

# Entwicklung von Direkt-Compoundier-Prozessen für die Herstellung medizinischer Einmalprodukte



## Abschlussbericht

Projektleitung: KraussMaffei Technologies GmbH  
Stellvertreter: Prof. Dr.-Ing. Hans-Peter Heim, Universität Kassel

Projektlaufzeit: 1.6.2019 – 30.11.2022

Projektpartner:

Partner	Förderkennzeichen	Branche	Tätigkeitsfeld
B. Braun Melsungen AG (BB)	02P18C081	Medizintechnik	Hersteller von Medizintechnik- und Pharma-Produkten
KraussMaffei Technologies GmbH (KM)	02P18C080	Maschinen- und Anlagenbau	Bau von Maschinen und Anlagen für die Kunststoffverarbeitung (IMM, EXT, RPM)
Hübner Photonics-Hübner GmbH & Co. KG (H)	02P18C082	Photonik	Terahertz Spektroskopie, Radarsysteme, Laser
Pape GmbH (P)	02P18C083	Maschinen- und Anlagenbau	Kunststoffprozessoptimierung, Auslegung von Schneckengeometrien
Zeppelin Systems GmbH (Z)	02P18C084	Maschinen- und Anlagenbau	Maschinen für die Kunststoff- und Lebensmittelindustrie
Institut für Werkstofftechnik - Kunststofftechnik Uni Kassel (IfW)	02P18C085	Forschung	Kunststofftechnik

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium  
für Bildung  
und Forschung

<https://www.bmbf-medcomp.de/>

Kassel 2023

Dieses Forschungs- und Entwicklungsprojekt wurde durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 02P18C080 ff gefördert und vom Projektträger Karlsruhe (PTKA) betreut. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim Autor Guntis Japiņš.

**Herausgeber:**

Universität Kassel  
Fachbereich 15 - Maschinenbau  
Institut für Werkstofftechnik

**Koordination und Redaktion:**

Kolja Csanady (BB)  
Thomas Drogi (KM)  
Ralf-Urs Giesen (IfW)  
Michael Hartung (IfW)  
Hans-Peter Heim (IfW)  
Korbinian Hens (H)  
Guntis Japiņš (IfW)  
Jens Pape (P)  
Ole Peters (H)  
Stephan Poller (Z)  
Christof Schlitt (BB)  
Karl Hendrik Schluckebier (Z)  
Marina Severain (BB)

**Kontakt:**

Mönchebergstraße 3  
34125 Kassel

Tel.: +49-561 804-3671  
Fax: +49-561 804-3672  
E-Mail: [fedler@uni-kassel.de](mailto:fedler@uni-kassel.de)

<https://www.bmbf-medcomp.de/>  
<https://uni-kassel.de/maschinenbau/institute/werkstofftechnik/>

**Stand:**

Mai 2023

## Inhaltsverzeichnis

1	Ausgangssituation des Projekts.....	5
1.1	Zielsetzung des Projekts und Projektmitglieder.....	5
1.2	Aktueller Stand von Wissenschaft und Technik .....	6
1.3	Kunststoffe in der Medizintechnik und für das Projekt relevante Materialien .....	9
1.4	Zusammenarbeit .....	12
1.5	Abgrenzung wichtiger Begrifflichkeiten.....	13
1.6	Hauptarbeitspakete.....	14
2	Verlauf und Ergebnisse des Projekts.....	16
2.1	Entwicklung von Verfahren zum Direktspritzgießen .....	16
2.1.1	Entwicklung von Maschinentechologien für das Direktspritzgießen .....	16
2.1.2	Auslegung von Maschinentechologien für das Direktspritzgießen.....	30
2.1.3	Durchführung von Demonstrationsverfahren zum Direktspritzgießen .....	37
2.1.4	Prozessoptimierung der Direktspritzgießverfahren .....	48
2.1.5	Überprüfung der Maschinentchnik für das Direktspritzgießen .....	59
2.2	Entwicklung von Technologien und Verfahren für die Direktextrusion .....	66
2.2.1	Weiterentwicklung der Direktextrusion Var. A .....	66
2.2.2	Entwicklung einer Direktextrusion Var. B .....	71
2.2.3	Überprüfung der Maschinentchnik für die Direktextrusion von TPE und PVC .....	79
2.3	Qualitätssicherung .....	80
2.3.1	Entwicklung eines QS-Gesamtkonzeptes .....	80
2.3.2	Entwicklung einer Terahertz-Schmelzecharakterisierung .....	83
2.3.3	Umsetzung von QS-Konzepten .....	84
2.3.4	Korrelation von Material- und optischen Eigenschaften im THz-Bereich .....	87
2.3.5	Realisierung und Validierung eines Aufbaus für Messungen im Schmelzekanal, Integration in den Demonstratorprozess.....	90
2.3.6	Umsetzung von QS-Konzepten .....	95
2.4	Erwarteter Nutzen, insbesondere Nutzbarkeit.....	95
2.4.1	B. Braun, Zeppelin GmbH.....	95
2.4.2	Krauss Maffei.....	96
2.4.3	Hübner .....	97

---

2.4.4 Institut für Werkstofftechnik, Pape GmbH .....	97
2.5 Veröffentlichungen .....	98
2.5.1 Veröffentlichungen während der Projektlaufzeit .....	98
2.5.2 Veröffentlichungen nach Abschluss des Projekts .....	99
3 Literaturverzeichnis .....	100

# 1 Ausgangssituation des Projekts

## 1.1 Zielsetzung des Projekts und Projektmitglieder

Die besonderen Anforderungen an medizintechnische Einmalprodukte wie Sterilisierbarkeit, Biokompatibilität bedingen häufig den Einsatz individuell angepasster Materiallösungen. Diese werden bisher in verschiedenen Aufbereitungsverfahren (Compoundieren) durch Einmischen von Zusatzstoffen in Standardkunststoffen hergestellt. Anschließend erfolgt in Extrusions- oder Spritzgussprozessen die Weiterverarbeitung zu Produkten. Aufgrund der zum Teil geringen Materialmengen sowie des hohen Qualifizierungs- und Freigabeaufwandes, sind am Markt nicht ausreichend individualisierte Materiallösungen verfügbar. Potenziale zur Produktindividualisierung und Produktfunktionalisierung können somit häufig nicht ausgeschöpft werden.

Das Forschungsvorhaben hatte zum Ziel, den Schritt der Materialaufbereitung in die Extrusion und das Spritzgießen zu integrieren. Dadurch sollte es möglich sein, in wenigen Prozessschritten die Produkteigenschaften gemäß den Anforderungen zu erreichen.

Insgesamt waren sechs Projektpartner am MeDiComP-Projekt beteiligt: B. Braun Melsungen AG, Krauss Maffei Technologies GmbH, Hübner GmbH & Co. KG, PAPE GmbH, Zeppelin GmbH und die Institut für Werkstofftechnik. Abbildung 1 veranschaulicht die Struktur und Rolle der Projektpartner.

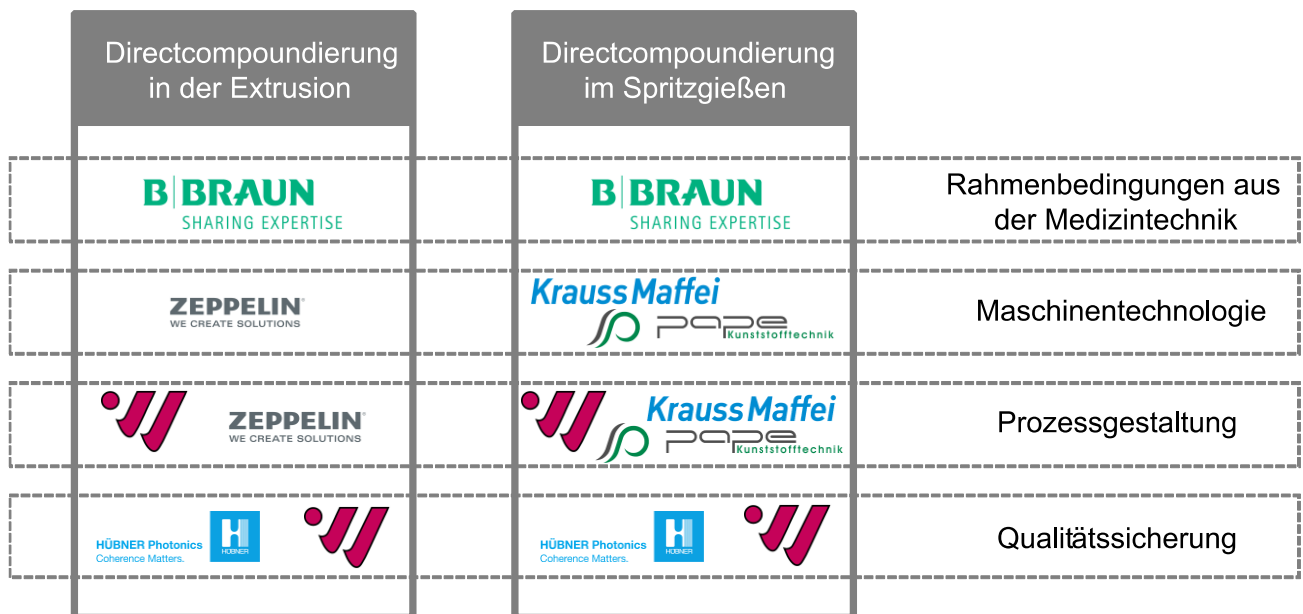


Abbildung 1. Projektstruktur und Rolle der Projektpartner

### B. Braun Melsungen AG

Das Ziel der Firma B. Braun war es, die neuartigen Verfahren zur Direktextrusion und zum Direktspritzgießen anhand von Demonstratorprozessen zu erproben, zu optimieren und die notwendigen Randbedingungen für einen Einsatz dieser Prozesse in der Medizintechnik zu schaffen.

### **Krauss Maffei Technologies GmbH**

Das Ziel der Firma Krauss Maffei war es, eine geeignete Maschinenteknologie für das Direktspritzgießen zu entwickeln, umzusetzen, für einen Demonstratorprozess bereitzustellen sowie durch Anpassungen der Maschinenteknologie die Optimierung des Demonstratorprozesses zu unterstützen.

### **Hübner GmbH & Co. KG**

Das Ziel der Firma Hübner war es, die bisher nur in Analysegeräten im Umfeld der Laboranalytik eingesetzte THz-Spektroskopie derart anzupassen, dass eine Inline-Messung und Bewertung der Mischgüte von Kunststoffschmelzen möglich war. Die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit musste dabei ausreichen, um Prozessabweichungen, welche zu einer Änderung der Endprodukteigenschaften von mehr als 25% der Toleranzbreite führten, zu erkennen.

### **Pape GmbH**

Das Ziel der Firma Pape war es, durch Entwicklung und Auslegung spezieller Spritzgießschnecken den Prozessschritt der Aufbereitung auf einer Standardspritzgießmaschine zu integrieren und anhand eines Demonstratorprozesses die Eignung für medizinische Produkte nachzuweisen sowie durch Anpassungen der Schneckentechnologie die Optimierung dieses Demonstratorprozesses zu unterstützen.

### **Zeppelin GmbH**

Das Ziel der Firma Zeppelin war es, durch Entwicklung, Auslegung und Bereitstellung von Maschinenteknologie die Direktextrusion von PVC und TPE mit einem Doppelschneckenextruder zu ermöglichen.

### **Universität Kassel, Institut für Werkstofftechnik**

Das Ziel des Instituts für Werkstofftechnik der Uni Kassel war es, zum einen Wechselwirkungen von Prozess und Materialeigenschaften zu analysieren und basierend darauf Potenziale für die Entwicklungsaufgaben aller beteiligten Partner zu identifizieren. Zum anderen sollte eine Übertragbarkeit der Ergebnisse auf weitere Anwendungen sowie die Eignung des Verfahrens zur materialbasierten Produktindividualisierung untersucht und bewertet werden.

## **1.2 Aktueller Stand von Wissenschaft und Technik**

Im Stand der Technik wird zunächst ein genereller Überblick zu den relevanten Verfahren und Begriffen in der Kunststofftechnik gegeben. Dies soll ein Grundverständnis vermitteln und eine Einordnung der späteren spezifischeren Ausführungen im übergeordneten Kontext ermöglichen. Anschließend wird auf Kunststoffe in der Medizintechnik sowie im Besonderen auf die für Demonstratorprozesse in diesem Projekt genutzten Materialien eingegangen. Abschließend erfolgt eine spezifischere Abgrenzung der im Projekt geplanten technischen Lösungen zu bestehenden Ansätzen.

Die Standardprozesskette in der Kunststoffverarbeitung lässt sich anhand von Abbildung 2 beschreiben. Basispolymere, welche in großchemischen Prozessen in großen Produktionsvolumina hergestellt werden können bereits zur Herstellung von Produkten durch Urformen verwendet werden. Häufig ist jedoch eine Anpassung dieser Basispolymere notwendig um ihre Eigenschaften hinsichtlich bestimmter Aspekte zu verbessern. Dabei ist die Anpassung von Verarbeitungseigenschaften (Temperaturbeständigkeit, Fließfähigkeit, ...) als auch von Gebrauchseigenschaften (Mechanische Eigenschaften, Flammschutz, Farbe, ...) möglich. Diese Anpassung wird als Aufbereitung von Kunststoffen oder als Compoundieren bezeichnet. Die Anpassung der Eigenschaften wird durch die Zugabe von Additiven erreicht. Additive können in verschiedenster Form vorliegen (z.B. Fasern, Öle,

Pigmente, ...). Diese Additive werden im Compoundierprozess in das Basispolymer eingemischt (Abbildung 2). Dazu wird das Basispolymer in einer zum Compoundieren geeigneten Maschine wie z.B. einem Doppelschneckenextruder aufgeschmolzen und durch eine Düse zu einem Strang gepresst und zu einem Granulat zerschlagen. Das Granulat als Mischung von Basispolymer und Additiv wird als Compound bezeichnet. Die Herstellung des Compounds kann bei spezialisierten Unternehmen (Compoundeure) oder als Teil der Prozesskette beim OEM erfolgen. Neben der Aufbereitung auf Extrudern existieren zahlreiche weitere Verfahren. Oft sind auch mehrere Prozessschritte an verschiedenen Maschinen zur Aufbereitung von Materialien notwendig.

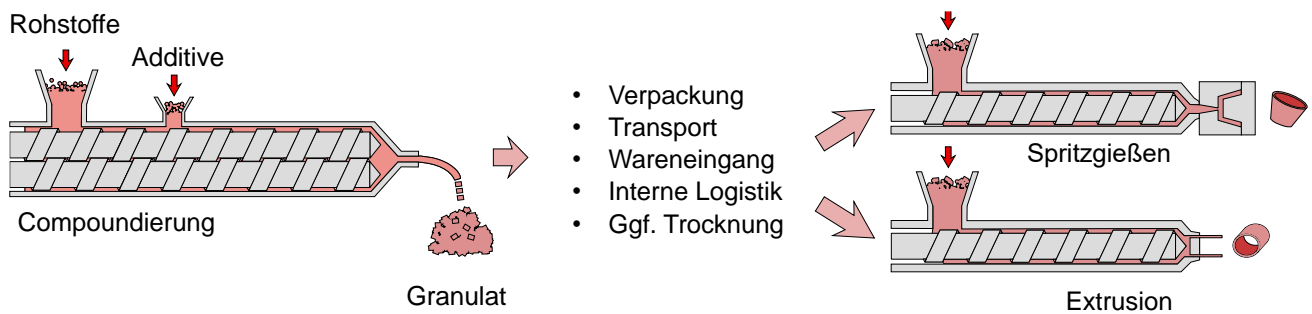


Abbildung 2. Standardprozesskette aus Compoundieren und Extrudieren

Durch einen Urformprozess werden aus dem Granulat Produkte erzeugt. Die beiden häufigsten Verfahren hierzu sind das Spritzgießen und das Extrudieren. Bei beiden Verfahren wird das Compound erneut aufgeschmolzen in Form gebracht und abgekühlt. Beim Spritzgießen wird das Granulat bzw. Compound über einen Trichter der Plastifiziereinheit zugeführt. Diese besteht aus einem Zylinder und Schnecke. Durch rotative Bewegung der Schnecke und eine Erwärmung des Zylinders durch Heizbänder wird das Material aufgeschmolzen und in den Schneckenorraum gefördert. Die Schnecke bewegt sich dabei nach hinten. Ist ausreichend Material im Schneckenorraum kann dieses in das Werkzeug eingespritzt werden. Die Schnecke bewegt sich dabei wie ein Kolben translatorisch nach vorn. Nachdem die Schmelze in der Kavität abgekühlt ist, kann das Bauteil entformt werden. Es handelt sich beim Spritzgießen somit um ein diskontinuierliches Verfahren, das in der Lage ist, komplexe einzelne Produkte herzustellen.

Im Gegensatz dazu ist die Extrusion ein kontinuierliches Verfahren. Wie Abbildung 3 zeigt wird auch hier das Granulat/Compound im Zylinder aufgeschmolzen. Anders als beim Spritzgießen bewegt sich die Schnecke hier jedoch nur rotativ mit konstanter Geschwindigkeit. Am Ende des Extruders wird die Schmelze durch eine Düse und anschließend durch ein Werkzeug gepresst, welches ihr eine Geometrie gibt. Der Prozess erzeugt somit kontinuierliche Produkte wie Schläuche oder Profile. In der sogenannten Extrusionsnachfolge, wird der Strang abgekühlt, in Form gehalten, ggf. vermessen oder zugeschnitten. Je nach Art der Extrusion kann die Extrusionsnachfolge noch weitere Elemente enthalten.

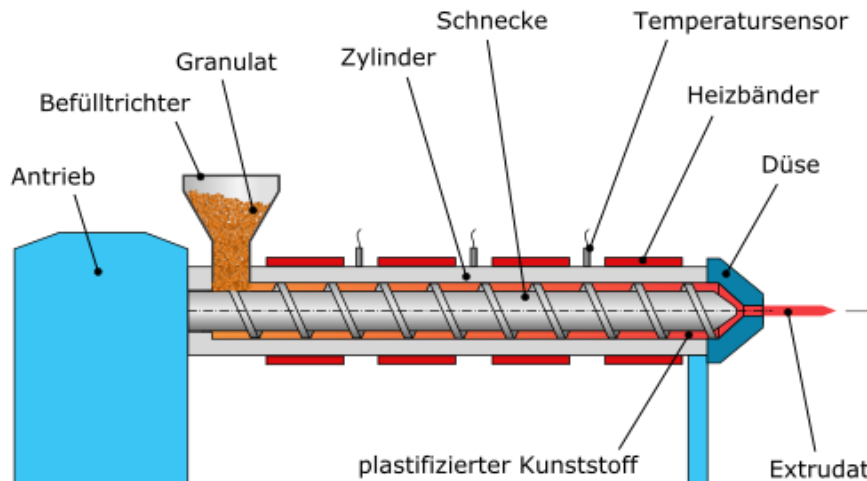


Abbildung 3. Schema eines Extrusionsprozesses in Anlehnung an [1]

Somit ist der Ablauf beim Extrudieren vergleichbar mit dem des Compoundierens. Auch dort kommen kontinuierlich drehende Schnecken zum Einsatz, welche das Material aufschmelzen fördern und durch eine Düse pressen. Entscheidender Unterschied ist jedoch, dass beim Compoundieren das Mischen und Homogenisieren der verschiedenen Komponenten im Vordergrund steht, wohingegen bei der Extrusion nur ein Aufschmelzen und der Aufbau des für eine hohe Ausbringungsmenge notwendigen Düsendrucks im Vordergrund stehen. Aus diesem Grund werden nicht nur unterschiedliche Schneckengeometrien sondern auch unterschiedliche Typen von Maschinen für die Compoundierung im Vergleich zur formgebenden Extrusion genutzt. Häufig werden sogenannte Doppelschneckenextruder verwendet. Dabei handelt es sich um Maschinen in denen zwei ineinandergreifende Schnecken laufen, wie Abbildung 4 zeigt.

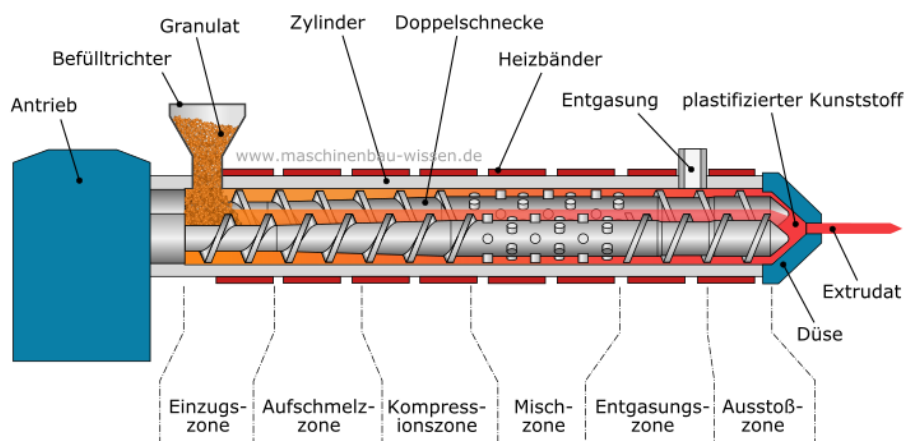


Abbildung 4. Schema eines Doppelschneckenextruders in Anlehnung an [1]

Eine weitere Abgrenzung besteht hinsichtlich der Gestaltung der Schnecken. Neben Bereichen mit klassischen Schneckengängen können auch Bereiche mit anderen Schneckenformen eingebaut sein, wie Scher- oder Mischteile. Der Compoundierprozess kann auch auf Einschneckenextrudern erfolgen, in der Regel werden hierbei jedoch geringere Mischwirkungen erreicht.



## Direktcompoundierung

Der Begriff beschreibt die Zusammenführung von Aufbereitung (Compoundierung) und Formgebung (Spritzgießen oder Extrusion) in einem gemeinsamen Prozess. Ein zwischenzeitliches Abkühlen und Granulieren des Compounds entfällt.

In diesem Projekt wird zwischen Direktextrusion (zur Extrusion) und Direktspritzguss (zum Spritzgießen) unterschieden. Bei der **Direktextrusion** werden alle notwendigen Aufbereitungsschritte in einem Doppelschneckenextruder durchgeführt und anschließend mittels einer Schmelzepumpe der notwendige Druck aufgebaut um das Material durch das Werkzeug in Form zu Pressen.

Im Rahmen dieses Projekts wurden zwei Varianten beim **Direktspritzgießen** unterschieden.

Bei **Var. A** erfolgte die Aufbereitung auf einem Einschneckenextruder, der diskontinuierlich betrieben wurde. Immer dann, wenn die Spritzgießmaschine dosiert, wurde durch den Extruder Schmelze in den Zylinder der Spritzgießmaschine gefördert. Durch die Schnecke der Spritzgießmaschine wurde die Schmelze dann in den Schneckenorraum gefördert und durch eine translatorische Bewegung in das Werkzeug gespritzt.

Bei **Var. B** kamen keine zusätzlichen Elemente bei der Aufbereitung zum Einsatz. Es wurde versucht, durch eine ideal auf die Anwendung ausgelegte Schnecke den Compoundiervorgang in den regulären Spritzgießvorgang zu integrieren. Dies war eine besondere Herausforderung, da bereits große Bereiche der Schnecke für Basisfunktionen, wie zum Beispiel das Aufschmelzen, genutzt wurden. Für Misch- und Homogenisiervorgänge standen somit nur wenige Schneckenelemente zur Verfügung.

Somit lagen für das Spritzgießen drei verschiedene Grade der Prozessintegration vor:

1. Standardprozess mit Compoundierung auf einem Doppelschneckenextruder mit anschließender Granulierung und erneutem Aufschmelzen des Granulats im Standardspritzguss
2. Integration der Compoundierung, wobei ein zusätzlicher Einschneckenextruder an eine Spritzgießmaschine gekoppelt ist und diese mit Schmelze bestückt. Der Mischvorgang erfolgt zum überwiegenden Teil im Einschneckenextruder.
3. Integration nur durch Einsatz spezieller Schneckenelemente auf einer Standardspritzgießmaschine. Der Mischvorgang findet ausschließlich in der Spritzgießmaschine statt.

Der Grad der Integration nimmt von 1 nach 3 zu, wohingegen die theoretisch erreichbaren Mischwirkungen von 1 nach 3 abnehmen. Somit ist keine generelle Aussage möglich, welche Variante notwendig ist um eine ausreichende Mischwirkung zu erzielen. Diesem Aspekt wurde Rechnung getragen, indem eine Definition der Grenzen der einzelnen Varianten und somit ihrer Einsetzbarkeit Teil des Projekts war.

## 1.3 Kunststoffe in der Medizintechnik und für das Projekt relevante Materialien

Neben klassischen Materialeigenschaften wie Festigkeiten und Beständigkeiten die auch in Kunststoffprodukten anderer Branchen relevant sind, bestehen in der Medizintechnik besondere Anforderungen, deren Umfang vom Einsatzzweck des Medizinproduktes abhängt. Eine Unterscheidung ist beispielsweise danach möglich, in welcher Art und Weise während des Gebrauchs ein Kontakt mit dem menschlichen Körper zustande

kommt. Während für Produkte mit keinem oder nur kurzzeitigem Hautkontakt keine besonderen Materialeigenschaften zu erfüllen sind, steigern die Anforderungen mit längerem Hautkontakt über Kontakt mit Körperflüssigkeiten bis hin zu Implantaten mit verschiedenen Verweildauern im Körper. Gängige Materialanforderungen sind dabei das Bestehen von Leaching Tests, welche bewerten ob Bestandteile des Materials „ausgespült werden können“, kein Vorliegen von Zytotoxizität (nach EN ISO 10993-5, -12) oder keine Medikamentenaufnahme (z.B. aus Infusionslösungen) durch das Material. Diese Anforderungen sorgen dafür, dass nicht alle Additive oder Zusatzstoffe in medizinischen Materialien eingesetzt werden können. Gleichzeitig heißt dies auch, dass großtechnisch hergestellte Standardmaterialien mit solchen Additiven nicht für die Medizintechnik geeignet sind. Darüber hinaus bestehen besondere Anforderungen hinsichtlich der Sauberkeit der Materialien, da bereits kleine Verunreinigungen beispielsweise beim Compoundeur letztlich über das Produkt in den Blutkreislauf von Patienten gelangen können. Neben der Materialzusammensetzung sind also auch hinsichtlich der Herstellungsbedingungen besondere Bedingungen einzuhalten. Der Nachweis der Einhaltung erfolgt in aufwändigen Freigabeverfahren. Die Produktion von medizintechnischen Materialien und deren Zulassung ist somit für einen Compoundeur mit erheblichen Aufwand verbunden. Im Kontrast dazu steht der aktuelle Trend zu sogenannten „tailored materials“. Dabei handelt es sich um ideal auf die Anwendung zugeschnittene Materialien, welche genaue mechanische Eigenschaften aufweisen aber auch bezüglich vieler weiterer Aspekte wie bspw. Biokompatibilität, Sterilisierbarkeit, Medikamentenbeständigkeit und Hydrophilität speziell ausgelegt sind.

Der Einkauf solcher Materialien ist nur in beschränktem Maß möglich, da Lieferanten nur Materialeigenschaften nach eigenen Vorgaben anbieten und abgenommene Mengen in der Medizintechnik (aufgrund der geringen Teilgewichte trotz hoher Stückzahlen teilweise nur wenige Tonnen/Jahr) häufig nicht ausreichend hoch für eine spezifische Eigenentwicklung sind. Die Individualisierung der Materialeigenschaften erfordert dann eine weitere Compoundierung und Zumischung von Bestandteilen beim Medizintechnikunternehmen oder einem Compoundeur.

Neben Anforderungen hinsichtlich des Materials bestehen im Bereich der Medizintechnik besondere Anforderungen an Qualifizierung und Validierung von Materialien und Prozessen. Notwendig ist beispielsweise die Ermittlung und Dokumentation von Parametern mit direktem Einfluss auf die Produktqualität, Parametergrenzen und Rezepturgrenzen bei denen die Produktqualität die Akzeptanzgrenzen erreicht.

Nachfolgend werden die für die Demonstratorprozesse in diesem Projekt relevanten Materialien vorgestellt, ihr aktueller Herstellungsprozess beschrieben und Besonderheiten und Herausforderungen bei diesen hervorgehoben:

### **Polyvinylchlorid (PVC)**

#### *Einsatz:*

Der heute für Schläuche in Infusionsüberleitungsgeräten (IV-Sets) am häufigsten eingesetzte Rohstoff ist Weich-PVC (PVC-P). Dieses Schlauchmaterial vereint einen vergleichsweise geringen Materialpreis mit hervorragenden mechanischen Eigenschaften. PVC-P kann über den jeweiligen Weichmachergehalt für einen breiten Härtebereich eingestellt werden und ist somit für Einsatzzwecke mit unterschiedlichsten Anforderungen nutzbar.

#### *Prozesskette zur Aufbereitung:*

Die Herstellungskette von PVC-P Schlauch beginnt heute in der Regel bei einem Compoundeur mit der Verarbeitung von PVC Pulver, Weichmacher, Stabilisator und ggf. weiteren Additiven zu einem PVC-P Granulat.

Hierfür werden die Rohstoffe in einem Heizmischer zu einem PVC-Dryblend verarbeitet und dann im Kühlmischer abgekühlt um eine Zwischenlagerung zu ermöglichen. Das Dryblend wird in der Folge in einem Doppelschneckenextruder plastifiziert und anschließend granuliert. Das beim Compoundeur hergestellte PVC-P Granulat wird in Silos oder als Sackware zwischengelagert und zum weiterverarbeitenden Betrieb transportiert. Eine Wareneingangsprüfung stellt sicher, dass nur einwandfreie Rohstoffchargen in die Schlauchherstellung einfließen. Das PVC-P Granulat wird in einem Einschneckenextruder erneut aufgeschmolzen und mittels Schlauchwerkzeug zu einem Endlosschlauch verarbeitet.

#### *Besonderheiten/Herausforderungen*

Die Verarbeitung von PVC-P ist ein seit langem etablierter und gut bekannter Prozess. Wie auch in anderen Extrusionsprozessen ist es erforderlich, auf schwankende rheologische Rohstoffeigenschaften zu reagieren. Der Schlauchhersteller muss seine Prozessparameter also kontinuierlich und insbesondere bei Wechsel von Rohstoffchargen anpassen. Dieser bisher nur teilweise automatisierte Prozess erzeugt beim Schlauchhersteller einen bedeutenden Aufwand.

### **Thermoplastische Elastomere (TPE)**

#### *Einsatz:*

Thermoplastische Elastomere (TPE) kommen bereits heute in vielfältigen Anwendungen zum Einsatz. Eine in der Medizintechnik intensiv genutzte Materialgruppe der TPE stellen heute die thermoplastischen Polyurethane (TPU) dar. TPU wird bei IV-Sets einerseits in Spezialanwendungen wie der Cytostatika-Therapie und andererseits als PVC-P Ersatz verwendet. Neben den TPU's gewinnen auch andere TPE's zunehmend an Bedeutung. So können Mischungen aus styrolbasierten TPE's (TPE-S) in Schlauchanwendungen zusätzliche Eigenschaftsprofile abdecken, wie beispielsweise eine verringerte oder keine Medikamentenaufnahme. Sofern die mechanischen Eigenschaften eines TPE-S Infusionsschlauches die Eigenschaften von bisher verwendeten PVC-P und TPU Schläuchen nachbilden können, so ist eine Substitution beider bisherigen Materialvarianten durch TPE-S Schläuche denkbar.

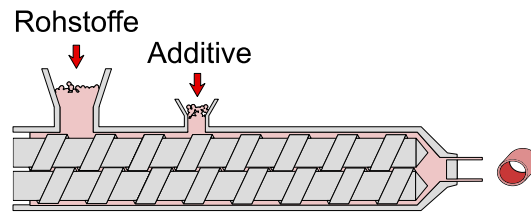
#### *Besonderheiten/Herausforderungen:*

Die besondere Herausforderung bei der Verwendung von TPE in Infusionsschläuchen stellt die exakte Einstellung der notwendigen mechanischen Eigenschaften dar. Darüber hinaus liegen die Materialkosten deutlich über den Kosten für heutige PVC-P Rohstoffe. Ein Ersatz von PVC-P Schläuchen durch TPE Schläuche ist daher aktuell vor allem in Spezialanwendungen denkbar, oder sofern sich regulatorische Rahmenbedingungen ändern, die den Einsatz von PVC-P einschränken.

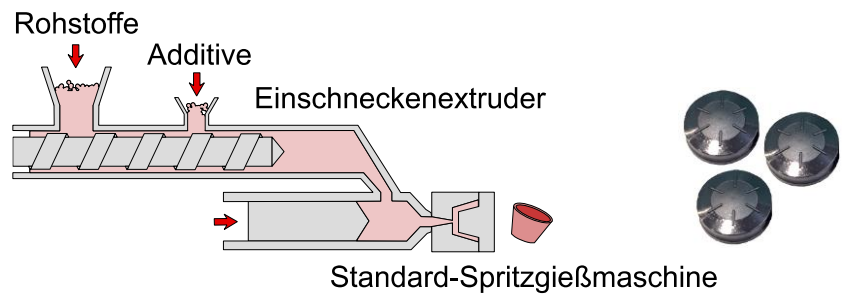
Das Konzept der Direktcompoundierung führt im Unterschied zu der üblichen Vorgehensweise, nämlich der Trennung von Aufbereitungs- und Formgebungsprozess, zu einer drastischen Reduktion von Arbeitsschritten, indem die Materialaufbereitung/Compoundierung in den Formgebungsprozess integriert wurde, wie Abbildung 5 zeigt.

Direktextrusion

Doppelschneckenextruder  
mit Schmelzepumpe



Direktspritzguss (Var. A)



Direktspritzguss (Var. B)

Standard-Spritzgießmaschine  
mit spezieller Plastifiziereinheit

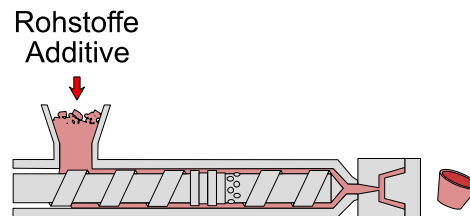


Abbildung 5. Vergleich der Prozessketten

## 1.4 Zusammenarbeit

Das Ziel des Verbundprojektes war es, sowohl für die Extrusion als auch für das Spritzgießen neuartige Verfahren zur Integration des Aufbereitungsprozesses zu entwickeln und in Demonstratorprozessen zu erproben. Dadurch ergaben sich für die Projektpartner folgende Teilziele.

Die Firma **KraussMaffei** definierte den Direktspritzguss als eine Kombination aus einer Spritzgießmaschine und einem Einschneckenextruder, welcher die Aufbereitungsaufgaben übernahm. Für diese maschinentechnische Kombination gab es bei Projektbeginn noch keine Serienanwendungen. Die Anforderungen in der Medizintechnik hinsichtlich Produktqualität, Prozesskonstanz, Überwachung und Dokumentation stellten eine große Herausforderung dar. Der Nachweis der Funktionalität in diesem Umfeld war somit eine Herausforderung, stellte jedoch auch einen gewichtigen Benchmark dar, der den Transfer hin zu Serienanwendungen beschleunigen konnte.

Die Umsetzung eines noch integrativeren Ansatzes, bei dem der Aufbereitungsprozess vollständig auf Standardspritzgießmaschinen mit speziell dafür ausgelegten Schnecken erfolgte, bot das Potenzial, die Prozesskette weiter zu verkürzen und den Invest für derartige integrierte Prozesse weiter zu senken. Die Firma **Pape** sah großes Potenzial in dieser Technologie und war bereit, auf Basis ihrer langjährigen Erfahrung bezüglich der Auslegung spezialisierter Schnecken die Grenzen des Lösungsansatzes auszuloten.

Die Zusammenfassung der verschiedenen Aufbereitungsschritte und der Formgebung mittels Extrusion wurde von der Firma **Zeppelin** realisiert. Ihre Erfahrung im Bereich der Aufbereitung von Polyvinylchlorid (PVC) sowie thermoplastischen Elastomeren (TPE) wurden genutzt, um alle notwendigen Aufbereitungsschritte, die

derzeit noch in verschiedenen Verarbeitungsschritten erfolgen, auf einem Doppelschneckenextruder zu vereinigen. Die Schmelzepumpe sollte es sogar ermöglichen, dass die im Doppelschneckenextruder plastifizierte Schmelze direkt zu einem Schlauch verarbeitet wird und somit die übliche Abkühlung, Granulierung und das erneute Aufschmelzen in einem Einschneckenextruder entfielen.

Die Integration komplexer mehrschrittiger Prozessketten brachte viele Vorteile mit sich, allerdings entfielen auch zwischenzeitliche Überprüfungen der Qualität. In der üblichen Prozesskette werden Kunststoffe zunächst bei einem Compoundeur aufbereitet, welcher diese nach entsprechender Qualitätsprüfung als Granulat an den Hersteller der Endprodukte verkauft. Dort werden die Granulate mittels Extrusion oder Spritzgießen zu Produkten weiterverarbeitet. Bei einem integrierten Prozess entfällt die zwischenzeitliche Herstellung von Granulaten, sodass auch keine Qualitätsüberprüfung an diesen durchgeführt werden können. Um dennoch Informationen über die Güte des Prozesses zu erhalten, verwendet die Firma **Hübner** ihre Erfahrung im Bereich von Laborgeräten zur Analyse mittels Terahertz (THz) Spektroskopie für eine industrielle Inline-Prüfung während des laufenden Prozesses.

Ohne ein tiefes Prozess- und Materialverständnis, sowie umfangreiche Erfahrung in der Analyse von Kunststoffen war weder die Bewertung des Outputs, die Weiterentwicklung von Maschinenteknik noch die Verknüpfung der Qualitätsdaten zu einem Gesamtmodell möglich. Das **Institut für Werkstofftechnik** der Universität für Werkstofftechnik brachte dieses Know-how mit und übernahm eine Querschnittsfunktion, welche sowohl die werkstofftechnische und prozesstechnische Analyse einzelner Entwicklungsaspekte als auch die übergreifende Betrachtung und Modellierung der Qualität umfasste. Die erstmalige Umsetzung dieser hochintegrierten Prozesse eröffnete darüber hinaus einen neuen Teilbereich der Forschung im Bereich der Kunststofftechnik, sodass die in dem Projekt gewonnenen Erkenntnisse den Grundstock für umfangreiche weitere Forschung in diesem Bereich darstellten.

## 1.5 Abgrenzung wichtiger Begrifflichkeiten

### Technologieträger (Demonstratorprodukte)

Bei den Technologieträgern handelte es sich um für die Medizintechnik relevante Produkte, welche als Produkt für die Demonstratoranwendungen vorgesehen sind. Hierbei handelte es sich um Schläuche aus PVC sowie einem nicht-PVC Material (aktuell TPU) für die Direktextrusion, sowie dem Tropfkammerunterteil für den Direktspritzguss. Beide Bauteile sind Teil eines Infusionsgerätes. Zur anderen Gruppe gehören die auf TPE-Basis hergestellten Spritzenstopfen.

### Referenzprozesse

Sind die mehrstufigen Prozesse, welche aktuell zur Herstellung der Technologieträger (Demonstratorprodukte) eingesetzt werden und den Stand der Technik darstellen. Ihre Performance dient auch als Referenzwert zur Bewertung der neu zu entwickelnden Prozesse.

### Testbauteile

Es handelt sich dabei um einfache Bauteile, welche in frühen Entwicklungsphasen sowie Vorversuchen genutzt werden, um die Funktionalität der Prozesse bzw. Teilaspekte der Prozesse zu evaluieren. Bei der Auswahl der Geometrien kann auch die Eignung der Testbauteile zur Überprüfung bestimmter Eigenschaften mit einfließen.

Beispielsweise bietet sich eine Zugstabgeometrie an, wenn eine Evaluierung der mechanischen Eigenschaften erfolgen soll.

### **Demonstratorprozesse**

Hierbei handelt es sich um die Umsetzung der Direktcompoundierprozesse in den verschiedenen Varianten inklusive der notwendigen Qualitätssicherungselemente. Als Produkte kommen die Technologieträger oder direkt vergleichbare Geometrien zum Einsatz.

## **1.6 Hauptarbeitspakete**

### **1. Bestimmung regulatorischer und technischer Rahmenbedingungen**

Die Umsetzung einer Direktcompoundierung hatte weitreichende Folgen. Dabei ergaben sich im Bereich der Medizintechnik nicht nur technische, sondern auch rechtliche Fragestellungen, deren Beantwortung sich wiederum in Form technischer Anforderungen widerspiegelte.

### **2. Entwicklung von Prozessen zum Direktspritzgießen**

Der Ansatz der Firma KraussMaffei Technologies war es im Gegensatz zur im Stand der Technik beschriebenen IMC-Technologie im Rahmen des Projektes die Kombination einer Spritzgießmaschine mit einem diskontinuierlich betriebenen Einschnckenextruder (Start-Stopp-Betrieb) zu erforschen. Dadurch konnte auf komplexe Komponenten wie Schmelze-Zwischenspeicher und Umfüllventile verzichtet werden. Die Komplexität der zusätzlichen Prozesse und unerwünschte Einflussfaktoren für die Materialqualität wurden somit minimiert. Eine reine mechanische Adaption bestand im Hause KraussMaffei bereits. In einem ersten Schritt erfolgte eine konzeptionelle Auslegung des diskontinuierlich arbeitenden Einschnckenextruders (v.a. Schneckengeometrie) sowie die regelungstechnische Abstimmung der beiden Prozesse (Spritzguss / Extrusion) aufeinander. Es musste sichergestellt werden, dass eine vorgegebene Rezeptur prozesssicher und mit reproduzierbarer Qualität compoundiert werden konnte.

### **3. Entwicklung von Technologien und Prozessen zur Direktextrusion**

In diesem Arbeitspaket der Firma Zeppelin Systems wurde der im Stand der Technik beschriebene Prototypenprozess der Aufbereitung von PVC auf einem Doppelschnckenextruder in der Art entwickelt, dass die Maschinenteknologie den Anforderungen der Medizintechnik entspricht. Die bestehende physische Versuchsanlage musste dazu noch mit einem geeigneten Steuerungskonzept ausgestattet werden.

### **4. Qualitätssicherung**

Da bestehende Prüf- und Qualitätsüberwachungsprozesse, aufgrund geänderter Prozessabläufe und entfallener Zwischenprodukte, nicht auf Direktcompoundierprozesse angewendet werden konnten, bedurfte es der Aufstellung eines Gesamtkonzeptes zur Qualitätssicherung, welches alle in AP 1 ermittelten Randbedingungen und Nachweispflichten abbildete. Dies umfasste die Beschaffung und den Wareneingang der Rohstoffe, die Logistik hin zum Prozess, die Materialzuführung, die Erfassung von Maschinen- und Qualitätsdaten, Konzepte zur vernetzten Erfassung und Auswertung dieser Daten, Sicherstellung der Chargenrückverfolgbarkeit, die Auswahl relevanter End- und Zwischenproduktprüfungen, die Festlegung von Prüfzyklen und Prüfroutinen sowie ein Verifizierungs- und Validierungsvorgehen. Dabei wurden soweit nötig

Datenanalysen und Laborversuche durchgeführt, um relevante Zusammenhänge von Maschinen und Qualitätsdaten zu bestimmen.

### **5. Bewertung von Prozessgrenzen und Übertragbarkeit**

Hier wurde die Performanz der entwickelten Demonstratorprozesse (Direktextrusion, Direktspritzguss) in Relation zum Stand der Technik (Referenzprozesse) bewertet. Im Bereich des Spritzgusses wurde dabei auch verglichen, ob und für welche Aufgaben eine auf die Anwendung ausgelegte Plastifiziereinheit im regulären Spritzgießprozess ausreichend war und wann ein Spritzgießcompounder zum Einsatz kommen musste, sowie welche zusätzliche Flexibilität dieser mit sich brachte. Neben der Bewertung der Qualität der Produkte erfolgte auch eine Abschätzung der Auswirkungen auf die Herstellkosten im Vergleich zum Status Quo.

### **6. Projektkoordination**

Die Institut für Werkstofftechnik verfolgte den Fortgang des Projekts, organisierte alle Regeltermine und passte das Projekt an die Veränderungen an, die durch die von Covid-19 verursachten Einschränkungen bei der Pandemiebekämpfung entstanden. So wurde das Projekt schließlich kostenlos um 6 Monate verlängert.



## 2 Verlauf und Ergebnisse des Projekts

### 2.1 Entwicklung von Verfahren zum Direktspritzgießen

#### 2.1.1 Entwicklung von Maschinentechнологien für das Direktspritzgießen

Bei der „Umsetzung eines Demonstratorprozesses für das Direktspritzgießen“ (AP 2.3) hat B. Braun schwerpunktmäßig beratende und unterstützende Aufgaben wahrgenommen. Um die in diesem Arbeitspaket angestrebte Validierung der beiden Varianten der Firmen KraussMaffei Technologies GmbH und Pape GmbH umzusetzen, hat B. Braun hinsichtlich der in der Medizintechnik zu erfüllenden regulatorischen Randbedingungen hinsichtlich Prozessvalidierungen beraten. Erste Versuchsläufe zur Erprobung des Demonstratorprozesses der Prozessvariante der Firma Pape GmbH im Technikum der Institut für Werkstofftechnik wurden durch B. Braun begleitet.

Das im Berichtszeitraum 2020 konstruierte und umgesetzte Demonstrator-Versuchswerkzeug wurde in 2022 in Betrieb genommen. Nach dieser Inbetriebnahme war zunächst aufgrund maßlicher Abweichungen eine Überarbeitung erforderlich. Im Anschluss an diese Überarbeitung erfolgten erste Abmusterungsläufe. Die abgemusterten Demonstratoren (TPE-Stopfen) wurden durch B. Braun mittels GOM Computertomographie vermessen sowie die Ergebnisse mit dem Projektpartner KraussMaffei abgestimmt.

Im Rahmen der durchgeführten Abmusterungsreihen wurde eine erhöhte Komponentenhaftung im Demonstrator-Versuchswerkzeug beobachtet, welche einen störungsfreien Prozesslauf nicht möglich machte. Zur Vermeidung dessen wurde eine Anti-Haftbeschichtung der Versuchswerkzeug-Einsätze mit einer Nickel-Polytetrafluorethylen-Beschichtung vorgenommen, womit die Komponentenhaftung reduziert wurde.

Im weiteren Verlauf wurden die Vorgaben der zu erreichenden Qualitätskriterien hinsichtlich des ausgewählten Demonstrators anhand von assemblierten dreiteiligen Spritzen, bestehend aus Spritzenkörper, Kolbenstange und Spritzenstopfen, gemäß den Anforderungen

- Luftdichtheit bei Vakuum 0,88 bar
- Flüssigkeitsdichtheit bei verkanteter Kolbenstange unter Druck (3 bar)
- Anfangskraft / Gleitkraft mit Wasser gefüllter Spritze bei maximal 25 N / 10 N bewertet. Hierbei wurden keine Abweichungen identifiziert.

##### 2.1.1.1 Entwicklung einer geeigneten Maschinenteknik für das Direktspritzgießen (Var. A)

#### **Aufnahme und Bewertung des Stands der Technik der vorhandenen Direkt- Spritzgussmaschine im Hinblick auf die medizintechnischen Vorgaben**

Die Ermittlung des Stands der Technik im Bereich des Direktspritzgusstechnologie ergibt verschiedene bestehende Konzepte sowie Schutzrechte am Markt.

Als Grundlage konnte ein Patent aus dem Jahr 1980 [2] ermittelt werden welches im mechanischen Aufbau der Umsetzung der Direktspritzgusstechnologie von KraussMaffei sehr nahekommt. Die KraussMaffei Ausführungsform entspricht somit dem freien Stand der Technik. Eine weitere Patentanmeldung [3] zeigt einen ähnlichen mechanischen Aufbau mit zusätzlichen Ventil zwischen Extruder und Spritzgießmaschine. Aufgrund des zusätzlichen Ventils, welches bei der Ausführung von KraussMaffei nicht vorhanden ist, ist diese Anmeldung als nicht relevant einzustufen.



Zusätzlich befinden sich am Markt weitere Maschinenkonzepte wie z.B. das High-throughput-Screening (HTS) der Fa. PolyMaterials AG, das DCIM SYSTEM der Fa. Yizumi sowie eine Spritzgießmaschine mit Sonderschneckengeometrie und gravimetrischer Dosierung an der Universität Paderborn.

Zur Bestandsaufnahme der Prozessfähigkeit der KraussMaffei Direktspritzgusstechnologie im Rahmen des Projekts für medizinische Einmalprodukte war vorab die Aufnahme des Stands der Technik erforderlich. Hierfür wurde ein Leitfaden des Projektpartners BBraun für die Validierung von Spritzgießprozessen zugrunde gelegt.

Der Leitfaden bzw. Validierungs- und Qualifizierungsplan umfasste vier grundlegende Pfeiler, von denen nach Abstimmung mit BBraun nur einer Relevanz für den Direktspritzgussprozess hatte. Der relevante Teil („Operational Qualification (OQ)“) des Leitfadens entsprach einer Maschinenabnahme mit Werkzeug unter Durchführung einer Risikoanalyse des Prozesses, einer anschließenden Maschinenfähigkeitsuntersuchung (MFU) sowie der Erstellung und Überprüfung von Worst Case Arbeitspunkten (WCA).



Abbildung 6. Validierungs- und Qualifizierungsplan gemäß BBraun

Die Risikoanalyse des Prozesses des Direktspritzgussprozess zeigte insgesamt 86 Risiken auf welche alle mit Maßnahmen versehen sind und somit als unkritisch bewertet werden konnten.

## Risiko Cockpit GEVER

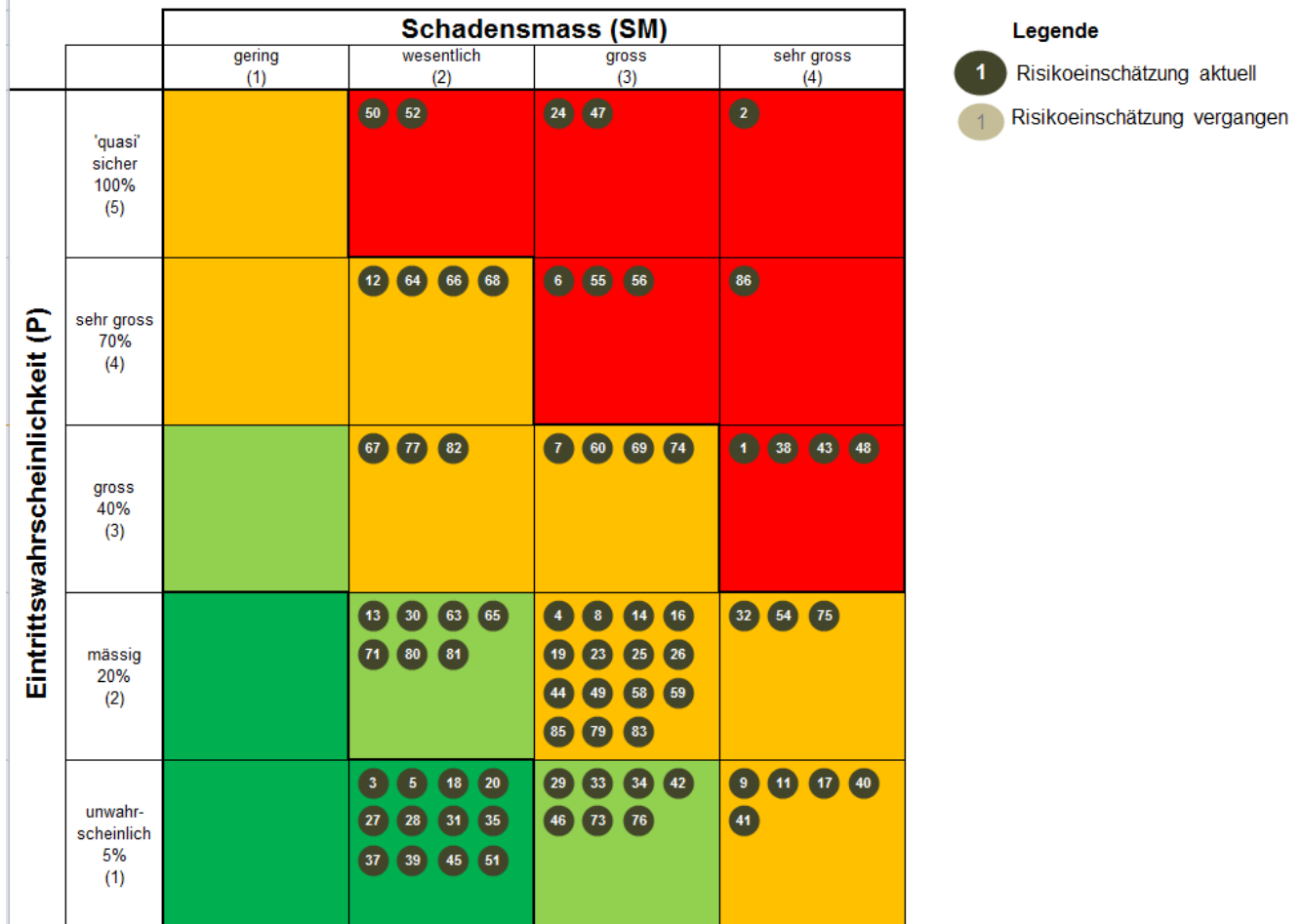


Abbildung 7. Ergebnis der Risikoanalyse

Aufbauend auf der Risikoanalyse wurde ein Validierungsplan erarbeitet. Dieser beinhaltet alle prozessrelevanten Parameter, sowie deren Tolerierung, welche bei einem Validierungslauf bewertet werden um die Maschinenfähigkeit (MFU) des Direktspritzguss nachzuweisen.

Die vorab Bewertung der Maschinenfähigkeit wird, nach Abstimmung mit den Projektpartnern nicht mit dem Demonstrator, sondern mit einem Prüfkörperwerkzeug sowie einer frei definierten Materialrezeptur aus „ABS/PC“ durchgeführt (Abbildung 8, Abbildung 9 und Abbildung 10).

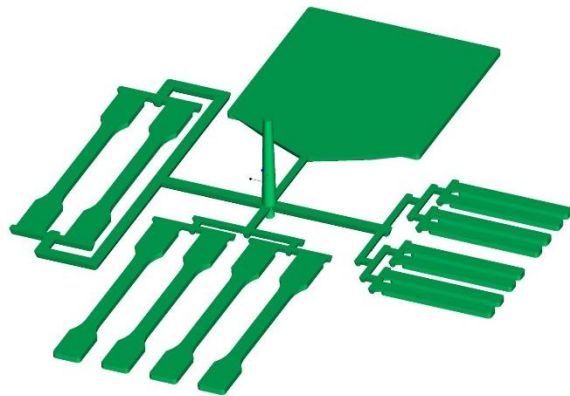


Abbildung 8. Prüfkörpergeometrie für vorab Prozessvalidierung

Prozessparameter	Sollwert	Toleranz	cmk
Schussgewicht		+/- 1%	2,0
Massepolster		+/- 0,5mm	1,66
Massedruck maximal		+/- 1%	1,66
Massedruck Umschaltpunkt		+/- 1%	1,66
Plastifizierzeit		+/- 1s	1,66
Viskositätsindex		+/- 1%	1,66
Anteil Komponente 1	10%	+/- 1%	1,66
Anteil Komponente 2	46%	+/- 1%	1,66
Anteil Komponente 3	2%	+/- 1%	1,66
Anteil Komponente 4	32%	+/- 1%	1,66
Anteil Komponente 5	10%	+/- 1%	1,66

Abbildung 9. Prozessparameter mit Tolerierung für MFU

## Aufnahme und Bewertung des Stands der Technik (AP2.1) Auswertung des 2x 8h Validierungslauf

- Die Maschine ist während des zwei tägigen Testlaufs mit jeweils 8h Produktion ohne maschinenbedingten Stillstand durchgelaufen.



### Bewertung

- Schussgewicht: **fähig**
- Prozessparameter SGM: **nicht fähig**
- Prozessparameter Dosierung: **nicht möglich weil Dokumentation der Werte nicht funktioniert!**

Die Toleranzen für Prozessparameter SGM waren ursprünglich aus der Sicht von KM etwas zu eng gefasst. Nach Rücksprache mit der Anwendungstechnik KM wurden die Toleranzen folgendermaßen empfohlen:

Schussgewicht:  $\pm 0,5 \%$   
 Massepolster:  $\pm 0,5 \text{ mm}$   
 Plastifizierzeit:  $\pm 5 \%$   
 Umschaltdruck:  $\pm 2 \%$   
 Massedruck:  $\pm 2 \%$



MFU 50 Nr. 3 – ABS/PC – 27.05.2020				0 - 1,32   1,33 – 1,66   1,67 → ...				
Mittelwert = Sollwert								
	Cm mit angegebener Toleranz							
Parameter	± 0,5 %	± 1 %	± 2 %	± 3 %	± 4 %	± 5 %	± 10 %	± 0,5 mm
Schussgewicht	2,75							
Massepolster								2,01
Plastifizierzeit					1,98	2,48		
Umschaltdruck		1,19	2,39					
Maximaler Massedruck		1,24	2,48					

Tabelle 05: MFU 50 Nr. 3

Abbildung 10. Ergebnis der Maschinenfähigkeitsuntersuchung (MFU)

Das Ergebniss der Maschinenfähigkeitsuntersuchung ergab eine nur teilweise Fähigkeit des Prozesse mit „ABS/PC“.

Nach Abstimmung mit den Projektpartner sollte am Projektende eine weitere Bewertung der Prozessfähigkeit gemäß der Operational Qualification (OQ) durchgeführt werden.

## Entwicklung einer Regelstrategie zur Abstimmung des Extrusionsprozesses auf den Spritzgussprozess unter Berücksichtigung der Qualitätskriterien in der Medizintechnik

Die Direktspritzgussanlage (Abbildung 11) besteht aus zwei Kernaggregaten. Dem Extruder welcher für Aufschmelzen, Homogenisieren, Dispergieren der Polymermischung verantwortlich ist und der

Spritzgießschnecke welche für die Füllung der Werkzeugkavität mit Schmelze verantwortlich ist. Die beiden Einheiten verfügen jeweils über Schnecken um die geforderten Aufgaben zu erfüllen. Beide Schnecken unterscheiden sich im Durchmesser und dem freien Volumen und haben somit unterschiedliche Förderleistungen. Aus diesem Grund müssen beide Schnecken bei einem unterschiedlichen Arbeitspunkt (Drehzahl) betrieben werden. Diese beiden Drehzahlen haben maßgeblich Einfluss auf die Plastifizierzeit, welche als eine der Kerngrößen bei der Qualitätssicherung im Spritzguss verwendet wird. Die Abstimmung dieser beiden Drehzahlen aufeinander soll automatisch erfolgen um die Bedienung der Maschinen zu vereinfachen. Ein Ansatz ist eine dynamische Regelung der Schneckendrehzahlen aufgrund einer Druckmessung an der Übergabe zwischen Extruderschnecke und Spritzgussschnecke (Abbildung 11).

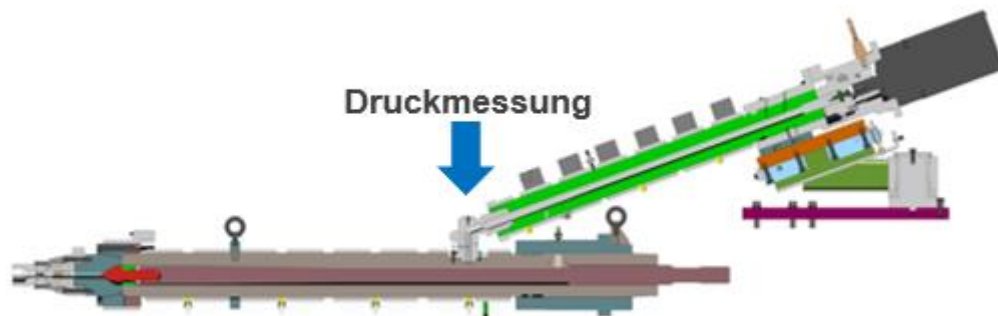


Abbildung 11. Druckmessung zwischen Extruderschnecke und Spritzgussschnecke

Die Entwicklung einer Regelstrategie zur Anpassung des Extrusionsprozesses an den Spritzgießprozess erfolgte in folgenden Schritten:

- Regelkonzept wurde erstellt.
- Die Drehzahl der Spritzeinheit wurde geregelt.
- Als Regelgröße wurde der Druck an der Schmelze Übergabegewählt. Alternative Regelgrößen wie z.B. das Drehmoment an der Schnecke haben sich aufgrund zu geringer Sollwertabweichungen als nicht zielführend erwiesen.
- Regler Konzept wurde mittels eines extern laufenden Software namens „Simulink“ umgesetzt und beeinflusst über eine Schnittstelle den Pumpenaufwurf der MC6 Steuerung der Spritzgießmaschine und so die Drehzahl der Schnecke beim Plastifizieren.

Umsetzung des Regelkonzept (vgl. Abbildung 12):

- Start Plastifizieren
- Hochrampen von 1 nach 2 mit linearer Steigung.
- während Hochrampen Integration der Fläche unter der Druckkurve um erste Druckspritze zu erkennen.
- Anpassen der Rampe um Druckspitze zu kompensieren.
- Ab 3 P-I-Regler zur Drehzahlkontrolle.
- Drehzahleinstieg für Regler ist Mittelwert aus vorangegangenen Schuss.

- Wenn keine Daten vorhanden ist, Drehzahlstart für Regler „Extruderdrehzahl x 0,3 x Hydraulikschlupffaktor“
- Ab 4 Ende Plastifizieren
- Extruder wird dynamisch vor Erreichen des Hubs heruntergefahren.

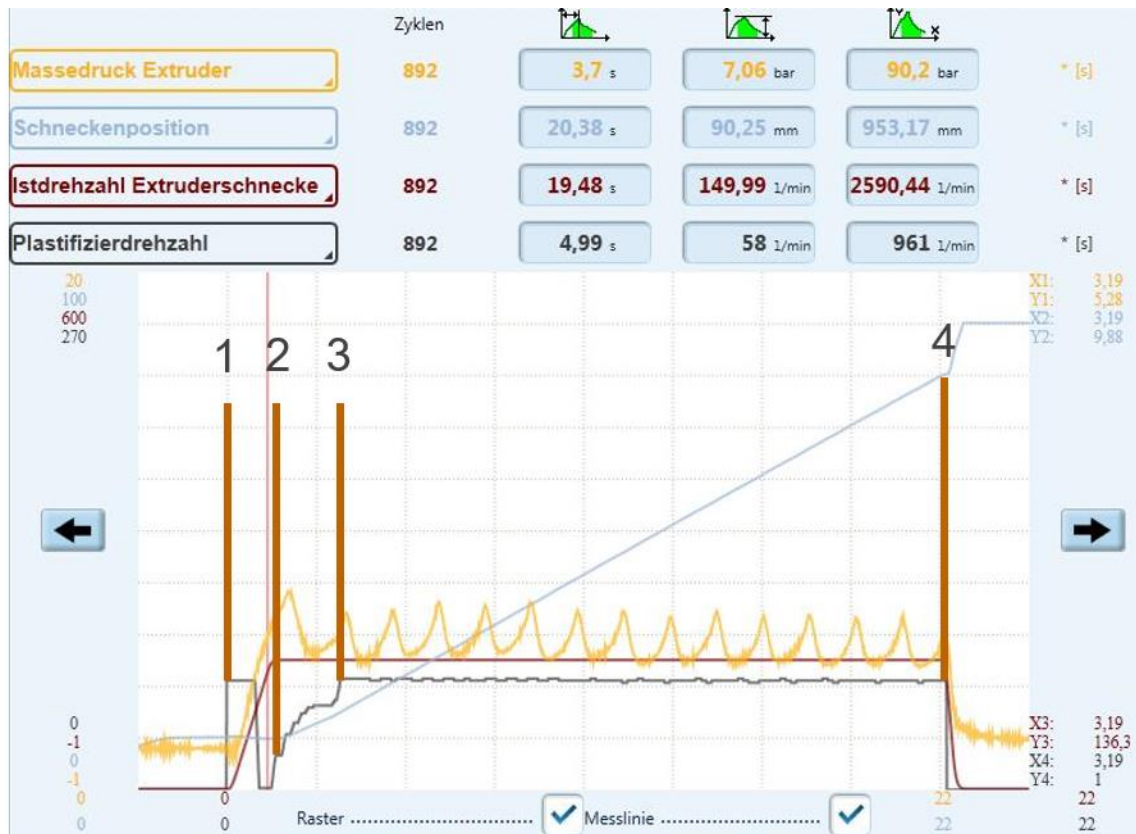


Abbildung 12. Regelergebnis mit PP

Bei Tests mit unterschiedlichen Materialien wie z.B. Polyamid, Polypropylen, Polystyrol, ABS/PC und Polycarbonat hat sich herausgestellt, dass der Regler grundsätzlich funktioniert, aber teilweise nicht mit allen Viskositäten und Materialfließigenschaften gute Ergebnisse bringt. Weiter driftete der Regler bei gleichbleibenden Materialeigenschaften teilweise ab.

### Erstellung und Bewertung von Schneckengeometrien mit optimierter Homogenisier- und Dispergierfähigkeit von Materialrezepturen in der Medizintechnik

Die vom Projektpartner B.Braun vorgegebene Materialrezeptur enthielt zweierlei Polymere (PP und SEBS), welche geblendet werden mussten. Des Weiteren kamen zwei Additive (Masterbatch und Gleitmittel) hinzu, welche in das Polymerblend eingearbeitet werden mussten. Letztlich verfügte die Rezeptur über einen hohen Anteil (30%) an Calcit ( $\text{CaCO}_3$ ). Siehe Tabelle 1 Calcit lag als pulverförmiger Füllstoff vor, während alle weiteren Rezepturbestandteile Granulate waren.

Tabelle 1. Materialrezeptur des Demonstrator Bauteils

Bestandteile	Handelsname	Masse Gew.-%
SEBS	SEBS Kraton G1645MO	56,0
PP	Purell RP270G	11,4
Füllstoff	Calcit MX20	29,6
Gleitmittel	Crodamide EBO	0,0 – 0,15
Masterbatch	Masterbatch Schwarz (30% CB)	3,0

Die Zuführung aller Komponenten erfolgte im Haupteinzug des Extruders. Das Maschinenkonzept sieht vor, dass am Extruder Ende die Schmelze als „ready to use“ Compound vorliegt. Aufgrund der nachgelagerten Spritzgusschnecke erfolgt trotzdem eine zusätzliche Durchmischung des Materials (Abbildung 13).

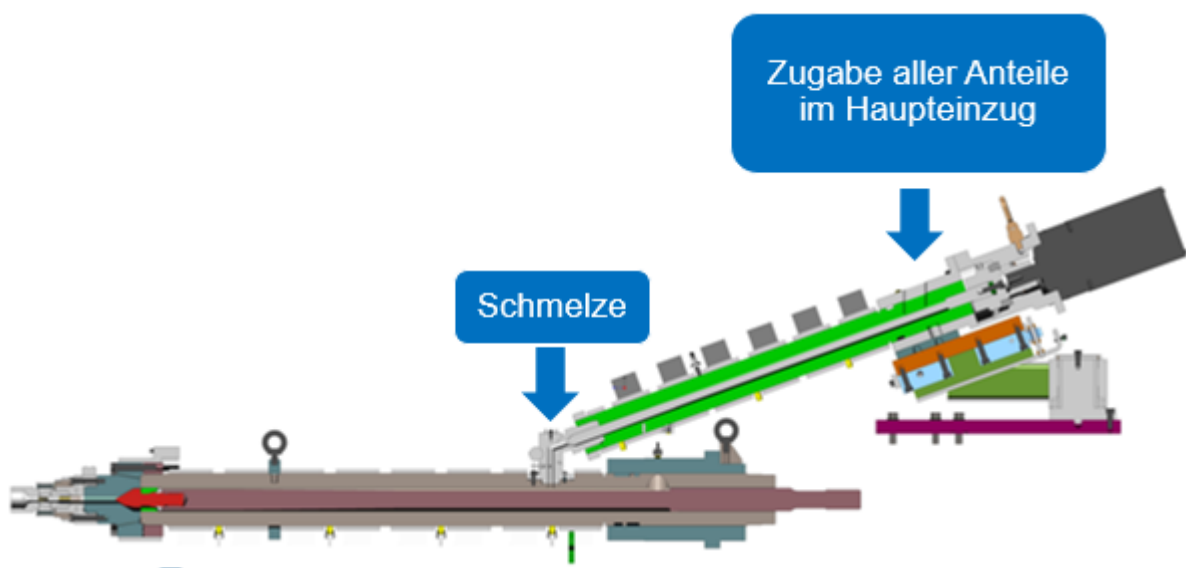


Abbildung 13. Schema der Materialzugabe

Es zeigte sich im Laufe der Versuche, dass alle schmelzbaren Anteile (PP, SEBS, Gleitmittel und Masterbatch) problemlos mit dem bestehenden Schneckenkonzept dispergiert und homogenisiert werden können.

Das bestehende Schneckendesign war konzipiert, um möglichst gute Mischergebnisse von Polymeren und Additiven zu erreichen. Es bedient sich dabei an klassischen Misch- und Schergeometrie zusätzlich zu den im Spritzguss üblichen 3-Zonen Geometrien.

Einschneckenextruder haben generell Nachteile beim Einmischen von pulverförmigen mineralischen Füllstoffen im Vergleich zu gleichläufigen Doppelschneckenextrudern, welche üblicherweise zum Einsatz kommen für solche Prozessaufgaben. Der Grund hierfür ist die verminderte Fähigkeit zur Erzeugung von Druck- und Dehnströmungen sowie der Mangel an Umrückführung der Schmelze auf der Einschnecke aufgrund der geometrischen Merkmale im Vergleich zu Doppelschneckenextrudern.

Bei der Verarbeitung des Calcits konnten genau diese Probleme festgestellt werden. Das Calcit bildet Agglomerate, welche sich nicht vollständig auflösen. Die in Abbildung 14 visuell erkennbare Partikelgröße auf der Oberfläche liegt zwischen 0,2 – 1,5 mm.





Abbildung 14. Calcit Cluster an der Bauteiloberfläche

Zusätzlich bildete sich am Schneckensteg in der Einzugszone eine Calcit-Schicht zwischen Schnecke und Zylinder, die zu starker Geräuschentwicklung und Verschleiß führte. Diese konnte durch Erhöhung des Schneckenspiels von 0,1 mm auf 0,3 mm vermieden werden.



Abbildung 15. Ablagerungen von Calcit auf dem Schneckensteck in der Einzugszone

Die Einmischqualität des Calcits bei einem Anteil von 30% war stark abhängig von der Schergeschwindigkeit und dem Unterfütterungsgrad der Maschine. Unter Zuhilfenahme von extremen Einstellungen (maximale Schergeschwindigkeit und höchster Unterfütterungsgrad) konnten Proben ohne oberflächlich sichtbare Calcit-Cluster hergestellt werden. Dieser Arbeitspunkt der Anlage war jedoch prozesstechnisch nicht sinnvoll. Aus diesem Grund wurde ein neuartiges Schneckenkonzept mit erhöhtem Anteil an Druck- und Dehnströmungen sowie vermehrter Umorientierung der Schmelze entwickelt.

Nach Auslegung, Konstruktion, Beschaffung und Erprobung des neuen Schneckendesigns ergaben sich folgende Ergebnisse:

- Die Schnecke funktioniert generell (Einzugsverhalten, Aufschmelzen, Mischen etc.).
- Der Durchsatz der Schnecke ist mit PP Natur etwa 10% größer als mit dem original Schneckendesign (DCIM Standard).
- Der Durchsatz der Schnecke ist mit PP Natur etwa 30% größer als mit einer 3-Zonen-Standardschnecke.

- Die Mischwirkung im Bezug auf Kreidepulver ist optisch sehr viel besser als DCIM Standard, aber noch nicht ausreichend um 30% Anteil homogen aufzulösen.
- Die Mischwirkung im Bezug zu SEBS + PP ist optisch unverändert.

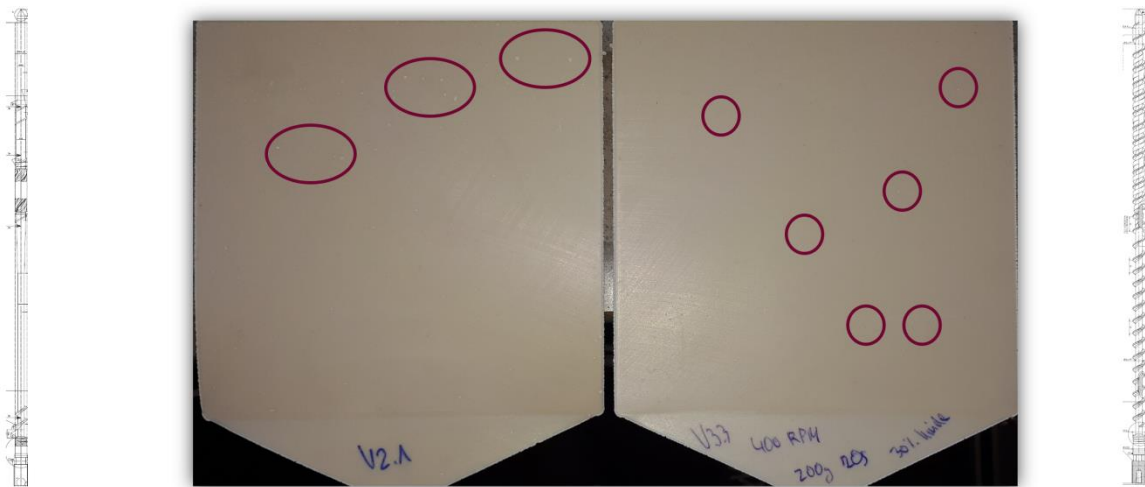


Abbildung 16. Links original Schneckendesign; rechts neuartiges Schneckendesign

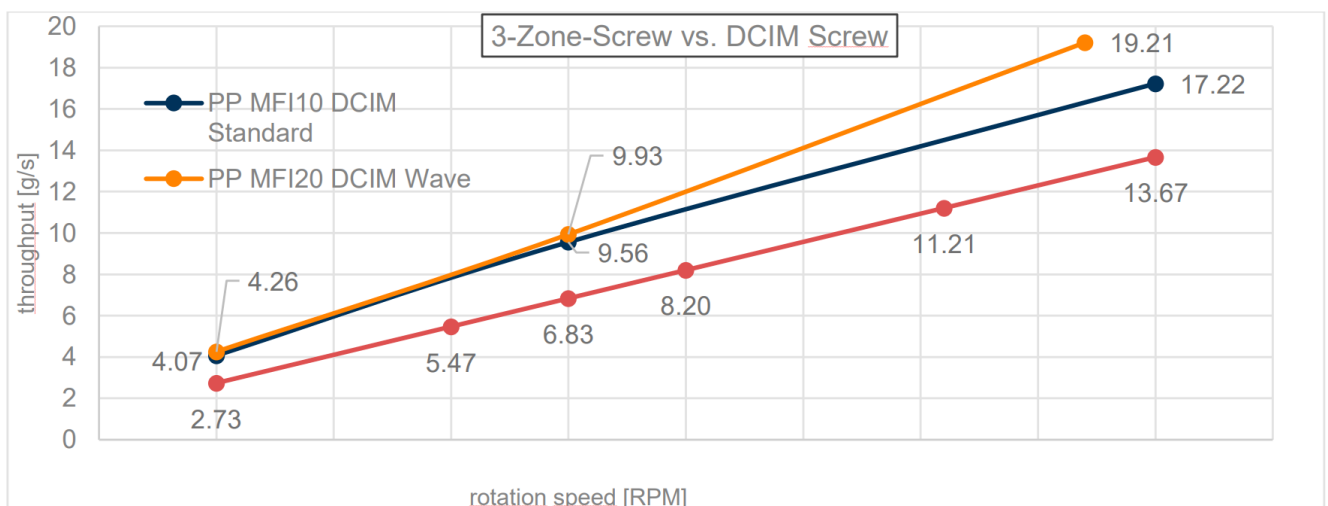


Abbildung 17. Durchsatz original Schnecke DCIM vs. Neues Design DCIM vs. 3-Zonen-Standard

### 2.1.1.2 Entwicklung geeigneter Maschinenteknologie für das Direktspritzgießen (Var. B)

Zu Beginn des Verbundprojekts lag der Fokus auf dem Wissenstransfer der bisher in der Medizintechnik eingesetzten Doppelschneckenmaschinen zur Materialaufbereitung und der Festlegung der zu betrachtenden Material- bzw. Compoundkomponenten. Hinsichtlich der Maschinenteknologie sind Informationen seitens des Projektpartners B. Braun zur Verfügung gestellt worden. In diesem Zusammenhang wurde der geplante Technologieträger Tropfkammer als medizinisches Einmalprodukt für die innerhalb des Verbundprojekts am Spritzgießverfahren arbeitenden Projektpartner (Krauss Maffei, Institut für Werkstofftechnik und Pape) vom Projektpartner B. Braun in Abstimmung mit den anderen am Verbundprojekt beteiligten Partner verworfen und der Technologieträger Spritzenstopfen mit einem Gewicht von 1,6 g festgelegt (Abbildung 18). Dies hatte Auswirkungen auf die zugrunde liegende Materialrezeptur, die nun aus SEBS (56%), PP (11,4%), Calcit (29,6%) und einem Farbmasterbatch (3%) bestand. Der hohe, zuzuführende Calcit-Anteil wurde von einigen



Projektpartnern bei einer direkten Zugabe über die Trichteröffnung als kaum realisierbar eingeschätzt. Daher ist für den späteren Demonstratorprozess zunächst geplant worden, den Calcit-Anteil der Spritzgießplastifiziereinheit über ein zusätzliches Aggregat unter Druck zuzuführen.



Abbildung 18. Technologieträger Spritzenstopfen (Direkt hergestellte Probespritzenstopfen)

Ein wesentlicher Teil der Arbeiten im Arbeitspaket 1 bestand in der detaillierten Analyse der derzeit für die Medizintechnik eingesetzten Compoundierprozesse auf Doppelschneckenextrudern, um ein tiefgreifendes Verständnis hinsichtlich der dort ablaufenden Prozessabläufe zu erhalten. Wichtig war dabei innerhalb des gesamten Aufbereitungsprozesses relevante und weniger relevante Teilprozesse, deren Abläufe und ggf. Zusammenhänge untereinander zu identifizieren. Dazu wurden extern Strömungssimulationen mit Hilfe der Finite-Element-Methode (FEM) durchgeführt und von der Pape GmbH im Detail analysiert. Die FEM ist besonders geeignet, da sie einen gezielten Blick in das Strömungsgebiet erlaubt, den man mit experimentellen Betrachtungen an der physischen Maschine nicht erreichen kann [4]. Des Weiteren hat sich diese Simulationsmethode in den letzten Jahrzehnten innerhalb der gesamten Ingenieurwissenschaft immer weiter etabliert, so dass sie numerisch trotz des nicht-linearen Fließverhaltens (Viskosität) als robust und zuverlässig einzustufen ist. Für die Simulationen wurden nach Vorgaben 3D-Modelle für insgesamt 20 Geometrieabschnitten von Doppelschneckenextrudern erstellt und vernetzt. Jede Geometrie ist anschließend mit 6 Randbedingungen (2 Drehzahlen und 3 Durchsätzen) vollfaktoriell berechnet worden. Dabei wurden die Einfluss-, Geometrie- und Prozessgrößen in dimensionsloser Form betrachtet, um unterschiedliche Ausgangsmaschinengrößen zu vereinheitlichen. Die für die Simulation nötigen Viskositätsdaten standen durch Messungen am Hochdruck-Kapillarrheometer (HKR) seitens der Institut für Werkstofftechnik zur Verfügung. Die Ergebnisauswertung bzw. das Post-Processing erfolgte individuell für jede Geometrie mit einer Auswertung der Geschwindigkeits- und Druckverteilung, der Scher- und Dehngeschwindigkeiten sowie weiterer Prozessgrößen auf verschiedenen Schnittebenen im Fließgebiet. Darüber hinaus wurden vielfältige Untersuchungen an Stromlinien (Partikel-Tracking) innerhalb der Fließgebiete durchgeführt [5]. Dabei ist der Fokus auf Orte und Abläufe des dispersen bzw. zerteilenden Mischens (PP-Tröpfchenzerfall in der SEBS-Matrix und Zerteilung der Calcit-Pulveragglomerate) sowie der Schmelzeverteilung (verteilendes Mischen) gelegt. Wesentlich war hier die Interaktion der beiden gleichsinnig drehenden und sich gegenseitig auswischenden Schnecken (Abbildung 19 und Abbildung 20).

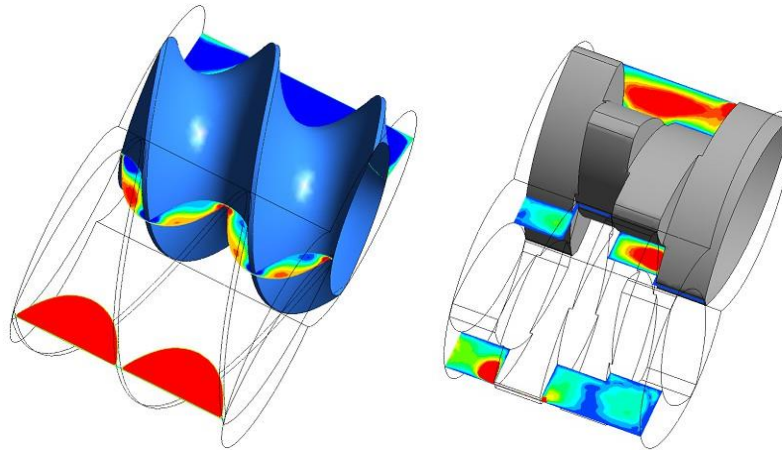


Abbildung 19. FEM-Simulation der Geschwindigkeitsverteilung im Prozessraum verschiedener Doppelschnecken geometrien

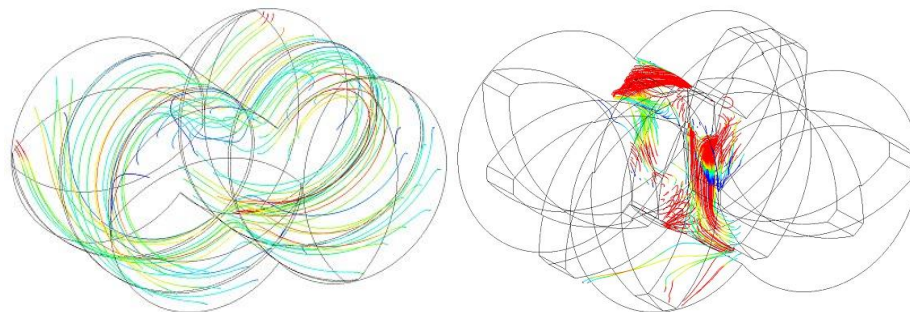


Abbildung 20. FEM-Simulation der Stromlinienverfolgung (links) und charakteristischen Geschwindigkeitsvektoren (rechts) im Prozessraum verschiedener Doppelschnecken geometrien

Aus den gewonnen Erkenntnissen dieses ersten Schritts des Arbeitspakets 1 wurden kurze segmentweise Geometrieabschnitte für Einschnellenplastifizieraggregate einer Standardspritzgießmaschine abgeleitet. Das Ziel war eine möglichst effektive Übertragung der zuvor am Doppelschneckenprozess identifizierten Teilprozesse unter Berücksichtigung der grundsätzlichen verfahrenstechnischen Einschränkungen von Einschnellenmaschinen [6]. Die Hauptaufgabe dieser kurzen Teilabschnitte innerhalb der später auszulegenden Gesamtschnellen bestand darin, einen wirkungsvollen Compoundierprozess zu realisieren. Den übrigen Schnellen geometrie kamen dagegen schwerpunktmäßig die üblichen Standardanforderungen an Spritzgießschnellen zu, wie die Gewährleistung einer gewissen Förderkapazität, ausreichende Materialplastifizierung, Druckaufbau usw.

Da der Informationsaustausch hinsichtlich der eingesetzten Doppelschnellen geometrien durch die Projektpartner erst nach und nach erfolgte, wurden auch die FEM-Analysen anders als ursprünglich geplant nicht in einem ersten Arbeitsschritt vollständig, sondern nach und nach in drei Abschnitten durchgeführt. Um keine Zeit zu verlieren, erfolgte bereits nach den ersten Doppelschnellen-FEM-Analysen die Übertragung auf die ersten Einschnellen geometrien für Spritzgießmaschinen (Abbildung 21 und Abbildung 22). Dazu wurden nach und nach 7 verschiedene Geometriesegmente in je 2 Ausführungen entwickelt und mittels FEM-Simulationen analog zum oben beschriebenen Vorgehen bei der Doppelschnellen durchgeführt und hinsichtlich der Erreichung einer möglichst wirkungsvollen Prozessübertragung ausgewertet [7]. Auf diese Weise wurden sukzessive die Simulationen der bisher eingesetzten Doppelschnellen und der neu entwickelten Einschnellen segmente

durchgeführt. 6 der insgesamt 20 geplanten FEM-Simulationen wurden an dieser Stelle noch für einzelne Detailanalysen an den fertig ausgelegten Schnecken am Ende des Arbeitspaketes 2 zurückgehalten. Zusammenfassend zeigen die Simulationen, dass im Einschneckenprozess ein der Doppelschnecke ähnliches Schergeschwindigkeitsniveau erreicht werden kann. Auf der Seite der Dehnströmungen und der Schmelzeverteilung bzw. -umlagerung gibt es jedoch gewisse Einschränkungen.

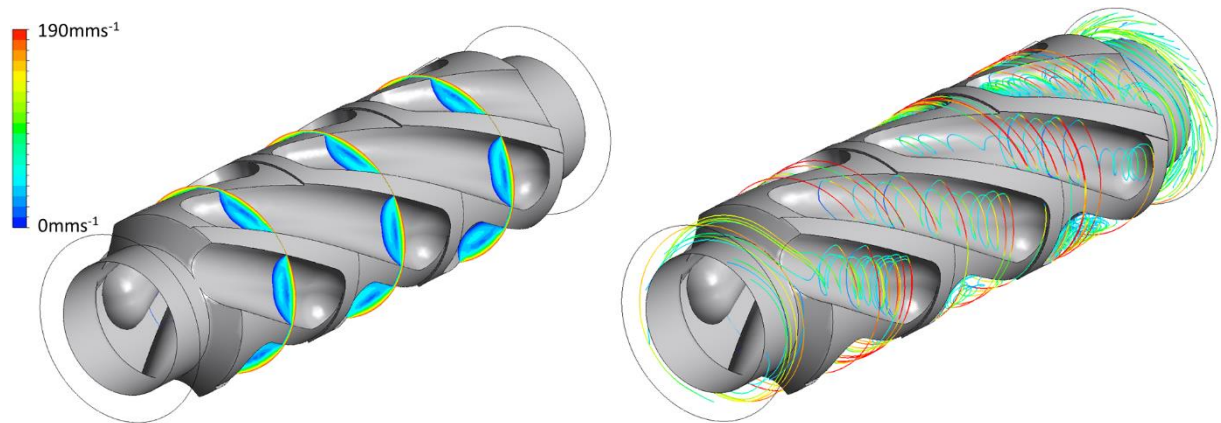


Abbildung 21. FEM-Simulation der Schergeschwindigkeit (links) und Stromlinienverfolgung (rechts) im Prozessraum eines Einschneckengeometriesegments

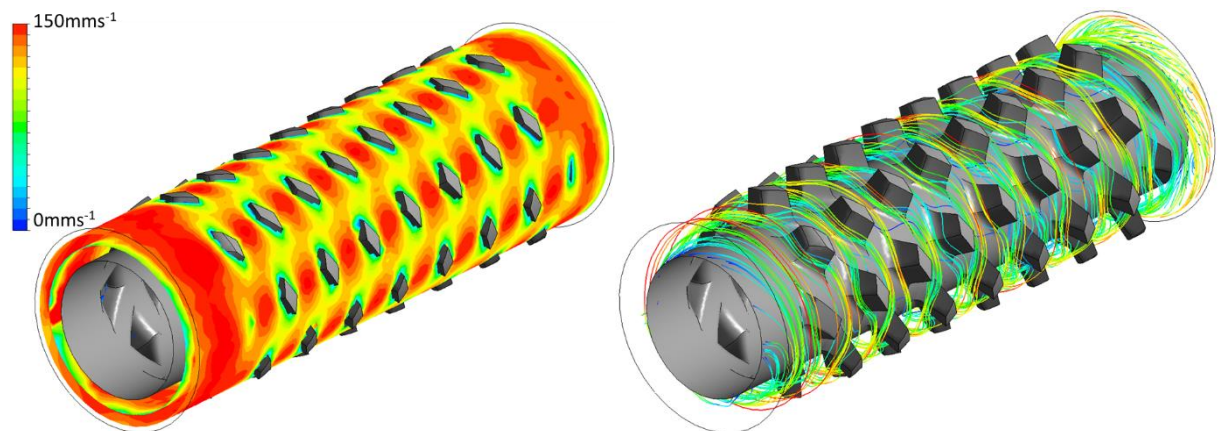


Abbildung 22. FEM-Simulation der Schergeschwindigkeit (links) und Stromlinienverfolgung (rechts) im Prozessraum eines Einschneckengeometriesegments

Anschließend erfolgte eine Bewertung der einzelnen Geometriesegmente bezüglich der erzielten Simulationsergebnisse, ihrer Umsetzbarkeit, den zu erwartenden Fertigungskosten, der generellen Herstellbarkeit, einer ausreichenden Festigkeit im Betrieb und dem zu erwartenden Verschleiß.

Für die Geometriesegmente wurden dann Berechnungsmodelle zur rechnerischen Nachstellung der für eine gesamtheitliche Schneckenauslegung relevanten Prozessabläufe entwickelt [8]. In diesem Zusammenhang wird die Simulationssoftware PSI des KTP (Kunststofftechnik Paderborn) der Universität Paderborn schon seit vielen Jahren für die Auslegung von Spritzgießschnecken eingesetzt (Abbildung 23).

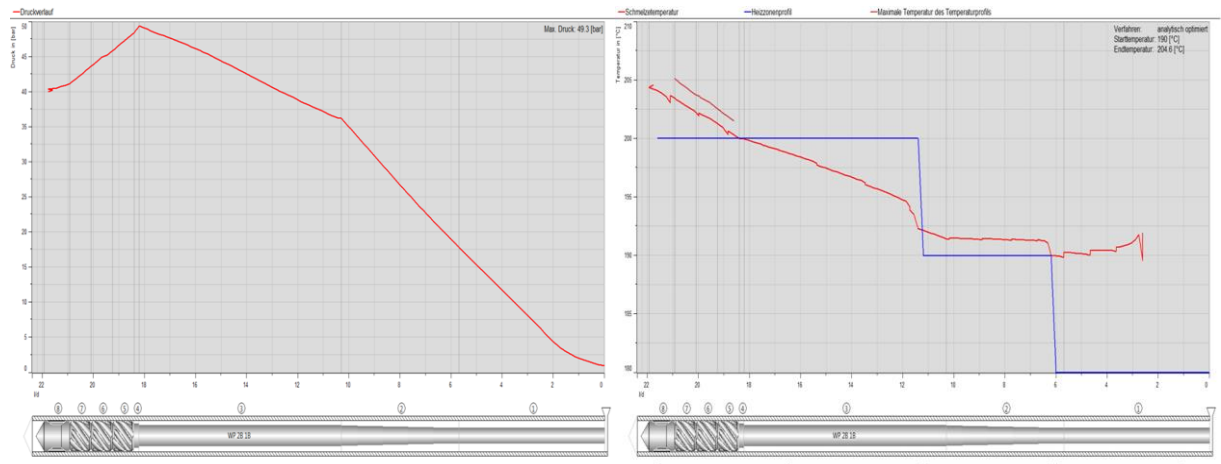


Abbildung 23. Berechneter Druckverlauf (links) und Temperaturverlauf (rechts) entlang einer Spritzgießschnecke mit PSI (KTP - Kunststofftechnik Paderborn, Universität Paderborn)

Mit ihr lassen sich heute übliche Schneckengeometrien hinsichtlich ihres Förderverhaltens, ihrer Plastifizierleistung, des Druckaufbaus, etc. berechnen. Die neuen, hier entwickelten Geometrieabschnitte sollten daher in die Simulationsmöglichkeiten der Software PSI eingebunden werden, ohne jedoch in den Softwarecode selbst eingreifen zu müssen. Grundsätzlich ließen sich die neuen Geometrieabschnitte zwar auch ohne neu entwickelte Berechnungsmodelle mit Hilfe der FEM berechnen und zusammen mit PSI für den übrigen Schneckenbereich simulieren. Bei der im Arbeitspaket 2 nachfolgenden Auslegung der Gesamtschnecken war es jedoch unerlässlich viele Berechnungen mit geringen Geometrievariationen in kurzer Zeit durchführen zu können, um so die optimale Geometrie zu ermitteln. Eine Einbindung mittels der FEM-Analyse jeder einzelnen Geometrievariation wäre dafür viel zu zeitintensiv gewesen. Approximationsmodelle, die einzelne Prozessgrößen durch einen funktionalen Zusammenhang zu charakteristischen Geometrie- und Betriebsparametern beschreiben, sind für eine gesamtheitliche Schneckenauslegung und -optimierung wesentlich schneller und daher besser geeignet. Eine dimensionslose Formulierung mit Pi-Kennzahlen in der folgenden Form war dabei vorteilhaft:

$$\Pi_{Md} = f(\Pi_v, \text{Geometrieparameter})$$

Für die skalare Prozessgröße des Drehmomentbedarfs ( $M_d$ ) bzw. Leistungsumsatzes eines Geometriesegments wurde ein solches Approximationsmodell durch Regression der zuvor ermittelten FEM-Ergebnisse in Abhängigkeit der charakteristischen Geometrie- und Betriebsparameter bestimmt. Aufgrund des additiven Charakters dieser Prozessgrößen entlang der Schnecke ist die Modellberechnung parallel und unabhängig von der bestehenden Softwarelösung möglich. Der Wert eines oder mehrerer Approximationsmodelle wird einfach zu dem jeweiligen Simulationsergebnis der Software bis zum Beginn des ersten neuen Geometrieabschnitts hinzuaddiert. Vollkommen unterschiedlich konzipierte Geometriesegmente erfordern dabei verschiedene Approximationsmodelle, weil jeweils andere charakteristischen Geometrieparameter berücksichtigt werden müssen. Bei den für die Homogenisierung und Compoundierung relevanten Prozessgrößen der Scher- und Dehngeschwindigkeit sowie der Schmelzeverteilung musste anders vorgegangen werden, da es sich nicht um einen einzelnen skalaren Wert für jedes Segment, sondern um Feldgrößen oder im Fall der Schmelzeverteilung um einen erst noch zu definierenden Wert handelt. Für diese drei Größen wurden daher

analoge Homogenitätskennzahlen als skalare Einzelwerte definiert, die wiederum als Approximationsmodelle durch Regression der zuvor durchgeführten FEM-Ergebnisse ermittelt wurden.

$$\Pi_{\dot{\gamma}} = f(\Pi_{\dot{V}}, \text{Geometrieparameter})$$

$$\Pi_{\dot{\varepsilon}} = f(\Pi_{\dot{V}}, \text{Geometrieparameter})$$

$$\Pi_U = f(\Pi_{\dot{V}}, \text{Geometrieparameter})$$

Dabei betrachtet die Kennzahl der Schergeschwindigkeit den Median der jeweils maximalen Schergeschwindigkeit entlang von 50 unterschiedlichen Stromlinien durch das gesamte Geometriesegment. Die Kennzahl der Dehngeschwindigkeit wurde analog mit den Maxima der Dehngeschwindigkeiten definiert. Für die Kennzahl der Schmelzeverteilung wurde der Endpunktabstand von Partikelverfolgungen entlang von 50 verschiedenen Stromlinien durch das Geometriesegment betrachtet. Ein Approximationsmodell für jede dieser Kennzahlen als skalare Einzelgröße konnte dann durch Regression der zuvor ermittelten FEM-Ergebnisse bestimmt werden. Als fünfte Größe wurde ein Approximationsmodell des Druckaufbaus bzw. –abbaus entwickelt. Grundsätzlich wäre dies analog zum Ansatz der Drehmoment-Modellierung möglich gewesen. Jedoch sollten die neuen Approximationsmodelle in die bestehende Simulationssoftware PSI (der Fachgruppe Kunststofftechnik der Universität Paderborn) für Spritzgießschnecken eingebunden werden, weil so eine gesamtheitliche Auslegung der ganzen Schnecke möglich ist. Dabei können der Drehmomentbedarf sowie die drei Homogenitätskennzahlen autark und parallel zu den Berechnungen der Software durchgeführt werden. Der Druckverlauf steht jedoch in gegenseitiger Wechselwirkung mit dem Durchsatz der Schnecke und lässt sich daher nicht losgelöst von der Simulationssoftware betrachten. Um nicht in den Programmcode der Simulationssoftware eingreifen zu müssen, wurde der Druckaufbau bzw. –abfall nicht direkt als Differenzdruck, sondern als Kanalhöhe eines normalen Förderkanals mit identischem Druckverhalten formuliert:

$$h_{\text{Förderkanal}} = f(\Pi_{\dot{V}}, \text{Geometrieparameter}, D_{\text{Förderkanal}})$$

D. h. das den Druck berücksichtigende Approximationsmodell liefert für die neu entwickelten Schneckensegmente in Abhängigkeit ihrer charakteristischen Geometrieparameter eine äquivalente Kanalhöhe eines normalen Förderkanals. In der Simulationssoftware PSI lassen sich die jeweiligen Schneckensegmente dann durch Abschnitte eines regulären Förderkanals mit der über das Approximationsmodell ermittelten Kanalhöhen nachstellen und das Druck-Durchsatzverhalten der gesamten Schnecke kann innerhalb der Software ohne zeitaufwändige, manuelle Iterationsschleifen geschlossen berechnet werden.



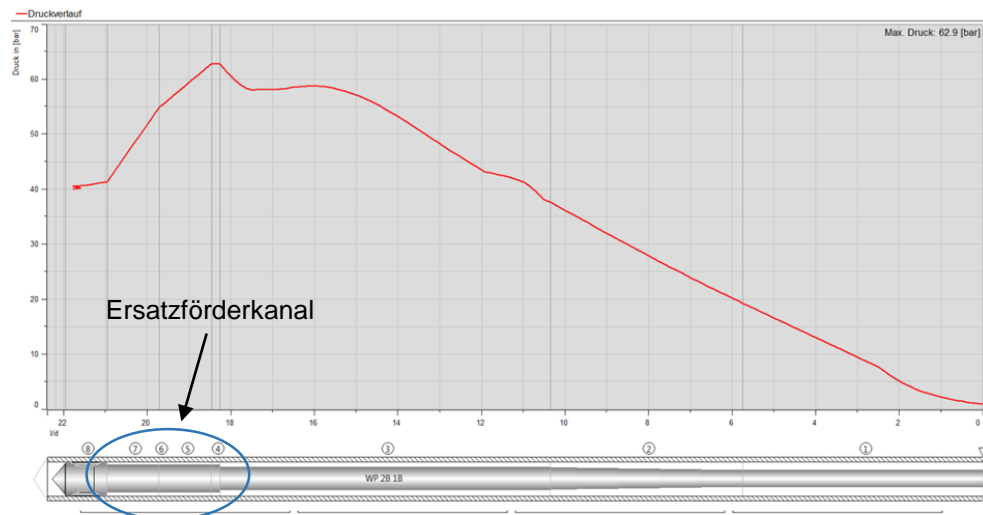


Abbildung 24. Berechneter Druckverlauf mit Ersatzförderkanal zur Nachstellung der neuen Schneckensegmente (KTP - Kunststofftechnik Paderborn, Universität Paderborn)

## 2.1.2 Auslegung von Maschinentechнологien für das Direktspritzgießen

### 2.1.2.1 Auslegung geeigneter Maschinentechнологie für das Direktspritzgießen (Var. A)

**Abstimmung von Austragsleistungen des Extrusionsprozesses auf den Spritzgussprozess unter Berücksichtigung von spritzgussrelevanten Prozessvorgaben (Zykluszeit, Spritz- und Nachdruckzeit, Plastifizierzeit, Kühlzeit, Bewegungszeiten)**

Der Upscale des Direktspritzgussprototypen auf weitere Baugrößen war ein entscheidender Fortschritt zur Serieneinführung des Anlagenkonzepts. Für diesen Schritt mussten typische Spritzgussparameter wie Zykluszeit, Plastifizierzeit, Kühlzeit und Spritz- bzw. Nachdruckzeit berücksichtigt werden. Außerdem waren die Anlagenkosten zu berücksichtigen, um sie soweit wie möglich mit bestehenden Bauteilen zu reduzieren und den Umfang so modular wie möglich zu gestalten. Der Upscale erforderte dabei drei Schritte:

1. Festlegung des Schussgewichtsbereichs und Ableitung der notwendigen Plastifizierungsgrößen
2. Festlegung des Durchsatzbereichs für den Extruder und geometrische Auslegung des Extruders.
3. Auslegung der Antriebseinheit um die zuvor ermittelten Durchsatzanforderungen erfüllen zu können.

#### Zu Punkt 1. „Festlegung des Schussgewichtsbereichs“

Die am Markt relevanten Bauteile für die Direktspritzgusstechnologie erfordern einen Schussgewichtsbereich von ca. 50g – 2000g (PP). Dies folgt aus KraussMaffei internen Marktanalysen. Aufgrund der Vorplastifizierung durch den Extruder konnte daraus abgeleitet werden, welche Plastifizierungsgrößen für den Direktspritzguss zielführend waren. Aus Abbildung 25 geht hervor, dass aus dem Portfolio der Standardspritzeinheiten lediglich drei Spritzengrößen notwendig sind um den geforderten Schussgewichtsbereich ab zu decken. Die Spritzengrößen SP750, SP2000 und SP4300 werden für den Direktspritzguss umgesetzt.

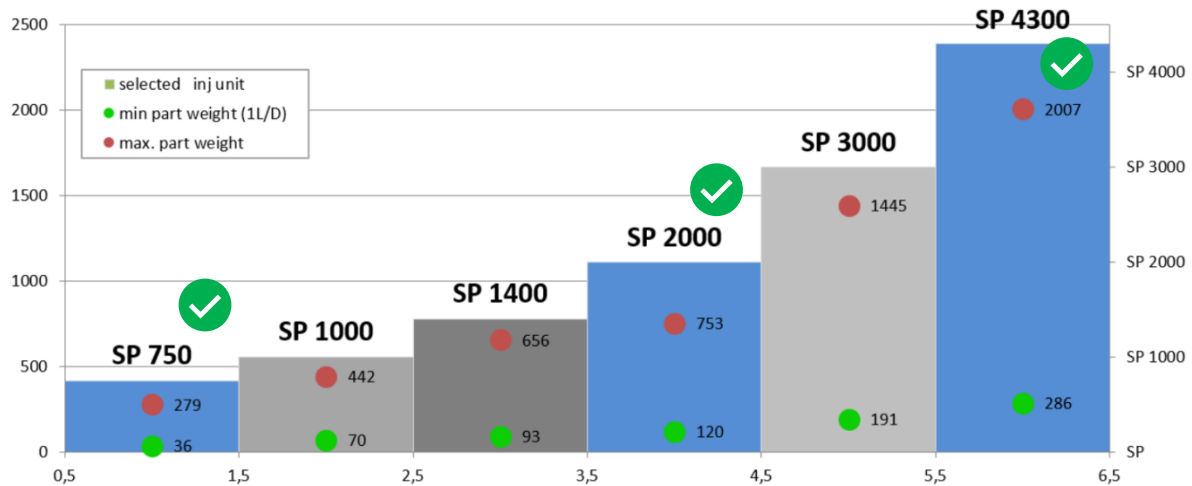


Abbildung 25. Zuordnung von Schussgewichten bei Standardspritzeinheiten.

Zu Punkt 2. „Festlegung des Durchsatzbereichs“

Aus den geforderten Schussgewichten und unter Zuhilfenahme der Prozesszeiten (Spritzen, Nachdruck, Kühlen) lassen sich die notwendigen Extruder Durchsätze ableiten. Daraus ergeben sich Zieldurchsätze für SP750 von 50kg/h, SP2000 von 150kg/h und SP4300 von 250kg/h.

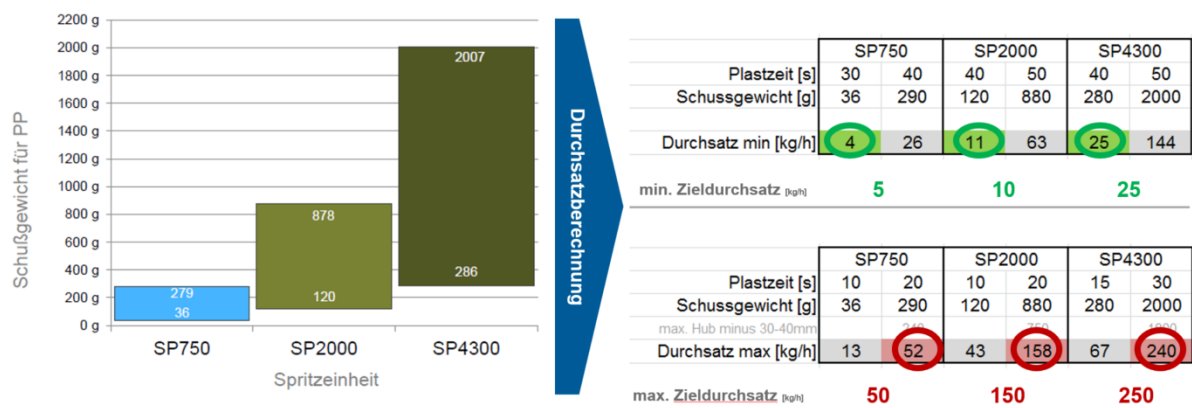


Abbildung 26. Ermittlung der Durchsätze für die drei Spritzengrößen

Der geometrische Upscale der Extrudergröße wurde mittels Simulation in PSI/REX sowie manueller theoretischer Hochrechnung zum Abgleich der Simulation durchgeführt. Für die Simulation wurden sowohl der Druckverlauf, das Aufschmelzverhalten, der Temperaturverlauf als auch der mittlere Schergeschwindigkeitsverlauf betrachtet.

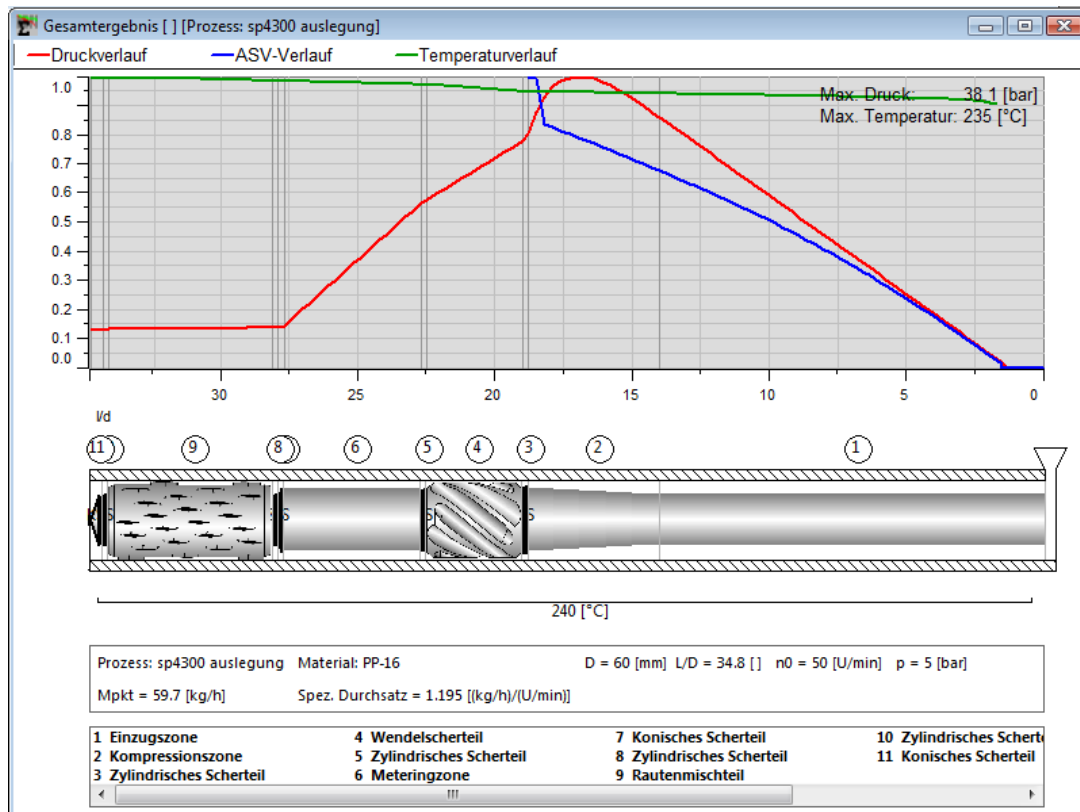


Abbildung 27. Upscaling der Extruderschnecke mithilfe von Simulation

Als Ableitung aus allen Vorgaben, Simulationen und Hochrechnungen ergab sich eine Konstruktionsvorschrift für die drei Extrudergrößen, die gemäß nachfolgender Beschreibung den Spritzen fest zugeordnet wurden.

Spritze: SP750	Extruder: KME 30-30	Durchmesser: 30mm
Spritze: SP2000	Extruder: KME 45-30	Durchmesser: 45mm
Spritze: SP4300	Extruder: KME 60-30	Durchmesser: 60mm

Zu Punkt 3. „Auslegung der Antriebseinheit“

Die Antriebe der drei Extrudergrößen werden nach Abhängigkeit der notwendigen Aufschmelzleistungen für PP und unter Zuhilfenahme bestehender Antriebseinheiten aus dem KraussMaffei Portfolio ausgelegt.

Extruder: KME 30-30	530U/min @ 21kW 350Nm
Extruder: KME 45-30	320U/min @ 37kW 1044Nm
Extruder: KME 60-30	315U/min @ 66kW 1990Nm

### Entwicklung geeigneter Sensorik

Im Bereich der Schmelzeübergabe (Abbildung 28) von Einschneckenextruder in die Einspritzeinheit wurde der Umfülldruck mittels zwei Drucksensoren redundant abgefragt. Dies war vorgeschrieben in der Maschinenrichtlinie und wurde aus Sicherheitsgründen so gelöst.



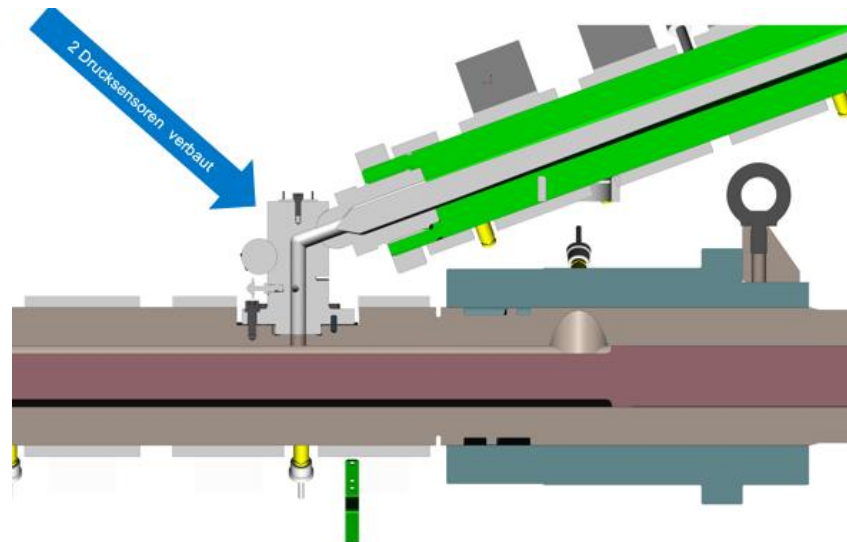


Abbildung 28. Position der redundanten Druckmessung an der Schmelzeübergabe

Des Weiteren beherbergte die Anbindung folgende Komponenten und war somit räumlich sehr beengt:

- 4x Heizpatronen
- 1x Thermofühler für Heizungsregelstelle
- 1x mechanische Kopplung Extruder zu Spritze
- 1x Schmelzetempersensor

Die redundante Druckmessung mittels zwei Sensoren soll zukünftig nur durch einen Sensor erfolgen um Platz zu schaffen für eine verlässliche Schmelzetemperaturmessung. Eine verlässliche Schmelzetemperaturmessung ist ein wichtiger Baustein bei der Gewährleistung und Dokumentation der Qualität.

Am Markt erhältlich sind Druckmesssensoren welche an nur einer Messstelle die benötigte Sicherheit gewährleisten können. Diese müssen die DIN EN 1114 erfüllen und gewährleisten eine Absicherung nach PERFORMANCE Level „C“. Dieser Performance Level kann nach EN ISO 13849 einkanalig erreicht werden.

=> Eine Druckmessung durch einen Sensor mit Performance Level „C“ (PI = c) gewährt somit ausreichende Sicherheit um die Maschinenrichtlinie einzuhalten.

Die Hardware wurde beschafft und wird zukünftig in allen Direktspritzgussanlagen Einhalt finden.

### **Ermittlung der wirtschaftlichen Dosiertechnik unter Berücksichtigung der geforderten Genauigkeit**

Die Dosiertechnik ist ein entscheidender Baustein bei der Erzielung der nötigen Rezepturkonstanz und Dokumentation des Direktspritzguss. Am Markt befinden sich eine Vielzahl von Anbietern und unterschiedlichen Systemen. Im Rahmen des Arbeitspakets wurden diese recherchiert und bezüglich ihrer Tauglichkeit bewertet.

Aufgrund von Materialbeschaffenheit, Großserienverfügbarkeit, Dosiergenauigkeit, Wartungsintensität, technologischer Eignung, mechanischer Anbindung, Lieferverfügbarkeit, wirtschaftlichen Faktoren und Akzeptanz

im Markt beschränkt sich die Auswahl an Dosiertechniken letztlich auf „Batchblend Geräte“ und „Loss-in-Weight Schneckendosiergeräten“.

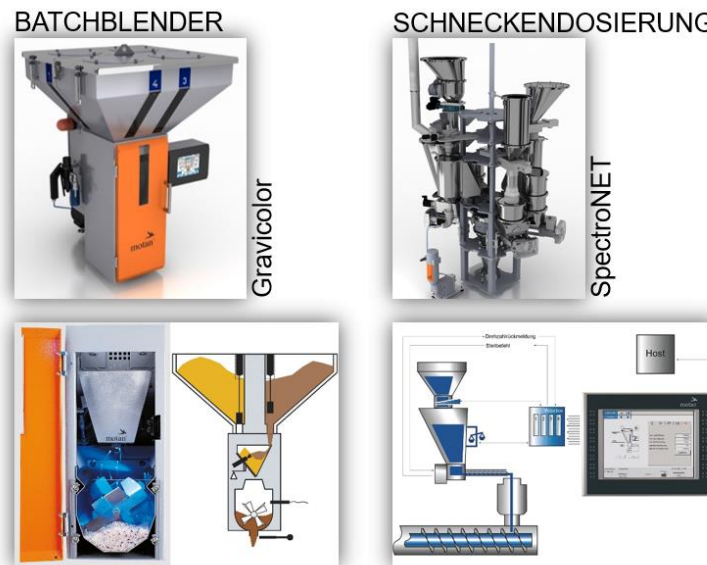


Abbildung 29. Funktionsweise Batchblender vs. Loss-in-Weight Schneckendosierung [9]

Bei der Bewertung der erzielbaren Genauigkeiten mit diesen beiden Systemen wurden folgende Ergebnisse abgeleitet:

- Bei Standardgranulaten hatte der Batchblender nur sehr geringe Abweichungen und somit keine Nachteile gegenüber dem teuren grav. Schneckendosier-System.
- Ab einem Schussgewicht von 100g näherten sich die Kurven der relativen Dosierkonstanz der beiden Systeme an.
- Die Granulate schnitten im Bereich zwischen 8 bis 50 g besser bei den Schneckendosiergeräten als beim Batchblender ab.
- Die relative Dosierkonstanz war bei SEBS unerwartet besser als bei vielen anderen untersuchten Granulaten.
- Für das extrem lange Stabgranulat hatte sich der Schneckendosierer wesentlich besser geeignet.
- Für Pulver war der Batchblender völlig ungeeignet.

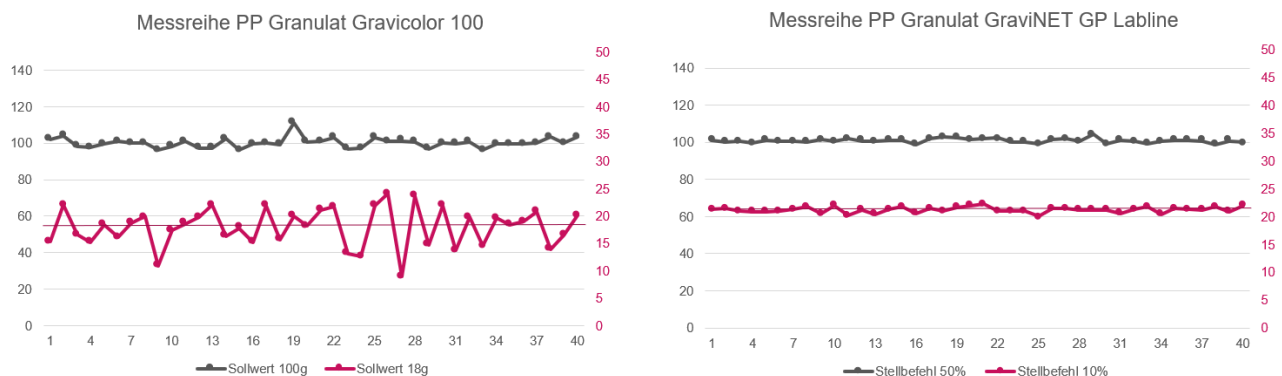


Abbildung 30. Wiederholgenauigkeit Batchblender vs. Loss-in-Weight Schneckendosierung

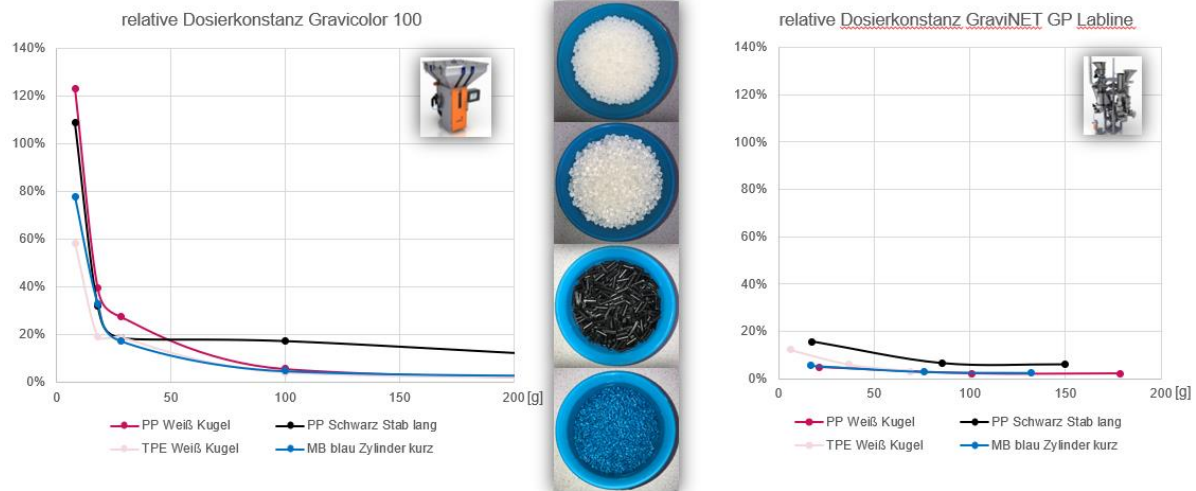


Abbildung 31. Dosiergenauigkeit Batchblender vs. Loss-in-Weight Schneckendosierung

### 2.1.2.2 Auslegung einer speziellen Plastifiziereinheit für das Direktspritzgießen (Var. B)

Am Beispiel des Technologieträgers Spritzenstopfen sollte untersucht werden, bis zu welchem Grad die direkte Verarbeitung eines SEBS/PP/Calcit-Compounds auf einer Standardspritzgießmaschine möglich ist. Da es beim erstmaligen Einsatz vollkommen neuer Geometrieansätze erfahrungsgemäß zu größeren Prozessabweichungen zu den vorhergehenden Simulationen kommen kann, war es für das nachfolgende Arbeitspaket 3 hilfreich, innerhalb eines Demonstratorprozesses mehrere Schneckengeometrien parallel zu untersuchen, um so die Anzahl der später notwendigen Optimierungsschritte im Arbeitspaket 4 auf ein sinnvolles Maß zu reduzieren und den Gesamtzeitaufwand möglichst gering zu halten.

Hierzu erfolgte in Arbeitspaket 2 die gesamtheitliche Auslegung neuartiger Schnecken bzw. Plastifiziereinheiten. Dazu wurden in Abstimmung mit den verfügbaren Maschinen der Institut für Werkstofftechnik für die späteren Demonstratorversuche zunächst die geeigneten Schneckendurchmesser mit Ø45mm und Ø25mm festgelegt. Die neuen Spritzgießschnecken müssen dabei neben den erweiterten neuen Direktverarbeitungs-Prozessanforderungen auch die übrigen Standardanforderungen (z. B. die Materialförderung, den Druckaufbau, eine gute Plastifizierleistung, usw.) erfüllen, die an jede Spritzgießschnecke gestellt werden.

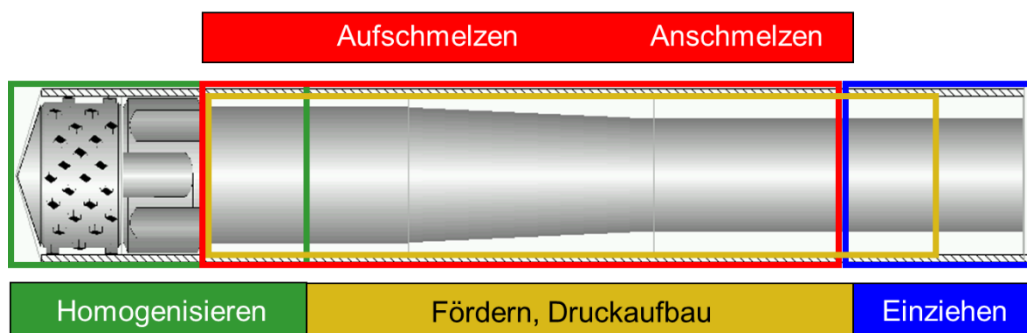


Abbildung 32. Prinzipielle Aufteilung einzelner Prozesse entlang einer Einschnecke

Ein Hauptteil der Standardanforderungen läuft dabei prozesstechnisch eher im vorderen und mittleren Abschnitt der Schnecken ab, während Misch- und Compoundierprozesse verstärkt im hinteren

Schneckenabschnitt erfolgen. Eine exakte Trennung liegt zwar nicht vor, aber für eine systematische Schneckenauslegung ist es hilfreich zu berücksichtigen, wo die jeweiligen Teilprozesse schwerpunktmäßig positioniert sind. Daher ist es sinnvoll die Gesamtschnecke in einen ersten Grundabschnitt für die „Standardprozesse“ und einen hinteren Abschnitt für die Homogenisier- und Compoundierprozesse zu unterteilen. Als Geometrieconzepte für den Grundabschnitt wurden dabei eine optimierte Standardgeometrie und zwei Wave-Ansätze festgelegt, bei denen die Scherung nicht nur für ein frühzeitiges Aufschmelzen, sondern auch für einen vorgezogenen Beginn der Durchmischung genutzt wird. Zusätzlich ist noch ein vierter, relativ neuer, experimenteller Geometrieansatz für den Grundabschnitt ausgewählt worden. Die Auslegung der Gesamtschnecke erfolgte dann in Kombination mit den neu entwickelten Geometrieelementen für den Misch- und Compoundierabschnitt.

Basierend auf der Simulationssoftware PSI (Kapitel 2.1.1.2) und den zuvor entwickelten Berechnungsmodellen wurden anschließend die Geometrien sowohl bezüglich ihrer grundsätzlichen Anforderungen an Druckverlauf, Aufschmelzen und weiterer Prozessgrößen als auch hinsichtlich ihrer drei Mischkennzahlen simuliert, ausgelegt und Schritt für Schritt optimiert. Dabei sind auch die Längen der Abschnitte angepasst worden. Für einige der ausgelegten Schnecken kamen anschließend noch Detailanalysen mit Hilfe der FEM zum Einsatz, um einzelne Geometrieaspekte zu optimieren.

Für die Demonstratorversuche im Arbeitspaket 3 sollten die Schnecken in segmentierter Bauweise bestehend aus Grundschnecke mit Schaft für den Grundabschnitt und zwei austauschbaren Misch- und Compoundiersegmenten sowie der obligatorischen Rückstromsperre jeder Spritzgießschnecke umgesetzt werden. Die Verbindung der Segmente erfolgte durch metrische Zentriergewinde mit Adapterring, um unterschiedliche Anschlusskerndurchmesser auszugleichen. Dieser segmentierte Aufbau hat den Vorteil, eine große Anzahl unterschiedlicher Spritzgießschnecken mit verhältnismäßig wenigen Grundschnecken und Segmenten durch den entsprechenden Austausch der Teile testen zu können. Dabei sind jedoch nicht alle erdenklichen Kombinationen verfahrenstechnisch auch überhaupt sinnvoll.

Ursprünglich war es dazu geplant, zwei Grundschnecken und drei austauschbare Segmente in jeweils zwei Durchmessergrößen auszuführen. Bei der Festigkeitsanalyse der Schnecken stellte sich jedoch heraus, dass die Verbindungswinde beim kleineren Schneckendurchmesser  $\varnothing 25$  mm in zweifach segmentierter Bauweise unter ungünstigen Betriebsbedingungen brechen konnten. Für den größeren Schneckendurchmesser  $\varnothing 45$  mm bestand diese Gefahr nicht. Daher wurde der ursprüngliche Plan hinsichtlich der Bauteilgröße und –anzahl geändert. Für das Arbeitspaket 3 lag der Fokus nun zunächst auf dem Schneckendurchmesser  $\varnothing 45$  mm und legte dafür 4 anstatt 2 Grundschnecken (Bezeichnung: A, B, C und D) mit 5 anstatt 3 Misch- und Compoundiersegmenten (Bezeichnung: 1, 2, 3, 4 und 5) aus (Abbildung 47, Tabelle 7 und Tabelle 10). Neben der Sicherstellung einer ausreichenden Festigkeit erlaubte dies eine noch größere Anzahl unterschiedlicher Kombinationen aus Grundschnecke und Segmenten, als der ursprüngliche Plan. Allerdings entfiel so zunächst die zuvor beabsichtigte Untersuchung zum Größeneinfluss unterschiedlicher Schneckendurchmesser. Da die Baugröße  $\varnothing 25$  mm als einteiliger Aufbau keine Festigkeitsprobleme zeigte, sollte dieser Größeneinfluss nun im 4. Arbeitspaket durch eine einteilig ausgeführte 25mm-Schnecke untersucht werden. Eine Verschiebung ins Arbeitspaket 4 war dabei sinnvoll, da dann bereits Versuchsergebnisse der zuvor im 3. Arbeitspaket getesteten 45mm-Schnecken vorliegen. Es war davon auszugehen, dass sich dadurch die Auslegungsqualität der einteiligen 25mm-Schnecke verbesserte, so dass die fehlende Geometrievariabilität weniger ins Gewicht fallen sollte.

## 2.1.3 Durchführung von Demonstrationsverfahren zum Direktspritzgießen

### 2.1.3.1 Durchführung eines Demonstrationsverfahrens für das Direktspritzgießen (Var. A)

#### Umsetzung des Direktspritzgussprozesses

Für die Umsetzung des Direktspritzgussprozesses wurde vom Projektpartner B.Braun ein Bauteil ausgewählt. Es handelte sich hierbei um einen "Spritzenstopfen", der in einem Demonstratorwerkzeug aus der unter AP 3.2.1 genannten Materialrezeptur hergestellt werden sollte. Das Werkzeug für den Demonstrator wurde zusammen mit den Projektpartnern entworfen und von KraussMaffei intern gefertigt.

Die Anforderungen an das Werkzeug waren wie folgt auszuführen:

- Werkzeuganschlussmaße passend für CX160-750 DCIM (KraussMaffei)
- Werkzeuganschlussmaße passend für Arburg Allrounder 520E (IfW)
- Kein Heißkanal
- Mindesten zwei Kavitäten (Formnester)
- Entsprechend große Überlaufkavität um das min. notwendige Schussgewicht zu erreichen.
- Anspritzung verdeckt im Inneren des Spritzenstopfens
- Anti-Haft-Beschichtung der Kavitäten um kleben des SEBS zu minimieren und die Entformung sicher zu stellen.

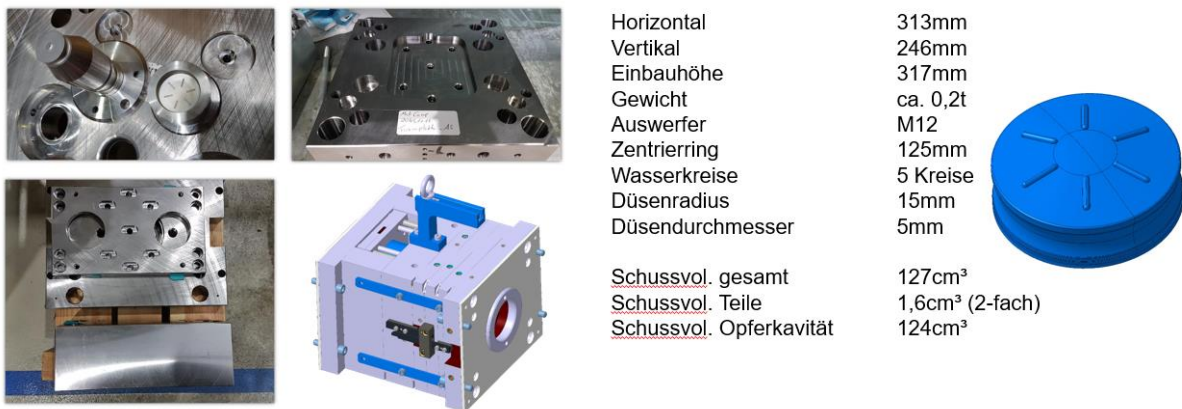


Abbildung 33. Demonstratorwerkzeug Details

Um das minimal notwendige Schussvolumen von >100cm<sup>3</sup> zu erreichen wurde neben der Teilekavitäten (2x 1,6cm<sup>3</sup>) eine Überlaufkavität mit Kaltkanalanspritzung umgesetzt.



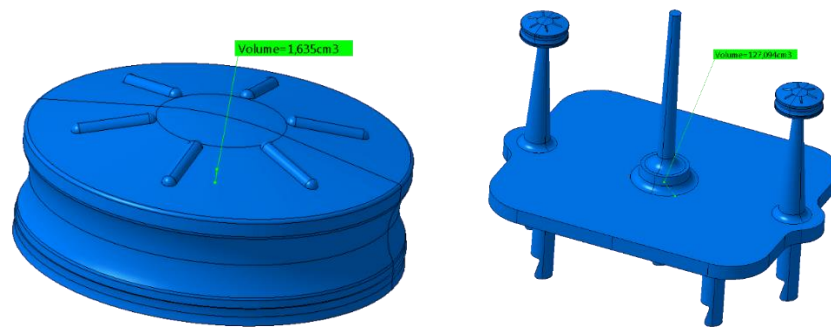


Abbildung 34. Spritzenstopfen links; Demonstratorbauteil mit Überlaufkavität rechts

Zur Entformung des Angusses, der Überlaufkavität und der zwei Bauteile wurde ein drei Platten Werkzeugkonzept gewählt. Alternativ wäre eine Umsetzung mittel Heißkanal möglich gewesen, jedoch war dies nicht mehr im Kostenrahmen für den Demonstrator umsetzbar. Der Werkzeugbewegungsablauf ist in Abbildung 35 dargestellt.

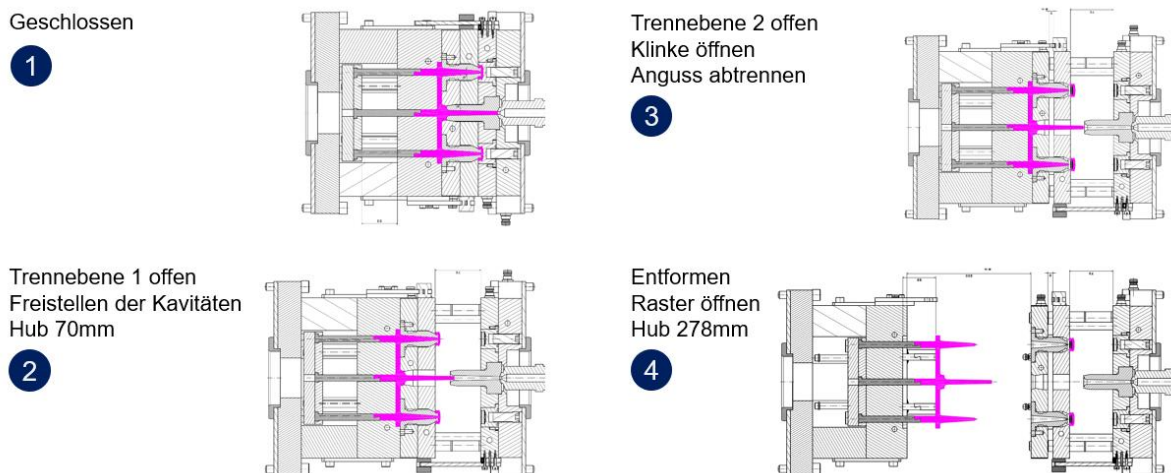


Abbildung 35. Entformprozess Demonstratorbauteil

Bei der Erstbemusterung des Demonstratorwerkzeugs wurden diverse Probleme, verursacht durch die Bauteilgeometrie, das Werkzeugdesign und die Materialrezeptur festgestellt:

- Freistellung der Hinterschnitte führt zu Schäden am Bauteil
- Brenner am Bauteil (Entlüftungen)
- Freistrah durch Wanddickensprünge
- Entformprobleme durch klebrige Materialkombination
- Oberflächenbeschichtung

Füllstudie:

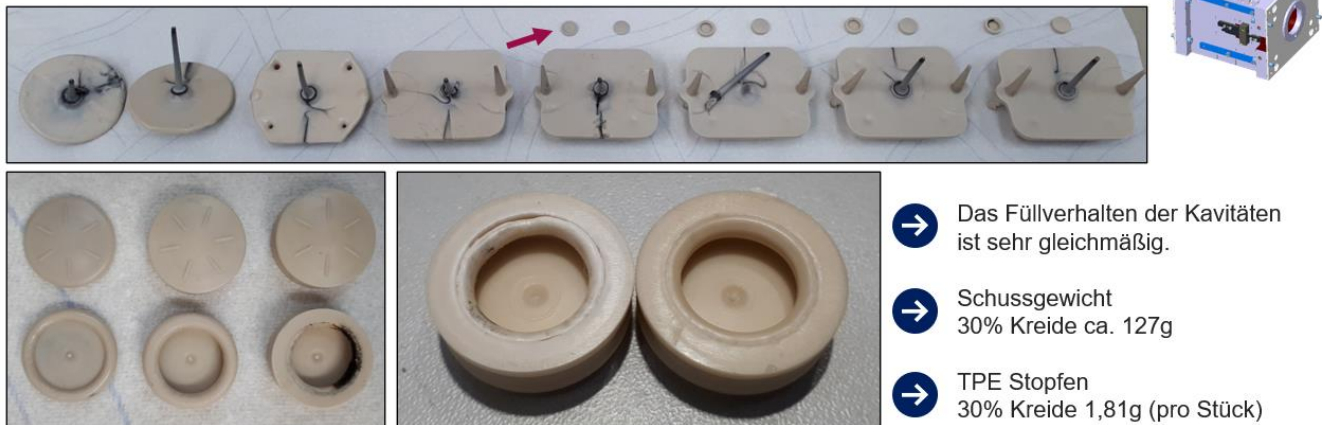


Abbildung 36. Füllstudie Demonstratorwerkzeug

Die Kreideagglomerate, welche bereits bei der Musterung der Prüfkörper mit der Standard DCIM Schnecke auftraten, konnten auch am Demonstrator wieder festgestellt werden. Bei Verwendung des neuen, optimierten Schneckendesigns sowie unter Berücksichtigung eines geeigneten Verarbeitungsfensters, war es möglich die Kreideagglomerate auf ein Minimum zu reduzieren.

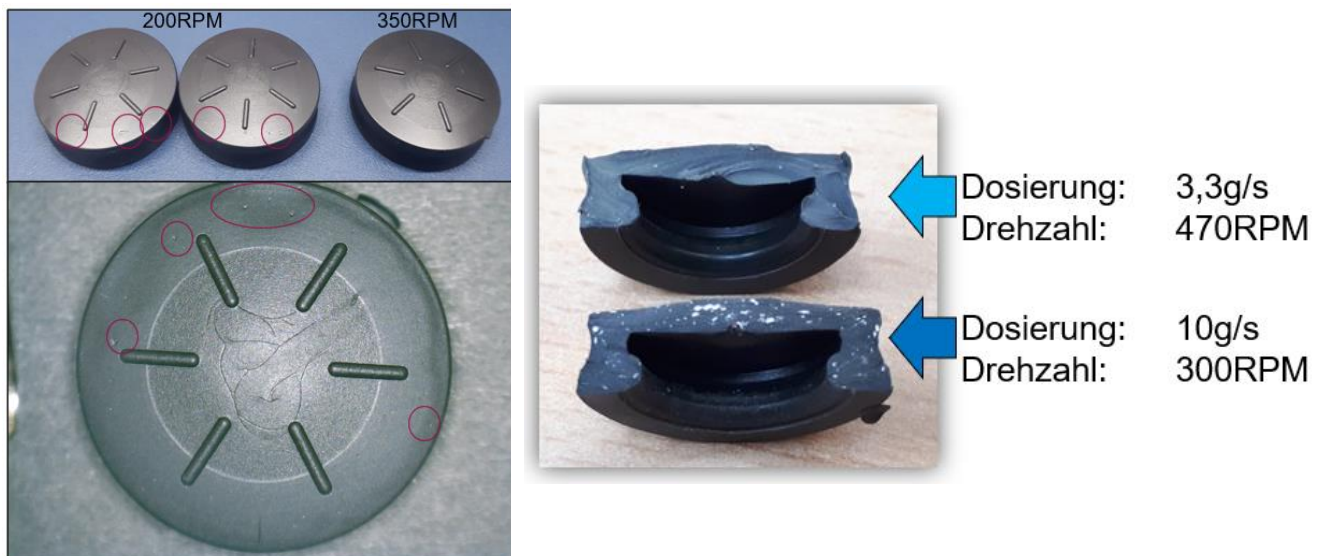


Abbildung 37. Spritzenstopfen aus Demonstratorwerkzeug

### Umsetzung der für die Qualitätssicherung notwendigen technischen Aufgaben

Für die Qualitätssicherung der Direktspritzgussmaschine konnte einerseits die Parameterdokumentation der Dosierung verwendet werden. Dies war Stand der Technik und für einige Anwendungen jedoch nicht ausreichend, da sie nur eine verzögerte Aussage über die Anteile der Rezepturbestandteile lieferte und die Mischqualität nicht beachtete. Im Projekt sollte daher die Schmelze online charakterisiert werden und sowohl Bestandteile, deren Anteil und deren homogene Verteilung bewerten werden. Hierfür wurde die THz-

Spektroskopie des Projektpartners Hübner Photonics eingesetzt (Abbildung 38). Um eine geeignete Messstelle im Prozess zu finden, mussten dafür folgende Voraussetzungen gewährleistet werden:

- Die Schmelze war fertig compounding.
- Es herrschte ein niedriges Druckniveau.
- Der Fließquerschnitt blieb konstant.
- Es war ausreichend Platz für das Messsystem vorhanden.

Für die am besten geeignete Messstelle für die Onlineüberwachung wurde die Schmelzeübergabe zwischen Extruder und Spritzeinheit gewählt. Weitere Kriterien für eine stabile THz-Messung mit Sendeantenne und Empfangsantenne wurden erfüllt:

- Der Messquerschnitt wurde idealerweise mit konstantem Querschnitt ausgeführt.
- Der Messquerschnitt war maximal 10 mm breit.
- Es wurde nicht angestrebt, den Fließquerschnitt zu reduzieren (Übergang von rund auf eckig).
- Das Quarz-Sichtfenster wurde integriert (Dicke von 5 mm).
- Der Druck im Messquerschnitt betrug maximal 50 bar (Standardmäßig etwa 10 bar).

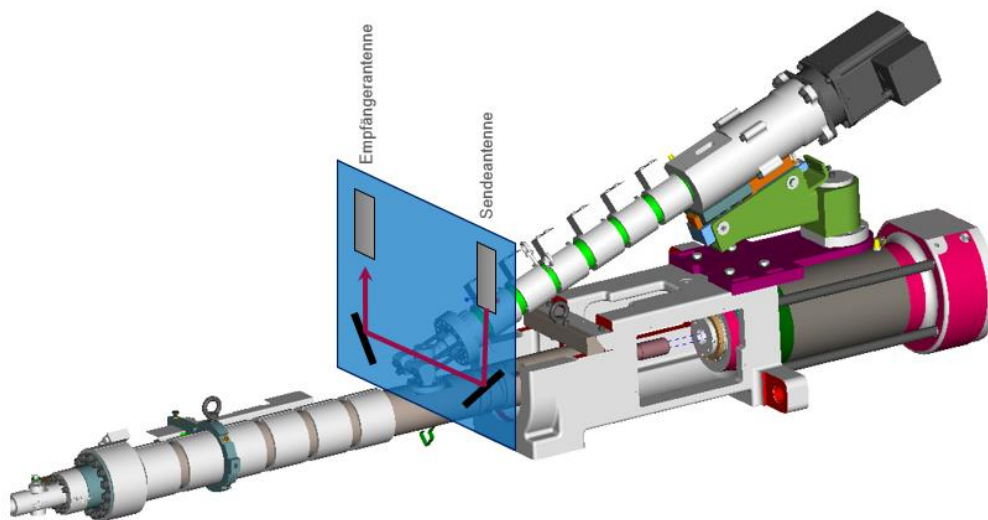


Abbildung 38. Anordnung THz-Messsystem an der Direktspritzgussmaschine

Zur Integration der THz-Antennen wurde ein 3-D Druckteil konstruiert und gefertigt welches die Prozessbedingungen erfüllt, in den Bauraum integriert werden kann, die Kriterien der THz-Messung erfüllt und die Quarzfenster aufnehmen und abdichten kann.



Maßnahmen zur Umsetzung:

- Fertigung eines Adapters mit Quarzfenster
- Umbau des Extruders
- mechanische Einbindung der Messelektronik

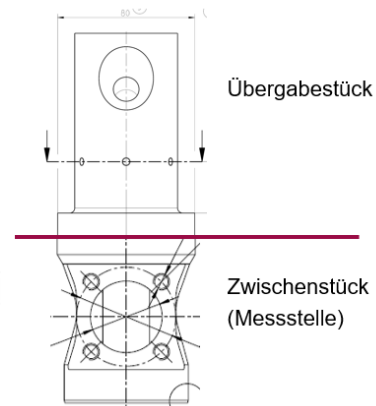
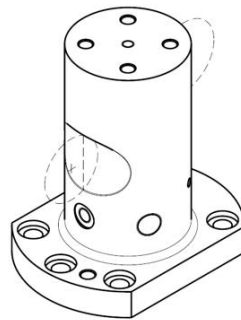


Abbildung 39. Position der Messstelle

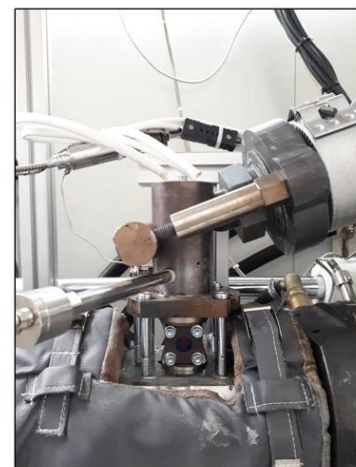
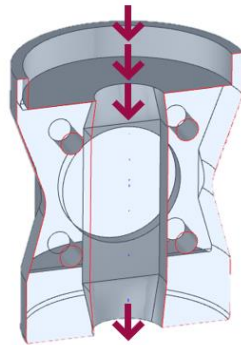
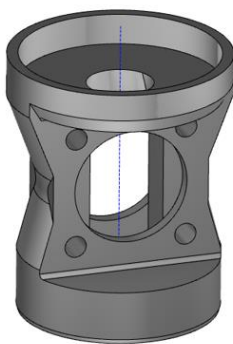


Abbildung 40. 3-D Druckteil zur Aufnahme der Quarzglasfenster



Abbildung 41. Einbauzustand der THz-Messung

Im Anschluss wurde zusammen mit der Fa. Hübner Photonics die THz-Antennen eingerichtet und zwei entsprechende Messkampagnen durchgeführt.

#### Versuchsumfang der Messkampagnen:

- Einzelkomponenten Vermessung (PP und SEBS)
- Mischungsverhältnisse aus PP und SEBS
- Mischungsverhältnisse mit Varianten im Kreideanteil (Natur)
- Mischungsverhältnisse mit Varianten im Masterbatchanteil (Schwarz)

#### Erkenntnisse der Messkampagnen:

- Der Messaufbau funktionierte im Labormaßstab, war jedoch nicht geeignet für eine Produktionsanlage.
- Die Komplexität war zu hoch.
- Die Robustheit des Systems war zu gering.
- Die Messungen waren sowohl im Extrusionsbetrieb als auch im Start-Stopp-Betrieb möglich.
- Alle Einstellungen konnten vermessen werden, einschließlich schwarz.
- Übergänge von Polymeren konnten erkannt werden.
- Kreide und Gleitmittel konnten erkannt werden.
- Die Anteile der Einzelkomponenten konnten nicht erkannt werden.
- Die Homogenität des Materialcompounds konnte nicht erkannt werden.

#### **Validierung des Direktspritzgusses nach allgemein gültigen Bestimmungen in der Medizintechnik**

Zur Validierung des Direktspritzgussprozess wurde auf Basis der dem Stand der Technik und den Ableitungen der ersten Maschinenfähigkeitsuntersuchung mit dem Prüfkörperwerkzeug eine zweite Validierung durchgeführt.

Hierbei kam das Demonstratorwerkzeug mit den Originalmaterialien des Spritzenstopfens zum Einsatz.

Zusammen mit dem Projektpartner B.Braun wurden ein DoE Plan erstellt, welcher die wichtigsten Parameter des Direktspritzgussprozess beinhaltet und somit eine Bewertung der Stabilität der Technologie unter Berücksichtigung der Worst Case Arbeitspunktenerlaubt.

DoE Plan								
			0; Center Point (must be exactly in the middle of +1 and -1)					
			Explanation of colours:					
			(+1); upper factor level					
			(-1); lower factor level					
Run	StdRfolge	Center point	Werkzeug Temp. [°C]	Melt Temp. [°C] (Zylinderzonen Extruder & SG-Einheit)	Durchsatz Extruder	Drehzahl Extruder	Nachdruck	No. Of shots
1	17	0	0	0	0	0	0	5
2	13	1	-1	-1	1	1	1	5
3	1	1	-1	-1	-1	-1	1	5
4	5	1	-1	-1	1	-1	-1	5
5	9	1	-1	-1	-1	1	-1	5
6	11	1	-1	1	-1	1	1	5
7	15	1	-1	1	1	1	-1	5
8	3	1	-1	1	-1	-1	-1	5
9	7	1	-1	1	1	-1	1	5
10	18	0	0	0	0	0	0	25
11	14	1	1	-1	1	1	-1	5
12	10	1	1	-1	-1	1	1	5
13	6	1	1	-1	1	-1	1	5
14	2	1	1	-1	-1	-1	-1	5
15	12	1	1	1	-1	1	-1	5
16	4	1	1	1	-1	-1	1	5
17	8	1	1	1	1	-1	-1	5
18	16	1	1	1	1	1	1	5
19	19	0	0	0	0	0	0	5

Abbildung 42. DoE Plan für zweiten Validierungslauf

Von den 19 geforderten Einstellungen konnten 18 mit dem Demonstratorwerkzeug abgefahren werden. Der „RUN 11“ war nicht realisierbar da die Bauteile mit dieser Einstellung nicht entformt werden konnten.

### 2.1.3.2 Umsetzung eines Demonstratorprozesses für das Direktspritzgießen (Var. B)

Im dritten Arbeitspaket wurden die Maschinenkomponenten der Baugröße Ø45 mm basierend auf der neuen Durchmesserplanung gemäß der erfolgten Auslegung und Optimierung konstruiert, gezeichnet und hergestellt. Dabei sind die ausgelegten Einschnckengeometrien zwar komplexer zu fertigen, als übliche Standardausführungen, besitzen aber noch einen durchaus vertretbaren Fertigungsaufwand. Aufgrund der Corona-Pandemie kam es bei diesem ersten Schritt im Arbeitspaket 3 zu merklichen Lieferverzögerungen. Um die hergestellten Maschinenkomponenten in eine Demonstratorprozesskette zu integrieren, stand im Versuchslabor der IfW eine Spritzgießmaschine vom Typ Arburg 520E zur Verfügung (Abbildung 43). Die bestehende Plastifiziereinheit dieser Maschine wurde durch die neuen Maschinenkomponenten ausgetauscht und konnte so als Demonstrator für die Untersuchungen im Arbeitspaket 3 und 4 verwendet werden. Die ursprüngliche Planung, ebenfalls Versuche an einer Spritzgießmaschine im Labor des Projektpartners B. Braun durchzuführen, wurde aufgrund der Einschränkungen im Zusammenhang mit der Corona-Pandemie verworfen. Sowohl das dritte als auch das vierte Arbeitspaket war dabei durch eine intensive Zusammenarbeit zwischen der IfW und der Pape GmbH geprägt. Da die neu entwickelten Maschinenkomponenten eigenständig (ohne Spritzgießmaschine) nicht funktionsfähig waren und diese Maschine in der Verantwortung der IfW stand, konnte der Demonstrator nicht allein durch die Pape GmbH betrieben werden. Daher wurden die konkreten Einstellungen der Maschine und die spätere Auswertung sämtlicher Proben durch Mitarbeiter der IfW durchgeführt und die wissenschaftliche Planung der einzusetzenden Schneckengeometrien und Betriebspunkte sowie die Versuchsbegleitung vor Ort durch die Pape GmbH übernommen. Aufgrund der Corona-Pandemie kam es während der Arbeiten an der Spritzgießmaschine ebenfalls zu deutlichen Verzögerungen, da der Laborbetrieb an

der Universität pandemiebedingt nur eingeschränkt möglich war. Das Projekt wurde daher kostenneutral um 6 Monate verlängert und die Arbeiten konnten dank der Verlängerung vollständig abgeschlossen werden.

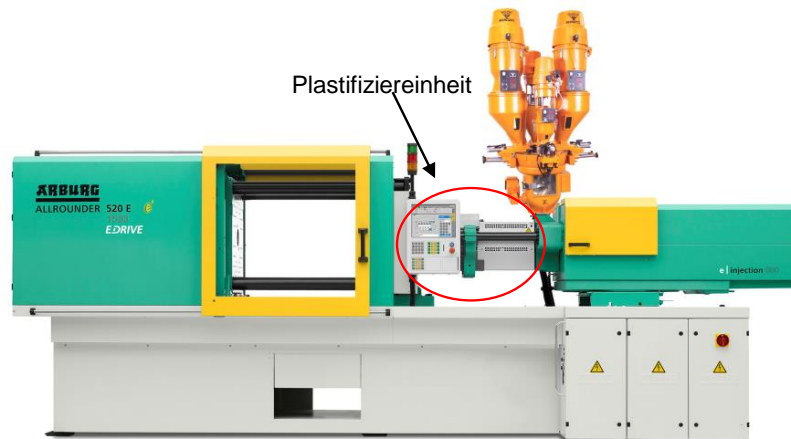


Abbildung 43. Für den Demonstratorprozess genutzte Spritzgießmaschine [10,11]

Um einen gewissen Teil der Lieferverzögerungen aufzufangen, wurden Teile aus der Versuchsplanung vorgezogen. Insbesondere sind dabei geeignete Kombinationen aus Grundschnucken und Segmenten nach verfahrenstechnischen Gesichtspunkten ausgewählt worden, um die Versuchsanzahl im Rahmen zu halten. In diesem Zusammenhang wurde hinsichtlich der erwarteten Leistungsfähigkeit in notwendige und optionale Kombinationen unterschieden, um die Gesamtanzahl flexibel an die Coronabedingte eingeschränkte Laborverfügbarkeit anzupassen.

Zunächst ist die grundsätzliche Funktionsfähigkeit des Demonstratorprozesses untersucht worden. Für den 45mm-Schnuckendurchmesser zeigten die Verbindungsgewinde der zweifachen Segmentierung eine ausreichende Festigkeit auch unter extremen Prozessbedingungen. Sämtliche Schnucken plastifizierten das Material vollständig, förderten Schmelze und lieferten einen ausreichenden Druckaufbau. Die Stabilität der Prozesse hinsichtlich eines konstanten Druck-Durchsatzverhaltens konnte für sämtliche Schnuckengeometrien als gut bewertet werden. Somit wurden die Anforderungen an Standardspritzgießschnucken erfüllt und die generelle Funktionsfähigkeit des Demonstratorprozesses in der segmentierten Baugröße  $\varnothing 45\text{mm}$  war vollumfänglich gegeben.

Nach den ersten Vorversuchen zeigten die im Arbeitspaket 1 entwickelten dimensionslosen Approximationsmodelle im Mittel eine für derartige Prozesse übliche Übereinstimmung des Druck-Durchsatzverhaltens. Um die Genauigkeit der Berechnungsmodelle weiter zu steigern, sind diese mit den Versuchsergebnissen genauer angepasst und die mittlere Abweichung im relevanten Prozessbereich auf ca. 35% der Ursprungsabweichung reduziert worden [8].

Parallel dazu wurde der Einfluss der Schnuckendrehzahl und des Staudrucks auf die Compoundier- und Homogenisierleistung der neuen Schnucken untersucht, um zu prüfen, ob die zuvor eingeplanten Betriebseinstellungen für die anstehenden Versuche beibehalten werden konnte [12]. Dabei belegten die ersten Ergebnisse neben dem Geometrieinfluss auf die Schmelzequalität eine Drehzahlabhängigkeit im erwarteten Rahmen und einen etwas höher als erwarteten Einfluss des Gegendrucks. Die zunächst als vollfaktorieller Versuchsplan angestrebte Variation aus drei Drehzahlen und drei Gegendrücken pro Schnucke konnte so für



viele Geometriekombinationen verringert und die Einstellungen der jeweiligen Parameter optimiert werden. Nur einzelne Schneckenengeometrien wurden weiterhin mit 9 Betriebspunkten getestet.

Die von der IfW zunächst geplante Calcit-Pulver-Zufuhr über ein separates Förderaggregat unter Druck musste aufgrund von Einschränkungen der verfügbaren Labormaschinen verworfen werden. Bei direkter Zufuhr über die Trichteröffnung der Spritzgießmaschine zusammen mit den übrigen Materialkomponenten war auch mit optimierter Maschineneinstellung – wie schon im Projektverbund vermutet – lediglich ein maximaler Calcit-Pulveranteil (MX 20 von sh minerals GmbH) von ca. 10% möglich. Daher wurden die Versuche zunächst mit einer Calcit-Komponente in Masterbatchform (Granic S12) durchgeführt (Abbildung 44). Diese neue Rezeptur bestand aus 56,1% SEBS (Tuftec H1221 von Asahi Kasei), 4,0% Polypropylen Random-Copolymer PP-R (Purell RP270G von LyondellBasell), 3% Farb-Masterbatch und 36,9% Granic S12 (Calcit-Masterbatch mit PP-Matrix). Zur Auswertung der neuen Direktverarbeitung (Var. B) wurde das Material zu Probeplatten verarbeitet. An der IfW war dafür ein entsprechendes Spritzgießwerkzeug verfügbar, für das dort bereits einschlägige Erfahrungen vorlagen. Später kam auch ein Testwerkzeug für den Spritzenstopfen zum Einsatz.



Abbildung 44. Dosieraggregat für die einzelnen Materialkomponenten (ohne direkte Pulverzufuhr)

Auf Seiten der IfW lag ein wesentlicher Teil der Arbeiten am Demonstratorprozess in der Erarbeitung geeigneter Bewertungskriterien zur Beurteilung der im Direktverfahren hergestellten Bauteile. Daher wurden während des dritten Arbeitspakets diverse Messverfahren zur Bewertung durch die IfW herangezogen. Einige davon stellten sich im Laufe der Versuche als zeitlich zu aufwändig und/oder zu wenig aussagekräftig bzw. hinsichtlich der Compoundierqualität schlecht interpretierbar heraus. Eine detailliertere Diskussion der durchgeführten Messungen ist in Kapitel 2.1.4 beschrieben. Eine erste Ausgangsbasis für Bewertungskriterien stellten dabei mechanische Referenzwerte dar, die zum Projektbeginn vom Projektpartner B. Braun als Spezialist der Medizintechnik für den Spitzenstopfen formuliert wurden. Demnach sollte die Compoundqualität zunächst mit der Einhaltung des Shore A-Härte-Referenzwertes 61 (+/-5), dem Druckverformungsrest und von Zugversuchen (Bruchdehnung, E-Modul und Bruchspannung) beurteilt werden.

Der geforderte Shore A-Härtebereich ist von allen neuen Schneckenengeometrien eingehalten worden. Erwartungsgemäß war dies jedoch nicht bei sämtlichen getesteten Betriebsparametern der Fall (>75% der Versuchspunkte wurden eingehalten). Trotz dieses durchaus positiven Ergebnisses war der Einfluss der Betriebsparameter Drehzahl und des Staudrucks auf die erzielte Shore A-Härte der hergestellten Probekörper verfahrenstechnisch uneinheitlich und schwer nachzuvollziehen. Abbildung 45 zeigt hier beispielhaft den stark

unterschiedlichen Einfluss der Betriebsparameter Drehzahl und Staudruck an zwei verschiedenen Schnecken geometrien. Verfahrenstechnisch wäre dagegen zu erwarten gewesen, dass sich die Betriebsparameter in einer deutlich ähnlicheren Weise auswirken würden. Da dieses Verhalten für viele neuen Geometrien beobachtet werden konnte, schien die Einhaltung des Shore A-Referenzwertes als Bewertungskriterium für die im Direktverfahren (Var. B) hergestellte Compoundqualität weniger gut geeignet zu sein.

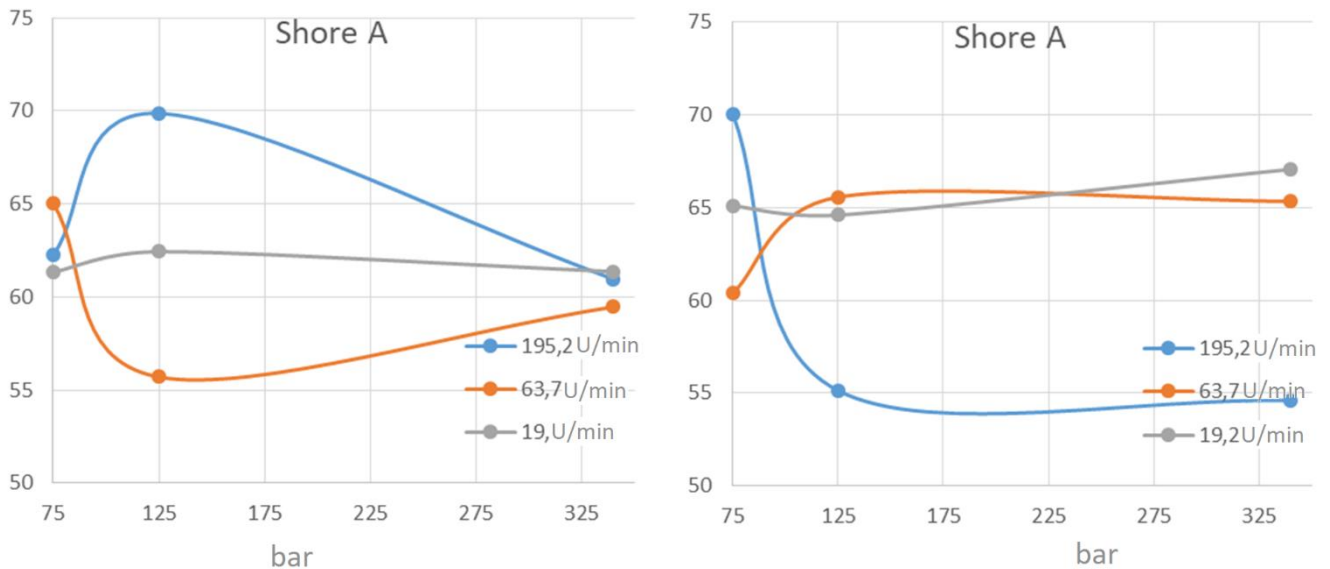


Abbildung 45. Gemittelte Shore A-Härte (mehrerer Proben bei gleichen Betriebsbedingungen) in Abhängigkeit vom Gegendruck für drei Drehzahlen (links: Geom. A35, rechts: Geom. B15)

Für den als Referenzwert vorgegeben Druckverformungsrest zeigte sich aufgrund des hohen messtechnischen Aufwands sehr schnell, dass eine vollständige Auswertung sämtlicher Geometrien und Betriebspunkte seitens der IfW viel zu zeitintensiv für die geplante Projektzeit wäre. Der Druckverformungsrest wurde daher als Bewertungskriterium der Compoundqualität verworfen.

Des Weiteren sind Zugversuche an den hergestellten Probekörpern durchgeführt worden. Die dabei gemessenen Bruchspannungen variierten für verschiedene Geometrien und Betriebsparameter im Rahmen der Erwartungen. Sie lagen im Bereich von 5,03 und 6,79 MPa. Darüber hinaus bezogen sich die zunächst vom Projektpartner B. Braun festgelegten Grenzwerte der Bruchspannung noch auf eine frühere Mischung, die zum Projektbeginn verworfen wurde. Da sich ebenfalls zeigte, dass diese Messungen sehr zeitaufwändig waren und verhältnismäßig wenig Aussagekraft zur Materialqualität beitrugen, wurden keine neuen Grenzwerte durch B. Braun vorgegeben und die Bruchspannung als Bewertungskriterium von der IfW nicht weiter berücksichtigt. Für den E-Modul des direktverarbeiteten Materials ist seitens B. Braun kein Referenzwert (auch nur zu Informationszwecken) vorgegeben worden. Bei den ausgewerteten Proben variierte der E-Modul für einige Geometrien und Betriebsparameter im Rahmen der Erwartungen. Jedoch zeigte sich auch hier, dass die Messungen sehr zeitaufwändig waren und verhältnismäßig wenig Aussagekraft zur Materialqualität beitrugen. Daher wurde der E-Modul von der IfW nicht weiter untersucht. Bei der Bruchdehnung belegten erste Messungen zwar, dass sämtliche Versuchspunkte den vom Projektpartner B. Braun zu reinen Informationszwecken vorgegebenen Referenzwert mit 425% überstiegen. Allerdings war fraglich, ob die Bruchdehnung als Bewertungsgrundlage der Compoundqualität tatsächlich geeignet war, da gerade sämtliche Proben den

Referenzwert so klar erfüllten. Auch die Bruchdehnung ist daher im Arbeitspaket 3 und 4 nicht weiter berücksichtigt worden. Insgesamt zeigte sich, dass sich die Einhaltung mechanischer Referenzwerte weniger gut als Bewertungskriterium für die Qualität der Direktverarbeitung eignete und eine andere Bewertungsgrundlage gefunden werden musste.

Für eine bessere Untersuchung des Geometrieinflusses auf die Zerteilung der Calcit-Agglomerate wurden daher weitergehende Versuche mit direkter Zugabe des Calcit-Pulvers durchgeführt, auch wenn dabei der Calcit-Anteil wie zuvor beschrieben durch den Versuchsaufbau bedingt auf 10% begrenzt war. Bei Verwendung von Masterbatch wäre andernfalls die zerteilende Wirkung bereits durch den vorgeschalteten Aufbereitungsprozess des Calcit-Masterbatches beeinflusst worden. Für eine verbesserte visuelle Auswertbarkeit blieb dabei auch das Farb-Masterbatch außer Betracht. Die weiteren Untersuchungen erfolgten demnach mit einer Rezeptur aus 75% SEBS (Tuftec H1221), 15% PP-R (Purell RP270G) und 10% direkt zugegebenem Calcit-Pulver (CALCIT MX 20 von sh minerals GmbH), bei der das Verhältnis aus PP-R- zu SEBS-Anteil identisch zur ursprünglichen Rezeptur blieb (Detaillierte Angaben in Kapitel 2.1.4).

Ein Grundgedanke neben der Auswertung des morphologischen Compoundaufbaus war dabei die detaillierte Untersuchung der Prozessstabilität anhand des Shore A-Werts. Dazu wurden mit den einzelnen Schneckengeometrien nacheinander je 50 oder mehr Proben bei identischen Betriebsbedingungen hergestellt, hinsichtlich der Shore A-Härte an mehreren Stellen vermessen und die Schuss-zu-Schuss-Schwankung der so ermittelten Shore A-Härte ausgewertet. Abbildung 50 zeigt exemplarisch den Vergleich zwischen den Werten bei Verarbeitung einer mittels Doppelschneckenextruder vorcompoundierten Materialmischung sowie den Schwankungen bei Direktverarbeitung der einzelnen Materialbestandteile durch eine neue Geometrie und die Standardspritzgießschnecke. Dieser Auswertungsmethode lag die Annahme zugrunde, dass eine gut homogenisierte Schmelze zu einer hohen Prozesskonstanz und somit zu geringen Shore A-Schwankungen führt. Die Konstanz der Shore-Härte sollte demnach als indirekte Kenngröße Rückschlüsse auf die Homogenität des Compounds ermöglichen. Vorversuche an einer Standardschnecke ohne besondere Direktverarbeitungseigenschaft, mit der sowohl die obige Rezeptur in ihren Einzelkomponenten als auch eine zuvor bereits auf einem Doppelschneckenextruder vorcompoundierte Materialmischung verarbeitet wurden, belegten gemäß Abbildung 50 diese Annahme geringerer Shore A-Schwankungen für die zuvor compoundierte Materialmischung. Die Shore A-Schwankung wurde daher breitflächig und zeitintensiv an nahezu allen neuen Schneckengeometrien ausgewertet. Die Messungen wiesen auch teils deutliche Schwankungsunterschiede auf. Allerdings decken sich die Ergebnisse nur wenig mit den verfahrenstechnischen Erfahrungen und Erwartungen an die einzelnen Geometrien. Noch deutlicher zeigen sich diese Widersprüche jedoch an im weiteren Projektverlauf durchgeführten Mikrotomographie-Untersuchungen ( $\mu$ -CT), die eine direkte Auswertung des morphologische Materialaufbaus und damit eine sehr zuverlässige Aussage über den Homogenisierungszustand einzelner Materialbestandteile zulassen.

Im Rahmen des Arbeitspakets 3 wurden mit der  $\mu$ -CT zwar nur die Materialproben einzelner Schneckengeometrien analysiert und erst im Arbeitspaket 4 breitflächiger ausgewertet. Dennoch standen diese ersten Ergebnisse teilweise deutlich im Widerspruch zu den ermittelten Shore A-Schwankungen. Darüber hinaus deckt sich die Konstanz der Materialhärte auch nicht mit der rein visuellen Auswertung der dispergierten Calcit-Partikel, durch bloße Inaugenscheinnahme der Proben. Daher schien die Shore A-Schwankung doch keine geeignete Bewertungsmethode für die Compoundqualität zu sein. Dafür waren mehrere Gründe denkbar. Zum



einen können Abweichungen der Shore-Härte durch nicht sehr genau arbeitende Dosieraggregate der einzelnen Komponentenanteile hervorgerufen werden. Vergleichsmessungen zwischen maschinell dosiert zugeführter Materialkomponenten und per Hand vorgemischter Zuführung zeigten beispielsweise eine um 37% geringere Schwankung für händisch vorgemischte Materialien. Darüber hinaus sind auch gewisse Einflüsse durch die Einspritzbedingungen denkbar, denn der Einspritz- und Haltedruck der Maschine hat ebenfalls Auswirkungen auf die Shore-Härte des gespritzten Bauteils. Die Shore A-Schwankungen ist aus diesen Gründen für die nachfolgenden Optimierungsschritte zum Arbeitspaket 4 nicht weiter berücksichtigt worden.

Da das dritte Arbeitspaket bereits weit vorangeschritten war, wurde ein pragmatisches Vorgehen notwendig und es rückte die einfach durchzuführende, visuelle Probenauswertung näher in den Fokus. Dabei sind mit den einzelnen Schnecken-Geometrien Prüfplatten hergestellt worden, die anschließend im Gegenlichtverfahren rein visuell hinsichtlich ihrer verbliebenen Calcit-Agglomeratgröße ausgewertet werden konnten. Dabei wurden nicht die absoluten Agglomeratgrößen zeitintensiv vermessen, sondern es wurde eine Rangfolge der Geometrien hinsichtlich der visuell bestimmten Mischungsgüte aufgestellt [13]. In diese Rangfolge flossen die bis dahin verfügbaren Ergebnisse der  $\mu$ -CT-Untersuchung an einigen wenigen Schnecken-Geometrien ein. Abbildung 46 zeigt beispielhaft die Prüfplatte der Schnecken-Geometrie D14 im Vergleich zur Standardschnecke bei Direktverarbeitung und mit vorcompoundiertem Material. Deutlich sind die dunklen Calcit-Agglomerate bei der Standardschnecke zu erkennen, die bei der Geometrie D14 dagegen kaum noch visuell zu erkennen sind.



Abbildung 46. Visuelle Probenanalyse der Calcit-Agglomerate, links: Vorcompoundiertes Material; Mitte: Direktverarbeitung mit Standardschnecke; rechts: Direktverarbeitung mit einer neuen Geometrie

Die Geometrien (Abbildung 47) A35, B31, B54 und D14 lagen dabei im oberen Bereich der so aufgestellten Rangfolge. Während der Auslegung der jeweiligen Geometriesegmente im Arbeitspaket 2 wurden individuell bestimmte Prozessabläufe stärker betont oder weitestgehend unterdrückt. Aus der aufgestellten Rangfolge wirkungsvoller Schnecken-Geometrien konnte so auf besonders wirkungsvolle und weniger wirkungsvolle Prozessabläufe geschlossen werden. Diese Informationen wurden dann für die zielgerichtete Optimierung der Geometrien im Arbeitspaket 4 genutzt.

#### 2.1.4 Prozessoptimierung der Direktspritzgießverfahren

Die Direktspritzguss Variante B verfügt über ein funktionierendes Demonstrationsverfahren mit einer speziell für den Direktspritzguss auf einer konventionellen Spritzgießmaschine ausgelegten Schnecke. Der Direktspritzgießprozess wurde durch Ermittlung des Einflusses der Verarbeitungsparameter auf die

Materialeigenschaften analysiert. Die ursprüngliche Materialrezeptur enthielt in bestimmten Anteilen SEBS, PP, Calcitpulver, Ruß, PP-Masterbatch und Gleitmittel. Das Direktspritzgießen wurde auf einer konventionellen Spritzgießmaschine (Arburg Allrounder 520 E) durchgeführt und mit den Ergebnissen aus compoundingierten Material von herkömmlichen Doppelschneckenextrudern (Leistritz ZSE 18 HP) verglichen. Bei den direkt gespritzten Teilen handelte es sich um plattenförmige Probekörper mit Abmessungen von 155 mm Breite, 180 mm Länge und 4 mm Höhe. Sie wurden für alle Materialtests verwendet. In iterativen Zyklen erfolgte die Optimierung der Maschinenteknik durch praktische Erprobung verschiedener Schneckenkonfigurationen. Die Durchführung einer Optimierung der Prozessparameter erfolgte auf der Grundlage einer statistischen Versuchsplanung. Die Optimierung des Direktspritzgussprozesses erfolgte in vier Iterationen, die Übersicht ist in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2. Übersicht über die Optimierung des Direktspritzgießprozesses

Iteration	Aktivitäten	Ergebnisse
I. Iteration	* Direktes Spritzgießen mit einer herkömmlichen Spritzgießmaschine	* Erwerb von Kenntnissen über den Einfluss von Prozessparametern auf die Materialeigenschaften
	* Calcitpulver (Originalrezeptur) ersetzt durch Calcit-Masterbatch in PP	* Gewinnen von Erfahrungen im Direktspritzgießen
	* Testmatrix I	* Optimierung von Prüfparametern, Rezeptur und Prüfverfahren
	* Prüfung und Analyse	
II. Iteration	* Optimierung der Versuchsparameter	* Kenntnis von Materialmischungen und -anteilen
	* Einbringen der ersten Spezialschnecken mit Mischelementen	
	* Testmatrix II	
	* Einführung des Batch-Mischers und des Dosiersystems	* Erwerb von Kenntnissen über den Einfluss von Prozessparametern auf die Materialeigenschaften
	* Verfolgung der Prozessparameter	
	* Ermittlung relevanter Prüfmethoden	* Erweiterung von Erfahrungen im Direktspritzgießen
	* Entwicklung der Mischgütebewertung	
	* Erste Versuche mit Calcitpulver	* Erfahrung in der Herstellung von Spritzenstopfen
III. Iteration	* Erste Versuche zur Herstellung von Spritzenstopfen	* Optimierung von Prüfparametern, Rezeptur und Prüfverfahren
	* Prüfung und Analyse	
	* Testmatrix III	* Bewertung der Mischqualität der einzelnen Schneckenkonfigurationen
	* Prüfung aller relevanten Schneckenkonfigurationen	
	* Versuche mit Pulver	
IV. Iteration	* Untersuchungen zur Bewertung der Mischqualität	* Erwerb von Kenntnissen über die Bewertung der Mischqualität
	* Herstellung von Spritzenstopfen auf Basis der DoE	
	* Einsatz von optimierten Spezialschnecken	* Bewertung der Mischqualität der einzelnen Schneckenkonfigurationen
	* Zusätzliche Prüfung der Mischqualität	

## I Iteration

Das Ziel der Iteration war es, Versuche im Direktspritzguss durchzuführen und den Einfluss der wichtigsten Verarbeitungsparameter auf die Materialeigenschaften zu bewerten. In der ersten Iteration wurden Untersuchungen mit der Standardspritzgießmaschine Allrounder 520 E von „ARBURG GmbH + Co KG“ durchgeführt. Aufgrund der Erkenntnisse über die Schwierigkeiten bei der Aufbereitung von Calcitpulver in der KraussMaffei-Direktspritzgießmaschine wurde das Pulver auf einem Zweischnellenextruder mit PP vorgemischt und zu einer Masterbatch-Mischung granuliert. Das Mischungsverhältnis betrug 60 Gew.-% Calcitpulver und 40 Gew.-% PP. Anschließend wurden alle Komponenten, einschließlich SEBS, PP, Carbon Black Masterbatch und neu hergestelltem Calcit Masterbatch, händisch gemischt und in den Einfülltrichter der Spritzgießmaschine gegeben. Es wurden Plattenproben mit den Abmessungen 155 mm Breite, 180 mm Länge und 4 mm Höhe hergestellt. Mit den Stanzteilen wurden Proben für Zugversuche mit der Form 5A (gemäß Prüfnorm ISO 527) und runde Proben mit einem Durchmesser von 30 mm für Härteprüfungen nach Shore A vorbereitet. Folgende Parameter der Spritzgießmaschine wurden variiert: Zylindertemperatur, Nachdruck, Staudruck, Einspritzgeschwindigkeit und Umfangsgeschwindigkeit. Die Prüfmatrix ist in Tabelle 3 dargestellt. Anschließend wurden die Proben einer Zugprüfung, einer Shore-A-Härteprüfung und einer Mikrotomographie unterzogen.

**Tabelle 3 Die erste Iteration der Testmatrix für das Direktspritzgießen. (Zur besseren Übersicht sind die Parameter, die sich vom Rest der Spalte unterscheiden, hervorgehoben).**

Identifikationsnummer	Temperatur, °C	Nachdruck, bar	Staudruck, bar	Einspritzstrom, cm <sup>3</sup> /s	Umfangsgeschwindigkeit, mm/s
16	205-205-200-200-195-195-50	700	125	65	167
17	225-225-220-220-215-215-50	250	125	65	167
19		700	25	65	167
20		700	125	35	167
29		700	125	65	167
10		700	125	65	333
11		700	125	65	667
22		700	125	100	167
20		700	400	65	167
30	235-235-230-230-225-225-50	700	125	65	167

Der Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die mechanischen Eigenschaften der Mischungen ist in Tabelle 4 zusammengefasst. Zur einfacheren Bewertung des Einflusses der Prozessparameter auf die Materialeigenschaften werden die absoluten Werte als Prozentsatz ausgedrückt, wobei 100 % der Referenzwert ist und alle anderen Werte die Abweichung vom Referenzwert angeben. Als Referenzwerte dienten Standard-Spritzgussparameter, bei denen der Verarbeitungsprozess stabil war und die erhaltenen Proben qualitativ hochwertig waren und keine großen sichtbaren Mängel aufwiesen. Daher wurden diese Parameter als Referenzwert genommen. In der untersten Zeile der Tabelle 4 ist der durchschnittliche Einfluss der einzelnen Prozessparameter auf alle Eigenschaften angegeben. Der größte Einfluss hatte Temperatur und Umfangsgeschwindigkeit. Die anderen hatten einen geringeren Einfluss und lagen wahrscheinlich im Bereich der Standardabweichung. Nachdruck und Einspritzstrom wurden wegen ihres geringen Einflusses auf die Materialeigenschaften für weitere Untersuchungen ausgeschlossen. Der Staudruck wurde wegen seines

potenziell großen Einflusses auf die Pulverfüllstoffverteilung für weitere Tests beibehalten.

Tabelle 4. Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die mechanischen Eigenschaften der Mischungen

	Temperatur, °C			Nachdruck, bar		Staudruck, bar			Einspritzstrom, cm <sup>3</sup> /s			Umfangsgeschwindigkeit, mm/min		
	205	225	235	250	700	25	125	400	35	65	100	167	333	667
Shore A	103%		99%	98%		98%		98%	98%		97%		93%	95%
Elastizitätsmodul	131%	100%	97%	92%	100%	94%	100%	98%	98%	100%	99%	100%	92%	101%
Zugfestigkeit	98%		103%	97%		96%		110%	110%		91%		77%	80%
Bruchdehnung	89%		107%	104%		102%		99%	99%		95%		56%	42%
Mittlere Abweichung von der Referenzprobe	7%			4%		3%			4%			9%		

## II Iteration

Das Ziel der II. Iteration war es, Versuche im Direktspritzguss mit speziellen Mischschnecken durchzuführen und einen Weg zu finden, wie die Mischqualität bewertet werden konnte. Ausgangspunkt der zweiten Iteration war die Ausstattung der Universität mit den speziellen Mischschnecken des Projektpartners Pape Kunststofftechnik. Es handelte sich um vier Grundschncken mit vier austauschbaren Mischsegmenten. Sie haben einen Durchmesser von 45 mm und einen Einzugsbereich wie eine Standardschnecke, es folgt dann eine Barrierschneckenzone. Die restliche Länge der Schnecke wird von auswechselbaren Mischsegmenten eingenommen. Abbildung 2 zeigt den schematischen Aufbau von Mischsegmenten und Grundschncken mit einem Beispielsatz. Dort wird auch das Beschriftungsprinzip erläutert. Zusammenfassend lässt sich sagen: Mit vier Grundschncken und vier Mischsegmenten sind vierundzwanzig relevante Konfigurationen möglich.

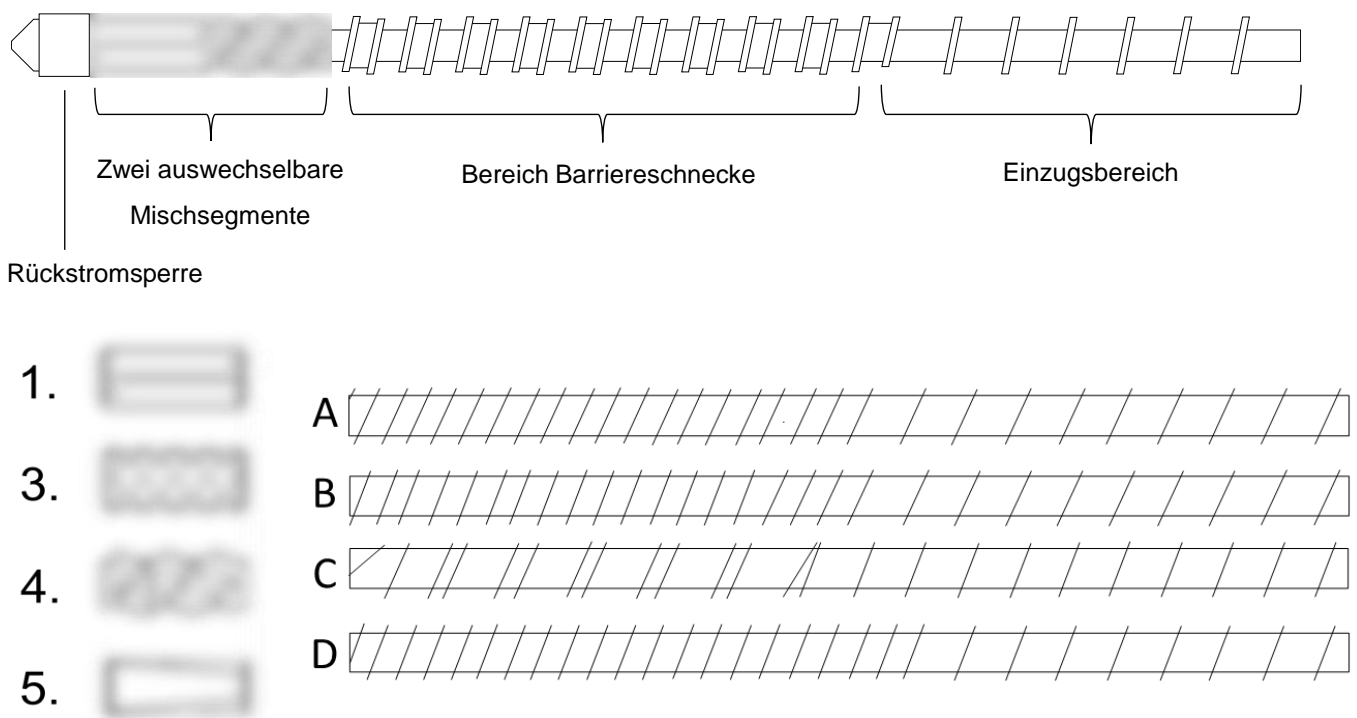


Abbildung 47. Schematischer Aufbau von Mischschnecken. Der komplette Satz oben im Bild wird als D14-Konfiguration bezeichnet

Nach der Ergebnisanalyse in der ersten Iteration wurde in der zweiten Iteration die Anzahl der variablen Parameter von fünf auf drei reduziert, da der Rest als irrelevant eingestuft wurde (Nachdruck und Einspritzgeschwindigkeit). Der Staudruck hatte ebenfalls nur einen geringen Einfluss auf die endgültigen mechanischen Eigenschaften, wurde aber dennoch beibehalten, da er einen großen Einfluss auf die Verteilung des anorganischen Pulverfüllstoffs hatte [14-16]. Als Ergebnis wurde eine verbesserte Testmatrix mit nur drei variablen Testparametern und verschiedenen Schneckenkonfigurationen in der zweiten Iteration eingeführt (Tabelle 5). Variiert wurden: Umfangsgeschwindigkeit - 50, 150, 460 mm/s; Staudruck - 75, 125, 340 bar; Zylindertemperatur (vom Einzug zur Düse) - Profil 1: 50-190-190-195-195-200-200-200-200; Profil 2: 50-210-210-215-215-220-220-220; Profil 3: 50-240-240-250-250-255-260-260. Alle Versuche wurden mit demselben Nachdruck von 250 bar und demselben Einspritzstrom von 125 cm<sup>3</sup>/s durchgeführt. Diesmal wurde Calcit als fertiges, handelsübliches Masterbatch auf PP-Basis "Granic S12" von der GCR Group mit einem Calcitgehalt von 82 Gew.-% verwendet. Zusätzlich wurde die Spritzgießmaschine mit der Materialdosierung und einem Chargenmischsystem von "Werner Koch Maschinentechnik GmbH " ausgestattet, das einen stabilen und gleichmäßigen Fluss der Granulatvormischung mit der einfachen Möglichkeit, die Rezeptur zu variieren, gewährleistet (Abbildung 43 und Abbildung 44). Das System arbeitet nach dem volumetrischen Dosierprinzip und verfügt über 4 Steckplätze, einschließlich der Möglichkeit, pulverförmige Materialien zuzuführen, die in der nächsten Iteration verwendet wurden. Um das Dosiersystem an der Maschine montieren zu können, wurde ein spezieller Adapter entworfen und gebaut. Um so viele Prozessdaten wie möglich zu erhalten, wurde eine automatisierte Überwachung und Verfolgung der Ist-Werte der Prozessparameter eingesetzt. Diese Daten sollten bei den nächsten Iterationen zur Optimierung verwendet werden. Zugversuche schienen zu zeitaufwendig zu sein, weshalb sie ausgeschlossen wurden und es wurden schnelleren Methoden wie Shore-A-Härtetests der Vorzug gegeben.

Tabelle 5. Zweite Iteration der Prüfmatrix der auf Allrounder 520 E mit unterschiedlichen Schneckenkonfigurationen hergestellten Mischungen ■ – Rezeptur mit Ruß, ■ – Rezeptur ohne Ruß

Konfigura- tion der Schnecke	Umfangs- geschwindigkeit, mm/s	Verarbeitungs-temperatur, °C																	
		200						220						260					
		Staudruck, bar						Staudruck, bar						Staudruck, bar					
		75		125		340		75		125		340		75		125		340	
00	50																		
	150			Meco_030*															
	460			Meco_030															
00	50	10	10*	11	11*	12		1	1*	2	2*	3	3	91	91*	92	92	93	93
	150	13	13*	14*	14*	15	15*	4	4*	5*	5*	6	6*	94	94	95	95*	96	96*
	460	16	16*	17	17*	18	18*	7	7*	8	8*	9	9*	97	97*	98	98	99	99*
A14	50	64		65		66													
	150	67		68		69													
	460	70		71		72													
A15	50	73		74		75													
	150	76		77*		78													
	460	79		80		81													
A31	50	28		29		30		19*		20		21							
	150	31		32		33		22*		23*		24							
	460	34		35		36		25*		26*		27							
A34	50	46		47		48													
	150	49		50*		51													
	460	52		53		54													
A35	50	55		56		57													
	150	58		59*		60													
	460	61		62		63													
A54	50	82	82*	83	83*	84	84*												
	150	85	85*	86*	86*	87	87*												
	460	88	88*	89	89*	90	90*												
B31	50	37	37*	38	38*	39	39*								109*		110*		111
	150	40	40*	41	41*	42	42*								112*		113*		114*
	460	43	43*	44	44*	45	45*					154			115*		116*		117*
C31	50		127*		128*														
	150		130		131*												122		
	460		133*		134*														
D31	50		136*		137														
	150		139*		140*														
	460		142*																
D54	50																		
	150				149														
	460																		

In Tabelle 6 sind die Shore-A-Härtewerte in Abhängigkeit von den Verarbeitungsparametern und verschiedenen Schneckenkonfigurationen dargestellt. Es scheint, dass es keine offensichtlichen Unterschiede in Abhängigkeit von den Prozessparametern und Schneckenkonfigurationen gibt. Dennoch ist es nach diesen Informationen schwierig, vernünftige Schlussfolgerungen über die Mischqualität einer bestimmten Schneckenkonfiguration oder eines bestimmten Prozessparameters zu ziehen.

Tabelle 6. Abweichung vom Mittelwert der Shore-A-Härtewerte in Abhängigkeit von den Verarbeitungsparametern und verschiedenen Schneckenkonfigurationen

Temperatur, °C				Staudruck, bar				Umfangsgeschwindigkeit, mm/s				Schneckenkonfiguration	
	200	220	260		75	125	340		50	150	460		
00	4%	5%	5%	00	4%	5%	4%	00	7%	4%	3%	00	4%
A14	5%			A14	4%	8%	3%	A14	5%	6%	3%	A14	5%
A15	7%			A15	6%	6%	9%	A15	5%	4%	12%	A15	7%
A31	7%	4%		A31	7%	5%	5%	A31	5%	5%	7%	A31	6%
A34	3%			A34	3%	4%	4%	A34	5%	2%	4%	A34	3%
A35	4%			A35	2%	8%	3%	A35	1%	7%	5%	A35	4%
A54	5%			A54	6%	4%	5%	A54	6%	5%	4%	A54	5%
B31	4%	0%	5%	B31	5%	3%	4%	B31	4%	3%	5%	B31	4%
C31	9%			C31	9%	8%		C31	11%	13%	2%	C31	9%
D31	3%			D31	2%	3%		D31	3%	2%	4%	D31	3%

Die Verwendung von reinem Calcitpulver für die Compoundierung sollte eine visuelle Abschätzung ermöglichen, um frühere Ergebnisse zu interpretieren und eine schnellere Optimierung der Prozessparameter "inline" zu ermöglichen. Die ersten Versuche mit der Schneckenkonfiguration A54, einem Staudruck von 125 bar, einer Umfangsgeschwindigkeit von 460 mm/s und einem Temperaturprofil von 50-210-210-215-215-220-220-220 (Einlauf in die Düse) wurden mit einem Spritzenstopfenwerkzeug von KraussMaffei durchgeführt. Aufgrund der hohen Pulverkonzentration (fast 30 Gew.-%) klebte das Pulver an den Trichterwänden im Mischer und an den Wänden des Kanals direkt vor der Plastifiziereinheit. Das größte Problem war jedoch die schlechte Verteilung des Calcits in der Polymermatrix. Das Pulver bildete große Agglomerate, die oft den Einspritzkanal verstopften und die Herstellung der Spritzenstopfen unmöglich machten (Abbildung 48).

#### a. Calcit klebt an den Wänden der Geräte



#### b. Calcit ist nicht in der Matrix verteilt



#### c. Einspritzkanal mit Agglomerat verstopft









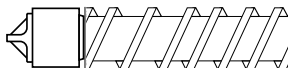
Abbildung 48. Schwierigkeiten bei der direkten Aufbereitung von Calcitpulver



### III Iteration

Nach der Analyse der Ergebnisse, die durch die Verwendung der Testmatrix in der zweiten Iteration erzielt wurde (Tabelle 5), wurde deutlich, dass der gewählte Ansatz zur Bewertung der Mischqualität zu ehrgeizig war und man, die gesetzten Ziele nicht erreichen konnte. Bei so vielen Schneckenkonfigurationen und so vielen variierenden Prozessparametern würde es zu viel Zeit in Anspruch nehmen und es gäbe zu viel Raum für Fehler, weshalb die Testmatrix ein drittes Mal geändert wurde (Tabelle 7). Der Plan war nun, alle relevanten Schneckenkonfigurationen zu testen, nämlich 24 plus die Standardschnecke der Allrounder 520 E.

Tabelle 7. Die dritte Iteration der Testmatrix

		A	B	C	D
14		A14	B14	C14	D14
15		A15	B15	C15	D15
31		A31	B31	C31	D31
34		A34	B34	C34	D34
35		A35	B35	C35	D35
54		A54	B54	C54	D54
00	Original Schnecke				

Um die Einschätzung der Mischqualität zu optimieren, wurde auch die Rezeptur geändert. Es wurden nur noch Basispolymere, SEBS, PP und Calcitpulver verwendet. Um die Verarbeitung mit Pulver zu erleichtern, wurde die Konzentration von 30 auf 10 Gew.-% reduziert. Die Bedeutung des Staudrucks für die Verteilung des Pulverfüllstoffs wurde experimentell nachgewiesen. Abbildung 49 zeigt, wie bei einem anfänglichen Staudruck von 75 bar das Material nicht mehr transparent ist und eine milchige Calciumkarbonatfarbe aufweist (die PP- und SEBS-Mischung ist klar), obwohl die Pulveragglomerate ebenfalls sichtbar sind. Der Staudruck wurde halbiert (33 bar) und verdoppelt (150 bar). Das mit noch geringerem Staudruck (33 bar) erhaltene Material weist noch größere Agglomerate auf, wobei die Veränderung ihrer Anzahl visuell schwer zu beurteilen ist. Bei höherem Staudruck (150 bar) nimmt die Anzahl der Agglomerate jedoch deutlich ab. Da der Staudruck die Rückwärtsbewegung der Schnecke verlangsamt, verlängert sich auch die Dosierzeit, so dass der Staudruck nicht unendlich erhöht werden kann. Außerdem wurde beobachtet, dass sich die Schnecke bei hohen Werten des Staudrucks (sowie bei einer bestimmten Schneckendrehzahl und Materialviskosität) nicht mehr rückwärts bewegt und das Material überhaupt nicht mehr dosiert wird. Unter Berücksichtigung dieses Phänomens und der maximal zulässigen Dosierzeit wurde

ein optimaler Staudruck von 310 bar gefunden. In Abbildung 49a ist zu sehen, dass bei diesem Staudruck praktisch keine Agglomerate mehr zu sehen sind und sich die Farbe des gesamten Materials verändert hat, was auf eine bessere Dispersion des Calcitpulvers hinweist. Die Aufnahmen wurden mit der Fotokamera Nikon 1 J2 mit einem NIKKOR VR 10-30mm f/3.5-5.6 Objektiv gemacht. Runde, aus Platten gestanzte Proben mit einem Durchmesser von 30 mm wurden auf einen Kasten aus undurchsichtigem Material mit rundem Schnitt gelegt und mit einer 40-Lumen-Leuchtdiode ausgestattet, um Bilder der Proben im Durchlicht zu machen. Folgendes Temperaturprofil für die Heizzonen wurde verwendet: (Einzug) 50 - 260 - 260 - 255 - 245 - 225 - 215 - 205 - 200 °C (Düse). Daher wurde für eine bessere Mischqualität ein invertiertes Temperaturprofil gewählt. Ein Beispiel für einen deutlichen Unterschied in der Pulververteilung ist in Abbildung 49b dargestellt. Ein klassisches, allmählich ansteigendes Temperaturprofil führt zu einer geringeren Calcit-Verteilung. Es wurde ein Wert für die Umfangsgeschwindigkeit von 175 mm/s verwendet.

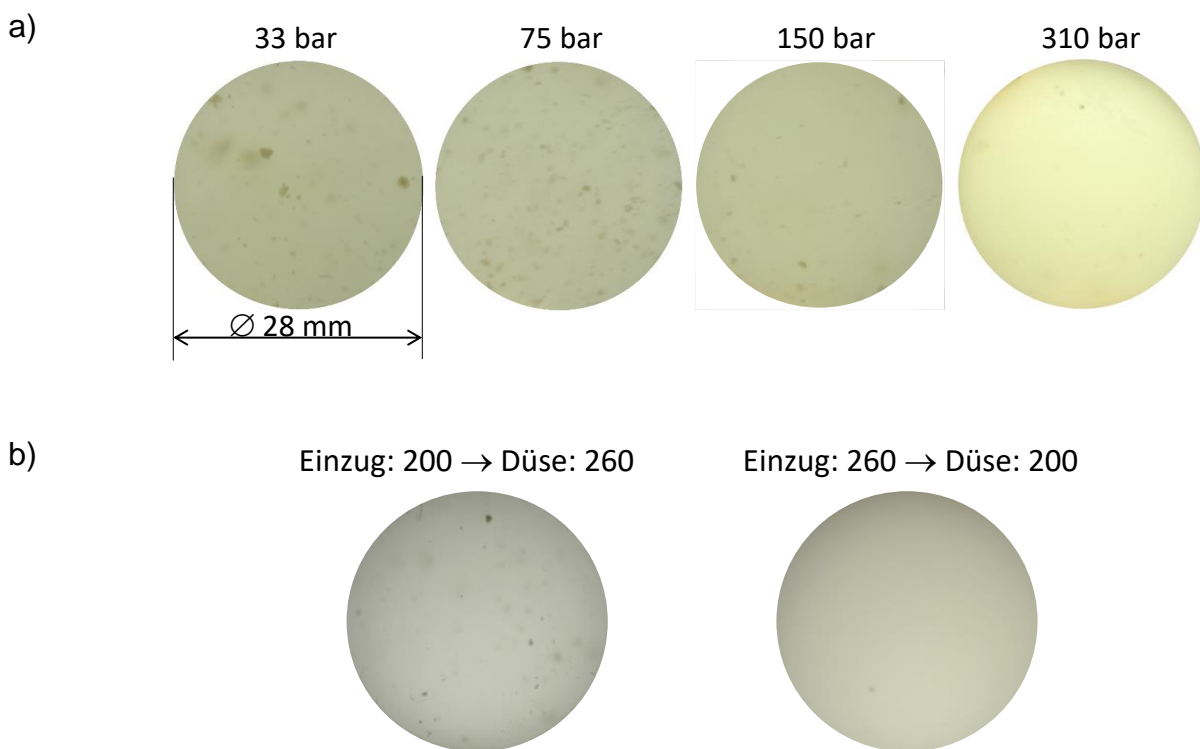


Abbildung 49. Verteilung des Kalziumkarbonatpulvers in Abhängigkeit vom Staudruck und Temperaturprofil

Um die Qualität der Mischung besser beurteilen zu können, wurden Untersuchungen mit einer höher auflösenden Methode - der Mikrotomografie ( $\mu$ CT) - durchgeführt. Die Mikro-Computertomographie ist ein 3D-Bildgebungsverfahren, das Röntgenstrahlen nutzt, um in das Innere eines Objekts zu sehen. Sie liefert volumetrische Informationen über die Mikrostruktur, und zwar zerstörungsfrei. Die Mikrotomografie ermöglicht somit einen analytischen Blick auf die Dispersion und Verteilung von Kalziumkarbonat in der Polymermatrix. Die Mischungsqualität wurde anhand des mittleren Durchmessers der Partikel beurteilt. Je kleiner die Partikel sind, desto besser ist die Durchmischung, wobei die maximale Größe der einzelnen Partikel eine bestimmte Grenze nicht überschreiten sollte. Der Hersteller von Calcit gibt im Materialdatenblatt an, dass mehr als 99 % der Partikel kleiner als 15 Mikrometer im Durchmesser sind. Mit Hilfe der Software Aviso 9.4.2 für die tomographische 3D-Bildanalyse es ist möglich, das Volumen der Partikel zu messen und den äquivalenten Durchmesser zu berechnen. Als beschreibender Wert für die Mischqualität galt dann der prozentuale Anteil der Partikel mit einem

Durchmesser von weniger als 15 Mikrometern am Gesamtvolumen. Je größer dieser Anteil war, desto besser war der Calcit in der Matrix verteilt und desto besser war die Durchmischung. Die Partikel, die eine Größe von mehr als 15 Mikron hatten, waren mit hoher Wahrscheinlichkeit agglomeriert. In Tabelle 7 sind die  $\mu$ CT-Ergebnisse für die meisten Schneckenkonfigurationen von der Testmatrix aus Tabelle 6 zusammengestellt. Nahezu alle gemessenen Konfigurationen wiesen, verglichen mit der Originalschnecke, einen signifikant höheren Anteil an Partikeln auf, die kleiner als 15 Mikrometer waren. Bei Mischungen, die mit einem Doppelschneckenextruder hergestellt wurden, erreicht dieser Parameter 100 %.

**Tabelle 8. Gesamtvolumen der Partikel mit einem Durchmesser von weniger als 15 Mikrometern für verschiedene Schneckenkonfigurationen**

	A	B	C	D
14	74%			
15	92%	54%		
31	49%	31%	15%	53%
34	87%	66%		
35	94%	66%		
54	58%	65%	62%	54%

99% Vorextrudiert
  36% Originale Schnecke

Die in Tabelle 6 dargestellte hohe Streuung der Shore-A-Härte führte zu der Annahme, dass solche Schwankungen durch eine schlechte Mischqualität verursacht werden könnten. Da PP und SEBS unterschiedliche Härten haben, sollte auch die Härte der Mischung variieren, je nachdem, welche Komponente an einer bestimmten Stelle vorherrscht. Eine qualitativ hochwertige/gleichmäßige Mischung sollte eine minimale Streuung der Shore-A-Werte aufweisen und nicht von Probe zu Probe schwanken. Die Idee des Experiments war es, die Anzahl der Proben zu erhöhen, um einen dauerhaften Prozess für die Spritzgießmaschine zu schaffen, der mehrere Zyklen durchläuft. Die Proben wurden in der gleichen Reihenfolge geprüft, in der sie hergestellt wurden. Abbildung 5 zeigt die Veränderung der Shore-A-Härte für vorextrudierte (Referenzmaterial) und direkt spritzgegossene Materialien (Spezialschnecke mit Konfiguration D35 und Originalschnecke von Spritzgussmaschine) während des Prozesses. Die Streuung wurde als Prozentsatz der Standardabweichung vom Mittelwert der Reihe (Variationskoeffizient) berechnet. Es zeigt sich, dass die Härtewerte für das extrudierte Material über die 50 Spritzgießzyklen praktisch konstant sind, während sie im Falle des Direktspritzgießens deutlich schwanken. Die Werte für die Streuung sind in Tabelle 8 dargestellt. Wie erwartet, weist das extrudierte (standardmäßig compoundingierte) Material die niedrigsten Streuwerte auf, und der größte Teil der speziellen Schneckenkonfigurationen hat niedrigere Streuwerte als die Originalschnecke. Dennoch zeigen einige wenige Konfigurationen deutlich höhere Streuungen und was noch wichtiger ist, es gibt keine Korrelation zwischen der Streuung des Shore-A-Werts und den  $\mu$ CT-Untersuchungen.

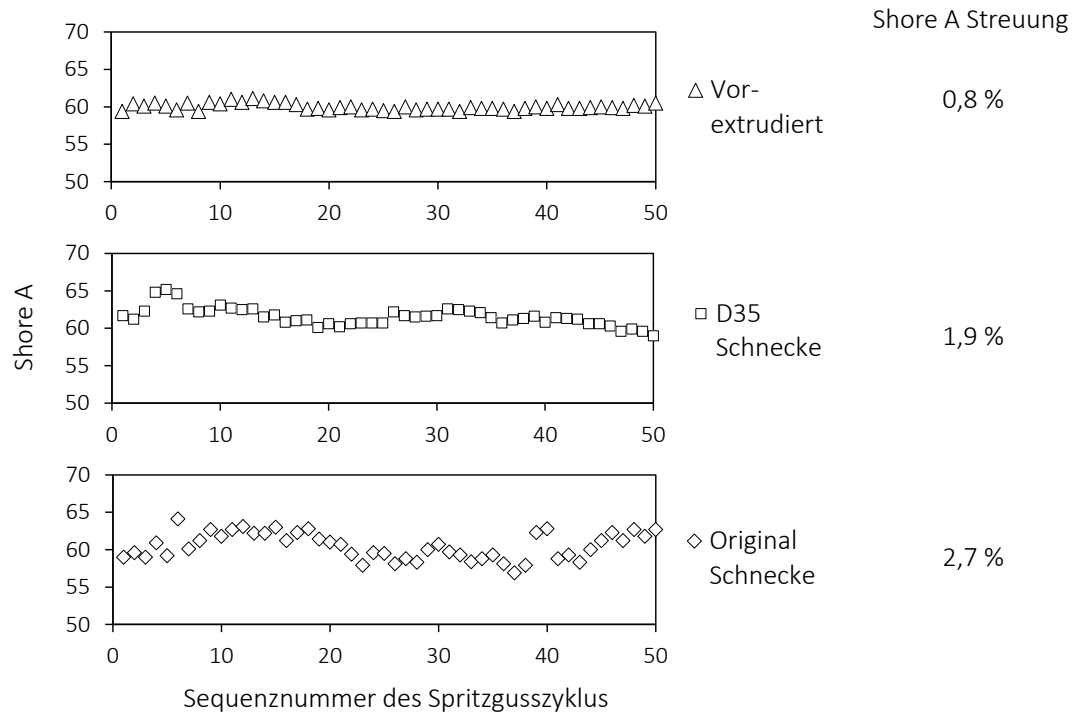


Abbildung 50. Shore-A-Werte der einzelnen Proben während 50 Spritzgießzyklen für extrudiertes Material und direkt spritzgegossenes Material mit Schneckenkonfiguration D35 und Originalschnecke von Spritzgussmaschine

Tabelle 9. Streuung der Shore-A-Härtewerte für jede Schneckenkonfiguration

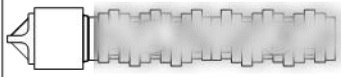


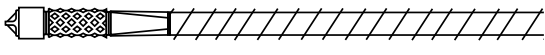
	A	B	C	D
14	3.1%	2.4%	1.8%	2.6%
15	6.2%	3.6%	5.2%	2.9%
31	2.5%	2.9%	2.1%	3.4%
34	2.3%	1.7%	4.7%	2.5%
35	2.5%	2.2%	2.3%	1.9%
54	1.4%	1.2%	2.4%	2.9%

0.5% Vorextrudiert  
2.7% Originale Schnecke (Arburg)

#### IV Iteration

Kurz vor Projektende wurden zwei weitere Grundschnecken und zwei Mischsegmente für den Allrounder 520 E beschafft. Bei den beiden zusätzlichen Mischsegmenten handelt es sich um Knetelemente. Die Grundschnecke F unterscheidet sich von den anderen dadurch, dass sie kürzer ist und die Möglichkeit bietet, 3 Mischsegmente anstelle von 2 hinzuzufügen. Schließlich wurde auch eine komplette Schnecke für den Allrounder 320 S mit einem Durchmesser von 25 mm geliefert. Sie verfügt über eine Barrieresektion sowie über Knet- und „pine-apple“-Mischblöcke (Tabelle 10).

Tabelle 10. Die Ergänzung der Testmatrix der dritten Iteration. Vier optimierte Schneckenkonfigurationen

						F
			E			
67		E67	356		F356	
			357		F357	
Ø25						

Aufgrund des Zeitmangels am Ende des Projekts, um neue optimierte Schnecken zu bewerten (Vgl. auch Kapitel 2.1.5.2), wurden nur spezielle Untersuchungen durchgeführt: Shore-A-Streuungstests und mikrotomographische Untersuchungen. Die Ergebnisse der Shore A-Härte Streuung sind in Tabelle 11 dargestellt. Zum besseren Vergleich werden sie zusammen mit den früheren Ergebnissen dargestellt. Alle neuen optimierten Konfigurationen zeigen eine geringere Streuung der Shore-A-Werte als die meisten früheren Konfigurationen und auch die Originalschnecke. Im Falle der kleinen Ø 25 mm Schnecken ist die Verbesserung der Mischqualität im Vergleich zur Originalschnecke sogar noch größer.

Tabelle 11. Streuung der Shore-A-Härtewerte für jede Schneckenkonfiguration einschließlich neuer optimierter Konfigurationen

Ø 45 mm-Schnecke					
	A	B	C	D	E
14	3.1%	2.4%	1.8%	2.6%	
15	6.2%	3.6%	5.2%	2.9%	
31	2.5%	2.9%	2.1%	3.4%	
34	2.3%	1.7%	4.7%	2.5%	
35	2.5%	2.2%	2.3%	1.9%	2.0%
54	1.4%	1.2%	2.4%	2.9%	
67					1.5%

0.5%	Vorextrudiert
2.7%	Originale Schnecke
F356	1.6%
F357	1.8%

Ø 25 mm-Schnecke	
5.5%	Originale Schnecke
2.7%	Spezialschnecke

## 2.1.5 Überprüfung der Maschinenteknik für das Direktspritzgießen

### 2.1.5.1 Überprüfung der Technologie für das Direktspritzgießen Var. A

#### Regelalgorithmen zur Abstimmung des Extrusionsprozesses auf den Spritzgussprozess

Wie in Kapitel 2.1.1.1 bereits festgestellt wurde, führte die dynamische Regelung nicht zum Erfolg. Aus diesem Grund wurde ein weiteres, einfacheres Konzept in Betracht genommen. Das zweite Konzept verwendet dabei als Basis einen linearen Zusammenhang zwischen der Drehzahl der Extruderschnecke und Drehzahl der

Spritzgusschnecke. Die freien Volumina der Schnecken sind eine feste physikalische Größe. Ebenfalls sind die Materialeigenschaften unter Verwendung desselben Polymers konstant. Dies bedeutet, wenn einen linearen Zusammenhang der beiden Drehzahlen manuell ermittelt wurde, bleiben die Prozessbedingungen konstant. Aus diesem Ansatz wurde eine einfache Kennzahl für die Abhängigkeit der Drehzahlen erzeugt. Diese Kennzahl muss vom Bediener in die Steuerung materialabhängig eingegeben werden. Die daraus resultierenden Ergebnisse der Plastifizierzeit sind sehr konstant. Die Umsetzung dieses einfachen linearen Zusammenhangs in der Maschinensteuerung ist erfolgt und wird bereits in Serie eingesetzt.

### Datenschnittstellen zu übergeordneten Qualitätserfassungssystemen

Der Direktspritzguss umfasste nicht nur die Daten der Spritzgießmaschine, sondern auch die des vorgelagerten Extrusionsprozesses. Es musste somit gewährleistet werden, dass diese Daten dokumentiert und den Bauteilen zugeordnet werden konnten. Für den Spritzgussprozess befanden sich hierfür etablierte Schnittstellen und Systeme im Markt (z.B. BDE, MES, OPC UA etc.). Dadurch wurde gewährleistet, dass prozessrelevante Parameter über Jahre zugeordnet und nachgewiesen wurden. Für den Direktspritzguss mussten nun sowohl die Daten des Spritzgusses als auch die der Compoundierung erfasst, zugeordnet und gesichert werden. Entscheidend waren sowohl Daten des Extruders (z.B. Drehzahl, Temperatur, Drehmoment und Druck) als auch Daten der Materialdosierung. Die Daten des Extruders konnten über die Maschinensteuerung den einzelnen Bauteilen zugeordnet und direkt mit dem Spritzgussparameter vereint werden. Für die Datenerfassung der Materialdosierung wurde ein neues Qualitätserfassungssystem entwickelt, das für den Start-Stopp-Betrieb des Extruders geeignet war. Dieses war in der Lage, alle relevanten Informationen der Einzelkomponenten für jeden Schuss zu dokumentieren und an das zentrale MES-System zu übermitteln.

Prozessdaten														
Datum Zeit	ID	Dos 1 Ist Proz [%]	Dos 2 Ist Proz [%]	Dos 3 Ist Proz [%]	Dos 4 Ist Proz [%]	Schuss gew. Soll [g]	Schuss gew. Ist [g]	Schuss zeit Soll [s]	Schuss zeit Ist [s]	Dos 1 Schuss Ist [g]	Dos 1 Dreh zahl [%]	Dos 2 Schuss Ist [g]	Dos 2 Dreh zahl [%]	Dos 3 Schuss Ist [g]
21-12-03 14:46:48	227	40.4	59.6	0.0	0.0	65.0	64.0	16.0	15.0	26.0	23.7	38.0	29.1	0.0
21-12-03 14:47:21	228	40.6	59.4	0.0	0.0	65.0	61.0	16.0	15.0	25.0	23.6	36.0	29.2	0.0
21-12-03 14:47:54	229	40.9	59.1	0.0	0.0	65.0	61.0	16.0	15.0	25.0	23.5	36.0	29.2	0.0
21-12-03 14:48:26	230	40.5	59.5	0.0	0.0	65.0	63.0	16.0	15.0	25.0	23.4	38.0	29.2	0.0
21-12-03 14:48:59	231	40.6	59.4	0.0	0.0	65.0	63.0	16.0	15.0	26.0	23.2	37.0	29.3	0.0
21-12-03 14:49:32	232	39.6	60.4	0.0	0.0	65.0	61.0	16.0	15.0	23.0	23.3	38.0	29.3	0.0
21-12-03 14:50:04	233	39.5	60.5	0.0	0.0	65.0	61.0	16.0	15.0	24.0	23.4	37.0	29.3	0.0
21-12-03 14:50:37	234	39.3	60.7	0.0	0.0	65.0	61.0	16.0	15.0	25.0	23.5	36.0	29.4	0.0
21-12-03 14:51:10	235	40.0	60.0	0.0	0.0	65.0	63.0	16.0	15.0	25.0	23.5	38.0	29.4	0.0
21-12-03 14:51:42	236	39.8	60.2	0.0	0.0	65.0	62.0	16.0	15.0	24.0	23.5	38.0	29.3	0.0

<<
>> CSV
↕
↕
↕
↕
Online ☒

Benutzerlevel 4 Motan
Rezept Name
03.12.2021 14:54:33


Betriebsart DCIM Synchron
LOGOUT

DCIM On

Abbildung 51: Dokumentation der Dosierparameter Schuss für Schuss

Zusätzlich zur gemeinsamen Erfassung der Istwerte aus Spritzguss, Extruder und Materialdosierung ist es anzustreben alle Aggregate von einer Steuerung aus zu bedienen. Spritzgussmaschine und Extruder waren bereits zu Projektbeginn in der KraussMaffei Steuerung „MC6“ integriert.

Die Bedienung der Steuerung „SpectroNET“ der Materialdosierung wurde im Projekt zusätzlich in die „MC6“ aufgenommen.

### **Anpassung mechanischer Komponenten, soweit notwendig**

Der mechanische Aufbau des Prototypen der Direktspritzgussmaschine hat sich im Detail als noch nicht ideal herausgestellt. Im Laufe des Projekt sind dabei vor allem drei Punkte aufgefallen (Abbildung 52):

- Schwenkaufbau kann so nicht verwendet werden
- Die Huckepack Position des Extruders hat Nachteile bei der Maschinenhöhe
- Die redundante Druckabfrage am Extruderkopf ist technisch anfällig

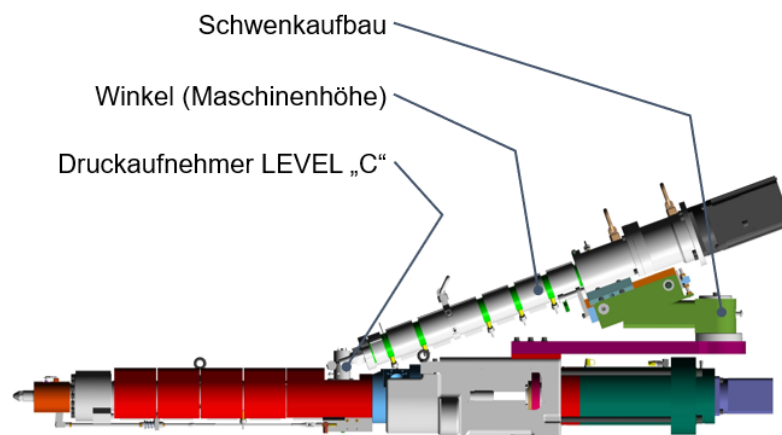


Abbildung 52. Überarbeitung des mechanischen Aufbaus der Direktspritzgussmaschine

Bei der nächsten Überarbeitung der Direktspritzgusstechnologie werden folgenden Änderung in aufgrund der Erfahrungen aus dem Projekt umgesetzt:

1. Ersatz des Schwenkaufbaus durch eine einfache und günstige Schweißkonstruktion
2. Anpassung des Huckepack Winkels je nach Spritzengröße um Maschinenhöhe einzusparen.
3. Druckaufnehmer Level „C“ um Einbindung einer Schmelze Temperaturmessung zu ermöglichen (vgl. Kapitel 2.1.1.1)

### **2.1.5.2 Überprüfung der Technologie für das Direktspritzgießen Var. B**

Die Firma Pape hat in der Vergangenheit bereits viele Projekte zur industriellen Entwicklung völlig neuartiger Schneckenkonzepte durchgeführt. Daraus leitete sich die Erfahrung ab, dass bei Versuchen zu ganz neuen Geometrieansätzen von der Notwendigkeit mindestens einer Optimierungsschleife (Review) auszugehen ist. Im Rahmen des vierten Arbeitspakets wurden daher die neuen Schneckengeometrien für die Direktverarbeitung (Var. B) weiter optimiert und neben der Baugröße Ø45mm nun auch der Schneckendurchmesser 25mm berücksichtigt. Dazu sind die im Arbeitspaket 3 erarbeiteten Informationen über die Wirksamkeit einzelner Teilprozesse und die im Arbeitspaket 1 besprochenen Simulationsmodelle für die weitere Anpassung der Schneckengeometrien genutzt worden. In mehreren Auslegungsschleifen wurden so zwei



zusätzliche Grundschncken (E und F) und zwei Anschraubsegmente (6 und 7) für die Baugröße Ø45mm ausgelegt, optimiert und zur weiteren Untersuchung am Demonstratorprozess hergestellt. Die Verbindungsgewinde der neun 45mm-Segmente entsprachen den ersten Geometrien aus dem dritten Arbeitspaket, um weiterhin einen flexiblen Austausch untereinander zuzulassen. Gegenüber der Zugabe von Calcit in Masterbatchform zeigte die direkte Zugabe von Calcit in Pulverform ein deutlich geändertes Prozessverhalten der Plastifiziereinheit. Daher ist eine neue Schneckengeometrie für das vierte Arbeitspaket mit dem zusätzlichen Ziel entworfen worden, neben der Direktverarbeitung nach Möglichkeit auch die direkte Pulverzugabe über den Trichter weiter zu optimieren. Im Verlaufe der Versuchsdurchführung im Arbeitspaket 4 kam es zu gewissen Einschränkungen, weil das Verbindungsgewinde eines der ersten Segmente durch die Montage so stark beschädigt wurde, dass es nicht mehr weiterverwendet werden konnte. Eine Ersatzfertigung des Bauteils schied aufgrund der kurzen verbleibenden Projektlaufzeit aus.

Für die Baugröße Ø25mm wurde aus den im Arbeitspaket 2 genannten Festigkeitsgründen keine segmentierte, sondern eine einteilige Schneckengeometrie zur Direktverarbeitung ausgelegt, optimiert und gefertigt. Auch hier sind die Ergebnisse des dritten Arbeitspaketes berücksichtigt worden und es kamen die Approximationsmodelle aus Arbeitspaket 1 zum Einsatz. Zusätzlich wurde dabei jedoch noch verstärkt auf festigkeitsrelevante Aspekte geachtet. Im Wesentlichen handelte sich bei der neuen 25mm-Spritzgießschnecke zur Direktverarbeitung um eine modifizierte Geometrie B35 der 45mm-Baugröße. Für die Versuche stand im Labor der IfW eine Spritzgießmaschine vom Typ Arburg 320 zur Verfügung, deren Plastifiziereinheit durch die neuen 25mm-Maschinenkomponenten ausgetauscht worden sind und so den Demonstratorprozess der kleinen Baugröße bildeten.

Die Messung der Shore A-Schwankung an mindestens 50 mit gleicher Maschineneinstellung hergestellten Probplatten wurde bereits zuvor diskutiert. Im Laufe des dritten Arbeitspaketes mehrten sich die Zweifel inwiefern dieses Messverfahren eine geeignete Bewertungsmethode für die Compoundqualität der Direktverarbeitung darstellt. Daher wurden im Rahmen vom Arbeitspaket 4 nur noch einzelne Shore A-Schwankungsmessungen durchgeführt. Obwohl das Verfahren aus den zuvor genannten Gründen offenbar keine zuverlässige Bewertungsmethode darstellt, sind in Tabelle 11 der Vollständigkeit halber die gemessenen, den jeweiligen Schneckengeometrien entsprechenden Shore A-Schwankung aufgeführt. Ein auf einem Doppelschneckenextruder vorcompoundierten Material, dass mit der 45mm-Standardschnecke verarbeitet wurde, ergab eine Schwankung der Shore A-Härte von 0,5%. Die Direktverarbeitung der einzelnen Materialkomponenten erhöhte diesen Wert für die Standardschnecke auf 2,7%. Im Fall der 45mm-Baugröße lieferten einige neuen Schnecken teils höhere und teils geringere Schwankungen, als im Fall der Standardschnecke. Bei der 25mm-Baugröße variierte die Härte mit der neuen Geometrie jedoch wesentlich geringer, als mit der Standardschnecke. Die Messungen basierten dabei auf einer Rezeptur aus 75% SEBS (Tuftec H1221), 15% PP-R (Purell RP270G) und 10% direkt zugegebenem Calcit-Pulver (CALCIT MX 20). Aufgrund der bereits angesprochenen Widersprüche zur morphologischen Mikrotomographieuntersuchung wurden diese Shore A-Ergebnisse nicht weiter berücksichtigt.

Zum Ende des dritten und während des gesamten vierten Arbeitspakets wurde der Bewertungsschwerpunkt auf die morphologische Untersuchung der Calcit-Partikel mittels Mikrotomographie ( $\mu$ -CT) gelegt. Dabei ist die Größenverteilung der dispergierten Calcit-Agglomerate der mit den jeweiligen Schneckengeometrien hergestellten Prüfplatten ausgewertet worden. Erwartungsgemäß deckten sich die

Ergebnisse mit der rein visuellen Probenauswertung, die im Rahmen des pragmatischen Bewertungsansatzes im Arbeitspaket 3 zum Einsatz kam. Mit der  $\mu$ -CT-Analyse stand jedoch eine quantitative Auswertungsmethode mit konkreten Partikelgrößenwerten zur Verfügung. Da sie eine direkte Aussage zum morphologischen Aufbau des Probenmaterials liefert, ist sie aus Sicht der Pape GmbH die am besten geeignete Methode zur Bewertung für die Compoundqualität bei der Direktverarbeitung. Die im Rahmen des dritten Arbeitspaketes festgestellten Widersprüche und Schwierigkeiten mechanischer Messgrößen als indirekte Bewertungsmethode der Mischqualität untermauern diese Einschätzung. Dabei entsprechen die Ergebnisse der Mikrotomographie im Wesentlichen auch den aus der verfahrenstechnischen Erfahrung abgeleiteten Erwartungen an die einzelnen Schnecken geometrien.

Die  $\mu$ -CT-Messungen bestätigen für sämtliche untersuchten, neuen Geometrien eine feinere Zerteilung der Calcit-Agglomerate gegenüber der Standardschnecke. Einige der neuen Schnecken geometrien zeigen dabei sehr gute und teilweise sogar außergewöhnlich gute Ergebnisse. So beträgt das Volumen des größten Calcit-Partikels im Probenauswertungsbereich für die Standardschnecke bei Direktverarbeitung der einzelnen Materialkomponenten  $0,24 \text{ mm}^3$ . Mit den neuen Geometrien B31, E35 und E67 besitzt das größte Partikel im Auswertungsbereich dagegen nur ein Volumen von  $0,025 \text{ mm}^3$ ,  $0,015 \text{ mm}^3$  bzw.  $0,005 \text{ mm}^3$ . Das größte Calcit-Agglomerat ist demnach ca. 10-, 16- bzw. 50-fach kleiner als das der Standardgeometrie. Natürlich bestätigte sich auch, dass ein mittels Doppelschneckenextrusion vorcompoundiertes Material eine noch feinere Calcit-Agglomeratzerteilung mit einem maximalen Partikelvolumen von  $0,0005 \text{ mm}^3$  aufweist. Vor dem Hintergrund, dass ein entsprechender Doppelschneckenextruder durch seine verfahrenstechnischen Möglichkeiten jedoch auch ein Mehrfaches des Preises einer entsprechenden Spritzgießmaschine kostet, wäre ein anderes Ergebnis aber auch nicht zu erwarten gewesen. Dennoch zeigen die drei oben genannten neuen Geometrien morphologisch eine sehr gute Partikelzerteilung der Calcit-Agglomerate.

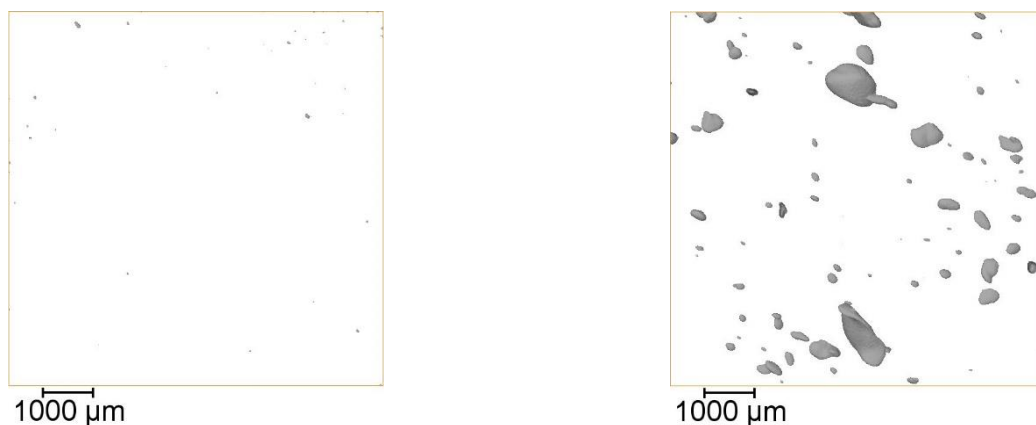


Abbildung 53.  $\mu$ -CT-Analyse der Calcit-Agglomerate links: Vorcompoundiertes Material, max. Partikelvolumen:  $0,0005 \text{ mm}^3$ , rechts: Direktverarbeitung mit der Standardschnecke, max. Partikelvolumen:  $0,24 \text{ mm}^3$

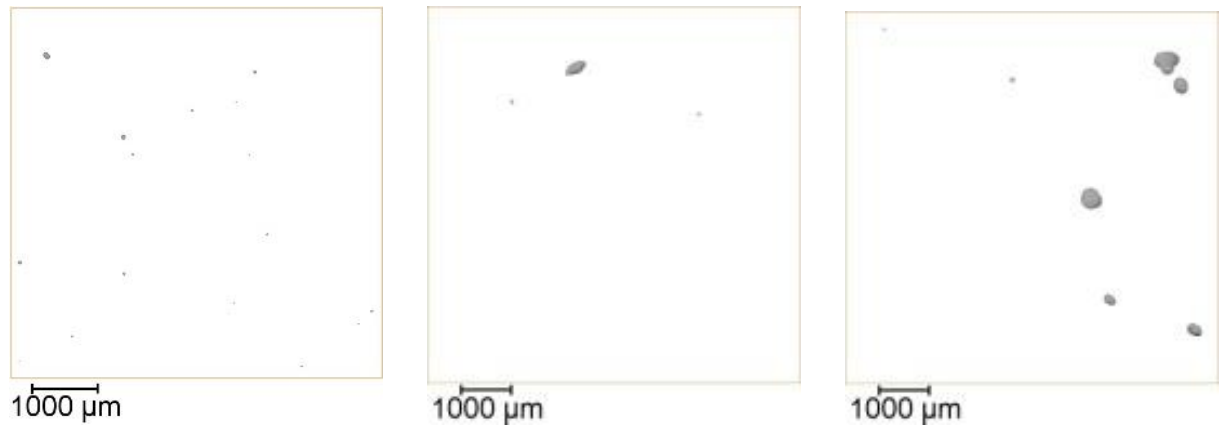


Abbildung 54.  $\mu$ -CT-Analyse der Calcit-Agglomerate an den neuen Schneckengeometrien links: E67, max. Partikelvol.:  $0,005 \text{ mm}^3$ , Mitte: E35, max. Partikelvolmen.:  $0,015 \text{ mm}^3$ , rechts: B31, max. Partikelvolumen:  $0,025 \text{ mm}^3$

Mit einem Spritzgießwerkzeug für Prüflinge des Spritzenstopfens wurden im Rahmen des Arbeitspakets 4 auch mehrere Spitzenstopfen mittels Direktverarbeitung auf den neuen Schneckengeometrien hergestellt (s. Abbildung 18). Um den 30% Calcit-Anteil der Ursprungsrezeptur einzuhalten und da diese Menge nicht in Pulverform zugeführt werden konnte, kam dabei ein Calcit-Masterbatch zum Einsatz. Diese bereits zuvor im Projekt verwendete Rezeptur bestand aus 56,1% SEBS (Tuftec H1221), 4,0% PP-R (Purell RP270G), 3% Farb-Masterbatch und 36,9% Granic S12 (Calcit-Masterbatch). Die hergestellten Spritzenstopfen wurden dann an den Projektpartner B. Braun zur weiteren Eignungsprüfung übergeben. Daher lag der Untersuchungsschwerpunkt im vierten Arbeitspaket gezwungenermaßen weiterhin auf der Auswertung von Probeplatten.

Zum Ende des vierten Arbeitspaketes konnte die Mikrotomographieanalyse auch zur morphologischen Untersuchung der beiden Blendphasen des SEBS und des PP eingesetzt werden. Da das SEBS die dominierende Phase darstellt, bildet es die Matrix, in der das PP bei der Verarbeitung als möglichst fein verteilte Tröpfchen vorliegen sollte. Um die PP-Tröpfchenverteilung unabhängig von den mineralischen Calcit-Partikeln zu betrachten, wurden dazu Prüfplatten mit den jeweiligen Schnecken in einer reinen SEBS-PP-Rezeptur hergestellt. Damit das Verhältnis beider Komponenten beibehalten blieb, ist hierfür eine Mischung aus 83% SEBS (Tuftec H1221) und 17% PP-R (Purell RP270G) verwendet worden. Leider stand die Mikrotomographie als Blend-Analyseverfahren erst zu einem späten Projektzeitpunkt zur Verfügung, so dass nur ein Teil der neuen Schneckengeometrien ausgewertet werden konnten. Dennoch bestätigen die Resultate der Blendmorphologie SEBS-PP die zuvor diskutierten Ergebnisse der Calcit-Partikelverteilung. Beispielhaft zeigt hierzu Abbildung 55 den Vergleich zwischen einem durch Doppelschneckenextrusion vorcompoundiertem Material, der Direktverarbeitung mittels Standardschnecke und der Direktverarbeitung mit der neuen Geometrie E35.

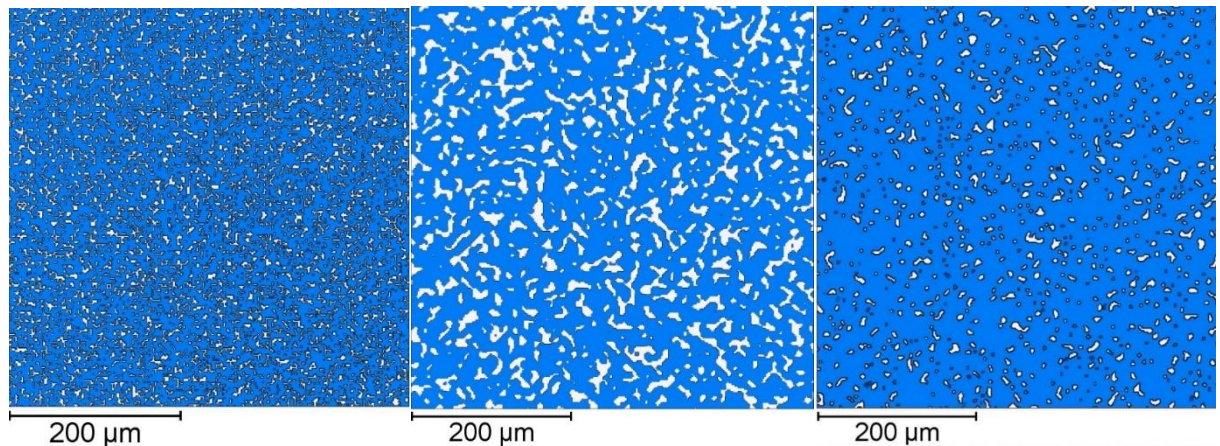


Abbildung 55.  $\mu$ -CT-Analyse der Blendmorphologie (blau: SEBS-Phase, weiß: PP-Phase) links: Vorcompoundiertes Material, Mitte: Direktverarbeitung mit Standardschnecke, rechts: Direktverarbeitung mit einer neuen Geometrie

Analog zur Calcit-Partikelzerteilung lieferte der Doppelschneckenextruder erwartungsgemäß die feinste PP-Phasenverteilung. Die neue Schneckengeometrie zur Direktverarbeitung zeigte jedoch nur einen leicht gröberen Tröpfchenzerfall. Hingegen waren die Unterschiede zur Direktverarbeitung mittels Standardschnecke deutlich. Die neue Geometrie verteilte die PP-Phase wesentlich feiner und lag erheblich näher an der Blendqualität des Doppelschneckenextruders. Dabei ist zu berücksichtigen, dass diese Qualität ohne jeglichen Einsatz von speziellen Additiven bzw. Compatibilizern erzielt wurde, die nicht selten zur positiven Beeinflussung der Grenzflächenenergien zwischen SEBS und PP eingesetzt werden. Daher ist davon auszugehen, dass mit Einsatz solcher Additive noch weitere Verbesserungen zu erzielen sind. In der Rückschau auf das Projekt gehen die Mitarbeiter der Universität Kassel, des Projektpartners KraussMaffei und auch der Pape GmbH davon aus, dass die betrachtete Rezeptur unter Berücksichtigung der verfahrenstechnischen Einschränkungen der Einschnackentechnologie zu den vergleichsweise schwer zu compoundierenden Mischungen gehört. Insbesondere der kleine PP-Gehalt in einer relativ großen SEBS-Phase fein zu verteilen ist anspruchsvoll. In vielen anderen Compounds mit diesen Bestandteilen ist das PP die dominierende Komponente, was natürlich einen Einfluss auf die erzielbare Blendqualität hat.

Insgesamt konnte die Materialmorphologie der beiden polymeren Blendphasen SEBS und PP-R sowie die Zerteilung der Calcit-Agglomerate mit den neuen, optimierten Schneckengeometrien zur Direktverarbeitung gegenüber heute eingesetzten Standardschnecken sehr deutlich verbessert werden. Gute Ergebnisse zeigte hier beispielsweise die Geometrie E35, aber auch andere lagen auf einem ähnlich hohen Niveau. Dass ein Doppelschneckenextruder weiterhin eine etwas höhere Compoundqualität ermöglicht, ist rein verfahrenstechnisch zu erwarten gewesen. Die neuen Schneckengeometrien zur Direktverarbeitung auf Standardspritzgießmaschinen werden bei der erzielten Materialqualität jedoch für viele Anwendungsfälle ausreichend sein und durch ihre deutlichen Kostenorteile gute Ergebnisse liefern.

## 2.2 Entwicklung von Technologien und Verfahren für die Direktextrusion

### 2.2.1 Weiterentwicklung der Direktextrusion Var. A

#### 2.2.1.1 Weiterentwicklung von geeigneten Maschinentechнологien für die Direktextrusion von PVC

Die Direktextrusion von PVC gehört zum Projektteil der Direktcompoundierungsvariante A. Die Federführung in diesem Arbeitspaket lag bei B.Braun, der Beitrag des IfW war die Materialprüfung und -analyse. Es wurden Zugversuche für mehrere direkt compoundierte PVC-Schlauchchargen durchgeführt. Die meisten Arbeiten zur Direktcompoundierung wurden jedoch im Bereich der TPE-Direktcompoundierung durchgeführt. Der bereits im Vorfeld des Verbundprojektes im Technikum der B. Braun Melsungen AG installierte Demonstrator wurde im Lauf des Projektes weiterentwickelt und optimiert. Siehe Abbildung 56 und Abbildung 57

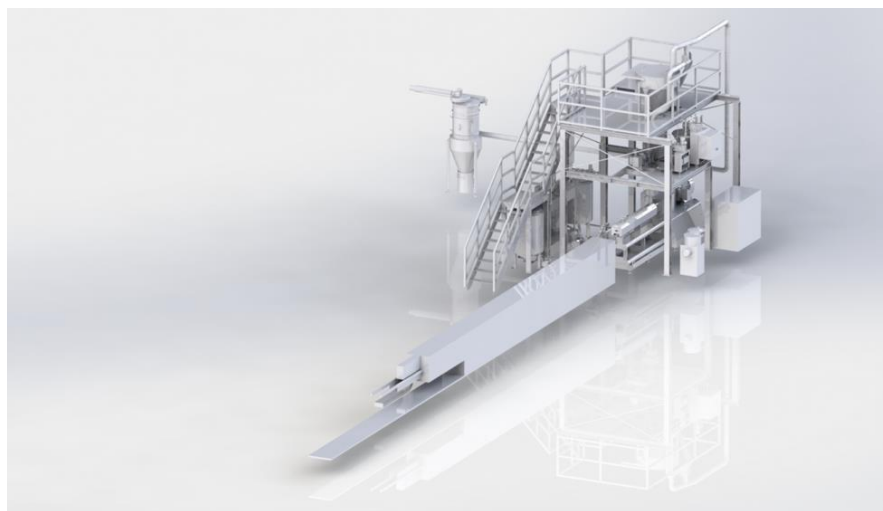


Abbildung 56. Direktextrusion Variante A 3D-Modell

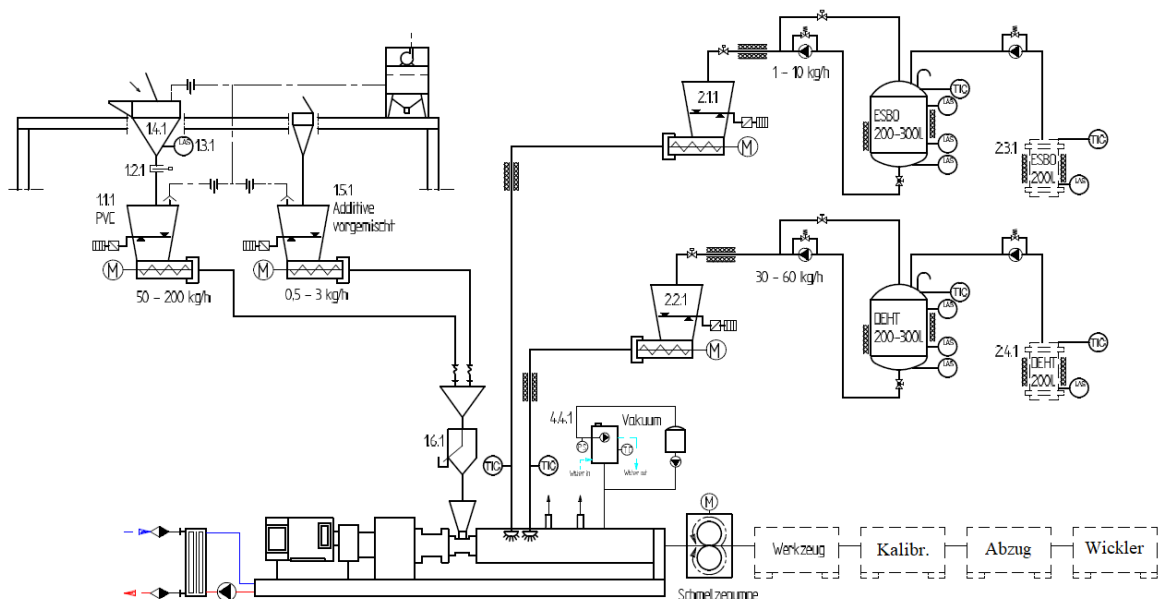


Abbildung 57. Prozessablaufdiagramm der Direktextrusion Variante A



In diesem Arbeitspaket der Firma Zeppelin Systems wurde der im Stand der Technik beschriebene Prototypenprozess der Aufbereitung von PVC auf einem Doppelschneckenextruder in der Art entwickelt, dass die Maschinenteknologie den Anforderungen der Medizintechnik entspricht. Die bestehende physische Versuchsanlage wurde dazu noch mit einem geeigneten Steuerungskonzept ausgestattet.

Zur Bereitstellung der relevanten Qualitätsdaten wurde neben der Erfassung der Durchsatzmenge der einzeln zugeführten Rohstoffe, Maschinenparametern (z.B. Drehzahlen, Temperatur, Stromaufnahme der Antriebe), Prozessparameter (z.B. Materialtemperatur, -druck, Schlauchgewicht) etc. eine Inline Durchmessermessung in die Steuerung integriert (Abbildung 58). Die Erfassung und Visualisierung des Durchmessers ermöglichen einen direkten Eingriff bei Abweichungen während der Herstellung. Alle Parameter werden zyklisch erfasst und aufgezeichnet. Über eine Schnittstelle können die Daten ausgeleitet und weiterverarbeitet werden.

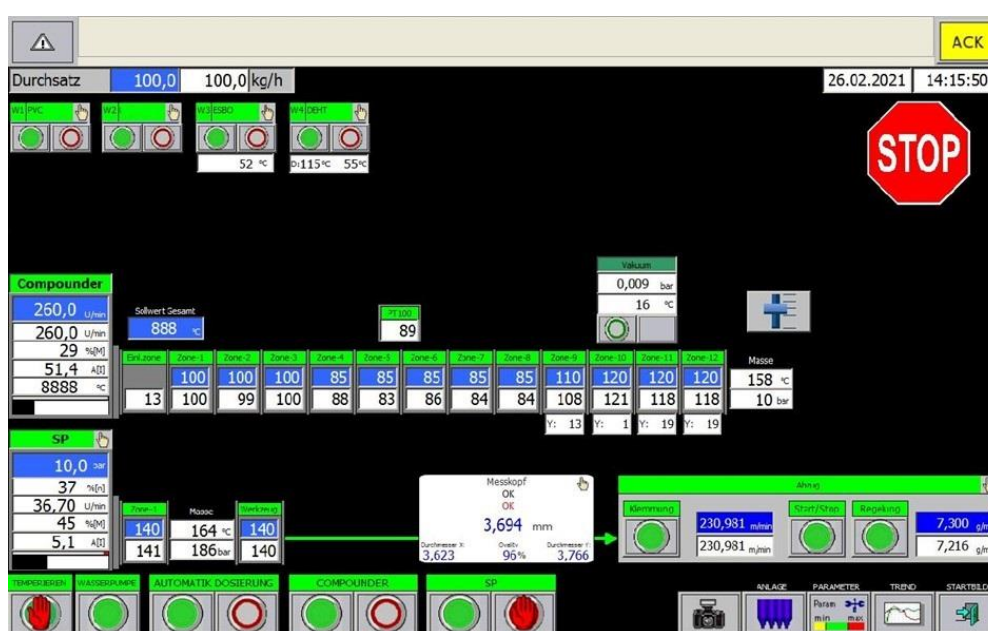


Abbildung 58. Desktop des Steuerpults des Extruders für die Direktextrusion Variante A

Für Regelung des Anfahrprozesses sowie die Regelung der Anlage im Betriebspunkt wurde das ursprüngliche Regelungskonzept überarbeitet. Die direkte Kopplung von Drehzahl der Schmelzepumpe zum Abzug ermöglicht ein einfaches und schnelles Hochfahren der Anlage. Die Regelparameter werden beim Erreichen des Betriebspunktes angepasst, so dass der Schlauch den Anforderungen (Durchmesser/m und Gewicht/m) entspricht.

### 2.2.1.2 Durchführung eines Demonstrationsverfahrens zur PVC-Extrusion

Im Laufe des Projektes wurden unterschiedliche Optimierungen und Umbauten am im Technikum der B. Braun Melsungen AG installierten Demonstrator vorgenommen.

Der installierte Demonstrator (ein gleichläufiger Doppelschneckenextruder "RHC") erfüllte Aufgaben, die im herkömmlichen getrennten Compoundier- und anschließenden Extrusionsprozess zweistufig abliefen. Zunächst musste das PVC-Pulver mit Stabilisatoren und Weichmachern durchmischt werden, dabei wurden Weichmacher und Stabilisatoren vollständig absorbiert. Anschließend wurde das Dryblend (Trockenmischung der



PVC-Rezeptur) aufgeschmolzen und am Ende im Extrusionswerkzeug direkt zu einem Schlauch ausgeformt. Siehe Abbildung 59

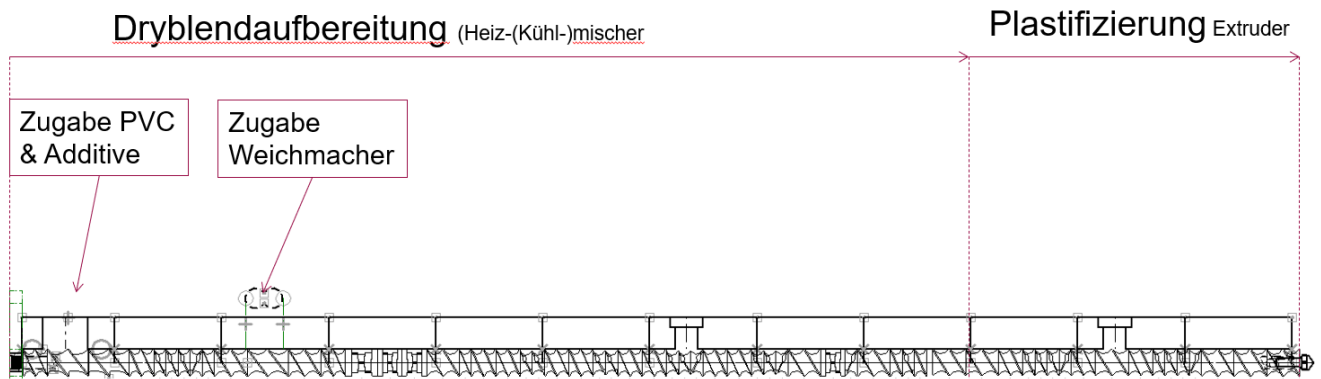


Abbildung 59. Gleichläufiger Doppelschneckenextruder „RHC“

Die Integration eines Durchlauferhitzers (Abbildung 60) für den im Prozess zugeführten Weichmacher ermöglicht ein schnelles und präzises einstellen der Weichmachertemperatur. Die Anlage war im Vorfeld dazu ausgelegt, dass die Flüssigkomponenten erwärmt werden können. Allerdings war das Konzept mit einem beheiztem Vorbehälter mit Umwälzpumpe sehr träge und man konnte nicht ausreichend schnell auf äußere Einflüsse wie Umgebungstemperatur und Produkttemperatur beim Nachfüllen des Vorbehälters oder Prozessparameter reagieren. Mit dem Durchlauferhitzer konnte nun dauerhaft mit konstanten Eingangsgrößen produziert werden und flexibel auf Prozessparameter reagiert werden.



Abbildung 60. Durchlauferhitzer

Die Flüssigkeitsdosierung wurde nochmal zusätzlich von einem Techniker des Herstellers vor Ort parametrisiert und optimiert, um eine optimale und präzise Dosierung sicherzustellen.

Die Verfahrenseinheit wurde um ein zusätzliches Segment erweitert und somit von 48 L/D auf 52,5 L/D verlängert. Durch die längere Verfahrenseinheit erhöht sich die Verweilzeit und die Weichmacheraufnahme wird wesentlich verbessert. Außerdem kann die Schmelzetemperatur besser kontrolliert und niedrig gehalten werden. Dies führte zu einem stabileren Schlauch, der in der Nachfolge weniger zu Verklebungen neigte und optisch eine ähnliche Opazität wie die herkömmlich extrudierten Schläuche aufwies. Durch die Verlängerung der Verfahrenseinheit waren auch eine längere Grundwelle und zusätzliche Schneckenelemente notwendig.

Die entwickelten neuen Schneckenelemente (Kapitel 2.2.2.1) wurden auch bei der PVC-Direktextrusion eingesetzt. Die Knetelemente mit kleinen Scherspalt, die spezifisch in Intensität und Förderwirkung angepasst werden können, ermöglichen einen gezielten Schereintrag an unterschiedlichen Positionen

Gemeinsam mit der B. Braun Melsungen AG wurde erfolgreich ein Aufbau zur Doppelstrangextrusion umgesetzt. Dies ermöglichte den Schmelzeaustrag aus dem Extruder über einen Schmelzeverteiler (Beistellung

B. Braun Melsungen AG) auf zwei unabhängige Schmelzestränge, die jeweils über eine individuell steuerbare Schmelzpumpe durch ein Extrusionswerkzeug ausgetragen wurden. Des Weiteren wurden am Demonstrator weitere Temperatur- und Druckfühler nachgerüstet, um die im Gegensatz zur bisherigen Ausführung mit einer Schmelzpumpe eine zweite Schmelzpumpe nutzen zu können. Zusätzlich wurde die Steuerung für die Doppelstrangextrusion angepasst. Der Schmelzeverteiler wurde im unternehmensinternen Werkzeugbau der B. Braun Melsungen AG ausgelegt und in Zusammenarbeit mit der Firma IANUS-Simulation optimiert. Die Versuche haben gezeigt, dass mit der Doppelstrangextrusion ein stabiler und robuster Direktextrusionsprozesses möglich ist. Bei einem Gesamtdurchsatz von 100 kg/h konnte eine Schmelzpumpe mit einem Ausstoß von ca. 25 kg/h zu betrieben werden, während eine zweite Schmelzpumpe (Beistellung Zeppelin Systems GmbH) parallel mit einem Ausstoß von 75 kg/h betrieben werden konnte. Dadurch ist es möglich, die beiden Extrusionsstränge nahezu unabhängig voneinander zu betreiben, solange ein Mindestdurchsatz eingehalten wird. Bei den Versuchen wurde einer der beiden Stränge durch die Nachfolge geführt, der zweite Strang wurde ohne Endfertigung aus dem Werkzeug extrudiert. Der Aufwand für die Installation einer zusätzlichen Nachfolge hätte einen zu großen Kosten- und Zeitaufwand bedeutet. Es zeigte sich keine Abhängigkeit zur optischen Qualität des Schlauches im Doppelstrang-Aufbau, sodass die Qualitätsoptimierung am Einstrang erfolgen konnte. Die Umrüstung wurde im Vorfeld so projektiert, dass ein Rückbau zum Einstrang problemlos möglich ist. Im weiteren Projektverlauf wurde die Anlage wieder einsträngig betrieben.

Um die Qualität zu optimieren, wurden auch Untersuchungen zu den einzelnen Prozessschritten durchgeführt. Nach einer Analyse der Weichmacheraufnahme durch die Materialanalyse bei der B. Braun Melsungen AG, konnte festgestellt werden, dass eine Mindestverweilzeit von 20s notwendig ist, um eine adäquate Weichmacheraufnahme zu erreichen. Daraufhin wurden die Durchlaufzeiten bei unterschiedlichen Durchsätzen und Drehzahlen ermittelt und die Verfahrenslänge für die Aufbereitung angepasst. Auch die Schneckenkonfiguration wurde in diesem Bereich so weit wie möglich optimiert, um einen optimalen Schereintrag ohne das Produkt zu plastifizieren zu erreichen.

Im weiteren Verlauf wurde auch untersucht, wie es sich auswirkt, wenn die Zugabe des Weichmachers auf mehrere Positionen entlang der Verfahrenseinheit innerhalb des Aufbereitungsbereiches verteilt wird. Die Versuche haben gezeigt, dass hier eine Halbierung der Stippen im Schlauch erreicht werden kann.

Um die Schlauchqualität hinsichtlich Einschlüssen in der Form von Gelen und Stippen zu verbessern, wurde die Schneckengeometrie iterativ angepasst. Dabei wurden neben der Schneckengeometrie bereits identifizierte Prozessparameter mit hohem Einfluss auf die Qualität variiert. Die Schneckenkonfiguration der Doppelschnecke in der Direktextrusion erfüllt dabei die Aufgaben, die im herkömmlichen getrennten Compoundier- und anschließenden Extrusionsprozess zweistufig ablaufen. Dabei bestehen die wesentlichen Aufgaben der Schnecke darin das PVC-Pulver mit Stabilisatoren und dem Weichmacher zu durchmischen, die Weichmacheraufnahme zu gewährleisten und anschließend das Dryblend (Trockenmischung der PVC-Rezeptur) aufzuschmelzen. Aus den Versuchen geht hervor, dass die vorherrschenden Temperaturen sowie Drücke, Schneckendrehzahl und Durchsatz eine entscheidende Rolle in Bezug auf die Produktqualität spielen. Mit dem entwickelten Schnecken Aufbau konnten mit verschiedenen PVC-Typen, die sich im Wesentlichen durch eine unterschiedliche Weichmacheraufnahme kennzeichnen, bei einem Durchsatz von 100 kg/h und Schneckendrehzahlen zwischen 240 1/min und 280 1/min Fehlerraten von 6 bis 10 optischen Fehlern pro Meter erreicht werden. Die geforderte Qualität ist somit mit dem umgesetzten Demonstratorprozess noch nicht erreicht,

da die maximal zulässige Fehleranzahl hiermit überschritten worden ist. Das gesetzte Qualitätsziel konnte mit dem entwickelten Schnecken Aufbau bisher lediglich mit dem Einsatz eines zusätzlichen Schmelzesiebes nach der Schmelzpumpe bei einem Durchsatz von 30 kg/h erreicht werden.

Bei der mittlerweile abgeschlossenen Umsetzung des Demonstratorprozesses der PVC-Direktextusion (AP 3.1.2) wurde erfolgreich ein Aufbau zur Doppelstrangextrusion umgesetzt. Dieser ermöglicht den Schmelzeaustrag aus dem Extruder über einen Schmelzeverteiler auf zwei unabhängigen Schmelzesträngen, die jeweils über eine individuell steuerbare Schmelzpumpe durch ein Extrusionswerkzeug ausgetragen werden. Für die Umsetzung der Doppelstrangextrusion wurden am Extruder in Zusammenarbeit mit der Firma Zeppelin weitere Temperatur- und Druckfühler nachgerüstet, um die im Gegensatz zur bisherigen Ausführung mit einer Schmelzpumpe eine zweite Schmelzpumpe nutzen zu können. Zusätzlich wurde die Steuerung für die Doppelstrangextrusion angepasst.

### 2.2.1.3 Optimierung des Demonstrationsverfahrens für die PVC-Extrusion

Im Rahmen des AP 3.1.3 (Optimierung des Demonstratorprozesses für die PVC-Direktextusion) wurden weitere Maßnahmen zu Qualitätsverbesserung des hergestellten Schlauches ermittelt und schrittweise umgesetzt, so dass dieses AP abgeschlossen werden konnte.

Die Verfahrenseinheit des Doppelschneckenextruders wurde verlängert, um zusätzliche Verweilzeit für die Weichmacheraufnahme zu generieren und den Durchsatz der Anlage zu erhöhen. Im Vergleich zur vorherigen Konfiguration der Verfahrenseinheit konnten deutliche Qualitätsverbesserungen erzielt werden. Insbesondere konnte auch die vorliegende Schmelztemperatur von 170°C auf unter 160°C reduziert werden. Über die Zylinderheizzonen war eine gezielte Anpassung der Schmelztemperatur möglich, was bei den vorherigen Konfigurationen in dieser Form nicht möglich war. Die Handhabung des Schlauchstranges ist bei der niedrigeren Schmelztemperatur deutlich einfacher, der Extrusionsprozess insgesamt stabiler. Zudem konnte auch bei gesteigerten Durchsätzen noch immer eine akzeptable Oberflächenqualität des Extrudates erzielt werden, auch dies ein Effekt der Verlängerung der Verfahrenseinheit.

Anhand der Versuche zur Optimierung des Demonstratorprozesses konnte eine plausible Begründung für die spezifischen Prozessgrenzen gefunden werden. Die aus den Vorversuchen zu Weichmacheraufnahme bekannte, minimal notwendige Zeit zur Absorption des Weichmachers in das PVC Pulver beträgt in etwa 20 Sekunden. In Versuchen zur Ermittlung der Verweilzeit im Doppelschneckenextruder konnten durchsatzabhängige Verweilzeiten zwischen 120 Sekunden und 15 Sekunden ermittelt werden, abhängig insbesondere von den Rohstofftemperaturen. Es konnte im Demonstratorprozess eindrücklich bestätigt werden, dass Verweilzeiten des Dry-Blends von unter 20 Sekunden zu einer deutlichen Verschlechterung der Qualitätslage hinsichtlich Stippen führen, diese Verweilzeitgrenze liegt im Falle der verlängerten Verfahrenseinheit bei einem Durchsatz von ca. 60kg/h. Im Bereich dieses Durchsatzes hat sich bei verschiedenen Schneckengeometrien mehrfach ein „Kippunkt“ des Prozesses gezeigt."

Im Berichtszeitraum wurden weitere iterative Anpassungen der Schneckengeometrie in Zusammenarbeit mit der Firma Zeppelin durchgeführt. Die bis dahin verwendeten und sehr flexibel einsetzbaren Einzelknetscheiben wurden durch Knetelemente mit einer festgelegten Anzahl Knetscheiben ersetzt, um eine beobachtete Degradation von Materialanteilen zu verhindern.

Neben der Anpassung der Schnecken geometrie hat die Zugabe des Weichmachers über einen Durchlauferhitzer eine flexible Anpassung der Weichmachertemperatur ermöglicht. Die in Vorversuchen ermittelte Abhängigkeit der Weichmacheraufnahme von der jeweiligen Rohstofftemperatur hat sich in den Versuchen auf der Demonstratoranlage bestätigt. Neben der Zugabetemperatur des Weichmachers konnte eine Qualitätsverbesserung auch über eine Aufteilung der Weichmacherzugabe auf mehrere Positionen der Verfahreseinheit erzielt werden, die Aufteilung von einer auf zwei Zugabepunkte hat in vergleichenden Untersuchungen eine Halbierung der Stippen pro Meter Schlauch ergeben.

Zusammenfassend lässt sich für den optimierten Prozess zur Direktextrusion von PVC festhalten, dass auf der vorliegenden Baugröße des Demonstrators eine spezifische Grenze des erreichbaren Durchsatzes ermittelt werden konnte. Bei höheren Durchsätzen nimmt die Stippenanzahl stark zu, da in der Verfahreseinheit nicht ausreichend Zeit zur Aufnahme des Weichmachers vorhanden ist.

## 2.2.2 Entwicklung einer Direktextrusion Var. B

### 2.2.2.1 Entwicklung von Maschinentechologien für die TPE-Direktextrusion

Um die Durchführung von Vorversuchen im Technikum der Zeppelin Systems GmbH in Kassel zu ermöglichen, wurde der dort installierte Versuchsextruder vorbereitet. Nach grundsätzlichen Versuchen zur Rezepturauswahl, wurden die Extrusionsversuche direkt auf dem dafür angepassten Demonstrator im Technikum der B. Braun Melsungen AG durchgeführt.

Des Weiteren wurde der Labor-Einschneckenextruder im Technikum der Zeppelin Systems GmbH in Kassel vorbereitet, um im Zuge der Vorversuche die Produktqualität zeitnah prüfen zu können, um schnell notwendige Prozessänderungen übertragen zu können. Der Labor-Einschneckenextruder wurde im späteren Verlauf für die Herstellung der Produktmuster der unterschiedlichen TPE-Rezepturen verwendet, die zur Qualitätsprüfung und anschließenden Auswahl der TPE-Rezepturen für den Demonstratorprozess benötigt wurden. Außerdem wurden gemeinsam mit der B. Braun Melsungen AG und der HÜBNER Photonics GmbH Grundsatzversuche zur Teraherzmessung im Extrusionsprozess durchgeführt.

Wie schon im Vorfeld mit dem Projektpartner B. Braun Melsungen abgestimmt ist ein TPE-S (TPS), als Substitutionswerkstoff für PVC-P für Infusionsschläuche auf Grund seiner Eigenschaften sehr gut geeignet.

Die Verarbeitung des Werkstoffs, kann grundsätzlich auf gleichartigen Maschinen durchgeführt werden, wenn gewisse Anpassungen durchgeführt werden.

In Bezug auf den Demonstrator waren das für die Zeppelin Systems GmbH im Wesentlichen:

- Verfahrenslänge
- Extrudergehäusekonfiguration
- Schneckenelemente
- Schneckenkonfiguration
- Wäge- und Dosiertechnik

Um die Voraussetzungen für die Verarbeitung zu schaffen, wurden konstruktive Weiterentwicklungen durchgeführt:

- Entwicklung neuer Knetelemente (Abbildung 61) um kleinere Scherspalt zu erzeugen, die individuell in ihrer Intensität und Förderwirkung angepasst werden können, um ein möglichst breites Spektrum abdecken zu können
- Im weiteren Projektverlauf wurden diese Prototypen in fixe Schneckenelemente mit festgelegter Intensität und Förderwirkung überführt, die bei den durchgeführten Versuchsreihen die besten Ergebnisse gezeigt haben. Der Grund dafür war, dass die individuell einstellbaren Knetelemente Toträume aufgewiesen haben, ohne die der Winkelversatz nicht frei einzustellen wäre. Materialablagerungen in diesen Bereich degradieren mit der Zeit und führen zu Prozess- und Qualitätsschwankungen.
- Entwicklung einer Inlinetemperaturmessstelle, die über eine Öffnung im Extrudergehäuse produktberührend die Materialtemperatur erfassen kann. So können die beiden im Demonstrator zusammengelegten Prozesse der „Aufbereitung“ und der „Plastifizierung“ getrennt voneinander betrachtet und gezielt eingestellt werden.

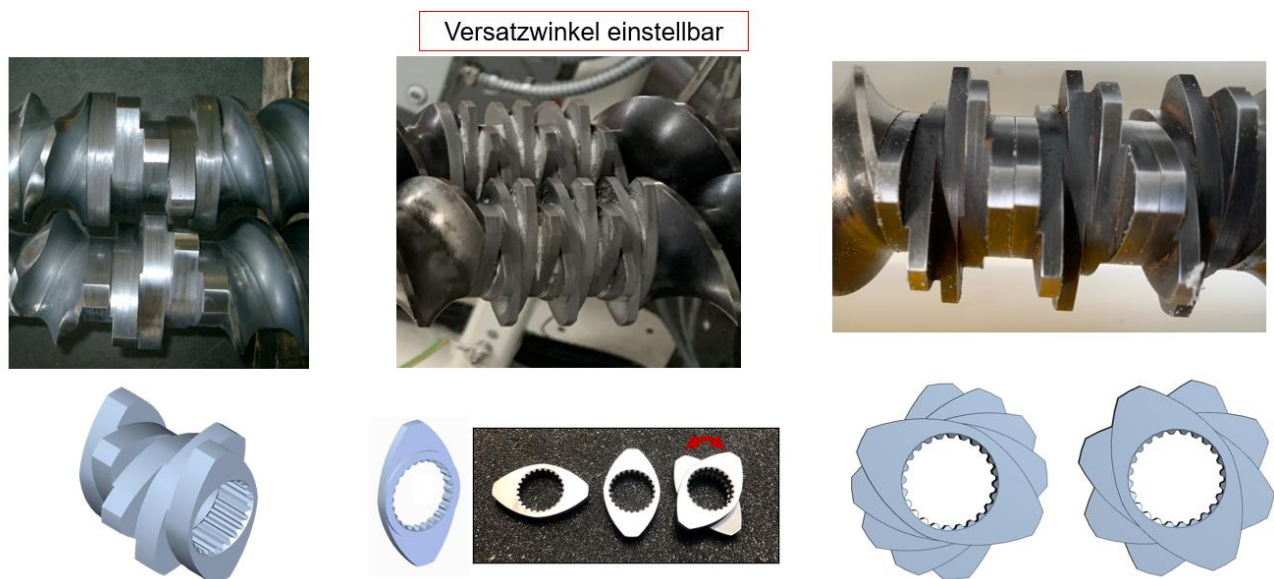


Abbildung 61. Weiterentwicklung Knetscheiben

#### 2.2.2.2 Auslegung geeigneter Maschinentechнологien für die TPE-Direktextrusion

Grundsätzlich ist die Aufbereitung von TPE mit der Aufbereitung von PVC vergleichbar und läuft ebenfalls in einem zweistufigen Prozess ab (Abbildung 62).



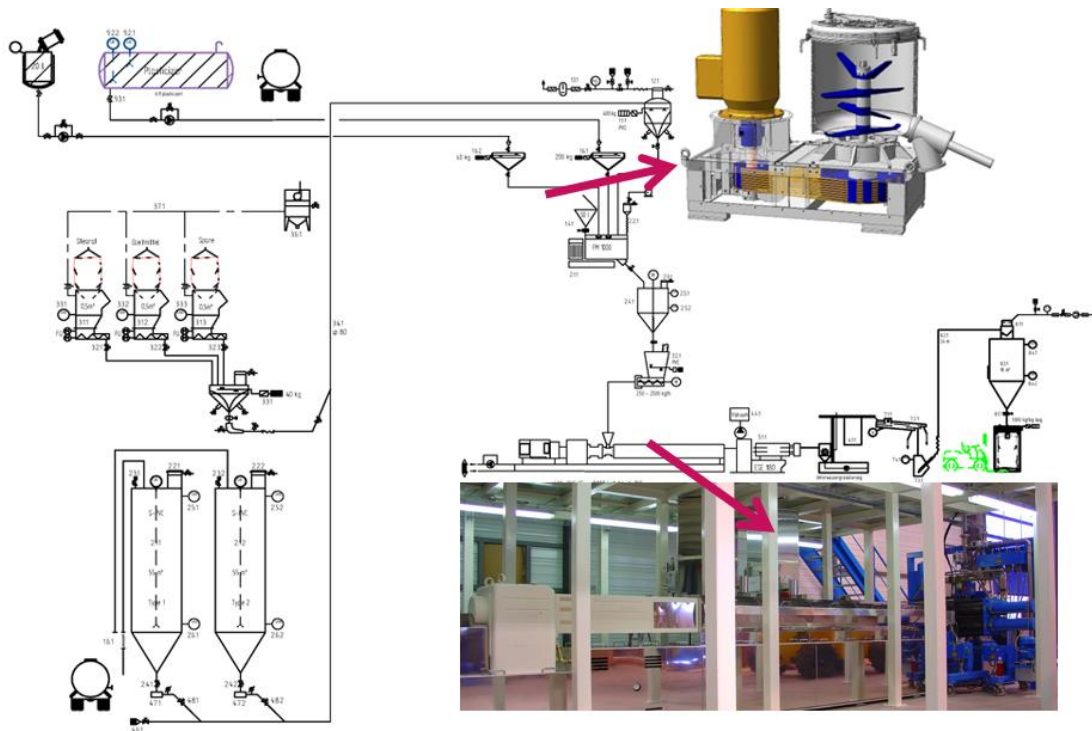


Abbildung 62. Stand der Technik von Aufbereitung von TPE

Maßgeblich durch COVID 19 konnten einige geplante Tätigkeiten nicht oder nur teilweise durchgeführt werden. Durch die eingeschränkte Reisetätigkeit fanden Projekttreffen nicht oder nur online statt. Versuche am Demonstrator mussten mehrfach verschoben werden oder mussten abgesagt werden.

Aus den oben genannten Gründen wurden keine TPE-Grundsatzversuche auf der Doppelschnecke im Technikum von Zeppelin durchgeführt.

Stattdessen wurden TPE Blends auf einem Labor-Einschneckenextruder (Abbildung 63) in unserem verarbeitet. Die extrudierten Produktmuster mit SEBS-Anteile und Typen dienen der Rezepturfindung und weiteren Eingrenzung der SEBS-Typen, um die gewünschten mechanischen Eigenschaften zu erreichen. Zur Bestimmung dieser Eigenschaften wurden die hergestellten Proben von der IfW mittels dynamisch-mechanischer Analyse (DMA) untersucht.



Abbildung 63. Herstellung von TPE-Blends auf einem Einschneckenextruder im Labormaßstab



Die Verfahrenslänge und Schneckengeometrie für den Demonstrator wurden anhand von Erfahrungen aus vergangenen Projekten erstellt.

Zur Ertüchtigung der Feststoffdosierers wurden Produktproben für Förderversuche an den Hersteller geschickt. Da das Material wesentlich schlechter fließt als ursprünglich angenommen, mussten zusätzliche ungeplante Umbaumaßnahmen (Materialaktivierung) durchgeführt werden, die aber durch den Wegfall von anderen geplanten Kosten einfach kompensiert werden konnten.

Auf einen zusätzlichen Dosierer und eine Seitenbeschickung für den Demonstrator wurde auf Grund der beengten Platzverhältnisse und somit viel zu hohen Aufwendungen abgesehen und es wurde sich stattdessen dazu entschieden, das Material vorzumischen und über einen Dosierer im Haupteinzug zuzugeben.

### 2.2.2.3 Durchführung eines Demonstrationsverfahrens zur TPE-Direktextrusion

Aufbauend auf der Direktextrusion von PVC wurde der Prozess auf die Werkstoffklasse TPE übertragen. Hierzu wurden Vorversuche mit Polypropylen (PP) und diversen SEBS-Materialien (Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol) als Bestandteile des TPE mit der Firma Zeppelin durchgeführt. Die Extrusion fand auf einem Einschneckenextruder der Firma Collin statt. Dabei wurden die Materialrezepturen im SEBS-Anteil variiert, mit dem PP vorgemischt und zu einem Band extrudiert. Die unterschiedlichen SEBS-Anteile dienen der Rezepturfindung und weiteren Eingrenzung der SEBS-Typen, um die gewünschten mechanischen Eigenschaften zu erreichen. Zur Bestimmung dieser Eigenschaften wurden die hergestellten Proben von der IfW mittels dynamisch-mechanischer Analyse (DMA) untersucht.

Die Rezepturen wurden anhand der Ergebnisse aus den vorangegangenen Untersuchungen ausgewählt und getestet.

Für die Umrüstung der Anlage wurde zunächst das Dosierorgan für die Hauptkomponente ausgebaut und zur Umrüstung an den Hersteller geschickt. Dieser hat im Vorfeld Materialproben der ausgewählten TPE/PP Blends für Dosierversuche erhalten. Nach der Umrüstung des Dosierorgans, wurde es wieder in die Anlage integriert, in Betrieb genommen und kalibriert.

Die von der B. Braun Melsungen AG ausgewählten Rezepturen sind alle ohne Weichmacheröle, somit entfällt die Aufbereitungszone.

Die seitlichen Öffnungen zur Zugabe der Weichmacher wurden mit Blindstopfen verschlossen, da für die TPE-Extrusion keine Flüssigkeiten zudosiert werden mussten. Die Schneckenkonfiguration wurde gemäß der vorangegangenen Auslegung angepasst. Da keine lange Aufbereitungszone notwendig ist, konnte TPE und PP gemeinsam über den Haupteinzug zugegeben und anschließend compoundiert und plastifiziert werden, da die benötigte Verfahrenslänge wesentlich kürzer als bei der PVC-Direktextrusion. Mit 32-40 L/D Verfahrenslänge kommt der Demonstrator aus. Um die dafür notwendigen Umbaumaßnahmen so gering wie möglich zu halten, wurden nicht benötigte Verfahrensbereiche auf Raumtemperatur temperiert und nur mit Förderelementen ausgestattet (Abbildung 64). Somit wurde die kürzere Verfahrenseinheit simuliert und ein Umbau des Demonstrators nebst Maschinengestell und ein Verschieben der Nachfolge nebst aufwändiger Ausrichtung vermieden.

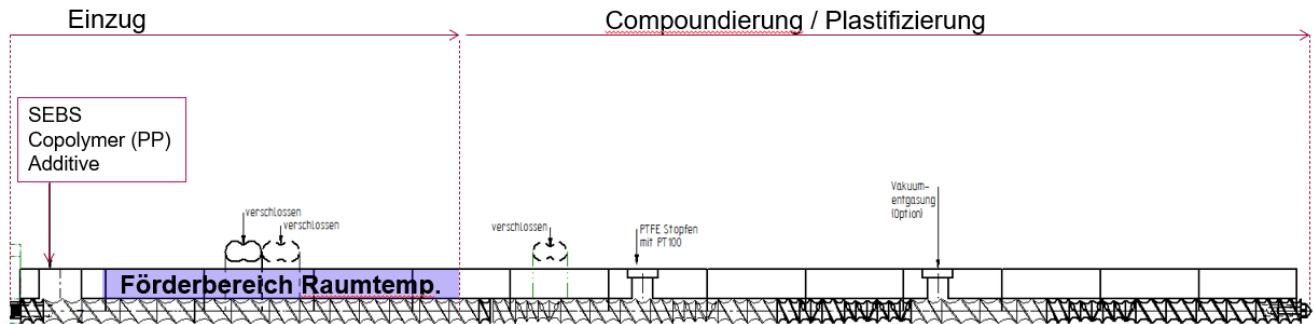


Abbildung 64. Verfahrensbereiche, die auf Raumtemperatur temperiert und nur mit Förderelementen ausgestattet sind.

Da für die Zugabe der Rohstoffe nur ein größerer Dosierer und ein Dosierer für Kleinkomponenten vorhanden ist, es wurde im Vorfeld dazu entschieden, die unterschiedlichen TPE/PP Rezepturen vorzumischen und gemeinsam über den umgerüsteten Dosierer hinzuzugeben.

Dafür wurde zunächst ein Mischer der Zeppelins Systems GmbH vom Typ UT 50 (Abbildung 65) nahe dem Demonstrator aufgestellt und in Betrieb genommen. Dieser wurde bei den ersten Versuchen zum Vormischen erfolgreich verwendet. Im späteren Verlauf wurden die Blends in größerer Menge nach Rezeptvorgabe der B. Braun Melsungen AG im Technikum der Zeppelin Systems GmbH vorgemischt. Dabei wurden homogene Vormischungen aus PP und TPE hergestellt und als Sackware für die Versuche auf dem Demonstrator im Technikum der B. Braun Melsungen AG zur Verfügung gestellt.



Abbildung 65. Mischer der Zeppelins Systems GmbH vom Typ UT 50

In unterschiedlichen Versuchsreihen wurden die ausgewählten Rezepturen verarbeitet. Den meisten Rezepturen ließen sich sehr gut verarbeiten und zeigten gute Ergebnisse. Insbesondere eine Rezeptur konnte auch nach mehrfacher Anpassung der Schneckenkonfiguration hinsichtlich Schereintrag und signifikanter Erhöhung der Verarbeitungstemperaturen nicht plastifiziert werden.

Die Versuchsreihen haben gezeigt, dass die Verarbeitung grundsätzlich funktioniert. Ob und welche der verarbeiteten Rezepturen in der getesteten oder in angepasster Form zum Einsatz kommen können, wird durch die B. Braun Melsungen AG geprüft.

#### 2.2.2.4 Optimierung des Demonstrationsverfahrens für die TPE-Direktextrusion

Bei der Direktextrusionsvariante B handelt es sich um die Compoundierung von SEBS und PP in bestimmten Mischungsverhältnissen zur Herstellung von medizinischen Schläuchen als Alternative zu PVC. Um die optimale Rezeptur zu finden, hat B.Braun in Zusammenarbeit mit Zeppelin verschiedene Compounds mit unterschiedlichen Ausgangsmaterialien sowie unterschiedlichen Mischungsverhältnissen hergestellt. Das IfW analysierte die Fortschritte in Schleifen, leitete Verbesserungsmaßnahmen ab und plante deren Umsetzung und Validierung anhand von Designplänen. Der gesamte Optimierungsprozess lässt sich in drei große Teile gliedern. Er ist in Abbildung 66 als Flussdiagramm dargestellt.

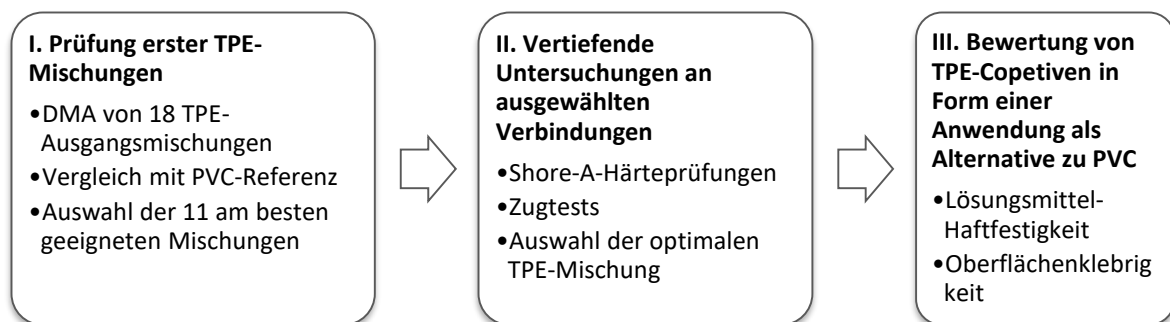
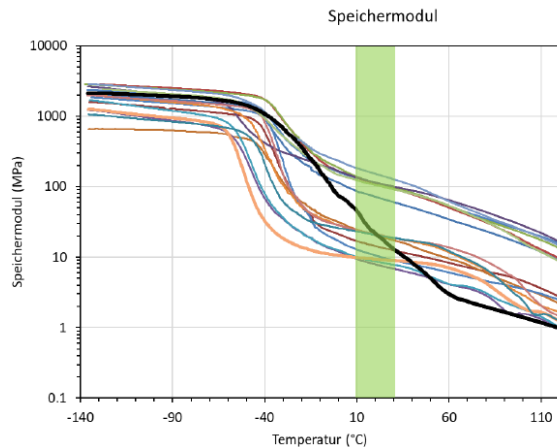


Abbildung 66. Flussdiagramm der Optimierung des Demonstrationsverfahrens für die Direktextrusion von TPE

Zunächst wurden 18 TPE-Mischungen einschließlich einer PVC-Referenz an das IfW geliefert. Zunächst wurde eine dynamisch-mechanische Analyse (DMA) durchgeführt, um herauszufinden, welche TPE-Compounds die ähnlichsten mechanischen Eigenschaften wie PVC im gewünschten Gebrauchstemperaturbereich von +10 bis +20 °C aufweisen. Elf Compounds wurden für die weitere Prüfung ausgewählt. Es wurden Prüfungen der Shore-A-Härte und der Zugfestigkeit durchgeführt. Alle Compounds, die eine um 10 % von der PVC-Referenz abweichende Härte und eine um 20 % abweichende Zugfestigkeit aufwiesen, wurden ausgeschlossen. Zwei Mischungen erfüllten alle Anforderungen, und eine wurde für die Herstellung des TPE-Schlauchs und den Einbau in das Infusionsgerät ausgewählt. Zusammen mit BBraun wurden dann weitere, spezifische Tests durchgeführt: Lösungsmittelhaftung, Oberflächenklebrigkeit, DMA, Zugversuch und Shore-A-Härte. Wie zuvor wurden auch die PVC-Analoga parallel getestet. Beide TPE-Proben wiesen eine wesentlich geringere Ausreißfestigkeit auf, während der PVC-Schlauch nicht ausriss, sondern den Test abbrach, weil er die Zugfestigkeit des PVC-Schlauchs selbst erreichte. TPE ist weniger steif als PVC und schälte sich während des Ausreißtests Millimeter für Millimeter ab, während PVC mit seiner höheren Steifigkeit die Zugbelastung gleichmäßig auf die gesamte Klebefläche übertrug, so dass die gesamte Verbindung gleichzeitig funktionierte.



TPE Band ID		Shore A	zur Referenz
14	Asahi Kasei Tuftec H1051	54.35	0.76
12	Asahi Kasei Tuftec H1517	60.82	0.86
10	Asahi Kasei Tuftec H1041	60.9	0.86
8	Asahi Kasei Tuftec H1052 (MFR 13)	63.29	0.89
6	Asahi Kasei Tuftec H1221	64.75	0.91
16	KRATON G1640 (Pulver)	65.04	0.92
8-2	Asahi Kasei Tuftec H1062	65.3	0.92
10-2	Asahi Kasei Tuftec H1041	65.95	0.93
4	KRATON G1643 (Granulat)	66.84	0.94
	<b>PVC Referenz</b>	<b>71.07</b>	<b>1.00</b>
2	Kraton 1645 MO	72.92	1.03

Abbildung 67. Ergebnisse aus dynamisch-mechanischer Analyse (DMA) und Shore A-Härteprüfung

Für die TPE Direktextrusion wurden auf dem Demonstrator auf Basis der vorhergehenden Abmusterungen 6 verschiedene Rezepturen aus TPE und PP verarbeitet. Eine Bewertung der Schlauchmuster erfolgte hinsichtlich Verarbeitbarkeit, Optik/Stippen, Oberflächenklebrigkeit, Verschlussneigung, Knickstabilität, Reißfestigkeit, Medikamenteninteraktion und Lösemittelverklebbarkeit. Die Einzelergebnisse hierzu sind in den folgenden Abbildungen dargestellt.

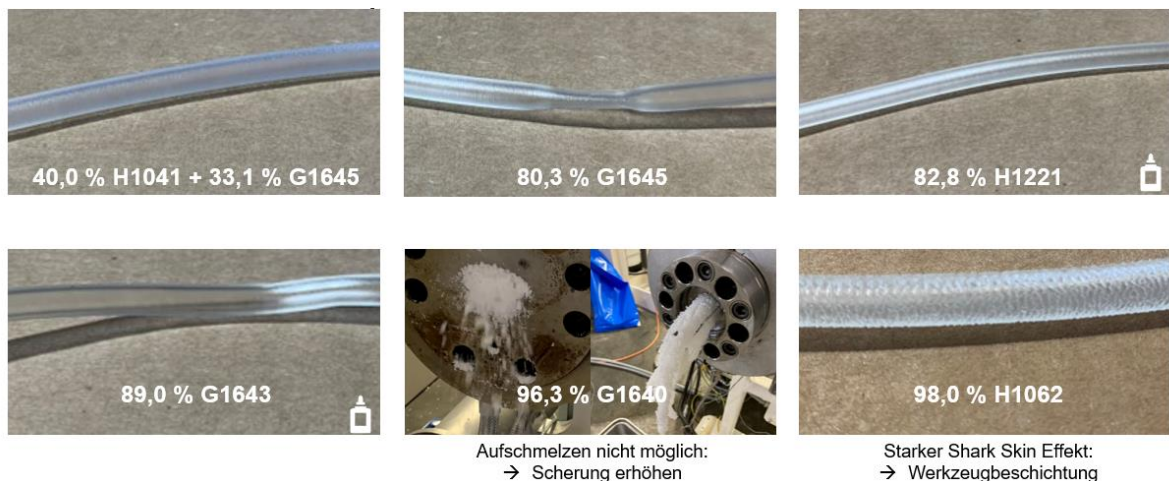


Abbildung 68. Bewertung hinsichtlich optischen und haptischen Eigenschaften der TPE Schläuche

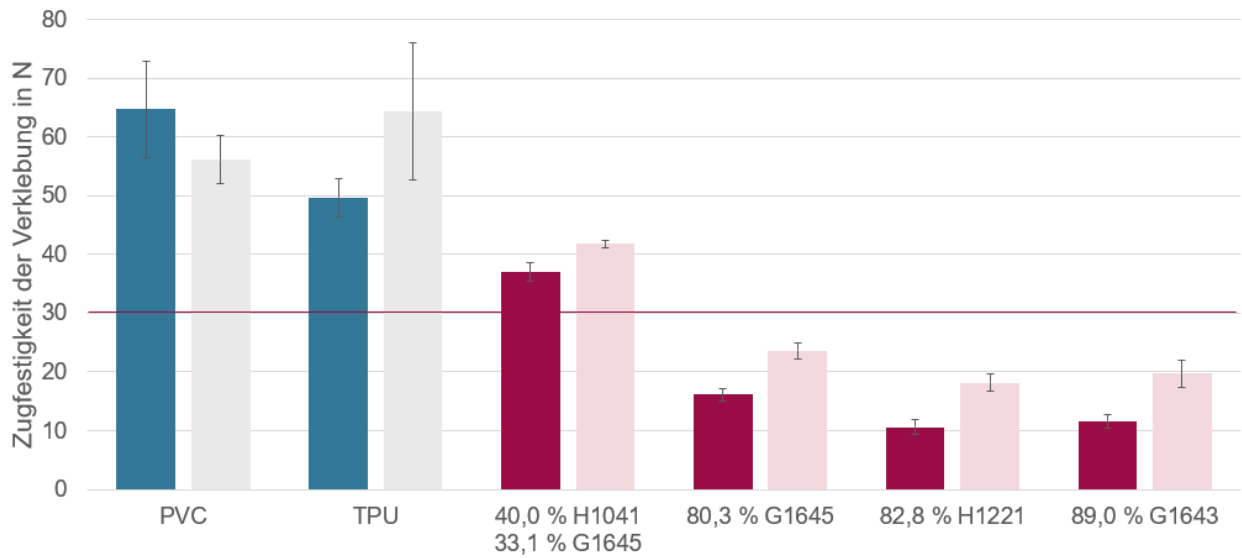


Abbildung 69. Zugfestigkeit der Verklebung von TPE Schläuchen im Vergleich zu PVC und TPU Schlauch

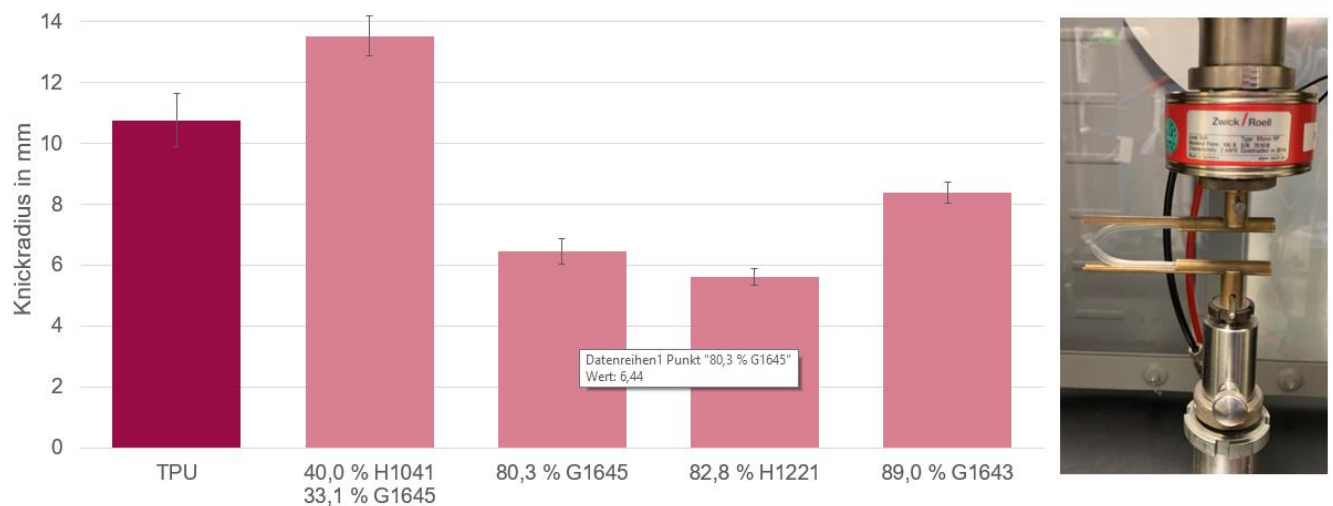


Abbildung 70. Knickstabilität von TPE Schlauchmustern im Vergleich zu TPU Schlauch (Referenz links)

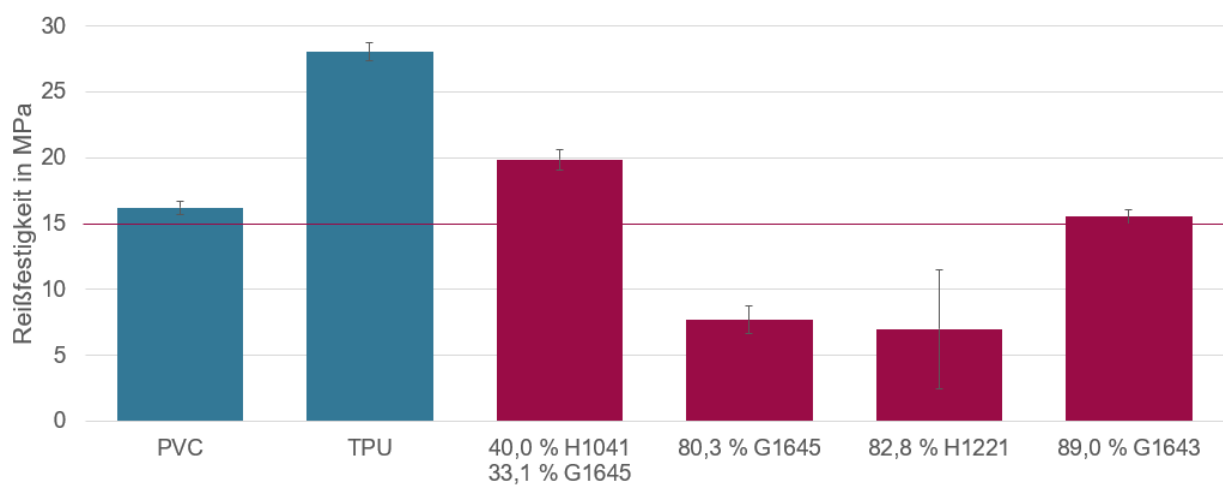


Abbildung 71. Reißfestigkeit der TPE Schlauchmuster im Vergleich zu PVC und TPU Schlauch

Eine Rezeptur hat in diesem Rahmen Eigenschaften gezeigt, die nah an den bisher eingesetzten IV-Schläuchen von B.Braun liegen und auch über künstliche Alterung und Sterilisationszyklen eine ausreichende Zugfestigkeit bei Lösemittelverklebung aufweist.

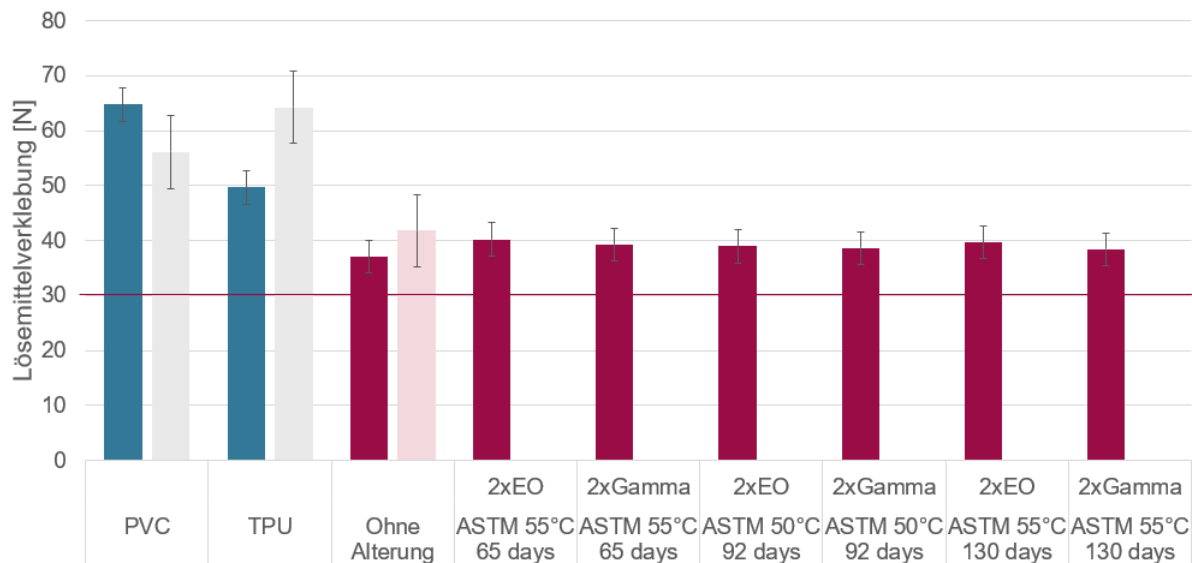


Abbildung 72. Zugfestigkeit der präferierten TPE Rezeptur nach Alterung/Sterilisation

### 2.2.3 Überprüfung der Maschinenteknik für die Direktextrusion von TPE und PVC

Die Überprüfung der Maschinenteknik fand weitestgehend zeitgleich mit der Optimierung statt.

Es hat sich gezeigt, dass das ursprüngliche Konzept grundsätzlich funktioniert. Der erwartete Durchsatz bei der vorgegebenen Qualität ist bei der verwendeten Maschinengröße wesentlich niedriger ausgefallen als erwartet. Die Anpassung der Verfahrenslänge und das Versetzen der Weichmacherzugabe hat den Prozess hinsichtlich Qualität und Stabilität wesentlich verbessert. Außerdem hat sich das Konzept Durchlauferhitzer zur Temperierung des Weichmachers als wesentlich effektiver und flexibler bewährt. Grundsätzlich muss für eine gute Aufbereitung des Weich-PVCs vor der Plastifizierung ausreichend Verfahrenslänge und somit Verweilzeit sichergestellt werden, um ein hochwertiges Produkt, dass den Marktanforderungen entspricht, herzustellen. Auch ein Baugrößensprung mit einhergehendem größerem Volumen und somit höherer Verweilzeit ist vorstellbar. Sowohl die Motorleistung als auch die Heizleistung hat insbesondere bei der PVC-Direktextrusion noch ausreichend Reserven und könnte auch bei einer größeren Baugröße beibehalten werden.

Auch die Verarbeitung von TPE war problemlos mit leichten Anpassungen auf dem Demonstrator möglich, wobei die notwendige Verfahrenslänge wesentlich kürzer ist als für die PVC Direktextrusion.

Die zur Prozessoptimierung entwickelten einzelnen Knetscheiben wurden in unterschiedlichen Versatzwinkeln getestet. Durch ihre Geometrie und den individuell verstellbaren Versatzwinkel haben sich Toträume gebildet. Bei den Versuchen hat sich gezeigt, dass abgelagertes Material in dem Bereich degradiert und somit die Qualität und den Prozess negativ beeinflusst. Aus den Erfahrungen der Versuche wurden zwei neue Knetelemente mit festem Versatzwinkel in Absprache mit der B. Braun Melsungen AG entwickelt und erfolgreich eingesetzt.



## 2.3 Qualitätssicherung

### 2.3.1 Entwicklung eines QS-Gesamtkonzeptes

Es wurden theoretische und praktische Ansätze für die Entwicklung eines umfassenden Qualitätssicherungsprozesses berücksichtigt. Dennoch kann das Konzept kontinuierlich überarbeitet werden, da im Rahmen des Projektes das Direktspritzgießen nicht als großtechnisches Herstellungsverfahren angewendet werden konnte.

Bei Neuanlieferung von Rohstoffen werden diese zunächst für die Produktion zurückgehalten und durch die Wareneingangsprüfung untersucht. Die Prüfung der Lieferung erfolgt jeweils chargenspezifisch. Wird das Material durch die Wareneingangsprüfung freigegeben, kann dieses von der Fertigungsplanung abgerufen werden. Die jeweiligen Mengen und Status der einzelnen Materialien werden dabei zentral in einer Datenbankverwaltung wie beispielsweise SAP erfasst und dokumentiert. Auf der Ebene der Produktionsanlage wird das freigegebene Rohmaterial den Vorratsbehältern der Produktionsanlage zugeführt. Dabei werden Daten des jeweiligen Rohstoffes in die Anlage übernommen. Bei der Verarbeitung der Rohstoffe werden sämtliche Maschinenparameter, wie auch Daten der Peripheriegeräte (z. B. Messeinrichtungen, Wickeleinheit) an die zentrale Maschinensteuerung übertragen und archiviert. Parallel zur Fertigung findet durch die Echtzeit-Daten ein Monitoring statt, um Maßnahmen (bspw. Fehler- oder Ausschussmeldungen) einzuleiten. Am Ende einer Produktionscharge wird ein Fertigungsbericht unter Einbezug der Maschinendaten erstellt und die Daten an die Inprozesskontrolle übergeben. Die produzierte Ware wird stichprobenartig durch die Inprozesskontrolle überprüft und ein Prüfbericht unter Bezugnahme zum Fertigungsbericht erstellt. Die erfolgreiche Durchführung des Konzeptes setzt voraus, dass alle Prozessschritte, die nicht ausreichend verifiziert werden können, validiert sind.

Hinsichtlich der Anforderungen, die als Ergebnis des Arbeitspaketes definiert wurden (Prozesse zur Qualitätssicherung, Beschreibung der notwendigen Datenerfassung, Prüfung etc.), hat das QS-Gesamtkonzept fünf Punkte, die im Folgenden beschrieben werden:

#### **a. Aufnehmen bereits im Unternehmen etablierter Ansätze zur QS**

Die Firma BBraun hatte für die Direktextrusion von PVC-Schläuchen ein perspektivisches Qualitätskonzept entwickelt. Zwei weitere Qualitätskonzepte (für die Direktextrusion, Variante B, und das Direktspritzgießen, Variante A, B) wurden nach einem ähnlichen Prinzip auf die weiteren Verfahren angewendet. Beispiel in Abbildung 73.

#### **b. Identifizierung und Analyse zusätzlicher einsetzbarer Grundkonzepte zur Qualitätssicherung**

Das Qualitätskonzept beinhaltet fünf grundlegende Schritte innerhalb der Prozessabfolge: Rohstoffanlieferung, Rohstoffprüfung, Prozessüberwachung, In-Prozess-Kontrolle und Freigabe. Folgende Fragen sind dabei für jeden Einzelschritt maßgeblich:

- Bestimmung des Zeitpunkts der Prüfung (Wann?)
- Ermittlung der korrekten Prüftechnik (Wie?)
- Bestimmung der Anzahl der Prüfungen (Wie viel?)
- Ermittlung des Prüfortes (Wo?)
- Auswahl der Messmittel (Womit?)

### **c. Identifizieren von Möglichkeiten zur durchgängigen Erfassung der oben genannten Daten**

Für jeden Teil des Projekts soll speziell eine digitale Datei erstellt werden, die alle benötigten Daten zusammenfasst. Je nach Datenformat und Schnittstellenfähigkeit soll eine zusammenfassende MS Excel Tabelle verwendet werden, die alle Einzelmessungen und Auswertungen beinhaltet. Einen Teilaspekt spezifische Datei kann zusätzlich aus der Steuerung der verwendeten Verarbeitungs- und Prüfmaschinen zum Einsatz kommen, falls eine herstellerunabhängige Datenkommunikation nicht möglich ist.

### **d. Bewertung der erreichbaren Datenqualität, -frequenz, -konsistenz und -störanfälligkeit in Relation zu Realisierungsaufwänden für die in c) identifizierten Möglichkeiten**

Die Bewertungen können vorgenommen werden, sobald eine exemplarische Validierung der Prozesse vorgenommen werden kann. Bis dahin sind jedoch noch grundlegende Entwicklungen und diverse Optimierungsschleifen an den Teilprozessen Direktextrusion und -spritzgießen jeweils in den Varianten A und B vorzunehmen. Eine abschließende Bewertung steht somit aus. Die Kennwerte werden folgendermaßen definiert:

1. Datenqualität – Sorgfältige Erfassung der Daten. Alle manuell verwendeten und in Maschinen integrierten Messgeräte müssen geprüft und kalibriert werden.
2. Frequenz – Die Datenaufzeichnung an Produktionsmaschinen läuft während des gesamten Prozesses. Wenn der Prozess entwickelt ist und es sich um eine Routineproduktion handelt, dann sollte die Datenaufzeichnungsgeschwindigkeit mit einer Frequenz von 1 Hz eingestellt werden. Da alle Prozeduren rund um die physikalischen Proben für die Qualitätskontrolle sehr zeitaufwendig sind, ist es im Moment zu früh, die Häufigkeit der Qualitätskontrollprüfungen festzulegen, da sich alle Fertigungsprozesse noch im Entwicklungsstadium befinden.
3. Konsistenz und Störanfälligkeit – da alle Daten in einer Datenbank gesammelt werden, ist es möglich eine Ursache-Wirkungs-Beziehungen zu erstellen.
4. Für die Qualitätssicherung sind die Direktverarbeitungsprozesse in „Bereitstellung des Rohmaterials“ und die eigentliche „Prozessüberwachung“ der Verarbeitung zu unterteilen. Die Prozesskette ist demnach ggü. des 2-stufigen Prozesses Compoundieren und anschließender Verarbeitung deutlich reduziert. Bei Betrachtung des bisherigen Standes der Technik sind folgende Spezifikationen zu überprüfen und zu dokumentieren:
5. Anlieferung des Rohmaterials – Die Fertigung beginnt mit der Anlieferung des Rohmaterials. Es dürfen nur Materialien von vertrauenswürdigen und zertifizierten Lieferanten verwendet werden. Für alle angelieferten Materialien müssen Materialdatenblätter vorliegen.
6. Prozessüberwachung – Von entscheidender Bedeutung sind die richtigen Parameter des Fertigungsprozesses. Die Parameter für jeden Produktionsprozess eines bestimmten Produkts sind in der folgenden aufgeführt.

Tabelle 12. Zu überwachende Parameter der Fertigungsprozesse

Gemeinsame Parameter	Spezifisch für das Spritzgießen	Spezifisch für die Extrusion
Rezepturkomponenten		Drehmomente
Heizzonen	Werkzeugtemperatur	Masse-Drücke
Geschwindigkeiten	Kühlzeit	Durchsatz
Materialtemperaturen	Häufigkeit der Zugabe von	Pumpendrehzahl bei Einsatz
Drücke	Formtrennmitteln	einer Schmelzepumpe
Steuerung der Zuführungen		



Abbildung 73. Direkt-Spritzgießen. Variante B: Pape/Uni Kassel: angepasste Geometrie einer Dreizonenschnecke

#### **e. Prüfen der Möglichkeit zur Bündelung und Verknüpfung/Zusammenführung der Einzeldaten**

Alle Daten sind in einer aktiven Datenbankdatei verbunden. Als Einflussgrößen sind die Materialien zur Herstellung der Komponenten sowie die Prozessparameter in Beziehung mit den Eigenschaften der Produkte zu setzen. Als statistische Methode wird hierfür die Regression herangezogen. Es ist auch wichtig, alle Fehler konsistent zu registrieren, so dass es möglich ist, Ursache und Auswirkung zu ermitteln.

### **2.3.2 Entwicklung einer Terahertz-Schmelzecharakterisierung**

#### **2.3.2.1 Technische Grundlagen der Terahertz-Spektroskopie**

Der Begriff „Terahertz-Strahlung“, abgekürzt THz-Strahlung bezieht sich auf elektromagnetische Strahlung im Frequenzband zwischen Mikrowellenstrahlen und ferninfrarotem Licht. Eine detaillierte Beschreibung der Technologie, der technischen Möglichkeiten und Anwendungen kann z.B. dem VDI-Statusreport „Terahertzsysteme und Anwendungsfelder“ [17] entnommen werden. An dieser Stelle werden nur die für das weitere Verständnis des folgenden Textes notwendigen Grundlagen dargestellt.

#### **2.3.2.2 Erzeugung und Detektion von THz-Strahlung; Bildgebung**

Es gibt inzwischen mehrere Technologien, die zur Erzeugung und Detektion von THz-Strahlung genutzt werden können. Ein Überblick über die vorhandenen Technologien und ihre Vor- und Nachteile findet sich in [17].

Bei der TDS wird breitbandige, gepulste THz-Strahlung erzeugt, indem elektrisch vorgespannte photoleitende Dipolantennen mittels Femtosekunden-Laserimpulsen geschaltet werden. Diese ultrakurzen Impulse erzeugen kurze Stromimpulse über der Antenne, es wird ein elektromagnetischer Puls ausgesandt, der üblicherweise Frequenzkomponenten zwischen ca. 300 GHz und einigen THz enthält. Der Vorgang der Erzeugung findet mit einer Wiederholrate von 50 bis 250 MHz statt, dabei ist die zeitliche Wiederholrate bis auf einige Femtosekunden genau.

Zur Detektion dieser Pulse wird eine zweite, ähnlich aufgebaute Antenne genutzt. Diese funktioniert nach dem inversen Prinzip der Erzeugung. Eine Antenne mit nachgeschalteter Verstärkerelektronik nimmt das THz-Signal zeitlich aufgelöst auf und das Signal wird mittels AD-Wandlertechnik gespeichert und ausgewertet. Ein mit dem Erzeuger-Laserimpuls synchroner Puls wird genutzt, um die Antenne kurzzeitig aktiv zu schalten. Entweder wird mittels einem optischen Strahlteiler ein Laserstrahl in Sende- und Empfangskanal aufgeteilt, oder ein elektronisch synchronisierter zweiter Laser wird genutzt. Durch die zeitliche Verzögerung der beiden eintreffenden Impulse (Terahertz- und Laserpuls) kann der deutlich längere THz-Impuls abgetastet werden. Zur zeitlichen Verzögerung werden klassisch bewegliche Spiegel („Delay Lines“) genommen, die die Laufstrecke des Laserstrahls kontrollieren können. Aus der im Detektor gemessenen, zeitaufgelösten Signalstärke und der Strahlverzögerung (entsprechend der Wegstrecke durch die Delay Line) kann das zeitliche Bild des THz-Impulses aufgelöst werden. Bei elektronisch synchronisierten Pulsen kann die Phasenlage zwischen den beiden Pulsen moduliert werden.

Der Terahertzstrahl kann, ähnlich einem Laserstrahl, mit Spiegeln, Parabolspiegeln und Linsen geführt, fokussiert und kollimiert werden. Verschiedene Kunststoffe und Quarzglas sind für THz-Strahlung transparent und bieten sich als Material für Linsen und Fenster an.

Wird ein THz-Strahl durch eine Probe geleitet wird die aufgenommene Pulsform auf zwei Arten beeinflusst. Der Puls wird zeitlich verzögert und in seiner Amplitude gedämpft. Aus diesen Informationen kann

man die optische Absorption des Materials sowie seine Brechzahl bestimmen, die beiden optischen Größen erlauben Rückschlüsse auf die physikalischen Eigenschaften des gemessenen Materials und beispielsweise seine Zusammensetzung.

Die hier präsentierte Technologie basiert auf Punktemittern und -detektoren, die, je nach Technologie, üblicherweise zehn bis einige tausend Messungen pro Sekunde durchführen können. Für bildgebende Messungen oder die Kontrolle eines Materialstroms muss für jeden Messpunkt eine Punktmessung durchgeführt werden, danach wird die Probe zum nächsten Messpunkt verfahren.

Im Projekt Medicomp wurde von der Hübner GmbH & Co. KG ein Verfahren zur Online-Untersuchung von Materialflüssen innerhalb eines Extruders entwickelt. Zielsetzung des Teilprojektes ist es, die Einsatzmöglichkeit der Terahertzspektroskopie in Extrusions- und Direktspritzgussprozessen in der Produktion von Kunststoffkomponenten für die Medizintechnik zu evaluieren. Hierzu wurden Messreihen mit einem Terahertz-Zeitbereichsspektrometer (THz-TDS, [18]) an Materialproben sowie in Schmelzekanälen innerhalb der Produktionsprozesse der Projektpartner durchgeführt.

### 2.3.3 Umsetzung von QS-Konzepten

Die im AP 4.3 geplante Terahertz (THz)-Messung konnte nicht durchgeführt werden. Notwendige Vorbereitungen zur Umsetzung wurden hingegen vorangetrieben. Ein Messflansch zum Einbau zwischen Doppelschneckenextruder und Schmelzepumpe wurde in Abstimmung zwischen der Werkzeugkonstruktion von B. Braun und der Firma Hübner konstruiert und angefertigt. Insbesondere die Aufnahme und Abdichtung der notwendigen Quarzgläser für die Durchlicht-Messung stellte hierbei eine Herausforderung dar.

Der Wareneingangsprozess für die notwendigen Rohstoffe der PVC-Direktextrusion wurde durch entsprechende Materialanalysen abgebildet. Für die Additive Bis-(2-ethylhexyl)-terephthalat (DEHT) und epoxidiertes Sojabohnenöl (ESBO) wurden Infrarot (IR)-Kennlinien als Referenz ermittelt (siehe Abbildung 74). Im Rahmen der Wareneingangsprüfung sollen diese Referenz-Kennlinien mit der Kennlinie des zu überprüfenden Rohstoffes nach erfolgter Serienimplementierung verglichen werden.

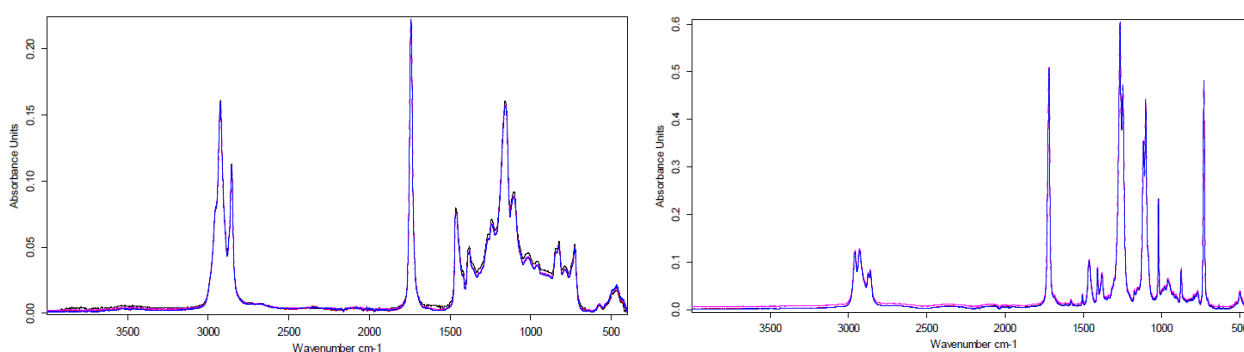


Abbildung 74. IR Kennlinien ESBO (links) und DEHT (rechts)

Für die Grundkomponente PVC-Pulver besteht der Wareneingangsprozess neben einer möglichen IR-Prüfung aus einer Prüfung der Weichmacheraufnahme. Hierfür stehen standardisierte Prüfmethoden zur Verfügung, mit denen die notwendige Zeit zur Weichmacheraufnahme ermittelt wird. Für spezifische PVC- und Weichmacher-Typen wurden bei verschiedenen Temperatureinstellungen die Kennlinien der Weichmacheraufnahme ermittelt. Hierfür wurde im materialtechnischen Labor der B. Braun Melsungen AG ein

Plastograph des Herstellers Brabender verwendet. Die ermittelten Kennlinien dienen für die jeweiligen Materialtypen als Referenz zur Überprüfung eingehender Rohstoffchargen (siehe Abbildung 75). Durch wiederholte Durchführungen wurden die Wareneingangsprüfungen validiert.

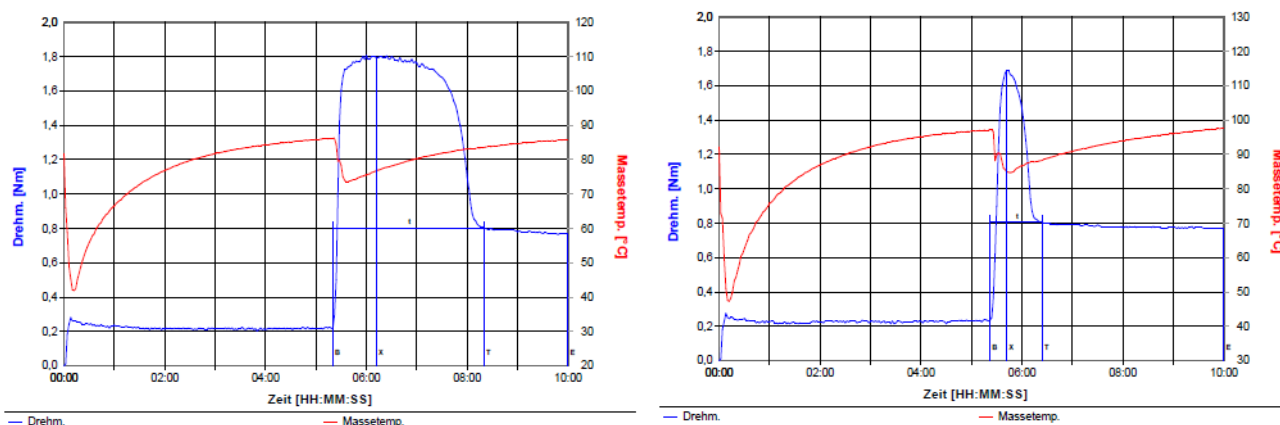


Abbildung 75. Weichmacheraufnahme PVC-Pulver für verschiedene PVC-Typen und Rohstoff-Temperaturen

Neben der Umsetzung der Wareneingangsprüfungen wurde im Rahmen von Versuchsläufen die Prozessdatenerfassung und Aufbereitung umgesetzt. Die zentrale Erfassung und Archivierung von qualitätsrelevanten Prozessparametern in der Maschinensteuerung ermöglicht direkte Bewertungen der hergestellten Produktqualität. Hierbei ist insbesondere die in die Bedienoberfläche der Maschinensteuerung integrierte Außendurchmesser-Messung für die Herstellung spezifikationsgerechter Schlauchdimensionen wichtig (siehe Abbildung 76).

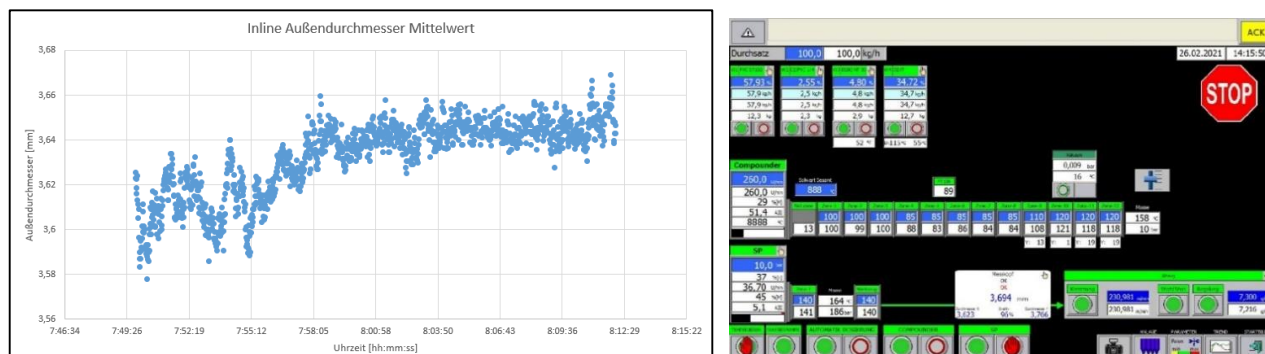


Abbildung 76. Inline-Messung des Außendurchmessers und Integration in Bedienoberfläche

Die Terahertz (THz)-Messung wurde unter Verwendung des von B.Braun entwickelten und angefertigten Messflansches sowohl für PVC als auch für TPE Direktextrusion getestet worden (Abbildung 77).

In der PVC Direktextrusion konnte mittels Terahertz kein ausreichendes Messsignal erzeugt werden, eine Messung konnte nicht anwendbar realisiert werden. Grund hierfür ist offenbar die nicht ausreichende Durchlässigkeit des Weichmachers für die Terahertz Strahlung.

In der TPE Direktextrusion konnten Terahertz Messungen mit brauchbarem Messsignal erzeugt werden, eine Abmusterung und Bewertung mit unterschiedlichen Rezepturbestandteilen wurde realisiert.

Aus Sicht der B. Braun Melsungen AG sind mit den Demonstratorprozessen innovative Verbesserungen am Produktportfolio der Infusionsüberleitungsgeräte umsetzbar. Unabhängigkeit von einzelnen Lieferanten,



schneller Einfluss auf Materialrezepturen und gezielte Produktverbesserungen lassen sich sehr viel direkter umsetzen, als dies vergleichsweise bei externem Zukauf von Fertigcompounds der Fall ist.

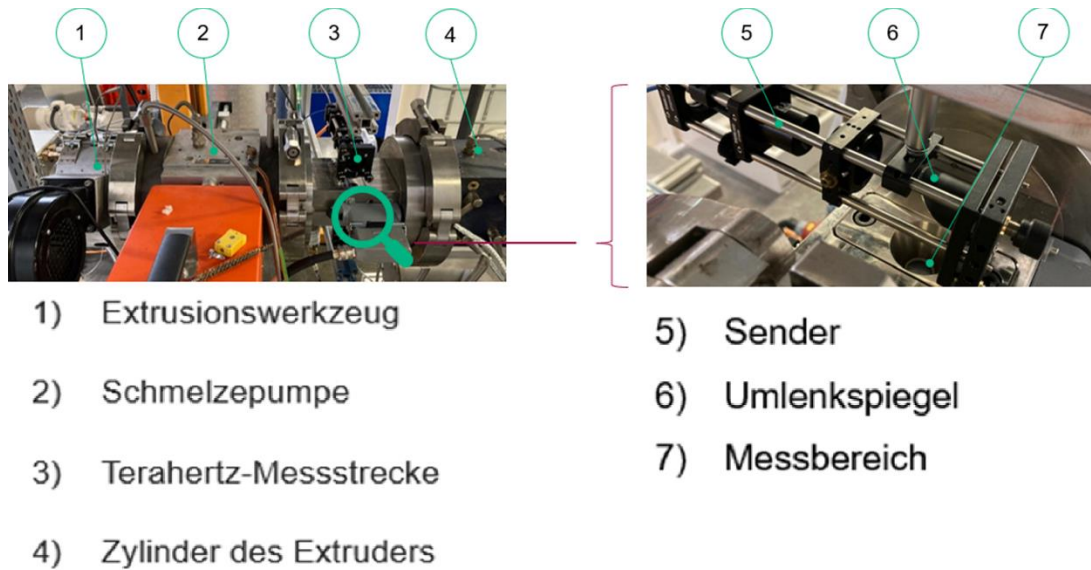


Abbildung 77. Aufbau Terahertz-Messung

Im Teilprojekt der Direktextrusion konnte durch die durchgeführten Untersuchungen eine Obergrenze des Durchsatzes hinsichtlich der erreichbaren Qualität für die installierte Demonstratoranlage ermittelt werden. Hierdurch konnte abgeleitet werden, dass für eine wirtschaftliche Überführung in die Serienproduktion eine weitere Hochskalierung des genutzten Demonstrators erforderlich ist. Basierend auf den Ergebnissen und den technischen Daten der Demonstratoranlage kann die Hochskalierung nunmehr anwendungsspezifisch gezielt vorgenommen werden. In zukünftigen Beschaffungsprojekten nach Projektende wird diese Hochskalierung produkt- und anwendungsbezogen durchgeführt werden und je nach kalkulierter Wirtschaftlichkeit für die Beschaffung weiterer Anlagen zur Direktextrusion berücksichtigt.

Im Rahmen der Untersuchungen am Demonstratorprozess für die PVC-Direktextrusion ist deutlich geworden, dass die Qualitätsanforderungen hinsichtlich Stippen im Schlauch im medizintechnischen Umfeld anspruchsvoll sind. Die erforderliche Qualität kann nur bis zu einem bestimmten Durchsatzniveau für die vorhandene Anlagenkonfiguration erreicht werden.

In anderen Anwendungen können gegebenenfalls deutlich höhere Durchsätze erreicht und umgesetzt werden, sofern die entsprechenden Qualitätsanforderungen hier weniger hoch liegen. Somit kann ein wirtschaftlicher Direktextrusionsprozess dann deutlich einfacher wirtschaftlich umgesetzt werden.

Bezüglich der Öffentlichkeitsarbeit wurde das Vorgehen in enger Abstimmung mit den Konsortialpartnern koordiniert. Aufgrund der Corona-Pandemie erfolgten keine Vorträge auf Fachveranstaltungen oder Seminaren. Federführend durch die IfW wurde eine Projektwebsite (<https://bmbf-medcomp.de/>) erstellt, um die Fachwelt über das Projekt und die Ergebnisse zu informieren.

Die B. Braun Melsungen AG treibt die weitere Verbreitung der Prozesse in der Medizintechnik voran. Wie beschrieben wird dem Vorhaben eine hohe technologische Erfolgsaussicht beigemessen. Die wirtschaftlichen Erfolgsaussichten müssen jeweils anwendungsspezifisch betrachtet werden. Eine Umsetzung in der PVC-Schlauch-Herstellung für IV-Sets ist aufgrund von wirtschaftlichen Bewertungskriterien aktuell nicht geplant und darstellbar.

Hinsichtlich der TPE Direktextrusion zeigen sich zunehmend weitere mögliche Anwendungsfelder neben dem Einsatz als IV-Set-Überleitungsschlauch. In zusätzlichen Produktgruppen sind hierbei andere bzw. weitere Produkteigenschaften relevant, wie beispielsweise Druckfestigkeiten und Rückstellverhalten der Schläuche. Diese Eigenschaften können über neue Additive erreicht werden und eine Umsetzung kann im Direktextrusionsverfahren vergleichsweise schnell untersucht werden. Für weitere Untersuchungen wertvoll ist zudem insbesondere die herausgearbeitete TPE/PP Rezeptur, welche selbst über zwei Sterilisationszyklen und künstliche Alterung ein stabiles Ergebnis bei Lösemittelverklebung gezeigt hat.

## 2.3.4 Korrelation von Material- und optischen Eigenschaften im THz-Bereich

Zu Beginn der Arbeiten in Arbeitspaket 4.2 (Entwicklung einer Terahertz Schmelzecharakterisierung) wurden im Labor von HÜBNER Photonics Materialproben, die die Projektpartner B.Braun und Krauss Maffei zur Verfügung gestellt haben, untersucht. Hier ging es um die Messbarkeit und Unterscheidbarkeit der Probenmaterialien, der -geometrien sowie möglicher Einschlüsse, Mischgütern und Materialfehler. Im Rahmen dieser Messreihen wurden auch unterschiedliche Strahlführungskonzepte evaluiert.

### 2.3.4.1 Testmaterialien: Purcell

Tabelle 13. Zusammensetzung der gemessenen Mischungen Purcell 2.1 und Purcell 2.2

Zutat	Mischung 2.1	Mischung 2.2
Purcell	12%	22%
Kraton	57%	56%
Calcit	31%	30%
Corduma	0%	3%

Bildgebende Messungen an Proben aus Purcell, Kraton Calcit sowie Corduma, einem färbenden Masterbatch, zeigen die Möglichkeiten der Terahertz-Spektroskopie als Analysewerkzeug für diese Materialfamilie. Im Gegenteil zu diversen anderen bildgebenden Technologien kann die bildgebende Terahertz-Messtechnik auch Mischungen mit Corduma (s. Tabelle 13) durchdringen und beispielsweise Agglomerate von Calcit in einer optisch homogenen Probe darstellen, siehe Abbildung 78. Der Corduma-Gehalt der Probe 2.2 erhöht den Brechungsindex des Materials deutlich.

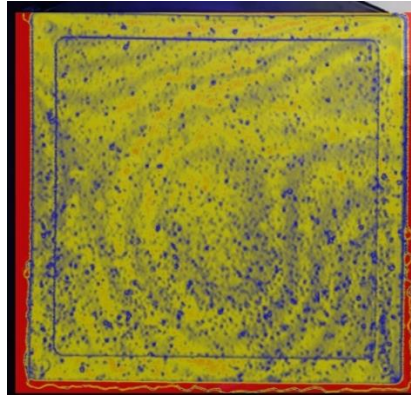


Abbildung 78. Terahertz-Transmissionsbild bei 1 THz einer Testplatte aus Purcell, Kraton, Calcit und dem Farbstoff Corduma. Man erkennt deutlich Calcitagglomerate (blaue Punkte) und eine wellige Oberflächenstruktur.

Die Mischungen 2.1 und 2.2 aus Purcell, Kraton und Calcit zeigten deutliche Unterschiede im THz-Messbild (vergleiche die Probe links im Bild ohne Calcit und die rechte mit 10% Calcit in Abbildung 79). Die Probe mit Calcitzusatz ist deutlich transparenter für THz-Strahlung, dies zeigt sich in der gelben Färbung im THz-Signal. Zusätzlich sind Calcit-Agglomerate zu erkennen, siehe Vergrößerung.

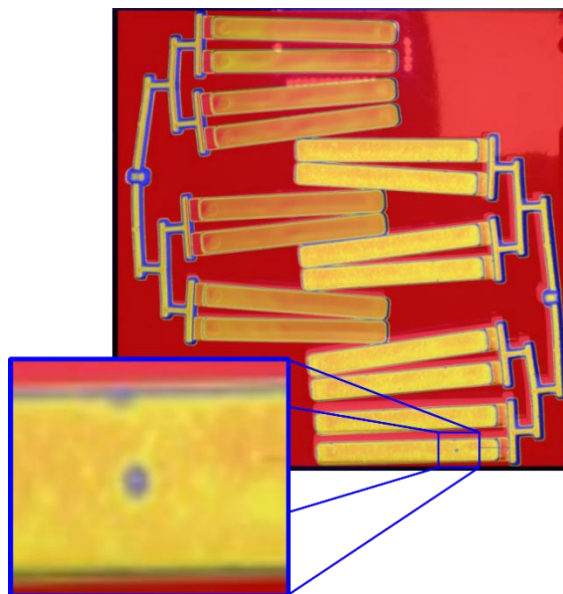


Abbildung 79. Spritzguss Referenzproben unterschiedlicher Mischungen aus Purcell und Kraton (links) und Purcell, Kraton und Calcit (rechts). In der Probe rechts/unten sind Kreideagglomerate in blau zu erkennen (s. Vergrößerung).

#### 2.3.4.1 Bauteilproben: Stopfen

Die untersuchten Stopfen werden in der Produktion von Einwegspritzen bei B. Braun genutzt. Die getesteten Proben wurden bei unterschiedlichen Extruderdrehzahlen hergestellt, zusätzlich standen Proben mit unterschiedlichem Farbstoffgehalt („schwarz“, „grau“, „farblos“) zur Verfügung.

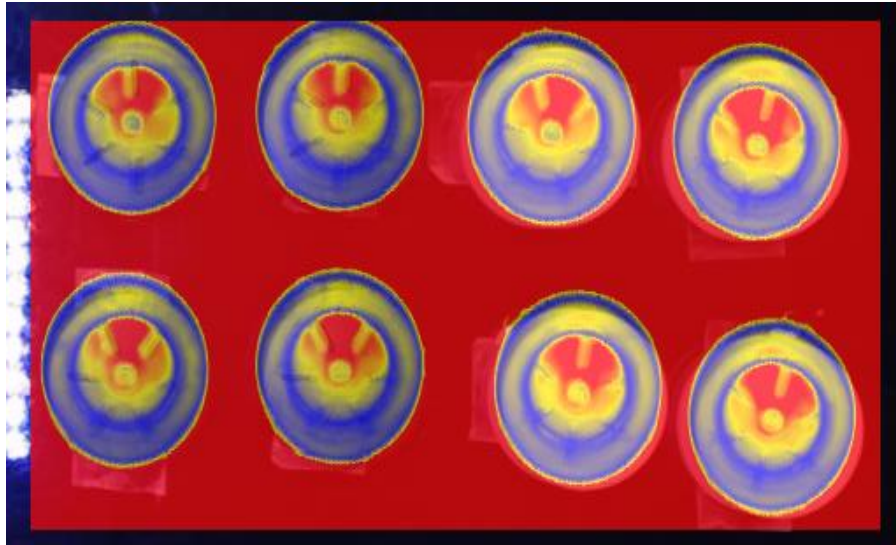


Abbildung 80. Amplituden-Terahertz Image verschiedener Gummistopfen. Die oberen 4 Proben sind schwarz eingefärbt, die unteren farblos belassen. Durch die seitliche Beleuchtung mit dem Terahertz-Messsignal sind die Proben optisch verzerrt dargestellt.

Abbildung 80 zeigt das Terahertz-Amplitudenbild von je 4 schwarzen und farblosen Stopfen. Die farblosen Stopfen zeigen sich im THz-Bild deutlich transparenter. Alle Stopfen sind im Bild deutlich verzerrt, entsprechend der Geometrie des Messaufbaus. Der THz-Emitter strahlt in einem Winkel auf die Probe, der Detektor nimmt die Reflexion in diesem Winkel auf. Durch eine entsprechende Mimik (s. Abbildung 81) kann dieser Effekt hinreichend minimiert werden. Somit zeigt sich die THz-Spektroskopie, bzw. die resultierende hyperspektrale Bildgebung, fähig, den Farbstoffgehalt der Proben darzustellen.

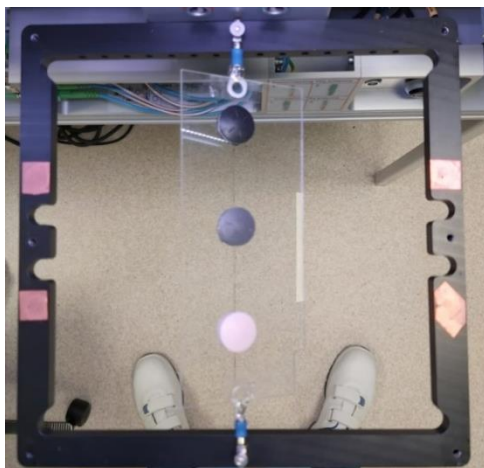


Abbildung 81. Mimik zum Ausgleich der systembedingten Verzerrung (links), (b) Terahertz-Darstellung der Amplitude je einer schwarzen (oben), grauen (Mitte) und farblosen (unten) Probe (rechts)

In den Abbildung 80 und Abbildung 81 zeigt sich deutlich die komplexe Probengeometrie, die auch eine Darstellung von Calcitansammlungen erschwert. Bei der Plattenware (Abbildung 78) konnte man diese deutlich als blaue Punkte erkennen.



Die Offline-Messungen zeigen, dass man Agglomerate verschiedener Zutaten in den genutzten Modellsystemen, v.a. Calcit, mittels THz-Spektroskopie detektieren kann. Ebenfalls zeigen sich die Materialien als hinreichend transparent im Terahertz-Frequenzbereich.

### 2.3.5 Realisierung und Validierung eines Aufbaus für Messungen im Schmelzekanal, Integration in den Demonstratorprozess

Ein Ziel des Gesamtprojektes MeDiComp war es, die Zahl der Prozessschritte und damit verbunden die Produktionszeit von Einweg-Medizinprodukten zu optimieren ohne Kompromisse bei der Qualität einzugehen. Hierfür hilfreich ist es, Möglichkeiten zu schaffen, das Material automatisiert im Produktionsprozess zu testen ohne es dabei aus dem Produktionsfluss zu entfernen. Im Teilprojekt von HÜBNER Photonics sollte die Möglichkeit untersucht werden, mittels THz-Messungen die Schmelze eines Direktextruders bzw. im Direktspritzguss zu charakterisieren. Hiermit kann in Zukunft eine Methode zur Inline-Prüfung der Materialqualität geschaffen werden.

Die für die Integration in die Direktspritzgussanlage (KraussMaffei, s. Abbildung 82) bzw. Extrusionsanlage für medizinische Schläuche (B. Braun) bei den jeweiligen Projektpartnern benötigten Sonden wurden von den jeweiligen Projektpartnern mit Unterstützung des Projektteams von HÜBNER Photonics entwickelt und gefertigt. In insgesamt 3 Messkampagnen wurden Messungen mit den Projektpartnern zusammen durchgeführt. Details zu den genutzten Sonden können den Berichten der Projektpartner entnommen werden, in denen sie beschrieben sind. Da verschiedene Fenstermaterialien (u.a. Quarzglas) und Kunststoffe für optische Elemente transparent für THz-Strahlung sind und im Gegensatz zu Ultraschallsonden kein physikalischer Kontakt zum Messobjekt bestehen muss, sind THz-Messgeräte sehr leicht in einen Produktionsprozess integrierbar.

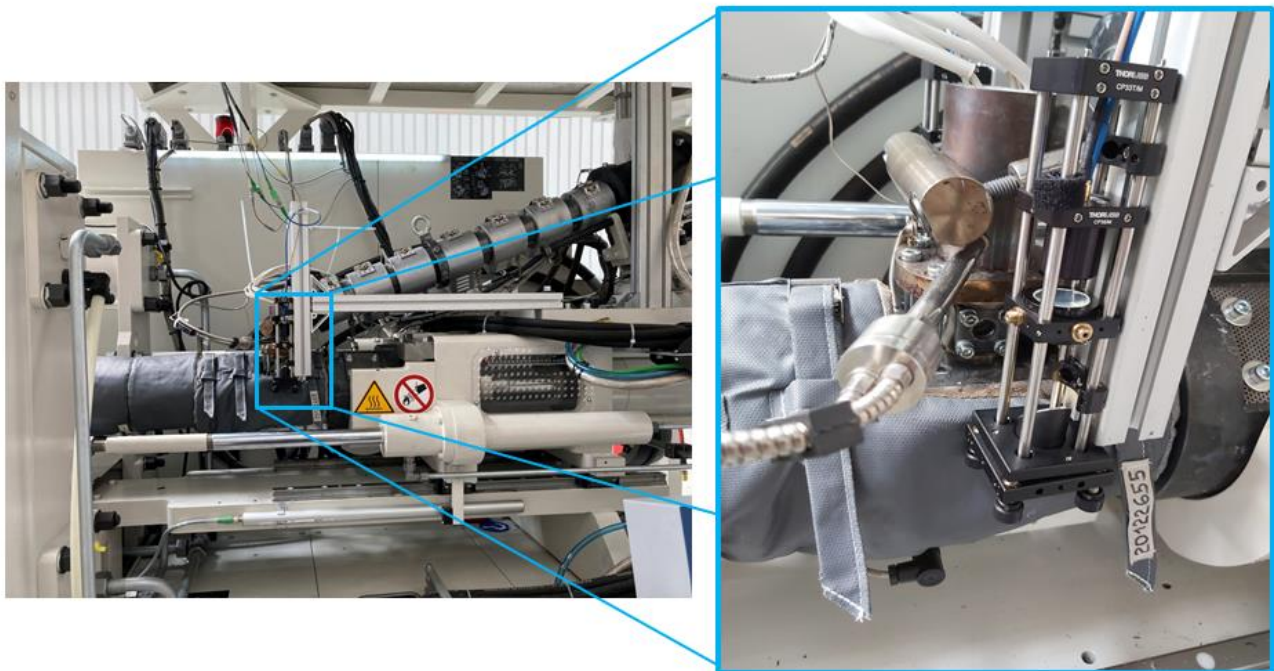


Abbildung 82. Integration der Terahertzmesseinrichtung in die Direktspritzgussmaschine bei KraussMaffei. Die Antennen neben Linsen/Spiegeloptik ist senkrecht gehalten, der Strahl wird waagrecht durch den Ausgang des Extruderkanals geführt und in der Schmelze fokussiert. Die Detektorantenne ist hinter der Anlage gehalten.

### 2.3.5.1 Direktspritzguss

Hier ist das Mischen der kleinen Mengen häufig herausfordernd, sodass Inline-Messmethoden für die Verifikation der Zusammensetzung gesucht werden. Messsonden basierend auf der Terahertztechnologie haben den großen Vorteil, dass das Messsignal auch Materialdicken, die im Extruder realisierbar sind, durchdringen kann und somit nicht nur oberflächliche Messungen durchgeführt werden, sondern Messungen im Volumenmaterial. Dadurch werden Oberflächeneffekte minimiert (z.B. Gleitmittel, die sich üblicherweise an der Extruderwand absetzt) und der Rückschluss auf die Materialeigenschaften wird genauer.

Bei den zwei Messkampagnen wurde ein Materialsystem aus Polypropylen (PP) und Styren-Ethylen-Butylen (SBS), ein Thermoplastisches Elastomer (TPE) untersucht. Die genutzten Zusätze sind Kreide, Farbstoff sowie ein Gleitmittel zur Verbesserung der Verarbeitung. In verschiedenen Messreihen wurde untersucht, ob man aus dem THz-Signal Rückschlüsse auf die Materialzusammensetzung oder Verarbeitungsqualität des Endproduktes gewinnen kann.

### 2.3.5.2 Rezepturwechsel

Als erster Test der Messsonde wurde der größtmögliche Rezepturwechsel im gegebenen System durchgeführt, nämlich der Wechsel von 100% PP auf 100% SEB. Abbildung 83 zeigt die Terahertz-Feldamplitude (mittlerer Graph) und die zeitliche Verzögerung des Pulses (unten). Zum Zeitpunkt 0 wurde die Rezeptur am Eingang des Mischextruders geändert, nach 2 Minuten sieht man erste Einflüsse auf das Messsignal. Der Wechsel der Rezeptur ist weitere 2 Minuten später zum Zeitpunkt  $t = 4$  Minuten abgeschlossen.

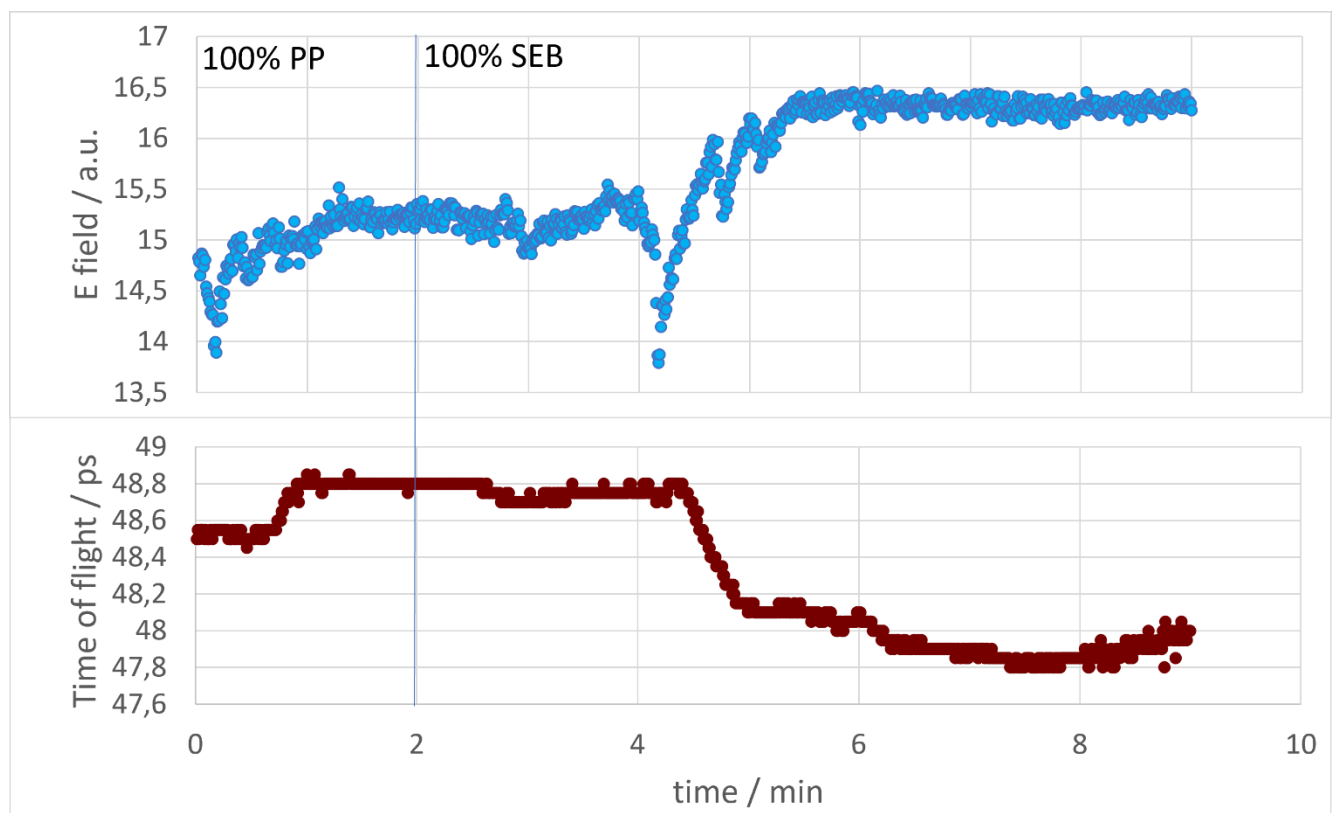


Abbildung 83. Terahertz-Feldamplitude und zeitliche Verzögerung bei einem Materialwechsel von Polypropylen auf SEB. Bei Zeitpunkt 0 fand der Materialwechsel am Extrudereingang statt, nach 2 Minuten sieht man die erste Änderung im Ausgangssignal, bei ca. 5 Minuten ist der Materialwechsel vollzogen. Der Materialwechsel zeigt sich in Amplitude und Verzögerung deutlich.



Anschließend wurde der Materialwechsel zurück auf 100% PP in Schritten von 10 % durchgeführt, siehe Abbildung 84. Die Messung wurde bei einer späteren Messkampagne mit vergleichbaren Ergebnissen wiederholt.

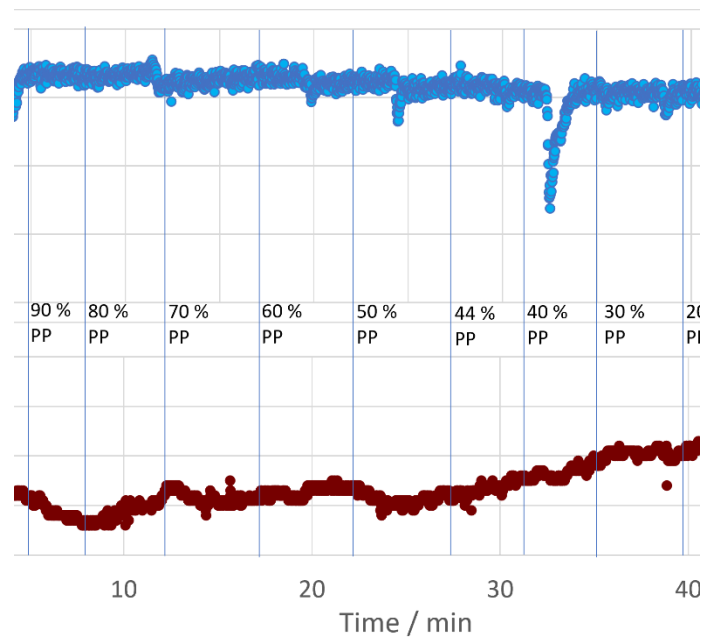


Abbildung 84. Schrittweiser Wechsel der SEB/PP-Zusammensetzung. Auch kleine Schritte sind deutlich in der E-Feldamplitude erkennbar.

Der Mischung aus SEB und PP wurde im Weiteren ein veränderlicher Anteil an Kreide („Calcit“) zugesetzt. Man sieht deutlich einen Einfluss auf die THz-Signale, s. Abbildung 85. Ebenfalls zeigt die Abbildung periodische Einbrüche der Signale, beispielsweise der blau markierte. Diese lassen sich auf die Spritzgussvorgänge der Direktspritzgussanlage zurückführen. Der mit der Materialentnahme verbundene kurzzeitige Druckabfall wirkt sich deutlich auf die Dichte und damit die Absorption und Brechzahl der Materialien aus.

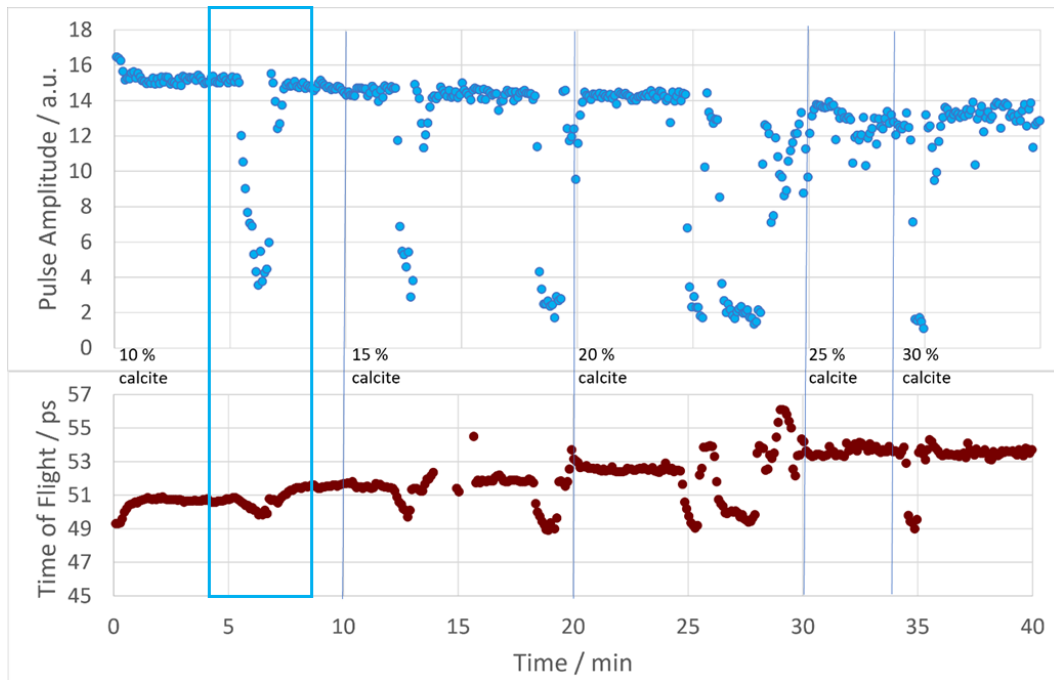


Abbildung 85. Variation des Kreidgehalts (Calcit) in einem SEB/PP-Grundmaterial. Neben der deutlichen Abhängigkeit zwischen Kreidgehalt und THz-Messsignalen sieht man periodische Einbrüche der Signale, die mit den Spritzgussprozessen korrelieren.

Dabei wurde eine konstante Mischung in den Prozess gegeben, die zeitlichen Abstände der Spritzgussvorgänge entspricht der der Einbrüche (Abbildung 86).

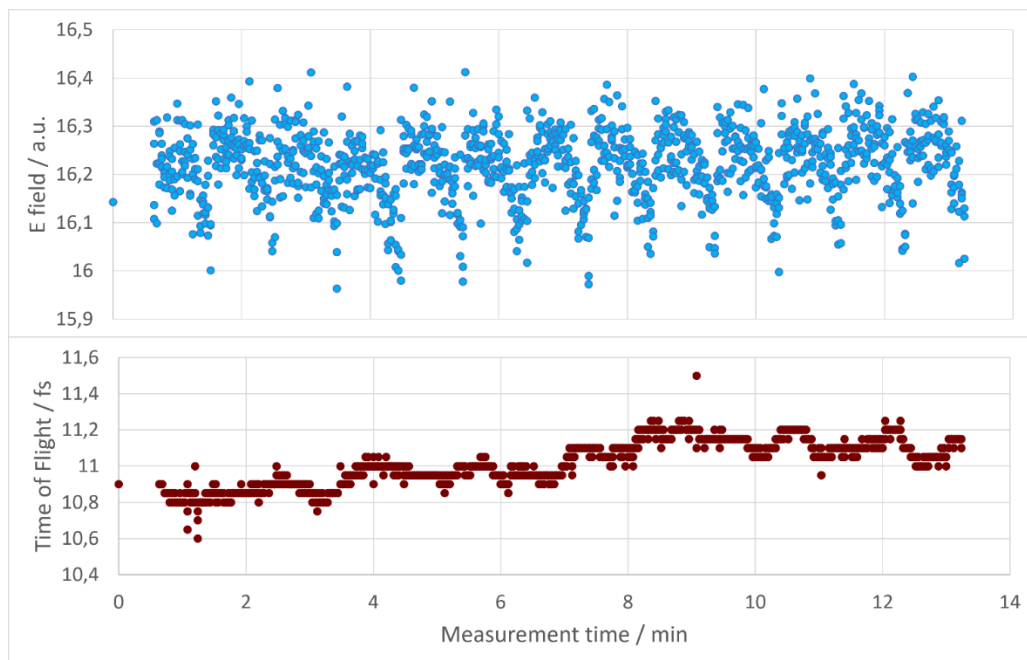


Abbildung 86. Abhängigkeit von Verzögerung und E-Feld von den Druckgussvorgängen, isoliert untersucht

### 2.3.5.3 Direktextrusion

Wie im Teilprojektbericht von B.Braun beschrieben (Kapitel 2.2.1.2), ist es anstrebsam, bei Extrusionsprozessen beispielsweise für Schläuche für die Medizintechnik auf externe Mischprozesse zu

verzichten und direkt Rohstoffe in einen Einschneckenextruder zu dosieren, die dann durch die Schnecke vermischt und zu einem Schlauch verarbeitet werden. Wie auch beim Direktspritzguss ist es wünschenswert, eine Prozessüberwachung für die Zusammensetzung und Qualität der Mischung zu haben.

Trotz der geringen Dicke der THz-Sonde war es aufgrund der hohen Absorption im Material nicht möglich, ein PVC/SMBT-Gemisch sinnvoll zu vermessen. Als Alternativmaterialmischung wurden weitere Experimente an Schläuchen aus einem PP/TPE-Materialsystem durchgeführt. Die maßgeblichen Fragestellungen an die Materialqualität war die Detektion sogenannter Stippen sowie die Oberflächengüte bei hohen Durchsätzen. Genauer ist in Kapitel 2.1.3 beschrieben.

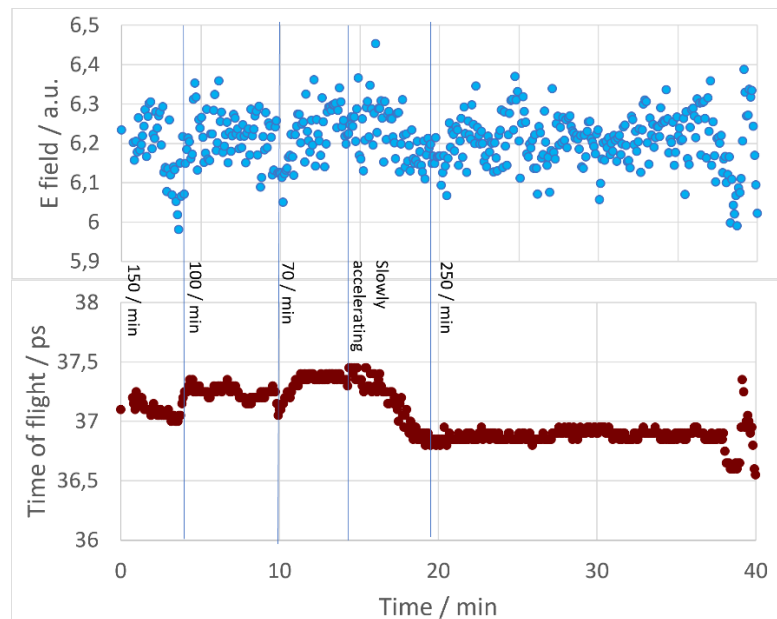


Abbildung 87. Abhängigkeit der Terahertz-Messsignale von der Extruder-Drehzahl in Umdrehungen pro Minute.

Visuelle Prüfungen der produzierten Schläuche (s. Bericht von B. Braun) zeigen, dass die Qualität, also die Oberflächenbeschaffenheit und die Anzahl der Stippen im Material, stark von der Schneckendrehzahl abhängt. In Abbildung 87 sieht man eine deutliche Abhängigkeit der Signalverzögerung, also der Brechzahl des Materials, von der Drehzahl.

Eine höhere Drehzahl im Extruder erhöht den Druck, was den Brechungsindex und damit die Verzögerung erhöht. Was man in Abbildung 87 sieht ist das Gegenteil, eine geringere Verzögerung bei erhöhter Drehzahl (Erhöhung von 70 U/min auf 250 U/min bei Minute 20). Hier scheinen weitere Faktoren, beispielsweise der Mischungsgrad, den Brechungsindex in der Sonde zu beeinflussen.

Um die Verwertbarkeit und das Vertrauen in eine Messung zu bewerten, wird die Stabilität des Systems vermessen. Der Extruder wurde hierfür für eine Dauer von ca. 30 Minuten bei gleichbleibender Mischung und Betriebsparametern betrieben. Abbildung 88 zeigt die Messdaten dieser Zeit. Vergleichbar den Messungen bei Krauss-Maffei sieht man eine sinusförmige, zyklische Schwankung der Pulsverzögerung, zusätzlich driftet das Signal minimal in der Verzögerungszeit, dies kann beispielsweise auf Temperaturschwankungen in der Industriehalle (nicht klimatisiert, Messung über den Mittag) zurückgeführt werden. Zum Ende der Messung (bei Minute 35) bricht das Signal ein, weil die Materialaufgabe beendet wurde.

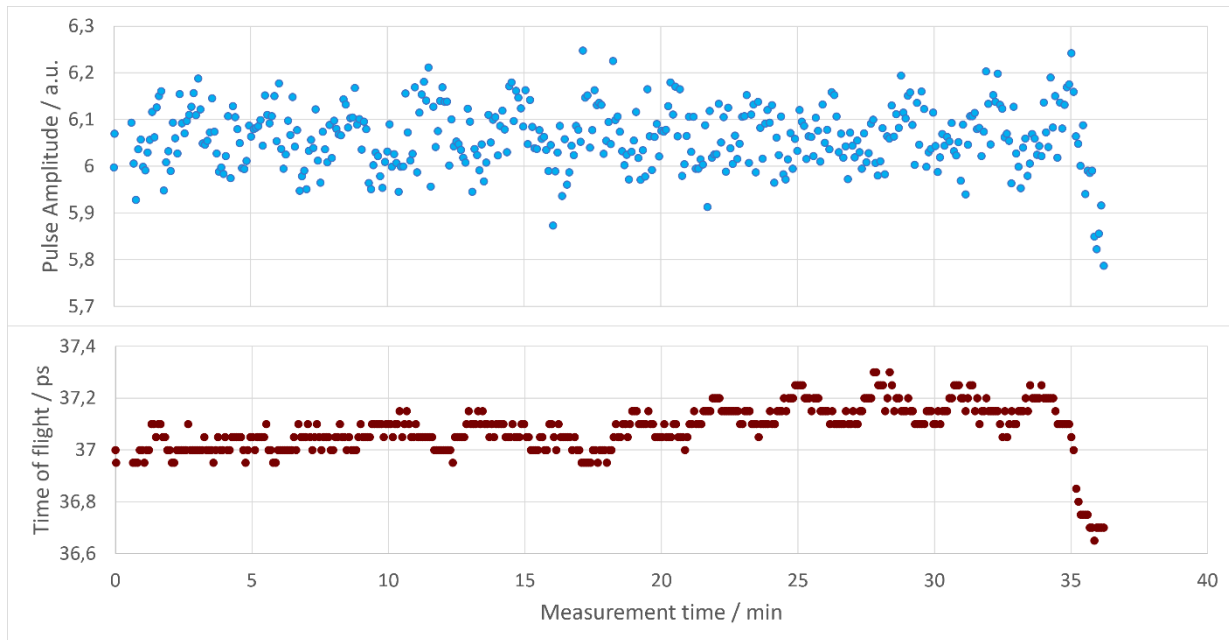


Abbildung 88. Stabilität der Messung bei konstanter Materialzusammensetzung über 35 Minuten

## 2.3.6 Umsetzung von QS-Konzepten

### 2.3.6.1 Implementierung von THz Technologien in die Qualitätskontrolle

Die Aufgabe von HÜBNER Photonics in diesem Arbeitspaket war die Evaluierung einer Implementierung der THz-Messdaten in die Qualitätssicherung.

Nach den durchgeführten Messungen sieht man, dass zeitlich lokal ein klarer Zusammenhang zwischen dem THz-Signal und beispielsweise der Materialzusammensetzung besteht. Kritisch zu betrachten ist jedoch, dass auch diverse andere Prozessparameter deutliche Einflüsse haben, beispielsweise die Prozesstemperature und der Drucke. Selbst die Zusammensetzung kann nicht abschließend gegengemessen werden, so ist eine Rückführung des Messsignals auf beispielsweise schlechte Mischparameter mit dem aktuellen Wissensstand noch nicht möglich.

Weitere Untersuchungen, die die verschiedenen Einflüsse voneinander trennen sind für eine Implementierung in einer Produktionslinie erforderlich. In den letzten Jahren wurden in anderen Bereichen der THz-Forschung sehr spannende Ergebnisse im Bereich selbstlernender Algorithmen erzielt, die hier eingesetzt werden könnten [17].

## 2.4 Erwarteter Nutzen, insbesondere Nutzbarkeit

### 2.4.1 B. Braun, Zeppelin GmbH

Die umfangreichen Versuchsreihen am Demonstrator haben gezeigt, dass sowohl bezogen auf die PVC-Direktextrusion als auch die TPE-Direktextrusion grundsätzlich gute Ergebnisse erzielt werden können.

Die Qualitätsanforderungen konnten bei einer wirtschaftlichen Durchsatzleistung in diesem Projekt nicht erreicht werden. Für einen wirtschaftlichen Prozess müsste außerdem die Ausstoßleistung signifikant erhöht werden.

Bei beiden Werkstoffklassen (PVC und TPE) sind noch weitere Entwicklungsschritte notwendig, um eine Anlage im Industriemaßstab erfolgreich konzipieren zu können.

Durch eine unternehmerische Entscheidung im Hause Zeppelin wurde das Produkt „RHC“ (gleichläufiger Doppelschneckenextruder), das hier als Demonstrator verwendet wurde, aus dem Produktprogramm genommen. Daher wird das Produkt nicht mehr hergestellt und weiterentwickelt. Eine weitere Nutzung der gewonnenen Kenntnisse im Hause Zeppelin schließt sich somit aus.

## 2.4.2 Krauss Maffei

Der Direktspritzgussprozess wurde nach den Vorgaben aus der Medizintechnik validiert. Dies ermöglicht und vereinfacht KraussMaffei zukünftig den Weg die Technologie auch in anderen Branchen und bei anderen Kunden leichter zu validieren und die Freigabeprozesse der Technologie- und Rezepturverantwortung zu beschleunigen.

Der umgesetzte Demonstrator fördert zusätzlich das Vertrauen bei der Einführung in neue Märkte oder Anwendergruppen wie z.B.:

- Automobilindustrie
- Verpackungsindustrie
- Konsumgüterindustrie
- Elektro- und Elektronikindustrie
- Medizintechnik

Die Optimierungen während des Projekts am Demonstrator der Direktspritzgusstechnologie im Bereich der Schneckengeometrie sowie auch der allgemeinen Anlagentechnik flossen bereits direkt in den Serienstand ein wodurch sowohl die Kosten der Anlage gesenkt als auch die Qualität des produzierten Direktcompounds verbessert werden konnte.

Die Erkenntnisse im Bereich der Einarbeitung von mineralischen Füllstoffen wie z.B. Calcit auf dem Einschneckenextruder war zu Beginn des Projekts umstritten. Die Erfolge beim Compoundieren solcher aufwendiger Polymer- Füllstoffmischungen verschaffen der Technologie ein noch breiteres Einsatzgebiet. Es können zukünftig auch handelsübliche Compounds mit mineralischen Füllstoffen dadurch substituiert werden. Hierdurch entsteht nicht nur für den Nutzer der Direktspritzgussmaschine ein Wettbewerbsvorteil, sondern vor allem auch für KraussMaffei, da das optimierte Schneckendesign ein Alleinstellungsmerkmal bei der Verarbeitung von mineralisch gefüllten Polymeren darstellt und somit das Interesse an der Technologie bei den Verarbeitern weiter fördert.

Der Direktspritzguss konnte im Laufe des Projekts von einem Prototypenstand in einen Serienstand überführt werden. Hierfür war ein Upscale der Baureihe auf größere Maschinen notwendig. Aktuell sind drei Spritzeinheiten der Technologie verfügbar (siehe Abbildung 89) . Alle drei Einheiten wurden bereits verkauft, gebaut und befinden sich erfolgreich in Produktion. Die Umsetzung in eine Serientechnologie ist somit erfolgreich und wird zukünftig, aufgrund des steigenden Drucks, immer wirtschaftlicher und nachhaltiger.. Für KraussMaffei hat die Technologie den Charakter eines Alleinstellungsmerkmals und unterstützt so maßgeblich nicht nur den

Verkauf von Technologieanwendungen, sondern fördert die Wahrnehmung des Unternehmens im Markt als Technologieführer und somit auch den Absatz von Standardspritzgussmaschinen.

### Schließen-/Spritzenmatrix des DCIM-Spritzgießcompounders

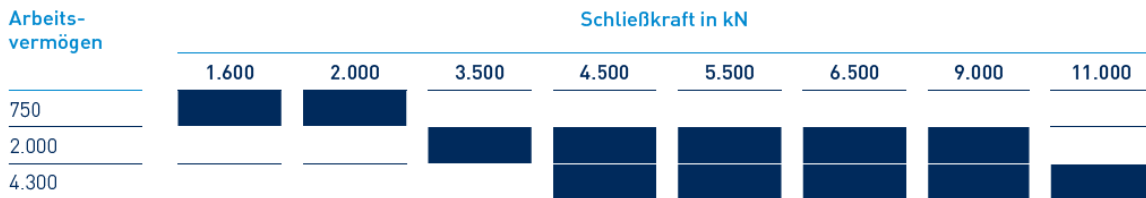


Abbildung 89. Schließen- /Spritzenmatrix der Serien Direktspritzguss Anlagen

#### 2.4.3 Hübner

Die von HÜBNER Photonics und den Projektpartnern durchgeführten Experimente haben gezeigt, dass mit weiterer Entwicklung der THz - Technologie ein wertvolles Werkzeug für die Extrusion gefunden wurde. Terahertz-Spektroskopie gibt neue Einblicke in die Prozesse, die Technologie bietet viele Möglichkeiten in der Kunststoffproduktion. Eine zeitnahe Einbindung erscheint zum aktuellen Zeitpunkt unwahrscheinlich, es besteht sowohl Entwicklungsbedarf in der Sondentechnologie, als auch Bedarf an weiteren Untersuchungen, um die Einflüsse auf die Messung zu verstehen und verlässlich auf einen Störeinfluss (Zusammensetzung, Prozessparameter) zurückzuführen.

Eine Weiterentwicklung der Inline-Messtechnik bei HÜBNER Photonics hängt nicht zuletzt am Interesse potentieller Projektpartner bzw. Kunden ab.

#### 2.4.4 Institut für Werkstofftechnik, Pape GmbH

Während der Versuche zum Direktspritzgießen wurden die Ist-Werte der Prozessparameter überwacht und aufgezeichnet. Dazu gehören u. a. Dosierarbeit, Drehmoment, Heizzonen, Einspritzstrom, Einspritzmenge, Dosierzeit. Die Aufzeichnung erfolgte mit einem am Institut für Werkstofftechnik (IfW) entwickelten Programm, das im Rahmen des MeDiComP-Projekts verbessert wurde und dessen Ergebnisse in die Materialverarbeitungsdatenbank des IfW einfließen. Die gewonnenen Daten sind aufgrund der spezifischen Materialmischungen sowie der nicht standardisierten Verarbeitungsparameter bisher einzigartig. Um das Direktspritzgießen so nah wie möglich an einen industriellen und kontinuierlichen Prozess heranzuführen, wurde die Spritzgießmaschine mit einem Materialdosier- und Chargenmischer-System ausgestattet. Es wurde ein spezieller Adapter gebaut, der es ermöglichte, das System an der Spritzgießmaschine aufzustellen. Hierdurch wurden wichtige Erfahrungen bei der Modifizierung der Spritzgießmaschine für spezifische Lösungen gesammelt. Dies führte zur Anschaffung von Spezialwerkzeugen für die Maschine. Eine neue Erfahrung wurde auch mit zwei Werkzeugen für die Spritzgießmaschine gemacht. Das eine Werkzeug wurde von KraussMaffei speziell für die Herstellung von Spritzenstopfen entwickelt, das andere (ebenfalls von KraussMaffei geliefert) für die Herstellung von Materialprüfkörpern mit einem komplexen Gießkanalsystem. Außerdem wurden viele Materialstrukturuntersuchungen mit der Mikrotomographie durchgeführt, welche wichtige Erkenntnisse im Bereich der Beurteilung von Mischqualitäten mittels bildgebender Analyse erbrachten. Die im Rahmen des Projekts



gewonnenen Erfahrungen und Erkenntnisse sollen schließlich als Grundlage für eine weitere Doktorarbeit dienen. Insgesamt besteht Raum für weitere Kooperationen mit den Projektpartnern, Forschungsdienstleistungen und auf der Basis der gewonnenen Erkenntnisse, Erfahrungen und Daten könnten weitere Kooperationsprojekte durchgeführt werden. Auch der Transfer der Ergebnisse in andere industrielle und wissenschaftliche Anwendungsbereiche ist möglich, da die Aufbereitung und Formgebung von Kunststoffen ein wesentlicher Bestandteil der Kunststoffindustrie ist.

#### **Die wesentlichen Ergebnisse**

1. Erfolgreich realisiertes Demonstrationsverfahren für Direktspritzguss Variante B.
2. Sammeln von Erfahrungen im Direktspritzgießen.
3. Erkenntnisgewinn bei der Beurteilung der Mischqualität sowie großer Beitrag zur Entwicklung einer Methodik zur Bewertung der Mischqualität.
4. Bewertung der Mischqualität für fast 30 verschiedene Schneckenkonfigurationen für konventionelle Spritzgießmaschinen.
5. Signifikante Verbesserung der Mischqualität durch Einsatz optimierter Schneckengeometrien für konventionelle Spritzgussmaschinen.
6. Gewinnung neuer Partner und Kontakte und Ausbau bestehender Kontakte.

## **2.5 Veröffentlichungen**

### **2.5.1 Veröffentlichungen während der Projektlaufzeit**

Die erfolgreichen Ergebnisse dieses Forschungsprojekts wurden im Rahmen einer Abschlusspräsentation an der IfW im Februar 2023 einem weiten Publikum aus Industrievertretern und Forschenden vorgetragen. Zudem sind wesentliche Teile der erzielten Direktverarbeitungsfortschritte bei einer Fachdiskussion der Hausmesse eines Maschinenherstellers vorgestellt worden, die parallel zur internationalen Kunststoffmesse K 2022 im Oktober 2022 stattfand.

1. Japins, G., Hartung, M., Heim, H.-P., 2021. Entwicklung der direktverarbeitenden Fertigung für medizinische Einwegprodukte „Direktcompoundierung für die Medizintechnik“. WT Werkstattstechnik 111, 435–439. <https://doi.org/DOI 10.37544/1436-4980-2021-06-79>
2. Japins, G., 2021. Direct injection molding solutions for TPE medical disposable manufacturing, TPE World Summit 2021, Berlin, Germany
3. Japins, G., Giesen, R.-U., Hartung, M., Heim, H.-P., 2022. Direct injection molding as a prospective method for TPE based medical disposable manufacturing, 37th International Conference of the Polymer Processing Society, Fukuoka, Japan
4. Drogi, T., Peters, O., Lipphardt, M., Inline process and material monitoring using Terahertz Spectroscopy, Laser World of Photonics 2022, Munich, Germany

## 2.5.2 Veröffentlichungen nach Abschluss des Projekts

Weitere Präsentationen zu den erzielten Erfolgen und Vorteilen der Direktverarbeitung sind für die Zukunft im Rahmen von SKZ-Fachtagungen am Süddeutschen Kunststoffzentrum (SKZ) in Würzburg, der jährlich stattfindenden „Deutsche Compoundiertagung“ des Vereins Deutscher Ingenieure (VDI), bei der Vereinigungen „Kunststoffe in OWL“, dem „Verein zur Förderung der Kunststofftechnik e. V.“ in Paderborn sowie bei VDI-Seminaren beabsichtigt, sowie auf der internationalen Konferenz Baltic Polymer Symposium 2023 in Jelgava, Lettland.

Darüber hinaus wird derzeit zusammen mit den Mitarbeitern der Institut für Werkstofftechnik eine internationale Veröffentlichung unter dem Titel „Direct Injection Molding Competitiveness Study“ erarbeitet, die auf die erzielte Compoundqualität bei der Direktverarbeitung mit Hilfe optimierter Schnecken für Standardspritzgießmaschinen detailliert eingeht und im Laufe des Jahres 2023 in der Zeitschrift „TPE-Magazine“ erscheinen soll. Weitere Publikationen zur Direktverarbeitung sind in den Fachzeitschriften "Kunststoffe" und "Plastverarbeiter" geplant.

### 3 Literaturverzeichnis

- [1] <https://www.Maschinenbau-wissen.de/>
- [2] R. E. Edouin; Cooper Power Acquisition Corp, (1981.07.27). Means for indicating condition of fuse structurally associated with the fuse, Japan (JPS5761237A)
- [3] H. Rauch, M. Stengele; Claas Saugau GmbH. (2012.02.17). Häckseltrommel für einen Feldhäcksler. Germany (DE102012101270A1)
- [4] V. Schöppner; F. Sporkmann: Analysis of the Characteristic Flow Areas for Erdmenger-Elements to Predict the Throughput-Pressure Behavior of Co-Rotating Twin Screw Extruders by Using 3D FEM Simulation. 35th International Conference of the Polymer Processing Society (PPS), Cesme (Türkei), 2019.
- [5] V. Schöppner; M. Frank: Charakterisierung der distributiven Mischgüte auf Basis von CFD-Simulationen und der Delaunay-Triangulierung. Mitgliederversammlung des Vereins zur Förderung der Kunststofftechnik e.V., Paderborn, 2019.
- [6] J. Kettemann; C. Bonten: Simulation of a Saxton-Mixer in High-performance Extruders using the Immersed Boundary Method. ANTEC 2020 (Annual Technical Conference for Plastics Professionals): The Virtual Edition, 2020.
- [7] E. Moritzer; M. Wittke: Simulation-based Optimization of Advanced Mixing Elements on Single Screw Extruders. ANTEC 2019 (77th Annual Technical Conference of the Society of Plastics Engineers), Detroit (USA), 2019.
- [8] V. Schöppner; M. Frank; V. Hollenhorst: Investigation of the pressure-throughput behavior of different faceted mixer geometries on an analytical and simulative basis. 36th International Conference of the Polymer Processing (PPS), Montreal (Kanada), 2021.
- [9] <https://www.arburg.com/>
- [10] <https://www.motan-colortronic.co.uk/>
- [11] [https://plasticker.de/Kunststoff\\_News\\_17825\\_Special\\_f12\\_Koch\\_Technik\\_Graviko\\_Dosiersystem\\_um\\_zwei\\_neue\\_Typen\\_erweitert?special=f12](https://plasticker.de/Kunststoff_News_17825_Special_f12_Koch_Technik_Graviko_Dosiersystem_um_zwei_neue_Typen_erweitert?special=f12)
- [12] J. Köllermeier; V. Schöppner: Development of a Dynamic Strategy to Determine the Optimal Barrel Temperature of Single Screw Extruders. 36th International Conference of the Polymer Processing Society (PPS), Montreal (Kanada), 2021.
- [13] O. Kast; S. Eppe; C. Bonten: Unbestechlich mischen – Die Mischgüte von Extrudaten mittels digitaler Bildauswertung bestimmen. Kunststoffe, 4/2019, S. 60-63.
- [14] C. P. J. M. Verbraak, H. E. H. Meijer, Screw Design in Injection Molding, Polymer Engineering and Science, 1989, Vol. 29, No. 7
- [15] J. Vlcek, L. Miller, C. T. Huang, Simulation of Screws for Injection Molding Cite as, AIP Conference Proceedings 1152, 277/2009
- [16] C. Jaroschek, Spritzgießen für Praktiker, 4., aktualisierte Auflage, HANSER, 2011, 227 p
- [17] VDI-Statusreport Terahertzsysteme und Anwendungsfelder: <https://www.vdi.de/ueber-uns/presse/publikationen/details/terahertzsysteme-und-anwendungsfelder> (abgerufen am 14.4.2023)
- [18] <https://hubner-photonics.com/products/terahertz/terahertz-spectrometers/t-spectralyzer/> (abgerufen am 31.3.2023)
- [19] Y. Jiang, G. Li, H. Ge, F. Wang, L. Li, X. Chen, M. Lu, Y. Zhang, Machine Learning and Application in Terahertz Technology: A Review on Achievements and Future Challenges, IEEEAccess, 2022, Vol 10.