

## Normalspannungsdüse

### Ermittlung der ersten Normalspannungsdifferenz bei hohen Scherraten mit einem Kapillarrheometer

Das Add-on „Normalspannungsdüse“, welches in Zusammenarbeit mit dem „Institut für Technische und Polymerchemie“ (Arbeitskreis Herr Prof. Wilhelm) des KIT in Karlsruhe entwickelt wurde, dient als Add-on zur Polymerdifferenzierung für Geräte der aktuellen Serie der Kapillarrheometer und als modulare Nachrüstung für Bestandsgeräte.

Es wird angenommen, dass die erste Normalspannungsdifferenz in der Scherströmung für einige Materialeigenschaften, Fließinstabilitäten und Schwellwertverhalten verantwortlich ist. Die erste Normalspannungsdifferenz wird üblicherweise in Kegelplattengeometrien bis zu den Scherraten von etwa  $10 \text{ s}^{-1}$  mit Rotationsrheometern gemessen. Bei höheren Scherraten wird die Messung entweder durch die Drehmoment- oder Normalkraftschwelle des Gerätes oder durch einige materialbedingte Einschränkungen, z. B. Austritt am Spalt, begrenzt. Das neue Add-on „Normalspannungsdüse“ für das Kapillarrheometer wurde entwickelt, um gleichzeitig die stationäre Scherviskosität, die Dehnviskosität und die erste Normalspannungsdifferenz bei höheren Scherraten ( $>10 \text{ s}^{-1}$ ) mit dem Kapillarrheometer zu messen.

Die Normalspannungsdüse besteht aus zwei Teilen, einem Schlitz- und einem radialen Teil. Die stationäre Schubviskosität wird im Schlitzteil und die erste Normalspannungsdifferenz im radialen Teil und die Dehnungviskosität durch den Einlaufdruckverlust gemessen.

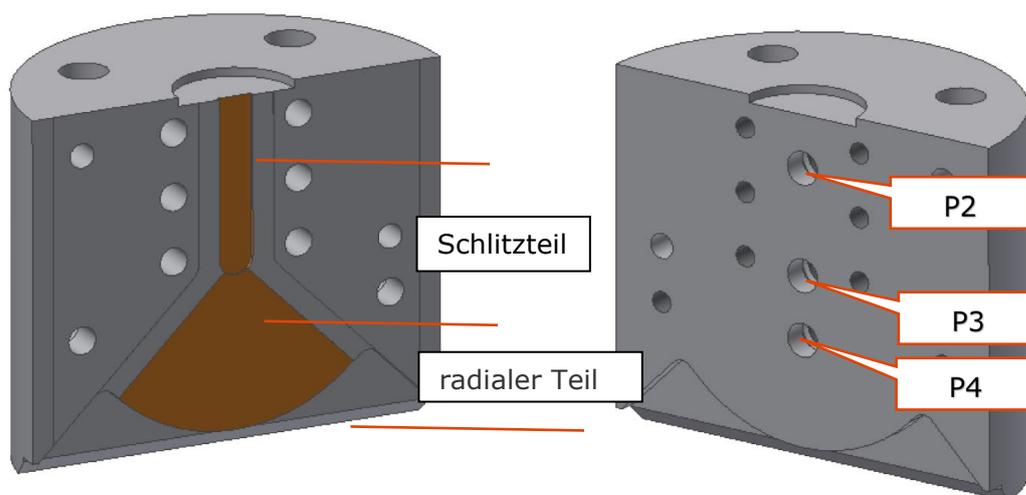


Abbildung 1: Öffnen Sie Teile der Spaltradialmatrize. (a) Kanalhälfte und (b) Sensorhälfte.

Die stationäre Viskosität wird durch den Druckverlust von P2-P3 berechnet. Eine Bagley-Korrektur ist nicht notwendig, da der Druck mit der Druckdifferenz der Druckaufnehmer im Inneren der Düse (P3-P2) gemessen wird. Die stationäre Viskosität wird nach der Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur erhalten.

Die Dehnviskosität wird unter Verwendung des Cogswell-Modells aus dem Einlaufdruckverlust berechnet, der zwischen P1 im Lauf gemessen wird, und dem extrapolierten Druck am Eingang der Kapillare, extrapoliert aus dem Druck P2 und P3.

Die erste Normalspannungsdifferenz wird im radialen Teil der Normalspannungsdüse berechnet.

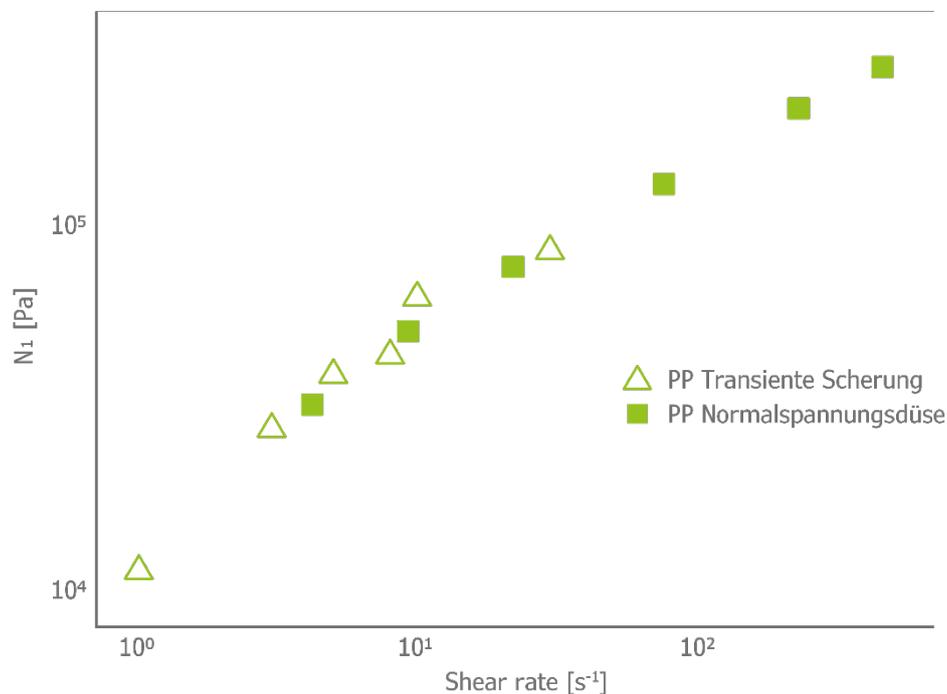


Abbildung 2: Erste Normalspannungsdifferenz vs. Scherrate für PP bei 230 °C. Die offenen Symbole sind transiente Scherdaten mit 13 mm Kegelplattengeometrie. Die gefüllten Symbole sind Daten aus Normalspannungsdüse

**Abbildung 2** zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen der stationären ersten Normalspannungsdifferenz als Funktion der Scherrate, die aus einem transienten Scherexperiment mit 13 mm Kegelplattengeometrie und Normalspannungsdüse bei 230 °C für Polypropylen erhalten wurde.

## Instabilitäten und erste Normalspannungsdifferenz

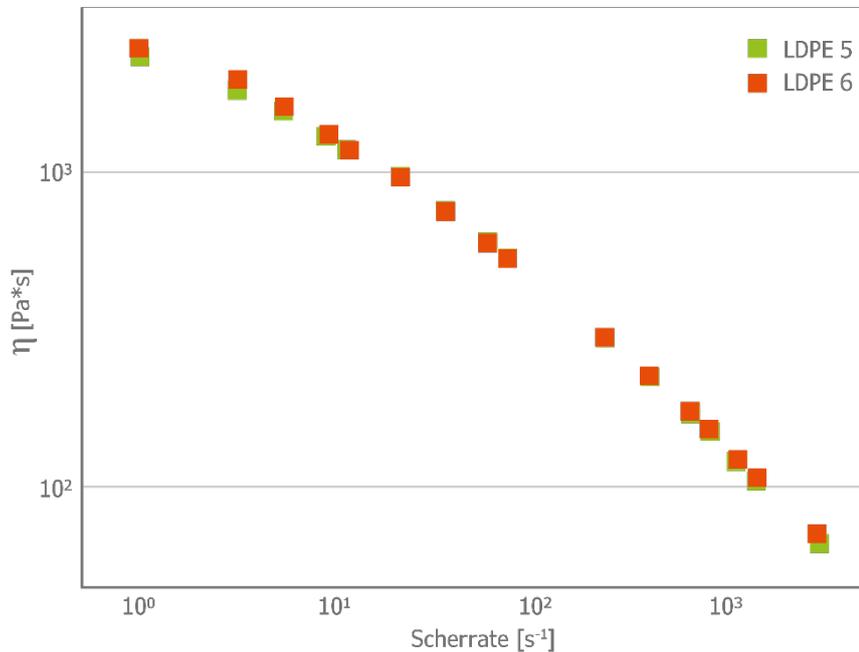


Abbildung 3: Bagley und Weissenberg-Rabinowitsch korrigierte stationäre Scherviskosität, gemessen mit Kapillardüsen bei 180 °C für zwei LDPE-Profile

**Abbildung 3** zeigt die stationäre Viskosität von zwei LDPE-Proben. Obwohl sie die gleiche Viskosität über einen breiten Bereich der Scherrate aufweisen, zeigen sie ein sehr unterschiedliches Verarbeitungsverhalten. In einem Kapillarrheometer mit einer 3/0,3/30 mm/mm/mm W/T/L-Schlitzkapillare bei 180 °C zeigt LDPE 6 Instabilitäten bei einer Scherrate von 500 s<sup>-1</sup>, während LDPE 5 keine Instabilitäten bis zur untersuchten Scherrate von 800 s<sup>-1</sup> aufweist.

Da sowohl die erste Normalspannungsdifferenz als auch der Einlaufdruckverlust ( $dP_e$ ) der bestimmende Faktor für das Auftreten von Instabilitäten sind, zeichnet Abbildung 6 das Verhältnis der ersten Normalspannungsdifferenz zum Einlaufdruckverlust ( $dP_e$ ) zur Scherrate. In dieser Grafik und im Gegensatz zur Viskositätskurve ist der Trend der beiden Stichproben unterschiedlich.

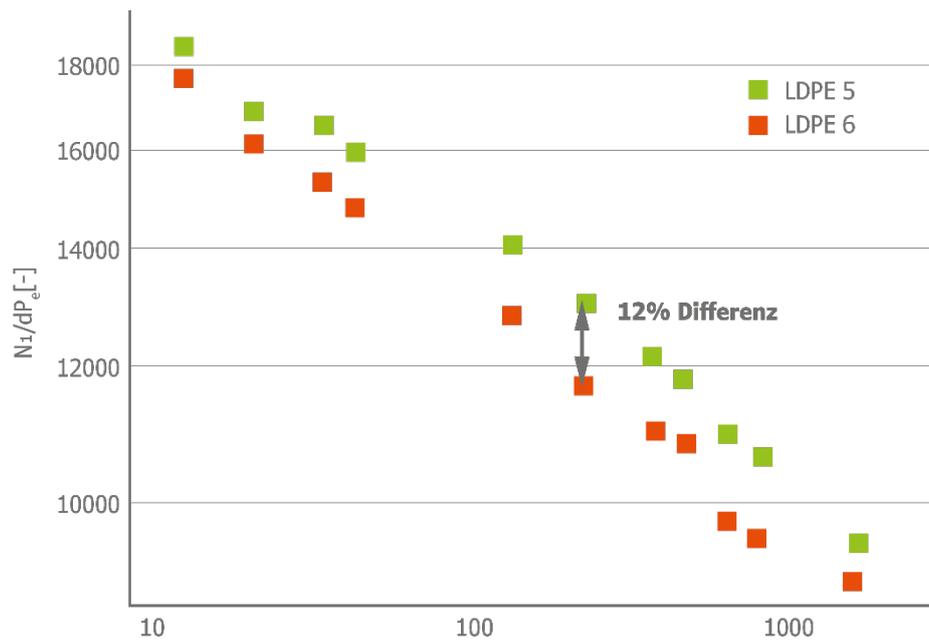


Abbildung 4: Erste Normalspannungsdifferenz dividiert durch Eingangsdruckverlust ( $dP_e$ ), dargestellt als Funktion der seltenen Scherung bei 180 °C für LDPE 5 und LDPE 61

Um die Korrelation zwischen dem Diagramm von  $N_1/dP_e$  und der Scherrate und dem Auftreten von Instabilitäten zu zeigen, werden 6 LDPEs untersucht. **Abbildung 5** zeigt die Bagley und Weissenberg-Rabinowitsch korrigierte stationäre Scherviskosität der Proben bei 180 °C. Das Einsetzen von Instabilitäten in einer 3/0,3/30 mm/mm/mm B/H/L-Schlitzdüse bei 180 °C ist in **Tabelle 1** angegeben.

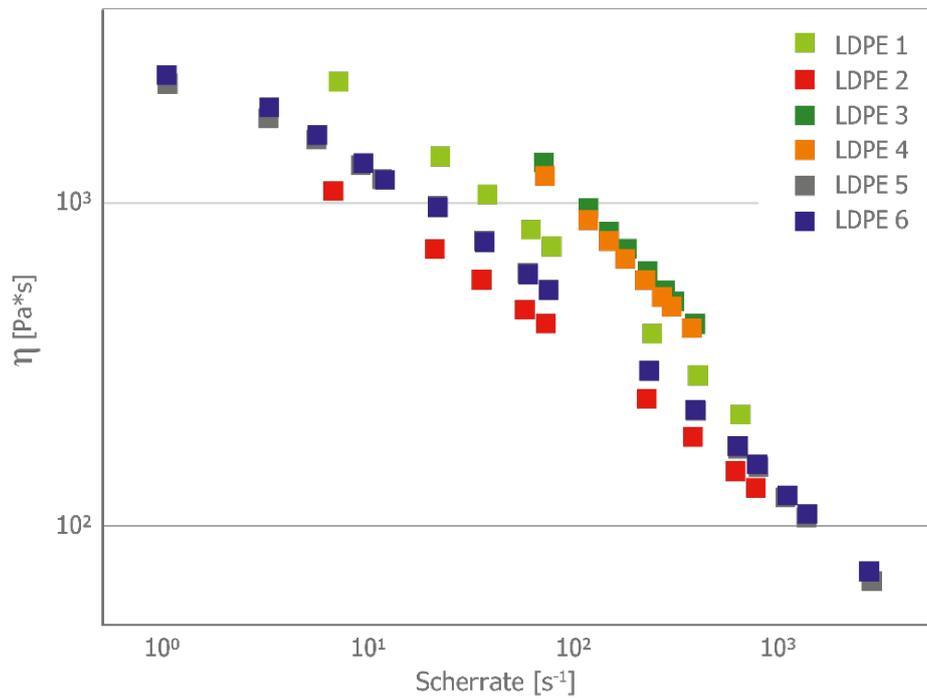


Abbildung 5: Steady-State-Scherviskosität vs. Scherrate von LDPEs, erhalten aus einem Spaltteil der Normalspannungsdüse bei 180 °C

Material	Beginn von Instabilitäten (Scherrate) bei 180 °C mit Schlitzdüse [s <sup>-1</sup> ]	
LDPE 1	250	
LDPE 2	Nicht gesehen	
LDPE 3	20	
LDPE 4	80	
LDPE 5	Nicht gesehen	
LDPE 6	500	

Tabelle 1: Beginn von Instabilitäten für verschiedene LDPEs bei 180 °C1

**Abbildung 6:** Erste **Normalspannungsdifferenz** dividiert durch den aufgetragenen Eingangsdruckverlust ( $dP_e$ ) als Funktion der korrigierte Scherrate bei 180 °C für verschiedene LDPEs zeigt die Grafik von  $N_1/dP_e$  im Vergleich zur Scherrate für die 6 LDPEs. Im Vergleich zu der Scherrate, mit der die Instabilitäten beginnen (Tabelle 1), zeigen die Proben oben rechts im Diagramm Instabilitäten bei höheren Scherraten.

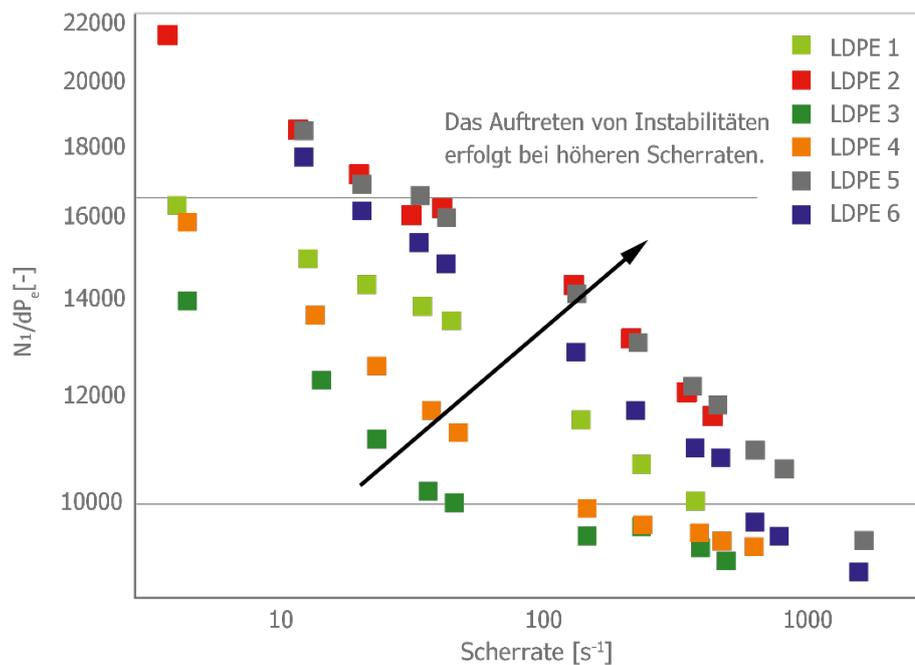


Abbildung 6: Erste Normalspannungsdifferenz dividiert durch den aufgetragenen Eingangsdruckverlust ( $dP_e$ ) als Funktion der korrigierte Scherrate bei 180 °C für verschiedene LDPEs

## Fazit

Das Add-on für das Kapillarrheometer „Normalspannungsdüse“ kann gleichzeitig die stationäre Scherviskosität, die Dehnviskosität und die erste Normalspannungsdifferenz messen. Die Viskosität, die aus dem Spaltteil der Normalspannungsdüse nach der Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur erhalten wird, stimmt mit der Viskosität überein, die mit Kapillardüsen nach Bagley- und Weissenberg-Rabinowitsch-Korrekturen gemessen wurde. Die Dehnviskosität ergibt sich aus dem Einlaufdruckverlust in der Düse. Die erste Normalspannungsdifferenz, die aus der Normalspannungsdüse bei hohen Scherraten erhalten wird, folgt dem gleichen Trend wie transiente Scherdaten bei niedrigen Scherraten. Somit ist eine gute Übereinstimmung zwischen den Daten der Normalspannungsdüse und den transienten Scherdaten sichtbar. Die Normalspannungsdüse ermöglicht eine effektive Bestimmung der Normalspannung bei hohen Scherraten und nähert sich an den Verarbeitungsscherraten, was mit herkömmlicher Technik nicht

möglich war. Für die beiden LDPEs mit der gleichen stationären Scherviskosität in einem breiten Bereich der Scherrate und dennoch unterschiedlichem Verarbeitungsverhalten, zeigt die Grafik von  $N1/dP_e$  vs. Scherrate einen Unterschied von 12% zwischen den beiden LDEPs.

Darüber hinaus korreliert der Beginn von Fließinstabilitäten mit der ersten normalen Spannungsdifferenz und dem Einstiegsdruckabfall (Diagramm von  $N1 / dP_e$  vs Scherrate). Die Materialien mit niedrigerem  $N1/dP_e$  bei gleicher Scherrate zeigen Instabilitäten bei niedrigeren Scherraten.

Eine Nutzung der Daten zur Prozesssimulation konvergierender Bereiche (geometrisch ähnlich dem radialen Teil der Normalspannungsdüse) scheint ebenfalls möglich zu sein. Diese Simulation sollte aufgrund einer höheren Ähnlichkeit der Strömung eine bessere Beschreibung des realen Prozesses liefern. Die Normalspannungsdüse erweitert den Scherratenbereich der Materialcharakterisierung zu den entsprechenden Scherraten von Verarbeitungsprozessen. Die Strömungssimulation nutzt die Daten, um das Strömungsverhalten innerhalb der Spritzgießwerkzeuge und außerhalb der Extrusionswerkzeuge genau vorherzusagen.

Üblicherweise werden die Daten der ersten Normalspannungsdifferenz mit Rotationsrheometern in einer Kegelplattengeometrie gemessen. Die folgende Tabelle listet einen Vergleich zwischen der Kegelplattengeometrie an Rotationsrheometern und der Normalspannungsdüse auf.

### Vergleich zwischen Normalspannungsmatrize und Kegelplattengeometrie

Kegelplattengeometrie	Normalspannungsdüse
Bis zu 10 S-1	Funktioniert bis zu 1000 s-1 und mehr
Es dauert mindestens einen halben Tag, um die Daten für 5 Scherraten zu erhalten.	In weniger als einer halben Stunde kann man Daten für 5 Scherraten erhalten.
Probenvorbereitung ist erforderlich	Eine Probenvorbereitung ist nicht erforderlich
Teures Rotationsrheometer wird benötigt	Optionales Add-on zum Kapillarrheometer
Daten sind für Prozesssimulationen nicht anwendbar	Daten können für Prozesssimulationen verwendet werden, da die gemessenen Scherraten mit den Scherraten in der Verarbeitung übereinstimmen. Die Strömung in der Normalspannungsdüse ähnelt der Strömung in Spritzgießwerkzeugen und Angusskanälen.

# 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