

Viskositätsmessungen mit dem Schmelzindex-Prüfgerät

Schmelzindex-Prüfgeräte (Plastometer) werden zur Bestimmung des Schmelzindex verwendet. Der standardisierte Index wird mit der Melt Flow Rate (MFR) in g/10 min beziehungsweise dem Volumenfließindex, Melt Volume Rate (MVR) in cm³/10min von Kunststoff-Granulaten, Pulver und Grieß verwendet. Schmelzindex-Prüfgeräte (Plastometer) sind für die Messwerterfassung gemäß den Normen ISO 1133 Methode B-C, ASTM 1238 und ASTM D3364 ausgelegt. Die neue Viskositätsoption für das Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 wurde entwickelt. Um Messungen gemäß der standardisierten Kapillarrheometer-Norm ISO 11443 durchzuführen wurde bisher ein Kapillarrheometer benötigt. Die Messung mit einem Kapillarrheometer sind im Vergleich zu einem Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) anspruchsvoller und zeitaufwendiger in der Bedienung. Durch die Viskositätsoption für das Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 können Viskositätsprüfungen nun auch mittels einem Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) durchgeführt werden. Im Vergleich zu den gewöhnlichen MFR-Messungen können höhere Schergeschwindigkeiten erreicht werden, die für den tatsächlichen Prüfprozess von großer Bedeutung sind. Somit entspricht die Viskositätsprüfung mit diesem GÖTTFERT Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mehr einer Verarbeitungskontrolle als einem marktüblichen Schmelzindex-Test.

Einrichtung des Schmelzindex-Prüfgerätes mi40 mit integrierter Viskositätsoption

Die Viskositätsoption für das mi40 umfasst folgende Komponenten:

- Modifizierte Motorsteuerung, die die Stempelgeschwindigkeit zwischen 0,1-40 mm/s in Stufen von 0,1 mm/s steuert
- Modifizierter Prüfkolben zur Erfüllung der Messnorm ISO 11443
- Messkraft von bis zu 800 N (max. Druck von 110 bar)
- Viskositätsdüse mit einer Länge von 10mm und einem Durchmesser von 1mm (L/D=10/1 mm)
- Einfach zu bedienende Softwareerweiterung für Viskositätsmessungen

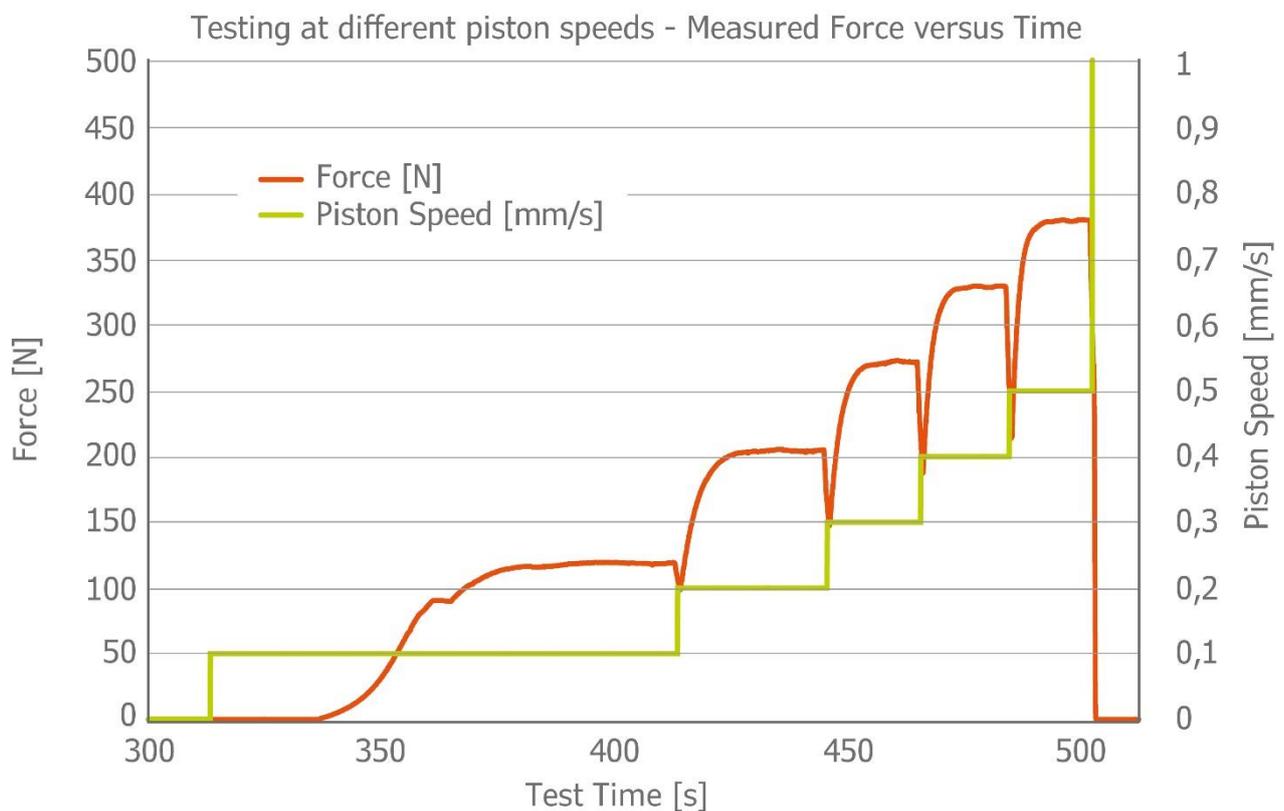
Das Prüfverfahren

Das Prüfverfahren ist dem einer MFR-/MVR-Messung sehr ähnlich. Die integrierte Prüfkammer muss nach jeder Messung durch den Bediener mit Material (PE, PP etc.) gefüllt und gereinigt werden. Die Viskositätsmessung selbst wird vom Gerät in einem vollautomatischen Modus durchgeführt. Je nach den definierten Scherraten dauert eine Prüfung zwischen 6 und 15 Minuten.

Berechnung der Viskosität

Die Scherrate wird aus der Geometrie und der Stempelgeschwindigkeit berechnet. Die scheinbare Scherspannung wird aus der gemessenen Kraft und dem Prüfgewicht ermittelt. Die Viskosität wird automatisch aus diesen beiden Werten errechnet. Die folgende Grafik zeigt die während des Tests

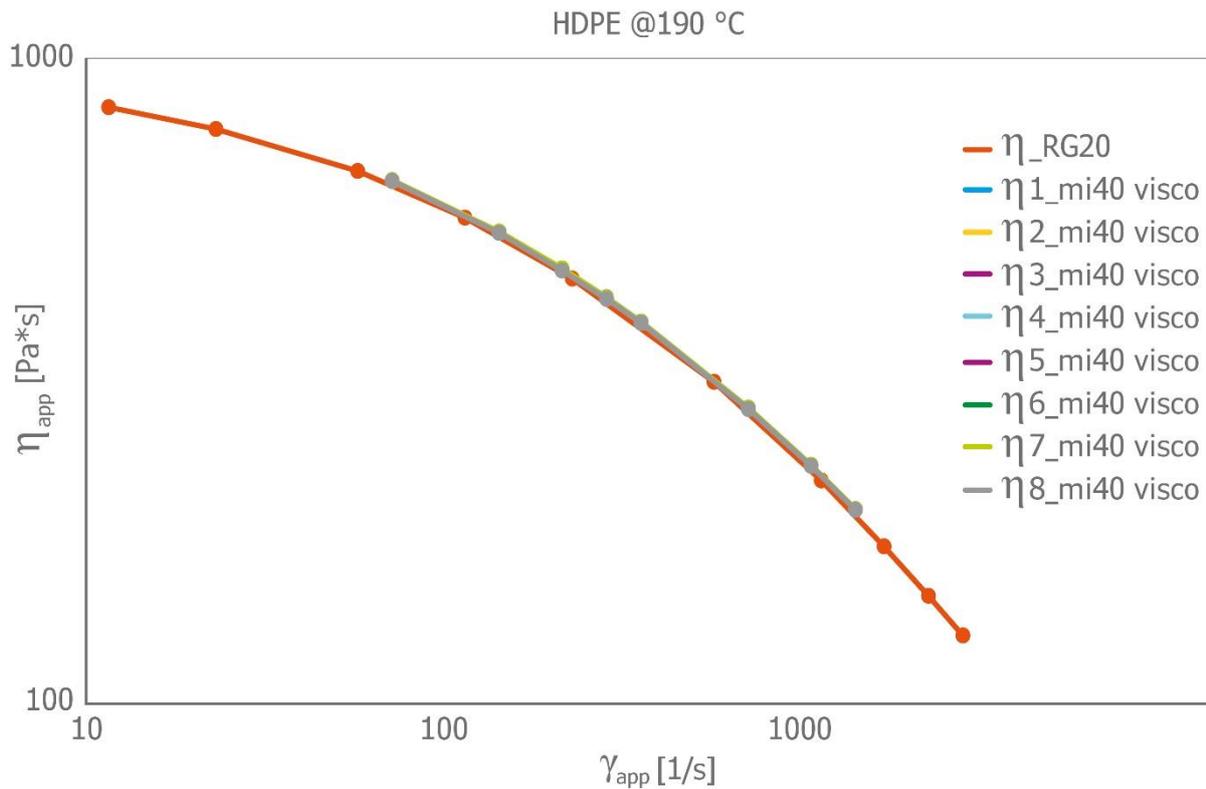
aufgenommenen Echtzeitdaten. Nach einer Schmelzzeit von 300 Sekunden beginnt der Stempel mit der ersten Geschwindigkeit, die im Prüfparameter definiert ist, nach unten zu fahren. Nachdem die gemessene Kraft konstant ist, wird die Viskosität des ersten Schrittes gespeichert und die nächste Stempelgeschwindigkeit wird angewendet. Bis zu 10 verschiedene Schergeschwindigkeiten können mit einer Füllung des Prüfkanals gemessen werden.



Anwendungsbeispiele:

mi40 vs. Kapillarrheometer RG20 mit HPDE, MFR (190 °C/2,16 kg) = 9 g/10 min

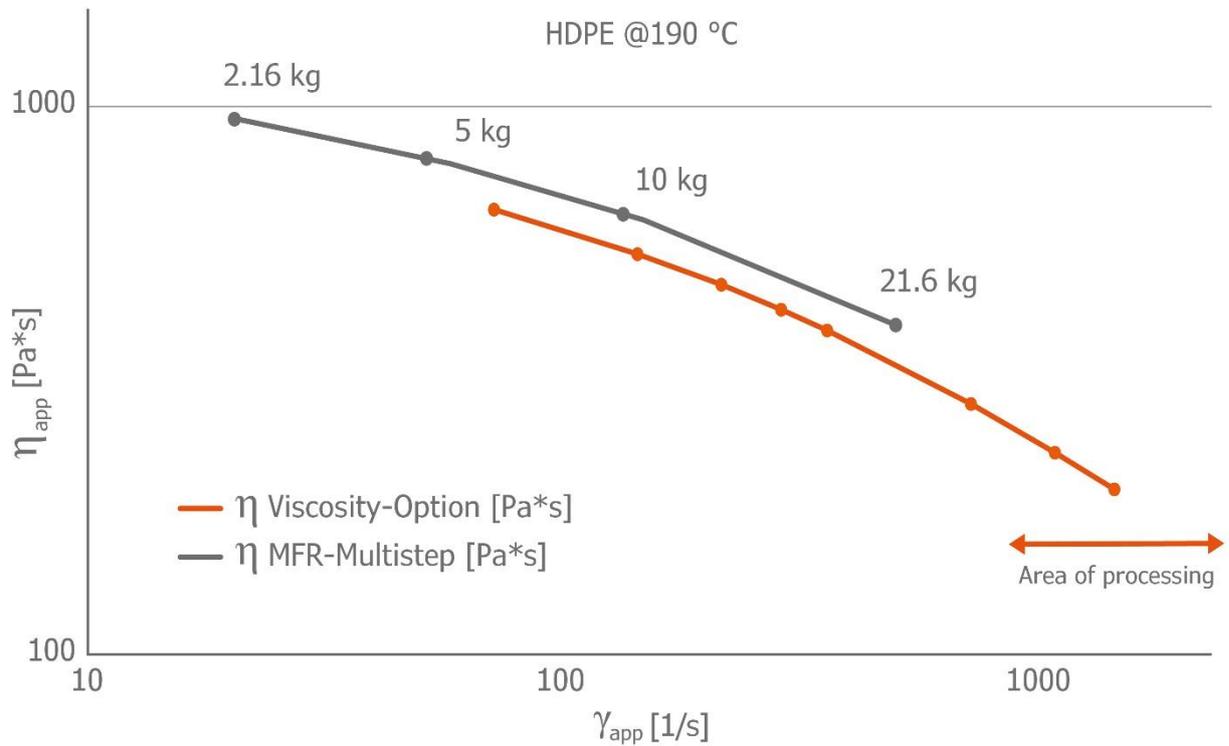
Das folgende Diagramm zeigt einen Vergleich der Viskosität, die mit einem Hochdruck-Kapillarrheometer (RG20) mit einer Düse L/D=30/1mm gemessen wurde, und dem Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 mit integrierter Viskositätsoption, das mit einer Düse L/D=10/1 ausgestattet ist. Die Ergebnisse von acht Viskositätsmessungen, die von mittels der Option „mi40 visco“ durchgeführt wurde, werden übereinandergelegt und zeigen eine große Reproduzierbarkeit. Die Ergebnisse von dem mi40 visco entsprechen weitestgehend den Ergebnissen des Kapillarrheometers „RG20“. Die maximale Schergeschwindigkeit wird durch den maximalen Druck von 110 bar und die maximale Stempelgeschwindigkeit von 0,1 mm beschränkt. Dies entspricht einer minimalen scheinbaren Schergeschwindigkeit von 72 1/s bei einer L/D=10/1mm Düse.



**mi40 vs. MFR Mehrgewichtsmessungen mit HDPE,
Schmelzflussrate (190 °C/2,16 kg) = 9 g/10 min**

Die folgende Grafik zeigt einen Vergleich zwischen der ermittelten Viskosität, die mit mehreren Mehrstufenmessungen mit einer L/D=8/2.095 mm MFR-Düse in grau und mit dem Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 visco mit einer L/D=10/1 mm Viskositätsdüse in orange ermittelt wurde. Die mit der kürzeren MFR-Düse aufgezeichneten Ausgangsviskositäten sind etwas höher, da viskose Effekte wie der Eingangsdruckverlust nicht korrigiert werden. Der Eingangsdruckverlust ist bei kürzeren Düsen noch wichtiger als bei längeren Viskositätsdüsen. Zusätzlich ermöglicht die Kraft des Motors, die zum Gewicht des mi40 addiert wird höhere scheinbare Schergeschwindigkeiten im Vergleich zu normalen Schmelzindexmessungen zu erreichen. Dies ermöglicht die Durchführung von Messungen in dem Scherratenbereich, der während der Prüfung tatsächlich genutzt wird.

HDPE @ 190 °C	Max. scheinbare Schergeschwindigkeit
MFR (2,16 kg) = 9 g/10 min	[1/s]
MFR Mehrgewichtsmessung	500
mi40 visco	1500



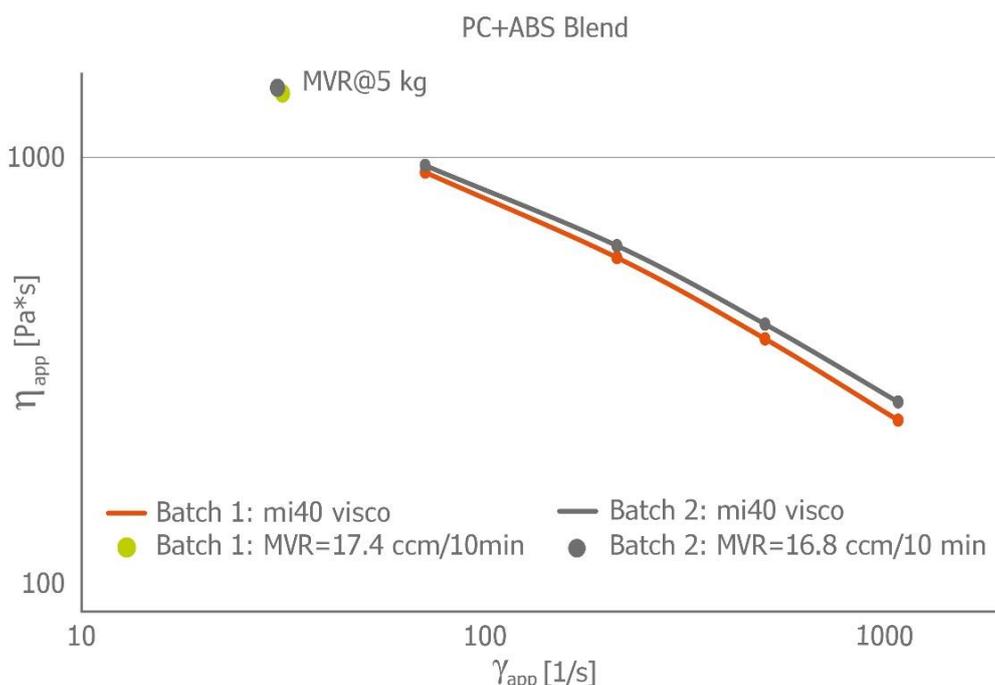
Mit dem mi40 visco, unter Nutzung einer L/D=10/1mm Düse, können Materialien mit einer scheinbaren Viskosität von 285 Pa*s bei einer Schergeschwindigkeit von 1000 1/s gemessen werden. Die Viskosität bei einer Schergeschwindigkeit von 1000 1/s ist ein recht häufiges Qualitätskriterium und auf einer Reihe von Datenblättern verfügbar. Für eine Vielzahl von Materialien kann das Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 mit integrierter Viskositätsoption visco unter den genannten Bedingungen messen.

Bessere Selektivität: PC + ABS-Mischung, MVR (260 °C/5 kg) = 18 ccm/10 min

Ein häufiges Problem bei der Prüfung ist, dass verschiedene Chargen desselben Materials zwar ähnliche MFR-/MVR-Werte aufweisen, sich aber im eigentlichen Prüfprozess unterschiedlich verhalten. Dies kann durch unterschiedliches Scherverdünnungsverhalten verursacht werden. Während die Viskosität bei den niedrigen Scherraten während des MFR-/MVR-Tests meist mit dem mittleren Molekulargewicht übereinstimmt, wird die Viskosität bei höheren Scherraten auch durch die Breite der Molekulargewichtsverteilung beeinflusst. Mit dem Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 visco ist es möglich, Materialien nahe an die tatsächlichen Prüfbedingungen zu testen.

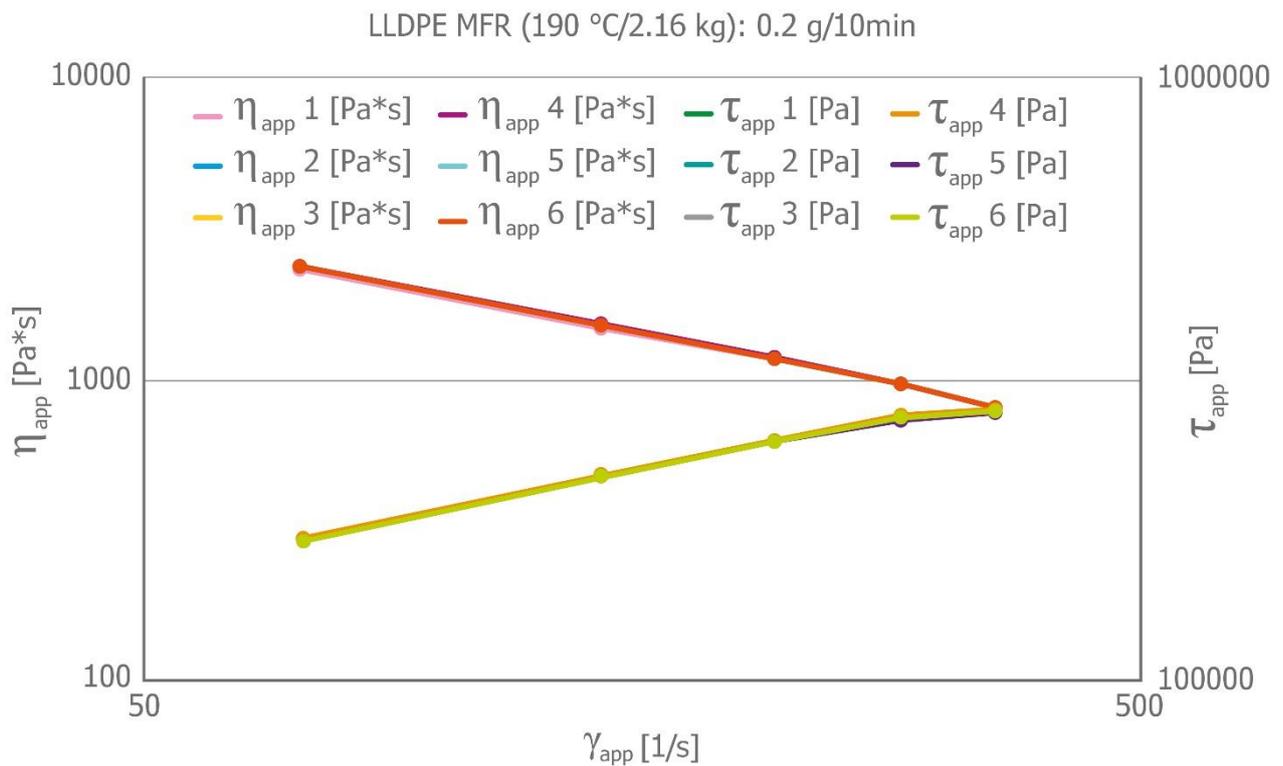
Im folgenden Beispiel war Charge 1 in Ordnung, während Charge 2 Probleme beim Spritzgießen verursacht. Beide MVR-Werte liegen in der Norm und unterscheiden sich nur geringfügig. Mit dem mi40 visco ist es möglich, unterschiedliche Scherverdünnungsverhalten beider Chargen zu erkennen. Der Unterschied in der Viskosität ist bei den tatsächlich während des Prüfprozesses verwendeten Schergeschwindigkeiten ausgeprägter.

PC+ABS Blend	MVR (5 kg)	Scheinbare Viskosität @ scheinbare Schergeschwindigkeiten 1080 1/s
260 °C	[ccm/10min]	[Pa*s]
Batch 1	17,4	242
Batch 2	16,8	267
Unterschied	-3,4 %	+10,3 %



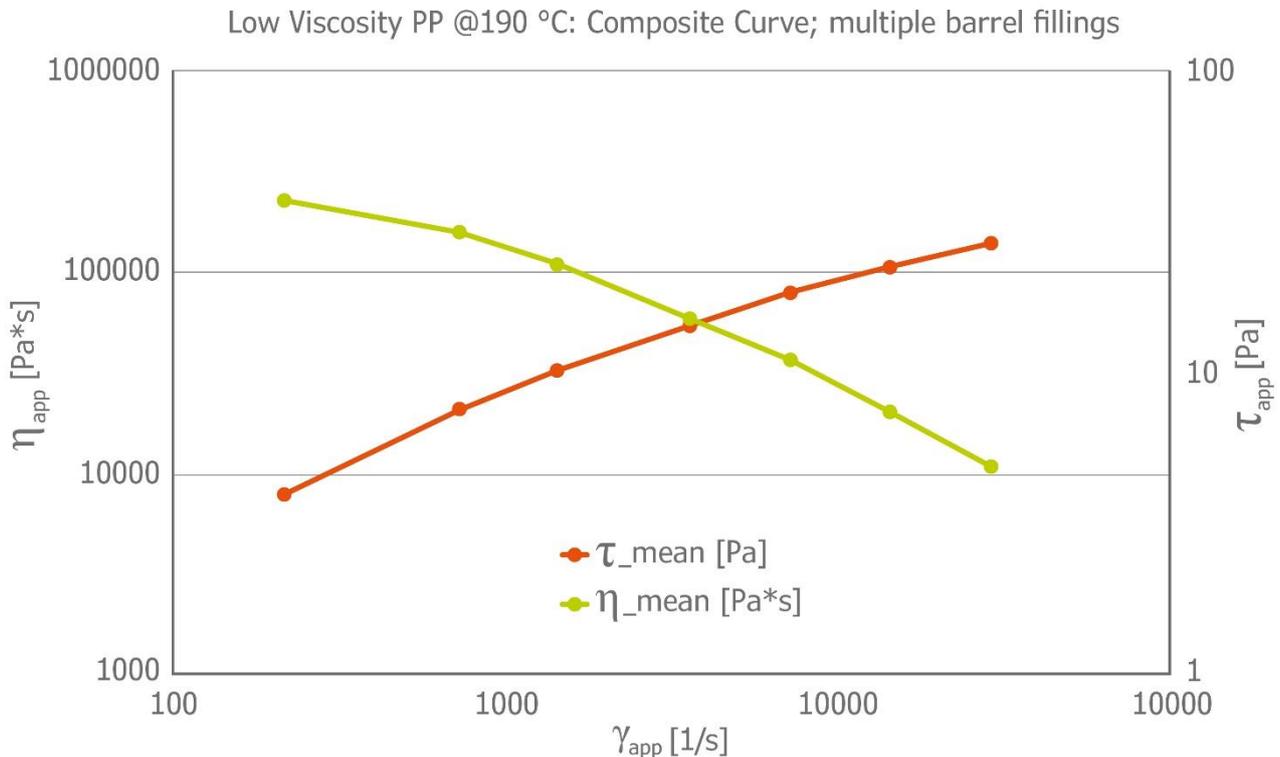
Hochviskoses/Dickflüssiges Material: LLPDE, MFR (190 °C/2,16 kg) = 0,2 g/10 min

Es ist auch möglich, Material mit sehr hoher Viskosität zu messen. Das folgende LLPDE wird normalerweise bei den sehr niedrigen Scherraten während eines Standard-MFR-Test charakterisiert (MFR = 0,2 g/10 min entspricht einer scheinbaren Scherrate von 0,48 1/s). Mit dem mi40 visco ist es möglich, bei Schergeschwindigkeiten im Bereich der Scherverdünnung zu messen. Die maximal mögliche scheinbare Scherrate bei diesem Material beträgt 360 1/s, begrenzt durch die maximale Kraft von 800N. Die dargestellten Versuche zeigen eine große Reproduzierbarkeit.



Niedrigviskoses/Dünnflüssiges Material: PP, MFR (230 °C/2,16 kg) = 800 g/10 min

Dünnflüssiges Material kann über sehr breite Scherraten gemessen werden. Die maximale Kolbengeschwindigkeit von 40 mm/s ergibt eine Scherrate von 28760 1/s unter Verwendung der Düse L/D = 10/1 mm. Der mi40 visco ist gut geeignet, um Materialien wie diese zu charakterisieren.



Schlussfolgerungen

Die Viskositätsoption des GÖTTFERT Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer) mi40 ermöglicht, neben MFR-/MVR-Messungen nach ISO 1133-1, ISO 1133-2 und ASTM D1238 zusätzlich Viskositätsmessungen nach ISO 11443. Die intuitive Bedienung des Schmelzindex-Prüfgerätes (Plastometer) wird mit den erweiterten Materialcharakterisierungsmöglichkeiten eines Kapillarrheometers verschmolzen. Diese neue Option ermöglicht es, die Viskosität als Wareneingangskontrolle zu verwenden.

Die wichtigsten Vorteile des mi40 visco sind:

- Uneingeschränkte Funktionalität als Schmelzindex-Prüfgerät (Plastometer)
- QC-Kontrolle für die Verarbeitung von Kunststoffen
- Schnelle und einfache Viskositätsmessungen nach ISO 11443
- Bis zu 10 Schergeschwindigkeiten bei einer Prüfkammerfüllung
- Materialcharakterisierung bei höheren, prozessrelevanten Schergeschwindigkeiten
- Viskositätsprüfung bei der allgemein spezifizierten Schergeschwindigkeit von 1000 1/s
- Geringere Kosten und einfachere Handhabung als mit dem Kapillarrheometer

THIS IS RHEOLOGY



GOETTFERT
THIS IS RHEOLOGY

GOETTFERT Inc.

Rock Hill, SC 29730
USA

☎ +1 803 324 3883

✉ info@goettfert.com

GÖTTFERT
THIS IS RHEOLOGY

**GÖTTFERT | Werkstoff-
Prüfmaschinen GmbH**

74722 Buchen

☎ +49 (0) 62 81 408-0

✉ info@goettfert.de

GÖTTFERT
CHINA LIMITED

GOETTFERT (China) Ltd.

Beijing 100027
CHINA

☎ +86 10 848 320 51

✉ info@goettfert-china.com