

Erhöhung der Genauigkeit und Erweiterung der Option „pVT“ auf isobare Messung gemäß ISO 17744

Einführung in die pVT-Messung

Neben den rheologischen Parametern können zum Beispiel über die Option „pVT“ die thermodynamischen Eigenschaften, das spezifische Volumen des Polymers als Funktion von Temperatur und Druck, ermittelt werden. Diese Daten sind insbesondere wichtig für die Simulation des Spritzgießprozesses, können aber auch benutzt werden zur Beschreibung von jeglichen Schrumpfvorgängen beim Abkühlen in Prozessen wie z.B. der Extrusion .

Die Messung kann in zwei Arten erfolgen:

Isotherm - bei konstanter Temperatur und Veränderung des Druck oder

isobar – bei konstantem Druck mit verschiedenen Abkühlraten und ist für kolbenbetriebene pVT-Geräte in der ISO 17744 genormt. Insbesondere für den Spritzgießprozess stellt die isobare Kühlung ein prozessnahes Abbild der Vorgänge in der Verarbeitung dar, da nach dem volumengesteuerten Einspritzvorgang auf überwiegend konstanten Nachdruck umgeschaltet und somit das Werkstück in der Form isobar abgekühlt wird. Insbesondere im Phasenübergang von der Schmelze zum Feststoff unterscheiden sich die isobar oder isotherm ermittelten Diagramme erheblich genauso wie die Prozessführung im Messgerät.

Die im folgenden beschriebene Erweiterung der pVT-Messung auf der isobaren Prüfmethode beim Kapillarrheometer gemäß ISO 17744 ist so bisher bei kommerziell erhältlichen Geräten einzigartig und liefert ähnliche Ergebnisse wie reine pVT Geräte.

Bei der isothermen Messung wird, wie im linken Diagramm vom Bild 1 dargestellt, die Messung bei Raumtemperatur gestartet, nachdem das Material bei Schmelzetemperatur eingefüllt und langsam bis auf Raumtemperatur abgekühlt wurde. Der Druck wird dann stufenweise erhöht bevor die nächste Temperaturstufe angefahren wird. Dieser Messzyklus der Druckstufen wiederholt sich dann für jede Temperaturstufe.

Im Gegensatz dazu erfolgt die isobare Messung (rechtes Diagramm von Bild 1) bei konstantem Druck durch konstante Abkühlung der Probe wodurch sich innerhalb des Zyklus das Volumen verändert. Nach Erreichen des unteren Temperaturwertes wird das Gerät aufgeheizt und die nächste Druckstufe angefahren. Die Ermittlung des isobaren Diagramms benötigt nur etwa 2/3 der Zeit zur Ermittlung eines isothermen Diagramms.

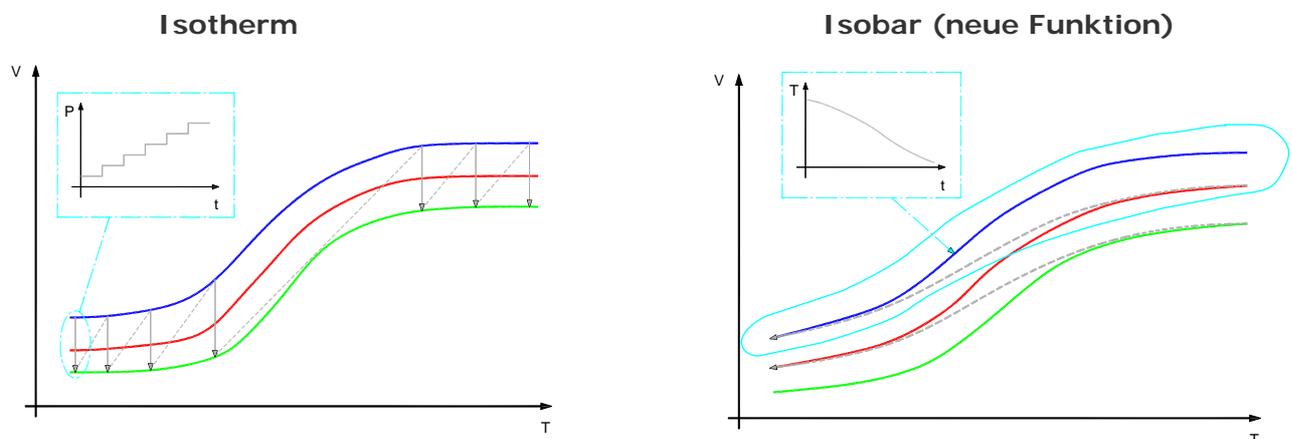
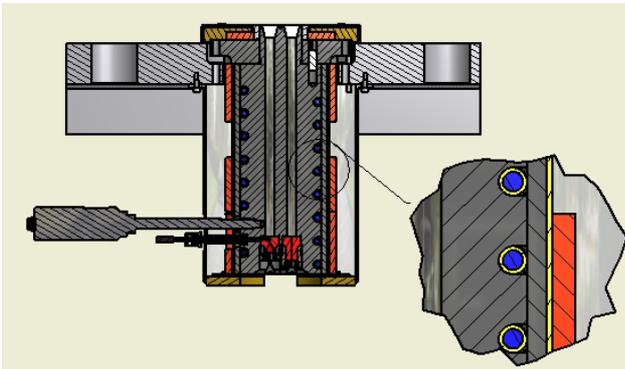


Bild 1: Prinzip der pVT Messung

Optimierung der Temperierung des Prüfkanals

Zur besseren Temperaturübertragung vom Temperiermedium zum Prüfkanal wurde die Anzahl der bisherigen Temperierkanäle um den Faktor 3 erhöht, so dass ein vollständiger Temperiermantel gegeben ist. Hierbei wurde ein neuartiges Designkonzept des „Doppelmantels“ eingesetzt, während in der ursprünglichen Ausführung Rohre eingewalzt wurden. Durch die vergrößerte Oberfläche und den direkten Kontakt kann erheblich mehr Wärme abgeführt werden, so dass wesentlich höhere Abkühlraten in der Probe erzielt werden können.

**Bisherige Ausführung mit
Eingewalzten Kühlrohren**



**Optimierte Ausführung mit
eingefrästten Kühlrohren**

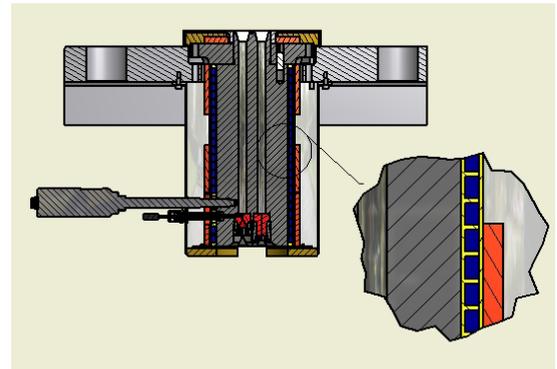


Bild 2: Prüfkammer alt-neu / Erhöhung der Anzahl der Temperierkanäle um den Faktor 3

Bild 3 zeigt, dass mit der optimierten Version der Kühlkanäle aufgrund des verbesserten Wärmeübergangs und der dreifachen Anzahl von Kühlbohrungen im Vergleich zur bisherigen Ausführung der Prüfkammer eine doppelt so hohe Kühlrate der Kammer im Schmelzbereich von Polyethylen möglich ist.

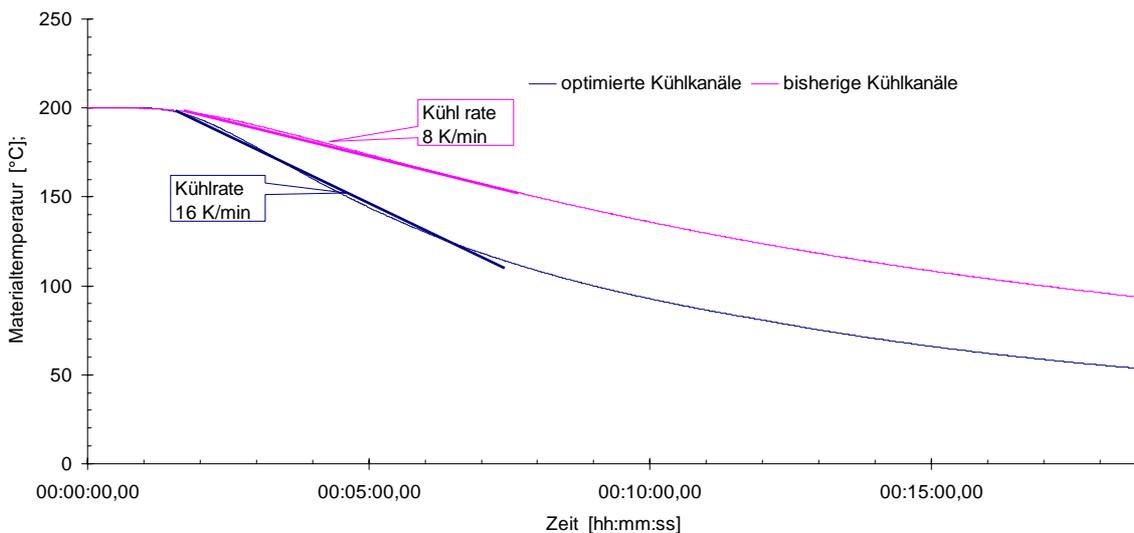


Bild 3: Vergleich der Abkühlraten zwischen bisheriger und der optimierten Ausführung der Prüfkanäle

Zur Prüfung von technischen Kunststoffen ist zusätzlich der Temperaturbereich der Kühlung bis auf 350 °C erweitert worden, was bislang auch nur von reinen pVT Geräten erreicht wurde. Bild 4 zeigt, dass hier auch weit höhere Abkühlraten bis 25 K/min möglich sind, die auch über dem Bereich von 5 bis 20 K/min liegen, der in der ISO 17744 für kolbenbetriebene pVT Geräte beschrieben wird.

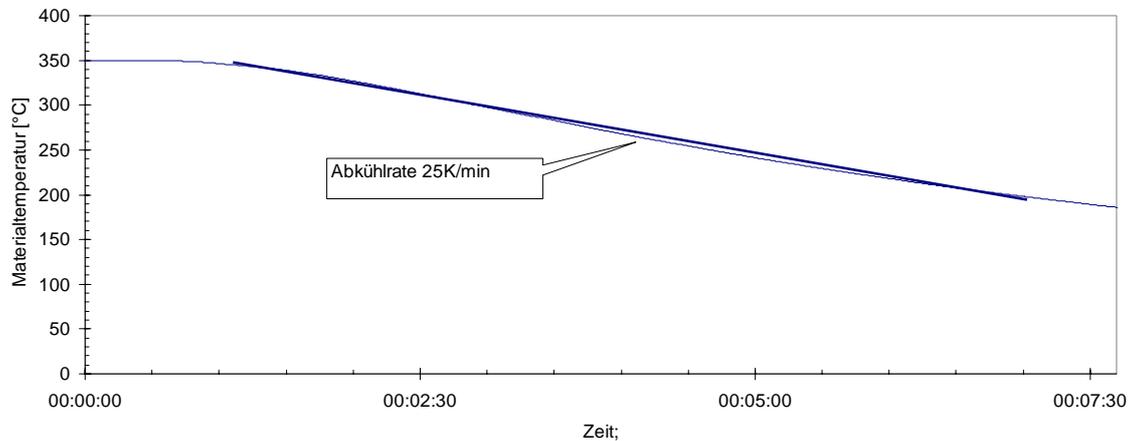


Bild 4: Abkühlrate im für technische Kunststoffe interessanten Temperaturbereich

Vergleich von isothermen zu isobaren Messungen

Kunststoffe lassen sich in teilkristalline (PE, PP) und amorphe (PS, PC) Kunststoffe unterteilen. Für PA und PET sind in sowohl amorphe als auch teilkristalline Typen erhältlich. Insbesondere bei teilkristallinen Kunststoffen unterscheiden sich pVT Diagramme die isobar oder isotherm gefahren wurden erheblich, da durch schnelle Abkühlraten der die Zeit für die Rekristallisation des Materials reduziert ist und sich daher nur eingeschränkt kristalline Bereiche ausbilden können. Hierdurch wird das spezifische Volumen im Übergangsbereich von Schmelze zu Feststoff beeinflusst.

Bild 5 zeigt für ein HDPE den Vergleich zwischen isothermer und isobarer Fahrweise:

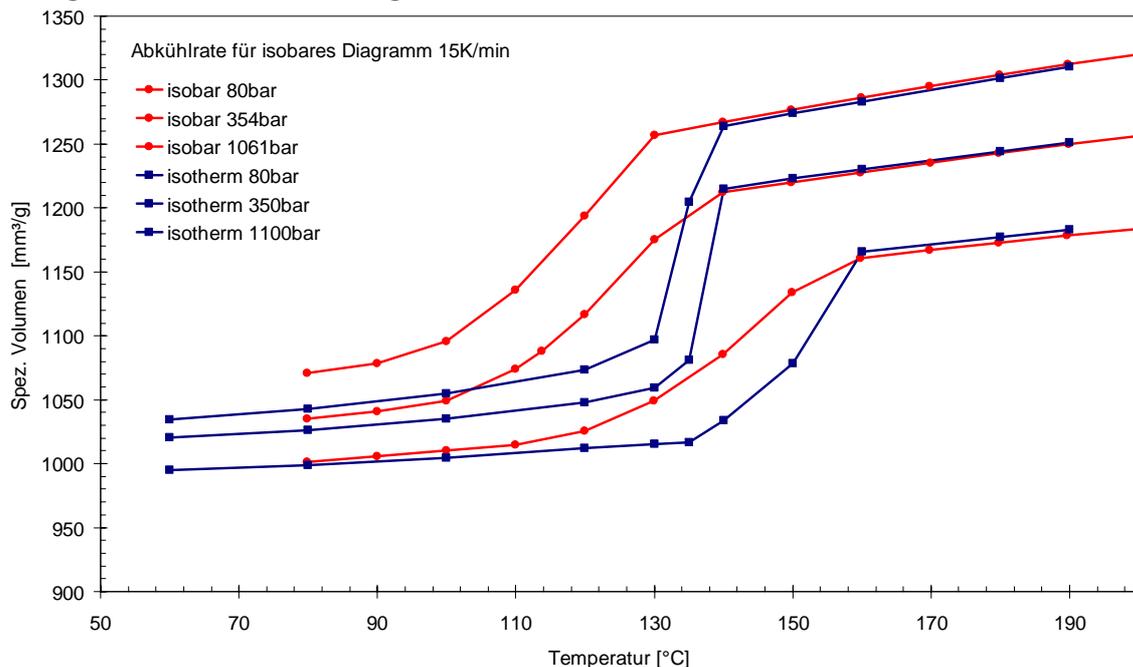


Bild 5: pVT Diagramm HDPE, isotherm-isobar

Im Schmelzbereich sind die Diagramme zunächst nahezu identisch. Im Übergangsbereich zwischen Schmelze und Feststoff ist eine wesentlich geringere Schwindung für die isobar mit einer Abkühlrate von 15 K/min ermittelten Werte erkennbar. Diese reduzierte Schwindung setzt sich bis in den Feststoffbereich fort. Generell ist die Reduzierung der Schwindung bei höheren Abkühlgeschwindigkeiten stärker und die Kurvenausprägung speziell im Übergangsbereich wird flacher.

Steigerung der Genauigkeit

Die Auflösung des Wegaufnehmers ist von 0,00078 mm im Modell RHEO-TESTER 2000 und 0,001 mm im Modell RHEOGRAPH 6000 auf 0,0000016 mm bei den neuen Modellen RHEOGRAPH 20, 25, 75 und 120 gesteigert worden.

Die Auflösung des Stempelwegs ist also um den Faktor ca. 500-600 verbessert!

Die hierdurch erzielte höhere Genauigkeit bei der Bestimmung des Probenvolumens während der pVT Messung spiegelt sich auch in einer sehr guten Übereinstimmung zu Messungen dem Gnomix pVT Dilatometer wider, wie in Bild 6 erläutert wird. Wie dargestellt ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit weniger als 1% Abweichung.

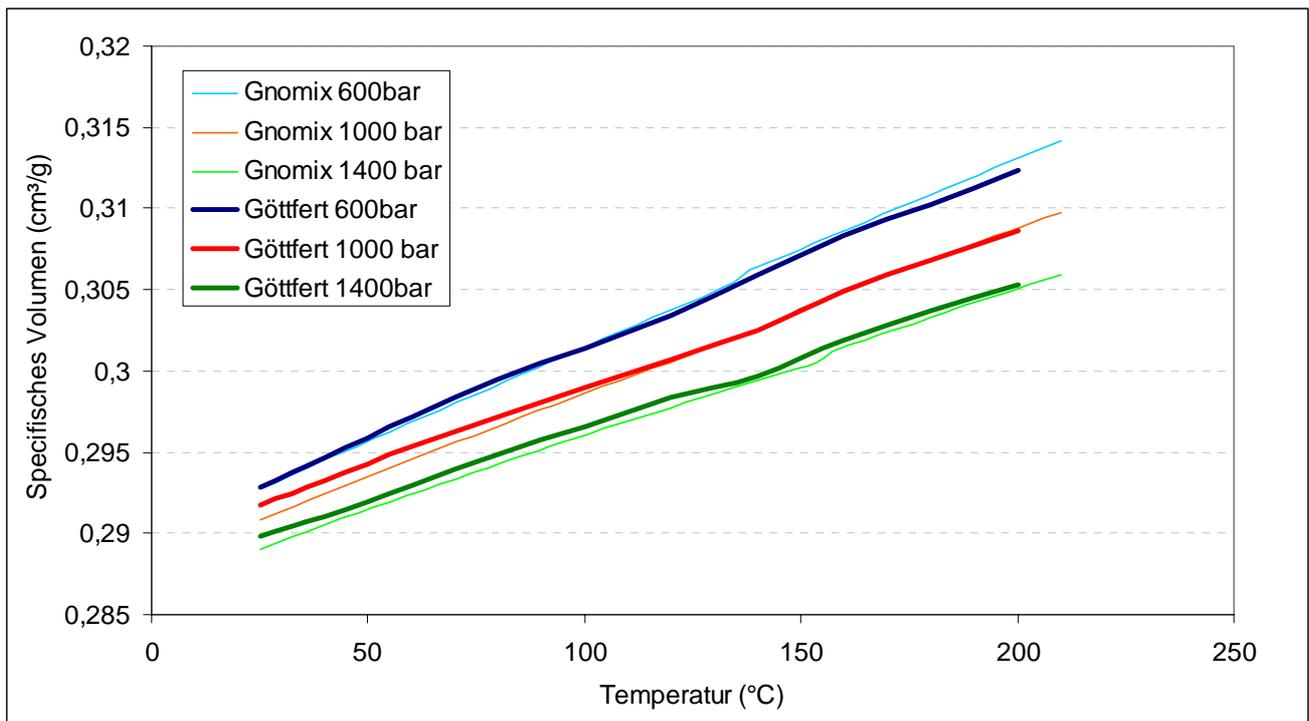


Bild 6: Vergleich der pVT Messung zwischen Gnomix Dilatometer und GÖTTFERT pVT-Option

Automatische Messung und Erweiterung der Auswertung

Die Option pVT ist um die Funktion der **automatischen** Messablaufsteuerung erweitert worden. Hierbei kann die **automatische** Erstellung sowohl von isobaren als auch isothermen Messabläufen über die Script-Funktion der Geräte RHEOGRAPH 20, 25, 75, 120 gesteuert werden. Durch zuvor erstellte Scripte werden Druck und Temperaturstufen nach Erreichen der vorgegebenen Änderungstoleranz übernommen. Die komplette Messung kann ohne Mitwirken des Bedieners z.B. über Nacht gefahren werden, wodurch gegenüber der früheren Version eine Arbeitszeiterparung von 1-2 Tagen pro ermitteltem pVT-Diagramm erreicht wird. Die Auswertung ist zusätzlich um die automatische Bestimmung der Koeffizienten des Tait Modells erweitert worden. Das Tait Modell unterteilt das pVT Diagramm in die Bereiche Feststoff mit Übergangsbereich und Schmelze. Die verwendeten Modellansätze sind identisch zu den in der Spritzgießsimulationssoftware, so dass die ermittelten Koeffizienten direkt in der „C-Mould“ oder „MoldFlow“ Spritzgießsimulationssoftware übernommen werden können.

Zusammenfassung

Die hier dargestellte pVT Option für GÖTTFERT Kapillarrheometer hat hinsichtlich der pVT Messung eine vergleichbare Funktionalität und Genauigkeit wie pVT Dilatometer, die so von keinem anderen Kapillarrheometerhersteller erreicht wird!

- Sie bietet aber zu einem ähnlichen Preis auch zusätzlich die volle Funktionalität eines Kapillarrheometers.

Die Verbesserungen in der Übersicht:

- Erweiterung auf isobare Prüfmethode
- Vergrößerung der Kühlfläche um den Faktor 3
- 2-3 fach höhere Abkühlrate
- Erweiterter Temperaturbereich: Isotherm bis 450 °C, Isobar bis 350 °C
- Erhöhung der Auflösung des Wegaufnehmers um den Faktor 500-600
- Übereinstimmung im Bereich 1 % zu Gnomix Dilatometer
- Vollautomatische Messung
- Ermittlung der Koeffizienten des Tait-Modells

QUALITÄT KANN MAN NICHT ERPRÜFEN – MAN MUSS SIE HERSTELLEN...

THIS IS RHEOLOGY

GÖTTFERT
Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH
Siemensstraße 2
D-74722 Buchen
Germany
Tel: +49 (0) 62 81 408 - 0
Fax: +49 (0) 62 81 408 - 18
www.goettfert.de

GOETTERT Inc.
488 Lakeshore Parkway
Rock Hill, SC 29730
U.S.A.
Tel: +1 803 324 3883
Fax: +1 803 324 3993
www.goettfert.com

GOETTERT (China) Limited
2-1211 Xiaoyun Tower, No. 15 Xiaguangli
Chaoyang District
Beijing 100027
China
Tel: +86-10-84832051
Fax: +86-10-84832053
www.goettfert-china.com