# Plastische Energiedissipation bei der Verarbeitung thermoplastischer Formmassen auf dem gleichläufigen Doppelschneckenextruder

vorgelegt von M. Eng. Alexander Knieper

von der Fakultät III – Prozesswissenschaften der Technischen Universität Berlin zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften - Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender:	Prof. Dr. rer. nat. Walter Reimers
Gutachter:	Prof. DrIng. Manfred H. Wagner
Gutachter:	Prof. DrIng. Roger Weinlein

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 20.07.2018

Berlin 2019

# I Danksagung

Zuerst möchte ich mich bei den betreuenden Professoren bedanken. Herrn Prof. Dr.-Ing. Manfred H. Wagner für seinen Ansporn, den anspruchsvollen Austausch und die konstruktiven Diskussionen in einer angenehmen Atmosphäre. Ganz besonders Herrn Prof. Dr.-Ing. Roger Weinlein für seinen stets konstruktiven Input und seine Geduld über einen langen Zeitraum beginnend mit der Betreuung meiner Studien- und Bachelorarbeit schon zu meiner Studienzeit. Ich habe Ihnen viel zu verdanken! Prof. Dr. rer. nat. Walter Reimers für die Übernahme des Vorsitzes der Disputation.

Diese Arbeit ist im Rahmen der Forschungsprojekte "optimized plastication in extruders for better economy and product properties", finanziert durch das Dutch Polymer Institute (DPI), und "Untersuchung von Aufschmelzzonen für das wirtschaftliche Compoundieren auf gleichläufigen Doppelschneckenextrudern" finanziert durch die AiF in meiner Zeit beim deutschen Kunststoffinstitut (DKI) und Fraunhofer Institut LBF entstanden. Daher gilt mein Dank sowohl den Geldgebern als auch dem Projektpartner im KTP. Hier besonders Frau Westhuis (geb. Scharr). Danke Kim!

Im Zuge der Projekte haben mir besonders die Herren Bierdel, Kohlgrüber, Elemans, die Firma Coperion mit den Herrn Büter, Kyrion und Munz geholfen. Vielen Dank!

Ein besonderer Dank geht an Dr. Christian Beinert, der mir die Möglichkeit gegeben hat an vielen interessanten Themen im Rahmen meiner Zeit am DKI und LBF zu arbeiten bzw. mich in viele anspruchsvolle Themen einzuarbeiten und mir ein wirklich guter Chef war. Auch der Austausch mit meinen damaligen Kollegen Sascha Sedelmeier, Felix Dillenberger, Felix Weidmann, Axel Nierbauer hat mir bei der Arbeit geholfen und mich weiter gebracht. Besten Dank. Ihr seid tolle Kollegen!

Weiterhin will ich mich bei den zahlreichen Studenten bedanken, die sich den Herausforderungen gestellt haben, sich in kurzer Zeit in dieses komplexe Thema einzuarbeiten und mit Ihren Ergebnissen die Projekte weitergebracht haben. Daher vielen Dank an Guntram, Alex, Michael, Ben, Tobi, Ben und Michael.

Die Herren Dr. Steininger und Dr. Weber, die mich in der Zeit bei der BASF betreut haben und mir dabei die Forschung nahegebracht und mir beigebracht haben, sich und die Ergebnisse immer wieder zu hinterfragen, möchte ich noch erwähnen. Ich erinnere mich noch gerne an die Zeit zurück. Vielen Dank!

Zuletzt möchte ich mich für die Unterstützung bei meiner Familie bedanken. Ihr seid mein Fels in der Brandung. Herzlichen Dank!

## II Kurzfassung

Das initiale Aufschmelzen von thermoplastischen Polymeren durch plastische Energiedissipation ist nicht hinreichend verstanden und bildet noch heute eine entscheidende Wissenslücke bei der Prozessbeschreibung des gleichläufigen Doppelschneckenextruders.

Es wird ein Testaufbau vorgestellt, bei dem das Fördern, die Kompression und die Deformation von Kunststoffgranulat im Querschnitt der Plastifizierzone eines Doppelschenckenextruders beobachtet und aufgezeichnet werden kann. Es wurden systematisch Untersuchungen mit unterschiedlichen Drehzahlen, Temperaturen, thermoplastischen Polymeren, Granulatgeometrien und Füllgraden durchgeführt, um deren Einfluss auf das initiale Aufschmelzen durch plastische Energiedissipation darzustellen. Die Auswertung erfolgte mittels Hochgeschwindigkeitsaufnahmen und Drehmomentmessung. Dieser Aufbau machte es erstmalig möglich, Einblicke auf die signifikanten Einflussparameter des initialen Aufschmelzens durch plastische Energiedissipation von thermoplastischen Kunststoffen bei der Verarbeitung auf gleichläufigen Doppelschneckenextrudern zu erhalten.

Die Untersuchungen haben ergeben, dass dem Material bei der plastischen Energiedissipation in kürzester Zeit viel Energie zugeführt wird. Dies führt zu einem lokalen Temperaturanstieg von ca. 21K in wenigen Hundertstelsekunden. Das Polymer mit seinen mechanischen und thermodynamischen Eigenschaften, nimmt einen entscheidenden Einfluss auf den Energieeintrag. Die Materialmenge, die im Zwickelbereich deformiert wird, hängt vor allem von der Granulat- bzw. Extrudergröße ab. Bei steigender Drehzahl und steigendem Druck wird dem Material mehr Energie zugeführt.

## III Abstract

The initial melting of thermoplastic polymers by plastic energy dissipation is not sufficiently understood and still forms a crucial knowledge gap in the process modelling of the co-rotating twin-screw extruder.

A novel test stand was developed to observe movement and deformation of thermoplastic polymers in a cross-section of the plastification zone of a corotating twin screw extruder. Systematic experiments to examine the initial melting processes as a function of different process and material parameters such as rotational speed, barrel and granule temperature, thermoplastic materials, granule size and filling degree were conducted. The analysis of the plastic energy dissipation was based on high-speed imaging of the plastification zone and high-speed torque measurement of the screws. Hereby it was possible to find and gain insights into significant influencing parameters of the initial melting behaviour of thermoplastics granules during processing in a co-rotating twin screw extruder.

The plastic energy dissipation leads to a local temperature increase in LLDPE granules of for example 21K in 5 hundredths of a second at 600 rpm.

The polymer with its mechanical and thermodynamic properties has a significant influence on the energy uptake. Also, the granule and extruder size plays a decisive role with respect to the amount of material which is deformed by the first kneading discs in the plastification zone. It could be quantitatively shown as the screw speed and the pressure increases, more energy is dissipated.

IV	Inhalt
IV	Inhalt

I	Da	DanksagungI			
II	Κι	KurzfassungII			
111	Ał	AbstractIII			
IV	In	InhaltIV			
1	Ei	nleitung		1	
	1.1	Motiva	tion	1	
	1.2	Zielsetz	zung	3	
	1.3	Lösung	sweg	3	
2	Gi	rundlage	n und Stand der Forschung	5	
	2.1	Extrude	er	5	
	2.2	Der glei	ichläufige Doppelschneckenextruder	6	
	2.3	Gängige	e Methoden zur Prozessuntersuchung	9	
	2.4	Aufschr	melzmechanismen	14	
	2.5	Aufschr	melzmodelle	16	
	2.	5.1 Kc	ompaktes Aufschmelzen	16	
		2.5.1.1	Tadmor-Modell	16	
		2.5.1.2	Weitere kompakte Aufschmelzmodelle	18	
		2.5.1.3	Modifiziertes Tadmor-Modell	19	
	2.	5.2 Di	isperses Aufschmelzen	20	
		2.5.2.1	Beschreibung des dispersen Schmelzens	20	
		2.5.2.2	Modelle für den Zweischneckenextruder	22	

		2.5.2	2.3 Modelle für den gleichläufigen DSE
	2.6	Bew	ertung des Standes der Forschung24
3	Au	ıfbau	der Untersuchungen
	3.1	Dop	pelschneckenextruder
	3.2	Visua	alisierungsstand 31
	3.3	Dreh	momentmessung
	3.3	3.1	Anforderungen an das Messsystem
	3.3	3.2	Funktionsweise der magnetostriktiven Drehmomentmessung 38
	3.3	3.3	Installation des Drehmomentsystems
	3.4	Verw	vendete Polymere
	3.4	4.1	Polymere für die Visualisierung der plastischen Energiedissipation
	3.4	4.2	Polymere für die Messung der plastischen Energiedissipation. 44
	3.5	Mate	erialeigenschaften der Polymere 49
	3.	5.1	Granulatgeometrie
	3.	5.2	Mechanische Eigenschaften50
	3.	5.3	Spezifische Enthalpie57
4	Ur	ntersu	chung der plastischen Energiedissipation61
	4.1	Visua	alisieren der plastischen Energiedissipation
	4.3	1.1	Versuchsplanung und -durchführung61
	4.:	1.2	Auswertemethoden
	4.:	1.3	Füll- und Förderverhalten
	4.:	1.4	Plastische Energiedissipation im Zwickelbereich

	4.1	.5	Phasen der plastischen Energiedissipation	5
	4.1	.6	Einflüsse auf die plastische Energiedissipation6	7
	4.1	7	Übergang zum dispersen Schmelzen	9
	4.1	.8	Dissipierte Wärme	1
	4.2	Mes	sen der plastischen Energiedissipation7	2
	4.2	2.1	Versuchsplanung und -durchführung7	2
	4.2	2.2	Auswertemethoden7	3
	4.2	2.3	Mechanisch eingebrachte Energie in der ersten Knetzone 8	0
	4.2	2.4	Plastische Energiedissipation8	8
5	Plastische Energiedissipation bei der Verarbeitung von Polymeren 95			5
6	Ausblick 112			2
7	Verzeichnisse			6
	7.1	Abki	irzungsverzeichnis11	6
	7.2	Abbi	Idungsverzeichnis	9
	7.3	Tabe	ellenverzeichnis	5
	7.4	Liter	aturverzeichnis12	6
	7.5	Anha	angsverzeichnis13	3
v	An	hang	V	11

# 1 Einleitung

#### 1.1 Motivation

Thermoplastische Kunststoffe spielen in vielen Lebensbereichen eine wichtige Rolle. Gründe dafür sind die Designfreiheit der hergestellten Produkte bei gleichzeitig wirtschaftlichen und massentauglichen Verarbeitungstechnologien, Ressourcenschonung durch geringen Energiebedarf bei der Produktherstellung, Reduktion der Transportkosten durch die geringe Dichte der Kunststoffe sowie vielfältige Möglichkeiten, Kunststoffe maßgeschneidert an den jeweiligen Einsatzzweck anzupassen.

Hierbei liegen die verwendeten Kunststoffe nicht als reines Polymer, sondern stofflich modifiziert vor. Die Ziele solcher Modifikationen sind dabei genauso vielschichtig wie die unterschiedlichen Rezepturbestandteile. Hier sind beispielsweise mechanische Eigenschaften, Kostenreduktion, Stabilisierung, Verarbeitungshilfe, Flammschutz oder Farbgebung zu nennen [Tad13]. Die Herstellung dieser unterschiedlichen Kunststoffformulierungen erfolgt dabei während der Compoundierung. Hiermit ist das distributive und dispersive Mischen der einzelnen Rezepturbestandteile zu einer homogenen Kunststoffformmasse gemeint.

Mit einem Doppelschneckenextruder lassen sich die genannten verfahrenstechnischen Anforderungen in hohem Maße erfüllen. Dabei hat sich der gleichläufige, dichtkämmende Doppelschneckenextruder (DSE) (vgl. Abbildung 1.1) als Standardmaschine für diesen Aufbereitungsschritt durchgesetzt.



Abbildung 1.1: DSE mit (1) Antrieb, (2) Getriebe und (3) Verfahrensteil [Cop16]

Die Gründe liegen in der erreichbaren Mischwirkung, der engen Verweilzeitverteilung des Materials im Extruder, den Selbstreinigungseffekten der dichtkämmenden Schneckengeometrien und der flexiblen modularen Bauweise von Zylinder und Schnecken (vgl. Abbildung 1.2). Durch diese Charakteristiken kann die einzusetzende Maschine individuell verschiedenen verfahrenstechnischen Aufgaben angepasst werden [Bas01] [Tad13] [Koh07].



Abbildung 1.2: Zylinderelemente (oben) und Schnecken (unten) [Cop13]

Mehrere Prozesse lassen sich so in einen einzelnen Verarbeitungsschritt integrieren. In Verbindung mit den erreichbaren hohen Durchsätzen resultiert ein wirtschaftlicher Prozess.

Moderne Hochleistungsextruder ermöglichen heute durch gesteigerte Drehzahlen, höhere Drehmomente und tiefer geschnittener Schnecken viel höhere Durchsätze. Wird der Prozess nicht durch eine geänderte Schneckenkonfiguration angepasst, führt die erhöhte mechanische Belastung des Materials zu höheren Temperaturen der Formmassen. Degradation ist der resultierende, unerwünschte Effekt. Dieser führt zu einem energieineffizienten Prozess und - genau wie auch unaufgeschmolzene Partikel - zu einer reduzierten Produktqualität.

Heute werden zur Auslegung der Prozesse vermehrt softwarebasierte Simulationsprogramme verwendet. Ihnen liegen physikalisch-mathematische Modelle zu Grunde.

Hier besteht eine Wissenslücke am Übergang zwischen der Förderzone und der Aufschmelzzone. An diesem Ort wird dem zu verarbeitenden Material innerhalb kürzester Zeit über plastische Deformation sehr viel Energie zugeführt und es bildet sich im Prozess erstmalig Schmelze. Dieser Vorgang wird als initiales Aufschmelzen bezeichnet

Diese Wissenslücke muss geschlossen werden, um den Prozess der Verarbeitung von thermoplastischen Polymeren vollständig verstehen und durchgängig beschreiben zu können.

#### 1.2 Zielsetzung

Durch die Untersuchung der Vorgänge, die zum initialen Aufschmelzen bei der Verarbeitung auf den DSE führen, soll das Verständnis für den gesamten Verarbeitungsprozess verbessert werden.

Gerade der Energieeintrag durch plastische Energiedissipation, der noch nicht hinreichend untersucht, verstanden und beschrieben ist, steht bei der Arbeit im Mittelpunkt. Verfahrenstechnische und materialspezifische Einflüsse auf den Energieeintrag des DSE in das unaufgeschmolzene Kunststoffgranulat sollen verstanden und sowohl qualitativ als auch quantitativ bewertet werden.

Die gewonnenen Erkenntnisse sollen das Verständnis des Prozesses und deren Vorgänge verbessern, um einer durchgängigen physikalisch-mathematischen Beschreibung des Prozesses näher zu kommen.

## 1.3 Lösungsweg

Eine umfassende Literaturrecherche wird durchgeführt und der Stand der Forschung beschrieben. Die unterschiedlichen Untersuchungsmethoden werden dargestellt (s. Kapitel 2.3). Die aus den Untersuchungen resultierenden Ergebnisse und Modelle werden umfassend beschrieben (s. Kapitel 2.4 und 2.5). Die bestehende Wissenslücke bezüglich des initialen Aufschmelzens durch plastische Energiedissipation wird herausgearbeitet (s. Kapitel 2.6).

Der verfahrenstechnische Bereich zwischen Förderzone und Aufschmelzzone steht im Zentrum der durchgeführten praktischen Untersuchung. Ein gleichläufiger Hochleistungsdoppelschneckenextruder ZSK32 der Firma Coperion GmbH wird hierfür eingesetzt (s. Kapitel 3.1). Eine neue Untersuchungsmethode wird entwickelt, die den Blick in den noch nicht verstandenen Bereich des Extruders ermöglicht (s. Kapitel 3.2). Dieser Visualisierungsstand wird erstmalig den Blick auf den Querschnitt des DSE erlauben. Der Energieeintrag durch plastische Energiedissipation wird umfassend dokumentiert.

Durch Integration eines Drehmomentmesssystems (s. Kapitel 3.3) wird die eingebrachte Energie gemessen. In Kombination mit dem entwickelten Visualisierungsstand wird das initiale Aufschmelzen durch plastische Energiedissipation quantitativ bewertet.

Systematisch werden die Einflüsse der Verarbeitungsparameter und der Materialeigenschaften auf das initiale Aufschmelzen untersucht. Der Einsatz unterschiedlicher thermoplastischer Polymere erlaubt neue Erkenntnisse über den Einfluss ihrer jeweiligen Eigenschaften auf den Energieeintrag in diesem Bereich. Es werden amorphe und teilkristalline Polymere unterschiedlicher Granulatgeometrie verwendet (s. Kapitel 3.4). Die Materialeigenschaften der Polymere werden bestimmt (s. Kapitel 3.5). Die plastische Energiedissipation kann qualitativ (s. Kapitel 4.1) und quantitativ (s. Kapitel 4.2) beschrieben, so dass sich das Verständnis für das initiale Aufschmelzen verbessert (s. Kapitel 5).

## 2 Grundlagen und Stand der Forschung

#### 2.1 Extruder

Das erste Patent für Gewindeschnecken erhielten 1957 Meskat und Erdmenger. Seitdem wurden unterschiedliche Extruder entwickelt (vgl. Abbildung 2.1).



Abbildung 2.1: Übersicht der gängigen Extruder [Koh07]

Die entwickelten Extruder haben aufgrund ihrer unterschiedlichen Funktionsweisen und den daraus resultierenden Eigenschaften verschiedene Anwendungsgebiete.

Die Einwellen- oder auch Einschneckenextruder werden meist in der Profil- oder Halbzeugextrusion eingesetzt. Aufschmelzen und Druckaufbau sind die bevorzugten Aufgaben der Einschneckenextruder [Koh07]. Auch im Spritzguss sind die Plastifiziereinheiten in der Regel eine in Längsachse verfahrbare modifizierte Einschnecke mit einer Rückstromsperre an der Schneckenspitze. Die Mischwirkung dieser Extruder ist begrenzt.

Mehrwellenextruder werden hauptsächlich für die Aufbereitung bzw. die stoffliche Modifikation von Kunststoffen eingesetzt. Bei der Aufbereitung werden dem Kunststoff unterschiedliche Zusatzstoffe beigemischt. Das distributive und dispersive Mischen der einzelnen Rezepturbestandteile zu einer möglichst homogenen Kunststoffformmasse wird als Compoundieren bezeichnet.

## 2.2 Der gleichläufige Doppelschneckenextruder

Der gleichläufige dichtkämmende DSE hat sich als Standardmaschine für das Compoundieren durchgesetzt. Dies hat unterschiedliche Gründe. Beim gleichläufigen dichtkämmenden DSE wird der Schneckengrund der einen Schnecke von der Schneckenflanke der anderen Schnecke abgeschabt (vgl. Abbildung 2.2). Dieser Selbstreinigungseffekt führt zu einer engen Verweilzeitverteilung des Materials in der Maschine.



Abbildung 2.2: Kämmendes Schneckenprofil eines DSE [Cop12]

Das Material bildet im Prozess eine achtförmige Strömung nach. Bei jeder Übergabe wird das Material gut durchmischt. Durch die modulare Bauweise können DSE an den Prozess angepasst und mehrere unterschiedliche Prozesse in einem Verarbeitungsschritt integriert werden. So können zum Beispiel

- Feststofftransport,
- Aufschmelzen bzw. Plastifizieren,
- Schmelzetransport,
- Zuführen unterschiedlichster Komponenten,
- Verteilen und Zerteilen der Komponenten,
- Entgasung flüchtiger Bestandteile wie z. B. Feuchte oder Monomere,
- Wärmezufuhr oder Wärmeabfuhr und
- Druckaufbau für ein formgebendes Werkzeug

in einem Verarbeitungsschritt durchgeführt werden.

Auf die Schneckenwellen werden je nach Funktion Förder-, Stau-, Knet- oder auch Dispergierelemente zu einem Schneckenbesatz zusammengeführt. Diese Elementtypen liegen zusätzlich noch in unterschiedlichen Gangzahlen vor.

Ein möglicher Aufbau mit den einzelnen Funktionen ist in Abbildung 2.3 dargestellt.



Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines DSE und deren Funktionen [Thü08]

Die Qualität des hergestellten Compounds wird maßgeblich von zwei Bereichen eines DSE beeinflusst: von der Aufschmelz- und der Mischzone. In einer optimal ausgelegten Aufschmelzzone wird das Material vom Feststoff- in den Schmelzezustand überführt. Die thermomechanische Energieerhöhung des Materials entsteht durch Friktions- oder Deformationsvorgänge. Dabei soll möglichst wenig Scherung in das Material eingebracht werden. Die Massetemperatur soll radial homogen und nur knapp oberhalb der gewünschten Verarbeitungstemperatur liegen [Tad13].

Durch eine schonende Plastifizierzone muss nur eine geringe Schädigung der Materialien in Kauf genommen werden, die benötigte Zylinderheizleistung kann minimal gehalten werden [Bas02] und das Abkühlen des Extrudates vor der Konfektionierung verbraucht weniger Energie. Die Aufschmelzzone stellt das größte Energiesparpotential dar, da in ihr bis zu 80 % des gesamten mechanischen Energieeintrages des DSE verbraucht werden [Koh07]. Ein vollständig plastifizierter Massestrom mit niedrigen, homogenen Massetemperaturen ist die Voraussetzung dafür, dass die nachfolgende Mischzone das dispersive und distributive Einmischen von Additiven zufriedenstellend übernehmen kann.

Um die Wirtschaftlichkeit bei der Aufbereitung weiter zu erhöhen, wurde die Leistungsfähigkeit der Maschinen in den letzten Jahren stark gesteigert. Dies ist vor allem durch die höheren übertragbaren Drehmomente und den damit realisierbaren Drehzahlsteigerungen und die Gangtiefenvergrößerungen ( $d_a/d_i$ ) möglich (vgl. Abbildung 2.4) [UII06].



Abbildung 2.4: Entwicklung des Doppelschneckenextruders [Pot06] [Cop10]

Durch höhere Drehmomente und Drehzahlen kann ein höherer Durchsatz erreicht werden. Auch die Gangtiefenvergrößerung ermöglicht durch ein vergrößertes freies Volumen höhere Durchsätze.

Die Anwender müssen sich der Herausforderung stellen, durch geeignete Prozessauslegung und -führung dem Polymer schnell und homogen die benötigte Energie zuzuführen. Denn einerseits degradieren Polymere bei Überhitzung und zu langer Verweilzeit bei Verarbeitungstemperatur. Andererseits führen unaufgeschmolzene Partikel zu verminderter Produktqualität. Ziel ist es, dem jeweiligen Prozess angepasste Parameter und Konfigurationen zu finden, um die gewünschten hohen Durchsätze zu erreichen, ohne die resultierende Produktqualität zu vernachlässigen.

Aus diesem Grund ist der DSE seit vielen Jahren Objekt unterschiedlicher Forschungsvorhaben.

#### 2.3 Gängige Methoden zur Prozessuntersuchung

Seit den 50er Jahren des letzten Jahrhunderts wird das Aufschmelzverhalten von thermoplastischen Polymeren in Extrudern untersucht. Dabei werden unterschiedliche Verfahren verwendet.

Hauptsächlich werden Dead-Stop Versuche durchgeführt. Hierbei wird der Extruder im laufenden Prozess angehalten und der eingefrorene Prozess betrachtet. Der Extruder wird nach dem Abschalten stark abgekühlt, z. B. mittels Stickstoff. Für das Betrachten des eingefrorenen Prozesses werden entweder Extruder mit aufklappbaren Zylindern (vgl. Abbildung 2.5) oder Extruder mit vereinfachter und schneller Schneckenentnahme verwendet (z. B. Ultraglide von KraussMaffei Berstorff GmbH). Von den gezogenen Schnecken (vgl. Abbildung 2.6) wird die erhärtete Kunststoffkarkasse entfernt und z. B. mittels Dünnschnitten (vgl. Abbildung 2.7) untersucht. Der Aufschmelzgrad kann in den unterschiedlichen Bereichen bestimmt werden [Baw98] [Gog98] [Pot01] [Gog02] [Whi03] [Wan06] [Whi07] [Thü08].



Abbildung 2.5: Extruder mit aufgeklappten Zylindern [Pan08]



Abbildung 2.6: Gezogene Schnecken mit erstarrter Kunststoffkarkasse [Bas02]



Abbildung 2.7: Dünnschnitt der Kunststoffkarkasse [Thü08]

In Abbildung 2.7 ist der aufgeschmolzene Bereich dunkel eingefärbt. Die unaufgeschmolzenen Granulate sind als weiße Bereiche erkennbar.

Ergänzend werden Zylinderelemente verwendet, in denen Sichtfenster eingelassen sind (vgl. Abbildung 2.8). Durch diese Fenster kann der laufende Prozess beobachtet, mittels Kameras dokumentiert und im Anschluss analysiert werden. Diese eignen sich besonders, um die Mischwirkung im Prozess zu dokumentieren.



Abbildung 2.8: Zylinder mit Sichtfenstern [Zuh02] [Uhr14]

Weiterhin können Probeentnahmeelemente (Sample Plate) in den Extruder integriert werden (vgl. Abbildung 2.9). So können an dieser Stelle des Prozesses Proben entnommen und der Aufschmelzgrad untersucht werden.



Abbildung 2.9: Schnittzeichnung einer Sample Plate [Cop95]

Dabei wird beispielsweise im Prozess durch Zugabe von Pigmenten die aufgeschmolzene Polymermatrix beim Compoundieren eingefärbt. In folgender Abbildung 2.10 ist die Schmelze blau gefärbt. Bei der Analyse kann durch Dünnschnitte der Proben der Aufschmelzgrad bestimmt werden [Ele02]. Die weißen Bereiche, die in den Dünnschnitten unterhalb der Proben dargestellt sind, sind die unaufgeschmolzenen Granulate. Der Aufschmelzgrad steigt hier von der linken zur rechten Probe.



Abbildung 2.10: Mittels Sample Plate entnommene Proben [Ele02]

Am Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT werden im Rahmen des Forschungsvorhabens PEPTFlow die Vorgänge im DSE mittels Particle-Tracking untersucht (vgl. Abbildung 2.11). Hierbei werden dem Polymer radioaktive Partikel beigemischt, die mittels Positronen-Emissions-Topografie (PET) nachverfolgt bzw. detektiert werden können. Somit können die Verweilzeiten und die lokalen Geschwindigkeiten für unterschiedliche Schneckenkonfigurationen und Verarbeitungsbedingungen gemessen werden. Allerdings ist dieses System in Bezug auf die Scheckendrehzahl auf maximal 300 min<sup>-1</sup> begrenzt [Ing07].



Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]

Um den Aufschmelzgrad zu bestimmen, wird u. A. im Technikum der Firma KraussMaffei Berstorff und des KTP ein Durchlichtwerkzeug verwendet. Hierbei handelt es sich um ein Breitschlitzwerkzeug, in das runde Sichtgläser eingebaut sind (vgl. Abbildung 2.12). Hier lässt sich im laufenden Betrieb durch Auswertung der Durchlichtbilder der Aufschmelzgrad bestimmen (vgl. Abbildung 2.13). [Thü08]



Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]



Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]

Den vorgestellten Untersuchungsmethoden ist zu verdanken, dass die einzelnen Aufschmelzmechanismen bekannt sind und Modelle entwickelt wurden, die die Vorgänge in DSE beschreiben.

## 2.4 Aufschmelzmechanismen

Die unterschiedlichen Mechanismen, die zur Erhöhung der Temperatur eines Polymers führen können, sind bekannt.

Diese können Wärmetransfer durch Konduktion, Konvektion und Strahlung oder Wärmeerzeugung durch chemische Reaktionen, Phasen- und Strukturwechsel und Dissipation sein (vgl. Abbildung 2.14).



Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]

Die Wärmeerzeugung durch Dissipation kann einerseits über Friktion (friction energy dissipation, FED), also durch äußerer Reibung fester Partikel untereinander und zwischen Partikel und Zylinderwand oder Schnecke auftreten. Viskose Energiedissipation (VED), also die dissipierte Energie durch Scherung der Kunststoffschmelze, zählt ebenfalls zur Dissipation. Durch plastische Deformation (PED) der festen Kunststoffgranulate wird andererseits auch Wärmeenergie in die Formmasse eingebracht.

Bei den Effekten Wärmetransfer und Friktion wird die Wärme in die Oberfläche der Granulate eingebracht. Bei der viskosen Energiedissipation wird

mechanische Energie in die Schmelze eingebracht. Von der Schmelze dringt die Wärme dann über die Kontaktfläche in die Granulate. Diese Mechanismen lassen sich als "cold-core" Effekte (engl. für kalter Kern) bezeichnen; dem Kern der Granulate wird direkt keine Energie zugeführt (vgl. Abbildung 2.15). Dies verhält sich bei der plastischen Energiedissipation anders. In den Bereichen, in denen das Granulat plastisch deformiert wird, wird die Wärme dissipiert. Diese Deformation findet nicht nur an der Oberfläche, sondern auch im Inneren der Granulate statt.



Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core Modelle

Für das Compoundieren von Polymerrezepturen spielen die Effekte der Wärmeerzeugung durch chemische Reaktionen und der Phasen- und Strukturwechsel keine signifikante Rolle. Sie können vernachlässigt werden. [Qia00]

Die unterschiedlichen Mechanismen werden in zahlreichen Veröffentlichungen diskutiert und nachgewiesen [Baw97] [Baw98] [Gog03] [Jun03] [Qia00] [Zuh00] [Zuh02].

Es kann zusammengefasst werden, dass die unterschiedlichen Mechanismen, über die Energie in das thermoplastische Kunststoffgranulat bei der Verarbeitung auf Extrudern gelangen kann, bekannt sind. Diese sind

- Wärmetransfer (HT),
- Friktion (FED),

- plastische Dissipation (PED) und
- viskose Dissipation (VED).

Diese Effekte müssen in den Aufschmelzmodellen physikalisch-mathematisch beschrieben und berücksichtigt werden.

## 2.5 Aufschmelzmodelle

## 2.5.1 Kompaktes Aufschmelzen

## 2.5.1.1 Tadmor-Modell

Beim Einschneckenextruder basieren die meisten Modelle auf den Untersuchungen von Maddock [Mad60] aus dem Jahr 1960, der als erster Wissenschaftler experimentelle Untersuchungen zum Thema Plastifizieren von Polymeren in Extrudern durchführte (Abbildung 2.16).



Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock [Don71]

Maddock stellt fest, dass der Kunststoff beim Kontakt mit der heißen Zylinderoberfläche partiell anschmilzt und einen Schmelzefilm an der Zylinderwand bildet. Der treibende Mechanismus des Aufschmelzens ist der Wärmetransfer von Zylinderwand zum Kunststoff. Die weiteren Mechanismen werden vernachlässigt. Der aufgeschmolzene Film wird von der aktiven Schneckenflanke (Schubflanke) abgeschabt, lagert sich vor dieser Flanke an und vermischt sich mit dem bereits aufgeschmolzenen Material. Vor der passiven Flanke bildet sich ein kompaktes Feststoffbett, nach welchem das kompakte Aufschmelzmodell (engl. contiguous solids melting, CSM) benannt ist, dessen Breite durch das kontinuierliche Plastifizieren mit zunehmender Schneckenlänge abnimmt (vgl. Abbildung 2.16).

Mit den Grundlagen dieser Untersuchungen entwickelte Tadmor 1966 das erste Modell, auf dessen Basis wiederum weitere Modelle für Einschneckenextruder entwickelt wurden. Zur einfacheren mathematischen Beschreibung werden der Schneckenkanal und der Zylindermantel abgewickelt und das Prinzip der kinematischen Umkehr angewendet (vgl. Abbildung 2.17). Hierbei wird die entstandene flache Zylinderwand über ein bewegungsloses Schneckenprofil bewegt.



Abbildung 2.17: Rinnenmodell für den Einschneckenextruder [Thü08]

Diese Vorgehensweise lässt sich auch auf Doppelschneckenextruder anwenden (vgl. Abbildung 2.18).



Abbildung 2.18: Rinnenmodell für den Doppelschneckenextruder [Thü08]

Die von Tadmor aufgestellten Gleichungen bezüglich des Aufschmelzmodells sind analytisch nur für das Aufschmelzen von Materialien mit newtonschen Fließeigenschaften lösbar. Für strukturviskose Schmelzen müssen die Gleichungen mit numerischen Methoden gelöst werden [Tad79].

#### 2.5.1.2 Weitere kompakte Aufschmelzmodelle

Neben dem auf den Untersuchungen von Maddock aufbauenden Tadmor-Modell, mit der Bildung der Schmelze an der Schubflanke, wurde 1967 ein Modell von Menges/Klenk [Car90], mit einem Schmelzewirbel an der passiven Front, vorgestellt.

Darüber hinaus wurde 1976 von Lindt ein neues Modell vorgestellt. Dieses Modell beruht auf den von Dekker durchgeführten Untersuchungen. Im Gegensatz zu Tadmor geht Lindt von einem allseitigen Aufschmelzen des Feststoffbetts aus (vgl. Abbildung 2.19). Dabei wird das kompakte Feststoffbett von Schmelze umgeben. Das Feststoffbett wird in Extrusionsrichtung auf Grund des weiteren Aufschmelzens ihrer Randschicht immer kleiner [Wil98].



Abbildung 2.19: Dekker/Lindt-Modell nach [Rau01]

Weitere Untersuchungen haben gezeigt, dass sich das reale Verhalten der Schmelze bei einem Einschneckenextruder durch eine Kombination der Modelle von Tadmore/Maddock und Decker/Lindt beschreiben lassen. So greift zu Beginn des Aufschmelzens das Tadmor-Modell. Im weiteren Prozessablauf kann ein Übergang zum Decker/Lindt-Modell beobachtet werden [Rau01].

Als Weiterentwicklung des Tadmor-Modells wurde 1976 von Shapiro/Pearson das 5-Zonen Modell vorgestellt (vgl. Abbildung 2.20). Dabei wird die

Abhängigkeit der Höhe des Festkörperbereichs zur Lage in Fließrichtung berücksichtigt. Dies führt zu einer extremen Zunahme der mathematischen Komplexität.



Abbildung 2.20: 5-Zonen-Modell von Shapiro/Pearson nach [Rau01]

## 2.5.1.3 Modifiziertes Tadmor-Modell

Basierend auf dem Tadmor-Modell entwickelte Potente 1991 ein Modell zum An- und Aufschmelzen am Zylindermantel und an der Schnecke [Pot91].

Eine der wichtigsten Modifikationen im Vergleich zum Tadmor-Modell ist die Annahme, dass die Dicke der Schmelzeschicht am Zylindermantel d nicht konstant, sondern abhängig von der Kanalbreite b ist (vgl. Abbildung 2.21).



Abbildung 2.21: Modifiziertes Tadmor-Modell nach [Bas01]

Des Weiteren wird in diesem Modell der Ort der Schmelzwirbelbildung angegeben. Daraus ergeben sich zwei Zonen: die Anschmelz- und die Aufschmelzzone. Die einzelnen Zonen unterscheiden sich dadurch, dass sich in der Anschmelzzone an der Schnecke und am Zylinder zwar ein Schmelzefilm, jedoch noch kein Schmelzewirbel bildet. Das Modell betrachtet auch den Einfluss der Wechselwirkungen der Partikeln untereinander und geht bei den Berechnungen von einer kubisch flächenzentrierten Partikelanordnung aus [Pot90].

Somit ist mit dem modifiziertem Tadmor-Modell von Potente ein erstes Modell bekannt in dem nicht nur von einem kompakten Feststoffbett ausgegangen wird. Potente stellt somit ein Modell vor, das den Übergang von den kompakten Aufschmelzmodellen (compact solids melting, CSM), die von einem kompakten Feststoffbett ausgehen, zu den dispersen Aufschmelzmodellen (dispersed solids melting, DSM), in denen die einzelnen Partikel betrachtet werden, darstellt.

#### 2.5.2 Disperses Aufschmelzen

#### 2.5.2.1 Beschreibung des dispersen Schmelzens

Im Gegensatz zum Tadmor-Modell, bei dem das Plastifizieren durch das Aufschmelzen eines Feststoffbettes und der Entstehung eines Schmelzepools mit einer Zirkulationsströmung vor der aktiven Flanke beschrieben wird, entwickelte Rauwendaal ein physikalisch-mathematisches Modell zum dispersen Aufschmelzen von Polymerpartikeln in einer Schmelzematrix (vgl. Abbildung 2.22). [Rau93]



Abbildung 2.22: Disperses Aufschmelzmodell nach [Bas01]

In diesem Aufschmelzmodell wird angenommen, dass die kugelförmigen Feststoffpartikel, also das Kunststoffgranulat, gleichmäßig und dispers im Schneckenkanal verteilt sind. Ferner wird davon ausgegangen, dass die Feststoffpartikel kontinuierlich und gleichmäßig plastifizieren.

Der Freiraum zwischen den einzelnen Partikeln ist von einem Anfangsschmelzevolumen gefüllt. Dies entspricht einem Anteil von mindestens 26% Schmelze bei der dichtesten Kugelpackung. Weiterhin wird angenommen, dass der Aufschmelzprozess einheitlich ist und nicht von der Position der Partikel im Kanal abhängt.

Die Ausgangsposition für die Herleitung der mathematischen Beschreibung des Aufschmelzverhaltens der dispersen Phase ist eine Energiebilanz an der Partikeloberfläche [Bas02]. Durch instationäre Wärmeleitung führt der von der Schmelze ausgehende Wärmestrom  $\dot{q}_m$  in einer bestimmten Zeit zu einer bestimmten Erhöhung der Temperatur *T*. Der während des betrachteten Zeitintervalls eingehende Wärmestrom auf der Feststoffseite wird als quasistationäre Enthalpieerhöhung  $\Delta h$  der Randschicht aufgefasst.

Die Abbildung 2.23 zeigt das Modell zur Ermittlung der aufgeschmolzenen Randschicht und des daraus resultierenden reduzierten Partikelradius  $r_G$ .



Abbildung 2.23: Ermittlung der aufgeschmolzenen Randschicht nach [Pot01]

Der auf der Schmelzeseite auftretende Wärmestrom  $\dot{q}_m$  kann bei genauer Kenntnis des radial verlaufenden Temperaturfeldes um das Granulat T(r), aus dem Temperaturgradienten an der Partikeloberfläche berechnet werden. Dabei wird jedes Partikel isoliert betrachtet. Der Vorteil dieses Modells ist die einfache, analytische Lösung dieses Systems.

## 2.5.2.2 Modelle für den Zweischneckenextruder

Untersuchungen an einem gegenläufigen Zweischneckenextruder zeigen, dass die wichtigsten Variablen zur Ermittlung des Schmelzbeginns die Schnecken-Drehzahl und die Zylinder-Temperatur sind. Der Durchsatz und die Materialparameter spielen eine untergeordnete Rolle [Whi03]. Daraus wird ein erstes Modell entwickelt, das den Schmelzprozess, die Festkörperförderung, sowie die Schmelzedosierung mit einbezieht [Whi07].

Allerdings spielen gegenläufige Zweischneckenextruder heutzutage nur eine Nebenrolle, da sie aufgrund der geringen Scherwirkung auf das Material hauptsächlich bei der Verarbeitung von PVC eingesetzt werden.

#### 2.5.2.3 Modelle für den gleichläufigen DSE

Betrachtet man die Verarbeitung auf einem DSE (vgl. Abbildung 2.24), erkennt man zunächst eine Teilfüllung der Schneckenkanäle beim Transport zur Aufschmelzzone. Untersuchungen haben gezeigt, dass in dem rotmarkierten Bereich der Aufschmelzzone ca. 80 % der gesamten eingebrachten Energie in das Material eingetragen wird. [Qia00]



Abbildung 2.24: Füllgrad und Aufschmelzen im gleichläufigen DSE [Bas01]

Gogos hat die Arten der eingetragenen Energie untersucht. In [Gog98] unterscheidet er Reibungswärme (friction energy dissipation, FED), viskose Dissipation (viscose energy dissipation, VED) und plastische Dissipation (plastic energy dissipation, PED). Die Reibungswärme findet hauptsächlich zu Beginn des Aufschmelzvorgangs statt, gefolgt von plastischer Dissipation. Erst gegen Ende des Aufschmelzens tritt eine Dissipation aufgrund des viskosen Verhaltens der Kunststoffe auf. [Gog98]

Bei der Implementierung dieser Ergebnisse in computerbasierte Simulationsprogramme stellt Thümen jedoch einige Schwächen der Modelle fest: "Zwar stehen heute einige Prozessmodelle zur Simulation des Aufschmelzens in Gleichläufigen-Doppelschneckenextrudern zur Verfügung, jedoch entsprechen die Simulationsergebnisse in der Regel nicht der Realität" [Thü08].

Daher werden die Forschungsergebnisse von Pape [Pap06] miteinbezogen, der die Konvektion von Kunststoffpartikeln in einer Schmelzematrix untersucht hat. Somit kann der Einfluss der Konvektion auf den Aufschmelzprozess und das sich im Feststoffpartikel entwickelnde Temperaturprofil berücksichtigt werden. Darüber hinaus werden die Strömung und die resultierenden Schergeschwindigkeiten um einen Partikel in der Schmelze mit einberechnet. [Thü08]

2008 wurde erstmalig ein modifiziertes disperses Aufschmelzmodell veröffentlicht, welches die Erkenntnisse aus den vorgestellten Modellen kombiniert [Thü08]. Dieses Modell beachtet

- den Einfluss der Konvektion und der endlichen Ausdehnung des Kanals auf den Aufschmelzprozess,
- den Einfluss der Partikelwechselwirkungen auf die Schmelzeströmung,
- den Einfluss der Partikeldimension auf die Strömung der Schmelze,
- den Feststoffanteil in der Schmelze durch Viskositätsänderung und
- die Korrektur des mittleren Temperaturgradienten an der Partikeloberfläche

Dieses Modell berücksichtigt viele Prozessparameter und Einflussgrößen. Allerdings wird in diesem Modell der Förderprozess und das initiale Aufschmelzen durch plastische Energiedissipation nicht einbezogen. Das Kunststoffgranulat muss für die Berechnung von Schmelze umgeben sein.

## 2.6 Bewertung des Standes der Forschung

Die unterschiedlichen Mechanismen, über die Energie in das Kunststoffgranulat gelangt, sind bekannt (vgl. Kapitel 2.4). Diese sind

- Wärmetransfer (HT),
- Friktion (FED),
- plastische Dissipation (PED) und
- viskose Dissipation (VED).

Weiterhin sind die Bereiche bekannt, in denen die Mechanismen wirken. Wie in Abbildung 2.25 dargestellt, findet in der Förderzone hauptsächlich Wärmetransfer und Friktion statt. In der ersten Kompressionsphase wird dann zusätzlich über plastische Dissipation Energie in den Kunststoff eingebracht. Der Anteil an Friktion nimmt stark ab.



#### Abbildung 2.25: Anteil der eingebrachten Energien in den Kunststoff

Die physikalischen Mechanismen lassen sich mathematisch beschreiben. Der Anteil der jeweiligen Mechanismen bei der Aufbereitung von Kunststoffen ist bislang nicht vollständig geklärt. Für eine Beschreibung des Prozesses ist deren Quantifizierung jedoch sehr wertvoll.

Um die Vorgänge bei der Verarbeitung von Kunststoffen auf Extrudern zu beschreiben, sind in den letzten Jahrzenten unterschiedliche Modelle entwickelt worden. Die bestehenden Modelle, welche die Vorgänge bzw. das Aufschmelzen beim Extrudieren von Kunststoffen beschreiben, lassen sich in die beiden Gruppen kompaktes (CSM) und disperses Aufschmelzen (DSM) unterteilen (s. Abbildung 2.26 und Tabelle 1).

Einschnecke	Zweischneckenextruder	
CSM	DSM	
Tadmor (1966)	Rauwendaal (1993)	Gogos (1998)
Dekker / Lindt (1976)	Pape (2006)	Elemans (2002)
Menges / Klenk (1967)		White (2007)
Shapiro / Pearson (1976)		Thümen (2008)
Potente		

Tabelle 1: Übersicht der unterschiedlichen Aufschmelzmodelle



Abbildung 2.26: Skizzierter Vergleich von CSM- (links) und DSM-Modell nach [Rau96]

So wurden nach dem Tadmor-Modell verschiedene darauf aufbauende Modelle entwickelt, die bei Einschneckenextrudern anwendbar sind. Sie gehen von einem zusammenhängenden kompakten Feststoffbett aus. Diese Modelle werden daher zu den CSM-Modellen (contiguous solids melting) zusammengefasst (vgl. Kapitel 2.5.1).

Für Einwellenextruder ist Wärmetransfer von der beheizten Zylinderwand zum Kunststoff der den Prozess bestimmende Mechanismus. Dieser ist in den CSM-Modellen beschrieben. Die anderen Mechanismen werden jedoch vernachlässigt.

Diese Modelle lassen sich jedoch aufgrund der völlig unterschiedlichen Verarbeitungsbedingungen nicht auf einen DSE übertragen. So wird bei einem Einschneckenextruder aus vollem Trichter gefahren. Daher sind die Schneckengänge bereits im Einzugsbereich vollständig mit Granulat gefüllt. Beim Zweischneckenextruder wird hingegen das Material gravimetrisch oder volumetrisch zugeführt und somit der Durchsatz eingestellt. In Folge dessen stellt sich nur eine Teilfüllung im Einzugsbereich des Extruders ein. Zusätzlich werden bei den beiden Verfahren unterschiedliche Schneckendrehzahlen verwendet. So wird auf der einen Seite Einschneckenextruder mit Schneckendrehzahlen bis höchstes 600 min<sup>-1</sup> gefahren, wobei schon bei Drehzahlen von 400 bis 600 min<sup>-1</sup> von Schnellläufern gesprochen wird [Gor11]. Dagegen werden Zweischneckenextruder bei Drehzahlen bis 1200 min<sup>-1</sup> betrieben. Heute werden sogar Maschinen mit maximalen Schneckendrehzahlen von bis zu 1800 min<sup>-1</sup> angeboten [Cop10]. Die zu verarbeitenden Kunststoffe werden bei einem Zweischneckenextruder aufgrund der höheren Drehzahl und der Geometrie mechanisch stärker beansprucht. Somit ist der Anteil der Dissipation um ein Vielfaches höher. Die CSM-Modelle mit dem Wärmetransfer als bestimmender Effekt eignen sich daher nicht, um das Aufschmelzen im Doppelschneckenextruder zu beschreiben.

Erst mit der Einführung des dispersen Aufschmelzmodelles (dispersed solids melting, DSM) von Rauwendaal 1996 (vgl. Kapitel 2.5.2) ist ein auf einen Doppelschneckenextruder übertragbares Modell bekannt, auf dessen Grundlagen in den letzten Jahren weitere Modelle entwickelt wurden. Allerdings genügen die erarbeiteten mathematischen Aufschmelzmodelle nicht mehr den heutigen Anforderungen. Für das DSM-Modell muss das Granulat von Schmelze umgeben sein. Bei der dichtesten Kugelpackung entspricht dies einem Schmelzeanteil von - theoretisch - mindestens 26%. Die Energie, die zum Aufschmelzen dieser Menge benötigt wird, wird nicht berücksichtigt.

Um das Aufschmelzen in einem DSE zu beschreiben, eignen sich die DSM-Modelle dennoch am besten. Die gefundenen Erkenntnisse beziehen sich allerdings auf Untersuchungen, die nicht im Industriemaßstab durchgeführt wurden (vgl. Kapitel 2.3).

Mittlerweile haben Hochleistungsextruder auf Grund der gesteigerten übertragbaren Drehmomente mehr als dreimal höhere Schneckendrehzahlen gegenüber 1981 (vgl. Kapitel 2.2). Die vorliegenden Erfahrungen und Erkenntnisse über das Aufschmelzen basieren jedoch im Wesentlichen auf Untersuchungen an Extrudern mit niedrigen Drehzahlen und Durchsätzen.

So führen hohe Drehzahlen bei unveränderter Schneckengeometrie auf Grund der quadratischen Abhängigkeit der Schererwärmung P von der Scherrate  $\dot{\gamma}$  (vgl. Gl. (2.1)) zu erheblich gesteigerten thermomechanischen Beanspruchungen.

$$P = \eta * \dot{\gamma}^2 * V \qquad \qquad \text{Gl. (2.1)}$$

Die dissipierte Wärme kann nur über die Zylinderwände abgeführt werden. Die dafür vorhandene Fläche nimmt in Bezug auf das Volumen bei steigender Extrudergröße ab. Bei großen Extrudern lässt sich diese Wärme nicht mehr aus dem System abführen. Es kann zu wesentlichen Produktschädigungen kommen; die hohen Durchsätze können daher nur in engen Prozessfenstern erreicht werden.

Für die Aufschmelzzonen dieser schnelllaufenden Maschinen sind entweder andere Schneckenkonfigurationen oder andere, materialspezifisch angepasste Schneckenelemente erforderlich.

Da eine systematische Untersuchung der Aufschmelzzone sehr zeitaufwendig ist, existieren bislang nur wenige übertragbare Erkenntnisse.

Weiterhin findet die plastische Energiedissipation noch keine Berücksichtigung. Somit gibt es heute noch große Schwierigkeiten gerade beim Scale-up auf Hochleistungsextruder. Die aktuell bekannten Modelle gehen von dem Energieeintrag über die Kontaktfläche des Granulates aus. Dieser Kontakt kann zu der Maschine, also Zylinder oder Schnecke, oder zur Schmelze bestehen. Es wird von einem kalten Kern des Granulates ausgegangen. Für eine durchgängige Beschreibung der Vorgänge bei der Verarbeitung thermoplastischer Polymere auf DSE müssen die Modelle um ein hot-core (engl. für heißen Kern) Modell ergänzt werden. Hierfür ist ein besseres Verständnis der plastischen Energiedissipation, die zu Beginn der Aufschmelzzone auftritt, zwingend erforderlich.
# 3 Aufbau der Untersuchungen

### 3.1 Doppelschneckenextruder

Für die Untersuchung wird der Doppelschneckenextruder ZSK32 der Firma Coperion GmbH verwendet. Die technischen Daten sind in folgender Tabelle 2 aufgeführt.

Bezeichnung	ZSK32MC
Hersteller	Coperion GmbH
Baujahr	2004
Durchmesser Schnecken /mm	32
Max. Antriebsleistung Motor /kW	54
Max. Drehmoment /Nm	205
Drehzahl /min <sup>-1</sup>	120 - 1200
D <sub>a</sub> /D <sub>i</sub>	1,55

Tabelle 2: Technische Daten des DSE

Die Antriebseinheit des ZSK32 lässt sich zusammen mit dem Getriebe und den damit verbundenen Schneckenwellen in Längsrichtung verfahren. Damit lässt sich die Schneckenspitze positionieren.

Es stehen unterschiedliche Schneckenwellen zur Verfügung. Neben den Standardwellen mit einem L/D-Verhältnis von 44, mit denen ein kompletter Aufbau mit zehn Zylinderelementen möglich ist (vgl. Abbildung 3.1), wird ein verkürztes Schneckenpaar mit einem L/D-Verhältnis von 21 verwendet. Mit diesen Schnecken kann ein kurzer Aufbau mit fünf bis sechs Zylinderelementen konfiguriert werden (vgl. Abbildung 3.2).



Abbildung 3.1: Extruder- und Schneckenkonfiguration mit 10 Zylinderelementen



Abbildung 3.2: Extruder- und Schneckenkonfiguration mit verkürzter Welle (L/D=21)

Bei der dargestellten Schnecke werden nur Standardförderelemente für den Schneckenbesatz verwendet. An der Schneckenspitze befindet sich eine einzelne Knetscheibe. Diese wurde aus einem Knetblock herausgeschnitten.

# 3.2 Visualisierungsstand

Um den Energieeintrag in der Kompressions- und der Aufschmelzzone zu ermitteln, gibt es zurzeit nur sehr zeitaufwändige und ungenaue Methoden (vgl. Kapitel 2.3). Es ist noch nicht möglich, im laufenden Prozess den Bereich zwischen den Schnecken, den Zwickelbereich, zu betrachten, in dem die meiste Energie in den Kunststoff eingebracht wird.

Um die Deformation in den ersten Knetscheiben zu dokumentieren, muss ein Visualisierungsstand konstruiert werden. Hier ist es nötig, das Granulat aufzuhalten, bevor es aus dem Extruder tritt. Ohne ein solches Rückstauelement wird das Granulat aus der Maschine gefördert (vgl. Abbildung 3.3). Eine Dokumentation der Vorgänge ist ohne Visualisierungsstand nicht möglich.



Abbildung 3.3: Herausfördern des Granulates ohne Rückstau

Es wird ein Prüfstand entwickelt, in dem ein Sichtfenster an der Schneckenspitze vorgesehen wird (vgl. Abbildung 3.4). Dieses Sichtfenster wird mit Hilfe von Federn gehalten, um eine definierte Kraft als Rückstau vorhalten zu können. Durch dieses Sichtfenster können dann die Vorgänge, die zum initialen Aufschmelzen führen, beobachtet werden.



Abbildung 3.4: Lage des Sichtfensters an der Schneckenspitze [Kni13]

Der Prüfstand besteht aus drei Elementen, deren Funktionen nachfolgend erläutert werden (vgl. Abbildung 3.5). Die erste Platte (Probenentnahme Granulat) wird direkt am Extruder befestigt. Zieht man den Stift heraus, können hier Materialproben entnommen werden.



Abbildung 3.5: CAD-Bilder der einzelnen Werkzeugplatten [Kni13]

In der zweiten Platte (Knetzonenplatte) wird bei den Untersuchungen die Spitze der Schnecke, bestückt mit den Knetelementen, positioniert (vgl. Abbildung 3.6). In diesem Bereich findet die erste Vollfüllung und das initiale Aufschmelzen statt.



Abbildung 3.6: Extruder- und Schneckenkonfiguration mit Visualisierungsstand [Kni13]

Der Schlitten bildet die Halterung für ein Sichtfenster. Der Schlitten kann auf Schienen gleiten und wird über Federn und Muttern auf die Knetzonenplatte gepresst. Die Federn bestimmen den Anpressdruck des Schlittens und somit den maximalen Druck innerhalb der Kompressionszone bzw. Plastifizierzone. Sobald sich der Schlitten abhebt, kann der Kunststoff aus dem Prüfstand austreten. Als Sichtfenster dient eine 10 mm dicke Platte aus Polycarbonat (PC), in die für die Schnecken zwei Löcher gebohrt sind. Solange der Schlitten sich nicht abhebt, verhindert das Sichtfenster das Austreten des Granulats. Es wirkt wie ein rückstauendes Schneckenelement. Dieser Aufbau ermöglicht erstmals das Beobachten des Förderverhaltens, der Bewegung, der Deformation und des Aufschmelzens von Kunststoffgranulat im Zwickelbereich eines DSE.

Zur Dokumentation dieser Vorgänge wird eine Hochgeschwindigkeitskamera FASTCAM-APX RS der Firma Photron verwendet.

Die Aufnahmen werden durch einen Handtrigger gestartet. Diese werden mit einer Bildfrequenz von 2500 bis 3000 Hz aufgenommen. Die Zeitspanne für eine Aufzeichnungsphase beträgt ca. 4 s. In dieser Zeit lassen sich die Vorgänge in der Plastifizierzone, beginnend mit der Füllphase bis zum partiellen Schmelzen des Materials, dokumentieren. Der Aufbau ist in folgender Abbildung 3.7 zu sehen. In dem roten Kasten ist das Bild der Kamera dargestellt.



Abbildung 3.7: Aufbau zur Visualisierung der Deformation der Kunststoffpartikel [Kni13]

Mit diesem Aufbau lässt sich der Querschnitt des DSE entgegen der Extrusionsrichtung betrachten. Der Zylinder und die Zylinderwand mit dem oberen und unteren Zwickel, der Zwickelbereich und die Schnecken mit ihren aktiven und passiven Flanken sind sichtbar (vgl. Abbildung 3.8). Die Schnecken des DSE werden in Extrusionsrichtung benannt. Man sieht auf der rechten Seite die linke Schneckenwelle und dem entsprechend links die rechte Welle. Diese Bezeichnung der Wellen wird in der Arbeit so übernommen und fortgesetzt.



Abbildung 3.8: Darstellung des Querschnitts eines DSE

Die Variation der Parameter Drehzahl, Zylindertemperatur, Knetscheibenkonfiguration, Kunststoff, Granulatgeometrie und Füllgrad bzw. Druck erlaubt, deren Einflüsse während der Verarbeitung auf das initiale Aufschmelzen zu untersuchen. Eine qualitative Bewertung kann durchgeführt werden.

## 3.3 Drehmomentmessung

## 3.3.1 Anforderungen an das Messsystem

Für die Erfassung der mechanisch eingebrachten Energie wird ein Drehmomentmesssystem benötigt. Dieses Messsystem ermöglicht eine quantitative Bewertung des initialen Aufschmelzens durch plastische Energiedissipation in das Granulat.

Hierfür muss an den einzelnen Schneckenwellen das Drehmoment mit hoher zeitlicher Auflösung gemessen werden. Als Position für das Messsystem bietet sich der Raum zwischen Getriebe und Verfahrensteil an. Dieser Bereich, in dem die Schneckenwellen mit dem Getriebe verbunden werden, wird Laterne genannt.

Unterschiedliche Methoden zur Drehmomenterfassung sind denkbar:

- Dehnungsmessstreifen (DMS)-Methode
- Induktive/kapazitive Torsionswinkel-Methode
- Piezoelektrische Methode
- Wirbelstrom-Methode
- Oberflächenwellensensoren
- Inverse Magnetostriktion

Der Bauraum des DSE ist stark eingeschränkt. Aufgrund des geringen Abstands zwischen den Schneckenwellen (vgl. Abbildung 3.9) können keine Standardsysteme eingesetzt werden.





In Verbindung mit der Anforderung an robuste reproduzierbare Ergebnisse wird ein magnetostriktives Drehmomentmesssystem gewählt. Dieses Messsystem wurde als Prototyp von der Firma Coperion zur Verfügung gestellt. Diese Systeme sind heute kommerziell verfügbar.

# 3.3.2 Funktionsweise der magnetostriktiven Drehmomentmessung

Wird in ferromagnetischen Materialien ein lineares Magnetfeld angelegt, kommt es zu einer Längenänderung. Dieser Effekt wird als Magnetostriktion bezeichnet. [Her12]

Neben dem Effekt der Längenänderung in einem linearen Magnetfeld (Joule-Effekt), gibt es weitere Effekte, die auf der Magnetostriktion beruhen. In spiralförmigen Magnetfeldern findet eine Torsionsbewegung statt (Wiedemann-Effekt) und im umgekehrten Falle bewirkt eine Torsionsbewegung ein spiralförmiges Magnetfeld (Matteucci-Effekt). Dieser Effekt lässt sich berührungslos messen und in Drehmomentwerte umrechnen. Magnetostriktive Sensoren nutzen diesen inversen magnetostriktiven Effekt. Bei Beaufschlagung eines magnetisierten ferromagnetischen Körpers mit einem Drehmoment ändern sich die Magnetfeldlinien des eingebrachten Magnetfelds linear zum Drehmoment (vgl. Abbildung 3.10).



Abbildung 3.10: Darstellung der inversen Magnetostriktion [Fie12]

Magnetostrikive Sensoren messen diese Änderungen der elektrischen bzw. magnetischen Eigenschaften. Der Sensor, bestehend aus einer Speisespule sowie mehreren Empfängerspulen, arbeitet nach dem Transformatorprinzip (vgl. Abbildung 3.11). Es sind die Empfängerspulen (1, 2, 3, 4), die Speisespule (5), die magnetostriktive Metallschicht (7) und Welle (8) dargestellt.



Abbildung 3.11: Aufbau eines magnetostriktiven Sensors nach [Hes11]

Durch das Drehmoment entsteht eine Torsionsspannung, deren Maximum sich auf der Wellenoberfläche befindet. In Richtung dieser Spannung ändert sich auch die magnetische Permeabilität. Diese sinkt in Richtung der Materialstauchung und vergrößert sich in Dehnungsrichtung.

Während des Betriebs erzeugt die Speisespule des Sensors mit Hilfe eines Wechselspannungsgenerators ein magnetisches Wechselfeld. Dieses durchdringt die magnetostriktive Metallschicht auf der Wellenoberfläche und gelangt schließlich zu den Empfängerspulen des Sensors. Dort werden die Signalspannungen induziert, welche von den magnetischen Flussdichten abhängen. Hieraus folgt entsprechend der Verschaltung der Empfängerspulen folgende Gleichung Gl. (3.1):

$$\Delta U = (U_1 + U_3) - (U_2 + U_4) = U_1 - U_2$$
Gl. (3.1)

Die entstehende Spannung  $\Delta U$  ist ein Maß für das wirkende Drehmoment und das Vorzeichen der Spannung zeigt die Drehmomentrichtung an.

#### 3.3.3 Installation des Drehmomentsystems

Für die Messung des Drehmomentes werden magnetisierte Kupplungshülsen verwendet. Diese werden als Verbindung zwischen Getriebe und Schneckenwellen verwendet. Die Schneckenwellenaufnahme befindet sich in der Laterne des ZSK32 (vgl. Abbildung 3.12).



Abbildung 3.12: Schneckenwellenaufnahme des Getriebes des ZSK32

Die magnetisierten Kupplungshülsen sind verzahnt. Über diese Verzahnung wird das Drehmoment von dem Getriebe aufgenommen und an die Schneckenwelle weitergeleitet (vgl. Abbildung 3.13). Es stehen zwei unterschiedliche Kupplungspaare zur Verfügung.



Abbildung 3.13: Schneckenwellenaufnahme des Getriebes mit Kupplungshülse

Die Sensoren werden an der Kupplungshülse ausgerichtet (vgl. Abbildung 3.14). Diese messen die Änderung des Magnetfeldes.



Abbildung 3.14: Schneckenwellenaufnahme des Getriebes mit Sensor

Die Stromversorgung der Sensoren wird von Batterien übernommen. Schwankungen und Spannungsspitzen in der Stromversorgung, ausgelöst durch die Vielzahl an Kunststoff verarbeitenden Maschinen im Technikum, können so verhindert werden. Diese Schwankungen führen sonst zu Messfehlern.

Eine Messkarte der Firma National Instruments digitalisiert die analogen Messsignale. Zur Umwandlung der digitalen Spannungssignale in Drehmomentmesswerte wird in LabView ein Programm geschrieben. Hier werden die Kalibrierungswerte der unterschiedlichen Kupplungshülsen hinterlegt. Das Programm ermöglicht die Darstellung und Aufzeichnung der Drehmomente. Die Aufnahmefrequenz kann frei gewählt und eingestellt werden. Der Start der Messung kann für kontinuierliche Untersuchungen manuell am Computer gestartet werden. Zusätzlich kann die Aufzeichnung über einen Triggereingang an der Messkarte ausgelöst werden. Dieser Triggereingang wird mit dem Triggerausgang der Hochgeschwindigkeitskamera verbunden. So lassen sich die Drehmomente und die Bilder der Kamera synchron starten und aufzeichnen.

Der Aufbau des DSE mit Visualisierungsstand, Kamera mit deren Beleuchtung und Bedienrechner und Drehmomentmesssystem mit Messrechner ist in folgender Abbildung 3.15 zu sehen.



Abbildung 3.15: Aufbau mit (1) ZSK32, (2) Messrechner der Drehmomentmessung, (3) Visualisierungsstand, (4) Hochgeschwindigkeitskamera, (5) Bedienrechner der Kamera

Dieser Messaufbau ermöglicht erstmalig eine zeitlich hoch aufgelöste Erfassung der mechanisch eingebrachten Energie in das Kunststoffgranulat.

# 3.4 Verwendete Polymere

# 3.4.1 Polymere für die Visualisierung der plastischen Energiedissipation

Es werden unterschiedliche thermoplastische Polymere in dem beschriebenen Messaufbau verwendet. Als teilkristalline Materialien wird Polypropylen (PP) der Firma Sabic (PP 510P) verwendet. Als amorphes Material wird das Polycarbonat (PC) Makrolon 2805 der Firma Covestro AG eingesetzt. Amorphe und teilkristalline Polymere besitzen aufgrund ihrer unterschiedlichen Strukturen unterschiedliche mechanische und thermische Eigenschaften (vgl. Kapitel 3.5.2 und 3.5.3). Die Materialien liegen als Sackware in Granulatform vor. Die Granulatform unterscheidet sich bei den untersuchten Materialien. Die teilkristallinen Materialien liegen in Linsenform, die amorphen in Zylinderform vor. Dies liegt an den unterschiedlichen Herstellungsverfahren. Linsengranulat erhält man bei Unterwassergranulierung, Zylindergranulat durch Stranggranulierung.

Die Materialien werden in vergleichbare Größen gebracht, um den Einfluss der Granulatgeometrie, also Form und Größe, auszuschließen. Zunächst werden die Materialien auf einem Haake PTW16 Extruder zu Strängen extrudiert. Es werden aus dem PP und PC zwei Stränge mit unterschiedlichen Durchmessern (1,7mm und 3,5mm) hergestellt. In einem Granulator wird aus den extrudierten Strängen Zylindergranulat geschnitten. Die Granulate der Materialien sind nun von gleicher Form und Größe (vgl. Abbildung 3.16).

Die so hergestellten Zylindergranulate (A2/B2 und A3/B3 in Abbildung 3.16) unterscheiden sich in ihrem Durchmesser. Die Länge der Granulate ist mit jeweils 3,5mm gleich.



Abbildung 3.16: Granulate: (A) PP und (B) PC als (1) Neuware und (2, 3) Stranggranuliert

# 3.4.2 Polymere für die Messung der plastischen Energiedissipation

Weiterhin wird Kugelgranulat und Zylindergranulat hergestellt. Hierfür werden die Polymere PS Styrolution PS 124N/L der Firma Styrolution und LLDPE LL 6301 der Firma Exxon Mobil Chemical verwendet. Das Kugelgranulat wird mittels Unterwassergranulierung hergestellt. Das Zylindergranulat wird durch schneiden extrudierter Stränge hergestellt.

Hier werden jeweils drei Größen produziert (vgl. Tabelle 3) und für die Untersuchungen zur Verfügung gestellt.

Material	Mittlere Granulatgröße d <sub>G</sub> /mm	Größen- bezeichnung	Granulatform
PS	3,2	groß	Zylinder
PS	1,9	mini	Zylinder
PS	0,9	mikro	Zylinder
PS	3,2	groß	Kugel
PS	1,9	mini	Kugel
PS	0,9	mikro	Kugel
LLDPE	3,2	groß	Zylinder
LLDPE	1,9	mini	Zylinder
LLDPE	0,9	mikro	Zylinder
LLDPE	3,2	groß	Kugel
LLDPE	1,9	mini	Kugel
LLDPE	0,9	mikro	Kugel

Tabelle 3: Übersicht der hergestellten Kunststoffgranulate

Durch systematische Untersuchungen werden die Einflüsse der Granulatgröße (vgl. Abbildung 3.17), Granulatform (vgl. Abbildung 3.18) und Polymereigenschaften systematisch untersucht.



Abbildung 3.17: Kugelgranulate, oben LLDPE und unten PS



Abbildung 3.18: Vergleich Kugel und Zylindergranulate

Weiterhin können durch die unterschiedlichen Granulatgrößen Rückschlüsse auf das Hochskalieren der Prozesse auf größere Maschinen geben. Durch geschickte Wahl unterschiedlicher Granulatdurchmesser kann auf der verwendeten Maschine ZSK32 der Prozess auf größeren Extrudern betrachtet werden. Hier werden zunächst die Durchmesser der Extruder und der Granulate in ein Verhältnis gebracht werden. Es wird jeweils der Quotient Q aus dem Schneckendurchmesser  $d_a$  und dem mittleren Granulatdurchmesser  $d_G$  gebildet (vgl. Gl. (3.2)).

$$Q_1 = \frac{d_{a_{ZSK_1}}}{d_{G_1}} = \frac{d_{a_{ZSK_2}}}{d_{G_2}}; Q_2 = \frac{d_{a_{ZSK_1}}}{d_{G_2}} = \frac{d_{a_{ZSK_2}}}{d_{G_3}}$$
Gl. (3.2)

Dieser Quotient beschreibt, wie viele Granulate innerhalb des DSE übereinander gestapelt werden können (vgl. Abbildung 3.19).



Abbildung 3.19: Im Querschnitt eines DSE gestapelte Granulate

In folgender Tabelle 4 werden den Granulaten unterschiedliche Extruder gegenübergestellt. Hier ist jeweils der Quotient der Schneckendurchmesser zu den mittleren Granulatdurchmessern aufgelistet.

ZSK	Schneckendurchmesse r d. /mm	Quotient d <sub>a</sub> /d <sub>G</sub> der Granulatgrößen		
		mikro	mini	groß
32 Mc <sup>18</sup>	32	<u>33,7</u>	<u>16,7</u>	9,3
58 Mc <sup>18</sup>	58	61,1	<u>30,2</u>	<u>16,9</u>
70 Mc <sup>18</sup>	70	73,7	<u>36,5</u>	20,3
119 Mc <sup>18</sup>	118	124,2	61,5	<u>34,3</u>

Tabelle 4: Granulatgrößen in Bezug auf Extruderdurchmesser

Mit den hergestellten Granulaten lässt auf dem verwendeten ZSK32 der Vorgang auf größeren Maschinen visualisieren. Das mini Granulat auf dem ZSK32 entspricht einem Prozess mit dem großen Granulat auf einem ZSK58. Weiterhin entspricht das Mikrogranulat auf dem ZSK32 einem Prozess des großen Granulates auf einem ZSK119. Diese Stapeleffekte können so für das Verhalten der Granulate beim initialen Aufschmelzen durch plastische Energiedissipation auf unterschiedlichen Maschinengrößen ausgewertet werden.

Neben dem beschriebenen Stapeleffekt können gerade bei großen Extrudern bzw. kleinem Granulat Randeffekte beobachtet werden. Hier spielt das Verhältnis zwischen Granulatgröße und dem Schneckenspiel die entscheidende Rolle. Das Schneckenspiel beschreibt den Abstand zwischen Schneckenflanke und Zylinderwand (vgl. Abbildung 3.20, Abbildung 3.21). Der Schneckenspalt wird bei den angebotenen DSE mit steigendem Durchmesser größer (vgl. Tabelle 5). Die Randeffekte können somit beobachtet und für die unterschiedlichen Maschinengrößen gegenübergestellt werden.



Abbildung 3.20: Schneckenspiel im Doppelschneckenextruder



Abbildung 3.21: Gestapelte Granulate im Schneckenspiel; kleines (links) und großes (rechts) Schneckenspiel

ZSK	Schneckenspiel s /mm	Quotient s/d <sub>G</sub> der Granulatgrößen		
		mikro	mini	groß
ZSK32	0,1	<u>0,11</u>	0,07	0,04
ZSK40	0,15	0,16	<u>0,10</u>	0,05
ZSK58	0,25	0,26	0,17	<u>0,09</u>
ZSK70	0,4	0,42	0,27	0,14

Tabelle 5: Granulatgrößen in Bezug auf das Schneckenspiel

Die Randeffekte, die bei den Untersuchungen mit dem Mikrogranulat auf dem ZSK32 Extruder beobachtet werden, können bei den gewählten Granulatgrößen auf die Maschinengrößen ZSK40 (mini) und ZSK58 (groß) übertragen werden.

#### 3.5 Materialeigenschaften der Polymere

#### 3.5.1 Granulatgeometrie

Die Geometrie des Granulats spielt eine wichtige Rolle. Der Nachweis der Qualität der Granulate wird durch eine Vermessung erbracht. Die Messmethode wird kurz erläutert.

Das Kugelgranulat lässt sich vollautomatisch vermessen. Hierzu werden nach dem Granulierprozess die Kunststoffpartikel durch einen Camsizer optisch vermessen. Die Granulate werden dabei durch ein Lichtfeld geführt. Die Partikelprojektion bzw. der Schatten der Granulate wird über ein Kamerasystem aufgezeichnet, der Durchmesser gemessen und die mittlere Granulatgröße ausgewertet. Die Ergebnisse der Messungen sind in Anhang 2 hinterlegt. Neben der mittleren Granulatgröße wird die Sphärizität *SPHT* ermittelt. Diese ist ein Maß für die Kugelform der Granulate. Sie wird wie folgt ermittelt.

$$SPHT = \frac{4 * \pi * A}{P^2} \qquad \qquad \text{Gl. (3.3)}$$

*A* ist hier die gemessene Fläche und *P* der gemessene Umfang der Partikelprojektion. Eine ideale Kugel hat hierbei den Wert von 1.

Durch die Ergebnisse der Messungen kann sichergestellt werden, dass die Form und Größe der teilkristallinen und amorphen Kunststoffproben vergleichbar sind. Daraus folgt eine enge Gewichtsverteilung der einzelnen Granulate. Das mittlere Granulatgewicht wird durch mehrmaliges Wiegen einer bekannten Anzahl von Granulaten bestimmt. Es wurden zwischen 20 und 30 Granulate für diese Bestimmung verwendet. Das mittlere Granulatgewicht der Kugelgranulate

ist in folgender Tabelle 6 zusammengestellt.

Material	Größenbezeichnung	Gewicht eines Granulatkorns $ar{m}_{\it G}$ /mg
LLDPE	groß	8,14
LLDPE	mini	0,98
LLDPE	mikro	0,43
PS	groß	12,10
PS	mini	2,05
PS	mikro	0,61

Tabelle 6: Mittleres Granulatgewicht  $\overline{m}_G$  der verwendeten Materialien

#### 3.5.2 Mechanische Eigenschaften

Der Zugversuch ist das Standardverfahren zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von Materialien. Hierbei wird eine konditionierte, standardisierte Probe bei definierten Umgebungsbedingungen unter einer konstanten Abzugsgeschwindigkeit auseinandergezogen. Bis zu einem definierten Abschlusskriterium - z. B. der Zerstörung des Prüfkörpers - zeichnet die Prüfmaschine die Kraft auf, die zur Verformung des Prüfkörpers benötigt wird. Der ebene Spannungszustand in der Probe erlaubt eine Berechnung der Spannung über die anliegende Kraft und dem Probenguerschnitt.

Auf dem Doppelschneckenextruder ist im Vergleich zum Zugversuch ein viel komplexerer Spannungszustand zu erwarten. Die Zugversuche dienen hier zur Beschreibung und Unterscheidung der mechanischen Eigenschaften der verwendeten Materialien.

Um die mechanischen Eigenschaften des LLDPE und PS zu untersuchen, werden Zugversuche mit unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten gewählt. Neben quasistatischen Zugversuchen bei einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min, werden die mechanischen Eigenschaften der Materialien LLDPE und PS bei Abzugsgeschwindigkeiten von 1 und 3 m/s gemessen. Die quasistatischen Messungen werden auf einer Prüfmaschine Z020 der Zwick GmbH & Co. KG durchgeführt; die Messungen bei den hohen Deformationsraten auf einer servohydraulischen Hochgeschwindigkeitsprüfmaschine HTM5020 von Zwick.

Bei hohen Prüfgeschwindigkeiten können keine Dehnungsaufnehmer zur Messung der Deformation des Prüfkörpers verwendet werden. Die Dehnung wird mittels Grauwertkorrelation dokumentiert und ausgewertet. Hierfür wird ein stochastisches Muster auf die Prüfkörper aufgebracht. Die Deformation des Prüfkörpers wird von Kameras verfolgt und aufgezeichnet. Im Anschluss an den Versuch werden mittels eines Korrelationsalgorithmus die Verschiebungen des Musters und somit die Dehnung auf der Probenoberfläche zwischen den einzelnen gespeicherten Bildern berechnet.

Aufgrund der unterschiedlichen Deformationsgeschwindigkeiten bietet sich die in [Bec09] beschriebene Prüfkörpergeometrie an (vgl. Abbildung 3.22). Diese Prüfkörpergeometrie bietet einen ausreichend großen Bereich, in dem ein fast einachsiger Spannungszustand vorliegt [Bec09]. Die Prüfkörper werden aus spritzgegossenen Platten gefräst und anschließend vermessen. Danach wird ein stochastisches Muster aufgebracht. Die Messungen werden bei Normklima durchgeführt.



Abbildung 3.22: Probekörpergeometrie der Zugprüfkörper [Bec09]

Je Material und Abzugsgeschwindigkeit werden mindestens drei Wiederholungsmessungen durchgeführt. Die Ergebnisse werden folgend mittels des gemittelten Verlaufs der Einzelmessungen graphisch dargestellt. Die Graphen zeigen jeweils für die einzelnen Prüfgeschwindigkeiten die wahre Spannung  $\sigma$  in N/mm<sup>2</sup>, ermittelt aus der gefilterten Standardkraft (Standardkraft fft) und dem Querschnitt der Probe, über der logarithmischen bzw. Hencky-Dehnung  $\varepsilon_N$  in y-Richtung bzw. längs der Lastrichtung (eyyN).

Das teilkristalline LLDPE ist ein duktiles Material, das bei geringer Deformationsgeschwindigkeit in den quasistatischen Versuchen bei hohem Deformationsgrad weiterhin intakt bleibt und nicht zerstört werden konnte. Die Deformation des Prüfkörpers ist bis in die Schultern des Prüfstabs vorangeschritten (vgl. 3. Prüfkörper in Abbildung 3.24). Bei hohen Deformationsraten versagt das Material schon bei geringerer Dehnung wobei das Material eine höhere Festigkeit aufweist; das Material versprödet bei hohen Dehnraten (vgl. Abbildung 3.23).



unterschiedliche Dehnraten

Die Prüfkörper zeigen nach der Prüfung plastisch deformierte Bereiche um die Bruchfläche. Dies ist bei duktilen Materialien zu erwarten (vgl. Abbildung 3.24). Die jeweiligen Prüfgeschwindigkeiten sind in den Bildern angegeben.

Im Gegensatz zu Materialien aus anderen Stoffklassen verspröden Kunststoffe bei höheren Verformungsgeschwindigkeiten. Dies liegt an Kettenstruktur der Polymere. Diese Ketten sind untereinander verschlauft. Die Beweglichkeit der Polymerketten ist stark abhängig von der Temperatur und der Umformgeschwindigkeit. Niedrige Temperaturen und hohe Dehnraten führen zu einer reduzierten Beweglichkeit der Kettensegmente und zu einem spröden mechanischen Verhalten. [Arr93] Dieser Effekt ist bei dem teilkristallinen LLDPE stark ausgeprägt.



Abbildung 3.24: Prüfkörper (LLDPE) nach den Zugprüfungen

Das amorphe PS zeigt schon bei den quasistatischen Untersuchungen ein sprödes Verhalten, bei dem das Material schon bei geringer Dehnung versagt. Das Material versagt im Vergleich zum LLDPE schon bei geringer Dehnung und hoher Spannung. Der Effekt der Versprödung ist im Gegensatz zum LLDPE nicht stark ausgeprägt (vgl. Abbildung 3.25).

Die Prüfkörper aus PS zeigen nach den Prüfungen keine plastisch deformierten Bereiche auf. Das Material ist an der Bruchfläche zersplittert (vgl. Abbildung 3.26).



Abbildung 3.25: Spannungs-Dehnungs-Diagramm des PS für unterschiedliche Dehnraten



Abbildung 3.26: Prüfkörper (PS) nach den Zugprüfungen

Um die unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften der beiden Materialien noch deutlicher zu beschreiben, wird die beim Zugversuch aufgenommene Energie betrachtet. Die eingeschlossene Fläche unterhalb der Graphen beschreibt die aufgenommene Energie des Materials bis zum Versagen. Die aufgenommene Energie wird mittels der wahren Spannung  $\sigma$  und der technischen Dehnung  $\varepsilon_t$  bis zum Versagen der Probe ermittelt (vgl. Gl. (3.4)) [Yiu86]. Je größer diese spezifische Arbeitsaufnahme w ist, umso zäher ist das Material. [Fri17]

$$w = \frac{W}{V} = \int_{0}^{\varepsilon} \sigma d\varepsilon_t \qquad \qquad \text{GI. (3.4)}$$

Die Ergebnisse für beide Materialien sind unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Dehnraten in folgender Tabelle 7 aufgelistet. Durch die hohe Dehnung, die das LLDPE bei den Zugprüfungen gezeigt hat, ist die aufgenommene Energie um ein bis zwei Größenordnungen höher im Vergleich zum PS. Mit zunehmenden Dehnraten, resultierend aus den höheren Belastungsgeschwindigkeiten, nimmt die aufgenommene Energie des teilkristallinen LLDPE im Gegensatz zum amorphen PS signifikant ab.

Material	Energieaufnahme der Prüfkörper <i>w</i> / J/g bei der Prüfgeschwindigkeit			
	1 mm/min	1 m/s	3 m/s	
LLDPE	77,48	13,63	9,94	
PS	0,32	0,5	0,49	

Tabelle 7: Energieaufnahme der Materialien bei den Zugversuchen

#### 3.5.3 Spezifische Enthalpie

Um das Polymer bei der Verarbeitung aufzuschmelzen, wird je nach Material eine unterschiedliche Menge an Energie benötigt. Diese Energiemenge lässt sich mittels der Dynamische Differenzkalorimetrie-Methode (DSC) ermitteln. Hierbei wird das zu untersuchende Material neben einer Referenzprobe (Saphir-Methode) unter einer definierten Heizrate erwärmt (vgl. Abbildung 3.27). Die dafür benötigte Energie wird dokumentiert und für eine höhere Genauigkeit mit der bekannten mitgemessenen Referenzprobe abgeglichen.

Für die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse wird für jedes Material von der Ausgangstemperatur T<sub>0</sub> über die jeweilige Schmelzetemperatur der Materialien erhitzt. Die Temperatur wird für drei Minuten isotherm gehalten. Dann wird die Probe wieder auf die Ausgangstemperatur abgekühlt. Der erste Heiz-Abkühlzyklus wird durchgeführt, um die thermische Vorgeschichte der Proben zu eliminieren. Diese Vorgeschichte beruht auf den unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten bei der Granulatherstellung bedingt durch die unterschiedlichen Durchmesser der Granulate. Nach dem ersten Zyklus wird die Probe wieder für drei Minuten isotherm gehalten. Die in der zweiten Aufheizkurve (in Abbildung 3.27 rot markiert) gemessenen Werte werden für die weitere Auswertung herangezogen. Die verwendeten Temperaturwerte sind Tabelle 8 zu entnehmen.



Abbildung 3.27: Temperaturprofil der DSC-Messung

	T₀ /°C	T <sub>1</sub> /°C	T <sub>2</sub> /°C	T <sub>3</sub> /°C
PS	-20	120	-20	250
LLDPE	-20	140	-20	250

Tabelle 8: Temperaturen der DSC Messungen

In Abbildung 3.28 ist das Messergebnis der zweiten Aufheizphase der LLDPE Probe dargestellt. Das Aufschmelzen der kristallinen Bereiche kann in den beiden Peaks beobachtet werden. Bei 130 °C ist das LLDPE aufgeschmolzen. Das amorphe PS weist keinen solchen Übergangsbereich auf. Bei 100 °C kann ein Phasenübergang beobachtet werden. Bei 105°C ist das PS aufgeschmolzen. Die ermittelten Schmelztemperaturen entsprechen den in den Datenblättern angegebenen Werten.



Abbildung 3.28: Darstellung der DSC-Messung der LLDPE und PS Probe

Über die eingebrachte mechanische Energie soll die Temperaturerhöhung des Granulates abgeschätzt werden. Hierfür muss die spezifische innere Energie  $\Delta$ h in Bezug auf die Temperatur dargestellt werden.

Über Integration der gemessenen DSC-Kurven erhält man die spezifische Enthalpie über der Temperatur (vgl. Abbildung 3.29).



Abbildung 3.29: Darstellung der spezifischen Enthalpie der LLDPE und PS Proben

Aus den Untersuchungsergebnissen kann die zum Aufschmelzen benötigte Energie berechnet werden. In den Experimenten entspricht diese der spezifischen Enthalpie  $\Delta h_s$  die zum Erwärmen der Materialien von Raumtemperatur (20°C) auf Schmelztemperatur T<sub>s</sub> benötigt wird (vgl. Tabelle 9).

	Ts /°C	Δh <sub>s</sub> /J/g
PS	105	125
LLDPE	130	353

Tabelle 9: Schmelztemperatur und zum Aufschmelzen benötigte Energie

Zum Aufschmelzen des LLDPE wird fast dreimal mehr Energie zum Aufschmelzen benötigt. Die Materialien unterscheiden sich nicht nur in ihren mechanischen sondern auch in den thermodynamischen Eigenschaften signifikant.

# 4 Untersuchung der plastischen Energiedissipation

# 4.1 Visualisieren der plastischen Energiedissipation

## 4.1.1 Versuchsplanung und -durchführung

Für die Visualisierung der plastisch eingebrachten Energie wird der verkürzte Aufbau des DSE verwendet (vgl. Kapitel 3.1). An der Schneckenspitze wird der Visualisierungsstand installiert. Es werden systematisch Untersuchungen durchgeführt, um die plastische Energiedissipation zu untersuchen. Außerdem soll der Einfluss der Parameter Material, Granulatgröße, Drehzahl, Temperatur und Druck betrachtet werden.

Als Material stehen das amorphe PC und das teilkristalline PP zur Verfügung. Es werden die in Kapitel 3.4.1 beschriebenen und in Abbildung 3.16 gezeigten Granulate A2, A3, B2 und B3 verwendet. Mit den Drehzahlen 120, 600 und 1200 min<sup>-1</sup> wird der Drehzahlbereich des ZSK32 abgedeckt (vgl. Kapitel 3.1, Tabelle 2). Für die Untersuchung des Einflusses der Temperatur wird sowohl die Temperatur des Materials als auch die Temperatur des DSE bzw. der Zylinder variiert. Die erhöhte Granulattemperatur soll einen erhöhten Energieeintrag in der Förderzone nachstellen.

Es resultiert der in Tabelle 10 gezeigte Faktor-Stufenplan.

Der Einfluss der einzelnen Faktoren wird in einem randomisierten vollfaktoriellen Versuchsplan untersucht. Dies entspricht einer Anzahl von 48 Einzelexperimenten.

Die einzelnen Experimente werden mittels Hochgeschwindigkeitskamera aufgezeichnet. Die Aufnahmefrequenz beträgt abhängig von der Drehzahl des Extruders zwischen 2500 und 3000 Hz.

Faktor	Stufen		
Material	teilkristallin (PP; A)		amorph (PC; B)
Granulatgröße	klein (2)		groß (3)
Drehzahl /min <sup>-1</sup>	120	600	1200
Temperatur Material /°C	23		80
Zylindertemperatur /°C	23		80

#### Tabelle 10: Faktor-Stufenplan der Visualisierungsversuche

## 4.1.2 Auswertemethoden

Um die Vorgänge zu untersuchen, werden die Aufzeichnungen herangezogen (vgl. Abbildung 4.1) und die Deformation der Granulate systematisch bewertet. Durch die unterschiedlichen Parameter lassen sich die beobachteten Deformationen miteinander vergleichen. Der Einfluss der Parameter auf die Deformation der Granulate wird dabei qualitativ ausgewertet und beschrieben. Die auftretenden Effekte sind zur Visualisierung in den einzelnen Bildern farblich hervorgehoben. Unverformte Granulate werden gelb, deformierte Granulate rot eingefärbt. Granulate, die im Zwickelbereich eingeklemmt sind und nicht deformieren, werden orange markiert.

Die Einflüsse der einzelnen Parameter auf die Deformationen der Granulate werden qualitativ ausgewertet und beschrieben.



Abbildung 4.1: Ansicht des Querschnitts des DSE

# 4.1.3 Füll- und Förderverhalten

Das Förderverhalten der Granulate kann mit diesem Versuchsaufbau dokumentiert werden. Mit rechter und linker Welle ist folgend immer die in Extrusionsrichtung rechte bzw. linke Welle gemeint. Großes Granulat wird bei geringer Drehzahl sowohl im oberen Zwickelbereich als auch vereinzelt von der rechten Welle gefördert (vgl. Abbildung 4.2, rechts). Kleines Granulat, das eher zwischen die Wellen hindurchfallen kann, wird im Vergleich zum großen Granulat vermehrt von der rechten Welle gefördert (vgl. Abbildung 4.2, links). Durch die Schwerkraft fallen die Granulate in den unteren Bereich des Zylinders. Die linke Schneckenwelle schiebt bei ihrer Rotation das Granulat in den Bereich der rechten Schneckenwelle.



Abbildung 4.2: Fördern von Granulaten unterschiedlicher Größe (links klein, rechts groß)

Bei hohen Drehzahlen ist dieser Effekt nicht zu beobachten. Die Granulate werden unregelmäßig im Schneckenkanal nach vorne gefördert (vgl. Abbildung 4.3). Hier ist kein Einfluss der Schwerkraft erkennbar.



Abbildung 4.3: Fördern von Granulaten bei unterschiedlichen Drehzahlen

Temperatur und Material haben auf das Förderverhalten keinen erkennbaren Einfluss.

## 4.1.4 Plastische Energiedissipation im Zwickelbereich

Bei jeder Rotation durchläuft jede Schnecke mit zweigängigen Elementen zweimal den Zwickelbereich. Die plastische Deformation des Kunststoffgranulats findet im Zwickelbereich statt. Die Deformationen der noch unaufgeschmolzenen Granulate können als wiederkehrende immer Einzelereignisse in diesem Bereich beobachtet werden. Der zeitliche Abstand zwischen den Deformationen ist je Welle durch die Schneckendrehzahl n und die Gangzahl der Schneckenwellen G bestimmt.

Die aktive Flanke der einen Welle und der Schneckenaußendurchmesser der anderen Welle begrenzen zusammen mit dem Zwickel der Zylinderwand das zur Verfügung stehende Volumen. Bei hohem Füllgrad wird das Volumen zusätzlich von verkeiltem Material begrenzt. Die aktive Flanke drückt auf das Granulat (vgl. Abbildung 4.4) und deformiert es.



Abbildung 4.4: Deformation des Granulates im oberen Zwickel

Es kann beobachtet werden, dass die rechte Schneckenwelle das Material im oberen, die linke im unteren Zwickelbereich deformiert (vgl. Abbildung 4.5). Die rechte Schneckenwelle ist im oberen Zwickel aktiv, die linke Welle im unteren Zwickel. Daher sind die Deformationen, die im oberen und unteren Zwickelbereich beobachtet werden, um 90° phasenverschoben.





Die passive Welle wird bei dem Deformationsvorgang mit dem Schneckenaußendurchmesser, der dem Zwickel abgewandt ist, an die Zylinderwand gedrückt. Die Schnecke reibt dabei an der Zylinderwand. Sowohl bei hohem Füllgrad als auch bei dem Material PC ist dieser Effekt stark ausgeprägt.

Diese immer wiederkehrenden Effekte der Deformation des Materials im Zwickelbereich und der Reibung der passiven Schneckenwelle an der Zylinderwand lassen neben den daraus folgenden Verschleißerscheinungen darauf schließen, dass im kontinuierlichen Prozess Drehmomentspitzen auftreten. Die Häufigkeit dieser Drehmomentspitzen muss von der Drehzahl abhängig sein.

#### 4.1.5 Phasen der plastischen Energiedissipation

Folgend werden die einzelnen Phasen beschrieben, die das Granulat bei der Deformation im Zwickelbreich durchläuft.


Abbildung 4.6: Deformation von PE-Granulat im Zwickelbereich

Das Granulat wird durch eine massive plastische Deformation im Zwickelbereich zum Fließen gebracht. Dabei verklemmt sich das Granulat zunächst im oberen oder unteren Zwickelbereich zwischen der aktiven Flanke und der Zylinderwand (vgl. Abbildung 4.7 links). Anschließend folgt eine Deformation, welche in zwei Phasen stattfindet. In der ersten Phase wird das Granulat kompaktiert. Das Material wird dabei in den Freiraum zwischen den Granulatkörnern gepresst (vgl. Abbildung 4.7, Mitte). In der zweiten Phase erfolgt eine starke Deformation des kompaktierten Volumens (vgl. Abbildung 4.7, rechts). Beide Mechanismen führen dabei zu plastischer Energiedissipation. Das opake teilkristalline Material wird transparent.



Abbildung 4.7: Deformationsphasen: Verklemmen, Kompaktieren, Deformieren [Kni13]

Die Menge an deformiertem Material bzw. deformiertem Volumen ist, wie im folgenden Kapitel ausführlich beschrieben, hauptsächlich von der Granulatgröße und dem Füllgrad abhängig.

# 4.1.6 Einflüsse auf die plastische Energiedissipation

Die Granulatgröße nimmt den größten Einfluss auf die Menge an plastisch deformiertem Polymer. Kleine Granulatkörner schmelzen dabei langsamer an als große. Außerdem tendieren sie dazu, durch den Zwickelbereich zu schwimmen, ohne zu deformieren (vgl. Abbildung 4.8). Nur wenig Material wird plastisch deformiert, was dazu führt, dass die beobachtete dissipierte Energie geringer ist. Großes Granulat dagegen verklemmt sich stärker im Zwickelbereich (vgl. Abbildung 4.9). Somit wird mehr Material plastisch deformiert. [Kni13]



Abbildung 4.8: Durchschwimmen kleiner Granulate durch den Zwickel [Kni13]



Abbildung 4.9: Deformation großer Granulate im Zwickelbereich [Kni13]

Zwei weitere signifikante Einflussfaktoren auf das initiale Aufschmelzen sind der Füllgrad und der Druck in der Plastifizierzone. Mit zunehmendem Füllgrad und zunehmendem Druck wird das Durchschwimmen der Granulate im Zwickelbereich geringer. Mehr Material wird plastisch deformiert (vgl. Abbildung 4.10). Während bei geringem Füllgrad kaum plastische Energiedissipation auftritt, steigt dieser Effekt bei Vollfüllung zwischen den Knetblöcken signifikant an. So sind nur 10 bis 14 Deformationen (entsprechend fünf bis sieben Schneckenrotationen) für das partielle Aufschmelzen notwendig. [Kni13]



Abbildung 4.10: Mehr Deformation durch höheren Druck [Kni13]

Auch die mechanischen Eigenschaften der Granulate nehmen Einfluss auf das initiale Aufschmelzen. Das weiche, teilkristalline Polypropylen (PP) wird stark deformiert. Bei spröden amorphen Materialien wie beim Polycarbonat (PC) oder Polystyrol (PS) zersplittert das Granulat (vgl. Abbildung 4.11).



Abbildung 4.11: Vergleich der Deformation von PP und PC

Zwischen den beiden amorphen Materialien ist ein weiterer Unterschied zu beobachten. Während PS bei der Deformation im Zwickelbereich zermahlen wird, ist dieser Effekt bei PC nicht so stark ausgeprägt. Es bilden sich bei PC dennoch vereinzelt Splitter. Wenn das PC in Zwickelbereich verklemmt wird, kann eine reduzierte Umlaufgeschwindigkeit an der Schneckenspitze beobachtet werden; die Schnecken werden abgebremst und tordieren dabei. Um diese Beobachtung bewerten zu können, wurde in den Versuchsbildern der Winkel der Knetscheiben gemessen. Die Differenz der Winkel beschreibt gemeinsam mit dem Zeitabstand zwischen den Bildern die Winkelgeschwindigkeit in diesem Zeitabschnitt. Die so ermittelte Winkelgeschwindigkeit schwankt sehr stark um die eingestellte Drehzahl (vgl. Abbildung 4.12).



Abbildung 4.12: Drehzahlschwankung bei der Deformation von PC

Der Graph in Abbildung 4.12 zeigt das starke Abbremsen der Schnecke durch das im Zwickel eingeklemmte PC auf unter die Hälfte der eingestellten Drehzahl. Nach dem Durchlaufen des Zwickelbereichs schlagen die tordierten Schneckenwellen durch. Dies führt kurzzeitig zu stark überhöhten Winkelgeschwindigkeiten.

# 4.1.7 Übergang zum dispersen Schmelzen

Um den Aufschmelzprozess zu beobachten und aufzuzeichnen, muss der Visualisierungsstand möglichst lange geschlossen bleiben. Dieser öffnet sich normalerweise bei zu großem Druck an der Schneckenspitze. Durch Erhöhen der Vorspannung der Federn kann ein vorzeitiges Öffnen für einen längeren Zeitraum verhindert werden. Der Aufschmelzprozess kann aufgezeichnet werden. Der Energieeintrag führt zu einem partiellen Aufschmelzen des Kunststoffs. Es bildet sich ein Schmelzepool vor den aktiven Flanken der Schnecken (vgl. Abbildung 4.13). Die Menge des aufgeschmolzenen Materials wächst mit jeder halben Rotation.



Abbildung 4.13: Schmelzepool vor den aktiven Flanken der Schneckenwellen

In dem Spalt zwischen Sichtscheibe und Knetblock können im späteren Stadium die unaufgeschmolzenen Granulate beobachtet werden (vgl. Abbildung 4.14). Die Granulate berühren sich zunächst und haften an der Knetscheibe (vgl. Abbildung 4.14, oben). Das Material verhält sich hochviskos. Eine Deformation der Granulate im Zwickelbereich ist weiterhin zu beobachten. Nach fünf Rotationen ist so viel Energie in das Material eingebracht, dass die Partikel in einer Schmelzematrix eingebettet sind (vgl. Abbildung 4.14, unten). Die Viskosität ist stark reduziert. Die unaufgeschmolzenen Granulate haften nicht mehr an der Knetscheibe und werden im Zwickelbereich nicht mehr deformiert. Die mechanische Energie wird über Scherung in die Schmelze eingebracht. Es herrscht ein Zustand, der in dem dispersen Aufschmelzmodell beschrieben ist.



Abbildung 4.14: Übergang zum dispersen Aufschmelzen [Kni13]

# 4.1.8 Dissipierte Wärme

Obwohl die Untersuchungen nur einige wenige Sekunden dauern, erwärmen sich neben dem Material die Schnecken des DSE messbar. Entspricht die Temperatur zu Beginn des Experiments noch Umgebungstemperatur, lässt sich mittels Wärmebild-IR-Pyrometer eine Erhöhung der Temperatur dokumentieren (vgl. Abbildung 4.15).



Abbildung 4.15: IR-Aufnahme vor (links) und nach den Experimenten (rechts)

Die in den Abbildungen gezeigten Temperaturen dienen aufgrund des als Standard eingepflegten Emissionskoeffizienten e = 1 nur als Anhaltspunkt und zur Verdeutlichung einer freigewordenen Wärmeenergie. Der Emissionskoeffizient entspricht dem Wert des idealen schwarzen Körpers.

# 4.2 Messen der plastischen Energiedissipation

## 4.2.1 Versuchsplanung und -durchführung

Es wird der gleiche verkürzte Aufbau wie in den Untersuchungen der Visualisierung gewählt. Zusätzlich wird das Messsystem zur Bestimmung des Drehmoments verwendet (vgl. Kapitel 3.3.3). Das Kamerasystem wird mit einer Aufnahmefrequenz von 2500 fps betrieben. Das Drehmoment wird mit einer Abtastrate  $f_s$  von 25 kHz aufgezeichnet. Es stehen somit für jedes Bild zehn Drehmomentmesswerte zur Verfügung.

Untersucht wird die mechanisch eingebrachte Energie in das Kunststoffgranulat. Dabei soll der Einfluss der Verarbeitungsparameter und der Eigenschaften des Kunststoffes auf die eingebrachte Energie betrachtet werden. Der Einfluss der Materialeigenschaften, des Prozessparameters Drehzahl sowie der Granulatund Zylinderwandtemperatur auf die plastische Energiedissipation lässt sich so herausarbeiten. Zur Feststellung der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse und zur Untersuchung des Einflusses der Granulatform werden die in Kapitel 3.4.2 beschriebenen Polymere verwendet. Hier werden große, zylinder- und kugelförmige Granulate bei 23°C und der Schneckendrehzahl von 600 min<sup>-1</sup> in vier Wiederholungsmessungen untersucht.

Zur Bestimmung der Einflüsse Drehzahl, Temperatur und Granulatgröße auf die mechanisch eingebrachte Energie wird LLDPE und PS verwendet. Tabelle 11 zeigt den Faktor-Stufenplan dieser Versuche.

Faktor	Stufen		
Material	LLDPE (teilkristallin)		PS (amorph)
Granulatgröße	groß	mini	mikro
Granulatform	Zylinder		Kugel
Drehzahl /min <sup>-1</sup>	300	450	600
Temperatur /°C	23	65	100

Tabelle 11: Faktor-Stufenplan der quantitativen Untersuchungen

#### 4.2.2 Auswertemethoden

Neben den Bildern der Hochgeschwindigkeitskamera stehen die Drehmomente der einzelnen Schneckenwellen zur Verfügung, um die eingebrachte Energie quantitativ zu bewerten. Die beobachteten Deformationen finden in einem sehr kurzen Zeitraum von wenigen Zehntelsekunden statt. Der Wärmetransfer von den deformierten Granulaten zur Zylinderwand und zur Schnecke kann vernachlässigt werden; es wird ein adiabater Prozess beobachtet. Mechanisch eingebrachte Arbeit  $W_{mech}$  lässt sich bei konstanter Drehzahl der Schneckenwellen n über das Integral des Drehmoments M über die Zeit t wie in folgender Gleichung Gl. (4.1) berechnen.

$$W_{mech} = 2 \cdot \pi \cdot n \cdot \int M dt$$
 Gl. (4.1)

Aus den aufgezeichneten Einzelwerten der Drehmomentmessung wird das Integral bestimmt. Zur Berechnung der plastischen Energiedissipation *PED* müssen folgende Effekte vernachlässigt werden. Unter Vernachlässigung

- der Reibung im System (der Granulate untereinander, der Granulate an den Schnecken und der Schnecken an der Zylinderwand),
- der elastischen Energie, die nicht zu einer Temperaturerhöhung des Kunststoffs führt, und
- der Änderung der Oberflächenenergie und der Entropie

kann die mechanisch eingebrachte Arbeit  $W_{mech}$  mit der plastischen Energiedissipation *PED* gleichgesetzt werden (vgl. Gl. (4.2)).

$$PED = W_{mech} GI. (4.2)$$

Berücksichtigt man die Masse m des deformierten Materials, erhält man die Erhöhung der spezifischen Enthalpie  $\Delta h$  der Probe (vgl. Gl. (4.3)).

Die ermittelten Ergebnisse der eingebrachten mechanischen Energie können mit der durch DSC-Messungen ermittelten Enthalpien verglichen werden. Die Temperaturerhöhung des Kunststoffes kann dargestellt werden.

Es werden unterschiedliche Energien für die Auswertung berechnet. Durch Variation der Integrationsgrenzen Beginn  $t_b$  und Ende  $t_e$  wird der Energieeintrag mittels Gl. (4.4) berechnet und ausgewertet.

Jede Deformation führt zu einem Drehmomentanstieg. Je Welle werden pro Rotation zwei Deformationen erwartet, so dass ein wellenförmiger Drehmomentverlauf entsteht. Das Integral des Wellenprofils der Drehmomentmessung ergibt einen stufenförmigen Verlauf mit zwei Stufen pro Rotation. (vgl. Abbildung 4.16)



Abbildung 4.16: Funktion und Integral eines Wellenprofils, eine Rotation

Die Höhe der einzelnen Stufen beschreibt die Menge an eingebrachter Energie innerhalb einer einzelnen Deformation bzw. eines Einzelereignisses (vgl. Abbildung 4.17). Betrachtet man je zwei folgende Stufen des Integrals der linken und der rechten Welle, erhält man die eingebrachte Energie je vollständiger Rotation.



Abbildung 4.17: Funktion und Integral eines Wellenprofils; eine Deformation

Es bieten sich unterschiedliche Auswertemethoden an. Einerseits kann die Energie berechnet werden, die innerhalb einer ganzen Rotation in das Material eingebracht wird. Andererseits können einzelne Deformationen betrachtet werden und die jeweils eingebrachte Energie kann berechnet werden.

Für die Bestimmung des Energieeintrags je Rotation wird der Zeitpunkt der ersten Deformation des Granulates als Anfang der Integration  $t_b$  verwendet. Das Ende des Integrationsintervalls  $t_e$  wird, in Abhängigkeit der Drehzahl n des Extruders und der auszuwertenden Anzahl an Rotationen A, wie folgt berechnet (vgl. Gl. (4.5)).

$$t_e = t_b + A * \frac{1}{n}$$
 Gl. (4.5)

Als Bezugsmasse wird die Materialmenge verwendet, die in das freie Volumen der Knetscheibe an der Schneckenspitze passt. Hierfür werden das freie Volumen im Bereich der Knetscheibe an der Schneckenspitze und die Schüttdichte des Materials benötigt. Zur Bestimmung des freien Volumens wird die freie Fläche nach [Ans92] bestimmt und mit der Breite der Knetscheibe multipliziert (vgl. Tabelle 12).

Schneckendurchmesser /mm	32
Achsabstand /mm	26,2
Steigung Element /mm	42
Gangzahl	2
Freie Fläche /mm²	569,23
Knetscheibenbreite /mm	5
Freies Volumen /mm <sup>3</sup>	2846,15

#### Tabelle 12: Daten des ZSK32 und berechnetes freies Volumen

Mithilfe des so ermittelten freien Volumens und der gemessenen Schüttdichte der einzelnen Materialien wird die Masse an Material bestimmt, die in dem Raum des ersten Knetscheibenpaars Platz findet (vgl. Tabelle 13).

Material	Größenbezeichnung	Schüttdichte /kg/m³	Masse in Knetscheibe /g
LLDPE	groß	526,5	1,499
LLDPE	mini	522,0	1,486
LLDPE	mikro	514,6	1,465
PS	groß	591,0	1,682
PS	mini	609,9	1,736
PS	mikro	607,7	1,730

Tabelle 13: Materialmassen in der Deformationszone

Die so ermittelten Massen in der Knetstufe werden als Bezugsmasse für die Auswertung verwendet. Es werden die spezifischen Energien erfasst, die dem Material zu Beginn der Aufschmelzzone zugeführt werden (siehe Kapitel 4.2.3). Darüber hinaus werden Einzelereignisse betrachtet, in denen das Material deformiert wird. Für solche Einzelereignisse werden zunächst die aufgenommenen Videos betrachtet und die Zeiträume plastischer Deformation systematisch erfasst. Der Zeitstempel des Beginns  $t_b$  und des Endes  $t_e$  einer Deformation wird für die Berechnung verwendet (vgl. Abbildung 4.18). Die Anzahl x der deformierten Granulate wird dokumentiert. Die Masse des deformierten Granulates  $m_S$  wird über die dokumentierte Anzahl deformierter Granulate x und das mittlere Granulatgewicht  $\overline{m}_G$  bestimmt (vgl. Gl. (4.6)).

$$m_S = x \cdot \overline{m}_G \qquad \qquad \text{Gl. (4.6)}$$



Abbildung 4.18: Beginn (links) und Ende (rechts) einer Deformationsphase

Der Drehmomentverlauf für dieses Zeitintervall wird zur Berechnung der eingebrachten Energie verwendet (vgl. Abbildung 4.19). Mittels des numerischen Integrationsverfahrens der Simpsonregel (vgl. Gl. (4.9)) [Sch04] wird das Intervall bestimmt. Mit der Abtastrate  $f_s$  der Drehmomentmessung und folgender Gleichung Gl. (4.7)

$$t_e - t_b = \Delta t \qquad \qquad \text{GI. (4.7)}$$

erhält man aus der Deformationsdauer  $\Delta t$  die Anzahl der Einzelwerte innerhalb des Intervalls y (vgl. Gl. (4.8)).

$$y = f_s \Delta t$$
 Gl. (4.8)

Daraus ergibt sich folgende Berechnung für das Intervall.

$$\int_{t_b}^{t_e} Mdt = \sum_{n=1}^{y} \frac{t_{n+1} - t_n}{6} \left[ M(t_{n-1}) + 4 M(t_n) + M(t_{n+1}) \right] \qquad \text{Gl. (4.9)}$$

Die in der folgenden Abbildung 4.19 für die rechte Welle blau bzw. für die linke Welle rot eingeschlossene Fläche ist die eingebrachte plastische Energie.



Abbildung 4.19: Drehmoment der Schneckenwellen während der Deformationsphase

Im Laufe der einzelnen Untersuchungen füllt sich der beobachtete Bereich. Die Reibung im System steigt somit kontinuierlich und muss für die Bestimmung der plastischen Energiedissipation subtrahiert werden. Hierfür werden die Flächen unterhalb der roten und blauen Geraden durch folgende Gleichung Gl. (4.10) bestimmt und von der plastischen Energiedissipation in Gleichung Gl. (4.4) abgezogen.

$$k = (t_e - t_b) \frac{M(t_b) + M(t_e)}{2}$$
Gl. (4.10)

Die im Drehmoment aufgezeichnete Reibung im System wird somit herausgerechnet. Es folgt Gleichung Gl. (4.11) zur Berechnung der eingebrachten Energie, die zur plastischen Energiedissipation führt.

$$\Delta h = \frac{(2\pi n \int_{t_1}^{t_2} M dt) - (t_e - t_b) \frac{M(t_b) + M(t_e)}{2}}{x \cdot \overline{m}_G}$$
Gl. (4.11)

Die Ergebnisse für den spezifischen Energieeintrag werden in der Einheit J/g angegeben.

# 4.2.3 Mechanisch eingebrachte Energie in der ersten Knetzone

Es wird zunächst die Energie betrachtet, die im Versuchsaufbau innerhalb einer Rotation der Schneckenwellen in das Material eingebracht wird. Die Ergebnisse werden wie in Abbildung 4.20 strukturiert aufgeführt. Die folgenden Graphen stellen die Einflüsse von Material, Granulatgröße und Granulatform auf die eingebrachte spezifische Energie dar.





Die Ergebnisse sind graphisch dargestellt. Auf der x-Achse sind die Rotationen beginnend mit der ersten Rotation, in der Material im Zwickelbereich verklemmt und deformiert wird, bis zur zehnten Rotation angegeben. Die folgenden Graphen stellen die mechanische Energie dar, die in das Material eingebracht wird. Sie ist sowohl für die linke (rot) und die rechte (grün) Welle als auch aufaddiert für beide Wellen (blau) mit den jeweiligen Standardabweichungen aufgetragen. Aus der mechanisch eingebrachten Energie und den gemessenen thermischen Eigenschaften der Materialien die mittlere kann Temperaturerhöhung der Formmasse, die sich im Volumen der ersten Knetscheibe befindet, bestimmt werden.

Abbildung 4.21 zeigt die eingebrachte spezifische Energie aller Versuche. Die ersten Deformationen finden in diesem Versuchsaufbau schon bei geringem Füllgrad des ersten Knetscheibenpaares statt. Es wird zunächst wenig Material deformiert. Das Füllen des Visualisierungsstands führt zu einem Anstieg der eingebrachten Energie bis zum komplett gefüllten Prüfstand. Dies findet zwischen der vierten und fünften Rotation statt. Der Versuchsstand öffnet sich während der letzten Rotation vor der Vollfüllung. Die Ergebnisse werden für die beiden Zustände, füllender Versuchsstand und gefüllte Knetscheiben, in einem Graphen dargestellt, aber getrennt betrachtet und beschrieben.

Die eingebrachte Energie teilt sich in PED und FED. Mit steigendem Füllgrad erhöht sich der Anteil an FED. Ab der sechsten Rotation reduziert sich der Energieeintrag. Bei den ersten beiden Rotationen kann ein höherer Energieeintrag der rechten Welle festgestellt werden (vgl. Kapitel 4.1.3).

Aufgrund der unterschiedlichen Materialien und Granulatformen ist eine hohe Standardabweichung bei der Auswertung erkennbar.



Abbildung 4.21: Eingebrachte mechanische Energie in das Material, alle Versuche gemittelt

Folgend werden die Einflüsse von Material, Granulatgröße und Geometrie auf die eingebrachte spezifische Energie gezeigt.

Das Material hat einen signifikanten Einfluss auf den Energieeintrag im ersten Knetscheibenpaar. Abbildung 4.22 und Abbildung 4.23 zeigen die eingebrachte spezifische Energie für PS und PE bei gleicher Granulatgröße und Geometrie. Beim PS wird das Maximum von 35 J/g bei der dritten Rotation gemessen. Dies entspricht einer mittleren Temperaturerhöhung von 27 K. Schon vor der Vollfüllung fällt der mittlere Energieeintrag auf ca. 30 J/g – entsprechend einer Temperaturerhöhung von 23,5 K – und bleibt bis zur zehnten Rotation konstant. Hierbei ist der Mittelwert der rechten Welle höher als der der linken Welle; dieser Effekt ist durch die Standardabweichung nicht signifikant.



Abbildung 4.22: Eingebrachte mechanische Energie in PS

Bei LLDPE sinkt der Energieeintrag erst einige Rotationen später. Die meiste Energie wird in der sechsten Rotation mit 50,6 J/g eingebracht, was einer mittleren Temperaturerhöhung von 23 K entspricht. Nach der Vollfüllung ist kein signifikanter Unterschied beim Energieeintrag der rechten und linken Welle messbar.



Abbildung 4.23: Eingebrachte mechanische Energie in LLDPE

Die Form der Granulate nimmt nur beim PS Einfluss auf den Energieeintrag (vgl. Abbildung 4.24 und Abbildung 4.25).

Der maximale Energieeintrag ist beim PS schon vor der Vollfüllung des Visualisierungsstands messbar. Bei Vollfüllung ist der spezifische Energieeintrag beim zylinderförmigen Polystyrol-Granulat bei ca. 35 J/g fast konstant; beim kugelförmigen PS bei ca. 25 J/g. Dies entspricht einer mittleren Temperaturerhöhung von 27 bzw. 20 K je Rotation. Die rechte Schneckenwelle bringt mehr Energie in das Material ein.

Das PS wird bei der Deformation im Zwickelbereich zermahlen. Das Zermahlen führt zu einer veränderten Schüttdichte und zu einem geringeren mittleren Durchmesser der Kunststoffpartikel. Dadurch wird das Material weniger deformiert (vgl. Kapitel 4.1.6).



Abbildung 4.24: Eingebrachte mechanische Energie in Zylindergranulat aus PS





Bei dem PE steigt mit höherem Füllgrad der Energieeintrag. Der Energieeintrag fällt, je mehr Energie in das Material eingebracht wurde.



Abbildung 4.26: Eingebrachte mechanische Energie in Zylindergranulat aus LLDPE



Abbildung 4.27: Eingebrachte mechanische Energie in Kugelgranulat aus LLDPE

Bis zur vollständigen Füllung des Schneckengangs ist ein Anstieg der eingebrachten Energie messbar wie bei den größeren Granulaten. Der Abfall der eingebrachten Energie ist nicht so stark wie bei den großen Granulaten. Das spricht dafür, dass das kleinere Granulat nicht so stark erwärmt wird wie das große Granulat.

Der Energieeintrag der rechten Schneckenwelle ist bei der Füllung des Visualisierungsstands höher, im vollgefüllten Zustand ist der Energieeintrag der linken Welle höher. Das bedeutet, dass beim Füllen im oberen Zwickel mehr Material deformiert wird; im gefüllten Zustand dann im unteren Zwickelbereich (vgl. Kapitel 4.1.6).



Abbildung 4.28: Eingebrachte mechanische Energie in kleines Kugelgranulat aus LLDPE

Dieser Effekt ist beim Mikrogranulat noch stärker ausgeprägt. Der Energieeintrag steigt mit dem Füllgrad. Der Abfall mit steigendem Energieeintrag ist nicht signifikant ausgeprägt. Der Energieeintrag fällt nur leicht. Es wird noch weniger Energie in das Material eingebracht.



Abbildung 4.29: Eingebrachte mechanische Energie in kugelförmiges Mikrogranulat aus LLDPE

Neben der Bestimmung der Energie, die in das Material innerhalb einer kompletten Rotation der Schneckenwellen in das Material der ersten Knetscheibenstufe eingebracht wird, und der daraus ermittelten mittleren Temperaturerhöhung der Formmasse muss die Energie bestimmt werden, die in das deformierte Material eingebracht wird.

## 4.2.4 Plastische Energiedissipation

Zur Bestimmung der Energie, die in das deformierte Material eingebracht wird, werden die Einzelereignisse dieser Deformationen untersucht. Die Auswertung wird wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben durchgeführt.

Beginn und Ende der Deformationen werden in den Hochgeschwindigkeitsaufnahmen ermittelt (vgl. Abbildung 4.30).



Abbildung 4.30: Beginn und Ende einer Deformation im unteren Zwickelbereich

Der Drehmomentverlauf in diesen Deformationsphasen wird dokumentiert (vgl. Abbildung 4.31). Im oberen Graphen ist der Drehmomentverlauf der linken Welle während einer Deformationsphase dargestellt; im unteren der Drehmomentverlauf der rechten Schneckenwelle. Die hier dargestellte Deformation findet im oberen Zwickelbereich statt. Dies kann am Drehmomentverlauf der linken Welle erkannt werden. Die aktive linke Welle zeigt im Gegensatz zur passiven rechten Welle einen ausgeprägten Peak während der Deformation (vgl. Kapitel 4.1.4).



Abbildung 4.31: Drehmomentverlauf der Schneckenwellen während einer Deformation

Aus dem Drehmomentverlauf wird die eingebrachte Energie berechnet. Die farbigen Flächen in Abbildung 4.31 stellen die Reibung im System dar und werden nicht mit eingerechnet. Unter Berücksichtigung der deformierten Masse erhält man die spezifisch eingebrachte Energie (vgl. Kapitel 4.2.2).

Wiederholungsuntersuchungen zeigen reproduzierbare Ergebnisse. In den folgenden Abbildungen (Abbildung 4.32 und Abbildung 4.33) werden die Mittelwerte mit den jeweiligen Standardabweichungen graphisch in einem Balkendiagramm dargestellt. Die Schwankungen der Mittelwerte liegen jeweils innerhalb der Standardabweichungen und sind somit nicht signifikant. Eine Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse ist gegeben. Die Schwankungen resultieren aus den unterschiedlichen Mengen an Material, das im Zwickelbereich deformiert wird.



Abbildung 4.32: Energieeintrag in kugelförmige LLDPE-Granulate



Abbildung 4.33: Energieeintrag in zylinderförmige LLDPE-Granulate

In das amorphe PS wird bei der Deformation im Zwickelbereich mehr Energie eingebracht.

In das LLDPE wird weniger Energie zugeführt. Dabei kann ein teilweises Zurückgehen der Deformation beobachtet werden. Dieser elastische Anteil führt nicht zur Erwärmung des Materials und kann bei der Untersuchungsmethode nicht quantifiziert werden.

Im Mittel wird dem großen LLDPE bei 23 °C innerhalb einer Deformation 48 J/g Energie zugeführt. Dies entspricht einer Temperaturerhöhung von 21 K. Dem PS wird mit 80 J/g mehr Energie zugeführt, dies entspricht einer Temperaturerhöhung um 59 K.

Es kann kein signifikanter Einfluss der Form des Granulats festgestellt werden (vgl. Abbildung 4.34). Die gemessenen Mittelwerte liegen innerhalb der Standardabweichung. Der Geometrieeinfluss ist nicht signifikant. In das Zylinderund das Kugelgranulat wird bei der plastischen Deformation die gleiche Menge an Energie zugeführt.



Abbildung 4.34: Energieeintrag in Kunststoffgranulate

Im zweiten Versuchsblock wird bei einer Deformation im Mittel 39,8 J/g in das LLDPE eingebracht.

Betrachtet man den Energieeintrag bei unterschiedlichen Drehzahlen, erkennt man die Tendenz zu einem erhöhten Energieeintrag bei höherer Drehzahl (vgl. Abbildung 4.35).



Dies liegt an der Versprödung bei höheren Dehnraten und dem höheren Druck. Mit steigender Temperatur des Materials fällt die mechanisch eingebrachte Energie (vgl. Abbildung 4.36). Das Material verliert aufgrund der höheren Temperatur an Festigkeit und kann bei der Deformation weniger Energie aufnehmen.





Die Granulatgröße hat keinen signifikanten Einfluss auf die in das Material eingebrachte Energie (vgl. Abbildung 4.37).



Abbildung 4.37: Einfluss der Granulatgröße auf den Energieeintrag in LLDPE

# 5 Plastische Energiedissipation bei der Verarbeitung von Polymeren

Die Vorgänge im Doppelschneckenextruder werden seit vielen Jahrzehnten (vgl. Kapitel 2.5) auf unterschiedliche Weise untersucht (vgl. Kapitel 2.3). Die gewonnenen Erkenntnisse sind unter anderem in die Maschinenentwicklung, die Entwicklung unterschiedlicher Schneckenelemente und die mathematische Beschreibung der Vorgänge eingegangen.

Die plastische Energiedissipation bei der Verarbeitung von thermoplastischen Polymeren ist heute noch nicht hinreichend verstanden. Diese findet zu Beginn des Aufschmelzprozesses statt und führt zum initialen Aufschmelzen der Kunststoffpartikel. Diese Wissenslücke muss geschlossen werden. Denn gerade bei großen Maschinen kann überschüssige Energie, die in der Aufschmelzzone eingebracht wurde, durch die geringe Oberfläche der Zylinderwand in Bezug auf das Volumen nur ungenügend entzogen werden. Der Prozess ist in diesem Fall aufgrund des hohen Energieverbrauchs und der reduzierten Produktqualität durch thermische Degradation der verarbeiteten Formmasse unwirtschaftlich. Eine auf den Prozess abgestimmte Aufschmelzzone ist für den Prozess von höchster Wichtigkeit.

Zur Auslegung der Aufschmelzzonen gibt es unterschiedliche Simulationstools. Diese Tools bedienen sich physikalisch-mathematischen Modellen, welche die Vorgänge im Doppelschneckenextruder beschreiben. Das initiale Aufschmelzen durch plastische Energiedissipation findet in diesen Tools aufgrund des fehlenden Verständnisses noch keine Berücksichtigung. Für eine durchgängige Modellierung des Prozesses muss die plastische Energiedissipation verstanden und beschrieben werden. Die plastische Energiedissipation steht daher im Mittelpunkt der Untersuchungen dieser Arbeit.

Ein Doppelschneckenextruder ZSK32 wurde für die Untersuchungen verwendet (vgl. Kapitel 3.1). Der vorgestellte Versuchsaufbau mit Visualisierungsstand und Hochgeschwindigkeitskamera ermöglicht erstmalig den Blick auf den Querschnitt eines DSE (vgl. Kapitel 3.2). Die Vorgänge im DSE und das initiale Aufschmelzen mittels PED lassen sich dokumentieren. Die eingebrachte Energie wird mittels eines magnetostriktiven Messsystems erfasst (vgl. Kapitel 3.3) und berechnet (vgl. Kapitel 4.2.2).

Die Untersuchungen wurden mit amorphen und teilkristallinen Thermoplasten durchgeführt. Diese Materialien unterscheiden sich in ihren mechanischen (vgl. Kapitel 3.5.2) und thermodynamischen (vgl. Kapitel 3.5.3) Eigenschaften. Zur Untersuchung der Größeneffekte konnten Granulate unterschiedlicher Geometrie verwendet werden (vgl. Kapitel 3.5.1).

Die Charakteristik der plastischen Energiedissipation konnte dokumentiert werden. Die rechte Schneckenwelle ist im oberen Zwickel aktiv, die linke Welle im unteren Zwickel (vgl. Kapitel 4.1.4). Die Schnecken reiben dabei kurz an der Zylinderwand (vgl. Abbildung 5.1). Die Abbildung ist entgegen der Visualisierungen in dieser Arbeit in Extrusionsrichtung dargestellt.



Abbildung 5.1: Kontakt der passiven Welle an der Zylinderwand

Im kontinuierlichen Prozess wird dieser Effekt durch die Lagerung der Schneckenwellen in der Kunststoffschmelze reduziert. Dennoch können entsprechende Verschleißzustände an der Zylinderwand der Aufschmelzzone von Doppelschneckenextrudern beobachtet werden (vgl. Abbildung 5.2). Hier ist ein Zylinderelement eines DSE in Extrusionsrichtung dargestellt. Man erkennt den Verschleiß in dem in Abbildung 5.1 gezeigten Bereich mit der größten Schädigung an der Position des ersten Knetscheibenpaars.



Abbildung 5.2: Verschleiß der Zylinderwand eines DSE [Koh07]

Die plastische Deformation kann in drei Phasen unterteilt werden. Das Granulat verkeilt sich in der ersten Phase im Zwickelbereich. Durch die Rotation der Schneckenwellen wird das Granulat in der zweiten Phase kompaktiert; hierbei wird das Granulat in das freie Volumen gedrückt und dabei verformt. In der dritten Phase wird das kompaktierte Material stark plastisch deformiert (vgl. Kapitel 4.1.5). Diese Deformation findet – abhängig von der Drehzahl – in wenigen Hundertstel- oder Tausendstelsekunden statt. Bezogen auf den bei diesen Untersuchungen verwendeten Doppelschneckenextruder ZSK32 und der niedrigsten Drehzahl von 120 min<sup>-1</sup> dauert die Deformation ca. 0,05 s; bei der höchsten Drehzahl von 1200 min<sup>-1</sup> entsprechend ca. 0,005 s. Es werden sehr hohe Dehnraten beobachtet. Auf größeren Extrudern sind aufgrund der höheren Umlaufgeschwindigkeit der Schneckenwellen noch höhere Dehnraten zu erwarten.

Das Förderverhalten ist stark von der Größe der Granulate und der Drehzahl abhängig (vgl. Kapitel 4.1.3). Bei hoher Drehzahl treffen die Granulate verteilt in der ersten Knetblockstufe ein. Die Deformationen können im oberen und unteren Zwickelbereich beobachtet werden. Daraus folgt ein gleichmäßiger Energieeintrag beider Schneckenwellen. Bei niedriger Drehzahl findet die Deformation vermehrt im oberen Zwickelbereich statt. Hierbei deformiert die rechte Welle mit ihrer aktiven Flanke das Material.

Die bei den durchgeführten Untersuchungen beobachteten Drehmomentspitzen der Schneckenwellen, die bei der Deformation der Kunststoffgranulate auftreten, sind auch im kontinuierlichen Prozess messbar (vgl. Abbildung 5.3). In folgender Abbildung ist der Drehmomentverlauf bei der Verarbeitung von PE bei einer Drehzahl von 600 min<sup>-1</sup> in drei unterschiedlichen Auslastungen bzw. Durchsätzen dargestellt. Bei den dargestellten Untersuchungen wurden ausschließlich Schneckenwellen mit zweigängigen Schneckenelementen verwendet. Die Amplituden der schwingenden Drehmomente betragen ca. 20 Nm.



Abbildung 5.3: Drehmomentverlauf im kontinuierlichen Verarbeitungsprozess

Betrachtet man einen Ausschnitt dieser Drehmomente, kann man je Rotation zwei Peaks je Schneckenwelle identifizieren (vgl. Abbildung 5.4). Die Peaks sind um 90° phasenverschoben. Dies stimmt mit den Beobachtungen der Visualisierungsuntersuchungen überein. Mit jedem Durchgang der ersten Knetscheibe durch den Zwickelbereich steigt das Drehmoment. Diese Messergebnisse legen nahe, dass die Drehmomentspitzen durch die Deformation der Granulate im ersten Knetscheibenpaar hervorgerufen werden.



Abbildung 5.4: Drehmomentverlauf der rechten (rot) und linken (blau) Schneckenwellen

Dieses Verhalten lässt sich mittels schneller Fourier-Transformation (FFT) darstellen. In der in Abbildung 5.5 aufgetragenen FFT erkennt man den höchsten Peak bei 5 Hz. Dies entspricht der doppelten Umlauffrequenz bzw. der Frequenz der Zwickeldurchgänge der Knetscheibenflanke. Dieses Verhalten lässt sich bei unterschiedlichen Drehzahlen reproduzieren.



Abbildung 5.5: FFT des Drehmoments der Schneckenwellen bei n=150 min<sup>-1</sup>

Bei der Darstellung des Drehmoments in einem Netzdiagramm, in dem der Radius die Höhe des Drehmoments zeigt, kann die Position des ersten Knetblocks bestimmt werden (vgl. Abbildung 5.6). Hier wird die Phasenverschiebung der Drehmomente verdeutlicht. Die Position der Schneckenwellen kann bei der Verwendung von zeitlich hoch aufgelösten Drehmomentsystemen im laufenden Prozess ermittelt werden.



Abbildung 5.6: Drehmomentverlauf über eine Schneckenrotation mit Schneckenelement

Diese Messungen sind ein sehr starkes Indiz, dass die Drehmomentspitzen durch die Deformation der Granulate im ersten Knetscheibenpaar hervorgerufen werden.

Es ist weiterhin möglich, die Drehzahl des Prozesses aus zeitlich hoch aufgelösten Drehmomentdaten zu ermitteln, wenn die Schneckenkonfiguration bekannt ist. Ist die Drehzahl bekannt, kann auf die Gangzahl der Schneckenelemente in der Aufschmelzzone geschlossen werden.

Mit steigender Auslastung des Extruders steigt die Höhe der gemessenen Amplitude der Drehmomente. Die Amplituden der linken und rechten Schneckenwelle bei der Verarbeitung von PE betragen jeweils zwischen 20 und 30 Nm. Bei der Verarbeitung von PC scheinen Drehmomente der linken Schneckenwelle stärker zu schwingen als die rechte. Das spricht dafür, dass im unteren Zwickelbereich mehr Material deformiert wird als im oberen Zwickelbereich. Der Anstieg der Amplituden stimmt mit dem steigenden Energieeintrag bei erhöhter Drehzahl überein (vgl. Kapitel 4.2.4).



Abbildung 5.7: Amplitude des Drehmoments über dem mittleren Drehmoment

Der höhere Energieeintrag der linken Welle stimmt nicht mit den Messungen des Energieeintrags im Bereich des ersten Knetscheibenpaars überein (vgl. Kapitel 4.2.3, Seite 83). Hier wurde bei der Verarbeitung von PS ein höherer Energieeintrag der rechten Schneckenwelle gemessen. Im kontinuierlichen Prozess wird mehr Material im unteren Zwickelbereich deformiert, wobei im Visualisierungsstand bei großen Granulaten mehr Material im oberen Zwickelbereich deformiert wird. Eine vermehrte Deformation im unteren Zwickelbereich konnte bei kleinen Granulaten (mini und mikro) auf dem Visualisierungsstand dokumentiert werden (vgl. Kapitel 4.2.3, Seite 87).

Die Granulatgröße hat den größten Einfluss auf die Menge an plastisch deformiertem Polymer (vgl. Kapitel 4.1.6). Diese Abhängigkeit lässt sich bei Problemen beim Scale-up wie z. B. von Laborextrudern auf Produktionsanlagen beobachten. So können bestehende und optimierte Prozesse auf neuen größeren Maschinen plötzlich nicht mehr reproduziert werden. Beim Verarbeiten desselben Materials auf einer größeren Maschine kommt es anfangs zu einer signifikanten Änderung der plastisch eingebrachten Energie. Es ist daher denkbar, wenn auch praktisch sehr aufwändig, auf kleineren Extrudern entsprechend kleinere Granulate zu verarbeiten. Dies kann zu einem robusten Scale-up-Prozess führen.
Die Granulatgröße bestimmt, wie viel Material im Zwickelbereich eingeklemmt und deformiert wird (vgl. Abbildung 5.8 bis Abbildung 5.11).

In den Abbildungen sind die Bereiche rot markiert, die deformiert werden; gelb sind die Granulate markiert, die ohne Deformation durch den Zwickelbereich schwimmen. Je größer die Granulate sind, umso leichter verklemmen diese im Zwickelbereich. Die Menge an spezifisch eingebrachter Energie variiert jedoch bei allen untersuchten Größen und Formen nicht signifikant.



Abbildung 5.8: Deformation von großen Granulaten



Abbildung 5.9: Deformation von Granulaten (mini)



Abbildung 5.10: Deformation von Granulaten (mikro)

In Abbildung 5.11 ist das Granulat rot gekennzeichnet, das deformiert wird; gelb gekennzeichnet ist das Material, das zwischen den Schneckenwellen nicht

deformiert aus dem Zwickelbereich entweicht und das zwischen Schnecke und Zylinderwand der Deformation ausweicht.



Abbildung 5.11: Leckströmung bei der Deformation von Mikro-Granulat

Dieser Effekt wird für den oberen Zwickelbereich (vgl. Abbildung 5.12) schematisch dargestellt.



Abbildung 5.12: Querschnitt des DSE mit markiertem oberem Zwickelbereich

Die Menge an deformiertem Material wird durch die Zwickel- und Granulatgeometrie bestimmt. Bei großen Granulaten wird der Bereich zwischen Zylinderwand und Schneckenflanke früher verschlossen als bei kleineren Granulaten (vgl. Abbildung 5.13). Bei sehr kleinen Granulaten, deren Durchmesser im Bereich des Schneckenspiels sind, findet ein solches Verschließen des Zwickelbereichs in dieser Modellvorstellung nicht statt. Dennoch verklemmen auch kleine Granulate den Zwickelbereich und führen zu einer Deformation. Bei Materialien mit sehr guten Fließeigenschaften, wie z. B. Pulver, das für das selektive Lasersintern eingesetzt wird, würde man keine plastische Deformation im Zwickelbereich erwarten. Solche besonderen tribologischen Eigenschaften sind bei den Standardmaterialien nicht zu erwarten. Ein Verklemmen der kleinen Granulate wurde in den Untersuchungen beobachtet und wird im kontinuierlichen Prozess erwartet.



Abbildung 5.13: Oberer Zwickelbereich bei unterschiedlichen Granulaten

Um vorauszusehen, wie viel Material im Zwickelbereich deformiert wird, muss man zwei unterschiedliche Modelle – für Granulate, die größer als der Schneckenspalt und für Granulate, die kleiner als der Schneckenspalt sind – entwickeln. Man benötigt einerseits ein Modell für große Maschinen bzw. kleine Granulate. Hier steht der Fokus auf der Wechselwirkung zwischen Schneckenspalt und Granulat also den Randeffekten. Bei großen Granulaten oder kleinen Extrudern andererseits betrachtet man einen Stapeleffekt, der durch das Verhältnis der Durchmesser der Extruder und der Granulate bestimmt ist. Der zweite signifikante Einflussfaktor auf das initiale Aufschmelzen ist der Füllgrad und der Druck in der Plastifizierzone (vgl. Kapitel 4.1.6). Mit steigendem Füllgrad und Druck wird das Durchschwimmen des Zwickelbereichs, also das Ausweichen vor der Deformation, verhindert. Es wird mehr Material deformiert und der Formmasse mehr Energie zugeführt.

Der höhere Druck ist auch bei einer höheren Drehzahl des Extruders gegeben. Bei erhöhter Drehzahl wird dem Material mehr plastische Energie zugeführt. Dies liegt neben dem Druck auch an der höheren Dehnrate bei der Deformation. Ein weiterer signifikanter Einfluss auf die plastische Energiedissipation ist das Material. Sowohl die mechanischen als auch die thermodynamischen Eigenschaften bestimmen die Charakteristik des initialen Aufschmelzens (vgl. Kapitel 4.1.6).

Das teilkristalline, duktile LLDPE wird plastisch deformiert (vgl. Abbildung 5.14). Nach der Deformation kann ein geringes Zurückstellen der Deformation beobachtet werden. Dieser elastische Anteil, der zur Erwärmung des Granulats keinen Beitrag leistet, ist jedoch gering. Die plastischen Deformationen im Zwickelbereich führen zu einer messbaren Temperaturerhöhung. Die dissipierte Wärme dieser Untersuchungen lässt sich mittels Pyrometer qualitativ nachweisen (vgl. Kapitel 4.1.8).



Abbildung 5.14: Deformation eines einzelnen großen Granulatkorns aus LLDPE

Bei dem amorphen, spröden PS kann man ein Zermahlen des Materials beobachten (vgl. Abbildung 5.15). Hier ist auf dem oberen Bild ein Granulatkorn markiert, das im oberen Zwickel eingeklemmt ist. Im mittleren Bild ist das Granulatkorn in der Mitte durchgebrochen. Der abgebrochene Teil ist als weißer Schatten auf dem mittleren Bild zu erkennen. Auf dem unteren Bild sind die beiden Granulathälften markiert.



Abbildung 5.15: Zersplittern eines einzelnen großen Granulatkorns aus PS

Spröde Materialien werden beim Aufschmelzen eher zermahlen als plastisch deformiert. Das Zermahlen führt zu einer starken Vergrößerung der Oberfläche der unaufgeschmolzenen Partikel. Die große Oberfläche führt zu einer größeren Kontaktfläche untereinander und somit zu mehr Reibung bzw. Friktion. Auch der Wärmeübergang von der Zylinderwand zum Material wird durch die vergrößerte Kontaktfläche begünstigt.

Die Granulatform nimmt Einfluss auf den Energieeintrag je Rotation (vgl. Kapitel 4.2.3), aber nicht auf den Energieeintrag innerhalb einer Deformation (vgl. Kapitel 4.2.4). Der gemessene Unterschied liegt wahrscheinlich in der höheren Reibung im System mit zylinderförmigen Granulaten.

Mit steigender Granulattemperatur nimmt das Material aufgrund der Materialerweichung weniger plastische Energie auf (vgl. Kapitel 4.2.4).

Es konnten unterschiedliche Stadien des Aufschmelzens beobachtet werden. Zunächst werden die Granulate deformiert. In dieser Phase ist noch keine Schmelze vorhanden. Es bildet sich dann ein Schmelzepool vor den aktiven Flanken der Schnecken (vgl. Kapitel 4.1.7) analog zu dem Tadmor-Modell (vgl. Kapitel 2.5.1.1) für den Einwellenextruder. Der Schmelzepool wächst im weiteren Verlauf weiter an. Die unaufgeschmolzenen Granulate berühren sich noch und das Schmelze-Granulat-Gemisch verhält sich wie ein Feststoff. Sobald eine kritische Menge an Schmelze vorhanden ist, fällt die Viskosität und das Material verhält sich wie eine Flüssigkeit (vgl. Kapitel 4.1.7). Dieses Stadium ist vergleichbar mit der Beschreibung des dispersen Aufschmelzens (vgl. Kapitel 2.5.2.1).

Die Charakteristik der plastischen Energiedissipation kann zu einem inhomogenen Energieeintrag führen. Bei einer einzelnen Deformation werden auf dem verwendeten ZSK32 zwischen 20 mg und 120 mg von 1,5 g deformiert. Dies entspricht 1,3 bis 8 % des Materials, welches eine Temperaturerhöhung von 21 K bei LLDPE bzw. 58 K bei PS in der ersten Knetscheibenstufe erfährt. In dieses Material wird die gesamte plastische Energie abgegeben. Dies führt zu lokalen Temperaturspitzen und somit zu einem inhomogenen Aufschmelzen des Materials.

Ziel muss es daher sein, Schneckenkonfigurationen zu finden oder neue Schneckenelemente zu konstruieren, in denen jedes Granulatkorn ein- oder

110

zweimal deformiert wird. Denn die plastische Energiedissipation ermöglicht einen schnellen Energieeintrag und somit ein schnelles Aufschmelzen der Formmasse im Prozess.

#### 6 Ausblick

Die Wirtschaftlichkeit eines Compoundierprozesses, die hauptsächlich durch den Durchsatz und die Produkteigenschaften bestimmt wird, ist stark abhängig von dem Plastifiziervorgang.

Da die Vorgänge des Aufschmelzens noch nicht hinreichend ergründet sind, besteht noch heute ein erhöhter Forschungsbedarf. Aufbauend auf den gewonnenen Erkenntnissen dieser Arbeit kann diese Wissenslücke weiter geschlossen werden.

Der vorgestellte Versuchsaufbau mit Visualisierungsstand und synchroner Drehmomentmessung funktioniert. Die Auswertung der Bilddaten könnte in Zukunft automatisiert werden, denn zur Auswertung von Bildinformationen sind inzwischen neue Tools verfügbar. Dies wird den Zeitaufwand der Auswertung signifikant verkürzen und somit Untersuchungen mit größeren Umfängen ermöglichen.

Es sollten weitere Untersuchungen mit anderen Polymeren durchgeführt werden, da sich gezeigt hat, dass der Energieeintrag stark von dem Polymer abhängig ist. Weiterhin müssen Untersuchungen mit anderen Schneckengeometrien, wie zum Beispiel dreigängigen Elementen, durchgeführt werden (vgl. Abbildung 6.1).





Nachdem errechnet wurde, wie viel Energie durch plastische Deformation in das Kunststoffgranulat eingebracht wird, kann mit der Berücksichtigung der Wahrscheinlichkeit einer Deformation für verschiedene Prozessparameter die plastische Energiedissipation in Simulationstools integriert werden. Diese Deformationswahrscheinlichkeit muss in kontinuierlichen Untersuchungen systematisch ermittelt werden.

Weiterhin ist eine Anwendung auf Zweistoffsysteme denkbar. Wie in Abbildung 6.2 zu sehen ist, kann die Untersuchungsmethode auf Prozesse wie beispielsweise die Herstellung von Polymerblends übertragen werden. Zu sehen sind Voruntersuchungen mit weißem, linsenförmigen ABS und transparentem Zylindergranulat aus PC. Die Unterschiede der Granulatgeometrien und Materialeigenschaften führen zu komplexen Untersuchungen.



Abbildung 6.2: Visualisierung eines PC/ABS-Zweistoffsystems

Das Ermitteln der tatsächlichen Temperaturerhöhung der Polymere ist ein weiteres Aufgabengebiet für die Zukunft. Die vorgestellten Ergebnisse der spezifischen Energie und der Temperaturerhöhung wurden unter der Vernachlässigung der elastischen Energie, der Entropie und der Oberflächenenergie ermittelt. Ein mit einem Wirkungsgrad vergleichbarer Wert sollte in Zukunft bestimmt werden (vgl. folgende Gleichung).

$$\eta = \frac{PED}{W_{mech}}$$

Dieser Wirkungsgrad  $\eta$  ist eine materialspezifische Beschreibung des Verhältnisses der tatsächlichen Temperaturerhöhung zur eingebrachten mechanischen Energie. Hier muss ein Versuchsaufbau realisiert werden, in dem in sehr kurzen Zeiträumen dem Material viel mechanische Energie zugeführt wird. Die dabei benötigte Messung der Temperaturerhöhung ist dabei sehr herausfordernd. Ein solcher Versuchsaufbau führt zu einem neuen materialspezifischen Kennwert, der für die Berechnung der Temperaturerhöhung durch plastische Deformation herangezogen werden kann. Das Bestimmen der Erwärmung durch plastische Deformation wird die bestehende Wissenslücke weiter schließen können.

Begleitend könnten dynamisch mechanische Thermoanalysen (DMTA) durchgeführt werden, in denen das Speicher- und das Verlustmodul von unterschiedlichen Polymeren bestimmt werden. Der Nachteil der Messmethode ist die Prüfung im elastischen Bereich. Dennoch könnten der elastische und viskose Anteil der Deformationen getrennt werden.

Weiterhin sind auf Finite-Elemente-Methoden (FEM) basierte Simulationen des Deformationsvorgangs denkbar, um die lokalen Dehnungen und Dehnraten zu bestimmen. Hier bestehen die Herausforderungen in der Bestimmung passender Materialdaten für den Belastungszustand; auch der Aufbau eines adäquaten Simulationsmodells zur Abbildung der mechanischen Randbedingungen insbesondere für die Kontaktflächen der Granulate untereinander und der Granulate zu den Oberflächen der Zylinderwand und der Knetscheiben muss erarbeitet werden. Diese Simulationen können durch Untersuchungen begleitet werden, in denen besprenkelte Granulate deformiert werden (vgl. Abbildung 6.3).



Abbildung 6.3: Oberer Zwickelbereich mit besprenkeltem Granulat

Ziel ist hier eine Auswertung durch Grauwertkorrelation. Hier könnten lokale Deformationen und Deformationsraten an der Oberfläche der Kunststoffgranulate ermittelt werden. Diese Deformationen können zum Validieren der Simulationsergebnisse herangezogen werden.

# 7 Verzeichnisse

## 7.1 Abkürzungsverzeichnis

## Abkürzungen

CSM	kompaktes Aufschmelzen	contiguous solids melting
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie	
DSE	Doppelschneckenextruder	
DSM	disperses Aufschmelzen	dispersed solids melting
FED	Reibungswärme	friction energy dissipation
FFT	schnelle Fourier-Transformation	fast Fourier transform
fps	Bilder pro Sekunde	frames per second
GI.	Gleichung	
HT	Wärmetransfer	heat transfer
IR	Infrarot	
КТР	Kunststofftechnik Paderborn	
kWh	Kilowattstunde	
LLDPE	lineares Polyethylen niedriger Dichte	
PA	Polyamid	
PC	Polycarbonat	
PE	Polyethylen	
PED	plastische Energiedissipation	plastic energy dissipation
PET	Positronen-Emissions-Topografie	
РР	Polypropylen	
PS	Polystyrol	
VED	viskose Energiedissipation	viscose energy dissipation
ZSK	Zweischneckenkneter	

#### Lateinische Formelzeichen

а	Näherungswert zur Berechnung der Feststofftemperatur
Α	Anzahl der Rotationen
С	spezifische Wärmekapazität
d	Durchmesser
Ε	Energie
f	Abtastrate, Messfrequenz
$\Delta h$	spezifische Enthalpie
k	Korrekturfläche
т	Masse
М	Drehmoment
n	Drehzahl der Schneckenwellen
ġ	Wärmestrom
Q	Quotient
r	Granulatradius
t	Zeit
Т	Temperatur
U	Spannung
v	Fließgeschwindigkeit
W	Arbeit
W	spezifische Arbeit
x	Anzahl deformierter Granulate
у	Anzahl der Messwerte
Ζ	Kanallänge

#### Griechische Formelzeichen

ε	Dehnung
---	---------

- η dynamische Viskosität
- λ Wärmeleitfähigkeit
- ho Dichte
- $\sigma$  Spannung

#### Indizes

а	außen	
b	Beginn	
е	Ende	
Ε	Extruder	
G	einzelnes Granulat	
i	innen	
т	Schmelze	melt
mech	mechanisch	
Ν	natürlicher Logarithmus	
S	Feststoff	solid
t	technisch	

## 7.2 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1: DSE mit (1) Antrieb, (2) Getriebe und (3) Verfahrensteil [Cop16]1
Abbildung 1.2: Zylinderelemente (oben) und Schnecken (unten) [Cop13] 2
Abbildung 2.1: Übersicht der gängigen Extruder [Koh07]5
Abbildung 2.2: Kämmendes Schneckenprofil eines DSE [Cop12] 6
Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines DSE und deren Funktionen
[Thü08]7
Abbildung 2.4: Entwicklung des Doppelschneckenextruders [Pot06] [Cop10] 8
Abbildung 2.5: Extruder mit aufgeklappten Zylindern [Pan08]
Abbildung 2.6: Gezogene Schnecken mit erstarrter Kunststoffkarkasse [Bas02]
Abbildung 2.7: Dünnschnitt der Kunststoffkarkasse [Thü08] 10
Abbildung 2.8: Zylinder mit Sichtfenstern [Zuh02] [Uhr14] 10
Abbildung 2.9: Schnittzeichnung einer Sample Plate [Cop95] 11
Abbildung 2.10: Mittels Sample Plate entnommene Proben [Ele02] 12
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10] 
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]      12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]      13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10] 
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10] 
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10] 
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]    12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]    13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]    13      Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]    14      Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core    15
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]      12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]      13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]      13      Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]      14      Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core      Modelle    15      Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]    12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]    13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]    13      Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]    14      Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core    15      Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock    16
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]    12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]    13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]    13      Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]    14      Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core    15      Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock    16      Abbildung 2.17: Rinnenmodell für den Einschneckenextruder [Thü08]    17
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]    12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]    13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]    13      Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]    14      Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core    14      Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock    15      Abbildung 2.17: Rinnenmodell für den Einschneckenextruder [Thü08]    17      Abbildung 2.18: Rinnenmodell für den Doppelschneckenextruder [Thü08]    17
Abbildung 2.11: Versuchsaufbau des PEPTFlow-Forschungsvorhabens [And10]    12      Abbildung 2.12: Durchlichtwerkzeug [Thü08]    13      Abbildung 2.12: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]    13      Abbildung 2.13: Aufnahme zur Bestimmung des Aufschmelzgrades [Thü08]    13      Abbildung 2.14: Übersicht der Mechanismen der Temperaturerhöhung [Qia00]    14      Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Temperaturprofils der cold-core    14      Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock    15      Abbildung 2.16: Darstellung des Aufschmelzens von Kunststoff nach Maddock    16      Abbildung 2.17: Rinnenmodell für den Einschneckenextruder [Thü08]    17      Abbildung 2.18: Rinnenmodell für den Doppelschneckenextruder [Thü08]    17      Abbildung 2.19: Dekker/Lindt-Modell nach [Rau01]    18

Abbildung 2.21: Modifiziertes Tadmor-Modell nach [Bas01] 19
Abbildung 2.22: Disperses Aufschmelzmodell nach [Bas01]
Abbildung 2.23: Ermittlung der aufgeschmolzenen Randschicht nach [Pot01]. 22
Abbildung 2.24: Füllgrad und Aufschmelzen im gleichläufigen DSE [Bas01] 23
Abbildung 2.25: Anteil der eingebrachten Energien in den Kunststoff 25
Abbildung 2.26: Skizzierter Vergleich von CSM- (links) und DSM-Modell nach
[Rau96]
Abbildung 3.1: Extruder- und Schneckenkonfiguration mit 10 Zylinderelementen
Abbildung 3.2: Extruder- und Schneckenkonfiguration mit verkürzter Welle
(L/D=21)
Abbildung 3.3: Herausfördern des Granulates ohne Rückstau
Abbildung 3.4: Lage des Sichtfensters an der Schneckenspitze [Kni13]
Abbildung 3.5: CAD-Bilder der einzelnen Werkzeugplatten [Kni13]
Abbildung 3.6: Extruder- und Schneckenkonfiguration mit Visualisierungsstand
[Kni13]
Abbildung 3.7: Aufbau zur Visualisierung der Deformation der Kunststoffpartikel
[Kni13]
Abbildung 3.8: Darstellung des Querschnitts eines DSE
Abbildung 3.9: Maße der Schneckenwellenaufnahme des Getriebes des ZSK32
Abbildung 3.10: Darstellung der inversen Magnetostriktion [Fie12]
Abbildung 3.11: Aufbau eines magnetostriktiven Sensors nach [Hes11] 39
Abbildung 3.12: Schneckenwellenaufnahme des Getriebes des ZSK3240
Abbildung 3.13: Schneckenwellenaufnahme des Getriebes mit Kupplungshülse
Abbildung 3.14: Schneckenwellenaufnahme des Getriebes mit Sensor41

Abbildung	3.15:	Aufbau	mit	(1)	ZSK32,	(2)	Messrechn	ier der
Drehmomer	ntmessur	ng,	(3)		Visuali	isierur	ngsstand,	(4)
Hochgeschw	/indigkei	tskamera,	(5) Beo	dienre	chner de	r Kam	era	42
Abbildung 3	8.16: Gra	anulate: (/	A) PP	und	(B) PC al	s (1)	Neuware ur	nd (2, 3)
Stranggranu	liert							43
Abbildung 3	.17: Kuge	elgranulate	e, ober	n LLDP	E und unt	ten PS		45
Abbildung 3	.18: Verg	gleich Kuge	el und Z	Zylind	ergranula	te		45
Abbildung 3	.19: Im C	Querschnit	t eines	DSE g	estapelte	Gran	ulate	46
Abbildung 3	.20: Schr	neckenspie	el im Do	oppels	chnecker	nextru	ıder	48
Abbildung 3	.21: Gest	tapelte Gra	anulate	e im So	chnecken	spiel		48
Abbildung 3	.22: Prot	oekörperge	eometr	ie der	Zugprüfk	körper	[Bec09]	52
Abbildung 3	.23: Spar	nungs-De	hnung	s-Diag	ramm de	s LLDP	PE für untersc	hiedliche
Dehnraten								53
Abbildung 3	.24: Prüf	körper (LL	DPE) n	ach de	en Zugprü	ifunge	en	54
Abbildung 3	3.25: Spa	annungs-D	ehnun	gs-Dia	gramm d	les PS	5 für untersc	hiedliche
Dehnraten								55
Abbildung 3	.26: Prüf	körper (PS	) nach	den Z	ugprüfun	gen		55
Abbildung 3	.27: Tem	peraturpro	ofil der	DSC-	Messung			58
Abbildung 3	.28: Dars	stellung de	r DSC-	Messu	ing der LL	DPE ι	ind PS Probe.	59
Abbildung 3	.29: Dars	tellung de	r spezi	fische	n Enthalp	ie der	LLDPE und P	S Proben
								59
Abbildung 4	.1: Ansic	ht des Que	erschni	tts de	s DSE			63
Abbildung 4	.2: Förd	lern von G	Granula	aten u	interschie	edlich	er Größe (lin	ıks klein,
rechts groß)								63
Abbildung 4	.3: Förde	ern von Gra	anulate	en bei	untersch	iedlicł	nen Drehzahle	en 64
Abbildung 4	.4: Defor	mation de	s Gran	ulates	im obere	en Zwi	ickel	64
Abbildung	4.5: P	ED im	untere	n ur	nd ober	en Z	Zwickel (An	sicht in
Extrusionsrie	chtung).							65
Abbildung 4	.6: Defor	mation vo	n PE-G	iranula	at im Zwio	ckelbe	ereich	66

Abbildung 4.7: Deformationsphasen: Verklemmen, Kompaktieren, Deformieren
[Kni13]
Abbildung 4.8: Durchschwimmen kleiner Granulate durch den Zwickel [Kni13]
Abbildung 4.9: Deformation großer Granulate im Zwickelbereich [Kni13] 67
Abbildung 4.10: Mehr Deformation durch höheren Druck [Kni13]68
Abbildung 4.11: Vergleich der Deformation von PP und PC68
Abbildung 4.12: Drehzahlschwankung bei der Deformation von PC
Abbildung 4.13: Schmelzepool vor den aktiven Flanken der Schneckenwellen 70
Abbildung 4.14: Übergang zum dispersen Aufschmelzen [Kni13]
Abbildung 4.15: IR-Aufnahme vor (links) und nach den Experimenten (rechts) 72
Abbildung 4.16: Funktion und Integral eines Wellenprofils, eine Rotation 75
Abbildung 4.17: Funktion und Integral eines Wellenprofils; eine Deformation 76
Abbildung 4.18: Beginn (links) und Ende (rechts) einer Deformationsphase 78
Abbildung 4.19: Drehmoment der Schneckenwellen während der
Deformationsphase
Abbildung 4.20: Struktur der Ergebnisse80
Abbildung 4.21: Eingebrachte mechanische Energie in das Material, alle
Versuche gemittelt
Abbildung 4.22: Eingebrachte mechanische Energie in PS
Abbildung 4.23: Eingebrachte mechanische Energie in LLDPE
Abbildung 4.24: Eingebrachte mechanische Energie in Zylindergranulat aus PS
Abbildung 4.25: Eingebrachte mechanische Energie in Kugelgranulat aus PS 85
Abbildung 4.26: Eingebrachte mechanische Energie in Zylindergranulat aus
LLDPE
Abbildung 4.27: Eingebrachte mechanische Energie in Kugelgranulat aus LLDPE

Abbildung 4.28: Eingebrachte mechanische Energie in kleines Kugelgranulat aus
LLDPE
Abbildung 4.29: Eingebrachte mechanische Energie in kugelförmiges
Mikrogranulat aus LLDPE
Abbildung 4.30: Beginn und Ende einer Deformation im unteren Zwickelbereich
Abbildung 4.31: Drehmomentverlauf der Schneckenwellen während einer
Deformation
Abbildung 4.32: Energieeintrag in kugelförmige LLDPE-Granulate
Abbildung 4.33: Energieeintrag in zylinderförmige LLDPE-Granulate
Abbildung 4.34: Energieeintrag in Kunststoffgranulate
Abbildung 4.35: Einfluss der Drehzahl auf den Energieeintrag in LLDPE
Abbildung 4.36: Einfluss der Temperatur auf den Energieeintrag in LLDPE 93
Abbildung 4.37: Einfluss der Granulatgröße auf den Energieeintrag in LLDPE 94
Abbildung 5.1: Kontakt der passiven Welle an der Zylinderwand
Abbildung 5.2: Verschleiß der Zylinderwand eines DSE [Koh07]
Abbildung 5.3: Drehmomentverlauf im kontinuierlichen Verarbeitungsprozess
Abbildung 5.4: Drehmomentverlauf der rechten (rot) und linken (blau)
Schneckenwellen
Abbildung 5.5: FFT des Drehmoments der Schneckenwellen bei n=150 min-1.99
Abbildung 5.6: Drehmomentverlauf über eine Schneckenrotation mit
Schneckenelement 100
Abbildung 5.7: Amplitude des Drehmoments über dem mittleren Drehmoment
Abbildung 5.8: Deformation von großen Granulaten
Abbildung 5.9: Deformation von Granulaten (mini) 103
Abbildung 5.10: Deformation von Granulaten (mikro) 104
Abbildung 5.11: Leckströmung bei der Deformation von Mikro-Granulat 105

Abbildung 5.12: Querschnitt des DSE mit markiertem oberem Zwickelbereich
Abbildung 5.13: Oberer Zwickelbereich bei unterschiedlichen Granulaten 106
Abbildung 5.14: Deformation eines einzelnen großen Granulatkorns aus LLDPE
Abbildung 5.15: Zersplittern eines einzelnen großen Granulatkorns aus PS 109
Abbildung 6.1: Visualisierung mit dreigängigen Schneckenelementen 112
Abbildung 6.2: Visualisierung eines PC/ABS-Zweistoffsystems 113
Abbildung 6.3: Oberer Zwickelbereich mit besprenkeltem Granulat 115

## 7.3 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Übersicht der unterschiedlichen Aufschmelzmodelle
Tabelle 2: Technische Daten des DSE      30
Tabelle 3: Übersicht der hergestellten Kunststoffgranulate
Tabelle 4: Granulatgrößen in Bezug auf Extruderdurchmesser
Tabelle 5: Granulatgrößen in Bezug auf das Schneckenspiel      48
Tabelle 6: Mittleres Granulatgewicht $\mathrm{mG}$ der verwendeten Materialien
Tabelle 7: Energieaufnahme der Materialien bei den Zugversuchen      56
Tabelle 8: Temperaturen der DSC Messungen
Tabelle 9: Schmelztemperatur und zum Aufschmelzen benötigte Energie 60
Tabelle 10: Faktor-Stufenplan der Visualisierungsversuche
Tabelle 11: Faktor-Stufenplan der quantitativen Untersuchungen
Tabelle 12: Daten des ZSK32 und berechnetes freies Volumen 77
Tabelle 13: Materialmassen in der Deformationszone

#### 7.4 Literaturverzeichnis

- [And10] P. Anderson: Flow visualisation in co-rotating twin screw extruders: positron emission particle tracking and numerical particle trajectories, Polymer Processing Society 26th Annual Meeting (PPS 26), Banff, Canada, 4. – 8. Juli 2010
- [Ans92] J. Ansahl: Grundlagen für die Auslegung dichtkämmender
  Gleichdrall-Doppelschneckenextruder, Technisch
  wissenschaftlicher Bericht, Universität Paderborn,
  Kunststofftechnologie Paderborn (KTP) (1992), S. 19-26
- [Arr93] E. M. Arruda, M. C. Boyce, R. Jayachandran: Effects of strain rate, temperature and thermomechanical coupling on the finite strain deformation of glassy polymers, Mechanics of Materials, 19, S. 193-212 (1995)
- [Bas01] M. Bastian: Melting of Polymer Blends in Co-rotating Twin Screw Extruders, Part I: Experimental Investigations and Models – A Review, International Polymer Processing XVI (2), (2001), S. 124
- [Bas02] M. Bastian: Plastifizierung und Morphologie von inkompatiblen
  Polymerblends bei der Verarbeitung in Gleichdrall Doppelschneckenextruder, Dissertation, Universität Paderborn,
  Institut für Kunststofftechnik KTP (2000)
- [Baw97] S. Bawiskar, J.L. White: A Composite Model for Solid Conveying, Melting, Pressure and Fill Factor Profiles in Modular Co-Rotating Twin Screw Extruders, Intern. Polymer Processing, 12, S. 331–340 (1997)

- [Baw98] S. Bawiskar, J. L. White: *Melting Model for Modular Self Wiping Co-Rotating Twin Screw Extruders*, Polymer Engeneering and science, **38** (5), (1998)
- [Bec09] F. Becker: Entwicklung einer Beschreibungsmethodik für das mechanische Verhalten unverstärkter Thermoplaste bei hohen Deformationsgeschwindigkeiten, Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Zentrum für Ingenieurwissenschaften (2009)
- [Car90] G. Becker, D. Braun, B. Carlowitz: *Die Kunststoffe. Chemie, Physik, Technologie*, Carl Hanser Verlag, München Wien (1990)
- [Cop10] Coperion: Der Doppelschneckenextruder ZSK. Der Maßstab für maximale Durchsätze und höchste Produktqualität in der modernen Aufbereitungstechnik. Prospekt (2010)
- [Cop12] Coperion: https://www.kunststoffe.de/themen/basics/verarbeitungthermoplaste/extrusion/artikel/doppelschneckenextrudergleichlaeufig-645589, zuletzt besucht am 11.08.2016
- [Cop13] Coperion: Process Technology Open Course, Präsentation (2013)
- [Cop16] http://www.coperion.com/compounding-extrusion/maschinenanlagen/zsk-baureihe/zsk-megavolume-plus/, zuletzt besucht am 10.08.2017
- [Cop95] Coperion: Vorrichtung zur Entnahme von Produktproben aus dem Innenraum eines Extruders, Patent DE 19531393, eingetragen am 26.08.1995

[Don71]	R. Donovan: A Theoretical Melting Model for Plasticating
	Extruders, Polymer Engineering and science, 11 (3), (1971), S. 247
[Ele02]	P.H.M. Elemans, P. Bleimann, J. Blanchard: Evaluation of melting
	performance of a co-rotating twin-screw extruder, Society of
	Plastic Engineers, Antec Paper 2002
[Fie12]	G. Fiedler: Technologie-Vorsprung durch berührungslose
	Messverfahren von NCTE, Präsentation, 2012
[Fis12]	R. Fischer, H. Linse: Elektrotechnik für Maschinenbauer: mit
	Elektronik, elektrischer Messtechnik, elektrischen Antrieben und
	Steuerungstechnik. 14. Auflage. Wiesbaden: Springer, 2012
[Fri17]	A. Frick, C. Stern: Einführung Kunststoffprüfung, Carl Hansa Verlag,
	München (2017), S. 94
[Gog02]	C. Gogos: Comparison of the experimentally observed TSE melting
	lenghts with those predicted from simple plastic energy, Annual
	Technical Conference, San Francisco (2002)
[Gog03]	C.G. Gogos, B.J. Jeong, B. Qian: Predicting Plastic Energy
	Dissipation (PED) Using Phenomenological Constitutive Equations
	for Glassy and Semi-crystalline Polymer Solids, SPE ANTEC Tech.
	Papers, <b>47</b> , S.124–128 (2003)
[Gog98]	C. Gogos: Melting Phenomena and Polymer Processing Equipment,
	Advances in Polymer Technology, <b>17</b> (4), (1998)
[Gor11]	P. Gorczyca: Analyse und Optimierung von Einschneckenextrudern
	mit schnelldrehenden Schnecken, Dissertation, Universität
	Duisburg-Essen (2011)

[Her12]	E. Hering, G. Schönfelder: Sensoren in Wissenschaft und Technik:
	Funktionsweise und Einsatzgebiete, Vieweg+Teubner Verlag,
	Springer Fachmedien GmbH, Wiesbaden, 1, Auflage, 2012

 [Hes11] S. Hesse, G. Schell: Sensoren für die Prozess- und Fabrikautomation: Funktion - Ausführung – Anwendung, Vieweg+Teubner Verlag, Springer Fachmedien GmbH, Wiesbaden, 5. Auflage, 2011

 [Ing07] A. Ingam, M. Hausard, X. Fan, D. J. Parker, J. P. K. Seville, N. Finn,
 M. Evans: *Portable positron emission particle tracking (PEPT) for industrial use*, 12<sup>th</sup> international Conference on Fluidization - New Horizons in Fluidization Engineering, Paper 60, Vancouver (2007)

- [Jun03] H. Jung, J.L. White: Investigation of Melting Phenomena in Modular Co-Rotating Twin Screw Extrusion, Intern. Polymer Processing 28, S. 127-132 (2003)
- [Kni13] A. Knieper, G. Spohr, C. Beinert: Aufschmelzen von Polymeren in gleichläufigen Doppelschneckenextrudern, GAK 8 (66), (2013), S. 532-537
- [Kni14] A. Knieper, C. Beinert: Plastification of polymers in twin-screwextruders: New visualization technic using high-speed imaging, AIP Conference Proceedings 1593, 48 (2014)
- [Koh07] K. Kohlgrüber: Der gleichläufige Doppelschneckenextruder, Grundlagen, Technologie, Anwendungen, Carl Hanser Verlag, München (2007)
- [Mad60] B. H. Maddock: A visual analysis of flow and mixing in extruder screws, SPE-Journal, 5 (15), (1960), S. 383-389

[Mar95]	G. Martin: Der Doppelschneckenextruder: Grundlagen und
	Anwendungsgebiete, VDI-Verlag (1995)
[Pap06]	J. Pape: Grundlagen der Prozesssimulation von
	Einschneckenkonzepten zur Hochleistungsplastifizierung,
	Dissertation, Universität Paderborn, Institut für Kunststofftechnik KTP (2006)
[Dan09]	A Danarotto: DEDTELOW DPOJECT: gims and objectives
[Fail00]	http://www.rapra.co.uk/poptflow/PEPTFlow%20 %20Milap%20
	%20Nov%2008_Panarotto.pdf, zuletzt besucht am 29.07.2013
[Pot91]	H. Potente: An Analytical Model of Partial and Thorough Melting
	in Single-Screw Extruders, International Polymer Processing, 6 (4),
	(1991), S. 297-303
[Pot06]	H. Potente, HP. Heim, V. Schöppner, K. Timmermann, A. Thümen:
	Ist schneller besser?, Kunststoffe, 10 (2006)
[Pot01]	H. Potente, J. Flecke, D. Schramm: Melting of Polymer Blends in
	Co-rotating Twin Screw Extruders, Part II: Theoretical Derivations,
	Intern. Polymer Processing XVI (2), (2001)
[Qia00]	B. Qian, C. Gogos: The Importance of Plastic Energy Dissipation
	(PED) to the Heating and Melting of Polymer Particulates in
	Intermeshing Co-Rotating Twin-Screw Extruders, John Wiley &
	Sons, Advances in Polymer Technology, 4 (19), S. 287–299 (2000)
[Rau01]	C. Rauwendaal: Polymer Extrusion, Carl Hanser Verlag, München
	(2001)

[Rau93]	C. Rauwendaal: Dispersed solids melting theory, Annual Technical Conference, New Orleans (1993), S. 2232-2237
[Rau96]	C. Rauwendaal: <i>Comparison of two melting models</i> , Advances in Polymer Technology, <b>15</b> (2), (1996), S. 135-144
[Sch04]	H. Schwarz, N. Köckler: <i>Numerische Mathematik</i> . Teubner, Stuttgart, 5. Auflage (2004)
[Sch91]	W. Schuler: Gleichsinnig drehende Doppelschneckenextruder. Der Doppelschneckenextruder im Extrusionprozeß, VDI-Verlag (1991)
[Spo12]	G. Spohr: Research of Energy Dissipation in Thermoplastics in High Speed and High Torque Twin-Screw Extruders, Master-Thesis, Technische Universität Darmstadt (2012)
[Tad13]	Z. Tadmor, C. G. Gogos: <i>Principles of Polymer Processing</i> , John Wiley & Sons, 2. Ausgabe (2013)
[Tad79]	Z. Tadmor, C. G. Gogos: Principles of Polymer Processing, Wiley & Sons, New Jersey (1979)
[Thü08]	A. Thümen: Untersuchung und Beschreibung des dispersen Aufschmelzens in Gleichdrall-Doppelschneckenextrudern, Dissertation, Universität Paderborn, Institut für Kunststofftechnik KTP (2008)
[Uhr14]	M. Uhrig, M. Kroh, C. Bonten, P. Munkes, R. Kuhn: <i>Making Mixing Transparent</i> , Kunststoffe international, <b>7</b> (2014)
[U  06]	M. Ullrich: Historische Entwicklung der Gleichdrall- Doppelschnecken. Der gleichläufige Doppelschneckenextruder, VDI-Seminar (2006)

[Wan06]	D. Wang, K. Min: Experiments and Analysis of effect of calendar
	gaps on melting of PVC powders in an intermeshing counter-
	rotating twin-screw extruder, Intern. Polymer Processing, XXI (1),
	(2006)
[Whi03]	J. White: Melting Model for Intermeshing Counter-Rotating Twin-
	Screw-Extruders, Polymer Engineering and Science, 43 (10), (2003)
[Whi07]	J. White: A Composite Model for Melting, Pressure and Fill Factor
	Profiles in a Metered Fed Closely Intermeshing Counter-rotating
	Twin Screw Extruder, Intern. Polymer Processing, XXII (2), (2007),
	S. 198
[Wil98]	A. Wilkinson, A. Ryan: Polymer processing and structure
	development, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (1998), S.
	369
[Yiu86]	YW. Mai, B. Cotterell: On the Essential Work of Ductile Fracture
	in Polymers, International Journal of Fracture, 32, (1986), S. 105-
	125
[Zuh00]	L. Zhu, X. Geng: Physical Model of Polymer Pellets Melting in Co-
	Rotating Twin-Screw Extrusion, SPE ANTEC Tech. Papers (2000)
[Zuh02]	L. Zhu, X. Geng: Experimental Investigation of Polymer Pellets
	Melting Mechanisms in Co-Rotating Twin-Screw Extrusion,
	Advances in Polymer Technology, <b>21</b> (3), S. 188–200 (2002)

# 7.5 Anhangsverzeichnis

Anhang 1: Prüfprotokolle der Zugversuche	VIII
Anhang 2: Geometrie der Kugelgranulate	IX

V Anhang

# Anhang 1: Prüfprotokolle der Zugversuche
### PE-Z-H1k0-Tp23-U-W0

19.09.2017 - 00:13
UA Knieper 270210
Nierbauer, Axel
axel.nierbauer@lbf.fraunhofer.de
Zug
1.0 <i>m/s</i> , 60000.0 <i>mm/min</i>
23.0 °C
Optisch
Automatische Bereichsauswahl: abs x=219.005090487 y=18.2504242072 Spalte=eyyN

Versuch	Geometrie
---------	-----------

	Datei	Breite	Dicke	Querschnitt
Einheit	-	mm	mm	$mm^2$
V1	PE-Z-H1k0-Tp23-U-W0-1-fftDaten.TRA	12.12	2.43	29.45
V2	PE-Z-H1k0-Tp23-U-W0-2-fftDaten.TRA	12.12	2.43	29.45
V3	PE-Z-H1k0-Tp23-U-W0-3-fftDaten.TRA	12.12	2.44	29.57
V4	PE-Z-H1k0-Tp23-U-W0-4-fftDaten.TRA	12.12	2.43	29.45





#### Skalare Kennwerte

Versuch	E-Modul				
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)	(0.0005)-(0.02)	(0.0005)-(0.03)
Einheit	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$
V1	389.0077	360.8950	452.4384	479.5283	493.7800
V2	564.1038	591.0707	645.8416	580.4249	550.6662
V3	775.5357	737.7951	775.2086	631.1708	563.2057
V4	539.2495	452.2048	529.4972	547.1939	534.4578
Mittelwert	566.9742	535.4914	600.7465	559.5795	535.5274
Staw	159.1088	164.7588	140.8810	63.5648	30.2174
Proz	28.0628	30.7678	23.4510	11.3594	5.6425

#### Versuch | Poissonzahl

Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)	(0.0005)-(0.02)	(0.0005)-(0.03)
Einheit	-	-	-	-	-
V1	0.4145	0.4826	0.4706	0.4581	0.4662
V2	0.2698	0.4225	0.4237	0.4167	0.4658
V3	0.4629	0.4240	0.4210	0.4394	0.4634
V4	0.4408	0.3412	0.3342	0.3563	0.3696
Mittelwert	0.3970	0.4176	0.4124	0.4176	0.4413
Staw	0.0871	0.0581	0.0569	0.0443	0.0478
Proz	21.9292	13.9147	13.7956	10.5961	10.8319

#### Versuch | Plastische Kennwerte

	$\sigma_y^{(tech)}$	$\varepsilon_y^{(tech)}$	$\sigma_y^{(wahr)}$	$\varepsilon_y^{(wahr)}$
Einheit	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-
V1	22.7586	0.2272	27.8498	0.2047
V2	0.1380	-0.0001676	0.1380	-0.0001677
V3	0.3091	8.324e-05	0.3092	8.324e-05
V4	0.3233	1.946e-06	0.3233	1.946e-06
Mittelwert	5.8822	0.05677	7.1551	0.05115
Staw	11.2512	0.1136	13.7968	0.1024
Proz	191.2742	200.1	192.8250	200.1

### PE-Z-H3k0-Tp23-U-W0

Berichtsdatum:	19.09.2017 - 00:13
Auftragsnummer:	UA Knieper 270210
Pruefer:	Nierbauer, Axel
Email:	axel.nierbauer@lbf.fraunhofer.de
Versuchsart:	Zug
Versuchsgeschwindigkeit:	3.0 m/s, 180000.0 mm/min
Prueftemperatur:	23.0 °C
Dehnungsmessung:	Optisch
Mittelungsbereich:	Automatische Bereichsauswahl: abs x=273.750749668 y=18.2500499779 Spalte=eyyN

#### Versuch | Geometrie

	Datei	Breite	Dicke	Querschnitt
Einheit	-	mm	mm	$mm^2$
V1	PE-Z-H3k0-Tp23-U-W0-1-fftDaten.TRA	12.12	2.43	29.45
V2	PE-Z-H3k0-Tp23-U-W0-2-fftDaten.TRA	12.12	2.43	29.45
V3	PE-Z-H3k0-Tp23-U-W0-3-fftDaten.TRA	12.12	2.43	29.45





### Skalare Kennwerte

Versuch	E-Modul				
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)	(0.0005)-(0.02)	(0.0005)-(0.03)
Einheit	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$
V1	1321.8999	1219.5495	948.8380	729.8246	610.4565
V2	1601.2714	1505.5016	1090.9879	815.0703	653.6040
V3	1059.2978	1338.7569	1107.7583	793.3306	638.5222
Mittelwert	1327.4897	1354.6027	1049.1947	779.4085	634.1942
Staw	271.0301	143.6331	87.3151	44.2953	21.8969
Proz	20.4167	10.6033	8.3221	5.6832	3.4527

#### Versuch Poissonzahl

Grenzen (0.0005)-(0.0025) (0.0005)-(0.005) (0.0005)-(0.01) (0.0005)-(0.0	2) (0.0005)-(0.03)
Einheit -	-
V1 0.4532 0.4359 0.3400 0.3818	0.4215
V2 0.5646 0.5187 0.4484 0.4339	0.4533
V3 0.4343 0.5414 0.4934 0.4619	0.4732
Mittelwert 0.4840 0.4987 0.4273 0.4259	0.4493
Staw 0.0704 0.0555 0.0789 0.0407	0.0261
Proz 14.5459 11.1353 18.4601 9.5528	5.8019

Versuch | Plastische Kennwerte

	$\sigma_y^{(tech)}$	$\epsilon_y^{(tech)}$	$\sigma_y^{(wahr)}$	$\varepsilon_y^{(wahr)}$
Einheit	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-
V1	0.8857	5.341e-05	0.8856	5.341e-05
V2	0.4743	0.0002799	0.4743	0.0002799
V3	0.5211	-0.0004074	0.5210	-0.0004075
Mittelwert	0.6270	-2.47e-05	0.6270	-2.474e-05
Staw	0.2253	0.0003503	0.2252	0.0003503
Proz	35.9252	-1418	35.9192	-1416

## PE-Z-Q1-Tp23-U-W0

Berichtsdatum:	12.09.2017 - 17:56
Auftragsnummer:	UA Knieper 270210
Pruefer:	Nierbauer, Axel
Email:	axel.nierbauer@lbf.fraunhofer.de
Versuchsart:	Zug
Versuchsgeschwindigkeit:	1.6666666666667e-05 m/s, 1.0 mm/min
Prueftemperatur:	23.0 °C
Dehnungsmessung:	Optisch
Mittelungsbereich:	2 mm um Maximum

#### Versuch | Geometrie

	Datei	Breite	Dicke	Querschnitt
Einheit	i.	mm	mm	$mm^2$
V1	PE-Z-Q1-Tp23-U-W0-2-fftdaten.tra	12.12	2.43	29.45
V2	PE-Z-Q1-Tp23-U-W0-3-fftdaten.tra	12.12	2.44	29.57
V3	PE-Z-Q1-Tp23-U-W0-4-fftdaten.tra	12.12	2.43	29.45





### Skalare Kennwerte

Versuch	E-Modul				
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)	(0.0005)-(0.02)	(0.0005)-(0.03)
Einheit	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$
V1	611.8459	514.3275	428.3030	330.5661	271.5230
V2	614.4296	527.8395	427.0871	330.3439	271.0210
V3	586.6339	523.1870	428.6241	329.5998	270.3739
Mittelwert	604.3031	521.7847	428.0048	330.1699	270.9727
Staw	15.3564	6.8643	0.8108	0.5061	0.5761
Proz	2.5412	1.3155	0.1894	0.1533	0.2126

#### Versuch Poissonzahl

Grenzen (C	0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)	(0.0005)-(0.02)	(0.0005)-(0.03)
Einheit	-	-	-	-	-
V1	0.5156	0.5199	0.4981	0.4996	0.5007
V2	0.5439	0.5033	0.5073	0.5097	0.5111
V3	0.4001	0.4883	0.4999	0.4967	0.4978
Mittelwert	0.4865	0.5038	0.5018	0.5020	0.5032
Staw	0.0762	0.0158	0.0049	0.0068	0.0070
Proz	15.6522	3.1366	0.9709	1.3572	1.3835

Versuch | Plastische Kennwerte

	$\sigma_y^{(tech)}$	$\varepsilon_y^{(tech)}$	$\sigma_y^{(wahr)}$	$\epsilon_y^{(wahr)}$
Einheit	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-
V1	12.2560	0.1715	14.4700	0.1582
V2	12.2619	0.5414	19.3062	0.4327
V3	12.2920	0.2020	14.9065	0.1840
Mittelwert	12.2700	0.3050	16.2276	0.2583
Staw	0.0193	0.2053	2.6751	0.1516
Proz	0.1573	67.3278	16.4850	58.6708

### PS-Z-H1k0-Tp23-U-W0

Berichtsdatum:	19.09.2017 - 00:13
Auftragsnummer:	UA Knieper 270210
Pruefer:	Nierbauer,Axel
Email:	axel.nierbauer@lbf.fraunhofer.de
Versuchsart:	Zug
Versuchsgeschwindigkeit:	1.0 m/s, 60000.0 mm/min
Prueftemperatur:	23.0 °C
Dehnungsmessung:	Optisch
Mittelungsbereich:	Automatische Bereichsauswahl: abs x=274.377844216 y=18.2918562811 Spalte=eyyN

#### Versuch | Geometrie

	Datei	Breite	Dicke	Querschnitt
Einheit	-	mm	mm	$mm^2$
V1	PS-Z-H1k0-Tp23-U-W0-1-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84
V2	PS-Z-H1k0-Tp23-U-W0-2-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84
V3	PS-Z-H1k0-Tp23-U-W0-3-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84
V4	PS-Z-H1k0-Tp23-U-W0-4-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84





#### Skalare Kennwerte

Versuch	E-Modul		
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)
Einheit	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$
V1	3913.3673	3744.6569	3350.2238
V2	4280.1404	3983.1824	3839.5612
V3	3083.4741	3379.9776	3062.4916
V4	3952.6304	3288.6635	3325.4801
Mittelwert	3807.4031	3599.1201	3394.4392
Staw	509.8605	323.0540	324.0541
Proz	13.3913	8.9759	9.5466

Versuch	Poissonzahl		
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01
Einheit	-	-	-
V1	0.2139	0.2502	0.2474
V2	0.08089	0.3226	0.3853
V3	0.05668	-0.01235	0.2647
V4	-0.02313	0.1149	0.2772
Mittelwert	0.08209	0.1689	0.2937
Staw	0.09849	0.1483	0.0623
Proz	120	87.8403	21.2234

Versuch	Plastische	Kennwerte						
	$\sigma_{max}^{(tech)}$	$\varepsilon^{(tech)}_{(\sigma_{max})}$	$\sigma_{max}^{(wahr)}$	$\varepsilon^{(wahr)}_{(\sigma_{max})}$	$\sigma_b^{(tech)}$	$\varepsilon_b^{(tech)}$	$\sigma_b^{(wahr)}$	$\varepsilon_b^{(wahr)}$
Einheit	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-
V1	1.0112	2.075e-05	58.9086	0.01738	58.4190	0.01753	58.9086	0.01738
V2	0.4236	-1.209e-05	59.1695	0.01588	58.6115	0.01601	59.1695	0.01588
V3	0.5070	2.064e-05	54.4519	0.01621	54.0361	0.01634	54.4519	0.01621
V4	1.4564	9.62e-05	56.0841	0.01678	55.6614	0.01693	56.0841	0.01678
Mittelwert	0.8495	3.138e-05	57.1535	0.01656	56.6820	0.0167	57.1535	0.01656
Staw	0.4807	4.59e-05	2.2794	0.000662	2.2198	0.0006732	2.2794	0.000662
Proz	56.5820	146.3	3.9882	3.997	3.9162	4.03	3.9882	3.997

### PS-Z-H3k0-Tp23-U-W0

Berichtsdatum:	19.09.2017 - 00:13
Auftragsnummer:	UA Knieper 270210
Pruefer:	Nierbauer, Axel
Email:	axel.nierbauer@lbf.fraunhofer.de
Versuchsart:	Zug
Versuchsgeschwindigkeit:	3.0 <i>m/s</i> , 180000.0 <i>mm/min</i>
Prueftemperatur:	23.0 °C
Dehnungsmessung:	Optisch
Mittelungsbereich:	Automatische Bereichsauswahl: abs x=274.377844216 y=18.2918562811 Spalte=eyyN

#### Versuch Geometrie

	Datei	Breite	Dicke	Querschnitt
Einheit	-	mm	mm	$mm^2$
V1	PS-Z-H3k0-Tp23-U-W0-1-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84
V2	PS-Z-H3k0-Tp23-U-W0-2-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84
V3	PS-Z-H3k0-Tp23-U-W0-3-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84
V4	PS-Z-H3k0-Tp23-U-W0-4-fftDaten.TRA	12.12	2.46	29.82
V5	PS-Z-H3k0-Tp23-U-W0-5-fftDaten.TRA	12.13	2.46	29.84

### Diagramme



#### Skalare Kennwerte

Versuch	E-Modul		
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)
Einheit	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$
V1	3515.1644	3764.2143	3443.0704
V2	3760.1106	3446.4456	3466.8141
V3	3517.1986	3416.4319	3459.0978
V4	2824.2507	3551.7467	3433.7052
V5	2953.1828	3315.5222	3326.0787
Mittelwert	3313.9814	3498.8721	3425.7532
Staw	403.3655	170.5611	57.2189
Proz	12.1716	4.8747	1.6703



Versuch	Poissonzahl		
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)
Einheit	-	-	-
V1	0.2812	0.3167	0.3087
V2	0.1132	0.1868	0.2846
V3	0.5656	0.4520	0.2734
V4	0.3442	0.2490	0.2473
V5	0.3640	0.3252	0.3083
Mittelwert	0.3336	0.3059	0.2845
Staw	0.1629	0.0991	0.0258
Proz	48.8364	32.3858	9.0662

Versuch	Plastische	Kennwerte						
	$\sigma_{max}^{(tech)}$	$\varepsilon^{(tech)}_{(\sigma_{max})}$	$\sigma_{max}^{(wahr)}$	$\varepsilon^{(wahr)}_{(\sigma_{max})}$	$\sigma_b^{(tech)}$	$\varepsilon_b^{(tech)}$	$\sigma_b^{(wahr)}$	$\varepsilon_b^{(wahr)}$
Einheit	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-
V1	0.1412	5.116e-06	46.0209	0.01466	45.6117	0.01478	46.0182	0.01468
V2	0.7064	-3.142e-05	57.9476	0.01732	57.4031	0.01747	57.9476	0.01732
V3	0.9364	-1.053e-05	58.8223	0.01765	58.2568	0.01781	58.8223	0.01765
V4	0.7612	-2.885e-05	49.9385	0.01573	49.4667	0.01585	49.9385	0.01573
V5	0.4236	-8.511e-05	55.0749	0.01577	54.5256	0.0159	55.0749	0.01577
Mittelwert	0.5938	-3.016e-05	53.5609	0.01623	53.0528	0.01636	53.5603	0.01623
Staw	0.3130	3.41e-05	5.4587	0.001239	5.3946	0.001253	5.4597	0.001233
Proz	52.7162	-113.1	10.1916	7.635	10.1683	7.657	10.1935	7.596

### PS-Z-Q1-Tp23-U-W0

Berichtsdatum:	12.09.2017 - 18:09
Auftragsnummer:	UA Knieper 270210
Pruefer:	Nierbauer, Axel
Email:	axel.nierbauer@lbf.fraunhofer.de
Versuchsart:	Zug
Versuchsgeschwindigkeit:	1.6666666666667e-05 m/s, 1.0 mm/min
Prueftemperatur:	23.0 °C
Dehnungsmessung:	Optisch
Mittelungsbereich:	12 mm x 12 mm

#### Versuch | Geometrie

	Datei	Breite	Dicke	Querschnitt
Einheit	-	mm	mm	$mm^2$
V1	PS-Z-Q1-Tp23-U-W0-1-fftdaten.tra	12.13	2.46	29.84
V2	PS-Z-Q1-Tp23-U-W0-2-fftdaten.tra	12.13	2.46	29.84
V3	PS-Z-Q1-Tp23-U-W0-3-fftdaten.tra	12.13	2.46	29.84





#### Skalare Kennwerte

Versuch	E-Modul		
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)
Einheit	$N/mm^2$	$N/mm^2$	$N/mm^2$
V1	3411.1482	3327.7690	3190.1977
V2	3352.8066	3285.4976	3194.3168
V3	3422.2174	3327.9466	3197.2374
Mittelwert	3395.3908	3313.7378	3193.9173
Staw	37.2919	24.4568	3.5368
Proz	1.0983	0.7380	0.1107

Versuch	Poissonzahl		
Grenzen	(0.0005)-(0.0025)	(0.0005)-(0.005)	(0.0005)-(0.01)
Einheit	-	-	-
V1	0.3349	0.3307	0.3140
V2	0.3471	0.3264	0.3130
V3	0.3458	0.3360	0.3170
Mittelwert	0.3426	0.3310	0.3147
Staw	0.0067	0.0048	0.0021
Proz	1.9653	1.4516	0.6673

Versuch | Plastische Kennwerte

	$\sigma_{max}^{(tech)}$	$\varepsilon^{(tech)}_{(\sigma_{max})}$	$\sigma_{max}^{(wahr)}$	$arepsilon_{(\sigma_{max})}^{(wahr)}$	$\sigma_b^{(tech)}$	$\varepsilon_b^{(tech)}$	$\sigma_b^{(wahr)}$	$\varepsilon_b^{(wahr)}$
Einheit	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-	$N/mm^2$	-
V1	-0.08914	3.968e-05	42.7355	0.01407	42.3633	0.01409	42.7285	0.014
V2	-0.08579	0	44.0400	0.01486	43.5820	0.01489	43.9842	0.01478
V3	-0.08311	3.309e-05	42.0309	0.01441	41.6683	0.01452	42.0309	0.01441
Mittelwert	-0.08601	2.426e-05	42.9355	0.01445	42.5379	0.0145	42.9145	0.0144
Staw	0.003022	2.127e-05	1.0194	0.0003952	0.9687	0.0003965	0.9898	0.0003908
Proz	-3.514	87.66	2.3742	2.736	2.2773	2.735	2.3066	2.715

# Anhang 2: Geometrie der Kugelgranulate





Q3 (SPHT=0.9) = 7.3 % Q3 (Symm=0.9) = 2.2 % Q3 (b/l=0.9) = 80.4 % Mean value SPHT3 = 0.953 Mean value Symm3 = 0.947 Mean value b/l3 = 0.837





Characteristics	
Q3 [%] 10.0 50.0 90.0	x [mm] 1.2336 1.3622 1.4716
SPAN3 = U3 =	0.175 1.121
Part_cnt =	44133
xmax1(q3) = 1.3 xmax2(q3) = 1.7	8742 mm

Q3 (SPHT=0.9) = 7.9 % Q3 (Symm=0.9) = 3.8 % Q3 (b/I=0.9) = 61.7 % Mean value SPHT3 = 0.950Mean value Symm3 = 0.938Mean value b/l3 = 0.881





Onaracteristics	
Q3 [%]	x [mm]
10.0	0.8974
50.0	0.9921
90.0	1.1049
SPAN3 =	0.209
U3 =	1.130
Part_cnt =	170398
xmax1(q3) = 0.9	9818 mm
xmax2(a3) = 1.2	2928 mm

Q3 (SPHT=0.9) = 23.6 % Q3 (Symm=0.9) = 8.9 % Q3 (b/l=0.9) = 61.0 % Mean value SPHT3 = 0.932Mean value Symm3 = 0.933Mean value b/l3 = 0.868





Q3 (SPHT=0.9) = 15.0 % Q3 (Symm=0.9) = 2.1 % Q3 (b/l=0.9) = 72.9 % Mean value SPHT3 = 0.953 Mean value Symm3 = 0.953 Mean value b/l3 = 0.802





onuraotenstios	
Q3 [%]	x [mm]
10.0	1.4782
50.0	1.6449
90.0	1.8573
SPAN3 =	0.230
U3 =	1.134
Part_cnt =	29259
xmax1(q3) = 1.6	6298 mm
xmax2(q3) = 2.2	2467 mm

Q3 (SPHT=0.9) = 1.2 % Q3 (Symm=0.9) = 1.8 % Q3 (b/I=0.9) = 58.3 % Mean value SPHT3 = 0.972Mean value Symm3 = 0.940Mean value b/l3 = 0.884





03	[%]	
90	1/91	

Q3 [%]	x (mm)
10.0	0.8057
50.0	0.9143
90.0	1.1185
SPAN3 =	0.342
U3 =	1.161
Part_cnt =	203064
xmax1(q3) =	0.9032 mm
xmax2(q3) =	1.2586 mm

Q3 (SPHT=0.9) = 8.5 % Q3 (Symm=0.9) = 9.4 % Q3 (b/l=0.9) = 60.1 % Mean value SPHT3 = 0.952Mean value Symm3 = 0.934Mean value b/l3 = 0.867