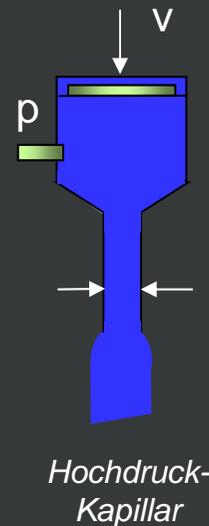


Bestimmung verarbeitungsrelevanter Fließeigenschaften mit einem Hochdruck-Kapillarviskosimeter

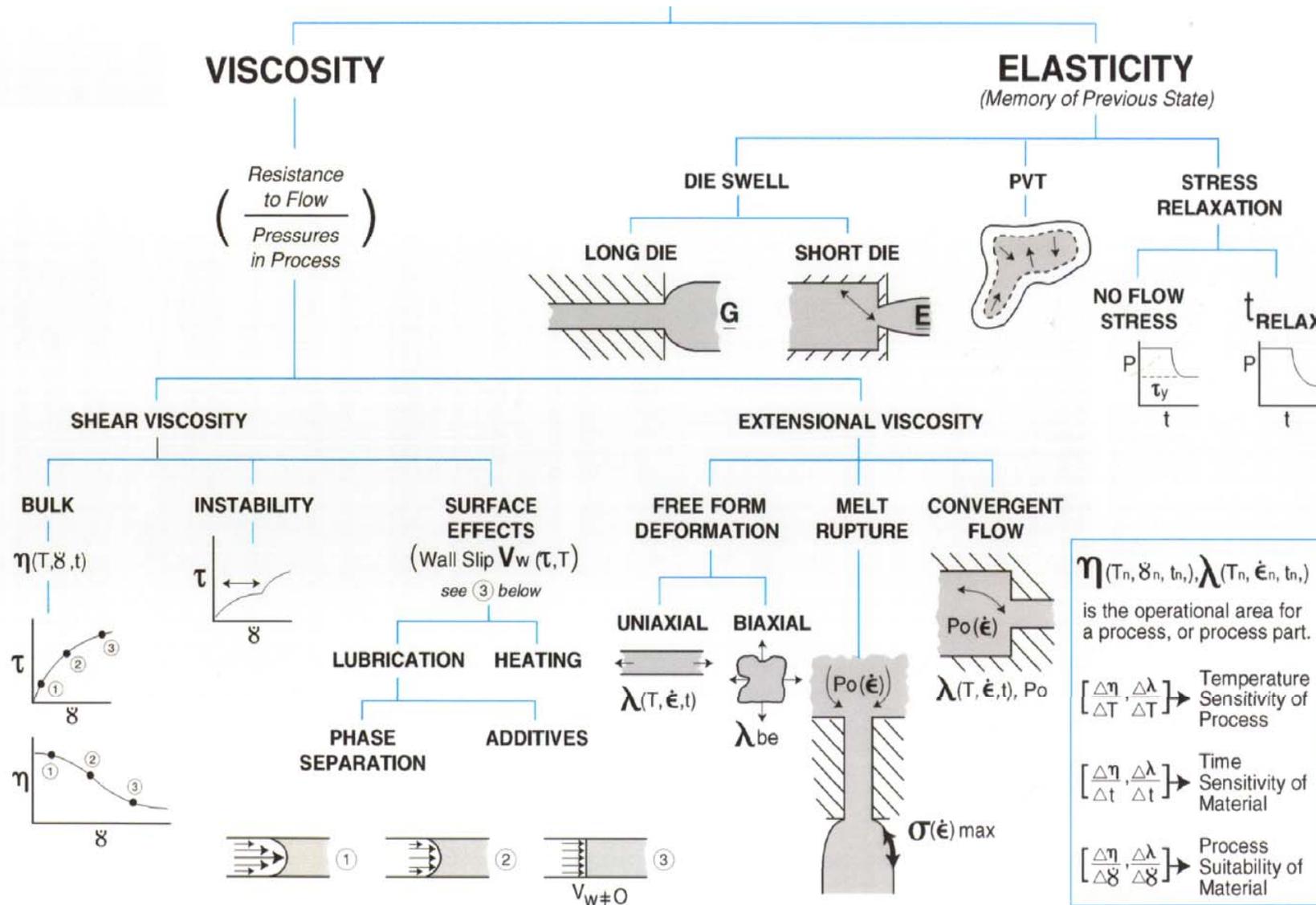


Torsten Remmler, Malvern Instruments

Gliederung

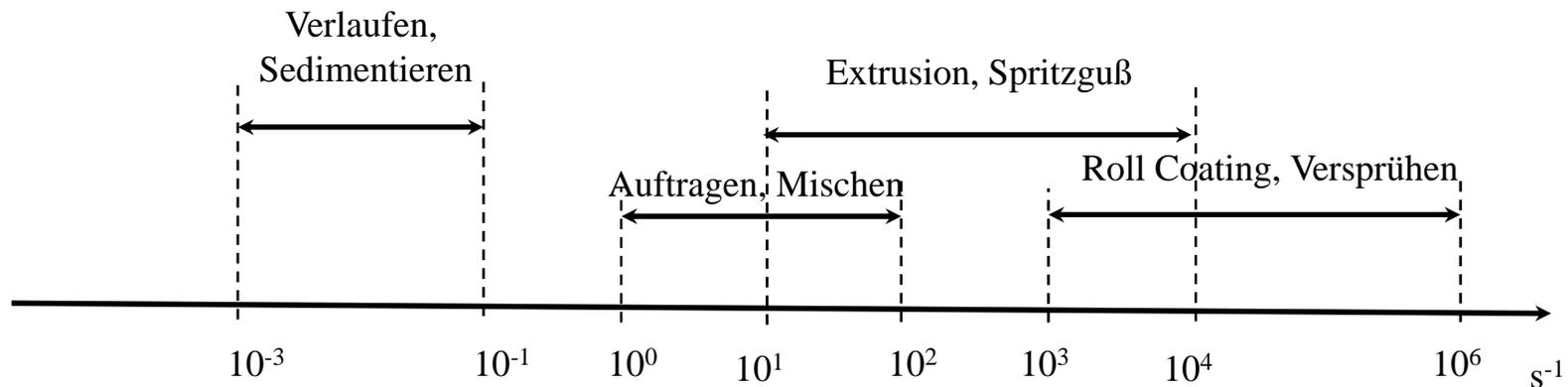
- › Was kann ein Kapillarrheometer messen?
- › Scher- und Dehnverhalten
- › Messprinzip eines Kapillarviskosimeters
- › Interpretation von Scher- und Dehnviskositätskurven
- › Weitere Anwendungen: Homogenitäts-Analyse, Wandgleiten, Vorhersage von Fließinstabilitäten, Relaxation
- › Zusatzoptionen: Strangaufweitung Die-Swell, Abzugsversuche

Was kann ein Kapillarrheometer messen?



Scherfließen in der Praxis

Warum gibt es unterschiedliche Rheometer-Typen ?



Rotationsrheometer

Proben: wasserdünn bis festkörperartig

Meßgrößen: Scherviskosität, Viskoelastizität, Fließgrenzen, Relaxationsverhalten u.a.

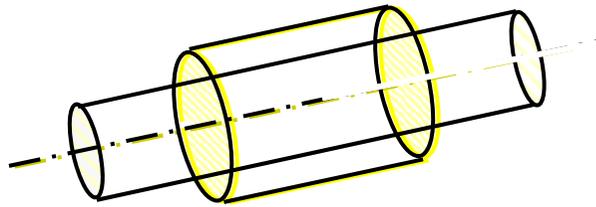
Hochdruckkapillarrheometer

Proben: wasserdünn bis hochviskos

Meßgrößen: Scherviskosität, Dehnviskosität, Wandgleiten u.a.

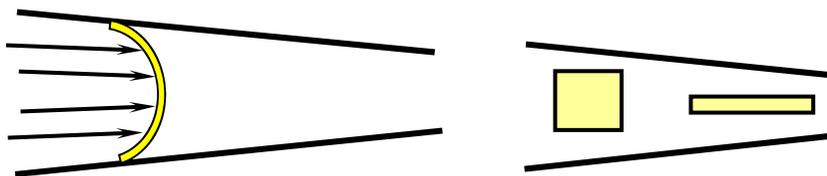
Dehnfließen in der Praxis

Uniaxiale Dehnung



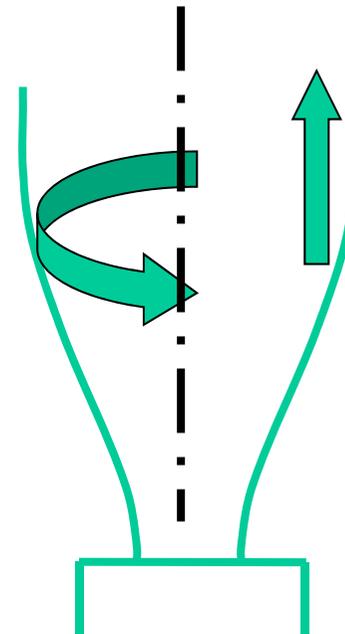
Kraft

Kraft



Konvergente Strömungen

Biaxiale Dehnung



Folienblasen

Definition der Viskosität

Innerer Widerstand einer Substanz gegen das viskose Fließen

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$$

$$\lambda = \frac{\sigma_E}{\dot{\varepsilon}}$$

η – Scherviskosität

λ – Dehnaviskosität

σ – Schubspannung

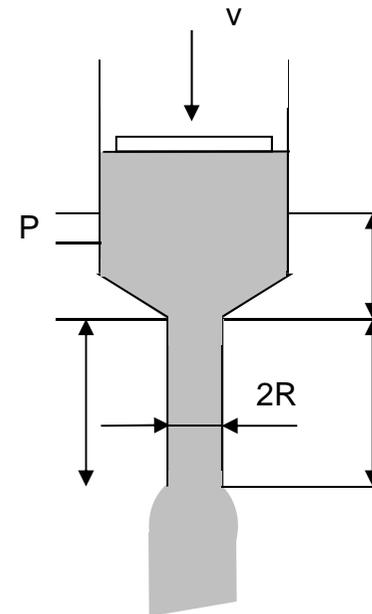
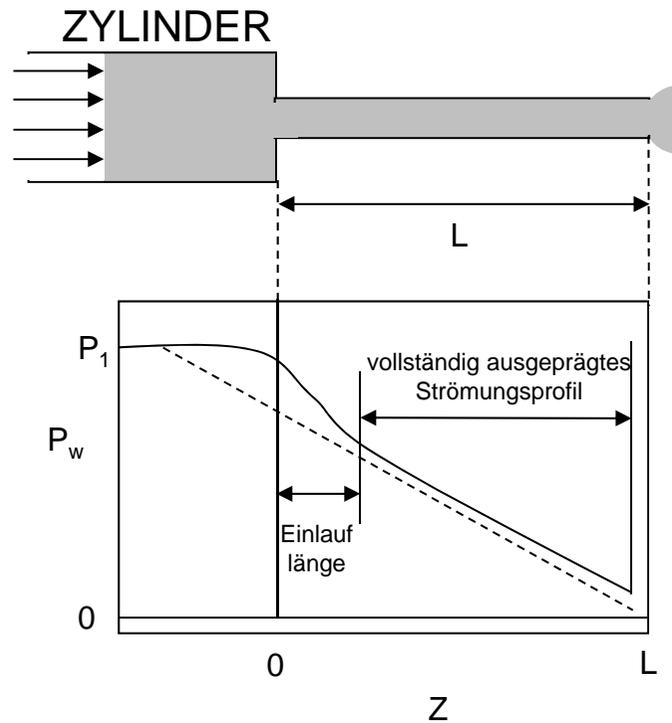
σ_E – Dehnspannung

$\dot{\gamma}$ – Scherrate

$\dot{\varepsilon}$ – Dehnrage

Messprinzip

Vorgabe: Stempelgeschwindigkeit \Rightarrow Wandscherrate
Meßgröße: Gesamtdruckabfall \Rightarrow Wandschubspannung



Gemessener
Gesamtdruckverlust
=
Einlaufdruckverlust
+
Scherdruckverlust

\Rightarrow kleiner Kolbenextruder

Die laminare Rohrströmung

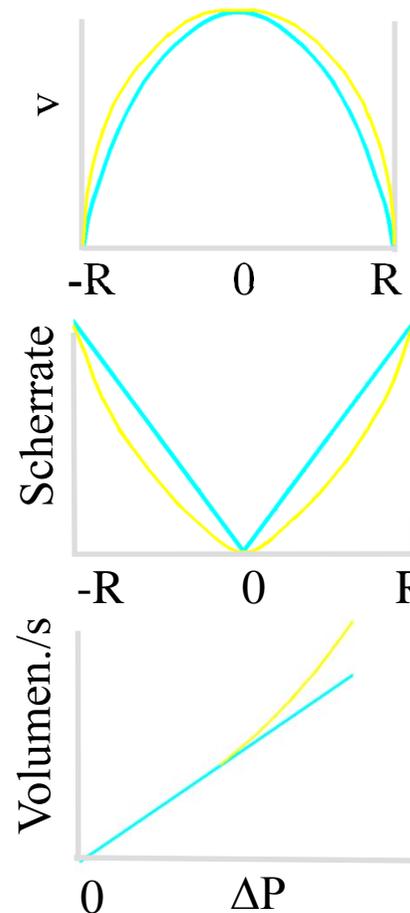
Isotherme stationäre Strömung einer inkompressiblen Flüssigkeit

Newtonsche
Probe

$$\dot{\gamma}_{\text{app}} = \frac{4 \cdot Q}{\pi R^3}$$

$$\sigma_{\text{app}} = \frac{R \cdot \Delta P}{2 \cdot L}$$

Q = Volumenstrom, R = Düsenradius,
 L = Düsenlänge, ΔP = Druckabfall

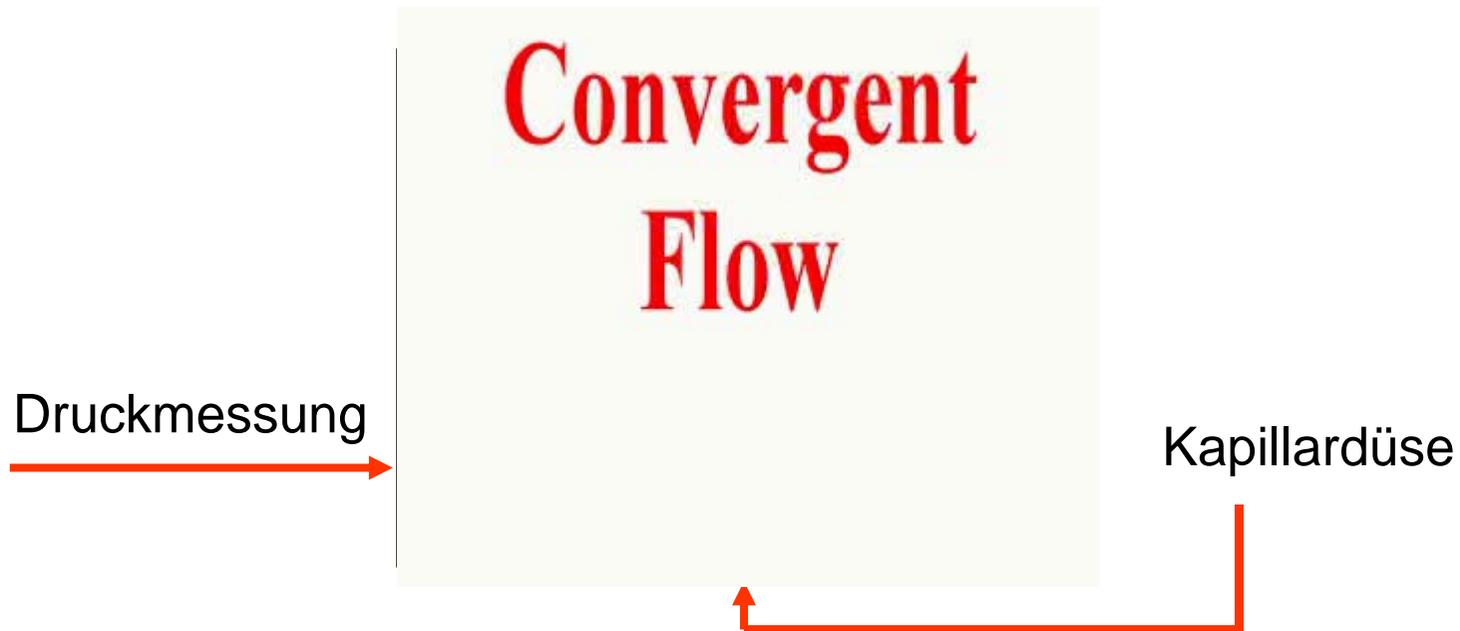


Newtonsche
Probe

Nicht
newtonsche
Probe

Verhalten an Querschnittsänderungen

Ziel: Einlaufdruck und Scherdruck müssen getrennt werden!

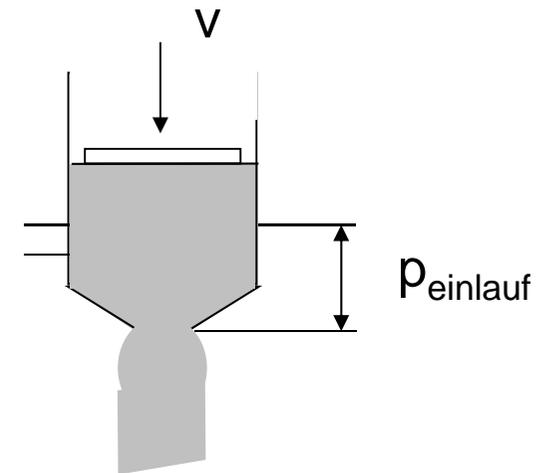
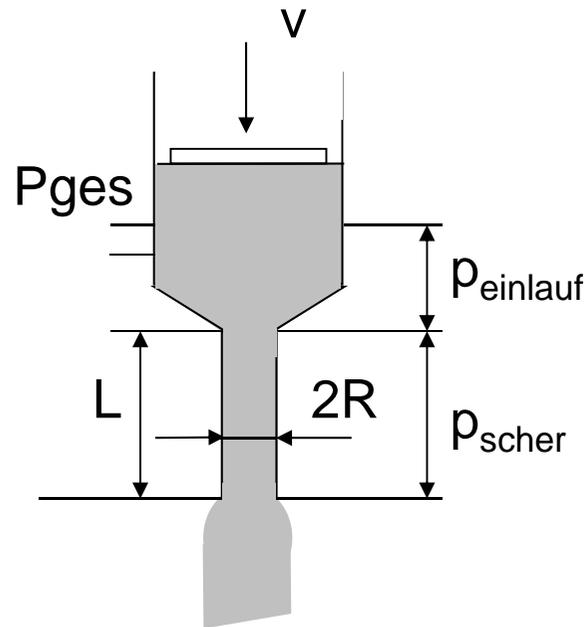
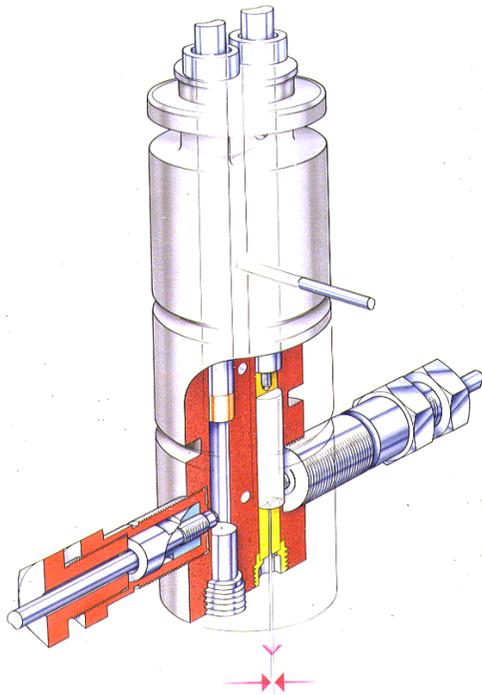


⇒ an jeder Querschnittsöffnung treten Einlaufdruckverluste auf durch:

- Elastische Verformung
- Beschleunigung
- Sekundärströmungen
- **viskose Dehnströmungen**

Das Rosand Doppelkapillar-Prinzip mit Nulldüse

Trennung von Scher- und Einlaufdruckverlust:
Simultane Bestimmung der Scher – und Dehnviskosität

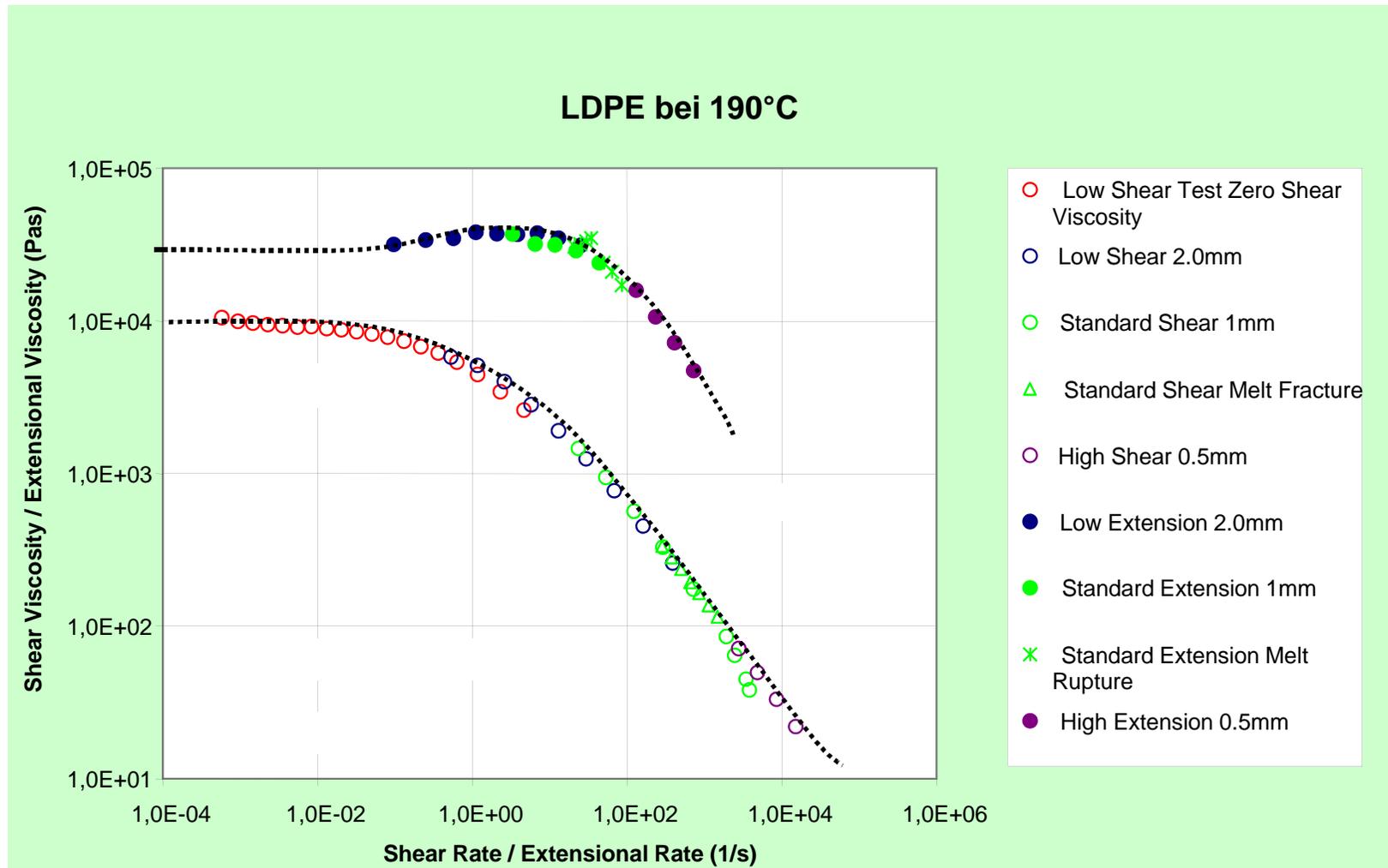


$$P_{gesamt} = P_{scher} + P_{einlauf}$$

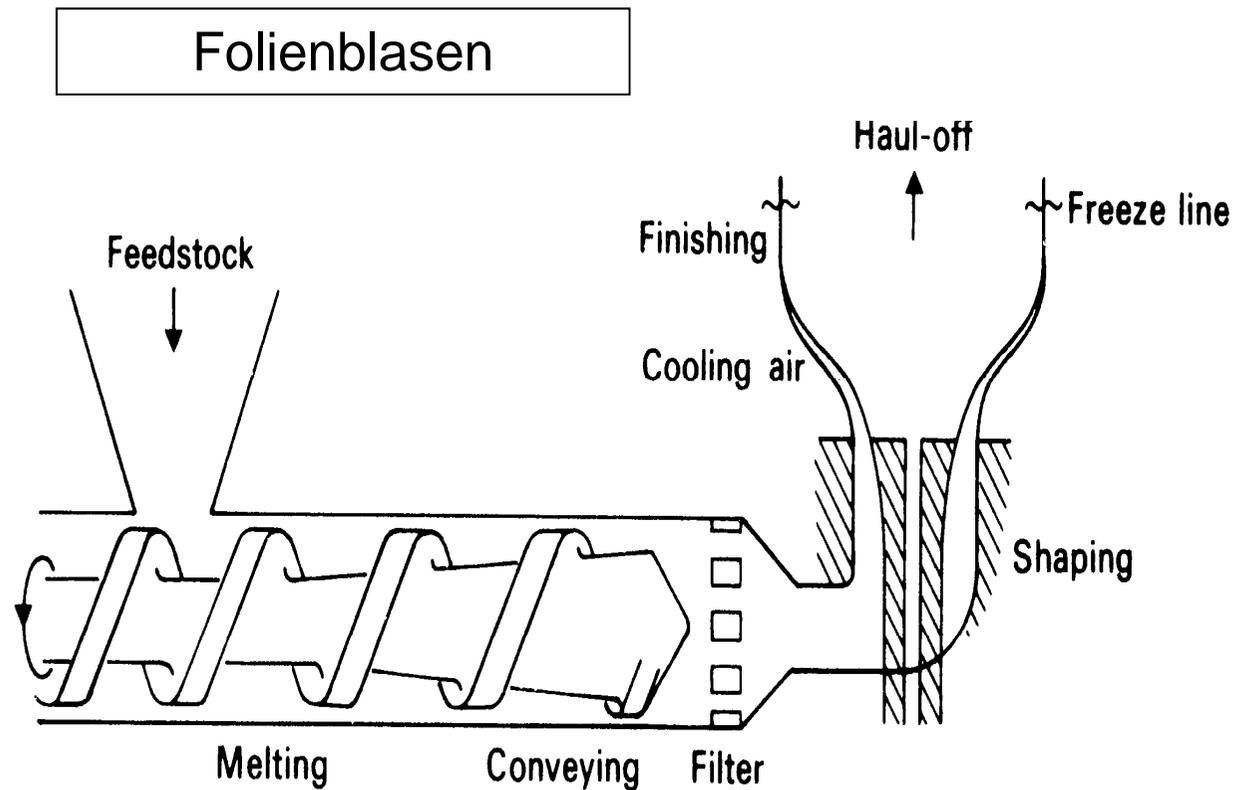
links: Kapillardüse

rechts: Nulldüse

Praktisches Messbeispiel: LDPE

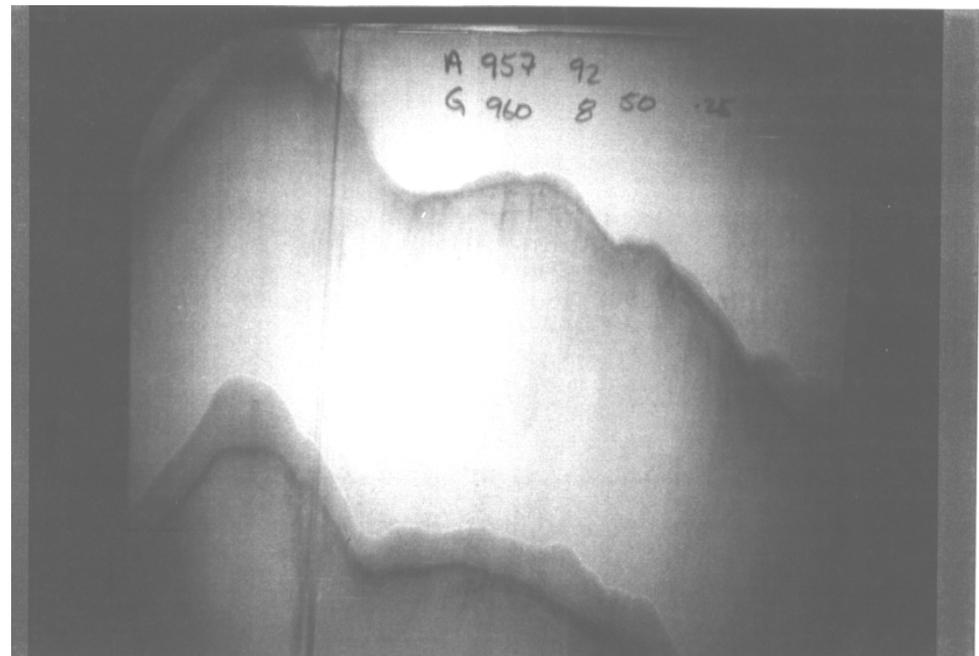
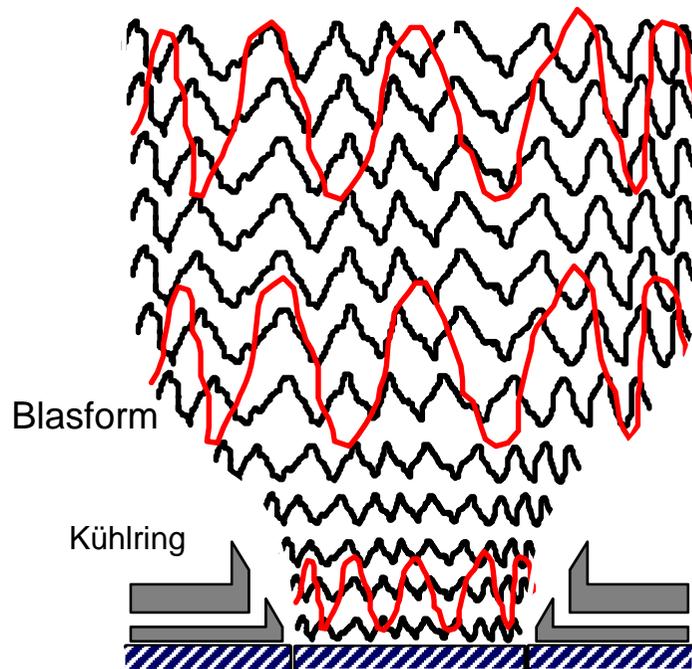


Dehnrheologie in der Praxis: LDPE

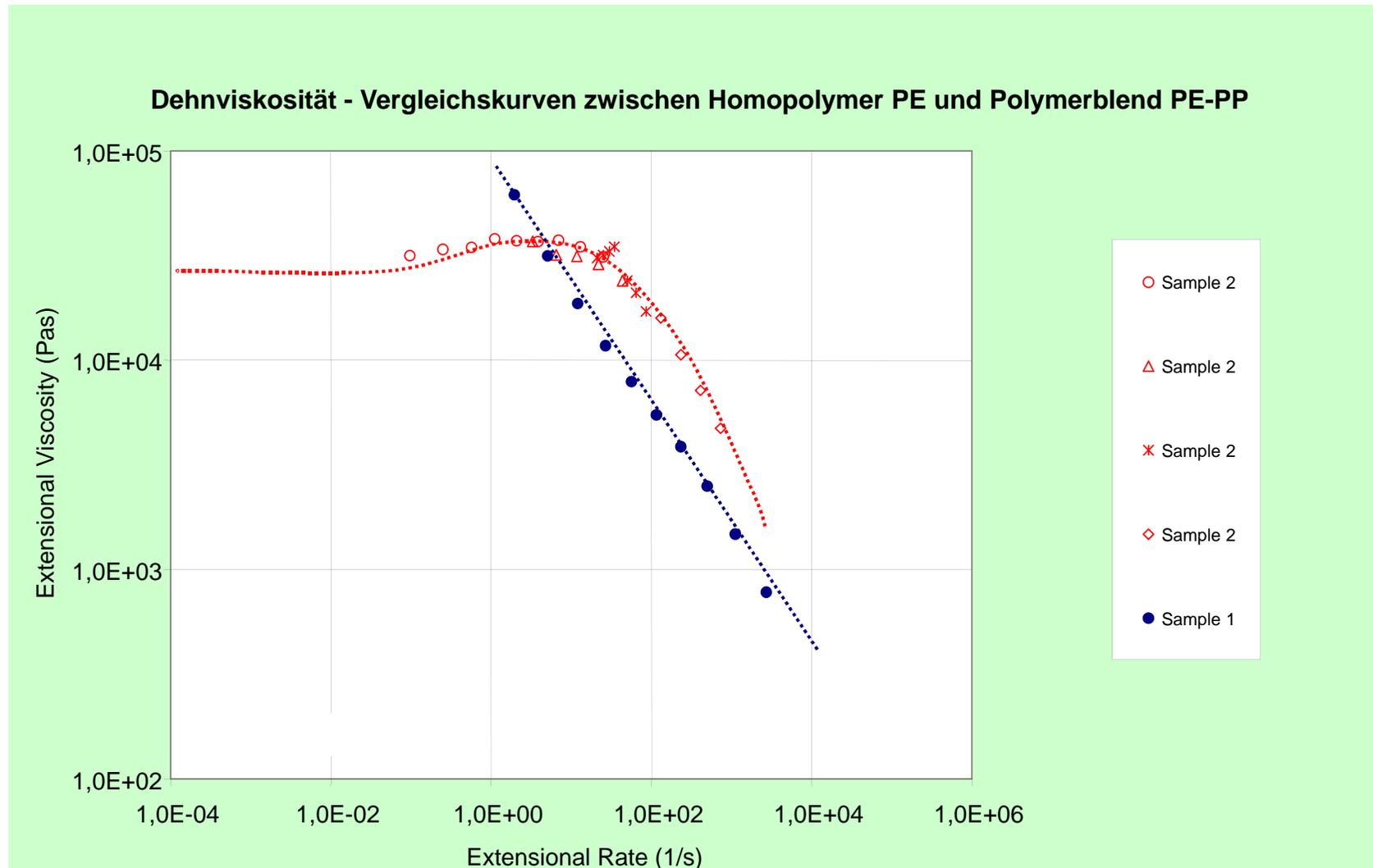


⇒ Folienblasen ist maßgeblich durch Dehnverhalten bestimmt

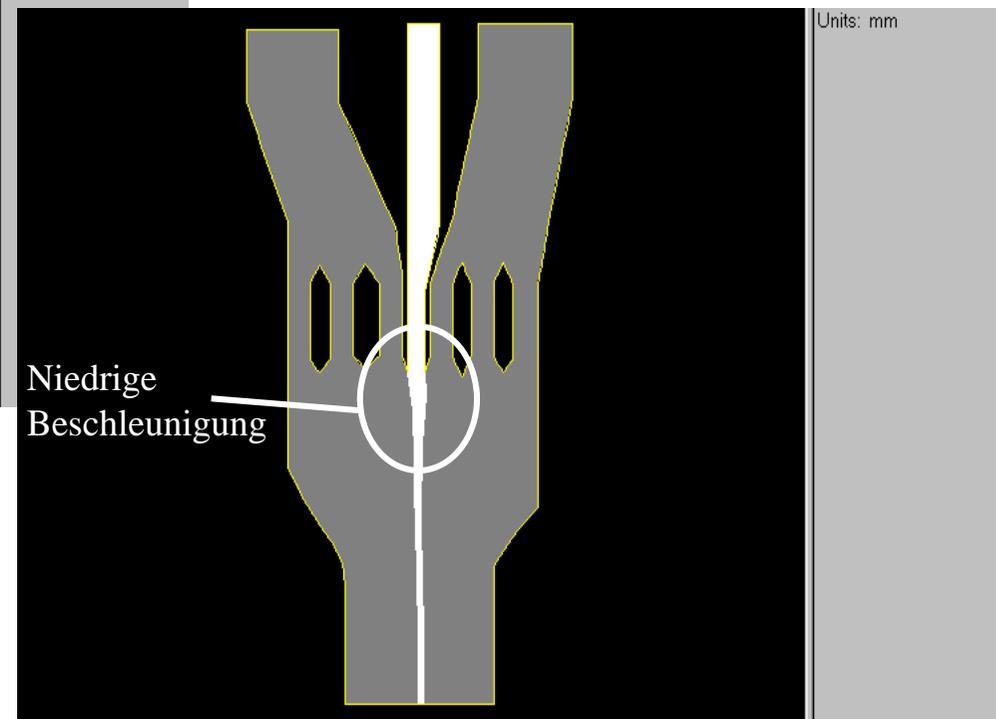
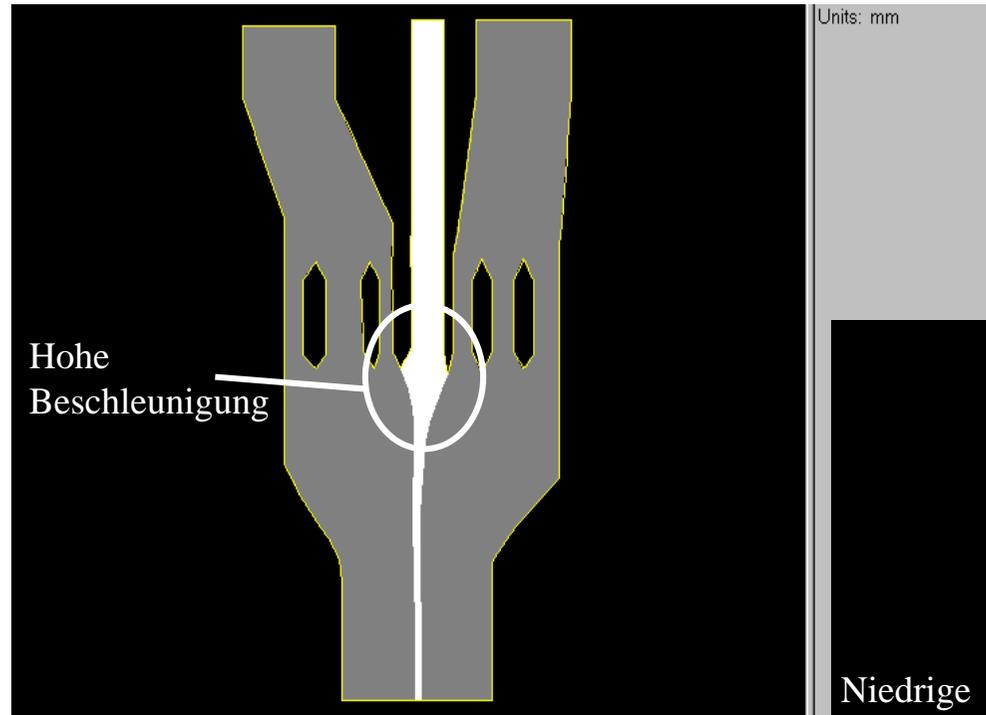
Oberflächeninstabilitäten LDPE



Optimierung des Dehnverhaltens



Beispiel: Co-Extrusion



Beispiel Fließinstabilitäten LDPE in Co-Extrusion

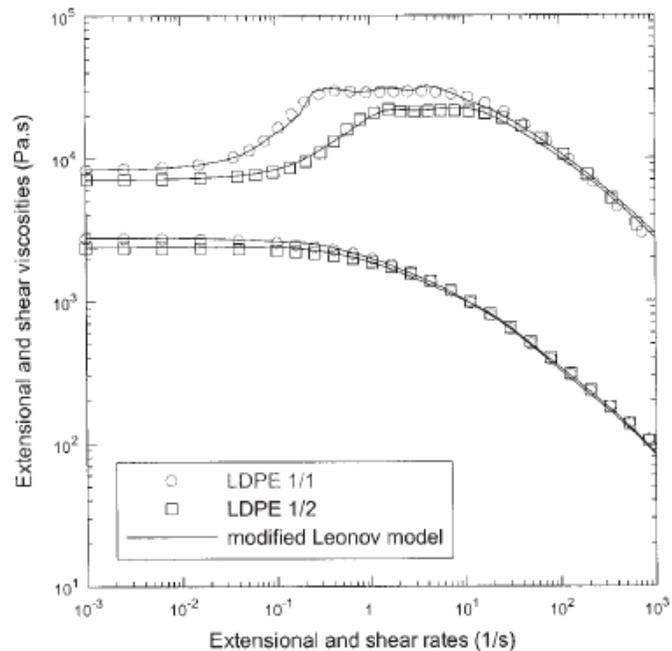


Figure 4 Extensional and shear viscosities for two different lots of LDPE 1, 210°C.

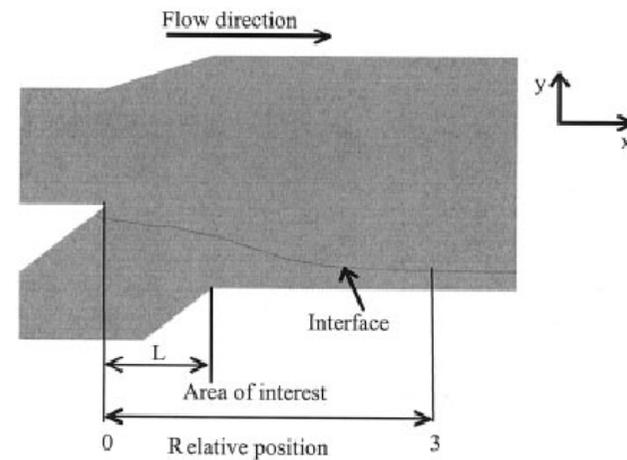
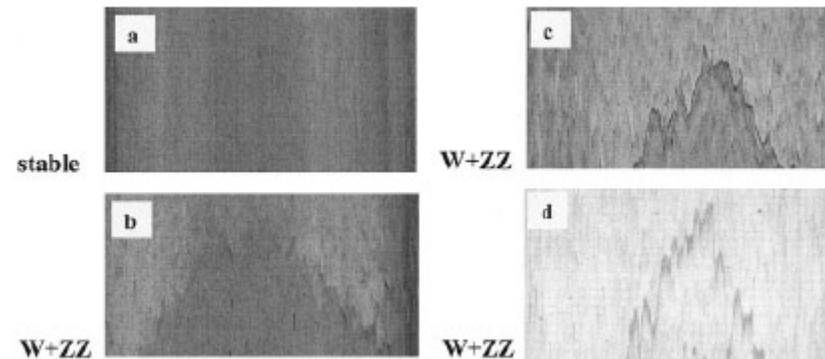
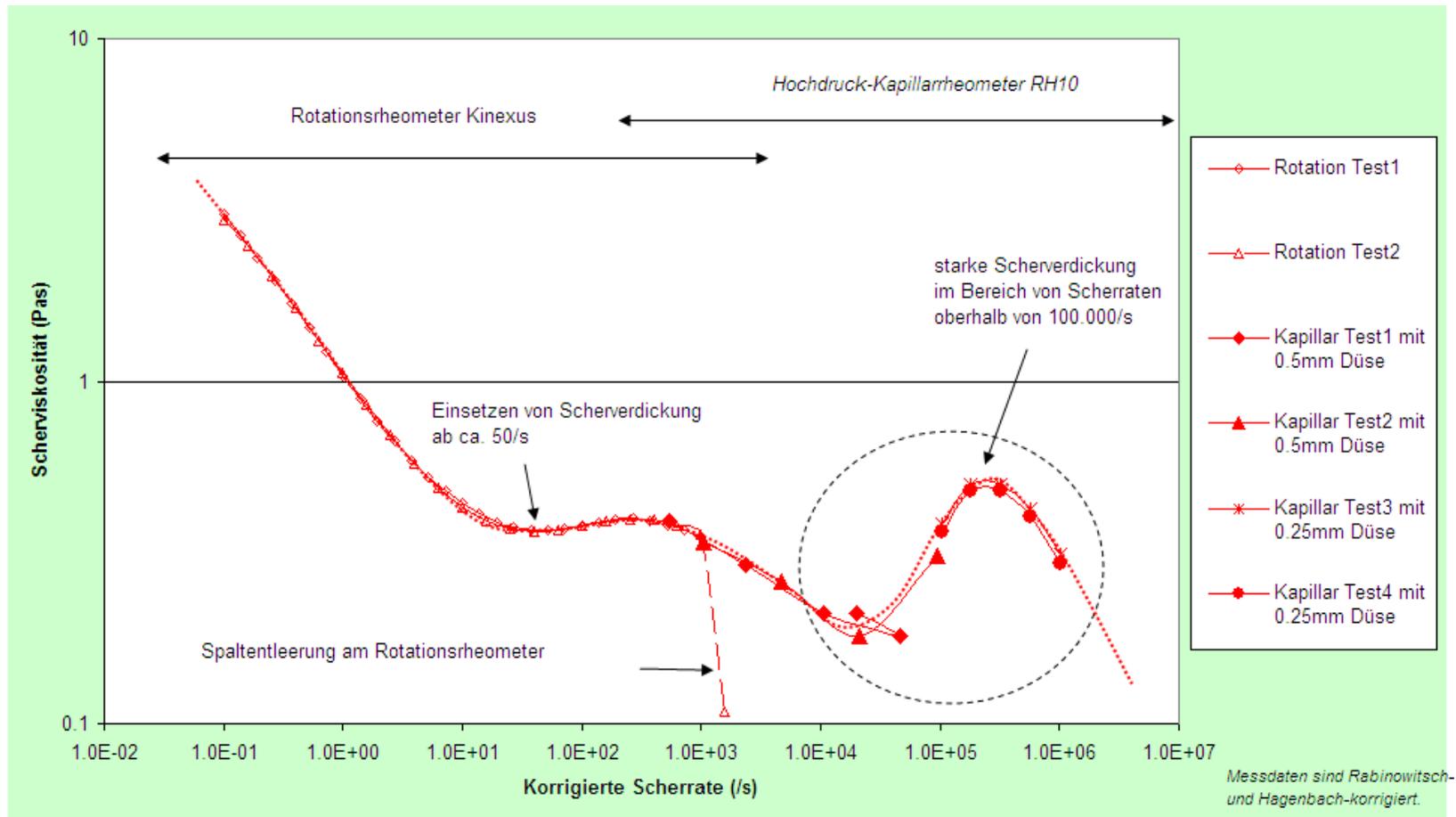


Figure 5 Merging area of the flat coextrusion die.

Instabilitäten sind dehnviskositätsbedingt.

Zatloukal et. al. Journal of Applied Polymer Science, 98 (2005) 153

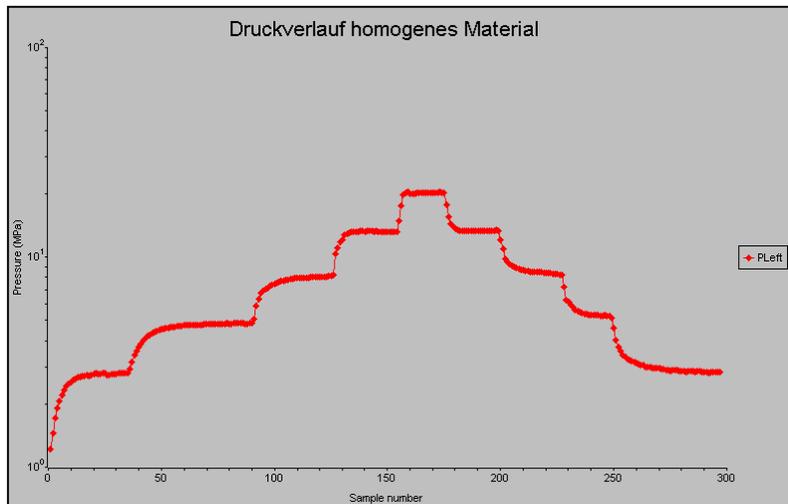
Anwendungsbeispiel: Dispersionsklebstoff



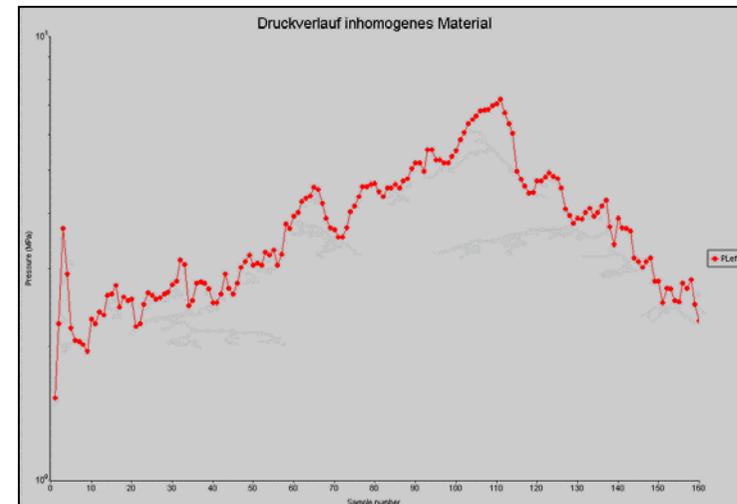
⇒ Kombination beider Messmethoden liefert komplettes Scherfließverhalten

Anwendungsbeispiel: Online-Druckverlauf

Prinzipielle Aussagen zur Homogenität



homogen

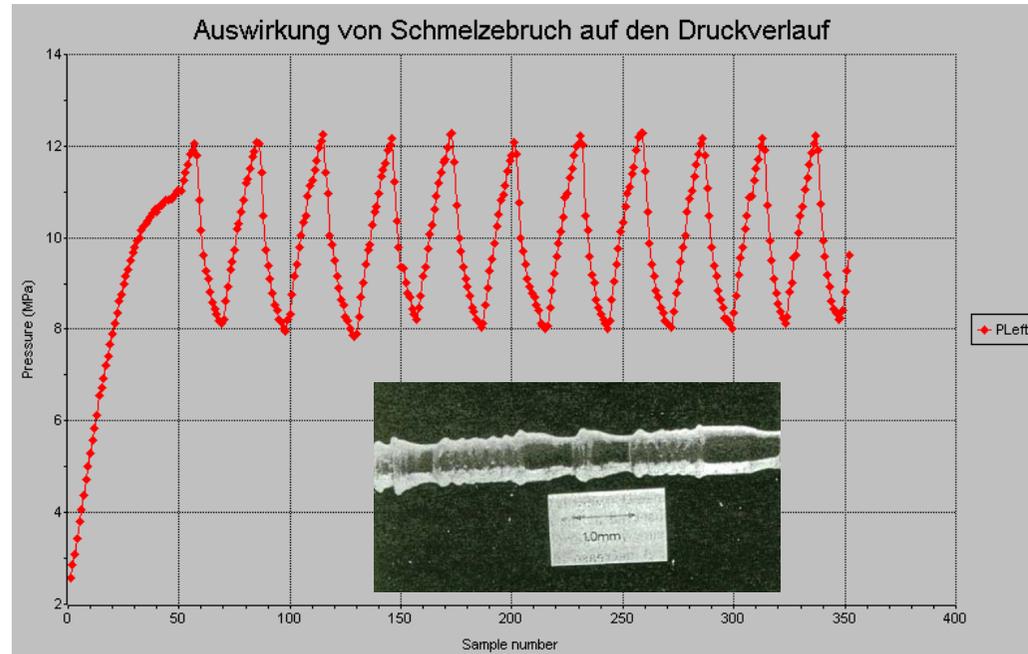
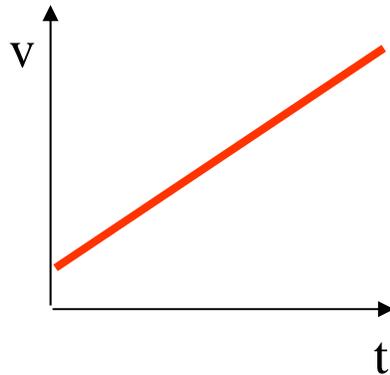


inhomogen

⇒ Aus Schwankungsbreite und Volumenstrom können Aussagen zur Längenskala von Inhomogenitäten abgeleitet werden.

Weitere Anwendungen: Fließinstabilitäten

Prinzip: Lineare Rampe



Melt fracture (Scherbruch)

Druckoszillationen Kapillardüse

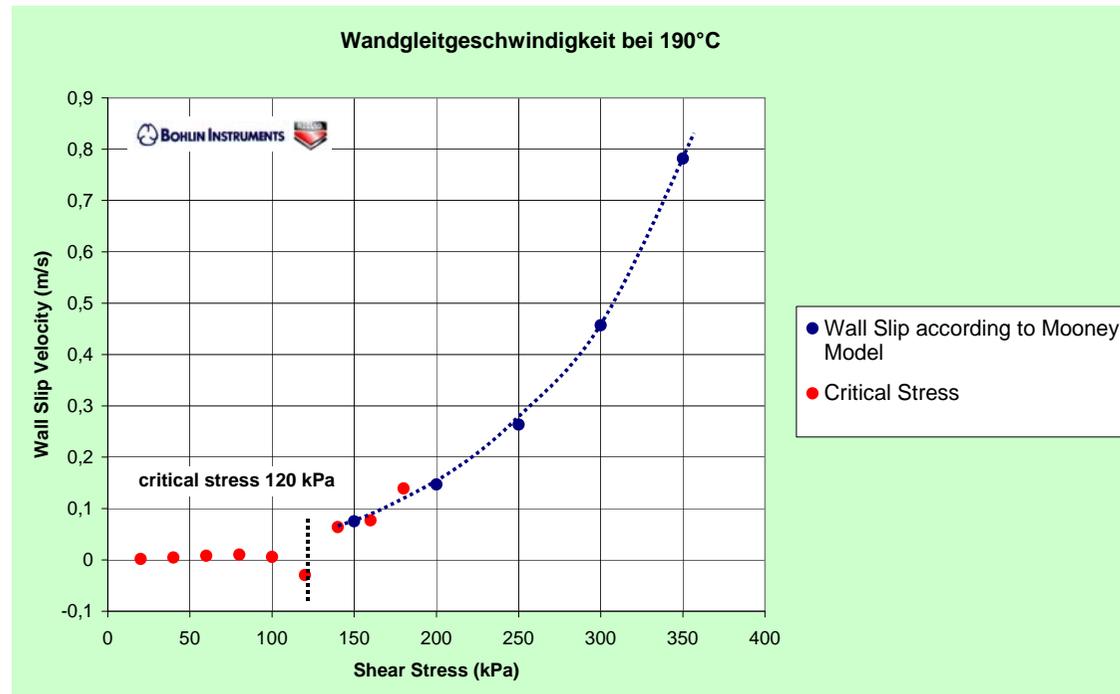
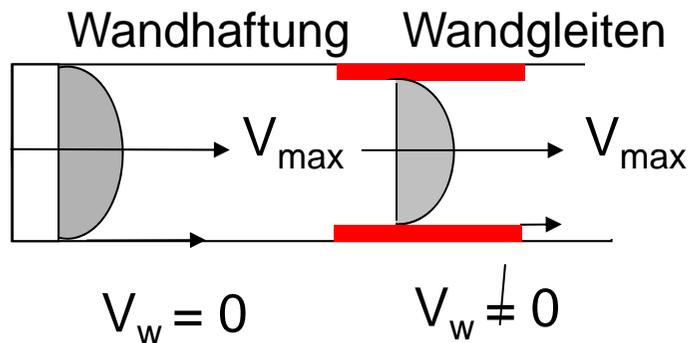
Melt rupture (Dehnbruch)

Druckoszillationen Nulldüse

⇒ Kritische Verarbeitungsbedingungen können im Vorfeld ermittelt werden

Weitere Anwendungen: Wandgleiten

Wandgleitkurve LDPE

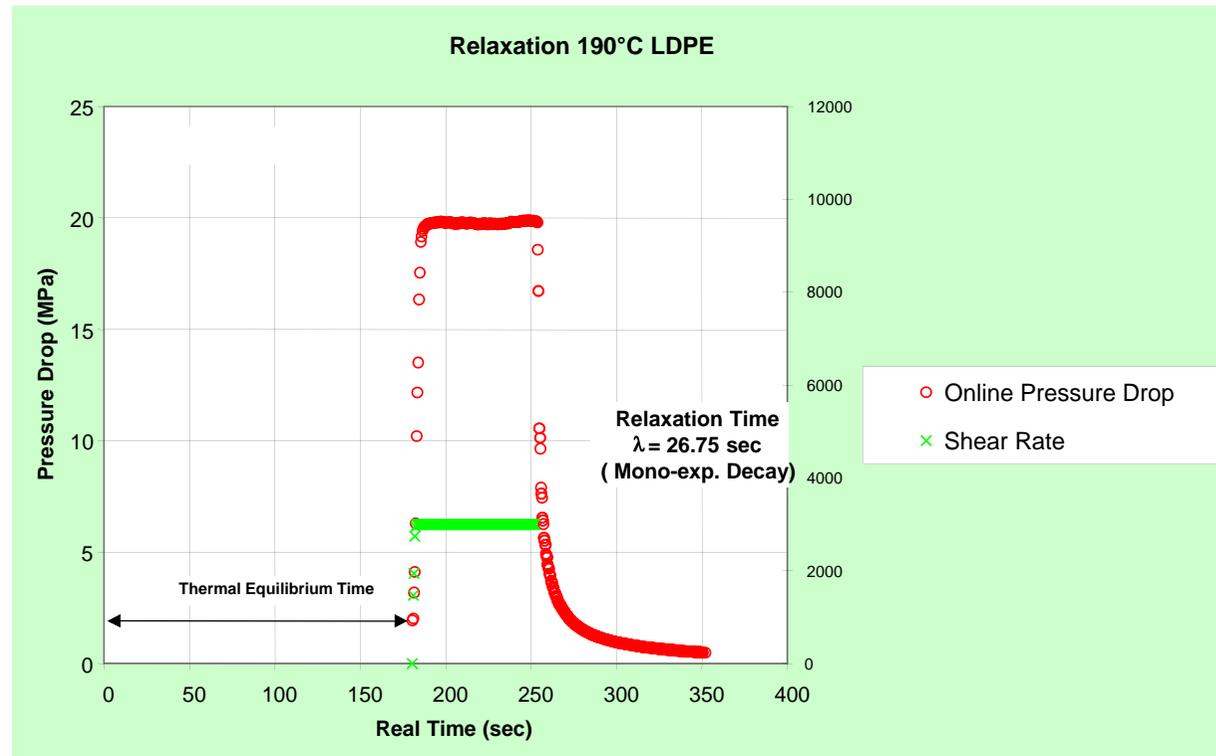
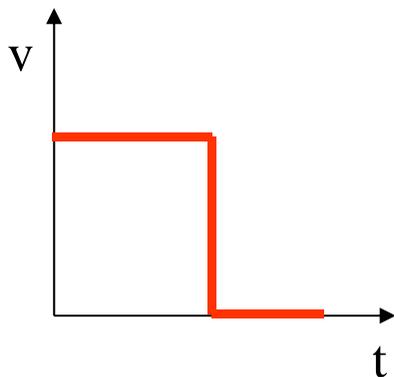


⇒ Wandgleiten oberhalb von 110kPa Wandschubspannung.

Weitere Anwendungen: Relaxationsversuch

Erholung nach der Verarbeitung

Prinzip:

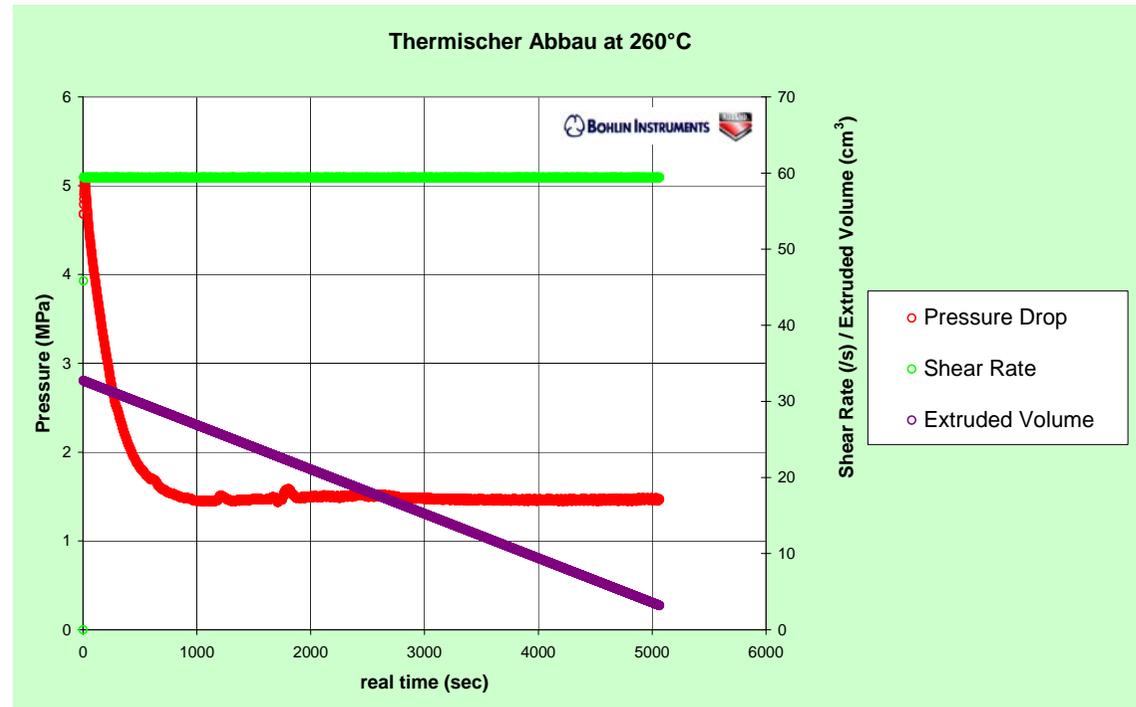
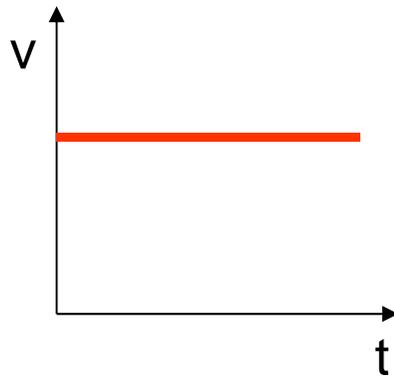


⇒ innere Spannungen können Risse in Formteilen verursachen, End-Relaxationsdruck stellt Fließgrenze dar

Weitere Anwendungen: Thermischer Abbau

Messung bei konstanter Scherrate

Prinzip:



⇒ Thermischer Abbau-Versuch zeigt maximale Verarbeitungsdauer

Modell-Typen

Tischgerät RH2000 und Standgerät RH7/10

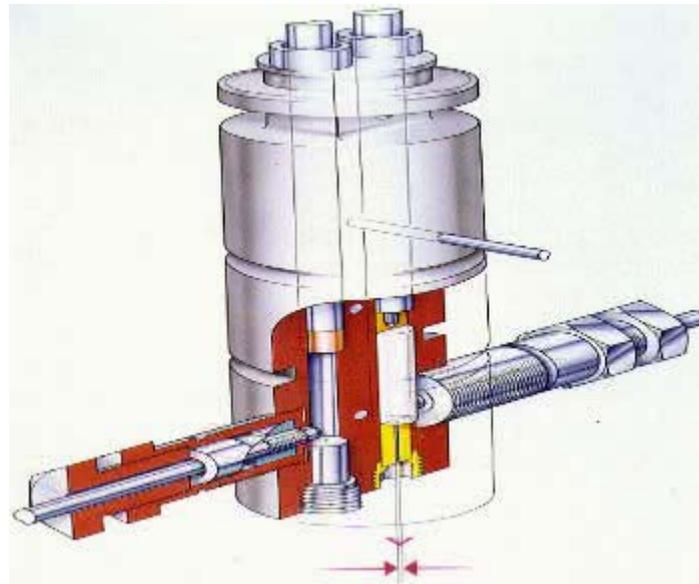


Beispiel-Messung



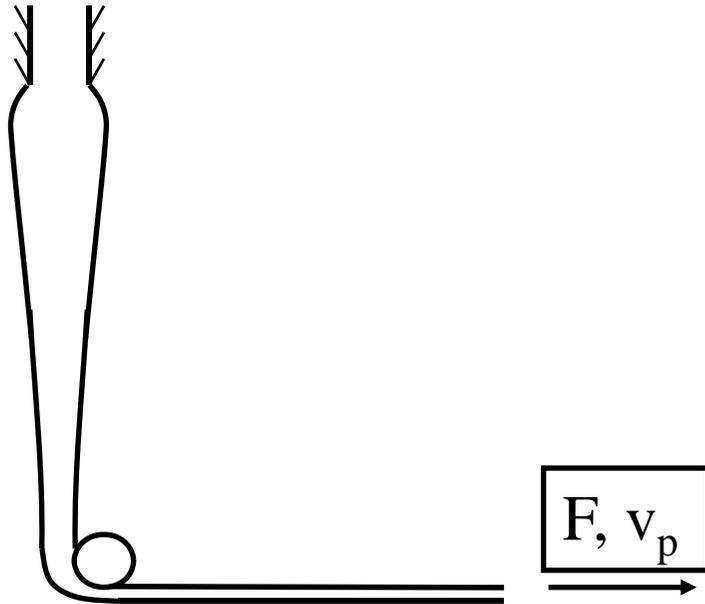
Hardwareseitige Zusatz-Module: Die-Swell

Bestimmung der Strangaufweitung



- Merkmale:
- Mono- bzw. biaxiales Lasersystem
 - horizontal und vertikal verschiebbar
 - Aussage zur Elastizität der Probe

Hardwareseitige Zusatz-Module: Haul Off-Strangabzug



Rosand

Haul-Off

Test

Merkmale:

- Möglichkeit zur Prozeßsimulation (Faserspinnen, Extrusionsblasen)
- Bestimmung der Abzugskraft (Auflösung 0.2 mN) bei vorgegebener Abzugsgeschwindigkeit (0.5 bis 1000 m/min) bis zum Faserabriß
- Probenkenngröße: Faserabrißkraft

Zusammenfassung

Was kann ein Hochdruckkapillarviskosimeter für Sie leisten?

- › Bestimmung der Einlaufdruckverluste durch direkte Messung
- › Ermittlung der Dehnviskosität als wichtiger Strukturparameter
- › Ermittlung der Fließkurve bis zu sehr hohen Scher- und Dehnraten
- › Ermittlung der Wandgleiteigenschaften mittels Mooney-Korrektur
- › Korrelation mit Verarbeitungseigenschaften, Prozess-Simulation
- › Ermittlung von Fließinstabilitäten

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit.

Weitere Informationen zu rheologischen Fragestellungen finden Sie auf

www.malvern.de