(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

(12) **OFFENLEGUNGSSCHRIFT**

Offengelegt nach § 10 Abs. 3 ErstrG

(11) **DD 301 843 A9**

(51) Int. Cl.[5]: G 01 N 11/04

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) Aktenzeichen:	(22) Anmeldetag:	(41) Aufgebot zur Akteneinsicht:	(43) Veröff.-tag der Offenlegungsschrift:
DD G 01 N / 341 898 2	21. 06. 90	07. 05. 92	11. 05. 94

(30) Unionspriorität:
–

(71) Anmelder bzw. Rechtsnachfolger:
Technische Hochschule „Carl Schorlemmer" Leuna–Merseburg, Geusaer Str., 06217 Merseburg, DE

(72) Erfinder: Schulze, Volkmar, Dr.-Ing., 06217 Merseburg, DE; Schnabel, Rainer, Dr. sc. techn., 06124 Halle-Neustadt, DE; Weise, Jürgen, Dr.-Ing., 07330 Probstzella, DE; Lohse, Gerd, Dr.-Ing., 06124 Halle-Neustadt, DE; Reher, Ernst-Otto, Prof. Dr. sc. techn., 06124 Halle-Neustadt, DE

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung und Selektierung der Gleitmittelwirkung in Polymerschmelzen

(55) Rheologie; Verarbeitungstechnik; Gleitmittel; Wandgleiten; Additiveinsatz; Referenztemperatur

(57) Die Erfindung findet Anwendung in der polymerverarbeitenden Industrie sowie in Forschungseinrichtungen der Polymerverarbeitung. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß während des Durchströmens einer Kapillare der entsprechenden Polymerschmelze ein Additiv mit Gleitmittelwirkung im Einlaufbereich zudosiert wird, der auftretende Gleitmechanismus selektiert wird, nachfolgend eine minimale erforderliche Gleitmittelzugabe bei Zuordnung einer Referenztemperatur festgestellt und ein Gleitmechanismus bei entsprechender Referenztemperatur festgelegt, die volumenbezogene Additivdosierung eingestellt und die Gleitmittelwirkung für die Mischung durch eine Kontrollmessung bestätigt wird.

ISSN 0433-6461

12 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung und Selektierung der Gleitmittelwirkung in fließfähigen Materialien, bei dem eine polymere Schmelze in einer Meßdüse mit Spezialkapillare, die an ein konventionelles Rheometer oder eine Verarbeitungsmaschine installiert ist, einer Scherbeanspruchung im Bereich von 10^{-2} bis 10^{5} 1/s ausgesetzt wird, gleichzeitig die Messung und Registrierung des Durchsatz-Druckverlust-Verlaufes über die Zeit bei simultaner Messung und Registrierung des Temperatur-Zeit-Verlaufes erfolgt, anschließend der Temperatur-Zeit-Verlauf hinsichtlich Haften oder Gleiten und der Temperatur-Zeit-Verlauf über die Kapillarlänge hinsichtlich des Gleitmechanismus ausgewertet sowie die Gleitgeschwindigkeit bestimmt wird, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Messung und Registrierung des Temperatur-Zeit-Verlaufes
   - im Düsengrundkörper
   - an der Kapillare bekannter geringer Wärmekapazität im Bereich ihrer Arretierung im Düsenkörper und
   - an über die Kapillarlänge verteilten Temperaturmeßstellen an der Kapillare bekannter geringer Wärmekapazität im Bereich, der gegenüber der Umgebung thermisch isoliert ist,

   erfolgt, während des Durchströmens der Kapillare der Schmelze das Additiv in einem Volumenprozentbereich von 0,01 bis 4 im Einlaufbereich zudosiert wird, der Gleitmechanismus
   - äußere Reibung anhand des Temperaturanstieges und
   - Gleitfilm anhand des Temperaturabfalles

   über die Kapillarlänge selektiert wird, danach eine erforderliche Gleitmittelzugabe bei Zuordnung der Referenztemperaturen
   - im Düsengrundkörper (T_{R1}) und
   - an der Kapillare im Bereich ihrer Arretierung im Düsengrundkörper (T_{R2})

   mittels Additivdurchsatzeinstellung so festgelegt wird, daß entlang der Kapillare eine Temperaturkonstanz oder -senkung erreicht wird, die Referenztemperatur mit

   $$T = (T_{R1} + T_{R2})/2$$

   festgelegt wird, die volumenbezogene Additivdosierung für das Polymer/Additiv-Gemisch im Verhältnis 1:5 bis 1:20 eingestellt und die Gleitmittelwirkung für die Mischung durch eine Kontrollmessung bestätigt wird.
2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1 mittels konventioneller Kapillarrheometer oder Verarbeitungsmaschinen, bestehend aus einem zonenweise beheizbaren zylindrischen Körper, der eingangsseitig mit einem Stempel oder einer Schnecke und ausgangsseitig mit einem Düsenkopf abgeschlossen ist, einer Grund- und Deckplatte, einem Verteilerelement, einer über die Oberfläche verteilt mit Thermoelementen versehenen und wärmeisolierten Meßkapillare und einer Dosierkapillare mit Drosselelement, **gekennzeichnet dadurch,** daß die wärmeisolierte Meßkapillare (7) in der Grundplatte (3) und einem Düsenkopf (9) mittig gehaltert und eingangsseitig durch das Verteilerelement (4), das zwischen Deck- (2) und Grundplatte (3) axial unterschiedlich positionierbar ist, wobei der Einlauf der Meßdüse in einem Winkel zwischen 90° und 180° gestaltet ist, abgeschlossen angeordnet ist, und die mit einem Drosselelement (6) versehene Dosierkapillare (5) mit dem Verteilerelement (4) abgeschlossen ist und je ein Thermoelement im nichtisolierten Teil der Meßkapillare (7) und der Grundplatte (3) vorgesehen sind.
3. Vorrichtung gemäß Anspruch 2, **gekennzeichnet dadurch,** daß der Düseneinlauf mittels Deck- (2) und Grundplatte (3) und Verteilerelement (4) konisch aufgebaut ist.
4. Vorrichtung gemäß Anspruch 2, **gekennzeichnet dadurch,** daß der Düseneinlauf mittels Deck- (2) und Grundplatte (3) und Verteilerelement (4) nach einem Kurvenprofil aufgebaut ist.
5. Vorrichtung gemäß Anspruch 2, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Verteilerelement (4) durch in der Deck- (2) und Grundplatte (3) radial angeordnete Düsenbohrungen ersetzt ist.

Hierzu 4 Seiten Zeichnungen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung und Selektierung der Gleitmittelwirkung in den unterschiedlichsten fließfähigen Materialien. Sie findet vorwiegend Anwendung in der polymerherstellenden, -aufbereitenden und -verarbeitenden Industrie sowie in materialwissenschaftlichen Forschungseinrichtungen. Das Verfahren und die Vorrichtung werden vorwiegend in Verbindung mit konventionellen Kapillarrheometern und Verarbeitungsmaschinen eingesetzt.

Bekanntermaßen ist seit den vierziger Jahren beim Strömen von Polymerschmelzen das Auftreten von Fließanomalien untersucht worden, zu deren Klärung zum Teil widersprechende Hypothesen existieren. Eine davon ist, daß im Bereich der Düsenwand ein Gleiten auftritt. Das konnte in den letzten Jahren für verschiedene Polymermaterialien, u.a. PVC-Schmelzen, HDPE und synthetischen Kautschuk, nachgewiesen werden (siehe z.B. Uhland, E.: Theoretische und experimentelle Untersuchungen zum anomalen Strömungsverhalten von extrahochmolekularem Polyethylen hoher Dichte, Diss. Universität Stuttgart 1978; Reher, E.-O., Bothmer, D., Schnabel, R.: Kunststoffe 78, 1988, 11; S.1109–1112; Bothmer, D.: Untersuchungen von Wandeffekten fluider Medien zur Beschreibung von Prozeßgrenzen in verarbeitungstechnischen Prozessen, Diss.A, Technische Hochschule „Carl Schorlemmer" Leuna-Merseburg 1988; Jepsen, D., Röbiger, N.: Kautsch. Gummi, Kunststoffe 41, 1988, 4; S.342–352).

In einer Literaturstudie von Berger sind Untersuchungsmethoden zum Haft-Gleit-Verfahren von Polymerschmelzen zusammengefaßt und diskutiert worden (Berger, R.: Plaste und Kautschuk 19, 1972, 2; S.113–118).

Nach einer von Mooney vorgeschlagenen Methode läßt sich das Wandgleiten durch Messungen mit Kapillaren unterschiedlichen Durchmessers feststellen (Mooney, M.: J. Rheol. 2, 1931, S.210–222).

Hiernach ist die Ermittlung der Gleitgeschwindigkeit möglich, wenn Versuche mit Düsen verschiedener Durchmesser und gleichem L/D-Verhältnis bei konstanter Wandschubspannung durchgeführt werden. Die Gleitgeschwindigkeit ist dann die Steigung der Geraden, die man erhält, wenn man die bei Düsen mit unterschiedlichen Durchmessern gemessenen Werte $V/\pi R^3$ über 1/R aufträgt.

Dabei ist insbesondere nachteilig, daß aufgrund der notwendigen vielen Messungen diese Methode sehr material- und zeitaufwendig ist; auch gestattet diese nicht das Erkennen der Art der vorherrschenden Wandeffekte.

Zur Vereinfachung der Experimente entwickelten Gleißle und Windhab dazu eine Zwillingskapillare, die an kommerzielle Kapillarrheometer angebaut werden kann (Gleißle, W.; Windhab, E.: Experiments in Fluids 3, 1935, S.177–180). Der Nachteil dieser Methode besteht in der oft fehlerhaften Druckgradientenbestimmung und bei Anwendung eines Extruders als Förderapparatur in den Förderunregelmäßigkeiten und dem Verweilzeitverhalten (thermische Vorgeschichte des Werkstoffes).

Untersuchungen mit verschieden eingefärbten Polymeren wurden von Mennig und Mitarbeitern durchgeführt (Mennig, G.: Rheol. Acta 15, 1976, 3/4, S.199–205; Hegler, R.-P., Mennig, G.: Rheol. Acta 20, 1981, 6, S.553–560).

Hierbei wird die Ortsveränderung der in den Strömungskanal eingebrachten dünnen gefärbten Polymerscheibchen, die sich während des Strömungsvorganges infolge der Scherverformung und ggf. des Wandgleitens einstellen, betrachtet.

Ähnliche Untersuchungen führten Ma u.a. im Einlaufbereich einer Kapillare durch (Ma C.-Y.; White, J.L.; Weissert, F.C.; Isayev, A.I.; Nakajima, N.: Min, K.: Rubber Chem. Technol. 58, 1985, S.815ff.).

Diese Untersuchungen sind auf kleine Wandschubspannungen begrenzt; auch ist die Unterscheidung der Ortsveränderungen der farbig markierten Stellen vor und nach einem Fließvorgang in jeweils erkaltetem Zustand infolge Scherverformung oder Wandgleiten nicht eindeutig.

Natov und Mitarbeiter untersuchen das Wandgleiten beim Fließen von Polymeren durch Kapillaren mit kreisrundem Querschnitt unter Einfluß niedermolekularer Zusätze (Natev, M., Avramova, J., Vassileva, S.: Rheol. Acta 19, 1980, 1, S.83–87).

Durch die Zugabe von niedermolekularen Zusätzen in die Polymere ist ein Anwachsen der Gleitgeschwindigkeit festzustellen. Die niedermolekularen Zusätze diffundieren in Richtung Kapillarwand und bilden somit einen Gleitfilm mit wesentlich niedrigerer Viskosität als der der Kernschmelze. Nachteilig ist hierbei, daß die Beobachtungen nur für die Kombination Zusatz/Polymer, nicht aber für das „reine" Polymer, d.h. für das in der Praxis zu verarbeitende Polymer zutreffen.

Die von Uhland dargelegten umfangreichen Untersuchungen am Kapillar-Rheometer beinhalten den Einfluß der Temperatur, der Oberflächenbeschaffenheit der Düse, der Düseneinlaufgeometrie, des Druckniveaus und von Zusatzstoffen auf den Verlauf der scheinbaren Fließkurve; auch wurden visuelle Untersuchungen, bei denen die Lage- und Gestaltänderungen farbig markierter Proben beobachtet wurden, durchgeführt (Uhland, E.: Theoretische und experimentelle Untersuchungen zum anomalen Strömungsverhalten von extrahochmolekularem Polyethylen hoher Dichte, Diss. Universität Stuttgart 1978). Neben den bereits oben angeführten Nachteilen zu den einzelnen Versuchsverfahren ist auch mit den von Uhland durchgeführten Untersuchungen keine Selektion von Gleitmechanismen sowie Gleitmodifikation machbar. Das gestatten auch weitere Betrachtungen (u.a. Langer, G.: Rheol. Acta 17, 1978, 1, S.77–97; Mennig, G., Subramaniau, N.: Polym. Engng. Sci. 22, 1982, 12, S.747–751; Janssen, L.P.B.M.: Rheol. Acta 19, 1980, 1, S.32–37; Vinogradov, G.V., Insarova, N.I., Boiko, B.B., Borisenkova, E.K.: Polym. Engng. Sci. 12, 1972, S.323–334; Vinogradov, G.V., Ivanova, L.I.: Rheol. Acta 7, 1968, 3, S.243–254; Cohen, Y., Metzner, A.B.: J.Rheol. 29, 1985, 1, S.67–102; Yoshimura, A., Prud'homme, R.K.: J. Rheol. 32, 1988, 1, S.53–67 und 32, 1988, 6, S.575–584) nicht.

Von Menges u.a. (Menges, G., Wortberg, J., Geisbüsch, P., Targiel, G.: Kautsch. Gummi. Kunstst. 34, 1981, 8, S.631–636) wird ein Dissipations- und ein Gleitmodell hergeleitet; eine Selektion von Gleitmechanismen sowie eine Gleitmodifikation – basierend auf der rheologischen Messung – ist nicht möglich.

Mit der DD-PS 263590 wird ein Verfahren dargelegt, das es gestattet, über das Auftreten von Wandgleiten zu entscheiden und den Gleitmechanismus zu selektieren.

Anwendung findet dabei eine Kapillare, die eine bekannte geringe Wärmekapazität und über die Länge zwei oder mehrere Temperaturmeßstellen aufweist, gegenüber der Umgebung thermisch isoliert installiert ist und damit der zeitliche und örtliche Verlauf der Temperatur während des Durchströmprozesses sowie der Durchsatz-Druckverlust-Verlauf bei gegebener Geometrie registriert wird (siehe auch: Reher, E.-O., Bothmer, D.; Schnabel, R.: Kunststoffe 78, 1988, 11, S.1109–1112).

Die Kapillare mit Thermoelementen ist mit einem Abschlußring bzw. einer Grundplatte und diese wiederum mit dem Düsengrundkörper verschweißt bzw. hartverlötet. Das ist gleichzeitig die Arretierung der Kapillare im Düsengrundkörper. Die wesentlichen Nachteile bestehen darin, daß eine Zudosierung von Additiven jeglicher Art nicht erfolgen kann und keine „Referenztemperatur" aus dem Düsengrundkörper – wie es als Versuchstemperatur bei der konventionellen Meßtechnik in der Rheometrie und als Prozeßtemperatur in der Verarbeitungstechnik derzeit gebräuchlich ist – bestimmbar ist. Von Nachteil ist

weiterhin, daß ein zerstörungsfreier Wechsel der Kapillare mit Thermoelementen im Düsengrundkörper nicht erfolgen kann. Bei der Untersuchung von Thermoplasten ist das weniger problematisch; die Kapillare ist verwendbar.
Bei der Untersuchung von vernetzenden Stoffsystemen ist das nicht möglich aufgrund des Aushärtens, d.h. der Änderung des chemischen Zustandes der vernetzenden Stoffsysteme ist ggf. pro Messung eine Kapillare erforderlich. Das Reinigen der Kapillare, d.h. die Entfernung der ausgehärteten Stoffsysteme ist schlecht realisierbar.
Auch die Arbeit im Batchbetrieb, d.h. Durchpressen von vernetzenden Stoffsystemen und nachfolgend von z.B. Thermoplasten bringt keinen Fortschritt; u.a. werden dadurch die Versuchsbedingungen beeinflußt. Auch macht sich ein häufiger Wechsel der Kapillare bei der Untersuchung von vernetzenden Stoffsystemen aufgrund von Verschleißerscheinungen (u.a. infolge der vielfältigen Stoffkombinationen und der während des Durchströmens ablaufenden Vernetzungsreaktion) an der Kapillarinnenwand erforderlich (siehe u.a. Volz, P.: Entwicklung und Erprobung von Verfahren zur Untersuchung des Reibungs- und Verschleißverhaltens von Kunststoff-Formmassen, Diss. TH Darmstadt 1981; Volz, P.: Kunststoffe 69, 1979, 11, S.758–771; Friedrich, K.: Friction and Wear of Polymer Composites, Fortschr.-Ber. VDI-Z., Reihe 18, Nr.15, Düsseldorf; VDI-Verlag GmbH 1984).
Die Anwendung dieses Verfahrens und der beschriebenen Kapillare zur Durchführung des Verfahrens ermöglichen keine Untersuchungen zum gezielten Gleitmitteleinsatz unter Berücksichtigung praxisrelevanter Prozeßbedingungen.
Die wesentlichen Nachteile bestehen darin, daß eine Indosierung von Additiven jeglicher Art nicht erfolgen kann und keine „Referenztemperatur" aus dem Düsengrundkörper – wie es als Versuchstemperatur bei der konventionellen Meßtechnik in der Rheometrie und als Prozeßtemperatur in der Verarbeitungstechnik derzeit gebräuchlich ist – bestimmbar ist. Eine übersichtliche tabellarische Darstellung über experimentelle Arbeiten zum Gleiten wird von Atwood und Schowalter gegeben (Atwood, B.T.; Schowalter, W.R.: Rheol. Acta 28, 1989, 2; S.134–146).
Zur Bestimmung der Geschwindigkeitsprofile verschiedener Polyethylenschmelzen verwendeten Maxwell und Mitarbeiter eine transparente Runddüse, mittels der sie den innerhalb einer bestimmten Zeit zurückgelegten Weg von eingebrachten Farbpartikeln unter dem Mikroskop ausmaßen (Maxwell, B.; Galt, J.; Maxwell, B.: Modern Plastics 42, 1964, S.115–117 und 120–139; Gogos, C.G.; Maxwell, B.; Galt, J.C.: J. Polym. Sci. 62, 1962, 173, S.50–53).
Der Nachteil dieser Methode besteht darin, daß die Ergebnisse von der Partikelgröße abhängig sind und Fehler infolge der Verzerrungen im Randbereich der Runddüsen entstehen; auch sind nur Experimente mit transparenten Flüssigkeiten durchführbar.
Zur Ausschaltung der beiden erstgenannten Nachteile verwendeten Otter und Mitarbeiter eine mit Fenstern versehene Breitschlitzdüse und beobachteten die in der Schmelze selbst schon vorhandenen kleinen Gel- und Staubpartikelchen (den Otter, J.L.; Wales, J.L.S.; Schijf, J.: Rheol. Acta 6, 1967, 3, S.205–209; den Otter, J.L.: Plastics & Polymer 38, 1970, S.155–168; Rheol. Acta 10, 1971, 2, S.200–207 und 14, 1975, 4, S.329–336). Nachteilig ist hierbei weiterhin, daß nur Experimente mit transparenten Flüssigkeiten durchführbar sind.
Zur Untersuchung des Wandverhaltens werden auch Düsen aus verschiedenen Werkstoffen und/oder mit unterschiedlichen Oberflächenbeschaffenheiten eingesetzt (Methger, A.P.; Hamilton, C.W.: SPE-ANTEC 16, 1970, S.13–19; Tordells, J.P.; Appl. Polym. Sci. 7, 1963, S.215–229; Offermann, H.: Die Rheometrie wandgleitender Kunststoffschmelzen, untersucht am Beispiel von Hart-PVC, Diss. TH Achen 1972; Knappe, W.; Krummböck, E.: Rheol. Acta 25, 1986, 3, S.296–307; Ramamuthy, A.V.: J. Rheol. 30, 1986, 2, S.331–357). Bei diesen Untersuchungen werden von den Autoren die widersprüchlichsten Beobachtungen dargelegt, als Ursachen werden u.a. das Größerwerden des Durchmessers der unter Innendruck stehenden Düse und elektrokinetische Vorgänge angeführt.
Atwood und Schowalter (Rheol. Acta 28, 1989, 2, S.134–146) benutzen zur Untersuchung des Wandgleitens ein Heiß-Film-Anemometer, welches wandgängig in eine Schlitzdüse montiert wird. Die Untersuchungen beruhen hierbei auf der entsprechenden Änderung des Wärmeübergangskoeffizienten bei Geschwindigkeitsänderungen in Wandnähe.
Die Zuführung von Fluiden zu sogenannten Kernströmungen ist aus der Extrusions- und Spritzgußtechnik (u.a. Kabelummantelungen) bekannt (Hensen, F.: Plastics Extrusion Technology, Munich u.a.: Carl Hanser Verlag 1986; DD-PS 101848). Der Nachteil der dort beschriebenen Formwerkzeuge besteht darin, daß diese nicht in der Rheometrie anwendbar sind, d.h. keine Rheometerströmungen mit der entsprechenden Druck- und Temperaturmeßtechnik realisierbar sind.
Den Stand der Technik bei der Massetemperaturmessung von Strömungen in Werkzeugen, Verarbeitungsmaschinen sowie rheologischen Geräten verkörpert der entlang der Wandung eingesteckte bzw. eingeschraubte Temperaturfühler. Einen guten Überblick über die praktizierten Massetemperaturmessungen geben die Ausführungen von Pütz und Becker (Pütz, H.: Messen von Extrusionsdruck und Schmelzetemperatur unter besonderer Berücksichtigung der Meßfühlerauswahl für den Produktionsbetrieb, in: AK: Messen und Regeln beim Extrudieren, VDI Verlag GmbH Düsseldorf 1982, S.61–90; Recker, H.: Massetemperaturmessung in hochviskosen Schmelzen, in: AK: Wärmeübertragung bei der Kunststoffaufbereitung, VDI Verlag GmbH Düsseldorf 1986, S.73–93).
Üblicherweise werden Temperaturfühler nach folgenden Konstruktionsprinzipien verwendet:
1. wandbündiger Fühler
2. Tauchsonde
3. feste Hakensonde
4. verschiebbare Hakensonde
5. Meßsteg mit ein oder mehreren Temperaturfühlern.

Der Nachteil des wandbündigen Fühlers besteht darin, daß bei Bestehen eines großen Temperaturgradienten im Fühler selbst (z.B. starke Wärmeabfuhr nach außen), der Meßwert verfälscht wird. Dieser wird außerdem stark von der Wandtemperatur beeinflußt, so daß der Informationswert hinsichtlich der Massetemperatur gering ist.
Wegen der Lage des Tauchrohres quer zur Strömungsrichtung ergibt sich bei der Tauchsonde ein deutlicher und unvermeidlicher Wärmeleitfehler mit der Konsequenz, daß die angezeigte Temperatur weder die örtliche noch eine mittlere Temperatur ist. Die Tauchsonde mißt irgendeine Temperatur, die zwischen den minimalen und den maximalen Werten des Temperaturprofils liegt. Der Nutzen einer solchen Sonde besteht darin, daß zeitliche Änderungen im Temperaturverlauf verfolgt werden können, jedoch nur dann, wenn diese nicht zu rasch vor sich gehen. Die Sonde ist aufgrund ihrer Konstruktion thermisch träge und gestattet keine schnelle Temperaturmessung.

Der konstruktive Nachteil, daß das parallel zu den Stromlinien liegende Hakenrohr möglichst dünn und lang sein muß, um die Nachteile des Tauchrohres auszuschalten, macht die Hakensonde mechanisch empfindlich. Der Steg mit den aufgesetzten Temperaturfühlern bzw. dessen Einbau erfordert regelmäßig eine aufwendige konstruktive Vorbereitung.
Über Kapillare bzw. Fließkanäle, bei denen während des Durchströmprozesses die Temperatur gemessen werden kann, d.h. die über die Länge eine oder mehrere Temperaturmeßstellen aufweisen, wird u.a. in der DD-PS 136653 und über Kapillare, die gegenüber der Umgebung thermisch isoliert und mit Temperaturmeßstellen versehen sind in der DD-PS 152197 und von Reher, E.-O.; Bothmer, D.; Schnabel, R.: Kunststoffe 78, 1988, 11, S.1109–1112 berichtet.
Die in der DD-PS 136653 beschriebene Vorrichtung betrifft ein Kapillarviskosimeter. Mit dieser Vorrichtung ist jedoch keine Massetemperatur meßbar, sondern, wie auch angegeben, nur der Wandtemperaturverlauf über die Kapillarlänge.
Bei der Untersuchung von Strömungsvorgängen ist eine Wärmestrommeßsonde bekannt, mit der der örtliche Wärmeübergang insbesondere in Grenzschichtströmungen, gemessen wird (Weiß, E.: Maschinenbautechnik, Berlin 29, 1980, 6, S.277–281; Sauer, H.; Rutloff, G.; Seidel, G.: Maschinenbautechnik, Berlin 33, 1984, 11, S.484–490; Georges, A.: Wiss. Bericht IHZ 647, 1986, 9, S.16–19).
Diese arbeitet nach der Hilfswandmethode. Dabei ist ein Thermoelement am Rand der Sonde und ein weiteres an eine wandbündig eingesetzte Hilfswand mittig mittels Schweißverbindung installiert. Die zwischen Mitte und Rand an der wandbündig eingesetzten Hilfswand gemessenen Temperaturdifferenzen sind ein Maß für den Wärmestrom vom Fluid zur Wand. Da die Hilfswand als innige Verbindung Bestandteil des Strömungskanals ist, wird das Meßergebnis durch die Wandtemperatur beeinflußt.
Von Doboczky sowie Bisping wird ein Extruderzwischenstück (Düsensystem), das für die „Viskosystem"-Meßmaschine (DAVO, Troisdorf) entwickelt wurde, beschrieben. Dabei ist die Kanalausbildung so vorgenommen worden, daß die Masse-Druck- und Masse-Temperatur-Fühler direkt mit der Kanalwand abschließen und keinerlei Strömungshindernisse bilden.
Bei dieser technischen Lösung wird nicht die wahre Massetemperatur gemessen; das Meßergebnis ist stark von der Wandtemperatur überlagert bzw. beeinflußt.
Eine weitere Möglichkeit zur Erfassung der Massetemperatur mit relativ geringem Wärmeleitfehler bilden temperaturkompensierte Grenzschichtfühler.
Hierbei befinden sich zwei Thermoelemente in einer Platte, die aus gut wärmeleitfähigem Material besteht. Diese Platte, die mit der Schmelze in Kontakt steht, ist gegen die übrigen Teile des Fühlers thermisch isoliert und durch eine Wicklung auf die zu erwartende Meßtemperatur vorgeheizt. Ein drittes Thermoelement, das sich in unmittelbarer Nähe der Heizung befindet, dient zusammen mit einem der beiden Thermoelemente in der Platte, zum Regeln der Heiztemperatur.
Die Temperatur der Platte und damit die Schmelzetemperatur wird mit dem zweiten, in der Platte angeordneten Element gemessen. Durch diesen Aufbau des Fühlers soll eine Wärmeableitung von der Schmelze zum Meßelement vermieden werden, es kann jedoch in jedem Fall nur die Schmelztemperatur in unmittelbarer Nähe der Zylinderwand gemessen werden. Eine Überlagerung bzw. Beeinflussung des Meßergebnisses durch die Heiztemperatur sowie die Temperatur der thermisch leitfähigen Platte selbst ist hier nicht ausgeschlossen.
Auch bei der in DD-PS 152197 vorgeschlagenen Lösung wird das Meßergebnis durch die Rohrtemperatur beeinflußt. Eine Zuführung von Fluiden zur sogenannten Kernströmung ist nicht realisierbar, auch ist die Temperaturentwicklung in der dargestellten Düse selbst nicht meßbar.
Die Untersuchungen zum Gleitmitteleinsatz (Rezepturoptimierung) erfolgen derzeit nach rein empirischen Gesichtspunkten; auch sind die Mechanismen der Wirkung von Gleitmitteln umstritten; bzw. von den Füllstoffen abhängig (Gosztolya, T.: Zum Wandgleitverfahren gefüllter PVC-Formmassen, Diss. A, TU Karl-Marx-Stadt 1990).
Das Einmischen der Gleitmittel in die entsprechenden Polymere, d.h. die Mischungsherstellung erfolgt üblicherweise mittels Kneter; die nachfolgenden rheologischen Untersuchungen mit konventionellen Rheometern.
Das Ziel der Erfindung ist die praxisrelevante Messung und Einstellung von Wandeffekten zur Nutzung von Additiven mit Gleitmittelwirkung bei der Polymeraufbereitung und -verarbeitung, d.h. einen Gleitmitteleinsatz als aufbereitungs- und verarbeitungstechnisches Hilfsmittel zu ermöglichen.
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde ein Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen, die es mit geringem experimentellem Aufwand, leichter Handhabung und in Verbindung mit konventionellen Rheometern oder Verarbeitungsmaschinen gestatten, die Temperaturentwicklung in sich selbst, von der strömenden Schmelze in Überlagerung mit der des Strömungskanals und der in der wandnah strömenden Schmelze bzw. Fluids simultan zu messen und zu registrieren und durch Variation von Art und Menge des Additivs mit Gleitmittelwirkung unter definiert einstellbaren Prozeßbedingungen über das Auftreten von Wandgleiten bei Thermoplasten, Duromeren und Elastomeren zu entscheiden, den Gleitmechanismus zu selektieren und gezielt dessen Wirkung, unter gleichzeitiger Ermöglichung der Einstellung definierter wandnaher Grenzschichtströmungen, einzustellen.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß eine polymere Schmelze in einer Meßdüse mit Spezialkapillare – die an ein konventionelles Rheometer bzw. eine Verarbeitungsmaschine installiert ist – einer Scherbeanspruchung

$$j = 10^{-2} \text{ bis } 10^{5} \ 1/s$$

ausgesetzt wird.
Während des Durchströmens der Kapillare wird der Schmelze über eine separate Dosierkapillare das Additiv im Einlaufbereich der Kapillare ringartig oder über Düsen bei gezielter Variation der Konzentration und des Durchsatzes des Additivs zudosiert; gleichzeitig erfolgt die Messung und Registrierung des Durchsatz-Druckverlust-Verlaufes über die Zeit bei simultaner Messung und Registrierung des Temperatur-Zeit-Verlaufes

a) im Düsenkörper, entspricht der Prozeß- bzw. Zylindertemperatur,
b) an der Kapillare bekannter geringer Wärmekapazität im Bereich ihrer Arretierung im Düsengrundkörper, entspricht der Überlagerungstemperatur von Schmelze- und Zylindertemperatur, und
c) an über die Kapillarlänge verteilten Temperaturmeßstellen an der Kapillare bekannter geringer Wärmekapazität im Bereich, der gegenüber dem Düsengrundkörper thermisch isoliert ist.

Anschließend erfolgt eine Bewertung des Temperatur-Zeit-Verlaufes zur Entscheidungsfindung: wandfreie Schmelze oder Schmelze, die Wandeffekte aufweist.
Wandhaften: Zuerst konstanter Temperatur-Zeit-Verlauf, dann Anstieg der Temperatur mit der Zeit durch Dissiptation,
Wandgleiten: Temperaturanstieg mit der Zeit, pulsierende Temperatur, Anstieg–Abfall.
Die Selektion der Gleitmechanismen erfolgt mittels Auswertung des Temperatur-Zeit-Verlaufes an mehreren Meßstellen über die Kapillarlänge im Bereich, der gegenüber der Umgebung thermisch isoliert ist, mindestens jedoch an einer Meßstelle in der Nähe des Kapillareinlaufes und an einer Meßstelle in der Nähe des Kapillaraustritts. Ein Anstieg der Temperatur über die Länge der Kapillare weist auf reine äußere Reibung hin, ein Abfall der Temperatur bedeutet Ausbildung eines Gleitfilmes. Die Bestimmung der Gleitgeschwindigkeit v_g erfolgt nach der Gleichung

$$v_g = \frac{dT}{dt} * \frac{\rho_K * c_{pK} * (R_a^2 - R_i^2)}{2\tau_W * R_i}$$

Die Einstellung der Mischungszusammensetzung polymere Schmelze-Additiv mit Gleitmittelwirkung erfolgt für Polymerschmelzen, die äußeres Gleiten zeigen, durch die Festlegung einer minimalen erforderlichen Gleitmittelzugabe als Additiv, indem aus den Temperaturunterschieden längs der Kapillare und dem Anstieg an einer Meßstelle der Kapillare bei der durchgeführten Durchsatzvariation polymere Schmelze-Additiv eine Temperaturkonstanz bzw. -senkung enlang der Kapillare erreicht wird, die das Vorliegen eines Gleitfilms im Sinne der Verhinderung des Reibens der Polymerschmelze an der Kapillarwand garantiert.
Durch die Zuordnung der Referenztemperaturen
* im Düsengrundkörper und
* an der Kapillare bekannter geringer Wärmekapazität im Bereich ihrer Arretierung im Düsengrundkörper
und die abschließende Kontrollmessung bei den Referenztemperaturen wird die Wirksamkeit des Gleitmechanismus auf eine prozeßrelevante Temperatur bezogen.
Die Referenztemperaturen entsprechen in der Praxis den an Verarbeitungsmaschinen eingestellten Prozeßtemperaturen.
Die Kontrollmessung garantiert die Sicherheit der Wirksamkeit des Additives im Bereich der Prozeßtemperaturen.
In einem letzten Schritt erfolgt eine Anpassung der volumenbezogenen Additivdosierung, in dem von der minimalen erforderlichen Gleitmittelzugabe an der Wand auf die Dosierung für das Gesamtvolumen geschlossen wird. Dabei wurde gefunden, daß eine Dosierung Gleitfilmadditiv/Polymer zu Additiv/Polymer im Verhältnis 1:5 bis 1:20 für viele Polymerschmelzen das Auftreten von „äußerem Gleiten" verhindert.
Damit wird insbesondere die Verarbeitung von thermomechanisch empfindlichen Polymeren ermöglicht oder verbessert. Für Polymerschmelzen, die strukturbedingtes schwachausgebildetes Wandgleiten auf der Basis eines Gleitfilms zeigen, kann nach dem o. a. Verfahrensschritt die Einstellung der Mischzusammensetzung sinngemäß eine Verbesserung der Gleitmittelwirkung erreicht werden und die Verarbeitbarkeit der Polymerschmelzen erleichtert oder das prozeßbezogene Verarbeitungsfenster vergrößert werden; z. B. Senkung der Verarbeitungstemperatur, Erhöhung der Verarbeitungsgeschwindigkeit.
Die Additive als Gleitmittel werden auf stofflich ökonomischer und ökologischer Basis ausgewählt. Als Additiv mit Gleitmittelwirkung finden auch die Substanzen Anwendung, die die zu erwartenden Bestandteile des beim Durchfließen entstehenden Gleitfilmes der polymeren Schmelze ganz oder teilweise enthalten; damit wird die Wirkung von Rezepturbestandteilen gezielt auf das Gleiten untersucht. Erzielt wird damit u. a. eine Minimierung der – nur als Verarbeitungshilfsmittel fungierenden – Gleitmittelzusätze.
Unlösliche Additive mit Gleitmittelwirkung (z. B. Pulver) werden als niedrigviskose Schmelzen oder Suspensionen zudosiert. Als Additiv mit Gleitmittelwirkung kommt dabei auch eine Mischung aus Gleitmittel und polymerer Schmelze zur Anwendung, die dann derselben polymeren Schmelze, die in der „Additivmischung" enthalten ist, zudosiert wird.
Als Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens findet eine Meßdüse mit Spezialkapillaren Anwendung. Erfindungsgemäß besteht diese Vorrichtung aus einer wärmeisolierten Meßkapillare, die in einer Grundplatte und in einem Düsenkopf mittig gehaltert und einseitig durch ein Verteilerelement, das zwischen der Deck- und Grundplatte axial verschiebbar ist, wobei der Einlauf der Düse in einem Winkel von 90°–180° gestaltet ist, abgeschlossen wird.
Zugehörig ist eine Dosierkapillare mit Dosierelement, die mit einem Verteilerelement abgeschlossen ist. Es ist je ein Thermoelement im nichtisolierten Teil der Meßkapillare und in der Grundplatte installiert.
Der Düseneinlauf kann mittels Deck-, Grundplatte und Verteilerelement konisch sowie nach einem Kurvenprofil gestaltet sein. Das Verteilerelement zur Einbringung der Additive kann durch in die Deck- und Grundplatte radial angeordnete und verschließbare Düsenbohrungen ersetzt werden. Über die Länge der Kapillare sind Thermoelemente verteilt.
Während des Durchströmens der Kapillare wird der Schmelze mittels der Dosierkapillare und des Verteilerelementes wandnah das Additiv im Einlaufbereich der Kapillare zudosiert. Gleichzeitig erfolgt die Messung des Durchsatz-Druckverlust-Verlaufes über die Zeit bei simultaner Messung und Registrierung des Temperatur-Zeit-Verlaufes
- in der Sackbohrung der Grundplatte (entspricht der Prozeß- bzw. Zylindertemperatur)
- an der Kapillare im Bereich ihrer Arretierung in der Grundplatte (entspricht der Überlagerungstemperatur von Schmelze- und Zylindertemperatur) und
- an über die Kapillarlänge verteilten Temperaturmeßstellen an der Kapillare, die gegenüber der Zylinderwandung des Grundkörpers isoliert ist (entspricht der Temperatur des wandnahen Schmelze- bzw. Additivfilms).

Durch die Variation der Konzentration und des Durchsatzes des entsprechenden Additives lassen sich definierte wandnahe Grenzschichtströmungen einstellen.
Durch den Zusatz von wählbaren flüssigen Additiven und deren örtliche kontinuierliche Zudosierung wird ein definiertes Wandverhalten polymere Schmelze–Werkzeugwand einstellbar, was der Ausbildung eines Wandgleitmechanismus entspricht.
Durch die Messung des Temperatur-Zeit-Verlaufes
- in der Sackbohrung der Grundplatte und
- an der Kapillare im Bereich ihrer Arretierung in der Grundplatte

ist jedem Wandverhalten eine praxisrelevante Prozeßtemperatur zuzuordnen.

Die Vorrichtung ermöglicht es, gleichzeitig Wärmeleitprobleme an Stoffen mit komplizierten nichtnewtonschem Verhalten, insbesondere von Stoffen, die Wandphänomene zeigen, zu vermessen. Es werden zeitliche und örtliche Fließprozesse erklärbar und Zonen des Fließens über die Kapillarlänge erkennbar.
Durch den erfindungsgemäßen Aufbau der Vorrichtung sind keine Löt- bzw. Schweißverbindungen notwendig, die einem zerstörungsfreien Wechsel der Kapillare mit den entsprechenden Thermoelementen entgegenstehen; d.h., der Düsengrundkörper, die Deck- und Grundplatte sowie das Verteilerelement mit Dosierkapillare und Drosselelement bleiben stets wiederverwendbar. Das ist insbesondere bei der Untersuchung von vernetzenden Stoffsystemen von enormer ökonomischer Bedeutung.
Bei konisch gestaltetem Einlaufbereich erfolgt die Zudosierung des Additivs vorzugsweise am Zugang zum konischen Einlaufbereich. Durch die geometrische Gestaltung bzw. Kombination von Deck-, Grund- und Verteilerelement ist die örtliche Lage der Additivzudosierung im konischen Einlaufbereich variierbar. Damit können gleichzeitig Einlaufeffekte untersucht werden. Der Einlaufwinkel liegt zwischen 90° und 180°, praxisrelevant zwischen 90° und 120°.
Neben der Gleitmittelmodifikation gestattet das dargelegte Verfahren mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens auch Aussagen
- zur Wechselwirkung von energetischen Effekten und Thermoinstabilitäten,
- zur Strömungsbeeinflussung in Formwerkzeugen, z.B. in ihrem Einlaufbereich,
- zur Steuerung von Fouling-Prozessen,
- zur Rezepturentwicklung selbst und
- zur Wirkung von Isoliermaterialien.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend anhand von drei Beispielen näher erläutert werden. Die Zeichnungen stellen folgende Sachverhalte dar

Fig. 1: den prinzipiellen Aufbau der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem konischen Düseneinlauf
Fig. 2: den prinzipiellen Aufbau der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem 180°-Düseneinlauf
Fig. 3: den gemessenen Temperatur-Zeit-Verlauf einer HDPE-Schmelze und
Fig. 4: den gemessenen Temperatur-Zeit-Verlauf einer PVC-H-Schmelze
(Kurve 1: 0,05 Ma.-% – Gleitmittel
Kurve 2: 0,1 Ma.-% – Gleitmittel
Kurve 3: 0,2 Ma.-% – Gleitmittel
τ_w = 0,2 MPa, L/D = 20).

Der in Fig. 1 dargestellte Düsenkopf 9 ist für Kapillarrheometer älterer und in Fig. 2 für Kapillarrheometer neuer Bauart ausgeführt.
Die in Fig. 1 dargestellte Kapillare 7 ist mittels der Sackbohrung im Düsenkopf 9 und am Düseneinlauf durch die Grundplatte 3 arretiert.
In dem Verteilerelement 4 ist die Dosierkapillare 5 eingepaßt, wodurch diese gehalten wird. Durch die Bohrungen in der Grundplatte 3 und im Düsenkopf 9 wird sie arretiert.
Das Verteilerelement 4 wird von der Deckplatte 2 abgedeckt. Über die Länge der Kapillare 7 sind Thermoelemente 8 hart aufgelötet.
In der Sackbohrung der Grundplatte 3 ist nahe dem zonenweise beheizbaren Zylinder 10 ein weiteres Thermoelement 8 installiert.
Zur Isolation der Kapillare 7 gegenüber der Zylinderwandung des Düsengrundkörpers 1 wird die Grundkörpersockelbohrung mit Isoliermaterial 11 ausgefüllt.
Durch die Variation der Konzentration und des Durchsatzes des entsprechenden Additivs lassen sich die erfindungsgemäßen Wirkungen erreichen. Durch die Messung des Temperatur-Zeit-Verlaufes
- in der Sockelbohrung der Grundplatte $T_1 = f(t_1)$ und
- an der Kapillare im Bereich ihrer Arretierung in der Grundplatte $T_2 = f(t_2)$

ist jedem sich ausbildenden Wandverhalten eine praxisrelevante Prozeßtemperatur zuzuordnen.
Die Vorrichtung ermöglicht es, auf einfache Art und Weise die o.g. Probleme zu lösen und Phänomene zu erklären.
Bei konisch gestaltetem Einlaufbereich, entsprechend Fig. 1, erfolgt die Zudosierung des Additives vorzugsweise am Zugang zum konischen Einlaufbereich. Durch die geometrische Gestaltung bzw. Kombination von Deckplatte 2, Grundplatte 3 und Verteilerelement 4 ist die örtliche Lage der Additivdosierung im konischen Einlaufbereich variierbar. Damit sind die o.g. Effekte untersuchbar.
Eine Polyethylenschmelze (HDPE, MFI = 5,5) wurde in der erfindungsgemäßen Vorrichtung, bestehend aus einer Meßdüse mit Spezialkapillare L/D = 26,18 und einem konischen Einlauf von 120° sowie einer Dosiereinrichtung für Gleitmittel am Eingang des konischen Teils, vermessen.
Es wurden Versuche ohne und mit Gleitmitteleinsatz gemacht. Das eingesetzte Gleitmittel bestand aus einem Gemisch von niedermolekularem Polyethylen und Stabilisator (0,1 Ma.-%), dessen Konzentration variiert wurde. Die Betriebsdaten waren: Meßtemperatur 445 K, Druckbereich p = 6 bis 30 MPa, Wandschubspannungsbereich τ_W = 0,2 bis 0,8 MPa.
Mittels der über die Kapillarlänge verteilten Thermoelemente wurden die örtlichen und zeitlichen Temperaturverläufe gemessen. Entsprechend den Betriebsdaten wurden in einem ersten Versuchsschritt Meßreihen bei Variation der Wandschubspannung τ_W ohne Gleitmittelzusatz gefahren.
Aus dem Verlauf der Temperatur (Fig. 3, Kurve 1) wird der verfahrensgemäß auf Wandgleiten und auf den Gleitmechanismus äußere Reibung geschlossen, da ein Temperaturanstieg auftritt. Durch die Fahrweise bei unterschiedlichen Wandschubspannungen kann damit – bei Versuchen ohne Gleitmitteleinsatz – eine kritische Wandschubspannung festgestellt werden, bei der das Gleiten beginnt.

Im vorliegenden Fall ergab sich der Wert zu 0,12 MPa. In einem zweiten Versuchsschritt wurden Meßreihen bei Konzentrationen des Gleitmittels von 0,01, 0,05 und 0,1 Ma.-% durchgeführt. Aus den Zeitverläufen der Temperatur an einer Meßstelle wird der Gleitmechanismus „äußere Reibung" bestätigt. Der Einfluß des Gleitmittels zeigt sich im Absinken der kritischen Wandschubspannung auf Werte unter 0,1 MPa und deutlich geringere Wandtemperaturen T(t).
Der Vergleich der Temperaturentwicklung an den entlang der Kapillare verteilten Thermoelementen zeigt ohne Gleitmittel bei kleineren Wandschubspannungen einen Temperaturanstieg, mit Gleitmittel eine Temperaturkonstanz bzw. -abnahme.
Bei den Versuchen ohne Gleitmittelzusatz ergab sich ein leichter Temperaturanstieg von 8K, bei den Versuchen mit Gleitmittelzusatz ein Temperaturabfall (z.B. bei τ_w = 0,24 MPa um 5K).
Als Ergebnis wurden minimale Gleitmittelkonzentrationen von 0,05 Ma.-% bis 0,1 Ma.-% als einsetzbar festgestellt.
Im nächsten Versuchsschritt erfolgt die Einstellung der Additivdosierung, indem durch den Vergleich der Temperatur im Düsengrundkörper (T_{R1}) und der an der Kapillare im Düsengrundkörper (T_{R2}) bei Referenztemperaturen eine Kontrollmessung durchgeführt wird.
Die Meßtemperatur betrug am Kapillarviskosimeter 445K, die Temperaturen T_{R1} = 446K und T_{R2} = 443,5K. Als Referenztemperatur wurde $T = (T_{R1} + T_{R2})/2 \approx 445K$ festgelegt, was der vielfach bestätigten Bedingung $T = T_{R1} \pm 3K$ entspricht.
Anschließend erfolgte für diese Temperatur die Berechnung der mit Sicherheit notwendigen volumenbezogenen Additivdosierung für das Polymer/Additiv-Gemisch im Verhältnis 1:10, d.h., 1 Ma.-% Gleitmittel wurde dem HDPE zugemischt. Die Kontrollmessung für diese Mischung bestätigte die Gleitmittelwirkung. Bei der anschließenden Verarbeitung der Mischung auf einem Extruder mit Breitschlitzwerkzeug wurde eine Erhöhung des maximalen Durchsatzes bei sehr guter Oberflächenqualität erreicht.
Eine vorteilhafte Anwendung des Verfahrens ergibt sich für thermoinstabile Polymere, bei deren Verarbeitung die entstehende Dissipationswärme ihr Verarbeitungsverhalten und Eigenschaftsniveau stark beeinflußt. Für die Verminderung dieser Wirkung sind Rezepturen als „geschmierte Typen der Polymere" einzustellen. Das wird im folgenden Beispiel erläutert.
Eine ungeschmierte PVC-H-Type mit einem K-Wert von 60 wurde in der erfindungsgemäßen Vorrichtung, die aus einer Meßdüse mit einer Spezialkapillare mit einem Radius von 0,5mm und einer Länge von 20mm bestand und die einen konischen Einlauf von 120° sowie eine Dosiervorrichtung für Gleitmittel besaß, vermessen.
Aus den ermittelten Durchsatz-Druckverlust-Kennlinien wurde die scheinbare Fließkurve berechnet. Gleichzeitig wurde an einer Meßstelle der über die Kapillarlänge verteilten Thermoelemente die zeitliche Temperaturänderung aufgenommen. Die Meßtemperatur betrug 443K. Die Fließkurve zeigt einen stetigen Verlauf. Aus dem Anstieg der zeitlichen Temperaturänderung folgt die Existenz eines Wandmechanismus, der für PVC-H als „äußeres Gleiten" festgestellt wird.
Die Schmierung von PVC-H erfolgt durch den Einsatz von Gleitmitteln und Stabilisatoren. Im gegebenen Fall wurde die Mischung PVC.H-Stabilisator (2 Ma.-%-Zugabe) separat vorgenommen. Als Gleitmittel wurde LE-Wachs LR 114 in der Dosiervorrichtung im konischen Einlaufteil zugegeben, wobei die Dosierung 0,05; 0,1; 0,2 Ma.-% Gleitmittel betrug.
Die Zeitverläufe der Temperatur bestätigen die Wirkung eines Gleitmechanismus (T-Anstieg mit der Zeit). Der Vergleich der Temperaturentwicklung an über die Kapillarlänge verteilten Thermoelementen zeigt wiederum eine Konstanz bzw. mit zunehmendem Gleitmittelanteil eine Abnahme. Das bestätigt die Wirkung des Wandmechanismus „Gleitfilm". Für das Beispiel der Meßtemperatur 443K und einem Wandschubspannungswert von τ_W = 0,2 MPa ergaben sich für die angegebenen Konzentrationen die in Fig.4 angegebenen Verläufe. Bekannt ist für diese Stoffklasse, z.B. aus einem Schädigungsdiagramm, eine für die Verarbeitung von PVC-H bei T = 443K und einer gegebenen Verweilzeit zulässigen Temperaturerhöhung von ΔT = 15K. Aus dieser Angabe folgt die auszuwählende Gleitmitteldosierung als minimal erforderliche Gleitmittelmenge in der Größenordnung von 0,1 bis 0,2 Ma.-%. Anschließend erfolgt die Einstellung der Additivdosierung, indem durch den Vergleich von T_{R1} und T_{R2} bei Referenztemperaturen eine Kontrollmessung durchgeführt wird.
Die Meßtemperatur betrug am Kapillarviskosimeter 444K, die Temperaturen T_{R1} = 443K und T_{R2} = 440K. Als Referenztemperatur wurde $T = (T_{R1} + T_{R2})/2$ = 441,5K festgelegt.
Anschließend erfolgt für diese Temperatur die Berechnung der mit Sicherheit notwendigen volumenbezogenen Additivdosierung für das Polymer/Additiv-Gemisch im Verhältnis 1:15, d.h., 3 Ma.-% Gleitmittel wurde dem PVC-H-Stabilisatorgemisch zugemischt. Die Kontrollmessung für diese Mischung bestätigte die Gleitmittelwirkung. Die maximale Temperaturerhöhung in der o.g. Kapillare betrug 8K.

Liste der Bezugszeichen

1 Düsengrundkörper
2 Deckplatte
3 Grundplatte
4 Verteilerelement
5 Dosierkapillare
6 Drosselelement
7 Kapillare
8 Thermoelement
9 Düsenkopf
10 Zylindrischer Körper, zonenweise beheizbar
11 Isoliermaterial
12 Stempel bzw. Schnecke

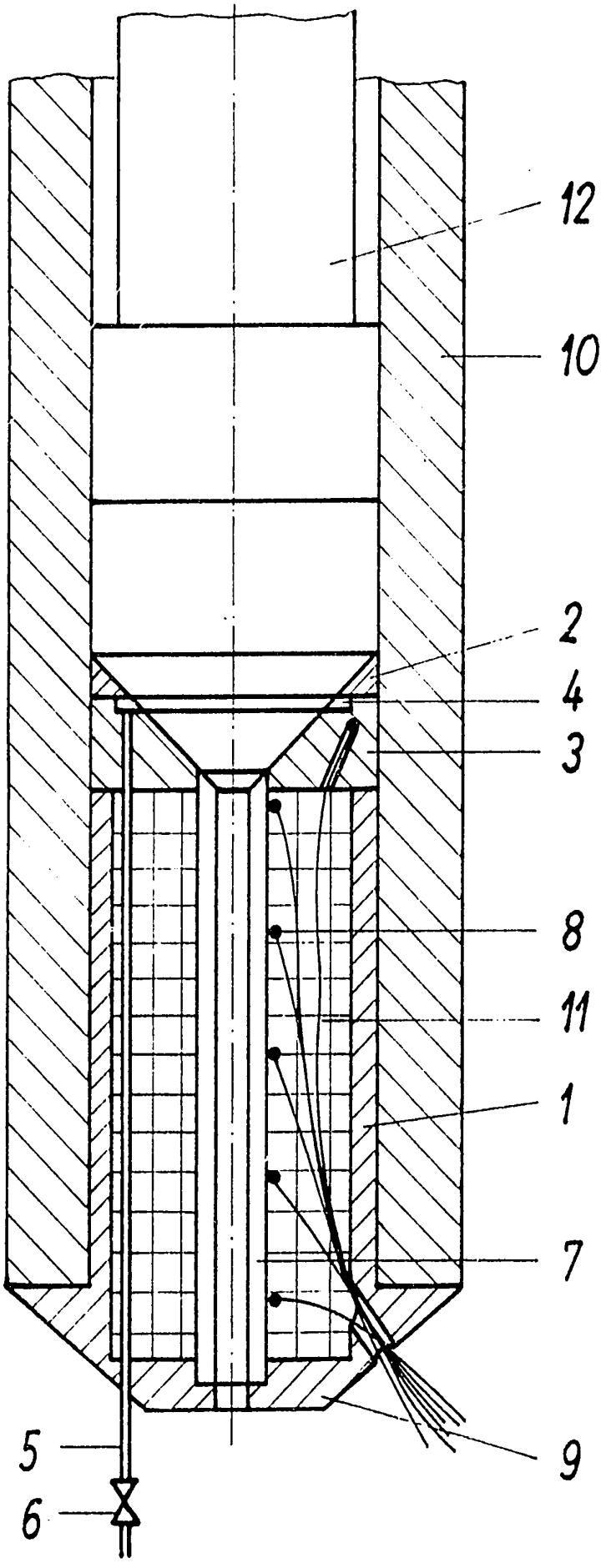


Fig. 1

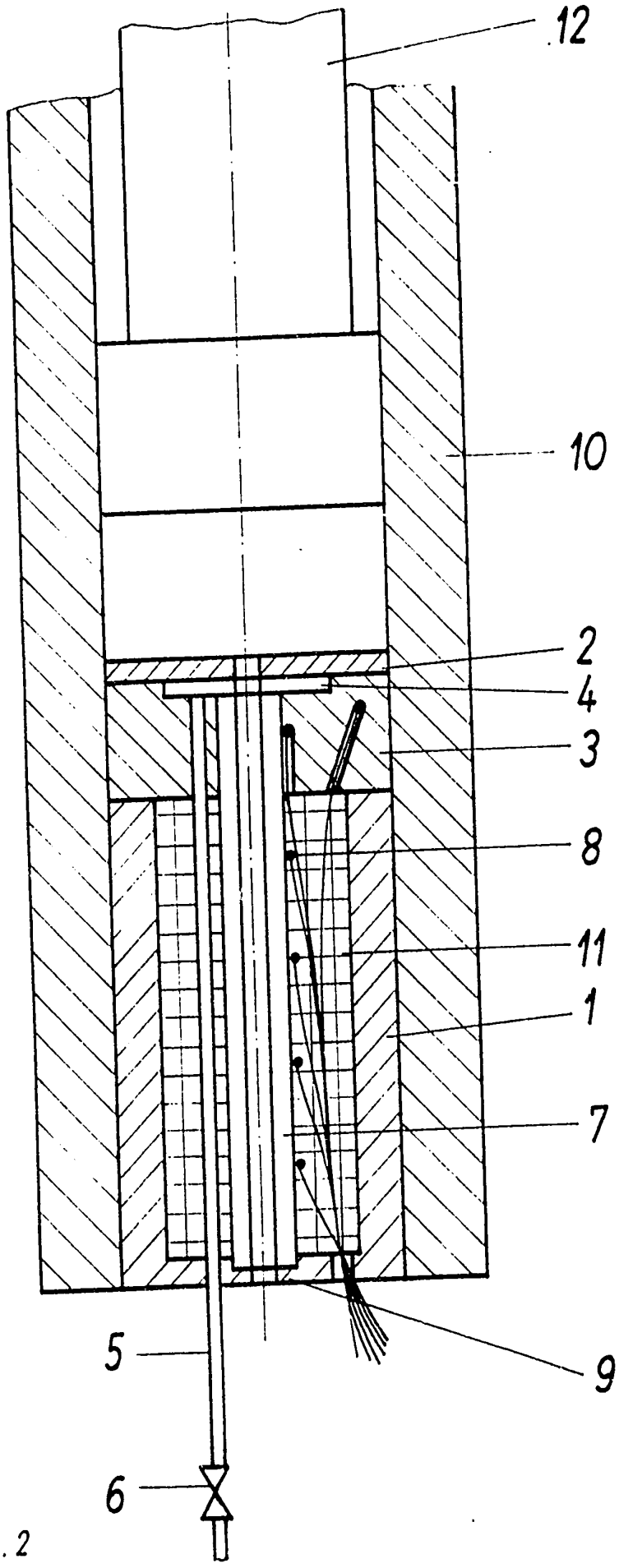


Fig. 2

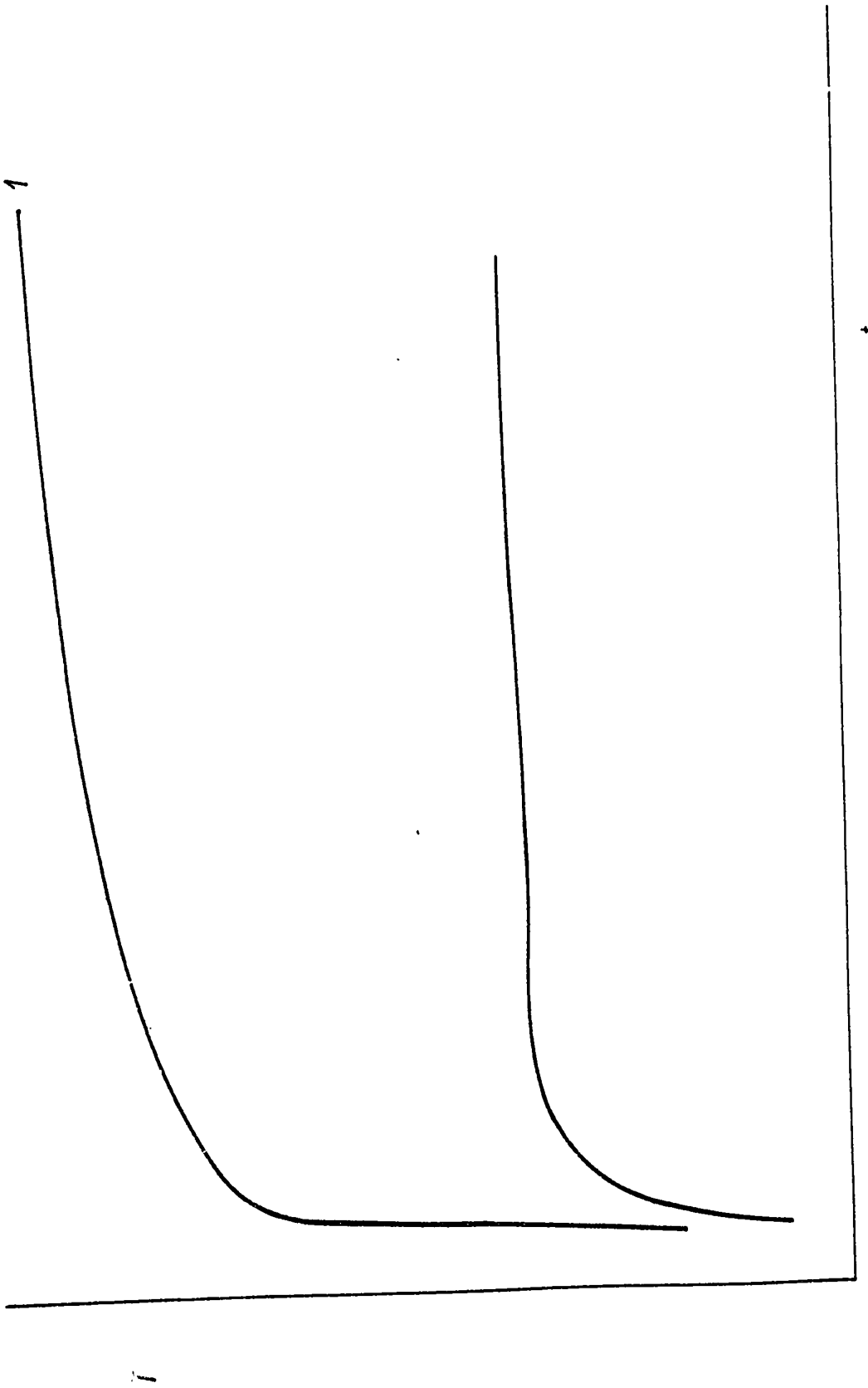


Fig. 3

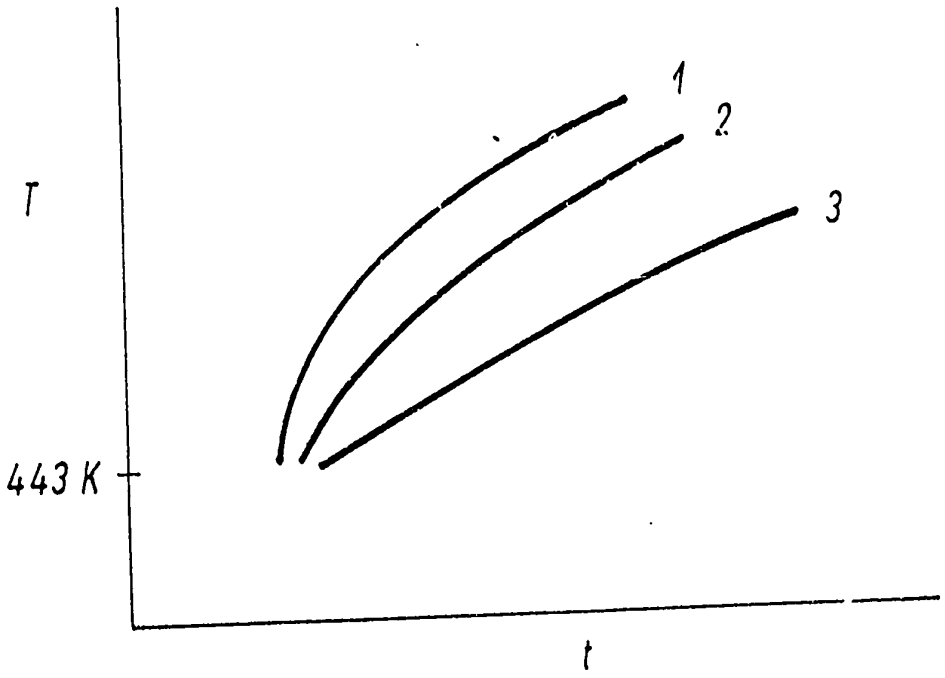


Fig. 4