



Scherviskosität und Schmelzindex prozessnah messen

Fabrizio Ranieri, Dynisco Europe GmbH

Johannes Lorenz, Dynisco Europe GmbH

Azadeh Farahanchi, Kevin Craig, Dynisco LLC

2. Februar 2021

Dynisco

Dynisco setzt sich seit mehr als sechs Jahrzehnten dafür ein, seinen Kunden ein echtes "Fenster in den Prozess" zu bieten - mit führenden Qualitätsprodukten und preisgekrönten, innovativen Lösungen für Drucksensoren, Messgeräte und Geräte zur Polymeranalyse.

So kann der Kunde wirklich verstehen, was in seinem Prozess vor sich geht und die notwendigen Parameter anpassen, um eine hohe Qualität und Konsistenz von Charge zu Charge sicherzustellen.



Warum prüft man die Fließeigenschaften?

- Komplexes Materialverhalten
- Gleichmäßigkeit ist schwer zu kontrollieren (Statistik)
- Fließeigenschaften sind anhängig von:
 - Molekulaufbau
 - Füllstoffen
 - Prozesshilfen
 - Zeit
 - Temperatur
- Rheologische Messungen sind vergleichsweise schnell und einfach

Herausforderungen der täglichen Praxis

- Haben Sie das bekommen, was Sie spezifiziert haben?
- Ist der Prozess so eingestellt, dass das Material nicht geschädigt wird und der Prozess wirtschaftlich läuft?
- Einsatz von recycelten Materialien stellt besondere Anforderungen an einen stabilen Prozess und stabile Produktqualität
- Wenn Mahlgut, Regranulat, Off-Spec eingesetzt wird, wieviel kann ich maximal verarbeiten und wie ist die Qualität der Eingangsware?



Applications:

Packaging with high transparency for cosmetics and domestic utilities; cups injected to curd cheese.

Processing:

Injection Moulding

Control Property:

	ISO Method	Units	Values
Melt Flow Rate (230°C/2.16 kg)	1133	g/10 min	10

Typical Properties^a:

	ISO Method	Units	Values
Density	1183-1	g/cm ³	0.902
Flexural Modulus – 1% secant	178	MPa	950
Tensile Strength at Yield	527-1	MPa	28
Tensile Elongation at Yield	527-1	%	15
Rockwell Hardness (R Scale)	2039-2	-	82
Notched Izod Impact Strength at 23°C	180	kJ/m ²	4.2
Deflection Temperature under Load at 0.455 MPa	75-1/75-2	°C	80
Deflection Temperature under Load at 1.820 MPa	75-1/75-2	°C	51
Vicat Softening Temperature at 10 N	306	°C	181
Haze ^b	13468-1	%	15

a) Injection molded specimen according to ISO 294.

b) Specimen thickness: 1 mm.



Grundlagen Kapillarrheometer



Rolf Muri AG • Tödistrasse 1
 8810 Horgen • Telefon 044 727 99 00 • Telefax 044 727 99 01
 office@rolfmuri.ch • www.rolfmuri.ch

Zylinder

Düse

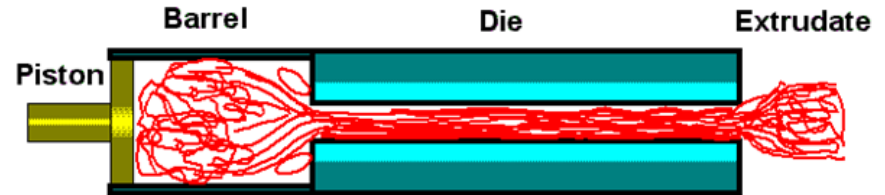
Konstantes Belastungsgewicht

Kapillarrheometer

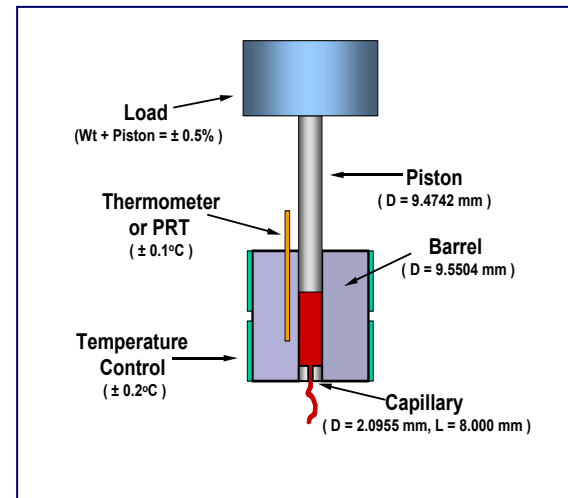


ASTM D1238
 ISO 1133

MFI Tester



geschwindigkeitsgeregelt



Vor- und Nachteile des Schmelzindex

PRO

- umfassend standartisiert
 - ISO1133
 - ASTM D1238
- allgemeingültige Prüfbedingungen
 - Temperatur/Gewicht
- preiswert
- schnell
- weit verbreitet

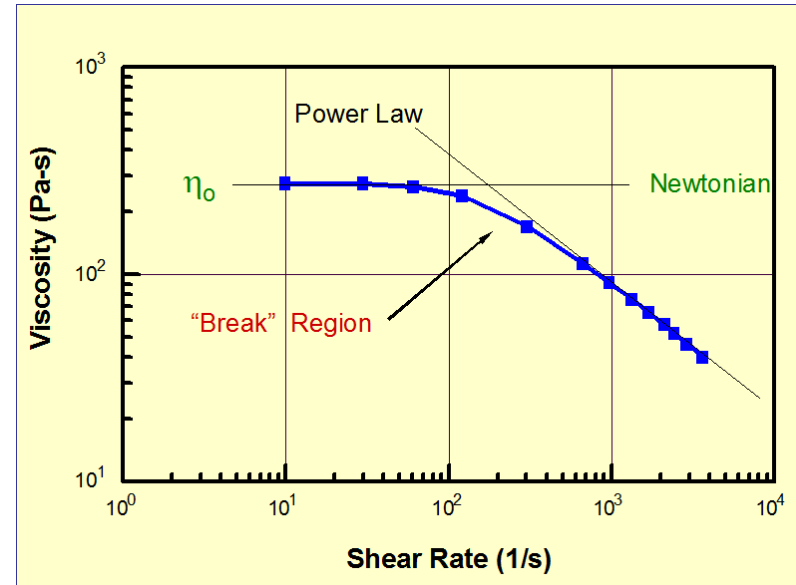


CONTRA

- Manuelle Methode
 - Bedienerabhängigkeit
- Schlechte Wiederholgenauigkeit
 - insb. bei niedrigen MFI
- Ein-Punkt-Messung
- Keine Konstante Schergeschwindigkeit

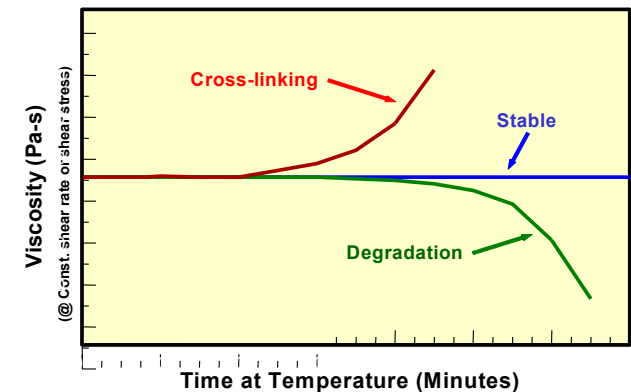
Hochdruckkapillarrheometer

- DIN ISO 11443, DIN 53014, DIN 54811, ASTM D3835
- Zylinder und Düsen sind nicht genormt und müssen auf das Material abgestimmt sein
- Keine definierten Test-Parameter
- Mehr Freiheiten bei der Gestaltung der Experimente
- Tieferes Materialverständnis und Erfahrung notwendig



Thermal Stability of Polymer Melt

(Constant temperature and shear rate or stress)



Labor vs. Produktion

- Prüfbedingungen <-> Verarbeitungsbedingungen
 - z.B.: PE: 190°C im MFI-Test, > 200°C in der Produktion
- Unterschiedliche Belastungsgeschichte
 - MFI
- Unterschiedlichen Temperaturgeschichte
 - Verweilzeit
- Feuchte
- Bediener
 - Unterschiedliche Zielvorgaben in Labor und Produktion

Anzeige der Fließeigenschaften in der Extrusion

ASTM D1238
ISO 1133

Capillary
rheometer

Melt flow
rate tester



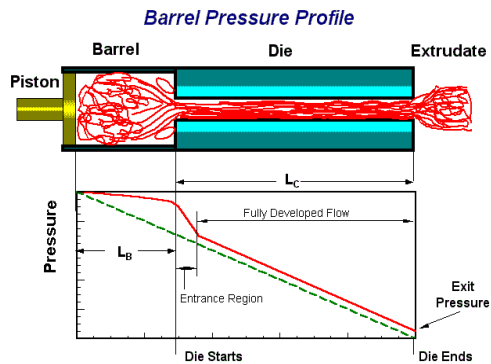
Online Measurements
in extrusion



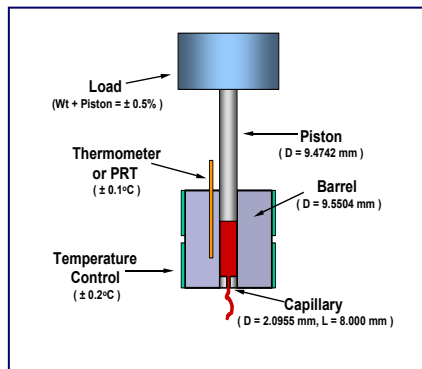
- Controlled shear rate with speed set point for apparent viscosity (η_a) measurements
- Controlled shear stress with pressure set point for melt (volume) flow rate (*MFR* & *MVR*) measurements



Prozessnahe Viskositäts- und MFI-Messung



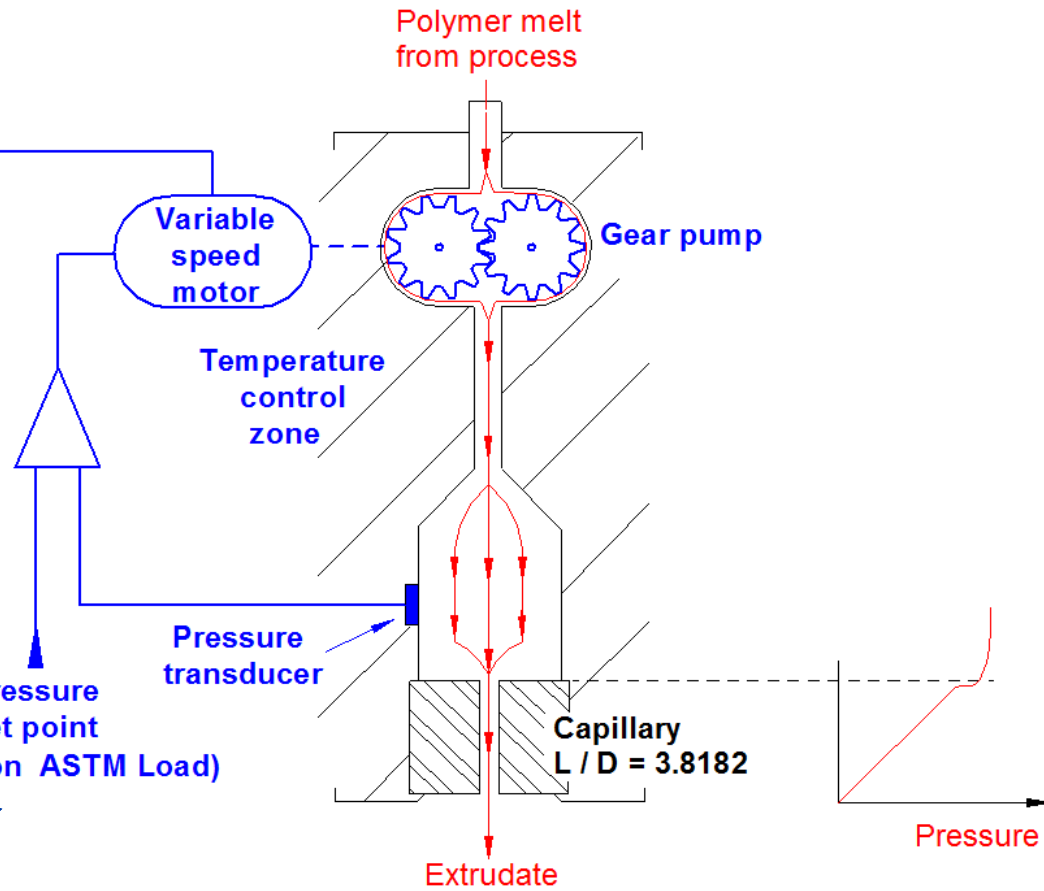
Viskosität



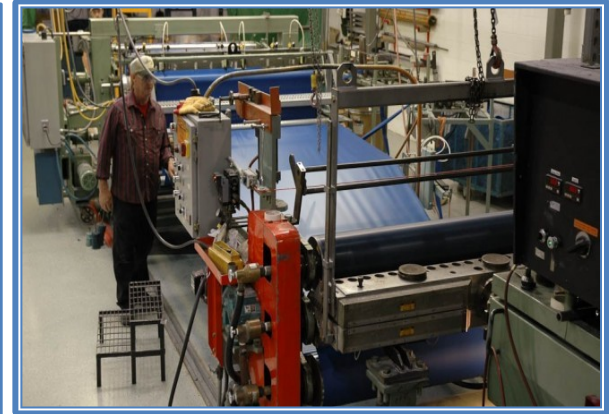
MFI

Motor Speed

Pressure set point (based on ASTM Load)



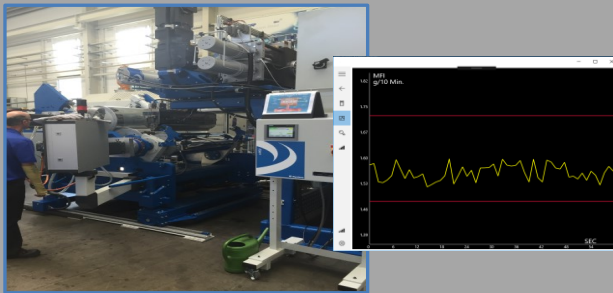
Online Rheometer Anwendungen



- ❖ Kontinuierlicher Datenstrom der Fließeigenschaften bei wechselnden Prozessbedingungen
- ❖ Erhöhter Automatisierungsgrad, Prozess- und Qualitätskontrolle, Materialentwicklung
- ❖ Lässt sich in unterschiedlichste Extrusionsanlagen integrieren

Vorteile eines Online Rheometers

Einblick in den Prozess



In-Prozess Qualitätskontrolle



<http://www.ebay.com/bhp/plastic-pellets>

Resourcenschonender Materialeinsatz

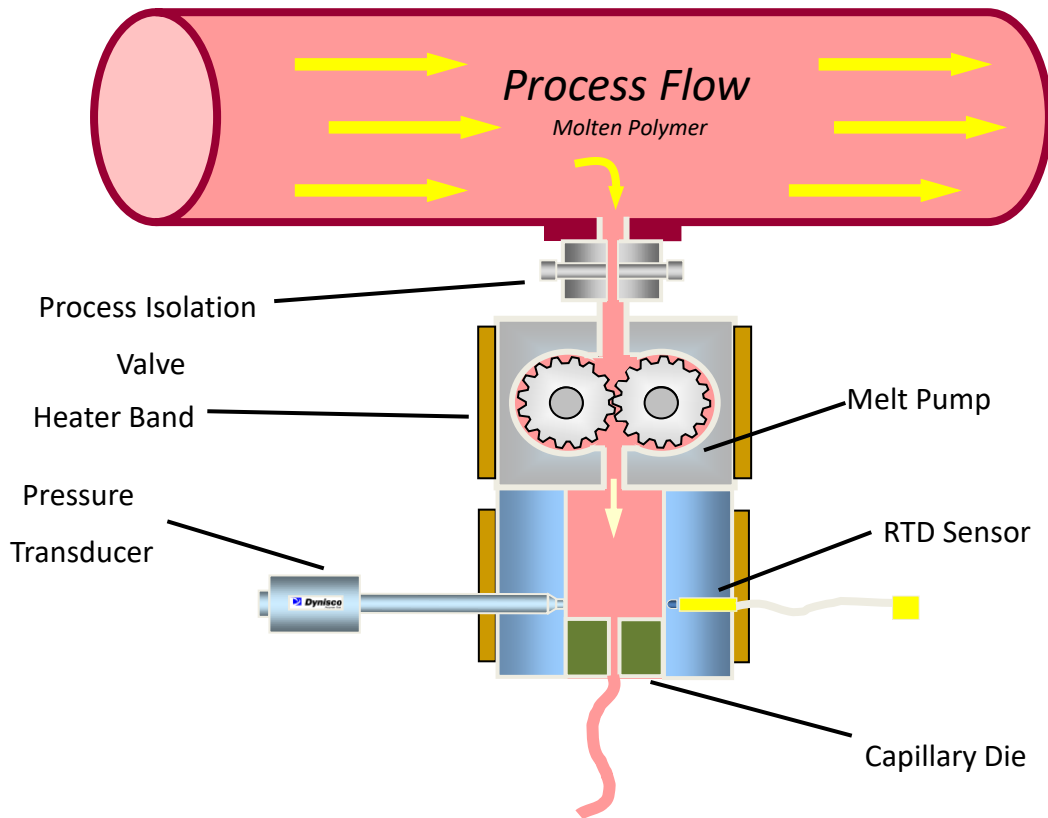


Optimale Nutzung von Material und Prozess



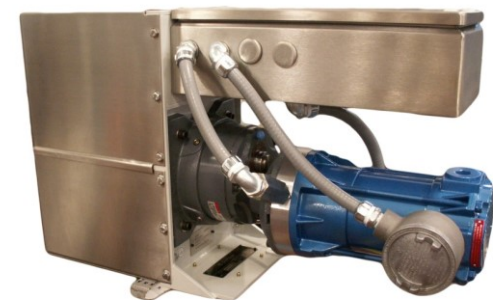
Continuous Melt Rheometer – CMR IV

Offenes System

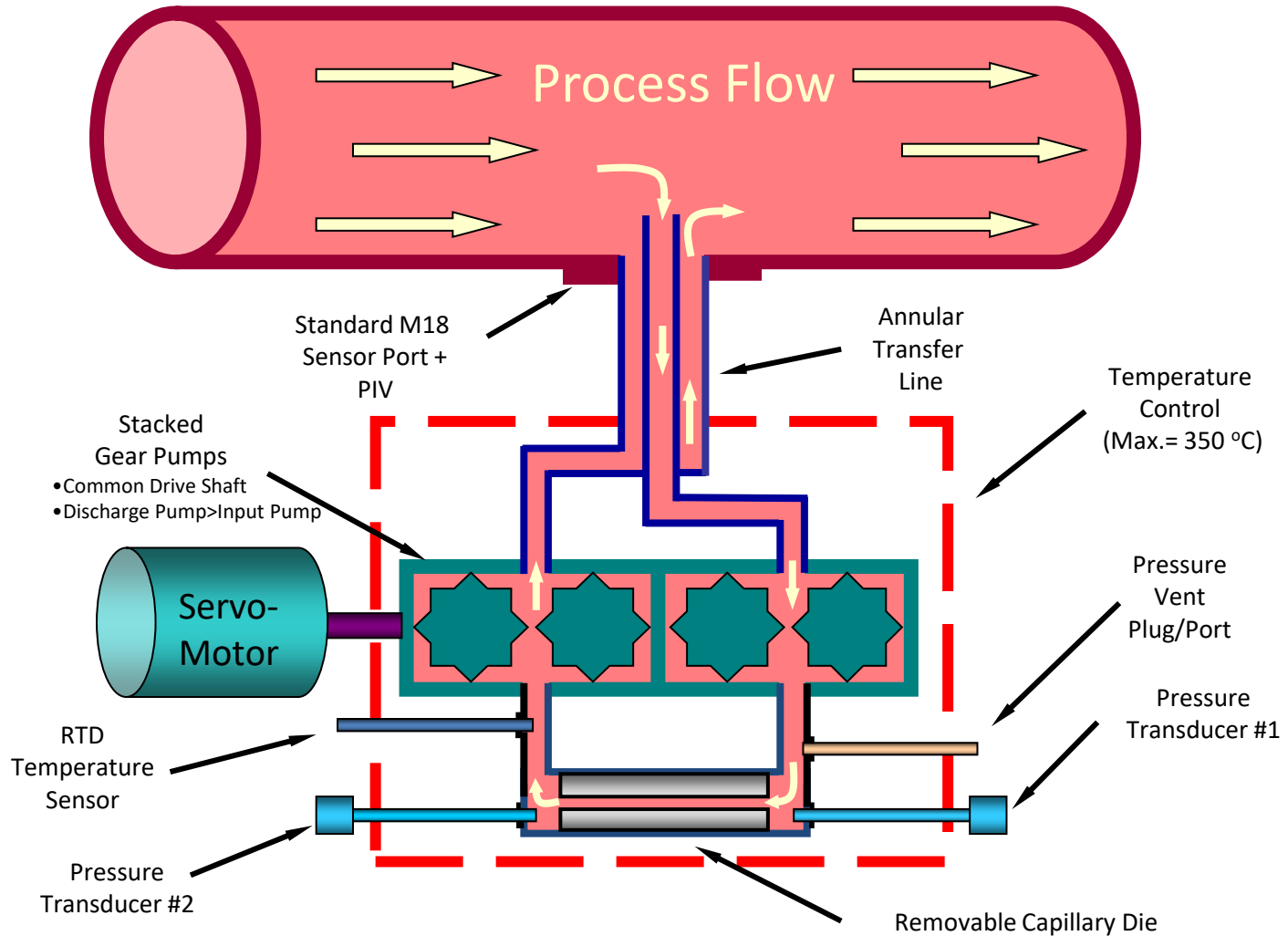


- Schnelle Reaktionszeit
- Schnelle Düsenwechsel ohne Produktionsstillstand

- Einsatz in:
 - Polyolefin Produktion
 - Mit Füllstoffen
 - Harsche Umgebungen
- Horizontale Montage

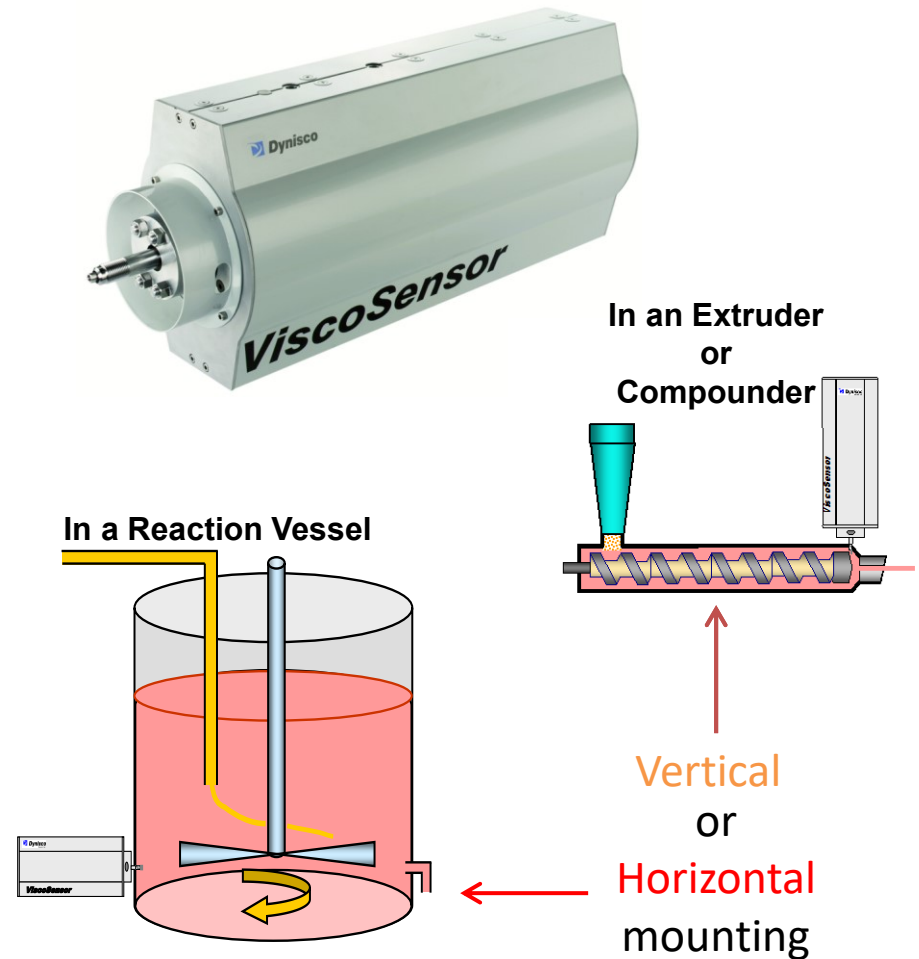


ViscoSensor Geschlossenes System



ViscoSensor Geschlossenes System

- Anwendungen:
 - Extruder
 - Compounder
 - Reaktionsbehälter
- Nahezu lageunabhängige Montage
- Flansch oder M18 Druckaufnehmerbohrung
- Einfache Nachrüstung

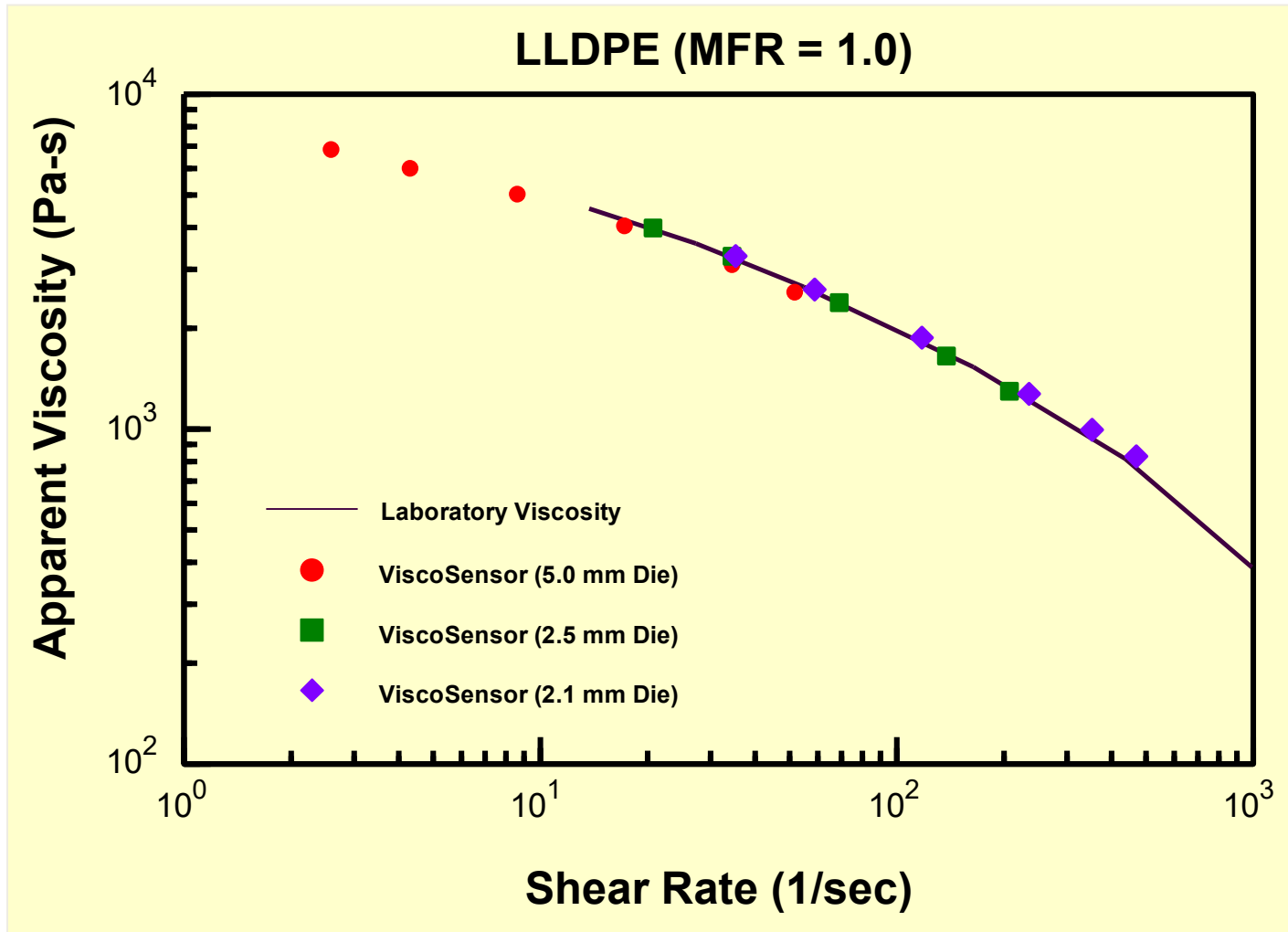


ViscoIndicator – “Rheology for The Masses”

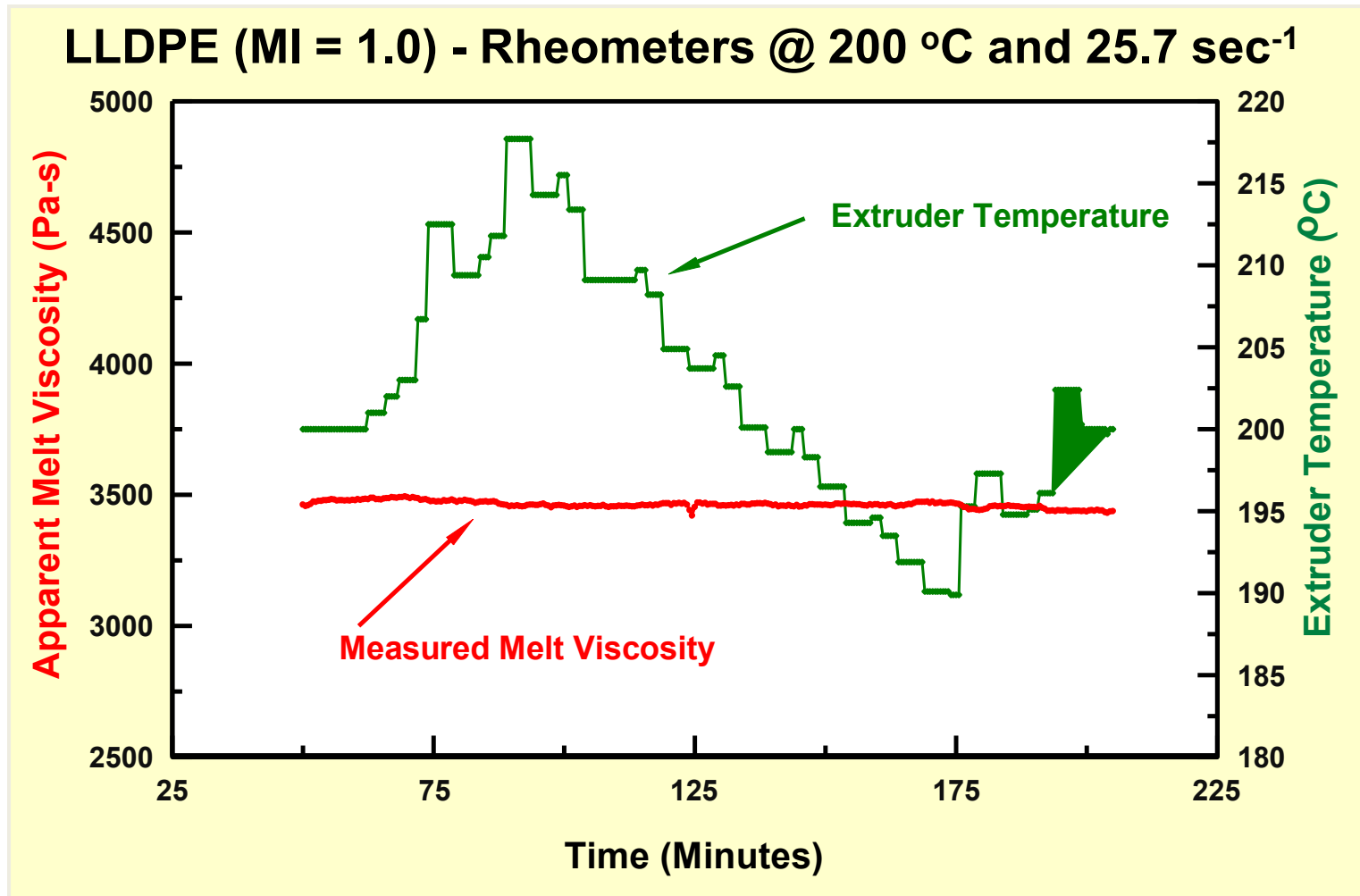
- Kostengünstiger Einstieg in die Inline Viskositätsmessung
 - Kompakte Bauform für einfache und flexible Installation
 - offenes System
 - Windows 10 IoT basiertes Bediensystem
 - Einfache Prozessintegration durch Standardanschluss ½”-20UNF
 - Schneller Düsenwechsel



Fließkurve Vergleich Labor <-> Prozess

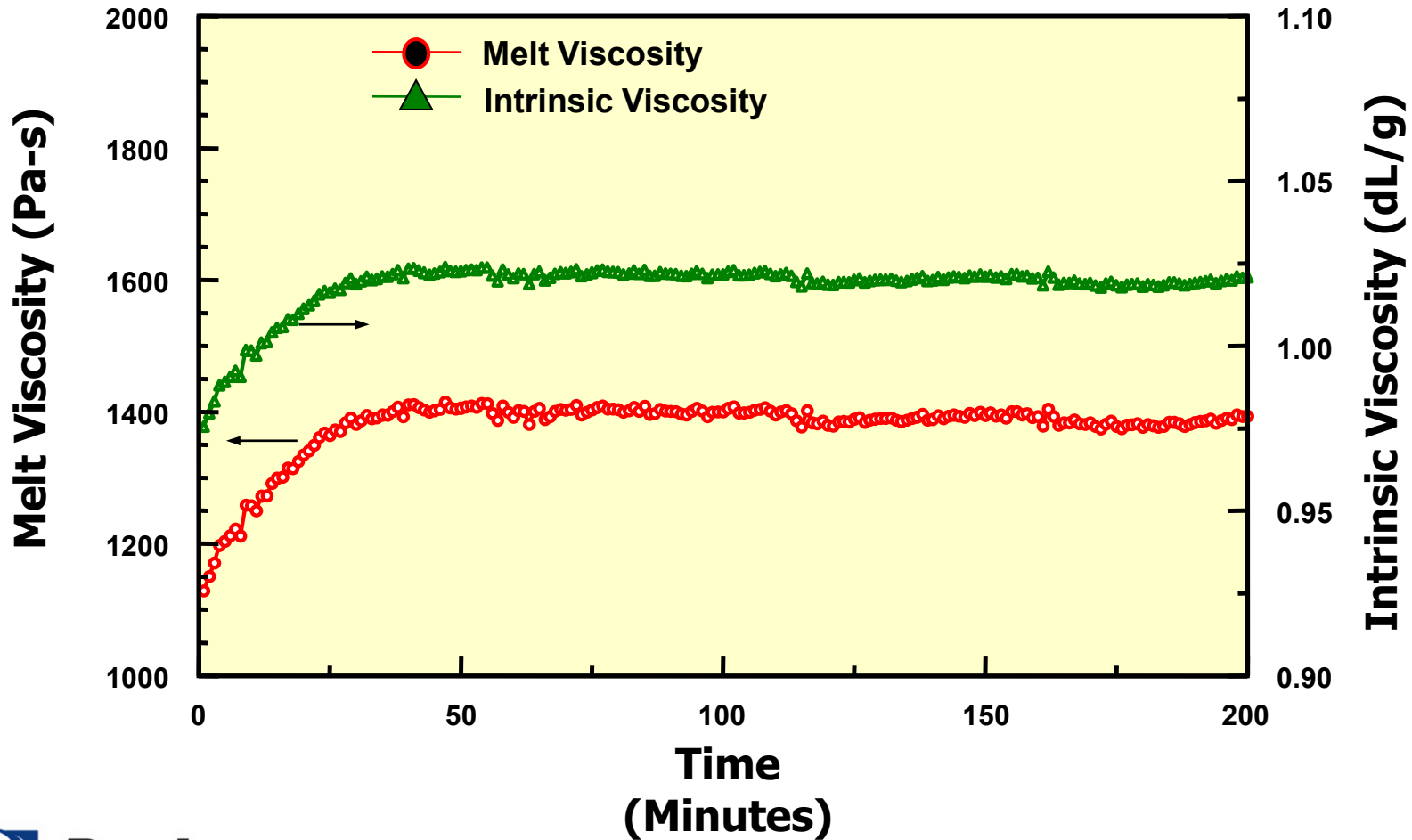


Einfluss der Prozesstemperatur

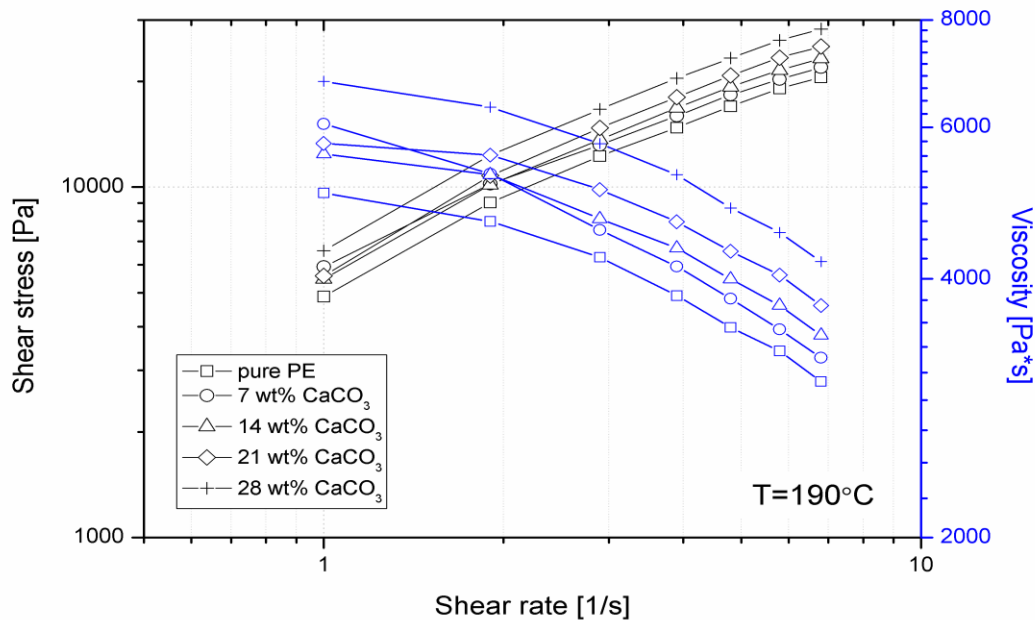


Korrelation zwischen Schmelzeviskosität und intrinsischer Viskosität bei PET

PET @ 285°C



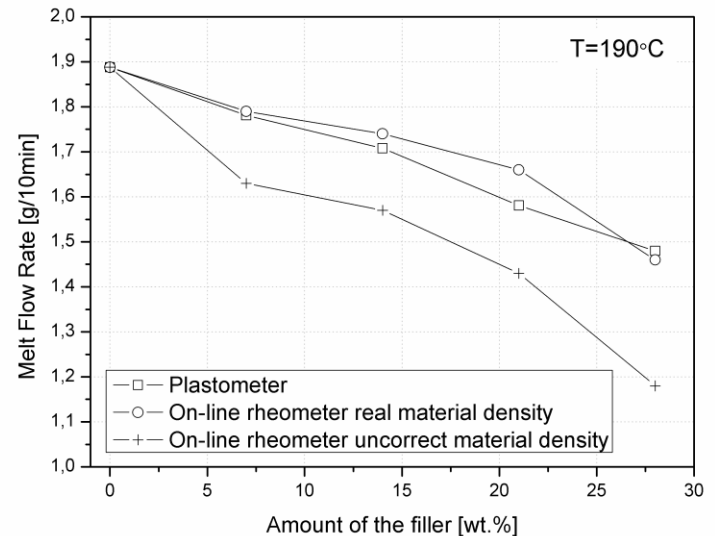
Einfluss von Füllstoffen – PE mit CaCO_3



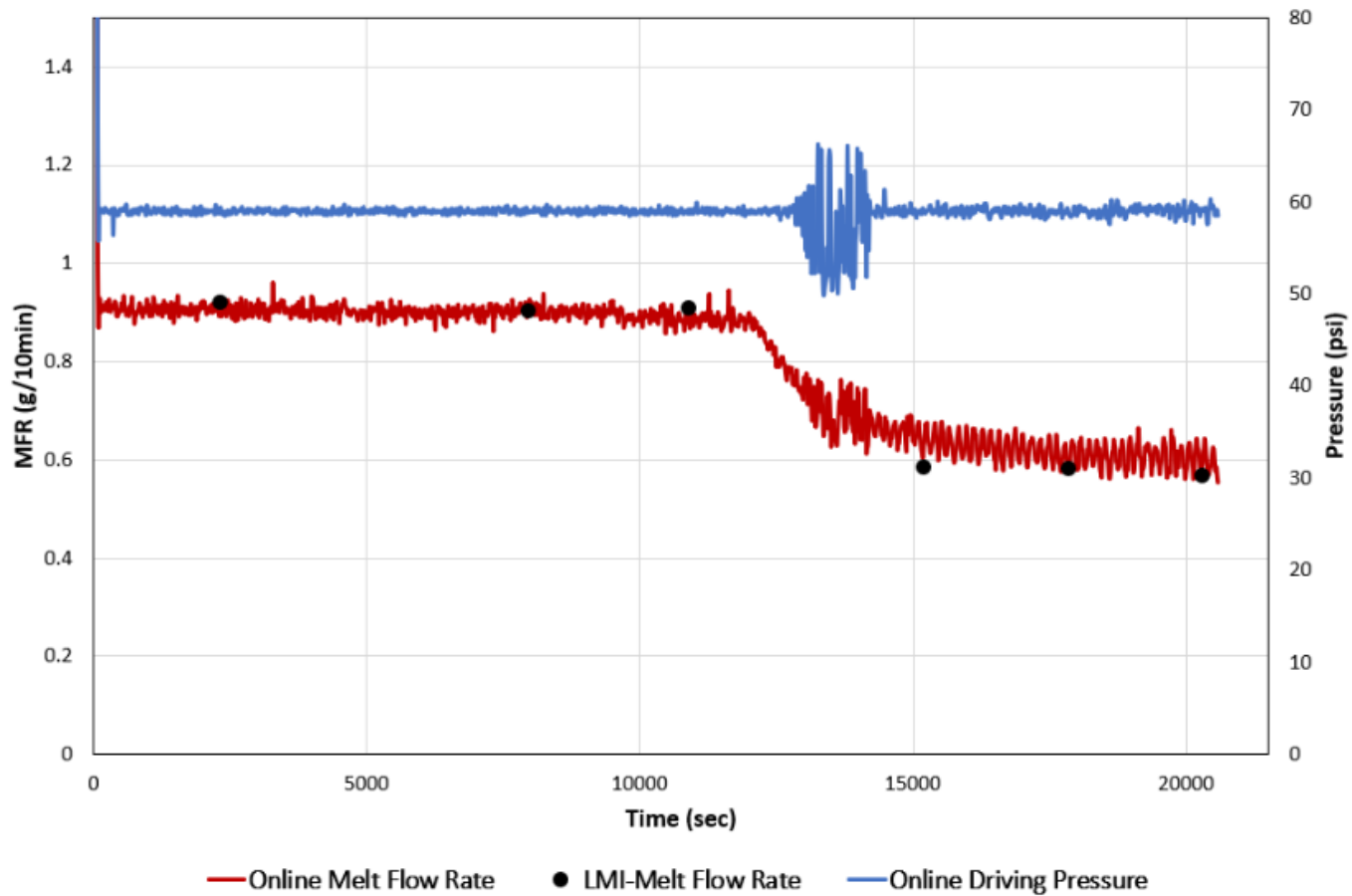
Viscosity [Pa*s]

- high accuracy at low shear rates
- high accuracy over a wide range of filler concentrations

- consistency off-line vs. on-line



Materialwechsel



Dynisco Rheology Console

Dynisco Lab Instruments



Legacy Dynisco and Other Vendor Lab Instruments



Microsoft
Azure



Production Benefits

- One place to store, manage and correlate all rheological and sensing data
- Improved Labor/Equipment Utilization Metrics across lines and/or facilities
- Predictive Maintenance
- 24/7 Lot To Lot Production Correlation to Lab Measurements



AtLine/OnLine Instruments

Systemic Benefits

- Backward compatible to Dynisco and Non-Dynisco Legacy Products
- Immediate Access to new upgrades Being Developed by Rapid Development Tools
- Instant “Round Robin” Results between facilities & ASTM or ISO Laboratories

All Devices Can Be Viewed in a Single Cloud Dashboard

Dynisco Rheology Console - Devices

The screenshot shows a web browser window with the URL <https://previewiot.dynisco.com/>. The interface features a dark blue header with the Dynisco logo on the left and a user profile for John.Czazasty@Dynisco.com on the right. A sidebar on the left contains navigation icons for home, information, and edit. The main content area displays three device cards, each with a blue background and a white 'x' in the top right corner. The first card, 'Visco 33 Lab 1', shows a large '0.0000' and an 'MFI' dropdown menu. The second card, 'LAB_COOP', shows '---' and an 'MFI' dropdown menu. The third card, 'LMI 5500 Azore Demo', shows '---' and an 'MFI' dropdown menu. Each card also includes a small image of the device and an information icon at the bottom. A fourth card, which is currently empty, contains a large white plus sign inside a circle, indicating an option to add a new device.

Process Data



Reports – History – Documentation

IoT Dynisco | <https://previewiot.dynisco.com/deviceinfoes/details/13> | John.Czazasty@Dynisco.com

Dynisco | Company: Dynisco

LMI_2 LMI5500_0002

Show entries | Search:

Chart	Report	Test Lot	MFR Avg	MFR SD	MFR COV	Type	Temp	Time
<input type="checkbox"/>		test6.txt	0.985	0.130	13.196	A	250.121	2019-04-29T14:27:06
<input type="checkbox"/>		123.txt	0.740	---	---	A	190.019	2019-03-12T14:53:15
<input type="checkbox"/>		dd.txt	5.485	0.606	11.055	A	130.854	2019-03-12T12:47:13
<input type="checkbox"/>		Testab.txt	64.829	163.551	11.298	A/B	189.861	2019-02-15T16:23:54
<input type="checkbox"/>		method B.txt	0.982	0.014	0.340	B	189.851	2019-01-28T19:34:48
<input type="checkbox"/>		method A/B.txt	0.648	0.005	0.273	A/B	190.019	2019-01-28T15:44:25
<input type="checkbox"/>		method A.txt	1.005	0.025	2.461	A	190.077	2019-01-28T14:59:52
<input type="checkbox"/>		Test.txt	0.985	0.011	1.140	A	190.044	2019-01-08T16:35:40
<input type="checkbox"/>		Test.txt	1.076	0.000	9.869	B	189.974	2018-11-15T20:38:21
<input type="checkbox"/>		Test.txt	0.987	0.000	1.581	B	189.754	2018-11-15T20:05:32

Showing 1 to 10 of 33 entries | Previous 2 3 4 Next