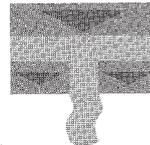


Neues Meßverfahren zum Bestimmen des Geliergrads von PVC

New method for determining the degree of gelation of PVC

Timm Wiegmann und
Frank Oehmke

Die Charakterisierung des Strukturzustandes von PVC wurde bislang durch ein modifiziertes Meßverfahren mittels MFI-Gerät vorgenommen. Nachteil dieses Verfahrens ist unter anderem mangelnde Reproduzierbarkeit der Meßwerte in der praktischen Anwendung im Betrieb. Um die Nachteile auszuschalten, wurde ein neues Meßprinzip zur Geliergradbestimmung von PVC entwickelt. Das im folgenden beschriebene Verfahren liefert Ergebnisse mit guter Reproduzierbarkeit. Die Entwicklung der neuen Methode resultiert aus einer Arbeit des Lehrstuhls für Kunststoffverarbeitung an der RWTH Aachen unter der Leitung von Prof. Dr.-Ing. Michaeli.



The characterisation of the structural condition of PVC has hitherto been carried out using a modified method involving the use of a melt flow index (MFI) instrument. One of the disadvantages of this method is that the figures obtained cannot be reproduced under practical conditions. To eliminate these drawbacks, a new method of determining the degree of gelation of PVC has been developed. The method described in this article gives results with good reproducibility. It was developed at the department for plastics processing of RWTH Aachen, under the direction of Prof. Dr.-Ing. Michaeli.

Einführung

Fertigteileigenschaften, die wichtig für den praktischen Einsatz vieler Produkte aus PVC hart und PVC weich sind, hängen häufig entscheidend mit dem mikrostrukturellen Aufbau des Werkstoffes zusammen. Der Aufschmelz- bzw. Gelierprozeß, der unter Einwirkung von Druck, Scherung und Temperatur abläuft, bestimmt im wesentlichen die sich einstellende Morphologie und somit die resultierenden Material- oder Bauteileigenschaften. Dieser Zusammenhang erfordert in der PVC-Verarbeitung eine aussagekräftige Qualitätsprüfung, für die sich der Geliergrad als geeignetes Kriterium herausgestellt hat.

Bisherige Methoden zeigen eine unbefriedigende Genauigkeit. Da das herkömmliche Verfahren mit Kapillarrheometer und MFI-Gerät aufwendig und ungenau ist, sollte ein möglichst einfaches Meßgerät entwickelt werden, bei dem die Einflüsse veränderter Oberflächen von Prüfcylinder, Stempel und Düse und auch die

Introduction

The properties of finished articles, which are important for the practical use of many rigid and flexible PVC products, often depend on the microstructure of the material from which they are made. Fusion or gelation takes place under the influence of pressure, shear and heat and essentially determines the morphology produced and therefore the resultant material and component properties. This means that effective quality tests must be carried out in PVC processing. Here, the degree of gelation has proved to be a suitable criterion.

Methods used until now have tended to be insufficiently accurate. Since the traditional method, using a capillary rheometer and MFI instrument is cumbersome and inaccurate, it was decided to develop an instrument that would be simple and which would also exclude the effects on test results of such factors as different surfaces of test cylinder, plunger and nozzle and differences in the way the instrument was operated and cleaned. The idea was to develop an automatic measuring instrument.

Dipl.-Ing. Timm Wiegmann

geb. 20.08.1961,
studierte Maschinenbau
am Institut für Kunststoff-
verarbeitung der RWTH
Aachen. 1987 gründete
er zusammen mit Dr.-Ing.
Frank Oehmke die SWO
Polymertechnik GmbH,
deren Geschäftsführung
er dann übernahm.

was born in 1961 and
studied mechanical
engineering at the Insti-
tute for Plastics Pro-
cessing of the RWTH
Aachen. In 1987 he
and Dr.-Ing. Frank
Oehmke founded SWO
Polymertechnik GmbH
of which he became
managing director.

Measuring principle

Using a punch travelling at constant speed, the heated specimen material is forced through a sharp-edged nozzle. The force exerted by the material on the test nozzle is measured with a force transducer, this being the quantity used to assess the degree of gelation.

To eliminate the "wall effects" observed with the old method, nozzle and cylinder are kept separate (Fig. 1). During the test, a constant force is produced in the nozzle along the whole of the measuring distance, this being correlated with the state of gelation of the speci-

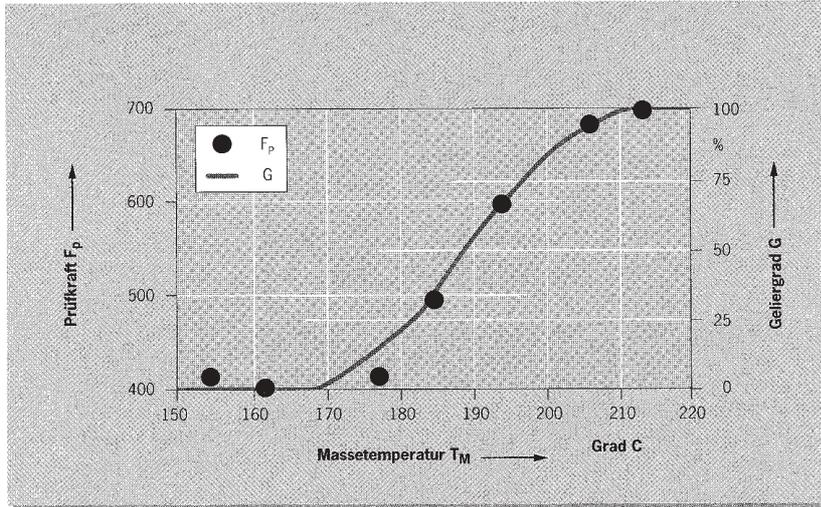
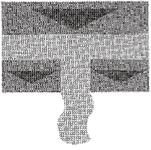


Abb. 4:
Geliertgrad-Masterkurve B

Fig. 4:
Degree of gelation - master curve B

deuten. Es wurden gut reproduzierbare Werte erreicht (siehe *Tabelle 2*). Die bei Material II auftretenden größeren Abweichungen rühren von dem zu niedrigen Kraftniveau her, welches aus den für dieses Material nicht optimierten Prüfbedingungen resultiert.

In einem umfangreichen Untersuchungsprogramm wurden äußere Einflüsse und die Auswirkung unterschiedlicher Reinigungsstufen auf die Proben untersucht. Bei der minimalen Reinigung wurde nur das restliche Material aus dem Zylinder ausgestoßen, bei der trockenen Reinigung wurde mit Papier nachgeputzt und bei der dritten Stufe zusätzlich Lösemittel verwendet. Die Ergebnisse sind *Tabelle 3* zu entnehmen. F ist der Mittelwert aus zwei Messungen und ΔF die Meßwertdifferenz. Die gute Reproduzierbarkeit erlaubt eine Mittelwertbildung aus zwei Meßwerten. Die prozentuale Abweichung des Mittelwerts der jeweils zwei Messungen vom Mittelwert der in *Tabelle 2* aufgeführten Reproduzierbarkeitsanalyse ist unter e aufgeführt. Abweichungen, die bei der bisherigen Methode durch das jeweils vorher untersuchte Material entstehen konnten, traten hier nicht auf. Selbst beim Minimalreinigungsverfahren ist die Reproduzierbarkeit gut.

Ein weiteres Kriterium zur Beurteilung der Meßmethode ist die Auflösung der Bestimmungsgröße. Kleine L/D-Verhältnisse und niedrige Prüfgeschwindigkeiten erwiesen sich als vorteilhaft. *Abb. 3* zeigt die gemess-

Another criterion for assessing the method of determination is the resolution of the determination quantity. Small L/D ratios and slow test speeds proved to be an advantage. *Fig. 3* shows the force profiles of an impact modified rigid PVC for different test conditions, and *Fig. 4* the functional connection between the measured force F and the degree of gelation G . The states of gelation can be well differentiated.

Tabelle 3:
Meßergebnisse der gegenseitigen Materialbeeinflussung

Table 3:
Test results of mutual material influence

Probe Sample	F [N]	ΔF [N]	e [%]
I	237,1	7	3,0
II	96,3	13	13,5
III	706,7	20	2,8

senen Kraftverläufe eines schlagzähmodifizierten PVC hart bei unterschiedlichen Prüfbedingungen und Abb. 4 den funktionalen Zusammenhang zwischen der gemessenen Kraft f und dem Geliergrad G . Eine ausreichend gute Differenzierbarkeit der Gelierzustände ist gegeben.

Die Ergebnisse in ihrer Gesamtheit zeigen, daß es sich bei der neuen Meßmethode zur Bestimmung des Geliergrades um ein praxisrelevantes Verfahren mit ausreichender Reproduzierbarkeit handelt. Die Anwendungsmöglichkeiten liegen insbesondere in der Produktionsüberwachung und Qualitätssicherung, da zusätzliche Informationen geliefert werden. 

The overall results show that this new method of determining the degree of gelation meets practical conditions and has good reproducibility. The method can be used especially for production control and quality assurance purposes since it provides additional information. 



FLIESSVERHALTEN VON STOFFEN UND STOFFGEMISCHEN

Rheologie und Rheometrie, die Erkenntnisse zum Fließverhalten von Stoffen und Stoffgemischen und die entsprechende Meßtechnik, haben sich stürmisch entwickelt. Dieses Buch macht den Umfang deutlich, informiert in zehn umfassenden Hauptkapiteln über das weite Gebiet, erlaubt den direkten Vergleich unterschiedlich aufgebauter Stoffe und gibt Antwort auf die – für die industrielle Produktion besonders wichtige – Frage:

Ist die eigene Technik auf dem neuesten Stand?

Herausgegeben von Werner-Michael Kulicke unter Mitwirkung von zehn weiteren Fachautoren,

487 Seiten, gebunden, 260,- DM



Rheologie und Rheometry – the knowledge of flow properties of material and mixtures of material and their measuring techniques – have

developed rapidly. In ten chapters, the book provides comprehensive information on this subject by comparing directly different materials and offering answers to questions particularly important for industrial production such as:

Is your technology really up-to-date? Does it meet modern requirements?

Published by Werner-Michael Kulicke in collaboration with ten other experts,

487 pages, bound, 260,- DM

VINCENTZ

Vincenz Buchversand
Schiffgraben 41-43 · Postfach 6247 · D-3000 Hannover 1
Telefon (0511) 9909824 · Telex 923846 · Telefax (0511) 9909829



This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website

<http://www.appliedrheology.org>

Rheology 92

December/Dezember 1992

263

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website

<http://www.appliedrheology.org>