

PATENTSCHRIFT 1 29 239

Wirtschaftspatent

Teilweise aufgehoben gemäß § 6 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

Patentbibliothek
des AfEP

(11)	129 239	(45)	28.01.81	Int. Cl. ³	3(51)	G 01 N 11/08
(21)	WP G 01 n / 195 726	(22)	12.11.76			
(44) ¹	04.01.78					

(71) siehe (72)

(72) Loichen, Hans-Dieter, Dipl.-Ing.; Nilse, Peter, Dipl.-Ing.;
Genz, Erwin, Dipl.-Ing., DD

(73) siehe (72)

(74) VEB Chemiefaserwerk Guben „Herbert Warnke“, Abt. Schutz-
rechte und Neuererwesen, 7560 Wilhelm-Pieck-Stadt Guben,
Schlagsdorfer Weg

(54) Kapillarviskosimeter

¹⁾ Ausgabetag der Patentschrift für das gemäß § 5 Absatz 1 ÄndG zum PatG erteilte Patent

195726 -1-

Titel der Erfindung

Kapillarviskosimeter

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Kapillarviskosimeter, das insbesondere zur kontinuierlichen Viskositätsmessung hochviskoser Polymerschmelzen innerhalb des Produktionsablaufes einsetzbar ist, vorzugsweise in Folien und Fäden herstellenden Chemiebetrieben.

Charakteristik des Standes der Technik

Die Bedeutung der Viskositätswerte bei der Herstellung von Hochpolymer-Erzeugnissen, die in der Schmelzphase entstehen, ist weitgehend erkannt worden. Ihre Ermittlung ist mit den relativ einfachen Mitteln der betrieblichen Praxis aus den bekannten Zusammenhängen zwischen dem Molekulargewicht der Makromoleküle und der Viskosität, dargestellt als Lösungs- oder Schmelzeviskosität, mit ausreichender Genauigkeit möglich, wobei keine Absolut-, sondern nur Vergleichswerte ablesbar sind, deren Auswertung ausreicht, um den Herstellungsprozeß zu steuern zur Einhaltung der technologischen und textilphysikalischen Qualitätsparameter. Zur unmittelbaren Vergleichsmessung der Viskosität wird oft die Schmelze selbst herangezogen. Es liegen bereits

Lösungen zur Ermittlung der Schmelzeviskosität in der Form vor, daß Meßkapillaren in einem Nebenstrom mit dem Medium, hier der Schmelze, beaufschlagt werden und nach dem Durchlaufen der Kapillare über eine zusätzliche Pumpe der gemessene Teilstrom in den Hauptstrom zurückgeführt wird.

Hierbei treten für den Teil des Produktes, der im Bypass geführt wird, nicht nur unterschiedliche Verweilzeiten durch den längeren Weg und das Passieren von ein bis zwei Pumpen auf, sondern auch die Temperaturkonstanz des Teilstromes ist dabei kaum gewährleistet. Treten doch im Temperaturbereich von 200 °C bei nur 1 % Temperaturabweichungen bereits 10 % bis 12 % Fehlanzeige des Schmelzviskositätswertes auf, wobei vorauszusetzen ist, daß der Mengenstrom konstant bleibt.

Daher wird im NLP 81 065 und im DLP 111 999 vorgeschlagen, die Meßkapillare einschließlich der vorgeschalteten Druckerhöhungspumpe und der Differenzdruckleitungen in einen Rohrleitungsabschnitt des Hauptstromes so einzupassen, daß die Kapillare immer vom erwärmten Medium umgeben ist und dessen Temperatur inne hat, wobei letztere durch den Kapillaren-Differenzdruck über Verstärker-Elemente geregelt wird. Zur Dämpfung der Schwingungen beim Austritt des Mediums aus der Meßleitung in den Hauptstrom sollte der Strömungswiderstand in dem letzten Meßleitungsabschnitt sehr groß gehalten werden. Das bedingt eine sehr lange Leitung oder einen sehr geringen, kapillarähnlichen Querschnitt. Beide Einrichtungen neigen zur Verstopfung beim Auftreten von Schmutzteilchen oder Agglomeraten in Form von Gelteilchen, die eine sofortige Fehlschaltung der Vorrichtung bewirken. Zudem wird jeweils nur die den Nebenstrom charakterisierende Viskosität zur Messung erfaßt und keine Aussage über die übrigen im Gesamtquerschnitt vorhandenen Viskositätswerte möglich. Deshalb muß die Viskositätsmessung den Gesamtquerschnitt erfassen, wobei notwendigerweise die Viskosität des gesamten Spinn gutes unter analogen Bedingungen, wie sie an der Spinn düse herrschen (Schubspannung, Druck, Temperatur,

Schergefälle), zu messen ist.

Es sind bei der Viskositätsmessung mittels Kapillaren weitere Abhängigkeiten zu berücksichtigen. Die Durchsatztoleranz ist gering, da jede Abweichung von einem festgelegten Durchsatzwert eine Druckdifferenz-Änderung nach sich zieht, die nicht mit einer Viskositätsänderung gleichzusetzen ist.

Wie weit die Fehlanzeige durch Temperatur- oder Durchsatzmengen-Schwankungen hervorgerufen wird, ist aus dem abzulesenden Wert nicht ableitbar. Insbesondere bei hohem Druck ($\geq 250 \text{ kp/cm}^2$) oder höheren Temperaturen ($\geq 150 \text{ }^\circ\text{C}$) ist die Darstellung der Meßgröße "Viskosität" von der Einhaltung der veränderbaren vorgegebenen Grundgrößen in starkem Maße abhängig.

Daher hat man vielfach unter Verzicht auf die kontinuierliche Meßmethode im Schmelzstrom zugunsten der höheren Genauigkeit die diskontinuierliche Messung in das Betriebslabor verlegt, da hier die Einhaltung der Temperatur und der Durchsatzmengen-Konstanz wesentlich besser möglich ist.

So wird bei einem bekannten Kapillar-Viskosimeter die mittels Diphenyl beheizte Schmelze unter einem bekannten gleichbleibenden Druck durch ein geeignetes senkrechtes Kapillarrohr aufwärts geführt und dabei die Aufsteiggeschwindigkeit gemessen. Bei Anwendung dieser recht genauen Methode ist jedoch der zeitliche Abstand zwischen der Probennahme und dem Vorliegen des Meßergebnisses zu groß, um Abweichungen von der Technologie des Herstellungsprozesses zu erkennen und unverzüglich zu beseitigen. Dieser Lösung wohnen immanent der Eingang individueller Meßfehler inne, so daß nur eine Reihenmessung zu verwertbaren Mittelweltergebnissen führen kann. In dem DLP 119 310 wird eine Lösung vorgeschlagen, die vom Prinzip her auch für Schmelzen angewendet werden könnte. Hier werden die individuellen Fehler durch eine digitale Messung der Bewegungsgeschwindigkeit des Kolbens mit fotoelektrischen Mitteln unter Berücksichtigung der Federcharakteristik und Eingabe der Werte in ein Registriergerät weitgehend ausgeschaltet. Das Ergebnis der

Messung ist eine Fließkurve. Auch hier stellt sich als verbleibender Mangel die Diskontinuität, die Teilmengenmessung und der unbefriedigende große zeitliche Abstand zwischen Probenahme und Vorliegen des Meßergebnisses heraus.

Ziel der Erfindung

Die Erfindung zielt hin auf eine weitere Verbesserung der Qualität schmelzgesponnener Fäden oder ähnlicher Produkte, soweit die Qualitätsparameter mit der Einhaltung der Schmelzeviskosität in Zusammenhang stehen, wie zum Beispiel die Reißfestigkeit, Fadenbruchhäufigkeit, Reck- und Elastizitätsverhalten, Laufeigenschaften und gleichmäßige Anfärbbarkeit.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Durch die Erfindung war die Aufgabe zu lösen, für Produktionsbedingungen ein Viskosimeter zu schaffen, das über die Schmelzeviskositätswerte als Maß für die Kettenlänge der Moleküle des gesamten Schmelzestromes in Analogie mit den Bedingungen des Spinnprozesses sofort und mit solchen Toleranzen aussagt, die unterhalb von $\pm 1\%$ für Polymer-Spinnschmelzen im Temperaturbereich bis 320°C und Drücken bis zu $\text{max. } 500 \text{ kp/cm}^2$ liegen.

Merkmale der Erfindung

Die Aufgabe wurde dadurch gelöst, daß das Kapillarviskosimeter Bestandteil der Haupt-Schmelzestromleitung unmittelbar vor der Spinndüse oder dem Spinnbalken ist und unter diesen Voraussetzungen zweckmäßig die gemessenen Durchsatzmengen-, Differenzdruck- und Temperaturwerte als

elektrische Größen in einem Verstärker auf Normsignale transformiert werden.

Diese Normsignale werden in der Kompensationseinheit so miteinander verknüpft, daß sich in bestimmten Grenzen ein auf eine Bezugstemperatur und einen Bezugsdurchsatz temperatur- und durchsatzkompensierter Viskositätsmeßwert ergibt.

Der elektrische Ausgangswert ist ein Maß für die Schmelzeviskosität und kann angezeigt und/oder in einer nachgeschalteten Regelung direkt genutzt werden.

Mit dem Einsatz der Kapillare am Spinnbalken und dem Durchsatz der gesamten Schmelzemenge war in Erfüllung der formulierten Aufgabe ein zweckmäßiger allgemeiner Schaltungsaufbau zu realisieren.

Die Abhängigkeit des der Schmelzeviskosität entsprechenden Differenzdrucksignals von der Durchsatzmenge und der Mediumtemperatur erfordert eine genaue und stetig wirkende Kompensation der im Betrieb unvermeidlichen Schwankungen beider Einflußgrößen, die sich andernfalls durch zufällige Addition oder Subtraktion der Fehlerwerte aufschaukeln können.

Bekannt ist, daß der Mengendurchsatz den für die Schmelzeviskosität stehenden Differenzdruck in definierten Bereichen proportional verfälscht und dabei der Beziehung

$$\eta = k \frac{p}{F}$$

folgt.

Dabei ist

k = Konstante

p = Differenzdruck über der Meßkapillare

F = Durchflußmenge

Die Durchflußmenge ist vorteilhaft analog der Drehzahl einer Zahnradpumpe als elektrische Größe mittels Tachogenerator gegeben. Der aus dem Drehzahlsignal und einer dem Solldurch-

satz entsprechenden Konstantspannung gebildete Quotient stellt, multipliziert mit dem Differenzdruck der Meßwerte an der Kapillare, das durchsatzkompensierte Viskositätssignal dar. Da der Temperatureinfluß dieses Viskositätssignal noch wesentlich beeinflußt, wird gleichzeitig zur Durchsatzkompensation eine Temperaturkompensation eingeleitet. Dabei erweist sich als vorteilhaft, den Temperaturkompensationsbereich so zu legen, daß er mit dem Regelbereich der Temperaturregelung des Gesamtsystems übereinstimmt, womit die Temperaturanstiege wohl medienabhängig, jedoch annähernd linear verlaufend angenommen werden können. Somit läßt sich auch der Steilheitsfaktor als Ausdruck des medienabhängigen Temperaturanstiegs durch eine sehr einfache elektronische Schaltung realisieren. Die Temperaturkompensation erfolgt nun derart, daß die Differenz zwischen dem elektrischen Signal eines am Kapillarausgang angeordneten Temperaturfühlers und einer Konstantspannung, die einer auf die übrigen Werte bezogenen Solltemperatur entspricht, gebildet und nachfolgend mit einem prozentualen Teil der durchsatzkompensierten Viskosität multipliziert wird, wobei mit dem Steilheitsfaktor die dem Medium eigene Temperaturabhängigkeit eingestellt wird. Durchsatzkompensierter und temperaturkompensierter Anteil werden nun einer Summierschaltung zugeführt, wobei die Summe das Maß für die Schmelzeviskosität des Mediums bei festgelegtem Durchsatz und konstanter Temperatur darstellt. Dabei ist der Wert von p in Abhängigkeit von der Meßgenauigkeit und vom Auflösungsvermögen der Meßfühler vorzugsweise in der Größenordnung um 30 bis 60 kp/cm^2 einzuhalten, um einer ausreichend genauen Messung bei gegebener Ansprechempfindlichkeit der Meßfühler entgegenzukommen. Insbesondere bei der Verarbeitung von Polymerschmelzen erweist sich diese objektive Notwendigkeit als vorteilhaft, da der Ausgangsdruck der Förderpumpe dem Anfangsdruck der Hauptstromkapillare entspricht und der Enddruck der Kapillarmeßstrecke dem Zuführdruck zur Spinnpumpe nahekommt.

Die so aufgebaute Kompensationseinrichtung erbrachte unerwartet, daß ihr Regelverhalten auch ein schnelles Verändern der Produktionsbedingungen kompensieren kann. Die Veränderung des Durchsatzes insbesondere durch Abschalten von Polymerschmelzeverbrauchern im nachgeordneten Betriebsteil ist im Viskositätswert nur innerhalb der zulässigen Toleranzen spürbar. Weicht die Temperatur des zugeführten Schmelzestromes um 1°C vom Sollwert ab, so ergibt sich ohne Korrektur bereits eine Meßwertverfälschung der Viskosität um 4 %. Diese Meßwertverfälschung wird durch die genannte Kompensationseinrichtung abgefangen.

Die erhaltene elektrische Meßgröße für η kann sowohl einem Anzeigegerät als auch einer Regeleinrichtung zur Konstanthaltung einer gewünschten Viskosität zugeführt werden.

Die Vorrichtung zur Messung der Schmelzeviskosität im Hauptstrom besteht aus dem Kapillarviskosimeter im Hauptstrom des zu messenden Schmelzestromes und der mit ihm verbundenen erforderlichen Kompensationseinrichtung. Dabei ist das Kapillarviskosimeter vor dem Spinnbalken angeordnet und die Länge der Kapillarbohrung zum Durchmesser wie 1 : 1,15 bis 1 : 30 gehalten, zudem die Ein- und Auslaufstrecke aus der Kapillarbohrung konisch gestaltet, um eine gleichmäßige, turbulenzfreie Strömung des Mediums zu erreichen und damit die Reproduzierbarkeit der Messung zu gewährleisten. Bei Hochpolymerschmelzen ist die Hauptstromkapillare von einem hochsiedenden Wärmeträger, zum Beispiel Diphenyl, konzentrisch in einem Heizmantel umgeben. Die Veränderung des Viskositätsmeßbereiches oder in höherem Maße des Mengendurchsatzes lassen sich durch Korrektur der Meßbereichseinstellung am Drucktransmitter oder Einsatz anderer Druckmeßfühler realisieren. Darüber hinausgehende Viskositäts- oder Durchsatzbereiche erfordern die Änderung des Kapillarquerschnitts. Dazu muß der Leitungsabschnitt ausgetauscht werden. Vereinfacht wird der Austausch durch eine Vorrichtung, bei der das Einschieben kalibrierter Dorne

mit wählbaren Durchmessern in die Kapillarbohrung vorzusehen ist. Eine weitere Modifizierung, die mehrere Durchsatzbereiche einschließt, stellt eine Kapillare dar, die kegelförmig gebohrt ist und in der, konzentrisch geführt, ein entsprechender Verstellkegel axial verschiebbar angeordnet ist. Der dabei entstehende Ringspalt ist stufenlos veränderbar und für einen weiten Durchsatzbereich geeignet. Am Ein- und Ausgang des Hauptstromkapillarviskosimeters ist je ein Drucktransmitter angeordnet. Das Differenzdrucksignal gelangt zur Rechenschaltung. Am Kapillarausgang liegt im Schmelzestrom der Temperaturfühler, dessen Ausgangssignal nach einem Verstärker mit einem Solltemperatursignal verglichen wird. Dieses Temperaturdifferenzsignal wird ebenfalls der Rechenschaltung zugeleitet. Weiterhin ist die Pumpenwelle der Zahnradruckpumpe mit einem Tachogenerator mechanisch verbunden und die erzeugte, dem Durchsatz entsprechende Spannung wird der Kompensationsschaltung zugeführt. Letztendlich wird der kompensierte elektrische Ausgangswert einem Anzeigegerät, das eine Viskositätseinheitenskala besitzt, und/oder einer Regelschaltung als Istwert zugeführt.

Wird nun der Medium-Strom von der Hochdruckpumpe erfaßt, gelangt er nach der Pumpe in den kegelförmigen Einlaufteil der Kapillare, an dessen Ende der Eingangsdruck durch den ersten Transmitter gemessen wird. Das Medium passiert die Kapillare und strömt über den kegligen Ausgangsteil, an dessen Anfang der zweite Drucktransmitter und der Temperaturfühler liegen, den weiteren Verbrauchern zu.

Die Förderleistung der Pumpe wird in eine analoge elektrische Spannung umgewandelt, mit einem Soll-Spannungswert verglichen und der Rechenschaltung zur Quotientbildung aus Soll- und Istdurchsatz zugeführt.

Analog dazu wird der als elektrische Spannungsgröße anfallende Druck vor und nach der Kapillare als elektrische Spannungsdifferenz verstärkt der Rechenschaltung zugeführt. Weiterhin gelangt das der Temperatur adäquate Spannungssignal verstärkt in die Vergleichsschaltung, in der ein vorge-

gebener Temperatur-Sollwert mit dem Istwert verglichen wird. Alle drei Spannungswerte gelangen nun zur Rechenschaltung, wobei das durchsatz- und temperaturkompensierte Differenzsignal das Maß für den Viskositätswert darstellt, das an einem Gerät (vorzugsweise einem Schreiber) ablesbar oder Eingangssignal für ein Regelungssystem ist.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an Ausführungsbeispielen näher erläutert werden:

Dazu zeigt

Fig. 1 - ein Blockschaltbild der Kombination des Kapillarviskosimeters mit der Kompensationsschaltung

Fig. 2 - eine Ausführung der Kapillare für Hochpolymerschmelze, wobei die Kapillare für zwei Meßbereiche durch Einschub eines querschnittsverengenden Dorns vorbereitet ist. Anordnung vor dem Spinnbalken.

Fig. 3 - einen Eingangsquerschnitt der Kapillare, der durch einen axial verschiebbaren Kegel verändert werden kann.

Beispiel 1

Einem Kapillarrohr 2 mit dem Einlauf- 2a und Auslaufkegel 2b ist eine Hochdruckzahnradpumpe 1 zum Durchsetzen von 5 l/min einer hochviskosen Polymerschmelze mit ca. 3000 P bei einem Druck von 230 kp/cm^2 und der Temperatur von 275°C vorgeschaltet. Das Rohr ist mit einem diphenylgefülltem Mantel und gegen Abstrahlung mit einer Iso-

lation (nicht gezeichnet) umgeben. Am Eingang und Ausgang der Kapillare 2 ist je ein Drucktransmitter 3; 3a angebracht, deren Stromwerte dem Differenzbaustein 4 und der nachgeschalteten Recheneinheit 5, in der mit im wesentlichen integrierten Schaltkreisen vorerst die gemessene Betriebs-Temperatur sowie der mittels Tachogenerator 7 gemessene Produktdurchsatz mit den vorgegebenen Sollwerten aus Konstantspannungsquellen verglichen werden. Mit den gebildeten Abweichungen wird der dem gemessenen Differenzdruck entsprechende Viskositätswert korrigiert und als Einheitssignal angezeigt. Solange die Werte für die Betriebstemperatur in den Produktionsgrenzen liegen ($\Delta t = \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$) wird die Schmelze-Viskosität, bezogen auf die Solltemperatur, angezeigt. Die so gemessenen Viskositätswerte sind miteinander vergleichbar. Die Änderung des Schmelzeviskositätswertes kann über die Anzeige sofort erkannt und durch Gegensteuerungsmaßnahmen rückgängig gemacht werden. Anschließend wird das aufbereitete Viskositätssignal einem Regler zugeführt, der eine den Verarbeitungsbedingungen der Schmelze entsprechende Viskosität konstant hält.

Beispiel 2 (Fig. 2)

Eine Anlage zum Verspinnen von Polyamid-Schmelze zu Endlosfäden war in kürzeren Abständen mit verschiedenen Durchsatzmengen von 100 und 40 kg/h zu betreiben. Die Vorrichtung gemäß Beispiel 1 mußte auf die geänderten Durchsatzbedingungen, die eine Differenzdruckänderung nach sich ziehen, im Bedarfsfall einstellbar sein. Daher wurde die von der Diphenyl-Heizleitung 12 umgebene Hauptstromleitung, in der die Kapillare 2 angeordnet war, so abgeändert, daß sie kurz hinter dem kegelförmig erweiterten Kapillarausgang 2b nach oben abbiegt und der Krümmer 10 in Verlängerung der Kapillarenmittellinie so durchbohrt wird, daß bei druck- und schmelzfreier Leitung ein kalibrierter Dorn 11 mit

den Abstandhaltern 13 in die Kapillare 2 eingesetzt und verschraubt werden konnte (Fig. 2). Für den größeren Durchsatz von 100 kg/h einer Schmelze mit der Viskosität von 3000 P bei 270 °C betrug der Innendurchmesser der Kapillare 2 30 mm und der Durchmesser des Dorns 11 16 mm. Der Meßfehler wurde mit $\pm 1\%$ v. E. ermittelt im Bereich bis 800 SV (Spez. LV). Für den geringeren Durchsatz bei gleichen oben genannten übrigen Parametern und dem gleichen Dornndurchmesser erhöhte sich der Meßfehler auf das Vierfache, da der Differenzdruck für die Meßanordnung zu klein blieb. Nach dem Auswechseln des Dorns 11 gegen einen solchen mit 20 mm Dornndurchmesser war der Normalzustand hergestellt und der Meßfehler wieder im Bereich $\pm 1\%$ v. E.

Beispiel 3:

Zur Einsparung der aufwendigen Ab- und Anfahrvorgänge wurde zweckmäßig die im Beispiel 2 gezeigte Vorrichtung so abgeändert, daß in den kegelförmig erweiterten Einströmteil 2a der Kapillare 2 ein konzentrisch angeordneter, axial verschiebbarer Kegel 14 mit einem Spitzenwinkel von 35° gemäß Fig. 3 eingesetzt wurde. Eine Durchsatzmengenumstellung konnte mit einer 80 %igen Zeit- und vollständiger Materialeinsparung durchgeführt werden.

Erfindungsanspruch

1. Kapillarviskosimeter zur kontinuierlichen Messung der Viskosität hochpolymerer Schmelzen, bestehend aus Kapillare mit Differenzdruckmessung sowie Temperatur- und Durchflußmessung zur Kompensation des Einflusses dieser Größen, dadurch gekennzeichnet, daß die Kapillare im Polymerschmelze-Hauptstrom unmittelbar vor dem Spinnbalken angeordnet ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

Fig. 1

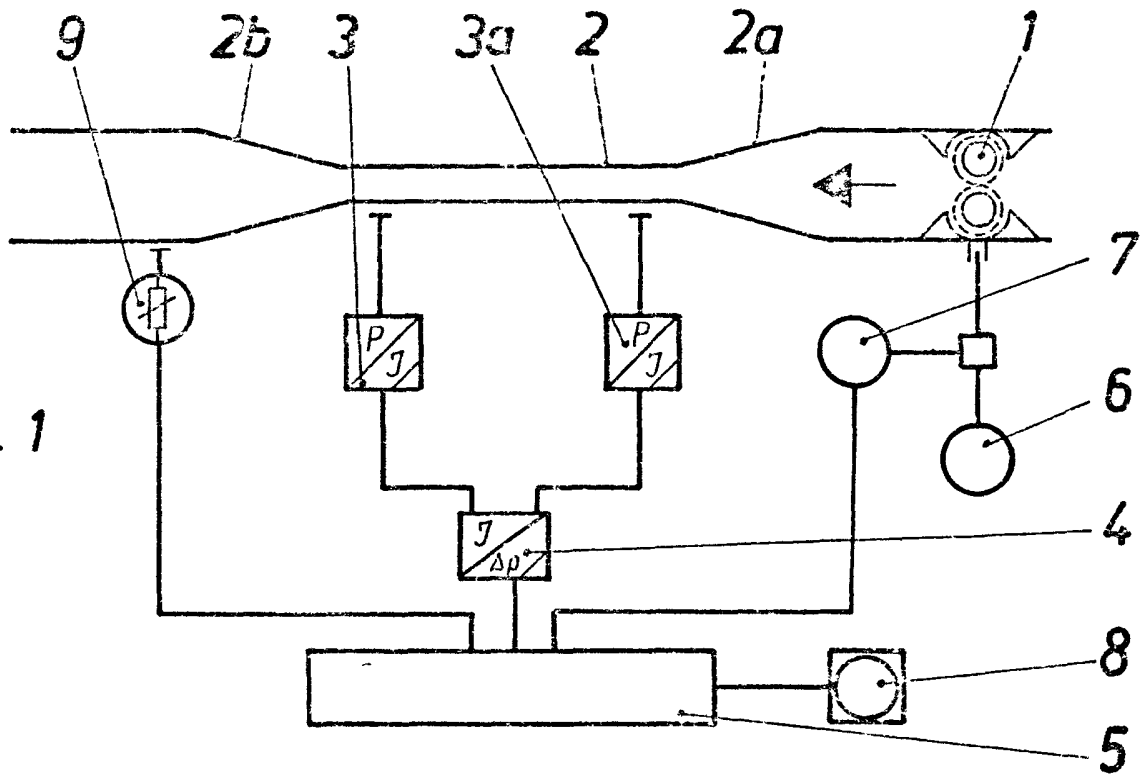


Fig. 2

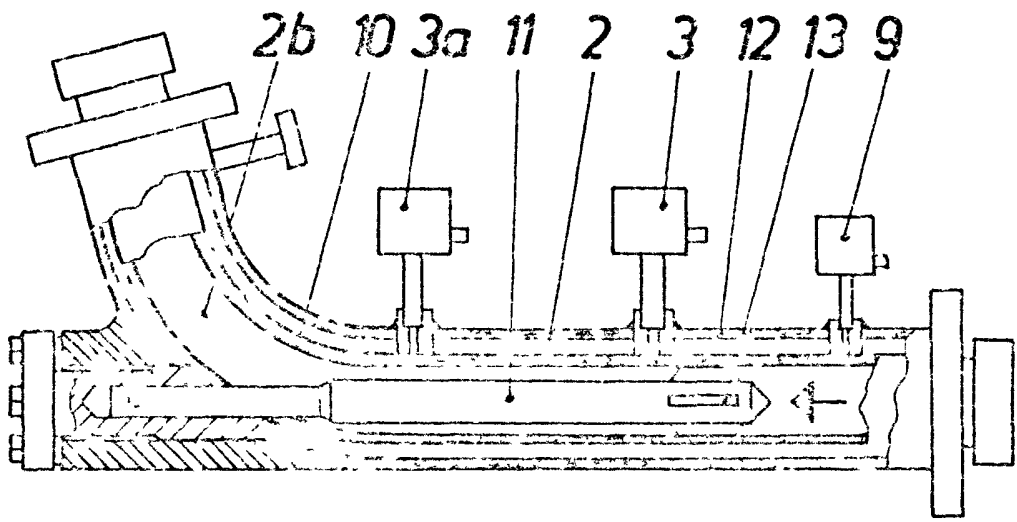


Fig. 3

