# Abschlussbericht zu »MaterialDigital«

im Rahmen der

Förderung von wirtschaftsnahen Forschungsvorhaben mit Bezug zur Umsetzung der Digitalisierungsstrategie des Ministeriums für Wirtschaft, Arbeit und Wohnungsbau Baden-Württemberg im Themenfeld DIGITALISIERUNG: CHANCE FÜR NACHHALTIGKEIT UND ENERGIEWENDE

vorgelegt

von

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik IPM FZI Forschungszentrum Informatik Deutsche Institute für Textil- und Faserforschung Denkendorf DITF Naturwissenschaftliches und Medizinisches Institut NMI Forschungsinstitut Edelmetalle + Metallchemie fem

Laufzeit: 01.07.2018 - 30.06.2020

#### Gesamtprojektkoordinator:

Dr. Christoph Schweizer Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM Wöhlerstraße 11 79108 Freiburg E-Mail: <u>christoph.schweizer@iwm.fraunhofer.de</u> Telefon: 0761 5142-382

## Inhalt

1	Management Report	4
1.1	Einleitung	.4
1.2	Ziele und Zusammenfassung des Vorhabens	4
1.3	Reifegrad der erzielten Ergebnisse	/
1.4	Verwertbarkeit der Projektergebnisse	.10
1.4.1	Wirtschaftliche Verwertbarkeit der Ergebnisse	.10
1.4.2	Konzept zur schrittweisen Einführung eines Materialdatenraums	.11
1.4.3	Maßnahmen zur Verbreitung der Projektergebnisse	.
2	Projektstruktur und -koordination (IWM, AP1)	12
3	Entwicklung eines Materialdatenraums (AP2)	.14
3.1	Implementierung des Materialdatenraums (IWM, AP2.1)	.14
3.1.1	Designphilosophie und –ziele des Materialdatenraums	.14
3.1.2	Technische Hürden	.15
3.1.3	Digitaler Workflow	.16
3.2	Materialontologie (IWM/DITF, AP2.2)	.21
3.2.1	Materialontologie des Use-Case Metalle	.23
3.2.2	Materialontologie des Use Cases Polymere	.28
3.3	Prozessmodellierung (FZI, AP2.3)	.31
3.3.1	Bewertung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades von Prozessketten	.31
3.3.2	Bewertung der Güte von Werkstoffmodellen und Kennwerten	.38
3.3.3	Zusammenfassung Prozessmodellierung	.41
	Tashnisshay Davisht rum Usa Casa Matalla	47
<b>4</b> // 1	Cussprozoss (form AP2 1)	<b>4</b> Z
4.1 12	Prozosskontrolla (fam/IDN/IN/N/ 711 AP3 2)	4Z
4.Z // 2 1	Zerstörungsfreie Computertomographie	50
4.2.1 1.2.2	Mechanische Charakterisierung von Gussstäben	51
4.2.2	Mechanische Prüfung des Gussteildemonstrators unter Riegebeanspruchung	53
ч.2.5 Л 2 Л	Metallographische Untersuchung des Gussteildemonstrators	55
425	Umgang mit heterogenen Rohdaten im Rahmen von In-Situ/Inline Messtechnik	58
426	Ontische Dehnungsmessung	59
4.2.7	Laserinduzierte Plasmaspektroskopie	.62
4.3	Digitale Repräsentation (IWM, AP3.3)	.65
4.3.1	Prozessmodellierung	.65
4.3.2	Anwendung des Materialdatenraums zur Wissensextraktion	.68
4.3.3	Fusion von ortsaufgelösten Prozess- und Materialkennwerten	.71
4.4	Prozessoptimierung und -bewertung (IWM, AP3.4)	.75
-		70
5	Iechnischer Bericht zum Use-Case Polymere	/8
フ. I F つ	Synthese und Weiterverarbeitung II (ICT APA 1)	/ð
5.Z	Synthese und Weiterverarbeitung II (ICT, AP4.1)	.88
5.5 5.4	Prozesskontrolle II (ICT_AP4.2)	.95
J.4 5 5	Prozesskontrolle III (ICT, AF4.2)	100
J.J 5 5 1	PILA Essora und Vlioso horgostallt an dan DITE	100
5.5.7	Spritzgegossene und 3D-gedruckte PLLA-Proben vom ICT	103
5.5.2	Digitale Repräsentation I (DITE APA 3)	106
5.61	Prozessmodellierung	106
562	Datenerfassung im Prozess der Vliesstoffherstellung	123
5.7	Digitale Repräsentation II (DITF/ICT, AP4 3)	125
5.8	Prozessoptimieruna, biologische Bewertung (NMI, AP4 4)	.128
5.8.1	PLLA-Fasern	.128
5.8.2	PLLA-Nadelfilz	.129
5.8.3	PLLA-Spritzguss	.130
	, , ,	

5.8.4	PLLA 3D-Druck	
5.8.5	Zusammenfassung der Methodenauswahl	130

### 1 Management Report

### 1.1 Einleitung

Der Maschinenbau, die Automobilwirtschaft, die Medizintechnik und Informations- und Kommunikationstechnologie sind mit knapp 1 Mio Beschäftigten und mehr als 250 Mrd Umsatz die wesentlichen Säulen der badenwürttembergischen Industrie. Die mehr als 10.000 Unternehmen<sup>1</sup>, zu denen auch Gießereien und Kunststoffverarbeiter zählen, erarbeiten hochwertige Maschinen und Produkte, als auch smarte Lösungen für Industrie 4.0.

Die Digitalisierung der industriellen Fertigung und insbesondere Industrie 4.0 verfolgen das Ziel die Produktion mit moderner Informationstechnik und Kommunikationstechnik zu verzahnen. Grundlage hierfür sind digital vernetzte Systeme aus Maschinen, Anlagen, Sensoren, Logistik, Menschen und Produkten. Die Vernetzung dient nicht nur dazu einzelne Produktionsschritte, sondern ganze Wertschöpfungsketten bzw. Produktlebenszyklen zu optimieren. Für das Land Baden-Württemberg von besonderer Relevanz sind Wertschöpfungsketten in der metallverarbeitenden Industrie -insbesondere von gießereitechnisch hergestellten Komponenten - sowie in der Medizintechnikbranche, wobei in diesem Projekt medizinische Implantate auf Polymerbasis betrachtet werden.

Elementarer Bestandteil von Wertschöpfungsketten in der Produktion sind Materialien, deren innere Struktur die Funktion und Eigenschaften der Produkte bestimmen. Die Materialstruktur und -eigenschaften ändern sich im Produktlebenszyklus und variieren lokal innerhalb eines Produkts. Diese Veränderungen und Variationen gezielt kontrollieren und bewerten zu können, ist fundamentales Know-How in den produzierenden Firmen, ist Voraussetzung für Alleinstellungsmerkmale im internationalen Wettbewerb und führt zur Sicherung von Arbeitsplätzen.

Für eine gezielte Verbesserung der Bauteilfunktionalität müssen die örtlich und zeitlich veränderlichen Materialeigenschaften bei der Optimierung einzelner Prozessschritte berücksichtigt und entlang der Wertschöpfungskette durchgereicht werden. Aufgrund ihrer messtechnischen Unzugänglichkeit können jedoch nicht alle relevanten Materialeigenschaften zeitgleich, ortsaufgelöst und zerstörungsfrei ermittelt werden. Stattdessen müssen diese indirekt aus der Historie vieler Materialuntersuchungen rekonstruiert, über Inline-Sensorik erfasst oder durch Prozesssimulationen vorhergesagt werden. Dieser Aufwand wird bisher nur in Ausnahmefällen für Teile des Produktlebenszyklus betrieben. Wesentliche Hürden ergeben sich aus der Heterogenität und der digitalen Unzugänglichkeit der notwendigen Daten, wodurch automatisierbare Datenanalysen deutlich erschwert werden. Eine werkstoffgerechte Produktoptimierung im Sinne von Industrie 4.0, welche den Werkstoff in der Wertschöpfungskette betrachtet, findet bisher nicht statt.

### **1.2** Ziele und Zusammenfassung des Vorhabens

Übergeordnetes Ziel des Vorhabens *MaterialDigital* war es, anhand zweier konkreter Use Cases zu zeigen, dass Werkstoffe in digitale Wertschöpfungsketten im Sinne von Industrie 4.0 integriert werden können. Zur Vernetzung von Produkt-, Prozess-, Maschinen- und Sensordaten mit menschlicher Fachexpertise entlang der werkstoffintensiven Wertschöpfungskette wurde eine digitale Wissensbasis geschaffen, der sog. **Materialdatenraum**. Hierbei kamen Technologien aus dem Bereich der digitalen Wissensrepräsentation (engl. *knowledge representation*) zum Einsatz, die in Kombination mit Inferenzmaschinen eine Form von Künstlicher Intelligenz darstellen. Hierzu gehören Ontologien zur Schaffung eines vereinheitlichten Vokabulars, der Abbildung und Erschließung logischer Zusammenhänge sowie Wissensgraphen zur Vernetzung der Metadaten, die in einem standardisierten Dateiformat (RDF, Resource Description Framework) gespeichert, in Datenbanken importiert und mittels einer standardisierten Abfragesprache (SPARQL<sup>2</sup>) durchsucht werden können.

Im Materialdatenraum werden alle relevanten Metadaten zu einzelnen Prozessschritten gespeichert und in der chronologischen Reihenfolge der realen Prozesskette vernetzt. Neben den Metadaten (Daten über Daten), können auch Rohdaten in unterschiedlichen Dateiformaten im Materialdatenraum abgelegt und automatisiert verarbeitet werden.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> https://www.bw-invest.de/standort/branchen-cluster/maschinenbau

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> SPARQL: Rekursives Akronym für SPARQL Protocol and RDF Query Language

Voraussetzung hierfür ist, dass der Pfad zur Datei, das Dateiformat und der Inhalt der Datei mit Hilfe von Metadaten beschrieben wird.

Bei der Implementierung des Materialdatenraums mussten eine Reihe technischer Probleme gelöst werden. Dies betraf insbesondere den Prozess der Datenstrukturierung, wobei heterogene und unstrukturierte Daten in einheitlicher Form als Wissensgraph abgebildet wurden. Hierzu wurde zunächst Use Case übergreifend eine generische Vorlage zur digitalen Abbildung einzelner Prozessschritte als Wissensgraph erstellt. Hierbei ist es unerheblich, ob es sich bei den Prozessschritten um Herstellungsprozesse, experimentelle Charakterisierungsmethoden, Simulationen oder Datenanalyseschritte handelt. Mit Hilfe der Vorlage wurde gewährleistet, dass bei späteren Abfragen das komplexe Datennetzwerk sehr einfach reduziert werden kann.

Der digitale Workflow zur Datenstrukturierung besteht aus drei Schritten:

- 1. **Abbildung von einzelnen Prozessschritten als Prozessgraph**: In diesem Schritt wir ein einzelner Prozessschritt generisch als Wissensgraph abgebildet (im Folgenden als Prozessgraph bezeichnet). Hierzu wurde auf die Software *Inforapid KnowledgeBase Builder*<sup>1</sup> zurückgegriffen, die eine grafische Oberfläche zur Erzeugung von Wissensgraphen bietet. Die zugehörige Ontologie zur Schaffung eines vereinheitlichen Vokabulars und zur Definition von Restriktionen wurde mit der Software *Protégé*<sup>2</sup> erzeugt. Die Prozessgrapherstellung erfolgte in der Regel in einem Interviewformat zwischen IT- und Fachexperten der jeweiligen Prozessdomäne und benötigt je nach Komplexität wenige Stunden bis Tage pro Prozess. Mit der automatisierten Erzeugung einer generischen Excel-Vorlage zur Metadatenerfassung aus dem Prozessgraphen wird der Teilschritt abgeschlossen.
- 2. Erfassung von Prozessdatensätzen: Die zuvor generierten Excel-Vorlagen werden vervielfältigt und durch die Domänenexperten des jeweiligen Prozessschritts ausgefüllt. Die Befüllung kann prinzipiell auch skriptgesteuert erfolgen. Neben den erfassten Metadaten werden auch die Rohdaten gesammelt und in den Excel-Tabellen verlinkt.
- 3. Verknüpfung von Prozessdatensätzen: Im letzten Schritt der Datenstrukturierung werden die Prozessschritte gemäß der Reihenfolge der realen Prozesskette miteinander verknüpft. Die Verknüpfung erfolgt über die ein- und ausgehenden Objekte oder Datensätze der beteiligten Prozesse und wurde über eine Reihe von selbstgeschriebenen Python-Skripten und SPARQL-Abfragen realisiert. Der gesamte Wissensgraph der Prozesskette liegt zum Ende des Datenstrukturierungsprozesses in einer Graphdatenbank vor (hier *GraphDB*) und kann mittels des standardisierten RDF Formats zur Abbildung von Wissensgraphen importiert und exportiert werden. Zur Formulierung von Abfragen wurde die Abfragesprache SPARQL (Analogon zu SQL) eingesetzt.

Bei der Entwicklung des digitalen Workflows zur Datenstrukturierung wurde auf einen skalierbaren Ansatz geachtet. Durch die Aufteilung der Prozesskette in einzelne Prozessschritte ist gewährleistet, dass mehrere Personen gleichzeitig an deren digitaler Repräsentation arbeiten können. Zudem lassen sich Datensätze zu einzelnen Prozessschritten leicht aktualisieren.

Auf Basis der identifizierten Prozessschritte wurde im Rahmen der **Prozessmodellierung** ein Vorgehensmodell zur Quantifizierung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades der betrachteten Prozessketten entwickelt. Mit Hilfe des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrads werden u.a. Managemententscheidungen zu Investitionen ermöglicht, um den Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad gezielt zu verbessern. Hierzu wird ein Prozessschritt in seine Teilaktivitäten (gemeint sind einzelne Arbeitsschritte) zerlegt und der Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad gezielt zu verbessern. Hierzu wird ein Prozessschritt in seine Teilaktivitäten (gemeint sind einzelne Arbeitsschritte) zerlegt und der Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad der Prozessschritte und gesamten Prozesskette quantifiziert werden. Zusätzlich wurde ein Konzept zur Bestimmung der Güte von Werkstoffmodellen entwickelt.

Die Integration von Werkstoffen in Wertschöpfungsketten im Sinne von Industrie 4.0 wurde anhand zweier Use Cases gezeigt. Hierbei wurde das Ziel verfolgt mittels Digitaler Zwillinge für eine Durchgängigkeit von örtlich und zeitlich variierenden Materialeigenschaften entlang der Wertschöpfungskette bzw. des Produktlebenszyklus zu sorgen.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> <u>http://www.buildyourmap.de/</u>

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> <u>https://protege.stanford.edu/</u>

Im **Use Case Metalle** wurde der Aluminium-Kokillengussprozess mit anschließender zweistufiger Wärmebehandlung (Lösungsglühung und Warmauslagerung) betrachtet. Als Beispiellegierung diente die Gusslegierung AlSi10Mg. In zwei Gusskampagnen wurden zunächst Probestäbe gegossen, um mittels mechanischer und analytischer Werkstoffcharakterisierung eine projektspezifische Datenbasis für die Befüllung des Materialdatenraums aufzubauen. In der zweiten Gusskampagne wurde ein Demonstratorgussbauteil abgegossen, das auf einem Laborteststand einer statischen Biegebeanspruchung unterzogen wurde. In beiden Gusskampagnen wurde die chemische Zusammensetzung der AlSi10Mg Legierung im Rahmen der Spezifikation in Bezug auf den Silizium- und Magnesiumanteil variiert. Die Gusskampagnen wurden mit Gießsimulationen begleitet, deren eingehende Modellparameter anhand eines Abgleichs mit Temperaturmessungen in der Probestabkokille feinjustiert wurden.

Es wurden zwei Ziele verfolgt: Zum einen wurden alle Daten aus der Charakterisierungskampagne der Probestäbe mit Hilfe des entwickelten digitalen Workflows strukturiert, die Datensätze einzelner Prozessschritte miteinander verknüpft und der finale zusammenhängende Wissensgraph der Prozesskette in eine Graphdatenbank überführt. Mit Hilfe der entwickelten Domänenontologie für die betrachtete Prozesskette konnte gezeigt werden, dass sich Expertenwissen zum Einfluss der chemischen Zusammensetzung und der Wärmebehandlungsparameter auf unterschiedliche mechanische Eigenschaften aus dem Materialdatenraum extrahieren lässt. Neben der Abfrage von reinen Metadaten wurde anhand von Zugversuchen auch demonstriert, dass maschinell auf die heterogenen Rohdatensätze zugegriffen werden kann. **Die Materialdatenraumtechnologie stellt somit nachweislich eine zukunftsorientierte Form der digitalen Wissensrepräsentation von werkstoff- und prozessspezifischem Expertenwissen dar und bildet die Grundlage für weiterführende datenbasierte Analysen.** Anhand des konkreten Beispiels können u.a. Entscheidungen zur Wahl der Wärmebehandlungsparameter in Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung zur Erreichung einer spezifischen Werkstofffestigkeit getroffen werden.

Zum anderen wurde anhand des Demonstratorgussbauteils gezeigt, dass durch die Einbindung eines Digitalen Zwillings in Simulations- und Bewertungsketten präzisere Aussagen zur Funktionalität des Bauteils ermöglicht werden. Der Digitale Zwillinge bildet hierbei die Geometrie, die innere Materialstruktur, örtlich variierende Materialeigenschaften und Kennwerte aus der Prozesshistorie ab und sorgt für die Durchgängigkeit entlang der betrachteten Prozesskette. Für die notwendige Fusion der Werkstoffdaten wurde im Rahmen des Projekts eine graphische Benutzeroberfläche entwickelt, mit der örtlich verteilte Material- und Prozesskennwerte in einem Bauteil visualisiert und korreliert werden können. Der Mehrwert solcher Korrelationen wurde anhand des Demonstratorgussbauteils aufgezeigt. Mit Hilfe von Korrelationen zwischen der mittels Gießsimulation ermittelten lokalen Erstarrungsdauer, der Härte und Zugfestigkeit wurde ein Simulationsmodell für strukturmechanische Analysen aufgesetzt, mit dem die heterogen verteilten Eigenschaften berücksichtigt werden konnten. Im Vergleich zu einer konventionell durchgeführten Bewertung mit Minimalkennwerten des Gussteils, konnten die ertragbaren Kräfte unter Biegebeanspruchung um ca. 10% gesteigert werden. Eine Steigerung der ertragbaren Kräfte bedeutet, dass im Sinne eines Leichtbaugedankens Material in derselben Größenordnung eingespart werden kann. Der Berechnungsaufwand wurde dabei nicht wesentlich gesteigert. Vergleichbare Ergebnisse waren bisher nur mit sehr aufwendigen, multiskaligen Prozesskettensimulationen möglich. Durch den Einsatz eines Digitalen Zwillings im Rahmen von hybriden, simulations- und datenbasierten Bewertungsketten, lässt sich der Berechnungsaufwand jedoch drastisch reduzieren. Die Anbindung an einen Materialdatenraum, aus dem prozess- und werkstoffspezifisches Expertenwissen (der Vergangenheit) digital extrahiert werden kann, ermöglicht perspektivisch, dass die Optimierung von Prozessparametern bereits in der Designphase oder nach Durchlaufen erster Prozessschritte erfolgen kann.

Der **Use Case Polymere** beschäftigte sich vorrangig mit resorbierbaren Implantaten aus PLA, schloss in der Betrachtung aber auch nicht resorbierbare Implantate mit ein. Die Anwendungsbeispiele wurden ausgewählt, weil hierbei gleich auf drei unterschiedliche Herstellungsverfahren mit vollstufigen Produktionsschritten zurückgegriffen werden konnte. Da verschiedenste Oberflächeneigenschaften polymerer Biomaterialien zur Zellantwort beitragen, wurden die Auswirkungen möglicher prozessbedingter Variationen Variationen mit physikochemischen Analysemethoden erfasst und anschließend mit funktionellen biologischen Testmethoden bewertet. Ziel des Use Case Polymere war es, für die mehrstufigen Prozessketten von der Synthese, über die Formteilgebung bis hin zum in-vitro Einsatz auf Basis der verfolgten Kenngrößen die geeigneten Optimierungs- bzw. Nachbehandlungsmaßnahmen einzuleiten.

Im Use Case Polymere wurden die drei mehrstufigen Prozessketten Textilherstellung, 3D-Drucken und Spritzgießen betrachtet. Anhand von inline und offline Messungen sowie ergänzenden Prozesssimulationen wurden einerseits Prozessmodelle und andererseits digitale Zustandsbeschreibungen der verarbeiteten Polymerprodukte erzeugt. Diese bildeten die Basis für eine Bewertung der Prozessstabilität als auch für werkstoffgerechte Nachbehandlungsmaßnahmen, wobei die biologische Funktionalität der betrachteten Produkte miteinbezogen wurde. Infolge der durchgängigen, digitalen Datenerfassung und ihrer Korrelation mit der physikochemischen Funktionalität sind Rückschlüsse auf die Relevanz einzelner Prozessparameter sowie auf die Interpretierbarkeit charakteristischer Werkstoffkenngrößen möglich.

Im Prozess Faserextrusion wurden anhand handelsüblichem PLLA die wesentlichen Fasereigenschaften wie die Faserverstreckung und die Faserkräuselung sowie der Faserdurchmesser variiert. Schließlich erfolgte die an den Faserzustand angepasste textiltechnische Weiterverarbeitung zu Zellträgern aus Vliesstoffen für die regenerative Medizin, die über verschiedene zellbiologische Tests charakterisiert wurden. Hierzu wurden die Fasern geschnitten, gewaschen, zu Vliesen mit unterschiedlicher Dichte gelegt und verfestigt. Die Eigenschaften des Zellträgers hingen im Wesentlichen von der Porosität und der Oberflächenspannung ab. Im Spritzguss als auch im 3D Druck (Filament und Granulat basiert) wurden poröse (Tissue Engineering) und kompakte Formkörper (z.B. Implantate) hergestellt und charakterisiert, wobei pro Prozessstufe eine Veränderung wesentlicher Stoffeigenschaften erfolgte, da bei den Prozessen die Formmassen aufgeschmolzen, einen längeren Zeitraum unter erhöhter Temperatur gehalten und anschließend rasch abgekühlt wurden. Zu diesen Stoffeigenschaften gehören beispielsweise die Morphologie des PLLA (Kristallinität, Molekülorientierungen) und das Molekulargewicht. Die Daten der DITF und des ICT wurden durch die automatisierte Mikrostrukturanalytik am NMI ergänzt. Diese umfassten z.B. die Topografie und Oberflächenbenetzbarkeit sowie Methoden zur Untersuchung der Oberflächenchemie, wie z.B. REM+EDX, RAMAN, Dynamische Kontaktwinkelmessung und Konfokale Weißlichtmikroskopie. Ein Ergebnis im Use Case Polymere ist es, dass bisher händisch durchgeführte Abläufe automatisiert wurden und während der mehrstufigen Prozesse die Zustandsinformationen über die Polymerprodukte dem Materialdatenraum zur Verfügung stehen. Bei der Faser- und Textilerzeugung wurden die erfassten Eigenschaftswerte (z.B. Polymerfeuchte, inhärente Viskosität, Porenvolumen) den Produkten zugeordnet. Darüber hinaus wurden Prozessstörungen durch eine erweiterte Prozesskontrolle erfasst (z.B. Spinnkopftemperatur sowie mögliche Filamentbrüche und Schlingen).

Bei den Verfahren 3D Druck und Spritzgießen wurden neben den standardmäßigen Aufzeichnungen der relevanten Prozessparameter auch inline-Verfahren zur Prozessüberwachung wie z.B. inline NIR-oder Raman-Messungen zur Bestimmung der Kristallinität angewandt. Zur Erzeugung der Digitalen Zwillinge wurden die im Herstellungsprozess gemessenen und simulierten Prozessdaten und die resultierenden Werkstoffeigenschaften zusammengeführt. Für die Simulation waren dazu sämtliche relevanten Kenngrößen (z.B. das von der Temperatur- und Schergeschwindigkeit abhängige Viskositätsspektrum) bereitzustellen und die Simulationsmodelle durch inline-Messungen und nachgeschaltete Charakterisierungsverfahren zu verifizieren. Das Ziel der Erstarrungssimulation mit *COMSOL Multiphysics* war die Vorhersage der von den Prozessparametern (Schmelztemperatur, Substrattemperatur und Extrusionsgeschwindigkeit) abhängigen Verschweißung und der Kristallinität der generierten Schichten des PLLA.

Die biologische Funktionalität wurde durch Zelladhäsion (qualitativ und quantitativ), Zellvitalität (lösliche Bestandteile und direkter Kontakt) und Phänotyp (Morphologie) für ausgewählte Zelltypen wie Fibroblasten und Osteoblasten, bewertet. Die Ergebnisse der biologischen Bewertung wurden mit den zuvor variierten und analysierten physikochemischen Materialeigenschaften korreliert.

Ein weiteres Ergebnis stellt die finale Methodenauswahl zur sicheren Prozess- und Qualitätskontrolle dar, wobei die in automatisierten Verfahren gewonnenen Daten die Korrelation zwischen physikochemischen und biologischen Daten gut abbilden. Ferner wird zur Verbesserung der Produkteigenschaften auf Basis des digital vorliegenden Werkstoffzustands eine zielgerichtete Nachbehandlung des Zellträgers durch Wärmebehandlung und/oder Flüssigkeitslagerung ermöglicht, um die einsatzspezifische Resorbierfähigkeit bzw. Lebensdauer und Reinheit sowie die Einflüsse der Sterilisierung kontrolliert einzustellen bzw. nach zu korrigieren.

### 1.3 Reifegrad der erzielten Ergebnisse

Die wesentlichen erzielten Projektergebnisse werden im Folgenden zu den Arbeitspaketen 2, 3 und 4 tabellarisch in den Tabellen 2.1 bis 2.3 zusammengefasst. Zur Einordnung des Reifegrads der erzielten Ergebnisse wird das Technology Readiness Level (TRL) gemäß der EU-Definition aus H2020 herangezogen (siehe Abbildung 2.1).

Projektstruktur und -koordination (IWM, AP1)



Abbildung 2.1: Definition des Technology Readiness Level (TRL) gemäß EU H2020

Ergebnis	TRL	Kommentar
Digitaler Workflow zur digitalen Abbildung	6-7	Der Workflow ist bereits relativ ausgereift.
und Strukturierung von einzelnen Prozess-		
schritten mit Meta- und Rohdaten		
Vereinheitlichte Prozessgraphvorlage zur	6-7	Die Vorlage wurde für den Use Case Metalle und Polymere an-
digitalen Abbildung von werkstoffintensiven		hand zahlreicher Prozesse validiert
Prozessen		
BWMD-Ontologie zur Beschreibung von	3-4	Best practice Beispiel; Im Bereich der Ontologiebeschreibung
werkstoffintensiven Prozessen (inklusive von		und der Integration von Logik sind zukünftig große Fortschritte
Domänenbausteinen für den Use Case Me-		zu erwarten. Standards werden zukünftig auf EU-Ebene und
talle und den Use Case Polymere)		über die BMBF-Innovationsplattform MaterialDigital geschaffen.
Digitaler Workflow zur Fusion von einzelnen	3-4	Die Fusion gemäß der chronologischen Reihenfolge der Prozess-
Prozessschritten zu kompletten Prozessket-		kette erfolgt bisher semiautomatisiert; Der Workflow ist nur für
ten		gut geschulte Anwender in der jetzigen Form nutzbar und muss
		an eigene Bedürfnisse angepasst werden.
Prozessmodelle zur Bestimmung des Auto-	6-7	Die Vorgehensweise hilft bei Managemententscheidungen zu
matisierungs- und Digitalisierungsgrades		Investitionen in die Digitalisierung und Automatisierung.
Prozessmodelle zur Bestimmung der Güte	4	Das Konzept ist vielversprechend, aber muss noch breiter evalu-
von Werkstoffmodellen		iert werden.

### Tabelle 2.1: Darstellung der Ergebnisse mit TRL und Nutzen zu AP2 Entwicklung eines Materialdatenraums

### Tabelle 2.2: Darstellung der Ergebnisse mit TRL und Nutzen zu AP3 Use Case Metalle

Ergebnis	TRL	Kommentar
Prozessgraphen zu allen relevanten Prozess- schritten des Use Case Metalle	6	Best practice Beispiele; Können für vergleichbare Prozesse mit sehr wenig Aufwand an eigene Bedürfnisse angepasst werden.
		Eine Übersicht über die Prozesse findet sich in den technischen Berichtsteilen.
Materialdatenraum für Use Case Metalle	5-6	Best practice Beispiel
Demonstratorgussbauteil	6	Kann in Forschungsprojekten für Demo-Zwecke eingesetzt werden
Validierte Gießsimulationsparameter für AlSi10Mg	8	Anwendbar für Flow3D
Postprozessingtool zur Analyse der Erstar- rungsdauer aus der Gießsimulation	7	Die Erstarrungsdauer ist eine wesentliche Grundlage für Digitale Zwillinge von Gussbauteilen.
Inline Erfassung der lokalen chemischen Zusammensetzung	6	Minimalinvasive, schnelle chemische Analyse; Ist ggf. für neue Legierungssysteme zu qualifizieren.
Qualifizierung von Standardformaten zur Speicherung von heterogenen und hoch- komplexen Inline-Daten	7	Best practice Beispiele: Im Fraunhofer IPM im operativen Ein- satz, z.B. für spekroskopische Daten und Bilddaten mit hoher Aufzeichnungsrate.
GUI zur Datenfusionierung	6-7	Am Fraunhofer IWM bereits nahe am operativen Einsatz; Li- zenzmodell ist noch nicht geklärt.
Integration eines Digitalen Zwillings in Simulations- und Bewertungsketten	5	Best practice Beispiel zur Integration von Prozess- und Werk- stoffexpertise in einen Digitalen Zwilling ; Präzisere Aussagen zur Beanspruchbarkeit von Komponenten werden ermöglicht

Ergebnis	TRL	Kommentar
Prozessgraphen zu allen relevanten Prozess-	6	Best practice Beispiel
schritten des Use Case Polymere		
Durchgängige Datenerfassung vom Polymer	7	Übertragbar in industrielle Anwendung; Noch nicht inline
zum sterilen Vliesstoff bzw. 3D gedruckten		
und spritzgegossenen Implantat		
Inline-Erfassung von Garnfehlern	6	Best practice Beispiel; Prozesssicherheit noch sicherzustellen
Spinnprozess		
Inline-Erfassung von Garnfehlern	7	Best practice Beispiel; Erfahrung ist zu erweitern
Verstreckung		
Modifikation des Waschverfahrens für	7	Best practice Beispiel; Übertragbarkeit in die industrielle
Vliesstoffe		Anwendung ist zu validieren
Auswahl der Avivage	8	Übertragbar in die industrielle Anwendung
Inline-Erfassung der maschinenseitig aufge-	8	Übertragbar in die industrielle Anwendung
zeichneten als auch inline am Produkt ge-		
messener Spritzguss-, Extrusions- bzw.		
Druckparameter		
Inline-Erfassung der Morphologie des PLLA	5	Best practice Beispiel; Weitere Absicherung der Messpara-
im Spritzgussprozess durch NIR-Messungen		meter und der nachgeschalteten Auswerteverfahren
Prozesssimulation im 3D Druck zur Beurtei-	5	Best practice Beispiel ; Weiterentwicklung der Werkstoff-
lung der Verschweißung und der Morpholo-		und Simulationsmodelle
gie des PLLA		
Einflüsse der Prozessstufen und Nachbehand-	7	Best practice Beispiel; Ergänzung der Werkstoff- und Pro-
lungen auf den Werkstoffzustand		zessmodellierung
Optimierungsstrategien zur Erreichung ge-	6	Best practice Beispiel ; Kenntnisstand ist noch zu erweitern
zielter Produkteigenschaften		

### Tabelle 2.3: Darstellung der Ergebnisse mit TRL und Nutzen zu AP3 Use Case Polymere

### 1.4 Verwertbarkeit der Projektergebnisse

### 1.4.1 Wirtschaftliche Verwertbarkeit der Ergebnisse

Neben der Integration von Werkstoffen in digitale Industrie 4.0 Wertschöpfungsketten besitzen die erzielten Ergebnisse eine Relevanz für folgende wirtschaftliche und gesellschaftliche Bedarfe.

Mit Hilfe präziser Vorhersagen der Werkstoffeigenschaften durch den Einsatz von wissensbasierten Systemen und Digitalen Zwillingen lässt sich Material im Sinne eines **Leichtbau**gedankens einsparen, wodurch gerade im Mobilitätssektor ein Beitrag zur **Energieeffizienz** und somit zur **Ressourcenschonung** geleistet werden kann. Der Einsatz von Digitalen Zwillingen in Simulationsketten befördert die Virtualisierung der Produktentwicklung und sorgt für eine Vermeidung von zeit- und kostenintensiven *trial and error* Schleifen und somit zu einer **Verkürzung der Produkteinführungszeit**. Mit Hilfe des Digitalen Zwillings können im Rahmen der virtuellen Produktauslegung rechenzeitintensive Simulationsschritte entlang der Prozesskette teilweise übersprungen werden, sodass qualitativ hochwertigere Aussagen bei vergleichbarer Rechenzeit zu konventionellen Bewertungsketten erwartet werden können.

In Zeiten des **Fachkräftemangels** tragen digitale, wissensbasierte Systeme wie der entwickelte Materialdatenraum dazu bei, dass Prozess- und Werkstoffexpertise zukünftig digital vorgehalten und maschinell extrahiert werden kann.

Wissen zu vorangegangen Produktlebenszyklen kann auf diese Weise zur **Optimierung zukünftiger Produktge**nerationen und zur **Entwicklung neuer Materialien** eingesetzt werden.

In fast allen Wirtschaftsbereichen werden Unternehmen zunehmend mit Anforderungen an die **Rückverfolgbar**keit von Lieferketten konfrontiert. Zu den betrachteten Kriterien zählen der Ressourcenverbrauch, die Herkunft und Kritikalität der eingesetzten Rohstoffe, die Menge umweltschädlicher Emissionen, Qualitätssicherungsaspekte sowie die Einhaltung ethischer und sozialer Standards. Dies betrifft insbesondere die Textilbranche, die Batteriefertigung für den Mobilitätssektor und medizinische Produkte. Das entwickelte Materialdatenraumkonzept basiert auf der Vernetzung aller relevanter Prozess- und Werkstoffdaten entlang kompletter Prozessketten und kann prinzipiell für einige der oben genannten Aspekte eingesetzt werden.

### 1.4.2 Konzept zur schrittweisen Einführung eines Materialdatenraums

Aufgrund des zentralen Stellenwertes des Materialdatenraums wird ein Konzept vorgeschlagen, mit dem sich die Einführung eines Materialdatenraums in sechs Stufen bewerkstelligen lässt:

- Stufe 1: Identifikation werkstoffintensiver Prozesse, bei denen sich eine Digitalisierung in besonderem Maße lohnt
- Stufe 2: Digitale Abbildung einzelner Prozesse in Form von Wissensgraphen. Für die dafür notwendige Domänenontologieentwicklung sollte der Kontakt zu Experten (z.B. an Instituten) gesucht werden.
- Stufe 3: Daten zu einzelnen Prozessen semantisch strukturiert ablegen
- Stufe 4: (Graph)Datenbank in Betrieb nehmen und Daten importieren
- Stufe 5: Unternehmensspezifisches Konzept zur Fusion von Prozessdaten entlang kompletter Prozessketten entwickeln
- Stufe 6: Daten entlang von Prozessketten fusionieren und in Datenbank integrieren.

Durch die schrittweise Einführung ist man bereits ab Stufe vier in der Lage Abfragen an den Materialdatenraum zu stellen, auch wenn die Vernetzung entlang der Prozesskette zu diesem Zeitpunkt noch nicht gegeben ist.

### 1.4.3 Maßnahmen zur Verbreitung der Projektergebnisse

Nach dem offiziellen Projektabschluss werden folgende Maßnahmen ergriffen, um die Ergebnisse zu verbreiten. Hierbei spielt die BMBF-Innovationsplattform MaterialDigital, die u.a. vom Fraunhofer IWM, koordiniert wird, eine tragende Rolle. Die Aufgabe der Plattform ist es, für den Standort Deutschland die Strukturierung des Themenfelds sowie die Interaktion und Kommunikation mit interessierten Unternehmen und Instituten zu übernehmen. Um die Plattform herum werden Projekte angekoppelt. Für die Digitalisierung von Materialien sollen von der Plattform Werkzeuge entwickelt und best practice Beispiele zur Verfügung gestellt werden. Das Konsortium beabsichtigt die wesentlichen Ergebnisse (Ontologie, digitalisierte Prozesse, vernetzte Prozessdaten aus dem Materialdatenraum) der Plattform zur Verfügung zu stellen. Damit wird gewährleistet, dass die Ergebnisse in Deutschland eine möglichst breite Bekanntheit erlangen.

Im Rahmen von zwei Fraunhofer intern geförderten Projekten mit den Akronymen DMD4Future (in Zusammenarbeit mit 14 Fraunhofer-Instituten) und Mat-o-Lab (in Kooperation zwischen dem Fraunhofer Verbund Materials und der BAM Berlin) fließen die Ergebnisse bereits jetzt ein. Schwerpunkt der Arbeiten ist die Modularisierung der Ontologien und Dezentralisierung des Datenraumkonzepts. In DMD4Future steht hierbei der Aufbau zukünftiger Materialdatenökosysteme im Vordergrund, wohingegen der Schwerpunkt in Mat-o-Lab aktuell auf Forschungsdaten und akademischen Charakterisierungs- und Simulationsmethoden liegt.

Erste Veröffentlichungen zu den wesentlichen Projektergebnissen werden von den Forschungspartnern bereits vorbereitet und sollen dazu dienen, die Ergebnisse international zur Diskussion zu stellen und zu verbreiten. Aktuelle Recherchen haben ergeben, dass die semantische Wissensrepräsentation im Bereich der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik weiterhin kaum adressiert worden ist. Insbesondere sind keinerlei Veröffentlichungen bekannt, die sich mit der semantischen Wissensrepräsentation von werkstoffintensiven Prozessketten beschäftigt haben.

Zur Stärkung des Wissenstransfers werden aktuell Videos mit den Zielen, wesentlichen Projektergebnissen und zu den erarbeiteten technologischen Bausteinen aufgenommen und sollen bis Jahresende über die Homepage<sup>1</sup> zum Projekt veröffentlicht werden

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> https://www.materialdigital-bw.de/

### 2 Projektstruktur und -koordination (IWM, AP1)

Die wesentliche Projektstruktur inklusive der Arbeitspakete und beteiligten Institute ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Das Vorhaben war in vier Arbeitspakete unterteilt. Die Projektkoordination (AP1) wurde vom Fraunhofer IWM überneommen. Die Entwicklung eines Materialdatenraums erfolgte in Zusammenarbeit zwischen Fraunhofer IWM, DITF und FZI. Hierbei war das Fraunhofer IWM für die Implementierung verantwortlich. Die Entwicklung der Materialontologien erfolgte Use Case spezifisch für Metalle (Fraunhofer IWM) und Polymere (DITF). Die Prozessmodellierung wurde vom FZI verantwortet.

Im Arbeitspaket 3 (fem, Fraunhofer IPM, Fraunhofer IWM) Use Case Metalle, wurde der Aluminium-Kokillengussprozess (fem, AP3.1) betrachtet. Im Rahmen der Prozesskontrolle (AP3.2) wurden inline-fähige Methoden zur Detektion von Defekten und zur ortaufgelösten Analyse der chemischen Zusammensetzung eingebracht (fem, Fraunhofer IPM) und durch begleitende Werkstoffcharakterisierung (fem, Fraunhofer IWM) ergänzt. Die digitale Repräsentation der beteiligten Prozesse und Objekte erfolgte in AP3.3 und wurde in AP3.4 zur Prozessoptimierung und –bewertung eingesetzt (fem, Fraunhofer IPM, Fraunhofer IWM).

Im Arbeitspaket 4 Use Case Polymere, wurden unterschiedliche Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse zur Fertigung von medizinischen Implantaten ausgehend von der Werkstoffsynthese in AP4.1 (DITF, ICT) betrachtet. Im Rahmen der Prozesskontrolle (AP4.2) erfolgte die ausführliche Analyse der Ausgangs-, Zwischen- und Endprodukte. In AP4.3 wurden die komplexen Prozessketten von der Werkstoffsynthese bis zur biologischen Funktionalitätsbewertung (AP4.4) digital abgebildet.



Abbildung 2.1 Arbeitspakete des Landesprojekts MaterialDigital

Für die Abfrage des aktuellen Arbeitsstands und die Diskussion zum weiteren Vorgehen wurden vom Fraunhofer IWM monatliche Webkonferenzen durchgeführt. Für die zentrale Verwaltung der Projektunterlagen, - präsentationen und -daten wurde ein OwnCloud Zugang eingerichtet.

In den beiden Projektjahren fanden insgesamt neun Arbeitskreistreffen in unterschiedlichen Zusammensetzungen statt.

- 1. Kickoff der Institute am 21.08.2018 am Fraunhofer IWM in Freiburg
- 2. Industrieworkshop am 07. und 08.08.2018 am Fraunhofer ICT mit allen Instituten und dem Industriebegleitkreis
- 3. Arbeitskreistreffen des Use Case Polymere 20.07.2019 (NMI), 30.10.2019 (NMI).
- 4. Industrieworkshop am 22. und 23.05.2019 Fraunhofer IWM mit allen Instituten und dem Industriebegleitkreis
- 5. (Virtuelles) Arbeitskreistreffen am 07.04.2020 mit allen Instituten. Der geplante Industrieworkshop am 08.04.2020 musste aufgrund der COVID-19-Pandemie leider abgesagt werden.

- 6. Industrieworkshop am 06.-07.11.2019 am Fraunhofer IWM mit allen Instituten und dem Industriebegleitkreis.
- 7. (Virtuelles) Arbeitstreffen Use Case Metalle am 29.04.2020
- 8. (Virtueller) Industrieworkshop am 24.-25.06.2020 mit allen Instituten und dem Industriebegleitkreis.

MS	Was	Wann	Status
N/1	Erste Version eines Materialdatenraums liegt vor	12.	erreicht
		Monat	
N/D	Erctor digitalor Matorialzwilling für Gussprozoss liggt vor	18.	erreicht
IVIZ	Erster digitaler Materialzwinning für Gussprozess negt vor	Monat	
M3	Prozessoptimierung und –bewertung des Gießprozesses ist abgeschlos-	24.	erreicht
	sen	Monat	
N//	Ereter digitaler Materialzwilling für Polymore liggt vor	18.	erreicht
1014	Erster digitaler Materialzwinning für Polymere negt vor	Monat	
NAE	Prozessoptimierung und –bewertung für polymere Implantate ist abge-	24.	erreicht
IVID	schlossen		

Die projektspezifischen Meilensteine sind in der nachfolgenden Tabelle aufgelistet.

Weiterhin wurden Workshops zum Umgang mit den bisher entwickelten Softwarewerkzeugen zum Materialdatenraum sowohl für alle Projektpartner als auch für weitere Interessierte vom KIT, Fraunhofer EMI und Fraunhofer IPM am Fraunhofer IWM durchgeführt. Diese fanden am 05.04.2019, am 12.04.2019 und am 29.05.2019 statt. An dem vom Fraunhofer IWM organisierten gleichnamigen Industrieworkshop am 14. und 15. Mai 2019 wurden Softwarewerkzeuge ebenfalls demonstriert. Aufgrund der Corona-Pandemie musste ein geplanter Industrieworkshop im April 2020 kurzfristig abgesagt werden.

Weiterhin wurde eine Homepage eingerichtet, um externe Industriepartner über die Projektinhalte sowie den Projektverlauf zu informieren (https://www.materialdigital-bw.de/).

Im Rahmen des Arbeitspakets 3, wurde ein Materialdatenraum entwickelt. Hierzu gehören die Implementierung des digitalen Workflows zur Datenstrukturierung (Abschnitt 3.1), die Materialontologieentwicklung (Abschnitt 3.2) sowie die Prozessmodellierung zur Bewertung des Automatisierungs- und Digitalisierungsgrades (Abschnitt 3.3).

### 3.1 Implementierung des Materialdatenraums (IWM, AP2.1)

In diesem Abschnitt wird die Vorgehensweise und Technologie zum Aufbau des Materialdatenraums beschrieben. Der Materialdatenraum stellt die digitale Wissensbasis dar, mit der Produkt-, Prozess-, Maschinen- und Sensordaten mit menschlicher Fachexpertise entlang werkstoffintensiver Wertschöpfungskette vernetzt werden können.

### 3.1.1 Designphilosophie und –ziele des Materialdatenraums

Im Folgenden werden die grundlegende Designphilosophie und -ziele des Materialdatenraums beschrieben. Zur Vernetzung von Daten werden im World Wide Web, bei großen IT-Konzernen und in einigen wissenschaftlichen Fachdomänen zunehmend **Wissensgraphen** eingesetzt. Wissensgraphen bestehen aus Knoten, die über (gerichtete) Kanten miteinander vernetzt werden. Generell kann ein Knoten auf diese Weise mit beliebig vielen anderen Knoten verknüpft werden. Um die Daten maschinell lesbar zu machen und getrennte Wissensgraphen aus unterschiedlichen Domänen zusammenführen zu können (Interoperabilität), bedarf es einer semantischen Struktur und einem vereinheitlichten Vokabular. Letztere Anforderungen werden durch **Ontologien** gewährleistet. In einer Ontologie werden u.a. die Knoten- und Kantenkategorien verwaltet, Restriktionen hinterlegt, welche Knoten und Kanten miteinander verknüpft werden dürfen und logische Zusammenhänge vorgegeben. Die Herkunft einer Knoten- oder Kantenkategorie wird über einen eindeutigen Identifikator beschrieben, sodass scheinbar gleiche Knoten- und Kantenkategoriebezeichnungen unterschiedliche Bedeutungen haben können.

Zur Übertragung des Wissensgraphkonzepts auf werkstoffintensive Wertschöpfungsketten bedarf es einer grundlegenden Philosophie wie Daten über Prozesse, Objekte, beteiligte Anlagen, Maschinen, Sensoren und (Roh)Daten miteinander vernetzt werden sollen. Im Rahmen des Projekts wurde die Vorgehensweise gewählt, Wertschöpfungsund Prozessketten in einzelne Prozesse zu zerlegen und jeden Prozess in Form eines Wissensgraphens zu beschreiben. Im Folgenden wird ein auf diese Art und Weise modellierter Prozess als Prozessgraph bezeichnet. Anschließend werden die Prozessgraphen in der chronologischen Reihenfolge ihres Auftretens in der Wertschöpfungs- bzw. Prozesskette zusammengesetzt. Auf diese Weise entsteht eine große, digitale Wissensbasis der Wertschöpfungskette. Bei der Implementierung des Materialdatenraums wurden folgende Designziele umgesetzt:

- Neben den Metadaten zu Prozessen und prozessierten Objekten bzw. Materialien sollen auch die heterogenen Rohdaten maschinell zugänglich sein.
- Bei der Strukturierung, Verwaltung und Abfrage von Wissensgraphen soll soweit wie möglich auf etablierte Standards (aus dem Semantic Web) zurückgegriffen werden.
- Daten müssen semantisch strukturiert und interoperabel sein.
- Der Prozess der Datenstrukturierung muss skalierbar sein.
- Da Wertschöpfungsketten in der Regel über Unternehmensgrenzen hinausgehen, soll perspektivisch eine dezentrale Verwaltung des Materialdatenraums ermöglicht werden.

Abbildung 3.1.1. erklärt die grundlegende Philosophie des Ansatzes am Beispiel des Kokillengussprozesses, der die Grundlage des Use Case Metalle darstellt. Der Prozess des Gießens wird hierbei gedanklich in die Objekte vor und nach dem Gießen (Input und Output) und den eigentlichen Prozess unterteilt. In diesem Fall ist der Input eine Massel, die aufgeschmolzen wird und das Ergebnis eines Gießprozesses ist das Gussteil. Sowohl für die eingehenden und ausgehenden Objekte als auch den Prozess selbst werden in der Regel (Meta)Daten erfasst. Im Fall der Massel sind dies z.B. die chemische Zusammensetzung und die Massel-ID. Im Fall des Kokillengussprozesses gehören hierzu die Prozess(regel)parameter, die Anlagen und erfassten Prozessdaten. Für das ausgehende Gussteil seien exemplarisch die Gussteil-ID, die Werkstoffbezeichnung und die chemische Zusammensetzung genannt.



Abbildung 3.1.1 Schematische Abbildung des Kokillengussprozesses mit Metadaten und Prozesslogik

Ein auf diese Weise gedanklich sortierter Prozessschritt lässt sich auch in Form eines Graphen abbilden (siehe schematische Darstellung in Abbildung 3.1.2). Die dicken grünen Pfeile bilden die chronologische Reihenfolge ab. Der Pfeil zwischen der chemischen Zusammensetzung der Massel und des Gussteils soll ausdrücken, dass es sich hierbei um dieselbe Zusammensetzung handelt (was in Realität nicht gewährleistet sein muss).



Abbildung 3.1.2 Schematische Darstellung des Kokillengussprozesses als Graph

### 3.1.2 Technische Hürden

Der Implementierung eines Materialdatenraums gemäß der in Abschnitt 3.1.1 vorgestellten Designphilosophie standen zu Projektbeginn im Wesentlichen zwei Hürden im Weg:

- 1. Fehlende digitale Workflows zur Überführung von heterogenen und unstrukturierten Prozess- und Werkstoffdaten in einheitlich strukturierte Wissensgraphen
- 2. Fehlende Ontologien bzw. Metadatenschemata zur einheitlichen semantischen Beschreibung von Prozessund Werkstoffdaten.

### 3.1.3 Digitaler Workflow

In diesem Abschnitt wird ein digitaler Workflow vorgestellt, um die Metadaten von Prozessen in Form von Wissensgraphen zu modellieren. Wir verwenden hier den Begriff Prozess, wie er in der Basic Formal Ontology 2.0<sup>1</sup> definiert ist, die in Abschnitt 3.2 als Basisontologie dient. Vor dem Hintergrund der Definition lässt sich leicht schlussfolgern, dass komplexe Wertschöpfungsketten in einzelne Prozesse unterteilt werden können. Typische Prozesse im Bereich der werkstoffintensiven Wertschöpfung bzw. der Wissenschaftsdomäne Materialwissenschaft und Werkstofftechnik sind Fertigungsprozesse, Experimente, (Daten-)Analyseprozesse und Simulationen.

Anstatt einen vollständigen Wissensgraphen der gesamten Prozesskette mit allen Verzweigungen zu erstellen, wird die Prozesskette wie zuvor erläutert in unteilbare Prozesse segmentiert. Ein unteilbarer Prozess kann dennoch aus mehreren Teilprozesschritten bestehen. Diese Teilprozesschritte sollten jedoch immer in der gleichen Reihenfolge auftreten, um den Prozess unteilbar zu machen. Es ist klar, dass die Entscheidung, ob ein Prozess unteilbar ist oder nicht, in der Regel Expertenwissen erfordert.

Der digitale Workflow zur Datenstrukturierung besteht aus drei Modulen (siehe auch Abbildung 3.1.3):

- 1. **Abbildung von einzelnen Prozessschritten als Prozessgraph**: In diesem Schritt wird ein einzelner Prozess generisch als Graph abgebildet (Prozessgraph) und in eine Excel-Vorlage überführt.
- 2. **Erfassung von Prozessdatensätzen:** Die zuvor generierten Excel-Vorlagen werden vervielfältigt und durch die Domänenexperten des jeweiligen Prozessschritts ausgefüllt. Die Befüllung kann prinzipiell auch skriptgesteuert erfolgen.
- 3. Verknüpfung von Prozessdatensätzen: Im letzten Schritt der Datenstrukturierung werden die Prozessschritte gemäß der Reihenfolge der realen Prozesskette miteinander verknüpft. Die Verknüpfung erfolgt über die ein- und ausgehenden Objekte oder Datensätze der beteiligten Prozesse und wurde über eine Reihe von selbstgeschriebenen Python-Skripten und SPARQL-Abfragen realisiert. Der gesamte Wissensgraph der Prozesskette liegt zum Ende des Datenstrukturierungsprozesses in einer Graphdatenbank vor (hier GraphDB) und kann mittels des standardisierten RDF Formats zur Abbildung von Wissensgraphen importiert und exportiert werden. Zur Formulierung von Abfragen wurde die Abfragesprache SPARQL eingesetzt.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Barry Smith: Basic Formal Ontology 2.0 – Specification and user's guide, 2015.



#### Abbildung 3.1.3 Digitaler Workflow zur Strukturierung, Erfassung, Speicherung und Abfrage

Die einzelnen Schritte des digitalen Workflows zur Datenstrukturierung werden im Folgenden detailliert beschrieben.

#### **Erstellung eines Prozessgraphen**

Der erste Schritt des digitalen Workflows besteht darin, einen unteilbaren Prozessschritt als Wissensgraphen darzustellen, der sog. Prozessgraph. In diesem Projekt wurde die Software *Inforapid KnowledgeBase Builder* verwendet, die auch als kostenlose Web-Anwendung zur Verfügung steht. Innerhalb der Software *Inforapid KnowledgeBase Builder* können Knoten und Kanten per *drag-and-drop* erstellt werden. Der Graph wird als lokale SQLite-Datenbankdatei gespeichert, die heruntergeladen und weiterverarbeitet werden kann. Jedem Knoten und jeder Kante können u.a. ein Name, eine Kategorie und eine Beschreibung zugeordnet werden. Innerhalb des vorgestellten Workflows sind immer ein Name und eine Kategorie erforderlich. Die Knotennamen dienen zwei Zwecken: Erstens dient der Knotenname der eindeutigen Identifikation eines Knotens innerhalb des Graphen. Dies erfordert die Wahl eines eindeutigen Namens, z.B. durch Hinzufügen einer fortlaufenden Nummer. Zweitens verbessert der Knotenname die Lesbarkeit. Dies ist wichtig, da die Namen von (Literal)Knoten, denen Dateneigenschaften zugewiesen werden, später innerhalb einer Excel-Vorlage wiederverwendet werden und typischerweise auch von anderen Benutzern (z.B. im Labor) interpretiert werden müssen. Das Kategoriefeld wird verwendet, um eine bestimmte Ontologieklasse zuzuordnen. Erwähnenswert ist, dass die Ontologieentwicklung (z.B. mit dem kostenlosen Ontologie-Editor *Protégé*) und das Prozessgraphdesign typischerweise iterative Prozesse sind und Expertenwissen über den Prozess erfordern.

Um Abfragen zu erleichtern, wurde eine vereinheitlichte Kernstruktur für die Prozessgraphen entwickelt (siehe Abbildung 3.1.5). Die Kernstruktur besteht aus 12 Knoten und 8 Objekteigenschaften, die direkt mit dem Prozess verbunden sind. Wenn sie für das Design des Prozesses irrelevant sind, können Knoten und zugehörige Objekteigenschaften weggelassen werden. Beim Prozessdesign muss die Kategorie des Prozessknotens in der Mitte von Abbildung 3.1.5 verfeinert werden (z.B. durch *PermanentMoldCasting*).



Abbildung 3.1.5 Darstellung der vereinheitlichten Kernstruktur zur Erstellung von Prozessgraphen

Im Folgenden wird die Bedeutung der Kernknoten und Objekteigenschaften erläutert:

- isInputFor und hasOutput sind Relationen zur Beschreibung der chronologischen Reihenfolge entlang der Prozesskette und werden an Knoten angehängt, die entweder der Input für einen Prozess (Objekt und Datensatz) oder dessen Output (Objekt und Prozessdatensatz) sind. Während des Prozessgraphdesigns können die Kategorien der ein- und ausgehenden Objekte weiter spezifiziert bzw. verfeinert werden. Dasselbe gilt für den eingehenden Datensatz. Der Knoten ProcessDataSet führt alle Daten zusammen, die entweder im Laufe eines Prozesses erzeugt werden (z.B. Rohdaten) oder das Ergebnis davon sind (z.B. analysierte Materialeigenschaften<sup>1</sup>).
- Die Sollwerte und Regelgrößen des Prozesses werden dem Knoten ProcessParameterSet zugeordnet.
- Die im Prozess verwendeten Maschinen, Messgeräte und Verbrauchsmaterialien werden dem Knoten *ProcessSetup* zugeordnet.
- Der Knoten InfrastructureEquipmentSet führt die notwendige Infrastruktur (z.B. Anschlüsse für Kühlwasser oder Druckluft) zusammen
- Jede Art von Software (z.B. zur Datenerfassung, Gerätesteuerung, Simulation) und Skripten (z.B. zur Datenanalyse) wird dem Knoten *SoftwareArchitecture* zugewiesen.
- Der Knoten *Procedure* wird verwendet, wenn der Prozess in Übereinstimmung mit Verfahrensanweisungen oder Standards durchgeführt wird.
- Operator: Eine Person, die den Prozess ausführt.
- Der Knoten *SubprocessSet* führt alle Teilprozessschritte zusammen, die hilfreich sind, um die Logik oder den Ablauf des Prozesses zu verfeinern, die aber nicht in allen Einzelheiten beschrieben sind.

Die Kernstruktur wurde im gesamtem Projekt für beide Use Cases eingesetzt. Die Prozessgrapherstellung erfolgte in der Regel in einem Interviewformat zwischen IT- und Fachexperten der jeweiligen Prozessdomäne und benötigt je nach Komplexität wenige Stunden bis Tage pro Prozess. Mit der automatisierten Erzeugung einer generischen Excel-Vorlage zur Metadatenerfassung aus dem Prozessgraphen wird der Teilschritt der Prozessgrapherstellung abgeschlossen. Hierzu wurde vom Fraunhofer IWM ein Skript entwickelt, dass die SQLite-Datei der Software *Inforapid KnowledgeBase Builder* ausliest und in eine Excel-Vorlage umwandelt.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Materialeigenschaften können aber auch direkt Objekten zugeordnet werden

Exemplarische Prozessgraphen werden Use Case spezifisch in den Abschnitten zur digitalen Repräsentation dargestellt (siehe Abschnitt 4.3.1 und Abschnitt 5.6.1).

### Erfassung von Prozessdatensätzen

Die Excel-Vorlage zur Metadatenerfassung beliebiger Prozessschritte ist in Abbildung 3.1.6 schematisch dargestellt und beinhaltet drei Tabellenblätter. Tabellenblatt *user\_variables* enthält die Benutzeransicht zur Metadatenerfassung. Hier erfolgt die Wertzuweisung. Die in der Spalte *Variable name* enthaltenen Namen beziehen sich auf die Literatknotennamen aus den Prozessgraphen (näheres dazu später). Im Tabellenblatt *gdtriples* wird der Wissensgraph zeilenweise über Knotennamen und -kategorien (*Subject/Object name/type*) sowie Kantennamen und –kategorien (*Predicate name/type*) abgebildet. Dieses Tabellenblatt ist zum Befüllen unerheblich, aber eine unverzichtbare Information, um die Logik des Prozessgraphen im weiteren Verlauf des digitalen Workflows beizubehalten. Im letzten Tabellenblatt *namespaces* können Identifikatoren mehrerer Ontologien (sog. *namespaces*) verwaltet werden.

				Knotennam	en der Literale ObjectID_	2 Object ID (cast part)
	Variable n	3770	Variable value		/> <sup>U</sup>	hasStringLiteral
( 1	ID (ingot)	ame	valiable value		1 st	
( '	of producer (ingot)			PermanentMoldCasting_1	CastPart_1	
$\sim$	Material name (ingot, cast part)					
- 1	Unit symbol (temperature, general m	naterial info)		For hasOutout	➡ <-	
	Value (casting temperature, general	material info)		nasoucpuc	× ×	
	Value (mold temperature as suppose	d, general material info)	i i i i i i i i i i i i i i i i i i i	Ont	ologio IPI und namo	60260
	Unit symbol (density as supposed, ge	neral material info)			lologie iki unu name	space
	Value (density as supposed, general i	naterial info)			A	В
	Date time start of process (yyyy-mm	dd hh:mm:ss)	N N	(3.) 1	prefix	qname
	Date time end of process (yyyy-mm-	dd hh:mm:ss)		2	default <u>https://www.iwm.frau</u>	unhofer.de/ontologies/bwmd-ontology
	Object ID (cast part)		9		user variables adtriples	namespaces (+)
	Name of inert gas atmosphere (stand	lard: Argon 4.8)	5		usei_tanasies   gaarpies	
	Material name (permanent mold)	.,				and the second second second second
	• user_variables gdtriples	namespaces 🕀		Kno	oten-Kante-Knoten B	eziehungen mit Namen
1	$\sim$			und	l Kategorien wird zei	ilenweise abgebildet
( -	A	В	С	D	E	F
• )	Subject name	Subject type	Predicate name	Predicate type	Object name	Object type
$\sim$	Ingot_1	Ingot	isInputFor	isInputFor	PermanentMoldCasting_1	PermanentMoldCasting
	3 PermanentMoldCasting_1	PermanentMoldCasting	hasOutput	hasOutput	CastPart1	CastPart
	4 GeneralMaterialInfo_1	GeneralMaterialInfo	isInputFor	isInputFor	PermanentMoldCasting_1	PermanentMoldCasting
	5 PermanentMoldCasting_1	PermanentMoldCasting	hasPart	hasPart	SubprocessSet_1	SubprocessSet
	6 SubprocessSet_1	SubprocessSet	hasPart	hasPart	Melting_1	Melting
	7 ProcessSetup_1	ProcessSetup	hasPart	hasPart	InertGasAtmosphere_1	InertGasAtmosphere
	user_variables gdtriples	namespaces (+)			1	•

Abbildung 3.1.6 Darstellung der Excel-Vorlage zur Metadatenerfassung

Der aktuelle digitale Workflow sieht vor, dass für jeden Prozessschritt eine Vorlage zu befüllen ist. Alle ausgefüllten Excel-Vorlagen wurden zentral in einem Ordner abgelegt. Neben den erfassten Metadaten wurden auch die Rohdatensätze zu den Prozessschritten gesammelt, zentral abgelegt und in den Excel-Tabellen verlinkt.

### Besonderheiten bei der Konvertierung des Prozessgraphen in eine Excel-Vorlage

Bei der generischen Modellierung von Prozessen als Prozessgraph wird man regelmäßig vor die Problematik gestellt, dass die Anzahl von z.B. ausgehenden Objekten aus einem Trennprozess oder die Anzahl chemischer Elemente zu einer chemischen Zusammensetzung variieren kann. Dieses Problem wurde gelöst, indem man dem Kantennamen (z.B. *hasOutput* oder *hasPart*) im Prozessgraph ein Suffix hinzufügt. Der Suffix

- {1..n] bedeutet, dass die nachfolgenden Knoten mindestens ein- oder n-mal vorkommen, wobei n eine positive ganze Zahl ist. Beispiel Separating → hasOutput{1..n} → Object,
- {0..n} bedeutet, dass die nachfolgenden Knoten gar nicht oder maximal n-mal vorkommen.

Bei der späteren Umwandlung der Excel-Vorlage in eine RDF-Datei wird der Suffix entfernt und auch nicht als spezielle Kantenkategorie in der Ontologie aufgeführt. Literale, die auf ein solches {1..n} oder {0..n} Konstrukt folgen, sind innerhalb der Excel-Vorlage in der Benutzeransicht mit der Kombination aus "#" und einer Laufnummer gekennzeichnet. Ein auf diese Art und Weise gekennzeichnetes Variablen-Werte-Paar kann durch den Benutzer beliebig vervielfältigt werden (siehe Abbildung 3.1.7).



Abbildung 3.1.7 Exemplarische Nutzung des {1..n} Konstrukts am Beispiel der benutzerspezifischen Vervielfältigung von chemischen Elementen im Rahmen einer chemischen Zusammensetzung (Anmerkung: Nicht alle Zeilen der Excel-Tabelle sind eingeblendet)

### Verknüpfung von Prozessdatensätzen

Die Verknüpfung der Prozessdatensätze gemäß der Reihenfolge der realen Prozesskette erfolgt über die ein- und ausgehenden Objekte oder Datensätze der beteiligten Prozesse und wurde über eine Reihe von selbstgeschriebenen Python-Skripten, die SPARQL-Abfragen entlang der Prozesskette ermöglichen. Hierzu wird zunächst die Prozesskette mit der Software *Inforapid KnowledgeBase Builder* schematisch entlang der *isInputFor/hasOutput* Kanten abgebildet. Dies ist exemplarisch in Abbildung 3.1.8 für den Kokillengussprozess mit nachfolgender Computertomographie, Trennprozessen, Wärmebehandlungsschritten und mechanischer Charakterisierung in Form von Zugversuchen oder Härtemessungen dargestellt.



Abbildung 3.1.8 Schematische Abbildung der Prozesskette des Use Case Metalle

Eine Detailansicht der Abbildung der Prozesskette ist in Abbildung 3.1.9 zu sehen. Jedem Prozessschritt werden zunächst die ein- und ausgehenden Objekte zugewiesen (sofern vorhanden). Im dargestellten Beispiel ist das Ergebnis des Kokillengussprozesses (*PermanentMoldCasting*) ein Gussteil (*CastPart*). Das eingehende Gussteil des Computertomographieprozesses (*ThreeDimensionalXRayComputerTomography*) wird als separater Knoten beschrieben. Durch die Kante vom Typ *isSameAs* werden die beiden Knoten verschmolzen. Das Beschreibungsfeld der Objektknoten wird genutzt, um alle Objekt-IDs zu verwalten. Hierbei muss die Anzahl der IDs links und rechts von der isSameAs Beziehung nicht zwingend übereinstimmen, da z.B. mehr Teile aus einem Prozess herausgekommen sein können als in den nächsten Prozessschritt reingehen. Das Beschreibungsfeld der Prozessknoten wird genutzt, um auf die zum Prozessschritt zugehörigen, befüllten Excel-Vorlagen zu verweisen. Hierbei ist der Name der Excel-Vorlage anzugeben. Mit Hilfe der bereits erwähnten Python-Skripte und SPARQL-Abfragen werden die Prozesskettenstränge im Einklang mit den ein- und ausgehenden Objekten vervielfältigt, die Prozessknoten durch die vollständigen Prozessgraphen ersetzt und der Wissensgraph in das RDF-Format konvertiert.



isSameAs: Zwei ursprünglich getrennte Knoten werden verschmolzen

Abbildung 3.1.9 Detailansicht der Prozesskette des Use Case Metalle

Der gesamte Wissensgraph der Prozesskette liegt zum Ende des Datenstrukturierungsprozesses in einer Graphdatenbank vor (hier GraphDB) und kann mittels des standardisierten RDF Formats zur Abbildung von Wissensgraphen importiert und exportiert werden. Zur Formulierung von Abfragen auf der resultierenden Wissensbasis wird die Abfragesprache SPARQL eingesetzt.

### 3.2 Materialontologie (IWM/DITF, AP2.2)

In diesem Abschnitt wird die entwickelte *BWMD-Ontologie* vorgestellt, die zur semantischen Strukturierung des Materialdatenraums und der abgebildeten Prozessketten eingesetzt wurde. Die Use Case spezifischen Erweiterungen sind in den Abschnitten (3.2.1 für Metalle und 3.2.2 für Polymere) zu finden.

Zur Entwicklung der Materialontologie wurde auf die freie Ontologieentwicklungssoftware *Protégé* der Standford University zurückgegriffen und die Ontolgie im OWL (Web Ontology Language) Format exportiert. Von besonderer Bedeutung sind bei der Entwicklung die Ausarbeitung der Klassenhierarchie der Knoten und Kanten, aus denen die Prozessgraphen für jeden Prozessschritt instanziiert werden. Bei den Kantentypen wird zwischen *object properties* und *data properties* unterschieden. Bei den *data properties* handelt es sich um spezielle Kanten, an denen Werte (*literals*) angehängt werden. Demzufolge sind alle anderen Kanten, an denen keine Literale angehängt werden vom Typ *object property*. Die Grundphilosophie bei der Entwicklung der *BWMD-Ontologie* war es, dass die Klassenhierarchie der Knoten möglichst spezifisch ausgearbeitet wurde, wohingegen die *object* und *data properties* möglichst allgemeingültig gehalten wurden.

Die *BWMD-Ontologie* basiert auf der *Basic Formal Ontology* (BFO) und ist für die Modellierung werkstoffintensiver Prozessketten gedacht. Solche Prozessketten umfassen neben den Prozessen die verarbeiteten und resultierenden Objekte und Daten (Rohdaten und analysierte Eigenschaften), die beteiligten Prozessparameter, die beteiligten Maschinen, Forschungsgeräte, Infrastruktur und Software. Die Materialstruktur kann u.a. in Bezug auf die chemische Zusammensetzung, das Materialvolumen und die Materialoberfläche spezifiziert werden.

Abbildung 3.2.1a zeigt schematisch den grundsätzlichen Klassenbaum mit Begrifflichkeiten aus der BFO (in schwarz) und exemplarische Klassen aus der *BWMD-Ontologie* (in grün). Neben den Klassenhierarchie sind auch einige wesentliche *object properties* (rote Pfeile) dargestellt. Bei der Klassenhierarchie ist zu beachten, dass in Abbildung 3.2.1 für eine bessere Lesbarkeit u.a. leicht abweichende Begrifflichkeiten von der eigentlichen Ontologie verwendet werden. Es sei angemerkt, dass alle in Abbildung 3.1.5 sichtbaren Klassen der Kernstruktur zur Erstellung von Prozess-graphen Teil der *BWMD-Ontologie* sind. Die vollständige *BWMD-Ontologie* mit Ablegern für den Use Case Metalle und Polymere wird zukünftig veröffentlicht und kann auf Anfrage als. owl-Datei von den Instituten erhalten werden. Neben der Klassenhierarchie sind in Abbildung 3.2.1b und 3.2.1c die *object* und *data properties* abgebildet.



#### properties

Eine der wesentlichen Herausforderung bei der Anwendung von Ontologien zur Verwaltung von Material- und Prozessdaten ist der Umgang mit physikalischen Größen und Einheiten. In diesem Projekt wurde in Anlehnung an die *QUDT-Ontologie*<sup>1</sup> ein handhabbarer Umgang mit Größen und Einheitssymbolen eingeschlagen. Hintergrund ist die Tatsache, dass Einheiten im Rahmen von Versuchs- und Prozessprotokollen in der Regel in Form von Symbolen angegeben werden (z.B. "s" als Symbol für Sekunde oder "MPa" als Symbol für Megapascal). Größen (quantity), Grö-Benklassen (quantity type), Einheiten (unit) und Einheitssymbole (unit symbol) fallen unter die *BFO*-Klasse *Qualtity* mit der u.a. spezifische Eigenschaften von Objekten und Prozessen beschrieben werden (siehe Abbildung 3.2.2a). Der Umgang mit Größen und Einheiten lässt sich am besten in graphischer Form darstellen (siehe Abbildung 3.2.2b).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> www.qudt.org



Abbildung 3.2.2 a) Darstellung der Klassenhierarchie zum Umgang mit Größen und Einheiten, b) Graphdarstellung der Zuweisung von Wert und Einheitssymbol zu einer physikalischen Größe

### 3.2.1 Materialontologie des Use-Case Metalle

In diesem Abschnitt wird die ausgearbeitete Materialontologie des Use Case Metalle beschrieben. Der Schwerpunkt der Domänenontologie liegt auf der Beschreibung der Use Case spezifischen Prozesse, Objekte, Datensätze, Prozessparameter, Objekt- und Materialeigenschaften sowie der notwendigen Identifikatoren. Die folgenden Abbildungen 3.2.3 bis 3.2.7 bilden einen großen Anteil der Klassenhierarchie ab, wobei aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht alle Klassen dargestellt werden.

### Prozesse

In Abbildung 3.2.3 ist die Klassenhierarchie der Use Case spezifischen Prozesse dargestellt. Im Sinne der *BFO* ist ein Prozess wie folgt definiert: Ein Prozess umspannt einen Zeitraum und es besteht eine Abhängigkeit zu einer Materialentität (*material entity*). Unter die Use Case spezifischen Prozesse fallen in diesem Sinne:

- Experimente: z.B. mechanische Charakterisierungsmethoden, Mikroskopie und Spektroskopieverfahren,
- Herstellungs- und Fertigungsverfahren: z.B. Kokillengussprozess, Trennverfahren, Wärmebehandlungsprozesse
- Zerstörungsfreie Prüfverfahren: z.B. 3D-Röntgen-Computertomographie
- Vorbereitungsprozesse: z.B. metallographische Probenvorbereitung.

### Objekte

In Abbildung 3.2.4 ist die Klassenhierarchie der Use Case spezifischen Objekte dargestellt. Im Sinne der *BFO* sind Objekte physischer Art, dreidimensional und besitzen eine Masse. Hierzu gehören u.a.

- Verarbeitete Materialien/Werkstoffe
- Technologische Produkte: z.B. Halbzeuge, Verbrauchsmaterialien, technische Ausstattung, Anlagen, Maschinen, Bauteile, Messmittel und Proben.

Die Klassen *EngineeringMaterial* (Werkstoff)und *TechnologicalProduct* (technologische Produkte) sind in diesem Fall zwei unterschiedliche Ansichten auf dieselben Objekte. Im ersteren Fall wird das Objekt als Materialklumpen einer bestimmten Werkstoffklasse gesehen. Im letzteren Fall steht die technische Funktionalität in Form einer Produktbezeichnung im Vordergrund.



Abbildung 3.2.3 Darstellung der klassifizierten Prozesse des Use Case Metalle



Abbildung 3.2.4 Darstellung der klassifizierten Objekte des Use Case Metalle

Unter der *BFO* Klasse generically dependent continuant (Abbildung 3.2.5) können Datensätze, physikalische (oder mathematische) Modelle, Verfahrensanweisungen und Software einsortiert werden. Unter Datensätze fallen z.B. Daten, die während eines Prozesses aufgezeichnet werden bzw. das Ergebnis eines solchen sind (*ProcessDataSet*), spezifische Dateiformate, Datensätze mit denen die Struktur von Materialien beschrieben wird (z.B. die chemische Zusammensetzung), Datensätze zur Zusammenführung von Prozess- und Regelparametern (*ProcessParameterSet*) sowie Datensätze zur Beschreibung von Zeitangaben.



Abbildung 3.2.5 Darstellung der BFO-Klasse generically dependent continuant des Use Case Metalle

Eine Unterklasse der BFO-Kategorie *quality* stellen physikalische und nichtphysikalische Größen dar, die objekt- und prozessspezifisch sind und nicht für sich alleine stehen können. Hierzu gehören Mengenangaben, Koordinaten, mechanische, chemische und physikalische Eigenschaften, Prozessparameter und Struktureigenschaften (von Materialien, Objekten, Dateien...). Die Ausführlichkeit des Klasse *quantity* unterstreicht die besondere Bedeutung zur Beschreibung werkstoffintensiver Prozessketten.



Abbildung 3.2.6 Darstellung der klassifizierten physikalischen und nichtphysikalischen Größen des Use Case Metalle

Zur Identifikation von Objekten, Prozessen, Software-Versionen, Dateien etc. werden unterschiedliche Identifikatoren benötigt. Hierbei kann es sich um simple Bezeichnungen und Namen, aber auch lokal oder global gültige IDs und Pfadangaben handeln. Für die eindeutige Identifikation von Objekten wurde im Use Case Metalle der Identifikator *ObjectID* verwendet, wobei einem Objekt auch weitere IDs zugewiesen wurden.



Abbildung 3.2.7 Darstellung der Identifikatoren des Use Case Metalle

Die mit Hilfe der Domänenontolgie für den Use Case Metalle beschriebenen Prozesse werden in Abschnitt 4.3.1 beschrieben und zur Strukturierung des Materialdatenraums zum Kokillengussprozess eingesetzt (Abschnitt 4.3.2)

### 3.2.2 Materialontologie des Use Cases Polymere

### **Ontologieentwicklung (Vorgehen)**

Als Basisontologie wurde im Use Case Polymere die vom Fraunhofer IWM bereitgestellte, erweiterte BFO genutzt. Die Erweiterungen betrafen im Wesentlichen Begriffe, die aus dem Uses Case Metalle stammen und waren somit für die Prozesse und Materialien des Anwendungsfalls Polymere nur eingeschränkt verwendbar. Aus diesem Grunde wurden diese speziell auf Metalle ausgerichteten Begriffe wieder aus der Ontologie entfernt.

Materialontologien können nicht bzw. nur sehr eingeschränkt verallgemeinernd erarbeitet werden. Sie müssen auf einen konkreten Anwendungsfall bezogen erstellt werden, so dass die Grenzen klar abgesteckt sind. Ansonsten werden sie schnell unübersichtlich und widersprüchlich.

Deshalb wurden im nächsten Schritt die Prozessmodelle des Uses Cases sehr detailliert und für alle Prozesse (Herstellund Prüfprozesse) erstellt (siehe Abschnitt 5.6.1). In diesen Prozessmodellen wurden dann die Prozesse und Materialien identifiziert und die Taxonomie innerhalb der Ontologie entsprechend erweitert.

Das vom Fraunhofer IWM bereitgestellte Werkzeug zur Konvertierung der Ontologie (RDF-Datei) in das Format, welches zur Prozessmodellierung (KDB bzw. Sqlite) benötigt wird, erlaubt es leider nicht, Änderungen an der Ontologie in die Prozessmodelle zu überführen. Die Überarbeitung der Prozessmodelle musste nach Änderungen an der Ontologie von Hand durchgeführt werden, was keine iterative, Hand-in-Hand arbeitende Erarbeitung von Ontologie und Prozessmodell erlaubt.

Die Bestimmung notwendiger Begriffe im Taxonomie-Teilbaum "Quality" erfolgte deshalb im ersten Schritt auch nur rudimentär. D.h. es wurden zu Beginn nur wenige allgemeinere Begriffe, wie der Begriff "ObjectProperty" für fast jede Art von Materialcharakteristik und der Begriff "ProcessSetting" für die Prozessparameter eingeführt. Erst in einem zweiten Schritt wurden diese dann weiter detailliert und beispielsweise um spezifischere Einstellung von Maschinen oder Materialeigenschaften konkreter Materialien erweitert.

Im Gegensatz zu den Taxonomiebegriffen (Klassen) in der Ontologie, bei den sich die Materialontologien der beiden Uses Case deutlich voneinander unterscheiden, sind sie bei den Relationen (Object properties und Data properties) weitestgehend identisch. Abbildung 3.2.8 zeigt die in der Ontologie definierten Relationen.



Abbildung 3.2.8: Relationen (links: Object properties, rechts Data properties) der Materialontologie

### **Aktueller Stand**

Der aktuelle Stand der Materialontologie ist eng verknüpft mit den Prozessmodellen. Dies wird in den folgenden Beispielen verdeutlicht.

Abbildung 3.2.9 zeigt den Zusammenhang zwischen (den Begriffen) der Ontologie und den Prozessmodellen. In der Ontologie links werden im Teilbaum "MaterialEntity" die Begriffe (Classes) "Granulate" und "PartlyOrientedYarn" definiert. Diese Begriffe sind die in den Knoten im Prozessmodell referenzierten Knotentypen (Categories).

So ist der Knotentyp des mit Granulat bezeichneten Knotens im linken Prozessmodellausschnitt (Abbildungsmitte) "Granulate". Der als Knotenbezeichner verwendete deutsche Begriff wurde lediglich verwendet um die Kommunikation mit den Experten der Anwendungsdomäne zu erleichtern.

Dasselbe gilt für den Knoten im rechten Prozessmodell, der mit POY-Garn bezeichnet ist. Sein Knotentyp ist "PartlyOrientedYarn", wie er in der Ontologie definiert wurde.



Abbildung 3.2.9: Zusammenhang zwischen Ontologie und Prozessmodell am Beispiel Material

Die in der Ontologie definierten Begriffe zur Charakterisierung von Materialien und deren Verwendung in den Prozessmodellen illustriert Abbildung 3.2.10.

Die "MechanicalObjectProperty" (= mechanische Objekteigenschaft) "YarnStrength", die in der Ontologie definiert ist, ist der Knotentyp des mit Festigkeit benannten Knotens im Prozessdiagramm. Der Typ des Knotens Bruchdehnung ist der Ontologiebegriff "ElongationAtBreak".



Abbildung 1.2.10: Zusammenhang zwischen Ontologie und Prozessmodell am Beispiel Materialkenndaten

Wie in den beiden zuvor gezeigten Fällen, so besteht auch bei den Prozesseinstellungen ein direkter Zusammenhang zwischen Ontologie und den Prozessmodellen wie in Abbildung 3.2.11 zu sehen ist.

Allerdings wurde hier für die Prozesseigenschaft Anblasung-Druck kein spezifischer Begriff in der Ontologie definiert, sondern auf den etwas allgemeineren Begriff "PressureSetting" zurückgegriffen. Analoges gilt für die Prozesseinstellung Anblasung-Geschwindigkeit die vom Typ "FlowRateSetting" ist.

Dieses Vorgehen zeigt, dass es nicht notwendig ist für jeden Knoten der Prozessmodelle einen individuellen Begriff in der Ontologie zu definieren. In manchen/vielen Fällen kann auch ein verallgemeinerter Begriff verwendet werden, zumindest wenn wie in diesem Fall dieselbe physikalische Größe (Druck) beschrieben wird.



Abbildung 3.2.11: Zusammenhang zwischen Ontologie und Prozessmodell am Beispiel Prozesseinstellungen

Der aktuelle Detaillierungsgrad der Ontologie erlaubt es den Anwendungsfall Polymere und hier speziell die Vliesstoffherstellung zu beschreiben. Eine weitere Detaillierung im Bereich der Prozessparameter und der Materialcharakteristika ist jedoch wünschenswert.

### Erweiterungsansätze

Die vorliegende Materialontologie Polymere kann an verschiedenen Stellen weiter detailliert und ergänzt werden, um für weitere Anwendungsfälle, wie beispielsweise die Herstellung von Polymer-basierten Produkten, die nicht aus den Bereichen Textil, 3D-Druck und Spritzguss stammen, genutzt werden zu können.

Konkrete Stellen zur Detaillierung sind beispielsweise:

- Teilbaum "Process": Ergänzung um weitere Herstellungsprozesse im Abschnitt "Manufacturing" sowie um weitere Prüf- und Messprozesse in den jeweiligen Unterbäumen
- Ausbau der in der Ontologie vorhanden Materialien in den Teilbäumen "MatterObject" und "Engineering Object"
- Erweiterung des Teilbaums "Equipment" um Maschinen- und Anlagetypen, die in den Prozessen verwendet werden bzw. zur notwendigen Infrastruktur gehören.
- Parallel zur Erweiterung der Begriffe in den zuvor genannten Teilbäumen muss die Ontologie auch im Bereich "Quantity" und hier speziell innerhalb von "ObjectProperty" und "ProcessSetting" ergänzt und weiter detailliert. Entsprechende Untergliederungen zur Strukturierung sind bereits angelegt.

Darüber hinaus kann die Ontologie auch mit Materialontologien anderer Anwendungsfälle sowie möglicherweise anderer Materialklassen kombiniert und zusammengefügt werden, um völlig neue Einsatzfelder zu erschließen. Dieser Ansatz wird aktuell in der vom BMBF geförderten Initiative MaterialDigital (siehe Plattform Material-Digital www.materialdigital.de) verfolgt.

### 3.3 Prozessmodellierung (FZI, AP2.3)

Die digitale Vernetzung und Durchgängigkeit aller Daten mit Materialrelevanz entlang der Herstellungsprozesse erfolgt über den Einsatz des Materialdatenraums (AP2). Zwischen einzelnen Prozessschritten werden digitale Repräsentationen des Materialzustands erzeugt, auf deren Basis Entscheidungen zur weiteren Prozesssteuerung getroffen werden können. Der Einsatz des Materialdatenraums und der digitalen Repräsentationen des Werkstoffzustands zur Verbesserung der Wertschöpfungsketten für die Anwendungsfälle Metalle (AP3) und Polymere (AP4) erfordern sowohl Abfragen zur Verfügbarkeit und Güte der notwendigen Daten als auch ein Vorgehensmodell zur Quantifizierung des Digitalisierungungsgrades von Prozessen. Im Rahmen des AP2.3 Prozessmodellierung wurden eine Methode und ein Modell zur Messung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad einer Prozesskette mittels Reifegraden sowie eine Vorgehensweise zur Bewertung der Güte von Werkstoffmodellen und Kennwerten entwickelt.

Die Digitalisierung und der daraus resultierende Prozess der Digitalen Transformation stellt derzeit eine der größten Herausforderungen für Unternehmen in allen Branchen dar. Die Aussichten und Erwartungen der Industrie hinsichtlich der durch Digitalisierung zu erschließenden Potentiale reichen von Kostensenkungen, kürzeren Durchlaufzeiten, höherer Flexibilität in der Produktion über stärkere Vernetzung von Produkt und Produktion bis hin zur Entwicklung und Realisierung neuer innovativer Geschäftsmodelle. Dabei wurde am FZI Forschungszentrum Informatik im Rahmen des Projekts *MaterialDigital* an einem Reifegradmodell geforscht, welches mittels eines prozessbasierten Ansatzes die Ermittlung des aktuellen sowie potenziellen Digitalisierung- und Automatisierungsgrad ermöglicht und Unternehmen bei der Wahl des angestrebten Reifegrads unterstützt. Auf Basis der Methode besteht die Möglichkeit für den Anwender, konkrete Handlungsempfehlungen und Vorschläge abzuleiten, welche der Aktivitäten einer Prozesskette sich zur Automatisierung und/oder zur Digitalisierung am besten eignen.

Digitalisierung, Automatisierung und Reifegrad sind zentrale Begriffe, die in der entwickelten Methode mehrfach vorkommen. Auch wenn der Begriff Digitalisierung im strengen Sinne einen Transfer von einem analogen in einen digitalen Zustand bezeichnet, verstehen wir den Begriff weiter. So wird insbesondere auch der Verzicht auf analoge Zustände (bspw. eine Rechnung als XML / signiertes PDF-Dokument anstatt einem Papierdokument) im Rahmen des Geschäftsprozess(re)engineerings unter dem weiter verstandenen Begriff der Digitalisierung erfasst. Automatisierung beschreibt einen Wandel von manuell ausgeführten Aktivitäten und Prozessen über von Systemen unterstützte Prozesse und Aktivitäten bis hin zu von Systemen selbst ausgeführten Aktivitäten und Prozessen. Ein Reifegrad wird durch bestimmte qualitative oder quantitative Anforderungen beschrieben. Dabei werden Reifegradmodelle oft so gestaltet, dass alle Kriterien mindestens in einer bestimmten Ausprägung vorliegen müssen, um einen bestimmten Reifegrad zu erreichen. Es findet insbesondere also keine Bildung eines Durchschnittswertes statt. Dadurch bezeugt ein erreichter Reifegrad eine Mindestgüte in allen betrachteten Kriterien.

### 3.3.1 Bewertung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades von Prozessketten

Die entwickelte Methode hat das Ziel, den Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad hinsichtlich der Prozessketten eines Unternehmens oder Unternehmensbereiches zu ermitteln und mittels eines Reifegradmodells zu beurteilen. Dabei verwendet die Methode für die Geschäftsprozessmodellierung die Sprache Petri Netze und zur Erhebung der Prozesse die Techniken der Prozessbeobachtung und des Interviews. Die Methode wird aktuell mittels des erweiterten Softwarewerkzeuges Horus Business Modeler und InfoRapid KnowledgeBase Builder (Web Edition) unterstützt.

Die Schritte der Methode lassen sich in folgende Aktivitäten unterteilen: 1) Analyse und Beschreibung der Prozesskette, 2) Feststellung der konkreten Ausprägung einzelner Prozessaktivitäten hinsichtlich definierter Kriterien, 3) Ableitung des aktuellen Reifegrades und schließlich 4) Ermittlung des erstrebenswerten Reifegrades. Außerdem wurde das Reifegradmodell so entwickelt, dass es auch dazu genutzt werden kann, die Schritte zum nächsten Reifegrad zu identifizieren. Da diese von der Branche und von der Funktionskategorie des Geschäftsprozesses (Einkauf, Produktion, Vertrieb, Personal etc.) abhängig sind, haben wir neben einem allgemeinen Vorgehen spezifische Reifegradmodelle entwickelt. In der nachfolgenden Abbildung 3.3.1 sind die einzelne Schritte der Methode dargestellt.



Abbildung 3.3.1: Bestimmung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades

### Erhebung des Geschäftsprozesses

Im ersten Schritt der Methode muss ein Prozessmodell als Abbildung einer Prozesskette erfasst werden. Die korrekte Anwendung der Methode setzt eine detaillierte Informationsbereitstellung voraus, d. h. die Prozessmodelle müssen gegebenenfalls mit zusätzlichen Informationen durch den Modellierer oder Prozessverantwortlichen ergänzt werden. Die Prozessmodelle müssen Angaben über die Art und Weise ihrer Aktivitäten enthalten. Handelt es sich beispielsweise um analoge, teil-digitalisierte oder vollständig digitalisierte Ein- und Ausgaben und werden diese Aktivitäten manuell, teilautomatisiert oder automatisiert ausgeführt. Die Modellierung der Prozessketten sowie die Anreicherung mit den entsprechenden Informationen kann werkzeuggestützt mittels *Horus Business Modeler* oder *InfoRapid Knowled-geBase Builder* (Web Edition) erfolgen.

### Feststellung der konkreten Ausprägung einzelner Prozessaktivitäten

Schrittweise wird der Automatisierungs- und Digitalisierungsgrad der in der Prozesskette enthaltenen Aktivitäten ermittelt. Bei vielen Prozessketten existieren nicht nur ein Pfad, sondern mehrere alternative Pfade zwischen den Startund End-Knoten, die zu einer unterschiedlichen Abfolge von Aktivitäten führen. Jeder Pfad wird im Rahmen der Methode separat betrachtet und hat eine bestimmte Ausführungswahrscheinlichkeit. In dem Fall, dass eine Prozesskette mehrere unterschiedliche alternative Pfade enthält, sind zunächst der Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad der einzelnen Pfade zu bestimmen. Dafür müssen die Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad der in jedem Pfad enthaltenen Aktivitäten anhand der Ein- bzw. Ausgaben, sowie der Aufgabenträger ermittelt werden. Es wird anschlie-Bend jeder Aktivität ein entsprechender Wert zugewiesen, wobei für die Ermittlung des Automatisierungsstandes nur die ausführenden Aufgabenträger berücksichtigt werden. Als Ergebnis wird jede Aktivität des Geschäftsprozesses mit je einem Wert des Digitalisierungs- bzw. Automatisierungsstandes bewertet. In den nachfolgenden Tabellen 3.3.1 und 3.3.2 sind die möglichen Ausprägungen von Digitalisierung und Automatisierung der Aktivitäten eines Geschäftsprozesses dargestellt.

Aufgabenträger	Automatisierungsgrad	Beschreibung	
Mensch	Manuell	Die Aktivität wird durch einen Mensch ausgeführt.	
Mensch, Maschine oder Informationssystem	Teilautomatisiert	Die Aktivität wird von Mensch und Maschine und/oder einem Informationssystem ausgeführt	
Maschine oder Informa- tionssystem	Automatisiert	Die Aktivität wird ausschließlich durch Maschine und/oder Informationssystem ausgeführt	

#### Tabelle 3.3.1: Definition der unterschiedlichen Automatisierungsgrade

#### Tabelle 3.3.2: Definition der unterschiedlichen Digitalisierungsgrade

Digitalisierungsgrad	Beschreibung
Nicht digitalisiert (analog)	Die Aktivität hat keine digitalisierte oder digitale Ein- bzw. Ausgaben
Teilweise digitalisiert	Die Aktivität hat hauptsächlich Ein- bzw. Ausgaben in nicht digitaler Form
Vorwiegend digitalisiert	Die Aktivität hat hauptsächlich digitalisierte oder digitale Ein- bzw. Ausgaben
Vollständig digitalisiert	Die Aktivität hat keine Ein- bzw. Ausgaben in analoger Form oder ist vollautomati-
	siert und wird von Maschine(n) und/der Informationssystem(e) erledigt

### Ableitung des aktuellen Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades

Im nächsten Schritt muss der Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad des betrachteten Pfades berechnet werden. Dazu werden zunächst nummerische Bewertungen und Grenzwertebereiche definiert. Diese sind in nachfolgenden Tabellen 3.3.3 und 3.3.4 dargestellt. Die nummerischen Bewertungen gewährleisten die Bewertung eines qualitativen Merkmals mit Hilfe von quantitativen Werkzeuge wie mathematischen Formel.

### Tabelle 3.3.3: Grenzwertbereiche Digitalisierungsgrad

Digitalisierungsgrad	Nummerische Bewertung	Grenzwertebereiche
nicht digitalisiert	-0,75	(-1; -0,5)
teilweise digitalisiert	-0,25	[-0,5; 0)
vorwiegend digitalisiert	0,25	[0; 0,5)
vollständig digitalisiert	0,75	[0,5; 1)

### Tabelle 3.3.4: Grenzwertbereiche Automatisierungsgrad

Automatisierungsgrad	Nummerische Bewertung	Grenzwertebereiche
manuell	0,17	(0; 0,33)
teilweise automatisiert	0,50	[0,33; 0,67)
automatisiert	0,83	[0,67; 1)

Für jeden Pfad muss nun je Digitalisierungsgrad (Tabelle 3.3.2) die Anzahl von Aktivitäten je Digitalisierungsgrad ermittelt und anschließend mit der entsprechenden nummerischen Bewertung (Tabelle 3.3.3) multipliziert werden. Danach muss die Summe dieser Produkte gebildet und durch die Anzahl der am Pfad beteiligten Aktivitäten dividiert werden. Daraus ergibt sich ein quantitativer Wert für den gesamten Pfad. Um den Digitalisierungsgrad des gesamten Geschäftsprozesses zu berechnen, muss das Produkt aus Pfadwahrscheinlichkeiten quantitativer Werte des Pfades gebildet und anschließend aufsummiert werden. Die Summe kann anschließend auf einen Grenzwertbereich abgebildet und der Digitalisierungsgrad für den gesamten Prozess ermittelt werden (siehe Tabelle 3.3.3). Die Ermittlung des Automatisierungsgrades erfolgt analog. Anhand des ermittelten Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades können mit Hilfe von Tabelle 3.3.5 der Reifegrade des Prozesses bestimmt werden. Eine detaillierte Beschreibung der Reifegrade für Prozesse in der industriellen Produktion befindet sich in Tabelle 3.3.6.

#### Tabelle 3.3.5 Eigenschaften der Unterschiedlichen Reifegradstufen

Reifegrad	1	2	3	4	5
Digitalisierungsgrad	nicht digitalisiert	teilweise digitalisiert	teilweise digitalisiert	vorwiegend digitalisiert	digitalisiert
Automatisierungs- grad	manuell	manuell	teilweise automatisiert	automatisiert	automatisiert

#### Tabelle 3.3.6 Eigenschaften der unterschiedlichen Reifegradstufen

Reifegrad	Definition			
Reifegrad 1	Im Mittelpunk steht ein manueller und analoger Fertigungs- oder Produktionsprozess. Die Arbeits-			
	schritte und Aktivitäten im Rahmen dieses Produktions- oder Fertigungsprozesses werden hauptsäch-			
	lich manuell und ohne Unterstützung eines Informationssystems durchgeführt.			
	Der verantwortlichen Person stehen keine Informationssysteme oder eine maschinelle Unterstützung			
	zur Verfügung.			
Reifegrad 2	Teilautomatisierte Durchführung nur einzelner Arbeitsschritte und Aktivitäten im Rahmen eines Pro-			
	duktions- oder Fertigungsprozesses. Konkret unterstützen Maschinen oder Informationssysteme			
	teilweise den Prozess bzw. die verantwortliche Person. Die meisten Aktivitäten sind teilweise digitali-			
	siert.			
Reifegrad 3	Die Durchführung der meisten Arbeitsschritte und Aktivitäten im Rahmen eines Produktions- oder			
	Fertigungsprozess findet teilweise automatisiert und vorwiegend digitalisiert statt, indem die verant-			
	wortlichen Person mit einem Informationssystem(en) und/oder eine Maschine(n) zusammenarbeitet.			
Reifegrad 4	Die Arbeitsschritte und Aktivitäten eines Produktions- oder Fertigungsprozesses finden hauptsächlich			
	automatisiert und digitalisiert statt. Dabei besteht die Möglichkeit, dass im Rahmen der Prozessschrit-			
	te teilweise manuelle oder analoge Arbeitsschritte notwendig sind.			
Reifegrad 5	Die Arbeitsschritte und Aktivitäten eines Produktions- oder Fertigungsprozess sind automatisiert und			
	digitalisiert. Informationssysteme und Maschinen führen die Prozessschritte aus. Menschliche Inter-			
	ventionen im Rahmen des gesamten Produktions- oder Fertigungsprozesses haben geringeren Ein-			
	fluss auf dem gesamten Prozess.			

### Aktivitäten zur Ermittlung des erstrebenswerten Reifegrades

Im letzten Schritt der Methode kann auch der erstrebenswerte Reifegrad der Digitalisierung und Automatisierung einer Prozesskette bestimmt werden. Dabei muss der Anwender vorab existierende Technologien und Informationssysteme untersuchen und bestimmen, welche sich für mögliche Digitalisierungs- und Automatisierungsmaßnahmen im Rahmen einer Geschäftsprozessverbesserung eignen würden. Ziel dabei ist, die Aktivitäten zu identifizieren, deren Ein- und Ausgaben sich weiter digitalisieren lassen bzw. deren Tätigkeiten sich weiter automatisieren lassen (auch unter Beachtung ethischer, rechtlicher und sozialer Aspekte bzw. Grenzen). Zur Berechnung des erstrebten Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades erfolgt dann analog zu Schritt 3 - Ableitung des aktuellen Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades – durch Verrechnung der Werte der einzelnen Aktivitäten.

Ein weiterer Aspekt der Methode zur Bestimmung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades eines Geschäftsprozesses ist die Ableitung von Handlungsempfehlungen zur Entwicklung von konkreten Digitalisierungs- bzw. Automatisierungsstrategien. Im Rahmen des Schrittes "Erhebung des Prozesses" werden hierzu weiterführende Informationen wie z.B. die Häufigkeit, Komplexität und Fehleranfälligkeit der einzelnen Aktivitäten gesammelt. Diese Angaben über die Aktivitäten in dem Prozess werden in diesem letzten Schritt als Basis für die Ableitung von konkreten Handlungsempfehlungen zur Steigerung des Digitalisierungs- und/oder Automatisierungsgrades angewendet. Üblicherweise eignen sich Aktivitäten, die öfter vorkommen und die weniger Komplexität aufweisen, besser für Digitalisierung und Automatisierung.

Die Methode zur Messung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades wurde für das Projekt *MaterialDigital* entwickelt und im Rahmen des Projektes mehrmals in verschiedenen Anwendungsfällen eingesetzt. Die Ergebnisse wurden auf den internen und externen Projekttreffen vorgestellt und ausführlich diskutiert. Daraus resultierendes Feedback und Anmerkungen wurden zur Weiterentwicklung der Methode einbezogen. Neben der entwickelten Methode zur Messung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades von Prozessen wurde im Rahmen des Projekts am FZI Forschungszentrum Informatik auch die Werkzeugunterstützung der Methode betrachtet. Die Werkzeugunterstützung vereinfach die Methodenanwendung, erhöht die Genauigkeit der Anwendung und trägt somit sowohl zur Reduktion des Aufwandes als auch zur Steigerung der Qualität bei Anwendung der Methode bei. Im ersten Schritt wurden existierenden Software Schnittstellen von Modellierungswerkzeugen (wie *Horus Business Modeler, InfoRapid KnowledgeBase Builder, BIC Process Design* oder *Intellior BPM Software*) untersucht. Aufgrund der Hauptkriterien (Softwaretool muss mit der Ontologie der Materialdatenraum kompatibel sein, Export und Import der Prozessmodelle soll in passenden Formaten für den Materialdatenraum gewährleistet) wurden die Werkzeuge *InfoRapid KnowledgeBase Builder* sowie *Horus Business Modeler* ausgewählt. Anschließend wurde ein an *InfoRapid KnowledgeBase Builder* angebundenes semiautomatisiertes Kalkulationstool entwickelt. Daraus ergibt sich für Anwender die Möglichkeit mit Hilfe des entwickelten Kalkulationswerkzeuges die Ermittlung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades von Prozessen vorzunehmen. Im Kalkulationswerkzeug können Anwender die nummerischen Bewertungen und Grenzwertebereiche (vgl. Schritt 3 der Methode – Ableitung des aktuellen Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades) definieren sowie die Anzahl an Aktivitäten in die einzelnen Kategorien eintragen. Danach werden die Digitalisierungsund Automatisierungsgrade automatisch für den Anwender berechnet. Zusätzlich wird auch für den Anwender der erreichte Reifegrad dargestellt.

Im nachfolgenden Abschnitt wird die Anwendung der Methode anhand eines Fallbeispiels aus dem Anwendungsfall Polymere (AP 4) veranschaulicht. Die gesamte Prozesskette hat den Zweck der Herstellung von Vliesstoff. Sie besteht aus zehn Prozessschritten wie z.B. "Granulat trocknen", "Extrudieren" und "Verstrecken". Das erstellte Prozessmodell ist in Abbildung 3.3.2 dargestellt. Die betrachtete Prozesskette lässt sich in drei Subprozessketten aufteilen, um den Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad der einzelnen Prozessketten, zu bestimmen.

- 1. Multifilament herstellen (Aktivitäten: Granulat trocknen, Mischen, Extrudieren, Verstrecken)
- 2. Stapelfaser herstellen (Aktivitäten: Schneiden, Whirpoolen, Ultraschallbaden)
- 3. Vliesstoff herstellen (Aktivitäten: Krempeln, Vernadeln, Doublieren)

Jeder Prozessschritt besteht aus mehreren atomaren Aktivitäten. Beispielsweise besteht "Granulat trocknen" aus folgenden atomaren Aktivitäten: Trockner beladen, Parameter einstellen, Trocknungsprozess durchführen und überwachen, Granulat entnehmen, Qualität prüfen und Dokumentation erstellen. Der Prozess wurde als Petri-Netz im Softwarewerkzeug *Horus Business Modeler* modelliert, sowie als Prozesskette im *InfoRapid KnoledgeBase Builder*. Die drei Prozessmodelle bestehen insgesamt aus 10 atomaren Aktivitäten (d.h. Transitionen), welche die Prozesschritte darstellen und 15 Stellen, die den Ein- bzw. Ausgaben dieser Prozessschritte entsprechen. Alternativ kann der Prozessmodel auch mit anderen Modellierungssprachen und -werkzeugen modelliert werden.



# Abbildung 3.3.2 Prozessmodelle – Multifilament herstellen (oben), Stapelfaser herstellen (mitten), Vliesstoff herstellen (unten)

Zur Ermittlung der aktuellen- sowie erstrebten Digitalisierungs- und Automatisierungsgrade der Prozesskette "Multifilament herstellen" werden deren Aktivitäten auf Prozessschrittebene schrittweise analysiert (2. Schritt der Methode). Da die Prozesskette keine alternativen Pfade enthält, kann die Berechnung auf Basis aller atomaren Aktivitäten stattfinden. Im Rahmen der Prozesskette finden einige Aktivitäten nur einmal statt, eine zweite Menge von Aktivitäten muss einmal wiederholt werden und die letzte Menge von Aktivitäten ist mehrmals zu wiederholen. In der nachfolgenden Tabelle 3.3.7 ist der Prozesschritt "Granulat trocknen" mit den zugehörigen atomaren Aktivitäten und deren Ausprägungen dargestellt (sowie Abbildung 3.3.3).

Aktivität	Automatisierungsgrad	Anzahl Wiederho-	Notwendige Fachkom-
		lungen	petenz
Trockner beladen	Manuell	Einmalig	Grundkenntnisse
Prozesseinstellungen vornehmen	Manuell	Einmalig	Grundkenntnisse
Prozess durchführen und über-	Automatisiert	Wenig	-
wachen			
Granulat entnehmen	Manuell	Wenig	-
Qualität prüfen	Manuell	Einmalig	Grundkenntnisse
Prozessdaten dokumentieren	Manuell	Einmalig	-


### Abbildung 3.3.3 Subprozesskette für die Aktivität "Granulat trocknen"

Die Prozesskette "Multifilament herstellen" besteht aus 21 atomaren Aktivitäten und insgesamt 53 atomaren Prozessschritten. Grund dafür ist die Notwendigkeit, dass einige Aktivitäten im Rahmen der Multifilamentherstellung wiederholt werden sollen. In Abbildung 3.3.4 sind die Anzahl an atomaren Prozessschritten und die Ausprägungskategorien zum Automatisierungs- und Digitalisierungsgrad dargestellt, sowie sind die numerischen Werte ersichtlich, wie sie das Kalkulationswerkzeug berechnet hat.

Automatisierungsgrad			Digitalisierungsgrad		
manuel	0,17		analog	-0,75	]
teilautomatisiert	0,5		teilweise digitalisiert	-0,25	
automatisiert	0,83		vorwiegend digitalisiert	0,25	
			vollständig digitalisiert	0,75	
Anzahl Prozess Schritte	Anzahl Manuell	Anzahl Teilautomatisiert	Anzahl Automatisiert		teilautomatisiert
53	30	10	13		0,39
Anzahl Prozess Schritte	Anzahl Analog	Anzahl Teilweis. Dig.	Anzahl Vorwiegend Dig.	Digitalisiert	teilweise digitalisiert
53	10	30	0	13	-0,10

## Abbildung 3.3.4 Berechnung des Automatisierungs- und Digitalisierungsgrades (Screenshot aus dem entwickelten Kalkulationstool)

Insgesamt ergibt sich für dieses Fallbeispiel über die Prozesskette "Multifilament herstellen" aus dem Anwendungsfall Polymere, dass der Automatisierungsgrad 0,39 (teilautomatisiert) beträgt (Die Skala für das Automatisierungsgrad läuft von 0 bis 1) und dass der Digitalisierungsgrad (Die Skala für das Automatisierungsgrad läuft von -1 bis 1) ein Wert von -0,1 (teilweise digitalisiert) hat. Auf Basis der Methode lasst sich argumentieren, dass es im Rahmen des Prozesses insgesamt eine teilweise automatisierte Durchführung einzelner Arbeitsschritte und Aktivitäten gibt. Konkret unterstützen Maschinen oder Informationssysteme teilweise den Prozess bzw. die verantwortliche Person. Weiterhin sind die meisten Aktivitäten teilweise digitalisiert. Folgenden Ausprägungen des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades der Prozesskette entsprechen der Reifegradstufe 3. Der Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad für jede Prozesskette aus dem Fallbeispiel "Vliesstoffherstellungsprozess" sind aus der nachfolgenden Tabelle 3.3.8 ersichtlich.

Tabelle 3.3.8 Digitalisierung	gs- und Automatisierungsgrad	einzelner Prozessketten

Prozesskette	Digitalisierungsgrad	Automatisierungsgrad	Reifegrad
Multifilament herstellen	-0,10 (teilweise digitalisiert)	0,39 (teilautomatisiert)	3
Stapelfaser herstellen	-0,13 (teilweise digitalisiert)	0,27 (manuell)	2
Vliesstoff herstellen	0,30 (vorwiegend digitali-	0,27 (manuell)	3
	siert)		

Der vierte Schritt der Methode fokussiert sich auf die Ermittlung des erstrebenswerten Reifegrades und möglicher Aktivitäten, die sich automatisieren und digitalisieren lassen. In dem konkreten Fallbeispiel existieren atomare Aktivitäten, die sich innerhalb der gesamten Prozesskette mehrmals wiederholen und keine Fachkompetenzen von einer verantwortlicheren Person benötigen. Diese Aktivitäten sind die ersten Kandidaten zur Automatisierung und Digitalisierung mit Hilfe von neuen Technologien wie bspw. Robotik Prozess Automation, Künstliche Intelligenz und Big Data. Im konkreten Fall eignen sich Aktivitäten in Rahmen der Prozessschritte "Verstecken", "Schneiden", "Whirpoolen" und "Ultraschallbade" besonders um die Automatisierung und Digitalisierung zu verbessern. Unter der Annahme, dass man konkreten Automatisierungs- und Digitalisierungsmaßnahmen für die Prozessschritte "Granulat entnehmen", "POY-Spule Vorlegen" und "FDY-Spule entnehmen" in der Prozesskette "Multifilament herstellen" durchführen könnte, wird der erstrebenswerte Digitalisierungs- und Automatisierungsgrad der gesamten Prozesskette berechnet (Abbildung 3.3.5).

Automatisierungsgrad			Digitalisierungsgrad		
manuel	0,17	]	analog	-0,75	
teilautomatisiert	0,5		teilweise digitalisiert	-0,25	
automatisiert	0,83		vorwiegend digitalisiert	0,25	
			vollständig digitalisiert	0,75	
			1	1	
Anzahl Prozess Schritte	Anzahl Manuell	Anzahl Teilautomatisiert	Anzahl Automatisiert		teilautomatisiert
53	21	19	13		0,45
Anzahl Prozess Schritte	Anzahl Analog	Anzahl Teilweis. Dig.	Anzahl Vorwiegend Dig.	Digitalisiert	vorwiegend digitalisiert
53	7	24	6	16	0,04

### Abbildung 3.3.5 Berechnung des erstrebenswerten Automatisierungs- und Digitalisierungsgrades

Nach der Bestimmung der Aktivitäten deren weitere Digitalisierung und/oder Automatisierung möglich ist und unter Beachtung von ethischen, rechtlichen, sozialen und ökonomischen Grenzen angestrebt wird, können diese in dem Kalkulationswerkzeug erfasst werden. Im konkreten Beispiel ergibt sich ein Wert von 0,45 für den erstrebenswerten Automatisierungsgrad und ein Wert von 0,04 für den erstrebenswerten Digitalisierungsgrad. Prozesse, die teilautomatisiert und vorwiegend digitalisiert sind, erreichen den Reifegrad 4. Nach Tabelle 3.3.6 können die Arbeitsschritte und Aktivitäten der Prozesskette "Multifilament herstellen" hauptsächlich teilautomatisiert und digitalisiert stattfinden. Durch die Anwendung der Methode besteht die Möglichkeit für die Anwender, dass sie in einfacher Weise ihre Prozesse hinsichtlich der Automatisierungs- und Digitalisierungsstände untersuchen, sowie konkrete Handlungsempfehlungen ableiten, um automatisierbare und digitalisierbare Prozessaktivitäten zu bestimmen.

Zusammengefasst entwickelte das FZI Forschungszentrum Informatik mit der vorgestellten Methode und dem Reifegradmodell ein zielführendes Werkzeug für Unternehmen, um den aktuellen sowie den erstrebten Digitalisierungsund Automatisierungsgrad zu ermitteln. Dabei können Unternehmen anschließend einzelne Aktivitäten des Geschäftsprozesses identifizieren, die das höchste Digitalisierungspotential aufweisen und zielgerichtet Digitalisierungsprojekte mit dem besten Kosten/Nutzenverhältnis initiieren. Anders als bei verwandten Ansätzen adressiert die vorgestellte Methode konkret die modellierten Prozesse mit dem Ziel mittelfristig eine teilautomatisierte Auswertung auf Basis der Geschäftsprozessmodelle vorzunehmen.

### 3.3.2 Bewertung der Güte von Werkstoffmodellen und Kennwerten

Im Rahmen des AP2.3 Prozessmodellierung wurden sowohl die Methode und das Reifegradmodel zur Messung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrads einer Prozesskette, als auch eine Vorgehensweise zur Bewertung der Güte von Werkstoffmodellen und Kennwerten entwickelt. Diese Vorgehensweise hat das Ziel, in systematischer und objektiver Weise Güteaussagen zu Modellen und digitalen Materialrepräsentationen abzuleiten. Diese Vorgehensweise besteht aus vier Schritten: 1) Definition des Zwecks eines Werkstoffkennwerts bzw. Werkstoffmodelles, 2) Bestimmung der "Soll" Eigenschaften eines Werkstoffkennwertes bzw. Werkstoffmodelles, 3) Bestimmung der "Ist" Eigenschaften eines Werkstoffkennwertes bzw. Werkstoffmodelles, 3) Bestimmung der "Ist" Eigenschaften eines Werkstoffmodells und schließlich 4) Vergleich von "Ist" und "Soll" Eigenschaften, sowie Berechnung der Güte des "Ist" Werkstoffmodells (vgl. Abbildung 3.3.6).

Entwicklung eines Materialdatenraums (AP2)



### Abbildung 3.3.6 Vorgehensweise zur Bewertung der Güte von Werkstoffmodellen und Kennwerten

Werkstoffmodelle und Werkstoffkennwerte sind ein geeignetes Werkzeug, um vorherzusagen, wie und in welchem Maß ein Material auf äußere Einflüssen reagieren könnte. Sie sind ein wichtiges Instrument der modernen Wirtschaft, um zu fördern, dass in der komplexen Umwelt die existierenden physikalischen und chemischen Zusammenhänge zwischen Materialien begreifbar werden. Werkstoffmodelle sind im Wesentlichen eine Abstraktion der Realität, und haben das allgemeine Ziel, die Komplexität zu reduzieren. In Tabelle 3.3.9 sind die einzelnen Eigenschaften und Modelltypen dargestellt.

Auf Grund der Existenz einer Vielfalt von unterschiedlich definierten Werkstoffmodellen, haben diese keine Allgemeingültigkeit. Deshalb ist es wichtig, abgängig von einem vorgegebenen Ziel, das passende Werkstoffmodell und die zugehörigen Werkstoffkennwerten zu bestimmen. Die Werkstoffmodelle können sich im Anwendungsgebiet, den betrachteten Abhängigkeiten, dem Berechnungsaufwand, der Genauigkeit oder dem Gültigkeitsbereich unterscheiden. Jedes Werkstoffmodell kann auch eine unterschiedliche Anzahl an Werkstoffkennwerten enthalten, die für bestimmte Zwecke wie z. B. der Durchführung von Analysen, Messungen oder Dokumentation von Ereignisse geeignet sind.

Eigenschaft	Modelltyp
Größenskala	makro-, mikro-, meso-, nanoskopisch
Räumliche Dimensionen	ein-, zwei-, dreidimensional
Räumliche Diskretisierung	Kontinuum, Partikel
Beschreibungsart	Grundprinzip, phänomenologisch, empirisch
Pfadabhängigkeit	kinetisch, statisch

### Tabelle 3.3.9 Eigenschaften und Modelltypen von Werkstoffkennwerten und Modellen

### Definition des Zwecks eines Werkstoffkennwerts bzw. Werkstoffmodells

Um eine systematische und objektive Vorgehensweise zur Ermittlung der Güte von Werkstoffmodellen und Werkstoffkennwerten zu entwickeln, wurden mehrere Werkstoffmodelle am FZI Forschungszentrum Informatik untersucht und deren Anwendungszwecke evaluiert. Auf Basis der ermittelten Zusammenhänge zwischen einzelnen Modellen und deren Zwecken wurde der erste Schritt der entwickelten Vorgehensweise definiert – *Definition des Zwecks eines Werkstoffkennwertes bzw. Werkstoffmodells.* Dabei soll der Anwender Ziele und Zweck des zu evaluierenden Werkstoffkennwertes bzw. Werkstoffmodells definieren.

### Bestimmung der "Soll" Eigenschaften eines Werkstoffkennwertes bzw. Werkstoffmodelles

Nachdem der zielführende Zweck definiert ist, kann der Übergang zum zweiten Schritt der Vorgehensweise durchgeführt werden. Im zweiten Schritt sollen die "Soll" Eigenschaften eines Werkstoffmodells und die zugehörigen "Soll" Werkstoffkennwerten im Zusammenhang mit dem definierten Zweck abgeleitet werden. Die "Soll" Eigenschaften und Kennwerte sollen notwendig und geeignet sein, um den vordefinierten Zweck zu realisieren. Dabei ist zu beachten, dass die Liste von Eigenschaften und Kennwerte nur erforderliche und notwendige Einträge enthalten soll, und keine zusätzlichen Einträge, die die Bewertung der Güte des Werkstoffmodells für den bestimmten Zweck beeinflussen können. In Tabelle 3.3.10 ist eine Liste von möglichen "Soll" Eigenschaften, Kennwerten und zugehörigen Ziele dargestellt.

### Bestimmung der "Ist" Eigenschaften eines Werkstoffkennwertes bzw. Werkstoffmodells

Im nächsten Schritt soll das existierende Werkstoffmodell, das dem Anwender zur Verfügung steht, hinsichtlich seiner Eigenschaften und zugehörigen Werkstoffkennwerte evaluiert werden. Dabei ist es wichtig zu bestimmen, welche Werkstoffkennwerte im existierenden Modell enthalten sind und welche spezifischen Eigenschaften (wie z.B. Größenskala, Beschreibungsart oder weitere Eigenschaften) das existierende Modell enthält.

Eigenschaft	"Soll" Kenn-	Zweck/Wichtigkeit	
	wert		
Größenskala	Material	Angaben zum Rohmaterial; z.B. AlSi10Mg /Info	
Größenskala Gewicht (gr.)		Masse an Rohmaterial /Info	
Größenskala Gießdruck [bar]		Zur Dokumentation der Gießparameter /für Reproduzierbarkeit	
		wichtig	
Räumliche Dimensionen	Kokillenform	Dimensionen der Kokille zum Vergleich mit dem Gussteil /Wichtig	
Daten Identifikation	Versuchs Nr.	ID-Nummer /Info	

Tabelle 3.3.10 Liste von möglichen "Soll"	' Kennwerten mit deren Zweck und Wichtigkeit
---	--

### Vergleich von "Ist" und "Soll" Eigenschaften, sowie Berechnung der Güte des "Ist" Werkstoffmodells

Das letzte Schritt der Vorgehensweise ist der Vergleich zwischen dem "Soll" und "Ist" Werkstoffmodell mit den zugehörigen "Soll" bzw. "Ist" Kennwerten. Die "Soll" und "Ist" Kennwerte, können vollständig übereinstimmen oder inkompatibel sein. Auf Basis der Schnitte zwischen den beiden Mengen – die Menge an "Ist" Kennwerte, die in dem "Soll" Kennwerte enthalten sind, ist auch die Güte des Werkstoffmodells zu ermitteln. Dabei ist das Ergebnis in Form eines Fünf -Sternesystem zusammengefasst. Werkstoffmodelle, deren Güte hoch eingeschätzt werden, bekommen fünf oder vier Sterne, und Werkstoffmodelle, bei denen die Differenz zwischen den "Ist" und "Soll" Ausprägungen groß ist, bekommen keine oder nur einen Stern. Für die Unterstützung der vorgestellten Vorgehensweise wurde im Rahmen von AP 2.3 auch ein Werkzeug für die Berechnung der Güte von Werkstoffmodellen (siehe Abbildung 3.3.7) entwickelt, das die Berechnung der Güte nach Angaben über die "Soll" und "Ist" Kennwerte (siehe Schritt 2 und 3) durchführt. In diesem semiautomatisierten Werkzeug kann der Anwender die "Ist" Kennwerte von einem existieren Werkstoffmodell mit den "Soll" Kennwerten für einen gegebenen Anwendungszweck (Bsp. "Werkstoffmodel für die Gießsimulation") vergleichen. In dem Werkzeug wird auch die Güte der existieren Werkstoffmodell und –kennwerte automatisch berechnet und das Ergebnis veranschaulicht (in diesem Beispiel wird die Güte als 3 von 5 Sternen berechnet und in der rechte obere Ecke des Werkzeuges dargestellt).

Entwicklung eines

Materialdatenraums (AP2)

Bewertung Wekstoffmodel für die Gießsimulation		toffmodel für die Gießsimulation	Anzahl Insgesamt Punkte	19	38
			Relativ Güte des Models	***	
Eigenschal	ft	Soll Kenn <del>v</del> ert	Zweck / Wichtigkeit	Soll Kennwert im Ist- Model enthalten?	
Größenskala		Material	Angaben zum Rohmaterial; z.B. AlSi10Mg /Info	Ja	
Größenskala		Gewicht (gr.)	Masse an Rohmaterial /Info	Nein	
Größenskala		Auswaage	Masse nach dem Abguss /Info	Nein	
Größenskala		Anteil Schlacke (+ sonst. Verluste) May Schweizterrecetur (Thermoelement Tiegel)	Verlust nach dem Abguss /Info	Ja	
Größenskala		(°C)	Feststellen von Überhitzung /Wichtig	Ja	
Größenskala		Tiegeltemperatur ['C]	Zur Dokumentation der Gießsparameter /für Reproduzierbarkeit wichtig	Nein	
Größenskala		Stopfenstangentemperatur ['C] Temperatur Sekmelze bei Abauss (Messung mit	Zur Dokumentation der Gießsparameter /für Reproduzierbarkeit wichtig	Nein	
Größenskala		Thermokamera) ['C]	Zur Dokumentation der Gießsparameter /Wichtig	Ja	
Größenskala		Leistung (kW)	Zur Dokumentation der Gießsparameter /für Reproduzierbarkeit wichtig	Nein	
Größenskala		Gießdruck (bar)	Zur Dokumentation der Gießsparameter Ifür Reproduzierbarkeit wichtig	Ja	
Größenskala		Kokillentemperatur [`C]	Beeinflusst die Formfüllung und die Porosität /Wichtig	Ja	
Größenskala		Druck Kokillenraum[bar]	Zur Dokumentation der Gießsparameter /für Reproduzierbarkeit wichtig Kann die Ersternung der Schendre bezieflurgen und eine derdurch auf die Gefügenzuchildung	Ja	
Größenskala		Vibration [s]	auswirken //Wichtig	Ja	
Größenskala		Abkühlung der Schmelze	Kann sich auf die Gefügeausbildung auswirken /Wichtig	Ja	
Größenskala		Formfüllung (makroskopisch qualitativ)	Erlaubt 1. Aussage über Gussqualität /Wichtig	Ja	
Größenskala		Atmosphäre Gießraum [Anzahl Spülzyklen]	Beeinflusst die Formfüllung und die Porosität lfür Reproduzierbarkeit wichtig		
Größenskala		Erreichtes Vakuum bei Waschzyklen [mbar]	Erlaubt Rückschlusse auf Schlackeeinschlüsse und Verunreinigungen im Gussteil /Wichtig		
Größenskala		Abschalten Induktion vor Abguss [s] Elementsumbel (Registelement der ehemischen	Beruhigt die Schmelze vor dem Abguss lfür Reproduzierbarkeit wichtig	Ja	
Größenskala		Zusammensetzung, Gussteil)	Analyse chemische Zusammensetzung	Ja	
Größenskala		Elementsymbol (Gewichtsanteil, Gussteil)_#1	Analyse chemische Zusammensetzung	Nein	
Größenskala		Wert (Gewichtsanteil, Gussteil)_#1	Analyse chemische Zusammensetzung		

### Abbildung 3.3.7 Werkzeug für die Berechnung der Güte von Werkstoffmodellen

### 3.3.3 Zusammenfassung Prozessmodellierung

Der Einsatz des Materialdatenraums und der digitalen Repräsentationen des Werkstoffzustands zur Optimierung der Wertschöpfungsketten für den Anwendungsfall Metalle (AP3) und Polymere (AP4) erfordert Abfragen zur Verfügbarkeit und Güte der Werkstoffmodelle der notwendigen Daten. Im Rahmen des Projektes *MaterialDigital* wurden am FZI Forschungszentrum Informatik Prozessketten und Werkstoffmodelle untersucht, um die Bestimmung des existierenden Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades von Prozessketten und der Güte von Werkstoffmodellen zu ermöglichen. In diesem Forschungsprojekt wurde der Zusammenhang zwischen den zur Verfügung stehenden Daten und einzelnen Prozesschritten betrachtet.

### 4 Technischer Bericht zum Use-Case Metalle

### 4.1 Gussprozess (fem, AP3.1)

Die Arbeiten dieses Unter-Arbeitspakets am fem betrafen zwei Themen: die Gießsimulation und den eigentlichen Gießprozess. Durchgeführt wurde sowohl der Guss von Probestäben (für den Zugversuch und die Gefügeuntersuchung am IWM) als auch eines anwendungsnahen Gussteils. Die Gießsimulation diente sowohl zur Optimierung als auch zur digitalen Repräsentation des Gießens.

### Anpassung der Gießanlage zur Prozessüberwachung und durchgeführte Gießversuche

Für die Gießversuche wurde eine Vakuum-Druckguss-Anlage (VC500D) der Firma *Indutherm* verwendet. Die Anlage wurde entsprechend der erhöhten Anforderung an die Prozessdokumentation modifiziert. Mit Hilfe eines Zwischenringes, zwischen Tiegel- und Kokillenkammer, konnte Platz für zusätzliche Messinstrumente geschaffen werden. So wurde neben der standardmäßig verbauten Sensorik mit dem Einbau eines Schauglases die Möglichkeit der visuellen Temperaturmessung der Schmelze mittels Infrarotkamera ermöglicht. Außerdem wurden Durchführungen für Thermoelemente mit ISO-KF-Komponenten zur Messung der Temperaturen in der Kokille in den Zwischenring integriert (siehe

Abbildung 4.1.1). Für die Prozessüberwachung standen demzufolge vier verschiedene Temperaturmessungen, eine separate Gasdrucküberwachung in beiden Kammern (Tiegel- und Kokillenkammer) und ein zeitsynchronisiertes Datenlogging der Anlage zur Verfügung. Als wichtige Kenngröße des Prozesses wurden die Temperatur im Tiegel, in der Stopfenstange und in der Kokille mit Thermoelementen gemessen. Die Temperatur am vorbeifließenden Schmelzstrahl wurde mit der Infrarotkamera kurz vor dem Eintritt in die Kokille gemessen (siehe Abbildung 4.1.2). Diese detaillierte Temperaturerfassung erlaubte es, die Schmelze während des Gießprozesses genau zu dokumentieren und Rückschlüsse auf Fließverhalten und Gefügeausbildung des späteren Bauteils zu ziehen. Die Erfassung der verschiedenen Sensordaten erfolgte mit spezifischer Software, die Datenformate hingegen konnten in einheitliche ASCII-, .txt-, oder .csv-Dateien exportiert werden. Die Aufnahme der Thermokamera liegt in Form einer Videodatei (.ravi) vor und erlaubt eine nachträgliche Auswertung der Temperaturen.



Abbildung 4.1.1: Modifikation der Vakuum-Druckguss-Anlage VC500 mit selbst konstruiertem Zwischenring zwischen Tiegel- und Kokillenkammer. Eingebautes Schauglas für Messungen mit einer Thermokamera und Iso-KF-Flansche für Thermoelementdurchführungen zur Temperaturmessung in der Kokille.

Technischer Bericht zum Use-Case Metalle



# Abbildung 4.1.2: Temperaturüberwachung mittels Thermokamera zum Zeitpunkt des Abgusses. Schmelze fließt im freien Fall an der Kamera vorbei. Temperaturprofile und Temperatur-Zeit-Diagramm werden direkt dargestellt.

Zur Entwicklung einer Gussform wurde vorhandenes Wissen aus dem Kreis der beteiligten Unternehmen und der Literatur zur Gussteilgestaltung angewendet und anschließend mittels Gießsimulationen getestet und optimiert. Danach erfolgte die Fertigung der Kokille nach entsprechenden Vorgaben und Toleranzen. Zu Beginn des Projektes wurde eine einfachere Gussform in Form von Probestäben entwickelt, wobei die Kokille so konzipiert war, dass die Stäbe im steigenden Guss angeordnet waren (siehe Abbildung 4.1.3). Somit sollten unerwünschte Turbulenzen während der Füllung vermieden werden. Durch Gießversuche mit dieser Kokille konnten erste Erfahrungen mit der Legierung gesammelt und anschließend erste Messdaten zur Überprüfung der Simulation generiert werden. Diese Erkenntnisse flossen direkt in die Gestaltung der 2. Kokille mit komplexerer, anwendungsnaher Geometrie. Hierfür wurden Konstruktionselemente verschiedener Leichtbauanwendungen und bestehender Bauteile zu einem Teil kombiniert, welches gießtechnisch anspruchsvoller war.



Abbildung 4.1.3: Abguss mit Probestabkokille zur Herstellung erster Testteile. Die 4 Stäbe sind so mit dem Angusssystem verbunden, dass ein steigender Guss erzielt wird (Einguss rechts, Mitte). Der Anguss befindet sich in der Mitte und links und rechts befinden sich Schmelzreservoirs zur Nachspeisung am Ende der Stäbe.

Technischer Bericht zum Use-Case Metalle

Nach Fertigstellung der Kokillen wurden diese mit einer Kokillenschlichte (Dycote D6 ESS; Foseco) beschichtet und für den gießtechnischen Einsatz vorbereitet. Die Schlichte dient zum einen der thermischen Isolation der Schmelze und zum anderen der besseren Fließfähigkeit. Durch eine raue Schlichte kann ein entstehender Oxidfilm, welcher sich um den Schmelzstrom bildet, aufgerissen werden, wodurch die Fließfähigkeit positiv beeinflusst werden soll. Für die Temperaturmessung in den Kokillen wurden jeweils an signifikanten Positionen Thermoelemente platziert, um die Temperaturverteilung in der Kokille, als auch die ortsaufgelöste Erstarrungsgeschwindigkeit zu ermitteln. Bei der Wahl der Gießparameter wurde versucht, möglichst praxisnah zu gießen. Als Rohmaterial wurde die bereits gut bekannte und in der Industrie geläufige Al-Legierung AlSi10Mg (Werkstoffnummer EN AC-43000) verwendet, welche in Masselform von der Firma Rheinfelden gekauft wurde. Um die Auswirkungen von unterschiedlicher Überhitzung der Schmelze (zwischen 750°C und 850°C), unterschiedlicher Kokillentemperatur (von Raumtemperatur bis 400°C) und Gasdruckaufbringung (bis zu 1 bar Überdruck) beim Abguss zu überprüfen, wurden diverse Versuche gefahren. Diese Daten konnten anschließend mit den Simulationen verglichen werden. Zur Festlegung geeigneter Gießparameter für die jeweiligen Kokillen wurden aus diesen Testgüssen die Parameter mit den jeweils besten Ergebnissen zur Produktion von Gussteilen verwendet. Dies erlaubte im Anschluss die Produktion von Gussteilen mit überwiegend reproduzierbarer Qualität. Somit konnten ausreichend Gussteile für werkstofftechnische Untersuchungen produziert werden. Um zusätzlich eine vielfältigere Datenmenge zu generieren, wurden Chargenschwankungen hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung bei der verwendeten Legierung (AlSi10Mg) künstlich erzeugt. Dafür wurden die Si- und Mg-Gehalte in der Legierung innerhalb der Toleranzen variiert. Tabelle 4.1.1 zeigt die Grenzwerte der Werkstoffspezifikation, innerhalb welcher die Legierungsvarianten hergestellt wurden. Außerdem sind die tatsächlichen Chargenschwankungen der erworbenen Masseln unter der Spalte "Ist" aufgelistet. Durch die so erlangte Diversität sollten später im Projekt Erkenntnisse bezüglich des Werkstoffverhaltens erlangt und Querbezüge zu anderen Werkstoffeigenschaften ermöglicht werden.

Tabelle 4.1.1: Die künstliche Erzeugung von Chargenschwankungen verlief innerhalb der Toleranzen der Legierung (Soll-Spalte). Die tatsächliche Schwankung der Standard-Legierung über verschiedene Masseln betrachtet fällt geringer aus (Ist-Spalte).

			90	(
AlSi10Mg	Soll		lst	
	Min	Max	Min	Max
Si	9,00%	11,00%	9,40%	9,85%
Mg	0,20%	0,45%	0,34%	0,35%

### Gießsimulation

Für die Gießsimulation wurde die Software FLOW-3D® Cast angewendet, welche die Beschreibung der Strömungen mit freien Oberflächen (wie das Fließen von Metallschmelzen) erlaubt. Damit wird das Verhalten des flüssigen Metalls bei der Formfüllung und der Erstarrung untersucht und der Wärmeübergang vom heißen Metall auf die kältere Form berechnet. Dafür war eine Softwareparametrisierung und Kalibrierung anhand der Experimente und Untersuchungen notwendig: der Wärmeübertragungskoeffizient zwischen Schmelze und Form musste mit Hilfe von Temperaturmessungen während des Gießens angepasst werden, welche im Laufe des Projektes durchgeführt wurden. Zusätzlich mussten die Materialparameter der zu gießenden Legierung und der Kokille (Dichte, Schmelzintervall, Wärmeleitfähigkeit und Viskosität der Schmelze) angegeben werden, welche die jeweiligen physikalischen Eigenschaften beschreiben. Die notwendigen Daten waren für die AlSi10Mg-Legierung aus der Software Datenbank teilweise schon vorhanden. Die Ergänzung der notwendigen Angaben (nämlich die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit, Viskosität und Dichte) wurde mit Unterstützung aus der Firma Flow-Science durchgeführt, welche am Projekt teilnahm und eine erweiterte Datenbank zur Verfügung hat.

Die Simulation wurde zuerst eingesetzt, um die Formfüllung zu berechnen und somit die Gestaltung der zwei Kokillen (für Probestäbe und anwendungsnahes Gussteil) zu unterstützen. Anhand der anschließenden Gießversuche wurde eine Kalibrierung der Simulation durchgeführt.

### Gusssimulation der Kokille für eine Fertigung der Probestäbe

Verschiedene Varianten der Kokille für die Probestäbe wurden simuliert (siehe Abbildung 4.1.4). Bei allen Varianten wiesen die Stäbe einen Durchmesser von 8 mm auf, während die anderen Maße (Stamm und Verbindungssteg) variiert wurden. Bei Variante 1 wurden für Stamm und Verbindungssteg Erfahrungswerte genommen, während für Variante 2 die Durchmesser so gewählt wurden, dass die Summe der Querschnitte der Stäbe gleich war wie der Querschnitt des Stammes. Bei Variante 3 wurde zusätzlich der Durchmesser des Verbindungsstegs reduziert, um eine Beschleunigung der Schmelze zu verursachen. Schließlich wurden die jeweiligen Simulationen durchgeführt und ausgewertet. Variante 1 und 2 gewährleisteten eine gleichmäßigere Füllung der Probestäbe, während die Formfüllung bei der Variante 3 sehr ungleichmäßig war. Variante 2 wurde daher ausgewählt und zusätzlich angepasst, um das Spritzen des Metalls in den mittleren Stäben am Anfang der Füllung zu verhindern (siehe Abbildung 4.1.5). Die Stahlkokille aus Werkstoff Nr. 1.2343 wurde bei IWM anschließend gefertigt und für die Gießversuche eingesetzt.



Abbildung 4.1.4: Die drei entworfenen Varianten der Kokille für die Probestäbe und die Position der Thermoelemente in der Kokille



Abbildung 4.1.5: Screenshot der Formfüllung zwei verschiedener Varianten der Form für die Probestäbe mit Anpassung der Variante 2 (rechts)

Vierzehn Thermomessungen wurden während des Gießens der Probestäbe an fünf Stellen durchgeführt (siehe Abbildung 4.1.4-rechts). Die gemessenen Werte wurden mit den exportierten Temperaturen (als .csv Format) aus Flow-3D verglichen. Der eingesetzte Wärmeübertragungskoeffizient zwischen Schmelze und Form wurde aufgrund dessen leicht angepasst. Die Übereinstimmung von gemessenen und berechneten Daten war sehr gut. Die Temperaturvorhersage der Simulation war zuverlässig und lag in der Streuung der Thermodaten (Abbildung 4.1.6), auch bezüglich der Füllgeschwindigkeit der Form.

Nach der erfolgreichen Kalibrierung der Simulation, wurden die Erstarrung und die Porosität berechnet, welche mit den CT- und metallographischen Untersuchungen verglichen wurden. Die Darstellung der durch besagte Untersuchungen ermittelten Porosität in den Probestäben konnte in der Simulation nur teilweise erfolgen. Die Schrumpfungsporen entlang der Achse der Stäbe konnten durch sogenannte "Hot Spot Particles" abgebildet werden (Abbildung ).



Bei der Porosität an einigen Stellen könnte es sich um Lufteinschlüsse (oder eventuell Schlacke) handeln (Abbildung 4.1.7), welche durch die Simulation nicht vorhergesagt werden können.

Abbildung 4.1.6: Vergleich der berechneten (durchgehende Linien) und gemessenen (Punkte) Temperaturen bei der Kokille der Probestäbe



Abbildung 7: Voraussage der Porosität in den Probestäben und Vergleich mit der metallographischen Untersuchung (markierte Stelle mit nicht vorhergesagter Porosität)

### Simulation der Kokille des anwendungsnahen Gussteils

Um die Kokille des anwendungsnahen Gussteils optimal zu gestalten, wurden Formfüllungssimulationen durchgeführt, um das Angusssystem zu optimieren. Es wurden sowohl Unterschiedliche Geometrien des Bauteils als auch verschiedene Angusssysteme getestet. Ein Ursprünglicher Entwurf der Geometrie wurde am fem erarbeitet (Abbildung 4.1.8a), und anschließend Schrittweise verfeinert (Abbildung b und c), mit Hinblick auf die zu durchführende mechanische Prüfung des gegossenen Bauteils.



Abbildung 4.1.8: Erarbeitung der Geometrie des anwendungsnahen Gussteils: a) ursprünglicher Entwurf b) verfeinerte Geometrie c) beim IWM topologisch optimierte Variante

Verschiedene Angusssysteme für die Kokille wurden in Betracht gezogen und mithilfe der Formfüllungssimulation getestet. Da eine direkte Formfüllung von oben aufgrund der entstehenden Turbulenzen sehr ungleichmäßig und ungünstig war (siehe Abbildung 4.1.9-links), wurde ein steigender Guss bevorzugt. Davon wurden zwei Varianten entworfen: eine mit Anbindung des Angusskanals am unterem Bereich des Bauteils (siehe Abbildung -mitte) und eine mit Einsatz eines sogenannten Messerschnitts (siehe Abbildung 4.1.9-rechts). Aufgrund der besseren Nachspeisungsmöglichkeit wurde Letzteres ausgewählt, mit einer zusätzlichen Aufweitung des Messerschnittangusses und Verlängerung des Angusskanals im unteren Bereich des Bauteils, um die Turbulenzen bei der Formfüllung zu reduzieren (siehe Abbildung 4.1.9).

Eine Kokille mit dem optimierten Angusssystem (kombiniert mit einer am IWM topologisch optimierten Geometrie des Bauteils – siehe Abbildung 4.1.10) wurde beim IWM gefertigt und am fem wurden Gießversuche mit Temperaturmessungen an sechs Messstellen durchgeführt (siehe Abbildung 4.1.10-rechts), welche mit den entsprechenden berechneten Werten aus der Simulation verglichen wurden. Wie bei den Probenstäben ist die Voraussage der Simulation bezüglich Temperatur und Füllgeschwindigkeit zuverlässig (innerhalb der Streuung der Thermodaten). Abbildung 4.1.11 zeigt die Übereinstimmung der gemessenen und berechneten Daten für eine Kokillentemperatur von 300 °C. Eine erste Berechnung kritischer Stellen des Gussteils zeigte Schrumpfungsporosität nur in der Mitte der drei runden Scheiben (Abbildung 4.1.12), während die Einfallstellen, welche an der Gussoberfläche zu finden waren, nicht vorhergesagt wurden (siehe Abbildung 4.1.13).

Nach Rücksprache mit Flow-Science wurde der Parameter "Shrinkage Adjustment", ein Multiplikationsfaktor der Volumenänderung während der Erstarrung, optimiert. Die dadurch entstandenen Vorhersagen über die Lunkerbildung konnten mit der Schrumpfung in den entsprechenden Bereichen des Gussteils korreliert werden, obwohl die direkte Abbildung von Einfallstellen in Flow-3D Cast nicht möglich war (siehe Abbildung 4.1.13).

Damit wurde die Kalibrierung der Gießsimulation endgültig abgeschlossen: eine Übersicht der wichtigsten Parameter (welche digital als Datensatz in der Input-Datei der Simulationssoftware verfügbar sind) ist der Tabelle 4.1.2 zu entnehmen.

### Tabelle 4.1.2: Wichtigste Parameter der Gießsimulation

Parameter	Beschreibung	Wert
Wärmeleitfähigkeit (Schmelze und	Definiert die Abkühlgeschwindigkeit des	Schmelze: 113 W/m/K
Form) – Temperaturabhängig	gegossenen Materials	Festkörper: 134W/m/K
		Kokille: 28,6 W/m/K
Wärmeübertragungskoeffizient (zwi-	Definiert die Abkühlgeschwindigkeit des	1500 W/m²/K
schen Schmelze und Form)	gegossenen Materials	
Shrinkage Adjustment (Schmelze)	Multiplikationsfaktor der Volumenände-	0,75
	rung während der Erstarrung> Beein-	
	flusst die Schrumpfungsporositätsmenge,	
	welche vorhergesagt wird	
Size of cells / Feinheit der Vernetzung	Beeinflusst die Genauigkeit der Geometrie-	0,001 mm
	abbildung und der Berechnung (bezüglich	
	der Fluiddynamik und der Erstarrung bzw.	
	Porositätsberechnung)	







Abbildung 4.1.10: Formfüllung mit Messerschnittanguss: (links) endgültige Version mit Aufweitung / (mitte) ursprüngliche Version (mit entstehender turbulenten Formfüllung) / (rechts) Endgültige Geometrie des Gussteils mit angezeichneten Messpunkten bei den Thermomessungen



Abbildung 4.1.11: Vergleich der berechneten (durchgehende Linien) und gemessenen (Punkte) Temperaturen bei der Kokille des anwendungsnahen Gussteils (Kokillentemperatur 300 °C)



Abbildung 4.1.12 Erstarrung und Berechnung der Porosität bei dem Gussteil vor der Optimierung der Simulationsparameter



Abbildung 4.1.13: Berechnung der Porosität bei dem Gussteil. Die Korrelation der Vorhersage mit den Einfallstellen bei den gegossenen Teilen wird farblich eingekreist.

### 4.2 Prozesskontrolle (fem/IPM/IWM zu AP3.2)

Im Rahmen des Arbeitspakets 3.2 Prozesskontrolle wurden inline-fähige Methoden zur Erfassung von Defekten und Variationen in der (lokalen) chemischen Zusammensetzung eingesetzt und die grundlegenden Projektdaten für die Befüllung des Materialdatenraums in Form von mechanischen und metallographischen Untersuchungen erhoben.

### 4.2.1 Zerstörungsfreie Computertomographie

Die Aufnahmen wurden an einem VtomeX L450-Gerät gemacht und mit einer Voxel (volume elements)-Auflösung von ca. 60 µm aufgenommen. Dies erlaubte einen Blick in das Innere der Abgüsse ohne deren Zerstörung. Neben der Rekonstruktion eines digitalen 3D-Abbildes der jeweiligen Abgüsse konnten so Fehlstellen und Lunker entdeckt werden. Die ganzheitliche Betrachtung erlaubt zuverlässigere Aussagen bezüglich Porosität und somit Qualität der Gussteile, als beispielsweise zweidimensionale Trennschnitte für die Schliffpräparation.

Untersucht wurden sowohl die Probestäbe als auch die komplexen Gussteile (siehe Abbildung 4.2.1). Die für das Projekt durchgeführten qualitativen Porositätsanalysen dienten zur Beurteilung der Gussqualität und um die optimalen Lagekoordinaten für die Entnahme von Zugversuchsproben festzulegen. Die Porositätsverteilung und mögliche Ursachen dafür konnten ebenfalls mithilfe der Durchleuchtung untersucht werden. So konnte nachgewiesen werden, dass an sogenannten Hotspots mit erhöhtem Schmelzvolumen die Porosität höher ist als an dünnwandigen Bereichen. Die gezielte Steuerung der Porosität konnte somit dementsprechend bei der Bauteilgestaltung berücksichtigt werden. Für den Datenraum des Digitalen Zwillings wurden Durchflugvideos durch die Gussteile im ".wmv"-Format und gezielte 2D-Schnitte an kritischen Bereichen im ".jpg"-Format bereitgestellt. Denkbar wären außerdem quantitative Messungen der Porosität oder der Geometrie zur Überprüfung der Maßhaltigkeit. Somit trägt die CT-Untersuchung dazu bei, eine umfassendere Darstellung eines Digitalen Zwillings zu erschaffen.



Abbildung 4.2.1: 2D-Schnitt aus CT-Messung eines anwendungsnahen Gussteils. Erkennbar ist die Porosität, welche sich in bestimmten Bereichen konzentriert und die Position der Thermoelemente im Gussteil.

### 4.2.2 Mechanische Charakterisierung von Gussstäben

Die mechanische Bewertung der Gussstäbe erfolgte mit Zugversuchen an Rundzugproben, die gezielt aus den Gussstäben mittels Drahterosion und Drehen entnommen wurden. In Abbildung 4.2.2 ist die Positionierung der Zugproben mit Hilfe der Computertomographie-Scans (CT) dargestellt. Ein Schnitt durch die Mitte der CT-Daten der Gussstäbe gibt Hinweise auf die Porenverteilung. Die Proben wurden dann in unterschiedlichen Bereichen, mit niedrigem und hohem Porenanteil positioniert.



Abbildung 4.2.2: Probenentnahme der Rundzugproben basierend auf CT-Informationen.

Die Versuche wurden an einer servohydraulischen-Zugprüfmaschine durchgeführt. Die Kurven aus Abbildung 4.2.3 wurden anhand der Kraftmessung mit Kraftsensoren und der optischen Verformungsmessung mittels Grauwertkorrelation ermittelt. Die Ergebnisse der quasistatischen Zugversuche sind im technischen Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Abbildung 4.2.3 dargestellt.



Abbildung 4.2.3: Technisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Rundzugversuche aller aus den Gussstäben entnommenen Proben.

Deutliche Unterschiede sind bei den insgesamt 16 durchgeführten Zugversuchen zu erkennen. Die Fließgrenze R<sub>P0,2</sub> liegen im Bereich von 94-142 MPa, die Festigkeiten zwischen 170 MPa und 201 MPa und die Bruchdehnungen zwischen 2,4 % und 7,1 %. Dabei ist aber auch zu berücksichtigen, dass die Gussstäbe Al15 –Al17 eine variierte chemische Zusammensetzung aufwiesen (Si- und Mg-Gehalt wurde variiert).

Neben den Unterschieden in den Legierungsbestandteilen, den Entnahmepositionen und damit verbundenen Unterschieden im Gefüge durch unterschiedliche Abkühlungsgeschwindigkeiten soll im Folgenden der Einfluss der Porosität aufgezeigt werden.



Abbildung 4.2.4: Zusammenhang zwischen Fließgrenzen und Porosität der Zugproben im Prüfbereich, ermittelt anhand fusionierter Daten im Digitalen Zwilling.

Abbildung 4.2.4 zeigt einen potentiellen Einfluss der Porosität auf die Fließgrenze R<sub>P0,2</sub>. Mit dem Digitalen Zwilling der Gussstäbe, beschrieben in Abschnitt 4.3.3, wurde im Prüfbereich der jeweiligen Zugproben eine einfache Analyse der CT-Daten durchgeführt. Im korrelierten Datensatz wurde jeweils nach der Größe des Gesamtvolumens aller Poren innerhalb des parallelen Prüfbereichs der Proben gefragt. Die Ergebnisse dieser Abfrage wurden zusammen mit den jeweiligen Fließgrenzen in Abbildung 4.2.4 dargestellt.

Die Abfrage aus dem Digitalen Zwilling ergab eine sichtbare Tendenz hin zu niedrigeren Fließgrenzen bei größerem Porenvolumen in den Zugproben (R≈0,3), ohne andere Einflüsse zu berücksichtigen. Abhängigkeiten mit höherer Signifikanz wie die des Gefüges, der Legierung und der Porosität mit den mechanischen Eigenschaften der Gussstäbe sind nur durch eine Vielzahl an Proben und Informationen aus Prozess- und Bewertungsdaten klar zu ermitteln. In diesem Beispiel soll aber das Potential der Datenfusion für die Analyse von Bauteilen aufgezeigt werden.

Neben den dargestellten Fließkurven wurden am fem Zugversuche und Härtemessungen an wärmebehandelten Proben mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung in Bezug auf den Mg- und Si-Gehalt durchgeführt. Auf eine ausführliche Darstellung der Ergebnisse wird an dieser Stelle verzichtet, da die Ergebnisse im Detail im Rahmen exemplarischer Materialdatenraumabfragen in Abschnitt 4.3.2 dargestellt werden.

### 4.2.3 Mechanische Prüfung des Gussteildemonstrators unter Biegebeanspruchung

Die gegossenen Bauteile wurden einer mechanischen Prüfung im abgebildeten Versuchsaufbau (Abbildung 4.2.5) unterzogen. Dabei wurden mehrerer Bauteile unter Druck- und Zugbeanspruchung mit einer konstanten Geschwindigkeit von 0,1 mm s<sup>-1</sup> bis zum Versagen geprüft. An den beiden äußeren Bohrungen wurden die Bauteile fest eingespannt, an der mittleren Bohrung die Last an einer elektromechanischen Prüfmaschine eingeleitet.

Bei der Prüfung wurde die Kraft mit einem Kraftsensor erfasst, die Verschiebung wurde optisch mittels einer Videoaufzeichnung erfasst. Vor den Versuchen wurden die Bauteile mit einem zufälligen Schwarz-Weiß-Muster lackiert, um mittels Grauwertkorrelation (engl. Digital Image Correlation - DIC), neben der Verschiebung, auch die lokalen Dehnungen über dem gesamten optisch zugänglichen Bereich auf einer Seite des Bauteils zu erfassen. Auf der gegenüberliegenden Seite wurde ein weiteres System des Fraunhofer IPM zur hochaufgelösten optischen Dehnungsauswertung verwendet (siehe hierzu Abschnitt 4.2.6).



Abbildung 4.2.5: Einspannungssituation der Zug- und Druckversuche am Demonstratorbauteil in einer elektromechanischen Prüfmaschine

In Abbildung 4.2.6 ist die von von Mises-Dehnungsverteilung nach der Auswertung mit einem DIC-Algorithmus zu sehen. Lokale Maxima sind an den Rändern der Einspannung und an der Bauteilumrandung im oberen Bereich zu erkennen. Im rot eingekreisten Bereich führen, die Dehnungsüberhöhungen unter der Zugbelastung zum Schädigungsbeginn und im weiteren Verlauf des Versuchs auch zum Versagen.



Abbildung 4.2.6: Dehnungsverteilung (v. Mises) während der Zugbelastung am Bauteil bei Schädigungsinitiierung

In Abbildung 4.2.7 sind zwei geprüfte Proben, jeweils unter Zugbelastung (oben) und Druckbelastung (unten) abgebildet. Unterschiedliche Spannungszustände, vor allem in den Randbereichen, führen an unterschiedlichen Stellen zur Schädigungsinitiierung und in Folge dessen zum Versagen



Abbildung 4.2.7: Geprüfte Bauteile unter Zug- (oben) und Druckbelastung (unten)

Die quantitativen Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen der Bauteile sind im Kraft-Weg-Diagramm in Abbildung 4.2.8 dargestellt. Jeweils eine Kurve für zwei Druckversuche an einem wärmebehandelten Bauteil und einem nicht wärmebehandelten Bauteil und einem Zugversuch an einem wärmebehandelten Bauteil repräsentieren das Verformungsverhalten.

Alle Versuchskonfigurationen zeigen die gleiche Anfangssteifigkeit. Das nicht wärmebehandelte Bauteil zeigt bei etwa 5 kN und 0,5 mm Weg eine Abweichung von der linear-elastischen Geraden und somit die erste plastische Verformung. Die Kräfte steigen während dieser plastischen Verformung noch auf 15 kN bevor sie durch die Schädigung bis zum Versagen abfallen. Das wärmebehandelte Bauteil zeigt erst ab etwa10 kN plastische Verformungen und maximale Kräfte von 18 kN. Eine deutliche Festigkeitszunahme und eine erhöhte Energieaufnahme durch den Wärmebehandlungsprozess ist dadurch belegt. Die Zugversuche (grün) zeigen die höchsten Kräfte von 22 kN und die längste lineare Gerade, versagen aber direkt nach der Schädigungsinitiierung katastrophal.



Abbildung 4.2.8: Kraft-Weg-Kurven wärmebehandelter und nicht wärmebehandelter Bauteile unter Zug- und Druckbelastung

### 4.2.4 Metallographische Untersuchung des Gussteildemonstrators

Ziel der metallographischen Untersuchungen des Gussteildemonstrators ARI\_AI56 war es, die Mikrostruktur und Härte mit der aus dem Temperaturfeld der Gießsimulation berechneten Erstarrungsdauer zu korrelieren. Es wurde eine Schnittfläche gewählt (Abbildung, oben) in der die berechnete Erstarrungsdauer zwischen 10 und 24 Sekunden beim Guss variierten (Abbildung 4.2.9 unten links).



Abbildung 4.2.9: Makroaufnahme des Gussbauteildemonstrators Al56 nach dem Versuch und gewählte Schnittfläche markiert mit einer roten Linie (oben). Mit einem Python-Skript aus dem Temperaturfeld der Gießsimulation berechnetete Verteilung der Erstarrungsdauer ∆t zwischen 585 °C und 500 °C im Gussbauteildemonstrator (unten)

Aufgrund der begrenzten Schliffprobengröße musste das entsprechend der roten Schnittlinie in Abbildung 4.2.9 markierte Gussdemonstratorbauteil ARI\_AI56 im Steg in zwei weitere Teilen getrennt werden. Diese wurden entsprechend Abbildung 4.2.10 eingebettet. HV1 Vickershärtemessungen wurden in der Mitte der Schliffflächen der jeweiligen Teile automatisiert an einem Emco M1C 010 D Härteprüfer durchgeführt. Der Abstand zwischen den einzelnen Eindrücken betrug 1 mm. Lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges in der Nähe von jedem Härteeindruck wurden mit einem Zeiss Axio Vario Auflichtlichtmikroskop mit motorisiertem XY-Positioniertisch automatisiert aufgenommen. Die X-Y Positionskoordinaten der Härteeindrücke werden digital erfasst und als ASCII .txt Dateien herausgegeben, wobei die Null-Position die Position des ersten Härteeindrucks der Messreihe ist. Die Gegenüberstellung der Härtemessergebnisse und der berechneten Erstarrungsdauern  $\Delta t$  erfolgte manuell wie in Abbildung 4.2.11 dargestellt Die Positionen beziehen sich auf die in Abbildung 4.2.10 mit einem roten Pfeil markierte Kante des jeweiligen Teils. Eine Gegenüberstellung des Härteverlaufs und der Verteilung der Erstarrungsdauern zeigen eine örtliche Korrelation: die Härte ist höher in Bereichen mit kurzen Erstarrungsdauern und niedriger für Bereich mit langen Erstarrungsdauern. Mit Hilfe einer Korrelation zwischen lokal erwarteter Erstarrungsdauer und lokal gemessener Härte kann in Vorgriff auf die detailliert beschriebene Vorgehensweise in Abschnitt 4.4 der gemessene Härteverlauf gut wiedergegeben werden (siehe Abbildung 4.2.11).



Abbildung 4.2.10: Makroaufnahme der 2 Schliffflächen des getrennten Bauteils und Härtemessungen (Markierungen "Messung 1" und "Messung 2")



Abbildung 4.2.11: Vickershärtemessungen, korrelierte Härtewerte und Erstarrungsdauer ∆t (Markierungen "Messung 1" und "Messung 2")

Die Gussstruktur konnte im polierten Zustand mit ausreichendem Kontrast abgebildet werden. Dank homogener Ausleuchtung der polierten Schliffprobe mit einer LED-Beleuchtung ist der Kontrast der Aufnahmen über die gesamte Schlifffläche gleichmäßig, sodass eine automatisierte Bildanalyse durchgeführt werden konnte. In Bereichen mit einer Härte von ca. 70 HV1 ist das Gussgefüge gröber (Messreihe 1 und Abbildung 4.2.12), in Bereichen mit einer Härte von ca. 76 HV1 ist das Gussgefüge feiner (Messreihe 2 und Abbildung 4.2.13). Die Aufnahmen sind als "Tagged Image File Format" (TIF) mit 8- und 16-Bit-Grauwerten gespeichert. Frei verfügbare Bibliotheken wie die Python Imaging Library "PIL", "scikit-image" oder "OpenCV" enthalten Funktionen, mit denen eine digitale Bildverarbeitung durchgeführt werden kann. Zur Segmentierung und Binarisierung des Gussgefüges wurde der in der Bibliothek "OpenCV" implementierter Algorithmus zur markerbasierten Wasserscheidentransformation angewandt. Zunächst wird das Originalbild nach dem Schwellenwertverfahren von Otsu<sup>1</sup> binarisiert. Pixel, die sicher zum schwarzen Bildhintergrund gehören werden nach zusätzlicher morphologischer Operation "Öffnung" mit einem Marker größer 0 versehen. Dies sind die schwarzen Pixel in Abbildung 4.2.13b. Die Pixel, die sicher zu den Dendriten des Gussgefüges gehören werden nach Dilatation mit einem weiteren Marker versehen. Dies sind die weißen Pixel in Abbildung 4.2.13c. Die Pixel, die nicht sicher zum Bildhintergrund oder zu den Dendriten gehören werden durch Subtraktion von Abbildung 4.2.13b und c ermittelt und mit einem dritten Marker versehen. Bei der Wasserscheidentransformation werden die Bereiche zwischen den verschiedenen Markern geflutet. Das Ergebnis der Segmentierung ist in Abbildung 4.2.13d und Abbildung 4.2.12c für Bereiche mit feinem Gussgefüge dargestellt. Das Ergebnis der Segmentierung ist für feines und grobes Gussgefüge als Overlay zum Originalbild in Abbildung 4.2.12b bzw. Abbildung 4.2.13e dargestellt.



a) Originalbild

b) Segmentierung als Overlay

Abbildung 4.2.12: gröberes Gussgefüge im Bereichen mit einer Härte von ca. 70 HV1 (siehe Abbildung ) : a) lichtmik-

Nobuyuki Otsu: A threshold selection method from grey level histograms. In: IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics. New York, 9.1979, S. 62-66. ISSN 1083-4419

roskopische Aufnahmen, b) segmentierte Dendriten des Gussgefüges c) binarisiertes Bild

b) Binarisierung und Öffnen



a) Originalbild



Anwendung des Wasserscheiden Algorithmus



c) Binarisierung und Dilatation



e) Ergebnis der Segmentierung als Overlay

### Abbildung 4.2.13: feineres Gussgefüge im Bereichen mit einer Härte von ca. 76 HV1 (siehe Abbildung ): a) lichtmikroskopische Aufnahmen, b) segmentierte Dendriten des Gussgefüges c) binarisiertes Bild

### 4.2.5 Umgang mit heterogenen Rohdaten im Rahmen von In-Situ/Inline Messtechnik

Das Fraunhofer IPM verfügt über diverse in situ oder inline-fähige Messtechnik, die im Rahmen von zerstörender Werkstoffprüfung (z.B. optische Hochgeschwindigkeitsdehnungsmessung) oder für zerstörungsarme lokale chemische Analysen von z.B. Gussteilen eingesetzt werden kann. Mit der Aufnahme von komplexen Daten in Hochgeschwindigkeit sind besondere Herausforderungen in Bezug auf die Datenhaltung und –analyse verbunden. Bei den aus diesen Verfahren resultieren Messdaten handelt es sich um verschiedene Datentypen mit unterschiedlicher Komplexität:

- Besonders gut in Graphen abbilden lassen sich **tabellarische Daten** wie z.B. Signalverläufe (Temperatur, Kraft, Weg, Spannung, Dehnung, Spektren o.ä.). In den Werkstoffwissenschaften gibt es sehr viele standardisierte Daten wie z.B. Spannungs-Dehnungs-Diagramme, die sogar unabhängig vom Messsystem zur Werkstoffcharakterisierung verwendet werden können.
- Daneben gibt es **bildhaft angeordnete Daten** wie Kamerabilder, Bildstapel aus der Computertomographie oder eben auch Dehnungs- und Verschiebungsfelder. Letztere können als Vektorfelder aufgefasst werden, deren einzelne Komponenten in einem regelmäßigen räumlichen Muster angeordnet sind.
- Die höchste Komplexität weisen die **heterogenen Rohdaten** der laserinduzierten Plasmaspektroskopie auf, bei der an jeder Messposition die Spektren des Laserplasmas mit denen von Referenzelementen verglichen werden müssen. Es sind somit – unter Umständen sogar tiefenaufgelöste – Bilddaten, bei denen an jedem Bildpunkt mehrere Spektren hinterlegt sind.

Die Messwerte sollen nach Möglichkeit in physikalischen Einheiten und in einem standardisierten Datenformat gespeichert werden, damit sie sowohl in frei verfügbaren Programmen als auch automatisch – etwa in einem Python-Skript – gelesen und verarbeitet werden können. Für eine benutzerfreundliche Zuordnung zum CAD-Bild müssen alle Datenformate mit Metadaten verbunden werden, die neben beschreibenden Angaben (Probenname, Prüfer, Messsystem) insbesondere die Transformationsparameter vom Messsystem zum Prüfling sowie vom Prüfling zum Gussteil enthalten. Bei den tabellarischen Daten bietet sich ASCII-Daten im TSV-Format ("Tabulator Separated Values") an, die von sehr vielen Programmen wie z.B. Excel verarbeitet werden können.

### 4.2.6 Optische Dehnungsmessung

Ein Beispiel für standardisierte tabellarische Daten ist die Kraft-Weg-Kurve, die mit verschiedenen Kraft-Dehnungssensoren gemessen werden kann. Sie ist für die Werkstoffforschung standardisiert und kann mit einer Vielzahl von Messsystemen erfasst werden. Bei der schnellen optischen Dehnungsmessung macht sie, wie in Abbildung IPM1 vereinfacht dargestellt, nur einen kleinen Teil der Daten aus (vgl. Abbildung 4.2.14). Sie erlaubt es, Bauteile untereinander zu vergleichen, ermöglicht aber nur in sehr geringem Umfang eine Ursachenanalyse. Der größte Zusatznutzen der schnellen, GPU-basieren Dehnungsmessung im Sinne von Industrie 4.0 liegt in der Erfassung zusätzlicher über die standardisierte Messkurve hinausgehende Daten, wie etwa der lokalen Dehnung zur Risserkennung. Hieraus kann eine reale Risskontur am Bauteil abgeleitet werden, die mittels FEM analysiert werden kann. Aus dieser Kombination von Messdaten mit der FEM-Analyse lassen sich dann zuverlässige Daten für die Lebensdauerbewertung gewinnen. Wesentlicher Bestandteil dieses Arbeitspaketes war es daher, Verfahren zu entwickeln, wie solche komplexen Rohdaten maschinenlesbar abgebildet werden können, dass zukünftig solche modellhaften Zusammenhänge zwischen lokalen Gefügegrößen, Dehnungen, der lokalen Rissbildung und den mechanischen Eigenschaften (sog. Struktur-Eigenschaftsbeziehungen nachvollzogen werden können. Dies wird nachfolgend am Beispiel der schnellen optischen Dehnungsmessung sowie der laserinduzierten Plasmaspektroskopie gezeigt.



# Abbildung 4.2.14: Moderne Messverfahren wie die Dehnungsmessung liefern zusätzlich zu standardisierten Messkurven (hier: Kraft-Weg-Kurve) eine Vielzahl an Rohdaten zur individuellen Bauteilanalyse, die nutzbar gemacht werden sollen.

Abbildung 4.2.15 zeigt auf der linken Seite den Demonstrator zur schnellen optischen Dehnungsmessung am Bauteil. Durch die Verwendung eines schnellen, hochauflösenden CoaXPress-2.0-Kamerasystems, das – wie in Abbildung IPM 4.2.14 gezeigt - einen Datenstrom von 2 GB/s kontinuierlich aufnehmen und auf Grafikkarten (GPU) verarbeiten kann, gelang es, die Messrate gegenüber kommerziell erhältlichen Systemen von 160 Hz auf 74 kHz zu steigern. Für die Bildkorrelation kann die Mikrostruktur metallischer Oberflächen genutzt werden, sodass zur Prozesskontrolle keine zusätzlichen Markierungen auf den Materialoberflächen mehr notwendig sind. Beide Eigenschaften zusammen ermöglichen eine Messung der lokalen Verschiebungen bzw. Dehnungen sowie prinzipiell eine Rissverfolgung in Echtzeit. Die Echtzeitauswertung ermöglicht die Reduktion des Bilddatenstroms auf relevante Daten, die dann für den Digitalen Zwilling aufbereitet und abgelegt werden müssen.



### Abbildung 4.2.15: Links: Dehnungsmesssystem am Prüfaufbau für die Kraft-Weg-Kurve. Rechts: Die Dehnungsmesswerte an einer kritischen Stelle mit hinterlegtem Kamerabild der Bauteiloberfläche.

Abbildung 4.2.15 zeigt rechts eine solche Risskontur im lokalen Dehnungsfeld, die dem Kamerabild der Oberfläche überlagert wurde. Diese sogenannten Dehnungsfelder können in der FEM-Analyse simuliert werden, indem die Risskontur zusammen mit anderen Daten (Belastung, Porendichte, Härtegrad und chemischer Zusammensetzung) kombiniert und anschließend anhand der im Dehnungsfeld gemessenen und in der FEM berechneten Verschiebung verglichen werden. Physikalisch ist das Messergebnis ein Vektorfeld, das zur Gewinnung werkstoffmechanischer Größen wie dem lokalen Dehnungstensor, der mit dem FEM-Ergebnis verglichen werden kann, mit Methoden der Feldtheorie verrechnet werden muss<sup>1</sup>. Bei den einzelnen Größen handelt es sich um regelmäßig angeordnete, zweidimensionale Werte, also um bildhafte Daten. Um diese in ihren physikalischen Einheiten zu erhalten, ist es sinnvoll, sie als Fließkommazahlen (32 Bit Floating-Point) abzulegen. Hierzu bietet sich das bereits 1992 von Adobe als offener Standard spezifizierte "Tagged Image File Format" (TIFF oder TIF) an<sup>2</sup>. Dieses Datenformat erlaubt neben 8und 16-Bit-Grauwerten auch 32-Bit Floating-Point-Werte, die in mehreren Ebenen ("Layer") abgelegt werden können. Es handelt sich hierbei um ein Binärformat, was die Daten sehr kompakt macht. Es existieren freie Bibliotheken, um TIFF-Dateien in verschiedenen Programmiersprachen lesen und schreiben zu können, wie z.B. die Bibliothek "Libtiff" in C++<sup>3</sup> oder die Python Imaging Library PIL. Viele Standardinformationen wie die laterale Auflösung werden in standardisierten "Tags" abgelegt. Darüber hinaus gibt es einen in der Größe variierbaren Bereich mit dem Tag "ImageDescription", in den Metadaten im ASCII-Format eingeschrieben werden können.

Für einen kompakten und programmiersprachenunabhängigen Austausch von Metadaten wurde das **"JavaScript Object Notation" (JSON)**-Format entwickelt. Es basiert auf einer Untermenge der JavaScript Programmiersprache nach dem Standard ECMA-262. Bei JSON handelt es sich um ein ASCII-Format, das komplett unabhängig von Programmiersprachen ist, aber vielen Konventionen folgt, die Programmieren aus der Familie der C-basierten Sprachen (inklusive C, C++, C#, Java, JavaScript, Perl, Python und vielen anderen) bekannt sind. JSON baut auf zwei Strukturen auf:

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Conrad et.al. (2020): GPU-based digital image correlation system for uniaxial and biaxial crack growth investigations. Accepted for 1st Virtual European Conference on Fracture - VECF1.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Adobe Systems Incorporated, 1585 Charleston Road, P.O. Box 7900, Mountain View, CA 94039-7900: TIFF Revision 6.0 (1992). https://www.adobe.io/open/standards/TIFF.html

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> <u>http://www.libtiff.org/</u>

- Name/Wert Paare. In verschiedenen Sprachen wird dies realisiert als ein Objekt ("object"), Satz ("record"), Struktur ("struct"), Wörterbuch bzw. Verzeichnis ("dictionary"), Hash-Tabelle ("hash table"), Schlüssel-Liste ("keyed list") oder als ein assoziatives Array ("associative array").
- Eine geordnete Liste von Werten. In den meisten Sprachen wird das als Array, Vektor, Liste oder Sequenz realisiert.

Hierbei handelt es sich um universelle Datenstrukturen, die von so gut wie allen modernen Programmiersprachen unterstützt werden. Diese können hierarchisch in ungeordneten Mengen ("Objekten") zusammengefasst werden<sup>1</sup>. Darüber hinaus können sogenannte JSON-Schemata mit standardisierten Objekten und Eigenschaften definiert und im Internet für einen automatisierten Abruf abgelegt werden<sup>2</sup>. Solche JSON-Schemata ermöglichen eine automatisierte Behandlung der Metadaten im industriellen Umfeld.

Diese Kombination aus Multilayer-TIFF-Format mit Metadaten im JSON-Format wurde im Rahmen dieses Projektes für die schnelle optische Dehnungsmessung demonstriert. Die Dateien werden im C++-Programm in Echtzeit erzeugt und mit einem Python-Beispielprogramm ("Strain\_field.py"), das zusammen mit Beispieldaten des Bauteils auf dem gemeinsamen Projektverzeichnis abgelegt ist, gelesen. Alternativ können die Daten, wie in Abbildung 4.2.16 gezeigt, mit dem frei verfügbaren wissenschaftlichen Bildbearbeitungsprogramm ImageJ<sup>3</sup> gelesen und ausgewertet werden. Abbildung a) zeigt die Rohdaten, die in zehn Ebenen abgelegt wurden. Diese werden in den Metadaten, die mit der Funktion "show Info" abgerufen werden können (Abbildung b) menschenlesbar beschrieben. Die beiden ersten Ebenen enthalten die X- und Y-Komponenten des Verschiebungsfeldes ("displacement"), welche die eigentliche Messgröße darstellt. Zum Vergleich mit der FEM-Analyse benötigt man die vier Ableitungen des Verschiebungsfeldes (jede Komponente in jede der beiden Richtungen), aus denen sich der Dehnungstensor berechnet. Hinzu kommen weitere Felder wie die Rotation des Verschiebungsfeldes zur Markierung der Rissspitze oder der Korrelationskoeffizient zur Bewertung der Qualität des Messergebnisses. Im Hintergrund (Abbildung c) ist das Python-Skript zur automatisierten Datenverarbeitung – etwa zur Projektion der Daten auf das CAD-Modell – dargestellt. Das Ergebnis ist eine kompakte und für den Nutzer transparente Darstellung, die auch automatisiert verarbeitet werden kann.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> <u>https://www.json.org/json-en.html</u>

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> <u>http://json-schema.org/</u>

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> <u>https://imagej.nih.gov/ij/index.html</u>



Abbildung 4.2.16: a) Visualisierung bildhafter Rohdaten als 32-Bit Multilayer-Tiff-Datei in ImageJ. b) Automatisiert und menschenlesbare Ablage von Metadaten im JSON-Format. C) Automatisierte Bearbeitung mittels Python-Skript.

### 4.2.7 Laserinduzierte Plasmaspektroskopie

Eine mögliche Ursache für lokal unterschiedliche Materialeigenschaften sind Variationen in der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffs. Auch diese kann lokal und in der Linie mittels laserinduzierter Plasmaspektroskopie (engl. "Laser Induced Breakdown Spectroscopy", LIBS) gemessen werden. Bei diesem Verfahren wird mit einem Kurzpulslaser ein mikroskopisch kleines Volumen im Fokus des Laserstrahls abgetragen und in ein Plasma überführt. Aus der spektralen Analyse dieses Plasmas kann die Elementverteilung ermittelt werden. Beispielsweise zeigen die Abbildung 4.2.17 und Abbildung 4.2.18 Messungen an einem Probestab, der dem Gusskörper entnommen wurde, sowie an einer Bruchstelle im Bauteil. Tendenziell sind im Bereich des Kerns, wo auch vermehrt Poren auftreten, ein höherer Magnesiumanteil zu erkennen. An den Poren selbst fällt er jedoch wieder ab.



Abbildung 4.2.17: Links: Probeelemente aus dem Giessrohling. Rechts: Räumliche Verteilung der chemischen Zusammensetzung am Beispiel von Magnesium.



Abbildung 4.2.18: Schadensanalyse an einem Schliffbild einer Bruchstelle.

Am Fraunhofer IPM wurde dieses Verfahren so weiterentwickelt, dass tiefenaufgelöste Profile der Elementverteilung im Material mit bisher nicht gekannter Geschwindigkeit und Tiefenauflösung von 100 nm bis 100 µm gemessen werden können. Mit Hilfe dieses Verfahrens können innerhalb weniger Sekunden beispielsweise Entmischungen von Legierungsbestandteilen geprüft werden, wie sie z. B. beim Abkühlen von Aluminiumlegierungen auftreten.

Das Endergebnis dieses Verfahrens ist also die räumliche Verteilung der Konzentration einzelner Elemente aus dem untersuchten Werkstoff. Diese können in tabellarischer Form dargestellt und somit direkt in den Graphen integriert werden, indem die Werte der Spalten inklusive ihrer physikalischen Einheiten beschrieben werden (Abbildung 4.2.19). Die einzelnen Spalten enthalten dann die Position der Messung sowie die Konzentration der einzelnen Elemente.



Abbildung 4.2.19: Abbildung tabellarischer Daten im Graph am Beispiel der LIBS-Ergebnisse.

Die Konzentration eines Elementes an einem Messpunkt ergibt sich aus dem Spektrum der Messung am Plasma, bei dem die Intensität charakteristischer Peaks mit denen von Kalibrierproben aus den reinen Elementen verglichen wird (Abbildung 4.2.20). Allerdings können sich die Peaks mehrerer Elemente überlagern oder ihre Form kann sich mit dem Gefüge verändern. Daher macht es auch bei diesem Verfahren Sinn, die Rohdaten zu hinterlegen. Allerdings

handelt es sich hier um sehr heterogene Daten (bildhafte Daten mit hinterlegten Spektren). Zur Ablage und Verwaltung solch heterogener Daten eignet sich das "Hierarchical Data Format" (HDF)<sup>1</sup>. Es wurde ursprünglich vom "National Center for Supercomputing Applications" (NCSA) entwickelt, das auch die Software-Bibliotheken zur Benutzung des HDF zur Verfügung stellt. Um die Weiterentwicklung zu professionalisieren, wurde im Jahr 2006 die HDF Group als gemeinnütziges Unternehmen gegründet. Die HDF Group stellt Bibliotheken und Anwendungen für den Einsatz von HDF5 und HDF4 zur Verfügung und bietet gegen Bezahlung Benutzersupport an. Um auf einem Supercomputer erzeugte Daten auch offline weiter bearbeiten zu können, gibt es Portierungen auf alle gängigen Betriebssysteme. Es handelt sich um ein sehr universelles Datenformat, das auch von ImageJ unterstützt wird. Allerdings ist es für den Benutzer aufgrund seiner weniger transparent als z.B. das TIFF-Format. Trotzdem kann es in Python mittels der Bibliothek h5py mit wenigen Programmzeilen gelesen und dargestellt werden (Programm "LIBS\_ReadRawdata\_Python.py" auf dem Projektordner):



# Abbildung 4.2.20: In den LIBS-Rohdaten werden jedem räumlichen Messpunkt das Spektrum des Plasmas (schwarz) sowie die Kalibrierspektren der gesuchten Elemente Aluminium (grün), Silizium (blau) und Magnesium (rot) hinterlegt.

Während tabellarische Daten – wie in Abbildung IPM 5 gezeigt – direkt im Graphen über die Beschreibung der Spalten eingebunden werden können, benötigt man für die komplexeren Rohdaten im TIFF- oder HD5-Format zusätzliche Python-Skripte, auf die im Zusammenhang mit der Rohdatendatei verwiesen wird (Abbildung 4.2.21). Somit ergibt sich ein durchgängiges Schema zur Abbildung von Messdaten an einem realen Bauteil im Digitalen Zwilling, dass sowohl zur Abbildung regulärer Daten, wie an Prüfstäben in Abbildung IPM 4 gezeigt, als auch zur Schadensanalyse im Versagensfall, wo der Ort nicht vorhersehbar ist (Riss in Abbildung 4.2.15 Schliff in Abbildung 4.2.18). Die verwendeten Datenformate beruhen auf den offenen und programmiersprachen-unabhängigen Standards TIFF, HD5 und JSON, so dass sie mit frei verfügbaren Bibliotheken in Echtzeit während der Prozesskontrolle

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> <u>https://www.hdfgroup.org/</u>

erzeugt und mit einfachen Python-Skripten automatisiert bearbeitbar sind. Es bietet somit eine gute Grundlage, um komplexe Messdaten im Digitalen Zwilling zu repräsentieren und quantitativ zu analysieren. Auch eine visuelle Darstellung im ebenfalls frei verfügbaren wissenschaftlichen Bildbearbeitungsprogramm ImageJ ist möglich. Es handelt sich somit um ein Konzept, welches auch kleine und mittlere Unternehmen (KMU) kostengünstig umsetzen und ihren Kunden zur Verfügung stellen können.



Abbildung 4.2.21: Rohdaten werden zusammen mit einem Python-Skript im Prozessgraphen abgelegt.

### 4.3 Digitale Repräsentation (IWM, AP3.3)

In diesem Abschnitt erfolgt die digitale Repräsentation der Prozesse und Werkstoffdaten des Use Case Metalle. In Abschnitt 4.3.1 werden die ausgearbeiteten Prozessgraphen exemplarisch am Beispiel des Kokillengussprozesses erklärt. In Abschnitt 4.3.2 wird mit Hilfe des digitalen Workflows aus Kapitel 3 der Materialdatenraum mit Prozess- und Werkstoffdaten aus den Abschnitten 4.1 und 4.2 befüllt und exemplarische Abfragen durchgeführt, die zeigen, dass sich Expertenwissen zu Prozessen und Werkstoffen aus dem zugrunde liegenden Wissensgraphen maschinell extrahieren lässt. Mit dem Ziel einen Digitalen Zwilling des Demonstratorgussteils zu erzeugen, werden in Abschnitt 4.3.3 örtlich verteilte Prozess- und Materialkennwerte fusioniert.

### 4.3.1 Prozessmodellierung

Am Beispiel des Kokillengussprozesses wird die Anwendung der Materialontologie zur digitalen Abbildung von Prozessen in Form von Prozessgraphen demonstriert. Eine Zusammenfassung der auf diese Weise abgebildeten Prozesse des Use Case Metalle erfolgt am Ende des Abschnitts.

In Abbildung 4.3.1 ist ein Ausschnitt des Prozessgraphen zum Kokillengussprozess zu sehen, in dem die Zuweisung der Objekt-ID und chemischen Zusammensetzung zum Gussteil nach dem Kokillengussprozess erfolgt. Das dargestellte Konstrukt zur ID-Zuweisung wurde in allen Prozessen einheitlich gestaltet. Bei der Zuweisung der chemischen Zusammensetzung wird klargestellt, dass es sich hierbei um eine chemische Zusammensetzung handelt, die das gesamte Materialvolumen repräsentieren soll. Um bei der Erstellung des Prozessgraphen möglichst generisch zu sein, wird bei der Zuweisung der Massenanteile der chemischen Zusammensetzung ein spezielles Modellierungskonstrukt verwendet. Die an den Knoten der chemischen Zusammensetzung angebundene *hasPart* Beziehung wird um den Suffix *{1...n}* ergänzt. Damit soll ausgedrückt werden, dass die nachfolgenden Knoten mindestens einmal vorkommen können. Dieses Konstrukt wird wie bereits in Abschnitt 3.1.3 vorgestellt bei der Konvertierung in eine Excel-Vorlage zur Metadatenerfassung automatisiert übersetzt, sodass ein Benutzer beliebig viele chemische Elemente und deren Massenanteile in der Excel-Vorlage angeben kann. Vom Knoten *WeightFraction* aus wird auf das Elementsymbol (z.B. Mg, Si...), das Einheitssymbol (hier %) und den Wert des Massenanteils verwiesen. Zusätzlich kann das Symbol des Basiselements (hier Al) angegeben werden.



Abbildung 4.3.1: Beschreibung der Zuweisung einer ID und chemischen Zusammensetzung zu einem Gussteil

In Abbildung 4.3.2 ist dargestellt, wie der Sammelknoten *ProcessParameterSet* aus der in Abschnitt 3.1.3 vorgestellten Kernstruktur zur Erstellung von Prozessgraphen eingesetzt wird. An dem Sammelknoten werden alle Regelgrößen zum Prozess über die *hasPart* Beziehung angebunden. Exemplarisch sind hierbei der Sollwert der Kokillen- und Schmelztiegeltemperatur und der Gießdruck aufgeführt (nicht alle Prozessparameter sind dargestellt). Bei allen drei Prozessparametern handelt es sich um physikalische Größen denen ein Wert und ein Einheitssymbol zugewiesen wird. Bei der Wertzuweisung wird auf die Kategorien der *data properties* zurückgegriffen. An dieser Stelle kann ausgedrückt werden, ob es sich bei dem später vom Benutzer anzugebenden Literal (Wert) beispielsweise um einen Wert vom Typ *double*, *integer* oder *string* handelt.



Abbildung 4.3.2: Beschreibung der Prozessparameter und Umgang mit physikalischen Größen und Einheitssymbolen

In der nachfolgenden Abbildung 4.3.4 wird exemplarisch dargestellt, wie auf einer Prozess- bzw. Wissensgraphebene mit Rohdaten umgegangen werden kann, um diese maschinell zugänglich zu machen. Am Sammelknoten *ProcessDataSet* ist eine Txt-Datei angebunden, in der in diesem Fall der Zeitverlauf der gemessenen Temperaturen in der Kokille und Schmelze gespeichert ist. Mit Hilfe des Prozessgraphen wird der strukturelle Aufbau, der Inhalt der Datei und Spalten sowie der Ablageort beschrieben. Zum strukturellen Aufbau gehören die Anzahl der Zeilen im Dateiheader, das Dezimaltrennzeichen, das Trennzeichen zwischen Spalteneinträgen und die Spalten mit Angabe zur Spaltennum-

mer. Zur Beschreibung des Spalteninhalts wird über die Beziehung *containsValuesOfType* auf die entsprechende Größe (z.B. *TemperatureMeasureByThermocouple*) verwiesen.



Abbildung 4.3.4: Beschreibung der Prozess(roh)daten

Der komplette Prozessgraph zum Kokillengussprozess ist in Abbildung 4.3.5 dargestellt. Die im Rahmen des Projekts erzeugten Prozessgraphen inklusive einer Beschreibung der wesentlichen im Prozessaufbau beteiligten Maschinen, Anlagen, Sensoren, Messmittel, der Subprozesse, Softwarekomponenten und ggf. Infrastrukturkomponenten umfassen in der Regel > 100 Knoten. Ein wesentlicher Anteil der Knoten wird für die Beschreibung der Rohdaten benötigt.



Abbildung 4.3.5: Kompletter Prozessgraph zum Kokillengussprozess

Abschließend werden alle digital abgebildeten Prozesse des Use Case Metalle zusammengefasst:

- Kokillengussprozess
- 3D-Computertomographie
- Drahterodieren
- Drehen
- Allgemeine Trennverfahren

- Lösungsglühung
- Warmauslagerung
- Zugversuch inklusive Kennwertermittlung
- Brinellhärtemessung
- Metallographische Probenpräparation (Einbetten, Schleifen, Polieren, Ätzen)
- Licht- und Rasterelektronenmikroskopie
- optische Dehnungsmessung
- lokale chemische Analyse (LIBS)
- Gießsimulation

Ein Großteil der aufgeführten Prozesse wurde dazu verwendet, um die in den Abschnitten 4.1 und 4.2 erzeugten Daten zu erfassen und mit Hilfe des digitalen Workflows aus Kapitel 3 in einen Wissensgraphen zu überführen, mit dem die Prozesskette aus Gießprozess, Computertomographie, Trennprozessen, Wärmebehandlungsschritten und abschließender mechanischer Charakterisierung von Proben aus Gussstäben abgebildet wird. Der auf diese Weise erzeugte Materialdatenraum wird im nachfolgenden Abschnitt herangezogen, um exemplarische Abfragen durchzuführen.

### 4.3.2 Anwendung des Materialdatenraums zur Wissensextraktion

In Abbildung 4.3.6 ist eine Visualisierung des entstandenen Wissensgraphen dargestellt. Der Wissensgraph umfasst insgesamt Daten zu > 278 Prozessschritten, 180 Zwischenprodukten wie Gussteile, Stäbe, Ronden für Wärmebehandlungszwecke und 85 Proben. Dies entspricht einem Datensatz, wie er typischerweise in einem mittelgroßen Charakterisierungsprojekt an Forschungsinstituten erzeugt wird. Der Wissensgraph besteht aus 44.091 Tripples und wird mit Graphdatenbank *GraphDB* verwaltet. Im Folgenden wird demonstriert, dass mit Hilfe der zugrunde liegenden semantischen Datenstruktur Expertenwissen extrahiert werden kann. Zur Ausführung von Abfragen wird auf die Abfragesprache SPARQL zurückgegriffen, für die eine Schnittstelle in der *GraphDB* (und fast allen Graphdatenbanken) existiert. Die mittels SPARQL extrahierten Daten können tabellarisch exportiert werden und wurden für Visualisierungszwecke mit Python weiterverarbeitet.



Abbildung 4.3.6: Wissensgraph des Use Case Metalle

Abbildung 4.3.7 zeigt das Resultat einer ersten Abfrage der Prozesskette einer speziellen Probe. Um die Prozesskette übersichtlich zu gestalten, wurden mit SPARQL nur die Objekte, Datensätze, chemische Zusammensetzung des Gussteils und die Prozessparameter aller Prozesse dargestellt. Dies verdeutlicht, dass die Komplexität eines Wissens-

graphen mit der entwickelten semantischen Struktur (Materialontologie) und den verwendeten Sammelknoten mit wenig Aufwand drastisch reduziert werden kann und der digitale Workflow zu korrekten Verknüpfungen führt.



Abbildung 4.3.7: Abfrage der Prozesskette einer Probe mit absichtlich reduzierter Komplexität

In einer zweiten Abfrage sollten die gemessenen Härteverläufe an wärmebehandelten Proben als Funktion der Warmauslagerungsdauer und der chemischen Zusammensetzung dargestellt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.3.8 zu sehen. Im Gegensatz zur ersten Abfrage werden hierbei nicht nur Ergebnisse einer einzelnen Prozesskette, sondern aller Prozessketten benötigt, an deren Ende eine Härtemessung mit vorangegangener Wärmebehandlung stattgefunden hat. Jede Härtemessung besteht dabei aus drei Einzelmessungen und einem gebildeten Mittelwert. Die Mittelwerte sind in Abbildung 4.3.8 als Punkte und die minimalen und maximalen Werte der Einzelmessungen als Fehlerbalken dargestellt. Um aus einzelnen Härtemessergebnissen eine Kurve zu erzeugen, müssen die zugehörigen Gussteil-IDs abgefragt werden. Stammen die Proben aus demselben Gussteil, dann ist auch gewährleistet, dass die chemische Zusammensetzung der Proben identisch ist. Die Details der chemischen Zusammensetzung sind jeder Kurve in der Legende zugeordnet worden. Den Kurven liegen Gussteile mit gezielt variierten Anteilen an Silizium und Magnesium zugrunde. Es zeigt sich, dass der Magnesiumgehalt einen wesentlichen Einfluss auf die Härte besitzt. Sofern der Magenesiumgehalt im oberen Bereich der Spezifikation liegt, d.h. > 0.3% in Bezug auf den Massenanteil, so ergeben sich signifikant höhere Brinellhärten. Zusätzlich in der Legende angegeben sind die Parameter der Lösungsglühung. Eine Kurve wurde bei 520 °C lösungsgeglüht und alle anderen Kurven bei 510 °C für eine Lösungsglühdauer von 30 min.



Auslagerungsdauer bei 210 °C in min

Abbildung 4.3.8: Abfrage des Härteverlaufs in Abhängigkeit der Wärmebehandlungsparameter und der chemischen Zusammensetzung

Mit der dritten Abfrage wird demonstriert, dass neben reinen skalaren Kennwerten (wie z.B. Härte, Wärmebehandldungsdauer und –temperatur, chemische Zusammensetzung) auch auf die Rohdaten zugegriffen werden kann. Abbildung 4.3.9 zeigt die Fließkurven der analog zu den Härtemessungen durchgeführten Zugversuche. Es wurden Zugversuche mit und ohne vorangegangener Wärmebehandlung an Proben aus Gussteilen mit variierter chemischer Zusammensetzung durchgeführt. Bei den Proben mit Wärmebehandlung wurde eine T6-Wärmebehandlung durchgeführt. Die Farbskala in Abbildung 4.3.9 repräsentiert den Magnesiumgehalt der Gussteile. Im Gusszustand weisen alle Proben eine deutlich geringere Festigkeit auf als nach einer T6-Wärmebehandlung. Im Gusszustand ist eine leichte Abhängigkeit vom Magnesiumgehalt zu erkennen, die sich darin äußert, dass die Kurven mit niedrigem Mg-Gehalt (0.18-0.19%) im unteren Streuband zu finden sind. Nach einer T6-Wärmebehandlung ist der Festigkeitsunterschied zwischen Proben mit niedrigem und hohem Mg-Gehalt deutlich signifikanter. Die Festigkeit nach einer T6-Wärmebehandlung ist für hohe Mg-Gehalte ungefähr um 25% höher als für niedrige Mg-Gehalte. Höhere Festigkeiten gehen jedoch mit einem Verlust der Duktilität einher. Zu jeder einzelnen Kurve sind in der Legende die Proben-IDs und die Parameter der Warmauslagerung angegeben.



Abbildung 4.3.9: Abfrage der Fließkurven in Abhängigkeit der Wärmebehandlungsparameter und der chemischen Zusammensetzung

Der Materialdatenraum ermöglicht eindrucksvoll die maschinelle Zugänglichkeit beliebiger Prozess- und Werkstoffkennwerte und ist somit die ideale Grundlage für weiterführende, datenbasierte Ansätze, die auf einer sehr großen Datenbasis angewendet werden können. Es hat sich gezeigt, dass die Verkettung von Prozess- und Werkstoffdaten gemäß ihrer chronologischen Reihenfolge ein vielversprechender Weg zu sein scheint, um Werkstoff- und Prozesswissen digital vorzuhalten. Hierbei spielt die Entfernung (Graphdistanz) von Informationen entlang der Prozesskette keine Rolle, sodass die Durchgängigkeit von Informationen entlang der Prozesskette in jedem Detail gewährleistet bleibt.

### 4.3.3 Fusion von ortsaufgelösten Prozess- und Materialkennwerten

In diesem Abschnitt wird ein grundlegendes Werkzeug zur Fusion von ortsaufgelösten Prozess- und Materialkennwerten geschaffen. Mittels ortsaufgelöster, fusionierter Daten können heterogen verteilte Materialkennwerte in den Digitalen Zwilling eines Bauteils integriert werden.

### Fusion von ortaufgelösten Prozess- und Werkstoffdaten auf dem Weg zum Digitalen Zwilling

Der Digitale Zwilling wird für die Speicherung, Fusion, Darstellung und Anbindung durchgängiger, ortsabhängiger Materialzustandsinformationen an Bewertungsketten benötigt. Im Digitalen Zwilling des betrachteten Aluminiumgussteils wurden verschiedene Daten fusioniert: Beispielsweise ortausaufgelöste Prozesskennwerte (wie lokale Erstarrungsdauer aus der Gießsimulation), Porenverteilungen (aus der Computertomographie), mechanische Eigenschaften (wie lokale Brinell-Härte, DIC und IR-Messungen) oder aus Schliffbildern rekonstruierte Mikrostrukturen (siehe Abbildung 4.3.10). Da die Mikrostruktur von Werkstoffen in aller Regel heterogen verteilt ist (obwohl in den meisten Fällen mit einer homogenen Verteilung von Eigenschaften gerechnet wird), ist eine ortsgenaue Zuordnung der Daten entscheidend. Beispielweise wurde ein Zusammenhang zwischen lokalen Erstarrungsdauern, daraus entstehenden Gefüge- und Defektmerkmalen und lokalen Festigkeitseigenschaften ermittelt.



Abbildung 4.3.10: Datenfusion aus Simlations- und Messdaten entlang der Prozesskette

### Räumliche Datenfusion am Beispiel eines Gussteils

Auf der Basis von Python OCC wurde ein Tool für die geometrische Fusion von ortsaufgelösten Bauteilgeometriedaten, Prozesskennwerten und Materialzustandsinformationen entwickelt. Dieses Tool zur Erstellung eines Digitalen Zwillings verheiratet räumliche Daten aus der Prozessensorik und -simulation sowie Mess- und Simulationsdaten aus zerstörungsfreier und zerstörender Werkstoffanalyse.

Über die Visualisierung der Bauteilgeometrie und einzelner Proben sowie ausgewählter skalenübergreifender Datensätze im grafischen User-Interface (GUI), kann die räumliche Lage der Daten überprüft werden (Abbildung 4.3.11). Jeder Datensatz, ob geometrische Information oder Informationen aus Prozessüberwachung und Bauteilbewertung wird durch einen Metadatensatz in Form von JSON-Dateien ergänzt. In JSON werden die notwendigen Transformationsparameter, neben Infos zur Art und hierarchischen Einordnung der Daten, sowie weiteren Informationen der Historie abgelegt. So können über Drop-Down-Menüs in der dargestellten GUI (Abbildung 4.3.11) die einzelnen Datensätze ausgewählt und dargestellt werden. Konkret können zu einem Gussteil alle entnommenen Proben zugeordnet werden. Sofern zu einer Probe oder dem Gussteil ortsaufgelöste Informationen vorliegen, lassen sich diese ebenfalls visualisieren

Die Transformationsparameter geben die räumliche Position der Daten vor. Bezogen auf ein festgelegtes kartesisches Ursprungs-Koordinatensystem werden translatorische und rotatorische Parameter oder z.B. auch eine versuchsbedingte Spiegelung der Daten definiert. Damit ist eine genaue räumliche Zuordnung aller Daten in einem Bauteil oder einer Probe gewährleistet. Nur so ist eine Korrelation einzelner Datensätze sinnvoll, da bekanntermaßen die lokalen Strukturmerkmale und Defekte die Eigenschaften von Werkstoffen und Bauteilen prägen.
Technischer Bericht zum Use-Case Metalle



#### Abbildung 4.3.11: Aktuelles Graphical User Interface (GUI) des Digitalen Zwillings auf Basis von Python OCC.

Für die Fusion der Daten auf gemeinsame Koordinatenpunkte werden lokal steuerbare Finite Elemente-Netze (FE) verwendet, auf die alle vorhandenen Daten über eine Triangulation räumlich interpoliert werden. Ein integriertes Meshing-Tool ermöglicht die Vernetzung einzelner Geometrieobjekte, wie der rechts dargestellten Zugprobe in Abbildung 4.3.11, einzelner Bereiche, die mittels Koordinaten definiert werden oder des gesamten Bauteils. Die Netzfeinheit lässt sich flexibel auf verschiedenen Skalen einstellen, um der jeweiligen geometrischen Informationstiefe gerecht zu werden. So gelingt auch eine skalenübergreifende Korrelation der Daten, z.B. der Mikrostrukturinformation mit Gießsimulationsdaten.

Die fusionierten Daten können in eine Informationsmatrix exportiert werden. Nun liegt eine Datei vor, wie sie in Abbildung 4.3.12 dargestellt ist. Jedem Knotenpunkt des Informationsnetzes sind ein Index und die räumlichen Koordinaten (x, y und z) zugeordnet. In der gleichen Zeile befinden sich ebenfalls alle an diesem Punkt verfügbaren Simulations- und Messdaten.

Eine Herausforderung besteht allerdings noch in der Interpolation ganzzahliger Zustandsgrößen, wie die der Mikrostrukturrekonstruktionsdaten. Dort werden zwei Werkstoffphasen mit den Zahlen 0 und 1 beschreiben. Die Triangulationsinterpolation führt aber unweigerlich zu Zwischenwerten, wie 0,333 oder 0,666 (vgl. Abbildung 4.3.12), die in diesem Fall keine eindeutige Phasenzuordnung mehr erlauben bzw. diese abhängig von der Diskretisierung verfälschen können.

#### Zeitabhängige Datenfusion

Da nicht alle verfügbaren Daten einen statischen Zustand repräsentieren, wie z.B. die CT-Daten, sondern auch zeitabhängige Informationen beinhalten können, wurde auch dieser Aspekt berücksichtigt. Beispielweise werden DIC- und IR-Felder über den gesamten Zeitraum der Zugversuchsdauer erhoben. Somit können hunderte oder tausenden Felder vorliegen die mit der Verformung der Probe ihre Position und räumliche Ausdehnung zum Ursprungskoordinatensystem verändern. Die Zusammenführung dieser vierdimensionalen Daten mit den statischen 3D-Daten wurde bereits in einer ersten Version umgesetzt. Dabei stand eine intelligente Fusionsstrategie im Fokus, um Datendoppelungen zu vermeiden.

	Koordir	naten		ст-м	essung (Pore	n)	Mikrostrukturrekonstruktion	DIC-Me	essung	IR-Messung	Gießsimulation
Index	x	у	z	Durchmesser [mm]	Radius [mm]	Volumen [mm]	phase	epsilon_x	epsilon_y	Tempertur	Erstarrungszeit (585°-500°C)
#	[mm]	[ <i>mm</i> ]	[ <i>mm</i> ]	[ <i>mm</i> ]	[mm]	[mm <sup>3</sup> ]	[-]	[-]	[-J	[°C]	[sec]
131	70.0165	0.0000	54.2728	0.3890	0.1970	0.0050	0.3330	-0.0063	0.0152	24.7830	8.8230
132	70.0111	0.0000	54.2713	0.3890	0.1970	0.0050	0.6670	-0.0061	0.0150	24.7830	8.8230
133	70.0056	0.0000	54.2703	0.3890	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0063	0.0150	24.7830	8.8230
134	70.0000	0.0000	54.2700	0.3890	0.1970	0.0050	0.3330	-0.0064	0.0152	24.7830	8.8230
135	69.9944	0.0000	54.2703	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0064	0.0155	24.7830	8.8230
136	69.9889	0.0000	54.2713	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0061	0.0156	24.7830	8.8230
137	69.9835	0.0000	54.2728	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0056	0.0155	24.7830	8.8230
138	69.9783	0.0000	54.2750	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0048	0.0152	24.7830	8.8230
139	69.9734	0.0000	54.2777	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0051	0.0055	24.7830	8.8230
140	69.9688	0.0000	54.2809	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0056	0.0065	24.7830	8.8230
141	69.9646	0.0000	54.2846	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0062	0.0069	24.7370	8.8230
142	69.9609	0.0000	54.2888	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0068	0.0062	24.7370	8.8230
143	69.9577	0.0000	54.2934	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0075	0.0059	24.7370	8.8230
144	69.9550	0.0000	54.2983	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0070	0.0167	24.7370	8.8230
145	69.9528	0.0000	54.3035	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0068	0.0166	24.7370	8.8360
146	69.9513	0.0000	54.3089	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0068	0.0164	24.7370	8.8360
147	69.9503	0.0000	54.3144	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0067	0.0162	24.7370	8.8360
148	69.9500	0.0000	54.3200	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0066	0.0162	24.7370	8.8360
149	69.9503	0.0000	54.3256	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0068	0.0164	24.7370	8.8360
150	69.9513	0.0000	54.3311	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0069	0.0165	24.7370	8.8370
151	69.9528	0.0000	54.3365	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0066	0.0166	24.7370	8.8370
152	69.9550	0.0000	54.3417	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0061	0.0165	24.7370	8.8370
153	69.9577	0.0000	54.3466	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0056	0.0162	24.7370	8.8370
154	69.9609	0.0000	54.3512	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0040	0.0094	24.7370	8.8370
155	69.9646	0.0000	54.3554	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0045	0.0101	24.7370	8.8370
156	69.9688	0.0000	54.3591	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0049	0.0103	24.7830	8.8370
157	69.9734	0.0000	54.3623	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0052	0.0104	24.7830	8.8370
158	69.9783	0.0000	54.3651	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0077	0.0184	24.7830	8.8370
159	69.9835	0.000	54.3672	0.3880	0.1970	0.0050	0.0000	-0.0073	0.0180	24.7830	8.8370

Abbildung 4.3.12: Beispiel für einen fusionierten Datensatz nach der räumlichen Interpolation auf räumliches FE-Netz (hier die vernetze Zugprobe, vgl. Abbildung 4.3.11)

# Ausblick zur Datenfusionierung

Eine der wesentlichen Herausforderung ist neben dem Umgang mit zeitabhängigen Daten die Anbindung des Werkzeugs zur Datenfusion an den Materialdatenraum. Da die Entwicklung des Materialdatenraums und des Fusionswerkzeugs parallel stattgefunden hat, war eine direkte Kopplung im Rahmen der Projektlaufzeit nicht möglich. Zu klärende Fragen sind:

- Wie lassen sich die Transformationsparameter den Dateien mit ortsaufgelösten Daten, CAD-Daten und den Objekten im Wissensgraph zuordnen?
- Wie werden die Transformationsparameter und oben aufgeführten Abhängigkeiten in der Ontologie abgebildet?
- Wie lassen sich bereits fusionierte Daten im Materialdatenraum sinnhaft einordnen?

Trotz der noch bestehenden Herausforderungen, was die Anbindung des Digitalen Zwillings an den Materialdatenraum und die Interpolation von ortsaufgelösten Kennwerten angeht, lassen sich bereits jetzt Daten über den gesamten Lebenszyklus eines Produktes räumlich fusionieren und exportieren. Zukünftig sollen mit den fusionierten Datensätzen künstliche Neuronale Netze (KNN) trainiert werden, um Zusammenhänge zwischen Herstellungsparametern und dem Einsatzverhalten von Bauteilen prognostizieren zu können.

# 4.4 Prozessoptimierung und -bewertung (IWM, AP3.4)

In diesem Abschnitt wird ein Digitaler Zwilling des Demonstratorgussteils zur Bewertung der mechanischen Funktionalität eingesetzt, wobei heterogen verteilte Materialeigenschaften auf Basis von Korrelationen mit der Erstarrungsdauer der Gießsimulation berücksichtigt werden. Die Ergebnisse werden mit konventionellen Simulationen mit homogen verteilten Materialeigenschaften verglichen.

Um den Mehrwert der digitalen Repräsentation des Werkstoffzustands bzgl. der Optimierung der Wertschöpfungskette an einem praxisnahen Beispiel zu demonstrieren, wurde eine Prozesskettensimulation für das anwendungsnahe Gussbauteil aus AP3.1 durchgeführt. Aufbauend auf den vom fem durchgeführten Simulationen des Gießprozesses und unter Hinzunahme weiterer metallografischer Untersuchungen, wurde eine Prozess-Eigenschaftsbeziehung erstellt. Diese wurde in eine strukturmechanische FE-Simulation integriert und mit einem konventionellen Simulationsansatz mit homogenen Werkstoffeigenschaften verglichen.

# Analyse der Haltedauer während des Gießprozesses

Ein entscheidender Einflussfaktor für die lokalen Werkstoffeigenschaften eines Gussbauteils ist die Abkühlgeschwindigkeit während des Gießprozesses. Insbesondere die Zeit um den Erstarrungspunkt hat einen entscheidenden Einfluss auf die Härte bzw. Festigkeit des erstarrenden Gefüges. Vor diesem Hintergrund wurde in einem ersten Schritt die Erstarrungsdauer aus der Gießsimulation ausgewertet. Zur Bestimmung der Erstarrungsdauer  $\Delta t$  wurde der Temperaturverlauf an jedem Knotenpunkt der Gießsimulation ausgelesen, siehe Abbildung 4.4.1 (a), und anschließend die Zeit in einem Intervall um den Erstarrungspunkt ausgewertet. Für die hier analysierte Aluminiumlegierung wurde für die Intervallgrenzen eine obere Temperatur von 585 °C und eine untere Temperatur von 500°C gewählt.



Abbildung 4.4.1: (a) Schematische Darstellung der Auswertung der Erstarrungsdauer ∆t an einem Knotenpunkt der Gießsimulation und (b) Ergebnisse für die Erstarrungsdauer ∆t (in s) an der Oberfläche des Gussbauteils.

Abbildung 4.4.1 (b) zeigt das Ergebnis der analysierten Erstarrungsdauer als Projektion auf das betrachtete Gussbauteil. Es zeigt sich, dass die Erstarrungsdauer in Bereichen mit einem großen Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis deutlich niedriger ist, was auf eine höhere Abkühlgeschwindigkeit zurückzuführen ist. Der Unterschied zwischen der höchsten und niedrigsten Erstarrungsdauer beträgt ungefähr 18 s.

# Realisierung der Prozess -Eigenschaftsbeziehung

Auf Basis der ausgewerteten Erstarrungsdauer sowie unter Hinzunahme weiterer experimenteller Messergebnisse wurde eine Prozess-Mikrostruktur-Eigenschaftsbeziehung zwischen der Erstarrungsdauer  $\Delta t$  und der Zugfestigkeit des Gussbauteils realisiert. Zu diesem Zweck wurden in einem ersten Schritt die Ergebnisse der Härtemessung mit den entsprechenden Ergebnissen für die Erstarrungsdauer während des Erstarrungsprozesses gegenübergestellt, vergleiche Abbildung 4.4.2.



Abbildung 4.4.2: Gegenüberstellung der experimentell gemessenen Härte und der simulativ bestimmten Erstarrungsdauer entlang eines definierten Pfades (rote Linie).

Basierend auf den Ergebnissen in Abbildung 4.4.2 wurde die Erstarrungsdauer linear mit der Härte korreliert, siehe Abbildung 4.4.3 (a). Weiterhin wurde unter Verwendung zusätzlicher experimenteller Ergebnisse für Probenstäbe aus AlSi10Mg eine weitere Korrelation zwischen Härte und Zugfestigkeit aufgestellt, siehe Abbildung 4.4.3 (b). Durch eine Kopplung dieser beiden Korrelationen kann nun eine direkte Prozess -Eigenschaftsbeziehung zwischen der Erstarrungsdauer und der Zugfestigkeit des Werkstoffs hergestellt werden. Es muss an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, dass aus werkstoffmechanischer Sicht eine direkte Prozess-Eigenschaftsbeziehung ohne eine Berücksichtigung der Materialstruktur nicht optimal und vermutlich mitverantwortlich für die Güte der Korrelationen in Abbildung 4.4.3 ist. Aufgrund des zeitlichen Fortschritts des Projekts, war es zu diesem Zeitpunkt nicht mehr möglich die Feinheit des Gussgefüges in der Auswertung mit zu berücksichtigen, obwohl die Ergebnisse aus Abschnitt 4.2.4 klare Hinweise auf einen Zusammenhang zwischen Erstarrungsdauer und Dendritenarmabstand erkennen ließen.



Abbildung 4.4.3: Lineare Korrelation zwischen (a) Erstarrungsdauer und Härte und zwischen (b) Härte und Zugfestigkeit.

#### Simulation eines 3-Punkt-Biegeversuchs

Um den Mehrwert der digitalen Repräsentation des Werkstoffzustands bzgl. der Optimierung der Wertschöpfungskette zu demonstrieren, wurde als Demonstrator ein 3-Punkt-Biegeversuch an dem betrachteten Gussbauteil mit Abaqus/Standard simuliert. Das Demonstratorgussbauteil wurde hierbei einmal mit homogenen (klassischer Ansatz) und inhomogen verteilten Materialeigenschaften bewertet.

Zur Berücksichtigung der Prozess-Eigenschaftsbeziehung wurde für jedes Element der FE-Simulation eine individuelle Fließkurve hinterlegt. Hierzu wurde die Fließkurve in Abhängigkeit der lokal erreichten Erstarrungsdauer entsprechend skaliert, siehe Abbildung 4.4.4. Im Fall der homogenen Eigenschaftsverteilung wurde eine konservative Annahme getroffen, indem dem kompletten Bauteil die Fließkurve aus dem Bereich mit der längsten Erstarrungsdauer und somit der niedrigsten Zugfestigkeit zugewiesen wurde, siehe Abbildung 4.4.4 (a). Das verwendetet FE-Simulationsmodell ist in Abbildung 4.4.4 (b) dargestellt. Die maximale Belastung von 10 kN wird quasistatisch über die mittlere Durchgangsbohrung aufgebracht.



Abbildung 4.4.4: (a) Verwendete Fließkurve für die homogene und inhomogene Eigenschaftsverteilung; (b) Schematische Darstellung des FE-Modells.

Abbildung 4.4.5 zeigt eine Gegenüberstellung der Ergebnisse für die Simulation mit homogenen und inhomogenen Materialeigenschaften. Es ist zu erkennen, dass bei der Kraft-Weg-Kurve in Abbildung 4.4.5 (a) ein deutlicher Unterschied zwischen beiden Simulationen vorhanden ist. Im Fall der Simulation mit inhomogener Eigenschaftsverteilung wird eine deutlich höhere Kraft (ca. 10%) als bei der homogenen Eigenschaftsverteilung vorhergesagt. Auch bei der Verteilung der Vergleichsspannung nach von-Mises in Abbildung 4.4.5 (b) können ähnliche Unterschiede festgestellt werden.



Abbildung 4.4.5: Ergebnisse der FE-Simulation mit homogener und inhomogener Eigenschaftsverteilung; (a) Kraft-Weg-Kurve; (b) Vergleichsspannung nach von-Mises.

# Mehrwert des Digitalen Zwillings

Vor dem Hintergrund der verwendeten Materialdaten für das plastische Fließen aus Abbildung 4.4.4 (a) stellen die Ergebnisse der FE-Simulationen ein zu erwartendes Ergebnis dar. In Bezug auf die Optimierung der Wertschöpfungskette verdeutlichen die Ergebnisse dieser einfachen FE-Simulation den Mehrwert der digitalen Repräsentation des Werkstoffzustands. Durch die Berücksichtigung von Zustandsinformationen aus dem Herstellungsprozess kann das Bauteilverhalten präziser vorhergesagt werden. Die in dem Beispiel erzielten höheren Kräfte könnten in der Produktdesignphase zur Einsparung von Material im Sinne eines Leichtbaugedankens genutzt werden. Die Verschmelzung von hybriden, simulations- und datenbasierten Ansätzen führt im Vergleich zu konventionellen Bewertungen zu präziseren Aussagen, ohne den Rechenzeitaufwand merklich zu steigern. Grundvoraussetzung ist, dass Prozess- und Materialkennwerte durch einen Materialdatenraum digital zugänglich sind und ortsaufgelöst fusioniert werden können. Bisher waren ähnliche Aussagen nur mit sehr rechenzeitintensiven Prozesskettensimulationen möglich, die durch die Integration eines datenbasiert erzeugten Digitalen Zwillings größtenteils ausgelassen werden können.

# 5 Technischer Bericht zum Use-Case Polymere

# 5.1 Synthese und Weiterverarbeitung I (DITF, AP4.1)

Für die Herstellung von Fasern, den Spritzguss und den 3D-Druck wurden abweichend vom Projektantrag kommerziell verfügbare PLLA – Polymere verwendet. Die molekulare Einstellung der Polymere war dabei 100% L-Lactide. Die verwendeten technischen PLLA-Polymere sind damit chemisch/physikalisch äquivalent zu medizinischen PLLA-Polymeren. Der Einsatz kommerzieller technischer Polymere als Ersatz für bei ITVP hergestellte Polymere medizinischer Qualität war für das Vorhaben vorteilhaft: Neben geringeren Schwankungen zwischen einzelnen großtechnisch hergestellten Produktionschargen ließ sich eine wesentliche Kostenersparnis (Faktor 1:1000) realisieren, ohne welche für das Vorhaben nicht ausreichend PLLA-Polymer verfügbar gewesen wäre.

Aus Gründen der Wirtschaftlichkeit und auf Anregung des projektbegleitenden Ausschusses hin wurden nur PLLA-Polymere und keine anderen Rohstoffe untersucht. Ziel war es, eine breitere Datenbasis in der Umgebung eines Punktes (nämlich PLLA-Polymer) im Datenraum zu generieren, anstatt an einem dazu entfernten Punkt zusätzliche Daten zu erhalten mit jeweils geringerer Datendichte und Aussagekraft. Untersuchungen zu weiteren Polymeren, wie PCL, wurden daher im Rahmen des Vorhabens nicht durchgeführt.

Es wurde zunächst das Polymer REVODE 191 verarbeitet, das von einem Industriepartner zur Verfügung gestellt wurde. Dieses Polymer konnte jedoch nicht direkt beim Hersteller beschafft werden, weshalb auf Luminy L175 der Fa. Total Corbion umgestellt werden musste.

Die technischen PLLA-Polymere zeigten sich in der Zellkultur unauffällig, was die Äquivalenz zu medizinischen Qualitäten untermauerte. (Sie können jedoch aus der fermentativen Herstellung Pyrogene enthalten, die im Menschen oder tierischen Organismus implantiert eine heftige Immunreaktion bis zum anaphylaktischen Schock auslösen können.) Zur Charakterisierung der Polymere wurden bei DITF Standard-Tests am Granulat und an der Faser durchgeführt:

- IR-Spektrum
- Inhärente Viskosität
- DSC
- Kraft-Dehnungsverhalten

# Exemplarische Prüfergebnisse Granulat / POY

Bei der Faserherstellung aus den Polymeren mittels Extrusion (= Schmelzspinnen) und dem nachfolgenden Verstrecken bzw. Texturieren wurden wesentliche Fasereigenschaften wie die Festigkeit, Dehnung und Durchmesser der Fasern sowie die Faserkräuselung definiert. Schließlich erfolgte die an den Filamentzustand angepasste textiltechnische Weiterverarbeitung zu Tissue-Engineering-Produkten, d.h. zu künstlich hergestelltem Zellträger, in Form von Nadelvliesstoff, in dem sich in der Zellkultur oder nach Implantation im Organismus neues Körpergewebe organisiert. Hierzu wurden die verstreckten Endlosfasern auf 40 mm Länge geschnitten. Die Fasern wurden gewaschen, zu einem Vlies gelegt und verfestigt. Die Eigenschaften des Zellträgers hängen des Weiteren von der Porosität, der Oberflächenspannung und vom Zeta-Potential ab. Es wurden die beiden o.g. PLLA-Polymere untersucht. Zusätzlich wurden zwei unterschiedliche Faserdurchmesser sowie verschiedene Vliesdichten erzeugt, um die spezifische Reaktion der Zellen zu bewerten.

Eine wichtige Materialkenngröße ist die inhärente Viskosität als Maß für die Molmasse. Diese unterliegt bei der Verarbeitung hohen Temperaturbeanspruchungen, die in Zusammenhang mit Feuchte zur Degradation führen. Daher ist es wichtig, das Polymer gut zu trocknen und eine Korrelation zwischen Restfeuchte und Degradationsstabilität herzustellen.

Probe	Trocknungs- zeit Granulat	Restfeuchte Granulat	i.V.
	[min]	[ppm]	[ml/g]
Granulat, Nullprobe	0	398	179
F0464-002	480	90	170
F0464-019	780	100	179
F0464-025	840	77	180

# Tabelle 5.1.1: Trocknungszeit vs. Restfeuchte und inhärente Viskosität nach Verarbeitung

Eine Trocknungszeit von 8h (bei 80°C) ist ausreichend für eine Trocknung auf eine Restfeuchte um 100 ppm, bei der unter den Extrusionsbedingungen keine Degradation stattfindet (Tabelle 5.1.1).

# Inline- und Offline-Messungen

Ziel war es, während des Herstellprozesses Zustandsinformationen über die Polymerprodukte zu erhalten und bisher händisch durchgeführte Abläufe zu automatisieren. Die am besten geeigneten Methoden und Messparameter wurden definiert. Wesentliches Auswahlkriterium war eine möglichst zerstörungsfreie Sensorik (z.B. mittels optischer Methoden) bzw. die zukünftige Automatisierbarkeit.

Inline- und Offline-Messungen wurden bei der PLLA – Faserherstellung für Vliesstoffe begleitend zur Herstellung von Muster-Produkten durchgeführt, um Eigenschaftsprofile der Materialien für digitale Repräsentationen zu generieren. Für die Faserextrusion wurden folgende **Prozessdaten** von Inline-Sensorik erfasst und zur Weiterverarbeitung gespeichert:

- Taupunkt (als Maß für die Polymerfeuchte),
- Extrudereinstellungen Soll-Ist-Vergleich (Temperatur, Druck, Drehzahlen)
- Schmelzetemperatur
- Schmelzedruck,
- Anblasbedingungen (Luftgeschwindigkeit, Temperatur)
- Avivageauftrag (Sollvorgabe)
- Fadenspannung,
- Filamentbrüche, Schlaufen ("Fraytec"-System).
- Wicklerparameter (Sollvorgaben)

# Exemplarische Prozessdaten (Anblasluft)

Im Spinnprozess werden viele Parameter online erfasst, wie z.B. die Temperaturen und Drücke. Allerdings können an der Technikumsanlage die Daten noch nicht ausgelesen und digital weiterverarbeitet werden. Ein Beispiel digital direkt weiter verarbeitbarer Daten sind die Parameter der Anblasluft – Geschwindigkeit, rel. Luftfeuchte und Temperatur. Die Anblasluft hat einen entscheidenden Einfluss auf die Homogenität des gesponnenen Garnes, die wiederum entscheidend ist, um die Besten zugelastischen Eigenschaften erzielen zu können. Abbildung 5.1.1 zeigt repräsentativ einen Ausschnitt aus den im 15-Sekundenabstand aufgezeichneten Daten. Temperatur und Luftgeschwindigkeit können sehr präzise geregelt werden, während für die Luftfeuchtigkeit eine Bandbreite von +/- 5% toleriert werden muss. Dies hat nach bisherigen Erkenntnissen jedoch keine negative Auswirkung auf die Qualität des Garns.



Abbildung 5.1.1: Temperatur, rel. Luftfeuchte und Anblasgeschwindigkeit der Anblasluft über die Zeit.

Spulen- nummer	Schn	ecke	Spinnpumpe (4*0,6cm³/U)		Präparations- pumpe (0,05cm <sup>3</sup> /U)	Extruder- temperaturen	Spinnkopf- temperatur	Bemerkungen
	Drehzahl	Druck	Drehzahl	Druck				
	[1/min]	[bar]	[1/min]	[bar]	[U/min]	[°C]	[°C]	
001-004	30	60	15,3	51	20	230	230	Regeldruck schwankt stark, Abbruch durch provozierten Fehler
005-008	7-30	10-100	15,3	56	20	230	230	Regeldruck schwankt stark, Abbruch durch provozierten Fehler
009-012			15,3		20	230	230	
013-016	18-60	10-115	23,9	70,6	29	230	230	
017-020	20-60	16-120	23,9	72,5	29	235	230	Regeldruck schwankt immer noch stark
021-024	42		24	71,2	29,8	240	230	provozierter Abbruch
025-028	30-42	50-70	23,8	73,6	22	240	230	Regeldruck schwankt etwas weniger. Bei noch weniger Avivage geht auflegen nicht, Wickel auf Galette, Auflegen bei 29U/min, nach dem Auflegen Avivage zurück gedreht

Tabelle 5.1.2: Auszug aus den Prozessdaten der Spinnversuche

Die Prozessparameter der Spinnanlage werden kontinuierlich erfasst und angezeigt, können derzeit aber noch nicht ausgelesen werden. Sie müssen daher händisch in eine Tabelle eingetragen werden, die dann zur Weiterverarbeitung zur Verfügung gestellt wird. Tabelle 5.1.2 gibt einen exemplarischen Auszug aus der Prozessdatentabelle. Es wurde hierfür ein Versuch ausgewählt, der nicht problemlos verlief, sondern bei dem es zu Schwankungen des Drucks und der Schneckendrehzahl kam, die hier nur als Bereich angegeben werden. Diese Schwankungen können vom Polymergranulat oder aber von ungeeigneten Spinnparametern abhängen.

Für die Faserherstellung mit den Schritten Extrusion und Verstrecken wurden im Rahmen des Vorhabens "Fraytec FV2"-Sensoren (Hersteller: Saurer Fibrevision) beschafft, welche mit optischen Methoden arbeiten. Je vier Sensoren wurden an der 4-fädigen Extrusionsanlage und an der Verstreckanlage installiert. Die Sensoren tasten das Garn während der Herstellung "inline" kontinuierlich ab. Sie liefern Informationen über

- Filamentbrüche,
- Schlingen/Schlaufen,
- Feinheits- (Durchmesser-) Schwankungen und

- Garnverwirbelung (bei Bedarf) sowie
- typische Produktionsdaten (z.B.: Produktionsmenge, Qualitätsdaten).

Die Software "Brigde TQS" zur "Fraytec"-Sensorik enthält eine SQL-Datenbank, in welcher alle relevanten Produktionsdaten und auch Rohdaten der Messungen gespeichert werden. Über Abfragetools sind diese gespeicherten Daten einfach wieder abzurufen. In Abbildung 5.1.2 ist beispielhaft eine Tabelle mit Produktionsdaten aus der Verstreckung von PLLA-Garn dargestellt. In Spalte 4 wird die Anzahl gebrochener Filamente (B.-Fils.) angegeben. Zur Erzeugung der Tabelle wurden die im csv-Format abgelegten Daten in MS Excel eigelesen. Eine detailliertere Beschreibung der Datenerfassung mit den Fraytec-Sensoren wird in Abschnitt 5.3 gegeben.

Da	tei Start I	Einfügen	Seitenlay	out Forme	In Daten	Überprüfen A	Ansicht Entwickle	rtools					
	Ausschnei	den	Calibri	- 11	- A A	= = = »	- 🚽 Zeilenur	nbruch	Standard	•			+
infü	gen 💞 Format üb	• pertragen	F K	₫ •   ⊞ •	<u>ð</u> - <u>A</u> - I	F # 🔳 🕴	🛊 📴 Verbind	en und zentrierer	n - 🛒 - % 0	00 500 400	Bedingte Als Tabelle Formatierung * formatieren *	Zellenformatvorlagen	Einfügen L
	Zwischenablage	F <sub>M</sub>		Schriftart	Fái		Ausrichtung		ra Zahl	Fat	Formatvorla	gen	7
	A9	+ (~	f.	že									
1	A	В		С	D	E	F	G	Н	1	j	К	
1	Threadline	Do	ff No	Events	B. Fils	Grade	Reason	Build %	Weight (Kg)	Doff Cod	e Started A	it: I	nded At:
2	01:03		2	0	0	1st		98,4	0,100	C	ut 16.04.2019 13:2	16.04.20	019 14:27
3	01:01		2	6	0	1st		98,4	0,100	Do	ff 16.04.2019 13:2	16.04.20	019 14:29
4	01:04		3	0	4	2nd	Total BF	95,9	0,096	Do	ff 16.04.2019 14:3	16.04.2	019 15:40
5	01:03		3	0	0	1st		98,3	0,100	Brea	ik 16.04.2019 14:4	16.04.20	019 15:42
6	01:02		3	0	0	1st		98,4	0,100	Ci	ut 16.04.2019 14:4	16.04.20	019 15:43
7	01:01		3	0	0	1st		98,6	0,100	Cu	it 16.04.2019 14:4	16.04.20	019 15:44
8													
9													
10													

Abbildung 5.1.2 Produktionsdaten der Fraytec-Sensoren bzw. Bridge TQS-Software aus der Verstreckung von PLLA-Garn als Excel-Tabelle

Im Spinnprozess wurden an den Spinnstellen 1 und 2 die Fadenführer der Fraytec-Sensoren zur besseren Handhabung geändert. Bei Spinnstellen 3 und 4 wurde mit Original Fadenführer gearbeitet. An Spinnstelle 1 und 2 sind geringere Schwankungen der Feinheit zu sehen. An den Spinnstellen 3 und 4 werden durch die stärkere Umlenkung der Fäden diese von der idealen runden zu einer elliptischen Fadenform verformt und somit ein scheinbar ungleichmäßigerer Faden detektiert (Abbildung 5.1.3). Dieses Beispiel zeigt die Erfordernis Messinstrumente in der Anwendung zu analysieren und auf die jeweilige Konfiguration zu optimieren. Ohne diese Optimierung sind auch tatsächlich auftretende Fehler im Untergrundrauschen nicht zu detektieren.

# Technischer Bericht zum Use-Case

Polymere



# Abbildung 5.1.3: Messdaten der Fraytec-Sensoren in der Ausspinnung von PLLA-Garn als Graph für die Gleichmäßigkeit

Als für die Faserextrusion und Verstreckung relevante Laborprüfdaten (offline-Daten) wurden folgende **Materialda**ten ermittelt und zur Weiterverarbeitung gespeichert:

- Faserdurchmesser (aus Garnfeinheit),
- Höchstzugkraft; Höchstzugkraftdehnung (aus Zugversuch, als ASCII-Datei verfügbar),
- Schrumpf (als CSV Dateien verfügbar).

In Abbildung 5.1.4 ist exemplarisch das Ergebnis einer einzelnen Zugprüfung mit dem Uster TENSORAPID 4 (UTR 4) an verstrecktem Garn MD0419-014 dargestellt. An textilen Garnen werden i.d.R. 20 Einzelzugversuche an einem Prüfling durchgeführt und das Ergebnis als Mittelwert aus den 20 Einzelergebnissen ermittelt. Das Diagramm wurde aus einer ASCII-Datei mit 860 Datenpunkten für diesen Zugversuch mittels Excel erstellt.

Aus diesem beispielhaften Verlauf der Kraft-Dehnungskurve kann der Fachmann ablesen, dass das Garn noch nicht völlig ausverstreckt ist.



Abbildung 5.1.4 Kraft-Dehnungskurve aus einem Einzelzugversuch mit UTR 4 an verstrecktem PLLA-Garn MD-0419-014

Während und nach den Prozessstufen Synthese, Faserherstellung, additive oder textiltechnische Herstellung der Tissue-Produkte erfolgte eine Aufnahme aller relevanter Prozessparameter sowie eine umfängliche physikalisch-chemische Charakterisierung einschließlich einer 3D-Computertomographie. Bei der Faser- und Textilerzeugung erfolgte standardisiert die Aufnahme aller Prozessparameter in einer vom DITF-MR dafür bereitzustellenden Datenbank (AP4.3). Durch Einbindung der Datenbank wurden die schon derzeit erfassten Eigenschaftswerte (z.B. Polymerfeuchte, inhärente Viskosität, Porenvolumen) den Produkten zugeordnet. Darüber hinaus wurden mögliche Prozesstörungen durch eine erweiterte Prozesskontrolle erfasst (z.B. Spinnkopftemperatur; Filamentbrüche, Schlingen).

# Kontrollierte Variation von Prozessparametern

In diesem Arbeitspaket erfolgte aufbauend auf einer kontrollierten Variation von Prozessparametern eine systematische Datenerfassung vom Herstellungsprozess über die resultierenden physikochemischen Produkteigenschaften bis hin zur biologischen Funktionalität. Kritische Prozessparameter wurden definiert und gezielt variiert.

Beim ersten Schritt der PLLA-Garnherstellung, der Extrusion (Schmelzspinnen) wurden gezielt variiert:

- Extrusionsparameter (Spinn-/Spulgeschwindigkeit) zur Variation des Faserdurchmessers,
- Spinfinish-Typ "T" bzw. "E" (Avivage) zur Variation der Reibungseigenschaften, Elektrostatik, (Zyto-)Toxizität.

Im zweiten Schritt, der Verstreckung wurden gezielt variiert:

- Verstreckungsgrad zur Variation des Faserdurchmessers,
- Verstrecktemperatur zur Variation der Thermoschrumpfeigenschaften (Kochschrumpf),
- Kräuselung zur Variation der Welligkeit der Fasern.

In Vorversuchen wurden die Extrusionsparameter wie Spinnpumpendrehzahl und Wicklergeschwindigkeit gezielt variiert, wie beispielsweise in Tabelle 5.1.3 aufgelistet. Diese Variationen dienten in erster Linie zur gezielten Variation des Faserdurchmessers, welcher erst nach dem Verstreckprozess endgültig festliegt. Ein PLLA-Vorgarn mit hoher Bruchdehnung muss im zweiten Schritt um einen höheren Faktor verstreckt werden, als eines mit geringerer Dehnung. Nach dem Verstrecken sollten alle Varianten etwa dieselbe Bruchdehnung aufweisen, um in den folgenden textilen Prozessen ähnlich weiter verarbeitbar zu sein.

Vorgarn					Garr		Bemerkungen	
Charge	Spule Nr.	Drehzahl Spinnpumpe [1/min]	Spinn- Geschw. [m/min]	Titer (effektiv) [dtex]	Dehnung [%]	Festigkeit [cN]	Feinheits- festigkeit [cN/tex]	Ziel nach Verstreckung
	01 - 04	54,0	2200	161,4	75,1	305	18,9	großer Durchmesser
	05 - 08	20,0	2200	61,1	64,1	135	22,1	kleiner Durchmesser
	09 - 12	15,7	2200	47,9	52,4	102	21,2	für Kräusel-Vlies, 10µm-Faser, schrumpfarm
F0419	17 - 18	14,0	1500	120,4	73,6	228	18,9	kleiner Durchmesser
	19 - 20	54,0	1500	465,4	104,2	600	12,9	großer Durchmesser
	21 - 22	10,0	800	164,6	118,2	221	13,4	kleiner Durchmesser
	23 - 24	25,0	800	424,6	161,3	429	10,1	großer Durchmesser

#### Tabelle 5.1.3: Unterschiedliche PLLA-Vorgarne (POY/LOY), Varianten nach kontrollierter Variation von Prozessparametern

Beispielhafte Faserdaten und Verstreckfaktoren für die in Tabelle 5.1.3 aufgeführten Garne nach der Verstreckung sind in Tabelle 5.1.4 angegeben. Dort ist ersichtlich, dass der kleinste Faserdurchmesser von 12,4 µm aus einem Vorgarn (POY) mit einem Verstreckfaktor von 2,22 hergestellt wurde, welches im Vergleich bei höchsten Spulgeschwindigkeit und der geringste Spinnpumpendrehzahl extrudiert worden war. Der größte Faserdurchmesser von 30 µm wurde bei der mittleren Spulgeschwindigkeit und der maximalen Spinnpumpendrehzahl erzielt mit einem nachfolgenden Verstreckfaktor von 1,76.

Aus den Vorversuchen wurden die zehn in Tabelle 5.1.4 beschriebenen Faservarianten durch Variation der Prozessparameter abgeleitet. Sechs dieser PLLA-Fasertypen wurden in mehreren Extrusionschargen hergestellt und verstreckt. Die Fasereigenschaften dieser verstreckten Endlosgarne sind in Tabelle 5.1.5 aufgeführt. Die Fasern wurden für die Vliesstoffherstellung herangezogen (Tabelle 5.1.7). Die Eigenschaftsprofile der Fasermaterialien für digitale Repräsentationen wurden erstellt und für die Übergabe an den Materialdatenraum vorbereitet mit

- Prozessdaten (inline) der neu installierten Inline-Sensorik (FRAYTEC) und
- Laborprüfdaten (offline), z.B.:
  - o Faserdurchmesser (aus Garnfeinheit),
  - o Zugversuche als ASCII-Dateien,
  - o Schrumpf als CSV-Dateien.

		Vorgarn		Produkt				Garndate	en		
Vorgarn Charge	Spule Nr.	Drehzahl Spinnpumpe [1/min]	Spul- Geschw. [m/min]	Spulen-Nr.:	Verstreck- Faktor	Titer (effektiv) [dtex]	Dehnun g [%]	Feinheits- festigkeit [cN/tex]	Koch- schrumpf [%]	theor. Faser-Ø [μm]	Verstreckung
	01	54,0	2200	MD0419-001	1,59	103,3	28,0	36,1	10,6	26,5	großer Durchmesser
	05	20,0	2200	MD0419-014	1,59	39,2	25,7	45,1	9,3	16,3	kleiner Durchmesser
	09	15,7	2200	MD0419-021	1,52	32,2	25,1	44,4	9,0	14,8	Kräusel-Vlies
	12	15,7	2200	MD0419-031	2,22	22,8	13,3	43,5	8,6	12,4	"10µ - Faser"
F0419	12	15,7	2200	MD0419-035	1,52	32,2	29,7	44,3	5,2	14,8	schrumpfarm
	17	14,0	1500	MD0419-102	1,59	76,7	26,5	37,5	9,2	16,1	kleiner Durchmesser
	19	54,0	1500	MD0419-111	1,76	265,0	28,1	24,8	9,7	30,0	großer Durchmesser
	21	10,0	800	MD0419-124	2,22	74,7	27,2	38,5	10,4	15,9	kleiner Durchmesser
	23	25,0	800	MD0419-133	2,46	168,5	28,3	35,8	12,7	23,9	großer Durchmesser

# Tabelle 5.1.4 Beispielhafte Faserdaten verstreckter Garne (Mittelwerte Charge F0419) alle: Spinfinish E

#### Tabelle 5.1.5 PLLA-Faservarianten nach kontrollierter Variation von Prozessparametern in Extrusion und Verstreckung

Bez.	Variante Bemerkung	Filament- Durchmesser (theor.)	Spin finish	Garn- End-Feinheit	dtex/Fil	Koch- schrumpf	Bemerkung	Spulen- nummer
		[µm]		[dtex]	[dtex]	[%]		
								F0389
V 00	Standard	14,9	т	32,5	2,2	7,3	<b>für Vlies</b> (F ≈ 35 cN/tex)	001-016
V 01	schrumpfarm 4 %	14,9	т	32,5	2,2	4,0	<b>für Vlies</b> (F ≈ 23 cN/tex)	005-016
				-		-		F0418
V 02 a	Spin finish E	14,8	E	32,3	2,2	8,2	für Vlies (F > 30 cN/tex)	017-020
V 03 a	mittl. Ø + Spin finish E	16,7	E	41,2	2,75	8,8	<b>für Vlies</b> (F ≈ 40 cN/tex)	001-004
V 04 a	großer Ø + Spin finish E	27,1	E	108,1	7,2	10	<b>für Vlies</b> (F > 31 cN/tex)	005-008
						•		F0419
V 02 b	kleiner Ø, Spin finish E	14,7	E	32,2	2,1	8,7	Kräuselgarn f. Vlies (F > 40 cN/tex)	009-012 013-016
V 05	kleiner Ø, Spin finish E	16,2	E	193,8	2,6	6,5	Kräuselgarn f. Vlies (F ≈ 43 cN/tex)	009-012 013-016
V 06	kleinster Ø, Spin finish E	12,4	E	22,8	1,5	8,5	"Hochfest"	009-012 013-016
V 03 b	mittl. Ø, Spin finish E	16,3	E	39,2	2,6	9,1	F > 40 cN/tex	005-008
V 04 b	großer Ø, Spin finish E	26,5	E	103	6,9	11,4	F > 35 cN/tex	001-004

Die Vliesherstellung folgt im Reinraum Klasse ISO 8 nach einem in früheren Projekten etablierten und im Rahmen eines Handbuchs unter ISO 13485 festgelegten Prozess (Tabelle 5.1.6), der zur Erfassung bestimmter Einflussfaktoren leicht variiert wurde:

#### Tabelle 5.1.6 Prozessschritte der Vliesstoffherstellung

1.)	Wareneingang der Garne vom Verstrecken/Kräuseln*
2.)	Schneiden der Fasern auf 60 mm Länge am Konverter
3.)	(ggf.)* Waschen der Fasern zum Entfernen der Avivage
4.)	Herstellung eines unverfestigten Vlieses an der Krempel
5.)	Verfestigen des Vlieses zum Vliesstoff durch Vernadeln
6.)	Konfektionieren de Vliesstoffe für die Probenkörper
7.)	Waschen der Probekörper (dabei ggf. Entfernen der Avivage, falls nicht in (3)
8.)	Ausgangskontrolle (Flächengewicht, Dicke, Defektfreiheit)
9.)	Verpacken
10.)	Versand zur Sterilisation
11.)	Prüfung der sterilisierten Probekörper (Flächengewicht, Dicke, i.V., DSC, Festigkeit, De-
12.)	Versand, hier an NMI

Jeder dieser Prozessschritte wird mit allen Prozessparametern in eine Exceldatenbank eingepflegt, die dann der Digitalisierung zugeführt wird. Aus Gründen der Wirtschaftlichkeit ist ein automatisierter Prozess mit online-Datenerfassung nicht sinnvoll.

Neben den Variationen der Avivage, des Faserdurchmessers, der Einfluss auf die Zellreaktion und die Porengröße haben kann, der Faserkräuselung, die ein höheres Vliesvolumen (d.h. Porosität) ermöglicht, wurde das Flächengewicht variiert, was bei weitgehend konstanter Dicke die Porosität verändert. Weiterhin wurde erstmals alternativ die Avivage von der Faser nicht vor der Vliesbildung gewaschen, sondern nach der Vliesverfestigung beim abschließenden Waschen. (Tabelle 5.1.7).

Faser- type	Faser- feinheit [dtex]	Faser- Ø [µm]	Faser-Form	<b>Avivage</b> (Spin finish)	Waschen*	FM** [g/m²]	Dicke [mm]
V00	2,2	15	glatt	т	vor	150 300	1,1
V02a	2,2	15	glatt	Е	vor	265	1,1
V03a	2,8	17	glatt	E	vor / nach	200 265 330	1,1 1,1 1,1
V04a	7,2	27	glatt	E	vor	265	1,1
V05	2,6	16	gekräuselt	E	vor	265	1,1
V06	1,5	12	glatt	E	vor	265	1,1

Tabelle 5.1.7 Nadelvliesstoffe aus kontrollierter Variation von Prozessparametern der Faserherstellung

\*Waschen: vor bzw. nach Vliesherstellung; \*\*FM = Flächenmasse, angestrebte Werte

Die Struktur von Vliesstoffen wird durch die Größen Flächengewicht, Dicke und Faserdurchmesser beschrieben. Daraus lassen sich die Porosität und die innere (Faser-) Oberfläche berechnen (Tabelle 5.1.8), die ihrerseits für die Proliferation und Differenzierung von spezifischen Zelltypen wichtig sind. Die strukturellen Unterschiede lassen sich durch die Wasserdurchlässigkeit und die Luftdurchlässigkeit darstellen (Tabelle 5.1.9). Hierbei ist letztere einfacher zu bestimmen. Die Wasserdurchlässigkeit jedoch hat unmittelbar Einfluss auf die Infiltration des Vliesstoffes mit Zellen sowie die Zellversorgung in der Kultur.

Faser: VUU St	anuaru	Faserdurci	imesser 14,	9 μm		
Vlies-Nr.	Sterilisation	Flächen- gewicht	Dicke	Porosität	Faserlänge [cm/cm <sup>2</sup> ]	Faser- oberfläche [cm²/cm²]
SfV 0262- 01/9660/S1	S1: Gamma-	175 g/m <sup>2</sup>	1.24 mm	900/	7002	27.0
SfV 0262- 01/9660/00	/00: unsteril	175 g/III-	1,24 11111	0976	7903	37,0
SfV 0262- 02/9660/S1	S1: Gamma-	280 g/m²	1 26 mm	83%	12644	50.2
SfV 0262- 02/9660/00	/00: unsteril	200 g/m-	1,20 mm	0078	12044	39,2
SfV 0262- 03/9660/S1	S1: Gamma-	260 g/m²	1 29 mm	900/	16257	76 1
SfV 0262- 03/9660/00	/00: unsteril	300 g/m-	1,30 mm	00 %	10237	70,1
SfV 0263- 01/9660/S1	S1: Gamma-	185 g/m²	1,31 mm	89%	8354	39,1
SfV 0263- 02/9660/S1	S1: Gamma-	287 g/m²	1,41 mm	84%	12960	60,7
SfV 0263- 03/9660/S1	S1: Gamma-	394 g/m²	1,29 mm	76%	17792	83,3

 Tabelle 5.1.8: Nadelvliesstoffe; Strukturelle Zusammenhänge

 Facer: V/00 "Standard"

#### Tabelle 5.1.9: Nadelvliesstoffe; Wasser- bzw. Luftdurchlässigkeit von strukturellen Parametern

	SfV 0262-01 /9700/00 PLLA	SfV 0262-02 /9700/00 PLLA	SfV 0262-03 /9700/00 PLLA
Flächengewicht [g/m²]	177	279	359
Dicke [mm]	1,22	1,26	1,32
Porosität [%]	89	83	79
Porengröße MFP [µm]	44,7	28,6	24,7
Wasserpermeabilität [ml/min]	2652	1422	1098
Luftdurchlässigkeit TTLab [I/m²/s] Differenzdruck: 200Pa	1103	418	227

Zellträger sollen in der Regel degradieren, d.h. in einer vorgegebenen Zeit soll die Molmasse abbauen, damit an Festigkeit verlieren und schließlich wird das Material soweit in Oligomere oder Monomere zerlegt, dass diese über den Stoffwechsel ausgeschieden werden. Da diese Abbauvorgänge die zellbiologischen Vorgänge, die mit Bestandteil des Vorhaben sind, überlagern, wurde als Faserpolymer PLLA ausgewählt, das eine lange Degradationszeit aufweist, bei der in der Zellkultur noch keine Oligomere oder Monomere freigesetzt werden, die den pH-Wert der Zellkultur in den sauren Bereich verschieben könnten. In den Abbildungen 5.1.5 und 5.1.6 sind die inhärente Viskosität als Maß für die Molmasse sowie die Festigkeit über der Degradationszeit dargestellt. Die inhärente Viskosität nimmt ab 4 Wochen erkennbar, aber moderat ab. Gleichzeitig bleibt die Festigkeit über den gleichen Zeitraum erhalten. Der Festigkeitsanstieg, der bei SfV-262-03/S1 erkennbar ist, ist in der Regel mit Schrumpf und Umorientierungsvorgängen verbunden, die hier jedoch ausgeschlossen werden können.



Abbildung 5.1.5: Inhärente Viskosität über der Degradationszeit nach ISO 13781:1997(E); Vliesstoffe SfV 262-01/S1, SfV 262-02/S1, SfV 262-03/S1, gepoolt, da die gleichen Fasern verwendet wurden



Abbildung 5.1.6: Kraft/Flächengewicht über der Degradationszeit nach ISO 13781:1997(E); SfV 262-01/S1, SfV 262-02/S1, SfV 262-03/S1

# 5.2 Synthese und Weiterverarbeitung II (ICT, AP4.1)

Zur Herstellung von Filamenten für das Fused Filament Fabrication ("3D-Druck" FFF) und das Drucken von porösen Implantaten ("tissue engineering") mit dem Arburg Freeformer sowie als Basismaterial für den Spritzguss von Serienimplantaten wurde handelsübliches PLLA von Fa. Hisun des Typs Revode 191 verwendet.

Entsprechend der Norm ISO 13781:1997(E) sollten anhand festgelegter Prüfverfahren die Abbaurate und die Änderungen der Materialeigenschaften von Poly-(L-lactid) in vitro bestimmt werden. Der Zweck dieser internationalen Norm ist es, Materialien oder Verarbeitungsbedingungen zu vergleichen und/oder zu bewerten. Diese Norm gilt für Poly-(L-Lactid) in verschiedenen Formen zur Herstellung von chirurgischen Implantaten, einschließlich:

- a) Schüttgut; Granulat
- b) verarbeitetes Material;
- c) Fertigerzeugnisse (verpackte und sterilisierte Implantate)

Dazu wurden folgende Untersuchungen durchgeführt:

- 1) ISO 178 (1993), Kunststoffe Bestimmung der Biegeeigenschaften
- 2) ISO 527-2: 1993, Kunststoffe Bestimmung der Zugfestigkeit
- 3) Bestimmung der Vikositätszahl (ISO 628), ersetzt durch Hochdruckkapillar- und Rheotens-Rheometrie
- 4) Differential Scanning Calorimetry DSC nach ISO 3146
- 5) Gasphasenchromatographie (GPC) zur Änderung der Molekulargewichtsverteilung
- 6) Gaschromatographie (GC) für Restmonomergehaltsbestimmung ersetzt durch Thermogravimetrie gekoppelt mit Massenspektroskopie
- 7) Röntgenbeugung zur Analyse der Kristallinität und Struktur ersetzt durch NIR- und Raman-Spektroskopie
- 8) Rasterelektronenmikroskopie ersetzt durch Lichtmikroskopie

Dabei ist zu beachten, dass in-vitro durchgeführte Untersuchungen nicht zwingend Rückschlüsse auf das Verhalten in-vivo erlauben.

# In-vitro Degradationstests

Die Degradationstests wurden im Degradationsmedium in der vorgeschriebenen Pufferlösung (Sörenson) bestehend aus Kaliumdihydrogenphosphat, Dinatriumhydrogenphosphat, sterilem bidestilliertem Wasser mit pH-Wert: 7,4 + 0,2 durchgeführt. Dabei wurden folgende Randbedingungen eingehalten:

Pufferlösung in Millilitern zur Masse der Probe in Gramm: > 30:1. Das Prüfmuster muss vollständig vom Degradationsmedium bedeckt sein. In jedem Zeitraum sind mindestens drei Muster zu prüfen. Die Prüfung des Echtzeitabbaus bei

einer physiologischen Temperatur von 37 +/- 1 °C wurde verworfen, da über einen Zeitraum von 104 Wochen eingelagert werden müsste. Daher wurde ein beschleunigter Abbau unter Verwendung eines Bades auf einer erhöhten Temperatur von 70 +/- 1 °C verwendet. Für einen beschleunigten Degradationstest waren mindestens zwei Tests erforderlich, nämlich nach Zeiträumen von 24 Stunden und einer Woche. Die an spritzgegossenen Biegestäben mit amorpher und teilkristalliner Morphologie erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 5.2.1 dargestellt.

V1 (teilkristallin)		Mess	werte bei Maxim	Messwerte bei Bruch		
Name	Biegemodul[MPa]	Kraft [N]	Spannung[MPa]	Dehnung [%]	sB(M)[MPa]	eB(M)[%]
Biegung an Luft 0 h	4390,12	414,241	113,184	4,006	109,4534	4,1504
Biegung in Reinstwasser 37 °C nach 0 h	3979,4	263,87	72,098	2,69	67,333	3,1322
Biegung in RW-37°C nach 24 h	3502,82	89,868	24,554	0,824	24,506	0,826
Biegung in RW-37°C nach 168 h	468,26	4,076	1,116	0,33	1,0046	0,3802
		Messwerte bei Maximalkraft				
V2 (amorph)		Mess	werte bei Maxim	alkraft	Messwerte	e bei Bruch
V2 (amorph) Name	Biegemodul[MPa]	Mess Kraft [N]	werte bei Maxim Spannung[MPa]	alkraft Dehnung [%]	Messwerte sB(M)[MPa]	e bei Bruch eB(M)[%]
<b>V2 (amorph)</b> Name Biegung an Luft 0 h	Biegemodul[MPa] 3845,28	Mess Kraft [N] 373,339	werte bei Maxim Spannung[MPa] 102,004	alkraft Dehnung [%] 4,404	Messwerte sB(M)[MPa] n.a.	e bei Bruch eB(M)[%] n.a.
<b>V2 (amorph)</b> Name Biegung an Luft 0 h Biegung in Reinstwasser 37 °C nach 0 h	Biegemodul[MPa] 3845,28 3281,34	Mess Kraft [N] 373,339 228,87	werte bei Maxim Spannung[MPa] 102,004 62,534	alkraft Dehnung [%] 4,404 3,06	Messwerte sB(M)[MPa] n.a. n.a.	e bei Bruch eB(M)[%] n.a. n.a.
V2 (amorph) Name Biegung an Luft 0 h Biegung in Reinstwasser 37 °C nach 0 h Biegung in RW-37°C nach 24 h	Biegemodul[MPa] 3845,28 3281,34 3019,46	Mess Kraft [N] 373,339 228,87 82,371	werte bei Maxim Spannung[MPa] 102,004 62,534 22,506	alkraft Dehnung [%] 4,404 3,06 0,908	Messwerte sB(M)[MPa] n.a. n.a. 22,2892	e bei Bruch eB(M)[%] n.a. n.a. 0,9172

Tabelle 5.2.1: Ergebnisse der in-vitro Degradationstests nach ISO 13781:1997(E)

# Thermische Analysen mit DSC

Als Eingangstests wurden kalorimetrische Messungen (DSC) durchgeführt, um einen Hinweis auf den morphologischen Zustand des Granulats zu erhalten, insbesondere was die Kristallinität des Materials betrifft. Dabei wurde die Aufheizrate von standardmäßigen 10 K/min, siehe Abbildung 5.2.1 links auf 70 K/min erhöht, siehe Abbildung 5.2.1 rechts. Bei der erhöhten Aufheizrate werden die Bereiche der Nachkristallisation und Umkristallisation, erkennbar an den positiven Peeks bis 160 °C rigoros überfahren. Aufgeschmolzen werden somit nur die im PLLA-Granulat vorhandenen Kristallite. Bei beiden Abkühlraten wird allerdings eine Kristallisation teilweise bzw. komplett unterbunden, was dazu führt, dass bei einer Aufheizrate von 10 K/min eine Nachkristallisation und eine Umwandlungskristallisation stattfinden. Bei einer Aufheizrate von 70 K/min sieht man bei der zweiten Aufheizung weder Nachkristallisation- noch Schmelze-peaks, da bei der höheren Aufheizrate die Nachkristallisation komplett unterbunden wird.



Abbildung 5.2.1: DSC-Messungen an teilkristallinen Granulat bei Aufheizrate von 10 K/min (links) und bei 70 K/min (rechts)

Bei der ersten Aufheizung des amorphen Filaments aus PLLA Revode 191 erkennt man deutlich einen großen Peak der Nachkristallisation mit Integral = 33,2 J/g bei T=103,2 °C und dem zufolge auch eine Umwandlung des gebildeten  $\alpha$ -Gitters in das stabilere  $\alpha$ -Gitter bei 161,9 °C. Abkühlverlauf und 2. Aufheizung entsprechen dann wieder weitgehend dem an kristallinen Granulat gemessenen Verlauf.



Abbildung 5.2.2: DSC-Messungen an amorphem Filament bei Aufheizrate von 10 K/min

In einer weiteren Versuchsreihe wurden in der DSC im Temperaturbereich von 10 – 240°C mit einer Heizrate von 5 K/min Wärmekapazitätsmessungen mit Probenmessung, dabei Saphirmessung und Blankmessung durchgeführt. Zur Auswertung verwendet wurden die 5 min Isotherme bei folgenden Temperaturen: 40 / 90 / 135 / 190°C, siehe Abbildung 5.2.3 links, wobei die gemessenen spezifischen Wärmekapazitäten als Input für die Simulationsrechnungen des additiven Fertigungsprozesses dienen sollen.



Abbildung 5.2.3: DSC-Messungen zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität

#### **Thermische Analysen TG-MS**

Die Zersetzungskurven der Proben wurden mit der vakuumdichten Thermowaage NETZSCH TG 209 F1 Iris gemessen. Mit dieser Waage können Untersuchungen im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 1000°C mit einer Auflösung von 0,1µg durchgeführt werden. Für die Analysen stehen 2 Spülgaszugänge und ein Schutzgas zur Verfügung, die exakt im Gerät über einen integrierten Massflowregler kontrolliert werden. Die Datenerfassung sowie die Steuerung und Auswertung der Messungen wurde mit der Proteus Software von Netzsch realisiert.



Abbildung 5.2.4: Gemessener Massenverlust in Abhängigkeit der Temperatur

Das PLA-Granulat zeigt die Hauptzersetzungsstufe zwischen 280 – 380°C mit einem Massenverlust von 98,5%, Abbildung 5.2.4. Ein sehr kleiner Massenverlust von 1,5% schließt sich bis ca. 580°C an. Die Restmasse unter oxidativen Bedingungen beträgt < 0,3%. Bei der Restmasse handelt es sich um mineralische Bestandteile. Allerdings sind diese mit <0,3 % zu gering, um in der ICP-OES (opt. Emissions-Spektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma) erfasst zu werden.

#### Bestimmung der Molmassenverteilung mittels GPC-RID mittels LC 1100 Agilent von Firma PSS

Die Proben wurden exakt eingewogen und durch Zugabe von Hexa-fluoro-iso-propanol (HFIP) auf eine Konzentration von ca. 1,5-2 mg/ml eingestellt. Nach 24stündigem Stehen der hergestellten Lösung wurden diese filtriert (Spritzenvorsatzfilter 0,45 µm) und über die GPC (Gelpermeations-Chromatographie) analysiert. Die Proben wurden 1x eingewogen und dann jeweils einmal injiziert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.2.5 als auch in Tabelle 5.2.2 dargestellt. Ausgehend von einer gewichtsmittleren Molmasse von 2,54e05 wird beim Spritzgießen wie auch bei der Filamentherstellung durch den einmaligen Wärmeeintrag die Molmasse auf ca. 2,2e05 reduziert, siehe Tabelle 5.2.2. Nach dem Verdrucken des Granulats mit dem Arburg freeformer zeigen die Ronden eine vergleichsweise geringe Molmasse von 1,3 bis 1,9e05, obwohl auch dort nur ein einmaliger Wärmeeintrag stattgefunden hat.

Die Ronden aus dem FFF Verfahren zeigen mit 0,95 bis 1,1e05 wie zu erwarten eine noch geringere Molmasse, da bei der Filamentherstellung als auch beim Verdrucken jeweils ein Wärmeeintrag stattfindet. Nach der Einlagerung der Spritzgießformteile in Pufferlösung fällt die Molmasse deutlich ab auf 0,8 bis 0,8e05 nach 24 h und sogar auf Werte um 0,14e05, siehe Tabelle 5.2.2.



Abbildung 5.2.5: Massenspektren unterschiedlicher Proben aus PLLA

	Granulat	Filament	Spritzguss	Spritzguss	Spritzguss		
			tk	tk	amorph		
Molmasse Mw	2,54E+05	2,17E+05	2,17E+05	2,18E+05	2,20E+05		
[g/mol]							

#### Tabelle 5.2.2: Ergebnisse der Bestimmung der Molmasse an PLLA Revode 191

Matorial	Prozoss	Morphologia	Parameter	Molmasse Mw		
Materia	P102C33	MOLDHOLORIE	Palalitetei	[g/mol]		
L-PLA	Spritzguss	V1 (teilkristallin)	Puffer 24h/70°C	7,99E+04		
			Puffer 168h/70°C	1,45E+04		
		V2 (amorph)	Puffer 24h/70°C	8,47E+04		
			Puffer 168h/70°C	1,38E+04		
L-PLA	FFF	V1 (teilkristallin)	Einlagerung 37°C	9,47E+04		
				8,99E+04		
		V2 (amorph)	Einlagerung 37°C	1,04E+05		
				1,08E+05		
L-PLA	AKF	V1 (teilkristallin)	Füllgrad 80 %	1,68E+05		
			Füllgrad 100 %	1,85E+05		
		V2 (amorph)	Füllgrad 80 %	1,29E+05		
			Füllgrad 100 %	1,68E+05		

#### Rheologische Analysen im "Rheotens"

Der Dehnungstester "Rheotens" verstreckt einen extrudierten Schmelzestrang mit Hilfe zweier gegenläufiger, gezahnter Walzen. Außer konstanten Geschwindigkeiten erlaubt der gesteuerte Motor auch lineare Beschleunigungen, wobei die zur Verstreckung der Schmelze notwendige Kraft gemessen wird. Gemessen wird bis entweder der verstreckte Schmelzestrang abreißt oder die maximale Rollenumfangsgeschwindigkeit erreicht ist (hier 1200 mm/s). Das Ergebnis eines Rheotensversuchs unter konstanter Beschleunigung wird meist in einer Auftragung der Abzugskraft als Funktion der Abzugsgeschwindigkeit dargestellt. Die beim Abriss des Schmelzefadens erreichte Abzugsgeschwindigkeit ist ein Maß für die Verstreckbarkeit und die maximale Kraft liefert eine Relativangabe für die Schmelzefestigkeit. Beides sind Werte, die eine Aussage über das Schäumen und Blasformen sowie zur Filamentherstellung und Verdruckbarkeit des Materials erlauben. Beim Vergleich der am Granulat und am Filament gemessenen Rheotenskurven zeigt sich deutlich der Einfluss der Molmasse weniger auf die Schmelzedehnbarkeit als auf die Schmelzefestigkeit, Abbildung 5.2.6 links und rechts.



Abbildung 5.2.6: Rohkurven aus den Rheotensmessungen an PLLA Granulat (links) und Filament (rechts)

Als weitere Eingangskontrolle wurden aus dem Granulat im Spritzgießprozess ca. 2 mm dicke Platten hergestellt, aus welchen dann spanend Kleinzugstäbe herausgearbeitet wurden. In einer zweiten Kampagne wurden die Kleinzugstäbe direkt spritzgegossen. Bei der Herstellung der Platten und Kleinzugstäben wurde zunächst eine Werkzeugtemperatur von 30 °C eingestellt um durch Abschrecken einen amorphen Werkstoffzustand einzustellen. Anschließend wurde in einer zweiten Versuchsreihe das Werkzeug auf 100 °C erwärmt, damit das PLLA kristallisieren konnte. Die an den spanend hergestellten amorphen und teilkristallinen Kleinzugstäben gemessenen mechanischen Kennwerte wie Steifigkeit und Festigkeit sind in Tabelle 5.2.3 einander gegenübergestellt.

	E [MPa]	Fmax [N]	σy. [MPa]	εy. [%]	σM [MPa]	εM [%]	σB(M) [MPa]	εB(M) [%]	b [mm]	a [mm]	So [mm <sup>2</sup> ]
MW	3484	782	74,010	2,300	74,010	2,300	69,939	2,633	4,91	2,15	10,57
MINI	3293	726	71,941	2,258	71,941	2,258	65,213	2,302	4,50	2,14	9,72
MAXI	3643	811	75,450	2,344	75,450	2,344	72,781	3,390	5,03	2,16	10,86
s	137	30	1,253	0,031	1,253	0,031	2,729	0,385	0,20	0,01	0,42
V	4	4	1,693	1,365	1,693	1,365	3,901	14,608	4,11	0,38	3,99
ANZ	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
ANZ	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
ANZ	6 E [MPa]	6 Fmax [N]	6 σy. [MPa]	6 εy. [%]	6 σM [MPa]	6 ٤M [%]	6 σB(M) [MPa]	6 εB(M) [%]	6 b [mm]	6 a [mm]	6 So [mm²]
ANZ	6 E [MPa] / 4086	6 Fmax [N] 761	6 σy. [MPa] 71,927	6 εy. [%] 1,868	6 σM [MPa] 71,927	6 <b>ε</b> M [%] 1,868	6 <b>σB(M) [MPa]</b> 64,790	6 εB(M) [%] 3,799	6 <b>b [mm]</b> 4,90	6 <b>a [mm]</b> 2,16	6 So [mm²] 10,58
ANZ MW MIN	6 E [MPa] / 4086 I 3960	6 Fmax [N] 761 749	6 σy. [MPa] 71,927 70,079	6 εy. [%] 1,868 1,816	6 σM [MPa] 71,927 70,079	6 εΜ [%] 1,868 1,816	6 σB(M) [MPa] 64,790 60,347	6 εB(M) [%] 3,799 1,816	6 <b>b [mm]</b> 4,90 4,83	6 <b>a [mm]</b> 2,16 2,15	6 So [mm²] 10,58 10,43
ANZ MW MIN MAX	6 E [MPa] / 4086 I 3960 I 4172	6 Fmax [N] 761 749 784	6 σy. [MPa] 71,927 70,079 72,709	6 εy. [%] 1,868 1,816 1,949	6 <b>σM [MPa]</b> 71,927 70,079 72,709	6 εΜ [%] 1,868 1,816 1,949	6 σB(M) [MPa] 64,790 60,347 70,079	6 εB(M) [%] 3,799 1,816 6,099	6 <b>b [mm]</b> 4,90 4,83 5,00	6 a [mm] 2,16 2,15 2,16	6 So [mm <sup>2</sup> ] 10,58 10,43 10,80
ANZ MW MIN MAX	6 E [MPa] / 4086 I 3960 I 4172 5 78	6 Fmax [N] 761 749 784 12	6 σy. [MPa] 71,927 70,079 72,709 1,031	6 <b>εy. [%]</b> 1,868 1,816 1,949 0,046	6 σM [MPa] 71,927 70,079 72,709 1,031	6 εΜ [%] 1,868 1,816 1,949 0,046	6 σB(M) [MPa] 64,790 60,347 70,079 3,436	6 εB(M) [%] 3,799 1,816 6,099 1,831	6 <b>b [mm]</b> 4,90 4,83 5,00 0,07	6 <b>a [mm]</b> 2,16 2,15 2,16 0,00	6 <b>So [mm²]</b> 10,58 10,43 10,80 0,14
MW MIN MAX	6 E [MPa] / 4086 I 3960 I 4172 5 78 / 2	6 Fmax [N] 761 749 784 12 2	6 σy. [MPa] 71,927 70,079 72,709 1,031 1,433	6 <b>εу. [%]</b> 1,868 1,816 1,949 0,046 2,446	6 σM [MPa] 71,927 70,079 72,709 1,031 1,433	6 <b>£M [%]</b> 1,868 1,816 1,949 0,046 2,446	6 σB(M) [MPa] 64,790 60,347 70,079 3,436 5,304	6 εB(M) [%] 3,799 1,816 6,099 1,831 48,193	6 <b>b [mm]</b> 4,90 4,83 5,00 0,07 1,38	6 <b>a [mm]</b> 2,16 2,15 2,16 0,00 0,19	6 <b>So [mm²]</b> 10,58 10,43 10,80 0,14 1,36

#### Tabelle 5.2.3: Mechanische Kennwerte des amorphen und teilkristallinen PLLA Revode 191



# 5.3 Prozesskontrolle I (DITF, AP4.2)

Zunächst erfolgte eine Prozessdefinition, welche die wesentlichen Prozess-Schritte der Herstellung der Fasern und Nadelvliesstoffe umfasste.

Der erste Prozessschritt zur Erzeugung von Fasern ist das Schmelzspinnen (Extrudieren) eines Endlosgarns als Multifilament. Je nach Spinn- d.h. Spulgeschwindigkeit ergibt sich ein höher (POY = partially oriented yarn) oder geringer (LOY = low oriented yarn) orientiertes Vorgarn. Eine geringere Orientierung im Garn drückt sich durch eine höhere Bruchdehnung des Garns aus, wie Tabelle 5.1.3 zu entnehmen ist. Dieses Garn muss im zweiten Schritt stärker verstreckt werden.

Das Verstrecken der Vorgarne erfolgte auf einer Streckspulmaschine mit 2 Galetten, es verleiht den Garnen Festigkeit und eine definierte Dehnung bei Bruch (Tabelle 5.1.4). Verstreckte Garne werden als FDY (fully drawn yarn) bezeichnet.

#### Prozessdaten der Extrusion (Schmelzspinnen)

Die Prozessdaten der Extrusion werden untergliedert in Soll- und Ist Daten von den Online Erfassungen, die händisch in EXCEL. Tabellen übertragen werden, da eine maschinelle Verknüpfung zur Datenablage (noch) nicht vorliegt. Neben Datum und Chargennummer, Polymer, Polymercharge, Düsen und Filterung werden die Parameter Trocknung (Taupunkt), Temperaturen, Drücke, Durchsatz, Anblasung, Avivageauftrag, Galetten- und Wicklergeschwindigkeiten erfasst. Hierfür sind mehrere Tabellen erforderlich, die vergleichbar zu Abbildung 5.3.1 aufgebaut sind. Auf diese Tabellen greift die Datenerfassung zur Beschreibung des Materialdatenraums zu.

# Prozessdaten der Verstreckung

Aufgrund des Alters der Streckpulsmaschine wurden die Prozessdaten der Verstreckung im Wesentlichen von Hand in einer Excel-Tabelle zusammengeführt. Diese Tabelle (Abbildung 5.3.1) enthält Datum, Ident-Nummer; Maschineneinstellungen als Prozessdaten sowie Materialdaten (Garneigenschaften) und Bemerkungen. Auf diese Tabelle des Verstreckungsprozesses griff die Datenerfassung zur Beschreibung des Materialdatenraums zu.

Datum, Ident-Nr.	Maschinen-Einstellungen	Garn- Eigenschaften	Bemerkungen			
Antrena Contractor de     Difference     Contractor de     Contractor de     Contractor de     Contractor de     Contractor de	NCOLING Stands publicative 206EPT N2 entropyil VVIde Anamolung und Zamel Labor D 15		nex			
6 Eingart Peedate B	nondurgen. 1995/2019 - 1980/24 Realigab Fuel (node Yang) Fuel Yang) Fuel Tariel Note: 1980/24 House Postillary Induktion (1984) Realigab Fuel (node Yang) Fuel Yang) Fuel Tariel (1985) - 1980/2410 - 1980/2410 - 1980/2410 - 1980/2410 - 1980/2	Addatably The Denney Feithers and Annu Park Peith	Benefagen / Benefagen / Benefagen /			
Uma         Corps         H           0         Second         Fill         Million         M	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	19         Randolf W 196         1			
B         Origin / Fight / State / Sta	Maj         U         Mai	0         1         H3         H3 <td>And Strangton     Excl. Strangton     Exc</td>	And Strangton     Excl. Strangton     Exc			
30         10 mode         FEID         11         MORENALD           201         Initiality         Files         11         MORENALD           201         Initiality         Files         11         MORENALD           201         Initiality         Files         12         MORENALD           201         Initiality         Files         12         MORENALD           201         Initiality         Files         14         MORENALD           201         Initiality         Files         14         MORENALD	MB2         11         MB2         UII         MD	12         1         50         8         1           U         I         W         N         N         O         N         N           U         I         W         N         N         O         N	If interpretent the     If interpretent the     If is the pretent of following intra the     Wing (10) of     If is the pretent of following intra the     Wing (10) of     If is the pretent of following interpretent     If is the pretent of following interpretent			
Dispers         Price         A.         Extense         B.           Bigger         Price         A.         Molense         B.           Bigger         Price         A.         Molense         B.           Bigger         Price         A.         Molense         B.           Bigger         Price         Price         A.         Molense         B.           Bigger         Scienter         Price         Price         Molense         B.           Bigger         Price         Price         Price         Molense         B.           Bigger         Price         Price         Price         Molense         B.           Bigger         Price         Price         Molense         B.         B.           Bigger         Price         Price         Molense         B.         B	Mail         0         444.5         0.08         0.01         0.00         0.01         0		print to the second and have set of interviewal print to the second and have set of the second and have set of the second print to the second and have set of t			
4         44 - 44 - 45         10         Mignets (1)           44         48 - 46 - 46         10         Mignets (2)           45         48 - 46 - 46         10         Mignets (2)           46         48 - 46 - 46         10         Mignets (2)           41         48 - 46 - 46         10         Mignets (2)           42         48 - 46 - 46         10         Mignets (2)           43         48 - 46         10         Mignets (2)           44         48 - 46         10         Mignets (2)           45         48 - 46         10         Mignets (2)           46         48 - 46         10         Mignets (2)           47         48 - 46         10         Mignets (2)           48         48 - 46         10         Mignets (2)	No.         1         4455         10         455         10         455         10         455         0         00215         578           No.         0         05		Angles of a set of a set of the set of			
DATES FOR NO MORE DI	MBA.3         L1         MCW         L1.5         LM27         C103         LM42         BB         MB         LG2         L2         L022.40         L30           MBA.3         L2         MCW         MC	5 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	10年2月1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1日の1			
10 0.000 Field     10 0.000	Line         Line <thline< th="">         Line         Line         <thl< td=""><td></td><td>pa MSC/ Hot subject #27.50% a 27%</td></thl<></thline<>		pa MSC/ Hot subject #27.50% a 27%			
H 4 + H Tab HatDigital Verstre	2014 + 31 + 32 + 32 + 32 + 32 + 32 + 32 + 32					

Abbildung 5.3.1: Prozessdaten- und Materialdaten-Tabelle der Verstreckung, exemplarisch

# Prozessdaten der Vliesherstellung

Die Prozessdaten der Vliesstoffherstellung sind v.a. von Sollvorgaben gekennzeichnet, die händisch in Excel-Tabellen übertragen werden, da eine maschinelle Erfassung und Verknüpfung zur Datenablage nicht wirtschaftlich ist. Diese Daten werden verknüpft mit Messgrößen während der Vliesstoffherstellung. Dies sind vor allem Dicke und Flächen-gewicht. Mehrere Messgrößen müssen in anderen Laboratorien erfasst werden, wie z.B. die Trocknungsgrad oder der Avivagegehalt. Hierfür sind mehrere z.T. sehr große Tabellen erforderlich. Diese sind noch für jeden Prozessschritt (siehe Tabelle 5.1.6) in mehrere Tabellenblätter unterteilt. Beispielhaft ist hier eine Tabelle für die Herstellung von Vorvliesen Typ A wiedergegeben (Tabelle 5.3.1). Auf diese Tabellen greift die Datenerfassung zur Beschreibung des Materialdatenraums zu.

Vliesstoff- Chargennr.	Wiegen von Stap	pelfasern			Prozessparameter Krempel Geschwindigkeiten der Walzen					Krempelvorlage Vorvlies A						Raumkli	ima		Vliesdaten Vorvlies A								
	SF- Chargennr.	gewoger	ie Fasern	Datum	Operator	Material- zulauf	Tambour	Material- auslauf	Wickler	Art der Vorlage	Vorlagenge	wicht	Einlauf- breite	Einlauf- länge	Flächen- gewicht Vorlage	Temp.	RLF	Luftbe- feuchtung ja/nein	Vlies- gewicht	Vlies- breite	Vlies- länge	Flächen- gewicht Vlies	Faser	verlust	Vorvlies- Chargennr.	Datum	Operator
		[g]	[Portionen]			Poti	FQU [Hz]	Poti	FQU [Hz]		[g]	Anzahl Vorlagen	[mm]	[mm]	[g/m²]	[°C]	[%]	1/0	[g]	[m]	[m]	[g/m²]	[g]	[%]			
SfV 0262-01	SF 0183a W:Q T:100°C	4	32	17.05.2019	Gsch	7	35	330	5	Faserflocke	16	4	210	340	224,1	22	41	0	59,8	0,25	1,3	184	4,22	6,6	SfV 0262-001A /0000/00	17.05.2019	Gsch
SfV 0262-02	SF 0183a W:Q T:100°C	5	40	22.05.2019	cbo	7	35	330	5	Faserflocke	20	5	210	340	280,1	21,8	36	0	96,8	0,25	1,3	298	3,20	3,2	SfV 0262-002A /0000/00	23.05.2019	Gsch
SfV 0262-03	SF 0183a W:Q T:100°C	4,86	48	27.05.2019	Gsch	7	25	330	5	Faserflocke	19,44	4	210	340	272,3	22,2	42	0	76,3	0,24	1,28	248	1,46	1,9	SfV 0262-003A /0000/00	28.05.2019	Gsch
Sfv 0263-01	SF 0183b W:0 T:100°C	5	20	21.08.2019	cbo	7	40	330	5	Faserflocke	15	6,6	210	340	210,1	22	48	0	98,5	0,25	1,28	308	0,50	0,5	SfV 0263-001A /0000/00	27.08.2019	cbo
Sfv 0263-02 Sfv 0263-03	SF 0183b W:0 T:100°C	5	20	21.08.2019	cvbo	7	60	370	6																		

Tabelle 5.3.1: Prozessdaten- und Materialdaten-Tabelle der Herstellung eines Vorvlieses, Typ A, exemplarisch

# Zerstörungsfreie inline-fähige Prozesskontrolle

Zur Erfassung der prozessimmanenten Eigenschaftsprofile der Materialien für digitale Repräsentationen wurden Inline-Sensoren "FRAYTEC FV2" (Abbildung 5.3.2) für die Extrusion bzw. den Verstreckprozess des Vorgarns POY (partially oriented yarn) beschafft, installiert und im Betrieb genommen. Die Sensoren liefern im Wesentlichen Daten über Filamentbrüche und Schlingen im Garn, welche später im Verarbeitungsprozess und im Vliesstoff Ungleichmäßigkeiten und Störungen verursachen können. Auch Daten über typische Produktionsdaten wie Laufzeit und Spulengewicht sowie andere Qualitätsattribute werden bereitgestellt. Über das System können Garnfehler einer bestimmten Spule zugeordnet werden, was entweder zur Beschreibung des Digitalen Zwillings oder zum Aussondern von fehlerhaftem Garn dient. Es wird ein detaillierter Produktionsbericht (vgl.: Abbildung 5.1.2) zur Verfügung gestellt. Detaillierte Datensätze über die Laufzeiten der einzelnen Garnspulen können zusätzlich als Rohdaten der Sensoren abgerufen werden. Die Daten werden in einer windowsbasierten SQL-Datenbank lokal gespeichert und können gezielt als ASCII oder CSV-Dateien exportiert werden. In Abbildung 5.3.2 ist die Installation von vier Inline-Sensoren "FRAYTEC FV2" am Wickler der Extrusionsanlage dargestellt. Beim Schmelzspinnen durchlaufen die Fäden unmittelbar vor der Aufwicklung auf die Spule den Messschlitz der Sensoren, die Messung und Datenerfassung erfolgt automatisch.

Die Sensorpositionierung an der Streckspulmaschine zum Verstrecken der Vorgarne ist in Abbildung 5.3.3 dargestellt. An der Streckspulmaschine mit 12 Verstreckstellen können bis zu acht Fraytec-Sensoren installiert werden. Im Vorhaben waren hier vier Sensoren und an der Extrusionsanlage vier weitere Sensoren im Einsatz.



Abbildung 5.3.2 Inline-Sensoren "FRAYTEC FV2" installiert am Wickler der Extrusionsanlage der DITF

Abbildung 5.3.3 Inline-Sensoren "FRAYTEC FV2" installiert an der Streckspulmaschine Zinser 517 der DITF

Die Fraytec-Sensoren liefern ein Spannungssignal im mV-Bereich, welches vom Rechner kontinuierlich überwacht und ausgewertet wird. Ein beispielhafter Signalverlauf für eine kleine Schlaufe als Garnfehler ist in Abbildung 5.3.4 dargestellt. Sobald die Signalspannung den Schwellwert (hier: 80 mV) übersteigt, wird ein Filamentbruch gezählt. Jedes detektierte Ereignis (Filamentbruch, Schlaufe o.ä.) wird je produzierter Garnspule in der SQL-Datenbank gespeichert. Die Rohdaten der Signalverläufe sind, wie in Abbildung dargestellt im csv-Format verfügbar.



Abbildung 5.3.4 Spannungssignal eines Fraytec-Sensors bei Detektion einer Schlaufe (einer Kalibrierspule)

# 5.4 Prozesskontrolle II (ICT, AP4.2)

#### Spritzgießen von Platten und Kleinzugstäben

Zu jedem Spritzgießversuch wird ein Parameterdatenblatt als Excel-Tabelle abgelegt, Abbildung 5.4.1. Standardmäßig erfolgt die automatisierte Überwachung und Protokollierung der typischen Spritzgussparameter wie Schmelze- und Werkzeugtemperatur sowie der Einspritzgeschwindigkeit und des Druckverlaufs, Abbildung 5.4.2, welche sich auch separat anwählen, als ASCII ausgeben und grafisch darstellen lassen. Zusätzlich wurde am ICT eine inline-Messtechnik mittels Thermoelementen zur Bestimmung des Temperaturverlaufs installiert, Abbildung 5.4.3. Inline gemessene Temperaturverläufe erlauben die Vorhersage bzw. Interpretation der Morphologie wie z.B. die Kristallinität, Molekülorientierungen oder Eigenspannungen in den Spritzgießformteilen. Für die nächste Entwicklungsstufe wurde eine weitere Inline-Messtechnik basierend auf NIR-Spektroskopie im Spritzgusswerkzeug installiert, Abbildung 5.4.4 und erste Messkampagnen durchgeführt, Abbildung 5.4.5. Ziel ist die Kontrolle und gezielte Einstellung der Kristallinität des Werkstoffs als wesentlichem Festigkeitsmerkmal. Da im Gegensatz zu den zuvor an PLLA Corbion L130 durchgeführten Messungen mit dem Hisun Revode 191 keine mathematisch auswertbaren Ergebnisse zu erzielen waren, wurde parallel offline Messungen mit der Raman-Spektroskopie durchgeführt. Mit diesem Verfahren lassen sich durch eine Hauptkomponentenanalyse (NIPALS Verfahren) die eingegrenzten Signalbereiche der amorphen und teilkristallinen Proben deutlich unterscheiden, Abbildung 5.4.6, sofern die Voraussetzungen einer ausreichenden Menge an Proben, die Kenntnis der Einflussnahme der wesentlichen Randbedingungen oder die Eliminierung aller Störgrößen erfüllt ist.

Projekt		Material Digital	Material Digital
Projektnummer			
Auftraggeber		bba	bba
Versuch		Zugstab klein	Zugstab klein
Versuchsnummer			
Datum		28.03.19	03.04.19
Durchführung		tho	ans
Material		PLLA	PLLA
Materialkennung		PLLA	PLLA
Materialtyp		PLA	PLA
Zusatz			
Vortrocknung		ia	ia
Trocknungstemperatur	°C		90
Trocknungsteit	ь.		3
Preitzgie @meashine		Arburg 220 C	Arburg 220 C
Spritzgreismaschme		Alburg 320 C	Arburg 320 C
Rehliefkref	KAI	Zugstab klein	Zugstab kieln
осплевкгап	r.in	000	600
-			
Temperaturen			-
Einzug	°C	60	60
Zone3	°C	190	190
Zone2	°C	195	195
Zone1	°C	200	200
Düse	°C	205	205
Werkzeugtemperatur (Gerät)	°C	31	100
Schmelzetemperatur (gemessen)	°C		
Wkzg-AWS (Auswerferseite)	°C	29,5	98,8
Wkzg-DS (Düsenseite)	°C	30,1	89,5
Dosiervolumen	cm <sup>3</sup>	37	30
Schneckenrückzug	cm <sup>3</sup>	2	2
Dosierweg	mm		
Drehzahl	1/min	(D=30mm)	(D=30mm)
Imfangsgeschwindigkeit	m/s	10	10
Staudruck	har (enor )	55	55
Köhlasit	Dai (apez.)	33	300
Designarzögerung	о е	40	5
Einepritzdruck (eingest )	ə bar (bydr.)	2000	2000
Emphasic (emgeac)	bar (liydi.)	2000	2000
max Einspritzdruck	bar (nydr.)	1665	1074
Finspritzdruck am LIP	bar (bydr.)	1005	1074
Einspritzdruck	bar (spez.)	1665	738
Einspritzgeschwindigkeit	mm/s		
Finspritzgeschwindigkeit	cm <sup>3</sup> /s	75	75
Einepritzzait	e	0.5	0.4
Umschaltnunkt	mm	0,5	0,4
Umschaltpunkt	cm <sup>3</sup>	80	8.0
Nachdruck	bar (hydr.)	0,0	0,0
Nachdruck	har (spez.)	850	500
Nachdruckzeit	e	5	10
Polster	mm		
Poletor	cm3	7.0	19
Bemerkungen	GIT.	7,0	1,9
Semenangen			

Abbildung 5.4.1: Spritzgießparameter bei Herstellung der Kleinzugstäbe aus PLLA

Technischer Bericht zum Use-Case Polymere



Abbildung 5.4.2: Standardmäßige Aufzeichnung der Spritzgießparameter



Abbildung 5.4.3: Im Werkzeug inline über Thermoelemente gemessener Temperaturverlauf



Abbildung 5.4.4: In Spritzgießwerkzeug (Prüfplatten) eingebaute NIR-Sonde (Position rot eingekreist)



Abbildung 5.4.5: Im Spritzgießwerkzeug inline an PLLA Hisun Revode 191 gemessene NIR-Spektren



Abbildung 5.4.6: Hauptkomponentenanalyse der zweiten Ableitung der Ramanspektren (Spektralbereich 2800-3050 1/cm)

#### 3D-Drucken von Ronden für die biologischen Untersuchungen

Eine ähnliche Zielsetzung wie beim Spritzgießen wurde bei der Herstellung der 3D-Druck-Filamente mit dem Filamentextruder Next der Fa. 3Devo verfolgt, Abbildung 5.4.6 (links) und während der Filamentextrusion den über eine Gebläsekühlung einstellbaren Temperaturverlauf, Abbildung 5.4.6 (rechts) mittels einer Thermokamera, Abbildung 5.4.6 (mitte) gemessen. Aus den Abkühlbedingungen lassen sich mittels der DSC-Messungen der morphologische Zustand des PLLA-Filaments abschätzen. Ferner wurde der für das Druckergebnis wichtige Druckfilamentdurchmesser gemessen. Je genauer der Durchmesser eingehalten werden kann, Abbildung 5.4.7, umso besser sind die Güte des Infills über Spurenüberlappung und damit die Produktqualität sicher zu stellen. Die für den späteren Druck mit dem FFF-Drucker German Reprap X500, Abbildung 5.4.8 (links) benötigten Daten-Files FFF (Slicecode, Abbildung 5.4.8 mitte) und der Gcode (Druckersteuerung, Abbildung 5.4.8 rechts) sind im Excelformat abgelegt. In gleicher Weise werden die Daten für das Slicen und die Druckersteuerung, Abbildung 5.4.9 (rechts) für den Arburg freeformer, Abbildung 5.4.9 (links) in ASCII als csv-Files abgelegt. Mit der jetzigen Software-Version ist darüber hinaus ein kontinuierlicher Mitschrieb der Prozessparameter wie Druckgeschwindigkeit, Drucktemperatur und der Drücke möglich. Die mit dem Arburg freeformer hergestellten rondenförmigen Prüfkörper mit unterschiedlicher Morphologie (teilkristallin und amorph) bzw. mit unterschiedlichem Füllgrad (80 und 100 %) sind in Abbildung 5.4.10 dargestellt.











Abbildung 5.4.8/2i: 3D-Drucker German Reprap x500 (links) und zugehörige Druckdatenfiles FFF (mitte) gcode (rechts)



Abbildung 5.4.9: Arburg freeformer (links) und zugehörige Parameterfiles (rechts)



Abbildung 5.4.10: 3D-gedruckte Prüfronden mit unterschiedlicher Morphologie und bei variiertem Füllgrad

# 5.5 Prozesskontrolle III (NMI/DITF/ICT, AP4.2)

Die Daten der DITF und des ICT werden durch die automatisierbare Mikrostrukturanalytik am **NMI** ergänzt. Die automatisierte Mikrostrukturanalytik umfasst die Bestimmung der Topografie und Oberflächenbenetzbarkeit mit Methoden zur Untersuchung der Oberflächenstruktur und -chemie mit REM+EDX, RAMAN, Dynamische Kontaktwinkelmessung und Konfokale Weißlichtmikroskopie.

Am NMI wurden mittels bildgebender (LM, REM), spektroskopischer (Raman, ATR-FTIR) und chromatographischer (GPC) Verfahren die Einflüsse der Prozessparameter auf die Proben- und Materialbeschaffenheit analysiert. Dabei galt es eine Korrelation zwischen den Analyseergebnissen und variierten Prozessparametern, wie z.B. Avivagen oder Waschschritten auf Faserdurchmesser und Sterilität, festzustellen.

# 5.5.1 PLLA-Fasern und Vliese hergestellt an den DITF

Der vielschichtige Prozess zur Herstellung von PLLA-Vliesen erfordert es, die Auswirkungen verschiedenster Prozessparameter auf die biologische Bewertung der jeweiligen (Zwischen-)Produkte sowie deren physikochemische Analyse zu evaluieren. Um den Einfluss der variierten Prozessparameter auf die biologischen und physikochemischen Analysen im Hinblick auf korrelierende Zusammenhänge und dem Ziel eines Digitalen Zwillings in der zur Verfügung stehen Zeit möglichst effizient abbilden zu können, wurde in kompetenzübergreifenden Diskussionen die Auswahl auf eine Modulation folgender Prozessparameter beschränkt: 1) Faserdurchmesser, 2) Avivagen, 3) Waschzeitpunkt, 4) Sterilisation, 5) Verarbeitung (Granulat/Faser/Vlies) und 6) Vliesdichte (niedrig 175 g/m<sup>2</sup>, mittel ~280 g/m<sup>2</sup> und hoch ~360 g/m<sup>2</sup>). Die Auswirkungen der veränderten Parameter auf die physikochemischen Eigenschaften, Biokompatibilität und Zelladhäsion auf den Materialoberflächen wurden mit den oben genannten Methoden untersucht.

# 5.5.1.1 REM-Analyse

Die Struktur der Oberfläche und Durchmesser der Fasern wurde im Rasterelektronenmikroskop (REM) bestimmt. Für die sichere und automatisierte Bestimmung des Faserdurchmessers wurde eine Software eingeführt die automatisiert an den Kanten der Fasern deren Durchmesser bestimmt. Dadurch kann der Durchmesser im Vergleich zum manuellen Vorgehen deutlich zuverlässiger bestimmt werden, da sehr viele automatische Messungen durchgeführt werden (Abbildung 5.51).

Technischer Bericht zum Use-Case Polymere



#### Abbildung 5.5.1: Exemplarisches Beispiel einer REM Analyse an Fasern mit automatischer Bestimmung der Faserdurchmesser.

Die Bilddaten im REM werden in der Regel als Tif Datei gespeichert. Im Header dieser Datei sind alle Betriebsparameter des REMs als Meta-Daten abgelegt. Somit ist es möglich wiederholende Messungen mit exakt gleichen Parametern durchzuführen, so dass die Bilddaten direkt vergleichbar sind.

Hier eine Liste der wichtigsten Parameter und typische Werte, die im vorliegenden Projekt verwendet wurden:

Parameter	Wert	Wertebereich
Beschleunigungsspannung	1kV, 3kV	100V - 30.000V
Detektor	SE	SE, in-lens, BSE
Bildfeld	10 – 2000µm	1µm – 3000µm
Anzahle der Pixel	1024, 2048	512 – 32400
Pixelgröße	10nm – 3µm	0,1nm – 3µm
Arbeitsabstand	10mm	1mm – 30mm
Vakuum	3e-6 mbar	1e-6 – 5e-4mbar

Anmerkung zum Parameter Vergrößerung: Dieser wurde hier bewusst nicht aufgeführt, da das Bildfeld, also die Größe des abgebildeten Bereichs in µm die bessere Darstellung ist (Proben-zentriert und nicht Geräte-zentriert). Bei der Vergrößerung muss immer klargestellt werden auf welchem Ausgabegerät (19Zoll, 21Zoll Monitor, historisch: Polaroid..., Drucker: A4 oder A3 etc.) sie bezogen ist.

# 5.5.1.2 ATR-FTIR

 Die ersten IR-Analysen sollten feststellen, ob ein signifikanter Unterschied in den Spektren nach Verarbeitung des Ausgangsmaterials PLLA-Granulat zur ersten Verarbeitungsstufe der PLLA-Fasern zu detektieren ist. Die Spektren scheinen keine signifikanten Unterschiede zwischen Ausgangsmaterial und Fasern zu zeigen, da sowohl Bandenposition und –Intensität beider Spektren nahezu identisch sind (Abbildung 5.5.2).



Abbildung 5.5.2: Vergleich der FTIR-Spektren des PLLA-Granulats (rot) mit der ersten Verarbeitungsstufe der PLLA-Fasern (türkis).

- Prominentester Unterschied ist eine Änderung der Bandenform im Bereich um 700 cm<sup>-1</sup>, wobei zu beachten ist, dass das Peak-Maximum identisch ist und nur die Breite des Signals vom Ausgangsmaterial zu den Fasern zunimmt. Ebenfalls sind schwache neue Signale im Bereich von 1576 cm<sup>-1</sup> und 1540 cm<sup>-1</sup> zu erkennen, sowie kleinere Abweichungen der Signale zwischen 3000 cm<sup>-1</sup> und 2800 cm<sup>-1</sup>. Diese geringfügigen Unterschiede können jedoch auf Variationen der Materialbeschaffenheit und dem Kontakt der Proben zum Messkristall zu-rückzuführen sein und eine umfassendere Datenmenge kann hier für statistische Gewissheit sorgen.
- Mittels IR-Analyse war kein Einfluss der **Sterilisation** zwischen den untersuchten Proben zu erkennen. Es konnten zwar teilweise zusätzliche kleine Signale nach Sterilisation detektiert werden, die aber nicht bei allen sterilisierten Proben auftraten.
- Ebenso ist der Nachweis der Avivage mittels ATR-FTIR nicht möglich, da die gewählte Methode für diese Art der Rückstandsanalytik nicht die entsprechende Empfindlichkeit aufweist und eventuelle zusätzliche Signale im Hintergrund der PLLA-Molekülschwingungen verschwinden.
- Ebenso war ein Einfluss des Waschprozesses vor oder nach Vliesherstellung nicht zu detektieren und auch die weitere Verarbeitung von der Faser zum Vlies sowie die Vliesdichte zeigte keine signifikanten Änderungen in den jeweiligen Spektren.

# 5.5.1.3 GPC

Mittels Größenausschlusschromatographie lassen sich üblicherweise Aussagen über die Molekulargewichtsverteilungen der analysierten Proben treffen. Hierfür stehen nach chromatographischer Trennung verschiedene Detektoren zur Verfügung. Ein Lichtstreudetektor hat den Vorteil, dass er keine vorherige Kalibrierung mit einem Polymerstandard benötigt und daher in diesem Projekt als Methode der Wahl verwendet wurde.

- Es konnte beobachtet werden, dass bereits die **Verarbeitung** des Granulats zum Garn zu einer geringfügigen Abnahme der Molekulargewichte führte.
- Deutlicher noch konnte festgestellt werden, dass die Sterilisation der Vliese ebenfalls zu einer deutlichen Reduktion der Molekulargewichtsverteilungen des PLLA führte, d.h. der Sterilisationseffekt ist mittels GPC messbar (Abbildung 5.5.3). Interessanterweise spiegelt sich der Einfluss der Sterilisation aber nicht deutlich sichtbar im Polydispersitätsindex wider. Insgesamt kommt es nach Sterilisation zu ca. einer 30%igen Reduktion des Zahlen- und Gewichtsmittels.



#### Abbildung 5.5.3: Exemplarisches Ergebnis der Probenanalyse mittels GPC. Links) Signal des Lichtstreudetektors aller Proben im Vergleich; rechts) tabellarische Darstellung der ausgewerteten Peakflächen.

- Ein signifikanter Unterschied zwischen gewaschenen und nicht gewaschenen Proben (**Avivage**) und auch des **Waschzeitpunktes** ist dagegen nicht zu detektieren.
- Wie auch nicht anders zu erwarten, konnte auch kein Unterschied der **Vliesdichten** mittels GPC beobachtet werden.

# 5.5.2 Spritzgegossene und 3D-gedruckte PLLA-Proben vom ICT

Die Spritzgegossenen oder 3D-gedruckten PLLA-Proben des ICTs wurden hinsichtlich der Unterschiede in ihrer Kristallinität (amorph oder teilkristallin), des Füllgrades, der Sterilität, des Mediumkontaktes und natürlich der Herstellungsmethode untersucht. Dabei galt es unter anderem topographische Unterschiede festzustellen und ob diese einen Einfluss auf die Zelladhäsion haben.

# 5.5.2.1 REM Analysen



Abbildung 4: REM Analyse an Spritzguss. Amorph (links) und teilkristallin (rechts)

In der Morphologie der Oberfläche gab es keinen wesentlichen Unterschied zwischen der amorphen und teilkristallinen Probe (siehe Abbildung 5.5.4). Das Material ist allerdings empfindlich im Elektronenstrahl und bei höherer Vergrößerung kam es zur Änderung der Struktur beim Bildeinzug (dunkle Bereiche).

# 5.5.2.2 Raman und EDX Analysen

EDX (Energy dispersive X-Ray Spectroscopy) ermöglicht im REM die Analyse der Elemente eines Substrats. Bei Polymeren im Wesentlichen Kohlenstoff und Sauerstoff. Mit dieser Methode könnten z.B. metallische Verunreinigungen oder Salze auf der Oberfläche nachgewiesen werden. In den vorhandenen Proben wurden keine messbaren Verunreinigungen gefunden (Abbildung 5.5.5). Weitere Details zur Chemie der Proben können mit Ramanspektroskopie gemessen werden.

Mit beiden Methoden konnten wir keinen signifikanten Unterschied zwischen verschiedenen PLA Proben feststellen.



Abbildung 5.5.5: Raman und EDX Analyse von PLA

# 5.5.2.3 ATR-FTIR

Die ersten IR-Analysen sollten feststellen, ob ein signifikanter Unterschied in den Spektren nach Prozessieren des Ausgangsmaterials mittels Spritzguss oder 3D-Druck feststellbar ist. Spektren der amorphen PLLA-Ronden zeigten unabhängig von der Verarbeitung eine hohe Übereinstimmung mit dem PLLA-Granulat. Während die Bandenlage und auch das Peakmuster der teilkristallinen Proben zum größten Teil kaum signifikante Unterschiede zu den amorphen Proben oder auch dem Ausgangsmaterial aufweist, ist als einziges Merkmal eine gut sichtbare Änderung der Bandenform im Bereich um 700 cm<sup>-1</sup> zu erkennen. Aufgrund dieses Merkmals lassen sich daher die teilkristallinen Proben unabhängig vom Herstellungsprozess von den amorphen Proben unterscheiden (Abbildung 5.5.6).

#### Technischer Bericht zum Use-Case Polymere



Abbildung 5.5.6: Exemplarische Ergebnisse zur ATR-FTIR-Analyse zwischen amorphen und teilkristallinen 3D-gedruckten PLLA-Ronden. a) Gestapelte Übersicht der Untersuchten PLLA-Ronden ; b) Detailansicht des Wellenlängenbereichs von 1425-1200 cm<sup>-1</sup>; c) Detailansicht des Wellenlängenbereichs von 800-600 cm<sup>-1</sup>.

- Nach Kultivierung bei 37 °C ließen sich geringfügige Unterschiede in den Bandenintensitäten erkennen. Inwiefern diese Aussage aber statistisch belastbar ist, müsste durch einen größeren Umfang gemessener Proben abgesichert werden.
- Amorph/teilkristallin: Beim Vergleich der IR-Spektren von 3D-gedruckten oder spritzgegossenen PLLA-Ronden ließ sich bei den amorphen Proben kein Unterschied feststellen. Im Falle der teilkristallinen Proben ist eine leichte Verschiebung der Peakmaxima und Intensitätsverhältnisse zu beobachten, deren statistische Signifikanz aber ebenfalls durch eine größere Probenanzahl abgesichert werden muss.
- Ähnlich zu den PLLA-Vliesen und –Fasern war auch bei den 3D-gedruckten oder spritzgegossenen PLLA-Ronden kein Unterschied zwischen sterilen und nicht sterilen Proben mittels IR-Analyse belegbar.
- Auch der **Füllgrad** hatte keinen signifikanten Einfluss auf die IR-Spektren der PLLA-Proben.

# 5.5.2.4 GPC

Vergleichbar zu den Ergebnissen der Fasern und Vliese ist auch hier ein deutlicher Unterschied in den Molekulargewichtsverteilungen vor und nach Sterilisation zu beobachten, während der PDI jedoch davon unverändert bleibt. Vor Sterilisation sind auch Unterschiede zwischen amorphen und teilkristallinen Proben zu erkennen sowie Unterschiede im Füllgrad. Nach Sterilisation ist jedoch kein Unterschied mehr zwischen diesen Probenparametern zu detektieren, so dass hier vermutlich auch eine größere Anzahl gemessener Proben die Klarheit dieser Aussagen bestätigen könnte.

# 5.6 Digitale Repräsentation I (DITF, AP4.3)

# 5.6.1 Prozessmodellierung

Die detaillierten Prozessmodelle aller Herstellungs- und Prüfprozesse bildeten die Grundlage für verschiedene Aktivitäten innerhalb des Projektes:

- Aufbau des Materialdatenraums: Für den Aufbau des Materialdatenraums werden detaillierte Kenntnisse sowohl jedes einzelnen Prozesses (Inputs, Outputs inklusive ihrer Charakterisierung sowie beteiligte Anlagen und Personen) als auch der Verknüpfung der Prozesse innerhalb der zumeist langen Gesamtprozesskette (z.B. vom Polymer über mehrere Herstellungsprozesse bis zur physikochemischen und biologischen Bewertung mittels geeigneter Prüfprozesse) benötigt. Die Verwendung der Prozessmodelle zum Aufbau des Materialdatenraums wird ausführlich im Abschnitt 3.1 beschrieben.
- **Ontologieerstellung**: Sämtliche in den Prozessmodellen verwendeten Begriffe (z.B. Materialien, Prozesse, Anlagenarten, Maschineneinstellungen, Eigenschaften zur Beschreibung von materiellen und immateriellen Objekten) sind Elemente der Ontologie. Eine ausführliche Beschreibung findet sich im Abschnitt 3.2.2.
- **Bestimmung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades**: Die Verwendung der Prozessmodelle zur Bestimmung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades ist in Abschnitt 3.3 beschrieben.

Die Erarbeitung der Prozessmodelle erfolgt im Wesentlichen in drei Schritten:

- 1. **Interviews** zwischen den Modellierungs- bzw. IT-Experten und den Fachleuten der jeweiligen Domäne. Besichtigungen der Produktionsorte bzw. der Prüfarbeitsplätze mit den verwendeten Maschinen, Anlagen und Hilfsmitteln/Geräten sind für ein besseres Verständnis zwischen den Beteiligten hilfreich und empfehlenswert.
- 2. **Grafische Modellierung** der Prozessmodelle im Überblick (Prozesskette mit Materialien und Prozessen) und in Details (einzelner Prozesse mit sämtlichen relevanten Prozess- und Materialparametern).
- 3. Prüfung der erarbeiteten Prozessmodelle bei einer Präsentation vor den Domänen-Fachleuten.

Die Prozessmodelle des Use Cases Polymere wurden sämtlich nach dem zuvor vorgestellten Vorgehen erarbeitet. DITF-MR erarbeitete sämtliche Prozessmodelle des Use Cases Polymere in Zusammenarbeiten mit DITF-ITV (Vliesstoff-Herstellung), mit dem Fraunhofer ICT (3D-Drucken und Spritzgießen) sowie mit dem NMI (Prüfprozesse zur physikochemischen und biologischen Bewertung).

In den folgenden Abschnitten werden die erarbeiteten Prozessmodelle der 3 betrachteten Herstellungsprozesse sowie der 4 Prüfprozesse vorgestellt. Dabei wird jedoch nur beim Herstellungsprozess des Vliesstoffes in Details bzw. in die Tiefe gegangen.

*Hinweis bzgl. der Darstellung der Prozessmodelle*: Die Modelle sind häufig sehr umfangreich, d.h. sie enthalten eine große Zahl an Knoten und Kanten. Außerdem sind die resultierenden Abbildungen oft entweder sehr hoch oder sehr breit. In solchen Fällen werden die Modelle zum einen als Ganzes (schlecht bis nicht lesbar) und in mehreren Teilen (vergrößert und lesbar) dargestellt, siehe beispielsweise die ersten beiden Abbildungen im Abschnitt 5.6.1.1.1.1.

# 5.6.1.1 Herstellungsprozesse

Die im Rahmen des Projektes betrachteten und modellierten Herstellungsprozesse sind:

- Vliesstoffherstellung
- 3D-Druck
- Spritzguss

In allen drei Herstellungsprozessen kam als Ausgangsmaterial PLLA zum Einsatz. Von den hergestellten Produkten wurden in alle Fällen Proben in Form von Ronden entnommen und in nachgelagerten Prüfprozessen einer physikochemischen und biologischen Bewertung unterzogen.

# 5.6.1.1.1.1 Der Vliesstoffherstellungs-Prozess

Der Prozess der Vliesstoffherstellung umfasst sämtliche Be- und Verarbeitungsprozesse vom Polymer (PLLA) bis zum sterilen Vliesstoff. Das Sterilisieren des Vliesstoffes wurde bei einer externen Firma und nicht am DITV-ITV durchgeführt. Konkrete Prozessdaten liegen zum Sterilisationsprozess deshalb nicht vor.



#### Abbildung 5.6.1: Der Vliesstoffherstellungs-Prozess im Überblick

Abbildung 5.6.1 zeigt den Vliesstoffherstellungs-Prozess im Überblick. Dabei sind die Materialien als blaue und die Prozesse als grüne abgerundete Rechtecke dargestellt. Die verschiedenen Prozess- und Materialbezeichnungen sind nicht lesbar. Die Abbildung gibt jedoch einen guten Eindruck von der Länge der Prozesskette (Anzahl Prozesse und Materialien).

Die komplette Prozesskette ist in Abbildung 5.6.2 nochmals vergrößert dargestellt.



#### Abbildung 5.6.2: Der Vliesstoffherstellungs-Prozess im Überblick

In der folgenden Ausstellung sind die zentralen Prozesse (bzw. Prozessketten-Abschnitte) aufgelistet und die wichtigsten Materialien bzw. (Zwischen-)Produkte fett hervorgehoben:

- Extrudieren: Aus dem zuvor getrockneten und dann mit Avivage benetzten **Polymer-Granulat** wird **POY-Garn** hergestellt.
- Verstrecken: **POY-Garn** wird zu **FDY-Garn** verarbeitet.
- Scheiden: Erzeugung der **Stapelfasern** aus dem **FDY-Garn**.
- Waschen: Zum Entfernen der Avivage werden mehrere Waschprozesse durchgeführt.
- Krempeln und Vernadeln: **Stapelfasern** werden zu **Vliesstoff** verarbeitet.

Für fast jeden der zur Herstellung von Vliesstoffen notwendigen Prozessschritte können eine große Zahl Einstellungen vorgenommen und Prozessparameter erfasst werden. Um die Modelle jeweils nicht zu überfrachten wurden bei der Detaillierung und Ergänzung der Prozessschritte um Einstellmöglichkeiten bzw. Prozessparameter deshalb nur diejenigen berücksichtigt, die auf die Qualität des jeweiligen Produktes (Prozessoutput) einen Einfluss haben. Auf alle Prozessparameter, die den Prozess lediglich ermöglichen, wurde verzichtet.

In Folgenden wird anhand eines einzelnen Prozesses aus der Vliesstoffherstellung der typische Aufbau eines detaillierten Prozessmodells dargestellt. Es handelt sich hierbei um das Extrudieren von Polymer-Granulat zu POY-Garn. Abbildung 5.6.3 zeigt den zentralen Knoten "Extrudieren (Granulat  $\rightarrow$  POY)" sowie alle direkt damit verbundenen Knoten.



Abbildung 5.6.3: Prozessmodell des Extrudierens – Überblick

Wie bereits in Abbildung 5.6.2 zu sehen, gehen das (Polymer-)Granulat sowie die Avivage als Inputmaterialien in den Prozess. Das Outputmaterial des Prozesses ist das POY-Garn. Die weiteren blauen Knoten sind die im generischen Prozessmodell (siehe Abschnitt 3.1.3) vorgesehenen Knoten zu beispielsweise Prozessparametern, Prozessaufbau, Zeitstempel usw. Auf diese wird im Folgenden eingegangen.

# **Das Inputmaterial**

Eines der beiden Inputmaterialien des Extrudierens ist das Polymer-Granulat. Abbildung 5.6.4 zeigt wie die verschiedenen Materialeigenschaften (grün) und deren konkrete Werte bzw. physikalischen Einheiten (beides orange) über den Knoten "PropertySet (Granulat)" mit dem Granulat verbunden sind.

Die Modellierung des zweiten Inputmaterials Avivage kann nach demselben Schema erfolgen.


#### Abbildung 5.6.4: Granulat mit Materialeigenschaften (Ausschnitts des Prozessmodells "Extrudieren")

Die Standardeinheit bzw. die typische Einheit ist bereits in der Knotenbeschreibung enthalten, was die Prüfung der Prozessmodelle durch die Domänenexperten vereinfacht.

In allen Prozessmodellen sind Chargennummern für die enthaltenen Materialien enthalten. Im Prozessmodell des Extrudierens sind dies die Granulat-Chargen-Nr. (siehe Abbildung 5.6.4) und die POY-Garn-Chargen-Nr. (siehe Abbildung 5.6.5).

#### **Das Outputmaterial**

Das Outputmaterial POY-Garn wird auf dieselbe Weise beschrieben wie das Granulat (bzw. alle anderen Materialien). Die Beschreibung umfasst die Chargen-Nr., die Bezeichnung und alle relevanten Materialeigenschaften sowie deren konkreten Wert und physikalischen Einheiten.



Abbildung 5.6.5: POY-Garn mit Materialeigenschaften (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

#### **Die Prozessparameter**

Ein weiterer Input des Prozesses sind die Prozessparameter. Aufgrund der großen Anzahl an Prozessparametern (insgesamt 43 für den Prozess relevante Parameter) sind diese in Gruppen zusammengefasst. Abbildung 5.6.6 zeigt diese Gruppen. Dabei wird deutlich, dass zu den Prozessparametern Maschineneinstellungen (Filter, Schnecke, Wickler, …) ebenso gehören wie Einstellungen bzw. nicht beeinflussbare, aber ermittelte Werte wie beispielsweise das Klima gehören.



Abbildung 5.6.6: Prozessparameter-Gruppen (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

Jede dieser Prozessparameter-Gruppen enthält eine oder mehrere konkrete Prozessparameter. Abbildung 5.6.7 zeigt dies am Beispiel der Maschineneinstellungen der Schnecke. Hier sind zwei Einstellungen für den Prozess von Bedeutung. Analog zu den Materialeigenschaften (siehe oben) werden diese als Einstellung (grün) sowie Wert und physikalische Einheit (orange) modelliert.



Abbildung 5.6.7: Prozessparameter (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

### Die Teilprozesse/Aktivitäten

Jeder der Prozesse in der Prozesskette kann in weitere Teilprozesse bzw. Aktivitäten heruntergebrochen werden. Im Prozessmodell werden diese Teilprozesse bzw. Aktivitäten dem Knoten "Subprozesse" zugeordnet und durch die Relation "precedes" in eine Bearbeitungsreihenfolge gebracht.

Abbildung 5.6.8 zeigt die Aktivitäten des Extrudierens. Die Modellierung der Teilprozesse/Aktivitäten ist insbesondere notwendig für die Vorarbeiten zur Bestimmung des Digitalisierungs- und Automatisierungsgrades (siehe Abschnitt 3.3.1). Mehrfache Wiederholung oder Kreisläufe innerhalb der Folge der Aktivitäten sind im Prozessmodell nicht enthalten und müssen gegebenenfalls als textuelle Anmerkungen ergänzt werden.



Abbildung 5.6.8: Subprozesse (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

#### **Zeitstempel und Operator**

Neben den Prozessparametern sowie den Input- und Outputmaterialdaten sind noch eine Reihe weiterer Kenndaten im Prozessmodell vorzusehen. Dazu gehört der Zeitstempel, bestehend aus Prozessbeginn und Prozessende (siehe Abbildung 5.6.9). Diese Daten sind (neben den Chargen-Nr.) notwendig um die verschiedenen Einzelprozessdurchführungen zu einem kompletten Prozesskettendurchlauf zusammenzufügen. Aus den Zeitstempeln der Prozessdurchführung ist die zeitliche Abfolge der einzelnen Prozesse automatisiert ermittelbar.



Abbildung 5.6.9: Zeitstempel und Operator (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

### Der Prozessaufbau

Im Prozessaufbau wird beschrieben, welche Maschinen und Anlagen zur Durchführung des Prozesses verwendet werden. Die konkreten Einstellungen der Maschinen und Anlagen werden jedoch nicht in diesem Teil des Prozessmodells modelliert, sondern bei den Prozesseinstellungen (siehe Abschnitt oben).

Abbildung 5.6.10 zeigt die 3 wesentlichen im Prozess verwendeten Maschinen. Spezielle Maschinenteile, wie hier das Düsenpaket mit seinen 3 Größen-Werten, werden ebenfalls im Modell aufgeführt.



Abbildung 5.6.10: Prozessaufbau (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

#### Die Infrastruktur

Die zur Durchführung des Prozesses notwendige Infrastruktur ist in einem eigenen Prozessmodellteil untergebracht, wie in Abbildung 5.6.11 zu sehen ist. Dazu gehören neben diversen technischen Anschlüssen bzw. Versorgungsanschlüssen auch Maschinen und Anlagen, die nicht direkt als Produktionsanlagen einzustufen sind, wie IT-Hardware zur Datenerfassung.



Abbildung 5.6.11: Infrastruktur (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

#### Die Prozessbeschreibung

Ergänzt und abgeschlossen wird das Prozessmodell durch den Knoten "Prozessbeschreibung", an welchem alle relevanten Dokumentationen zum Prozess selbst bzw. zu den eingesetzten Maschinen und Anlagen aufgenommen sind. Dazu gehören beispielsweise Verfahrensbeschreibungen, Normen, Sicherheitsanweisungen, Bedienungsanleitungen (siehe z.B. Abbildung 5.6.12).



Abbildung 5.6.12: Prozessbeschreibung (Ausschnitt des Prozessmodells "Extrudieren")

# 5.6.1.1.1.2 Der 3D-Druck-Prozess

Das Prozessmodell des 3D-Druck-Prozesses, der am Fraunhofer ICT durchgeführt wurde, ist im Überblick in Abbildung 5.6.13 zu sehen. Mithilfe des 3D-Drucks lassen sich individuelle, auf den Kunden angepasste Einzelstücke herstellen. Allerdings ist die Dauer der Herstellung eines 3D-Druck-Bauteils entsprechend groß, ganz im Gegensatz zum Spritzguss-Prozess, der im nächsten Abschnitt beschrieben ist.

Die Prozesskette 3D-Druck umfasst sämtliche Be- und Verarbeitungsschritte vom Granulat (bzw. Gas als mögliches weiteres Rohmaterial) bis hin zum fertigen, gegebenenfalls nachbearbeiteten 3D-Druck-Bautteil.



Abbildung 5.6.13: Der 3D-Druck-Prozess im Überblick

Die Prozesskette kann in vier Teile unterteilt werden:

- Im Kern besteht der 3D-Druckprozess aus den beiden Prozessen Schmelzen und 3D-Drucken.
- Vorgelagert sind die optionalen Prozesse des Extrudierens (Filamentherstellung aus Granulat) sowie das Beladen des Filaments oder des Granulats mit einem Gas (siehe Abbildung 5.6.14).
- Nachgelagert kann ein Prozess durchgeführt werden, bei dem das erstellte 3D-Druck-Bauteil nachbearbeitet wird.
- Weitere Prozesse des 3D-Druckens ist die Entwicklung des 3D-Modells und die Berechnung der Druckeransteuerung (Navigation der Druckdüse).



Abbildung 5.6.14: Die Prozesse Filamentherstellung und Beladen vor dem 3D-Druck-Prozess

Wie oben geschildert besteht der 3D-Druckprozess im Kern aus den beiden Prozessen Schmelzen und 3D-Drucken. Im Projekt wurde der Fokus auch nur auf diese beiden Prozesse gelegt.

Abbildung 5.6.15 zeigt das Prozessmodell. Deutlich wird hierbei, dass das Material "Schmelze", welches noch im obigen Überblick-Modell enthalten ist, hier entfallen ist. Die beiden Prozesse Schmelzen und 3D-Drucken folgen direkt aufeinander und sind über die Kante (Relation) "precedes" miteinander verbunden. Die Materialeigenschaften der Schmelze wurden nicht ermittelt. Das Modellieren ist somit im Hinblick auf die Verwendung des Prozessmodells zum Aufbau des Materialdatenraums nicht von Bedeutung.

Alternativ hätten die beiden Prozesse auch als Subprozesse des 3D-Drucks dargestellt werden können wie die in Abbildung 5.6.8 im Falle des Extrudierens bei der Vliesstoffherstellung erfolgt ist.





# 5.6.1.1.1.3 Der Spritzguss-Prozess

Ebenso wie der 3D-Druck wurde der Spritzguss-Prozess am Fraunhofer ICT durchgeführt. Im Spritzguss-Prozess werden aus Granulat ein bzw. viele Spritzguss-Bauteile hergestellt. Der Prozess ist auf Massenproduktion ausgelegt. Die Prozesszeit ist entsprechend kurz.

Abbildung 5.6.16 zeigt den Gesamtprozess im Überblick. Bereits hier wird deutlich, dass die Einzelprozesse

- Aufdosieren,
- Einspritzen,
- Nachdrücken und
- Kühlen

in einer zusammenhängenden Folge durchgeführten werden, ohne dass Kenndaten des Materials zwischen den Prozessen erfasst werden können.



Abbildung 5.6.16: Der Spritzguss-Prozess im Überblick

Die vor- bzw. nachgelagerten Prozesse Vortrocknen, Anguss abbrechen und Anguss schleifen sind im Modell der Vollständigkeit halber aufgeführt. Über sie wurden jedoch keine Daten gesammelt.

In den folgenden beiden Abbildungen werden zwei Details aus dem Prozessmodell herausgegriffen und dargestellt. Zum einen handelt es sich dabei um den im Prozess entstehenden Spritzling und seine Materialdaten und zum anderen um die modellierten Prozessdaten. Zu beiden Datengruppen ist auch eine Tabelle mit den jeweils erfassten Daten (Prozessparameter bzw. Materialeigenschaften) vorhanden.

- Die Materialeigenschaften des Spritzlings sind in Abbildung 5.6.17 und in Tabelle 5.6.1 gezeigt.
- Die Prozessparameter des Spritzgießens werden in Abbildung 5.6.18 und Tabelle 5.6.2 gezeigt.



Abbildung 5.6.17: Spritzling – Materialeigenschaften (Ausschnitt des Prozessmodells "Spritzgießen")

Die konkreten Literale der Materialeigenschaften (Werte und physikalischen Einheiten, orangene Knoten) wurden ausgeblendet, um die Lesbarkeit zu erleichtern. Die Aufstellung der erfassten Materialeigenschaften bzw. -kenndaten des Spritzlings ist in folgender Tabelle enthalten.

Rubrik	Materialeigenschaften/-kenndatum	Wert	Physikalische Einheit
Allgemein	Charge-Nr.	$\checkmark$	$\checkmark$
	Bezeichnung	$\checkmark$	$\checkmark$
Mechanische Kennwerte	Reißdehnung	$\checkmark$	☑ %
	Dehnung bei Höchstkraft	$\checkmark$	$\checkmark$ %
	Reißspannung	$\checkmark$	☑ N/mm <sup>2</sup>
	Zugfestigkeit	$\checkmark$	☑ N/mm <sup>2</sup>
	Steifigkeit E-Modul	$\checkmark$	☑ N/mm <sup>2</sup>
Kristallinität	Kristallisationsenergie	$\checkmark$	⊠ J/g
	Kristallisationspeak	$\checkmark$	₽°C
	Nachkristallisationsenergie	$\checkmark$	⊠ J/g
	Nachkristallisationspeak	$\checkmark$	₽°C
Molmassenverteilung	Mittelwert der molaren Masse	$\checkmark$	⊠ kg/Mol
Elektrisches Potenzial	Zeta-Potenzial	$\checkmark$	⊠ mV
In-Virto-Degration	Gewichtsverlust	$\checkmark$	₫g

Tabelle 5.6.1:	Materialeigenschafter	n bzw. –kenndaten de	es Spritzlings
----------------	-----------------------	----------------------	----------------

Die physiochemischen sowie die biologischen Eigenschaften sind in der Tabelle nicht aufgeführt, da sie erst am NMI Reutlingen ermittelt wurden.

Abbildung 5.6.18 zeigt den Ausschnitt aus dem Prozessmodell des Spritzgießens, aus dem hervorgeht, zu welchen Rubriken die Prozessparameter zusammengefasst wurden. Die Rubriken entsprechen zumeist den Teilprozessen wie sie in Abbildung 5.6.16 zu sehen sind.



Abbildung 5.6.18: Prozessparameter-Rubriken (Ausschnitt des Prozessmodells "Spritzgießen")

Die erfassten Prozessparameter des Prozesses Spritzgießen sind in nachfolgender Tabelle 5.6.2 gruppiert nach Teilprozesses bzw. Rubriken aufgelistet.

Tabelle 5.6.2: Prozessparameter des Prozesses Spritzgießen

Teilprozess/Rubrik	Prozessparameter	Wert	Physikalische Einheit
Vortocknen	Trocknungstemperatur	$\checkmark$	⊠ °C
	Trocknungsdauer	$\checkmark$	🗹 h
Plastifizieren	Einzug	$\checkmark$	⊠ °C
	Zone 1	$\checkmark$	⊠ °C
	Zone 2	$\checkmark$	∑° C
	Zone 3	$\checkmark$	⊠ °C
	Düse	$\checkmark$	S₀ D
Aufdosieren	Dosiervolumen	$\checkmark$	$\checkmark$
	Schneckenrückzug	$\checkmark$	$\checkmark$
	Dosierweg	$\checkmark$	🗹 mm
	Dosierverzögerung	$\checkmark$	⊠ s
	Staudruck	$\checkmark$	☑ Pa
	Drehzahl	$\checkmark$	☑ 1/s
	Umfangsgeschwindigkeit	$\checkmark$	$\checkmark$
Einspritzen	Einspritzdruck	$\checkmark$	☑ Pa
	Einspritzgeschwindigkeit L	$\checkmark$	$\overline{\checkmark}$
	Einspritzgeschwindigkeit V	$\checkmark$	$\checkmark$
	Einspritzzeit	$\checkmark$	⊠ s
	Einspritzdruck am UP hydr.	$\checkmark$	$\checkmark$
	Einspritzdruck spez.	$\checkmark$	$\checkmark$
	Maximaler Einspritzdruck hydr.	$\checkmark$	$\checkmark$
	Einspritzdruck (eingest.) hydr.	$\checkmark$	$\checkmark$
Nachdrücken	Nachdruck hydr.	$\checkmark$	$\checkmark$
	Nachdrückzeit	$\checkmark$	⊠ s
	Nachdruck spez.	$\checkmark$	$\checkmark$
	Polster V	$\checkmark$	$\checkmark$
	Polster L	$\checkmark$	$\checkmark$
	Umschaltpunkt V	$\checkmark$	$\checkmark$
	Umschaltpunkt L	$\checkmark$	$\checkmark$
Kühlen	Kühlzeit	$\checkmark$	⊠ s
Werkzeug	Düsenseite	$\checkmark$	$\checkmark$
	Auswerferseite	$\checkmark$	$\checkmark$
	Variotherm DS	$\checkmark$	$\checkmark$
	Variotherm AWS	$\checkmark$	$\checkmark$
	Werkzeug g. SS	$\checkmark$	$\checkmark$

Teilprozess/Rubrik	Prozessparameter	Wert	Physikalische Einheit
	Werkzeug g. AWS	$\checkmark$	$\checkmark$

## 5.6.1.2 Prüfprozesse

Die am NMI Reutlingen durchgeführten Prüfprozesse haben allesamt zerstörenden Charakter, d.h. die Prüfprobe (Implantate bzw. Ronden aus Implantatmaterial) sind nach der Prüfung nicht mehr weiterverwendbar. Aus diesem Grunde können auch nicht die konkreten Produkte (bzw. Fertigmaterialien) getestet werden, sondern Repräsentanten. Die ermittelten Werte (Beurteilungen) müssen dann auf die verbliebenen Materialien (Individuen) der jeweiligen Charge übertragen werden.

Folgende vier Prüfprozesse des NMI Reutlingen wurden in unterschiedlichen Detaillierungsgraden modelliert:

- Der Zytotox-Prozess erlaubt die Beurteilung der Probe hinsichtlich ihrer Toxizität.
- Die **Rasterelektronen-Mikroskopie** (REM) dient einerseits der Bestimmung der Anzahl der Defekte in der Faser und des Faserdurchmessers und andererseits der Ermittlung der chemischen Zusammensetzung.
- Mithilfe der Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie (FTIR) lassen sich die chemischen Gruppen der Probe ermitteln.
- **Gel-Permeations-Chromatographie** (GPC)

#### **Der Zytotox-Prozess**

Wie Abbildung 5.6.19 zeigt, ist der Zytotox-Prüfprozess gekennzeichnet durch vier gleichartige durchgeführte Teilprozesse (die vier grünen Knoten links im Modell). Bei diesen unterscheidet sich lediglich das Inputmaterial. Bei allen vier Teilprozessen ist eines der Inputmaterialien das identische Extraktionsmedium. Das jeweils andere Inputmaterial ist:

- "Prüfprozess": die Probe selbst
- "Parallelprozess Blindprobe": keine Probe
- "Parallelprozess Negativkontrolle": eine Probe, die sicher nicht toxisch ist
- "Parallelprozess Positivkontrolle": eine Probe, die sicher toxisch ist.



#### Abbildung 5.6.19: Vereinfachte Darstellung des Zytotox-Prozesses

Die konkreten Teilschritte der vier Teilprozesse sind in allen Fällen identisch und in Abbildung 5.6.20 dargestellt.



#### Abbildung 5.6.20: "Innerer Teil" des Prüfprozesses Zytotox (Ausschnitt des Prozessmodells "Zytotox")

Die Prozesse des "inneren Teils" sind:

- die Probe mit Extraktionsmedium mischen
- den Extrakt aus der Mischung extrahieren
- den Extrakt gegebenenfalls steril filtern
- den Extrakt mit Zellen inkubieren
- den Extrakt gegen Substrat austauschen
- inkubieren
- lysieren
- den Absorptionswert messen.

Die in den Teilprozessen ermittelten Absorptionswerte von Probe, Negativkontrolle und Positivkontrolle werden daraufhin mithilfe des Absorptionswerts der Blindprobe normiert. Die normierten Werte gehen als Inputs in den Freigabeprozess ein. Die Absorptionswerte der Negativ- und der Positivkontrolle dienen hierbei der Validierung des Prozesses und damit zur Freigabe der ermittelten Toxizitäts-Werte.

#### Der Rasterelektronen-Mikroskopie-Prozess

Mithilfe des Prüfprozesses Rasterelektronen-Mikroskopie, der in Abbildung 5.6.21 im Überblick gezeigt ist, werden zum einen durch eine Bildanalyse der Faserdurchmesser und die Zahl der Faserdefekte bestimmt werden. Zum anderen wird mithilfe der Analyse verschiedener Spektrenarten die chemische Zusammensetzung der Probe ermittelt.



Abbildung 5.6.21: Der Rasterelektronen-Mikroskopie-Prozess im Überblick

#### Der Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie-Prozess

Einen Überblick über den Prüfprozess der Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie gibt Abbildung 5.6.22. Ziel der Prüfung ist die Ermittlung der chemischen Gruppen der analysierten Probe.

Im Prozess wird an verschiedenen Stellen mit einer Liste von Messwerten gearbeitet. Dies sind zum einen die Messwerte, die bei der Messung der Spektren der Probe ermittelt werden. Zum anderen werden auf dieselbe Art auch die Messwerte des Hintergrundspektrums dargestellt. Und schließlich hat auch die Liste der bereinigten Messwerte dieselbe Struktur. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde im Prozessmodell an allen drei genannten Stellen lediglich der Knoten "Liste von Messwertpaaren" eingefügt und das Teilmodell hierzu in Abbildung 5.6.23 dargestellt. In diesem ist die Struktur dieser Liste leicht zu erkennen.



Abbildung 5.6.22: Der Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie-Prozess im Überblick



Abbildung 5.6.23: Detailmodell zur Struktur der Liste von Messwerten

# Der Gel-Permeations-Chromatographie-Prozess

Der Prüfprozess, der mittels Gel-Permeations-Chromatographie ermittelten Werte (Mw, Mn und PDI), weist die Besonderheit auf, dass fast der komplette Prüfprozess zuerst an einer Referenzprobe durchgeführt wird, um auf diesem Wege die korrekten Prozesseinstellungen für den eigentlichen Analyse-Teilprozess zu bestimmen (siehe Abbildung 5.6.24).



Abbildung 5.6.24: Der Gel-Permeations-Chromatographie-Prozess im Überblick

#### 5.6.2 Datenerfassung im Prozess der Vliesstoffherstellung

Zur Speicherung der Daten im Prozess der Vliesstoffherstellung wurde eine Datenbank erstellt. Grundlage hierfür waren die in den Prozessmodellen (siehe Abschnitt 5.6.1.1.1.1) enthaltenen

- Prozesse mit ihren Prozessparametern und
- Materialien mit ihren Materialkenndaten.

Die Erfassung der Daten erfolgte zuvor in prozess-individuellen Excel-Dateien. Eine solche Rohdaten-Datei ist beispielhaft in Abbildung 5.6.25 zu sehen.

X		<b>•) •</b> (*	4	Ŧ									A	03 Proc	duktion	isdaten N	late	rial D	igital.	dsx - Mi	crosoft	Excel							-	- [	ı ×	
Da	ıtei	Sta	rt	Einfü	gen	Sei	tenlay	out	For	meln	Da	iten	Üb	erprüfen	An	sicht														۵ (?	- 6	23
Eint	iuger hena	لج • 🗈 • 🎸 ۱ bla ۲	Ar B	ial 7 K	<b>ॻ</b> s	•   B	9 8 * irt	* . 31	A A	- I	= = =	ausricl	参 。 評	F	Za	hl • % ( Zah	100	•,0 ,00	* **** Fi	Bedingte ormatierur	Al- ig * fori Fi	s Tabel matiere	le Zell n • orlagen	enform	atvorlage *	en 😰	Einfüge Löscher Format Zellen	n - 3	E - 2 - S 2 - uni	ortieren d Filtern + Bearbeit	Suchen ur Auswähler en	nd n *
		P1		•	•		f:	k N	/ickle	er																						~
1		A		С	D	E Zor	F	G	Н	1	J Mass e	K Schr	L necke n)	M Spinnp	N pumpe	O Spritz- geschw.	P	Q	Wickle	r r	T Spinn verzug	U	An- blasung	W	X Spinn- präp.	Y Fila durch	Z ament- nmesser	AA Multif	AB ilament iter	Bemerku	ungen (	A 👝
2				1	2	3	4	5	6	7		U	p	U	p		F	Т		bzug	Î	т	Druck	v		Soll	Ist		Ist			-
3				[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[1/m in]	r	[1/min]	[bar]	[m/min]	Pol	ti Pot	ti (m/m	n] [Grad	1	[°C]	Pa	[m/s]	[Skt], ab F0159 [U/min]	[µm]	[µm]	[dtex]	[dtex]			-
2807	F04	19	_			-	-	-	-	-		-	-					-			-			-			_	-				
2808 2809 2810	001	-004 -008		230	230	230	230		230	230	227 225	87 35 26	60 60	54,0 20,0	94 60,7				22	00 00		21,5 22,4	55 59,4	0,51	40 2 29 20							
2811	013	-016									226	25 26	60 60	15,7	54,2 48,8				2	00		22,6	59,4 55,7	0,51	20					WDH um	n weitere F	Ē
2813	019	-020									225	15	60	54,0 10,0	38.3				1:	00		22,8	58,6	0,51	2 14					Lagen n	utschen	
2815	023	-024									226	42	60	25,0	68,4				8	00		22,6	59,5	0,51	50					Lagen ru geht auf	utschen. E legen nicl	3 h
2816	F04	20																														
2817 2818	001	-002 -004		230	230	230	230		230	230	225 226	17 32	60 60	10,0 19,7	40,4 58,9				8	00		22,9 22,5	59,1 56,4	0,5	i 14 i 37					Lagen ru	utschen	
2819 2820 2821	005	-006 -008 -010									226 225 226	40 23 62	60 60 60	25,0 14,0 36,9	66 49,7 79,4				18	00 00 00		22,3 22,4 22,5	58,8 59,1 61,1	0,5	6 45 6 10 6 27					Lagen ru	utschen	
2822	011	-012									227	85	60	10,0	91,2				15	00		22,6	54,3	0,5	5 40							
2823	013	-014									225	11	60	7,0	33,6					70		22,5	57,8	0,5	5 15					Bei 10U/ der Fan nicht bei	'min klemr gnut <mark>legt, da u</mark> l	a n
	015	-016																												aufgewid jedoch d	klet werd	e 1 -
4 4	•	N Sp	inne	nA	Spin	nenl	B / 8	]/																							*	
Bere	it	<u> </u>																								I		85 %	9	0	+	) .

Abbildung 5.6.25: Excel-Datei mit Rohdaten des Prozesses Extrudieren

Die Daten wurden dann in die Datenbank übertagen. Abbildung 5.6.26 zeigt die Navigationsübersicht der Datenbank mit der Aufstellung aller Materialien und Prozesse.

A	- 17	- (°' -	⇒ Vliesst	off erstellen -	Reale Daten	(2020		$\times$	
Dat	tei	Start	Erstellen	Externe Dater	Datenba	inktools		♡ (?	,
*	-8	Hauptü	bersicht					×	
		Ma	terialien			Prozesse			
			Polyme	r		Extrudi	eren		
			PUT						
-			POY-Spu	le		Verstre	cken		
reic			FDY-Spu	le		Schnei	iden		
sbe			Stapelfas	ser		Whirlpo	oolen		
tion			(W-)Stapel	faser		Ultrascha	llbaden		
viga			(U-)Stapelf	aser		Temn	ern		
Nav			(T-)Stapelf	aser		Krome			
			Vlies			Krein	em		
			Vorvliesst	off		Verna	deln		
			Vilesete	"		Doubli	eren		
			viiessto						

Abbildung 5.6.26: Navigationsansicht der Datenbank der Vliesstoffherstellung

Über die Navigationsschaltflächen können die jeweiligen Prozessdurchführungen mit ihren Prozessdaten (siehe Abbildung 5.6.27) bzw. die Materialien mit ihren Materialeigenschaften (siehe Abbildung 5.6.28) abgerufen werden.

📰 Hauptübersicht 🔚 Verstrecken 📰 🛙	Doublieren	Hauptübersicht Sverstrecken Doublieren							
Verstrecken				Do	ublieren				
FDYSpule-Chargen-Nr	MD0389-001	•	Vliesst	toff-Ch	argen-Nr		SfV 0262-01	/9000/00	
POYSpule-Chargen-Nr	F0389-003		Datum	i			21.05.2019		
Datum	10.01.2019		Opera	tor			Gsch		
Liefergeschwindigkeit	500,3		Einstic	hdichte	2		46		
Poti	53		Passag	genzahl			2		
Friktionswalze	489,0				Vorvliesstof	f-Charg	en-Nr		Menge
Verzug 1	1,010		•		SfV 0262-01	A /9000	/00	~	1
Poti 1	825		-		SfV 0262-01	B /9000	/00	~	1
Verzug 2	1,502								
Poti 2	666		Datensa	stz: H	1 von 2 🕨	H H	K Kein Filter	Suchen	
Datensatz: H 🔟 1 von 17 🕨 H 🌬 🦹 🐝	Ungefiltert Suchen	Datensi	atz: 14	1 von 6	• H •0	W Keit	Filter Such	en 🖣	

#### Abbildung 5.6.27: Prozesse (links: Verstrecken, rechts Doublieren) mit Prozessparametern in der Datenbank

Die Input- und Outputmaterialien jedes Prozesses können direkt über die entsprechenden Schaltflächen (Links, siehe Abbildung 5.6.27) aufgerufen werden. Analog können die Prozesse, für die das jeweilige Material Input- bzw. Outputmaterial ist, ebenso über entsprechende Schaltflächen (Links, siehe Abbildung 5.6.28) aufgerufen werden. Auf diese Weise lässt sich die komplette Prozesskette leicht Schritt für Schritt verfolgen. Die Rückverfolgbarkeit ist dabei ebenso einfach möglich.

-8 Haupt	tübersicht			×
	POY-Spule			<b>^</b>
PC	DYSpule-Chargen-Nr	F0420-002	* POY	
PC	DY-Chargen-Nr	F0420 001-002 🗸	Verstrecken 🕈	
Fe	einheit	160,3		
Fe	estigkeit	12,2		
Fe	estigkeit - cv	3,4		
Br	ruchdehnung	103,1		
Br	ruchdehnung - cv	6,0		
	V_l  stor			*
Datensatz:	H 4 70 von 90 🕨 🛏 🍋	😵 Ungefiltert Suchen 🖣 👘		•

Abbildung 5.6.28: Material (POY-Spule) mit Materialkenndaten in der Datenbank

Die Daten können ausgehend von dieser Datenbank leicht in die Excel-Dateien, die aus den Prozessmodellen generiert werden, überführt werden. Das Vorgehen, welches im Projekt vom Fraunhofer IWM zum Aufbau des Materialdatenraums entwickelt wurde, wird damit unterstützt und die entwickelten Werkzeuge (z.B. Konvertierung von Excel-Datei zu RDF-Format) können genutzt werden.

Voraussetzung für die Verknüpfung der Daten über mehrere Prozessschritte hinweg ist, dass sich die logische und zeitliche Abfolge der durchgeführten Prozessschritte aus den vorhanden Daten wieder herstellten lässt.

Die Verknüpfung zweier aufeinanderfolgender Prozesse kann über die Chargennummern der Input- und Outputmaterialien erfolgen. Die Chargennummern aller Materialien in der Prozesskette wurden erfasst. Die folgenden Abbildungen zeigen die Chargennummer aller Materialien der kompletten Prozesskette (Abbildung 5.6.29, nicht lesbar) und am Beispiel des Prozesses Schneiden (siehe Abbildung 5.6.30).



Abbildung 5.6.29: Überblick über die Verknüpfungen von Input- und Outputmaterialien aller Prozesse



Abbildung 5.6.30: Verknüpfung von Input- und Outputmaterial im Prozess Schneiden

Die Abbildung zeigt links die Chargennummern sämtlicher FDY-Spulen (linkes blaues Rechteck), die im Rahmen des Projektes hergestellt wurden. Auf der rechten Seite (rechtes blaues Rechteck) sind die Chargennummern aller Stapelfaser-Chargen aufgelistet. Im Prozess selbst (grünes Rechteck) ist dargestellt, welche FDY-Spulen in welche Stapelfaser-Chargen eingeflossen sind.

Diese Aufstellung lässt sich nach links (in der Prozesskette rückwärts) und nach rechts (in der Prozesskette weiter vorschreitend) erweitern. So gehen die FDY-Spulen aus dem Prozess Verstrecken hervor und die Stapelfasern gehen in den ersten Waschprozess ein.

# 5.7 Digitale Repräsentation II (DITF/ICT, AP4.3)

#### Ablage aufbereiteter Daten aus der DSC-Messung

Die in Abschnitt 5.1 beschriebenen Messkurven aus der DSC sind als Excel-Daten abgelegt (siehe Tabellen 5.7.1 bis 5.7.3) wobei Material, Parameter, Prüflauf Glasübergangstemperatur, Nachkristallisation, Umwandlungskristallisation und Schmelzpunkt gelistet sind.

Tabelle 5.7.1: Vergleich der DSC-Ergebnisse an PLLA-Granulat und PLLA-Filament bei unterschiedlicher Heizrate

Material	Prozess	Morphologie	Parameter	Probe	Temperatur-	Glasübergang	Nachkristall.	Nachkristall.	Umkrist.	Umkrist.	T_Schmelz	T_Schmelz
					gang	Тg	α'	α'	$\alpha' \rightarrow \alpha$	α'>α	Tm	Tm
							T_Peak	spez.Integral	T_Peak	spez.Integral	T_Peak	spez.Integral
						[°C]	[°C]	J/g	[°C]	J/g	[°C]	J/g
L-PLA	Granulat	eher	$v_T = 10 \text{ K/min}$	1	1.Aufheiz						168,6	-44,4
Revode 191		teilkristallin			Abkühl	64	99,7	17,7				
					2.Aufheiz	61,9	101,9	10,4	160,2	4,95	176,1	-45,4
				2	1.Aufheiz						179,8	-39,2
					Abkühl	56,8	99,8	16,5				
					2.Aufheiz	61,1	101,7	9,44	159,8	4,5	175,7	-40,6
L-PLA	Filament	eher	$v_T = 10 \text{ K/min}$	1	1.Aufheiz		103,2	33,2	161,9	3,37	179,6	-41,3
Revode 191		amorph			Abkühl	57,1	97	6,5				
					2.Aufheiz	61,5	107,3	25,4	160,4	3,32	176,4	-43,1
				2	1.Aufheiz		104,9	34,3	162,4	2,79	180	-40,6
					Abkühl	56,5	97,6	5,92				
					2.Aufheiz	61,1	107,2	26	160,4	3,31	176,3	-42,5
L-PLA	Granulat	eher	$v_T = 70  \text{K/min}$	1	1.Aufheiz	82,9					189	-31,6
Revode 191		teilkristallin			Abkühl							
					2.Aufheiz							
				2	1.Aufheiz	87,8					186,5	-35,4
					Abkühl							
					2.Aufheiz							

Material	Prozess	Morphologie	Parameter	Probe	Temperatur-	Glasübergang	Nachkristall.	Nachkristall.	Umkrist.	Umkrist.	T_Schmelz	T_Schmelz
					gang	Тg	α'	α'	α'>α	α'>α	Tm	Tm
							T_Peak	spez.Integral	T_Peak	spez.Integral	T_Peak	spez.Integral
						[°C]	[°C]	J/g	[°C]	J/g	[°C]	J/g
L-PLA	Spritzguss	V1	$v_T = 10 \text{ K/min}$	1	1.Aufheiz						178,9	-43,3
Hisun		teilkristallin			Abkühl	54,2	99,3	16,3				
Revode 191					2.Aufheiz	61,9	111,8	11	159,8	4,62	175,8	-44,8
				2	1.Aufheiz						180	-43,1
					Abkühl	58,9	99,2	16,1				
					2.Aufheiz	61,4	107,3	12,6	153,6	5,28	175,7	-45,4
L-PLA		V2	$v_T = 10 \text{ K/min}$	1	1.Aufheiz		105,9	24,4	161,8	2,1	179,4	-41,8
Hisun		amorph			Abkühl	52,4	98,6	12,3				
Revode 191					2.Aufheiz	61,4	103,7	17	160	4,86	175,8	-43,6
				2	1.Aufheiz		103	31,8	161,4	5,13	177,2	-42,8
					Abkühl	55,6	98,7	13,2				
					2.Aufheiz	62,2	104,1	17,3	160,3	4,84	176	-45,2

#### Tabelle 5.7.2: Vergleich der DSC-Ergebnisse an amorphen und teilkristallinen spritzgegossenen PLLA

Tabelle 5.7.3: Vergleich der DSC-Ergebnisse an 3D-gedruckten PLLA nach unterschiedlicher La	gerungsbe-
dingung	

-	-											
Material	Prozess	Morphologie	Parameter	Probe	Temperatur-	Glasübergang	Nachkristall.	Nachkristall.	Umkrist.	Umkrist.	T_Schmelz	T_Schmelz
					gang	Tg [°C]	α'	α'	α'>α	α'>α	Tm	Tm
							T_Peak	spez.Integral	T_Peak	spez.Integral	T_Peak	spez.Integral
							[°C]	J/g	[°C]	J/g	[°C]	J/g
L-PLA	Spritzguss	V1	Puffer	1	1.Aufheiz	63,4					179,3	-54,6
Hisun		teilkristallin	24h/70°C		Abkühl	54,2	103,3	31,1				
Revode 191					2.Aufheiz		98,3	2,01	162,4	1,72	174,9	-47,5
				2	1.Aufheiz	63,4					177	-57
					Abkühl	58,4	102,4	30				
					2.Aufheiz		99,1	4,18	161,6	2,34	174,8	-50,9
L-PLA		V1	Puffer	1	1.Aufheiz						167,9	-75,8
Hisun		teilkristallin	168h/70°C		Abkühl		98,2	42,4				
Revode 191					2.Aufheiz						159	-55
				2	1.Aufheiz						167	-76,5
					Abkühl		98,2	43,2				
					2.Aufheiz						159	-56,3
L-PLA	Spritzguss	V2	Puffer	1	1.Aufheiz	64,7			164,4	1,2	178,5	-48,2
Hisun		amorph	24h/70°C		Abkühl	57	100,3	19,9				
Revode 191					2.Aufheiz	63,1	102,5	14,3	160,8	3,39	174,7	-51,2
				2	1.Aufheiz	64,5			164,2	1,08	177,6	-47,8
					Abkühl	57,1	100,6	18,1				
					2.Aufheiz	60	102,8	14,6	160,4	3,26	174,3	-50,6
L-PLA				1	1.Aufheiz						164,2	-66,9
Hisun					Abkühl		97,5	40,1				
Revode 191					2.Aufheiz						160,1	-53,2
				2	1.Aufheiz						161,9	-67,3
					Abkühl		97,7	41,2				
					2.Aufheiz						160,1	-54,4

#### Bestimmung rheologischer Kennwerte im Hochdruckkapillar-Rheometer

Das Fließverhalten einer Formmasse hängt vom molekularen Aufbau des Polymeren ab. Um die Verarbeitungsmöglichkeiten einer Formmasse zu beurteilen, ist die Bestimmung der Scherviskositätsfunktion notwendig.

Mit einem Hochdruck-Kapillarrheometer können Viskositäten und Schubspannungen in Abhängigkeit von Schergeschwindigkeit und Temperatur gemessen werden. Die so ermittelten Daten können dann durch Materialmodelle wie den Carreau-Ansatz beschrieben werden und dienen z. B. als Eingangsgröße für Simulationsrechnungen von Spritzguß- und Extrusionsprozessen. Mit Hilfe des Arrhenius-Ansatzes lässt sich die Temperaturabhängigkeit der Nullviskosität beschreiben, so dass mit wenigen Daten, das gesamte Viskositätsspektrum des Materials digitalisiert vorliegt. Darüber hinaus lassen sich durch vergleichende Untersuchungen auch Aussagen zum Materialabbau treffen, was man anhand des Vergleichs der Scherviskositäten des Granulats und des Filaments erkennen kann, Abbildung 5.7.1.

Arrheniusansatz: 
$$\eta_0(T) = \eta_0(T_0) \cdot e^{\frac{E_0}{R} \cdot (\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0})}$$

$$) = \frac{A \cdot a_{T}(T)}{(1 + B \cdot a_{T}(T) \cdot \dot{\gamma})^{c}}$$

Carreauanpassung:

A: Nullviskosität

B: Reziproge Übergangsschergeschwindigkeit

η(γ̈́, Τ

C: Steigung der Viskositätskurve im strukturviskosen Bereich

a<sub>T</sub>: Temperaturverschiebungsfaktor



Abbildung 5.7.1/5.3a: Digitalisierte Viskositätsspektren an PLLA Granulat (links) und Filament (rechts)

#### Simulation des 3D-Druckens im FFF-Verfahren

Für das Fused Filament Fabrication FFF wurde zunächst ein Simulationsmodell zur Berechnung des zeitlichen Temperaturverlaufs in abgelegten Filamentsträngen bzw. Droplets erstellt und erste Rechnungen für den Druck von PLA durchgeführt. Das schrittweise Ablegen heißer Polymermassen wird durch entsprechendes Aktivieren der Teilgebiete im Modell realisiert. Ziel ist die Vorhersage und Optimierung von Eigenspannungen durch Schrumpfung / Formtreue sowie der durch den Kristallinitätsgrad bestimmten Festigkeit im Bauteil.



Abbildung 5.7.2: Simulationsmodells für den 3D-Druck; (a) Domänen, (b) Temperaturverteilung, (c) Mesh und Messpunkte, (d) Abkühlkurven

In Abbildung 5.7.2 ist das Simulationsmodell anhand folgender Grafiken dargestellt: (a) zeigt die Einteilung in Gebiete mit unterschiedlichen Materialeigenschaften bzw. Startbedingungen (beheizter Bauraum  $\triangleq$  Luft, beheizte Bauplatte  $\triangleq$  Glas, Polymer  $\triangleq$  PLLA); (b) zeigt die Temperaturverteilung kurz nach dem Ablegen eines heißen Polymerstranges/Tropfens; (c) das Mesh mit hoher Auflösung an den Rändern und die Messpunkte für die Auswertung; in (d) sind als Ergebnis Abkühlkurven für verschiedene Messpunkte im Strang/Tropfen dargestellt. Die Auswertungen zeigen auf, dass das entstehende Bauteil in wenigen Sekunden die Temperatur der Bauplatte annimmt und deren Temperierung insofern als maßgeblicher Parameter für die gewünschte Kristallinität des Werkstücks betrachtet werden kann.

#### Modellierung der Prozessketten

Aus den Daten von AP 5.1 und 5.2 wurden in Zusammenarbeit mit dem DITF prozessbezogene Digitale Zwillinge erzeugt, Abbildung 5.7.3 und Abbildung 5.7.4. Die Digitalen Zwillinge sollen insbesondere an den Schnittstellen der Prozessketten den Materialzustand präzise beschreiben. Zur Erzeugung der Digitalen Zwillinge werden für die bei-

den Herstellungsprozesse 3D-Drucken und Spritzgießen gemessene und simulierte Prozessdaten und Werkstoffeigenschaften zusammengeführt.



Abbildung 5.7.4: Prozesskette "Spritzgießen"

# 5.8 Prozessoptimierung, biologische Bewertung (NMI, AP4.4)

Ziel der kombinierten physikochemischen und biofunktionellen Untersuchungen ist es, modellhafte Zusammenhänge zwischen prozessbedingten Variationen in physikalischen und chemischen Oberflächeneigenschaften und der Reaktion relevanter Zellsysteme im Materialkontakt zu finden (sog. Struktur-Eigenschaftsbeziehungen). Hierfür sollen ausgewählte optimierte Zellträger am **NMI** im Nachgang biologisch bewertet werden.

Da die prozessierten Materialien letztendlich ihren Einsatz in der Medizintechnik finden sollen, wurden die Resultate der Auswirkungen veränderter Prozessparameter zusätzlich bezüglich Biokompatibilität und Zelladhäsion auf den Materialoberflächen untersucht und versucht diese möglichst quantitativ zu bewerten.

Zur Bestimmung der **Zellvitalität** von Zellen im direkten Kontakt mit den Materialoberflächen und des Einflusses löslicher Komponenten (Extrakte) auf selbige, wurden MTT-Tests durchgeführt. Diese Tests erfolgten in Anlehnung an ISO 10993-12/-5 und lieferten quantitative Daten in %, die digital verarbeitet und bewertet werden konnten.

Eine fluoreszenzmikroskopische Auswertung mittels Phalloidin (Zytoskelett) und Propidiumiodid (Zellkern) angefärbter Zellen ermöglicht den Vergleich des Einflusses von Oberflächeneigenschaften auf die Zelladhäsion. Damit kann die **Zellmorphologie** qualitativ beurteilt und z.B. kugelige, ausgebreitete oder sogar orientierte Zellstrukturen voneinander unterschieden werden. Auf planaren 2D-Substraten (z.B. Vlies) können die Zellzahl und Zellfläche auch quantitativ ausgewertet und direkt digital verwertet werden.

# 5.8.1 PLLA-Fasern

• Die verwendete **Avivage** zeigte einen deutlichen Einfluss auf die Zellvitalität, was mittels MTT-Assay quantitativ erfasst werden konnte (Abbildung 5.8.1). Der Faserdurchmesser zeigte keinen deutlichen Einfluss auf die Zellmorphologie der Fibroblasten- oder Knochenzelllinie.



Abbildung 5.8.1/4: Prüfung der in vitro-Zytotoxizität gemäß ISO 10993 nach Extraktion der Prüfmaterialien zeigen, dass Proben mit Avivage T (ungewaschen) zytotoxisch sind wohingegen nach Waschen vor allem Avivage E auch unverdünnt (100%) biokompatibel war.

#### 5.8.2 **PLLA-Nadelfilz**

- Die Vliesdichte korrelierte signifikant mit der Adhäsion vitaler Fibroblasten (Abbildung 5.8.2), was vermutlich auf eine geringere Zellzahl pro verfügbarer Fläche zurückzuführen ist. Die Zellmorphologie zeigte keine klare Änderung.
- Auch nachträgliches Waschen bewirkte tendenziell höhere Adhäsion vitaler Fibroblasten. Die Fibroblasten . zeigten auf den nachher gewaschenen Materialien zum Teil eine etwas stärker ausgebreitete Morphologie, was auf bessere Adhärenz schließen lässt.





Abbildung 5.8.2/5: Einfluss der Vliesdichte auf die Zellbesiedelung. Eine hohe Vliesdichte (360 g/m<sup>2</sup>) zeigte eine signifikant niedrigere Adhäsion vitaler Zellen (Mittelwerte und Standardabweichung von n=2 unabhängigen Versuchen in Duplikaten, ANOVA).

### 5.8.3 PLLA-Spritzguss

• Die **Kristallinität** zeigte keinen deutlichen Effekt auf die Adhäsion vitaler Zellen. Die Fibroblasten zeigten auf den teilkristallinen Materialien eine etwas stärker ausgebreitete Morphologie, was auf bessere Adhärenz schließen lässt (Abbildung 5.8.3).



Abbildung 5.8.3/6: Unterscheidung von teilkristallinem versus amorphem PLLA-Spritzguss. (A, B) Die qualitative Fluoreszenzmikroskopie zeigt die leicht kugelige Morphologie der L929-Fibroblasten auf dem Material. (C) Die Quantifizierung mit geeigneter Software zeigt auf dem teilkristallinen Material etwas mehr Zellen mit größerer Fläche.

# 5.8.4 PLLA 3D-Druck

- Die Kristallinität zeigte keinen deutlichen Effekt auf die Adhäsion vitaler Zellen. Die Fibroblasten zeigten auf den teilkristallinen Materialien eine etwas stärker ausgebreitete Morphologie, was auf bessere Adhärenz schließen lässt.

#### 5.8.5 Zusammenfassung der Methodenauswahl

Abschließend erfolgt die **finale Methodenauswahl**. Dabei wird berücksichtig, welche Methoden zur Prozess- und Qualitätskontrolle am besten geeignet sind, da die gewonnenen Daten sowohl die Korrelation zwischen physikochemischen und biologischen Daten gut abbilden, als auch automatisierbar sind. Die folgenden Tabellen 5.8.1 und 5.8.2 zeigen zusammenfassend, dass für jede Fragestellung andere Prüfmethoden notwendig und verfügbar sind, um eindeutige Informationen über variierte Prozessparameter zu erhalten. Geeignete Methoden sind mit "Ja" gekennzeichnet. Methoden, die bei schwierigeren Fragestellungen Hinweise liefern können (Tendenz) sollten für verlässliche Aussagen kombiniert werden.

Tabelle 5.8.1: Übersicht durchgeführter Prüfmethoden und deren Korrelation mit variierten Prozessparametern bei der Faser- und Vliesherstellung.

Prüfmethode	Faserdurchmesser	Avivagen	Waschzeitpunkt	Sterilisation	Verarbeitung (Granulat/Faser/Vlies)	Vliesdichte
FTIR	Х	Х	Х	Х	Tendenz	Х
REM	Ja	Х	Tendenz	Х	Ja	Ja
Raman	Ja	Х	Х	Х	Ja	Ja
GPC	Х	Х	Х	Ja	Ja	Х
– Zellvitalität Extrakte	-	Ja	-	-	-	-
Zellvitalität – direkter Kontakt	-	-	Tendenz	-	-	Ja
Morphologie – direkter Kontakt	Х	-	Tendenz	-	-	Х

Tabelle 5.8.2: Übersicht durchgeführter Prüfmethoden und deren Korrelation mit variierten Prozessparametern bei Spritzguss und 3D-Druck.

Prüfmethode	Amorph/Teilkristallin	Sterilisation	Verarbeitung (Spritzguss/3D- Druck)	Einfluss 37 °C	Füllgrad 100%/80%)
FTIR	Ja	Х	Tendenz	Tendenz	Х
REM	Ja	Х	Ja	-	-
Raman	Tendenz			Х	-
GPC	Tendenz	Ja	-	-	Tendenz
Zellvitalität – direkter Kontakt	Х	-	Ja	-	-
Morphologie – direkter Kontakt	Tendenz	-	Tendenz	-	-