

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Kapillar-Rheometrie der Kunststoffschmelzen  
Darstellung von Fließ- und Viskositätskurven  
und von Einlaufdruckverlusten

VDI 2546  
Entwurf

Capillary rheometry of molten polymers.  
Presentation of flow- and viscosity curves  
and of entrance pressure losses.

*Einsprüche in doppelter Ausfertigung  
bis 30.6.1978 an*

*Verein Deutscher Ingenieure  
VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik  
Graf-Recke-Straße 84  
4000 Düsseldorf 1*

Inhalt	Seite
Vorbemerkung .....	1
<b>1. Fließkurve und Viskositätskurve</b> .....	<b>2</b>
1.1. Meßprinzip und Meßgrößen .....	2
1.2. Umfang der Messung .....	2
1.3. Auswertung der Meßergebnisse .....	3
1.4. Graphische Darstellung .....	6
<b>2. Einlaufdruckverlust</b> .....	<b>7</b>
2.1. Einlauf- und Auslaufdruckverlust bei Schlitzkapillaren .....	7
2.2. Einlauf- und Auslaufdruckverlust bei Kapillaren mit Vollkreisquerschnitt .....	7
2.3. Graphische Darstellung der Druckverluste .....	8
<b>3. Formelzeichen und Indizes</b> .....	<b>8</b>
Schrifttum .....	8

**Vorbemerkung**

Für den Entwurf und Betrieb von Kunststoffverarbeitungs-  
maschinen interessiert das Fließverhalten der Polymer-  
schmelzen in einem Schergeschwindigkeitsbereich zwi-  
schen 10 und 10000 s<sup>-1</sup>. Derartige Schergeschwindig-  
keiten lassen sich in Kapillarrheometern verwirklichen,  
wobei allerdings einzuschränken ist, daß bei hohen Scher-  
geschwindigkeiten Störungen durch Dissipation (→ Abwei-  
chen vom vorgegebenen Temperaturniveau der Messung)  
und durch „Schmelzenbruch“ (→ instationäre Strömung)  
eintreten.

Der Zweck dieser Richtlinie ist es, eine *einheitliche Form*  
vorzuschlagen, in der die mit dem Kapillarrheometer ge-

*messenen Fließkurven und Viskositätskurven ausgewertet  
bzw. dargestellt* werden sollen. Diese einheitliche Form  
gewährleistet, daß

- a) die Meßwerte aus vollständigen Messungen  $\dot{V}(p')$   
stammen und daher allgemein für stationäre Scher-  
strömungen gelten,
- b) die Meßwerte ohne weitere Aufbereitung in Rechnun-  
gen verwendet werden können, und
- c) das Fließverhalten verschiedenartiger Kunststoffe  
direkt verglichen werden kann.

Die bei der Viskositätsmessung anfallenden Werte für den  
Druckabfall im Einlaufbereich der Kapillare geben wert-

VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik  
Ausschuß Aufbereitungstechnik

volle Hinweise auf das Verhalten der Schmelze in Dehnströmungen. Der *Einlaufdruckverlust ist allerdings keine reine Stoffgröße* (im Gegensatz zur Viskosität), sondern er bezieht sich auf die jeweils zur Messung verwendete Einlaufgeometrie. Am Auslauf der Kapillare tritt ebenfalls ein Druckabfall auf; er ist jedoch wesentlich kleiner als der Druckabfall am Einlauf. Bei vielen Messungen lassen sich der Druckabfall am Ein- und am Auslauf nicht trennen. Ein weiterer Zweck dieser Richtlinie ist es nun, eine *einheitliche Art der Darstellung des Einlaufdruckverlusts* anzugeben.

## 1. Fließkurve und Viskositätskurve

### 1.1. Meßprinzip und Meßgrößen

Das Meßverfahren ist weitgehend bekannt und erprobt, siehe z.B. [1 bis 3]. Es wird hier nur im Prinzip angedeutet, um die Meßgrößen Volumendurchsatz  $\dot{V}$  und Druckgradient  $p'$  zu beschreiben: Ein Betriebsaggregat (z.B. Kolben- oder Schneckenextruder, Zahnradpumpe, Gaspolster) fördert die Polymerschmelze durch die Kapillare mit Vollkreis- oder Schlitzquerschnitt. Der Querschnitt der Kapillare ist über die Länge konstant. Gemessen werden der *Volumenstrom*  $\dot{V}$  [cm<sup>3</sup>/s] und der axiale *Druckgradient*  $p'$  [bar/cm] im Gebiet der rheologisch voll entwickelten Strömung in der Kapillare. Der Druckgradient  $p'$  ist negativ.

#### Geometrie der Kapillaren

Die Viskosität als reine Stoffgröße (im Gegensatz zu einer Prozeßgröße) ist unabhängig von der Geometrie der Meßkapillare. Zu ihrer Messung eignen sich also in gleicher Weise Kapillaren mit *Vollkreis-* oder mit *Schlitzquerschnitt*. Der Radius  $R$  bzw. die Spaltweite  $H$  sollen klein sein, um Temperaturänderungen infolge von Dissipation klein zu halten [4]; Richtwert für ungefüllte Schmelzen:  $2R = H = 0,5$  mm. Es ist wichtig, daß die Temperaturänderungen in der strömenden Kunststoffschmelze klein bleiben, da sonst das Auswerteverfahren (s. Abschn. 1.3) zur Bestimmung der Schergeschwindigkeit  $D_w$  nicht mehr anwendbar ist.

Die Kapillare muß so lang sein, daß sich ininigem Abstand vom Einlauf der konstante Spannungszustand der stationären Scherströmung einstellen kann. Die Länge dieser *rheologischen Einlaufstrecke* hängt von dem zu untersuchenden Kunststoff und vom Temperaturniveau ab. Als Richtwerte gelten  $L/R = 20$  für die kürzeste Kapillare mit *Vollkreisquerschnitt* und  $L_1/H = 20$  für den Abstand des ersten Druckaufnehmers vom Einlauf in die *Schlitzkapillare*. — Andererseits darf die Kapillare nicht zu lang sein, da sonst die Druckabhängigkeit der Viskosität wegen des sehr großen Druckabfalls in der Kapillare die Messungen wesentlich mitbestimmt.

#### Volumenstrom

Bei Kolbenextrudern ist der Volumenstrom  $\dot{V}$  gleich dem Produkt aus Kolbenfläche und Kolbengeschwindigkeit. Bei Zahnradpumpen ergibt sich der Volumenstrom direkt

aus dem verdrängten Volumen und der Drehzahl. Andere Systeme, wie der Einschneckenextruder oder das mit Gas getriebene Rheometer erfordern eine Massedurchsatzmessung  $\dot{m}$ ; über die Dichte  $\rho(p, T)$  wird dann der Volumendurchsatz  $\dot{V} = \dot{m}/\rho$  bestimmt.

#### Druckgradient

Bei Kapillaren mit *Vollkreis-*Querschnitt wird  $p'$  aus einer Meßreihe bei verschiedenen Düsenlängen ermittelt (s. Abschn. 2.2, insbesondere Bild 8), während bei Schlitzkapillaren das Druckprofil längs der Düse direkt gemessen und differenziert werden kann:  $p'$  ist das Verhältnis aus Druckdifferenz  $\Delta p$  für zwei aufeinanderfolgende Druckaufnehmer und axialem Versatz  $\Delta L$  der beiden Aufnehmer.

Der Druckgradient in *Vollkreis-*kapillaren kann näherungsweise auch mit einem Druckaufnehmer vor dem Einlauf *einer einzigen, sehr langen* Kapillare gemessen werden, wobei die Länge je nach Viskosimeter und Kunststoff zwischen  $L = 60 R$  bis  $L = 100 R$  gewählt werden muß. Die Meßgröße ist der gesamte Druckabfall  $\Delta p$  in der Kapillare einschließlich des Einlaufs. Der Einlaufdruckverlust ist dann gegenüber dem Druckabfall in der gesamten Kapillare vernachlässigbar, und der Druckgradient ist näherungsweise  $p' = \Delta p/L$ . Wesentliche Nachteile dieses Verfahrens sind: a) die *Druckabhängigkeit* der Viskosität verfälscht die Messung, da der gesamte Druckabfall  $\Delta p$  in der Kapillare zu groß ist; b) lange Kapillaren mit *kleinem* Radius (z. B.  $R = 0,5$  mm) lassen sich nur schwer fertigen; wenn der Radius jedoch größer gewählt wird, kommt es schon bei mittleren Schergeschwindigkeiten zu großen Temperaturänderungen infolge von Dissipation.

### 1.2. Umfang der Messung

*Einzelne Punkte* einer Fließkurve oder auch *eine Fließkurve bei einer Temperatur allein* reichen erfahrungsgemäß nicht aus, um verfahrenstechnische Untersuchungen anzustellen. Zur Charakterisierung des Fließverhaltens benötigt man

- 10 bis 15 Meßpunkte für jede Fließkurve bei konstantem Temperaturniveau in einem Schergeschwindigkeitsbereich zwischen 10 und  $10^3$  s<sup>-1</sup> (wenn möglich bis  $10^4$  s<sup>-1</sup>),
- mindestens *drei Fließkurven* bei unterschiedlichen Temperaturniveaus.

Zum Verständnis der Messung sollen Angaben gemacht werden über:

- Art der Förderung (z.B. Einschneckenextruder  $\phi$  30 mm oder Kolbenextruder  $\phi$  20 mm),
- Düsengeometrie (z.B. Schlitz 0,5 mm  $\times$  8 mm  $\times$  40 mm; oder Vollkreis-Kapillaren  $\phi$  0,5 mm mit  $L/R = 20, 30, 40, 50$ ),
- Anordnung der Druck- bzw. Kraftaufnehmer,
- Versuchsdauer bzw. Verweilzeit im Rheometer,
- Vorbehandlung der Probe (z. B. Vortrocknen 4 h bei 80 °C),

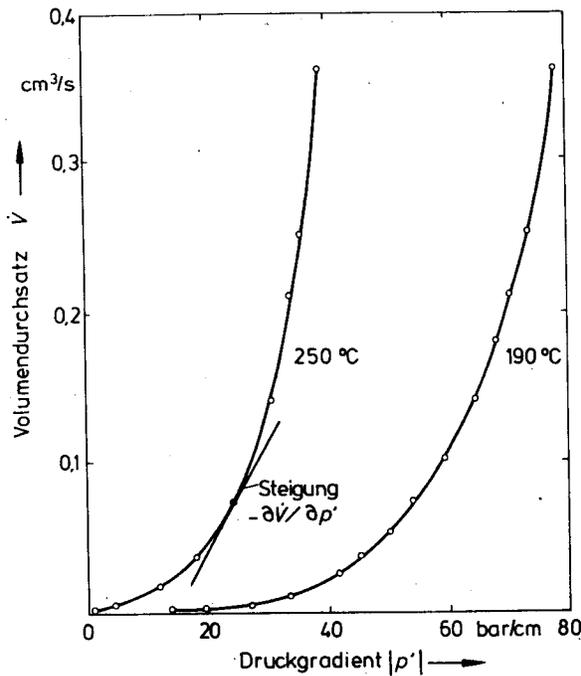


Bild 1. Meßkurven  $\dot{V}(p')$  für ein Polystyrol, gemessen mit Kolbenextruder  $\phi$  20 mm, Schlitzkapillare 0,5 mm  $\times$  8 mm  $\times$  40 mm. Die Steigung der Kurve in jedem Meßpunkt wird für die Umrechnung nach Weissenberg und Rabinowitsch benötigt (s. Abschn. 1.3.1)

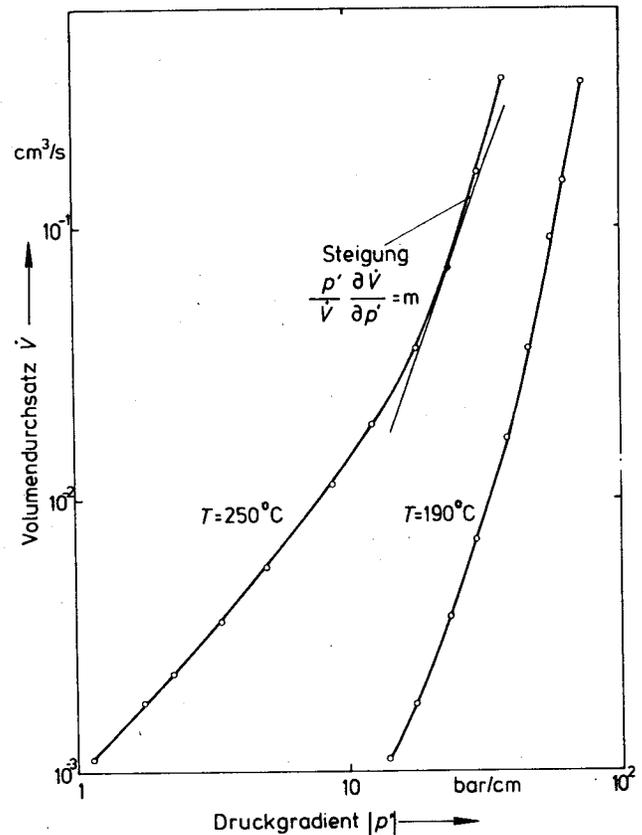


Bild 2. Meßkurven  $\dot{V}(p')$  wie in Bild 1, aber in doppellogarithmischer Darstellung. Die Steigung der Kurve in jedem Meßpunkt wird für die Umrechnung nach Weissenberg und Rabinowitsch benötigt (s. Abschn. 1.3.1)

- Beginn des „Schmelzenbruchs“ (wenn möglich, Pfeilmarkierung in Fließkurve),
- speziell bei Kolbenextrudern: Betrieb mit konstantem Vorschub oder konstantem Druck.

Typische Meßkurven  $\dot{V}(p')$  sind in Bild 1 und 2 dargestellt, wobei sich die Darstellung lediglich im Maßstab unterscheidet. In doppellogarithmischer Darstellung ist die Meßkurve für Kunststoffe im oberen Schergeschwindigkeitsbereich näherungsweise gerade.

### 1.3. Auswertung der Meßergebnisse

Die Viskosität

$$\eta = \tau/D \tag{1}$$

ist der Quotient aus Schubspannung  $\tau$  und Schergeschwindigkeit  $D$  in einer stationären Scherströmung. Die Viskosität von Kunststoffschmelzen ist nicht nur eine Funktion von Druck- und Temperatur, sondern auch eine Funktion der Schergeschwindigkeit. In diesem Abschnitt wird beschrieben, wie aus der Meßkurve  $\dot{V}(p')$  die Fließkurve  $D(\tau)$  und die Viskositätskurve  $\eta(D)$  berechnet werden.

**Anmerkung:** Die Schergeschwindigkeit wird in der deutschsprachigen Literatur fälschlich auch als „Geschwindigkeitsgefälle“ bezeichnet, da für einige Strömungen (z.B. die Rohrströmung) die Schergeschwindigkeit gleich dem Geschwindigkeitsgefälle ist. Für viele Strömungen trifft dies jedoch nicht zu (z.B. Couette-Rheometer, Platte-Kegel-Rheometer). Deshalb wird hier der Begriff Schergeschwindigkeit beibehalten.

Voraussetzung für die im folgenden beschriebenen Auswerteverfahren ist, daß die zu untersuchende Kunststoffschmelze an der Wand der Meßkapillaren *haftet*, d.h. daß

die Geschwindigkeit an der Wand gleich Null ist. Dies ist bei den meisten Kunststoffen der Fall. Wenn jedoch eine zu untersuchende Kunststoffschmelze an der Wand *gleitet*, so reicht es nicht aus, die Messungen mit *einem* Kapillarenradius  $R$  bzw. *einer* Spaltweite  $H$  durchzuführen. Dieselben Messungen müssen bei *verschiedenen*  $R$ - bzw.  $H$ -Werten wiederholt werden, um so die Gleitgeschwindigkeit an der Wand zu bestimmen [5]. Das Auswerteverfahren soll hier nicht näher beschrieben werden.

Bei der Auswertung von Messungen wird manchmal anstelle der (wahren) Schergeschwindigkeit  $D_w$  an der Wand nur die *scheinbare* Schergeschwindigkeit  $D_{w,s}$  an der Wand angegeben, die sich unter Vorgabe eines parabelförmigen Geschwindigkeitsfeldes (Parabel 2. Ordnung) errechnet (s. DIN 13 342, Abs. 3.1.2). Ein derartiges parabelförmiges Geschwindigkeitsfeld stellt sich nur bei Newtonschen Flüssigkeiten ein; bei Kunststoffschmelzen ist das Geschwindigkeitsfeld eine Parabel höherer Ordnung. Die mit  $D_{w,s}$  errechneten „Viskositäten“ sind scheinbare Werte, die außer vom zu prüfenden Kunststoff auch noch von der Geometrie der Düse abhängen. Bei Kunststoffen ist  $D_{w,s}$  kleiner als  $D_w$ ; die Differenz der beiden Werte ist umso größer, je größer  $D_w$  ist. Die scheinbaren Schergeschwindigkeiten an der Wand sind  $D_{w,s} = -4 \dot{V}/(\pi R^3)$  für die Vollkreis Kapillare bzw.  $D_{w,s} = -6 \dot{V}/BH^2$  für die Schlitzkapillare. Die scheinbare Fließkurve  $D_{w,s}(\tau_w)$  ist *unterschiedlich* für Messungen mit der Vollkreis Kapillare

und mit der Schlitzkapillare, sie ist jedoch *gleich* für gleiche Querschnittsformen. So kann z.B. aus einer mit Vollkreis- kapillaren gemessenen scheinbaren Fließkurve  $D_{w,s}(\tau_w)$  der Zusammenhang zwischen Volumendurchsatz und Druckgradient in Kapillaren mit *beliebigem* Radius  $R$  gewonnen werden: Für einen vorgegebenen Volumenstrom  $\dot{V}$  berechnet man bei ebenfalls vorgegebenem Radius  $R$  die dazugehörige scheinbare Schergeschwindigkeit  $D_{w,s}$  an der Wand, entnimmt aus der scheinbaren Fließkurve  $D_{w,s}(\tau_w)$  die dazugehörige (gemessene) Schubspannung  $\tau_w$  an der Wand und errechnet aus dieser den Druckgradienten  $p'$  (Tafel 1). – Die Darstellung in Form der *scheinbaren Fließkurve sollte möglichst vermieden* werden, da sich ihr Anwendungsbereich jeweils auf eine einzelne Kapillarenform beschränkt.

**1.3.1. Auswertungsverfahren von Weissenberg und Rabinowitsch**

Die Schubspannung und die Schergeschwindigkeit sind nicht konstant über den Querschnitt einer Kapillare, sondern sie ändern sich von ihrem Maximalwert an der Wandung bis zum Wert Null in der Mitte, Bild 3. Während die Schubspannung über den Druckgradienten im gesamten Querschnitt bekannt ist, kann die Schergeschwindigkeit nur direkt an der Wand bestimmt werden, und zwar nach einem von *Weissenberg* und *Rabinowitsch* vorgeschlagenen Verfahren [6]. Man benötigt dafür, wie aus Tafel 1 zu ersehen ist, außer dem Volumenstrom  $\dot{V}$  auch noch die Steigung  $\partial \dot{V} / \partial p'$  der Meßkurve  $\dot{V}(p')$  an jedem Meßpunkt.

Bei Kunststoffschmelzen läßt sich die Meßkurve  $\dot{V}(p')$  in doppellogarithmischer Darstellung ganz oder bereichsweise durch eine Gerade approximieren; hier empfiehlt es sich, die Korrektur nach *Weissenberg* und *Rabinowitsch* mit Hilfe der Steigung  $\partial \log \dot{V} / \partial \log(-p')$  durchzuführen. Die entsprechenden Umrechnungsformeln stehen ebenfalls in Tafel 1.

In Tafel 2 ist an einem Zahlenbeispiel gezeigt, wie aus der Meßkurve  $\dot{V}(p')$  die darzustellenden Größen  $\tau_w, D_w, \eta(D_w)$  bestimmt werden.

Aus der Meßkurve  $\dot{V}(p')$  erhält man so

- die Fließkurve  $D(\tau)$  und
- die Viskosität  $\eta(D) = \tau/D$ ,

Tafel 1. Umrechnungsformeln zur Bestimmung von  $D_w$  und  $\tau_w$  aus den Meßgrößen  $\dot{V}$  und  $p'$ . Die Steigung  $m$ , auch „Schlüpfrigkeit“ genannt (s. Hütte I, 28. Aufl. 1955, S. 1269), ist bereichsweise gleich dem Exponenten  $m$  des Potenzansatzes  $D = \phi \tau^m$  (mit der Stoffkonstanten  $\phi$ )

Geometrie	Schergeschwindigkeit $D_w$ an der Wand	Schubspannung $\tau_w$ an der Wand
Vollkreis	$D_w = -\frac{\dot{V}}{\pi R^3} \left( 3 + \frac{p'}{\dot{V}} \frac{\partial \dot{V}}{\partial p'} \right)$ $\frac{\partial \log \dot{V}}{\partial \log(-p')} = m$	$\tau_w = \frac{R}{2} p'$
Schlitz	$D_w = -\frac{2\dot{V}}{BH^2} \left( 2 + \frac{p'}{\dot{V}} \frac{\partial \dot{V}}{\partial p'} \right)$ $\frac{\partial \log \dot{V}}{\partial \log(-p')} = m$	$\tau_w = \frac{H}{2} p'$

Anmerkung: Die Umrechnung ist allgemein anwendbar, d.h. sie ist nicht beschränkt auf Potenzansatz-Stoffe.

Tafel 2. Umrechnung der Meßkurve  $\dot{V}(p')$  nach dem Verfahren von *Weissenberg* und *Rabinowitsch* zur Erstellung der Fließkurve  $D(\tau)$  und der Viskositätskurve  $\eta(D)$ . Umrechnungsformeln in Tafel 1

$\dot{V}$ cm <sup>3</sup> /s	$-p'$ bar/cm	$\frac{p'}{\dot{V}} \frac{\partial \dot{V}}{\partial p'}$	$-\tau_w$ 10 <sup>5</sup> Pa	$-D_w$ s <sup>-1</sup>	$\eta(D_w)$ Pas
0,0011	1,1	1,06	0,03	3,1	969,0
0,0018	1,7	1,02	0,05	5,0	899,0
0,0024	2,3	1,05	0,06	6,6	890,0
0,0037	3,4	1,12	0,00	10,4	855,0
0,0054	4,9	1,20	0,13	15,9	811,0
0,0073	6,3	1,26	0,17	21,8	756,0
0,0111	8,8	1,30	0,23	34,3	670,0
0,0182	12,2	1,56	0,32	59,2	535,0
0,0255	14,8	1,73	0,39	86,9	443,0
0,0365	18,0	1,98	0,47	132,7	352,0
0,0548	21,5	2,31	0,56	215,6	259,0
0,0729	24,3	2,63	0,63	307,8	205,0
0,1096	28,0	3,09	0,73	509,5	143,0
0,1425	30,3	3,40	0,79	701,8	112,0
0,1827	32,6	3,70	0,85	951,0	89,0
0,2137	34,1	3,90	0,89	1150,3	77,0
0,2549	35,8	4,12	0,93	1422,6	65,0
0,3614	39,0	4,51	1,01	2145,5	47,0

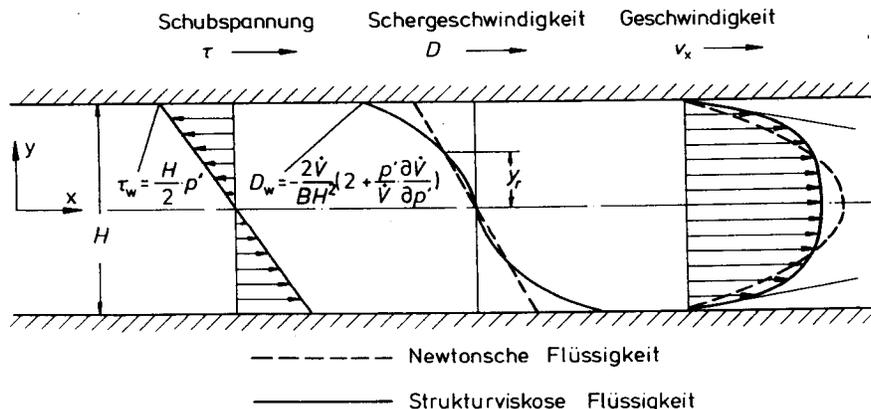


Bild 3. Schubspannungs-, Schergeschwindigkeits- und Geschwindigkeitsverteilung in einer Schlitzkapillare. Druckgradient  $p' = \partial p / \partial x$

die hier zwar für die Schicht an der Wand gemessen werden, die jedoch erfahrungsgemäß auch im Inneren des Flüssigkeitsvolumens gelten: der Index  $w$  kann deshalb weggelassen werden.  $\tau$  und  $D$  sind dabei entweder beide positiv oder beide negativ.

**1.3.2. Näherungsweise Auswertung nach Schümmer [8; 9]**

Das Umrechnungsverfahren nach *Weissenberg* und *Rabinowitsch* ist wegen der Tangentenbestimmung relativ aufwendig. Deshalb soll hier noch ein anderes Verfahren beschrieben werden, das zwar etwas ungenauer ist (da die Fließkurve typmäßig vorgegeben wird), das dafür aber wesentlich weniger Rechenaufwand erfordert.

Die Schergeschwindigkeit ändert sich im Kapillarenquerschnitt von dem Wert Null in der Kapillarenmitte zu ihrem Maximalwert an der Wand (Bild 3). Vergleicht man bei vorgegebenem Volumenstrom  $\dot{V}$  die Schergeschwindigkeitsverteilung einer Newtonschen Flüssigkeit mit der einer nicht-Newtonschen Flüssigkeit (Kunststoffschmelze), so zeigt sich, daß sich die beiden Kurven im Abstand  $y_r$  bzw.  $r_r$  von der Kapillarenmitte schneiden. An der Wand ist die Schergeschwindigkeit der nicht-Newtonschen Flüssigkeit wesentlich höher als die der Newtonschen und im Kern der Strömung ist die Schergeschwindigkeit der Newtonschen Flüssigkeit höher.

Für das Auswertungsverfahren interessiert nun die Stelle  $y_r$  bzw.  $r_r$  im Kapillarenquerschnitt, bei der die Schergeschwindigkeit der zu untersuchenden Kunststoffschmelze gleich der Schergeschwindigkeit einer Newtonschen Flüssigkeit ist (bei gleichem Volumendurchsatz). Die Schergeschwindigkeit  $D_r$  und die Schubspannung  $\tau_r$  an der Stelle  $y_r$ , gekennzeichnet mit dem Index  $r$  für „repräsentativ“, werden in Tafel 3 aufgelistet. Der repräsentative Abstand von der Kapillaren-Mitte ist

$$\text{Schlitz} \quad y_r = \epsilon \frac{H}{2} \quad (2)$$

$$\text{Vollkreis} \quad r_r = \epsilon R \quad (3)$$

Der Wert von  $\epsilon$  hängt von der Form des Kapillarenquerschnitts und von der zu prüfenden Kunststoffschmelze ab.

Tafel 3. Repräsentative Werte von  $D$  und  $\tau$  für die Ermittlung der Fließkurve und der Viskositätskurve nach dem Verfahren von *Schümmer*

Geometrie	repräsentative Schergeschwindigkeit $D_r$	repräsentative Schubspannung $\tau_r$	Viskosität $\eta(D_r)$
Vollkreis	$D_r = -\frac{\epsilon 4 \dot{V}}{\pi R^3}$	$\tau_r = \epsilon \tau_w$ $= \frac{\epsilon R}{2} p'$	$\eta(D_r) = -\frac{\pi R^4 p'}{8 \dot{V}}$
Schlitz	$D_r = -\frac{\epsilon 6 \dot{V}}{BH^2}$	$\tau_r = \epsilon \tau_w$ $= \frac{\epsilon H}{2} p'$	$\eta(D_r) = -\frac{BH^3 p'}{12 \dot{V}}$

Das Umrechnungsverfahren macht sich nun die Tatsache zunutze, daß  $\epsilon$  für die meisten Kunststoffschmelzen nur in sehr engen Grenzen variiert. Mit einem mittleren Wert von  $\epsilon$  lassen sich dann über die Gleichungen in Tafel 3 die Schergeschwindigkeit  $D_r$ , die Schubspannung  $\tau_r$  und die Viskosität  $\eta(D_r)$  in guter Näherung berechnen.

Der entscheidende Teil des Umrechnungsverfahrens ist also die geeignete Wahl eines mittleren  $\epsilon$  für die gesamte Fließkurve. Es gibt dafür verschiedene Möglichkeiten. Am einfachsten ist es, die Meßkurve  $\dot{V}(p')$  im doppellogarithmischen Maßstab (Bild 2), grob durch eine Gerade zu approximieren. Die Steigung dieser Gerade kann als *mittlere Steigung*

$$\bar{m} = \left\langle \frac{\partial \log \dot{V}}{\partial \log (-p')} \right\rangle \quad (4)$$

angesehen werden. Aus Bild 4 ist der dazugehörige  $\epsilon$ -Wert für die Schlitz-Geometrie bzw. für die Vollkreis-Geometrie

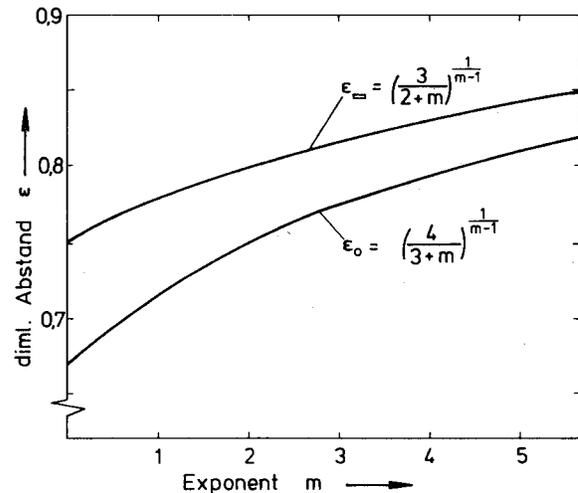


Bild 4. Relativer repräsentativer Abstand  $\epsilon$  von der Kapillaren-Mitte, bei dem die Schergeschwindigkeit  $D$  einer Potenz-Ansatz-Flüssigkeit mit dem Exponenten  $m$  gleich der Schergeschwindigkeit einer Newtonschen Flüssigkeit ist (für gleichen Volumendurchsatz). Die Kurven für den Schlitz und für den Vollkreis sind mit  $\square$  bzw.  $\circ$  gekennzeichnet

zu entnehmen [9]. Die Kurven in Bild 4 sind unter der Voraussetzung berechnet, daß die Fließkurven der zu prüfenden Kunststoffschmelzen im gesamten Bereich nach einer Potenzfunktion mit dem Exponenten  $m$  verlaufen.

Ein Beispiel für die punktuellen Auswertungen einer Meßkurve  $\dot{V}(p')$  ist in Tafel 4 gezeigt. Der Schergeschwindigkeitsbereich der gemessenen Kurve ist, verglichen mit den nach *Rabinowitsch* ermittelten Werten, zu kleineren Schergeschwindigkeiten verschoben (s. Vergleich mit Tafel 2).

Die Umrechnung von  $\dot{V}(p')$  zu  $D_r(\tau_r)$  mit Hilfe von  $\epsilon$  kommt einer Verschiebung im doppellogarithmischen Maßstab gleich. Die *Gestalt der Kurve bleibt dabei unverändert*. Im Gegensatz dazu setzt die Umrechnung nach *Weissenberg* und *Rabinowitsch* nicht voraus, daß Meßkurve  $\dot{V}(p')$  und Fließkurve  $D(\tau)$  in doppellogarithmischer Darstellung gleichgestaltet sind.

Tafel 4. Umrechnung der Meßkurve  $\dot{V}(p')$  nach dem Verfahren von Schümmer zur Erstellung der Fließkurve  $D(\tau)$  und der Viskositätskurve  $\eta(D)$ . Umrechnung mit  $\epsilon = 0,814$

$\dot{V}$ cm <sup>3</sup> /s	$-p'$ bar/cm	$-\tau_r$ 10 <sup>5</sup> Pa	$-D_r$ s <sup>-1</sup>	$\eta(D_r)$ Pa s
0,0011	1,1	0,02	2,4	789,0
0,0018	1,7	0,04	4,1	904,0
0,0024	2,3	0,05	5,3	906,0
0,0037	3,4	0,07	8,1	889,0
0,0054	4,9	0,10	12,1	865,0
0,0073	6,3	0,13	16,3	823,0
0,0111	8,8	0,19	24,7	758,0
0,0182	12,2	0,26	40,6	636,0
0,0255	14,8	0,31	56,8	551,0
0,0365	18,0	0,38	81,3	467,0
0,0548	21,5	0,45	122,0	372,0
0,0729	24,3	0,51	162,4	316,0
0,1096	28,0	0,59	244,1	243,0
0,1425	30,3	0,64	317,3	202,0
0,1827	32,6	0,69	406,9	170,0
0,2137	34,1	0,72	475,9	151,0
0,2549	35,8	0,76	567,8	133,0
0,3614	39,0	0,82	804,9	102,0

#### 1.4. Graphische Darstellung

Das Fließverhalten von Kunststoffschmelzen in stationären Scherströmungen kann gleichermaßen mit der *Fließkurve*  $D(\tau)$  oder mit der *Viskositätskurve*  $\eta(D)$  beschrieben werden. Die Kurven sind in *doppellogarithmischem* Maßstab darzustellen, da sie sich dort bereichsweise durch Geraden annähern lassen, d.h. durch einen Potenzansatz. Die Dimensionen sind einheitlich in

s<sup>-1</sup> für Schergeschwindigkeit

Pa für die Schubspannung

Pa s für die Viskosität

anzugeben (Umrechnung: 1 Pa s = 1 Ns/m<sup>2</sup> = 10 Poise = 10 dyn s/cm<sup>2</sup> = 1,02 · 10<sup>-2</sup> p s/cm). Typische Fließ- und Viskositätskurven sind in Bild 5 und 6 gezeigt.

Der Fließkurve kommt bei der Bestimmung der Temperatur- und Druckabhängigkeit der Viskosität besondere Bedeutung zu: Fließkurven, die bei unterschiedlichen Temperatur- bzw. Druckniveaus gemessen wurden, haben erfahrungsgemäß in doppellogarithmischer Darstellung alle dieselbe Gestalt. Die Kurven können durch vertikale Verschiebungen zur Deckung gebracht werden, wobei der Verschiebeweg ein Maß für die Temperatur- bzw. für die Druckabhängigkeit der Viskosität ist. Diese Anwendung der Fließkurve soll hier nur angedeutet werden.

Bei einigen Polymeren (z.B. Polyäthylen hoher Dichte)

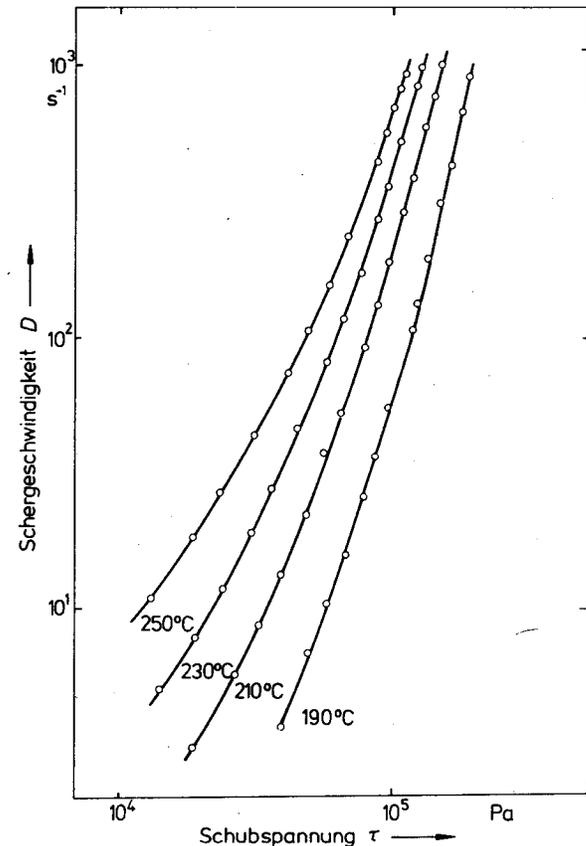


Bild 5. Fließkurve  $D(\tau)$  einer Polystyrolschmelze bei vier Temperaturniveaus

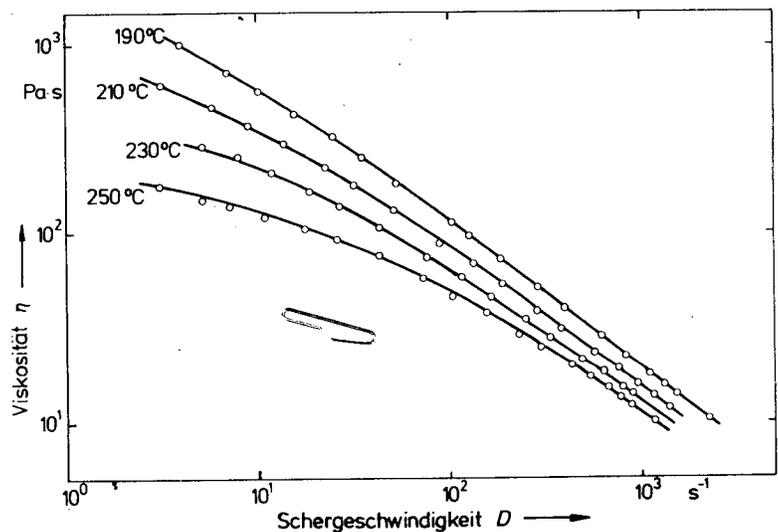


Bild 6. Viskositätskurve  $\eta(D)$  einer Polystyrolschmelze bei vier Temperaturniveaus

beeinflussen Fließanomalien die Messung so stark, daß eine Viskositätskurve überhaupt nicht oder zumindest nur bereichsweise aufgestellt werden kann. Die Messungen müssen dann in Form von scheinbaren Fließkurven  $D_{w,s}(\tau_w)$  dargestellt werden.

**2. Einlaufdruckverlust**

Bei der Bestimmung der Viskosität mit dem Kapillarrheometer verwendet man die gemessenen Drücke lediglich, um den Druckgradienten  $p'$  im Gebiet der rheologisch voll entwickelten Strömung in der Kapillaren zu ermitteln. Einlauf- und Auslaufeffekte werden mit Korrekturverfahren oder durch direkte Messung des Druckgradienten eliminiert. Als zusätzliche Information zu den Fließkurven läßt sich die Größe dieser Endeffekte aus den Messungen in Form von „Druckverlusten“ angeben. Aus den Endeffekten läßt sich zwar keine reine Stoffgröße bestimmen (wie z.B. die Viskosität bei stationären Scherströmungen), aber zur Berechnung kurzer Düsen oder zur vergleichenden Untersuchung verschiedener Polymere sind diese Druckverluste notwendige Kenngrößen.

Da der Einlauf- und der Auslaufdruckverlust außer vom untersuchten Kunststoff, von der Temperatur und von dem Druck auch noch wesentlich von der Geometrie des Rheometers abhängen, muß ein Versuchsbericht genaue Angaben über die Versuchsanordnung enthalten: *Abmessungen des Vorlagekanals* und *Geometrie von Ein- und Auslauf* der Kapillaren, sowie *Position der Druck- bzw. Kraftaufnehmer*. Ohne diese Angaben sind die gemessenen Druckabfälle nur begrenzt verwertbar.

Im folgenden soll nun kurz angegeben werden, wie Einlauf- und Auslaufdruckverlust  $\Delta p_e$  bzw.  $\Delta p_a$  für gebräuchliche Meßverfahren definiert sind. Dann folgt die graphische Darstellung.

**2.1. Einlauf- und Auslaufdruckverlust bei Schlitzkapillaren**

Bei Schlitzkapillaren wird das axiale Druckprofil mit Hilfe von Druckaufnehmern am Schlitz direkt gemessen. Extrapoliert man das lineare Druckprofil aus dem Bereich der rheologisch voll ausgebildeten Strömung zum Einlauf und zum Auslauf hin, so ergeben sich ein fiktiver Druck am Einlauf  $p_e^*$  und ein fiktiver Druck am Auslauf  $p_a^*$ , Bild 7. Die Differenz zwischen dem gemessenen Druck vor dem Schlitz  $p_{vD}$  (hier wird ein zusätzlicher Druckaufnehmer benötigt, der bei der Viskositätsmessung nicht erforderlich ist) und dem fiktiven Druck am Einlauf ist der „Einlaufdruckverlust“

$$\Delta p_e = p_{vD} - p_e^* \tag{5}$$

und der fiktive Druck am Auslauf ist der „Auslaufdruckverlust“

$$\Delta p_a = p_a^* \tag{6}$$

Der Auslaufdruckverlust ist im allgemeinen wesentlich kleiner als der Einlaufdruckverlust ( $\Delta p_a \ll \Delta p_e$ ).

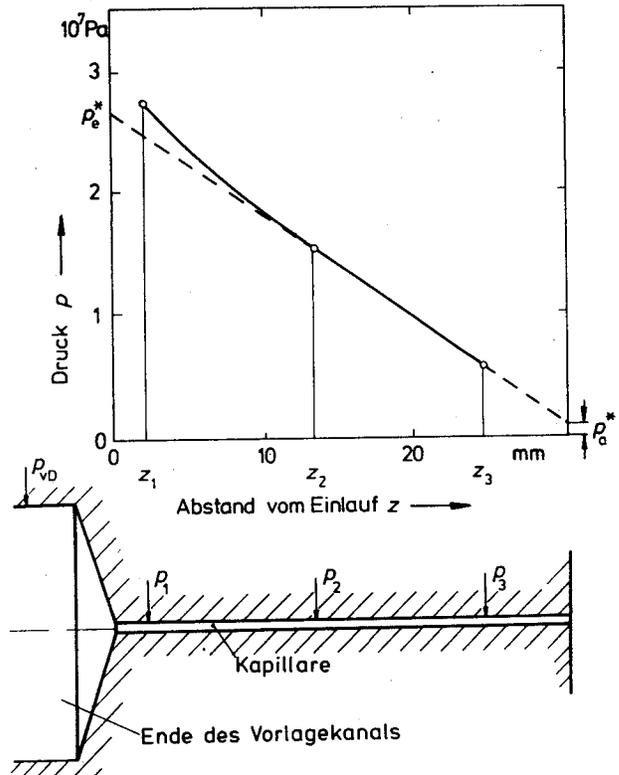


Bild 7. Druckprofil längs einer Schlitzkapillare (s. Skizze) mit drei Druckaufnehmern. Bestimmung der fiktiven Drücke  $p_e^*$  und  $p_a^*$  am Einlauf und am Auslauf

**2.2. Einlauf- und Auslaufdruckverlust bei Kapillaren mit Vollkreisquerschnitt**

Der Durchmesser von Vollkreis Kapillaren ist im allgemeinen zu klein, um den Druck längs der Kapillaren direkt mit Druckaufnehmern zu messen. Statt dessen mißt man den Druck  $p_{vD}$  vor dem Einlauf der Kapillare. Aus einer Meßreihe mit Kapillaren gleichen Halbmessers aber verschiedener Länge (z.B.  $L/R = 20, 30, 40, 50$ ) und sonst identischen Versuchsbedingungen (gleicher Durchsatz, gleiche Temperatur) ergibt sich der Druckgradient  $p'$  im Bereich der rheologisch voll entwickelten Scherströmung in der Kapillare, Bild 8. Die Meßpunkte werden durch eine Gerade verbunden; die Steigung der Gerade

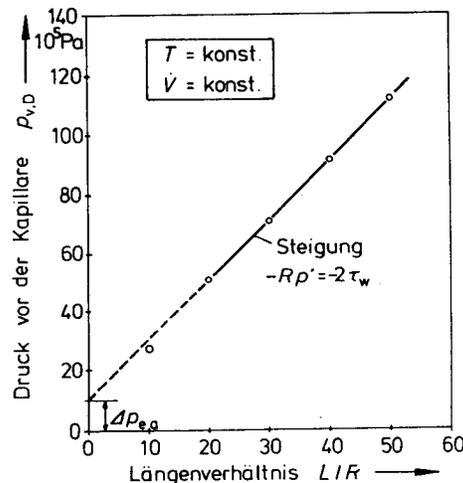


Bild 8. Druckabfall in Kapillaren verschiedener Länge  $L$ . Bestimmung des Druckverlustes  $\Delta p_{e,a}$  durch Extrapolation zu  $L = 0$

$$\frac{\partial p}{\partial (L/R)} = -p'R \quad (7)$$

gibt direkt den Druckgradienten und damit auch die Wandschubspannung  $\tau_w$  (Tafel 1) an. Die Verlängerung der Geraden markiert bei  $L/R = 0$  den Druckabfall  $\Delta p_{e,a}$ , der die Summe von Einlauf- und Auslaufdruckverlust ist. Außerdem beinhaltet  $\Delta p_{e,a}$  noch den Druckabfall im Vorlagekanal zwischen Druckaufnehmer und Düsen-eintritt.

**Anmerkung:** Wenn beim Kolbenextruder statt des Druckes vor der Düse die Kolbenkraft gemessen wird, enthält der Druckabfall  $\Delta p_{e,a}$  auch den durch die Reibung des Kolbens verursachten Druckverlust und den Druckabfall längs des Vorlagezylinders.

### 2.3. Graphische Darstellung der Druckverluste

Die Druckverluste  $\Delta p_e$  bzw.  $\Delta p_{e,a}$  werden als Funktion der Wandschubspannung  $\tau_w$  (in der Kapillare) in doppellogarithmischer Darstellung aufgetragen. Ein Beispiel ist in Bild 9 gezeigt.

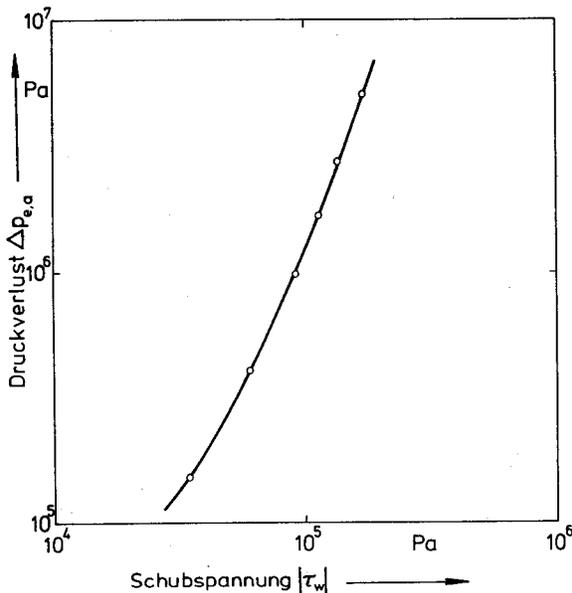


Bild 9. Einlaufdruckverlust  $\Delta p_{e,a}$  beim Durchströmen einer Vollkreis-kapillare mit Polystyrol.  $180^\circ$  Einlauf,  $\Delta p_{e,a}$  ist nach Bagley bestimmt

### 3. Formelzeichen und Indizes

Formelzeichen	Einheit	
$B$	m	Spaltbreite
$D$	$s^{-1}$	Schergeschwindigkeit
$H$	m	Spaltweite
$L$	m	Länge der Kapillare
$m$	—	Exponent des Potenzansatzes
$\dot{m}$	$kg\ s^{-1}$	Massedurchsatz
$p$	Pa	Druck
$p'$	$Pa\ m^{-1}$	Druckgradient in Kapillaren-richtung
$p_{VD}$	Pa	Druck vor dem Kapillaren-Einlauf

$p_e^*, p_a^*$	Pa	fiktive Drücke am Ein- und Auslauf einer Schlitzkapillare
$\Delta p_e, \Delta p_a$	Pa	Druckverlust am Ein- und am Auslauf einer Kapillare
$R$	m	Halbmesser der Kapillare
$T$	K	Temperatur
$v$	m/s	Geschwindigkeit
$\dot{V}$	$m^3/s$	Volumendurchsatz
$\epsilon$	—	dimensionsloser Mittenabstand $r_r/R$ bzw. $2y_r/H$ , s. Abschn. 1.3.2
$\eta$	Pa s	Viskosität
$\rho$	$kg/m^3$	Dichte
$\tau$	Pa	Schubspannung
$\phi$	$Pa^{-m}\ s^{-1}$	Stoffkonstante im Potenzansatz

### Indizes

a	Auslauf der Kapillare
e	Einlauf der Kapillare
r	repräsentativer Abstand von der Kanalmitte, s. Abschn. 1.3.2
s	scheinbar
w	an der Wand

### Schrifttum

- [1] van Wazer, J.R., J.W. Lyons, K.Y. Kim u. R.E. Colwell: Viscosity and Flow Measurement. Intersci. Publ. New York, London: Wiley 1963.
- [2] Semjonow, V.: Auswertung von Meßergebnissen an Kapillarrheometern. Kunststoffe 56 (1966), S. 163/66.
- [3] Eswaran, R., H. Janeschitz-Kriegl u. J. Schijf: A Slit Viscometer for Polymer Melts. Rehol. Acta 3 (1963), S. 83/91.
- [4] Robens, G., u. H.H. Winter: Kapillarrheometrie. Abschätzen und Verkleinern des Dissipationseinflusses. Kunststofftechn. 13 (1974), S. 61/64.
- [5] Mooney, M.: Explicit Formulas for Slip and Fluidity. J. Rheol. 2 (1931), S. 210/22.
- [6] Rabinowitsch, B.: Über die Viskosität und Elastizität von Solen. Z. phys. Chemie, A 146 (1929), S. 1/26.
- [7] Bagley, E.B.: End Corrections in the Capillary Flow of Polyethylene. J. Appl. Physics 28 (1957), S. 624/27.
- [8] Schümmer, P.: Zur Darstellung der Durchflußcharakteristik viskoelastischer Flüssigkeiten in Rohrleitungen. Chem.-Ing.-Techn. 41 (1969), S. 1020/22.
- [9] Giesekus, H., u. G. Langer: Die Bestimmung der wahren Fließkurve nicht-newtonscher Flüssigkeiten und plastischer Stoffe mit der Methode der repräsentativen Viskosität. Rheol. Acta 16 (1977), S. 1/22.

### Erläuterung zur Richtlinie VDI 2546

Herr Privatdozent Dr.-Ing. H. H. Winter, Stuttgart, hat auf Bitten des Fachbeirates Aufbereitungstechnik von Kunststoffen der VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik die Aufgabe übernommen, eine einheitliche Form vorzuschlagen, in der die mit dem Kapillarrheometer gemessenen Fließkurven und Viskositäten dargestellt werden sollten. Die Ausarbeitung wurde bewußt auf diese Aufgabenstellung begrenzt. Sie wurde mehreren in der Bundesrepublik Deutschland in diesem Fachgebiet tätigen Herren zur kritischen Stellungnahme vorgelegt und anschließend überarbeitet.

VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik  
 Fachbeirat Aufbereitungstechnik  
 Dr.-Ing. H. Schiffers, Vorsitzender des Fachbeirates