

# ONset

## NETZSCH

KUNDENMAGAZIN

Ausgabe 25 | Dezember 2022



Mehr Rheologie – Weniger Aufwand  
Wenn hohe Kräfte auf Scherflexibilität stoßen

# Prozessoptimierung mittels Rheologie

Dr. Levente Szántó, Projektleitung Technologie und Produktmanagement Rheologie

## Einleitung

Stetig steigende Energiepreise für Gas und Strom haben heutzutage sehr teure Polymerrohstoffe und steigende Verarbeitungskosten zur Folge. Daher sind Ressourcen-, Kosten-, Energie- und Ökoeffizienz wichtiger denn je. Diese Ziele können jedoch nicht erreicht werden, wenn die Effektivität des Herstellungsprozesses nicht (neu) überdacht wird, d.h., wenn der Prozess nicht optimiert und auf das zu verarbeitende Polymermaterial zugeschnitten wird und umgekehrt. Prozessoptimierung beginnt mit dem Verstehen des Fließverhaltens des verwendeten Polymers. Und hier kommt die Rheologie ins Spiel.

Die Rheologie ist die Wissenschaft, die sich mit dem Verformungs- und Fließverhalten von Materie beschäftigt. Man erhält Informationen über das Fließverhalten komplexer Flüssigkeiten wie z.B. von Polymeren, Lebensmittel, Schlämme/Schlicker oder Suspensionen [1]. Rheometer wie Rotations- und/

oder Hochdruck-Kapillarrheometer tragen zum besseren Verständnis der rheologischen Eigenschaften der untersuchten Materialien bei (Abbildung 1). Für eine Optimierung der Verarbeitungsbedingungen müssen die Materialien jedoch bei vergleichsweise hohen Scherraten und Temperaturen untersucht werden. Dennoch können Fließsimulationen wesentlich zu einer besseren Effizienz in der Fertigung beitragen. Daher sollen neben den rheologischen Eigenschaften auch die für die Fließsimulation relevanten Parameter bestimmt werden.

Die Rosand-Serie an Hochdruck-Kapillarrheometern (Abbildung 2) ermöglicht die Untersuchung von Materialien in prozessrelevanten Scherratenbereichen bis zu extrem hohen Scherraten ( $\sim 10^8 \text{ s}^{-1}$ ). Neben der Scherratenabhängigkeit (Scherverdünnung, Scherverdickung, Newtonsches Verhalten) kann auch das rheologische Verhalten unter Dehnungsströmung analysiert werden. Darüber hinaus sind mit Hilfe von pVT-Messungen auch simulationsrelevante Parameter

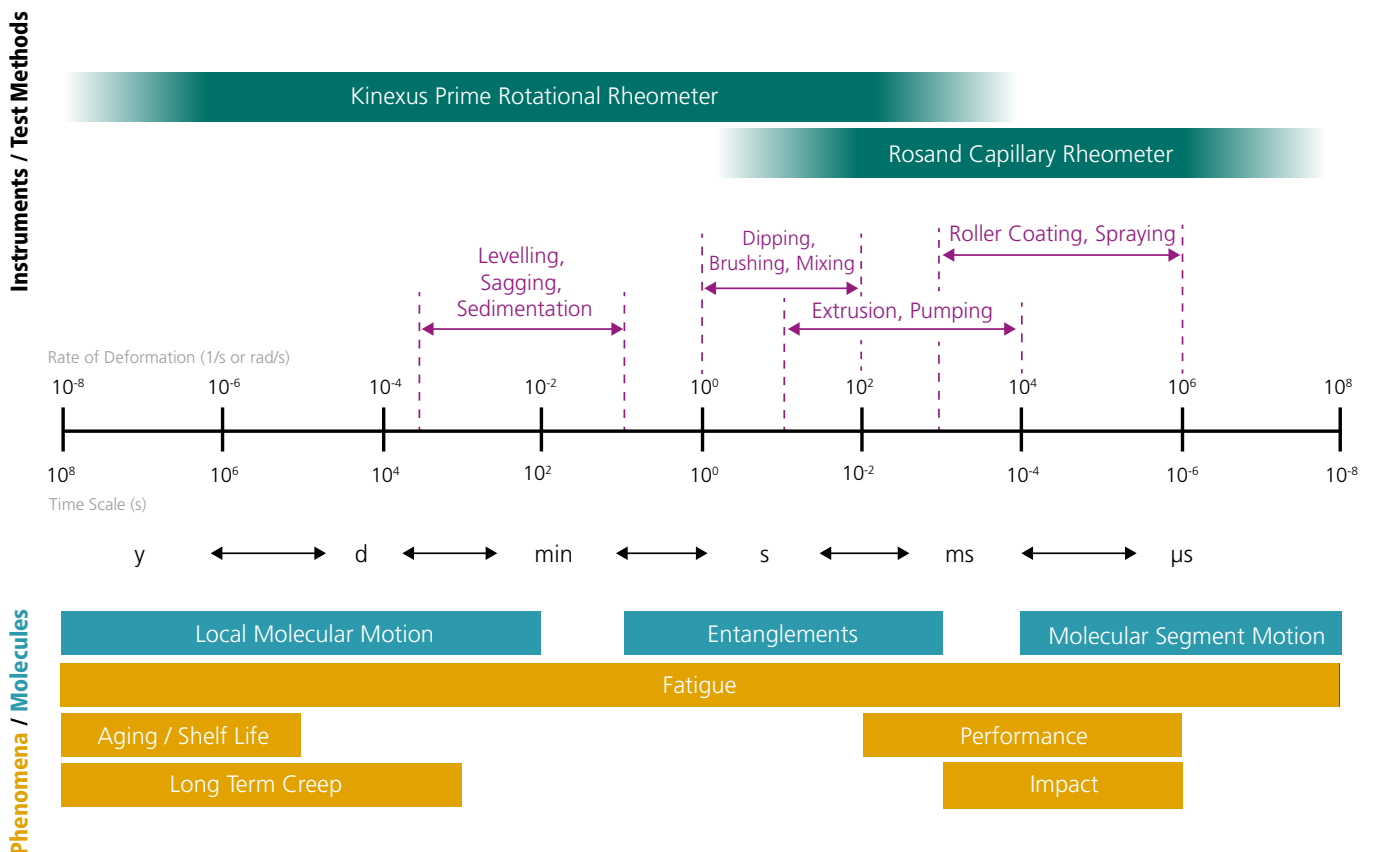


Abb. 1. Der von unseren Rotations- und Kapillarrheometern abgedeckte Scherratenbereich und seine Bedeutung für die Verarbeitung und das Verständnis der Molekulardynamik

# Kapillarrheometer Rosand

**Scherverdünnung** ist ein Phänomen bei einigen nicht-Newtonschen Flüssigkeiten, bei denen die Viskosität der Flüssigkeit mit zunehmender Schubspannung abnimmt.

**Scherverdickung** ist genau das Gegenteil.

Im Gegensatz zu beiden ist die Viskosität einer **Newtonschen Flüssigkeit** unabhängig von den angewandten Kräften (Schubspannung).

Weitere Definitionen unter :

<https://analyzing-testing.netzsch.com/de/training-know-how/glossar>

wie das druckabhängige spezifische Volumen, Kristallisations- oder Schmelztemperaturen zugänglich.

Vereinfacht ausgedrückt beruht das Funktionsprinzip eines Hochdruck-Kapillarrheometers für die Bestimmung der Scherviskosität eines Materials darauf, dass das Material (geschmolzenes Polymer, Flüssigkeit, Paste, Lebensmittel, Creme usw.) mit einer geregelten Stempelgeschwindigkeit aus einem Zylinder durch eine Kapillare (Düse) mit genau definiertem Durchmesser, Länge und Eintrittswinkel gedrückt wird. Die Kenntnis der genauen Eigenschaften von Düse, Zylinder und der Stempelgeschwindigkeit ist Voraussetzung, um anschließend die scheinbare Schubspannung ( $\sigma_{app}$ , Gleichung 1) und scheinbare Scherrate ( $\dot{\gamma}_{app}$ , Gleichung 2) ermitteln zu können. Aus diesen beiden Größen ergibt sich schließlich die scheinbare Viskosität der verarbeiteten Probe ( $\eta_{app}$ , Gleichung 3) [2].

$$\sigma_{app} = \frac{PR}{2L} \quad (1)$$

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (2)$$

$$\eta_{app} = \frac{\sigma_{app}}{\dot{\gamma}_{app}} \quad (3)$$

Dabei ist P der Druck, R und L der Radius bzw. die Länge der Düse und Q der Volumendurchsatz.



Abb.2. Kapillarrheometer Rosand RH7/10

## pVT-Messung

Um die Möglichkeiten eines Rosand-Hochdruck-Kapillarrheometers voll auszuschöpfen und mit Hilfe der gewonnenen Daten zur Prozessoptimierung beizutragen, sind neben Scher- und/oder Dehnungsuntersuchungen weitere Messungen notwendig. Bei einer pVT-Messung ist, im Gegensatz zu Scher- und Dehnungsmessungen, die Probe in einem Zylinder mit versperrter Düse eingeschlossen. Dies ist notwendig, um die Änderung des Probenvolumens in Abhängigkeit vom Druck zu untersuchen. Es können jedoch auch Übergänge erster Ordnung detektiert werden. Die erhaltenen Informationen lassen sich zusammen mit der Scherviskositätsmessung zur Prozesssimulation nutzen.

# Kapillarrheometer Rosand

## HDPE unter Druck – Prozessoptimierung

Im Folgenden wurde ein Rosand-Hochdruck-Kapillarrheometer RH10 mit einer maximalen Kraft von 100 kN eingesetzt, um das pVT-Verhalten eines Polyethylens hoher Dichte (HDPE) darzustellen. Die Messung wurde unter isothermen Bedingungen im Temperaturbereich zwischen 190 °C und 40 °C (Abkühlung in Schritten von 10 °C) durchgeführt. Der Druckbereich variierte von 1 MPa (10 bar) bis zu 100 MPa (1000 bar). Aus Effizienzgründen (weniger Material und kürzere Messzeiten) wurde die Software-Option Low-Level Script angewandt und so mehrere isotherme Analysesequenzen erstellt. Für die Dauer des Experiments wurde eine PTFE-Dichtung an der Stempelspitze angebracht, um Undichtigkeiten zu vermeiden. Bei der Probenvorbereitung ist zu beachten, dass sich während des Befüllens und Verdichtens keine Luftblasen bilden. Die Luftblasen und das daraus resultierende falsch bestimmte Volumen würden die Qualität der Messung stark

beeinflussen. Mit den Analysesequenzen werden sowohl Informationen über die druckabhängige Volumenänderung gewonnen als auch Messungen zur Bestimmung des spezifischen Volumens, der Dichte sowie der Kristallisations- und Schmelztemperatur möglich.

Mittels präzise gesteuerter Stempelbewegung (Geschwindigkeit) wird das HDPE mit dem gewünschten Druck komprimiert, der sich dann mittels einem hochpräzisen Druckaufnehmer messen lässt (siehe Abbildung 3).

Bei Kenntnis des angewandten Drucks, der tatsächlichen Stempelposition und des exakten Probengewichts lässt sich das spezifische Volumen berechnen. Mit Hilfe von geeigneten Softwarepaketen kann ein 3-D-Diagramm (Druck, spezifisches Volumen, Temperatur in Abbildung 4) erstellt werden. Dies sorgt für ein besseres Verständnis des Materialverhaltens hinsichtlich Kristallisationstemperatur und Dichte

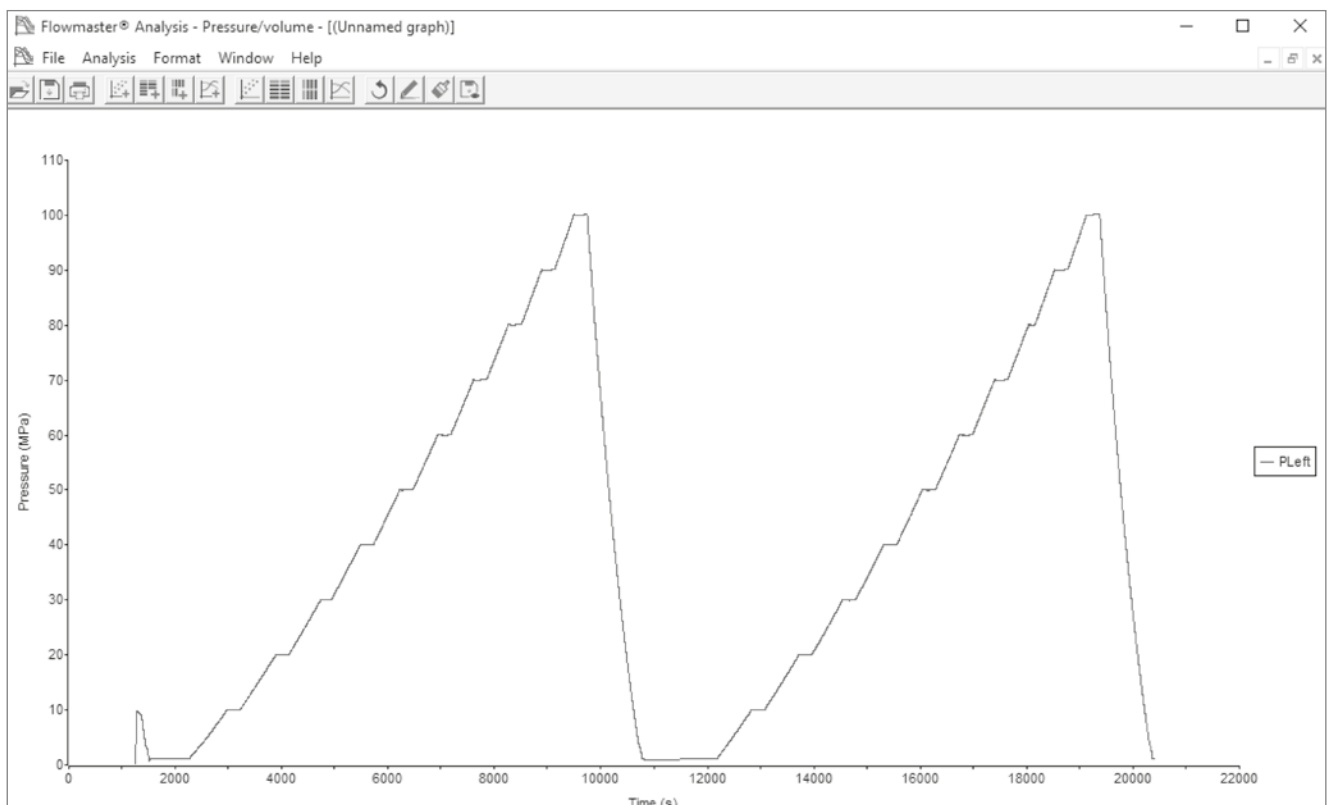


Abb. 3. Druckverlauf in Abhängigkeit von der Zeit während einer pVT-Messung an HDPE

# Kapillarrheometer Rosand

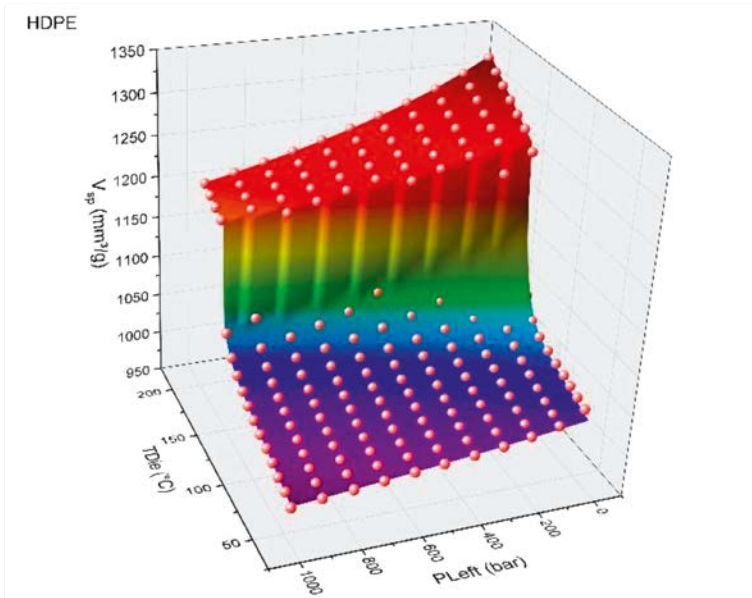


Abb. 4. Druckspezifisches Volumen-Temperatur-Programm von HDPE

unter hohen Drücken und Temperaturen. Des Weiteren können verarbeitungsrelevante Parameter für die Fließsimulation durch Anpassung der modifizierten Zwei-Domänen-Tait [3] Oberflächenfunktion an die mittels pVT-Analyse erhaltenen Daten gewonnen werden. Die Kombination der Informationen aus Scher- und pVT-Messungen leistet einen wesentlichen Beitrag zur Prozessoptimierung und trägt somit dazu bei, ressourcen-, kosten-, energie- und ökonomische Ziele zu erreichen.

## Zusammenfassung

Die Untersuchung der rheologischen Eigenschaften von Materialien mittels Hochdruck-Kapillarrheometer erlaubt neben der Bestimmung der Scherratenabhängigkeit der Scherviskosität unter extrem hohen Raten ( $\sim 10^8 \text{ s}^{-1}$ ) auch die Bestimmung von verarbeitungs- und simulationsrelevanten Parametern. Diese können beispielsweise durch pVT-Messungen ermittelt werden.

Ein Rosand-Hochdruck-Kapillarrheometer bietet Einblicke zu einem besseren Verständnis des Materialverhaltens. Die Erkenntnisse helfen Wissenschaftlern bei der Entwicklung maßgeschneiderter, innovativer Materialien und Lösungen, um industrielle Prozesse zu optimieren und somit sowohl ökonomische als auch ökologische Ziele umzusetzen.

## Literaturverzeichnis

- [1] Morrison, F. A. – Understanding rheology, Oxford University Press, Oxford 2001
- [2] Macosko, C. W. Rheology: Principles, measurements, and applications; Advances in interfacial engineering series; VCH: New York, 1994.
- [3] Wang, J. PVT Properties of Polymers for Injection Molding. In Some critical issues for injection molding; Wang, J., Ed.; InTech: Rijeka, 2012.
- [4] Tait, P. G. (1888). "Report on some of the physical properties of fresh water and of sea water". Physics and Chemistry of the Voyage of H.M.S. Challenger. Vol. II, part IV.