



**Messung von pVT-Daten bei prozessnahen Abkühlraten und
deren Einfluss auf die Simulation von Schwindung und
Verzug mit Moldflow Plastics Insight**

An der Montanuniversität Leoben zur Erlangung des
akademischen Grades

Doktor der montanistischen Wissenschaften

eingereichte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Thomas Lucyshyn

geb. in Graz / Österreich

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Thematik aufgegriffen, dass die Simulation von Schwindung und Verzug von spritzgegossenen thermoplastischen Kunststoffbauteilen nach wie vor nicht den gewünschten Grad an Zuverlässigkeit bietet. Daraus leitete sich die Motivation her, durch eine neue Messmethodik für die Ermittlung von pvT-Daten die Simulationsergebnisse mit Moldflow Plastics Insight™ (MPI) zu verbessern.

Eine neue Messapparatur und eine spezielle Auswertetechnik für die Messung der pvT-Daten bei prozessnahen Abkühlraten (hcr-pvT für high cooling rate – pvT) wurden entwickelt und die damit erzielten Messergebnisse mit Standard-Messungen verglichen. Zwei amorphe und zwei teilkristalline Thermoplaste wurden untersucht, wobei durchschnittliche Kühlraten von ca. 15 K/s erzielt wurden, was im Vergleich zu Standardmessungen um ca. zwei Zehnerpotenzen höher ist.

Bei den amorphen Thermoplasten wurde eine Verschiebung der hcr-pvT-Kurven zu höheren Werten gegenüber den Standard-pvT-Messungen im Bereich unterhalb der Glasübergangstemperatur festgestellt. Bei den teilkristallinen Thermoplasten war die Abweichung gegenüber Standard-Messungen wesentlich dramatischer. Die Materialien zeigten nahezu amorphen Charakter in Bezug auf den Kurvenverlauf, und der Übergang zwischen Schmelze und Feststoff liegt deutlich unter dem Wert der Standard-Messung. Auch bei den teilkristallinen Materialien liegt das Niveau des spezifischen Volumens im Feststoffbereich höher als bei Standardbedingungen.

Mit den vier ausgewählten Materialien wurden schachtelförmige Versuchsteile mit unterschiedlichen Wanddickenvariationen hergestellt. Diese Bauteile wurden mittels optischem 3D-Scanner digitalisiert. Mit MPI wurden diese Bauteile als 3D- und als Fusion-Modell modelliert und mit den Prozessparametern aus den Experimenten simuliert. Für die Auswertung der Schwindungs- und Verzugsberechnung wurden repräsentative Vergleichsmaße ausgewählt. Die berechneten Maßänderungen der Vergleichsmaße wurden mit den vermessenen Bauteillängen verglichen, wobei die Berechnungen jeweils mit Standard-pvT-Daten als auch mit den neu ermittelten hcr-pvT-Daten durchgeführt wurden, um das Verbesserungspotential sichtbar machen zu können.

Für die untersuchten amorphen Kunststoffe konnte eine Verbesserung der Berechnungsgenauigkeit durch die Verwendung der hcr-pvT-Daten in MPI erzielt werden. Bei den teilkristallinen Thermoplasten stehen einigen Verbesserungen in den Verzugsergebnissen in vielen Fällen auch Verschlechterungen gegenüber. Eine Erklärung dafür könnte darin gesehen werden, dass der Kristallisationsprozess nicht nur von der Abkühlrate sondern auch von der zuvor eingebrachten Scherung abhängt (scherinduzierte Kristallisation), die weder mit dem Standard- noch mit dem hcr-pvT-Messgerät berücksichtigt werden kann.

Abstract

In this thesis the topic was picked up that the simulation of shrinkage and warpage of injection moulded thermoplastic parts does not provide the desired reliability yet. From this the motivation was derived to improve the simulation results with Moldflow Plastics InsightTM (MPI) by using a new measurement method for the determination of pvT-data.

A new measuring apparatus and special evaluation method for the measurement of pvT-data at process near cooling rates (hcr-pvT for high cooling rate – pvT) were developed and the obtained measuring results were compared to standard measurements. Two amorphous and two semi-crystalline materials were investigated. The achieved cooling rates of approx. 15 K/s are about two orders of magnitude higher than in standard measurement methods.

The hcr-pvT data of the amorphous thermoplastics were shifted to higher values in the temperature region below glass transition temperature compared to the standard data. For the semi-crystalline materials the difference to standard data was even more pronounced. The materials showed almost amorphous character regarding the shape of the curves and the transition between melt and solid state was strongly shifted to lower temperatures in comparison to standard measurements. The level of the specific volume of the hcr-pvT-data in the solid state is also clearly higher compared to standard data.

With the four selected materials various box shaped test parts with different wall thickness variations were moulded. Afterwards, these parts were digitized using an optical 3D-scanner. The boxes were modelled as 3D- and Fusion-models in MPI and simulated using the process settings of the experiments. For the evaluation of the shrinkage and warpage prediction some representative dimensions of the boxes were defined. The simulated deformations of those dimensions were compared to the real measured part dimensions. The calculations were performed with standard pvT data and hcr-pvT data, respectively, in order to show the potential of improvement.

For the investigated amorphous polymers an improvement of the accuracy of the predicted shrinkage and warpage could be achieved, whereas for the semi-crystalline thermoplastics some improvements stand directly opposed to many poor results. An explanation for this finding could be seen in the fact that the crystallization process does not only depend on the cooling rate but also on the imposed shear deformation (shear induced crystallization), which can neither be taken into account with standard methods nor this hcr-pvT apparatus.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Kunststoffverarbeitung. Sie wurde in dem strategischen *K_{plus}*-Projekt „Materialcharakterisierung für thermische und rheologische Werkzeugauslegung“ bzw. dessen Nachfolgeprojekt "pvT-Daten bei hohen Abkühlraten" an der Polymer Competence Center Leoben GmbH im Rahmen des Kompetenzzentren-Programms *K_{plus}* des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie unter der wissenschaftlichen Leitung *des Instituts für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben* durchgeführt und mit Mitteln des Bundes und der Länder Steiermark und Oberösterreich gefördert.

Mein besonderer Dank gilt Herrn em. Univ. Prof. Dr.-Ing. Günter R. Langecker, ehemaliger Vorstand des Instituts für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben, für die Ermöglichung dieser Arbeit, die durch ihn initiiert wurde. Bedanken möchte ich mich weiters für die laufende Unterstützung, die wertvollen konstruktiven Anregungen und die kritische Durchsicht dieser Arbeit.

Herrn ao.Univ.-Prof. Mag. et Dr.rer.nat. Clemens Brand, Universitätsdozent am Lehrstuhl für Angewandte Mathematik an der Montanuniversität Leoben gilt mein spezieller Dank für die Übernahme des Koreferates und die Durchsicht dieser Arbeit.

Großer Dank gebührt DI Dr.mont. Konrad Fischer, der die Vermessungen der Bauteile durchführte bzw. im Rahmen von Diplomarbeiten die Vermessungen betreute.

Uwe Gallaun, Peter Zaucher, Roman Hofer, Yilmaz Atakan und Johannes Brunmayr haben im Rahmen ihrer Studien- und Diplomarbeiten bzw. während ihrer Tätigkeit als studentische Hilfskräfte einen entscheidenden Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet.

Für die Lösung kleinerer und auch größerer Probleme im Rahmen meiner Tätigkeit gilt mein Dank den folgenden Personen am Institut für Kunststoffverarbeitung: DI Ivica Duretek, DI Artur Fertschej, Ing. Rudolf Schatzer, Karl Ricko, Dr. Walter Friesenbichler, Gernot Weiß, Nina Kreml, Elke Holler und Carina Benedikt.

Schließlich möchte ich meiner Familie einen besonders herzlichen Dank aussprechen für ihre Geduld, die laufende Unterstützung und den Rückhalt.

Und zuletzt möchte ich noch Birgit danken, die mich in der Endphase motiviert hat, die Arbeit endgültig abzuschließen.

Leoben, Oktober 2009

Thomas Lucyshyn

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubter Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, Oktober 2009

(Dipl.-Ing. Thomas Lucyshyn)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung	1
2	Spritzgießsimulation mit MPI	3
2.1	2.5D- und 3D-FEM-Strömungssimulation	5
2.1.1	Fusion-Modell für die 2.5D-Berechnung	7
2.1.2	3D-Modell für die 3D-Berechnung	8
2.2	Schwindung	8
2.3	Verzug	13
2.4	Berechnungsansätze für Schwindung und Verzug in MPI	13
2.4.1	Dehnungsbetrachtung	13
2.4.2	Spannungsbetrachtung	14
2.4.2.1	Residual In-Mold Stress	14
2.4.2.2	Corrected Residual In-Mold Stress Modell (CRIMS-Modell)	16
2.4.3	Neue Ansätze zur Modellierung der Kristallisation	25
3	Bedeutung der pvT-Daten für die Spritzgießsimulation	34
3.1	Verwendung von pvT-Daten in der Spritzgießsimulation	34
3.2	Messung der pvT-Daten	37
4	hcr-pvT-Messgerät für prozessnahe Abkühlraten	45
4.1	Aufbau und Funktionsweise	45
4.1.1	Grundaufbau	45
4.1.2	Steuerung	48
4.1.3	Messsensorik	52
4.1.3.1	Messdaten-Erfassung	52
4.1.3.2	Wegmessung	54
4.1.3.3	Druckmessung	57
4.1.3.4	Temperaturmessung	59
4.2	Messablauf und Auswertung	66
4.2.1	Probenherstellung	66
4.2.1.1	Probenherstellung durch Spritzgießen	66
4.2.1.2	Probenherstellung durch Pressen	68
4.2.2	Probenvorbereitung	69
4.2.2.1	Vortrocknung	69

4.2.2.2	Bestimmung der notwendigen Heizzeit.....	70
4.2.3	Messung	71
4.2.4	Auswertung	74
4.2.4.1	Berechnung des zeitlichen Verlaufs der mittleren Proben-temperatur.....	74
4.2.4.2	Tait-Approximation der Messwerte	86
4.2.5	Fehlerabschätzung der Messmethode.....	86
4.3	Messergebnisse	92
4.3.1	Amorphe Thermoplaste.....	92
4.3.1.1	ABS Urtal M122.....	92
4.3.1.2	Polystyrol 454 C	99
4.3.2	Teilkristalline Thermoplaste.....	104
4.3.2.1	PP Hostacom BR 735 G.....	105
4.3.2.2	POM Ultraform N2320	110
5	Einfluss der hcr-pvT-Daten auf Berechnungsergebnisse in MPI	115
5.1	Verwendete Bauteile und Modellierung in MPI	115
5.2	3D-Bauteilvermessung	117
5.2.1	Vermessungssystem ATOS	117
5.2.2	Kalibrierung.....	119
5.2.3	Prinzip der Bauteildigitalisierung am Beispiel eines Messprojektes	120
5.2.4	Messtechnische Auswertung von Bauteildigitalisierungen	122
5.3	Berechnungsergebnisse und Vergleich mit experimentellen Daten	126
5.3.1	Amorphe Polymere.....	126
5.3.1.1	ABS Urtal M122.....	126
5.3.1.2	Polystyrol 454 C	128
5.3.2	Teilkristalline Polymere	130
5.3.2.1	PP Hostacom BR 735 G.....	130
5.3.2.2	POM Ultraform N2320	132
6	Zusammenfassung.....	134
7	Literatur.....	138
8	Verzeichnis der Symbole und Abkürzungen.....	144
8.1	Lateinische Symbole und Abkürzungen	144
8.2	Griechische Symbole.....	146
9	Anhang.....	148

9.1	Visual Basic Programm für die Abkühlberechnung	148
9.2	Prozessparameter für die Schachtelformteile.....	151

1 Einleitung und Zielsetzung

Das Spritzgießverfahren zählt zu den wichtigsten Verarbeitungsverfahren für die Herstellung von Produkten aus Kunststoff. Da es sich um einen sehr komplexen Prozess handelt, bei dem eine Vielzahl von Einflüssen (Material, Geometrie, Prozessparameter) berücksichtigt werden muss, ist wie in vielen anderen technischen Bereichen die Notwendigkeit entstanden, diesen Prozess mit Hilfe von Computersimulation voraus zu berechnen, um Fehler bei der Auslegung von Bauteilen bzw. Spritzgießwerkzeugen zu vermeiden und damit Kosten einzusparen. Während die Berechnung des Füllvorganges in Hinblick auf Bindenähte, Druckbedarf oder beispielsweise Schließkraft recht zuverlässig funktioniert, stellt die Simulation von Schwindung und Verzug von Spritzgießteilen nach wie vor eine große Herausforderung dar.

Für die Simulation des Spritzgießprozesses ist eine Vielzahl von Materialdaten des verwendeten Kunststoffs notwendig. Neben der Viskosität als Funktion von Schergeschwindigkeit und Temperatur und den thermischen Stoffgrößen Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität haben insbesondere die p v T -Daten, welche das spezifische Volumen v in Abhängigkeit vom Druck p und der Temperatur T beschreiben, einen großen Einfluss auf die Ergebnisse von Schwindung und Verzug [3]. Die in den am Markt erhältlichen Simulationsprogrammen verwendeten p v T -Daten werden üblicherweise mit Messmethoden ermittelt, deren Messbedingungen sich stark von den Verhältnissen unterscheiden, wie sie im Spritzgießprozess auftreten. Die Abkühlraten bei Standard-Messmethoden liegen um etwa zwei Größenordnungen unter den Kühlraten im Spritzgießprozess. Da die Messbedingungen eine Auswirkung auf den Kurvenverlauf der p v T -Daten haben und die Simulation von Schwindung und Verzug sehr sensibel auf Änderungen dieser Daten reagiert [25], entstand die Motivation, eine praxistaugliche Messapparatur zu entwickeln, die es ermöglicht, die p v T -Daten bei prozessnahen Abkühlraten zu messen und deren Auswirkung auf die Simulation von Schwindung und Verzug zu untersuchen.

Ziel der beiden geförderten Projekte „Materialcharakterisierung für thermische und rheologische Werkzeugauslegung“ sowie „ p v T -Daten bei hohen Abkühlraten“, die im Rahmen des österreichischen Kompetenzzentren-Programms K_{plus} an der Polymer Competence Center Leoben GmbH (PCCL) unter der wissenschaftlichen Leitung des Instituts für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben durchgeführt wurden, war die Entwicklung einer derartigen Messapparatur, welche im Rahmen der vorliegenden Arbeit in ihrem Aufbau und der Funktionsweise beschrieben wird. Nach der Inbetriebnahme der Apparatur sollen damit für je zwei amorphe und zwei teilkristalline Kunststoffe p v T -Daten bei unterschiedlichen Messbedingungen ermittelt und diese mit Standard-Messwerten verglichen werden. Weiters ist es Ziel dieser Arbeit zu zeigen, ob die p v T -Daten bei prozessnahen Abkühlraten dazu beitragen können, die Berechnung von Schwindung und Verzug zu verbessern. Dafür sollen mittels eines Test-

werkzeuges schachtelförmige Bauteile mit unterschiedlichen Wanddicken hergestellt werden. Mit den Prozessparametern aus den Experimenten werden mit der kommerziellen Spritzgieß-Simulationssoftware Moldflow Plastics Insight™ 6.1, Revision 3, (MPI) die Versuche nachgerechnet, wobei zwei unterschiedliche Modellierungsansätze in MPI zur Anwendung kommen, und miteinander verglichen werden. Mittels optischem 3D-Scanner werden die Bauteile vermessen und digitalisiert, so dass charakteristische Bauteildimensionen einfach mit den berechneten Werten verglichen werden können.

Diese Untersuchungen sollen dazu beitragen, einen Schritt in Richtung genauerer Berechnung von Schwindung und Verzug von Spritzgießteilen zu machen, wobei das Bewusstsein vorhanden ist, dass die pvT-Daten nur einen Baustein zur erfolgreichen Verzugssimulation darstellen.

2 Spritzgießsimulation mit MPI

Die Konstruktion eines Spritzgießwerkzeuges ist ein komplexer Prozess, in dem viele Faktoren berücksichtigt werden müssen. Um bestimmte Entscheidungen zu erleichtern, stehen dem Konstrukteur FEM-Programme zur Verfügung, durch die es möglich wird, Fehler in einem frühen Stadium zu erkennen und somit teure Änderungen zu einem fortgeschrittenen Zeitpunkt der Produktion zu vermeiden. Darüber hinaus bietet die Spritzgießsimulation die Möglichkeit, den Produktionsprozess bezüglich der Produktivität und Qualität der produzierten Spritzgießteile zu optimieren. Die wesentlichen Auslegungskriterien, für die oft ein Kompromiss gefunden werden muss, sind im Folgenden aufgelistet:

- rheologische Auslegung,
- thermische Auslegung,
- mechanische Auslegung,
- Werkzeugkosten.

Für die rheologische und thermische Auslegung stehen Programme wie z.B. *Moldflow Plastics Insight (MPI)* der Firma *Moldflow* (Australien), *Cadmould* der Firma *Simcon* (Deutschland), *Moldex3D* der Firma *CoreTech System Co., Ltd.* (Taiwan) oder diverse Programmmodule des *Cornell Injection Molding Program (CIMP)* zur Verfügung. Für die mechanische Auslegung eines Werkzeuges mit Hilfe der FEM eignet sich zum Beispiel ein allgemeines FEM-Programm wie *ABAQUS* von *Dassault Systèmes* (Frankreich). Umfragen haben gezeigt, dass durch den Einsatz von FEM-Programmen Zykluszeitverkürzungen von etwa 15% und eine Verringerung der Werkzeugänderungskosten von bis zu 50% erzielt werden können.

Rheologische Auslegung

Bei der rheologischen Auslegung geht es im Wesentlichen darum, die Kavität mit dem zugehörigen Angussystem möglichst gleichmäßig zu füllen. Folgende Aspekte müssen dabei in Betracht gezogen werden:

- Bei mehr als einer Kavität müssen die Angussverteilerkanäle so gestaltet werden, dass jede Kavität zur gleichen Zeit gefüllt wird.
- Innerhalb eines Formteiles sollte sich die Fließfront möglichst gleichmäßig ausbreiten, so dass die Fließfront überall gleichzeitig zum Stillstand kommt.

- Die Anzahl und Position der Anbindungen für eine optimale Formfüllung soll ermittelt werden.
- Der Druckverbrauch bzw. in weiterer Folge die Schließkräfte sollen minimiert werden.
- Bindenähte sollen vermieden werden bzw. nicht an beanspruchungskritischen Positionen oder im Sichtbereich liegen.

Thermische Auslegung

Um qualitativ hochwertige Bauteile effizient herstellen zu können, kommt der thermischen Auslegung besondere Bedeutung zu. Dabei müssen folgende Kriterien beachtet werden:

- Das Werkzeug soll einerseits ein rasches Abkühlen des Formteils ermöglichen (Zykluszeit!), andererseits muss gewährleistet sein, dass die Fließfront nicht vor dem vollständigen Füllen erstarrt (kritische Stellen wie z. B. Filmscharniere).
- Die Kühlung des Formteiles muss sehr gleichmäßig erfolgen, da sich große Temperaturunterschiede negativ auf Eigenspannungen und Verzug auswirken.
- An Stellen mit erhöhter erforderlicher Kühlleistung (z. B. Werkzeugkerne, Ecken) können Werkstoffe mit besserer Wärmeleitfähigkeit eingesetzt werden.
- Die Nachdruck- und Kühlzeit soll optimiert werden.
- Für eine optimale Wärmeübertragung müssen die Kühlkanäle so ausgelegt werden, dass das Temperiermedium in einem turbulenten Strömungszustand ist.

Mechanische Auslegung

Spritzgießwerkzeuge sind hoch belastet. Sie dürfen sich nur elastisch verformen. Für die Formteilqualität gilt: Verformungen führen zu Maßabweichungen der Formteile und ev. zum Überspritzen mit Schwimmbildung. Für einen problemlosen Prozess müssen folgende Belastungen berücksichtigt werden:

- Schließ- und Zuhaltekräfte,
- Formöffnungs- und Auswerferkräfte,
- Verformung von Backen und Schiebern,
- Kernversatz bei becher- und hülsenförmigen Formteilen,
- Versatz von Einlegeteilen.

Werkzeugkosten

In Hinblick auf Werkzeugkosten kann beispielsweise untersucht werden, wie hoch das Einsparungspotential durch Zykluszeitverkürzung bei der Verwendung von Werkzeugsätzen mit höherer Wärmeleitfähigkeit ist. Weiters kann die Anzahl und Positionierung der Kühlkanäle optimiert werden.

2.1 2.5D- und 3D-FEM-Strömungssimulation

In diesem Abschnitt wird erläutert, was unter den Begriffen 2.5D- bzw. 3D-Berechnung zu verstehen ist.

Bei Betrachtung der Strömungsverhältnisse in einem einfachen Spritzgießteil können mehrere Zustände unterschieden werden (Bild 1).

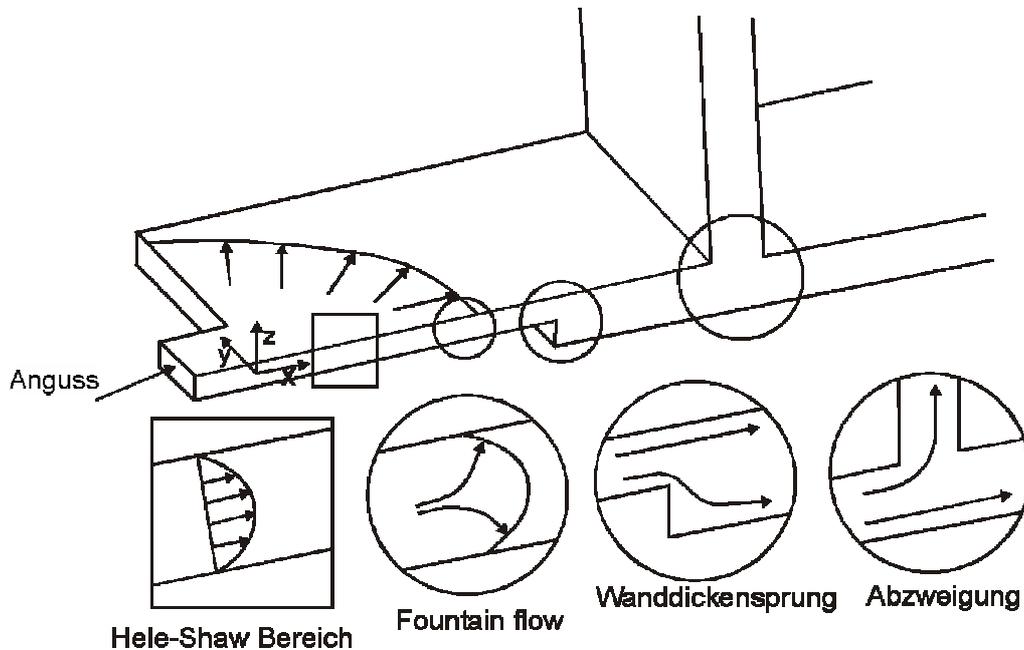


Bild 1: Strömungsverhältnisse in einer einfachen Spritzgießkavität [52].

In ebenen Bereichen, in denen die Fließfront bereits weiter vorangeschritten ist, kann davon ausgegangen werden, dass keine Geschwindigkeitskomponente in z-Richtung (Dickenrichtung) auftritt. In diesem Fall wird von einer sogenannten Hele-Shaw-Strömung gesprochen (links im Bild 1). Da bei einem Großteil der spritzgegossenen Bauteile großflächige und dünnwandige Strukturen vorherrschen, wird die Hele-Shaw-Strömung als Basis für die Füllsimulation herangezogen. Die Vernachlässigung der z-Komponente in den Differentialgleichungen der Strömungsmechanik reduziert den Rechenaufwand bei nur geringem Genauigkeitsverlust erheblich. Für die Hele-Shaw-

Strömung gilt die sogenannte 2.5D-Berechnung. Dabei wird eine ebene Strömung angenommen, was einer 2D-Berechnung entspricht. Zusätzlich wird über die Dicke ein parabolisches Geschwindigkeitsprofil berechnet, welches sich aus dem strukturviskosen Fließverhalten der Kunststoffschmelze und der Randbedingung des Wandhaftens ergibt. Die Strömung ist zwar dadurch dreidimensional beschrieben, allerdings ohne Berücksichtigung der dritten Geschwindigkeitskomponente. Dieser Ansatz stellt somit einen Kompromiss zwischen einer reinen 2D- und einer exakten 3D-Berechnung dar und wird üblicherweise als 2.5D-Berechnung bezeichnet. Zur Diskretisierung in finite Elemente genügen ebene Elemente, denen die Dicke als Attribut zugewiesen wird.

Neben dem Hele-Shaw-Bereich gibt es jedoch Fließphänomene, die nur mit einer 3D-Betrachtung sinnvoll beschrieben werden können. In Bild 1 sind mehrere Beispiele angegeben. Die Fließfront kann mit Hilfe der 2.5D-Berechnung nicht exakt abgebildet werden, da hier eine Quellströmung (fountain flow) vorliegt, in der auch in z-Richtung ein Massefluss stattfindet. Dreidimensionale Strömungsvorgänge treten auch bei Wanddickensprüngen oder Abzweigungen (z. B. Rippen) auf, ebenso wie Freistrahlbildung. Die Beschreibung solcher Strömungsvorgänge mit Hilfe einer 3D-Berechnung erfordert die Verwendung von dreidimensionalen finiten Elementen (z.B. Tetraeder). Um die Geometrie ausreichend fein zu vernetzen, müssen sehr viele Elemente verwendet werden. Der Rechenaufwand steigt dadurch gegenüber einer 2.5D-Berechnung erheblich an.

Im Folgenden sind die charakteristischen Eigenschaften der 2.5D- und 3D-Rechnung gegenübergestellt:

– *2.5D-Berechnung*

- Hele-Shaw-Strömung (ebene Strömung mit Geschwindigkeitsprofil über der Dicke),
- Vernachlässigung der z-Geschwindigkeitskomponente,
- günstig für flächige, dünnwandige Bauteile ohne Wanddickensprünge,
- Richtwert für Breiten-/Höhen-Verhältnis des Strömungskanals: $B/H > 4$,
- Verwendung von ebenen Elementen im FE-Netz (z. B. Dreiecke),
- geringer Rechenaufwand.

– *3D-Berechnung*

- dreidimensionale Strömung (Geschwindigkeitskomponenten in allen Raumrichtungen),
- für Berechnung der Quellströmung, Wanddickensprünge, Umlenkungen und dickwandige Formteile ($B/H < 4$),
- Verwendung von dreidimensionalen Elementen im FE-Netz (z.B. Tetraeder),
- großer Rechenaufwand.

2.1.1 Fusion-Modell für die 2.5D-Berechnung

Ursprünglich wurde für die 2.5D-Berechnung ein so genanntes Mittelflächenmodell verwendet. Dafür wurde die Bauteilgeometrie durch die Mittelebenen der Bauteilflächen beschrieben. Die Erstellung eines Mittelflächenmodells beanspruchte einen großen Zeitanteil an der Gesamtzeit der Durchführung einer Moldflow-Analyse. Um diesen Zeitaufwand zu minimieren, entwickelte Moldflow ein Modell, bei dem direkt 3D-CAD-Daten verwendet werden können. Zu diesem Zweck wird die gesamte Hülle des Formteils mit ebenen Dreieckselementen vernetzt. Das Programm rechnet allerdings nicht dreidimensional, sondern verwendet zur Durchführung der Berechnungen gegenüberliegende Flächen (Dual Domain Technology). Für die Berechnungsgrundlagen gelten somit die gleichen Annahmen und Vereinfachungen der 2.5D-Berechnung wie für das Mittelflächenmodell. Die Wanddicken werden automatisch durch den Abstand von gegenüberliegenden Elementen bestimmt, können aber auch für geringfügige Geometrieänderungen als Eigenschaften zugewiesen werden (z. B. bei einer Wanddickenerhöhung von 2 auf 2,5 mm in einem bestimmten Bereich), damit nicht bei jeder Änderung das 3D-CAD-Modell angepasst werden muss. Besonders zu beachten ist der Übereinstimmungsgrad von gegenüberliegenden Elementen. Bild 2 zeigt je ein Beispiel für gute und schlechte Übereinstimmung. Um brauchbare Berechnungsergebnisse zu erzielen, muss dieser Übereinstimmungsgrad („mesh matching“) deutlich über 80% liegen. Für Verzugsberechnungen bzw. für fasergefüllte Kunststoffe sollte der Wert sogar über 90% liegen.

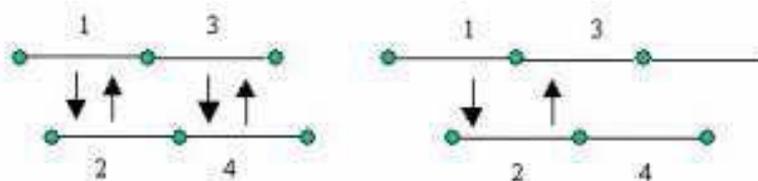


Bild 2: Gute (links) und schlechte (rechts) Übereinstimmung von Elementen in einem Fusion-Netz.

Die Vor- und Nachteile des Fusion-Modells sind im Folgenden kurz gegenübergestellt:

- Vorteile:
 - geringer Zeitaufwand beim Generieren eines Berechnungsmodells,
 - bessere Berücksichtigung der Wanddicken (z.B. bei kontinuierlichem Übergang) im Vergleich zu einem Midplane-Modell.
- Nachteile:
 - Das FE-Netz ist bei gleicher Netzdichte doppelt so umfangreich wie beim Midplane-Netz (gegenüberliegende Flächen müssen beide vernetzt werden), was eine bessere Rechnerleistung erfordert.

- Instabiler Verzug (Beulen, Knicken) nicht berechenbar,
- keine Sonderverfahren berechenbar (GIT, Spritzprägen, Hinterspritzen, Mu-Cell-Verfahren).

2.1.2 3D-Modell für die 3D-Berechnung

Für flächige Bauteile bietet sich das Midplane- bzw. Fusion-Modell als 2.5D-Berechnung mit genügender Genauigkeit an. Für Bauteile, die dreidimensional ausgebildet sind (z. B. mit großen Wanddickensprüngen), muss für eine genaue Beschreibung des Füllverhaltens ein 3D-Modell verwendet werden. Das Formteil wird mit Tetraedern vernetzt. Die Anzahl der Elemente bzw. Knoten, für die die beschreibenden Differentialgleichungen gelöst werden müssen, erhöht sich dadurch dramatisch gegenüber der 2.5D-Rechnung. Das heißt, dass für die Berechnungen sehr große Rechenleistungen bzw. lange Rechenzeiten erforderlich sind. Für Standardspritzgießteile bietet dieses Verfahren keinen Vorteil gegenüber dem 2.5D-Modell. Es ist sogar bei sehr dünnen Teilen wesentlich ungenauer, da bei begrenzter Elementanzahl die Diskretisierung über die Dicke viel gröber ist als bei der 2.5D-Rechnung. Die Begründung dafür liegt in der Forderung nach einer geringen Verzerrung (Aspect Ratio AR) der Elemente. Der Aspect Ratio ist in MPI im dreidimensionalen Fall für ein Tetraeder-Element durch Gleichung (1) definiert. Für die numerische Berechnung bereiten Elemente, deren Aspect Ratio größer als 15 ist, große Probleme.

$$AR = \frac{\text{längste_Kantenlänge}}{\text{kürzeste_normale_Höhe}} \cdot \sqrt{\frac{3}{2}} \quad (1)$$

Für eine ausreichende Genauigkeit sollten bei 3D-Modellen mindestens sechs Elemente über die Kanalhöhe vorgesehen werden. Bei dünnen großflächigen Formteilen bedeutet diese Forderung eine sehr kurze Elementlänge über die Formteildicke. Damit die Verzerrung der Elemente in Längsrichtung des Formteils nicht zu groß wird, muss gegenüber einem Fusion- oder Mittelflächenmodell eine wesentlich höhere Elementanzahl vorgesehen werden. Aufgrund der begrenzten Rechenleistung sind solche Modelle oft nicht mehr berechenbar.

2.2 Schwindung

Schwindung ist definiert als die Verringerung der Dimensionen eines Spritzgießteiles in eine beliebige Richtung nach der Entformung. Im Detail wird die relative Maßänderung zwischen Werkzeugmaß und zugehörigem Formteilmaß bezogen auf das Werkzeugmaß als lineare Längenschwindung nach Gleichung (2) berechnet:

$$s_l = \frac{L_W - L_F}{L_W} \cdot 100\% \quad (2)$$

mit

s_l lineare Längenschwindung in %,

L_W Werkzeugmaß,

L_F Formteilmaß.

Unter fertigungstechnischen Gesichtspunkten wurde für das lineare Schwindungsverhalten der Begriff „Verarbeitungsschwindung“ eingeführt [58]. Die Verarbeitungsschwindung hat den Charakter einer technischen Dehnung. Sie ist in der DIN 16901 definiert als der Maßunterschied zwischen dem Werkzeugmaß bei $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ und dem Maß des Formteils, das nach seiner Herstellung nach 16-stündiger Lagerung im Normklima gemessen wird [43]. Beim Spritzgießen tritt die Schwindung in den meisten Fällen als Maßverkürzung auf.

Moldflow verwendet für die Berechnung der Schwindung Ergebnisse aus den Prozessschritten Füll-, Nachdruck- und Kühlphase. Bei 2.5D-Berechnungen werden nur zweidimensionale Elemente eingesetzt. Um dennoch Ergebnisse über die Dicke des Bauteils zu erhalten, wird die Dicke in Schichten aufgeteilt. An den Knoten des Dreieckelements sind in den Schichtgrenzen Gitterpunkte definiert, für die die Berechnungsergebnisse ausgegeben werden. Moldflow rechnet bei Standardeinstellungen mit 20 Schichten über die Dicke, wobei die Anzahl vom Anwender vorgegeben werden kann.

Folgende Ergebnisse dienen zur Berechnung der Schwindung:

- unbehinderte Volumenschwindung während der Nachdruckphase,
- Abkühlgeschwindigkeit dT/dt an jedem Gitterpunkt zum Zeitpunkt des Erstarrens,
- Schubspannung an jedem Gitterpunkt zum Zeitpunkt des Erstarrens,
- Fließwinkel an jedem Gitterpunkt zum Zeitpunkt des Erstarrens.

Der Ansatz, den Moldflow für die Berechnung heranzieht, unterteilt die Gesamtschwindung in einzelne Einflussgrößen, die in Summe zur resultierenden Schwindung beitragen. Die vier berücksichtigten Größen sind:

- Volumenschwindung,
- Kristallisation,
- Geometriebedingte Behinderung der Schwindung,
- Orientierungseffekte.

Die einzelnen Faktoren werden nun im Detail erläutert.

Volumenschwindung

Während der Füll-, Nachdruck- und Kühlphase wird für jedes Element die Volumenschwindung auf Basis des pvT-Verhaltens bei Gleichgewichtsbedingungen (d. h. bei nahezu konstantem Druck und konstanter Temperatur) berechnet. Dabei wird der zeitliche Verlauf von Druck und Temperatur mitberücksichtigt. Das entsprechende pvT-Verhalten wird in Kap. 3.1 (S. 34 ff.) erläutert.

Kristallisation

Gleichgewichts-pvT-Daten sind nicht ausreichend, um die Volumenschwindung von teilkristallinen Kunststoffen zu beschreiben. Der Betrag der Schwindung hängt auch vom Kristallisationsgrad ab. Der wesentlichste Einflussfaktor auf die Kristallisation ist die Abkühlgeschwindigkeit, wobei diese einerseits von der Werkzeugtemperatur und andererseits von der Wandstärke des Formteils abhängt. Es gilt dabei, dass eine hohe Abkühlgeschwindigkeit zu geringerer Kristallisation führt und umgekehrt.

Geometriebedingte Behinderung der Schwindung

Während das Formteil in der Form ist, wird davon ausgegangen, dass in Ebenenrichtung keine Kontraktion erfolgen kann, sondern nur in Dickenrichtung. Beim Schwinden bauen sich Spannungen im Formteil auf, vor allem in jenen Bereichen, in denen die Verformung behindert wird. Die Spannungen relaxieren, wobei der zeitliche Temperaturverlauf während der Füll-, Nachdruck- und Kühlphase die Geschwindigkeit der Relaxation beeinflusst.

Orientierung

Die Polymermoleküle in einer Kunststoffschmelze richten sich bei einer Scherströmung in Fließrichtung aus. Das Ausmaß der Orientierung hängt von der Schergeschwindigkeit und der Temperatur ab. Wenn das Material einfriert, bevor die Moleküle relaxieren konnten, bleibt die Orientierung ab diesem Zeitpunkt „eingefroren“. Die Orientierung wird dabei in Moldflow für jeden Gitterpunkt i über die Bauteildicke berechnet. Die dafür benötigten Größen sind:

- Schubspannung τ_i ,
- Abkühlgeschwindigkeit $(dT/dt)_i$,
- Fließwinkel θ_i relativ zur lokalen x-Achse jedes Elements (entspricht der Richtung von der ersten zur zweiten Knotennummer im Element). Dieser Winkel beschreibt die Fließrichtung der Polymerschmelze in jedem Element. Ein Winkel von 0° bedeutet beispielsweise eine Fließrichtung parallel zur x-Achse eines Elements.

Die Orientierung für einen Knoten ergibt sich durch Aufsummieren der Orientierungen in den Gitterpunkten über die Dicke des Elements. Das Material schwindet unterschiedlich in den Richtungen parallel und normal zur Orientierung.

Die zuvor beschriebenen Faktoren werden durch verschiedene Verarbeitungsparameter beeinflusst. Bild 3 zeigt die Auswirkung verschiedener Maschineneinstellungen auf das Schwindungsverhalten:

- Nachdruckzeit,
- Massetemperatur,
- Einspritzgeschwindigkeit,
- Nachdruckhöhe,
- Werkzeugtemperatur,
- Wanddicke des Formteils.

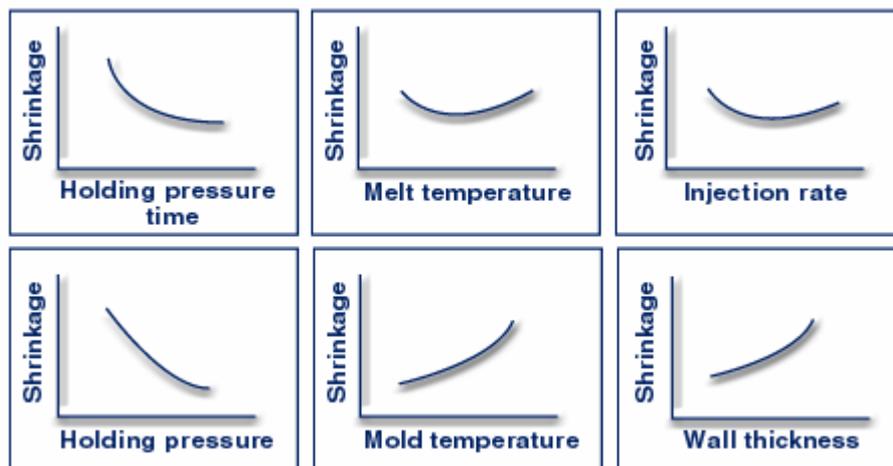


Bild 3: Einflussfaktoren auf das Schwindungsverhalten [47].

Nachdruckzeit

Mit zunehmender Nachdruckzeit nimmt die Schwindung zunächst ab und bleibt schließlich auf einem konstanten Wert (Bild 3). Zuerst wird Material in die Kavität nachgedrückt, um die Volumenkontraktion aufgrund der Abkühlung im Werkzeug zu kompensieren. Ab dem Zeitpunkt, zu dem der Anschnitt einfriert und daher keine Schmelze mehr in die Form gelangt, bringt ein Aufrechterhalten des Nachdrucks keine Verbesserung im Schwindungsverhalten.

Massetemperatur

Bild 3 zeigt starke Schwindung bei niedrigen und bei hohen Massetemperaturen mit einem Minimum der Kurve bei mittleren Temperaturen. Bei niedriger Massetemperatur ist die Schmelzeviskosität so hoch, dass es schwierig ist, einen gleichmäßigen Nachdruck über das ganze Formteil aufzubringen. Mit zunehmender Temperatur sinkt die Viskosität, wodurch der Nachdruck besser wirken kann. Bei einem weiteren Anstieg der Massetemperatur benötigt jedoch der Anschnitt mehr Zeit zum Einfrieren. Wenn dabei die optimale Nachdruckzeit überschritten wird, kann die thermische Schwindung nicht vollkommen kompensiert werden, was in der Kurve zum Steigen der Schwindung bei hohen Massetemperaturen führt.

Einspritzgeschwindigkeit

Unter der Annahme eines konstanten Nachdruckniveaus ist bei niedrigen Einspritzgeschwindigkeiten die Schwindung groß, weil die Randschichten schneller einfrieren und der Widerstand für einen gleichmäßig wirkenden Nachdruck zu groß ist. Mit zunehmender Einspritzgeschwindigkeit verringert sich der Anteil der eingefrorenen Randschicht und die Schwindung wird geringer. Bei einer weiteren Zunahme der Einspritzgeschwindigkeit kehrt sich der Effekt wieder um, weil Orientierungseffekte zunehmen, die eine größere Schwindung bewirken.

Nachdruckhöhe

Je höher der Nachdruck gewählt wird, umso geringer ist die resultierende Schwindung. Limitierender Faktor ist hier die Schließkraft der Spritzgießmaschine.

Werkzeugtemperatur

Zunehmende Werkzeugtemperatur wirkt sich negativ auf das Schwindungsverhalten aus. Bei gleicher Nachdruckzeit kann bei höherer Werkzeugtemperatur das Material nicht bis zum Einfrieren nachgedrückt werden, da die Abkühlrate zu gering ist. Zusätzlich wird der Effekt bei teilkristallinen Thermoplasten dadurch verstärkt, dass bei einer geringeren Abkühlrate der Kristallisationsgrad zunimmt, was zu einer weiteren Erhöhung der Schwindung führt.

Wandstärke

Die Zunahme der Schwindung mit größerer Wandstärke lässt sich mit den gleichen Effekten erklären wie bei der Werkzeugtemperatur.

2.3 Verzug

Unter Verzug wird die Abweichung der Gestalt des Formteiles von jener der Kavität verstanden. Würde jedes Volumenelement des Formteiles bei der Abkühlung dieselbe Schwindung aufweisen, so wäre eine reine Verkleinerung ohne Änderung der Gestalt die Folge. Durch lokal unterschiedliche Schwindung im Formteil bzw. auch durch richtungsabhängige Schwindung bauen sich Eigenspannungen auf, die letztlich zu Verzug führen. Auswirkungen des Verzuges sind das Verwölben und Verwinden von Flächen sowie die Änderung von Winkelmaßen. Die Schwindungsunterschiede im Formteil werden durch

- lokal unterschiedliche Temperaturverhältnisse,
- lokal unterschiedliche Druckverhältnisse,
- Werkstoffanisotropie

verursacht, wobei sich die einzelnen Effekte überlagern.

Für die Berechnung des Verzuges mit FEM-Simulationsprogrammen bieten sich zwei verschiedene Berechnungsansätze an, die beide in Moldflow Plastics Insight verwendet werden:

- Deformationen zufolge Restdehnung
- Deformationen zufolge Restspannung

Im Folgenden wird auf beide Ansätze näher eingegangen. Die Dehnungsbetrachtung wird zunehmend von der Spannungsbetrachtung abgelöst, was an der höheren Berechnungsgenauigkeit des Spannungsansatzes liegt.

2.4 Berechnungsansätze für Schwindung und Verzug in MPI

2.4.1 Dehnungsbetrachtung

Bei der Dehnungsbetrachtung wird für die Bestimmung des Verzuges von unverstärkten Thermoplasten ein empirisches Schwindungsmodell mit experimentell bestimmten Schwindungskoeffizienten verwendet. Das Schwindungsmodell bestimmt die Schwindung des Formteiles über die Schwindungen der Elemente in und normal zur Orientierungsrichtung entsprechend den folgenden Gleichungen [32], [67]:

$$S^{II} = \sum_{i=1}^5 b_i M_i \quad (3)$$

$$S^{\perp} = \sum_{i=6}^{10} b_i M_i \quad (4)$$

mit

S^{\parallel}	Gesamtschwindung in Orientierungsrichtung
S^{\perp}	Gesamtschwindung normal zur Orientierungsrichtung
$M_1=M_6$	Volumetrische Schwindung
$M_2=M_7$	Maß für die Kristallinität
$M_3=M_8$	Maß für molekulare Orientierung
$M_4=M_9$	Maß für den Effekt der Relaxation
$M_5=M_{10}$	Konstanten
b_i	Materialkonstanten

Die Schwindungswerte S^{\parallel} und S^{\perp} werden experimentell für einen Bereich von Prozessbedingungen (Einspritzgeschwindigkeit, Massetemperatur, Werkzeugtemperatur, Nachdruck, Kühlzeit) und für verschiedene Formteilmwanddicken ermittelt (bis zu 28 unterschiedliche Parametersätze). Werden diese Einstellungen und Geometrien mit dem Simulationsprogramm nachgerechnet, so können die Werte M_i aus Ergebnissen der Füll- und Nachdruckberechnung bestimmt werden. Die unbekanntenen Schwindungskoeffizienten b_i werden anschließend über lineare Regression berechnet. Als Versuchswerkzeug dient eine einfache Rechteckplatte mit 200 mm Länge und 40 mm Breite, die über einen Filmanguss angespritzt wird und mit entsprechender Messensorik (Druck- und Temperatur-Sensoren) ausgestattet ist (siehe Bild 5, S. 22) [32].

Basierend auf vorangegangenen rheologischen und thermischen Berechnungen und den experimentell ermittelten Schwindungskoeffizienten werden für jedes finite Element einzeln und unabhängig von den Nachbarelementen die Dehnungen parallel und normal zur Fließrichtung ermittelt. Diese werden dann in die strukturmechanische Berechnung übernommen, um die deformierte Geometrie zu errechnen [32]. Dieser Ansatz wurde von der Spannungsbetrachtung weitestgehend abgelöst.

2.4.2 Spannungsbetrachtung

2.4.2.1 Residual In-Mold Stress

Im Gegensatz zum Dehnungsansatz wird beim Spannungsansatz direkt die Restspannungsverteilung für jedes Element berechnet (Residual In-Mold Stress). Diese Spannungsverteilung liefert die Spannung über die Dicke von jedem Element parallel und normal zur Fließrichtung. Mit dieser Spannungsverteilung wird dann die Deformation des gesamten Formteils berechnet.

Der Aufbau von Restspannungen in Polymeren kann prinzipiell durch ein viskoelastisches Materialverhalten beschrieben werden [2], [55]. Es berücksichtigt die Spannungen, die sich beim Abkühlen unter Einwirkung vom Druck im Werkzeug aufbauen. Im Detail werden thermisch induzierte Spannungen, die sich durch das Einfrieren und weitere Schwinden des Materials aufbauen, sowie druckinduzierte Spannungen (Druckverhältnisse beim Einspritzen und Nachdruck) berechnet. In einer allgemeinen Form kann eine lineare anisotrope thermoviskoelastische Beziehung laut folgender Gleichung aufgestellt werden [32]:

$$\sigma_{ij} = \int_0^t c_{ijkl} (\xi(t) - \xi(t')) \cdot \left(\frac{\partial \epsilon_{kl}}{\partial t'} - \alpha_{kl} (\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial T}{\partial t'} \right) dt' \quad (5)$$

mit

$$\xi(t) = \int_0^t \frac{1}{a_T} dt' \quad (6)$$

und

σ_{ij}	Spannungstensor
ϵ_{ij}	Dehnungstensor
c_{ijkl}	viskoelastischer Relaxationsmodul in Tensorform
t	Zeit
T	Temperatur
α_{kl}	Tensor der thermischen Ausdehnungskoeffizienten
$\xi(t)$	Pseudo-Zeitskala für die Berücksichtigung der Temperaturverschiebung
a_T	Temperaturverschiebungsfaktor nach WLF od. Arrhenius

In diesem Ansatz wird vorausgesetzt, dass die Temperaturabhängigkeit des linear viskoelastischen Verhaltens mit einer logarithmischen Zeitverschiebung beschrieben werden kann. Dies trifft jedoch nicht auf viele reale Kunststoffe zu. Weiters hängen die Relaxationsfunktionen von der internen Morphologie ab, die wiederum von den Prozessparametern beeinflusst werden. Aufgrund der hohen Komplexität dieser Zusammenhänge wird in einer weiteren Vereinfachung ein viskos-elastischer Ansatz gewählt, in dem angenommen wird, dass oberhalb einer bestimmten Temperatur keine Spannungen aufgebaut werden können und unterhalb dieser Temperatur ein rein elastisches Materialverhalten vorliegt. Als Grenztemperatur wird in Moldflow die sogenannte Übergangstemperatur (Transition-Temperatur T_{trans}) eingesetzt, die jene Temperatur charakterisiert, bei der das Polymer einfriert. Unter dieser Annahme gilt folgende Beziehung für die Berechnung der Eigenspannungen im Polymer

$$\sigma_{ij} = \begin{cases} 0 & \text{für } T \geq T_{\text{trans}} \\ \int_0^t c_{ijkl}^e \left(\frac{\partial \varepsilon_{kl}}{\partial t'} - \alpha_{kl}(t') \frac{\partial T}{\partial t'} \right) dt' & \text{für } T < T_{\text{trans}} \end{cases}, \quad (7)$$

wobei hier c_{ijkl}^e der Tensor der elastischen Konstanten (Steifigkeitstensor) ist [32].

Für die Berechnung des Steifigkeitstensors werden der E-Modul sowie die Querkontraktionszahl ν verwendet, wie sie in der Materialdatenbank von Moldflow gespeichert sind. Die thermischen Eigenschaften werden über die pvT-Daten ermittelt.

Für fasergefüllte Materialien werden diese Tensoren durch die anisotropen Eigenschaften des Faser-Matrix-Verbundes definiert, die auf Basis der berechneten Faserorientierung im Formteil bestimmt werden. In diesem Fall werden Spannungen parallel und quer zur Faserorientierung berechnet.

Das viskos-elastische Modell basiert auf folgenden Annahmen [32]:

- In Bezug auf die lokalen Elementkoordinaten, in denen die 3-Richtung normal auf die lokale Mittelfläche steht, sind die Scherdeformationen $\varepsilon_{13} = \varepsilon_{23} = 0$.
- Die Normalspannung σ_{33} ist konstant über die Elementdicke.
- Solange $\sigma_{33} < 0$, hat das Material Kontakt mit der Werkzeugwand.
- Vor dem Auswerfen sind Dehnungen des Formteils in der Bauteilebene vollkommen unterbunden, so dass die einzig vorhandene Dehnungskomponente ε_{33} ist.
- Elastische Verformungen des Werkzeugs werden vernachlässigt.
- Nachdem das Formteil ausgeworfen wurde, verhält sich das Material wie ein elastischer Festkörper.

Diese unkorrigierte Spannungsberechnung wird verwendet, wenn keine Schwindungsdaten vorhanden sind. Sie liefert ungenaue Absolutwerte der Deformation und kann daher nur zur Aussage über Trends herangezogen werden. Daher bietet das folgende Modell eine bessere Lösung.

2.4.2.2 Corrected Residual In-Mold Stress Modell (CRIMS-Modell)

Die Haupteinflussfaktoren der Berechnungsgenauigkeit des theoretischen Modells sind:

- Empfindliche Abhängigkeit der Schwindung von der Transition-Temperatur und pvT-Daten, welche mit den heute üblichen Messmethoden nicht in Übereinstimmung mit den Bedingungen des realen Spritzgießprozesses gemessen werden.

- Keine Möglichkeit, Kristallisationseffekte zu berücksichtigen.
- Mangel an Daten aus Relaxationsspektren für eine viskoelastische Berechnung.

Daher wird mit gutem Erfolg ein Hybrid-Modell verwendet, welches zwar als Basis das viskos-elastische Modell verwendet, zusätzlich aber über gemessene Schwindungsdaten eine bessere Korrelation zwischen Berechnung und Realität herstellt (Bild 4).

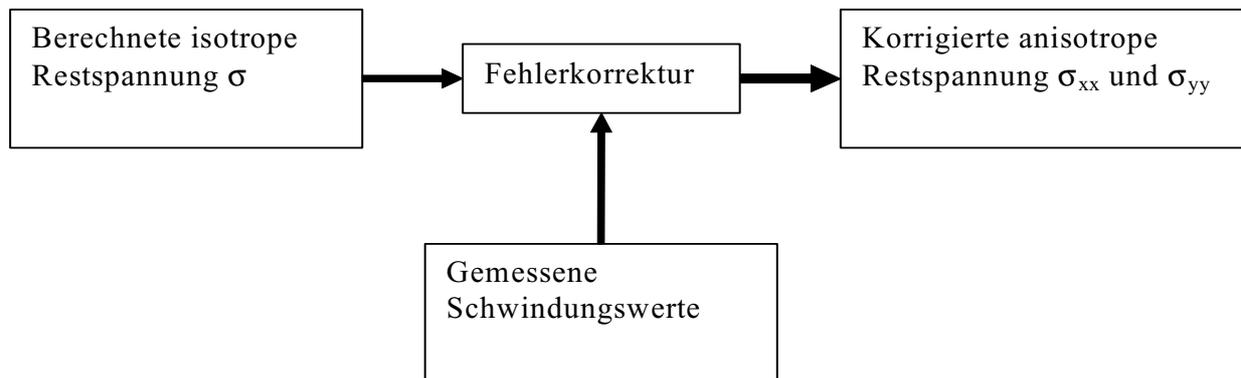


Bild 4: Schema des CRIMS-Modells.

Im Folgenden wird die Vorgehensweise bei der Verwendung des CRIMS-Ansatzes anhand des Modells für ungefüllte Polymere erläutert. Grundsätzlich wurde dieser Ansatz für die 2.5D-Berechnung konzipiert und baut auf den Berechnungsergebnissen der Hele-Shaw-Strömung auf [32].

Die Kavität wird in Elemente mit einer lokalen Dicke von $2H$ unterteilt. Für jedes dieser Elemente wird nun folgendes Modell angesetzt [32]:

$$\bar{\varepsilon}_{11}^{(c)} = b_1 \bar{\varepsilon}_{11}^{(p)} + b_2 \bar{\varepsilon}^0 + b_3 \quad (8)$$

$$\bar{\varepsilon}_{22}^{(c)} = b_4 \bar{\varepsilon}_{22}^{(p)} + b_5 \bar{\varepsilon}^0 + b_6 \quad (9)$$

mit

- $\bar{\varepsilon}_{11}^{(c)}$ korrigierte Hauptdehnung in Strömungsrichtung,
- $\bar{\varepsilon}_{22}^{(c)}$ korrigierte Hauptdehnung normal zur Strömungsrichtung,
- $\bar{\varepsilon}_{11}^{(p)}$ berechnete Hauptdehnung in Strömungsrichtung,
- $\bar{\varepsilon}_{22}^{(p)}$ berechnete Hauptdehnung normal zur Strömungsrichtung,
- $\bar{\varepsilon}^0$ Dehnungsmaß, das den Orientierungseffekt im Material berücksichtigt,
- b_i Konstanten, die ermittelt werden müssen.

Um die Berechnungen zu vereinfachen, werden die berechneten Dehnungen für den ungefüllten Fall als isotrop angesetzt, obwohl in der Realität längs und quer zur Strömungsrichtung ungleiche Schwindungen auftreten. Die Anisotropie wird jedoch über die vorgenommene Korrektur wieder in das Modell eingebracht [32].

Die Morphologie des Materials wird durch die molekulare Orientierung unmittelbar vor dem Einfrieren beeinflusst. In Moldflow wird dazu eine Funktion $\Theta_{11}(z,t)$ von der Dicke z und der Zeit t definiert. In diese Funktion fließen die Kühlrate dT/dt , die zweite Invariante des Deformationsgeschwindigkeitstensors II_D (also die Schergeschwindigkeit) und die Relaxationszeit λ ein [32]:

$$\Theta_{11}(z,t) = f(dT/dt, II_D, \lambda) \quad (10)$$

Diese Funktion kann über die Ergebnisse einer konventionellen Füll-, Nachdruck- und Kühlberechnung ermittelt werden und weiters durch Integration über die Wanddicke zu dem Mittelwert

$$\bar{\Theta} = \frac{1}{2H} \int_{-H}^{+H} \Theta_{11}(z,t) \cdot dz \quad (11)$$

zusammengefasst werden. Daraus kann dann das über die Wanddicke gemittelte Dehnungsmaß

$$\bar{\varepsilon}^0 = C\bar{\Theta} \quad (12)$$

berechnet werden, wobei C eine Konstante ist [32].

In weiterer Folge wird das Hookesche Gesetz in Tensorschreibweise angesetzt, wobei angenommen wird, dass transversal isotropes Materialverhalten vorliegt, bei dem die Symmetrieachse in die Richtung der Komponente 1 zeigt. Basierend auf der Elastizitätstheorie können die sechs verallgemeinerten Hookeschen Gesetze nach Gleichung (13) angeschrieben werden:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11} &= \frac{1}{E_{11}} [\sigma_{11} - \nu_{23}(\sigma_{22} + \sigma_{33})] \\ \varepsilon_{22} &= \frac{1}{E_{22}} [\sigma_{22} - \nu_{13}(\sigma_{11} + \sigma_{33})] \\ \varepsilon_{33} &= \frac{1}{E_{33}} [\sigma_{33} - \nu_{12}(\sigma_{11} + \sigma_{22})] \\ \gamma_{23} &= \frac{\tau_{23}}{G_{23}}, \gamma_{13} = \frac{\tau_{13}}{G_{13}}, \gamma_{12} = \frac{\tau_{12}}{G_{12}} \end{aligned} \quad (13)$$

Für den Verzerrungstensor gilt weiters

$$\varepsilon_{23} = \frac{1}{2}\gamma_{23}, \varepsilon_{13} = \frac{1}{2}\gamma_{13}, \varepsilon_{12} = \frac{1}{2}\gamma_{12} \quad (14)$$

Unter der Voraussetzung des transversalen isotropen Materialverhaltens kann vereinfacht werden:

$$E_{22} = E_{33}, G_{12} = G_{13}, \nu_{12} = \nu_{13} \quad (15)$$

Wenn Gleichung (13) unter Berücksichtigung der Beziehungen (14) und (15) nach den Spannungskomponenten geordnet aufgestellt wird, folgt Gleichung (16):

$$\begin{aligned} & \frac{1}{E_{11}} \cdot \sigma_{11} - \frac{\nu_{23}}{E_{11}} \cdot \sigma_{22} - \frac{\nu_{23}}{E_{11}} \cdot \sigma_{33} \\ & - \frac{\nu_{12}}{E_{22}} \cdot \sigma_{11} + \frac{1}{E_{22}} \cdot \sigma_{22} - \frac{\nu_{12}}{E_{22}} \cdot \sigma_{33} \\ & - \frac{\nu_{12}}{E_{33}} \cdot \sigma_{11} - \frac{\nu_{12}}{E_{33}} \cdot \sigma_{22} - \frac{1}{E_{33}} \cdot \sigma_{33} \\ & \varepsilon_{23} = \frac{\tau_{23}}{2G_{23}}, \varepsilon_{13} = \frac{\tau_{13}}{2G_{12}}, \varepsilon_{12} = \frac{\tau_{12}}{2G_{12}} \end{aligned} \quad (16)$$

Dieses Gleichungssystem lässt sich in Tensorschreibweise des Hookeschen Gesetzes in der Nachgiebigkeitsform nach Gleichung (17) darstellen:

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_{11}} & -\frac{\nu_{23}}{E_{11}} & -\frac{\nu_{23}}{E_{11}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_{22}} & \frac{1}{E_{22}} & -\frac{\nu_{12}}{E_{22}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_{33}} & -\frac{\nu_{12}}{E_{33}} & \frac{1}{E_{33}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (17)$$

Durch Invertieren der Nachgiebigkeitsmatrix und Umformung folgt schließlich das Hookesche Gesetz in der Steifigkeitsform nach Gleichung (18):

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11}^{(e)} & c_{12}^{(e)} & c_{12}^{(e)} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^{(e)} & c_{22}^{(e)} & c_{23}^{(e)} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^{(e)} & c_{23}^{(e)} & c_{22}^{(e)} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44}^{(e)} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55}^{(e)} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66}^{(e)} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2 \cdot \varepsilon_{23} \\ 2 \cdot \varepsilon_{13} \\ 2 \cdot \varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (18)$$

wobei $c_{44}^{(e)} = \frac{1}{2}(c_{22}^{(e)} - c_{23}^{(e)})$ und $c_{55}^{(e)} = c_{66}^{(e)}$. Die Komponenten der Steifigkeitsmatrix können mit den transversal isotropen Ingenieurkonstanten ausgedrückt werden (E-Modul E, Querkontraktionszahl ν und Schubmodul G) [32]:

$$c_{11}^{(e)} = \frac{(1 - \nu_{23}) \cdot E_{11}}{1 - \nu_{23} - 2\nu_{12}\nu_{21}},$$

$$c_{12}^{(e)} = \frac{\nu_{21} \cdot E_{11}}{1 - \nu_{23} - 2\nu_{12}\nu_{21}},$$

$$c_{22}^{(e)} = \frac{E_{22}}{2 \cdot (1 - \nu_{23} - 2\nu_{12}\nu_{21})} + G_{23},$$

$$c_{23}^{(e)} = \frac{E_{22}}{2 \cdot (1 - \nu_{23} - 2\nu_{12}\nu_{21})} - G_{23},$$

$$c_{55}^{(e)} = G_{12}.$$

Für ungefüllte Materialien sind üblicherweise nur isotrope Ingenieurkonstanten vorhanden, daher wird in weiterer Folge das Materialgesetz für isotropes Verhalten angesetzt. Die Komponenten der Steifigkeitsmatrix lauten für diesen Fall [32]:

$$c_{11}^{(e)} = \frac{(1 - \nu) \cdot E}{1 - \nu - 2\nu^2},$$

$$c_{12}^{(e)} = \frac{\nu \cdot E}{1 - \nu - 2\nu^2},$$

$$c_{22}^{(e)} = \frac{E}{2 \cdot (1 - \nu - 2\nu^2)} + G,$$

$$c_{23}^{(e)} = \frac{E}{2 \cdot (1 - \nu - 2\nu^2)} - G,$$

$$c_{55}^{(e)} = c_{66}^{(e)} = G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)}$$

Daraus folgt für das Hookesche Gesetz mit isotropem Materialverhalten die Schreibweise

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \frac{2G}{(1-2\nu)} \begin{pmatrix} 1-\nu & \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & 1-\nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & \nu & 1-\nu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1-2\nu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1-2\nu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1-2\nu \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (19)$$

Durch Invertieren der Steifigkeitsmatrix kann das Hookesche Gesetz in der folgenden Nachgiebigkeitsform angeschrieben werden, die dafür benötigt wird, um die Dehnungen zu berechnen [32]:

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \frac{1}{E} \begin{pmatrix} 1 & -\nu & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & 1 & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & -\nu & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1+\nu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1+\nu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1+\nu \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (20)$$

Um die 6 Korrekturfaktoren b_1 bis b_6 aus Gleichung (8) und (9) zu bestimmen, wird die linke Seite dieser beiden Gleichungen aus experimentellen Schwindungsuntersuchungen ermittelt. Aus der Simulation werden die Werte $\bar{\varepsilon}_{11}^{(p)}$, $\bar{\varepsilon}_{22}^{(p)}$ und $\bar{\varepsilon}^0$ errechnet. Damit bleiben in Gl. (8) und (9) die Konstanten b_i als Unbekannte übrig, welche nun über eine lineare Regressionsanalyse zugänglich werden [32].

Das bereits zuvor beschriebene Testbauteil ist in Bild 5 dargestellt. Die Rechteckplatte kann in den Wanddicken 1,7 mm, 2 mm, 3 mm und 5 mm hergestellt werden.

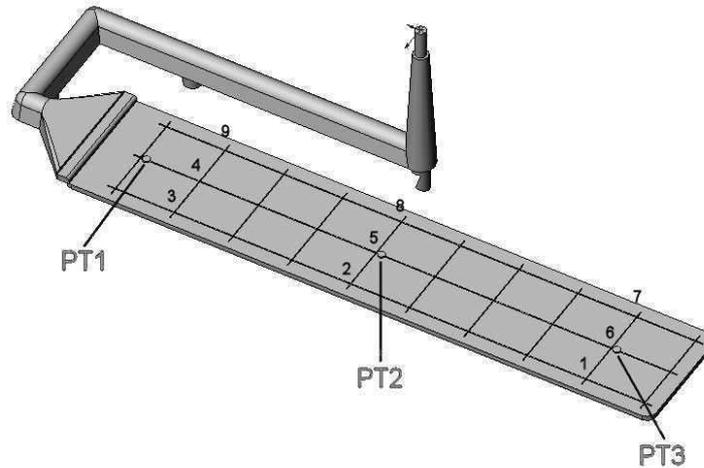


Bild 5: Schwindungswerkzeug zur Ermittlung von experimentellen Schwindungswerten [32].

Typischerweise werden die Testformteile mit 28 unterschiedlichen Parametersätzen hergestellt, wobei die Massetemperatur, Werkzeugtemperatur, Einspritzgeschwindigkeit, Probendicke, Nachdruckhöhe, Nachdruck- und Kühlzeit variiert werden. In der Kavität ist ein Raster eingebracht, um die Schwindungsauswertung zu erleichtern. Um Nachschwindungsphänomene weitgehend ausschließen zu können, werden die Proben vor der Vermessung 10 Tage bei konstanten Umgebungsbedingungen gelagert. Nach dieser Auslagerung wird die Länge $l_{1,F}$ zwischen den Gitterpunkten 4 und 6 sowie die Breite $l_{2,F}$ des Formteils zwischen den Punkten 2 und 8 gemessen. Die Schwindungswerte des Formteils parallel und normal zur Fließrichtung werden dann auf Basis der Werkzeugmaße $l_{1,W}$ und $l_{2,W}$ mit den folgenden Beziehungen berechnet [32]:

$$\bar{\varepsilon}_{11}^{(F)} = \frac{l_{1,W} - l_{1,F}}{l_{1,W}} \quad (21)$$

$$\bar{\varepsilon}_{22}^{(F)} = \frac{l_{2,W} - l_{2,F}}{l_{2,W}} \quad (22)$$

Um die berechneten Werte $\bar{\varepsilon}_{11}^{(p)}$, $\bar{\varepsilon}_{22}^{(p)}$ und $\bar{\varepsilon}^0$ mit den Experimenten vergleichen zu können, müssen diese elementbezogenen Werte noch über die gesamte Fläche, die von den Gitterpunkten 1, 3, 9 und 7 in Bild 5 aufgespannt wird, gemittelt werden. Dazu wird folgendermaßen vorgegangen [32]:

Für jeden Parametersatz wird eine Berechnung der Füll-, Nachdruck- und Kühlphase durchgeführt und daraus für jedes Element e nach Gleichung (7) die Hauptspannun-

gen $\sigma_{11(e)}^{(p)}(z)$ und $\sigma_{22(e)}^{(p)}(z)$ ermittelt. Daraus werden die durchschnittlichen elementbezogenen Spannungen

$$\bar{\sigma}_{11(e)}^{(p)} = \frac{1}{2H} \int_{-H}^{+H} \sigma_{11(e)}^{(p)}(z) \cdot dz \quad (23)$$

und

$$\bar{\sigma}_{22(e)}^{(p)} = \frac{1}{2H} \int_{-H}^{+H} \sigma_{22(e)}^{(p)}(z) \cdot dz \quad (24)$$

durch Integration über die Formteildicke berechnet. Diese müssen in einem weiteren Schritt noch über alle n Elemente im relevanten Formteilgebiet gemittelt werden [32]:

$$\bar{\sigma}_{11}^{(p)} = \frac{1}{n} \sum_{e=1}^{e=n} \bar{\sigma}_{11(e)}^{(p)} \quad (25)$$

$$\bar{\sigma}_{22}^{(p)} = \frac{1}{n} \sum_{e=1}^{e=n} \bar{\sigma}_{22(e)}^{(p)} \quad (26)$$

Mit diesen Werten werden schließlich unter Verwendung von Gleichung (20) die gesuchten Schwindungswerte $\bar{\varepsilon}_{11}^{(p)}$ und $\bar{\varepsilon}_{22}^{(p)}$ für die gesamte Gitterfläche des Formteils berechnet. Zusätzlich werden für alle Parametersätze die Werte für $\bar{\varepsilon}^0$ ermittelt. Damit sind alle Dehnungswerte der Gleichungen (8) und (9) bekannt und die Berechnung der unbekanntenen Konstanten b_1 bis b_6 erfolgt durch lineare Regression über alle 28 Parametersätze. Die Werte werden als Materialkonstanten in der Datenbank von Moldflow abgelegt und stehen nun für die Anwendung des CRIMS-Modells zur Verfügung [32].

Die Anwendung der errechneten CRIMS-Daten erfolgt nach dem folgenden Ablauf [32]: Zunächst wird eine Berechnung der unkorrigierten Spannungen $\sigma_{11(e)}^{(p)}(z)$ und $\sigma_{22(e)}^{(p)}(z)$ für jedes Element e und in Abhängigkeit der Dickenkoordinate z unter Verwendung von Gleichung (7) durchgeführt. Weiters wird die Funktion $\Theta_{11}(z,t)$ mit Gleichung (10) erstellt. Diese Größen werden anschließend über die Dicke gemittelt und in Dehnungen für jedes Element umgerechnet. Damit und mit den Konstanten b_1 bis b_6 aus der Datenbank kann die rechte Seite der Gleichungen (8) und (9) berechnet werden, woraus für jedes Element die korrigierten Dehnungen $\bar{\varepsilon}_{11(e)}^{(c)}$ und $\bar{\varepsilon}_{22(e)}^{(c)}$ folgen. Diese werden mit Gleichung (19) in die korrigierten Spannungen $\bar{\sigma}_{11(e)}^{(c)}$ und $\bar{\sigma}_{22(e)}^{(c)}$

umgewandelt. Um diese Spannungen für die Schwindungsberechnung nutzen zu können, müssen schließlich noch für jedes Element Membrankräfte pro Einheitslänge $N_{1(e)}$ und $N_{2(e)}$ in Richtung der Hauptnormalspannungen definiert werden [32]:

$$N_{1(e)} = \int_{-H}^{+H} \bar{\sigma}_{11(e)}^{(c)} dz = 2H \cdot \bar{\sigma}_{11(e)}^{(c)} \quad (27)$$

bzw.

$$N_{2(e)} = \int_{-H}^{+H} \bar{\sigma}_{22(e)}^{(c)} dz = 2H \cdot \bar{\sigma}_{22(e)}^{(c)} \quad (28)$$

Bei den bisher durchgeführten Korrekturschritten ging jegliche Asymmetrie der Eigenspannungsverteilung verloren. Um diese für die Verzugsberechnung zu nutzen, müssen ausgehend von den unkorrigierten Spannungen $\sigma_{11(e)}^{(p)}(z)$ und $\sigma_{22(e)}^{(p)}(z)$ noch die Biegemomente $M_{1(e)}$ und $M_{2(e)}$ pro Einheitslänge nach den folgenden Beziehungen berechnet werden [32]:

$$M_{1(e)} = \int_{-H}^{+H} \sigma_{11(e)}^{(p)}(z) \cdot z \cdot dz \quad (29)$$

$$M_{2(e)} = \int_{-H}^{+H} \sigma_{22(e)}^{(p)}(z) \cdot z \cdot dz \quad (30)$$

Die Größen $N_{1(e)}$, $N_{2(e)}$, $M_{1(e)}$ und $M_{2(e)}$ werden abschließend an die strukturelle Berechnung übergeben, in der die Deformation und damit Schwindung und Verzug berechnet werden [32].

Aufgrund des großen Aufwandes zur Ermittlung dieser CRIMS-Daten wird angestrebt, durch verbesserte Stoffdaten, insbesondere die pVT-Daten, auf diese Korrekturfaktoren zu verzichten. Eine Unsicherheit dieses Ansatzes besteht außerdem in der Anwendbarkeit der Korrekturfaktoren, die an einer einfachen Rechteckplatte ermittelt wurden, für die Berechnung von komplexen Bauteilgeometrien.

2.4.3 Neue Ansätze zur Modellierung der Kristallisation

Die bisher vorgestellten Ansätze zur Berechnung von Schwindung und Verzug haben den Nachteil, dass sie in keiner Weise die Morphologie der Polymere berücksichtigen. Insbesondere bei teilkristallinen Polymeren ist die Beschreibung der Strukturausbildung in Abhängigkeit der Druck-, Temperatur- und Schergeschichte im Spritzgießprozess sehr komplex. Die stattfindenden Kristallisationsvorgänge beeinflussen maßgeblich die thermischen und mechanischen Eigenschaften des Kunststoffes, was eine direkte Auswirkung auf das Schwindungs- und Verzugsverhalten hat. Die Beschreibung der Kristallisationsvorgänge in ruhenden und vor allem auch scherbeaufschlagten Polymerschmelzen ist ein großes Thema, welches weltweit von mehreren Arbeitsgruppen intensiv bearbeitet wird. Eine besondere Bedeutung haben dabei die Ergebnisse der Arbeitsgruppe um Janeschitz-Kriegl und Eder in Linz [21], welche eine Basis für viele weitere Untersuchungen bilden. Da diese Thematik in der Literatur sehr ausführlich behandelt wird, wird hier nur ein kurzer Überblick über die wesentlichen Phänomene der so genannten scherinduzierten Kristallisation dargestellt. Die Implementierung von Kristallisationsmodellen in die Spritzgieß-Simulation wurde in der Dissertation von Kennedy [32] zusammengefasst, wobei anzumerken ist, dass zum momentanen Zeitpunkt noch keine praxistaugliche Version von Moldflow erhältlich ist, mit der die Kristallisation berechnet werden kann.

Um den Einfluss der Scherung auf die Kristallisation zu verdeutlichen, führten Koscher und Fulchiron [33] Experimente durch, indem Proben aus einem isotaktischen Polypropylen (Eltex PHV252 der Firma Solvay) in einer Scherapparatur aufgeschmolzen wurden und die anschließende Kristallisation durch polarisiertes Licht im Mikroskop beobachtet wurde (Bild 6).

In Bild 6a) wird der Fortschritt der Kristallisation zu unterschiedlichen Zeitpunkten unter ruhenden Bedingungen bei 140°C dargestellt. Die Anzahl der Kristallisationskeime bleibt über der Zeit konstant, aber die Keime wachsen und bilden sphärolithische Strukturen [32].

In weiterer Folge wurde das Material für 10 s bei unterschiedlichen Scherraten geschert, wobei die Temperatur konstant auf 140°C gehalten wurde. Die Ergebnisse für Scherraten von $0,5 \text{ s}^{-1}$ und 5 s^{-1} sind in Bild 6b bzw. Bild 6c dargestellt. Während die niedrige Scherrate die Nukleierung nur geringfügig anhub, hatte eine Scherrate von 5 s^{-1} einen großen Einfluss auf die Keimdichte. Neben der höheren Keimanzahl wurde auch die Kristallwachstumsgeschwindigkeit dramatisch erhöht (siehe die geänderte Zeitskala in Bild 6c). Ähnliche Ergebnisse für isotaktisches Polypropylen wurden sowohl von Eder et al. [22] als auch von Vleeshouvers und Meijer [66] publiziert [32].

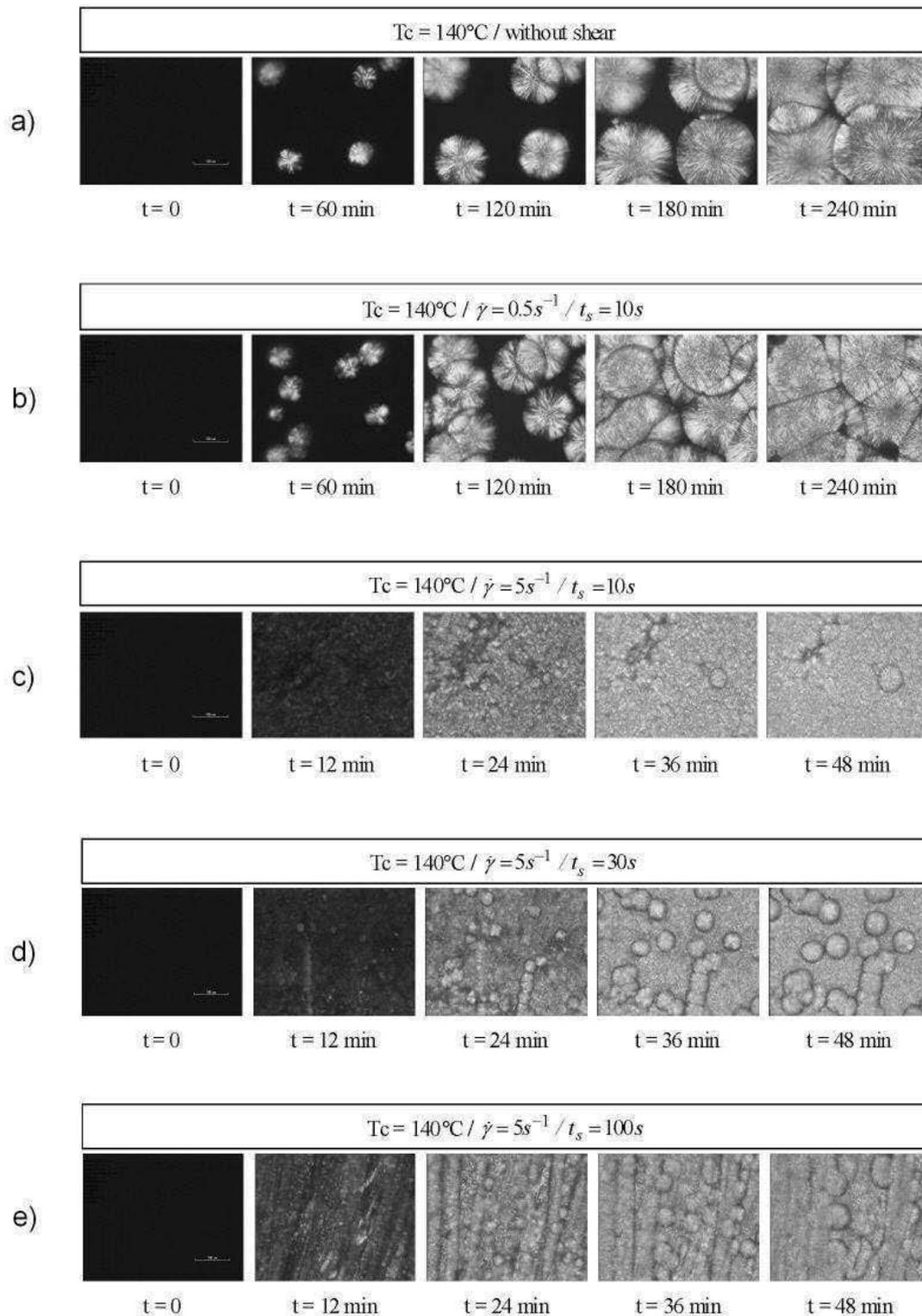


Bild 6: Kristallisation von iPP bei unterschiedlichen Scherbelastungen [33].

Schließlich wurde bei konstanter Scherrate von 5s^{-1} die Scherdauer auf 30 s (Bild 6d) bzw. 100 s (Bild 6e) erhöht. Mit zunehmender Scherdauer veränderte sich die Gestalt

der Keime, indem länglichere Formen gebildet wurden [33]. Auch für dieses Phänomen gibt es in der Literatur entsprechende ähnliche Beobachtungen ([1],[34]). Zusammengefasst, beeinflusst die Schergeschwindigkeit die Anzahl der Keime und die Kristallisationsrate, während die Scherdauer eine Auswirkung auf die darauf folgende Morphologie-Entwicklung hat [32].

Obwohl sich bereits seit einiger Zeit mehrere Forschungsgruppen mit der Thematik der scherinduzierten Kristallisation auseinandersetzen, fehlt noch immer eine schlüssige grundlegende Theorie, wie die scherinduzierte Kristallisation genau funktioniert und wie sie mit der Kristallisationskinetik der Polymere verbunden werden kann [32]. Es gibt unterschiedliche Ansätze zur Beschreibung dieser Vorgänge, auf die hier nicht im Detail eingegangen wird, sondern auf die umfangreiche Literatur verwiesen wird ([9],[11],[14],[17],[18],[19],[20],[21],[22],[26],[33],[53],[72],[77]).

Basierend auf den in der Literatur beschriebenen Ansätzen wurde von Moldflow ein Kristallisations-Modell weiterentwickelt, dessen Herleitung ausführlich in der Dissertation von Kennedy [32] dargestellt ist. Im Folgenden werden einige Berechnungsergebnisse, die mit diesem Modell erzielt wurden, zusammengefasst.

Die Berechnungen wurden für das zuvor genannte iPP durchgeführt. In Bild 7 ist der berechnete Einfluss von Scherung auf das Kristallisationsverhalten dargestellt. Bei einer Kristallisationstemperatur von 140°C wird der Verlauf des relativen Kristallisationsgrades als Funktion der Zeit für unterschiedliche Scherraten von 0 bis 100 s⁻¹ gegenübergestellt. Mit zunehmender Scherrate (bei gleichbleibender Scherdauer von 10 s) nimmt die Kristallwachstumsrate signifikant zu. Bild 8 hingegen zeigt den Einfluss der Scherdauer auf die Kristallisationsgeschwindigkeit bei einer konstant gehaltenen Scherrate von 50 s⁻¹. Im Vergleich zur Scherrate hat die Scherdauer einen deutlich geringeren Einfluss auf die Kristallisationsgeschwindigkeit [32].

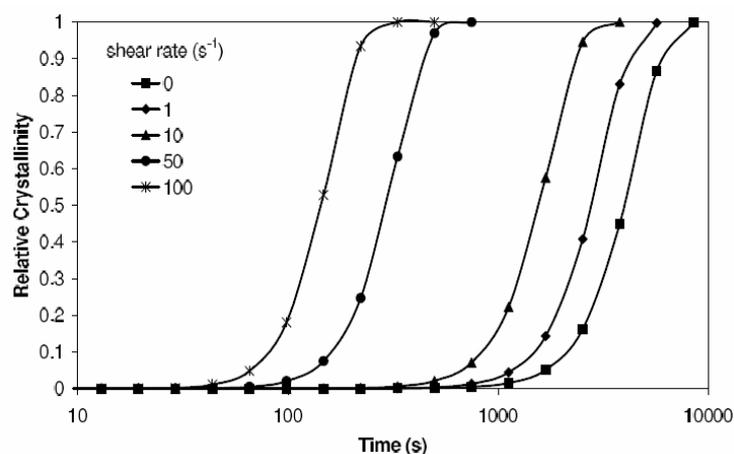


Bild 7: Relative Kristallinität als Funktion der Zeit bei 140°C für unterschiedliche Scherraten und eine konstante Scherdauer von 10 s für die iPP-Type PHV252 von Solvay [32].

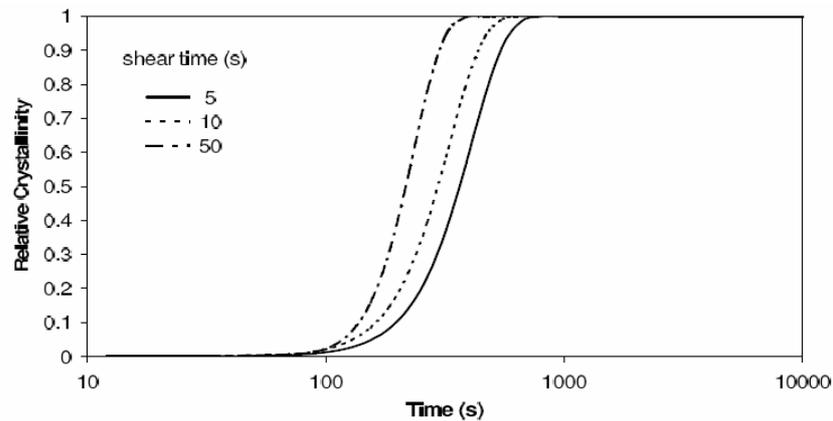


Bild 8: Relative Kristallinität als Funktion der Zeit bei 140°C für unterschiedliche Scherzeiten bei einer konstanten Scherrate von 50 s^{-1} für PHV252 [32].

Diese Aussage wird in Bild 9 noch einmal verdeutlicht, wo Kombinationen von unterschiedlichen Scherraten und Scherzeiten dargestellt sind, die alle eine gleiche Gesamtscherdeformation von 500 aufweisen. Dabei zeigt sich, dass bei gleicher Scherdeformation eine hohe Scherrate bei entsprechend niedriger Scherdauer eine größere Auswirkung auf die Kristallisationsgeschwindigkeit hat als umgekehrt. Die Berechnungsergebnisse stimmen gut mit experimentellen Beobachtungen von Vleeshouwers und Meijer [66] an einer anderen iPP-Type überein [32].

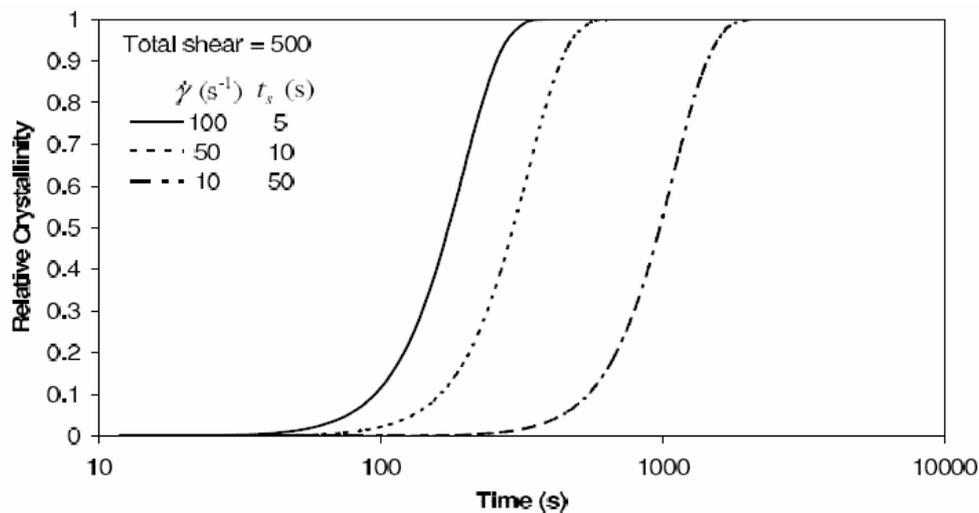


Bild 9: Relative Kristallinität eines iPP als Funktion der Zeit bei 140°C für Kombinationen von unterschiedlichen Scherraten und Scherzeiten, welche dieselbe Scherdeformation von 500 erzeugen [32].

In weiterer Folge wurde die Anzahl der aktivierten Kristallkeime (Nuklei) pro Einheitsvolumen bei unterschiedlichen Kombinationen von Scherraten und Scherzeiten be-

rechnet (Bild 10). Die Anzahl der aktivierten Keime wird signifikant durch die Scherrate beeinflusst, während die Scherdauer einen deutlich geringeren Einfluss hat. Weiters ist zu erkennen, dass der Einfluss der Scherbeanspruchung lange anhält, nachdem die Schmelze aufgehört hat zu fließen (konstante Anzahl der aktiven Keime über mehrere Dekaden, bevor ein Absinken zu erkennen ist). Dieser Effekt wird allerdings maßgeblich durch eine Relaxationszeit λ_N beeinflusst, welche vom Benutzer vorgegeben werden muss [32].

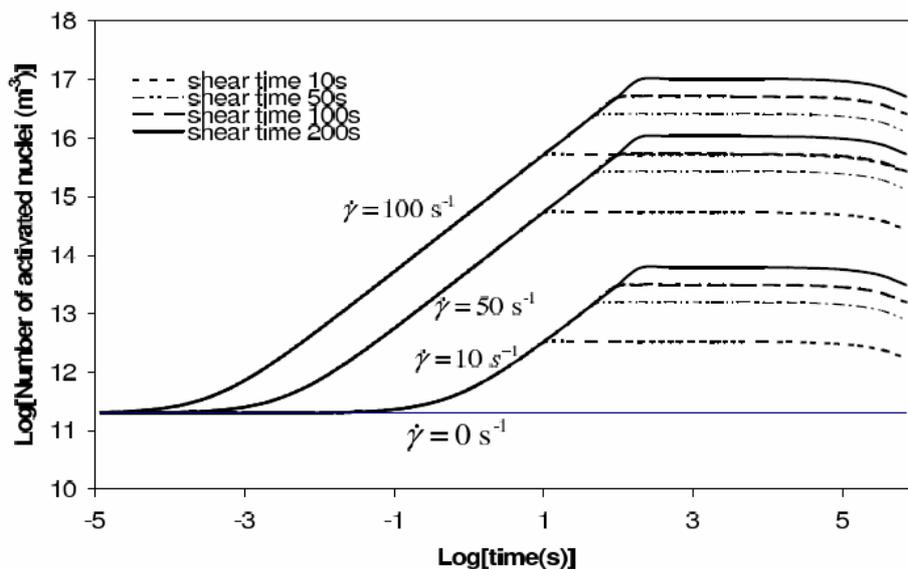


Bild 10: Aktivierte Keimanzahl pro Einheitsvolumen für iPP als Funktion der Zeit bei 140°C für unterschiedliche Scherraten und Scherdauern [32].

Damit können mit dem angewandten Kristallisationsmodell einige wichtige Aspekte nachgebildet werden, die in der Literatur angeführt sind. Um die Leistungsfähigkeit dieses Rechenmodells weiter zu überprüfen, ist in Bild 11 die berechnete Halbwertszeit der relativen Kristallinität als Funktion der Scherrate experimentellen Werten von Koscher und Fulchiron [33] gegenübergestellt. Die Halbwertszeit ist dabei definiert als jene Zeit, die notwendig ist, bis die relative Kristallinität einen Wert von 0,5 erreicht. Die Berechnungen bzw. Experimente wurden bei einer konstanten Scherdauer von 10 s und bei unterschiedlichen Kristallisationstemperaturen durchgeführt. Dabei wurde festgestellt, dass der Einfluss der Scherrate im niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich (bis ca. 1 s^{-1}) sehr gering ist (nahezu konstanter Verlauf der Halbwertszeit). Ab einer kritischen Schergeschwindigkeit nimmt die Halbwertszeit dramatisch ab. Die Berechnungsergebnisse stimmen für dieses Material recht gut mit dem Experiment überein. Der prinzipielle Verlauf der Berechnungen stimmt qualitativ auch gut mit Berechnungen von Doufas et al. [17] überein [32].

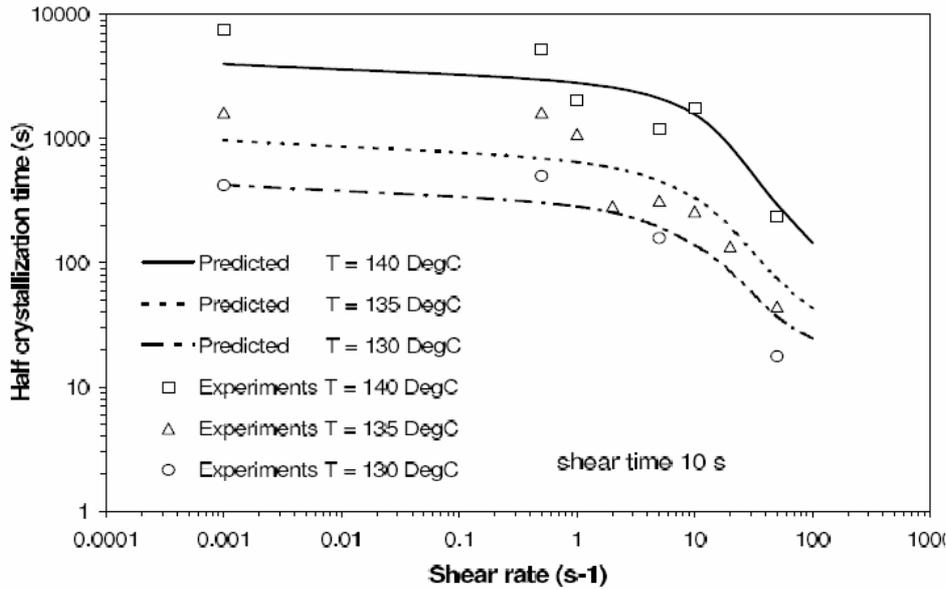


Bild 11: Berechnete und experimentell [33] ermittelte Halbwertszeit der Kristallisation als Funktion der Scherrate für iPP bei drei Kristallisationstemperaturen [32].

Der Einfluss der Scherdauer auf die Halbwertszeit der Kristallinität ist in Bild 12 zu sehen. Ab einer bestimmten kritischen Scherdauer ist bei einer weiteren Scherung kein wesentlicher Einfluss mehr auf die Halbwertszeit der Kristallinität vorhanden, während bei kurzen Scherzeiten eine Abnahme der Halbwertszeit mit zunehmender Scherdauer zu beobachten ist. Dieser Trend der Berechnungen wird wiederum durch die experimentellen Daten von Koscher und Fulchiron [33] bestätigt, obwohl die Absolutwerte teilweise deutliche Abweichungen zeigen [32].

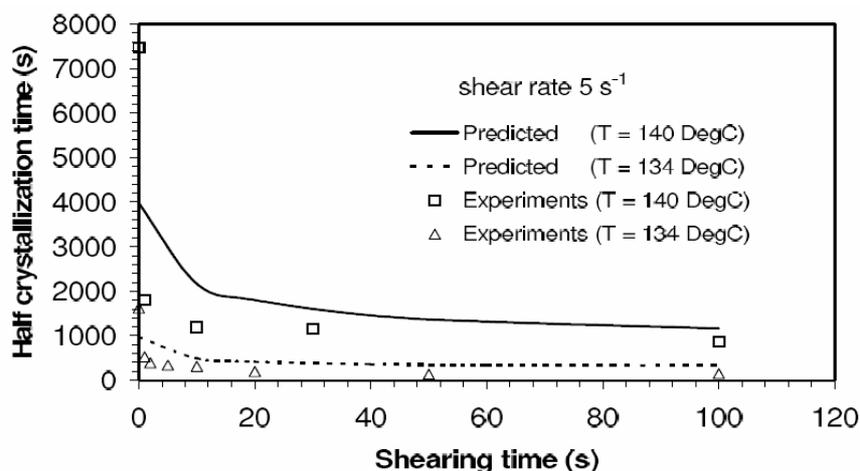


Bild 12: Experimentell ermittelte [33] und berechnete Halbwertszeit der Kristallisation als Funktion der Scherdauer für iPP bei einer Scherrate von 5 s⁻¹ und zwei Kristallisationstemperaturen [32].

Schließlich wird noch betrachtet, ob das Kristallisationsmodell in Moldflow in der Lage ist, den Einfluss der Scherung auf die Größe der Kristallite zu berechnen. In Bild 13 ist das Kristallvolumen einzelner Sphärolithe über der Zeit bei mehreren Scherraten aufgetragen. Deutlich ist zu erkennen, dass die Größe der Sphärolithe mit zunehmender Schergeschwindigkeit abnimmt, was qualitativ gut mit experimentellen Beobachtungen ([21],[33]) übereinstimmt [32].

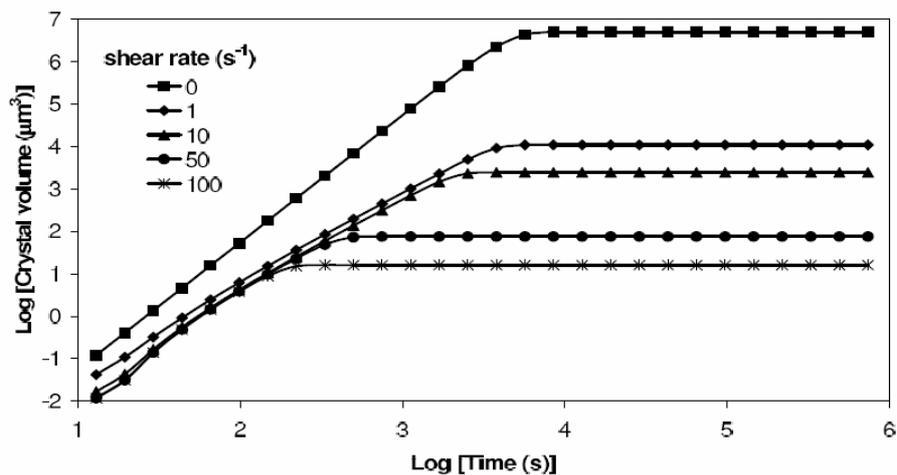


Bild 13: Kristallvolumen von iPP als Funktion der Zeit bei 140°C nach 10 s langer Scherbelastung bei unterschiedlichen Scherraten [32].

Nachdem in der zuvor erfolgten Darstellung gezeigt wurde, dass viele der wesentlichen Phänomene der scherinduzierten Kristallisation durch Modellrechnungen prinzipiell beschrieben werden können, soll nun kurz die Anwendung für die Spritzgießsimulation anhand von zwei Beispielen erläutert werden [32].

Um die Kristallisationsvorgänge beispielsweise bei der Berechnung der Druckverhältnisse in einer Spritzgießkavität berücksichtigen zu können, wurde deren Einfluss auf die Viskositätsfunktion, das pVT-Verhalten sowie die thermischen Stoffdaten Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität in [32] berücksichtigt. Damit wurden Druckberechnungen für eine quadratische Platte mit den Abmessungen 60x60x3 mm durchgeführt und mit experimentellen Werten aus [37] in Bild 14 verglichen. Der berechnete Druckverlauf in der Kavität, insbesondere auch in der Nachdruckphase, stimmt sehr gut mit den experimentellen Werten überein, während bei konventioneller Berechnung ohne Kristallisationseffekte deutliche Abweichungen festgestellt wurden [32].

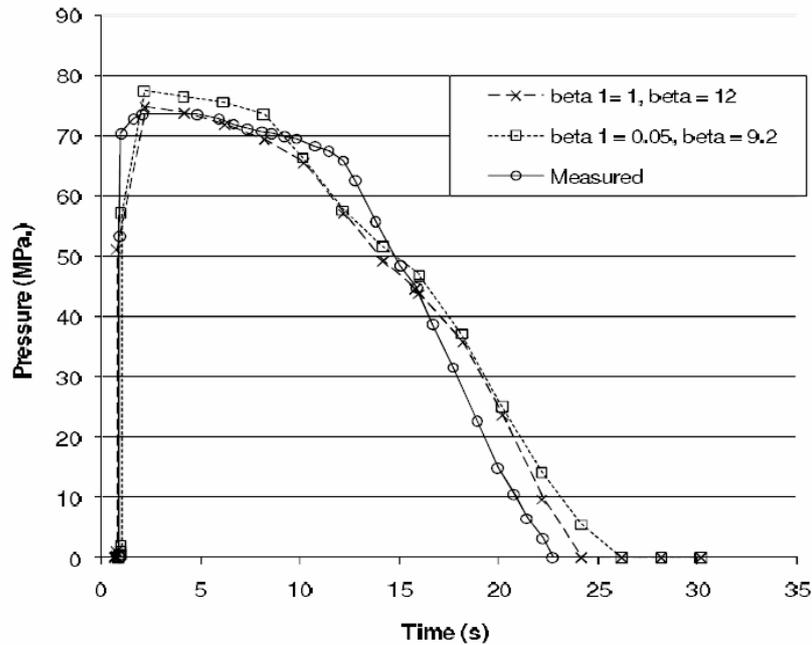


Bild 14: Druck als Funktion der Zeit für eine quadratische Platte (60x60x3mm) - Gegenüberstellung von Experiment [37] und Berechnung mit unterschiedlichen Modellparametern [32].

Für die Evaluierung der Temperaturberechnung unter Berücksichtigung der Kristallisation wurde mit dem bereits zuvor erwähnten iPP der Firma Solvay experimentell der Temperaturverlauf über der Dicke der spritzgegossenen Platte als Funktion der Zeit ermittelt [7],[16]. Die erhaltenen Temperaturprofile sind in Bild 15 dargestellt. Auffällig ist, dass es zwischen 10 und 15 s eine Verzögerung der Abkühlung gibt, die auf die frei werdende Wärme durch die Kristallisation zurückzuführen ist. Die Temperaturentwicklung wurde unter Berücksichtigung des in Moldflow implementierten Kristallisationsmodells berechnet. Die berechnete Temperatur der Probenmitte wird in Bild 16 mit den experimentellen Werten von [16] verglichen. Deutlich ist die verzögerte Abkühlung im Bereich zwischen etwa 10 und 20 s in der berechneten Kurve zu erkennen, was qualitativ gut mit den experimentellen Werten übereinstimmt [32].

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass es vielversprechende Ansätze zur Berücksichtigung der Kristallisation in der Spritzgieß-Simulation gibt. Aufgrund der hohen Komplexität der Materie ist jedoch für eine breite Anwendung in einer kommerziellen Software noch ein großer wissenschaftlicher Aufwand notwendig.

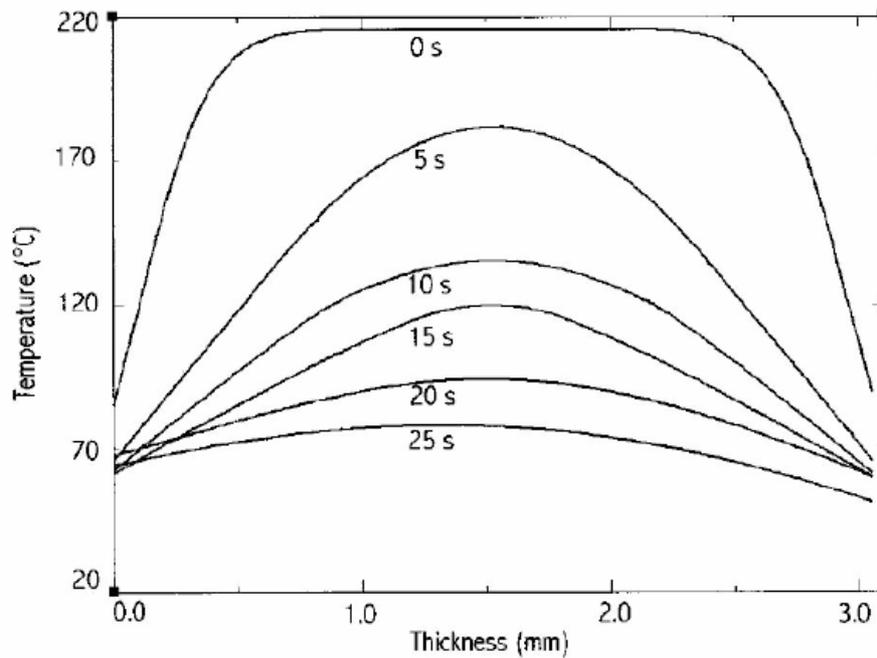


Bild 15: Experimentell ermittelte Temperaturprofile über der Dicke einer spritzgegossenen Platte aus iPP zu unterschiedlichen Zeitpunkten [16].

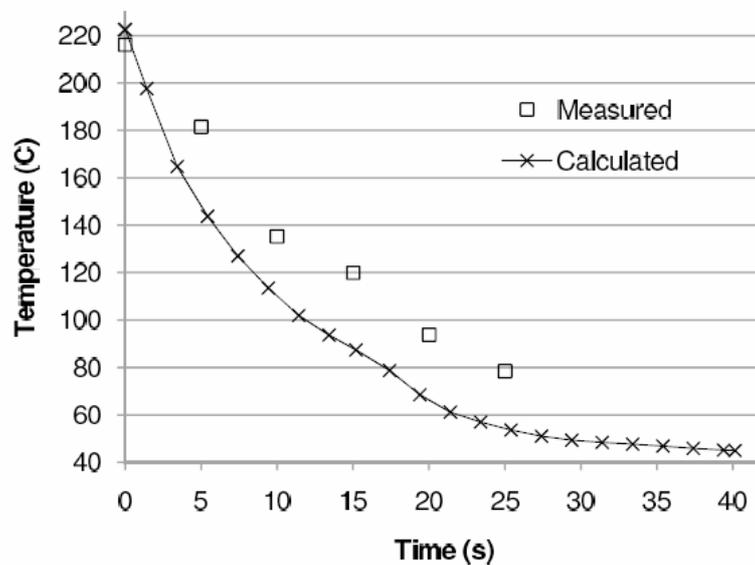


Bild 16: Vergleich von experimentell ermittelter [16] und berechneter Temperatur in der Mitte einer spritzgegossenen Platte aus iPP als Funktion der Zeit [32].

3 Bedeutung der pvT-Daten für die Spritzgießsimulation

3.1 Verwendung von pvT-Daten in der Spritzgießsimulation

Die thermodynamischen Zustände eines Materials in einem Spritzgießwerkzeug werden anhand von pvT-Diagrammen beschrieben, wobei die pvT-Diagramme verschiedener Materialien unterschiedliche Kurvenverläufe aufweisen. In den pvT-Diagrammen wird die Abhängigkeit des spezifischen Volumens v vom Druck p und der Temperatur T dargestellt. Die pvT-Diagramme geben Aufschluss über die Volumenänderungen und Volumenschwindungen, die Erweichungs- und Einfrierlinie. Bei teilkristallinen Kunststoffen geben sie weiters Auskunft über die Kristallisationstemperatur, unter welcher sich amorphe und teilkristalline Kunststoffe im pvT-Diagramm insbesondere in ihrem freien Volumen unterscheiden [35].

In Bild 17 ist der prinzipielle Kurvenverlauf von pvT-Daten eines typischen amorphen und teilkristallinen Polymers gemeinsam mit dem theoretischen Verlauf eines vollständig kristallinen Kunststoffes dargestellt. Das spezifische Volumen v ist definiert als das Volumen V pro Masse m und wird in m^3/kg bzw. üblicherweise auch in cm^3/g angegeben. Das Gesamtvolumen setzt sich aus dem Partialvolumen der Moleküle und dem freien Volumen zusammen. Während das Partialvolumen der Moleküle unabhängig von der morphologischen Struktur der Polymere ist, hängt das freie Volumen stark von der Anordnung der Molekülketten ab. Im Schmelzestand liegen auch teilkristalline Kunststoffe in einem regellosen, amorphen Zustand vor. Unterhalb der Kristallitschmelztemperatur T_K nimmt das spezifische Volumen von teilkristallinen Kunststoffen markant ab, was in direktem Zusammenhang mit der Kristallisation und der damit einhergehenden dichteren Anordnung der Moleküle steht. Daher schwinden auch teilkristalline Kunststoffe im Allgemeinen stärker als amorphe. Nach Abschluss der Kristallisationsvorgänge wird die Kurve wieder deutlich flacher. Charakteristisch für amorphe Kunststoffe ist die Änderung der Steigung der Kurve bei der Glasübergangstemperatur T_G .

Für die Spritzgießsimulation haben die pvT-Daten große Bedeutung, da sie das Schwindungsverhalten von Kunststoffen in Abhängigkeit von Druck und Temperatur beschreiben und damit für die Simulation von Schwindung und Verzug essentiell sind. In Bild 18 ist ein typischer Spritzgießprozess im pvT-Diagramm eines amorphen Kunststoffes dargestellt, anhand dessen das Schwindungsverhalten erläutert werden soll.

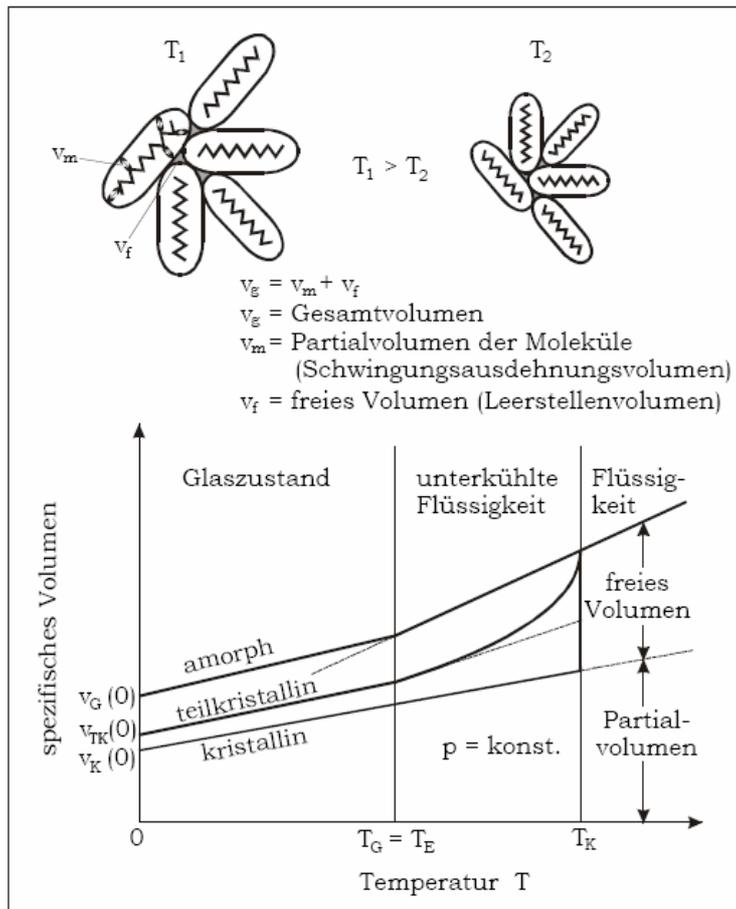


Bild 17: pvT-Diagramm für amorphe und teilkristalline bzw. theoretisch vollständig kristalline Polymere (nach [39]).

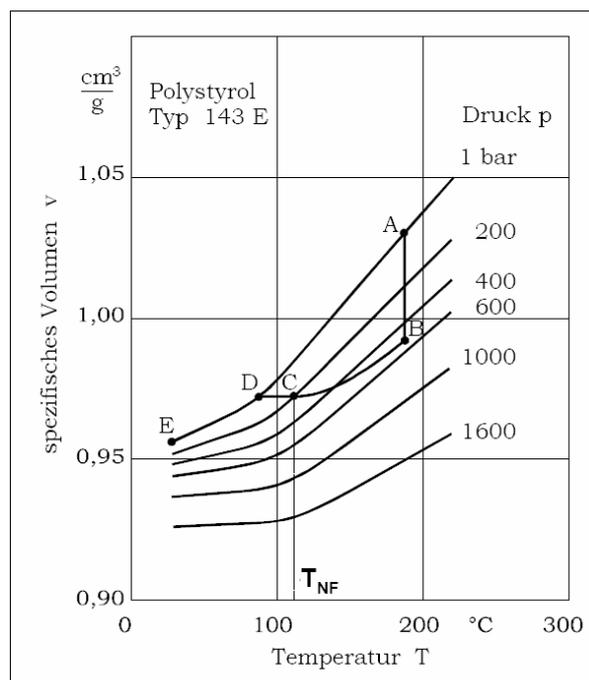


Bild 18: Der Spritzgießprozess im pvT-Diagramm (nach [39]).

Der Einspritzvorgang beginnt mit Punkt A bei Verarbeitungstemperatur und Umgebungsdruck. Er erfolgt sehr rasch, so dass sich die Temperatur während der Kompression der Schmelze kaum ändert (Punkt B). Anschließend folgt die Nachdruckphase, in der unter vorgegebenem Druck weitere Schmelze in die Kavität gedrückt wird, um die Schwindung zu kompensieren. Die Abnahme des spezifischen Volumens (entspricht einer Zunahme der Dichte) von B nach C resultiert aus einer Zunahme der Masse bei gleich bleibendem Volumen der Kavität. Durch das Auskühlen des Kunststoffes nimmt die Schmelzeviskosität zu und damit die Druckübertragung im Bauteil ab, was zu einer langsamen Absenkung des Druckniveaus in der Kavität führt. Im Punkt C ist der Siegelpunkt erreicht, bei dem der Anguss einfriert und somit keine weitere Masse mehr in die Kavität eingebracht werden kann. Es folgt eine isochore Abkühlung von C nach D bis der Umgebungsdruck erreicht ist (Punkt D). Ab diesem Zeitpunkt folgt die Schwindungsphase bis Punkt E, bei der das Bauteilvolumen im Verhältnis zur Kavität abnimmt.

Um Schwindung und Verzug in der Spritzgießsimulation berechnen zu können, ist es notwendig, die zuvor beschriebenen Zustandsänderungen rechentechisch zu erfassen. Dafür müssen die pvT-Daten messtechnisch ermittelt und anschließend mit Hilfe eines mathematischen Ansatzes approximiert werden. In MPI werden die pvT-Daten mit dem Tait-Ansatz beschrieben. Aufgrund der Unstetigkeit der Kurven im Übergangsbereich zwischen Feststoff- und Schmelzestand muss der Ansatz auf zwei Gleichungen aufgeteilt werden, die jeweils für den Schmelze- und Feststoffbereich gültig sind. Die Grenze zwischen den beiden Zuständen wird durch die so genannte Übergangstemperatur T_{trans} über eine weitere Gleichung in Abhängigkeit des Druckes definiert.

Im Feststoffbereich ($T < T_{\text{trans}}$) gilt folgender Zusammenhang zwischen spezifischem Volumen v , Druck p und Temperatur T nach Gleichung (31):

$$v(p, T) = [b_{1s} + b_{2s} \cdot (T - b_5)] \cdot \left[1 - 0,0894 \cdot \ln \left(1 + \frac{p}{b_{3s} \cdot e^{-b_{4s} \cdot (T - b_5)}} \right) \right] + b_7 \cdot e^{[b_8 \cdot (T - b_5) - b_9 \cdot p]} \quad (31)$$

Die Approximation der Messwerte für den Schmelzebereich ($T > T_{\text{trans}}$) wird nach Gleichung (32) ermittelt:

$$v(p, T) = [b_{1m} + b_{2m} \cdot (T - b_5)] \cdot \left[1 - 0,0894 \cdot \ln \left(1 + \frac{p}{b_{3m} \cdot e^{-b_{4m} \cdot (T - b_5)}} \right) \right] \quad (32)$$

Die Übergangstemperatur T_{trans} wird als Funktion des Druckes p entsprechend Gleichung (33) bestimmt:

$$T_{\text{trans}} = b_5 + b_6 \cdot p \quad (33)$$

Die Konstanten b_{1s} bis b_{4s} für den Feststoffbereich, b_{1m} bis b_{4m} für den Schmelzebereich und die Konstanten b_5 bis b_9 werden in Microsoft Excel so lange angepasst, bis die Summe der Fehlerquadrate zwischen Messung und Approximation über den gesamten Temperatur- und Druckbereich nach Gleichung (34) möglichst klein ist.

$$\sum (v_{\text{Approximation}} - v_{\text{Messung}})^2 = \min. \quad (34)$$

Die so gewonnenen Konstanten können in MPI eingegeben werden und sind damit für die Simulation verwendbar.

3.2 Messung der pvT-Daten

Die Messung des spezifischen Volumens als Funktion von Druck und Temperatur ist eine anspruchsvolle Aufgabe, da aufgrund der Empfindlichkeit der Spritzgießsimulation gegenüber Änderungen im pvT-Verhalten bereits kleine Fehler zu deutlich abweichenden Ergebnissen der Schwindungs- und Verzugsberechnungen führen [25]. Im Folgenden wird ein Überblick über unterschiedliche Methoden gegeben, wie sie in der Literatur zu finden sind.

Bei den gängigen Messmethoden gibt es zwei grundsätzlich unterschiedliche Ansätze: eine Zylinder-Stempel-Anordnung einerseits und andererseits die Methode mit einem umgebenden Fluid. Neben diesen hauptsächlich angewandten Messprinzipien gibt es noch Ansätze für den Einsatz von Röntgenstrahlen bzw. Ultraschall, die aber keine breite Anwendung finden.

Zylinder-Stempel-Anordnung:

Das Grundprinzip dieser Messanordnung liegt darin, dass die Kunststoffprobe in einer zylindrischen Probekammer aufgeschmolzen und mittels Stempel komprimiert wird. Der Messablauf kann entweder isotherm oder isobar erfolgen. Im isothermen Modus wird die Temperatur konstant gehalten und der Druck variiert. Diese Vorgehensweise entspricht in keiner Weise den nicht-isothermen Verhältnissen im Spritzgießprozess. Daher wird üblicherweise im isobaren Modus gemessen, bei dem ein konstanter Druck aufrecht erhalten wird, während der Kunststoff von der Schmelztemperatur bis auf eine gewünschte Endtemperatur abgekühlt wird. Diese Vorgehensweise wird mit unterschiedlichen Druckniveaus wiederholt. In Bild 19 ist der prinzipielle Messaufbau des pvT-100 Geräts der Firma SWO Polymertechnik (Deutschland) dargestellt. Dieses Messgerät ist ein typischer Vertreter der Zylinder-Stempel-Anordnung. Der zu mes-

sende Kunststoff wird in Granulatform in die zylindrische Messzelle eingebracht, auf die gewünschte maximale Messtemperatur gebracht und über den Oberstempel mit Druck beaufschlagt. Anschließend wird bei konstantem Druck die Temperatur der Messzelle mit einer typischen Kühlrate von 0,1 K/s abgesenkt. Aufgrund des großen Durchmessers der zylindrischen Probe von 7,8 mm und der geringen Wärmeleitung von Kunststoffen können kaum höhere Kühlraten mit dieser Methode erzielt werden, was eine gravierende Einschränkung für die Verwendung der Daten in der Spritzgießsimulation darstellt.

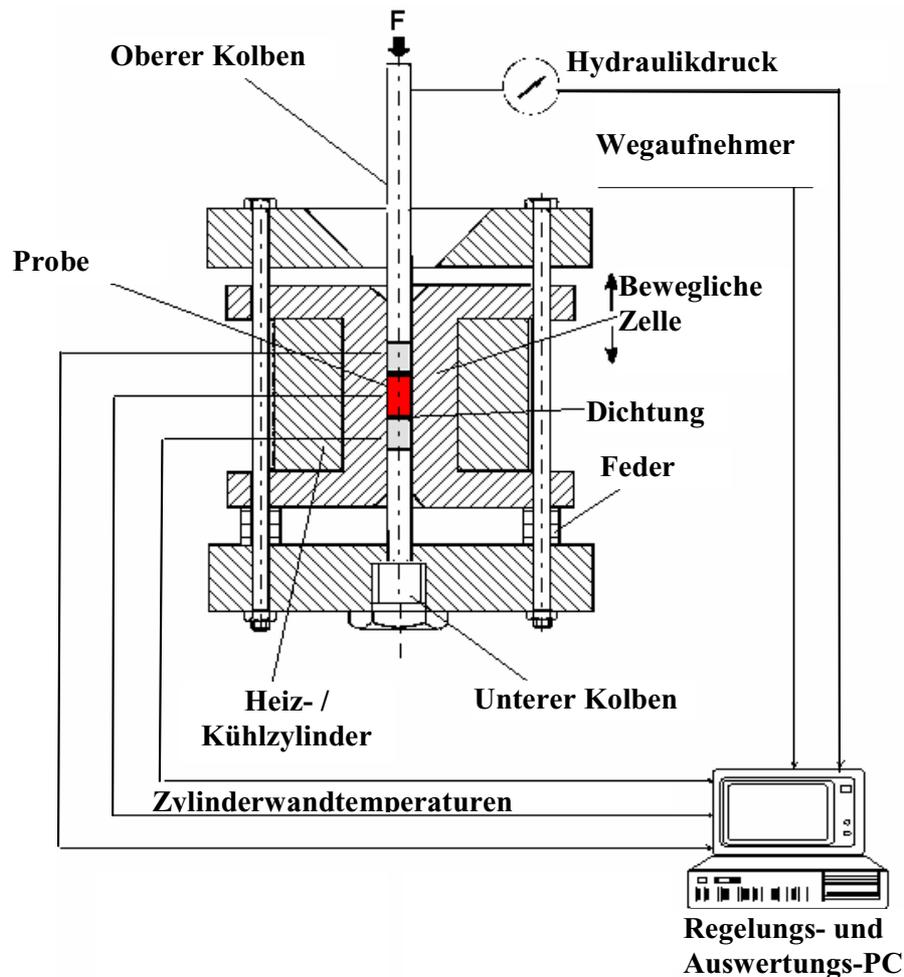


Bild 19: Aufbau der pvT-100 Messapparatur der Firma SWO Polymertechnik [35].

Ein Nachteil dieser Methode ist, dass der Druck nicht hydrostatisch auf die Probe wirkt, da der Kunststoff an der Zylinderwand haftet [28]. Zoller [75] stellte fest, dass diese Methode nur dann sehr gut funktioniert, wenn der Schubmodul wesentlich niedriger als der E-Modul ist, was lediglich im Schmelzzustand der Fall ist. Weiters können Dichtheitsprobleme die Messung negativ beeinflussen.

Messprinzip mit umgebendem Fluid:

Die Kunststoffprobe befindet sich in einer Messzelle gemeinsam mit einem möglichst inkompressiblen Fluid (meistens Quecksilber), von dem das pvT-Verhalten bekannt sein muss. In Bild 20 ist ein prinzipieller Messaufbau, wie ihn Zuidema [76] nutzte, dargestellt. Von außen wird ein Druck aufgebracht, der hydrostatisch auf die Probe wirken kann. Über die Verschiebung eines Faltenbalgs (bellows) wird die Volumenänderung der Kunststoffprobe während des Auskühlens gemessen.

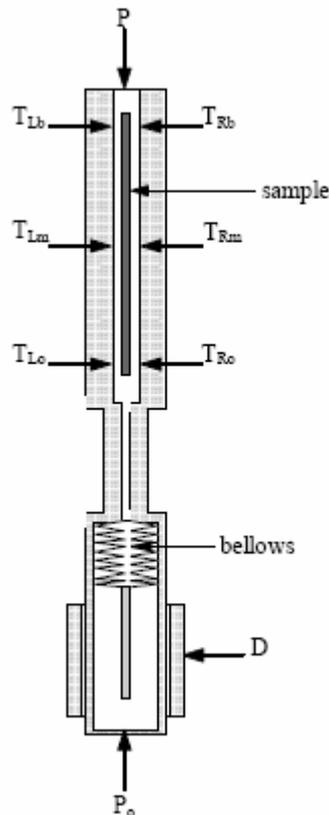


Bild 20: Prinzipieller Aufbau einer pvT-Messanordnung mit umgebendem Fluid [76].

Der Vorteil dieser Messmethode liegt darin, dass keine Reibungs- und Dichtheitsprobleme auftreten. Allerdings kann es eine Beeinflussung der Probe durch das umgebende Medium geben [76]. Weiters sind für Quecksilber keine pvT-Daten über ca. 190°C verfügbar [75]. Ein typischer Vertreter dieser Messmethode ist das GNOMIX pvT-Gerät, welches auch von der Firma Moldflow genutzt wird [42].

Die soeben beschriebenen Messmethoden haben den Nachteil, dass das spezifische Volumen nur in Abhängigkeit von Druck und Temperatur gemessen wird, nicht jedoch von der Abkühlrate und der eingebrachten Scherung, die insbesondere bei teilkristallinen Kunststoffen eine große Rolle spielt (scherinduzierte Kristallisation [21]). Weltweit haben sich mehrere Arbeitsgruppen mit dieser Thematik beschäftigt und im Folgenden wird ein kurzer Überblick über die unterschiedliche Ansätze gegeben.

Zuidema et al. [76] benutzten eine Kombination aus experimentellen Untersuchungen mit einer eigenentwickelten Messapparatur nach dem Prinzip des umgebenden Fluids und einer rechen-technischen Modellierung der Kristallisationskinetik. Mit deren Messapparatur konnten Kühlraten bis 60 K/s und Drücke bis 200 bar erzielt werden. Der Aufwand ist jedoch insgesamt sehr hoch, was einer praktischen Anwendbarkeit für eine rasche Ermittlung der pvT-Daten für die Spritzgießsimulation entgegensteht.

Eine Arbeitsgruppe von Chang [13] modifizierte den Tait-Ansatz unter Verwendung des pvT-Geräts 100 von SWO, um das spezifische Volumen auch als Funktion der Abkühlrate zu beschreiben. Die erhaltenen Gleichungen gelten allerdings nur für amorphe Polymere und bis zu einer maximalen Kühlrate von ca. 0,167 K/s und sind somit für die Anwendung im Spritzgießprozess nicht geeignet.

Von der Firma SWO Polymertechnik wurden pvT-Daten bei unterschiedlichen Abkühlraten publiziert [50], die allerdings ebenfalls maximale Kühlraten von nur 0,5 K/s erzielten.

Han [27] publizierte einen Ansatz, der ähnlich wie Zuidema [76] experimentelle Daten aus Standard-Messungen mit dem GNOMIX-Messgerät und berechnete Werte kombinierte. Auf Basis von DSC-Messungen und Anwendung von Gleichungen von Nakamura-Hieber [29] zur Beschreibung der Kristallisationskinetik wurden pvT-Kurven für hohe Abkühlraten berechnet. Diese wurden in der Spritzgieß-Simulationssoftware C-Mold in einem iterativen Prozess eingesetzt und damit wurde eine Verbesserung der berechneten Schwindungsergebnisse an einer Platte erzielt. Diese Vorgehensweise ist allerdings ebenso wie die von Zuidema sehr aufwändig und daher wenig praxistauglich.

Chakravorty [12] entwickelte eine pvT-Messapparatur für hohe Abkühlraten bis zu 5 K/s und mögliche Messdrücke bis 2500 bar. Das Messprinzip beruht auf dem Zylinder-Kolben-Aufbau, wobei die Probenform ringförmig mit einer Wanddicke von 2 mm gestaltet wurde (Bild 21), wodurch sich höhere Kühlraten realisieren ließen. Noch höhere Abkühlraten sind allerdings erstrebenswert.

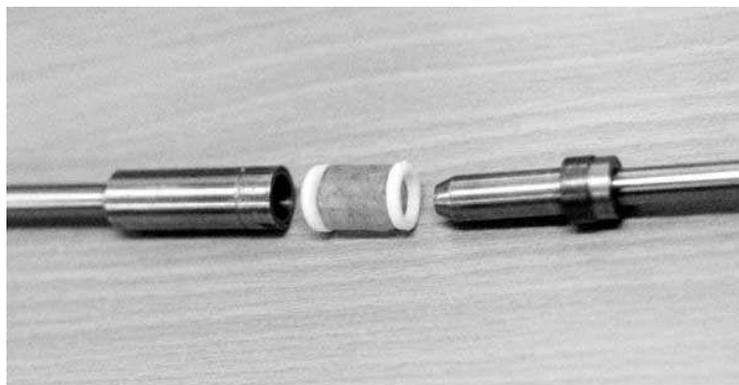


Bild 21: Ringförmige Probe in der pvT-Apparatur von Chakravorty [12].

Pantani et al. [51] wählten einen ähnlichen Ansatz wie die zuvor beschriebenen, indem Standard-pvT-Daten aus dem GNOMIX-Messgerät mit kristallisationskinetischen Berechnungen verknüpft wurden, um das pvT-Verhalten von teilkristallinen Polymeren bei hohen Abkühlraten (bis zu mehreren 100 K/s) zu beschreiben. Auch hier ist jedoch der Aufwand für die Generierung von pvT-Daten für die Spritzgießsimulation sehr hoch.

Eine Arbeitsgruppe um Luyé [36] verwendete das pvT-100 Messgerät und kombinierte die Messergebnisse mit DSC-Messungen, um damit die Problematik des thermischen Gradienten über der Probendicke bei hohen Abkühlraten zu lösen. Die Anwendung beschränkt sich allerdings hier aufgrund der Standard-Messmethode auf eine maximale Abkühlrate von 0,5 K/s, was wiederum für die Spritzgießsimulation nicht ausreichend ist.

Ein weiteres Messgerät für die Messung der pvT-Daten wurde von Bhatt et al. [5] publiziert, welches auf dem Prinzip des umgebenden Fluids beruht. Es werden jedoch keine Aussagen über die erzielten Abkühlraten gemacht.

Während die bisher vorgestellten Methoden zur Messung der pvT-Daten vornehmlich darauf abzielten, bei hohen Abkühlraten zu messen, wurde an der Technischen Universität Eindhoven von van der Beek et al. eine Messapparatur entwickelt, die darüber hinaus auch den Einfluss der Scherung auf das pvT-Verhalten berücksichtigen kann [63], [64]. In Bild 22 ist eine Prinzipskizze des Dilatometers von van der Beek dargestellt. Es basiert auf dem Zylinder-Kolben-Messprinzip und der Couette-Anordnung. Die Probe ist ringförmig mit einer Probendicke von 0,5 mm und kann von außen und innen entweder mit Druckluft oder Wasser gekühlt werden. Für die Probenherstellung werden Streifen auf einer Spritzgießmaschine hergestellt, die anschließend gebogen und in die ringförmige Messzelle eingelegt werden. Bei spröderen Kunststoffen wird ein Zylinder gepresst, aus dem der Ring mechanisch herausgearbeitet wird. In axialer Richtung wird der gewünschte Messdruck aufgebracht und in Umfangsrichtung kann über Rotation des äußeren Zylinders gezielt Scherung in die Schmelze eingebracht werden, um deren Einfluss auf die pvT-Daten zu untersuchen. Da mit diesem Dilatometer nur eine Relativmessung durchgeführt werden kann, müssen die erhaltenen Daten bei dem Wert der höchsten Massetemperatur an eine Referenzkurve angepasst werden, die über Standard-Methoden ermittelt werden (mit der GNOMIX-Apparatur). Bei den in [63] durchgeführten Untersuchungen an einem iPP wurden die pvT-Daten ohne Scherung bei Abkühlraten bis über 30 K/s und einem Druck von 400 bar durchgeführt. In Bild 23 ist ein Ergebnis dieser Arbeit dargestellt, wo deutlich die Verschiebung der pvT-Kurven bei unterschiedlichen Abkühlraten zu sehen ist.

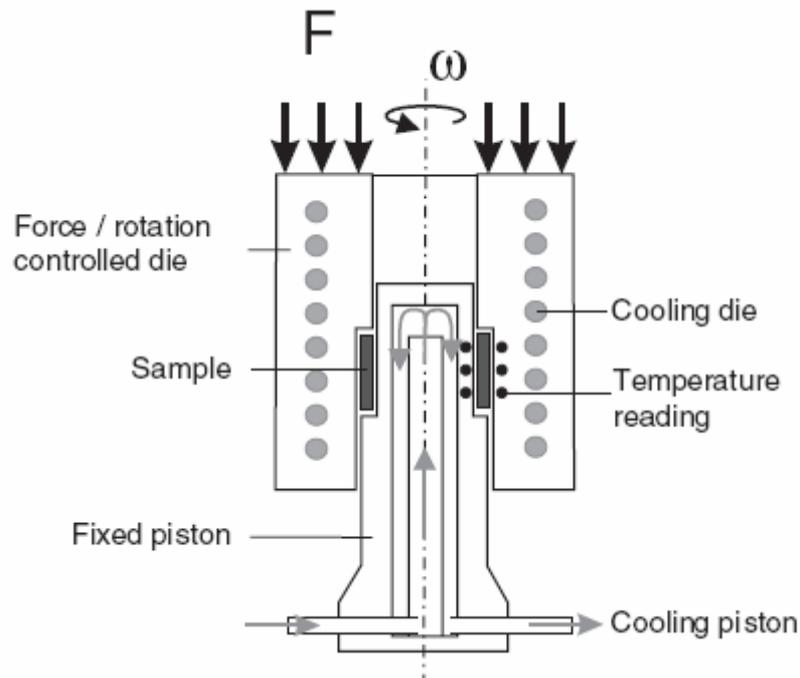


Bild 22: Arbeitsprinzip des Dilatometers der TU Eindhoven [63].

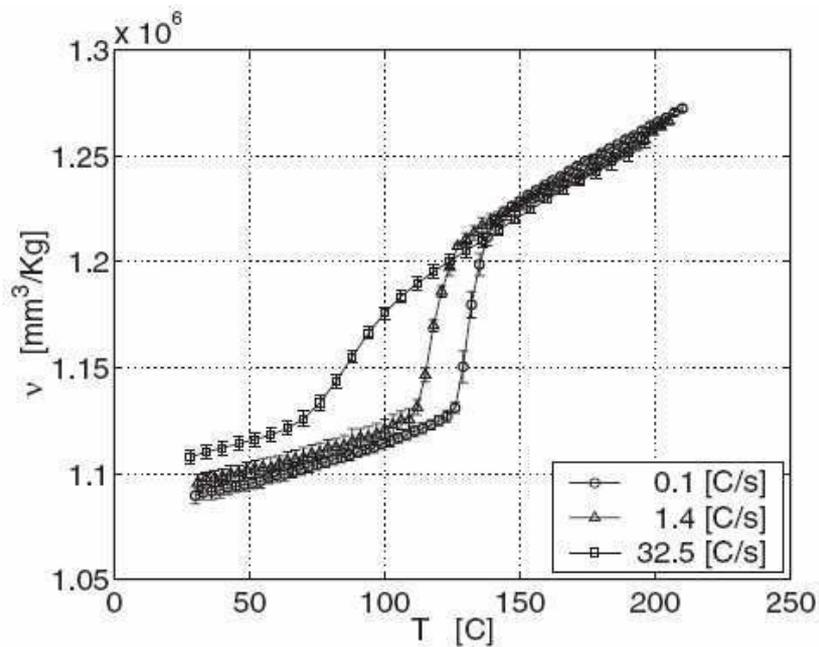


Bild 23: Einfluss der Kühlrate auf das spezifische Volumen eines iPP bei einem Druck von 400 bar, gemessen an dem Dilatometer der TU Eindhoven [63].

Während eine hohe Abkühlrate den Übergang zwischen Feststoff und Schmelze zu niedrigeren Temperaturen verschiebt (Bild 23), bewirkt eine eingebrachte Scherung eine Verschiebung zu höheren Temperaturen (Bild 24) [64].

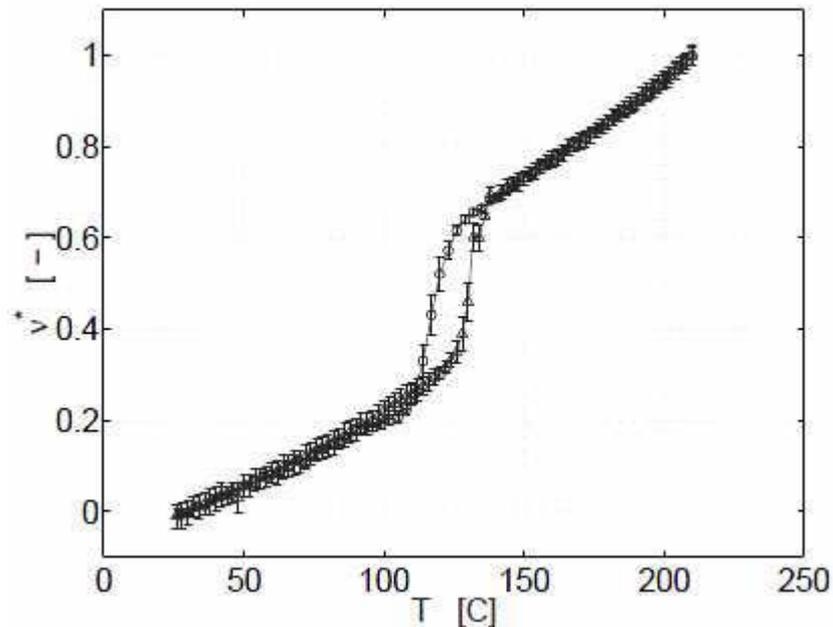


Bild 24: Einfluss der Scherung auf das normierte spezifische Volumen eines iPP.

Aufbringen der Scherung bei 139°C mit 38.5 s^{-1} mit einer gesamten Scherdeformation von 117. Spez. Volumen mit Scherung (Δ) und ohne Scherung (o) bei einer durchschnittlichen Kühlrate von 1,4 K/s und einem Messdruck von 40 MPa [64].

Alternative Messmethoden für die pvT-Daten

Wie bereits erwähnt gibt es neben den zwei bisher vorgestellten Messprinzipien (Zylinder-Kolben bzw. umgebendes Fluid), die jeweils eine Volumenänderung der Polymerprobe erfassen, zwei weitere Messmethoden, die volumenunabhängig arbeiten.

An der Universität von Utah (USA) wurde von Thomas et al. [61] eine Messapparatur gebaut, die auf Basis von Ultraschall das spezifische Volumen von Polymeren misst. Das Grundprinzip besteht darin, dass in einem Druckkessel eine in Alufolie eingewickelte Polymerprobe in Öl so positioniert wird, dass am Beginn der Messung ein definierter Abstand zwischen Polymeroberfläche und gegenüberliegender Stahlwand vorgegeben wird. Bei Beaufschlagung eines Ultraschallsignals kann über das Echo der rücklaufenden Schallwellen auf den Abstand zwischen Probe und Stahlwand geschlossen werden, da jede Grenzfläche ein signifikantes Signal an den Detektor zurückgibt. Verändert sich während des Auskühlens der Kunststoffprobe dessen Volumen, wird dadurch auch der Abstand zwischen Probe und Kesselwand vergrößert, was über das detektierte Ultraschallsignal in eine Volumenänderung umgerechnet werden kann. Diese Messmethode ist aber zu ungenau und es können auch keine hohen Abkühlraten damit erzielt werden.

Eine weitere Methode wurde von Michaeli et al. [41] vorgestellt: Als physikalische Basis für eine neu entwickelte Apparatur zur Messung der pvT-Daten bei hohen Abkühlraten (Bild 25) wird auf das dichteabhängige Dämpfungsverhalten beim Durchstrahlen einer Probe mit Röntgenstrahlen zurückgegriffen. Ein gebündelter Strahl aus monoenergetischen Photonen mit einer Ausgangsintensität I_0 wird durch eine dünne Polymerprobe geschickt und die Intensität I des austretenden Strahles an einem Röntgendetektor gemessen. Das Intensitätsverhältnis zwischen ein- und ausgehender Strahlung hängt über einen Exponentialansatz von der Dichte des durchstrahlten Körpers ab. Damit ist die prinzipielle Möglichkeit gegeben, das spezifische Volumen als Kehrwert der Dichte zu bestimmen. Über Thermolemente in der Messkammer wird die Temperatur gemessen und über einen Stempel kann ein definierter Druck aufgebracht und messtechnisch erfasst werden. Da mit dieser Messmethode eine sehr kleine Probengröße realisiert werden kann, bietet sie die Möglichkeit, hohe Abkühlraten zu erzielen. Die Messgenauigkeit ist allerdings aus mehreren Gründen noch nicht zufriedenstellend, so dass sie zwar einen interessanten Ansatz darstellt, für die praxisnahe und rasche Ermittlung der pvT-Daten für die Spritzgießsimulation aber noch nicht ausgereift ist.

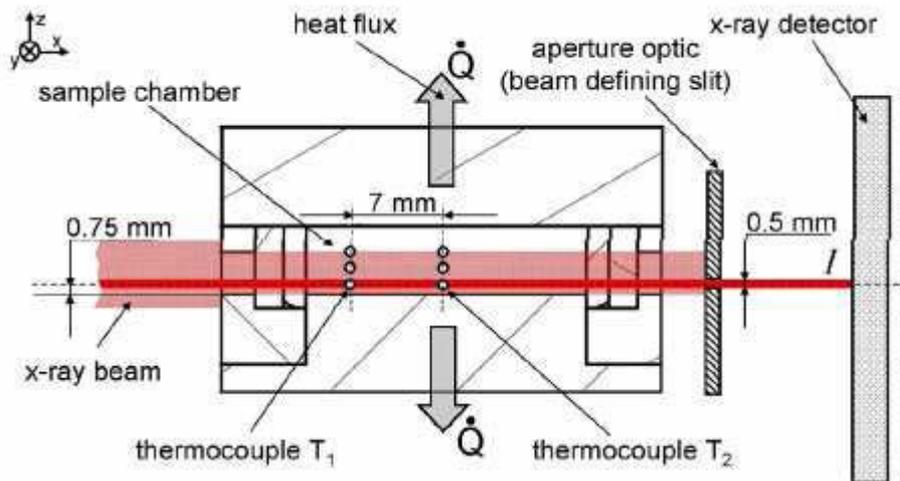


Bild 25: Prinzipaufbau der Messapparatur zur Messung von pvT-Daten mittels Röntgenstrahlung [41].

4 hcr-pvT-Messgerät für prozessnahe Abkühlraten

4.1 Aufbau und Funktionsweise

Für die Entwicklung der hier vorgestellten neuen hcr-pvT-Apparatur (**hcr** für **high cooling rate**), mit der die pvT-Daten bei praxisnahen Verhältnissen wie im Spritzgießprozess gemessen werden, wurden folgende grundsätzliche Überlegungen getroffen:

- Die Probengeometrie sollte vergleichbar sein mit einem typischen einfachen Spritzgießteil und auch Messungen bei unterschiedlichen Wandstärken ermöglichen. Die Oberfläche sollte daher für eine gute Kühlwirkung entsprechend groß sein und die Wandstärke gering in Relation zu den anderen Dimensionen.
- Die Messzelle sollte ähnlich einem Spritzgießwerkzeug gestaltet sein, insbesondere in Hinblick auf die Kühlsituation mit Kühlkanälen und unter Verwendung eines konventionellen Temperiergerätes für Spritzgießwerkzeuge.
- Für die Temperaturmessung während des raschen Abkühlvorgangs müssen geeignete Temperatursensoren verwendet werden, die sehr schnelle Änderungen erfassen können.
- Die Wegmessung muss mit hoher Auflösung erfolgen, da bei der geringen Ausgangsdicke der Probe sehr kleine Änderungen durch die Schwindung in Dickenrichtung präzise erfasst werden müssen.

Auf Basis dieser grundlegenden Überlegungen wurde die Apparatur konstruiert. Im Folgenden wird der prinzipielle Aufbau näher erläutert.

4.1.1 Grundaufbau

Der Grundaufbau der hcr-pvT-Apparatur ist in Bild 26 dargestellt. Die Hauptkomponenten der Apparatur sind der Messraum (1), der Schaltschrank (2) mit den notwendigen Hydraulik-Komponenten, das Steuerpanel (3), der Hauptschalter und die Notaus-Taste (4), der Bereich der Messdatenerfassung (5) und das Temperaturregelgerät (6).



Bild 26: Gesamtansicht der hcr-pvT-Apparatur (Vorderseite):

- 1 ... Messraum*
- 2 ... Schaltschrank und Hydraulik*
- 3 ... Steuerpanel*
- 4 ... Hauptschalter und Notaus-Taste*
- 5 ... Messdatenerfassung*
- 6 ... Temperaturregelgerät*

Der Messbereich ist in Bild 27 größer dargestellt und die einzelnen wesentlichen Bestandteile sind in der darauf folgenden Prinzipskizze (Bild 28) gekennzeichnet.

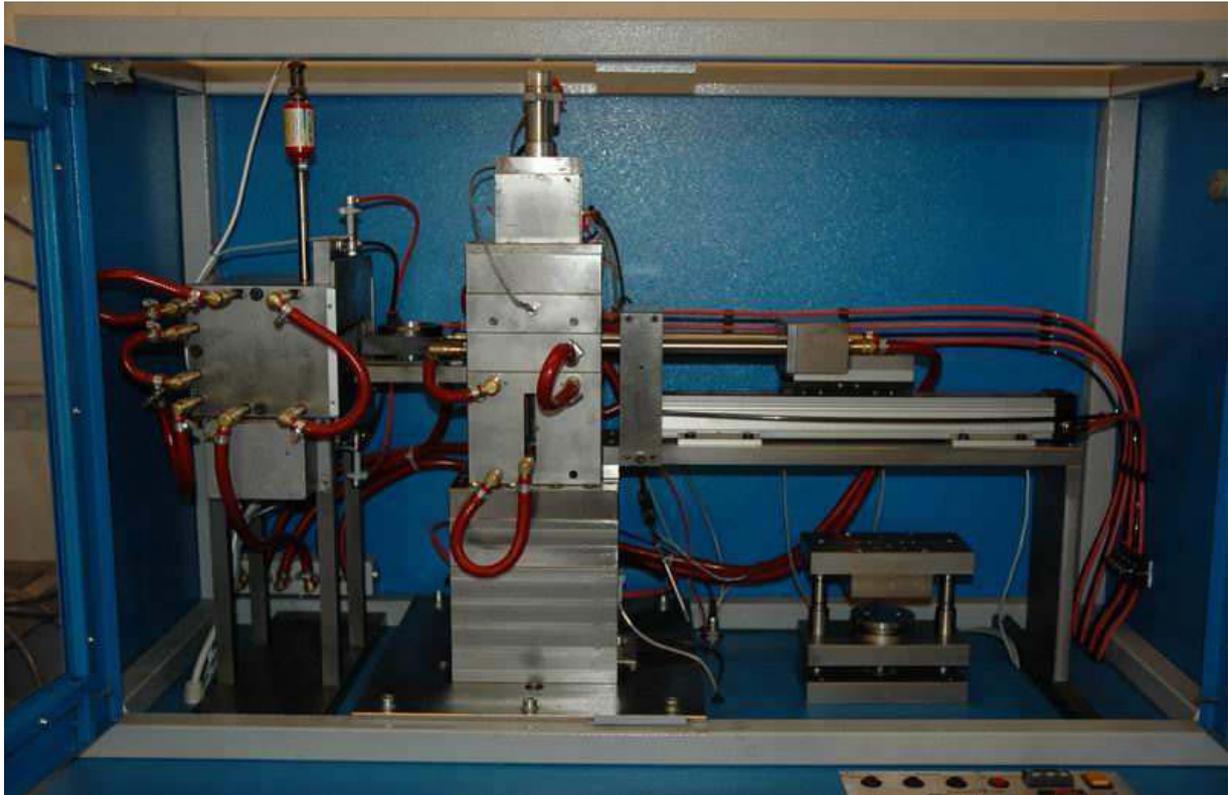


Bild 27: Ansicht des Messbereichs der hcr-pvT-Apparatur bei geöffneten Fronttüren.

Das Kernstück der Apparatur ist die Messzelle, in der die zuvor im Ofen aufgeschmolzene Polymerprobe komprimiert und abgekühlt wird. Als Probe wird eine Kreisscheibe mit einem Durchmesser von 60 mm verwendet, die entweder im Spritzgießprozess oder durch Pressen hergestellt werden kann (siehe Kap. 4.2.1, Seite 66). Die Apparatur erlaubt einen Messbereich von ca. 0,8 mm bis max. 10 mm Probendicke.

Die Probe wird auf einer Aluminiumfolie in die Probenhalterung gelegt, durch einen pneumatisch betriebenen Schlitten in den Ofen transportiert und aufgeheizt. Nachdem eine definierte Massetemperatur erreicht ist, wird die Probe rasch in die Messzelle transferiert und dort durch einen hydraulisch betriebenen Kolben komprimiert. Sowohl der Kolben als auch die Oberseite der Messzelle sind mit Kühlkanälen ausgestattet, wodurch eine ähnliche Kühlsituation wie in einem Spritzgießwerkzeug entsteht. Für die Temperierung wird ein konventionelles Wasser-Temperiergerät verwendet (Type TT-139 der Firma Tool-Temp AG, Sulgen / Schweiz).

Während der Messung wird ein definierter Druck konstant gehalten und mittels Hydraulik-Druckaufnehmer aufgezeichnet. Die Probentemperatur am Beginn der Messung wird mit dem eingebauten IR-Temperatursensor gemessen. Die Volumenänderung wird über die Dickenänderung der Probe mit einem hochpräzisen Wegaufnehmer ermittelt, wobei davon ausgegangen wird, dass aufgrund der starken Kompression in der Messzelle die Schwindung nur in Dickenrichtung erfolgt.

Nachdem die Probe ausreichend abgekühlt wurde, fährt der Kolben wieder in die Ausgangsposition zurück, die Probe wird mittels Auswerferstift von oben herausgedrückt und mit dem Schlitten aus der Messzelle transportiert, wo sie dann entnommen werden kann.

Für die Auswertung werden der Druck, die Temperatur und die Volumenänderung der Probe (über die Dickenänderung) als Funktion der Zeit sowie die Masse herangezogen.

Eine detailliertere Beschreibung der Komponenten und Vorgänge erfolgt in weiteren Kapiteln.

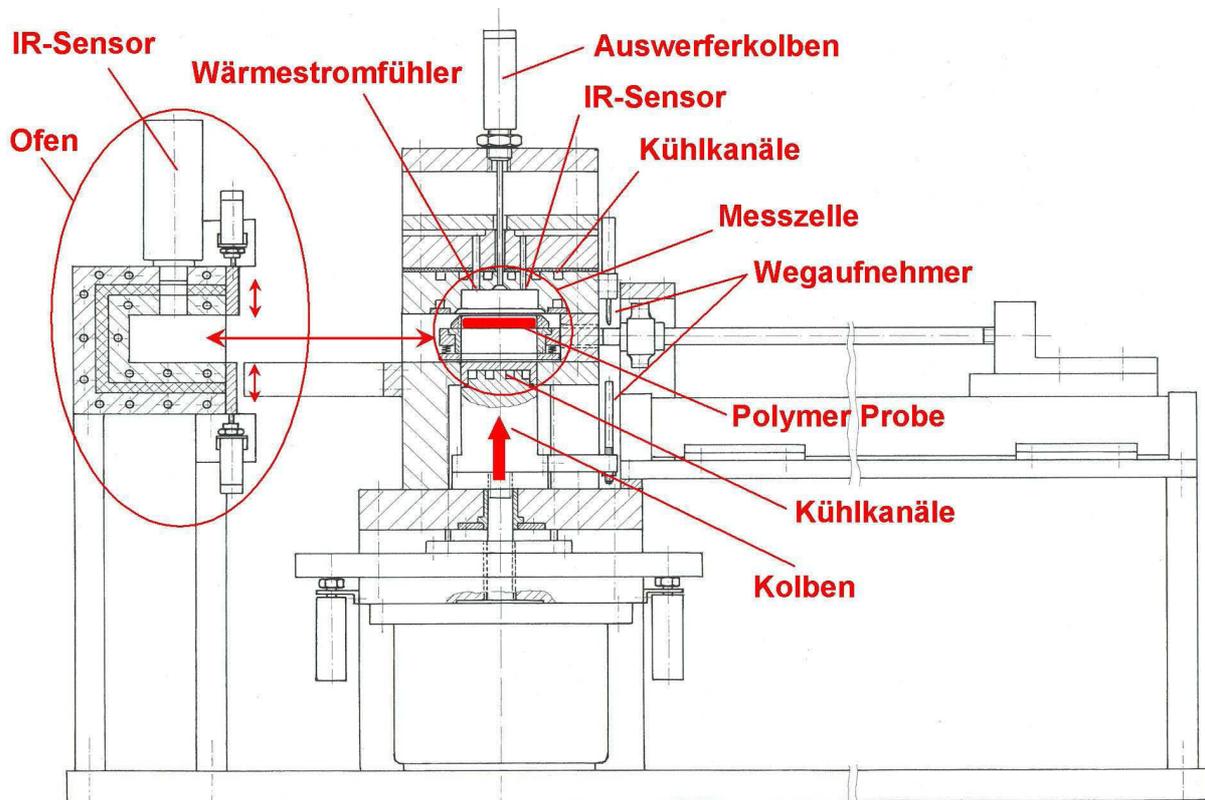


Bild 28: Schematischer Aufbau der hcr-pvT-Apparatur.

4.1.2 Steuerung

Die Steuerung der hcr-pvT-Apparatur erfolgt über eine speicherprogrammierbare Steuerung (SPS). In Bild 29 ist das Steuermodul FX1N-40MR-ES/UL der Firma Mitsubishi Electric (Tokio / Japan) dargestellt. Mit Hilfe einer seriellen Schnittstelle ist es möglich, die Programmierung der Steuerung unter Verwendung einer speziellen Software komfortabel am PC durchzuführen, welcher in die Apparatur eingebaut ist (siehe Bild 26, Bereich 5 Messdatenerfassung). Dies erleichtert auch Änderungen am Programmmodus des Automatikbetriebes. Beispielsweise muss der Anwender der Appa-

ratur in der Lage sein, die gewünschte Heizzeit der Probe über die Software unkompliziert ändern zu können, da für unterschiedliche Materialien und Probendicken diese Zeiten variieren. Die Programmierung bzw. Änderung des Steuerungsprogramms erfolgt über die Software MELSEC MEDOC FX/WIN (Version 3.20) der Firma Mitsubishi. Nachdem die Änderungen abgeschlossen wurden, muss das gespeicherte Programm wieder über die serielle Schnittstelle an die Steuerung übergeben werden.

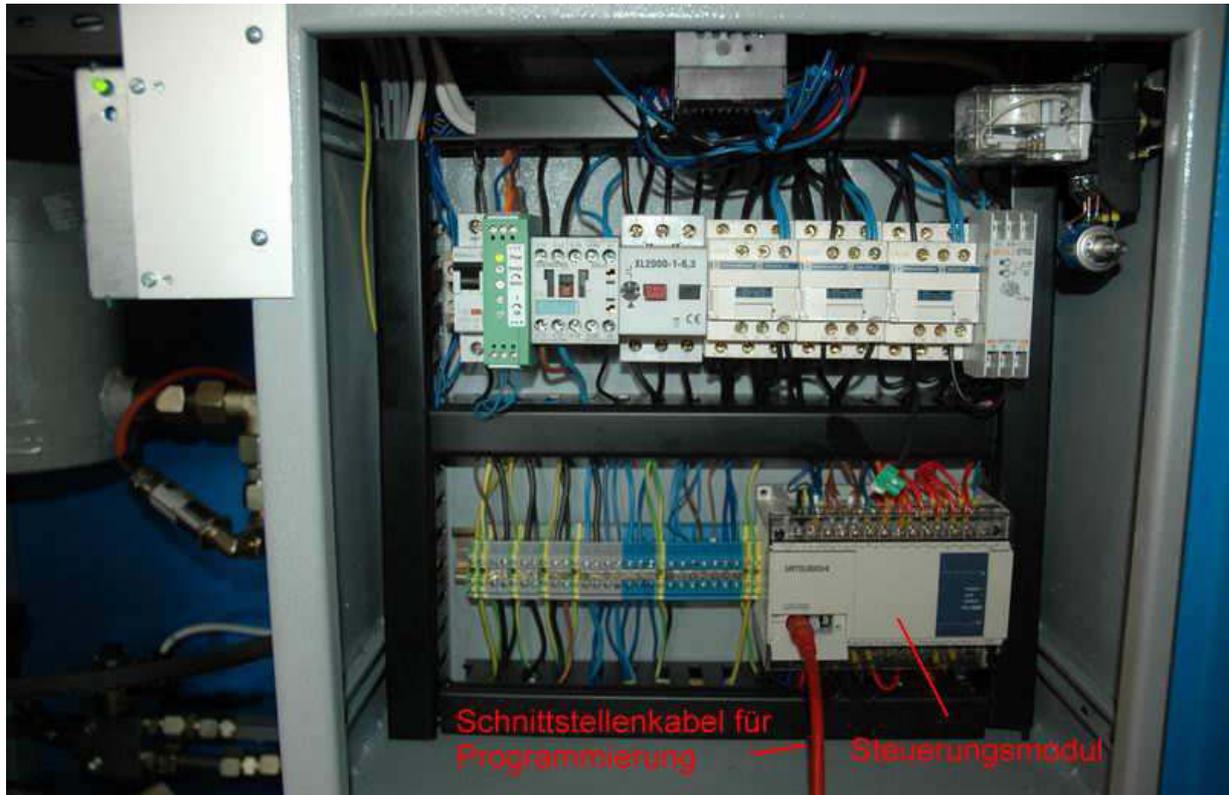


Bild 29: Steuerungsmodul FX1N-40MR-ESI/UL der Firma Mitsubishi Electric (Tokio / Japan).

Für den manuellen Betrieb der Apparatur wurde ein Steuerpanel (Bild 30) eingebaut, mit dem direkt auf die SPS zugegriffen wird. Die einzelnen Elemente des Steuerpanels werden im Folgenden ausführlicher erläutert.



Bild 30: Steuerpanel der hcr- pvT-Apparatur.

- 1 **Auswerfer:** Durch Drücken und Halten der Taste wird der Auswerferstift im Handbetrieb ausgefahren und bleibt in dieser Position, solange die Taste gedrückt bleibt. Sobald die Taste ausgelassen wird, fährt der Auswerferstift wieder in die Ausgangsposition zurück.
- 2 **Schlitten vor/zurück:** Durch Drücken und Halten der Taste **Schlitten vor** wird im Handbetrieb die Probenhalterung in Richtung des Ofens bewegt. Durch Drücken und Halten der Taste **Schlitten zurück** wird die Probenhalterung in Richtung der Messzelle bewegt. Geöffnete Ofentüren sind die Voraussetzung für die Bewegung des Schlittens (Endposition der Pneumatikzylinder der Ofentüren erreicht).
- 3 **Hand/Autom.:** Mit diesem Kippschalter wird zwischen Automatik- und Handbetrieb umgeschaltet. Im Automatikbetrieb leuchtet der Schalter rot.
- 4 **Ofenheizung:** Mit diesem Schalter kann die Soll-Temperatur des Ofens eingestellt werden. Weiters wird die Ist-Temperatur angezeigt, welche mit einem Thermoelement im Ofen gemessen wird.
- 5 **Ein-/Aus-Schalter Ofenheizung:** Durch Drücken der Taste wird die Ofenheizung eingeschaltet. Die Taste leuchtet orange, wenn die Heizung in Betrieb ist. Durch erneutes Drücken der Taste wird die Ofenheizung ausgeschaltet.
- 6 **Hydraulik Start:** Mit diesem Kipphebel wird die Hydraulik ein- und ausgeschaltet. In der linken Schalterposition ist die Hydraulik ausgeschaltet, in der rechten

Schalterposition ist die Hydraulik in Betrieb. Für die Durchführung von Messungen muss die Hydraulik ständig aktiviert sein.

- 7 **Tür auf:** Bei Betätigung dieser Taste wird im Handbetrieb der Türschließ- bzw. Öffnungsmechanismus der Ofentüren aktiviert. Es genügt ein einmaliger Druck zum Schließen. Mit einem weiteren Druck werden die Ofentüren wieder geöffnet. Der Schließmechanismus funktioniert nur, wenn die Druckluftzufuhr zu der Apparatur gewährleistet ist.
- 8 **Kolben auf/ab:** Durch einmaliges Drücken der Taste **Kolben auf** wird im Handbetrieb der Kolben nach oben bewegt und der mit Taste 14 eingestellte Systemdruck aufgebaut. Durch einmaliges Drücken der Taste **Kolben ab** wird der Kolben in die untere Ausgangsposition verfahren.
- 9 **Autom – Start:** Durch einmaliges Betätigen dieser Taste wird der Messzyklus im Automatikbetrieb gestartet. Voraussetzungen für die Funktion dieser Taste:
 - Taste 3 (Hand/Autom.) muss auf Autom. stehen und rot leuchten.
 - Die Ofentüren müssen geöffnet sein.
 - Die Probenhalterung muss in der Ausgangsposition zwischen Ofen und Messzelle sein.
 - Die Taste 6 (Hydraulik Start) muss in der rechten Position sein.
 - Die Türen des Messraums müssen geschlossen sein.
- 10 **Massetemp.:** In dieser Anzeige wird je nach Stellung von Schalter 11 entweder die Proben temperatur im Ofen oder die Werkzeugtemperatur der Messzelle angezeigt.
- 11 **IR/FeCo:** Mit diesem Kippschalter kann die Massetemperaturanzeige (**Massetemp.**, Schaltfeld 10) zwischen den aktuellen Werten des IR-Fühlers im Ofen und des FeCo-Thermoelements in der Messzelle gewechselt werden. In der Ausgangsstellung wird die Temperatur des IR-Sensors angezeigt, die ungefähr der Massetemperatur der Probe entspricht. Durch Umlegen und Halten des Hebels in der Position FeCo wird die Temperatur der Messzelle angezeigt, die der Werkzeugtemperatur entspricht.
- 12 **Stanze:** Durch gleichzeitiges Betätigen der beiden Schalter **Stanze** wird der Stanzmechanismus ausgelöst, mit dem die Probenträgerfolien hergestellt werden (siehe Kap. 4.2.3, S. 73). Um ein Verletzungsrisiko auszuschließen, wurde der Abstand der beiden Schalter so gewählt, dass zur Betätigung beide Hände notwendig sind.

- 13 **Zentrierung:** Bevor der Kolben in die Messzelle einfährt, muss der Ring der Probenhalterung zentriert werden. Die Zentrierung erfolgt pneumatisch über die einmalige Betätigung des Schalters **Zentrierung auf**. Nachdem der Kolben wieder in die untere Endposition gefahren wurde, muss die Zentrierung durch einmaliges Drücken der Taste **Zentrierung ab** wieder aufgehoben werden, bevor der Schlitten aus der Messzelle gefahren werden kann.
- 14 **Hydraulikdruck:** Mit dem Dreh-Potentiometer wird der gewünschte Hydraulikdruck eingestellt. Voraussetzung dafür ist, dass der Schalter 6 **Hydraulik Start** in der rechten Position ist. In der LCD-Anzeige wird der aktuell eingestellte Hydraulikdruck angezeigt, der mit einem Übersetzungsverhältnis von 1:5 dem Messdruck in der Messzelle entspricht. Zu beachten ist, dass der Druckaufbau mit zunehmendem Druck bis zu einigen Sekunden dauern kann.

4.1.3 Messsensorik

4.1.3.1 Messdaten-Erfassung

Während eines Messvorgangs mit dem hcr-pvT-Gerät werden durch verschiedene Sensoren Messsignale generiert, welche durch ein entsprechendes Messdaten-Erfassungssystem aufbereitet werden müssen. Die analogen Signale der Messfühler müssen in einem A/D-Wandler zu digitalen Signalen umgewandelt werden, um sie für eine weitere Auswertung am Computer verwenden zu können. Dafür wird als Hardware das System Spider8 von Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH verwendet (Vorderansicht in Bild 31). Dieses Gerät bietet die Möglichkeit, über 8 Kanäle DMS-Voll-, Halb- und Viertelbrücke, induktive Aufnehmer, Spannungen und Ströme, Thermoelemente, Potentiometer, Drehzahl und Drehmoment zu messen (Rückansicht in Bild 32).



Bild 31: Vorderseite des Messdaten-Erfassungssystems Spider8.



Bild 32: Rückseite des Messdaten-Erfassungssystems Spider8 mit den 8 verfügbaren Kanälen für analoge Eingangssignale (links).

Für die Messung am hcr-pvT-Gerät werden folgende Sensoren verwendet:

- Thermoelement Typ K für die Messung der Werkzeugtemperatur,
- IR-Temperatursensor im Ofen,
- IR-Temperatursensor in der Messkammer,
- Druckaufnehmer für den Hydraulikdruck,
- Wegaufnehmer.

Softwaretechnisch kommt für die Verarbeitung der von Spider8 empfangenen Signale die Software BEAM von AMS (Gesellschaft für angewandte Mess- und Systemtechnik mbH, Flöha/Deutschland) zum Einsatz. Mit dieser Software können die eingehenden Daten in Echtzeit dargestellt und gespeichert werden. Für eine weitere Verwendung der gespeicherten Daten werden die Messdateien als txt-Files exportiert und anschließend in Microsoft Excel ausgewertet. In Bild 33 ist beispielhaft ein Foto des Monitors während einer Messung gezeigt, in dem in mehreren Fenstern die Messwerte der einzelnen Kanäle sowohl in Tabellenform und auch als Grafiken in Echtzeit dargestellt werden.

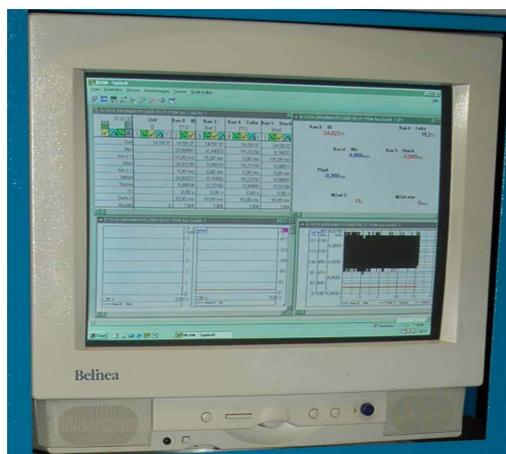


Bild 33: Bildschirmansicht mit Echtzeit-Datenerfassung während der Messung.

4.1.3.2 Wegmessung

4.1.3.2.1 Spezifikationen und Funktionsweise des Wegaufnehmers

Für die messtechnische Erfassung der Volumenänderung der Probe wird während des Abkühlens die Dicke der Probe mit einem hochpräzisen Wegaufnehmer gemessen. In Tabelle 1 sind die wesentlichen Spezifikationen des verwendeten Messtasters aufgelistet.

Tabelle 1: Spezifikationen des analogen Messtasters Solartron AX 2.5 S.

Hersteller	Solartron
Type	LVDT AX 2.5 S
Messbereich	$\pm 2,5$ mm
Wiederholgenauigkeit	$< 0,15$ μm
Linearität (% vom Ablesewert bzw. Absolutwert – der jeweils größere Wert)	0,5 % bzw. $2,5$ μm
Betriebstemperatur	-10°C bis $+80^{\circ}\text{C}$

Die Wegmessung beruht auf dem induktiven Messprinzip, bei dem ein Kern in einer Spule verschoben und dadurch ein elektrisches Signal produziert wird. Dieses Signal ist proportional dem Verschiebeweg. Der Messtaster ist so in das pvT-Gerät eingebaut, dass die Messspitze durch eine Wegaufnehmerstange zusammengedrückt wird. Die Wegaufnehmerstange ist über den Wegaufnehmerbügel mit dem Stempel verbunden, welcher während der Messung nach oben bewegt wird. Der Messtaster ist im oberen fixen Teil der Messzelle mittels Gewindestift fixiert (Bild 34).

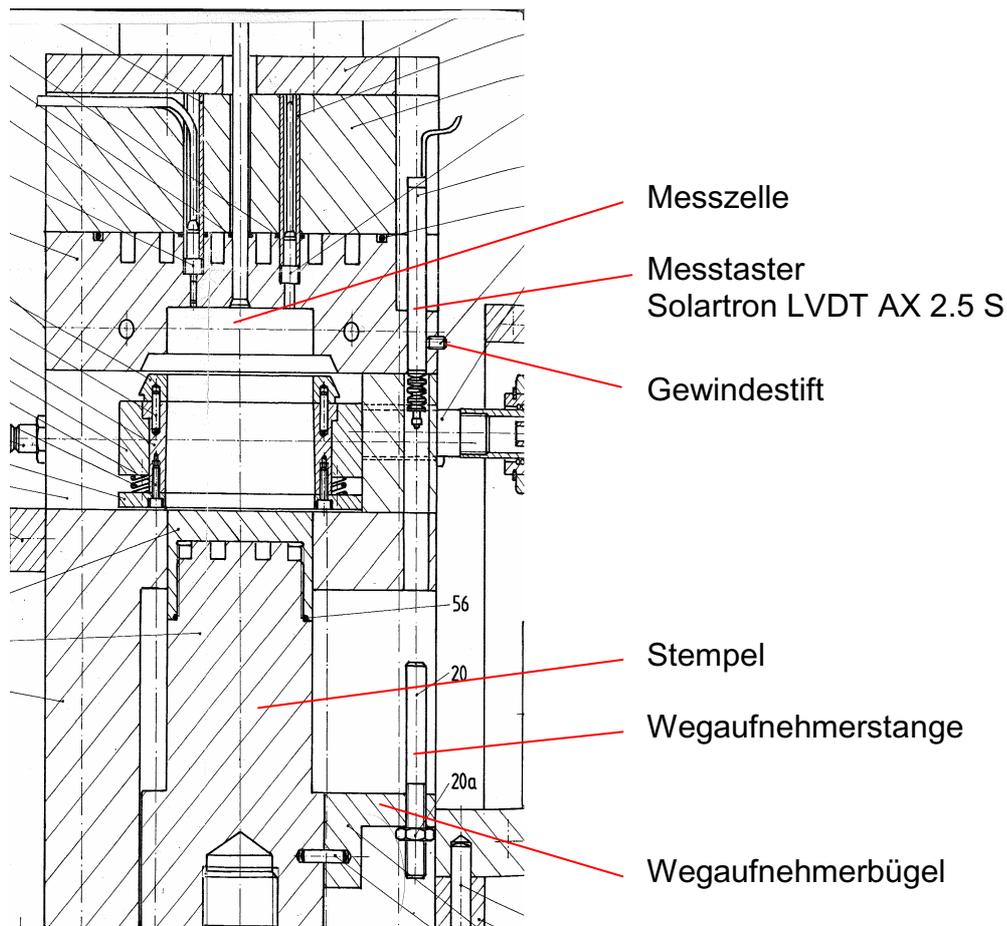


Bild 34: Einbausituation des Wegaufnehmers im hcr-pvT-Gerät.

4.1.3.2.2 Kalibrierung des Wegaufnehmers

Nach jedem Einbau des Wegaufnehmers muss dieser neu kalibriert werden, da er nur durch einen Gewindestift (siehe Bild 34) seitlich fixiert wird und die Position daher beim Einbau nicht reproduzierbar ist. Die Kalibrierung des Wegaufnehmers erfolgt mittels präzise gefertigten planparallelen Referenzscheiben aus Stahl, welche in vier Dicken (1 mm, 2 mm, 3 mm und 4 mm) verfügbar sind.

Um im späteren Messbetrieb möglichst den gesamten Messbereich des Wegaufnehmers von 5 mm ausnutzen zu können, wird der Stempel ohne eingelegte Probe in die obere Endposition gefahren. Aus Sicherheitsgründen ist in dieser Position ein Spalt von ca. 0,6 mm zwischen Stempel und Oberseite der Messkammer vorgesehen. In dieser Position wird die Messspitze des Wegaufnehmers so zusammengedrückt, dass gerade eine erste Wegänderung durch das Messdatenerfassungssystem zu erkennen ist. Durch Festziehen des Gewindestiftes wird der Aufnehmer in dieser Lage fixiert.

Eine Referenzscheibe wird auf die Aluminium-Trägerfolie in der Probenhalterung eingelegt, in die Messkammer gefahren und der Stempel wird nach oben bewegt bis der Systemdruck konstant ist. Die Manipulation des pvT-Geräts erfolgt bei der Kalibrie-

rung manuell, da sonst durch die schnelle Bewegung des Schlittens die Metallscheibe aufgrund ihres kleineren Durchmessers beim Transport in die Messkammer aus der Ringhalterung herauspringen könnte. In der Messdatenerfassung wird nun für jede der vier Referenzscheiben die Gleichspannung aufgezeichnet, die dem Wegsignal proportional ist. Diese vier Wertepaare (Weg / elektrische Spannung) werden in einem Diagramm dargestellt, und mittels Microsoft Excel wird durch lineare Regression eine Geradengleichung erstellt, welche die gemessene Spannung mit der Sensorposition korreliert. In Bild 35 ist eine Kalibrierkurve des Wegaufnehmers bei einem Messdruck von 200 bar dargestellt. Neben den Messwerten bei 1, 2, 3 und 4 mm ist die von Microsoft Excel errechnete Regressionsgerade eingezeichnet, welche in diesem Beispiel durch Gleichung (35) beschrieben wird:

$$y = -0,2391 \cdot x + 2,8864 \quad (35)$$

mit

y Wegaufnehmerposition in mm

x elektrische Spannung in V

Das Bestimmtheitsmaß R^2 für diese Gleichung beträgt 0,9999. Dies bedeutet eine sehr gute Korrelation zwischen den Messwerten und der Regressionsgeraden.

In der Messdatenerfassungs-Software Beam werden nun die aus dieser Regressionsgeraden berechneten Wertepaare Wegaufnehmerposition / Spannung für 1 mm und 4 mm eingegeben. Damit wird in Beam die Geradengleichung bestimmt, und die Wegaufnehmerkalibrierung ist damit abgeschlossen.

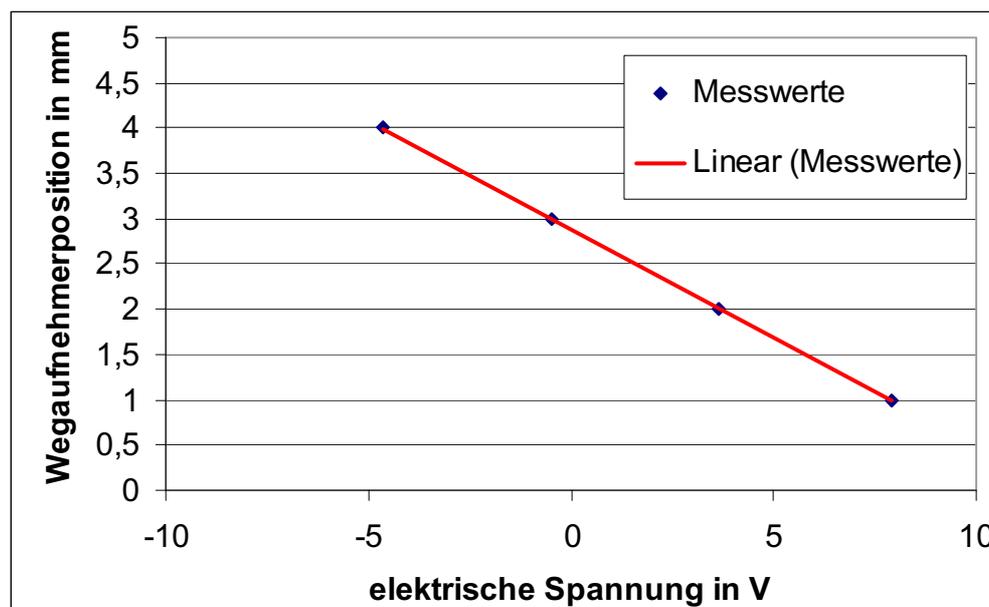


Bild 35: Kalibrierkurve des Wegaufnehmers mit Messwerten und Regressionsgerade bei 200 bar Messdruck.

In weiterführenden Tests wurde festgestellt, dass sich vermutlich aufgrund der elastischen Verformung der gesamten Messapparatur die Kalibrierkurven bei unterschiedlichen Drücken signifikant unterscheiden. Daher muss für jedes Druckniveau, mit dem anschließend die pvT-Messungen durchgeführt werden, eine eigene Kalibrierkurve nach dem zuvor beschriebenen Schema erstellt werden.

4.1.3.3 Druckmessung

Eine wesentliche Einflussgröße im pvT-Diagramm ist der Druck, welcher während der Messung möglichst konstant auf die Kunststoffprobe wirkt. Um diesen Druck zu messen, gibt es prinzipiell zwei Ansätze. Eine Möglichkeit besteht darin, den Druck mit Hilfe eines Forminnendruckensors in der Messzelle direkt zu messen. Alternativ dazu kann der Druck im Hydrauliksystem des Kolbens gemessen werden (Bild 36), welcher die Probe von unten komprimiert. Die Messung des Hydraulikdruckes wird beispielsweise auch bei der Standard-Messmethode mit der pvT-100-Messapparatur der Firma SWO eingesetzt.

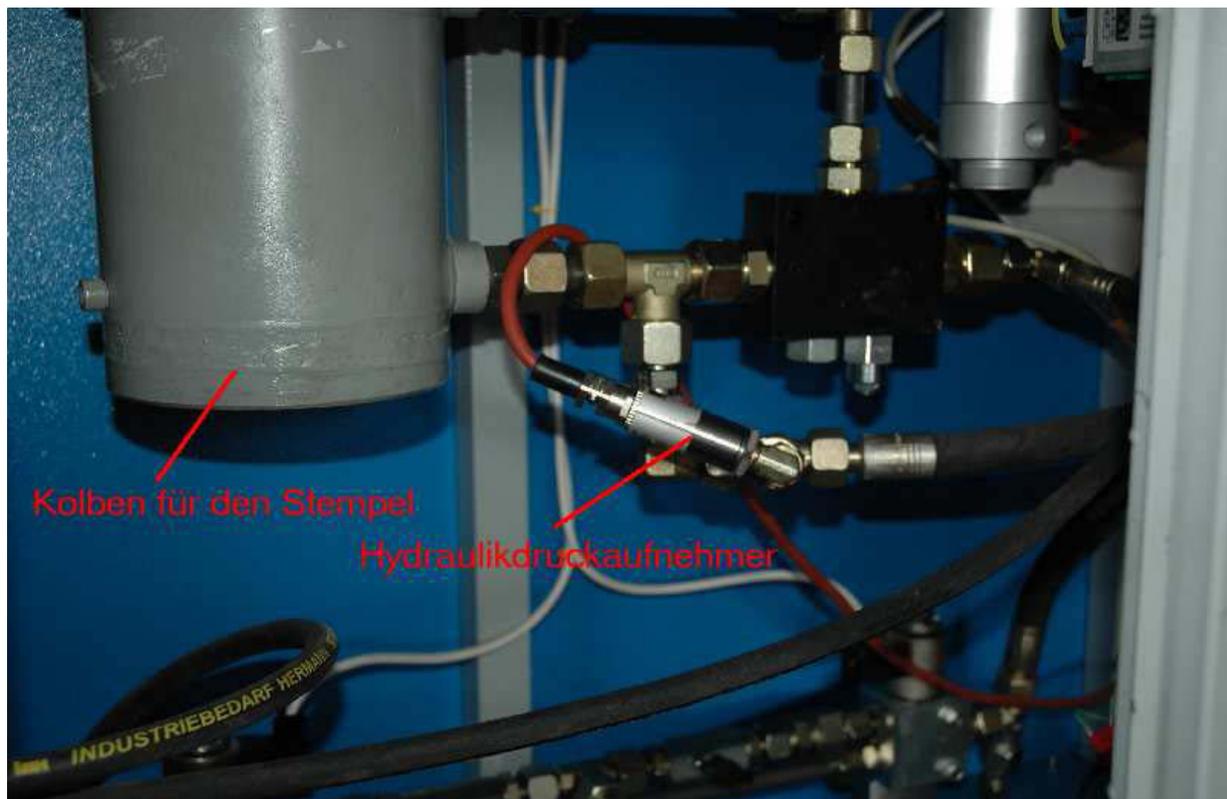


Bild 36: Einbausituation des Hydraulikdrucksensors zur Erfassung des Messdruckes.

Zunächst wurde versucht, die Druckmessung mit einem Innendrucksensor zu realisieren [10]. Dafür wurde ein Quarz-Sensor für Werkzeuginnendruck der Firma Kistler (Winterthur / Schweiz) in die Messzelle eingebaut (an der Position des eingezeichneten Wärmestromfühlers in Bild 28, S. 48). Dabei zeigte sich, dass bei niedrigen Drü-

cken ($< \text{ca. } 300 \text{ bar}$) die Druckübertragung von einer bereits eingefrorenen, festen Probe nicht mehr zuverlässig funktionierte. In Bild 37 sind Ergebnisse der Druckmessung bei Raumtemperatur an einer festen Probe aus POM für den Forminnendruck sowie den Hydraulikdruck gegenübergestellt. An der Potentiometerschraube der Steuerung (siehe Schalter 14 in Bild 30, S. 50.) werden die gewünschten Werte eingestellt, die mit einem Übersetzungsverhältnis von 1:5 dem Hydraulikdruck in der Messzelle entsprechen. Deutlich zu erkennen ist in Bild 37, dass der gemessene Hydraulikdruck linear mit der Einstellung des Potentiometers zunimmt, während bei der Forminnendruckmessung erst ab einem Druck von ca. 300 bar ein vergleichbarer Wert wie bei der Hydraulikdruckmessung erreicht wird. Daraus kann auf eine schlechte Druckübertragung bei diesen niedrigen Drücken geschlossen werden. Daher ist diese Messmethode nicht für die Messung im pvT-Gerät geeignet, da der Druck nicht ausschließlich an der Schmelze, sondern auch am festen Kunststoff gemessen werden muss. Aus diesem Grund erfolgt die Messung mit dem Hydraulikdrucksensor. In Tabelle 2 sind die Spezifikationen des verwendeten Drucksensors zusammengefasst.

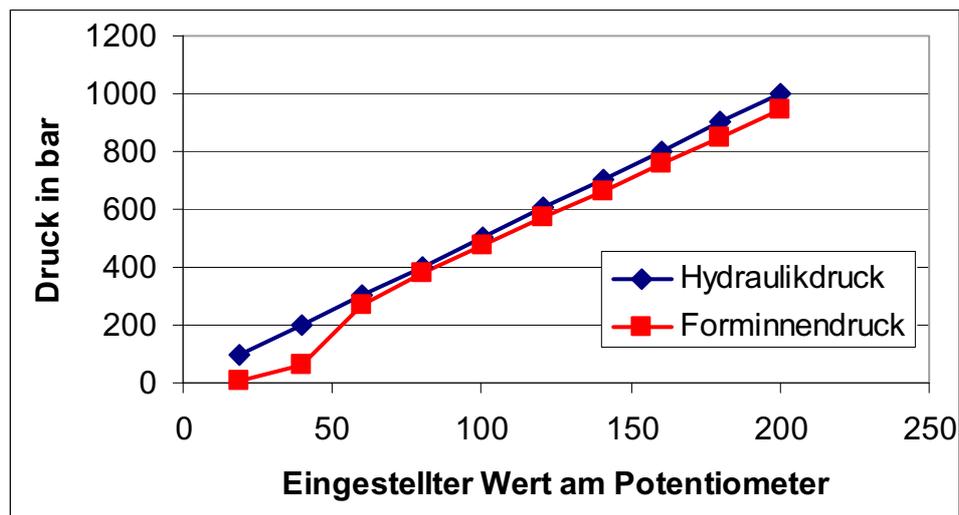


Bild 37: Vergleich des Hydraulikdruckes mit dem Forminnendruck der Messzelle des hcr-pvT-Geräts, gemessen bei Raumtemperatur an einer Probe aus POM.

Tabelle 2: Spezifikationen des Hydraulikdruckaufnehmers.

Hersteller	Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH (Darmstadt / Deutschland)
Type	P3M
Nennendruck	200 bar (entspricht einem Messdruck in der Messzelle von 1000 bar)
Kalibrierung	0,998 mV/V
Widerstand	350 Ω

4.1.3.4 Temperaturmessung

Neben dem Druck und der Probendicke stellt die Temperaturmessung die dritte Komponente der notwendigen Prozessgrößen im pvT-Diagramm dar. In der hier beschriebenen Messapparatur wird die Werkzeugtemperatur mittels Thermoelement gemessen. Diese Temperatur dient als Randbedingung für die Temperaturberechnung der Probe (siehe Kapitel 4.2.4.1, S. 74 ff.). Weiters wird mittels IR-Fühler die Temperatur der Probe im Ofen sowie in der Messzelle erfasst. Im Folgenden werden die verwendeten Temperaturfühler ausführlicher beschrieben.

4.1.3.4.1 Thermoelement für die Messung der Werkzeugtemperatur

Zur Messung der Werkzeugtemperatur in der Nähe der Probe ist ein Thermoelement des Typs K (NiCr-NiAl) eingebaut. Das Thermoelement wird über eine Bohrung von vorne in die Formplatte der Messzelle eingeführt (Bild 38).

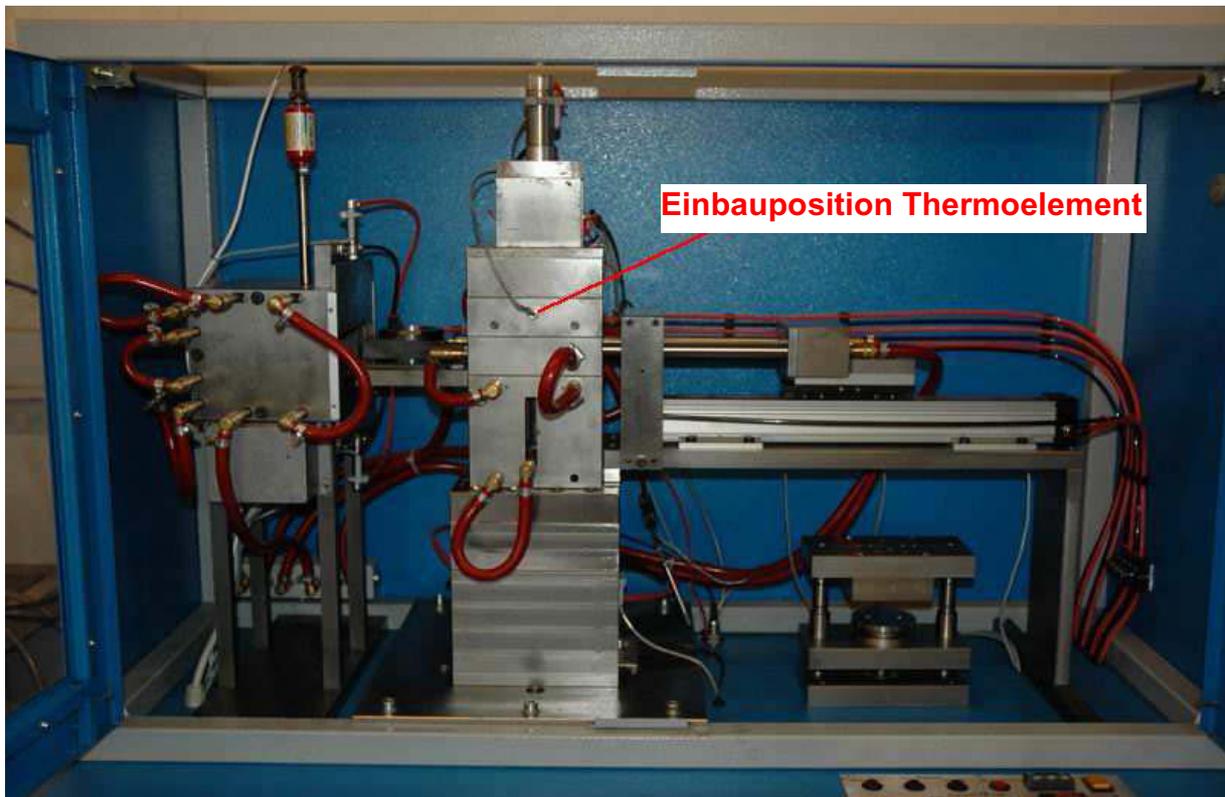


Bild 38: Einbauposition des Thermoelements für die Messung der Werkzeugtemperatur im Messraum des hcr-pvT-Geräts.

Die genaue Lage des Thermoelements ist in der Schnittdarstellung in Bild 39 dargestellt. Die Messspitze befindet sich in einem Abstand von 2 mm von der Stahloberfläche, welche mit der Kunststoffprobe in Kontakt kommt. Diese Position ist ausreichend nahe an der Probenoberfläche, um die Wandtemperatur für die Temperaturberechnung in Kap. 4.2.4.1 zu messen. Das verwendete Thermoelement weist einen Durch-

messer von 1,5 mm auf (Typ Z1295/5/1,5x100 Thermofühler der Firma Hasco, Iserlohn / Deutschland).

Für die Kalibrierung des Thermoelements wird ein Öltemperierbad verwendet, in dem bei unterschiedlichen Temperaturen die von dem Thermoelement ausgegebene Gleichspannung ermittelt und mit der zugehörigen Temperatur korreliert wird, welche gleichzeitig mittels Thermometer im Öltemperierbad gemessen wird. Durch lineare Regression wird analog zu Kap. 4.1.3.2.2 (Wegaufnehmer-Kalibrierung) eine Geradengleichung ermittelt. Mit dieser Information kann in der Messdaten-Erfassungs-Software Beam die Aufnehmeranpassung durchgeführt werden, so dass bei der Echtzeitanzeige die gemessene Thermospannung direkt als Temperatur angezeigt wird.

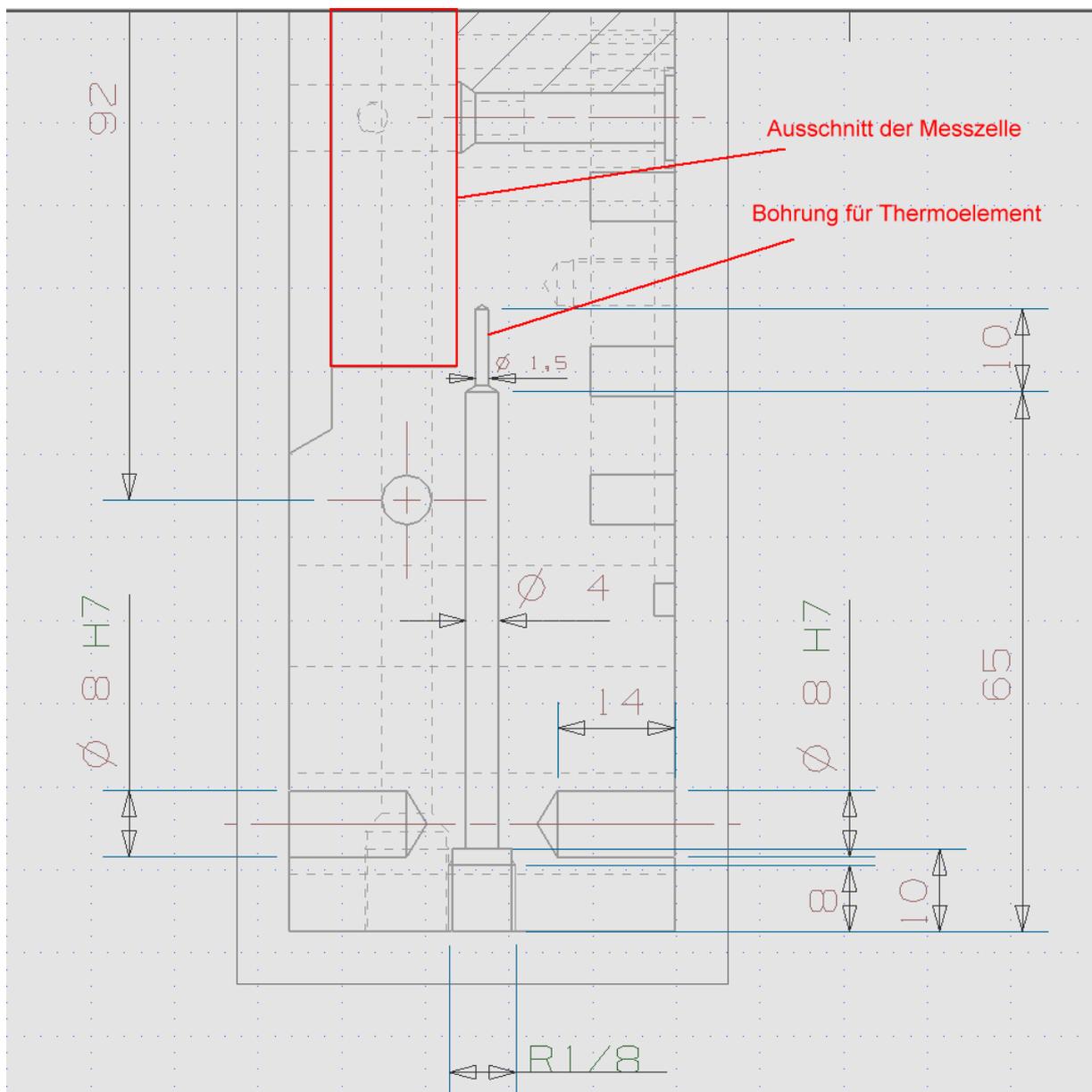


Bild 39: Einbausituation des Thermoelements für die Messung der Werkzeugtemperatur im Messraum anhand einer Schnittdarstellung (Seitenansicht).

4.1.3.4.2 IR-Sensoren für die Messung der Probertemperatur

Die Temperaturbestimmung mittels Infrarot-Sensoren beruht auf der Messung der elektromagnetischen Strahlung, die jeder Körper aufgrund der Wärmebewegung seiner Atome und Moleküle aussendet. Die Intensität der Strahlung hängt von der Temperatur T des Körpers, von dessen Emissionskoeffizienten ε und von der betrachteten Wellenlänge λ ab.

Erfahrungen verschiedener Autoren ([6],[49],[57],[60]) sowie vergleichende Untersuchungen verschiedener Massetemperatursensoren [59] zeigen folgende Vorteile von IR-Sensoren [48]:

- Im praktischen Einsatz sind die kurzen Ansprechzeiten von IR-Sensoren von größtem Vorteil. Diese liegen im Bereich von einigen Millisekunden und sind für praktisch alle in der Kunststoffverarbeitung auftretenden Prozesse ausreichend kurz. Messungen mit hoher zeitlicher Auflösung werden ermöglicht.
- Es treten keine Wärmeleitfehler (wie bei Thermoelementen) auf.
- Konstruktion und Installation des Messfühlers sind einfach.
- IR-Fühler sind geeignet für hohe Betriebsdrücke (bis 2500 bar).
- Die Sensoren sind insbesondere bei Messungen in abgeschlossenen Räumen (z.B. Spritzgießwerkzeugen) gegenüber Umgebungstemperaturen weniger anfällig als etwa Thermoelemente.

Aufgrund dieser Vorteile werden Infrarot-Sensoren heute auf den verschiedensten Gebieten der Kunststoffverarbeitung eingesetzt [48].

Allerdings haben IR-Sensoren auch Nachteile, wobei die im Folgenden beschriebenen Aspekte besonders bei der Anwendung im pvT-Gerät zu berücksichtigen sind.

Die maximale Strahlungsenergie bei den in der Kunststoffverarbeitung auftretenden Temperaturen liegt im Bereich von ca. 4 bis 8 μm . Herkömmliche Messsysteme messen bei ca. 1,6 bis 2,2 μm oder 1,8 bis 2,5 μm , also im nahen Infrarot-Wellenlängenbereich. Bei diesen Wellenlängen ist, wie in Bild 40 dargestellt, die abgestrahlte Energie gering. Dazu kommt, dass die Strahlungsintensität mit fallender Temperatur überproportional rasch abnimmt. Dies führt zu einer unteren Empfindlichkeitsgrenze von ca. 80 bis 130°C bei herkömmlichen Fühlern. Damit ist der Einsatzbereich von IR-Sensoren im Vergleich zu Thermoelementen eingeschränkt [49].

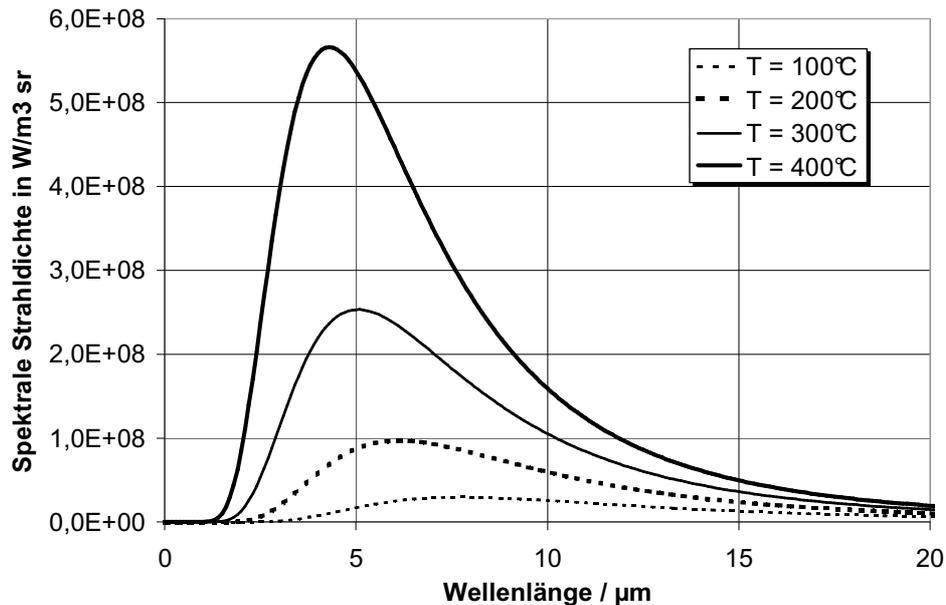


Bild 40: Die spektrale Strahlendichte der emittierten Strahlung eines Schwarzen Körpers bei verschiedenen Temperaturen [48].

Eine weitere Problematik besteht darin, dass viele Kunststoffe für elektromagnetische Strahlung im nahen Infrarot teilweise durchlässig sind. Folglich kann Wärmestrahlung, die im Inneren der Kunststoffschmelze entsteht, durch weiter außen gelegene Kunststoffschichten zum Fühler gelangen kann. Daher liefern IR-Sensoren in der Regel gewichtete Temperaturmittelwerte über ein unbekanntes Messvolumen, das vom Absorptionskoeffizienten des Kunststoffs abhängig ist ([48],[6],[24],[49]).

Im Fall der pvT-Messung liegt über dem Probenquerschnitt eine Temperaturverteilung mit teilweise steilen Gradienten vor, da die Oberfläche schlagartig im Kontakt mit der kalten Werkzeugwand auskühlt und im Inneren der Probe noch länger eine hohe Temperatur vorherrscht, bis durch die relativ langsamen Wärmeleitungsvorgänge ein Temperatúrausgleich stattfindet. Für die Auswertung der pvT-Daten wird allerdings in dem in dieser Arbeit vorgestellten Ansatz eine gemittelte Temperatur über die gesamte Probendicke benötigt, welche mit den momentan verfügbaren Temperatursensoren (IR-Sensoren und Thermoelemente) nicht zufriedenstellend ermittelbar ist. Diese und die zuvor angesprochene Einschränkung des Einsatzbereichs auf höhere Temperaturen lassen daher nur einen bedingten Einsatz von IR-Sensoren zu. Für die Ermittlung der Temperatur wird daher der Ansatz gewählt, mittels IR-Sensor die Temperatur der Probe unmittelbar nach dem Einfahren des Probenhalterschlittens in die Messzelle zu messen. Hier wird die schnelle Ansprechzeit der IR-Sensoren genutzt, die mit anderen Messsystemen nicht erreicht werden kann. Zu diesem Zeitpunkt kann davon ausgegangen werden, dass nach ausreichend langer Heizzeit im Ofen die Temperatur über die gesamte Dicke nahezu konstant ist und daher auch das vom Fühler erfasste Messvolumen keine Relevanz für das Messergebnis hat. Diese Starttemperatur wird

bei der Auswertung für die numerische Berechnung des mittleren Temperaturverlaufs über der Zeit verwendet (siehe Kap. 4.2.4.1, S. 74 ff.).

In dem hcr-pvT-Gerät wird ein IR-Sensor im Ofen und ein IR-Sensor in der Messzelle eingesetzt (siehe Skizze in Bild 28, S. 48). Im Folgenden werden die beiden Sensoren kurz näher erläutert.

Messung der Proben temperatur im Ofen

Die Proben temperatur während des Aufheizens dient dazu, den Zeitpunkt festzustellen, wann die Probe die gewünschte Messtemperatur erreicht hat, was daran erkannt werden kann, dass ein konstantes Temperaturplateau erreicht wird. Eine wesentliche Anforderung an den Messsensor ist in diesem Fall die Möglichkeit der berührungslosen Messung, da die Probe mit dem Schlitten in den Ofen hinein- und wieder herausgefahren wird. Damit kommt nur ein IR-Sensor in Frage. In Tabelle 3 sind die Spezifikationen des verwendeten IR-Sensors „IR Therm 2001“ der Firma FOS Messtechnik GmbH (Schacht-Audorf / Deutschland) laut Produktdatenblatt zusammengefasst. Der Fühler ist an der Oberseite des Ofens positioniert und misst die Temperatur von der Oberseite der Probe. Der Fühler ist werkseitig auf einen grauen Strahler mit einem Emissionskoeffizienten von $\varepsilon = 0,9$ kalibriert. Für die Messung im Ofen ist es nicht erforderlich, die Kalibrierung des Sensors auf das verwendete Material abzustimmen, da es ausreicht, das Erreichen der konstanten Maximaltemperatur zu kennen.

Tabelle 3: Spezifikationen des IR-Sensors IR Therm 2003 für die Messung der Proben temperatur im Ofen.

Hersteller	FOS Messtechnik GmbH
Type	IR Therm 2001
Temperaturbereich	50 – 400 °C
Max. Betriebsdruck	1500 bar
Ansprechzeit	< 20 ms
Genauigkeit	< 1% FSO für Temperaturen > 100°
Kalibrierung	Grauer Strahler mit $\varepsilon = 0,9$

Messung der Proben temperatur in der Messzelle

Wesentlich wichtiger für die Auswertung der Daten ist die Messung der Proben temperatur in der Messzelle. Hier kommt ebenfalls ein IR-Sensor der Firma FOS Messtechnik GmbH zum Einsatz. Mit dem IR-Sensor MTS 408 HT (Spezifikationen siehe Tabelle 4), welcher von oben in die Messkammer eingebaut ist, wird die Proben tem-

peratur zwar während der gesamten Messzeit erfasst, allerdings kann aus den zuvor beschriebenen Gründen keine mittlere Temperatur gemessen werden, da bei unterschiedlichen Materialtypen bzw. auch Einfärbungen das Messvolumen variiert.

Tabelle 4: Spezifikationen des IR-Sensors MTS 408 HT für die Messung der Proben-temperatur in der Messzelle.

Hersteller	FOS Messtechnik GmbH
Type	MTS 408 HT
Temperaturbereich	30 – 400 °C
Max. Betriebsdruck	2500 bar
Ansprechzeit	typ. 15 ms
Genauigkeit	< 1% FSO
Kalibrierung	Grauer Strahler mit $\epsilon = 0,9$

Zur Verdeutlichung des Effektes, dass bei der Messung durch den IR-Sensor vor allem die randnahen Schichten stärker gewichtet werden, ist in Bild 41 ein Vergleich zwischen einer Messkurve des IR-Sensors und der nach Kap. 4.2.4.1 berechneten mittleren Temperatur als Funktion der Zeit am Beispiel des Materials Hostacom BR 735G (schwarzes PP der Firma Basell, Rotterdam / Niederlande) dargestellt. Sehr deutlich ist der schlagartige Temperaturabfall in der blauen Kurve zu erkennen, da die randnahen Schichten der Kunststoffprobe durch den Kontakt mit der kalten Werkzeugoberfläche sofort stark auskühlen. Da bei dem schwarz eingefärbten Material nur die oberflächennahen Schichten einen Beitrag zur empfangenen Strahlungsintensität im IR-Sensor liefern, entspricht die vom IR-Sensor gemessene Temperatur nicht der benötigten mittleren Proben-temperatur. Erst später kommt die Wärme von den inneren Schichten an die Oberfläche, so dass dann eine wesentlich langsamere Temperaturänderung gemessen wird. Weiters wird die Endtemperatur, die letztlich der eingestellten Werkzeugtemperatur entspricht, nicht vom Signal des IR-Sensors wiedergegeben, was vor allem auf die größere Ungenauigkeit der IR-Temperaturmessung im niedrigen Temperaturbereich zurückzuführen ist (vgl. auch Bild 40).

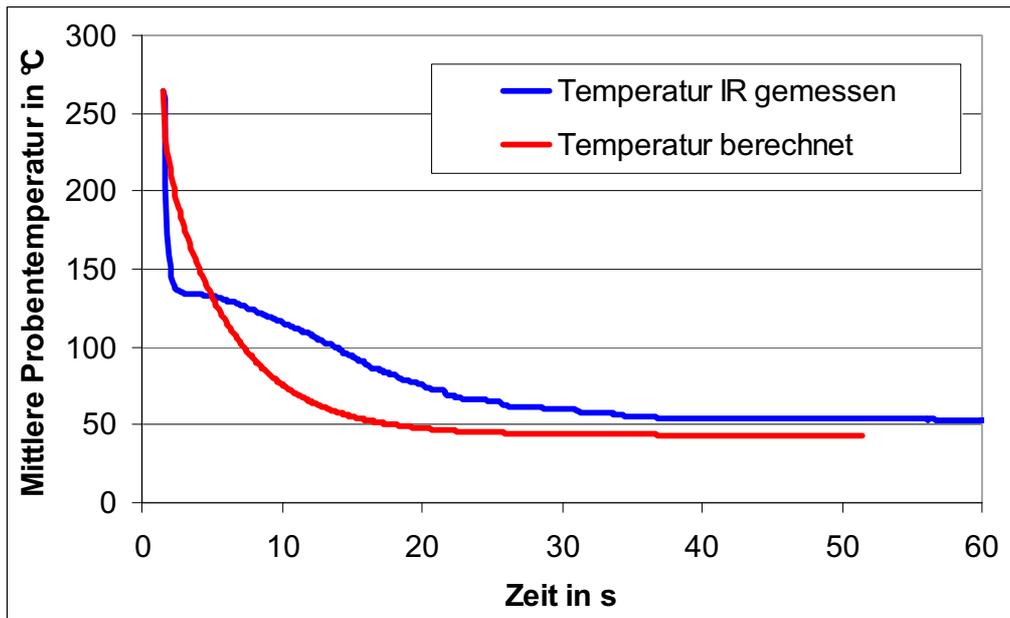


Bild 41: Vergleich der gemessenen mit der berechneten mittleren Proben temperatur als Funktion der Zeit während einer Messung für ein schwarzes PP.

Der Sensor MTS 408 HT ist werkseitig kalibriert, wobei wiederum ein grauer Strahler mit einem Emissionskoeffizienten von $\epsilon = 0,9$ angenommen wurde. Für eine Anpassung des Sensors an das zu messende Material wird ein Abgleich durchgeführt, indem durch Verstellen des Span-Potentiometers am Verstärkergehäuse des Fühlers (Bild 42) die Temperaturanzeige so angepasst wird, dass sie der tatsächlich auftretenden entspricht. Dies setzt voraus, dass die Schmelztemperatur durch eine alternative Messmethode (z.B. mittels Thermoelement bei konstanter Temperatur) erfasst wird.

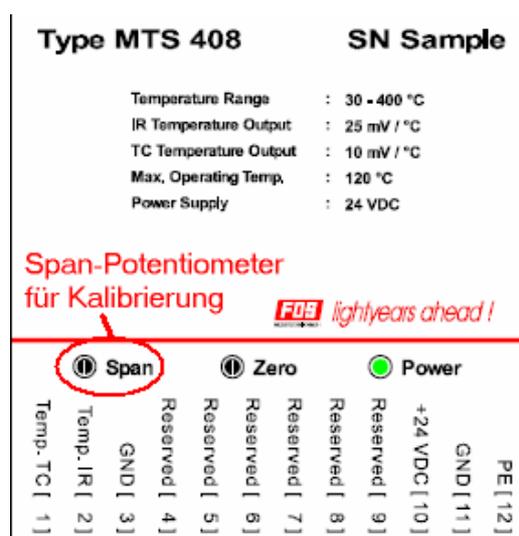


Bild 42: Ansicht eines Ausschnittes des Verstärkergehäuses des IR-Sensors MT 408 HT mit Span-Potentiometer für die Anpassung der Aufnehmer-Kalibrierung.

4.2 Messablauf und Auswertung

4.2.1 Probenherstellung

Die für die Messung verwendeten Proben können entweder im Spritzgießverfahren oder im Pressverfahren hergestellt werden. Für das Spritzgießen ist am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben ein Einfach-Werkzeug vorhanden, bei dem durch Einlegen von Distanzringen die Wanddicke einfach und schnell variiert werden kann. Für das Pressen existiert eine Matrize für die Herstellung von jeweils 5 Probekörpern pro Pressvorgang. Durch Einlegen von Metallscheiben können auch mit diesem Werkzeug verschiedene Wanddicken realisiert werden. Die für die Messungen gewünschten Wanddicken müssen nicht exakt erreicht werden, weil diese im eigentlichen Messvorgang ohnehin durch die Wegmessung erfasst werden.

4.2.1.1 Probenherstellung durch Spritzgießen

Der Vorteil des Spritzgießens liegt darin, dass in kurzer Zeit eine größere Anzahl an Proben hergestellt werden kann. Der Nachteil liegt allerdings in den möglicherweise auftretenden Eigenspannungen in den Proben nach dem Spritzgießen, welche sich bei dem späteren Messvorgang negativ auswirken können. So wurde speziell bei amorphen Thermoplasten festgestellt, dass besonders bei dünnen Proben (ca. $< 2,5$ mm) die eingefrorenen Spannungen bei dem Aufheizprozess im Ofen des pvT-Geräts zu einer Deformation der Scheiben führen können. Diese Deformation kann so groß sein, dass die Probe durch die starke Aufwölbung (Bild 43) mit der Oberseite des heißen Ofens in Kontakt kommt und daran kleben bleibt. Dadurch wird eine Messung unmöglich. Diese Effekte wurden im Rahmen der Arbeit von Brunmayr [10] festgestellt. Durch Tempern der Proben in einem Wärmeschrank können die Eigenspannungen der Proben weitgehend relaxieren (Bild 44). Allerdings ist dafür eine ausreichende Beschwerung der Proben während des Tempervorganges erforderlich, um eine möglichst gleichmäßige Probengeometrie nach der Relaxation zu erhalten. Eine exakte Probengeometrie muss nicht zwingend erhalten bleiben, da die Probe im Messprozess ohnehin vollkommen in den Schmelzestand übergeführt wird und sich somit der Form der Messzelle exakt anpasst. Hier gilt es lediglich zu verhindern, dass sich die Probe während des Aufheizens unzulässig verformt und eine weitere Manipulation der Scheibe damit unmöglich wird.



Bild 43: Deformation einer spritzgegossenen Kunststoffprobe aus ABS (Urtal M122 von Enichem Polimeri) nach dem Aufheizen auf 230°C im Wärmeschrank (Probendicke = 2,3 mm) [10].

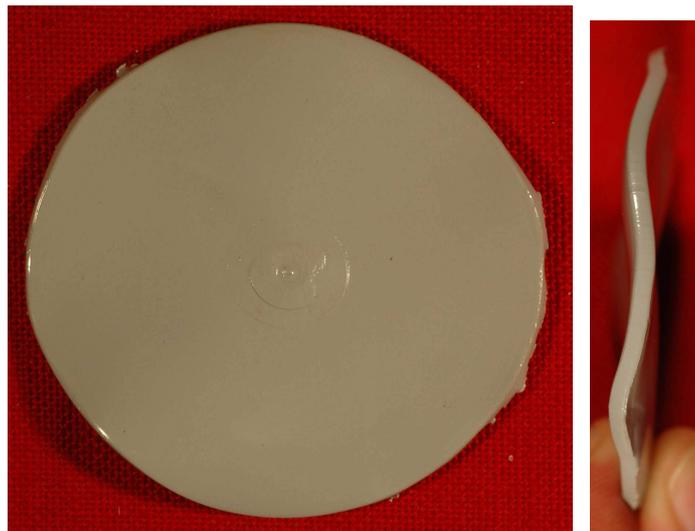


Bild 44: Restdeformation nach Tempern einer spritzgegossenen Kunststoffprobe aus ABS (Urtal M122 von Enichem Polimeri) im Wärmeschrank (1 h 15 min bei 150°C, Probendicke = 2,3 mm) [10].

Für die Herstellung der in dieser Arbeit verwendeten Proben wurde eine Spritzgießmaschine der Firma Engel (Schwertberg / Österreich) der Type Engel ES 700/150 HL verwendet. Dabei handelt es sich um eine vollhydraulische Maschine in holmloser Ausführung mit einer maximalen Schließkraft von 1500 kN und einem Schnecken-durchmesser von 50 mm. Sofern in einem bestehenden Maschinenpark die Möglichkeit besteht, sollte allerdings eine kleinere Maschine bevorzugt werden, da die Verweilzeit des Materials in der Plastifiziereinheit bei diesem geringen Probenvolumen

insbesondere bei thermisch empfindlichen Materialien mit der verwendeten Maschine zu lang ist. Eine ideale Größe der Plastifiziereinheit für die Probenherstellung wäre mit einem Schneckendurchmesser von 18 bis 20 mm gegeben.

4.2.1.2 Probenherstellung durch Pressen

Für den Pressvorgang wurde die am Institut für Chemie der Kunststoffe an der Montanuniversität Leoben verfügbare Vakuumpresse P 200 PV der Firma Dr. Collin GmbH (Ebersberg / Deutschland) verwendet (Bild 45).



Bild 45: Vakuumpresse P 200 PV der Firma Dr. Collin GmbH (Ebersberg / Deutschland) für die Probenherstellung.

Das Pressenwerkzeug besteht aus einer unteren Deckplatte und einer Matrizenplatte, in der fünf Kavitäten eingearbeitet sind (Bild 46 links), sowie einer oberen Deckplatte und Distanzscheiben für die Einstellung der gewünschten Probendicke (Bild 46 rechts). Das Granulat muss dem späteren Probengewicht entsprechend abgewogen werden. Die benötigte Probenmenge kann aus dem Probenvolumen (Durchmesser 60 mm und gewünschte Probendicke von 1 bis 5 mm in 1 mm Intervallen) und der Dichte bei Schmelztemperatur ermittelt werden. Die Dichte wird aus einem Standard-pvT-Diagramm entnommen. Nach dem Aufheizen der unteren Deckplatte und der Matrizenplatte wird das Granulat in die einzelnen Kavitäten der Matrize eingefüllt. Anschließend werden die Kavitäten mit den entsprechend dicken Distanzscheiben (Bild 46 rechts) geschlossen und die obere Deckplatte darüber gelegt. Die Proben werden nun in mehreren Druckstufen bis zu 100 bar ansteigend gepresst.



Bild 46: Pressenwerkzeug: links: untere Deckplatte und Matrizenplatte, rechts: obere Deckplatte und Distanzscheiben.

Durch das Pressverfahren können spannungsfreie Proben hergestellt werden, allerdings dauert der Herstellprozess für eine größere Anzahl an Proben deutlich länger als im Spritzgießverfahren.

4.2.2 Probenvorbereitung

4.2.2.1 Vortrocknung

Wie bei der Verarbeitung von Kunststoffen mit den gängigen Verarbeitungsverfahren Spritzgießen oder Extrudieren muss auch für die Messung im hcr-pvT-Gerät auf einen nicht zu hohen Feuchtegehalt in den Proben geachtet werden. Insbesondere hygroskopische Materialien wie z.B. ABS, PA, POM oder PC müssen sowohl vor der Probenherstellung im Press- oder Spritzgießverfahren als auch vor der Verwendung in der hcr-pvT-Apparatur entsprechend vorgetrocknet werden. Im Unterschied zum Vortrocknen des Granulats ist das Oberflächen/Volumenverhältnis bei den scheibenförmigen Proben wesentlich ungünstiger. Daher müssen die von den Materiallieferanten angegebenen Vortrocknungstemperaturen bzw. -zeiten überprüft und gegebenenfalls angepasst werden. Im Rahmen der Studienarbeit von Brunmayr [10] wurden für mehrere Materialien Parameterstudien durchgeführt, um Richtwerte für die Messungen zu erhalten. Die Vortrocknung erfolgte dabei in einem Wärmeschrank mit Umgebungsluft. Die Trocknungstemperatur wurde entsprechend den vom Materiallieferanten angegebenen Werten eingestellt. Für die Bewertung des Feuchtegehalts wurden die Proben subjektiv nach dem Aufheizen im Ofen der hcr-pvT-Apparatur in Hinblick auf sichtbare Blasenbildung untersucht. In Bild 47 ist ein Beispiel für ein ungetrocknetes Polycarbonat dargestellt, bei dem der Restfeuchtegehalt zu einem regelrechten Aufschäumen der Probe führt, wodurch die Messung der pvT-Daten nicht mehr sinnvoll durchführbar ist. Bei den experimentellen Untersuchungen wurde die Trocknungsdauer im Wärmeschrank so lange erhöht, bis in der Probe nach dem Aufheizen in dem Ofen keine Bla-

senbildung mehr erkennbar war. Die Ergebnisse für einige Kunststoffe sind in [10] zusammengefasst.



Bild 47: Blasenbildung nach dem Aufheizen einer Probe aus Polycarbonat, welches nicht vorgetrocknet wurde.

4.2.2.2 Bestimmung der notwendigen Heizzeit

Im automatischen Messbetrieb muss die notwendige Heizzeit im Ofen über die Steuerung vorgegeben werden (siehe auch Kap. 4.1.2, S. 48). Die erforderliche Temperatur wird über das Schaltelement **Ofenheizung** (Schalter 4 in Bild 30, S. 50) eingestellt. Je nach Material und Probendicke ergeben sich für das ausreichende Aufschmelzen unterschiedliche Zeiten und Temperaturen. In [10] wurden neben der Untersuchung der notwendigen Vortrocknungszeit auch die Heizzeiten für einige Materialien experimentell ermittelt. Dazu wurden Proben mit unterschiedlichen Dicken mit zunehmender Zeit aufgeheizt und der Aufschmelzzustand unmittelbar nach dem Herausfahren der Probe aus dem Ofen beurteilt. Weiters wurde die Ofentemperatur variiert, bis ein zufriedenstellender Aufschmelzzustand erreicht wurde. Die Heizzeiten liegen je nach Material und Probendicke in einem Bereich zwischen 8 und 14 Minuten. Die experimentell ermittelten Heizzeiten bzw. -temperaturen für einige Kunststoffe sind wiederum in [10] zusammengefasst. Problematisch ist in diesem Zusammenhang die Messung von Polyamid zu nennen, da es mit dem Ofen nicht möglich ist, einen ausreichenden Aufschmelzzustand zu erzielen, bevor sich das thermisch empfindliche Material bereits zu zersetzen beginnt. Hier sind somit Grenzen der hcr-pvT-Apparatur für Materialien gesetzt, die eine hohe Schmelztemperatur aufweisen und thermisch sensibel sind.

4.2.3 Messung

Im Rahmen der Studienarbeit von Yilmaz [68] wurde mit dem FEM-Berechnungsprogramm ABAQUS der Aufheiz- bzw. Abkühlprozess der Kunststoffprobe in der hcr-pvT-Apparatur simuliert. Als wesentliches Ergebnis der Berechnungen ist die Erkenntnis zu berücksichtigen, dass der Probenhalter-Schlitten (siehe auch Bild 51 rechts) ca. eine Stunde im Ofen vorgeheizt werden muss, um eine gleichmäßige Erwärmung der Kunststoffprobe zu gewährleisten. Durch die große thermische Masse des Schlittens im Vergleich zur Kunststoffprobe würde der Schlitten wesentlich länger brauchen als die Probe, um die gewünschte Temperatur zu erreichen und würde daher im Kontaktbereich mit der Probe eine unerwünschte Kühlwirkung am Rand der Probe erzielen. In Bild 48 ist die Temperaturverteilung des Probenhalter-Schlittens 3 s nach dem Herausfahren aus dem Ofen nach einer Stunde Vorheizzeit bei 250°C dargestellt. Diese Zeit reicht aus, um eine gleichmäßige Erwärmung des Schlittens und in weiterer Folge auch der Kunststoffprobe zu erzielen. Die rasche Abkühlung der Aluminiumfolie in der Mitte der Probenhalterung nach dem Herausfahren resultiert aus der geringen Wärmekapazität der dünnen Folie, hat aber keine Auswirkung auf den Heizprozess der Probe. Um zu verhindern, dass sich die Holme übermäßig durch den Wärmestrom vom Schlitten erwärmen, sind diese innen mit Wasser gekühlt (Bild 48). Diese Maßnahme ist notwendig, damit die Holme nicht durch thermische Ausdehnung in den kühleren Führungsbereichen der Apparatur stecken bleiben.

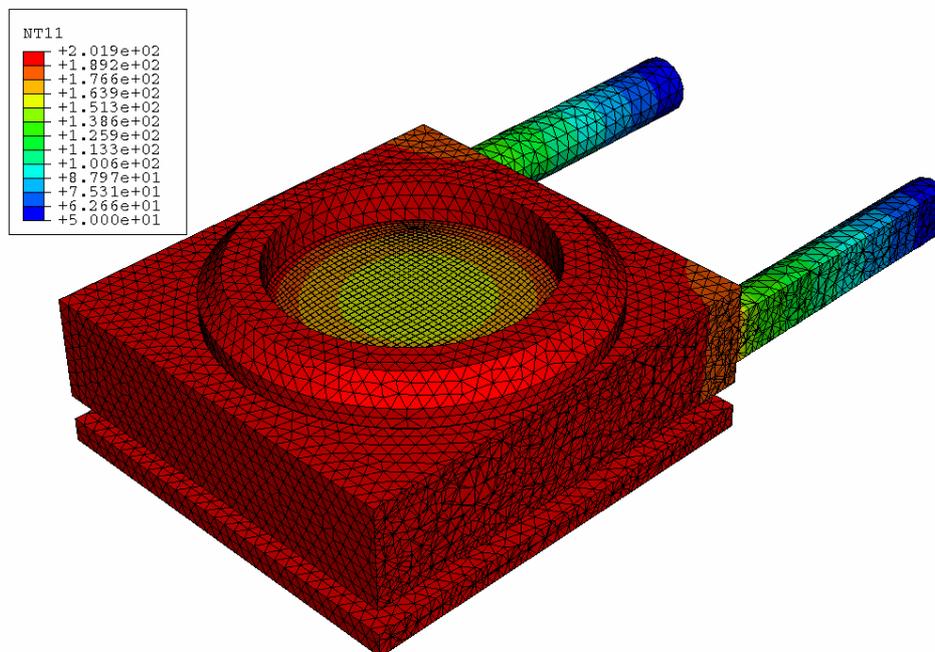


Bild 48: Temperaturverteilung des Probenhalter-Schlittens in °C, 3 s nach Herausfahren aus dem Ofen nach einer Vorheizzeit von einer Stunde bei 250°C, Schnittdarstellung [68].

Nach dem Vorheizen wird der Schlitten kurz aus dem Ofen gefahren und die Ofentüren sofort wieder geschlossen, um die Wärmeverluste aus dem Ofen möglichst gering zu halten. Anschließend wird in die ringförmige Probenhalterung eine Aluminiumfolie eingespannt, die als Träger für die Probe dient. Aufgrund der guten Wärmeleitfähigkeit und der geringen Dicke hat die Aluminiumfolie einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Messergebnisse. Die Trägerfolie wird zuvor in der Stanzvorrichtung, welche Bestandteil der hcr-pvT-Apparatur ist, hergestellt (Bild 49).

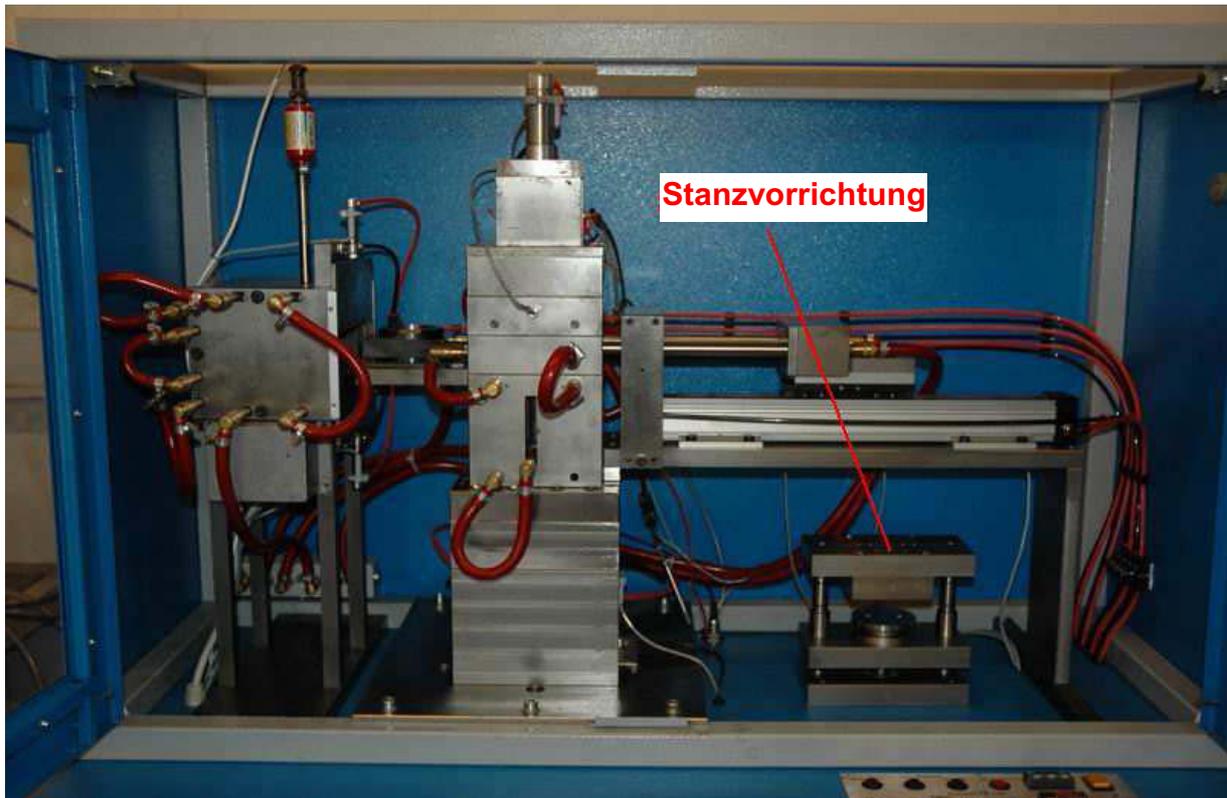


Bild 49: Stanzvorrichtung für die Herstellung der Probenträgerfolien.

In diese Stanzvorrichtung wird ein Streifen Aluminium-Folie eingelegt (Bild 50 links) und durch Betätigen der entsprechenden Steuerungstasten die Trägerfolie (Bild 50 rechts) gestanzt.

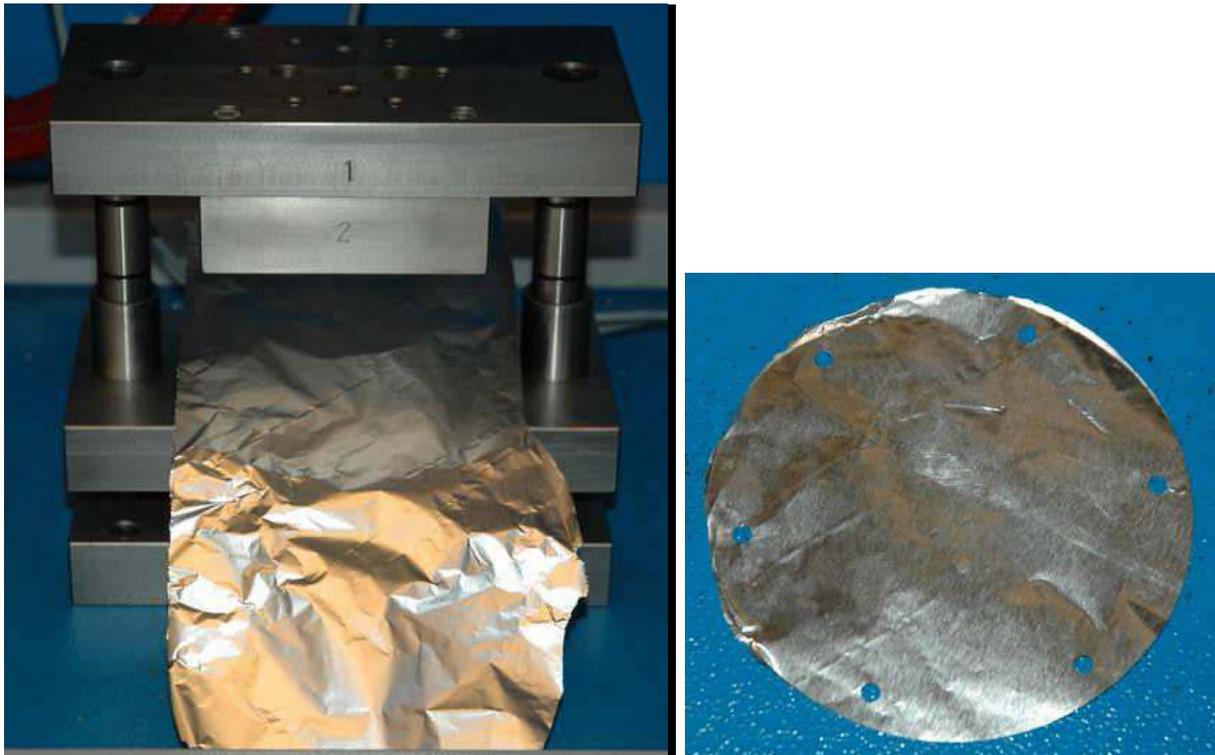


Bild 50: Stanzvorgang (links) für die Herstellung der Proben­träger­folie (rechts).

Anschließend wird die Proben­träger­folie in die Probenhalterung eingelegt (Bild 51 links) und mit einem Ring fixiert (Bild 51 rechts).

Bevor die scheibenförmige Probe nun in diesen Ring eingelegt wird, muss deren Masse auf einer Laborwaage bestimmt werden, da die Masse direkt in die Auswertung des spezifischen Volumens eingeht (siehe auch Kap. 4.2.5, S. 86 ff.)

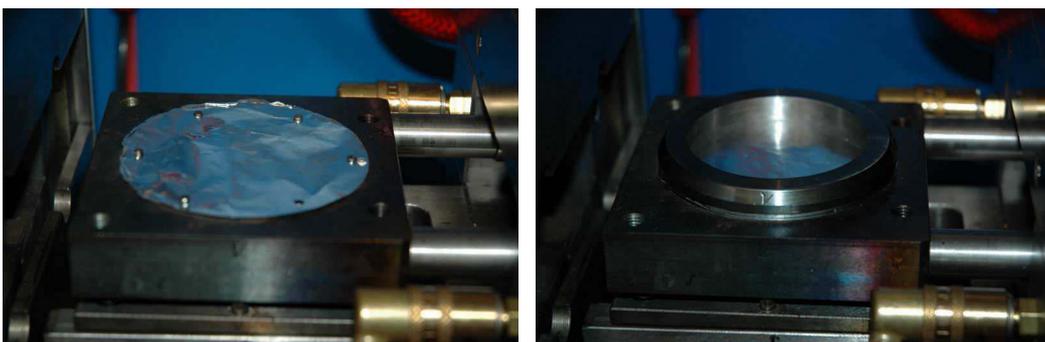


Bild 51: Einlegen der Proben­träger­folie in die Probenhalterung (links) und Fixierung mit Ring (rechts).

Die Messapparatur befindet sich nun im Ausgangszustand des Automatikbetriebes. Durch Betätigen der Taste **Autom-Start** (Bereich 9 in Bild 30 auf S. 46) wird der automatische Messvorgang gestartet. Der Zeitraum zwischen dem Herausfahren des vorgeheizten Schlittens bis zum automatischen Start der Messung sollte möglichst

kurz gehalten werden, um eine zu starke Abkühlung des Schlittens zu verhindern, was sich negativ auf die Homogenität der Proben temperatur auswirken würde. Zu Beginn des automatischen Messprogramms wird die Probe mit dem pneumatisch betriebenen Schlitten in den Ofen transportiert, die Ofentüren werden ebenfalls pneumatisch geschlossen und der Kunststoff auf Messtemperatur aufgeheizt. Die Kontrolle der Proben temperatur erfolgt über den im Ofen eingebauten IR-Sensor, welcher von oben die Temperatur erfasst.

Nachdem eine definierte Massetemperatur durch Vorgabe der dafür notwendigen Heizzeit erreicht ist, wird die Probe rasch in die Messzelle transferiert und dort durch einen hydraulisch betriebenen Kolben komprimiert. Sowohl der Kolben als auch die Oberseite der Messzelle sind mit Kühlkanälen ausgestattet, wodurch eine ähnliche Kühlsituation wie in einem Spritzgießwerkzeug entsteht. In der Messdaten-Software Beam wird die Messung noch vor dem Ende der Heizzeit gestartet, wobei zunächst das Programm in Warteposition ist. Der tatsächliche Messvorgang mit einer Messfrequenz von 10 Hz wird dann dadurch getriggert, dass die Temperatur des IR-Sensors in der Messzelle einen Grenzwert überschreitet, was in dem Moment geschieht, sobald der Fühler die heiße Probe sieht.

Während der Messung wird ein definierter Druck über ein Regelsystem konstant gehalten und mit dem Hydraulik-Druckaufnehmer aufgezeichnet. Die Proben temperatur am Beginn der Messung wird mit dem eingebauten IR-Temperatursensor gemessen. Die Volumenänderung wird über die Dickenänderung der Probe mit einem hoch präzisen Wegaufnehmer ermittelt, wobei davon ausgegangen wird, dass aufgrund der starken Kompression in der Messzelle die Schwindung nur in Dickenrichtung erfolgt.

Nachdem die Probe ausreichend abgekühlt wurde, fährt der Kolben wieder in die Ausgangsposition zurück, die Probe wird mit dem Auswerferstift von oben herausgedrückt und mit dem Schlitten aus der Messzelle transportiert, wo sie dann entnommen werden kann.

Für die Auswertung werden der Druck, die Temperatur und die Volumenänderung der Probe (über die Dickenänderung) als Funktion der Zeit sowie die Masse herangezogen.

4.2.4 Auswertung

4.2.4.1 Berechnung des zeitlichen Verlaufs der mittleren Proben temperatur

Für die Auswertung der pvT-Daten wird der zeitliche Verlauf einer über die Dicke gemittelten Proben temperatur benötigt. Da dieser Temperaturverlauf mit den zur Zeit

verfügbaren Messsensoren messtechnisch nicht erfassbar ist, wird für die Auswertung der pvT-Daten diese Temperaturkurve mittels der Methode der Finiten Differenzen (FDM) berechnet. Dazu wird für die Kunststoffprobe das instationäre eindimensionale Wärmeleitungsproblem nach Gleichung (36)

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (36)$$

gelöst, wobei

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (37)$$

ist, mit

a Temperaturleitfähigkeit in m^2/s ,

λ Wärmeleitfähigkeit in $W/(m \cdot K)$,

ρ Dichte in kg/m^3 ,

c_p Spezifische Wärmekapazität in $J/(kg \cdot K)$.

Zur numerischen Lösung dieser partiellen Differentialgleichung bietet sich aufgrund der eindimensionalen Problemstellung das so genannte Crank-Nicolson-Verfahren [15], [62] an, welches ein implizites Differenzenverfahren darstellt und sich durch hohe Genauigkeit bei vertretbarem Berechnungsaufwand auszeichnet. Die Differentialgleichung (36) wird in die folgende Differenzengleichung (38) übergeführt, wobei i der Zeitindex und k der Ortsindex ist. Die örtliche Ableitung von Gleichung (36) wird dabei jeweils für einen alten Zeitschritt i und einen neuen Zeitschritt i+1 berechnet und ein Mittelwert dieser beiden Zeitschritte gebildet.

$$\frac{T_{i+1,k} - T_{i,k}}{\Delta t} = \frac{a}{2} \cdot \left[\frac{T_{i+1,k+1} - 2 \cdot T_{i+1,k} + T_{i+1,k-1}}{(\Delta x)^2} + \frac{T_{i,k+1} - 2 \cdot T_{i,k} + T_{i,k-1}}{(\Delta x)^2} \right] \quad (38)$$

Nach Umformung erhält man:

$$T_{i+1,k} - T_{i,k} = \frac{a \cdot \Delta t}{2 \cdot (\Delta x)^2} \cdot (T_{i+1,k+1} - 2 \cdot T_{i+1,k} + T_{i+1,k-1} + T_{i,k+1} - 2 \cdot T_{i,k} + T_{i,k-1}) \quad (39)$$

$$\begin{bmatrix} 1 & r_1 & & & & & \\ & 1 & r_2 & & & & \\ & & 1 & r_3 & & & \\ & & & \bullet & & & \\ & & & & \bullet & & \\ & & & & & \bullet & \\ & & & & & & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ \bullet \\ \bullet \\ \bullet \\ T_{nx} \end{bmatrix}_{i+1} = \begin{bmatrix} q_1 \\ q_2 \\ q_3 \\ \bullet \\ \bullet \\ \bullet \\ q_{nx} \end{bmatrix} \quad (44)$$

mit

$$r_1 = \frac{c_1}{b_1}, \quad (45)$$

$$q_1 = \frac{d_1}{b_1}, \quad (46)$$

bzw. allgemein

$$r_k = \frac{c_k}{(b_k - a_k \cdot r_{k-1})} \quad \text{für } k = 2 \dots nx-1 \quad (47)$$

und

$$q_k = \frac{(d_k - a_k \cdot q_{k-1})}{(b_k - a_k \cdot r_{k-1})} \quad \text{für } k = 2 \dots nx. \quad (48)$$

Daraus lassen sich Schritt für Schritt die Temperaturen des neuen Zeitschrittes $i+1$ berechnen mit:

$$T_{i+1, nx} = q_{nx} \quad (49)$$

und

$$T_{i+1, k} = q_k - r_k \cdot T_{i+1, k+1} \quad \text{für } k = nx-1 \dots 1 \quad (50)$$

Aus Gleichung (41) und (42) lassen sich die Koeffizienten des Gleichungssystems allgemein anschreiben:

$$a_k = -m \quad \text{für } k = 2 \dots nx \quad (51)$$

$$b_k = 1 + 2 \cdot m \quad \text{für } k = 2 \dots nx-1 \quad (52)$$

$$c_k = -m \quad \text{für } k = 1 \dots nx-1 \quad (53)$$

$$d_k = m \cdot T_{i,k-1} + (1 - 2 \cdot m) \cdot T_{i,k} + m \cdot T_{i,k+1} \quad \text{für } k = 2 \dots nx-1 \quad (54)$$

Die Werte für b_1 , b_{nx} , d_1 und d_{nx} müssen über entsprechende Randbedingungen ermittelt werden, welche im Folgenden dargestellt werden (Bild 52).

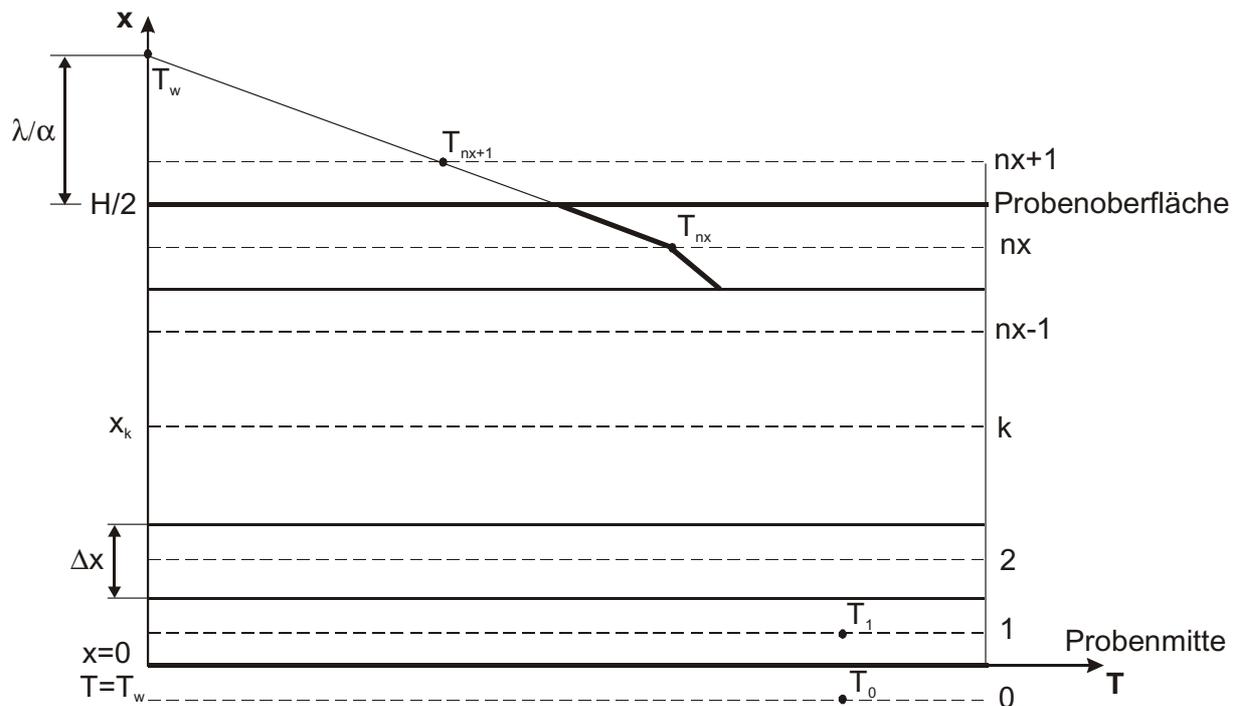


Bild 52: Aufteilung des halben Probekörpers der Gesamtdicke H in nx Schichten der Dicke Δx und Randbedingungen zur Durchführung des impliziten Differenzenverfahrens (nach [65]).

Aus Symmetriegründen wird die Berechnung nur über die halbe Probendicke durchgeführt. Die Ortskoordinate x wird so gewählt, dass die Temperatur in der Probenmitte nicht direkt berechnet werden muss, da dies zu einer Unstetigkeit führen würde. Die Koordinaten x_k der einzelnen Gitterpunkte über die halbe Probendicke werden für die Berechnung mit

$$x_k = \Delta x \cdot \left(k - \frac{1}{2} \right) \quad (55)$$

definiert, wobei die Dicke der einzelnen Schichten Δx aus der gesamten Probendicke H und der Anzahl nx der Schichten nach Gleichung (56) berechnet wird.

$$\Delta x = \frac{H}{2 \cdot nx} \quad (56)$$

Um das Gleichungssystem (43) lösen zu können, müssen die Temperaturen an den Stellen $k=0$ und $k=nx+1$ bekannt sein. Für die Temperatur T_0 lässt sich die Symmetriebedingung in der Probenmitte nutzen, so dass als Randbedingung gilt:

$$T_{i,0} = T_{i,1} \quad (57)$$

Mit dieser Randbedingung lassen sich die fehlenden Koeffizienten b_1 und d_1 der Gleichung (43) ermitteln:

$$b_1 = 1 + m \quad (58)$$

$$d_1 = (1 - m) \cdot T_{i,1} + m \cdot T_{i,2} \quad (59)$$

Für die Bestimmung der Koeffizienten b_{nx} und d_{nx} kommt eine so genannte Randbedingung der 3. Art zum Tragen [65]:

$$\left(\frac{\lambda}{\alpha} \cdot \frac{\partial T}{\partial x} + T \right)_{x=\frac{H}{2}} = \begin{cases} T_M & \text{für } t = 0 \\ T_W & \text{für } t > 0 \end{cases} \quad (60)$$

mit

λ Wärmeleitfähigkeit der Kunststoffprobe in $W/(m \cdot K)$

α Wärmeübergangskoeffizient von der Probe auf das Werkzeug in $W/(m^2 \cdot K)$

T_M Massetemperatur am Beginn des Abkühlvorganges in $^{\circ}C$

T_W Werkzeugtemperatur der Probenkammer in $^{\circ}C$

Aus dieser Randbedingung folgt, dass sich an der Probenoberfläche zu jedem Zeitpunkt Tangenten an die Temperaturkurven legen lassen, die sich in einem gemeinsamen Punkt mit der Werkzeugtemperatur schneiden. Die Koordinaten dieses Richtpunktes sind:

$$\left(T = T_W ; \quad x = \frac{H}{2} + \frac{\lambda}{\alpha} \right) \quad (61)$$

Unter der Annahme eines linearen Temperaturabfalls von der Temperatur $T_{i,nx}$ unmittelbar unter der Probenoberfläche an der Stelle $x = H/2 - \Delta x$ auf die Temperatur T_W an der Stelle $x = H/2 + \lambda/\alpha$ kann die unbekannte Temperatur $T_{i,nx+1}$ an der Stelle $x = H/2 + \Delta x/2$ mittels der folgenden Geradengleichung berechnet werden:

$$T_{i,nx+1} = T_W + (T_{i,nx} - T_W) \cdot \frac{\frac{\lambda}{\alpha} - \frac{\Delta x}{2}}{\frac{\lambda}{\alpha} + \frac{\Delta x}{2}} \quad (62)$$

Mit der berechneten Temperatur $T_{i,nx+1}$ lassen sich nun die beiden Koeffizienten b_{nx} und d_{nx} nach Gleichung (63) und (64) berechnen:

$$b_{nx} = 1 + m \cdot \left(2 - \frac{\frac{\lambda}{\alpha} - \frac{\Delta x}{2}}{\frac{\lambda}{\alpha} + \frac{\Delta x}{2}} \right) \quad (63)$$

$$d_{nx} = m \cdot T_{i,nx-1} + \left(1 - 2 \cdot m + m \cdot \frac{\frac{\lambda}{\alpha} - \frac{\Delta x}{2}}{\frac{\lambda}{\alpha} + \frac{\Delta x}{2}} \right) \cdot T_{i,nx} + 2 \cdot m \cdot \left(1 - \frac{\frac{\lambda}{\alpha} - \frac{\Delta x}{2}}{\frac{\lambda}{\alpha} + \frac{\Delta x}{2}} \right) \cdot T_W \quad (64)$$

Die Programmierung der zuvor beschriebenen Finiten Differenzen Methode erfolgt über Microsoft Visual Basic, wobei die Eingabe sowie Ausgabe mit Microsoft EXCEL erfolgt. Der Programmcode ist im Anhang (Kapitel 9.1) ersichtlich.

Über die Eingabemaske werden die folgenden Parameter für das verwendete Polymer eingegeben:

- Wärmeleitfähigkeit λ
- Wärmekapazität c_p
- Dichte ρ
- Wärmeübergangskoeffizient α
- Probendicke H
- Starttemperatur T_M
- Werkzeugtemperatur T_W
- Messdauer t_m
- Zeitintervall Δt
- Anzahl der Schichten n_x über die halbe Probendicke

Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität

Für die Wärmeleitfähigkeit λ und die Wärmekapazität c_p wird ein konstanter Wert für die Berechnung herangezogen. Sofern diese beiden Stoffdaten als Funktion der Temperatur verfügbar sind, können für eine genauere Berechnung die Mittelwerte der beiden Stoffgrößen ermittelt werden. In Gleichung (65) ist exemplarisch die theoretische Berechnung der mittleren Wärmekapazität dargestellt, welche analog auch für die mittlere Wärmeleitfähigkeit gilt:

$$\bar{c}_p = \frac{1}{(T_{\max} - T_{\min})} \cdot \int_{T_{\min}}^{T_{\max}} c_p(T) \cdot dT \quad (65)$$

Da üblicherweise keine diskrete Funktion der temperaturabhängigen Stoffdaten vorhanden ist (siehe Bild 53), muss das Integral aus Gleichung (65) in eine Summe für j_{\max} Datenpaare $(T_j, c_{p,j})$ übergeführt werden:

$$\bar{c}_p = \frac{1}{(T_{j_{\max}} - T_1)} \cdot \sum_{j=2}^{j_{\max}} \frac{(c_{p,j-1} + c_{p,j})}{2} \cdot (T_j - T_{j-1}) \quad (66)$$

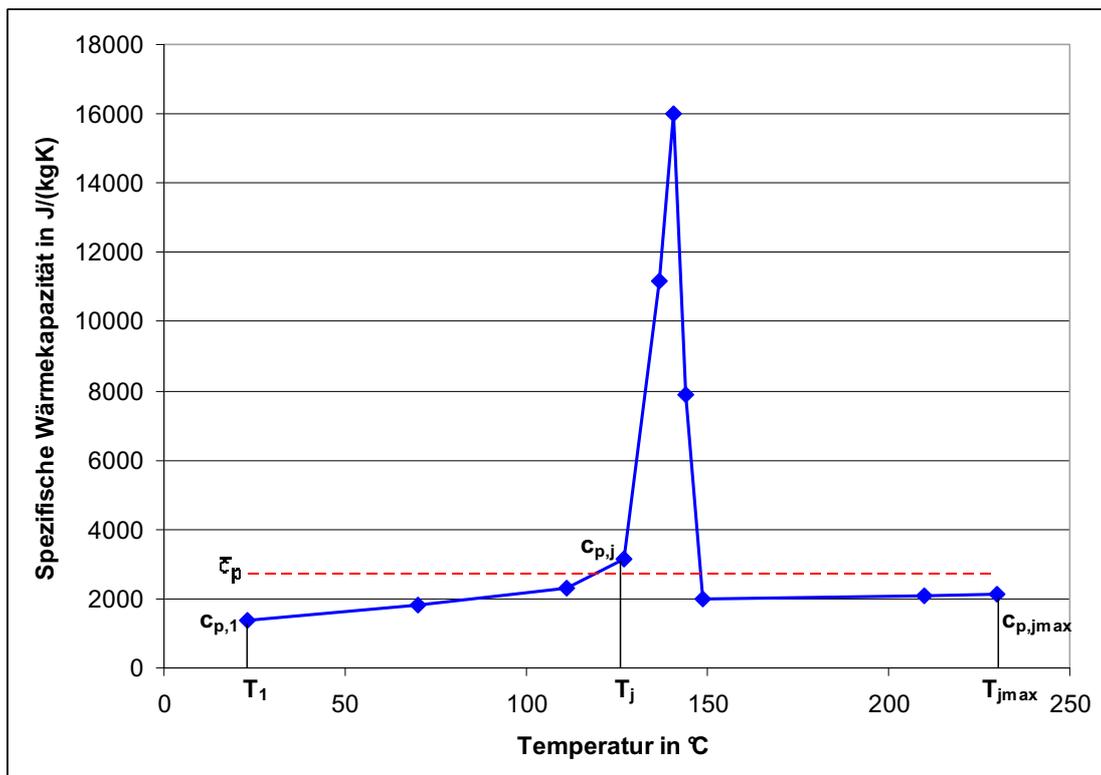


Bild 53: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit der Temperatur am Beispiel des teilkristallinen Polymers Ultraform N2320 der Firma BASF (aus der Materialdatenbank von Moldflow Plastics Insight 6.1 rev. 3).

Dichte

Für die Dichte ρ wird näherungsweise ein Mittelwert aus der Dichte bei Raumtemperatur und bei Massetemperatur verwendet.

Wärmeübergangskoeffizient

Der Wärmeübergangskoeffizient α , der die Kontaktbedingung der Grenzfläche Kunststoff-Metall darstellt, wird mit $2500 \text{ W/m}^2\text{K}$ angesetzt, was dem Standard-Wert von MPI für die Nachdruckphase entspricht. Dieser Richtwert orientiert sich an experimentellen Untersuchungen, welche von verschiedenen Arbeitsgruppen unabhängig von einander publiziert wurden ([4], [30], [38], [56], [69]). Da die Werte aus diesen Publikationen je nach Messbedingungen und -methoden in einem Bereich zwischen ca. 1000 bis $10000 \text{ W/m}^2\text{K}$ liegen, wurde in einer Parameterstudie untersucht, welche Auswirkung eine Änderung des Wärmeübergangskoeffizienten auf die Berechnung der Abkühlkurve der Kunststoffprobe hat. Mit dem Wärmeübergangskoeffizient wird die Steigung der Tangente des Temperaturprofils an der Probenoberfläche durch den Abstand λ/α definiert (siehe Bild 52). Je geringer der Abstand λ/α ist, umso niedriger ist die Oberflächentemperatur der Probe. Wenn im Extremfall der Abstand gegen 0 geht, ist die Oberflächentemperatur der Kunststoffprobe von Beginn an gleich der Werkzeugtemperatur, was dem idealen Wärmeübergang entspricht. Exemplarisch wurde für ein Material (Ultraform N2320) berechnet, wie sich dieser Abstand mit dem Wärmeübergangskoeffizient ändert. In Bild 54 ist ersichtlich, dass der Wärmeübergangskoeffizient ab einer Größenordnung von ca. $500 \text{ W/m}^2\text{K}$ keinen nennenswerten Einfluss mehr auf den Abstand λ/α hat. Daher hat selbst eine größere Abweichung von dem für die Berechnung gewählten Wert keine Auswirkung auf das Ergebnis der berechneten mittleren Abkühlkurve (Bild 55).

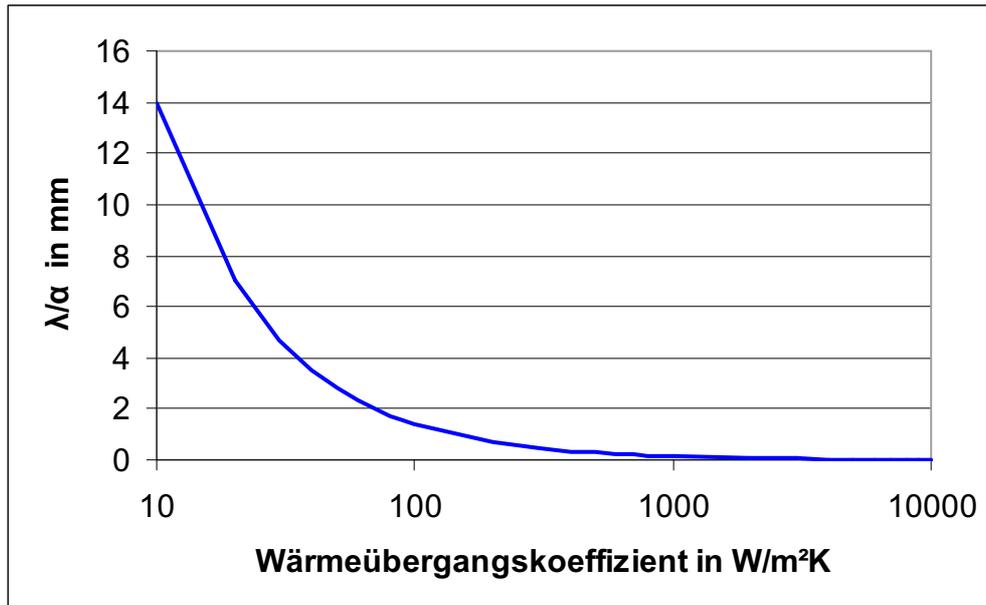


Bild 54: Abstand des Tangentenschnittpunktes λ/α in Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten α für das Material Ultraform N2320.

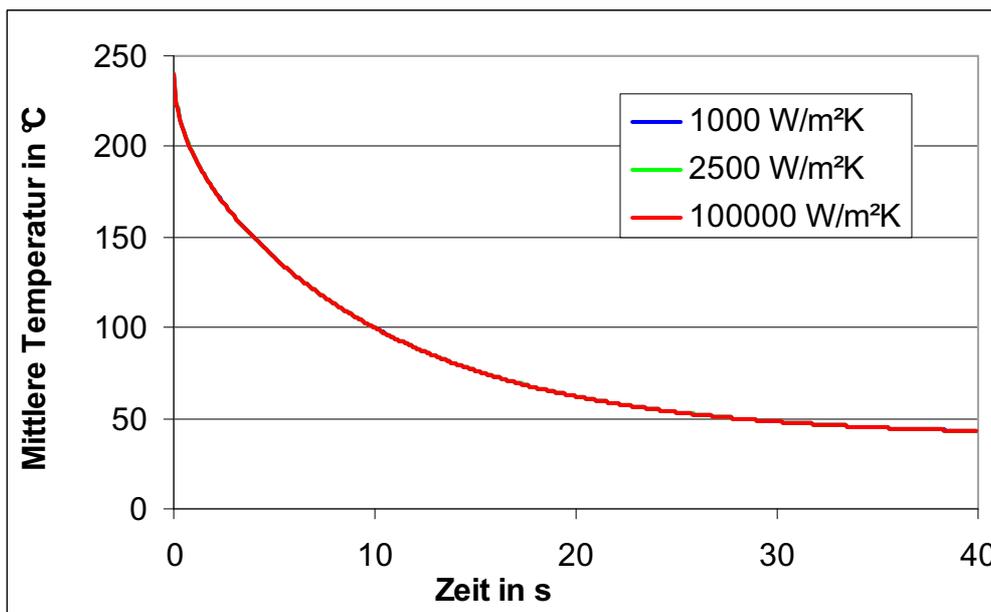


Bild 55: Verlauf der berechneten mittleren Proben temperatur über der Zeit in Abhängigkeit des für die Berechnung verwendeten Wärmeübergangskoeffizienten α (Massetemperatur $T_M = 240^\circ C$, Werkzeugtemperatur $T_W = 40^\circ C$, Probendicke $H = 2$ mm, Ultraform N2320).

Probendicke

Da sich die Probendicke H während der Kompressionsphase aufgrund der Schwindung ändert, wird näherungsweise ein Mittelwert der Dicke am Beginn der Kompression und am Ende der Messung verwendet.

Starttemperatur

Für die Starttemperatur T_M kann die maximale mit dem Infrarot-Sensor gemessene Temperatur in der Probenkammer unmittelbar vor Beginn der Kompression herangezogen werden. Zu diesem Zeitpunkt kann noch davon ausgegangen werden, dass die Probe über die gesamte Dicke eine konstante Temperatur aufweist und somit die Temperaturmessung unabhängig vom Volumenraum der IR-Strahlung ist.

Werkzeugtemperatur

Die für die Berechnung benötigte Werkzeugtemperatur T_W wird mittels Thermoelement in 2 mm Entfernung von der Probe im Werkzeug gemessen.

Messdauer, Zeitintervall und Anzahl der Schichten

Die Messdauer t_m richtet sich nach der am pvT-Gerät durchgeführten Messdauer bis zum Erreichen einer für die Auswertung ausreichend niedrigen Temperatur. Das Zeitintervall Δt ist an die Messfrequenz von 10 Hz anzupassen, woraus ein Zeitintervall von 0,1 s resultiert. Für die Anzahl n_x der Schichten über die halbe Wanddicke $H/2$ hat sich ein Wert von 25 gut bewährt, da er ausreichende Genauigkeit bei kurzer Rechenzeit bietet.

Mit diesen Eingaben wird anschließend in der Ausgabemaske für jeden Zeitschritt i die örtliche Temperaturverteilung über die Dicke der Probe berechnet (Bild 56). Für die Auswertung der pvT-Daten ist eine über die Probendicke gemittelte Temperatur erforderlich (Bild 57), welche aufgrund der konstanten Schichtdicken Δx über eine einfache arithmetische Mittelwertbildung nach Gleichung (67) berechnet werden kann:

$$\bar{T}_i = \frac{1}{n_x} \cdot \sum_{k=1}^{n_x} T_{i,k} \quad (67)$$

Zur Überprüfung der Ergebnisse der Temperaturberechnung wird mittels analytisch verfügbarer Lösung für hinreichend lange Zeiten der mittlere Temperaturwert am Ende der Messzeit t_m nach Gleichung (68) berechnet:

$$\bar{T}(t_m) = T_W + \frac{8}{\pi^2} \cdot (T_M - T_W) \cdot e^{-\frac{a \cdot \pi^2}{H^2} t_m} \quad (68)$$

Die numerische Berechnung der Abkühlkurve ist notwendig, da Gleichung (68) nicht dazu geeignet ist, den für die Auswertung erforderlichen Temperaturverlauf am Beginn des Abkühlprozesses zu beschreiben.

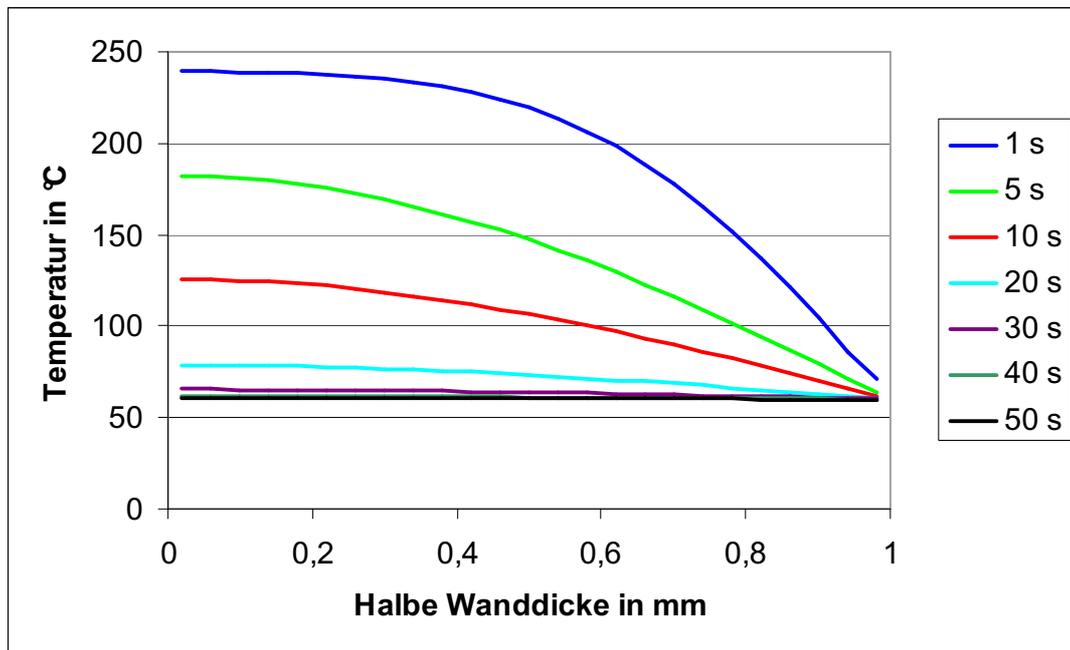


Bild 56: Berechnete Temperaturverteilung über die Probendicke zu verschiedenen Zeitpunkten am Beispiel von Ultraform N2320 ($T_M = 240^\circ\text{C}$, $T_W = 60^\circ\text{C}$, Probendicke $H = 2\text{ mm}$, 25 Schichten über $H/2$).

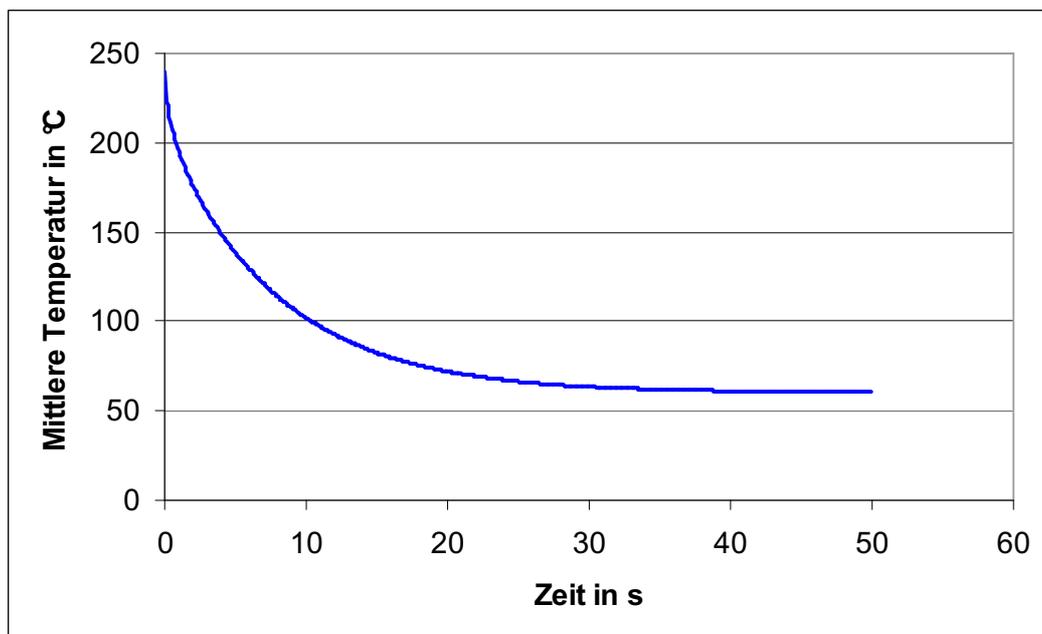


Bild 57: Zeitlicher Verlauf der berechneten mittleren Probentemperatur am Beispiel von Ultraform N2320 ($T_M = 235^\circ\text{C}$, $T_W = 45^\circ\text{C}$, Probendicke $H = 2\text{ mm}$, 25 Schichten über $H/2$).

4.2.4.2 Tait-Approximation der Messwerte

Die Messwerte der pvT-Messungen müssen mit dem Tait-Ansatz approximiert werden, damit sie für die Simulation in MPI verwendbar sind (siehe Kapitel 3.1, S. 34 ff.). Vor der Approximation muss allerdings der Messwertebereich eingeschränkt werden, um nur jenen Anteil für die Approximation zu verwenden, in dem der Messdruck konstant ist. Insbesondere bei höheren Drücken führt das dazu, dass aufgrund des längeren Druckaufbaus nur ein eingeschränkter Temperaturbereich in die Approximation einbezogen werden kann. Am Beispiel von Bild 58 wird verdeutlicht, dass zwar im Allgemeinen der Kurvenverlauf durch den Tait-Ansatz gut angenähert wird, jedoch speziell der Übergangsbereich zwischen Feststoff und Schmelzzustand nicht so gut abgebildet werden kann. Für eine Verwendung in der Spritzgießsimulation ist diese Approximation aber ausreichend genau.

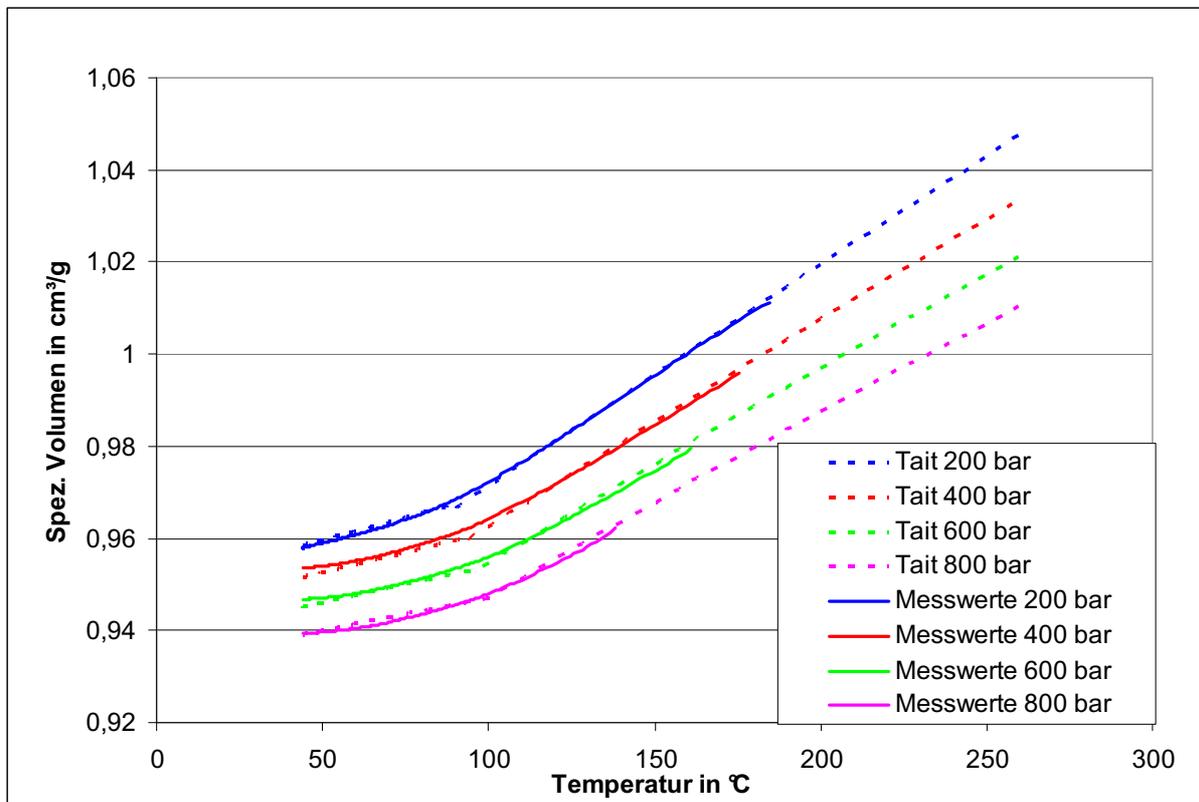


Bild 58: Beispiel einer Tait-Approximation für ABS Urtal M122, gemessen an einer 2,3 mm dicken Probe mit einer Werkzeugtemperatur von 40°C.

4.2.5 Fehlerabschätzung der Messmethode

Die Messung von pvT-Daten bei hohen Abkühlraten mit dem hcr-pvT-Gerät stellt eine hochkomplexe Aufgabe mit vielen Fehlereinflussmöglichkeiten dar. Um abschätzen zu können, mit welchem Fehler bei diesen Messungen zu rechnen ist, werden im Folgenden mittels Gauß'scher Fehlerrechnung die wesentlichen Einflussfaktoren be-

trachtet. Das spezifische Volumen v als Funktion von Druck und Temperatur wird messtechnisch aus den Messgrößen Probenmasse, Probendurchmesser, Probendicke, Druck und Temperatur ermittelt.

Unter der Annahme, dass die Fehlereinflüsse voneinander unabhängig sind, gilt allgemein für den mittleren absoluten Fehler

$$\Delta v = \sqrt{\Delta v_{x_1}^2 + \Delta v_{x_2}^2 + \dots + \Delta v_{x_n}^2}, \quad (69)$$

wobei für die Δv_{x_i} der Zusammenhang

$$\Delta v_{x_i} = \left| \frac{\partial v(x_1, x_2, \dots, x_n)}{\partial x_i} \right| \cdot \Delta x_i \quad (70)$$

gilt, mit

Δv mittlerer absoluter Fehler des spezifischen Volumens v

x_i einzelne Fehlereinflussgrößen auf das spezifische Volumen

Δx_i Fehler der einzelnen Einflussgrößen

Im ersten Schritt wird der Einfluss der Probenmasse, des Probendurchmessers und der Probendicke erläutert. Das spezifische Volumen v wird aus dem zylindrischen Probenvolumen V und der Probenmasse m nach Gleichung (71) ermittelt:

$$v = \frac{d^2 \cdot \pi}{4} \cdot \frac{H}{m} \quad (71)$$

mit

v spezifisches Volumen in m^3/kg

d Probendurchmesser in m

H Probendicke in m

m Probenmasse in kg

Für die Berechnung der einzelnen Fehlereinflüsse auf den Gesamtfehler von v wird jeweils die partielle Ableitung der Funktion nach der Einflussgröße gebildet und mit dem Einzelfehler der Messgröße multipliziert.

Der Fehlereinfluss des Probendurchmessers lautet

$$\Delta v_d = \frac{\partial v}{\partial d} \cdot \Delta d = \frac{d \cdot \pi}{2} \cdot \frac{H}{m} \cdot \Delta d, \quad (72)$$

die Probendicke beeinflusst den Gesamtfehler nach der folgenden Beziehung

$$\Delta v_H = \frac{\partial v}{\partial H} \cdot \Delta H = \frac{d^2 \cdot \pi}{4} \cdot \frac{1}{m} \cdot \Delta H, \quad (73)$$

und der Einfluss der Masse wird folgendermaßen berechnet:

$$\Delta v_m = \frac{\partial v}{\partial m} \cdot \Delta m = -\frac{d^2 \cdot \pi}{4} \cdot \frac{H}{m^2} \cdot \Delta m \quad (74)$$

Der Gesamtfehler wird dann nach Gleichung (75) zu

$$\Delta v = \sqrt{\Delta v_d^2 + \Delta v_H^2 + \Delta v_m^2} \quad (75)$$

bestimmt.

Der Fehlereinfluss des Druckes bzw. der Temperatur auf das spezifische Volumen ist wesentlich komplexer, da der Zusammenhang dieser Größen über den Tait-Ansatz beschrieben wird. Mit diesem Ansatz ist es jedoch nicht möglich, das spezifische Volumen über den gesamten relevanten Temperaturbereich von annähernd Raumtemperatur bis zur gewünschten Verarbeitungstemperatur mit einer einzigen Gleichung zu beschreiben. Es wird daher zwischen Feststoff- und Schmelzbereich unterschieden, wobei die Übergangstemperatur T_{Trans} zwischen den beiden Bereichen als Funktion des Druckes beschrieben wird. Daher muss auch bei der Fehlerabschätzung jeweils der Gesamtfehler für den Feststoff- und den Schmelzbereich separat berechnet werden.

Im Feststoffbereich ($T < T_{\text{Trans}}$) gilt folgender Zusammenhang zwischen spezifischem Volumen v , Druck p und Temperatur T (siehe auch Kapitel 3.1, S. 34):

$$v(p, T) = [b_{1s} + b_{2s} \cdot (T - b_5)] \cdot \left[1 - 0,0894 \cdot \ln \left(1 + \frac{p}{b_{3s} \cdot e^{-b_{4s} \cdot (T - b_5)}} \right) \right] + b_7 \cdot e^{[b_8 \cdot (T - b_5) - b_9 \cdot p]} \quad (76)$$

Für amorphe Materialien werden die Koeffizienten b_7 , b_8 und b_9 Null gesetzt.

Der Fehlereinfluss des Druckes im Feststoffbereich $\Delta v_{p,s}$ wird wiederum über die partielle Ableitung von Gleichung (76) nach p berechnet:

$$\Delta v_{p,s} = \frac{\partial v}{\partial p} \cdot \Delta p = -[b_{1s} + b_{2s} \cdot (T - b_5)] \cdot 0,0894 \cdot \frac{1}{Y_s} \cdot \frac{1}{b_{3s}} \cdot e^{b_{4s} \cdot (T - b_5)} \cdot \Delta p$$

$$- b_7 \cdot b_9 \cdot e^{[b_8 \cdot (T - b_5) - b_9 \cdot p]} \cdot \Delta p \quad (77)$$

mit

$$Y_s = 1 + \frac{p}{b_{3s}} \cdot e^{b_{4s} \cdot (T - b_5)} \quad (78)$$

Um den Fehlereinfluss der Temperatur im Feststoffbereich $\Delta v_{T,s}$ zu berechnen, wird Gleichung (76) partiell nach T abgeleitet:

$$\Delta v_{T,s} = \frac{\partial v}{\partial T} \cdot \Delta T = b_{2s} \cdot \left[1 - 0,0894 \cdot \ln Y_s + \frac{X_s}{Y_s} \cdot (0,0894 \cdot b_5 - T) \right] \cdot \Delta T$$

$$- \left\{ 0,0894 \cdot b_{1s} \cdot \frac{X_s}{Y_s} - b_7 \cdot b_9 \cdot e^{[b_8 \cdot (T - b_5) - b_9 \cdot p]} \right\} \cdot \Delta T \quad (79)$$

mit Y_s nach Gleichung (78) und

$$X_s = p \cdot \frac{b_{4s}}{b_{3s}} \cdot e^{b_{4s} \cdot (T - b_5)} \quad (80)$$

Die Berechnungen für den Schmelzbereich werden analog zum Feststoffbereich durchgeführt und ergeben für

$$v(p, T) = [b_{1m} + b_{2m} \cdot (T - b_5)] \cdot \left[1 - 0,0894 \cdot \ln \left(1 + \frac{p}{b_{3m} \cdot e^{-b_{4m} \cdot (T - b_5)}} \right) \right] \quad (81)$$

die folgenden Fehlereinflüsse für den Gesamtfehler des spezifischen Volumens v im Schmelzbereich:

$$\Delta v_{p,m} = \frac{\partial v}{\partial p} \cdot \Delta p = -[b_{1m} + b_{2m} \cdot (T - b_5)] \cdot 0,0894 \cdot \frac{1}{Y_m} \cdot \frac{1}{b_{3m}} \cdot e^{b_{4m} \cdot (T - b_5)} \cdot \Delta p \quad (82)$$

und

$$\Delta v_{T,m} = \frac{\partial v}{\partial T} \cdot \Delta T = b_{2m} \cdot \left[1 - 0,0894 \cdot \ln Y_m + \frac{X_m}{Y_m} \cdot (0,0894 \cdot b_5 - T) \right] \cdot \Delta T$$

$$- 0,0894 \cdot b_{1m} \cdot \frac{X_m}{Y_m} \cdot \Delta T \quad (83)$$

mit

$$X_m = p \cdot \frac{b_{4m}}{b_{3m}} \cdot e^{b_{4m} \cdot (T - b_5)} \quad (84)$$

und

$$Y_m = 1 + \frac{p}{b_{3m}} \cdot e^{b_{4m} \cdot (T - b_5)} \quad (85)$$

Anhand des Materials Urtal M122 wird im Folgenden mit konkreten Zahlen dargestellt, welche Messfehler mit dem bestehenden Messsystem zu erwarten sind. Die Einzelfehler der einzelnen Messgrößen werden auf Basis der Gerätegenauigkeiten angenommen. Wesentlich bei der Betrachtung des Messfehlers ist auch der Wertebereich, in dem das spezifische Volumen im pvT-Diagramm variiert. So ändert sich beispielsweise das spezifische Volumen von Urtal M122 bei einem konstanten Druck von 200 bar um ca. 7,7% über einen relevanten Temperaturbereich von 40°C bis 240°C. Wenn der Druck beispielsweise bei einer konstanten Temperatur (40°C) von Umgebungsdruck auf 1500 bar angehoben wird, entspricht das einer relativen Änderung des spezifischen Volumens von gerade einmal ca. 4,5%. Diese Zahlen verdeutlichen, dass bereits ein geringer Messfehler von 0,5% einer vertikalen Verschiebung der Isobaren um ca. 150 bar bzw. in Temperatur ausgedrückt einer horizontalen Verschiebung um ca. 13°C entspricht. Besonders kritisch ist in diesem Zusammenhang die Wegmessung zu sehen, welche insbesondere bei dünnen Probekörpern einen erheblichen Einfluss auf das spezifische Volumen hat.

In der Tabelle 5 sind die Ergebnisse der Fehlerrechnung exemplarisch für Urtal M122 für 45°C und 200 bar zusammengefasst. Zum einen sind die einzelnen Messgrößen mit deren Einzelmessfehlern und Fehleranteilen aufgelistet, und in der letzten Zeile ist der Gesamtfehler des spezifischen Volumens für dieses Beispiel dargestellt, welches repräsentativ für die Messmethode ist.

Um die Auswirkung eines Fehlers von $\pm 0,52\%$ zu verdeutlichen, wurde in Bild 59 strichliert der Bereich eingezeichnet, in dem sich die 200 bar Isobare befinden kann. Dazu muss allerdings ergänzt werden, dass der Kurvenverlauf im Gegensatz zum Kurvenniveau wesentlich genauer reproduziert werden kann. In dem angeführten Beispiel zeigt sich, dass der Fehler eine deutliche Überlappung zwischen den Isobaren bei 200 bar und bei 400 bar verursacht. Da aus dem beschriebenen Grund das Niveau der Kurven zu wenig exakt ermittelt werden kann, müssen die Kurven im Schmelzbereich an Referenzkurven angepasst werden, die mit einer Standardmethode (z.B. mit dem pvT-100 Gerät von SWO oder der GNOMIX pvT-Apparatur) gemessen wurden.

Tabelle 5: Messwerte, -fehler und Fehleranteile der einzelnen Messgrößen des pvT-Diagramms am Beispiel Urtal M122, 200 bar Isobare, Probekörperdicke 2,3 mm.

Messgröße	Messwert	Messgenauigkeit	Fehleranteil
Probendurchmesser d	60 mm	± 0,05 mm	0,17%
Probendicke H bei 45°C und 200 bar	2,18 mm	± 0,01 mm	0,46%
Probenmasse m	6,44 g	± 0,01 g	0,16%
Druck p	200 bar	± 10 bar	0,04%
Temperatur T	45°C	± 2°C	0,07%
Spezifisches Volumen v	0,958 cm³/g	± 0,005 cm³/g	0,52%

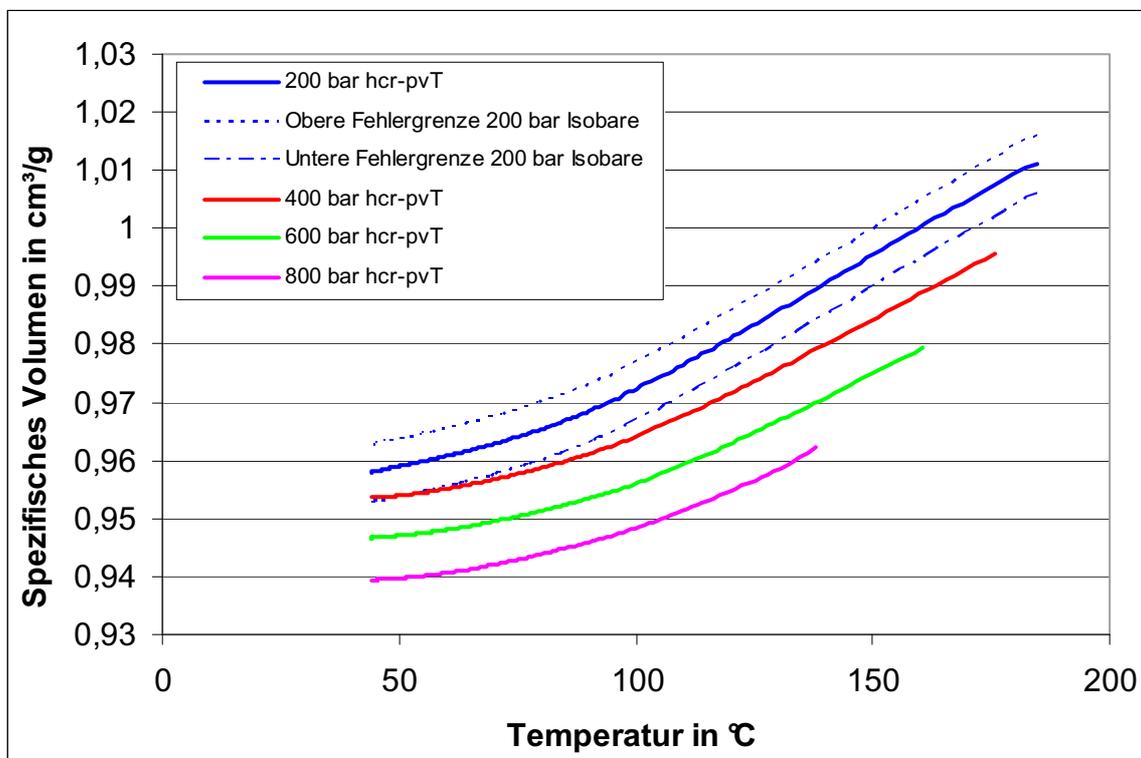


Bild 59: Messfehlerbereich im pvT-Diagramm am Beispiel der 200 bar Isobare von Urtal M122, gemessen mit einer Probendicke von 2,3 mm.

4.3 Messergebnisse

4.3.1 Amorphe Thermoplaste

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei amorphe Kunststoffe untersucht: die Polystyrol-Type PS 454 C der Firma BASF (Ludwigshafen / Deutschland) und die ABS-Type Urtal M122 der Firma Enichem Polimeri (heute Polimeri Europa, San Donato Milanese, Italien). Bei dem weiß gefärbten Polystyrol handelt es sich um ein leicht fließendes, schlagzäh modifiziertes Material, welches vor allem in Haushaltsanwendungen eingesetzt wird (z. B. Innenausstattungsteile von Kühlgeräten, Toilettenspülkästen, TV-Frontrahmen und Rückwände, Frontblenden für Geräte der Unterhaltungselektronik, Büro- und Haushaltsartikel, Raumklimageräte, Spielwaren). Das Material Urtal M122 wird beispielsweise für Gehäuse im Scheinwerferbereich eingesetzt. In Tabelle 6 sind einige wesentliche Eigenschaften bzw. empfohlene Verarbeitungsparameter dieser beiden Materialien zusammengefasst.

Tabelle 6: Eigenschaften und Verarbeitungsparameter für PS 454 C (BASF) und Urtal M122 (Enichem Polimeri) aus der MPI-Datenbank.

Parameter / Eigenschaft	PS 454 C	Urtal M122
Massetemperatur	180 – 260°C	220 – 260°C
Werkzeugtemperatur	10 – 60°C	40 – 80°C
Wärmeleitfähigkeit	0,165 W/mK bei 220°C	0,109 W/mK bei 240°C
Wärmekapazität	1985 J/kgK bei 220°C	1436 J/kgK bei 240°C
Dichte bei Raumtemperatur	1046 kg/m ³	1054 kg/m ³

4.3.1.1 ABS Urtal M122

Bei dem Material Urtal M122 wurden für die Messungen am hcr-pvT-Gerät sowohl die Wanddicke mit 2,3 mm bzw. 3,5 mm als auch die Temperierung der Messzelle mit 40°C bzw. 60°C variiert (als Werkzeugtemperatur bez. eichnet). Damit wurden vier unterschiedliche Datensätze erhalten, mit denen der Einfluss der Probendicke und der Werkzeugtemperatur untersucht werden kann.

Die Proben wurden im Spritzgießverfahren hergestellt. Da dieses Material zur Feuchteaufnahme neigt, musste es vor den Messungen getrocknet werden. Um einen ausreichenden Trocknungsgrad zu erreichen, der eine problemlose Messung mit dem hcr-pvT-Gerät ermöglicht, wurden die Proben in einem Wärmeschrank bei 90°C mehr als 14 Stunden getrocknet. Solange die Restfeuchte keine Blasenbildung in der Probe verursacht, kann davon ausgegangen werden, dass eventuell auftretende geringfügige Abweichungen im Feuchtegehalt der einzelnen Proben keine Auswirkungen auf das pvT-Verhalten haben. Im Rahmen der Arbeit von Brunmayr [10] wurde für eine 5,4 mm dicke Probe eine Heizzeit von 12 Minuten bei 260°C Ofentemperatur als ausreichend ermittelt. Um eine gleichmäßige Durchwärmung der Probe zu garantieren, wurde diese Heizzeit auch für die hier verwendeten dünneren Proben verwendet. Die Messbedingungen sind in Tabelle 7 zusammengefasst.

Tabelle 7: Messbedingungen für Urtal M122.

Versuchs-Nr.	Probendicke	Werkzeugtemperatur	Ofentemperatur	Heizzeit
1	2,3 mm	40°C	260°C	12 min
2	2,3 mm	60°C		
3	3,5 mm	40°C		
4	3,5 mm	60°C		

Für die Auswertung der erhaltenen Messwerte ist eine Referenzkurve für die Anpassung des Kurvenniveaus der einzelnen Isobaren notwendig. Dafür wurden die pvT-Daten aus der Datenbank von MPI verwendet, wobei es sich dabei um bereits approximierten Kurven handelt.

Die gemessenen pvT-Daten aus Versuch Nr. 1 sind in Bild 60 den approximierten Daten aus MPI gegenübergestellt.

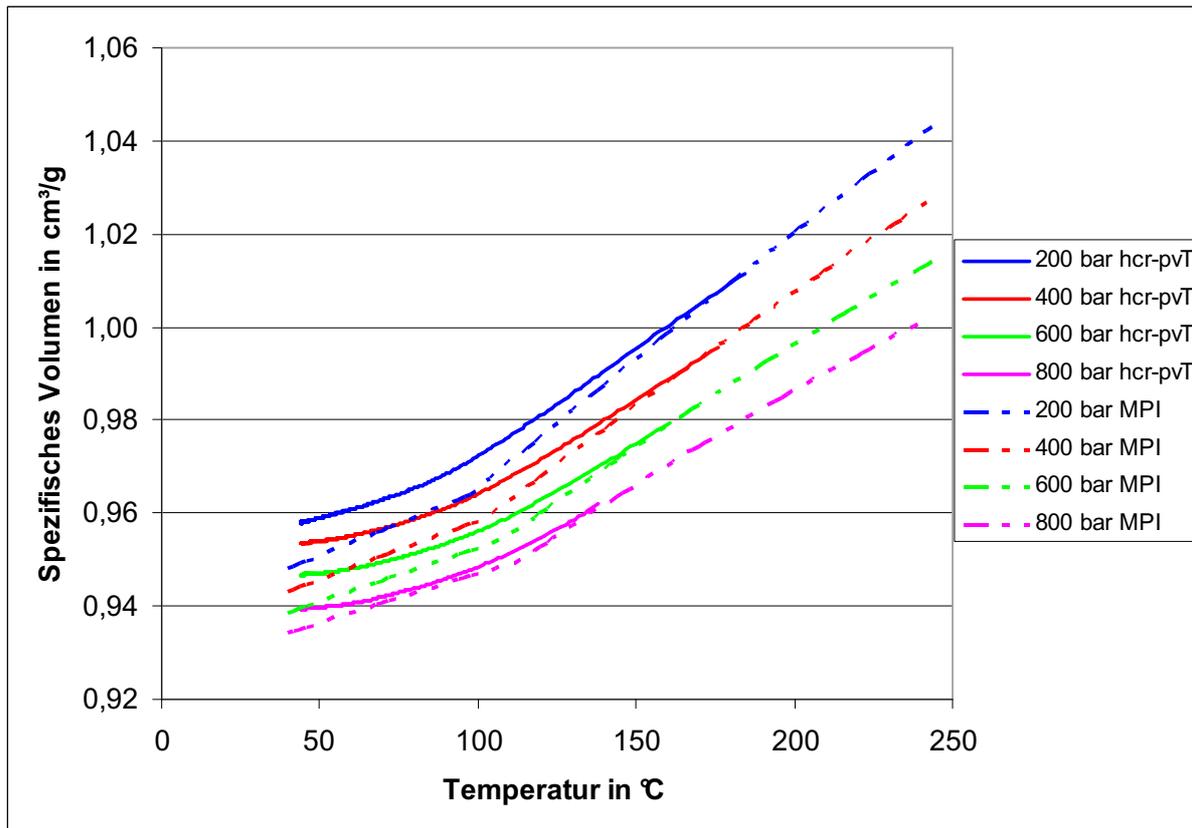


Bild 60: Vergleich zwischen pvT-Kurven aus der MPI-Datenbank und Messergebnissen der hcr-pvT-Apparatur für ABS Urtal M122, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

Ein Problem bei der Auswertung der hcr-pvT-Daten ergibt sich aus der notwendigen Zeitspanne, um den gewünschten Messdruck aufzubringen. Durch die Verwendung eines Hydraulikspeichers konnte zwar der Druckaufbau beschleunigt werden, dennoch dauert es beispielsweise bei einem Druck von 800 bar fast 4 Sekunden, bis sich ein konstanter Messdruck einstellt. In dieser Zeit ist die Probe bereits in Kontakt mit der kalten Werkzeugwand und kühlt daher rasch aus, so dass für die Auswertung ein größerer Temperaturbereich wegfällt. Daher muss darauf geachtet werden, dass die Massetemperatur am Beginn der Messung hoch genug ist, um auch bei hohen Drücken noch einen ausreichend großen Temperaturbereich auswerten zu können. In Bild 60 ist dieser Effekt deutlich zu erkennen, dass mit zunehmendem Druck die Iso-baren im Schmelzebereich nur in eingeschränktem Maß verfügbar sind.

Das spezifische Volumen liegt bei niedrigen Temperaturen bei den prozessnahen Abkühlbedingungen signifikant höher als bei der Standard-Messung. Weiters ist der scharf abgegrenzte Knick bei der Glasübergangstemperatur bei den hohen Abkühlraten nicht mehr so stark ausgeprägt, sondern wird durch einen fließenden Übergang charakterisiert.

Die Kühlrate bleibt während der Messung nicht konstant. Am Beginn der Messung ist der Temperaturunterschied zwischen der Kunststoffschmelze und der Werkzeugwand am größten und damit auch die Abkühlrate. Mit zunehmender Abkühlung der Probe sinkt die Abkühlrate (siehe Bild 61). Diese Bedingungen entsprechen auch der Realität im Spritzgießprozess, bei welchem die Abkühlrate ebensowenig konstant ist. Die Abkühlrate dT/dt zum Zeitpunkt t_i wird aus der berechneten Temperaturkurve rechnerisch nach Gleichung (86) ermittelt:

$$\left. \frac{dT}{dt} \right|_{t_i} = \frac{T_{i-1} - T_{i+1}}{t_{i+1} - t_{i-1}} \text{ in K/s} \quad (86)$$

Die erzielte Kühlrate liegt im Durchschnitt (über einen Temperaturbereich von 260° bis 60°C gerechnet) bei ca. 12,7 K/s im Vergleich zu der Standardmessung, welche bei 0,1 K/s durchgeführt wird. Das bedeutet eine mehr als 100-fache Abkühlrate gegenüber der Standardmethode.

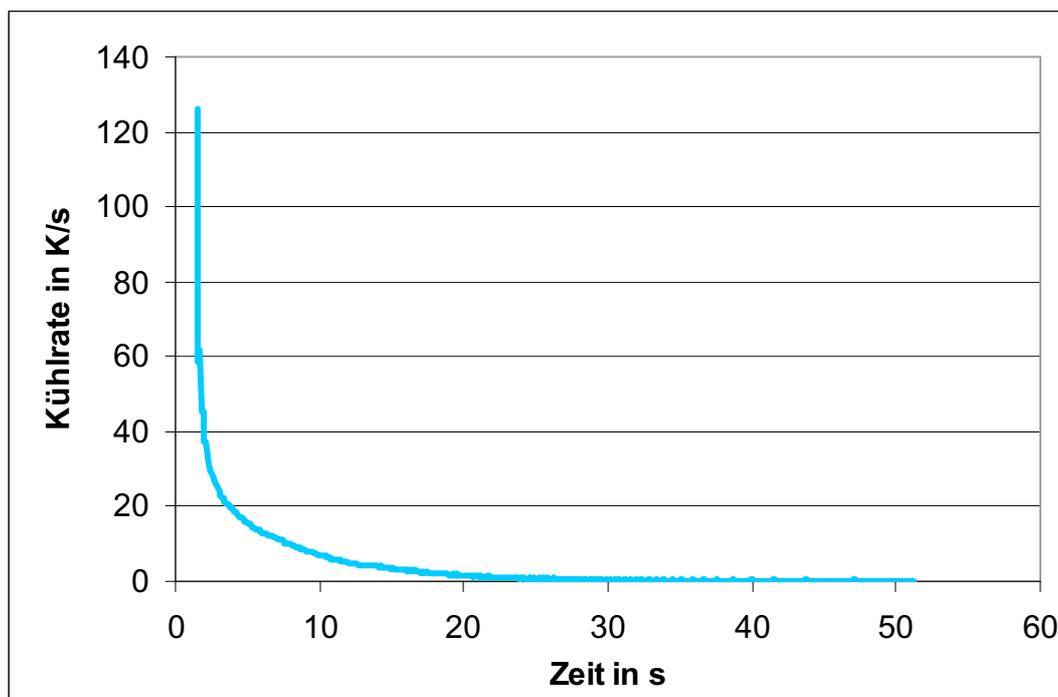


Bild 61: Über die Probendicke gemittelte Abkühlrate für ABS Urtal M122, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

In Versuchs-Nr. 2 wurde gegenüber Versuchs-Nr. 1 bei gleich bleibender Probendicke die Werkzeugtemperatur von 40°C auf 60°C verändert. Gleiches gilt für die Versuchs-Nr. 3 und 4, wobei bei Nr. 1 und 2 die Probendicke 2,3 mm betrug und bei den anderen Versuchen 3,5 mm. Die Auswirkung der Werkzeugtemperatur auf die pvT-Kurven, welche mit dem hcr-pvT-Gerät ermittelt wurden, ist in Bild 62 dargestellt. Die Bezeichnung in der Legende der Diagramme wurde folgendermaßen definiert: 200 bar hcr-

pvT 3,5mm 260 60 bedeutet eine Messung bei 200 bar mit dem hcr-pvT-Gerät bei einer Probendicke von 3,5 mm, einer eingestellten Ofentemperatur von 260°C und einer Werkzeugtemperatur von 60°C. Bei höheren Drücken tritt eine geringfügige Abweichung der pvT-Kurven im Feststoffbereich auf (Bild 62), welche im Rahmen der Messgenauigkeit liegt. Für die Berechnung von Schwindung und Verzug haben diese Verschiebungen keine große Auswirkung, da im Spritzgießprozess die Schwindungsphase hauptsächlich bei Umgebungsdruck erfolgt (siehe Bild 18, S. 35). Dieses Erkenntnis bedeutet, dass der Aufwand für die Messung der pvT-Daten mit dem hcr-pvT-Gerät in Grenzen gehalten werden kann, da lediglich eine Werkzeugtemperatur notwendig ist, um die Messungen durchzuführen. Die damit gewonnenen pvT-Daten können dann auch bei anderen Werkzeugtemperaturen in der Simulation verwendet werden. Das lässt sich auch plausibel mit den Abkühlraten erklären. Während zwischen der Messung bei Standard-Bedingungen mit ca. 0,1 K/s Abkühlrate und der Messung mit dem hcr-pvT-Gerät mit ca. 10 bis 15 K/s ein Faktor 100 bis 150 liegt, ist der Unterschied in der Abkühlrate zwischen 40°C und 60°C Werkzeugtemperatur zu gering, um einen deutlich sichtbaren Effekt in den pvT-Kurven zu bewirken.

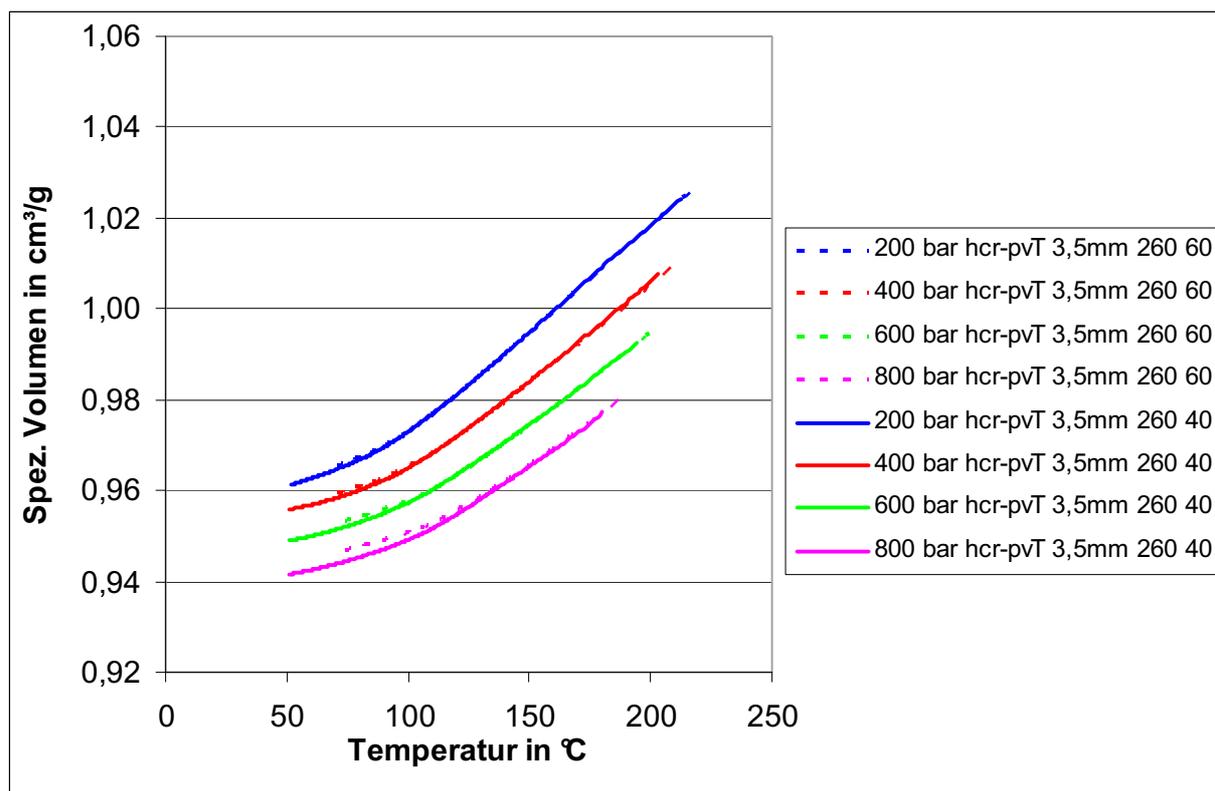


Bild 62: Vergleich der pvT-Kurven von ABS Urtal M122, gemessen bei 40°C und bei 60°C Werkzeugtemperatur, Probendicke 3,5 mm.

In der folgenden Betrachtung wird der Einfluss der Probendicke auf die pvT-Kurven in Bild 63 dargestellt. Exemplarisch sind für eine Werkzeugtemperatur von 60°C jeweils die Messwerte für die beiden unterschiedlichen Probendicken (2,3 mm und 3,5 mm)

gegenübergestellt. Wie bei der Werkzeugtemperatur hat auch die Änderung der Probendicke in dem hier durchgeführten Rahmen keine signifikante Auswirkung auf die pvT-Kurven. Die geringfügig erkennbaren Abweichungen im Feststoffbereich können vernachlässigt werden bzw. liegen innerhalb der erzielbaren Messgenauigkeit. Hier gilt wiederum, dass in einem typischen Formteildickenbereich von 2 bis 4 mm die Messung mit einer mittleren Formteildicke (z. B. 3 mm bei Herstellung mit dem vorhandenen Pressenwerkzeug) ausreichend genau ist, um die Daten anschließend in einer Spritzgießsimulation zu verwenden. Die Begründung dafür ist analog zu jener bei der Änderung der Werkzeugtemperatur.

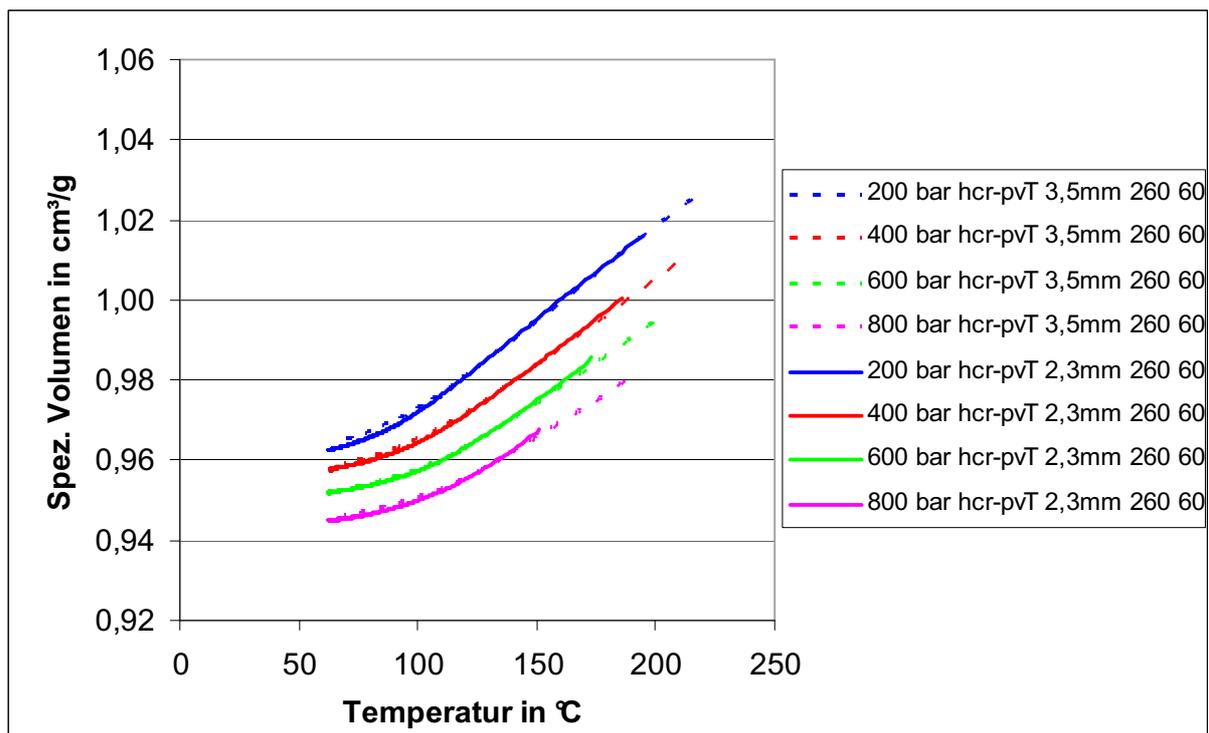


Bild 63: Vergleich der pvT-Kurven von ABS Urtal M122, gemessen bei 2,3 mm und bei 3,5 mm Probendicke, Werkzeugtemperatur 60 $^{\circ}\text{C}$.

Aufgrund der Erkenntnisse, dass sich bei diesem Material die Wanddicke sowie die Werkzeugtemperatur nicht signifikant auf die pvT-Daten auswirken, wurde die Tait-Approximation ausschließlich für die Messungen mit der 2,3 mm dicken Probe bei einer Werkzeugtemperatur von 40 $^{\circ}\text{C}$ durchgeführt und in der folgenden Simulationsberechnung mit MPI verwendet.

Für die in Bild 60 dargestellten Messwerte der hcr-pvT-Apparatur wurde eine Approximation für den Tait-Ansatz durchgeführt (siehe Kap. 4.2.4.2, S. 86). In Bild 64 sind die Messwerte und die dazugehörigen approximierten Kurven nach der Tait-Gleichung in einem gemeinsamen Diagramm dargestellt. Für die Berechnung in MPI werden die Tait-Konstanten benötigt, welche in Tabelle 8 zusammengefasst sind.

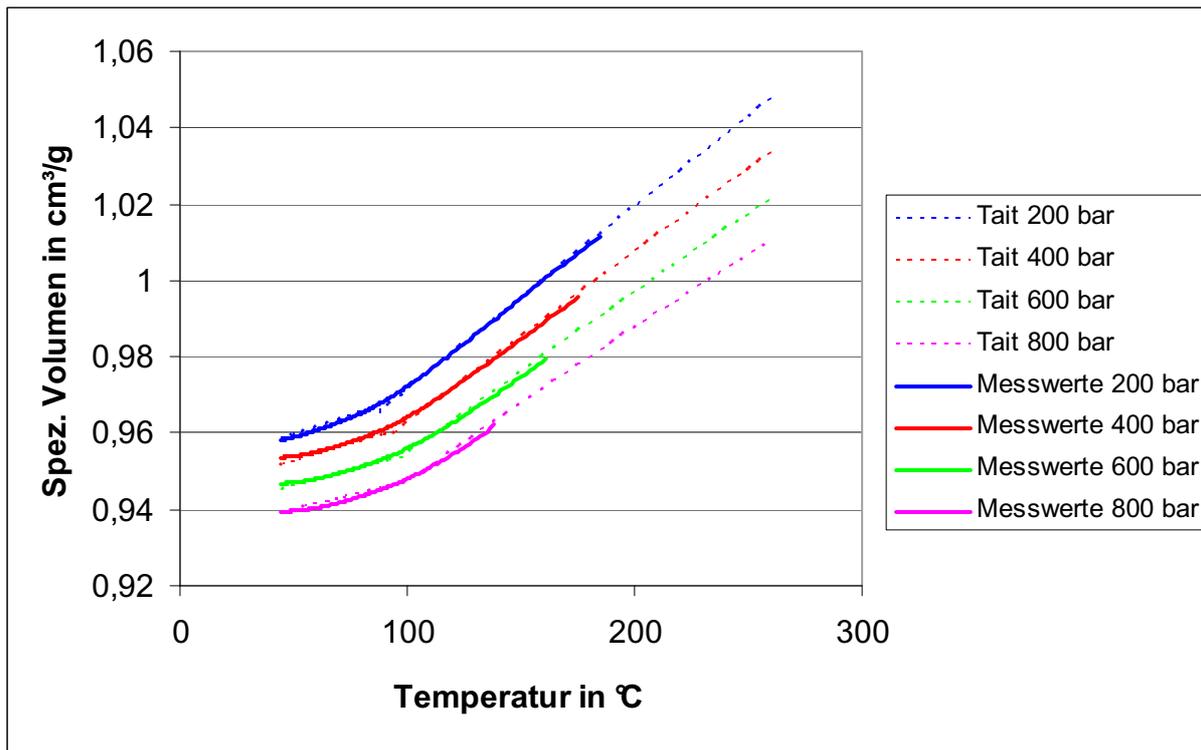


Bild 64: Messwerte und Tait-Approximation für ABS Urtal M122, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

Tabelle 8: Tait-Konstanten für ABS Urtal M122, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

Feststoffbereich		Schmelzebereich	
Bezeichnung	Werte	Bezeichnung	Werte
b_{1s}	0,0009746 m ³ /kg	b_{1m}	0,0009722 m ³ /kg
b_{2s}	2,228E-07 m ³ /kgK	b_{2m}	0,0000005 m ³ /kgK
b_{3s}	195252000 Pa	b_{3m}	178208000 Pa
b_{4s}	0,003031 K ⁻¹	b_{4m}	0,003 K ⁻¹
b_7	0 m ³ /kg	Übergangstemperatur	
b_8	0 K ⁻¹	b_5	356,05 K
b_9	0 Pa ⁻¹	b_6	2,3E-07 K/Pa

Die Berechnungsergebnisse mit MPI für Urtal M122 sind in Kap. 5.3.1.1, S. 126 ff. zusammengefasst.

4.3.1.2 Polystyrol 454 C

Bei dem Material Polystyrol 454 C wurde für die Messungen am hcr-pvT-Gerät gleich wie bei dem zuvor beschriebenen ABS die Wanddicke zwischen 2,3 mm bzw. 3,5 mm und die Werkzeugtemperatur zwischen 40°C bzw. 60°C variiert. Damit kann wiederum der Einfluss der Probendicke und der Werkzeugtemperatur untersucht werden.

Die Proben wurden im Spritzgießverfahren hergestellt. Eine Vortrocknung war für dieses Material nicht notwendig. Im Rahmen der Arbeit von Brunmayr [10] wurde für eine 5,3 mm dicke Probe eine Heizzeit von 6 Minuten bei 240°C Ofentemperatur als ausreichend ermittelt. Um eine gleichmäßige Durchwärmung der Probe sicher zu stellen, wurde diese Heizzeit trotzdem für die hier verwendeten dünneren Proben etwas verlängert, da das Material thermisch ausreichend stabil ist. Die Messbedingungen sind in Tabelle 9 zusammengefasst.

Tabelle 9: Messbedingungen für Polystyrol 454 C.

Versuchs-Nr.	Probendicke	Werkzeugtemperatur	Ofentemperatur	Heizzeit
1	2,3 mm	40°C	240°C	10 min
2	2,3 mm	60°C		
3	3,5 mm	40°C		
4	3,5 mm	60°C		

Für die Auswertung der erhaltenen Messwerte wurden als Referenzkurve für die Anpassung des Kurvenniveaus der einzelnen Isobaren die pvT-Daten aus der Datenbank von MPI verwendet, wobei es sich dabei um bereits approximierten Kurven handelt. Ein Vergleich zwischen den pvT-Daten der hcr-pvT-Apparatur und den Standard-Daten aus MPI ist in Bild 65 dargestellt.

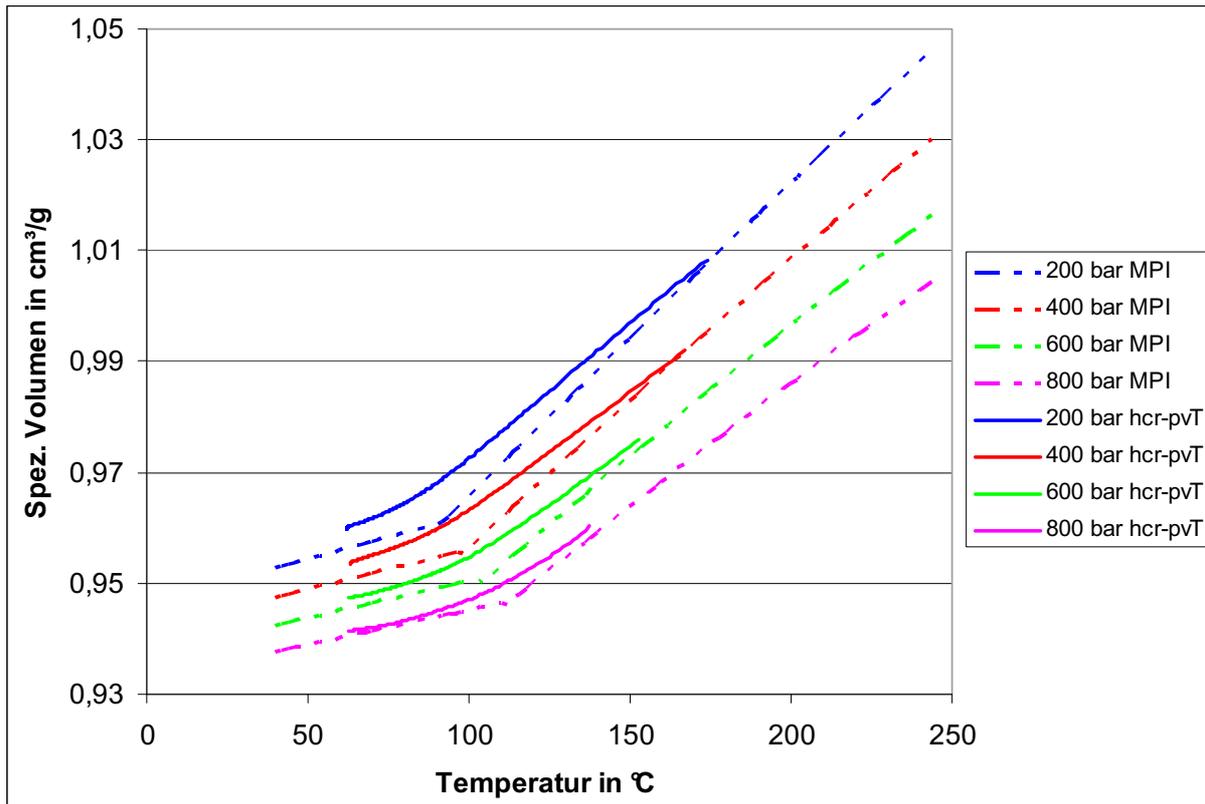


Bild 65: Vergleich zwischen pvT-Kurven aus der MPI-Datenbank und Messergebnissen der hcr-pvT-Apparatur für Polystyrol 454 C, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 60°C.

Wie bei der untersuchten ABS-Type ist der markante Knick der Kurve bei der Glasübergangstemperatur bei der hohen Abkühlrate nicht zu erkennen. Die Kurven verlaufen kontinuierlich und erreichen im Feststoffbereich ein geringfügig höheres Niveau als die Kurven der Standarddaten.

Die Abkühlrate über einen Temperaturbereich von ca. 240 bis 50°C gemittelt beträgt wie bei dem zuvor beschriebenen ABS ca. 12,7 K/s und weist den gleichen Verlauf auf (siehe Bild 66). Die Ermittlung der zeitabhängigen Abkühlrate erfolgte entsprechend Gleichung (86) (siehe S. 95) aus dem berechneten Temperaturverlauf der Probe, welcher über die Probendicke gemittelt wird.

Die Auswirkung der Werkzeugtemperatur auf die pvT-Kurven, welche mit dem hcr-pvT-Gerät ermittelt wurden, ist beispielhaft für eine Probendicke von 3,5 mm in Bild 67 dargestellt. Auch bei diesem Material ist der Einfluss der Werkzeugtemperatur vernachlässigbar klein. Die Begründung dafür ist analog zu der bereits in Kap. 4.3.1.1 (Messergebnisse für Urtal M122) gegebenen Erklärung.

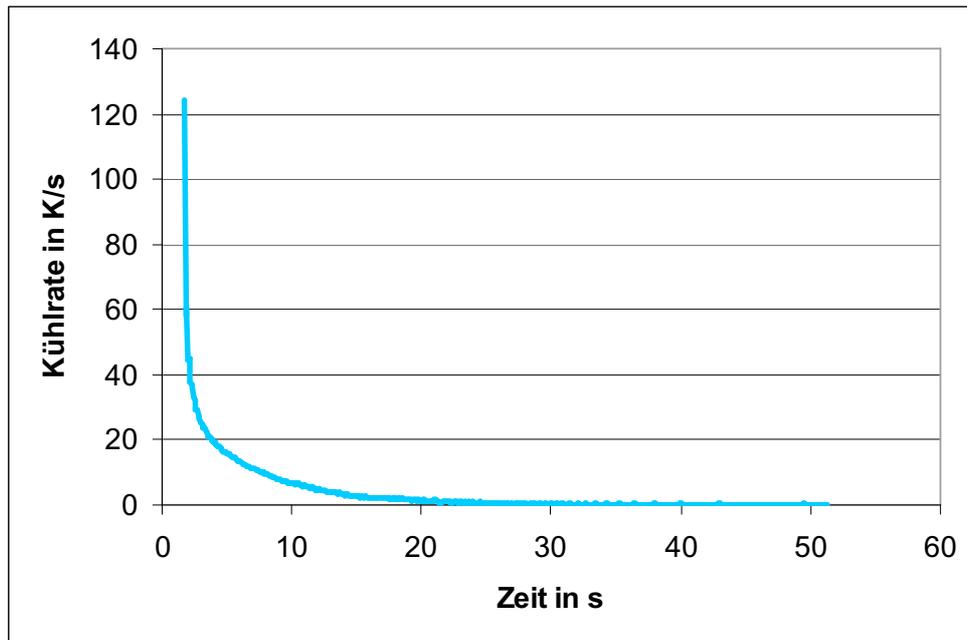


Bild 66: Über die Probendicke gemittelte Abkühlrate für Polystyrol 454 C, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

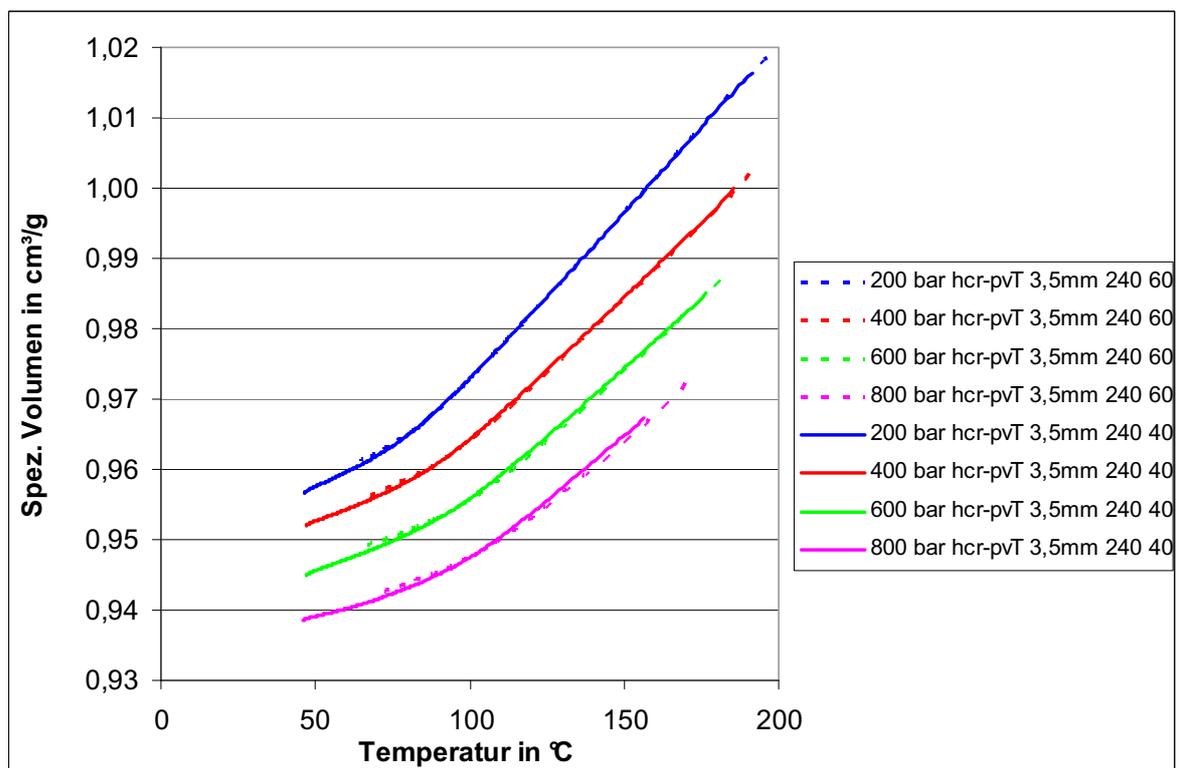


Bild 67: Vergleich der pvT-Kurven von Polystyrol 454 C, gemessen bei 40°C und bei 60°C Werkzeugtemperatur, Probendicke 3,5 mm.

In der folgenden Betrachtung wird der Einfluss der Probendicke auf die pvT-Kurven in Bild 68 exemplarisch für eine Werkzeugtemperatur von 60°C dargestellt. Wie bei der Werkzeugtemperatur hat auch die Änderung der Probendicke in dem hier durchgeführten Rahmen keine signifikante Auswirkung auf die pvT-Kurven. Die geringfügig erkennbaren Abweichungen im Feststoffbereich können vernachlässigt werden bzw. liegen innerhalb der erzielbaren Messgenauigkeit. Hier gilt wiederum, dass in einem typischen Formteildickenbereich von 2 bis 4 mm die Messung mit einer mittleren Formteildicke ausreichend genau ist, um die Daten anschließend in einer Spritzgießsimulation zu verwenden. Die Begründung dafür ist analog zu jener für die Änderung der Werkzeugtemperatur.

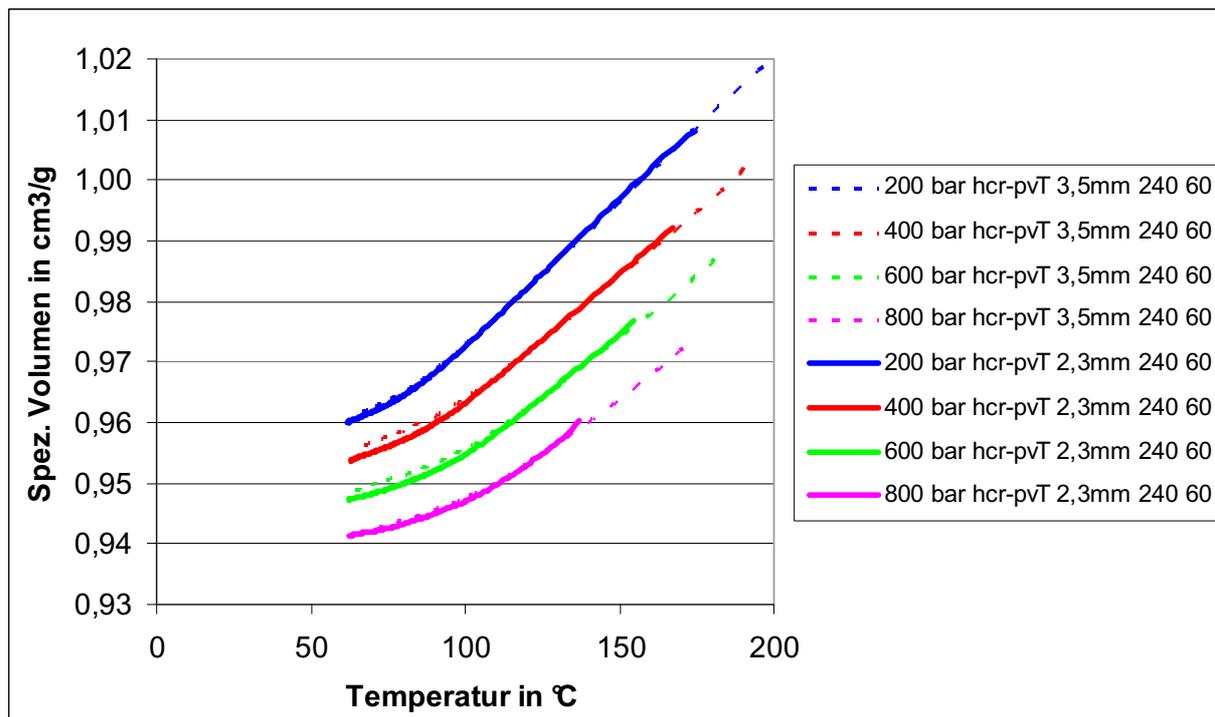


Bild 68: Vergleich der pvT-Kurven von Polystyrol 454 C, gemessen bei 2,3 mm und bei 3,5 mm Probendicke, Werkzeugtemperatur 60°C.

Aufgrund der Erkenntnisse, dass sich bei diesem Material die Wanddicke sowie die Werkzeugtemperatur nicht signifikant auf die pvT-Daten auswirken, wurde die Tait-Approximation ausschließlich für die Messungen mit der 2,3 mm dicken Probe bei einer Werkzeugtemperatur von 60°C durchgeführt und in der folgenden Simulationsberechnung mit MPI verwendet.

Für die in Bild 65 dargestellten Messwerte der hcr-pvT-Apparatur wurde eine Approximation für den Tait-Ansatz durchgeführt (siehe Kap. 4.2.4.2, S. 86). In Bild 69 sind die Messwerte und die dazugehörigen approximierten Kurven nach der Tait-Gleichung in einem gemeinsamen Diagramm dargestellt. Für die Berechnung in MPI werden die Tait-Konstanten nach Tabelle 10 verwendet.

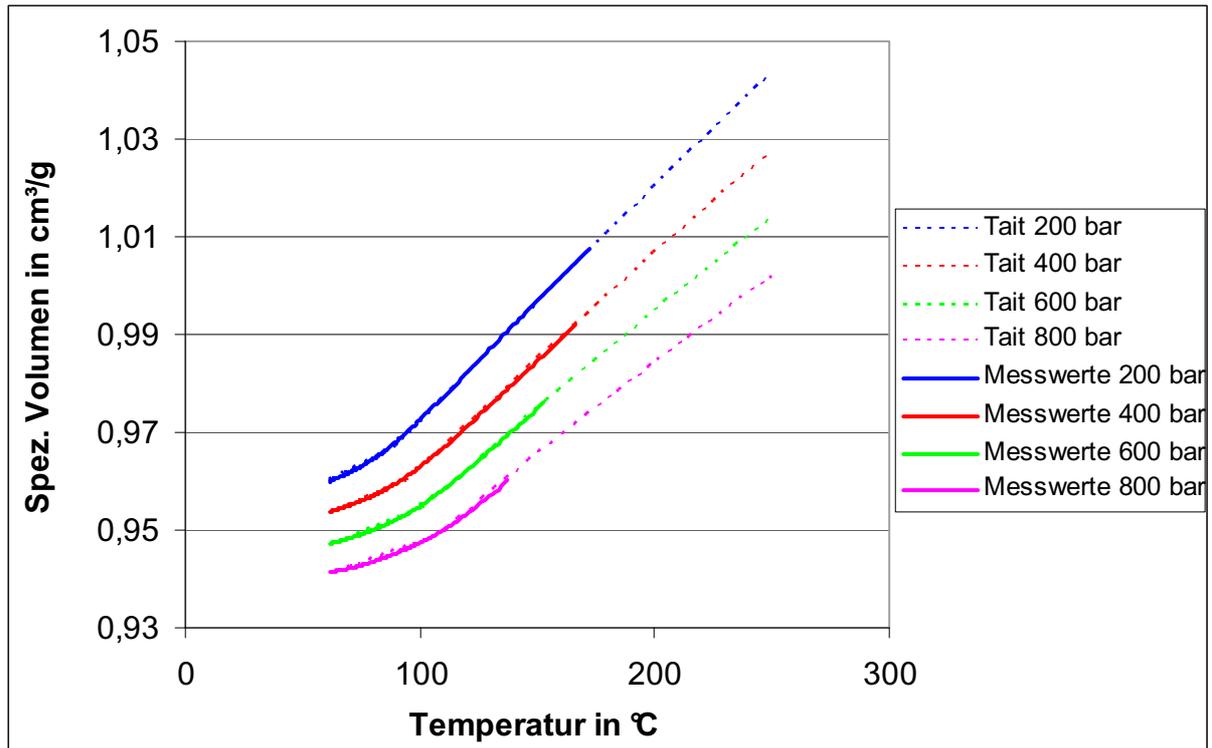


Bild 69: Messwerte und Tait-Approximation für Polystyrol 454 C, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

Tabelle 10: Tait-Konstanten für Polystyrol 454 C, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 60°C.

Feststoffbereich		Schmelzebereich	
Bezeichnung	Werte	Bezeichnung	Werte
b_{1s}	0,000973 m ³ /kg	b_{1m}	0,000973 m ³ /kg
b_{2s}	2,692E-07 m ³ /kgK	b_{2m}	0,0000005 m ³ /kgK
b_{3s}	205239000 Pa	b_{3m}	161550000 Pa
b_{4s}	0,0037 K ⁻¹	b_{4m}	0,003525 K ⁻¹
b_7	0 m ³ /kg	Übergangstemperatur	
b_8	0 K ⁻¹	b_5	354,15 K
b_9	0 Pa ⁻¹	b_6	3,249E-07 K/Pa

Die Berechnungsergebnisse mit MPI für Polystyrol 454 C sind in Kap. 5.3.1.2, S. 128 ff. zusammengefasst.

4.3.2 Teilkristalline Thermoplaste

Die Ermittlung von pvT-Daten bei teilkristallinen Kunststoffen ist noch wesentlich komplexer als bei amorphen Kunststoffen, da der Kristallisationsprozess und damit auch das spezifische Volumen maßgeblich von den Verarbeitungsbedingungen beeinflusst werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei teilkristalline Kunststoffe untersucht: die Polyoxymethylen-Type Ultraform N2320 der Firma BASF (Ludwigshafen / Deutschland) und die Polypropylen-Type Hostacom BR 735 G der Firma Basell Polyolefins (Hoofddorp / Niederlande).

Bei der PP-Type handelt es sich um ein 20% mineralgefülltes Material, welches hohe Kratzfestigkeit mit einem ausgewogenen Zähigkeits-/Steifigkeits-Verhältnis verknüpft. Daher wird es vor allem für Bauteile im Autoinnenraum, wie z.B. Handschuhfachdeckel, Mittelkonsolen, Türabdeckungen, etc. angewendet.

Das Material Ultraform N2320 ist eine Standard-Spritzgießtype, die sich leicht verarbeiten lässt und beispielsweise für folgende Produktgruppen zur Anwendung kommt: Federelemente, Tankdeckel, Benzinpumpengehäuse, Ventile, Lautsprechergitter, Kleinmotorentriebeteile, Beschläge und Scharniere.

In Tabelle 11 sind einige wesentliche Eigenschaften bzw. empfohlene Verarbeitungsparameter dieser beiden Materialien zusammengefasst.

Tabelle 11: Eigenschaften und Verarbeitungsparameter für Ultraform N2320 (BASF) und Hostacom BR 735 G (Basell) aus der MPI-Datenbank.

Parameter / Eigenschaft	Ultraform N2320	Hostacom BR 735 G
Massetemperatur	190 – 230°C	230 – 260°C
Werkzeugtemperatur	60 – 100°C	20 – 70°C
Wärmeleitfähigkeit	0,14 W/mK bei 200°C	0,178 W/mK bei 230°C
Wärmekapazität	2101 J/kgK bei 210°C	2420 J/kgK bei 240°C
Dichte bei Raumtemperatur	1410 kg/m ³	1036 kg/m ³

4.3.2.1 PP Hostacom BR 735 G

Bei dem Material Hostacom BR 735 G wurden für die Messungen am hcr-pvT-Gerät die Wanddicken 2 mm bzw. 3 mm verwendet und die Messzelle mit 40°C bzw. 60°C temperiert (Werkzeugtemperatur). Auch für dieses Material wurde der Einfluss der Probendicke und der Werkzeugtemperatur durch die Auswertung von vier Datensätzen untersucht.

Die Proben wurden in diesem Fall gepresst (siehe Kap. 4.2.1.2., S. 68 ff.). Dieses Material kann ohne Vortrocknung verwendet werden. Um eine gleichmäßige Durchwärmung der Proben zu garantieren, wurde eine Heizzeit von 12 Minuten bei einer Ofentemperatur von 260°C verwendet. Die Messbedingungen sind in Tabelle 12 zusammengefasst.

Tabelle 12: Messbedingungen für Hostacom BR 735 G.

Versuchs-Nr.	Probendicke	Werkzeugtemperatur	Ofentemperatur	Heizzeit
1	2 mm	40°C	260°C	12 min
2	2 mm	60°C		
3	3 mm	40°C		
4	3 mm	60°C		

Für die Auswertung der am hcr-pvT-Gerät gemessenen Kurven wurden die approximierten pvT-Daten aus der MPI-Materialdatenbank als Referenzkurven herangezogen. Die beiden Datensätze für die Standard-pvT-Daten aus MPI und die hcr-pvT-Daten sind in Bild 70 zu sehen, wobei exemplarisch die Messung an der 2 mm dicken Probe bei einer Werkzeugtemperatur von 40°C dargestellt ist. Die 200 bar Isobare (blaue Kurve in Bild 70) weist im Feststoffbereich einen untypischen Verlauf auf, welcher zwar reproduzierbar gemessen wurde, aber nicht plausibel erklärt werden kann. Für die Approximation der Kurven mittels Tait-Ansatz wurde daher auf diese Isobare verzichtet. Für diese Polypropylen-Type weichen die Kurven bei hohen Abkühlraten signifikant von der Standard-Messung ab. Der teilkristalline Charakter des Materials bleibt zwar erkennbar, allerdings ist der markante Übergang zwischen Schmelzezustand und Feststoff nicht mehr so deutlich ausgeprägt wie bei der Standard-Messung. Auch in diesem Fall kann davon ausgegangen werden, dass durch die hohe Abkühlrate (Bild 71) die Kristallisation behindert wird und sich geringere Kristallinitätsgrade ergeben. Das erklärt auch das deutlich höhere spezifische Volumen im Feststoffbereich.

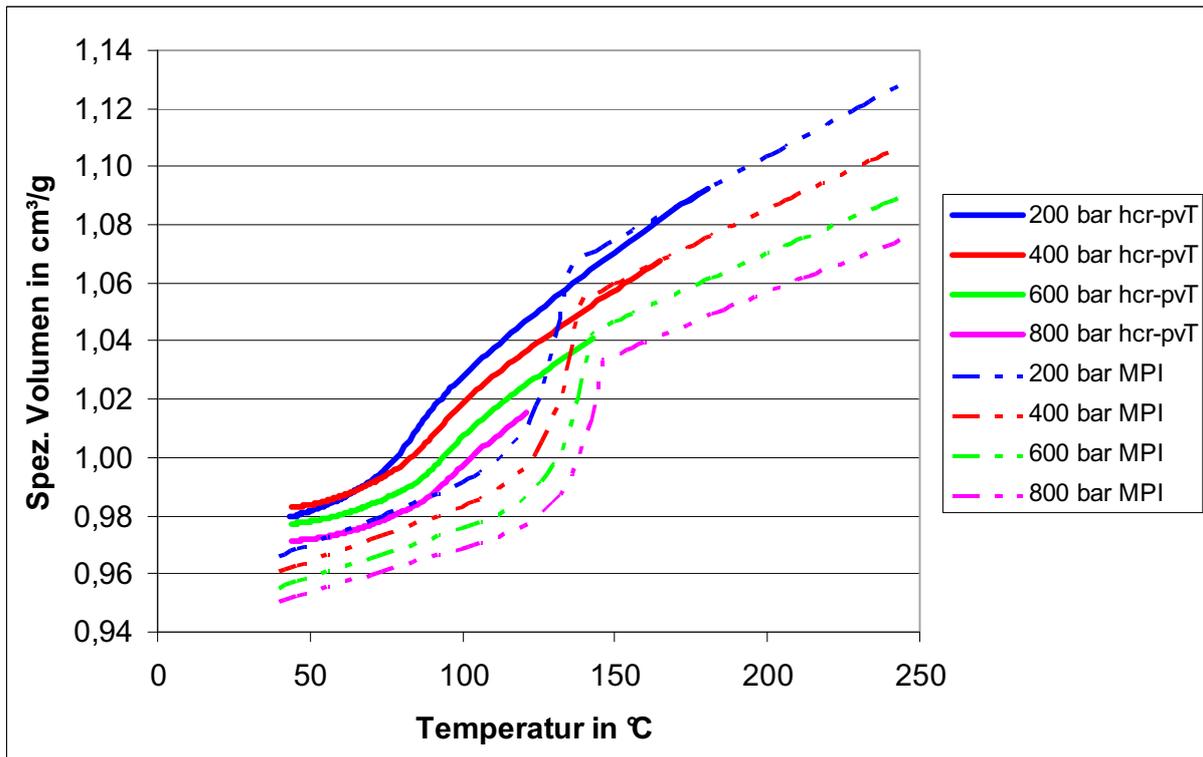


Bild 70: Vergleich zwischen pvT-Kurven aus der MPI-Datenbank und Messergebnissen der hcr-pvT-Apparatur für Hostacom BR 735 G, Probendicke 2 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

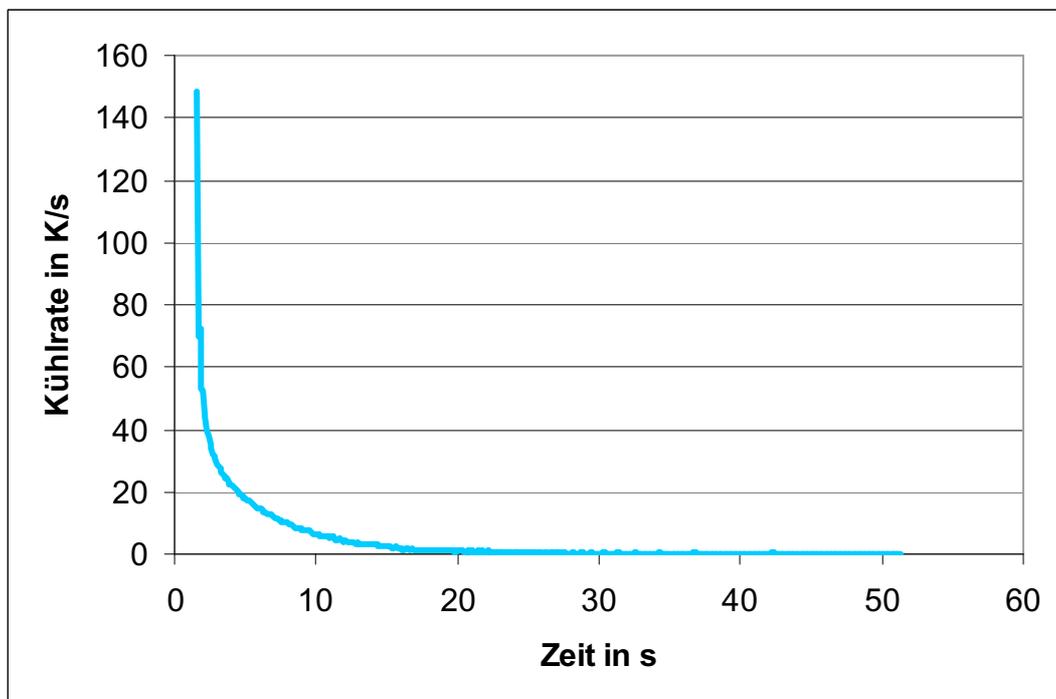


Bild 71: Über die Probendicke gemittelte Abkühlrate für Hostacom BR 735 G, Probendicke 2 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

In Bild 72 ist der Einfluss der Werkzeugtemperatur auf die Messergebnisse bei Hostacom BR 735 G dargestellt. Im Schmelzbereich sind die Kurvenverläufe, welche exemplarisch bei 2 mm Probendicke gemessen wurden, nahezu identisch für 40°C und 60°C Werkzeugtemperatur. Bei diesem Material treten geringfügige Unterschiede im Übergangsbereich auf, wobei bei 60°C Werkzeugtemperatur der Übergang bei etwas höheren Temperaturen liegt. Diese Verschiebungen sind allerdings vernachlässigbar, was die Auswirkung auf die Simulation betrifft. Im Feststoffbereich sind die Abweichungen innerhalb der Genauigkeitsgrenzen und daher nicht signifikant.

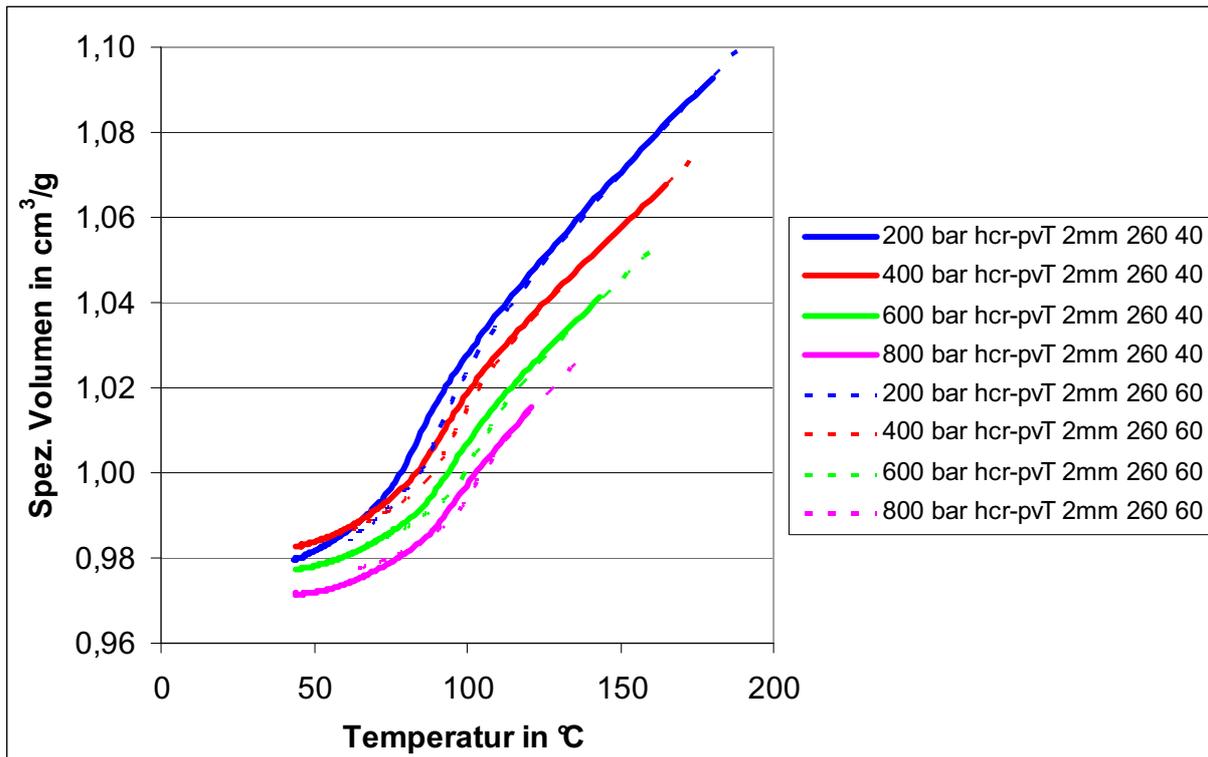


Bild 72: Vergleich der pvT-Kurven von Hostacom BR 735 G, gemessen bei 40°C und bei 60°C Werkzeugtemperatur, Probendicke 2 mm.

Der Einfluss der Wanddicke der verwendeten Probekörper bei einer Werkzeugtemperatur von 60°C ist in Bild 73 zu sehen. Bei diesem Material weichen die Kurven im Feststoffbereich geringfügig voneinander ab, wenn die Probendicke von 2 mm auf 3 mm erhöht wird. Allerdings sind diese Differenzen, welche auf Grenzen der Messgenauigkeit zurückzuführen sind, bei weitem nicht so groß, wie der Unterschied zwischen den Kurven bei hohen und standardmäßigen Abkühlraten (Bild 70). Für die Simulation von Schwindung und Verzug kann daher davon ausgegangen werden, dass sich diese Veränderung nicht maßgeblich auswirkt. Ein ähnliches Ergebnis wurde auch bei der niedrigeren Werkzeugtemperatur von 40°C erzielt.

Um die gemessenen pvT-Kurven in der Simulation mit MPI anwenden zu können, wurden die Messwerte mit Hilfe des Tait-Ansatzes approximiert. In diesem Fall wurde

die Auswertung ohne die 200 bar Isobare ausgeführt, welche wie zuvor erläutert nicht mit den anderen Isobaren konsistent ist. Die gemessenen Werte sind in Bild 74 den approximierten Kurvenverläufen gegenübergestellt. Der Verlauf der Messwerte lässt sich gut durch den Tait-Ansatz approximieren. Die zugehörigen Tait-Konstanten für die Verwendung in MPI sind in Tabelle 13 zusammengefasst.

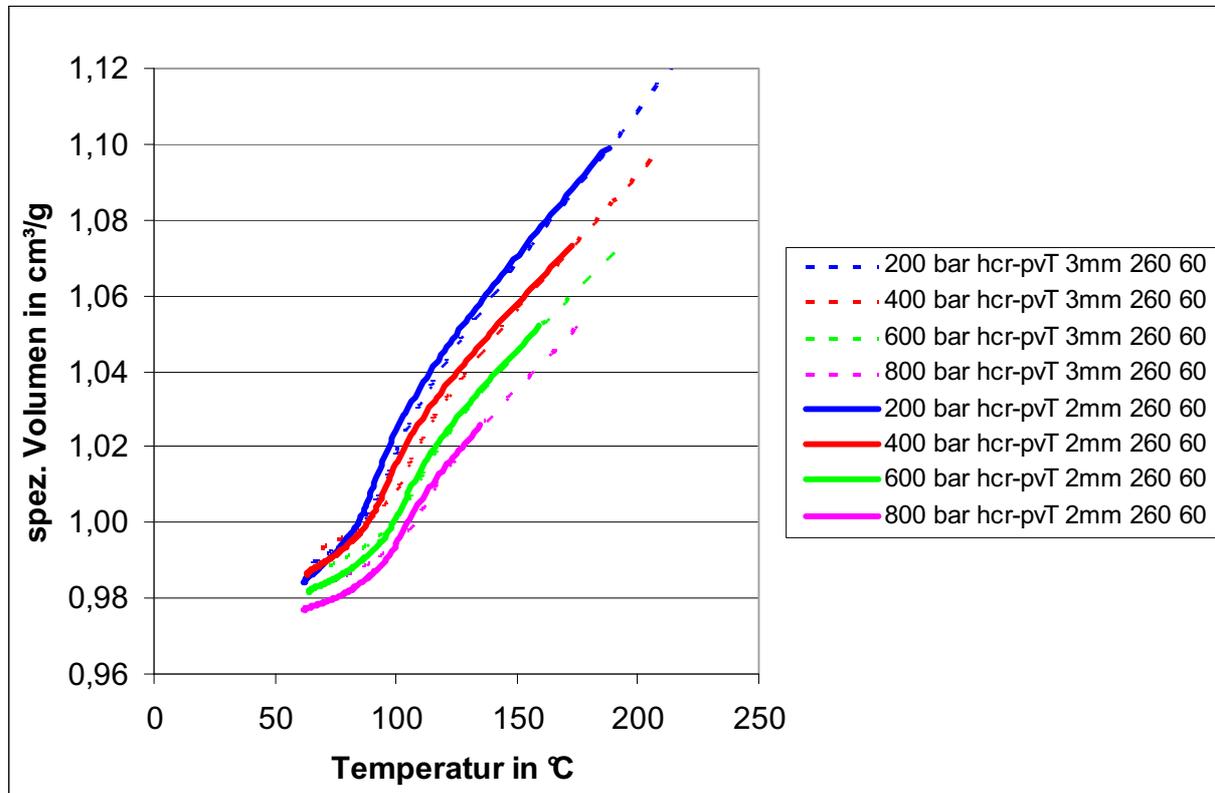


Bild 73: Vergleich der pvT-Kurven von Hostacom BR 735 G, gemessen bei 2 mm und 3 mm Probendicke, Werkzeugtemperatur 60°C.

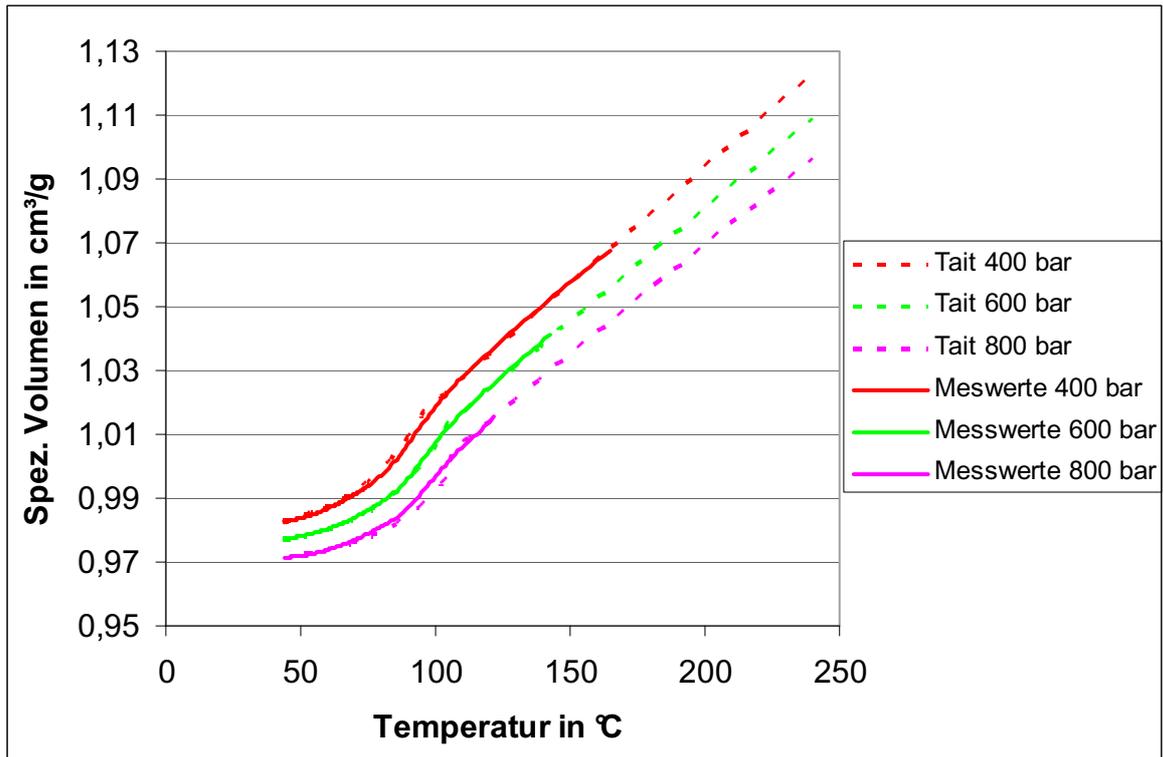


Bild 74: Messwerte und Tait-Approximation für Hostacom BR 735 G, Probendicke 2 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

Tabelle 13: Tait-Konstanten für Hostacom BR 735 G, Probendicke 2 mm, Werkzeugtemperatur 40°C.

Feststoffbereich		Schmelzbereich	
Bezeichnung	Werte	Bezeichnung	Werte
b_{1s}	0,000998 m ³ /kg	b_{1m}	0,001033 m ³ /kg
b_{2s}	0,00000014 m ³ /kgK	b_{2m}	0,0000008 m ³ /kgK
b_{3s}	253840000 Pa	b_{3m}	133208000 Pa
b_{4s}	0,002671 K ⁻¹	b_{4m}	0,002 K ⁻¹
b_7	4,13E-05 m ³ /kg	Übergangstemperatur	
b_8	5,00E-02K ⁻¹	b_5	358,15 K
b_9	2,0280E-08 Pa ⁻¹	b_6	2,543E-07 K/Pa

4.3.2.2 POM Ultraform N2320

Bei dem Material Ultraform N2320 wurden für die Messungen am hcr-pvT-Gerät wiederum die Wanddicken 2,3 mm bzw. 3,5 mm verwendet und die Messzelle mit 40°C bzw. 60°C temperiert (Werkzeugtemperatur). Wie bei den zuvor vorgestellten amorphen Materialien wurden daraus vier unterschiedliche Datensätze erhalten, mit denen der Einfluss der Probendicke und der Werkzeugtemperatur untersucht wurde.

Die Proben wurden spritzgegossen. Aufgrund der Feuchteaufnahme dieses Materials musste es vor den Messungen getrocknet werden. Um einen ausreichenden Trocknungsgrad zu erreichen, der eine problemlose Messung mit dem hcr-pvT-Gerät ermöglicht, wurden die Proben in einem Wärmeschrank acht Stunden lang bei 90°C getrocknet. So lange die Restfeuchte keine Blasenbildung in der Probe verursacht, kann davon ausgegangen werden, dass eventuell auftretende geringfügige Abweichungen im Feuchtegehalt der einzelnen Proben keine Auswirkungen auf das pvT-Verhalten haben. Um eine gleichmäßige Durchwärmung der Probe zu garantieren, wurde eine Heizzeit von 12 Minuten bei einer Ofentemperatur von 240°C verwendet. Die Messbedingungen sind in Tabelle 14 zusammengefasst.

Tabelle 14: Messbedingungen für Ultraform N2320.

Versuchs-Nr.	Probendicke	Werkzeugtemperatur	Ofentemperatur	Heizzeit
1	2,3 mm	40°C	240°C	12 min
2	2,3 mm	60°C		
3	3,5 mm	40°C		
4	3,5 mm	60°C		

Als Referenzwerte für die Auswertung der am hcr-pvT-Gerät gemessenen Kurven wurden die pvT-Daten aus der MPI-Materialdatenbank ausgewählt. Diese sind bereits approximierete Kurvenverläufe. Die beiden Datensätze für die Standard-pvT-Daten aus MPI und die hcr-pvT-Daten sind in Bild 75 zu sehen. Dabei ist deutlich zu erkennen, dass die Kurven bei hohen Abkühlraten deutlich von der Standard-Messung abweichen. Das Material zeigt einen nahezu amorphen Charakter, was sich dadurch erklären lässt, dass durch die hohe Abkühlrate (siehe Bild 76) die Kristallisation vermutlich weitgehend unterbunden wird. Diese Aussage wird noch dadurch bestätigt, dass das spezifische Volumen im Feststoffbereich höhere Werte annimmt, da eine amorphe

Struktur mehr Leerstellenvolumen beinhaltet und daher das spezifische Volumen zunimmt. Der steilere Kurvenverlauf im Schmelzbereich lässt sich darauf zurückführen, dass bei der vorliegenden Messmethode ein integraler Mittelwert der Volumenschwindung über die Dicke ausgewertet wird, wogegen in Realität ein schichtweise unterschiedlicher Schwindungsverlauf zu erwarten ist. Während die Randschichten bereits auf nahezu Werkzeugtemperatur ausgekühlt sind und somit geringeres spezifisches Volumen aufweisen, liegt die Mittelschicht noch im Schmelzestadium vor. Insgesamt nimmt daher das Gesamtvolumen rascher ab, als bei einer isothermen Auskühlung über dem gesamten Probenquerschnitt.

In Bild 77 ist der Einfluss der Werkzeugtemperatur auf die Messergebnisse bei Ultraform N2320 dargestellt. Bei hohen Temperaturen sind die Kurvenverläufe, welche exemplarisch bei 2,3 mm Probendicke gemessen wurden, nahezu identisch für 40°C und 60°C Werkzeugtemperatur. Die geringfügigen Abweichungen im Feststoffbereich liegen innerhalb der Messgenauigkeit und sind nicht groß genug, um eine eindeutige Auswirkung dieses Temperaturunterschieds feststellen zu können. Dies bedeutet auch bei diesem Material, dass die Werkzeugtemperatur nicht variiert werden muss, um aussagekräftige Ergebnisse zu erzielen.

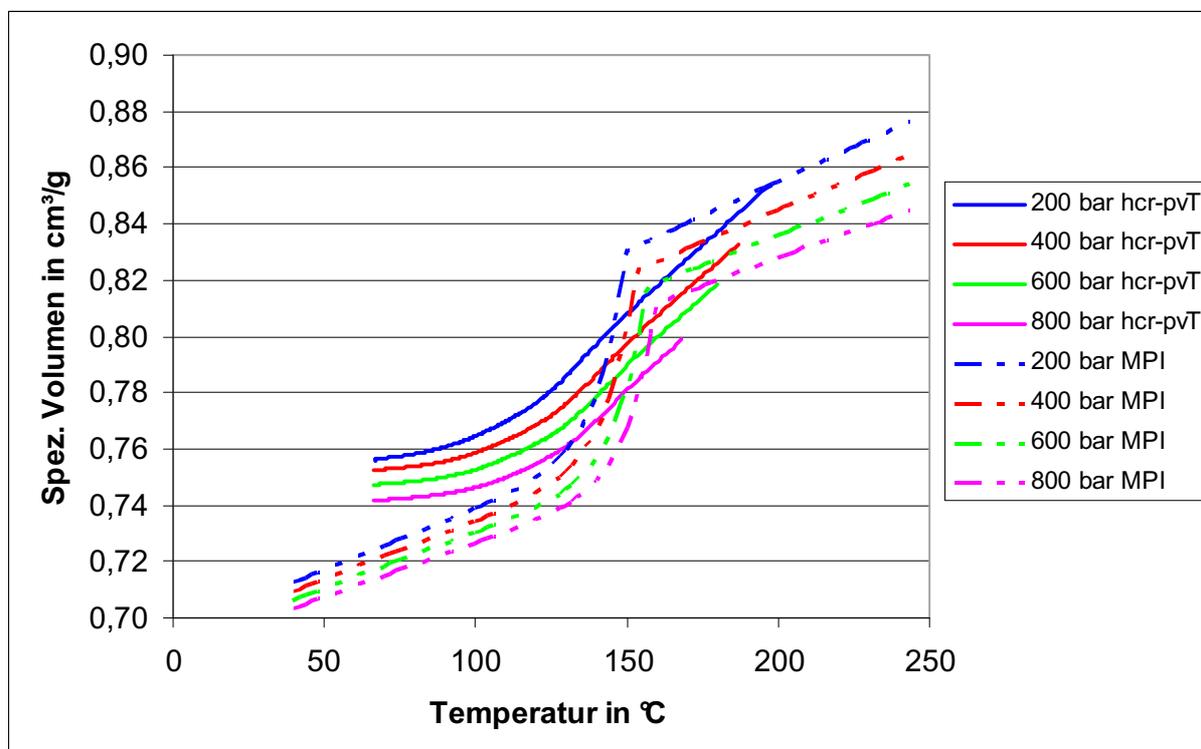


Bild 75: Vergleich zwischen pvT-Kurven aus der MPI-Datenbank und Messergebnissen der hcr-pvT-Apparatur für Ultraform N2320, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 60°C.

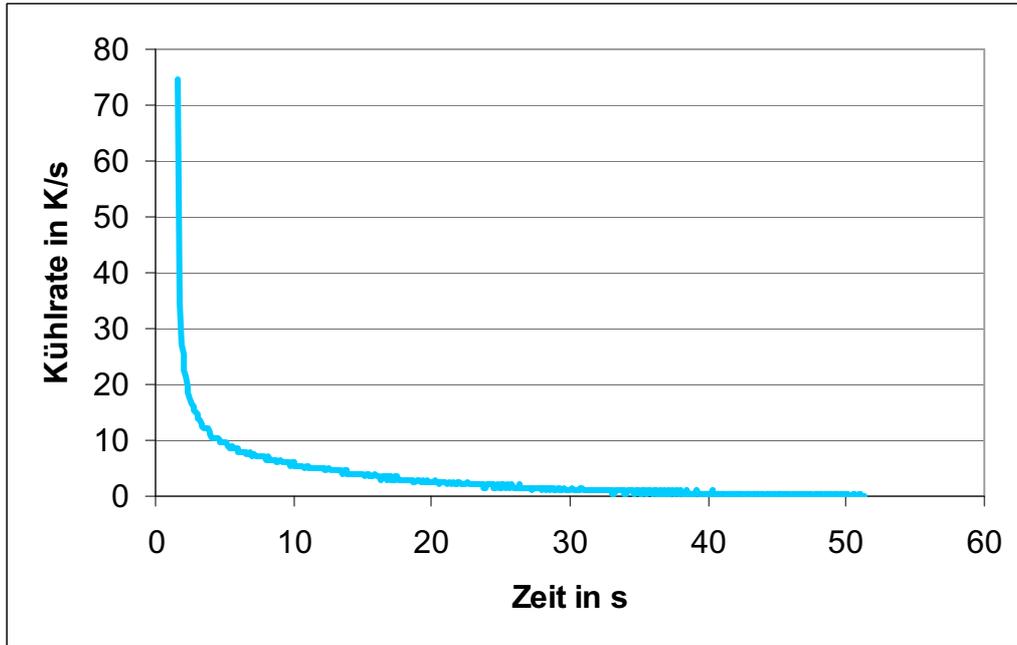


Bild 76: Über die Probendicke gemittelte Abkühlrate für Ultraform N2320, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 60°C.

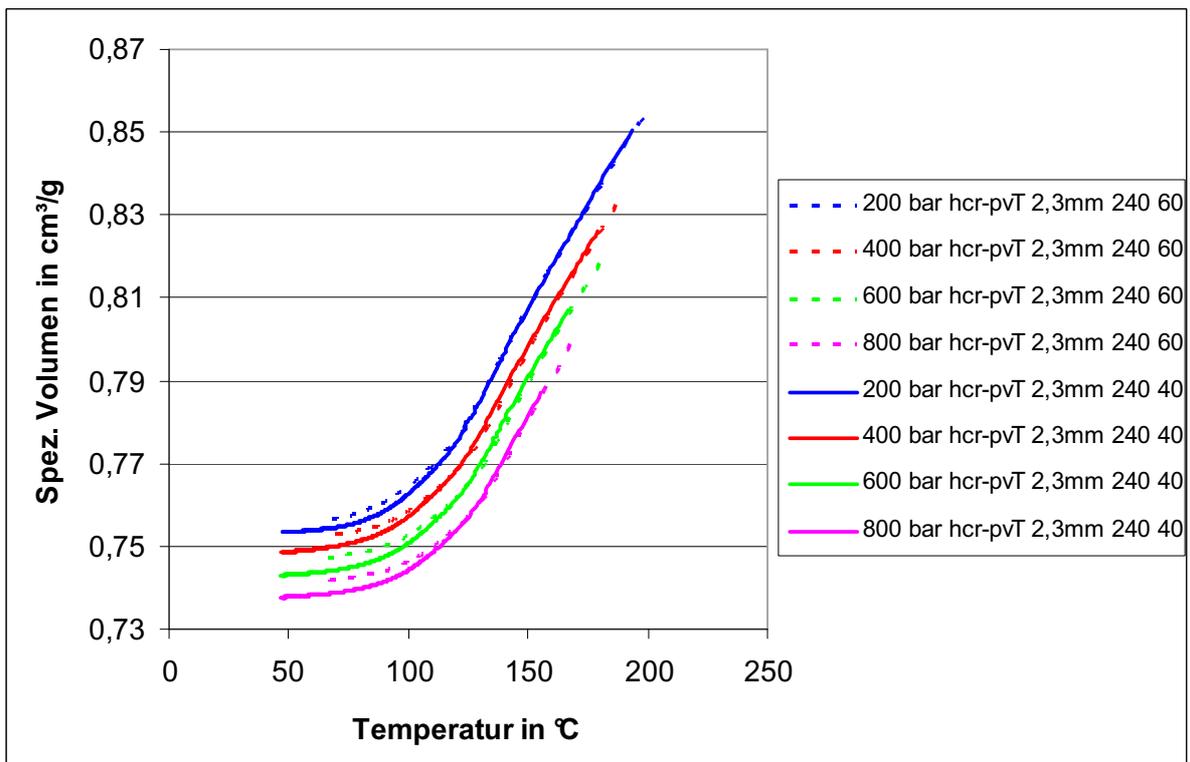


Bild 77: Vergleich der pvT-Kurven von Ultraform N2320, gemessen bei 40°C und bei 60°C Werkzeugtemperatur, Probendicke 2,3 mm.

Der Einfluss der Wanddicke der verwendeten Probekörper ist in Bild 78 zu sehen. Wie bei der Werkzeugwandtemperatur ist auch bei der Erhöhung der Probendicke von 2,3 mm auf 3,5 mm keine nennenswerte Auswirkung in den Kurvenverläufen zu erkennen. Das exemplarisch dargestellte Diagramm wurde bei einer Werkzeugtemperatur von 60°C ermittelt. Analoge Ergebnisse wurden bei einer Werkzeugtemperatur von 40°C erzielt.

Um die gemessenen pvT-Kurven in der Simulation mit MPI anwenden zu können, wurden die Messwerte mit Hilfe des Tait-Ansatzes approximiert. Die gemessenen Werte sind in Bild 79 den approximierten Kurvenverläufen gegenübergestellt. Der Verlauf der Messwerte lässt sich gut durch den Tait-Ansatz approximieren. Die zugehörigen Tait-Konstanten für die Verwendung in MPI sind in Tabelle 15 zusammengefasst.

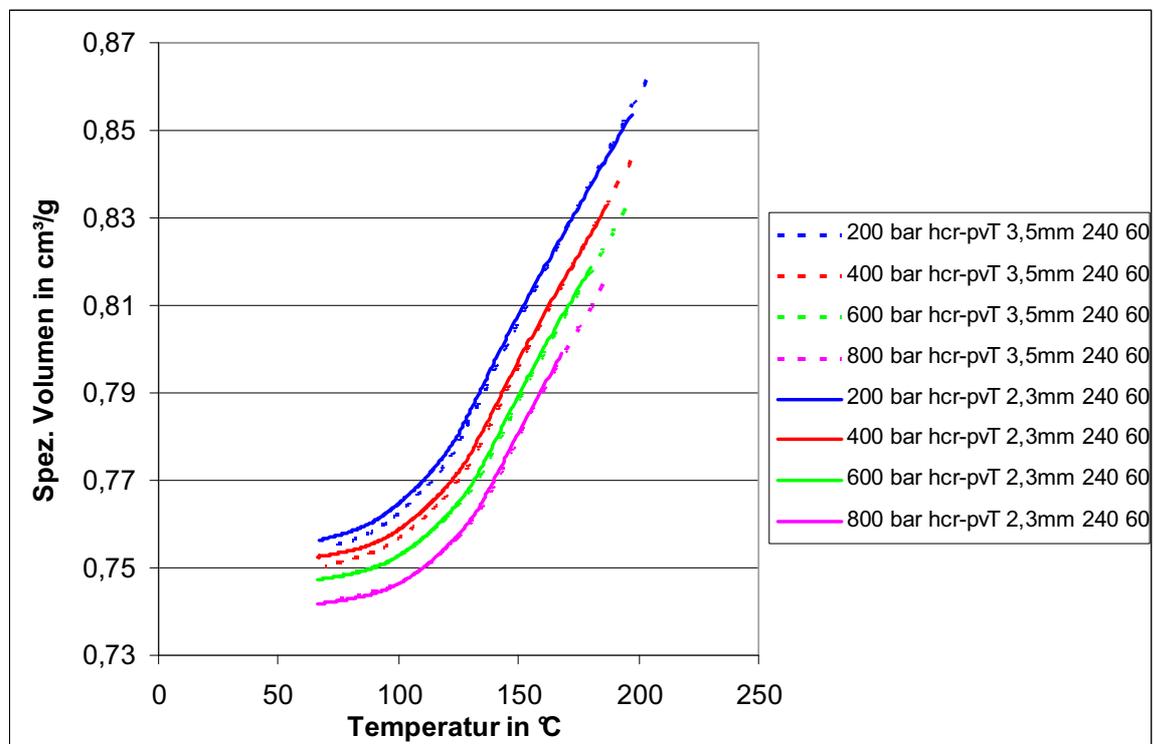


Bild 78: Vergleich der pvT-Kurven von Ultraform N2320, gemessen bei 2,3 mm und 3,5 mm Probendicke, Werkzeugtemperatur 60°C.

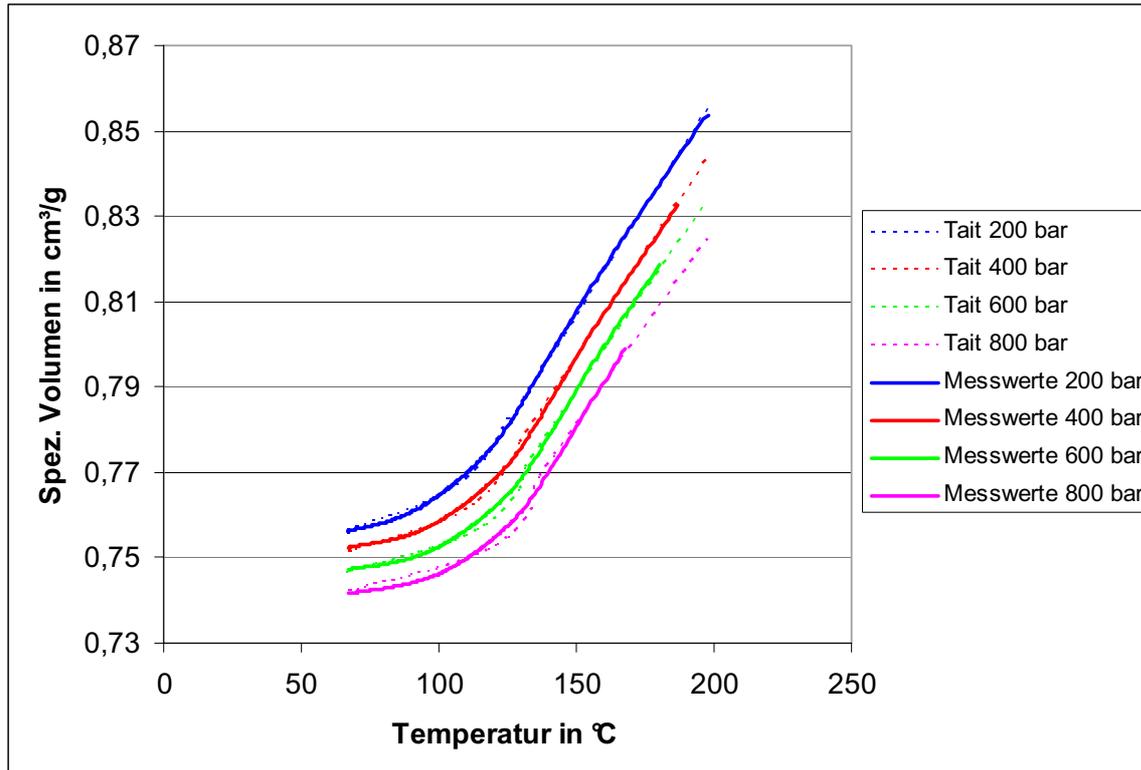


Bild 79: Messwerte und Tait-Approximation für Ultraform N2320, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 60°C.

Tabelle 15: Tait-Konstanten für Ultraform N2320, Probendicke 2,3 mm, Werkzeugtemperatur 60°C.

Feststoffbereich		Schmelzbereich	
Bezeichnung	Werte	Bezeichnung	Werte
b_{1s}	0,0007742 m ³ /kg	b_{1m}	0,000787 m ³ /kg
b_{2s}	2,206E-07 m ³ /kgK	b_{2m}	0,0000011m ³ /kgK
b_{3s}	197260000 Pa	b_{3m}	141158000Pa
b_{4s}	0,002671 K ⁻¹	b_{4m}	0,003952 K ⁻¹
b_7	1,75E-05 m ³ /kg	Übergangstemperatur	
b_8	9,91E-02 K ⁻¹	b_5	395,15 K
b_9	2,3620E-08 Pa ⁻¹	b_6	0,00000016 K/Pa

5 Einfluss der hcr-pvT-Daten auf Berechnungsergebnisse in MPI

5.1 Verwendete Bauteile und Modellierung in MPI

Um die Auswirkung der pvT-Daten auf die Simulationsberechnungen mit MPI 6.1 Rev. 3 mit der Realität zu vergleichen, wurden mehrere Varianten von Schachtelformteilen spritzgegossen und simuliert. Für diese Schachtelvarianten existiert ein Stammwerkzeug am Institut für Kunststoffverarbeitung, Leoben, bei dem der Kern als Wechsel-einsatz konzipiert ist (Bild 80). Durch Austauschen des Kerns lassen sich einfach unterschiedliche Wanddickenvarianten der Schachtel herstellen. Die in allen Varianten beibehaltenen Hauptabmessungen der Schachtel sind in Bild 81 dargestellt. Die Anspritzung erfolgt zentral in der Bodenplatte durch einen Heißkanal. Durch Verwendung von unterschiedlichen Kernen wird über die Innenabmessungen Einfluss auf die Wanddicken genommen. Für die Vergleiche zwischen Simulation und realem Bauteil wurden folgende Geometrievarianten verwendet:

- Homogene Wanddicke der gesamten Schachtel von 1,8 mm
- Bodenplatte 1 mm, Seitenwände 1 mm (Abkürzung B1W1)
- Bodenplatte 1 mm, Seitenwände 3 mm (Abkürzung B1W3)
- Bodenplatte 3 mm, Seitenwände 3 mm (Abkürzung B3W3)
- Bodenplatte 3 mm, Seitenwände 1 mm (Abkürzung B3W1)

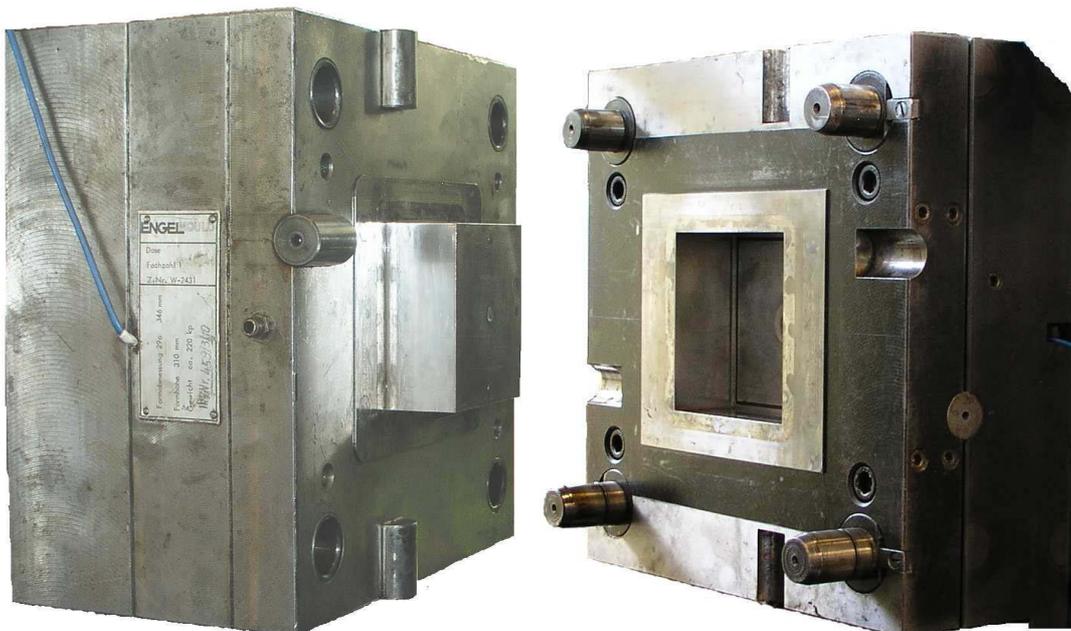


Bild 80: Schachtelwerkzeug: links: Auswerferseite mit wechselbarem Kern, rechts: Düsenseite [70].

Um feststellen zu können, ob sich der Einfluss der pvT-Daten je nach Berechnungsmodell unterscheidet, wurden für jedes untersuchte Bauteil sowohl Fusion- als auch 3D-Modelle in MPI erstellt. Bei der Modellierung wurde darauf geachtet, dass die exakten Werkzeugmaße verwendet wurden und nicht die Soll-Maße des Bauteils. Nur dadurch ist es möglich, die Vermessungsergebnisse des 3D-Scanners ATOS (siehe Kapitel 5.2.1, S. 117 ff.) direkt mit den Berechnungsergebnissen aus MPI zu vergleichen.

Um den Einfluss des Kühl- und Angussystems korrekt zu berücksichtigen, wurden diese jeweils als Beam-Elemente entsprechend ihrer Ausführung im Werkzeug modelliert. Ein Beispiel für ein vollständiges Berechnungsmodell in MPI ist in Bild 82 dargestellt. Dabei wurden sowohl Vor- und Rücklauf der Temperiergeräte als auch der Zusammenschluss der Temperierkanäle mit Schläuchen (grau dargestellt) entsprechend dem experimentellen Versuchsaufbau definiert.

Die Prozessparameter der Experimente wurden für die Simulation als Randbedingungen vorgegeben. Eine ausführlichere Beschreibung der jeweils verwendeten Parameter findet sich im Anhang (S. 151 ff.).

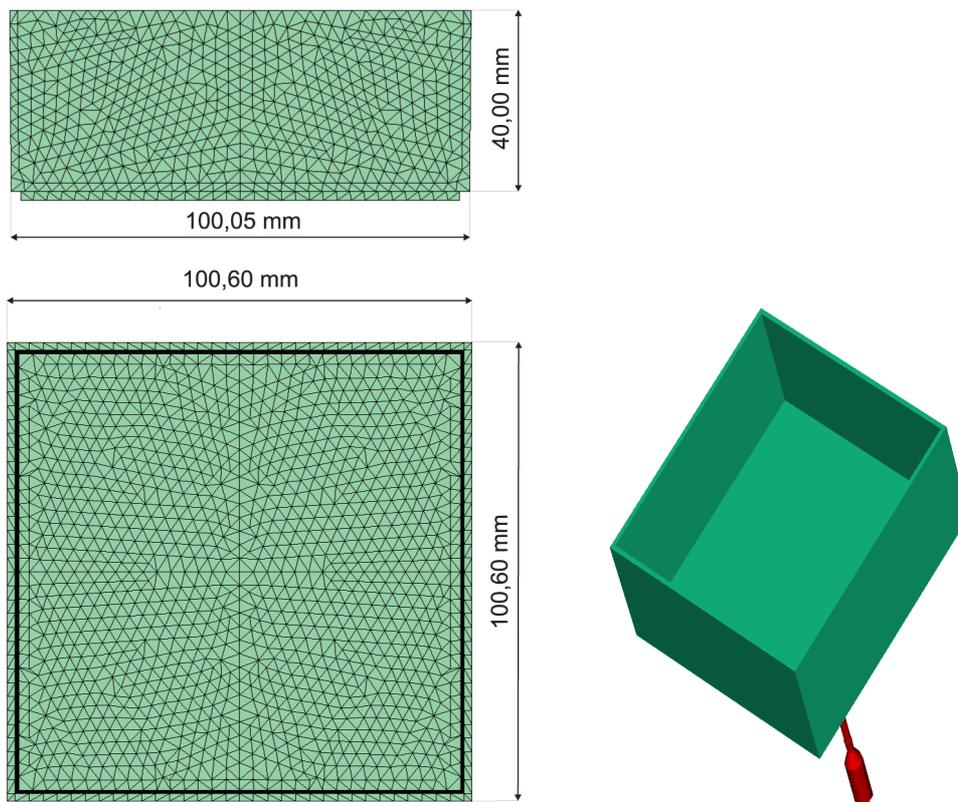


Bild 81: FEM-Modell des Schachtelformteils mit Hauptabmessungen der Außenkontur und 3D-Ansicht mit Heißkanal [70].

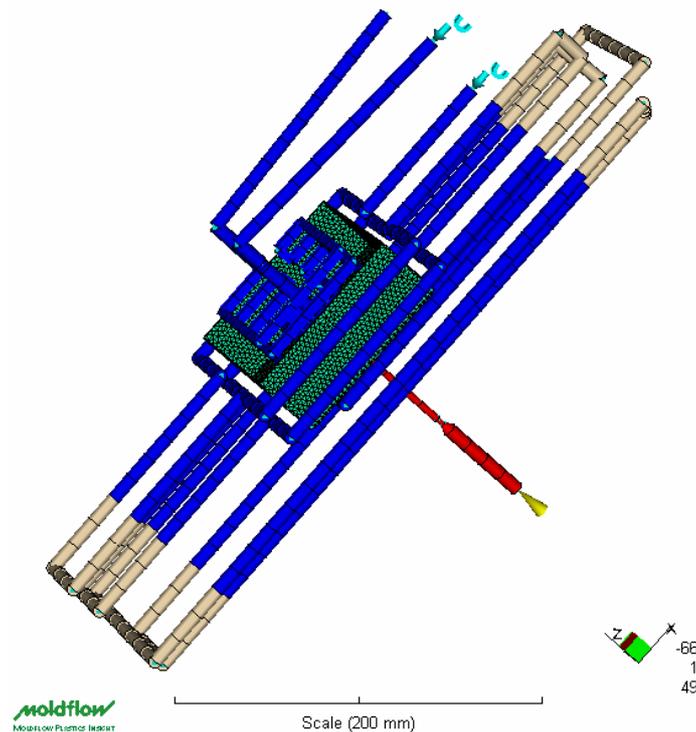


Bild 82: Bauteilmodell mit Kühlsystem (blau bzw. grau) und Heißkanalanguss (rot).

5.2 3D-Bauteilvermessung

5.2.1 Vermessungssystem ATOS

Um die spritzgegossenen Bauteile exakt zu vermessen und die Vermessungsergebnisse mit den realen Bauteilen vergleichen zu können, wurde das Messsystem ATOS (Advanced Topometric Sensor) der Firma Gesellschaft für optische Messtechnik mbH (GOM mbH), Braunschweig, Deutschland, für die flächenhafte Formteilvermessung verwendet (Bild 83). Beim System ATOS handelt es sich um einen topometrischen 3D-Sensor zur sekundenschnellen, hochgenauen und flächenhaften Objekterfassung [23].

Der Aufbau dieses topometrischen Sensors ist in Bild 84 schematisch dargestellt. Mittels zweier CCD-Videokameras wird das zu vermessende Objekt aus zwei unterschiedlichen Perspektiven betrachtet. Der Projektor wirkt lediglich passiv und wirft Lichtmuster aus verschiedenen parallelen Streifen auf die Objekt Oberfläche, die durch die Struktur der Oberfläche verzerrt werden. Die Streifenmuster sind auf einem Glasdiaphragma aufgebracht. Da der Projektor lediglich als passives Element wirkt, muss er nicht kalibriert werden [54].

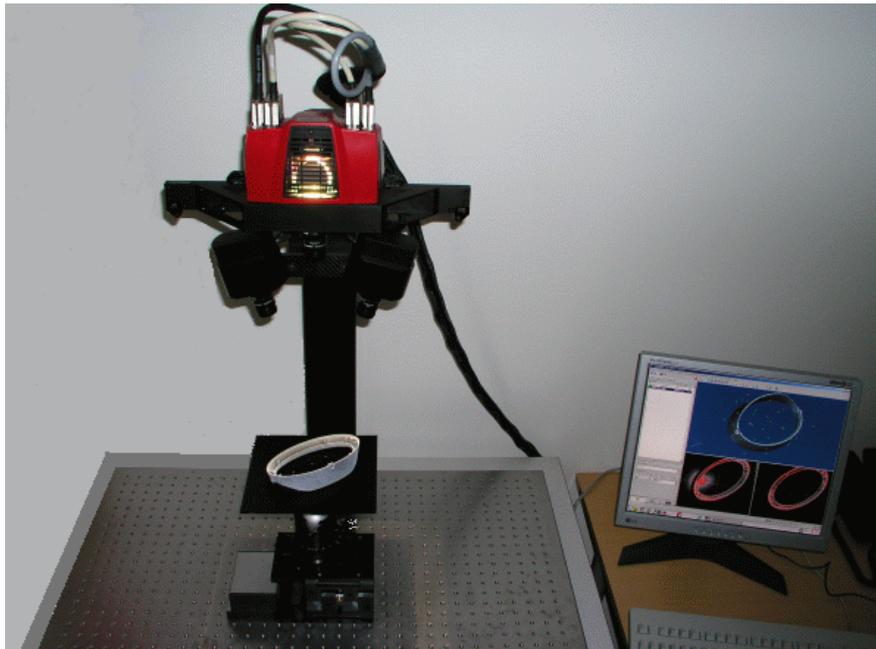


Bild 83: Optisches 3D-Messsystem ATOS [23].

Die der Koordinatenberechnung zugrunde liegende Triangulation wird nicht wie allgemein üblich zwischen Projektor, Objekt und Kamera gebildet, sondern nur zwischen Messobjekt und den beiden CCD-Kameras [54],[44]. Bei der verwendeten Messkonfiguration können mit einer Messung für bis zu 1,3 Mio. Bildpunkte die 3D-Koordinaten der Objektoberfläche berechnet werden.

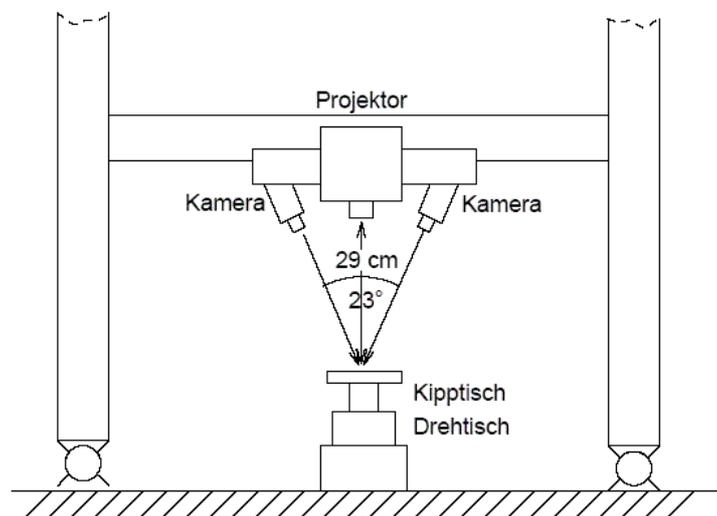


Bild 84: Messaufbau des topometrischen Digitalisiersystems [8].

In Abhängigkeit der Messaufgabe kommen wechselnde Messvolumina zum Einsatz. Die Anpassung der Optik an das jeweilige Messobjekt erfolgt durch die Verwendung unterschiedlicher Objektive mit 12 mm, 17 mm, 23 mm, 35 mm oder 50 mm Brennweite. Damit sind für das ATOS II SO System Messvolumina von $35 \times 28 \times 15 \text{ mm}^3$

bis $200 \times 160 \times 160 \text{ mm}^3$ realisierbar [45]. Die für eine Messung erforderliche Zeit ist bestimmt durch die Vorschubgeschwindigkeit des Glasdias sowie die Übertragung und Verarbeitung der Daten mit der Bildverarbeitungskarte im Rechner. Die Messzeit einer einzelnen Aufnahme beträgt etwa 7 Sekunden [23].

5.2.2 Kalibrierung

Die Anwendung des Sensors setzt eine Kalibrierung des topometrischen Systems voraus. Es müssen die Parameter der inneren und äußeren Orientierungen der beiden Kameras bestimmt werden. Dazu wird ein dem Messvolumen angepasstes Kalibrierobjekt verwendet, wie es in Bild 85 dargestellt ist. Das Kalibrierobjekt ist ein starres Passpunktfeld auf einer Platte. Auf der Platte sind etwa hundert Kreismarken aufgebracht, von denen einige durch ihre Größe hervorgehoben sind. Aufgrund ihrer geometrischen Anordnung lassen sich alle Kreismarken rotations- und größeninvariant identifizieren [54].

Von diesem Passpunktfeld muss lediglich eine Strecke S zwischen zwei Punkten bekannt sein, die den Maßstab definiert (Bild 86) [54].

Die unbekanntenen Koordinaten der Passpunkte werden simultan zu den gesuchten Parametern der inneren und äußeren Orientierung des Sensors mitbestimmt. Weitere zusätzliche Bedingungen sind eine feste relative Orientierung der beiden Kameras zueinander und eine freie Lagerung des Koordinatensystems [54].

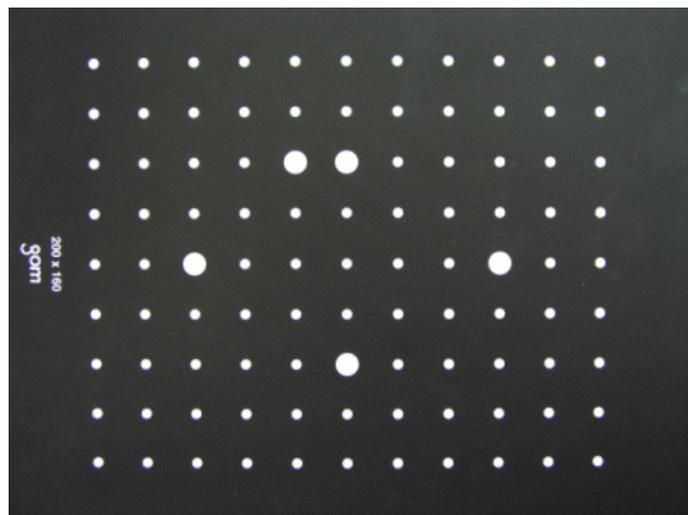


Bild 85: Kalibrierplatte mit Passpunktfeld [23].

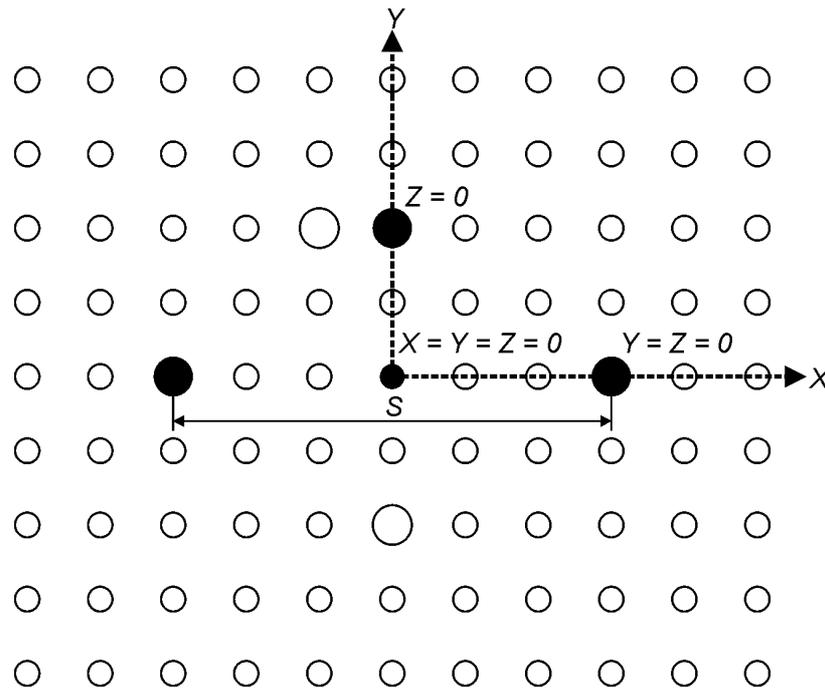


Bild 86: Definition des Koordinatensystems und der Skalierung auf dem Kalibrierobjekt [54].

Während der Kalibrierung wird die Kalibrierplatte mehrfach von den beiden Kameras aus unterschiedlichen Perspektiven aufgenommen. In allen Ansichten müssen die zur Orientierungserkennung benötigten fünf großen Kreismarken nach Bild 85 sichtbar sein. Anschließend werden die Parameter der inneren und äußeren Orientierung der Sensoranordnung berechnet. Relativ zu dem Messsensor wird dabei der Ursprung eines Koordinatensystems sowie dessen Ausrichtung definiert. Die Koordinaten aller gemessenen Oberflächenpunkte beziehen sich auf dieses Koordinatensystem [23].

5.2.3 Prinzip der Bauteildigitalisierung am Beispiel eines Messprojektes

Zunächst werden Referenzmarken auf dem Objekt oder dessen damit fest verbundener Umgebung aufgebracht (Bild 87). Je nach verwendetem Messvolumen besitzen die Referenzmarken unterschiedlich große Durchmesser [23].

Die Oberflächenbeschaffenheit spielt eine wichtige Rolle für die Digitalisierung eines Objektes. Wenn die projizierten Streifenmuster nicht mit ausreichendem Kontrast von den Kameras aufgenommen werden können, dann ist mit einer reduzierten Qualität oder auch mit dem Ausbleiben der digitalisierten Daten zu rechnen. In diesem Fall muss die Oberfläche mit einem entsprechenden Mittel eingesprüht werden. Bei schwarzen Kunststoffoberflächen ist dies immer erforderlich. Graue oder farbige Ober-

flächen lassen sich auch ohne Einsprühen digitalisieren. Als Sprühschicht hat sich die Verwendung von Titandioxidpulver bewährt. Dieses wird in einem Lösungsmittel dispergiert und mit einer Airbrush-Pistole auf das Objekt gesprüht. Das Lösungsmittel verdampft an der Luft und das Titandioxidpulver bildet eine hauchdünne Deckschicht [23].



Bild 87: Digitalisierung eines mit Titandioxid besprühten Objektes. Die Referenzmarken (schwarz) sind auf dem Objekt aufgeklebt [46].

Zur vollständigen Vermessung eines 3D-Objektes sind in der Regel mehrere Messungen notwendig. Zu diesem Zweck werden Teilflächenmessungen aus verschiedenen Objektansichten durchgeführt. Jede einzelne resultierende Teilfläche wird in Form einer Punktwolke dargestellt. Die erste Messung soll in der Objektmittle erfolgen und möglichst viele Referenzmarken erfassen. Das Koordinatensystem der ersten Messung dient als Referenz. Bei den Folgemessungen müssen immer mindestens drei, besser vier der bereits bekannten Referenzmarken mit erfasst werden. Die Einzelmessungen werden mit Hilfe der bereits bekannten Referenzmarken in eine gemeinsame 3D-Ansicht übergeführt. Für die Messung unterschiedlich großer Objekte kommen unterschiedliche Messstrategien zum Einsatz. Die beschriebene Vorgangsweise wird so oft mit neuen Teilflächenansichten wiederholt, bis das Objekt vollständig erfasst ist (Bild 88) [23].

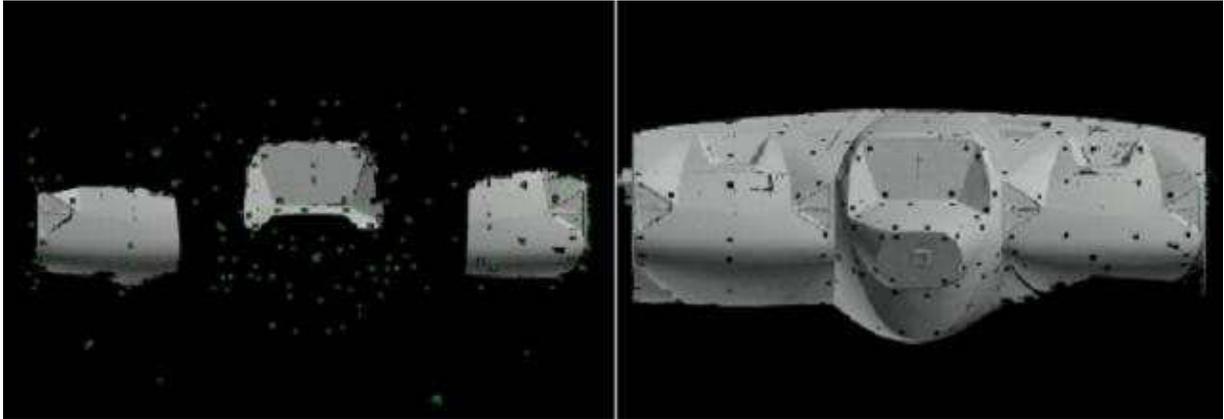


Bild 88: Drei Einzelmessungen (links), vollständige Vermessung (rechts) [46].

5.2.4 Messtechnische Auswertung von Bauteildigitalisierungen

Die messtechnische Auswertung erfolgt mit der Software Geomagic Qualify[®] der Firma Geomagic Incorporated, USA. Die Stärken des Programms Geomagic Qualify[®] sind vor allem die übersichtliche Bedienoberfläche, die fortgeschrittene Überlagerungstechnik von verschiedenen Geometrien und die Reportgenerierung. Der Arbeitsablauf für die Auswertung der Bauteildigitalisierung mit Geomagic Qualify[®] wird im Folgenden beschrieben und ist in Bild 89 dargestellt [23].

Aus MPI wird die berechnete deformierte Bauteilhülle als Dreiecksnetz ausgelesen. Diese kann direkt in die Auswertesoftware Geomagic Qualify[®] eingelesen werden. Die berechnete Bauteilhülle wird als Referenzgeometrie gewählt und das reale gescannte Bauteil wird mit dieser Geometrie überlagert. Die Scan-Daten müssen vor der Auswertung gegebenenfalls nachbearbeitet werden, indem Löcher geschlossen bzw. Scan-Fehler behoben werden. Danach erfolgt eine Zusammenführung der beiden Modelle in ein Auswertungsprojekt. In dem Auswertungsprojekt werden die Scan-Daten mit den MPI-Daten überlagert. Für die Überlagerung werden unterschiedliche Strategien eingesetzt. Sehr oft kommt der so genannte „Best-Fit“-Algorithmus zum Einsatz. Bei diesem Algorithmus werden die Abweichungen zwischen dem Referenzteil und dem Auswerteteil berechnet. Das Auswerteteil wird von der Software solange im Raum verschoben, bis die Abweichungen über den gesamten relevanten Bereich minimal sind. Im Anschluss wird ein maßlicher Vergleich der beiden Geometrien und eine Abweichungsanalyse durchgeführt. Im Folgenden ist ein Beispiel für den Arbeitsablauf einer messtechnischen Auswertung anhand eines Vergleichs zwischen CAD-Sollgeometrie und einem gescannten Bauteil dargestellt (Bild 89) [23].

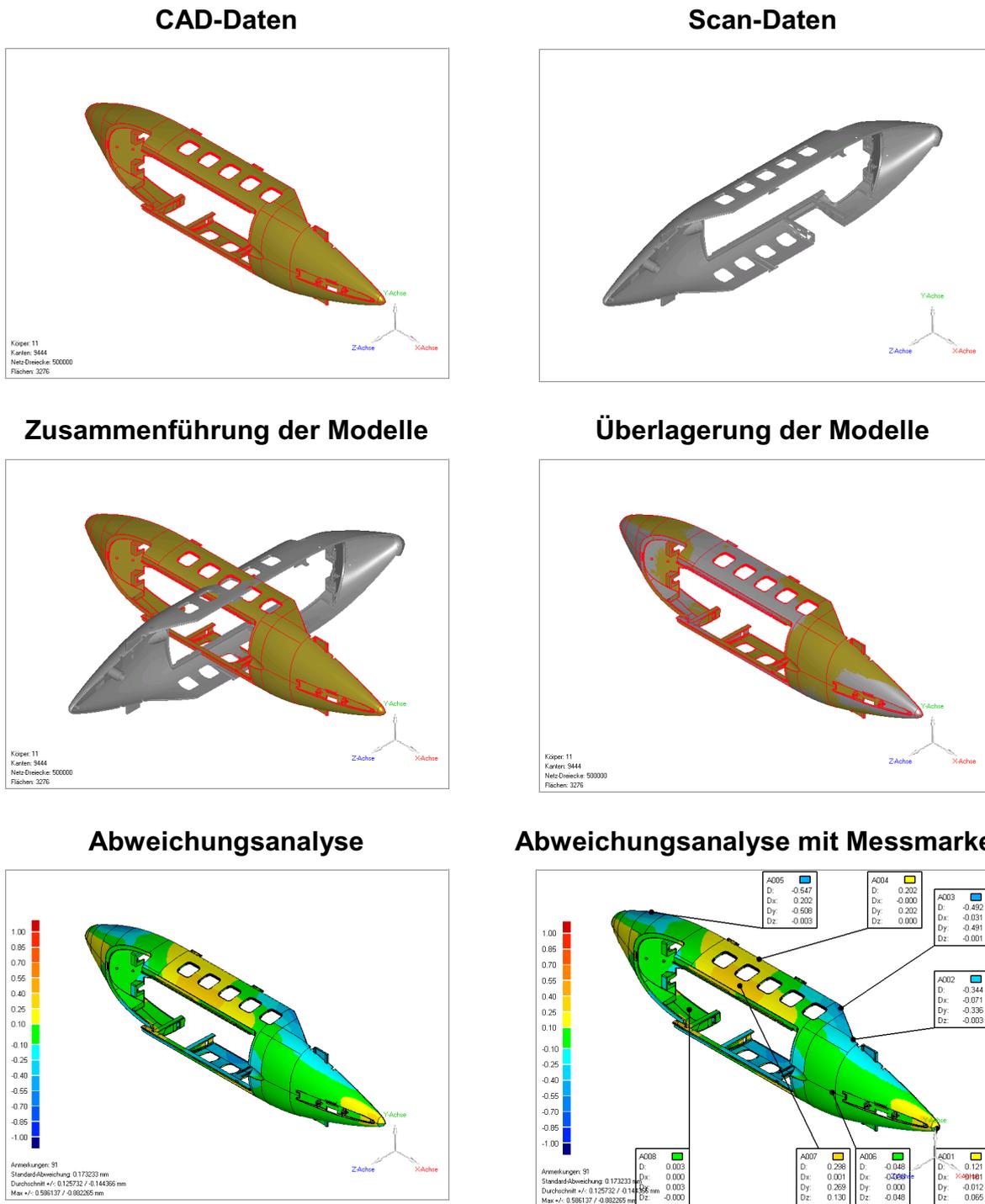


Bild 89: Arbeitsablauf für die messtechnische Auswertung von Bauteildigitalisierungen [23].

Die maßlichen Abweichungen der Scan-Daten von den CAD-Daten werden farblich dargestellt. Auf Basis dieser Überlagerung sind unterschiedliche Auswertungen möglich. Es können z. B. bestimmte Maße dreidimensional vermessen oder Abweichungen an Kontrollpunkten der Bauteiloberfläche angezeigt werden. Des Weiteren können Schnitte durch das Bauteil gelegt und vermessen werden [23].

Um die Auswertungen übersichtlicher zu gestalten, wurden für die gewählten Schachtelwerkzeuge repräsentative Vergleichsmaße nach Bild 90 ausgewählt.

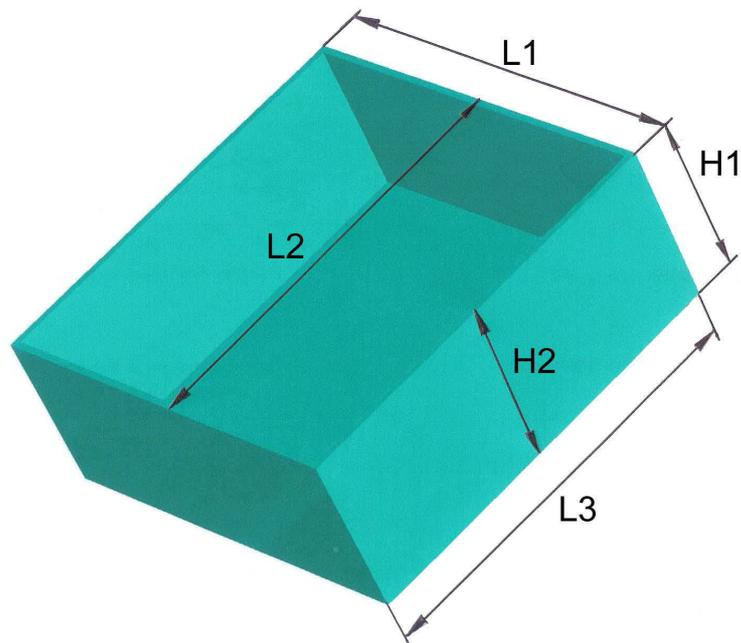


Bild 90: Vergleichsmaße der untersuchten Schachtelformteile für die Evaluierung der Berechnungsergebnisse von MPI [70].

Aus Symmetriegründen und um die Anzahl der zu vergleichenden Maße überschaubar zu halten, wurden jeweils mehrere Maße zu einem Durchschnittswert zusammengefasst. So ergibt der Mittelwert der vier Längenmaße an der offenen Seite der Schachtel das Vergleichsmaß L1. Das Maß L2 setzt sich aus den zwei Längen in der Schachtelmitte zusammen. Die vier Längen der Grundfläche der Schachtel wurden als der Wert L3 berücksichtigt. Für die Höhe wurden einerseits die vier Werte an den Ecken zu dem Maß H1 sowie die vier Höhen jeweils in der Mitte der Seitenwände zum Maß H2 zusammengefasst. Die Werte dieser Vergleichsmaße werden mittels Geomagic Qualify[®] aus Schnittdarstellungen ermittelt, in denen definierte Dimensionen bemaßt werden können (siehe Beispiel in Bild 91).

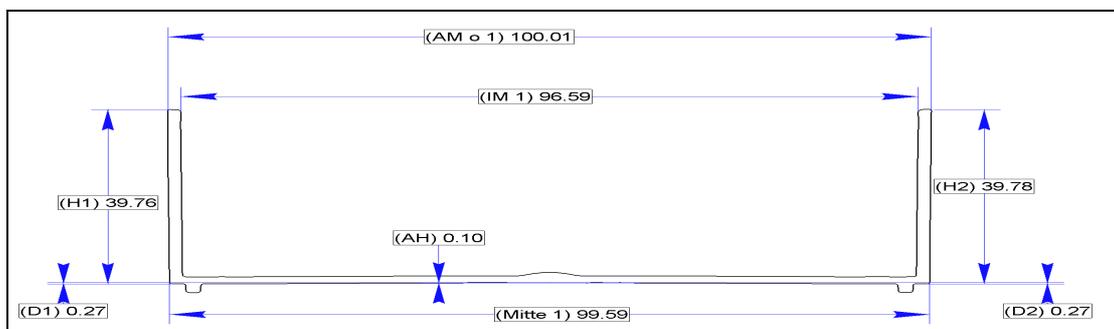


Bild 91: Beispiel eines bemaßten Schnittes durch ein Schachtelformteil in Geomagic Qualify[®] [25].

Aus MPI werden die Maße durch Auswahl der entsprechenden Knotenpunkte gewonnen. In Bild 92 ist ein Beispiel gezeigt, wie in MPI die Vergleichsmaße bzw. deren Deformationen ausgewertet werden. Durch die Knoten 3752 und 339 wird in diesem Fall die Änderung einer der vier Längen für die Bestimmung von L3 dargestellt. In der Infobox („Deflection Query“) am linken oberen Rand der Darstellung sind die Koordinaten der beiden ausgewählten Knoten sowie deren Abstand zueinander jeweils vor und nach der Deformation angegeben. Analog dazu lassen sich für alle in dieser Arbeit verwendeten Vergleichsmaße die Deformationswerte über die Knoten des FEM-Modells auswerten. Die Deformationen aller Knoten können aus MPI in ein Textfile exportiert werden, welches in weiterer Folge in Microsoft Excel importiert wird. Mit Hilfe eines Makros wurde die Auswertung der Maßänderungen für die gewünschten Dimensionen automatisiert.

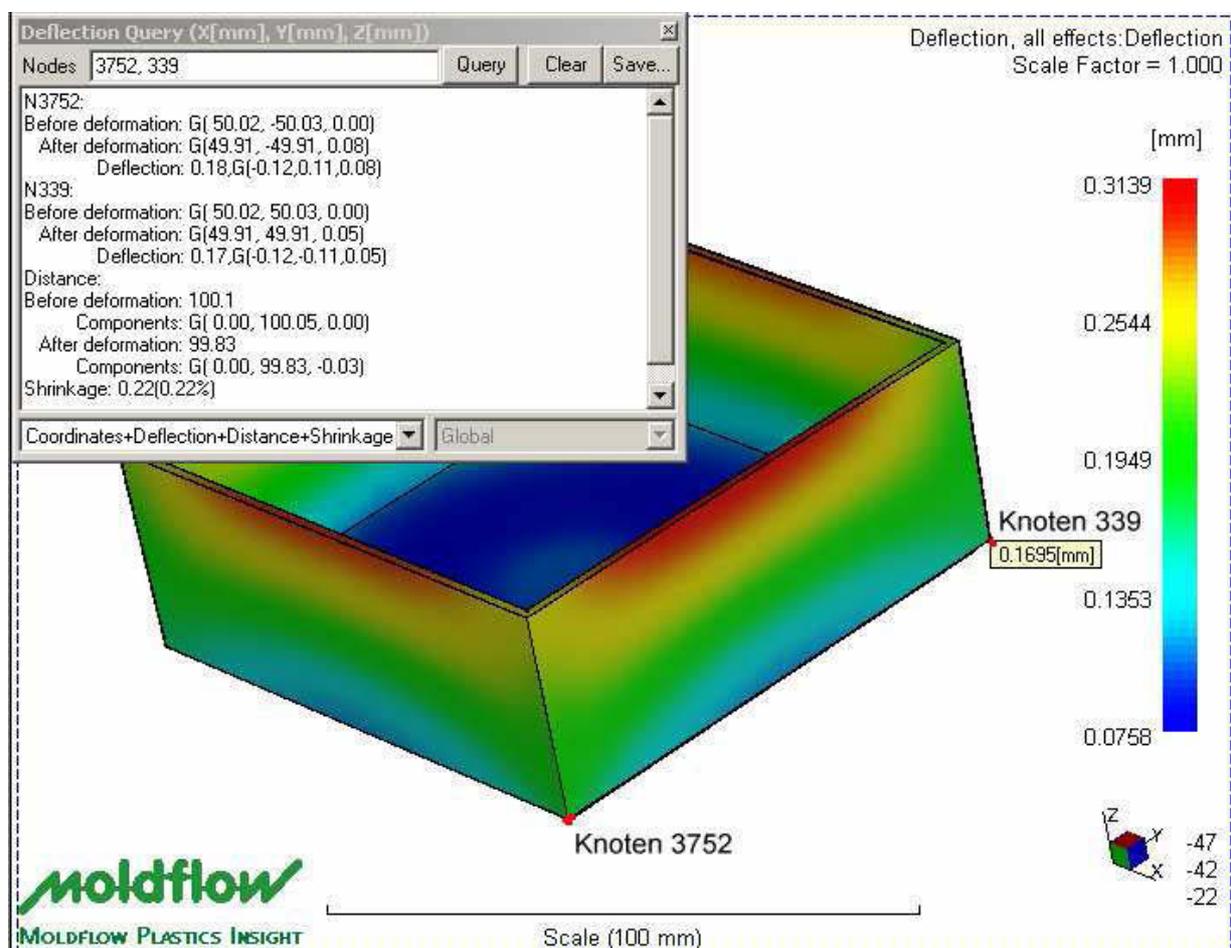


Bild 92: Beispiel für die Auswertung der berechneten Deformation eines Schachtel-formteils in MPI (Vergleichsmaß L3).

5.3 Berechnungsergebnisse und Vergleich mit experimentellen Daten

5.3.1 Amorphe Polymere

5.3.1.1 ABS Urtal M122

Mit dem Material Urtal M122 wurden vier verschiedene Schachtelgeometrien abgemustert, vermessen und mit MPI berechnet. Es handelt sich dabei um die folgenden Wanddickenkombinationen, welche in Kapitel 5.1, S. 115, in Bezug auf ihre Nomenklatur erläutert wurden: B1W1, B1W3, B3W1 und B3W3. Damit werden sowohl dünnwandige Bauteile mit 1 mm Wandstärke als auch dickwandigere mit 3 mm untersucht, sowie Kombinationen dieser beiden Wandstärken. Alle vier Formteilvarianten wurden als Fusion- und 3D-Modell erstellt und die Berechnungen mit den Prozessparametern aus den experimentellen Untersuchungen durchgeführt (wichtige Prozessparameter für Experiment und Berechnung siehe Anhang Kapitel 9.2, S. 151). Für die Fusion-Modelle wurde darauf geachtet, dass kein CRIMS-Modell verwendet wurde. Ziel sollte es sein, ohne die Korrekturfaktoren A_1 bis A_6 durch Einsatz der hcr-pvT-Daten die Vorhersage von Schwindung und Verzug zu verbessern. Die Verzugsergebnisse aus MPI wurden exportiert und mittels Makro in Microsoft Excel wurden die Deformationen der zuvor definierten Vergleichsmaße bestimmt. In den folgenden Darstellungen werden jeweils die Ergebnisse mit Standard-pvT-Daten und hcr-pvT-Daten den experimentellen Daten gegenübergestellt. Die angegebene Maßänderung ist jeweils in Prozent des Werkzeugmaßes zu verstehen (siehe S. 9).

In Bild 93 sind exemplarisch an der Schachtelvariante B3W1 die Ergebnisse für die 3D-Berechnungen dargestellt. Die Verwendung der hcr-pvT-Daten bringt eine Verbesserung der Berechnungsgenauigkeit mit sich. Das verzugsdominierte Längenmaß L2 weist jedoch sowohl mit den Standard- als auch mit den hcr-pvT-Daten eine große Abweichung von den Berechnungsergebnissen auf. Die anderen Vergleichsmaße stimmen vor allem mit den hcr-pvT-Daten gut mit den vermessenen Bauteilmaßen überein.

Analog zu den Berechnungen mit dem 3D-Modell werden in Bild 94 die Ergebnisse der Fusion-Berechnungen exemplarisch anhand der Bauteilvariante B3W1 analysiert. Auch bei dem Fusion-Modell bringt die Verwendung der hcr-pvT-Daten eine Verbesserung der Berechnungsergebnisse mit sich. Das Verzugsmaß L2 bereitet aber generell Probleme. Die Abweichungen zum Experiment sind hier noch relativ hoch, so dass noch weiterer Bedarf für eine Verbesserung der Vorhersagegenauigkeit gegeben wäre.

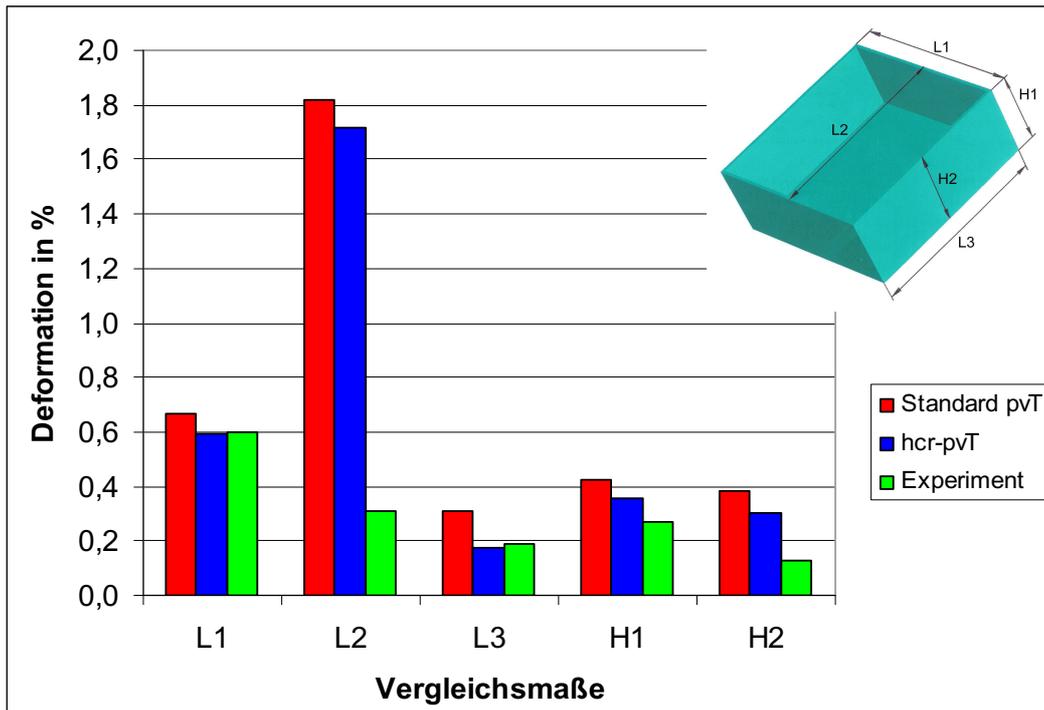


Bild 93: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Urteil M122 mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Formteilvariante B3W1 und das 3D-Modell.

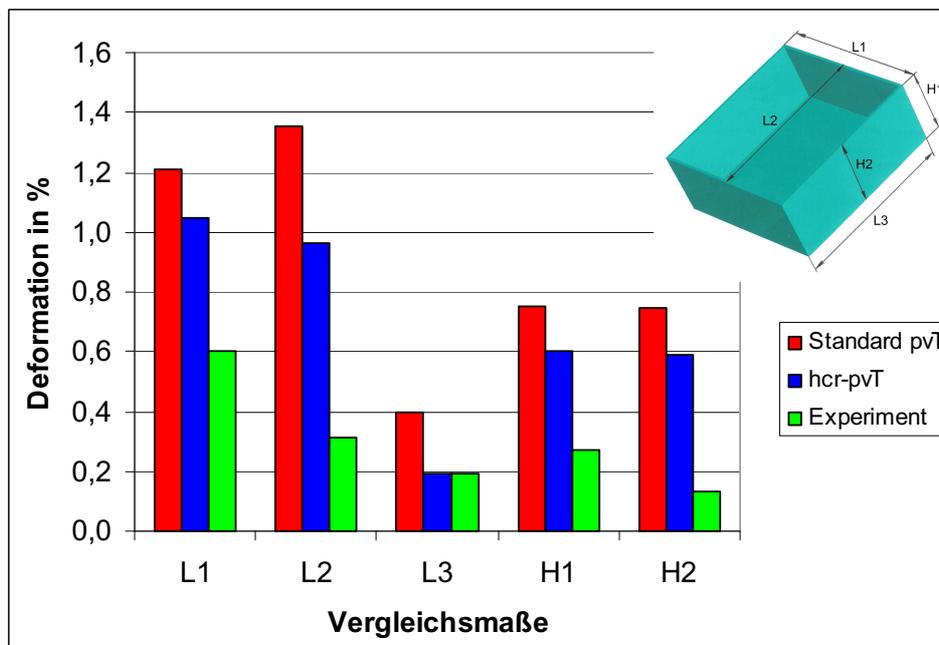


Bild 94: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Urteil M122 mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Formteilvariante B3W1 und das Fusion-Modell.

5.3.1.2 Polystyrol 454 C

Analog zu den Untersuchungen mit dem Material Urtal M122 wurden mit Polystyrol 454 C für ein weiteres amorphes Material vermessene Bauteile mit Berechnungsergebnissen verglichen. Für den experimentellen Vergleich stand das bereits vorgestellte Schachtelwerkzeug zur Verfügung, wobei für dieses Material die Variante mit konstanten 1,8 mm Wanddicke abgemustert, vermessen [25], modelliert und berechnet wurde (wichtige Prozessparameter für Experiment und Berechnung siehe Anhang Kapitel 9.2, S. 151).

Auch für dieses Material und diese Formteilgeometrie wurden jeweils ein 3D-Modell und ein Fusion-Modell erstellt. In Bild 95 und Bild 96 sind die Ergebnisse für ausgewählte Vergleichsmaße zusammengefasst.

Mit Ausnahme des Längenmaßes L3 beim 3D-Modell wurde sowohl mit dem 3D-Modell als auch mit dem Fusion-Modell eine Verbesserung der Verzugsvorhersage erzielt, wenn statt der Standard-pvT-Daten die hcr-pvT-Daten verwendet wurden.

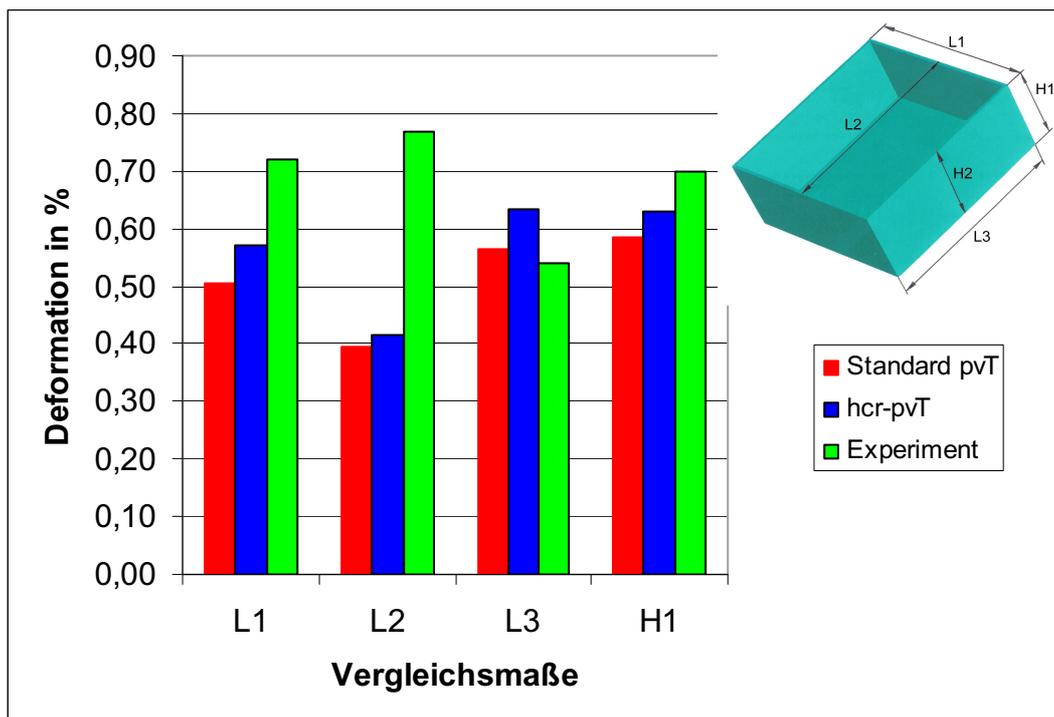


Bild 95: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Polystyrol 454 C mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Schachtel mit 1,8 mm Wandstärke (3D-Modell).

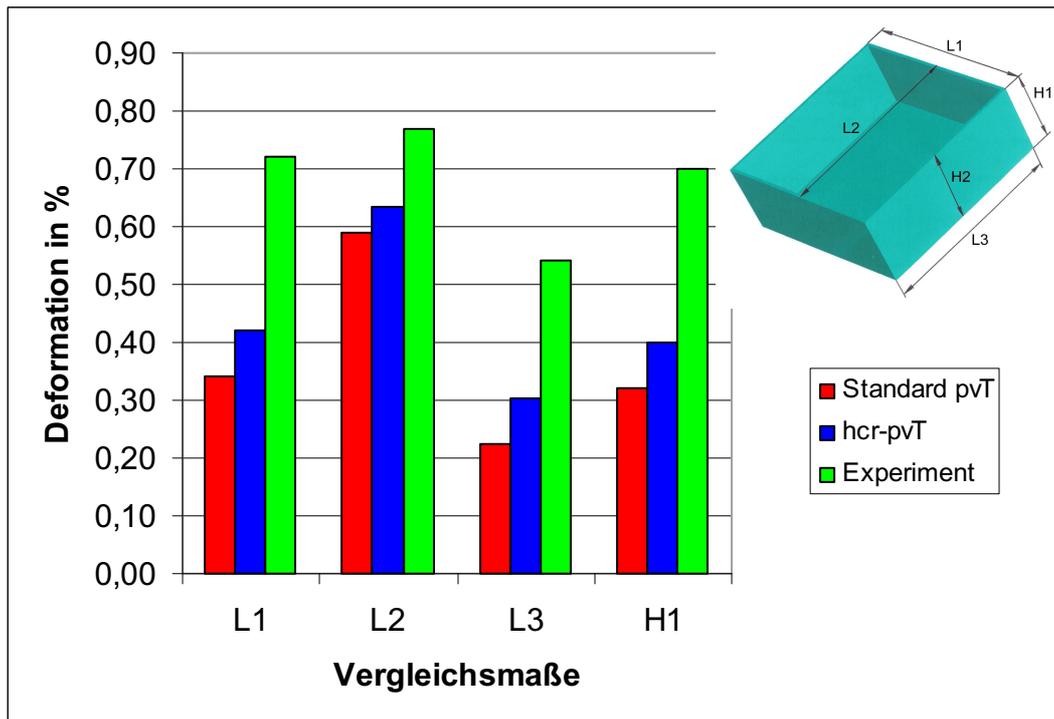


Bild 96: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Polystyrol 454 C mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Schachtel mit 1,8 mm Wanddicke (Fusion-Modell).

Zusammenfassung der Ergebnisse der untersuchten amorphen Polymere:

Bei den beiden untersuchten amorphen Polymeren Urtal M122 (ABS) und Polystyrol 454 C konnte festgestellt werden, dass die Verwendung von pvT-Daten, die bei prozessnahen Abkühlraten gemessen wurden, Verbesserungen bei der rechnerischen Vorhersage von Schwindung und Verzug mit MPI bringen. Es gibt bei den betrachteten Bauteilen und ausgewählten Vergleichsmaßen vereinzelte Ergebnisse, die einen gegenteiligen Effekt zeigen, insbesondere bei den Berechnungen mit dem 3D-Modell. Hier besteht noch Bedarf nach weiteren Untersuchungen, um eine allgemein gültige Aussage in Hinblick auf das Verbesserungspotential der Simulationsberechnungen durch Verwendung der hcr-pvT-Daten treffen zu können.

5.3.2 Teilkristalline Polymere

5.3.2.1 PP Hostacom BR 735 G

Für das teilkristalline Material Hostacom BR 735 G (PP) wurden wie bei dem zuvor vorgestellten ABS vier Schachtelvarianten gespritzt, vermessen, mit MPI modelliert und berechnet (wichtige Prozessparameter für Experiment und Berechnung siehe Anhang, Kapitel 9.2, S. 151). Die Ergebnisse der Verzugsberechnung sind in den folgenden Diagrammen mit den realen vermessenen Bauteilmaßen gemeinsam dargestellt. Es wurden wieder die vier Wanddickenkombinationen B1W1, B1W3, B3W1 und B3W3 hergestellt und die Vergleichsmaße L1, L2, L3, H1 und H2 ausgewertet (siehe Kapitel 5.1, Seite 115 ff. bzw. Bild 90, S. 124).

Zunächst werden die Ergebnisse des 3D-Modells exemplarisch für die Wanddickenvariante B3W3 in Bild 97 abgebildet. Der Vergleich mit dem realen Bauteil zeigt, dass für dieses Material die Verwendung von hcr-pvT-Daten die Vorhersagegenauigkeit von Schwindung und Verzug mit MPI bei Verwendung des 3D-Modells erhöht. Die größten Abweichungen gibt es generell für das Vergleichsmaß L2, welches stark durch den Verzug der Seitenwände beeinflusst wird.

Die Berechnungsergebnisse mit dem Fusion-Modell sind beispielhaft für das Bauteil B3W3 in Bild 98 dargestellt. Im Gegensatz zu den Ergebnissen der 3D-Modelle wirkt sich bei dem Fusion-Modell die Verwendung der hcr-pvT-Daten für dieses Material negativ auf die Vorhersagegenauigkeit von Schwindung und Verzug aus. Die größten Abweichungen zur Realität sind auch bei dem Fusion-Modell bei dem Vergleichsmaß L2 zu erkennen. Generell kann hier festgestellt werden, dass auch die Ergebnisse, die mit Standard-pvT-Daten berechnet wurden, nicht besonders gut mit den realen Bauteilmaßen übereinstimmen. Der Grund dafür liegt wohl in den wesentlich komplexeren Vorgängen beim Auskühlen von teilkristallinen Materialien im Vergleich zu den zuvor untersuchten amorphen Thermoplasten.

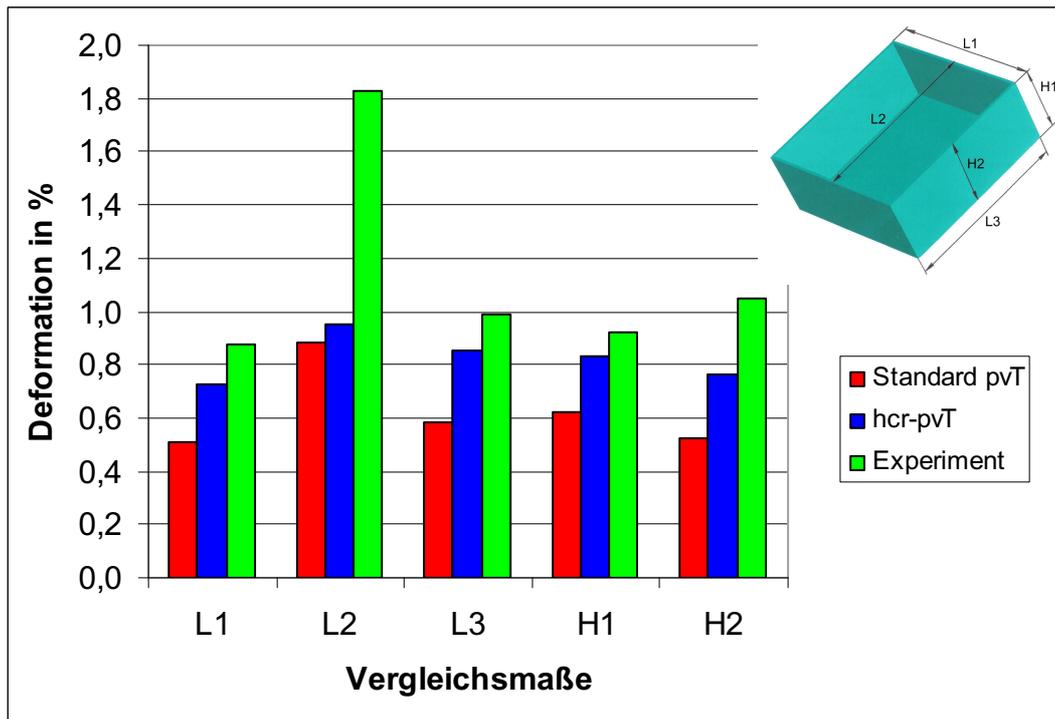


Bild 97: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Hostacom BR 735 G mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Formteilvariante B3W3 und das 3D-Modell.

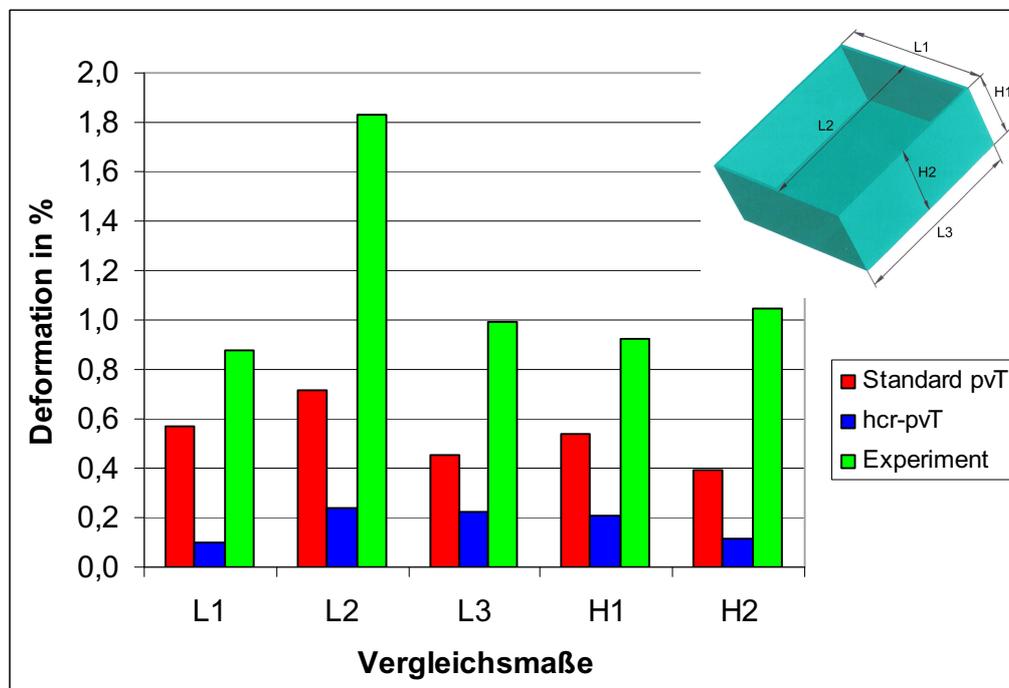


Bild 98: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Hostacom BR 735 G mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Formteilvariante B3W3 und das Fusion-Modell.

5.3.2.2 POM Ultraform N2320

Als zweites teilkristallines Material wurde die POM-Type Ultraform N2320 untersucht. In diesem Fall wurde wieder die Schachtelvariante mit einer konstanten Wanddicke von 1,8 mm gespritzt, mittels 3D-Scanner ATOS II SO vermessen und die vermessenen realen Vergleichsmaße mit den Berechnungsergebnissen für das 3D- bzw. das Fusion-Modell verglichen (Bild 99 und Bild 100). Wichtige Prozessparameter für Experiment und Berechnung sind im Anhang zusammengefasst (siehe Kapitel 9.2, S. 151).

Hier gilt wiederum, dass das Maß L2, mit dem das Einfallen der Seitenwände beschrieben wird, am schlechtesten durch die Berechnung reproduziert werden kann. Sowohl beim 3D- als auch beim Fusion-Modell sind für alle untersuchten Vergleichsmaße die Berechnungsergebnisse mit den Standard pvT-Daten genauer als die Ergebnisse, die mit den hcr-pvT-Daten erzielt wurden. Dieser Effekt könnte damit erklärt werden, dass die Verschiebung der hcr-pvT-Kurven gegenüber den Standard-Kurven, die durch die hohe Abkühlrate bedingt ist, durch eine gegenläufige Verschiebung durch scherinduzierte Kristallisation kompensiert wird. In Folge stellen letztlich die Standard-pvT-Daten für teilkristalline Thermoplaste einen gangbaren Kompromiss dar, um ausreichend genaue Schwindungs- und Verzugsvorhersagen mit MPI treffen zu können.

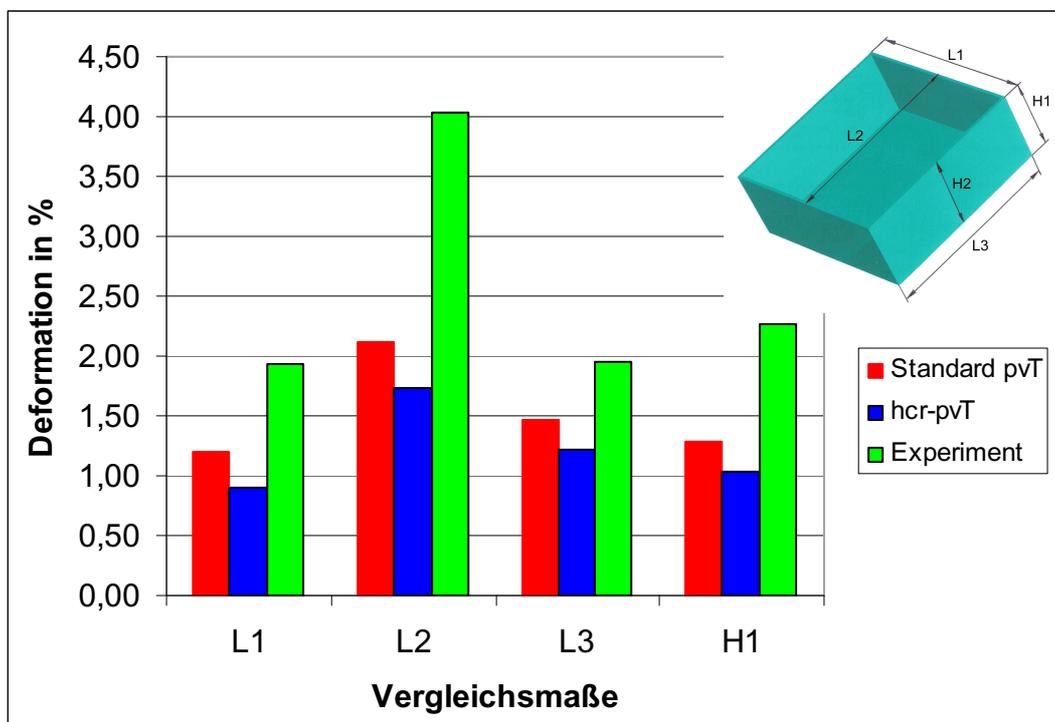


Bild 99: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Ultraform N2320 mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Schachtel mit 1,8 mm Wandstärke (3D-Modell).

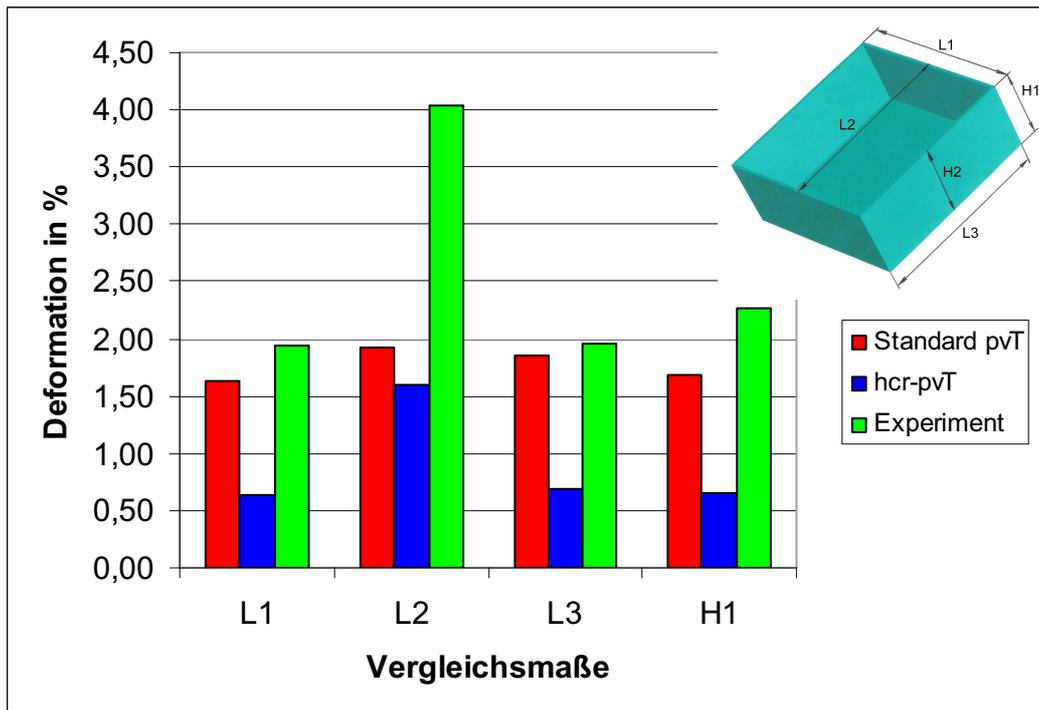


Bild 100: Gegenüberstellung der MPI-Berechnungsergebnisse für Ultraform N2320 mit Standard-pvT-Daten (rot), hcr-pvT-Daten (blau) und experimentellen Ergebnissen (grün) für die Schachtel mit 1,8 mm Wandstärke (Fusion-Modell).

Zusammenfassung der Ergebnisse der untersuchten teilkristallinen Polymere:

Bei den beiden untersuchten teilkristallinen Polymeren Hostacom BR 735 G (PP) und Ultraform N2320 (POM) konnte keine eindeutige Tendenz gefunden werden, ob die Verwendung der hcr-pvT-Daten eine Verbesserung der Berechnungsgenauigkeit von Schwindung und Verzug mit MPI bringt. Während unter Verwendung des 3D-Modells teilweise Verbesserungen mit den hcr-pvT-Daten erzielt werden konnten, gibt es eine Mehrzahl an Ergebnissen, die durch die Verwendung der hcr-pvT-Daten sogar verschlechtert wurden. Eine Hauptursache kann darin vermutet werden, dass das Schwindungsverhalten bei teilkristallinen Thermoplasten stark durch die Kristallisation beeinflusst wird, bei der neben der Abkühlgeschwindigkeit auch die eingebrachte Scherung einen wichtigen Einflussfaktor darstellt. Dieser Einfluss wird aber bei der Messung mit dem hcr-pvT-Gerät nicht berücksichtigt und dürfte daher die Ursache der uneinheitlichen Ergebnisse sein. Für diese Materialklasse wird es daher nicht ausreichend sein, die pvT-Daten bei prozessnahen Abkühlraten zu messen. Eine physikalische Modellierung des Kristallisationsprozesses unter Berücksichtigung der Kristallisationskinetik scheint der einzige Weg zu sein, um für teilkristalline Thermoplaste eine signifikante Verbesserung der Vorhersagegenauigkeit von Schwindung und Verzug mit MPI erzielen zu können.

6 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Thematik aufgegriffen, dass die Simulation von Schwindung und Verzug von spritzgegossenen thermoplastischen Kunststoffbauteilen nach wie vor nicht den Grad an Zuverlässigkeit bietet, wie sie von Werkzeugbauern gewünscht wird. Ein wesentlicher Faktor für die Qualität der Berechnungsergebnisse ist neben den entsprechenden physikalischen Modellen und numerischen Methoden der Simulations-Software die Verwendung von realitätsnahen Materialdaten. Insbesondere die pvT-Daten haben einen großen Einfluss auf die Schwindungs- und Verzugsergebnisse. Diese werden üblicherweise standardmäßig bei Abkühlraten von ca. 0,1 K/s gemessen, was um mehr als zwei Größenordnungen unter den tatsächlich im Spritzgießprozess auftretenden Bedingungen liegt. Daraus leitete sich die Motivation dieser Arbeit her, durch eine Verbesserung der Messmethodik für die Ermittlung von pvT-Daten auch die Simulationsergebnisse mit Moldflow Plastics Insight (MPI) zu verbessern.

Eine neue Messapparatur für die Messung der pvT-Daten bei prozessnahen Abkühlraten (hcr-pvT für high cooling rate – pvT) wurde entwickelt. Diese Apparatur wurde in ihrem Aufbau und der Funktionsweise dargestellt, die Auswertetechnik beschrieben und Messergebnisse mit Standard-Messungen verglichen.

Weiters wurden die ermittelten hcr-pvT-Daten dafür verwendet, um ein schachtelförmiges Versuchsbauteil mit MPI zu berechnen und die Ergebnisse einerseits den erzielten Berechnungsergebnissen mit Standard pvT-Daten gegenüberzustellen und andererseits mit den gespritzten und mittels 3D-Scanner vermessenen Schachteln zu vergleichen. Im Folgenden werden die erzielten Ergebnisse kurz zusammengefasst.

hcr-pvT-Messgerät

Das Grundprinzip des hcr-pvT-Messgeräts, welches im Rahmen dieser Arbeit beschrieben wurde, besteht darin, dass eine kreisförmige Scheibe mit 60 mm Durchmesser und einer variablen Wanddicke von ca. 0,8 bis max. 10 mm in einem Ofen aufgeschmolzen und anschließend in einer mit Kühlkanälen temperierten Messzelle komprimiert wird. Die Proben können entweder im Spritzgießverfahren oder mittels einer Vakuumpresse hergestellt werden. Um die thermischen Verhältnisse beim Aufheizen und Abkühlen der Probe zu untersuchen, wurden mit dem FEM-Programm ABAQUS[®] Berechnungen durchgeführt, auf deren Basis der Messablauf optimiert wurde.

Für die Auswertung wurde der Hydraulikdruck des Messkolbens, die Dickenänderung der Probe, die Massetemperatur am Beginn der Messung sowie die Messzellentemperatur gemessen. Mit diesen Messwerten wurde zunächst der Verlauf der über die Probendicke gemittelten Temperatur als Funktion der Zeit berechnet. Dies ge-

schah über ein Auswerteprogramm auf Basis der Finiten Differenzen Methode, welches in Microsoft Excel für diesen Zweck erstellt wurde. Über die Probenmasse und die gemessene Volumenänderung konnte anschließend das spezifische Volumen als Funktion von Druck und Temperatur ausgewertet werden.

Messergebnisse mit dem hcr-pvT-Gerät

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei amorphe und zwei teilkristalline Thermoplaste untersucht. Die Vertreter der amorphen Polymere waren Urtal M122, eine ABS-Type der Firma Enichem Polimeri (heute Polimeri Europa, San Donato Milanese, Italien) sowie Polystyrol 454 C der Firma BASF (Ludwigshafen, Deutschland). Als teilkristalline Materialien wurden Hostacom BR 735 G, eine PP-Type der Firma Basell Polyolefins (Hoofddorp, Niederlande), sowie Ultraform N2320, eine POM-Type der Firma BASF (Ludwigshafen, Deutschland) ausgewählt.

Für diese Materialien wurden Messungen mit der hcr-pvT-Apparatur bei unterschiedlichen Wanddicken und Messzellen-Temperaturen durchgeführt, wobei festgestellt wurde, dass der Einfluss der Messzellentemperatur vernachlässigt werden kann und auch die Probendicke im Rahmen der untersuchten Bereiche (von 2 mm bis 3,5 mm, entsprechend den typischen Kunststoffanwendungen) keinen signifikanten Einfluss auf die Kurvenverläufe ausübt. Die durchschnittlichen Abkühlraten der Messungen liegen in der Größenordnung von 15 K/s, was einem Faktor 150 verglichen mit der Standardmessung entspricht.

Bei den amorphen Thermoplasten konnte eine Verschiebung der hcr-pvT-Kurven gegenüber den Standard-pvT-Messungen im Bereich unterhalb der Glasübergangstemperatur festgestellt werden. Die hohe Abkühlrate wirkt einer dichten Anordnung der Molekülketten entgegen, so dass ein signifikant höheres spezifisches Volumen im Feststoffbereich vorliegt. Weiters ist der markante Knick in den Kurven, der den Übergang zwischen Schmelze und Glaszustand kennzeichnet, bei den hcr-pvT-Kurven nicht mehr so scharf ausgeprägt.

Bei den teilkristallinen Thermoplasten war die Abweichung gegenüber Standard-Messungen wesentlich dramatischer zu erkennen. Die Materialien zeigten sogar nahezu amorphen Charakter in Bezug auf den Kurvenverlauf, und der Übergang zwischen Schmelze und Feststoff liegt, sofern noch eindeutig zu erkennen, deutlich unter dem Wert der Standardmessung. Auch bei den teilkristallinen Materialien liegt das Niveau des spezifischen Volumens im Feststoffbereich deutlich höher als bei Standardbedingungen, was ähnlich erklärt werden kann wie zuvor bei den amorphen Thermoplasten.

Einfluss der hcr-pvT-Daten auf Berechnungsergebnisse mit MPI

Mit den 4 ausgewählten Materialien wurden schachtelförmige Versuchsbauteile hergestellt, die unterschiedliche Wanddickenvariationen aufwiesen. Diese Bauteile wurden mittels optischem 3D-Scanner ATOS II SO digitalisiert. Mit der kommerziellen Spritzgieß-Simulationssoftware Moldflow Plastics Insight wurden diese Bauteile inklusive Anguss- und Kühlsystem als 3D- und als Fusion-Modell modelliert und mit den in den experimentellen Untersuchungen verwendeten Prozessparametern simuliert. Für die Auswertung der Schwindungs- und Verzugsberechnung wurden repräsentative Vergleichsmaße ausgewählt. Die berechneten Maßänderungen der Vergleichsmaße wurden mit den vermessenen Bauteillängen verglichen, wobei die Berechnungen jeweils mit Standard-pvT-Daten als auch mit den neu ermittelten hcr-pvT-Daten durchgeführt wurden, um das Verbesserungspotential sichtbar machen zu können.

Für die untersuchten amorphen Kunststoffe konnte eine Verbesserung der Berechnungsgenauigkeit durch die Verwendung der hcr-pvT-Daten in MPI erzielt werden, obwohl teilweise Ergebnisse vorliegen, die bei einzelnen Vergleichsmaßen sogar eine Verschlechterung zeigen. Dennoch kann insgesamt ein positiver Effekt festgestellt werden.

Bei den teilkristallinen Thermoplasten gibt es kein eindeutiges Bild in den Ergebnissen. Einigen Verbesserungen in den Verzugsergebnissen stehen in vielen Fällen auch Verschlechterungen durch den Einsatz der hcr-pvT-Daten gegenüber. Eine Erklärung dafür könnte darin gesehen werden, dass der Kristallisationsprozess wesentlich komplexer ist als der Abkühlvorgang bei amorphen Polymeren und nicht nur von der Abkühlrate sondern auch von der zuvor eingebrachten Scherung abhängt (scherinduzierte Kristallisation), die mit dem hcr-pvT-Messgerät nicht berücksichtigt werden kann. Auf Basis der Arbeiten von van der Beek et. al. [63],[64] kann vermutet werden, dass die Verschiebung aufgrund der realitätsnahen Abkühlrate durch eine gegenläufige Verschiebung der Kurve durch scherinduzierte Kristallisation kompensiert wird, so dass die Ergebnisse, die mit Hilfe der Standard-pvT-Daten erzielt wurden, bei den untersuchten teilkristallinen Polymeren tendenziell näher an den realen Bauteilmaßen lagen.

Ausblick

Während für amorphe Thermoplaste die Verwendung der hier vorgestellten hcr-pvT-Daten eine Verbesserung der Berechnungsgenauigkeit von Schwindung und Verzug mit MPI erzielt werden kann, muss für teilkristalline Thermoplaste mehr berücksichtigt werden, als die alleinige Messung der pvT-Daten bei prozessnahen Abkühlraten. Hier wurde bereits auf einen vielversprechenden Ansatz von Moldflow verwiesen, in welchem versucht wird, auf physikalischer Basis den Kristallisationsvorgang rechen-technisch abzubilden und damit auf die komplexen Vorgänge im Material während der Ab-

kühlphase besser einzugehen [32]. Dabei findet insbesondere das Phänomen der scherinduzierten Kristallisation, welches unter anderem in den Arbeiten von Eder und Janeschitz-Kriegl [21] ausführlich beschrieben wurde, Berücksichtigung. Aufgrund der sehr komplexen Vorgänge und aufwändigen Materialdatenermittlung für die Kristallisationsmodelle ist es jedoch noch nicht absehbar, wann eine kommerziell erhältliche Version dieser Kristallisationsberechnungen auf breiter Basis für die Vielzahl an eingesetzten Polymeren verfügbar sein wird.

7 Literatur

- [1] *Acierno, S.; Palomba, B.; Winter, H.H.; Grizzuti, N.:* Effect of molecular weight on the flow-induced crystallization isotactic poly(1-butene). *Rheologica Acta*, 42, S. 243-250. 2003.
- [2] *Baaijens, F.P.T.:* Calculation of residual stress in injection moulded products. *Rheologica Acta*, 30, S. 284-299. 1991.
- [3] *Bandion, C.:* Auswirkungen von Messfehlern bei der Stoffdatenbestimmung auf die Ergebnisse von Moldflow Simulationen. Studienarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2006.
- [4] *Bendada, A.; Derdouri, A.; Lamontagne, M.; Simard, Y.:* Analysis of thermal contact resistance between polymer and mold in injection molding. *Applied Thermal Engineering* 24, S. 2029-2040. 2004.
- [5] *Bhatt, S.M.; McCarthy, S.P.:* Pressure, volume and temperature (PvT) apparatus for computer simulations in injection molding. ANTEC Conference proceedings, pt. 2, S. 1831-1832. 2007.
- [6] *Bluhm, R., Hohenauer K., von Oepen R., Robers T., Vaculik R.:* Prozessführung beim Spritzgießen - Neue Maschinen-, Mess-, und Regelungskonzepte. Tagungsband zum 17. IKV-Kolloquium Aachen. 1994.
- [7] *Le Bot, P.:* Comportement Thermiques Des Semi-Cristallins Injectes Application à la Prediction Des Retraits. PhD thesis, Université de Nantes. 1988.
- [8] *Böröcz, Z. K.:* Optische Erfassung und numerische Analyse von Kontakten in der dynamischen Okklusion mittels digitalisierter Situationsmodelle. Dissertation an der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster. 2004.
- [9] *Braun, J.; Wippel, H.; Eder, G.; Janeschitz-Kriegl, H.:* Industrial solidification processes in polybutene-1. Part II – influence of shear flow. *Polymer Engineering and Science*, 43, S. 188-203. 2003.
- [10] *Brunmayr, J.:* Probenvorbereitung und Optimierung des Messvorgangs einer neuen pvT-Messapparatur für hohe Abkühlgeschwindigkeiten. Studienarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2007.
- [11] *Bushman, A.C.; McHugh, A.J.:* A continuum model for the dynamics of flow-induced crystallization. *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 34, S. 2393-2407. 1996.
- [12] *Chakravorty, S.:* PVT testing of polymers under industrial processing conditions. *Polymer Testing* 21 (3), S. 313-317. 2002.

- [13] *Chang, R.Y.; Chen, C.H.; Su, K.S.*: Modifying the tait equation with cooling rate effects to predict the pressure-volume-temperature behaviors of amorphous polymers: Modelling and experiments. *Polymer Engineering and Science*, 36(13). S. 1789-1795. 1996.
- [14] *Coppola, S.; Grizzuti, N.; Maffettone, P.L.*: Microrheological modeling of flow-induced crystallization. *Macromolecules*, 34, S. 5030-5036. 2001.
- [15] *Crank, J.; Nicolson, P.*: A Practical Method for Numerical Evaluation of Solutions of Partial Differential Equations of the Heat Conduction Type. *Proceedings of the Cambridge Philosophical Society* 43, S. 50-64. 1947.
- [16] *Delaunay, D.; Le Bot, P.; Fulchiron, R.; Luye, J.F.; Regnier, G.*: Nature of contact between polymer and mold in injection molding. Part i: Influence of a non-perfect thermal contact. *Polymer Engineering and Science*, 40, S. 1682-1691. 2000.
- [17] *Doufas, A.K.; Dairanieh, I.S.; McHugh, A.J.*: A continuum model for flow-induced crystallization of polymer melts. *Journal of Rheology*, 43, S. 85-109. 1999.
- [18] *Doufas, A.K.; McHugh, A.J.*: Simulation of melt spinning including flow-induced crystallization. Part II. Quantitative comparisons with PET spinline data. *Journal of Rheology*, 45, S. 403-420. 2001.
- [19] *Doufas, A.K.; McHugh, A.J.; Miller, C.*: Simulation of melt spinning including flow-induced crystallization. part i. model development and predictions. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 92, S. 27-66. 2000.
- [20] *Doufas, A.K.; McHugh, A.J.; Miller, C.; Immaneni, A.*: Simulation of melt spinning including flow-induced crystallization. part ii. quantitative comparisons with industrial spinline data. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 92, S. 81-103. 2000.
- [21] *Eder, G.; Janeschitz-Kriegl, H.*: Crystallization. In H.E.H. Meijer, ed, *Processing of Polymers*, chapter 5 in volume 18 of *Material Science and Technology*, eds. R.W. Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, D, S. 269-344. 1997.
- [22] *Eder, G.; Janeschitz-Kriegl, H.; Liedauer, S.*: Crystallization processes in quiescent and moving polymer melts under heat transfer conditions. *Prog. Polym. Sci.*, 15, S. 629-714. 1990.
- [23] *Fischer, K.*: Expertensystem für die Entwicklung spritzgegossener Formteile aus polymeren Werkstoffen. Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2007.
- [24] *Gäng, L.-A.*: Präzisionsspritzteile durch rechnerunterstütztes Optimieren der Prozessparameter. Dissertation an der Univ. Stuttgart. 1986.
- [25] *Gallaun, U.*: Einfluss von pvT-Daten auf Berechnungen in Moldflow Plastics Insight. Studienarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2006.

- [26] Guo, X.; Isayev, A.I.; Guo, L.: Crystallinity and microstructure in injection molding of isotactic polypropylenes. Part 1: A new approach to modelling and model parameters. *Polymer Engineering and Science*, 39, S. 2096-2114. 1999.
- [27] Han, S.; Wang, K.K.: Use of the fast cool pVT-data for shrinkage analysis in injection molding. *International Polymer Processing*, 17 (1), S. 67-75. 2002.
- [28] He, J.; Zoller, P.: Crystallization of polypropylene, nylon-66 and poly(ethyleneterephthalate) at pressures to 200 MPa: Kinetics and characterization of products. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 32, S. 1049-1067. 1994.
- [29] Hieber, C.A.: Modelling the pvt behavior of isotactic polypropylen. *International Polymer Processing*, 3, S. 249-256. 1997.
- [30] Kamal, M.R.; Mutel, A.T.; Salloum, G.; Garcia-Rejon, A.: Heat transfer measurement at the mold surface during injection molding of thermoplastic melts. ANTEC Conference, Montreal, S. 483-487. 1991.
- [31] Kennedy, P.: *Flow Analysis of Injection Molds*. Carl Hanser Verlag. Munich, Vienna, New York. 1995.
- [32] Kennedy, P.: *Practical and Scientific Aspects of Injection Molding Simulation*. Dissertation an der Technischen Universiteit Eindhoven. 2008.
- [33] Koscher, E.; Fulchiron, R.: Influence of shear on polypropylene crystallization: Morphology development and kinetics. *Polymer*, 43, S. 6931-6942. 2002.
- [34] Kumaraswamy, G.; Issaian, A.M.; Kornfield, J.A.: Shear enhanced crystallization in isotactic polypropylene. 1. Correspondence between in situ rheo optics and ex situ structure determination. *Macromolecules*, 32, S. 7537-7547. 1999.
- [35] Langecker, G.R.: *Vorlesungsunterlagen aus Kunststoffverarbeitung I*. Montanuniversität Leoben. 2006.
- [36] Luyé, J.-F.; Régnier, C.; Le Bot, Ph.; Delaunay, D.; Fulchiron, R.: PVT measurement methodology for semicrystalline polymers to simulate injection-molding process. *Journal of Applied Polymer Science* 79 (2), S. 302-311. 2001.
- [37] Luyé, J.-F.: *Etude Thermophysique Du Refroidissement Du Polypropylene Injecte*. PhD thesis, L'Ecole Nationale Supérieure D'Arts et Metiers. Paris. 1999.
- [38] Massé, H.; Arquis, É.; Delaunay, D.; Quilliet, S.; Le Bot, P.H.: Heat transfer with mechanically driven thermal contact resistance at the polymer-mold interface in injection molding of polymers. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 47, S. 2015-2027. 2004.
- [39] Menges, G.: *Werkstoffkunde der Kunststoffe*. Carl Hanser Verlag, München, Wien. 1984.
- [40] Menges, G.; Michaeli, W.; Mohren, P.: *Spritzgießwerkzeuge*. 5. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, Wien. 1999.

- [41] *Michaeli, W.; Hentschel, M.P.; Lingk, O.*: A novel approach for measuring the specific volume of (semi-crystalline) polymers at elevated cooling rates using x-rays. ANTEC Conference proceedings, S. 1617-1621. 2007.
- [42] *Moldflow Pty. Ltd.*: Material Testing Procedures Manual. 259-261 Colchester Road, Kilsyth, Victoria, 3137, Australien. 1995.
- [43] *N. N.*: DIN 16901, Kunststoff-Formteile, Toleranzen und Abnahmebedingungen für Längenmaße. 1982.
- [44] *N.N.*: Übung optische Vermessung von Mikrostrukturen. Vorlesungs- und Übungsskriptum der TU Cottbus, Lehrstuhl für Mikrosystemtechnik.
- [45] *N.N.*: ATOS v5.3.0, Benutzerinformation. Gesellschaft für Optische Messtechnik. Braunschweig (D). 2004.
- [46] *N.N.*: Qualitätssicherung und 3D-Digitalisierung mit Photogrammetrie und Streifenprojektion. Publikation der Gesellschaft für Optische Messtechnik mbH. 2001.
- [47] *N.N.*: Programmhilfe von Moldflow Plastics Insight 6.1 Revision 2. Moldflow Cooperation Headquarters, Wayland, MA 01778, USA.
- [48] *Obendrauf, W.*: Neue Methoden zur Temperatur- und Dehnviskositätsmessung für die Simulation von Kunststoffverarbeitungsprozessen. Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 1996.
- [49] *Obendrauf W.*: Erfahrungen bei der Temperaturmessung mit Infrarot-Sensoren. Tagungsband zum 13. Leobener Kunststoff-Kolloquium, S. 15-1 - 15-24. 1994.
- [50] *Oehmke, F.; Wiegmann, T.*: Measuring PVT curves at high cooling rates. ANTEC Conference proceedings, pt. 2, S. 2247-2249. 1994.
- [51] *Pantani, R.; Titomanlio, G.*: Description of PVT behaviour of an industrial polypropylene-EPR copolymer in process conditions. Journal of Applied Polymer Science 81 (2), S. 267-278. 2001.
- [52] *Peinhopf, W.*: Auslegung von Spritzgießwerkzeugen mittels der Methode der Finiten Elemente. Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2000.
- [53] *Peters, G.W.M.; Swartjes, F.H.M.; Meijer, H.E.H.*: A recoverable strain-based model for flow-induced crystallization. Macromol. Symp., 185, S. 277-292. 2002.
- [54] *Reich, C.*: Vollständige optische Formerfassung durch photogrammetrische Verknüpfung von Teilflächen. Dissertation an der Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig. 1999.
- [55] *Rezayat, M.; Stafford, R.O.*: A thermoviscoelastic model for residual stress in injection moulded thermoplastics. Polymer Engineering and Science, 31, S. 393-398. 1991.

- [56] *Rhee, B.O.; Hieber, C.A.; Wang, K.K.*: Experimental investigation of thermal contact resistance in injection molding. ANTEC Conference proceedings, S. 496-500. 1994.
- [57] *Rietveld J., Budiman S.*: Real Time Measurement of Transient Polymer Melt Temperatures During the Injection Molding Process. Society of Plastic Engineers, Antec '90, S. 222-226. 1990.
- [58] *Schmidt T. W.*: Zur Abschätzung der Schwindung. Dissertation an der RWTH Aachen. 1986.
- [59] *Shen X., Malloy R., Pacini J.*: An Experimental Evaluation of Melt Temperature Sensors for Thermoplastic Extrusions. Society of Plastic Engineers, Antec '92, S. 918-926. 1992.
- [60] *Sukanek P. C., Campbell G. A.*: Transient Melt Temperatures in Screw Injection Molding. Society of Plastic Engineers, Antec '90, S. 218-221. 1990.
- [61] *Thomas, Ch.L.; Jiang, M.; Chen, Ch.-Ch.; Bur, A.J.*: An ultrasonic instrument for pVT characterization of polymer. ANTEC Conference proceedings, pt. 2, S. 2707-2714. 1995.
- [62] *Tucker III, Ch. L.*: Fundamentals of Computer Modeling for Polymer Processing. Carl Hanser Verlag, Munich, Vienna, New York. 1989.
- [63] *Van der Beek, M.H.E.; Peters, G.W.M.; Meijer, H.E.H.*: The influence of cooling rate on the specific volume of isotactic poly(propylene) at elevated pressures. Macromolecular Materials and Engineering, 290 (5), S. 443-455. 2005.
- [64] *Van der Beek, M.H.E.; Peters, G.W.M.; Meijer, H.E.H.*: A dilatometer to measure the influence of cooling rate and melt shearing on specific volume. International Polymer Processing, 20 (2), S. 111-120. 2005.
- [65] *Verein Deutscher Ingenieure (Hrsg.), Martin, H.*: VDI-Wärmeatlas. Berechnungsblätter für den Wärmeübergang, Ec 1-24. Fünfte, erweiterte Auflage, VDI Verlag GmbH, Düsseldorf. 1988.
- [66] *Vleeshouwers, S.; Meijer, H.E.H.*: A rheological study of shear induced crystallization. Rheologica Acta, 35, S. 391-399. 1996.
- [67] *Walsh, S.F.*: Shrinkage and warpage prediction for injection molded components. Journal of Reinforced Plastic. Compos., 12, S. 769-777. 1993.
- [68] *Yilmaz, A.*: FEM-Simulation der Aufheiz- und Abkühlvorgänge von Kunststoffproben in einer neuen pVT-Apparatur. Studienarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2007.
- [69] *Yu, C.J.; Sunderland, J.E.; Poli, C.*: Thermal contact resistance in injection molding. Polymer Engineering and Science 30 (24), S. 1599-1606. 1990.

- [70] *Zaucher, P.*: Untersuchungen zu Schwindung und Verzug von Schachtelformteilen mit verschiedenen Wanddickenkombinationen. Diplomarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben. 2007.
- [71] *Zheng, R.; Kennedy, P.*: Numerical simulation of crystallization in injection molding. In Proc. 6th World Congress of Chemical Engineering, Melbourne. September 2001.
- [72] *Ziabicki, A.*: Fundamentals of Fiber Formation. Wiley, New York. 1976.
- [73] *Zoller, P.*: Pressure-volume-temperature relationship of solid and molten polypropylene and poly(butane-1). Journal of Applied Polymer Science, 23, S. 1057-1061. 1979.
- [74] *Zoller, P.*: A study of the pressure-volume-temperature relationships of four related amorphous polymers: Polycarbonate, polyarylate, phenoxy, and polysulfone. Journal of Polymer Science, 20, S. 1453-1464. 1982.
- [75] *Zoller, P.; Fakhreddine, Y.*: Pressure-volume-temperature studies of semicrystalline polymers. Thermochimica Acta, 238, S. 397-415. 1994.
- [76] *Zuidema, H.; Peters, G.W.M.; Meijer, H.E.H.*: Influence of cooling rate on pvT-data of semicrystalline polymers. Journal of Applied Polymer Science 82 (5), S. 1170-1186. 2001.
- [77] *Zuidema, H.; Peters, G.W.M.; Meijer, H.E.H.*: Development and validation of a recoverable strain-based model on flow induced crystallization of polymers. Macromol. Theory Simul., 4, S. 14-24. 2001.

8 Verzeichnis der Symbole und Abkürzungen

8.1 Lateinische Symbole und Abkürzungen

a	Temperaturleitfähigkeit
a_i	Schwindungskoeffizienten in Orientierungsrichtung
a_k	Gleichungskoeffizient
AR	Aspect Ratio
a_T	Temperaturverschiebungsfaktor
b_k	Gleichungskoeffizient
b_1	Konstante des CRIMS-Ansatzes
b_{1s}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_{1m}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_2	Konstante des CRIMS-Ansatzes
b_{2s}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_{2m}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_{3s}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_3	Konstante des CRIMS-Ansatzes
b_{3m}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_4	Konstante des CRIMS-Ansatzes
b_{4s}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_{4m}	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_5	Konstante des CRIMS-Ansatzes
b_5	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_6	Konstante des CRIMS-Ansatzes
b_6	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_7	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_8	Koeffizient des Tait-Ansatzes
b_9	Koeffizient des Tait-Ansatzes
$B1W1$	Schachtel mit Bodenwanddicke 1 mm und Seitenwanddicke 1 mm
$B1W3$	Schachtel mit Bodenwanddicke 1 mm und Seitenwanddicke 3 mm
$B3W1$	Schachtel mit Bodenwanddicke 3 mm und Seitenwanddicke 1 mm
$B3W3$	Schachtel mit Bodenwanddicke 3 mm und Seitenwanddicke 3 mm
C	Materialkonstante für CRIMS-Modell
c_{ijkl}	Viskoelastischer Relaxationsmodul in Tensorform
c_{ijkl}^e	Steifigkeitstensor
$c_{ij}^{(e)}$	Elementbezogene elastische Komponenten des Steifigkeitstensors
c_k	Gleichungskoeffizient
c_p	Spezifische Wärmekapazität

\bar{c}_p	Mittlere spezifische Wärmekapazität
d	Probendurchmesser
d_k	Gleichungskoeffizient
E	Elastizitätsmodul (isotrop)
E_{11}	Elastizitätsmodul in 1. Hauptnormalrichtung
E_{22}	Elastizitätsmodul in 2. Hauptnormalrichtung
E_{33}	Elastizitätsmodul in 3. Hauptnormalrichtung
G	Schubmodul (isotrop)
G_{ij}	Schubmodul in unterschiedlichen Koordinatenrichtungen
H	Probendicke
$H1$	Vergleichsmaß der Schachtel
$H2$	Vergleichsmaß der Schachtel
$hcr-pvT$	high cooling rate pvT
i	Zeitindex
I	Intensität der Röntgenstrahlung nach Durchdringen einer Polymerprobe
I_0	Intensität der Röntgenstrahlung vor Durchdringen einer Polymerprobe
j	Laufvariable
k	Ortsindex
$L1$	Vergleichsmaß der Schachtel
$l_{1,F}$	Gemessene Länge des Schwindungsformteils für das CRIMS-Modell
$l_{1,W}$	Länge des Schwindungswerkzeugs für das CRIMS-Modell
$L2$	Vergleichsmaß der Schachtel
$l_{2,F}$	Gemessene Breite des Schwindungsformteils für das CRIMS-Modell
$l_{2,W}$	Breite des Schwindungswerkzeugs für das CRIMS-Modell
$L3$	Vergleichsmaß der Schachtel
L_F	Formteilmaß
L_W	Werkzeugmaß
m	Gitterkonstante
m	Probenmasse
M_B	Maß für Schwindungsbehinderung im Werkzeug
M_K	Maß für die Kristallinität
M_O	Maß für die Orientierung
MPI	Moldflow Plastics Insight
M_V	Maß für volumetrische Schwindung
$M_{1(e)}$	Elementbezogenes Biegemoment pro Einheitslänge in 1. Hauptrichtung
$M_{2(e)}$	Elementbezogenes Biegemoment pro Einheitslänge in 2. Hauptrichtung
nx	Anzahl der Schichten über die halbe Probendicke
$N_{1(e)}$	Elementbezogene Membrankraft pro Einheitslänge in 1. Hauptrichtung
$N_{2(e)}$	Elementbezogene Membrankraft pro Einheitslänge in 2. Hauptrichtung

p	Druck
q_k	Gleichungskoeffizient
r_k	Gleichungskoeffizient
S''	Gesamtschwindung in Fließrichtung
S^\perp	Gesamtschwindung normal zur Fließrichtung
s_l	Lineare Längenschwindung
t	Zeit
t_m	Messdauer
T	Temperatur
\bar{T}_i	Über die Probendicke gemittelte Temperatur zum Zeitpunkt i
T_M	Massetemperatur
T_{trans}	Übergangstemperatur (Transition Temperatur)
T_W	Werkzeugtemperatur
U	Elektrische Spannung
v	Spezifisches Volumen
V	Probenvolumen
$V_{Approximation}$	Approximiertes spezifisches Volumen nach dem Tait-Ansatz
$V_{Messung}$	Gemessenes spezifisches Volumen
x	Wegaufnehmerposition
x_i	Einzelne Fehlereinflussgrößen auf das spezifische Volumen
x_k	Koordinaten der Gitterpunkte k
x	Laufvariable

8.2 Griechische Symbole

α	Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient
α	Wärmeübergangskoeffizient von der Probe auf das Werkzeug
α_{kl}	Tensor des thermischen Längenausdehnungskoeffizienten
α_{TM}	Wärmeübergangskoeffizient Temperierkanal
Δv	Mittlerer absoluter Fehler des spezifischen Volumens
Δx_i	Einzelne Fehlereinflussgrößen auf das spezifische Volumen
ε	Emissionskoeffizient
$\bar{\varepsilon}^0$	Dehnungsmaß, das den Orientierungseffekt im Material berücksichtigt
$\bar{\varepsilon}_{11}^{(c)}$	Korrigierte Hauptdehnung in Strömungsrichtung
$\bar{\varepsilon}_{11(e)}^{(c)}$	Elementbezogene korrigierte Hauptdehnung in Strömungsrichtung
$\bar{\varepsilon}_{22}^{(c)}$	Korrigierte Hauptdehnung normal zur Strömungsrichtung
$\bar{\varepsilon}_{22(e)}^{(c)}$	Elementbezogene korrigierte Hauptdehnung normal zur Strömungsrichtung

$\bar{\varepsilon}_{11}^{(F)}$	Gemessene Längsschwindung für das CRIMS-Modell
$\bar{\varepsilon}_{11}^{(p)}$	Berechnete Hauptdehnung in Strömungsrichtung
$\bar{\varepsilon}_{22}^{(p)}$	Berechnete Hauptdehnung normal zur Strömungsrichtung
$\bar{\varepsilon}_{22}^{(F)}$	Gemessene Querschwindung für das CRIMS-Modell
ε_{kl}	Verzerrungstensor
λ	Wärmeleitfähigkeit
$\bar{\lambda}$	Mittlere Wärmeleitfähigkeit
ν_{ij}	Querkontraktionszahl in jeweilige Koordinatenrichtungen ij
$\Theta_{11}(z,t)$	Funktion zur Beschreibung der molekularen Orientierung
$\bar{\Theta}$	Gemittelte Funktion zur Beschreibung der molekularen Orientierung
ρ	Dichte
σ_{ij}	Spannungstensor
$\sigma_{11(e)}^{(p)}(z)$	Elementbezogene berechnete 1. Hauptspannung als Funktion der Dicke
$\bar{\sigma}_{11(e)}^{(p)}$	Über die Dicke gemittelte elementbezogene 1. Hauptspannung
$\bar{\sigma}_{11}^{(c)}$	Über die Dicke gemittelte korrigierte 1. Hauptspannung
$\bar{\sigma}_{11}^{(p)}$	Über die Dicke gemittelte 1. Hauptspannung
$\sigma_{22(e)}^{(p)}(z)$	Elementbezogene berechnete 2. Hauptspannung als Funktion der Dicke
$\bar{\sigma}_{22(e)}^{(p)}$	Über die Dicke gemittelte elementbezogene 2. Hauptspannung
$\bar{\sigma}_{22}^{(p)}$	Über die Dicke gemittelte 2. Hauptspannung
$\xi(t)$	Pseudo-Zeitskala für Berücksichtigung der Temperaturverschiebung

9 Anhang

9.1 Visual Basic Programm für die Abkühlberechnung

In Kapitel 4.2.4.1 wurde eine Berechnungsmethode für den Abkühlprozess der Kunststoffprobe mittels der Impliziten Methode der Finiten Differenzen nach Crank-Nicolson vorgestellt. Im Folgenden ist der zugehörige Programmcode für Microsoft Visual Basic wiedergegeben:

```

Sub TEMPERATURBERECHNUNG()
'Implizite Berechnung (Crank-Nicolson) des eindimensionalen instationären Abkühlprozesses

Dim temp() As Double
Dim tempquer() As Double
Dim a() As Double
Dim b() As Double
Dim c() As Double
Dim d() As Double
Dim r() As Double
Dim q() As Double
'-----Eingabe-----
Worksheets("Eingabe").Activate
nx = Cells(19, 2).Value 'Anzahl der Schichten
nt = Cells(8, 6).Value 'Anzahl der Zeitschritte
dt = Cells(18, 2).Value 'Zeitintervall
dx = Cells(9, 6).Value 'Schichtdicke
atemp = Cells(6, 6).Value 'Temperaturleitfähigkeit
lambda = Cells(6, 2).Value 'Wärmeleitfähigkeit
alpha = Cells(9, 2).Value 'Äußerer Wärmeübertragungskoeffizient (zwischen Kunststoff und
Werkzeug)
m = Cells(7, 6).Value 'Gitter-Fourier-Zahl
Tm = Cells(13, 2).Value 'Massetemperatur am Beginn der Messung
Tw = Cells(14, 2).Value 'Werkzeugtemperatur
'-----Berechnung-----
ReDim temp(1 To nt, 1 To nx)
ReDim tempquer(1 To nt)
ReDim a(1 To nt, 1 To nx)
ReDim b(1 To nt, 1 To nx)
ReDim c(1 To nt, 1 To nx)
ReDim d(1 To nt, 1 To nx)
ReDim r(1 To nt, 1 To nx)
ReDim q(1 To nt, 1 To nx)

For k = 1 To nx
temp(1, k) = Tm
Next k
tempquer(1) = Tm
For i = 1 To nt - 1

```

```

b(i, 1) = 1 + m
b(i, nx) = 1 + m * (2 - (lambda / alpha - dx / 2) / (lambda / alpha + dx / 2))
d(i, 1) = (1 - m) * temp(i, 1) + m * temp(i, 2)
d(i, nx) = m * temp(i, nx - 1) + (1 - 2 * m + m * (lambda / alpha - dx / 2) / (lambda / alpha +
dx / 2)) * temp(i, nx) + 2 * m * Tw * (1 - (lambda / alpha - dx / 2) / (lambda / alpha + dx / 2))
For k = 1 To nx - 1
    c(i, k) = -m
Next k
For k = 2 To nx
    a(i, k) = -m
Next k
For k = 2 To nx - 1
    b(i, k) = 1 + 2 * m
    d(i, k) = m * temp(i, k - 1) + (1 - 2 * m) * temp(i, k) + m * temp(i, k + 1)
Next k
r(i, 1) = c(i, 1) / b(i, 1)
q(i, 1) = d(i, 1) / b(i, 1)
For k = 2 To nx - 1
    r(i, k) = c(i, k) / (b(i, k) - a(i, k) * r(i, k - 1))
Next k
For k = 2 To nx
    q(i, k) = (d(i, k) - a(i, k) * q(i, k - 1)) / (b(i, k) - a(i, k) * r(i, k - 1))
Next k
temp(i + 1, nx) = q(i, nx)
summe = temp(i + 1, nx)
For k = nx - 1 To 1 Step -1
    temp(i + 1, k) = q(i, k) - r(i, k) * temp(i + 1, k + 1)
    summe = summe + temp(i + 1, k)
Next k
tempquer(i + 1) = summe / nx
Next i
'-----Ausgabe-----
Worksheets("Ausgabe").Activate
Range("A4:IV2000").ClearContents
Cells(7, 1) = "Zeit in s"
Cells(7, 2) = "Mittlere Temperatur in °C"
For k = 1 To nx
    Cells(5, k + 3) = "Dicke in mm"
    Cells(6, k + 3) = Round((2 * k - 1) / 2 * dx, 4)
    Cells(7, k + 3) = "Temperatur in °C"
Next k
For i = 1 To nt
    Cells(i + 7, 1) = dt * (i - 1)
    Cells(i + 7, 2) = Round(tempquer(i), 1)
    For k = 1 To nx
        Cells(i + 7, k + 3) = Round(temp(i, k), 1)
    Next k
Next i

End Sub

```

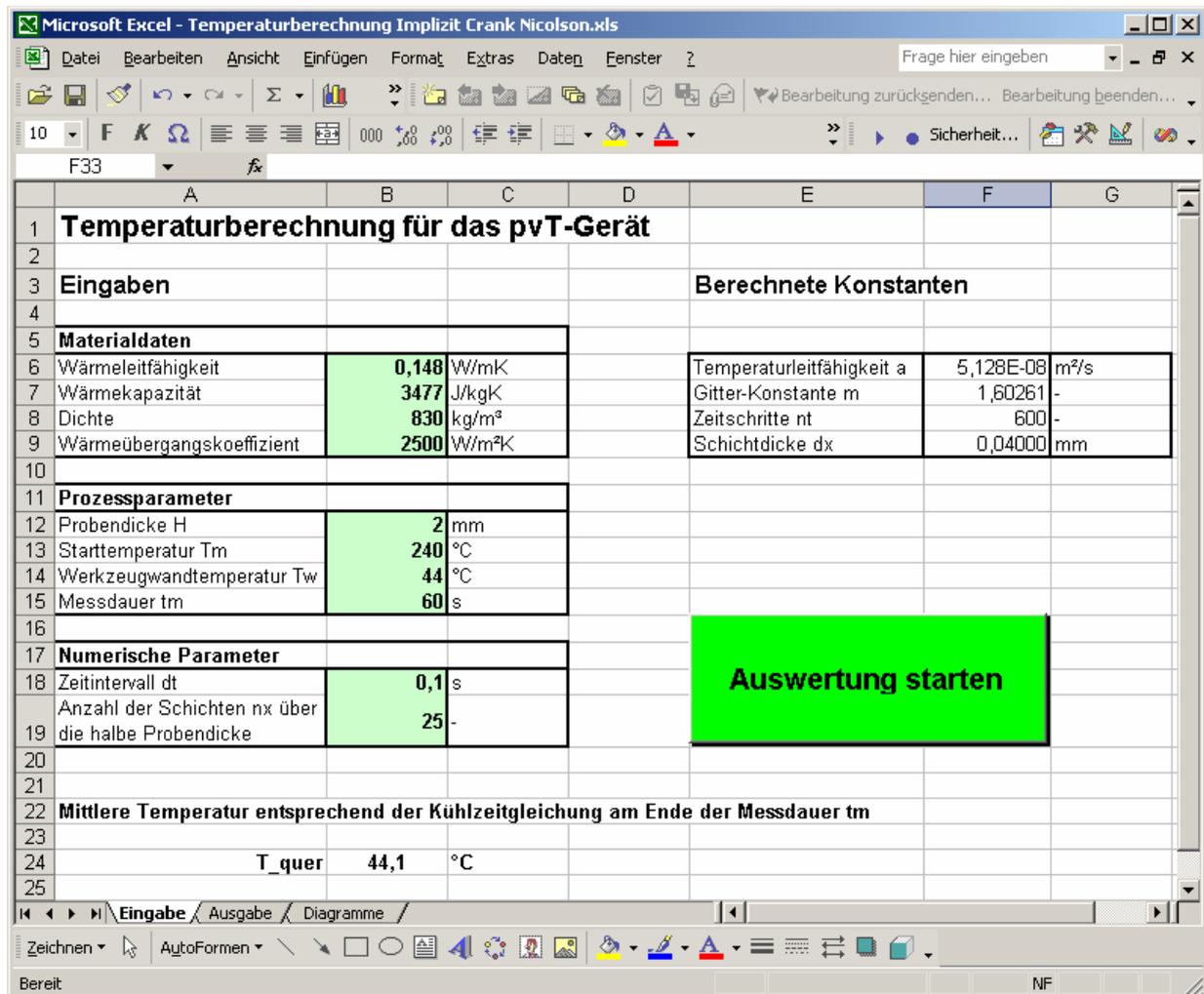


Bild 101: Screenshot der Eingabemaske für die Temperaturberechnung der Kunststoffproben.

The screenshot shows an Excel spreadsheet titled 'Temperaturberechnung Implizit Crank Nicolson.xls'. The main title of the spreadsheet is 'Temperaturberechnung für das pvT-Gerät'. Below this, there is a section for 'Ergebnisse' (Results). The data is organized into columns: 'Zeit in s' (Time in s), 'Mittlere Temperatur in °C' (Average temperature in °C), and 'Temperatur in °C' (Temperature in °C) for various thicknesses: 0.02 mm, 0.06 mm, 0.1 mm, 0.14 mm, 0.18 mm, and 0.2 mm. The temperatures decrease over time and increase with thickness.

Zeit in s	Mittlere Temperatur in °C	Temperatur in °C (0,02 mm)	Temperatur in °C (0,06 mm)	Temperatur in °C (0,1 mm)	Temperatur in °C (0,14 mm)	Temperatur in °C (0,18 mm)	Temperatur in °C (0,2 mm)
0	240	240	240	240	240	240	240
0,1	221,6	240	240	240	240	240	240
0,2	219,1	240	240	240	240	240	240
0,3	211,8	240	240	240	240	240	240
0,4	209	240	240	240	240	240	240
0,5	204,3	240	240	240	240	239,9	239,9
0,6	201,5	240	239,9	239,9	239,9	239,8	239,8
0,7	198	239,9	239,9	239,8	239,7	239,5	239,5
0,8	195,4	239,8	239,7	239,6	239,4	239,1	238,8
0,9	192,5	239,6	239,5	239,3	239	238,6	238,3
1	190,1	239,2	239,1	238,9	238,5	237,9	237,6
1,1	187,5	238,8	238,6	238,3	237,8	237	236,6
1,2	185,3	238,2	238	237,6	237	236	235,6
1,3	183	237,5	237,3	236,8	236	234,9	234,5
1,4	180,8	236,7	236,4	235,8	234,9	233,7	233,3
1,5	178,7	235,7	235,4	234,7	233,7	232,3	231,9

Bild 102: Screenshot der Ausgabemaske für die Temperaturberechnung der Kunststoffproben.

9.2 Prozessparameter für die Schachtelformteile

Die hier aufgelisteten Prozessparameter wurden im Experiment ermittelt und als Eingabedaten für die Simulation in MPI verwendet. Die Abkürzungen sind im Folgenden erläutert:

T_M	Massetemperatur
T_{W-DS}	Temperiermediumtemperatur der Düsenseite
T_{W-AS}	Temperiermediumtemperatur der Auswerferseite
p_N	Nachdruckhöhe
t_N	Nachdruckzeit
t_K	Restkühlzeit
t_E	Einspritzzeit
t_Z	Zykluszeit gesamt

Tabelle 16: Prozessparameter für Urtal M122.

Wanddicken-Kombination	T _M (°C)	T _{W-DS} (°C)	T _{W-AS} (°C)	p _N (bar)	t _N (s)	t _K (s)	t _E (s)	t _Z (s)
B1W1	230	55	45	920	5	25	1,84	39,7
B1W3	230	55	45	760	6	40	3	56,8
B3W3	230	55	45	480	19	25	2,69	54,45
B3W1	230	55	45	550	15	50	2,57	76,06

Tabelle 17: Prozessparameter für Polystyrol 454 C.

Wanddicke (mm)	T _M (°C)	T _{W-DS} (°C)	T _{W-AS} (°C)	p _N (bar)	t _N (s)	t _K (s)	t _E (s)	t _Z (s)
1,8	202	60	40	372	5	20	1,1	33,5

Tabelle 18: Prozessparameter für Hostacom BR 735 G.

Wanddicken-Kombination	T _M (°C)	T _{W-DS} (°C)	T _{W-AS} (°C)	p _N (bar)	t _N (s)	t _K (s)	t _E (s)	t _Z (s)
B1W1	220	40	30	510	5	25	1,9	39,8
B1W3	220	40	30	480	6	35	3,03	51,8
B3W3	220	40	30	300	21	30	2,94	61,76
B3W1	220	40	30	275	22	55	2,46	89,83

Tabelle 19: Prozessparameter für Ultraform N2320.

Wanddicke (mm)	T _M (°C)	T _{W-DS} (°C)	T _{W-AS} (°C)	p _N (bar)	t _N (s)	t _K (s)	t _E (s)	t _Z (s)
1,8	200	90	90	544	13	27	2,5	47