3) 4xd, (L4) 2xd, (L5) 5xd, (L6) 1,5xd, (L7) 7,5xd [7]

Im Zuge dieser Arbeit wurden schichtsilikatgefüllte Polyethylenfolien mit einer Dicke von 200 µm auf zwei unterschiedlichen Methoden hergestellt. Im Einstufenverfahren wurden Masterbatch und Polymer vermischt und anschließend an der Flachfolienanlage verarbeitet. Bei dem Zweistufenverfahren wird ein zusätzlicher Compoundierschritt zur Nanocompositeherstellung vor der Folienherstellung durchgeführt. Zusätzlich wurden reines PE- und PP- Polymer verarbeitet, um Eigenschaftsveränderungen, die durch den Nanofüllstoff hervorgerufen wurde, aufzuzeigen. In Tabelle 10 sind die hergestellten Folien mit den Materialien und Verweilzeiten dargestellt.

Bezeichnung	Material	Verweilzeit (s)
PE-Folie	PE Hostalen CRP100 black	
PEM-Folie	PE-MB + PE Hostalen CRP100 black	1013
PEC-Folie	PE5C Nanocomposite	

Tabelle 10: Übersicht der hergestellte Folien

Abbildung 32 zeigt die prozesstechnische Darstellung der Verarbeitungsschritte, die an der Flachfolienanlage zur Herstellung der Folien durchgeführt wurden.



Abbildung 32: Verarbeitungsprozesse an der Flachfolienanlage

Bei der Verarbeitung wurden Temperatur, Schneckendrehzahl, Schneckenspitzendruck aufgezeichnet. und Motorstrom Der Antrieb des Drehstrommotors erfolgte mithilfe eines Frequenzumrichters, der durch die Steuerung des Aufnahmestromes und der Aufnahmespannung die Maschine so regelt, dass bis zur Nenndrehzahl n_{nenn} stets konstantes Drehmoment M an der Antriebswelle vorhanden ist. Da durch den Frequenzumrichter weder Spannung noch Stromstärke konstant sind, konnte eine Leistungsberechnung für einen Drehstrommotor nicht mit $P = \sqrt{3} \cdot U \cdot I \cdot \cos(\varphi)$ durchgeführt werden. Nach Absprache mit Dr.Collin GmbH kann eine erste Näherung der aufgenommenen Leistung mit Hilfe eines Drehmoment/Leistungsdiagrammes durchgeführt werden und wird nachstehend näher beschrieben.

Analytische Berechnung der Scherleistung bei der Folienherstellung

Da während der Verarbeitung der Folien stets eine Drehzahl zwischen n_{min} und n_{nenn} vorhanden ist, kann mit Hilfe des Drehmoment-/Leistungsdiagrammes, wie in Abbildung 33 dargestellt, eine analytische Berechnung der Schereinträge erfolgen.



Abbildung 33: Drehmoment- und Leistungsdiagramm eines Drehstrommotors, der mit einem Frequenzumrichter geregelt wird [7].

Die allgemeine Formel der mechanischen Leistung (23) wird auf das konstante Moment (24) umgeformt. Aus diesem Zusammenhang mit bekannter Nenndrehzahl und Nennleistung, lässt sich ein Verhältnis (25) aufstellen. Mit der physikalischen Definition der Winkelgeschwindigkeit ergibt sich Gleichung (26), in dem das Verhältnis der Antriebsleistungen mit dem Verhältnis der Drehzahlen gleichsetzt.

$$\mathsf{P} = \mathsf{M} \cdot \boldsymbol{\omega} \tag{23}$$

$$\frac{P}{\omega} = M_{konstant}$$
 (24)

$$\frac{P_{\text{Extruder}}}{^{\text{O}}\text{Extruder}} = \frac{P_{\text{nenn}}}{^{\text{O}}\text{nenn}}$$
(25)

$$\frac{P_{Extruder}}{P_{nenn}} = \frac{n_{Extruder}}{n_{nenn}}$$
(26)

3.10 Herstellung der Rohre

Um die Lebensdauer der erzeugten Nanocomposite-Rohre nach DIN EN ISO 1167-1 bestimmen zu können, war es Aufgabe dieser Arbeit schichtsilikatgefüllte Rohre an der Cincinnati Rohrextrusionsanlage herzustellen. Die Rohrextrusionsanlage besteht aus dem Einschneckenextruder Proton A 45-28G, Cincinnati Extrusion GmbH, Österreich und einem Vakuumvollbad ATL-C 63 mit Bandabzug der Fa. KUAG GmbH, Österreich. Als Trenneinrichtung wurde ein Cutter der Graewe GmbH, Deutschland verwendet. Abbildung 34 zeigt die Rohrextrusionsanlage von rechts nach links.



Abbildung 34: Rohrextrusionsanlage des Institutes für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben

Der Einschneckenextruder besitzt eine Barriereschnecke mit zusätzlichem Scherteil, der eine zusätzliche Erhöhung der eingebrachten Scherung bewirkt. Zur Herstellung nahtloser Rohre wurde ein Wendelverteilerwerkzeug der Firma Cincinnati Extrusion GmbH, Österreich verwendet. Die Außenkalibrierung erfolgte mit einem Vakuumvollbad. Dabei wird der notwendige Kontakt zwischen Rohr und Kalibrierung durch Anlegen eines Unterdruckes erreicht. Die während der Verarbeitung verwendeten Verarbeitungsparameter wie Temperatur, Schneckendrehzahl (41 1/min) und Abzugsgeschwindigkeit (1m/min) wurden über die gesamte Rohrherstellung konstant gehalten. Tabelle 11 zeigt die verwendeten Verarbeitungstemperaturen, die für alle Materialien gleich eingestellt wurden.

	Extruder					Werkzeug		
Zone	1	2	3	4	5	1	2	3
T(°C)	175	200	205	220	225	225	225	230

Tabelle 11: Verarbeitungstemperatur der Rohrextrusion

Um den Einfluß unterschiedlicher Schereinträge untersuchen zu können, wurden Nanocomposite-Rohre in zwei unterschiedlichen Varianten hergestellt. Bei der ersten Variante wurden durch einen zuvor durchgeführten Compoundierschritt Polypropylen- sowie Polyethylen-Nanocomposites mit 5% Schichtsilikatanteil hergestellt und an der Rohrextrusionsanlage zu einem 50x3 mm Rohr extrudiert. Bei der zweiten Variante wurden die gewünschten Rohre direkt an der Extrusionsanlage durch Verdünnen des Masterbatches mit dem Polymer hergestellt. Tabelle 12 gibt eine Überblick über die verwendeten Materialien und Verweilzeiten der erzeugten Rohre.

Bezeichnung	Material	Verweilzeit (s)
PE-Rohr	PE Hostalen CRP100 black	
PEM-Rohr	PE-MB + PE Hostalen CRP100 black	
PEC-Rohr	PE5C Nanocomposite	200
PP-Rohr	PP BorEco BA212E-20	
PPM-Rohr	PP-MB + PP BorEco BA212E-20	
PPC-Rohr	PP5C Nanocomposite	

Tabelle 12:Übersicht der hergestellten Rohre

Abbildung 35 zeigt die prozessbedingten Verarbeitungsschritte, die an der Rohrextrusionsanlage zur Herstellung der Rohre angewendet wurden.



Abbildung 35: Unterschiedliche Prozesse an der Rohrextrusionsanlage

Während der Verarbeitung wurde neben Druck, Temperatur, Drehmoment, Schneckendrehzahl und Abzugsgeschwindigkeit auch die Antriebsleistung gemessen, wodurch eine Berechnung der Schereinträge nach Gleichung (12) möglich wurde. Sämtliche Berechnungen diesbezüglich sind im Anhang ersichtlich.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Glühverlust

Bei der Herstellung der Masterbatches soll ein Füllgrad von 50% Nanofil5 mit dem Compatibilizer modifiziertem Basispolymer erzielt werden. Durch etwaige Brückenbildung des Füllstoffes aufgrund niedriger Schüttdichte im Dosiertrichter und durch Ungenauigkeiten der Dosieraggregate, kann es zu Unregelmäßigkeiten an Füllstoff im erzeugten Masterbatch kommen. Deswegen wurde eine Glühverlustmessung nach DIN 53568, wie in Kapitel 3.6 beschrieben, durchgeführt und der anorganische Rückstand in den Masterbatches gemessen. In Tabelle 13 sind die Ergebnisse dieses Versuches dargestellt.

Tabelle 13: Ergebnisse	des Glühversuches
------------------------	-------------------

	anorganischer	Soll-Anteil Nanofil5	Ist-Anteil Nanofil5
	Rückstand (%)	(%)	(%)
PE-MB	29	50	46
PP-MB	28	50	45
Nanofil5	62		

Wie in der Tabelle 13 erkennbar und im Kapitel 2.1 beschrieben ist auch der Füllstoff zu 38 % organisch modifiziert. Dies muss bei der Berechnung des tatsächlichen Füllstoffanteils berücksischtigt werden, um das Verdünnungsverhältnis von Masterbatch/Polymer zu bestimmen, damit sich ein gewünschter Nanofil5-Anteil von 5 Prozent einstellt.

4.2 Vergleich der Scherleistung bei der Zugprüfkörperherstellung

Die normierten Scherleistungen der Verarbeitungsschritte zur Zugprüfkörperherstellung nach DIN EN ISO 527-2 (wie in Kapitel 3.8 beschrieben) sind in Abbildung 36 dargestellt. Darin sind die beim Spritzgießen auftretenden kombinierten Scher-Dehnenergien den Scherenergien und enormen der Compoundierschritte gegenübergestellt. Obwohl eine Addition dieser Energien, da der Anteil der Dehnenergie unbekannt ist, nicht zulässig ist, kann man erahnen, dass ein zweiter Compoundierschritt kaum einen Einfluss auf spätere bauteilspezifische Eigenschaften haben wird.



Abbildung 36: Scherleistung bei der Prüfkörperherstellung

Die kombinierte Scherleistung, die dem Material durch das Spritzgießen zugeführt wurde, sind beim ungefüllten Polymer um rund 15% größer als bei den mit Nanofil5 gefüllten Materialien. Außerdem kann eine Erhöhung der normierten Scherleistung beim zweiten Compoundierschritt, während der Nanocompositeherstellung, gemessen werden. Die Ursache lässt sich durch Viskositätserniedrigung durch den Compatibilzer erklären. Der höhere MFR des Compatibilizer kompensiert auch die in der Literatur beschriebene Erhöhung der Viskosität durch die Silikat-Polymer Wechselwirkung [24].

In Abbildung 37 und Abbildung 38 sind der Schneckeneinspritzdruck und der Schneckenweg von reinem Polyethylen (PE Hostalen CRP100 black) bzw. reinem Polypropylen (PP BorEco BA212E-20) dargestellt.



Abbildung 37: Schneckenspitzendruck und Schneckenweg bei der Verarbeitung von ungefülltem Polyethylen

Wie erkennbar, sind die Einspritzdiagramme der beiden Materialien betreffend Schneckenspitzendruck und Einspritzzeit sehr unterschiedlich. Der Grund liegt in der Feineinstellung, da der Einspritzdruck, die Einspritzgeschwindigkeit und der Nachdruck gewählt Teile mit zufriedenstellender SO wurden, dass Oberflächenbeschaffenheit geformt wurden, d.h. ohne Einfallstellen, Fließlinien oder ähnlichen Defekte. Diese Feinjustierung ist durch die unterschiedlichen Materialviskositäten der einzelnen Materialen notwendig, wodurch sich auch die unterschiedlichen normierten Scherleistungen beim Einspritzen ergaben (vgl. PE und PP in Abbildung 36).



Abbildung 38: Schneckenspitzendruck und Schneckenweg bei der Verarbeitung von ungefülltem Polypropylen

Die in Abbildung 36 dargestellte normierte kombinierte Scherleistung, die durch das Spritzgießen dem Material zugeführt wurde, beinhaltet einerseits die Scherrate beim Dosieren, andererseits die Scherung und Dehnung die durch das Einspritzen in die Kavität entsteht. In Abbildung 39 werden Einspritzleistung und Dosierleistung im Iogarithmischen Maßstab gegenübergestellt.



Abbildung 39: Vergleich der Einspritz- und Dosierleistungen beim Spritzgießen

Erkennbar ist der große Unterschied der Leistungen (rund drei Zehnerpotenzen). Zu berücksichtigen ist, dass bei der dargestellten Einspritzleistung in (W/kg) es sich um eine kombinierte Scher/Dehnenergie handelt (siehe Gleichung (16)). Um die wahre kavitätsabhängige Scherenergie zu berechnen muss eine Strömungssimulation durchgeführt werden, die weitere Forschungstätigkeiten erfordert.

4.2.1 Einfluss der Scherleistung auf den E-Modul

An den spritzgegossenen Prüfkörpern wurden Zugversuche vom Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben nach DIN EN ISO 527-2 an den spritzgegossenen Zugprüfkörpern durchgeführt. In Abbildung 40 sind die prozessabhängigen Moduli der Prüfkörper dargestellt. Dabei ist klar zu erkennen, dass eine Versteifung durch das Schichtsilikat eintritt.



Abbildung 40: Elastizitätsmodul der Zugprüfkörper

Die Erhöhung der E-Moduli in Prozent, bezogen auf die E-Moduli der ungefüllten Nullproben, ist in Abbildung 41 dargestellt. Darin kann man beim Polyethylen sowie beim Polypropylen eine minimale Verringerung der Steifigkeiten bedingt durch den zweiten Compoundierprozesses erkennen. Eine mögliche Erklärung dafür könnte sein, dass die hohen Scherleistungen den Effekt eines zweiten Compoundierschrittes kompensieren und möglicherweise durch weitere Scherung das Material degradiert.



Abbildung 41: Erhöhung der E-Moduli der gefüllten Polymere in Prozent

4.2.2 Einfluss der Scherleistung auf die Kratzfestigkeit

An den spritzgegossenen Prüfkörpern wurde neben der Ermittlung der Elastizitätsmoduli, auch die Kratzfestigkeit am Tribometer ermittelt. Diese Versuchsreihe wurde am Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben nach ASTM G 171-03 an den spritzgegossenen Zugprüfkörpern durchgeführt. Die gewonnenen Festigkeiten sind in Abbildung 42 dargestellt.



Abbildung 42: Ergebnisse der Kratzfestigkeitsuntersuchung an den gespritzten Prüfkörpern

Bei den Ergebnissen der Kratzfestigkeitsprüfung ist ersichtlich, dass eine Steigerung der Kratzfestigkeit durch die Zugabe von Schichtsilikaten erfolgt. In Abbildung 43 wird die gewonnene Steigerung der Festigkeiten, bezogen auf die Grundkratzfestigkeit der Nullproben, dargestellt. Diese Steigerung macht bei Polyethylen bis zu 15% und bei Polypropylen bis zu 8% aus.



Abbildung 43: Verbesserung der Kratzfestigkeit der gefüllten Polymere in Prozent

Bei den Ergebnissen kann man ähnliche Tendenzen wie bei den gemessenen E-Moduli in Abbildung 41 erkennen. Auch bei der Härte kann man einen leichten Abfall bedingt durch den zweiten Compoundierschritt erkennen. Ob dieser Abfall der Steifigkeits- und Kratzfestigkeitswerte auf einen möglichen Polymerabbau zurückzuführen sind, müsste in einer nachfolgenden Arbeit untersucht werden.

4.3 Vergleich der Scherleistung bei der Folienherstellung

Die normierten Scherleistungen der einzelnen Verarbeitungsschritte zur Flachfolienherstellung werden in Abbildung 44 dargestellt.



Abbildung 44: Scherleistung der Folienherstellung

Wie in Abbildung 44 (für PEC) ersichtlich, ist die normierte Scherleistung beim zweiten Compoundierschritt das doppelte um höher als bei der Masterbatchherstellung. Dieser Anstieg ist auf die unterschiedlichen MFR-Werte des Compatibilizers und dem zu verarbeitendem Polyethylen zurückzuführen. Die Scherleistung der Folienextrusion ist wie erwartet geringer als die der Compoundierschritte. Die Ursache warum der niederviskose Charakter des Compatibilizer bei den Ergebnissen der Folienextrusion nicht erkennbar ist, ist begründet durch die überschlägige Berechnung der auftretenden Scherenergien im Extruder.

Einfluss der Scherarbeit auf Barriereeigenschaften

An den durch Folienextrusion hergestellten 200 µm dicken Flachfolien aus Polyethylen wurde nach DIN 53380-3 die Sauerstoffdurchlässigkeit von der ostthüringischen Materialgesellschaft bestimmt. Die gemessenen Ergebnisse sind in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** dargestellt.



In Abbildung 46 wird die gewonnene Verbesserung der Barriereeigenschaften, bezogen auf die Kratzfestigkeit der Nullproben, dargestellt.



Abbildung 45: Verbesserung der Barriereeigenschaften der gefüllten Polymere in Prozent

Es konnte einerseits, durch die Zugabe des Nanofüllstoffes, eine Verbesserung der Barriereeigenschaften um bis zu 14% gegenüber ungefülltem Polymer erreicht werden. Des Weiteren konnte durch einen zweiten Compoundierschritt die Scherleistung verdoppelt werden (vgl. Abbildung 44), wodurch eine Verbesserung der Barriereeigenschaften um 21% erzielt wurde. Diese Eigenschaftsverbesserung ist auf den Grad der Exfolierung, der mit steigender Scherleistung größer wird, zurückzuführen.

4.4 Vergleich der Scherleistung bei der Rohrherstellung

Die normierten Scherleistungen der Verarbeitungsschritte zur Rohrherstellung werden in Abbildung 46 dargestellt. Die durch den zweiten Compoundierschritt zugeführte Scherleistung macht rund 40% der gesamten Scherleistung aus.



Abbildung 46: Scherleistungen bei der Rohrherstellung

Wie zuvor ist auch bei diesen Ergebnissen der niederviskose Einfluss des Compatibilizer erkennbar, wodurch die zugeführte Scherleistung abnimmt. Bei der Verarbeitung der Polypropylenmischungen ist der Unterschied so groß, dass die zugeführte Scherleistung des reinen Polypropylens größer ist als die Summe der zugeführten Scherleistungen des Einstufenverfahrens.

4.4.1 Einfluss der Scherarbeit auf den Zeitstandinnendruck bei Rohren

Um die Widerstandsfähigkeit gegen hydrostatischen Innendruck von Rohren zu überprüfen wurde ein Zeitstandinnendruckversuch nach DIN EN ISO 1167-1 (wie in Kapitel 3.4 beschrieben) von Pipelife Austria GmbH & Co KG durchgeführt. Dabei werden die Probekörper bis zum Versagen einem konstanten hydrostatischen Innendruck von 5,3 MPa bei 80°C ausgesetzt. In Tabelle 14 sind die Ergebnisse der Polyethylenrohre dargestellt.

Tabelle 14: Ergebnisse des Zeitstandinnendruckversuchs: (PE) reines Polyethylen,
(PEM) PE mit 5% Nanofüllstoff- Einstufenverfahren, (PEC) PE mit 5%
Nanofüllstoff- Zweistufenverfahren.

PE (h)	PEM (h)	PEC (h)
>1500	1117	>1500

Wie in Tabelle 14 ersichtlich nimmt die Lebensdauer mit der Zugabe von Nanofüllstoffen von >1500 Stunden auf 1117 Stunden ab. Dies könnte auf Füllstoff-Agglomerate im Bauteil hinweisen, die eine Versprödung des Bauteils verursachen. Durch die Anwendung eines zweiten Compoundierschrittes steigt die Lebensdauer der geprüften Rohre wieder über 1500 Betriebsstunden. Dieser Effekt könnte bedingt durch die Schereinträge des zweiten Compoundierschrittes (vgl. Abbildung 46), auf eine bessere Werkstoffhomogenität hinweisen. Um genauere Aussagen machen zu können, müssten TEM-Aufnahmen durchgeführt werden.

4.4.2 Einfluss der Scherarbeit auf das Schrumpfverhalten der Rohre

Um das Schrumpfverhalten der Rohre zu untersuchen, wurden Messungen nach DIN EN 743 von Pipelife Austria GmbH & Co KG (wie in Kapitel 3.5 beschrieben) durchgeführt. Dabei wurde der Längsschrumpf in Prozent der Anfangslänge ermittelt. In Abbildung 47 sind die Ergebnisse dieser Messungen dargestellt.



Abbildung 47: Ergebnisse der Messung des Längsschrumpfes

Wie in den Ergebnissen ersichtlich, werden Schrumpfprozesse durch Zugabe von Schichtsilikaten reduziert. Außerdem ist gut zu erkennen, dass mit steigendem Grad der Exfolierung eine weitere Verringerung des Schrumpfprozesses auftritt. Diese Reduzierung des Längsschrumpfes beträgt rund 20% bei Polypropylen- und 4% bei Polyethylen-Nanocompositerohren. Eine mögliche Erklärung könnte eine Wachstumsbehinderung der Sphärolithe durch feinverteilter kleiner Schichten der Silikate sein, da laut Domininghaus [6] ein direkter Zusammenhang zwischen der Spharolithgröße und der Schwindung besteht.

4.5 Gegenüberstellung der Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die zuvor besprochenen Ergebnisse zusammenfassend tabellarisch gegenübergestellt. In Tabelle 15 sind die dem Material bei der Herstellung zugefügten Dehn- und Scherleistungen mit den gemessenen E-Moduli und Kratzfestigkeiten der Zugprüfkörper dargestellt.

	Compoundieren Scherleistung (W/kg)	Spritzgießen Dehn- und Scherleistung (W/kg)	E-Modul (MPa)	Kratzfestigkeit (MPa)
Zugprüfkörper PE	-	71607	705	123
Zugprüfkörper PEM	3438	62433	854	141
Zugprüfkörper PEC	8656	62629	837	136
Zugprüfkörper PP	-	13907	1640	184
Zugprüfkörper PPM	2476	5668	1780	199
Zugprüfkörper PPC	7711	10674	1740	198

Tabelle 15: Ergebnisse	der Zugprüfkörper
------------------------	-------------------

Tabelle 16 zeigt die bei der Folienherstellung wirkenden Scherleistungen mit der gemessenen Sauerstoffdurchlässigkeit.

Tabelle 16: Ergebnisse der Folienherstellung

	Scherleistung (W/kg)	O ₂ -Durchlässigkeit (ml/m² d bar)
Folie PE	1707	471
Folie PEM	5080	404
Folie PEC	10298	371

In Tabelle 17 sind die Ergebnisse der Rohrherstellung dargestellt. Dabei sind die gemessenen Ergebnisse der Längsschrumpfung und des Zeitstand-Innendruckversuches dargestellt.

	Scherleistung (W/kg)	Längsschrumpfung(%)	Standzeit
Rohr PE	6630	1,82	>1500
Rohr PEM	8374	1,63	1117
Rohr PEC	13286	1,57	>1500
Rohr PP	8168	1,11	281
Rohr PPM	7848	0,84	77
Rohr PPC	12665	0,67	92

Tabelle 17: Ergebnisse der Rohrherstellung

5 Schlussfolgerung und Ausblick

Die durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass der Betrag der Schereinträge erheblichen während der Verarbeitung einen Einfluss auf physikalische Eigenschaften von schichtsilikatgefüllten Polyolefinen haben kann. In dieser Arbeit die wurde versucht einzelnen Schereinträge der verwendeten Verarbeitungsmaschinen zu berechnen, gegenüberzustellen und zu vergleichen. Vor allem die Einflüsse eines zweiten Compoundierschrittes auf spätere Bauteileigenschaften wurden untersucht. Eine klare Verbesserung konnte dadurch an den Barriereeigenschaften der Polyethylen-Folien nachgewiesen werden. Dabei reduzierte sich die Durchlässigkeit um 9% gegenüber dem Verfahren mit einem Compoundierschritt.

Bei der Rohrherstellung kam es durch den zweiten Compoundierschritt, der rund 40% von der gesamten Scherleistung beträgt, zu einem erheblichen Anstieg der Lebensdauer von über 1500 Stunden. Weiters konnte der Längsschrumpf erheblich reduziert werden.

Beim Spritzgießen war es nur möglich die kombinierte Scherleistung, die Scherenergie und Dehnenergie beinhaltet, zu berechnen. Zur analytischen Bestimmung der Scherenergie müsste eine Strömungssimulation durchgeführt werden, die Bestandteil weiterer Forschungsarbeiten sein sollte. Die kombinierte Scherleistung korrelierte trotzdem sehr gut mit den physikalischen Eigenschaften der Prüfkörper. Dabei kam es, durch die zusätzliche Scherenergie des zweiten Compoundierschritt, zu einer leichten Erniedrigung der physikalischen Eigenschaften. Aus den Ergebnissen geht im Allgemeinen hervor, dass es eine Art Scher-Plateau geben könnte, ab dem keine Verbesserung der Eigenschaften mehr erzielt werden kann. Wird dieses überschritten, kann es zu einem Materialabbau kommen, der die physikalischen Eigenschaften wieder verschlechtert. Weiters wurde gezeigt, dass der niederviskose Compatibilizer erheblichen Einfluß auf die eingehenden Scherleistungen hat. Deswegen wird bei einer Prozessoptimierung zur Feststellung der notwendigen Schereinträge jeder Verarbeitungsschritt gesondert zu untersuchen sein. Ein fernes Ziel ist das Finden von charakteristischen Kennzahlen, die die Verteilung des Nanofüllstoffes in der Polymermatrix, basierend auf Scherenergien und Verweilzeiten, beschreiben.

6 Literaturverzeichnis

[1] ASTM G 171-3, Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus, ASTM International, West Conshohocken, USA

[2] DIN 53380-3, Bestimmung der Gasdurchlässigkeit Teil3: Sauerstoffspezifisches Trägergas-Verfahren zur Messung an Kunststoff-Folien und Kunststoff-Formteilen, Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag GmbH, Berlin

[3] DIN 53568, Bestimmung des Glührückstandes ohne chemische Vorbehandlung der Probe, Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag GmbH, Berlin

[4] DIN EN 743, Kunststoff- Rohrleitungs- und Schutzrohrsysteme- Rohre aus Thermoplasten- Bestimmung des Längsschrumpfes, Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag GmbH, Berlin

[5] DIN EN ISO 1167-1, Rohre, Formstücke und Bauteilkombinationen aus thermoplastischen Kunststoff für den Transport von Flüssigkeiten, Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag GmbH, Berlin

[6] Domininghaus H.: Kunststoffprüfung, Carl Hanser Verlag München, ISBN- 3-446-16336-0, 1992

[7] Dr. Collin GmbH: Betriebsanleitung Extruder Type:E30Px30L/D, Ebersberg, 2007

[8] Gächter R., Müller H.: Taschenbuch der Kunststoff-Additve, Carl Hanser Verlag München, ISBN-3-446-15627-5, 1990

[9] Golombowski D.: Extrusion von maßgeschneiderten thermoplastischen Nanocompositen auf der Basis von organophil modifizierten Schichtsilikaten, Dissertation, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, 2002
[10] Hensen F., Knappe W. und Potente H.: Handbuch der Kunststoff-Extrusionstechnik I, Carl Hanser Verlag München, ISBN 3-446-14340-8, 1989

[11] Hermann H., Burkhardt U.: Vergleichende Analyse dicht kämmender Gleichdrallund Gegendrall-Doppelschnecken, Österreichische Kunststoff-Zeitschrift, 1978

[12] Institut für Kunststoffverarveitung, Montanuniversität Leoben: Unterlagen für Praktium in Kunststoffverarbeitung II zu, SS 2009

[13] Jasmund K., Lagaly G.: Tonminerale und Tone, Steinkopf Verlag, Darmstadt, 1993

[14] Johannaber F.: Kunststoff-Maschinenführer, Carl Hanser Verlag München, ISBN-3-446-22042-9, 2004

[15] Johannaber F., Michaeli W.: Handbuch Spritzgießen, Carl Hanser Verlag München, ISBN 3-446-22966-3, 2004

[16] Kaempfer D.: Nanocomposite aus technischen Thermoplasten und organophilen Schichtsilikaten, Dissertation, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, 2004

[17] Langecker G. R.: Vorlesungsunterlagen aus Kunststoffverarbeitung II, Institut für Kunststoffverarbeitung, Leoben, 2008

[18] Michaeli W.: Einführung in die Kunststoffverarbeitung, Carl Hanser Verlag München, ISBN-3-446-15635-6, 1992

[19] Pinnavaia T. J.: Polymer-Clay Nanocomposite, Wiley-VCH Verlag GmbH. Weinheim, ISBN-0-471-63700-9, 2000

[20] Ray S., Okamoto M.: Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing, Polymer Science, 2003

[21] Schmiedel H.: Kunststoffprüfung, Carl Hanser Verlag München, ISBN-3-446-16336-0, 1992

[22] Svoboda P., Zeng C., Wang H., Lee L. J., Tomasko D. L.: Morphology and Mechanical Properties of Polypropylene/Organoclay Nanocomposites, Journal of Applied Polymer Science, 2002

[23] Tomova D., Reinemann S.: Nanopartikel erweitern Anwendungspotential, Kunststoffe, Carl Hanser Verlag, 2003

[24] Vaia R. A: Structual Characterisation of Polymer-Layered Silicate Nanocomposites, Polymer-Clay nanocomposites, John Wiley & Sons Ltd, S. 229-266, 2000

[25] Witschnigg A., Laske S., Kracalik M., Holzer C.: Influence of Processing Technique on Mechanical and Physical Properties of Polymer Nanocomposites, Proceeding of the Polymer Processing Society 26th Annual Meeting, Banff (Canada), 2010

7 Abkürzungsverzeichnis

A _{Kanal}	Querschnitt des Schneckenkanal
As	Schneckenquerschnittsfläche
b	Kanalbreite
Cv	Wärmekapazität
d	Day = 24 Stunden
Δh	Enthalpieänderung
ΔΤ	Temperaturänderung
E-Modul	Elastizitäts-Modul
GV	Granulierverfahren
h	Kanaltiefe
η	Viskosität
Н	Heizleistung
HDT	Wärmeformbeständigkeitstemperatur
KBW	Knetblock ohne Schulter
Μ	Drehmoment
MB	Masterbatch
MFR	Melt Flow Rate
MPrüfkörper	Prüfkörpermasse
n	Drehzahl
N _{Extruder}	Drehzahl am Extruder
N _{min}	minimale Drehzahl
N _{nenn}	Nenndrehzahl
Р	Antriebsleistung
р	Druck
pd(z)	Druckverteilung Meteringzone
PE	Polyethylen
PE-HD	Polyethylen High Density
P _{Einspritzen}	Einspritzleistung
P _{Extruder}	Extruderleistung
P _{Kompression}	Kompressionsleistung

PP	Polypropylen
ps	Schneckenspitzendruck
SE	Schneckenelement
т	Temperatur in Kelvin
t _{Dosieren}	Dosierzeit
t _{Einspritzen}	Einspritzzeit
ТЕМ	Transmissionselektronen-Mikroskopie
V _{bz}	Umfangsgeschwindigkeit in z-Richtung
V _{spez}	spezifisches Volumen
ω	Winkelgeschwindigkeit
ωExtruder	Winkelgeschwindigkeit Extruder
WEinspritzen	Einspritzintegral

8 Anhang

In den nachfolgenden Kapiteln sind die Berechnungen der Scherleistungen dargestellt.

8.1 Errechnete Scherleistung am Compounder

Die nachfolgenden Tabellen zeigen die mit Excel errechneten Scherleistungen am Compounder.

	P[W]	P5[bar]	P6[bar]	P7[bar]	P8[bar]	P9[bar]	P10[bar]	dV/dt [m³/s]	∆p*dV/dt [W]
PE50	2100	-	11,09	17,29	37,93	22,69	65,65	1,3E-06	8,3
PE5	2400	-	5,41	16,97	33,77	22,59	61,72	1,4E-06	8,6
PP50	1600	-	1,73	17,14	26,66	22,64	89,27	1,3E-06	11,5
PP5	1900	-	5,79	17,18	25,28	22,2	65,93	1,5E-06	9,7

	Scherleistung= dm/dt *∆h [W]	Verweilzeit [s]	Scherleistung/Durchsatz [Wh/kg]	Scherenergie/ 1 kg 1s
PE50	2091,7	365	348,62	3438,41
PE5	2391,4	330	478,28	5217,62
PP50	1588,5	385	264,74	2475,52
PP5	1890,3	260	378,06	5234,65

	dm/dt [kg/h]	dV/dt [m³/s]	ρ [kg/m³]
PE5	5	1,39E-06	998,08
PP5	5	1,47E-06	943,22

Berechnung von V/dT:

	ρ [kg/m³]		dm/dt [kg/h]	dV/dt [m³/s]	ρ [kg/m³]
PE	959	PE50	6	1,26E-06	1318,5
PP	900				
Nanofil 5	1678	PP50	6	1,29E-06	1289

8.2 Errechnete Scherleistung an der Spritzgießmaschine

Die nachfolgenden Tabellen zeigen die mit Excel errechneten Scherleistungen an der Spritzgießmaschine.

	Dosierleistung [W]	DL normiert [Wh/kg]	Dosierleistung [W/kg]				
PE	12,86	0,729	26,1				
PE5M	12,86	0,729	26,1				
PE5C	12,86	0,729	26,1				
PP	9,398	0,533	19,1				
PP5M	9,398	0,533	19,1				
PP5C	9,398	0,533	19,1				
	• • • • • • • •						
	Einspritzleistung[W]	Kompressionsleistung [W]	Korr. Einspritzleistung [W]				
PE							
PE5M	3087	894	2193				
PE5C	2806	894	1912				
PP	2812	894	1918				
PP5M	1888	1062	826				
PP5C	1802	1062	740				
	1757	1062	695				
	EL normiert [Wh/kg]	Summe [Wh/kg]	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg]				
	EL normiert [Wh/kg]	Summe [Wh/kg]	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg]				
PE	EL normiert [Wh/kg] 16	Summe [Wh/kg] 16	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165				
PE PE5M	EL normiert [Wh/kg] 16 36	Summe [Wh/kg] 16 36	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365				
PE PE5M PE5C	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21	Summe [Wh/kg] 16 36 21	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215				
PE PE5M PE5C PP	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114				
PE PE5M PE5C PP PP5M	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153				
PE PE5M PE5C PP PP5M PP5C	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 12	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150				
PE PE5M PE5C PP PP5M PP5C	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 12	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150				
PE PE5M PE5C PP PP5M PP5C	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg]	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 Einspritzleistung normiert Zugstab [W/kg]	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150				
PE PE5M PE5C PP PP5M PP5C	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg]	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 Einspritzleistung normiert Zugstab [W/kg]	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150 plusDosierleistung				
PE PE5M PE5C PP PP5M PP5C	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg] 62884	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 13 71581	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150 plusDosierleistung 71607				
PE PE5M PP5C PP5M PP5C PE5M	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg] 62884 142120	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 13 13 13 13 13 13 13	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150 plusDosierleistung 71607 62433				
PE PE5M PP5C PP5M PP5C PE5M PE55	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg] 62884 142120 82412	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 13 13 62407 62603	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150 plusDosierleistung 71607 62433 62629				
PE PE5M PP5C PP5M PP5C PE5M PE5C PP	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg] 62884 142120 82412 96787	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 Einspritzleistung normiert Zugstab [W/kg] 71581 62407 62603 26979	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150 plusDosierleistung 71607 62433 62629 26998 26998				
PE PE5M PP5C PP5M PP5C PE5M PE5C PP PP5M	EL normiert [Wh/kg] 16 36 21 9 12 12 Einspritzleistung norm[W/kg] 62884 142120 82412 96787 131495	Summe [Wh/kg] 16 36 21 10 13 13 Einspritzleistung normiert Zugstab [W/kg] 71581 62407 62603 26979 24171	Summe auf Verweilzeit normiert [W/kg] 165 365 215 114 153 150 plusDosierleistung 71607 62433 62629 26998 24190				

In den nachfolgenden Seiten sind die mit Mathcad errechneten Scherleistungen dargestellt.

Berechnung der Scherenergie beim Spritzgießen (PE-Zugstab)

Schneckengeometrie von ENGEL AUSTRIA GmbH

 $L_{Meteringzone} = 0.180 \text{ [m]}$ $t = 45 \cdot 10^{-3}$ [m] $h = 2.8 \cdot 10^{-3} [m]$ $e = 5.4 \cdot 10^{-3}$ [m] $D = 45 \cdot 10^{-3} \text{ [m]}$ D. Förderrichtung D - 2h D Schneckendurchmesser φ Steigungswinkel h Kanaltiefe e Stegbreite e*.... Stegbreite in Achsrichtung b Kanalbreite d Flankenspiel t Steigung

Abbildung der Schneckengeometrie aus Vorlesungsunterlagen der Kunststoffverarbeitung II [18]

$$tan\phi_{a} = \frac{t}{\pi \cdot D}$$

$$tan\phi_{a} = 0.318$$

$$\phi_{a} = atan(tan\phi_{a})$$

$$\phi_{a} = 17.657 \text{ Grad}$$

$$b = \pi \cdot D \cdot sin(\phi_{a}) - e$$

$$C = \frac{L}{sin(\phi_{a})}$$

$$Z = 0.593 \text{ [m]}$$

 $A_{Kanal} = b \cdot h$

Emittlung des Volumenstromes (Volumenstrom.xls):

Zeit [s]	Masse [kg]	m. [kg/s]	V. [m³/s]	Mittelwert m.[kg/s]	Mittelwert V.[m³/s]
100,4	0,513	5,1 1E -03	5,68E-06	4,90E-03	5,45E-06
100,5 100,6	0,4 87 0,4 78	4,85E-03 4,75E-03	5,3 8E-06 5,2 8E-06		

$$n = 68$$
 [1/min] Dosierzeit = 100.5 [S]

Massenstrom = $4.9 \cdot 10^{-3}$ [kg/s]

Volumenstrom = $5.45 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$]

Masse = 0.49245

$$\begin{aligned} \mathbf{v}_{bz} &= \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathbf{n}}{60} \cdot \cos(\phi_a) & \mathbf{v}_{bx} &= \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathbf{n}}{60} \cdot \sin(\phi_a) \\ \mathbf{v}_{bz} &= 0.153 \quad \text{[m/s]} & \mathbf{v}_{bx} &= 0.049 \quad \text{[m/s]} \end{aligned}$$

$$\mathbf{y} = \begin{pmatrix} \mathbf{0} \\ \frac{\mathbf{h}}{3} \\ \frac{2 \cdot \mathbf{h}}{3} \\ \mathbf{h} \end{pmatrix}$$

$$\gamma \text{Punkt}_{Z} = \frac{v_{bZ}}{h} - 3\left(\frac{v_{bZ}}{h} - \frac{2 \cdot \text{Volumenstrom}}{h^2 \cdot b}\right) \cdot \left(1 - 2 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma \text{Punkt}_{\mathbf{X}} = -2 \cdot \frac{\mathbf{v}_{\mathbf{b}\mathbf{X}}}{\mathbf{h}} \cdot \left(1 - 3 \cdot \frac{\mathbf{y}}{\mathbf{h}}\right)$$

$$\gamma Punkt = \sqrt{\gamma Punkt_{X}^{2} + \gamma Punkt_{Z}^{2}}$$

$$\gamma \text{Punkt} = \begin{pmatrix} 34.784 \\ 37.095 \\ 79.893 \\ 127.399 \end{pmatrix}$$
[1/s]

$$\gamma Punkt_{Mittel} = \frac{\gamma Punkt_0 + \gamma Punkt_1 + \gamma Punkt_2 + \gamma Punkt_3}{4}$$

Berechnung der Viskosität anhand des Potenzansatzes: (k und n wurden am HKR ermittelt)

$$n_{HKR} = 0.164314$$

 $k_{HKR} = 65047.82$
 $\eta = k_{HKR} \cdot \gamma Punkt_{Mittel}$

$$\eta = 1.872 \times 10^3$$
 [Pas]

$$p_{d}(z) = \int_{0}^{z} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - \text{Volumenstrom} \right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$

$$p_d(Z) = 4.15 \times 10^7$$
 [Pa]

$$W_{\text{Dosieren}}(z) = A_{\text{Kanal}} \cdot \int_{0}^{z} p_{d}(z) dz$$

$$z = 0, 0.001 \dots 0.539$$



$$W_{\text{Dosieren}}(Z) = 1.292 \times 10^3 \text{ [J]}$$

 $P_{\text{Dosieren}}(z) = \frac{W_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Dosierzeit}}$

$$P_{\text{Dosieren}}(Z) = 12.86$$
 [W]

P_{Dosieren} entspricht der Scherleistung beim Dosieren

 $P_{\text{Dosieren}_m.}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Massenstrom} \cdot 3600}$

 $P_{\text{Dosieren}_m}(Z) = 0.729$ [Wh/kg]

$$P_{\text{Dosierenm}}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Masse}}$$

$$P_{\text{Dosierenm}}(Z) = 26.114 \text{ [W/kg]}$$

Hydraulikdruck und Schneckenweg :



$$S = 32 \cdot 10^{-3}$$
 [m] Einspritzzeit = 0.9[s]



$$A_{S} = \frac{D^{2} \cdot \pi}{4}$$

$$\begin{split} p_{H}(s) &= -3.466245308383230 \times 10^{15} s^{5} + 3.41399807477760 \times 10^{14} s^{4} - 7.2073661416! \times 10^{12} s^{3} - \\ &\quad - 1.65754538845 \times 10^{11} s^{2} + 7.375192599 \times 10^{9} s \end{split}$$
 $W_{Einspritzen}(s) &= A_{S} \cdot \int_{0}^{S} p_{H}(s) \, ds$

$$W_{\text{Einspritzen}}(S) = 2.779 \times 10^3 \text{ [J]}$$

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = \frac{W_{\text{Einspritzen}}(S)}{\text{Einspritzeit}}$$

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = 3.087 \times 10^3 \text{ [W]}$$

Berechnung der Scherenergie beim Spritzgießen PEM Zugstab

Schneckengeometrie von ENGEL AUSTRIA GmbH



 $A_{Kanal} = b \cdot h$

Ermittlung des Volumenstromes (Volumenstrom.xls):

Zeit [s] M 100,4 100,5 100,6	1asse [kg] 0,5 13 0,4 87 0,4 78	m. [kg/s] 5,11E-03 4,85E-03 4,75E-03	V. [m³/s] 5,68E-06 5,38E-06 5,28E-06	Mittelwert m.[kg/s] 4,9 0E-03	Mittelwert V. [m³/s] 5, 45E-06
n = 68	[1/min]			Dosierzeit = 100.5	[s]
Volumenst	rom = 5.45	10 ⁻⁶ m³/s]		Massenstrom $= 4.9$	10 ⁻³ [kg/s]
$v_{bz} = \pi \cdot D$	$\frac{n}{60} \cdot \cos(\phi_a)$)		$v_{bx} = \pi \cdot D \cdot \frac{n}{60} \cdot \sin(\phi_a)$)
$v_{bz} = 0.153$	3 [m/s]			$v_{bx} = 0.049$ [m/s]	
$y = \begin{pmatrix} 0 \\ \frac{h}{3} \\ \frac{2 \cdot h}{3} \\ h \end{pmatrix}$	$\frac{1}{2}$				
γPunkt _Z =	$=\frac{\mathbf{v}_{bz}}{h}-3\left($	$\frac{v_{bz}}{h} - \frac{2 \cdot Volur}{h}$	$\frac{\text{nenstrom}}{2} \cdot b $ $\left(1 \right)$	$1 - 2 \cdot \frac{y}{h}$	
γ Punkt _X :	$= -2 \cdot \frac{\mathbf{v}_{bx}}{\mathbf{h}} \cdot \left(\frac{\mathbf{v}_{bx}}{\mathbf{h}} \cdot \mathbf{v}_{bx} \right)$	$\left(1-3\cdot\frac{y}{h}\right)$			
γPunkt =	$\sqrt{\gamma Punkt_x^2}$	+ $\gamma Punkt_z^2$			
γPunkt =	(34.784 37.095 79.893 127.399)	[1/s]			
γPunkt _{Mitt}	$rel = \frac{\gamma Punk}{rel}$	$t_0 + \gamma Punkt_1 + 4$	γPunkt ₂ + γł	Punkt ₃	

Berechnung der Viskosität anhand des Potenzansatzes: (k und n wurden am HKR ermittelt)

 $n_{HKR} = 0.164314$ $k_{HKR} = 65047.82$

$$\eta = k_{\text{HKR}} \gamma Punkt_{\text{Mittel}}^{n}$$

$$\eta = 1.872 \times 10^3$$
 [Pas]

$$p_{d}(z) = \int_{0}^{z} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - Volumenstrom\right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$

$$p_d(Z) = 4.15 \times 10^7$$
 [Pa]

$$W_{\text{Dosieren}}(z) = A_{\text{Kanal}} \cdot \int_{0}^{z} p_{d}(z) dz$$

$$z = 0,0.001..0.539$$



$$W_{\text{Dosieren}}(Z) = 1.292 \times 10^3 \text{ [J]}$$

 $P_{\text{Dosieren}}(z) = \frac{W_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Dosierzeit}}$

$$P_{\text{Dosieren}}(Z) = 12.86$$
 [W]

P_{Dosieren} entspricht der Scherleistung beim Dosieren

 $P_{\text{Dosieren}_m.}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Massenstrom} \cdot 3600}$

 $P_{\text{Dosieren_m.}}(Z) = 0.729$ [Wh/kg]

Hydraulikdruck und Schneckenweg :



 $S = 32 \cdot 10^{-3} [m]$

Einspritzzeit = 0.9[S]



$$A_{S} = \frac{D^{2} \cdot \pi}{4}$$

 $p_{\rm H}(s) = -4.312278816522240 \times 10^{15} \cdot s^5 + 2.59692562022400 \times 10^{14} \cdot s^4 + 9.1970787635 \times 10^{11} \cdot s^3 - 3.46364049008 \times 10^{11} \cdot s^2 + 8.122763955 \times 10^9 \cdot s^6$

$$W_{\text{Einspritzen}}(s) = A_{\text{S}} \cdot \int_{0}^{\text{S}} p_{\text{H}}(s) \, ds$$

 $W_{\text{Einspritzen}}(S) = 2.525 \times 10^{3} [J]$

 $P_{Einspritzen}(S) = \frac{W_{Einspritzen}(S)}{Einspritzeit}$

 $P_{\text{Einspritzen}}(S) = 2.806 \times 10^3$ [W]

Berechnung der Scherenergie beim Spritzgießen PEC Zugstab

Schneckengeometrie von ENGEL AUSTRIA GmbH

Ermittlung des Volumenstromes (Volumenstrom.xls):

Zeit [s]	Masse [kg]	m. [kg/s]	V. [m³/s]	Mittelwert m.[kg/s]	Mittelwert V.[m³/s]
100,4	0,513	5,1 1E -03	5,68E-06	4,90E-03	5,45E-06
100,5	0,487	4,8 5E -03	5,38E-06		
100,6	0,478	4,7 5E -03	5,28E-06		

n = 68	[1/min]	Dosierzeit = 100.5 [s]	
Volumenstro	$m = 5.45 \cdot 10^{-6} m^3/s$]	Massenstrom = $4.9 \cdot 10^{-3}$	[kg/s]

$$\mathbf{v}_{bz} = \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathbf{n}}{60} \cdot \cos(\phi_a)$$

$$\mathbf{v}_{bx} = \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathbf{n}}{60} \cdot \sin(\phi_a)$$

$$\mathbf{v}_{bz} = 0.153 \quad [\text{m/s}]$$

$$\mathbf{v}_{bx} = 0.049 \quad [\text{m/s}]$$

$$\mathbf{y} = \begin{pmatrix} \mathbf{0} \\ \frac{\mathbf{h}}{\mathbf{3}} \\ \frac{\mathbf{2} \cdot \mathbf{h}}{\mathbf{3}} \\ \mathbf{h} \end{pmatrix}$$

$$\gamma Punkt_{z} = \frac{v_{bz}}{h} - 3\left(\frac{v_{bz}}{h} - \frac{2 \cdot Volumenstrom}{h^{2} \cdot b}\right) \cdot \left(1 - 2 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma Punkt_{x} = -2 \cdot \frac{v_{bx}}{h} \cdot \left(1 - 3 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma Punkt = \sqrt{\gamma Punkt_{X}^{2} + \gamma Punkt_{Z}^{2}}$$

$$\gamma Punkt = \begin{pmatrix} 34.784 \\ 37.095 \\ 79.893 \\ 127.399 \end{pmatrix}$$
[1/s]

$$\gamma Punkt_{Mittel} = \frac{\gamma Punkt_0 + \gamma Punkt_1 + \gamma Punkt_2 + \gamma Punkt_3}{4}$$

Berechnung der Viskosität anhand des Potenzansatzes: (k und n wurden am HKR ermittelt)

 $n_{HKR} = 0.164314$ $k_{HKR} = 65047.82$

$$\eta = k_{HKR} \cdot \gamma Punkt_{Mittel}^{n_{HKR}-1}$$

$$\eta = 1.872 \times 10^3$$
 [Pas]

$$p_{d}(z) = \int_{0}^{z} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - Volumenstrom \right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$

$$p_d(Z) = 4.15 \times 10^7$$
 [Pa]

$$W_{\text{Dosieren}}(z) = A_{\text{Kanal}} \cdot \int_{0}^{z} p_{d}(z) dz$$

z = 0, 0.001..0.539



$$W_{\text{Dosieren}}(Z) = 1.292 \times 10^{3} \quad \text{[J]}$$
$$P_{\text{Dosieren}}(z) = \frac{W_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Dosierzeit}}$$

$$P_{\text{Dosieren}}(Z) = 12.86$$
 [W]

P_{Dosieren} entspricht der Scherleistung beim Dosieren

$$P_{\text{Dosieren}_m.}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Massenstrom} \cdot 3600}$$

$$P_{\text{Dosieren m.}}(Z) = 0.729$$
 [Wh/kg]

Hydraulikdruck und Schneckenweg :



$$S = 32 \cdot 10^{-3}$$
 [m]

Einspritzzeit = 0.9 [s]



$$A_{S} = \frac{D^{2} \cdot \pi}{4}$$

 $p_{H}(s) = 2.395874676932610 \times 10^{15} s^{5} - 2.19922545610752 \times 10^{14} s^{4} + 1.213547993 \times 10^{13} s^{3} - 4.32567244969 \times 10^{11} s^{2} + 8.167807318 \times 10^{9} s^{10} s^{$

$$W_{\text{Einspritzen}}(S) = 2.531 \times 10^3 \text{ [J]}$$

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = \frac{W_{\text{Einspritzen}}(S)}{\text{Einspritzeit}}$$

 $P_{\text{Einspritzen}}(S) = 2.812 \times 10^3$ [W]

Berechnung der Scherenergie beim Spritzgießen PP Zugstab

Schneckengeometrie von ENGEL AUSTRIA GmbH



Abbildung der Schneckengeometrie aus Vorlesungsunterlagen der Kunststoffverarbeitung II [18]

$$\tan \phi_{a} = \frac{t}{\pi \cdot D}$$

$$\tan \phi_{a} = 0.318$$

$$\phi_{a} = \operatorname{atan}(\tan \phi_{a})$$

$$\phi_{a} = 17.657 \operatorname{Grad}$$

$$b = \pi \cdot D \cdot \sin(\phi_{a}) - e$$

$$C = \frac{L_{Meteringzone}}{\sin(\phi_{a})}$$

$$Z = 0.593 \quad [m]$$

 $A_{Kanal} = b \cdot h$

Ermittlung des Volumenstromes (Volumenstrom.xls):

Zeit [s]	Masse [kg]	m. [kg/s]	V. [m³/s]	Mittelwert m.[kg/s]	Mittel wert V.[m³/s]
100,4	0,513	5,1 1E -03	5,68E-06	4,90E-03	5,45E-06
100,5	0,487	4,8 5E -03	5,38E-06		
100,6	0,478	4,7 5E -03	5,28E-06		

$$n = 68$$
 [1/min] Dosierzeit = 100.5 [S]

Volumenstrom = $5.45 \cdot 10^{-6} \text{m}^3/\text{s}$]

Massenstrom = $4.9 \cdot 10^{-3}$ [kg/s]

$$\begin{split} \mathbf{v}_{bz} &= \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{n}{60} \cdot \cos(\phi_a) \\ \mathbf{v}_{bz} &= 0.153 \quad \text{[m/s]} \end{split} \qquad \qquad \mathbf{v}_{bx} &= \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{n}{60} \cdot \sin(\phi_a) \\ \end{split}$$

$$\mathbf{y} = \begin{pmatrix} \mathbf{0} \\ \frac{\mathbf{h}}{3} \\ \frac{2 \cdot \mathbf{h}}{3} \\ \mathbf{h} \end{pmatrix}$$

$$\gamma \text{Punkt}_{Z} = \frac{\mathbf{v}_{bZ}}{h} - 3\left(\frac{\mathbf{v}_{bZ}}{h} - \frac{2 \cdot \text{Volumenstrom}}{h^{2} \cdot b}\right) \cdot \left(1 - 2 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma Punkt_{x} = -2 \cdot \frac{v_{bx}}{h} \cdot \left(1 - 3 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma Punkt = \sqrt{\gamma Punkt_{x}^{2} + \gamma Punkt_{z}^{2}}$$

$$\gamma Punkt = \begin{pmatrix} 34.784 \\ 37.095 \\ 79.893 \\ 127.399 \end{pmatrix}$$
[1/s]

$$\gamma Punkt_{Mittel} = \frac{\gamma Punkt_0 + \gamma Punkt_1 + \gamma Punkt_2 + \gamma Punkt_3}{4}$$

Berechnung der Viskosität anhand des Potenzansatzes: (k und n wurden am HKR ermittelt)

$$n_{HKR} = 0.231104$$

$$k_{HKR} = 35798.41$$

$$\eta = k_{HKR} \cdot \gamma Punkt_{Mittel}^{n_{HKR}-1}$$

$$\eta = 1.368 \times 10^{3}$$
 [Pas]

$$p_{d}(z) = \int_{0}^{z} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - \text{Volumenstrom} \right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$

$$p_d(Z) = 3.033 \times 10^7$$
 [Pa]

$$W_{\text{Dosieren}}(z) = A_{\text{Kanal}} \int_{0}^{z} p_{d}(z) dz$$

$$z = 0, 0.001..0.539$$



$$W_{\text{Dosieren}}(Z) = 944.461$$
 [J]

 $P_{\text{Dosieren}}(z) = \frac{W_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Dosierzeit}}$

$$P_{\text{Dosieren}}(Z) = 9.398$$
 [W]

P_{Dosieren} entspricht der Scherleistung beim Dosieren

 $P_{\text{Dosieren}_m.}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Massenstrom} \cdot 3600}$

 $P_{\text{Dosieren}_m}(Z) = 0.533$ [Wh/kg]

Hydraulikdruck und Schneckenweg :







$$A_{S} = \frac{D^{2} \cdot \pi}{4}$$

$$p_{H}(s) = -3.466 \times 10^{15} s^{5} + 3.414 \times 10^{14} \cdot s^{4} - 7.207 \times 10^{12} \cdot s^{3} - 1.658 \times 10^{11} \cdot s^{2} + 7.375 \times 10^{9} \cdot s^{10}$$

$$W_{\text{Einspritzen}}(s) = A_{\text{S}} \cdot \int_{0}^{\text{S}} p_{\text{H}}(s) \, ds$$

$$W_{\text{Einspritzen}}(S) = 752.068$$
 [J]
 $P_{\text{Einspritzen}}(S) = \frac{W_{\text{Einspritzen}}(S)}{\text{Einspritzeit}}$

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = 1.88 \times 10^3$$
 [W]

Einspritzleistung und Dosierleistung gehört normiert auf Massendurchsatz und Verweilzeit normiert

ξ [kg/m³]	Masse [kg]	V [m³]	m. [kg/s]	m. [kg /h]
900	0 293 2, 0	3,257 78E-05	0,032577778	117,28

 $m_{Punkt} = 117 \text{ [kg/h]}$

 $P_{Einspritzen_m.} = \frac{P_{Einspritzen}(S)}{m_{Punkt}}$

 $P_{Einspritzen_m.} = 16.07$ [Wh/kg]

 $P_{ges_m.} = P_{Einspritzen_m.} + P_{Dosieren_m.}(Z)$

 $P_{ges_m.} = 16.603$ [Wh/kg]

Berechnung der Scherenergie beim Spritzgießen PPM Zugstab

Schneckengeometrie von ENGEL AUSTRIA GmbH

 $A_{Kanal} = b \cdot h$

Ermittlung des Volumenstromes (Volumenstrom.xls):

Zeit [s] Masse [kg] n 100,4 0,513 5 100,5 0,487 4 100,6 0,478 4	n. [kg/s] 5,1 1E -03 4,8 5E -03 4,7 5E -03	V. [m³/s] 5,68E-06 5,38E-06 5,28E-06	Mittel wert m.[kg/s] 4,90E-03	Mittel wert V.[m³/s] 5,45E-06			
n = 68 [1/min]			Dosierzeit = 100.5	[s]			
Volumenstrom = $5.45 \cdot 1$	0 ⁻⁶ m³/s]		Massenstrom $= 4.9$	10 ⁻³ [kg/s]			
$\mathbf{v}_{bz} = \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathbf{n}}{60} \cdot \cos(\phi_a)$			$\mathbf{v}_{bx} = \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathbf{n}}{60} \cdot \sin(\phi_a)$				
$v_{bz} = 0.153$ [m/s]		$v_{bx} = 0.049$ [m/s]					
$\mathbf{y} = \begin{pmatrix} 0 \\ \frac{\mathbf{h}}{3} \\ \frac{2 \cdot \mathbf{h}}{3} \\ \mathbf{h} \end{pmatrix}$							
$\gamma \text{Punkt}_{Z} = \frac{v_{bZ}}{h} - 3\left(\frac{v_{bZ}}{h} - \frac{2 \cdot \text{Volumenstrom}}{h^{2} \cdot b}\right) \cdot \left(1 - 2 \cdot \frac{y}{h}\right)$							
$\gamma Punkt_{x} = -2 \cdot \frac{v_{bx}}{h} \cdot \left(1 - 3 \cdot \frac{y}{h}\right)$							
$\gamma Punkt = \sqrt{\gamma Punkt_x^2 + \gamma Punkt_z^2}$							
$\gamma \text{Punkt} = \begin{pmatrix} 34.784 \\ 37.095 \\ 79.893 \\ 127.399 \end{pmatrix} $ [1/s]							
$\gamma Punkt_{Mittel} = \frac{\gamma Punkt_0 + \gamma Punkt_1 + \gamma Punkt_2 + \gamma Punkt_3}{4}$							

Berechnung der Viskosität anhand des Potenzansatzes: (k und n wurden am HKR ermittelt)

$$n_{HKR} = 0.231104$$

 $k_{HKR} = 35798.41$

$$\eta = k_{HKR} \cdot \gamma Punkt_{Mittel}^{n}$$

$$\eta = 1.368 \times 10^3$$
 [Pas]

$$p_{d}(z) = \int_{0}^{z} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - \text{Volumenstrom} \right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$

$$p_d(Z) = 3.033 \times 10^7$$
 [Pa]

$$W_{\text{Dosieren}}(z) = A_{\text{Kanal}} \int_{0}^{z} p_{d}(z) dz$$

$$z = 0, 0.001 \dots 0.539$$



$$W_{\text{Dosieren}}(Z) = 944.461$$
 [J]

$$P_{\text{Dosieren}}(z) = \frac{W_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Dosierzeit}}$$

$$P_{\text{Dosieren}}(Z) = 9.398$$
 [W]

P_{Dosieren} entspricht der Scherleistung beim Dosieren

$$P_{\text{Dosieren}_m}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Massenstrom} \cdot 3600}$$

$$P_{\text{Dosieren m.}}(Z) = 0.533$$
 [Wh/kg]

Hydraulikdruck und Schneckenweg :





 $p_{H}(s) = 1.201 \times 10^{16} s^{5} - 1.93 \times 10^{15} s^{4} + 4.768 \times 10^{13} s^{3} - 5.737 \times 10^{11} s^{2} + 6.874 \times 10^{9} s + 2.78 \times 10^{6}$

$$W_{\text{Einspritzen}}(s) = A_{\text{S}} \cdot \int_{0}^{\text{S}} p_{\text{H}}(s) \, ds$$

$$W_{\text{Einspritzen}}(S) = 720.812$$
 [J]

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = \frac{W_{\text{Einspritzen}}(S)}{\text{Einspritzeit}}$$

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = 1.802 \times 10^3$$
 [W]

Berechnung der Scherenegie beim Spritzgießen PPC Zugstab

Schneckengeometrie von ENGEL AUSTRIA GmbH



Abbildung der Schneckengeometrie aus Vorlesungsunterlagen der Kunststoffverarbeitung II [18]

$$\tan \phi_{a} = \frac{t}{\pi \cdot D}$$

$$\tan \phi_{a} = 0.318$$

$$\phi_{a} = \operatorname{atan}(\tan \phi_{a})$$

$$\phi_{a} = 17.657 \operatorname{Grad}$$

$$b = \pi \cdot D \cdot \sin(\phi_{a}) - e$$

$$C = \frac{L_{Meteringzone}}{\sin(\phi_{a})}$$

$$C = 0.593 \quad [m]$$

 $A_{Kanal} = b \cdot h$

Ermittlung des Volumenstromes (Volumenstrom.xls):

Zeit [s]	Masse [kg]	m. [kg/s]	V. [m³/s]	Mittel wert m. [kg/s]	Mittelwert V.[m³/s]
100,4	0,513	5,1 1E -03	5,68E-06	4,90E-03	5,45E-06
100,5	0,487	4,85E-03	5,38E-06		
100,6	0,478	4,7 5E -03	5,28E-06		

$$n = 68$$
 [1/min] Dosierzeit = 100.5 [S]

Volumenstrom = $5.45 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$]

Massenstrom =
$$4.9 \cdot 10^{-3}$$
 [kg/s]

$$\begin{split} \mathbf{v}_{bz} &= \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{n}{60} \cdot \cos(\phi_a) & \mathbf{v}_{bx} &= \pi \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{n}{60} \cdot \sin(\phi_a) \\ \mathbf{v}_{bz} &= 0.153 \quad \text{[m/s]} & \mathbf{v}_{bx} &= 0.049 \quad \text{[m/s]} \end{split}$$

$$\mathbf{y} = \begin{pmatrix} \mathbf{0} \\ \frac{\mathbf{h}}{3} \\ \frac{2 \cdot \mathbf{h}}{3} \\ \mathbf{h} \end{pmatrix}$$

$$\gamma Punkt_{Z} = \frac{v_{bZ}}{h} - 3\left(\frac{v_{bZ}}{h} - \frac{2 \cdot Volumenstrom}{h^{2} \cdot b}\right) \cdot \left(1 - 2 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma Punkt_{X} = -2 \cdot \frac{v_{bX}}{h} \cdot \left(1 - 3 \cdot \frac{y}{h}\right)$$

$$\gamma Punkt = \sqrt{\gamma Punkt_{X}^{2} + \gamma Punkt_{Z}^{2}}$$

$$\gamma Punkt = \begin{pmatrix} 34.784\\ 37.095\\ 79.893\\ 127.399 \end{pmatrix}$$
[1/s]

$$\gamma Punkt_{Mittel} = \frac{\gamma Punkt_0 + \gamma Punkt_1 + \gamma Punkt_2 + \gamma Punkt_3}{4}$$

Berechnung der Viskosität anhand des Potenzansatzes: (k und n wurden am HKR ermittelt)

$$n_{HKR} = 0.231104$$

 $k_{HKR} = 35798.41$
 $\eta = k_{HKR} \cdot \gamma Punkt_{Mittel}$

$$\eta = 1.368 \times 10^3$$
 [Pas]

$$p_{d}(z) = \int_{0}^{z} \left(\frac{b \cdot h \cdot v_{bz}}{2} - Volumenstrom \right) \cdot \frac{12 \cdot \eta}{b \cdot h^{3}} dz$$

$$p_d(Z) = 3.033 \times 10^7$$
 [Pa]

$$W_{\text{Dosieren}}(z) = A_{\text{Kanal}} \int_{0}^{z} p_{d}(z) dz$$

$$z = 0, 0.001..0.539$$



$$W_{\text{Dosieren}}(Z) = 944.461 \qquad [J]$$

$$P_{\text{Dosieren}}(z) = \frac{W_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Dosierzeit}}$$

$$P_{\text{Dosieren}}(Z) = 9.398$$
 [W]

P_{Dosieren} entspricht der Scherleistung beim Dosieren

 $P_{\text{Dosieren}_m.}(z) = \frac{P_{\text{Dosieren}}(z)}{\text{Massenstrom} \cdot 3600}$

 $P_{\text{Dosieren}_m}(Z) = 0.533$ [Wh/kg]




$$A_{S} = \frac{D^{2} \cdot \pi}{4}$$

 $p_{H}(s) = -2.824 \times 10^{17} \cdot s^{5} + 8.691 \times 10^{15} \cdot s^{4} - 8.65 \times 10^{13} \cdot s^{3} + 1.029 \times 10^{11} \cdot s^{2} + 5.647$

$$W_{\text{Einspritzen}}(s) = A_{\text{S}} \cdot \int_{0}^{\text{S}} p_{\text{H}}(s) \, ds$$

$$W_{\text{Einspritzen}}(S) = 702.647$$
 [J]

$$P_{\text{Einspritzen}}(S) = \frac{W_{\text{Einspritzen}}(S)}{\text{Einspritzeit}}$$

 $P_{\text{Einspritzen}}(S) = 1.757 \times 10^3$ [W]

8.3 Errechnete Scherleistung bei der Folienextrusion

Die nachfolgenden Tabellen zeigen die mit Excel errechneten Scherleistungen bei der Folienextrusion.

	P[W]	Motorstrom [A]	Drehzahl [1/min]
F-PE	605,00	4,5	11
F-PEC5	605,00	4,9	11
F-PEM5	605,00	5,1	11

	Massedruck [bar]	dV/dt [m³/s]	∆p*dV/dt [W]
F-PE	234	3,5975E-07	8,42
F-PEC5	232	2,73141E-07	6,34
F-PEM5	243	2,73141E-07	6,64

	Scherleistung= dm/dt *∆h [W]	Scherleistung/Durchsatz [Wh/kg]	Scherenergie/Verweilzeit [W/kg]
F-PE	596,58	480	1707
F-PEC5	598,66	462	1642
F-PEM5	598,36	462	1641

8.4 Errechnete Scherleistung bei der Rohrextrusion

Die nachfolgenden Tabellen zeigen die mit Excel errechneten Scherleistungen bei der Rohrextrusion.

	P[%]	P[W]	Drehzahl [1/min]	Massendruck [bar]
R-PE	47,38	8528,4	35,87	98,1
R-PEC5	50,57	9102,6	40,89	105
R-PEM5	53,87	9696,6	40,89	100,9
R-PP	54,59	9826,2	35,9	60,9
R-PPC5	47,42	8535,6	35,92	52,3
R-PPM5	51,42	9255,6	35,89	57,8

	dV/dt [m³/s]	∆p*dV/dt [W]	Scherleistung= dm/dt *∆h [W]	Scherleistung/Durchsatz [Wh/kg]
R-PE	6,64E-06	65,18223562	8463,22	369
R-PEC5	7,38E-06	77,51879873	9025,08	258
R-PEM5	7,38E-06	74,49187421	9622,11	275
R-PP	6,64E-06	40,46481294	9785,74	455
R-PPC5	6,64E-06	34,75057006	8500,85	276
R-PPM5	6,64E-06	38,40502771	9217,19	299

	Scherleistung [W/kg]	Abzugsgeschwindigkeit [m/min]	dm/dt [kg/s]	ρ [kg/m³]
R-PE	6630	0,9	6,37E-03	959
R-PEC5	4630	1	9,73E-03	1318
R-PEM5	4936	1	9,73E-03	1318
R-PP	8168	0,9	5,98E-03	900
R-PPC5	4954	0,9	8,56E-03	1289
R-PPM5	5372	0,9	8,56E-03	1289

	dV/dt [m³/s]	Verweilzeit
R-PE	6,64E-06	
R-PEC5	7,38E-06	
R-PEM5	7,38E-06	
R-PP	6,64E-06	193
R-PPC5	6,64E-06	198
R-PPM5	6,64E-06	210