



Masterarbeit

# **Simulationsgestützte Schneckengeometrie- optimierung für die Herstellung von nanoverstärkten Polypropylencompounds**

verfasst von

Joachim Winkler-Ebner, BSc

Matr. Nr.: 0935034

eingereicht am

Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen (SGK)  
in Kooperation mit dem Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung (KV)



Vorstand: Univ.-Prof. Dr. Walter Friesenbichler

Betreuer:

Dipl.-Ing. Markus Battisti (SGK)

Dipl.-Ing. Stephan Schuschnigg (KV)

Leoben, November 2014

## **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.

## **AFFIDAVIT**

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

20.11.2014

Datum

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Julian Winkel". The signature is written in a cursive style and is positioned above a horizontal line.

Unterschrift

## **DANKSAGUNG**

Ich möchte mich sehr herzlich bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Walter Friesenbichler bedanken, der es mir ermöglicht hat, diese Masterarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen in Kooperation mit dem Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben durchzuführen.

Zudem gebührt mein Dank Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Clemens Holzer, der dem Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung vorsteht.

Des Weiteren gilt mein Dank natürlich meinen Betreuern Herrn Dipl.-Ing. Markus Battisti und Herrn Dipl.-Ing. Stephan Schuschnigg, die aufgrund ihres Fachwissens wichtige Ansprechpartner waren und mich während der gesamten Arbeit tatkräftig unterstützten.

Außerdem gebührt mein Dank Herrn Eduard Leitner, der mir bei der Arbeit am Spritzgießcompounder mit Rat und Tat zur Seite stand.

## Kurzfassung

Nanoverstärkte Kunststoffe werden eingesetzt, um mechanische, thermische und rheologische Eigenschaftsverbesserungen zu erzielen. Sie werden häufig mit gleichläufig kämmenden Doppelschneckenextrudern verarbeitet, wobei die Schneckengeometriekonfiguration oft die zentrale Größe zur Optimierung und Auslegung darstellt.

Ziel dieser Masterarbeit war es, durch den Einsatz der CFD-Simulationssoftware Polyflow der Firma Ansys Inc. eine bestehende Schneckengeometrie für die Verarbeitung von zwei unterschiedlichen PP-Nanocompounds im Hinblick auf Schergeschwindigkeit, eingebrachte Scherenergie, Druck und Strömungsverhältnisse zu simulieren. Darüber hinaus sollten die simulierten Druckwerte direkt und die eingebrachte Scherenergie indirekt am Spritzgießcompounder in der Praxis überprüft werden. Außerdem sollte die bestehende Schneckengeometrie anhand der Simulationsergebnisse hinsichtlich Interkalierung und Exfolierung des Schichtsilikats optimiert werden. Für die optimierte Schneckengeometrie wurden die simulierten Druckwerte sowie die eingebrachte Scherenergie ebenfalls praktisch überprüft. Um die simulierten Werte der Scherenergie am Spritzgießcompounder auf ihre Relevanz zu untersuchen, wurden bei beiden Schneckengeometrien zwei Faktorstufen der Compounder-Schneckendrehzahl und des Compounder-Gegendrucks in einem vollfaktoriellen Versuchsplan kombiniert. Für alle Einstellungen dieses Versuchsplans wurden Zugprüfkörper und SAXS-Platten am Spritzgießcompounder produziert. Die Ergebnisse der Zugprüfungen wurden dann statistisch auf Korrelationen mit den Simulationsergebnissen geprüft.

Es zeigte sich, dass die simulierten Druckwerte vor allem bei den niedrigen Schneckendrehzahlen des Versuchsplans sowie bei erhöhten Durchsätzen sehr genau mit den realen Drücken übereinstimmten, was die Plausibilität der Simulation im Allgemeinen bestätigt. Die statistisch ausgewerteten Zugfestigkeiten korrelierten ebenfalls sehr gut mit den simulierten Scherenergien der beiden Schneckengeometrien und konnten mit den SAXS-Messungen großteils bestätigt werden. Die simulierten Scherenergien wie auch die Zugfestigkeiten waren bei erhöhter Schneckendrehzahl signifikant höher. Die niedrigeren Scherenergiwerte der optimierten Schneckengeometrie spiegelten sich fast bei allen Zugprüfungen in niedrigeren Zugfestigkeitswerten wider. Dadurch wird die Annahme widerlegt, dass ein höherer Wert der minimalen Verweilzeit eine geringere Scherenergie der Schneckengeometrie für die untersuchten Bedingungen ausgleichen könnte.

## **Abstract**

Nano-reinforced polymers are used to improve mechanical, thermal and rheological properties. They are often processed with co-rotating, intermeshing twin-screw extruders, at which the screw geometry configuration often represents the key parameter for the optimization and layout.

The aim of this master thesis was to use the CFD-simulation software Polyflow from Ansys Inc. to simulate an existing screw geometry for the processing of two different PP nanocompounds in terms of shear rate, introduced shear energy, pressure and flow conditions. Furthermore, the simulated pressure values should be verified directly and the introduced shear energy should be verified indirectly at the injection molding compounder under practical conditions. In addition, the existing screw geometry should be optimized regarding intercalation and exfoliation of the layered silicate based on the simulation results. For the optimized screw geometry, the simulated pressure values as well as the introduced shear energy were also verified in practice. To examine the simulated values of the shear energy for their relevance at the injection molding compounder, for both screw geometries two factor levels of compounder screw speed and compounder back pressure were combined in a full factorial DoE. For all settings of this DoE, tensile specimens and SAXS plates were produced at the injection molding compounder. The results of the tensile tests were then statistically tested for correlations with the simulation results.

It was found that the simulated pressure values, especially at low screw speeds as well as at elevated flow rates, corresponded excellently to the pressure values from practical experience. This confirms the plausibility of the simulation in general. The statistically evaluated tensile strengths also correlated very well with the simulated shear energies of both screw geometries and could be largely confirmed by the SAXS measurements. The simulated shear energies as well as the tensile strengths were significantly higher at elevated screw speeds. The lower shear energy values of the optimized screw geometry led to lower tensile strength values in almost all tensile tests. This disproves the hypothesis that a lower shear energy could be compensated by a higher value of the minimum residence time for the conditions investigated.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>STAND DER TECHNIK .....</b>	<b>2</b>
2.1	POLYMERNANOCOMPOSITES .....	2
2.2	SPRITZGIEßCOMPOUNDIEREN .....	6
2.3	COMPUTERGESTÜTZTE SCHNECKENAUSLEGUNG.....	8
2.4	CHARAKTERISIERUNG VON SCHICHTSILIKAT-NANOCOMPOSITES .....	9
2.4.1	SAXS.....	10
2.4.2	TEM.....	11
2.5	COMPOUNDIEREN .....	12
2.6	GLEICHLÄUFIGER KÄMMENDER DOPPELSCHNECKENEXTRUDER .....	12
2.7	SCHNECKENGEOMETRIEN .....	13
2.7.1	Baukastenprinzip .....	14
2.7.2	Förderelemente .....	14
2.7.3	Plastifizierelemente .....	15
2.7.4	Mischelemente .....	17
<b>3</b>	<b>THEORETISCHE GRUNDLAGEN .....</b>	<b>18</b>
3.1	AUSGABEGRÖßEN DER SCHNECKENSIMULATION .....	18
3.1.1	Druck.....	18
3.1.2	Schergeschwindigkeit.....	18
3.1.3	Scherenergie .....	18
3.1.4	Mixing-Index .....	19
3.1.5	Temperatur .....	19
3.2	DIMENSIONSLOSE DARSTELLUNG DER SCHNECKENKENNLINIE .....	20
3.3	GLÜHRÜCKSTANDSMESSUNG .....	21
3.4	STATISTISCHE VERSUCHSPLANUNG - DESIGN OF EXPERIMENTS (DOE) .....	22
3.4.1	Vollfaktorieller Versuchsplan .....	22
3.4.2	Varianzanalyse (ANOVA) .....	22
<b>4</b>	<b>EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNG .....</b>	<b>25</b>
4.1	MATERIALIEN .....	25
4.1.1	Borealis PP BB412E.....	25
4.1.2	Borealis PP Bormed™ DM55pharm.....	25
4.1.3	BYK Scona TPPP 2112 GA .....	26
4.1.4	Rockwood Nanofil® 5 .....	27
4.1.5	Polypropylennanocompounds .....	27
4.2	VERWENDETE GERÄTE UND MESSVORRICHTUNGEN .....	27
4.2.1	Spritzgießcompounder .....	27
4.2.2	Standardschneckengeometrie und optimierte Schneckengeometrie.....	29
4.2.3	Vakuumpresse zur Plattenherstellung für die Viskositätsmessung.....	31
4.2.4	Geräte zur Stoffdatenmessung .....	31
4.2.5	Druckaufnehmer .....	32
4.2.6	Temperaturfühler .....	32
4.2.7	Druckkalibrator .....	32
4.2.8	Temperaturkalibrator .....	32
4.2.9	Zugprüfmaschine .....	33
4.2.10	SAXS-Messanlage .....	33
4.2.11	Software .....	33
4.3	VERSUCHSPLAN.....	34
4.3.1	Vorversuche .....	36
4.3.2	Stoffdatenmessung .....	39

## Inhaltsverzeichnis

---

4.3.3	Simulation .....	41
4.3.4	Praktische Versuche.....	50
<b>5</b>	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>	<b>62</b>
5.1	VORVERSUCHE.....	63
5.2	STOFFDATENMESSUNG .....	65
5.3	SCHNECKENGEOMETRIESIMULATION .....	67
5.3.1	Standardschnecke (PP DM55pharm pur, 8 kg/h, 55 U/min, 45 bar).....	67
5.3.2	Simulation der einzelnen Schneckenelemente .....	70
5.4	PRAKTISCHE VERSUCHE .....	94
5.4.1	Temperaturkontrolle .....	94
5.4.2	Druckvalidierung.....	97
5.4.3	Verweilzeitmessungen.....	102
5.4.4	Glührückstandsmessungen .....	105
5.4.5	Zugprüfungen .....	106
5.4.6	SAXS-Messungen .....	118
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>122</b>
<b>7</b>	<b>LITERATURANGABEN .....</b>	<b>124</b>
<b>8</b>	<b>ABKÜRZUNGEN UND SYMBOLE.....</b>	<b>127</b>
<b>9</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS .....</b>	<b>131</b>
<b>10</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS .....</b>	<b>133</b>
<b>11</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>136</b>

# 1 Einleitung und Zielsetzung

Nanoverstärkte Kunststoffe zählen weltweit zu den am intensivsten erforschten neuartigen Werkstoffklassen. Sie enthalten Partikel, bei denen zumindest eine Abmessung im Nanometerbereich liegt und werden vor allem eingesetzt, um mechanische, thermische und rheologische Eigenschaftsverbesserungen zu erzielen [28]. Durch den Einsatz von Schichtsilikaten, die während des Compoundier- und Verarbeitungsprozesses zu Nanopartikeln interkaliert und exfoliert werden und ein 3D-Netzwerk ausbilden, steigt unter anderem der Elastizitätsmodul [36].

Die Auslegung von Extrudern basiert häufig auf Erfahrung und „Trial and Error“. Durch den Softwareeinsatz zur Simulation des Prozessverhaltens von Extrudern kann sowohl der Kosten- als auch der Zeitaufwand entscheidend gesenkt werden [35]. Eine Optimierung des Extruders dient dazu, das Prozessverhalten so zu verändern, dass die Eigenschaften des Ausgangsmaterials verbessert werden und/oder das Verfahren wirtschaftlicher gestaltet werden kann. Durch die eingeschränkte Variabilität des Eingangsmaterials und der Prozessparameter stellt die Schneckengeometrieconfiguration häufig die zentrale Größe zur Optimierung und Auslegung von Gleichdrall-Doppelschneckenextrudern dar. Mathematische Modelle ermöglichen es, verschiedene Schneckenkonfigurationen und Betriebspunkte theoretisch zu testen und zu bewerten [35]. Mit Hilfe von CFD-Programmen (Computational Fluid Dynamics) können Berechnungen von strömenden Kunststoffschmelzen ausreichend genau durchgeführt werden [25].

Ziel dieser Arbeit war es, durch den Einsatz der CFD-Simulationssoftware Polyflow der Firma Ansys Inc. (Cecil Township, Pennsylvania, USA) eine bestehende Standardschnecken-geometrie für die Verarbeitung zweier unterschiedlicher PP-Nanocompounds im Hinblick auf Schergeschwindigkeit, eingebrachte Scherenergie, Druck und Strömungsverhältnisse zu simulieren und die aus der Simulation erhaltenen Ergebnisse des Druckes, welche die einzige direkte Validierungsmöglichkeit der Simulation darstellten, am Spritzgießcompounder der Montanuniversität Leoben in der Praxis zu überprüfen. Diesbezüglich sollten auch die Schneckenkennlinien bzw. Betriebspunkte aller eingesetzten Schneckenelemente simuliert werden. In weiterer Folge sollte eine andere, im Hinblick auf die Verarbeitung des Schichtsilikat-Nanocompounds optimierte Schneckengeometrie mit Hilfe der Simulationssoftware erstellt und ebenfalls simuliert und bewertet sowie in der Praxis getestet werden. Ziel der Schneckenoptimierung war vor allem die Verbesserung der Interkalierung und Exfolierung sowie der Einmischung des Schichtsilikats in das PP-Grundmaterial während des



## 2. Stand der Technik

---

Compoundierprozesses. Mit jeder der beiden Schneckengeometrien sollten theoretische und praktische Versuche mit zwei unterschiedlichen, mit 5 Gew.-% Schichtsilikat Nanofil® 5 gefüllten, PP-Typen durchgeführt werden. Um eine Optimierung hinsichtlich der Materialeigenschaften der Nanocompounds, vor allem der Interkalierung und Exfolierung des Schichtsilikats, zu überprüfen, wurden Zugprüfkörper und Prüfplatten im Spritzgießcompoundierprozess hergestellt und anschließend mittels Zugprüfungen und SAXS-Messungen untersucht. Diese erhaltenen Ergebnisse sollten letztlich mit den Ergebnissen der Simulation, insbesondere der simulierten Scherenergien, verglichen werden, um die Relevanz der Simulation zu bestätigen.

## 2 Stand der Technik

### 2.1 Polymernanocomposites

Polymernanocomposites (PNC) stellen jene Klasse von Polymerwerkstoffen dar, welche im Moment weltweit mit größtem Interesse untersucht wird. Sie setzen sich einerseits aus dem organischen Grundpolymer und andererseits aus den anorganischen Nanofüllstoffteilchen (es liegt zumindest eine Dimension der Längenabmessung im Nanometerbereich vor) zusammen. Die Nanofüllstoffteilchen werden durch die Verarbeitung so dispergiert, dass sie im Werkstoff einen Abstand von wenigen Nanometern zueinander aufweisen [24].

Das Besondere an den Nanofüllstoffen im Vergleich zu konventionellen Füllstoffen im Mikrometerbereich (Volumenanteil 20-60 %) ist ihre Eigenschaft, dass bereits geringe Volumenanteile (< 10 %) im Polymer eine außergewöhnliche Eigenschaftsverbesserung für industrielle Anwendungen aufweisen. So werden beispielsweise mechanische, optische und elektrische Eigenschaften positiv beeinflusst. Die Ursache für diese Verbesserung liegt zum einen daran, dass die Größenordnungen der Nanofüllstoffe und der Makromoleküle in der Polymermatrix ähnlich sind und damit bereits bei relativ geringem Nanofüllstoffanteil (< 10 %) die Abstände zwischen den Teilchen bis in den Nanometerbereich reduziert werden, zum anderen weisen Nanofüllstoffe große spezifische Oberflächen auf und ermöglichen so eine sehr gute Anbindung an die Polymermatrix [24]. Ein weiterer Geometriefaktor, welcher sich vor allem auf die Zug-, Reißfestigkeit und Steifigkeit auswirkt, ist der sogenannte Formfaktor (Längen-Dicken-Verhältnis). Der Formfaktor steht in enger Beziehung mit der spezifischen Oberfläche. Ein großes Längen-Dicken-Verhältnis geht mit einer großen spezifischen Oberfläche einher und führt so zu einer besseren Übertragung der auftretenden Lasten von der Matrix auf die Füllstoffpartikel [24].

## 2. Stand der Technik

---

Im Wesentlichen werden drei unterschiedliche Formen von Nanofüllstoffpartikeln unterschieden: Erstens sphärische Füllstoffe wie Fullerene mit einem Längen-Dicken-Verhältnis von 1, zweitens Füllstoffe mit Röhrenstruktur wie Carbon Nanotubes, welche ein Längen-Dicken-Verhältnis von über 10000 aufweisen können, und Füllstoffe mit Plättchenstruktur wie Schichtsilikate mit einem Längen-Dicken-Verhältnis von ungefähr 100 bis 500 [4]. Im Folgenden soll aufgrund der Relevanz für diese Arbeit näher auf die Gruppe der Schichtsilikate eingegangen werden.

Dabei sind vor allem einige der Eigenschaftsverbesserungen, welche durch Schichtsilikate nachgewiesen werden konnten, hervorzuheben [24]:

Verbesserte Steifigkeit, Festigkeit und Zähigkeit

Höhere Wärmeleitfähigkeit, thermische Beständigkeit sowie reduzierte Brennbarkeit

Die größte Gruppe stellen Schichtsilikate auf Smektit-Basis (Bentonit, Montmorillonit, Hectorit) dar, wobei Montmorillonit das in der Natur am häufigsten vorkommende Dreischichtsilikat ist. Wie in Abbildung 1 ersichtlich, wird auch im Falle von Montmorillonit, zur Gruppe der dioctaedrischen 2:1 Schichtsilikate zugehörig, eine oktaedrische  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - beziehungsweise  $\text{MgO}$ -Mittelschicht von zwei tetraedrischen  $\text{SiO}_2$ -Schichten flankiert. Die anionischen Ladungen der einzelnen Dreierschichten werden dabei mittels Kationen ( $\text{Ca}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ) zwischen den Dreierschichten kompensiert, wodurch sich der charakteristische Schichtaufbau des in der Natur vorkommenden Montmorillonit ergibt [24].

Schichtsilikate sind sehr hydrophil, wodurch sie Wassermoleküle einlagern und für sämtliche unpolare Polymere wie beispielsweise Polypropylen unverträglich sind. Dies hat zur Folge, dass die einzelnen Schichten unmodifizierter, natürlich vorkommender Schichtsilikate durch herkömmliche Verarbeitungsmethoden nur schwer getrennt werden können. Eine Möglichkeit um die Verarbeitung zu vereinfachen ist die organische Modifikation der Schichtsilikate. Dabei werden die Schichtsilikate durch Kationenaustausch in den Zwischenschichten in unpolaren Substanzen quellfähig und gleichzeitig wasserunlöslich gemacht, wobei die  $\text{Na}^+$ -Ionen der Zwischenschicht durch organische Kationen wie zum Beispiel Alkylammoniumionen ( $\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_n\text{-NH}_3^+$ ) oder Aminosäuren ( $\text{H}_3\text{N}^+(\text{CH}_2)_n\text{-COOH}$ ) ersetzt werden. Dadurch ist es unter Verwendung eines Quellungsmittels möglich, dass die einzelnen Schichten aufgespalten werden (Delamination) und Makromoleküle in die Zwischenräume eindringen können (Interkalation). Dieses Eindringen der Makromoleküle führt dazu, dass die Abstände zwischen den Schichten so vergrößert werden, dass es zum vollständigen Ablösen kommt (Exfolierung). Nach erfolgter Exfolierung ist es durch die über die Verarbeitung induzierte

## 2. Stand der Technik

Scherung möglich, die Silikatschichten zu dispergieren. Die Polymermoleküle werden im Verarbeitungsprozess fest auf der modifizierten Oberfläche entweder kovalent oder elektrostatisch verankert [24].

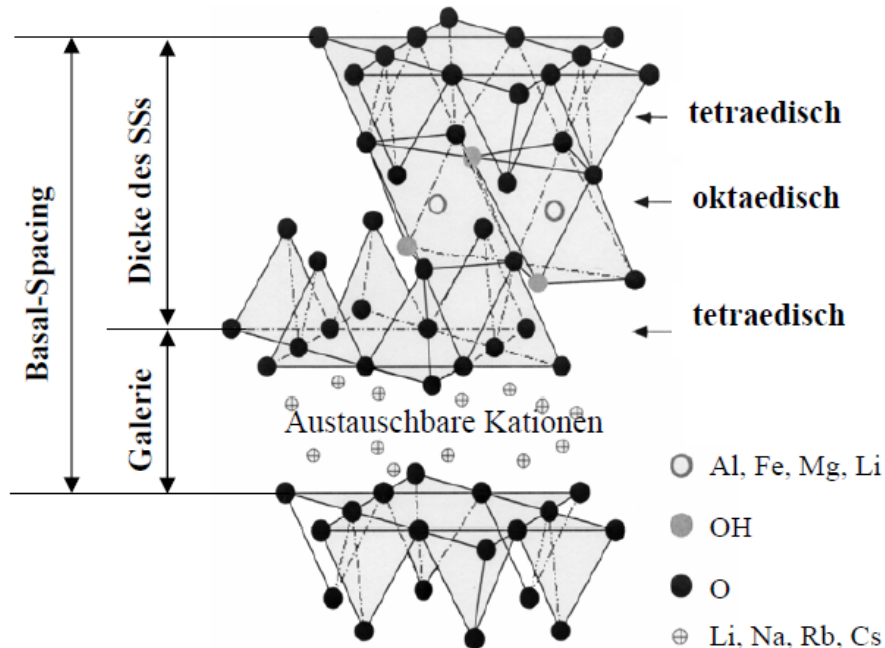


Abbildung 1: Schematische Struktur eines 2:1 Schichtsilikates (SSs) wie Montmorillonit [24]

Um das Polymernanocomposite herzustellen, gibt es drei verschiedene Möglichkeiten, die modifizierten Schichtsilikate in das Polymer einzuarbeiten: Es wird zwischen In-situ-Polymerisation, dem Lösungsmischen und dem Schmelzemischen unterschieden, wobei eine industrielle wirtschaftliche Anwendbarkeit, vor allem bei Polyolefinen, nur beim Schmelzemischen gegeben ist [24].

Charakteristisch für Schichtsilikate ist, insbesondere beim Schmelzemischen, dass sie zu Beginn der Verarbeitung pulverförmig mit Abmessungen im Mikrometerbereich vorliegen und erst im Laufe der Verarbeitung Abmessungen im Nanometerbereich annehmen. Beim Schmelzemischen wird das modifizierte Schichtsilikat direkt in die Polymermatrix im Rahmen eines Compoundierprozesses eingemischt. Dabei wird durch die Scherung eine Einlagerung der Makromoleküle zwischen die Silikatschichten sowie eine teilweise Interkalierung/Exfolierung und damit Dispergierung der Schichten erreicht. In einem Polymernanocomposite liegen im Normalfall sowohl interkalierte als auch exfolierte Schichtsilikate vor. Der Mechanismus der Interkalation und Exfolierung wird anhand der Herstellung eines Polypropylenanocomposites erläutert und in Abbildung 2 dargestellt [24], da auch im Rahmen dieser Arbeit zwei Polypropylentypen untersucht wurden.

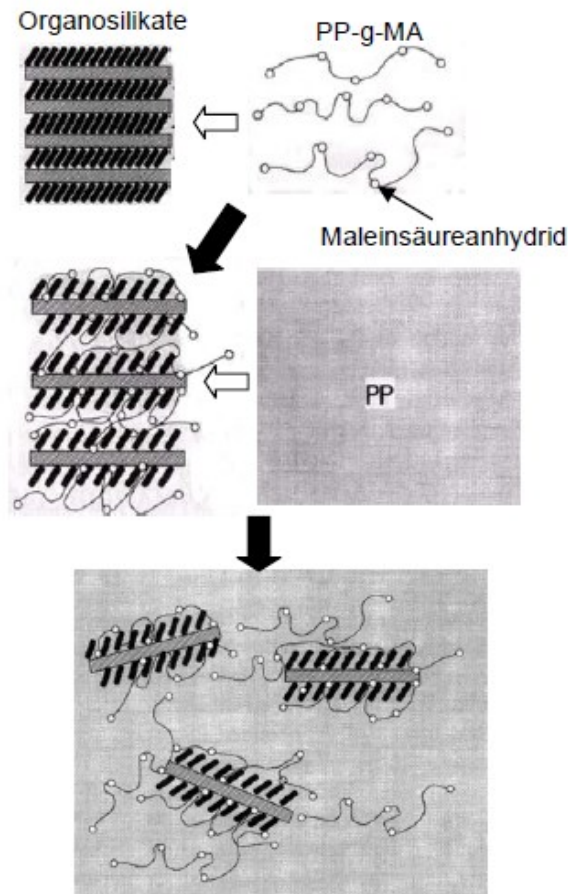


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Herstellung eines PP-Nanocomposites [24]

Das zentrale Problem beim Einarbeiten von organophilisierten Schichtsilikaten in eine Polypropylenmatrix stellt die unpolare Hauptkette des Polypropylens dar. Um dieses Problem zu lösen, müssen Compatibilizer (Polyolefinoligomere mit polaren Gruppen wie  $-OH$  oder  $-COOH$ ) verwendet werden, die sowohl mit dem Polypropylen verträglich sind, als auch eine Interkalation des Schichtsilikats ermöglichen. Im folgenden theoretischen Beispiel wird, wie auch in den praktischen Versuchen dieser Arbeit, ein Maleinsäureanhydrid ge-graftetes Polypropylenoligomer (PP-g-MA) als Compatibilizer verwendet. Im ersten Schritt wird eine Interkalation durch die starke Wasserstoffbrückenbindung zwischen den Maleinsäureanhydridgruppen und den in den Einzelschichten eingelagerten Sauerstoffmolekülen hervorgerufen, welche eine Abnahme der Van-der-Waals-Wechselwirkung zwischen den einzelnen Schichten zur Folge hat. Durch die vorhandene Scherung kommt es in weiterer Folge zu einem Einarbeiten der PP-g-MA-Oligomere in die PP-Matrix und zu einer teilweisen Exfolierung und Dispergierung der Silikatschichten [24].

### 2.2 Spritzgießcompoundieren

Spritzgießcompoundieren (SGC) ist, wie der Name schon sagt, eine Kombination aus dem Compoundier- und dem Spritzgießprozess, wobei die Besonderheit darin liegt, dass eine Kopplung zwischen dem kontinuierlichen Prozess des Compoundierens und dem diskontinuierlichen Prozess des Spritzgießens besteht. Das bedeutet, dass aus den ursprünglichen Formmassen in Form von Granulaten, Pulvern oder Flüssigkeiten direkt, also mit nur einem Aufschmelzvorgang, das Formteil hergestellt werden kann. Dazu sind der Compounder und die Spritzgießmaschine über eine Schmelzeleitung miteinander verbunden, wobei durch einen Schmelzespeicher gewährleistet ist, dass eine Pufferung der Schmelze stattfinden kann, sodass der kontinuierliche und der diskontinuierliche Prozess gleichzeitig ablaufen können (siehe Abbildung 3). Sämtliche Compoundierversuche im Rahmen dieser Arbeit wurden am Spritzgießcompounder der Montanuniversität Leoben, im Wesentlichen bestehend aus der Spritzgießmaschine ENGEL e-motion 740/180 T und der Compoundieranlage Leistriz ZSE 27 MAXX 44-52D, durchgeführt (siehe Abbildung 4).

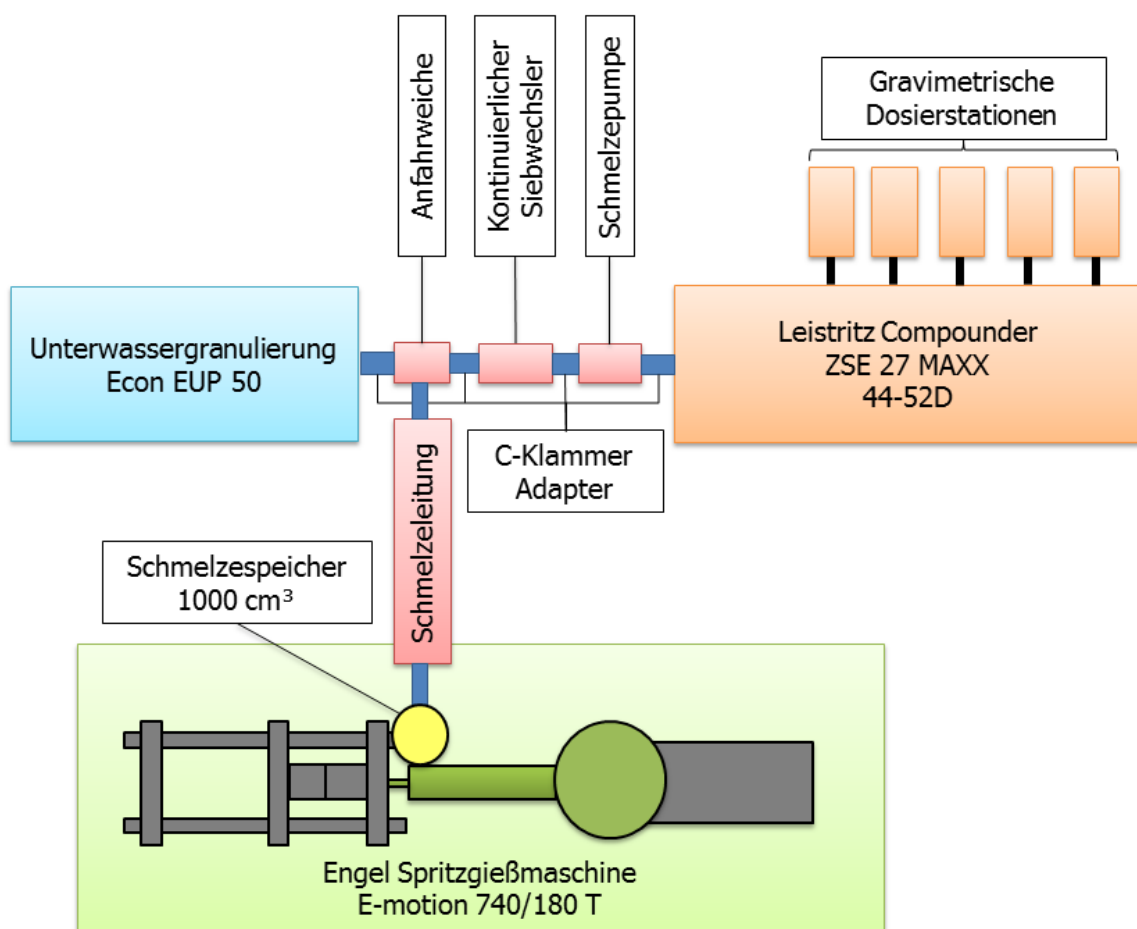


Abbildung 3: Anlagenkonfiguration des Spritzgießcompounders

## 2. Stand der Technik

---



*Abbildung 4: Spritzgießcompounder des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen an der Montanuniversität Leoben*

Anhand der Anlagenkonfiguration dieses Spritzgießcompounders (siehe Abbildung 3) soll im Folgenden der Spritzgießcompoundierprozess näher beschrieben werden:

Die Compoundieranlage ist mit fünf gravimetrischen Dosierstationen ausgestattet, über die die Bestandteile des Compounds gleichzeitig eingewogen werden können. Durch den gleichlaufenden Doppelschneckenextruder werden die Materialien compoundiert. Nach Durchlaufen des Compounders erreicht der aufgeschmolzene Compound die Schmelzepumpe, dann den kontinuierlichen Siebwechsler und gelangt anschließend in die Anfahrweiche (Anfahrventil). Die Anfahrweiche stellt ein 3-Wege-Ventil dar, welches die Schmelze in Position 1 in einen Schmelzauffangbehälter ausstößt, in Position 2 zur Spritzgießmaschine fördert und in Position 3 zur Unterwassergranulierung leitet. Der Bereich der Anlage zwischen Compounder und Unterwassergranulierung kann mit Hilfe von C-Klammern variabel gestaltet werden. So wäre es zum Beispiel möglich, zwischen Siebwechsler und Anfahrweiche einen FT-NIR Messflansch für eine In-line Charakterisierung der Schmelze anzubringen (siehe Abbildung 3). Auch Siebwechsler und Schmelzepumpe könnten abgekoppelt werden. Weiters ist es möglich, die Unterwassergranulierung durch einen Umlenkkopf zu ersetzen, welcher die Schmelze über eine Düse senkrecht nach unten ausstößt und so einen Schmelzestrang für eine On-line Rheotensmessung erzeugt [43].

## 2. Stand der Technik

---

Über die Schmelzeleitung wird die compoundingierte Schmelze direkt in den Schneckenorraum der Spritzgießmaschine gefördert und kann so direkt zu Formteilen verarbeitet werden, ohne dass ein weiterer Plastifiziervorgang nötig ist. Um während des Spritzgießprozesses das kontinuierliche Compoundieren zu gewährleisten, wird über das 3-Wege-Ventil automatisch auf Schmelzeausstoß umgeschaltet beziehungsweise kann die Schmelze durch einen 1000 cm<sup>3</sup> fassenden Schmelzespeicher gepuffert werden [2].

Abgesehen von einem gekoppelten Betrieb mit einem Plastifiziervorgang der Schmelze (1-Stufen-Prozess) können die einzelnen Komponenten des Spritzgießcompounders auch getrennt und damit konventionell betrieben werden. Dann übernimmt der Extruder die Rolle des Compounders, welcher die Unterwassergranulierung mit Schmelze speist. Das hergestellte Granulat wird dann mit der Spritzgießmaschine konventionell verarbeitet, wobei das compoundingierte Material bei dieser Variante zwei Plastifiziervorgänge durchläuft (2-Stufen-Prozess).

### 2.3 Computergestützte Schneckenauslegung

Die Auslegung von Extrudern basiert häufig auf Erfahrung und „Trial and Error“. Durch den Softwareeinsatz zur Simulation des Prozessverhaltens von Extrudern kann sowohl der Kosten- als auch der Zeitaufwand entscheidend gesenkt werden [35]. Bei einem Gleichdrall-Doppelschneckenextruder wird das Prozessverhalten im Wesentlichen vom Eingangsmaterial, der Schneckenkonfiguration und den eingestellten Verfahrensparametern beeinflusst. Eine Optimierung dient dazu, das Prozessverhalten so zu verändern, dass die Eigenschaften des Ausgangsmaterials verbessert werden und/oder das Verfahren wirtschaftlicher gestaltet werden kann. Durch die eingeschränkte Variabilität des Eingangsmaterials und der Prozessparameter stellt die Schneckengeometriekonfiguration häufig die zentrale Größe zur Optimierung und Auslegung von Gleichdrall-Doppelschneckenextrudern dar. Mathematische Modelle ermöglichen es, verschiedene Schneckenkonfigurationen und Betriebspunkte theoretisch zu testen und zu bewerten [35].

Jedoch ist die analytische Beschreibung von Strömungsvorgängen in Doppelschneckenextrudern aufgrund der Nichtlinearität der entstehenden Gleichungen nahezu unmöglich. Deshalb müssen numerische Methoden angewendet werden, was aber zu einer Erhöhung des Rechenaufwandes und einer meist ungenügenden Genauigkeit führt. Eine ausreichende Genauigkeit dieser Berechnungen von strömenden Kunststoffschmelzen kann mit CFD-Programmen (Computational Fluid Dynamics) erreicht werden [25].

## 2. Stand der Technik

---

Im kommerziellen Bereich wird der Markt der CFD-Programme von den Produkten der Firma Ansys Inc. (Cecil Township, Pennsylvania, USA) und der Firma CD-adapco Ltd. (Melville, New York, USA) dominiert, während im Open Source Bereich OpenFOAM (Open Source Field Operation and Manipulation) der Nonprofit Organisation OpenFOAM Foundation (Bracknell, GBR) den meist verbreitetsten Code darstellt [17]. Das Programm OpenFOAM wurde in C++ geschrieben und beinhaltet Standardlöser für unterschiedliche physikalische Probleme, wobei die Strömungssimulation ein Teilgebiet ausmacht [18]. Die Vorbereitung der Simulation für die in dieser Masterarbeit untersuchten Problemstellungen wäre allerdings in OpenFOAM zu aufwendig, weshalb die Simulationen mit Polyflow der Firma Ansys Inc. durchgeführt wurde.

### Polyflow

Polyflow ist ein auf der Methode der Finiten Elemente (FEM) basierendes CFD-Programm, welches zur Simulation und Analyse der kontinuierlichen Verarbeitung von Kunststoffschmelzen eingesetzt wird. Eine große Anzahl an Modellen ermöglicht es, Kunststoffschmelzen sowohl viskoelastisch als auch strukturviskos zu beschreiben [31].

Spezifische Probleme des Programms hinsichtlich der Aufgabenstellungen in dieser Masterarbeit sind vor allem, dass Polyflow immer von aufgeschmolzenem Material und einer Vollfüllung der Schneckenkanäle ausgeht, was dazu führt, dass teilgefüllte Bereiche nicht definiert sind. Außerdem gibt Polyflow keine Bahnlinien der Schmelzeteilchen aus und es können keine Aussagen bezüglich der Dehnung im Material getroffen werden.

Polyflow setzt sich aus den folgenden fünf Modulen zusammen:

- DesignModeler zur Geometrieerstellung,
- Meshing application zur Vernetzung,
- Fluent application zur Eingabe der Randbedingungen und Materialdaten (Pre-processing)
- Fluent application als eigentliches Simulationstool zur Berechnung des Fließproblems und
- Ansys CFD-Post zur Darstellung der Ergebnisse (Postprocessing).

## 2.4 Charakterisierung von Schichtsilikat-Nanocomposites

Um die Eigenschaften von Schichtsilikat-Nanocomposites zu charakterisieren, ist es vor allem wichtig, die Dispergierung und die Schichtabstände der Silikatschichten zu bestimmen. Methoden, die diese Bestimmung ermöglichen und Stand der Technik sind, sind Röntgenstrahlenstreuungsmethoden wie SAXS und WAXS, optische Methoden, wie die



## 2. Stand der Technik

---

Rasterelektronenmikroskopie (REM) und die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), mechanische Methoden wie Zugprüfungen sowie die Anwendung der Rotationsrheometrie und der Dehnrheologie (z.B. Rheotens). Des Weiteren haben sich die Anwendung von Fourier-Transform Nahinfrarotspektroskopie (FT-NIR) und Nuclear Magnetic Resonance-Analyse (NMR) als geeignete Methode für die Charakterisierung der Dispergierung der Nanofüllstoffpartikel erwiesen [24, 27, 44]. Da der Fokus dieser Masterarbeit nicht auf die Charakterisierung gelegt wurde, wird an dieser Stelle nur auf zwei Charakterisierungsmethoden näher eingegangen: Die SAXS-Messung wird aufgrund des Einsatzes in dieser Arbeit, die Transmissionselektronenmikroskopie aufgrund der Anschaulichkeit der Ergebnisse im folgenden Abschnitt näher erläutert.

### 2.4.1 SAXS

Small angle X-ray scattering (SAXS) ist eine Röntgenkleinwinkelstreumethode, die verwendet wird, um Informationen über die Form und Größe von Makromolekülen, Orientierungen, Hohlräumen beziehungsweise über die Morphologie von Kunststoffen zu erhalten, wobei die Größe der Objekte zwischen einem Mikrometer und einem Nanometer liegen sollte [29]. Bei Schichtsilikaten lassen sich durch die Verschiebung oder die Abnahme der Intensität der diskreten Primärreflexionen Aussagen über den Schichtabstand und die Verteilung der Partikel in einer Probe treffen [14]. Damit ist diese Charakterisierungsmethode ein geeignetes Mittel, um den Exfolierungsgrad von Schichtsilikaten in einer Polymermatrix zu bestimmen, wobei eine vollständige Exfolierung ein komplettes Verschwinden der charakteristischen Peaks des Schichtsilikatspektrums im SAXS-Spektrum des Compounds zur Folge hat [42].

In Abbildung 5 sind die SAXS-Spektren eines mit dem Schichtsilikat Nanofil<sup>®</sup> 5 gefüllten PP, sowie die Referenzspektren des puren Nanofil<sup>®</sup> 5 und des puren PP dargestellt. Dabei ist die Intensität der auf den Detektor auftreffenden Strahlung in Abhängigkeit des Streuwinkels ( $2\cdot\theta$ ) abgebildet. Die charakteristischen Primärreflexionen des Schichtsilikats sind klar in Form von Peak 1 und Peak 2 erkennbar. Das ungefüllte Material hingegen weist keine Peaks im Spektrum auf. Die Ausprägung der Peaks ist proportional zur Anzahl der Partikel, die vom Röntgenstrahl getroffen werden, wobei die Wahrscheinlichkeit der Wechselwirkung von Strahlung und Partikel mit zunehmender Exfolierung abnimmt [3]. Ist ein Maximum des Exfolierungsgrades erreicht, so verschwinden beide Peaks zur Gänze. Anhand des Intensitätsverlaufs des gefüllten PPs kann daher davon ausgegangen werden, dass sowohl

## 2. Stand der Technik

exfolierte als auch interkalierte Bereiche des Schichtsilikats im gefüllten PP vorliegen, da Peak 2 vollständig verschwunden und Peak 1 nur abgeschwächt ist.

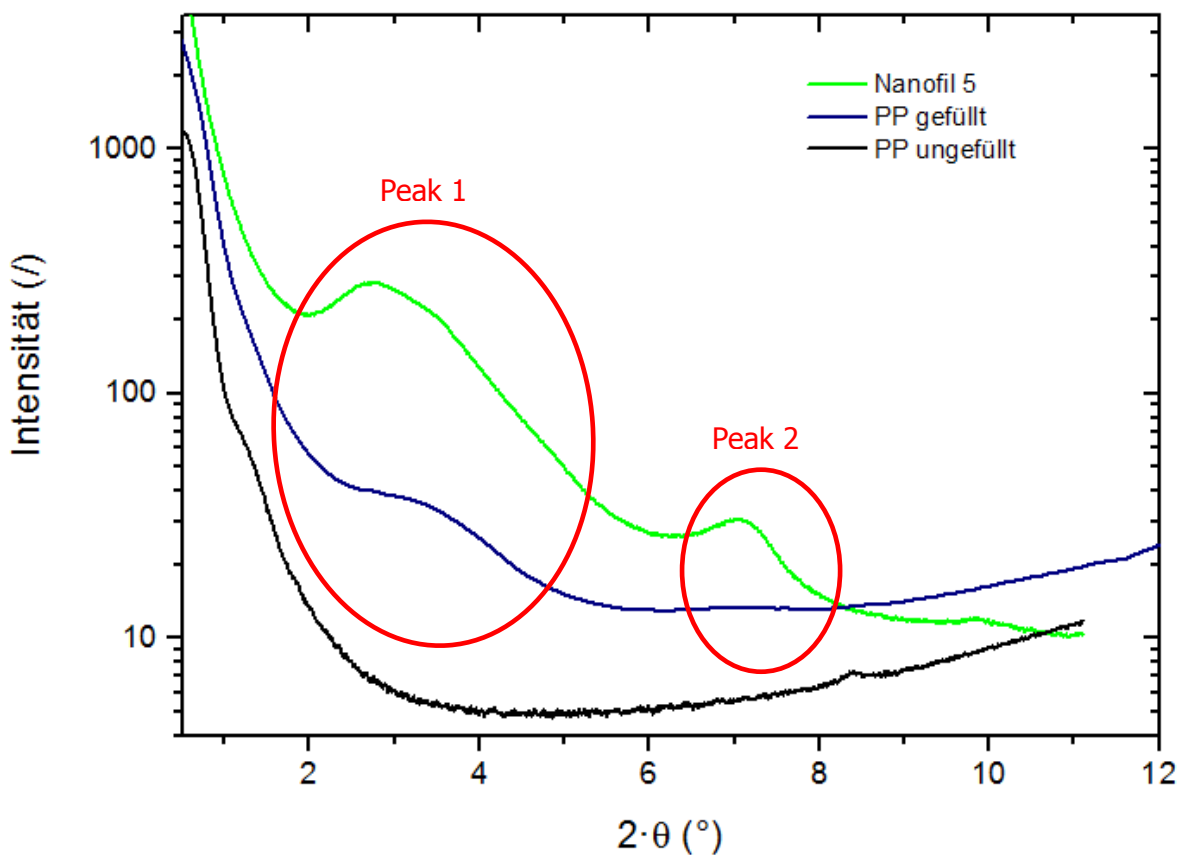


Abbildung 5: Vergleich der aus der SAXS-Messung gewonnenen Spektren für Nanofil<sup>®</sup> 5, ungefülltem und gefülltem PP

### 2.4.2 TEM

Die Funktionsweise eines Transmissionselektronenmikroskops (TEM) basiert auf den aus der Funktionsweise des Lichtmikroskops gewonnenen Erkenntnissen. Das Licht wird durch Elektronen ersetzt, was bei modernen Geräten zu einem Auflösungsvermögen von ca. 0,1 nm im subatomaren Bereich führt. Für die Bildentstehung ist im Wesentlichen die Wechselwirkung zwischen der sehr dünnen, elektronentransparenten Probe und dem Elektronenstrahl, welcher die Probe durchstrahlt, maßgeblich [10].

Bei der Untersuchung von schichtsilikatgefüllten Nanocomposite-Proben erscheinen die Schichtsilikatstrukturen als dunkle Bereiche [33]. Abbildung 6 zeigt zwei TEM-Aufnahmen von einerseits vorwiegend interkalierten (a) und andererseits exfolierten (b) Silikatschichten in einem PP-Nanocomposite: Im interkalierten Zustand werden die in der Aufnahme a dunkel erscheinenden Silikatschichten aufgeweitet, jedoch nicht vollständig getrennt, und das

## 2. Stand der Technik

---

Matrixmaterial (helle Bereiche) wird dazwischen eingelagert. Im exfolierten Zustand in Aufnahme b werden die einzelnen Schichten hingegen vollständig getrennt und in der Matrix verteilt [14]. Es ist anzumerken, dass auch in Aufnahme a exfolierte Silikatschichten ersichtlich sind.

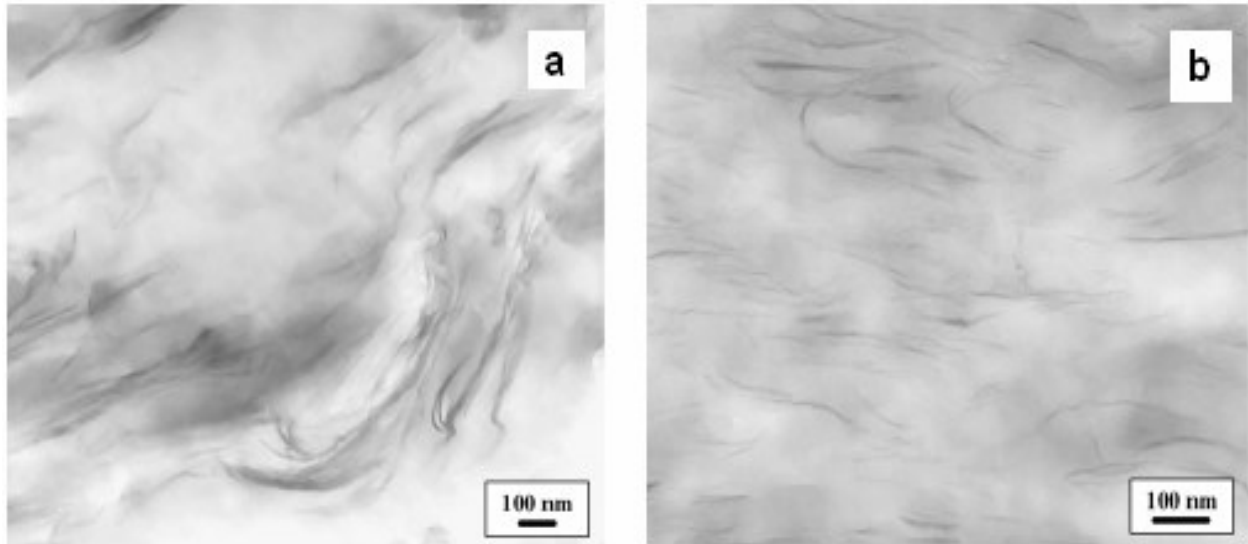


Abbildung 6: TEM-Aufnahmen von vorwiegend interkalierten (a) und exfolierten (b) Schichtsilikaten in PP-Nanocomposites [33]

## 2.5 Compoundieren

Der Begriff Compoundieren bezeichnet das Aufbereiten von Kunststoffen durch dispersives (zerteilendes) und distributives (verteilendes) Mischen, wobei beim dispersiven Mischen zuerst Agglomerate, Partikel oder unlösliche Fluide aufgebrochen werden, die anschließend durch distributives Mischen gleichmäßig im Trägerkunststoff verteilt werden sollen. Die treibende Kraft beim dispersiven Mischen ist die eingeleitete Schubspannung, beim distributiven Mischen sollten vor allem Scher- und Dehnströmungen ausgeprägt sein [25]. Für den Compoundierprozess existieren kontinuierliche und diskontinuierliche Mischer. Einer der wichtigsten Vertreter der kontinuierlichen Compoundieranlagen ist der gleichlaufende Doppelschneckenextruder. Er fällt in die Kategorie der Schneckenknetter für viskose Stoffe [4].

## 2.6 Gleichläufiger kämmender Doppelschneckenextruder

Bei den Doppelschneckenextrudern werden im Wesentlichen gleichläufige und gegenläufige, kämmende und nicht kämmende sowie parallele und konische Ausführungen unterschieden. Der gleichläufige kämmende Doppelschneckenextruder besteht aus zwei achsparallelen

## 2. Stand der Technik

Schnecken mit konstantem Außendurchmesser, welche gleichsinnig und mit gleicher Winkelgeschwindigkeit rotieren. Gleichläufige Doppelschneckenextruder weisen einen in Axialrichtung durchgehend offenen Schneckenkanal auf, wobei die Schmelzeförderung auf reiner Schleppestromung basiert, welche meist durch eine rückwärtsgerichtete Druckströmung überlagert ist [15]. Aufgrund der daraus resultierenden guten Scher- und Mischwirkung sowie der Selbstreinigung durch das gegenseitige Abstreifen der Schnecken ist diese Ausführung des Doppelschneckenextruders sehr gut für die Compoundierung geeignet. Die theoretischen und praktischen Versuche dieser Masterarbeit beziehen sich daher alle auf den gleichlaufenden dichtkämmenden Doppelschneckenextruder.

Gleichläufige Doppelschneckenextruder sind gegendruckabhängig. Um diese Abhängigkeit darstellen zu können, werden Arbeitsdiagramme (Abbildung 7) erstellt. Die Förderleistung  $\dot{V}$  in Abhängigkeit des Gegendruckes  $\Delta p$  am Ende der Schnecke wird mittels der Schneckenkennlinie (1) dargestellt. Die Düsenkennlinie (2) ergibt sich aus der Geometrie der Düse und dem rheologischen Stoffgesetz der Schmelze. Der Schnittpunkt dieser beiden Kennlinien unter definierten Bedingungen wird als Arbeitspunkt (3) des Extruders bezeichnet.

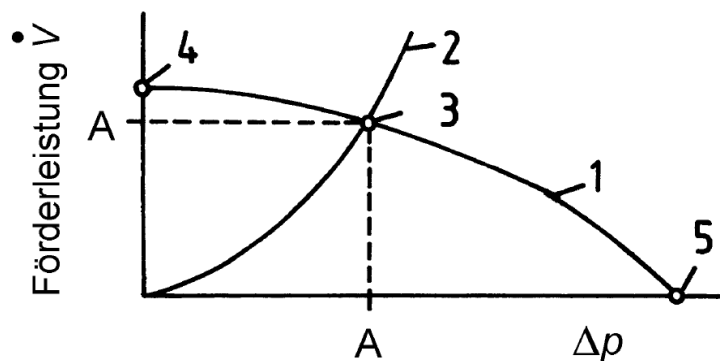


Abbildung 7: Arbeitsdiagramm eines Extruders: Schneckenkennlinie (1), Düsenkennlinie (2), Arbeitspunkt (3), Arbeitsweise als reine Förderschnecke (4), Arbeitsweise als diskontinuierlicher Schneckenmischer (5) [13]

## 2.7 Schneckengeometrien

Durch die eingesetzte Schneckengeometrie können Druckaufbau, Massestrom, die Verweilzeit und die eingebrachte Scherenergie beeinflusst werden. Besonders hervorzuheben ist die Möglichkeit des modularen Aufbaus der Schnecke. Abhängig vom verarbeiteten Polymertyp kann der Schneckenaufbau so variiert werden, dass optimale Prozessparameter für die Verarbeitung gewährleistet werden. In den Scherzonen der Schnecke wird die Scherenergie gezielt in das Material eingebracht. Konventionelle Schnecken weisen zwei oder

## 2. Stand der Technik

---

drei definierte Scherzonen auf. Meist werden unterschiedliche Arten von Knetblöcken in den Scherzonen eingesetzt, aber auch linksgängige Schneckenelemente und Rückstaulemente erhöhen die Verweilzeit und damit den Scherenergieeintrag. Durch intensives Scheren sollte das Schichtsilikat in den ersten Scherzonen zerteilt werden (dispersives Mischen), wobei berücksichtigt werden muss, dass eine zu große Scherung Abbaureaktionen der einzelnen Komponenten, eine Verminderung des Längen-Dicken-Verhältnisses (Aspect Ratio) der Silikatschichten und eine Zerstörung des bereits vorhandenen 3D-Netzwerks der Nanopartikel zur Folge haben kann. In der letzten Scherzone sollte das Material nur mäßig geschert und homogenisiert werden (distributives Mischen) [14].

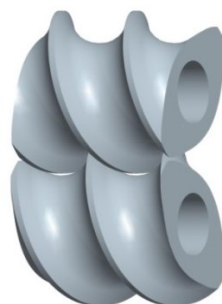
### 2.7.1 Baukastenprinzip

Um eine Optimierung des Compoundierprozesses hinsichtlich des Verwendungszweckes, der Prozessbedingungen und des Einsatzes zu gewährleisten, werden zahlreiche unterschiedlich konstruierte Schneckenelemente eingesetzt. Die flexible Kombination dieser Schneckenelemente führt dazu, dass für eine Vielzahl von Materialien ein optimales Verarbeitungsergebnis erzielt werden kann. Dieses Prinzip wird als Baukastenprinzip bezeichnet und ermöglicht eine beliebige Kombination von Schnecken- aber auch Zylinderelementen, wobei die Verbindungen trennbar und meist formschlüssig ausgeführt sind [15].

### 2.7.2 Fördererlemente

Die Geometrie der Fördererlemente ist so ausgelegt, dass sie das Material vom Einzug bis zur Schneckenspitze fördern. Die Form eines 2-gängigen Fördererlements, bei dem die Querschnittsgeometrie jeder der beiden Schnecken entlang einer Schraubenlinie extrudiert wird, ist in Abbildung 8 dargestellt [25].

Die im Rahmen dieser Masterarbeit eingesetzten Fördererlemente, sowie alle weiteren Schneckenelemente, waren ausschließlich zweigängig ausgeführt.



*Abbildung 8: 2-gängige Fördererlemente einer dicht kämmenden, gleichlaufenden Doppelschnecke*

## 2. Stand der Technik

---

### Bezeichnung

Die Bezeichnung der unterschiedlichen Arten der Schneckenelemente, die in dieser Arbeit verwendet wurden, setzt sich bei den Förder- und Mischelemente aus maximal fünf, bei den Knetelementen aus maximal sechs Teilen zusammen.

Der erste Teil der Bezeichnung bezieht sich bei allen auf die Art des Schneckenelements. So bezeichnet die Abkürzung „GFA“ ein Förderelement, die Abkürzung „GFM“ ein Mischelement und die Abkürzung „KB“ ein Knetelement. Bei Förder- und Mischelementen informiert der zweite Teil über die Gängigkeit der Schnecke, der dritte Teil gibt Auskunft über die Steigung der Schneckenstege, während der vierte Teil die axiale Länge des Elements angibt. Bei Knetelementen hingegen stehen der zweite Teil der Bezeichnung für die Anzahl der Knetscheiben und der dritte Teil für die Gängigkeit des Elements. Der vierte Teil der Bezeichnung informiert über die axiale Länge und der fünfte Teil gibt Auskunft über den Versatzwinkel der einzelnen Knetscheiben, wobei die Zusätze „LI“ für linksversetzt und „RE“ für rechtsversetzt im optionalen sechsten Teil der Bezeichnung stehen. Das Staulement wird in Bezug auf die Bezeichnung dem Förderelement „GFA“ zugeordnet. Lediglich der Zusatz „LI“ im optionalen fünften Teil der Bezeichnung gibt Auskunft darüber, dass die Schneckenstege in Form eines Linksgewindes verlaufen, was bedeutet, dass die Förderrichtung dieses Elements jener der konventionellen Elemente entgegengesetzt ist.

Die Bezeichnung „GFA 2-20-30“ steht so beispielsweise für ein zweigängiges Förderelement mit einer Steigung von 20 mm, welches 30 mm lang ist, während die Bezeichnung „KB 3-2-15-90GRD“ für ein aus drei Knetscheiben bestehendes, zweigängiges Knetelement mit einer Länge von 15 mm steht, wobei die Knetscheiben um 90° versetzt sind.

### 2.7.3 Plastifizierelemente

Um bei einem Doppelschneckenextruder in der Plastifizierzone eine Kompression, die das Aufschmelzen des Kunststoffes erleichtert, zu erreichen, können einerseits die Steigungswinkel der Schneckenstege reduziert oder spezielle Plastifizierelemente beziehungsweise Staugewinde, eingesetzt werden [15].

In Abbildung 9 sind mögliche Anordnungen der Plastifizierelemente in Kombination mit konventionellen Förderelementen dargestellt. Die Anordnungen A und C zeigen den Einsatz eines sogenannten Staugewindes, welches in seiner Förderwirkung der Förderrichtung der konventionellen Förderelemente entgegenwirkt. Dadurch muss dieses Element mit Hilfe des in den vollständig gefüllten Förderelementen aufgebauten Drucks überfahren werden. Über

## 2. Stand der Technik

die Länge und die Steigung des Staulements kann Einfluss auf die Größe des entstehenden Staudrucks genommen werden [15].

In den Anordnungen B bis D werden Knetelemente eingesetzt, welche das gleiche Profil wie die Fördererlemente aufweisen, jedoch nicht verschraubt sondern mit unterschiedlichen Breiten und Versatzwinkeln einzeln oder blockweise (Stufenschnecken) angeordnet werden [15]. Die Arbeitsweise von zwei- bzw. dreigängigen Knetelementen ist in Abbildung 10 schematisch dargestellt: Zwischen Flanke und Gehäuse der Knetscheiben entsteht eine intensive Keilströmung, wobei das Material durch das Kamm-Gehäuse-Spiel verdrängt wird und beiderseits der Knetscheibe abfließt, wodurch es zu einer Quervermischung des Materials in benachbarten Kanälen kommt [15].

Anordnung E in Abbildung 9 beinhaltet ein Linksgewinde mit großer Steigung, welches eine intensive Keilströmung zwischen Kamm und Gehäuse bei hohem Durchsatz über die Schneckenkämme bewirkt [15].

Anzumerken ist, dass die Druckzonen im Gegensatz zu den Schmelzeförderzonen immer vollständig mit Schmelze gefüllt sind. Druckzonen treten in Staulementen, in der Ausstoßzone und in Fördererlementen, die in Förderrichtung vor den Staulementen liegen, auf [15].

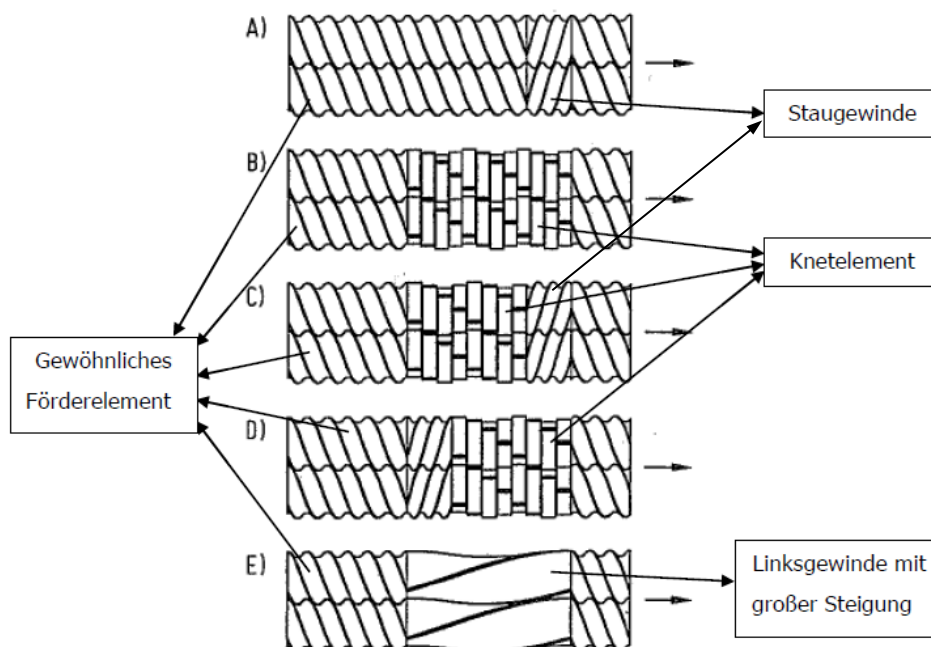


Abbildung 9: Mögliche Anordnung von Plastifizierelementen in Kombination mit konventionellen Fördererlementen [15]

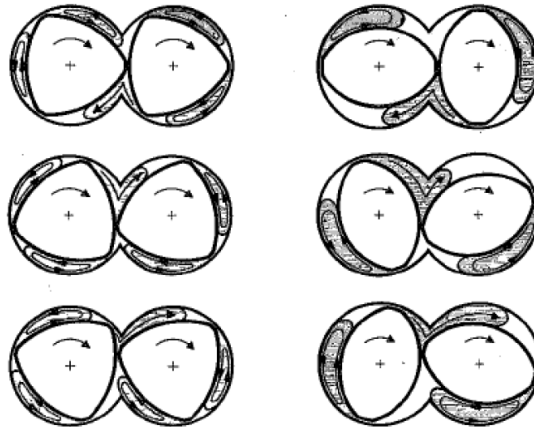


Abbildung 10: Arbeitsweise von drei- (links) und zweigängigen (rechts) Knetscheiben [15]

### 2.7.4 Mischelemente

Das Homogenisieren der Kunststoffschmelze, das Einmischen von Füllstoffen oder Pigmenten und das Zerteilen von Agglomeraten oder Zusatzstoffen werden durch Mischen, Scheren oder Pressen erreicht und erfolgen zum größten Teil in der Mischzone. Um eine ideale Mischwirkung zu erreichen werden oftmals Knetscheiben eingesetzt, die sehr dünn ausgeführt sind, um auf kleinen Längen mehrere Elemente anordnen zu können und damit eine intensive Mischwirkung des Massestroms zu erreichen. Um hohe Scherraten zu erzeugen, die beispielsweise das Aufbrechen von Agglomeraten ermöglichen, können breite Knetelemente oder Fördererlemente mit Steigungswinkeln über  $60^\circ$  verwendet werden [15].

Eine weitere Art von Mischelementen stellen Fördererlemente mit Durchbrüchen in den Schneckenstegen dar, welche das Zurückströmen des Materials begünstigen. Durch die geringere Förderwirkung dieser Elemente im Vergleich zu den Fördererlementen ohne Durchbrüche erhöht sich die Verweilzeit. Die erhöhte Verweilzeit sowie das durch die Durchbrüche zurückströmende Produkt verbessern so die Mischwirkung [25]. In Abbildung 11 sind ein charakteristisches Knetelement und ein, auf einem Fördererlement mit Durchbrüchen basierendes, Mischelement dargestellt.



Abbildung 11: Knetelement KB 3-2-15-60GRD-RE (links) und Mischelement GFM 2-30-30 (rechts)



## 3 Theoretische Grundlagen

### 3.1 Ausgabegrößen der Schneckensimulation

In diesem Kapitel sollen die wichtigsten Ausgabegrößen der Schneckensimulation durch das Programm Polyflow näher erläutert werden.

#### 3.1.1 Druck

Der Druck als Ergebnis der Schneckensimulation für die jeweiligen Schneckenbereiche stellt die einzige praktische Validierungsmöglichkeit dar. Das heißt nur anhand des Vergleiches der ausgegebenen Druckwerte mit den bei gleichen Randbedingungen gemessenen Druckwerten kann überprüft werden, ob die Simulation realitätsnahe Ergebnisse liefert.

#### 3.1.2 Schergeschwindigkeit

Mit Hilfe der Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  werden die Geschwindigkeitsunterschiede der einzelnen Schichten eines Fluids beschrieben. Die Schergeschwindigkeit ist geschwindigkeitsabhängig und beeinflusst die Viskosität  $\eta$ . In Gleichung ( 1 ) [12] wird die Schergeschwindigkeit repräsentativ für alle anderen Richtungen in x-Richtung berechnet, wobei  $\dot{\gamma}_x$  die Schergeschwindigkeit,  $\partial v_x$  den Geschwindigkeitsunterschied zweier benachbarter Flüssigkeitsschichten und  $\partial y$  deren Abstand darstellt.

$$\dot{\gamma}_x = \frac{\partial v_x}{\partial y} \quad ( 1 )$$

#### 3.1.3 Scherenergie

Jene Energie, die mittels Scherung in das Material eingebracht wird, wird als Scherenergie E (auch Dissipation, dissipierte Leistung/Volumen) bezeichnet. Der Aufschmelzvorgang des Materials im Schneckenkanal erfolgt einerseits durch die Wärmeenergie aus der Zylinderheizung und zum anderen, meist größeren Teil, aus der durch die eingebrachte Scherenergie dissipierten Wärme. Die Scherenergie wird zwar nicht direkt von der Simulationssoftware ausgegeben, mit Hilfe der ausgegeben Schergeschwindigkeit und des Cross-Ansatzes des Materials (siehe Gleichung ( 2 ) [9]) kann die Scherenergie in dieser Arbeit jedoch nach Gleichung ( 3 ) [15] berechnet werden. In Gleichung ( 2 ) stehen die Parameter A, B und C für die Nullviskosität, die reziproke Übergangsgeschwindigkeit und die Steigung der Viskositätskurve im strukturviskosen Bereich,  $\eta$  für die Viskosität und  $\dot{\gamma}$  für die Schergeschwindigkeit. Es zeigt sich, dass die Schergeschwindigkeit, die sich unter anderem

### 3. Theoretische Grundlagen

---

aus der Schneckendrehzahl  $n$  ergibt, quadratisch in Gleichung ( 3 ) eingeht. Die Scherenergie dient somit als Maß für den Aufschmelzvorgang bei der Kunststoffverarbeitung [15].

$$\eta = \frac{A}{1 + (B \cdot \dot{\gamma})^c} \quad (2)$$

$$E = \eta \cdot \dot{\gamma}^2 \quad (3)$$

#### 3.1.4 Mixing-Index

Der von Polyflow ausgegebene Mixing-Index  $\lambda$ , welcher nach ( 4 ) [45] berechnet wird, quantifiziert die Dehn- und Rotationsfließkomponente und kann somit zur Bewertung der vorliegenden Strömungszustände herangezogen werden. Dabei repräsentiert  $|\dot{\gamma}|$  den Betrag des Deformationstensors  $D$  und  $|\omega|$  den Betrag des Rotationstensors  $W$  [45].

Bei reiner Rotationsströmung nimmt  $|\dot{\gamma}|$  den Wert 0 an, wodurch  $\lambda = 0$  gilt (siehe Gleichung ( 5 )). Liegt eine reine Dehnströmung vor ( $|\omega| = 0$ ), dann nimmt  $\lambda$  den Wert 1 an (siehe Gleichung ( 7 )). Eine einfache Scherströmung liegt vor, wenn  $\lambda = 0,5$  wie in Gleichung ( 6 ) gilt [45].

$$\lambda = \frac{|\dot{\gamma}|}{|\dot{\gamma}| + |\omega|} \quad (4)$$

$$\lambda = \frac{0}{0 + |\omega|} = 0 \quad (5)$$

$$\lambda = \frac{1}{1 + \frac{|\omega|}{|\dot{\gamma}|}} = 0,5 \quad (6)$$

$$\lambda = \frac{|\dot{\gamma}|}{|\dot{\gamma}| + 0} = 1 \quad (7)$$

#### 3.1.5 Temperatur

Polyflow bietet grundsätzlich die Möglichkeit nicht-isotherme Berechnungen durchzuführen. Damit ist es mit Hilfe von Polyflow möglich, die dissipative Erwärmung zu simulieren. Aufgrund eines Fehlers im Programmcode, der auch vom Softwarehersteller Ansys nicht behoben werden konnte, war es im Rahmen dieser Masterarbeit nicht möglich, eine nicht-isotherme Berechnung durchzuführen.

## 3.2 Dimensionslose Darstellung der Schneckenkennlinie

Um den Arbeitspunkt eines Extruders, aber auch einzelner Schneckenelemente darzustellen, werden Arbeitsdiagramme (siehe Abbildung 7) eingesetzt. Eines der Ziele dieser Masterarbeit war es, die Arbeitspunkte der einzelnen Schneckenelemente für unterschiedliche Betriebszustände zu simulieren. Die Förderleistung  $\dot{V}$  und der Gegendruck  $\Delta p$  sind jedoch dimensionsbehaftete Größen. Um anhand der erhaltenen Simulationsergebnisse auch auf andere, nicht simulierte Betriebszustände schließen zu können, wurden zwei dimensionslose Kennzahlen eingesetzt, welche ursprünglich auf J. Pawlowski [34] zurückgehen. Die Druckkennzahl  $\pi_p$  ergibt sich aus Gleichung (8) [25], die Durchsatzkennzahl  $\pi_{\dot{V}}$  aus Gleichung (9) [25], wobei  $D$  den Gehäuseinnendurchmesser,  $\eta$  die Viskosität,  $L$  die Schneckenlänge und  $n$  die Schneckendrehzahl darstellen. Werden zwei geometrisch ähnliche, das heißt durch Skalierung ineinander überführbare, Schneckenprofile betrachtet, so ist die Druckkennzahl nur von der Durchsatzkennzahl abhängig. Wird von konstanten Viskositäten („Newtonsche Flüssigkeiten“) ausgegangen, so ist die Beziehung zwischen Durchsatz- und Druckkennzahl linear [25].

$$\pi_p = \frac{\Delta p \cdot D}{\eta \cdot n \cdot L} \quad (8)$$

$$\pi_{\dot{V}} = \frac{\dot{V}}{n \cdot D^3} \quad (9)$$

In Abbildung 12 ist die dimensionslose Schneckenkennlinie eines einzelnen Schneckenelements, welche unter Annahme einer konstanten Viskosität für sämtliche Betriebszustände gilt, dargestellt. Der Schnittpunkt der Kennlinie mit der Abszisse stellt dabei das Druckaufbauvermögen bei vollständiger Drosselung, jener Schnittpunkt mit der Ordinate den Eigendurchsatz des Schneckenelements (maximal realisierbarer Durchsatz pro Umdrehung bei Vollfüllung und ohne Gegendruck) dar [25]. Diese beiden Schnittpunkte markieren die Grenzen des förderaktiven Bereichs des Schneckenelements [25]. Wird der Eigendurchsatz des Elements durch den Durchsatz pro Umdrehung überschritten, so bedeutet dies, dass das Element als Druckverbraucher wirkt und von einem Element mit größerem Eigendurchsatz überfahren wird [25]. Ist hingegen die Durchsatzkennzahl negativ, so weist dies darauf hin, dass die Förderwirkung des Schneckenelements rückwärts gerichtet ist, wie dies zum Beispiel bei Gegenfördererelementen auftritt [25]. Wird der Durchsatz als Eingangsgröße vorgegeben, so kann mit Hilfe dieser dimensionslosen Darstellung der Druckaufbau für die unterschiedlichen Betriebszustände des Schneckenelements ermittelt werden.

### 3. Theoretische Grundlagen

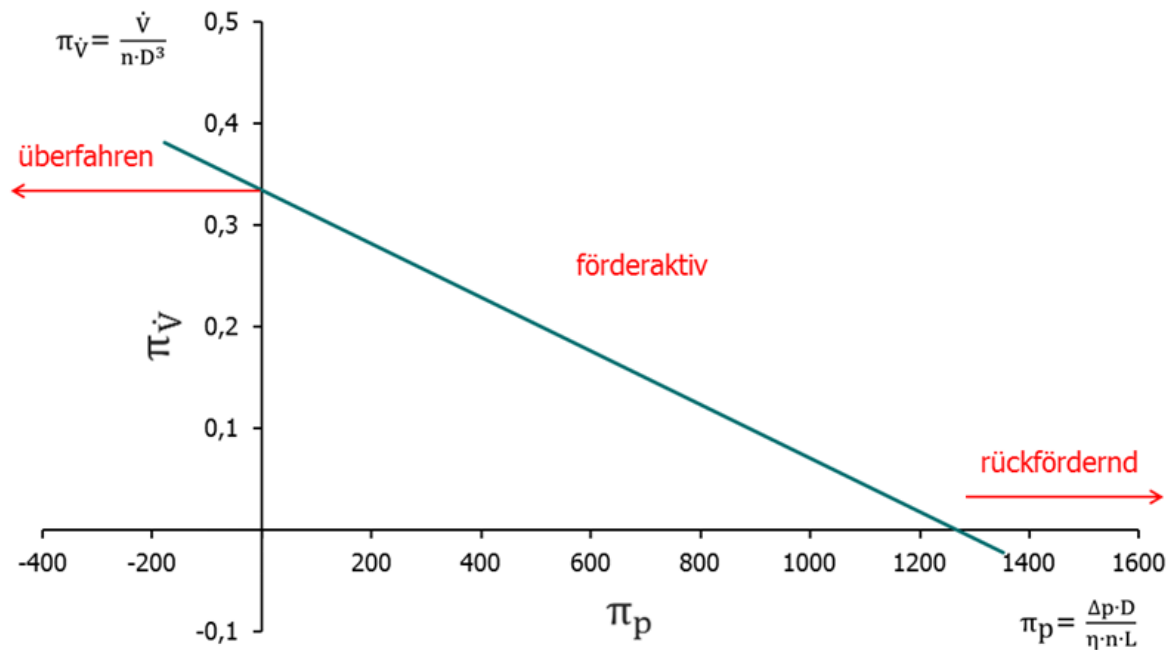


Abbildung 12: Dimensionslose Schneckenkennlinie eines Schneckenelements

### 3.3 Glührückstandsmessung

Um den tatsächlichen Schichtsilikatanteil im fertig compoundierten Material zu bestimmen, ist eine Glührückstandsmessung notwendig. Dazu werden drei Proben mit rund 7 Gramm des fertig compoundierten Materials in Granulatform in einem Tiegel bei 400 °C für 2,5 Stunden in einen Muffelofen gegeben. Die Glührückstandsmessungen wurden nicht exakt nach Norm EN60 durchgeführt, die unter anderem eine Temperatur von 625 °C, ein Abkühlen im Exsikator, sowie mehrfaches Glühen und Wägen vorsieht, da die Erfahrung zeigte, dass bei den verwendeten Materialien die Ergebnisse auch mit der adaptierten Durchführung die gleichen waren. Bei 400 °C verglühen die organischen Bestandteile und die anorganischen bleiben zurück. Um anhand des anorganischen Rückstands des compoundierten Materials auf den Schichtsilikatanteil schließen zu können, muss zuerst mittels einer Probe des reinen Schichtsilikats der organische Anteil im Schichtsilikat bestimmt werden. Anhand dieses Ergebnisses kann ein Korrekturfaktor bestimmt werden, mit dem dann vom gesamten anorganischen Rückstand auf den Schichtsilikatanteil (inklusive organischer Bestandteile) in der ursprünglichen Probe geschlossen werden kann [43].

## 3.4 Statistische Versuchsplanung - Design of Experiments (DoE)

In der Entwicklung sowie in der industriellen Produktion besteht ein latenter Druck, Prozesse und Produkte laufend zu verbessern und zu optimieren. Dazu ist es wichtig, Faktoren, die auf das zu optimierende Ergebnis einen Einfluss haben, zielsicher und zuverlässig bestimmen zu können. Um dies zu erreichen, wird die Methode der statistischen Versuchsplanung (englisch: Design of Experiments) für Normalverteilungen eingesetzt [11].

Der Ablauf bei der Anwendung einer statistischen Versuchsplanung gliedert sich grundsätzlich in vier Schritte [11]:

1. Systemanalyse: Hierbei werden wichtige Prozessparameter und bekannte Wechselwirkungen mehrerer Prozessparameter festgehalten.
2. Versuchsstrategie: Es erfolgt die Planung und mögliche Optimierung des Versuchsablaufs.
3. Versuchsdurchführung: In diesem Schritt wird der Versuchsplan abgearbeitet und die Ergebnisse erfasst.
4. Versuchsauswertung: Dabei werden mit Hilfe statistischer Kenngrößen die Erkenntnisse aus den Versuchen formuliert.

Es gibt verschiedene Varianten der Versuchsplanung, die für unterschiedliche Schwerpunkte ausgelegt und zum Teil für spezielle Anwendungsgebiete optimiert wurden. Die Methode der statistischen Versuchsplanung nach Shainin zielt beispielsweise darauf ab, die Versuchsanzahl möglichst gering zu halten [11].

### 3.4.1 Vollfaktorieller Versuchsplan

Ein Versuchsplan liefert immer ein lineares Gleichungssystem, wobei jeder Versuch eine Gleichung darstellt [41]. Bei einem vollfaktoriellen Versuchsplan werden alle möglichen Einstellungen der Faktoren  $k$  des Versuchsplans miteinander kombiniert. Somit entsteht ein vollständiges Gleichungssystem für die untersuchten Faktoren. Besitzen die Faktoren  $k$  die Anzahl  $p$  an Einstellstufen, so ergibt sich die Anzahl der durchzuführenden Versuche  $n$  laut ( 10 ).

$$n = p^k \quad ( 10 )$$

### 3.4.2 Varianzanalyse (ANOVA)

Um herausfinden zu können, ob ein oder mehrere Faktoren einen Einfluss auf die Mittelwerte einer oder mehrerer abhängiger Variablen haben, wurde die Varianzanalyse (ANalysis Of

### 3. Theoretische Grundlagen

---

VAriance, ANOVA) entwickelt. Sie beantwortet die Frage, ob es einen zufälligen oder einen signifikanten Unterschied zwischen den Mittelwerten verschiedener Gruppen gibt [39].

Im Falle dieser Masterarbeit konnte mit ihrer Hilfe mit einer definierten Wahrscheinlichkeit (in dieser Arbeit wurde die Signifikanzgrenze  $\alpha$  auf 95 % festgelegt) eine Aussage getroffen werden, ob eine Parameterveränderung durch den Mittelwert eines mechanischen Kennwertes nachgewiesen werden konnte oder nicht. Die Durchführung der Varianzanalyse erfolgt meist mit Hilfe von Statistikprogrammen. Die Ergebnisse der Varianzanalysen wurden mit Hilfe des Programms Minitab 17 der Firma Minitab Inc. (State College, Pennsylvania, USA) ermittelt.

Dabei wurde bei der Auswertung der Versuchsserien in dieser Arbeit zwischen zwei Arten der ANOVA, nämlich der einfachen ANOVA und der dreifachen ANOVA unterschieden. Bei der einfachen ANOVA, welche in dieser Arbeit für den paarweisen Vergleich zweier Serien eingesetzt wurde, werden zwei Mittelwerte auf einen signifikanten Unterschied hin verglichen. Bei der dreifachen ANOVA hingegen wird der Einfluss von drei, im Rahmen eines vollfaktoriellen Versuchsplans veränderten Faktoren und deren Wechselwirkungen auf eine Zielgröße auf Signifikanz untersucht.

Für die zwei Arten der ANOVA werden in dieser Arbeit die Ergebnisse dreier ANOVA Methoden, die von Minitab 17 ausgegeben werden, zur Interpretation verwendet: der F-Wert, das Ergebnis der Tukey-Methode und das Bestimmtheitsmaß  $R^2$ .

Um mit Hilfe des vom Programm ausgegebenen F-Werts eine Aussage bezüglich der Signifikanz treffen zu können, muss ein kritischer F-Wert, welcher den untersten Grenzwert für eine vorhandene Signifikanz festlegt, bestimmt werden. Dieser Wert kann einerseits in Minitab 17 berechnet werden (wobei die Freiheitsgrade der F-Verteilung sowie die Irrtumswahrscheinlichkeit angegeben werden müssen) oder andererseits in einer sogenannten Fisher-Tafel (zugehörige Tabelle zum Fisher Signifikanztest) für die entsprechende Irrtumswahrscheinlichkeit nachgeschlagen werden. Im Falle dieser Masterarbeit wurden die F-Werte für die Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % mit Minitab berechnet. Bei den Freiheitsgraden der F-Verteilung wird zwischen Zähler- und Nenner-Freiheitsgrad unterschieden. Diese beiden Freiheitsgrade werden einerseits in Minitab 17 im Rahmen der Auswertung ausgegeben, können für einfache und dreifache ANOVA aber auch berechnet werden.

### 3. Theoretische Grundlagen

---

Bei der einfachen ANOVA entspricht der Zähler-Freiheitsgrad der Anzahl der Gruppen  $K$  weniger 1 und der Nenner-Freiheitsgrad der Gesamtanzahl der Beobachtungen  $N$  weniger  $K$ . Es ergibt sich also eine  $F_{K-1, N-K}$ -Verteilung.

Bei der dreifachen ANOVA (drei Faktoren  $A, B, C$  mit  $a, b, c$  Faktorstufen) und einer Beobachtungsanzahl  $d$  je Faktorkombination ergibt sich der Nenner-Freiheitsgrad (NF) wie in Gleichung ( 11 ) angeführt. Der Zähler-Freiheitsgrad (ZF) eines Faktors ergibt sich jeweils aus der Anzahl der Faktorstufen des Faktors weniger 1, während der Zähler-Freiheitsgrad einer Wechselwirkung jeweils das Produkt der Anzahl der Faktorstufen weniger 1 der beteiligten Faktoren ist. Als Beispiel ist in Gleichung ( 12 ) der Zähler-Freiheitsgrad der Dreifach-Wechselwirkung  $A \cdot B \cdot C$  berechnet [22].

$$NF = a \cdot b \cdot c \cdot (d - 1) \quad ( 11 )$$

$$ZF_{A \cdot B \cdot C} = (a - 1) \cdot (b - 1) \cdot (c - 1) \quad ( 12 )$$

Ist der zur jeweiligen F-Verteilung zugehörige ausgegebene F-Wert größer als der Tabellenwert bzw. berechnete F-Wert, so kann davon ausgegangen werden, dass sich die Mittelwerte der Gruppen mit einer 95 %-igen Wahrscheinlichkeit tatsächlich unterscheiden beziehungsweise der Einfluss der Faktoren und Wechselwirkungen signifikant ist. Je höher der ausgegebene F-Wert, umso wahrscheinlicher ist die Signifikanz [19].

Die Tukey-Methode ist eine Methode multipler Vergleiche. Das Programm Minitab gibt hierbei zu jeder Gruppe einen oder mehrere Buchstaben des Alphabets aus. Werden zu verschiedenen Gruppen gleiche Buchstaben zugeordnet, so unterscheiden sich die dazugehörigen Mittelwerte mit einer definierten Wahrscheinlichkeit nicht signifikant. Haben zwei Gruppen keinen Buchstaben gemeinsam, so liegt ein signifikanter Unterschied der Mittelwerte vor.

Das Bestimmtheitsmaß ist das Quadrat des sogenannten Korrelationskoeffizienten  $R$ , welcher das Ausmaß des linearen Zusammenhangs von Variablen angibt. Wird eine gewisse Beziehung von Variablen untersucht, so gibt das Bestimmtheitsmaß den Prozentanteil der Streuung an, welcher durch die untersuchte Beziehung erklärt werden kann. Das Bestimmtheitsmaß kann zwischen 0 und 1 liegen, wobei ein Bestimmtheitsmaß von 1 bedeutet, dass die gesamte Streuung durch die untersuchte Beziehung erklärt werden kann [16].

# 4 Experimentelle Untersuchung

Das folgende Kapitel geht näher auf die für die Versuche eingesetzten Materialien, Messgeräte, die dazugehörige Software sowie den grundsätzlichen Versuchsablauf ein.

## 4.1 Materialien

Als Grundmaterialien werden zwei Polypropylyentypen des Kunststoffherstellers Borealis AG (Wien, AUT) in Granulatform eingesetzt. Aus diesen Grundmaterialien werden mit Hilfe eines Compatibilizers des Unternehmens BYK Additives & Instruments GmbH (Wesel, GER) und eines Schichtsilikats der Firma Rockwood Clay Additives GmbH (Moosburg, GER) Polypropylencompounds hergestellt und untersucht.

### 4.1.1 Borealis PP BB412E

Das Material PP BB412E, ein Polypropylen Block-Copolymer, zeichnet sich durch die ausgeglichenen mechanischen Eigenschaften wie hohe Steifigkeit und gleichzeitig hohe Schlagzähigkeit sowohl bei Raumtemperatur als auch im niederen Temperaturbereich aus. Es besitzt eine mittlere Molmasse von ca. 615000 g/Mol und einen mittleren MFR von 1,3 g/10min (durchgeführt mit einem Auflagegewicht von 2,16 kg bei 230 °C). Der empfohlene Verarbeitungstemperaturbereich liegt zwischen 190 °C und 230 °C. Das Material PP BB412E ist vor allem für die Rohrextrusion und das Spritzgießen von Fittings geeignet [5].

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Stoffdatenmessungen ergaben außerdem eine Dichte von 764 kg/m<sup>3</sup> (bei 215 °C und 30 bar), eine Wärmeleitfähigkeit von 0,174 W/(m·K) (bei 215 °C), eine spezifische Wärmekapazität von 2,988 J/(g·K) (bei 215 °C), eine Nullviskosität von 13751 Pa·s (bei 215 °C) und einen Schmelzpunkt von 169 °C.

### 4.1.2 Borealis PP Bormed™ DM55pharm

Im Gegensatz zum PP-Typ BB412E stellt das Material PP Bormed™ DM55pharm ein Polypropylen Homopolymer dar. Es besitzt eine mittlere Molmasse von ca. 333000 g/Mol und ausgeglichene mechanische Eigenschaften wie gute Steifigkeit und gute Schlagzähigkeit, weist jedoch einen höheren MFR von 2,8 g/10 min (durchgeführt mit einem Auflagegewicht von 2,16 kg bei 230 °C) und damit eine niedrigere Viskosität als die Type BB412E auf. Daher wird es auch vor allem in der Folienextrusion eingesetzt, wobei es außerdem thermoformbar ist [6].

Für PP Bormed™ DM55pharm ergaben die durchgeführten Stoffdatenmessungen ebenfalls eine Dichte von 764 kg/m<sup>3</sup> (bei 215 °C und 30 bar), eine Wärmeleitfähigkeit von



#### 4. Experimentelle Untersuchung

0,172 W/(m·K) (bei 215 °C), eine spezifische Wärmekapazität von 3,148 J/(g·K) (bei 215 °C), eine Nullviskosität von 7018 Pa·s (bei 215 °C) und einen Schmelzpunkt von 167 °C.

In Tabelle 1 sind die wichtigsten Eigenschaften von PP BB412E und PP Bormed™ DM55pharm dargestellt.

Tabelle 1: Vergleich der Materialien PP BB412E und Bormed™ DM55pharm

	Bedingung	BB412E	DM55pharm
<b>Aufbau (/)</b>	-	Block-Copolymer	Homopolymer
<b>MFR 2,16 kg, 230 °C (g/10min)</b>	-	1,3	2,8
<b>Mittlere Molmasse (g/Mol)</b>	-	615000	333000
<b>Nullviskosität (Pa·s)</b>	215 °C	13751	7018
<b>Dichte (kg/m<sup>3</sup>)</b>	215 °C, 30 bar	764	764
<b>Wärmeleitfähigkeit (W/(m·K))</b>	215 °C	0,174	0,172
<b>spez. Wärmekapazität (J/(g·K))</b>	215 °C	2,988	3,148
<b>Schmelzpunkt (°C)</b>	-	169	167

#### 4.1.3 BYK Scona TPPP 2112 GA

Das Material Scona TPPP 2112 GA stellt ein carboxyliertes Polypropylen mit Maleinsäureanhydridgruppen dar, welches als Compatibilizer für PP-Nanocomposites und zur Haftungsmodifizierung von thermoplastischen Elastomeren eingesetzt wird. Es wird in Granulatform verarbeitet, weist einen Schmelzbereich zwischen 155 und 170 °C und eine Dichte von 890 bis 920 kg/m<sup>3</sup> auf [7]. Der Maleinsäureanhydridanteil liegt zwischen 0,9 und 1,2 %, der mittlere MFR beträgt rund 6 g/10min (durchgeführt mit einem Auflagegewicht von 2,16 kg bei 190 °C) [8]. In Abbildung 13 ist die Strukturformel des mit Maleinsäureanhydrid gepfropften Polypropylens dargestellt.

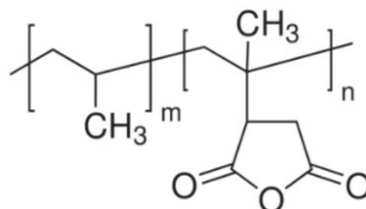


Abbildung 13: Mit Maleinsäureanhydrid gepfropftes Polypropylen [21]

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

### 4.1.4 Rockwood Nanofil® 5

Das Schichtsilikat Nanofil® 5 ist ein organophiler Bentonit und liegt in Pulverform vor. Das Anwendungsgebiet liegt unter anderem im Bereich der Farben-, Lack-, Kosmetik- und Kunststoffindustrie als Füll- und Hilfsstoff [38].

Die Oberflächenmodifizierung besteht aus Dimethyl, di(hydrierter Talg) Alkyl Ammonium Salz (siehe Abbildung 14) [37].

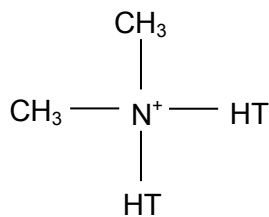


Abbildung 14: Dimethyl, di(hydrierter Talg) Alkyl Ammonium Salz (HT: hydrierter Talg) [37]

Organophile Bentonite sind Tone und Gesteine, die als Hauptbestandteil Montmorillonit enthalten und deren Zwischenschichtkationen durch polare organische Moleküle (z.B. Alkylammoniumionen) ersetzt wurden [20].

### 4.1.5 Polypropylenanocompounds

Die zwei für die Versuche im 3in1-Verfahren (alle drei Compoundkomponenten werden gleichzeitig über die gravimetrische Dosierung eingewogen) hergestellten Polypropylenanocompounds setzen sich jeweils zu 90 Gew.-% aus dem PP-Grundpolymer (PP BB412E bzw. PP Bormed™ DM55pharm), zu 5 Gew.-% aus BYK Scona TPPP 2112 GA Compatibilizer und zu 5 Gew.-% aus Rockwood Nanofil® 5 Schichtsilikat zusammen.

Im Spritzgießcompoundierprozess wurde für beide PP-Nanocompounds eine Standard-Spritzgießdüse eingesetzt, wobei Referenzversuche mit einer hyperbolischen Düse für die Zentralpunkte durchgeführt wurden (siehe Abbildung 27, Kapitel 4.3.4).

## 4.2 Verwendete Geräte und Messvorrichtungen

In diesem Kapitel werden die für die Durchführung der Versuche notwendigen Geräte beziehungsweise Maschinen sowie Messvorrichtungen kurz vorgestellt.

### 4.2.1 Spritzgießcompounder

Der Spritzgießcompounder des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen der Montanuniversität Leoben setzt sich im Wesentlichen aus dem Compounder

#### **4. Experimentelle Untersuchung**

---

ZSE 27 MAXX 44-52D der Firma Leistritz Group (Nürnberg, GER) und der Spritzgießmaschine e-motion 740/180T der Firma Engel Austria GmbH (Schwertberg, AUT) zusammen.

##### **Leistritz ZSE 27 MAXX 44-52D**

Der gleichlaufende, dichtkämmende Doppelschneckenextruder Leistritz ZSE 27 MAXX 44-52D dient zur Extrusion und zum Compoundieren der Materialien. Durch die gleichlaufende, dichtkämmende Doppelschnecke wird das Aufschmelzen des Granulats, das Einmischen von Füllstoffen und der Druckaufbau zum Austrag der compoundierten Schmelze ermöglicht. Durch die dichtkämmenden Elemente der Schnecke ist diese außerdem kinematisch selbstreinigend [25].

Die Zylinderlänge des Extruders kann durch ein Stecksystem von Zylinderelementen zwischen 44 und 52D variiert werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Länge von 44D festgelegt, was 11 Zylinderzonen (ZZ) zur Folge hat. Die Schnecken werden aus einzelnen Elementen modular aufgebaut (siehe Abbildung 19, Kapitel 4.3.3). Neben links- und rechtsdrehenden zweigängigen Förderelementen wurden zur besseren Mischwirkung auch links- und rechtsdrehende Knetelemente sowie Mischelemente verwendet.

Durch das Anfahrventil (AV) kann die extrudierte bzw. compoundierte Schmelze entweder in den Schmelzepot, zur Unterwassergranulieranlage (UWG) oder über die Schmelzeleitung direkt in den Schneckenorraum der Spritzgießmaschine geleitet werden.

##### **Engel e-motion 740/180T**

Mittels der vollelektrischen Spritzgießmaschine vom Typ Engel e-motion 740/180T, welche in dieser Arbeit mit einem Universalzugprüfstab- und einem SAXS-Platten-Spritzgießwerkzeug mit zwei Forminnendrucksensoren bestückt wurde, wurden die untersuchten Zugprüfstäbe und SAXS-Platten aus den compoundierten Materialien gespritzt.

##### **Schmelzepumpe**

Die Schmelzepumpe (SP) vom Typ EXTRU 25,6-3 der Firma Witte Pumps & Technology GmbH (Uetersen, GER) wird als Nachfolgeeinheit des Extruders eingesetzt.

Schmelzepumpen kommen in der Kunststoffverarbeitung normalerweise zum Einsatz, um Druck und Durchsatzinstabilitäten (Schmelzepulsationen) auszugleichen. Bei der Verarbeitung von Schichtsilikaten kann die Schmelzepumpe hingegen als effektives Hilfsmittel eingesetzt werden, um die Verweilzeit zu erhöhen. In früheren Arbeiten [26]

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

konnte gezeigt werden, dass die Verweilzeit durch Einsatz der Schmelzepumpe verdoppelt werden konnte, wenn ein negativer Druckgradient durch die Schmelzepumpe realisiert wurde, das heißt der Einlaufdruck höher als der Auslaufdruck war. Die größere Verweilzeit erhöhte die eingebrachte Scherenergie in die Schmelze und so konnten die mechanischen und rheologischen Eigenschaften verbessert werden [26]. Anhand dieser Erkenntnisse wurde auch in dieser Masterarbeit ein definierter Rückstau des Materials im Zylinder durch die Schmelzepumpe realisiert.

### Siebwechsler

Der kontinuierliche Kolbensiebwechsler (SW) vom Typ ESK 40 der Firma ECON GmbH (Weißkirchen/Traun, AUT) dient nicht nur zur Filterung und Homogenisierung der Schmelze, sondern kann bei Einsatz von Stützplatten und Siebeinsätzen auch zusätzliche Scherung einbringen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden bis auf die Herstellung des Granulats für die Stoffdatenmessung keine Stützplatten und Siebeinsätze verwendet, um das Ergebnis der durch die Schnecke eingebrachten Scherung möglichst nicht zu verfälschen.

### Unterwassergranulieranlage

Zur Granulierung des compoundierten Materials, wie es bei der Herstellung der PP-Compounds für die Stoffdatenmessung nötig war, wurde eine Unterwassergranulieranlage (UWG) vom Typ EUP 50 der Firma ECON GmbH (Weißkirchen/Traun, AUT) eingesetzt.

Bei der Unterwassergranulierung wird die Polymerschmelze durch eine Lochplatte in einen Wasserstrom extrudiert und von einem rotierenden Messer geschnitten. Als Produkt entsteht ein fast kugelförmiges Granulat. Dadurch wird eine höhere Kornanzahl pro Gewichtseinheit im Vergleich zu zylinderförmigem Granulat erreicht, was bei einer Direktdosierung zu einem homogeneren Ergebnis führt. Zylinderförmiges Granulat entsteht unter anderem bei der Stranggranulierung. Hierbei wird ein Strang gezogen und abgekühlt, welcher dann geschnitten wird [30].

#### 4.2.2 Standardschneckengeometrie und optimierte Schneckengeometrie

Die in dieser Arbeit ursprünglich eingesetzte Standardschneckengeometrie (Abbildung 15), mit der im Rahmen dieser Arbeit eine Geometrieoptimierung durchgeführt wurde, wurde in früheren Arbeiten für die Verarbeitung von PP Bormed™ DM55pharm aufgebaut.

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

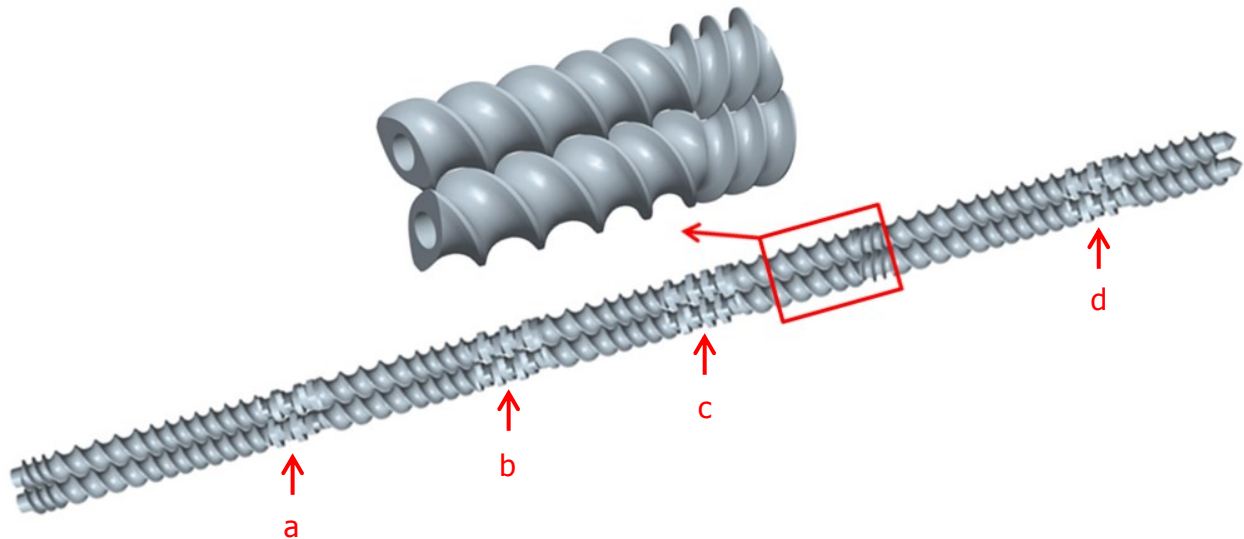


Abbildung 15: Standardschneckengeometrie für die Verarbeitung von PP Bormed™ DM55pharm (a, b, c, d: Knetblockzonen)

Charakteristisch für diese Standardschneckengeometrie sind die vier Knetblockzonen (a-d) sowie eine Gegenförderzone. Die im Rahmen dieser Arbeit aus dieser Geometrie abgeleitete optimierte Schneckengeometrie ist in Abbildung 16 dargestellt. Hierbei wurde die Gegenförderzone so verändert, dass an Stelle der Fördererlemente und des Gegenfördererelements, Mischelemente und Knetblöcke eingesetzt wurden.

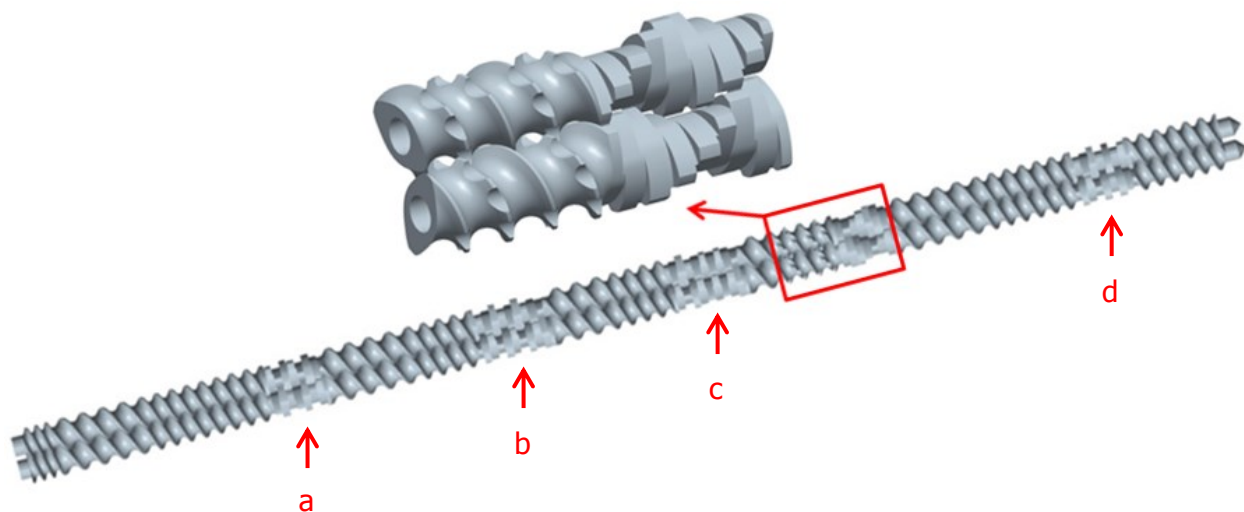


Abbildung 16: Optimierte Schneckengeometrie (aus der Standardschneckengeometrie abgeleitet; a, b, c, d: Knetblockzonen)

Die Standardschneckengeometrie sowie die optimierte Schneckengeometrie werden in Kapitel 5.3.2 im Detail verglichen.

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

### 4.2.3 Vakuumpresse zur Plattenherstellung für die Viskositätsmessung

Für die Viskositätsmessung am Platte-Platte Rheometer wurden Platten mit einer Dicke von 2 mm mit der Vakuumpresse P 200 PV der Firma Dr. Collin GmbH (Ebersberg, GER) gepresst. Dazu wurde das Kunststoffgranulat in einen Metallrahmen eingefüllt, mit einer weiteren Metallplatte abgedeckt und in der Vakuumpresse mit den in Tabelle 7 (Kapitel 4.3.2) dargestellten Parametern zu Platten verarbeitet.

### 4.2.4 Geräte zur Stoffdatenmessung

Um die eingesetzten Materialien zu charakterisieren und alle benötigten Stoffdaten für die Simulation zu erhalten, wurden folgende Stoffdatenmessungen durchgeführt:

#### pvT-Messungen

Zur Bestimmung der Dichte der beiden gefüllten sowie ungefüllten PP-Typen wurden 7 Isobaren (200 bar, 400 bar, 600 bar, 800 bar, 1000 bar, 1200 bar und 1400 bar) bei Temperaturen zwischen 40 °C und 240 °C mit dem Gerät pvT100 der Firma SWO Polymertechnik GmbH (Krefeld, GER) aufgenommen.

#### Viskositätsmessungen mittels Rotationsrheometer

Die Scherviskosität wurde für die beiden gefüllten sowie ungefüllten PP-Typen mit Hilfe des Platte-Platte Rheometers Physica MCR 501 der Firma Anton Paar GmbH (Graz, AUT) im Schergeschwindigkeitsbereich zwischen  $0,1 \text{ s}^{-1}$  und  $500 \text{ s}^{-1}$  für die Temperaturen 200 °C, 215 °C und 230 °C bestimmt.

#### Viskositätsmessungen mittels Hochdruckkapillarrheometer (HKR)

Um die Scherviskosität im Schergeschwindigkeitsbereich zwischen ca.  $70 \text{ s}^{-1}$  und  $20000 \text{ s}^{-1}$  zu ermitteln, wurden Messungen mit dem Hochdruckkapillarrheometer Rheograph 2002 der Firma Göttfert Werkstoffprüfmaschinen GmbH (Buchen, GER) sowohl mit einer 0,2 mm langen Nulldüse bzw. Lochblende als auch mit einer 20 mm langen Düse (Durchmesser jeweils 1 mm) durchgeführt. Die Scherviskositätskurven wurden für die Temperaturen 200 °C, 215 °C und 230 °C bestimmt.

Um den für die Simulation verwendeten Cross-Arrhenius-Viskositätsansatz zu berechnen, wurden die mittels Platte-Platte Rheometer und HKR ermittelten Viskositätskurven zusammengefügt.

## **4. Experimentelle Untersuchung**

---

### **4.2.5 Druckaufnehmer**

Um den axialen Druckverlauf entlang der Schnecke zu überprüfen, wurden nach der Seitendosierung, welche sich auf Höhe des vierten Zylinderblocks bei 385 mm befindet, fünf Druckaufnehmer der Firma Dynisco Instruments LLC (Franklin, Massachusetts, USA) an den Positionen 495 mm, 715 mm, 825 mm, 1045 mm und 1155 mm eingeschraubt. Jener Druckaufnehmer, welcher im letzten Zylinderblock positioniert wurde, hatte dabei einen maximalen Druckaufnahmebereich von 200 bar, die anderen vier Druckaufnehmer einen Druckaufnahmebereich von jeweils 100 bar.

Die Datenerfassung und Datenauswertung erfolgte über das Messdatenerfassungssystem MX840A und die Software Catman easy 3.5 der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM) GmbH (Darmstadt, GER).

### **4.2.6 Temperaturfühler**

Die Massetemperatur im Compounder wurde einerseits mittels Massetemperaturfühler des Compounders, welcher in einen Adapter an der Schneckenspitze eingeschraubt wurde, andererseits mit Hilfe eines Typ-J-Schwertfühlers gemessen. Die Massetemperatur mittels Schwertfühler wurde zum einen ebenfalls an der Schneckenspitze, zum anderen an der Position 1155 mm gemessen.

Um die Messdaten des Schwertfühlers zu erfassen und auszuwerten, wurden ebenfalls das Messdatenerfassungssystem MX840A und die Software Catman easy 3.5 der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM) GmbH (Darmstadt, GER) verwendet.

### **4.2.7 Druckkalibrator**

Um die fünf entlang der Schnecke eingesetzten Druckaufnehmer zu kalibrieren, wurde der Druckkalibrator HDK700 der Firma ICS Schneider Messtechnik GmbH (Hohen Neuendorf, GER) eingesetzt. Um die Kalibrierfunktionen, welche in der Software Catman easy 3.5 für jeden Druckaufnehmer hinterlegt wurden, zu erhalten, wurden die am Druckkalibrator eingestellten Druckwerte in Abhängigkeit der am PC angezeigten Spannungswerte aufgetragen.

### **4.2.8 Temperaturkalibrator**

Zur Kalibrierung des beim Spritzgießcompoundieren eingesetzten Typ-J-Schwertfühlers und des Massetemperaturfühlers des Compounders wurde ein Blockkalibrator vom Typ Profi Cal II der Firma Gräff GmbH (Troisdorf, GER) verwendet. Herrschten stabile

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

Temperaturverhältnisse im Blockkalibrator, wurde die mit dem jeweiligen Thermoelement gemessene Temperatur notiert. Zur Erstellung einer Kalibriergeraden wurden die angezeigten Temperaturwerte am Blockkalibrator in Abhängigkeit der mit dem Thermoelement gemessenen Temperaturwerte aufgetragen.

### 4.2.9 Zugprüfmaschine

Die Zugprüfungen der spritzgießcompoundierten Prüfstäbe wurden mittels einer Zugprüfmaschine vom Typ Z250 der Firma Zwick GmbH & Co. KG (Ulm, GER) nach DIN EN ISO 527-2 am Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe (WPK) der Montanuniversität Leoben durchgeführt. Dabei liegt die Prüfgeschwindigkeit bis zur Ermittlung des E-Moduls bei 1 mm/min. Ist die Ermittlung des E-Moduls abgeschlossen, wird die Prüfgeschwindigkeit auf 50 mm/min erhöht, und bis zum Versagen konstant gehalten. Der E-Modul wird somit mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min, die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung mit einer Prüfgeschwindigkeit von 50 mm/min ermittelt.

### 4.2.10 SAXS-Messanlage

Die SAXS-Messungen wurden mit einer SAXS-Messeinrichtung vom Typ Nanostar der Firma Bruker AXS GmbH (Karlsruhe, GER) am Materials Center Leoben (MCL) durchgeführt. Die verwendete Röntgenstrahlung aus einer Kupferanode (Cu-K $\alpha$ -Strahlung) mit einer Wellenlänge von 0,154 nm ist mit einem optischen Vielschichtsystem vom Typ Montel der Firma Incoatec GmbH (Geesthacht, GER) und einem 2D-Bereichsdetektor vom Typ Våntec 2000 ebenfalls von Bruker AXS gekoppelt. Die SAXS-Muster werden mit einem Zeitintervall von 2000 s pro Rasterfeld im Transmissionsverfahren bei Umgebungstemperatur erfasst.

### 4.2.11 Software

Für die Simulation, die Parametereinstellung und die Auswertung der Zugprüfungen und SAXS-Messungen wurden fünf unterschiedliche Programme eingesetzt:

- Für die Simulation der Schnecken geometrien wurde Polyflow 15.0.0 der Firma Ansys Inc. (Cecil Township, Pennsylvania, USA),
- für die Messdatenaufnahme der Spritzgießparameter (Dosiergeschwindigkeit, Einspritzvolumenstrom, spezifischer Spritzdruck, Nachdruck, Kühlzeit, Forminnendruck, Formtemperatur, Düsentemperatur), sowie der Druckmessungen und Temperaturmessungen am Compounder die Software Catman easy 3.5 der Firma HBM GmbH (Darmstadt, GER),



## 4. Experimentelle Untersuchung

---

- zur Parametereinstellung und Auswertung der Zugprüfungen das Programm Zwick testXpert II der Firma Zwick GmbH & Co. KG (Ulm, GER),
- für die Durchführung der statistischen Auswertungen die Software Minitab 17 der Firma Minitab Inc. (State College, Pennsylvania, USA) und
- für die Auswertung und Darstellung der SAXS-Messungen das Programm OriginPro 9.1 der Firma OriginLab Corporation (Northampton, Massachusetts, USA) verwendet.

### 4.3 Versuchsplan

Das Hauptaugenmerk dieser Masterarbeit lag auf der Simulation zweier unterschiedlicher Schneckenometrien für die Verarbeitung von zwei unterschiedlichen nanoverstärkten Polypropylentypen. Als Randbedingungen für die Simulation dienten die Geometrie der Schneckenelemente, die Schneckendrehzahl, der Volumendurchsatz und der Druck am Ende des Schneckenbereichs (Gegendruck). Die Simulation lieferte als Ergebnis Aussagen über den Druck, die Schergeschwindigkeit, die eingebrachte Scherenergie und die Strömungsverhältnisse in der Schmelze (Mixing-Index). Im Anschluss daran wurden die simulierten Ergebnisse in der Praxis überprüft, wobei anzumerken ist, dass von den Simulationsergebnissen der Druck die einzige experimentelle Validierungsmöglichkeit darstellte. Außerdem wurden die Ergebnisse der Simulation im Hinblick auf die Materialqualität der mit Schichtsilikat verstärkten Polypropylentypen bewertet. Die Materialqualität sollte dabei anhand mechanischer, aus den Zugprüfungen gewonnener Kennwerte (E-Modul, Zugfestigkeit) und dem Grad der Exfolierung bzw. Interkalierung der Schichtsilikatpartikel, welcher mit Hilfe der SAXS-Messungen bestimmt wurde, beurteilt werden.

Jede der beiden Schneckenometrien wurde für die Verarbeitung beider nanoverstärkter PP-Typen untersucht. Außerdem wurde der Einfluss der Schneckenometrie, der Schneckendrehzahl und des Gegendruckes mit Hilfe eines vollfaktoriellen Versuchsplanes mit zwei Zentralpunkten bei einem konstanten Durchsatz (theoretischer Versuchsplan siehe Tabelle 2), sowie der Einfluss des Durchsatzes sowohl simulativ als auch in der Praxis analysiert. Beim vollfaktoriellen Versuchsplan ergaben sich 8 Versuchsserien pro PP-Type durch die Variation der Faktorstufen (+1,-1) der Schneckenometrie, der Schneckendrehzahl und des Gegendruckes und 2 Versuchsserien für die Untersuchung der Zentralpunkte, da pro Schneckenometrie ein Zentralpunkt untersucht wurde. Somit wurden im Rahmen des vollfaktoriellen Versuchsplans pro PP-Type 10 Versuchsserien durchgeführt, wobei außerdem für jede Schneckenometrie und jedes Material eine Serie

#### 4. Experimentelle Untersuchung

am Zentralpunkt mit dem ungefüllten Material als Referenz, eine Serie bei einem erhöhten Durchsatz und eine Serie am Zentralpunkt mit einer hyperbolischen Spritzgießdüse produziert wurden. Damit ergaben sich insgesamt 32 Versuchsserien. Der Ablauf dieser Versuchsserien ist in Tabelle 11 (Kapitel 4.3.4) dargestellt.

Der grundsätzliche Ablauf und die wichtigsten Versuche dieser Masterarbeit sind in Abbildung 17 dargestellt, wobei die einzelnen Abschnitte in der Folge kapitelweise erläutert werden.

Tabelle 2: Theoretischer vollfaktorieller Versuchsplan mit zwei Zentralpunkten

Schneckendrehzahl	Gegendruck	Schneckengeometrie
-1	+1	-1
-1	-1	-1
0	0	-1
+1	-1	-1
+1	+1	-1
-1	+1	+1
-1	-1	+1
0	0	+1
+1	-1	+1
+1	+1	+1

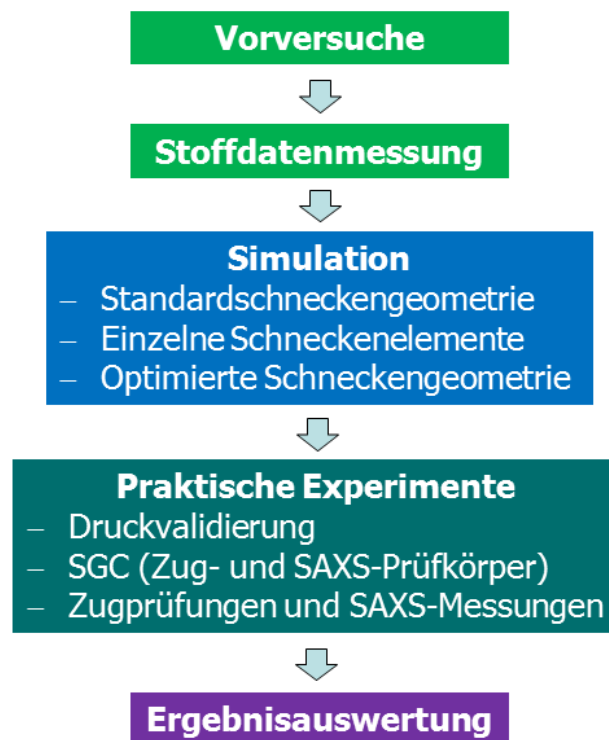


Abbildung 17: Versuchsablauf der essentiellen Arbeiten der Masterarbeit

## 4. Experimentelle Untersuchung

### 4.3.1 Vorversuche

Die Vorversuche dienten vor allem der Ermittlung der während aller Versuchsserien unveränderten Prozessparameter, der oberen und unteren Faktorstufen (+1 und -1) der Schneckendrehzahl und des Gegendruckes, sowie der Zentralpunkte (Faktorstufe 0) und der Ermittlung des konstanten Durchsatzes für alle Versuchsserien des vollfaktoriellen Versuchsplanes beim Compoundieren. Zudem wurde die Realisierbarkeit eines erhöhten Materialdurchsatzes für das Spritzgießcompoundieren untersucht und erste Verweilzeitmessungen durchgeführt. Um erste Anhaltspunkte für die Überprüfung der später durchgeführten Simulationen zu erhalten, wurde der Schneckenfüllgrad der Standardschnecke durch Schneckenziehversuche bei den unterschiedlichen Prozessparametern ermittelt.

Im Folgenden werden die wichtigsten Informationen und Ergebnisse der oben erwähnten Teile der Vorversuche, welche für die folgenden Kapitel vorausgesetzt wurden, kurz dargestellt.

### Prozessparameter Compoundieren

In Tabelle 3 sind die für die gesamten Versuche dieser Arbeit als konstant festgelegten Prozessparameter aufgelistet. Die Temperaturen wurden bei PP Bormed™ DM55pharm sowie bei PP BB412E während der gesamten Arbeit ab Zylinderzone 3 konstant bei 200 °C beziehungsweise 230 °C gehalten.

*Tabelle 3: Konstante Prozessparameter für alle Versuche dieser Arbeit (AV: Anfahrventil, SP: Schmelzpumpe, SW: Siebwechsler, UWG: Unterwassergranulierung, ZZ: Zylinderzone, \*: falls verwendet)*

PP-Grundmaterialien	PP Bormed™ DM55pharm	PP BB412E
Temperaturprofil Extruder (°C) <sup>(ZZ)</sup>	170 <sup>(1)</sup> – 185 <sup>(2)</sup> – 200 <sup>(3)</sup> – ...	200 <sup>(1)</sup> – 215 <sup>(2)</sup> – 230 <sup>(3)</sup> – ...
Compatibilizer	Scona TPPP 2112 GA	
Schichtsilikat	Rockwood Nanofil® 5	
Menge Compatibilizer (Gew.-%)	5	
Menge Schichtsilikat (Gew.-%)	5	
Seitendosierdrehzahl (U/min)	50	
Stützplatten und Siebe	keine	
Anlagenkonfiguration	Extruder (44D) – SP – SW – AV – UWG	
Vakuumpumpe (mbar)	750*	

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

Tabelle 4 zeigt die im Rahmen der Vorversuche ermittelten Faktorstufen der Prozessparameter für das Compoundieren der verwendeten PP-Typen bei einem Durchsatz von 8 kg/h. Es ist anzumerken, dass die Werte der Faktorstufen nur einen ersten Anhaltspunkt darstellten. Nach Abschluss der Vorversuche wurden die untere und obere Faktorstufe der Schneckendrehzahl für die Durchführung aller anderen Arbeitspakete noch leicht verändert.

*Tabelle 4: Realisierbare Prozessparameter für das Compoundieren bei einem Durchsatz von 8 kg/h (mit Vakuumpumpe)*

	<b>Faktorstufe -1</b>	<b>Faktorstufe 0</b>	<b>Faktorstufe +1</b>
<b>Schneckendrehzahl (U/min)</b>	50	100	150
<b>Gegendruck (bar)</b>	15	30	45

#### Verweilzeitmessung

Um die minimale Verweilzeit des Materials im Compounder und während des Spritzgießcompoundierens vom Materialeinzug bis in den fertigen Zugprüfkörper zu bestimmen, wurden etwa fünf Körner eines blauen Farbmasterbatches im Materialeinzug hinzugegeben und die Zeit gemessen, bis die erste Farbveränderung des Materials am Austritt der Anfahrweiche bzw. im spritzgegossenen Teil auftrat. Durch das Umschalten des 3-Wege-Ventils während des Spritzgießcompoundierens zwischen Schmelzepot und Schmelzeleitung und die damit verbundene Beeinflussung der Verweilzeit, wurde beim SGC das Farbmasterbatch immer zu Beginn eines Spritzgießzyklus zugegeben, um gleiche Bedingungen für jede Versuchsserie zu gewährleisten.

Ziel dieser Verweilzeitmessungen war in erster Linie, Informationen darüber zu erhalten, wie lange nach Umstellung der Prozessparameter gewartet werden musste, bis jenes, von den veränderten Prozessparametern beeinflusstes Material, am Austritt des Compounders beziehungsweise im Spritzgießteil zur Verfügung stand.

#### Erhöhter Materialdurchsatz SGC

Da bei einem Durchsatz von 8 kg/h die Verarbeitungsparameter von puren und ungefüllten PP-Typen sehr ähnlich waren und die Ermittlung des erhöhten Materialdurchsatzes gekoppelt mit den Verweilzeitmessungen durchgeführt wurde, wurde die Ermittlung des erhöhten Durchsatzes für das SGC im Rahmen der Vorversuche mit den puren Materialien PP Bormed™ DM55pharm und PP BB412E durchgeführt. Aufgrund dessen, dass bei höheren Drehzahlen und niedrigeren Gegendrücken das benötigte Drehmoment des Extruders sank,

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

wurden vorab die Schneckendrehzahl auf 150 U/min und der Gegendruck auf 15 bar eingestellt, um so den maximalen Durchsatz (je höher der Durchsatz, umso höher das Extruderdrehmoment) zu ermitteln.

Es sei aufgrund der folgenden Kapitel vorweggenommen, dass der maximale Durchsatz beim SGC sowohl für das ungefüllte PP Bormed™ DM55pharm als auch für das ungefüllte PP BB412E bei 16 kg/h lag.

#### Schneckenziehversuche

Die Schneckenziehversuche wurden mit der Standardschneckenengeometrie mit purem PP Bormed™ DM55pharm durchgeführt, wobei die aus den Vorversuchen ermittelten realisierbaren Einstellgrößen von Schneckendrehzahl und Gegendruck für einen Durchsatz von 8 kg/h vollfaktoriell kombiniert wurden. Eine Ausnahme war die Versuchsserie mit der Schneckendrehzahl auf niedriger und dem Gegendruck auf hoher Faktorstufe: Hierbei musste die Schneckendrehzahl auf 55 U/min erhöht werden, da ansonsten das Drehmoment des Extruders überschritten wurde und kein stabiler Prozess möglich war. Außerdem wurde ein Schneckenziehversuch bei einem erhöhten Durchsatz von 16 kg/h durchgeführt. Die Grundeinstellungen sind in Tabelle 3 aufgelistet, wobei beim Schneckenziehen auf den Einsatz der Vakuumpumpe verzichtet wurde. In Tabelle 5 sind die Versuchsserien dargestellt. Nach Einstellung der Parameter wurde der Extrusionsprozess rund 15 Minuten stabilisiert um dann den Extruder abzuschalten und die Schnecke zu ziehen. Die gezogene Schnecke wurde zonenweise fotografiert und die Schneckenfüllung für jedes einzelne Schneckenelement notiert.

*Tabelle 5: Einstellgrößen der Versuchsserien für das Schneckenziehen der Standardschnecke mit PP Bormed™ DM55pharm (ohne Vakuumpumpe)*

Versuch Schneckenziehen	Schneckendrehzahl (U/min)	Gegendruck (bar)	Durchsatz (kg/h)
1	50	15	8
2	55	45	
3	150	15	
4	150	45	
5	150	15	16

## 4. Experimentelle Untersuchung

### 4.3.2 Stoffdatenmessung

Die Messung der für diese Arbeit relevanten Stoffdaten setzte sich aus der Dichtebestimmung mittels pvT-Messung und der Messung der Viskositätskurven mittels Platte-Platte Rotationsrheometer und HKR der ungefüllten und gefüllten PP-Typen zusammen.

Den ersten Schritt dieses Arbeitspaketes stellte die Herstellung des Granulats der mit jeweils 5 Gew.-% Nanofil® 5 gefüllten PP-Typen Bormed™ DM55pharm und BB412E dar. Die Herstellung des Granulats erfolgte für beide Materialien mit der DM55pharm-Standardschnecke mit einer Schneckendrehzahl von 100 U/min und einem Gegendruck von 5 bar im 3in1-Verfahren. Die Grundeinstellungen des Prozesses entsprachen, bis auf den Einsatz von Stützplatten, jenen in Tabelle 3. In Tabelle 6 sind die charakteristischen Prozessparameter zur Herstellung des Granulats zusammengefasst. Die beiden hergestellten mit Schichtsilikat gefüllten Granulattypen und die Granulattypen der beiden Rohmaterialien stellten die Grundmaterialien für die Stoffdatenmessungen dar. Im folgenden Abschnitt werden die einzelnen Teile der Stoffdatenmessung kapitelweise erläutert.

*Tabelle 6: Charakteristische Prozessparameter zur Herstellung der Granulattypen für die Stoffdatenmessung (mit Vakuumpumpe)*

PP-Grundmaterialien	PP Bormed™ DM55pharm	PP BB412E
<b>Stützplatten und Siebe</b>	Stützplatten	
<b>Durchsatz (kg/h)</b>	8	
<b>Schneckendrehzahl (U/min)</b>	100	
<b>Gegendruck (bar)</b>	5	
<b>UWG Drehzahl (U/min)</b>	700	
<b>UWG Anpressdruck (bar)</b>	2,2	
<b>Temperatur Wassertank (°C)</b>	30	

### Dichtebestimmung mittels pvT-Messung

Um das spezifische Volumen ( $v$ ) in Abhängigkeit von Druck ( $p$ ) und Temperatur ( $T$ ) bestimmen zu können, wurden sieben Messkurven bei Drücken von 200, 400, 600, 800, 1000, 1200 und 1400 bar aufgenommen. Die isobare Abkühlung für jede der Kurven erfolgte von 240 °C bis 40 °C mit einer Abkühlrate von 6 Kelvin/Minute. Die gemessenen Kurven wurden mit Hilfe des 7-Koeffizienten-Ansatzes von Schmidt [40] approximiert. Für das

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

weitere Vorgehen war ausschließlich der Schmelzbereich von Bedeutung, daher wurde der Fokus auf die Koeffizienten  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  und  $K_4$  des Schmidt-Ansatzes gelegt, welche den Schmelzbereich beschreiben. Die Gleichung für die Approximation im Schmelzbereich ist in ( 13 ) [40] dargestellt, wobei  $v$  das spezifische Volumen,  $p$  den Druck und  $T$  die Temperatur repräsentieren.

$$v = \frac{K_1}{p + K_4} + \frac{K_2 \cdot T}{p + K_3} \quad ( 13 )$$

#### Viskositätsmessung mittels Platte-Platte Rheometer

Für die Ermittlung der Viskositätskurven mussten die untersuchten PP-Typen in Form von 2 mm dicken Kunststoffplättchen zwischen Messstempel (Durchmesser 25 mm) und Platte eingelegt werden. Diese Plättchen wurden aus quadratischen Platten mit den Abmessungen 160 x 160 x 2 mm ausgeschnitten, die zuvor aus dem PP-Granulat mit der Vakuumpresse und den in Tabelle 7 dargestellten Prozessparametern gepresst wurden.

Tabelle 7: Prozessparameter zur Herstellung der Platten für die Viskositätsmessung

Zeit (min)	Temperatur (°C)		Druck (bar)
	Obere Platte	Untere Platte	
10	195	195	1
3	195	195	25
2	195	195	50
1	195	195	100
10	30	30	100

Die Viskositätsmessung mittels Platte-Platte Rheometer (Messspalt 1 mm) gliederte sich in zwei Teile. Zuerst wurde im sogenannten „strain-sweep“ Modus bei einer konstanten Kreisfrequenz  $\omega$  von  $1 \text{ s}^{-1}$  und einer Deformation  $\gamma$  zwischen 0,01 und 100 % die für den „frequency-sweep“ Modus konstante Deformation bestimmt. Anschließend wurden bei ermittelter Deformation  $\gamma$  und einer Kreisfrequenz  $\omega$  zwischen 0,1 und  $500 \text{ s}^{-1}$  drei Viskositätskurven unter gleichen Bedingungen aufgenommen. Zur weiteren Viskositätsauswertung wurde jeweils die Mittelwertkurve der drei Wiederholungsmessungen herangezogen. Dieser Messablauf wurde pro Material jeweils bei 200 °C, 215 °C und 230 °C unter  $\text{N}_2$ -Schutzgasatmosphäre durchgeführt.

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

### Viskositätsermittlung mittels HKR

Bei der HKR-Messung wurden die unterschiedlichen PP-Typen jeweils mit Kolbengeschwindigkeiten zwischen 0,04 und 8,68 mm/s durch zwei unterschiedliche Düsen mit einem Durchmesser  $D$  von 1 mm und einer Länge  $L$  von 0,2 (Lochblende-  $L/D=0,2$ ) und 20 mm ( $L/D=20$ ) extrudiert und die Drücke oberhalb der Kapillare gemessen. Aufgrund der zwei unterschiedlichen  $L/D$ -Verhältnisse konnten mittels linearer Bagley-Korrektur die Einlaufdruckverluste für jede Kolbengeschwindigkeit und somit die wahre Viskosität in Abhängigkeit der wahren Schergeschwindigkeit berechnet werden. Auch die HKR-Messungen wurden bei 200, 215 und 230 °C durchgeführt.

Die aus den Platte-Platte- und HKR-Messungen erhaltenen Viskositätskurven wurden in weiterer Folge zusammengefügt und mittels Cross-Arrhenius-Ansatz approximiert. Die Formeln des Cross-Arrhenius-Ansatzes sind in Gleichung ( 14 ) und ( 15 ) ersichtlich [9, 12]. Der Einfluss der Temperatur auf die Viskosität  $\eta$  aus Gleichung ( 14 ) wird dabei mit Hilfe des Temperaturverschiebungsfaktors  $a_T$  aus Gleichung ( 15 ) berücksichtigt, wobei  $\Delta U$  die materialspezifische Fließaktivierungsenergie,  $R$  die universelle Gaskonstante (8,314 J/(mol·K)),  $T$  die Temperatur und  $T_0$  die Bezugstemperatur repräsentieren. In Gleichung ( 14 ) steht  $\dot{\gamma}$  für die Schergeschwindigkeit und die Parameter  $A$ ,  $B$  und  $C$  stellen die Nullviskosität, die reziproke Übergangsgeschwindigkeit und die Steigung der Viskositätskurve im strukturviskosen Bereich dar. Um eine möglichst gute Korrelation zu erreichen, wurden für die Approximation die Viskositätswerte der Platte-Platte-Rheometermessungen bis  $14 \text{ s}^{-1}$  und die gesamte Viskositätskurve der HKR-Messungen herangezogen. Genaue Herleitungen und Hintergründe für dieses Kapitel sind unter anderem im Buch „Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere“ von M. Pahl [32] nachzulesen.

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

$$a_T = \exp\left(\frac{\Delta U}{R} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \quad (15)$$

### 4.3.3 Simulation

Im Rahmen der Simulation mit der Software Polyflow 15.0.0 wurden die einzelnen Schneckenelemente, welche für den Aufbau der Schneckengeometrien eingesetzt wurden,



#### 4. Experimentelle Untersuchung

bei vordefinierten Drehzahlen und Durchsätzen simulativ untersucht. Für jedes Schneckenelement wurden sowohl dimensionsbehaftete als auch dimensionslose Schneckenkennlinien ermittelt. Außerdem wurde die gesamte DM55-Standardschneckenengeometrie blockweise für das ungefüllte Material PP Bormed™ DM55pharm bei einer Drehzahl von 55 U/min und einem Gegendruck von 45 bar simuliert. Anhand der erhaltenen Simulationsergebnisse, vor allem der Dissipationswerte und Druckwerte, wurde eine zweite, „optimierte“ Schneckenengeometrie virtuell aufgebaut und nach dem Muster der Standardgeometrie simuliert.

Im Rahmen dieser Masterarbeit war eine nicht-isotherme Berechnung zur Überprüfung der Ergebnisse der isothermen Simulation aufgrund eines Polyflow-Softwarefehlers, welcher auch von Ansys nicht behoben werden konnte, nicht möglich. Im Folgenden wird der Ablauf des Simulationsprozesses (Abbildung 18) kapitelweise näher erläutert.

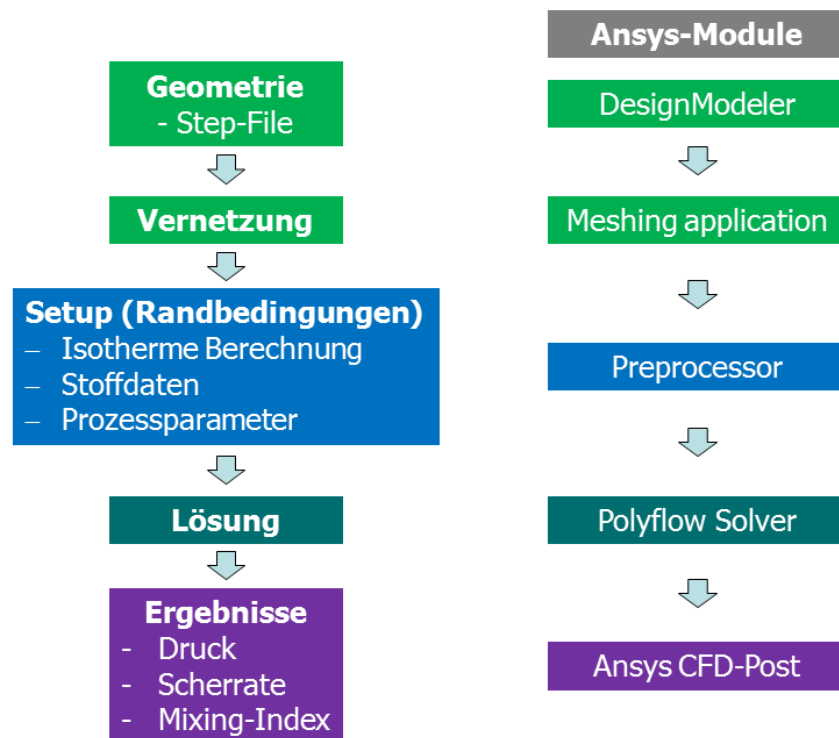


Abbildung 18: Grundsätzlicher Ablauf des Simulationsprozesses und verwendete Module

#### Geometrie

Aufgrund der begrenzten Rechnerleistung und der erforderlichen Genauigkeit war es nicht möglich, die Schneckenengeometrie mit einer Länge von 1210 mm als Gesamtes zu simulieren. So mussten die Schneckenengeometrien in mehrere Abschnitte unterteilt werden, die dann einzeln simuliert wurden. Die maximale Länge der simulierten Abschnitte lag bei 120 mm.

#### 4. Experimentelle Untersuchung

Die Ausgangsgeometrie für den Simulationsprozess wurde aus den acht unterschiedlichen, im Step-Format abgespeicherten Geometrien der einzelnen Schneckenelemente (Abbildung 19) gebildet. Im Falle der Simulation von Einzelementen konnten die Step-Files der einzelnen Elemente direkt in den DesignModeler von Polyflow geladen werden, im Falle der Simulation einzelner Schneckenabschnitte wurden die Step-Files der entsprechend dem Aufbau des jeweiligen Abschnitts zusammengesetzten Einzelemente eingelesen.

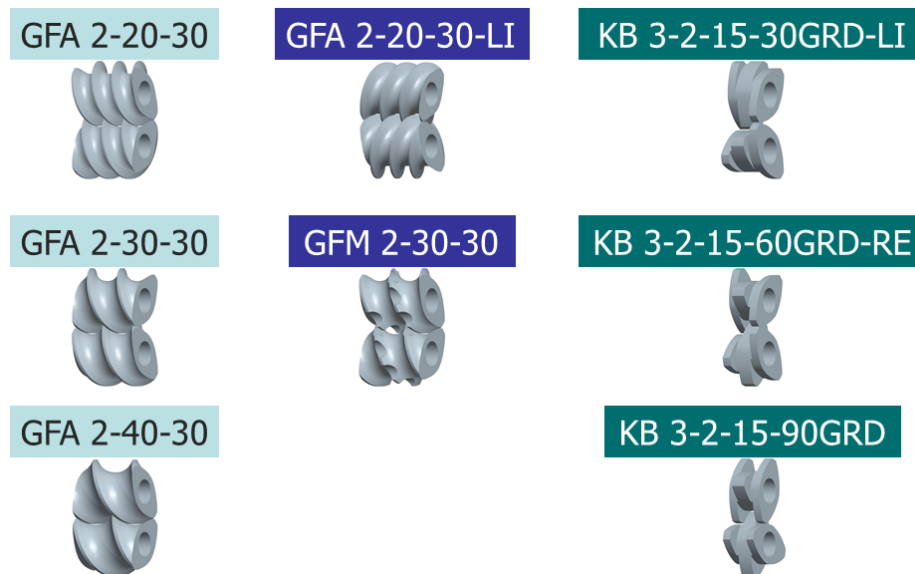


Abbildung 19: Übersicht über die verwendeten Schneckenelemente

Um die in den DesignModeler von Ansys geladenen Geometrien wurde anschließend ein Schneckenzyylinder konstruiert. In Tabelle 8 sind die während dieser Arbeit unveränderten Geometriedaten der Schnecken und des Schneckenzyinders angeführt.

Tabelle 8: Konstante Geometriedaten der Schnecken und des Zylinders

<b>Achsabstand Schnecken (mm)</b>	23
<b>Schneckendurchmesser (mm)</b>	28,27
<b>Durchmesser Zylinder (mm)</b>	28,40
<b>Leckspalt (mm)</b>	0,065

#### Vernetzung

Die Vernetzung wurde in der Meshing application von Ansys so durchgeführt, dass einerseits die Rechenzeit vertretbar war, andererseits die Genauigkeit der Simulationsergebnisse optimiert werden konnte. Für den Schneckenzyylinder wurden als Vernetzungselemente Hexaeder ausgewählt, da diese eine bessere mathematische Näherung ermöglichten. Die

#### 4. Experimentelle Untersuchung

Schnecken wurden aufgrund der komplexeren Geometrie mit Tetraedern vernetzt. Um den Randbereich feiner vernetzen zu können, wurde der Zylinderkanal in einen inneren und einen äußeren Teil gegliedert. Der innere Zylinder wies dabei einen Radius von 14 mm, der äußere Hohlzylinder eine Dicke von 0,2 mm auf. Während so über die Dicke des Hohlzylinders zwei Netzelemente pro 0,1 mm realisiert werden konnten, war die Netzdichte des inneren Zylinders wesentlich geringer. In axiale Richtung wiesen beide Zylinder zwei Elemente pro Millimeter auf. In Abbildung 20 ist der fertig vernetzte Zylinderkanal von drei Fördererelementen dargestellt. Anzumerken ist, dass sich durch eine Längenänderung des Zylinderkanals die Art der Vernetzung nicht änderte.

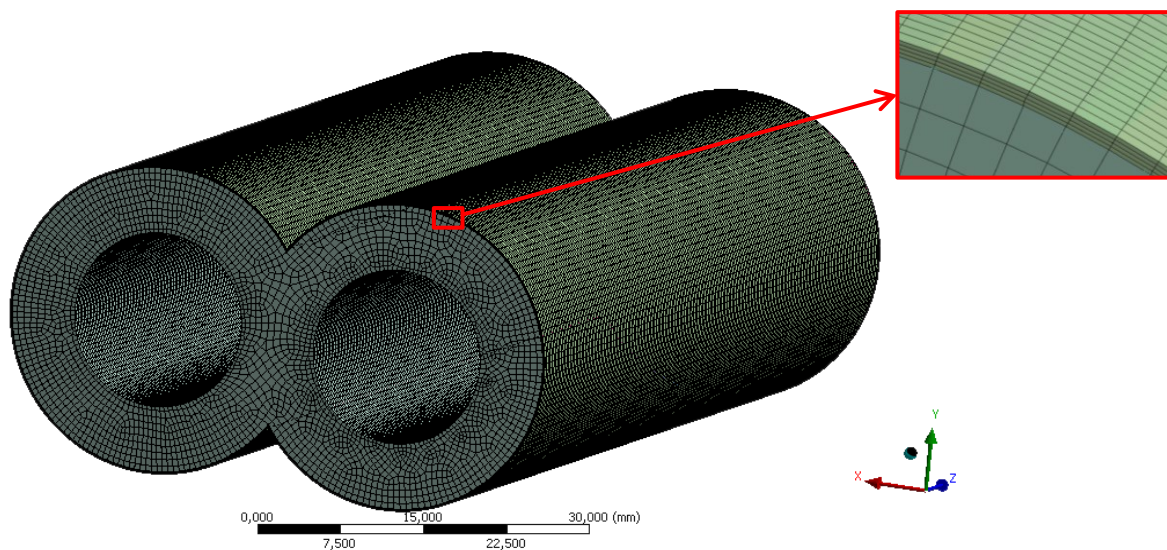


Abbildung 20: Darstellung des optimierten Netzes des Zylinderkanals

Abbildung 21 zeigt das fertige Netz der Elemente der Doppelschnecke, welches von der Meshing application automatisch generiert wird.

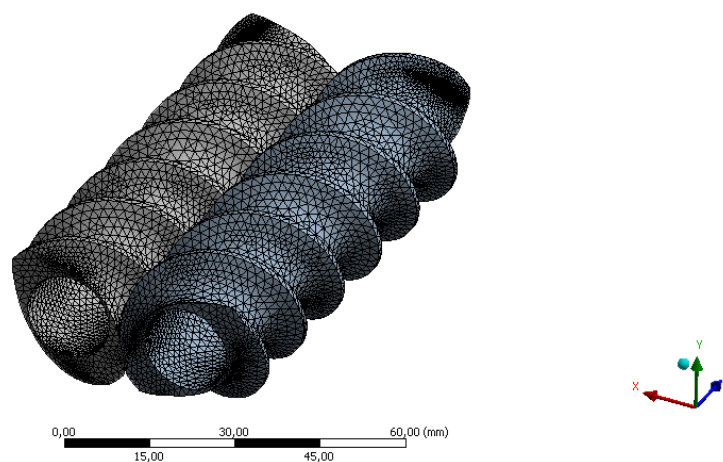


Abbildung 21: Darstellung des Netzes der Doppelschnecke

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

### Setup (Randbedingungen)

Das Setup, also das Festlegen der Randbedingungen der gesamten Simulation, wurde im Preprocessor von Polyflow durchgeführt.

Außerdem wurden im Preprocessor von Polyflow die sogenannten „Subdomains“ festgelegt, welche Bereiche, in denen Berechnungen durchgeführt wurden, definierten und denen Materialdaten und Berechnungsparameter zugeordnet werden konnten [31]. In dieser Arbeit stellten die linke und die rechte Schneckengeometrie, welche als bewegliche Teile definiert wurden, sowie die beiden unterschiedlich vernetzten Teile des Zylinderkanals die „Subdomains“ dar. Außerdem mussten die sogenannten „Boundary Sets“, das heißt die Oberflächen des vernetzten Simulationsmodells, festgelegt werden, um zu ermöglichen, dass den unterschiedlichen Oberflächen auch unterschiedliche Randbedingungen zugeordnet werden konnten [31]. Die wesentlichen Oberflächen stellten dabei die Ein- und Austrittsquerschnitte, sowie die Oberfläche der Zylinderwand dar.

Um den maximalen Durchsatz der Einzelemente zu eruiieren, musste die Oberfläche der Ein- und Austrittsquerschnitte als kräftefrei definiert werden. Wurde jedoch ein konkreter Betriebszustand simuliert, so wurde der Austrittsquerschnitt mit einem bekannten Gegendruckwert beaufschlagt, der Eintrittsquerschnitt mit einem definierten Durchsatz. Als Gegendruckwert wurde dabei entweder der simulierte Druck am Eintrittsquerschnitt des folgenden Elements oder der Gegendruck an der Schneckenspitze eingegeben. Für die Oberfläche der Zylinderwand wurde Wandhaften vorausgesetzt, das heißt die Normal- und Tangentialgeschwindigkeiten an der Zylinderwand waren Null.

Ein weiterer Punkt des Setups war die Eingabe der Materialdaten des simulierten Materials, beziehungsweise die Eingabe der Parameter A, B und C des Viskositätsmodells nach Cross (siehe Gleichung ( 2 )).

Um die Übersichtlichkeit dieser Arbeit zu verbessern, wird im Hinblick auf die Ergebnisse der oben beschriebenen Stoffdatenmessung vorgegriffen, indem die für die Simulation relevanten Viskositätsdaten der drei simulierten Materialien (PP Bormed™ DM55pharm ungefüllt und gefüllt und PP BB412E gefüllt) in Tabelle 9 dargestellt sind. Für das mit Nanofil® 5 gefüllte und das ungefüllte PP Bormed™ DM55pharm wurden die Parameter des Cross-Ansatzes für eine Schmelzetemperatur von 200 °C angegeben, für das mit Nanofil® 5 gefüllte PP BB412E für 230 °C, was den Zylindertemperaturen in den untersuchten realen Prozessen entsprach.

#### 4. Experimentelle Untersuchung

Tabelle 9: Parameter des Cross-Ansatzes für die drei simulierten Materialien

	<b>DM55 ungefüllt (200 °C)</b>	<b>DM55 gefüllt (200 °C)</b>	<b>BB412E gefüllt (230 °C)</b>
<b>A (Pa·s)</b>	9982	11939	12591
<b>B (s)</b>	0,39456	0,47029	0,36810
<b>C (/)</b>	0,74576	0,75174	0,79114

Um Simulation und Auswertung, sowie die praktische Validierung der Simulation zu vereinfachen, wurde als Dichte bei allen Simulationen ein konstanter Wert von  $771,6 \text{ kg/m}^3$  angenommen. Dieser Wert entspricht einerseits der Dichte des ungefüllten PP Bormed™ DM55pharm bei einem Druck von 45 bar, andererseits stellt er nahezu den Mittelwert aller vier in dieser Arbeit eingesetzten Materialien bei den jeweiligen Verarbeitungstemperaturen (siehe oben) und einem Druck von 45 bar dar. Diese Vereinfachung wurde deswegen beschlossen, da die maximale Abweichung von diesem angenommenen Wert von  $771,6 \text{ kg/m}^3$  bei allen eingesetzten Materialien in einem Bereich zwischen 15 und 45 bar bei maximal ca. 2 % lag.

Eine weitere Randbedingung, die im Rahmen des Setups definiert werden musste, war die Schneckendrehzahl. Sie wurde im Rahmen dieser Arbeit zwischen 55, 100 und 145 U/min variiert.

Nachdem in den ersten Simulationsserien die Maximaldurchsätze der Einzelelemente für das ungefüllte PP Bormed™ DM55pharm bei 215 °C für 55 U/min und 145 U/min bestimmt wurden (Parameter Cross-Ansatz siehe Tabelle 19), wurden die Eintrittsquerschnitte der Einzelelemente in den folgenden Simulationen mit Volumenströmen zwischen  $2,88 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$  (entspricht einem Massendurchsatz von 8 kg/h) und dem maximalen Volumenstrom des förderaktivsten Elements bei der jeweiligen Schneckendrehzahl beaufschlagt. Die weiteren simulierten Volumenströme wurden äquidistant zwischen diesen Extremwerten festgelegt, wobei darauf geachtet wurde, dass die Volumenströme möglichst den Maximaldurchsätzen anderer fördernder Schneckenelemente entsprachen. Für die Simulation der Gesamtschnecke wurde ein Volumenstrom von  $2,88 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$  festgelegt. Die simulierten Volumenströme für die jeweilige Schneckendrehzahl wurden für alle Materialien konstant gehalten, da diese nur Stützstellen für die später erstellten dimensionslosen Kennlinien darstellten. Leichte Abweichungen des maximalen Durchsatzes durch Viskositätsunterschiede und damit verbundene leichte Abweichungen von den simulierten Volumenströmen und Stützstellen können daher für diese Arbeit vernachlässigt werden.

## 4. Experimentelle Untersuchung

---

### Lösung

Die eigentliche Berechnung wurde ebenfalls im Solver von Polyflow durchgeführt.

### Ergebnisse

Die Ergebnisse wurden einerseits im Modul Ansys CFD-Post (Postprocessing) von Polyflow, andererseits anhand eines vom Solver erstellten List-Files ausgewertet. Die wichtigsten von der Software ausgegebenen Ergebnisse, welche mit CFD-Post analysiert wurden, waren Druck, Scherrate, Mixing-Index und Geschwindigkeiten. Zur Auswertung des maximalen Durchsatzes wurde das List-File herangezogen.

Das Hauptaugenmerk bei der Auswertung wurde dabei auf die Druckwerte gelegt, da sie die einzige praktische Validierungsmöglichkeit der Simulation darstellten. Dazu wurden einerseits die Druckwerte über die Ein- und Austrittsquerschnitte (repräsentativ für beide Querschnitte ist der Austrittsquerschnitt in Abbildung 22 dargestellt) gemittelt und im Anschluss daran der Druckabfall über das einzelne Schneckenelement beziehungsweise den Schneckenabschnitt analysiert und andererseits der Druckverlauf (Abbildung 24) in axiale Richtung entlang von Linien an den Randbereichen des Zylinderkanals und im Zwickelbereich (Abbildung 23) ausgewertet. Die Linien lagen in der Verbindungsebene der beiden Achsen, wobei die äußeren Linien 1 und 3 je 0,01 mm von der Zylinderwand entfernt lagen und die Linie 2 im Zwickel genau in der Mitte zwischen den beiden Schneckenachsen platziert wurde. Entlang dieser Linien wurden auch die Verläufe von Schergeschwindigkeit, Mixing-Index (Abbildung 25) und Geschwindigkeiten in Diagrammen dargestellt.

Dadurch, dass im Rahmen der Simulation die Druckdifferenz entscheidend war, und nicht die absoluten Druckwerte, waren auch von der Software ausgegebene negative Druckwerte relevant.

Zur Beurteilung der eingebrachten Scherenergie, welche nach Gleichung ( 3 ) berechnet wird, wurde die Schergeschwindigkeit über das Volumen des Zylinderkanals gemittelt und mit Hilfe dieses erhaltenen Wertes aus dem Cross-Viskositätsansatz die Viskosität berechnet.

Die in diesem Abschnitt dargestellten Ergebnisse werden an dieser Stelle nicht näher erläutert, sie sollen lediglich einen Eindruck der aus der Simulation erhaltenen Ergebnisse liefern. Die Ergebnisse der Simulationen werden in Kapitel 5 im Detail diskutiert.

#### 4. Experimentelle Untersuchung

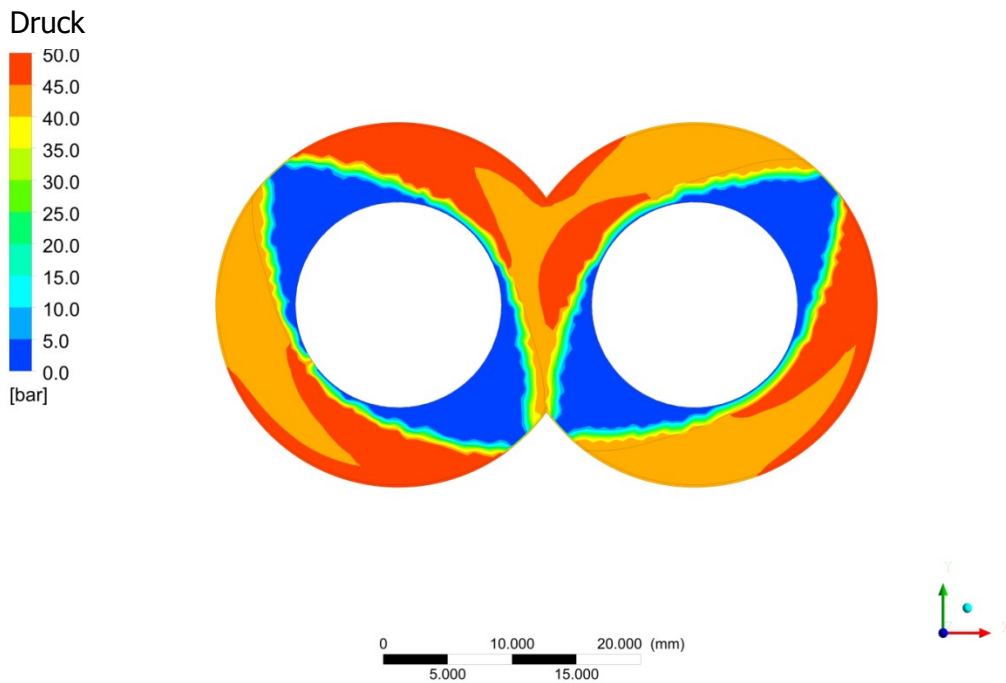


Abbildung 22: Druckverteilung über den Austrittsquerschnitt von drei aufeinanderfolgenden GFA 2-30-30 Elementen (Schneckenspitze mit einem Gegendruck von 45 bar beaufschlagt)

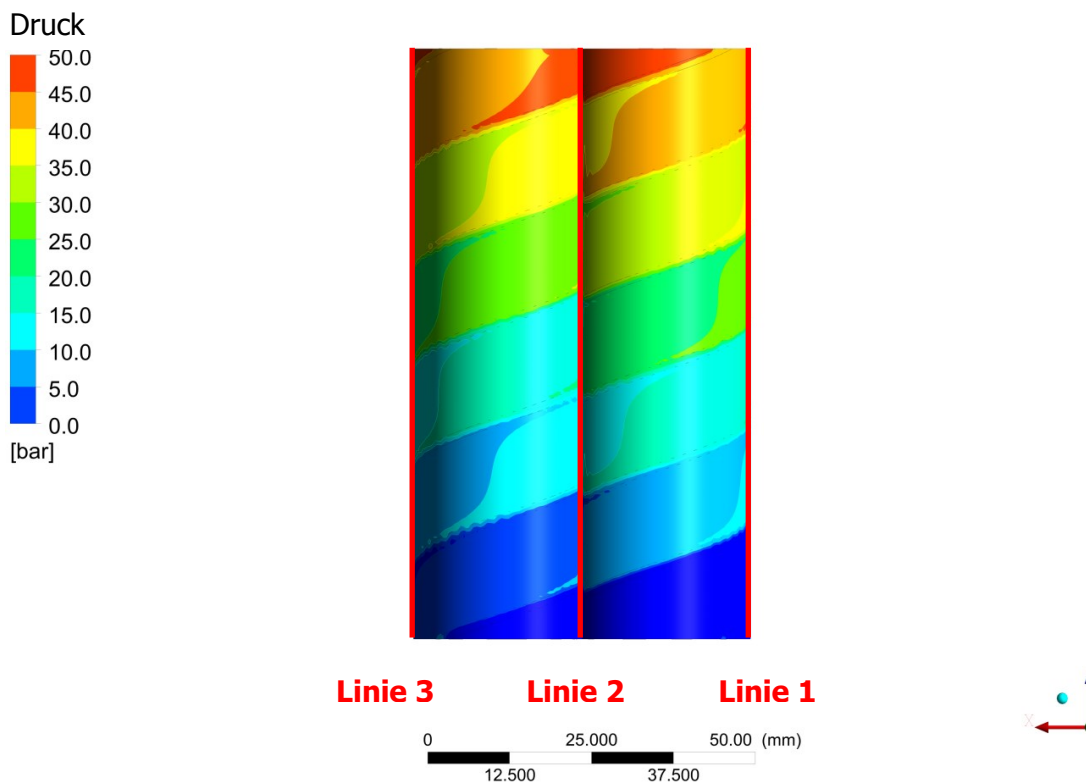


Abbildung 23: Darstellung der Linien 1 bis 3 (unter anderem zur Auswertung des Druckverlaufs in axiale Richtung)

#### 4. Experimentelle Untersuchung

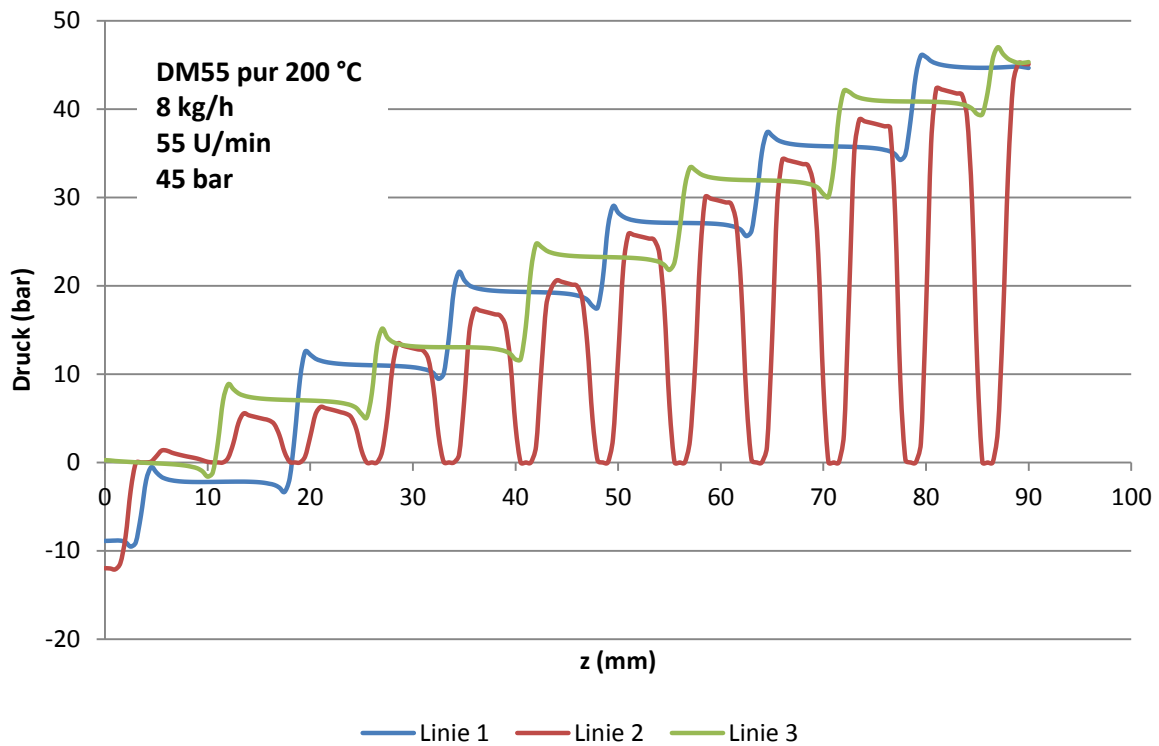


Abbildung 24: Druckverlauf entlang der Linien 1, 2 und 3 in axiale Richtung

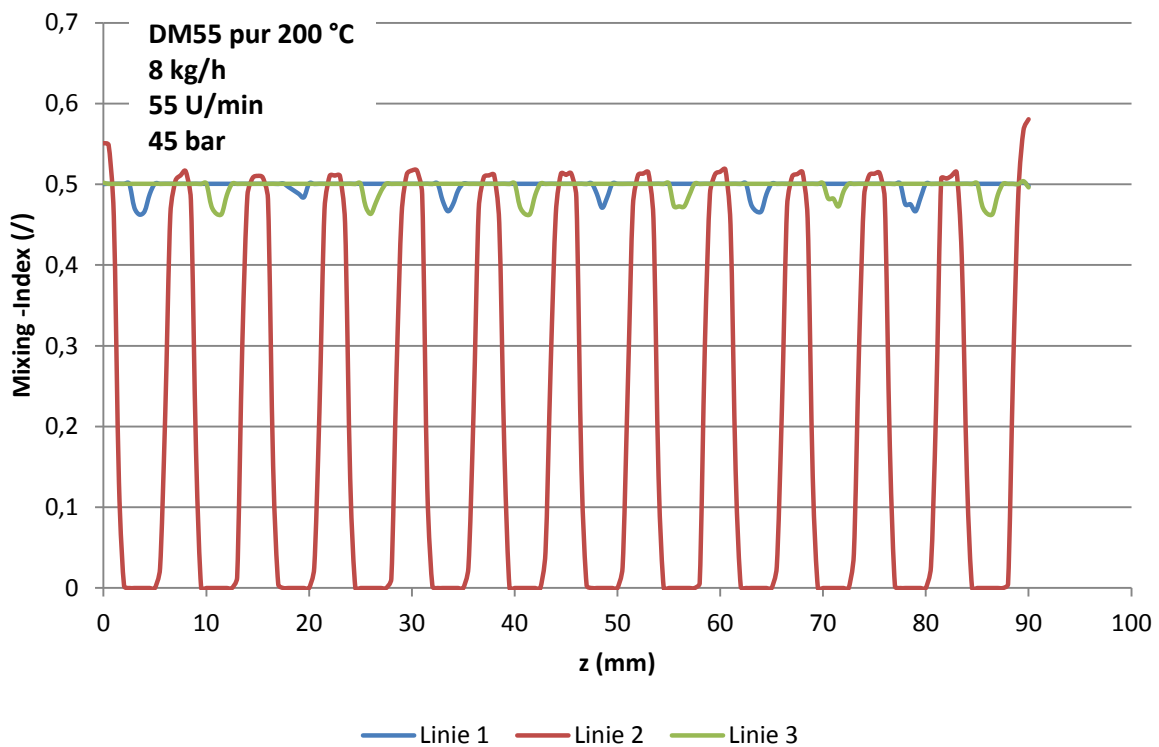


Abbildung 25: Verlauf des Mixing-Index entlang der Linien 1, 2 und 3 in axiale Richtung



## 4. Experimentelle Untersuchung

---

### 4.3.4 Praktische Versuche

Die praktischen Versuche gliedern sich in die Temperaturkontrolle der für die Simulation angenommenen Massetemperaturen, die Druckvalidierung der Simulationsergebnisse, das Spritzgießcompoundieren der Zugprüfkörper und SAXS-Prüfplatten, die Verweilzeitmessungen, die Glühverlustmessungen und die Zugprüfungen sowie SAXS-Messungen. Das Hauptaugenmerk liegt jedoch auf der Druckvalidierung sowie der Herstellung und Prüfung der Zugprüfkörper und SAXS-Prüfplatten. Die Temperaturkontrolle wurde einerseits gemeinsam mit der Druckvalidierung, andererseits während des Spritzgießcompoundierens durchgeführt.

In den folgenden Unterkapiteln werden die fünf Teile der praktischen Experimente näher erläutert.

#### Temperaturkontrolle

Da vor dem Start der Simulationen nur schwer Aussagen über die Massetemperaturen im Extruder getroffen werden konnten, wurden die Zylindertemperaturen von 200 °C für PP Bormed<sup>TM</sup> DM55pharm und von 230 °C für PP BB412E als Massetemperaturen für die Simulation festgelegt. Um diese Annahme zu überprüfen, wurde eigens ein Temperaturschwertfühler vom Typ-J für die Messung angepasst, wobei die gemessenen Temperaturwerte ebenfalls von der Software Catman easy 3.5 aufgezeichnet wurden.

Der erste Durchlauf des Temperaturvalidierungs-Versuchsplans wurde im Anschluss an den Druckvalidierungsversuchsplan durchgeführt, wobei der Schwertfühler anstelle des 200-bar-Druckaufnehmers an der Position 1155 mm eingeschraubt wurde. Die Aufzeichnung und Auswertung erfolgte ähnlich wie bei der Druckvalidierung. Nach einer fünfminütigen Einschwingphase der Prozessparameter, vor allem des Gegendruckes, wurde die Temperatur für rund zehn Minuten in der Software Catman easy 3.5 aufgezeichnet. Anschließend wurden wie bei der Druckvalidierung die Temperaturwerte der letzten 300 Sekunden der Aufzeichnung gemittelt. Es zeigte sich jedoch, dass die gemessenen Temperaturen sehr stark vom Füllgrad der Schneckenkanäle abhingen und so nur schwer eine gezielte Aussage bezüglich der Massetemperatur getroffen werden konnte. Daher wurde der Temperaturvalidierungs-Versuchsplan beim an die Druckvalidierung anschließenden Spritzgießcompoundieren der Zugprüfkörper und SAXS-Platten ein weiteres Mal durchlaufen, wobei der Schwertfühler in den Adapter an der Schneckenspitze anstelle des standardmäßig vorhandenen Massetemperaturfühlers eingeschraubt wurde. Bei diesem Durchlauf wurden

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

die Temperaturwerte der Messdatenaufzeichnung des ersten, nach der ca. 20 Stück andauernden Einschwingphase des Spritzgießzyklus, produzierten Gutteils gemittelt.

Die konstanten Prozessparameter der Temperaturvalidierung während des Spritzgießcompoundierens entsprachen jenen in Tabelle 3. In Tabelle 10 sind die Einstellungen des Versuchsplans aufgelistet.

*Tabelle 10: Parametereinstellungen des Versuchsplans für die Temperaturvalidierung (mit Vakuumpumpe)*

Versuch Temperaturvalidierung	Schneckendrehzahl (U/min)	Gegendruck (bar)	Durchsatz (kg/h)
1	55	45	8
2	55	15	
3	100	30	
4	145	15	
5	145	45	
6	145	15	11
7	145	15	16

Anzumerken ist, dass die Temperaturen bei 16 kg/h nicht mit dem Schwertfühler während des SGCs, sondern mit dem ebenfalls neu kalibrierten Massetemperaturfühler des Extruders (eingeschraubt ebenfalls am Adapter an der Schneckenspitze) während der Druckvalidierung gemessen wurden, da ein Spritzgießcompoundieren bei 16 kg/h nicht möglich war. Hierbei muss vorweggenommen werden, dass ein Vergleich der Temperaturwerte der Versuche 1 bis 6, welche einerseits mit dem standardmäßig vorhandenen Massetemperaturfühler des Extruders während der Druckvalidierung und andererseits mit dem Schwertfühler beim SGC gemessen wurden, zeigte, dass die mittlere Abweichung mit rund 1,3 K relativ niedrig war (siehe Anhang). Dies bedeutet, dass davon ausgegangen werden kann, dass das Messprinzip bei einem Durchsatz von 16 kg/h mit dem Massetemperatursensor als annähernd gleichwertig mit den Messungen bei 8 kg/h und 11 kg/h mit dem Schwertfühler angesehen werden kann.

#### Druckvalidierung der Simulationsergebnisse

Die einzige Möglichkeit, die Plausibilität der Simulationsergebnisse zu überprüfen, stellte die praktische Überprüfung der aus der Simulation errechneten Druckwerte dar.

#### 4. Experimentelle Untersuchung

Dazu wurden entlang der Schnecke fünf Druckaufnehmer der Firma Dynisco Instruments LLC (Franklin, Massachusetts, USA) in die Zylinderblöcke eingeschraubt. Um zu verhindern, dass nicht vollständig aufgeschmolzene Granulatkörner die Membran der Druckaufnehmer, welche wandbündig mit der Zylinderwand abschloss, beschädigen würden, wurde der erste Druckaufnehmer erst nach der Seitendosierung, 495 mm vom ersten Schneckenelement entfernt, positioniert. Die anderen vier Druckaufnehmer wurden 715 mm, 825 mm, 1045 mm und 1155 mm vom ersten Schneckenelement entfernt eingeschraubt. Die Anordnung der Drucksensoren ist in Abbildung 26 dargestellt. Es standen vier Druckaufnehmer mit einem maximalen Druckaufnahmebereich von 100 bar und ein Druckaufnehmer mit einem maximalen Druckaufnahmebereich von 200 bar zur Verfügung. Anhand der Simulationsergebnisse wurden während des Compoundierens mit den zu untersuchenden Prozessparametern maximale Druckwerte von ca. 45 bar an der Position 825 mm erwartet. Da sich jedoch bei den Vorversuchen zeigte, dass während des Spritzgießcompoundierens Druckspitzen zwischen Schmelzpumpe und Siebwechsler von ca. 300 bar möglich waren, die in abgeschwächter Form bis in die Schneckenkanäle zurückwirken konnten, wurde der Druckaufnehmer mit dem größeren Messbereich an der Position 1155 mm installiert, um das Risiko einer Beschädigung der Druckaufnehmer zu minimieren.

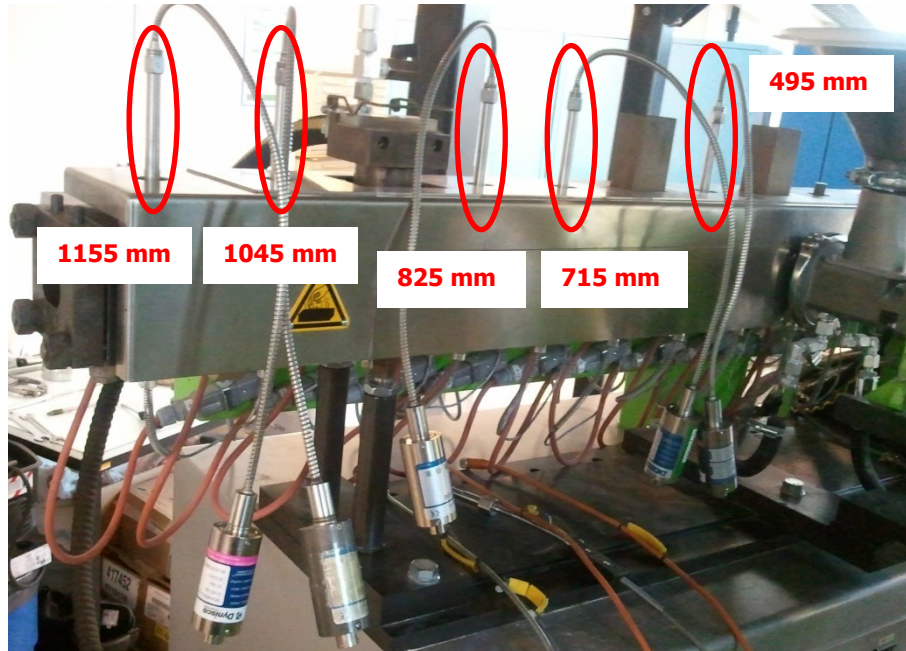


Abbildung 26: Darstellung der Positionen der Drucksensoren für die Druckvalidierung

Für die Kalibrierung der Druckaufnehmer wurden am Kalibrator Druckwerte zwischen 0 bar und dem maximalen Druckaufnahmewert des Sensors eingestellt und der dazugehörige Spannungswert, welcher vom jeweiligen Druckaufnehmer an die Software Catman easy 3.5

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

übertragen wurde, aufgenommen. Von 0 bar bis 12 bar wurden die Druckwerte in 1-bar-Intervallen eingestellt, von 12 bar bis 20 bar in 2-bar-Intervallen und von 20 bar bis 50 bar in 5-bar-Intervallen. Ab 50 bar unterschieden sich die eingestellten Drücke zwischen den 100-bar- und den 200-bar-Drucksensoren. Bei den 100-bar-Aufnehmern wurden die Drücke zwischen 50 bar und 100 bar weiter in 5-bar-Intervallen eingestellt, bei den 200-bar-Aufnehmern wurde zwischen 50 bar und 200 bar ein Intervall von 10 bar gewählt. Die Kalibrierung wurde zweimal bei Raumtemperatur durchgeführt. Die eingestellten Drücke wurden anschließend als Funktion der Spannungswerte aufgetragen. Die Kalibrierungsfunktion (Steigung der Kalibriergeraden), welche anschließend für jeden Sensor in der Software hinterlegt wurde, wurde mittels linearer Regression aufgestellt.

Der Versuchsplan der Druckvalidierung entsprach jenem Versuchsplan der Temperaturvalidierung (siehe Tabelle 10) und wurde für die Standard-Schneckengeometrie und die optimierte Schneckengeometrie für die zwei mit Nanofil® 5 gefüllten PP-Typen abgefahren. Bei der Druckvalidierung wurde jedoch auf den Einsatz der Vakuumpumpe verzichtet. Die während des Versuchsplanes konstanten Prozessparameter der Druckvalidierung entsprachen ebenfalls jenen in Tabelle 3.

Der Ablauf der Druckvalidierung lief für jeden Versuch wie folgt ab: Nach der Einstellung der Prozessparameter wurde ca. 5 Minuten abgewartet, bis der Gegendruck einen annähernd konstanten Wert annahm. Dann wurde die Druckaufzeichnung mit der Software Catman easy 3.5 gestartet. Die Druckaufzeichnungsdauer lag zwischen 15 und 20 Minuten. Da die aufgezeichneten Drücke aufgrund der Drehung der Schnecken periodisch schwankten, wurden die Mittelwerte der Druckwerte der letzten 300 Sekunden der Aufzeichnung als Ergebnisse der Druckvalidierung herangezogen.

#### **Spritzgießcompoundieren der Zugprüfkörper und SAXS-Prüfplatten**

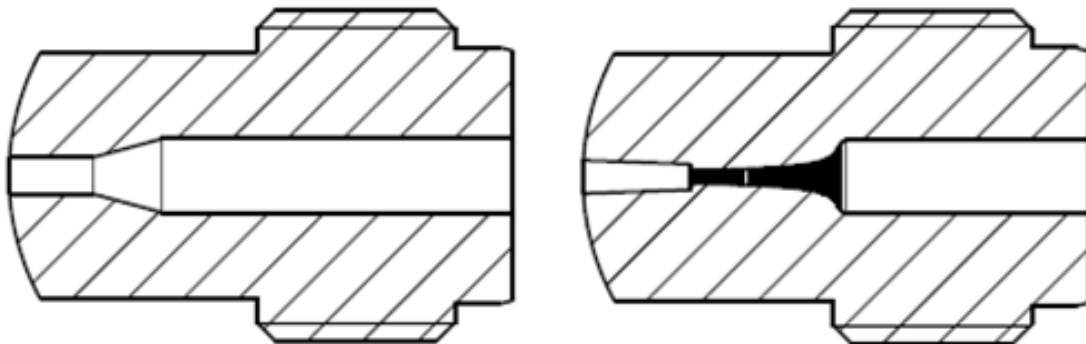
Um die simulationsgestützte Optimierung der Standardschneckengeometrie praktisch überprüfen zu können, wurden Zugprüfkörper und SAXS-Prüfplatten im Spritzgießcompoundierprozess erzeugt. Für beide gefüllten PP-Typen wurde, abgeleitet vom Versuchsplan in Tabelle 2, ein vollfaktorieller Versuchsplan mit Zentralpunkten bezüglich Schneckengeometrie, Schneckendrehzahl und Gegendruck abgefahren. Außerdem wurden mit den ungefüllten PP-Typen, welche an den beiden Zentralpunkten verarbeitet wurden, Zugprüfkörper als Referenzproben spritzgießcompoundiert.

Um außerdem den Effekt unterschiedlicher Spritzgießdüsen auf die Interkalierung und Exfolierung der Schichtsilikate vor allem durch den Einsatz zusätzlicher Dehnströmung zu

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

untersuchen, wurde beim Spritzgießcompoundieren der beiden gefüllten PP-Typen an den beiden Zentralpunkten neben der bei allen anderen Versuchen verwendeten Standarddüse außerdem eine hyperbolische Düse eingesetzt. An dieser Stelle wird hinsichtlich der theoretischen Grundlagen unterschiedlicher Spritzgießdüsengeometrien auf [1] verwiesen, da in dieser Arbeit nicht näher darauf eingegangen werden kann. Die Skizzen der beiden unterschiedlichen Düsengeometrien sind in Abbildung 27 dargestellt.



*Abbildung 27: Schematische Darstellung der Standardspritzgießdüse (links) und der hyperbolischen Düse (rechts) [1]*

Ein weiteres Ziel war es, die Schneckengeometrien auch mit erhöhten Durchsätzen zu untersuchen. Anhand der Vorversuche wurde für die puren PP-Typen ein erhöhter Durchsatz von 16 kg/h bei einer Schneckendrehzahl von 145 U/min und einem Gegendruck von 15 bar für möglich gehalten. Beim Versuch, die gefüllten Materialien mit diesen Einstellparametern am Spritzgießcompounder zu verarbeiten, zeigte sich jedoch, dass der Massedruck zwischen Schmelzpumpe und Siebwechsler am Compounder die Grenze von 300 bar beim Aufdosieren des Materials in der Spritzgießmaschine überschritt und kein stabiler Prozess möglich war, da der Compounder automatisch abschaltete. Deshalb wurde der Durchsatz so weit reduziert, dass zumindest über längere Zeit ein stabiler Prozess möglich war. Bei einem Durchsatz von 11 kg/h war es schließlich möglich, ca. 30 Zyklen ohne Überschreitung des Massedruckgrenzwertes zu fahren. Jede kleinste Schwankung im Prozess bedeutete jedoch, dass der Massedruckgrenzwert überschritten wurde, und der Compounder abschaltete. Die während der Spritzgießcompoundierprozesse konstanten Parameter entsprachen jenen in Tabelle 3. In Tabelle 11 ist der Ablauf des aus den zu untersuchenden Parametern resultierenden Versuchsplans dargestellt. Bei jeder Einstellung des Versuchsplans wurden sowohl Zugprüfkörper als auch SAXS-Platten gespritzt. Eine Ausnahme stellten die Versuche mit den puren PP-Typen dar, da hierbei nur Zugprüfkörper und keine SAXS-Platten produziert wurden.

#### 4. Experimentelle Untersuchung

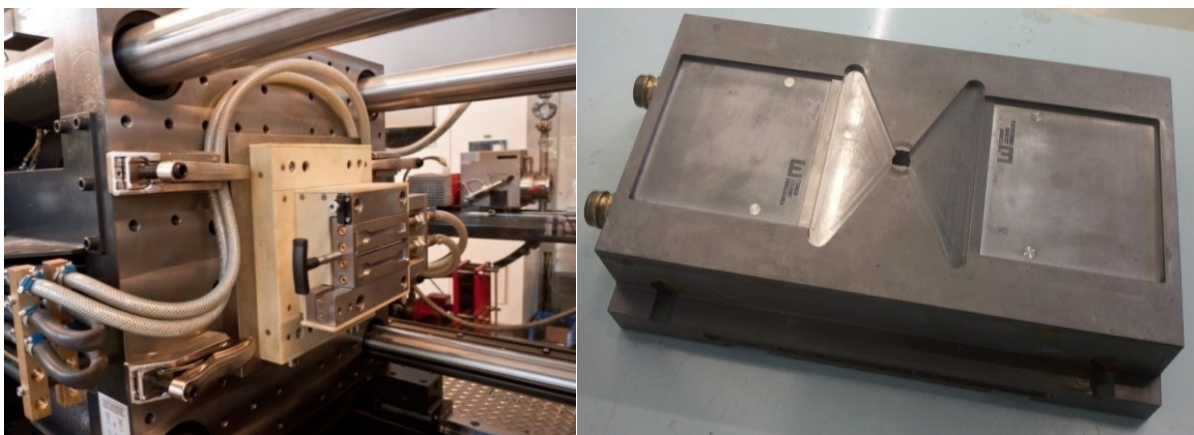
Tabelle 11: Versuchsplan der SGC-Prozesse (mit Vakuumpumpe)

Versuch SGC	Drehzahl (U/min)	Gegendruck (bar)	Durchsatz (kg/h)	Material (/)	Düse (/)	Geometrie (/)
1	100	30	8	DM55 pur	Standard	Standard
2	55	45				
3	55	15				
4	100	30				
5	145	15				
6	145	45				
7	145	15	11			
8	100	30	8	BB412E pur		
9	55	45				
10	55	15				
11	100	30				
12	145	15				
13	145	45				
14	145	15	11			
15	100	30	8	DM55 gef.	hyperbolisch	
16				BB412E gef.		
17	100	30	8	DM55 gef.	hyperbolisch	
18				BB412E gef.		
19	100	30	8	BB412E pur	Standard	optimiert
20	55	45				
21	55	15				
22	100	30				
23	145	15				
24	145	45				
25	145	15	11			
26	100	30	8	DM55 pur		
27	55	45				
28	55	15				
29	100	30				
30	145	15				
31	145	45				
32	145	15	11			

#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

Beim Spritzgießcompoundieren der Prüfkörper wurden, wie bei allen Compoundierprozessen dieser Arbeit, alle drei Compoundkomponenten gleichzeitig über die gravimetrische Dosierung eingewogen (3in1-Prozess). Wie bereits im theoretischen Teil beschrieben, wurde die compoundierte Schmelze über das Anfahrventil und die Schmelzeleitung direkt in den Schneckenorraum transferiert und die jeweiligen Prüfkörper gespritzt (1-Stufen-Prozess). Um die Schmelzeleitung zur Spritzgießmaschine vor jedem Spritzgießcompoundieren zu reinigen, wurde sie vor jeder Serie 500 Sekunden lang (Wert ergab sich aus den Verweilzeitmessungen der Vorversuche, siehe Kapitel 5.4.3) mit Schmelze bei abgehobener Düse durchgespült. Im Anschluss daran wurden zuerst die Zugprüfkörper nach DIN EN ISO 527-2 mit den jeweiligen Spritzgießeinstellungen und nach dem Wechsel des Spritzgießwerkzeugeinsatzes und dem Anpassen der Spritzgießparameter die 60 x 60 x 2 mm großen SAXS-Prüfplatten gespritzt. Die Werkzeugeinsätze der beiden unterschiedlichen Prüfkörper sind in Abbildung 28 dargestellt.



*Abbildung 28: Spritzgießwerkzeuge für die Herstellung der Zugprüfkörper (links) und SAXS-Platten (rechts)*

Über die Prozessparameter, welche laufend in einem Prozessdatenprotokoll (PDP) aufgezeichnet wurden, wurde das Einschwingen der Spritzgießprozesse der Zugprüfkörper und der SAXS-Platten überwacht. Waren die Parameter stabil, wurde die Messdatenerfassung über die Software Catman easy 3.5 gestartet und die Prüfkörper wurden gespritzt. Bei den Zugprüfkörpern wurden 21 Zyklen gefahren, wobei die 15 qualitativ besten Zugprüfkörper der zweiten Kavität für die Zugprüfungen verwendet wurden, während bei den SAXS-Platten aus 5 Zyklen die beste Platte der ersten Kavität für die Prüfung eingesetzt wurde. Als Qualitätsmerkmale dienten zum einen Prozessparameter wie Fließzahl, Massepolster (Maß für die Restmenge an Schmelze im Schneckenzyylinder nach dem Einspritzen und Nachdrücken) und Einspritzdruck, zum anderen das optische

#### 4. Experimentelle Untersuchung

Erscheinungsbild, vor allem Prüfkörper mit Einschlüssen wurden aussortiert. Zur Bestimmung der Fließzahl wird die Zeit zwischen zwei Wegpunkten, die die Schnecke beim Einspritzen benötigt, ermittelt [23]. Es sei angemerkt, dass pro Spritzgießzyklus, wie in Abbildung 28 ersichtlich, je zwei Prüfkörper entstanden, wobei der zweite Prüfkörper eines Zyklus als Rückstellmuster diente [43]. Die Spritzgießparameter des Spritzgießcompoundierprozesses der Zugprüfkörper und SAXS-Platten sind Tabelle 12 zu entnehmen.

Tabelle 12: Spritzgießparameter des Spritzgießcompoundierprozesses der Zugprüfkörper (ZZ: Zylinderzone)

Einstellgröße	PP DM55pharm		PP BB412E	
Vorlauftemperatur (°C)	55		55	
Einspritzvolumenstrom (cm <sup>3</sup> /s)	90		90	
Nachdruck (bar)	900		900	
Zylindertemperatur SGM (°C) <sup>(ZZ)</sup>	190 <sup>(1)</sup> – 195 <sup>(2)</sup> – 195 <sup>(3)</sup> – 200 <sup>(4)</sup>		220 <sup>(1)</sup> – 225 <sup>(2)</sup> – 225 <sup>(3)</sup> – 230 <sup>(4)</sup>	
Temperatur Weiche SGC (°C)	200 – 200 – 200 – ... (8x)		230 – 230 – 230 – ... (8x)	
Staudruck (bar)	10		10	
Dosiervolumen (cm <sup>3</sup> )	50		50	
Entlastungshub (cm <sup>3</sup> )	5		5	
	Zugprüf- körper	SAXS- Platte	Zugprüf- körper	SAXS- Platte
Restkühlzeit (s)	30	30	35	30
Umschaltvolumen (cm <sup>3</sup> )	14	22	14	22
Nachdruckzeit (s)	30	16	30	10
Schließkraft (kN)	550	600	550	800

#### Verweilzeitmessungen

Die Verweilzeitmessung wurde nach demselben Prinzip wie in den Vorversuchen durchgeführt. Um die Verweilzeit des verarbeiteten Materials vom Schneckeneinzug bis zur Anfahrweiche zu bestimmen, wurde die minimale Verweilzeit von ca. 5 Körnern blauen Farbmasterbatches bestimmt, das bedeutet, es wurde die Zeit bis zum ersten erkennbaren Farbumschlag der Schmelze am Austritt des Anfahrventils gemessen. Um die minimale Verweilzeit des Materials vom Einzug bis in das fertige Spritzgießteil zu bestimmen, wurde das Farbmasterbatch zu Beginn eines Spritzgießzyklus zugegeben und die Zeit bestimmt, bis die erste Farbveränderung im fertigen Spritzgießteil auftrat.



#### 4. Experimentelle Untersuchung

Die Verweilzeitmessung im Rahmen der praktischen Versuche stellte eine Erweiterung der Verweilzeitmessung der Vorversuche dar, daher wurden die Werte der Faktorstufen an die der Vorversuche angepasst, um vergleichbare Werte zu erhalten. Für die Verweilzeitmessung wurde die untere Faktorstufe der Schneckendrehzahl auf 50 U/min, die obere Faktorstufe auf 150 U/min festgelegt. Es kann vorweg genommen werden, dass sich die Drehzahländerung um 5 U/min auf 55 U/min beziehungsweise auf 145 U/min, wie sie in allen Teilen dieser Arbeit bis auf die Vorversuche durchgeführt wurde, nur minimal auswirkte, da dies in Vergleichsmessungen untersucht wurde. So lagen die Abweichungen für die ungefüllten Materialien bei einem Durchsatz von 8 kg/h und einer Schneckendrehzahl von 50 U/min maximal bei 4 Sekunden oder 2,5 %, bei 150 U/min maximal bei 2 Sekunden oder 1,5 % und bei einem Durchsatz von 11 kg/h und 150 U/min bei maximal 2 Sekunden oder 2 %.

Die Messung der minimalen Verweilzeit im Compounder, welche in dieser Arbeit diskutiert wird, wurde mit den gefüllten Materialien durchgeführt. Jede Verweilzeitmessung beim Compoundieren wurde zweimal ausgeführt, um die erhaltenen Ergebnisse zu überprüfen. Die Versuchspläne der Verweilzeitmessung für die gefüllten Materialien sind in Tabelle 13 abgebildet. Die konstanten Parameter entsprachen standardmäßig jenen in Tabelle 3.

*Tabelle 13: Versuchsplan der Verweilzeitmessung am Compounder für die gefüllten PP-Typen (ohne Vakuumpumpe)*

Versuch Verweilzeit	Drehzahl (U/min)	Gegendruck (bar)	Durchsatz (kg/h)	Geometrie (/)
<b>1</b>	50	15	8	Standard
<b>2</b>	50	45		
<b>3</b>	100	30		
<b>4</b>	150	15		
<b>5</b>	150	45		
<b>6</b>	150	15	11	
<b>7</b>	150	15	16	
<b>8</b>	50	15	8	optimiert
<b>9</b>	50	45		
<b>10</b>	100	30		
<b>11</b>	150	15		
<b>12</b>	150	45		
<b>13</b>	150	15	11	
<b>14</b>	150	15	16	

#### 4. Experimentelle Untersuchung

Um die Verweilzeit des Materials beim Spritzgießcompoundieren (Verweilzeit des Materials vom Einzug bis ins ausgeworfene Spritzgießteil) zu untersuchen, wurden ausschließlich gefüllte Materialien eingesetzt. In Tabelle 14 ist der Versuchsplan für das gefüllte PP Bormed™ DM55pharm und das gefüllte PP BB412E für die Verweilzeitmessungen beim Spritzgießcompoundieren dargestellt. Da die Verweilzeiten beim Spritzgießcompoundieren vor allem als Orientierungswerte herangezogen werden sollten und davon ausgegangen werden konnte, dass die Schneckengeometrie kaum einen Einfluss auf die Verweilzeit zwischen Anfahrventil und Spritzgießteil hatte, wurde die Anzahl der Verweilzeitmessungen im Vergleich zu jenen beim Compoundieren stark reduziert.

*Tabelle 14: Versuchsplan der Verweilzeitmessung beim Spritzgießcompoundieren für die gefüllten PP-Typen*

Versuch Verweilzeit SGC	Drehzahl (U/min)	Gegendruck (bar)	Durchsatz (kg/h)	Spritzteil (/)	Geometrie (/)
1	50	15	8	Zugprüfkörper	Standard
2	50	15	8	SAXS-Platte	
3	150	15	8	Zugprüfkörper	optimiert
4	150	15	11		
5	50	15	8	SAXS-Platte	
6	150	15	11		

Es ist anzumerken, dass es im Rahmen der Verweilzeitmessung im praktischen Versuchsteil in erster Linie darum ging, die Verweilzeitänderungen bei Veränderung der unterschiedlichen Prozessparameter (Schneckendrehzahl, Gegendruck, Schneckengeometrie) zu untersuchen. Die Verweilzeitunterschiede aufgrund der eingesetzten Materialien waren daher sekundär.

#### Glührückstandsmessungen

Um die aus 90 Gew.-% PP-Grundmaterial, 5 Gew.-% Nanofil® 5 und 5 Gew.-% Compatibilizer bestehenden Zugprüfkörper und SAXS-Platten sowie das PP-Granulat für die Stoffdatenmessung zu erzeugen, wurde der bereits beschriebene 3in1-Prozess verwendet. Damit ausgeschlossen werden konnte, dass es beispielsweise aufgrund von Drehzahlschwankungen der gravimetrischen Dosiereinheiten zu Gewichtsanteilsabweichungen der Komponenten im Compound kam, musste der tatsächliche Nanofil® 5-Anteil im fertigen Spritzgießteil beziehungsweise Granulat mittels Glührückstandsmessung bestimmt werden. Ein nicht zu vermeidender Fehlereinfluss, welcher Abweichungen des

#### **4. Experimentelle Untersuchung**

---

Nanofil<sup>®</sup> 5-Anteils verursachte, war das Absetzen einer geringen Menge Nanofil<sup>®</sup> 5-Pulvers an der Trichterwand der Seitendosierung.

Der Ablauf der Glührückstandsmessung wurde bereits in Kapitel 3.3 erläutert. Im Rahmen der Glührückstandsmessung wurden sämtliche Serien des SGC-Versuchsplans in Tabelle 11 untersucht. Zusätzlich wurde auch der Nanofil<sup>®</sup> 5-Anteil des Granulats, welches für die Stoffdatenmessung verwendet wurde, kontrolliert.

Als Probenmaterial für eine spritzgießcompoundierte Serie wurden zwei Zugprüfkörper und eine SAXS-Platte verwendet, die zuvor zu Granulat geschnitten wurden. Beim PP-Granulat für die Stoffdatenmessung entfiel dieser Arbeitsschritt. Bevor das Granulat in die Tiegel gefüllt wurde, wurden die Tiegel 1,5 Stunden ausgeheizt, gewogen, erneut für 30 Minuten ausgeheizt und gewogen und sichergestellt, dass keine Gewichtsänderung im Vergleich zum ersten Wägen auftrat. Nachdem die Proben für 2,5 Stunden bei ca. 400 °C in den Muffelöfen gegeben wurden, wurde der Glührückstand abgewogen und der Nanofil<sup>®</sup> 5-Anteil bestimmt. Die Ergebnisse der 3 Glührückstandsmessungen jeder Serie wurden für die Ergebnisdarstellung gemittelt.

#### **Zugprüfungen und SAXS-Messungen**

Die Zugprüfungen der spritzgießcompoundierten Zugprüfkörper aller Serien des Versuchsplans in Tabelle 11 wurden nach DIN EN ISO 527-2 mit der Zugprüfmaschine vom Typ Z250 der Firma Zwick GmbH & Co. KG (Ulm, GER) durchgeführt. Wie bereits in Kapitel 4.2.9 erwähnt, lag die Prüfgeschwindigkeit bis zur Ermittlung des E-Moduls bei 1 mm/min, nach der Ermittlung des E-Moduls wurde die Prüfgeschwindigkeit auf 50 mm/min erhöht und bis zum Versagen konstant gehalten.

Nach der Durchführung der Zugprüfungen der spritzgießcompoundierten Prüfkörper wurden die erhaltenen mechanischen Kennwerte (E-Modul, Zugfestigkeit) statistisch mit Hilfe der Software Minitab 17 ausgewertet.

Dabei wurde einerseits der materialweise durchgeführte, vollfaktorielle Versuchsplan mit zwei Zentralpunkten für die Faktoren Schneckendrehzahl, Gegendruck und Schneckengeometrie (Tabelle 2) mit Hilfe des in Minitab 17 verfügbaren Versuchsplananalysetools ausgewertet, andererseits wurden die Versuchsserien teilweise paarweise durch die einfache ANOVA verglichen. Hierbei wurde nur ein Faktor wie beispielsweise die Schneckengeometrie untersucht.

Aufgrund größerer Ausreißer des E-Moduls (möglicherweise unter anderem bedingt durch Einschlüsse im Material, Messfehler) bei den geprüften Serien wurden aus statistischen

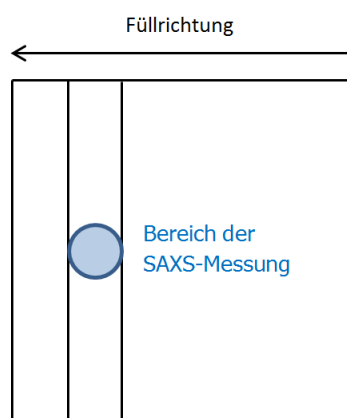
#### 4. Experimentelle Untersuchung

---

Gründen bei jeder Versuchseinstellung zwei Proben entfernt, welche eine größere als die zweifache Standardabweichung des E-Moduls aufwiesen. Damit ergaben sich für die gesamte Auswertung der Zugprüfungen je 13 analysierte Proben je Serie.

Wie bereits in Kapitel 3.4.2 beschrieben, mussten zur Berechnung des kritischen F-Wertes in Minitab 17 sowohl die Irrtumswahrscheinlichkeit von 95 % als auch die beiden Freiheitsgrade der F-Verteilung angegeben werden. Die Freiheitsgrade konnten direkt der Auswertung in Minitab 17 entnommen werden. Dabei entsprach der Zähler-Freiheitsgrad dem neben dem jeweiligen auszuwertenden Faktor angeführten Freiheitsgrad „DF“, der Nenner-Freiheitsgrad wurde in Minitab unter „Fehler“ angeführt. So ergab sich für die Auswertung des vollfaktoriellen Versuchsplans mit je zwei Faktorstufen und zwei Zentralpunkten ein Nenner-Freiheitsgrad von 121 und, aufgrund der einheitlichen zwei Stufen jedes Faktors, für alle Faktoren ein Zähler-Freiheitsgrad von 1. Der mit Minitab berechnete kritische F-Wert ( $F_{1,121}$ ) ergab sich also zu 3,92. Bei der einfachen ANOVA betrug der Zähler-Freiheitsgrad ebenfalls 1 und der Nenner-Freiheitsgrad 24. Der berechnete kritische F-Wert ( $F_{1,24}$ ) ergab sich zu 4,26.

Die SAXS-Messungen wurden wie in Kapitel 4.2.10 bereits beschrieben, mit einer SAXS-Messeinrichtung vom Typ Nanostar der Firma Bruker AXS GmbH (Karlsruhe, GER) durchgeführt. Die verwendete Strahlung aus einer Kupfer-Anode mit einer Wellenlänge von 0,154 nm (Cu-K $\alpha$ -Strahlung) wurde mit einem optischen Vielschichtsystem und einem 2D-Bereichsdetektor gekoppelt. Die SAXS-Muster wurden mit einem Zeitintervall von 2000 s pro Rasterfeld im Durchlichtverfahren bei Umgebungstemperatur erfasst. Die untersuchten 10 x 60 x 2 mm großen SAXS-Proben wurden im Bereich zwischen 10 mm und 20 mm vom Fließwegende der SAXS-Platten entfernt ausgeschnitten. Die SAXS-Messungen wurden lokal im Zentrum der Probe durchgeführt (siehe Abbildung 29).



*Abbildung 29: Skizze des mittels SAXS untersuchten Bereichs der spritzgießcompoundierten Platte*

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Aus Kostengründen konnten nur die SAXS-Proben von 10 der 32 Versuchsserien aus Tabelle 11 untersucht werden. In Tabelle 15 sind diese Versuchsserien nochmals zusammengefasst.

*Tabelle 15: Auflistung der 10 Versuchsserien des SGC-Versuchsplans, deren SAXS-Platten untersucht wurden*

SGC-Versuch	Drehzahl (U/min)	Gegendruck (bar)	Durchsatz (kg/h)	Material (/)	Düse (/)	Geometrie (/)
2	55	45	8	DM55 gefüllt	Standard	Standard
3	55	15				
5	145	15				
7	145	15	11	BB412E gefüllt		Standard
10	55	15	8			
12	145	15				
21	55	15				
23	145	15			DM55 gefüllt	optimiert
28	55	15				
30	145	15				

Abschließend wurden die erhaltenen experimentellen Daten der Zugprüfungen und SAXS-Messungen (E-Modul, Zugfestigkeit, Grad der Interkalierung bzw. Exfolierung) mit jenen, aus der Simulation erhaltenen, Daten (z.B. der eingebrachten Scherenergie) verglichen und auf Korrelation mit den Simulationsergebnissen untersucht.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Um die Lesbarkeit der Ergebnisdiskussion zu verbessern, wurden für die Versuchseinstellungen teilweise Abkürzungen verwendet. Der grundsätzliche Aufbau der Abkürzungen wurde wie folgt gewählt:

Schneckengeometrie\_Material\_Durchsatz/Schneckendrehzahl/Gegendruck\_Spritzgießdüse

Der erste Teil informiert über die Schneckengeometrie, wobei „S“ für Standardschnecke und „O“ für optimierte Schneckengeometrie steht. Der zweite Teil der Abkürzung beschreibt das eingesetzte Material. „BB412E“ bezeichnet dabei das Material PP BB412E, „DM55“ das Material PP Bormed™ DM55pharm. Ist der Zusatz „pur“ vorhanden, handelt es sich um ein ungefülltes Material, andernfalls wird ein mit Nanofil® 5 gefülltes Material bezeichnet. Die Zahl an dritter Stelle gibt den Durchsatz in kg/h an. Die Zahl an vierter Position informiert

## 5. Ergebnisse und Diskussion

über die Schneckendrehzahl in U/min und die Zahl an fünfter Stelle gibt Auskunft über den Gegendruck in bar. Am Ende der Abkürzung wird entweder ein „s“ bei Einsatz der Standard-Spritzgießdüse oder ein „h“ bei Verwendung der hyperbolischen Spritzgießdüse gestellt. Bezieht sich die Formulierung hinsichtlich der Prozessparameter „Schnecken-geometrie“, „Material“ oder „Spritzgießdüse“ auf beide möglichen Varianten (z.B: Standardschnecken-geometrie und optimierte Geometrie), so wird an die Position des jeweiligen Parameters ein „x“ gesetzt. Die wichtigsten Abkürzungen der oben beschriebenen Nomenklatur sind in Tabelle 16 nochmals aufgelistet.

Tabelle 16: Abkürzungsverzeichnis der Versuchseinstellungen

Parameter	Abkürzung	Bedeutung
Schnecken-geometrie	S	Standardgeometrie
	O	optimierte Geometrie
Spritzgießdüse	s	Standarddüse
	h	hyperbolische Düse
Schnecken-geometrie Material Spritzgießdüse	x	alle Einstellungen des Parameters

### 5.1 Vorversuche

Die Ergebnisse der Vorversuche werden in diesem Kapitel sehr kompakt dargestellt, da Teile davon bereits in Kapitel 4.3.1 zur besseren Verständlichkeit der Arbeit dargestellt wurden. Die Ermittlung der Prozessparameter für das Compoundieren und des erhöhten Durchsatzes für das Spritzgießcompoundieren werden somit in diesem Kapitel nicht mehr behandelt.

#### Verweilzeitmessung

Eine Ergebnisübersicht der Verweilzeitmessung ist in Kapitel 5.4.3 in mehreren Tabellen und Diagrammen dargestellt. Daher wird an dieser Stelle auf eine Darstellung der Ergebnisse verzichtet.


#### Schneckenziehversuche

Eine der essentiellen Ergebnisse der Vorversuche waren die Füllgrade der Schnecken-gänge mit ungefülltem PP Bormed<sup>TM</sup> DM55pharm, welche im Rahmen von Schneckenziehversuchen ermittelt wurden. Sie dienten vor allem dazu, die Plausibilität der Druckwerte aus der

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Simulation zu überprüfen, bevor die Druckvalidierung durchgeführt wurde. In Tabelle 17 sind die ermittelten Füllgrade bei allen Einstellungen (siehe Tabelle 5) dargestellt.

Tabelle 17: Füllung der Schneckenelemente bei den diversen Versuchseinstellungen (blau hinterlegte Felder: Bereich der Entgasungszone)



Schneckenelement	Länge	kum. Länge	8 kg/h 50 U/min 15 bar	8 kg/h 55 U/min 45 bar	8 kg/h 150 U/min 15 bar	8 kg/h 150 U/min 45 bar	16 kg/h 150 U/min 15 bar
GFA 2-20-30 A	30	40	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	70	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	100	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	130	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	160	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	190	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	220	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	250	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	265	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	280	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	295	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-30GRD-LI	15	310	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
GFA 2-40-30	30	340	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	370	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	400	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	430	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	460	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	475	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	490	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	505	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	520	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-30GRD-LI	15	535	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
GFA 2-40-30	30	565	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	595	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	625	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	655	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	670	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	685	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-90GRD	15	700	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-90GRD	15	715	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-30GRD-LI	15	730	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
GFA 2-40-30	30	760	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	790	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	820	gefüllt	gefüllt	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	850	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
GFA 2-20-30-LI	30	880	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
GFA 2-40-30	30	910	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	940	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-40-30	30	970	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	1000	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	1030	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	1060	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	1075	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-60GRD-RE	15	1090	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-90GRD	15	1105	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
KB 3-2-15-30GRD-LI	15	1120	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt	gefüllt
GFA 2-30-30	30	1150	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	1180	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt
GFA 2-30-30	30	1210	gefüllt	gefüllt	teilgefüllt	gefüllt	teilgefüllt

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Zur besseren Übersichtlichkeit ist neben der Tabelle die Standardschneckengeometrie abgebildet. Die blau hinterlegten Felder in der Tabelle stellen die Entgasungszonen der Schneckengeometrie dar.

### 5.2 Stoffdatenmessung

Im folgenden Abschnitt werden die wichtigsten Ergebnisse der Stoffdatenmessung kompakt dargestellt. Dabei wird die Viskositätsmessung mittels Platte-Platte Rheometer und HKR zusammengefasst, da die dargestellten Viskositätskurven durch ein Zusammenführen beider Messungen entstanden.

#### Dichtebestimmung mittels pvT-Messung

Die Messkurven aus der pvT-Messung wurden mit Hilfe des Schmidt-Ansatzes approximiert. Anhand dieser approximierten pvT-Geraden im Schmelzebereich wurden dann die Dichtewerte für die beiden PP Bormed™ DM55pharm Typen bei 200 °C und die PP BB412E Typen bei 230 °C beispielsweise bei 15 bar und 45 bar berechnet. In Tabelle 18 sind die Ergebnisse dieser Berechnung dargestellt. Für alle vier in dieser Arbeit verwendeten Materialtypen sind die gemessenen pvT-Kurven im Anhang abgebildet.

*Tabelle 18: Übersicht über die Dichtewerte in g/cm<sup>3</sup> bei 15 und 45 bar und 200 bzw. 230 °C*

Druck (bar)	DM55 ungefüllt 200 °C	DM55 gefüllt 200 °C	BB412E ungefüllt 230 °C	BB412E gefüllt 230 °C
15	0,769	0,789	0,756	0,773
45	0,772	0,792	0,759	0,776

#### Viskositätsmessung mittels Platte-Platte Rheometer und HKR

Wie in Kapitel 4.3.2 beschrieben, wurden die Viskositätskurven der Materialien mittels Cross-Arrhenius-Ansatz approximiert.

In Abbildung 30 sind die approximierten Viskositätskurven bei 200, 215 und 230 °C für gefülltes und ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm, in Abbildung 31 die approximierten Viskositätskurven bei 200, 215 und 230 °C für gefülltes und ungefülltes PP BB412E abgebildet. Die Parameter des Cross-Arrhenius-Ansatzes für alle vier Materialtypen sind in Tabelle 19 dargestellt.



## 5. Ergebnisse und Diskussion

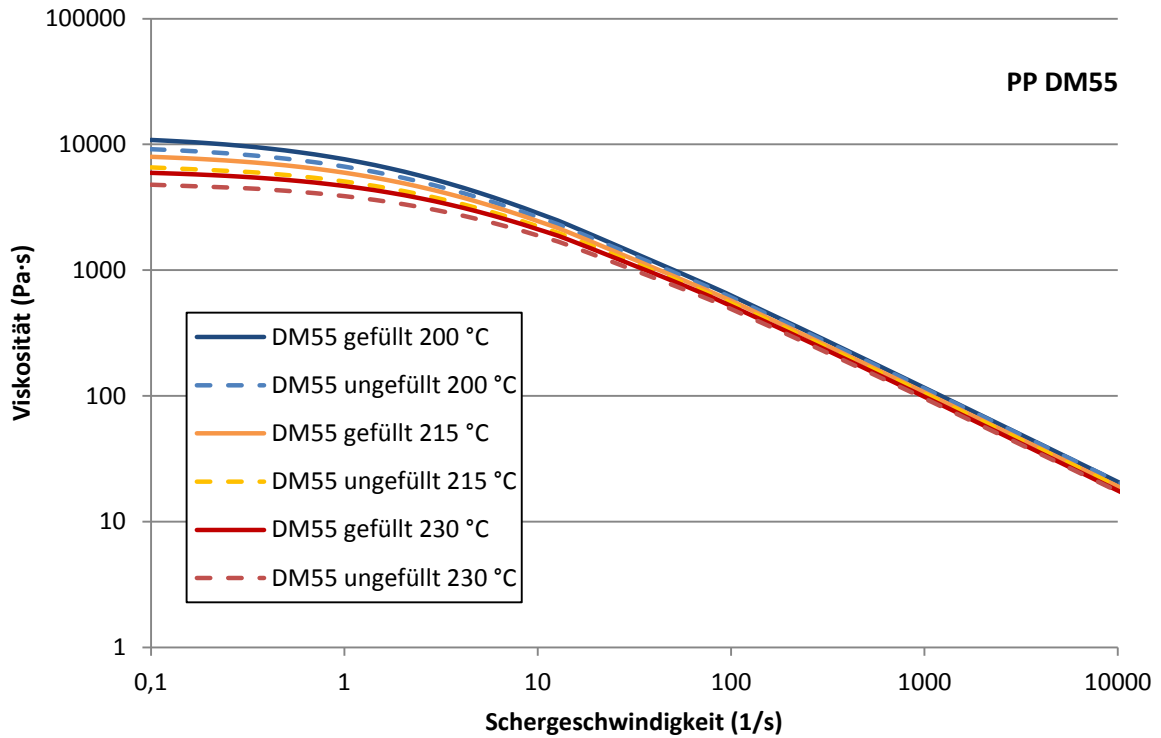


Abbildung 30: Viskositätskurven bei 200, 215 und 230 °C für PP Bormed™ DM55pharm

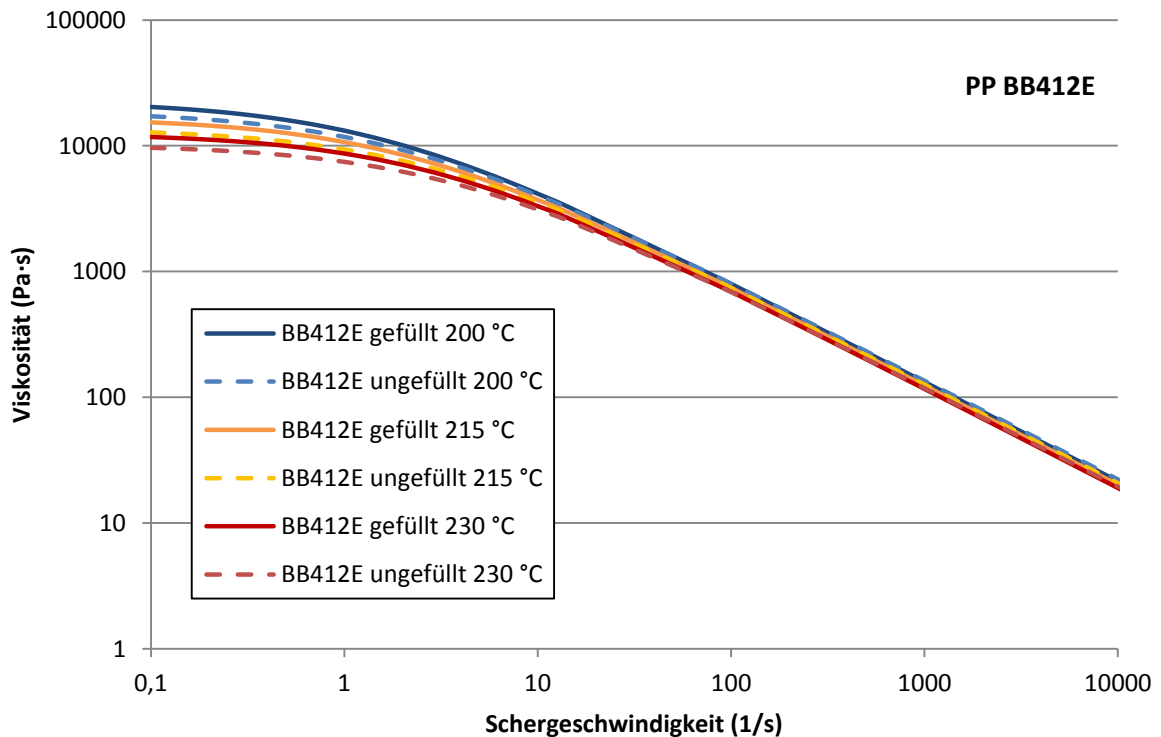


Abbildung 31: Viskositätskurven bei 200, 215 und 230 °C für PP BB412E

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 19: Parameter des Cross-Arrhenius-Ansatzes (siehe ( 14 ) und ( 15 )) für alle verwendeten Materialtypen bei einer Bezugstemperatur von 215 °C

Parameter	DM55 ungefüllt 215 °C	DM55 gefüllt 215 °C	BB412E ungefüllt 215 °C	BB412E gefüllt 215 °C
<b>A (Pa·s)</b>	7018	8593	13751	16763
<b>B (s)</b>	0,27740	0,33850	0,38480	0,49009
<b>C (/)</b>	0,74576	0,75174	0,78668	0,79114
<b><math>\Delta U</math> (kJ/mol)</b>	45,35	42,33	40,64	39,18
<b><math>T_0</math> (K)</b>	488,15	488,15	488,15	488,15

### 5.3 Schneckengeometriesimulation

#### 5.3.1 Standardschnecke (PP DM55pharm pur, 8 kg/h, 55 U/min, 45 bar)

Um die Relevanz der Simulation durch den Vergleich mit den in Kapitel 5.1 durchgeführten Schneckenziehversuchen zu überprüfen, wurde die Standardschneckengeometrie in mehrere Teile zerlegt, die dann einzeln simuliert wurden. Voraussetzung für eine korrekte Simulation war eine möglichst vollständige Füllung der simulierten Blöcke, da die Software nur vollgefüllte Elemente korrekt berechnen konnte. Bei den durchgeführten Schneckenziehversuchen mit ungefülltem PP Bormed™ DM55pharm zeigte sich, dass die Schnecke bei einem Durchsatz von 8 kg/h, einer Schneckendrehzahl von 55 U/min und einem Gegendruck von 45 bar den höchsten Füllgrad aufwies. Daher wurde die Schneckengeometrie für die Simulation mit diesen Prozessparametern sowie den Materialdaten von PP Bormed™ DM55pharm bei einer Massetemperatur von 200 °C in zehn Blöcke aufgeteilt, die anhand der Schneckenziehversuche als vollgefüllt identifiziert wurden. Die Aufteilung der Schneckengeometrie in die Blöcke 1 bis 10 ist in Tabelle 20 dargestellt. Aufgrund der Simulationsabfolge von der Schneckenspitze in Richtung Materialeinzug wurde auch die Nummerierung an der Schneckenspitze begonnen. Anzumerken ist, dass die Schneckenblöcke 6, 8 und 10 trotz aus dem Schneckenziehversuch ermittelter Teilfüllung simuliert wurden, da die Bestimmung des Füllgrades sehr schwierig war und die Ergebnisse der Simulationen von Block 5, 7 beziehungsweise 9 zumindest auf eine Vollfüllung entlang eines kurzen Abschnitts des Blocks hinwiesen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 20: Simulierte Schneckenblöcke und aus der Simulation (PP DM55 pur bei 200 °C, 8 kg/h, 55U/min, 45 bar Druck an der Schneckenspitze) erhaltene mittlere Drücke am Eintrittsquerschnitt der Blöcke (teilgefüllt bedeutet einen Druck von 0 bar); blau: Entgasungszone, rot/violett: simulierte Schneckenblöcke



Block-Nr.	Schneckenelement	Länge (mm)	kum. Länge (mm)	Füllung Experiment	Mittlerer Druck Simulation (bar)
	GFA 2-20-30 A	30	40	teilgefüllt	teilgefüllt
	GFA 2-40-30	30	70	teilgefüllt	
	GFA 2-40-30	30	100	teilgefüllt	
	GFA 2-40-30	30	130	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	160	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	190	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	220	teilgefüllt	0
10	GFA 2-30-30	30	250	teilgefüllt	2,32
9	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	265	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	280	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	295	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	310	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	340	teilgefüllt	teilgefüllt
	GFA 2-40-30	30	370	teilgefüllt	
	GFA 2-40-30	30	400	teilgefüllt	0
8	GFA 2-30-30	30	430	teilgefüllt	2,22
	GFA 2-30-30	30	460	teilgefüllt	
7	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	475	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	490	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	505	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	520	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	535	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	565	teilgefüllt	teilgefüllt
	GFA 2-40-30	30	595	teilgefüllt	0
6	GFA 2-30-30	30	625	teilgefüllt	4,48
	GFA 2-30-30	30	655	teilgefüllt	
5	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	670	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	685	gefüllt	
	KB 3-2-15-90GRD	15	700	gefüllt	
	KB 3-2-15-90GRD	15	715	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	730	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	760	teilgefüllt	0
4	GFA 2-40-30	30	790	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	820	gefüllt	
	GFA 2-30-30	30	850	gefüllt	
	GFA 2-20-30-LI	30	880	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	910	teilgefüllt	teilgefüllt
	GFA 2-40-30	30	940	teilgefüllt	
	GFA 2-40-30	30	970	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	1000	teilgefüllt	0
3	GFA 2-30-30	30	1030	gefüllt	3,48
	GFA 2-30-30	30	1060	gefüllt	
2	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	1075	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	1090	gefüllt	
	KB 3-2-15-90GRD	15	1105	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	1120	gefüllt	0
1	GFA 2-30-30	30	1150	gefüllt	
	GFA 2-30-30	30	1180	gefüllt	
	GFA 2-30-30	30	1210	gefüllt	45

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Die Simulation wurde mit Block 1 an der Schneckenspitze gestartet. Der Austrittsquerschnitt des Blockes wurde in der Simulation mit dem eingestellten Gegendruck von 45 bar beaufschlagt. Der Druck am Eintrittsquerschnitt wurde im Rahmen der Simulation durch eine Druckmittelung über den gesamten Querschnitt ermittelt. Die Schneckenblöcke wurden vom Block an der Schneckenspitze beginnend in Richtung Materialeinzug der Reihe nach simuliert, also entgegen des Materialflusses. Folgte auf einen simulierten Block direkt ein weiterer vollgefüllter Schneckenblock, so wurde der Druck am Eintrittsquerschnitt des bereits simulierten Blockes für den Austrittsquerschnitt des zu simulierenden Blockes übernommen. Folgte auf den Austrittsquerschnitt eines zu simulierenden Elements ein teilgefüllter Bereich, so wurde der Austrittsquerschnitt als kräftefrei definiert. Die aus der Simulation erhaltenen mittleren Druckwerte am Eintrittsquerschnitt der Schneckenblöcke sind ebenfalls in Tabelle 20 in der Spalte „Mittlerer Druck Simulation“ ersichtlich, wobei eine Teilfüllung stets einen Druck von 0 bar bedeutete. Alle teilgefüllten Bereiche wurden nicht simuliert. Zur besseren Übersichtlichkeit wurden die simulierten Schneckenblöcke rot und violett hinterlegt.

Die Ergebnisse in Tabelle 20 dienten als erster Anhaltspunkt zur Beurteilung der Relevanz der ermittelten Drücke aus der Simulation und zeigten grundsätzlich gute Korrelationen mit den Ergebnissen aus dem Schneckenziehversuch. Einzig die Drücke am Austrittsquerschnitt des Blockes 3 scheinen von den Ergebnissen des Schneckenziehversuchs abzuweichen. Wird Block 1 betrachtet, so zeigt sich, dass in etwa 45 bar entlang der drei Förderelemente GFA 2-30-30 aufgebaut werden. Wird näherungsweise von linearen Druckverläufen entlang der Schneckenelemente ausgegangen, so wird offensichtlich, dass die beiden Schneckenelemente GFA 2-30-30 in Block 3 bei einem Druck am Austrittsquerschnitt von 3,48 bar nicht vollständig gefüllt sein können, wie es das Ergebnis des Schneckenziehversuchs vermuten ließe. Anzumerken ist an dieser Stelle, dass die eindeutige optische Beurteilung des Füllgrades der Schneckenkanäle ebenfalls sehr schwierig war, was darauf schließen lässt, dass auch die dargestellten Ergebnisse des Schneckenziehversuchs leicht von der Realität abweichen könnten.

Eine weitere Information, welche aus der Simulation der Standardschnecke erhalten wurde, war der Druckverlauf entlang von Linie 1 (siehe Kapitel 4.3.3 – Ergebnisse). Aufgrund der Rotation der Schneckenstege pulsierten die Druckwerte, 0,01 mm von der Zylinderwand entfernt, stark. Daher wurde der Mittelwert der Druckwerte jeder Periode gebildet. Der ursprüngliche und der gemittelte Druckverlauf sind in Abbildung 32 dargestellt, wobei alle charakteristischen Teile der Schneckengeometrie sehr gut ersichtlich sind: einerseits die vier überfahrenen Knetblöcke zwischen 250 und 310 mm, 460 und 535 mm, 655 und 730 mm

## 5. Ergebnisse und Diskussion

sowie 1060 und 1120 mm, andererseits die Zone mit dem Gegenförderelement, in der der Druck zwischen 760 und 850 mm stark ansteigt. Der Druckanstieg zwischen 1120 und 1210 mm ist auf den aufgebrachtten Gegendruck an der Schneckenspitze zurückzuführen. Aufgrund des sehr hohen Aufwandes der Mittelung der Druckwerte entlang der Linie, wurde bei der Simulation der einzelnen Schneckenelemente von einem linearen Druckabfall über das gesamte Element ausgegangen, um so den Druckverlauf entlang der Schnecke durch Zusammensetzen der Einzelemente darzustellen. Der Druckabfall oder -aufbau jedes Elements ergab sich aus der Differenz zwischen dem Druckmittelwert am Austrittsquerschnitt und dem Druckmittelwert am Eintrittsquerschnitt des Elements.

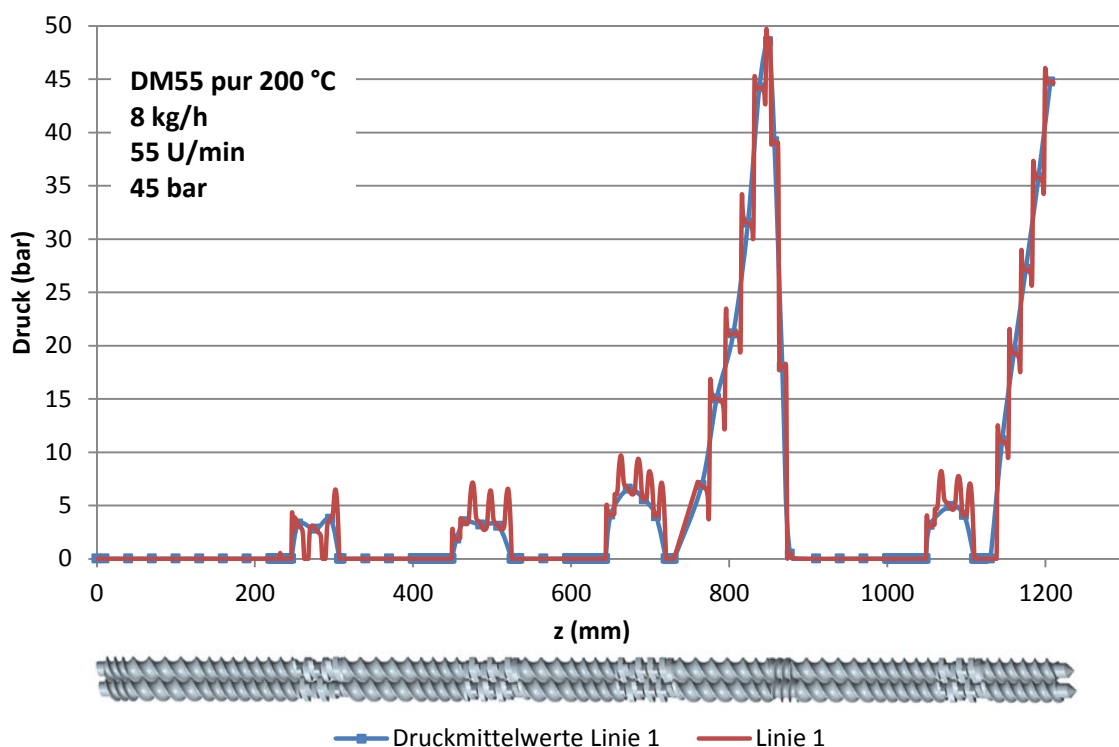


Abbildung 32: Ursprünglicher und gemittelter Druckverlauf entlang von Linie 1

### 5.3.2 Simulation der einzelnen Schneckenelemente

#### Maximal realisierbare Volumendurchsätze

Die erste Simulationsserie der Einzelemente beinhaltete, wie bereits in Kapitel 4.3.3 beschrieben, die Berechnung der maximal realisierbaren Volumendurchsätze der Schneckenelemente mit dem ungefüllten PP Bormed™ DM55pharm (Massetemperatur 215 °C) bei Schneckendrehzahlen von 55 U/min und 145 U/min. Die Ergebnisse dieser Simulationen sind in Abbildung 33 dargestellt, wobei ein negativer maximaler

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Volumendurchsatz eines Schneckenelements bedeutet, dass es sich bei dem Element bei der jeweiligen Schneckendrehzahl um einen Druckverbraucher handelt.

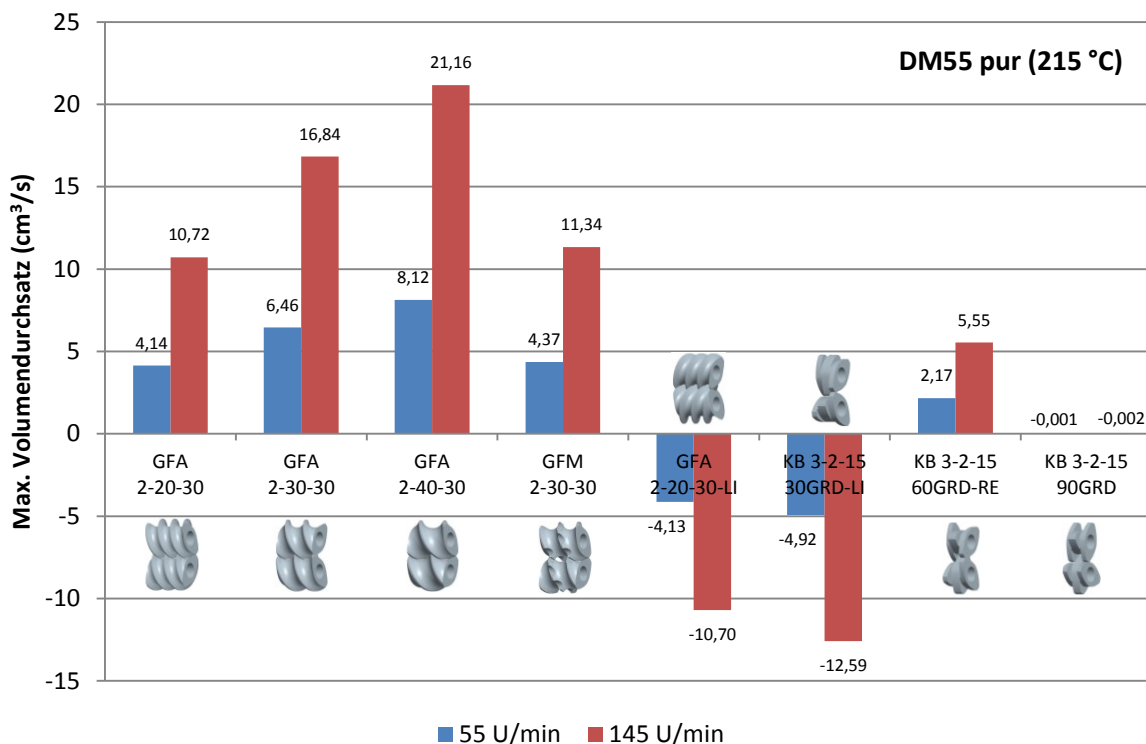


Abbildung 33: Max. Volumendurchsätze der einzelnen Schneckenelemente bei 55 U/min und 145 U/min

Die aus den maximalen Volumendurchsätzen abgeleiteten zu simulierenden Volumendurchsätze für jedes Element bei 55 U/min und 145 U/min sind in Tabelle 21 aufgelistet. Die verschiedenen Volumendurchsätze wurden für jedes Schneckenelement und für unterschiedliche Schneckendrehzahlen und Materialien verwendet, um eine Aussage über den Druckauf- oder -abbau zu erhalten. Dieser lässt Rückschlüsse auf die Rückstaulänge bzw. den Füllgrad der gesamten Schnecke zu. Bei einer Schneckendrehzahl von 55 U/min bildeten drei äquidistante Stützstellen zwischen dem minimalen und maximalen zu simulierenden Durchsatz die maximalen Volumendurchsätze der fördernden Elemente ab, bei 145 U/min fünf Stützstellen. Jedes Schneckenelement wurde für das ungefüllte und gefüllte PP Bormed™ DM55pharm und das gefüllte PP BB412E mit diesen fünf beziehungsweise acht Volumendurchsätzen simuliert. Dabei wurde beim ungefüllten PP Bormed™ DM55pharm neben einer Massetemperatur von 200 °C auch eine Temperatur von 215 °C zur Überprüfung der später errechneten dimensionslosen Kennzahlen simuliert. Das gefüllte PP Bormed™ DM55pharm wurde bei 200 °C, das gefüllte PP BB412E bei 230 °C simuliert.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 21: Zu simulierende Volumendurchsätze in  $\text{cm}^3/\text{s}$  und Massendurchsätze in  $\text{kg}/\text{h}$  für jedes Element bei 55 und 145 U/min

Simulations-einstellung	55 U/min		145 U/min	
	Volumen-durchsatz $\text{cm}^3/\text{s}$	Massen-durchsatz $\text{kg}/\text{h}$	Volumen-durchsatz $\text{cm}^3/\text{s}$	Massen-durchsatz $\text{kg}/\text{h}$
1	2,880	8,0	2,880	8,0
2	4,191	11,6	5,492	15,3
3	5,502	15,3	8,103	22,5
4	6,813	18,9	10,715	29,8
5	8,122	22,6	13,326	37,0
6	-	-	15,937	44,3
7	-	-	18,549	51,5
8	-	-	21,160	58,8

### Druckaufbau der Einzelemente

Um mit Hilfe der Ergebnisse der Simulation der Einzelemente auf die Füllung der Schneckengänge und später auf die Druckwerte an den Positionen der Druckaufnehmer am Compounder schließen zu können, wurde wie bereits in Kapitel 5.3.1 erläutert, der Druckabfall bzw. -aufbau über jedes Schneckenelement anhand der Differenzbildung des gemittelten Druckes am Austrittsquerschnitt (0 bar, weil kräftefrei) und des über die Fläche gemittelten simulierten Druckes am Eintrittsquerschnitt ermittelt. Für den Vergleich der Füllung der Schneckengänge zwischen Simulation und Praxis war der Druckabfall bzw. Druckaufbau der Schneckenelemente für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm bei 200 °C und einem Durchsatz von 8 kg/h von Bedeutung. Für die Ermittlung der zu erwartenden Druckwerte an den Messpositionen der Druckaufnehmer am Compounder waren vor allem der Druckabfall bzw. -aufbau der Schneckenelemente für gefülltes PP Bormed™ DM55pharm bei 200 °C und gefülltes PP BB412E bei 230 °C und einem Durchsatz von 8 kg/h relevant. In Tabelle 22 ist der Druckaufbau für die eben erwähnten Materialien bei einem Volumendurchsatz von 2,88  $\text{cm}^3/\text{s}$  (was bei einer für alle Materialien genäherten Dichte von 771,6  $\text{kg}/\text{m}^3$  einen Massendurchsatz von 8 kg/h bedeutet) für die Schneckendrehzahlen von 55 U/min und 145 U/min aufgelistet. Abbildung 34 veranschaulicht die Werte für eine Schneckendrehzahl von 55 U/min außerdem in Diagrammform. Ein negativer Druckaufbau bedeutet einen Druckverbraucher. Außerdem ist zu erkennen, dass die Beträge der Drücke bei den einzelnen Elementen mit steigender Viskosität zunehmen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 22: Druckaufbau (bar) aller Schneckenelemente bei 55 und 145 U/min (8 kg/h Massendurchsatz)

	Druck (bar)					
	DM55 ungefüllt		DM55 gefüllt		BB412E gefüllt	
	55 U/min	145 U/min	55 U/min	145 U/min	55 U/min	145 U/min
<b>GFA 2-20-30</b>	11,78	34,21	12,07	35,29	13,08	37,83
<b>GFA 2-30-30</b>	13,13	23,38	13,68	24,12	15,14	26,03
<b>GFA 2-40-30</b>	10,08	16,39	10,51	16,89	11,69	18,21
<b>GFM 2-30-30</b>	3,84	7,89	3,99	8,13	4,41	8,74
<b>GFA 2-20-30-LI</b>	-39,01	-46,38	-40,52	-47,77	-44,65	-51,28
<b>KB 3-2-15 30GRD-LI</b>	-2,32	-2,69	-2,43	-2,77	-2,70	-2,97
<b>KB 3-2-15 60GRD-RE</b>	-0,27	0,51	-0,29	0,52	-0,34	0,54
<b>KB 3-2-15 90GRD</b>	-1,23	-0,76	-1,30	-0,78	-1,47	-0,86

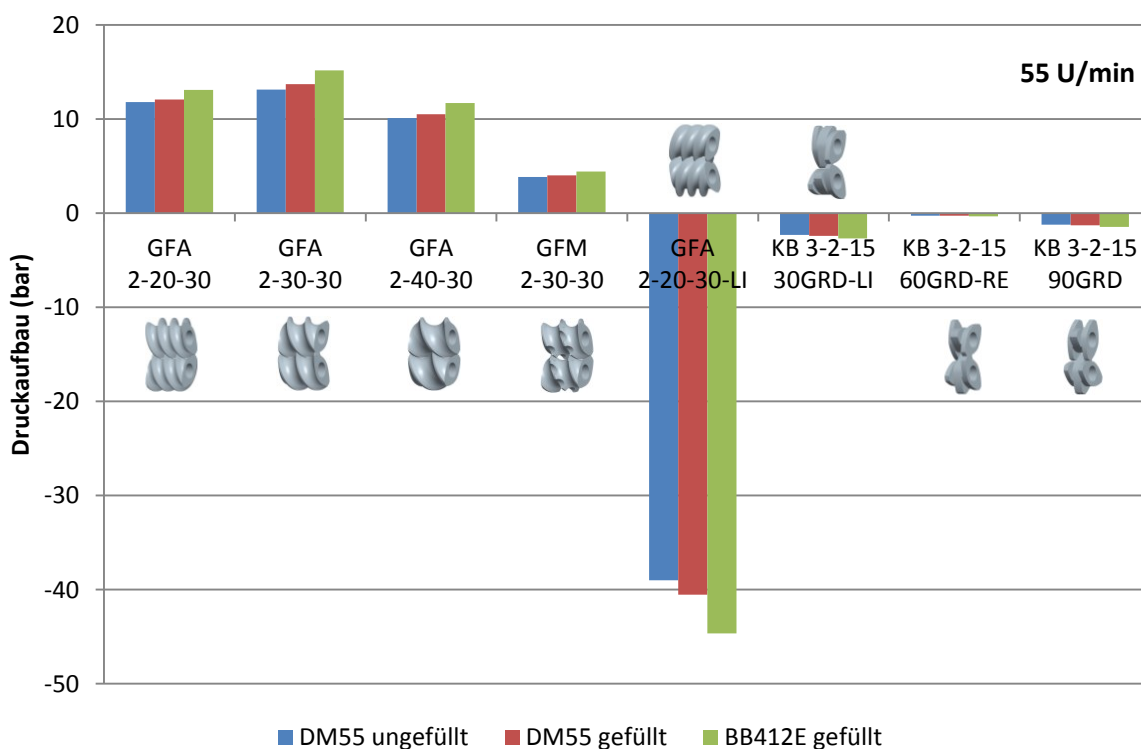


Abbildung 34: Druckaufbau aller Schneckenelemente bei 8 kg/h und 55 U/min



### **Druckverlauf und Füllgrad entlang der Schnecke (PP Bormed™ DM55pharm pur)**

Mit Hilfe der Ergebnisse des Druckaufbaus der Einzelemente für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm bei einer Schneckendrehzahl von 55 U/min wurde der Druckverlauf und der Füllgrad der Schnecke in axiale Richtung durch Addieren der Druckwerte der Einzelemente („Mittlerer Druck Einzelsimulation“) berechnet. In Tabelle 23 sind die simulierten Füllgrade jenen aus dem Schneckenziehversuch gegenübergestellt. Es zeigt sich, dass lediglich in Schneckenblock 3 keine Übereinstimmung vorhanden ist, wobei die Abweichung mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit auf eine falsche optische Beurteilung zurückzuführen ist, da diese oftmals nicht eindeutig durchzuführen war. Anzumerken ist, dass auch die Ergebnisse der anderen Schneckenziehversuche (siehe Tabelle 17) sehr gut validiert werden konnten. Aufgrund der umfangreichen Druckvalidierung, die im Anschluss durchgeführt wurde und die aufgrund der praktischen Druckmessungen deutlich präzisere Ergebnisse lieferte, wird an dieser Stelle auf eine detaillierte Darstellung der Vergleiche der Schneckenfüllgrade zwischen Simulation und Praxis verzichtet. Außerdem werden in Tabelle 23 die durch Addition der Druckwerte der Einzelemente errechneten Drücke mit jenen aus der blockweisen Simulation der Schnecke am Ein- und Austrittsquerschnitt der einzelnen Schneckenblöcke („Mittlerer Druck Simulation Blöcke“) verglichen.

Werden die absoluten Abweichungen betrachtet, so zeigt sich, dass lediglich am Eintrittsquerschnitt von Block 1 und Block 4 eine Druckabweichung von jeweils zirka 6 bar auftritt. Sowohl bei Block 1 als auch bei Block 4 folgt auf mehrere Fördererlemente ein Gegendruck, der überfahren werden muss, wie in Abbildung 35 (welche den aus der Addition der Druckwerte der Einzelemente errechneten Druckverlauf darstellt) ersichtlich wird. Nähere Analysen zeigten, dass vor allem bei Block 4 am Übergang zwischen Förder- und Gegenfördererlement bei der Gesamtsimulation des Schneckenblockes ein erhöhter Druckverlust im Vergleich zu den aus der Simulation der Einzelemente erhaltenen Druckwerten auftrat. Werden jedoch die Ergebnisse des Füllgrades aus dem Schneckenziehversuch mit den berechneten Drücken in Block 3 verglichen, so wird deutlich, dass die Ergebnisse der Einzelsimulation realitätsnaher ausfallen, da die Druckwerte höher als bei der Simulation des gesamten Schneckenblockes sind. Ein höherer Druckwert bedeutet nämlich, dass der gefüllte Bereich des Schneckenelements in axiale Richtung größer ist. Anzumerken ist, dass auch ein als teilgefüllt bezeichnetes Element in einem gewissen Bereich vollgefüllt sein kann. Für die weiteren Auswertungen werden ausschließlich die Ergebnisse der Einzelsimulation, unter anderem aufgrund der höheren Auflösung in Bezug auf die gesamte Schneckengeometrie, verwendet. Durch den oben durchgeführten Vergleich soll vor

## 5. Ergebnisse und Diskussion

allem gezeigt werden, dass die Addition der Ergebnisse der Einzelelemente unter Umständen sogar bessere Ergebnisse als die Simulation größerer Schneckenteile liefern kann.

Tabelle 23: Vergleich der Füllgrade und mittleren Drücke zwischen Schneckenziehversuch, Simulation der Einzelelemente und Simulation der Schneckenblöcke (PP DM55 pur bei 200 °C, 8 kg/h, 55U/min, 45 bar Druck an der Schneckenspitze); blau: Entgasungszone, rot/violett: simulierte Blöcke



Block-Nr.	Schneckenelement	Länge (mm)	kum. Länge (mm)	Füllung Experiment	Mittlerer Druck Einzelsimulation (bar)	Mittlerer Druck Simulation Blöcke (bar)
	GFA 2-20-30 A	30	40	teilgefüllt	<b>teilgefüllt</b>	<b>teilgefüllt</b>
	GFA 2-40-30	30	70	teilgefüllt		
	GFA 2-40-30	30	100	teilgefüllt		
	GFA 2-40-30	30	130	teilgefüllt		
	GFA 2-30-30	30	160	teilgefüllt		
	GFA 2-30-30	30	190	teilgefüllt		
<b>10</b>	GFA 2-30-30	30	220	teilgefüllt	<b>0</b>	<b>0</b>
	GFA 2-30-30	30	250	teilgefüllt	<b>3,13</b>	<b>2,32</b>
<b>9</b>	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	265	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	280	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	295	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	310	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	340	teilgefüllt	<b>teilgefüllt</b>	<b>teilgefüllt</b>
	GFA 2-40-30	30	370	teilgefüllt		
	GFA 2-40-30	30	400	teilgefüllt		
<b>8</b>	GFA 2-30-30	30	430	teilgefüllt	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	460	teilgefüllt	<b>3,40</b>	<b>2,22</b>
<b>7</b>	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	475	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	490	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	505	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	520	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	535	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	565	teilgefüllt	<b>teilgefüllt</b>	<b>teilgefüllt</b>
	GFA 2-40-30	30	595	teilgefüllt	<b>0</b>	<b>0</b>
<b>6</b>	GFA 2-30-30	30	625	teilgefüllt	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	655	teilgefüllt	<b>5,33</b>	<b>4,48</b>
<b>5</b>	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	670	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	685	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-90GRD	15	700	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-90GRD	15	715	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	730	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	760	teilgefüllt	<b>5,72</b>	<b>0</b>
<b>4</b>	GFA 2-40-30	30	790	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	820	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-30-30	30	850	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-20-30-LI	30	880	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-40-30	30	910	teilgefüllt	<b>teilgefüllt</b>	<b>teilgefüllt</b>
	GFA 2-40-30	30	940	teilgefüllt		
	GFA 2-40-30	30	970	teilgefüllt		
	GFA 2-30-30	30	1000	teilgefüllt		
<b>3</b>	GFA 2-30-30	30	1030	gefüllt	teilgefüllt	
	GFA 2-30-30	30	1060	gefüllt	<b>9,70</b>	<b>3,48</b>
<b>2</b>	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	1075	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-60GRD-RE	15	1090	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-90GRD	15	1105	gefüllt	gefüllt	
	KB 3-2-15-30GRD-LI	15	1120	gefüllt	<b>5,60</b>	<b>0</b>
<b>1</b>	GFA 2-30-30	30	1150	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-30-30	30	1180	gefüllt	gefüllt	
	GFA 2-30-30	30	1210	gefüllt	<b>45</b>	<b>45</b>

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Der Druckverlauf, welcher in Abbildung 35 dargestellt ist, zeigt prinzipiell einen ähnlichen Verlauf wie der gemittelte Druckverlauf in Abbildung 32. Aufgrund der Linearisierung des Druckabfalls über die Einzelelemente ist der Druckverlauf in Abbildung 35 jedoch unkomplizierter zu berechnen, da auf eine Mittelung der Druckwerte, wie sie in Abbildung 32 durchgeführt werden musste, verzichtet werden kann. Im Detail betrachtet ist der Verlauf der Druckwerte in Abbildung 35 außerdem plausibler als jener in Abbildung 32, da der zu erwartende Druckabfall über die zu überfahrenden Knetblöcke deutlicher ersichtlich wird.

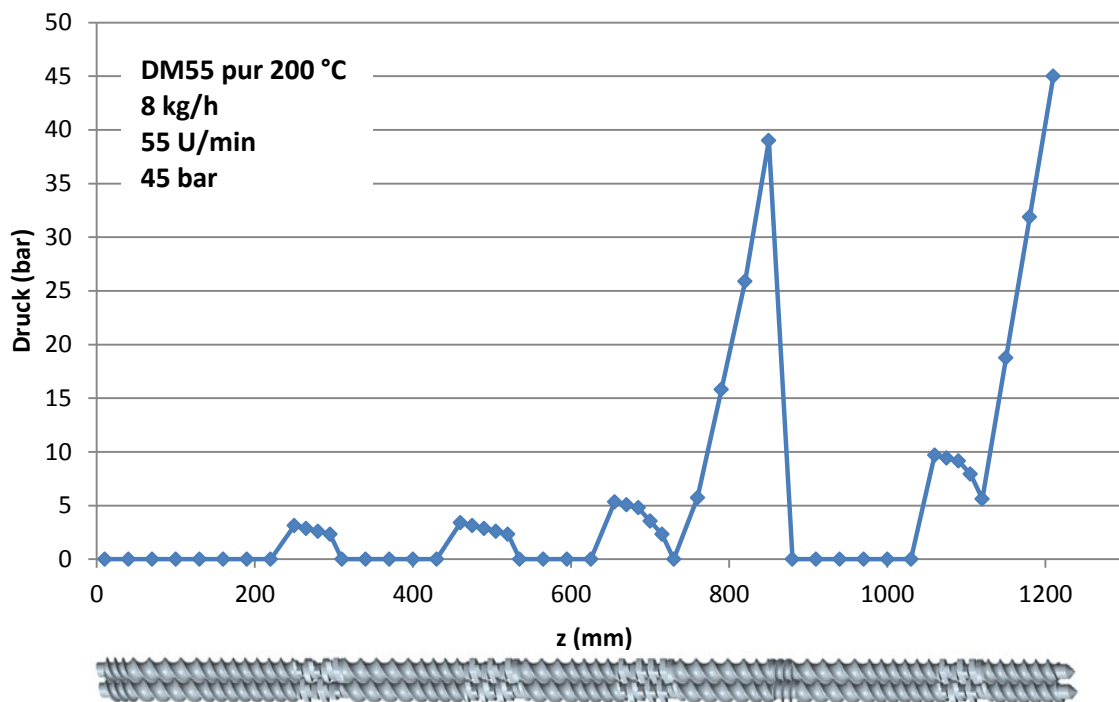


Abbildung 35: Druckverlauf aus der Kumulation der Simulationsergebnisse der Einzelelemente

### Dimensionsbehaftete und dimensionslose Schneckenkennlinien

Um nicht nur für die simulierten Schneckendrehzahlen von 55 U/min und 145 U/min Druckwerte entlang der Schneckengeometrie zu erhalten, wurden ausgehend von den dimensionsbehafteten Schneckenkennlinien Diagramme der dimensionslosen Volumenkenzahl in Abhängigkeit der dimensionslosen Druckkenzahl erstellt. Mit den Gleichungen der dimensionslosen Schneckenkennlinien konnte so auf die Druckwerte für eine Schneckendrehzahl von beispielsweise 100 U/min zurückgerechnet werden. Die Theorie der dimensionslosen Schneckenkennlinie ist in Kapitel 3.2 näher beschrieben. Um die Viskosität  $\eta$  für Gleichung (8) zu erhalten, wurde die Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  über das gesamte

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Volumen des Schneckenkanals gemittelt und der erhaltene Wert in den Cross-Ansatz eingesetzt, um die Viskosität  $\eta$  zu berechnen. Um die Schergeschwindigkeit für eine Drehzahl von 100 U/min zu berechnen, wurde ein linearer Verlauf der Schergeschwindigkeit zwischen 55 U/min und 145 U/min aufgrund der allgemein gültigen direkten Proportionalität zwischen Drehzahl und Schergeschwindigkeit angenommen.

Im folgenden Teil dieses Kapitels werden repräsentativ für alle drei simulierten Materialien (ungefülltes und gefülltes PP Bormed™ DM55pharm bei 200 °C und gefülltes PP BB412E bei 230 °C) die dimensionsbehafteten und die dimensionslosen Schneckenkennlinien des ungefüllten Materials PP Bormed™ DM55pharm gegenübergestellt. Es soll gezeigt werden, dass ausgehend von völlig unterschiedlichen dimensionsbehafteten Kennlinien für die beiden Schneckendrehzahlen von 55 U/min und 145 U/min mit Hilfe der Verwendung der dimensionslosen Druck- und Volumenkennzahlen nahezu deckungsgleiche Kennlinien erstellt werden können. Trotz der zufriedenstellenden Ergebnisse muss darauf verwiesen werden, dass aufgrund der Annahme einer konstanten Viskosität für sämtliche Volumendurchsätze natürlich Abweichungen entstehen. Um eine gewisse Übersichtlichkeit zu erhalten, wurden die verwendeten Elemente in zwei Gruppen aufgeteilt. In Abbildung 36 und Abbildung 37 sind nur die Kennlinien der Fördererlemente und des Gegenfördererlements in Diagrammform vergleichend dargestellt, da sich für die Knetblöcke und das Mischelement ein ähnliches Bild zeigt.

Um aus den dimensionslosen Kennlinien später beispielsweise Druckwerte für Schneckendrehzahlen von 100 U/min zu errechnen, wurden die ermittelten Geradengleichungen der Kennlinien verwendet. Über die bekannte Volumenkennzahl wurde mit der Geradengleichung die Druckkennzahl und aus dieser wiederum der Druckwert berechnet.

In Abbildung 36 sind die dimensionsbehafteten Schneckenkennlinien des ungefüllten PP Bormed™ DM55pharm bei einer Temperatur von 200 °C bei 55 U/min und 145 U/min für die Fördererlemente und das Gegenfördererlement dargestellt, in Abbildung 37 die dimensionslosen Kennlinien. Es zeigt sich, dass trotz der Annahme einer konstanten Viskosität sehr gute Korrelationen zwischen den Kennlinien von 55 U/min und 145 U/min erreicht werden.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

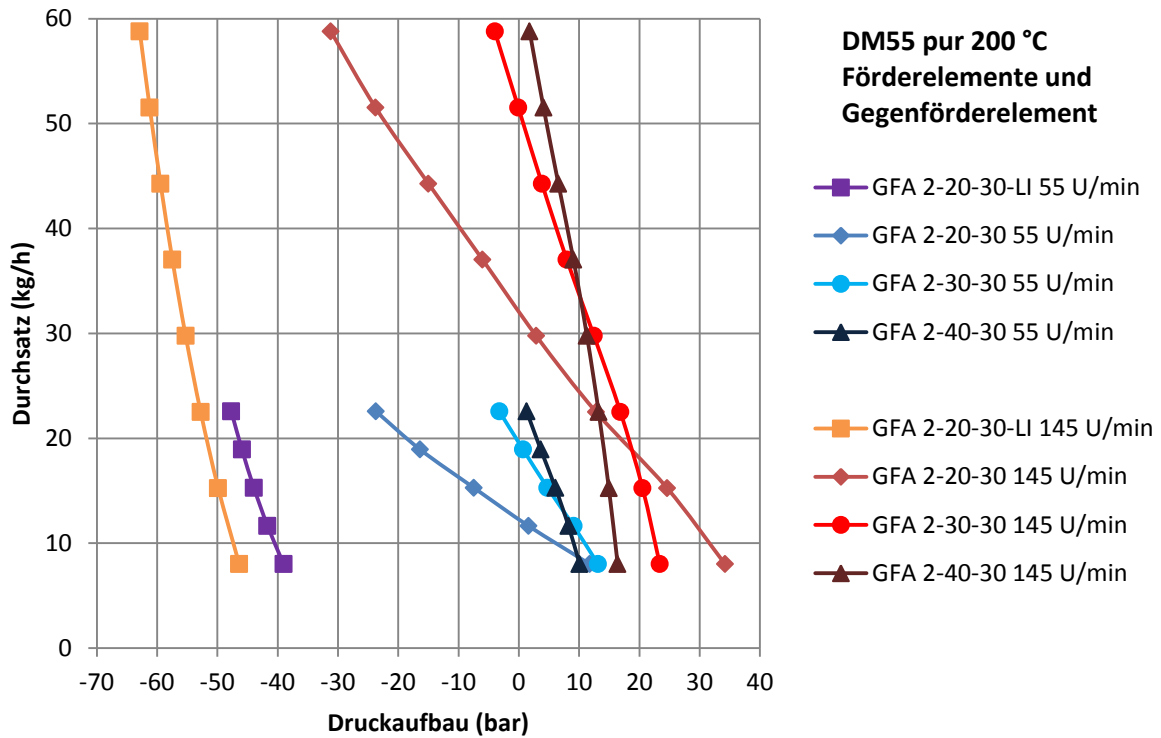


Abbildung 36: Dimensionsbehaftete Schneckenkennlinien der Fördererlemente und des Gegenfördererlements für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm

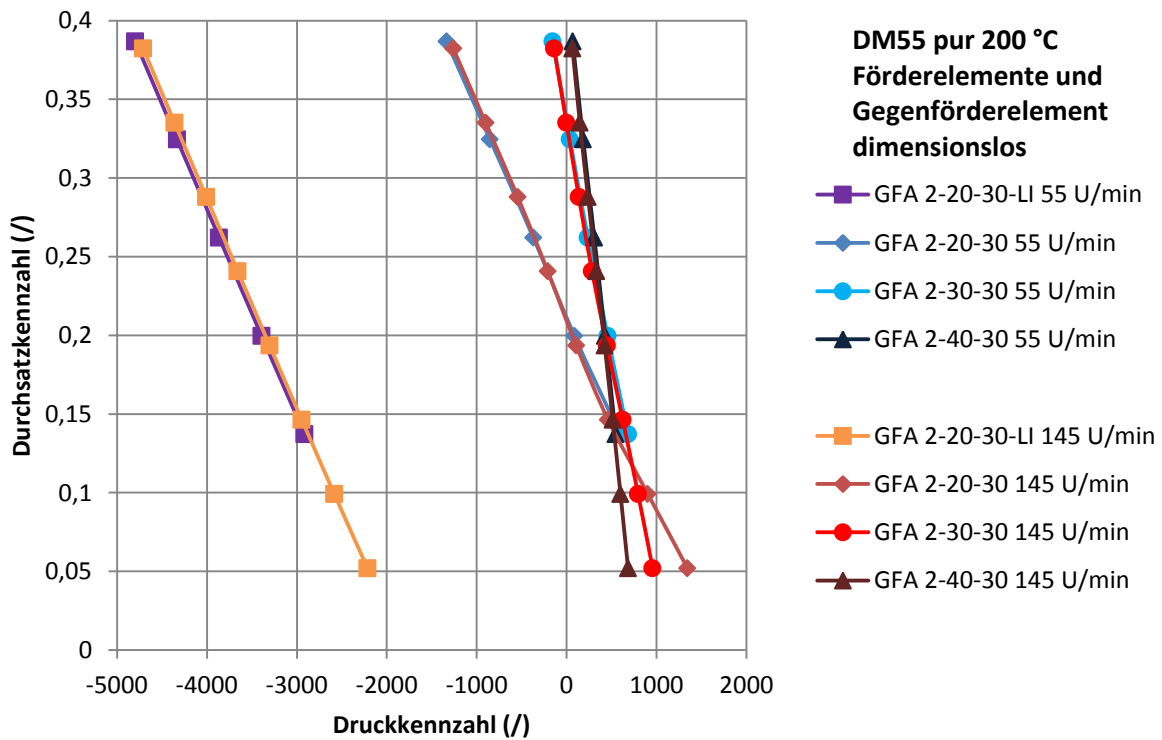


Abbildung 37: Dimensionslose Schneckenkennlinien der Fördererlemente und des Gegenfördererlements für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Um zu überprüfen, ob die dimensionslosen Kennlinien auch für unterschiedliche Temperaturen beziehungsweise Viskositätswerte übereinstimmen, wurde das Fördererelement GFA 2-30-30 für das ungefüllte Material PP Bormed™ DM55pharm bei 200 °C, 215 °C und 230 °C simuliert und die ermittelten Kennlinien in einem Diagramm vergleichend dargestellt (siehe Abbildung 38). Im Allgemeinen zeigt sich eine zufriedenstellende Übereinstimmung der Kennlinien unterschiedlicher Temperaturen und Drehzahlen, wobei sich die Abweichungen durch eine gleichzeitige Drehzahl- und Temperaturänderung summieren. Es muss berücksichtigt werden, dass die Bildung der dimensionslosen Kennzahl lediglich eine Näherung zur Abschätzung der Druckwerte darstellt, mit der Vereinfachung, dass strukturviskoses Materialverhalten als newtonsch angenommen wird.

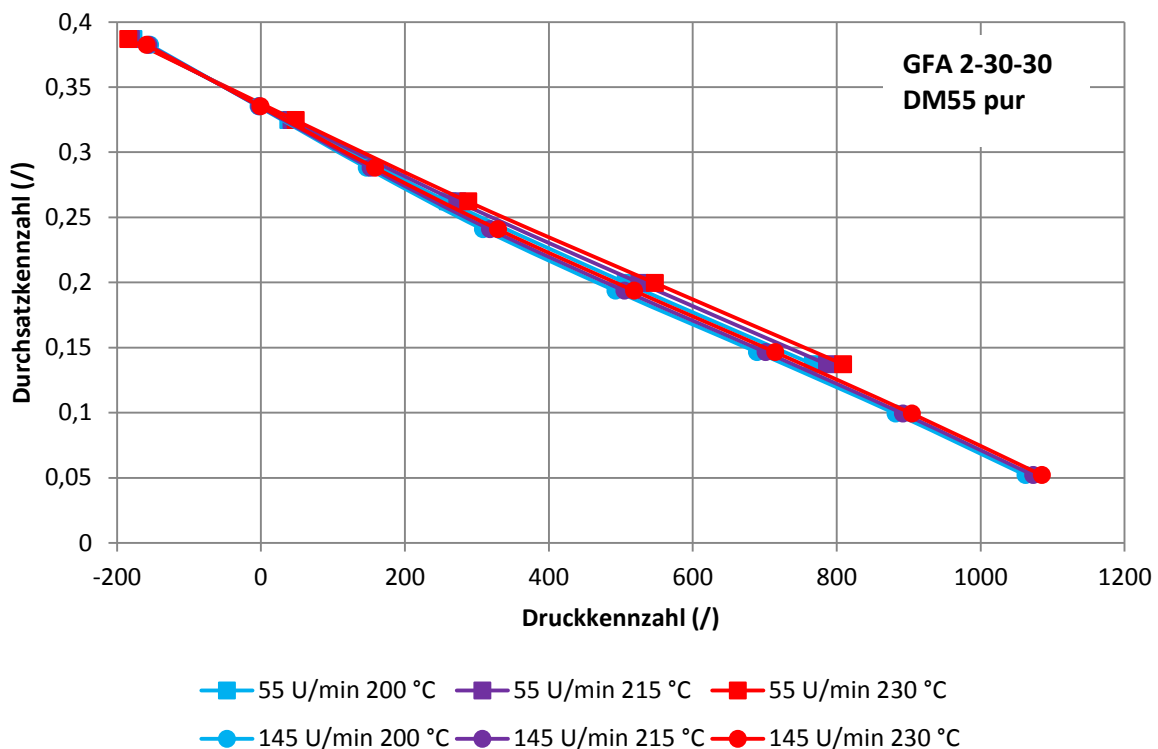


Abbildung 38: Dimensionslose Kennlinien des Elements GFA 2-30-30 für die Schneckendrehzahlen 55 U/min und 145 U/min bei Masstemperaturen von 200 °C, 215 °C und 230 °C

Die Unabhängigkeit der Kennlinie bezüglich der Materialien wurde anhand der Simulation und des Vergleichs der dimensionslosen Kennlinien des ungefüllten PP Bormed™ DM55pharm und des gefüllten PP BB412E bei 230 °C untersucht (siehe Abbildung 39). Hier zeigen sich etwas größere Abweichungen. Diese sind mit sehr großer Wahrscheinlichkeit ebenfalls auf die als konstant angenommene Viskosität zurückzuführen. Es zeigt sich also, dass die Annahme eines newtonschen Stoffverhaltens für die Berechnung der

## 5. Ergebnisse und Diskussion

dimensionslosen Kennzahlen abhängig von der Problemstellung unterschiedlich gute Näherungen liefert.

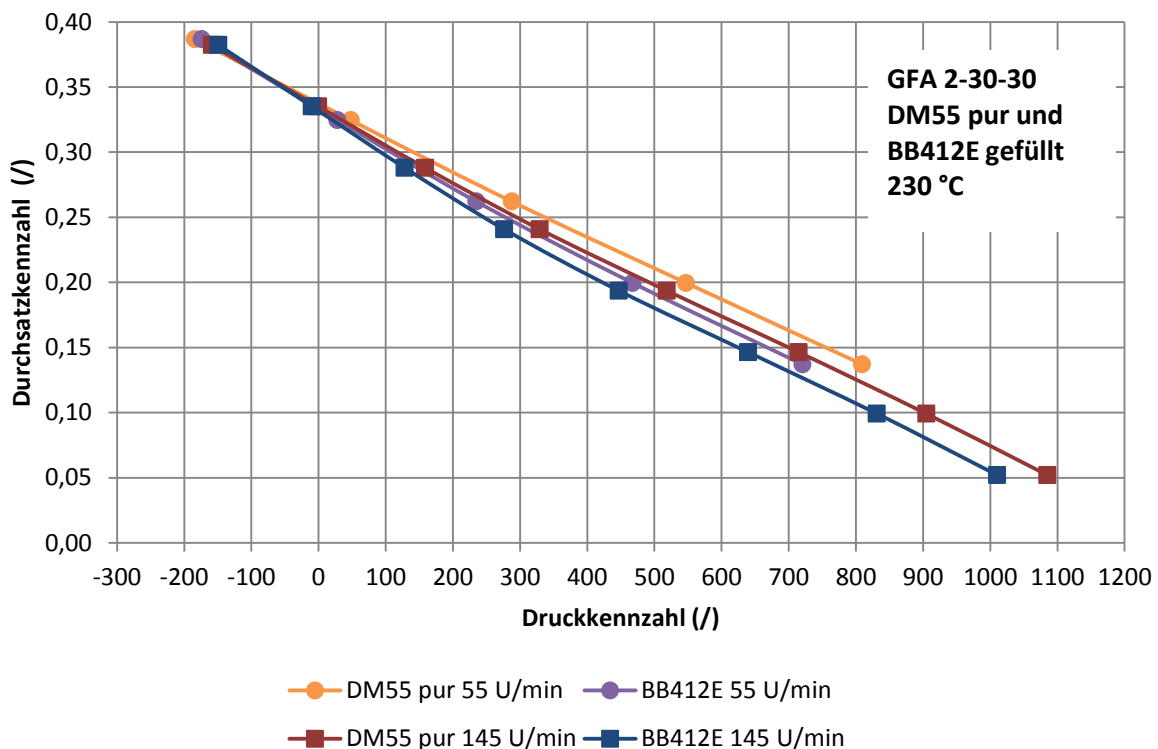


Abbildung 39: Dimensionslose Kennlinien des Elements GFA 2-30-30 für das ungefüllte Material PP Bormed™ DM55pharm und das gefüllte PP BB412E bei einer Massetemperatur von 230 °C und den Schneckendrehzahlen 55 U/min und 145 U/min

Um außerdem die Unabhängigkeit der Kennlinie von den Schneckendrehzahlen nachzuprüfen, wurde das Fördererelement GFA 2-30-30 für das ungefüllte Material PP Bormed™ DM55pharm bei 200 °C bei 55 U/min, 100 U/min und 145 U/min simuliert und ebenfalls die dimensionslosen Kennlinien verglichen (siehe Abbildung 40). Auch hier zeigt sich eine sehr gute Korrelation, da in diesem Fall die Vereinfachung des Viskositätsverhaltens offensichtlich einen geringeren Einfluss hat. Dieses Ergebnis ist vor allem für die Druckvalidierung von Bedeutung, denn die Druckaufbauwerte wurden für eine Schneckendrehzahl von 100 U/min, im Gegensatz zu 55 U/min und 145 U/min nicht explizit simuliert, sondern aus den dimensionslosen Kennzahlen ermittelt. Es sei vorweg genommen, dass die praktisch ermittelten Druckwerte sehr gut mit den aus den Kennzahlen ermittelten Druckwerten korrelierten.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

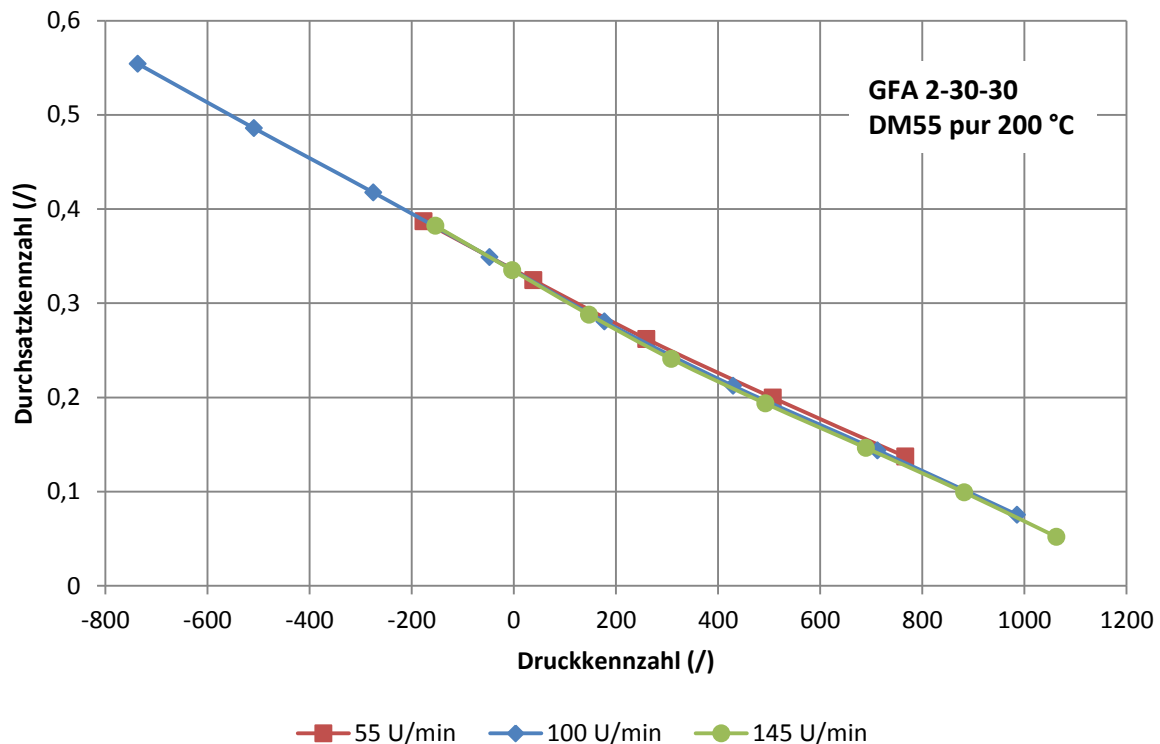


Abbildung 40: Dimensionslose Kennlinien des Elements GFA 2-30-30 für die Schneckendrehzahlen 55 U/min, 100 U/min und 145 U/min

### Druckaufbau der Einzelemente für nicht explizit simulierte Prozesseinstellungen

Nachdem die dimensionslosen Kennlinien im vorhergehenden Unterkapitel theoretisch überprüft wurden, wurden diese in Kapitel 5.4.2, im Rahmen der Druckvalidierung, außerdem praktisch überprüft. Die dimensionslosen Kennlinien für die gefüllten PP-Typen, auf deren Darstellung oben verzichtet wurde, sind die Voraussetzung für die Berechnung der Druckaufbauwerte der Einzelemente für eine Schneckendrehzahl von 100 U/min, da diese für die gefüllten Materialien nicht explizit simuliert wurden. Wie bereits oben erwähnt, wurden hierzu mittels der Kennlinien über die vorgegebenen Volumenkenzahlen die Druckkennzahlwerte ermittelt und aus diesen die Druckaufbauwerte errechnet.

Für die in Kapitel 5.4.2 erläuterte Druckvalidierung wurden neben den Druckaufbauwerten für einen Durchsatz von 8 kg/h und einer Schneckendrehzahl von 55, 100 und 145 U/min außerdem die Druckaufbauwerte der Schneckenelemente für eine Schneckendrehzahl von 145 U/min und den Durchsätzen von 11 kg/h beziehungsweise 16 kg/h benötigt. Die Druckaufbauwerte der Elemente für 11 kg/h und 16 kg/h wurden aufgrund der Komplexität jedoch nicht aus den dimensionslosen Kennlinien der gefüllten PP-Typen, sondern aus den dimensionsbehafteten Kennlinien ermittelt. Das bedeutet, es wurde bezüglich der



## 5. Ergebnisse und Diskussion

Druckaufbauwerte ausgehend von den Geradengleichungen zwischen den simulierten Durchsätzen von 8 kg/h und 15,3 kg/h auf 11 kg/h interpoliert, beziehungsweise auf 16 kg/h extrapoliert. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die Berechnung der Druckaufbauwerte für 11 kg/h und 16 kg/h zur Überprüfung außerdem mittels dimensionsloser Kennlinien durchgeführt wurde und diese nahezu identische Ergebnisse wie die deutlich weniger komplexe Berechnung mittels dimensionsbehafteter Kennlinien lieferte.

In der folgenden Tabelle 24 sind die aus den Kennlinien berechneten Druckaufbauwerte aller Elemente für die gefüllten PP-Typen Bormed™ DM55pharm und BB412E zusammenfassend aufgelistet, wobei die Aussage der dimensionslosen Schneckenkennlinie in Abbildung 12, im Bereich der konventionellen Förderung, bestätigt wird, dass bei höherem Durchsatz kleinere Gegendrücke auftreten. In Abbildung 41 sind die Druckaufbauwerte aller Elemente für beide gefüllten PP-Typen für einen Durchsatz von 8 kg/h und einer Schneckendrehzahl von 100 U/min grafisch dargestellt.

Tabelle 24: Druckaufbau (bar) aller Schneckenelemente für die gefüllten PP-Typen

	Druck (bar)					
	DM55pharm gefüllt			BB412E gefüllt		
	8 kg/h	11 kg/h	16 kg/h	8 kg/h	11 kg/h	16 kg/h
	100 U/min	145 U/min	145 U/min	100 U/min	145 U/min	145 U/min
<b>GFA 2-20-30</b>	24,94	31,13	24,20	27,00	33,10	25,22
<b>GFA 2-30-30</b>	20,15	22,90	20,86	21,95	24,67	22,41
<b>GFA 2-40-30</b>	15,02	16,27	15,23	16,44	17,53	16,40
<b>GFM 2-30-30</b>	6,89	7,49	6,42	7,54	8,04	6,88
<b>GFA 2-20-30-LI</b>	-45,67	-49,22	-51,64	-49,76	-52,75	-55,19
<b>KB 3-2-15 30GRD-LI</b>	-2,72	-2,89	-3,08	-2,98	-3,10	-3,31
<b>KB 3-2-15 60GRD-RE</b>	0,28	0,30	-0,06	0,29	0,30	-0,09
<b>KB 3-2-15 90GRD</b>	-1,05	-1,01	-1,38	-1,17	-1,11	-1,52

## 5. Ergebnisse und Diskussion

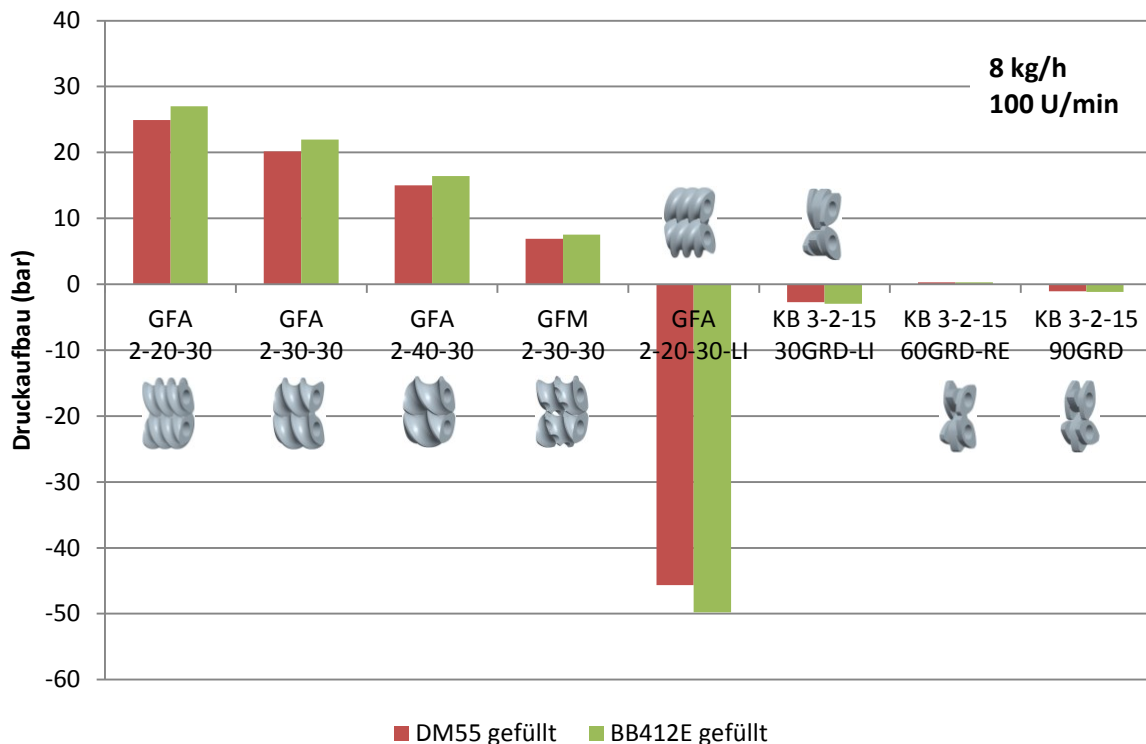


Abbildung 41: Druckaufbau aller Schneckenelemente bei 8 kg/h und 100 U/min

### Dissipation der Einzelemente

Das Hauptziel dieser Arbeit war die Optimierung der bereits bestehenden Standardschneckengeometrie hinsichtlich der besseren Interkalierung und Exfolierung sowie der Einmischung des Schichtsilikats in das PP-Grundmaterial. Daher wurde die eingebrachte dissipierte spezifische Leistung (Leistung pro Volumen in Form von Dissipation, Scherenergie) aus Gleichung ( 3 ) als erster Anhaltspunkt für die Optimierung der Schneckengeometrie gewählt. Um die Dissipation jedes einzelnen Schneckenelements berechnen zu können, wurde die über das Volumen des gesamten Zylinderkanals gemittelte simulierte Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  ermittelt. Diese wurde dann in den Cross-Ansatz des jeweiligen Materials eingesetzt und die Viskosität  $\eta$  beziehungsweise in weiterer Folge die Dissipation  $E$  berechnet.

In Abbildung 42 und Abbildung 43 sind die errechneten Dissipationswerte aller verwendeten Schneckenelemente für das ungefüllte und das gefüllte PP Bormed™ DM55pharm bei 200 °C sowie das gefüllte PP BB412E bei 230 °C bei einem Durchsatz von 8 kg/h und einer Schneckendrehzahl von 55 U/min bzw. 145 U/min dargestellt.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

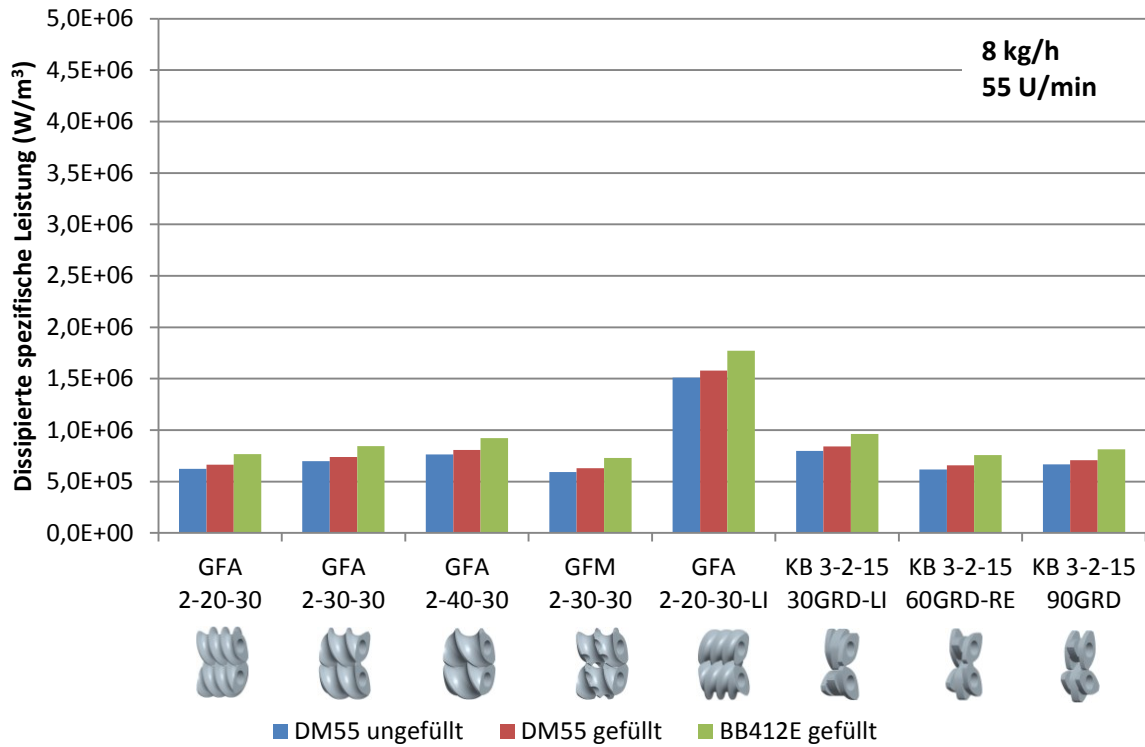


Abbildung 42: Dissipierte spezifische Leistung ( $W/m^3$ ) aller Schneckenelemente für 8 kg/h und 55 U/min

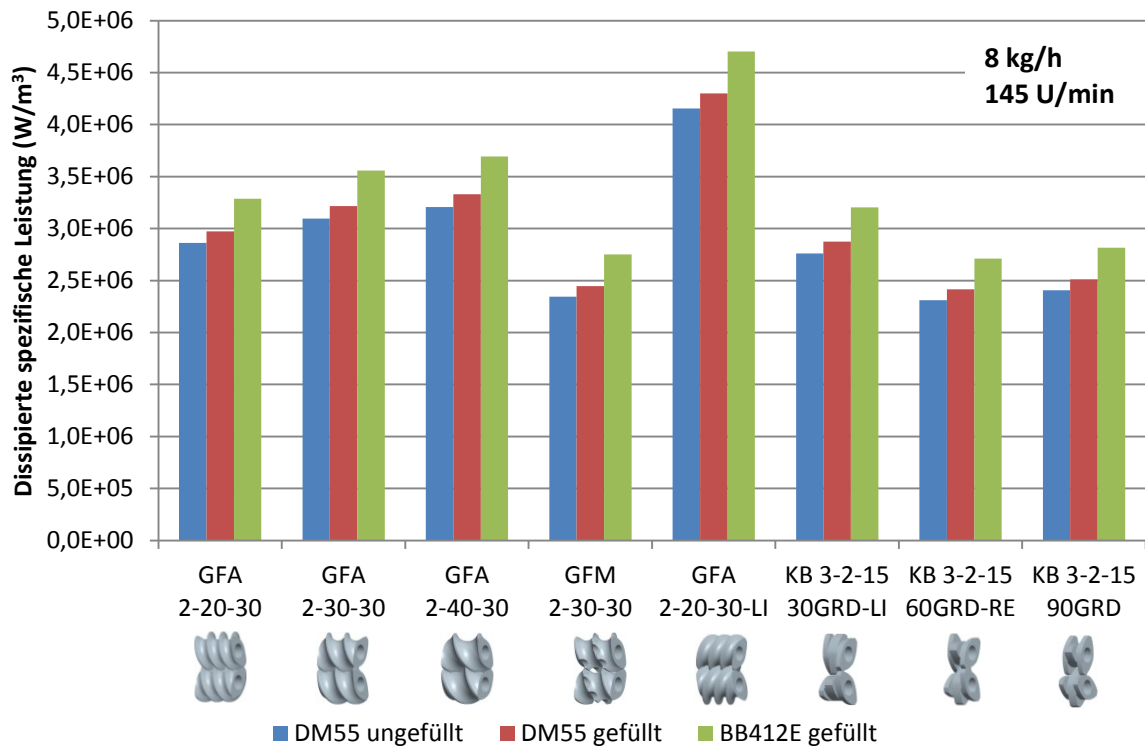


Abbildung 43: Dissipierte spezifische Leistung ( $W/m^3$ ) aller Schneckenelemente für 8 kg/h und 145 U/min

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Aufgrund der Proportionalität zwischen Schneckendrehzahl  $n$  und Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$ , welche quadratisch in die dissipierte Leistung eingeht, folgt aus einer höheren Drehzahl trotz der daraus resultierenden niedrigeren Viskosität eine um ein Vielfaches höhere Dissipation. Wird die Reihenfolge der Schneckenelemente in Abbildung 42 und Abbildung 43 bezüglich steigender Dissipation verglichen, so kommt es zu Verschiebungen aufgrund der Wechselwirkung aus Drehzahl und Viskosität. Das Knetelement KB 3-2-15-30GRD-LI beispielsweise weist bei 55 U/min eine höhere Dissipation als die Fördererlemente auf, bei einer Drehzahl von 145 U/min ist dies umgekehrt. Auch der Knetblock KB 3-2-15-60GRD-RE zeigt bei einer Drehzahl von 55 U/min eine geringfügig höhere Dissipation als das Mischelement, während dies bei einer Drehzahl von 145 U/min gegenteilig ist. Einzig das Gegenfördererlement weist in allen Fällen die höchste Dissipation auf. Die unterschiedliche Viskosität der Materialien hat in den dargestellten Fällen hingegen keinen Einfluss auf die Reihung der Schneckenelemente bezüglich dissipierter Leistung.

### Optimierte Schneckengeometrie

Neben einer optimalen Exfolierung des Füllstoffes ergab sich im Laufe der Arbeit ein weiteres Ziel der Schneckengeometrieoptimierung, nämlich die Reduktion der Druckspitze im Bereich des Gegenfördererlements (siehe Abbildung 35), da bei der Verarbeitung von PP Bormed<sup>TM</sup> DM55pharm bei einer Schneckendrehzahl von 55 U/min und einem Gegendruck von 45 bar beinahe die Drehmomentgrenze des Extruders überschritten wurde. Anhand dieser Forderung wurde beschlossen, die Optimierung der Standardschnecke auf den Schneckenblock 4 zu beschränken, um einerseits die Druckspitze für die Verarbeitung von ungefülltem PP Bormed<sup>TM</sup> DM55pharm bei einer Drehzahl von 55 U/min von ca. 40 bar auf ca. 10 bar zu reduzieren, andererseits eine trotz dieser Forderung möglichst hohe Dissipation dieses Schneckenblockes zu erreichen. Ein weiteres Ziel war, dass der optimierte Schneckenblock 4 ebenfalls vollgefüllt sein sollte, damit die Simulation des gesamten Blockes möglich war, da das Simulationsprogramm eine Vollfüllung voraussetzte. Anhand dieser Vorgaben musste somit der Einsatz eines Gegenfördererlements ausgeschlossen werden. Um eine Vollfüllung zu erreichen, war am Ende des Schneckenblockes ein Element nötig, das überfahren werden musste. Die einzige Alternative zu einem Gegenfördererlement war somit ein Knetblock. Da der Druckverbrauch eines Knetblocks jedoch um einiges geringer als der des Gegenfördererlements ist, war es ausgeschlossen, ein klassisches Fördererlement einzusetzen, da der Druckaufbau eines Fördererlements den Druckverbrauch der Knetblöcke um ein Vielfaches übersteigt. Außerdem sollte als Hauptziel der Arbeit, wie bereits oben erwähnt, die

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Exfolierung und Interkalierung des Schichtsilikats verbessert werden. Um auch dieses Ziel zu berücksichtigen, wurden zuerst die Dissipationswerte der Elemente bei der Verarbeitung von ungefülltem PP Bormed™ DM55pharm bei einem Durchsatz von 8 kg/h und einer Schneckendrehzahl von 55 U/min und 145 U/min (siehe Abbildung 42 und Abbildung 43) analysiert. Der Grund, warum nicht die Dissipationswerte der gefüllten Materialien analysiert wurden, war, dass versucht werden musste, dass die Summe des Druckaufbaus und des Druckverbrauchs im Schneckenblock 4 für PP Bormed™ DM55pharm Null ergab, um eine exakte Vollfüllung des Blocks zu erreichen. Die gesamten Schneckenziehversuche wurden mit ungefülltem PP Bormed™ DM55pharm durchgeführt, somit waren die einzigen praktischen Anhaltspunkte nur für dieses Material vorhanden und die Simulationen wurden daher immer zuerst mit diesem Material durchgeführt, um eine direkte Kontrolle der Ergebnisse (vor allem der Druckwerte als einzige Validierungsmöglichkeit) zu ermöglichen. Wie in Abbildung 42 und Abbildung 43 ersichtlich ist, zeigte sich, dass die Dissipationswerte des Gegenförderelements die der Knetblöcke deutlich überstiegen. Daher wurde nach einem Weg gesucht, einerseits die Exfolierung und Einmischung zu verbessern, andererseits in Kauf zu nehmen, dass die gesamte Dissipation des Blockes geringer sein würde. Als Ansatzpunkt hierfür diente die Beziehung zwischen Beanspruchungszeit (Verweilzeit) und Schubspannung im Hinblick auf die Zerteilung von Füllstoffen im Grundmaterialien, wie in Abbildung 44 ersichtlich ist.

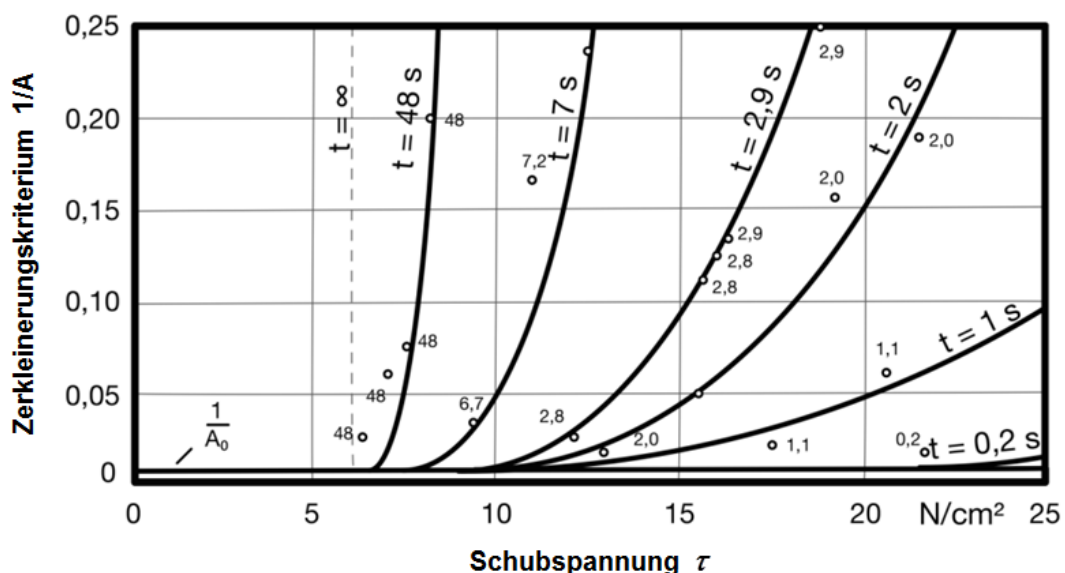


Abbildung 44: Darstellung des Einflusses von Schubspannung  $\tau$  und Beanspruchungszeit  $t$  auf den Zerteilungsgrad  $1/A$  von Rußagglomeraten in einer PE-Schmelze (Versuche mit einem Einschneckenextruder) [25]

Die Theorie [25] besagt, dass es abhängig vom Füllstoff ist, ob die Verweilzeit oder die Schubspannung der entscheidende Einfluss für die Zerteilung des Füllstoffs ist.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Zusammenfassend kann außerdem gesagt werden, dass eine hohe Drehzahl, eine hohe Viskosität und ein niedriger Durchsatz bzw. eine hohe Verweilzeit generell für eine gute Zerteilwirkung vorteilhaft sind [25]. Durch die Verringerung der Druckspitze und damit auch Verringerung der Dissipation konnte davon ausgegangen werden, dass die Forderung einer höheren Viskosität (verursacht durch geringere Temperaturen) durch die Optimierung ebenfalls erfüllt werden könnte. Es sollte also für Nanofil® 5 in der PP-Schmelze untersucht werden, ob trotz geringerer Dissipation beziehungsweise Schubspannung  $\tau$  und dafür höherer Verweilzeiten, ähnliche Interkalierungs- und Exfolierungswerte des Schichtsilikats erreicht werden könnten. Im Rahmen dieser Arbeit wird an Stelle der Schubspannung die über die Schneckenelemente eingebrachte Scherenergie  $E$  bewertet. Aufgrund des Zusammenhangs zwischen Schubspannung  $\tau$  und Scherenergie  $E$  in ( 16 ) wird jedoch deutlich, dass die Reihenfolge der Schneckenelemente im Hinblick auf die Schubspannung und die dissipierte Leistung gleich bleibt, was am Beispiel des ungefüllten PP Bormed™ DM55pharm in Abbildung 45, stellvertretend für alle anderen Einstellungen dieser Arbeit, für eine Schneckendrehzahl von 55 U/min gezeigt wird.

$$E = \eta \cdot \dot{\gamma}^2 = \tau \cdot \dot{\gamma} \quad ( 16 )$$

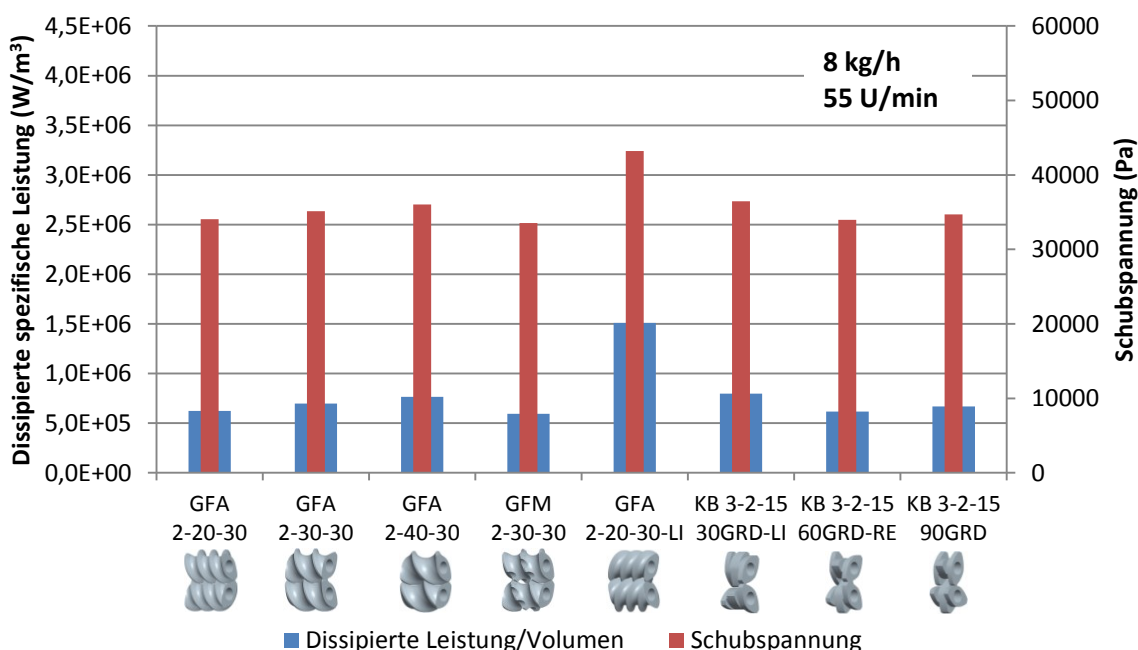


Abbildung 45: Dissipierte spezifische Leistung und Schubspannung aller Schneckenelemente für 8 kg/h und 55 U/min für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm

Nach all den oben genannten Vorgaben verringerte sich die Auswahl der einsetzbaren Elemente auf die Knetblöcke und das Mischelement. Diese beiden Elementtypen haben

## 5. Ergebnisse und Diskussion

zudem die Eigenschaft, eine sehr gute distributive Mischwirkung zu besitzen, was sich grundsätzlich positiv auf das Einarbeiten von Füllstoffen auswirken sollte. Aufgrund der Forderung einer höheren Verweilzeit, einer besseren Einmischung des Schichtsilikats, sowie eines geringeren Druckaufbaus im Vergleich zu herkömmlichen Förderelementen wurde das Mischelement ausgewählt. Unter den Knetblöcken sollte schließlich jener gewählt werden, welcher die höchste Dissipation aufwies. Gleichzeitig musste aber auch darauf geachtet werden, dass die Summe des Druckes Null ergab. Abbildung 42 und Abbildung 43 zeigen, dass der Knetblock mit den um 30 Grad nach links versetzten Knetscheiben bei einem Durchsatz von 8 kg/h sowohl bei 55 U/min als auch bei 145 U/min unter allen Knetblöcken die höchste Dissipation aufwies. Um jenen Druck abzubauen, welcher durch zwei Mischelemente aufgebaut wurde, waren 4 KB 3-2-15-30GRD-LI Knetblöcke nötig. In der Theorie ergab sich der optimierte Schneckenblock unter den geforderten Vorgaben (Abbau der Druckspitze bei maximaler Dissipation und erhöhter Verweilzeit) also aus zwei Mischelementen GFM 2-30-30, gefolgt von vier Knetblöcken KB 3-2-15-30GRD-LI, wie in Tabelle 25 und in Abbildung 46 vergleichend mit dem Standard-Schneckenblock dargestellt.

Tabelle 25: *Aufbau des Standardschneckenblockes und des optimierten Schneckenblockes*

Kumulierte Länge (mm)	Standardschnecke	Optimierte Schnecke
<b>760-775</b>	GFA 2-40-30	GFM 2-30-30
<b>775-790</b>		
<b>790-805</b>	GFA 2-40-30	GFM 2-30-30
<b>805-820</b>		
<b>820-835</b>	GFA 2-30-30	KB 3-2-15-30GRD-LI
<b>835-850</b>		KB 3-2-15-30GRD-LI
<b>850-865</b>	GFA 2-20-30-LI	KB 3-2-15-30GRD-LI
<b>865-880</b>		KB 3-2-15-30GRD-LI

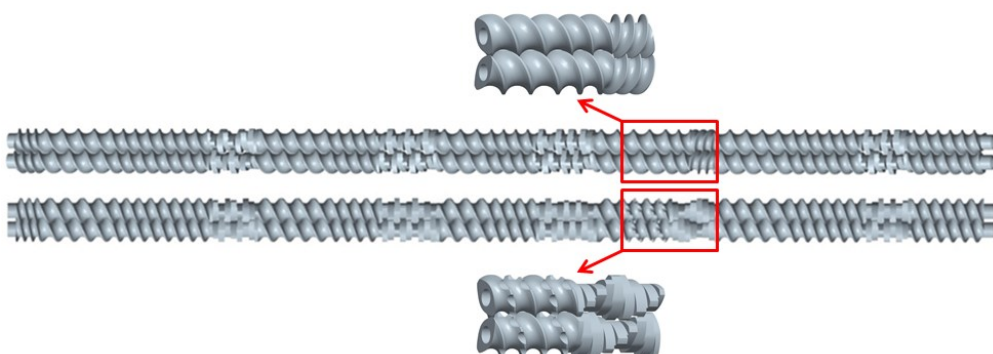


Abbildung 46: *Vergleich der Standardschnecken- und der optimierten Schnecken-Geometrie*

## 5. Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 47 wird die dissipierte Leistung, bezogen auf den gesamten optimierten Schneckenblock, für 8 kg/h bzw. 11 kg/h und 55 U/min bzw. 145 U/min vergleichend mit den Werten des Standardschneckenblockes in Diagrammform dargestellt. Es zeigt sich, dass die dissipierte Leistung zwar geringer als für die Standardschnecke ausfällt, jedoch wurde auch die Verweilzeit erhöht, was in Kapitel 5.4.3 nachgewiesen wird. Außerdem ergibt sich bei gleicher Drehzahl kaum ein Unterschied zwischen einem Durchsatz von 8 kg/h und 11 kg/h. In den Kapiteln 5.4.5 und 5.4.6 wurde schließlich mittels Zugprüfungen und SAXS-Messungen überprüft, ob trotz Abnahme der Dissipation eine Optimierung der mechanischen Kennwerte bzw. eine Verbesserung des Exfolierungs- und Interkalierungsgrades aufgrund der größeren Verweilzeit möglich war, oder ob die Verweilzeit im Vergleich zur Dissipation einen zu geringen Einfluss darstellte und die Standardschnecke durch die höhere Dissipation bessere Ergebnisse als die optimierte Schneckengeometrie lieferte.

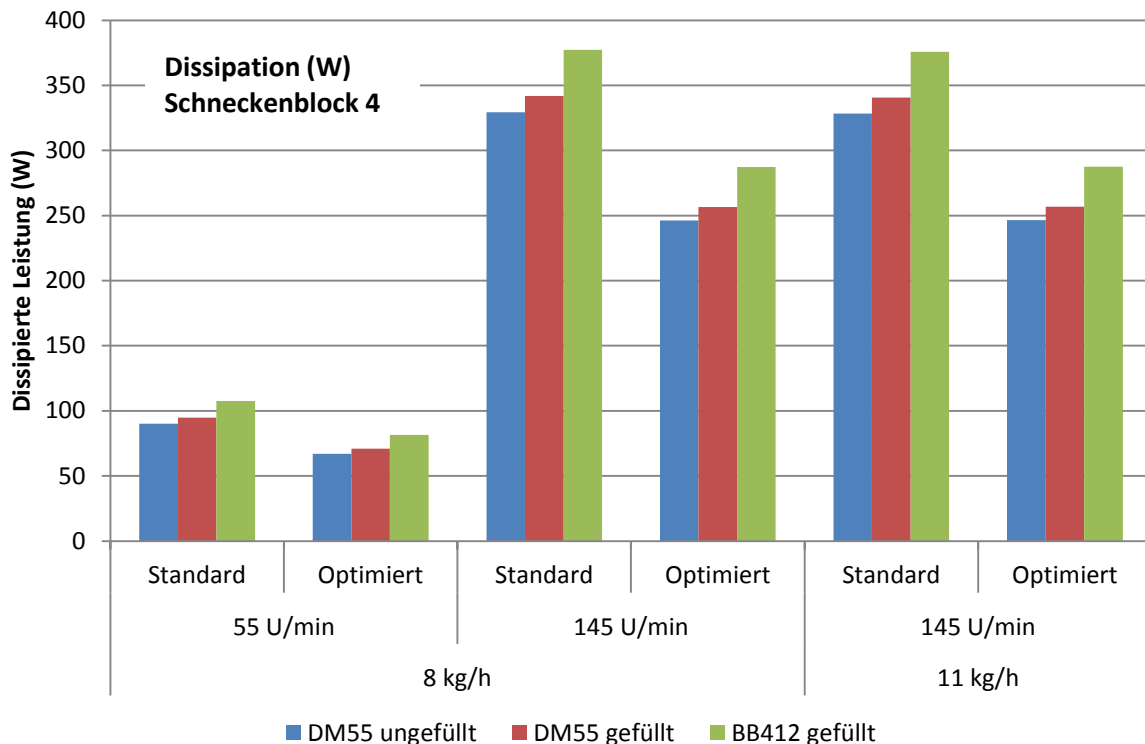


Abbildung 47: Vergleich der auf das gesamte Volumen des ursprünglichen und des optimierten Schneckenblocks bezogene Dissipation in Watt

### Vergleich Standardschneckengeometrie – optimierte Schneckengeometrie

Ein Ziel der Optimierung war die Reduktion der Druckspitze durch Ersatz des Gegenförderelements der ursprünglichen Schneckengeometrie. In Abbildung 48 wird der Druckverlauf entlang der Standardschneckengeometrie und der optimierten Geometrie,



## 5. Ergebnisse und Diskussion

wieder repräsentativ für die anderen verwendeten Materialien und Einstellungen, für das ungefüllte Material PP Bormed™ DM55pharm bei einem Durchsatz von 8 kg/h, einer Schneckendrehzahl von 55 U/min und einem Gegendruck von 45 bar verglichen.

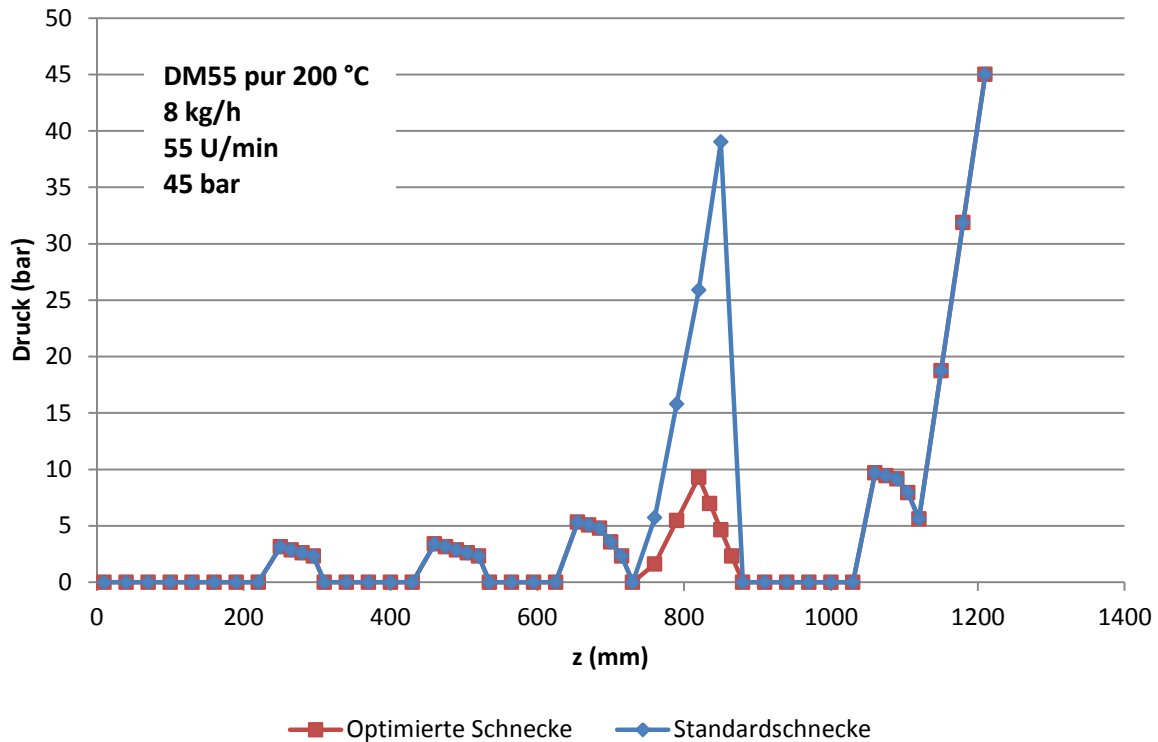


Abbildung 48: Vergleich des Druckverlaufs entlang der Standardschneckengeometrie und der optimierten Schneckengeometrie

Die Simulation zeigte, dass durch den Einsatz der Mischelemente und Knetblöcke die Druckspitze von 39 bar auf ca. ein Viertel, nämlich 9,3 bar, reduziert werden konnte, was das erklärte Ziel war. Außerdem wurde bei dieser Einstellung die optimierte Schnecke im praktischen Versuch gezogen, um die simulierte Vollfüllung im optimierten Bereich zu überprüfen. Das praktische Ergebnis stimmte exakt mit der simulierten Vorhersage überein.

In Kapitel 5.4.2 wurde auch praktisch nachgewiesen, dass die Druckwerte im Bereich des Schneckenblocks 4, bei einer kumulierten Länge von 825 mm, durch die Optimierung sehr stark reduziert werden konnten. Außerdem zeigten sich bei punktuellen Aufzeichnungen des Extruderdrehmoments während der Druckvalidierung durchschnittlich um ca. 3 % niedrigere Werte des Drehmoments bei Einsatz der optimierten Geometrie im Vergleich zur Standardschneckengeometrie bei ansonsten gleichen Einstellungen.

Um einen Überblick über die Unterschiede der Verläufe des Drucks, des Mixing-Index und der Schergeschwindigkeit zwischen dem Standardschneckenblock und dem optimierten

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Schneckenblock zu erhalten, sind die Diagramme der Verläufe für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm bei einem Durchsatz von 8 kg/h und einer Schneckendrehzahl von 55 U/min im folgenden Teil dargestellt und werden kurz erläutert. Die Abszisse zeigt in diesen Fällen die z-Koordinate des Schneckenblocks, der Schneckenblock wird also separat von der gesamten Schneckengeometrie zur besseren Übersichtlichkeit betrachtet. In Abbildung 49 ist der Druckverlauf im Zwickelbereich, das bedeutet entlang von Linie 2 (siehe Kapitel 4.3.3), dargestellt.

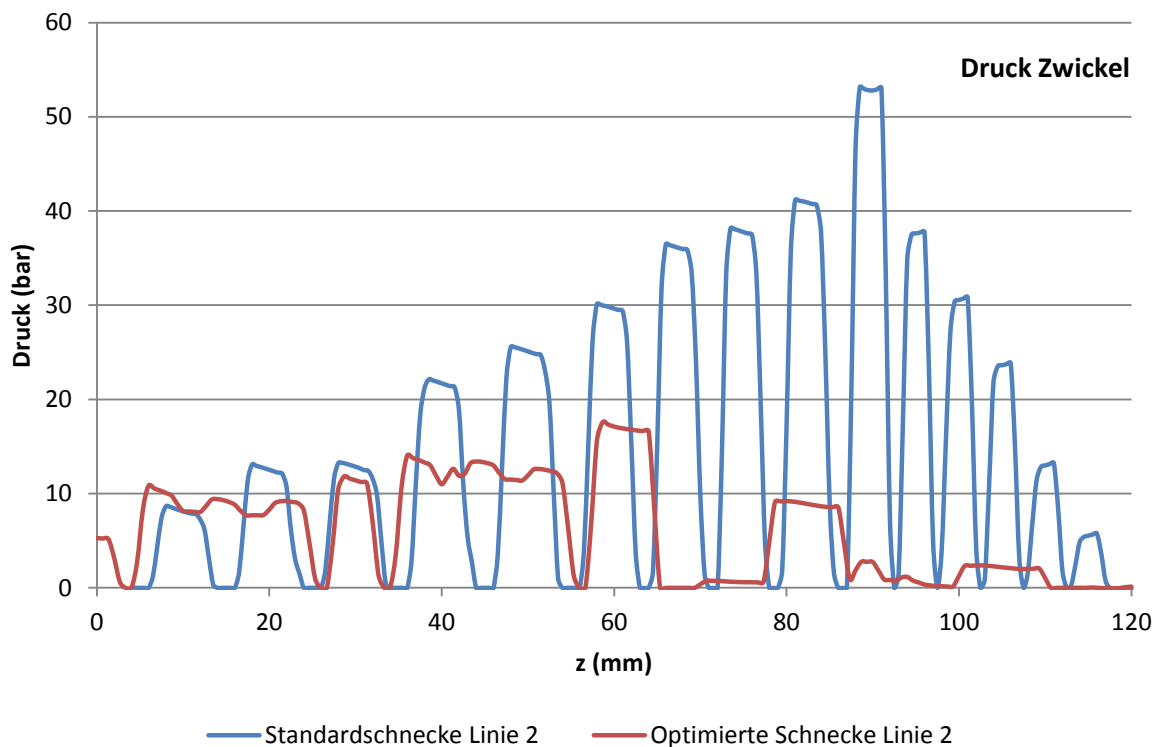


Abbildung 49: Vergleich des Druckverlaufs des Standardschneckenblocks und des optimierten Schneckenblocks im Zwickelbereich

Bei der Darstellung des Druckverlaufs in Abbildung 49 muss berücksichtigt werden, dass die Linie auch immer einen Teil der Schnecke schneidet. Die blaue Linie stellt den Verlauf entlang der Standardschnecke dar, wobei die Periodizität des Verlaufs aufgrund der (von der Linie geschnittenen) Schneckenstege deutlich wird. So ist die Veränderung der Steigung der Schneckenelemente von 40 mm (zwischen den z-Koordinaten 0 mm und 60 mm) auf 30 mm (zwischen den z-Koordinaten 60 mm und 90 mm) und weiter auf 20 mm (zwischen den z-Koordinaten 90 mm und 120 mm) anhand der abnehmenden Periodenlänge deutlich zu erkennen. Aufgrund des Schneidens der Linie mit der Schneckengeometrie kommt es immer wieder zu einem Druckabfall auf 0 bar, innerhalb der Kanäle hingegen wird Druck aufgebaut.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Auch bei der optimierten Schneckengeometrie kommt es aufgrund des Schnitts der Linie mit den Stegen des Mischelements (zwischen den z-Koordinaten 0 mm und 60 mm) und den Knetscheiben (zwischen den z-Koordinaten 60 mm und 120 mm) immer wieder zum Druckabfall auf 0 bar. Auffällig ist jedoch, dass der Druckabfall bei den beiden Mischelementen (zwischen den z-Koordinaten 0 mm und 60 mm) trotz ähnlicher Steigung wie bei den Fördererelementen der Standardgeometrie weniger oft auftritt. Dies liegt an den Durchbrüchen der Schneckenstege, wodurch die Linie bei richtiger Lage der Durchbrüche die Schneckengeometrie nicht schneidet. Weiters zeigt sich der geringere Druckaufbau der optimierten Schneckengeometrie. Außerdem muss darauf hingewiesen werden, dass auch die Druckspitze, aufgrund des unterschiedlichen Aufbaus, entlang der z-Achse der Schnecke verschoben ist: So liegt sie bei der Standardgeometrie in etwa bei 90 mm (am Übergang zwischen Förder- und Gegenfördererelement), bei der optimierten Geometrie bei 60 mm, wo der Übergang zwischen Mischelementen und gegenfördernden Knetblöcken liegt. Der Verlauf des Mixing-Index in Abbildung 50 ist ebenfalls im Zwickelbereich dargestellt.

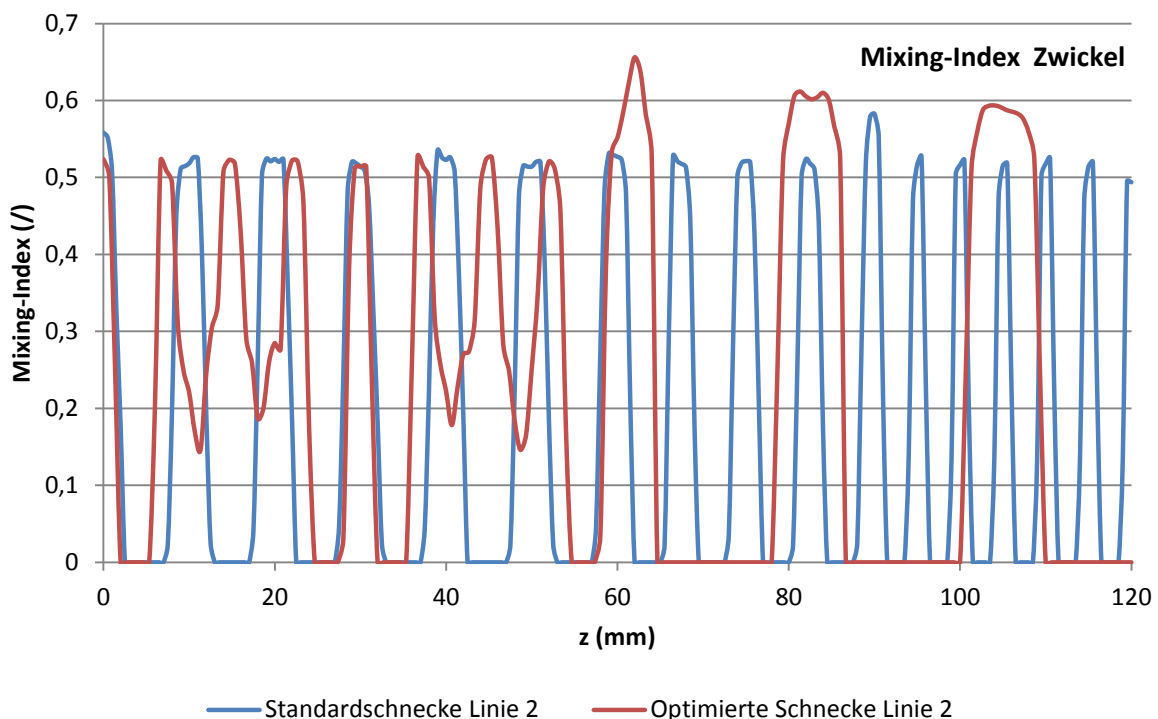


Abbildung 50: Vergleich des Mixing-Index-Verlaufs des Standardschneckenblocks und des optimierten Schneckenblocks im Zwickelbereich

Bei der Darstellung des Mixing-Index in Abbildung 50 bedeutet ein Schnitt der Linie mit der Schneckengeometrie einen Mixing-Index von 0, was eine reine Rotationsströmung bedeutet und aufgrund der Rotation des Schneckenkörpers nachvollziehbar ist. Im Zwischenbereich

## 5. Ergebnisse und Diskussion

liegt ein Bereich mit einem Mixing-Index von 0,5 vor, welcher die Scherströmung in der Kanalmitte repräsentiert. Bei der optimierten Geometrie treten außerdem Bereiche auf, in denen der Mixing-Index bei rund 0,2 liegt, was eine Überlagerung von Rotations- und Scherströmung bedeutet. Dies ist erneut auf die Durchbrüche des Mischelements zurückzuführen. Durch den kleineren Abstand zur Schneckenoberfläche in den Durchbrüchen, besitzt der Rotationsanteil einen größeren Einfluss. Außerdem zeigt sich im Bereich des Schmelzekanals der Knetblöcke ein Mixing-Index von über 0,5, was einen Dehnströmungsanteil bedeutet, und vor allem für die Interkalierung und Exfolierung der Schichtsilikate einen erwünschten Effekt darstellt.

Abbildung 51 zeigt den Verlauf der Schergeschwindigkeit 0,01 mm von der Zylinderwand entfernt, also im Randbereich des Kanals entlang von Linie 3. In diesem Fall schneidet die Linie nicht mit der Schneckengeometrie, sondern liegt genau im Leckspalt, wo es zu erhöhten Schergeschwindigkeiten kommt, was vor allem bei der Standardschneckengeometrie ersichtlich wird. Bei der optimierten Schneckengeometrie kommt es bei den Durchbrüchen des Mischelements zu geringeren Schergeschwindigkeiten, da der Leckspalt dementsprechend größer ist. Im Bereich der Knetblöcke bei einer z-Koordinate der Schnecke zwischen 85 mm und 100 mm kommt es ebenfalls zu einer erhöhten Schergeschwindigkeit aufgrund des Leckspalts der Knetscheiben.

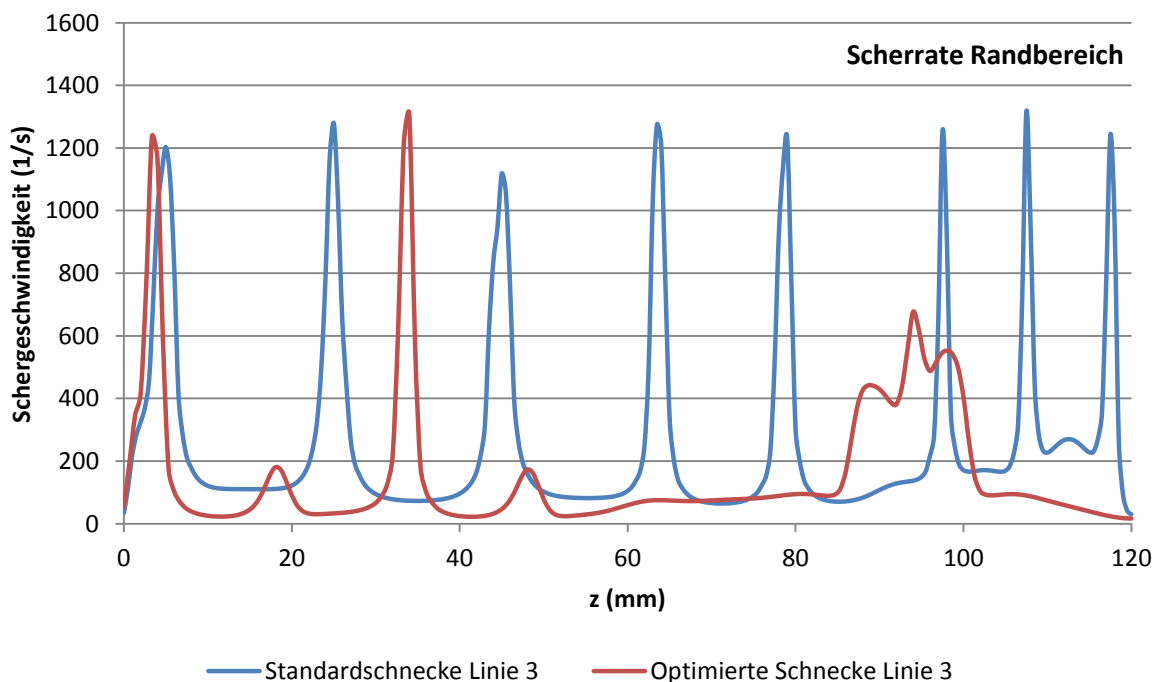


Abbildung 51: Vergleich des Schergeschwindigkeitsverlaufs des Standardschneckenblocks und des optimierten Schneckenblocks im Randbereich des Schneckenzyinders

### 5.4 Praktische Versuche

In den folgenden Kapiteln werden die Ergebnisse der praktischen Versuche (vor allem am Spritzgießcompounder), welche unter anderem zur Überprüfung der Simulationsergebnisse dienen, näher dargestellt und erläutert.

Im Kapitel „Temperaturkontrolle“ soll nachgewiesen werden, dass die für die Simulation angenommenen Massetemperaturen möglichst der Realität entsprechen, während im Kapitel „Druckvalidierung“ überprüft wird, ob die simulierten Drücke beim Compoundieren in der Praxis bestätigt werden können, um die Relevanz der Simulationsergebnisse zu beweisen. Der Abschnitt „Verweilzeitmessung“ zielt in erster Linie auf einen Vergleich der Standardschneckengeometrie und der optimierten Schneckengeometrie hinsichtlich der Verweilzeiten ab. Um ausschließen zu können, dass die in den Kapiteln „Zugprüfungen“ und „SAXS-Messungen“ dargestellten Ergebnisse der Prüfungen der spritzgießcompoundierten Probekörper auf deutliche Unterschiede im Schichtsilikatgehalt zurückzuführen sind, wird im Abschnitt „Glührückstandsmessung“ der Nanofil® 5-Gehalt für alle Serien stichprobenartig überprüft.

#### 5.4.1 Temperaturkontrolle

Da zu Beginn des Simulationsstarts keine genauen Massetemperaturwerte für die Maschineneinstellungen der einzelnen Serien vorlagen, wurden wie bereits in Kapitel 4.3.3 erwähnt, die eingestellten Zylindertemperaturen von 200 °C für PP Bormed™ DM55pharm und von 230 °C für PP BB412E als Massetemperaturen für die Simulation verwendet. Es wurde davon ausgegangen, dass mögliche Abweichungen von der tatsächlichen Massetemperatur mit Hilfe der dimensionslosen Schneckenkennlinien korrigiert werden könnten. Besonders hervorzuheben ist, dass alle Simulationen aufgrund eines Softwarefehlers nur isotherm und nicht nicht-isotherm durchgeführt werden konnten, das heißt der Einfluss der Schererwärmung auf die Viskosität konnte im Rahmen der Simulation nicht berücksichtigt werden. Diese Vereinfachung muss in dieser Arbeit stets berücksichtigt werden.

Um die Massetemperatur praktisch zu überprüfen, wurden wie bereits beschrieben, zuerst Temperaturmessungen an der Schneckenposition 1155 mm mit dem Typ-J-Schwertfühler durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Messungen sind jedoch an dieser Stelle nicht dargestellt, da vor allem für Einstellungen mit einem Gegendruck von 15 bar die Position 1155 mm meist teilgefüllt und so eine Messung der Massetemperatur nicht korrekt möglich war. Generell kann jedoch gesagt werden, dass die gemessenen Temperaturwerte bei einem Gegendruck von 45 bar und damit unter vollgefüllten Bedingungen bei beiden Materialien durchschnittlich

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

ca. 15 K oberhalb der Zylindertemperatur ( $T_z$ ) lagen. Diese erhöhte Temperatur kann möglicherweise auf die Schererwärmung durch die rotierenden Schneckenstege zurückgeführt werden. Durch die Position des Schwertfühlers an der Zylinderwand entstanden durch die sich vorbeibewegenden Schneckenstege und die sehr geringen Leckspalte sehr hohe Schergeschwindigkeiten und damit lokal hohe Temperaturen. Es ist also fraglich, ob der Mittelwert der Massetemperatur über die gesamte Schneckenlänge betrachtet ebenfalls ca. 15 K oberhalb der Zylindertemperatur lag. Diese Vermutung wird durch die Tatsache bestätigt, dass die im Anschluss daran durchgeführte Temperaturmessung am Adapter an der Schneckenspitze während des Spritzgießcompoundierens (bereits in Kapitel 4.3.4 beschrieben) Massetemperaturwerte lieferte, die durchschnittlich ca. 7 K unterhalb der eingestellten Zylindertemperaturen lagen. Bei dieser Messung muss jedoch berücksichtigt werden, dass sich am Adapter keine Isolierung und Temperierung befand und es daher möglich erscheint, dass die gemessenen Temperaturen durch die Wärmeleitung des Adapters leicht verfälscht wurden. Da eine genaue Messung und eine nicht-isotherme Berechnung nicht möglich waren, wird mangels besserer Alternativen davon ausgegangen, dass die tatsächliche mittlere Massetemperatur in etwa in der Mitte der mittleren gemessenen Massetemperaturen an Position 1155 mm und am Adapter liegt. Dadurch ergibt sich eine mittlere Massetemperatur, die etwa 4 K oberhalb der eingestellten Zylindertemperaturen liegt. Anhand dieser Näherung würden die in der Simulation verwendeten Massetemperaturen, welche die Werte der Zylindertemperaturen von 200 °C und 230 °C annahmen, sehr gut der Realität entsprechen. Natürlich muss berücksichtigt werden, dass es in der Praxis Unterschiede zwischen niedrigen und hohen Schnecken-drehzahlen gab, da auch die Schererwärmung eine Rolle spielte. Diese Problematik konnte aufgrund des Softwarefehlers jedoch in der Simulation nicht berücksichtigt werden. Es kann vorweg genommen werden, dass die Druckvalidierung trotz der Annahme einer konstanten Massetemperatur, welche der Zylindertemperatur entsprach, sehr gute Ergebnisse lieferte.

In Abbildung 52 sind die mit dem Schwertfühler (bzw. Massetemperaturfühler bei 16 kg/h) im Adapter gemessenen Massetemperaturwerte für gefülltes PP Bormed™ DM55pharm für die Standardschneckenengeometrie und die optimierte Schneckenengeometrie dargestellt. Besonders auffällig ist die Zunahme der Massetemperatur mit zunehmender Schneckendrehzahl, was auch theoretisch durch die höhere Dissipation mit höherer Drehzahl erklärt werden kann. Die Massetemperaturen bei der Verwendung der Standardschneckenengeometrie waren bei gefülltem PP Bormed™ DM55pharm durchschnittlich um 1,4 K, bei gefülltem PP BB412E um 1,3 K höher als beim Einsatz der optimierten

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Schneckenengeometrie. Diese gemessenen Massetemperaturunterschiede zwischen der Standardschneckenengeometrie und der optimierten Schneckenengeometrie können mit Hilfe der Ergebnisse der Simulation erklärt werden. Durch die Reduktion der Druckspitze wurde laut Simulation auch gleichzeitig die Dissipation des optimierten Schneckenblocks reduziert. Diese Reduktion zeigte sich in der Praxis unter anderem in Form einer geringeren Schererwärmung. Die theoretische Vorhersage der Simulation konnte also praktisch durchgehend bestätigt werden, was ein erster Beweis für die Relevanz der Simulationsergebnisse ist. Die Temperaturtrends sind bei PP BB412E annähernd gleich wie bei PP Bormed™ DM55pharm, daher wird auf eine Darstellung der gemessenen Massetemperaturen für PP BB412E an dieser Stelle verzichtet. Die Ergebnisse dieser Temperaturmessungen sind jedoch im Anhang für beide Materialien aufgelistet.

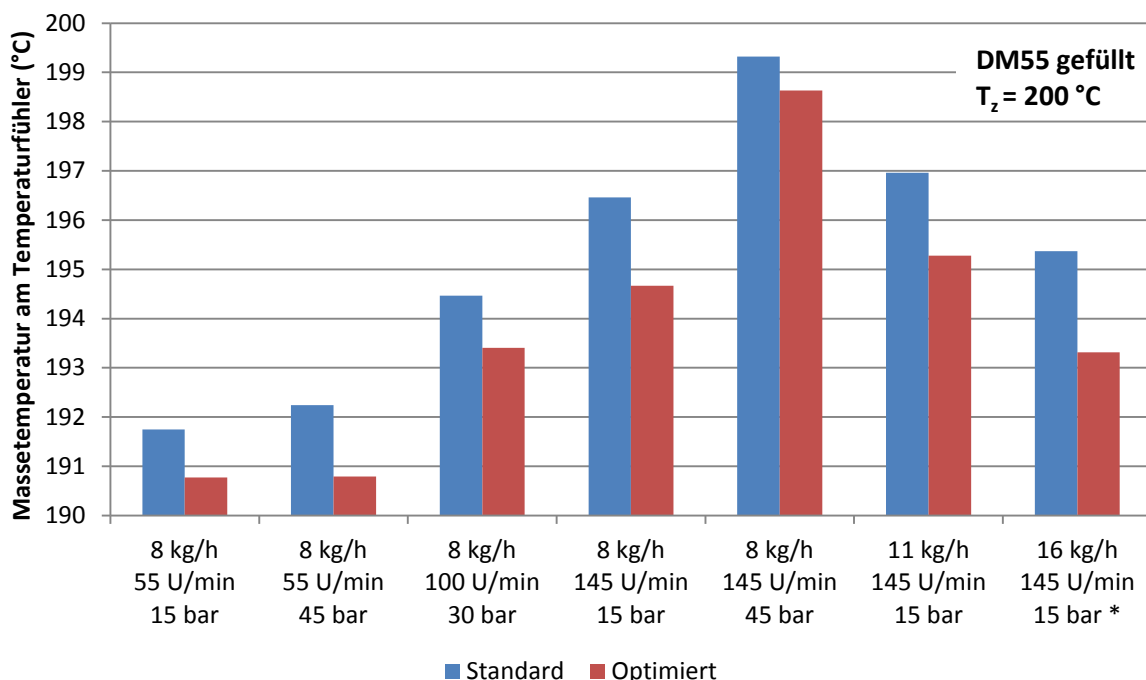


Abbildung 52: Diagramm der Massetemperaturwerte für gefülltes PP Bormed™ DM55pharm im Adapter an der Schneckenspitze mit einem Schwertfühler bzw. Massetemperaturfühler (\*) gemessen ( $T_z = 200 \text{ °C}$ )

Zusammenfassend ist für dieses Kapitel hervorzuheben, dass die Massetemperaturmessung vor allem aufgrund der Problematik der Teilfüllung entlang der Schneckenengeometrie an der Schneckenspitze durchgeführt wurde und dass die tatsächlichen Massetemperaturen, werden die Ergebnisse der Druckvalidierung vorweggenommen, annähernd mit den in der Simulation angenommenen Massetemperaturen übereinstimmen dürften. Außerdem konnten die simulierten Dissipationsunterschiede zwischen Standardschneckenengeometrie und optimierter

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Schneckenengeometrie anhand der Massetemperaturen eindeutig nachgewiesen werden. Die Trends der Massetemperaturen (unter anderem die Zunahme der Massetemperatur mit zunehmender Schneckendrehzahl) waren bei beiden Materialien annähernd gleich.

### 5.4.2 Druckvalidierung

Die Druckvalidierung besitzt in dieser Arbeit eine besondere Bedeutung, da sie, wie bereits mehrfach erwähnt, die einzige direkte Validierungsmöglichkeit der Simulationsergebnisse darstellte. Aus dem simulierten Druckverlauf wurden die Drücke an den Positionen der Drucksensoren (siehe Abbildung 53) berechnet. Diese Werte wurden dann mit den gemittelten gemessenen Werten an diesen Positionen verglichen.

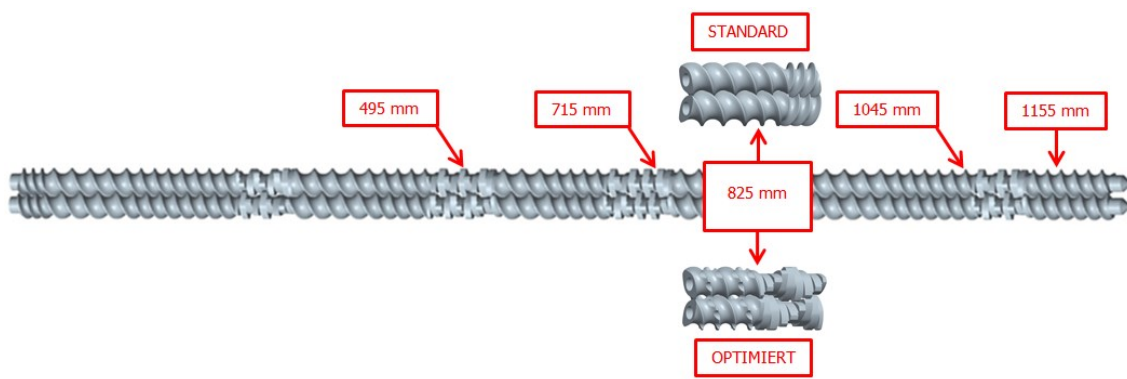


Abbildung 53: Positionen der Drucksensoren entlang der Schneckenengeometrie

Zum besseren Verständnis der Simulationsergebnisse sind in Tabelle 26 die Schneckenelemente, welche sich an den Positionen der Druckaufnehmer befanden, aufgelistet. Bei einer kumulierten Schneckenlänge von 715 mm ergab sich ein Sonderfall, da an dieser Position der Knetblock KB 3-2-15-90GRD in den Knetblock KB 3-2-15-30GRD-LI überging. Die Standardschneckenengeometrie und die optimierte Schneckenengeometrie waren bis auf einen Schneckenabschnitt identisch, daher unterschieden sich die Elemente nur an Position 825 mm, wobei dieser Bereich in Abbildung 53 detailliert dargestellt ist.

Tabelle 26: Elemente an den Positionen der Drucksensoren

Position (mm)	Standardschnecke	Optimierte Schnecke
495	KB 3-2-15-60GRD-RE	
715	Übergang KB 3-2-15-90GRD/ KB 3-2-15-30GRD-LI	
825	GFA 2-30-30	KB 3-2-15-30GRD-LI
1045	GFA 2-30-30	
1155	GFA 2-30-30	



## 5. Ergebnisse und Diskussion

Insgesamt wurden die Drücke bei der Standardschneckengeometrie und bei der optimierten Schneckengeometrie zumindest zweimal gemessen. Der Vorteil bei der Messung der Drücke im Bereich der Knetblöcke war, dass bei jeder Einstellung von einer Vollfüllung ausgegangen werden konnte, während bei den Förderelementen bei manchen Einstellungen eine Teilfüllung vorlag und so nur 0 bar gemessen werden konnten, was für eine detaillierte Druckanalyse nicht geeignet war. Im folgenden Abschnitt wird das Diagramm der Druckvalidierung der Einstellung „8 kg/h, 55 U/min, 45 bar“ (siehe Abbildung 54) repräsentativ für alle anderen Einstellungen dargestellt und die wichtigsten Unterschiede zu den anderen Einstellungen werden analysiert. Die Diagramme der anderen Einstellungen und die Übersichtstabellen der Druckvalidierung sind im Anhang dargestellt.

Im Druckvalidierungsdiagramm für die Einstellung „8 kg/h, 55 U/min, 45 bar“ (siehe Abbildung 54) sind die Ergebnisse der Simulationen (dunklere Schattierung der Farben) als auch die Ergebnisse der praktischen Messung (hellere Schattierung der Farben) für beide gefüllten PP-Typen und beide Schneckengeometrien dargestellt. Die Standardschneckengeometrie wird dabei in blau (PP Bormed™ DM55pharm) und violett (PP BB412E) dargestellt, die optimierte Schneckengeometrie in orange (PP Bormed™ DM55pharm) und rot (PP BB412E). Sind keine Balken vorhanden, so bedeutet dies einen Druckwert von 0 bar.

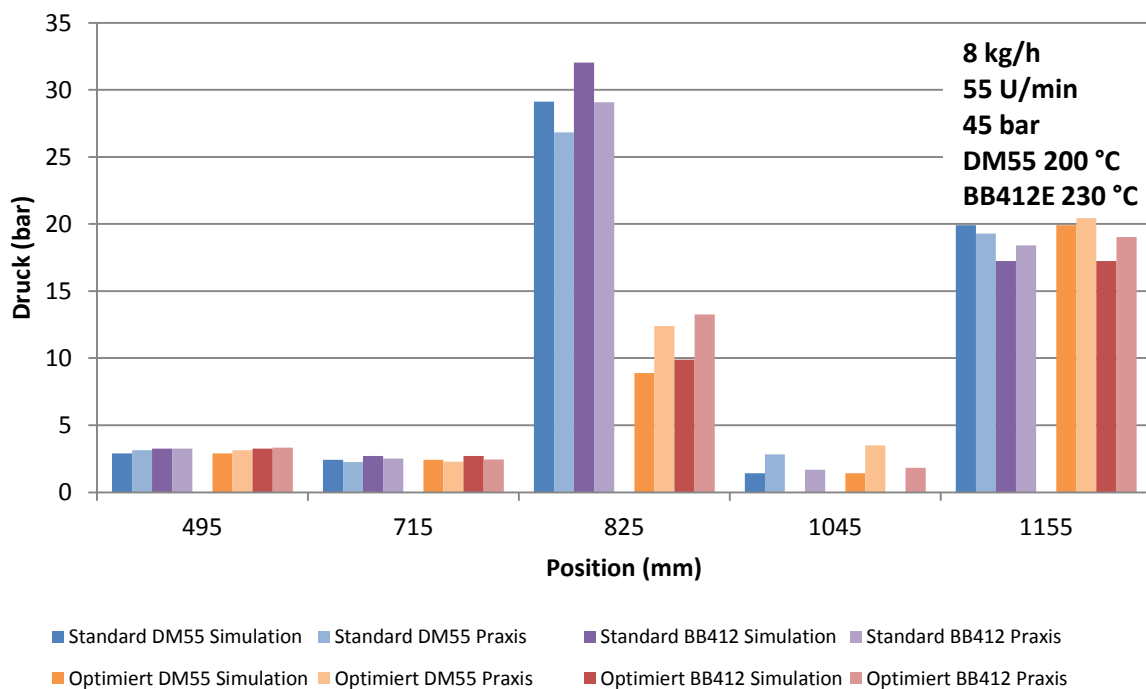


Abbildung 54: Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 8 kg/h, 55 U/min und 45 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412E = 230 °C

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Werden die Ergebnisse der Druckvalidierung in Abbildung 54 näher betrachtet, so wird bestätigt, dass die für die Simulation getroffenen (zum Teil vereinfachten) Annahmen teilweise zu einer ausgezeichneten Korrelation der Simulationsergebnisse und der praktischen Ergebnisse führten. Bei den Druckwerten an den Positionen 495 mm und 715 mm zeigten sich absolute Abweichungen von wenigen 0,1 bar. An der Position 825 mm entstanden hingegen verhältnismäßig größere Abweichungen zwischen Praxis und Simulation, wobei die absolute Abweichung in allen Fällen bei ca. 3 bar lag. Werden die Positionen betrachtet, wo die Druckwerte sehr gut übereinstimmten, so zeigt sich, dass diese im mittleren Bereich von Knetblöcken lagen. Entlang dieser Knetblöcke bilden sich kaum Druckspitzen, was dazu führt, dass eine Linearisierung des Druckabfalls, wie sie bei der Auswertung der Simulationsergebnisse eingesetzt wurde, sehr gut der Realität entspricht. An der Position 825 mm hingegen liegt der Druckwert sowohl bei der optimierten Schneckengeometrie, als auch bei der Standardschneckengeometrie verhältnismäßig hoch. Wird Abbildung 49 aus Kapitel 5.3.2 betrachtet, so zeigt sich, dass entlang der Linie im Zwickel (in etwa dort, wo der Drucksensor positioniert war) Druckschwankungen auftreten. Auch sind die Druckplateaus unterschiedlich lang, was an der unterschiedlichen Charakteristik der Schneckenelemente liegt. So sind bei den Förderelementen nur schmale Schneckenstege vorhanden, während bei den Knetblöcken breitere Knetscheiben vorliegen, dementsprechend länger sind auch die Druckplateaus. Zwar wurden die Druckschwankungen durch die Rotation in der Praxis durch längere Aufzeichnungen gemittelt, jedoch kann es bei relativ hohen Druckwerten, wie sie in diesem Bereich auftreten, leichter zu höheren Druckabweichungen kommen, wenn der Druckabfall nicht exakt linear über das Schneckenelement ist, wie es in der Auswertung der Simulation angenommen wurde.

Der unterschiedliche Trend zwischen optimierter und Standardschneckengeometrie bezüglich der Abweichung vom Simulationsergebnis könnte auf die unterschiedlichen Positionen der Druckspitzen bei den beiden Schneckenblöcken, aber auch ebenfalls auf die unterschiedlichen Elemente zurückzuführen sein. So befand sich bei der Standardschneckengeometrie die Druckspitze etwa 25 mm nach der Drucksensorposition, während sie bei der optimierten Schneckengeometrie in etwa 5 mm vor der Drucksensorposition lag, außerdem sind wie bereits erwähnt die Druckplateaus unterschiedlich lang. Wird nun die optimierte Schneckengeometrie betrachtet, so fällt auf, dass die Druckwerte aus der Praxis höher waren als die berechneten Werte. Wird Abbildung 49 betrachtet, so liegt es nahe, dass davon ausgegangen werden kann, dass im Fall des optimierten Schneckenblocks die Druckspitze entlang der ersten Knetscheibe nicht so linear,

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

wie in der Theorie angenommen, abnahm, was die höheren Werte erklären würde. Der höhere simulierte Druck bei der Standardschneckengeometrie könnte hingegen unter anderem auf eine geringere Druckspitze, verursacht durch den ebenfalls nicht absolut linearen Übergang zwischen Förder- und Gegenfördererelement zurückzuführen sein. Diese niedrigere Druckspitze könnte sich dann entgegen der Förderrichtung fortsetzen und niedrigere Drücke an der Sensorposition zur Folge haben. Im Allgemeinen sei aber darauf hingewiesen, dass bei der Standardschneckengeometrie von Abweichungen unter 10 % gesprochen wird, was die hohe Qualität der Simulation unterstreichen sollte.

An der Position 1045 mm kam es zu Abweichungen von maximal ca. 2 bar. Der Schneckenziehversuch für ungefülltes PP Bormed™ DM55pharm in Tabelle 20 zeigte, dass von einer Vollfüllung von der Schneckenspitze bis zur Messposition 1045 mm ausgegangen werden konnte. Dies wiederum hat zur Folge, dass die simulierten Druckaufbau- und abbauwerte aller acht Schneckenelemente, von Position 1045 mm bis zur Schneckenspitze, aufaddiert werden, und dass dadurch bereits kleine Abweichungen der Simulationsergebnisse jedes einzelnen Elements von der Praxis zu Abweichungen von ca. 2 bar führen könnten. Zudem ist die Problematik vorhanden, dass leichte Offsets der Drucksensoren durch Schmelzereste in der Druckaufnehmerbohrung entstehen könnten. Die Abweichungen an Position 1155 mm bewegen sich bei maximal 9 % für PP BB412E bei der optimierten Schneckengeometrie. Diese Abweichungen könnten mitunter auch auf den Drucksensor zurückzuführen sein, da dieser als einziger einen höheren Druckaufnahmebereich bis zu 200 bar aufwies und es sich bei der Druckaufnehmerkalibrierung zeigte, dass die Kalibriergerade bis etwa 20 bar nicht absolut linear verlief. Werden die beiden Materialien verglichen, so zeigen sich sowohl bei den Simulationsergebnissen als auch in der Praxis leicht erhöhte Druckwerte bei PP BB412E, was auf die höhere Viskosität von PP BB412E zurückzuführen ist.

Wie erwartet zeigte die Einstellung „8 kg/h, 55 U/min, 15 bar“ (Abbildung 5A im Anhang) an den Positionen 495 mm, 715 mm und 825 mm kaum Abweichungen zur Einstellung „8 kg/h, 55 U/min, 45 bar“, da lediglich der Gegendruck unterschiedlich war, welcher sich in diesem Fall nur auf die Füllung der Elemente an der Schneckenspitze bis zur Position 1045 mm auswirkt. Laut Simulation lag bei den Positionen 1045 mm und 1155 mm eine Teilfüllung, also ein Druck von 0 bar, vor. Die Abweichungen der praktischen Messungen zu den Simulationsergebnissen bewegten sich dabei im Bereich von maximal knapp 1,4 bar. Diese Werte könnten aber auch bei einer Teilfüllung entstehen, beispielsweise wenn sich Teile der

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Schmelze in der Druckaufnehmerbohrung festsetzen. Daher werden diese Abweichungen als vernachlässigbar angesehen.

Bei der Einstellung „8 kg/h, 100 U/min, 30 bar“ (Abbildung 6A) wurden die theoretischen Drücke aus den berechneten dimensionslosen Schneckenkennlinien ermittelt, da die Schneckenelemente nur für 55 U/min und 145 U/min explizit simuliert wurden. Trotzdem zeigten sich auch hier, über alle Messpositionen betrachtet, gute Korrelationen zwischen Simulation und Praxis. Durch diese Messungen wurde daher nicht nur bestätigt, dass die Simulation an sich sehr realitätsnahe Ergebnisse lieferte, sondern auch, dass die Ermittlung der Druckwerte aus den dimensionslosen Kennzahlen für die Schneckendrehzahl von 100 U/min erfolgreich war. Bei den Einstellungen „8 kg/h, 145 U/min, 15 bar“ (Abbildung 7A) und „8 kg/h, 145 U/min, 45 bar“ (Abbildung 8A) korrelierten die Simulationsergebnisse und die gemessenen Druckwerte im Allgemeinen ebenfalls sehr gut. Beim Standardschneckenblock kam es jedoch an Position 825 mm zu größeren Abweichungen von durchschnittlich ca. 30 %. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass besonders in diesem Bereich eine sehr große Dissipation aufgrund des Gegenfördererelements vorhanden ist und damit die Viskosität im Verhältnis zu den anderen Bereichen besonders stark abnimmt. Die Simulation lieferte erneut Werte, welche isotherm berechnet wurden, daher wird die Abweichung an dieser Position verhältnismäßig groß. Bei den Einstellungen „11 kg/h, 145 U/min, 15 bar“ (Abbildung 9A) und „16 kg/h, 145 U/min, 15 bar“ (Abbildung 10A) wurde deutlich, wie sich die praktischen Ergebnisse bei erhöhten Durchsätzen wieder den simulierten Werten annäherten. So betrug die relative Abweichung beim Standardschneckenblock bei der Einstellung „16 kg/h, 145 U/min, 15 bar“ an Position 825 mm nur mehr 14 %. Die Abweichung wurde also im Vergleich zu den Einstellungen „8 kg/h, 145 U/min, 15 bar“ und „8 kg/h, 145 U/min, 45 bar“ auf ca. die Hälfte reduziert. Dies dürfte auf die verringerten Verweilzeiten (siehe Abbildung 55) und die damit verbundene geringere Zeit der Schereinwirkung beziehungsweise die daraus resultierende geringere Schererwärmung bei erhöhten Durchsätzen zurückzuführen sein.

Zusammenfassend ist hervorzuheben, dass die Druckvalidierung hervorragende Ergebnisse lieferte. Werden alle Versuchsserien berücksichtigt, so ergibt sich beispielsweise an der Position 715 mm eine durchschnittliche Abweichung von ca. 10 % zwischen Simulation und Praxis, was die Plausibilität der Simulation, vor allem der errechneten Dissipationswerte, im Allgemeinen beweisen sollte. Bei den niedrigen Drehzahlen bzw. bei den erhöhten Durchsätzen von 11 und 16 kg/h waren die Abweichungen zwischen Simulation und Praxis teilweise verschwindend. Aber auch bei höheren Schneckendrehzahlen und dem

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Standarddurchsatz von 8 kg/h konnten sehr gute Korrelationen zwischen Simulation und Praxis erreicht werden, obwohl immer darauf hingewiesen werden muss, dass es sich um eine isotherme Simulation handelte und dadurch die Schererwärmung nicht berücksichtigt wurde. Auch der Nutzen der dimensionslosen Schneckenkennlinie konnte durch sehr gute Korrelation der errechneten Druckwerte und der praktisch ermittelten Druckwerten für die Schneckendrehzahl von 100 U/min bewiesen werden.

### 5.4.3 Verweilzeitmessungen

Das Ziel der Verweilzeitmessung war vor allem der Vergleich zwischen Standardschneckenengeometrie und optimierter Schneckenengeometrie, das heißt die Überprüfung der in der Theorie vorhergesagten höheren Verweilzeit des Materials bei Einsatz der optimierten Schneckenengeometrie. Des Weiteren sollte der Einfluss von Schneckendrehzahl, Gegendruck und Durchsatz auf die Verweilzeit untersucht werden. Außerdem sollten Richtwerte für die Verweilzeit beim Spritzgießcompoundieren für ausgewählte Einstellungen ermittelt werden. Aufgrund der Fortführung der Messungen aus den Vorversuchen, wurden wie bereits in Kapitel 4.3.4 erwähnt, die Schneckendrehzahlen anstelle von 55 U/min auf 50 U/min und anstelle von 145 U/min auf 150 U/min festgelegt. Außerdem sei angemerkt, dass jede Messung zweimal durchgeführt wurde. Die ursprünglichen Ergebnisse konnten in allen Fällen bestätigt werden. In Abbildung 55 sind die Ergebnisse der Verweilzeitmessung für die gefüllten PP-Typen Bormed™ DM55pharm und BB412E für die Standardschneckenengeometrie und die optimierte Schneckenengeometrie sowie die jeweiligen Einstellungen in Diagrammform dargestellt. Die dazugehörige Tabelle der Verweilzeiten ist im Anhang abgebildet.

Werden die Verweilzeiten der Standardschneckenengeometrie und der optimierten Schneckenengeometrie betrachtet, so ergibt sich bei allen Einstellungen, mit Ausnahme der Einstellung „16 kg/h, 150 U/min, 15 bar“, eine durchschnittlich um ca. 4 % erhöhte Verweilzeit bei der optimierten Schneckenengeometrie, wobei der maximale absolute Verweilzeitunterschied bei 15 s liegt. Dieses Ergebnis wurde auch grundsätzlich in der Theorie vorhergesagt.

Werden die Verweilzeiten von PP Bormed™ DM55pharm und PP BB412E gegenübergestellt, so zeigt PP BB412E generell höhere Verweilzeiten, was auf die höhere Viskosität von PP BB412E bei den untersuchten Einstellungen zurückzuführen ist.

Um den Einfluss der Parameter auf die Verweilzeit zu analysieren, wurde mit Hilfe von Minitab 17 eine Regressionsanalyse durchgeführt. Es zeigte sich, dass mit einem durchschnittlichen Bestimmtheitsmaß von 98,4 % der Durchsatz den größten, die Schneckendrehzahl den zweitgrößten und der Gegendruck den geringsten Einfluss auf die

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Verweilzeit besitzen, wobei sich der Durchsatz und die Schneckendrehzahl umgekehrt proportional und der Gegendruck proportional zur Verweilzeit verhalten. Dies entspricht exakt der Theorie. Die Erhöhung des Durchsatzes von 8 kg/h auf das Doppelte, also 16 kg/h, bei ansonsten gleichen Einstellungen erniedrigte die minimale Verweilzeit beispielsweise durchschnittlich um ca. 45 %. Die berechneten Trends können auch in Abbildung 55 beobachtet werden.

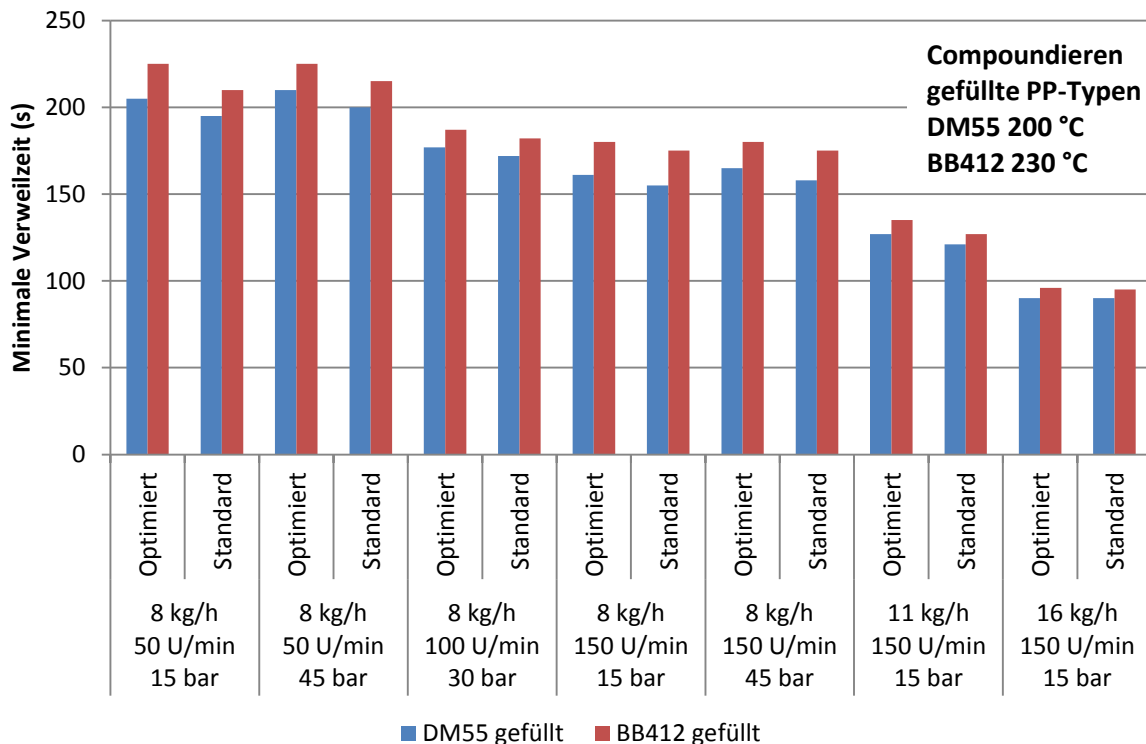


Abbildung 55: Diagramm der Verweilzeiten (s) am Compounder für die gefüllten PP-Typen; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412E = 230 °C

Um eine Abschätzung der Verweilzeiten beim Spritzgießcompoundieren zu bekommen, wurden für die Einstellungen aus Tabelle 27 die Verweilzeiten vom Materialeinzug bis in den ausgeworfenen Zugprüfkörper bzw. die ausgeworfene SAXS-Prüfplatte bestimmt. Der Verweilzeitunterschied zwischen optimierter Schnecke und Standardschnecke liegt beim Compoundieren bei maximal 15 s. Bei Spritzgießzykluszeiten von rund einer Minute kann sich diese Abweichung der Verweilzeit im Compounder in einer Änderung von maximal einem Zyklus auswirken. Diese Genauigkeit ist für eine Abschätzung, wie sie in dieser Arbeit angestrebt wurde, ausreichend. Der Unterschied der Zykluszahl zwischen PP Bormed™ DM55pharm und PP BB412E beim Spritzgießcompoundieren der SAXS-Platten ergibt sich aus den unterschiedlichen Zykluszeiten. Aufgrund der niedrigeren Zykluszeit der SAXS-Platten bei PP BB412E muss ein Zyklus mehr gefahren werden, bis das Material die Schmelzeleitung

## 5. Ergebnisse und Diskussion

durchlaufen hat und in den Schneckenorraum aufdosiert wird. Da immer ein gewisses Volumen aufdosiert wird, ergibt sich ein Zeitfenster, währenddessen das Material die Schmelzeleitung durchlaufen haben muss, um im nächsten Zyklus noch eingespritzt zu werden. Bei der Einstellung „O\_x\_8/150/15\_s“ (Abkürzungen siehe Tabelle 16) überschneiden sich diese Zeitfenster der Prozesse der beiden Materialien trotz unterschiedlicher Zykluszeiten, und die Anzahl der Zyklen war gleich. Beim Spritzgießcompoundieren der Zugprüfkörper überschneiden sich diese Zeitfenster der beiden Materialien bei allen untersuchten Einstellungen, da trotz unterschiedlicher Zykluszeiten immer die gleiche Anzahl der Zyklen benötigt wurde. Grundsätzlich sinkt die Anzahl der Zyklen mit abnehmender Verweilzeit im Compounder, wobei auch hier wieder entscheidend ist, ob die Verweilzeit so weit sinkt, dass das Material einen Zyklus (in dieser Arbeit zwischen 44 und 69 s) früher aufdosiert werden kann.

*Tabelle 27: Ergebnisse der Verweilzeitmessung in Zyklen beim Spritzgießcompoundieren für die gefüllten PP-Typen (\*: händisch entformt)*

		Standardschnecke		Optimierte Schnecke	
		Zugprüf- körper	SAXS- Platte	Zugprüf- körper	SAXS- Platte
		<b>PP DM55pharm</b>			
Einstellung	Zykluszeit (s)	64	54	64	54
<b>8 kg/h, 50 U/min, 15 bar</b>	Verweilzeit (Zyklen)	10	11*	-	-
<b>8 kg/h, 150 U/min, 15 bar</b>		-	-	9	11*
<b>11 kg/h, 150 U/min, 15 bar</b>		-	-	9	10*
		<b>PP BB412E</b>			
Einstellung	Zykluszeit (s)	69	44	69	44
<b>8 kg/h, 50 U/min, 15 bar</b>	Verweilzeit (Zyklen)	10	12	-	-
<b>8 kg/h, 150 U/min, 15 bar</b>		-	-	9	11
<b>11 kg/h, 150 U/min, 15 bar</b>		-	-	9	11

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Verweilzeitmessung die Annahme bestätigte, dass der Einsatz der optimierten Schneckengeometrie eine größere Verweilzeit des Materials nach sich zieht. Außerdem wurde bewiesen, dass die Verweilzeit mit zunehmendem Durchsatz sowie mit zunehmender Drehzahl sinkt und mit zunehmendem Gegendruck steigt, wobei der Gegendruck den geringsten Einfluss auf die Verweilzeit aufweist und der Durchsatz den größten.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### 5.4.4 Glührückstandsmessungen

Um entscheidende Einflüsse, vor allem auf die mechanischen Kennwerte der Prüfkörper, durch große Mengenabweichungen (im Bereich von 1 Gew.-%) von Nanofil® 5 im fertig compoundierten Material ausschließen zu können, wurden die Glührückstandsmessungen durchgeführt. Die Ergebnisse in Tabelle 28 zeigen die Nanofil® 5-Anteile der für die Stoffdatenmessung verwendeten PP-Granulattypen. Tabelle 29 stellt die gemittelten Werte der drei Glührückstandsmessungen jeder Serie des SGC-Versuchsplans von PP Bormed™ DM55pharm dar. Aufgrund sehr ähnlicher Ergebnisse der Glührückstandsmessungen des SGC-Versuchsplans von PP BB412E und PP Bormed™ DM55pharm wird für PP BB412E auf die Tabelle im Anhang verwiesen. Es sei nochmals erwähnt, dass der Sollwert bei 5 Gew.-% lag, wobei die Abweichungen hauptsächlich durch die bereits in Kapitel 4.3.4 im Unterkapitel Glührückstandsmessung beschriebenen Ablagerungen im Trichter der Seitendosierung entstanden sein dürften.

*Tabelle 28: Mittelwerte (x) und Standardabweichungen (s) des Nanofil® 5-Anteils in den PP-Granulattypen für die Stoffdatenmessung (mit der Standardschnecken-geometrie compounding)*

	Granulat PP DM55		Granulat PP BB412E	
	x (Gew.-%)	s (Gew.-%)	x (Gew.-%)	s (Gew.-%)
<b>8 kg/h, 100 U/min, 5 bar</b>	4,71	0,00	4,79	0,02

*Tabelle 29: Mittelwerte (x) und Standardabweichungen (s) des Nanofil® 5-Anteils in den fertigen PP Bormed™ DM55pharm Spritzgießteilen (\*: hyperbolische Spritzgießdüse)*

	Standardschnecke		Optimierte Schnecke	
	x (Gew.-%)	s (Gew.-%)	x (Gew.-%)	s (Gew.-%)
<b>8 kg/h, 55 U/min, 15 bar</b>	4,71	0,06	4,74	0,07
<b>8 kg/h, 55 U/min, 45 bar</b>	4,81	0,10	4,77	0,06
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar</b>	4,73	0,08	4,83	0,02
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar *</b>	4,72	0,07	4,76	0,10
<b>8 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	4,72	0,06	4,73	0,07
<b>8 kg/h, 145 U/min, 45 bar</b>	4,71	0,04	4,87	0,04
<b>11 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	4,74	0,11	4,75	0,06



## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

Werden die Nanofil<sup>®</sup> 5-Anteile bei PP Bormed<sup>™</sup> DM55pharm betrachtet, so liegen die Werte zwischen 4,71 Gew.-% und 4,87 Gew.-%, bei PP BB412E liegen diese zwischen 4,79 Gew.-% und 4,96 Gew.-%. Die maximale absolute Schwankungsbreite der Glührückstandsmessungen liegt bei PP Bormed<sup>™</sup> DM55pharm daher bei 0,16 Gew.-%, bei PP BB412E bei 0,17 Gew.-%, was jeweils rund 3,5 % vom kleinsten gemessenen Gewichtsanteil ausmacht. Die größte Standardabweichung tritt bei der optimierten Schneckengeometrie und PP BB412E bei einem Durchsatz von 11 kg/h auf und beträgt 0,22 %. Diese, im Vergleich zu den anderen Standardabweichungen etwas höhere Standardabweichung kann möglicherweise durch einen nicht vollständig stabilen Prozess bei der Verarbeitung von PP BB412E bei einem erhöhtem Durchsatz von 11 kg/h erklärt werden. Es kann vorweg genommen werden, dass sich diese verhältnismäßig größere Schwankung des Schichtsilikatanteils in den Ergebnissen der Zugprüfungen höchstens durch eine leicht erhöhte Standardabweichung beim E-Modul zeigte. Alle anderen ausgewerteten Kennwerte der Zugprüfung wiesen keine Besonderheiten auf. Auch die Ergebnisse der Zugprüfungen der Serie „O\_BB412E\_8/145/15\_s“ (Abkürzungen siehe Tabelle 16), wiesen keinerlei Auffälligkeiten auf, obwohl eine ebenfalls leicht erhöhte Standardabweichung des Nanofil<sup>®</sup> 5-Anteils von 0,19 % auftrat.

Insgesamt kann anhand der Glührückstandsmessungen also davon ausgegangen werden, dass der Fehlereinfluss bei sämtlichen Versuchen durch die Schichtsilikatanteilschwankungen vernachlässigbar ist.

### 5.4.5 Zugprüfungen

Die Zugprüfungen dienten neben den SAXS-Messungen zur Beurteilung des Grades der Interkalierung bzw. Exfolierung des Schichtsilikats für die jeweiligen Einstellungen. Vor allem ein höherer Interkalierungs- und Exfolierungsgrad sollte sich dabei in einem höheren E-Modul und einer höheren Zugfestigkeit auswirken. Sowohl E-Modul als auch Zugfestigkeit wurden aus den Spannungs-Dehnungsdiagrammen der durchgeführten Zugprüfungen ermittelt.

In Abbildung 56 ist ein repräsentatives Spannungs-Dehnungsdiagramm eines mit Schichtsilikat gefüllten Polypropylens abgebildet, welches einen charakteristischen Spannungs-Dehnungsverlauf für die in dieser Arbeit ausgewerteten Zugprüfungen darstellt: Zuerst ein steiler Anstieg der Spannung, danach eine sehr ausgeprägte Streckgrenze mit dem Beginn der Einschnürung und anschließend ein breites Spannungsplateau bis zum Bruch des Prüfkörpers. Zusätzlich sind in Abbildung 56 der Bereich der Ermittlung des E-Moduls, der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung hervorgehoben.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

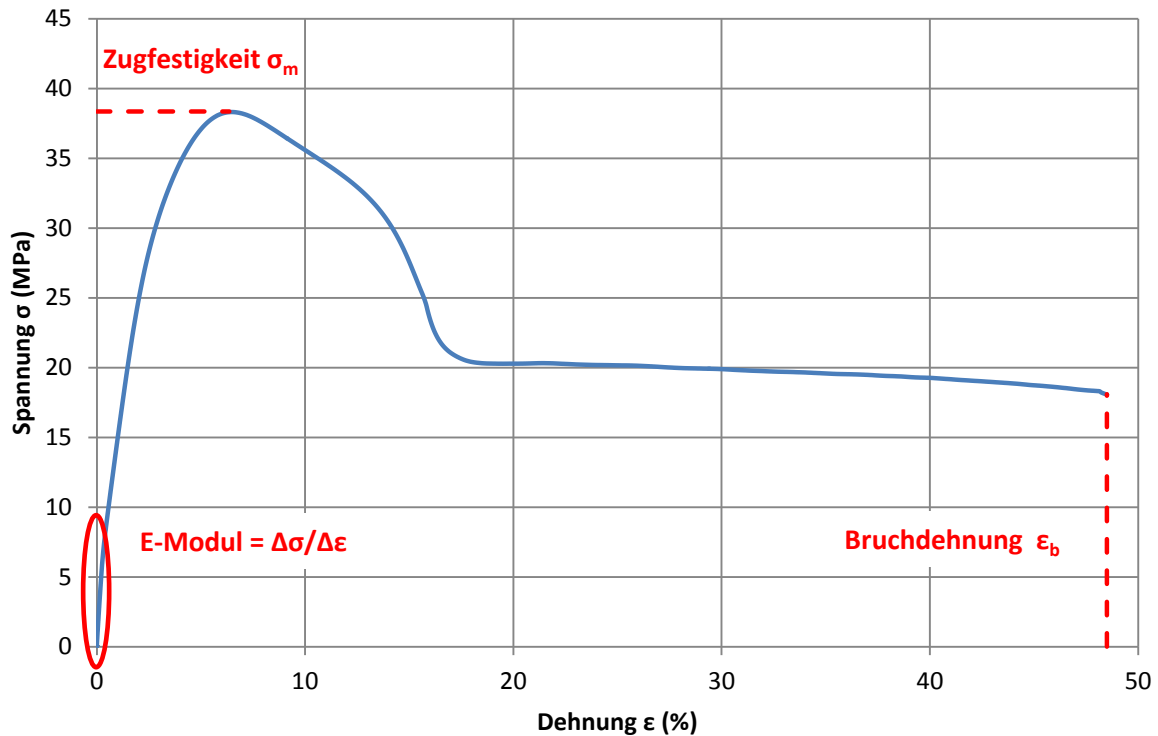


Abbildung 56: Darstellung eines repräsentativen Spannungs-Dehnungsverlauf eines mit Schichtsilikat gefüllten Polypropylens

Im Rahmen dieses Kapitels werden die aus den Zugprüfungen gewonnen Werte des E-Moduls und der Zugfestigkeit zunächst in Diagrammform dargestellt. Die tabellarisch aufbereiteten Werte der Zugprüfungen aller Versuchsserien sind im Anhang aufgelistet. In weiterer Folge werden die Ergebnisse der statistischen Auswertung mittels Minitab 17 erläutert, wobei zur Interpretation der Ergebnisse vor allem der F-Wert und das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  herangezogen werden. Für die statistische Auswertung wurden, wie bereits in Kapitel 4.3.4 näher beschrieben, jeweils zwei der 15 gemessenen Zugprüfungsergebnisse je Serie aus statistischen Gründen eliminiert. Anzumerken ist, dass die im Rahmen der folgenden Diskussion erwähnten Signifikanzen alle mit Hilfe von Minitab 17 überprüft wurden, auch wenn diese nicht explizit in Tabelle 31, Tabelle 33, Tabelle 34 oder Tabelle 36 aufgelistet sind. Außerdem wurde für jede statistische Auswertung die Normalverteilung von E-Modul und Zugfestigkeit überprüft, wobei die Zugfestigkeiten ein wenig besser normalverteilt waren als die E-Module. Insgesamt konnte die Annahme der Normalverteilung aber grundsätzlich für alle Auswertungen bestätigt werden.

Eines der wichtigsten Ziele war die Auswertung des Einflusses von Schneckenengeometrie, Schneckendrehzahl und Gegendruck sowie deren Wechselwirkungen bei einem Durchsatz

## 5. Ergebnisse und Diskussion

von 8 kg/h auf die Zielgrößen E-Modul und Zugfestigkeit. Um diese Analyse durchführen zu können, wurden sämtliche SGC-Versuchsserien der jeweiligen gefüllten PP-Type bei einem Durchsatz von 8 kg/h (siehe Tabelle 11), mit Ausnahme der SGC-Versuchsserie, bei der die hyperbolische Spritzgießdüse eingesetzt wurde, in die Auswertung miteinbezogen. Die für die Auswertung verwendeten Einstellungen entsprachen dem vollfaktoriellen SGC-Versuchsplan mit zwei Zentralpunkten (stellvertretend für PP Bormed™ DM55pharm in Tabelle 30 dargestellt), welcher in Minitab 17 mit Hilfe des Versuchsplananalysetools (mehrfache ANOVA) ausgewertet wurde. Der Einfluss der Schneckengeometrie auf die Einstellungen „x\_xpur\_8/100/30\_s“ (Abkürzungen siehe Tabelle 16), „x\_x\_8/100/30\_s“, „x\_x\_8/100/30\_h“ und „x\_x\_11/145/15\_s“ des SGC-Versuchsplans (siehe Tabelle 11) und der Vergleich der Zugprüfungsergebnisse der Einstellungen untereinander für die jeweils gleiche Schneckengeometrie wurde durch paarweise Vergleiche der Mittelwerte (einfache ANOVA) durchgeführt.

*Tabelle 30: Vollfaktorieller SGC-Versuchsplan mit zwei Zentralpunkten zur Bestimmung der Größe des Einflusses von Schneckendrehzahl, Gegendruck und Schneckengeometrie auf E-Modul und Zugfestigkeit (stellvertretend für PP DM55pharm)*

Versuch SGC	Schneckendrehzahl	Gegendruck	Schneckengeometrie
2	55	45	Standard
3	55	15	Standard
4	100	30	Standard
5	145	15	Standard
6	145	45	Standard
27	55	45	Optimiert
28	55	15	Optimiert
29	100	30	Optimiert
30	145	15	Optimiert
31	145	45	Optimiert

### PP Bormed™ DM55pharm

Um einen Überblick über die Trends der Mittelwerte ( $\bar{x}$ ) und der Standardabweichungen ( $s$ ) der Kennwerte für die jeweiligen Versuchseinstellungen zu erhalten, sind in Abbildung 57 der E-Modul und in Abbildung 58 die Zugfestigkeit der 13 in die Auswertung einbezogenen Zugprüfkörper jeder Versuchsserie dargestellt. Um die exakten Werte der Balken für E-Modul und Zugfestigkeit in den Diagrammen zu erhalten, sind im Anhang die Mittelwerte ( $\bar{x}$ ) und die Standardabweichungen ( $s$ ) des E-Moduls und der Zugfestigkeit zusätzlich aufgelistet.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Wird Abbildung 57 betrachtet, so fällt auf, dass es einen signifikanten Unterschied der E-Module zwischen dem puren und dem gefüllten PP bei gleicher Einstellung gibt. Der Unterschied zwischen Standardgeometrie und optimierter Geometrie ist hingegen bei beiden Einstellungen nicht signifikant, was bei dem purem PP Bormed™ DM55pharm durchaus zu erwarten wäre, bei dem gefüllten Material jedoch der simulierten höheren Dissipation der Standardschneckengeometrie widerspricht. Werden die Werte des E-Moduls der Standardgeometrie und der optimierten Geometrie am Zentralpunkt für das gefüllte Material gemittelt, so ergibt sich ein E-Modul von 2288 MPa. Dieser Wert ist um ca. 17 % höher als der durchschnittliche E-Modul des ungefüllten Materials (1960 MPa) am Zentralpunkt, wobei diese Größenordnung bereits in früheren Arbeiten bestätigt wurde [43].

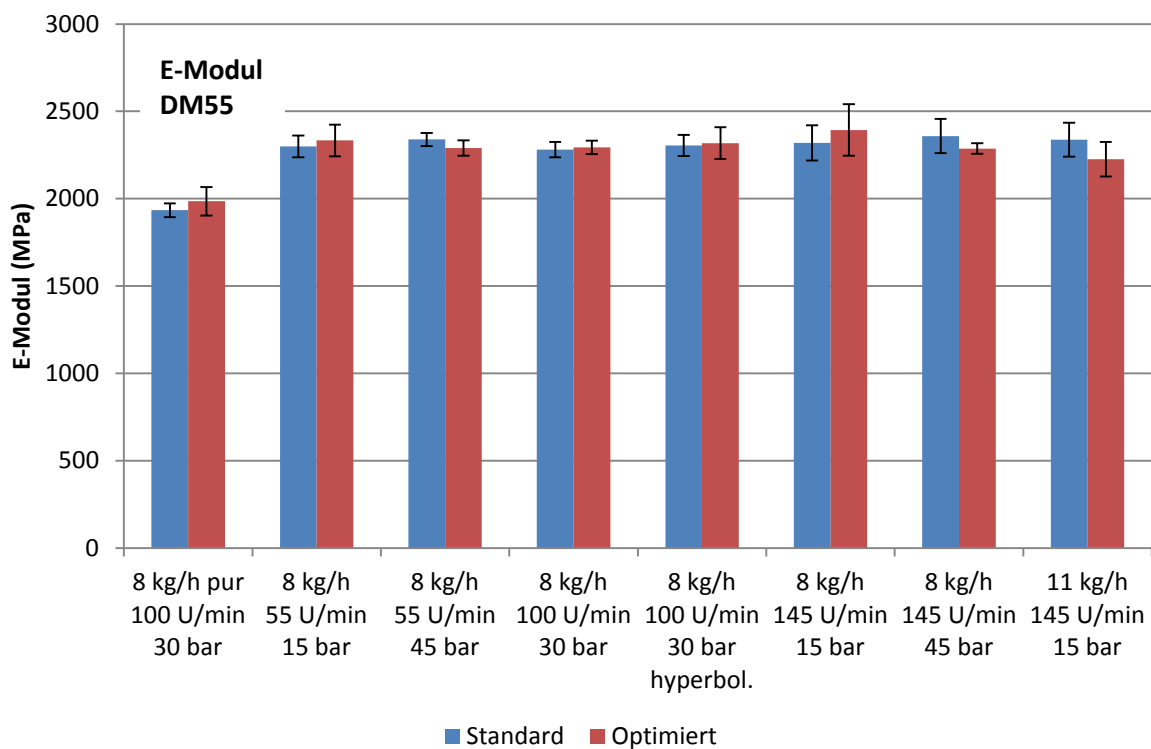


Abbildung 57: Darstellung des E-Moduls in Abhängigkeit der Prozessparameter für die Standardschneckengeometrie und die optimierte Schneckengeometrie

Die Analyse des vollfaktoriellen Versuchsplans mit zwei Zentralpunkten für 8 kg/h lieferte für den E-Modul keine statistisch signifikanten Veränderungen (siehe Abbildung 57): ein Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 17,4 (siehe Tabelle 31) bedeutet ein für diese Arbeit nicht brauchbares Ergebnis. Ein Grund für diese schlechte Regression könnte unter anderem sein, dass die Einstellparameter in einem zu geringen Bereich variiert wurden, als dass sie einen signifikanten Einfluss auf den E-Modul hätten. Die Standardabweichung des E-Moduls betrug durchschnittlich ca. 3 % und war damit relativ gering. Hinsichtlich der Fehlereinflüsse bei der

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Bestimmung des E-Moduls sei erwähnt, dass der E-Modul im Dehnungsbereich zwischen 0,05 und 0,25 % bestimmt wird, was einen sehr kleinen Bereich bedeutet. Damit ist der E-Modul beispielsweise anfälliger auf eine leicht schiefe Einspannung des Prüfkörpers als die Zugfestigkeit. Die Zugfestigkeit weist eine durchschnittliche Standardabweichung von knapp unter 0,3 % auf, also zirka eine Größenordnung weniger als der E-Modul, was einen sehr guten Wert bedeutet. Auch das Bestimmtheitsmaß der statistischen Auswertung der Einflussfaktoren für die Zugfestigkeit für das Material PP Bormed™ DM55pharm lieferte einen viel aussagekräftigeren Wert von 85,79 % (siehe Tabelle 31). Aufgrund dieser Ergebnisse werden in weiterer Folge die Zugprüfungen anhand der Zugfestigkeit diskutiert, da anhand des E-Moduls keine eindeutigen Aussagen für diese Arbeit getroffen werden können.

*Tabelle 31: Übersicht über die Signifikanz der Faktoren und Wechselwirkungen bei der PP-Type Bormed™ DM55pharm ( $F_{1,121}=3,92$ )*

Faktoren/Wechselwirkungen	F-Wert (3,92)		R <sup>2</sup>	
	(/)		(%)	
	E	$\sigma_m$	E	$\sigma_m$
<b>Schneckendrehzahl (SD)</b>	2,47	367,72	17,40	85,79
<b>Gegendruck (GD)</b>	1,28	6,12		
<b>Schneckengeometrie (SG)</b>	0,00	241,57		
<b>SD*GD</b>	1,10	37,42		
<b>SD*SG</b>	0,07	5,87		
<b>GD*SG</b>	13,95	49,12		
<b>SD*GD*SG</b>	1,06	8,05		

Werden Tabelle 31 und Abbildung 58 näher betrachtet, so zeigt sich, dass die Schneckendrehzahl (F-Wert von 368) den größten Einfluss auf die Zugfestigkeit besitzt, gefolgt von der Schneckengeometrie (F-Wert von 242). Wird der F-Wert von 3,92 als unterste Signifikanzgrenze berücksichtigt, so zeigt sich, dass für die beiden Faktoren eine besonders hohe Signifikanz vorliegt. Der Gegendruck (F-Wert von 6,12) hingegen besitzt zwar einen leicht signifikanten Einfluss auf die Zugfestigkeit, die Wechselwirkungen von Gegendruck und Schneckengeometrie (F-Wert von 49) sowie Schneckendrehzahl und Gegendruck (F-Wert von 37) sind jedoch deutlich signifikanter. Um zu erkennen, welche Einstellung die höchsten Zugfestigkeitswerte liefern würde, wurde eine Zielgrößenoptimierung (Ergebnisse siehe Tabelle 32) durchgeführt. Die optimierte Zugfestigkeit von 38,86 MPa gibt dabei an, welcher durchschnittliche Wert der Zugfestigkeit bei der in Tabelle 32 dargestellten Einstellung zu erwarten wäre. Die Erwünschtheit d hingegen, welche die

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Software Minitab ausgibt, ist ein Maß dafür, wie gut das Maximum der Zugfestigkeit mit den in Tabelle 32 dargestellten Einstellungen erreicht wird. Eine Erwünschtheit  $d$  von 1 stellt dabei den Idealfall dar. Die in diesem Fall ausgegebene Erwünschtheit  $d$  von 0,829 kann daher als sehr gut angesehen werden.

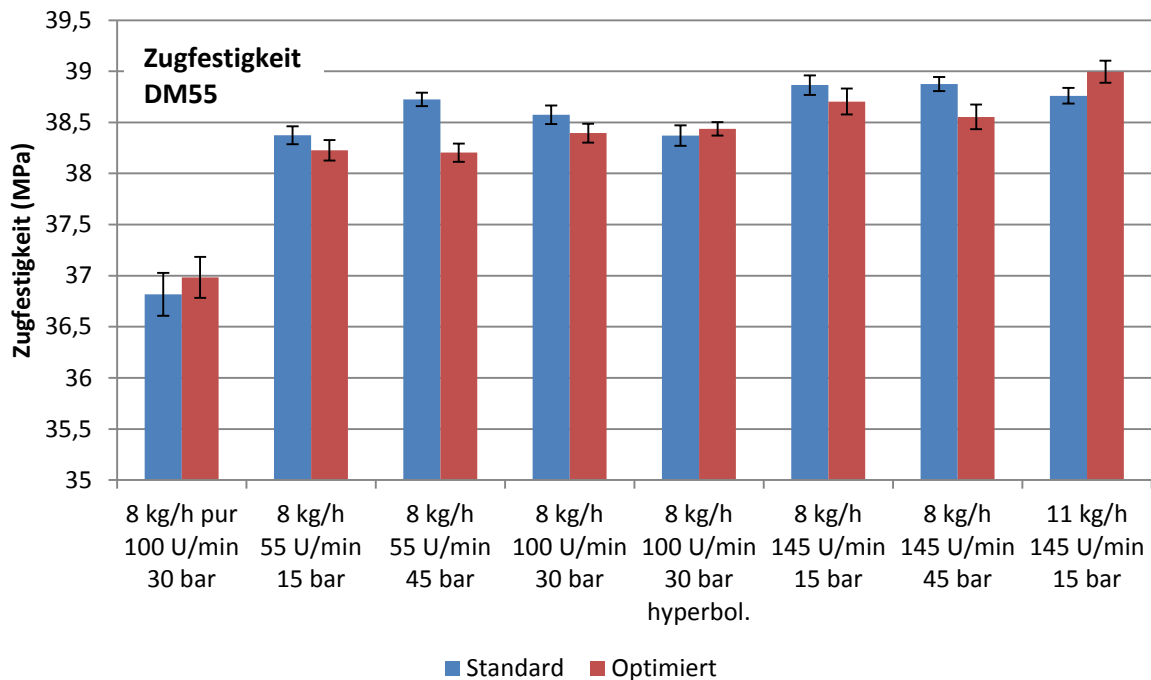


Abbildung 58: Darstellung der Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Prozessparameter für die Standardschnecken- und die optimierte Schnecken-Geometrie

Tabelle 32: Ergebnisse der Zielgrößenoptimierung für PP Bormed<sup>TM</sup> DM55pharm

<b>Schneckendrehzahl</b>	145
<b>Gegendruck</b>	45
<b>Schnecken-Geometrie</b>	Standard
<b>Optimierte Zugfestigkeit (MPa)</b>	38,86
<b>Erwünschtheit <math>d</math> (/)</b>	0,829

Das Ergebnis der Optimierung (Standardschnecke, 145 U/min, 45 bar) entspricht außerdem den Erkenntnissen aus der Simulation. So zeigte die Simulation, dass die Dissipationswerte der Standardschnecken-Geometrie höher lagen als die der optimierten Schnecken-Geometrie (Abbildung 47). Zwar wurden mit einer höheren Verweilzeit trotzdem ähnlich gute Exfolierungsgrade des Schichtsilikats mit der optimierten Schnecken-Geometrie erhofft, die Ergebnisse der Zugprüfungen zeigen jedoch, dass trotz der niedrigeren Verweilzeit der Standardschnecken-Geometrie, diese die besseren Ergebnisse der Zugfestigkeit aufgrund der

## 5. Ergebnisse und Diskussion

höheren Dissipation liefert. Somit kann für PP Bormed™ DM55pharm anhand der Zugfestigkeit in Anlehnung an Abbildung 44 mit einer sehr hohen Wahrscheinlichkeit gesagt werden, dass für den gewählten Einstellbereich der Parameter die Dissipation und nicht die Verweilzeit der entscheidende Einflussfaktor auf den Zerteilgrad des Schichtsilikats ist. Des Weiteren zeigte die Simulation eindeutig höhere Dissipationswerte (Abbildung 42 und Abbildung 43) für eine erhöhte Schneckendrehzahl, was ebenfalls der Praxis entspricht. Und auch der erhöhte Gegendruck entspricht den Simulationsergebnissen. So zeigte die Simulation bei einem höheren Gegendruck mehr vollgefüllte Schneckenelemente im vorderen Schneckenbereich, was ebenfalls zwangsläufig zu einer höheren Dissipation (größeres Volumen entlang der Schnecke, in dem die Schmelze einen entscheidenden Schereintrag erfährt) und damit zu einer besseren Interkalierung und Exfolierung und weiters zu besseren Zugfestigkeiten führen sollte. Um den Einfluss der Schneckengeometrie auch auf die im vollfaktoriellen Versuchsplan nicht vorkommenden Einstellungen zu untersuchen, wurden die Mittelwerte der E-Module und Zugfestigkeiten paarweise statistisch auf signifikante Unterschiede mit Hilfe der einfachen ANOVA verglichen. Der untere Grenzwert der F-Verteilung, ab dem mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % signifikante Unterschiede vorliegen, beträgt für alle paarweisen Serienvergleiche 4,26. Die Ergebnisse dieser einfachen ANOVA sind in Tabelle 33 aufgelistet. Die zugehörigen Messwerte für den E-Modul und die Zugfestigkeit sind in Abbildung 57 und Abbildung 58 bzw. im Anhang in Tabellenform dargestellt. Die Diskussion wird aufgrund der besseren Aussagekraft erneut nur bezüglich der Zugfestigkeit durchgeführt.

*Tabelle 33: Übersicht über die Signifikanz des Einflusses der Schneckengeometrie auf den E-Modul und die Zugfestigkeit bei PP Bormed™ DM55pharm ( $F_{1,24}=4,26$ )*

Einstellung	F-Wert (4,26)		Tukey-Methode		R <sup>2</sup>	
	(/)		(/)		(%)	
	E	$\sigma_m$	E	$\sigma_m$	E	$\sigma_m$
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar ungefüllt</b>	4,07	4,15	n. signi.	n. signi.	14,50	14,75
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar gefüllt</b>	0,61	24,86	n. signi.	signi.	2,50	50,88
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar hyperbolisch</b>	0,20	3,98	n. signi.	n. signi.	0,81	14,24
<b>8 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	2,25	13,47	n. signi.	signi.	8,56	35,96
<b>11 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	8,48	40,56	signi.	signi.	26,10	62,82

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

In Tabelle 33 zeigt sich, dass die Einstellungen „x\_DM55\_8/100/30\_s“ und „x\_DM55\_8/145/15\_s“ alle signifikante Unterschiede der Mittelwerte der Zugfestigkeit hinsichtlich der Schneckengeometrie (was anhand der aus der Simulation gewonnenen Dissipationswerte vermutet werden kann) mit F-Werten von 24,86 und 13,47 aufweisen. Dieses Ergebnis bestätigt somit die oben gewonnenen Erkenntnisse. Die Einstellung „x\_DM55\_11/145/15\_s“ hingegen weist zwar einen signifikanten Unterschied auf (F-Wert von 40,56), jedoch liefert hierbei die optimierte Schneckengeometrie die besseren Ergebnisse. Nach Analyse der einzelnen Zugprüfungsergebnisse bezüglich Ausreißen, der Verweilzeiten, der Massetemperaturen, der Dissipationen aus der Simulation, der Drücke und der Glührückstandsmessungen scheint dieses Phänomen jedoch nicht erklärbar. Die Einstellungen „x\_DM55pur\_8/100/30\_s“ und „x\_DM55\_8/100/30\_h“ weisen hingegen keine signifikanten Unterschiede der Mittelwerte der Zugfestigkeiten auf. Bei dem ungefüllten Material PP Bormed™ DM55pharm ist dies auch zu erwarten, da kein Schichtsilikat vorhanden ist, dass aufgrund einer besseren Exfolierung bessere Zugfestigkeiten zur Folge haben könnte. Bei der Versuchseinstellung, bei der anstelle der Standard-Spritzgießdüse eine hyperbolische Düse eingesetzt wurde, könnten die nicht signifikant unterschiedlichen Mittelwerte darauf zurückzuführen sein, dass durch die eventuell höhere Dehnung in der hyperbolischen Düse Schichtsilikatpartikel nachträglich exfoliert werden. Wird davon ausgegangen, dass bei Einsatz der Standardschneckengeometrie die nachträglich in der Düse exfolierten Partikel geringer sind als bei Einsatz der optimierten Schneckengeometrie (da durch die höhere Dissipation bereits beim Compoundieren ein gewisses Plateau des Exfolierungsgrades erreicht wurde), so könnte auch erklärt werden, warum die signifikanten Unterschiede zwischen der Standardschneckengeometrie und der optimierten Schneckengeometrie bei Einsatz der hyperbolischen Düse anstelle der Standard-Düse verschwinden.

Werden die Einstellungen „O\_DM55\_11/145/15\_s“ und „O\_DM55\_8/145/15\_s“ verglichen, so zeigt sich eine signifikante Zunahme der Zugfestigkeit bei einem Durchsatz von 11 kg/h. Werden jedoch die Zugfestigkeiten der Standardgeometrien gegenübergestellt, so zeigt sich, dass es zu einer signifikanten Abnahme bei einem Durchsatz von 11 kg/h kommt (siehe Abbildung 58). Die Abnahme bei der Standardschneckengeometrie könnte bei simulierter, annähernd gleicher Dissipation mit der Abnahme der minimalen Verweilzeit um ca. 22 % erklärt werden, die Zunahme bei der optimierten Schneckengeometrie hingegen kann, wie schon oben dargestellt, an dieser Stelle nicht erklärt werden. Fest steht jedoch, dass dieser Effekt durchaus kein Zufall sein dürfte, da dieser auch bei PP BB412E auftritt. Es kann also



## 5. Ergebnisse und Diskussion

gesagt werden, dass mit der optimierten Schneckengeometrie offensichtlich bessere Zugfestigkeiten bei einem erhöhten Durchsatz von 11 kg/h erzielt werden können als mit der Standardschneckengeometrie.

Wird abschließend die signifikante Zunahme der Zugfestigkeit zwischen ungefülltem und gefülltem Material verglichen, so zeigt sich eine durchschnittliche Steigerung um ca. 4,5 % (siehe Abbildung 58).

### PP BB412E

Werden die signifikanten Unterschiede der E-Module zwischen ungefülltem und gefülltem PP ausgewertet, so zeigt sich bei gefülltem PP BB412E (1850 MPa) ein durchschnittlich um ca. 23 % höherer E-Modul als bei ungefülltem PP BB412E (1500 MPa). Wie bei PP Bormed™ DM55pharm liegen auch bei PP BB412E die durchschnittlichen Standardabweichungen der Mittelwerte des E-Moduls bei knapp über 3 %, während sie bei den Mittelwerten der Zugfestigkeit sogar nur bei ca. 0,2 % liegen. Auch bei PP BB412E nimmt das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  der statistischen Auswertung des vollfaktoriellen Versuchsplans bezüglich des E-Moduls nur einen Wert von 35,49 an, während er für die Zugfestigkeit bei 88,07 liegt (siehe Tabelle 34). Daher wird auch bei PP BB412E weitestgehend auf eine Diskussion im Hinblick auf die Ergebnisse des E-Moduls verzichtet und stattdessen der Fokus auf die Zugfestigkeit gelegt. Das Diagramm der E-Module in Abhängigkeit der Prozessparameter ist im Anhang dargestellt, ebenso wie die Tabelle der Mittelwerte ( $\bar{x}$ ) und die Standardabweichungen ( $s$ ) des E-Moduls und der Zugfestigkeit.

Tabelle 34: Übersicht über die Signifikanz der Faktoren und Wechselwirkungen bei der PP-Type BB412E ( $F_{1,121}=3,92$ )

Faktoren/Wechselwirkungen	F-Wert (3,92)		R <sup>2</sup>	
	(/)		(%)	
	E	$\sigma_m$	E	$\sigma_m$
Schneckendrehzahl (SD)	0,96	56,07	35,49	88,07
Gegendruck (GD)	11,68	14,66		
Schneckengeometrie (SG)	15,59	425,37		
SD*GD	0,77	303,07		
SD*SG	8,30	10,37		
GD*SG	1,39	23,10		
SD*GD*SG	0,01	44,61		

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Werden Tabelle 34 und Abbildung 59 im Detail analysiert, so zeigt sich, dass die Schneckengeometrie (F-Wert von 425) mit Abstand den größten Einfluss auf die Zugfestigkeit besitzt. Auch in diesem Fall legt der F-Wert von 3,92 die untere Signifikanzgrenze fest. Werden diese Erkenntnis mit den Trends in Abbildung 59 kombiniert, so wird deutlich, dass das Simulationsergebnis, welches aussagt, dass die Standardgeometrie mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit die besseren Ergebnisse aufgrund der höheren Dissipation liefert, eindeutig bestätigt wird. Gefolgt wird der Einfluss der Schneckengeometrie vom Einfluss der Wechselwirkung von Schneckendrehzahl und Gegendruck mit einem F-Wert von 303 und der Schneckendrehzahl (F-Wert von 56). Auch bei diesem Material besitzt der Gegendruck nur einen schwach signifikanten Einfluss (F-Wert von 15).

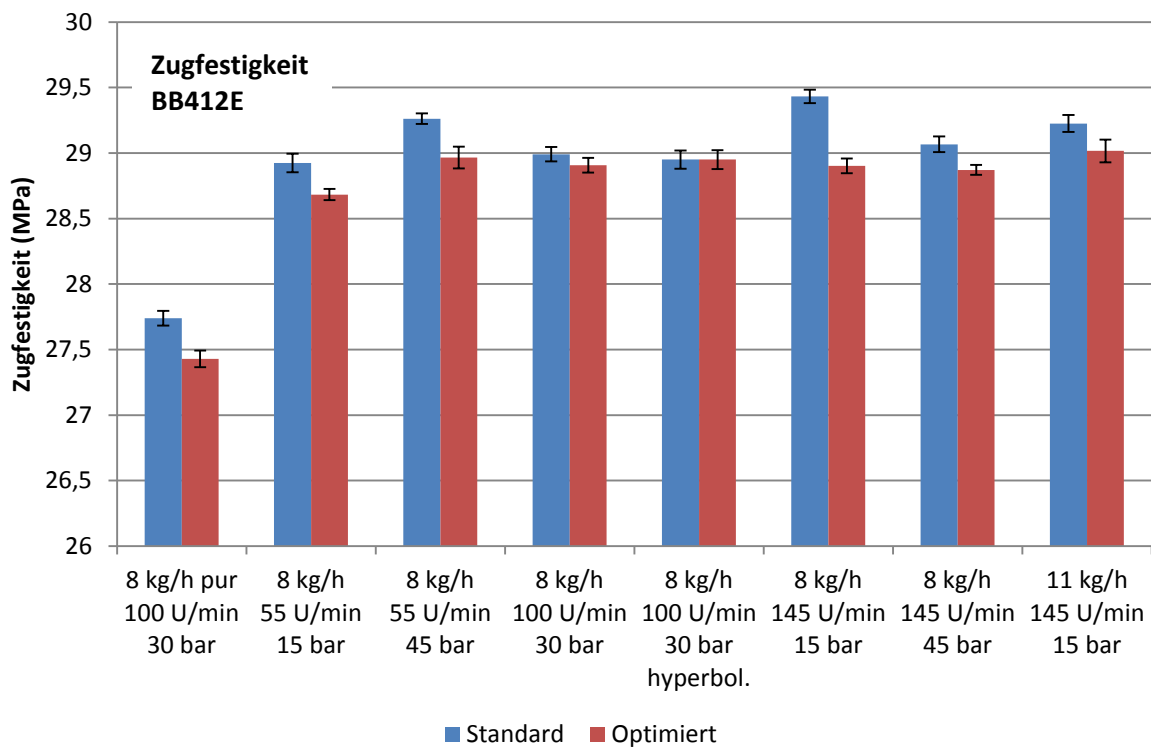


Abbildung 59: Darstellung der Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Prozessparameter für die Standardschneckengeometrie und die optimierte Schneckengeometrie

Bei PP BB412E wurde ebenfalls eine Zielgrößenoptimierung (Ergebnisse siehe Tabelle 35) durchgeführt. Die optimierte Zugfestigkeit liegt in diesem Fall bei 29,41 MPa für die Einstellung „Standardgeometrie, 145 U/min, 15 bar“. Die Erwünschtheit  $d$  nimmt in diesem Fall den Wert 0,875 an. Sie ist also sogar noch ein wenig höher als bei PP Bormed™ DM55pharm und kann daher als sehr zufriedenstellend angesehen werden. Insgesamt wird mit dieser Optimierung das Ergebnis von PP Bormed™ DM55pharm bestätigt und somit auch das Ergebnis der Simulation. Einzig die Tatsache, dass in diesem Fall ein Gegendruck von

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

15 bar anstelle von 45 bar ausgegeben wird, stellt eine Abweichung dar. Anzumerken ist hierbei jedoch, dass bei Betrachtung von Abbildung 59 deutlich wird, dass nur bei einer Drehzahl von 145 U/min ein höherer Zugfestigkeitswert bei einem niedrigen Gegendruck von 15 bar erzielt wird (die Zugfestigkeit der Standardgeometrie für diese Einstellung ist außerdem verhältnismäßig hoch – der Grund dafür kann an dieser Stelle nicht erklärt werden). Bei der optimierten Geometrie und bei einer Drehzahl von 55 U/min ist der Trend, wie bei der Zielgrößenoptimierung von PP Bormed™ DM55pharm ausgegeben, umgekehrt und ein Gegendruck von 45 bar liefert bessere Werte. Dies zeigt, dass der Gegendruck offensichtlich keinen generell eindeutigen Trend der Zugfestigkeit begründet, wodurch auch der Einfluss nicht sehr signifikant ist. Grund dafür könnte sein, dass bei einer höheren Drehzahl und einem erhöhten Gegendruck die Schererwärmung so groß wird, dass das Material überhitzt und dadurch schlechtere Werte liefert. Dies würden auch die Massetemperaturmessungen belegen. Bei einem erhöhten Gegendruck sind die gemessenen Massetemperaturen bei 145 U/min um ca. 2 K erhöht, während sie bei 55 U/min in etwa gleich bleiben. Das bedeutet, dass sich bei einer niedrigeren Drehzahl der Gegendruck aufgrund der höheren Dissipation positiv auswirkt, während bei einer erhöhten Drehzahl und einem erhöhten Gegendruck die Dissipation möglicherweise zu groß wird und so einen negativen Einfluss auf die Zugfestigkeiten zur Folge hat. Diese Überlegungen spiegeln sich auch in dem sehr signifikanten Einfluss der Wechselwirkung von Schneckendrehzahl und Gegendruck wider (F-Wert von 303). Die hohe Signifikanz dieser Wechselwirkung bestätigt, dass der Einfluss des Gegendrucks vor allem von der Schneckendrehzahl abhängt.

*Tabelle 35: Ergebnisse der Zielgrößenoptimierung für PP BB412E*

<b>Schneckendrehzahl</b>	145
<b>Gegendruck</b>	15
<b>Schneckengeometrie</b>	Standard
<b>Optimierte Zugfestigkeit (MPa)</b>	29,41
<b>Erwünschtheit d (/)</b>	0,875

Anhand der Zielgrößenoptimierung, die wie bei PP Bormed™ DM55pharm die Standard-schneckengeometrie als optimal ermittelte, kann somit auch für PP BB412E anhand der Zugfestigkeit in Anlehnung an Abbildung 44 mit einer sehr hohen Wahrscheinlichkeit gesagt werden, dass für den gewählten Einstellbereich der Parameter die Dissipation und nicht die Verweilzeit der entscheidende Einflussfaktor auf den Zerteilgrad des Schichtsilikats ist.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Auch bei PP BB412E wurden die Mittelwerte der E-Module und Zugfestigkeiten der im vollfaktoriellen Versuchsplan nicht vorkommenden Einstellungen paarweise statistisch auf signifikante Unterschiede mit Hilfe der einfachen ANOVA verglichen, um den Einfluss der Schneckengeometrie zu untersuchen. Der untere Grenzwert der F-Verteilung lag auch in diesem Fall bei 4,26. Die Ergebnisse der einfachen ANOVA sind in Tabelle 36 dargestellt, wobei in erster Linie die Zugfestigkeiten (siehe Abbildung 59) analysiert werden.

Tabelle 36: Übersicht über die Signifikanz des Einflusses der Schneckengeometrie auf den E-Modul und die Zugfestigkeit bei PP BB412E ( $F_{1,24}=4,26$ )

Einstellung	F-Wert (4,26)		Tukey-Methode		R <sup>2</sup>	
	(/)		(/)		(%)	
	E	$\sigma_m$	E	$\sigma_m$	E	$\sigma_m$
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar ungefüllt</b>	37,77	174,70	signi.	signi.	61,15	87,92
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar gefüllt</b>	4,19	14,32	n. signi.	signi.	14,86	37,37
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar hyperbolisch</b>	14,15	0,00	signi.	n. signi.	37,09	0,00
<b>8 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	0,35	614,91	n. signi.	signi.	1,44	96,24
<b>11 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	2,22	49,47	n. signi.	signi.	8,48	67,33

Ebenso wie bei PP Bormed™ DM55pharm hat bei PP BB412E die Schneckengeometrie bei den Einstellungen „x\_BB412E\_8/100/30\_s“, „x\_BB412E\_8/145/15\_s“ und „x\_BB412E\_11/145/15\_s“ einen signifikanten Einfluss, wobei bei allen Einstellungen die Standardschneckengeometrie die signifikant höheren Zugfestigkeiten liefert (Abbildung 59). Der Effekt, dass bei der Einstellung „x\_x\_8/100/30\_h“ die Schneckengeometrie im Vergleich zur Einstellung „x\_x\_8/100/30\_s“ keinen signifikanten Einfluss mehr besitzt, tritt auch bei PP BB412E auf und kann möglicherweise gleich wie bei PP Bormed™ DM55pharm erklärt werden. Das Phänomen, dass die Standardschneckengeometrie bei der Einstellung „x\_BB412Epur\_8/100/30\_s“ signifikant höhere Zugfestigkeiten liefert, kann jedoch an dieser Stelle nicht erklärt werden. Die Zugfestigkeiten zwischen ungefülltem und gefülltem PP BB412E unterscheiden sich bei gleicher Einstellung wie erwartet signifikant. Die durchschnittliche Steigerung der Zugfestigkeit liegt dabei bei rund 5 % (siehe Abbildung 59). Werden die Mittelwerte der Einstellungen „x\_BB412E\_8/100/30\_s“ und „x\_BB412E\_8/100/30\_h“ (Abbildung 59) gegenübergestellt, so zeigt sich kein signifikanter Einfluss der Spritzgießdüse. Beim Vergleich zwischen den Einstellungen

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

„x\_BB412E\_8/145/15\_s“ und „x\_BB412E\_11/145/15\_s“ (Abbildung 59) zeigen sich signifikante Unterschiede der Mittelwerte sowohl für die Standardschneckengeometrie als auch für die optimierte Schneckengeometrie, wobei die Trends entgegengesetzt sind. Während die Zugfestigkeit bei der Standardschneckengeometrie hin zu höheren Durchsätzen signifikant abnimmt, nimmt sie bei der optimierten Schneckengeometrie signifikant zu. Wie schon bei PP Bormed™ DM55pharm erwähnt, kann diese Zunahme der Zugfestigkeit bei der optimierten Schneckengeometrie an dieser Stelle nicht erklärt werden, während die Abnahme der Zugfestigkeit auch in diesem Fall durch die Abnahme der minimalen Verweilzeit um ca. 28 %, das heißt durch die geringere Zeit des Schereintrags, plausibel erscheint.

Werden die Ergebnisse der Zugprüfungen sowohl von PP DM55pharm als auch von PP BB412E zusammengefasst, so ist es wichtig hervorzuheben, dass aufgrund der kaum vorhandenen Signifikanzen des E-Moduls für die untersuchten Einstellungen fast ausschließlich die Werte der Zugfestigkeit analysiert wurden. Beim Vergleich des Einflusses des Schichtsilikats auf die beiden Materialien zeigt sich, dass der E-Modul und die Zugfestigkeit bei dem gefüllten höherviskoserem Material PP BB412E im Vergleich zum ungefüllten Material geringfügig mehr zunahmten als bei dem niedrigviskoserem Material PP Bormed™ DM55pharm. So wurde bei PP BB412E eine durchschnittliche Steigerung des E-Moduls um 23 %, bei PP Bormed™ DM55pharm eine Steigerung um 17 % erreicht. Erklärt könnte dies damit werden, dass bei einer höheren Viskosität die Scherenergie (siehe Gleichung (3)) zunimmt und damit das Material besser interkaliert beziehungsweise exfoliert wird.

Insgesamt konnte bei beiden Materialien ein stark signifikanter Einfluss der Schneckengeometrie und der Schneckendrehzahl auf die Zugfestigkeit detektiert werden, während der Einfluss des Gegendrucks weniger signifikant ausfiel. Die Zielgrößenoptimierungen bestätigten (abgesehen vom Gegendruck bei PP BB412E) die aus den Simulationsergebnissen abgeleiteten Vermutungen, nämlich dass die Standardschneckengeometrie, die erhöhte Drehzahl von 145 U/min und der erhöhte Druck von 45 bar die höchsten Zugfestigkeiten liefern würden. Beim erhöhten Durchsatz von 11 kg/h wurden außerdem bei beiden Materialien mit der optimierten Schneckengeometrie die höheren Zugfestigkeiten erzielt, was ebenfalls als Ziel der Arbeit galt.

### 5.4.6 SAXS-Messungen

Die Ergebnisse der SAXS-Messungen der zehn ausgewählten Proben wurden materialweise ausgewertet. In Abbildung 60 sind die Intensitätsverläufe in Abhängigkeit des Streuwinkels

## 5. Ergebnisse und Diskussion

für die SAXS-Proben des Materials PP Bormed™ DM55pharm dargestellt. Die Verläufe von Nanofil® 5 und ungefülltem PP dienen als Referenzkurven für die Proben. Wie in Kapitel 2.4.1 bereits beschrieben, kommt es bei einer vollständigen Exfolierung des Schichtsilikats zum Verschwinden der beiden Peaks im Kurvenverlauf.

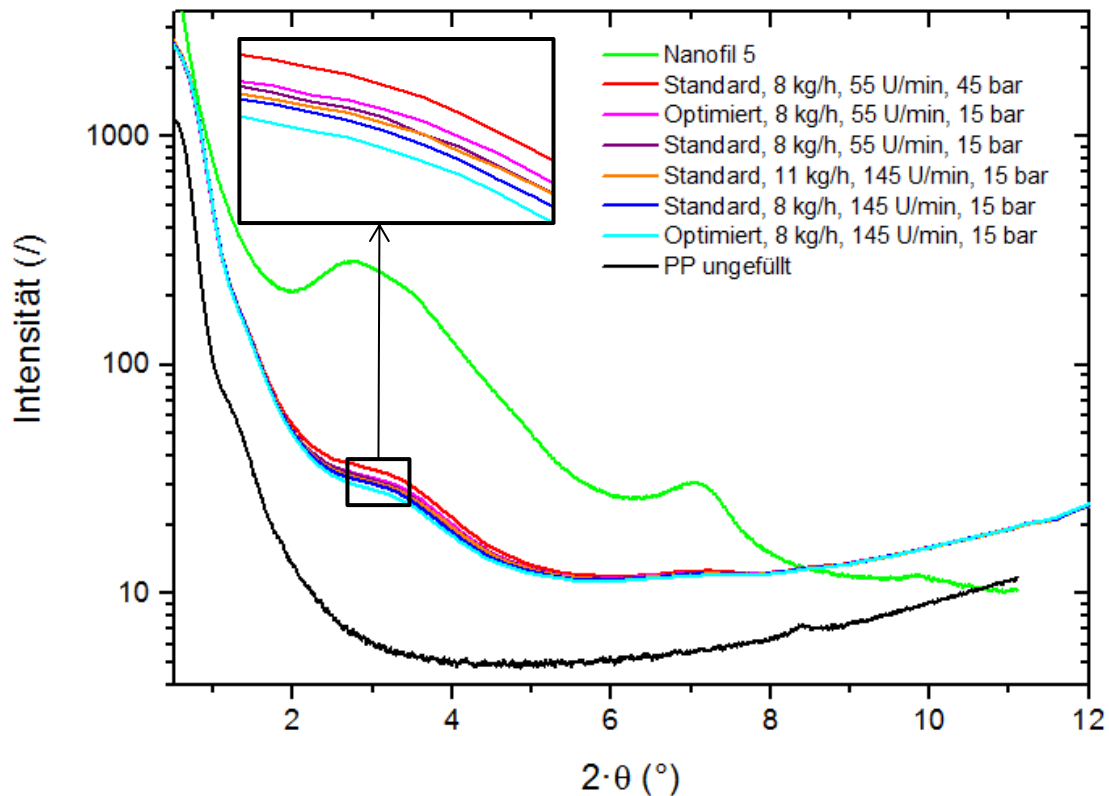


Abbildung 60: Spektren der SAXS-Messungen der Proben aus gefülltem PP Bormed™ DM55pharm

Werden die Verläufe der Proben des Materials PP Bormed™ DM55pharm in Abbildung 60 betrachtet, so wird ersichtlich, dass der zweite Peak bei allen untersuchten Proben verschwunden ist. Der erste Peak hingegen ist lediglich abgeflacht. Dies bedeutet, dass sowohl interkalierte als auch exfolierte Schichtsilikatpartikel im PP-Grundmaterial vorliegen dürften. Je flacher der Peak ist, umso größer ist demnach der Exfolierungsgrad, da mit zunehmender Exfolierung weniger Streuzentren für die eintreffenden Röntgenstrahlen vorliegen [3]. Deshalb wurde der Bereich des Peaks herausgezoomt und ermittelt, welche Proben den größten und welche den kleinsten Peak liefern. Die Probeneinstellungen in der Legende sind nach der Ausprägung des Peaks angeordnet. Demnach zeigt die Probe der Einstellung „S\_DM55\_8/55/45\_s“ den ausgeprägtesten Peak, gefolgt von der Probe der Einstellung „O\_DM55\_8/55/15\_s“ und der Probe „S\_DM55\_8/55/15\_s“. Werden diese Ergebnisse mit den Zugfestigkeiten in Abbildung 58 verglichen, so zeigt sich teilweise eine

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

sehr gute Korrelation. Die Einstellung „S\_DM55\_8/55/45\_s“ würde demnach den schlechtesten Exfolierungsgrad aufweisen, was sich im Idealfall in der schlechtesten Zugfestigkeit zeigen sollte. Dies ist jedoch nicht der Fall, da die Zugfestigkeit größer als bei den beiden anderen Einstellungen ist. Dafür entspricht die Reihenfolge der anderen beiden exakt den Ergebnissen der Zugfestigkeiten und der Simulationsergebnisse, da die optimierte Schneckengeometrie bei ansonsten gleichen Einstellungen einen niedrigeren Exfolierungsgrad zur Folge hat. Den nächstbesseren Exfolierungsgrad hat laut SAXS-Messung die Einstellung „S\_DM55\_11/145/15\_s“, gefolgt von der Einstellung „S\_DM55\_8/145/15\_s“ und „O\_DM55\_8/145/15\_s“. Die Zugprüfungsergebnisse liefern, aufsteigend zur größten mittleren Zugfestigkeit folgende Reihenfolge: „O\_DM55\_8/145/15\_s“, „S\_DM55\_11/145/15\_s“ und „S\_DM55\_8/145/15\_s“, wobei angemerkt sei, dass der Unterschied der Mittelwerte der Zugfestigkeit der Einstellungen „O\_DM55\_8/145/15\_s“ und „S\_DM55\_11/145/15\_s“ nicht signifikant ist. Das bedeutet, dass die Ergebnisse der SAXS-Messung für PP Bormed™ DM55pharm zwar nicht exakt mit den Zugfestigkeiten übereinstimmen, die Tendenz, dass höhere Drehzahlen zu einer besseren Exfolierung führen wird jedoch für alle Proben bestätigt. In diesem Zusammenhang muss vor allem darauf hingewiesen werden, dass bei der SAXS-Messung nur ein kleiner Teil eines einzigen Prüfkörpers untersucht wird (siehe Abbildung 29), und beispielsweise kein Mittelwert mehrerer Proben aufgrund der hohen Kosten einer Messung gebildet werden kann. Vor diesem Hintergrund sind die Ergebnisse der SAXS-Messung trotz der leichten Abweichungen von den Zugfestigkeiten sehr zufriedenstellend.

Werden die Verläufe der Proben des Materials PP BB412E in Abbildung 61 verglichen, so wird ersichtlich, dass auch bei diesem Material die Proben der Einstellungen mit einer niedrigeren Schneckendrehzahl von 55 U/min schlechter exfoliert sind als jene mit einer Drehzahl von 145 U/min. Würden die Ergebnisse der SAXS-Messungen und jene der Zugprüfungen exakt korrelieren, so müsste die Einstellung „O\_BB412E\_8/55/15\_s“ gefolgt von der Einstellung „S\_BB412E\_8/55/15\_s“ die niedrigsten Zugfestigkeiten aufweisen, was auch prinzipiell der Fall ist, da die Unterschiede der Zugfestigkeiten zwischen den Einstellungen „S\_BB412E\_8/55/15\_s“ und „O\_BB412E\_8/145/15\_s“ nicht signifikant sind. Die höchste Zugfestigkeit der vier verglichenen Einstellungen liefert die Einstellung „S\_BB412E\_8/145/15\_s“, was sich auch im höchsten Exfolierungsgrad bei der SAXS-Messung widerspiegelt. Die SAXS-Messung für PP BB412E korreliert folglich für alle Einstellungen ausgezeichnet mit den Werten der Zugfestigkeit und in weiterer Folge damit auch mit den Simulationsergebnissen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

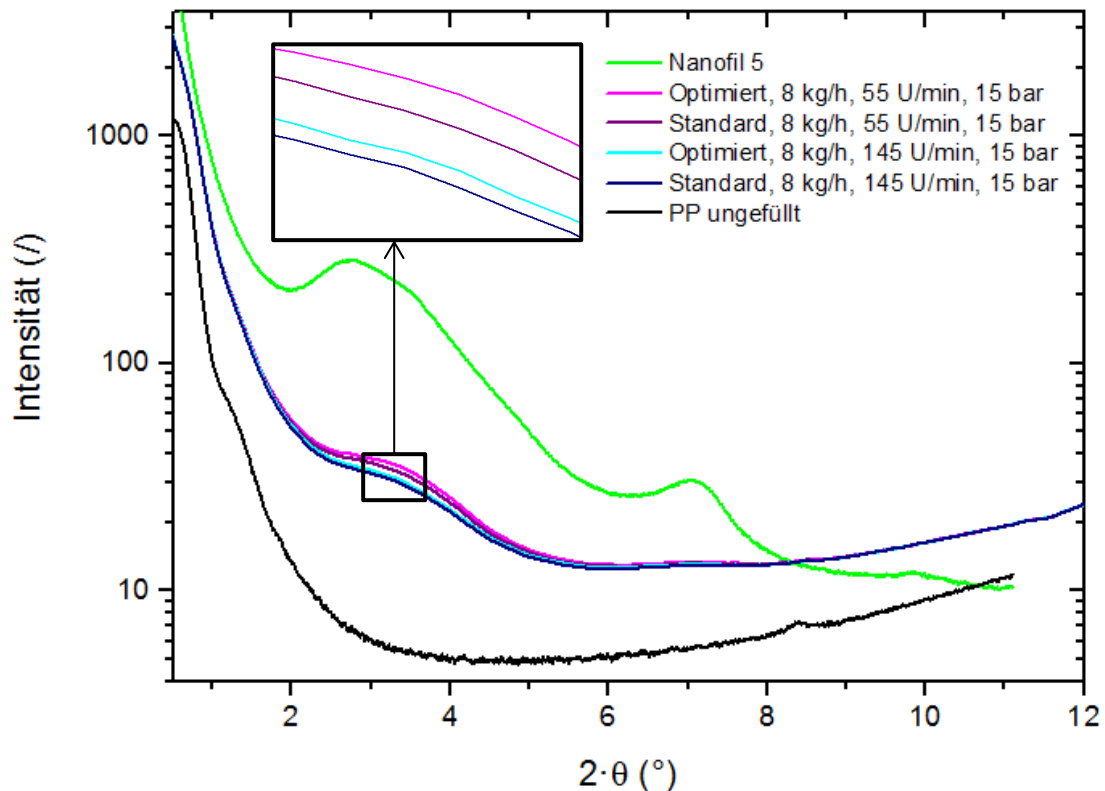


Abbildung 61: Spektren der SAXS-Messungen der Proben aus gefülltem PP BB412E

Würden die Spektren von PP Bormed™ DM55pharm und PP BB412E übereinandergelegt, so ergäbe sich bei PP Bormed™ DM55pharm eine tendenziell flachere Kurve, was grundsätzlich auf einen höheren Exfolierungsgrad hinweisen würde. Dies widerspricht jedoch der Tatsache, dass bei PP BB412E durch das Einarbeiten des Schichtsilikats eine größere Steigerung von E-Modul und Zugfestigkeit erreicht werden konnte als bei PP Bormed™ DM55pharm. In diesem Zusammenhang muss berücksichtigt werden, dass auch Orientierungen und leichte Konzentrationsunterschiede des Schichtsilikats Einfluss auf die SAXS-Messungen haben können [42]. Des Weiteren wurde bei den SAXS-Messungen bei allen Proben der gleiche lokale Bereich untersucht (siehe Abbildung 29). Für den materialinternen Vergleich bedeutet dies, dass von ähnlichen Orientierungen und Konzentrationen ausgegangen werden kann, bei unterschiedlichen Materialien jedoch könnten leichte Fließwegunterschiede aufgrund unterschiedlicher Viskositäten zu unterschiedlichen Orientierungen und Konzentrationen im untersuchten Bereich führen und damit das Ergebnis verfälschen, was möglicherweise in diesem Fall passiert sein könnte. Wie sich oben zeigte, kann aber bei einem materialbezogenen Vergleich davon ausgegangen werden, dass der Exfolierungsgrad und die Zugfestigkeit korrelieren und ein größerer Exfolierungsgrad eine höhere Zugfestigkeit zur Folge hat, da die SAXS-Messungen größtenteils die Ergebnisse der Zugprüfungen bestätigten.



# 6 Zusammenfassung

Der Fokus dieser Arbeit lag auf der simulationsgestützten Optimierung einer Schneckengeometrie, welche standardmäßig für die Verarbeitung zweier unterschiedlicher PP-Nanocompounds eingesetzt wurde. Dazu wurde die CFD-Simulationssoftware Polyflow der Firma Ansys Inc. verwendet. Die Optimierung sollte vor allem im Hinblick auf die Verbesserung der Interkalierung und Exfolierung sowie Einmischung des Schichtsilikats während der Verarbeitung und damit in weiterer Folge hinsichtlich der Verbesserung der mechanischen Eigenschaften des Materials, vor allem des E-Moduls und der Zugfestigkeit, durchgeführt werden.

Die Ergebnisse der Simulation, welche für die Analyse der Schneckengeometrie und in weiterer Folge für die Optimierung herangezogen wurden, waren vor allem der Druck und die aus der Schergeschwindigkeit berechnete dissipierte Leistung pro Volumeneinheit (Scherenergie). Ein Hauptziel dieser Arbeit war außerdem, die Relevanz der Simulationsergebnisse durch praktische Versuche mit der Standardschneckengeometrie und der optimierten Schneckengeometrie am Spritzgießcompounder für die beiden nano-verstärkten PP-Typen Bormed™ DM55pharm und BB412E zu überprüfen. Dazu wurden, unter anderem im Rahmen eines vollfaktoriellen Versuchsplans, einerseits Druckmessungen entlang der Schneckengeometrie während des Compoundierprozesses durchgeführt, andererseits wurden Zugprüfkörper und SAXS-Prüfplatten im Spritzgießcompoundierverfahren gefertigt und anschließend geprüft. Die neben der Schneckengeometrie veränderten Faktoren des vollfaktoriellen Versuchsplans bei einem Durchsatz von 8 kg/h waren die Schneckendrehzahl und der Gegendruck, welche zwischen 55 U/min und 145 U/min bzw. 15 bar und 45 bar variiert wurden. Die Ergebnisse der praktischen Versuche wurden mit den theoretischen Vorhersagen aus der Simulation verglichen, wobei die einzige direkte Validierungsmöglichkeit der Simulationsergebnisse die Druckwerte darstellten. Die Überprüfung der simulierten Druckwerte lieferte vor allem für niedrige Drehzahlen und erhöhte Durchsätze teilweise verschwindende Abweichungen im Bereich von 0,01 bis 0,1 bar.

Aufgrund der während des Extrudierens von ungefülltem PP Bormed™ DM55pharm erreichten Drehmomentgrenze des Extruders mit der Standardschneckengeometrie bei einem Durchsatz von 8 kg/h, einer Schneckendrehzahl von 55 U/min und einem Gegendruck von 45 bar, musste versucht werden, die Druckspitze vor dem Gegenförderelement der Standardschnecke im Rahmen der Optimierung zu reduzieren. Deshalb wurde beschlossen,

## 6. Zusammenfassung

---

den Schneckenblock im Bereich des Gegenförderelements zu optimieren. Als Alternative zu den Förder- und Gegenförderelementen ergaben sich nur Knetblöcke und Mischelemente, wobei versucht wurde, trotz simulierter geringerer Dissipation des entstandenen optimierten Schneckenblocks, durch die Erhöhung der Verweilzeit mit der optimierten Schnecken-geometrie bessere Exfolierungswerte und eine bessere Einmischung zu erreichen.

Die Reduktion der Druckspitze bei der optimierten Geometrie konnte sowohl in der Simulation als auch praktisch nachgewiesen werden. Auch die in der Theorie vorhergesagte erhöhte Verweilzeit der Schmelze bei Einsatz der optimierten Geometrie konnte in der Praxis bestätigt werden. Im Rahmen der Zugprüfungen zeigte sich jedoch, dass die erhöhte minimale Verweilzeit der optimierten Schneckengeometrie die niedrigere Dissipation der Schnecke nicht ausgleichen konnte, und die Zugfestigkeitswerte sehr gut mit den simulierten Dissipationswerten korrelierten. Die E-Module lieferten im Rahmen der statistischen Auswertung bei beiden Materialien kaum signifikante Ergebnisse, während die Zugfestigkeiten sehr aussagekräftige Tendenzen zeigten. Lediglich bei dem erhöhten Durchsatz von 11 kg/h zeigten sich bei beiden Materialien bessere Zugfestigkeitswerte für die optimierte Schneckengeometrie, was den Dissipationswerten der Simulation widersprach. Die SAXS-Messungen bestätigten die Ergebnisse der Simulation und der Zugprüfungen weitgehend, wobei darauf hingewiesen sei, dass SAXS-Messungen nur eine lokale Untersuchungsmethode darstellen und somit Fehlereinflüsse vor allem durch Materialinhomogenitäten im durchstrahlten Bereich entstehen können.

Beim Vergleich des Einflusses des Schichtsilikats auf die beiden Materialien zeigte sich, dass der E-Modul und die Zugfestigkeit bei dem gefüllten höherviskoserem Material PP BB412E im Vergleich zum ungefüllten Material geringfügig mehr zunahm als bei dem niedrigviskoserem Material PP Bormed™ DM55pharm. So wurde bei PP BB412E eine durchschnittliche Steigerung des E-Moduls um 23 %, bei PP Bormed™ DM55pharm eine Steigerung um 17 % erreicht, was auf die höhere Viskosität bei PP BB412E und die damit verbundene höhere Scherenergie zurückzuführen sein könnte.

Zusammenfassend konnte zwar bei den Einstellungen des Standarddurchsatzes von 8 kg/h keine Optimierung der Verarbeitungseigenschaften der Schnecke hinsichtlich des Exfolierungsgrades erzielt werden, jedoch konnte eindeutig nachgewiesen werden, dass sowohl die Druckwerte als auch die Dissipationswerte der Simulation sehr hohe Korrelationen mit der Praxis zeigten, obwohl die Simulationen aufgrund eines Softwarefehlers nur isotherm durchgeführt werden konnten und die Schererwärmung dadurch in der Simulation nicht berücksichtigt werden konnte.

# 7 Literaturangaben

- [1] *Battisti, M.G.*: Spritzgießcompoundieren von Polymer Nanocomposites auf Basis von Schichtsilikaten – Kapitel 4.3.3, Dissertation an der Montanuniversität Leoben, Erstentwurf vom 15.11.2014.
- [2] *Battisti, M.G., Friesenbichler, W.*: Injection-moulding compounding of PP polymer nanocomposites, *Journal of Mechanical Engineering*, Vol. 59 (11) 2013, 662-668.
- [3] *Battisti, M.G., Friesenbichler, W.*: New developments in polymer composites research – Chapter 12. Injection molding compounding of polymer nanocomposites, Nova Science Publishers, New York, 2013.
- [4] *Baur, E., Brinkmann, S., Osswald, T.A., Schmachtenberg, E.*: Saechtling Kunststoff Taschenbuch, 30. Ausgabe; Carl Hanser Verlag, München, 2007.
- [5] *Borealis PP BB412E*: Materialdatenblatt, Borealis AG, Wien, 2010.
- [6] *Borealis PP Bormed™ DM55pharm*: Materialdatenblatt, Borealis AG, Wien, 2010.
- [7] *BYK Scona TPPP 2112 GA*: Sicherheitsdatenblatt, BYK-Chemie GmbH, Wesel, 2013.
- [8] *BYK Scona TPPP 2112 GA*: Technisches Merkblatt, BYK-Chemie GmbH, Wesel, 2013.
- [9] *Cross, M.M.*: Rheology of non-newtonian fluids: a new flow equation for pseudoplastic systems, *Journal of Colloid Science*, 20 (5) 1965, 417-437.
- [10] *Dass, M.*: Elektronenmikroskopische Studien über polymere Nanopartikel und ihr Potential für biomedizinische Anwendungen, Dissertation an der Universität Ulm, 2010.
- [11] *Gillig, H.*: Anwendung ingenieurwissenschaftlicher Methoden im Service Engineering, 1. Auflage; GRIN Verlag, München, 2006.
- [12] *Grellmann, W., Seidler, S.*: Kunststoffprüfung, Carl Hanser Verlag, München, 2011.
- [13] *Gruhn, G., Fratzscher, W., Heidenreich, E.*: ABC der Verfahrenstechnik, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1979.
- [14] *Gschweidl, M.*: Aufbau und Inbetriebnahme einer Anlage zur Herstellung von exfolierten Nanocomposites, Diplomarbeit an der Montanuniversität Leoben, 2007.
- [15] *Hensen, F., Knappe, W., Potente, H.*: Handbuch der Kunststoff-Extrusionstechnik 1 - Grundlagen, Carl Hanser Verlag, München, 1989.
- [16] <http://de.wikipedia.org/wiki/Bestimmtheitsma%C3%9F>  
(abgerufen am 04.11.2014 um 12:40)
- [17] [http://de.wikipedia.org/wiki/Numerische\\_Strömungsmechanik](http://de.wikipedia.org/wiki/Numerische_Strömungsmechanik)  
(abgerufen am 10.12.2013 um 20:35)

## 7. Literaturangaben

---

- [18] <http://de.wikipedia.org/wiki/OpenFOAM> (abgerufen am 10.12.2013 um 20:55)
- [19] <http://de.wikipedia.org/wiki/Varianzanalyse> (abgerufen am 03.10.2013 um 14:25)
- [20] <http://www.ikominerals.com/fileadmin/pdf/Was%20ist%20Bentonit.pdf>  
(abgerufen am 30.09.2013 um 12:20)
- [21] <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/427845?lang=de&region=AT>  
(abgerufen am 02.10.2013 um 19:48)
- [22] *Kenny, D.A.*: Statistics for the social and behavioral sciences, Little, Brown and Company, New York, 1987, URL: <http://davidakenny.net/books.htm>  
(abgerufen am 06.10.2014 um 17:40)
- [23] *Kies, T.*: Die Spritzgusstechnologie und ihre Teilprozesse - Den Spritzgussprozess verstehen, GRIN Verlag, München, 2009.
- [24] *Kim, G.-M.*: Verstärkungsmechanismen auf Makro-, Mikro- und Nano-Längenskalen in heterogenen Polymerwerkstoffen, Habilitation an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2007.
- [25] *Kohlgrüber, K.*: Der gleichläufige Doppelschneckenextruder - Grundlagen, Technologie, Anwendungen, Carl Hanser Verlag, München, 2007.
- [26] *Kracalik, M., Laske, S., Gschweitl, M., Friesenbichler, W., Langecker, G.R.*: Advanced compounding: Extrusion of polypropylene nanocomposites using the melt pump, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 113 2009, 1422-1428.
- [27] *Laske, S., Kracalik, M., Gschweitl, M., Feuchter, M., Maier, G., Pinter, G., Thomann, R., Friesenbichler, W., Langecker, G.R.*: Estimation of reinforcement in compatibilized polypropylene nanocomposites by extensional rheology, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 111 2009, 2253–2259.
- [28] *Laske, S., Witschnigg, A., Kracalik, M., Feuchter, M., Pinter, G., Maier, G., Langecker, G.R., Holzer, C.*: In-line quality control of polymer nanocomposites using near-infrared spectroscopy, Nanocon 2009, Roznov pod Radhostem, Tschechien, 2009.
- [29] *Maier, G.*: Strukturuntersuchungen an polymeren Materialien und Knochen mit Hilfe der Röntgenkleinwinkelstreuung, Dissertation an der Montanuniversität Leoben, 2005.
- [30] *Müller, A.*: Einfärben von Kunststoffen, Carl Hanser Verlag, München Wien, 2002.
- [31] *M.N.*: POLYFLOW in Workbench User's Guide, Ansys, 14, Canonsburg, 2011.
- [32] *Pahl, M., Gleißle, W., Laun, H.-M.*: Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere, VDI Verlag, Düsseldorf, 1995.
- [33] *Pannirselvam, M.*: Design, development and characterization of polypropylene clay nanocomposites, Dissertation an der RMIT University Melbourne, 2008.

## 7. Literaturangaben

---

- [34] *Pawlowski, J.:* Die Ähnlichkeitstheorie in der physikalisch-technischen Forschung, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1971.
- [35] *Potente, H., Kretschmer, K.:* In 60 Sekunden optimiert - Computerunterstützte Auslegung und Optimierung von Gleichdrall-Doppelschneckenextrudern, Kunststoffe, (9) 2001, 76-81.
- [36] *Ray, S.S., Okamoto, M.:* Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing, Progress in Polymer Science, Vol. 28 2003, 1539-1641.
- [37] *Rockwood Nanofil® 5:* Product Bulletin, Rockwood Clay Additives GmbH, Moosburg.
- [38] *Rockwood Nanofil® 5:* Safety Data Sheet, Rockwood Clay Additives GmbH, Moosburg, 2007.
- [39] *Schendera, C.:* Datenmanagement und Datenanalyse mit dem SAS-System, Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, München, 2004.
- [40] *Schmidt, T.W.:* Zur Abschätzung der Schwindung, Dissertation an der RWTH Aachen, 1987.
- [41] *Siebertz, K.:* Statistische Versuchsplanung, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2010.
- [42] *Ugel, E., Giuliano, G., Modesti, M.:* Poly(Ethylene-Co-Vinyl Acetate)/Clay nanocomposites: Effect of clay nature and compatibilising agents on morphological thermal and mechanical properties, Soft Nanoscience Letters, Vol. 1 (4) 2011, 105-119.
- [43] *Winkler-Ebner, J.:* On-line Charakterisierung von nanoverstärkten Polypropylencompounds, Bachelorarbeit an der Montanuniversität Leoben, 2013.
- [44] *Witschnigg, A., Laske, S., Kracalik, M., Feuchter, M., Pinter, G., Maier, G., Märzinger, W., Haberkorn, M., Langecker, G.R., Holzer, C.:* In-line characterization of polypropylene nanocomposites using FT-NIR, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 117 2010, 3047-3053.
- [45] *Yang, H.-H., Manas-Zloczower, I.:* Analysis of mixing performance in a VIC mixer, International Polymer processing, IX 1994, 291-302.

# 8 Abkürzungen und Symbole

Abkürzung	Bedeutung	Einheit
°C	Grad Celsius	
3D	dreidimensional	
A	Parameter des Cross-Ansatzes	Pa·s
Al	Aluminium	
$a_T$	Temperaturverschiebungsfaktor	(/)
AUT	Österreich	
B	Parameter des Cross-Ansatzes	s
bar	Druck in bar	
C	Parameter des Cross-Ansatzes	(/)
Ca	Calcium	
CFD	Computational Fluid Dynamics	
CH	Schweiz	
CH <sub>3</sub>	Methyl	
cm	Zentimeter	
$c_p$	spezifische Wärmekapazität	J/(kg·K)
Cs	Cäsium	
Cu	Kupfer	
D	Durchmesser	mm
d	Erwünschtheit	(/)
DIN	Deutsches Institut für Normung	
DoE	Design of Experiments (Statistische Versuchsplanung)	
DSC	Differential Scanning Calorimetry	
E(-Modul)	Elastizitätsmodul	MPa
EN	Europäische Norm	
Fe	Eisen	
FT-NIR	Fourier-Transform Nahinfrarotspektroskopie	
g/10 min	Gramm pro zehn Minuten	
GBR	Großbritannien	
GD	Gegendruck	bar
gef.	gefüllt	
Gew.-%	Gewichtsprozent	

## 8. Abkürzungen und Symbole

---

GFA	Förderelement	
GFM	Mischelement	
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung	
H	Wasserstoff	
HKR	Hochdruckkapillarrheometer	
HT	hydrierter Talg	
Inc.	Incorporated	
ISO	International Organization for Standardization	
K	Kelvin	
K $\alpha$	aus K-Schale emittierte Alpha-Strahlung	
KB	Knetblock	
KG	Kommanditgesellschaft	
kg/h	Kilogramm pro Stunde	
kN	Kilonewton	
L	Schneckenlänge	mm
LI	linksversetzt/Linksgewinde	
Li	Lithium	
m	Meter	
mbar	Millibar	
MFR	Melt Flow Rate	g/10 min
Mg	Magnesium	
mm	Millimeter	
MPa	Megapascal	
MT	Massetemperaturfühler	
N	Stickstoff	
n	Schneckendrehzahl	1/s
n. signi.	nicht signifikant	
Na	Natrium	
NF	Nenner-Freiheitsgrad	
nm	Nanometer	
NMR	Nuclear Magnetic Resonance	
O	Sauerstoff	
p	Druck	Pa bzw. bar
PDP	Prozessdatenprotokoll	

## 8. Abkürzungen und Symbole

---

PE	Polyethylen	
PNC	Polymernanocomposite	
PP	Polypropylen	
PP-g-MA	Maleinsäureanhydrid grafted Polypropylenoligomer	
R	universelle Gaskonstante (8,314)	J/(mol·K)
R <sup>2</sup>	Bestimmtheitsmaß	(/)
Rb	Rubidium	
RE	rechtsversetzt	
REM	Rasterelektronenmikroskopie	
s	Standardabweichung	
SAXS	Röntgenkleinwinkelstreuung	
SD	Schneckendrehzahl	U/min
SF	Schwertfühler	
SG	Schneckenengeometrie	(/)
SGC	Spritzgießcompoundieren	
Si	Silicium	
SP	Schmelzepumpe	
SS	Schichtsilikat	
SW	Siebwechsler	
T	Temperatur	K bzw. °C
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie	
TM	Trademark	
T <sub>z</sub>	Zylindertemperatur	°C
U/min	Umdrehungen pro Minute	
UWG	Unterwassergranulierung	
v	spezifisches Volumen	m <sup>3</sup> /kg
W	Watt	
WAXS	Röntgenweitwinkelstreuung	
ZZ	Zylinderzone	
α	Signifikanzgrenze	%
γ	Deformation	%
γ̇	Schergeschwindigkeit	1/s
ΔU	Fließaktivierungsenergie	J/mol



## 8. Abkürzungen und Symbole

---

$\varepsilon$	Dehnung	%
$\eta$	Viskosität	Pa·s
$\lambda$	Wärmeleitfähigkeit	W/(m·K)
$\pi_p$	Druckkennzahl	(/)
$\pi_v$	Durchsatzkennzahl	(/)
$\sigma$	Spannung	MPa
$\omega$	Kreisfrequenz	1/s

## 9 Tabellenverzeichnis

TABELLE 1:	VERGLEICH DER MATERIALIEN PP BB412E UND BORMED™ DM55PHARM .....	26
TABELLE 2:	THEORETISCHER VOLLFAKTORIELLER VERSUCHSPLAN MIT ZWEI ZENTRAL- PUNKTEN .....	35
TABELLE 3:	KONSTANTE PROZESSPARAMETER FÜR ALLE VERSUCHE DIESER ARBEIT (AV: ANFAHRVENTIL, SP: SCHMELZEPUMPE, SW: SIEBWECHSLER, UWG: UNTERWASSERGRANULIERUNG, ZZ: ZYLINDERZONE, *: FALLS VERWENDET) .....	36
TABELLE 4:	REALISIERBARE PROZESSPARAMETER FÜR DAS COMPOUNDIEREN BEI EINEM DURCHSATZ VON 8 KG/H (MIT VAKUUMPUMPE) .....	37
TABELLE 5:	EINSTELLGRÖßEN DER VERSUCHSSERIEN FÜR DAS SCHNECKENZIEHEN DER STANDARDSCHNECKE MIT PP BORMED™ DM55PHARM (OHNE VAKUUMPUMPE) ..	38
TABELLE 6:	CHARAKTERISTISCHE PROZESSPARAMETER ZUR HERSTELLUNG DER GRANULATTYPEN FÜR DIE STOFFDATENMESSUNG (MIT VAKUUMPUMPE) .....	39
TABELLE 7:	PROZESSPARAMETER ZUR HERSTELLUNG DER PLATTEN FÜR DIE VISKOSITÄTSMESSUNG .....	40
TABELLE 8:	KONSTANTE GEOMETRIEDATEN DER SCHNECKEN UND DES ZYLINDERS .....	43
TABELLE 9:	PARAMETER DES CROSS-ANSATZES FÜR DIE DREI SIMULIERTEN MATERIALIEN..	46
TABELLE 10:	PARAMETEREINSTELLUNGEN DES VERSUCHSPLANS FÜR DIE TEMPERATUR- VALIDIERUNG (MIT VAKUUMPUMPE) .....	51
TABELLE 11:	VERSUCHSPLAN DER SGC-PROZESSE (MIT VAKUUMPUMPE) .....	55
TABELLE 12:	SPRITZGIEßPARAMETER DES SPRITZGIEßCOMPOUNDIERPROZESSES DER ZUGPRÜFKÖRPER (ZZ: ZYLINDERZONE) .....	57
TABELLE 13:	VERSUCHSPLAN DER VERWEILZEITMESSUNG AM COMPOUNDER FÜR DIE GEFÜLLTEN PP-TYPEN (OHNE VAKUUMPUMPE) .....	58
TABELLE 14:	VERSUCHSPLAN DER VERWEILZEITMESSUNG BEIM SPRITZGIEßCOMPOUNDIEREN FÜR DIE GEFÜLLTEN PP-TYPEN .....	59
TABELLE 15:	AUFLISTUNG DER 10 VERSUCHSSERIEN DES SGC-VERSUCHSPLANS, DEREN SAXS- PLATTEN UNTERSUCHT WURDEN .....	62
TABELLE 16:	ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS DER VERSUCHSEINSTELLUNGEN .....	63
TABELLE 17:	FÜLLUNG DER SCHNECKENELEMENTE BEI DEN DIVERSEN VERSUCHSEIN- STELLUNGEN (BLAU HINTERLEGTE FELDER: BEREICH DER ENTGASUNGSZONE) ..	64
TABELLE 18:	ÜBERSICHT ÜBER DIE DICHTEWERTE IN G/CM <sup>3</sup> BEI 15 UND 45 BAR UND 200 BZW. 230 °C .....	65
TABELLE 19:	PARAMETER DES CROSS-ARRHENIUS-ANSATZES (SIEHE ( 14 ) UND ( 15 )) FÜR ALLE VERWENDETEN MATERIALTYPEN BEI EINER BEZUGSTEMPERATUR VON 215 °C .....	67
TABELLE 20:	SIMULIERTE SCHNECKENBLÖCKE UND AUS DER SIMULATION (PP DM55 PUR BEI 200 °C, 8 KG/H, 55U/MIN, 45 BAR DRUCK AN DER SCHNECKENSPITZE) ERHALTENE MITTLERE DRÜCKE AM EINTRITTSQUERSCHNITT DER BLÖCKE (TEILGEFÜLLT BEDEUTET EINEN DRUCK VON 0 BAR); BLAU: ENTGASUNGSZONE, ROT/VIOLETT: SIMULIERTE SCHNECKENBLÖCKE .....	68
TABELLE 21:	ZU SIMULIERENDE VOLUMENDURCHSÄTZE IN CM <sup>3</sup> /S UND MASSENDURCHSÄTZE IN KG/H FÜR JEDES ELEMENT BEI 55 UND 145 U/MIN .....	72
TABELLE 22:	DRUCKAUFBAU (BAR) ALLER SCHNECKENELEMENTE BEI 55 UND 145 U/MIN (8 KG/H MASSENDURCHSATZ) .....	73
TABELLE 23:	VERGLEICH DER FÜLLGRADE UND MITTLEREN DRÜCKE ZWISCHEN SCHNECKEN- ZIEHVERSUCH, SIMULATION DER EINZELELEMENTE UND SIMULATION DER SCHNECKENBLÖCKE (PP DM55 PUR BEI 200 °C, 8 KG/H, 55U/MIN, 45 BAR DRUCK AN DER SCHNECKENSPITZE); BLAU: ENTGASUNGSZONE, ROT/VIOLETT: SIMULIERTE BLÖCKE .....	75
TABELLE 24:	DRUCKAUFBAU (BAR) ALLER SCHNECKENELEMENTE FÜR DIE GEFÜLLTEN PP- TYPEN .....	82
TABELLE 25:	AUFBAU DES STANDARDSCHNECKENBLOCKES UND DES OPTIMIERTEN SCHNECKENBLOCKES .....	88
TABELLE 26:	ELEMENTE AN DEN POSITIONEN DER DRUCKSENSOREN .....	97

## 9. Tabellenverzeichnis

---

TABELLE 27:	ERGEBNISSE DER VERWEILZEITMESSUNG IN ZYKLEN BEIM SPRITZGIEß-COMPOUNDIEREN FÜR DIE GEFÜLLTEN PP-TYPEN (*: HÄNDISCH ENTFORMT) ..	104
TABELLE 28:	MITTELWERTE (X) UND STANDARDABWEICHUNGEN (S) DES NANOFIL® 5-ANTEILS IN DEN PP-GRANULATTYPEN FÜR DIE STOFFDATENMESSUNG (MIT DER STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE COMPOUNDIERT) .....	105
TABELLE 29:	MITTELWERTE (X) UND STANDARDABWEICHUNGEN (S) DES NANOFIL® 5-ANTEILS IN DEN FERTIGEN PP BORMED™ DM55PHARM SPRITZGIEßTEILEN (*: HYPERBOLISCHE SPRITZGIEßDÜSE) .....	105
TABELLE 30:	VOLLFAKTORIELLER SGC-VERSUCHSPLAN MIT ZWEI ZENTRALPUNKTEN ZUR BESTIMMUNG DER GRÖÖE DES EINFLUSSES VON SCHNECKENDREHZAHL, GEGENDRUCK UND SCHNECKENGEOMETRIE AUF E-MODUL UND ZUGFESTIGKEIT (STELLVERTRETEND FÜR PP DM55PHARM).....	108
TABELLE 31:	ÜBERSICHT ÜBER DIE SIGNIFIKANZ DER FAKTOREN UND WECHSELWIRKUNGEN BEI DER PP-TYPE BORMED™ DM55PHARM ( $F_{1,121}=3,92$ ).....	110
TABELLE 32:	ERGEBNISSE DER ZIELGRÖÖENOPTIMIERUNG FÜR PP BORMED™ DM55PHARM .	111
TABELLE 33:	ÜBERSICHT ÜBER DIE SIGNIFIKANZ DES EINFLUSSES DER SCHNECKEN-GEOMETRIE AUF DEN E-MODUL UND DIE ZUGFESTIGKEIT BEI PP BORMED™ DM55PHARM ( $F_{1,24}=4,26$ ).....	112
TABELLE 34:	ÜBERSICHT ÜBER DIE SIGNIFIKANZ DER FAKTOREN UND WECHSELWIRKUNGEN BEI DER PP-TYPE BB412E ( $F_{1,121}=3,92$ ).....	114
TABELLE 35:	ERGEBNISSE DER ZIELGRÖÖENOPTIMIERUNG FÜR PP BB412E .....	116
TABELLE 36:	ÜBERSICHT ÜBER DIE SIGNIFIKANZ DES EINFLUSSES DER SCHNECKEN-GEOMETRIE AUF DEN E-MODUL UND DIE ZUGFESTIGKEIT BEI PP BB412E ( $F_{1,24}=4,26$ ) .....	117

## 10 Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 1:	SCHEMATISCHE STRUKTUR EINES 2:1 SCHICHTSILIKATES (SSS) WIE MONTMORILLONIT [24].....	4
ABBILDUNG 2:	SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER HERSTELLUNG EINES PP-NANOCOMPOSITES [24] .....	5
ABBILDUNG 3:	ANLAGENKONFIGURATION DES SPRITZGIEßCOMPOUNDERS.....	6
ABBILDUNG 4:	SPRITZGIEßCOMPOUNDER DES LEHRSTUHL FÜR SPRITZGIEßEN VON KUNSTSTOFFEN AN DER MONTANUNIVERSITÄT LEOBEN .....	7
ABBILDUNG 5:	VERGLEICH DER AUS DER SAXS-MESSUNG GEWONNENEN SPEKTREN FÜR NANOFIL® 5, UNGEFÜLLTEM UND GEFÜLLTEM PP.....	11
ABBILDUNG 6:	TEM-AUFNAHMEN VON VORWIEGEND INTERKALIERTEN (A) UND EXFOLIERTEN (B) SCHICHTSILIKATEN IN PP-NANOCOMPOSITES [33] .....	12
ABBILDUNG 7:	ARBEITSDIAGRAMM EINES EXTRUDERS: SCHNECKENKENNLINIE (1), DÜSENKENNLINIE (2), ARBEITSPUNKT (3), ARBEITSWEISE ALS REINE FÖRDERSCHNECKE (4), ARBEITSWEISE ALS DISKONTINUIERLICHER SCHNECKENMISCHER (5) [13].....	13
ABBILDUNG 8:	2-GÄNGIGE FÖRDERELEMENTE EINER DICHT KÄMMENDEN, GLEICHLAUFENDEN DOPPELSCHNECKE.....	14
ABBILDUNG 9:	MÖGLICHE ANORDNUNG VON PLASTIFIZIERELEMENTEN IN KOMBINATION MIT KONVENTIONELLEN FÖRDERELEMENTEN [15] .....	16
ABBILDUNG 10:	ARBEITSWEISE VON DREI- (LINKS) UND ZWEIGÄNGIGEN (RECHTS) KNETSCHEIBEN [15] .....	17
ABBILDUNG 11:	KNETELEMENT KB 3-2-15-60GRD-RE (LINKS) UND MISCHELEMENT GFM 2-30-30 (RECHTS).....	17
ABBILDUNG 12:	DIMENSIONSLOSE SCHNECKENKENNLINIE EINES SCHNECKENELEMENTS.....	21
ABBILDUNG 13:	MIT MALEINSÄUREANHYDRID GEPFROPFTES POLYPROPYLEN [21].....	26
ABBILDUNG 14:	DIMETHYL, DI(HYDRIERTER TALG) ALKYL AMMONIUM SALZ (HT: HYDRIERTER TALG) [37] .....	27
ABBILDUNG 15:	STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE FÜR DIE VERARBEITUNG VON PP BORMED™ DM55PHARM (A, B, C, D: KNETBLOCKZONEN).....	30
ABBILDUNG 16:	OPTIMIERTE SCHNECKENGEOMETRIE (AUS DER STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE ABGELEITET; A, B, C, D: KNETBLOCKZONEN) .....	30
ABBILDUNG 17:	VERSUCHSABLAUF DER ESSENTIELLEN ARBEITEN DER MASTERARBEIT .....	35
ABBILDUNG 18:	GRUNDSÄTZLICHER ABLAUF DES SIMULATIONSPROZESSES UND VERWENDETE MODULE .....	42
ABBILDUNG 19:	ÜBERSICHT ÜBER DIE VERWENDETEN SCHNECKENELEMENTE .....	43
ABBILDUNG 20:	DARSTELLUNG DES OPTIMierten NETZES DES ZYLINDERKANALS.....	44
ABBILDUNG 21:	DARSTELLUNG DES NETZES DER DOPPELSCHNECKE.....	44
ABBILDUNG 22:	DRUCKVERTEILUNG ÜBER DEN AUSTRITTSQUERSCHNITT VON DREI AUFEINANDERFOLGENDEN GFA 2-30-30 ELEMENTEN (SCHNECKENSPITZE MIT EINEM GEGENDRUCK VON 45 BAR BEAUFSCHLAGT) .....	48
ABBILDUNG 23:	DARSTELLUNG DER LINIEN 1 BIS 3 (UNTER ANDEREM ZUR AUSWERTUNG DES DRUCKVERLAUFS IN AXIALE RICHTUNG).....	48
ABBILDUNG 24:	DRUCKVERLAUF ENTLANG DER LINIEN 1, 2 UND 3 IN AXIALE RICHTUNG.....	49
ABBILDUNG 25:	VERLAUF DES MIXING-INDEX ENTLANG DER LINIEN 1, 2 UND 3 IN AXIALE RICHTUNG .....	49
ABBILDUNG 26:	DARSTELLUNG DER POSITIONEN DER DRUCKSENSOREN FÜR DIE DRUCKVALIDIERUNG .....	52
ABBILDUNG 27:	SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER STANDARDSPRITZGIEßDÜSE (LINKS) UND DER HYPERBOLISCHEN DÜSE (RECHTS) [1].....	54
ABBILDUNG 28:	SPRITZGIEßWERKZEUGE FÜR DIE HERSTELLUNG DER ZUGPRÜFKÖRPER (LINKS) UND SAXS-PLATTEN (RECHTS).....	56
ABBILDUNG 29:	SKIZZE DES MITTELS SAXS UNTERSUCHTEN BEREICHS DER SPRITZGIEß-COMPOUNDIERTEN PLATTE .....	61
ABBILDUNG 30:	VISKOSITÄTSKURVEN BEI 200, 215 UND 230 °C FÜR PP BORMED™ DM55PHARM 66	

## 10. Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 31:	VISKOSITÄTSKURVEN BEI 200, 215 UND 230 °C FÜR PP BB412E.....	66
ABBILDUNG 32:	URSPRÜNGLICHER UND GEMITTELTEN DRUCKVERLAUF ENTLANG VON LINIE 1...70	
ABBILDUNG 33:	MAX. VOLUMENDURCHSÄTZE DER EINZELNEN SCHNECKENELEMENTE BEI 55 U/MIN UND 145 U/MIN .....	71
ABBILDUNG 34:	DRUCKAUFBAU ALLER SCHNECKENELEMENTE BEI 8 KG/H UND 55 U/MIN.....	73
ABBILDUNG 35:	DRUCKVERLAUF AUS DER KUMULATION DER SIMULATIONSERGEBNISSE DER EINZELELEMENTE .....	76
ABBILDUNG 36:	DIMENSIONSBEHAFTETE SCHNECKENKENNLINIEN DER FÖRDERELEMENTE UND DES GEGENFÖRDERELEMENTS FÜR UNGEFÜLLTES PP BORMED™ DM55PHARM ...	78
ABBILDUNG 37:	DIMENSIONSLOSE SCHNECKENKENNLINIEN DER FÖRDERELEMENTE UND DES GEGENFÖRDERELEMENTS FÜR UNGEFÜLLTES PP BORMED™ DM55PHARM .....	78
ABBILDUNG 38:	DIMENSIONSLOSE KENNLINIEN DES ELEMENTS GFA 2-30-30 FÜR DIE SCHNECKEN- DREHZAHLEN 55 U/MIN UND 145 U/MIN BEI MASSETEMPERATUREN VON 200 °C, 215 °C UND 230 °C .....	79
ABBILDUNG 39:	DIMENSIONSLOSE KENNLINIEN DES ELEMENTS GFA 2-30-30 FÜR DAS UNGEFÜLLTE MATERIAL PP BORMED™ DM55PHARM UND DAS GEFÜLLTE PP BB412E BEI EINER MASSETEMPERATUR VON 230 °C UND DEN SCHNECKEN- DREHZAHLEN 55 U/MIN UND 145 U/MIN .....	80
ABBILDUNG 40:	DIMENSIONSLOSE KENNLINIEN DES ELEMENTS GFA 2-30-30 FÜR DIE SCHNECKENDREHZAHLEN 55 U/MIN, 100 U/MIN UND 145 U/MIN.....	81
ABBILDUNG 41:	DRUCKAUFBAU ALLER SCHNECKENELEMENTE BEI 8 KG/H UND 100 U/MIN.....	83
ABBILDUNG 42:	DISSIPIERTE SPEZIFISCHE LEISTUNG (W/M <sup>3</sup> ) ALLER SCHNECKENELEMENTE FÜR 8 KG/H UND 55 U/MIN .....	84
ABBILDUNG 43:	DISSIPIERTE SPEZIFISCHE LEISTUNG (W/M <sup>3</sup> ) ALLER SCHNECKENELEMENTE FÜR 8 KG/H UND 145 U/MIN .....	84
ABBILDUNG 44:	DARSTELLUNG DES EINFLUSSES VON SCHUBSPANNUNG $\tau$ UND BEANSPRUCH- UNGSZEIT T AUF DEN ZERTEILGRAD 1/A VON RUßAGGLOMERATEN IN EINER PE- SCHMELZE (VERSUCHE MIT EINEM EINSCHNECKENEXTRUDER) [25] .....	86
ABBILDUNG 45:	DISSIPIERTE SPEZIFISCHE LEISTUNG UND SCHUBSPANNUNG ALLER SCHNECKEN- ELEMENTE FÜR 8 KG/H UND 55 U/MIN FÜR UNGEFÜLLTES PP BORMED™ DM55PHARM .....	87
ABBILDUNG 46:	VERGLEICH DER STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE (OBEN) UND DER OPTIMIERTEN SCHNECKENGEOMETRIE (UNTEN).....	88
ABBILDUNG 47:	VERGLEICH DER AUF DAS GESAMTE VOLUMEN DES URSPRÜNGLICHEN UND DES OPTIMIERTEN SCHNECKENBLOCKS BEZOGENE DISSIPATION IN WATT .....	89
ABBILDUNG 48:	VERGLEICH DES DRUCKVERLAUFS ENTLANG DER STANDARDSCHNECKEN- GEOMETRIE UND DER OPTIMIERTEN SCHNECKENGEOMETRIE.....	90
ABBILDUNG 49:	VERGLEICH DES DRUCKVERLAUFS DES STANDARDSCHNECKENBLOCKS UND DES OPTIMIERTEN SCHNECKENBLOCKS IM ZWICKELBEREICH .....	91
ABBILDUNG 50:	VERGLEICH DES MIXING-INDEX-VERLAUFS DES STANDARDSCHNECKENBLOCKS UND DES OPTIMIERTEN SCHNECKENBLOCKS IM ZWICKELBEREICH.....	92
ABBILDUNG 51:	VERGLEICH DES SCHERGESCHWINDIGKEITSVERLAUFS DES STANDARD- SCHNECKENBLOCKS UND DES OPTIMIERTEN SCHNECKENBLOCKS IM RAND- BEREICH DES SCHNECKENZYLINDERS.....	93
ABBILDUNG 52:	DIAGRAMM DER MASSETEMPERATURWERTE FÜR GEFÜLLTES PP BORMED™ DM55PHARM IM ADAPTER AN DER SCHNECKENSPITZE MIT EINEM SCHWERT- FÜHLER BZW. MASSETEMPERATURFÜHLER (*) GEMESSEN (T <sub>z</sub> = 200 °C) .....	96
ABBILDUNG 53:	POSITIONEN DER DRUCKSENSOREN ENTLANG DER SCHNECKENGEOMETRIE .....	97
ABBILDUNG 54:	DRUCKWERTE (BAR) FÜR SIMULATION UND PRAXIS BEI 8 KG/H, 55 U/MIN UND 45 BAR; MASSETEMPERATUREN: DM55 = 200 °C, BB412E = 230 °C.....	98
ABBILDUNG 55:	DIAGRAMM DER VERWEILZEITEN (S) AM COMPOUNDER FÜR DIE GEFÜLLTEN PP- TYPEN; MASSETEMPERATUREN: DM55 = 200 °C, BB412E = 230 °C.....	103
ABBILDUNG 56:	DARSTELLUNG EINES REPRÄSENTATIVEN SPANNUNGS-DEHNUNGSVERLAUF EINES MIT SCHICHTSILIKAT GEFÜLLTEN POLYPROPYLENS .....	107
ABBILDUNG 57:	DARSTELLUNG DES E-MODULS IN ABHÄNGIGKEIT DER PROZESSPARAMETER FÜR DIE STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE UND DIE OPTIMIERTE SCHNECKEN- GEOMETRIE .....	109

## 10. Abbildungsverzeichnis

---

ABBILDUNG 58: DARSTELLUNG DER ZUGFESTIGKEIT IN ABHÄNGIGKEIT DER PROZESSPARAMETER FÜR DIE STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE UND DIE OPTIMIERTE SCHNECKENGEOMETRIE .....	111
ABBILDUNG 59: DARSTELLUNG DER ZUGFESTIGKEIT IN ABHÄNGIGKEIT DER PROZESSPARAMETER FÜR DIE STANDARDSCHNECKENGEOMETRIE UND DIE OPTIMIERTE SCHNECKENGEOMETRIE .....	115
ABBILDUNG 60: SPEKTREN DER SAXS-MESSUNGEN DER PROBEN AUS GEFÜLTEM PP BORMED™ DM55PHARM .....	119
ABBILDUNG 61: SPEKTREN DER SAXS-MESSUNGEN DER PROBEN AUS GEFÜLTEM PP BB412E ...	121

# 11 Anhang

## Dichtebestimmung mittels pvT-Messung

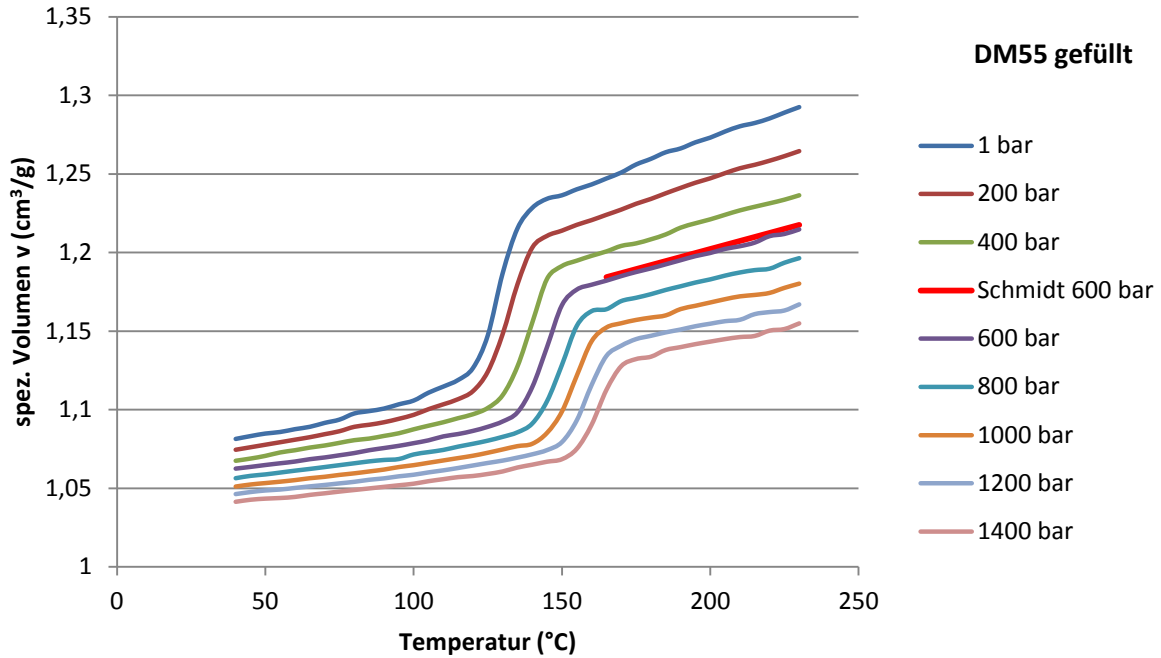


Abbildung 1A: pvT-Kurven und Schmidt-Approximation für das gefüllte PP Bormed™ DM55pharm

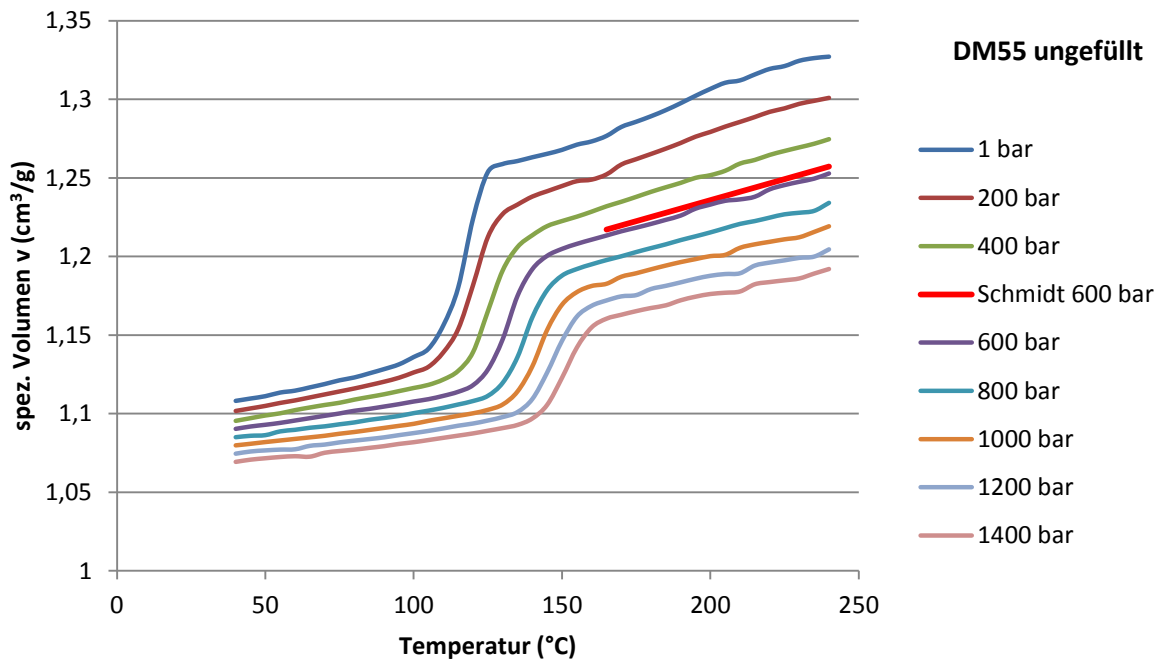


Abbildung 2A: pvT-Kurven und Schmidt-Approximation für das ungefüllte PP Bormed™ DM55pharm

## 11. Anhang

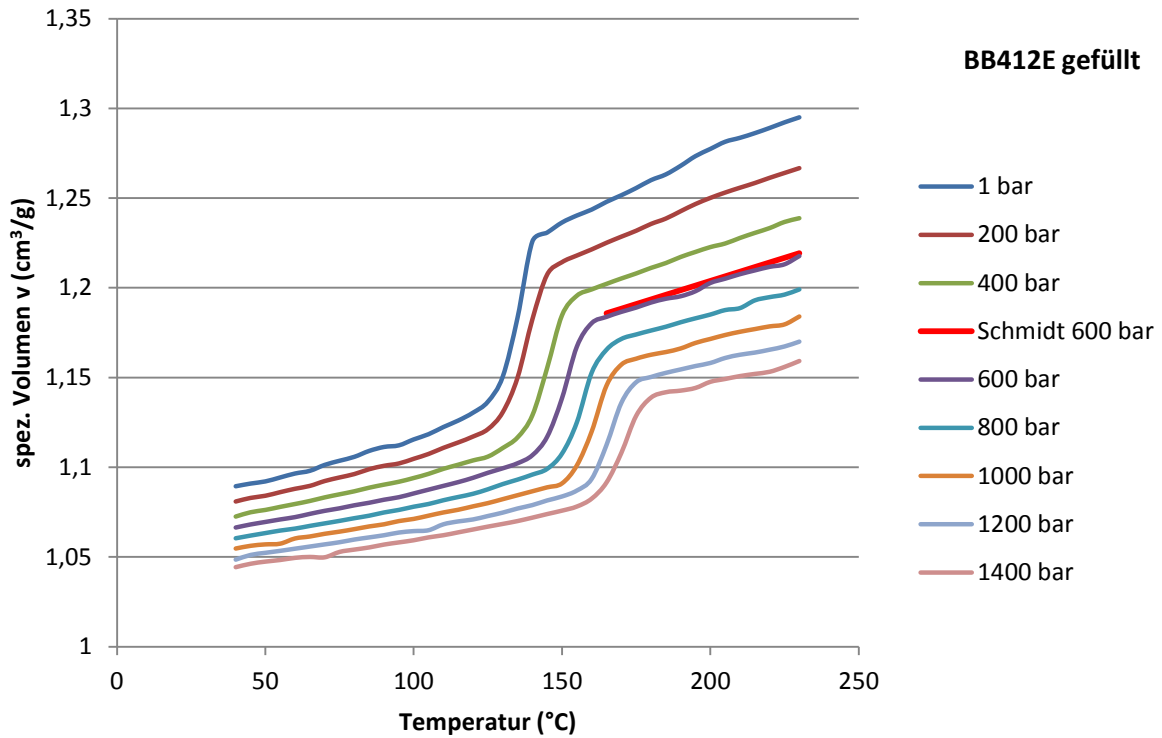


Abbildung 3A:  $p$  $v$  $T$ -Kurven und Schmidt-Approximation für das gefüllte PP BB412E

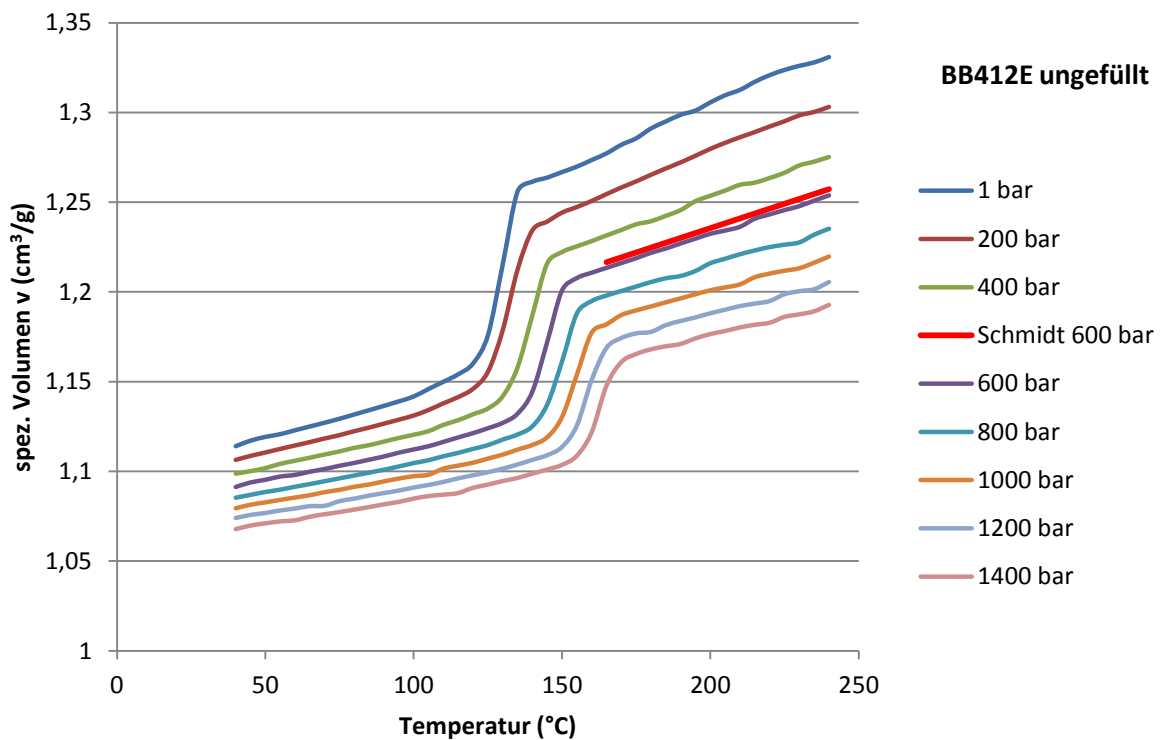


Abbildung 4A:  $p$  $v$  $T$ -Kurven und Schmidt-Approximation für das ungefüllte PP BB412E



## 11. Anhang

### Temperaturkontrolle

*Tabelle 1A: Massetemperaturwerte in °C für gefülltes PP Bormed™ DM55pharm im Adapter an der Schneckenspitze mit einem Schwertfühler (SF) und mit dem Massetemperaturfühler (MT) des Extruders gemessen*

Einstellung	Massetemperatur (°C)			
	Standardschnecke		Optimierte Schnecke	
	SF	MT	SF	MT
<b>8 kg/h, 55 U/min, 15 bar</b>	191,7	192,3	190,8	190,2
<b>8 kg/h, 55 U/min, 45 bar</b>	192,2	192,3	190,8	190,2
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar</b>	194,5	193,3	193,4	192,3
<b>8 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	196,5	195,4	194,7	193,3
<b>8 kg/h, 145 U/min, 45 bar</b>	199,3	197,4	198,6	195,4
<b>11 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	197,0	193,3	195,3	194,3
<b>16 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	-	195,4	-	193,3

*Tabelle 2A: Massetemperaturwerte in °C für gefülltes PP BB412E im Adapter an der Schneckenspitze mit einem Schwertfühler (SF) und mit dem Massetemperaturfühler (MT) des Extruders gemessen*

Einstellung	Massetemperatur (°C)			
	Standardschnecke		Optimierte Schnecke	
	SF	MT	SF	MT
<b>8 kg/h, 55 U/min, 15 bar</b>	219,6	220,0	218,7	219,0
<b>8 kg/h, 55 U/min, 45 bar</b>	220,0	220,0	218,9	218,0
<b>8 kg/h, 100 U/min, 30 bar</b>	222,7	222,1	221,4	220,0
<b>8 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	223,8	222,1	222,4	222,1
<b>8 kg/h, 145 U/min, 45 bar</b>	226,0	224,1	224,6	222,1
<b>11 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	224,4	220,0	223,1	222,1
<b>16 kg/h, 145 U/min, 15 bar</b>	-	223,1	-	221,1

## 11. Anhang

### Druckvalidierung

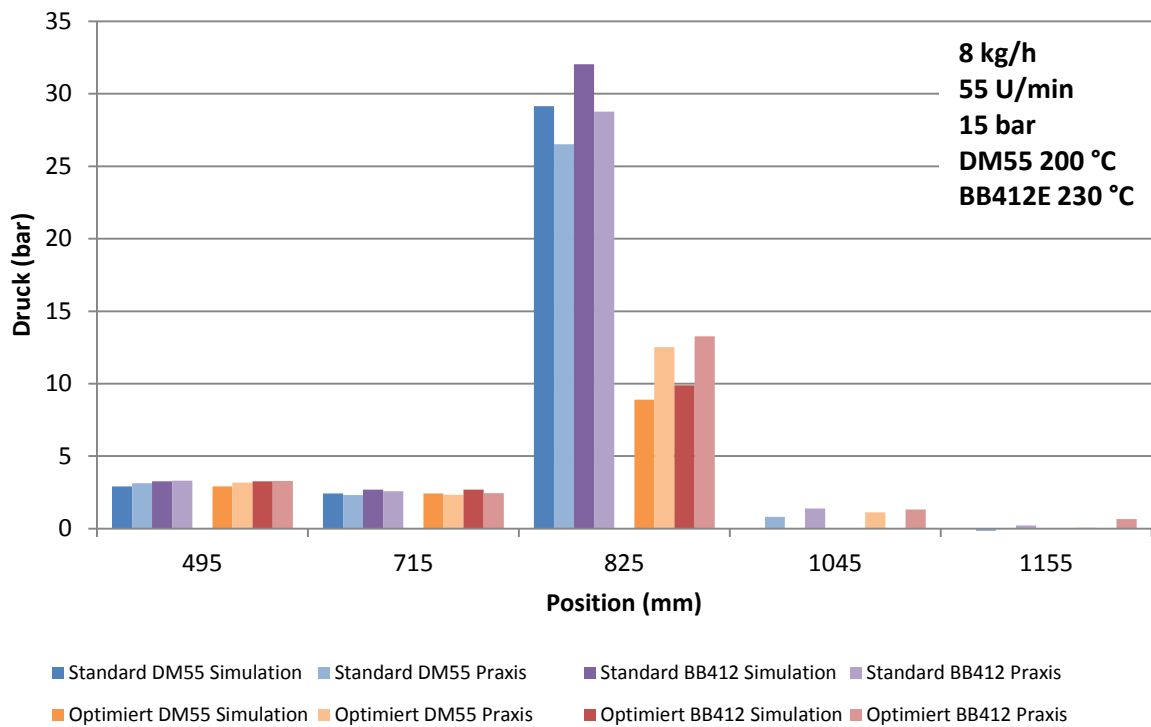


Abbildung 5A: Diagramm der Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 8 kg/h, 55 U/min und 15 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412 = 230 °C

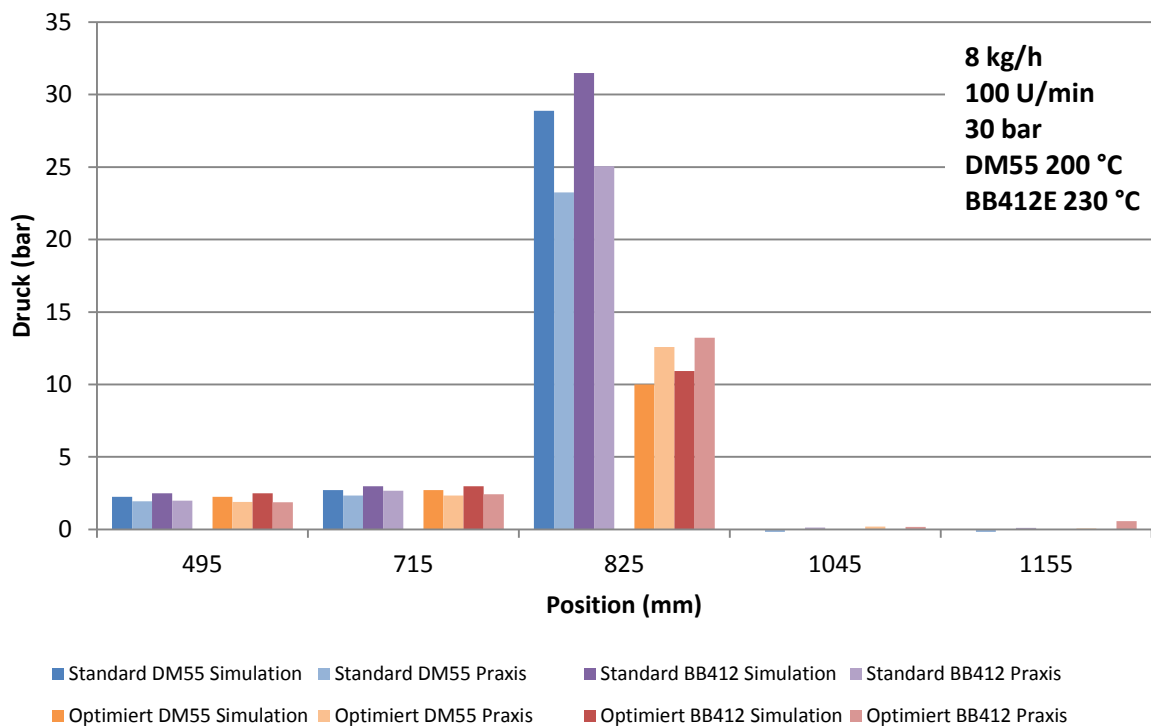


Abbildung 6A: Diagramm der Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 8 kg/h, 100 U/min und 30 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412 = 230 °C

## 11. Anhang

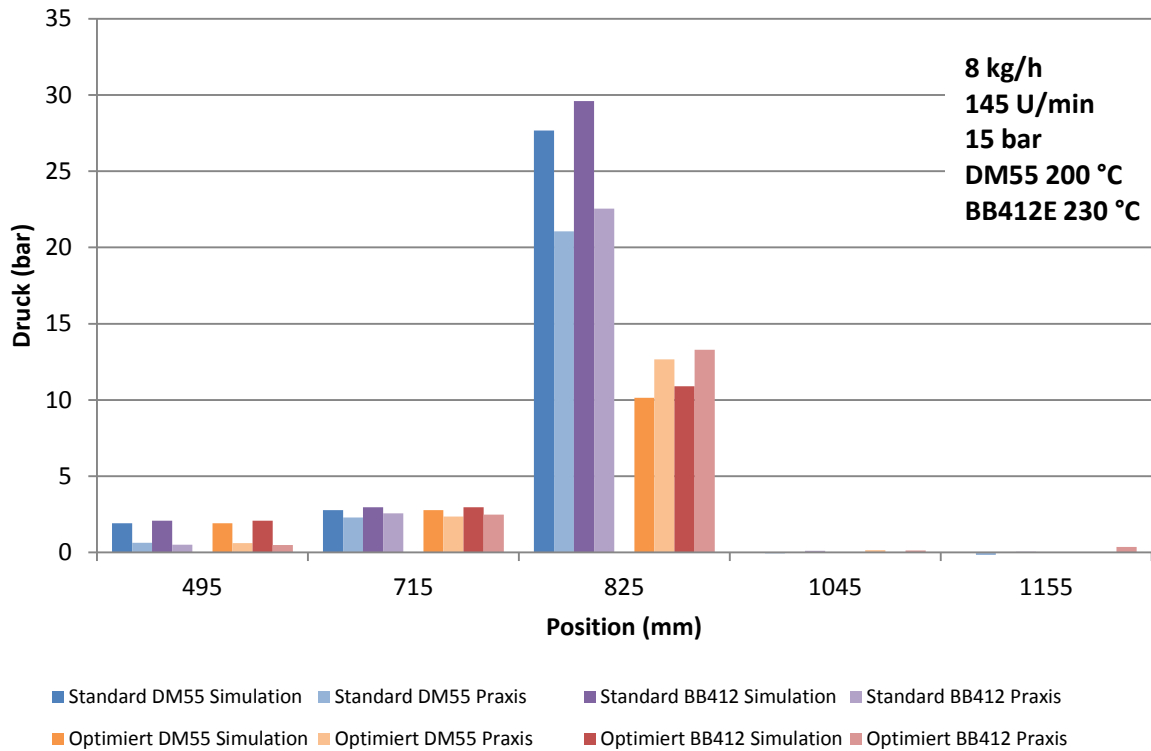


Abbildung 7A: Diagramm der Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 8 kg/h, 145 U/min und 15 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412 = 230 °C

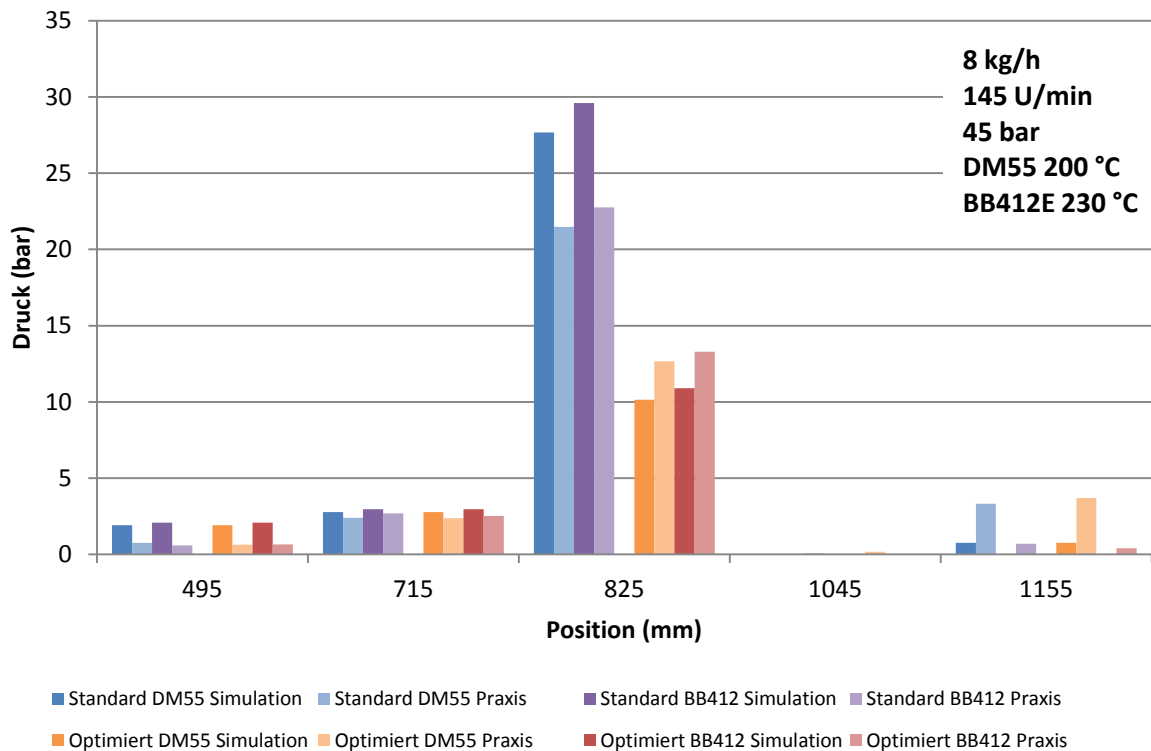


Abbildung 8A: Diagramm der Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 8 kg/h, 145 U/min und 45 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412 = 230 °C

## 11. Anhang

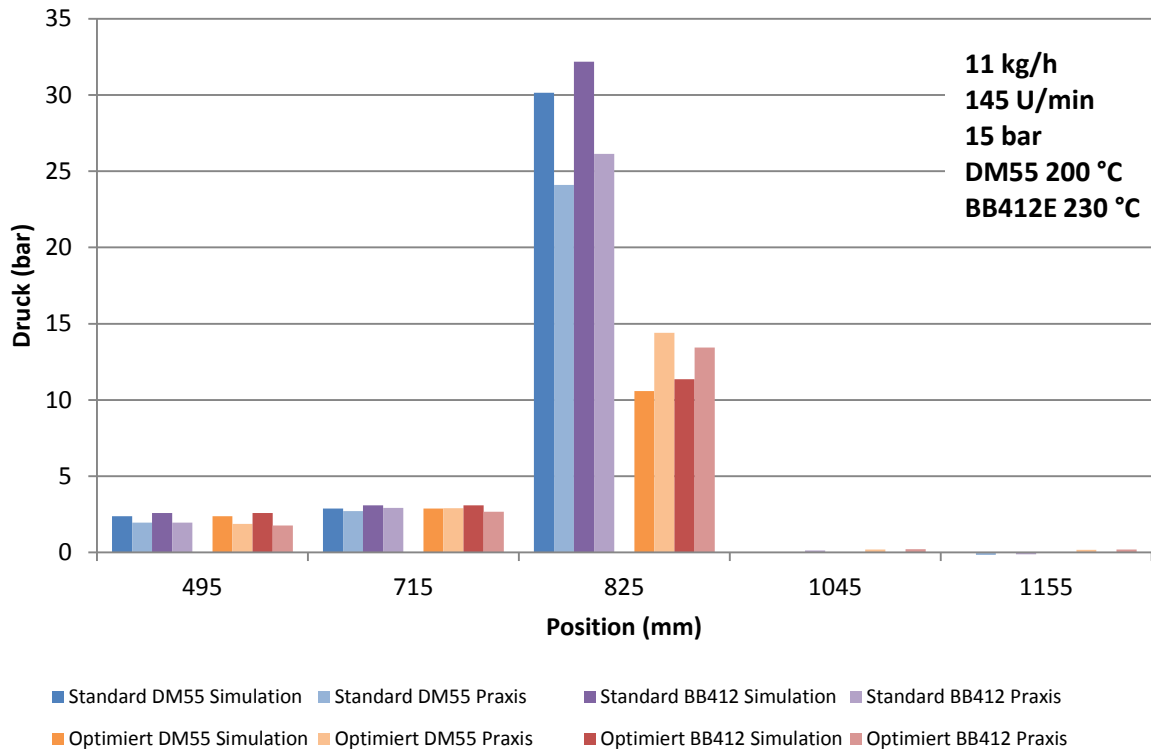


Abbildung 9A: Diagramm der Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 11 kg/h, 145 U/min und 15 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412 = 230 °C

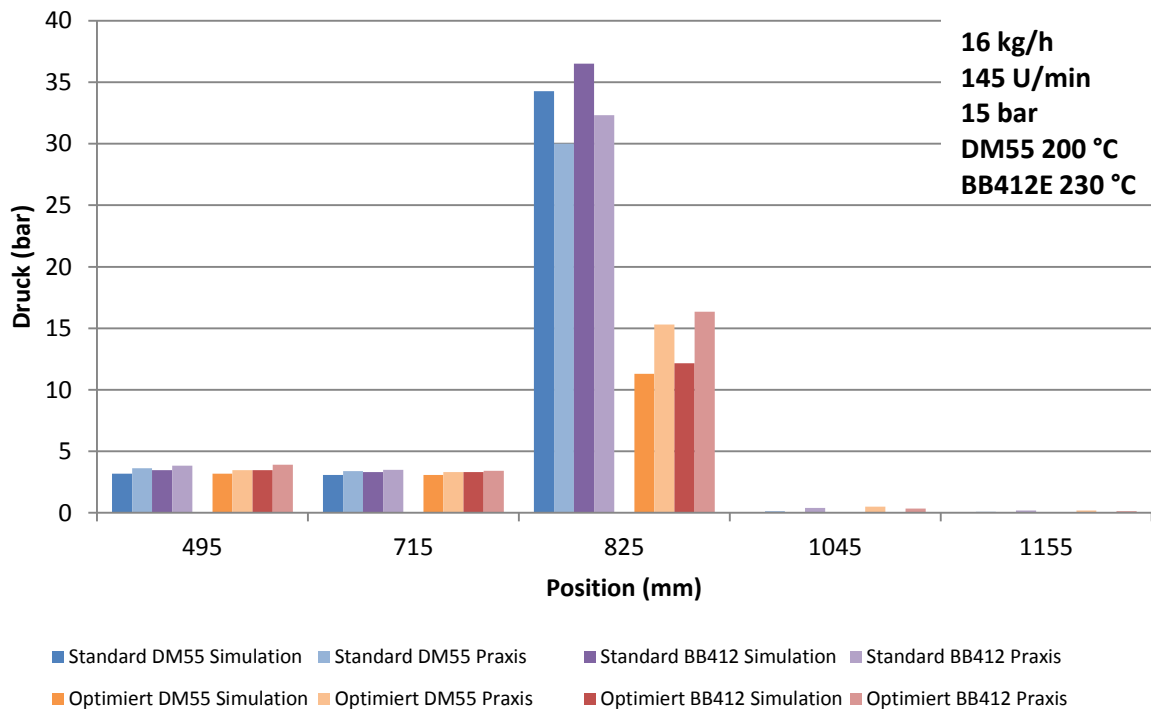


Abbildung 10A: Diagramm der Druckwerte (bar) für Simulation und Praxis bei 16 kg/h, 145 U/min und 15 bar; Massetemperaturen: DM55 = 200 °C, BB412 = 230 °C

## 11. Anhang

Tabelle 3A: Übersicht der Druckwerte (bar) bei der Validierung mit der Standardschneckengeometrie und gefülltem PP Bormed™ DM55pharm

Einstellung		Druck (bar)				
		Axiale Position (mm)				
		495	715	825	1045	1155
8 kg/h, 55 U/min, 15 bar	Simulation	2,91	2,43	29,13	0	0
	Experiment	3,14	2,31	26,51	0,82	0
8 kg/h, 55 U/min, 45 bar	Simulation	2,91	2,43	29,13	1,43	19,92
	Experiment	3,14	2,26	26,83	2,83	19,29
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar	Simulation	2,26	2,72	28,88	0	0
	Experiment	1,95	2,33	23,24	0	0
8 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	1,91	2,77	27,66	0	0
	Experiment	0,64	2,30	21,06	0	0
8 kg/h, 145 U/min, 45 bar	Simulation	1,91	2,77	27,66	0	0,77
	Experiment	0,76	2,41	21,48	0	3,32
11 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	2,39	2,89	30,14	0	0
	Experiment	1,97	2,71	24,09	0,02	0
16 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	3,18	3,08	34,25	0	0
	Experiment	3,64	3,40	29,99	0,13	0,09

Tabelle 4A: Übersicht der Druckwerte (bar) bei der Validierung mit der Standardschneckengeometrie und gefülltem PP BB412E

Einstellung		Druck (bar)				
		Axiale Position (mm)				
		495	715	825	1045	1155
8 kg/h, 55 U/min, 15 bar	Simulation	3,26	2,70	32,03	0	0
	Experiment	3,32	2,59	28,77	1,38	0,23
8 kg/h, 55 U/min, 45 bar	Simulation	3,26	2,70	32,03	0	17,24
	Experiment	3,27	2,51	29,07	1,68	18,42
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar	Simulation	2,49	2,98	31,47	0	0
	Experiment	1,98	2,68	25,05	0,13	0,12
8 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	2,08	2,97	29,59	0	0
	Experiment	0,52	2,57	22,54	0,11	0,06
8 kg/h, 145 U/min, 45 bar	Simulation	2,08	2,97	29,59	0	0
	Experiment	0,59	2,69	22,76	0,07	0,70
11 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	2,60	3,10	32,19	0	0
	Experiment	1,96	2,93	26,13	0,13	0
16 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	3,46	3,31	36,51	0	0
	Experiment	3,84	3,51	32,31	0,41	0,20

## 11. Anhang

Tabelle 5A: Übersicht der Druckwerte (bar) bei der Validierung mit der optimierten Schneckengeometrie und gefülltem PP Bormed™ DM55pharm

Einstellung		Druck (bar)				
		Axiale Position (mm)				
		495	715	825	1045	1155
8 kg/h, 55 U/min, 15 bar	Simulation	2,91	2,43	8,90	0	0
	Experiment	3,17	2,34	12,51	1,12	0,06
8 kg/h, 55 U/min, 45 bar	Simulation	2,91	2,43	8,90	1,43	19,92
	Experiment	3,14	2,28	12,39	3,49	20,44
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar	Simulation	2,26	2,72	9,99	0	0
	Experiment	1,89	2,33	12,58	0,19	0,07
8 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	1,91	2,77	10,15	0	0
	Experiment	0,61	2,35	12,66	0,16	0,04
8 kg/h, 145 U/min, 45 bar	Simulation	1,91	2,77	10,15	0	0,77
	Experiment	0,63	2,38	12,66	0,18	3,71
11 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	2,39	2,89	10,59	0	0
	Experiment	1,88	2,90	14,40	0,20	0,17
16 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	3,18	3,08	11,31	0	0
	Experiment	3,47	3,32	15,31	0,50	0,19

Tabelle 6A: Übersicht der Druckwerte (bar) bei der Validierung mit der optimierten Schneckengeometrie und gefülltem PP BB412E

Einstellung		Druck (bar)				
		Axiale Position (mm)				
		495	715	825	1045	1155
8 kg/h, 55 U/min, 15 bar	Simulation	3,26	2,70	9,89	0	0
	Experiment	3,29	2,46	13,26	1,32	0,66
8 kg/h, 55 U/min, 45 bar	Simulation	3,26	2,70	9,89	0	17,24
	Experiment	3,32	2,45	13,25	1,82	19,03
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar	Simulation	2,49	2,98	10,93	0	0
	Experiment	1,87	2,42	13,23	0,17	0,57
8 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	2,08	2,97	10,90	0	0
	Experiment	0,49	2,48	13,29	0,13	0,36
8 kg/h, 145 U/min, 45 bar	Simulation	2,08	2,97	10,90	0	0
	Experiment	0,66	2,52	13,30	0	0,4
11 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	2,60	3,10	11,37	0	0
	Experiment	1,77	2,68	13,45	0,22	0,20
16 kg/h, 145 U/min, 15 bar	Simulation	3,46	3,31	12,15	0	0
	Experiment	3,91	3,43	16,35	0,35	0,15

## 11. Anhang

### Verweilzeitmessung

Tabelle 7A: Ergebnisse der Verweilzeitmessung am Compounder für die gefüllten PP-Typen

Einstellung	Verweilzeit (s)			
	Standardschnecke		Optimierte Schnecke	
	DM55 gef.	BB412 gef.	DM55 gef.	BB412 gef.
8 kg/h, 50 U/min, 15 bar	195	210	205	225
8 kg/h, 50 U/min, 45 bar	200	215	210	225
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar	172	182	177	187
8 kg/h, 150 U/min, 15 bar	155	175	161	180
8 kg/h, 150 U/min, 45 bar	158	175	165	180
11 kg/h, 150 U/min, 15 bar	121	127	127	135
16 kg/h, 150 U/min, 15 bar	90	95	90	96

### Glührückstandsmessungen

Tabelle 8A: Mittelwerte ( $\bar{x}$ ) und Standardabweichungen ( $s$ ) des Nanofil® 5-Anteils in den fertigen PP BB412E Spritzgießteilen (\*: hyperbolische Spritzgießdüse)

	Standardschnecke		Optimierte Schnecke	
	$\bar{x}$ (Gew.-%)	$s$ (Gew.-%)	$\bar{x}$ (Gew.-%)	$s$ (Gew.-%)
8 kg/h, 55 U/min, 15 bar	4,92	0,04	4,88	0,03
8 kg/h, 55 U/min, 45 bar	4,80	0,05	4,86	0,07
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar	4,79	0,03	4,83	0,05
8 kg/h, 100 U/min, 30 bar *	4,86	0,06	4,90	0,05
8 kg/h, 145 U/min, 15 bar	4,86	0,09	4,92	0,19
8 kg/h, 145 U/min, 45 bar	4,84	0,11	4,79	0,05
11 kg/h, 145 U/min, 15 bar	4,88	0,07	4,96	0,22

## 11. Anhang

### Zugprüfungen

Tabelle 9A: Mittelwerte ( $\bar{x}$ ) und Standardabweichungen ( $s$ ) der Zugprüfungskennwerte des Materials PP Bormed™ DM55pharm

		E-Modul		Zugfestigkeit	
		(MPa)		(MPa)	
		$\bar{x}$	$s$	$\bar{x}$	$s$
8 kg/h pur 100 U/min 30 bar 200 °C	Standard	1934	40	36,82	0,21
	Optimiert	1985	82	36,98	0,20
8 kg/h 55 U/min 15 bar 200 °C	Standard	2299	63	38,37	0,09
	Optimiert	2333	90	38,23	0,10
8 kg/h 55 U/min 45 bar 200 °C	Standard	2339	38	38,73	0,07
	Optimiert	2291	44	38,20	0,09
8 kg/h 100 U/min 30 bar 200 °C	Standard	2281	44	38,57	0,09
	Optimiert	2294	39	38,40	0,09
8 kg/h 100 U/min 30 bar hyperbolisch 200 °C	Standard	2305	60	38,37	0,10
	Optimiert	2318	91	38,44	0,07
8 kg/h 145 U/min 15 bar 200 °C	Standard	2319	100	38,87	0,10
	Optimiert	2394	148	38,70	0,13
8 kg/h 145 U/min 45 bar 200 °C	Standard	2359	98	38,88	0,07
	Optimiert	2287	30	38,55	0,12
11 kg/h 145 U/min 15 bar 200 °C	Standard	2338	97	38,76	0,08
	Optimiert	2226	99	39,00	0,11



## 11. Anhang

Tabelle 10A: Mittelwerte ( $\bar{x}$ ) und Standardabweichungen ( $s$ ) der Zugprüfungskennwerte des Materials PP BB412E

		E-Modul		Zugfestigkeit	
		(MPa)		(MPa)	
		$\bar{x}$	$s$	$\bar{x}$	$s$
8 kg/h pur 100 U/min 30 bar 230 °C	Standard	1570	80	27,74	0,06
	Optimiert	1429	21	27,43	0,06
8 kg/h 55 U/min 15 bar 230 °C	Standard	1840	67	28,92	0,07
	Optimiert	1749	52	28,68	0,04
8 kg/h 55 U/min 45 bar 230 °C	Standard	1766	21	29,26	0,04
	Optimiert	1709	47	28,97	0,08
8 kg/h 100 U/min 30 bar 230 °C	Standard	1894	139	28,99	0,05
	Optimiert	1807	67	28,91	0,06
8 kg/h 100 U/min 30 bar hyperbolisch 230 °C	Standard	1774	46	28,95	0,07
	Optimiert	1851	58	28,95	0,07
8 kg/h 145 U/min 15 bar 230 °C	Standard	1802	61	29,43	0,05
	Optimiert	1790	43	28,90	0,06
8 kg/h 145 U/min 45 bar 230 °C	Standard	1754	54	29,07	0,06
	Optimiert	1770	47	28,87	0,04
11 kg/h 145 U/min 15 bar 230 °C	Standard	1845	27	29,22	0,06
	Optimiert	1889	103	29,02	0,09

## 11. Anhang

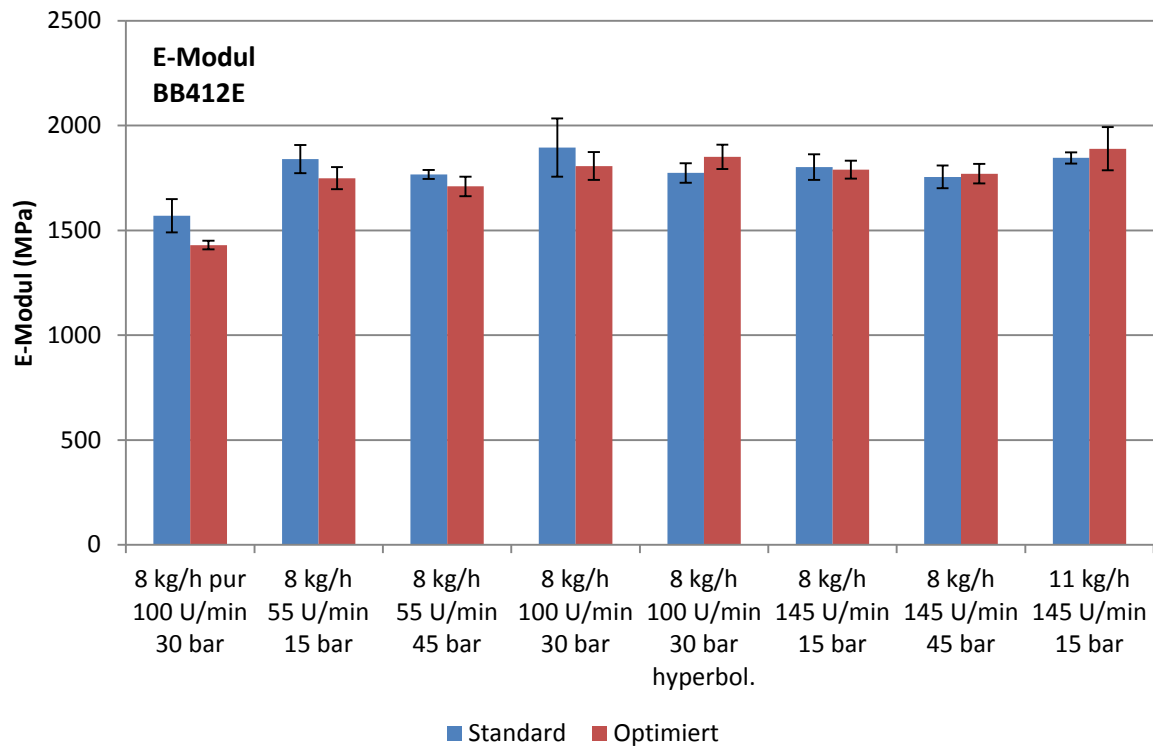


Abbildung 11A: Darstellung des E-Moduls in Abhängigkeit der Prozessparameter für die Standardschneckengeometrie und die optimierte Schneckengeometrie des Materials PP BB412E