

# Einflüsse des Prüfgerätes und der Meßprozedur auf den Schmelzindex

Beiträge  
Papers

## Influence of the Measuring Apparatus and Method on the Value of the Melt Index

### 1 Einleitung

Der Schmelzindex ist in der Welt der Thermoplaste wohl das verbreitetste Maß, um deren Fließverhalten mit einem einzigen Meßwert zu beschreiben.

Für die Popularität des Schmelzindexes gibt es triftige Gründe. Die Messung ist relativ einfach, das Meßgerät selbst ist nicht zu teuer und vor allem scheint die Kennzeichnung und Charakterisierung des Materials in vielen Fällen zumindest zufriedenstellend zu sein.

Wie wenig repräsentativ eine einzige Zahl für das Fließverhalten von Kunststoffschmelzen jedoch sein kann, weiß der, der sich mit der Messung und Interpretation von Fließfunktionen beschäftigt. Die fortwährende, zum Teil heftige Diskussion zwischen Befürwortern und Gegnern des Schmelzindexes unterstreicht die Problematik. Häufig macht diese Diskussion auch deutlich, wie wenig Information vorliegt über den quantitativen Einfluß der Geräteeigenschaften und der individuellen Fließfunktion auf dem MFI-Wert.

Zahlreiche Veröffentlichungen diskutieren spezifische Probleme der Gerätekonstruktion (Knappe, Schönwald [1], Buck und Kerk [2]), den Einfluß des Vorlagezylinders auf das Meßergebnis (Schreiber und Rudin [3], [4], [5]; Skinner [6]; Charley [7]) und die Beziehung zwischen verallgemeinerten Fließfunktionen und dem MFI-Wert (Menges, Wortberg und Michaeli [8]; Shenoy et al. [9]–[12]).

### 2 Die Schmelzindexprüfung

#### 2.1 Das Schmelzindexprüfgerät

Im Schmelzindexprüfgerät (Abb. 1) [13] wird durch die Auflagemasse  $M_0$  die Kraft  $F_0$  auf den Kolben ausgeübt. Der Schmelzindex (MFI) ist dann die durch die Kraft  $F_0$  aus dem Prüfzylinder Z durch die Testdüse D in 10 min extrudierte Probenmasse  $m$  in g. Aus praktischen Gründen wurde dazu neben dem MFI der Volumen-Fließindex durch Normierung festgelegt. Der Volumen-Fließindex MVI ist das innerhalb von 10 min ausfließende Probenmaterial, gemessen in Kubikzentimetern ( $\text{cm}^3$ ). Dieses Volumen kann direkt aus der

Diese Arbeit soll aus der Sicht der Rheometrie einen Überblick über die Eigenschaften des Meßapparates geben, die den Schmelzindexwert beeinflussen. Es werden solche Beispiele beschrieben, bei denen es möglich ist, den Schmelzindex mit den Fließfunktionen zu verknüpfen. Dabei werden sowohl die viskosen als auch die elastischen Flüssigkeitseigenschaften diskutiert.

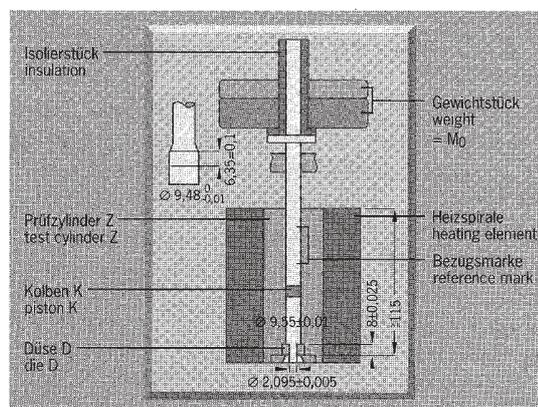
This work reviews the characteristics of measurement devices that influence the value of the melt index. Examples are described for which it is possible to relate the melt index to the rheological flow function. Both viscous and elastic flow characteristics are discussed.

### 1 Introduction

In the world of thermoplastics, the melt index is the parameter most commonly used when one attempts to describe flow behavior with a single quantity. There are three reasons for the popularity of the melt index. Measurements are relatively simple to carry out, the measuring device is inexpensive, and, most importantly, the assessment and characterization of materials are in most cases adequate for the desired purpose.

The hazard of using a single quantity to characterize the flow behavior of polymer melts is well known by those who conduct measurements and analysis of flow functions. The continuing passionate discussion between advocates and opponents of the melt index underscores that it is a contentious issue. From such discussions it is also evident that too little information is available about the influences of the instrument characteristics and the individual flow functions on the melt index value.

Many publications have discussed specific problems related to instrument design (Knappe and Schönwald [1], Buck and Kerk [2]), the influence of the entry cylinder on the results (Schreiber and Rudin [3], [4], [5], Skinner [6], Charley [7]), and the relationship between the general flow functions and the melt index value (Menges, Wortberg and Michaeli [8], Shenoy et al. [9]–[12]).



Wolfgang Gleible,  
Karlsruhe,  
Germany

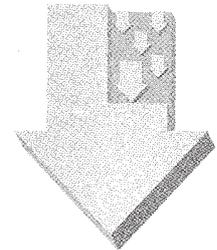
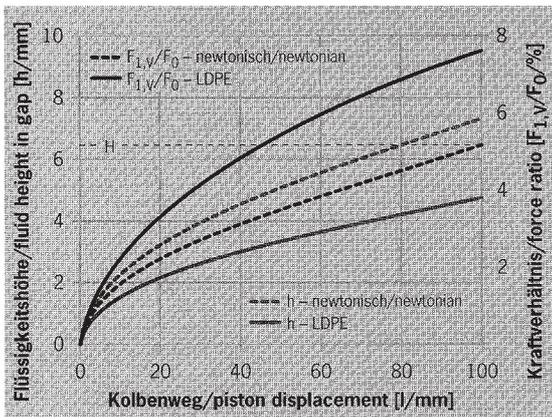


Abb. 1:  
Prüfgerät zur Bestimmung  
des Schmelzindexes [13]  
Fig. 1:  
Melt index tester [13]



**Abb. 7:** Höhe des Flüssigkeitsfilmes  $h$  zwischen Zylinder und Prüfkolben und Verhältnis der viskosen Verlustkraft  $F_1$  zur Auflagekraft  $F_0$  als Funktion des Kolbenweges  $l$ . Newtonsche Flüssigkeit und Schmelze  $l$  = LDPE,  $H$  = Höhe des Kolbens (DIN)

**Fig. 7:** Height of the fluid film  $h$  between the cylinder and piston, and the ratio of the loss due to viscous force  $F_1$  to the applied weight  $F_0$  as a function of piston displacement. A newtonian fluid and the LDPE melt  $l$  are shown.  $H$  = height of the piston (DIN)

$< 0,51$ ), und damit ist  $\eta_G > \eta_D$ . Die Spaltweite  $S$  wird bei der Berechnung des dynamischen viskosen Widerstandes  $F_1(t)$  eliminiert. Zwar steigt bei engerer Spaltweite die Schergeschwindigkeit im Leckspalt und damit der viskose Widerstand, aber dem entgegen füllt sich der Leckspalt entsprechend langsamer und die Höhe des bremsenden Flüssigkeitsfilmes bleibt proportional kleiner. Erst bei vollständig gefülltem Leckspalt ist  $F_1$  eine direkte Funktion von  $S$ . Wegen der Strukturviskosität beeinflusst die Spaltweite jedoch das Viskositätsverhältnis  $\eta_G/\eta_D$  und ist damit indirekt in der Gleichung (20) enthalten.

Durch den sich stetig während der Messung mit Flüssigkeit füllenden Leckspalt ergibt sich ein im Laufe der Messung ansteigender viskoser Widerstand  $F_1(t)$ . Zu Beginn des Testes ist  $F_1(t = 0)$  gleich null; erster Term in Gleichung (20). Damit ist die Tendenz im Vergleich zum Reservoirwiderstand, der während der Messung abnimmt, umgekehrt gerichtet. Der Widerstand  $F_1$  verhindert das Anwachsen des Druckverhältnisses  $\Delta p_D/p_0$  für  $L(t) \rightarrow 0$  auf 100 %, was aus Gleichung (18) zu erwarten wäre.

In Abb. 4 ist für newtonsche Flüssigkeiten und für die Schmelze  $l$  das Druckverhältnis  $\Delta p_D/p_0$  mit Berücksichtigung der viskosen Reibung gemäß Gleichung (20) über der abnehmenden Füllhöhe aufgetragen. Bei den newtonschen Flüssigkeiten ergibt sich eine zunehmende Abweichung des Düsendruckverlustes  $\Delta p_D$  mit Druck  $p_0$  während der Messung. Die viskose Reibung zwischen Kolben und Reservoirwand überwiegt den reinen Reservoir effekt newtonscher Flüssigkeiten. Der Fehler ist am Ende der Messung etwa 5 %.

Bei der LDPE-Schmelze wächst das Druckverhältnis während der Messung an, langsamer jedoch als beim reinen Reservoirwiderstand, und es bleibt am Ende eine Abweichung von  $\Delta p_D$  von  $p_0$ , die größer ist als bei newtonschen Flüssigkeiten. Relativ bleibt der Einfluß der viskosen Kolbenreibung bei strukturviskosen Flüssigkeiten kleiner als der Reservoirwiderstand.

Wie schnell sich der Leckspalt füllt und welcher Teil der Kolbenkraft  $F_0$  als viskose Reibung verbraucht, zeigt Abb. 7, in dem beide Größen als Funktion des Kolbenweges  $l$  aufgezeichnet sind.

Reservoirwiderstand  $F_2$  und Kolbenwiderstand  $F_1$  führen dazu, daß zum Fließen durch die Testdüse kleinere Druckdifferenzen als  $p_0$  zur Verfügung stehen und

measurement. Because of the resistance due to  $F_1$ , the pressure ratio  $\Delta p_D/p_0$  does not attain unity as  $L(t) \rightarrow 0$ , as predicted by equation (18).

Fig. 4 shows the pressure ratio  $\Delta p_D/p_0$  as a function of (decreasing) fluid height, taking into account viscous friction using equation (20). Data is shown for both a newtonian fluid and polymer melt  $l$ . For the newtonian fluid the deviation between the capillary pressure loss,  $\Delta p_D$ , and the total pressure,  $p_0$ , increases during the measurement. The viscous friction between the piston and cylinder wall ( $F_1$ ) overwhelms the reservoir losses ( $F_2$ ) for newtonian fluids. The error at the end of the measurement is approximately 5 %.

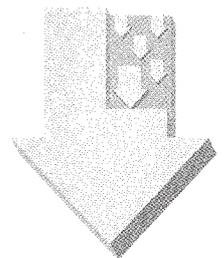
For the LDPE melt, the pressure ratio increases during the measurement. The increase is slower than occurs due solely to the reservoir losses ( $F_2$ ), and the final deviation between  $\Delta p_D$  and  $p_0$  is larger than for the newtonian case. The influence of the viscous friction between the piston and cylinder wall ( $F_1$ ) is smaller than the losses in the reservoir ( $F_2$ ) for a shear thinning fluid.

Fig. 7 shows the speed at which the gap is filled and the portion of total force  $F_0$  dissipated as viscous friction, both as a function of piston displacement,  $l$ . Losses in the reservoir ( $F_1$ ) and losses due to friction ( $F_2$ ) reduce the total pressure drop available for forcing the fluid through the capillary. As a result, the viscosities calculated from the melt index are systematically larger than the true values. Fig. 8 shows the apparent viscosities,  $\eta_{MM}$ , and apparent shear rates,  $\dot{\gamma}_{MM}$ , calculated from the MVI data shown in Fig. 6, using equations (1)–(6) compared with the true viscosity values, for silicone oil BW 400.

### 3 Conclusions

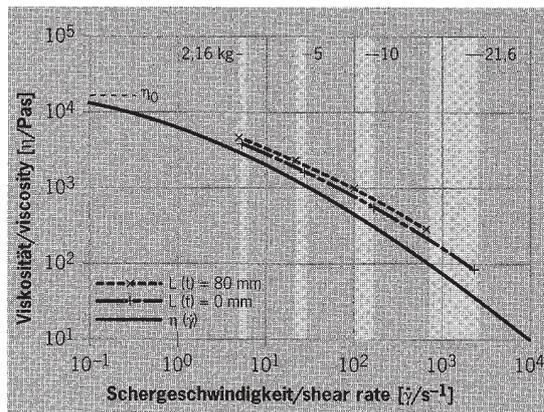
From the analysis provided above and the data shown in Fig. 8, one reaches the following conclusions about the use of the melt index tester as a viscometer:

1. The viscosity values calculated from the melt index data are always higher than the true viscosity values.
2. With increasing initial load  $M_0$ , the error increases between  $\eta_{MM}$  and the true viscosity. The influence of the apparatus therefore increases.
3. For larger fluid heights,  $L$ , the influence of the measurement apparatus is larger than for smaller heights.



**Abb. 8:**  
Wahre Viskositätsfunktion  $\eta(\dot{\gamma})$  im Vergleich mit der scheinbaren Viskositätsfunktion  $\eta_{MVI}(\dot{\gamma}_{MVI})$  berechnet aus MVI-Daten, die bei unterschiedlicher Füllhöhe gemessen wurden,  $L = 80 \text{ mm}$  und  $L = 0$

**Fig. 8:**  
True viscosity function  $\eta(\dot{\gamma})$  compared with the apparent viscosity function  $\eta_{MVI}(\dot{\gamma}_{MVI})$  calculated from MVI data that was measured using different fluid heights,  $L = 80 \text{ mm}$  and  $L = 0$



daher aus dem Schmelzindex systematisch zu große Viskositäten berechnet werden. Unter Anwendung der Gleichungen (1–6) wurden aus den MVI-Daten für das Siliconöl BW 400, Abb. 6, nun die scheinbaren Viskositäten  $\eta_{MVI}$  und die Schergeschwindigkeiten  $\dot{\gamma}_{MVI}$  berechnet und in Abb. 8 mit der wahren Viskositätsfunktion verglichen.

### 3 Folgerungen

Aus den vorhergehenden Betrachtungen und aus Abb. 8 können für die Benutzung des Schmelzindexprüfgerätes als Viskosimeter Folgerungen gezogen werden:

1. Die aus Schmelzindexmessungen berechnete Viskosität ist immer höher als die wahre Viskosität.
2. Mit zunehmendem Auflagegewicht wächst der Fehler zwischen  $\eta_{MVI}$  und wahrer Viskosität an. Der Apparateeinfluß nimmt zu.
3. Bei großer Füllhöhe ist der Einfluß des Meßgerätes größer als bei kleinen Füllhöhen.
4. Die Änderung des Schmelzindex bzw. der daraus berechneten Viskosität als Funktion der Füllhöhe ist größer bei höheren Auflagegewichten.
5. Auch bei geringen Füllhöhen mißt man einen großen Unterschied zwischen wahrer Viskosität und MVI-Viskosität. Dies ist der Einfluß zusätzlicher Druckverluste aus dem viskoelastischen Verhalten von Schmelzen (entsprechend  $F_3$ ).
6. Bei strukturviskosen (und viskoelastischen) Stoffen ist die Benutzung des Schmelzindexprüfgerätes als Viskosimeter problematisch.



4. The change in the melt index (and the corresponding calculated viscosities) is more dependent on the fluid height for larger values of the initial load  $M_0$ .
5. Even at small values of the fluid height, one still obtains large differences between the true viscosity and MVI. This is due to other pressure losses resulting from the viscoelastic behavior of the polymer melt (corresponding to  $F_3$ ).
6. Use of the melt index tester for determining the viscosity of shear thinning and viscoelastic fluids is fraught with difficulties.



- [1] Knappe, W.; Schönwald, H., *Kunststofftechnik* 8 (1969), No. 5, p. 11
- [2] Buck, M.; Kerk, K., *Rheol. Acta* 8 (1969), p. 372
- [3] Schreiber, H.P., *J. Appl. Polym. Sci.* 4 (1960), p. 38
- [4] Schreiber, H.P.; Rudin, A., *J. Appl. Polym. Sci.* 3 (1960), p. 122
- [5] Schreiber, H.P.; Rudin, A., *SPE Journal* (1964), No. 6, p. 533
- [6] Skinner, S.J., *J. Appl. Polym. Sci.* 5 (1961), p. 5
- [7] Charley, R.V., *J. Appl. Polym. Sci.* 6 (1962), p. 19
- [8] Menges, G.; Wortberg, J.; Michaeli, W., *Kunststoffe* 68 (1978), p. 47
- [9] Shenoy, A.V.; Saini, D.R.; Nadkarni, V.M., *Polymer* 24 (1983), p. 722
- [10] Shenoy, A.V.; Chattopadhyay, S.; Nadkarni, V.M., *Rheol. Acta* 22 (1983), p. 90
- [11] Shenoy, A.V.; Saini, D.R.; Nadkarni, V.M., *Rheol. Acta* 22 (1983), p. 209
- [12] Shenoy, A.V.; Saini, D.R., *Rheol. Acta* 23 (1984), p. 368
- [13] DIN 53 735
- [14] Bagley, E.B., *J. Appl. Phys.* 28 (1957), p. 624
- [15] Bagley, E.B., *J. Appl. Phys.* 31 (1960), p. 1126
- [16] Meißner, J., *Materialprüfung* 5 (1963), p. 107
- [17] Meißner, J., *Kunststoffe* 57 (1967), p. 702
- [18] Kwant, P.B., *Diss. TH Delft*, 1971