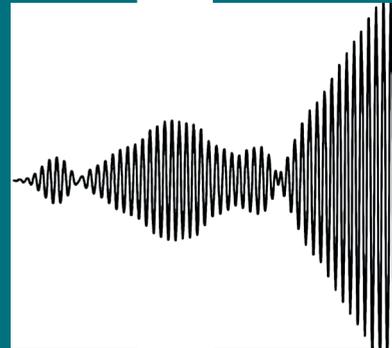


Ultraschall-Rheometer



Einsatz von Ultraschall zur Bestimmung
der Viskosität von Kunststoffschmelzen

Franziska Eichhorn, Norbert Halmen, Christoph Kugler, Benjamin Baudrit, Thomas Hochrein,
Martin Bastian

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum (Herausgeber)

Ultraschall-Rheometer

Einsatz von Ultraschall zur Bestimmung
der Viskosität von Kunststoffschmelzen

1. Auflage

SKZ – Forschung und Entwicklung

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum (Hrsg.)

Ultraschall-Rheometer

Einsatz von Ultraschall zur Bestimmung der Viskosität
von Kunststoffschmelzen

Shaker Verlag
Düren 2021

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Die Autoren:

Franziska Eichhorn
Norbert Halmen
Christoph Kugler
Benjamin Baudrit
Thomas Hochrein
Martin Bastian

Copyright Shaker Verlag 2021

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-7863-3

ISSN 2364-754X

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren
Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Danksagung

Das Vorhaben 19231 N der Forschungsvereinigung Fördergemeinschaft für das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum e.V. (FSKZ) wurde über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Wir bedanken uns beim Fördermittelgeber für die finanzielle Unterstützung. Ebenso gilt unser Dank den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses für die hilfreichen Anregungen und lebhaften Diskussionen bei den Ausschusssitzungen. Sie haben maßgeblich zu dieser Arbeit beigetragen.

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Forschungsarbeit wurde am Kunststoff-Zentrum SKZ, einem Mitglied der Zuse-Gemeinschaft, das Messprinzip zur Viskositätsbestimmung in der Kunststoffschmelze im Herstellungsprozess mithilfe von Ultraschall untersucht.

Die eingesetzten – mit Druckluft gekühlten – Sonden können bei unterschiedlichen Frequenzen betrieben werden und zeigen die grundsätzliche Eignung für die Anwendung im Extrusionsprozess. Das Messsignal wird neben der Streuung im Material durch weitere Parameter wie Massedruck, Massetemperatur und Durchsatz beeinflusst. Unterschiedliche Basispolymere, wie PP, HDPE und PS, lassen sich anhand der charakteristischen Signalform der jeweiligen Polymergruppe voneinander unterscheiden.

Zur Ermittlung der komplexen Viskosität der Materialien wurden die Signale analog zur Rheologie analysiert. Die Frequenzabhängigkeit der Ultraschallparameter und somit der Viskosität ermöglicht es, über eine Frequenzänderung die Schergeschwindigkeit zu variieren.

Die anhand der Ultraschallsignale berechnete komplexe Viskosität wurde durch Offline-Messungen (Platte/Platte-Rheometer, Hochdruck-Kapillar-Rheometer) verifiziert. Diese wurden über den Ansatz von Carreau zu höheren Schergeschwindigkeiten extrapoliert. Der Vergleich der Viskositätsfunktionen nach Carreau und nach dem Ultraschallverfahren zeigte keinen direkten Zusammenhang. Die jeweiligen Absolutwerte der komplexen Viskosität unterschieden sich in Abhängigkeit vom Polymer um ca. fünf Größenordnungen. Dabei zeigt die Ultraschall-Viskosität keine Steigung hin zu höheren Frequenzen. Auch die Carreau-Kurve weist in diesem Frequenzbereich nur eine geringe Steigung auf. Daher ist die Schlussfolgerung naheliegend, dass die Sonden bei den verwendeten Materialien im Bereich des zweiten Newtonschen Plateaus arbeiten und deshalb keine eindeutigen Ergebnisse erzielt werden konnten.

Es ist davon auszugehen, dass die Vorgehensweise zur Bestimmung der Viskosität durch den Einsatz von Ultraschall zielführend ist. Allerdings sind die Messfrequenzen im Bereich von 400 bis 900 kHz noch zu hoch für die Bestimmung der Viskosität im Extrusionsprozess. Zukünftige Untersuchungen sollten daher im Hörschallbereich durchgeführt werden.

Abstract

Within the scope of this research work, the measuring principle for determination of viscosity in plastic melts during the manufacturing process using ultrasound was investigated at the German Plastics Center (SKZ), a member of the Zuse Community.

The probes used, which are cooled with compressed air, can be operated at different frequencies and showed their basic suitability for use in the extrusion process. The measuring signal is influenced not only by the scattering in the material but also by other parameters such as melt pressure, melt temperature and throughput. Different basic polymers, such as PP, HDPE and PS, can be distinguished from each other by the characteristic signal form of the respective polymer group.

To determine the complex viscosity of the materials, the signals were analyzed analogous to rheology. The frequency dependence of the ultrasonic parameters and thus of the viscosity makes it possible to vary the shear rate by changing the frequency.

The complex viscosity calculated from the ultrasonic signals was verified by offline measurements (plate/plate rheometer, high-pressure capillary rheometer). These were extrapolated to higher shear rates using Carreau's approach. The comparison of the viscosity functions according to Carreau and the ultrasonic method showed no direct correlation. The respective absolute values of the complex viscosity differed by about five orders of magnitude depending on the polymer. The ultrasonic viscosity showed no slope towards higher frequencies. The Carreau curve also shows only a slight slope in this frequency range. Therefore, the conclusion is reasonable that the probes work in the region of the second Newtonian plateau for the used materials. Therefore ambiguous results could be achieved.

It can be assumed that the procedure for determining the viscosity by the use of ultrasound is effective. However, the measuring frequencies in the range of 400 to 900 kHz are still too high for the determination of viscosity in the extrusion process. Future investigations should therefore be carried out in the auditory sound range.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	III
Projektsteckbrief.....	V
1 Einleitung.....	7
1.1 Anlass für das Forschungsvorhaben	7
1.2 Problemstellung und Zielsetzung.....	7
2 Stand der Technik.....	9
2.1 Kunststoffverarbeitung	9
2.2 Viskosität von Kunststoffen.....	10
2.2.1 Grundlagen der Viskosität.....	10
2.2.2 Einflussfaktoren auf die Viskosität	13
2.2.3 Messverfahren zur Ermittlung der Viskosität.....	14
2.3 Ultraschall.....	19
3 Durchgeführte Arbeiten	23
3.1 Verwendete Materialsysteme.....	23
3.2 Aufbau des US-Messsystems.....	24
3.2.1 US-Wandler.....	24
3.2.2 Messelektronik und Software	25
3.3 Charakterisierung der Sonden.....	26
3.4 Offline-Charakterisierung der Materialsysteme im Labor.....	28
3.5 Charakterisierung von Materialsystemen im Extruder	29
3.5.1 Referenzmessungen mittels Online-Rheometer	29
3.5.2 US-Messungen in Transmission und Reflexion im Extruder.....	29
3.6 Signalauswertung und Algorithmusentwicklung.....	33
3.7 Korrelation von US-Messungen mit rheologischen Messungen	34
4 Diskussion der Ergebnisse	35
4.1 Sondentest in der Schmelze	35
4.2 Sondenvergleich im Labor.....	38
4.3 Abhängigkeit des Signals von der Frequenz.....	39

4.4	Signalstabilität.....	41
4.5	Einfluss von Verarbeitungsparametern	42
4.6	Versuche bei stehender Schmelze	46
4.7	Offline-Referenzmessungen mittels Platte/Platte-Rheometer und HKR	48
4.8	Online-Referenzmessungen mittels Rheometer	51
4.9	Korrelation zwischen Online- und Offline-Messungen	52
4.9.1	Ermittlung der komplexen Viskosität mithilfe des rheologischen Ansatzes.....	52
4.9.2	Vergleich mit der Viskositätsfunktion.....	58
5	Zusammenfassung.....	63
6	Literaturverzeichnis.....	65
A	Anhang	68