

Ernst-Otto Reher

Überwachung und Qualitätssicherung fluider, strukturierter Erzeugnisse aus Produktionsanlagen, dargestellt am Beispiel der Kunststofftechnologie

1. Zur Überwachung und Qualitätssicherung der Erzeugnisse aus Produktionsanlagen der stoffwandelnden Industrie

Die Produktionsanlagen der Materialtechnologien müssen mit einer Vielzahl von Eigenarten der zu wandelnden Stoffe und in ihnen ablaufenden Prozesse fertig werden. Eine repräsentative Aufzählung der Kennzeichen derartiger Anlagen und Stoffe ist in der Tabelle 1 zusammengestellt. Die Merkmale der Anlagen und die in ihnen zu wandelnden Stoffe haben, wie wir später konkret sehen werden, einen großen Einfluss auf die Verfahrens- und Geräteentwicklung zur Überwachung und Produktqualitätssicherung.

Die Qualität wird definiert als „Güte, Beschaffenheit, Eigenschaft einer Sache, Gesamtheit der Eigenschaften von Erzeugnissen, die den Grad ihrer Eignung für den vorgesehenen Verwendungszweck bestimmen“ (Universallexikon 1988). Die Qualitätssicherung erfolgt durch Maßnahmen in Form von Modellen, Konzeptionen, Normen, Grenzwerten, Gesetzen, Techniken u. v. m., die alle der Qualitätssicherung dienen (s. Abbildung 1). Dabei erfassen die Maßnahmen den gesamten Reproduktionsprozess und alle Hierarchieebenen der technologischen Artefakte und Produkte, die dort entstehen (z.B. Reaktor, Mühle, Filter, Trockner, Anlage, Betrieb usw.). Eingebunden zur Lösung der Produktsicherung sind alle Wissenschaftsdisziplinen (s. Abbildung 2). Materialwissenschaftler entwickeln Verfahren und Laborgeräte, um Struktur-Eigenschaftsbeziehungen zu erforschen. Ingenieure entwickeln dazu entsprechende Verfahren und Geräte unter Beachtung der Eigenarten der Ausrüstungen (s. Tabelle 1) und für den Einsatz in den Artefakten zur Überwachung und Qualitätssicherung der Erzeugnisse.

Anlagen allgemein
Einstrang(-Produkt)-Anlagen, Mehrproduktanlagen, Kontinuierliche, halbkontinuierliche, diskontinuierliche Anlagen, Hochdruck-, Niederdruck-, Vakuum-Anlagen, Spezialanlagen
Anlagenkennzeichnungen nach
<ul style="list-style-type: none"> • Gefahrenklassen • Erzeugnissen (Chemikalien, Lebensmittel, Pharmaka, Kosmetika, Kleidung u. a.) • Raum-Zeit-Ausbeuten • Prozess-Schaltungen • Koppelprodukten • Hygieneanforderungen • Einsatzgebieten (ortsgebundene, bewegliche) • geometrischen Abmessungen (Mikro – Makro) • Vorgangstechnologien (Verfahrens-, Verarbeitungs-, Fertigungstechnik) • Temperaturbedingungen u. v. m.
Stoffkennzeichnung nach
<ul style="list-style-type: none"> • Aggregatzustand • Gefahrenklasse • Toxikologie/Giftigkeit • Aggressivität der Medien • Explosionsfähigkeit • Erosionsfähigkeit • Fließfähigkeit (rheologischer Zustand) • Dispersitätszustand (fein, grobkörnig) • Färbung (durchsichtig, trübe) u. v. m.

*Tabelle 1: Kennzeichnung von Produktionsanlagen und Stoffen der Stoffwirtschaft
Eigene Darstellung*

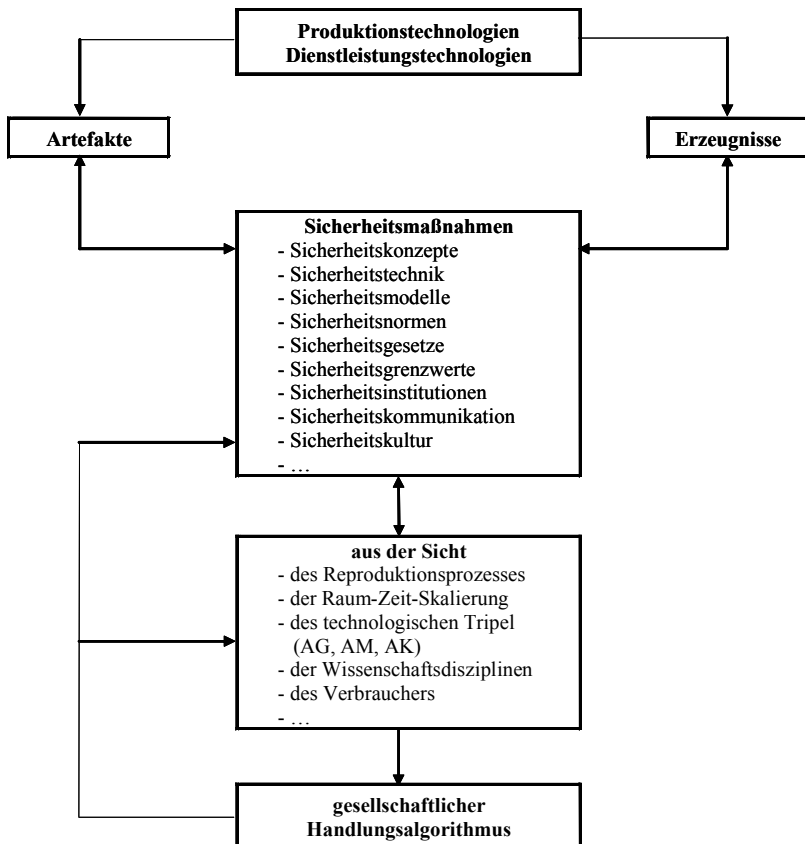


Abbildung 1: Maßnahmen zur Qualitätssicherung
Eigene Darstellung

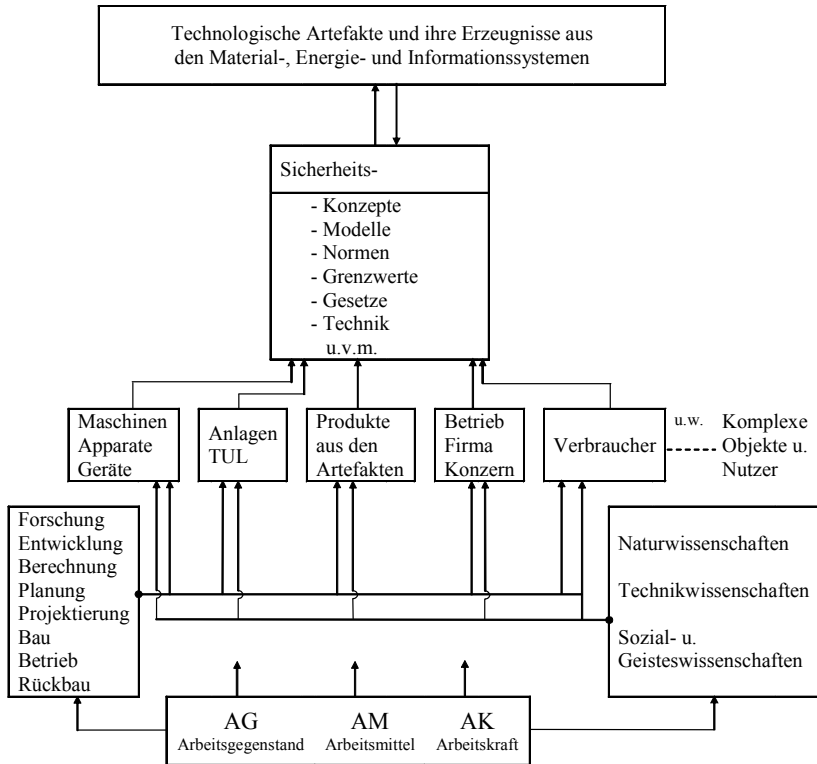


Abbildung 2: Multidimensionale Entwicklung und Bereitstellung von Maßnahmen zur Sicherheit in technologischen Artefakten und für Produkte
Eigene Darstellung

Die gewonnenen Daten aus den Ausrüstungen (Maschinen, Apparate, Anlagen) dienen außerdem

- zur Steuerung der Ausrüstungen (vgl. z.B. Fritz/Stöhrer 1986);
 - der Komplettierung der mathematischen Modelle für die Erzeugnisweiterverarbeitung oder Anwendungstechnik (vgl. z.B. Hartmann/Reher 2009).
- Sozial- und Geisteswissenschaftler erarbeiten Grenzwerte, Normen und sind bei den Gesetzesvorbereitungen involviert.

Am Beispiel der Kunststofftechnologie soll später der Entwicklungsprozess der Prozesstechnik zur Überwachung und Qualitätssicherung und damit zur Prozess-Steuerung von Polymerisationsreaktoren für Polyethylene und Polypropylene im Detail dargestellt werden. In Abbildung 3 ist ein allgemei-

ner Ablaufvorgang zur Entwicklungs- und Nutzungsfolge der Prozessmesstechnik zur Produktqualitätssicherung dargestellt.

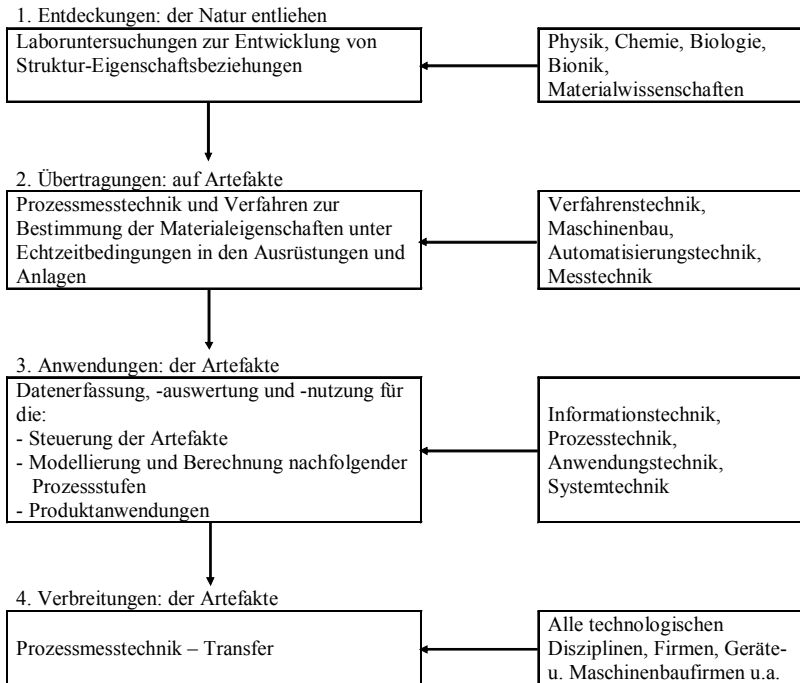


Abbildung 3: Entwicklungs- und Nutzungsfolge der Prozessmesstechnik zur Produktqualitätssicherung

Eigene Darstellung

Die Labormessverfahren sind die Grundlage für die Bereitstellung der Prozessmesstechnik. Die Entwicklung der Prozessmesstechnik ist daher durchaus keine triviale Aufgabenstellung, wenn man die in der Tabelle 1 dargestellten Eigenarten der Artefakte beachten muss. Einige Merkmale, wie Druck, Temperatur u. v. a. sind relativ leicht realisierbar. Komplizierter ist die Probenahme bzw. Probenbereitstellung im Echtzeitbetrieb aus kontinuierlich arbeitenden Ausrüstungen bzw. Anlagen. Dazu sind in der Regel besondere konstruktive Lösungen der Prozessmesstechnik erforderlich. Auch der Messvorgang und die Datenauswertung und Bereitstellung, z.B. zur Steuerung der Ausrüstung oder Anlage, muss im Echtzeitbetrieb erfolgen, da sonst zu viel Mangelware (Ausschuss) produziert wird. Die Labormesstechnik

bzw. Prozessmesstechnik zur Qualitätssicherung ist ausreichend, wenn die Bedingung für diskontinuierliche Prozesse gilt:

Labormesszeit \ll Prozesszeit.

Für einige Prozesse der Kunststofftechnologie wird diese Bedingung auch erfüllt, jedoch nicht für alle. Für kontinuierliche Prozesse dagegen muss mindestens die folgende Bedingung erfüllt sein:

Messzeit \leq Prozesszeit,

da ansonsten zu viel unkontrollierte Produkte die Anlage verlassen.

Industriebereich	Beispiele Produkte: strukturierte Fluide
Kunststoffindustrie	Schmelzen, Lösungen, Dispersionen
Lebensmittelindustrie	Schokolade, Joghurt, Käse, Sahne, Sirup, Honig, Teige, Schäume, Quark, Fette, Kaugummibasen, Wurst
Pharmaindustrie	Creme, Salben, Lösungen, Beschichtungsfluide, Augentropfen, Nasenspray
Bau- und Keramikindustrie, Glasindustrie	Betonsuspensionen, Keramik-Schlicker, Porzellan-Pasten, Tonsuspensionen, Glasschmelzen
Farben- und Lackindustrie	Pigmentpasten, Farben, Lacke, Anstrichstoffe, Kugelschreiberpasten
Agrarindustrie	Biosuspensionen, Gülle, Futtermittel
Aufbereitungsindustrie	Bohrschlämme, Erdöl, Asphalt, Kohlesuspensionen, Erzsuspensionen, Schäume, Abwasserschlämme
Medizintechnik	Blut, Speichel, Synovialflüssigkeiten, Harn, Kot, Eiter, Zahnersatzmassen
Biotechnologie	Dispersionen: Fluid-Fluid, Fluid-Fest, Fluid-Gas
Nanotechnologie	s. Biotechnologie
Fahrzeugindustrie	Treibstoffe, Schmierstoffe, Bremsflüssigkeit, Kühlflüssigkeit, Hydraulik

Charakteristischer Zusammenhang:

Rheologie = $f(\text{Struktur, Eigenschaften, Verarbeitbarkeit, Anwendbarkeit})$

*Abbildung 4: Strukturierte Fluide in Technologie- und Lebensbereichen
Eigene Darstellung*

Die Vielfalt der strukturierten Fluide in der Stoffwirtschaft ist sehr groß und in Abbildung 4 dargestellt.

2. Überwachung und Qualitätssicherung der Kunststoffherzeugnisse

Die Qualitätssicherung der Kunststoffherzeugnisse verläuft im Wesentlichen über den viskoelastischen Fluidzustand der Kunststoffschmelze. Er ist auch verantwortlich für die Verarbeitbarkeit der Schmelze.

Dieser Schmelzezustand wird in den Polymerisationsanlagen der Kunststoffindustrie realisiert und wirkt sich später in den Verarbeitungsprozessen der Kunststoffe und in der Anwendung der Erzeugnisse aus. Der viskoelastische Fluidzustand der Kunststoffschmelze wird durch die molekulare Struktur der Polymeren bestimmt. Da aber die molekulare Strukturbestimmung (mittlere Molmasse \bar{M}_w , Molekulargewichtsverteilungsbreite oder Polydispersität M_w/M_n , Molekulargewichtsverteilung $M(d)$) sehr zeitaufwendig ist, kann sie in den Kunststoffanlagen zur Echtzeitqualitätssicherung nicht angewendet werden. In modernen Polymerisationsanlagen werden Millionen Jahrestonnen produziert, d.h. 100 und mehr t/h fallen an. Die Dauer der Bestimmung der molekularen Daten im Labor beträgt aber mehrere Stunden. Eine Echtzeitbestimmung der Kunststoffschmelzen in den Anlagen ist somit ausgeschlossen. In diesem Falle werden „Ersatzgrößen“ gefordert, die im Echtzeitbetrieb ermittelt werden können und einen Zusammenhang zur molekularen Struktur gewährleisten (s. Tabelle 1 und Abbildung 2).

Rheologische Kennwerte und Funktionen sind geeignet, diese „Ersatzfunktion“ zu übernehmen, zumal diese Daten auch für die Prozessmodelle der Verarbeitungsprozesse und Erzeugnisanwendungen relevant sind und dort auch ihre weitere Anwendung finden.

2.1 Phase der rheologischen On-Line-Bestimmung zur Qualitätssicherung von Kunststoffen

Laboruntersuchungen zur Bestimmung des Schmelzindex (MVR oder MFR) konnten relativ schnell durchgeführt werden (½ bis 1 Stunde). Diese Daten waren international standardisiert worden und galten als Qualitätsmerkmal zur Produktabgabe an den Verarbeiter. Der Schmelzindex wird mit zertifizierten Geräten im Labor unter definierten Bedingungen gemessen. Er stellt eine Durchflussmenge der Schmelze durch eine genormte Düse (kurze Düse: $L/D = 3,81$) bei gegebener Temperatur und Gewichtsbelastung eines Stempels dar. Auf Grund der geometrischen Gegebenheiten des Laborgerätes stellt der

Schmelzindex eine „viskoelastische Kenngröße“ der Schmelze dar. Da in der Regel nur eine Kenngröße ermittelt wird, die aber für den Verarbeitungsprozess nicht repräsentativ und somit untauglich ist, auch in keinem Prozessmodell Verwendung finden kann, mussten andere Wege gegangen werden zur Qualitätssicherung, auf die später noch eingegangen wird. Trotzdem wurde versucht, ein Verfahren und dazugehörige Ausrüstungen zu entwickeln, um den Schmelzindex im On-Line-Betrieb in den Polymerisationsanlagen der Kunststoffindustrie zu ermitteln (vgl. Göttfert/Reher 1998a).

Der Grund dafür war, dass der Schmelzindex eine standardisierte Kenngröße ist, die international in der Praxis gerätetechnisch und technologisch eingeführt war und noch ist. Eine aktuelle erweiterte und verbesserte gerätetechnische und verfahrenstechnische Lösung zur Bestimmung des Schmelzindex im On-Line-Betrieb der Anlage existiert (vgl. Reher/Göttfert 2000) und wurde auch erfolgreich getestet, aber nicht weiter verfolgt, da die zweite Phase der On-Line-Kapillar-Rheometrie Erfolg versprechender war und auch ist.

Ein weiteres Verfahren der ersten Phase ist die Bestimmung des Staudinger-Indexes $[\eta]$. Er ist definiert als

$$[\eta] = \lim_{\substack{c \rightarrow 0 \\ \dot{\gamma} \rightarrow 0}} \frac{\eta - \eta_s}{\eta_s c} = \frac{\eta_{spez}}{c} \quad (1)$$

und wird mit dem Zimm-Crothers-Viskosimeter bestimmt (vgl. Kulicke 1986). Der große Vorteil des Staudinger-Indexes ist, dass er folgende Strukturabhängigkeiten identifiziert:

$$[\eta] \sim \bar{M}_w^a \quad (2)$$

mit (vgl. Holzmüller/Altenburg 1961)

a = 0	massive Kugeln;
a = 0,5	undurchspültes Knäuel;
a = 0,5-1	teilweise durchspültes Knäuel;
a = 1	voll durchspültes Knäuel;
a = 2	starre Stäbchen.

Vom Autor wurde der Zusammenhang mit der Nullviskosität (η_0) formuliert (vgl. Reher 2000):

$$\eta_0 \sim [\eta]^{\frac{3,4-3,5}{a}} \quad (3)$$

und von Jens Hepperle, Helmut Münstedt, Peter K. Haug und Claus D. Eisenbach für 13 Typen *branched polystyrenes* bestätigt mit $a = 0,7096$ und $K = 1,08 \cdot 10^{-4}$ (vgl. Hepperle et al. 2005), so dass Beziehung (3) sich wie folgt ergibt:

$$\eta_0 = 1,08 \cdot 10^{-4} [\eta]^{4,79-4,93}$$

Erst durch den Zusammenhang (3) wurde möglich, den Staudinger-Index für die On-Line-Rheometrie anzuwenden. Wie später noch gezeigt wird, lässt sich η_0 leicht aus rheometrischen Daten bestimmen. Zuvor war der zeitliche Aufwand zur Bestimmung von \bar{M}_w oder $[\eta]$ für On-Line-Verfahren zu groß.

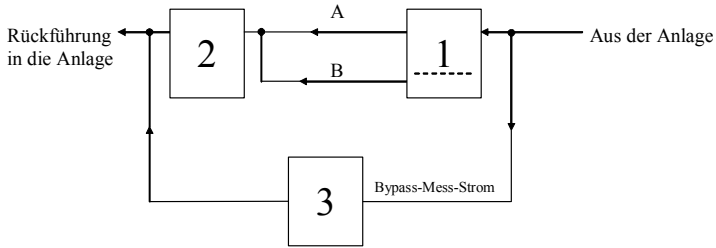
2.2 Phase der rheologischen On-Line-Bestimmung zur Qualitätssicherung von Kunststoffen

Diese Phase ist gekennzeichnet durch die Entwicklung und Einführung von Ein- und Mehrkapillar-Rheometern in die Prozesstechnik (vgl. Reher et al. 2002). Dadurch konnten alle bisher erwähnten Verfahren erst einmal realisiert werden. Die mittlere Verweilzeit (Ansprechzeit) des Materials konnte durch folgende abgeleitete Gleichung

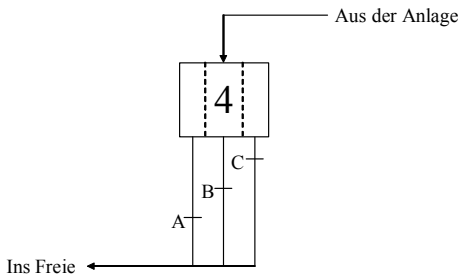
$$\frac{t_{\text{Ansprechzeit}}}{t_{\text{Messkanal}}} = 1 + \frac{V_{\text{Adapter}}}{V_{\text{Messkanal}}} \cdot \frac{1}{1 + \frac{\dot{V}_{\text{Umlaufstrom}}}{\dot{V}_{\text{Messkanal}}}} \quad (4)$$

im Gerät bestimmt und durch die Gerätekonstruktion beeinflusst werden, um im variablen Echtzeitbetrieb die Messung durchführen zu können (s. Abbildung 5). Mit dieser neuen Gerätetechnik war es erstmals möglich, verschiedene rheologische Betriebsweisen zu realisieren. Die verbreitetste Betriebsweise ist:

1. Bestimmung der Viskositätsfunktion η (η_0 , $\dot{\gamma}$, T) in einem größtmöglichen Variablenbereich (s. Abbildung 6).
2. Bestimmung des elastischen Einlaufdruckes des Materials in die Kapillaren (Bagley-Einlaufdruck (P_E ($\dot{\gamma}$, M_w/M_n))) (s. Abbildung 6).



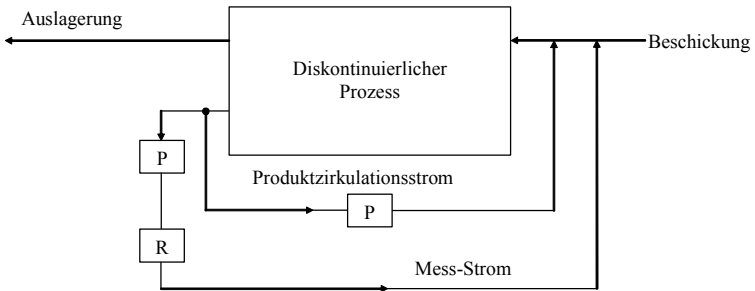
a) Geschlossene On-Line-Rheometer



b) Offene On-Line-Rheometer

A, B, C Mess-Strecken: Kapillaren oder Schlitze mit Druckaufnehmern
 1-4: Dosierpumpen

Abbildung 5a: On-Line-Rheometer für kontinuierliche Prozessführung
 Eigene Darstellung



(R) – Rheometer, (P) – Pumpen

Abbildung 5b: Diskontinuierlicher Prozess mit rheologischer Prozesskontrolle
 Eigene Darstellung

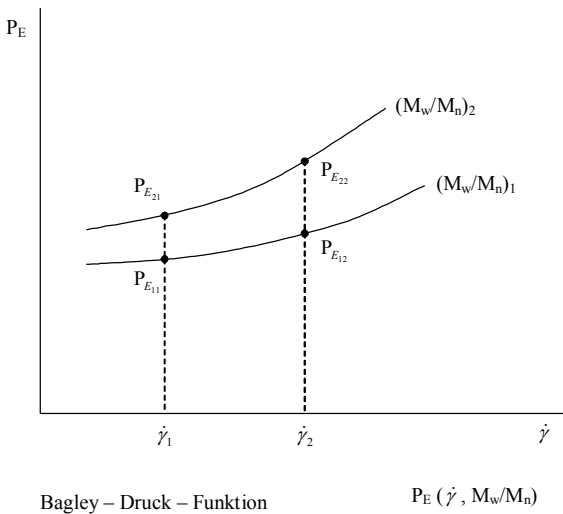
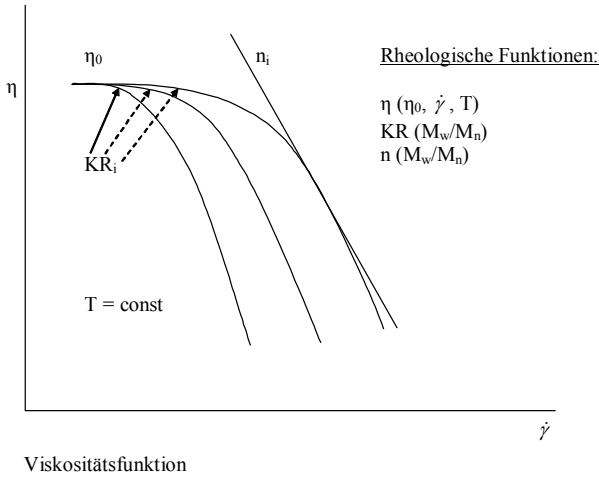


Abbildung 6: Rheologische Funktionen, gewonnen aus On-Line-rheometrischen Messungen
 Eigene Darstellung

Damit ist es möglich geworden, auch über η_0 die mittlere Molmasse \overline{M}_w und den Staudinger-Index $[\eta]$ zu bestimmen. η_0 wird durch Approximation der Messdaten mit rheologischen Modellgleichungen bestimmt (vgl. Göttfert et

al. 1999). Außerdem gelang es uns, einen Zusammenhang zwischen dem Krümmungsradius (KR) der Viskositätsfunktion (Übergang vom linearviskosen in den strukturviskosen Bereich) und der Molekulargewichtsverteilungsbreite M_w/M_n (Polydispersität) zu finden, die besonders das elastische Verhalten der Schmelzen kennzeichnet (vgl. Göttfert/Reher 1998a) (s. Abbildung 6):

$$KR = A e^{B(M_w/M_n)} \quad (5)$$

In Analogie zur temperatur-zeitinvarianten bzw. molmasseninvarianten Masterkurvenbildung für rheologisch einfache Schmelzen kann nun für rheologisch nicht ähnliche (nicht einfache) Schmelzen, d.h. $M_w/M_n = \text{var.}$ ein entsprechendes Verschiebungsgesetz mit a_{KR} gebildet werden:

$$a_{KR} = \frac{KR(M_w/M_n)}{KR(M_w/M_n)^*} = \exp \left[B \left(M_w/M_n - M_w/M_n \Big| ^* \right) \right]. \quad (6)$$

Wenn als Näherung anstelle von a_{KR} ein charakteristisches Viskositätsverhältnis oder das Verhältnis der Fließindizes eingeführt wird

$$a_{KR} = \frac{\eta}{\eta^*} \text{ bzw. } a_{KR} = \frac{n}{n^*} \text{ bzw. } a_{KR} = \frac{\eta_0}{\eta_0^*}$$

$$\eta_0 = \begin{cases} K_1 M_w^\alpha & \text{bei } M < M_{krit} \\ K_2 M_w^\beta & \text{bei } M \geq M_{krit} \end{cases} \quad (7)$$

erhält man mit Gleichung 7

$$H \left[\frac{M_w}{M_w^*} \right]^{\alpha;\beta} = \exp \left[B \left(M_w/M_n - M_w/M_n \Big| ^* \right) \right]. \quad (8)$$

Die erhaltene Gleichung stellt einen Zusammenhang zwischen der mittleren Molmasse und der Polydispersität (Verteilungsbreite) dar.

Mit diesem Zusammenhang ließen sich die Verteilungsbreiten von verzweigten Polyethylenen und Polypropylenen bestimmen und damit die Qua-

litätssicherung der Produkte realisieren (vgl. Göttfert 1996). Da $KR \sim 1/n$ für das gewählte Fließgesetz ist, vereinfachte sich die Bestimmung und Auswertung der rheologischen Daten ganz entscheidend. Untersuchungen in der Literatur und eigene Messungen bestätigten den signifikanten Zusammenhang $n(M_w/M_n)$ (vgl. Göttfert/Reher 1998b), der in der Software von Kapillar-On-Line-Rheometern zur Verfügung steht. Um eine direkte Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften der Polymeren im On-Line-Rheometer zu ermöglichen, wurde ein dynamisch arbeitendes On-Line-Kapillar-Rheometer (DOR) entwickelt und getestet (vgl. Göttfert et al. 1996). Die dynamische (oszillierende) Führung der Kapillarströmung im DOR ermöglichte trotz überlagerter Offset-Strömung (stationäre Grundströmung), die viskoelastischen Materialfunktionen $G'(\omega)$ und $G''(\omega)$ in einem ausreichend breiten Intervall zu bestimmen. Diese Funktionen korrelieren gut mit den Strukturparametern der Kunststoffschmelzen und sind ebenfalls bestens geeignet zur Qualitätssicherung.

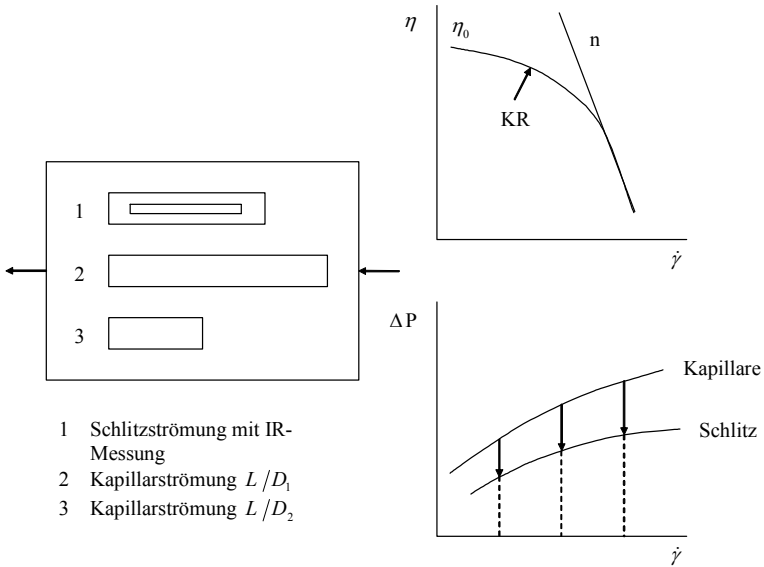
Ergänzend zu den Scherungsprüfverfahren wurde ein On-Line-Dehnungs-Prüfverfahren für Polymerschmelzen entwickelt (vgl. Göttfert/Reher 1998b). Vorzüge dieses On-Line-Messverfahrens sind besonders die hohe Sensibilität auf molekulare Unterschiede der Schmelze (vgl. Göttfert 1998) und die einfache Handhabung des Verfahrens.

Neben der Überwachung der Produkte und Kontrolle des technologischen Prozesses mit den Geräten und Verfahren gibt es auch Anwendungen zur Steuerung des rheologischen Prozesses bei der Polypropylenherstellung und Steuerung der Polydispersität (M_w/M_n) durch Peroxidzudosierung (vgl. Fritz/Stöhrer 1986). Weitere Steuerungskonzepte für andere Polymerherstellungsverfahren mit dem Kapillar-On-Line-Rheometer sind zur Qualitätssicherung der Produkte in Vorbereitung.

Die Anwendung dieser Verfahren und der neuartigen Gerätetechnik zur Qualitätssicherung könnte in allen Technologien erfolgen, in dem der Fluidzustand der Erzeugnisse qualitätsbestimmend ist, so z.B. in der Lebensmittel-, Keramik-, Kosmetik-, Pharmaindustrie, in der Medizintechnik u.v.a. Industriezweigen der Wirtschaft (s. Abbildung 4). Die Daten bestimmen einerseits die Qualität der Erzeugnisse (z.B. bei Schokolade), sind aber auch gleichzeitig Datensätze für die mathematischen Modelle der Verarbeitungs- und Anwendungstechnik (vgl. Hartmann/Reher 2009) der Materialien zu Endprodukten.

Die neueste Entwicklung der On-Line-Überwachung und Produktsicherung in der Kunststofftechnologie ist neben der simultanen Bestimmung des viskoelastischen Verhaltens die Infrarotspektroskopie der Kunststoffschmel-

ze, um Strukturveränderungen zu registrieren und durch Prozessführung Einfluss zu nehmen. Die Gestaltung der On-Line-Technik dazu ist in Abbildung 7 dargestellt. Es ist die maximale Variante des Gerätes dargestellt mit 2 Kapillaren, um z.B. zusätzlich Wandgleiten der Schmelzen zu registrieren, aber auch mit einer Kapillare ist es möglich, das Gerät zu betreiben, um ausreichende Informationen zu gewinnen. Auch in diesem Falle wird zuerst eine Laborvariante mit einem Rotationsviskosimeter entwickelt (vgl. NN 2010), bis eine industrielle On-Line-Variante entwickelt und eingesetzt wird.



- 1 Schlitzströmung mit IR-Messung
- 2 Kapillarströmung L / D_1
- 3 Kapillarströmung L / D_2

$$\Delta P_{Kap} \Big|_{\dot{\gamma}_n} - \Delta P_{Schlitz} \Big|_{\dot{\gamma}_n} = \Delta P_{elast}$$

$$\Delta P_{elast} (M_w / M_n)$$

Abbildung 7: Rheometer-Block mit IR-Messung
Eigene Darstellung

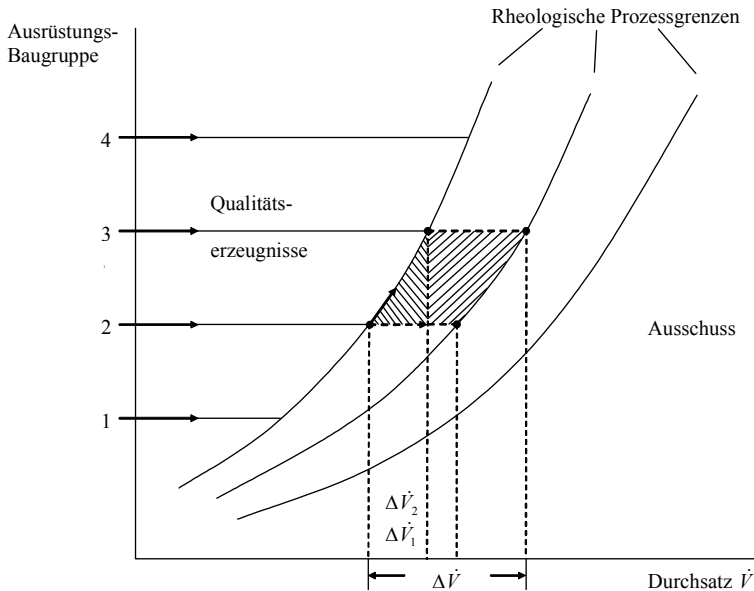
3. Folgen der unbeachteten Qualitätssicherung der Kunststoffe

Bei Nichtsicherung des Verhältnisses der viskosen zu den elastischen Eigenschaften der Kunststoffschmelze, d.h. durch Veränderungen der molekularen

Polymerstruktur ($\bar{M}_w \approx \text{const.}$, aber $M_w/M_n = \text{var.}$), kann es zu Störungen der anschließenden Prozessabläufe kommen.

Diese äußern sich in den Verarbeitungsmaschinen in Form von

- Druckschwankungen, Oszillationen,
- Durchsatzabfall, Durchsatzstörungen,
- von Schädigungen des Erzeugnisses (Schmelzebruch, Oberfläche, Struktur, Form, Abmessungen, Funktion, Lebenszeitverkürzung der Bauteile),
- unsachgemäßer Maßstabsübertragungen.



$\Delta \dot{V}_1$ - Änderung der Ausrüstungsbaugruppe (von 2 auf 3)

$\Delta \dot{V}_2$ - Prozessbeeinflussung (Temperatur, Verarbeitungshilfen u.a. Maßnahmen)

$\Delta \dot{V}$ - beide Maßnahmen

Abbildung 8: Arbeitsdiagramm einer Verarbeitungsausrüstung
Eigene Darstellung

Die Anpassung der Folgeprozesse an die neue Schmelzesituation kann nur in einem begrenzten Umfang durch folgende Maßnahmen abgefangen werden:

- Durchsatzherabsetzung bzw. Erniedrigung des Spannungszustandes der Schmelze in der Verarbeitungsmaschine;
- wenn möglich, mäßige Temperaturerhöhung (Grenzen sind thermische

- Materialschädigungen – Achtung, Energiedissipation beachten!);
- Einsatz einer anderen Baugröße der Verarbeitungsmaschine (Zusatzkosten);
 - Verwendung, wenn möglich, von Verarbeitungshilfen (z.B. Additive) (s. Abbildung 8).

Aus diesen obigen Gründen müssen die Kunststoffverarbeiter von den Kunststoffherstellern konstante Produkteigenschaften abfordern, die diese auch durch entsprechende On-Line-Prozess-Messtechnik sichern können. Aus Kostengründen erhalten die Verarbeiter jedoch nur ein nichtrepräsentatives Qualitätsmerkmal, den Schmelzindex, geliefert, der obige Erscheinungen nicht erfasst. Durch Aufklärung der Verarbeiter in Weiterbildungsseminaren konnten die Chemiekonzerne gezwungen werden, die On-Line-Messtechnik zu erwerben und die Qualitätssicherung zu garantieren.

4. Allgemeine Schlussfolgerungen zur Bereitstellung von Verfahren und Geräten der Produkt-Qualitätssicherung aus Anlagen der Materialtechnologien

Rheologische Kennwerte und Funktionen	Bedeutung für die Anwendung
$\left(MVR \sim \dot{\gamma}_{MVR} \right)_i = f \left(P_{MVR} \sim \tau_{w,MVR} \right)_i$ $MVR = \frac{MFR}{\rho}$	Schmelz-Index-„Fließfunktion“, die über der echten Fließfunktion $\tau_w(\dot{\gamma}_w)$ liegt auf Grund der „viskoelastischen“ Eigenschaften (einlaufdruckunkorrigierte) Fließfunktion. Dient zur Abschätzung des Verarbeitungsverhaltens der Kunststoffschmelze.
$[\eta](\bar{M}_w)$ $[\eta](\eta_0)$	Staudinger-Index als: Funktionen der mittleren Molmasse; Funktionen der Null-Viskosität. Dient zur Struktur-Eigenschafts-Bestimmung des Kunststoffes.
$KR(n)(M_w/M_n)$	Krümmungsradius der Viskositätsfunktion $\eta(\dot{\gamma})$ am Übergang des linearviskosen zum strukturviskosen Verhalten in Abhängigkeit der Polydispersität der Kunststoffschmelze. Dient der Bewertung des elastischen Verhaltens der Schmelze.

$\eta(\eta_0, \dot{\gamma}, T, P)$	<p>Viskositätsfunktion in Abhängigkeit von Nullviskosität, Schergeschwindigkeit, Temperatur, Druck.</p> <p>Dient zur Komplettierung der Impulsbilanz zur Bewegungsgleichungsformulierung und Prozessberechnung.</p>
$P_E(\dot{\gamma})$ oder $\Delta P_{elast}(\dot{\gamma})$ $P_E(M_w/M_n)$ oder $\Delta P_{elast}(M_w/M_n)$	<p>Elastischer Einlaufdruckverlust in Abhängigkeit Schergeschwindigkeit oder Polydispersität.</p> <p>Dient der Bewertung der Schmelzeelastizität bzw. der Verarbeitbarkeit.</p>
$P_D(\dot{\epsilon})$	<p>Dehnspannungsfunktion in Abhängigkeit von der Dehndeformationsgeschwindigkeit.</p> <p>Dient zur Festigkeitsbewertung der Kunststoffschmelze.</p>
$G'(\omega)$ $G''(\omega)$ $\tan \varphi = \frac{G''}{G'}$	<p>Speichermodul (Elastizität).</p> <p>Verlustmodul (Viskosität) in Abhängigkeit von der Kreisfrequenz einer dynamischen Belastung.</p> <p>Phasenverschiebung der jeweiligen Erregung.</p> <p>Dienen zur On-Line-Bestimmung viskoelastischer Schmelzeigenschaften und damit der Verarbeitbarkeit in den Anlagen.</p>
$v_{gl}(\tau_w, T, P)$	<p>„Wandgleitgeschwindigkeit“ als Funktion der Wandschubspannung der Schmelze und technologischer Parameter (Temperatur, Druck).</p> <p>Dient zur Bestimmung der Randbedingung des mathematischen Prozessmodells.</p>
$\eta_{eff}(t), \dot{\gamma} = const.$ $P_E(t)$ u.a. Zeitfunktionen	<p>Viskositäts-Zeitläufe bei diskontinuierlichen Prozessen, z.B. bei der Schokoladenherstellung.</p>

Tabelle 2: Zusammenfassende Darstellung rheologischer Kennwerte und Funktionen, die mit der heutigen Kapillar-On-Line-Rheometrie bestimmt werden können

Eigene Darstellung

1. Materialwissenschaftler ermitteln unter Laborbedingungen Eigenschaftsbilder der Produkte (Struktur-Eigenschaftsbeziehungen); z.B. waren das für Kunststoffe folgende rheologische Funktionen oder Kennwerte: s. Tabelle 2.
2. Ingenieure entwickeln Verfahren und Gerätetechnik zur Bestimmung relevanter Produkteigenschaften unter Prozessbedingungen der Anlage und im Echtzeitbetrieb zur Sicherung der Produktqualität; z.B. Ein- und Mehrkapillaren-Prozessrheometer mit Umlaufstrom zur Sicherung des Echtzeitbetriebes, Dehnrheometer, Spektrometer u.a.
3. Die gewonnenen Informationen mit der Prozessmesstechnik wurden zur Anlagensteuerung benutzt, um qualitätsgesicherte Produkte zu bekommen; z.B. Peroxidzudosierung zur Steuerung der Polypropylenstruktur und damit der viskoelastischen Fluideigenschaften; Temperatursteuerung, Monomerzudosierung, Katalysatordosierung u.v.a.
4. Häufig können die gewonnenen Materialeigenschaften auch für Prozessmodellierungen und -berechnungen angewendet werden; z.B. Komplettierung der Impulsbilanz, Energiebilanz.
5. Die Prozessmesstechnik wird zertifiziert und als Standardmethode zur internationalen Anwendung empfohlen; z.B. Verfahren und Geräte zur Bestimmung des Schmelzindex.
6. Firmen begründen ihre Existenz auf der Soft- und Hardware-Entwicklung und vertreiben ihre Produkte weltweit, oft als Bestandteil kompletter Produktionsanlagen. Sie betreiben Produktpflege und arbeiten ständig an der hard- und softwaremäßigen Verbesserung, Vervollständigung und Erweiterungen dieser Prozessmesstechnik. Sie halten Ausschau, ob nicht neue Verfahren übernommen werden können aus Forschungen der Materialwissenschaftler (z.B. Spektroskopie); z.B. Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH.
7. Weitere Nutzungsmöglichkeiten der entwickelten Technik in artverwandten Technologien werden erkundet und durch Modifizierungen für den Einsatz vorbereitet; z.B. Lebensmittelindustrie, Biotechnologie, Keramiktechnologie, Nanotechnologie (s. Abbildung 4).
8. Neue Produkte/Technologien erfordern sehr oft auch neue Prozessmesstechnik-Entwicklungen; z.B. Nanotechnologie, Biotechnologie.
9. Erweiterungen der On-Line-Messtechnik müssen ökonomisch vertretbar sein, sie „müssen sich rechnen“. Was unter Laborbedingungen für Forschung und Entwicklung ökonomisch vertretbar ist, ist für die On-Line-Technik noch lange nicht anwendbar; z.B. Rheologie und IR-Spektroskopie (vgl. NN 2010).

Danksagung: An dieser Stelle möchte ich mich bei Frau Karen Zawatzki und Herrn Daniel Zawatzki für die Realisierung meiner Manuskripte in elektronischer Form bedanken, damit sie veröffentlicht werden konnten.

Symbolverzeichnis

MFR/MVR	Massenschmelzindex/Volumenschmelzindex
$[\eta]$	Staudinger-Index
η	Dynamische Viskosität
η_s	Lösungsmittelviskosität
η_0	Anfangsviskosität
C	Konzentration
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit
M; \overline{M}_w	Mittlere Molmasse
t	Mittlere Verweilzeiten
V	Volumina
\dot{V}	Durchsätze
T	Temperatur
P	Druck
P_E	Einlaufdruck in die Kapillaren
KR	Krümmungsradius der Viskositätsfunktion $\eta(\dot{\gamma})$
M_w/M_n	Polydispersität oder Molekulargewichtsverteilungsbreite
n	Fließindex des Ostwald-de Waele-Ansatzes
P_D	Dehnspannung
$\dot{\epsilon}$	Dehngeschwindigkeit
$G'(\omega)$	Speichermodul
$G''(\omega)$	Verlustmodul
ω	Frequenz
v_{gl}	Gleitgeschwindigkeit

Literatur

- Fritz, H. G.; Stöhrer, B. (1986): Polymer Compounding Process for Controlled Peroxide-degradation of Polypropylene. In: International Polymer Processing, Vol. 1, No. 1, pp. 31-41
- Göttfert, A. (1996): Prozesszeitkonforme, rheologische Charakterisierung von Polymerschmelzen in der Scherung und Dehnung. Dissertation. Halle-Wittenberg (Martin-Luther-Universität)
- Göttfert, A. (1998): Praktische Dehnrheometrie von Polymerschmelzen. In: Kunststoffe. Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung, Jg. 88, H. 11, S. 2067-2069
- Göttfert, A.; Reher, E.-O. (1998a): Rheologische Prüftechnik von Hochpolymeren: Einsatz im Sinne einer prozessbegleitenden Strukturbestimmung. In: Kautschuk Gummi Kunststoffe, Jg. 42, H. 9, S. 609-615
- Göttfert, A.; Reher, E.-O. (1998b): Online Rheology with extended Spectrum. In: ANTEC '98 SPE Technical Papers. Atlanta, GA, U.S.
- Göttfert, A.; Reher, E.-O.; Balagula, I. M. (1999): Modelling of Capillary Rheometer Data and Extrapolation of the Viscosity Function into the Linear Viscoelastic Region. In: International Polymer Processing, Vol. 14, No. 1 pp. 57-59 (Special Reprint, Munich)
- Göttfert, A.; Reher, E.-O.; Erbacher, B.; Nelson, J. (1996): Dynamic Shear Deformation in On-line Capillary Rheometrie. In: ANTEC '96, Conference Proceedings. Indianapolis, IN, U.S., p. 1085
- Hartmann, K.; Reher, E.-O. (2009): Mathematische Modelle ? Grundlage für moderne Technologien. In: Banse, G.; Küttler, W.; März, R. (Hg.): Die Mathematik im System der Wissenschaften. Berlin, S. 131-145 (Abhandlungen der Leibniz-Sozietät der Wissenschaften, Bd. 24)
- Hepperle, J.; Münstedt, H.; Haug, P. K.; Eisenbach, C. D. (2005): Rheological Properties of Branched Polystyrenes: Linear Viscoelastic Behavior. In: Rheologica Acta, Vol. 45, pp. 151-163
- Holz Müller, W.; Altenburg, K. (1961): Physik der Kunststoffe. Berlin
- Kulicke, W.-M. (1986): Fließverhalten von Stoffen und Stoffgemischen. Basel u.a.
- NN (2010): Thermo Fisher USA: Rheologie und IR-Spektroskopie in einem Rotationsrheometer. In: Kunststoffe. Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung, Nr. 12, S. 78
- Reher, E.-O. (2000): Zur Rheologie von Polymerschmelzen. Berlin, S. 5-23 (Sitzungsberichte der Leibniz-Sozietät, Bd. 43)
- Reher, E.-O.; Göttfert, A. (2000): Das ε -Verfahren. Firmeninterne Dokumentation der Göttfert Werkstoffprüfmaschinen GmbH Buchen. Buchen
- Reher, E.-O.; Göttfert, A.; Sunder, J. (2002): Damit die Qualität stimmt – Rheologische On-Line-Prüftechnik in Prüf- und Produktionsanlagen der Kunststofftechnik. In: Verfahrenstechnik, Jg. 36, Nr. 10, S. 72-74
- Universalexikon (1988): Qualität. In: Universalexikon A-Z. Leipzig, S. 597