

Analyse und Optimierung des flüssigkeitsgestützten Streckblasformens

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
von der Fakultät Maschinenbau
der Technischen Universität Dortmund
genehmigte Dissertation

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Johannes Zimmer

Tag der mündlichen Prüfung: 29.05.2015

1. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Markus Stommel
2. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Christian Hopmann

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner wissenschaftlichen Tätigkeit am Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe (LPW) an der Universität des Saarlandes in den Jahren 2010 bis 2014.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. Markus Stommel für den gewährten Forschungsfreiraum sowie die stete Unterstützung in zahlreichen, konstruktiven Gesprächen. Sein kompetenter Rat war in vielen Angelegenheiten eine große Hilfe. Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. Christian Hopmann danke ich für die kritische Durchsicht meiner Arbeit sowie für die Übernahme des Korreferats.

Ich bedanke mich herzlich bei allen Mitarbeitern und Studenten des LPW für die gute Zusammenarbeit und die hervorragende Arbeitsatmosphäre. Ein besonderer Dank gilt den Mitarbeitern Jan Zimmermann, Marc Schöneich und Daniel Klein für die anregenden Diskussionen sowie die fachliche Unterstützung.

Den Mitarbeitern des Product Technology Centre in Vittel möchte ich für die professionelle Zusammenarbeit im Rahmen des Projektes danken. Besonders die Unterstützung bei den experimentellen Untersuchungen sowie die produktiven Gespräche mit Guillaume Chauvin und Damien Kannengiesser haben meine Forschungsarbeiten maßgeblich vorangetrieben.

Nicht zuletzt möchte ich meiner Lebensgefährtin, meiner Familie und meinen Freunden für den nötigen Rückhalt während meiner Arbeit danken.

Saarbrücken, Juni 2015

Johannes Zimmer

Kurzzusammenfassung

Flüssigkeitsgestütztes Streckblasformen bezeichnet ein innovatives Herstellungsverfahren für Kunststoffhohlkörper. Es kombiniert die separaten Umform- und Füllphasen des konventionellen Streckblasformens, indem die Ausformung des Hohlkörpers nicht durch komprimierte Luft sondern durch die einzufüllende Flüssigkeit realisiert wird. Neben der Einsparung eines Produktionsschritts entstehen dadurch weitere Vorteile bezüglich der Prozesszykluszeit und der Produkteigenschaften. Eine Nutzung dieser Vorteile erfordert jedoch ein umfassendes Prozessverständnis.

Im Rahmen dieser Arbeit wird eine methodische Analyse und Optimierung des flüssigkeitsgestützten Verfahrens vorgestellt. Im ersten Schritt werden experimentelle Untersuchungen an einer Prototypmaschine des Prozesses durchgeführt. Dabei werden Methoden der statistischen Versuchsplanung eingesetzt, um den Zusammenhang zwischen den Prozessparametern und den resultierenden Produkteigenschaften herzustellen. Aufbauend auf den experimentellen Ergebnissen wird im zweiten Teil der Arbeit ein numerisches Simulationsmodell des flüssigkeitsgestützten Verfahrens entwickelt. Die Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Kunststoffeigenschaften unter Prozessbedingungen wird hierbei über ein kalibriertes Materialmodell implementiert. Zudem werden die Fluid-Struktur-Interaktion sowie Temperatureffekte während der Umformphase betrachtet. Durch die Korrelation experimenteller und numerischer Ergebnisse entsteht eine evaluierte, prozessparameterabhängige Simulation, welche die Vertiefung des Prozessverständnisses und somit die Weiterentwicklung des Umformprozesses ermöglicht.

Abstract

Liquid-supported stretch blow moulding is an innovative production process for Polyethylene terephthalate (PET) bottles and containers. It combines the separate blowing and filling phases of conventional stretch blow moulding. The process modification is mainly characterized by using the liquid product to form the plastic product instead of using pressurized air. Consequently, possible improvements evolve regarding production cycle time, product quality and machine footprint. To make use of these advantages, comprehensive process understanding is required.

In this contribution, a method of combined experimental and numerical process analysis is presented. The experiments are conducted with the help of a prototype machine. By employing a Design of Experiments approach, the correlation between process parameters and product quality is determined. In the numerical analysis, a process model is set up. Thereby, the strong dependency of the PET-behaviour concerning strain rate and temperature is implemented. Moreover, the Fluid-Structure-Interaction as well as the thermal cooling due to the increased heat transfer are included. The numerical model is evaluated by the experimental results, which allows a reliable process prediction dependent on the actual process parameter configuration.

1	Einleitung und Motivation.....	1
2	Werkstoffeigenschaften und Prozesstechnik	3
2.1	Thermo-mechanische Eigenschaften von PET	3
2.2	Konventionelles Streckblasformen	9
2.3	Flüssigkeitgestütztes Streckblasformen.....	12
2.3.1	LSBM-Prototyp.....	13
3	Experimentelle Analyse und Optimierung.....	17
3.1	Prozessvisualisierung	18
3.2	Systembeschreibung.....	21
3.3	Konzept der statistischen Prozessanalyse	22
3.3.1	Versuchsplanung	22
3.3.2	Versuchsauswertung.....	26
3.4	Faktorensichtung und lineare Prozessbeschreibung	29
3.4.1	Screening.....	30
3.4.2	Untersuchung LSBM-spezifischer Faktoren	34
3.4.3	Lineare Prozessbeschreibung	38
3.4.4	Fazit.....	42
3.5	Optimierungsstudie.....	42
3.5.1	Ergebnisse und Auswertung.....	44
3.6	Geometrieabhängige Prozessfensteranalyse	47
3.6.1	Planung.....	48
3.6.2	Ergebnisse/ Fazit	52
3.7	Zusammenfassung.....	58
4	Thermische Prozessanalyse	60
4.1	Temperaturverteilung des Vorformlings nach der Aufheizphase.....	60
4.1.1	IR-Messungen der Preform-Oberflächentemperatur.....	61
4.1.2	Berechnung der Temperaturverteilung in Dickenrichtung.....	64
4.1.3	Erweiterung des Algorithmus.....	67
4.2	Dynamischer Temperaturverlauf im Umformprozess	70
5	Materialmodellierung.....	76
5.1	Mechanische Modellierung von PET.....	76

5.1.1	Stand der Technik.....	76
5.1.2	Einführung des Glass-Rubber-Modells.....	78
5.1.3	Numerische Implementierung des GR-Modells.....	82
5.1.4	Kalibrierung des Materialmodells.....	84
5.1.5	Evaluierung durch Freiformversuche.....	97
5.2	Materialmodellierung der Flüssigkeit.....	104
6	Numerische Simulation des LSBM-Prozesses.....	107
6.1	Fluid-Struktur-Interaktion.....	108
6.1.1	Coupled-Eulerian-Lagrangian (CEL).....	109
6.1.2	Arbitrary-Lagrangian-Eulerian (ALE).....	112
6.1.3	Smoothed Particle Hydrodynamics (SPH).....	112
6.1.4	Anwendung und Validierung der FSI-Ansätze in der Prozesssimulation.....	115
6.2	Mechanische Prozesssimulation.....	119
6.2.1	Ergebnisse und Evaluation.....	120
6.2.2	Prozessverhalten auf Rundläufermaschinen.....	126
6.3	Thermische Prozesssimulation.....	129
6.3.1	Modellaufbau.....	130
6.3.2	Kalibrierung.....	134
6.3.3	Ergebnisse und Evaluierung.....	138
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	144
8	Literaturverzeichnis.....	148

1 Einleitung und Motivation

Streckblasformen bezeichnet ein etabliertes Verfahren zur Herstellung dünnwandiger Kunststoff-Hohlkörper. Dabei wird ein auf Umformtemperatur erhitzter Polyethylenterephthalat (PET)-Vorformling durch eine Reckstange und durch Druckluft in eine Kavität ausgeformt. In einem separaten Folgeschritt wird das resultierende Kunststoffprodukt mit einer Flüssigkeit befüllt und verschlossen. Die gegenwärtigen Produktionsraten der Maschinen sowie die kontinuierliche Reduzierung des Verpackungsgewichtes sind das Ergebnis jahrzehntelanger Weiterentwicklungen des Prozesses durch Maschinen- und Verpackungshersteller. Die weltweite Produktion umfasste im Jahr 2012 ca. 500 Milliarden PET-Flaschen. Dadurch bewirken bereits geringfügige Prozessverbesserungen bezüglich des Material- und Energieeinsatzes ein hohes Einsparpotential.

Das flüssigkeitsgestützte Streckblasformen [1, 2] (Liquid-Supported Stretch Blow Moulding, LSBM) ist eine innovative Modifikation des konventionellen Prozesses. Der Umformprozess wird mit dem Befüllvorgang kombiniert, indem die Ausformung nicht durch komprimierte Luft sondern durch die einzufüllende Flüssigkeit realisiert wird. Neben der Einsparung eines Produktionsschritts entstehen dadurch potentiell Vorteile bezüglich der Prozesszykluszeit sowie der Produkteigenschaften. Eine Nutzung dieser Vorteile erfordert jedoch ein umfassendes Prozessverständnis.

Die Erfahrungswerte des konventionellen Streckblasformens sind nicht auf das neuartige Verfahren übertragbar, weil die Substitution der komprimierten Luft durch eine Flüssigkeit zu veränderten Stoffdaten des Verformungsmediums führt. Einerseits sind dadurch erhöhte Trägheitskräfte zu erwarten, die den dynamischen Umformprozess destabilisieren können. Andererseits ist im Vergleich zur Verformung mit Luft eine erhöhte Wärmeabgabe des Kunststoffkörpers an die Flüssigkeit zu erwarten. Die genannten Veränderungen resultieren zum einen in zusätzlichen Prozessparametern wie der Flüssigkeitstemperatur und dem Flüssigkeitsvolumenstrom. Zum anderen werden durch die mögliche thermo-mechanische Kopplung signifikante Wechselwirkungen zwischen Prozessparametern erwartet.

Im Rahmen dieser Arbeit wird eine methodische Analyse und Optimierung des flüssigkeitsgestützten Verfahrens vorgestellt. Im ersten Schritt werden dazu experimentelle Untersuchungen an einer Prototypmaschine des Prozesses durchgeführt. Es werden Methoden zur Bestimmung der Deformationskinematik und der Temperaturentwicklung während der hoch-

dynamischen Umformphase entwickelt. Die Methoden der statistischen Versuchsplanung ermöglichen sowohl eine zeit- und kostenoptimierte als auch eine statistisch abgesicherte Prozessbeschreibung. Das Ziel ist die Charakterisierung der Abhängigkeiten zwischen den Prozessparametern und der Prozessstabilität bzw. den resultierenden Produkteigenschaften. Darauf aufbauend wird die Bestimmung des Prozessfensters sowie die Optimierung der Produkteigenschaften ermöglicht.

Die Beeinflussung der resultierenden Produkteigenschaften durch die Prozessparameter wird durch die ausgeprägte Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit des PET-Werkstoffs ermöglicht. Die thermo-mechanischen Werkstoffeigenschaften sind daher ein Schlüsselcharakteristikum im Prozessverständnis. Diese werden unter Prozessbedingungen durch mechanische Verstreckversuche sowie anhand von kalorimetrischen und thermografischen Messungen charakterisiert.

Aufbauend auf den experimentellen Ergebnissen wird im zweiten Teil der Arbeit ein numerisches Simulationsmodell des flüssigkeitsgestützten Verfahrens entwickelt. Die in konventionellen Streckblässimulationen verwendeten Annahmen einer örtlich homogenen Drucklast sowie der isothermen Zustandsänderung sind im LSBM-Prozess nicht zulässig. Daher besteht die Herausforderung in der Modellierung der Interaktion zwischen Flüssigkeit und Kunststoff sowie in der Berechnung des Temperaturfeldes während der Umformphase. Eine realistische Beschreibung des Werkstoffverhaltens erfordert zudem ein geeignetes PET-Materialmodell, das experimentell kalibriert und in die Simulationssoftware integriert wird.

Die Übertragbarkeit von Simulationsergebnissen auf den realen Prozess gilt nur unter der Voraussetzung einer experimentellen Evaluierung. Durch den Vergleich der Ergebnisse aus Experiment und Simulation wird die Leistungsfähigkeit des Prozessmodells evaluiert und eine verlässliche Prozessvorhersage erzielt. Darüber hinaus können experimentell charakterisierte Effekte mit physikalischen Ausgangsgrößen der Simulation, wie dem Spannungs- oder Temperaturfeld, verknüpft werden, wodurch ein ausgeprägtes Prozessverständnis generiert wird.

2 Werkstoffeigenschaften und Prozesstechnik

Im Streckblasformen werden spritzgegossene Kunststoff-Vorformlinge (Preform) zu dünnwandigen Hohlkörpern umgeformt. Neben anderen amorphen und teilkristallinen Kunststoffen wie Polypropylen, Polyvinylchlorid oder Polycarbonat ist Polyethylenterephthalat (PET) der überwiegend verwendete Werkstoff, dessen Verarbeitung im Rahmen dieser Arbeit betrachtet wird. Die Prozessführung des Streckblasformens ist auf die thermo-mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs abgestimmt. So wird aufgrund der Wärmeleitfähigkeit und des Absorptionsspektrums von PET kurzwellige Infrarotstrahlung zum Aufheizen der Vorformlinge verwendet. Zudem führt die hohe Verstreckung im Prozess zu Molekülorientierungen und damit zu einer Verhärtung des Werkstoffs, was die Herstellung dünnwandiger Hohlkörper hoher Stabilität ermöglicht. Aufgrund dieser Zusammenhänge von Prozesstechnik und Werkstoffeigenschaften werden zunächst die prozessrelevanten thermo-mechanischen Eigenschaften von PET erläutert. Darauf basierend erfolgt die Einführung der Prozesstechnik des konventionellen Streckblasformens. Im Anschluss werden die Grundlagen zum flüssigkeitsgestützten Umformen skizziert sowie Aufbau und Funktionsweise des LSBM-Prototyps erläutert.

2.1 Thermo-mechanische Eigenschaften von PET

PET ist ein teilkristalliner, thermoplastischer Kunststoff. Je nach Zustand und thermischer Vorbehandlung werden Kristallisationsgrade (χ) von 2 - 60 % erreicht [3]. Der Kristallisationsgrad hat einen entscheidenden Einfluss auf die Materialeigenschaften von PET, was in Tabelle 2.1 verdeutlicht wird.

	amorph ($\chi \approx 0$ %)	teilkristallin ($\chi \approx 40$ %)
Dichte [g/cm^3]	1,355	1,38
Schmelztemperatur T_m [$^{\circ}\text{C}$]	-	255
Glasübergangstemperatur T_g [$^{\circ}\text{C}$]	78	105
E-Modul [N/mm^2]	2200	2800
Bruchdehnung [%]	300	70
Permeabilität O_2 [$10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$]	5,5	1,9

Tabelle 2.1: Materialeigenschaften von amorphem und teilkristallinem PET [3, 4]

Die mechanischen Eigenschaften des Kunststoffes sind darüber hinaus in hohem Maße temperatur- und dehnratenabhängig. Durch das Erweichen der amorphen Strukturen beim Überschreiten von T_g ist die Temperaturabhängigkeit des Werkstoffs in diesem Bereich besonders stark ausgeprägt, was anhand des Schubmoduls in Abbildung 2.1 verdeutlicht wird. Der hart-elastische, glasartige Zustand unterhalb von T_g geht beim Überschreiten dieser Erweichungstemperatur in einen gummielastischen, flexiblen Zustand über.

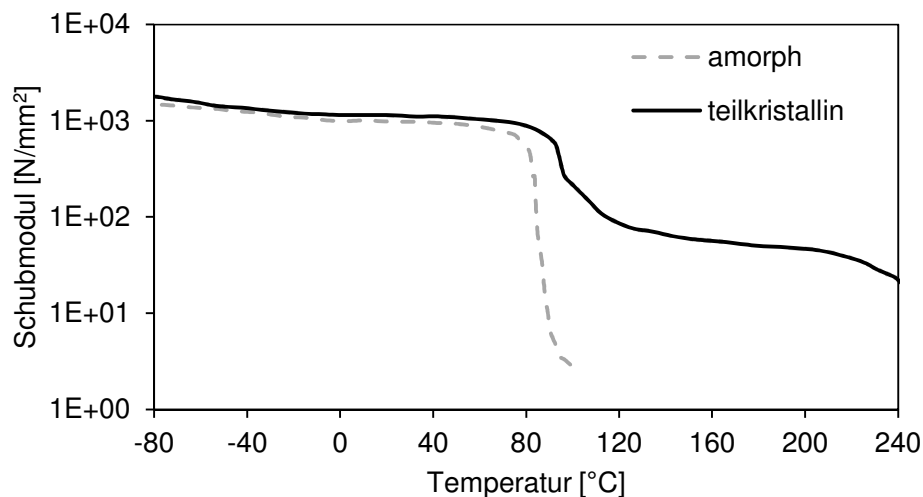


Abbildung 2.1: Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls für amorphes und teilkristallines PET [4]

Abbildung 2.2 zeigt schematisch Spannungs-Dehnungs-Verläufe für im Streckblasprozess auftretende Temperaturen ($> T_g$) und Dehnraten. Die Darstellung der wahren Spannung über der nominellen Dehnung ist aus Sicht der Bezugssysteme inkonsistent. Sie wird im Rahmen dieser Arbeit jedoch explizit verwendet, da sie im wissenschaftlichen Forschungsgebiet von PET etabliert ist. Die Kurven in Abbildung 2.2 lassen sich in drei Abschnitte unterteilen. Der nichtlinear elastische Anfangsbereich kleiner Dehnungen geht in plastisches Fließen über, bis ein natürlicher Verstreckgrad (natural stretch ratio) erreicht ist [5]. Ab dieser charakteristischen Dehnung tritt ein Verhärtungseffekt auf, der zu einem rapiden Spannungsanstieg führt. Wie in Abbildung 2.2 zu sehen, ist der natürliche Verstreckgrad ebenfalls temperatur- und dehnratenabhängig. Generell führen höhere Temperaturen und niedrigere Dehnraten zu geringeren Spannungen.

Die Bildung von Kristallstrukturen wird sowohl durch Temperaturerhöhungen (thermische Kristallisation) als auch durch die Verstreckung und damit Orientierung der Molekülketten (Dehnungskristallisation) induziert. PET kristallisiert thermisch in einem breiten Temperaturbereich T_c von ca. 100 °C – 250 °C [6], abhängig von der zeitlichen Temperaturänderung [7], der Zusammensetzung des Polymers [8], sowie der mechanischen Vorbehandlung [6]. Auf-

grund der eingeschränkten Molekülbeweglichkeit findet unterhalb von T_c keine signifikante thermische Kristallisation statt [9]. Eine Erwärmung des amorphen Materials in den Bereich von T_c führt zur Ausbildung von lamellaren Kristallstrukturen, die sich zu sphärolithischen Überstrukturen ausbilden [10]. Makroskopisch bewirken die Sphärolithe eine weißliche Trübung sowie eine Versprödung des Materials [3].

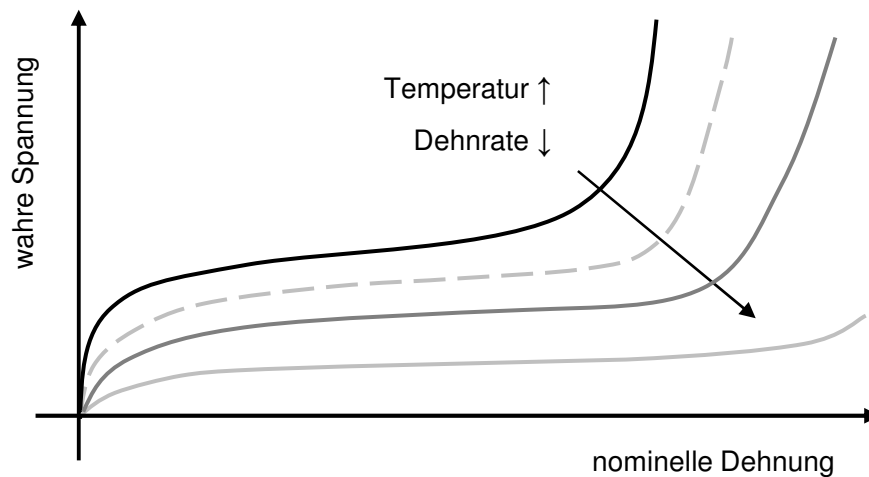


Abbildung 2.2: Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit von PET (schematisch)

Dehnungsinduzierte Kristallisation ist die Folge einer Verstreckung des Materials, wodurch die Molekülketten orientiert werden und das Material verhärtet. Dies wird in Abbildung 2.2 am Spannungsanstieg der Kurven für hohe Dehnungen deutlich. Infolge der Molekülorientierung kommt es zur Bildung von kristallinen Strukturen, die durch orientierte amorphe Bereiche verknüpft werden. Die hohe Orientierung des Materials verhindert jedoch die Ausbildung sphärolithischer Überstrukturen, wodurch dessen vollständige Transparenz erhalten bleibt [3]. Die dehnungsinduzierte Kristallisation ist, wie die Spannungs-Dehnungs-Antwort, abhängig von der aktuellen Temperatur des Materials, vom zeitlichen Temperaturgradienten, sowie von der Verstreckgeschwindigkeit [6]. In experimentellen Untersuchungen wird ein Anstieg des Kristallisationsgrads mit steigenden Dehnraten, höheren Verstreckgraden und sinkenden Prozesstemperaturen beobachtet [11, 12].

Die Röntgenbeugungsanalyse von Gorlier et al. [13] an verstreckten PET-Zugproben zeigt, dass eine direkte Analogie von Dehnungsverhärtung und Kristallisation nicht gegeben ist. Demnach beruht die Bildung einer Kristallstruktur nicht ausschließlich auf dem Verstreckverhältnis, sondern auch auf der Kühlrate während und nach der Verstreckung. Durch die Deformation entsteht eine hoch orientierte Mesophase [14] mit Keimen als Vernetzungsstellen [15], die sich durch Kühlung nach der Deformation zu lamellaren [16] oder fibrillären [17]

Strukturen weiterentwickeln. Es wird allgemein von einem S-förmigen Verlauf der dehnungsinduzierten Kristallisation ausgegangen [9, 13], der in Abbildung 2.3 skizziert ist. Neben der starken Abhängigkeit vom Verstreckgrad wird sichtbar, dass der signifikante Anstieg des Kristallisationsgrads einen gewissen Mindestverstreckgrad erfordert [9, 16, 18].

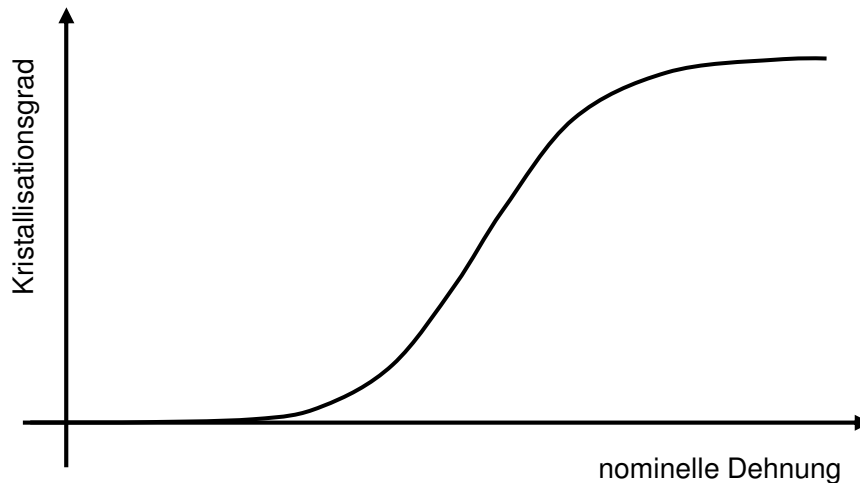


Abbildung 2.3: Dehnungsinduzierte Kristallisation von PET

Die Geschwindigkeit dehnungsinduzierter Kristallisationsvorgänge ist sehr viel höher als im Falle thermischer Kristallisation [9] und wird in der Literatur oftmals als unendlich schnell angenommen [17]. Der thermisch induzierte Kristallisationsprozess kann jedoch durch eine vorherige Orientierung des Materials von mehreren Minuten auf wenige Millisekunden beschleunigt werden [6, 17].

Das Kristallisationsverhalten von PET kann durch dynamische Differenzkalorimetrie (Differential Scanning Calorimetry, DSC) analysiert werden [19]. In Abbildung 2.4 ist ein schematischer Verlauf des spezifischen Wärmefflusses für den Aufheiz- und Abkühlvorgang einer amorphen PET-Probe dargestellt. Die latente Wärme der Phasenumwandlungen führt zu glockenförmigen Ausprägungen des Wärmefflusses während der Messung. Durch Integration dieser Kurvenabschnitte mit Hilfe der Basislinienmethode kann die benötigte bzw. freiwerdende Enthalpie der Strukturumwandlungen bestimmt werden [20]. Die Bildung von Kristallstrukturen in der Aufheizphase (Kalkristallisation (cc), $\sim 120\text{ °C}$) führt zu einer signifikanten Eigenerwärmung und damit zu einem lokalen Extremwert an der Stelle $T_{cc,max}$. Diese exotherme Reaktion wird auch durch eine Verstreckung und die damit verbundene Orientierung und Dehnungskristallisation ausgelöst [21]. Die Schmelztemperatur (T_m), bei der das Aufschmelzen der Kristalle stattfindet, wird durch das endotherme Maximum der Kurve cha-

rakterisiert. Die maximale Kristallisationstemperatur $T_{c,max}$ verschiebt sich im Abkühlvorgang zu höheren Temperaturen (200 °C - 230 °C [4]).

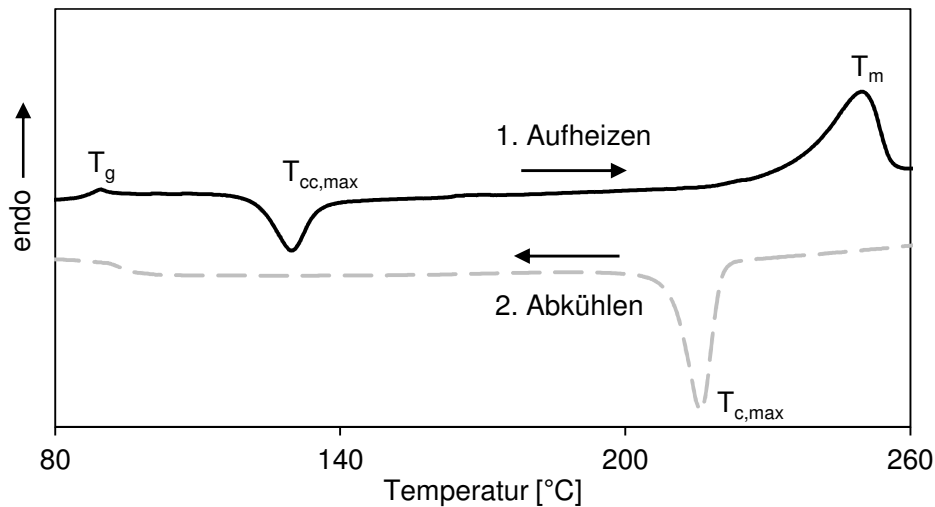


Abbildung 2.4: Schematische DSC-Kurve für PET, Heiz-/Kühlrate 10 K/min

Die Lage von $T_{c,max}$ und $T_{cc,max}$ und die Ausprägung des Wärmeflusses in diesen Bereichen stellen ein entscheidendes Charakteristikum der PET-Materialstruktur dar. Durch einen erneuten Aufheizvorgang des im Abkühlvorgang kristallisierten Materials würde beispielsweise keine erneute Kaltkristallisation stattfinden, wodurch sich im Wärmefluss keine Abweichung von der Basislinie einstellt. Eine Erhöhung der Abkühlrate aus dem Schmelzzustand führt zur Unterdrückung der thermischen Kristallisation, wodurch sich wieder eine amorphe Struktur bildet.

Durch eine Dehnungskristallisation wird die latente Wärme der Kaltkristallisation ebenfalls beeinflusst. Bei vororientierten Proben werden in der Aufheizphase weniger kristalline Strukturen nachgebildet, wodurch die Enthalpie sinkt [9]. Darüber hinaus wird $T_{cc,max}$ in Richtung niedrigerer Temperaturen verschoben [6].

Eine weitere Größe zur Charakterisierung von PET ist die intrinsische Viskosität (i.V. [dl/g]). Sie ist direkt proportional zum Molekulargewicht und damit ein Maß für die mittlere Kettenlänge. Mit zunehmender intrinsischer Viskosität setzt die Dehnverfestigung bereits bei niedrigeren Verstreckgraden ein und der Kristallisationsgrad steigt [3]. Darüber hinaus begünstigt eine hohe i.V. die Herstellung amorpher Strukturen. Um einen Kristallisationsgrad von $\chi < 1\%$ zu erreichen, liegt die minimale Kühlgeschwindigkeit aus der Schmelzphase nach Ergebnissen von Jabarin [22] bei 130 °C/min für eine hohe intrinsische Viskosität. Für niedrige i.V.-Werte ergibt sich eine benötigte Kühlrate von 400 °C/min.

Thermisch wird PET über die Stoffdaten Dichte ρ , Wärmeleitfähigkeit λ und spezifische Wärmekapazität c_p charakterisiert. Diese Materialkennwerte sind temperatur- und kristallisationsgradabhängig. Durch das Einfrieren der amorphen Bereiche zeigt die spezifische Wärmekapazität eine besonders ausgeprägte Temperaturabhängigkeit. In Tabelle 2.2 ist die Abhängigkeit der Stoffwerte von der Temperatur und dem Kristallisationsgrad basierend auf Messergebnissen verschiedener Literaturquellen dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die spezifische Wärmekapazität die größte Temperaturabhängigkeit besitzt. Dies ist durch einen sprunghaftigen Anstieg im Bereich von T_g begründet, was von weiteren Literaturquellen bestätigt wird [3, 21, 23]. Daher sollte in der Beschreibung des thermischen Verhaltens von PET eine temperaturabhängige spezifische Wärmekapazität angenommen werden. Die Wärmeleitfähigkeit sowie die Dichte ändern sich jedoch im Bereich von 10 - 130 °C lediglich um wenige Prozent, weshalb die Temperaturabhängigkeit dieser Stoffdaten oftmals vernachlässigt wird [21, 24, 25]. Die Abhängigkeit vom Kristallisationsgrad ist ebenfalls ersichtlich. Die maximale Variation liegt hier jedoch unterhalb von 20 %.

Stoffgröße	T = 10 °C $\chi \approx 0$ %	T = 130 °C $\chi \approx 0$ %	Δ [%]	Quelle
ρ [g/cm ³]	1,339	1,279	4,7	[3]
c_p [J/gK]	1,01	1,76	54,7	[24]
λ [W/mK]	0,213	0,228	6,9	[26]
Stoffgröße	$\chi \approx 0$ % $T = 20$ °C	$\chi \approx 35$ % $T = 20$ °C	Δ [%]	Quelle
ρ [g/cm ³]	1,335	1,4	4,8	[27]
c_p [J/gK]	1,30	1,20	8	[4]
λ [W/mK]	0,213	0,256	18,3	[26]

Tabelle 2.2: Thermische Stoffgrößen von PET

Das Absorptionsverhalten von PET ist von der Wellenlänge, der einfallenden Strahlung sowie vom Kristallisationsgrad und von der Probendicke [25] abhängig. Abbildung 2.5 zeigt das Absorptionsspektrum einer verstreckten PET Folie ($\chi \approx 30$ %) der Dicke 0,18 mm als Ergebnis einer Messung im Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FTIR). Es wird deutlich, dass Infrarot (IR)-Strahlung zwischen 5 - 14 μm zu einem Großteil an der PET-Oberfläche absorbiert wird. Kleine Wellenlängen von 1 - 5 μm bzw. größer 15 μm führen jedoch zu hohen Eindringtiefen.

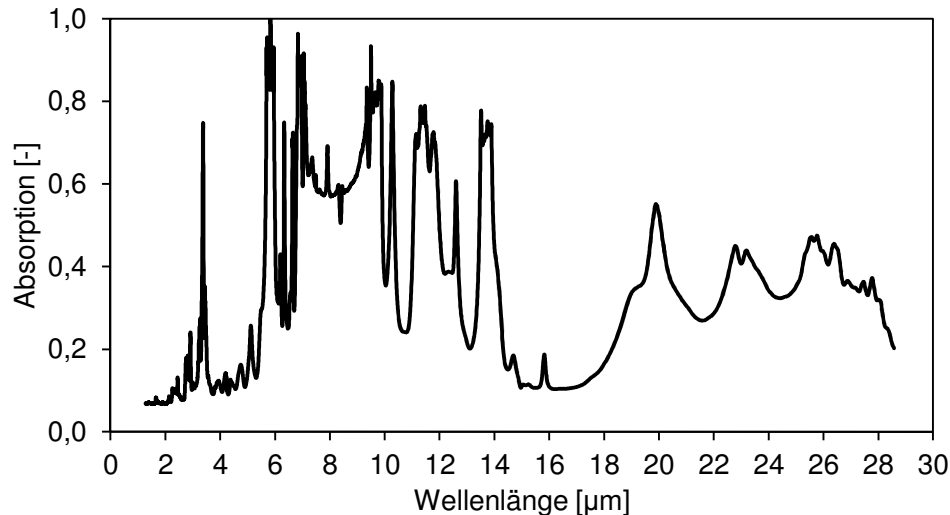


Abbildung 2.5: Absorptionsspektrum von PET (Folie der Dicke 0,18 mm, $\chi \approx 30\%$)

Es bleibt festzuhalten, dass die thermo-mechanischen Eigenschaften von PET in starkem Maße von den Prozessbedingungen (Temperatur und Dehnrate) sowie der Mikrostruktur (Kettenlänge, Kristallisationsgrad, Kristallformen, Orientierung) abhängen. Die Beschreibung der Eigenschaften von PET sollte daher immer basierend auf dem Prozessfenster und der Vorbehandlung erfolgen. Im folgenden Kapitel wird die Nutzung der Werkstoffeigenschaften von PET im Streckblasprozess erläutert.

2.2 Konventionelles Streckblasformen

Im Streckblasformprozess (Stretch Blow Moulding, SBM) wird zwischen dem einstufigen und zweistufigen Verfahren unterschieden. Im einstufigen Verfahren werden Preforms im Spritzguss aus der Schmelze bis auf die Umformtemperatur (zwischen T_g und T_c) abgekühlt und anschließend weiterverarbeitet. Die folglich notwendige Synchronisation von Spritzguss und Streckblasformprozess führt zu einer verfahrenstechnischen Abhängigkeit. Für die Flaschenherstellung mit hohen Stückzahlen kommt daher oftmals das zweistufige Verfahren zur Anwendung, bei dem ein erneuter Aufheizvorgang der Vorformlinge durchgeführt wird. Dessen Ablauf ist in Abbildung 2.6 dargestellt. Auf Raumtemperatur abgekühlte Preforms werden dabei durch IR-Strahlung erhitzt. Aufgrund der geometrischen Anordnung der Strahler und der wellenlängenabhängigen Eindringtiefe der Strahlung entsteht ein charakteristisches Temperaturprofil entlang der Preform-Achse sowie in Dickenrichtung. Die Absorption der kurzwelligeren IR-Strahlung ist an der Außenfläche des Preforms am größten und nimmt in Richtung Innenfläche exponentiell ab [3]. Konvektive Luftströmung verhindert eine Kristallisation der Außenwand durch Überhitzung. Aufgrund der größeren Dehnung der Preform-

Innenfläche wird der Verstreckvorgang durch ein nach innen ansteigendes Temperaturprofil begünstigt. Dies wird durch Ausgleichzeiten ohne Strahlung erreicht. Durch den konvektiven Wärmeaustausch mit der Umgebung führt dies zur Umkehrung des Temperaturgradienten in Dickenrichtung [28].

Der aufgeheizte Preform wird im Streckblaswerkzeug durch eine Metallstange in axialer Richtung gestreckt und gleichzeitig in radialer Richtung mit Druckluft ausgeformt. Der Luftdruck wird in zwei Phasen beaufschlagt. Während der axialen Verstreckung wird durch einen „Vordruck“ von ca. 7 - 15 bar ein Anlegen des ausgedünnten Preforms an die Reckstange verhindert und gleichzeitig wird das Material über die Länge der Kavität verteilt. Nach vollständiger axialer Ausformung erfolgt die Ausbildung feiner Rippen und Strukturen durch einen „Formdruck“ von ca. 40 bar [3]. Eine Verweilzeit im Werkzeug nach der Verstreckung verhindert Schwindung und Verzug. Die ausgeformte Flasche wird anschließend in einem separaten Folgeschritt mit dem Endprodukt befüllt.

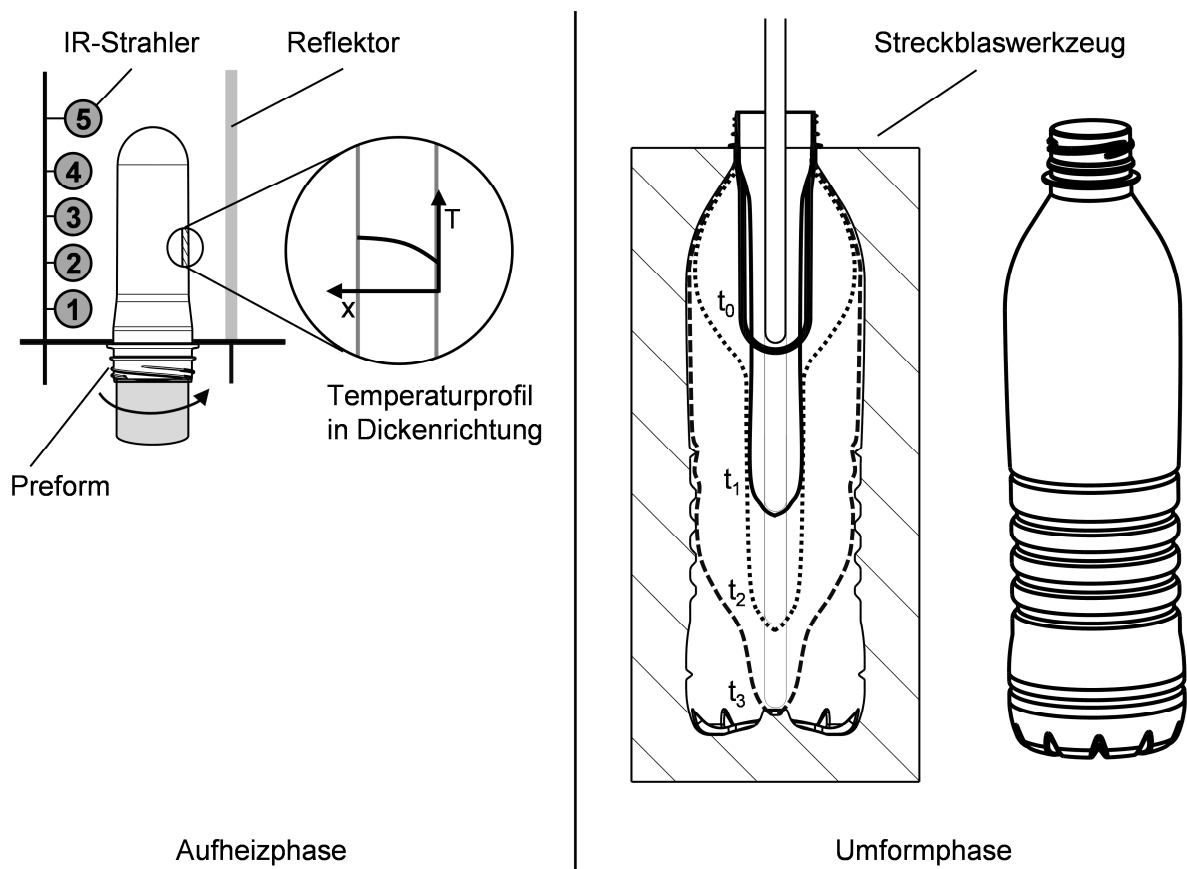


Abbildung 2.6: Ablaufschema des zweistufigen Streckblasformens

Die resultierenden mechanischen Eigenschaften der Flasche werden in hohem Maße durch ihre Wanddickenverteilung bestimmt. Diese kann durch die zeitliche Steuerung von axialer und radialer Verstreckung sowie durch das Heizprofil gezielt beeinflusst werden. Ursächlich hierfür ist das spezifische PET-Werkstoffverhalten. Ein lokales Temperaturmaximum im Heizprofil bewirkt eine stärkere Ausdünnung dieses Bereiches im axialen Verstreckvorgang sowie potentiell den Beginn der radialen Verformung. Durch das Erreichen des natürlichen Verstreckgrads und die damit einsetzende Dehnungsverfestigung werden weniger gestreckte Bereiche nachgiebiger für den homogenen Innendruck, wodurch eine „Selbstregulierung“ der Materialverteilung entsteht. Durch verzögerten Beginn des Vordrucks wird mehr Material in den unteren Bereich der Flasche transportiert.

Die Maschinenteknik des zweistufigen Verfahrens unterscheidet zwischen Linear- und Rundläufermaschinen. Linearmaschinen besitzen stationäre, parallel angeordnete Kavitäten. Diese Anordnung in Verbindung mit einer einzigen Heizlinie ergibt eine Taktung, bei der durch die parallele Entnahme der Vorformlinge aus der Heizstation keine konstante Heizzeit gewährleistet werden kann. Dieser Effekt führt bei gesteigerter Parallelisierung zu signifikanten Qualitätsunterschieden zwischen den Flaschen. Im Rundläuferprinzip sind mehrere Blasstationen auf einem Karussell angeordnet. Eine Umdrehung einer Kavität entspricht einem Umformzyklus. Durch den seriellen Transfer der Preforms wird gewährleistet, dass jeder Vorformling die gleiche thermische Vorbehandlung erfährt. Rundläufermaschinen besitzen einen Marktanteil von ca. 80 % und erreichen mit bis zu 40 Kavitäten Ausstoßraten von bis zu 80.000 Flaschen pro Stunde [5].

Typische Prozesszykluszeiten des Umformvorgangs liegen bei 1,5 - 2 s vom erhitzten Preform bis zur ausgeworfenen Flasche. Die Kühlzeit am Ende der Umformung beträgt 60 % dieser Zeit, wohingegen Ausformung sowie Preform-Einspannung bzw. Flaschenausstoßung lediglich je 20 % beitragen [3]. Daher wird die Produktionsleistung von Streckblasformmaschinen maßgeblich von der Kühlzeit bestimmt [5]. Die nachfolgende Füllzeit ist um ein Vielfaches höher als die Produktionszeit, da es durch zu hohe Einfüllvolumenströme zur Deformation der Flasche oder Flüssigkeitsrückstößen in die Umgebung kommen kann. Die beschriebenen Restriktionen der Produktionsleistung aufgrund von Kühl- und Füllzeiten entfallen in einem flüssigkeitsgestützten Prozess.

2.3 Flüssigkeitsgestütztes Streckblasformen

Im flüssigkeitsgestützten Verfahren wird die Aufheizphase analog zum konventionellen Prozess ausgeführt. In der Umformphase wird der erhitzte Preform ebenfalls zunächst durch eine Reckstange axial gedehnt. Statt durch Druckluft wird im LSBM-Prozess die Ausformung in radialer Richtung durch die zu verpackende Flüssigkeit realisiert. Neben stillem Wasser gehören hierzu sowohl kohlenensäurehaltige Getränke wie Mineralwasser oder Softdrinks als auch höherviskose Medien wie Kosmetika oder Reinigungsflüssigkeiten. Es kommt zur Kombination von Umform- und Füllvorgang, wodurch neben der Einsparung eines Produktionsschritts weitere Vorteile gegenüber dem konventionellen Verfahren entstehen:

Kühlzeit: Die Kühlzeit wird drastisch reduziert. Im konventionellen Verfahren ergibt sich aufgrund der extrem kurzen Umformzeiten und der niedrigen thermischen Stoffdaten von Luft (Dichte, Wärmekapazität und Wärmeleitung) eine annähernd adiabate Zustandsänderung bis zum Kontakt des Preforms mit dem Streckblaswerkzeug. Im LSBM-Prozess erfolgt ein zusätzlicher, signifikanter Wärmeübergang zwischen Preform-Innenwand und Flüssigkeit, wodurch nach der mechanischen Umformung nahezu keine weitere Verweilzeit im Werkzeug erforderlich ist.

Prozesskontrolle und Zykluszeiten: Im SBM-Prozess findet eine radiale Ausformung statt, wenn die durch die Kompression des Gases steigenden Druckkräfte größer werden als die Reaktionskräfte des Preforms. Die Steifigkeit des Preforms wird jedoch stark vom Temperaturprofil beeinflusst. Durch die nahezu inkompressible Flüssigkeit ist der LSBM-Prozess nicht mehr druck- sondern volumenstromgesteuert. Anstelle eines konstanten Gasdrucks kann ein individuelles Füllprofil beaufschlagt werden, wodurch eine von der Aufheizphase unabhängige Volumenzunahme des Vorformlings definiert wird. Folglich wird die Abhängigkeit thermischer und mechanischer Prozessparameter reduziert. Aufgrund der geringen Kompressibilität der Flüssigkeit entsteht zudem ein beschleunigter Druckaufbau im Preform. Somit werden theoretisch kürzere Umformzeiten erreicht. Darüber hinaus beeinflusst die Temperatur der Flüssigkeit im Prozess (T_F) die Preform-Temperatur und damit die Werkstoffeigenschaften während der Umformung, weshalb T_F als zusätzlicher thermischer Prozessparameter eingesetzt werden kann.

Produkteigenschaften: Die potentiell kürzeren Zykluszeiten sowie der zusätzliche Wärmeübergang resultieren in höheren Dehnraten und niedrigeren Prozesstemperaturen. Wie in Ka-

pitel 2.1 erläutert, führt dies zu gesteigerter dehnungsinduzierter Kristallisation. Infolgedessen werden die Steifigkeits- sowie Barriereigenschaften der PET-Flasche positiv beeinflusst. Darüber hinaus befindet sich vor dem Einströmvorgang Luft bei Umgebungsdruck im Preform, die sich während der Verformung aufgrund des Druckaufbaus in der Flüssigkeit lösen kann. Bei unmittelbarem Verschließen der Flasche nach der Umformphase erfolgt die erneute Trennung von Luft und Wasser in einem abgeschlossenen Volumen. Dadurch entsteht ein Überdruck, welcher die Flasche stabilisiert.

Neben der Vielzahl an Vorteilen entstehen auch zusätzliche Herausforderungen an den LSBM-Prozess. Aufgrund der Kühlung verkleinert sich das Prozessfenster, weil die Bruchdehnung von PET unterhalb von T_g stark abnimmt. Folglich müssen die Umformzeit sowie die Aufheizphase so angepasst werden, dass die Werkstofftemperatur während der Umformung nicht signifikant unter T_g fällt. Die beschleunigte Flüssigkeit induziert signifikante Trägheitskräfte, die ein Versagen des Preforms bewirken können. Dies gilt insbesondere gegen Ende der Umformzeit, wenn der Preform noch nicht durch den Werkzeugkontakt stabilisiert ist. Aufgrund der Trägheitskräfte ist die Ausführung des Prozesses auf Rundläufermaschinen kritisch zu betrachten. Es ist zu untersuchen, ob der Preform durch die zusätzlichen Zentrifugal- und Corioliskräfte destabilisiert wird und keine radialsymmetrische Ausformung mehr möglich ist. Im konventionellen Streckblasformen sind sowohl die Prozess-, als auch die daraus abgeleitete Maschinenteknik intensiv erforscht und optimiert. Durch die Substitution des Druckmediums kann dieses Wissen nur bedingt übertragen werden. Es ergeben sich neue Anforderungen und Einschränkungen an Prozess und Equipment.

2.3.1 LSBM-Prototyp

Die experimentellen Untersuchungen werden an einer Prototypmaschine des LSBM-Prozesses durchgeführt. Das Funktionsprinzip sowie der reale Aufbau der Umformstation sind in Abbildung 2.7 dargestellt. Die IR-Station besteht aus einem Heizkasten mit fünf äquidistanten Quarz-Wolfram-Strahlern, deren Leistungswerte individuell in Prozent der Maximalleistung (1100 W) eingestellt werden können. Ein horizontal angeordneter Linearantrieb transferiert den auf einem Dorn fixierten Vorformling in definierten Zeitabständen in den Ofen. Durch alternierende Positionierung des Preforms innerhalb und außerhalb des Heizkastens werden definierte Heiz- und Ausgleichzeiten realisiert und somit das Temperaturprofil in Dickenrichtung beeinflusst. Außerdem kühlt ein Gebläse die Außenwand des Vorformlings.

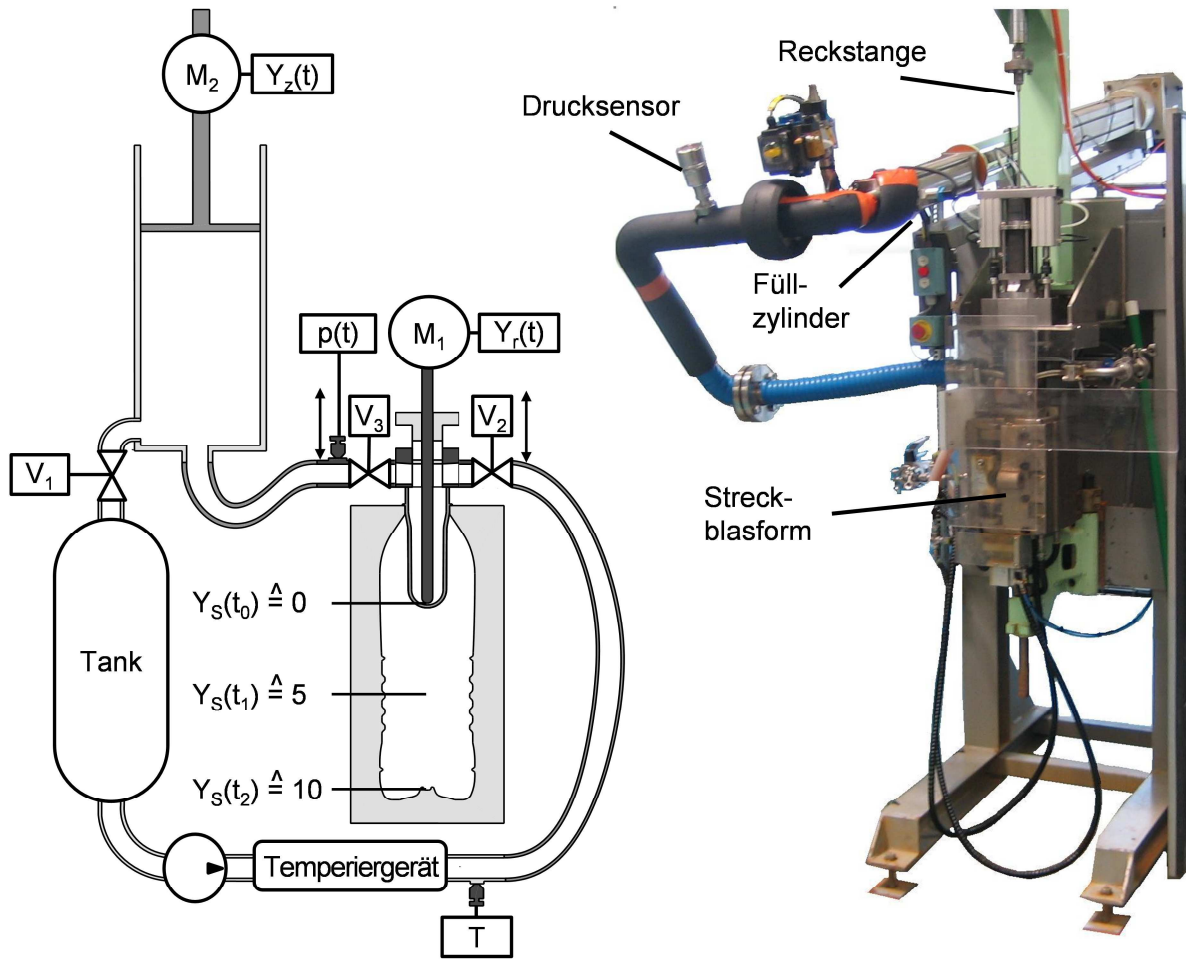


Abbildung 2.7: LSBM-Prototyp, links: Funktionsprinzip, rechts: realer Aufbau der Umformeinheit [1, 2]

Der Preform wird manuell aus der Heizstation in das Steckblaswerkzeug geklemmt. Die Transferzeit beträgt ca. 5 s. Parallel zum Heizvorgang wird der Flüssigkeitskreislauf der Umformeinheit mit einer Zirkulationspumpe entlüftet sowie durch ein Heizelement temperiert. Ein Elektrozyylinder steuert die Position des Hydraulikkolbens und füllt während der Entlüftung/Temperierung den Hubzylinder entsprechend des Flaschenvolumens. Durch Umschalten der Ventile V_1 und V_2 an Zylinder und Düse wird der Versorgungskreislauf vom Umformstrang getrennt. Nach dem Einspannen des Preforms in die Streckblasform wird diese geschlossen und die Düseneinheit gesenkt. Der Umformvorgang wird über die zeitabhängige Steuerung der Linearmaschinen von Reckstange (M_1) und Füllzylinder (M_2) definiert. Zusätzlich kann über einen zeitverzögerten Öffnungszeitpunkt des Düsenventils V_3 ein Vordruck aufgebaut werden. Basierend auf der Reckstangenposition wird der Prozess in elf Punkte unterteilt, wobei Punkt Null ($Y_s = 0$) und Punkt Zehn ($Y_s = 10$) durch die Anfangs- und Endposition der Reckstange definiert sind, was in Abbildung 2.7 dargestellt ist. Die Position des Elektrozyinders sowie der dynamische Druck werden während des Verstreckvorgangs mit

einer Abtastrate von 5 ms messtechnisch erfasst. Abbildung 2.8 zeigt ein charakteristisches Steuer- und Messprofil.

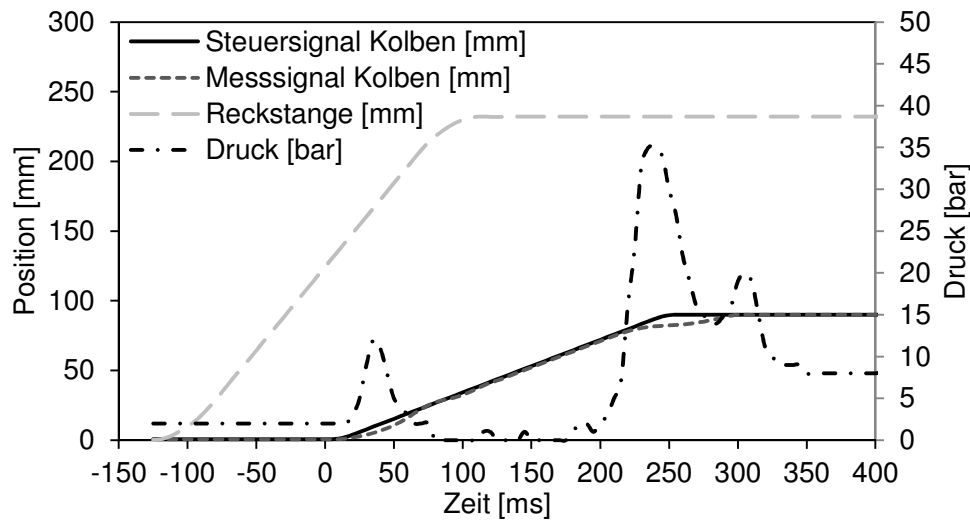


Abbildung 2.8: Steuer- und Messsignale des LSBM-Prototyps

Zu Beginn und gegen Ende des Füllvorgangs sind Abweichungen zwischen der Soll- und der Ist-Position des Kolbens sowie damit verbundene Druckspitzen zu erkennen. Der führe Druckanstieg resultiert aus einer verzögerten Öffnung von V_3 . Das Druckmaximum von 35 bar am Ende der Füllung ist zur Ausformung feiner Flaschenstrukturen erforderlich. Prozesstechnisch ist dies realisiert, indem das vom Kolben verdrängte Flüssigkeitsvolumen größer als das Flaschenvolumen eingestellt wird. Im vorliegenden Fall wird ein lineares Füllprofil definiert. Der Prozess wird anhand der in Tabelle 2.3 dargestellten Maschinenparameter gesteuert. Der Start des Füllvorgangs und die Düsenventilöffnung werden in Abhängigkeit der Reckstangenposition in Millimetern angegeben.

Thermische Parameter	Mechanische Parameter
Heizzeit [s]	Reckstangengeschwindigkeit [m/s]
Ausgleichszeit [s]	Start des Füllvorgangs [mm]
Leistung Strahler 1 (S1) [%]	Kolbenbeschleunigung [m/s^2]
Leistung Strahler 2 (S2) [%]	Kolbengeschwindigkeit [m/s]
Leistung Strahler 3 (S3) [%]	Düsenventilöffnung [mm]
Leistung Strahler 4 (S4) [%]	
Leistung Strahler 5 (S5) [%]	
Gebälseleistung [%]	
Flüssigkeitstemperatur [$^{\circ}\text{C}$]	

Tabelle 2.3: Maschinenparameter des LSBM-Prototyps

Die Vorformlinge der experimentellen Untersuchungen werden aus dem Material LIGHTER C88 PET der Firma DOW Chemical hergestellt. Eine intrinsische Viskosität von $0,76 \pm 0,02$ dl/g wird gemessen. Die Dichte beträgt $1,35$ g/cm³ ($\chi < 10$ %, 20 °C) und die Glasübergangstemperatur liegt bei 78 °C. Für die experimentelle Prozessanalyse dieser Arbeit werden die Preform- und Flaschengeometrie nach Abbildung 2.9 verwendet. Der Füllvorgang erfolgt mit kohlenstoffsaurem (stillem) Wasser.

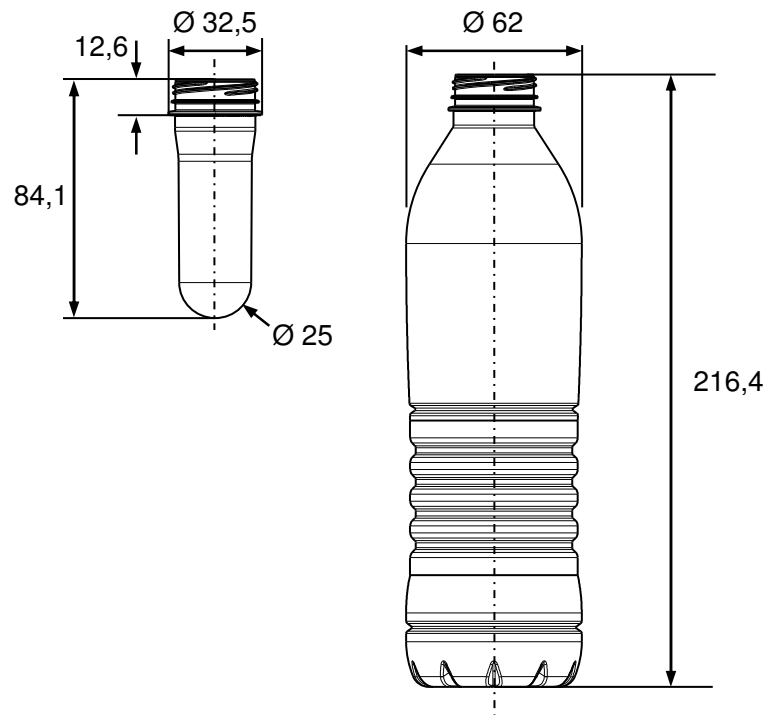


Abbildung 2.9: Geometrie und Hauptmaße von 17 g Vorformling und 500 ml Flasche

Die Prozessstabilität wird anhand der Reproduzierbarkeit der Materialverteilung bewertet. Dazu werden fünf Flaschen nach Abbildung 2.9 mit identischen Prozessparametereinstellungen am LSBM-Prototyp und an einer Maschine des SBM-Prozesses hergestellt und vermessen (Messverfahren, s. Kapitel 3.4.1). Es ergibt sich eine dreifach höhere Standardabweichung im LSBM-Verfahren. Dies unterstreicht die Notwendigkeit einer experimentellen Analyse und einer Optimierung des Verfahrens, die im folgenden Kapitel durchgeführt werden.

3 Experimentelle Analyse und Optimierung

Wie in Kapitel 2.3 gezeigt, bietet das LSBM-Verfahren Vorteile gegenüber dem konventionellen Verfahren. In der praktischen Umsetzung können jedoch weder Prozessfenster noch optimale Parametereinstellungen aus dem etablierten Verfahren abgeleitet werden. Die Ziele der experimentellen Prozessanalyse sind die Beschreibung des Prozessfensters sowie die Ermittlung des systematischen Zusammenhangs zwischen Prozessparametern und messbaren Qualitätsmerkmalen. Auf Grundlage dieses Verständnisses werden Prozessstabilität und Produktqualität maximiert.

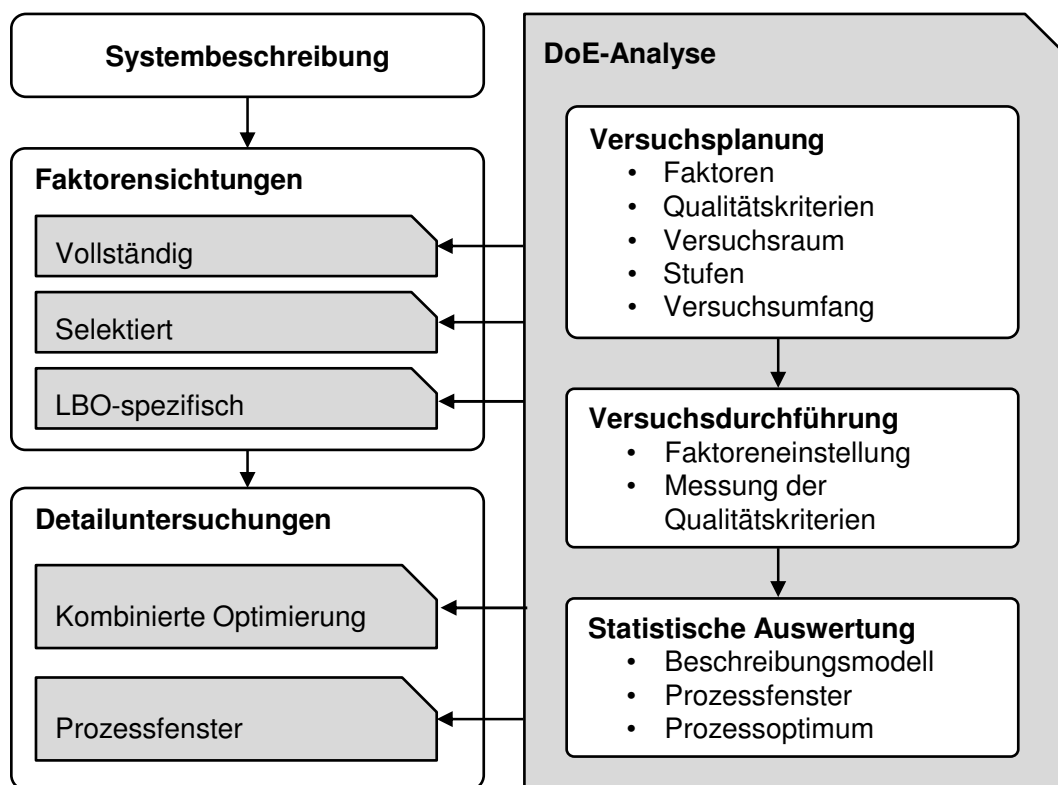


Abbildung 3.1: Schema der DoE-Methode zur LSBM-Prozessanalyse

Die Voraussetzung für eine effiziente Prozessanalyse und -optimierung sind die systematische Planung, Durchführung und Auswertung von Versuchsreihen. In diesem Zusammenhang hat sich die Methode der statistischen Versuchsplanung (Design of Experiments, DoE) als wertvolles Werkzeug etabliert. Sie zeichnet sich durch eine optimierte Versuchsanzahl bei minimalem Informationsverlust sowie hohem Erkenntnisgewinn durch Modellbildung und Mehrfachverwendung der Versuchsergebnisse aus [29]. Abbildung 3.1 zeigt, wie das LSBM-Prozessverständnis durch Anwendung der DoE-Methode stufenweise detailliert wird. Die Faktorensichtung (Screening) enthält neben der generellen Identifikation signifikanter Fakto-

ren auch die Untersuchung LSBM-spezifischer Prozessparameter wie Flüssigkeitstemperatur, Vordruck oder Volumenstromprofil. In den Detailuntersuchungen bezieht sich die Optimierung der Produktqualität auf messbare Größen, wie die Wanddickenverteilung, die Flaschenstabilität bei vertikaler Last (Top-Load) oder die optische Transparenz. Eine Charakterisierung des Prozessfensters erfolgt in Abhängigkeit des axialen und radialen Verstreckverhältnisses zur Optimierung der Preform-Geometrie im LSBM-Prozess.

3.1 Prozessvisualisierung

Die resultierenden Produkteigenschaften werden in hohem Maße durch den zeitlichen Deformationsverlauf des Preforms beeinflusst. Huang et al. [30] zeigen, dass sich im SBM-Prozess durch Prozessparametervariationen verschiedene Verformungsmuster einstellen und finden einen Zusammenhang zwischen den Mustern und der axialen Wanddickenverteilung der Flaschen. Die Visualisierung der zeitlichen Preform-Deformation stellt aufgrund der kurzen Umformzeiten und der geschlossenen Kavität eine Herausforderung dar. Eine ausreichende Prozessauflösung wird in der vorliegenden Arbeit durch die Verwendung einer Hochgeschwindigkeitskamera Fastcam SA3 der Firma Photron sichergestellt, die mit einer Bildrate von 2000 s^{-1} betrieben wird. Bei einer mittleren Prozesszeit von 0,2 s werden in dieser Einstellung 400 Bilder aufgenommen. Im ersten Schritt wird ein PMMA-Hohlzylinder mit einem Innendurchmesser von 60 mm und einer Länge von 300 mm als Streckblasform verwendet. Durch dessen glatte Oberfläche ohne Rippenstrukturen kann der Effekt einer Parameteränderung auf die Deformation bewertet werden. Die Preforms werden zur Positionsauswertung mit äquidistanten weißen Ringen bemustert. Es entsteht ein ausreichender Kontrast bei minimaler Beeinflussung der Heizphase. Ein niedriger Ringabstand im verstreckten Zustand korrespondiert mit Materialansammlungen zwischen den Ringen.

Abbildung 3.2 zeigt die Ergebnisse zweier Messungen mit unterschiedlichen Prozessparametereinstellungen und verdeutlicht deren starken Einfluss auf den Deformationsverlauf. In der oberen Einstellung führt die frühe Füllung zur Ausdünnung des unteren Preform-Bereichs und mit fortschreitender Deformation zum Aufreißen des Bodens. In der unteren Einstellung wird der Preform zwei Sekunden länger erhitzt und der Füllvorgang startet später. Dadurch ergibt sich ein instabiles, sanduhrförmiges Verformungsmuster. Zudem ist in beiden Fällen zu erkennen, dass eine turbulente Strömung beim Eintritt der Flüssigkeit entsteht. Im vorliegenden Fall wird kohlesäurefreies Wasser verwendet. Die Luftblasen entstehen durch die Vermi-

schung von Luft und Wasser. Mit fortschreitender Prozesszeit agglomerieren kleinste Luftblasen und steigen zum Flaschenhals.

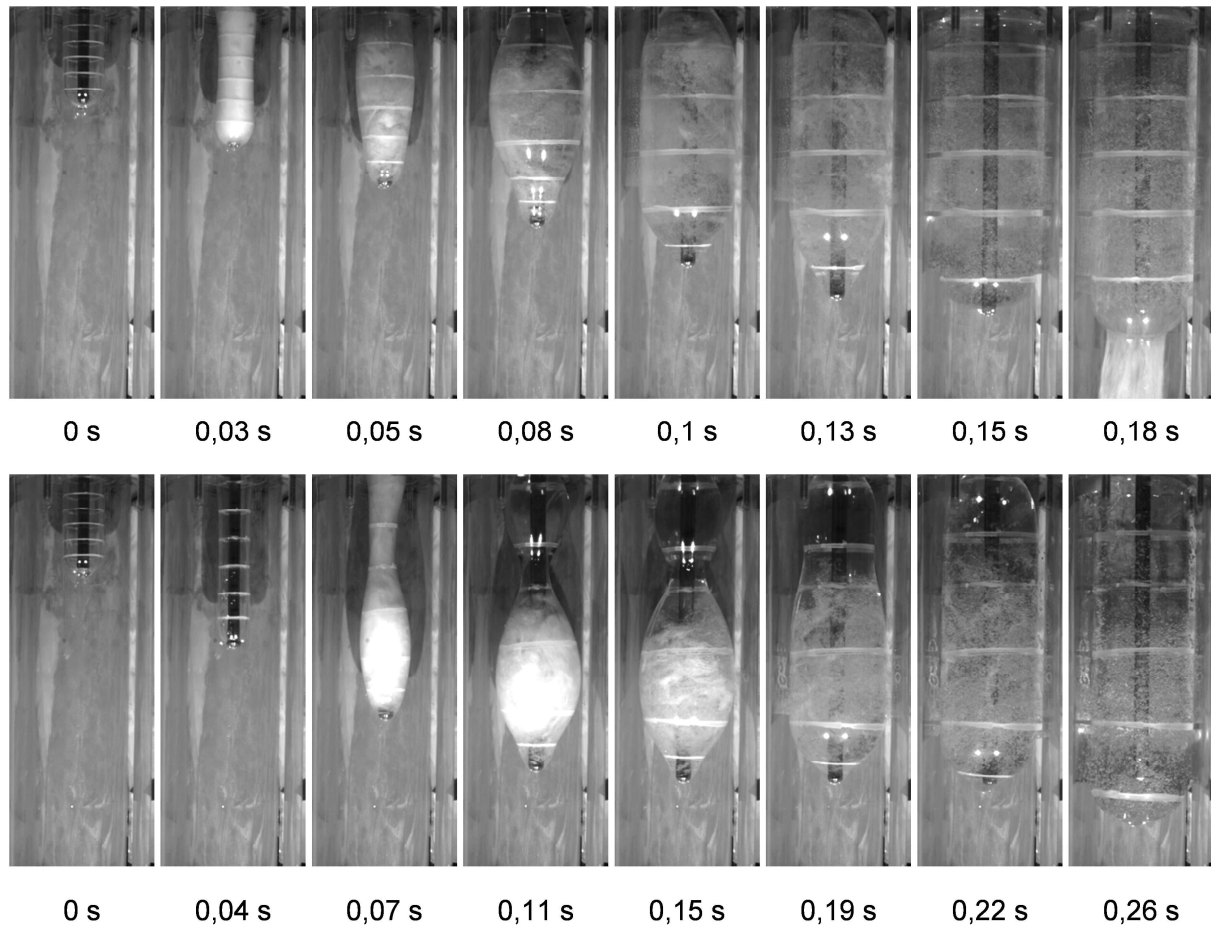


Abbildung 3.2: Preform-Deformation im Hohlzylinder, *oben*: Parameterset 1, *unten*: Parameterset 2

Der Einfluss der Verformungsmuster auf die Produktqualität kann mit Hilfe des Hohlzylinders nicht bewertet werden. Daher wird eine transparente PMMA-Kavität der Flaschengeometrie (Abbildung 2.9) hergestellt, die in Abbildung 3.3 *links* dargestellt ist. In die Werkzeughalterung wird entsprechend Abbildung 3.3 *rechts* ein Sichtfenster für die Kamera gefräst. Die Bildrate von 2000 s^{-1} benötigt eine hohe Lichtstärke. Es werden daher Leuchtdioden hoher Lichtstärke (276 lm bei 1 A) auf einer Platine angebracht, die zwischen der Fasse in Abbildung 3.3 und der Werkzeughalterung aufgeklebt wird. Abbildung 3.4 zeigt einen Umformprozess anhand von zehn exemplarisch ausgewählten Zeiten. In der frühen Phase der axialen Verstreckung ist der Umriss des Preforms zur besseren Kenntlichkeit nachträglich hervorgehoben. Es wird deutlich, dass die vorgestellte Methode eine sehr gute Abbildung des Deformationsverhaltens ermöglicht. Die Prozessvisualisierung dient sowohl der experimentellen Analyse als auch der Evaluierung des Simulationsmodells im zweiten Teil der Arbeit.

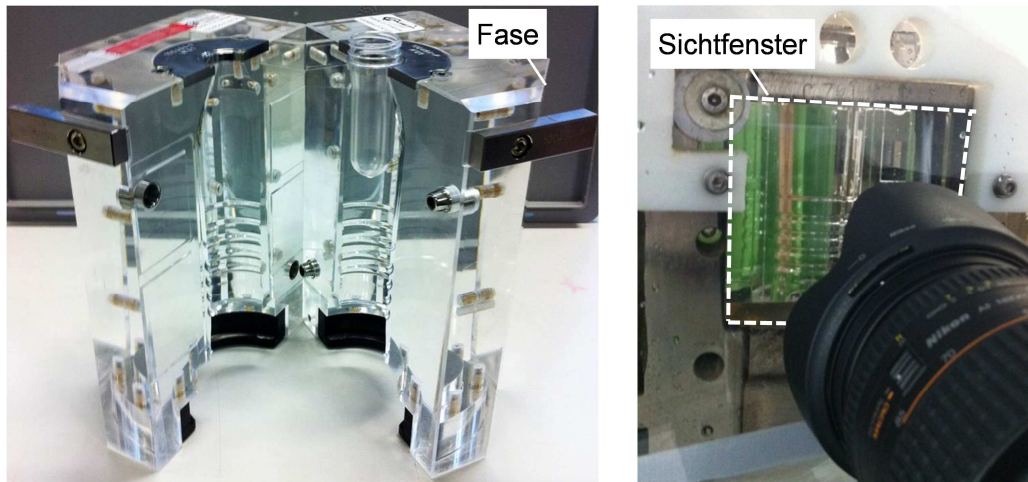


Abbildung 3.3: Transparente Kavität, *links*: Modell, *rechts*: Fenster in Werkzeughalterung

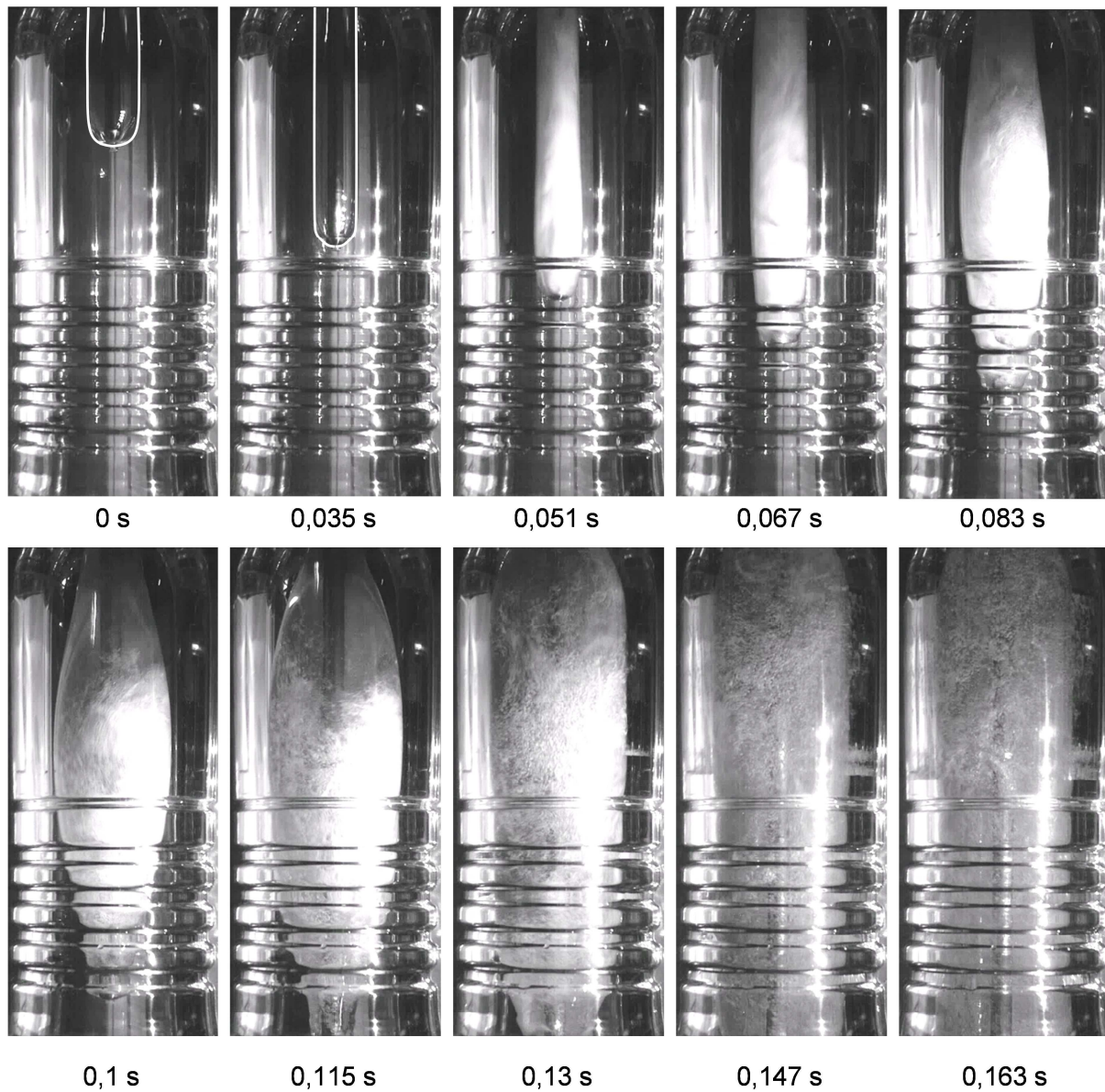


Abbildung 3.4: Preform-Deformation in transparenter Kavität zu zehn verschiedenen Prozesszeiten

3.2 Systembeschreibung

Grundvoraussetzung für eine statistische Versuchsplanung ist die detaillierte Systembeschreibung. Für den LSBM-Prototyp ist diese in Abbildung 3.5 dargestellt. Ziel der Systembeschreibung ist die Auflistung aller Einflussgrößen auf das System. Signalgrößen bezeichnen dabei im Vorfeld zur Versuchsreihe festgelegte Eingänge. Die Steuergrößen umfassen die Prozessparameter, die kontrolliert den Prozess beeinflussen. Störgrößen sind bekannte Einflüsse, die nicht kontrolliert werden können und daher möglichst konstant gehalten werden müssen. Systemausgänge sind zum einen die Qualitätsmerkmale, anhand derer die Produktqualität bewertet wird, und zum anderen durch Steuer- oder Störgrößen verursachte Fehlerzustände.

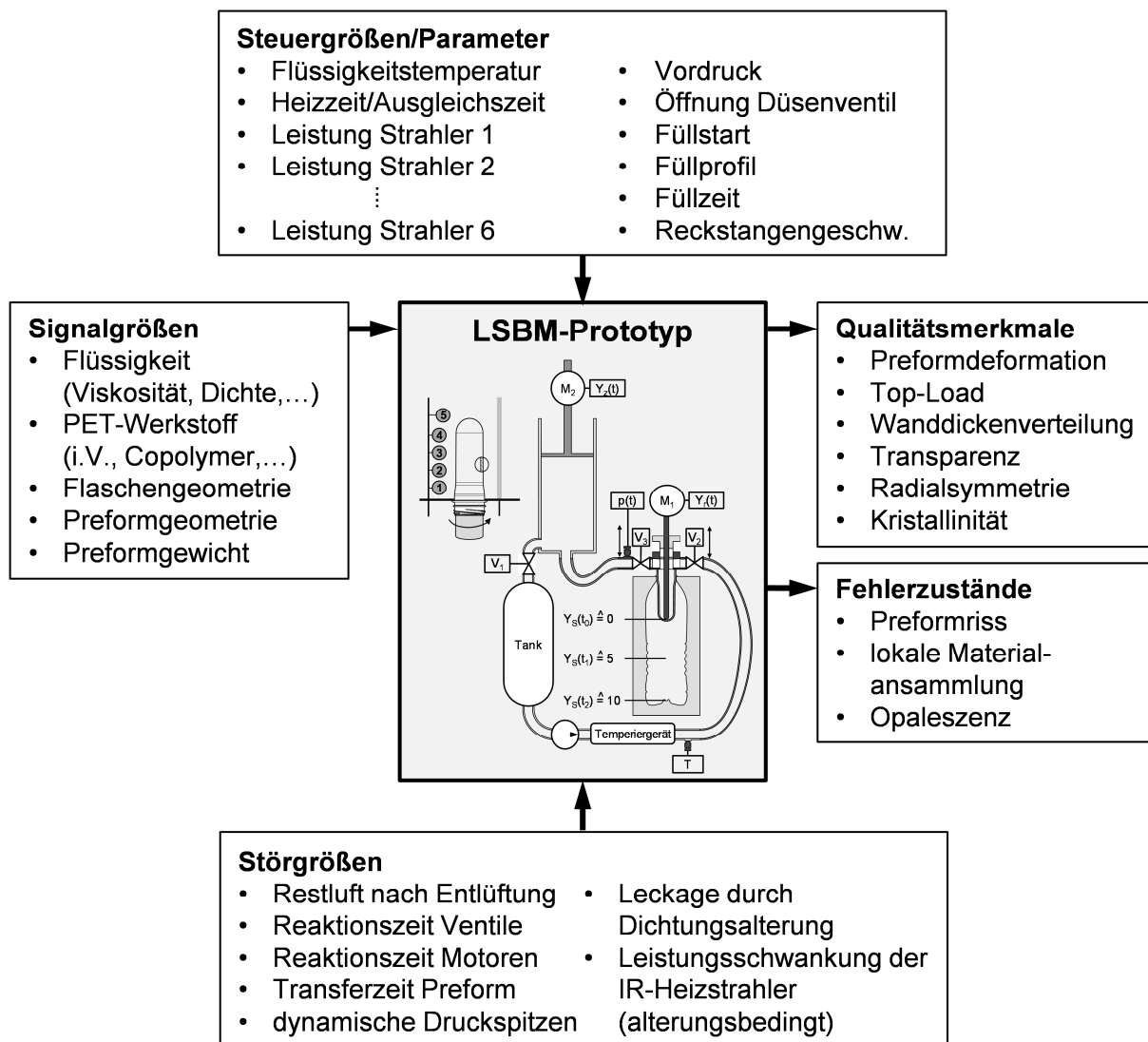


Abbildung 3.5: Systembeschreibung des LSBM-Prototyps

3.3 Konzept der statistischen Prozessanalyse

Ein ideales Systemverhalten ist gekennzeichnet durch einen eindeutigen funktionellen Zusammenhang zwischen Eingangsgrößen und Systemantwort. Im Gegensatz dazu ist das Verhalten realer Prozesse oft unbekannt. Zudem tritt in realen Systemen unabhängig von den Eingangsparametern auch Streuung durch Störgrößen auf. Ziel einer statistischen Versuchsplanung ist es, mit optimierter Versuchsanzahl den Zusammenhang zwischen Prozessparametern und Qualitätsmerkmalen in einem Modell zu beschreiben. Der Begriff „optimiert“ bedeutet dabei, dass die durchgeführte Anzahl an Versuchen zu einer vorher definierten Genauigkeit des Modells führt. Für jede Prozessparametereinstellung im Versuchsplan werden die Qualitätskriterien gemessen. Mit Hilfe einer Varianzanalyse werden die Effekte der Prozessparameter auf die Qualitätskriterien von denen der Störgrößen getrennt.

3.3.1 Versuchsplanung

Aus der Systembeschreibung werden zu untersuchende Prozessparameter und Qualitätskriterien ausgewählt. In den Versuchsplan integrierte Prozessparameter werden Faktoren x_1, \dots, x_n genannt, die zu untersuchenden Qualitätsmerkmale werden mit y_1, \dots, y_n bezeichnet. In Abbildung 3.6 ist ein linearer vollfaktorierter Versuchsplan nach dem Yates-Standard [29] dargestellt. Die Faktorstufen sind auf ein Intervall von 2 normiert, gekennzeichnet mit -1 und +1. Die äußeren Stufen der Faktoren definieren den Versuchsraum. In vollfaktorierten Versuchsplänen werden alle Stufenkombinationen der Faktoren getestet. Es gilt die in Gleichung (3.1) dargestellte Abhängigkeit der Versuchsanzahl n_r von der Faktorenzahl n_f und der Anzahl der Stufen n_l .

$$n_r = n_l^{n_f} \quad (3.1)$$

Die Grundprinzipien der Versuchsplanung sind Randomisierung, Wiederholung und Blockbildung. Randomisierung bedeutet eine zufällige Anordnung der Zeilen im Versuchsplan und verhindert die Überlagerung von Effekten mit systematischen Störgrößen. Würde der Plan in Abbildung 3.6 in der dargestellten Reihenfolge ausgeführt, könnte ein steigendes Qualitätsmerkmal, beispielsweise durch Werkzeug- oder Messmittelverschleiß, fälschlicherweise Faktor x_3 zugeordnet werden. Mit zunehmender Wiederholung der Faktorstufen reduziert sich die Varianz des Mittelwertes [31]. Durch eine Einteilung der Faktoren in Blöcke können nicht kontrollierbare Fehler quantifiziert und somit von der Berechnung der Faktoreffekte getrennt werden [29].

Statistische Versuchspläne sind orthogonal und ausgewogen. „Orthogonalität“ bedeutet in diesem Zusammenhang die Unabhängigkeit der Spalten der Versuchsmatrix, „ausgewogen“ bedeutet, dass für jeden Faktor alle Stufen mit der gleichen Häufigkeit getestet werden. Aufgrund dieser Bildungsvorschrift sind die Informationen der Versuchspunkte mehrfach verwendbar [29]. In Abbildung 3.6 können für alle Faktoren jeweils zwei 4er-Gruppen der Stufen +1 und -1 gebildet werden, in denen die übrigen Faktoren je zweimal auf -1 und +1 stehen. Der Effekt des Faktors berechnet sich aus der Differenz der Gruppenmittelwerte, wie in Abbildung 3.6 rechts dargestellt. Für alternative lineare Pläne, wie z.B. Plankett-Burman Pläne [32], sei auf die Literatur verwiesen [33].

Nr.	Matrix der unabhängigen Variablen							y_1
	Versuchsplan			Wechselwirkungen				
	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	$x_1x_2x_3$	
1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	y_1^1
2	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	y_1^2
3	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	y_1^3
4	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	y_1^4
5	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	y_1^5
6	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	y_1^6
7	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	y_1^7
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	y_1^8

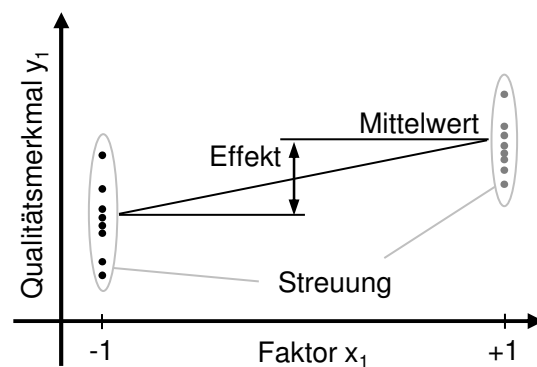


Abbildung 3.6: links: Vollfaktorieller Versuchsplan 2^3 , rechts: Streuung und Effekt (grafisch, nach [29])

Neben den Faktoreffekten (Haupteffekte) wird die Varianz des Qualitätskriteriums auch von Wechselwirkungen (WW) zwischen Faktoren beeinflusst. Die Gesamtheit der Einflussgrößen wird Variablen genannt. Die unabhängige Charakterisierung aller sieben Variablen für drei Faktoren erfordert $2^3 = 8$ Versuche [29].

Für nicht beherrschte Prozesse in der Prototypenphase sind die Einflüsse der Prozessparameter auf die Qualitätskriterien meist unbekannt, weshalb im ersten Schritt alle Prozessparameter als Faktoren in den Versuchsplan aufgenommen werden. In der Systembeschreibung des LSBM-Prozesses befinden sich 12 Prozessparameter. Nach Gleichung (3.1) folgt daraus eine Versuchsanzahl von $2^{12} = 4096$ für einen vollfaktoriellen Versuchsplan. Diese hohe Anzahl an Versuchen kann durch eine Faktorensichtung vermieden werden (vgl. Abbildung 3.1). Mit reduzierter Versuchsanzahl wird hierbei der qualitative Einfluss der Prozessparameter abgeschätzt. Dazu werden teilfaktorielle Versuchspläne verwendet. Grundlage dieser Pläne ist die Tatsache, dass der Effekt auf das Qualitätskriterium mit steigender Ordnung der WW sinkt [29]. Daher können WW höherer Ordnung mit Haupteffekten vermengt werden, wobei trotz-

dem eine Aussage über den Effekt des Faktors getroffen werden kann. Im Plan von Abbildung 3.6 würde dazu ein zusätzlicher Faktor x_4 entsprechend Abbildung 3.7 mit den Variablen vermengt werden.

Matrix der unabhängigen Variablen						
x_1	x_2	x_3	x_4	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3
$x_2x_3x_4$	$x_1x_3x_4$	$x_1x_2x_4$	$x_1x_2x_3$	x_3x_4	x_2x_4	x_1x_4

Abbildung 3.7: Variablenvermischung im teilfaktoriellen Plan mit 4 Faktoren (Auflösungsstufe IV)

Die Effekte der Spaltenpaare können dabei nicht mehr getrennt ausgewertet werden. Wie Abbildung 3.8 zeigt, bestimmt die Auflösungsstufe des Versuchsplans den Grad der Vermengung [34]. Im vorliegenden Fall ergibt sich die Auflösungsstufe IV. Haupteffekte sind dabei mit Dreifach-WW sowie Zweifach-WW untereinander vermengt.

		Faktoren n_f													
		2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
n_r	4	Voll	III												
	8		Voll	IV	III	III	III								
	16			Voll	V	IV	IV	IV	III	III	III	III	III	III	III
	32				Voll	VI	IV	IV	IV	IV	IV	IV	IV	IV	IV
	64					Voll	VII	V	IV	IV	IV	IV	IV	IV	IV
	128						Voll	VIII	VI	V	V	IV	IV	IV	IV

Abbildung 3.8: Auflösung zweistufiger Versuchspläne

In Auflösungsstufe III sind sogar 2-fach-WW mit Haupteffekten vermengt. Dadurch können in obigem Versuchsplan sieben Faktoren mit acht Versuchen getestet werden. Die Ergebnisse dieses gesättigten Feldes müssen jedoch kritisch hinterfragt werden, besonders wenn hohe Wechselwirkungseffekte zu erwarten sind. Bei ausreichender Versuchsanzahl sollten Felder der Auflösungsstufe III daher vermieden werden [35]. Teilfaktorielle Pläne werden benannt nach dem vollfaktoriellen Plan und der Reduktionsstufe. Es gilt die Bezeichnung $2^{(k-p)}$ für einen zweistufigen Plan mit k Faktoren und der Reduktionsstufe p .

Auf Basis der qualitativen Abschätzung der Faktoreffekte im Screening werden in Detailuntersuchungen die quantitativen Einflüsse der signifikanten Faktoren ermittelt (vgl. Abbildung 3.1). Die vorgestellten zweistufigen Pläne können keine nichtlinearen Zusammenhänge zwischen Faktoren und Qualitätskriterien auflösen, wie in Abbildung 3.9 rechts illustriert. Vollfaktorielle mehrstufige Pläne führen zu einem stark progressiven Anstieg der Versuchszahl. Eine effektive Methode zur Abschätzung quadratischer Effekte ist die Erweiterung line-

arer Modelle um die quadratischen Terme der Haupteffekte. Dadurch steigt die benötigte Versuchszahl lediglich moderat im Vergleich zu einem linearen Modell mit Zweifach-WW [29].

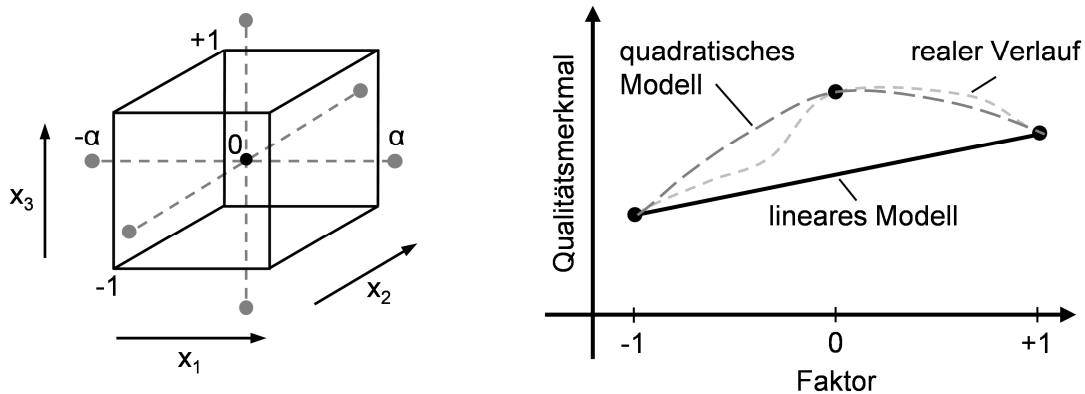


Abbildung 3.9: links: CCD-Plan für 3 Faktoren, rechts: Vorhersage nichtlinearer Systemantwort

In der Anwendung quadratischer Pläne haben sich in den letzten Jahrzehnten zentral zusammengesetzte Versuchspläne (CCD: central composite design) [36] und Pläne nach Box und Behnken [37, 38] etabliert. Beide ermöglichen eine effektive Abschätzung quadratischer Effektverläufe (s. Abbildung 3.9 rechts). In Abbildung 3.9 links ist ein CCD-Plan für 3 Faktoren grafisch dargestellt. Die Würfeleckenpunkte bilden einen 2^3 -Plan ab. Die Sternpunkte (SP) kennzeichnen Zentralpunkte (ZP) unter Variation eines einzelnen Faktors. Der Verlängerungsfaktor α ist entscheidend für die Orthogonalität bzw. Drehbarkeit des Versuchsplans [39]. Drehbarkeit bedeutet, dass die Varianz der Modellvorhersage nur vom Abstand zum ZP abhängt, nicht von der Richtung [29]. Der Verlängerungsfaktor für Drehbarkeit berechnet sich in Abhängigkeit der Versuchsläufe des Würfelanteils n_w nach Gleichung (3.2).

$$\alpha_{dreh} = \sqrt[4]{n_w} \quad (3.2)$$

In der Praxis ist durch die großen Stufenabstände ein drehbarer Plan oftmals nicht realisierbar [29]. In diesem Fall kann ein CCF-Plan (flächenzentriert, face centered) verwendet werden, bei dem die Sternpunkte nicht über den Würfel hinaus ragen ($\alpha = 1$). In diesem Plan korrelieren jedoch lineare und quadratische Effekte und die Genauigkeit der quadratischen Effekte ist geringer als die der linearen Effekte [39]. Alternativ können die Würfelanteile um den Faktor α_{dreh} verringert werden. Dadurch sinkt jedoch das charakterisierte Prozessfenster um selbigen Faktor.

3.3.2 Versuchsauswertung

Die Aufgabe der Auswertung ist zum einen die Trennung von Effekt und Streuung, zum anderen die Prüfung auf Signifikanz der Effekte. Dies erfolgt auf Basis einer Varianzanalyse (ANOVA, Analysis of Variance). Die Varianz der vorhandenen Versuchsdaten (SS_{total} , Total Sum of Squares) wird dabei in zwei Teile aufgeteilt; in einen Anteil aufgrund der Faktorenviation zwischen den Stufengruppen (SS_{factor}) und den Fehleranteil innerhalb der Gruppen (SS_{error}) [40]. Die Varianzanteile berechnen sich nach Gleichung (3.3). Dadurch wird die in Abbildung 3.6 grafisch dargestellte Trennung von Effekt und Streuung erreicht.

$$SS_{total} = SS_{factor} + SS_{error} \quad (3.3)$$

$$\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y})^2 = n \sum_{i=1}^k (\bar{y}_i - \bar{y})^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$$

mit	y_{ij}	Messwert der j-ten Wiederholung der i-ten Stufe
	\bar{y}_i	Mittelwert der Stufengruppen
	\bar{y}	Mittelwert aller Daten
	n	Anzahl der Stufenwiederholungen
	k	Anzahl der Stufen

Die Varianzanteile von Faktoren und Fehler werden nach Gleichung (3.4) auf die Anzahl der Freiheitsgrade df bezogen (degrees of freedom), wodurch sich die MS-Werte (Mean Squares) ergeben. Die Freiheitsgrade der Faktoren entsprechen der Anzahl der Stufen ($df_{factor} = k-1$) und die des Fehlers der Gesamtzahl der Versuche ($df_{error} = k(n-1)$). Das Verhältnis der MS-Werte in Gleichung (3.4) wird als F-Wert bezeichnet und ist für den jeweiligen Faktor ein Maß dafür, welchen Anteil er an der Gesamtvariabilität der Daten hat. Für jeden Faktor werden die Freiheitsgrade sowie die MS-Werte und das F-Verhältnis in eine ANOVA-Tabelle eingetragen.

$$F = \frac{MS_{factor}}{MS_{error}} = \frac{\frac{SS_{factor}}{df_{factor}}}{\frac{SS_{error}}{df_{error}}} = \frac{\frac{SS_{factor}}{k-1}}{\frac{SS_{error}}{k(n-1)}} \quad (3.4)$$

Mit Hilfe der F-Werte wird entschieden, ob eine bestimmte Variabilität aufgrund eines signifikanten Effekts oder aufgrund zufälliger Streuung verursacht wird. Die Grundlage dafür ist die Nullhypothese. Hierbei wird angenommen, dass keine signifikanten Effekte existieren. Es

ergeben sich zwei Risiken. Wird die Nullhypothese für einen bestimmten Faktor oder eine Wechselwirkung abgelehnt, besteht ein α -Risiko, dass ein zufälliger Effekt fälschlicherweise als signifikant erachtet wird. Wird die Nullhypothese für einen bestimmten Faktor akzeptiert, besteht ein β -Risiko, dass ein signifikanter Effekt fälschlicherweise als zufällig angenommen wird. Für eine gültige Nullhypothese kann eine Wahrscheinlichkeit p für die vorliegenden F-Werte in der ANOVA-Tabelle berechnet werden. Dies gilt unter der Annahme normalverteilter und unabhängiger Fehler gleicher Varianz. Liegt ein kleiner p -Wert vor, also eine geringe Wahrscheinlichkeit, dass ein F-Wert durch zufällige Fehler erklärt werden kann, wird die Nullhypothese verworfen [29]. Die Entscheidungsgrenze entspricht dem α -Risiko. Durch iterative Varianzanalyse werden nach dieser Vorgehensweise Modellvariablen mit p -Werten größer dem α -Risiko aus der Tabelle ausgeschlossen. Das Prozessmodell wird aus den übrigen signifikanten Variablen gebildet. Gleichung (3.5) bildet ein quadratisches Modell ab, welches alle Haupteffekte, sowie die linearen Wechselwirkungen 2. Ordnung einbezieht [41].

$$\hat{y} = c_0 + \sum_{i=1}^{n_f} c_i x_i + \sum_{i=1}^{n_f} c_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{n_f-1} \sum_{j=i+1}^{n_f} c_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (3.5)$$

mit	c_0, c_i, c_{ii}, c_{ij}	Modellvariablen
	x_i	Faktoren
	ε	Fehler

Die Güte des Prozessmodells wird über seine Erklärungskraft R^2 bewertet, die in Gleichung (3.6) definiert ist.

$$R^2 = 1 - \frac{SS_{error}}{SS_{total}} \quad (3.6)$$

Ein Modell, welches mit weniger Variablen einen hohen Anteil der Variabilität erklären kann, ist zu bevorzugen. Daher wird die adjustierte Erklärungskraft R^2_{adj} nach Gleichung (3.7) eingeführt [42]. Diese ist abhängig von der Versuchsanzahl und den Modellvariablen. Während R^2 mit der Anzahl der Modellvariablen n_m wächst, wird bei R^2_{adj} meist ein Maximum beobachtet [29], welches als zusätzliches Kriterium bei der iterativen Löschung nicht signifikanter Modellvariablen verwendet werden kann. Ein Wert von $R^2_{adj} > 80\%$ ist dabei anzustreben [29].

$$R^2_{adj} = 1 - \frac{\frac{SS_{error}}{n_r - n_m}}{\frac{SS_{total}}{n_r - 1}} = 1 - \frac{n_r - 1}{n_r - n_m} (1 - R^2) \quad (3.7)$$

Mit steigender Versuchszahl n steigt die Empfindlichkeit des Modells. Dadurch werden bereits kleinere Änderungen des Qualitätskriteriums Δy detektiert. Gleichzeitig sinkt die Standardabweichung σ . Im Umkehrschluss lässt sich die Versuchszahl n_r in Abhängigkeit von σ , Δy , der Anzahl der Faktorstufen sowie den Risiken α und β mit einem Hypothesentest berechnen [43]. Das β -Risiko wird dabei durch die Trennschärfe $(1 - \beta)$ ersetzt, also die Wahrscheinlichkeit einen Effekt Δy zu detektieren.

Die Ergebnisse der ANOVA sind nur dann auf das System übertragbar, wenn die Fehler unabhängig und normalverteilt mit konstanter Varianz vorliegen [29]. Grafische Kontrollverfahren ermöglichen die Überprüfung dieser Bedingungen und sind in statistischen Softwareprogrammen standardmäßig verfügbar. Die Unabhängigkeit der Modellfehler wird durch ihre Darstellung über der Entstehungsreihenfolge überprüft. Gleiche Varianzen werden getestet, indem die Fehler gegen die vorhergesagten Werte aufgetragen werden. In beiden Fällen sollte kein gerichteter Verlauf erkennbar sein, sondern eine zufällige Fehlerverteilung. Eine Normalverteilung der Fehler liegt vor, wenn diese im Wahrscheinlichkeitsnetz für Normalverteilung auf einer Geraden liegen [44]. Im Fehlerhistogramm sollte eine Glockenkurve mit Mittelwert Null erkennbar sein.

Basierend auf der Modellbeschreibung kann eine Optimierung durchgeführt werden. Dabei wird die Abbildung des Qualitätsmerkmals je nach Anforderung minimiert, maximiert oder auf einen Zielwert eingestellt. Mit Hilfe einer Multiple-Response-Optimisation kann darüber hinaus ein kombiniertes Optimum mehrerer Qualitätsmerkmale bestimmt werden. Die Merkmale y_i werden dabei in skalare Wertebereiche d_i zwischen 0 und 1 transformiert. Das Optimum ist durch die zusammengesetzte Erwünschtheit (desirability function) D charakterisiert. Die modifizierte Erwünschtheit nach Derringer und Suich [45], ursprünglich von Harrington [46] eingeführt, kommt in dieser Arbeit zur Anwendung und ist in Gleichung (3.8) für eine Maximierungsaufgabe dargestellt.

$$d_i = \begin{cases} 0 & \forall y_i \leq y_{i,\min} \\ \left(\frac{y_i - y_{i,\min}}{y_{i,\max} - y_{i,\min}}\right)^s & \forall y_{i,\min} < y_i < y_{i,\max} \\ 1 & \forall y_i \geq y_{i,\max} \end{cases} \quad (3.8)$$

$$D = \left(\prod_{i=1}^n d_i\right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.9)$$

Die Grenzen $y_{i,\min}$ und $y_{i,\max}$ definieren das Optimierungsfenster. Die multiplikative Verknüpfung in Gleichung (3.9) stellt sicher, dass alle Merkmale innerhalb ihres Intervalls optimiert werden. Zudem wird die relative Breite der Intervalle als Gewichtung genutzt. Eine zusätzliche Gewichtung wird durch einen Exponenten s größer oder kleiner 1 erreicht, wodurch die lineare Rampenfunktion ($s=1$) nach Abbildung 3.10 modifiziert wird. Ein Überblick gebräuchlicher Erwünschtheitsfunktionen findet sich in [47].

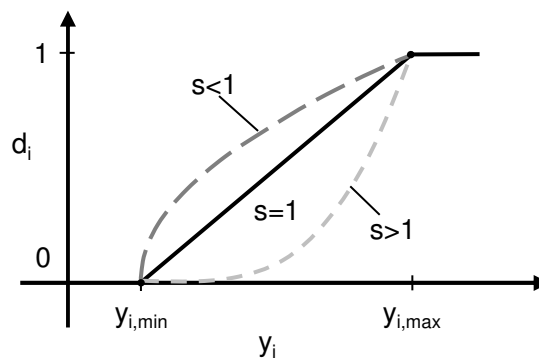


Abbildung 3.10: Erwünschtheitsfunktion des Qualitätskriteriums y_i

3.4 Faktorensichtung und lineare Prozessbeschreibung

Neben dem Gesamtablauf wird auch das Screening des LSBM-Prozesses stufenweise durchgeführt. Der Grund hierfür ist die Vielzahl an potentiellen Einflussparametern, die in der Systembeschreibung in Abbildung 3.5 dargestellt sind. Nach einer vollständigen Faktorensichtung wird daher eine zweite Versuchsreihe mit optimierten Parametergruppen durchgeführt. Außerdem werden LSBM-spezifische Parameter analysiert, die im konventionellen Streckblasformen nicht auftreten. Der Versuchsraum wird im Screening weit gefasst und in den Detailuntersuchungen spezifiziert. Die Planung und statistische Auswertung der DoE-Analysen wird mit der Software Minitab durchgeführt.

3.4.1 Screening

Tabelle 3.1 zeigt alle Faktoren und den Versuchsraum des vollständigen Screenings. Die Strahlerleistung P_1 sowie das Füllprofil werden nicht variiert. In Vorversuchen zeigt sich, dass P_1 konstant bei 100 % verweilen sollte, um Mikrorisse aufgrund von unterkühlten Bereichen nahe dem Stützring zu vermeiden. Das Füllprofil $Y_z(t)$ wird auf einen zeitlich konstanten Volumenstrom eingestellt. Für sehr kurze Füllzeiten und hohe Vordrücke wird die Leistungsgrenze des Elektrozyinders erreicht und es kommt zur Abweichung von Soll- und Ist-Positionen des Füllkolbens, wodurch die zusätzliche Variation dieses Parameters zu ungewollten Störgrößen führen würde. Aufgrund der starken Interaktion der Prozessparameter muss mindestens ein Plan der Auflösungsstufe IV durchgeführt werden, da hier die Hauptfaktoren unabhängig von Zweifach-WW ausgewertet werden. Nach Abbildung 3.8 folgt daraus eine Mindestversuchszahl von 32 Versuchen ($2^{(11-6)}$, L32-Feld).

Faktor	Abk.	Einheit	-1	+1
Reckstangengeschwindigkeit	v_s	m/s	0,8	1,4
Vordruck	P_0	bar	5	15
Füllzeit	t_f	s	0,2	0,4
Öffnungszeitpunkt Düsenventil	t_{v0}	mm	25	35
Füllstart	t_{s0}	mm	-14	-4
Flüssigkeitstemperatur	T_L	°C	10	40
Heizzeit/Ausgleichszeit	t_h	s	8	12
Leistung Strahler 2	P_2	%	80	100
Leistung Strahler 3	P_3	%	80	100
Leistung Strahler 4	P_4	%	80	100
Leistung Strahler 5	P_5	%	80	100

Tabelle 3.1: Versuchsraum und Faktoren des vollständigen Screenings

Die Leistungsfähigkeit eines Streckblasprozesses kann anhand des notwendigen Gesamtgewichts des Vorformlings bewertet werden. Mit steigender Prozesskontrolle und -stabilität kann das Gesamtgewicht für eine gegebene Flaschengeometrie reduziert werden. Prozesskontrolle bezeichnet in diesem Zusammenhang die gezielte Beeinflussung der Gewichtsverteilung entlang der Flaschenhöhe mittels der Prozessparameter. Eine Reduzierung des Gesamtgewichts ist nur dann möglich, wenn ein hoher Gewichtsanteil im Flaschenboden vorliegt, um eine ausreichende Flaschenstabilität zu gewährleisten. Folglich liefert das Bodengewicht M_B qualitative Aussagen über die Prozesskontrolle sowie die Leistungsfähigkeit bzw. die Möglichkeit zur Gewichtsreduktion. M_B dient daher als Qualitätsmerkmal des ersten Screenings. Die Trennung des Bodens von der Flasche an definierter axialer Position erfolgt mit Hilfe

eines Heißdrahtschneidegeräts nach Abbildung 3.11. Eine Präzisionswaage mit einer Genauigkeit von 0,011 g dient der Messung von M_B . Eine Vorversuchsreihe in mittlerer Parameter-einstellung mit 5 Versuchen liefert einen Mittelwert μ von 2,07 g mit einer Standardabweichung σ von 0,23 g (11 %). Der σ -Wert enthält bereits die Streuung von Prozess und Messung und kann daher zur Abschätzung der benötigten Versuchszahl verwendet werden.

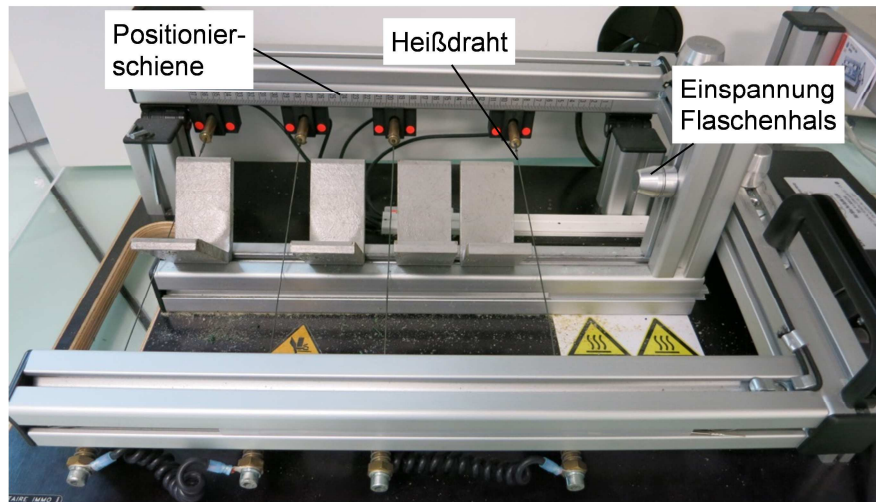


Abbildung 3.11: Heißdrahtschneidegerät

Zufällige Prozessparametervariationen ergeben in Vorversuchen Schwankungen von maximal 1,4 g. Auf Basis dessen wird ein kleinster zu detektierender Effekt Δ von 0,2 g festgesetzt. Mit einem α -Risiko von 5 % ergibt sich der in Abbildung 3.12 dargestellte Verlauf der Trennschärfe. Ein ausreichender $(1-\beta)$ -Wert von mindestens 80 % erfordert die zweimalige Ausführung des Plans. Anstelle einer Wiederholung wird hier jedoch das L64-Feld durchgeführt. Die Auflösungsstufe ist ebenfalls IV (s. Abbildung 3.8), jedoch sind die Haupteffekte mit deutlich weniger Dreifach-WW vermischt.

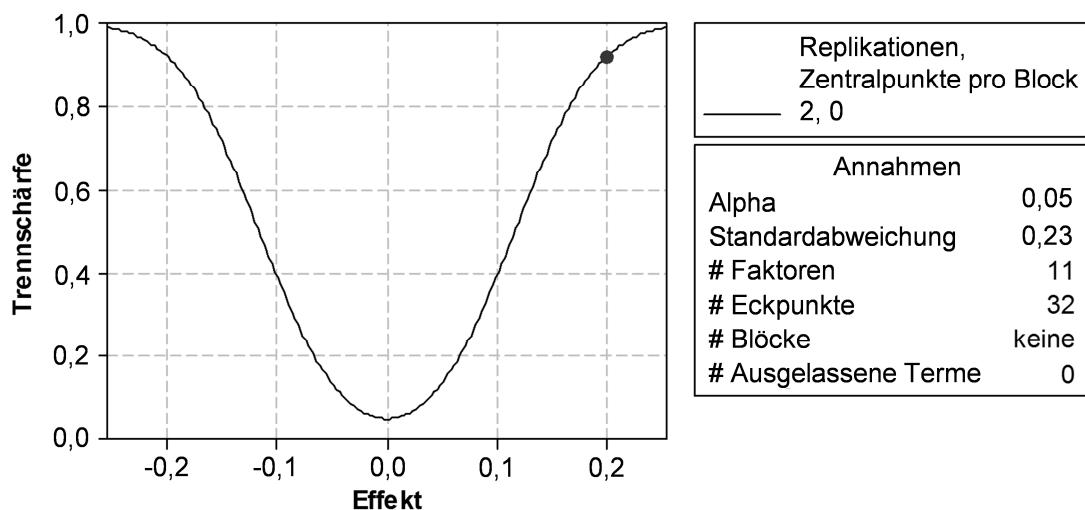


Abbildung 3.12: Trennschärfekurve des Screenings

Der Grundsatz der Randomisierung erfordert die zufällige Durchführung der Versuche, um den Einfluss systematischer Störungen zu vermeiden. Die Variation der Flüssigkeitstemperatur ist jedoch aufgrund der niedrigen Heiz- und Kühlrate des Flüssigkeitskreislaufs ($2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$) ein stark limitierender Faktor. Daher werden nach der Randomisierung zufällige Gruppen von je 16 Versuchen gleicher Flüssigkeitstemperatur durchgeführt.

Ergebnisse:

Aufgrund des weit gefassten Versuchsraums sowie der relativ großen Prozessstreuung ergibt sich eine hohe Versagensrate von 42 %. Dabei entstehen drei charakteristische Versagensfälle nach Abbildung 3.13: Wanddickensprung, Seitenriss und Bodenriss. Das Bodengewicht der Flaschen mit Seitenriss kann wegen der unvollständigen Ausformung nicht bestimmt werden. Daher wird das Qualitätskriterium analog zu Gleichung (3.8) skaliert und der Versagensfall Seitenriss auf den Wert 0 gesetzt.

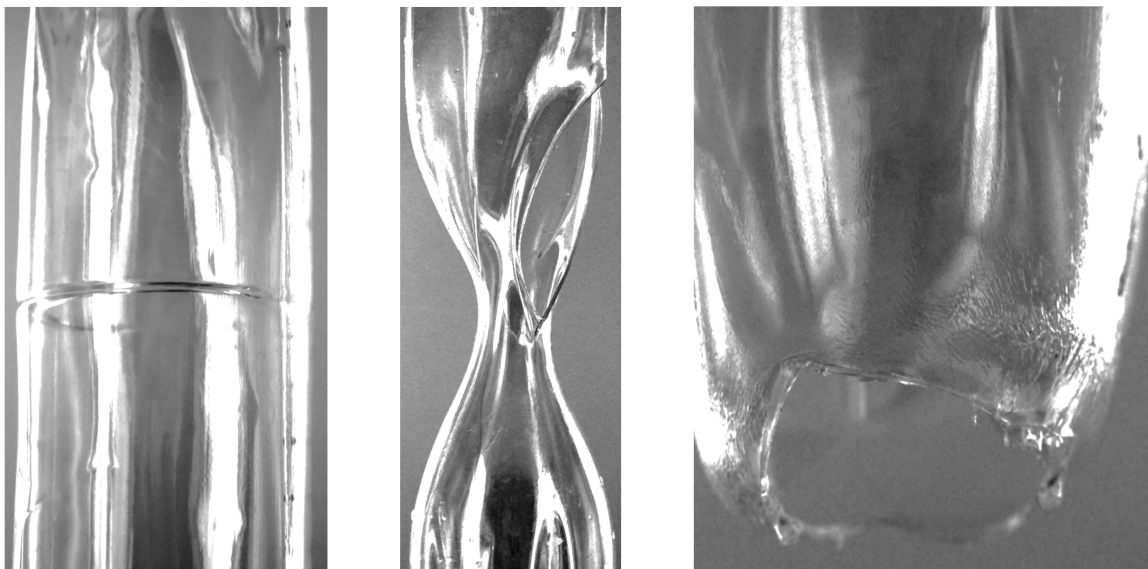


Abbildung 3.13: Versagensfälle (v. l. n. r.): Wanddickensprung, Seitenriss, Bodenriss

Nach iterativer Varianzanalyse unter Einbeziehung der Haupt- und Zweifach-WW ergeben sich die signifikanten Modellvariablen nach Abbildung 3.14. Das Modell besitzt ein adjustiertes Bestimmtheitsmaß R^2_{adj} von 82 %. Der Abstand zur Halbnormalen ist proportional zur Effektstärke. Auffällig ist der überproportional hohe Einfluss der Heizzeit. Alle restlichen Faktoren besitzen einen niedrigen Haupteffekt auf M_B bzw. werden lediglich durch Wechselwirkungen repräsentiert. Aufgrund der Vermischung der Zweifach-WW untereinander (Auflösung IV) ist eine Interpretation der WW im Rahmen dieses Screenings statistisch nicht zulässig.

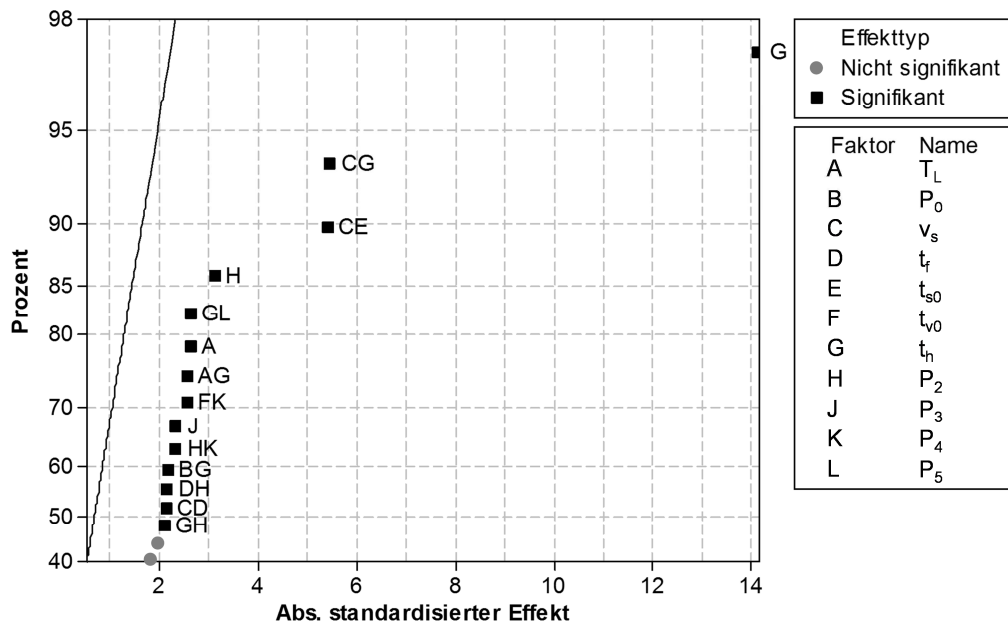


Abbildung 3.14: Wahrscheinlichkeitsnetz für HNV der Modellvariablen im $2^{(11-5)}$ -Plan

Der hohe Einfluss von Wechselwirkungen im LSBM-Prozess wird auch in Abbildung 3.15 deutlich. Darin sind die Versagensfälle als binäres Qualitätsmerkmal (defektfrei / Versagensfall) über der Anzahl der +1-Faktoreneinstellungen aufgetragen.

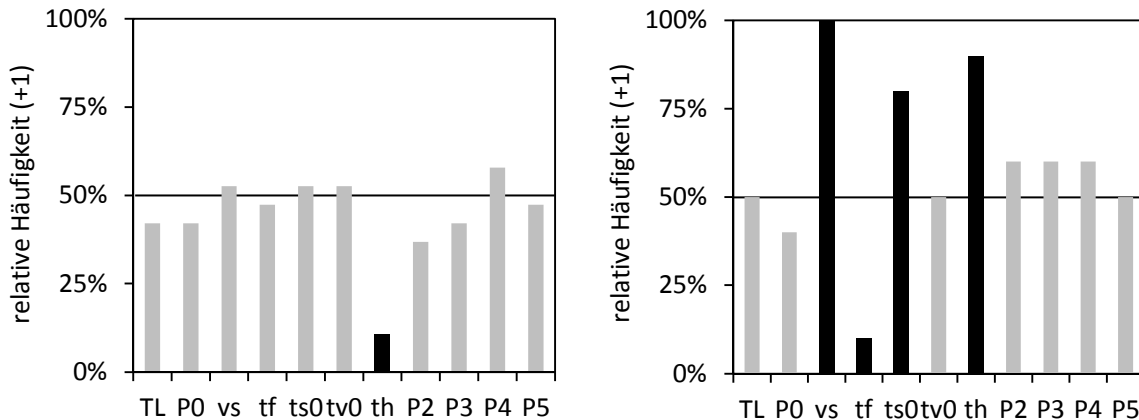


Abbildung 3.15: Relative Häufigkeit der +1-Einstellung der Faktoren bezogen auf die Versagensfälle.
links: Boden- und Seitenriss, rechts: Wandschickensprung

Im ausgewogenen Versuchsplan wird jede Faktoreneinstellung gleich häufig getestet. Eine relative Häufigkeit von 50 % bestätigt demnach die Nullhypothese eines Faktors und eine Abweichung von mehr als 25 % deutet auf einen Einfluss hin. Während die Rissbildung noch durch eine niedrige Heizzeit erklärt werden kann, bildet sich ein Wandschickensprung lediglich unter hohen Heizzeiten, niedrigen Füllzeiten sowie hohen Streckgeschwindigkeiten. Dies bestätigt die Beobachtungen in Abbildung 3.2. Hohe Heizzeiten und langsame bzw. späte Füll-

vorgänge relativ zum axialen Verstreckvorgang führen zu instabilen Sanduhrformen, die in der Folge einen Wanddickensprung im Produkt verursachen.

Eine Sortierung der Ergebnisse nach Bodengewicht ist in Abbildung 3.16 dargestellt. Es zeigt sich, dass die Versagensfälle stark mit dem Bodengewicht korrelieren. Durch eine Maximierung kann demnach die Rissbildung ausgeschlossen werden, führt jedoch bei einem weiten Prozessfenster zum Versagensmuster „Wanddickensprung“.

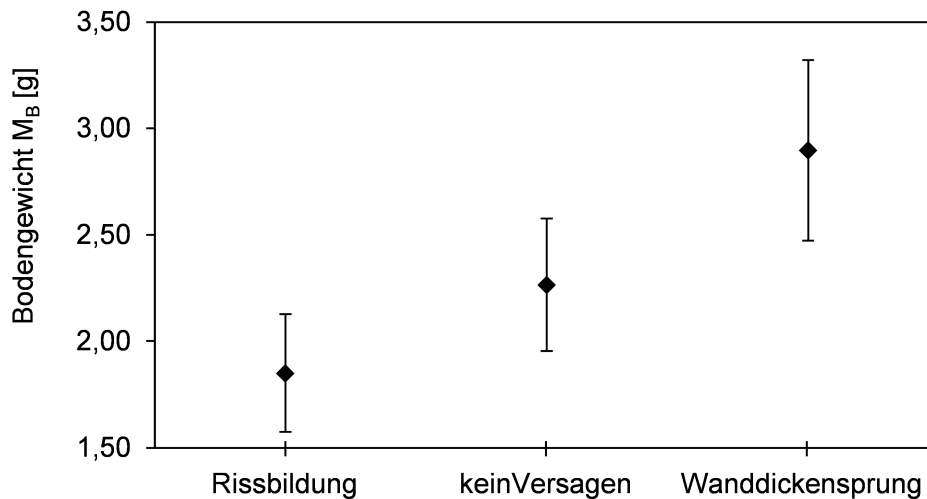


Abbildung 3.16: Mittelwert und Standardabweichung von M_B nach Versagensfällen

3.4.2 Untersuchung LSBM-spezifischer Faktoren

Die Einflüsse der Faktoren Flüssigkeitstemperatur, Füllprofil und Vordruck auf die Prozessstabilität sind von besonderem Interesse, da für diese Parameter keine Erfahrungswerte aus dem klassischen Verfahren vorliegen. Das Füllprofil wird nach Abbildung 3.17 variiert.

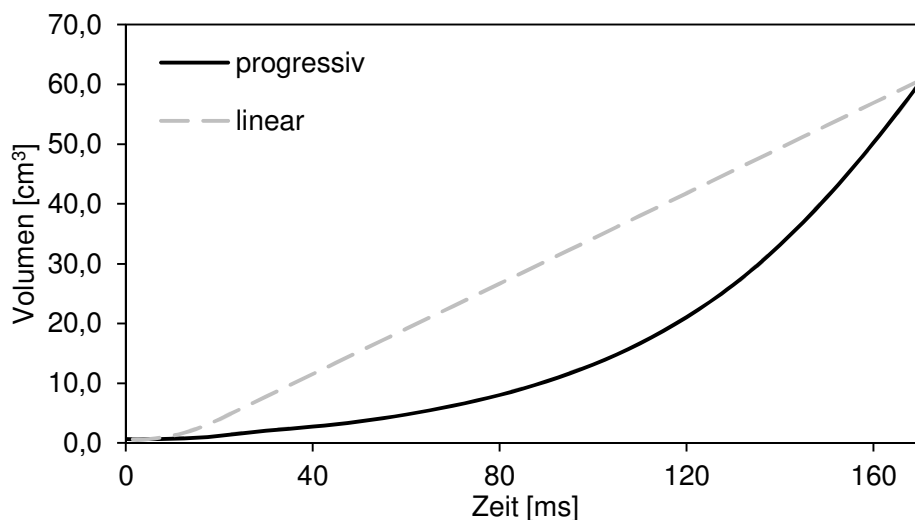


Abbildung 3.17: Progressives und lineares Füllprofil

Während das lineare Profil einen konstanten absoluten Volumenzuwachs des Preforms erzeugt, ist das progressive Profil so ausgelegt, dass es zu einer konstanten Volumenwachstumsrate führt, was potentiell einer gleichmäßigeren Belastung des Vorformlings entspricht.

Die Wanddickenverteilung wird qualitativ durch die in Kapitel 3.1 vorgestellte Methodik der äquidistanten Ringmarkierung evaluiert. Die axiale Position der Ringe auf der umgeformten Flasche dient als Indikator der Materialverteilung nach Abbildung 3.18 rechts. Ein vollfaktorieller Versuchsplan 2^3 nach Abbildung 3.18 links ergibt bei zweimaliger Ausführung die benötigte Trennschärfe von 80 % bei einem α -Risiko von 5 % und einem Δ/σ -Verhältnis von 2.

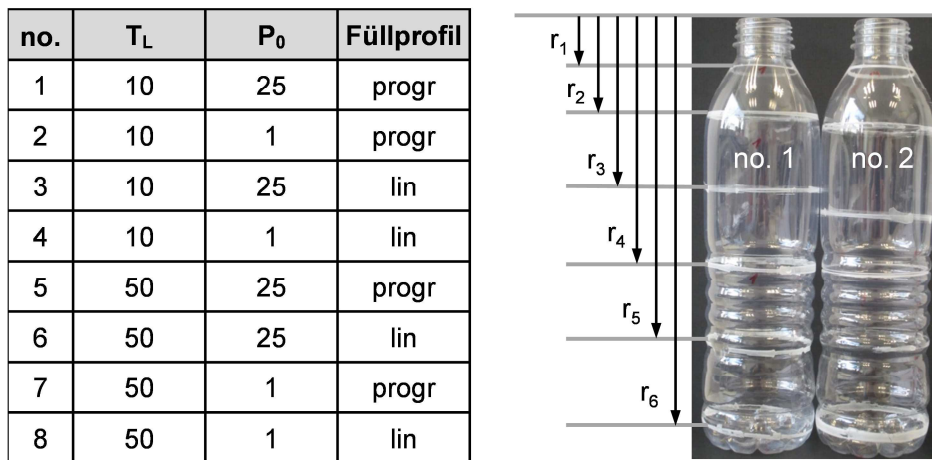


Abbildung 3.18: links: Versuchsplan LSBM-spezifischer Effekte, rechts: Auswertung der Materialverteilung

Ergebnisse:

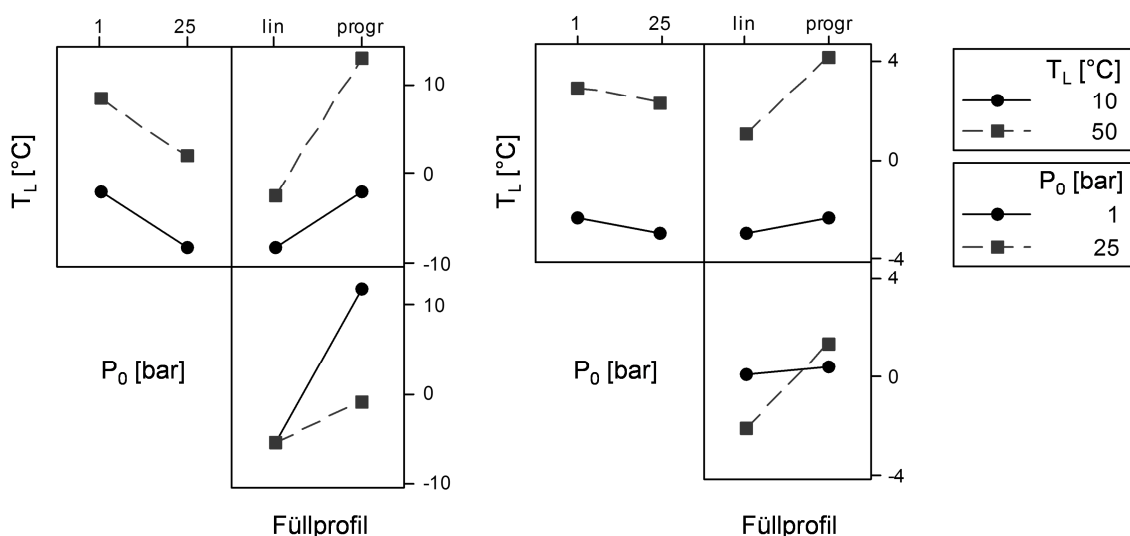


Abbildung 3.19: Effekte und WW der LSBM-spezifischen Faktoren auf die axiale Ringposition in mm
links: Ring 3, rechts: Ring 5

Abbildung 3.19 zeigt die Effekte der Faktoren und Zweifach-WW auf die Position von Ring 3 und 5. Die Haupteffekte entsprechen den absoluten Werten und die Zweifach-WW der Änderung der Steigung in den Diagrammen. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Flüssigkeitstemperatur den größten Einfluss auf die absolute Ringposition und damit auf die Materialverteilung hat. Darüber hinaus besteht eine hohe Wechselwirkung zwischen Vordruck und Füllprofil.

Während die optimierte Wanddickenverteilung als Qualitätskriterium der Produktqualität verwendet werden kann, wird die Prozessstabilität stärker durch die zeitliche Preform-Deformation während der Umformphase bestimmt. Eine Bewertung der Deformation erfolgt mit Hilfe der in Kapitel 3.1 entwickelten Prozessvisualisierung. Abbildung 3.20 zeigt exemplarisch den Einfluss der Flüssigkeitstemperatur sowie des Füllprofils auf die Materialverteilung.

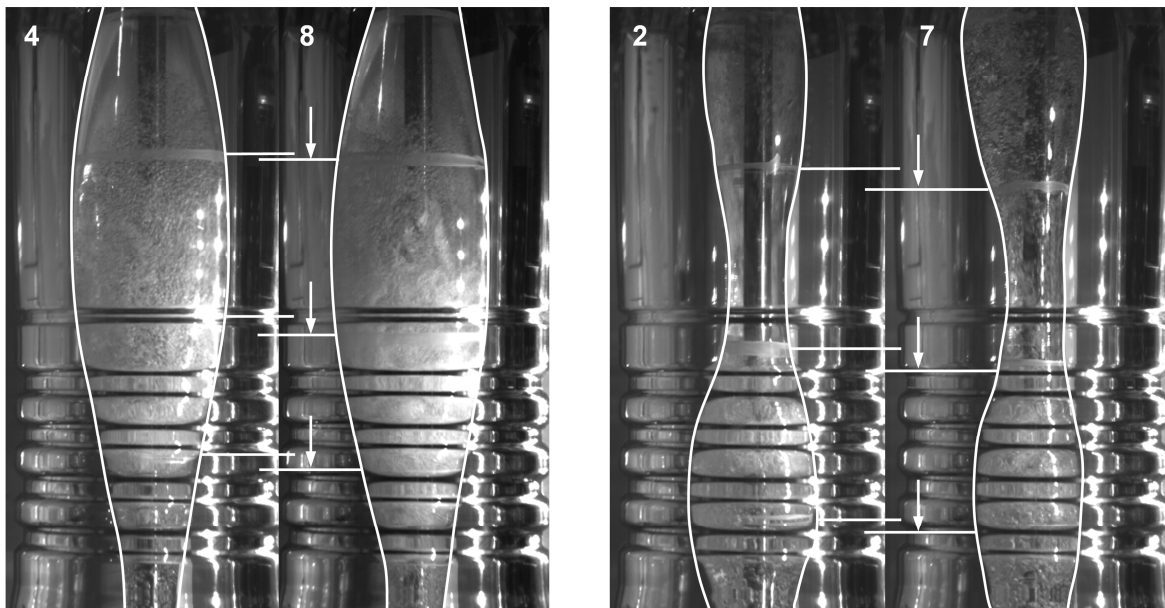


Abbildung 3.20: Einfluss von T_L und des Füllprofils auf die Materialverteilung,
links: Versuche 4 und 8, $t = 0,11$ s, *rechts*: Versuche 2 und 7, $t = 0,17$ s

Eine erhöhte Flüssigkeitstemperatur führt unabhängig von der Faktorenkombination (4/8, 2/7) über der gesamten Preform-Länge zum Materialtransport in Richtung Bodenbereich. Das Verformungsmuster bleibt dabei annähernd konstant. Im Gegensatz dazu hat das Füllprofil einen großen Einfluss auf das Deformationsverhalten, was im Vergleich der Versuche 4 und 8 mit den Versuchen 2 und 7 in Abbildung 3.20 deutlich wird. Das progressive Füllprofil führt zur Ausbildung von zwei Blasen (Sanduhrform), die sich gegen Ende der Deformation verbinden, wodurch ein Wanddickensprung entsteht. Außerdem führt das progressive Füllprofil durch

den starken Anstieg des Volumenstroms in 3 der 16 Versuche zum Versagensfall Seitenriss, der durch Replikation vermieden werden kann. Dies verdeutlicht die Instabilität des progressiven Profils.

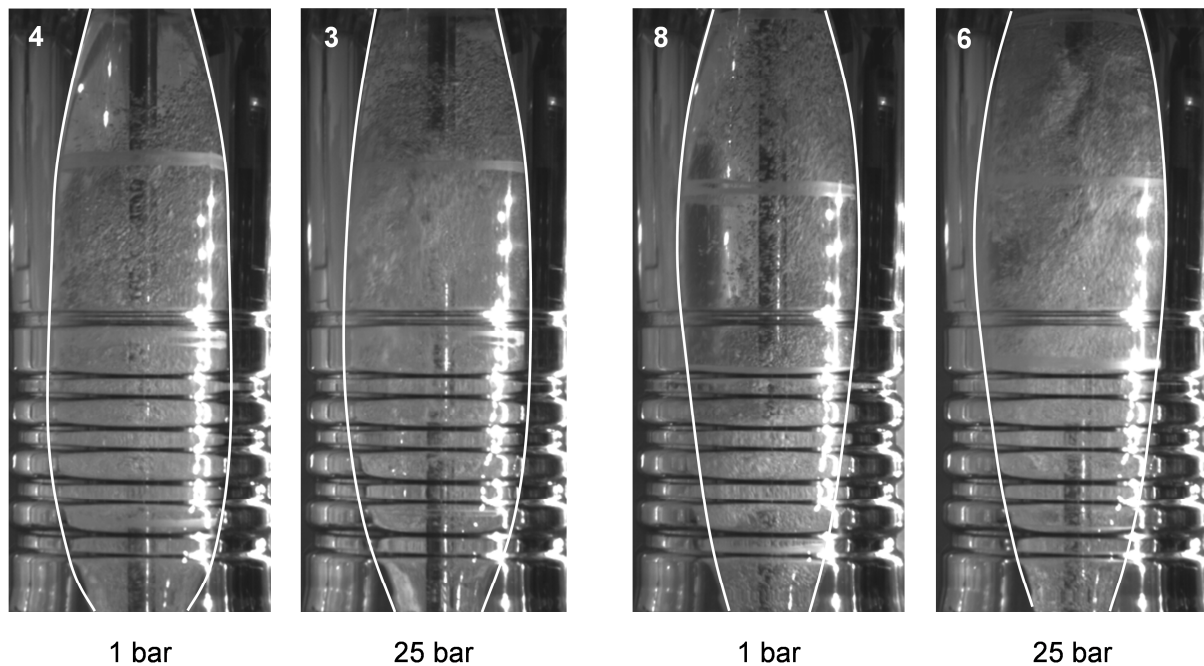


Abbildung 3.21: Einfluss des Vordrucks auf lineare Füllkurven, $t = 0,15$ s

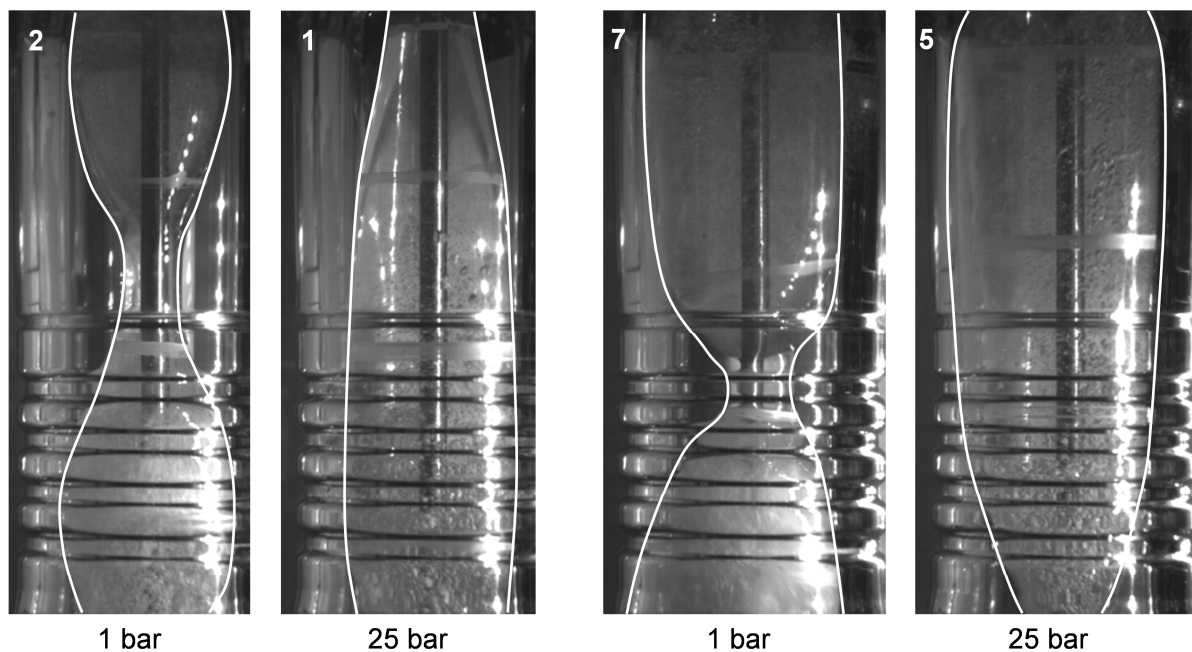


Abbildung 3.22: Einfluss des Vordrucks auf progressive Füllkurven, $t = 0,11$ s

Die Ursache dieser Instabilität wird bei der Auswertung des Faktors P_0 deutlich. Steigende Vordrücke bewirken eine relative Drucksteigerung im Preform zu Beginn des Füllvorgangs und damit einen beschleunigten Beginn der radialen Ausformung. Im linearen Fall wird die

Deformation dadurch nur unwesentlich beeinflusst, wie in Abbildung 3.21 zu sehen. Die Verwendung progressiver Füllprofile resultiert in sehr niedrigen Volumenströmen und Drücken zu Beginn der Verformung. Diese werden durch steigende P_0 -Werte stärker beeinflusst und führen zur Stabilisierung des Verformungsmusters. Dies wird sowohl in Abbildung 3.22 anhand der Deformationsmuster verdeutlicht, als auch in Abbildung 3.23 an der Vermeidung des Versagensfalls Wanddickensprung für steigende Vordrücke. Folglich vermeiden eine frühere radiale Ausformung relativ zur Reckstangenposition sowie höhere Volumenströme zu Beginn der Füllphase die Ausbildung instabiler Verformungsmuster.

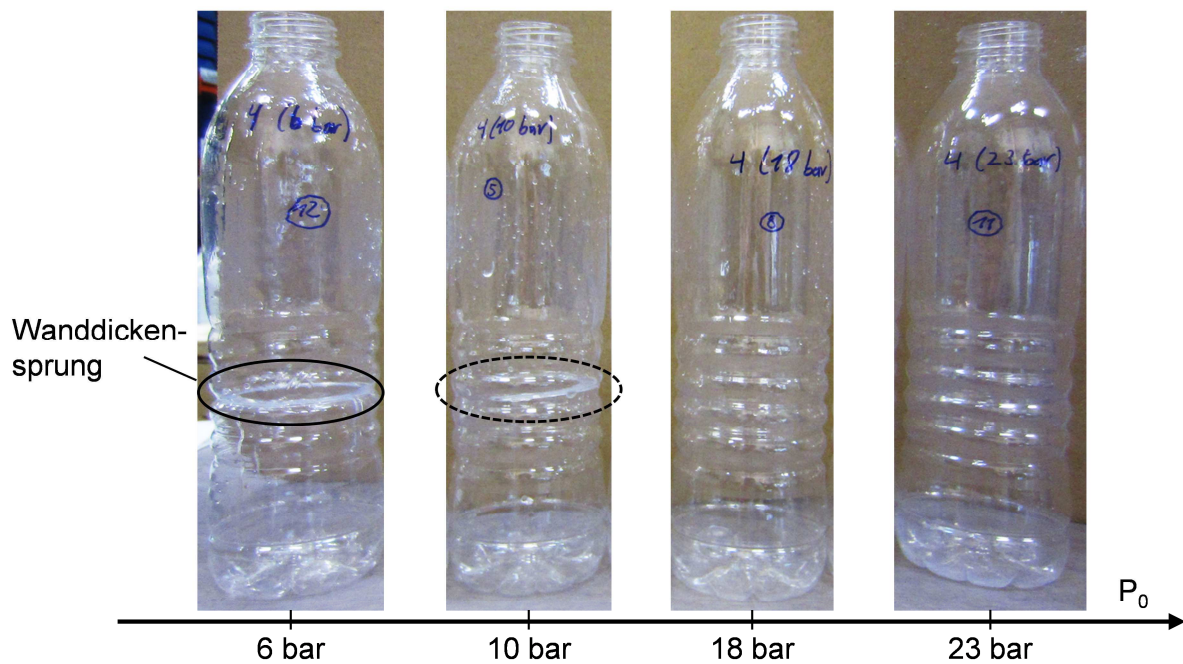


Abbildung 3.23: Einfluss von P_0 auf den Versagensfall Wanddickensprung

3.4.3 Lineare Prozessbeschreibung

Aufgrund des hohen Einflusses der WW im LSBM-Prozess ergibt sich die Notwendigkeit einer detaillierteren Untersuchung. Die Auflösung der Zweifach-WW erfordert bei elf Faktoren mindestens 128 Versuche. Eine Möglichkeit der Versuchsreduktion bei gleichzeitiger Genauigkeitssteigerung ist die Bildung von Faktorengruppen. Das Ergebnis des ersten Screenings zeigt einen geringen Einfluss einzelner Heizzonen. Darüber hinaus wird im konventionellen Streckblasformen meist das gesamte Leistungsprofil der Strahler betrachtet [48-50]. Daher werden die einzelnen Heizzonen (S2 - S5) im zweiten Screening durch ein repräsentatives Profil nach Abbildung 3.24 ersetzt. Der Vorteil dieses Profils liegt in seiner Drehbarkeit. Dadurch wird ein kontinuierlicher Faktorbereich zwischen -1 und +1 gewährleistet.

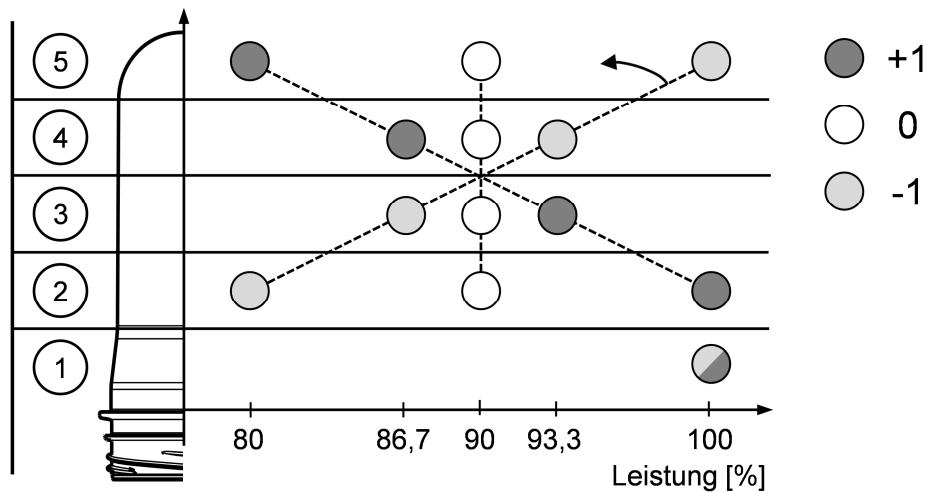


Abbildung 3.24: Repräsentatives Heizprofil für die lineare Prozessanalyse

Der Vordruck P_0 tritt im ersten Screening nur als Wechselwirkung in Kombination mit der Heizzeit als signifikante Modellvariable auf. Zudem zeigt sich in der Prozessvisualisierung ein geringer Einfluss auf lineare Füllkurven, die im weiteren Verlauf aufgrund höherer Stabilität verwendet werden. Der Vordruck wird daher konstant auf 10 bar eingestellt. Folglich ergibt sich eine Reduktion auf 6 Faktoren und es wird mit der geforderten Versuchszahl von 64 der vollfaktorielle Versuchsplan 2^6 realisiert. Der Faktorenbereich der Heizzeit wird zudem reduziert, da die Grenzen im ersten Screening eindeutig mit den Versagenskriterien korrelieren. Das Gewicht des Bodenbereichs dient erneut als Indikator für die Flaschenqualität und Prozessstabilität.

In der Systembeschreibung und im Screening werden systematische Fehlerquellen identifiziert. Eine Reduzierung dieser erfolgt durch entsprechende Modifikationen am Prototyp. Dazu gehört die Verringerung des Totvolumens, definiert durch das luftgefüllte Volumen von Preform und Düse, welches gefüllt werden muss, bevor eine Deformation des Preforms möglich ist. Dies wird durch eine veränderte Düsenventilgeometrie erreicht. Des Weiteren vermindern eine härtere Dichtung der Einspritzdüse sowie ein veränderter Dichtungssitz die Leckage während des Füllvorgangs.

Ergebnisse:

Durch die maschinentechnischen Veränderungen kann die Standardabweichung im Zentralpunkt von 11 % auf 3,6 % reduziert werden. Der adaptierte Versuchsraum resultiert in einer verringerten Ausfallrate von 12 %. In Abbildung 3.25 sind die signifikanten Modellvariablen

dargestellt. Es zeigt sich ein dominierender Einfluss der Faktoren Heizzeit und Heizprofil. Bezüglich der mechanischen Parameter überwiegen die Wechselwirkungseffekte.

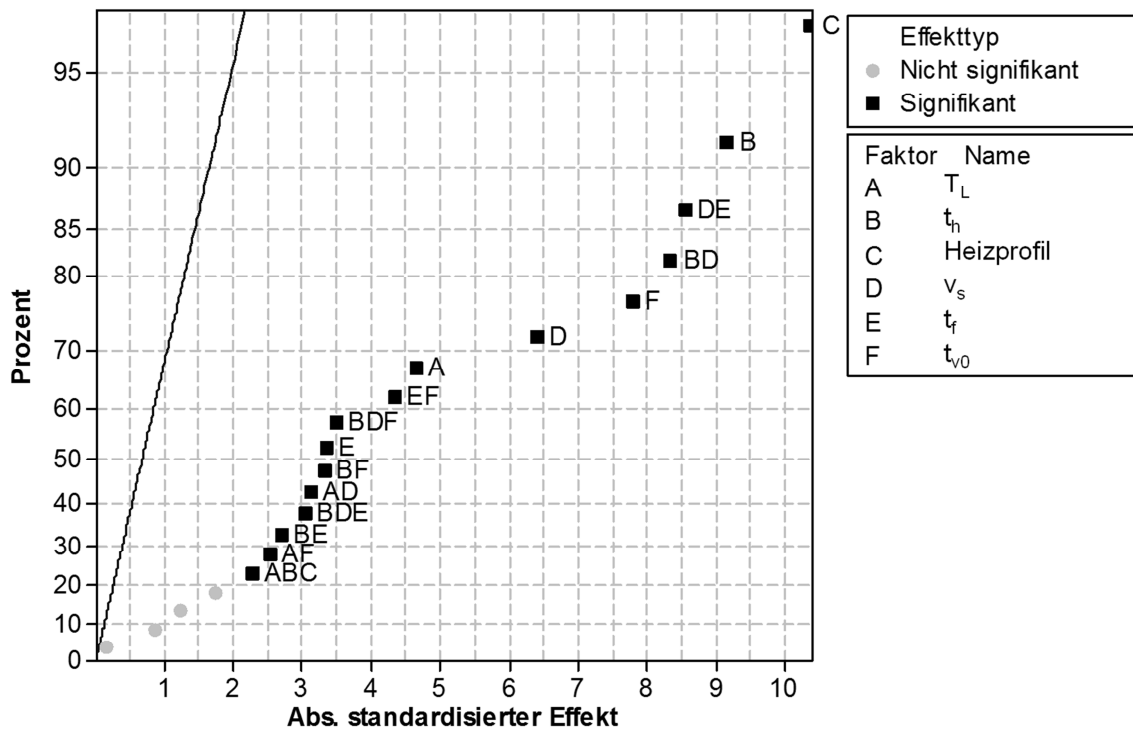


Abbildung 3.25: Wahrscheinlichkeitsnetz für HNV der Modellvariablen im 2^6 -Plan

Daraus folgt, dass die Materialverteilung stark von der Kombination aus Streckgeschwindigkeit, Füllzeit bzw. Füllstart abhängt, was im WW-Diagramm in Abbildung 3.26 gezeigt wird.

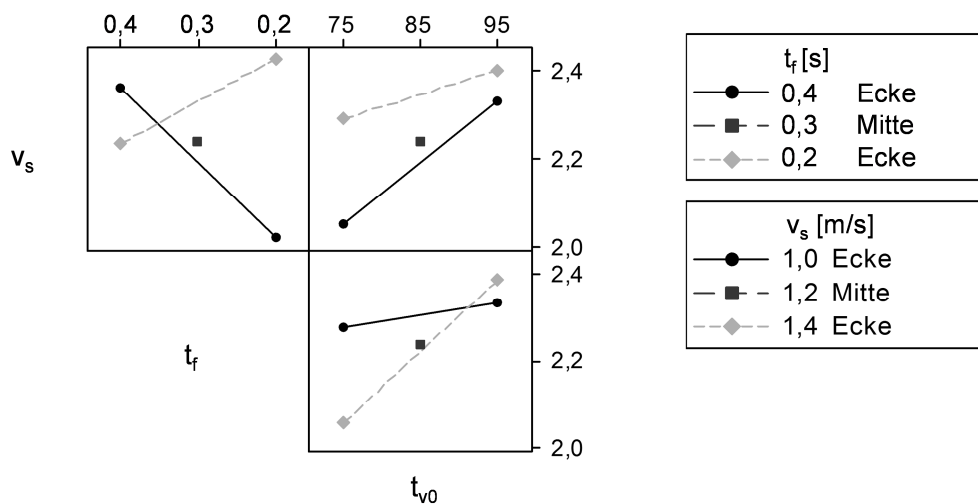


Abbildung 3.26: Haupteffekte und Zweifach-WW der mechanischen Faktoren

Abbildung 3.27 vergleicht das lineare Prozessmodell mit den experimentellen Werten und verdeutlicht dadurch die hohe Vorhersagegüte des Modells mit einem adjustierten Bestimmtheitsmaß von 89 %. Die optimalen Einstellungen ($M_B > 2,7$ g, kein Wanddicken-

sprung) sind durch hohe Heizzeiten, das Heizprofil +1 sowie einen späten Füllstart gekennzeichnet. Aufgrund des optimierten Bodengewichts ergibt sich ein stabiler Flaschenboden, was eine Gewichtsreduktion des Vorformlins ermöglicht. Daraus folgend wird mit Hilfe der optimierten Prozessparametereinstellungen erstmals die stabile Fertigung der 500 ml-Flasche mit einem 12 g-Preform realisiert, was einer Gewichtsreduktion von 30 % entspricht.

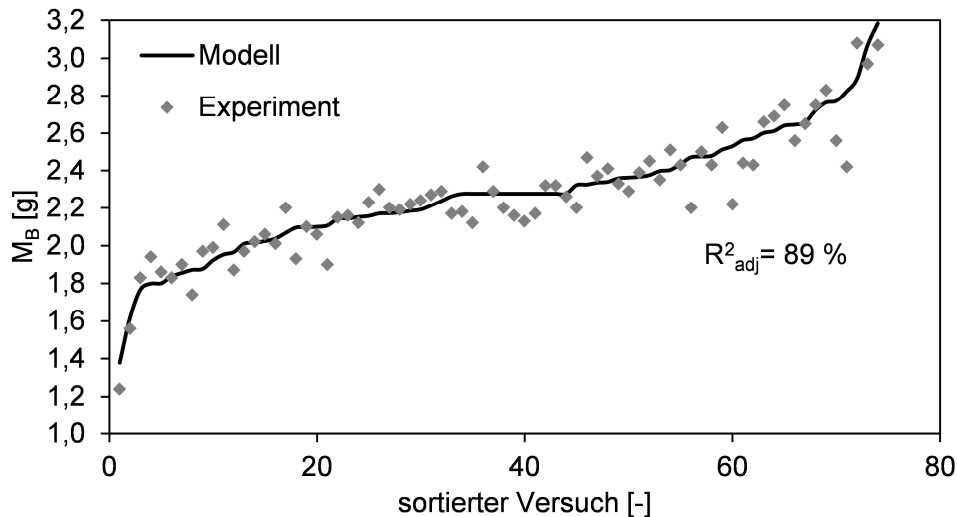


Abbildung 3.27: Lineares Beschreibungsmodell des LSBM-Prototyps

Für die Eckpunkte des Versuchsraums bietet das lineare Modell eine ausreichende Genauigkeit. In Abbildung 3.26 ist durch die Mitteleinstellung bereits zu erkennen, dass das reale Prozessverhalten potentiell Nichtlinearitäten enthält. Daher werden jeweils fünf Verifikationsversuche sowohl im optimalen Eckpunkt als auch im Inneren des Versuchsraums durchgeführt. Abbildung 3.28 zeigt die Modellvorhersage sowie Mittelwerte und Standardabweichungen der Versuche.

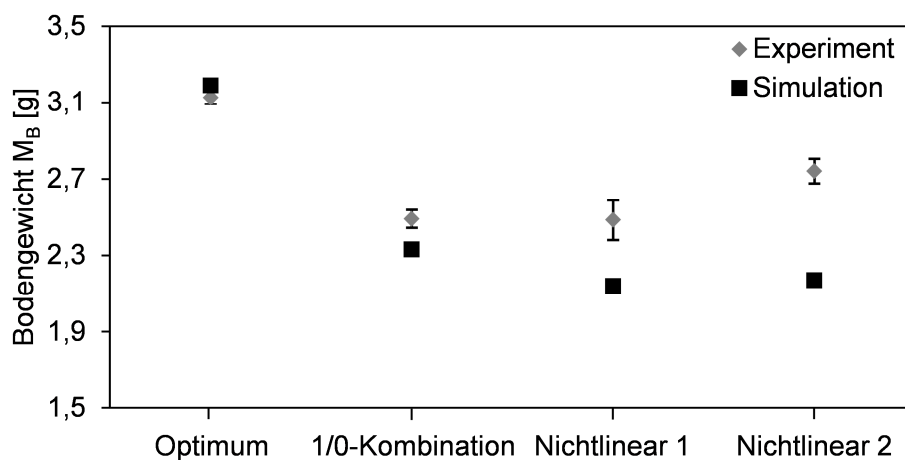


Abbildung 3.28: Evaluierung des linearen Modells

Das Modell leistet eine gute Voraussage des linearen Falls. Für eine kombinierte Faktoreinstellung aus Mittel- und Eckpunkten sind bereits leichte Abweichungen festzustellen. Nichtlineare Einstellungen ergeben noch höhere Abweichungen.

3.4.4 Fazit

Das Screening zeigt den hohen Einfluss der thermischen Vorbehandlung des Preforms, insbesondere der Heizzeit sowie des Heizprofils. Die Flüssigkeitstemperatur kann als zusätzlicher Faktor eingesetzt werden, um Material zum Flaschenboden hin zu verschieben, ohne das Deformationsprofil maßgeblich zu verändern. Es sind starke Wechselwirkungen im hoch dynamischen Umformprozess erkennbar. Insbesondere die Streckgeschwindigkeit sowie die Füllzeit und der Füllstart definieren durch ihr Verhältnis die Materialverteilung. Das Füllprofil beeinflusst ebenfalls die Materialverteilung und die Prozessstabilität. Progressive Füllprofile bewirken durch geringe Volumenströme und Drücke in der Anfangsphase die Ausbildung instabiler Deformationsmuster. Hohe Vordrücke vermindern diesen Effekt. Aufgrund der höheren Stabilität wird daher im weiteren Verlauf ein lineares Füllprofil mit konstantem Vordruck gewählt. Auf Basis der zweifachen DoE-Analyse ist das Prozessfenster spezifiziert, wodurch detailliertere Versuchsreihen ermöglicht werden. Des Weiteren wird ein robustes lineares Modell identifiziert, welches die Verteilung des Bodengewichts hinreichend genau vorhersagt. Dies wird in Evaluationsversuchen bestätigt und ermöglicht eine Gewichtsreduzierung des Preforms um 30 %. Faktoreinstellungen zwischen den jeweiligen Stufenwerten führen nach Abbildung 3.28 zu gesteigerten Abweichungen. Daraus folgt für die Detailuntersuchungen die Notwendigkeit eines Modells höherer Ordnung.

3.5 Optimierungsstudie

In den bisher beschriebenen Prozessanalysen dient das Bodengewicht als Indikator für die Prozesskontrolle und die Fähigkeit der Gewichtsreduktion. Eine Optimierung des LSBM-Prozesses erfordert zusätzlich die Integration der Produktqualität als Qualitätsmerkmal. PET-Flaschen werden nach der Befüllung zu Paletten verpackt, die wiederum gestapelt transportiert werden. Die Widerstandsfähigkeit einer PET-Flasche gegen eine vertikale Last (Top-Load) definiert somit entscheidend die Produktqualität [51, 52]. Daher wird die Reaktionskraft der befüllten PET-Flasche auf eine Stauchung von 5 mm als zusätzliches Qualitätsmerkmal integriert. Der Top-Load-Wert wird sowohl von der Wanddickenverteilung als auch von den PET-Materialeigenschaften bestimmt (s. Kapitel 2.1). Infolgedessen wird durch die Optimierung dieses Merkmals nicht nur der Einfluss der Prozessparameter auf die Material-

verteilung sondern auch auf die Materialeigenschaften, insbesondere auf den Kristallisationsgrad, erfasst.

Entsprechend der Ergebnisse aus Kapitel 3.4.3 wird ein quadratischer Versuchsplan verwendet. Ein Optimum in den Eckpunkten des Versuchsraums ist nach der linearen Analyse nicht auszuschließen. Folglich wird der CCD-Versuchsplan gegenüber einem Box-Behnken-Plan bevorzugt, dessen Modell in diesen Punkten keine Gültigkeit hat [29]. In der linearen Analyse führt das +1-Heizprofil zur Maximierung des Qualitätsmerkmals. In der Optimierungsstufe wird daher erneut eine repräsentative Heizkonfiguration nach Abbildung 3.29 entwickelt, welche eine Variation des vorherigen +1-Profiles repräsentiert.

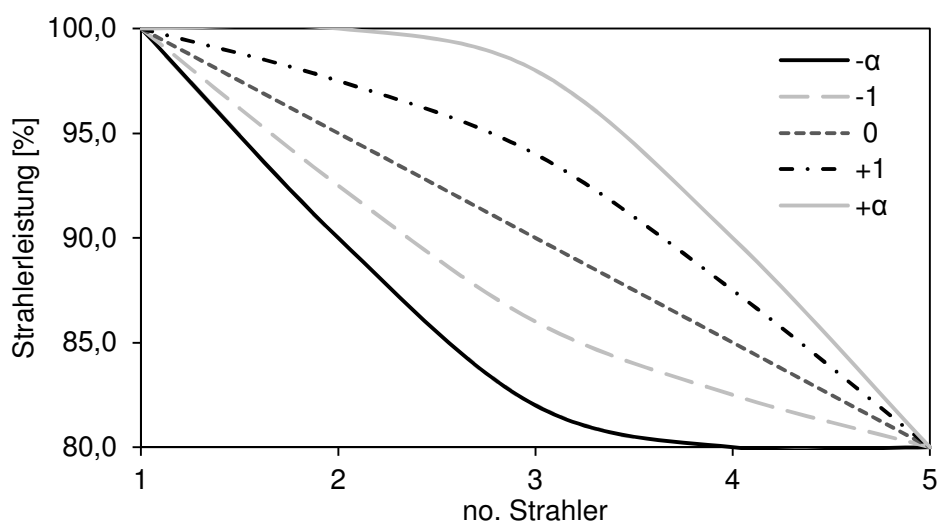


Abbildung 3.29: Stufenvariation des Faktors Heizprofils im CCD-Plan

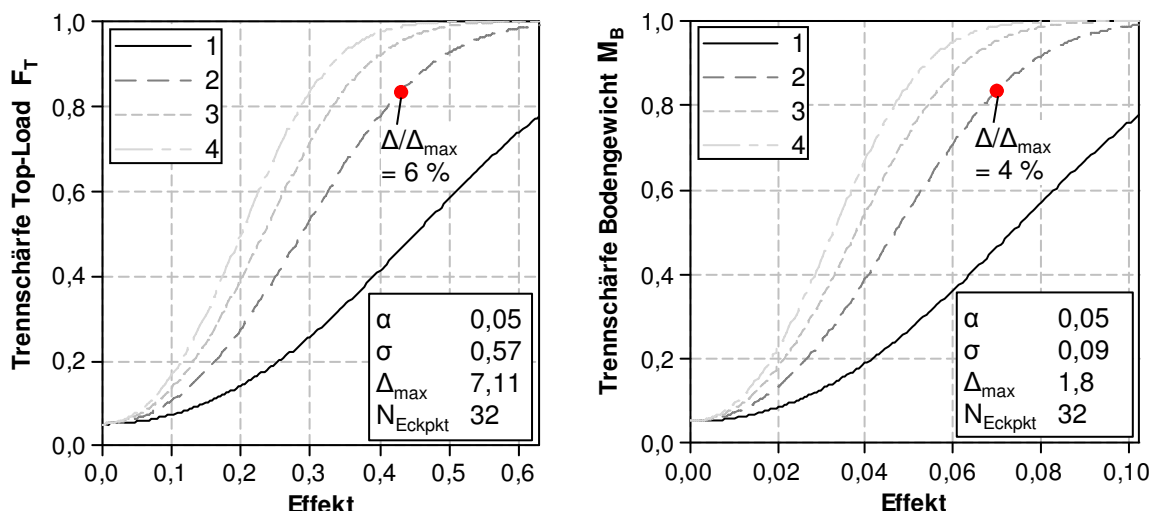
Eine zusätzliche Änderung liegt in der Formulierung der Faktoren. Die maschinenspezifischen Faktoren Ventilöffnungszeitpunkt und Füllgeschwindigkeit werden in prozessspezifische Faktoren umgewandelt. Dazu werden Start und Ende des Füllvorgangs bezogen auf die aktuelle Reckstangenposition als Faktoren definiert.

Die Messung der vertikalen Belastung erfolgt an gefüllten Flaschen. Daher ist eine Rissbildung im Prozess zu vermeiden. Infolgedessen wird mit Hilfe des linearen Modells aus Kapitel 3.4.3 der Versuchsraum der Würfelpunkte so definiert, dass keine Versagensfälle auftreten. Tabelle 3.2 zeigt die Faktoren und Stufen für die Würfel- und Sternpunkte des drehbaren CCD-Plans.

Faktor	Abk.	Einheit	$-\alpha$	-1	0	+1	$+\alpha$
Flüssigkeitstemperatur	T_L	°C	14,0	23,0	32,0	41,0	50,0
Heizzeit	t_H	s	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0
Heizprofil	-	-	$-\alpha$	-1,0	0,0	1,0	α
Reckstangengeschwindigkeit	v_s	m/s	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6
Füllstart	P_s	-	0,5	2,0	3,5	5,0	6,5
Füllende	P_e	-	16,5	19,0	21,5	24,0	26,5

Tabelle 3.2: Faktoren und Stufen des CCD-Plans

Der Würfelteil des CCD-Plans wird als $2^{(6-1)}$ -Plan mit der Auflösungsstufe VI ausgeführt. Die Standardabweichung der Qualitätskriterien Bodengewicht (M_B) und Top-Load (F_T) wird erneut in Vorversuchen bestimmt. In Abbildung 3.30 sind die resultierenden Trennschärfekurven für den Würfelteil des CCD-Plans (32 Eckpunkte) für α -Werte von 0,05 dargestellt. Die Kurven 1, 2, 3, 4 korrespondieren jeweils zur Anzahl der Eckpunkt wiederholungen. Eine zweifache Ausführung des Plans liefert demnach ausreichende Trennschärfewerte $> 80\%$ für das Detektieren von Effekten von 6 % für das Kriterium F_T bzw. 4 % für das Kriterium M_B bezogen auf die Gesamtvariabilität des jeweiligen Qualitätsmerkmals. Es ergibt sich unter Einbeziehung der Stern- und Zentralpunkte eine Gesamtzahl von 106 Versuchen.

Abbildung 3.30: Trennschärfekurven der Qualitätskriterien F_T (links) und M_B (rechts), des $2^{(6-1)}$ Plans

3.5.1 Ergebnisse und Auswertung

Das resultierende Modell besitzt eine ausreichende adjustierte Erklärungskraft von 81 % für das Qualitätskriterium Top-Load und 84 % zur Vorhersage des Bodengewichts (s. Abbildung 3.31). In Abbildung 3.32 sind die nach iterativer Varianzanalyse signifikantesten Modellvariablen dargestellt. Auffällig ist hier die gegensätzliche Richtung der thermischen Effekte für F_T

und M_B . Daraus folgt, dass niedrige Temperaturen zu einer Maximierung der Flaschenstabilität führen, während hohe Temperaturen die Materialverteilung in Richtung Bodenbereich verschieben. Dies stellt zunächst einen Widerspruch dar, weil ein hohes Bodengewicht essentiell für die Widerstandsfähigkeit gegen vertikale Kräfte ist. Eine Betrachtung der thermomechanischen Eigenschaften von PET löst diesen Widerspruch auf. Durch die Senkung der Prozesstemperatur steigt die Kristallinität des Werkstoffs, was zur Versteifung und damit zu einer Stabilitätssteigerung führt.

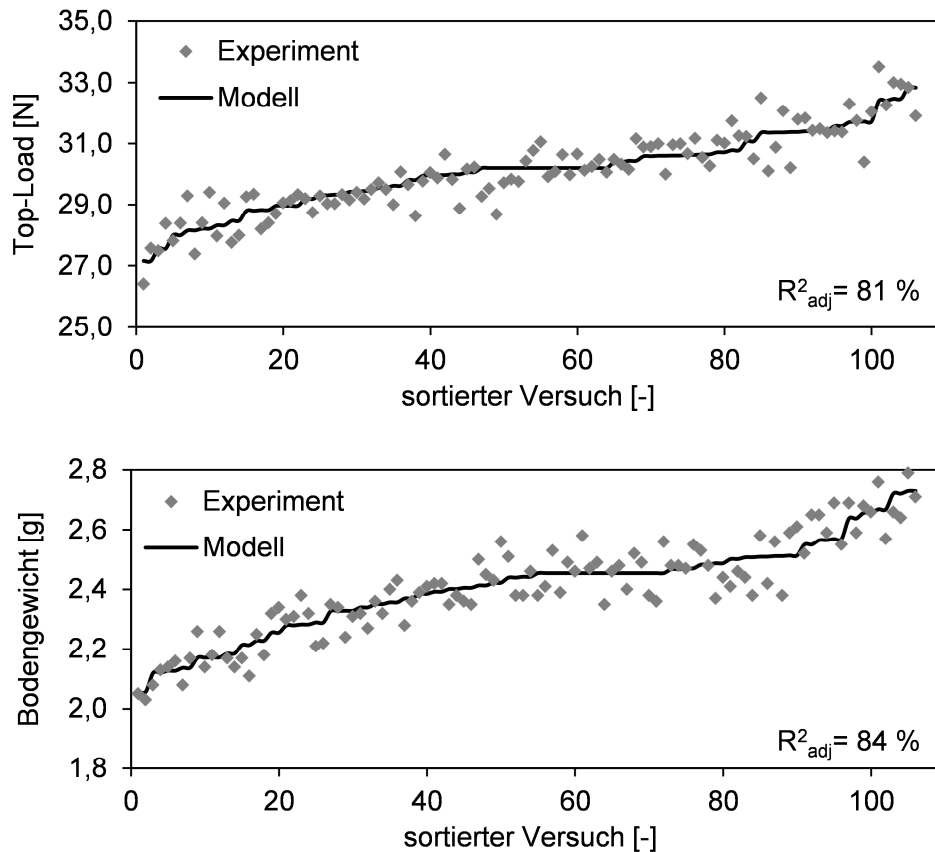


Abbildung 3.31: Beschreibungsgüte der quadratischen Modelle für Top-Load und Bodengewicht

In diesem Zusammenhang kann die in Kapitel 3.3.2 eingeführte Optimierungsstrategie für mehrere Qualitätskriterien genutzt werden. Daraus lässt sich eine allgemeine Methodik zur Produkt- und Prozessoptimierung ableiten. Steht die Produktoptimierung im Vordergrund, wird die Top-Load maximiert, während das Bodengewicht auf einen mittleren Sollwert eingestellt wird. Die maximale Variabilität der Qualitätskriterien beträgt 7,1 N (26,4 N - 33,5 N) für F_T und 0,76 g (2,03 g - 2,79 g) für M_B . Das Bodengewicht wird auf einen Sollwert von 2,6 g eingestellt. Ober- und Untergrenze liegen in einem breiten Intervall von 2,4 g - 2,8 g. Zusätzlich wird M_B mit einem Exponenten von 0,1 gewichtet, wodurch die Erfüllung der Top-Load-Forderung priorisiert wird (s. Abbildung 3.10). Die Grenzen der Top-Load sind

eng gefasst, mit einer Untergrenze von 32 N. Steht die Prozessoptimierung im Vordergrund, würde umgekehrt das Bodengewicht in schmalen Grenzen maximiert bei akzeptabler Top-Load. Im ersten Fall ergibt sich aus der in Abbildung 3.33 dargestellten Prozessparameterkombination eine zusammengesetzte Erwünschtheit der oben definierten Grenzen von 99,5 %.

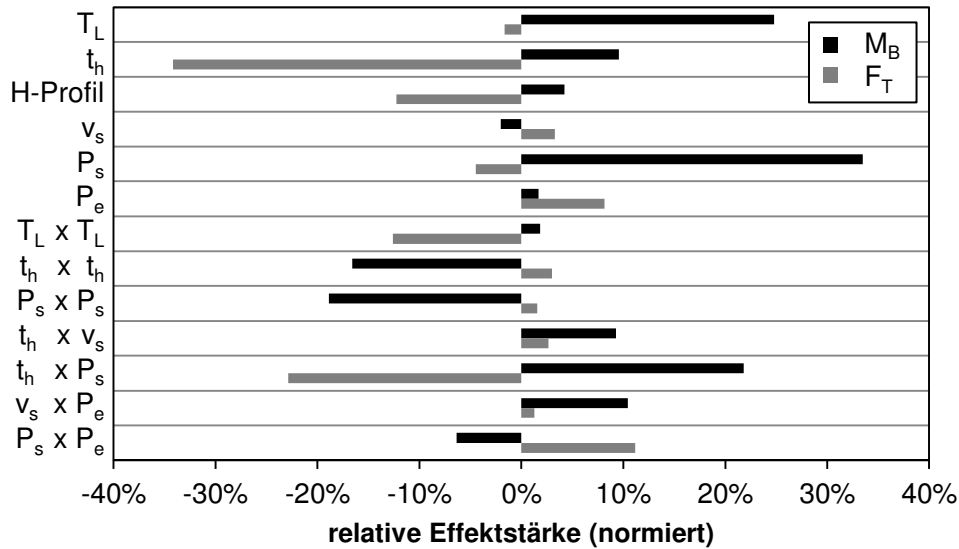


Abbildung 3.32: Relative Effektstärken der Modellvariablen für Top-Load und Bodengewicht

Faktoren	Flüssigkeitst. T_L	Heizzeit t_h	Heizprofil -	Rekst.-Geschw. v_s	Füllstart P_s	Füllende P_e
Maximum	50,0	11,0	2,0	1,60	6,50	26,50
Aktiv	[50,0]	[9,4682]	[-2,0]	[1,60]	[6,1844]	[26,50]
Minimum	14,0	9,0	-2,0	0,80	0,50	16,50
Zusammengesetzte Erwünschtheit 0,995						
Top-Load F_T Maximum $y = 33,5066$ $d = 1,0000$						
Bodengewicht M_B Ziel: 2,60 $y = 2,5801$ $d = 0,98959$						

Abbildung 3.33: Ergebnisse des Optimierungsalgorithmus mit Schwerpunkt auf der Produktqualität

Die Festlegung der Prozessparameterkombination hängt nicht nur von den optimalen Einstellungen bezüglich Produktqualität und Prozessstabilität ab, sondern auch von wirtschaftlichen Gesichtspunkten, wie dem notwendigen Energieeintrag in den Prozess. Eine Verlängerung der Heizzeit ist beispielsweise mit einem höheren Energieeinsatz verbunden, wohingegen die

Verschiebung des Füllbeginns keine zusätzlichen Kosten verursacht. Diese zusätzlichen Anforderungen werden mittels Akzeptanzgrenzen untersucht. Abbildung 3.34 zeigt ein überlagertes Konturdiagramm der Faktoren Füllstart und Heizzeit. Die nicht schraffierte Fläche charakterisiert akzeptable Qualitätsmerkmalsbereiche ($F_T > 29 \text{ N}$, $M_B > 2,5 \text{ g}$). Folglich können bereits mit einer Heizzeit kleiner 10 s akzeptable Merkmalswerte erreicht werden.

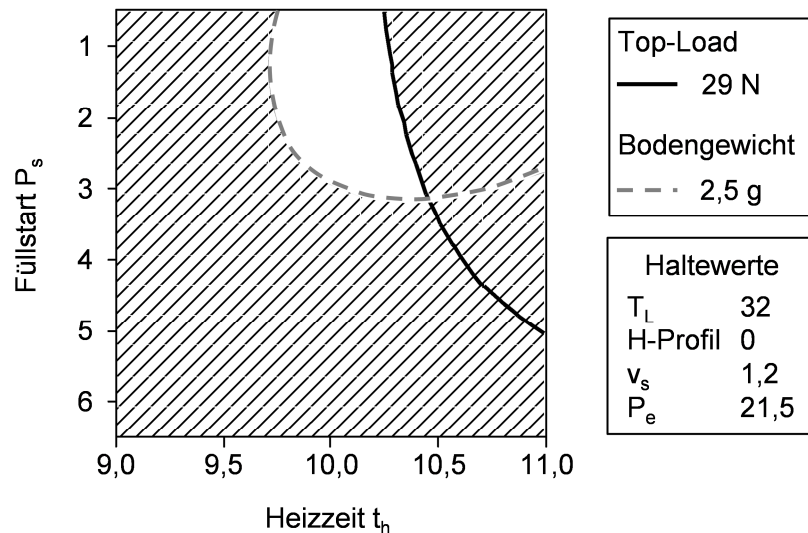


Abbildung 3.34: Überlagerter Konturplot für Füllstart und Heizzeit

Des Weiteren ermöglichen die Ergebnisse der DoE-Analyse die Definition von Anforderungen für eine erweiterte Prototypenmaschine. Dazu werden die Leistungsdaten des Vorserienprototyps, wie beispielsweise der benötigte Volumenstrom, anhand des in diesem Kapitel entwickelten quadratischen Beschreibungsmodells definiert. Es wird zudem deutlich, an welchen Stellen die Leistungsfähigkeit des Prototyps erweitert werden sollte. So wird beispielsweise die Top-Load durch schnellere Füllung maximiert (Zweifach-WW von P_s und P_e), weil die Dehnungsverhärtung dehnratenabhängig auftritt. Die Füllgeschwindigkeit des aktuellen Zylinders stößt dabei an maschinentechnische Grenzen, weshalb in der Anforderungsliste des erweiterten Prototyps eine leistungsstärkere Füllmethodik vorgesehen wird.

Es bleibt festzuhalten, dass die quadratische DoE-Analyse eine leistungsfähige Methode darstellt, um kombinierte Qualitätsmerkmale von Produkt und Prozess zu optimieren. Das LSBM-Verfahren wird hierbei durch die Modellbildung ausreichend genau charakterisiert.

3.6 Geometrieabhängige Prozessfensteranalyse

In der bisherigen Analyse wird eine konstante Geometrie von Preform und Flasche nach Abbildung 2.9 vorausgesetzt. Die Prozessstabilität und vor allem das Prozessfenster sind jedoch

nicht nur von der Parameterkombination, sondern in hohem Maße auch von der Geometrie des Vorformlings und der Flasche abhängig. Der Grund hierfür ist, dass der Spannungszustand im Material neben den Umformbedingungen, auch durch den axialen und radialen Verstreckgrad definiert wird. Es ist folglich das Ziel, einen Vorformling zu entwerfen, der bei gegebener Flaschengeometrie ein maximales Prozessfenster und somit maximale Prozessstabilität liefert. Im konventionellen Streckblasformen existieren durch langjährige Untersuchungen maschinenabhängige Erfahrungswerte der optimalen Verstreckgrade. Im Folgenden wird daher eine Methodik entwickelt, die mit minimiertem Versuchsumfang die Lage des Prozessfensters in Abhängigkeit axialer und radialer Verstreckgrade bestimmt.

3.6.1 Planung

Im Gegensatz zur industriellen Produktion ist im Rahmen dieser Untersuchung keine Flaschengeometrie vorgegeben. Die Variation des Flaschendesigns über verschiedene Streckblaskavitäten verursacht einen geringeren Kosten- und Zeitaufwand als die Herstellung mehrerer Spritzgusswerkzeuge. Daher wird im Folgenden anstelle der Preform- die Flaschengeometrie variiert. In Gleichung (3.10) wird das Verstreckverhältnis r_s aus axialem Verstreckgrad λ_a und radialem Verstreckgrad λ_r eingeführt.

$$r_s = \frac{\lambda_a}{\lambda_r} \quad (3.10)$$

Es werden sechs Flaschenformen nach Abbildung 3.35 entworfen, die einen weiten Bereich von r_s abbilden. Das Volumen der Kavitäten beträgt jeweils 500 ml.

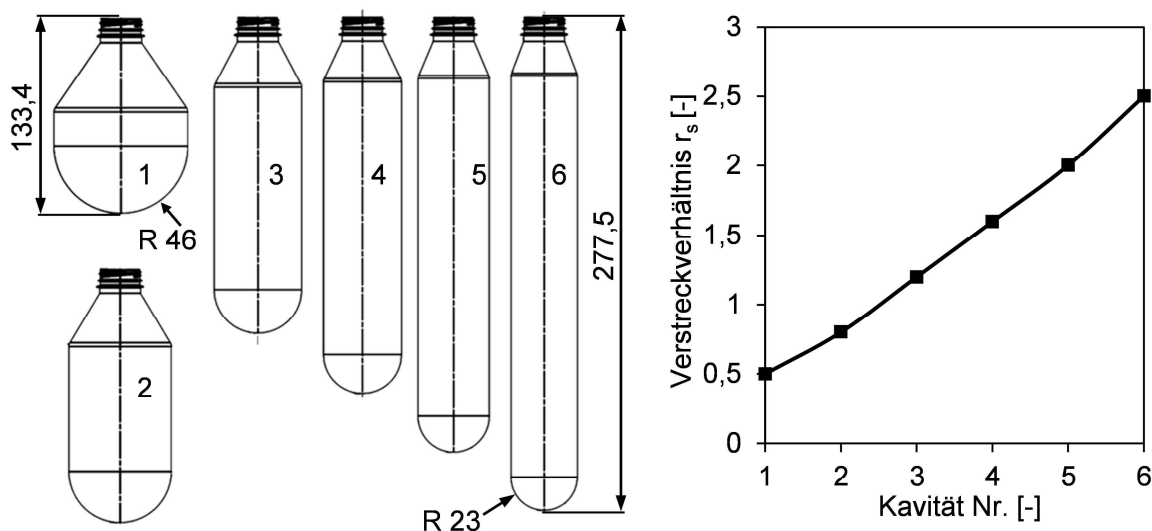


Abbildung 3.35: Variation der Flaschengeometrie zur Variation des Verstreckverhältnisses

Im vorherigen Kapitel war das Ziel die Produktqualität und Prozessstabilität auf einen optimalen Arbeitspunkt einzustellen. Dagegen wird in der vorliegenden Untersuchung die Größe und Lage des Prozessfensters bestimmt. Folglich müssen keine optimalen Einstellungen gefunden, sondern umgekehrt, alle Defekte und Versagensfälle ausgeschlossen werden. Zu diesen gehören neben der Rissbildung auch Wanddickensprünge sowie optische Defekte, wie z.B. lokale milchige Stellen, die durch Überstreckung des Materials entstehen [3]. Durch ein kategoriales Qualitätsmerkmal (z.B. defekt/defektfrei) entstünde eine Binomialverteilung. Dadurch müsste ein Konfidenzintervall einer unbekanntem Wahrscheinlichkeit gefunden werden, z.B. nach Clopper-Pearson [53]. Ein Konfidenzniveau von 0,95 ist jedoch unter der vorliegenden Prozessstreuung aufgrund der hohen Versuchsanzahl nicht erreichbar. Zudem ist es erstrebenswert, außer dem Verstreckverhältnis auch die Einflüsse der Prozessparameter auf die Lage des Prozessfensters charakterisieren zu können. Es muss also ein Qualitätsmerkmal gefunden werden, welches die genannten Defekte und Versagensfälle nicht nur erfasst, sondern auch kontinuierlich charakterisiert.

Die Defekte Wanddickensprung und Rissbildung können anhand der Materialverteilung detektiert werden. Diese wird im Bereich der PET-Verpackungsherstellung typischerweise mit Hilfe von Hall-Effekt Dickenmessern bestimmt [54, 55]. Die Wanddickenverteilung wird durch Messung mehrerer Punkte entlang der Flaschenachse bestimmt. Dabei wird eine konstante Wandstärke in Umfangsrichtung vorausgesetzt, um den Messaufwand zu reduzieren. Dies führt bei leichter Asymmetrie entlang des Umfangs zu Fehlbestimmungen des mittleren Dickenwertes. Zudem muss bei diesen Handgeräten vom Anwender sichergestellt werden, dass die Achsen von Sensor und Messkugel senkrecht zum Messobjekt stehen. Dadurch entsteht eine weitere potentielle Fehlerquelle. Infolgedessen wird für die vorliegende Analyse eine alternative Methode entwickelt. Ähnlich der Vorgehensweise zur Prozessvisualisierung werden die Preforms mit äquidistanten Ringen markiert, deren resultierende Abstände nach der Umformung mit der Wanddickenverteilung korrelieren. Eine farbliche Markierung, wie in Abbildung 3.2 verwendet, ist aufgrund des hohen Kontrasts zur optischen Analyse gut geeignet. Durch den Umformvorgang steigt jedoch die Breite der Farbmarkierung stark an, wodurch die Genauigkeit sinkt. Daher wird die Oberfläche des Preforms ringförmig mit einer Klinge angeritzt. Diese Markierungen besitzen sehr geringe Eindringtiefen, aus denen sich nur unwesentliche Aufdehnungen ergeben. In Vorversuchen werden unter Einsatz des Heißdrahtschneidgeräts bei jeweils fünf Vergleichsmessungen mit und ohne Markierungen keine

messbaren Beeinträchtigungen der Materialverteilung festgestellt. In Abbildung 3.36 ist die Ringmarkierung des Preforms dargestellt.

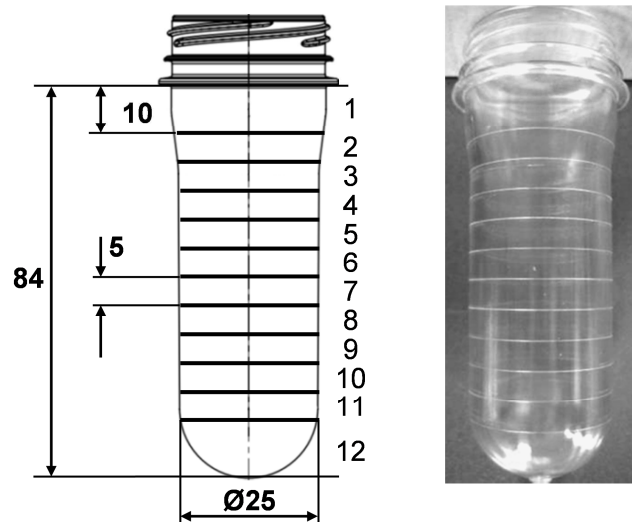


Abbildung 3.36: Preform-Markierung zur Bestimmung der Materialverteilung

Die resultierenden Positionen der Ringe werden mit einem 3D-Koordinatenmessgerät (CMM) bestimmt. Das CMM Vertex 310 der Firma Micro-Vu bietet eine 18-fache optische Vergrößerung, die eine präzise Bestimmung der Ringpositionen ermöglicht.

Neben der gleichmäßigen Materialverteilung wird das optische Erscheinungsbild bewertet. Eine Großwinkelstreuung des Lichts innerhalb des Materials, bestimmt durch sein Absorptions- und Streuverhalten, führt zu einer Trübung (Haze) im Erscheinungsbild. Das Spektralphotometer CM-3700D der Firma Konica Minolta erlaubt die Messung der Trübung nach dem ASTM-Standard-Testverfahren D 1003-97 A für transparente Kunststoffe [56]. Im Wesentlichen wird bei einer Messung das Verhältnis von diffuser zu totaler Transmission bestimmt. Dazu wird aus jeder Flasche an der Stelle der größten Trübung eine Probe mit einem Durchmesser von ca. 20 mm extrahiert. Im Kolorimeter tritt ein gerichtetes Lichtbündel durch die Probe in eine beschichtete Kugel und wird dort gleichmäßig verteilt. Die Kugel enthält gegenüber dem Lichteingang eine Klappe zum Lichtaustritt und senkrecht dazu einen Lichtdetektor. Der Detektor misst bei geöffnetem Kugelausgang den Anteil diffuser Lichtstreuung T_d an der Transmission und bei geschlossener Öffnung die Gesamttransmission T_t . Der Haze-Wert H bezeichnet nach Gleichung (3.11) das prozentuale Verhältnis der beiden Werte.

$$H = \frac{T_d}{T_t} \cdot 100 \quad (3.11)$$

Für die Definition des Versuchsplans ist es wichtig, dass das Prozessfenster für alle sechs Kavitäten charakterisiert wird. Aufgrund der Abhängigkeit von r_s ist eine Verschiebung des Prozessfensters zwischen den Kavitäten zu erwarten. Der Versuchsplan muss jedoch für alle Kavitäten identisch sein. Daher wird eine Methode entwickelt, welche die Untersuchung mehrerer Prozessfenster erlaubt. Die Vorgehensweise ist in Abbildung 3.37 schematisch für zwei Faktoren (A und B) und drei Verstreckverhältnisse dargestellt. Die Flächen P1 - P3 kennzeichnen exemplarisch die Prozessfenster der entsprechenden Verstreckverhältnisse. Zwei lineare Versuchspläne mit unterschiedlichen Stufenabständen werden definiert. Der Vorteil dieser Vorgehensweise liegt darin, dass durch den Vergleich der Ergebnisse im inneren und äußeren Plan zufällige Versagensmuster ausgeschlossen werden können. Darüber hinaus können die zueinander verschobenen Prozessfenster der einzelnen Kavitäten durch zwei Versuchsräume besser erfasst werden. Das Prozessfenster für Kavität 3 ist annähernd bekannt, da hier ein ähnlicher r_s -Wert wie in den vorherigen DoE-Analysen vorliegt, weshalb die beiden Versuchsräume anhand dieser Kavität definiert werden.

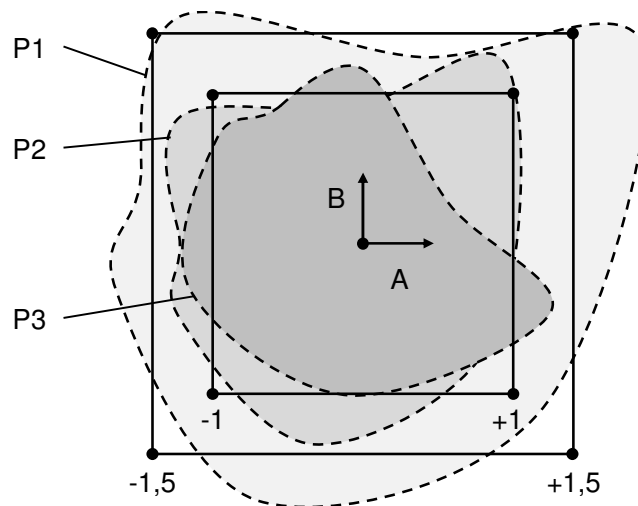


Abbildung 3.37: Prozessfensteruntersuchung durch geschachtelte Versuchsräume für 2 Faktoren A,B

Aufgrund der sechsfachen Durchführung des inneren (VI) und äußeren (VA) Versuchsplans wird zur Versuchsreduktion erneut eine repräsentative Auswahl der Faktoren getroffen. Sowohl die thermischen Faktoren als auch das Verhältnis von axialer und radialer Verstreckung stellen sich in den vorherigen Analysen als besonders einflussreich heraus. Daher werden Flüssigkeitstemperatur, Heizzeit, Füllstart und Füllzeit variiert. Ein vollständiger Versuchsplan ergibt hierbei eine Versuchszahl von 16. In Vorversuchen wird erneut das Verhältnis von Effekt und Versuchsstreuung im Zentralpunkt durch Bestimmung der Trübung und Position der Markierungen ermittelt. Es ergibt sich eine minimale Versuchszahl von 16 ($\alpha = 5\%$, $1-\beta = 80\%$). Da die Standardabweichung lediglich für eine Kavität und nicht im gesamten

Versuchsraum abgeschätzt werden kann, wird der Versuchsplan zweifach ausgeführt. Zudem kann durch die Auswertung identischer Parametereinstellungen das Qualitätskriterium evaluiert werden. Der äußere Versuchsraum wird zur Umfangsreduzierung in Auflösungsstufe IV und damit in acht Versuchsdurchläufen ausgeführt. Es ergibt sich ein Umfang von $2 \cdot 16$ (VI) + $4 \cdot 1$ (ZP) + $2 \cdot 8$ (VA) = 52 Versuchen pro Kavität. Folglich umfasst die gesamte Analyse 312 Versuche.

3.6.2 Ergebnisse/ Fazit

Vor der Bildung des kontinuierlichen Qualitätsmerkmals werden die Flaschen kategorisiert. Folgende Gruppen werden gebildet:

1. Defektfrei (OK)
2. Optische oder fühlbare Defekte (D)
3. Versagensfall (VS)

Optische Defekte sind als trübe Stellen im Material sichtbar. Diese Stellen treten teils lokal sehr begrenzt, teils auch großflächig auf. Im ersten Fall wird lokal die maximale Verstreckbarkeit des Materials überschritten, wodurch Mikrorisse entstehen, an denen das Licht gebrochen wird [3]. Dieses Phänomen wird durch niedrige Temperaturen und ungünstige Materialverteilung bzw. Verstreckverhältnisse begünstigt und tritt vermehrt im Bodenbereich der Flasche auf. Im zweiten Fall bilden sich unter hohen Temperaturen und ungünstigen Verstreckverhältnissen großflächig thermisch induzierte Kristallstrukturen. Abbildung 3.38 illustriert ausgewählte Ergebnisse am Beispiel der Kavität 4.

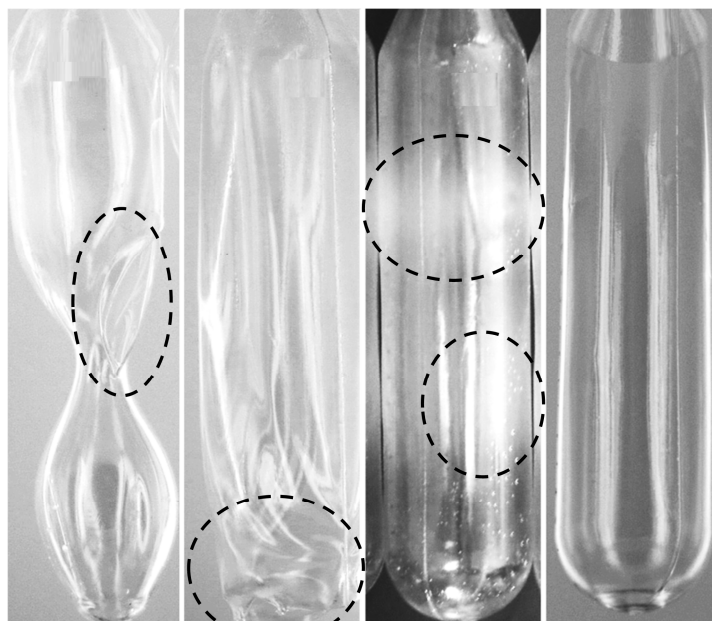


Abbildung 3.38: Ergebniskategorien für Kavität 4: v.l.n.r. Wändickensprung/Seitenriss, Bodenriss, thermische Kristallisation, defektfrei

Die Methodik zur Auswertung der Ringabstände wird im Folgenden anhand von Kavität 4 erläutert. Aus den Abstandsmittelwerten der defektfreien Flaschen wird im ersten Schritt ein Referenzprofil d_k nach Abbildung 3.39 gebildet. Dadurch wird die Materialverteilung charakterisiert, mit welcher Defekt- und Versagensfälle vermieden werden. Die Standardabweichung der Abstände definiert zudem einen Toleranzbereich. Infolgedessen können Abstände, die außerhalb dieses Toleranzbereichs liegen, zusätzlich gewichtet werden.

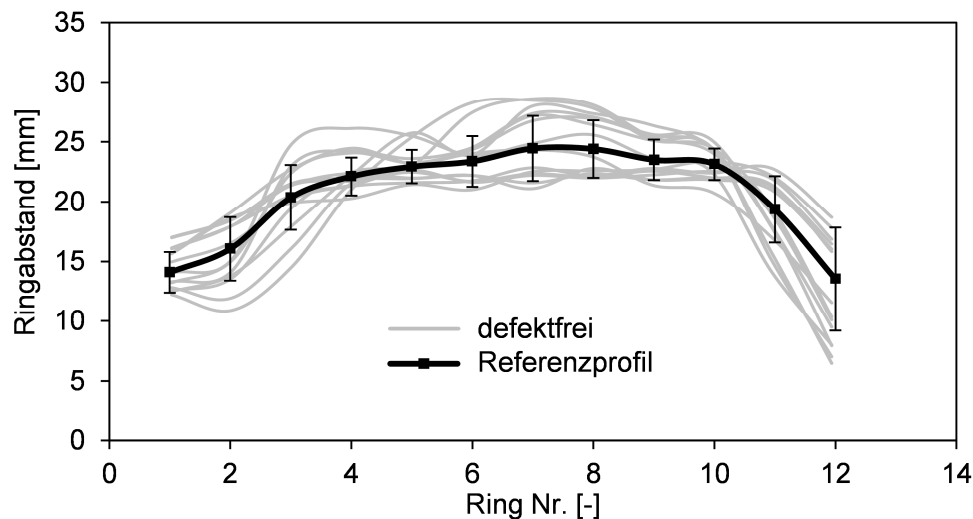


Abbildung 3.39: Bildung des Referenzprofils der Ringabstände

In Abbildung 3.40 ist der Verlauf fünf defekter Flaschen im Vergleich zum Referenzprofil dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass Versagensfälle mit Wanddickensprüngen und Rissbildungen im Bodenbereich unterschiedliche Abstandsverläufe aufweisen.

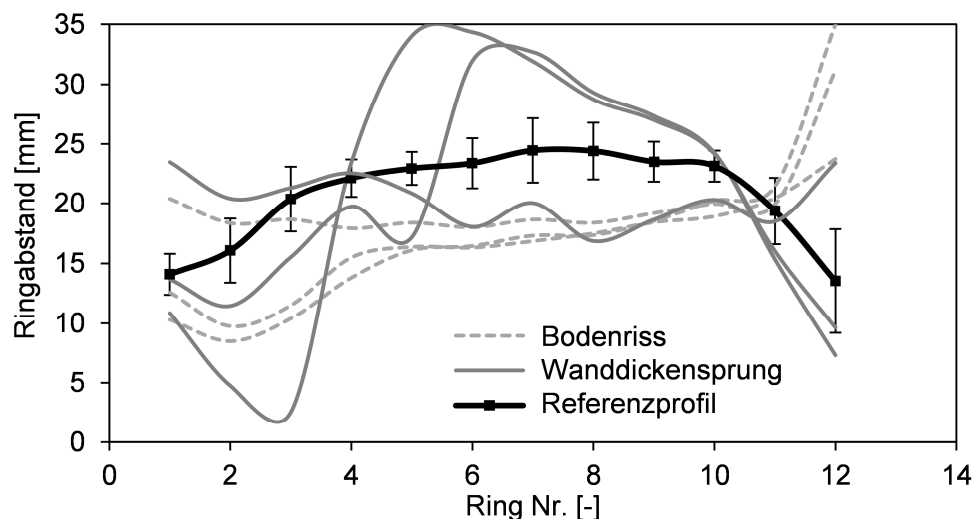


Abbildung 3.40: Vergleich von Referenzprofil mit Defekt- bzw. Versagensfällen

Nach Gleichungen (3.12) - (3.14) werden zwei charakteristische Merkmale eingeführt, mit deren Hilfe die Stärke der Abweichung vom Referenzprofil für jede Flasche quantifiziert wird. Mit dem Merkmal ε^j_{abs} wird die absolute Lage der Abstände bezogen auf das Referenzprofil bestimmt. Dadurch werden vor allem Flaschen mit Bodenriss erfasst, die hohe ε^j_{abs} -Werte liefern. Zusätzlich wird ein weiteres Merkmal ε^j_{Δ} eingeführt, welches die Differenz benachbarter Abstände charakterisiert, wodurch Flaschen mit Wanddickensprüngen effizient detektiert werden. Aufgrund des Bezugs der Abstände auf ein Referenzprofil entsteht ein relatives Merkmal, welches trotz der unterschiedlichen absoluten Abstände einen Vergleich zwischen den Kavitäten erlaubt.

$$\varepsilon^{ij}_k = n \cdot \left(\frac{d_k^{ij}}{d_k^j} - 1 \right); \quad n = 1 \forall d_k^{ij} < (d_k^j \pm \sigma) \quad (3.12)$$

$$\varepsilon^j_{abs} = \sum_{k=1}^{12} |\varepsilon^{ij}_k| \quad (3.13)$$

$$\varepsilon^j_{\Delta} = \sum_{k=1}^{11} |\varepsilon^{ij}_k - \varepsilon^{ij}_{k+1}| \quad (3.14)$$

mit	i,j,k	Flaschennummer 1..52, Kavität 1..6, Ringposition 1..12
	d_k^{ij}	Ringabstand
	n	Gewichtung
	d_k^j	Ringabstandsmittelwerte
	ε^{ij}_k	relative Abstände zum Referenzprofil
	ε^j_{abs}	akkumulierte Beträge der Abstände zum Referenzprofil
	ε^j_{Δ}	akkumulierte Differenzen zwischen benachbarten relativen Ringabständen

Die Messung der Trübung wird für alle vollständig ausgeformten Exemplare (Kategorie 1 - 3) der 52 Flaschen pro Kavität durchgeführt. Die Ergebnisse aus Abbildung 3.41 zeigen den starken Einfluss des Verstreckverhältnisses auf die Materialtrübung. Innerhalb der Messreihen der Kavitäten 4 - 6, also für große axiale Verstreckgrade, ergeben sich zudem große Schwankungen bedingt durch die Prozessparametervariationen. Im Gegensatz dazu wird für Kavität 1 ein konstant erhöhter Wert gemessen, was durch die starke radiale Ausformung zustande kommt.

Aus den Abstandsmerkmalen ε_{abs} , ε_{Δ} und dem Haze-Wert (ε_H) wird multiplikativ ein Gesamtkriterium zur Flaschenbeurteilung gebildet. Die Vorgehensweise orientiert sich an Gleichungen (3.8) - (3.9). Der Messbereich der Einzelmerkmale wird folglich auf den Bereich [0;1] normiert. Aus Gründen der Anschaulichkeit wird der Bereich zusätzlich von 1 subtra-

hiert, wodurch höhere Merkmalswerte höherer Qualität entsprechen und eine Maximierungsaufgabe anstelle einer Minimierungsaufgabe entsteht.

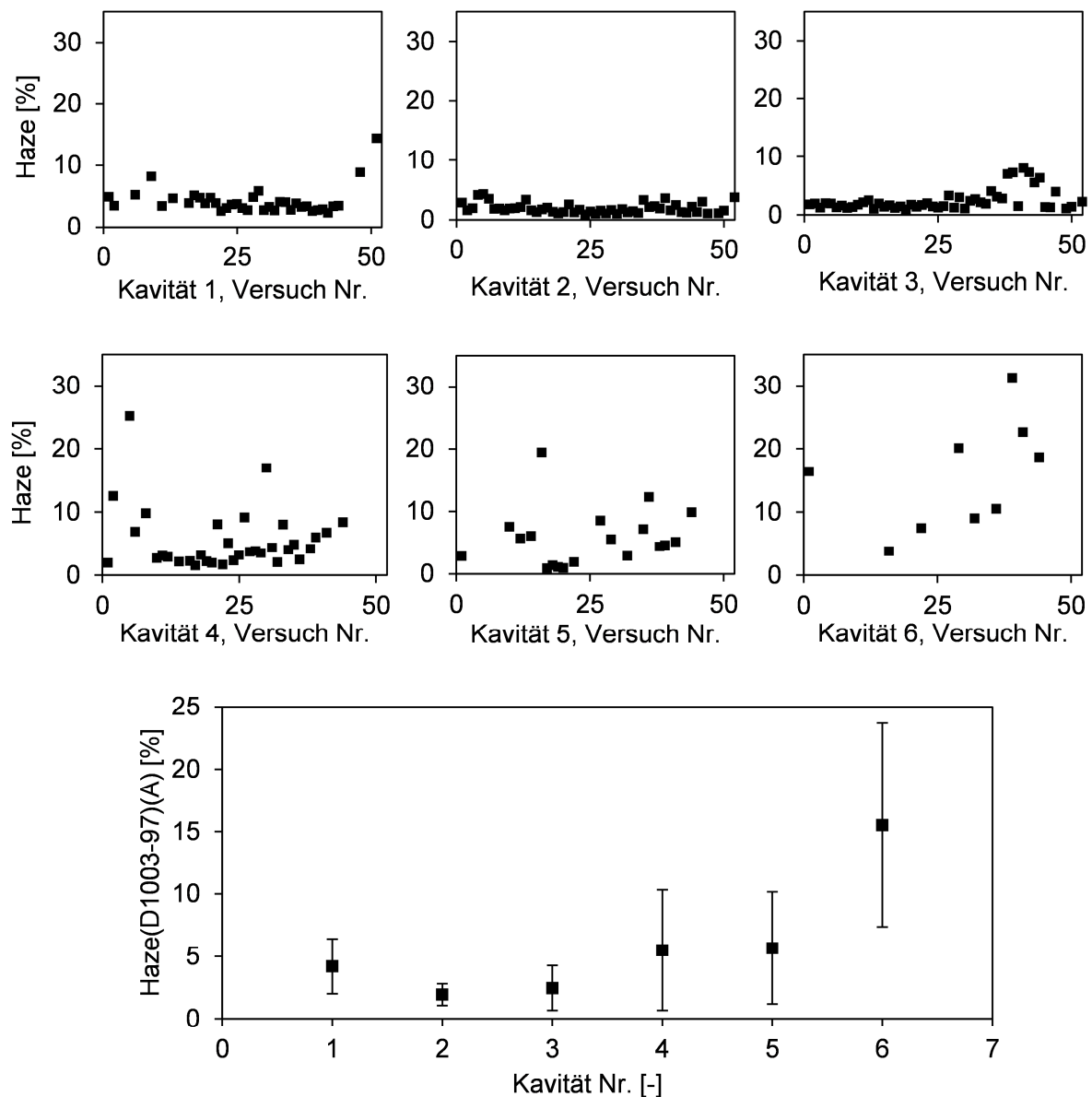


Abbildung 3.41: Ergebnisse der Haze-Messungen, *oben*: Einzelmesswerte der Flaschen, *unten*: Übersicht pro Kavität

Durch die zweifache Durchführung aller Versuchseinstellungen kann das so gebildete Kriterium nach Abbildung 3.42 evaluiert werden. Der Fehlerbetrag der Ordinatenachse entspricht jeweils dem akkumulierten Merkmalsdifferenzbetrag der Paare gleicher Parameterkombination aller Flaschen. Das Produkt der drei Einzelmerkmale minimiert den Fehler und wird somit im weiteren Verlauf als Qualitätsmerkmal verwendet. Dadurch ergibt sich für Kavität 4 ein geringer mittlerer quadratischer Fehler von 1,6 % zwischen den Qualitätskriterien gleicher Parameterkombinationen.

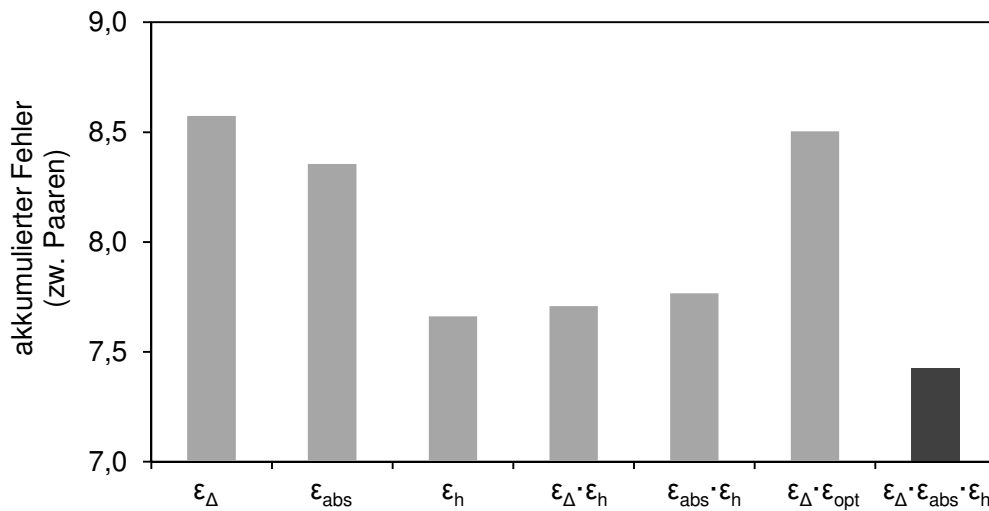


Abbildung 3.42: Evaluierung des Qualitätsmerkmals durch Paare identischer Parametereinstellungen

Durch die beschriebene Methodik wird für jede Flasche ein skalares Qualitätsmerkmal im Wertebereich [0,1] aus den Messdaten berechnet. In Abbildung 3.43 ist dieses Qualitätskriterium für alle Flaschen der Kavität 4 dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die messtechnische Beurteilung der Flaschen die kategoriale Einteilung in drei Gruppen auf ein kontinuierliches Qualitätskriterium abbildet. Der prozentuale Gesamtanteil der Versagensfälle liegt bei 36 %, weshalb die Versagensgrenze auf den Wert 0,36 festgesetzt wird. Eine Parameterkombination liegt folglich außerhalb des Prozessfensters, wenn das dazugehörige Qualitätsmerkmal kleiner als 0,36 ist.

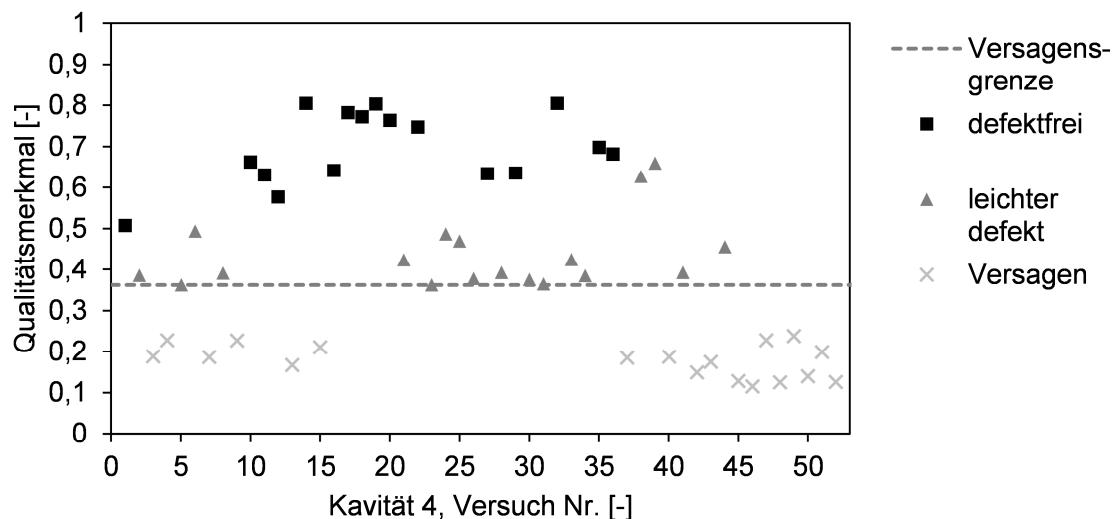


Abbildung 3.43: Kombiniertes Qualitätsmerkmal für Kavität 4

Das optimale Verstreckverhältnis im LSBM-Prozess ist durch ein maximales Prozessfenster gekennzeichnet. Dazu werden für jede Kavität die Qualitätskriterien aufaddiert und anschlie-

ßend erneut linear in den Wertebereich [0;1] transformiert. In Abbildung 3.44 ist dies für die verwendeten Verstreckverhältnisse bei einem Volumen von 500 ml durchgeführt.

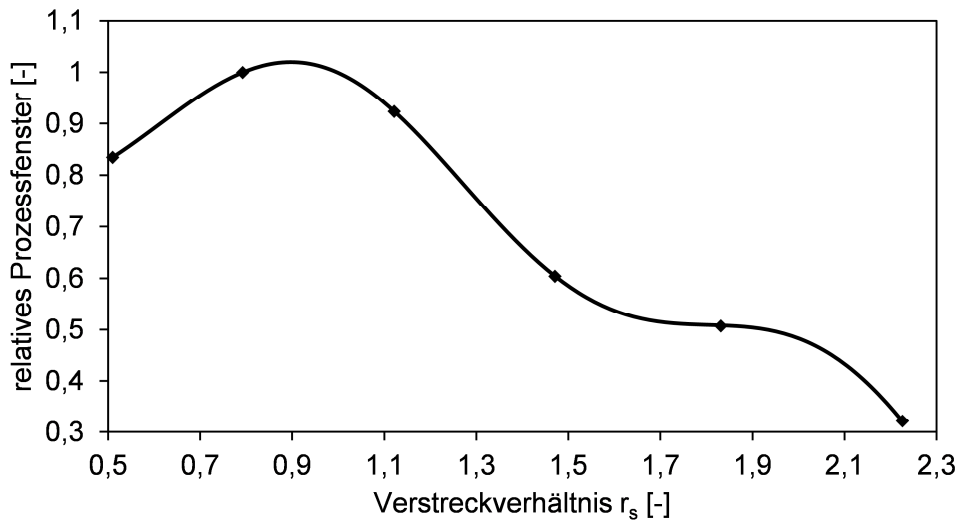


Abbildung 3.44: Resultierendes Prozessfenster der Verstreckverhältnisse für 500 ml

Das größte Prozessfenster ergibt sich für Kavität 2 bzw. bei einem Verstreckverhältnis von 0,8. Der Kurvenverlauf zeigt ein optimales Verstreckverhältnis von 0,9, was in weiteren Versuchsreihen evaluiert werden sollte. Für größere und kleinere Volumina ergeben sich potentiell davon abweichende Prozessfenster. Eine Extrapolation liefert dennoch einen Anhaltspunkt für zukünftige experimentelle Untersuchungen und ist in Abbildung 3.45 dargestellt.

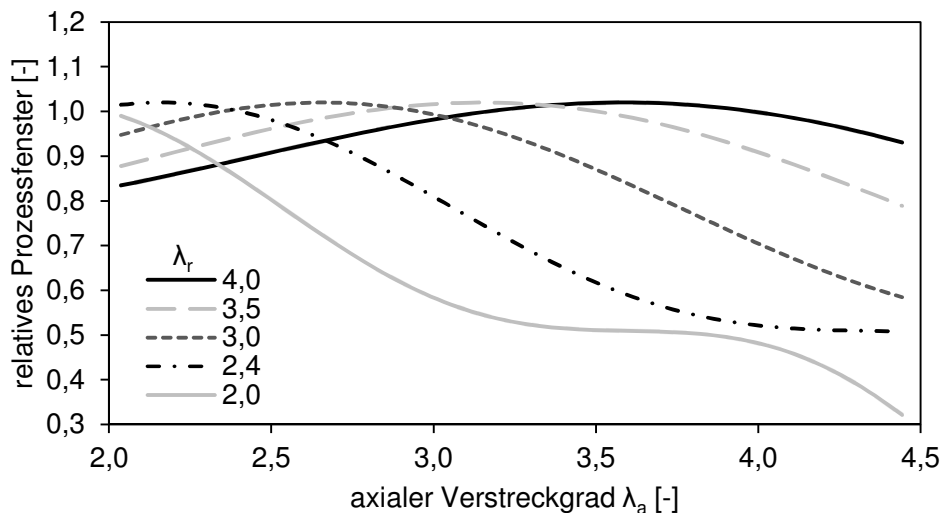


Abbildung 3.45: Erweitertes Prozessfenster verschiedener Verstreckverhältnisse (extrapoliert)

Mit Hilfe des kontinuierlichen Qualitätskriteriums kann neben der Größe des Prozessfensters entsprechend der DoE-Analysen der Einfluss der Prozessparameter beschrieben werden. Dazu werden die kombinierten Qualitätsmerkmale aller Flaschen statistisch ausgewertet. Die Mo-

dellbildung des äußeren und inneren Versuchsraums erfolgt analog zu den in den vorherigen Kapiteln beschriebenen DoE-Analysen. Für die getesteten Verstreckverhältnisse werden jeweils für den inneren und äußeren Versuchsraum und für alle Kavitäten lineare Beschreibungsmodelle gebildet. Unter Angabe des Verstreckverhältnisses sowie der aktuellen Prozessparameterkombination wird die zu erwartende Produktqualität errechnet. Ist dieser Wert oberhalb des Grenzwertes (hier 0,36), liegt die Kombination innerhalb des Prozessfensters. Für Kavität 4 folgt ein R^2_{adj} -Wert von 87 %. Die Beeinflussung des Prozessfensters durch die Faktoren Füllzeit und Füllstart ist in Abbildung 3.46 als überlagerter Konturplot dargestellt. Innerhalb der nicht-schraffierten Fläche liegt die Produktqualität zwischen 36 % und 60 %.

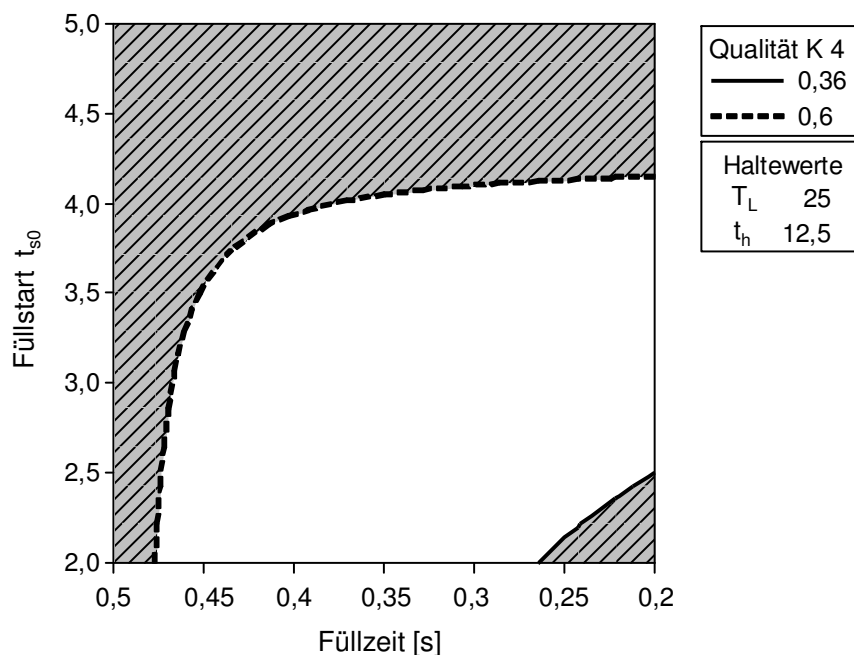


Abbildung 3.46: Abhängigkeit des Qualitätsmerkmals von den Faktoren Füllzeit und Füllstart

3.7 Zusammenfassung

Dieses Kapitel beinhaltet eine umfassende experimentelle Analyse des LSBM-Prozesses. Die elf potentiellen Prozessparameter werden im ersten Schritt gesichtet und ihr Einfluss wird bewertet. Es zeigt sich ein hoher Einfluss der thermischen Vorbehandlung des Preforms sowie der WW zwischen den mechanischen Parametern. Darauf aufbauend erfolgt die isolierte Sichtung LSBM-spezifischer Parameter. Dazu wird der Verformungsvorgang des Preforms durch den Einsatz einer Hochgeschwindigkeitskamera und einer transparenten Kavität visualisiert. Somit kann die Prozessstabilität effektiv anhand der stabilen Produktausformung bewertet werden. Lineare Füllprofile werden demnach progressiven Profilen vorgezogen. Die Flüssigkeitstemperatur zeigt sich als effektiver Optimierungsparameter zur Maximierung des Bodengewichts ohne das Verformungsmuster zu destabilisieren, was eine wichtige Voraussetzung

für Materialeinsparungen am Preform darstellt. Der Vordruck zeigt lediglich eine Wechselwirkung mit progressiven Füllprofilen, wobei hohe Drücke im Anfangsbereich die Ausformung stabilisieren. Zusätzlich wird ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Wanddickensprüngen im fertigen Produkt und einem sanduhrähnlichen Verformungsmuster festgestellt.

Auf Basis der allgemeinen und LSBM-spezifischen Faktorensichtung wird eine umfassende lineare DoE-Analyse mit reduzierter Faktorenanzahl zur Maximierung der Prozessstabilität durchgeführt. Somit werden die Einflüsse von Faktoren und deren Wechselwirkungen detailliert beschrieben. Die daraus resultierende Prozesskontrolle ermöglicht eine Gewichtsreduktion des Preforms um 30 % von 17 g auf 12 g. Darüber hinaus kann durch Erhöhung der Flüssigkeitstemperatur auf 90 °C erstmals eine 9 g-Flasche hergestellt werden.

Neben der Prozessstabilisierung wird stets auch die Produktoptimierung angestrebt. Die Validierung der linearen Analyse zeigt, dass erhöhte Abweichungen zwischen der Modellvorhersage und den gemessenen Werten entstehen, wenn Faktoreneinstellungen innerhalb des Stufenintervalls gewählt werden. Durch diese nichtlinearen Effekte ergibt sich die Notwendigkeit eines Ansatzes höherer Ordnung für detaillierte Optimierungen. Eine kombinierte Optimierung von Prozessstabilität und Produktqualität wird durch die Qualitätskriterien Bodengewicht und Top-Load erreicht. Die Wahl der Grenzen für die zusammengesetzte Erwünschtheit sowie die Gewichtungsfaktoren erlauben eine individuell angepasste Optimierung zugunsten von Prozessstabilität oder Produktqualität. Zudem können wirtschaftliche Faktoren, wie die Energieeinsparung durch geringere Heizzeiten oder niedrigere Flüssigkeitstemperaturen, mit einbezogen werden.

Abschließend wird das Prozessfenster in Abhängigkeit des axialen bzw. radialen Verstreckgrads untersucht. Das Ziel ist hier die Definition des optimalen Preforms für ein gegebenes Produkt. Dazu werden sechs Kavitäten verschiedener Verstreckverhältnisse analysiert. Die exakte Beschreibung des Prozessfensters erfordert ein Qualitätsmerkmal, welches kontinuierlich die Produktqualität unter Ausschluss aller Defektarten beschreibt. Es wird ein kombiniertes Kriterium aus Transparenz und gleichmäßiger Wanddickenverteilung entwickelt. Die akkumulierte Produktqualität der einzelnen Kavitäten liefert das gesuchte Prozessfenster. Darüber hinaus können mit den Methoden der DoE-Analyse der Einfluss der Prozessparameter auf die Produktqualität sowie die Lage des Prozessfensters charakterisiert werden.

4 Thermische Prozessanalyse

Die experimentellen Analysen in Kapitel 3 zeigen eine starke Beeinflussung der Produkteigenschaften durch die thermischen und mechanischen Prozessparameter. Aufheizvorgang und Umformphase können demnach nicht isoliert betrachtet werden. Eine realistische Simulation des Verstreckvorgangs erfordert folglich die genaue Kenntnis der aus dem Aufheizvorgang resultierenden Preform-Temperaturverteilung. Infolgedessen wird im ersten Teil dieses Kapitels eine Methodik zur Bestimmung des Temperaturprofils in Axial- und in Dickenrichtung entwickelt.

Im konventionellen Streckblasformen ist die Abkühlung des Preforms während der Umformphase vernachlässigbar gering. Ursächlich hierfür sind die geringen Umformzeiten in Kombination mit der niedrigen Wärmeübertragung zwischen dem PET-Werkstoff und der angrenzenden Luft. Im Gegensatz dazu sind die Abkühlvorgänge im LSBM-Prozess aufgrund des Flüssigkeitskontakts stärker ausgeprägt. Dies verdeutlicht in Kapitel 3.5 der Einfluss der Flüssigkeitstemperatur auf die Wanddickenverteilung und die Produkteigenschaften der PET-Flaschen. Aus diesem Grund wird im zweiten Teil des Kapitels die Temperaturentwicklung während der Umformphase mittels IR-Messungen analysiert.

4.1 Temperaturverteilung des Vorformlings nach der Aufheizphase

Die Anfangstemperaturverteilung des Preforms kann entweder messtechnisch oder durch numerische Simulation des Aufheizvorgangs bestimmt werden. Venkateswaran et al. [57] simulieren die Verteilung unter Prozessbedingungen durch Lösen der Wärmeleitungsgleichung. Der Quellterm der Strahlungswärme wird dabei mit Hilfe von Sichtfaktoren [58] erfasst. Das errechnete Profil wird durch eine Temperaturmessung mit Thermoelementen an der inneren und äußeren Preform-Oberfläche überprüft. Monteix et al. [59] entwickeln eine numerische Simulation der Temperaturverteilung von PET-Platten, die industriellen Heizstrahlern ausgesetzt sind. Dabei wird ein Kontrollvolumenansatz verwendet. Das Modell liefert in der Validierung akzeptable Voraussagen experimenteller Ergebnisse. Dieser Ansatz wird in [49] für die Berechnung und Optimierung der Preform-Aufheizphase verwendet. In einer aktuelleren Publikation von Cosson et al. [24] wird die Ray-Tracing-Methode zur Berechnung des Quellterms der Strahlungswärme verwendet. Die Methode stellt sich gegenüber der Sichtfaktor-Methode als überlegen heraus bezüglich Effizienz und Vorhersage experimenteller Ergebnisse. Integrative Ansätze [60, 61] versuchen Aufheizvorgang und Umformphase kombiniert zu

simulieren. Der theoretische Vorteil dieser Vorgehensweise liegt darin, dass die Maschinenparameter Heizleistung und Heizzyklus direkt in die Simulation implementiert werden können.

Generell zeigt sich, dass die Simulation der Anfangstemperaturverteilung von einer Vielzahl von Einflussfaktoren abhängt, wie von der Leistung, Art und Konfiguration der Strahler, von der Geometrie und Einstellung des Gebläses, von der Geometrie und Anordnung des Kühlschildes sowie von den Heiz- und Ausgleichszeiten [3, 5, 24]. Die Bewertung einer LSBM-Prozesssimulation inklusive Aufheizsimulation stellt somit eine Herausforderung dar, weil die Genauigkeit der Umformsimulation stets von den Ergebnissen der Aufheizsimulation abhängig ist. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit ein experimenteller Ansatz nach Shelby et al. [62] gewählt und weiterentwickelt. Eine IR-Kamera misst dabei die Temperaturverteilung der äußeren Preform-Oberfläche unmittelbar nach der Aufheizphase für eine Dauer von 60 s. Mit Hilfe dieser Abkühlraten wird die Verteilung in Dickenrichtung über einen inversen Algorithmus berechnet. Mittels Temperaturmessungen an der Preform-Innenseite wird die Verteilung zusätzlich kalibriert. Somit entsteht eine verlässliche Eingangsgröße für die Umformsimulation.

4.1.1 IR-Messungen der Preform-Oberflächentemperatur

Es wird eine für den langwelligen Spektralbereich von 8 - 14 μm ausgelegte IR-Kamera Thermo Gear G120 der Firma NEC mit einer Auflösung von 320 x 240 Bildpunkten (px) und einer Bildrate von 10 s^{-1} verwendet. Messungen von PET-Folien im FTIR-Spektrometer in Abbildung 2.5 zeigen die Intransparenz von PET in diesem Wellenlängenbereich. Dies wird in Literaturquellen bestätigt [63], weshalb die Kamera zur Erfassung der Oberflächentemperatur geeignet ist. Der Emissionskoeffizient ϵ_e wird experimentell über einen Emissionsgradaufkleber mit definiertem ϵ_e -Wert ermittelt. Dieser befindet sich auf einer PET-Platte der Dicke 2 mm, die anschließend für 12 Stunden bei 100 °C konvektiv konditioniert wird. Nach der Konditionierung wird der ϵ_e -Wert von PET so kalibriert, dass beide Temperaturen identisch sind. Es ergibt sich ein ϵ_e -Wert von 0,94. Im experimentellen Aufbau wird eine örtliche Auflösung des Vorformlings von 2 px/mm erreicht. Es werden jeweils sechs Messungen der Preform-Außenfläche zu den Heizzeiten 9 s, 10 s und 11 s durchgeführt. Das Zeitintervall jeder Messung beträgt 60 s und startet jeweils unmittelbar nach dem Ofenaustritt des Preforms. Abbildung 4.1 zeigt Mittelwerte und Standardabweichung der Ergebnisse zu der Zeit $t = 0 \text{ s}$ entlang der Preform-Achse y .

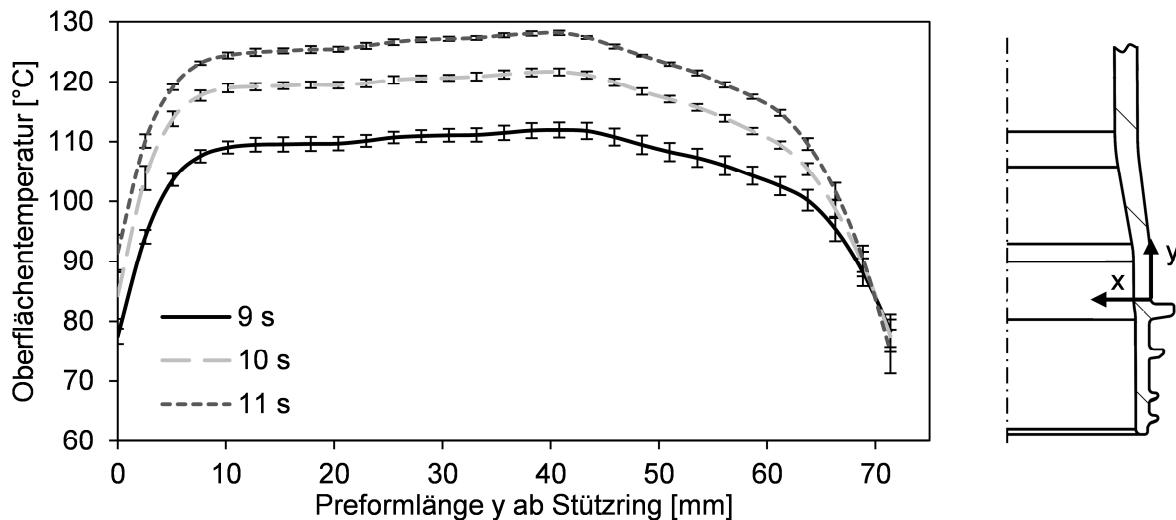


Abbildung 4.1: Ergebnisse der IR-Messungen der Preform-Oberfläche für die Heizzeiten 9 s, 10 s, 11 s ($t = 0$ s)

Die mittlere und die maximale Standardabweichung betragen 1 % bzw. 3 %. Im mittleren Bereich des Preforms ergibt sich durch die Variation der Heizzeit eine maximale Temperaturdifferenz von 16 °C. Der Einfluss der Heizzeit nimmt zu den Rändern des Preforms hin ab, da sich in diesen Bereichen die Effekte der Strahler nicht überlagern.

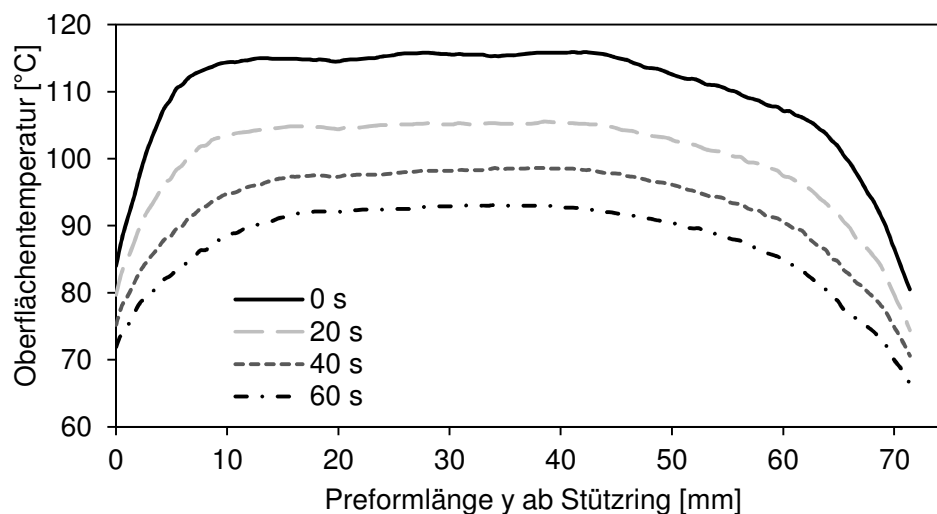


Abbildung 4.2: Temperaturverlauf zu verschiedenen Zeitpunkten t für die Heizzeit 10 s

Aufgrund der Frequenz von 10 s^{-1} werden für jeden Bildpunkt 600 Temperaturwerte aufgezeichnet. Für die Heizzeit von 10 s ergibt sich der Verlauf aus Abbildung 4.2 für verschiedene Abkühlzeitpunkte t .

In Abbildung 4.3 ist der zeitliche Verlauf der Daten aus Abbildung 4.1 an der Stelle $y = 50 \text{ mm}$ dargestellt. Die Temperaturmessung der Preform-Kuppel unter verschiedenen Kamerapositionen zeigt eine Abhängigkeit vom Winkel zwischen Objekt-oberfläche und Ob-

ektiv. Abweichungen der Temperatur von bis zu 15 % im Bereich des Pols werden detektiert. Dieser Teil des Preforms unterliegt jedoch nur sehr niedrigen Verformungen, weshalb der Messfehler toleriert wird.

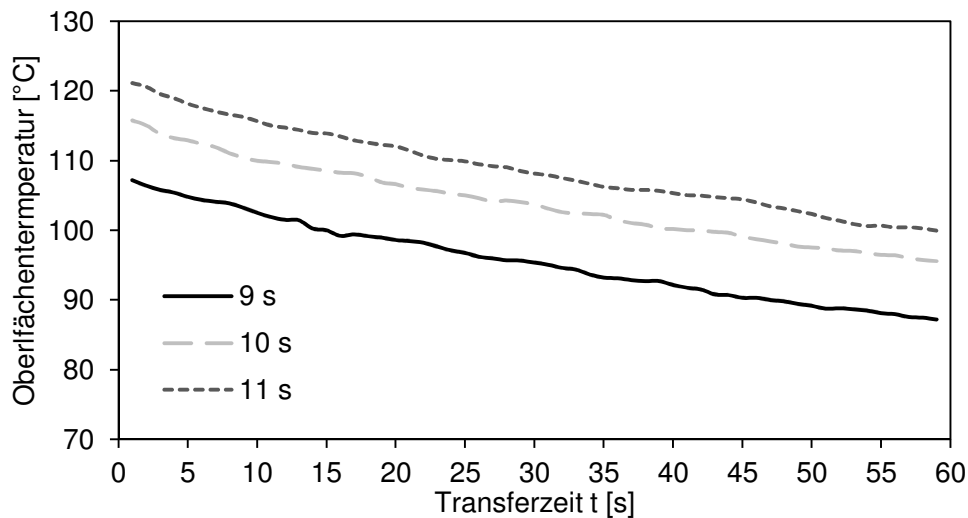


Abbildung 4.3: Abkühlkurve an der Stelle $y = 50$ mm für die Heizzeiten 9 s, 10 s, 11 s

Temperaturmessungen an der Innenseite des Preforms stellen eine Herausforderung dar. Die niedrige Wärmeleitfähigkeit von PET erschwert eine Kontaktmessung. Alternativ können Infrarotsensoren nach dem Heizvorgang in das Preform-Innere eingeführt werden. Mit dieser Methode kann jedoch lediglich ein einzelner Punkt verifiziert werden, nicht jedoch das komplette Profil. Menary et al. [64] umgehen diesen Nachteil, indem die Position des Preform während der Messung mittels eines Lineartriebs verändert wird. Der IR-Sensor tastet somit die Innenfläche in Axialrichtung ab. Hierbei werden die Sensoren durch die hohe Lufttemperatur im Inneren beeinflusst, was meist durch Anpassung des Emissionskoeffizienten kompensiert wird. Cosson et al. [24] entwickeln eine Methode zur Innentemperaturmessung mittels IR-Kamera, die hier in leicht modifizierter Weise zum Einsatz kommt. Dazu wird ein Preform, wie in Abbildung 4.4 dargestellt, in zwei Hälften unterteilt. Diese werden mittels Wärmeleitpaste wieder verbunden. Wegen der sehr viel höheren Wärmeleitfähigkeit der Paste kann der Einfluss der Trennstelle vernachlässigt werden.

Die verbundenen Hälften werden konventionell im Ofen erhitzt. Nach dem Ofenaustritt erfolgen die sofortige Trennung der Hälften und die Messung der Innen- und Außentemperatur des Preforms. Abbildung 4.5 zeigt die Ergebnisse der Messungen für die Heizzeit 9 s. Die erhöhte Standardabweichung im Vergleich zur Messung der Außentemperatur resultiert aus dem leichten Zeitversatz der Messungen durch längere Handhabung sowie abweichende Positio-

nierung der beiden Hälften senkrecht zur Kamera. Daher werden für jede Einstellung neun Versuche durchgeführt.

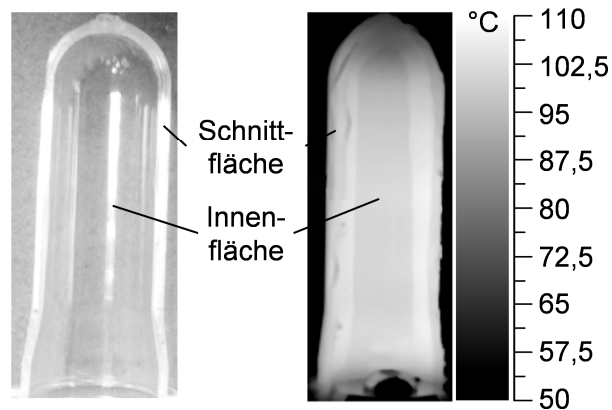


Abbildung 4.4: links: Aufgeschnittener Preform, rechts: Resultierende IR-Messung

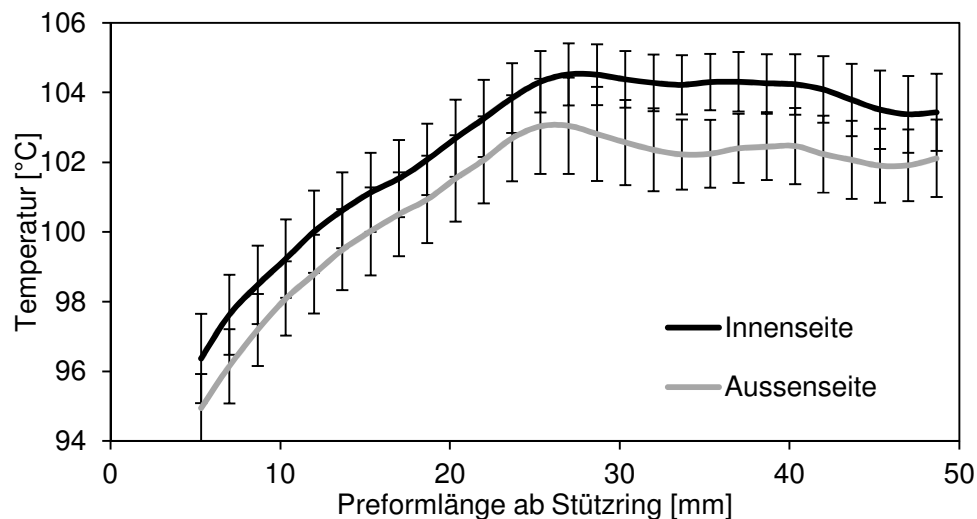


Abbildung 4.5: Vergleich der Innen- und Außentemperatur des Preforms, Heizzeit 9 s

4.1.2 Berechnung der Temperaturverteilung in Dickenrichtung

Das im vorangehenden Kapitel gemessene Abkühlverhalten des Preforms wird verwendet, um die gesuchte Temperaturverteilung in Dickenrichtung für jeden Messpunkt zu berechnen. Der inverse Algorithmus wird zunächst für eine einzelne Stelle y_i auf der Preform-Achse erläutert. Das gesuchte Temperaturprofil wird im Folgenden mit $T(x,t)$ bezeichnet, mit x als Position in Dickenrichtung [0 mm;d] und t als Abkühlzeitpunkt [0 s;60 s]. Die Stelle $x = 0$ bezeichnet die äußere Preform-Oberfläche und $x = d$ die innere Oberfläche. Das Ende des Heizzyklus entspricht $t = 0$. Aufgrund des großen Verhältnisses von Länge zu Dicke ($l/d = 37$) kann die

Wärmeleitung in Axialrichtung im vorliegenden Zeitraum vernachlässigt werden. Es folgt die eindimensionale Wärmeleitung nach Gleichung (4.1).

$$\frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} ; a = \frac{\lambda}{\rho c} \quad (4.1)$$

mit

a	Temperaturleitfähigkeit
λ	Wärmeleitfähigkeit
ρ	Dichte
c	spezifische Wärmekapazität

Die Dichte des Preforms wird mittels eines Stickstoff-Pyknometers charakterisiert. Fünf Messungen eines Preforms ergeben den Wert von $1,349 \text{ g/cm}^3$ mit einer Standardabweichung von $0,1 \%$. In den experimentellen Untersuchungen dieses Kapitels sinkt die Temperatur nicht unterhalb von T_g , wodurch eine sprunghafte Änderung der Wärmekapazität c vermieden wird. Daher kann in guter Näherung ein konstanter c-Wert ausgewählt werden. Thielen et al. [3] veröffentlichen einen temperaturabhängigen Verlauf der spezifischen Wärmekapazität. Dieser wird an der Stelle $T = 110 \text{ °C}$ ausgewertet, was einem Wert von $c = 1,75 \text{ J/(gK)}$ entspricht. Für die Wärmeleitfähigkeit wird der Wert $0,1 \text{ W/mK}$ aus der einschlägigen Literatur [61] verwendet.

Die Randbedingungen in den Gleichungen (4.2) und (4.3) beschreiben die konvektive Wärmeübertragung an der Außenseite des Preforms bzw. den adiabaten Wärmeübergang an der Innenfläche.

$$\alpha_c(T - T_c) = -\lambda T_c \left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=0} \quad (4.2)$$

$$\left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=d} = 0 \quad (4.3)$$

mit

T_c	Umgebungstemperatur
α_c	Wärmeübergangskoeffizient zwischen Preform (außen) und Umgebung

In Gleichung (4.2) bezeichnet α_c den Wärmeübergangskoeffizienten zwischen Preform und Umgebungsluft. Der Wert für α_c wird über die Nußelt-Zahl und die Annahme freier Konvektion am umströmten Hohlzylinder abgeschätzt. Die Berechnungsgrundlagen hierfür finden sich beispielsweise in [65]. Der Lösungsansatz für $T(x,t)$ ist in Gleichung (4.4) dargestellt.

$$T(x, t) = T_c + \sum_{n=1}^{\infty} A_n e^{-z_n^2 at} \cdot v_n(x) \quad (4.4)$$

mit A_n Anpassungsfaktoren
 z_n Eigenwerte der transienten Gleichung
 $v_n(x)$ Eigenvektoren der transienten Gleichung

Darin kennzeichnen A_n die skalaren Anpassungsfaktoren, v_n sind die Eigenvektoren (Gleichung (4.5)) und z_n die Eigenwerte der transienten Gleichung (4.6).

$$v_n(x) = \sin(z_n x) + \frac{z_n \lambda}{h_c} \cos(z_n x) \quad (4.5)$$

$$\tan(z_n L) = \frac{\alpha_c}{k z_n} \quad (4.6)$$

Die IR-Messungen der äußeren Preform-Oberfläche entsprechen dem Fall $x = 0$ und werden durch Gleichung (4.7) beschrieben. Die darin verbliebenen unbekanntenen Faktoren A_n dienen als Regressionsvariablen zur Beschreibung der experimentellen Daten.

$$T(0, t) = T_c + \sum_{n=1}^{\infty} A_n e^{-z_n^2 at} \cdot \left(\frac{z_n \lambda}{\alpha_c} \right) \quad (4.7)$$

In Abbildung 4.6 sind die Ergebnisse der nichtlinearen Regressionsanalyse der Daten aus Abbildung 4.3 dargestellt. Die Ausgleichsrechnung erfolgt mittels der Methode der kleinsten Fehlerquadrate.

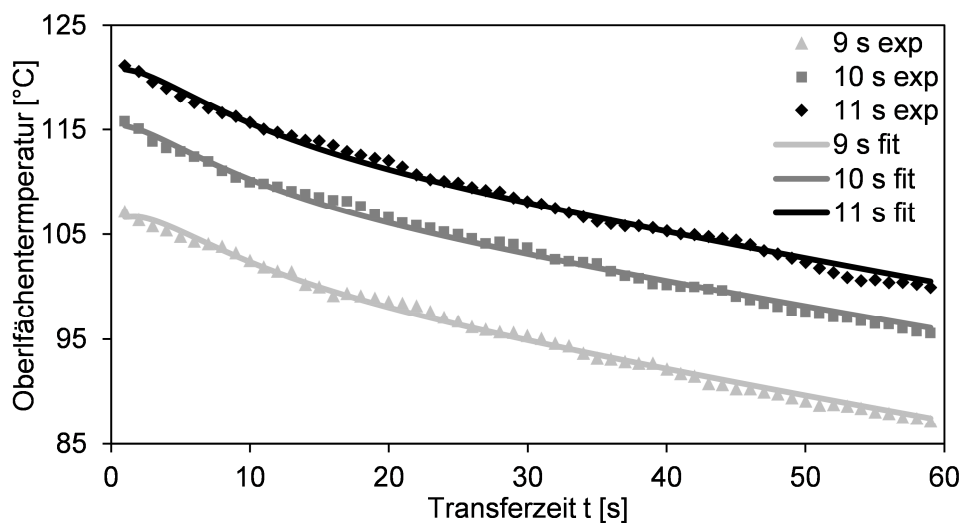


Abbildung 4.6: Regressionsanalyse zur Bestimmung der A_n -Faktoren an der Stelle $y=50$ mm

Es wird deutlich, dass die Ansatzfunktion eine genaue Beschreibung der experimentellen Daten ermöglicht. Nach Einsetzen in Gleichung (4.4) ergibt sich das gesuchte Profil $T(x,t)$. Die Funktion wird im vorliegenden Fall nach dem vierten Glied abgebrochen, da höhere Glieder keine Genauigkeitssteigerung erzeugen und die zugehörige Schwingung nach wenigen Millisekunden abklingt.

4.1.3 Erweiterung des Algorithmus

Shelby et al. [62] berechnen mittels des vorgestellten Algorithmus das Temperaturprofil während der Produktion an wenigen ausgewählten Stellen entlang der Preform-Achse. Die Verwendung der Temperaturverteilung als Eingangsgröße für eine Prozesssimulation erfordert jedoch die Berechnung des Dickenprofils an jeder Messstelle y_i . Zudem beinhaltet der Algorithmus Vereinfachungen, die zu Ungenauigkeiten führen können. Der Wärmeübergangskoeffizient wird ursprünglich konstant entlang der Preform-Achse angenommen und die Berechnung erfolgt unter Annahme eines zylindrischen Hohlkörpers. Tatsächlich liegt eine abweichende Geometrie vor und α_c ist abhängig von thermischen Stoffdaten, die ebenfalls durch die Temperaturänderung während der Kühlphase beeinflusst werden. Zudem charakterisieren Monteix et. al [63] den Wärmeübergangskoeffizienten im Ofen während der Heizphase. Es stellt sich heraus, dass kein konstanter Wert entlang der Preform-Achse angenommen werden kann.

Infolgedessen werden die Messergebnisse der Innentemperatur durch eine zusätzliche iterative Anpassung des Wärmeübergangskoeffizienten zur Kalibrierung des jeweiligen Profils verwendet. Aufgrund der hohen Datenmenge wird mittels einer numerischen Routine in MATLAB gearbeitet. Die Vorgehensweise ist in Abbildung 4.7 dargestellt. Die Bilddaten der IR-Messung werden eingelesen und die Matrix \mathbf{T}^{exp} gebildet. Die Zeilenanzahl entspricht den Messpunkten entlang der Preform-Achse (~ 160) und die Spalten entsprechen der Anzahl der aufgenommenen Bilder im Messzeitraum (600). Für eine gegebene Position y_i wird der Vektor T_i^{exp} extrahiert und der oben beschriebene Algorithmus angewandt. Dabei wird für den Wärmeübergangskoeffizienten α_c ein Schätzwert α_c^{est} angenommen. Im ersten Schritt entspricht α_c^{est} dem berechneten Wert aus Kapitel 4.1.2. Die resultierende Temperaturverteilung $T_i^{\text{est}}(x,t)$ wird an der Innenseite des Preforms ausgewertet und mit den Messwerten $T_i^{\text{exp}}(x = d)$ entsprechend Abbildung 4.5 verglichen. Dabei kennzeichnet t_{ei} die Zeitverzögerung des Messbeginns der Innentemperatur im Vergleich zur Außentemperatur aufgrund der Trennung und Positionierung der Preform-Hälften (~ 2 s). Überschreitet der Fehler ε einen zuvor definierten Grenzwert ε_{lim} , wird ein neuer Wert für α_c angenommen. Der Schätzwert wird inner-

halb der Routine im Intervall $\alpha_c \pm 20\%$ variiert. Konvergiert die Routine, wird die resultierende Temperaturverteilung $T_i(x,t)$ gespeichert und der nachfolgende Bildpunkt y_{i+1} bearbeitet.

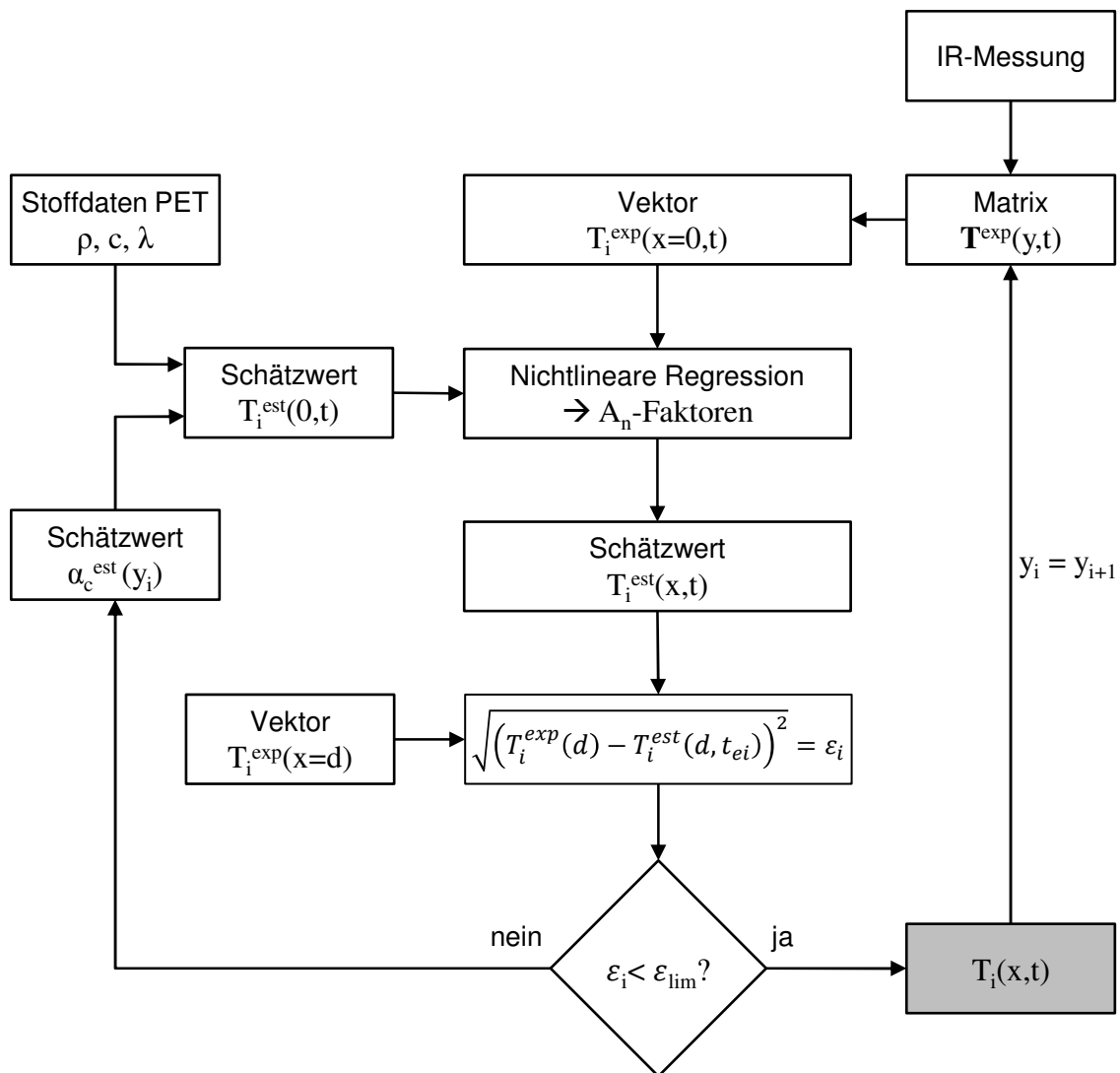


Abbildung 4.7: Ablaufschema zur iterativen Berechnung und Kalibrierung der Anfangstemperaturverteilung des Vorformlings in axialer Richtung und in Dickenrichtung

In Abbildung 4.8 und in Abbildung 4.9 sind die Temperaturverteilungen in Dickenrichtung an der Position $y = 50$ mm zu verschiedenen Zeiten t nach der Heizphase dargestellt. Für alle Heizzeiten ist die Innentemperatur entsprechend der Messergebnisse in Abbildung 4.5 höher als die Außentemperatur. In den ersten drei Sekunden nach der Heizphase liegt das Temperaturmaximum in der Mitte der Preform-Wand. Durch die Wärmeleitung in Dickenrichtung und infolge der unterschiedlichen Abkühlung von Innen- und Außenfläche (siehe Randbedingungen), verschiebt sich das Maximum nach wenigen Sekunden in Richtung der Innenfläche. Die typische Transferzeit im LSBM-Prototyp vom Ende der Heizzeit ($t = 0$ s) bis zum Beginn des Verstreckvorgangs ($t = t_{\text{trans}}$) beträgt ~ 5 s. Dieses Profil wird als Eingangsgröße für die Pro-

zesssimulation extrahiert. Durch die isolierte Berechnung in y-Richtung entstehen minimale Schwingungen innerhalb des Temperaturprofils in y-Richtung, die in der Prozesssimulation zu Unstetigkeiten in der Spannungsberechnung führen können. Daher wird das Profil zusätzlich mit einem Butterworth-Tiefpassfilter erster Ordnung bearbeitet.

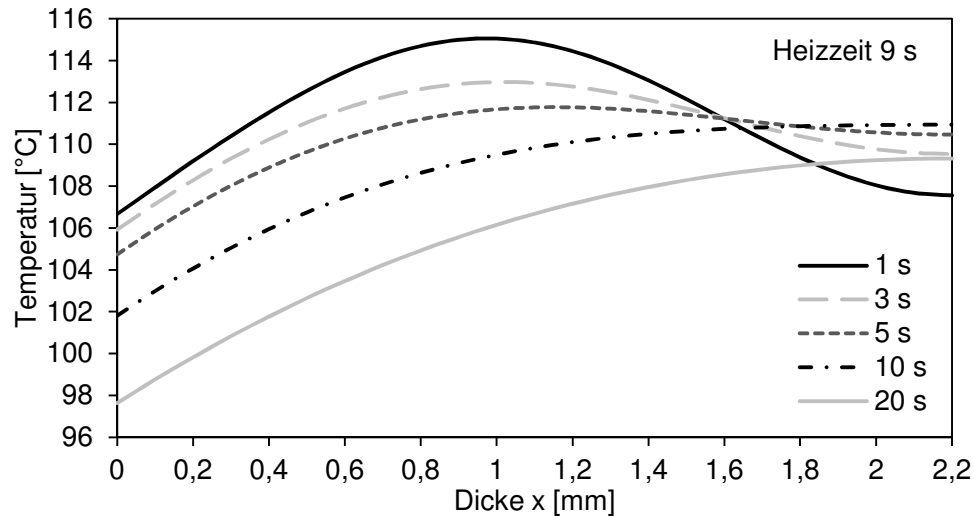


Abbildung 4.8: Berechnete Temperaturverteilung in Dickenrichtung an der Stelle $y_i = 50$ mm zu verschiedenen Abkühlzeiten (Heizzeit 9 s)

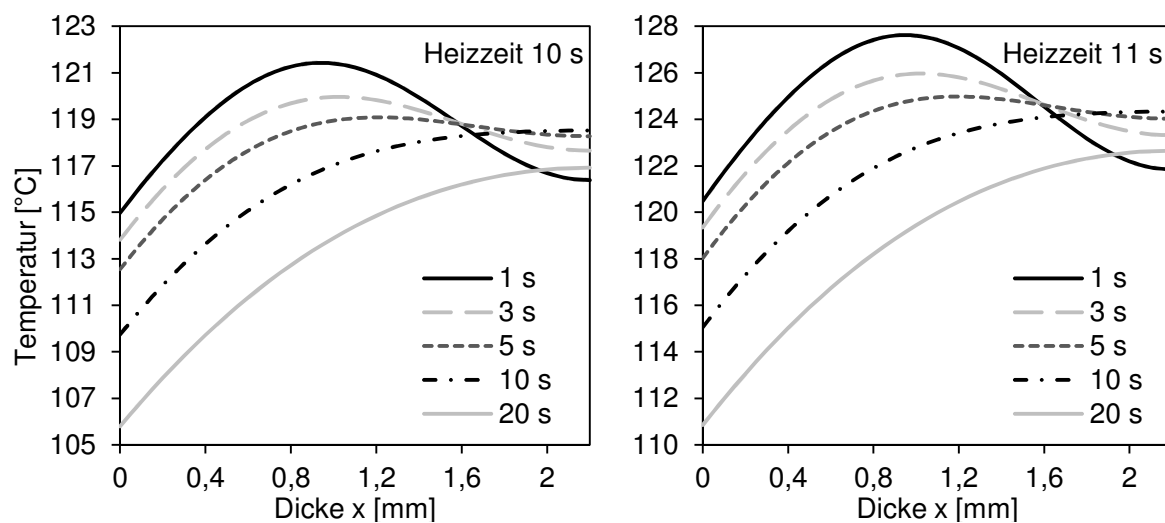


Abbildung 4.9: Berechnete Temperaturverteilung in Dickenrichtung an der Stelle $y_i = 50$ mm links: Heizzeit 10 s, rechts: Heizzeit 11 s

Abbildung 4.10 zeigt die resultierenden externen und internen Oberflächentemperaturen für alle Positionen y_i entlang der Preform-Achse und für die Heizzeit 9 s. Des Weiteren ist die Abweichung ΔT_{int} zwischen der berechneten und der gemessenen internen Oberflächentemperatur abgebildet.

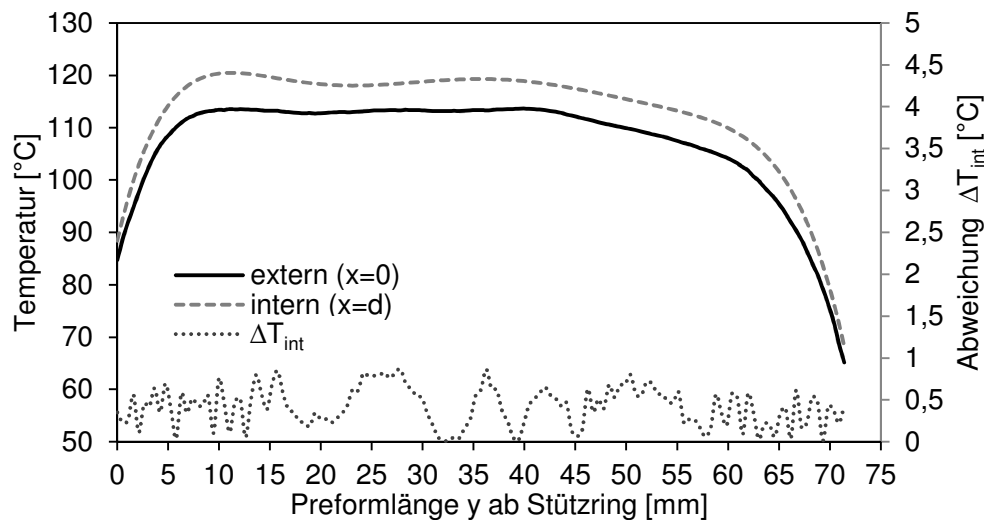


Abbildung 4.10: Berechnete externe und interne Temperaturverteilung und Abweichung zwischen Messung und Berechnung der Innentemperatur für die Heizzeit 10 s

Die Abweichung zur Messung liegt für alle Werte y_i unterhalb $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ und damit innerhalb der Messstreuung aus Abbildung 4.5. In zukünftigen Untersuchungen könnte durch eine standardisierte experimentelle Methodik die Standardabweichung der Innentemperaturmessungen reduziert werden. Des Weiteren bleibt zu überprüfen, ob durch die Lösung der zweidimensionalen Wärmeleitungsgleichung eine weitere Genauigkeitssteigerung erreicht werden kann.

Es bleibt festzuhalten, dass die vorgestellte Methodik ein belastbares Verfahren zur Charakterisierung der Anfangstemperaturverteilung in Axial- und in Dickenrichtung darstellt. Es entsteht eine validierte Eingangsgröße der Prozesssimulation, die folglich eine Evaluierung der Umformsimulation anhand der Produkteigenschaften ermöglicht.

4.2 Dynamischer Temperaturverlauf im Umformprozess

Die Abkühlvorgänge während der Umformphase werden mittels Freiformversuchen charakterisiert. Dabei wird ein Preform ohne Kavität durch ein Druckmedium umgeformt, so dass die Deformationskinematik und der dynamische Temperaturverlauf des PET Materials optisch untersucht werden können. Als Druckmedium wird sowohl Luft als auch Wasser verwendet. Die Temperaturmessung erfolgt mittels der in Kapitel 4.1.1 eingeführten IR-Kamera.

Anders als bei den statischen Abkühlversuchen aus Kapitel 4.1 kommt es hier während der Umformphase zu einer Abnahme der Probendicke. Der Transmissionsgrad eines Körpers ist abhängig von seiner Schichtdicke. Für Flüssigkeiten ergibt sich beispielsweise ein logarithmi-

scher Zusammenhang, der im Lambert-Beerschen Gesetz nach Gleichung (4.4) beschrieben ist.

$$\lg\left(\frac{1}{T}\right) = \varepsilon_{\lambda} \cdot c \cdot d \quad (4.8)$$

mit ε_{λ} spektraler Absorptionskoeffizient
 c Stoffmengenkonzentration
 d Schichtdicke

Die abnehmende Wandstärke des Vorformlings im Freiformversuch verändert ebenfalls seine Absorptionseigenschaften. Daher kann nicht mehr von einer Messung der Oberflächentemperatur im Spektralbereich von 8 - 14 μm ausgegangen werden. In Vorversuchen wird anhand von PET-Folien bis zu einer Dicke von 0,2 mm überprüft, ob geringe Probendicken zur Transparenz des Materials im Spektralbereich der Kamera führen. Dazu misst die IR-Kamera in einer ersten Versuchseinstellung (V1) die Temperatur einer PET Folie bei Raumtemperatur (21 °C). In einer zweiten Einstellung (V2) wird ein auf 70 °C aufgeheiztes Objekt im unmittelbaren Hintergrund der Folie platziert. In Abbildung 4.11 ist die Folientemperatur für jeweils fünf Messungen der beiden Aufbauten dargestellt. Die Ergebnisse zeigen eine vernachlässigbar geringe Temperaturerhöhung von 0,7 °C zwischen den Einstellungen bei einer Standardabweichung von 0,1 %. Bezogen auf die Temperaturdifferenz zwischen der Folie und dem Objekt im Hintergrund folgt daraus eine Temperaturerhöhung um lediglich 1,4 %. Daher eignet sich die verwendete IR-Kamera zur Messung der PET-Temperatur im Freiformversuch, wobei jedoch durch die Änderung der Preform-Dicke im Folgenden von einer mittleren Temperatur in Dickenrichtung ausgegangen wird.

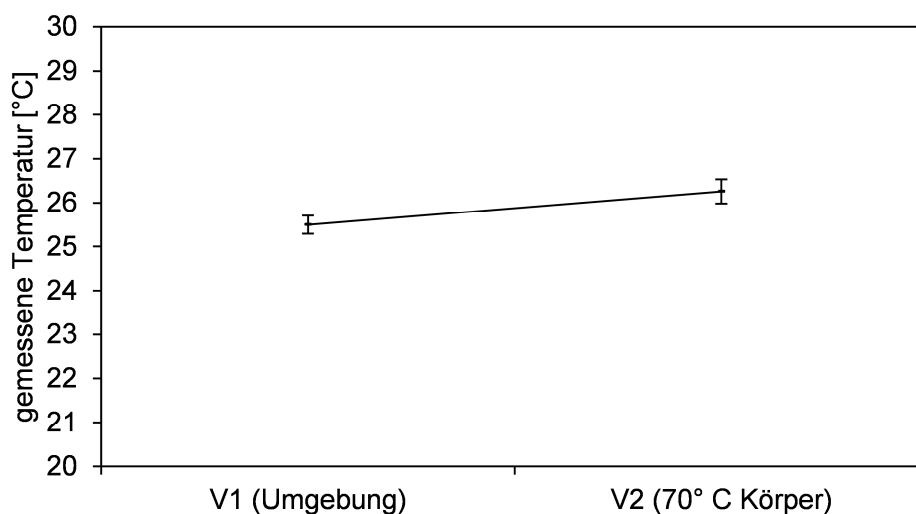


Abbildung 4.11: IR-Temperaturmessung an 0,2 mm PET-Folie

Im Freiformversuch mit Luft wird ein mittlerer Luftdruck von 5,4 bar beaufschlagt, wodurch Umformzeiten von 0,5 s - 1 s entstehen. Der Volumenstrom im flüssigkeitsgestützten Versuch ist so angepasst, dass ein dem Versuch mit Luft vergleichbarer zeitlicher Deformationsverlauf entsteht. Es werden lediglich die Strahler 4 - 6 eingeschaltet, wodurch nur der untere Teil des Preforms erhitzt wird. Dadurch wird eine radialsymmetrische Ausformung des Preforms ohne Versagen bis zu einem Verhältnis größer drei von aktuellem Durchmesser zu Anfangsdurchmesser erreicht. Die isolierte Verformung des unteren Preform-Teils führt zudem zu einem hohen Gradienten der Wanddicke in Längsrichtung des deformierten Hohlkörpers. Nach dem Ende der Deformation wird die Temperatur eine weitere Sekunde ausgewertet.

Abbildung 4.12 zeigt die Ergebnisse der Temperaturmessung eines Freiformversuchs mit Luft bzw. Wasser zu verschiedenen Prozesszeitpunkten. Die Heizzeit des Vorformlings beträgt in beiden Fällen 10 s. Die Flüssigkeitstemperatur wird auf einen Wert von 10 °C eingestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass durch den Kontakt mit Wasser eine schnelle Abkühlung des PET-Werkstoffs im Vergleich zum Versuch mit Luft entsteht. Darüber hinaus ist im Versuch mit Wasser am Ende der Deformation ($t > 0,7$ s) ein ausgeprägter Temperaturgradient entlang der Preform-Achse zu sehen. Dieser Gradient entsteht durch die unterschiedliche Wandstärke entlang der Preform-Achse des deformierten Hohlkörpers. In fünf Freiformversuchen beträgt dessen Wandstärke an der Stelle des größten Durchmessers $220 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$ bei einer Dicke von 2 mm im nicht verformten Teil.

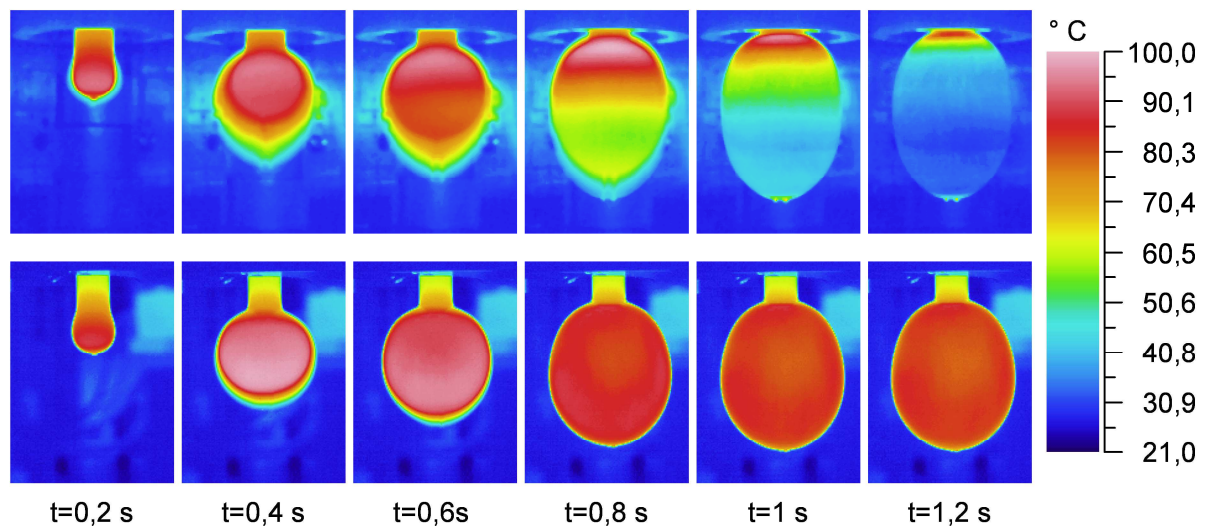


Abbildung 4.12: IR-Temperaturmessung im Freiformversuch (Heizzeit 10 s),
oben: Druckmedium Wasser (10 °C), *unten*: Druckmedium Luft

Der Temperaturgradient im flüssigkeitsgestützten Versuch bestätigt die erhöhte Abhängigkeit des Verformungsvorgangs von thermischen und mechanischen Prozessparametern im Vergleich zum konventionellen Prozess. Im Freiformversuch mit Luft wird die radiale Deformation anfangstemperaturabhängig durch die dehnungsabhängige Materialverhärtung reguliert. Im Versuch mit Wasser führt eine Wanddickenverkleinerung zusätzlich zu einem erhöhten Kühleffekt im Vergleich zu dickeren Bereichen. Die dadurch sinkende Werkstofftemperatur resultiert in einem weiteren Spannungsanstieg dieser bereits vorgedehnten Bereiche und damit potentiell zur Rissbildung.

Im Versagensfall wird in einigen Fällen der Freiformversuche mit Wasser in der Umgebung des Risses eine Aufspaltung des Materials in mehrere Schichten festgestellt. Dieses Phänomen tritt nicht in Versuchen mit komprimierter Luft auf. Eine Delamination setzt voraus, dass in Dickenrichtung des Preforms verschiedene Werkstoffeigenschaften vorherrschen. Da von homogenen Eigenschaften im amorphen Preform ausgegangen werden kann, muss dieser Effekt prozessinduziert sein. Die mechanischen Eigenschaften von PET verändern sich sprunghaft am Glasübergang (siehe Kapitel 2.1). Durch die isolierte Kühlung der Innenseite des Vorformlings im LSBM-Prozess entsteht zum Kontaktzeitpunkt mit der Flüssigkeit ein ausgeprägter Temperaturgradient. Mit fortschreitender Prozesszeit entsteht dadurch je nach Prozessparameterkombination jeweils ein Anteil oberhalb und unterhalb von T_g . Aufgrund der unterschiedlichen Verreckbarkeit dieser Anteile könnte eine weitere Deformation zur Enthaftung führen.

Die starke Abhängigkeit der Werkstofftemperatur von der aktuellen Wandstärke im Prozess ist ebenfalls in Abbildung 4.13 zu erkennen. Darin sind die Temperaturverteilungen in Längsrichtung y vor und nach der Verformung bezogen auf die Anfangsposition dargestellt. Im Bereich großer Dehnungen ($55 < y < 70$) ist die Werkstofftemperatur nach 1 s unterhalb 40 °C abgekühlt. Unterhalb 50 mm wird aufgrund der höheren Wandstärke eine geringe Abkühlung festgestellt. Im Bereich 40 - 42 mm werden Werte oberhalb der Anfangstemperatur gemessen. Die Ursache dieses Effekts ist die für PET charakteristische exotherme Eigenerwärmung aufgrund dehnungsinduzierter Kristallisationsvorgänge (siehe Kapitel 2.1).

In Abbildung 4.14 ist der zeitliche Temperaturverlauf der Versuche mit Wasser und Luft am jeweils gleichen Oberflächenpunkt im unteren Teil des Vorformlings ($y=50\text{ mm}$) ausgewertet. Im Anfangsbereich der Kurven wird jeweils eine konstante Temperatur aufgrund der Verzögerung zwischen dem Start von Messung und Prozess festgestellt. Nach dem Beginn der me-

mechanischen Deformation steigt für beide Versuche kurzzeitig die Werkstofftemperatur um ΔT_{exo} aufgrund der dehnungsinduzierten Eigenerwärmung. Im Versuch mit Luft wird ein ΔT_{exo} von 11 °C (13 %) gemessen. In Anbetracht der hohen Temperaturabhängigkeit der mechanischen Werkstoffeigenschaften führt diese Temperaturerhöhung zu einer signifikanten Änderung der Werkstoffeigenschaften. Durch die gleichzeitige signifikante Kühlung der Preform-Innenseite ist der gemessene Wert für ΔT_{exo} von 2 °C im Versuch mit Wasser deutlich niedriger.

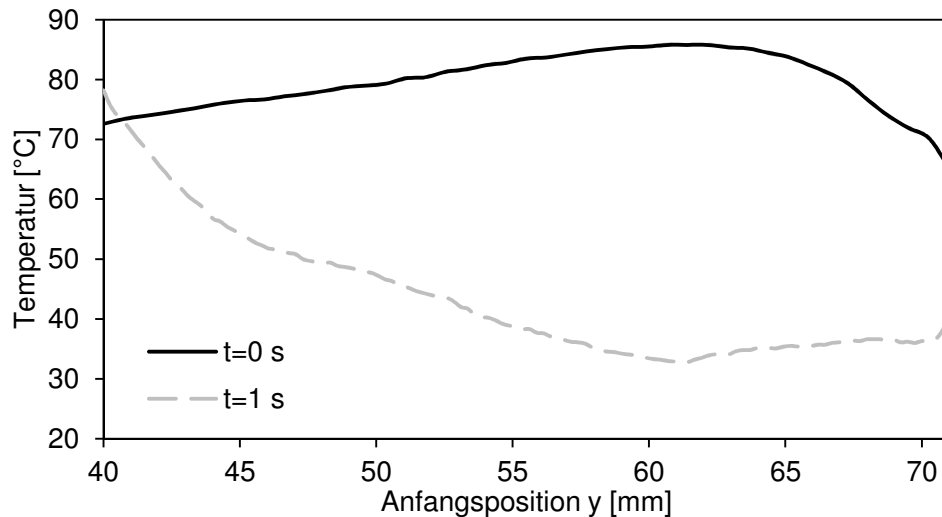


Abbildung 4.13: Temperaturverteilung in Längsrichtung vor und nach der Deformation

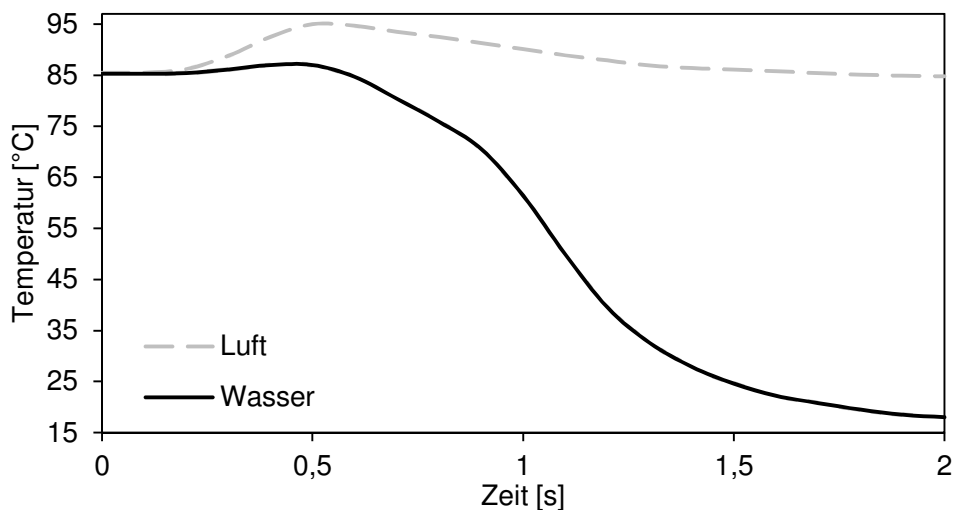


Abbildung 4.14: Temperaturverlauf im Freiformversuch mit Luft und Wasser an der Stelle $y = 50$ mm

In einer weiteren Versuchsreihe wird der in Kapitel 3 bestimmte Einfluss der Flüssigkeitstemperatur T_L auf die Qualitätsmerkmale Bodengewicht und Top-Load mit einer Temperatur-

senkung im Werkstoff korreliert. Dazu werden erneut Freiformversuche mit verschiedenen Flüssigkeitstemperaturen durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.15 dargestellt.

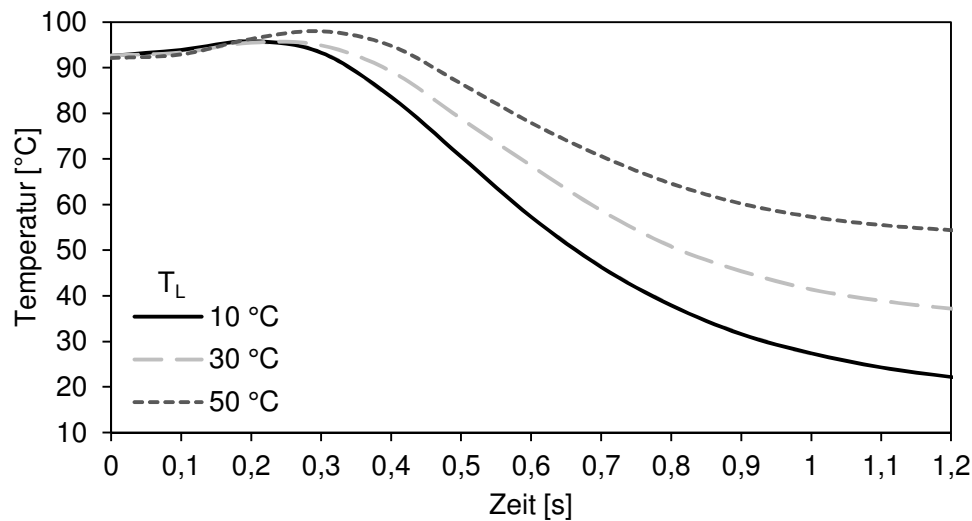


Abbildung 4.15: Einfluss von T_L auf den Temperaturverlauf des Preforms im Umformprozess, $y = 55$ mm, Heizzeit: 12 s

Nach einer Prozesszeit von 0,4 s ist der Umformprozess zu 70 % abgeschlossen. Dies stellt eine instabile Phase im LSBM-Prozess dar, weil ein Großteil des Preforms noch keinen Werkzeugkontakt hat. Zu diesem Zeitpunkt wird eine Temperaturdifferenz von 11 °C (13 %) zwischen dem 10 °C-Versuch und dem 50 °C-Versuch gemessen. Nach 0,5 s und 90 % Deformation liegt die Temperatur im 10 °C-Versuch mit 70 °C bereits deutlich unterhalb von T_g , während im 50 °C-Versuch ein Wert von 86 °C gemessen wird. Unterhalb von T_g sinkt die Bruchdehnung von PET stark, wodurch ein hohes Versagensrisiko entsteht.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse der dynamischen Temperaturanalyse eine signifikante Temperatursenkung während der Umformphase im LSBM-Prozess. Das Ergebnis eines Freiformversuchs veranschaulicht die Abkühlung des Vorformlings unterhalb von T_g vor dem Ende der Deformation, wodurch ein erhöhtes Versagensrisiko entsteht. Die in einigen Versagensfällen beobachtete Ausbildung zweier Schichten deutet auf einen ausgeprägten Temperaturgradient entlang der Dicke des Vorformlings. Dieser dynamische Gradient kann jedoch nicht mittels IR-Messungen aufgelöst werden und sollte daher innerhalb einer thermischen Simulation analysiert werden. Ein Gradient in Längsrichtung in den Freiformversuchen zeigt zudem die starke Abhängigkeit der Abkühlendynamik von der aktuellen Wandstärke. Zudem werden die Einflüsse der Eigenerwärmung (ΔT_{exo}) sowie der Flüssigkeitstemperatur (T_L) auf das Abkühlverhalten verdeutlicht. Die vorgestellten Ergebnisse unterstreichen insgesamt die Notwendigkeit der Implementierung thermischer Effekte in die Prozesssimulation.

5 Materialmodellierung

Eine aussagekräftige Vorhersage der Umformphase erfordert die realistische Modellierung des PET-Werkstoffs sowie der Flüssigkeit. Die Hauptanforderung an das Flüssigkeitsmodell besteht in der Beschreibung des Kompressionsverhaltens, da diese Größe den Volumenstrom auf die mechanische Last abbildet, welche auf den Vorformling wirkt. Die zentrale Anforderung an das PET-Materialmodell ist die akkurate Voraussage des Verformungsverhaltens unter Prozessbedingungen. Dies bedeutet, dass der mathematische Algorithmus in der Lage sein muss, das nichtlineare Spannungs-Dehnungs-Verhalten sowie die Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit zu beschreiben. Des Weiteren muss das Modell für den verwendeten PET-Werkstoff durch replizierbare Belastungsexperimente unter Prozessbedingungen kalibriert werden. Im Folgenden werden bestehende PET-Modelle verglichen und ein geeignetes Modell wird ausgewählt. Es folgt die Übertragung der analytischen Konstitutivgleichungen in einen numerischen Code. Das numerische Modell wird durch Ergebnisse von Biaxialversuchen an einem Reckrahmen kalibriert. Anhand von prozessnahen Streckblasversuchen ohne Kavität wird schließlich die Leistungsfähigkeit des Modells evaluiert.

5.1 Mechanische Modellierung von PET

Die experimentelle Prozessanalyse in Kapitel 3 verdeutlicht die starke Abhängigkeit des PET-Umformverhaltens von den durch die Prozessparameter definierten Dehnraten, Verstreckgraden und Temperaturen. Diese Abhängigkeiten sowie der daraus resultierende Spannungs-Dehnungs-Verlauf müssen folglich durch das PET-Materialmodell beschrieben werden. Für die im folgenden Kapitel benötigten kontinuumsmechanischen Grundlagen sei an dieser Stelle auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen (z.B. [66]).

5.1.1 Stand der Technik

In der Literatur finden sich eine Vielzahl an Materialmodellen zur Beschreibung des mechanischen Verhaltens von Kunststoffen in Blas- und Thermoformprozessen. In verschiedenen früheren Veröffentlichungen [67-73], aber auch in aktuelleren Studien [60] wird ein elastisches oder hyperelastisches Materialverhalten angenommen. Dies ist begründet durch das gummiähnliche Verhalten von PET und anderen Kunststoffen oberhalb von T_g . Der Vorteil dieser Modelle liegt in der Robustheit des Algorithmus sowie der Modellierung der Spannungsverhärtung für hohe Dehnungen. Nachteilig ist jedoch, dass keine Dehnraten- und Tem-

peraturabhängigkeiten (ϵ ; $\dot{\epsilon}$ -T-Abhängigkeit) integriert werden können, weshalb die Prozesssimulation den Einfluss von Prozessparametervariationen nicht abbildet.

Viskoplastische Ansätze, wie z.B. Kriechmodelle, die in [74, 75] Verwendung finden, modellieren eine Zeitabhängigkeit, beinhalten jedoch keine elastische Komponente zur Beschreibung der Dehnungsverhärtung. McEvoy et al. [54] erzielen mit einem Kriechmodell zwar qualitativ richtige Vorhersagen der Wanddickenverteilung, errechnen jedoch Abweichungen größer der zu erwartenden Variabilität aufgrund von Prozessparameteränderungen. Elasto-viskoplastische Modelle erweitern diese Ansätze durch eine linear elastische Komponente [76, 77], wodurch das Materialverhalten über einen größeren Temperaturbereich modelliert werden kann. Dadurch wird, wie von Mir et al. [78] gezeigt, eine Genauigkeitssteigerung in der Vorhersage der Wanddickenverteilung erzielt. Der für die Materialverteilung essentielle Effekt der Dehnungsverhärtung wird von diesen Ansätzen durch die linear elastische Komponente jedoch ebenfalls nicht präzise abgebildet. Erchiqui et al. [79] folgern aus dem Vergleich von hyper- und viskoelastischen Modellen, dass insbesondere die Vorhersage des Spannungszustands die Integration eines viskosen Anteils erfordert, während nur geringe Unterschiede in der Simulation der Wanddickenverteilung entstehen.

Die anfänglichen viskoelastischen Ansätze integrieren eine ϵ ; $\dot{\epsilon}$ -T-Abhängigkeit [80-84], leisten jedoch nicht die präzise Abbildung des mechanischen PET-Verhaltens über die im Prozess induzierten Verstreckgrade. Das in jüngerer Zeit von Chevalier et al. [85] und Luo et al. [86, 87] entwickelte inkompressible viskoelastische Modell besteht aus einem Maxwell-Element, also einer seriellen Feder-Dämpfer-Anordnung, parallel zu einem Newtonschen Dämpferelement. Die parameterabhängige Formulierung des nichtlinearen Dämpfers über eine viskose Dehnrates erlaubt die Abbildung der ϵ ; $\dot{\epsilon}$ -T-Abhängigkeit, welche durch repräsentative Biaxialversuche unter verschiedenen Dehnraten und Temperaturen kalibriert wird. In einer Erweiterung des Modells um einen thermischen Anteil wird zusätzlich der Eigenerwärmungseffekt von PET integriert. Der elastische Anteil wird durch ein hyperelastisches Materialgesetz nach Hart-Smith [88] charakterisiert. Es entsteht somit ein thermo-visko-hyperelastisches Modell. Durch die hohe Komplexität des Materialmodells entstehen ein hoher Berechnungsaufwand sowie numerische Instabilitäten. Aktuell liegen für die Anwendung dieses Modells in einer Streckblausimulation noch keine Ergebnisse oder Evaluierungen vor.

Visko-hyperelastische Materialmodelle, z.B. nach Boyce et al. [89, 90], kombinieren die Vorteile hyperelastischer und viskoelastischer Ansätze, weil zusätzlich zur ϵ ; $\dot{\epsilon}$ -T-

Abhängigkeit eine genaue Beschreibung des Verhärtungseffekts unter hohen Dehnungen erreicht wird. In diesen Modellen wird die Spannungsantwort additiv aus meist mehreren parallelen Feder-Dämpfer-Anteilen zusammengesetzt, wobei mindestens eine nichtlineare Feder den gummielastischen Anteil des PET-Materials oberhalb von T_g beschreibt. Pham et al. [91, 92] verwenden ein Modell nach Christensen [93] und Yang [94] und erweitern es für die Streckblasformsimulation. Die Kalibrierung wird mittels Biaxialversuchen unter Dehnraten von 1 s^{-1} - 2 s^{-1} durchgeführt, was weit unterhalb der maximalen Deformationsgeschwindigkeiten im SBM-Prozess liegt. Ahzi et al. [95] erweitern das Modell von Boyce um eine dehnungsabhängige Berechnung des Kristallisationsgrads. Der intermolekulare Spannungsbeitrag wird dabei in einen amorphen und einen kristallinen Anteil aufgeteilt und die Kristallisationsrate mittels einer modifizierten Avrami-Gleichung beschrieben.

Die Simulation des flüssigkeitsgestützten Streckblasformens beinhaltet zusätzliche Herausforderungen im Vergleich zum konventionellen Verfahren. Daher sollten die numerische Stabilität des PET-Materialmodells sowie dessen Anwendung in der Prozesssimulation bereits hinreichend dokumentiert und evaluiert sein. Andererseits muss das Modell aber auch die in Kapitel 2.1 charakterisierten mechanischen Eigenschaften von PET erfassen. Das visko-hyperelastische Modell nach Buckley [96, 97], das Adams et al. in [98] erweitern, erfüllt diese Anforderungen. Es ist speziell für die Modellierung von PET unter SBM-Prozessbedingungen entwickelt und wird im Folgenden als GR-(Glass-Rubber) Modell bezeichnet. Menary [99] erzielt im Vergleich zu einem Mooney-Rivlin Ansatz und einem Kriechmodell deutlich höhere Genauigkeiten unter Verwendung des GR-Modells. Das Modell wird in [99-101] in eine numerische SBM-Prozesssimulation integriert. Yang et al. [55] erzielen gute Ergebnisse in der Vorhersage der Wanddickenverteilung für ein zwei-dimensionales, axialsymmetrisches Prozessmodell. Diese Prozesssimulation wird in [102, 103] um eine thermische Komponente erweitert, um die Wärmeübertragung zwischen Preform, Reckstange und Werkzeug zu modellieren, wodurch keine Instabilität des Materialmodells entsteht.

Im Folgenden werden die Funktionsweise des GR-Modells, die Implementierung in einen expliziten FE-Solver sowie die Kalibrierung und Evaluierung erläutert.

5.1.2 Einführung des Glass-Rubber-Modells

Im physikalisch basierten GR-Modell wird angenommen, dass Änderungen der freien Energie, erzeugt durch die Deformation von PET, über zwei Mechanismen gespeichert werden: Energieelastische Störung von intra- und intermolekularen Potentialen (im Folgenden als

Bond-Anteil b bezeichnet) sowie Entropieänderungen durch Störung der Kettenkonformation (Konformationsanteil c). Das eindimensionale Analogon des Modells ist in Abbildung 5.1 dargestellt. Die Mechanismen sind demnach additiv verbunden.

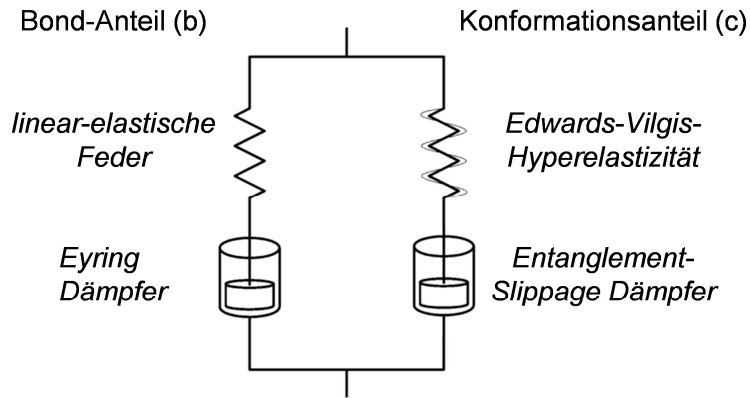


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung der Anteile des GR-Modells

Es wird weiterhin angenommen, dass sich die freie Energie und damit die Gesamtspannung additiv aus einem volumetrischen und einem deviatorischen Anteil zusammensetzt, so dass die Cauchy-Spannung nach Gleichung (5.1) beschrieben wird.

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{S}^c + \mathbf{S}^b + \sigma^m \cdot \mathbf{I} \quad (5.1)$$

Darin bezeichnen \mathbf{S}^c und \mathbf{S}^b die deviatorischen Spannungstensoren der Anteile b und c und σ^m den zeitinvarianten volumetrischen Spannungsanteil. Im Bond-Anteil treten elastische Deformationen lediglich für kleine Dehnungen auf und werden daher über lineare Elastizität beschrieben. Die Feder-Dämpfer-Beziehung wird in der Differentialgleichung (DGL) (5.2) dargestellt.

$$\frac{dS_i^b}{dt} + \frac{S_i^b}{\mu} = 2G^b \frac{d\bar{\varepsilon}_i}{dt}; \quad i = 1..3 \quad (5.2)$$

$$\bar{\varepsilon}_i = \ln \bar{\lambda}_i = \ln \lambda_i - \ln J^{1/3}; \quad i = 1..3 \quad (5.3)$$

$$\bar{\lambda}_i = \bar{\lambda}_i^b = \bar{\lambda}_i^e \cdot \bar{\lambda}_i^v \quad (5.4)$$

Darin bezeichnet G^b den Anfangsschubmodul. Die logarithmischen (wahren) Dehnungen $\bar{\varepsilon}_i$ im Hauptachsensystem werden über die Verstreckgrade $\bar{\lambda}_i$ berechnet, die im Bond-Teil multiplikativ in einen elastischen und einen viskosen Anteil aufgespalten werden. Große Deformationen bewirken nicht-Newtonsches viskoses Fließen. Die temperaturabhängige Viskosität μ ,

basierend auf der Eyring-Theorie [104, 105] ist in den Gleichungen (5.5) und (5.6) charakterisiert.

$$\mu = \mu_0 \frac{V_s \tau_{oct}^b \exp\left(-\frac{V_p \sigma_m}{RT}\right)}{2RT \sinh\left(\frac{V_s \tau_{oct}^b}{2RT}\right)} \quad (5.5)$$

$$\mu_0 = \mu_0^* \exp\left(\frac{C}{T - T_\infty} - \frac{C}{T^* - T_\infty}\right) \quad (5.6)$$

mit	τ_{oct}^b	Oktaederschubspannung
	V_s	Schub-Aktivierungsvolumen
	V_p	Druck-Aktivierungsvolumen
	R	Gas-Konstante
	T	absolute Temperatur
	μ_0	Nullviskosität
	μ_0^*	Referenzwert der Nullviskosität bei $T=T^*$
	C	Cohen-Turnbull Konstante
	T_∞	Grenztemperatur
	T^*	Referenztemperatur

Die nichtlinear-elastische Deformation für große Dehnungen inklusive Dehnungsverhärtung wird von der hyperelastischen Netzwerktheorie nach Edwards und Vilgis [106] in Gleichung (5.7) beschrieben.

$$A^c = \frac{N_s k_B T}{2} \cdot \left[\frac{(1 + \eta)(1 - \alpha^2)}{1 - \alpha^2 \sum_{i=1}^3 (\bar{\lambda}_i^n)^2} \sum_{i=1}^3 \frac{(\bar{\lambda}_i^n)^2}{1 + \eta(\bar{\lambda}_i^n)^2} + \sum_{i=1}^3 \ln\left(1 + \eta(\bar{\lambda}_i^n)^2\right) + \ln\left(1 - \alpha^2 \sum_{i=1}^3 (\bar{\lambda}_i^n)^2\right) \right] \quad (5.7)$$

mit	N_s	Entanglement-Dichte
	η	Gleitparameter, Reichweite des Gleitens
	α	maximaler Verstreckbarkeits-Faktor
	k_B	Boltzmann-Konstante

Diese, auch als Slip-Link-Modell bezeichnete Formulierung, liefert einen Beitrag der freien Energie A^c über die lokale Kettentopologie. Demzufolge definiert die Lage benachbarter Polymerketten die Möglichkeiten verschiedener Konformationen für eine Kette im Netzwerk [107, 108]. Die Ketten sind über Verschlaufungen (Entanglements) miteinander verbunden, an denen sie zusätzlich aufeinander abgleiten können (Slip-Links). Die deviatorische Spannung des Konformationsanteils errechnet sich aus der freien Energie entsprechend den Gleichungen (5.8) und (5.9) durch Ableitung nach den Verstreckgraden.

$$S_i^c(\bar{\lambda}_i^n) = \frac{\bar{\lambda}_i^n}{J} \frac{\partial A^c}{\partial \bar{\lambda}_i^n} - p \quad (5.8)$$

$$p = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \frac{\bar{\lambda}_i^n}{J} \frac{\partial A^c}{\partial \bar{\lambda}_i^n} \quad (5.9)$$

Das über den Gleitparameter beschriebene Abgleiten der Verschlaufungen im Slip-Link Modell für Elastomere wird im GR-Modell erweitert, weil der Fließbereich sowie das Einsetzen der Dehnungsverhärtung für PET temperaturabhängig formuliert werden müssen. Dies wird über den Entanglement-Slippage Dämpfer entsprechend der Modellerweiterung nach Adams et al. [98] realisiert. Dazu wird der Gesamtverstreckgrad erneut nach Gleichung (5.10) multiplikativ in einen Netzwerkanteil $\bar{\lambda}_i^n$ und einen Gleitanteil (slippage) $\bar{\lambda}_i^s$ aufgeteilt. Die Verstreckrate $\dot{\bar{\lambda}}_i^s$ des Dämpfers berechnet sich nach der Evolutionsgleichung (5.11).

$$\bar{\lambda}_i = \bar{\lambda}_i^c = \bar{\lambda}_i^n \cdot \bar{\lambda}_i^s \quad (5.10)$$

$$S_i^c(\bar{\lambda}_i^n) = \gamma \cdot \dot{\bar{\lambda}}_i^s \quad (5.11)$$

Die Gleichungen (5.12) - (5.13) definieren die Funktionsweise des Dämpfers. Die Viskosität γ ist demnach abhängig vom maximalen Netzwerkverstreckgrad $\bar{\lambda}_{max}^n$. Überschreitet dieser einen kritischen Verstreckgrad $\bar{\lambda}_{crit}$, verfestigt sich der Dämpfer und bewirkt dadurch temperaturabhängig den mit einer Dehnungsverfestigung assoziierten Spannungsanstieg.

$$\gamma_0 = \gamma_0^* \cdot \exp \left[\frac{C_s}{T - T_\infty} - \frac{C_s}{T^* - T_\infty} \right] \quad (5.12)$$

$$\gamma = \begin{cases} \frac{\gamma_0}{\left(1 - \frac{\bar{\lambda}_{max}^n}{\bar{\lambda}_{crit}}\right)}, & \bar{\lambda}_{max}^n < \bar{\lambda}_{crit} \\ \infty, & \text{sonst} \end{cases} \quad (5.13)$$

mit γ_0^* Viskosität zur Referenztemperatur
 C_s Materialparameter

Die volumetrische Spannung σ^m wird über den Ansatz von Liu et al. [109] nach Gleichung (5.14) beschrieben:

$$\sigma^m = K \cdot \ln(J) \quad (5.14)$$

mit K Kompressionsmodul
 J Jacobi-Determinante

In den Gleichungen (5.1) - (5.14) werden die Materialparameter definiert, die in Tabelle 5.1 zusammengefasst sind.

Materialparameter	Abk.	Einheit
Kompressionsmodul	K	[MPa]
Schermodul	G	[MPa]
Referenzviskosität des Bond-Anteils	μ_0^*	[MPa s]
aktiviertes Schervolumen	V_s	[m ³ /mol]
aktiviertes Druckvolumen	V_p	[m ³ /mol]
Konstante	C^v	[K]
Grenztemperatur nach Vogel	T_∞	[K]
Verschlaufungsdichte	N_e	[m ⁻³]
Gleitparameter	η	-
maximale Verstreckbarkeit des Netzwerks	α	-
Referenzviskosität der Gleitvorgänge	γ_0^*	[MPa s]
Konstante	C^s	[K]
Grenztemperatur der Gleitvorgänge	T_∞^s	[K]
maximaler Verstreckgrad des Netzwerks	λ_{crit}	-

Tabelle 5.1: Materialparameter des Glass-Rubber-Modells

5.1.3 Numerische Implementierung des GR-Modells

Die Prozesssimulation wird in der kommerziellen FE-Software ABAQUS entwickelt. Aufgrund des hoch dynamischen Prozesses sowie der Einflüsse von Trägheitskräften wird ein explizites Integrationsverfahren (zentrale Differenzenmethode) gewählt. Das GR-Modell ist kein standardmäßig integriertes Materialmodell und wird daher über die benutzerdefinierte Schnittstelle VUMAT mit dem expliziten FE-Solver gekoppelt. Abhängig von der Netzgröße und den elastischen Konstanten wird im expliziten Verfahren ein stabiles Zeitinkrement Δt abgeschätzt. Der schematische Ablauf in Abbildung 5.2 skizziert die Spannungsberechnung für den Zeitschritt $t \rightarrow t+\Delta t$. Im VUMAT-Code werden in jedem Zeitinkrement und für jedes Element die resultierenden Spannungsinkremente anhand der vom FE-Solver bereitgestellten Deformationsinkremente berechnet. Im dargestellten Ablauf werden sequentiell die Inkremente des Konformationsanteils, des Bond-Anteils sowie der volumetrischen Spannung nach den Gleichungen (5.1) - (5.14) berechnet.

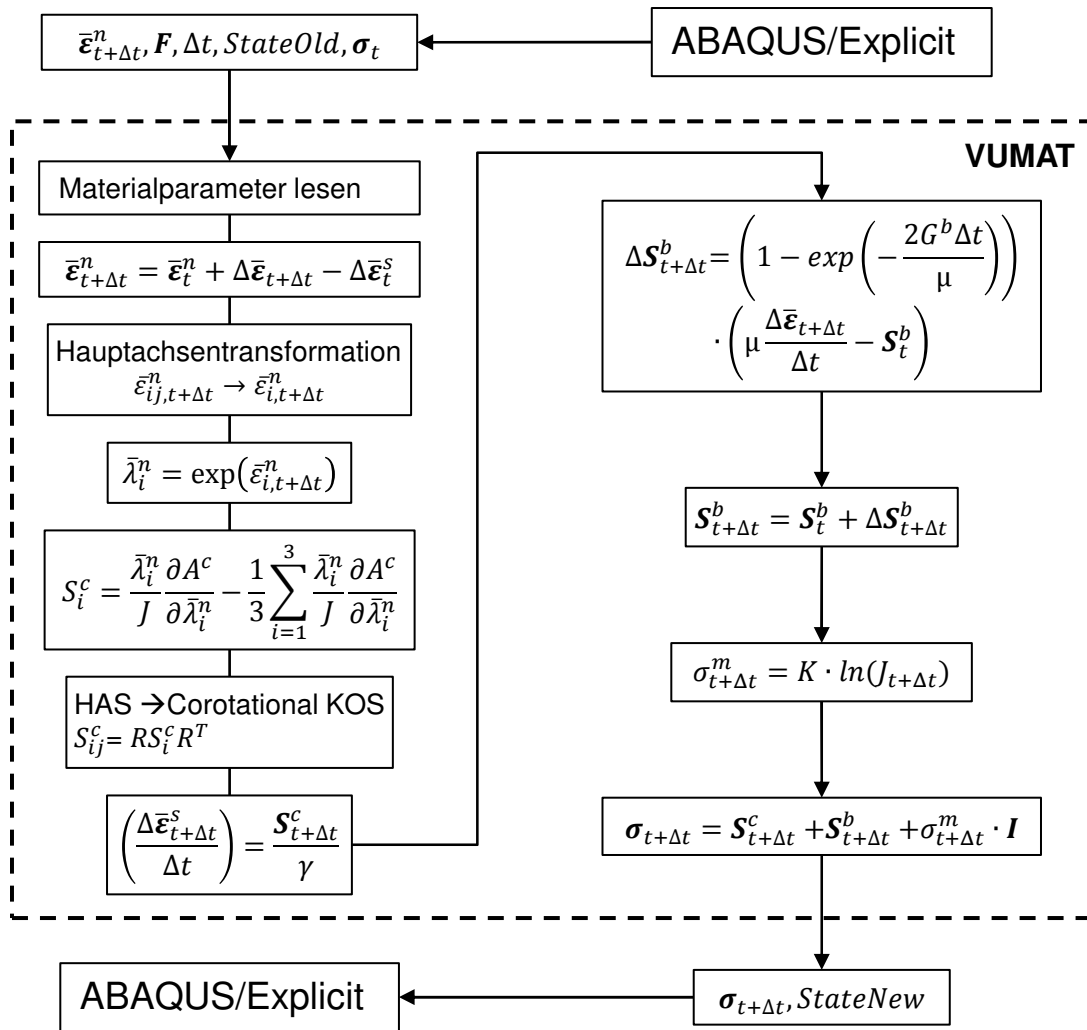


Abbildung 5.2: Ablaufschema der VUMAT des GR-Modells

Wird der Vorformling über Schalenelemente diskretisiert, muss zusätzlich zur Spannung ein Wert für die Dehnung ϵ_{33} in Richtung der Schalennormale abgeschätzt werden. Schalenelemente beinhalten die Annahme eines ebenen Spannungszustandes, d.h. es gilt die Bedingung in Gleichung (5.15).

$$\sigma_{33}(\epsilon_{33}) \stackrel{!}{=} 0 \tag{5.15}$$

Diese Bedingung entspricht im diskreten Zeitschema den Gleichungen (5.16) und (5.17) nach Doghri [66].

$$\sigma_{33}^{it} + J_{3333}^{it} \cdot [\epsilon_{33}^{it+1} - \epsilon_{33}^{it}] = 0 \tag{5.16}$$

$$\Delta \epsilon_{33}^{it+1} = \frac{\sigma_{33}^{it}}{J_{3333}^{it}} + \Delta \epsilon_{33}^{it} \tag{5.17}$$

Darin bezeichnet J_{3333} einen Eintrag der Jakobimatrix zum Zeitpunkt $t+\Delta t$, der sich nach Gleichung (5.19) wie die Spannung additiv aus den Einzelanteilen errechnet.

$$J = \frac{\partial \Delta \sigma}{\partial \Delta \varepsilon} \quad (5.18)$$

$$J_{3333} = J_{3333}^c + J_{3333}^b + J_{3333}^k \quad (5.19)$$

Die Gleichungen (5.20) - (5.24) zeigen die Berechnung der entsprechenden Beiträge der Jakobimatrix.

$$J_{3333}^c = \frac{2}{3} (2G_{33}^c - G_{31}^c - G_{32}^c) \quad (5.20)$$

$$G_{ij}^c = \frac{1}{2} \bar{\lambda}_j \frac{\partial S_i^c}{\partial \bar{\lambda}_j}, i = 1,2,3; j = 1,2,3 \quad (5.21)$$

$$J_{3333}^b = \frac{4}{3} G_{t+\Delta t}^b \quad (5.22)$$

$$G_{t+\Delta t}^b = G_t^b (1 - \exp(-\Delta t/\mu))/\Delta t/\mu \quad (5.23)$$

$$J_{3333}^k = K \quad (5.24)$$

5.1.4 Kalibrierung des Materialmodells

In den Konstitutivgleichungen (5.1) - (5.13) werden 16 Materialparameter eingeführt, die mittels Ausgleichsrechnung an das mechanische Verhalten des verwendeten PET-Werkstoffs angepasst werden müssen. Eine genaue Abbildung erfordert die Modellkalibrierung unter Prozessbedingungen. Für die Flaschenherstellung nach Abbildung 2.9 und bei einer Prozesszykluszeit von 0,2 s ergeben sich Dehnraten von bis zu 30 s^{-1} bei Verstreckgraden von ca. drei jeweils in axialer und in radialer Richtung. Die Prozesstemperaturen liegen im Bereich von ca. $75 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $130 \text{ }^\circ\text{C}$. Im LSBM-Prozess wirken mechanische Belastungen durch die Reckstange und den Volumenstrom der Flüssigkeit, was zu einer Kombination aus äqui-biaxialer und sequentiell-biaxialer Belastung führt [110]. Die vorherrschende Dehnmode ist abhängig vom Beginn der radialen Verformung im Verhältnis zum Verstreckvorgang.

Die Messung von Spannungs-Dehnungs-Daten im LSBM- bzw. SBM-Prozess stellt aufgrund der hohen Geschwindigkeiten und der geschlossenen Kavität eine Herausforderung dar. Zudem erfordert die Kalibrierung definierte Dehnraten und Temperaturen. Diese sind jedoch das Ergebnis der Prozessparametereinstellungen (Heizleistung, Volumenstrom, etc.) und können

durch die gegenseitigen Abhängigkeiten nicht auf einen definierten Wert eingestellt werden. Daher werden Materialmodelle im Streckblasformen üblicherweise durch repräsentative biaxiale Verstreckversuche kalibriert.

In der Literatur finden sich dazu verschiedene experimentelle Verfahren. Die unterschiedlichen Aufbauten haben jeweils durch die individuelle Gestaltung der Klemmung und Probengeometrie das Ziel, eine konstante Dehnratesowie eine reine Dehnmode zu erzeugen [110]. Nach dem mechanischen Deformationsverfahren können die Aufbauten in Druckversuche [111-113], Aufblasversuche [114-119] und ebene Verstreckversuche [15, 85, 120-127] unterteilt werden. Die Aufheizung der Proben erfolgt über konvektive Heizelemente [100, 112, 113, 123], mittels Heißluftströmung [120, 121], durch IR-Strahlung [124, 126] oder im beheizten Ölbad [111, 116].

Der Vorteil der Aufblasversuche besteht in der Nähe zum Streckblasprozess. Nachteilig sind jedoch der aufwändige experimentelle Aufbau, die schwer zu realisierende Dehnratenkonstanz sowie die niedrigen Geschwindigkeiten und Verstreckgrade. Das von Hartwig [116] entwickelte Membrane-Inflation-Rheometer erreicht höhere Dehnungen und Deformationsgeschwindigkeiten durch die Verwendung eines Leitgitters. Der Vorteil ebener Verstreckversuche an dünnen Platten oder Folien liegt im einfacheren Aufbau, einer guten Reproduzierbarkeit und der Möglichkeit, verschiedene Dehnmoden zu erzeugen [100, 121, 122]. Meist erreichen diese Aufbauten jedoch ebenfalls nicht die im Prozess auftretenden Dehnraten [124, 126, 128].

Der Biaxial-Reckrahmen der Queens Universität in Belfast (QUB) [15, 100, 125] ist einer von wenigen Reckrahmen, an denen Dehnraten von bis zu 32 s^{-1} realisiert werden können. Dünne quadratische PET-Platten werden über konvektive Heizelemente beidseitig für 3 Minuten aufgeheizt. Die Probeneinspannung erfolgt durch 24 stickstoffgetriebene Pneumatik-Klemmen, die über einen Scherenmechanismus von zwei separaten Servomotoren angetrieben werden. Dadurch können die Proben unter konstanter Hencky-Dehnrates unabhängig in zwei orthogonale Raumrichtungen deformiert werden. Die Dehnung wird über den Klemmenweg unter der Annahme inkompressiblen Materialverhaltens ($\lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot \lambda_3 = 1$) berechnet. Die nominelle Spannung wird über die gemessenen Reaktionskräfte sowie die Anfangsprobengeometrie ermittelt.

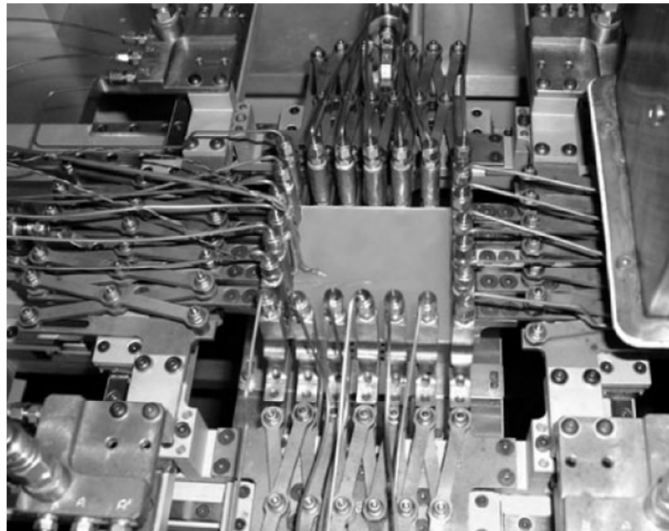


Abbildung 5.3: Klemmung und Verstreckführung des QUB-Reckrahmens [123]

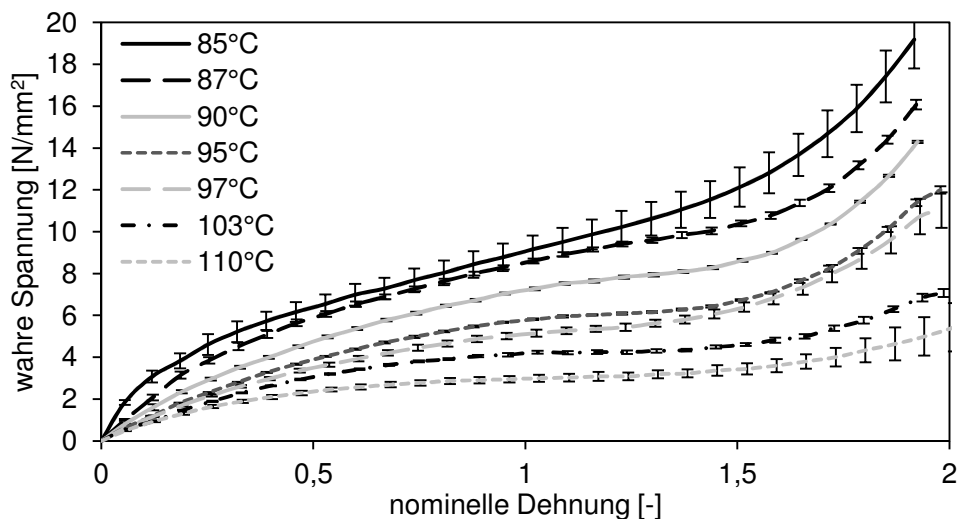
Um vergleichbare Materialeigenschaften wie im Vorformling zu erreichen, werden die Probenplatten ebenfalls im Spritzgussverfahren hergestellt. Identische Trocknungs- und Kühlbedingungen erzeugen eine vergleichbare intrinsische Viskosität sowie Kristallisation. Die mittlere Preform-Dicke beträgt 2 mm. Es werden jedoch Platten mit geringeren Dicken von $1,2 \text{ mm} \pm 9,7 \mu\text{m}$ hergestellt, da bei höheren Dicken eine sichere Klemmung nicht mehr gewährleistet werden kann. Die laterale Abmessung der quadratischen Platte ist durch die Klemmeneinheit des Reckrahmens vordefiniert und beträgt 76 mm. Die Formteileigenschaften spritzgegossener Bauteile werden vom Füllvorgang beeinflusst [129]. Durch einen Filmanguss im Plattenwerkzeug wird ein paralleles Fortschreiten der Fließfront in Längsrichtung der Platte erzielt. Dies entspricht dem Fließverhalten der Schmelze im zylindrischen Teil des Preform-Werkzeugs.

Tabelle 5.2 zeigt den Versuchsplan, der eine Abdeckung der im Prozess vorherrschenden Raten und Temperaturen gewährleistet. Temperaturen kleiner als $85 \text{ }^\circ\text{C}$ sind nicht durchführbar, weil die gesteigerte Widerstandsfähigkeit im Bereich von T_g zum frühen Versagen der Probe bzw. der Klemmung während der Verstreckung führt. Temperaturen über $110 \text{ }^\circ\text{C}$ führen während der dreiminütigen Aufheizphase zu thermischer Kristallisation und sind deshalb nicht für eine Kalibrierung geeignet. Die Versuche werden jeweils dreifach wiederholt. Die Abtastrate der Sensoren für Klemmenweg und Reaktionskraft beträgt in allen Messungen 100 s^{-1} . Für die Referenzdehnrate 1 s^{-1} werden vier zusätzliche Temperaturen getestet.

Einstellung	Probe Nr.	Hencky-Dehnrates [s ⁻¹]	Temperatur [°C]
1	1 - 3	1	85
2	4 - 6	1	87
3	7 - 9	1	90
4	10 - 12	1	95
5	13 - 15	1	97
6	16 - 18	1	103
7	19 - 21	1	110
8	22 - 24	4	85
9	25 - 27	4	97
10	28 - 30	4	110
11	31 - 33	18	85
12	34 - 36	18	97
13	37 - 39	18	110
14	40 - 42	30	85
15	43 - 45	30	97
16	46 - 48	30	110

Tabelle 5.2: Versuchsplan zur Modellkalibrierung

Abbildung 5.4 und Abbildung 5.5 zeigen die Ergebnisse der Messungen für die verschiedenen Temperaturen und Dehnraten. Angezeigt werden pro Einstellung der Mittelwert und die Standardabweichung aus den drei Messungen sowie den beiden Verstreckrichtungen.

Abbildung 5.4: Ergebnisse der Zugversuche am QUB-Reckrahmen für die Dehnrates 1 s⁻¹

Die Abbildungen verdeutlichen die Abhängigkeit des mechanischen Verhaltens von den Versuchsbedingungen. Steigende Dehnrates und sinkende Temperaturen führen zum Anstieg der Spannung. Es ist jedoch erkennbar, dass die Temperaturabhängigkeit deutlich stärker als die Dehnratesabhängigkeit ausgeprägt ist. Zudem zeigt sich nur ein geringer Spannungsunter-

schied zwischen den Dehnraten 18 s^{-1} und 30 s^{-1} . Aufgrund der steigenden Beschleunigungen und Trägheitskräfte steigt die Standardabweichung unter steigenden Dehnraten. Ab Verstreckraten von 18 s^{-1} versagt die Klemmung bereits unterhalb von nominellen Dehnungen von 1,5.

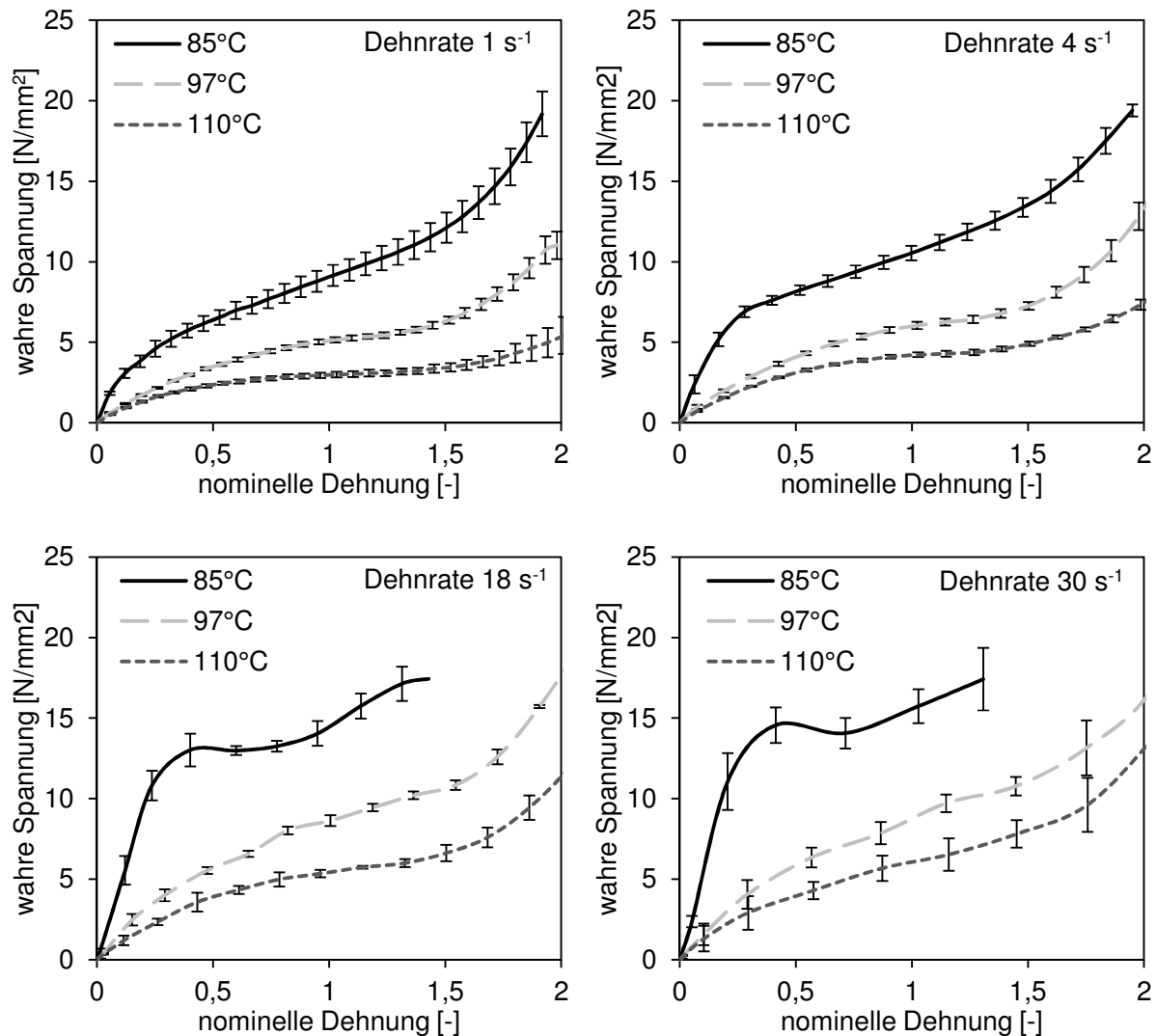


Abbildung 5.5: Ergebnisse der Zugversuche am QUB-Reckrahmen, Temperaturen: 85°C - 110°C , Dehnraten 1 s^{-1} - 30 s^{-1}

Des Weiteren zeigt sich, dass auch für niedrige Temperaturen im Bereich von T_g ein geringer Anfangsschubmodul erreicht wird. Dies widerspricht den Spannungs-Dehnungs-Daten von Buckley und Lew [130], die bereits für Temperaturen von 85°C und Dehnraten von 1 s^{-1} eine ausgeprägte Fließspannung detektieren. Der viskoelastische Bereich kleiner Dehnungen wird im Materialmodell durch den Bond-Teil beschrieben. Es ist zu erwarten, dass ein signifikanter Anstieg für niedrigere Temperaturen einsetzt [15]. Dieser kann jedoch aufgrund der Minimaltemperatur von 85°C für Dehnraten von 1 s^{-1} nicht detektiert werden.

Die nachfolgende physikalisch motivierte Bestimmung der Materialparameter aus Tabelle 5.1 basiert auf der Vorgehensweise in [96-98]. Aus der multiplikativen Aufteilung der Verstreckung folgen die volumenerhaltenden Hauptverstreckgrade der Äquibiaxialversuche in Deformationsrichtung $\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda$ bzw. in Dickenrichtung $\lambda_3 = 1/\lambda^2$.

Über die additive Aufteilung des Spannungstensors sowie die zeitinvariante Beschreibung des volumetrischen Anteils nach Gleichung (5.14) folgt ein konstanter Kompressionsmodul K . Der Wert für K wird aus dem gemessenen Schubmodul $G = 600$ MPa für PET unterhalb T_g in [131] und der Querkontraktionszahl von 0,35 zu 1800 MPa bestimmt. Eine genauere Bestimmung des Kompressionsmoduls kann mit Hilfe hydrostatischer Kompressionsversuche erfolgen [132]. Aufgrund der Dominanz des hyperelastischen Anteils des Materialmodells für große Dehnungen besitzt der Kompressionsmodul jedoch nur einen geringen Einfluss. Die Deformation im LSBM-Prozess entspricht einer biaxialen Belastung. Erst gegen Ende der Umformung, wenn bereits das Material verteilt ist, tritt eine hydrostatische Belastung auf. In [133] wird gezeigt, dass für deviatorische Belastungen die Variation des Kompressionsmoduls vernachlässigbar geringe Auswirkungen auf die Ergebnisse der FE-Berechnung hyperelastischer Materialien hat.

Der erste Schritt der Kalibrierung ist die Charakterisierung der Fließspannung σ_y^b . Diese liegt im Übergang von der Energie- zur Entropieelastizität markiert durch den Beginn des Kettengleitens. Damit folgt aus der diskretisierten Differentialgleichung (5.2) und der Viskosität aus Gleichung (5.5) folgende Formulierung für die Fließspannung bezogen auf die Temperatur:

$$\frac{\sigma_y^b}{T} = m \cdot \ln\left(\frac{\dot{\lambda}}{\lambda_y}\right) + c \quad (5.25)$$

$$m = \frac{6 \cdot R}{4 \cdot V_p + \sqrt{2} \cdot V_s} \quad (5.26)$$

$$c = \frac{6 \cdot R}{4 \cdot V_p + \sqrt{2} \cdot V_s} \cdot \ln\left(\frac{\sqrt{2} \cdot V_s \cdot \mu_0}{R \cdot T}\right) \quad (5.27)$$

Nach Gleichung (5.25) folgt die temperaturnormierte Fließspannung einer linearen Beziehung in Abhängigkeit von der Dehnrates. Für die getesteten Dehnrates 1 s^{-1} - 30 s^{-1} ist dieser Zusammenhang in Abbildung 5.6 dargestellt. Die lineare Approximation der Datenpaare erreicht ein Bestimmtheitsmaß größer 97 %. Aus der Geradengleichung ergeben sich Werte für die Steigung $m = 0,0082$ und den Achsenabschnitt $c = 0,0148$. Dadurch werden bei bekannter

Referenzviskosität μ_0 die Materialparameter V_p und V_s in Gleichung (5.26) bzw. (5.27) charakterisiert, welche die Dehnratenabhängigkeit des linear-viskoelastischen b-Anteils abbilden.

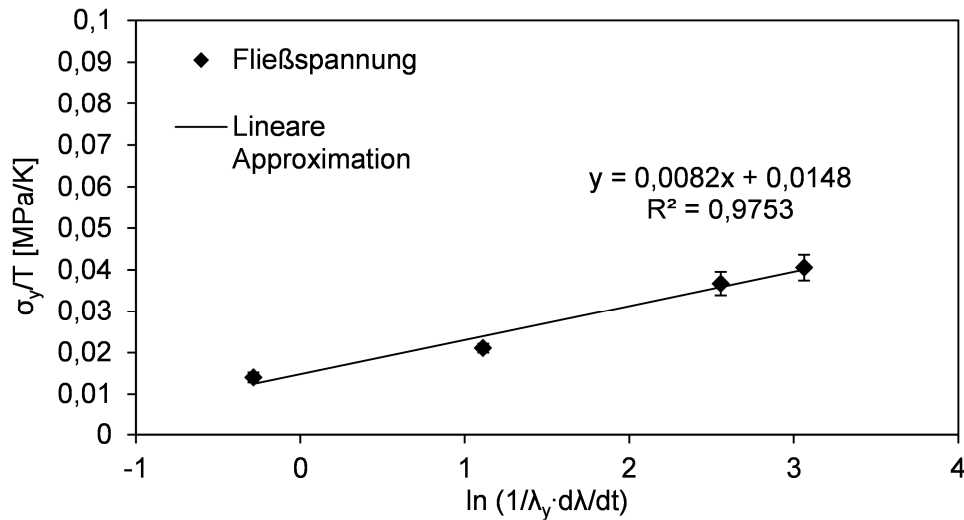


Abbildung 5.6: Dehnratenabhängige Fließspannung der Spannungs-Dehnungsdaten

Die Charakterisierung der Materialparameter des Slip-Link-Modells in Gleichung (5.7) erfordert die Aufteilung der experimentellen Spannung in die Beiträge von Bond- und Konformationsanteil. Dies erfolgt durch vertikale Verschiebung der Spannungs-Dehnungs-Daten der niedrigsten Testtemperatur ($T_{\min}^{\text{exp}} = 85 \text{ °C}$). Temperaturabhängiges Gleiten, beschrieben durch den Entanglement-Slippage-Dämpfer, kommt unter dieser Temperatur zum Erliegen [98]. Der Wert der vertikalen Verschiebung wird anhand eines Verstreckgrads λ^* bestimmt. Dazu werden isometrische Spannungs-Temperatur-Daten nach Abbildung 5.7 erzeugt.

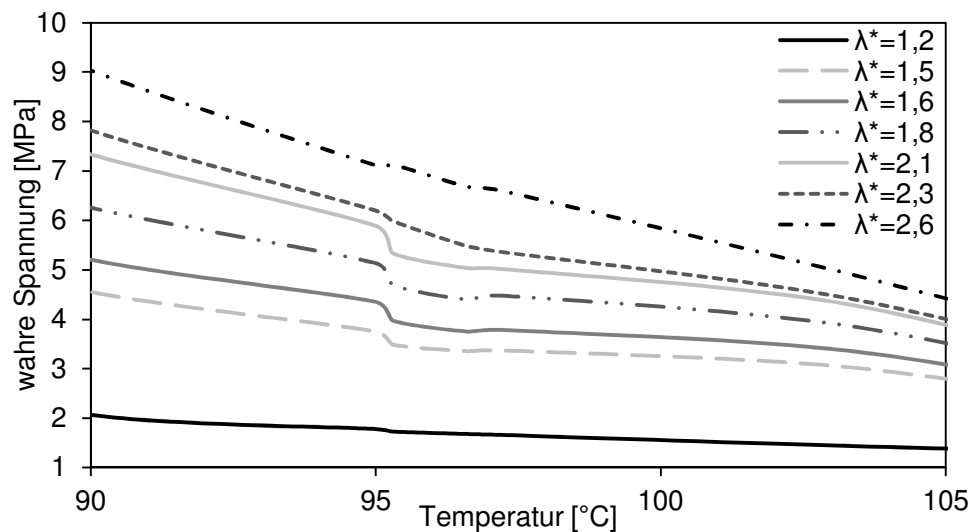


Abbildung 5.7: Isometrisches Spannungs-Temperatur-Diagramm (Dehnrates 1 s^{-1})

Eine Änderung der Kurvensteigung und damit des Spannungsrückgangs in Form eines Plateaus markiert den Übergang zum hyperelastischen Anteil. Oberhalb eines Verstreckgrads von $\lambda^* = 2,1$ wird der temperaturabhängige Spannungsabfall demnach vollständig durch den hyperelastischen Anteil beschrieben.

Der fließfreie hyperelastische Anteil σ^c in Gleichung (5.28) ergibt sich demnach aus der Gesamtspannung $\sigma(\lambda^*)$, korrigiert um den hyperelastischen Anteil am Plateau $\sigma^c(\lambda^*)$ ($T = 95 \text{ }^\circ\text{C}$) sowie aus der dehnratenabhängigen Komponente, beschrieben durch Gleichung (5.25) [97]. Die Ableitung der freien Energie des Konformationsanteils nach den Hauptverstreckgraden wird nach Gleichung (5.8) analytisch berechnet.

$$\sigma^c(\lambda) = \sigma(\lambda) - \left(\sigma(\lambda^*) - \sigma^c(\lambda^*) - m \cdot \ln\left(\frac{\lambda}{\lambda^*}\right) \right) \quad (5.28)$$

Abbildung 5.8 zeigt die Gesamtspannung der experimentellen Daten und den fließfreien hyperelastischen Anteil.

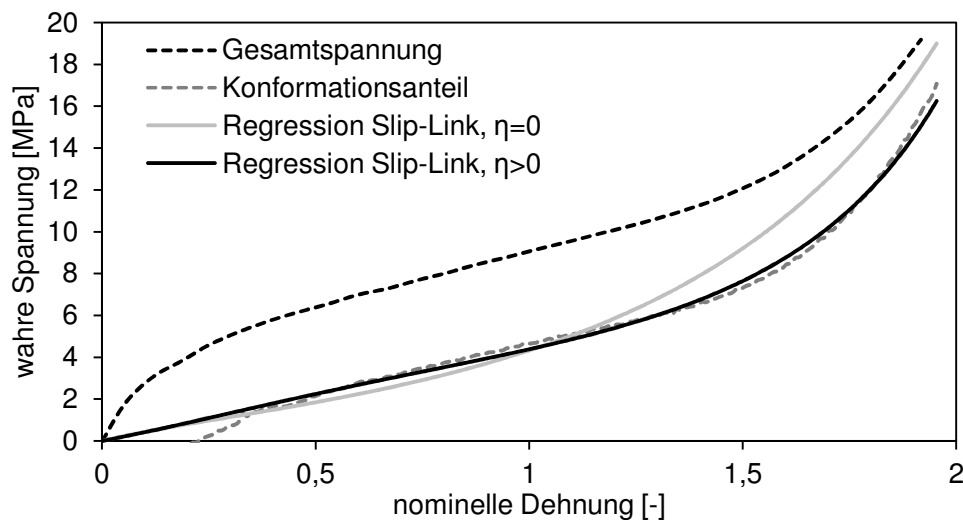


Abbildung 5.8: Bestimmung der Slip-Link-Parameter für $\eta = 0$ bzw. $\eta > 0$

An dieser Stelle wird die ursprüngliche Kalibrierung modifiziert. Buckley und Adams setzen im Modell den Gleitparameter aus Gleichung (5.7) $\eta = 0$ [97, 98]. Dies entspricht der Verhinderung des Gleitens von Kettenverschlaufungen im Slip-Link-Modell und somit der Modellierung von ausschließlich festen Vernetzungsstellen. Motiviert wird diese Vereinfachung dadurch, dass eine temperaturabhängige Formulierung des Gleitens separat über den Entanglement-Slippage-Dämpfer modelliert wird. Für die vorliegenden experimentellen Daten ergibt sich nach Abbildung 5.8 jedoch eine deutlich bessere Beschreibung mit dem Slip-Link-

Ansatz, wenn η als zusätzlicher Parameter neben der Entanglement-Dichte N_s und dem Verstreckbarkeits-Faktor α genutzt wird. Auf molekularer Ebene wird diese Modellierung dadurch begründet, dass mechanisch motiviertes und thermisch motiviertes Kettengleiten parallel möglich sind, ähnlich der eindeutig belegten Koexistenz mechanisch und thermisch motivierter Kristallisationsvorgänge [6, 9].

Die Temperaturabhängigkeit des linear-viskoelastischen Anteils nach [134] wird über die Nullviskosität μ_0 für kleine Spannungen kalibriert. Aus der Berechnung der Spannung σ_c in Gleichung (5.28) folgt die Beziehung $\sigma^b = \sigma - \sigma^c$ für die Bond-Komponente der gemessenen Spannung in Zugrichtung. Aus Gleichung (5.5) ergibt sich für den äquibiaxialen Zugversuch der Zusammenhang in Gleichung (5.29) für die temperaturabhängige Viskosität μ_0 .

$$\mu_0(T) = \sqrt{2} \frac{\lambda}{\dot{\lambda}} \frac{R T}{V_s} \sinh\left(\frac{\sqrt{2} V_s \sigma^b}{6 R T}\right) \exp\left(\frac{2 V_p \sigma^b}{3 R T}\right) \quad (5.29)$$

Die Auswertung dieser Gleichung für niedrige Verstreckgrade ($\lambda < 1,3$) unterhalb der Fließzone charakterisiert die temperaturabhängige Nullviskosität. Die Regressionsanalyse unter Verwendung von Gleichung (5.6) liefert die Materialparameter C und T^* . Das Ergebnis der Regression ist in Abbildung 5.9 grafisch dargestellt.

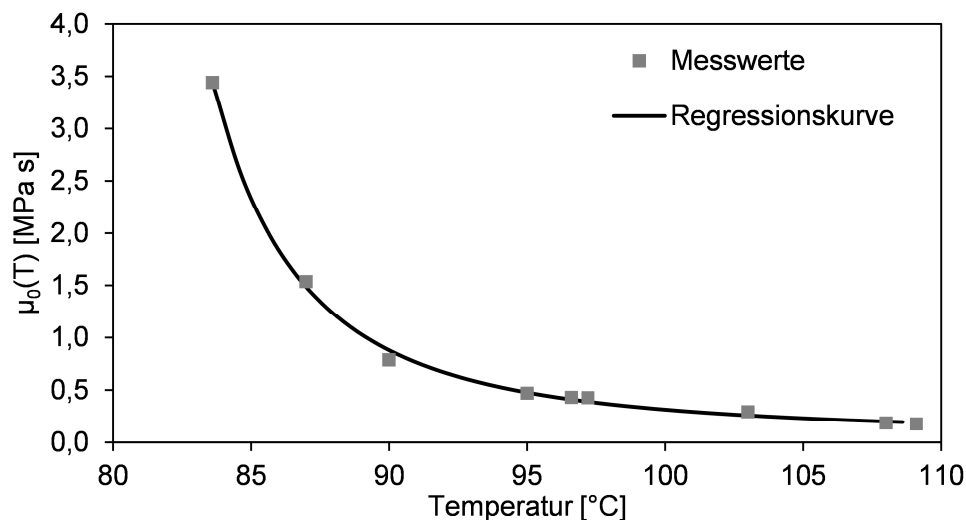


Abbildung 5.9: Temperaturabhängigkeit der Nullviskosität des Bond-Anteils

Der temperaturabhängige Teil des Kettenableitens wird im Entanglement-Slippage-Dämpfer über den kritischen Verstreckgrad λ_{krit} und die Gleitviskosität γ_0 beschrieben. λ_{krit} markiert den Beginn der Dehnungsverfestigung und kann aus den Konformationsanteilen der Span-

nungs-Dehnungs-Diagramme entsprechend Gleichung (5.28) abgeleitet werden. Dazu wird das Verhältnis $\lambda_s = \lambda/\lambda_n$ nach Gleichung (5.10) durch Auswertung identischer Spannungswerte gebildet. Diesen Zusammenhang zeigt Abbildung 5.10. Der Maximalwert des Slippage-Verstreckgrads λ_s kennzeichnet das Ende der Fließzone und damit den Beginn der Dehnungsverfestigung. Die zugehörigen Netzwerkverstreckgrade der maximalen λ_s -Werte für die getesteten Temperaturen werden in Abbildung 5.11 durch eine Geradengleichung angenähert.

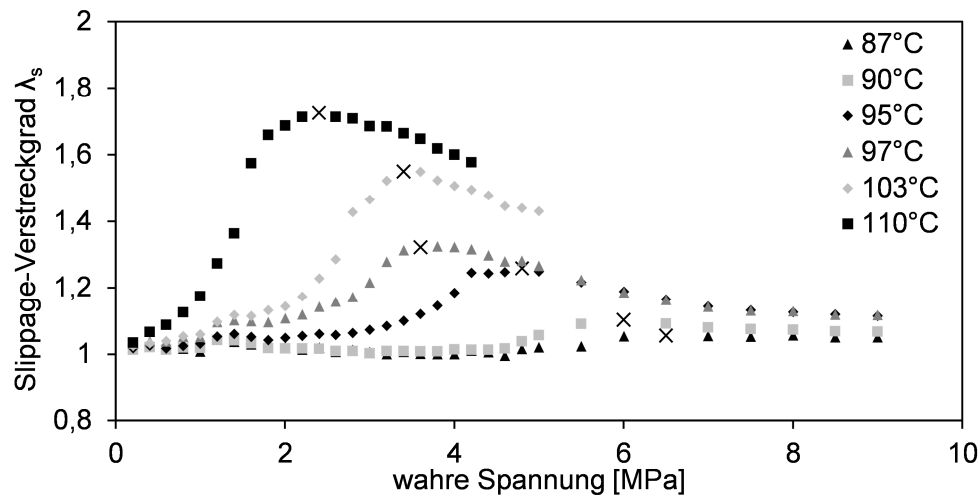


Abbildung 5.10: Slippage-Verstreckgrad in Abhängigkeit der wahren Spannung

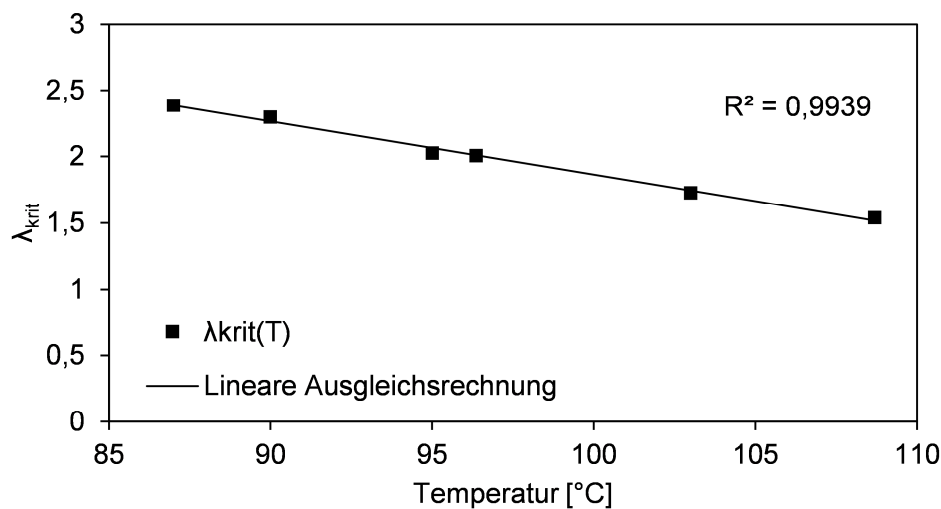


Abbildung 5.11: Lineare Approximation des kritischen Verstreckgrads

Die Gleitviskosität γ_0 wird durch Ausgleichsrechnung über die Methode der kleinsten Quadrate für alle getesteten Temperaturen an die experimentellen Daten angepasst. Dazu wird das GR-Modell, analog zum Ablauf der VUMAT in Abbildung 5.2, für den äquibiaxialen Verstreckversuch in eine MATLAB-Routine implementiert. Die fehlerminimierenden Werte der

Gleitviskosität sind in Abbildung 5.12 dargestellt und charakterisieren durch Anpassung von Gleichung (5.11) die Materialparameter C_s und T_∞ .

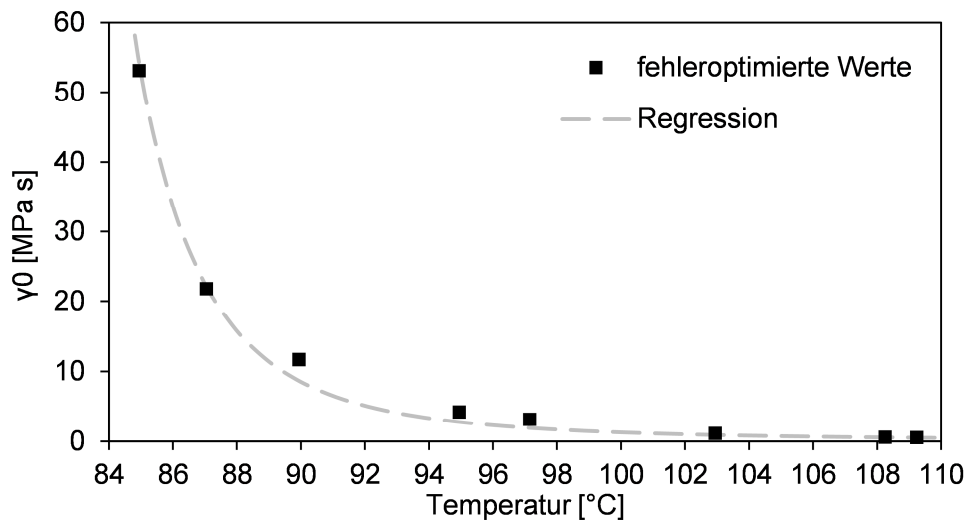


Abbildung 5.12: Ausgleichsrechnung der fehlerminimierten Gleitviskositäten für alle Temperaturen

In der ursprünglichen Veröffentlichung dieses Modells und dessen Anwendung in FE-Simulationen wird ein konstanter Anfangsschubmodul von 600 MPa für PET nach [131] angenommen und dessen Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit mit dem Bond-Dämpfer modelliert. Dieser hohe Modul führt in allen Fällen zu einem sehr steilen Spannungsanstieg für kleine Dehnungen [96]. Die Kalibrierversuche zeigen jedoch selbst für Temperaturen im Bereich T_g eine geringere Steigung, was in Abbildung 5.4 verdeutlicht wird. Abbildung 5.13 vergleicht den in der Literatur angenommenen Wert mit einem geringeren Anfangsschubmodul, wodurch der experimentelle Verlauf erheblich besser beschrieben werden kann. Daher wird G anhand der Steigung der Spannungs-Dehnungs-Daten im linear-elastischen Bereich für die niedrigste gemessene Temperatur bestimmt. In Abbildung 4.2 wird deutlich, dass im Bereich des Stützrings und der Preform-Kuppel auch Temperaturen unterhalb von 80 °C auftreten können. In diesen Bereichen kommt es zwar nur zu geringen Dehnungen, die örtliche Differenz des Anfangsschubmoduls entlang der Preform-Achse beeinflusst jedoch den Verformungsbeginn.

Damit auch für niedrigere Temperaturen der zu erwartende Spannungsanstieg modelliert werden kann, wird in der vorliegenden Arbeit ein temperaturabhängiger Ansatz des Schubmoduls vorgeschlagen. Am Glasübergang ist durch das Einfrieren der amorphen Bereiche ein steiler Anstieg des Schubmoduls zu erwarten (vergleiche Abbildung 2.1). Ein qualitativ ähnlicher Kurvenverlauf wird auch für die Wärmekapazität beobachtet, die von Luo et. al. [21] mittels

einer Arkustangensfunktion beschrieben wird. In Anlehnung dazu wird der temperaturabhängige Schubmodulverlauf entsprechend dem in Abbildung 5.14 dargestellten phänomenologischen Ansatz approximiert. Die Kalibrierung des Ansatzes erfolgt mit den vorliegenden experimentellen Ergebnissen sowie einem der Literatur entnommenen Schubmodulwert für niedrige Temperaturen [4]. Die Temperaturabhängigkeit sollte in weiteren experimentellen Untersuchungen detaillierter charakterisiert werden und entsprechend der Ergebnisse in eine Modellerweiterung integriert werden.

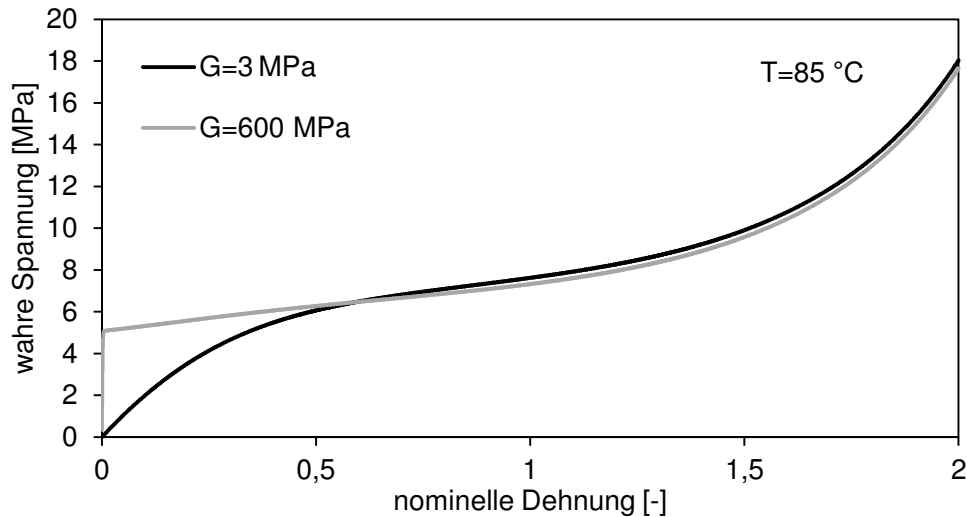


Abbildung 5.13: Einfluss des Anfangsschubmoduls auf die Spannungs-Dehnungs-Beziehung (Dehnrate 1 s^{-1})

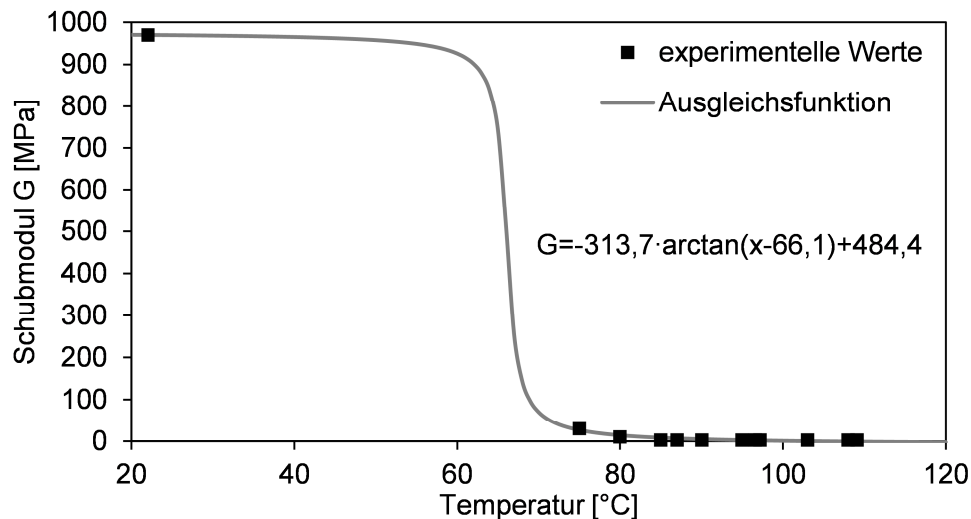


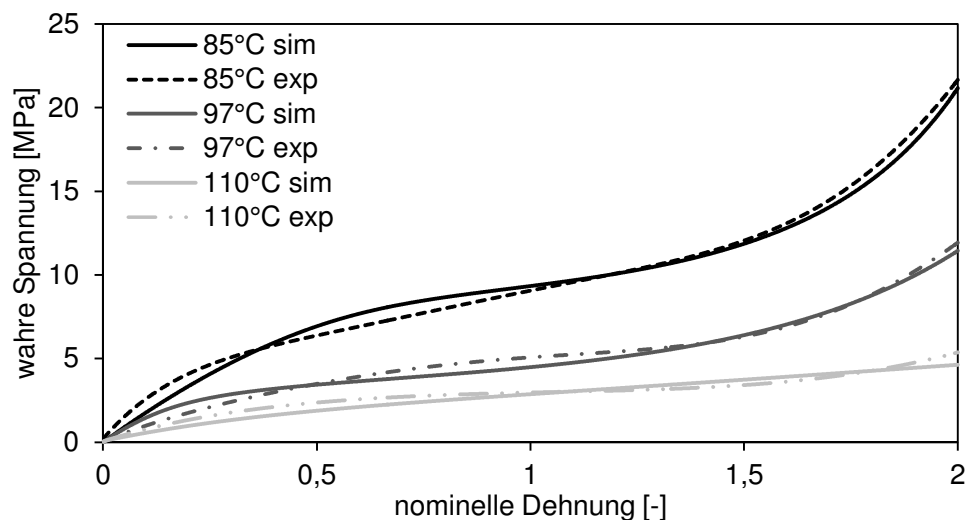
Abbildung 5.14: Phänomenologischer Ansatz zur Beschreibung des temperaturabhängigen Schubmoduls

Aus der vorgestellten Methodik resultieren schließlich die in Tabelle 5.3 zusammengefassten Materialparameterwerte.

Materialparameter	Abk.	Einheit	Wert
Kompressionsmodul	K	[MPa]	1800
Schermodul	G	[MPa]	3,91
Referenzviskosität des Bond-Anteils	μ_0^*	[MPa s]	4,3
aktiviertes Schervolumen	V_s	[m ³ /mol]	$9,17 \cdot 10^6$
aktiviertes Druckvolumen	V_p	[m ³ /mol]	$1,2 \cdot 10^5$
Konstante	C^v	[K]	$2,78 \cdot 10^3$
Grenztemperatur nach Vogel	T_∞	[K]	276,8
Verschlaufungsdichte	N_e	[m ⁻³]	5,96
Gleitparameter	η	-	1,26
maximale Verstreckbarkeit des Netzwerks	α	-	0,18
Referenzviskosität der Gleitvorgänge	γ_0^*	[MPa s]	4,53
Konstante	C^s	[K]	63,92
Grenztemperatur der Gleitvorgänge	T_∞^s	[K]	374,65
maximaler Verstreckgrad des Netzwerks	λ_{crit}	-	$18,9-0,16 \cdot T$

Tabelle 5.3: Materialparametereinstellung

Die Ergebnisse der Kalibrierung für verschiedene Temperaturen und verschiedene Dehnraten sind in Abbildung 5.15 und Abbildung 5.16 dargestellt. Es wird deutlich, dass das kalibrierte GR-Modell die Vorhersage des realen Werkstoffverhaltens ermöglicht. Insbesondere die für die LSBM-Prozesskontrolle essentiellen Werkstoffabhängigkeiten von der Temperatur und der Dehnraten werden präzise abgebildet. Die Abweichungen zwischen den Kalibrierversuchen und deren Simulation liegen im Bereich der Standardabweichung der Versuche.

Abbildung 5.15: Ergebnisse der Kalibrierung für verschiedene Temperaturen (Dehnraten: 1 s^{-1})

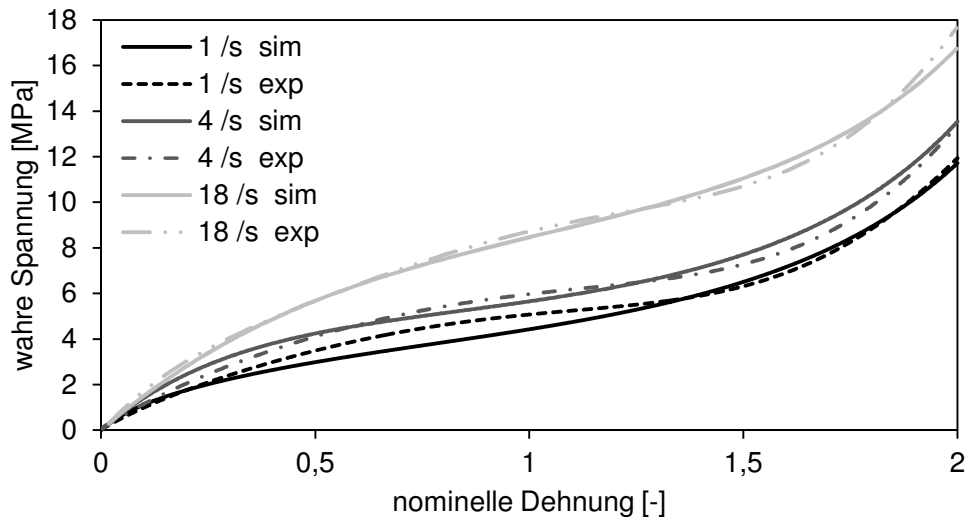


Abbildung 5.16: Ergebnisse der Kalibrierung für verschiedene Dehnraten (Temperatur: 97 °C)

Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass diese realistische Abbildung der Werkstoffeigenschaften lediglich im Bereich der getesteten Temperaturen und Dehnraten gewährleistet wird. Die zusätzliche Kühlung im LSBM-Verfahren erweitert den Temperaturbereich des Prozesses in Richtung tieferer Temperaturen. Daher sind in nachfolgenden Arbeiten eine Erweiterung des Materialmodells sowie eine entsprechende Kalibrierung für Temperaturen unterhalb von T_g vorzunehmen.

5.1.5 Evaluierung durch Freiformversuche

Das kalibrierte GR-Modell bildet die Ergebnisse der biaxialen Verstreckversuche für verschiedene Temperaturen und Dehnraten im Prozessbereich ab. Daraus folgt jedoch nicht unmittelbar, dass auch eine korrekte Modellierung des Materials im Streckblasformprozess stattfindet. Die Versuche am QUB-Reckrahmen implizieren mehrere Unterschiede betreffend des Temperatur- und Deformationsfeldes, bedingt durch die konvektive Heizmethode sowie die ideal biaxiale Verstreckung. Zudem führt der notwendige Dickenunterschied zwischen Vorformling und Platte zu unterschiedlichen Schergeschwindigkeitsprofilen und Prozessparametern im Spritzgießprozess. Kaley et. al. zeigen für Polypropylen, dass dadurch die mechanischen [135] und morphologischen [136] Materialeigenschaften beeinflusst werden.

Eine aussagekräftige Materialvorhersage erfordert daher die zusätzliche Evaluierung des Materialmodells durch eine prozessnahe experimentelle Methodik. Menary et al. validieren eine Streckblasformsimulation mittels Freiblasversuchen [100, 137]. Die Validierung erfolgt durch den Vergleich der PET-Verformung im Experiment und dessen FE-Simulation zu gleichen Prozesszeitpunkten. Dadurch wird jedoch nicht unmittelbar das Materialmodell validiert, son-

dern die gesamte Prozesssimulation. Eine Bewertung der Vorhersagegüte des temperaturabhängigen Materialverhaltens erfordert daher die experimentelle Bestimmung von Spannungs-Dehnungs-Daten im Streckblasformversuch.

Die Versuchsmethodik der Aufblasversuche aus Kapitel 5.1.4 erlaubt die Bestimmung der Spannung im Pol einer Blase, wo ein biaxialer Verformungszustand angenommen werden kann. Im Falle des Vorformlings fällt diese Stelle mit dem Punktanguss des Spritzgussvorgangs zusammen, an dem sich die Materialeigenschaften vom restlichen Bauteil unterscheiden. Daher wird die Methodik erweitert, damit das Spannungs-Dehnungs-Verhalten an mehreren Punkten der Probe extrahiert werden kann. Dies wird mittels eines dreidimensionalen Bildkorrelationssystems erzielt. Das Versuchsprinzip sowie die dadurch erzielten Messergebnisse sind grundlegend in [138] eingeführt und werden im Folgenden detailliert beschrieben. Abbildung 5.17 zeigt den entwickelten Versuchsaufbau.

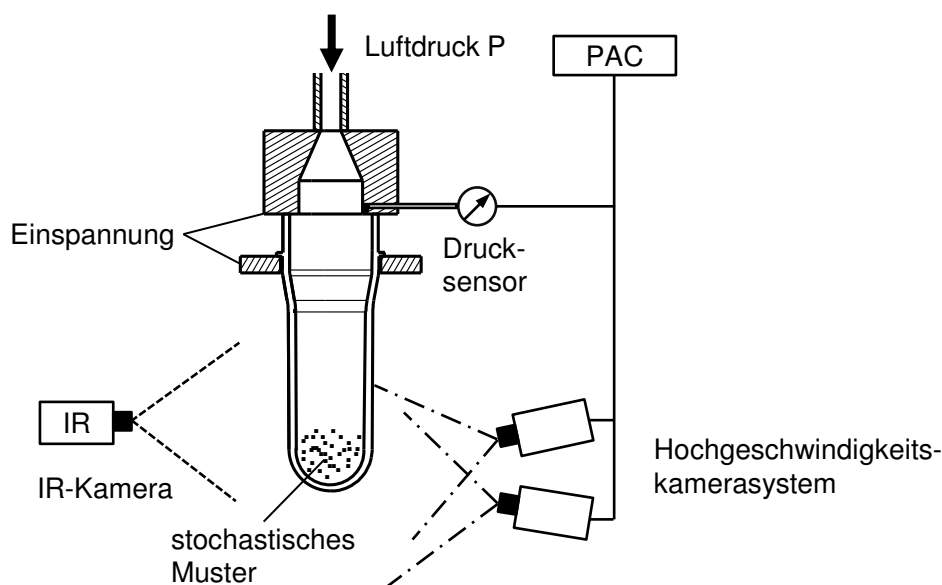


Abbildung 5.17: Experimenteller Aufbau der Freiblebversuche

Es kommen die gleichen PET-Vorformlinge wie in der experimentellen Analyse in Kapitel 3 zum Einsatz. Diese werden mit einem stochastischen Muster beaufschlagt und im IR-Ofen nach Abbildung 2.6 erhitzt. Durch die Verwendung weißer Farbe wird eine Interaktion des Musters mit den Heizstrahlern vermieden. Die Strahler 1 - 3 bleiben ausgeschaltet, wodurch sich nur der untere Teil des Preforms erhitzt und deformiert. Infolgedessen wird ein lokal definiertes Verformungsverhalten erzielt. Aufgrund der begrenzten Volumenzunahme werden ein geringerer Kameraabstand und damit eine höhere Auflösung ermöglicht. Der aufgeheizte Preform wird am Stützring formschlüssig eingespannt. Unmittelbar vor der Umformung misst

eine IR-Kamera die Oberflächentemperatur. Durch die Öffnung eines Ventils wird der Vorformling mit einem konstanten Luftdruck P von 5,4 bar beaufschlagt. Zwei Hochgeschwindigkeitskameras (vorgestellt in Kapitel 3.1) zeichnen die Verformung des unteren Bereichs mit einer Bildrate von 2000 s^{-1} auf. Der dynamische Drucksensor wird mittels einer PAC (programmable automated controller)-Steuereinheit mit dem Kamerasystem synchronisiert, wodurch jedem Kamerabild ein Druckwert zugeordnet wird.

In der durchschnittlichen Prozesszeit von 0,4 s werden demnach 800 Bilder aufgenommen. Die Auswertung wird im Folgenden beispielhaft für eine Heizzeit von 12 s erläutert. Abbildung 5.18 zeigt die Deformation des Vorformlings zu vier verschiedenen Zeiten.

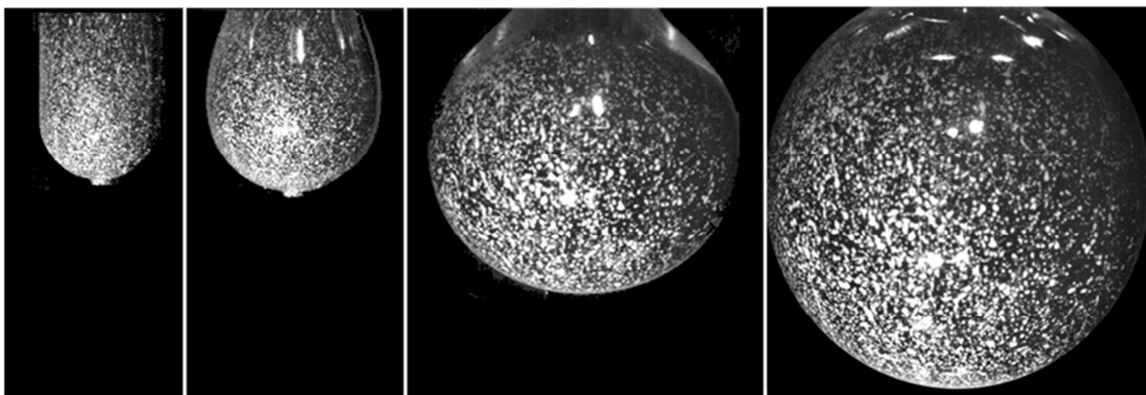


Abbildung 5.18: Preform-Deformation zu den Zeiten $t = 0\text{ s}, 0,1\text{ s}, 0,2\text{ s}, 0,35\text{ s}$ (Heizzeit 12 s)

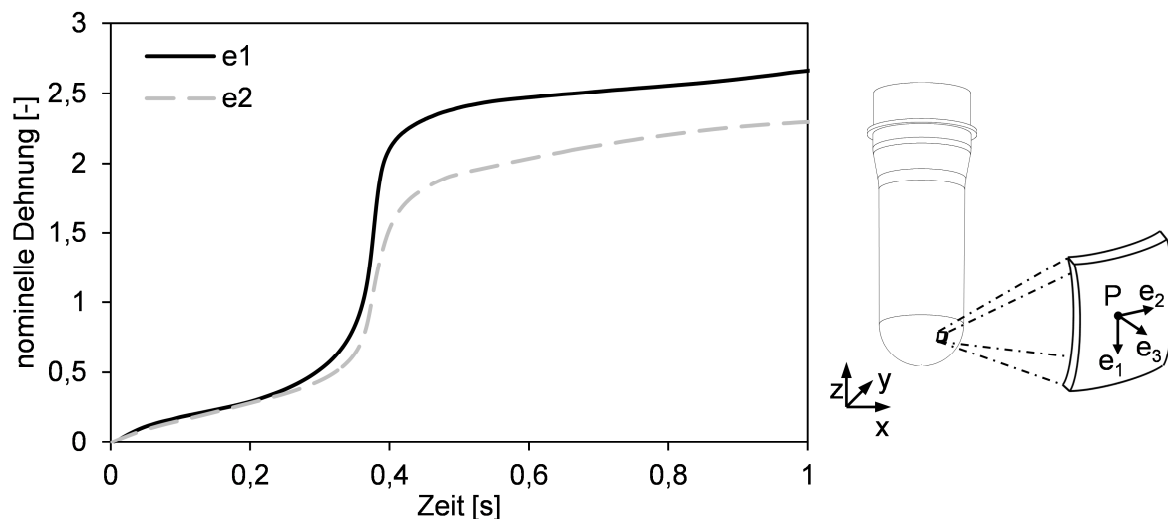


Abbildung 5.19: Lokale Dehnungen e_1 und e_2 im Punkt P für eine Heizzeit von 12 s

Die Bilder werden in der Software Vic-3d der Firma Correlated Solutions ausgewertet. Mittels digitaler Bildkorrelationsalgorithmen wird das stochastische Grauwertmuster der aufgenommenen Bilder in kleinen Nachbarschaftsumgebungen (Subsets) verfolgt. Durch die Ver-

wendung von zwei Kameras können dadurch für jedes Bild und jeden Oberflächenpunkt das dreidimensionale Dehnungsfeld und die Krümmung berechnet werden. Neben den Dehnungskomponenten des globalen Koordinatensystems werden die Hauptdehnungen im lokalen, mitrotierenden Koordinatensystem entsprechend Abbildung 5.19 bestimmt. Im lokalen Koordinatensystem ist die Cauchy-Spannung nach Gleichung (5.30) definiert.

$$\boldsymbol{\sigma} = \sigma_i \cdot \mathbf{I}, i = 1..3 \quad (5.30)$$

Das Verhältnis von Wandstärke und Durchmesser des Vorformlings ist im Anfangszustand bereits kleiner als 0,1 und wird durch die Verformung um bis zu zwei Größenordnungen weiter reduziert, wodurch die Spannung σ_3 vernachlässigt ist. Folglich entsteht ein ebener Spannungszustand. Für ein Oberflächenelement führt das Kräftegleichgewicht zu Gleichung (5.31).

$$\sigma_{1,2} = \frac{\Delta p r_{2,1}}{2 d} \quad (5.31)$$

mit: Δp Druckdifferenz innerhalb des Preforms bezogen auf den Umgebungsdruck
 $r_{2,1}$ Kurvenradius im Punkt P in Richtung e_1 bzw. e_2
 d aktuelle Wandstärke im Punkt P

Die aktuelle Wandstärke folgt aus Gleichung (5.32):

$$d = \frac{d_0}{\lambda_1 \lambda_2} \quad (5.32)$$

Darin bezeichnen λ_1, λ_2 die aktuellen Verstreckgrade in Richtung e_1 bzw. e_2 und d_0 die Anfangsdicke. Ein Einsetzen von Gleichung (5.32) in Gleichung (5.31) ergibt den gesuchten Zusammenhang für die Spannung:

$$\sigma_{1,2} = \frac{\Delta p r_{2,1} \lambda_1 \lambda_2}{2 d_0} \quad (5.33)$$

Der gemessene Druckverlauf ist in Abbildung 5.20 für eine Heizzeit von 12 s dargestellt.

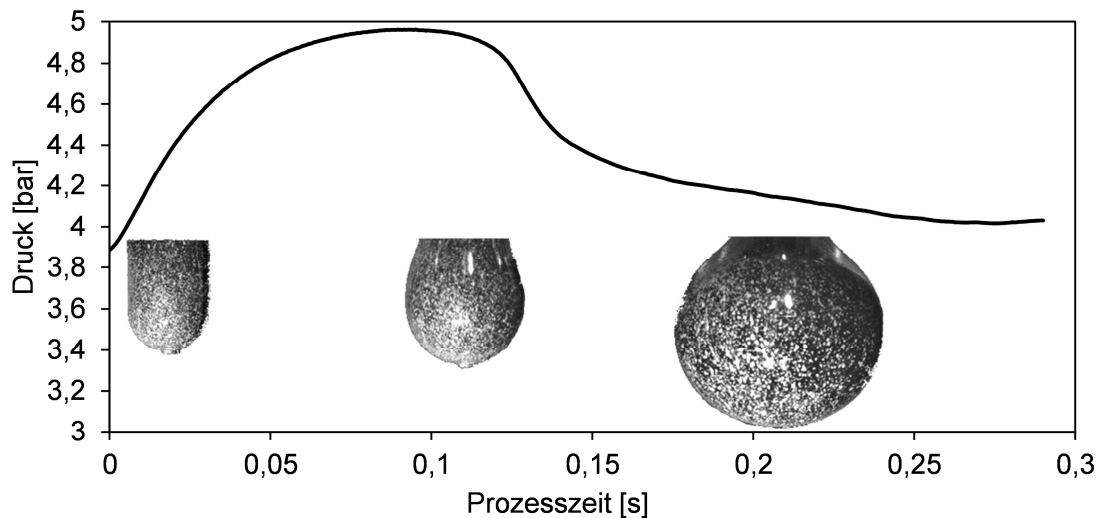


Abbildung 5.20: Druckluftverlauf für eine Heizzeit von 12 s

Die Zuordnung der aktuellen Temperatur zu den Spannungs-Dehnungs-Daten erfolgt mit der IR-Aufnahme vor der Deformation. In Abbildung 5.21 ist das Temperaturprofil des Preforms für eine Heizzeit von 11 s dargestellt. Das Diagramm zeigt die mittlere Temperatur sowie die Standardabweichung entlang der Längsachse des Vorformlings für drei Versuche.

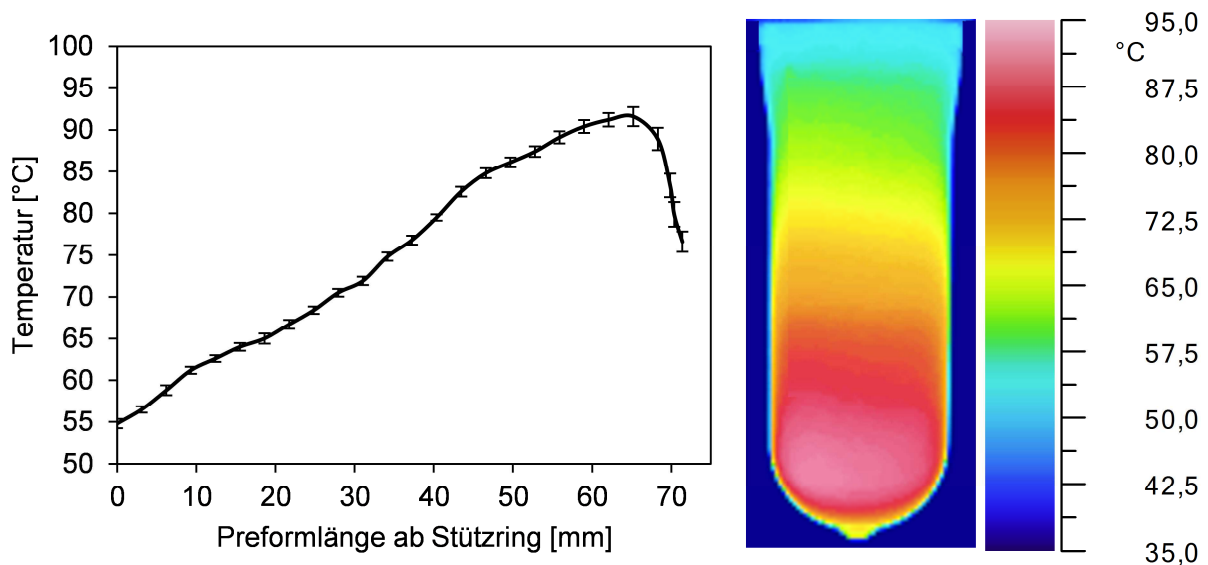


Abbildung 5.21: Anfangstemperaturverteilung des Preforms im Freiblasversuch (Heizzeit 12 s), links:

Abbildung 5.22 zeigt das Ergebnis der Bildkorrelation nach 0,2 s. Mit Ausnahme weniger Unstetigkeiten aufgrund optischer Reflexionen kann die lokale Oberflächendehnung des Preforms im verformten Bereich bestimmt werden. In Verbindung mit der Messung von Temperatur und Druck wird folglich die Berechnung temperaturabhängiger Spannungs-Dehnungs-Daten ermöglicht.

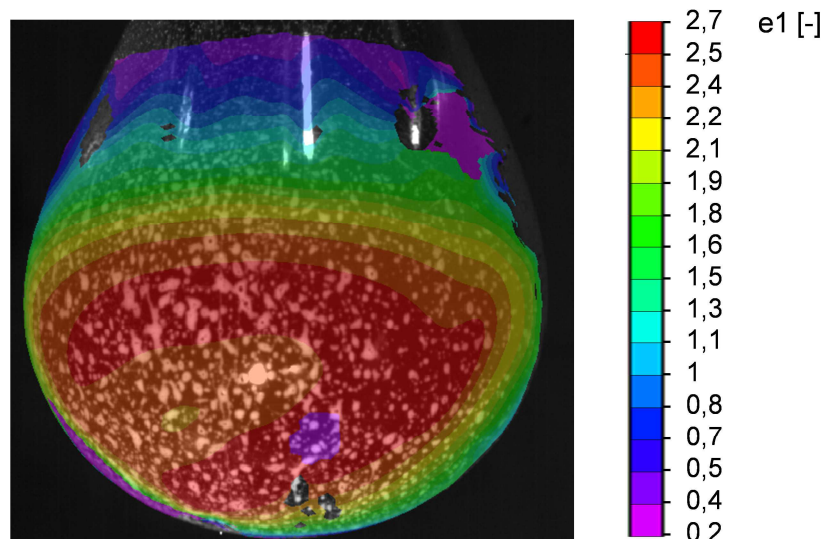


Abbildung 5.22: Dehnung e_1 im lokalen Koordinatensystem für alle Oberflächenpunkte

Aufgrund der inhomogenen Temperaturverteilung liefert ein einzelner Freiblasversuch temperaturabhängige Spannungs-Dehnungs-Daten. Abbildung 5.23 zeigt die resultierenden Spannungs-Dehnungs-Kurven für drei verschiedene Temperaturen.

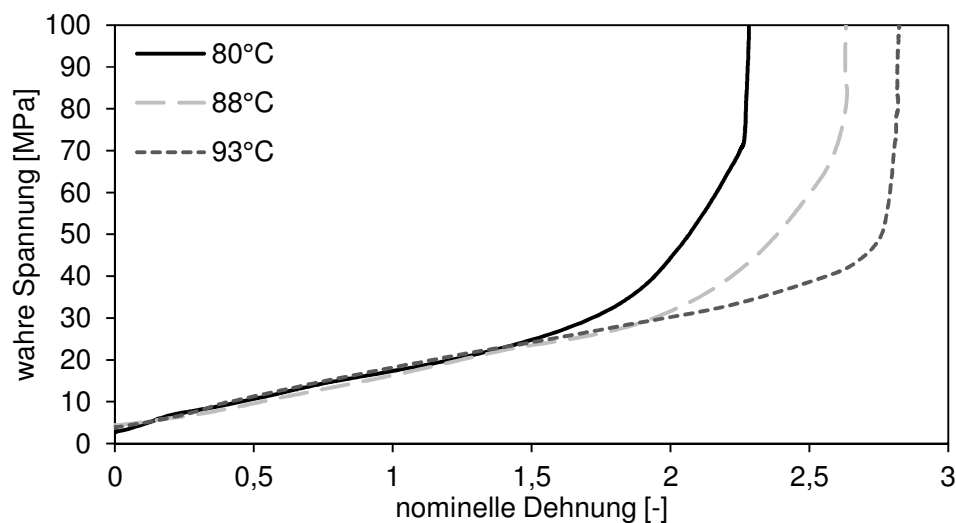


Abbildung 5.23: Spannungs-Dehnungs-Daten eines Freiblasversuchs für die Temperaturen 80 °C, 88 °C und 93 °C

Im Unterschied zu den Kalibrierversuchen aus Kapitel 5.1.4, sind die Spannungen der drei Temperaturen in Abbildung 5.23 bis zu einer nominellen Dehnung von 1,5 nahezu gleich. Dies liegt an der unterschiedlichen Dehnrates in den drei Versuchen. Einerseits erweicht der Werkstoff mit steigender Temperatur. Dadurch wird jedoch bei konstantem Druck ebenfalls die Dehnrates erhöht, was andererseits zu einer Versteifung führt. Dieser Selbstregulierungseffekt von PET tritt auch im Streckblasprozess auf. Für Dehnungen größer 1,5 wird ein unterschiedliches Verhalten der Kurven beobachtet. Dies ist auf die starke Temperaturabhängigkeit

des natürlichen Verstreckgrads zurückzuführen. Dadurch wird das Einsetzen der Spannungsverhärtung mit steigender Temperatur zu höheren Dehnungen verschoben. Im Vergleich von Abbildung 5.15 und Abbildung 5.16 wird deutlich, dass die Dehnraten einen geringen Einfluss auf den natürlichen Verstreckgrad nimmt.

Die Evaluierung des Materialmodells erfolgt durch die Simulation der Freiblasversuche mit dem kalibrierten Materialmodell aus Kapitel 5.1.4. Dabei muss sichergestellt werden, dass in der Simulation die gleichen Dehnraten wie in den Versuchen gegeben sind. Daher werden die gemessenen Dehnungen e_1 und e_2 (siehe Abbildung 5.19) pro Zeitinkrement Δt als Eingang für die Simulation verwendet. Abbildung 5.24 zeigt die gemessenen und simulierten Spannungs-Dehnungs-Daten eines Punktes der Preform-Oberfläche mit einer Temperatur von 88 °C. Der Vergleich der Kurvenverläufe verdeutlicht, dass die Experimente im kalibrierten Dehnungsbereich bis 200 % sehr gut von der Simulation abgebildet werden. Für Dehnungen größer 200 %, welche durchaus im Streckblasprozess auftreten, ergibt sich ein leicht abweichender Verlauf. Die experimentellen Daten zeigen hier einen steileren Anstieg. In diesem Bereich steigt jedoch auch die Standardabweichung der optischen Messung aufgrund von Reflexionen und instabiler Verformung. Zudem sind Abweichungen im Anfangsschubmodul festzustellen. Dies ist im Versuchsaufbau begründet. Der Drucksensor befindet sich hinter dem Ventil, durch dessen Öffnung die komprimierte Luft in das Innere des Vorformlings geleitet wird. Daher sinkt der Leitungsdruck zunächst nach der Öffnung des Ventils, was jedoch durch die Reaktionszeit des Systems verspätet gemessen wird. Dieser Nachteil könnte für zukünftige Untersuchungen durch einen Drucksensor im Inneren des Vorformlings vermieden werden. Ein entsprechender Aufbau wird von Bordival et al. verwendet [139].

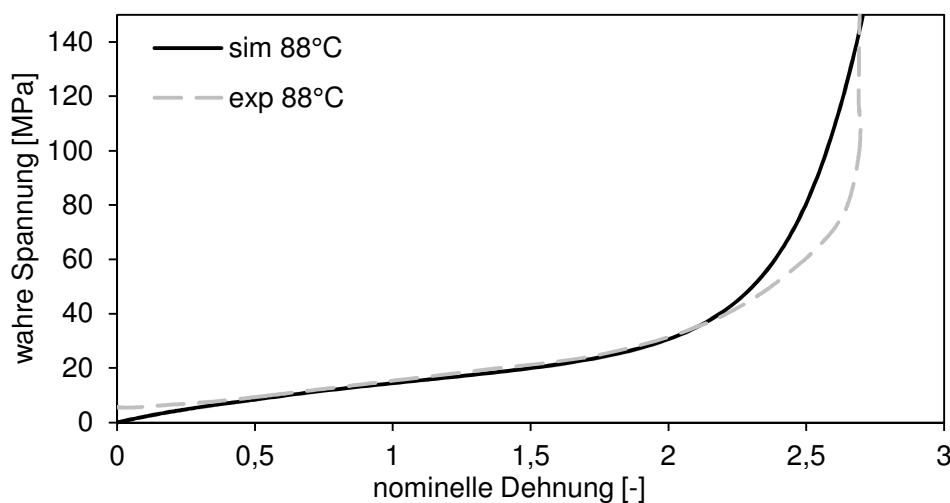


Abbildung 5.24: Gemessene und simulierte Spannungs-Dehnungs-Daten eines Oberflächenpunktes im Freiblasversuch mit einer Temperatur von 88 °C

Die vorgestellte Methodik ermöglicht eine prozessnahe Evaluierung des kalibrierten PET-Materialmodells. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass das Materialverhalten im kalibrierten Bereich des GR-Modells hinreichend genau vorhergesagt werden kann, was die Voraussetzung einer realistischen Prozesssimulation darstellt. Für sehr große Dehnungen kann die Genauigkeit mittels einer alternativen Kalibrierung oder Erweiterung des Materialmodells zusätzlich erhöht werden.

Durch die Übertragung der Methodik auf flüssigkeitsgestützte Freiblasversuche könnte in Folgearbeiten die Prozessnähe der Evaluierung weiter gesteigert werden. Die Spannungs-Dehnungs-Auswertung dieser Versuche stellt an transparenten Vorformlingen eine Herausforderung dar. Dies liegt an den starken Reflexionen hervorgerufen durch die turbulente Flüssigkeitsströmung (siehe z.B. Abbildung 3.2). Unter Verwendung eingefärbter Vorformlinge kann dieser Nachteil umgangen werden. Dabei muss sichergestellt werden, dass die Einfärbung keinen Einfluss auf die Materialeigenschaften nimmt. Zusätzlich ist für den flüssigkeitsgestützten Versuch in der Simulation die dynamische Abkühlung durch die Flüssigkeit zu berücksichtigen. Dies verursacht zusätzliche Einflussparameter der Wärmeübertragung, was die isolierte Evaluierung der mechanischen Verformung erschwert. Die flüssigkeitsgestützten Freiblasversuche können zudem als Kalibriermethode anstelle der Versuche am Reckrahmen verwendet werden, wenn eine konstante Dehnrates der Preform-Oberfläche erzielt wird. Alaca und Toga [140] realisieren dies über die Regelung eines piezoelektrischen Lineartriebs. Dadurch würde der Kalibrieraufwand reduziert, da aus einem Versuch mehrere Spannungs-Dehnungs-Daten unterschiedlicher Temperaturen extrahiert werden können. Zudem zeigt Abbildung 5.23, dass in den Freiblasversuchen auch für niedrige Temperaturen nahe T_g höhere maximale Verstreckgrade erreicht werden als in den Verstreckversuchen der PET-Platten.

5.2 Materialmodellierung der Flüssigkeit

Ein hydrodynamisches Modell definiert das Kompressionsverhalten der Flüssigkeit und damit den dynamischen Druckverlauf, der auf das PET-Material übertragen wird. Dazu wird eine Zustandsgleichung (EoS: Equation of State) verwendet, welche den Druck p als Funktion der Dichte ρ und der spezifischen Energie E_m darstellt. Die Mie-Grüneisen-Zustandsgleichung [141] ist linear abhängig von der Energie und wird durch Gleichung (5.34) beschrieben:

$$p - p_H = \Gamma \rho (E_m - E_H); \quad \Gamma = \Gamma_0 \frac{\rho_0}{\rho} \quad (5.34)$$

mit: p_H Hugoniot-Druck
 Γ Grüneisen-Koeffizient
 Γ_0 Materialkonstante
 ρ_0 Referenzdichte

Die spezifische Hugoniot-Energie E_H wird über den Hugoniot-Druck nach Gleichung (5.35) beschrieben.

$$E_H = \frac{p_H \eta}{2\rho_0}; \quad \eta = 1 - \frac{\rho_0}{\rho} \quad (5.35)$$

Darin bezeichnet η die nominelle volumetrische Dehnung. Die U_s - U_p -Form der Mie-Grüneisen-Zustandsgleichung ist die lineare Regression des Hugoniot Drucks [142] nach folgender Gleichung:

$$p_H = \frac{\rho_0 c_0^2 \eta}{(1 - s\eta)^2} \quad (5.36)$$

mit: c_0 Schallgeschwindigkeit
 s linearer Hugoniot-Steigungskoeffizient

Die Schallgeschwindigkeit einer Flüssigkeit verhält sich über Gleichung (5.37) von ihrem Kompressionsmodul abhängig:

$$c_{fluid} = \sqrt{\frac{K}{\rho}} \quad (5.37)$$

Durch c_0 und s wird der lineare Zusammenhang zwischen Schockgeschwindigkeit U_s und Teilchengeschwindigkeit U_p definiert [143]:

$$U_s = c_0 + sU_p \quad (5.38)$$

Werden diese Annahmen in Gleichung (5.34) eingesetzt, ergibt sich die spezielle Form der Mie-Grüneisen-Zustandsgleichung abhängig von den Materialparametern c_0 , s und Γ_0 .

$$p = \frac{\rho_0 c_0^2 \eta}{(1 - s\eta)^2} \left(1 - \frac{\Gamma_0 \eta}{2}\right) + \Gamma_0 \rho_0 E_m \quad (5.39)$$

Gleichung (5.39) definiert das Kompressionsverhalten der Flüssigkeit. Das deviatorische Verhalten wird davon unabhängig über die deviatorische Spannung S nach Gleichung (5.40) modelliert.

$$S = \eta \dot{\gamma} \quad (5.40)$$

mit: η dynamische Viskosität
 $\dot{\gamma}$ Scherrate

Entsprechend der experimentellen Analyse in Kapitel 3 wird die Flüssigkeit als Wasser ohne gasförmige Zusätze modelliert. Die Materialparameter $c_{0,s}$ und Γ_0 sind der Literatur entnommen [65, 144] und in Tabelle 5.4 zusammengefasst.

Materialparameter	Abk.	Einheit	Wert
Schallgeschwindigkeit	c_0	[m/s]	1480
Hugoniot-Steigungskoeffizient	s	[-]	2
Grüneisen-Konstante	Γ_0	[-]	0
Dichte [25 °C, 1 bar]	ρ	[kg/m ³]	997
Dynamische Viskosität [25 °C, 1 bar]	η	[kg/(m·s)]	890

Tabelle 5.4: Materialparameter des Flüssigkeitsmodells für stilles Wasser

6 Numerische Simulation des LSBM-Prozesses

Auf Basis der in den experimentellen Untersuchungen identifizierten Prozesseinflüsse wird in diesem Kapitel eine Simulation der LSBM-Umformphase entwickelt. Numerische Simulationen sind eine wertvolle Methode zur Vertiefung des Prozessverständnisses und zur Weiterentwicklung des Prozesses. Eine Übertragbarkeit auf den realen Prozess gilt jedoch nur unter der Voraussetzung eines kalibrierten Modells sowie einer Evaluierung der Ergebnisse. Die Kalibrierung der mechanischen Eingangsparameter erfolgt anhand der experimentellen Analyse des LSBM-Prototyps. Die thermischen Parameter werden mittels der in Kapitel 4.1 entwickelten Methodik über ein Temperaturfeld als Anfangsbedingung integriert. Dieses beeinflusst die Preform-Deformation über das in Kapitel 5.1 spezifizierte PET-Materialmodell. Anders als beim SBM-Verfahren kann die Radialbelastung des Vorformlings nicht über eine örtlich konstante Drucklast modelliert werden. Daher muss ein Ansatz zur Beschreibung der Fluid-Struktur-Interaktion (FSI) implementiert werden. In Kapitel 6.1 werden verschiedene Ansätze verglichen und anhand der Übertragbarkeit auf das LSBM-Verfahren bewertet. Der ausgewählte Ansatz wird in das Modell integriert und somit eine anfangstemperaturabhängige FSI-Simulation der LSBM-Umformphase entwickelt. Die Simulationsergebnisse werden anhand der Hochgeschwindigkeitsversuche aus Kapitel 3.1 sowie der Markierungsversuche in Kapitel 3.6 evaluiert. Als exemplarische Anwendung der Simulation wird eine Machbarkeitsstudie zur Prozesserweiterung auf Rundläufermaschinen durchgeführt.

Simulationsansätze des SBM-Verfahrens beinhalten die zulässige Annahme einer zeitlich konstanten Preform-Temperatur während des Umformprozesses. In Kapitel 4.2 wird hingegen gezeigt, dass die Abkühlung des Preforms in der LSBM-Umformphase einen starken Einfluss auf das Deformationsverhalten sowie auf das Versagensrisiko hat. Im zweiten Teil dieses Kapitels wird daher auf Basis des entwickelten Modells eine thermische Simulation der Umformphase durchgeführt. Mittels statischer und dynamischer IR-Messungen werden die thermischen Materialparameter kalibriert und die Simulationsergebnisse evaluiert. Der Eigenerwärmungseffekt wird über kalorimetrische Messungen integriert.

Teile der mechanischen und thermischen Simulationemethode sowie der Kalibrierung und Evaluierung sind bereits an anderer Stelle publiziert [138, 145-148].

6.1 Fluid-Struktur-Interaktion

Bestehende Simulationsansätze des konventionellen Streckblasformens modellieren die komprimierte Luft vereinfacht als örtlich homogene Drucklast auf der Innenfläche des Vorformlings [54, 74]. Menary et al. [100] validieren diese Annahme anhand von Freiblasversuchen und zeigen, dass durch diese Art der Belastung das Deformationsverhalten nicht zufriedenstellend abgebildet werden kann. Realistischere Vorhersagen werden mittels eines Fluid-Cavity-Ansatzes erzielt [139], wodurch eine Interaktion zwischen der Luft und der PET-Struktur entsteht. Das aktuelle Strukturvolumen entspricht dabei einer gasgefüllten Kavität, die von einem Luftmassenstrom befüllt wird. Die Druckantwort ergibt sich über die ideale Gasgleichung. In diesem Ansatz wird ebenfalls ein örtlich konstanter Druck innerhalb der Kavität angenommen, was im konventionellen Verfahren eine gültige Annahme darstellt.

Die Substitution des komprimierten Gases durch eine Flüssigkeit stellt zusätzliche Herausforderungen an die Prozesssimulation. Im Gegensatz zu konventionellen Simulationsansätzen ist die Annahme eines örtlich konstanten Fluiddrucks nicht mehr zulässig. Dafür verantwortlich sind die signifikanten Trägheitskräfte, welche durch die Beschleunigung der näherungsweise inkompressiblen Flüssigkeit auf den Vorformling übertragen werden. Durch die kurzen Prozesszeiten und die niedrige Steifigkeit des Preforms entstehen dynamische Druckgradienten, welche sich auf das Deformationsverhalten des Preforms auswirken. Insbesondere in der frühen Phase des Einströmvorgangs wird mit Reynolds-Zahlen $Re > 10^4$ eine stark turbulente Strömung beobachtet [149] (vergleiche Abbildung 3.4). Eine zentrale Herausforderung in der mechanischen Simulation des flüssigkeitsgestützten Verfahrens besteht daher in der Auswahl und der Bewertung einer geeigneten Modellierung der örtlich aufgelösten Fluid-Struktur-Interaktion (FSI) zwischen Flüssigkeit und Vorformling.

Eine Vielzahl von Fluid-Struktur-Simulationen wird in unterschiedlichen technischen Bereichen angewandt. Beispiele sind physiologische Simulationen, wie die Vorhersage des Blutflusses in Organen [150], Simulationen von Aufprall- und Kollisionsvorgängen [151, 152] sowie Umformprozesse mit hohen Deformationen [153]. Aufgrund des breiten Anwendungsspektrums haben sich mehrere Ansätze etabliert, die für bestimmte Anwendungsgebiete jeweils am besten geeignet sind. Die Auswahl des FSI-Ansatzes ist demnach entscheidend für die Stabilität und Genauigkeit der Simulation. Nachfolgend werden verschiedene FSI-Ansätze vorgestellt. Diese werden in Simulationsmodelle integriert und bezüglich ihrer Stabilität und

Leistungsfähigkeit in der LSBM-Prozesssimulation bewertet. Alle numerischen Berechnungen erfolgen mittels des kommerziellen Softwarepakets ABAQUS.

6.1.1 Coupled-Eulerian-Lagrangian (CEL)

FE-Struktursimulationen von Festkörpern verwenden konventionell eine Lagrange-Formulierung [154]. Dabei wird das Bauteil durch ein Netz (Mesh) in diskrete Elemente und Knoten (Nodes) unterteilt. Das numerische Netz ist fest mit der Struktur verbunden und die Elemente folgen im Falle einer äußeren Belastung der Deformation des Körpers. Lagrange-Elemente eignen sich für Strukturen unter moderaten Deformationen und sind leicht zu implementieren, weil die Koordinaten der Knoten und Elemente mit den Koordinaten der Struktur übereinstimmen [155], wie in Abbildung 6.1 *links* dargestellt.

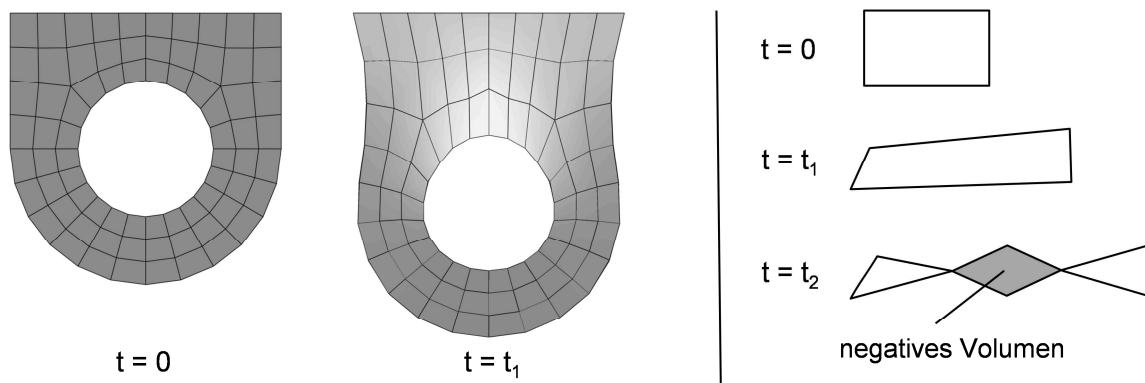


Abbildung 6.1: Lagrange-Formulierung, *links*: Bauteilvernetzung ($t = 0$) und Elementdeformation ($t = t_1$)
rechts: Elementverzerrung als Folge hoher Deformation

Unter sehr großen Deformationen stößt dieser Ansatz an seine Grenzen. Dies liegt an der übermäßigen Verzerrung der Elemente, wodurch die Genauigkeit sinkt [154]. Zudem steigt die Berechnungszeit insbesondere für explizite Integrationsverfahren, weil das stabile Zeitinkrement durch sinkende Kantenlängen der Elemente reduziert wird. Extreme Verzerrungen führen zur numerischen Berechnung negativer Volumina entsprechend Abbildung 6.1 *rechts* und damit zur Divergenz [155]. Der Lagrange-Ansatz kann in der FEM-Berechnung als Stand der Technik angesehen werden. Daher sei für weitere Informationen an dieser Stelle auf die umfassende Literatur zu diesem Thema verwiesen [156, 157].

Die hohen Deformationen von Flüssigkeiten in dynamischen Prozessen können mittels Lagrange-Formulierung nicht simuliert werden. Daher wird im Bereich der Fluidmechanik die Euler-Formulierung bevorzugt [158], welche in Abbildung 6.2 verdeutlicht ist. Die Definition der aktuellen Geometrie erfolgt hierbei nicht anhand der Knoten- und Elementkoordinaten,

sondern anhand der räumlichen Materialposition über der Zeit. Dazu wird eine Euler-Domäne mit fixierten Knoten und Elementen definiert [155]. Das Material fließt durch die örtlich konstanten Elemente und die Lösungsvariablen folgen aus der räumlichen Zeitableitung. Durch diese Methode werden Instabilitäten durch Verzerrungen komplett vermieden.

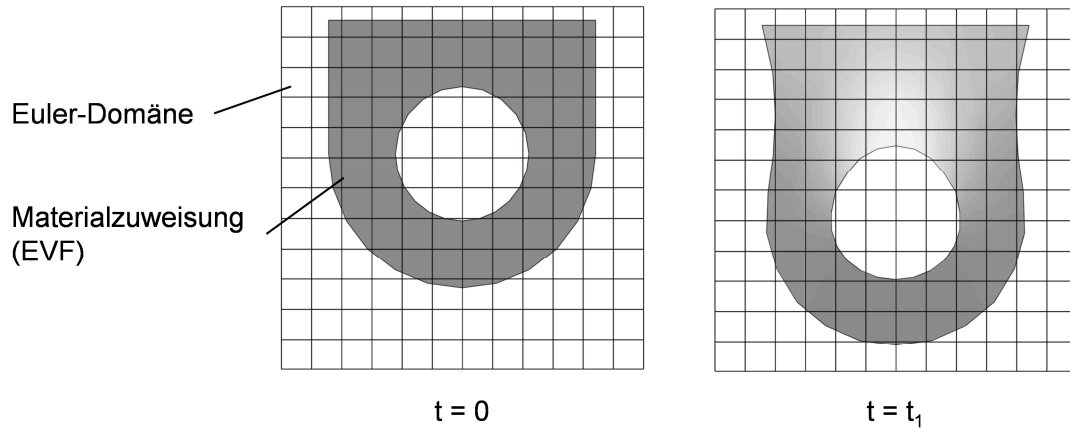


Abbildung 6.2: Euler-Formulierung

Die Materialbegrenzung wird anhand des skalaren Volumenanteils pro Element geschätzt (EVF: Eulerian Volume Fraction). Darin liegt auch der hauptsächliche Nachteil der Euler-Formulierung. Der Materialverlauf teilgefüllter Elemente wird über die Flächennormale nach Abbildung 6.3 abgeschätzt. Dünne oder stark gekrümmte Strukturen können nur mit sehr feiner Vernetzung exakt dargestellt werden, was einem hohen Berechnungsaufwand entspricht [159].

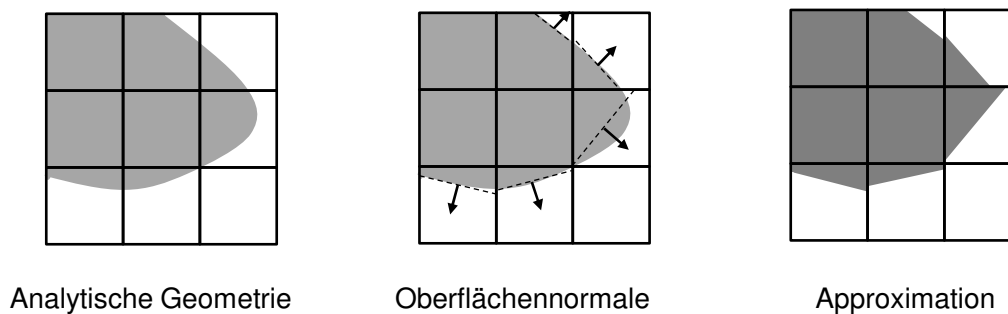


Abbildung 6.3: Abschätzung der Materialgrenzen teilgefüllter Euler-Elemente über Flächennormale

Werden beide Formulierungen innerhalb eines Modells verwendet, wird dies als Coupled-Eulerian-Lagrangian (CEL) Simulation bezeichnet. Dabei können die Vorteile beider Methoden ausgenutzt werden, indem beispielsweise Fluide über die Eulersche Darstellung und Festkörper mit einer Lagrange-Formulierung repräsentiert werden. Die Euler-Domäne wird hierbei von der Lagrange-Struktur überlagert. Entscheidend für die Stabilität und Leistungsfähigkeit dieses Simulationsansatzes ist der Kontaktalgorithmus zwischen Euler-Material und Lag-

range-Elementen. In der ursprünglichen Methode nach Noh [160] werden im ersten Schritt iterativ die Bewegung und die Reaktionskräfte der Lagrange-Elemente errechnet, welche im zweiten Schritt eine adaptive Neuvernetzung der in Kontakt stehenden Eulerelemente definieren. In der Implementierung in ein explizites Integrationsschema entstehen dadurch Nachteile bezüglich der Berechnungseffizienz und Stabilität [159]. Eine Vielzahl neuerer Algorithmen, wie die auf einem Level-Set-Ansatz [161, 162] basierende Ghost-Fluid-Methode [163], werden von Brown et al. [159] verglichen. In ABAQUS/Explicit ist ausschließlich die von Olovsson [164] entwickelte Penalty-Methode implementiert. Diese erlaubt eine explizite Berechnung der Bewegung beider Anteile innerhalb eines Zeitinkrements auf Basis des vorhergehenden Zeitschritts. Dies wird durch die Einführung einer Kontaktsteifigkeit \mathbf{k}_p nach Gleichung (6.1) ermöglicht. Diese wirkt zwischen Lagrange-Knoten und temporären Bezugsknoten (Ankerknoten), die in jedem Zeitschritt auf der Euler-Grenzfläche definiert werden.

$$\mathbf{F}_p = \mathbf{k}_p \cdot \mathbf{d}_p \quad (6.1)$$

Mit \mathbf{d}_p Penalty-Abstandsvektor zwischen Lagrange-Oberflächenknoten und Euler-Materialpunkten
 \mathbf{F}_p Penalty-Reaktionskräfte

Die Penalty-Steifigkeit wird nach Gleichung (6.2) über die Massenträgheit von Lagrange und Euler-Objekten definiert. Der Multiplikator ε gewährleistet, dass die Eigenfrequenz des Feder-Massen-Systems unterhalb derjenigen des Gesamtsystems bleibt. Dadurch wird eine Reduzierung des stabilen Zeitschritts Δt durch den Kontaktalgorithmus verhindert.

$$\mathbf{k}_p = \varepsilon \frac{\hat{\mathbf{M}}}{\Delta t^2} \quad (6.2)$$

$$\hat{\mathbf{M}} = \min\{\mathbf{M}_L, \mathbf{M}_E\} \quad (6.3)$$

mit $\mathbf{M}_L, \mathbf{M}_E$ Lagrange- bzw. Euler-Massenmatrix
 ε Multiplikator zur Reduzierung der Eigenfrequenz des Feder-Massen-Systems

Der vorteilhaften Implementierung und effizienten Berechnung des Penalty-Algorithmus stehen Instabilitäten bezüglich des Kontaktzwangs gegenüber. Dies liegt an der expliziten Berechnung in Kombination mit dem dynamischen Feder-Massen-System in Gleichung (6.1). Dadurch werden die Rückstellkräfte nicht iterativ angepasst und sind damit nicht für alle dynamischen Belastungssituationen ausreichend. Infolgedessen kann es zu Penetrationen des Euler-Materials durch die Lagrange-Elemente kommen. Dieser Effekt wird bei einem niedrigen Verhältnis der Vernetzungsdichten von Lagrange- und Euler-Anteil noch verstärkt. In diesem Fall existieren Euler-Materialpunkte ohne korrespondierende Lagrange-Knoten [159].

6.1.2 Arbitrary-Lagrangian-Eulerian (ALE)

Die ALE-Formulierung findet häufig Anwendung in der numerischen Strömungsmechanik (CFD: computational fluid dynamics) [150]. Dabei stehen realistische Simulationen des Strömungsfelds von Fluiden im Vordergrund. Das ALE-Netz [165] kombiniert die materielle Lagrange- und die räumliche Euler-Darstellung in einem hybriden Kontrollvolumen-Ansatz. Eine Referenz-Domäne, ähnlich dem Euler-Netz, verformt sich arbiträr im Raum. In jedem Zeitschritt wird das Netz je nach Verformung adaptiert, wobei jedoch die Anzahl und die Verbindung der Knoten und Elemente erhalten bleiben. Im Gegensatz zum reinen Euler-Ansatz führen große Fluid-Ausdehnungen daher zu einer Reduzierung der Knotendichte im Netzvolumen. Folglich kann ein stabiles Netz in diesem Fall nicht sichergestellt werden [166].

In ABAQUS kann der ALE-Fluid-Solver mit verschiedenen Turbulenz-Modellen kombiniert werden und basiert auf der Lösung der inkompressiblen Navier-Stokes-Gleichungen [167]. In kombinierten Struktur-Fluid-Systemen werden die Elemente des ALE-Netzes über einen Fluid-Solver gelöst und die Strukturelemente des Preforms über einen konventionellen FE-Solver. Für die Interaktion der Feldgrößen muss dazu eine Kopplungs-Schnittstelle eingeführt werden. In ABAQUS wird dies über ein explizites sequentielles Co-Simulationsschema auf Basis der Gauss-Seidel-Methode realisiert [167]. Aus Gründen der Stabilität ist diese im Allgemeinen einer parallelen Jacobi-Kopplung vorzuziehen [168]. Herrmann und Steindorf vergleichen zudem verschiedene Schnittstellen und stellen die Newton-Methode in Bezug auf Konvergenzverhalten und Leistungsfähigkeit als vorteilhaft heraus [169].

6.1.3 Smoothed Particle Hydrodynamics (SPH)

Eine weitere Möglichkeit der numerischen Darstellung von Fluiden sind netzfreie Formulierungen. Im SPH-Ansatz [170] wird das Kontinuum als Set von interagierenden Partikeln definiert. Die Partikel sind dadurch keine einfachen Massepunkte, weil die Feldvariablen eines Partikels auf Basis der Interpolation benachbarter Partikel berechnet werden [154]. Abbildung 6.4 skizziert die Methode. Eine Lösungsvariable $A(\mathbf{r})$, abhängig vom Ortsvektor \mathbf{r} des Partikels P_i , wird demzufolge entsprechend Gleichung (6.4) berechnet.

$$A_i(\mathbf{r}) = \int A(\mathbf{r}') W(\mathbf{r} - \mathbf{r}', h) d\mathbf{r}' \quad (6.4)$$

Darin bezeichnet W eine Gewichtungsfunktion (bzw. Kernel-Funktion) und \mathbf{r}' den Ortsvektor zu einem benachbarten Partikel. Die Kernel-Funktion definiert den abnehmenden Einfluss benachbarter Partikel unter steigendem Abstand zu P_i . Dadurch entsteht im dreidimensionalen Fall ein sphärischer Einfluss-Bereich um alle Partikel, definiert durch die Smoothing-Länge h .

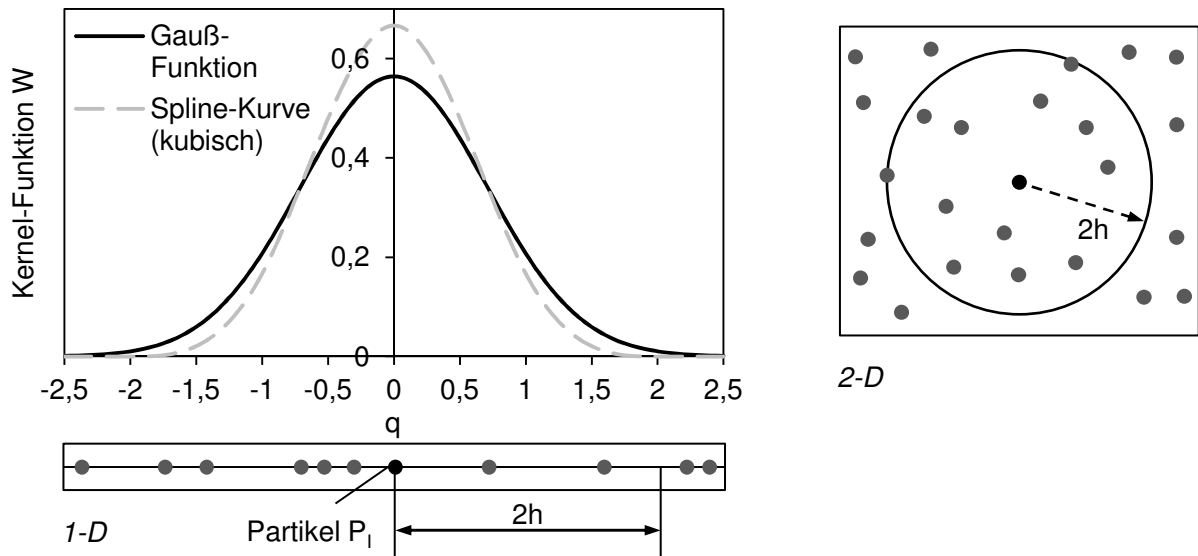


Abbildung 6.4: Kernel-Funktion und Smoothing-Länge der SPH-Methode

Die Kernel-Funktion W ist nach Gleichung (6.5) auf 1 normiert und strebt gegen die Delta-Funktion, wenn h gegen Null strebt (siehe Gleichung (6.6)).

$$\int W(\mathbf{r}-\mathbf{r}',h)d\mathbf{r}'=1 \tag{6.5}$$

$$\lim_{h \rightarrow 0} \int W(\mathbf{r}-\mathbf{r}',h)=\delta(\mathbf{r}-\mathbf{r}') \tag{6.6}$$

In Abbildung 6.4 sind zwei gängige Kernel-Funktion dargestellt. In numerischen Berechnungen werden bevorzugt Spline-Kurven eingesetzt. Gleichung (6.7) zeigt eine dreidimensionale Kernel-Funktion, welche über einen kubischen Spline definiert ist [171]. Diese stetigen Funktionen sind stückweise aus Polynomen n-ten Grades zusammengesetzt und besitzen somit finite Nullstellen. Dadurch wird gewährleistet, dass keine Partikel außerhalb des von der Smoothing-Länge definierten Einflussbereichs in die Berechnung der Feldgrößen einfließen.

$$W_4(q,h)=\frac{1}{\pi h^3} \begin{cases} 1-\frac{3}{2}q^2+\frac{3}{4}q^3, & 0 < q < 1 \\ \frac{1}{4}(2-q)^3, & 1 < q < 2 \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \tag{6.7}$$

mit $q=|\mathbf{r}|/h$

Die realistische Abbildung einer Flüssigkeit über einen Partikelansatz erfordert eine Mindestpartikeldichte [172], damit die Partikelmenge global als Kontinuum approximiert werden kann. Neben der Partikeldichte beeinflussen auch die Wahl der Kernel-Funktion und der Smoothing-Länge die Genauigkeit und Stabilität der Simulation [173]. In Abbildung 6.5 ist ein hydrostatischer Druckversuch eines Flüssigkeitsvolumens unter Verwendung verschiedener Kernel-Funktionen und Partikeldichten dargestellt. Die Dichte wird dabei in Partikel pro mm^3 angegeben.

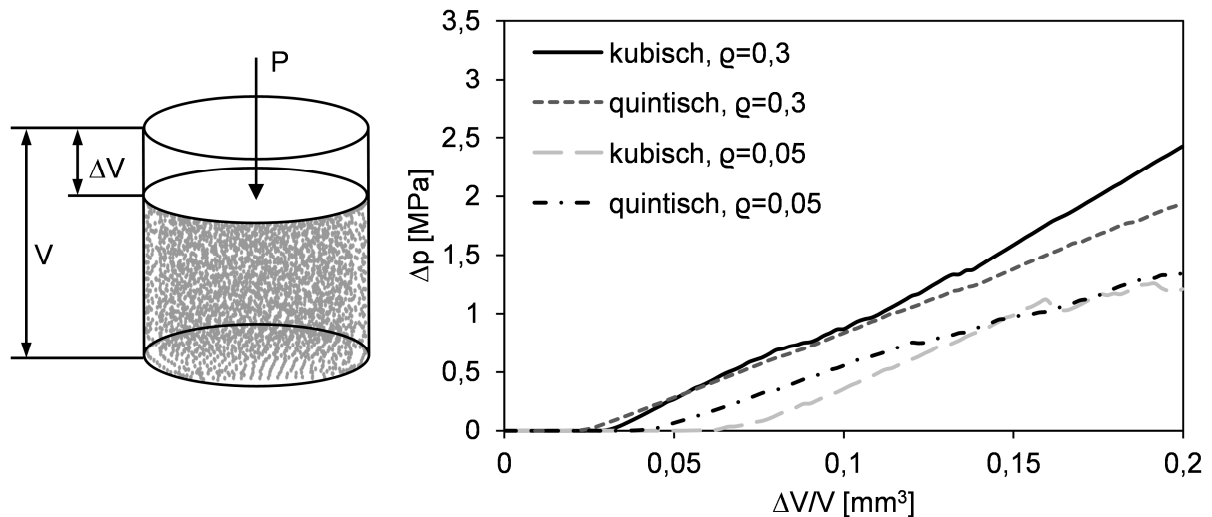


Abbildung 6.5: Einfluss der Kernel-Funktion und der Partikeldichte auf das Kompressionsverhalten im hydrostatischen Druckversuch

Die Auswertung des Kompressionsverhaltens verdeutlicht, dass durch höhere Partikeldichten ein gleichmäßigerer Verlauf erreicht wird. Zudem sinkt der Einfluss der Kernel-Funktion mit steigender Partikeldichte. Im LSBM-Prozess liegt der Umformdruck nach der Düsenventilöffnung bis zur vollständigen Flaschenfüllung deutlich unterhalb von 5 bar (vergleiche Abbildung 2.8). Der kubische und der quintische Ansatz liefern bis zu Druckwerten von 10 bar (bzw. 1 MPa) identische Kompressionsverläufe. Die hohe numerisch berechnete Kompressibilität im Anfangsbereich der Kurven resultiert aus der finiten Abbildung der Geometrie sowie dem Kontaktalgorithmus.

Der ABAQUS-Solver berechnet h automatisch auf Basis der Partikelanordnung. Die Smoothing-Länge wird dabei so eingestellt, dass 30 - 50 Partikel im sphärischen Einflussbereich liegen [167]. Der Kontakt zwischen Partikeln und Lagrange-Elementen erfolgt analog zum Kontakt zwischen Lagrange-Strukturen. In jedem Zeitschritt wird eine knotenbasierte Oberfläche aus Partikeln definiert, welche die Lagrange-Struktur kontaktieren.

6.1.4 Anwendung und Validierung der FSI-Ansätze in der Prozesssimulation

Bezüglich des LSBM-Prozesses werden folgende Anforderungen an den FSI-Modellierungsansatz gestellt:

1. Örtliche Auflösung der Flüssigkeit, insbesondere bezüglich der Feldeigenschaften Druck, Deformation, Verschiebung und Beschleunigung
2. Übertragung der Trägheits- und Druckkräfte durch geeignete Kontaktalgorithmen
3. Stabile Modellierung der hohen Deformationen von Flüssigkeit und Preform
4. Exakte örtliche Darstellung der Preform-Geometrie, insbesondere der Wandstärke

Im ersten Schritt wird die Simulationsmethode der Preform-Struktur ausgewählt. Im LSBM-Prozess werden Oberflächenverstreckgrade größer zehn erreicht. Eine Euler-Formulierung würde eine stabile Berechnung dieser hohen Deformationen sicherstellen. Der Ansatz ermöglicht nach Abbildung 6.3 jedoch keine präzise Berechnung von Strukturgrenzen, was der Forderung nach einer exakten örtlichen Darstellung der Preform-Wanddicke widerspricht. Aufgrund der höheren Genauigkeit wird der Vorformling daher über eine Lagrange-Formulierung beschrieben, die auch für feine Strukturen eine präzise Abgrenzung der Struktur erlaubt.

Für die Vernetzung der Flüssigkeit werden die Formulierungen CFD, CEL und SPH verglichen. Dazu wird für alle Ansätze ein vereinfachtes Prozessmodell eines flüssigkeitsgestützten Freiformversuchs entworfen. Die Vernetzungsdichte der Flüssigkeit ist so angepasst, dass ein vergleichbarer Berechnungsaufwand entsteht. Die Randbedingungen und Materialeigenschaften sind in beiden Modellen identisch definiert. Es wird ein lineares Füllprofil mit einem Volumenstrom von $2,3 \cdot 10^5 \text{ mm}^3/\text{s}$ verwendet. Der Vorformling wird durch einen vertikalen Hohlzylinder mit halbkugelförmigem unterem Abschluss vereinfacht. Die mechanischen Eigenschaften der Struktur werden über ein hyperelastisches Van-der-Waals Modell charakterisiert. Das hydrodynamische Materialmodell aus Kapitel 5.2 beschreibt die Flüssigkeit.

Abbildung 6.6 illustriert die Ergebnisse der CFD-Simulation bezüglich der Preform-Deformation zu verschiedenen Umformzeitpunkten. Es wird deutlich, dass der CFD-Simulationsansatz keine stabile Berechnung für hohe Strukturdeformationen ermöglicht. Ursächlich hierfür ist in erster Linie die sich ausdehnende Flüssigkeit in Verbindung mit der arbiträren Netzadaptierung der Flüssigkeit unter Beibehaltung der Knotenanzahl. Dadurch steigt die charakteristische Elementlänge der Flüssigkeit. Des Weiteren ermöglicht dieser Simulationsansatz keine Modellierung des Einströmvorgangs, weil die Konnektivität zwischen

FE- und Fluid-Elementen für die Co-Simulation in ABAQUS als Randbedingung beaufschlagt wird. Ein weiterer Nachteil der Flüssigkeitsberechnung in der Simulationssoftware ist die Annahme der Divergenzfreiheit des Geschwindigkeitsfeldes [167]. Daraus resultiert die Inkompressibilität der Flüssigkeit. Die Gültigkeit dieser Annahme ist jedoch im LSBM-Prozess nicht zwangsläufig gegeben. Durch das Einströmen der Flüssigkeit in den luftgefüllten Vorformling entsteht ein Gemisch. Dessen Kompressibilität sinkt mit steigender Prozesszeit aufgrund der nachströmenden Flüssigkeit. Wegen dieser Einschränkungen und der Instabilität in der Deformationsberechnung eignet sich der CFD-Ansatz nicht für die Simulation der vorgestellten Aufgabenstellung.

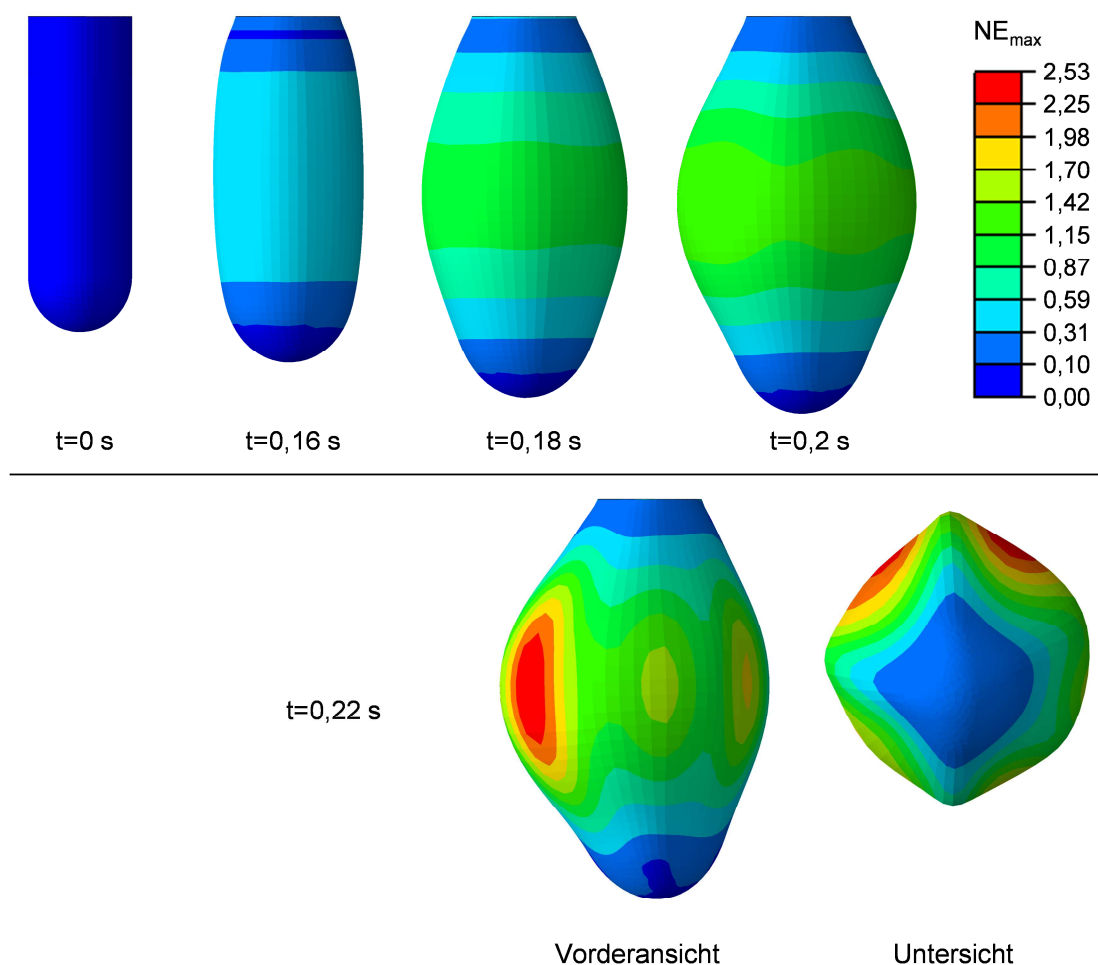


Abbildung 6.6: Deformationsverlauf der Struktur im Freiformversuch mit CFD-Ansatz (Co-Simulation von Struktur- und Fluid-Solver)

Die Simulationsergebnisse der beiden Modelle mit CEL- und SPH-Ansatz zeigen nach Abbildung 6.7 vergleichbare Deformationen bis zum Beginn der radialen Deformation. Danach wird die Kontaktproblematik des CEL-Ansatzes deutlich. Die Vergrößerung der Preformelemente über der Zeit bei gleichbleibender Größe der Euler-Elemente verändert das Vernet-

zungsverhältnis zwischen Euler- und Lagrange-Formulierung, wodurch die Ankerknoten der Euler-Elemente ihren Kontaktbezug verlieren können. Mit fortschreitender Prozesszeit werden dadurch Materialpenetrationen begünstigt, was anhand der markierten Bereiche in Abbildung 6.7 *oben* deutlich wird. Überdies wird in ABAQUS/Explicit aus Gründen der Leistungsfähigkeit ein Kontakt nur für Euler-Elemente forciert, die mehr als 50 % Material enthalten (Eulerian Volume Fraction, EVF > 0,5) [167].

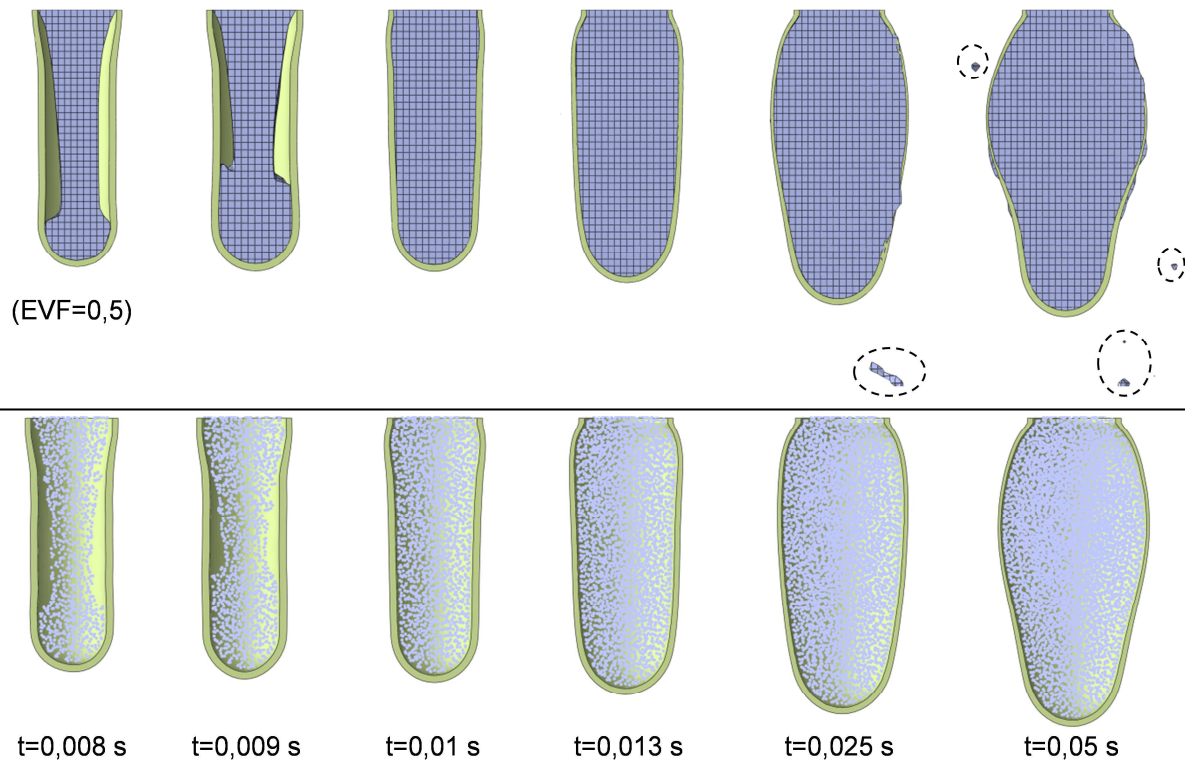


Abbildung 6.7: Deformationsverlauf von Struktur und Flüssigkeit im Freiformversuch
oben: CEL-Ansatz, unten: SPH-Ansatz

Die Materialparameter von Struktur und Flüssigkeit beeinflussen ebenfalls die Stärke der Materialpenetration. Nach Gleichung (6.2) ist die Steifigkeit des Penalty-Kontaktes linear von der Massenmatrix und einem Frequenz-Multiplikator sowie quadratisch vom stabilen Zeitinkrement abhängig. Das stabile Zeitinkrement einer expliziten FE-Simulation eines Festkörpers kann nach Gleichung (6.8) bestimmt werden.

$$\Delta t = \min\left(\frac{L_e}{c_d}\right) \quad (6.8)$$

$$c_d = \sqrt{\frac{(\hat{\lambda} + 2\hat{\mu})}{\rho}} \quad (6.9)$$

mit	L_e	Charakteristische Elementgröße
	c_d	Effektive transversale Schallgeschwindigkeit im Festkörper
	$\hat{\lambda}, \hat{\mu}$	Effektive Lamé-Konstanten
	ρ	Dichte

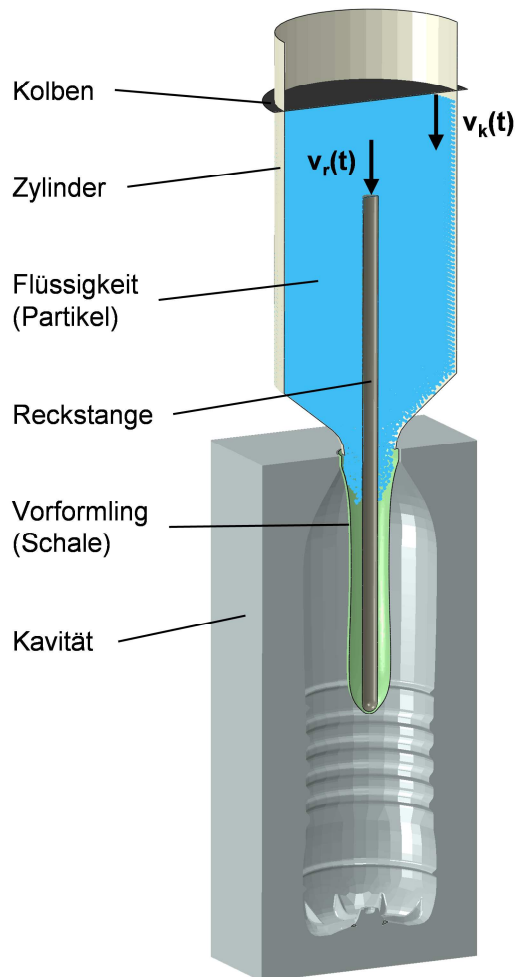
Für Flüssigkeiten berechnet sich die Schallgeschwindigkeit entsprechend Gleichung (5.37) über den Kompressionsmodul. Folglich beeinflussen die effektiven elastischen Moduln sowie die Material- und Elementdichten von Flüssigkeit und Struktur das stabile Zeitinkrement und somit in hohem Maße die Kontaktsteifigkeit. Zudem bewirkt eine höhere Viskosität der Flüssigkeit die Reduktion der Eigenfrequenz und damit die Erhöhung des Multiplikators ε und der Kontaktsteifigkeit. Für die LSBM-Simulation mit Wasser kann eine Veränderung der Materialeigenschaften zugunsten der Kontaktstabilität vor dem Hintergrund einer realistischen Prozessvorhersage jedoch nicht genutzt werden. Daher ist das Verhältnis der Vernetzungsdichten die einzige Möglichkeit der Beeinflussung des Euler-Lagrange-Kontakts. Durch eine modifizierte Anfangsvernetzung können Materialpenetrationen vermindert, jedoch nicht vollständig vermieden werden.

Neben der instabilen Kontaktformulierung erzielt die CEL-Formulierung eine geringe Berechnungseffizienz in der LSBM-Prozesssimulation. Die Euler-Domäne umfasst alle Bereiche, in denen während der Simulation Material existieren kann. Aufgrund der hohen Volumenzunahme des Vorformlings im Umformprozess muss dadurch eine große Euler-Domäne definiert werden. Diese enthält bis zu mittleren Umformzeitpunkten einen hohen ungefüllten Anteil, dessen Elementgleichungen ebenfalls in jedem Zeitschritt gelöst werden. Im Gegensatz dazu werden in der Partikel-Methode nur dort Feldgrößen berechnet, wo Material existiert.

Zusammenfassend wird anhand des vereinfachten Freiformmodells deutlich, dass mittels der SPH-Methode die stabilste FSI-Simulation des LSBM-Prozesses erzielt wird. Die CFD-Methode ist in Bezug auf Berechnungsaufwand und Stabilität für große Deformationen nicht für die Simulation des LSBM-Prozesses geeignet. Der CEL-Ansatz neigt im Allgemeinen zu Kontaktinstabilität, die jedoch durch günstige Elementdichten von Struktur und Flüssigkeit reduziert werden. Zudem wird der Kontakt durch hochviskose Flüssigkeiten stabilisiert. Aufgrund dieser Validierung wird im Rahmen der LSBM-Prozesssimulation die SPH-Methode verwendet.

6.2 Mechanische Prozesssimulation

In diesem Kapitel wird die temperaturabhängige mechanische Umformsimulation auf Basis der kalibrierten Eingangsgrößen eingeführt sowie anhand experimenteller Ergebnisse evaluiert. Aufgrund der Prozessdynamik in Verbindung mit den signifikanten Trägheitskräften und großen Deformationen wird der ABAQUS/Explicit-Solver basierend auf einem expliziten Integrationsverfahren angewandt. In Abbildung 6.8 sind die Geometrie und die Eingangsparmeter des Modells dargestellt.



Prototyp		Simulation	
Parameter	Abk.	Parameter	Abk.
Heizzeit	t_H	Temperaturverteilung	$T_i(x,t)$
Heizprofil	-		
Flüssigkeitstemperatur	T_L	-	-
Reckstangengeschwindigkeit	$v_r(t)$	Reckstangengeschwindigkeit	$v_r(t)$
Füllstart	P_s	Kolbengeschwindigkeit	$v_k(t)$
Füllende	P_e		
Füllprofil	-		

Abbildung 6.8: LSBM-Prozessmodell, links: Geometrie, rechts: Prozessparameter in Experiment und Simulation

Die Prozessparameter der Aufheizphase werden über die Anfangstemperaturverteilung $T_i(x,t)$ implementiert. Diese ist über fünf Integrationspunkte entlang der Dickenrichtung den Schalelementen des Vorformlings zugewiesen. Die Geschwindigkeit der Reckstange und der Volumenstrom der Flüssigkeit werden anhand der Steuersignale des LSBM-Prototyps integriert (siehe Abbildung 2.8). Die Abkühlung des Preforms in der Umformphase wird in diesem Kapitel noch nicht simuliert, so dass die Flüssigkeitstemperatur zunächst keinen Einfluss auf die Deformation nimmt.

Eine Optimierung der Berechnungszeit wird durch zulässige Geometrievereinfachungen ermöglicht. Die Maschinenelemente Reckstange, Streckblasform, Zylinder und Kolben werden im Modell als fixierte Körper (Rigid Bodies) definiert. Die Einspritzdüse sowie die Schlauchverbindung zum Hydraulikzylinder werden durch einen konischen Übergangsbereich im Zylinder modelliert. Dieser dient der numerischen Stabilität des Einfüllvorgangs. Die Geometrie des Übergangs nimmt in Vorversuchen keinerlei Einfluss auf den Deformationsverlauf des Preforms. Ein Austritt von Partikeln aufgrund der Geometrieapproximation durch FE-Elemente wird durch die Überlappung von Zylinder und Kolben vermieden. Der Gewindebereich des Preforms oberhalb des Stützrings wird nicht in der Simulation berücksichtigt, da hier keine Deformation entsteht.

Der zeitabhängige Volumenstrom sowie die Reckstangengeschwindigkeit werden über Randbedingungen implementiert. Über das Coulombsche Reibungsgesetz wird der Kontakt zwischen Preform und Kavität sowie Preform und Reckstange definiert. Es wird ein Reibungskoeffizient von $\mu = 1$ angenommen, der einer Haftbedingung entspricht. Mit diesem Wert werden in der Literatur die besten Ergebnisse in der Vorhersage der Wanddickenverteilung erzielt [54, 103]. Chung [76] zeigt durch Ergebnisse einer SBM-Simulation, dass die Reibung zwischen Preform und Reckstange selbst mit einem Koeffizienten von $\mu = 1$ unterschätzt wird. Durch ein Abgleiten des Materials von der Reckstange entstehen zu hohe Deformationen der Preform-Kuppel, wodurch die Wanddickenverteilung stark beeinflusst wird. Chung verwendet ein temperaturunabhängiges Materialmodell. Im Gegensatz dazu ist der Einfluss des Reibkoeffizienten im LSBM-Modell sehr gering. Die implementierte Anfangstemperaturverteilung führt zu niedrigen Temperaturen in der Umgebung des Pols. Die Temperaturabhängigkeit des Materials garantiert dadurch ein steifes Verhalten und somit geringe Deformationen dieses Bereichs. Folglich wird eine Überschätzung der Deformation vermieden.

6.2.1 Ergebnisse und Evaluation

Nachfolgend wird das Ergebnis einer Umformsimulation mit folgender Prozessparameterkombination vorgestellt: Heizzeit: 9 s, Heizprofil: 0, Füllstart: P2, Flüssigkeitsvolumenstrom: $3,9 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$, Reckstangengeschwindigkeit: 1 m/s. Der Volumenstrom resultiert in einer Füllzeit von 0,15 s und einer Prozesszeit von 0,18 s. Die Verformung zu verschiedenen Prozesszeitpunkten ist in Abbildung 6.9 dargestellt. Es wird deutlich, dass die vollständige Ausformung der Flasche in der gegebenen Zykluszeit erreicht wird. Der FSI-Kontakt bleibt bis zum Prozessende stabil. Die resultierende Flaschengeometrie ist in Abbildung 6.10 dargestellt. Die

Vernetzungsdichte des Vorformlings erlaubt eine ausreichende Auflösung der Rippen und des Bodenbereichs der Flasche.

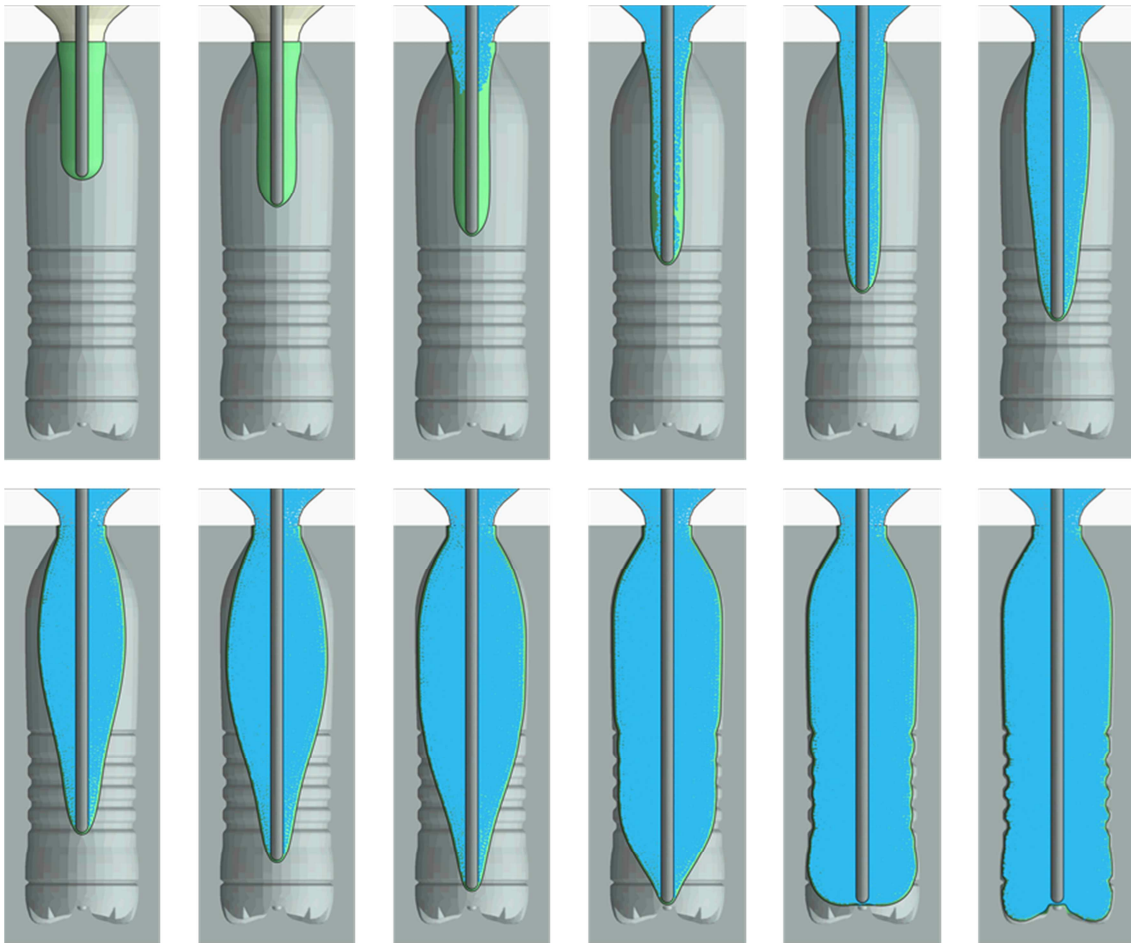


Abbildung 6.9: Ergebnis der LSBM-Simulation zu äquidistanten Zeitpunkten,
Prozesszykluszeit: 0,18s, Zeitschritt der Auswertung: 0,015s

Die experimentelle Analyse des LSBM-Prototyp in Kapitel 3.5 zeigt, dass der Füllstart und die Heizzeit neben der Flüssigkeitstemperatur den größten Einfluss auf das Bodengewicht haben. Anhand des experimentellen Modells wird herausgestellt, dass die in diesem Kapitel simulierte Kombination aus frühem Füllstart und niedriger Heizzeit das Bodengewicht minimiert. Demnach ist im Ergebnis der Simulation ebenfalls ein niedriges Bodengewicht zu erwarten. Eine niedrige Masse des unteren Flaschenabschnitts ist gleichzusetzen mit hohen Dehnungen und Spannungen sowie einer geringen Wandstärke im Bodenbereich. Dies wird anhand der drei skalaren Ausgangsgrößen der Simulation zum Zeitpunkt der vollständigen Flaschenfüllung in Abbildung 6.10 bestätigt.

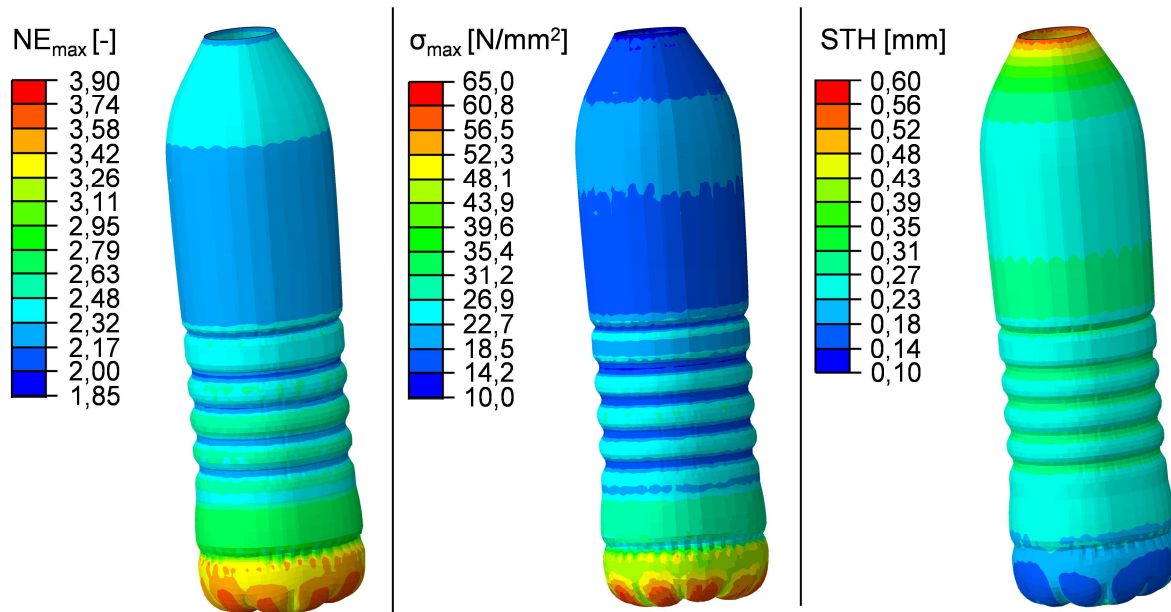


Abbildung 6.10: Ausgangsgrößen der Simulation ($t = 0,18s$): *links*: maximale nominelle Hauptdehnung, *mittig*: maximale Cauchy-Hauptspannung; *rechts*: Wanddickenverteilung

Eine weitere Evaluation der Simulation erfolgt mittels der in Kapitel 3.1 entwickelten Prozessvisualisierung an einem Versuch mit identischer Prozessparameterkombination. Die Deformation in Experiment und Simulation wird zu verschiedenen Zeitpunkten ausgewertet. Abbildung 6.11 und Abbildung 6.12 zeigen die Ergebnisse. Es wird ein übereinstimmender Deformationsverlauf festgestellt. Zur Quantifizierung der Abweichung ist in Abbildung 6.12 der aktuelle Durchmesser der PET-Blase an fünf Stellen in Richtung der axialen Deformation in Experiment und Simulation über der Zeit ausgewertet. Die Abweichung der Durchmesser ist als Fehler in Abhängigkeit der Prozesszeit dargestellt. Ein niedriger mittlerer Fehler von 5,5 % wird erreicht. Der maximale Wert liegt unterhalb von 15 %. In der Anfangsphase bis 0,1 s beträgt der durchschnittliche Fehler 1,7 % und steigt mit zunehmendem Flüssigkeitsvolumen.

Eine Analyse der Ursache für die leichten Abweichungen vom realen Verhalten ermöglicht die Identifikation weiterer Einflussfaktoren auf das Deformationsverhalten. Der maximale Fehler zwischen Simulation und Experiment ist erreicht, wenn Schulter- und Bodenbereich der Flasche ausgeformt werden. In der Simulation wird der Kontakt zur Kavität früher erreicht als in Realität beobachtet. Daraus lässt sich schließen, dass die Simulation zu diesem Zeitpunkt entweder die Steifigkeit des Werkstoffs unterschätzt oder die Volumenstromlast überschätzt. Auch eine Kombination beider Effekte ist denkbar.

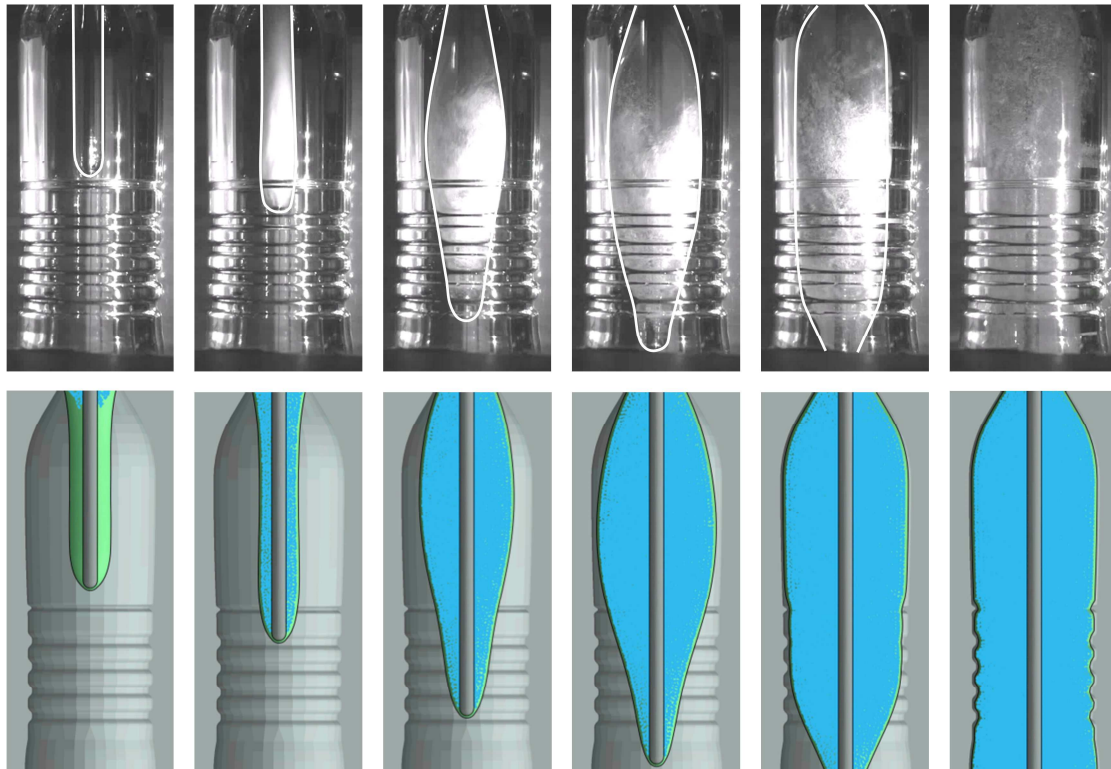


Abbildung 6.11: Deformationsverlauf in Experiment und Simulation zu gleichen Zeitpunkten, Prozesszykluszeit: 0,18s, Zeitschritt der Auswertung: 0,03s

Ersteres, also ein zu weiches Materialverhalten mit fortschreitender Prozesszeit, ist auf die Vernachlässigung der Kühleffekte in der Simulation zurückzuführen. Die Flüssigkeitstemperatur führt insbesondere mit steigender Prozesszeit zu einer signifikanten Kühlung des Vorformlings. Dies wird experimentell bereits in Abbildung 4.15 verdeutlicht. Im aktuellen Prozessmodell kann die temperaturinduzierte Versteifung unterhalb von T_g derzeit nicht simuliert werden, da das PET-Materialmodell in diesem Bereich nicht kalibriert ist. Eine ungenaue Modellierung der Volumenstromlast ist auf eine abweichende Kompressibilität der Flüssigkeit zurückzuführen. Die Modellierung des Kompressionsverhaltens basiert auf den Literaturwerten für Wasser aus Kapitel 5.2. Dabei wird ideales Werkstoffverhalten vorausgesetzt. Im realen Versuch liegt jedoch eine zu diesem Wert leicht erhöhte Kompressibilität vor. Ursächlich hierfür ist zum einen das elastische Systemverhalten. Insbesondere die bewegliche Schlauchverbindung zwischen Zylinder und Düse kann sich unter der Drucklast während der Verformung ausdehnen. Zum anderen kann im realen Versuch nie von einer vollständigen Systementlüftung ausgegangen werden. Darüber hinaus ist die Kompressibilität der Flüssigkeit während des Prozesses nicht konstant. Im Anfangsbereich kommt es zu einer Vermischung der einströmenden Flüssigkeit mit der Umgebungsluft im Vorformling. Die dadurch zusätzlich erhöhte Kompressibilität des Verformungsmediums sinkt mit fortschreitender Fül-

lung. Mit steigendem Druck löst sich die Luft im Wasser, was zu einem erneuten Anstieg des Kompressionsmoduls führt.

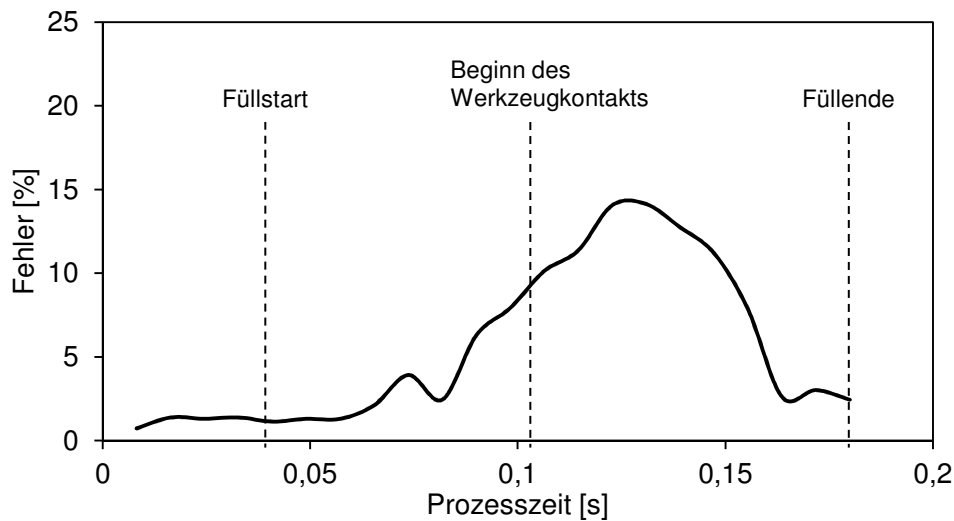


Abbildung 6.12: Relativer Fehler der LSBM-Simulation bezüglich der aktuellen Geometrie des Deformationskörpers

Der SPH-Ansatz in ABAQUS ermöglicht keine Modellierung der Vermischung zweier Fluide. Dadurch wird im anfänglich ungefüllten Vorformling ideales Vakuum angenommen und es kommt potentiell zu einer leichten Verzögerung des Druckaufbaus in der Simulation. Zudem wird ein zeitlich konstanter Wert der Kompressibilität modelliert. Ein veränderlicher Wert würde in der Simulation zu einer Instabilität führen, weil der stabile Zeitschritt auf Basis dieses Wertes abgeschätzt wird. Die Implementierung des Effekts ist daher entweder über einen veränderten Füllbeginn oder eine zusätzliche Drucklast auf Basis des aktuellen Innenvolumens des PET-Hohlkörpers zu realisieren. Das Ergebnis dieser Simulation muss mittels eines gemessenen Druckverlaufs am LSBM-Prototyp evaluiert werden. In der aktuellen Messkonfiguration des Prototyps wird der Druckverlauf im Anfangsbereich nicht mit einer ausreichenden Genauigkeit und zeitlichen Auflösung erfasst. Der Drucksensor ist in zu großem Abstand zum Vorformling in der Verbindungsleitung zwischen Zylinder und Düse angebracht. Der hochdynamische Druckverlauf im Preform während der Einfüllphase wird dadurch nicht korrekt erfasst. Bordival et al. [139] realisieren eine präzise Druckmessung in Aufblasversuchen durch die Platzierung des Sensors innerhalb des Preforms. Im LSBM-Prozess könnte der Sensor alternativ innerhalb der Reckstange platziert werden.

Neben einer realistischen Abbildung des Deformationsverlaufs ist die Vorhersage der Wanddickenverteilung ein weiteres Ziel der Simulation. Die Genauigkeit dieser Vorhersage wird mittels der in Kapitel 3.6 angewandten Methode der Preform-Markierung evaluiert. Damit die

experimentellen Ergebnisse dieser Untersuchung verwendet werden können, wird in der Simulation die Geometrie der Flasche durch Kavität 4 aus Kapitel 3.6 substituiert. Die Auswertung erfolgt an einem Punkt des inneren Versuchsplans aus Kapitel 3.6. In Abbildung 6.13 sind die Ergebnisse der Kratzerauswertung im Experiment und in der Simulation dargestellt.

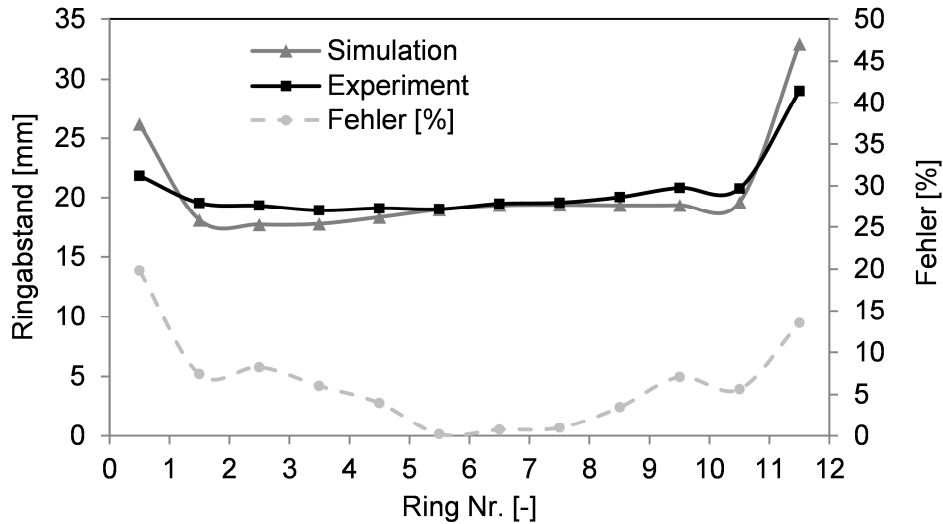


Abbildung 6.13: Ringabstand in Experiment und Simulation in einem Versuchspunkt der geometrieabhängigen Prozessanalyse ($T_L = 18 \text{ °C}$, $t_h = 9,5 \text{ s}$, $P_S = 2$)

Aus dem Vergleich der Ringabstände wird deutlich, dass die Simulation eine präzise Vorhersage der Gewichtsverteilung im Endprodukt mit einem mittleren Fehler von 6,4 % ermöglicht. Lediglich an den äußeren Ringen im Schulter- bzw. Bodenbereich wird eine Abweichung größer 10 % von den Messwerten detektiert. Diese höhere Abweichung in Regionen, welche später ausgeformt werden, entspricht den Ergebnissen der Evaluierung des Deformationsverlaufs. Die Ursachen hierfür sind in diesem Kontext bereits ausführlich diskutiert.

Zusammenfassend zeigt die Evaluation, dass die anfangstemperaturabhängige mechanische LSBM-Simulation eine realistische Vorhersage des Deformationsverlaufs sowie der Materialverteilung im Endprodukt ermöglicht. Leichte Abweichungen im Schulter- und Bodenbereich sind auf die Modellierung einer zeitlich konstanten und idealisierten Kompressibilität sowie auf die Vernachlässigung der Temperaturänderung während der Deformation zurückzuführen. Die evaluierte Leistungsfähigkeit des Modells erlaubt die Übertragung der Ergebnisse auf den realen Prozess, was die Anwendung des Modells in der folgenden Machbarkeitsstudie ermöglicht.

6.2.2 Prozessverhalten auf Rundläufermaschinen

Im konventionellen Streckblasformen bieten Rundläufermaschinen Vorteile bezüglich der Reproduzierbarkeit und der Ausstoßrate gegenüber linearen Systemen. Die Ursachen hierfür werden in Kapitel 2.2 erläutert. Eine Anwendung des Rundläuferprinzips auf den LSBM-Prozess beinhaltet zusätzliche Herausforderungen. Die Flüssigkeit besitzt im Vergleich zur Druckluft bei einem typischen Blasdruck von 7 - 15 bar eine um zwei Größenordnungen höhere Masse. Um diesen Faktor vergrößern sich folglich auch die durch die Rotation induzierten Trägheitskräfte, deren Einfluss auf die Umformung im SBM-Verfahren vernachlässigt werden kann. Es ist daher zu überprüfen, ob diese Vermutung für das flüssigkeitsgestützte Verfahren noch zutreffend ist. Experimentelle Untersuchungen dieser Art können am linearen LSBM-Prototyp nicht durchgeführt werden. Daher wird diese Studie mittels des entwickelten Simulationsmodells durchgeführt.

Im ersten Schritt werden die auf den rotierenden Preform wirkenden Trägheitskräfte in einer Rundläufermaschine quantifiziert. Der Betrag und die Richtung der Kräfte sind abhängig von der Produktionsleistung der Maschine und der räumlichen Werkzeuganordnung. Abbildung 6.14 skizziert die Belastungen des Vorformlings zu zwei Prozesszeitpunkten für zwei unterschiedliche Werkzeuganordnungen (A und B).

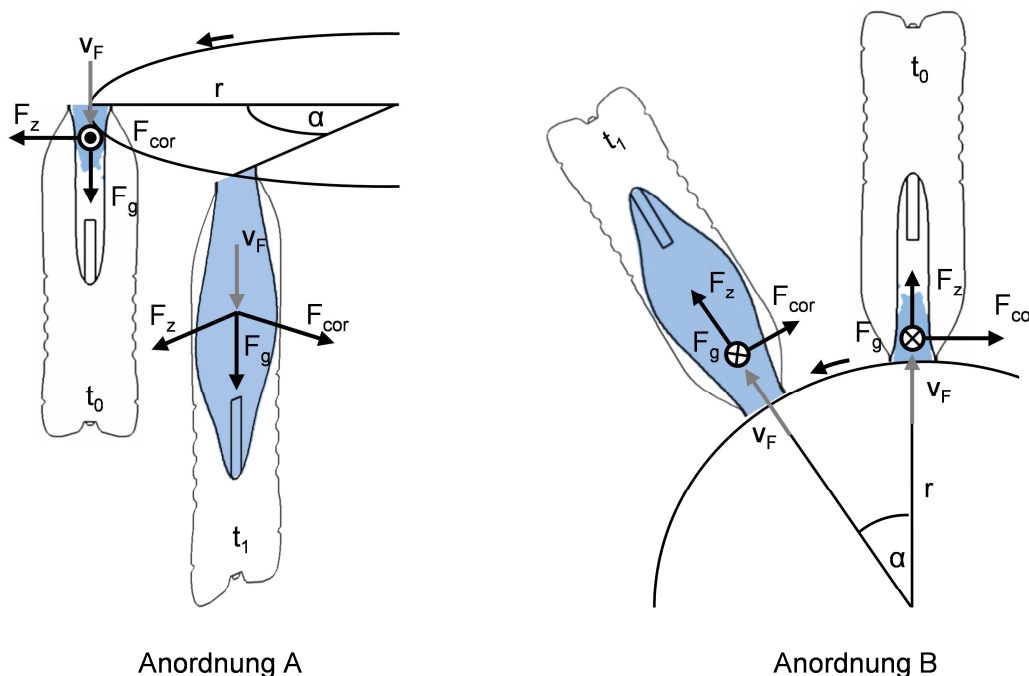


Abbildung 6.14: Trägheitskräfte im Rundläuferprinzip in Abhängigkeit der Werkzeuganordnung zu zwei Prozesszeitpunkten t_0 und t_1 , links: typische Anordnung im SBM-Verfahren, rechts: alternative Anordnung

Darin bezeichnen F_g die Gewichtskraft, F_z die Zentrifugalkraft und F_{cor} die Corioliskraft. Anordnung A repräsentiert eine typische Konfiguration in Rundläufermaschinen des SBM-Verfahrens. Dabei zeigt die Gewichtskraft in Richtung der Preform-Achse. Die Zentrifugal- und die Corioliskraft wirken dazu senkrecht und verhindern dadurch potentiell eine radialsymmetrische Ausformung. Durch eine alternative Anbindung der Kavitäten, wie in Anordnung B, kann die Kraftwirkung beeinflusst werden. Für die folgende Untersuchung wird Anordnung A in Kombination mit den Leistungsdaten einer SBM-Maschine angenommen. Dadurch werden die Auswirkungen der Substitution des Verformungsmediums unter Verwendung von aktuellem Maschinenequipment validiert.

Eine Rundläufermaschine mit 36 Kavitäten, einer Ausstoßrate von 72.000 Flaschen pro Stunde und einem Formradradius $r = 1,8$ m (siehe Abbildung 6.14) entspricht zum Zeitpunkt der Untersuchung dem Stand der Technik. Daraus folgt eine Produktionsfrequenz f von 0,56 Flaschen pro Sekunde und Kavität. Aus der mittleren Umformzeit in den experimentellen Untersuchungen aus Kapitel 3 folgt ein Volumenstrom von $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$. Daraus wird eine mittlere Flüssigkeitsgeschwindigkeit v_F von 0,5 m/s errechnet. Die Zentrifugal- und Coriolisbeschleunigungen berechnen sich nach den Gleichungen (6.10) - (6.11).

$$a_z = (2\pi f)^2 \cdot r \quad (6.10)$$

$$a_{cor} = 2 \cdot (2\pi f) \cdot v_F \quad (6.11)$$

Unter den getroffenen Annahmen werden Werte von $a_z = 21,9 \text{ m/s}^2$ und $a_c = 3,5 \text{ m/s}^2$ berechnet. Die Prozessparametereinstellung entspricht dem Zentralpunkt aus Kapitel 3.5. Mittels der berechneten Beschleunigungen wird jeweils eine Simulation für den Fall einer statischen Kavität und für den Fall einer rotierenden Kavität nach Anordnung A durchgeführt.

Bezüglich des Deformationsverlaufs wird in der Simulation der rotierenden Kavität eine leichte Abweichung von einer axialsymmetrischen Ausformung festgestellt. Die Konsequenz dieser Auslenkung wird anhand der resultierenden Produkteigenschaften in Abbildung 6.15 und Abbildung 6.16 ausgewertet. Eine konstante Wandstärke in Umfangsrichtung maximiert die Stabilität einer PET-Flasche mit axialsymmetrischer Kavität. Daher wird die Wanddickenverteilung in Längsrichtung y an vier verschiedenen Stellen in Umfangsrichtung φ extrahiert. Der Versatz der einzelnen Kurven quantifiziert die Abweichung zur idealen Axialsymmetrie. Im Vergleich der beiden Abbildungen wird deutlich, dass die Dickenvarianz im Falle der rotierenden Kavität deutlich stärker ausgeprägt ist. Die relative Abweichung vom Mittel-

profil beträgt im Falle der statischen Kavität $1,75 \% \pm 0,8 \%$, die maximale Abweichung beträgt 4% . Diese geringe Variation in der Simulation einer axialsymmetrischen Belastung ist ein Ergebnis der numerischen Berechnung und nicht durch ein physikalisches Phänomen motiviert. Daher wird die numerisch bedingte Abweichung im Falle der Simulation der rotierenden Kavität berücksichtigt, um den Einfluss der Trägheitskräfte zu isolieren. Im rotierenden Fall wird eine mittlere relative Abweichung von $4 \% \pm 2,5 \%$ berechnet. Die maximale Abweichung beträgt 13% und tritt im Bodenbereich auf, der am Ende der Prozesszeit ausgeformt wird und dadurch längere Zeit den Trägheitskräften ausgesetzt ist. Abzüglich der numerischen Variation bleiben ein mittlerer Wert von $2,25 \%$ und eine maximale Abweichung im Bodenbereich von $10,5 \%$.

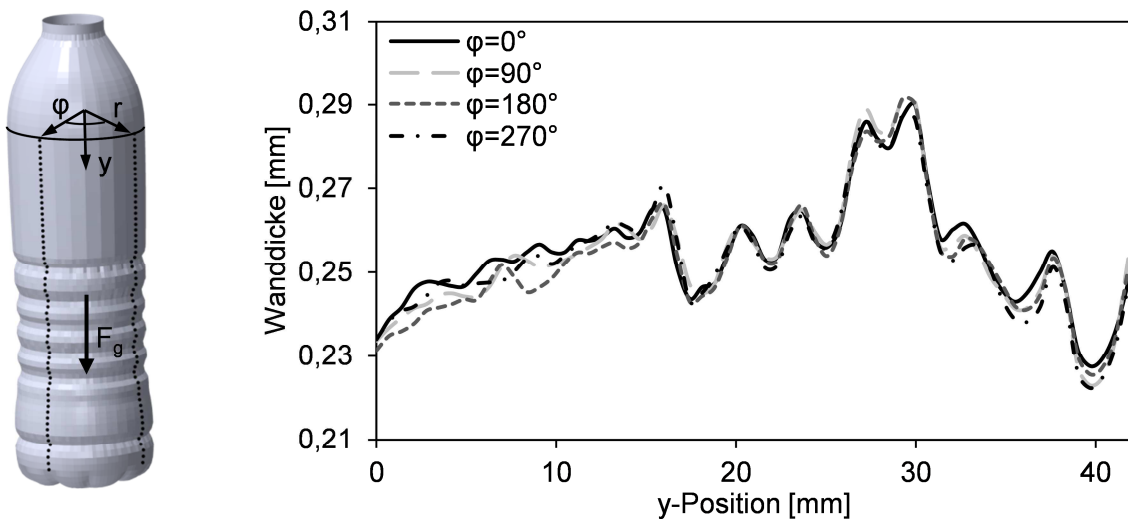


Abbildung 6.15: Simulierte Wanddickenverteilung im Falle einer statischen Kavität

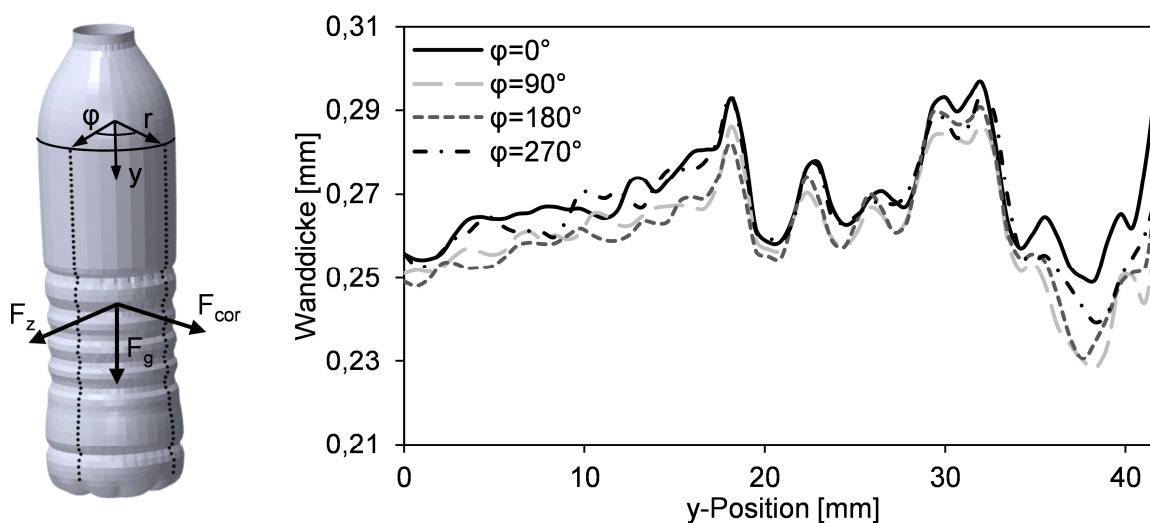


Abbildung 6.16: Simulierte Wanddickenverteilung im Falle einer rotierenden Kavität

Die Ergebnisse der Untersuchung zeigen, dass im Gegensatz zum konventionellen Verfahren signifikante Trägheitskräfte das Deformationsverhalten und die resultierende Wanddickenverteilung in Umfangsrichtung beeinflussen. Aus der relativ geringen Amplitude der Abweichung lässt sich jedoch ebenfalls folgern, dass eine Fertigung nach dem Rundläuferprinzip prinzipiell möglich ist, insbesondere wenn die wirkenden Trägheitskräfte durch eine modifizierte Maschinentchnik verringert werden können. Das vorgestellte Szenario stellt einen kritischen Fall dar, weil von einer Hochleistungsmaschine mit großem Formradradius und einer für den LSBM-Prozess ungünstigen Anordnung der Kavitäten ausgegangen wird. Im simulierten Fall übertrifft die Zentrifugal- die Gravitationsbeschleunigung um den Faktor 2,2. Mit der alternativen Anordnung B in Abbildung 6.14 lassen sich für die gleichen Leistungsdaten die Kräfte reduzieren, da die hohe Zentrifugalkraft hier in Richtung des Volumenstroms wirkt und dadurch zur beschleunigten Ausformung, nicht aber zur radialen Auslenkung führt. Durch eine kompaktere Anordnung oder geringer Anzahl an Kavitäten wird eine Reduzierung des Formradradius r erreicht, wodurch sich die Belastung weiter verringert.

6.3 Thermische Prozesssimulation

In den experimentellen DoE-Analysen wird die Flüssigkeitstemperatur, und damit die Abkühlgeschwindigkeit des PET-Werkstoffs in der Umformphase, als signifikanter Einfluss auf den Deformationsverlauf und die Produkteigenschaften identifiziert (siehe Kapitel 3.4.2, 3.5.1). In der Analyse des dynamischen Temperaturverlaufs in Kapitel 4.2 zeigt sich eine starke Abhängigkeit der aktuellen Wandstärke vom Abkühlverlauf. Es wird ein zum konventionellen Verfahren unterschiedliches Versagensverhalten detektiert, was auf einen hohen Temperaturgradienten entlang der Wanddicke hindeutet. Zudem beeinflusst der Eigenerwärmungseffekt als Ergebnis der Verstreckung deutlich den Temperaturverlauf. In der temperaturabhängigen mechanischen Simulation in Kapitel 6.2 kann die Abweichung von den Messwerten teilweise auf die Vernachlässigung der Kühleffekte in der Umformphase zurückgeführt werden. Eine experimentelle Analyse des Temperaturverlaufs in Dickenrichtung und über der Umformzeit ist aufgrund der hohen Prozessdynamik in Kombination mit einer Messung an mehreren Stellen innerhalb der ausdünnenden Preform-Wand nicht möglich.

Zur detaillierten Charakterisierung der PET-Temperaturentwicklung im Umformprozess wird in diesem Kapitel eine sequentiell gekoppelte thermo-mechanische Simulation entwickelt. Die mechanische Deformation beeinflusst dabei die aktuelle Temperatur des Vorformlings. Dies ist entscheidend für die Genauigkeit, weil sowohl der Eigenerwärmungseffekt, als auch die

von der Flüssigkeit induzierte Kühlrate, in hohem Maße von der aktuellen Wandstärke des Vorformlings abhängen. Die Rückkopplung der Temperatur auf die mechanischen Eigenschaften wird zur Untersuchung des Abkühlverhaltens nicht implementiert. Der Grund hierfür sind zum einen die instabile numerischen Berechnung einer vollständigen Kopplung inklusive FSI, und zum anderen die fehlende Gültigkeit des Materialmodells für Temperaturen unterhalb T_g . Das thermo-mechanische Modell wird anhand statischer und dynamischer IR-Messungen kalibriert und evaluiert. Der Eigenerwärmungseffekt wird auf Basis kalorimetrischer Messungen über einen dehnungsabhängigen Wärmefluss integriert. Infolgedessen kann die Temperaturentwicklung im gesamten Vorformling während des Deformationsvorgangs berechnet werden.

6.3.1 Modellaufbau

Die Berechnung des zeitlichen und örtlichen Temperaturfeldes in der Umformphase erfolgt durch die Lösung der Wärmeleitungsgleichung. Diese wird in Gleichung (4.1) von Kapitel 4.1.2 für den eindimensionalen Fall eingeführt. Die Berechnung des Temperaturfeldes im gesamten Vorformling erfordert die Erweiterung auf den dreidimensionalen Fall. Der Eigenerwärmungseffekt wird über einen zusätzlichen Quellterm modelliert. Darüber hinaus kann nicht mehr wie in Kapitel 4.1.2 von einer konstanten spezifischen Wärmekapazität c ausgegangen werden. In der Umformphase durchläuft der Vorformling einen Temperaturbereich von ca. 20 °C - 120 °C. Wie in Kapitel 2.1 erläutert, ist c in diesem Bereich stark temperaturabhängig und muss daher temperaturspezifisch implementiert werden. Die Temperaturabhängigkeiten der Wärmeleitfähigkeit und der Dichte sind nach Kapitel 2.1 schwach ausgeprägt und werden daher vernachlässigt. Aus diesen Annahmen folgt die Form der Differentialgleichung des Temperaturfeldes nach Gleichung (6.12).

$$c(T)\rho \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \operatorname{div} \operatorname{grad} T + \dot{W}(T, \mathbf{x}, t) \quad (6.12)$$

mit	T	Temperaturfeld abhängig von Ortsvektor und Zeit, $T(\mathbf{x}, t)$
	\mathbf{x}	Ortsvektor
	\dot{W}	Wärmefluss
	$c(T)$	temperaturabhängige spezifische Wärmekapazität

Die Lösung von Gleichung (6.12) erfordert die Definition von Anfangs- und Randbedingungen. Als Anfangsbedingung des Temperaturfeldes dient die in Kapitel 4.1 berechnete Anfangstemperaturverteilung $T(\mathbf{x}, 0)$. Die Randbedingungen definieren die konvektiven Wärmeübergänge an der inneren bzw. äußeren Oberfläche des Vorformlings. Die FSI-Methode bietet

keinen integrierten Ansatz für die Berechnung des Wärmeübergangs zwischen Partikeln und Lagrange-Elementen [167]. Daher werden die Wärmeübergänge anhand ihrer dimensionslosen Kennzahlen bestimmt. Der Vorformling wird dazu vereinfacht als Rohrabschnitt betrachtet. Die nachfolgende Berechnung der Kennzahlen erfolgt auf Basis der Approximationsformeln in [65].

Die Biot-Zahl beschreibt das Verhältnis zwischen der Qualität des Wärmeüberganges an der Oberfläche einer Struktur im Kontakt mit der Umgebung und der Wärmeleitung im Inneren der Struktur [174]. Im ersten Schritt wird der Wärmeübergang an der inneren Oberfläche des Vorformlings isoliert betrachtet. Die Innenfläche tritt mit einem turbulent einströmenden Verformungsmedium konstanter Temperatur in Kontakt. Der Preform mit einer Anfangswandstärke von 2,2 mm wird zu einer 0,5 l Flasche mit einer Wandstärke von ca. 0,2 mm ausgeformt. Die Umformzeit beträgt dabei ca. 0,15 s vom Zeitpunkt des Füllbeginns bis zum Werkzeugkontakt. Eine mittlere Fluidtemperatur von 20 °C wird angenommen. Betrachtet werden die Zeitpunkte des ersten Kontaktes von Wasser und Preform sowie der Zeitpunkt, an dem die Flasche vollständig ausgeformt ist. Die Biot-Zahl ist nach Gleichung (6.13) definiert:

$$Bi = \frac{s/\lambda_K}{1/\alpha_a} = Nu \cdot \frac{s}{d_i} \cdot \frac{\lambda_f}{\lambda_k} \quad (6.13)$$

mit	α_a	Wärmeübergangskoeffizient
	s	charakteristische Länge
	λ_K	Wärmeleitfähigkeit des festen Körpers (PET)
	λ_f	Wärmeleitfähigkeit des Fluids (Wasser)
	d_i	Rohrdurchmesser
	Nu	Nußelt-Zahl

Die charakteristische Länge entspricht im vorliegenden Fall der Wandstärke des Rohres. Es liegt ein hohes Verhältnis l/d_i von Rohrlänge zu Rohrdurchmesser vor, insbesondere zum Einströmzeitpunkt unter fortgeschrittener axialer Ver Streckung. Die Wärmeleitfähigkeit von PET wird in Kapitel 2.1 angegeben. Die temperaturabhängigen Stoffparameter von Wasser sind aus [65] entnommen. Daraus folgend ist die Nußelt-Zahl für erzwungene, voll ausgebildete turbulente Strömungen durch die Gleichungen (6.14) - (6.17) definiert.

$$Nu = \frac{\xi/8 \cdot Re \cdot Pr}{1 + 12,7 \cdot \sqrt{\xi/8} \cdot (Pr^{2/3} - 1)} \quad (6.14)$$

$$\xi = (1,8 \cdot \lg(Re) - 1,5)^{-2} = \frac{s/\lambda_K}{1/\alpha_a} = Nu \cdot \frac{s}{d_i} \cdot \frac{\lambda_f}{\lambda_k} \quad (6.15)$$

$$Re = \frac{v \cdot d_i}{\nu} = \frac{\dot{V} \cdot 4}{v \cdot \pi \cdot d_i} \quad (6.16)$$

$$Pr = \frac{\eta \cdot c_{p,f}}{\lambda_f} \quad (6.17)$$

mit	ξ	Rohrreibungszahl
	Re	Reynolds-Zahl
	Pr	Prandtl-Zahl
	v	mittlere Strömungsgeschwindigkeit
	ν	kinematische Viskosität
	η	dynamische Viskosität
	$c_{p,f}$	spezifische Wärmekapazität des Fluids
	\dot{V}	Volumenstrom

Die Bedingungen an die Gültigkeit von Gleichung (6.14) sind mit $0,1 \leq Pr \leq 1000$ $10^4 \leq Re \leq 10^6$ und $d_i/l < 1$ in beiden Fällen erfüllt. Mit bekannter Nußelt-Zahl kann die Biot-Zahl nach Gleichung (6.13) bestimmt werden. Es ergibt sich ein Wert von $Bi = 710$ für den Vorformling und $Bi = 13$ für die vollständig ausgeformte Flasche, was einem mittleren Wert von $Bi = 362$ entspricht. In Praxisbeispielen (z.B. [175]) werden Werte ab $Bi = 10$ als groß bezeichnet. Für große Biot-Zahlen liegt ein höherer Einfluss des Wärmeübergangs zum Fluid als der Wärmeleitung innerhalb des Körpers vor. Folglich nähert sich die Oberflächentemperatur des Körpers der Temperatur des Fluids an und die Wärmeübergangsbedingung wird durch die Randbedingung aufgeprägter Wandtemperatur ersetzt [174]. Die Erwärmung der Flüssigkeit kann im Prozesszeitraum vernachlässigt werden. Dafür verantwortlich sind die höhere Stoffmenge im Vergleich zum PET-Körper sowie die verstärkte Durchmischung aufgrund der turbulenten Strömung.

Die Wärmeübertragung an der Außenfläche des Preforms wird in analoger Weise nach [65] bestimmt. Sie entspricht vor dem Werkzeugkontakt dem Fall freier Konvektion am luftumströmten Hohlzylinder bei einer Umgebungstemperatur von 20 °C. Die Nußelt-Zahl wird dabei für eine Umgebungstemperatur von 20 °C nach Gleichung (6.18) abgeschätzt.

$$Nu = (0,825 + 0,387 \cdot (0,35Ra)^{1/6})^2 \quad (6.18)$$

Die Rayleigh-Zahl Ra wird über das Produkt aus Grashof-Zahl und Prandtl-Zahl berechnet, was im vorliegenden Fall zu einem Wert von $Ra = 1,43 \cdot 10^6$ führt. Die Gültigkeit von Gleichung (6.18) ist für Rayleigh-Zahlen von 10^{-1} bis 10^{12} gegeben. Durch das Einsetzen der Nußelt-Zahl in Gleichung (6.13) werden Biot-Zahlen von 0,15 für den Anfangszeitpunkt bzw.

0,015 am Prozessende berechnet. Kleine Biot-Zahlen $Bi < 0,5$ rechtfertigen nach [176] die Vernachlässigung der Wärmeabgabe des Preform an die Luft in der kurzen Prozesszeit, was einer adiabatischen Randbedingung entspricht.

Der Wärmeaustausch zwischen Preform und Werkzeug wird über eine abstandsabhängige Wärmeübertragung (gap conductance) [167] nach Gleichung (6.19) in die Simulation integriert. Dabei ist der Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{wz}(d_{wz})$ abhängig vom Abstand d_{wz} zwischen Preform und Werkzeug. Mit abnehmendem Abstand d_{wz} steigt α_{wz} bis zum vollständigen Werkzeugkontakt im Intervall $[0; \alpha_{wz}(0)]$. Dadurch wird ein sprunghafter Temperaturabfall vermieden und somit die numerische Stabilität garantiert.

$$\dot{q} = -\alpha_{wz}(d_{wz}) \cdot (T - T_{wz}) \quad (6.19)$$

mit d_{wz} Abstand zwischen Preform-Außenfläche und Werkzeug
 T_{wz} Werkzeugtemperatur
 α_{wz} Wärmeübergangskoeffizient PET-Stahl

Die Wärmeübertragung zum Werkzeug im Streckblasformprozess ist bereits in früheren Veröffentlichungen untersucht. Darin wird zusätzlich ein Abstand $d_{wz,krit}$ definiert, unterhalb dessen ein Wärmeaustausch von Preform und Werkzeug stattfindet. Die Werte für $d_{wz,krit} = 10^{-3}$ mm und $\alpha_{wz} = 500$ W/Km² werden aus den entsprechenden Quellen [81, 102] entnommen. Der Wärmeübergang zur Reckstange ist gegenüber dem Wärmeübergang zum Wasser vernachlässigbar, weil die Reckstange die Wassertemperatur annimmt und die Kontaktfläche der Reckstange sehr klein ist. Die resultierenden Randbedingungen für Außen- und Innenfläche des Preforms sind in Gleichung (6.20) - (6.21) für den eindimensionalen Fall zusammengefasst.

$$RB(x = 0): \begin{cases} \left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=0} = 0, & d_{wz} \geq d_{wz,krit} \\ \left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=0} = -\frac{\alpha_{wz}(d_{wz})}{\lambda} (T(0, t) - T_{wz}), & \text{sonst} \end{cases} \quad (6.20)$$

$$RB(x = d): \begin{cases} \left. \frac{dT}{dx} \right|_{x=d} = 0, & t \leq t_{fs} \\ T(x, t)|_{x=d} = T_L, & \text{sonst} \end{cases} \quad (6.21)$$

mit $d_{wz, krit}$ Abstand, unterhalb dessen ein Wärmeaustausch von Preform und Werkzeug stattfindet
 t_{fs} Zeitpunkt des Füllbeginns

6.3.2 Kalibrierung

Neben validen Anfangs- und Randbedingungen benötigt die realistische Vorhersage des Temperaturfeldes eine Kalibrierung sowohl der Stoffdaten als auch der Wärmequelle. Werte für die Dichte und Wärmeleitfähigkeit von PET werden in Kapitel 2.1 eingeführt. Die spezifische Wärmekapazität muss temperaturabhängig definiert werden. Im LSBM-Prozess beeinflusst die Wärmequelle das Temperaturfeld, was eine isolierte Kalibrierung der Wärmekapazität erschwert. Daher werden spezielle Abkühlversuche ohne mechanische Deformation durchgeführt. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 6.17 dargestellt. Ein Vorformling wird unter Prozessbedingungen aufgeheizt. Anschließend wird dem Preform wie im Umformprozess ein konstanter Volumenstrom zugeführt. Es findet jedoch keine Deformation statt, weil die Flüssigkeit über ein zusätzliches Ventil abgeführt wird. Daher vereinfacht sich die zu kalibrierende Gleichung (6.12) zu Gleichung (6.22).

$$c(T)\rho \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \operatorname{div} \operatorname{grad} T \quad (6.22)$$

Die stetige Erneuerung der Flüssigkeit im Inneren des Vorformlings gewährleistet eine konstante Fluidtemperatur von 20 °C, was der Randbedingung während des Füllvorgangs ($t > t_{fs}$) in Gleichung (6.21) entspricht. Die IR-Kamera, eingeführt in Kapitel 4.1.1, misst die Oberflächentemperatur des Vorformlings in einem Zeitraum von 60 s. Die resultierende Abkühlkurve ist exemplarisch im Punkt P an der Stelle $y = 50$ mm in Abbildung 6.17 ausgewertet. Es ist zu erkennen, dass im gemessenen Zeitraum der im LSBM-Umformprozess beobachtete Temperaturbereich abgedeckt wird (vgl. Abbildung 4.15). Analog zur Vorgehensweise in Kapitel 4.1.3 wird die partielle Differentialgleichung (6.22) iterativ gelöst. Der Unterschied besteht darin, dass in diesem Fall die spezifische Wärmekapazität als Regressionsparameter dient, anstelle des äußeren Wärmeübergangskoeffizienten. Dies ist aufgrund des geringen Einflusses des äußeren im Vergleich zum inneren Wärmeübergang zulässig. Die Simulation des Temperaturfeldes mit der resultierenden temperaturabhängigen Wärmekapazität ist ebenfalls in Abbildung 6.17 für die äußere Preform-Oberfläche dargestellt. Der mittlere Fehler von 1,9 % zwischen den simulierten und experimentellen Ergebnissen liegt im Bereich der Standardabweichung (1,5 %) der gemessenen Daten. Folglich wird der experimentell charakterisierte Wärmeübergang mit ausreichender Genauigkeit simuliert.

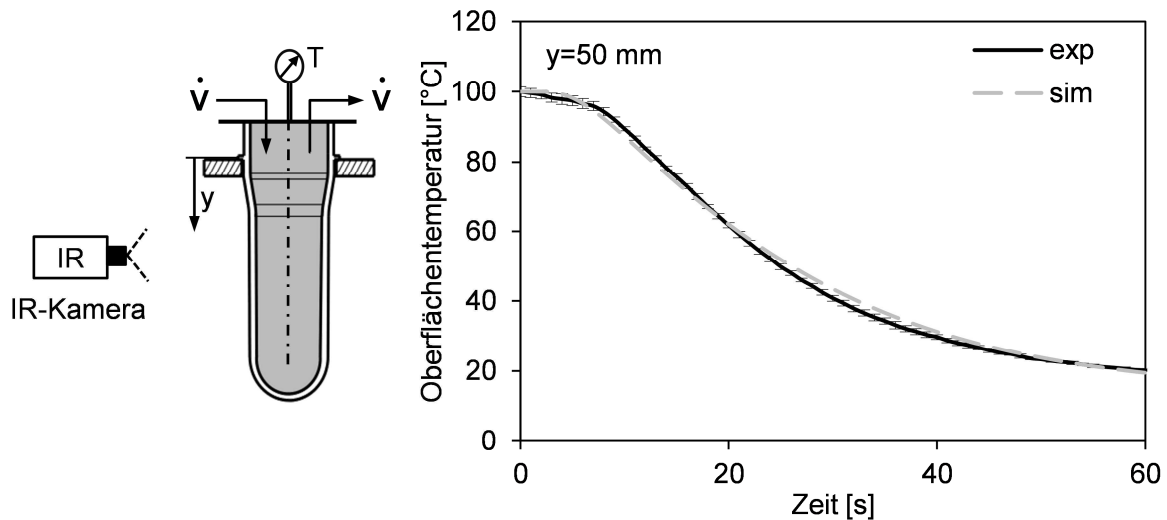


Abbildung 6.17: Kalibrierung des Abkühlverhaltens des Vorformlings unter Verwendung der spezifischen Wärmekapazität als Regressionsparameter

Für die Kalibrierung des Wärmeflusses wird die latente Wärme als Ergebnis der dehnungsinduzierten Orientierungs- und Kristallisationsvorgänge untersucht. Der Stand der Forschung bezüglich der Ursachen und Effekte dieser Vorgänge ist in Kapitel 2.1 zusammengefasst. In zahlreichen experimentellen Untersuchungen zur dehnungsinduzierten Kristallisation [6, 9, 13, 14, 17, 18, 177-179] werden zumeist dünne PET-Proben uniaxial oder biaxial verstreckt. Daraus folgende Änderungen des Kristallisationsgrads sowie die Mikrostruktur werden bestimmt. Dies geschieht unter idealisierten Aufheiz- und Abschreckbedingungen. Als Ergebnis können grundlegende Zusammenhänge zwischen Einflussparametern und Merkmalsgrößen des Kristallisationsverhaltens determiniert werden. Die übereinstimmende Erkenntnis dieser Untersuchungen ist, dass eine Vielzahl von Faktoren, wie Kühlrate, Verstreckgrad, Temperatur, intrinsische Viskosität und Dehnrate, den Kristallisationsgrad sowie die Mikrostruktur beeinflussen. Infolgedessen müssen für eine Kalibrierung sowohl Werkstoffeigenschaften (χ , i.V.) als auch thermische und mechanische Belastungen wie im LSBM-Prozess geschaffen werden. Daher werden keine repräsentativen Proben gefertigt und deformiert, sondern es werden Proben aus Flaschen extrahiert, die im LSBM-Verfahren hergestellt sind. Dadurch wird eine prozessnahe Werkstoff- und Belastungshistorie gewährleistet. Neben Kristallisationsvorgängen leisten auch innere Reibungseffekte aufgrund der Viskosität von PET unter den hohen Verstreckgeschwindigkeiten einen Beitrag zu den dissipativen Vorgängen [21, 85, 177].

Die Messung der latenten Wärme infolge dehnungsinduzierter Kristallisation erfolgt mittels DSC-Analyse. In Kapitel 2.1 wird das Verhalten einer PET-Probe in einer DSC-Messung erläutert. Die Erwärmung mit moderater Heizrate (~ 10 K/min) von der Raumtemperatur in

den Bereich der Kristallisationstemperatur $T_{cc,max}$ führt zur Ausbildung eines glockenförmigen Kurvenabschnitts. Unter Verwendung der Basislinienmethode kann durch Integration des spezifischen Wärmefluss \dot{q} in diesem Temperaturabschnitt die spezifische Kristallisationswärme Q_{cc} errechnet werden. Der skalare Wert von Q_{cc} ist abhängig vom Anfangskristallisationsgrad χ_0 der Probe zu Beginn der Messung. Für Proben mit höherem χ_0 -Wert sinkt die gemessene Kristallisationswärme im DSC-Heizzyklus [9]. Durch die Verstreckung des Werkstoffs im LSBM-Prozess werden kristalline Strukturen induziert, wodurch χ_0 verändert wird [13]. Folglich kann durch den Vergleich der Messergebnisse einer amorphen und einer verstreckten Probe die dehnungsinduzierte Kristallisationswärme bestimmt werden. Zu diesem Zweck werden DSC-Messungen an verstreckten und unverstreckten Proben durchgeführt.

Die deformierten Proben werden aus im LSBM-Prozess hergestellten Flaschen extrahiert. Die unverstreckten Proben werden aus einem Preform entnommen, der die gleiche Heizphase durchläuft, jedoch keine Deformation erfährt, sondern im Wasserbad abgekühlt wird. Dies entspricht in guter Näherung der Temperaturentwicklung während der Umformphase, wodurch eine identische thermische Vorbehandlung entsteht. Für die verstreckten Proben werden die Flaschen aus der Prozessfensteranalyse in Kapitel 3.6 verwendet. Der Einfluss des Verstreckgrads wird durch DSC-Messungen an Stellen verschiedener Wandstärken quantifiziert. Es wird die nominelle Dehnungen $e_3 = \Delta d/d_0$ in Dickenrichtung der Probe berechnet. Abbildung 6.18 zeigt DSC-Kurven für verschiedene Dehnungen e_3 .

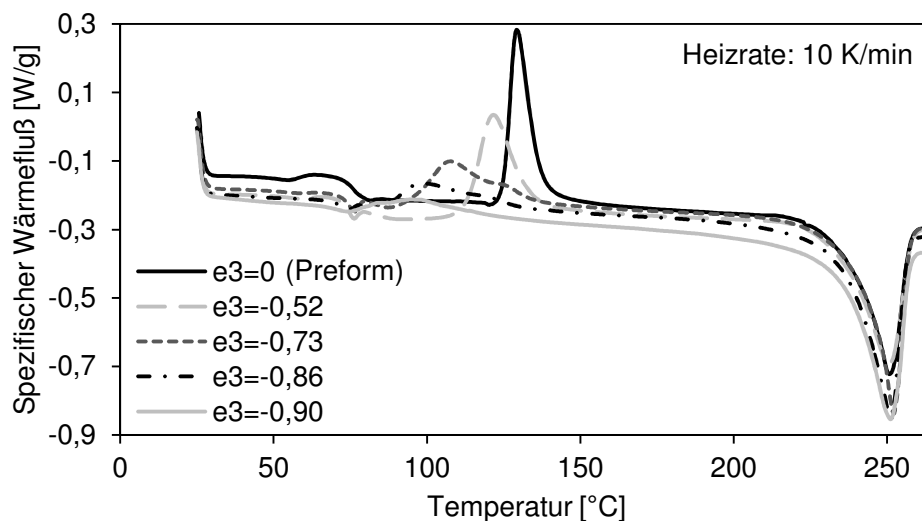


Abbildung 6.18: DSC-Ergebnisse unterschiedlich verstreckter Proben

Wegen der identischen thermischen Vorbehandlung der Proben, ist der erkennbare Rückgang der exothermen Kristallisationswärme mit zunehmendem Verstreckgrad auf die steigende, im

LSBM-Prozess dehnungsinduzierte, Kristallisation zurückzuführen. Die Aufgabe besteht folglich darin, die vor Beginn der Messung in den Proben gespeicherte dehnungsinduzierte Kristallisationsenthalpie $\Delta H_{c,0}$ zu bestimmen. Für eine ideal amorphe Probe gilt in der DSC-Messung die Enthalpiebilanzgleichung (6.23) [27]:

$$\Delta H_m + \Delta H_{cc,a} = - \int_{T_{cc,max}}^{T_m} c_p(T) dT \quad (6.23)$$

mit ΔH_m Schmelzenthalpie
 $\Delta H_{cc,a}$ Kaltkristallisationsenthalpie einer amorphen Probe

Der Wärmekapazitätsanteil auf der rechten Seite von Gleichung (6.23) wird in der Basislinienmethode oftmals vernachlässigt. Bashir et al. [27] zeigen, dass dieser Term jedoch insbesondere für teilkristalline Polymere wie PET einen signifikanten Einfluss auf die Berechnung hat. Für den ersten DSC-Heizzyklus vorkristallisierter Proben ist die Kaltkristallisationsenthalpie ΔH_{cc} um die bereits induzierte Kristallisationsenthalpie ΔH_{c0} reduziert. Dieser Zusammenhang ist in Gleichung (6.24) dargestellt.

$$\Delta H' = \Delta H_m + \Delta H_{cc} = - \int_{T_{cc,max}}^{T_m} c_p(T) dT + \Delta H_{c0} \quad (6.24)$$

Der Term $\Delta H'$ entspricht der nach der Basislinienmethode bestimmten Differenz zwischen Kaltkristallisationsenthalpie ΔH_{cc} und Schmelzenthalpie ΔH_m . Unter der Annahme einer konstanten Enthalpieänderung aufgrund von Wärmekapazitätsänderungen zwischen Preform und verreckten Proben, kann mit Gleichung (6.24) die im LSBM-Prozess induzierte Dehnungskristallisationsenthalpie berechnet werden. Dazu wird die Differenz der Terme $\Delta H'$ der verreckten Proben und der Preform-Proben mit gleicher Temperaturhistorie nach Gleichung (6.25) gebildet.

$$\Delta H'_p - \Delta H'_n = \Delta H_{c0,p} - \Delta H_{c0,n} = \Delta H_{c0,e} \quad (6.25)$$

Darin bezeichnet $\Delta H_{c0,e}$ die gesuchte dehnungsinduzierte Enthalpieänderung. Für die isotherme Zustandsänderung der DSC-Messung entspricht dieser Enthalpiewert der dehnungsinduzierten Kristallisationswärme $Q_{c0,e}$. In Abbildung 6.19 ist $Q_{c0,e}$ für 24 Proben mit verschiedenen Dehnungen e_3 berechnet.

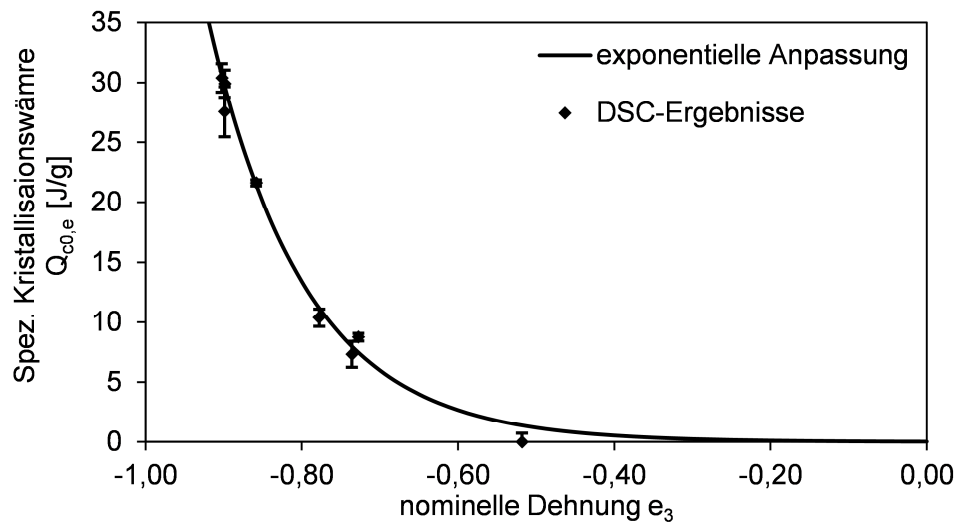


Abbildung 6.19: Dehnungsinduzierte Kristallisationswärme in Abhängigkeit der Dehnung in Dickenrichtung e_3 der Proben

Die Ergebnisse zeigen einen exponentiellen Anstieg für steigende Dehnungen e_3 . Die Kurve entspricht qualitativ dem von Lu und Hay [9] gemessenen Verlauf des dehnungsinduzierten Kristallisationsgrads für Verstreckgrade kleiner vier im uniaxialen Zugversuch. Wie von Gortler et al. [13] beschrieben, ist ein gewisser Anfangsverstreckgrad nötig, um dehnungsinduzierte Kristallisationsvorgänge einzuleiten. Für die Verwendung in einer dreidimensionalen Simulation wird die Wärmemenge in Abhängigkeit eines skalaren Wertes formuliert, welcher den Dehnungstensor $\boldsymbol{\varepsilon}$ repräsentiert. In einem ersten Ansatz wird dazu der Vektorbetrag des Dehnungstensors unter der Annahme inkompressiblen Materialverhaltens verwendet. Der zu kalibrierende Wärmestrom \dot{W} errechnet sich folglich nach Gleichung (6.26).

$$\dot{W} = \frac{dQ_{c0,e}}{dt} = \frac{dQ_{c0,e}}{d|\boldsymbol{\varepsilon}|} \cdot \frac{d|\boldsymbol{\varepsilon}|}{dt} \quad (6.26)$$

\dot{W} wird über einen dissipativen Wärmestrom in das benutzerdefinierte Materialmodell (VUMAT) aus Kapitel 5.1.3 implementiert.

6.3.3 Ergebnisse und Evaluierung

Die kalibrierte Wärmeberechnung wird in das mechanische Prozessmodell aus Kapitel 6.2 integriert. Die Auswertung der Temperaturentwicklung erfolgt am Beispiel der Prozessparameterkombination aus Kapitel 6.2.1. Die Temperaturen der Flüssigkeit und des Werkzeugs werden jeweils auf 20 °C festgesetzt. Die Ergebnisse der mechanischen Simulation zeigen, dass die verwendete Prozessparameterkombination zu einem niedrigen Bodengewicht führt (vergleiche Abbildung 6.10). Abbildung 6.20 zeigt den Deformationsverlauf zweier Punkte

P1 und P2 auf der Preformoberfläche, an denen nachfolgend beispielhaft der zeitliche Temperaturverlauf ausgewertet wird.

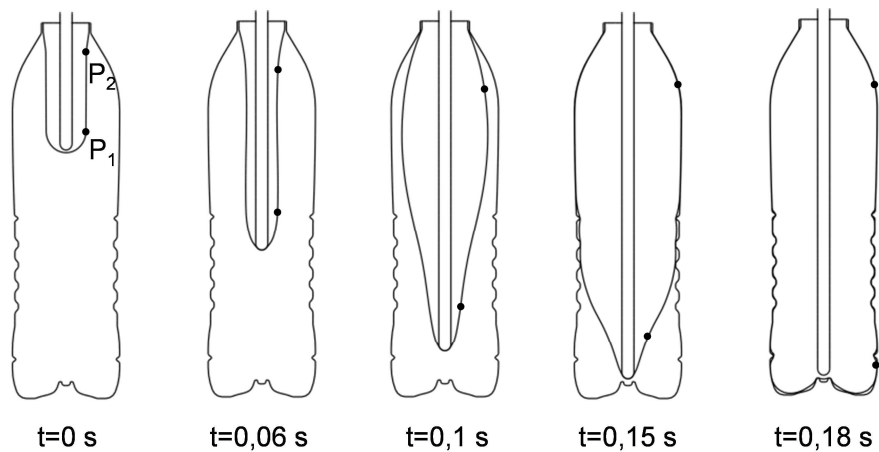


Abbildung 6.20: Zeitlicher Verlauf der Hauptdehnungen an einem Punkt des Vorformlings nahe der Kuppel

Im Punkt P1 erfolgt erst für Prozesszeiten größer 0,1 s eine radiale Deformation, während P2 bereits zu einem frühen Zeitpunkt in Kontakt mit dem Werkzeug tritt. Aufgrund der niedrigen Wandstärke im unteren Preform-Bereich ist eine ausgeprägte Abkühlung von P1 zu erwarten. Abbildung 6.21 zeigt den berechneten Temperaturverlauf dieses Punktes in Dickenrichtung für verschiedene Prozesszeiten.

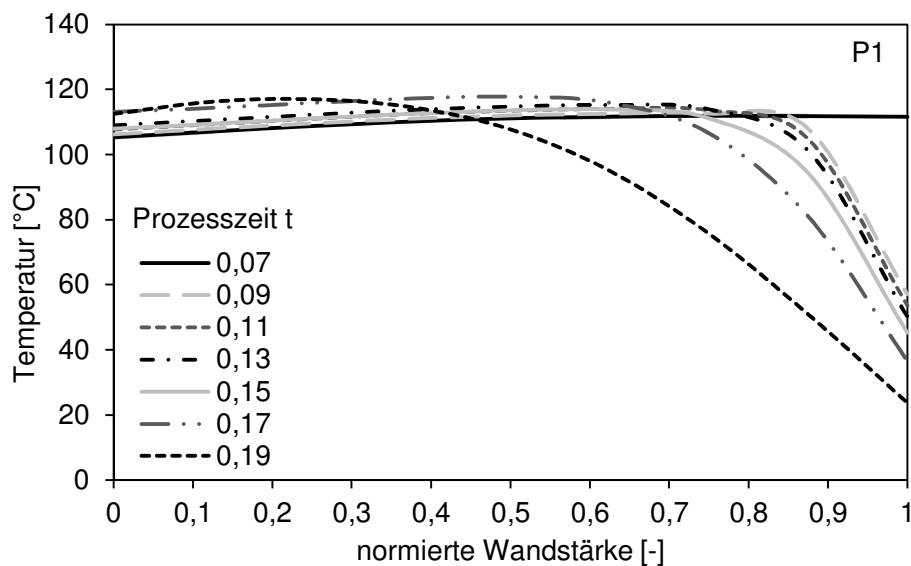


Abbildung 6.21: Temperaturverlauf von P1 in Dickenrichtung (0: extern, 1: intern) für verschiedene Prozesszeitpunkte

Die Abszissenwerte der Kurven entsprechen einer normierten Dickenposition. Wegen der abnehmenden Wandstärke wird dadurch eine bessere Vergleichbarkeit der Daten erzielt. Bis zum Zeitpunkt des Füllbeginns ($t_{fs} = 0,07$ s) findet keine signifikante Abkühlung statt. Die Anfangstemperaturverteilung ist anhand der leichten Krümmung der Kurve $t = 0,07$ s erkenn-

bar. Die maximale Hauptdehnung liegt zu diesem Zeitpunkt noch unterhalb 100 %, weshalb noch keine Eigenerwärmung stattfindet. Ab dem Einströmvorgang wird die innere Grenzfläche von der Flüssigkeit abgekühlt. Der dadurch entstehende Temperaturgradient führt aufgrund der Wärmeleitung mit fortschreitender Prozesszeit zur Abkühlung in Richtung der Außenfläche. Für die Kurven ab dem Zeitpunkt $t = 0,15$ s ist eine Temperaturerhöhung aufgrund der radialen Verformung und der damit verbundenen latenten Wärme zu beobachten. Zum Zeitpunkt $t = 0,18$ s tritt der Formstoff an der Stelle P1 in Kontakt mit der Stahlform. Dadurch wird die zusätzliche Kühlung der Außenseite aktiviert, die jedoch keinen Einfluss auf den Deformationsverlauf nimmt.

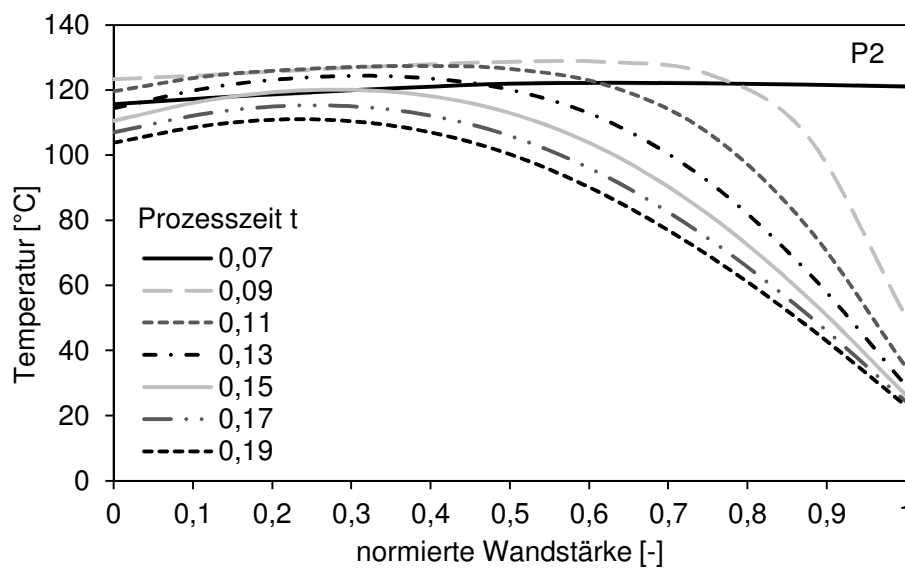


Abbildung 6.22: Temperaturverlauf von P2 in Dickenrichtung (0: extern, 1: intern) für verschiedene Prozesszeitpunkte

In Abbildung 6.22 ist der Temperaturverlauf im Punkt P2 aus Abbildung 6.20 dargestellt. Im Vergleich zu P1 erfolgt an P2 ein früher Werkzeugkontakt ($t > 0,1$ s). Durch die frühe Verformung und die damit verbundene Ausdünnung des Materials sowie durch den früheren Werkzeugkontakt ist die Kühlwirkung stärker ausgeprägt. Der Einfluss der Werkzeugkühlung für Prozesszeiten größer 0,1 s wird deutlich. In Abbildung 6.23 ist der Temperaturverlauf der beiden Punkte unmittelbar vor dem Kontaktzeitpunkt mit dem Werkzeug dargestellt. Das Temperaturniveau liegt in P2 zum Kontaktzeitpunkt deutlich höher als in P1. Der prozentuale Anteil unterhalb von T_g (78 °C) beträgt 5 % im Punkt P2 und 18 % in P1. Eine Abkühlung unter T_g führt bei PET zur sprunghaften Änderung der Werkstoffeigenschaften. Insbesondere die Bruchdehnung sinkt, wodurch ein erhöhtes Rissrisiko entsteht. In der experimentellen Auswertung dieses Versuchs kann dieses erhöhte Risiko für P1 ebenfalls beobachtet werden. Es entstehen im Bodenbereich milchig verfärbte Stellen, die auf eine Überstreckung des Ma-

terials [3] und somit eine potentielle Rissstelle hindeuten. Der signifikante Anteil unterhalb von T_g in P1 vor Beendigung der Verstreckung erklärt zudem die in Kapitel 4.2 festgestellte Delamination einiger Bruchstellen.

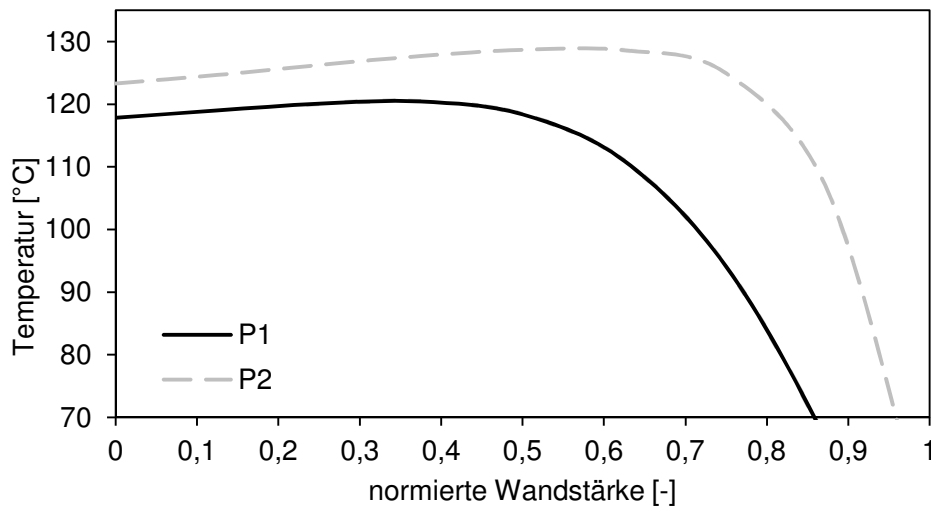


Abbildung 6.23: Temperaturverlauf der Punkte P1 und P2 in Dickenrichtung (0: extern, 1: intern) jeweils 0,01 s vor dem Kontakt des Werkzeugs

In den experimentellen Untersuchungen aus Kapitel 4.2 wird neben dem ausgeprägten Temperaturgradienten in Dickenrichtung eine Umkehrung des Gradienten in Längsrichtung festgestellt. Dies wird in der Simulation ebenfalls bestätigt und ist in Abbildung 6.24 verdeutlicht.

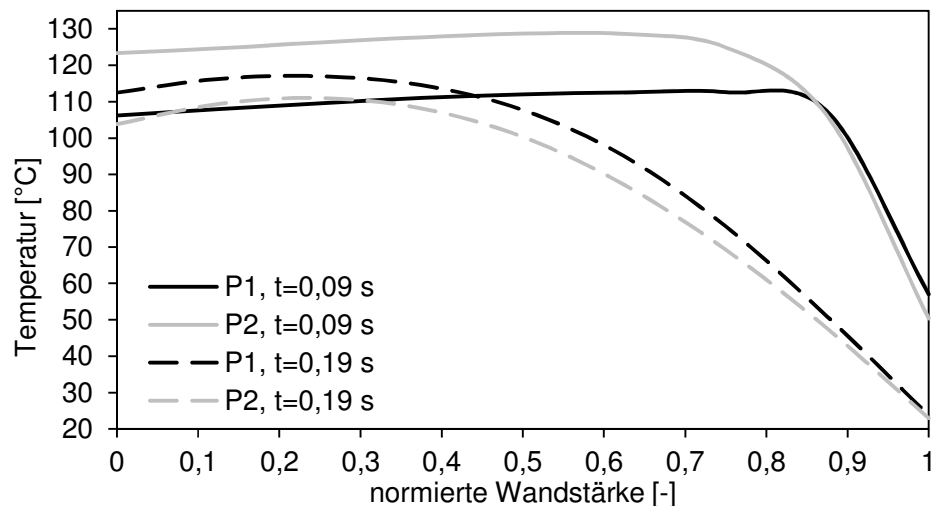


Abbildung 6.24: Temperaturverlauf der Punkte P1 und P2 in Dickenrichtung (0: extern, 1: intern)

Abbildung 6.24 zeigt die Temperatur in Dickenrichtung für zwei verschiedene Zeitpunkte. Die unterschiedliche zeitliche Verstreckung von P1 und P2 beeinflusst die Kühlrate. Durch die frühere Ausdünnung in P2 sinkt die Temperatur während des Prozesses unterhalb jener von P1, was wiederum eine Steifigkeitserhöhung dieses Punktes zur Folge hat. Dies bestätigt

die in der experimentellen Analyse festgestellte starke Wechselwirkung thermischer und mechanischer Vorgänge während der Umformphase (vergleiche Kapitel 3.5.1 und Kapitel 4.2).

Die experimentelle Evaluierung erfolgt mittels Freiformversuchen. Im Unterschied zu den Versuchen aus Kapitel 4.2 wird der Preform hier komplett erwärmt (Heizprofil:0, Heizzeit: 10 s) und inklusive Reckstange verformt, um ein vergleichbares Dehnungsfeld zum LSBM-Prozess zu erzeugen. Dies ist aufgrund der dehnungsabhängigen Eigenerwärmung erforderlich. Da kein Werkzeugkontakt auftritt, besteht die adiabate Randbedingung der Außenfläche bis zum Prozessende. Wegen der begrenzten Bildrate der IR-Kamera (10 s^{-1}) wird die Prozesszeit in Experiment und Simulation auf 0,4 s verlängert und die Temperatur wird eine Sekunde ausgewertet. In Abbildung 6.25 ist der zeitliche Temperaturverlauf eines Punktes an der Stelle $y = 45 \text{ mm}$ ausgewertet. Es wird deutlich, dass Lage und Amplitude des Erwärmungseffekts qualitativ richtig dargestellt werden. Der relative Fehlerbetrag liegt im Prozesszeitraum unterhalb von 10 %.

Der Erwärmungseffekt wird leicht überschätzt. Ein Grund hierfür ist, dass im ersten Ansatz der Wärmefluss verlustfrei in die Temperaturerhöhung des PET-Materials umgewandelt wird. Es ist jedoch zu erwarten, dass ein gewisser Prozentsatz der Energie an die Umgebung abgegeben wird. Darüber hinaus impliziert die vorgestellte Methodik der DSC-Kalibrierung eine unendlich hohe dehnungsinduzierte Kristallisationsgeschwindigkeit. Diese Annahme wird durch die experimentellen Ergebnisse von Jabarin [17] bestätigt. Aufgrund der kurzen Prozesszeit bewirkt jedoch schon eine zur Verstreckung leicht verzögerte Wärmeentwicklung eine signifikante Modifikation des Temperaturverlaufs. Daher sollte diese Annahme experimentell verifiziert werden. Des Weiteren wird im vorliegenden Ansatz angenommen, dass die latente Wärme einzig vom Verstreckgrad abhängt und keine zusätzliche Temperatur- oder Ratenabhängigkeit vorliegen. Diese Annahme erscheint zulässig, weil die gemessenen Proben unter LSBM-Prozessbedingungen hergestellt sind und der Verstreckgrad den größten Einfluss auf die dehnungsinduzierte Kristallisation nimmt [13]. In weiteren DSC-Messungen ist der Einfluss der Prozessparametervariation auf die Kristallisationswärme zu untersuchen. Dazu erfolgt die Probenextraktion an Flaschen, die durch unterschiedliche Prozessführung hergestellt sind. In Folgeuntersuchungen ist zudem die Annahme zu überprüfen, innere Reibungsprozesse als Beitrag zur latenten Wärme zu vernachlässigen. Wie bereits in Kapitel 4.2 erläutert, muss für eine Überprüfung der Simulationsgenauigkeit ebenfalls die Messgenauigkeit gesteigert werden. Hierfür sollte eine IR-Kamera mit höherer Bildrate sowie eingeschränktem Wellenlängen-Messbereich verwendet werden.

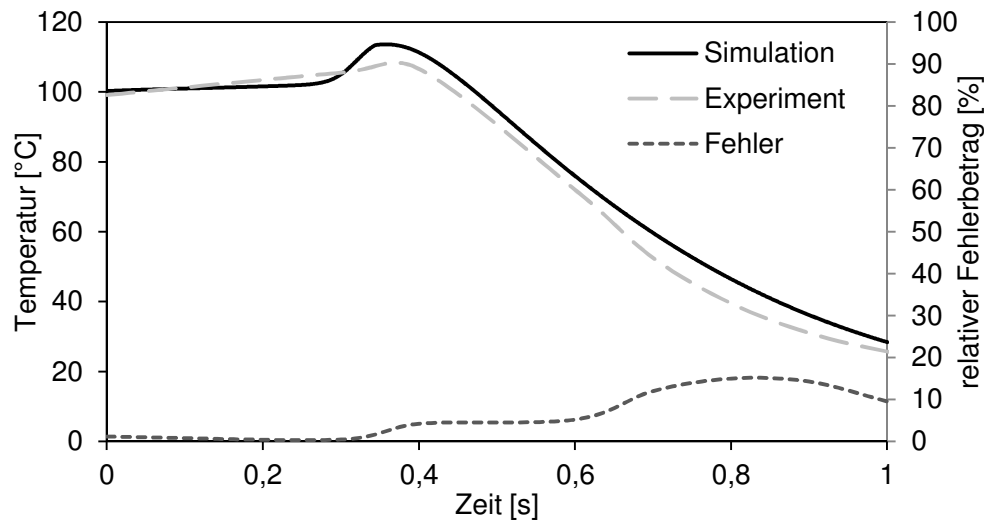


Abbildung 6.25: Ergebnisse der IR-Messungen und der thermischen Simulation an der Stelle $y = 45$ mm

Insgesamt zeigen die Ergebnisse, dass die vorgestellte Simulationsmethodik die Vorhersage des Preform-Temperaturfeldes während der Umformphase ermöglicht. Die experimentellen Ergebnisse aus Kapitel 4.2 werden anhand des berechneten Temperaturprofils bestätigt. Die Evaluierung anhand von Freiformversuchen zeigt die realistische Kalibrierung der Stoffdaten sowie der Wärmequelle. Ein wichtiges Anwendungsgebiet der vorgestellten Simulationsmethode ist die Optimierung der Energiebilanz des LSBM-Prozesses. Dazu ist zunächst die erforderliche Energiemenge zur Veränderung eines Prozessparameters zu quantifizieren. Ein Beispiel hierfür wäre die Heizleistung der IR-Strahler im Aufheizprozess oder die Wärmekapazität der Flüssigkeit. Durch die Berechnung des Temperaturprofils im Umformprozess, kann diese Energiemenge mit ihrem Einfluss auf die Temperaturverteilung im Umformprozess korreliert werden. Zudem kann ein thermisch motiviertes Versagen untersucht werden. In einer Folgestudie zur vorliegenden Arbeit [180] werden dazu Versuche oberhalb und unterhalb der Prozessfenstergrenze durchgeführt. Im Vergleich der Temperaturprofile im Versagensfall und im Falle eines defektfreien Produkts, kann dadurch eine Machbarkeitssimulation für gegebene Prozessparameterkombinationen kalibriert werden.

Eine weitere Genauigkeitssteigerung der thermischen Simulation erfordert einerseits die Verbesserung der messtechnischen Erfassung des dynamischen Temperaturverlaufs. Zum anderen kann die Kalibrierung der Wärmequelle durch prozessparameterabhängige Messungen, die Untersuchung von Reibungseffekten sowie die Bestimmung der Wärmeabgabe an die Umgebung verbessert werden. Im Rahmen der sequentiell gekoppelten thermo-mechanischen Simulation wird die vorgestellte Genauigkeit allerdings als ausreichend erachtet.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung einer methodischen Analyse des flüssigkeitsgestützten Streckblasformens. Die Zielstellung beinhaltet eine Verbesserung des Prozessverständnisses sowie die Prozessoptimierung. Dazu wird eine Kombination aus experimentellen Untersuchungen und numerischen Simulationen angewandt. Der Vorteil dieses Vorgehens ist, dass die experimentelle Prozessbeschreibung für die Kalibrierung und Evaluierung des Simulationsmodells verwendet werden kann. Dadurch wird eine realistische Vorhersage des Prozessverhaltens erzielt. Die physikalischen Ausgangsgrößen der kalibrierten Simulation, wie das Spannungs- oder Temperaturfeld, liefern wiederum Rückschlüsse auf die Ursachen experimentell identifizierter Effekte.

In der experimentellen Analyse wird das Prozessverhalten an einer Prototypmaschine des flüssigkeitsgestützten Verfahrens untersucht. Es wird eine Methode zur Prozessvisualisierung entwickelt, welche die Aufzeichnung der Deformationskinematik während der Umformphase ermöglicht. Der Einfluss der thermischen und mechanischen Prozessparameter auf den Deformationsverlauf kann dadurch optisch analysiert werden. Die Bildung einer turbulenten Strömung sowie ein zum konventionellen Verfahren unterschiedlicher Deformationsverlauf werden beobachtet. Die Bestimmung des Zusammenhangs zwischen Prozessparametern und der Produktqualität sowie der Prozessstabilität ist die Grundlage des Prozessverständnisses und somit dessen Kontrolle und Optimierung. Eine leistungsfähige Methodik zur Bestimmung dieses Zusammenhangs bietet die statistische Versuchsplanung. Aufgrund der Vielzahl potentieller thermischer und mechanischer Einflussgrößen wird ein mehrstufiger Versuchsansatz entwickelt. Im ersten Schritt werden die Prozessparameter in einem teilfaktoriellen Versuchsplan gesichtet und ihre Auswirkung auf die Flaschenstabilität qualitativ bewertet. Es zeigt sich ein hoher Einfluss der thermischen Vorbehandlung des Preforms sowie der Wechselwirkungen zwischen den Parametern. Zudem wird der Einfluss der Flüssigkeitstemperatur und des Füllprofils charakterisiert. Auf Basis der Faktorensichtung wird eine lineare DoE-Analyse zur Maximierung der Prozessstabilität durchgeführt. Somit werden die Einflüsse von Faktoren und deren Wechselwirkungen detailliert beschrieben. Die aus dem Prozessmodell abgeleitete Prozesskontrolle ermöglicht eine Gewichtsreduktion des Preforms um 30 %. Darauf aufbauend wird eine kombinierte Optimierung von Prozessstabilität und Produktqualität anhand eines detaillierten quadratischen Versuchsplans durchgeführt. Die Ergebnisse liefern ein verifiziertes Prozessmodell hoher Genauigkeit in den Grenzen des Prozessfensters.

Die gewichtete Optimierung des Modells erlaubt eine individuelle Prozesseinstellung zugunsten von Prozessstabilität oder Produktqualität. Zudem können wirtschaftliche Faktoren, wie die Energieeinsparung durch geringere Heizzeiten oder niedrigere Flüssigkeitstemperaturen, mit einbezogen werden. In einer weiteren DoE-Analyse wird das Prozessfenster in Abhängigkeit des axialen bzw. radialen Verstreckgrads untersucht. Dadurch wird die Anpassung der Preform-Geometrie für ein gegebenes Produkt zur Steigerung der Prozessstabilität ermöglicht.

Die experimentell bestimmte Beeinflussung der Produkteigenschaften durch Prozessparameterveränderungen wird durch das stark temperatur- und dehnratenabhängige Werkstoffverhalten von PET ermöglicht. Die thermo-mechanischen Werkstoffeigenschaften sind daher ein Schlüsselcharakteristikum im Prozessverständnis. Das Umformverhalten von PET wird experimentell durch biaxiale Verstreckversuche sowie durch Freiformversuche unter prozessnahen Bedingungen charakterisiert. Das Temperaturverhalten im Aufheiz- und Umformvorgang wird anhand von kalorimetrischen und thermografischen Messungen bestimmt.

Im zweiten Teil der Arbeit wird auf Basis der experimentellen Untersuchungen ein realistisches Simulationsmodell der LSBM-Umformphase entwickelt. Das Ziel dieser Methodik ist die Vertiefung des Prozessverständnisses und somit die Weiterentwicklung des Verfahrens. Eine Kalibrierung der mechanischen Eingangsparameter erfolgt anhand der experimentellen Analysen des LSBM-Prototyps. Die Anfangstemperaturverteilung des Preforms als Ausgangsgröße der Heizphase wird anhand der thermografischen Messungen sowie eines inversen Algorithmus bestimmt. Die besondere Herausforderung der Simulation liegt in der Modellierung der Fluid-Struktur-Interaktion, sowie der realistischen Beschreibung der thermischen und mechanischen PET-Materialeigenschaften. Es wird gezeigt, dass sowohl der gekoppelte Euler-Lagrange-Ansatz (CEL) als auch ein Partikelansatz (SPH) die Simulation des Füllvorgangs unter Berücksichtigung der Fluid-Struktur-Interaktion ermöglichen. Dabei stellt sich die SPH-Methode als vorteilhaft bezüglich der Kontaktstabilität heraus. Das temperatur- und dehnratenabhängige PET-Verhalten wird über ein visko-hyperelastisches Materialmodell definiert. Die entsprechenden Konstitutivgleichungen werden über eine benutzerdefinierte Schnittstelle in die Simulationssoftware implementiert. Die Kalibrierung und Evaluierung erfolgt anhand der Ergebnisse von biaxialen Verstreckversuchen und von Freiformversuchen. Der Vergleich des Preform-Deformationsverlaufs in der Prozessvisualisierung und in der Simulation zeigt die realistische Vorhersage des Produktionsprozesses mit einem geringen mittleren Fehler unter 6 % und einer maximalen Abweichung unter 15 %. Als exemplarische Anwendung der Simulation wird das Prozessverhalten auf Rundläufermaschinen simuliert. Es

wird gezeigt, dass trotz der zusätzlichen, durch die Rotation induzierten Trägheitskräfte eine Umformung innerhalb der kurzen Prozesszykluszeiten auf Rundläufermaschinen möglich ist. Im kritischen Szenario wird eine mittlere bzw. maximale Abweichung zu einer axialsymmetrischen Ausformung von 2 % bzw. 11 % berechnet. Diese Abweichung kann durch veränderte Maschinenparameter und eine modifizierte Anordnung der Kavitäten weiter reduziert werden.

Das dynamische Temperaturfeld während der Umformphase wird mittels eines sequentiell gekoppelten thermo-mechanischen Prozessmodells simuliert. Die thermischen Materialparameter sowie der Eigenerwärmungseffekt werden anhand von thermografischen und kalorimetrischen Messungen kalibriert. Eine Evaluierung erfolgt mittels IR-Messungen an Freiformversuchen. Die Ergebnisse der thermo-mechanischen Simulation zeigen eine signifikante Wärmeübertragung während der Umformphase. Die daraus resultierende Temperaturänderung des Preforms beeinflusst das Prozessverhalten. Mit Hilfe des berechneten Temperaturfelds können experimentell bestimmte Effekte, wie die Delamination an Rissstellen oder der Einfluss der Flüssigkeitstemperatur auf die Wanddickenverteilung charakterisiert werden. In einer Folgestudie zur vorliegenden Arbeit [180] wird thermisch motiviertes Versagen experimentell untersucht und eine Machbarkeitssimulation für gegebene Prozessparameterkombinationen entwickelt.

Die kalibrierte Simulation der LSBM-Umformphase kann im Rahmen iterativer Produktoptimierungen eingesetzt werden. Mittels automatisierter Prozess- und Struktursimulationszyklen werden dabei die optimierten Prozessparameterkombinationen und Preform-Abmessungen für eine gegebene Flaschengeometrie ermittelt.

In nachfolgenden Forschungsarbeiten kann die Genauigkeit der Prozesssimulation weiter verbessert werden. Bezüglich der Simulation des Preform-Deformationsverlaufs ist die veränderliche Kompressibilität des Verformungsmediums aufgrund des Einströmens in den luftgefüllten Vorformling experimentell zu analysieren. Hierfür sind Druckmessungen mit hochdynamischen Sensoren innerhalb des Preforms durchzuführen. Das zeitlich veränderliche Kompressionsverhalten ist über eine geeignete Simulationsmethode in das Prozessmodell zu integrieren. Ein erster Ansatz hierfür ist die Kalibrierung eines, den FSI-Belastungen überlagerten, Fluid-Cavity-Ansatzes. Die Simulationsgüte des thermischen Anteils kann über eine detailliertere Kalibrierung der Wärmequelle durch prozessparameterabhängige Messungen, die Untersuchung von Reibungseffekten sowie die Bestimmung der Wärmeabgabe an die Umgebung verbessert werden. Eine Evaluierung der folglich gesteigerten Auflösung des Eigenerwär-

mungseffekts erfordert wiederum die Entwicklung einer Methodik zur präzisen Temperaturmessung während der Umformphase mit gesteigerter Bildrate.

Eine zusätzliche Verbesserung der Vorhersagegüte des Spannungs- und Temperaturfeldes erfordert die vollständige thermo-mechanische Kopplung der LSBM-Simulation. Dazu muss das implementierte GR-Materialmodell bis zu Temperaturen von 20 °C erweitert werden. In einer vollständig gekoppelten Simulation beeinflusst die dynamische Temperaturentwicklung zusätzlich das Spannungsfeld und damit die mechanische Deformation. Wie die Ergebnisse der thermischen Prozessanalyse zeigen, wird durch eine modifizierte Wanddickenabnahme wiederum die Temperaturentwicklung verändert. Es ist jedoch zu beachten, dass die numerische Auflösung dieser Kopplung in Kombination mit der Fluid-Struktur-Interaktion einen hohen Berechnungsaufwand erfordert und eine begrenzte Stabilität besitzt.

8 Literaturverzeichnis

- [1] Denis, G., Contal, A., Process of manufacturing containers made of polyester resin, EP 1 529 620 B1, E. P. Office, 2003.
- [2] Desanaux, C., Contal, A., Denis, G., Method of producing a polyester resin container and device for performing the same, EP 1 507 642 B1, E. P. Office, 2003.
- [3] Thielen, M., Hartwig, K., Gust, P.: Blasformen von Kunststoffhohlkörpern, Hanser, 2006.
- [4] Dominghaus, H., Elsner, P.: Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen, Springer, 2008.
- [5] Brandau, O.: Stretch Blow Molding, William Andrew, 2012.
- [6] Varma, P., Lofgren, E. A., Jabarin, S. A.: Properties and kinetics of thermally crystallized oriented poly(ethylene terephthalate) (PET). I: Kinetics of crystallization, Polymer Engineering and Science 38 (1998) 237-244.
- [7] Piccarolo, S., Brucato, V., Kiflie, Z.: Non-isothermal crystallization kinetics of PET, Polymer Engineering and Science 40 (2000) 1263-1272.
- [8] Robertson, G. L.: Food Packaging: Principles and Practice, Taylor & Francis, 1998.
- [9] Lu, X. F., Hay, J. N.: Crystallization orientation and relaxation in uniaxially drawn poly(ethylene terephthalate), Polymer 42 (2001) 8055-8067.
- [10] Chen, Z.: The crystallization of Poly(ethylene terephthalate) studied by thermal analysis and FTIR spectroscopy, University of Birmingham, Ph.D. 2013.
- [11] Marco, Y., Chevalier, L., Regnier, G., Poitou, A.: Induced crystallization and orientation of poly(ethylene terephthalate) during uniaxial and biaxial elongation, Macromolecular Symposia 185 (2002) 15-34.
- [12] Marco, Y., Chevalier, L.: Microstructure changes in in thick specimens under poly(ethylene terephthalate) complex biaxial loading, Polymer Engineering and Science 48 (2008) 530-542.
- [13] Gorlier, E., Haudin, J. M., Billon, N.: Strain-induced crystallisation in bulk amorphous PET under uni-axial loading, Polymer 42 (2001) 9541-9549.
- [14] Roland, C. M., Sonnenschein, M. F.: The Onset of Orientational Crystallization in Poly(Ethylene-Terephthalate) during Low-Temperature Drawing, Polymer Engineering and Science 31 (1991) 1434-1439.
- [15] Menary, G. H., Tan, C. W., Harkin-Jones, E. M. A., Armstrong, C. G., Martin, P. J.: Biaxial deformation and experimental study of PET at conditions applicable to stretch blow molding, Polymer Engineering & Science 52 (2012) 671-688.

-
- [16] Billon, N., Picard, M., Gorlier, E.: Stretch blow moulding of PET; structure development and constitutive model, *International Journal of Material Forming* (2013) 1-10.
- [17] Jabarin, S. A.: Strain-Induced Crystallization of Poly(Ethylene-Terephthalate), *Polymer Engineering and Science* 32 (1992) 1341-1349.
- [18] Mahendrasingam, A., Martin, C., Fuller, W. et al.: Effect of draw ratio and temperature on the strain-induced crystallization of poly (ethylene terephthalate) at fast draw rates, *Polymer* 40 (1999) 5553-5565.
- [19] Höhne, G., Hemminger, W., Flammersheim, H. J.: *Differential Scanning Calorimetry*, Springer, 2003.
- [20] Ehrenstein, G. W., Pongratz, S.: *Beständigkeit von Kunststoffen*, Hanser, 2007.
- [21] Luo, Y.-M., Chevalier, L., Utheza, F., Monteiro, E.: Numerical simulation of the thermodependant viscohyperelastic behavior of polyethylene terephthalate near the glass transition temperature: Prediction of the self-heating during biaxial tension test, *Polymer Engineering & Science* (2013).
- [22] Jabarin, S. A.: Crystallization Kinetics of Polyethylene Terephthalate .2. Dynamic Crystallization of Pet, *Journal of Applied Polymer Science* 34 (1987) 97-102.
- [23] Lopes, C. M. A., Felisberti, M. I.: Thermal conductivity of PET/(LDPE/Al) composites determined by MDSC, *Polymer Testing* 23 (2004) 637-643.
- [24] Cosson, B., Schmidt, F., Le Maout, Y., Bordival, M.: Infrared heating stage simulation of semi-transparent media (PET) using ray tracing method, *International Journal of Material Forming* 4 (2011) 1-10.
- [25] Champin, C.: *Modélisation 3D du chauffage par rayonnement infrarouge et de l'étirage soufflage de corps creux en polyéthylène téréphtalate*, Ecole Des Mines de Paris, Thèse de doctorat 2007.
- [26] Eiermann, K., Hellwege, K.-H.: Thermal conductivity of high polymers from -180°C . to 90°C , *Journal of Polymer Science* 57 (1962) 99-106.
- [27] Bashir, Z., Al-Aloush, I., Al-Raqibah, I., Ibrahim, M.: Evaluation of three methods for the measurement of crystallinity of PET resins, preforms, and bottles, *Polymer Engineering and Science* 40 (2000) 2442-2455.
- [28] Monteix, S.: *Modélisation du chauffage convecto-radiatif de préformes en P.E.T. pour la réalisation de corps creux*, École des Mines de Paris, Thèse de doctorat 2001.
- [29] Siebertz, K., van Bebber, D. T., Hochkirchen, T.: *Statistische Versuchsplanung: Design of Experiments (DoE)*, Springer London, Limited, 2010.
- [30] Huang, H. X., Yin, Z. S., Liu, J. H.: Visualization study and analysis on preform growth in polyethylene terephthalate stretch blow molding, *Journal of Applied Polymer Science* 103 (2007) 564-573.

-
- [31] Scheffler, E.: Statistische Versuchsplanung und -auswertung: Eine Einführung für Praktiker, Wiley, 2003.
- [32] Plackett, R. L., Burman, J. P.: The design of optimum multifactorial experiments, *Biometrika* (1946) 305-325.
- [33] Montgomery, D. C.: Design and Analysis of Experiments, John Wiley & Sons, 2008.
- [34] Krishnaiah, K., Shahabudeen, P.: Applied Design of Experiments and Taguchi Methods, PHI Learning, 2012.
- [35] Eriksson, L.: Design of Experiments: Principles and Applications, Umetrics, 2008.
- [36] Myers, R. H., Khuri, A. I., Carter, W. H.: Response surface methodology: 1966–1988, *Technometrics* 31 (1989) 137-157.
- [37] Box, G. E., Behnken, D. W.: Some new three level designs for the study of quantitative variables, *Technometrics* 2 (1960) 455-475.
- [38] Ferreira, S. L. C., Bruns, R. E., Ferreira, H. S. et al.: Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods, *Analytica Chimica Acta* 597 (2007) 179-186.
- [39] Lorenzen, T., Anderson, V.: Design of Experiments: A No-Name Approach, Taylor & Francis, 1993.
- [40] Mathews, P. G.: Design of Experiments with MINITAB, ASQ Quality Press, 2005.
- [41] Lawson, J.: Design and Analysis of Experiments with SAS, Taylor & Francis, 2010.
- [42] Allen, T. T.: Introduction to Engineering Statistics and Lean Sigma: Statistical Quality Control and Design of Experiments and Systems, Springer, 2010.
- [43] Mathews, P.: Sample Size Calculations: Practical Methods for Engineers and Scientists, Mathews Malnar and Bailey, Incorporated, 2010.
- [44] Chambers, J. M.: Graphical methods for data analysis, Wadsworth International Group, 1983.
- [45] Derringer, G., Suich, R.: Simultaneous Optimization of Several Response Variables, *Quality Technol*, 12, 474 (1980).
- [46] Harrington, E.: The desirability function, *Industrial quality control* 21 (1965) 494-498.
- [47] Murphy, T. E., Tsui, K.-L., Allen, J. K.: A review of robust design methods for multiple responses, *Research in Engineering Design* 15 (2005) 201-215.
- [48] Bordival, M., Le Maout, Y., Schmidt, F. M.: Optimisation of Preform Temperature Distribution For the Stretch-Blow Moulding of PET Bottles, *International Journal of Material Forming* 1 (2008) 1023-1026.
- [49] Bordival, M., Schmidt, F. M., Le Maout, Y., Velay, V.: Optimization of Preform Temperature Distribution for the Stretch-Blow Molding of PET Bottles: Infrared Heating and Blowing Modeling, *Polymer Engineering and Science* 49 (2009) 783-793.

-
- [50] Demirel, B., Daver, F.: Experimental study of preform reheat temperature in two-stage injection stretch blow molding, *Polymer Engineering & Science* (2012).
- [51] Daver, F., Demirel, B.: A simulation study of the effect of preform cooling time in injection stretch blow molding, *Journal of Materials Processing Technology* 212 (2012) 2400-2405.
- [52] Demirel, B., Daver, F.: Effects of preform deformation behavior on the properties of the poly(ethylene terephthalate) bottles, *Journal of Applied Polymer Science* 126 (2012) 1300-1306.
- [53] Clopper, C., Pearson, E. S.: The use of confidence or fiducial limits illustrated in the case of the binomial, *Biometrika* (1934) 404-413.
- [54] McEvoy, J. P., Armstrong, C. G., Crawford, R. J.: Simulation of the stretch blow molding process of PET bottles, *Advances in Polymer Technology* 17 (1998) 339-352.
- [55] Yang, Z. J., Harkin-Jones, E. M. A., Armstrong, C. G., Menary, G. H.: Finite element modelling of stretch-blow moulding of PET bottles using Buckley model: plant tests and effects of process conditions and material parameters, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part E-Journal of Process Mechanical Engineering* 218 (2004) 237-250.
- [56] ASTM Standard D1003-00, 1997
- [57] Venkateswaran, G., Cameron, M. R., Jabarin, S. A.: Effects of temperature profiles through preform thickness on the properties of reheat-blown PET containers, *Advances in Polymer Technology* 17 (1998) 237-249.
- [58] Siegel, R.: *Thermal Radiation Heat Transfer*, Fourth Edition, Taylor & Francis, 2001.
- [59] Monteix, S., Schmidt, F., Le Maout, Y. et al.: Experimental study and numerical simulation of preform or sheet exposed to infrared radiative heating, *Journal of Materials Processing Technology* 119 (2001) 90-97.
- [60] Hopmann, C., Michaeli, W., Rasche, S.: FE-Analysis of Stretch-Blow Moulded Bottles Using an Integrative Process Simulation, *AIP Conference Proceedings* 1353 (2011) 868-873.
- [61] Luo, Y. M., Chevalier, L., Utheza, F.: Modelling the heat during the injection stretch blowing moulding: Infrared heating and blowing modelling, *Proceedings of the ASME 2012 11th Biennial Conference On Engineering Systems Design And Analysis* (2012) 1-7.
- [62] Shelby, M. D., Horton, K. D., Hall, H. P., Method and Device for Predicting Temperature Profiles Throughout the Thickness of a Polymer Preform, US 20040024560A1, 2004.
- [63] Monteix, S., Le Maout, Y., Schmidt, F., Arcens, J. P.: Quantitative infrared thermography applied to blow moulding process: measurement of a heat transfer coefficient, *Quantitative InfraRed Thermography Journal* 1 (2004) 133-150.

-
- [64] Menary, G., Armstrong, C., Salomeia, Y. M., Method and apparatus for providing an internal surface temperature profile of a thermoplastic preform during a stretch blow moulding process, USPTO, 2011.
- [65] VDI: Wärmeatlas, Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [66] Doghri, I.: Mechanics of Deformable Solids: Linear, Nonlinear, Analytical and Computational Aspects, Springer, 2000.
- [67] Erwin, L., Pollock, M. A., Gonzalez, H.: Blowing of oriented PET bottles: Predictions of free blown size and shape, *Polymer Engineering & Science* 23 (1983) 826-829.
- [68] Nied, H. F., Taylor, C. A., Delorenzi, H. G.: Three-dimensional finite element simulation of thermoforming, *Polymer Engineering and Science* 30 (1990) 1314-1322.
- [69] Kouba, K., Bartos, O., Vlachopoulos, J.: Computer-Simulation of Thermoforming in Complex Shapes, *Polymer Engineering and Science* 32 (1992) 699-704.
- [70] Lee, D. K., Soh, S. K.: Prediction of optimal preform thickness distribution in blow molding, *Polymer Engineering & Science* 36 (1996) 1513-1520.
- [71] Briatico-Vangosa, F., Rink, M., D'Oria, F., Verzelli, A.: Deformational behavior of polyolefins at high temperature and strain rate: Experimental analysis and constitutive laws, *Polymer Engineering and Science* 40 (2000) 1553-1563.
- [72] Marckmann, G., Verron, E., Peseux, B.: Finite element analysis of blow molding and thermoforming using a dynamic explicit procedure, *Polymer Engineering and Science* 41 (2001) 426-439.
- [73] Carlone, P., Palazzo, G. S.: Finite element analysis of the thermoforming manufacturing process using the hyperelastic Mooney-Rivlin model, *Computational Science and Its Applications - Iccsa 2006, Pt 1* 3980 (2006) 794-803.
- [74] Wang, S., Makinouchi, A., Nakagawa, T.: Three-dimensional viscoplastic FEM simulation of a stretch blow molding process, *Advances in Polymer Technology* 17 (1998) 189-202.
- [75] Cosson, B., Chevalier, L., Yvonnet, J.: Numerical Simulation of Multi-Axial Tensile Tests and Free Blowing of a PET Bottle Near T_g by the C-NEM, *AIP Conference Proceedings* 907 (2007) 1418-1423.
- [76] Chung, K.: Finite element simulation of pet stretch/blowmolding process, *Journal of Materials Shaping Technology* 7 (1989) 229-239.
- [77] van Dommelen, J. A. W., Parks, D. M., Boyce, M. C., Brekelmans, W. A. M., Baaijens, F. P. T.: Micromechanical modeling of the elasto-viscoplastic behavior of semi-crystalline polymers, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 51 (2003) 519-541.
- [78] Mir, H., Benrabah, Z., Thibault, F.: The Use of Elasto-Visco-Plastic Material Model Coupled with Pressure-Volume Thermodynamic Relationship to Simulate the Stretch Blow Molding of Polyethylene Terephthalate, *NUMIFORM '07, Materials Processing and Design: Modeling, Simulation and Applications* 908 (2007) 331-336.

-
- [79] Erchiqui, F., Gakwaya, A., Rachik, M.: Dynamic finite element analysis of nonlinear isotropic hyperelastic and viscoelastic materials for thermoforming applications, *Polymer Engineering and Science* 45 (2005) 125-134.
- [80] Schmidt, F. M., Agassant, J. F., Bellet, M., Desoutter, L.: Viscoelastic simulation of PET stretch/blow molding process, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 64 (1996) 19-42.
- [81] Schmidt, F. M., Agassant, J. F., Bellet, M.: Experimental study and numerical simulation of the injection stretch/blow molding process, *Polymer Engineering and Science* 38 (1998) 1399-1412.
- [82] Debbaut, B., Homerin, O., Jivraj, N.: A comparison between experiments and predictions for the blow molding of an industrial part, *Polymer Engineering and Science* 39 (1999) 1812-1822.
- [83] Laroche, D., Kabanemi, K. K., Pecora, L., Diraddo, R. W.: Integrated numerical modeling of the blow molding process, *Polymer Engineering and Science* 39 (1999) 1223-1233.
- [84] Tanifuji, S. I., Kikuchi, T., Takimoto, J. I., Koyama, K.: Overall numerical simulation of extrusion blow molding process, *Polymer Engineering and Science* 40 (2000) 1878-1893.
- [85] Chevalier, L., Luo, Y. M., Monteiro, E., Menary, G. H.: On visco-elastic modelling of polyethylene terephthalate behaviour during multi-axial elongations slightly over the glass transition temperature, *Mechanics of Materials* 52 (2012) 103-116.
- [86] Luo, Y. M., Chevalier, L., Monteiro, E.: Identification of a Visco-Elastic Model for PET Near T_g Based on Uni and Biaxial Results, *AIP Conference Proceedings* 1353 (2011) 750-755.
- [87] Luo, Y., Chevalier, L., Monteiro, E.: Basis for viscoelastic modelling of polyethylene terephthalate (PET) near T_g with parameter identification from multi-axial elongation experiments, *International Journal of Material Forming* (2013) 1-9.
- [88] Hart-Smith, L. J.: Elasticity parameters for finite deformations of rubber-like materials, *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Physik ZAMP* 17 (1966) 608-626.
- [89] Boyce, M. C., Socrate, S., Llana, P. G.: Constitutive model for the finite deformation stress-strain behavior of poly(ethylene terephthalate) above the glass transition, *Polymer* 41 (2000) 2183-2201.
- [90] Dupaix, R. B., Boyce, M. C.: Constitutive modeling of the finite strain behavior of amorphous polymers in and above the glass transition, *Mechanics of Materials* 39 (2007) 39-52.
- [91] Pham, X. T., Thibault, F., Lim, L. T.: Modeling and simulation of stretch blow molding of polyethylene terephthalate, *Polymer Engineering and Science* 44 (2004) 1460-1472.

-
- [92] Thibault, F., Malo, A., Lanctot, B., Diraddo, R.: Preform shape and operating condition optimization for the stretch blow molding process, *Polymer Engineering and Science* 47 (2007) 289-301.
- [93] Christensen, R.: *Theory of Viscoelasticity: An Introduction*, Elsevier Science, 1982.
- [94] Yang, L., Shim, V., Lim, C.: A visco-hyperelastic approach to modelling the constitutive behaviour of rubber, *International Journal of Impact Engineering* 24 (2000) 545-560.
- [95] Ahzi, S., Makradi, A., Gregory, R. V., Edie, D. D.: Modeling of deformation behavior and strain-induced crystallization in poly(ethylene terephthalate) above the glass transition temperature, *Mechanics of Materials* 35 (2003) 1139-1148.
- [96] Buckley, C. P., Jones, D. C.: Glass-Rubber Constitutive Model for Amorphous Polymers near the Glass-Transition, *Polymer* 36 (1995) 3301-3312.
- [97] Buckley, C. P., Jones, D. C., Jones, D. P.: Hot-drawing of poly(ethylene terephthalate) under biaxial stress: Application of a three-dimensional glass-rubber constitutive model, *Polymer* 37 (1996) 2403-2414.
- [98] Adams, A. M., Buckley, C. P., Jones, D. P.: Biaxial hot drawing of poly(ethylene terephthalate): measurements and modelling of strain-stiffening, *Polymer* 41 (2000) 771-786.
- [99] Menary, G. H.: *Modelling Injection Stretch Blow Moulding and the Resulting 'in Service' Performance of PET Bottles*, Queen's University of Belfast, Ph.D. 2001.
- [100] Menary, G. H., Tan, C. W., Picard, M. et al.: Numerical Simulation of Injection Stretch Blow Moulding: Comparison with Experimental Free Blow Trials, *AIP Conference Proceedings* 907 (2007) 939-944.
- [101] Tan, C. W., Menary, G. H., Salomeia, Y. et al.: Modelling of the Injection Stretch Blow Moulding of PET Containers via a Pressure-Volume-time (PV-t) Thermodynamic Relationship, *International Journal of Material Forming* 1 (2008) 799-802.
- [102] Yang, Z. J., Harkin-Jones, E., Menary, G. H., Armstrong, C. G.: Coupled temperature-displacement modelling of injection stretch-blow moulding of PET bottles using Buckley model, *Journal of Materials Processing Technology* 153 (2004) 20-27.
- [103] Yang, Z. J., Harkin-Jones, E., Menary, G. H., Armstrong, C. G.: A non-isothermal finite element model for injection stretch-blow molding of PET bottles with parametric studies, *Polymer Engineering and Science* 44 (2004) 1379-1390.
- [104] Eyring, H.: Viscosity, Plasticity, and Diffusion as Examples of Absolute Reaction Rates, *The Journal of Chemical Physics* 4 (1936) 283-291.
- [105] Ree, T., Eyring, H.: Theory of Non-Newtonian Flow. I. Solid Plastic System, *Journal of Applied Physics* 26 (1955) 793-800.
- [106] Edwards, S. F., Vilgis, T.: The Effect of Entanglements in Rubber Elasticity, *Polymer* 27 (1986) 483-492.

-
- [107] Heinrich, G., Straube, E., Helmis, G.: Molekularstatistische Theorien polymerer Netzwerke. Fortschrittsbericht, Acta Polymerica 31 (1980) 275-286.
- [108] Heinrich, G.: Struktur, Eigenschaften und Praxisverhalten von Gummi : vom polymeren Netzwerk zum dynamisch beanspruchten Reifen - Teil 1, Gummi, Fasern, Kunststoffe (GAK) 50 (1997) 687-693.
- [109] Liu, C., Hofstetter, G., Mang, H.: 3D finite element analysis of rubber-like materials at finite strains, Engineering computations 11 (1994) 111-128.
- [110] Detrois, C.: Untersuchungen zur Dehnrheologie und Verarbeitbarkeit von Halbzeugen beim Thermoformen sowie Simulation und Optimierung der Umformphase, RWTH Aachen, Dissertation 2001.
- [111] Chatraei, S., Macosko, C., Winter, H.: Lubricated squeezing flow: a new biaxial extensional rheometer, Journal of Rheology (1978-present) 25 (1981) 433-443.
- [112] Billon, N.: Inverse analysis of dart test, a tool for more efficient modelling of thermoforming. 17th conference of the Polymer Processing Society, Montreal, 1997.
- [113] Hegemann, B.: Deformationsverhalten von Kunststoffen beim Thermoformen: experimentelle und virtuelle Bestimmung, Universität Stuttgart, Dissertation 2004.
- [114] Schmidt, L. R., Carley, J. F.: Biaxial stretching of heat-softened plastic sheets: Experiments and results, Polymer Engineering & Science 15 (1975) 51-62.
- [115] Rhi-Sausi, J., Dealy, J. M.: A biaxial extensometer for molten plastics, Polymer Engineering & Science 21 (1981) 227-232.
- [116] Hartwig, K.: Simulation des Streckblasverfahrens und Charakterisierung des prozeßrelevanten Materialverhaltens, RWTH Aachen, Dissertation 1996.
- [117] Li, Y., Nemes, J. A., Derdouri, A. A.: Membrane inflation of polymeric materials: Experiments and finite element simulations, Polymer Engineering and Science 41 (2001) 1399-1412.
- [118] Reuge, N., Schmidt, F. M., Le Maout, Y., Rachik, M., Abbe, F.: Elastomer biaxial characterization using bubble inflation technique. I: Experimental investigations, Polymer Engineering and Science 41 (2001) 522-531.
- [119] Charalambides, M. N., Wanigasooriya, L., Williams, J. G., Chakrabarti, S.: Biaxial deformation of dough using the bubble inflation technique. I. Experimental, Rheologica Acta 41 (2002) 532-540.
- [120] Meissner, J., Raible, T., Stephenson, S.: Rotary clamp in uniaxial and biaxial extensional rheometry of polymer melts, Journal of Rheology (1978-present) 25 (1981) 1-28.
- [121] Gerlach, C., Buckley, P., Jones, D.: Biaxial extensional rheometry of PET relevant to process conditions, Book-Institute of Materials 681 (1997) 275-288.
- [122] Matthews, R. G., Duckett, R. A., Ward, I. M., Jones, D. P.: The biaxial drawing behaviour of poly(ethylene terephthalate), Polymer 38 (1997) 4795-4802.

-
- [123] Martin, P. J., Tan, C. W., Tshai, K. Y. et al.: Biaxial characterisation of materials for thermoforming and blow moulding, *Plastics Rubber and Composites* 34 (2005) 276-282.
- [124] Chevalier, L., Marco, Y.: Identification of a strain induced crystallisation model for PET under uni- and bi-axial loading: Influence of temperature dispersion, *Mechanics of Materials* 39 (2007) 596-609.
- [125] Tan, C. W., Menary, G. H., Harkin-Jones, E. M. A., Armstrong, C. G., Martin, P. J.: Effect of Biaxial Stretching at Temperatures and Strain Histories Comparable to Injection Stretch Blow Moulding on Tensile Modulus for Polyethylene Terephthalate (PET), *AIP Conference Proceedings* 907 (2007) 835-840.
- [126] Michaeli, W., Hopmann, C., Ederleh, L., Begemann, M.: Measuring Thermoforming Behaviour. The 14th International Esaform Conference on Material Forming, 2011.
- [127] Khan, M. B., Keener, C.: An investigation of the spatial and optical behavior of biaxially drawn PET film, *Polymer Engineering and Science* 36 (1996) 1290-1299.
- [128] Chandran, P., Jabarin, S.: Biaxial Orientation of Poly(Ethylene-Terephthalate) .1. Nature of the Stress-Strain Curves, *Advances in Polymer Technology* 12 (1993) 119-132.
- [129] Johannaber, F., Michaeli, W.: *Handbuch Spritzgießen*, Hanser, 2004.
- [130] Buckley, C. P., Lew, C. Y.: Biaxial hot-drawing of poly(ethylene terephthalate): An experimental study spanning the processing range, *Polymer* 52 (2011) 1803-1810.
- [131] Illers, K., Breuer, H.: Molecular motions in polyethylene terephthalate, *Journal of colloid science* 18 (1963) 1-31.
- [132] Zimmermann, J., Stommel, M.: The mechanical behaviour of rubber under hydrostatic compression and the effect on the results of finite element analyses, *Archive of Applied Mechanics* 83 (2013) 293-302.
- [133] Stommel, M., Zimmermann, J.: Determination of the behaviour of rubber components under hydrostatic pressure, *Constitutive Models for Rubber VII* (2011) 397.
- [134] Macedo, P., Litovitz, T.: On the relative roles of free volume and activation energy in the viscosity of liquids, *The Journal of Chemical Physics* 42 (1965) 245-256.
- [135] Kalay, G., Bevis, M. J.: Processing and physical property relationships in injection molded isotactic polypropylene .1. Mechanical properties, *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics* 35 (1997) 241-263.
- [136] Kalay, G., Bevis, M. J.: Processing and physical property relationships in injection-molded isotactic polypropylene .2. Morphology and crystallinity, *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics* 35 (1997) 265-291.
- [137] Menary, G. H., Tan, C. W., Armstrong, C. G. et al.: Validating Injection Stretch-Blow Molding Simulation Through Free Blow Trials, *Polymer Engineering and Science* 50 (2010) 1047-1057.

-
- [138] Zimmer, J., Detrois, C., Stommel, M.: Evaluation Method for Stretch Blow Moulding Simulations with Process-Oriented Experiments, *Key Engineering Materials* 554-557 (2013) 1658-1668.
- [139] Bordival, M., Schmidt, F. M., Le Maoult, Y., Velay, V., "Simulation of the Two Stages Stretch-Blow Molding Process: Infrared Heating and Blowing Modeling," *AIP Conference Proceedings*, American Institute of Physics, 2007, pp. 519-524.
- [140] Alaca, B. E., Toga, K. B., Akar, O., Akin, T.: Strain-controlled bulge test, *Journal of Materials Research* 23 (2008) 3295-3302.
- [141] Grüneisen, E.: Theorie des festen Zustandes einatomiger Elemente, *Annalen der Physik* 344 (1912) 257-306.
- [142] Shyue, K.-M.: A Fluid-Mixture Type Algorithm for Compressible Multicomponent Flow with Mie-Grüneisen Equation of State, *Journal of Computational Physics* 171 (2001) 678-707.
- [143] Jeanloz, R.: Shock wave equation of state and finite strain theory, *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 94 (1989) 5873-5886.
- [144] Shukla, A., Ravichandran, G., Rajapakse, Y.: *Dynamic Failure of Materials and Structures*, Springer, 2009.
- [145] Zimmer, J., Chauvin, G., Stommel, M.: Experimental investigation and numerical simulation of liquid supported stretch blow molding, *Polymer Engineering & Science* (2014).
- [146] Zimmer, J., Chauvin, G., Stommel, M.: FE-simulation and validation of liquid-bi-orientation, *AIP Conference Proceedings* 1593 (2014) 90-95.
- [147] Zimmer, J., Stommel, M.: FSI-Simulation of Liquid Supported Stretch Blow Molding (LBO): Model Validation and Study of Series Production Scenario. *Key Engineering Materials*, 2014.
- [148] Zimmer, J., Stommel, M.: Thermo-Mechanical Simulation of Liquid-supported Stretch Blow Molding *AIP Conference Proceedings* (2014).
- [149] Schade, H., Kunz, E., Kameier, F.: *Strömungslehre*, De Gruyter, 2007.
- [150] Cheng, Y., Oertel, H., Schenkel, T.: Fluid-Structure Coupled CFD Simulation of the Left Ventricular Flow During Filling Phase, *Annals of Biomedical Engineering* 33 (2005) 567-576.
- [151] Anghileri, M., Castelletti, L. M. L., Tirelli, M.: Fluid-structure interaction of water filled tanks during the impact with the ground, *International Journal of Impact Engineering* 31 (2005) 235-254.
- [152] Smojver, I., Ivancevic, D.: Bird strike damage analysis in aircraft structures using Abaqus/Explicit and coupled Eulerian Lagrangian approach, *Composites Science and Technology* 71 (2011) 489-498.

-
- [153] Al-Badour, F., Merah, N., Shuaib, A., Bazoune, A.: Coupled Eulerian Lagrangian finite element modeling of friction stir welding processes, *Journal of Materials Processing Technology* 213 (2013) 1433-1439.
- [154] Birnbaum, N. K., Francis, N. J., Gerber, B. I.: Coupled techniques for the simulation of fluid-structure and impact problems, *Computer Assisted Methods in Engineering and Science* 6 (1999) 295-311.
- [155] Nizampatnam: Models and Methods for Bird Strike Load Predictions, Wichita State University, Dissertation 1999.
- [156] Wriggers, P.: *Nichtlineare Finite-Element-Methoden*, Springer Berlin Heidelberg, 2001.
- [157] Bathe, K.-J., Zimmermann, P.: *Finite-Elemente-Methoden*, Springer, 2002.
- [158] Cirak, F., Radovitzky, R.: A Lagrangian-Eulerian shell-fluid coupling algorithm based on level sets, *Computers & Structures* 83 (2005) 491-498.
- [159] Brown, K. H., Burns, S. P., Christon, M. A., *Coupled Eulerian-Lagrangian Methods for Earth Penetrating Weapon Applications*, SAND2002-1014; EST 2008 SNL English, 2002.
- [160] Noh, W. F.: Cel: a time-dependent, two-space-dimension, coupled Eulerian-Lagrange code, *Methods in Computational Physics* 3 (1964) 117-179.
- [161] Arienti, M., Hung, P., Morano, E., Shepherd, J. E.: A level set approach to Eulerian-Lagrangian coupling, *Journal of Computational Physics* 185 (2003) 213-251.
- [162] Osher, S., Fedkiw, R.: *Level Set Methods and Dynamic Implicit Surfaces*, Springer, 2003.
- [163] Fedkiw, R. P., Aslam, T., Merriman, B., Osher, S.: A Non-oscillatory Eulerian Approach to Interfaces in Multimaterial Flows (the Ghost Fluid Method), *Journal of Computational Physics* 152 (1999) 457-492.
- [164] Olovsson, L.: *On the Arbitrary Lagrangian-Eulerian Finite Element Method*, Linköping University, Dissertation 2000.
- [165] Hirt, C. W., Amsden, A. A., Cook, J. L.: An arbitrary Lagrangian-Eulerian computing method for all flow speeds, *Journal of Computational Physics* 14 (1974) 227-253.
- [166] Abdalla, B., Pike, K., Eltaher, A., Jukes, P., Duron, B.: Development and Validation of a Coupled Eulerian Lagrangian Finite Element Ice Scour Model. 28th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering, 2009.
- [167] Dassault: *Abaqus Analysis User's Manual, Version 6.12*, Dassault Systèmes Simulia Corp., 2012.
- [168] Eric, B., Scott, M., Edward, L., Eric, C., Albert, K.: Multiphysics Simulation Capability using the SIMULIA Co-Simulation Engine, 20th AIAA Computational Fluid Dynamics Conference (2011).

-
- [169] Matthies, H. G., Steindorf, J.: Partitioned but strongly coupled iteration schemes for nonlinear fluid–structure interaction, *Computers & Structures* 80 (2002) 1991-1999.
- [170] Gingold, R. A., Monaghan, J. J.: Smoothed particle hydrodynamics - Theory and application to non-spherical stars, *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society* 181 (1977) 375-389.
- [171] Sauer, M.: Simulation of high velocity impact in fluid-filled containers using finite elements with adaptive coupling to smoothed particle hydrodynamics, *International Journal of Impact Engineering* 38 (2011) 511-520.
- [172] Molteni, D., Colagrossi, A.: A simple procedure to improve the pressure evaluation in hydrodynamic context using the SPH, *Computer Physics Communications* 180 (2009) 861-872.
- [173] Monaghan, J. J.: Smoothed particle hydrodynamics, *Reports on Progress in Physics* 68 (2005) 1703.
- [174] Baehr, H. D., Stephan, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*, Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [175] Duffy, B., Wilson, S.: Large-Biot-number non-isothermal flow of a thin film on a stationary or rotating cylinder, *The European Physical Journal-Special Topics* 166 (2009) 147-150.
- [176] Böckh, P., Wetzel, T.: *Wärmeübertragung: Grundlagen und Praxis*, Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- [177] Maruhashi, Y., Asada, T.: Structure and properties of biaxially stretched poly(ethylene terephthalate) sheets, *Polymer Engineering and Science* 36 (1996) 483-494.
- [178] Blundell, D. J., Oldman, R. J., Fuller, W. et al.: Orientation and crystallisation mechanisms during fast drawing of poly(ethylene terephthalate), *Polymer Bulletin* 42 (1999) 357-363.
- [179] Cole, K. C., Ben Daly, H., Sanschagrin, B., Nguyen, K. T., Aji, A.: A new approach to the characterization of molecular orientation in uniaxially and biaxially oriented samples of poly(ethylene terephthalate), *Polymer* 40 (1999) 3505-3513.
- [180] Zimmer, J., Klein, D., Stommel, M.: Experimental and Numerical Analysis of Liquid-forming (accepted). *Esaform-Conference on Material Forming*, Graz, Austria, 2015.