

Vergleich von praxisorientierten Prüfmethoden

Nachweis der optimalen Verarbeitungsqualität

Die Qualitätsbeurteilung von Thermoplast-Formteilen wird meist anhand der Dimensionen sowie der optischen Erscheinung vorgenommen. Die optimale Verarbeitung des Polymers wird jedoch eher selten prüftechnisch nachgewiesen. Die Messung der MFR/MVR ist eine zuverlässige sowie relativ einfache und schnelle Methode, um die optimale Verarbeitung von Thermoplast-Formteilen zu prüfen.

Thomas Friedrich,
dipl. Ing. FH
Maschinentechnik,
MAS Kunststoff-
technik
Fachspezialist
Kunststofftechnik
Prüfstelle für Kunst-
stoffe & Elastomere
STS 036
Labor Spiez
CH-3700 Spiez
thomas.fried-
rich@babs.admin.ch

Die thermische und mechanische Beanspruchung von Thermoplasten während der Verarbeitung kann zu Verschlechterungen der Werkstoffeigenschaften des Formteils im Vergleich zum Rohgranulat führen. Zur Produktionsüberwachung oder bei Schadensfällen ist die Kenntnis der Verarbeitungsqualität des Polymers von entscheidender Bedeutung.

Studie zum Vergleich von Prüfmethoden

Die nach ISO 17025 akkreditierte Prüfstelle für Kunststoffe & Elastomere im Labor Spiez hat in einer Studie vier Prüfmethoden miteinander verglichen. Das Ziel war es herauszufinden, welche Methode sich für die tägliche Prüfpraxis am besten eignet, um einerseits optimale Verarbeitungsqualität von Thermoplast-Formteilen nachzuweisen, und andererseits allfällige Werkstoffschädigungen zu detektieren. Aus der Studie sind für jede der untersuchten Prüfmethoden die in den farbigen Kästen festgehaltenen Vor- und Nachteile hervorgegangen.

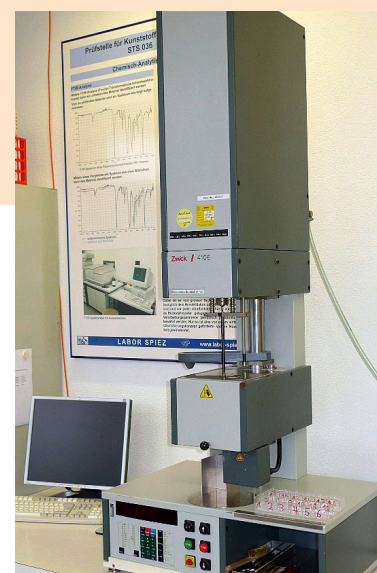
Vorgehen bei Vergleichsmessungen

Der Vergleich und die Beurteilung der Prüfmethoden beruht auf Vergleichsmessungen an folgenden Polymeren, welche vielfach eingesetzte Werkstoffklassen in der Industrie repräsentieren (siehe Tabelle).

Im Spritzgussverfahren wurden aus den Rohgranulaten pro Werkstoff je zwei Serien Norm-Zugprüfkörper unter definierten Verarbei-

→ Schmelzviskosimetrie mit Fließprüfgerät MFR/MVR

- + hohe Empfindlichkeit (tiefe Nachweisgrenze)
- + relativ einfach und schnell
- + kostengünstig
- + weite Verbreitung
- keine Informationen zur Polymerstruktur



tungsbedingungen hergestellt. Bei der ersten Serie wurde der Werkstoff schonend (optimal) verarbeitet, so dass sich möglichst geringe Veränderungen gegenüber dem Rohgranulat ergeben. Bei der zweiten Serie wurde jeweils primär die Zylindertemperatur um mehrere 10 °C erhöht, um Veränderungen/Schädigungen des Werkstoffs zu provozieren. Damit wurde eine erhöhte thermische Belastung simuliert, wie sie beispielsweise durch Schererwärmung infolge hohem Spritzdruck verursacht wird. Anschliessend wurden mit den vier Prüfmethoden von jedem der genannten Werkstoffe sowohl das Rohgranulat als auch Probekörper der beiden Verarbeitungsqualitäten untersucht. Zur Ermittlung, in wel-

chem Mass sich die geänderten Verarbeitungsbedingungen auf die Werkstoffeigenschaften auswirken, wurden an den Norm-Zugprüfkörpern die wichtigsten mechanischen Kennwerte im statischen und dynamischen Zugversuch (Schlagbiegeversuch bei PA12-GF30) gemessen.

Untersuchte Werkstoffe

Werkstoff	Handelsnamen	Lieferant
PP	Moplen EP300L	Lyondell Basell
PA12-GF30	Grilamid LV-3H	EMS-Chemie AG
PC+ABS	Xantar C MC 3433	DSM Engineering Plastics
PCTG	Eastar Copolyester DN004	Eastman
PET	CLEARTUF P82	M&G Polimeri Italia S.p.A.

→ Rotationsrheometer

- + mittlere bis hohe Empfindlichkeit
- + Informationen zur Polymerstruktur
- ungeeignet für thermisch empfindliche Polymere
- langer Aufheiz- und Messprozess



Messresultate und Erkenntnisse


Die grundlegenden Erkenntnisse aus dem Prüfmethodevergleich werden exemplarisch anhand der Messresultate von vier Werkstoffen erläutert. Die Balkenlänge in den Diagrammen zeigt die prozentuale Veränderung des Messwerts für beide Verarbeitungsqualitäten gegenüber dem Rohgranulat. Ein langer Balken bedeutet also, dass die jeweilige Methode empfindlich auf Veränderungen des Werkstoffs reagiert. Ein kurzer Balken bedeutet, dass die Methode entweder eine optimale Verarbeitungsqualität bestätigt, oder dass sie zu wenig emp-

findlich ist, um auch kleine Unterschiede zu detektieren. Zusätzlich sind in den Legenden die bei der Verarbeitung eingestellte Zylinder-temperatur sowie gemessene Werkstoffeigenschaften angegeben.

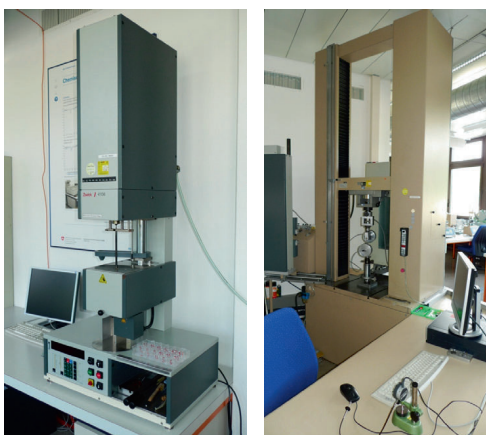
Bei den schonend verarbeiteten PP-Probekörpern ist mit keiner der

untersuchten Prüfmethoden ein wesentlicher Unterschied gegenüber dem Rohgranulat feststellbar (blaue Balken). Damit ist nachgewiesen, dass der Werkstoff tatsächlich optimal verarbeitet wurde. Für die PP-Probekörper, welche bei 90 °C höherer Temperatur verarbeitet wurden, können hingegen mit allen untersuchten Methoden deutliche Differenzen gegenüber dem Rohgranulat nachgewiesen werden. Dass es sich dabei tatsächlich um eine Werkstoffschädigung handelt, bestätigen die Messungen der mechanischen Eigenschaften. Die Bruchspannung ist um 20% und die Schlagzugzähigkeit um 50% gesunken. Das PP ist durch die Verarbeitung bei zu hoher Temperatur spröde geworden. Dies ist an den Bruchbildern nach dem Schlagzugversuch deutlich erkennbar. Die Werkstoffschädigung kann anhand der MFR mit Abstand am deutlichsten nachgewiesen werden.

Beim PET zeigen alle vier Prüfmethoden für beide Verarbeitungsqualitäten merkliche Veränderungen

 Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Akkreditierte Prüfstelle für Kunststoffe und Elastomere



Prüfen

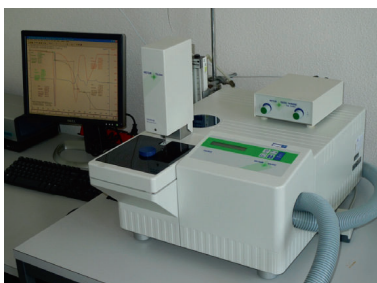
von Polymerwerkstoffen (Thermoplaste, Duromere, Elastomere, Verbundwerkstoffe) bezüglich den mechanischen, physikalischen und chemischen Eigenschaften.

Analyse und Identifikation

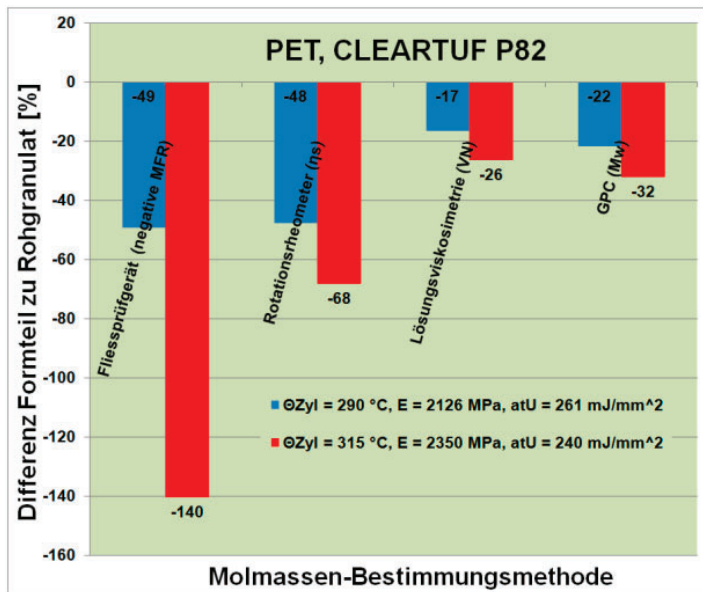
von Polymerwerkstoffen. Beratung bezüglich Einsatz und Anwendung verschiedener Polymerwerkstoffen.

Bestimmung

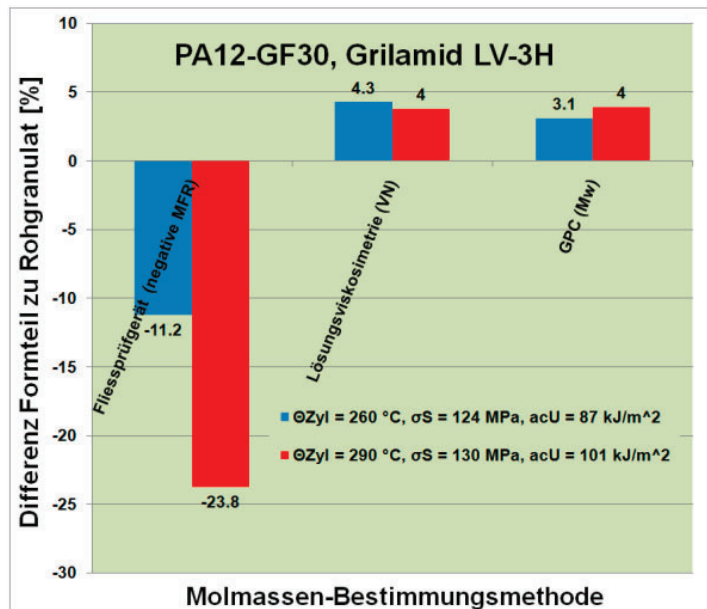
des Alterungsverhaltens, Überprüfung der optimalen Verarbeitung von Formteilen aus Polymerwerkstoffen.



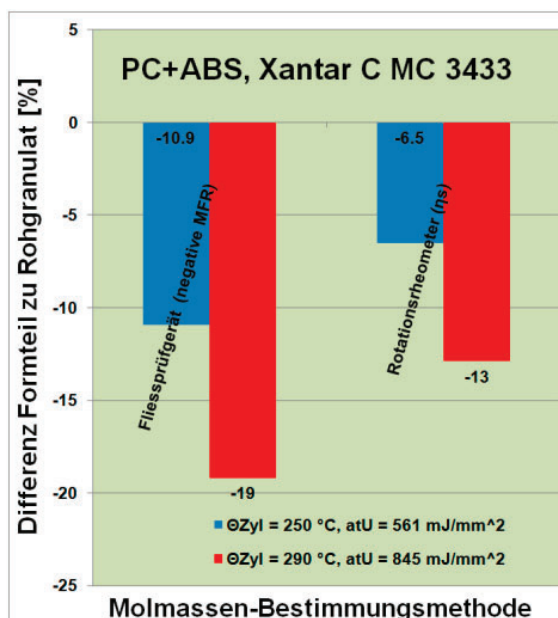
Bundesamt für Bevölkerungsschutz BABS
LABOR SPIEZ, 3700 Spiez
Tel. +41 33 228 14 00, Fax +41 33 228 14 02
laborspiez@babs.admin.ch
www.labor-spiez.ch



Messeresultate PET.



Messeresultate PA12-GF30.



Messeresultate PC+ABS.

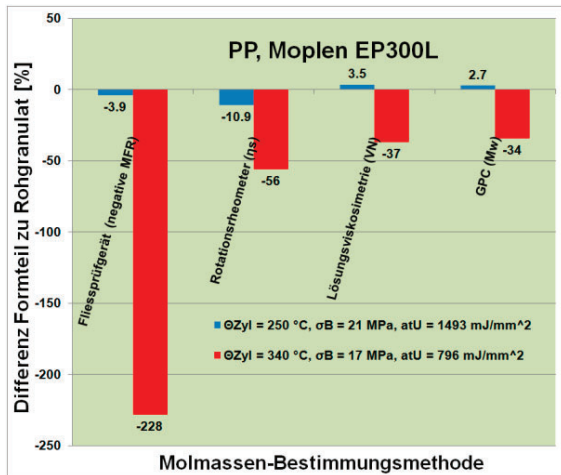
gen, welche anhand der MFR am deutlichsten sichtbar sind. Werden auch noch die Messresultate von zwei weiteren Verarbeitungsqualitäten einbezogen, so kann die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften in Funktion der Schmelzflussrate aufgezeigt werden. So ist ersichtlich, dass der E-Modul mit zunehmender MFR fast linear ansteigt, während dem die Schlagzugzähigkeit abnimmt. Die Untersuchungen zeigen also, dass die vorliegende Werkstoffschädigung in Form einer zunehmenden Versprödung mittels MFR am deutlichsten nachgewiesen werden kann.

Das PA12-GF30 verändert sich infolge thermischer Belastung im Rotationsrheometer bereits während dem Aufheiz- und Messprozess so schnell, dass es nicht möglich ist, mit dieser Methode vergleichbare Resultate zu erzeugen. Sowohl mit der GPC als auch mit der Lösungviskosimetrie können generell keine signifikanten Veränderungen nachgewiesen werden. Einzig mit der MFR kann ein merk-

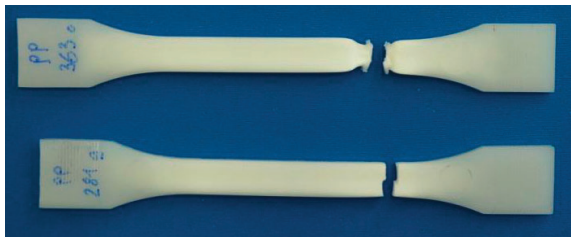
→ Lösungviskosimetrie

- + automatisierbarer Prozess
- relativ niedrige Empfindlichkeit
- kostenintensiv
- schlechtes Verhältnis Kosten/Informationen
- nur noch wenig verbreitet
- ungeeignet bei unlöslichen Komponenten im Polymer
- bei Polymerblends evtl. verschiedene Lösungsmittel oder Trennung der Komponenten mit separaten Analysen notwendig
- z. T. problematische Lösungsmittel notwendig





Messresultate PP.



PP optimal (o) und geschädigt (g).

licher Unterschied zwischen den beiden Verarbeitungsqualitäten detektiert werden. Dies wird durch die Zunahme der Streckspannung um 5% sowie der Schlagbiegeähigkeit um 16% bestätigt. In diesem Fall hat die um 30°C gesteigerte Verarbeitungstemperatur keine wirkliche Schädigung verursacht, sondern zu einem Gewinn an Festigkeit und Schlagähigkeit bei mäßiger Reduktion der Streckdehnung geführt.

Beim PC+ABS ist es nicht möglich, die teilweise vernetzten Butadien-Komponenten im ABS in Lösung zu bringen. Eine Analyse des gesamten Werkstoffs mittels GPC oder Lösungviskosimetrie ist daher nicht möglich. Im vorliegenden Vergleich bleiben somit nur noch die beiden Schmelzviskosimetrie-

Methoden übrig, welche bei beiden Verarbeitungsqualitäten sowohl gegenüber dem Rohgranulat als auch untereinander Unterschiede aufzeigen können.

Die um 40°C gesteigerte Verarbeitungstemperatur bewirkt einerseits einen Molmassenabbau des PC-Anteils, was sich durch eine tiefere Viskosität der Schmelze zeigt. Andererseits macht sich die Vernetzung des Butadien durch eine um 50% erhöhte Schlagzugähigkeit bemerkbar. Diese Veränderungen können mit der MFR etwas deutlicher nachgewiesen werden als mit dem Rotationsrheometer.

Fazit

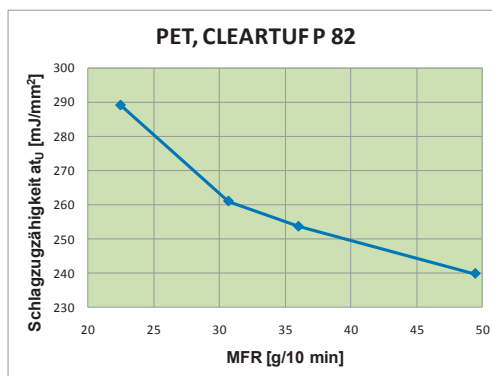
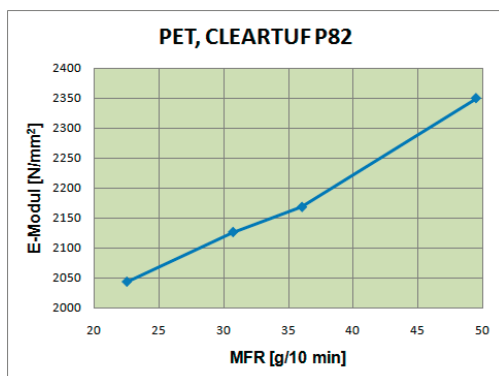
Die Schmelzviskosimetrie mit dem Fließprüfgerät (MFR) hat sich gegenüber drei anderen Methoden

→ Gelpermeations-Chromatographie GPC

- + Informationen (mittlere Molmassen, Molmassenverteilung)
- + gutes Verhältnis Kosten/Informationen
- + aktiv schnell
- relativ niedrige Empfindlichkeit
- kostenintensiv
- wird nur in wenigen spezialisierten Labors durchgeführt
- ungeeignet bei unlöslichen Komponenten im Polymer
- bei Polymerblends evtl. verschiedene Lösungsmittel oder Trennung der Komponenten mit separaten Analysen notwendig
- z. T. problematische Lösungsmittel notwendig



für alle untersuchten Werkstoffe als die empfindlichste und damit sicherste sowie auch schnellste und kostengünstigste Molmassen-Bestimmungsmethode herausgestellt, mit welcher einerseits optimale Verarbeitungsqualität nachgewiesen werden kann, und mit welcher andererseits auch kleine Veränderungen der Werkstoffe infolge Verarbeitung detektiert werden können. Da MFR-Messgeräte zudem weit verbreitet sind, bietet sich damit für verarbeitende Betriebe eine zuverlässige und ökonomische Methode an, um die optimale Verarbeitungsqualität ihrer eigenen Formteile gegenüber ihren Kunden zu belegen.



Mechanische Eigenschaften von PET in Abhängigkeit der MFR.