

## PVT500 das autarke Prüfsystem für die PVT-Messung – ein Systemvergleich

PVT-Messungen dienen zur Ermittlung des thermodynamischen Verhaltens von Kunststoffen, Elastomeren, Duroplasten und Flüssigkeiten. Hierbei wird das spezifische Volumen als Funktion der Größen von Druck und Temperatur ermittelt. Die PVT-Messung ist unerlässlich bei den folgenden Anwendungen:

- Formteilauslegung im Spritzguss
- Werkstoffauswahl beim vorhandenen Spritzgiessformen
- Schrumpfvorgänge in der Extrusion
- Schrumpfvorgänge beim Pressen von Formteilen
- Ermittlung des Schrumpfens verursacht durch Vulkanisation oder Vernetzung
- Auslegung von Ausgleichsbehältern für Flüssigkeiten

Das **PVT500** arbeitet gemäß der **Norm ISO 17744**. Diese unterscheidet zwischen isothermer und isobarer Messmethode. Bei der isothermen Messmethode wird die Probe bei konstanter Temperatur verschiedenen Drücken ausgesetzt. Die Messung nach isobarer Methode wird bei konstantem Druck durchgeführt, wobei die Probe mit einer definierten Kühlrate abgekühlt wird. Die isotherme Messmethode ist zwar immer noch eine der verbreitetsten Anwendungen, jedoch beschreibt die isobare Methode den Prozess insbesondere im Spritzgussverfahren wesentlich besser, da das Formteil bei konstantem Druck (bis zum Siegel- oder Erstarrungspunkt des Angussystems) abkühlt. Dieser Verarbeitungsprozess wird bei aktueller Werkzeugauslegung meist verwendet.

### Merkmale des PVT500 im Vergleich zur Add-on Option\* „Kapillarrheometer“

Das neue **PVT500** wartet gegenüber dem optional verfügbaren Add-on bei Kapillarrheometern, eine Reihe von Vorteilen auf:

- Prüfkanal mit lediglich 9,5mm Durchmesser erlaubt ein schnelleres Abkühlen der Probe bei besserer Temperaturhomogenität
- Erhöhung der Abkühlgeschwindigkeit auf **40K/min** – gegenüber den bisher möglichen 25 K/min bei der der Add-on Option.
- Maximaler Druck bis 2500 bar
- Geringere Probenmenge notwendig
- Eigenständiges Prüfgerät für höhere Prüfkapazität
- höhere Genauigkeit gegenüber Add-on Option
- kleinere Probe liefert homogenen Spannungszustand im Festkörperbereich insbesondere bei amorphen Kunststoffen

### Vergleich zwischen PVT500 und Add-on Option

\* Die **Add-on Option "PVT"**, ist eine der zahlreichen Erweiterungen, die zu den meisten GÖTTFERT Kapillarrheometern seit geraumer Zeit erfolgreich eingesetzt werden

Test: Isobar - Kühlrate 2,5K/min  
 Prüfmaterial: Polycarbonat  
 RHEOGRAPH: Flüssigkeitskühlung über Öl  
 PVT500: Kühlung über Druckluft

Die Vergleichsversuche wurden mit **PVT500** und **RHEOGRAPH 75** mit integrierter **Add-on Option** im isobaren Messmodus bei einer Kühlrate von 2,5 K/min durchgeführt.

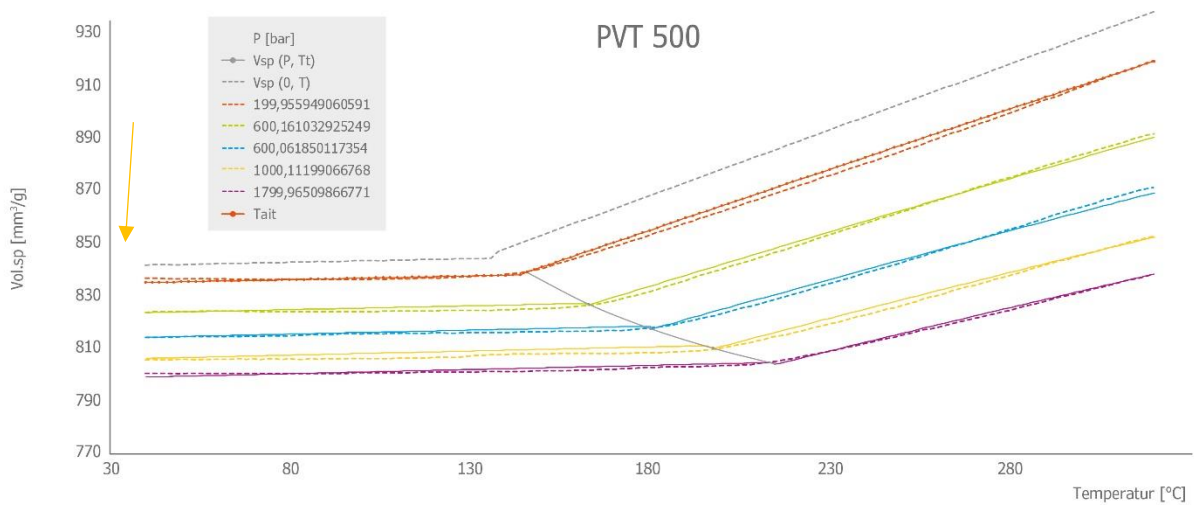


Abbildung 1: PVT500

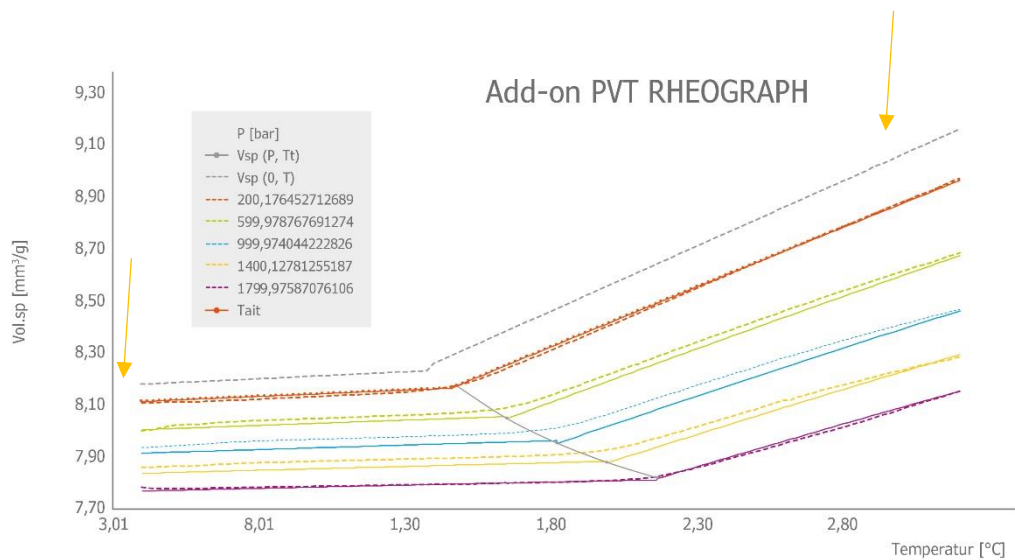


Abbildung 2: Add-on (RHEOGRAPH 75)

Die Daten zeigen prinzipiell den gleichen Verlauf. Die Daten des **PVT500** lassen sich besser mit dem Tait-Modell approximieren, weil die Isobaren einen lineareren Verlauf haben.

Zur Beurteilung der Daten werden diese dann mit dem Tait-Modell (siehe folgende Erklärung) approximiert und die 1bar Drucklinie extrapoliert. Aus dieser 1bar-Isobaren gibt es zwei Messpunkte (orange Pfeile Abbildung 1 und 2), die einfach mit anderen Methoden verglichen werden können: Dichte bei Raumtemperatur (Bestimmung über Auftriebsverfahren 23°C) und Dichte bei Schmelztemperatur (Bestimmung über Schmelzindexgerät 300°C).

**Tabelle 1: Vergleich der Dichtewerte für Polycarbonat bei RT und 300°C**

Prüftemperatur	Dichtebestimmung	PVT500 (Tait)	RHEOGRAPH75 (Tait)
23°C	1,2 g/cm <sup>3</sup>	1,189g/cm <sup>3</sup> (-1%)	1,222 g/cm <sup>3</sup> (1,8%)
300°C	1,065g/cm <sup>3</sup>	1,077g/cm <sup>3</sup> (1,1%)	1,104 g/cm <sup>3</sup> (3,6%)

Ein Vergleich der Daten zeigt, dass die approximierten Daten des **PVT500** mit nur 1% Abweichung zur Dichte bestimmt aus anderen Methoden liegen, während die approximierten Daten, die mit der Add-on Option des Kapillarrheometers eine bis zu dreimal so große Abweichung aufweisen. Ähnliche Versuche wurden mit verschiedenen Polypropylen durchgeführt.

**Tabelle 2: Vergleich der Dichtewerte für PP bei RT/30°C und 230°C**

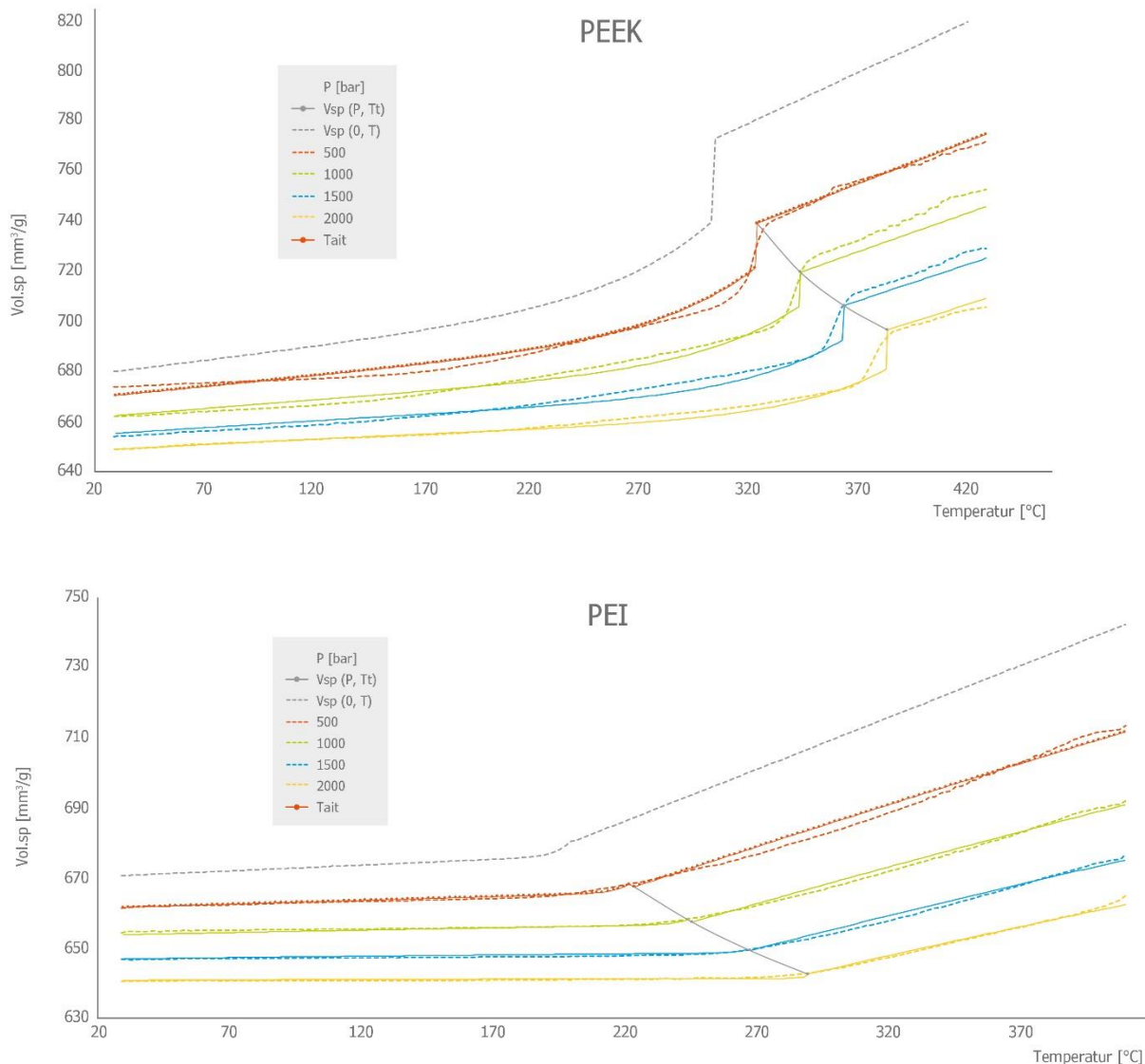
Prüftemperatur	Dichtebestimmung	PVT500 (Tait)	RHEOGRAPH75 (Tait)
23°C	0,903 g/cm <sup>3</sup>	0,900 g/cm <sup>3</sup> (-0,4%)	0,909 g/cm <sup>3</sup> (0,7%)
230°C	0,74 g/cm <sup>3</sup>	0,741 g/cm <sup>3</sup> (0,1%)	0,746 g/cm <sup>3</sup> (0,8%)

Auch hier zeigt sich, dass das **PVT500** die bereits hohe Genauigkeit der Add-on Option (**RHEOGRAPH 75**) noch weiter übertrifft.

### Beispieldaten verschiedener Kunststoffe

Die folgenden Diagramme enthalten einige Beispieldaten für PEEK und PEI. Die Daten wurden jeweils mit einer Kühlrate von 5K/min im isobarem Messmodus ermittelt.

Die Daten für PEEK zeigen das typische Verhalten für ein teilkristallines Material mit dem ausgeprägten Übergangsbereich am Schmelzpunkt, während die Daten für PEI das typische amorphe Verhalten mit einem weichen Übergang im Schmelzbereich aufweisen. Bei der Messung von PEI mit seinem amorphen Verhalten zeigt sich am besseren linearen Verhalten der Isobaren auch eine Verbesserung gegenüber der Add-on Option am Kapillarrheometer. Die gemessenen Daten wurden zusätzlich mit dem Tait-Modell approximiert. Hieraus wurde die Isobare bei Umgebungsdruck (p=0bar) ermittelt. Die Daten werden sehr gut vom Modell beschrieben.



## Modellierung der Messdaten über Tait-Modell

Die Modellierung der PVT-Messdaten über das Tait-Modell findet seine Anwendung hauptsächlich in der Simulation von Spritzgussbauteilen. Über die Modellierung ist man nicht mehr nur auf die diskret gemessenen Isobaren beschränkt, sondern kann auf interpolierte Modelldaten zurückgreifen, je nachdem welcher Betriebspunkt an der Spritzgussmaschine eingestellt wird und wie sich dann der Prozessverlauf im Werkzeug ergibt.

Beispielhaft ist ein solcher Vorgang im folgenden Diagramm dargestellt. Nach der Einspritzphase erfolgt die Nachdruckphase bis zum Siegelpunkt dann weitere Abkühlung bis zum Öffnen des Werkzeugs.

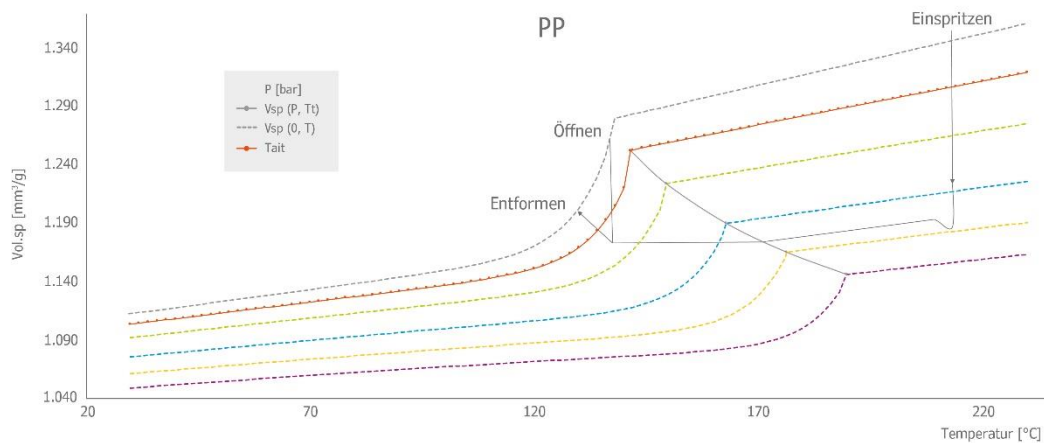
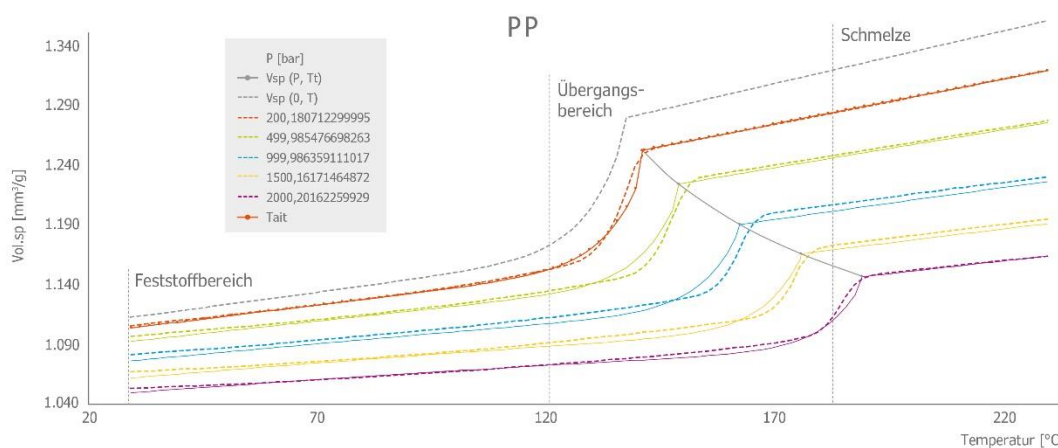


Abbildung 3: Tait-Modell

Sehr wichtig ist der Siegelpunkt in der Prozessführung. Dieser kann direkt aus dem Tait-Modell bestimmt werden. Das Modell beschreibt die Bereiche Feststoff-, Übergangs- und Schmelze-Bereich mit insgesamt 13 Parametern durch die folgenden Gleichungen:



Hierbei markieren die Koeffizienten  $b_5$  und  $b_6$  die Siegel- oder Erstarrungslinie, ab der das Material einfriert.

Das Modell wurde ursprünglich für Salzwasserlösungen entwickelt, beschreibt aber in der vorliegenden Erweiterung die Messdaten für Thermoplaste, Elastomere und Duroplaste recht gut und wird in den bekannten Spritzguss Simulationssoftware, wie z.B. Mouldflow, Moldex, CadMould und Sigmasoft eingesetzt.

$$\mathbf{Vsp(P,Tt) = Vsp(0,T) [ 1 - C \ln( 1 + P / B(T) ) ] + Vt(P,T) ; Tt(P) = b_5 + b_6 (P)}$$

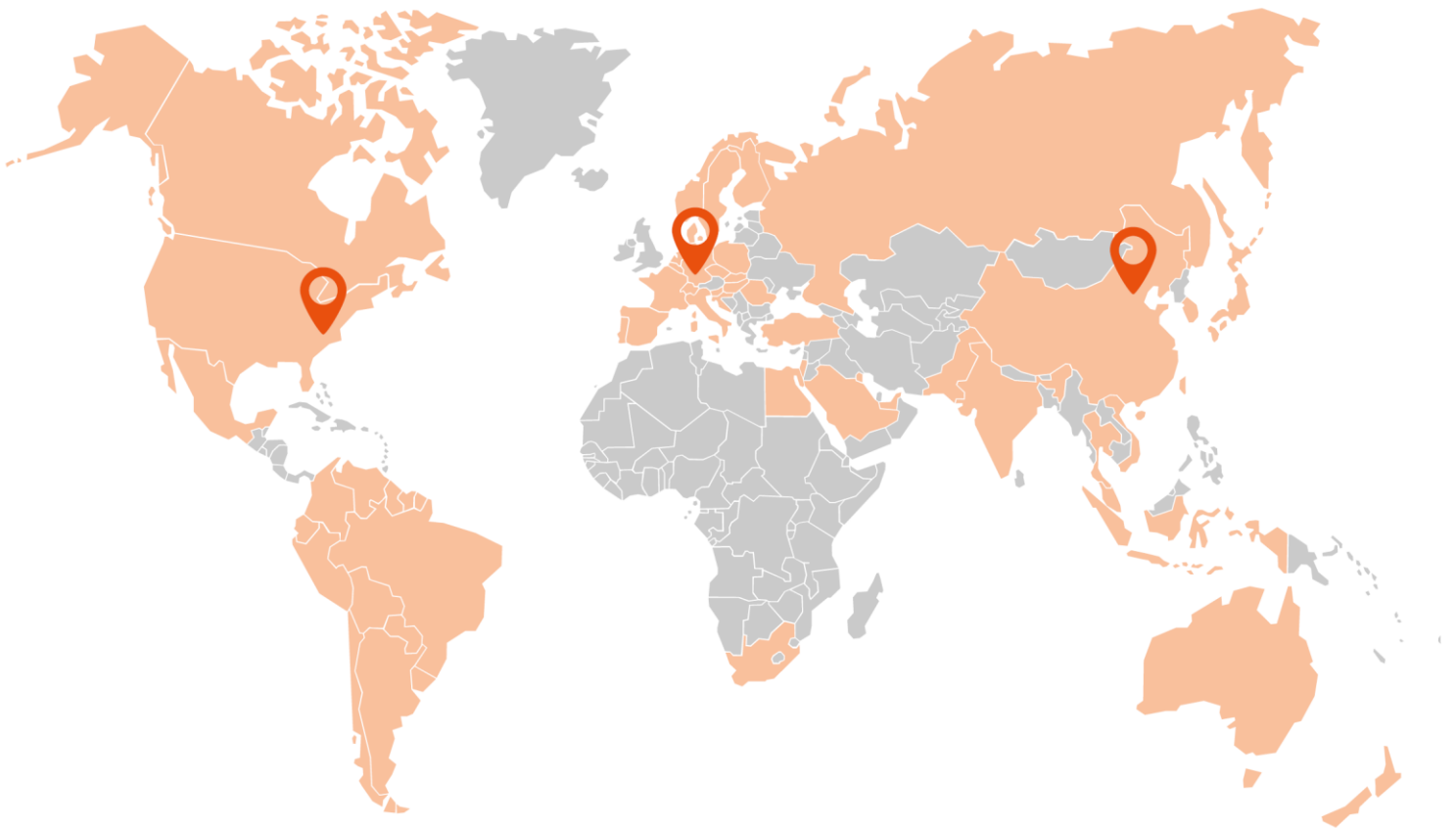
$T < Tt(P)$  (Feststoffbereich):

$$\begin{aligned} Vsp(0,T) &= b_{1s} + b_{2s} (T - b_5) \\ B(T) &= b_{3s} \exp(- b_{4s} (T - b_5)) \\ Vt(P,T) &= b_7 \exp( b_8 (T - b_5) - b_9 (P) ) \end{aligned}$$

$T > Tt(P)$  (Schmelze):

$$\begin{aligned} Vsp(0,T) &= b_{1m} + b_{2m} (T - b_5) \\ B(T) &= b_{3m} \exp(- b_{4m} (T - b_5)) \\ Vt(P,T) &= 0 \end{aligned}$$

# 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