



Diplomarbeit

Ermittlung der Fließfähigkeit und Plastifizierarbeit von handelsüblichen MIM-Feedstocks

verfasst von

Atakan Yilmaz

eingereicht am



Institut für Kunststoffverarbeitung

Stv. Vorstand: Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Walter Friesenbichler

Montanuniversität Leoben

Leoben, 23.09.2008

Eidesstattliche Erklärung

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

Leoben, September 2008

Atakan Yilmaz

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich beim Vorstand des Instituts für Kunststoffverarbeitung Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Walter Friesenbichler bedanken, durch dessen Hilfe diese Arbeit zustande gekommen ist.

Auch bei em. O. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Günter R. Langecker will ich mich für die kritische Durchsicht und für die Anregungen zur Verbesserung dieser Arbeit bedanken.

Besonderen Dank möchte ich Dipl.-Ing. Ivica Đuretek aussprechen, der mich bei den vielen praktischen Problemen tatkräftig unterstützt hat und mir Anregungen und Verbesserungsvorschläge für diese Arbeit gab.

Zusätzlich möchte ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben für ihre Hilfe in allen Belangen bedanken.

Ermittlung der Fließfähigkeit und Plastifizierarbeit von handelsüblichen MIM-Feedstocks

Das Pulverspritzgießen von metallischen und keramischen Bauteilen wird wirtschaftlich immer bedeutender, da durch dieses Verfahren endformnahe Produkte mit einem minimalen Nachbearbeitungsbedarf hergestellt werden. Daher wird im Rahmen des EU-Craft Projektes „New Material Laws for Powder Filled Injection Moulding“ mit dem Akronym MATLAW das Fließverhalten der Feedstocks genauer untersucht. Diese Diplomarbeit ist Teil dieses Projektes.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Viskositäten, Dosier- und Einspritzarbeiten von handelsüblichen metallischen Feedstocks gemessen. Es sind sowohl Messungen an unterschiedlichen Feedstock-Chargen als auch an ein- und mehrfach verarbeitetem Material durchgeführt worden. Zusätzlich wurden Feedstocks mit unterschiedlichem Pulvergehalt untersucht, um mit dem Modell nach Geisbüsch die Viskosität des Feedstocks aus der Binderviskosität zu bestimmen.

Die Viskositäten wurden am Hochdruckkapillarrheometer und an der Spritzgießmaschine im Schergeschwindigkeitsbereich zwischen $0,1 \text{ s}^{-1}$ und 6.000 s^{-1} ermittelt. Die Messungen am Hochdruckkapillarrheometer wurden mittels einer am Institut für Kunststoffverarbeitung konstruierten und speziell für Feedstocks geeigneten Schlitzdüse (PIM-Düse) durchgeführt. An der Spritzgießmaschine wurden die Viskositätsfunktionen mittels der Schlitzdüse „RheoNoz“ der Fa. Battenfeld und mit der PIM-Düse ermittelt.

Die Ermittlung der Dosier- und Einspritzarbeit erfolgte beim Spritzgießen eines Zugstabes.

Determining the Flowability and Plasticizing work of commercial MIM-Feedstock

Powder injection moulding of ceramic and metal powder receives an increasing technical significance. In this process products can be produced near net shape with minimal post-processing needs. Within the frame of the EU-Craft project “New Material Laws for Powder Filled Injection Moulding“ (MATLAW), the flow behaviour of feedstocks is investigated in detail. This diploma thesis is part of this project.

In this thesis the viscosity, plasticizing- and injection work of several MIM-Feedstocks have been detected. Different feedstock charges and regrind materials were measured. Additional measurements were carried out on feedstocks with different powder content. By these measurements the viscosity of the feedstock can be calculated out of the binder viscosity by the concept of the “shear rate super elevation” of Geisbüsch.

The viscosity has been measured on the high pressure capillary rheometer as well as on the injection moulding machine. The measurements were done in shear rate range of 0.1 s^{-1} and $6,000 \text{ s}^{-1}$. For these measurements the PIM-Slit-Die of the Institute of Plastics Processing was used. On the injection moulding machine the rheological slit die “RheoNoz” and the PIM-Slit-Die were used.

The plasticizing and injection work were calculated by injection moulding of tensile specimens.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2	STAND DER TECHNIK.....	3
2.1	PROZESSKETTE DES PULVERSPRITZGIEßENS	3
2.1.1	<i>Aufbereiten</i>	3
2.1.2	<i>Spritzgießen [2]</i>	4
2.1.3	<i>Entbindern</i>	5
2.1.4	<i>Sintern</i>	5
2.2	WERKSTOFFE	6
2.2.1	<i>Pulver</i>	6
2.2.2	<i>Binder [2]</i>	7
2.2.3	<i>Masseverhältnis von Pulver und Binder</i>	9
2.3	ANWENDUNGSGEBIETE DES PULVERSPRITZGIEßENS [2]	10
3	GRUNDLAGEN	12
3.1	RHEOLOGISCHE GRUNDLAGEN.....	12
3.1.1	<i>Berechnen der rheologischen Grundgrößen aus den Messdaten</i>	13
3.1.2	<i>Einflussgrößen auf die Scherviskosität:</i>	17
3.1.3	<i>Stoffansätze</i>	21
3.2	FLIEßVERHALTEN VON SUSPENSIONEN	25
3.2.1	<i>Abhängigkeit von der Konzentration</i>	26
3.2.2	<i>Strukturell bedingte Effekte</i>	27
3.2.3	<i>Relative Viskosität von Suspensionen</i>	28
3.2.4	<i>Konzept der Schergeschwindigkeitsüberhöhung</i>	29
3.3	EINSPRITZ- UND PLASTIFIZIERARBEIT	32
4	EXPERIMENTELLES.....	36
4.1	MATERIALIEN	36
4.2	VERWENDETE MASCHINE UND MESSGERÄTE	38
4.3	DURCHFÜHRTE MESSUNGEN UND MESSPLAN	40
5	MESSMETHODIK	42
5.1	HOCHDRUCKKAPILLARRHEOMETER.....	42
5.2	VISKOSITÄTSMESSUNG AN DER SPRITZGIEßMASCHINE.....	45
5.2.1	<i>Dosier- und Einspritzarbeit</i>	48
5.3	BESTIMMEN DES SCHERGESCHWINDIGKEITÜBERHÖHUNGSFAKTORS	51
6	ERGEBNISSE UND DISKUSSION.....	52
6.1	EINSPRITZ- UND DOSIERARBEIT	52
6.1.1	<i>Einspritzarbeit</i>	52
6.1.2	<i>Dosierarbeit</i>	55
6.2	ERGEBNISSE DER VISKOSITÄTSMESSUNGEN	59
6.2.1	<i>Temperaturkorrektur</i>	59

Inhaltsverzeichnis

6.2.2	<i>Messungen an unverarbeitetem Material</i>	61
6.2.3	<i>Messungen an verarbeitetem Material</i>	69
6.2.4	<i>Viskositätsmessung am 316LA Feedstock</i>	71
6.2.5	<i>Viskositätsmessung am Parmaco Feedstock</i>	79
7	ZUSAMMENFASSUNG	84
8	LITERATURANGABE	86
9	VERWENDETE SYMBOLE	88
10	ANHANG	89
10.1	EINSPRITZ- UND DOSIERARBEIT	89
10.2	VISKOSITÄT	97

1 Einleitung und Zielsetzung

Das Pulverspritzgießen (Powder Injection Moulding - PIM) ist ein wirtschaftliches und weit verbreitetes Verfahren, das zur Herstellung von komplexen keramischen und metallischen Teilen verwendet wird. Als Material kommen hochgefüllte (keramische oder metallische) Feedstocks, die zu den hochgefüllten Compounds aus keramischen oder metallischen Pulver mit Kunststoff als Bindersystem zählen, zum Einsatz.

Die Herstellung von PIM-Teilen wird in drei Schritten durchgeführt. Der PIM-Feedstock wird im Spritzgießverfahren auf einer konventionellen Spritzgießmaschine zu so genannten „Grünkörpern“ verarbeitet. Danach erfolgt die thermische, katalytische oder lösungstechnische Entfernung des Bindersystems. Man erhält den so genannte „Brauteil“, der durch das Fehlen des Binders sehr porös ist und schlechte mechanische Eigenschaften besitzt. Im dritten Schritt wird der Brauteil bei einer werkstoffspezifischen Temperatur und Atmosphäre zu einem relativ dichten Bauteil gesintert. Die Restporosität beträgt etwa 1 bis 4%. Die Schwindung beim Sintern liegt entsprechend der Pulverbeladung bei etwa 15% in den linearen Dimensionen.

Jeder der im PIM-Prozess auftretenden Prozessschritte hat einen großen Einfluss auf die Qualität des Fertigteils. Besonders wichtig dabei ist eine formgetreue Schwindung und die Vermeidung von Inhomogenitäten, welche die Bauteileigenschaften erheblich beeinflussen. Um dies gewährleisten zu können, sollte auf einen hohen Pulvergehalt im Feedstock geachtet werden, dieser sollte bei ca. 50 bis 70 Vol. % liegen. Das bewirkt eine geringere Schwindung und dadurch weniger Verzug des Bauteils. Einen weiteren wichtigen Einfluss auf die Endigenschaften haben die Verteilung des Füllstoffes im Feedstock und eine gute Homogenität. Aufgrund des Dichteunterschiedes zwischen Kunststoff und Füllstoff kann eine Phasentrennung beim Einspritzen entstehen.

Diese Diplomarbeit ist ein Teil des von der Europäischen Union geförderten Projektes „New Material Laws for Powder Filled Injection Moulding“ mit dem Akronym „MATLAW“ als Co-operative Research Project, CRAFT.

Im Rahmen des EU-Craft Projektes wird das Feedstockverhalten genauer untersucht, sowie neue und leicht einsetzbare Analysemethoden für die Feedstockqualität erarbeitet, um die Chargenschwankungen des Feedstocks leichter zu erfassen und neue Materialgesetze zu entwickeln, die das 2-Phasenfließverhalten beschreiben.

1. Einleitung und Zielsetzung

In dieser Arbeit sollen die Viskositätskurven für verschiedene handelsübliche metallische Feedstocks in einem breiten Schergeschwindigkeitsbereich bei unterschiedlichen Temperaturen ermittelt werden. Ebenfalls sollen die Plastifizierarbeit und der Einfluss des Plastifizieren auf die rheologischen Eigenschaften ermittelt werden. Die Untersuchungen werden an verschiedenen Chargen, an frischen sowie ein- und mehrmalig verarbeiteten Feedstocks durchgeführt.

2 Stand der Technik

2.1 Prozesskette des Pulverspritzgießens

Das Pulverspritzgießen ist in mehrere Einzelschritte gegliedert. Die Prozesskette bildet dabei eine Verbindung aus der Kunststoffverarbeitung, wie das Aufbereiten und das Spritzgießen des Feedstocks, und der Sinter-technologie, wobei das Entbindern die Rolle des verbindenden Gliedes übernimmt (Abbildung 1). In diesem Kapitel werden die vier Einzelschritte genauer beschrieben.

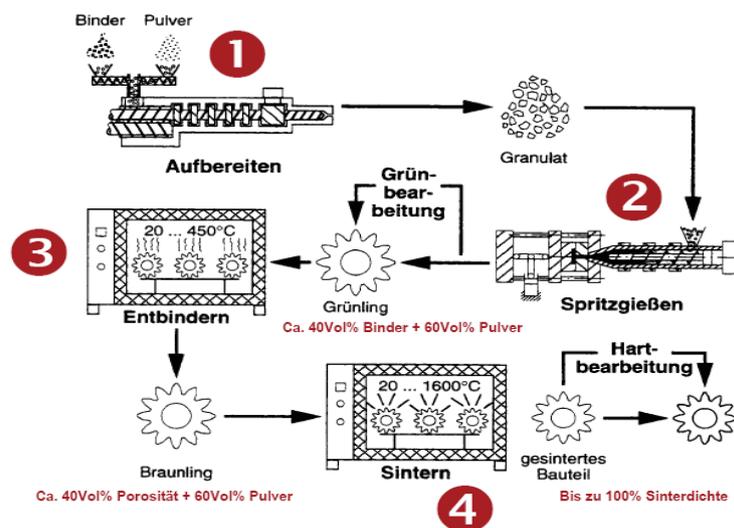


Abbildung 1: Prozesskette des Pulverspritzgießens [1]

2.1.1 Aufbereiten

Das Aufbereiten der Spritzgießmassen bildet in der Prozesskette den ersten Schritt. Die Aufgabe der Aufbereitung ist die gleichmäßige Dispergierung des Feststoffes, der in Pulverform vorliegt, in das organische Bindersystem. Hohe Anforderungen werden durch den Volumengehalt des Feststoffes, der bis zu 70% erreicht, und die dadurch entstehende und zu benetzende Oberfläche gestellt. Das Aufbereiten entspricht dem Einmischen eines Feststoffes in ein hochviskoses Fluid, dazu werden unterschiedliche Anlagen, wie z.B. Stempelknetter, Walzwerke, Doppelschneckenextruder und Stiftextruder mit Axialbewegung (Ko-Knetter), verwendet.

2. Stand der Technik

Die Werkstoffaufbereitung hat eine besondere Bedeutung für den Gesamtprozess, da Mischungsinhomogenitäten (Abbildung 2) in den nachfolgenden Prozessschritten nicht mehr verbessert werden können. Pulveragglomerate und Bindernester können Defekte verursachen, die erst im Endprodukt, durch anisotrope Schwindung beim Sinterprozess, die zu Rissbildung führen kann, erkannt werden können [2].

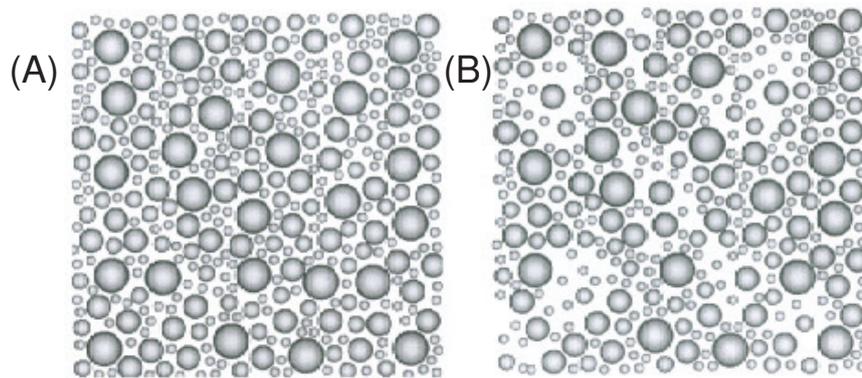


Abbildung 2: (A) Homogene und (B) Inhomogene Pulver/Binder-Verteilung [3]

2.1.2 Spritzgießen [2]

Das Spritzgießen von Feedstockbauteilen hat die gleichen Anforderungen wie die Herstellung von thermoplastischen Bauteilen beim konventionellen Spritzgießen, lunker- und rissfreie Produkte herzustellen, deren Eigenschaften über einen längeren Produktionszeitraum reproduzierbar sind.

Bei der Herstellung von Grünkörpern, wie spritzgegossene Feedstockbauteile genannt werden, muss noch mehr darauf geachtet werden, dass der gespritzte Teil geringe Eigenspannungen und Dichteunterschiede besitzt. Da metallische Pulver eine bis zu zehn Mal höhere Dichte besitzen als der thermoplastische Binder, ist eine Entmischungproblematik beim Spritzgießen gegeben, welche durch Umlenkungen der Strömung und andere Widerstände im Werkzeug vergrößert wird.

Aus dem erhöhten abrasiven Verschleiß und den gegenüber Thermoplasten unterschiedlichen Werkstoffeigenschaften, wie z.B. der Wärmeleitfähigkeit, kann man davon ausgehen, dass sowohl die Spritzgießmaschine als auch das Werkzeug gegenüber dem konventionellen Thermoplastspritzgießen modifiziert werden müssen.

Bei der Spritzgießmaschine sollten die Schnecke und der Plastifizierzylinder, wie bei der glasfaserverstärkten Thermoplastverarbeitung, verschleißfest ausgeführt sein. Die Standardgeometrie von Thermoplastschnecken ist auch für das Pulverspritzgießen geeignet.

2. Stand der Technik

Der extrem hohe Füllstoffgehalt der Feedstocks verursacht eine deutlich höhere Wärmeleitfähigkeit als bei Thermoplasten. Daher sollte bei der Konstruktion des Werkzeuges darauf geachtet werden, dass Angussystem und Anschnitt einen größeren Querschnitt besitzen, um die Wirksamkeit des Nachdruckes entsprechend zu verlängern. Die Anzahl der Auswerfer sollte im allgemeinen erhöht und deren Querschnitt vergrößert werden, da die gespritzten Grünlinge eine relativ niedrige Festigkeit besitzen. Um Phasentrennung zu minimieren, ist auf die lokalen Strömungsverhältnisse besonders zu achten.

2.1.3 Entbindern

Durch das Entbindern soll das Bindersystem vollständig aus dem Grünteil entfernt werden ohne dabei die strukturelle Anordnung der Feststoffpartikel zu beeinflussen. Dies erfolgt in der Regel bei Temperaturen, bei denen der Binder eine geringere Festigkeit besitzt und der Zusammenhalt des Pulvers nur noch durch interpartikuläre Reibung gewährleistet ist [4]. Kleinste mechanische oder thermisch-mechanische Beanspruchungen, z.B. durch Schwerkraft, durch einen Temperaturgradienten im Bauteil oder durch den Dampfdruck austretender Gase, können zu Defekten führen, die die nach dem Spritzgießen vorliegende Struktur irreversibel schädigen (Risse, Verzug), und die durch das anschließende Sintern nicht mehr ausgebessert werden können [2]. Nach dem Entbindern liegt der so genannte Braunteil vor, der durch seine sehr poröse Struktur gekennzeichnet ist. Die unterschiedlichen Entbinderungsverfahren sind abhängig vom Binder und werden in Kapitel 2.2.2 erklärt.

2.1.4 Sintern

Als Sintern bezeichnet man die Verfestigung und Verdichtung von Pulvern oder porösen Körpern durch Temperaturbehandlung, ohne dass dabei, bis auf die zu beobachtende Schwindung, eine Formänderung auftritt. Das Prinzip des Sinterns ist das Bestreben jedes Systems, den Zustand geringster freier Enthalpie anzunehmen. Für die Verdichtung des Pulvers ist ein Materialtransport, der durch Diffusion, Verdampfung und Kondensation, Lösung und Niederschlag oder auch durch die Umordnung ganzer Partikel erfolgt, notwendig. Der Sintervorgang wird klassisch in drei Phasen, Anfangs-, Zwischen-, und Endstadium unterteilt [2]. Diese Stadien werden in dieser Arbeit nicht mehr genauer betrachtet.

2.2 Werkstoffe

Die Auswahl des Pulvers orientiert sich hauptsächlich nach den Anforderungen des späteren Einsatzzweckes des zu produzierenden Bauteils. Die Auswahl des Bindersystems hingegen ist rein verfahrensabhängig und wichtig für das Aufbereiten und Spritzgießen.

2.2.1 Pulver

Durch das Spritzgießen können im Prinzip alle verfügbaren metallischen und keramischen Pulverwerkstoffe verarbeitet werden, die ausreichend fein sind und eine genügend hohe Sinteraktivität aufweisen, um das Bauteil auf die gewünschte Dichte zu sintern. Zu den Werkstoffen zählen Edelstähle, Hartmetalle, Einsatz- und Vergütungsstähle, Schnellarbeitsstähle, Kupferlegierungen, Titan, Aluminiumoxid, Siliziumcarbid, reaktionsgesintertes Siliziumnitrid und Zirkonoxid [2]. Tabelle 1 enthält Beispiele für Pulver, die heute industrielle Anwendung finden.

Tabelle 1: Beispiele von durch Spritzgießen verarbeiteter Pulver [2]

Werkstoff	Zusammensetzung (Beispiele)	mittl. Partikelgröße (μm)	Dichte (g/cm^3)
Edelstahl	13% Ni, 18% Cr, 2% Mo, 67% Fe	16	7,8
Stahl	0,8% C, 0,7% N, 0,3% O, 98,2% Fe	4 bis 6	7,6
Wolfram	4,9% Ni, 2,1% Fe, 93% W	3	17,8
Hartmetall	10% Co, 90% WC	0,8	14,5
Siliziumnitrid	40% amorph, 58% α - Si_3N_4 , 2% β - Si_3N_4	0,4	3,1
Siliziumcarbid	0,8% O, 2,7% C, 1% B, 95,5% SiC	1	3,2
Aluminiumoxid	0,1% MgO, 99,8% Al_2O_3	1	3,9
Zirkonoxid	5% Y_2O_3 , 95% ZrO_2	0,1	5,6

Die Beurteilung eines Pulvers erfolgt über die Kenngrößen [5]

- Schüttgewicht,
- Korngröße,
- Korngeometrie,
- Kornverteilung,
- spezifische Oberfläche,
- Verdichtbarkeit.

Zur Erzielung hoher Sinterdichten sind möglichst feine Pulver mit einer bestimmten Verteilung notwendig. Auch die Feinheit des Gefüges und damit die mechanischen Eigenschaften des zu produzierenden Bauteils werden durch die Korngröße der eingesetzten Pulver beeinflusst. Nur sehr feine Pulver ermöglichen eine isotrope Schwindung beim Sintern [5].

2.2.2 Binder [2]

Bei der Betrachtung des Gesamtprozesses spielt das Bindersystem die Rolle eines temporären Verarbeitungshilfsmittels, welches den Anforderungen der verschiedenen Prozessstufen zu genügen hat (Tabelle 2).

Die Bindersysteme lassen sich nach der Art des Verfahrens klassifizieren, mit dem ein Teil oder der gesamte Binder aus dem Grünteil entfernt wird (Tabelle 3). Man unterscheidet dabei nach physikalischen und chemischen Verfahren, um in der ersten Stufe einen Teil des Binders zu entfernen. In einer zweiten Stufe wird im Allgemeinen durch Pyrolyse der verbleibende Binderanteil entfernt.

2. Stand der Technik

Tabelle 2: Anforderungen an Bindersysteme [2]

Aufbereiten	Spritzgießen	Entbindern	Sonstiges
<ul style="list-style-type: none"> • geringe Viskosität • gute Benetzbarkeit des Pulvers • thermische Stabilität 	<ul style="list-style-type: none"> • gute Ankopplung an das Pulver • gute Fließfähigkeit des Compounds • thermisch Stabilität • geringe Orientierungsneigung • hohe Festigkeit und Härte • geringe Adhäsion an metallischen Oberflächen 	<ul style="list-style-type: none"> • möglichst schnelle, schonende Entfernung aus dem Bauteil • Formstabilität während des Entbinderns • keine Glührückstände 	<ul style="list-style-type: none"> • Rezyklierbarkeit • Nichttoxizität des Binders und der Abbauprodukte • geringer Preis

Tabelle 3: Einteilung der Verfahren zur Entbinderung [2]

	Chemische Verfahren			Physikalische Verfahren		
1. Stufe	Pyrolyse	katalytische Depolymerisation	Umsetzung	Lösungsmittel-extraktion	kapillarer Fluß	Trocknung
2. Stufe	entfällt	entfällt	Pyrolyse	Pyrolyse	Pyrolyse	Pyrolyse
Beispiele	Wachse, Thermoplaste, Duromere	Polyacetal	Präkeramisches Polymer	teillösliche Wachse und Polymere	Wachse, Thermoplaste	lösliche Polymere, Wasser

Die einstufige pyrolytische Zersetzung hat die größte anwendungstechnische Bedeutung. Dabei wird der im Bauteil enthaltene Binder durch langsames, kontinuierliches Aufheizen entfernt. Die meisten Binder für dieses Verfahren sind eine Mischung von Polymeren, Wachsen, Ölen und anderen niedermolekularen organischen Verbindungen. Bei der Auswahl der Komponenten wird darauf geachtet, dass der Binder einen möglichst breiten Schmelz- und Degradationstemperaturbereich besitzt, damit die Formstabilität gewährleistet ist und ein kontinuierliches Abdampfen der Zersetzungsprodukte erfolgen kann (Abbildung 3).

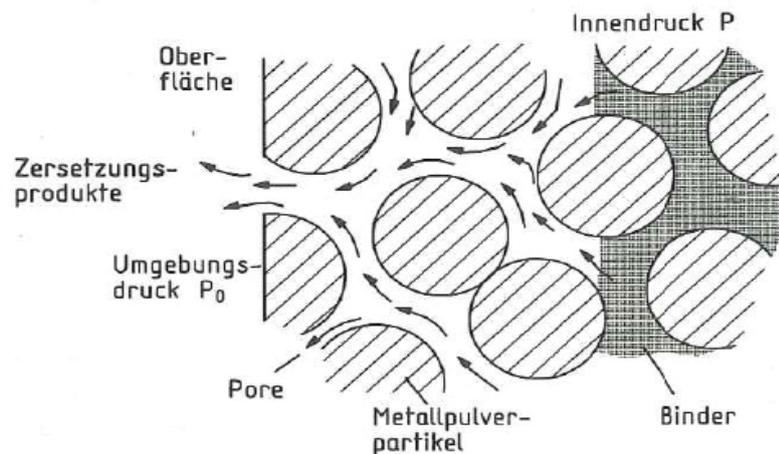


Abbildung 3: Entbinderungsmechanismus [5]

Das Konzept der katalytischen Entbinderung wurde von der Firma BASF AG, Ludwigshafen, D, entwickelt. Dieses Bindersystem basiert auf Polyacetal, welches sich durch gute Verarbeitbarkeit, hohe Maßgenauigkeit, hohe Steifigkeit und hohe Formbeständigkeit in der Wärme auszeichnet. Beim Pulverspritzgießen können diese Vorteile bei der Formgebungsphase genutzt werden. Der wesentliche Vorteil eines Polyacetal Feedstocks liegt in der Möglichkeit einer sehr schnellen katalytischen Entbinderung. In Anwesenheit eines geeigneten Katalysators lässt sich Polyacetal bereits im nicht geschmolzenen Zustand in gasförmige Bestandteile depolymerisieren und somit rückstandsfrei aus dem Spritzgießteil entfernen [6]. Dieses Bindersystem wird von der Firma BASF AG als Catamold[®] bezeichnet. Catamold[®] ist sowohl als keramischer als auch als metallischer Feedstock erhältlich.

2.2.3 Masseverhältnis von Pulver und Binder

Das Masse- bzw. Volumenverhältnis von Pulver zu Binder ist gleichermaßen von Bedeutung, wie die Entscheidung, welches Bindersystem bzw. Pulver zu verwenden ist. Dabei erleichtern so genannte Ladungskurven (Abbildung 4), die die Dichte des Compound als Funktion der Füllstoffgehalts darstellen, die Bestimmung des Pulvervolumengehalts [2].

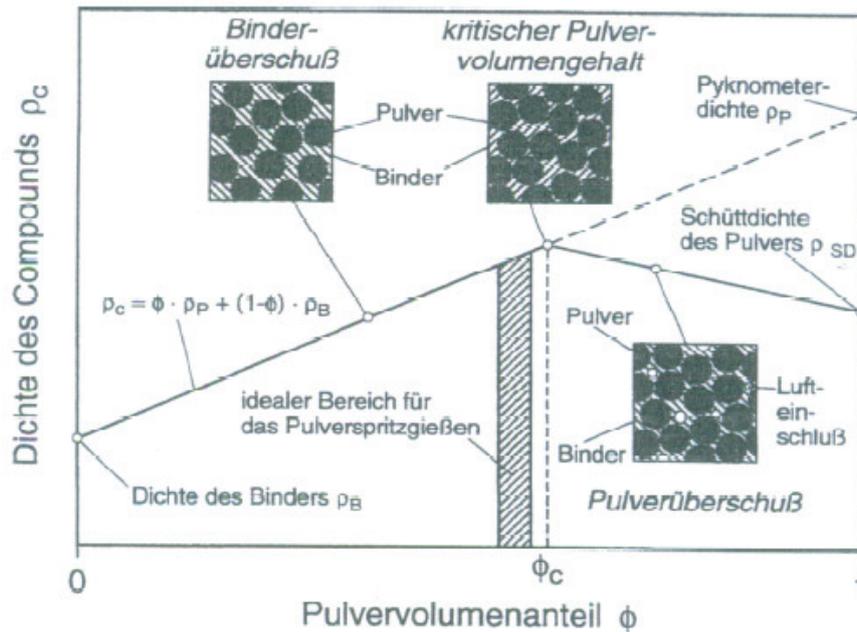


Abbildung 4: Dichte des PIM-Feedstocks als Funktion des Pulvervolumengehalts [4]

Aus Abbildung 4 ist sehr gut zu erkennen, dass die Gemischdichte ρ_c bis zum kritischen Pulvervolumengehalt ϕ_c zunimmt, da die Dichte des Binders um ein vielfaches geringer ist als die des Pulvers. In diesem Punkt füllt der vorhandene Binder gerade mal den Porenraum zwischen den sich berührenden Pulverpartikeln aus. Nach Überschreiten des kritischen Pulvervolumengehaltes ϕ_c verringert sich die Gemischdichte ρ_c . Grund dafür ist, dass mit zunehmendem Pulvergehalt auch mehr Luftporen vorhanden sind, bis die Schüttdichte des Pulvers erreicht wird. Da dieser Effekt der Luftporen auch schon vorher eintreten kann, werden Pulverspritzgießmassen mit einem Pulvergehalt von ca. 3% bis 7% unter dem kritischen Pulvervolumengehalt ϕ_c hergestellt [2]. Ein höherer Wert würde das Spritzgießen erheblich erschweren bzw. unmöglich machen, bei niedrigeren Werten erhöht sich der mittlere Partikelabstand und der Zusammenhalt des entbinderten Bauteils ist nicht mehr gewährleistet.

2.3 Anwendungsgebiete des Pulverspritzgießens [2]

Der große Vorteil des Pulverspritzgießens zu konventionellen Pulververarbeitungstechnologien liegt darin, dass es ein endformnahes Urformverfahren (near-net-shape) ist und dadurch die Nachbearbeitung auf ein Minimum begrenzt ist. Die häufigsten Anwendungen finden dabei Oxid- und Nichtoxidkeramiken sowie schwer zerspanbare Metalle, z.B. Hartmetalle. Das Pulverspritzgießen nützt die Bauteilgestaltungsfreiheiten des konventionellen

2. Stand der Technik

Kunststoffspritzgießen, wodurch sich geometrisch komplizierte dreidimensionale Bauteile mit Bohrungen, Hinterschneidungen und Gewinden endformnah fertigen lassen. Es sind jedoch den Bauteilabmessungen aus technologischen und ökonomischen Gründen Grenzen gesetzt. Diese Grenzen liegen für die maximalen Bauteilabmessungen zwischen 50 und 120 mm und für die minimalen bzw. maximalen Wandstärken zwischen 0,5 und 0,8 mm bzw. zwischen 5 und 10 mm. Ebenfalls sind die Kosten des Werkzeuges und die allgemeine kostenaufwendige Herstellung des Fertigteils zu beachten. Um wirtschaftlich sinnvoll zu produzieren, sollten Serien mit großen Stückzahlen durch das Pulverspritzgießen hergestellt werden. Abbildung 5 zeigt die Abgrenzung des Pulverspritzgießens, und dessen Bereich der Rentabilität, gegenüber anderer Verfahren der Metallpulvertechnologie.

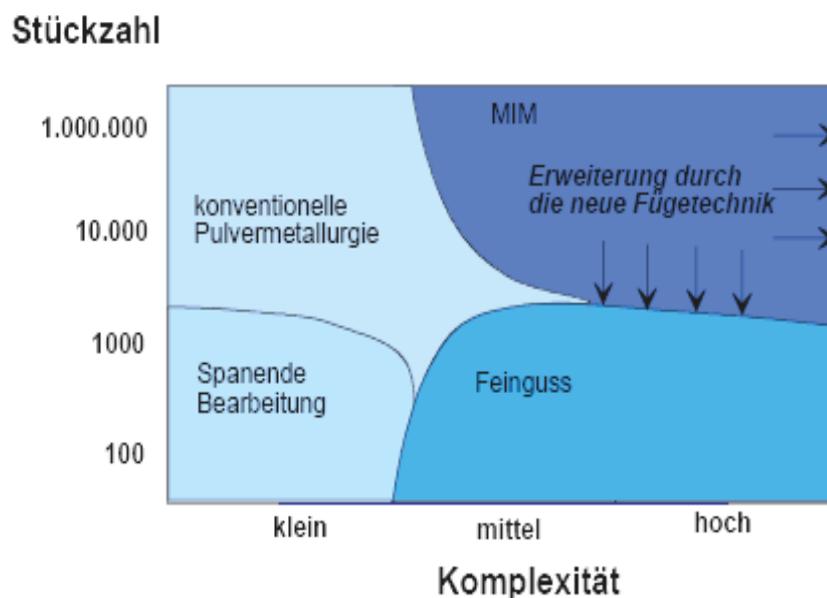


Abbildung 5: Abgrenzung des Pulverspritzgießens gegenüber anderer Verfahren [2]

Nach Abbildung 5 ist dieses Verfahren für geometrisch komplexe Bauteile mit einer Stückzahl von mindestens ca. 10.000 sehr gut geeignet. Diese in Abbildung 5 gezeigten Abgrenzungen sind nicht für jeden Werkstoff bzw. jedes Bauteil übertragbar. Dieses Diagramm stellt Anhaltspunkte dar und ist gegebenenfalls für jedes neue Bauteil neu zu ermitteln.

3 Grundlagen

3.1 Rheologische Grundlagen

Zur Bestimmung rheologischer Daten müssen die Grundgrößen, Schubspannung τ , Scherung γ und Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ aus dem Scherversuch definiert werden. Dazu wird ein Volumenelement eines homogenen Mediums zwischen zwei planparallelen Platten betrachtet. Dabei steht die untere Platte still und die obere bewegt sich durch die tangential angreifende Kraft F mit konstanter Geschwindigkeit u . Dieser Fall wird schematisch in Abbildung 6 mit der dazu gehörenden Nomenklatur dargestellt.

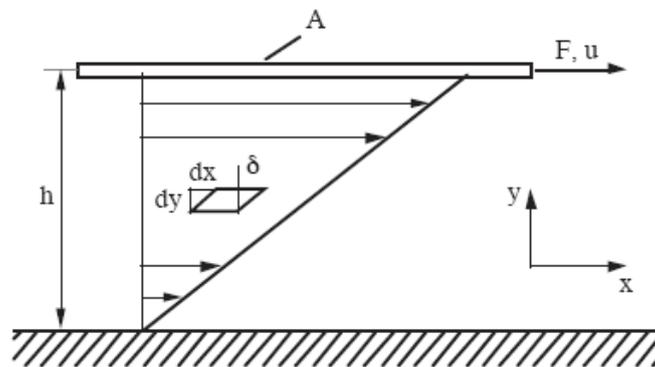


Abbildung 6: Nomenklatur zur Definition der Grundgrößen im Scherversuch [7]

Die Definitionen der Schubspannung, Scherung und Schergeschwindigkeit mit den Größen aus Abbildung 6, unter der Bedingung, dass Wandhaften vorausgesetzt wird, lauten folgend:

Schubspannung:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (1)$$

Dabei ist A die Fläche, an der die Kraft angreift, um das Medium zu scheren.

Scherung:

$$\gamma = \frac{dx}{dy} = \tan \delta \quad (2)$$

3. Grundlagen

Schergeschwindigkeit:

$$\dot{\gamma} = \frac{dy}{dt} = \frac{u}{h} \quad (3)$$

Das Fließverhalten wird häufig über die Viskositätsfunktion beschrieben. Die dynamische Viskosität ist definiert als der Quotient aus der Schubspannung τ und der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ (Gleichung 4).

$$\eta_{(\dot{\gamma})} = \frac{\tau_{(\dot{\gamma})}}{\dot{\gamma}} \quad (4)$$

Ein einfacher Spezialfall ist das newtonsche Fluid, welches eine konstante Viskosität besitzt. Bei nichtnewtonschen Fluiden ist die Viskosität eine Funktion der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$. Abbildung 7 zeigt die Fließ- bzw. Viskositätskurve für eine newtonsche Flüssigkeit und verschiedene nichtnewtonsche Flüssigkeiten.

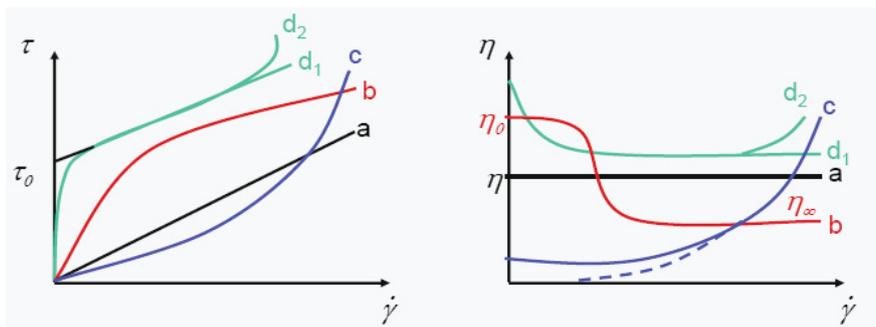


Abbildung 7: Typische Fließ- und Viskositätskurven fließfähiger Systeme; (a) Newtonsches Verhalten, (b) strukturviskoses Verhalten, (c) dilatantes Verhalten, (d) pseudoplastisches Verhalten ohne (d 1) und mit (d 2) Scherverdickung bei hohen Schergeschwindigkeiten [8]

3.1.1 Berechnen der rheologischen Grundgrößen aus den Messdaten

3.1.1.1 Messung mit einer Runddüse

Zur Berechnung der Viskositätsfunktion eines Kunststoffes aus der Messung mit einer Runddüse müssen der Volumenstrom und der Druckabfall bekannt sein. Dadurch können die Schubspannungen und Schergeschwindigkeiten bestimmt werden.

3. Grundlagen

Die Schubspannung τ in der Strömung durch einen zylindrischen Kanal für ein newtonsches Fluid errechnet sich aus Gleichung 5.

$$\tau = \frac{\Delta p \cdot R}{2 \cdot L} \quad (5)$$

Die Schergeschwindigkeit wird über Gleichung 6 berechnet.

$$\dot{\gamma} = \frac{4 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot R^3} \quad (6)$$

Wobei Δp dem Druckgefälle über der Kanallänge, L der Kanallänge, R dem Kanaldurchmesser und \dot{V} dem Volumenstrom entspricht.

Hierbei wird der Kunststoff wie ein newtonsches Fluid betrachtet, obwohl Kunststoffe strukturviskoses Verhalten aufweisen. Dies stellt eine Erleichterung dar, um die Messergebnisse des Viskosimeters besser umrechnen zu können. Ansonsten müsste der strukturviskose Bereich - bei doppeltlogarithmischer Auftragung – durch einen Potenzansatz (Gleichung 29) beschrieben werden, der die Umrechnung erheblich erschweren würde.

Die erhaltene Fließkurve wird „scheinbare Fließkurve“ genannt und muss auf die wahre Fließkurve umgerechnet werden. Dabei wird die so genannte Weissenberg/Rabinowitsch Korrektur angewendet. Man trägt die scheinbare Fließkurve auf und führt die Korrektur durch punktweises Differenzieren der Kurve aus [8]. Dabei geht man wie folgt vor:

Über die Gleichung 6 wird die scheinbare Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_s$ angeschrieben. Der Volumenstrom des newtonschen Fluid wird durch den Volumenstrom eines strukturviskosen Stoffes ersetzt (Gleichung 7) [8].

$$\dot{V} = \frac{\pi \cdot R^3}{\tau_w^3} \cdot \int_0^{\tau_w} \tau^2 \cdot \dot{\gamma} \cdot d\tau \quad (7)$$

Daraus erhält man die Gleichung 8.

$$\dot{\gamma}_s = \frac{4}{\tau_w^3} \cdot \int_0^{\tau_w} \tau^2 \cdot \dot{\gamma} \cdot d\tau \quad (8)$$

Differenziert man diese Gleichung nach τ_w , so gilt nach Weissenberg und Rabinowitsch für die wahre Schergeschwindigkeit an der Wand:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{3}{4} \cdot \dot{\gamma}_s + \frac{1}{4} \tau_w \cdot \frac{d\dot{\gamma}_s}{d\tau_w} \quad (9)$$

3. Grundlagen

oder

$$\dot{\gamma}_w = \frac{\dot{\gamma}_s}{4} \cdot \left(3 + \frac{d \log \dot{\gamma}_s}{d \log \tau_w} \right) \quad (10)$$

oder

$$\dot{\gamma}_w = \frac{\dot{\gamma}_s}{4} \cdot (3 + s) \quad (11)$$

Dabei stellt $s = \frac{d(\log \dot{\gamma}_s)}{d(\log \tau_w)}$ die Steigung der scheinbaren Fließkurve dar.

Durch Einlaufeffekte wie Wirbel, elastische Verformungen und viskose Dehnungen kommt es bei der Runddüse zu einer scheinbaren Wandschubspannung, die auch erst korrigiert werden muss, um die wahre Viskosität berechnen zu können. Dies kann durch die Bagley Korrektur erreicht werden. Dabei trägt man die einzelnen Druckwerte eines Düsendurchmessersatzes bei gleicher Schergeschwindigkeit und unterschiedlichen L/D-Verhältnissen auf. Durch lineare Regression erhält man den Druckabfall bei einem L/D-Verhältnis von 0. Dieser extrapolierte Wert ist der Einlaufdruckverlust p_E (Abbildung 8).

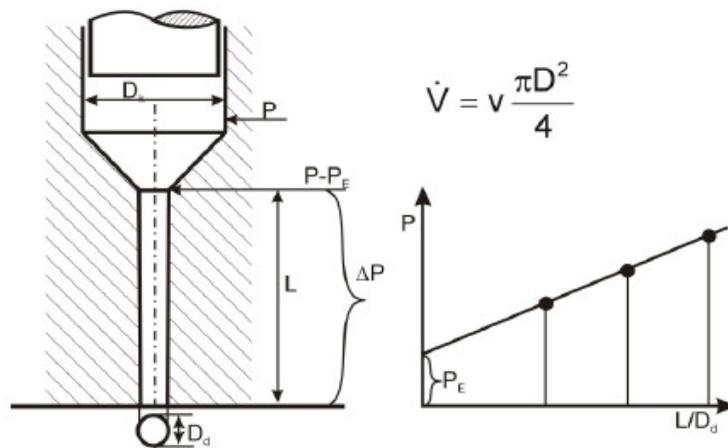


Abbildung 8: Bagley Diagramm

Daraus ergibt sich für die wahre Wandschubspannung:

$$\tau_w = \frac{(p_v - p_E) \cdot D_D}{4 \cdot L} \quad (12)$$

Mit: p_v Druckverlust vor der Düse, p_E Einlaufdruckverlust, D_D Düsendurchmesser und L Länge der Düse.

3. Grundlagen

3.1.1.2 Messung mit einer Schlitzdüse

Es kann aus der Abbildung 9 das Kräftegleichgewicht aufgestellt werden:

$$\tau_w \cdot 2 \cdot L \cdot (B + H) = \Delta p \cdot B \cdot H \quad (13)$$

Daraus berechnet sich die Wandschubspannung wie folgt:

$$\tau_w = \frac{\Delta p \cdot B \cdot H}{2 \cdot L \cdot (B + H)} \quad (14)$$

Dabei ist Δp die Druckdifferenz ($p_2 - p_1$), B die Breite des Schlitzes, H die Höhe des Spaltes und L die Länge des Spaltes.

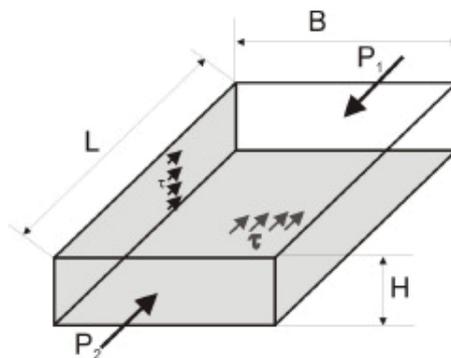


Abbildung 9: Kräftegleichgewicht am Schlitzspalt [11]

Die scheinbare Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_s$ bei einer Schlitzdüse berechnet sich aus:

$$\dot{\gamma}_s = \frac{6 \cdot \dot{V}}{B \cdot H^2} \quad (15)$$

Die wahre Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_w$ wird mit Hilfe der Weissenberg/Rabinowitsch Korrektur berechnet:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{\dot{\gamma}_s}{3} \cdot (2 + s) \quad (16)$$

Dabei ist $s = \frac{d(\log \dot{\gamma}_s)}{d(\log \tau_w)}$ die Steigung der scheinbaren Fließkurve.

Eine Korrektur der Einlaufdruckverluste muss bei der Schlitzdüse nicht durchgeführt werden, da die Drücke direkt aufgenommen werden. Aber der Seitenwandeinfluss muss über den Formkorrekturfaktor F_P berücksichtigt werden. Dadurch wird die Geschwindigkeit des Mediums im Schlitzkanal korrigiert (Gleichung 18).

$$F_P = \frac{12 \cdot \eta}{B \cdot H^2} \cdot \frac{L}{\Delta p} \cdot \int_0^B \int_0^H v_{x(y,z)} \cdot dy \cdot dz \quad (17)$$

$$\dot{V}_{H,korr} = \frac{1}{F_P} \cdot \dot{V} \quad (18)$$

3.1.2 Einflussgrößen auf die Scherviskosität:

Neben der Schergeschwindigkeit existieren noch weitere Einflüsse auf die Viskosität, von denen die wichtigsten in Abbildung 10 schematisch dargestellt sind. Der Einfluss der Temperatur wird in diesem Kapitel beschrieben, auf den Einfluss vom Füllstoffgehalt wird in Kapitel 3.2 genauer eingegangen.

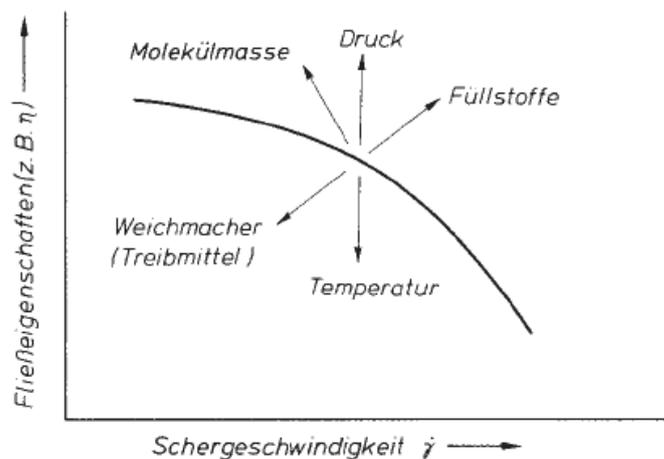


Abbildung 10: Einflüsse auf das Fließverhalten von Polymerschmelzen [14]

Die Temperaturabhängigkeit von Schmelzen kann über das so genannte freie Volumen erklärt werden. Je höher man oberhalb der Einfriertemperatur liegt, desto mehr freies Volumen entsteht, welches den Molekülen Platzwechsel, d.h. Fließen, ermöglicht. Unter der Einfriertemperatur ist dies nicht der Fall. Demnach erleichtern höhere Temperaturen das Fließen und die Viskosität sinkt mit zunehmender Temperatur, wie es in Abbildung 10 ersichtlich ist [14].

Diese Temperaturabhängigkeit erlaubt es, bei verschiedenen Temperaturen gemessenen Viskositäten in eine Masterkurve überzuführen. Es gibt zwei Möglichkeiten, diese Verschiebung durchzuführen. Einerseits bei konstanter Wandschubspannung, andererseits bei konstanter Schergeschwindigkeit. Die Umrechnung der Beziehung kann anhand von Abbildung 11 und Gleichung 19 nachvollzogen werden [14].

$$\log(a_{\dot{\gamma}}) = n \cdot \log(a_{\tau}) \quad (19)$$

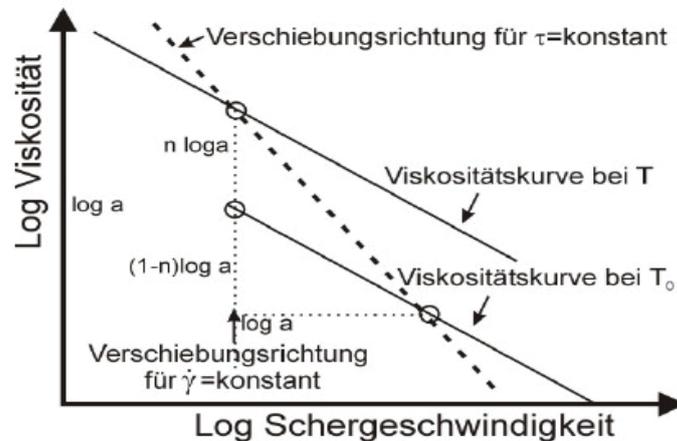


Abbildung 11: Temperaturverschiebung [11]

Die Temperaturabhängigkeit von teilkristallinen Polymeren ist, oberhalb der Schmelztemperatur, durch die Bewegung der Makromoleküle bestimmt. Für die Temperaturverschiebung teilkristalliner Thermoplaste wird das Temperaturverschiebungsgesetz nach Arrhenius verwendet [14], welches wie folgt lautet:

$$a_T = \exp \left[\frac{E_A}{R} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right] \quad (20)$$

Hierbei ist E_A die Aktivierungsenergie in kJ/mol, R die universelle Gaskonstante in $8,314 \cdot 10^{-3}$ kJ/molK, T die Temperatur in K und T_0 die Bezugstemperatur in K.

Die Aktivierungsenergie lässt sich aus der Temperaturverschiebung von mindestens zwei Viskositätskurven unterschiedlicher Temperatur errechnen.

Bei amorphen Thermoplasten wird die Temperaturverschiebung mit Hilfe des Temperaturverschiebungsgesetzes von William-Landel und Ferry, kurz WLF-Ansatz, durchgeführt. Dabei wird der Temperaturverschiebungsfaktor a_T anhand von zwei materialspezifischen Parametern (c_1 und c_2) beschrieben.

$$a_T = \exp \left[\frac{-c_1 \cdot (T - T_0)}{c_2 \cdot (T - T_0)} \right] \quad (21)$$

Bei der Temperaturverschiebung mit konstanter Wandschubspannung ergeben sich temperaturkorrigierte Werte für $\dot{\gamma}$ und η anhand folgender beider Gleichungen.

$$\dot{\gamma}_{T_0} = a_T \cdot \dot{\gamma}_T \quad (22)$$

$$\eta_{T_0} = \frac{\eta_T}{a_T} \quad (23)$$

Abbildung 12 zeigt die Verschiebungsrichtung in der Viskositätskurve im doppeltlogarithmischen Maßstab und die Viskositätskurve von einem Catamold 316LG Feedstock bei drei Temperaturen sowie die auf 190 °C Bezugstemperatur verschobenen Viskositätswerte.

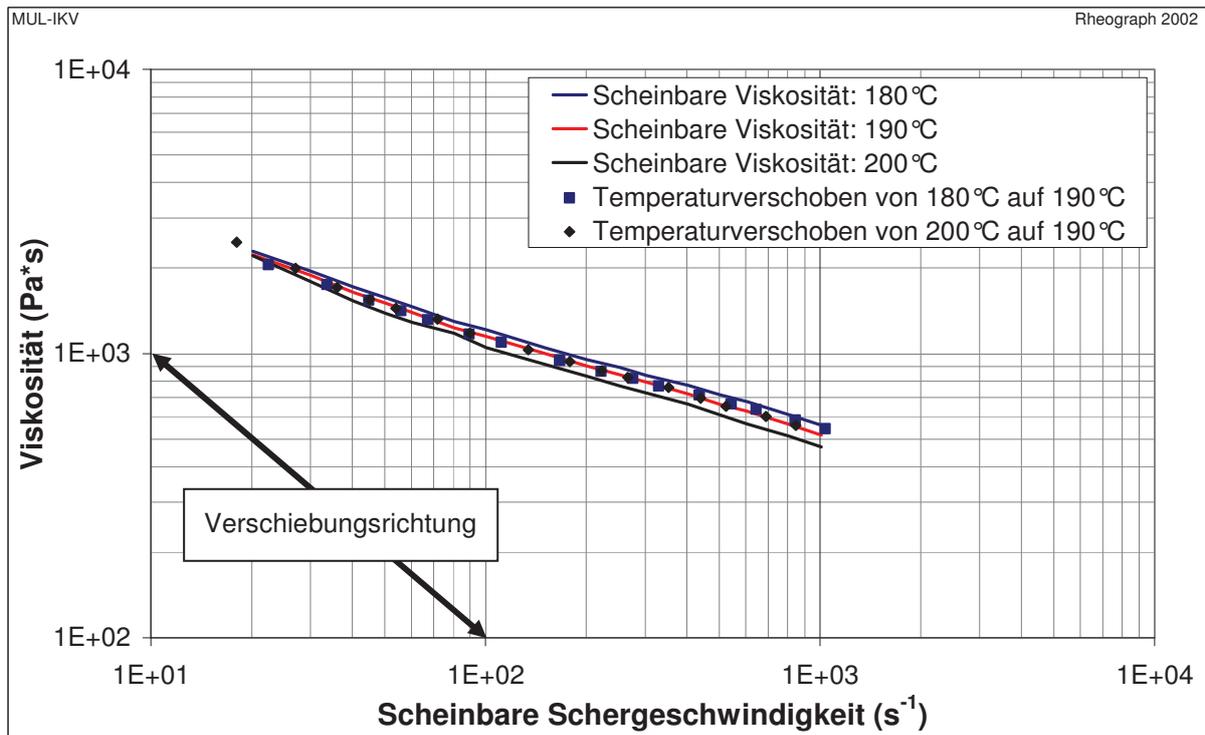


Abbildung 12: Temperaturverschiebung zur Bestimmung der Aktivierungsenergie für einen Catamold 316LG Feedstock

3.1.2.1 Temperaturkorrektur

In einer Schlitzdüse herrschen ab bestimmten Schergeschwindigkeiten keine isothermen Bedingungen mehr. Die daraus resultierende Temperaturerhöhung führt zu einem geringeren Druckverbrauch und daher zu niedrigeren Viskositätswerten. Die aus den Messungen erhaltenen Messwerte müssen aus diesem Grund einer Temperaturkorrektur unterzogen werden.

Bei den rheologischen Auswertungen wird daher im ersten Auswerteschritt eine Temperaturkorrektur der scheinbaren Viskositätsmesswerte durchgeführt. Unter Anwendung des Temperaturverschiebungsprinzips bei konstanter Wandschubspannung werden alle scheinbaren Viskositätswerte, die bei einer von

3. Grundlagen

der Soll-Messtemperatur abweichenden Messtemperatur ermittelt werden, auf die scheinbare Viskositätskurve der Soll-Messtemperatur hin verschoben. Man erhält somit temperaturkorrigierte Messwerte, die für die weitere rheologische Auswertung mittels Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur geeignet sind.

Mit Hilfe der Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur werden die wahre Schergeschwindigkeit und die wahre Viskositätskurve für jede gewählte Messtemperatur berechnet.

Die mittlere Massetemperatur für die Temperaturkorrektur der scheinbaren Viskositätsmesswerte kann auf zwei Arten bestimmt werden.

Bei der 1. Temperaturkorrekturmethode wird das arithmetische Mittel der an den Messstellen T_1 , T_3 und T_5 gemessenen wandnahen Temperaturen als Massetemperatur verwendet. Diese Annahme wird getroffen, da für eine genauere Bestimmung der Düsenwandtemperatur eine zweite Temperaturmessstelle in der Düse mit einem größeren Abstand zur Messkanaloberfläche fehlt.

Für die 2. Temperaturkorrekturmethode wird zur Berechnung der mittleren Massetemperatur über den gesamten Messkanal die Methode nach Agassant unter der Verwendung der Cameron-Zahl (Gleichung 24), welche von einer Temperaturentwicklung im Kanal ausgeht, angewendet.

$$Ca = \frac{\lambda \cdot L}{\rho \cdot c_p \cdot v \cdot H^2} = \frac{\text{Wärmeleitung zur Düsenwand}}{\text{konvektiver Wärmetransport}} \quad (24)$$

Dabei sind λ die Wärmeleitfähigkeit, ρ die Dichte und c_p die spezifische Wärmekapazität des Feedstock, L und H die Länge bzw. die Höhe des Schlitzkanals und v die mittlere Fließgeschwindigkeit.

Die Cameron-Zahl stellt das Verhältnis von Wärmeleitung in Richtung der Düsenwand zum konvektiv in Fließrichtung transportierten Wärmestrom dar und ist ein Maß für die Abweichung vom isothermen Gleichgewichtszustand. Für den Fall, dass eine thermisch vollentwickelte Strömung vorliegt ($Ca > 1$), wird die gemessene Düsenwandtemperatur als mittlere Massetemperatur übernommen. Im Übergangsbereich ($1 > Ca > 0,01$) zwischen der vollentwickelten und der adiabaten Strömung wird die mittlere Massetemperatur nach Gleichung 25 berechnet. Für den Fall von adiabaten Bedingungen ($Ca < 0,01$) (kein Wärmeaustausch mit der Düsenwand, die gesamte dissipierte Energie trägt zur Massetemperaturerhöhung bei) lässt sich die mittlere Massetemperatur über die Gleichung 26 berechnen [9, 10, 11].

$$\bar{T}_M = T_W + \frac{k \cdot \bar{v}^{1+n}}{\lambda} \cdot \left(\frac{H}{2}\right)^{1-n} \cdot \left[\left(\frac{1+2n}{n}\right)^n \cdot \frac{2n(1+3n)}{(1+4n) \cdot (2+5n)} \right] \cdot \left(1 - \exp \left[- \frac{4}{\left[\left(\frac{1+2n}{n}\right)^n \cdot \frac{2n(1+3n)}{(1+4n)(2+5n)} \right] \cdot \left(\frac{n}{1+2n}\right)^n} \cdot Ca \cdot \frac{L}{2} \right] \right) \quad (25)$$

Dabei ist T_W die mittlere Düsenwandtemperatur, k und n die Stoffkonstanten des Potenzansatzes.

$$\bar{T}_M = T_W + \frac{\Delta p}{\rho \cdot c_p} \quad (26)$$

3.1.3 Stoffansätze

Für die Berechnung von Strömungsvorgängen, z.B. bei Simulationen, müssen die gemessenen Werte durch so genannte Stoffansätze mathematisch beschrieben werden. Die wichtigsten Stoffansätze sind:

a) Newtonsches Stoffgesetz:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (27)$$

mit η ist konstant.

b) Ostwald/de Waele-Funktion (Potenzansatz):

$$\dot{\gamma} = \phi \cdot \tau^m \quad (28)$$

oder

$$\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (29)$$

Dabei entspricht ϕ der Fluidität, K der Konsistenz und n bzw. m dem Fließindex. Der Potenzansatz kann nur im Bereich der Strukturviskosität sinnvoll angewendet werden, er kann den Nullviskositätsbereich nicht beschreiben [8].

c) Bingham-Gesetz:

$$\dot{\gamma} = \frac{(\tau - \tau_0)}{\eta_\infty} \quad (30)$$

3. Grundlagen

mit Potenzcharakteristik

$$\dot{\gamma} = (\tau - \tau_0)^m \cdot \phi \quad (31)$$

Bingham Flüssigkeiten beschreiben pseudoplastisches Verhalten und besitzen mit τ_0 eine Fließgrenze, die überschritten werden muss, um den Stoff zum Fließen zu bringen [8].

d) Allgemeiner Potenzansatz mit Fließgrenze (Herschel-Bulkley-Ansatz):

$$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (32)$$

Der allgemeine Potenzansatz berücksichtigt außer der Fließgrenze τ_0 noch ein strukturviskoses bzw. dilatantes Stoffverhalten, wenn τ_0 überschritten wird [8].

Es gilt für τ_0 bzw. n :

$\tau_0=0, n=1 \rightarrow$ Newtonsches Stoffgesetz

$\tau_0=0, n \neq 1 \rightarrow$ Ostwald/de Waele

$\tau_0 \neq 0, n=1 \rightarrow$ Bingham-Gesetz

e) Casson-Funktion:

$$\eta = \frac{(\sqrt{\eta_c \cdot \dot{\gamma}} + \sqrt{\tau_c})^2}{\dot{\gamma}} \quad (33)$$

Das Wurzelgesetz von Casson beschreibt das Stoffverhalten von Suspensionen besser als die Bingham-Beziehung. Der Parameter τ_c entspricht der Grenzfließspannung [8].

f) Carreau-Ansatz:

$$\eta = \frac{\eta_0}{\left(1 + \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^c} = \frac{A}{(1 + B \cdot \dot{\gamma})^c} \quad (34)$$

Carreau schlägt einen dreiparametrischen Ansatz vor, der ebenfalls den quasinewtonschen Bereich miterfasst. Darin ist $\eta_0 (= A)$ die Viskosität bei niedrigen Schergeschwindigkeiten (Nullviskosität), c gibt den Absolutwert der Asymptotensteigung für große Schergeschwindigkeiten und $\dot{\gamma}_c (= B)$ den Ort der Krümmung wieder. Abbildung 13 ist eine Prinzipdarstellung, die zeigt, wie aus der Viskositätskurve die drei Konstanten für den Carreau-Ansatz bestimmt werden können [8].

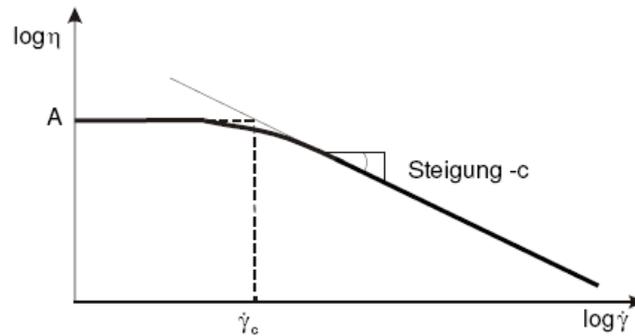


Abbildung 13: Bestimmung der Carreau-Parameter [8]

Diese Stoffansätze können mit dem Temperaturverschiebungsfaktor erweitert werden, und dadurch kann der Temperatureinfluss bei Simulationen berücksichtigt werden (Gleichung 35 und Gleichung 36).

$$\tau = a_T^n \cdot K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (35)$$

$$\eta = \frac{a_T \cdot A}{(1 + B \cdot \dot{\gamma} \cdot a_T)^c} \quad (36)$$

Bestimmung der Stoffkonstanten:

Die Ermittlung der Stoffkonstanten für die gemessenen Werte gelingt meist über die Gauß-Norm, wobei die Funktion so festgelegt wird, dass die Summe der Abweichungsquadrate minimiert wird [8]:

$$e = \sum_{i=1}^j [\tau_i - f(\dot{\gamma}, a_1, a_2, \dots, a_m)]^2 = \min \quad (37)$$

Dies erreicht man, indem man Gleichung 37 nach dem Anpassungsparameter ableitet, null setzt und aus dem Gleichungsansatz die Größe der Parameter bestimmt [8].

$$\frac{\delta e}{\delta a_i} = 0 \quad (38)$$

In der Rheologie werden häufig die Parameter über mehrere Zehnerpotenzen variiert. Die Anpassung der Kurven geschieht dann im Bereich großer Werte stärker als im Bereich kleiner, da die absoluten Abstandsquadrate i. a. dort größer sind. Daher erfolgt die Anpassung oft über logarithmischen Werte [8].

$$e = \sum_{i=1}^j [\log \tau_i - \log f(\dot{\gamma}, a_1, a_2, \dots, a_m)]^2 = \min \quad (39)$$

Der Berechnungsweg wird anhand der Potenzfunktion aufgezeigt. Hierbei ist es leichter, wenn man den Potenzansatz logarithmiert, um dieses mathematische Problem zu lösen.

$$\log \tau = \log K + n \cdot \log \dot{\gamma} \quad (40)$$

Es wird die Approximationsnorm 39 angewendet. Es gilt:

$$e = \sum_{i=1}^j [\log \tau_i - (n \cdot \log \dot{\gamma}_i + \log K)]^2 = \min \quad (41)$$

und

$$\frac{\delta e}{\delta n} = -2 \cdot \sum_{i=1}^j \{ \log \tau_i - (n \cdot \log \dot{\gamma}_i + \log K) \cdot \log \dot{\gamma}_i \} \neq 0 \quad (42)$$

sowie

$$\frac{\delta e}{\delta \log K} = -2 \cdot \sum_{i=1}^j [\log \tau_i - (n \cdot \log \dot{\gamma}_i + \log K)] = 0 \quad (43)$$

Nun liegen zwei Gleichungen für die zwei Unbekannten n und $\log K$ vor. Damit sind die Parameter bestimmbar.

$$\log K = \frac{\sum \log \dot{\gamma} \cdot \sum (\log \dot{\gamma} \cdot \log \tau) - \sum \log^2 \dot{\gamma} \cdot \sum \log \tau}{\sum \log \dot{\gamma} \cdot \sum \log \dot{\gamma} - n \cdot \sum \log^2 \dot{\gamma}} \quad (44)$$

$$n = - \frac{\sum \log \dot{\gamma} \cdot \log K - \sum (\log \dot{\gamma} \cdot \log \tau)}{\sum \log^2 \dot{\gamma}} \quad (45)$$

3.2 Fließverhalten von Suspensionen

Als Suspensionen werden Fest-Flüssig-Gemische bezeichnet, bei denen feste Partikel in einer Flüssigkeit dispergiert sind. Dabei bildet die Flüssigkeit die kontinuierliche Phase, die als Matrix bezeichnet wird. Kunststoffe werden in vielen Fällen mit Feststoffen, auch Füllstoffe genannt, beladen, die gewisse Eigenschaften des Kunststoffes gezielt verändern sollen, wie z.B. die mechanischen Eigenschaften, wie Festigkeit (z.B. durch Glasfasern), die Schalldämmung (durch Zugabe schwerer Partikel), Veränderung der Steifigkeit oder ganz einfach das Produkt zu verbilligen. Die Fließeigenschaft von Suspensionen wird dann durch die Fließfunktion der Matrixflüssigkeit, sowie durch die Eigenschaften und Konzentration der Partikel bestimmt [8].

Bei Suspensionen ist bei der Bestimmung der Viskosität die Zusammensetzung zu berücksichtigen. Es handelt sich bei Suspensionen um zweiphasige Systeme von denen nur eine Phase, der Binder, schmelzflüssig wird. Die Feststoffe werden in der Strömung nicht geschert, sondern treiben passiv mit der Strömung mit. Abbildung 14 zeigt schematisch die Strömung eines gefüllten und eines ungefüllten Systems. Aus den Ansätzen in [3] kann das Geschwindigkeitsprofil des gefüllten Systems bestimmt werden (Abbildung 15).

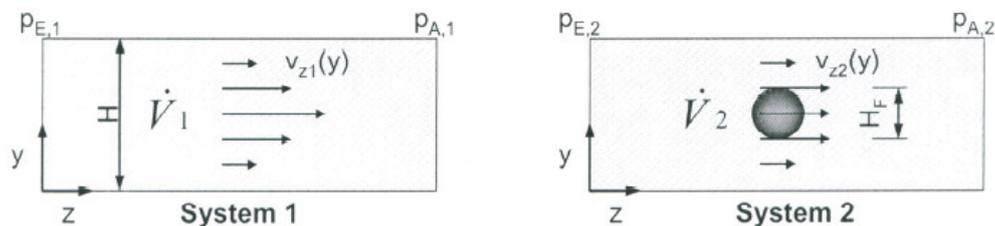


Abbildung 14: Ungefüllte Schmelze (System 1) und mit einem Pulverteilchen gefüllte Schmelze (System 2) [3]

3. Grundlagen

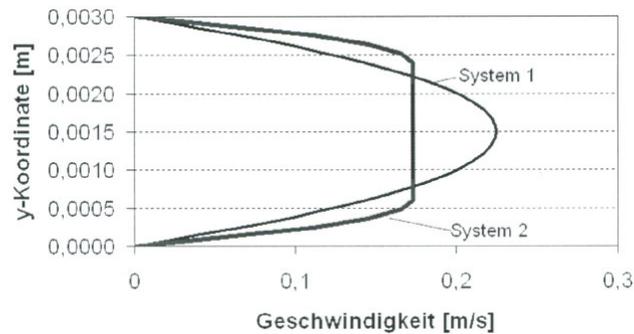


Abbildung 15: Geschwindigkeitsverteilung über der Kanalhöhe für das ungefüllte System 1 und das gefüllte System 2 [3]

3.2.1 Abhängigkeit von der Konzentration

In Abbildung 16 sind die Viskositätsfunktionen des Silikonöl AK-10⁵ und dessen Suspensionen mit unterschiedlichem Kohlegehalt abgebildet. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Funktionen der Suspensionen bei niedrigen Schergeschwindigkeiten eine starke Tendenz zu nicht-newtonschem Verhalten zeigen, obwohl die Viskosität des Silikonöls in diesem Bereich konstant ist. Der Viskositätsanstieg bei geringen Schergeschwindigkeiten ist im Vergleich zu höheren Schergeschwindigkeiten besonders stark [8].

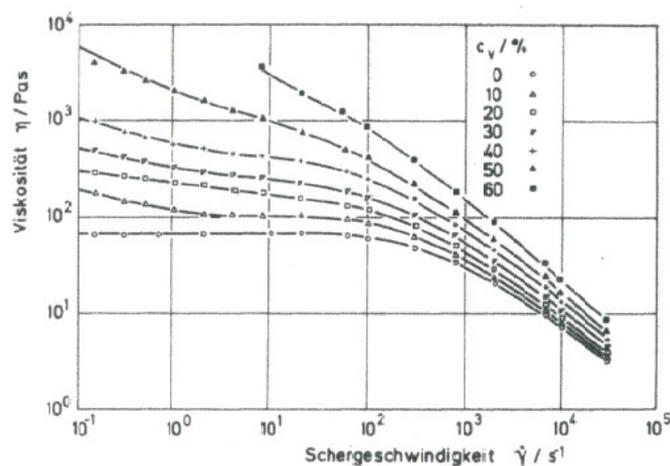


Abbildung 16: Viskositätsfunktionen von Silikonöl AK-10⁵ und dessen Suspensionen mit unterschiedlichem Kohlegehalt c_v [8]

3.2.2 Strukturell bedingte Effekte

Abbildung 17 zeigt schematisch die Viskositätskurve einer Suspension mit dessen Partikelanordnungen bei verschiedenen Schergeschwindigkeiten.

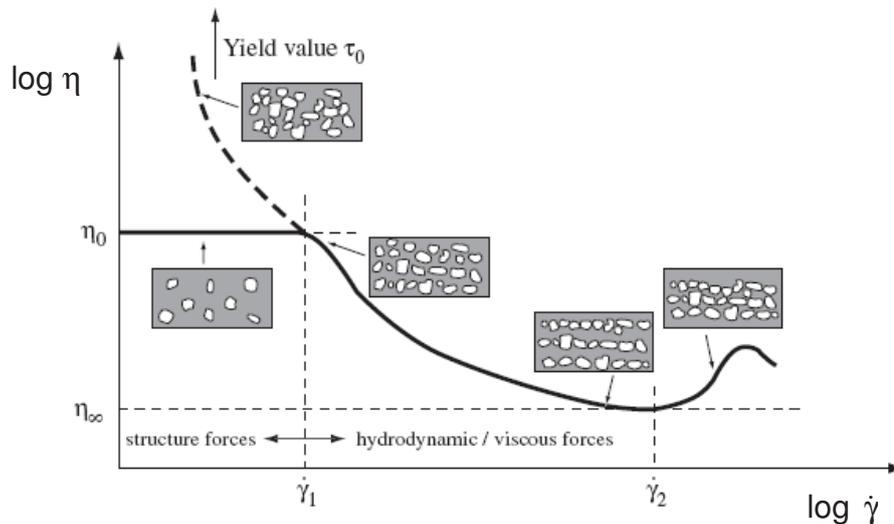


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Partikel-Anordnung bei verschiedenen Schergeschwindigkeiten und der daraus resultierenden Viskosität [16]

Bei der Verarbeitung von Suspensionen kann aufgrund hydrodynamischer Kräfte eine strukturelle Veränderung auftreten.

Bei niedrigen Schergeschwindigkeiten ($\dot{\gamma} < \dot{\gamma}_1$) ist die Struktur, und dadurch auch die Viskosität, der Suspension durch interpartikuläre Wechselwirkung bestimmt. Eine Nullviskosität, wie bei ungefüllten Schmelzen, tritt nur bei Suspensionen mit verschwindend kleiner bzw. gar keiner Wechselwirkung zwischen den Partikeln auf. Üblicherweise weisen Suspensionen mit höheren Konzentrationen eine Grenzfließspannung auf, welche durch einen Anstieg der Viskosität zu niedrigen Schergeschwindigkeiten hin charakterisiert ist [16].

Für Scherraten zwischen $\dot{\gamma}_1$ und $\dot{\gamma}_2$ erreichen die hydrodynamischen Kräfte die gleiche Größenordnung wie die interagierenden Kräfte. Abhängig vom Strömungsprofil beginnen die Feststoffpartikel sich umzuordnen. Dadurch verringert sich allgemein der Widerstand gegen die Strömung, welches sich durch eine Abnahme der Viskositätsfunktion ausdrückt (Scherverdünnung) [16].

Bei einer weiteren Erhöhung der Schergeschwindigkeit, über $\dot{\gamma}_2$, erhöht sich die Viskosität (Scherverdickung) aufgrund der Neuf ormation der Partikel. Die Füllstoffteilchen nähern sich einander wieder an und erhöhen dadurch den Widerstand gegen die Strömung [17].

3.2.3 Relative Viskosität von Suspensionen

Die Berechnung von Materialfunktionen einer Suspension, z.B. der Viskositätsfunktion, aus den Eigenschaften der Komponenten ist nur schwer möglich. Das Fließverhalten wird daher in Form der relativen Viskosität η_R , die die Suspensionsviskosität bezogen auf die reine Matrixviskosität angibt, beschrieben [7].

$$\eta_R = \frac{\eta_{\text{Susp.}}}{\eta_{\text{Matrix}}} \quad (46)$$

Die relative Viskosität hängt ab von

- der Konzentration der festen Phase,
- der Partikelform,
- der mittleren Partikelgröße und der Partikelgrößenverteilung,
- der Schergeschwindigkeit und den hydrodynamischen Kräften sowie von,
- der Wechselwirkung zwischen den Partikeln selbst und den Partikeln und der Flüssigkeit [8].

Man findet in der Literatur viele Gleichungen, die die relative Viskosität beschreiben. Diese Gleichungen werden in der Praxis als Anpassungsfunktionen, unabhängig davon, ob die darin enthaltenen Parameter theoretisch abgeleitet oder vom Autor als Anpassungsparameter eingeführt wurden, benutzt [7]. In Tabelle 4 wird eine Zusammenstellung einiger wichtiger Gleichungen zur Berechnung der relativen Viskosität gezeigt. Diese Gleichungen beschreiben die relative Viskosität in Abhängigkeit von der Volumenkonzentration c_V und, bei faserigen Füllstoffen, vom Längenverhältnis der Fasern.

Tabelle 4: Auswahl von Gleichungen, die die relative Viskosität beschreiben [7]

Autor	relative Viskosität	Partikelform	Geltungsbereich (Vol.-%)
Einstein	$\eta_R = 1 + k \cdot c_V$	Kugel	<20
Einstein-Gold	$\eta_R = 1 + c_V^2$	Kugel	<20
Mooney	$\eta_R = \exp \frac{k \cdot c_V}{1 - s \cdot c_V}$	Kugel	<20
Brodnyan	$\eta_R = \exp \frac{2,5 \cdot c_V + 0,4 \cdot (r_p - 1)^{1,48} \cdot c_V}{1 - k \cdot c_V}$	Faser	<5
Eilers	$\eta_R = \left(1 + \frac{k \cdot c_V}{1 - s \cdot c_V} \right)^2$	Kugel	<30
Hashin	$\eta_R = 1 + \frac{2 \cdot c_V}{1 - c_V}$	Faser	<20

Hierbei ist c_V die Volumenkonzentration, k und s experimentell bzw. theoretisch ermittelte Formparameter.

3.2.4 Konzept der Schergeschwindigkeitsüberhöhung

Die Gleichungen aus Tabelle 4 weisen alle den Nachteil auf, dass sie stets nur für eine Temperatur und/oder eine Schergeschwindigkeit gültig sind. Weiters sind die darin enthaltenen Anpassungsparameter oder Formfaktoren weder theoretisch noch experimentell leicht zu bestimmen [18].

Daher wurde von Geisbüsch und Schulze-Kadelbach eine einfache Methode entwickelt, mit der sich die Viskosität gefüllter Schmelzen schnell abschätzen lässt. Dabei geht man von einer einfachen Modellvorstellung aus. Dass beim Durchströmen von Fließkanälen, hervorgerufen durch die Feststoffpartikeln, keine ebene Schichtenströmung mehr vorliegt, sondern vielmehr ein Umströmen der Partikeln durch Schmelze auftritt (Abbildung 18). Dieses Umströmen führt in diesen Bereichen zu erhöhten Schergradienten. Es kann also zur Beschreibung der Fließvorgänge folgender Ansatz formuliert werden [18]:

$$\dot{\gamma}_{\text{gefüllt}} = k \cdot \dot{\gamma} \quad (47)$$

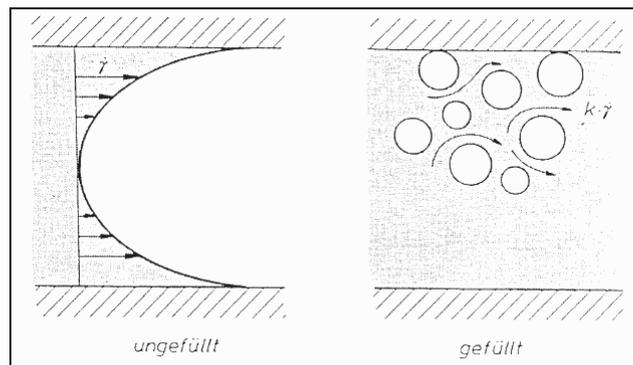


Abbildung 18: Schergeschwindigkeitsüberhöhung k in gefüllten Schmelzen [18]

Der Faktor k wird im weiteren als Schergeschwindigkeitsüberhöhung bezeichnet. Die über den Förderdruck aufzubringende Schubspannung des gefüllten Materials $\tau_{\text{gefüllt}}$ setzt sich demnach aus der Fließgrenze des Materials τ_0 und der zur Erzeugung einer um den Faktor k höheren Schergeschwindigkeit im Matrixmaterial zusammen [18]:

$$\tau_{\text{gefüllt}}(\dot{\gamma}) = \tau_0 + \tau_{\text{Matrix}(k \cdot \dot{\gamma})} \quad (48)$$

Über den newtonschen Ansatz $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$ folgt:

$$\tau_{\text{gefüllt}}(\dot{\gamma}) = \eta_{\text{gefüllt}}(\dot{\gamma}) \cdot \dot{\gamma} \quad (49)$$

und

$$\tau_{\text{Matrix}(k \cdot \dot{\gamma})} = \eta_{\text{Matrix}(k \cdot \dot{\gamma})} \cdot k \cdot \dot{\gamma} \quad (50)$$

Hierbei ist $\dot{\gamma}$ die aus dem Volumendurchsatz bestimmbare makroskopische Schergeschwindigkeit sowohl im gefüllten als auch ungefüllten Material. Aus dem newtonschen Ansatz und Gleichung 48 folgt die Viskositätsfunktion des gefüllten Materials zu:

$$\eta_{\text{gefüllt}}(\dot{\gamma}) = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k \cdot \eta_{\text{Matrix}(k \cdot \dot{\gamma})} \quad (51)$$

Für hohe Schergeschwindigkeiten geht der Term zur Berücksichtigung der Fließgrenze τ_0 gegen Null und die Gleichung 51 kann wie folgt angeschrieben werden:

$$\eta_{\text{gefüllt}}(\dot{\gamma}) \approx k \cdot \eta_{\text{Matrix}(k \cdot \dot{\gamma})} \quad (52)$$

3. Grundlagen

Somit kann die Viskositätsfunktion der gefüllten Schmelze als Verschiebung der Viskositätsfunktion der ungefüllten Schmelze bei konstanter Schubspannung um den konstanten Faktor k zu höheren Werten hin aufgefasst werden (Abbildung 19) [18].

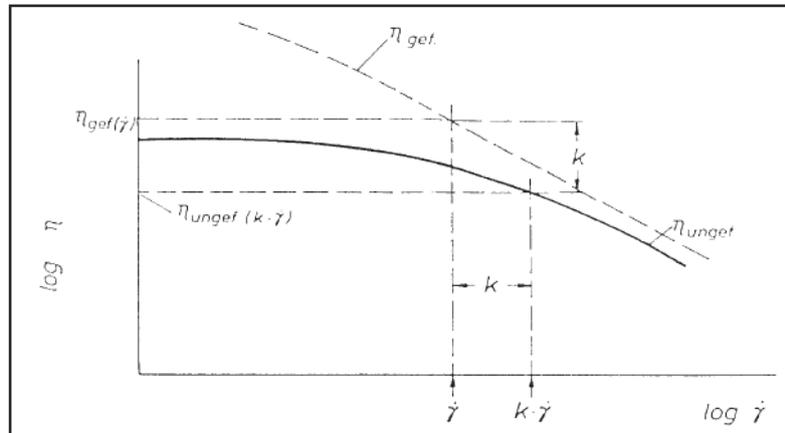


Abbildung 19: Berechnung der Viskosität einer gefüllten Schmelze aus dem Viskositätswert der ungefüllten Schmelze [18]

Der Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktor k ist unabhängig von der Temperatur, der betrachteten Schergeschwindigkeit und dem Druck der Schmelze und somit lediglich eine Funktion der Füllstoffart und Konzentration, während die Fließgrenze von der Temperatur abhängig sein kann. Dies bedeutet, dass der Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktor k für eine spezielle Kunststoff-Füllstoffkonzentration aus einem einzigen zu messenden Punkt der Viskositätsfunktion des gefüllten Polymeren bei beliebigem Druck und beliebiger Temperatur bestimmbar ist, sofern die Schergeschwindigkeit ausreichend groß ist, um den Einfluss der Fließgrenze verschwindend klein zu halten. Zur Beschreibung der Viskositätsfunktion bei niedrigen Schergeschwindigkeiten ist ein zusätzlicher Messwert in diesem Bereich notwendig, so dass sich mit dem bereits bekannten Faktor k die Fließgrenze τ_0 aus Gleichung 51 bestimmen lässt [18].

Aus der Gleichung 52 lässt sich der Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktor wie folgt berechnen:

$$\log k = \eta_{\text{gefüllt}}(\dot{\gamma}) - \eta_{\text{Matrix}}(k \cdot \dot{\gamma}) \quad (53)$$

In halblogarithmischer Auftragung des Faktors k über der Volumenkonzentration erhält man nahezu eine lineare Abhängigkeit (Abbildung 20). Daraus kann man sehr gut den Faktor k und daraus die Viskosität der Suspension abschätzen [18].

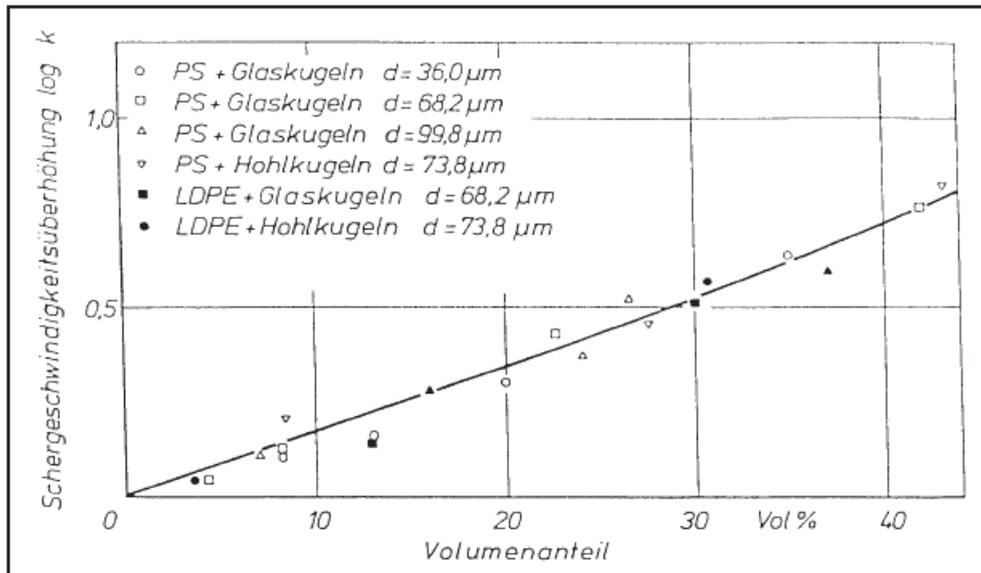


Abbildung 20: Schergeschwindigkeitsüberhöhung in Abhängigkeit vom Füllstoffgehalt [18]

Die Gültigkeit dieser Beziehung wurde für Materialien mit Füllstoffgehalten bis zu 40 Volumenprozent, wie sie üblich sind bei der Verarbeitung von konventionell gefüllten Thermoplasten, gezeigt.

Geisbüsch [18] und Barth [5] haben für die Bestimmung des Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktors die einfachste Messmethode verwendet, die MFI-Messung, Melt-Flow-Index, da sich der Faktor aus einem Messpunkt bestimmen lässt.

In dieser Arbeit wird der Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktor aus Messungen am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) bestimmt und untersucht, ob das Konzept der Schergeschwindigkeitsüberhöhung auch für PIM-Feedstocks geeignet ist.

3.3 Einspritz- und Plastifizierarbeit

Eine weit verbreitete Methode zur Überwachung der Viskosität während des Spritzgießprozesses ist einerseits das so genannte Einspritzintegral (Gleichung 54) welches die Einspritzarbeit W_E wiedergibt, und andererseits der Fülldruck, der notwendig ist um die Kavität volumetrisch zu füllen [19].

$$W_E = A_Z \cdot \int_{s_1}^{s_2} p_{E(s_i)} \cdot ds \quad (54)$$

3. Grundlagen

Dabei ist A_z die Zylinderquerschnittsfläche (berechnet mit dem Schneckendurchmesser D), p_E der spezifische Einspritzdruck (entspricht dem Schmelzedruck im Schneckenorraum) und s der Schneckenweg.

Jedoch ist diese Methode abhängig von der Werkzeuggeometrie, -temperatur und den Einspritzbedingungen.

Eine Möglichkeit, die Viskosität des Feedstocks während der Verarbeitung unabhängig von den oben genannten Parametern charakterisieren zu können, bietet die Dosierarbeit W_{PI} (Gleichung 55).

$$W_{PI} = 2 \cdot \pi \cdot \int_{t_1}^{t_2} M_{(t)} \cdot n_{(t)} \cdot dt \quad (55)$$

Wobei $M_{(t)}$ das wirkende Drehmoment an der Schnecke während des Dosierens ist und $n_{(t)}$ die Schneckendrehzahl kennzeichnet. Die Drehmomentänderung entlang des Dosierhubs wird wie folgt beschrieben:

$$dM_D = F \cdot \frac{D}{2} = \tau_w \cdot \pi \cdot D \cdot dl \cdot \frac{D}{2} \quad (56)$$

Über den newtonschen Ansatz kann auf die Viskosität zurück geschlossen werden, da gilt:

$$\tau_w = \eta \cdot \dot{\gamma}_w \quad (57)$$

Dabei führen Strömungsverhältnisse in der Plastifiziereinheit zu Schubspannungen, die ein Drehmoment an der Schnecke bewirken.

Die Dosierarbeit ist bei gleich bleibender Materialqualität lediglich von den Wandschubspannungen an der Schnecke abhängig und charakterisiert somit das Viskositätsverhalten der Schmelze bei geringen Schergeschwindigkeiten und Drücken (Abbildung 21) [20].

Es wird die Energie ermittelt, die notwendig ist um das Material im Plastifizierzylinder zu plastifizieren, und auf das plastifizierte Volumen bezogen (Gleichung 58). Diese Methode wird Monitoring of Feedstock Quality (MFQ) genannt, und wurde in der Firma Battenfeld Kunststoffmaschinen GmbH, Kottlingbrunn, A, entwickelt [20].

$$MFQ = \frac{\text{Dosierarbeit (J)}}{\text{aufdosiertes Volumen (cm}^3\text{)}} \quad (58)$$

3. Grundlagen

Die MFQ-Methode ist eine energetische Produktionsüberwachung, bei der nicht nur Aussagen über den Zustand der Spritzgießmaschine sondern auch über das Verarbeitungsmaterial möglich sind [20].

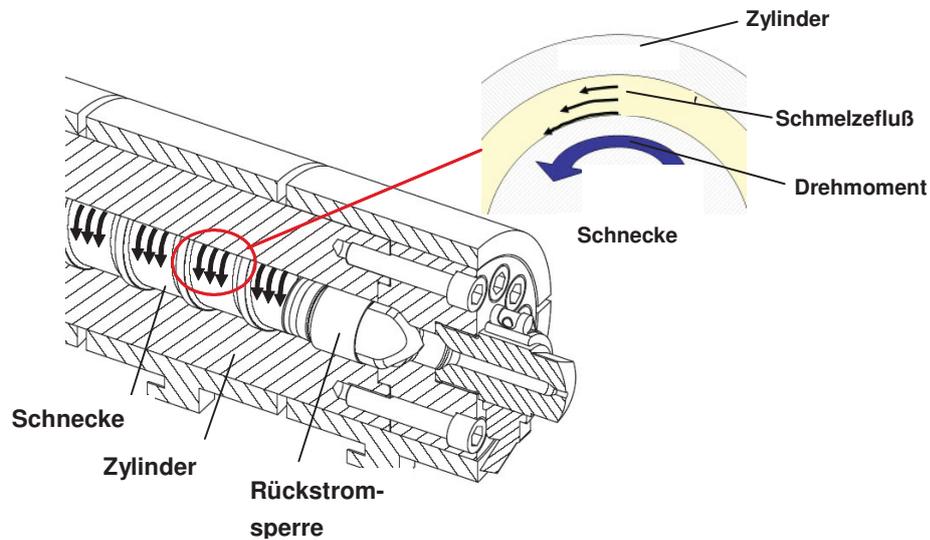


Abbildung 21: Strömungsvorgänge im schmelzegefüllten Bereich der Schnecke [20]

Abbildung 22 zeigt die Abhängigkeit des Einspritzintegrals und des MFQ-Wertes von der Werkzeugtemperatur. Es ist sehr gut zu erkennen, dass die Einspritzarbeit bei höheren Werkzeugtemperaturen abnimmt, da das eingespritzte Material langsamer abkühlt und daher eine niedrigere Viskosität besitzt.

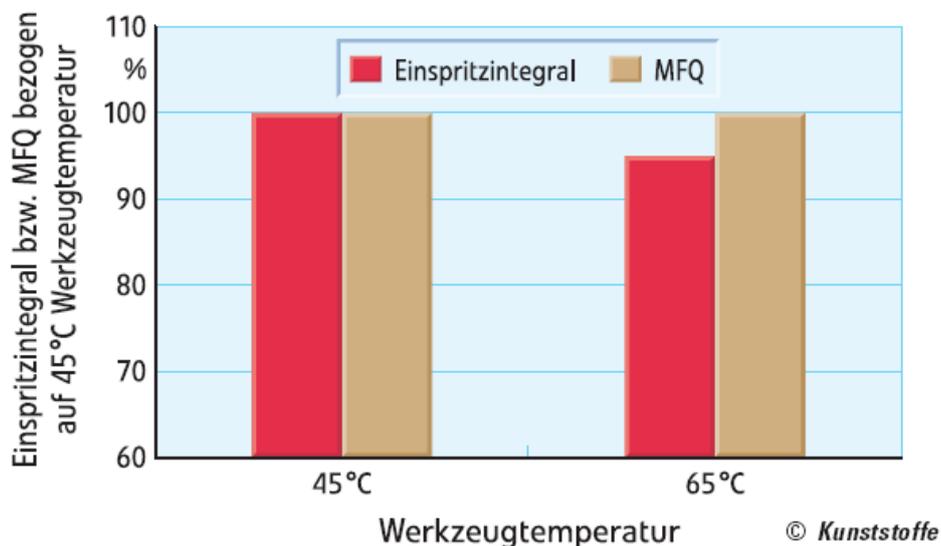


Abbildung 22: Einspritzintegral und MFQ-Wert bei unterschiedlichen Werkzeugtemperaturen eines 316L Feedstocks der Fa. Gabriel Chemie Gumpoldskirchen, A [15]

3. Grundlagen

Abbildung 23 zeigt die MFQ-Werte für einen 316L Feedstock der Fa. Gabriel Chemie Gumpoldskirchen, A. Zusätzlich dazu wurde der Feedstock mit 5% mehr Binder versehen und die Messung an dem Mahlgut des 316L Standard-Feedstock durchgeführt.

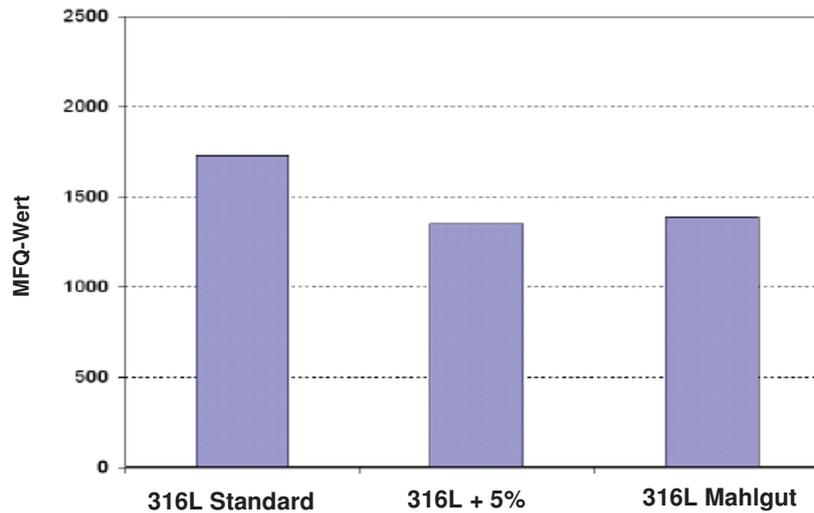


Abbildung 23: MFQ-Werte für einen 316L Standardfeedstock der Fa. Gabriel Chemie, Gumpoldskirchen, A, einen 316L Feedstock um 5% erhöhtem Bindergehalt sowie für ein 316L-Mahlgut [20]

Aus Abbildung 23 erkennt man, dass der Wert des Mahlgutes unter dem MFQ-Wert des Standardfeedstocks liegt. Der Grund dafür liegt in der zusätzlichen Durchmischung der Suspension bei der ersten Verarbeitung an der Spritzgießmaschine.

4 Experimentelles

4.1 Materialien

Die in dieser Arbeit untersuchten Materialien wurden von den Projektpartnern zur Verfügung gestellt. In Tabelle 5 ist eine Auflistung der Materialien mit den Herstellern, dem Pulvertyp und den Firmen, die sie zur Verfügung gestellt haben, zu sehen.

Tabelle 5: Die untersuchten Feedstocks

Unternehmen	Feedstock	Feedstock Beschreibung	Feedstock Hersteller	Chargennummer
MimEcrisa Santander, E	Catamold FN08L	Kohlenstoffeisen mit 8% Nickel	BASF	33827
	Catamold FN08Exp	Kohlenstoffeisen mit 8% Nickel	BASF	K37946
ITB Boxten, NL	Catamold 316LA	Edelstahlpulver	BASF	35076
Battenfeld Kottingbrunn, A	Catamold 316LG	Edelstahlpulver	BASF	36812447G0
Alliance Saint-Vit, F	Catamold 316LG	Edelstahlpulver	BASF	37735
MIMITALIA Vado Ligure, I	Batch 1.1-1.4 Batch 2.1-2.2	Kobalt	Mimitalia	---
Parmaco Fischingen, CH	N123 HMB1 L92.15	Eisenpulver mit 7% Nickel	Parmaco	071023-2-E

4. Experimentelles

Bei den Catamold-Typen der Fa. BASF AG, Ludwigshafen, D, handelt es sich um ein Polyacetal Bindersystem. Die anderen Binder sind auf Wachsbasis hergestellt, wobei deren genauere Zusammensetzung von den Firmen geheim gehalten wird. Bei den Feedstocks der Fa. Mimitalia handelt es sich um zwei Feedstocks, die sich durch die Pulverfeinheit unterscheiden. Vom gröberen Pulver sind vier verschiedene Chargen (Batch 1.1 bis Batch 1.4) und vom feinerem zwei (Batch 2.1 und Batch 2.1) untersucht worden.

Zusätzlich zu den in Tabelle 5 genannten Feedstocks wurde das HMB1-Bindersystem der Fa. Parmaco mit unterschiedlichem Pulveranteil und dem reinen Binder nach dem Konzept der Schergeschwindigkeitsüberhöhung (siehe 3.2.4) untersucht. Die Pulveranteile sind aus der Tabelle 6 zu entnehmen.

Tabelle 6: Feedstocks der Fa. Parmaco mit unterschiedlichem Pulvergehalt

Binder	Feedstock Beschreibung	Füllstoffgehalt		Chargennummer
		Volumen %	Gewichts %	
HMB 1	Eisenpulver mit 7% Nickel	10	50,22	080130-7-A
HMB 1	Eisenpulver mit 7% Nickel	20	69,42	080129-7-G
HMB 1	Eisenpulver mit 7% Nickel	30	79,55	080129-7-F
HMB 1	Eisenpulver mit 7% Nickel	40	85,82	080129-7-D
HMB 1	Eisenpulver mit 7% Nickel	50	90,82	080129-7-C
HMB 1	Eisenpulver mit 7% Nickel	56,25	92,15	071023-2-E

Bei dem Feedstock mit 56,25 Volumen % handelt es sich um den herkömmlichen Feedstock, der Fa. Parmaco.

4.2 Verwendete Maschine und Messgeräte

Die Viskosität der Feedstocks wurde auf verschiedene Arten gemessen, einerseits mit dem Hochdruckkapillarrheometer (HKR) der Type Rheograph 2002 der Firma Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH – Rheologische Prüfgeräte, Buchen, D, und andererseits mit der Hybrid-Spritzgießmaschine Battenfeld HM 40/130 (Abbildung 27) und der vollelektrischen Spritzgießmaschine BA 1000/200 CDK-SE (Abbildung 28) der Firma Battenfeld Kunststoffmaschinen GmbH, Kottlingbrunn, A. Dabei kamen unterschiedliche Messsysteme und –anordnungen zum Einsatz.

Runddüsensystem:

Die Messung am Bindersystem der Fa. Parmaco am HKR sind aufgrund der niedrigen Druckverluste, die an der Schlitzdüse entstanden, mittels Runddüse (Abbildung 25) durchgeführt worden. Dabei sind die Düsen aus Tabelle 11 verwendet worden.

Schlitzdüsensystem:

Da bei der Runddüse der Druckabfall indirekt gemessen wird, ist es für Feedstocks vorteilhafter, den Druck über wandbündig angeordnete Massedruckaufnehmer zu ermitteln. Dies kann durch Schlitzdüsen realisiert werden. In dieser Arbeit sind zwei verschiedene Schlitzdüsensysteme verwendet worden, die „RheoNoz“ und die PIM-Düse.

a) PIM-Düse

Die PIM-Düse (Abbildung 30) ist eine Konstruktion des Instituts für Kunststoffverarbeitung in Leoben speziell für PIM-Feedstocks, sie ist eine Schlitzdüse, bei der fünf Massedruckaufnehmer und drei Thermolemente mit 1 mm Durchmesser eingebaut werden können (Abbildung 26). Mit dieser Düse wurden Viskositätsmessungen sowohl am HKR als auch an der Spritzgießmaschine BA 1000/200 CDK-SE im Technikum des Instituts für Kunststoffverarbeitung durchgeführt. Für die Messungen an der Spritzgießmaschine wurde eigens ein Adapter angefertigt. Die Geometrien der PIM-Düse können aus Tabelle 12 entnommen werden.

b) „RheoNoz“

Die „RheoNoz“ (Abbildung 29) ist eine von der Fa. Battenfeld entwickelte rheologische Messdüse. Es können drei Massedruckaufnehmer und zwei Thermolemente mit 6 mm Durchmesser eingebaut werden. Die Messungen mit der „RheoNoz“ sind an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130 im Technikum der Fa. Battenfeld durchgeführt worden.

4. Experimentelles

Weiters wurden im Technikum der Firma Battenfeld mit der Spritzgießmaschine Battenfeld HM 40/130 die Messungen der Dosier- und Einspritzarbeit durchgeführt. Die Aufnahme der benötigten Maschinenparameter erfolgte über das in die UNILOG B4 Steuerung der Maschine integrierte SCOPE-Programm.

In Tabelle 7 sind die Instrumente, Geräte und Software für die Messensorik aufgelistet.

Tabelle 7: Verwendete Instrumente/Software und Geräte

Instrumente / Software	Type	Hersteller
Druckaufnehmer	MDA 462-XL 1/2 UNF	Dynisco Europe GmbH, Heilbronn, D
Thermoelement	Type J	THERMOCOAX GmbH, Stapelfeld, D
Messdatenerfassungssystem	SPIDER 8	Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, D
Thermoelementkalibrierung	Profical II	Gräff GmbH, Troisdorf, D
Druckwaage	CPB 5000 HP	WIKA Alexander Wiegand GmbH & Co.KG, Klingenberg, D
Messdatenerfassungs-Software	Beam Version 3.2	Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, D
Schlitzdüse	PIM-Düse	Institut für Kunststoffverarbeitung, Leoben, A
Schlitzdüse	“RheoNoz”	Battenfeld Kunststoffmaschinen GmbH, Kottlingbrunn, A
Runddüse		Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen, D
Hochdruckkapillarrheometer	Rheograph 2002	Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH – Rheologische Prüfgeräte, Buchen, D
Spritzgießmaschine	BA 1000/200 CDK-SE	Battenfeld Kunststoffmaschinen GmbH, Kottlingbrunn, A
Spritzgießmaschine	Battenfeld HM 40/130	Battenfeld Kunststoffmaschinen GmbH, Kottlingbrunn, A

4.3 Durchgeführte Messungen und Messplan

Die in Kapitel 4.1 erwähnten Feedstocks sind sowohl am Hochdruckkapillarrheometer als auch an der Spritzgießmaschine untersucht worden. Am HKR sind die Viskositäten der frischen und einmal verarbeiteten Materialien gemessen worden.

Auch an der Spritzgießmaschine sind die Viskositäten der Feedstocks ermittelt worden. Dabei kamen die in Kapitel 4.2 genannten Schlitzdüsen zum Einsatz. Mahlgut wurde an der Spritzgießmaschine nicht gemessen.

Die Einspritz- bzw. Dosierarbeit ist an der Spritzgießmaschine am frischen Feedstocks durch Produzieren eines Zugstabes ermittelt worden. Zusätzlich dazu wurden die Zugstäbe des Catamold FN08L Feedstocks eingemahlen und das Mahlgut gemessen. Dies wurde bis zum zehnten Mal verarbeiteten Material durchgeführt.

Die geplanten experimentellen Untersuchungen an unverarbeitetem und ein- bis mehrfach verarbeitetem Material sind in Tabelle 8 bzw. in Tabelle 9 dargestellt.

Tabelle 8: Experimentelle Untersuchungen an unverarbeitetem Material

Feedstock	Viskositätsmessung am HKR	Viskositätsmessung an der SGM, („RheoNoz“)	Viskositätsmessung an der SGM, („PIM-Düse“)	Dosier- und Einspritzarbeit
FN08L (MimEcrisa)	3T, 2H	---	1T, 1H, 1DE	SG von 75 Teilen; 1 DE
FN08Exp (MimEcrisa)	3T, 2H	---	1T, 1H, 1DE	SG von 75 Teilen; 1 DE
Cobalt Feedstock (MIMITALIA)	1T, 1H	---	---	SG von 75 Teilen; 1 DE
316LG (Battenfeld)	3T, 2H	3T, 1H, 1DE	3T, 1H, 1DE	SG von 75 Teilen; 1 DE
316LG (Alliance)	3T, 1H	---	---	---
316LA (ITB)	3T, 1H	---	1T, 1H, 1DE	---

H – Düsenspalt, **T** – Messtemperatur, **DE** – Dosiereinstellung, **SG** - Spritzgießen

4. Experimentelles

Tabelle 9: Untersuchungen an ein- und mehrfach verarbeitetem Material

Feedstock	Viskositätsmessung am HKR	Dosier- und Einspritzarbeit
FN08L 1x verarbeitet	1T, 1H	Spritzgießen von 75 Teilen; 1 DE
FN08L 5x verarbeitet	---	Spritzgießen von 75 Teilen; 1 DE
FN08L 10x verarbeitet	---	Spritzgießen von 75 Teilen; 1 DE
FN08Exp 1x verarbeitet	1T, 1H	---
316LA 1x verarbeitet	1T, 1H	---
316LG 1x verarbeitet (Battenfeld)	1T, 1H	---
H – Düsenspalt, T – Messtemperatur, DE – Dosiereinstellung		

Der Versuch zur Bestimmung des Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktors k wurden an den Feedstocks der Firma Parmaco mit unterschiedlichem Pulvergehalt am Hochdruckkapillarrheometer durchgeführt (Tabelle 10).

Tabelle 10: Experimentelle Untersuchungen an Feedstocks der Fa. Parmaco mit unterschiedlichem Pulvergehalt

Material	Viskositätsmessung am HKR
<i>Binder-System</i>	1T, 1R
Feedstock / Pulvergehalt in Vol. %	
10	1T, 1R
20	1T, 1R
30	1T, 1H
40	1T, 1H
50	1T, 1H
56,25	3T, 1H
H – Düsenspalt, R – Düsenradius, T – Messtemperatur	

5 Messmethodik

In diesem Kapitel wird der Versuchsaufbau für die Messungen und die Vorgehensweise beim Messen erklärt.

5.1 Hochdruckkapillarrheometer

Im Messablauf wird eine konstante Stempelgeschwindigkeit vorgegeben, wobei Geschwindigkeiten zwischen 10^{-3} und 10^3 mm/s eingestellt werden können. Der Aufschmelzzylinder wird gleichmäßig mit dem zu prüfendem Material manuell gefüllt. Die Masse wird beim Start der Messungen vier Minuten lang aufgeschmolzen, um eine homogene Schmelze zu gewährleisten. Danach fährt der Stempel das vorher eingegebene Geschwindigkeitsprofil ab. Dabei schaltet die Maschine auf die nächst höhere Geschwindigkeit, sobald ein konstantes Druckniveau (1 % Abweichung) über zehn Sekunden lang vorliegt und die Messwerte (Zeit, Druck, Stempelgeschwindigkeit, Temperaturen) aufgenommen und aufgezeichnet sind. Um die Reproduzierbarkeit der Messungen zu zeigen, wurden diese drei Mal mit demselben Geschwindigkeitsprofil durchgeführt.

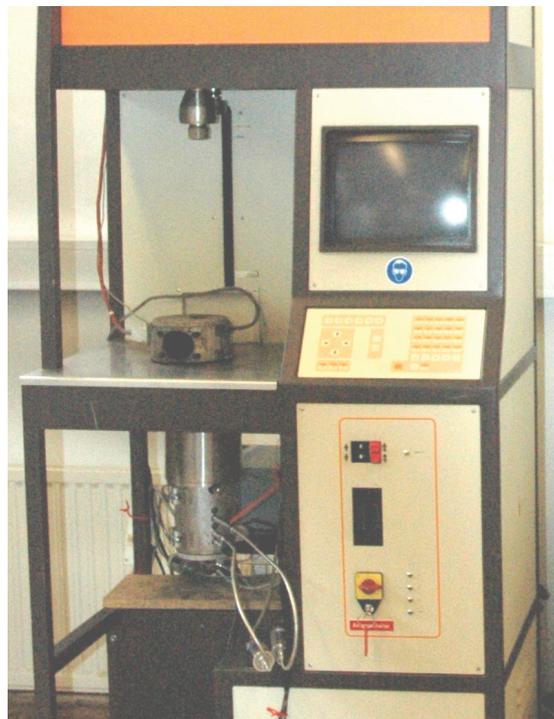


Abbildung 24: Rheograph 2002 mit aufgerüsteter PIM-Düse

Bei den Messungen mit der Runddüse (Abbildung 25) erfolgt die Druckmessung mittels einer kleinen Druckaufnehmerbohrung, „pressure hole“ genannt, welche bei

5. Messmethodik

gefüllten Materialien stets zu reinigen ist, damit die Drücke nicht beeinträchtigt werden. Da der Druck indirekt über das im „pressure hole“ vorhandene Material auf die Druckaufnehmermembran übertragen wird, und die Zusammensetzung dieses Materials im „pressure hole“ aufgrund von Entmischung und Zersetzung anders ist als in der Kapillare, ist mit Druckmessfehlern zu rechnen. Die Kapillarwandtemperatur wird an zwei Stellen knapp unterhalb der Düsenwand gemessen.

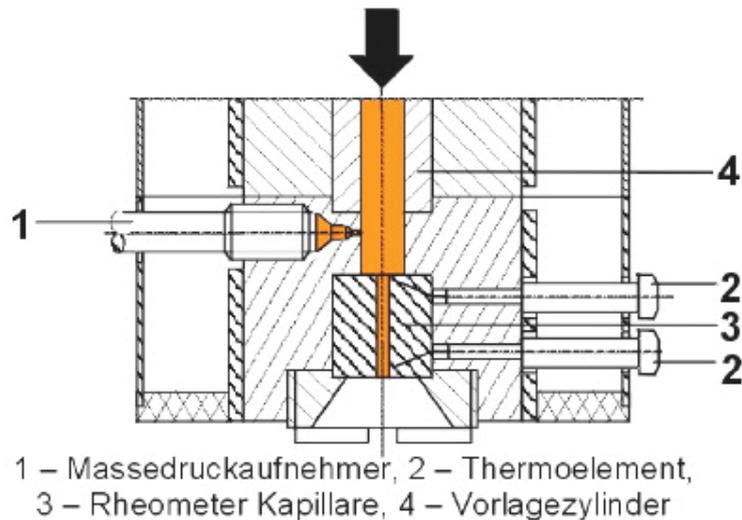


Abbildung 25: Querschnittsdarstellung der Prüfkammer eines HKR mit Runddüse

Die verwendeten Düsen mit ihren Geometrien sind in Tabelle 11 aufgelistet.

Tabelle 11: Verwendete Runddüsen mit unterschiedlichen L/D-Verhältnissen

	Düsen- Durchmesser D_D in mm	Düsenlänge L_1 in mm L/D=10	Düsenlänge L_2 in mm L/D=20	Düsenlänge L_3 in mm L/D=30	Einlaufwinkel α
1. Satz	0,5	5	10	15	180
2. Satz	1	10	20	30	180

5. Messmethodik

Bei hoch gefüllten Polymeren, zu denen man die Feedstocks zählt, ist die Viskositätsmessung, wie oben erwähnt, mit der Runddüse nachteilig. Daher werden bei Messungen von hochgefüllten Materialien Schlitzdüsen mit wandbündig eingebauten Druckaufnehmern verwendet (Abbildung 26) [12, 13]. Eine Sonderausführung einer Schlitzdüse ist die PIM-Düse, die aus dem M390 Böhlerstahl angefertigt wurde und dadurch verschleißfest und geeignet für Messungen an PIM-Feedstocks ist.

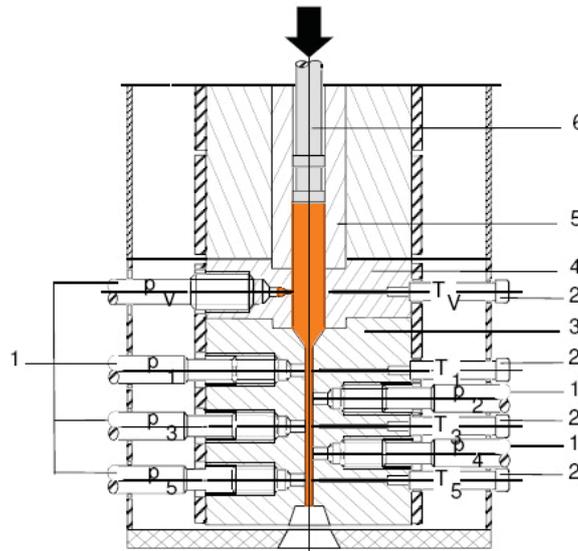


Abbildung 26: Querschnittsdarstellung der Prüfkammer eines Schlitzdüsenrheometers mit Rechteschlitz; 1 – Massedruckaufnehmer, 2 – Thermoelement, 3 – Rechteschlitz, 4 – Messring, 5 – Vorlagezylinder, 6 – Kolben

In Tabelle 12 sind die verwendeten Schlitzdüsen mit ihren Geometrien aufgelistet.

Tabelle 12: Die verwendeten Düsen und ihre Geometrien

Höhe in mm	1	2,5
Breite in mm	10	10
Länge in mm	100	100
Abstand $p_1 - p_5$ in mm	60	60
F_P	0,93697	0,84243

5.2 Viskositätsmessung an der Spritzgießmaschine

In dieser Arbeit sind Messungen an der Spritzgießmaschine im Technikum der Firma Battenfeld Kunststoffmaschinen GmbH, Kottlingbrunn, A, und im Technikum des Instituts für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben durchgeführt worden.

Im Technikum der Firma Battenfeld wurden die Versuche mit der rheologischen Messdüse RheoNoz und die Messung zur Ermittlung der Dosier- und Einspritzarbeit mit der Spritzgießmaschine Battenfeld HM 40/130 (Abbildung 27) durchgeführt.

Am Institut für Kunststoffverarbeitung ist die Battenfeld BA 1000 CSK-SE (Abbildung 28) zur Messung der Viskosität mittels PIM-Düse zum Einsatz gekommen.



Abbildung 27: Battenfeld HM 40/130



Abbildung 28: Battenfeld BA 1000/200 CDK-SE

5. Messmethodik

Rheologische Messdüse – RheoNoz:

Die rheologische Messdüse RheoNoz (Abbildung 29 - A) wird direkt an den Flansch des Spritzzylinders montiert. Es handelt sich dabei um eine Schlitzdüse, deren Kanalbreite 15 mm beträgt. Der Druck wird an drei Stellen mit wandbündig eingebauten Massedruckaufnehmern (p_1 , p_2 , p_3) und die Temperatur an zwei Stellen (T_1 und T_2) gemessen. Durch auswechselbare Einsätze lässt sich das Fließverhalten mit unterschiedlichen Spalthöhen (0,5 mm, 1 mm, 2 mm und 3 mm) bestimmen (Abbildung 29 - B) [15].

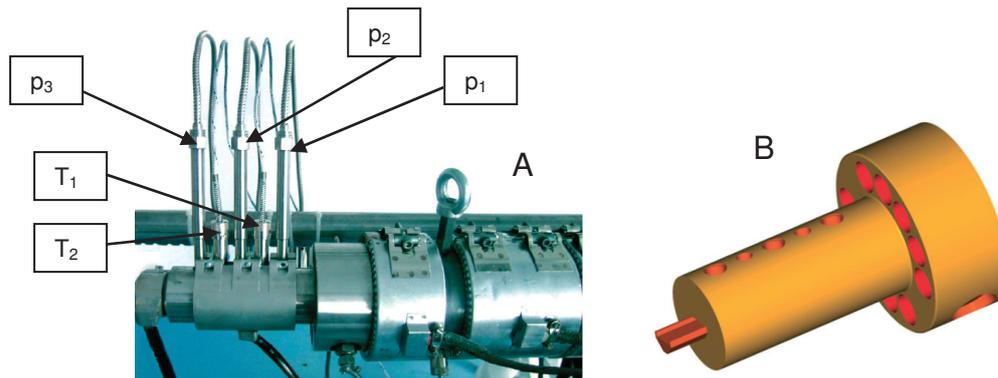


Abbildung 29: A) - Schlitzdüse „RheoNoz“ zur Viskositätsmessungen an der Spritzgießmaschine, (B) – Messdüse mit herausgeschobenen Einschub zur Einstellung der unterschiedlichen Kanaltiefen [15]

Bei der Messung wird erst dem RheoNoz-Programm die gewünschte Schergeschwindigkeit eingegeben, welche das Programm umrechnet auf die Sollschnackenvorlaufgeschwindigkeit. Das selbst gewählte Materialvolumen sollte groß genug sein, um über einen gewissen Zeitraum konstante Druckverhältnisse zu erreichen, aber auch klein genug, sodass die Schnecke das Material noch gut homogenisieren kann. Dieses Dosiervolumen wird durch den Rheometerspalt gespritzt.

Der Volumenstrom, der durch den Spalt gedrückt wird, wird über die SchneckenVorlaufgeschwindigkeit und den Schneckendurchmesser berechnet. Die Druckabfälle zwischen den einzelnen Druckaufnehmern werden aufgenommen. Das Programm gibt dabei die Möglichkeit, den Druckverlust zwischen den Druckaufnehmern p_1 und p_2 bzw. p_2 und p_3 auszuwählen. Die gesamten Korrekturen führt das Programm automatisch durch.

Einen sehr großen Nachteil hat die Viskositätsmessung mit der „RheoNoz“ aufgrund der Thermoelemente. Diese sind mit einem Durchmesser von 6 mm relativ groß und dementsprechend träge. Daher ist eine Detektierung der Erwärmung der Düse durch

5. Messmethodik

die Schervorgänge im Kanal nicht möglich, wodurch auch eine Temperaturkorrektur der Viskositätswerte nicht einfach ist.

PIM-Düse:

Die PIM-Düse wurde über einen Adapter auf der düsenseitigen Werkzeugaufspannplatte der Spritzgießmaschine (Abbildung 30) montiert. Die Drücke werden nur an drei Stellen (p_1 , p_3 und p_5) und die Temperatur ebenfalls an drei Stellen (T_1 , T_2 , T_3) aufgenommen. Genauso wie bei der RheoNoz-Messung wird eine ausreichende Materialmenge aufdosiert und mit einer Schneckenvorlaufgeschwindigkeit durch den Scherspalt gedrückt. Die Schergeschwindigkeit wird dann über die Wegänderung des Schneckenweggebers berechnet. Die Messdaten, Druckabfall, Temperatur und Schneckengeschwindigkeit werden von einem Datenerfassungssystem, Type Spider 8, erfasst. Die weitere Auswertung erfolgt im Excel.

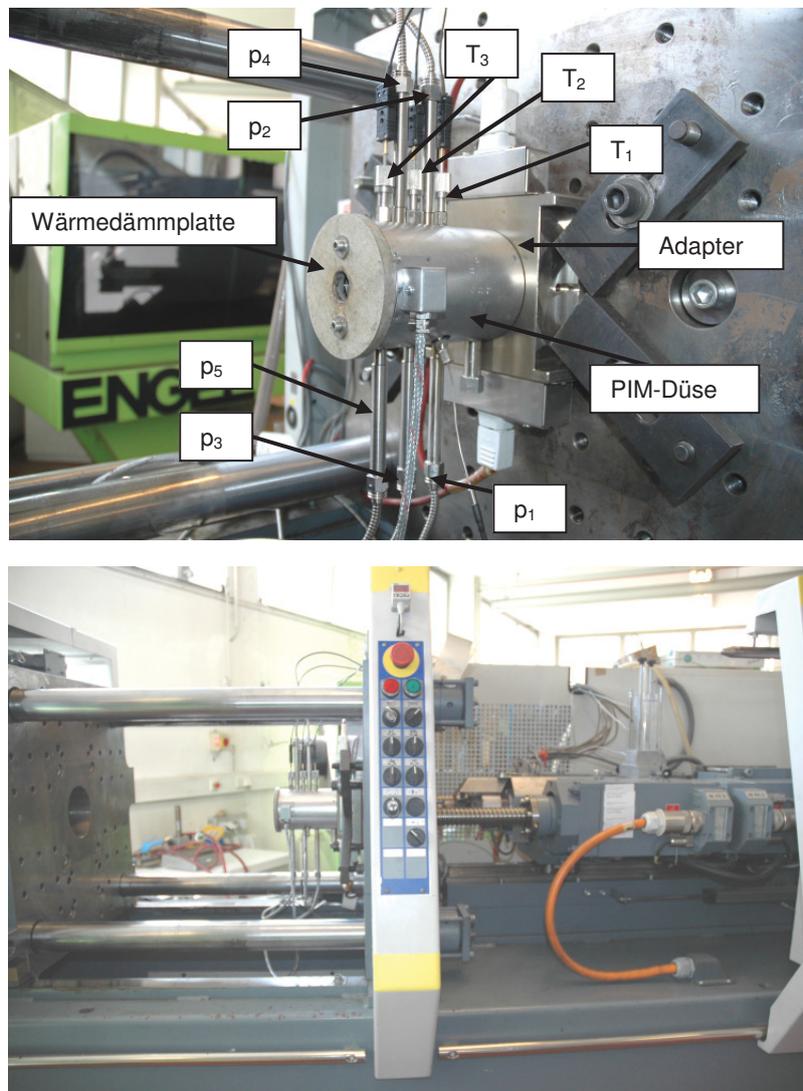


Abbildung 30: Auf die BA 1000/200 CDK-SE montierte PIM-Düse

5.2.1 Dosier- und Einspritzarbeit

Zur Ermittlung der Dosier- und Einspritzarbeit wurden Prüfkörper (Abbildung 31) an der Spritzgießmaschine Battenfeld HM 40/130 im Technikum der Fa. Battenfeld hergestellt.



Abbildung 31: Gespritzter Zugprüfkörper

Es werden dabei zuerst 50 „Anfahrteile“ gespritzt, um stationäre Bedingungen zu erhalten, und erst bei den nächsten 25 Schuss werden die Messwerte aufgenommen. Die Aufnahme des Drehmomentes, der Schneckendrehzahl und des Einspritzdruckes erfolgt über den Servomotor der Maschine und das in der UNILOG B4 Steuerung der Maschine integrierte SCOPE-Programm (Abbildung 32). Dabei werden 400 Messwerte pro Kanal, in den ersten acht Sekunden aufgenommen. Für die Messung wird die Spritzgießmaschine so eingestellt, dass der Einspritz-, der Nachdruck- und der Dosiervorgang zusammen nicht länger als acht Sekunden dauern. Dabei wird vor allem die Nachdruckzeit gekürzt, um das Material durch zu hohe Dosiergeschwindigkeit nicht zu schädigen. Die Integrale zur Berechnung der Dosier- bzw. Einspritzarbeit werden dann mit dem Windows Excel Programm durch Aufsummieren der Werte in bestimmten Bereichen gelöst. Die Maschine gibt keine Werte in SI-Einheiten aus, sondern hat maschinenspezifische Faktoren, die berücksichtigt werden müssen. In Tabelle 13 sind die Messgrößen, die die Maschine ausgibt, aufgelistet.

Tabelle 13: Maschinenspezifische Messgrößen und Faktoren

Drehzahl	Umdrehungen/min*10
Dosierweg	mm*10
Druck	bar*210/4277,8
Drehmoment	Nm*100/7,75

5. Messmethodik

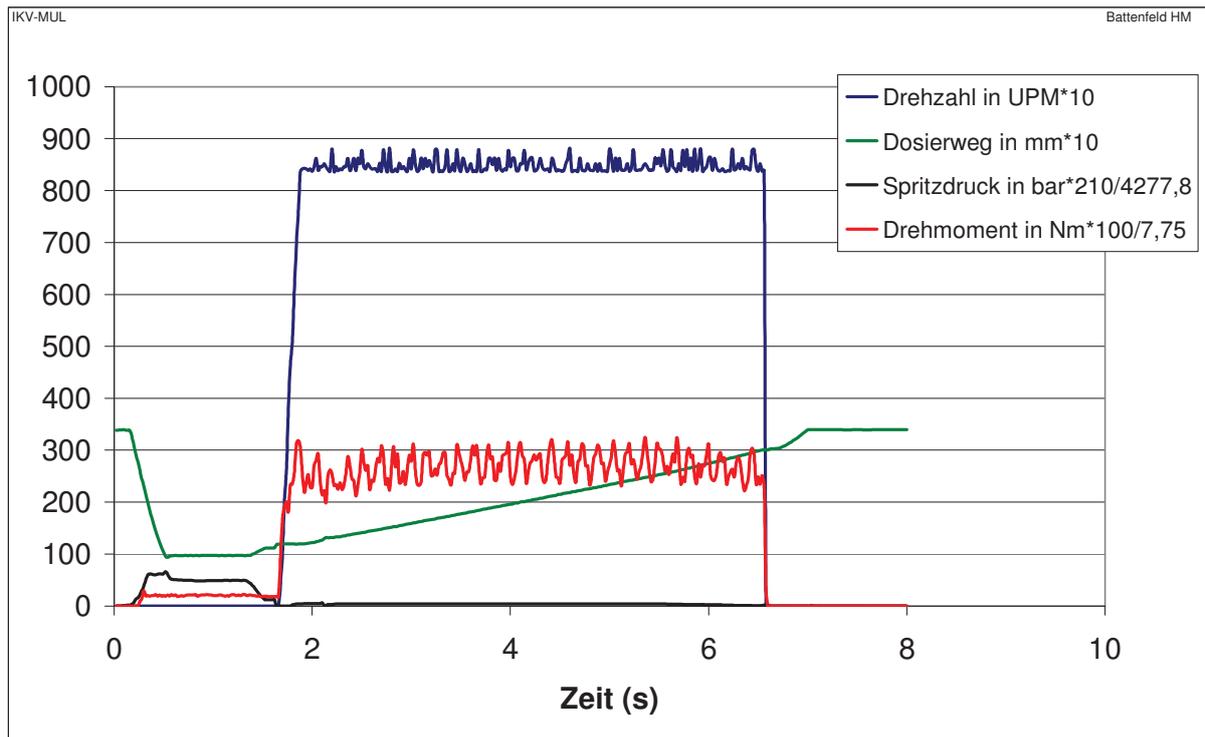


Abbildung 32: Maschinenausgabe bei der Messung des FN08L Feedstocks

In den folgenden Tabellen sind die Maschineneinstellung, Werkzeug-, Zylinder Temperaturen, Zykluszeiten und die Integralgrenzen zur Berechnung der Dosier- bzw. Einspritzarbeit aufgelistet.

Tabelle 14: Zylinder- (T_{Zyl}), Werkzeugtemperatur (T_{WZ}), Zykluszeit (t_{zyl}), Einspritzzeit (t_E), Nachdruckzeit (t_{ND}) und Nachdruck (ND)

	T_{Zyl} (°C)	T_{WZ} (°C)	t_{zyl} (s)	t_E (s)	t_{ND} (s)	ND (bar)
FN08L	120	190	45	0,4	1	1000
FN08Exp	120	190	45	0,4	1	1000
Mimitalia	40	90	45	0,9	1	750
316LG Battenfeld	120	190	45	0,4	1	1600

5. Messmethodik

Die Nachdruckzeit wurde so niedrig gewählt, um genauere Ergebnisse zu erreichen. Der Nachdruck wurde als Profil eingegeben, wobei die gewählte Nachdruckhöhe 0,8 Sekunden wirkt und nach dieser Zeit der Nachdruck konstant auf 0 bar fällt.

Tabelle 15: Dosiereinstellungen

	Schneckendrehzahl (min⁻¹)	Staudruck (bar)	Dosierweg (mm)	s₁ (mm)	s₂ (mm)
FN08L	80	80	30	30	12
FN08Exp	80	80	30	30	12
Mimitalia	80	40	30	25	13,5
316LG Battenfeld	80	80	30	30	12

Tabelle 16: Einspritzeinstellungen

	Einspritzgeschwindigkeit (mm/s)	Einspritzdruck (bar)	Umschaltung (mm)	s₁ (mm)	s₂ (mm)
FN08L	80	1350	10	30	10
FN08Exp	80	1350	10	30	10
Mimitalia	80	850	10	25	10
316LG Battenfeld	80	2100	10	30	10

5.3 Bestimmen des Schergeschwindigkeitüberhöhungsfaktors

Zur Bestimmung des Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktors k wurde wie folgt vorgegangen:

1. Messen der Viskosität von Binder und Feedstocks mit unterschiedlichem Füllstoffgehalt
2. Binderviskosität durch Carreau-Ansatz annähern
3. Bestimmen der k -Werte für die einzelnen Feedstocks mit unterschiedlichem Füllstoffgehalt durch Verschieben auf die Viskositätskurve des Binders (über den Solver im Excel)
4. $\log k$ -Werte über Füllstoffanteil auftragen und Ausgleichsgerade aufstellen

6 Ergebnisse und Diskussion

6.1 Einspritz- und Dosierarbeit

6.1.1 Einspritzarbeit

Abbildung 33 zeigt die berechnete Einspritzarbeit des FN08L Feedstocks über eine Schussfolge von 25 Schuss. Dabei kennzeichnet die schwarze Linie den Mittelwert der Ergebnisse (465,3 J) und die roten Linien die Standardabweichung ($\pm 1,94$ J, $\pm 0,42$ %). Der maximale und minimale Wert liegen ca. 8 J auseinander. Es befinden sich noch Messwerte außerhalb der Standardabweichung, die ein Anzeichen für eine zu kurze Laufzeit der Maschine sind. Nach ca. 75 Schuss befinden sich die Maschine und das Werkzeug noch nicht in stationären Verhältnissen. Dennoch haben die Messwerte eine geringe Streuung.

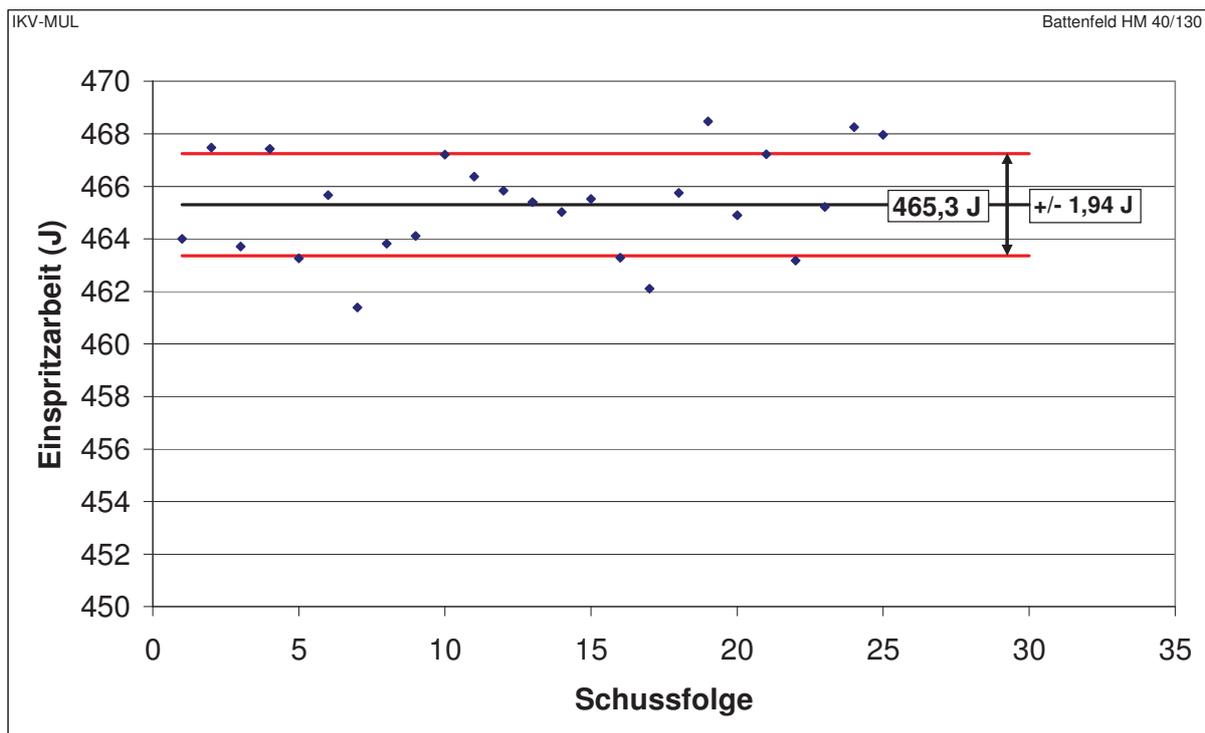


Abbildung 33: Einspritzarbeit für den Catamold FN08L Feedstock der Fa. Mimecrisa über die Schussfolge

Tabelle 17 zeigt die Werte der Einspritzarbeit und deren Standardabweichung für die gemessenen Feedstocks.

6. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 17: Einspritzarbeit der verschiedenen frischen Feedstocks

	mittlere Einspritzarbeit (J)	Messwertstreuung	
		(J)	(%)
FN08L	465,3	1,94	0,42
FN08Exp	469,9	3,52	0,75
316LG	655,9	4,83	0,74

Zusätzlich zu den Messungen mit frischem Material sind Messungen mit ein- bzw. mehrfach verarbeitetem Material durchgeführt worden. Der Vergleich dieser Ergebnisse ist in Abbildung 34 dargestellt. Auch bei diesen Ergebnissen sind keine allzu großen Unterschiede zu erkennen. Man sieht, dass sich die Einspritzarbeit bis zum sechsmal verarbeitetem Material erhöht und danach sich bei einem niedrigeren Wert einpendelt, der etwa dem Wert des frischen Feedstocks entspricht.

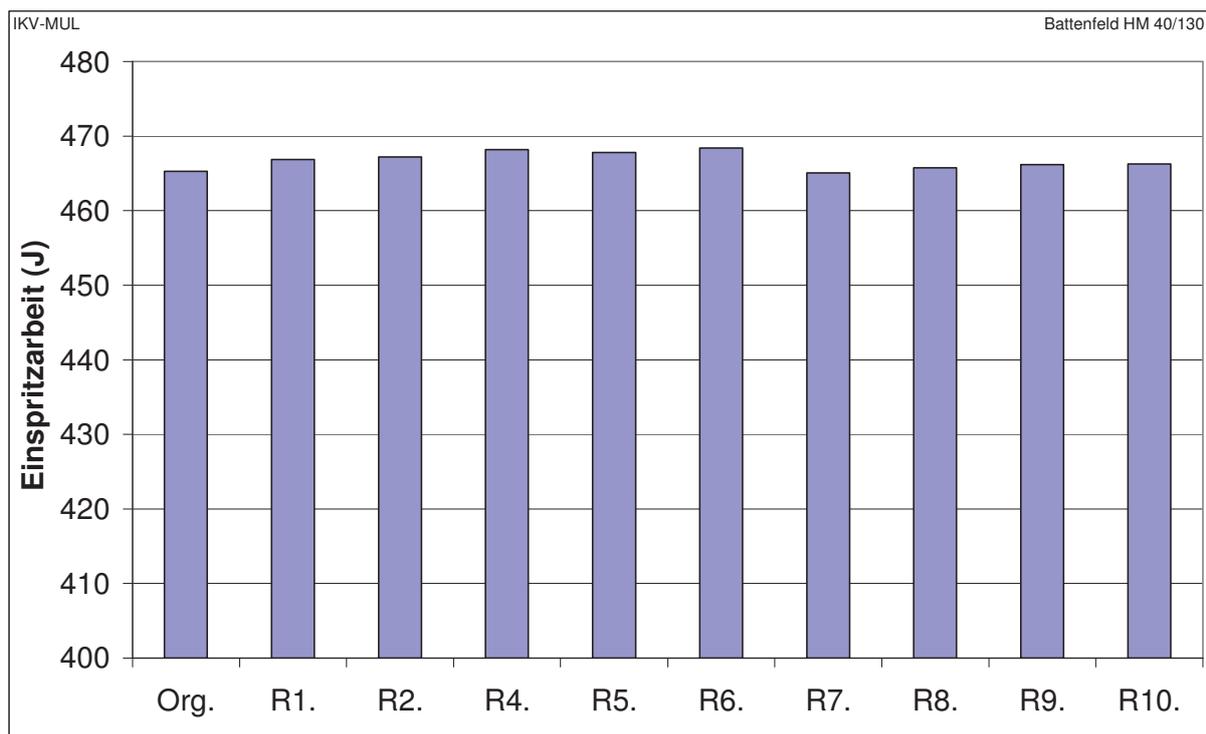


Abbildung 34: Vergleich der Einspritzarbeit des frischen und mehrfach verarbeiteten Catamold FN08L Feedstocks der Fa. Mimecrisa

6. Ergebnisse und Diskussion

Ein Chargenvergleich bei der Einspritzarbeit wird anhand des Mimitalia Feedstocks in Abbildung 35 gezeigt. Dabei ist sehr gut zu erkennen, dass das Batch 1 starke Schwankungen in der Einspritzarbeit zeigt. Die Werte unterscheiden sich bis zu 35%.

Batch 2, welches sich hinsichtlich der Pulverfeinheit zu Batch 1 unterscheidet, ist in dieser Hinsicht konstanter und benötigt eine geringere Einspritzarbeit als Batch 1. In Tabelle 18 sind die Mittelwerte und Messwertstreuungen der Einspritzarbeit der Mimitalia Feedstocks aufgelistet.

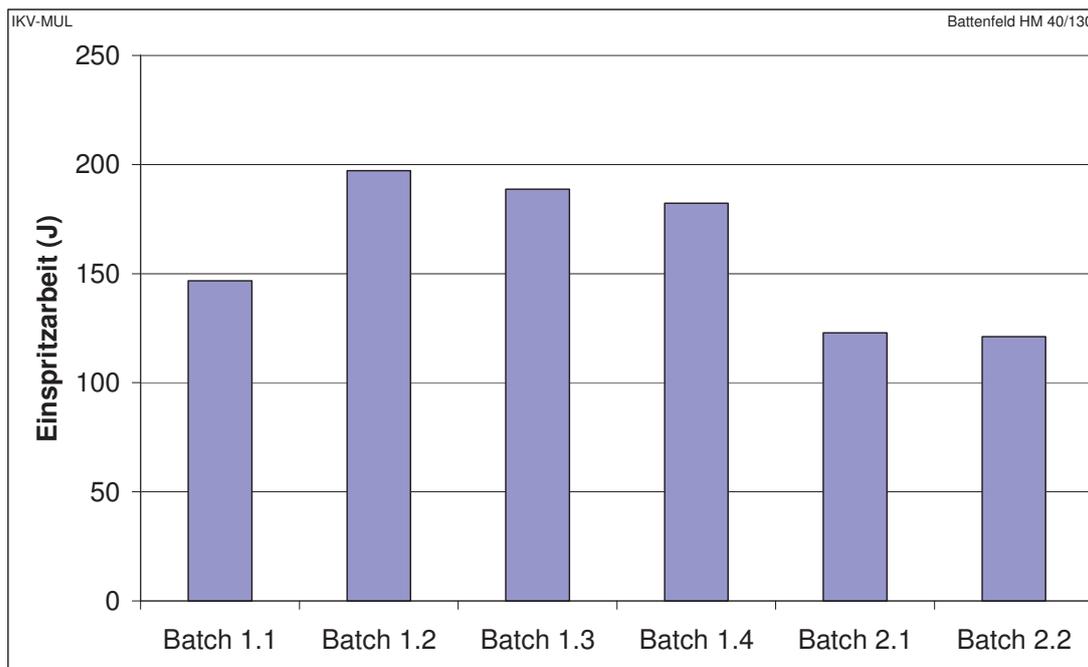


Abbildung 35: Chargenvergleich der Mimitalia Feedstocks Batch 1 und Batch 2

Tabelle 18: Einspritzarbeit der Mimitalia Feedstocks

	mittlere Einspritzarbeit (J)	Messwertstreuung	
		(J)	(%)
Batch 1.1	146,8	3,8	2,6
Batch 1.2	197,1	12,9	6,5
Batch 1.3	188,7	9,3	4,9
Batch 1.4	182,5	7,5	4,1
Batch 2.1	122,8	6,1	4,9
Batch 2.2	120,5	1,4	1,2

6.1.2 Dosierarbeit

Es sind sowohl die Dosierarbeit als auch der MFQ-Wert berechnet worden. Da der MFQ-Wert die auf das aufdosierte Volumen bezogene Dosierarbeit ist, und dieses Volumen in dieser Arbeit immer gleich bleibt, ist der Verlauf des MFQ-Wertes analog zur Dosierarbeit, aber um einen konstanten Faktor niedriger, wie die folgenden zwei Abbildungen zeigen. Daher wird in dieser Arbeit nur noch auf die Dosierarbeit eingegangen.

In Abbildung 36 ist der Verlauf des MFQ-Wertes für den Catamold FN08L Feedstock der Fa Mimecrisa dargestellt. Hierbei beträgt der Mittelwert $186,3 \text{ J/cm}^3$ und die Standardabweichung $1,1 \text{ J/cm}^3$. Der Mittelwert der Dosierarbeit (Abbildung 37) beträgt $853,2 \text{ J}$ und die Standardabweichung $5,7 \text{ J}$ ($0,66 \%$)

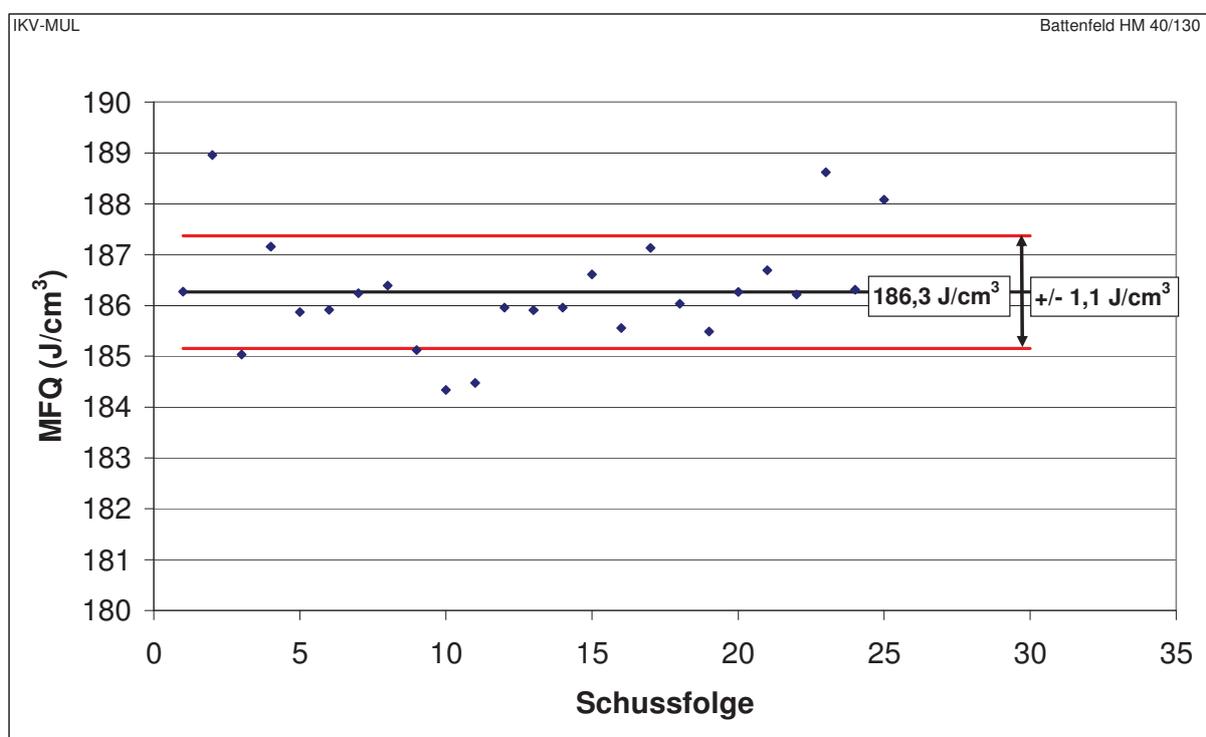


Abbildung 36: MFQ-Wert für den Catamold FN08L Feedstock der Fa. Mimecrisa über die Schussfolge

In Abbildung 37 ist gut zu erkennen, dass einzelnen Werte in einem Bereich von ca. 20 J ($2,3 \%$) schwanken.

Die Messungen der Dosier- und Einspritzarbeit sollten bei höheren Schusszahlen erfolgen, bei denen der stationäre Zustand der Maschine garantiert ist, z.B. bei einem Dauerläufer. Dann wäre auch die Erfassung der Chargenunterschiede leichter.

6. Ergebnisse und Diskussion

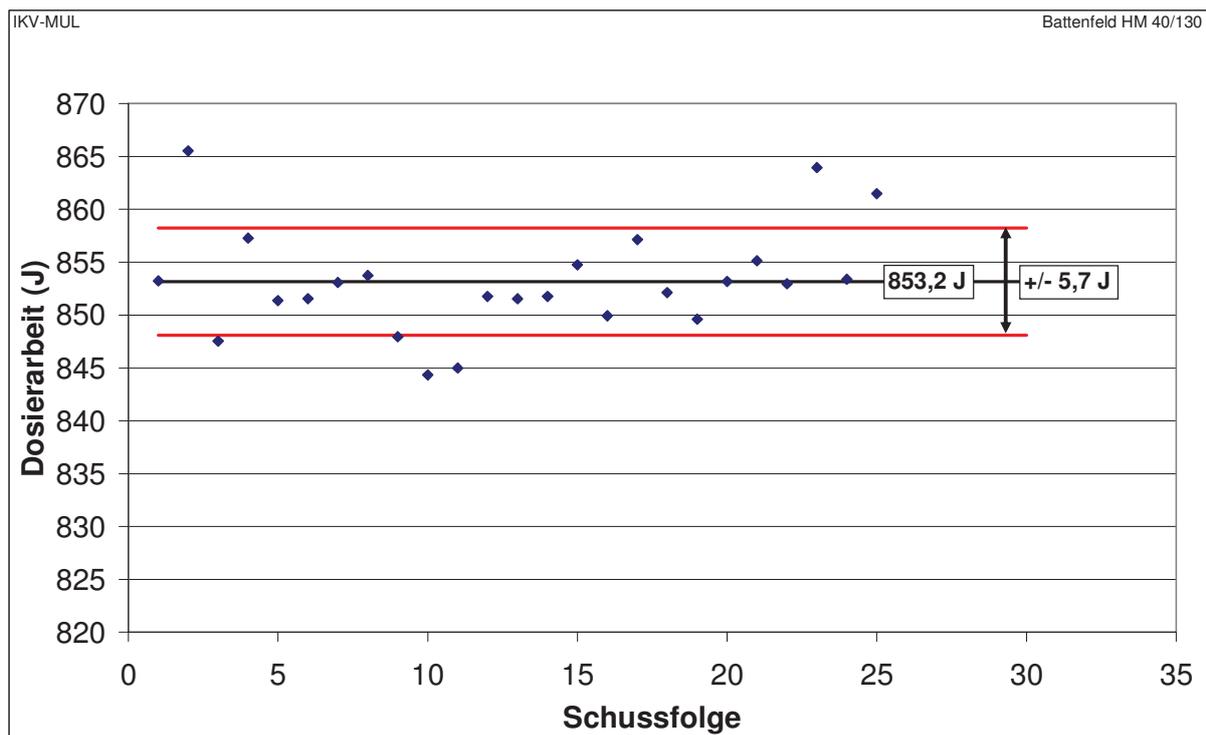


Abbildung 37: Dosierarbeit für den Catamold FN08L Feedstock der Fa. Mimecrisa über die Schussfolge

Tabelle 19 zeigt die Werte der Dosierarbeit und deren Messwertstreuung für die drei untersuchten Catamold Feedstocks.

Tabelle 19: Werte der Dosierarbeit und deren Messwertstreuung

	mittlere Dosierarbeit (J)	Standardabweichung	
		(J)	(%)
FN08L	853,2	5,7	0,66
FN08Exp	861,8	3,88	0,45
316LG	1083,8	28,66	2,6

6. Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 38 zeigt die Gegenüberstellung der Dosierarbeit des frischen Feedstock mit dem Mahlgut. Es ist klar ersichtlich, dass die Dosierarbeit zunimmt. Dies steht im Widerspruch zu Literaturangaben von Gornik in [20], in der die Dosierarbeit aufgrund der besseren Homogenisierung des Feedstocks durch die vorhergehende Verarbeitung abnehmen sollte. In [20] wurde die Messung für einen Feedstock mit einem Binder auf Wachsbasis durchgeführt. Da der Binder der Catamold[®]-Typen, zu denen zählt der FN08L Feedstock, auf Polyacetal basieren, wird womöglich der Binder bei der mehrmaligen Verarbeitung und beim Vermahlen zersetzt, und dadurch verringert sich dessen Anteil. Die Zunahme der Viskosität, welche zu einer Erhöhung der Dosierarbeit führt, kann auch bei der Viskositätsmessung beobachtet werden (siehe Kapitel 6.2.3).

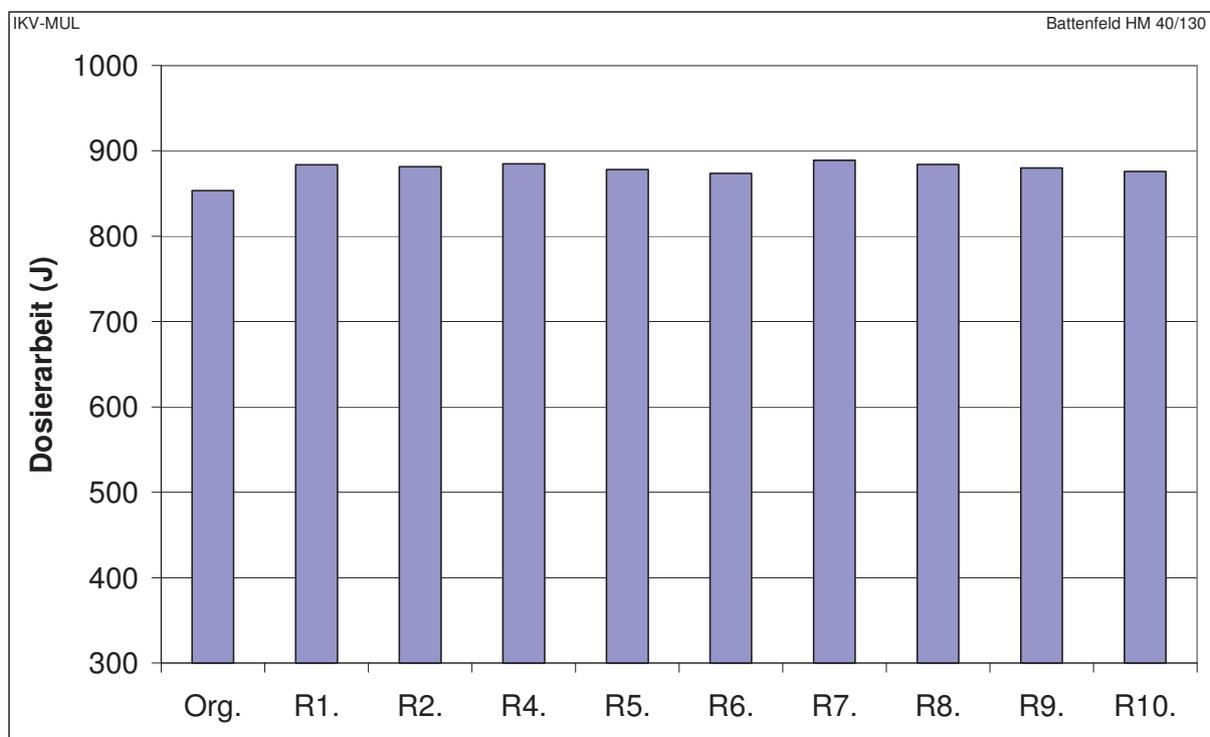


Abbildung 38: Vergleich der Dosierarbeit des frischen (Org.) und mehrfach verarbeiteten (R1. bis R10.) Catamold FN08L Feedstocks

6. Ergebnisse und Diskussion

Beim Chargenvergleich des Mimitalia Feedstocks in Abbildung 39 ist wieder eine starke Schwankung der Werte, wie bei der Messung der Einspritzarbeit beim Batch 1, zu erkennen, genauso wie eine gewisse Konstanz beim Batch 2.

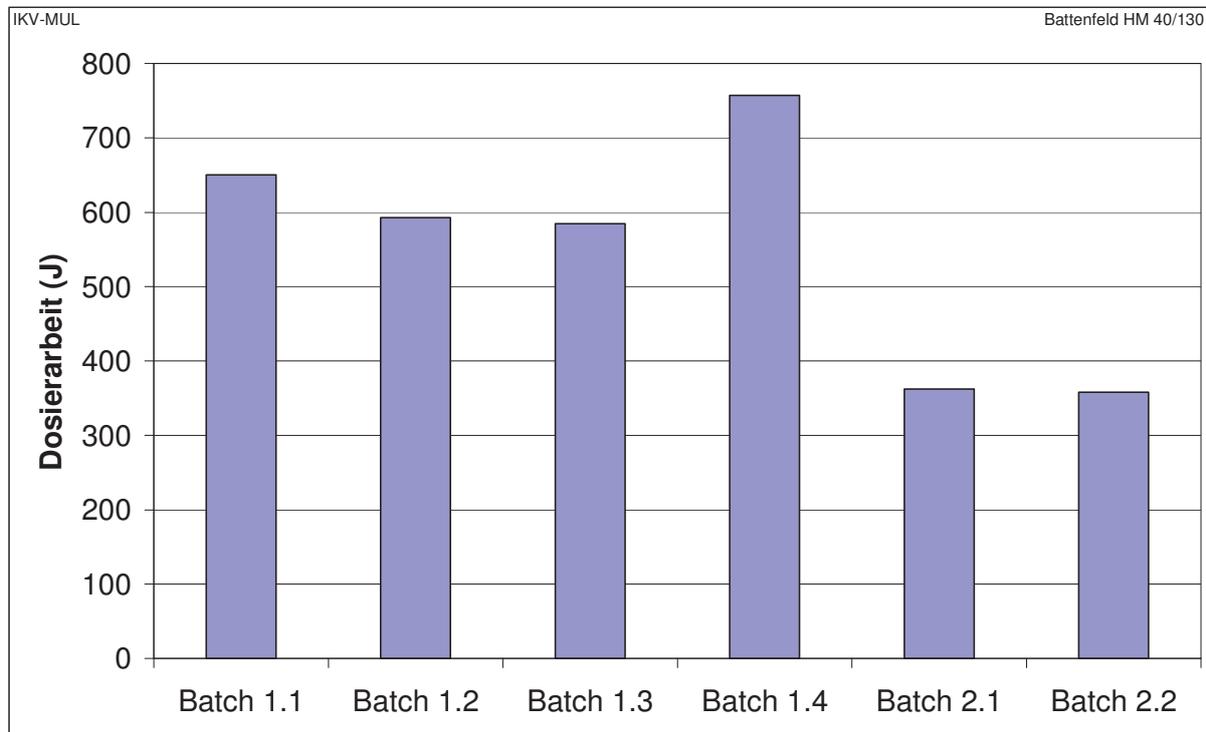


Abbildung 39: Chargenvergleich der Mimitalia Feedstocks; Batch1 und Batch 2

Tabelle 20 zeigt die Messwerte für die Dosierarbeit der untersuchten Mimitalia Feedstocks sowie deren Messwertstreuung.

Tabelle 20: Dosierarbeit der Mimitalia Feedstocks

	mittlere Dosierarbeit (J)	Messwertstreuung	
		(J)	(%)
Batch 1.1	650,5	73	11,2
Batch 1.2	592,9	39,9	6,7
Batch 1.3	584,7	50,2	8,6
Batch 1.4	777,1	69,8	9,1
Batch 2.1	362,3	17,0	4,7
Batch 2.2	357,9	8,4	2,3

6.2 Ergebnisse der Viskositätsmessungen

6.2.1 Temperaturkorrektur

In Abbildung 40 ist die scheinbare, nicht temperaturkorrigierte Fließkurve des Catamold 316LG Feedstocks der Fa. Alliance mit den scheinbaren temperaturkorrigierten Fließkurven der 1. und 2. Temperaturkorrekturmethode (Kapitel 3.1.2.1) dargestellt. Zusätzlich ist in dieser Abbildung der Temperaturverlauf der Düsenwandtemperatur und der mittleren nach Agassant berechneten Massetemperatur ersichtlich. Man erkennt, dass sich die berechnete mittlere Massetemperatur im Vergleich zur Düsenwandtemperatur kaum erhöht. Die Cameron-Zahl ist in diesem Schergeschwindigkeitsbereich ($20 \text{ s}^{-1} - 1.000 \text{ s}^{-1}$) zwischen 1 und 0,01, also im Übergangsbereich. Daher ergibt die 1. Temperaturkorrekturmethode (arithmetisches Mittel der Wandnah gemessenen Stahltemperaturen wird als mittlere Massetemperatur verwendet) höhere Wandschubspannungswerte.

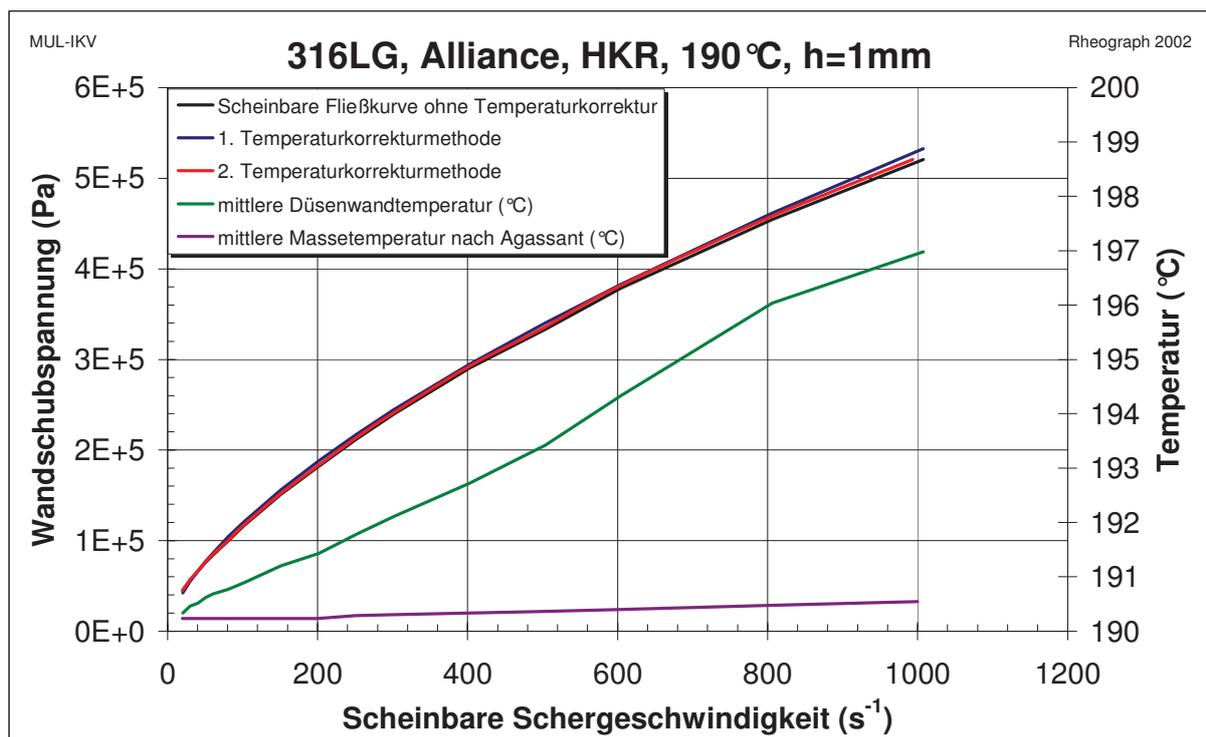


Abbildung 40: Scheinbare, nicht temperaturkorrigierte Fließkurve des Catamold 316LG Feedstocks der Fa. Alliance; nach der 1. und 2. Temperaturkorrekturmethode korrigierte scheinbare Fließkurve mit den dazugehörigen Düsenwand- bzw. Massetemperaturen

6. Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 41 erkennt man sehr gut den Unterschied zwischen der 1. und 2. Temperaturkorrekturmethode. Die 1. Temperaturkorrekturmethode, die eine viel größere Temperaturerhöhung annimmt, korrigiert die gemessenen Werte zu höheren Wandschubspannungswerten. Die nach Temperaturkorrekturmethode 1 berechnete Wandschubspannung ist bei der höchsten Schergeschwindigkeit um 2,3% höher als jene ohne Temperaturkorrektur, und die nach der 2. Temperaturkorrekturmethode um 1,1 %.

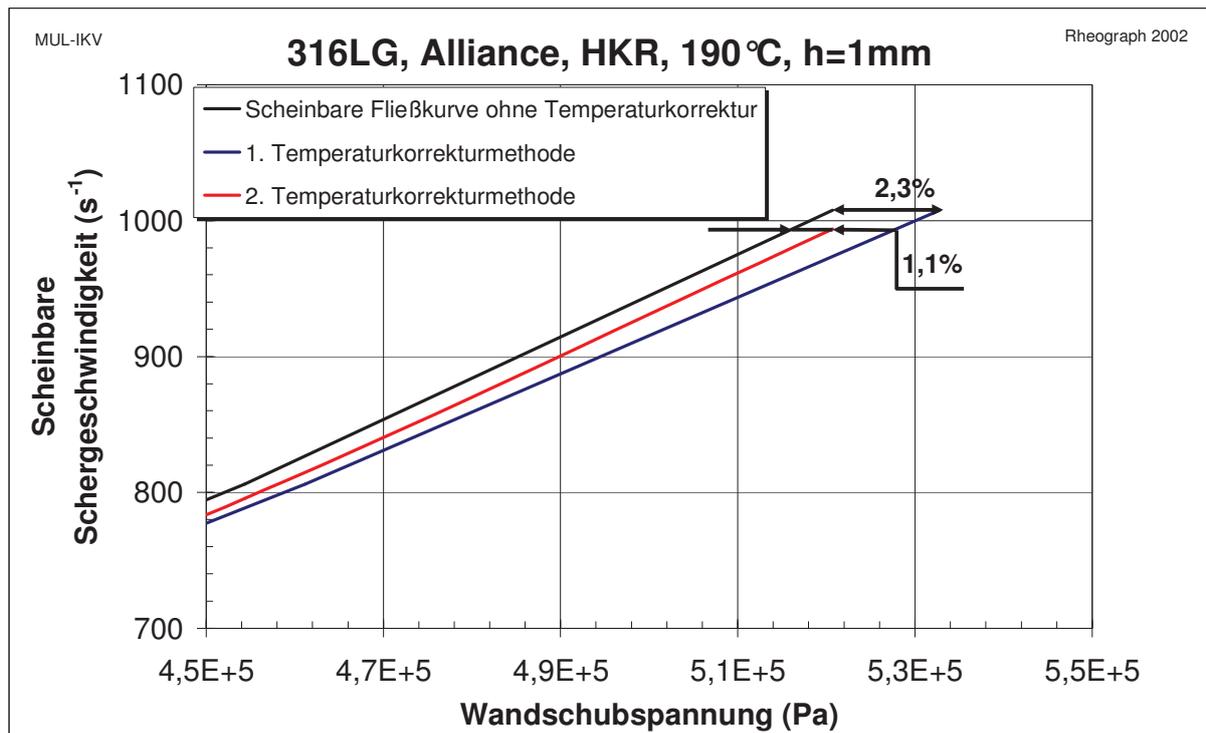


Abbildung 41: Gegenüberstellung der nicht temperaturkorrigierten und der nach der 1. und 2. Temperaturkorrekturmethode korrigierten scheinbaren Fließkurven des 316LG Feedstocks der Fa. Alliance

In dieser Arbeit wurden die gemessenen Fließkurven der anderen Feedstocks über die 1. Temperaturkorrekturmethode korrigiert, da die temperaturabhängigen Stoffdaten, wie Wärmeleitfähigkeit, spezifische Wärmekapazität und Dichte nicht zur Verfügung standen.

Trotzdem muss festgestellt werden, dass die 2. Temperaturkorrekturmethode grundsätzlich die genauere Methode ist, da sie vom sich entwickelnden Schmelztemperaturprofil im Messkanal ausgeht.

6.2.2 Messungen an unverarbeitetem Material

Die in Abbildung 42 bis Abbildung 44 dargestellten Viskositätskurven wurden mit dem Potenzansatz approximiert. Der Potenzansatz bietet hier eine sehr gute Annäherung.

In Tabelle 21 sind die Stoffkonstanten des Potenzansatzes und die Aktivierungsenergien für alle am HKR gemessenen Catamold Feedstocks aufgelistet.

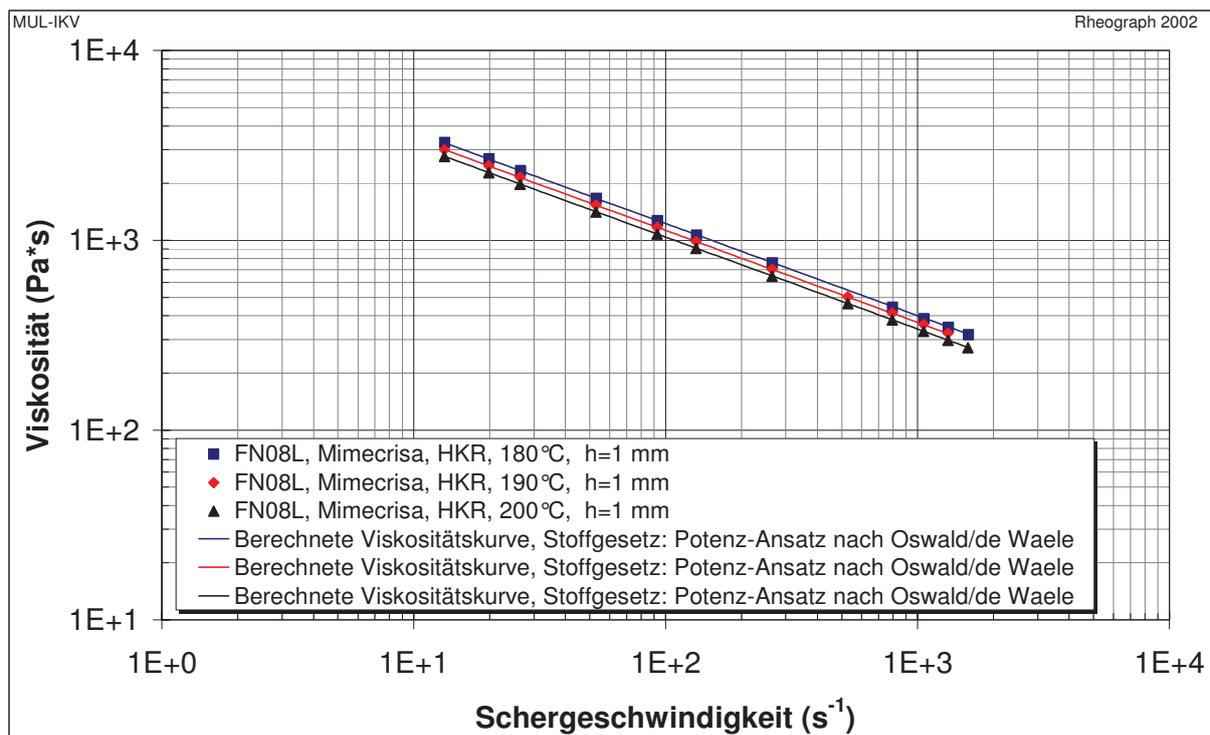


Abbildung 42: Viskositätsfunktion des Catamold FN08L Feedstocks der Fa. Mimecrisa angenähert über den Potenzansatz

6. Ergebnisse und Diskussion

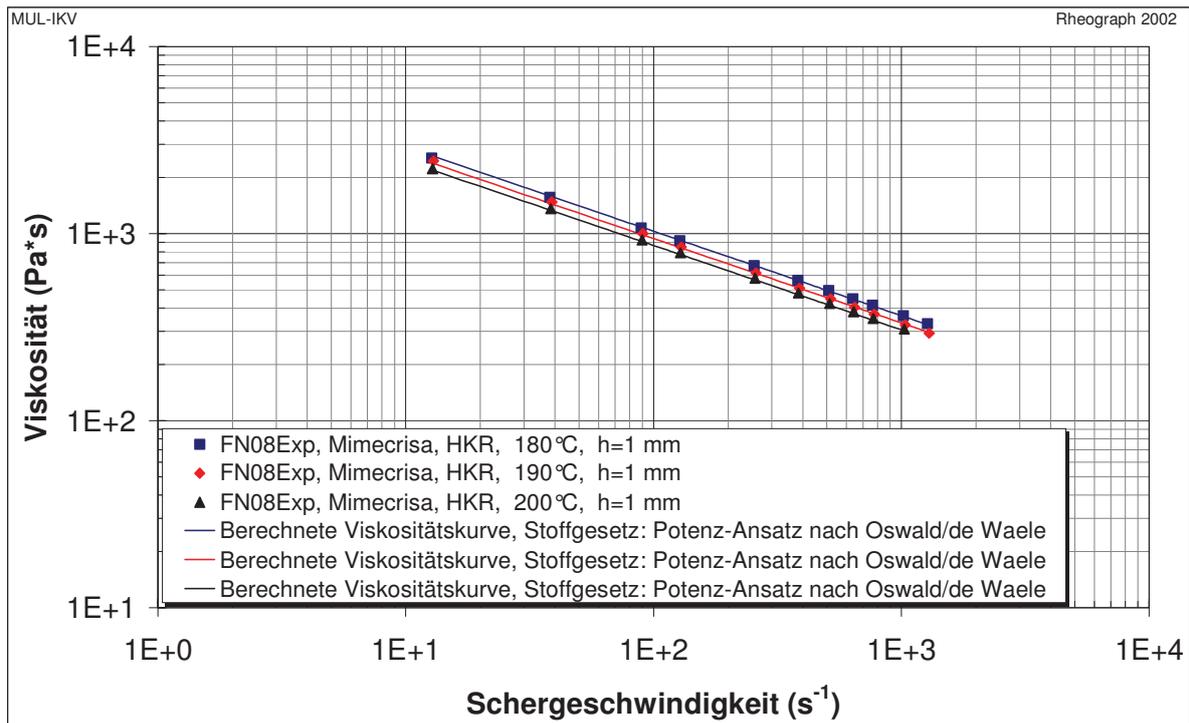


Abbildung 43: Viskositätsfunktion des Catamold FN08Exp Feedstocks der Fa. Mimecrisa angenähert über den Potenzansatz

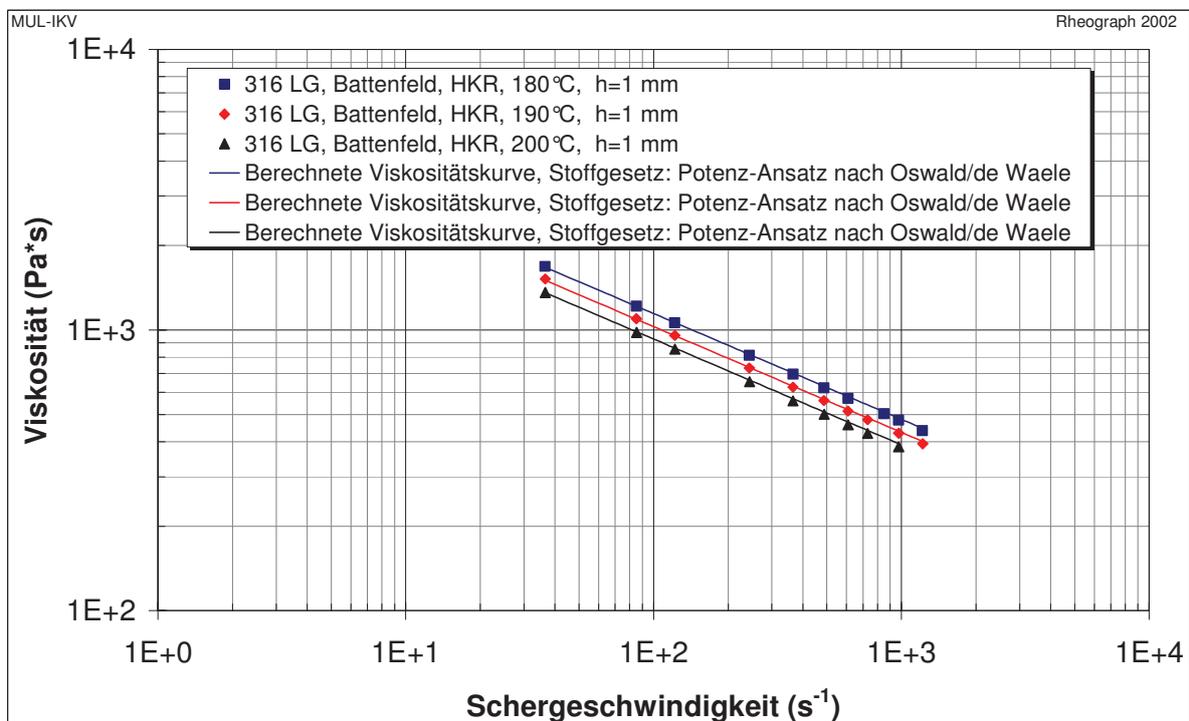


Abbildung 44: Viskositätsfunktion des Catamold 316LG Feedstocks der Fa. Battenfeld angenähert über den Potenzansatz

6. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 21: Stoffkonstanten des Potenzansatzes und Aktivierungsenergien der am HKR gemessenen Catamold Feedstocks

	K (Pa sⁿ)	n	T₀ (°C)	E_A (kJ/(molK))
FN08L	10460,9	0,516	190	28,17
FN08Exp	7519,6	0,549	190	28,28
316LG Alliance	5421,3	0,646	190	20,64
316LG Battenfeld	5839,1	0,623	190	30,06

6. Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 45 sieht man bei der Gegenüberstellung der zwei Catamold 316LG Chargen der Fa. Battenfeld und der Fa. Alliance, dass sie einen Viskositätsunterschied von 1,7 % im Bereich niedriger Schergeschwindigkeiten und bis zu 10 % bei 1000s^{-1} aufweisen.

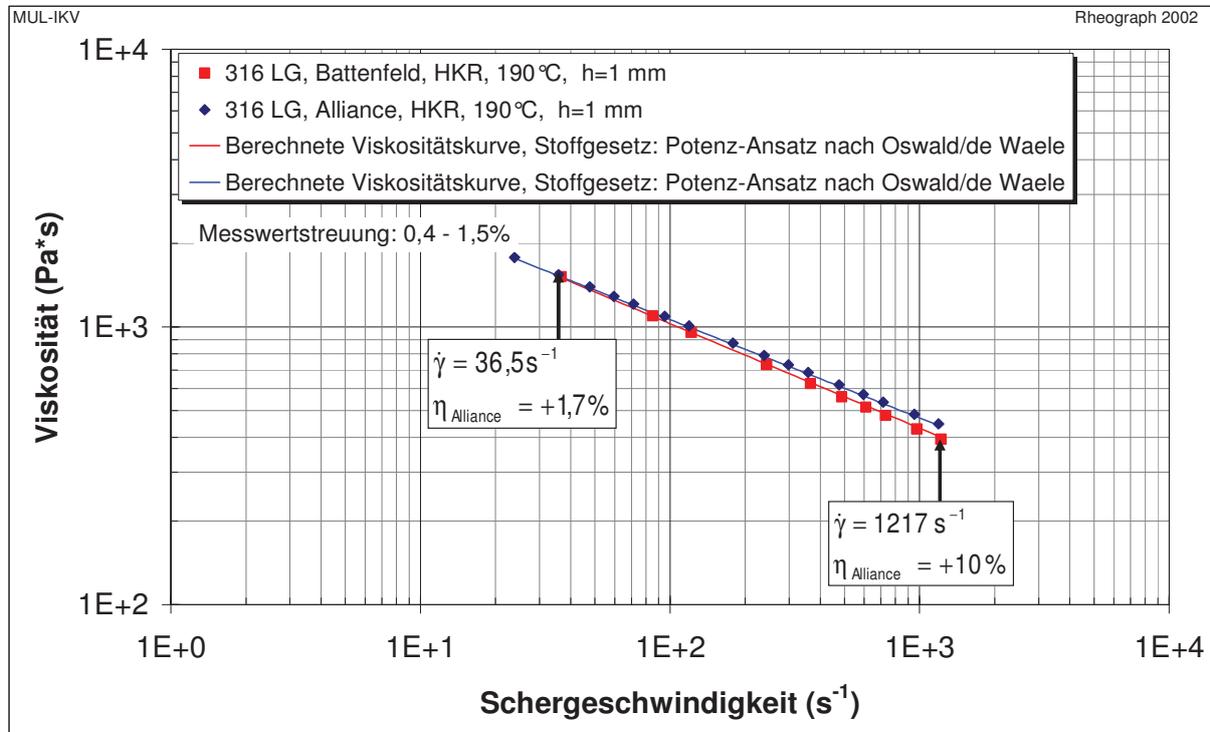


Abbildung 45: Chargenvergleich des Catamold 316LG Feedstocks der Firmen Alliance und Battenfeld

Die Abbildungen 46 und 47 zeigen den Chargenvergleich der beiden Mimitalia Feedstocks.

Wie durch die Messergebnisse der Einspritz- und Dosierarbeit erwartet, existieren bei der Viskosität der Batch 1-Chargen große Unterschiede, die bis zu 28% erreichen. Batch 2 zeigt hingegen beim Vergleich der Viskositäten einen Unterschied von nur ca. 10%.

6. Ergebnisse und Diskussion

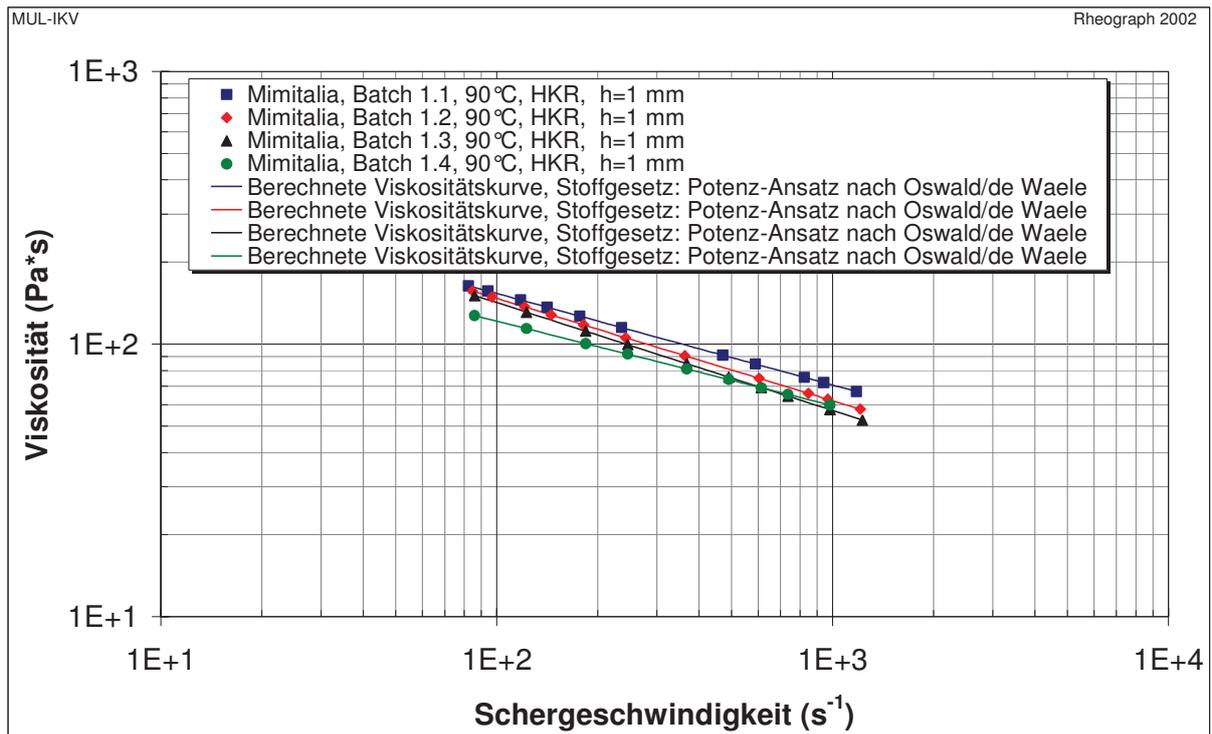


Abbildung 46: Chargenvergleich der Batch 1-Viskositätskurven der Fa. Mimitalia

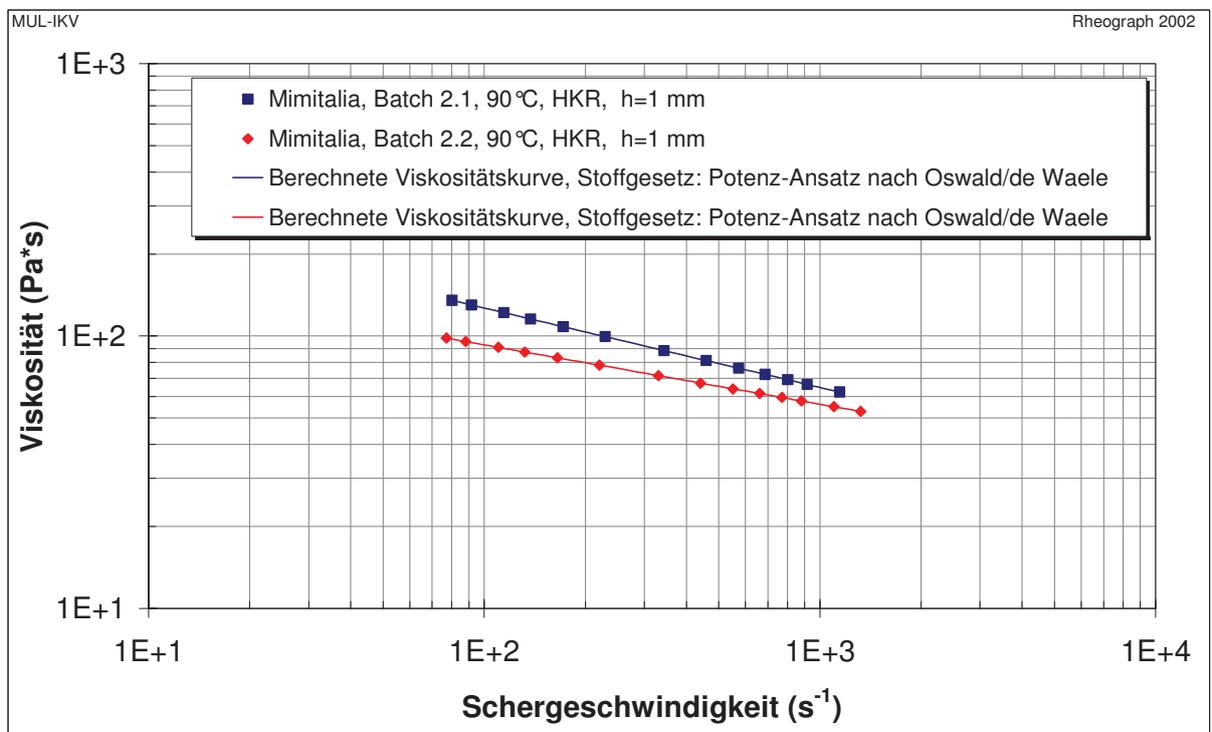


Abbildung 47: Chargenvergleich der Batch 2-Viskositätskurven der Fa. Mimitalia

6. Ergebnisse und Diskussion

In Tabelle 22 sind die Stoffkonstanten für den Potenzansatz für die verschiedenen Mimitalia Feedstocks aufgelistet.

Tabelle 22: Stoffkonstanten für den Potenzansatz der Mimitalia Feedstocks

	K (Pasⁿ)	n
Batch 1.1	719,1	0,664
Batch 1.2	828,6	0,625
Batch 1.3	877,4	0,604
Batch 1.4	504,5	0,690
Batch 2.1	485,5	0,700
Batch 2.2	253,4	0,782

6. Ergebnisse und Diskussion

Weitere Viskositätsmessungen an unverarbeitetem Material sind mit der Spritzgießmaschine durchgeführt worden. Wenn es nicht explizit erwähnt wird, sind die Messergebnisse der PIM-Düse dargestellt.

Die Viskosität der an der Spritzgießmaschine gemessenen Feedstocks ist, wie ebenfalls erwartet, geringer als die am HKR gemessene Viskosität (Abbildung 48). Dies ist auf die zusätzliche Homogenisierung des Feedstocks im Plastifizierzylinder zurückzuführen. Aber die Viskositätsfunktion der an der Spritzgießmaschine gemessenen Feedstocks weist eine geringere Steigung auf. Dies würde auf eine höhere Viskosität im niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich hindeuten, dieser Bereich kann aber, aufgrund der minimalen Vorlaufgeschwindigkeit der Schnecke nicht erfasst werden.

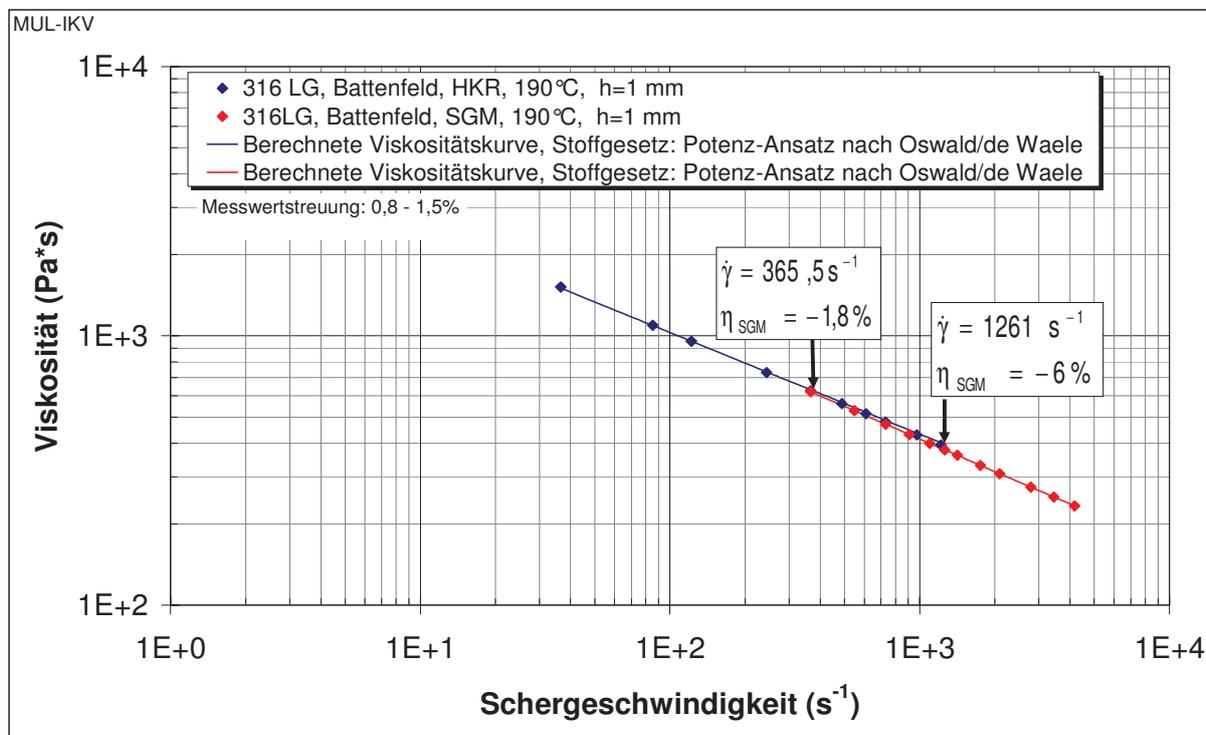


Abbildung 48: Vergleich der Viskosität von Catamold 316LG der Fa. Battenfeld mit Messungen am HKR und an der Spritzgießmaschine

Tabelle 23 zeigt die Stoffkonstanten für den Potenzansatz der Feedstocks, die an der Spritzgießmaschine mit der PIM-Schlitzdüse gemessen wurden.

6. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 23: Stoffkonstanten für den Potenzansatz der Feedstocks gemessen an der Spritzgießmaschine

	K (Pas ⁿ)	n
FN08L	12977,8	0,481
FN08Exp	9666,1	0,512
316LG Battenfeld	6612,9	0,600

In Abbildung 49 sind die drei Verfahren, die in dieser Arbeit zur Viskositätsbestimmung angewendet worden sind, gegenübergestellt. Dabei zeigt die mittels RheoNoz gemessene Viskosität einen deutlichen Unterschied zu den anderen Verfahren. Womöglich ist die Berechnung des Volumendurchsatzes bei der RheoNoz, welche direkt über die eingestellte Vorlaufgeschwindigkeit der Schnecke berechnet wird, nicht genau genug. Unter anderem konnte keine Temperaturkorrektur der Viskositätswerte durchgeführt werden, welche die Viskositätskurve zusätzlich erhöhen würde.

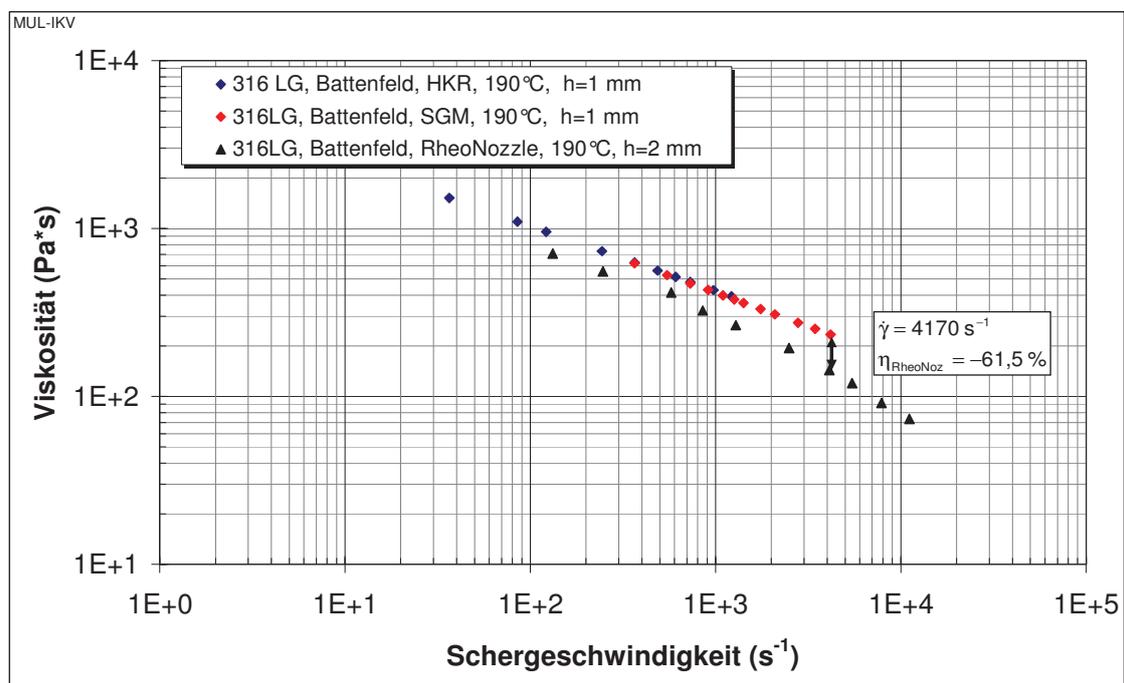


Abbildung 49: Gegenüberstellung der am HKR und an der Spritzgießmaschine mittels RheoNoz und PIM-Düse gemessenen Viskosität für den Catamold 316LG Feedstock der Fa. Battenfeld

6.2.3 Messungen an verarbeitetem Material

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse an unverarbeitetem und einmal verarbeitetem Material der Viskositätsmessung am HKR gegenübergestellt. Abbildung 50 zeigt dies anhand des Catamold FN08L Feedstocks der Fa. Mimecrisa.

In Abbildung 50 ist für das verarbeitete Material eine deutliche Erhöhung der Viskosität bei geringen Scherraten zu erkennen. Bei höheren Schergeschwindigkeiten ist der Unterschied nicht mehr so groß. Man kann aus diesen Ergebnissen schließen, dass beim Verarbeiten und Vermahlen der Feedstocks der strukturelle Aufbau stark verändert wird. Das könnte auf Zersetzung des Materials zurückzuführen sein. Dass bei höheren Schergeschwindigkeiten sich der Unterschied verringert, könnte daran liegen, dass sich der Binder sowohl beim unverarbeitetem als auch beim verarbeiteten Material an der Kanaloberfläche zersetzt und dadurch beide annähernd die gleiche Viskosität besitzen.

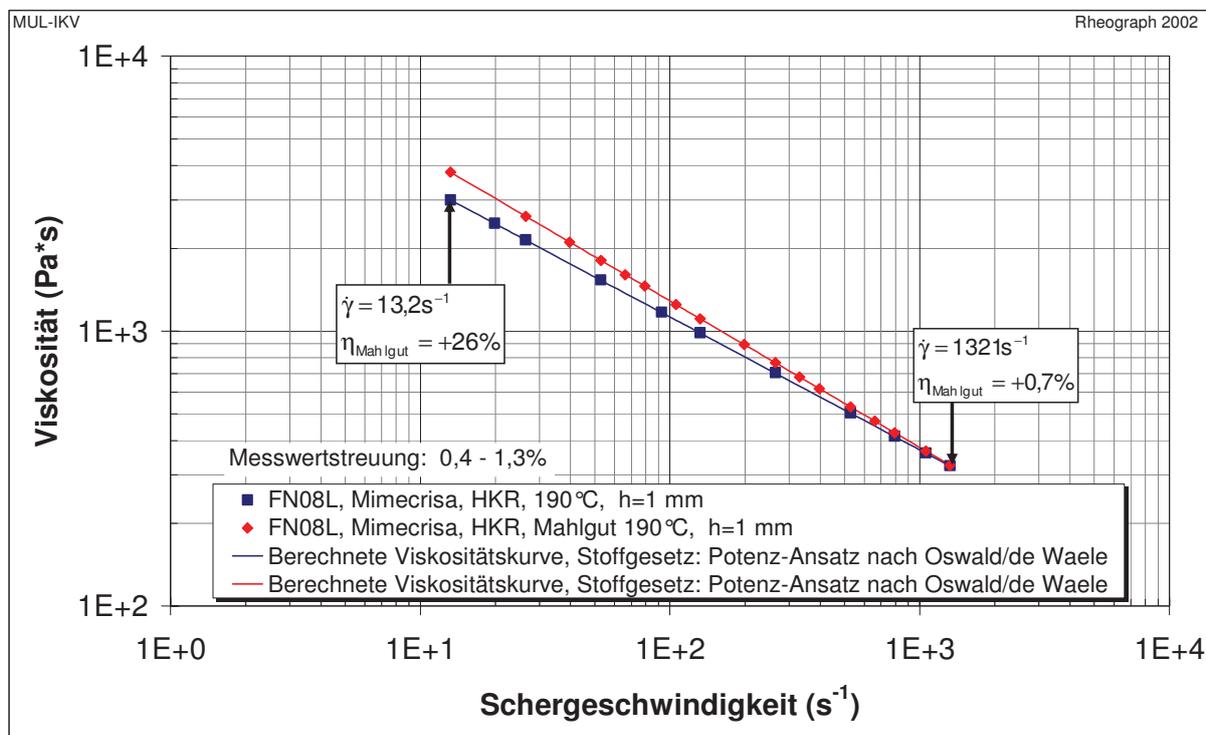


Abbildung 50: Gegenüberstellung der Viskositäten von unverarbeitetem und einmal verarbeitetem Catamold FN08L Feedstock der Fa. Mimecrisa

Tabelle 24 zeigt die Stoffkonstanten des Potenzansatzes für die einmal verarbeiteten Catamold Feedstocks.

6. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 24: Stoffkonstanten des Potenzansatzes für 1 x verarbeitete Feedstocks

	K (Pasⁿ)	n
FN08L	14975,3	0,467
FN08Exp	12071,3	0,487
316LG Battenfeld	6180,7	0,616

6.2.4 Viskositätsmessung am 316LA Feedstock

Der Feedstock Catamold 316LA (A steht für Alloy) ist eine Mischung aus gasverdünstem Legierungspulver und Carbonyleisen mit einer Partikelgröße zwischen 6 und 10 μm . Daher hat dieser Feedstock große Unterschiede zum Catamold 316LG Feedstock, der nur aus einem Pulver besteht. Diese Unterschiede machen sich auch bei der Viskosität des Feedstocks bemerkbar.

Abbildung 51 zeigt die scheinbare Fließkurve des 316LA Feedstocks. Es ist eine deutliche Steigungsänderung der Funktion bei einer Schergeschwindigkeit von ca. 200 s^{-1} zu erkennen.

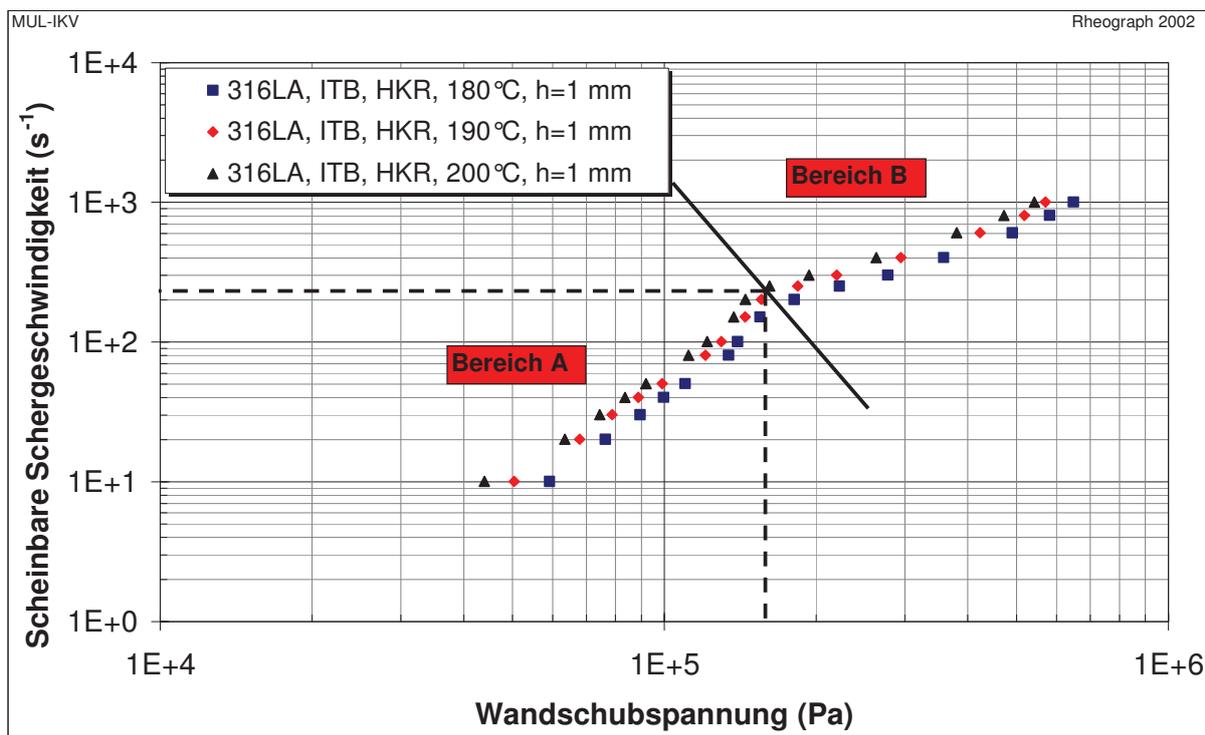


Abbildung 51: Scheinbare Fließkurve des Catamold 316LA Feedstocks der Fa. ITB; gemessen am HKR und bei drei Temperaturen

Eine mögliche Erklärung für die Änderung des Fließverhaltens liegt in der Partikelanordnung. Dabei verändert sich die Struktur des Feedstocks schon früher und die Viskositätsfunktion wird ab diesem kritischen Wert viel mehr vom Bindersystem beeinflusst. Dies wird in Kapitel 3.2.2 dargestellt. Dabei befindet sich dieser kritische Wert bei $\dot{\gamma}_1$, wie es in Abbildung 52 dargestellt ist.

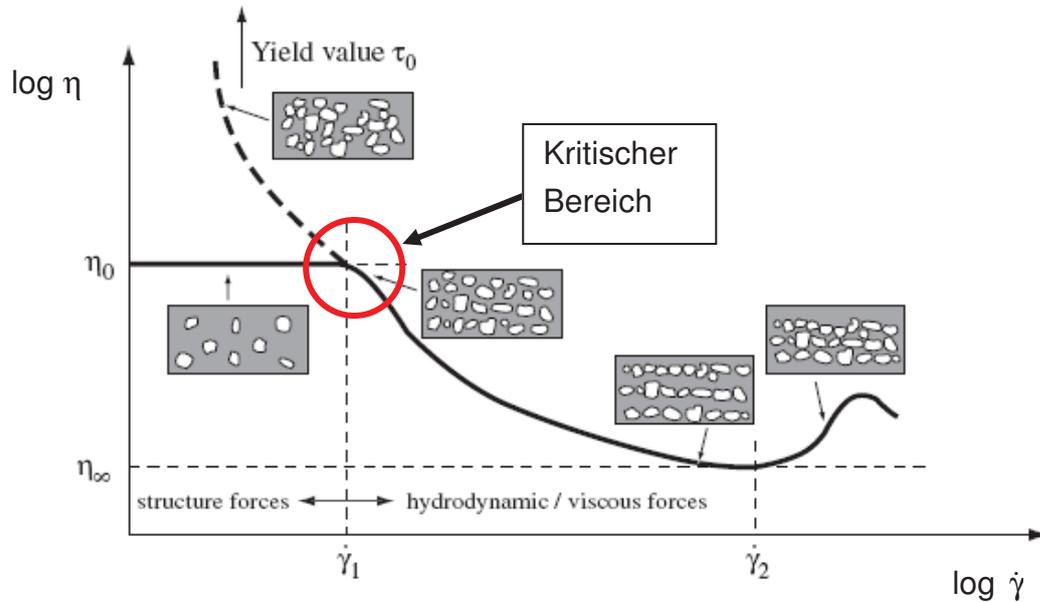


Abbildung 52: Schematische Darstellung der Partikel-Anordnung mit zunehmender Schergeschwindigkeit und kritischem Bereich [16]

Dieser „Knick“ in der Fließkurve verursacht bei der Umrechnung auf die wahre Viskosität einen Anstieg der Viskositätskurve bei Schergeschwindigkeiten knapp über 200 s^{-1} (Abbildung 53). Da durch diese Steigungsänderung keine plausible wahre Viskosität berechnet werden konnte, wurde die Kurve in zwei Teilbereiche, wie sie in Abbildung 51 dargestellt sind, aufgeteilt, und die wahre Viskosität getrennt voneinander berechnet (Abbildung 55).

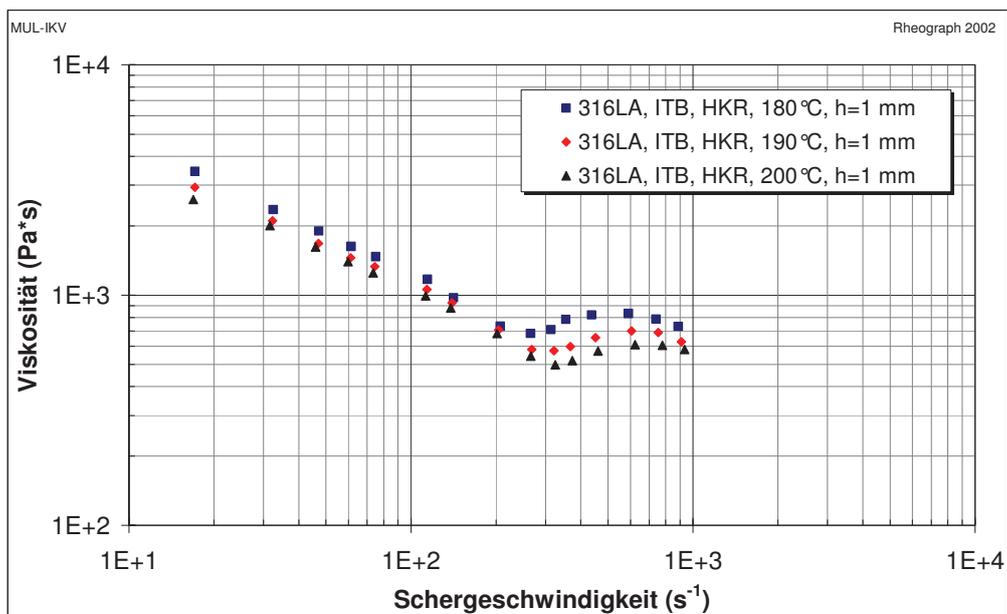


Abbildung 53: Wahre Viskosität des Catamold 316LA Feedstocks der Fa. ITB

6. Ergebnisse und Diskussion

Diese Erhöhung der Viskosität in Abbildung 53 ist kein scherverdickendes Phänomen, sondern entsteht durch die Weissenberg/Rabinowitsch Korrektur. Dieser Effekt wird auch von German in [4] dargestellt (Abbildung 54).

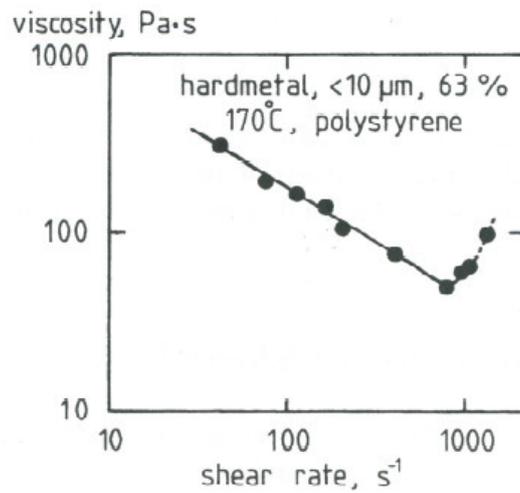


Abbildung 54: Wahre Viskosität eines Hartmetall Feedstocks mit einem Binder auf Polystyrolbasis [4]

Der Teilbereich B zeigt eine höhere Viskosität als der Teilbereich A bei der annähernd gleichen Schergeschwindigkeit. Diese Methode ist auch nicht zielführend, da zwei verschiedene Ansatz-Parameter benötigt werden, um eine einzelne Kurve zu beschreiben.

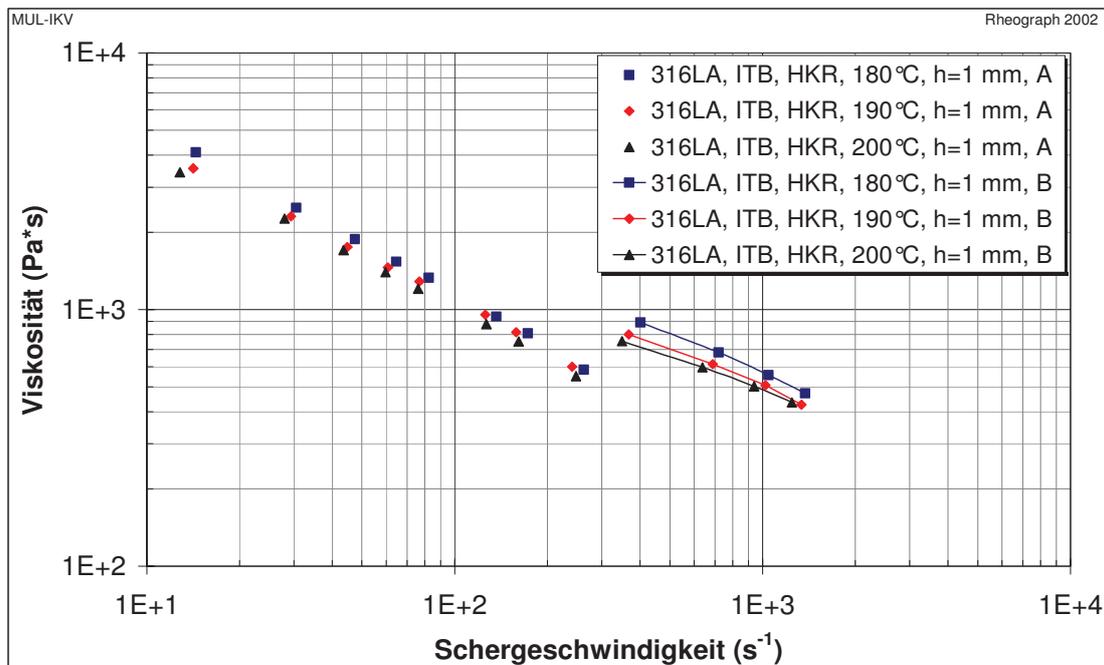


Abbildung 55: Wahre Viskosität der Teilbereiche des Catamold 316LA Feedstocks

6. Ergebnisse und Diskussion

Die Messungen mit höheren Schergeschwindigkeiten sind an der Spritzgießmaschine gemessen worden. Dabei ist sowohl die PIM-Düse mit 1 mm Spaltweite als auch mit 2,5 mm zum Einsatz gekommen (Abbildung 56).

Aufgrund der unterschiedlichen Aufbereitung der Schmelze bei den Messungen mit dem HKR (der Messzylinder wurde manuell gefüllt) und der Spritzgießmaschine, (Schmelze wurde beim Aufdosieren zusätzlich homogenisiert) hat die Fließkurve nur eine kurze Übergangsphase. Die zusätzliche Homogenisierung im Plastifizierzylinder verändert die Struktur des Feedstocks schon früher.

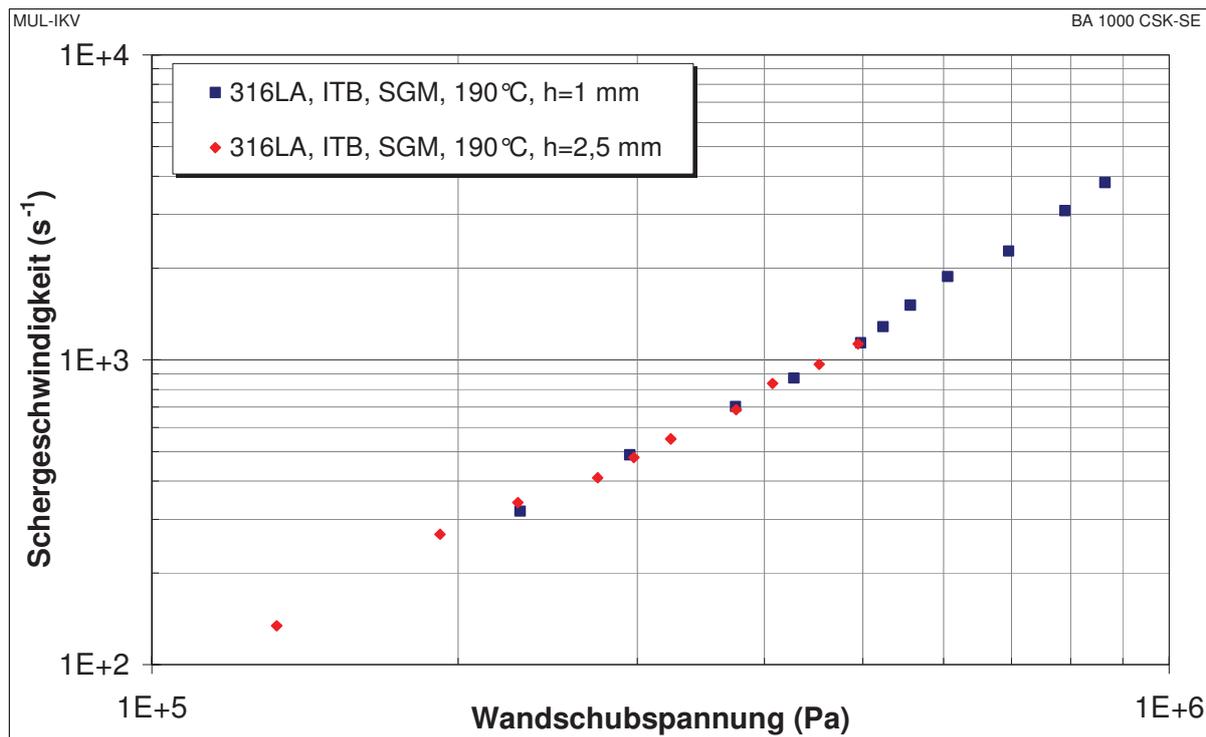


Abbildung 56: Fließkurve des Catamold 316LA Feedstocks der Fa. ITB gemessen an der Spritzgießmaschine bei zwei Spalthöhen und einer Temperatur von 190 °C

In Abbildung 57 ist der Vergleich der Viskosität mit beiden Messmethoden dargestellt. Dabei ist die niedrigere Viskosität des an der Spritzgießmaschine gemessenen Feedstocks gut zu erkennen. Man erreicht mit der Spritzgießmaschine aufgrund der beschränkten minimalen Schneckenvorlaufgeschwindigkeit nur höhere Schergeschwindigkeiten, dies ist dennoch kein Nachteil, da bei der Verarbeitung von Feedstocks Spritzgießmaschinen verwendet werden, und somit die Messung praxisnahe abläuft.

6. Ergebnisse und Diskussion

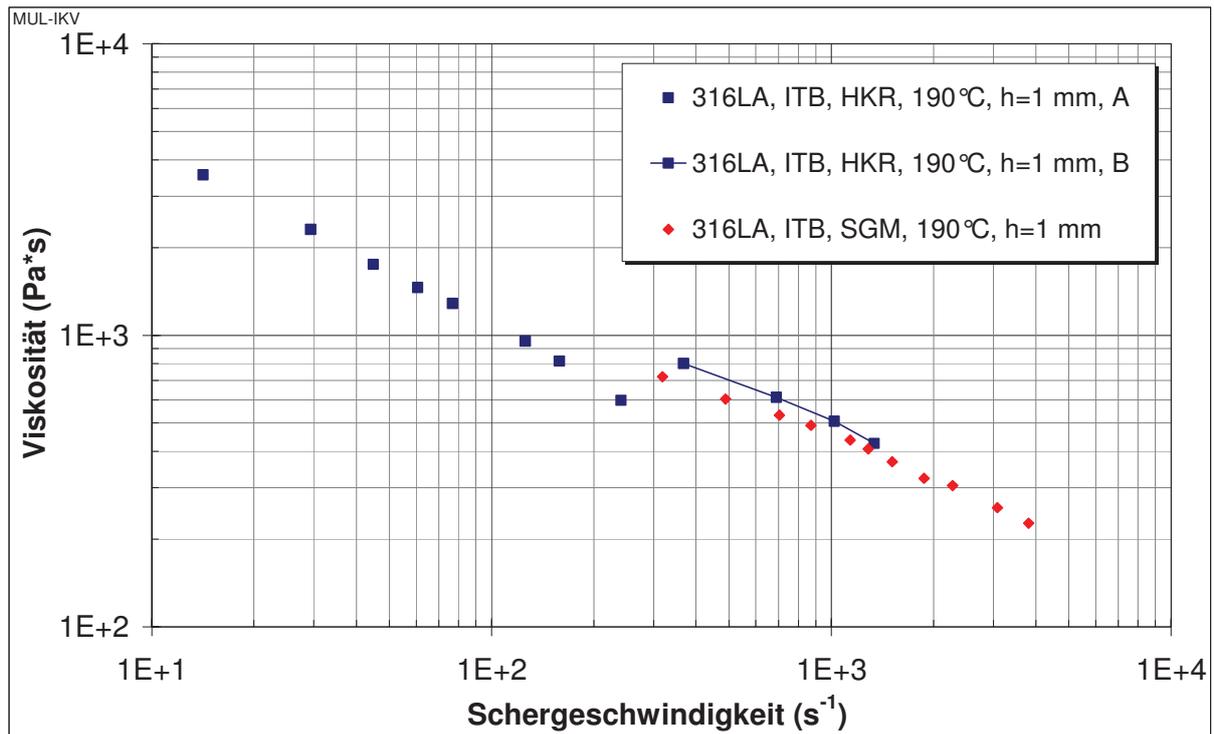


Abbildung 57: Vergleich der Teilbereiche der Viskositätskurve des Catamold 316LA Feedstocks der Fa. ITB mit den Messungen an der Spritzgießmaschine

Tabelle 25 zeigt in einer zusammenfassenden Darstellung die Potenzansatz-Stoffkonstanten für die Teilbereiche A und B der Viskositätskurve des Catamold 316LA Feedstocks sowie jene Stoffkonstanten der rheologischen Messungen an der Spritzgießmaschine.

Tabelle 25: Stoffkonstanten des Potenzansatzes für den Catamold 316LA Feedstock der Fa. ITB für die Teilbereiche und für die Messung an der Spritzgießmaschine

	K (Pasⁿ)	n	E_A (kJ/(molK))	T₀ (°C)
Teilbereich A $0,1 \text{ s}^{-1} \leq \dot{\gamma} \leq 200 \text{ s}^{-1}$	17878,2	0,384	34,04	190
Teilbereich B $200 \text{ s}^{-1} \leq \dot{\gamma} \leq 1000 \text{ s}^{-1}$	1661,5	0,861	24,70	190
Spritzgießmaschine	6779,3	0,612	---	---

6. Ergebnisse und Diskussion

Zusätzlich sind an diesem Feedstock Messungen zur Bestimmung der Fließgrenze τ_0 im niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich (bis zu $0,1 \text{ s}^{-1}$) durchgeführt worden. Abbildung 58 zeigt die Fließkurve in diesem Bereich.

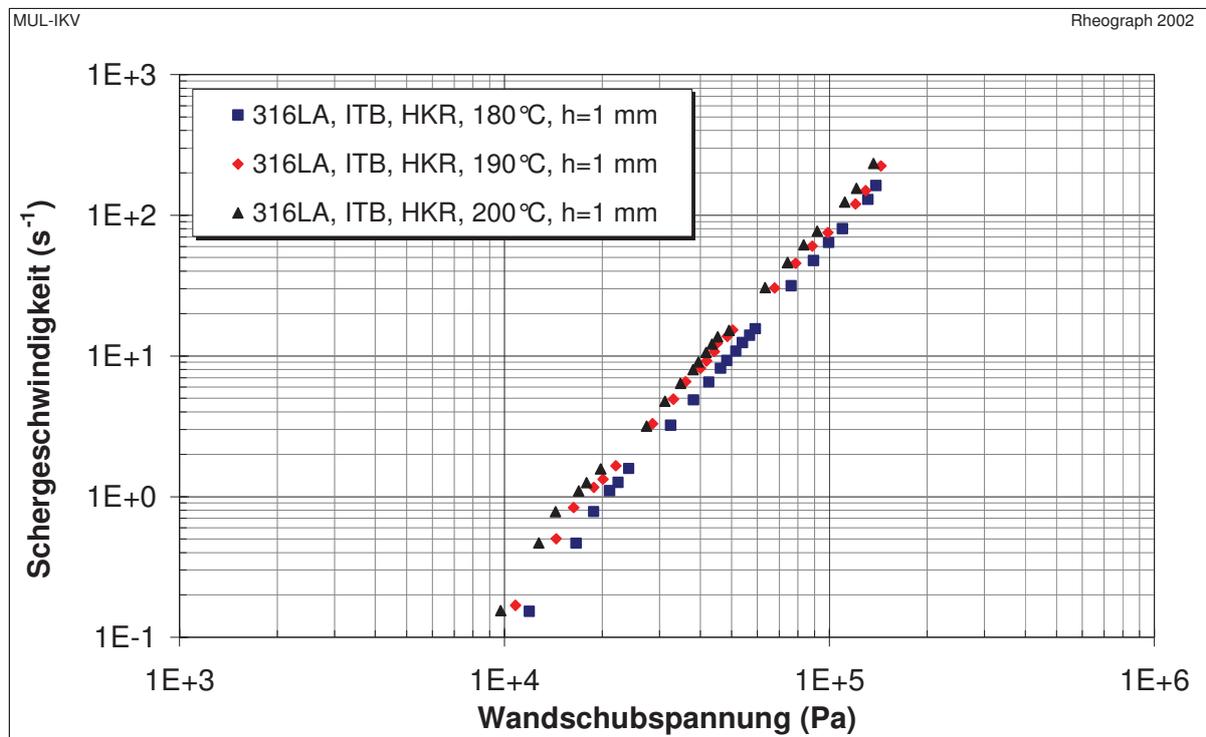


Abbildung 58: Fließkurve zur Bestimmung der Fließgrenze für den Catamold 316LA Feedstock der Fa. ITB

Diese Fließkurve ist über den Potenzansatz, den Bingham-Ansatz und den Herschel-Bulkley-Ansatz angenähert worden (Tabelle 26). Andere Ansätze sind nicht ausprobiert worden, da der Herschel-Bulkley-Ansatz eine ausgezeichnete Approximation der Messwerte liefert. Tabelle 26 zeigt die Parameter der verschiedenen Ansätze.

Tabelle 26: Parameter der verschiedenen Stoffansätze zur Annäherung der Fließkurve von Catamold 316LA bei niedrigen Schergeschwindigkeiten

	τ_0 (Pa)	η_∞ (Pas)	K (Pa s ⁿ)	n
Bingham	20739,8	1544,5	---	---
Potenzansatz	---	---	17878,2	0,384
Herschel-Bulkley	4296,5	---	13901,9	0,442

6. Ergebnisse und Diskussion

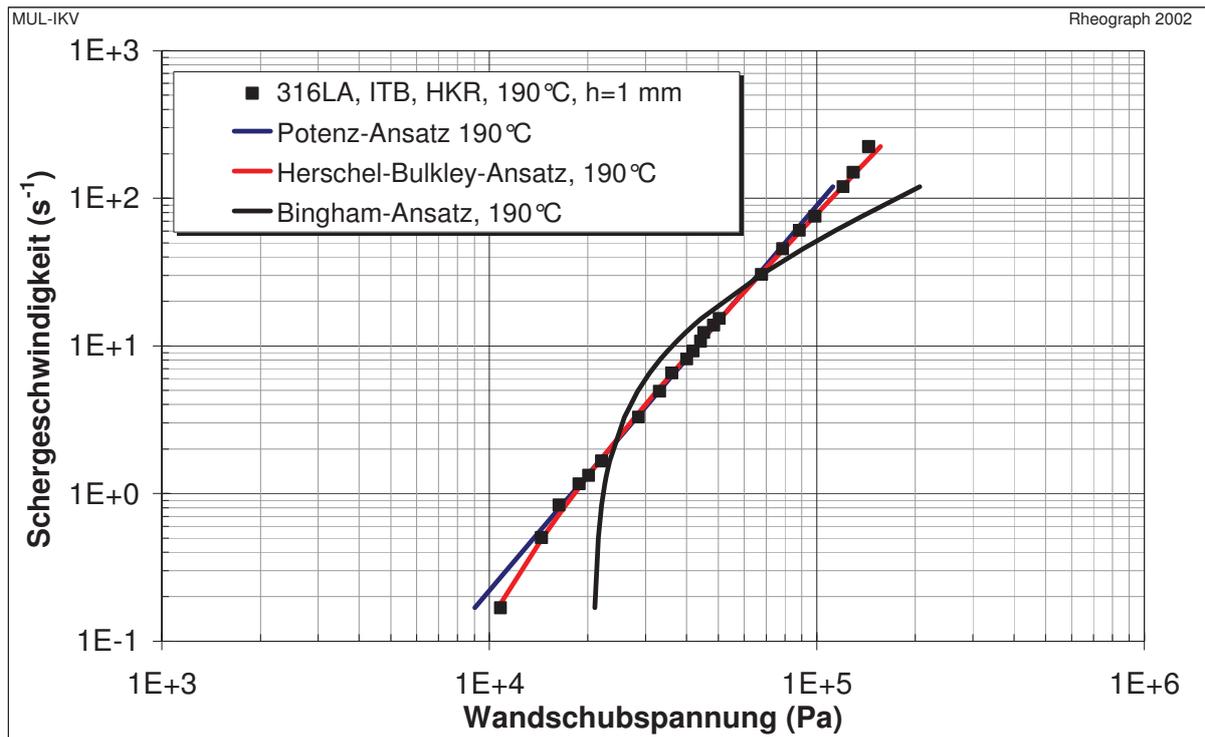


Abbildung 59: Approximation der Fließkurve über verschiedene Stoffansätze für den Catamold 316LA Feedstock der Fa. ITB

Die beste Annäherung ist durch den Herschel-Bulkley-Ansatz gegeben. Daher wird dieser auch dazu verwendet, die Fließkurven durch die Temperaturverschiebung anzunähern (Abbildung 60). In Tabelle 27 sind die für den Herschel-Bulkley Ansatz und für den Temperaturverschiebungsfaktor nötigen Parameter angegeben.

Tabelle 27: Herschel-Bulkley-Parameter zur Temperaturverschiebung

τ_0 (Pa)	4006,5
K (Pas ⁿ)	14618,3
n	0,429
T ₀ (°C)	190
E _A (kJ/(molK))	34,04

6. Ergebnisse und Diskussion

Die Temperaturverschiebung über den Herschel-Bulkley Ansatz zeigt eine sehr gute Annäherung an die gemessene Viskositätsfunktion für den Feedstock in diesem Schergeschwindigkeitsbereich.

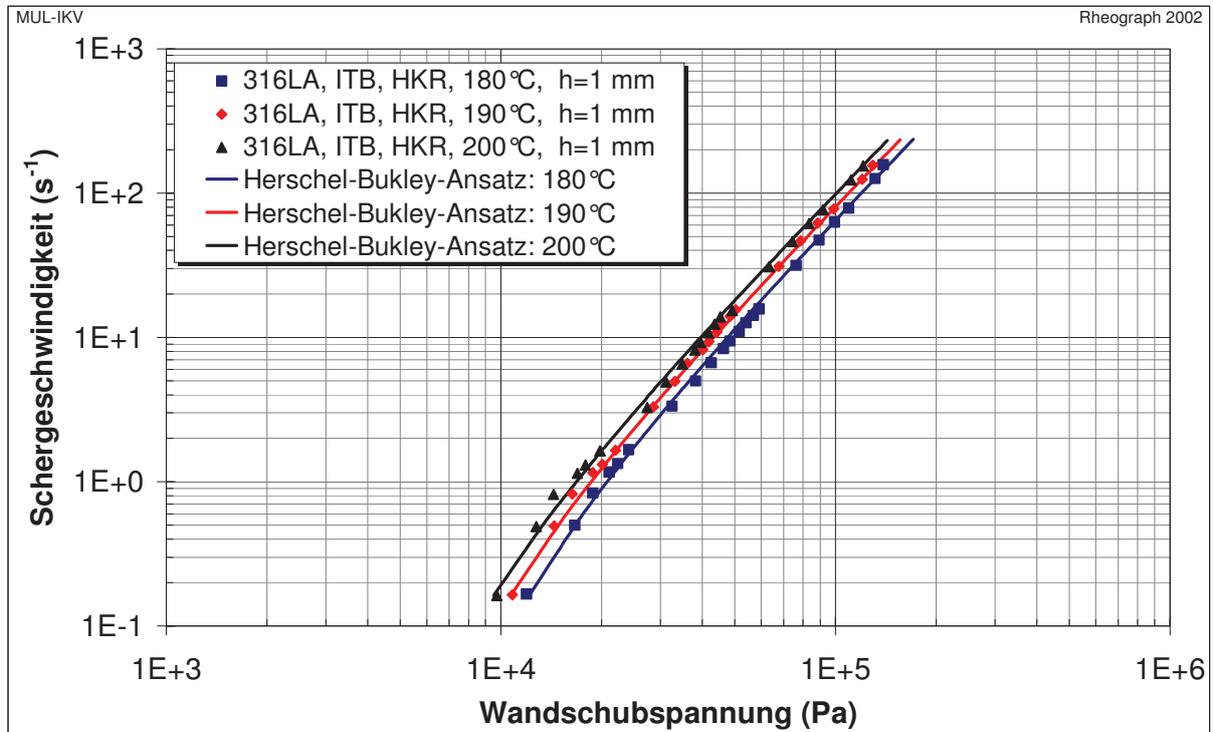


Abbildung 60: Temperaturverschiebung über den Herschel-Bulkley-Ansatz für den Catamold 316LA Feedstock der Fa. ITB und Vergleich mit den gemessenen Viskositätswerten

6.2.5 Viskositätsmessung am Parmaco Feedstock

Abbildung 61 zeigt die Viskositätskurven der Feedstocks mit unterschiedlichem Pulvergehalt. Es sind verschiedene Messsysteme zum Einsatz gekommen, da die Druckverluste bei den Messungen mit der Schlitzdüse bei niedrigerem Pulvergehalt zu niedrig waren.

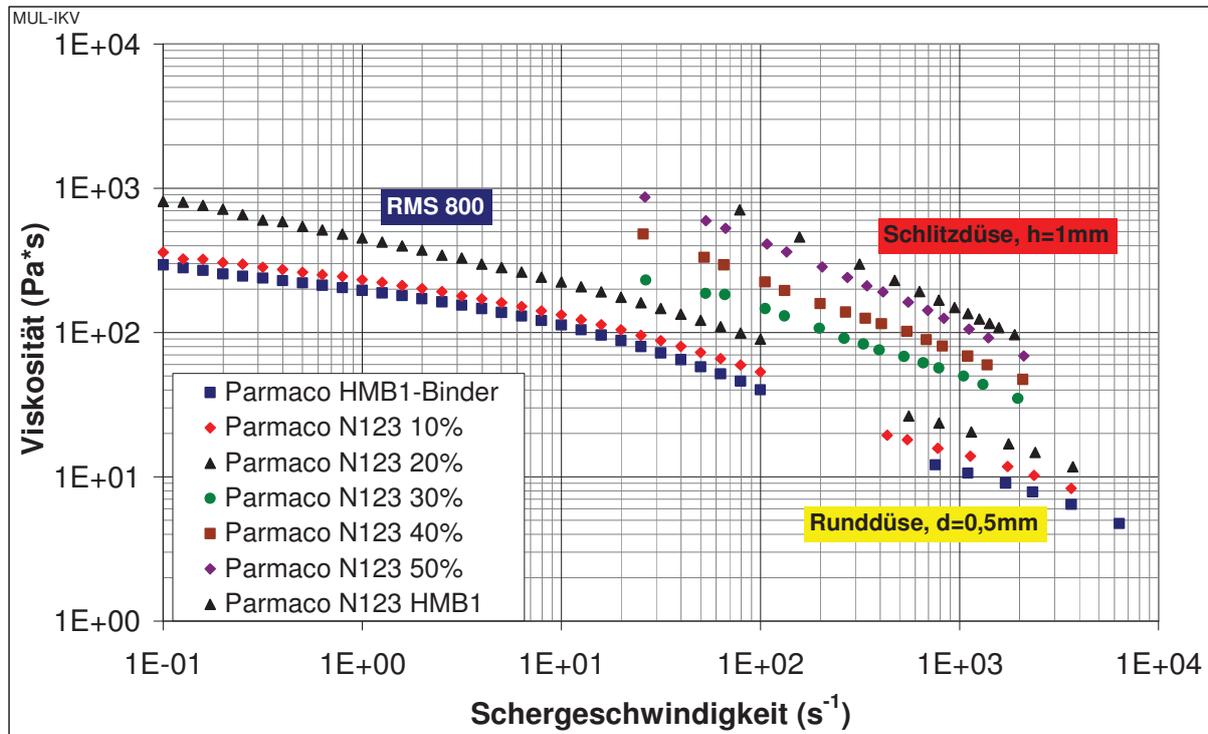


Abbildung 61: Viskosität des Parmaco Binders und der 6 Feedstocks mit unterschiedlichem Pulveranteil

Die Viskosität des Binders ist über den Carreau-Ansatz angenähert (Tabelle 28) worden. Über den Solver im Excel sind die Viskositätskurven der Feedstocks mit unterschiedlichem Pulveranteil auf die Binderviskosität verschoben worden (Abbildung 62), um dadurch den k-Wert bestimmt zu können.

Tabelle 28: Carreau Parameter der Binderviskosität für den Parmaco Feedstock

A (Pas)	255
B (s)	0,398
C (/)	0,508

6. Ergebnisse und Diskussion

Aus Abbildung 62 sieht man, dass sich die verschobene Viskositäten der Feedstocks im strukturviskosen Bereich des Binders befindet. Demnach ist die auf diese Art berechnete Viskosität der Suspensionen eine parallele Verschiebung des strukturviskosen Bereichs zu höheren Viskositäten. Daraus folgt auch, dass die Viskositäten der Feedstocks über den Binder bestimmt werden. Die berechneten Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktoren sind in Tabelle 29 angegeben.

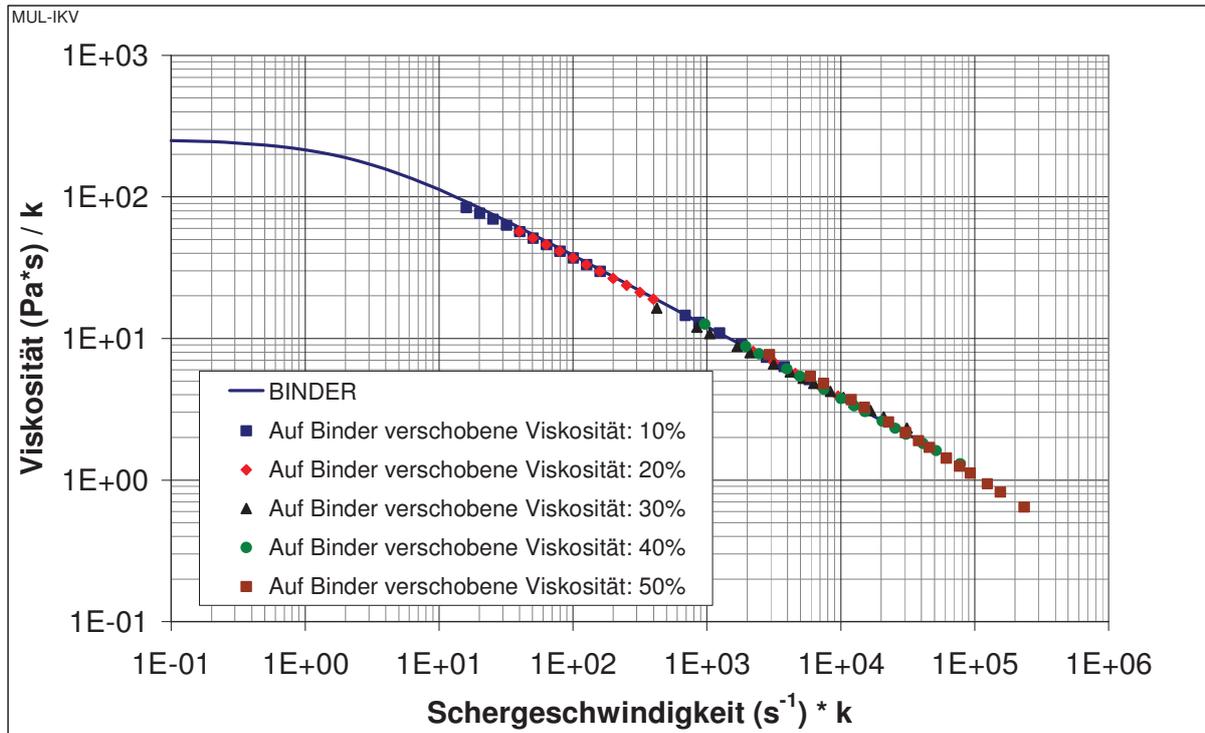


Abbildung 62: Auf Binderviskosität verschobene Viskosität der Parmaco Feedstocks mit unterschiedlichem Pulveranteil

Tabelle 29: Berechneten Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktoren für die Parmaco Feedstocks

	k	log k
$k_{10\%}$	1,599	0,204
$k_{20\%}$	3,988	0,600
$k_{30\%}$	15,91	1,202
$k_{40\%}$	37,47	1,574
$k_{50\%}$	111,4	2,047

6. Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 63 sind die über die Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktoren berechneten Viskositäten dargestellt. Für die berechneten Viskositätskurven der Suspensionen mit 10% und 20% Pulveranteil ist diese Annäherung nicht ausreichend. Das liegt daran, dass die Viskositäten aufgrund der geringen Drücke beim Messen nicht richtig erfasst werden konnten. Die Berechnungen für die Feedstocks mit 30% und 40% sind ziemlich genau. Bei 50% aber unterscheidet sich die Steigung der berechneten Kurve von der gemessenen.

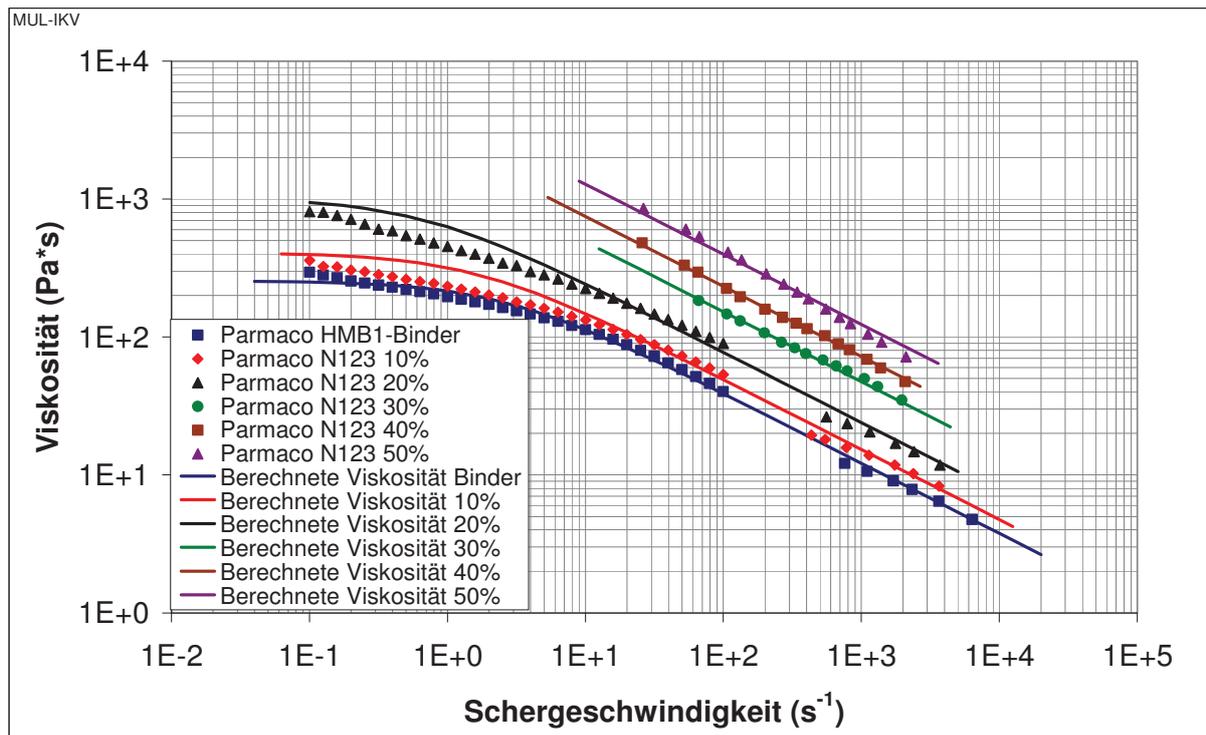


Abbildung 63: Viskositätswerte und approximierte Viskositätskurven für die Parmaco Feedstocks, berechnet über die Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktoren k

Abbildung 64 und Abbildung 65 zeigen die halblogarithmischen Auftragungen der k -Werte über dem Füllstoffgehalt. Da in Abbildung 63 ersichtlich ist, dass die Feedstocks mit 10 Vol.-% und 20 Vol.-% keine gute Annäherung liefern sind diese in der Abbildung 65 außer Acht gelassen worden.

Über die Geradengleichung in den Abbildungen 64 bzw. 65 und dem Pulveranteil (56,25 Vol.-%) im Handelsfeedstock der Fa. Parmaco wird dessen k -Wert berechnet (Tabelle 30). Dabei werden beide k -Werte berechnet und mit der gemessenen Viskosität des Feedstocks verglichen (Abbildung 66).

6. Ergebnisse und Diskussion

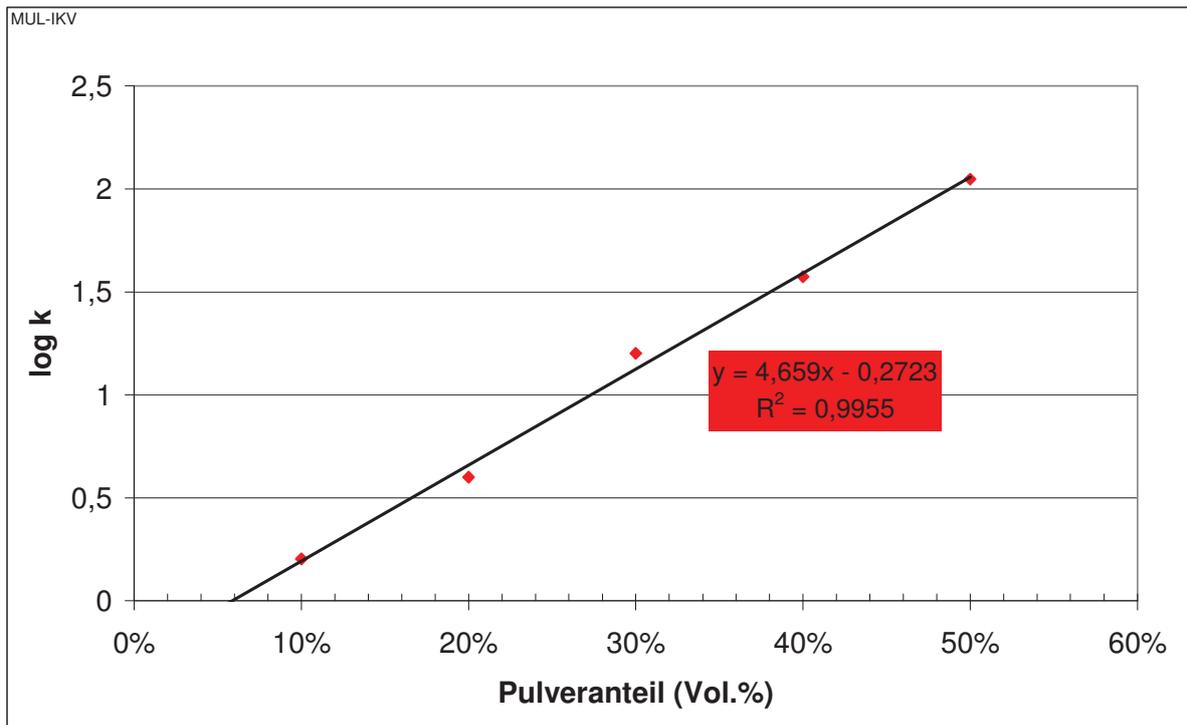


Abbildung 64: Geradengleichung zur Berechnung des (log k)-Wertes der Parmaco Feedstocks unter Berücksichtigung aller Pulverfüllgrade

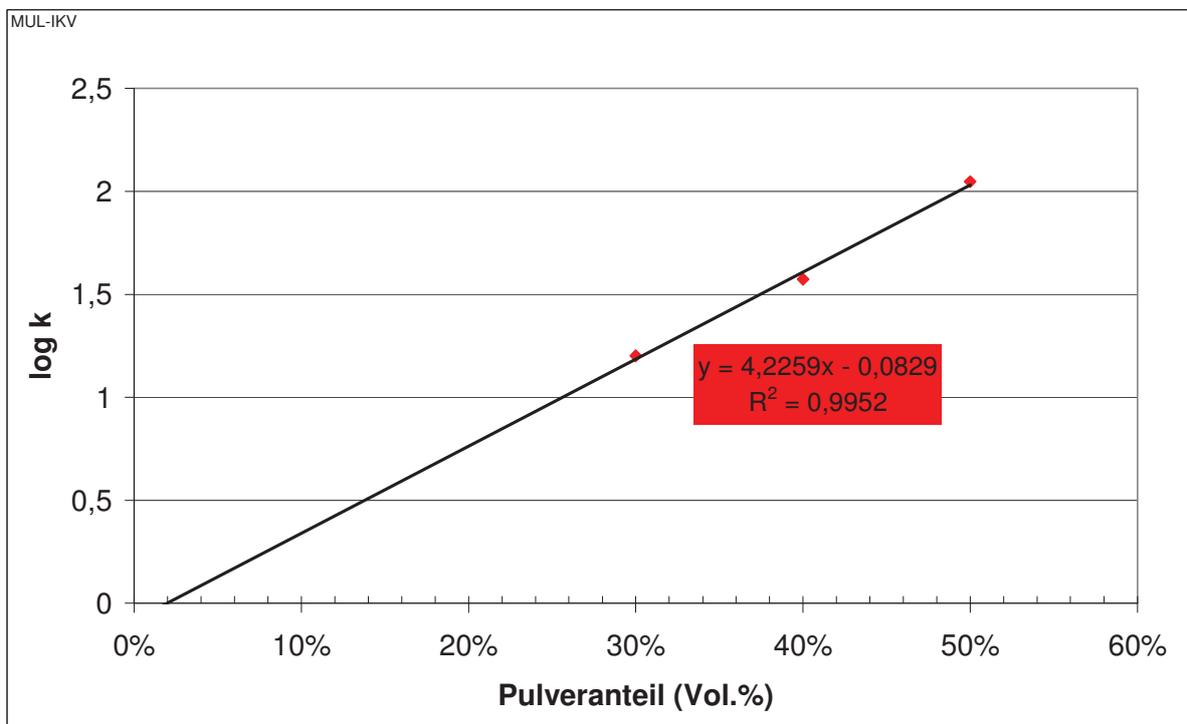


Abbildung 65: Geradengleichung zur Berechnung des (log k)-Wertes der Parmaco Feedstocks ohne Berücksichtigung von 10 Vol.-% und 20 Vol.-% Pulverfüllgrad

6. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 30: Berechneten k -Werte für die Schergeschwindigkeitsüberhöhung des Parmaco Feedstocks

	k	$\log k$
Mit 10% und 20%	223,06	2,348
Ohne 10% und 20%	196,87	2,294

Abbildung 66 zeigt die berechnete Viskosität über die k -Werte aus Tabelle 30. Der Steigungsunterschied ist noch deutlicher zu erkennen, als jener bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil. Da die Berechnung über den strukturviskosen Bereich des Binders abläuft und die Verschiebung über den k -Wert parallel zu diesem Bereich ist, kann man davon ausgehen, dass der Einfluss des Binders bei höheren Füllstoffanteilen geringer ist. Daher ist diese Methode, über die Matrix die Viskosität der Suspension bestimmen zu können, für hochgefüllte Materialien nur zur ungefähren Abschätzung geeignet.

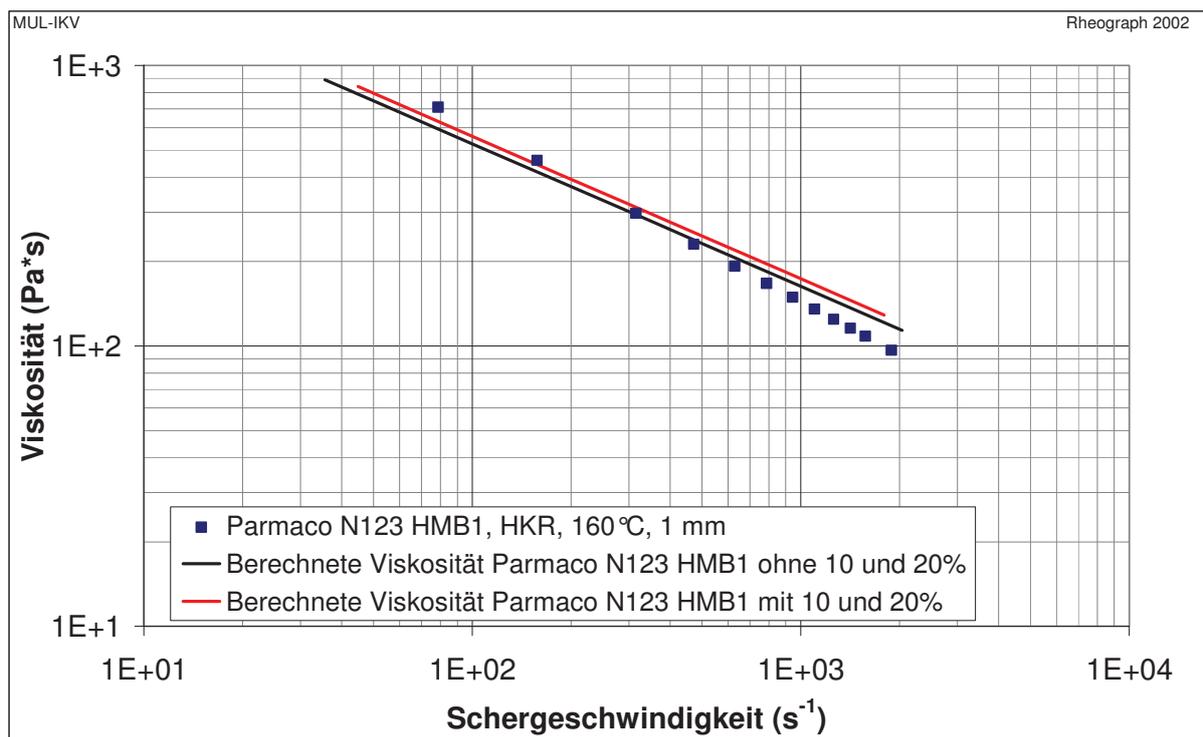


Abbildung 66: Berechnete Viskosität des Handelsfeedstocks Parmaco N123 HMB1 mittels k -Wert und Vergleich mit den gemessenen Viskositätsdaten

7 Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit ist die Ermittlung der Viskositätskurven und eventuelle Fließanomalien für verschiedene handelsübliche metallische Feedstocks. Die Viskositätsmessungen sollen an verschiedenen Feedstock-Chargen sowie an bereits verarbeiteten Materialien durchgeführt werden. Die Messungen sollen am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) und an der Spritzgießmaschine unter Verwendung eines Schlitzdüsenmesssystems erfolgen. Im Rahmen der Untersuchungen soll ferner die Einspritz- und Dosierarbeit an der Spritzgießmaschine bestimmt werden sowie der Einfluss der rheologischen Eigenschaften der Feedstocks auf diese Größen. Für die rheologische Beschreibung der Fließeigenschaften sind gebräuchliche Viskositätsansätze zu wählen bzw. deren Anwendbarkeit zu überprüfen.

Der größte Teil der Feedstocks, die in dieser Arbeit untersucht wurden, ließen sich sowohl auf der Spritzgießmaschine als auch am Hochdruckkapillarrheometer gut verarbeiten.

Es wurden die Dosierarbeit und die Einspritzarbeit von fünf verschiedenen Feedstocks (Catamold FN08L und FN08Exp der Fa. Mimecrisa, Catamold 316LG der Fa. Battenfeld und Kobalt Feedstock der Fa. Mimitalia (Batch 1 und Batch 2)) gemessen. Es sind sowohl Chargenunterschiede der Mimitalia-Chargen als auch die Unterschiede zwischen frischem und verarbeitetem Material am Catamold FN08L Feedstock detektiert worden. Eine wichtige Erkenntnis bei diesen Messungen war, dass die Dosierarbeit von Mahlgut höher ist als die von frischem Material. Dieses Ergebnis korreliert mit den Viskositätsmessungen.

Die Bestimmung der Feedstockqualität bei der Verarbeitung über die Dosierarbeit konnte in dieser Arbeit aufgrund der geringen Materialmenge nicht genau durchgeführt werden. Man müsste dies in der Praxis in der laufenden Produktion ermitteln. Dabei können Chargenschwankungen, Viskositätsschwankungen und auch Messwertstreuungen besser beobachtet werden.

Das Fließverhalten von frischen Feedstocks wurde mit dem HKR und der Spritzgießmaschine mit Schlitzdüsenmesssystemen gemessen. Mit dieser Messanordnung war die Feedstockcharakterisierung problemlos durchführbar. Die Fließfunktionen der Feedstocks ließen sich sehr gut mit dem Potenzansatz beschreiben, und auch die Temperaturverschiebung mit dem Potenzansatz ergab gute Ergebnisse.

7. Zusammenfassung

Die Erkenntnis aus der Dosierarbeitsmessung von Mahlgut, dass dieses eine bis zu 30 % höhere Viskosität besitzt, wurde am HKR auch bewiesen.

Die an der Spritzgießmaschine gemessene Viskosität ist aufgrund der zusätzlichen Homogenisierung beim Dosiervorgang um ca. 10 % niedriger als die Viskosität, die am HKR gemessen wurde.

Allein der Catamold 316LA Feedstock der Fa. ITB zeigte bei einer Schergeschwindigkeit von ca. 200 s^{-1} eine Fließanomalie. Die Steigung der Fließkurve änderte sich in diesem Schergeschwindigkeitsbereich, wodurch eine Umrechnung in die wahre Viskosität über die gesamte Funktion nicht mehr möglich war, und die Fließkurve in zwei Bereiche aufgeteilt und einzeln ausgewertet wurde. Diese Anomalie, die bei vielen Feedstocks und anderen Suspensionen öfters zu beobachten ist, sollte in späteren Arbeiten genauer untersucht und ein Ansatz zur Approximation dieser Kurve entwickelt werden.

Beim Catamold 316LA Feedstock wurde zusätzlich in den niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich bis zu einer Schergeschwindigkeit von $0,1 \text{ s}^{-1}$ hinein gemessen, um die Fließgrenze τ_0 zu bestimmen. Dabei wurde die Viskosität mit dem Herschel-Bulkley-, dem Potenz- und dem Bingham-Ansatz angenähert. Der Herschel-Bulkley-Ansatz ergab die beste Kurvenapproximation und eine Fließgrenze von 4300 Pa.

Um die Viskosität des Feedstocks aus der Binderviskosität abschätzen zu können, wurden Messungen an einem Eisen-Nickel Feedstock mit unterschiedlichen Pulveranteilen und dem reinem Bindersystem der Fa. Parmaco durchgeführt. Dabei kam das Konzept der Schergeschwindigkeitsüberhöhung von Geisbüsch zum Einsatz. Wie auch beim Kugelmodell von Geisbüsch waren die Abschätzungen der Viskosität bis zu einem Pulvervolumenanteil von 40 % ziemlich genau. Über 40 Vol.% ändert sich die Steigung der Feedstockviskositätskurve derart, dass die Feedstockviskositäten nicht mehr genau aus der Binderviskosität bestimmt werden können.

8 Literaturangabe

- [1] *Zauner R.*: Pulverspritzgießen–Powder Injection Molding, PIM-Workshop, Baden, 2005
- [2] *Merz P.*: Analyse der Prozesskette Pulverspritzgießen, Dissertation an der Technische Universität Berlin, 1997
- [3] *Gornik C.*: Spritzgießen von Kleinstteilen und Mikro-PIM-Teilen, 19. Leobner Kunststoff-Kolloquium, 2006
- [4] *German R. M.*: Powder Injection Moulding, Metal Powder Industries, Princeton, New Jersey, 1990
- [5] *Barth W. P.*: Pulvermetallspritzgießen - Ein Beitrag zur Verarbeitung ultrahoch-gefüllter Kunststoffe, Dissertation an der Fakultät für Maschinenwesen Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1988
- [6] *Weinand D.*: Pulverspritzguss im Überblick, Fachgruppe Kunststofftechnik, Schweizer Technischer Verband STV, 1998
- [7] *Hochstein B.*: Rheologie von Kugel- und Fasersuspensionen mit viskoelastischen Matrixflüssigkeiten, Dissertation an der Fakultät für Chemieingenieurwesen, Universität Karlsruhe, 1997
- [8] *Gleißle W., Laun H. M., Pahl M.*: Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1991
- [9] *Duretek I., Lucyshyn T., Langecker G. R.*: Powder-Injection-Moulding (PIM) / Stoffdatenbestimmung und Simulation, 52. Jahrestagung der Österreichischen Physikalischen Gesellschaft, Leoben, 23. - 26. September 2002
- [10] *Friesenbichler W., Duretek I.*: Rheologische Charakterisierung hochgefüllter PIM-Feedstocks und Holzcompounds, Tagungsband des 17. Leobener Kunststoff-Kolloquiums, Institut für Kunststoffverarbeitung, Leoben, 2003
- [11] *Schuschnigg S.*: Rheologische Untersuchungen bei hohen Schergeschwindigkeiten mit Hilfe eines Mikrorheologie-Schlitzdüsen-Messsystem, Diplomarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2004
- [12] *Friesenbichler W., Langecker G. R., Duretek I., Schuschnigg S.*: Polymer Melt Rheology at High Shear Rates using a new Micro-Rheology Technique, 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society, Leipzig, Germany, June 19-23, 2005

8. Literaturangabe

- [13] Duretek I., Friesenbichler W., Schuschnigg S., Jegadeesan R., Langecker G. R.: Study on Rheological Behaviour of Polymer Melts at High Shear Rates Using a New Micro-Rheology Technique, Conference of the Society of Plastic and Rubber Engineers, "The Past and the Future of Polymer Engineering, Technology and Science", Zagreb, Croatia, April 27-28, 2006, 117-130
- [14] Menges G.: Werkstoffkunde Kunststoffe, 4. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, 1998
- [15] Gornik C.: Rheologische Daten direkt an der Maschine bestimmen, Kunststoffe 95, 4, 2005
- [16] Kropp P.: Cold Extrusion of Powder Mixtures with Cold Sprayed Fat Particles, Dissertation an der ETH Zürich, 2002
- [17] Windhab E.: Process-Structure-Rheology Relationship of Multiphase Food Systems, 1st International Symposium on Food, Rheology and Structure, ETH Zürich, 1997
- [18] Geisbüsch P.: Ansätze zur Schwindungsberechnung ungefüllter und mineralisch gefüllter Thermoplaste, Dissertation an der Fakultät für Maschinenwesen Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1980
- [19] Lampl A., Gissing K., Painsith H.: Kontrolle des Formfüllvorganges beim Spritzgießen mit Hilfe der Einspritzarbeit, Plastverarbeiter 10, 1983
- [20] Gornik C.: Novel Method of Monitoring of Feedstock Quality, Proceedings of EuroPM 2005, Wien, 2005
- [21] Langecker G. R., Friesenbichler W., Duretek I.: Rheology of Polymers and Feedstocks: Vortrag im Rahmen des Workshops "Lubricants and Binders in Powder Processing", Baden, 13. - 15. Mai 2002
- [22] Kukla C., Langecker G. R., Friesenbichler W., Duretek I.: Rheology of Feedstocks, International Conference on the Powder Injection Molding of Metals, Ceramics and Carbides (PIM 2004), Orlando, March 21st -24th 2004
- [23] Kukla C., Langecker G. R., Friesenbichler W., Duretek I.: Flow behaviour of feedstocks with emphasis on thin walled cavities, Powder Metallurgy World Congress, (PM2004), Vienna, October 17th – 21st 2004
- [24] Kukla C., Duretek I., Friesenbichler W., Thornagel M.: New Insights into Feedstock Behaviour and Injection Moulding Simulation for PIM, Euro PM 2008, International Congress and Exhibition, Mannheim, 29th September – 1st October 2008

9 Verwendete Symbole

γ	Scherung	A	Fläche
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	a_T	Temperaturverschiebungsfaktor
$\dot{\gamma}_c$	Schergeschwindigkeit bei Krümmung der Viskositätskurve	A_z	Zylinder Querschnittsfläche
$\dot{\gamma}_s$	Scheinbare Schergeschwindigkeit	B	Spaltbreite
$\dot{\gamma}_w$	Wahre Schergeschwindigkeit	C	Asymptotensteigung bei Carreau
δ	Scherwinkel	c_c	Volumenkonzentration
η	Dynamische Viskosität	c_p	Wärmekapazität
η_c	Casson Viskosität	D_K	Kolbendurchmesser
η_R	Relative Viskosität	E_A	Aktivierungsenergie
η_{Susp}	Suspensionsviskosität	F_p	Formkorrekturfaktor
η_{Matrix}	Matrix-Viskosität	H	Spalthöhe
η_∞	Bingham Viskosität	K	Konsistenz
λ	Wärmeleitfähigkeit	k	Schergeschwindigkeitsüberhöhungsfaktor
ρ	Dichte	L	Spalllänge
ρ_c	Gemischdichte	m	Fließindex
τ	Schubspannung	n	Fließindex
τ_0	Grenzfließspannung	R	Radius Runddüse
τ_c	Casson Schubspannung	T_0	Bezugstemperatur
ϕ	Pulvervolumengehalt	v_K	Kolbengeschwindigkeit
ϕ_c	Kritischer Pulvervolumengehalt	\dot{V}	Volumendurchsatz

10 Anhang

10.1 Einspritz- und Dosierarbeit

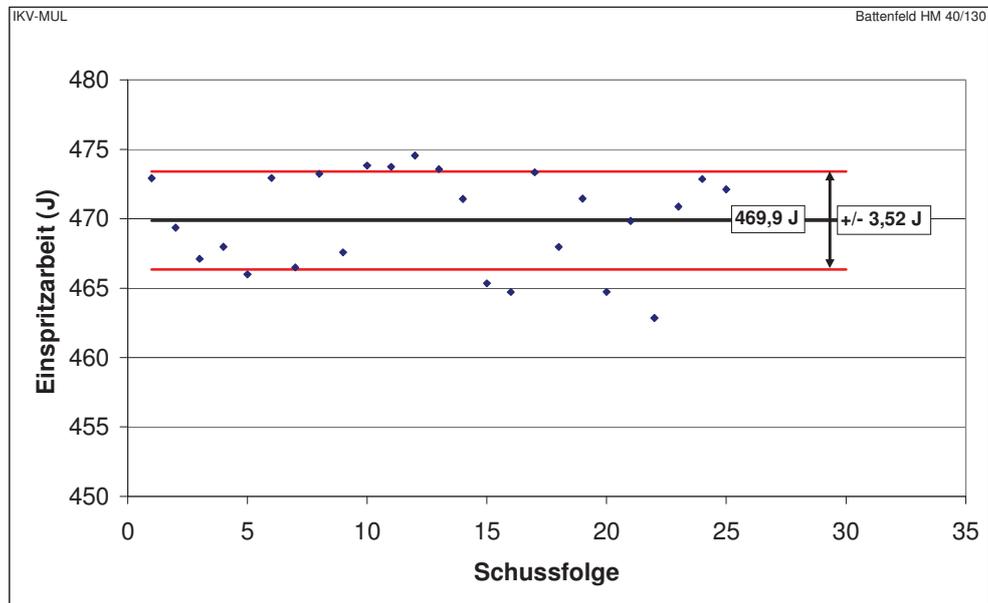


Abbildung 67: Einspritzarbeit für Catamold FN08Exp Feedstock, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

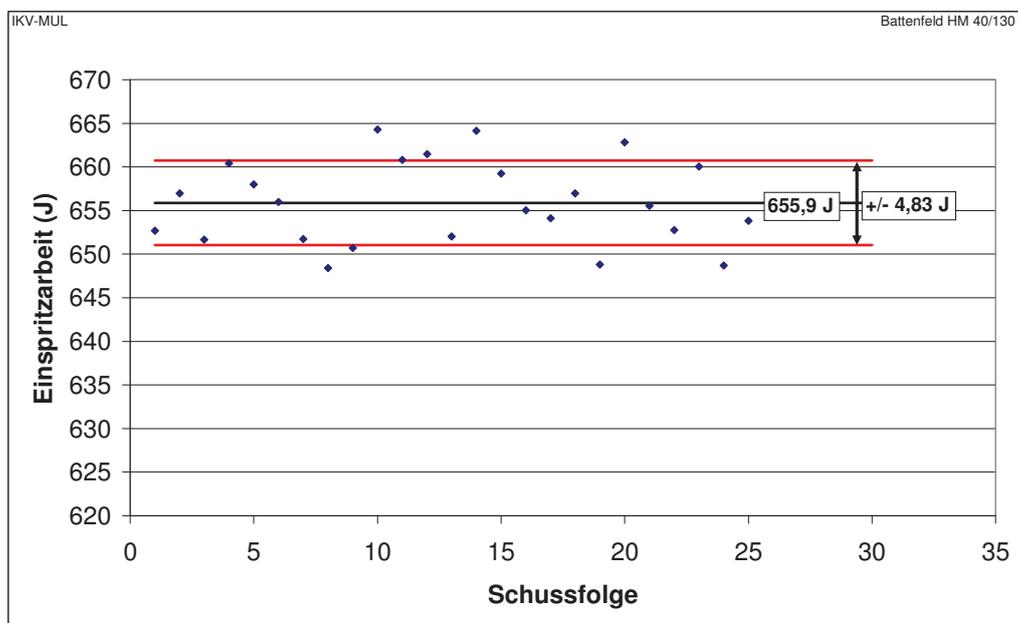


Abbildung 68: Einspritzarbeit für den Catamold 316LG Feedstock der Fa. Battenfeld, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

10. Anhang

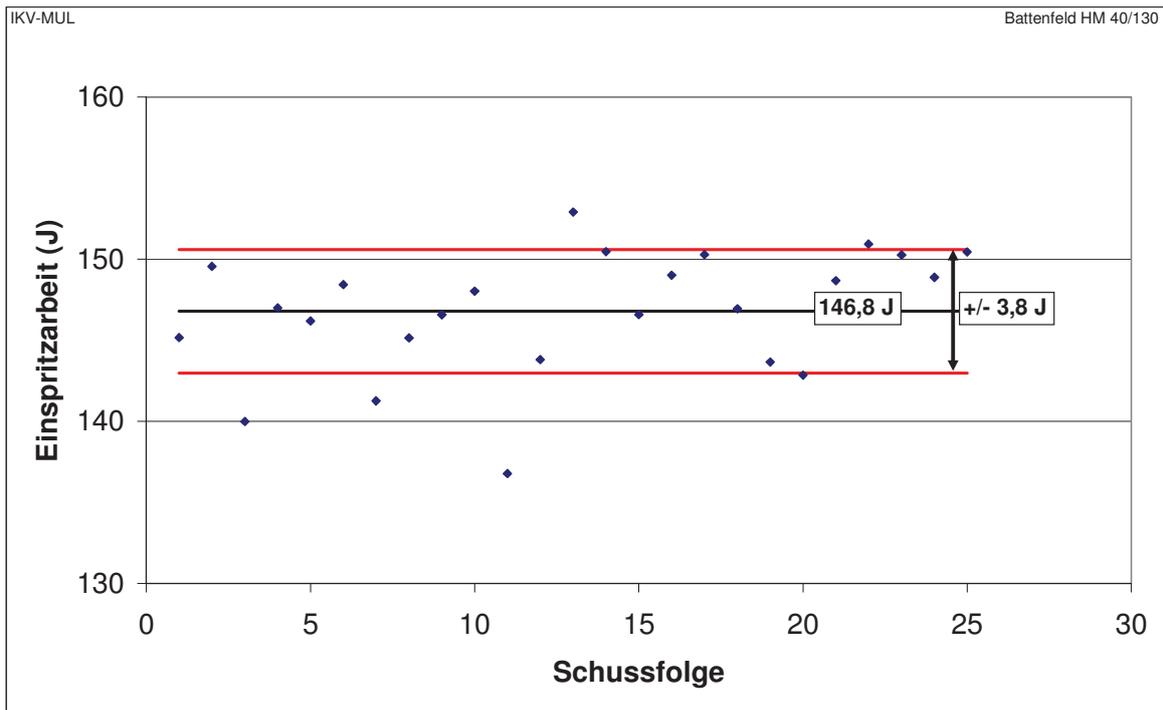


Abbildung 69: Einspritzarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.1, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

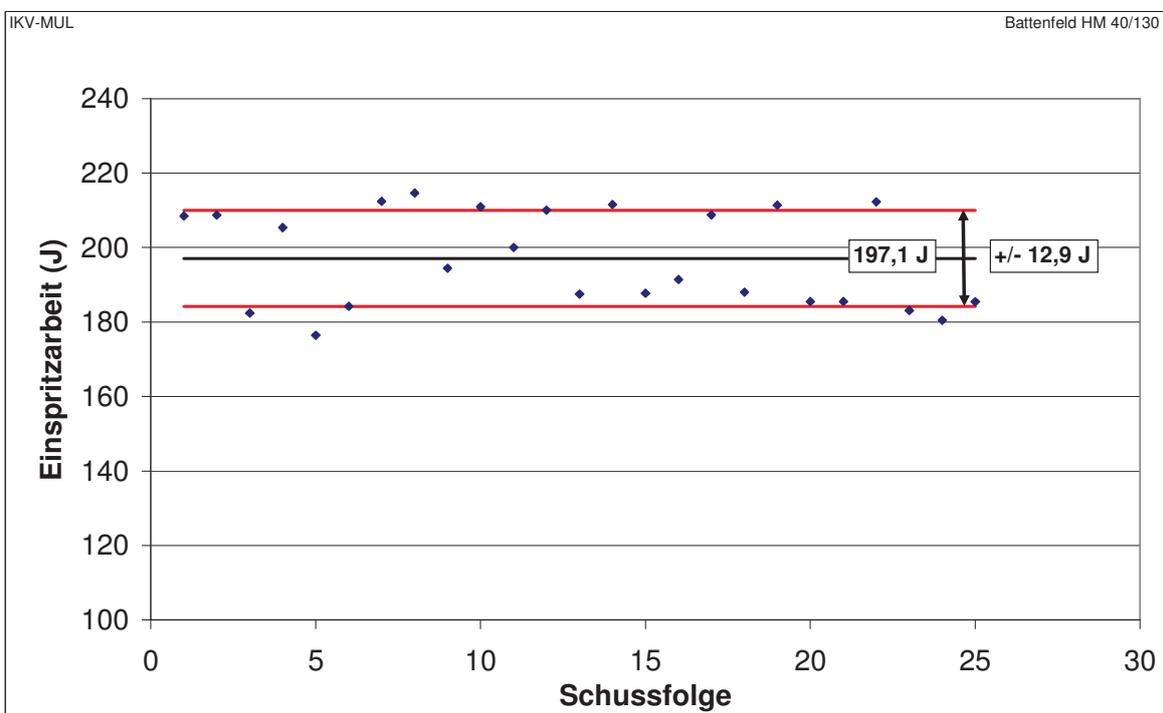


Abbildung 70: Einspritzarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.2, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

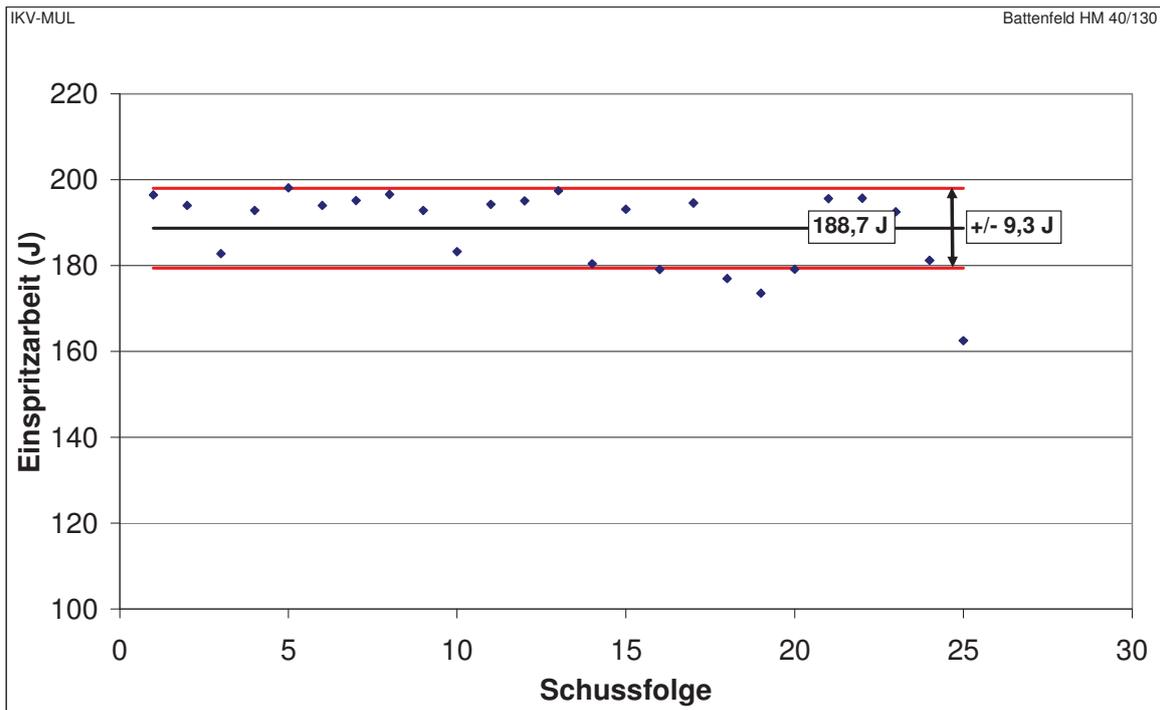


Abbildung 71: Einspritzarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.3, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

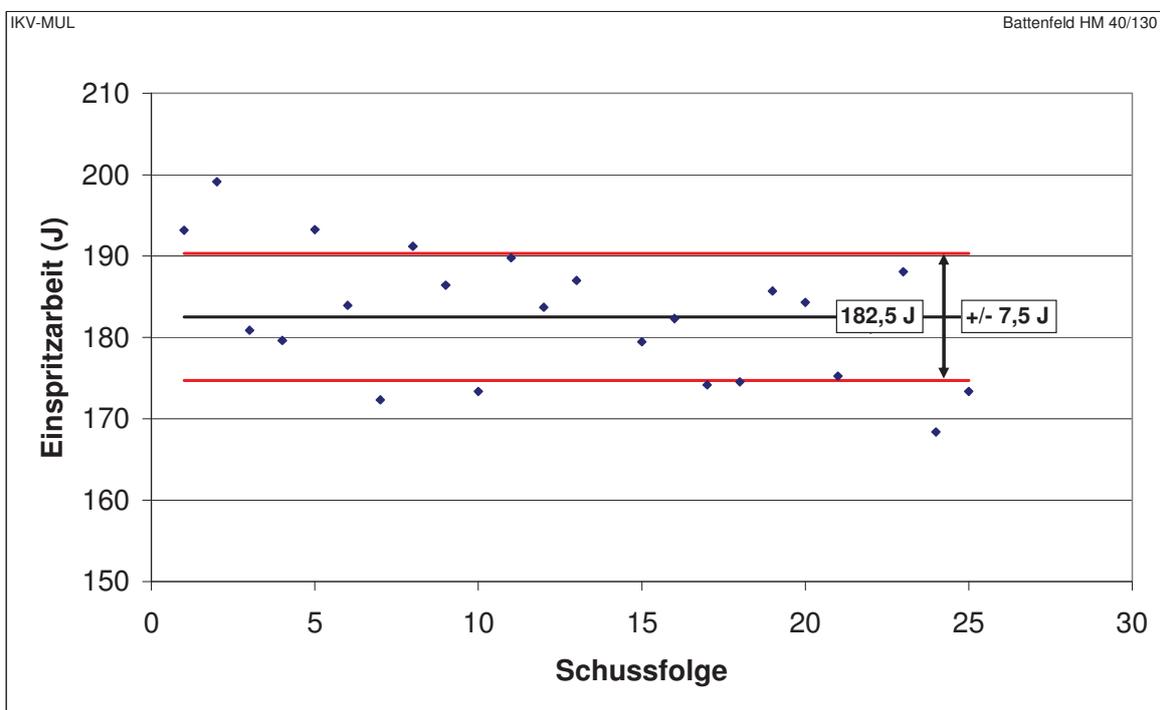


Abbildung 72: Einspritzarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.4, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

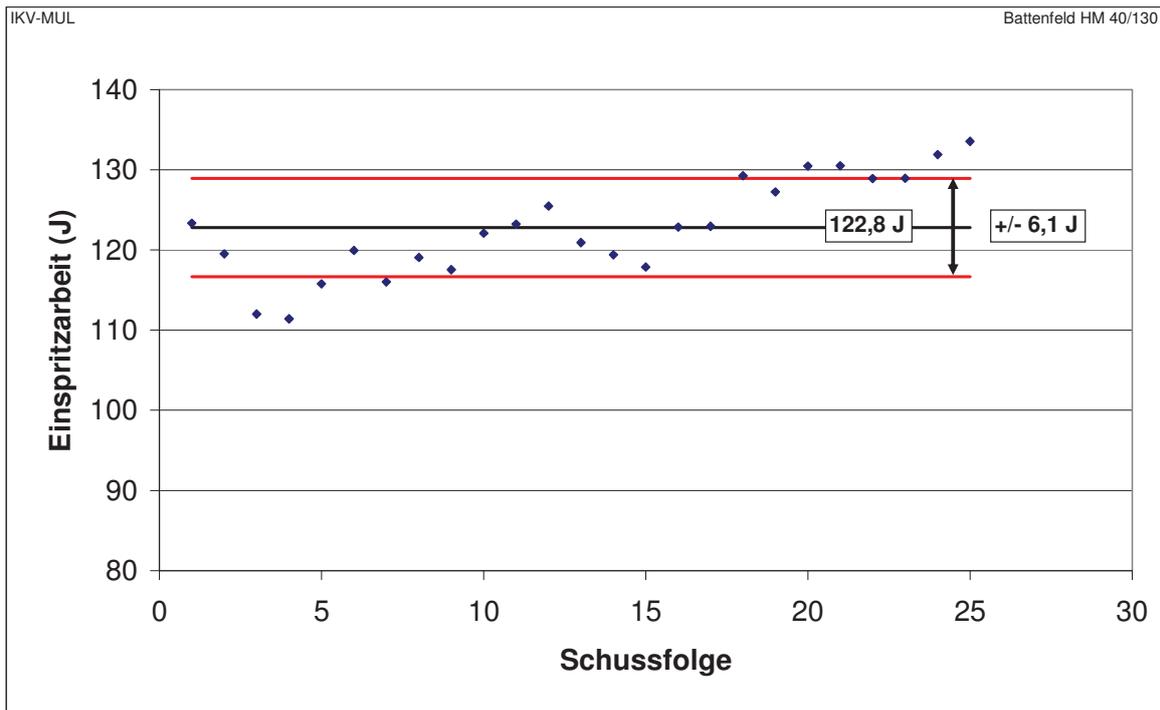


Abbildung 73: Einspritzarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 2.1, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

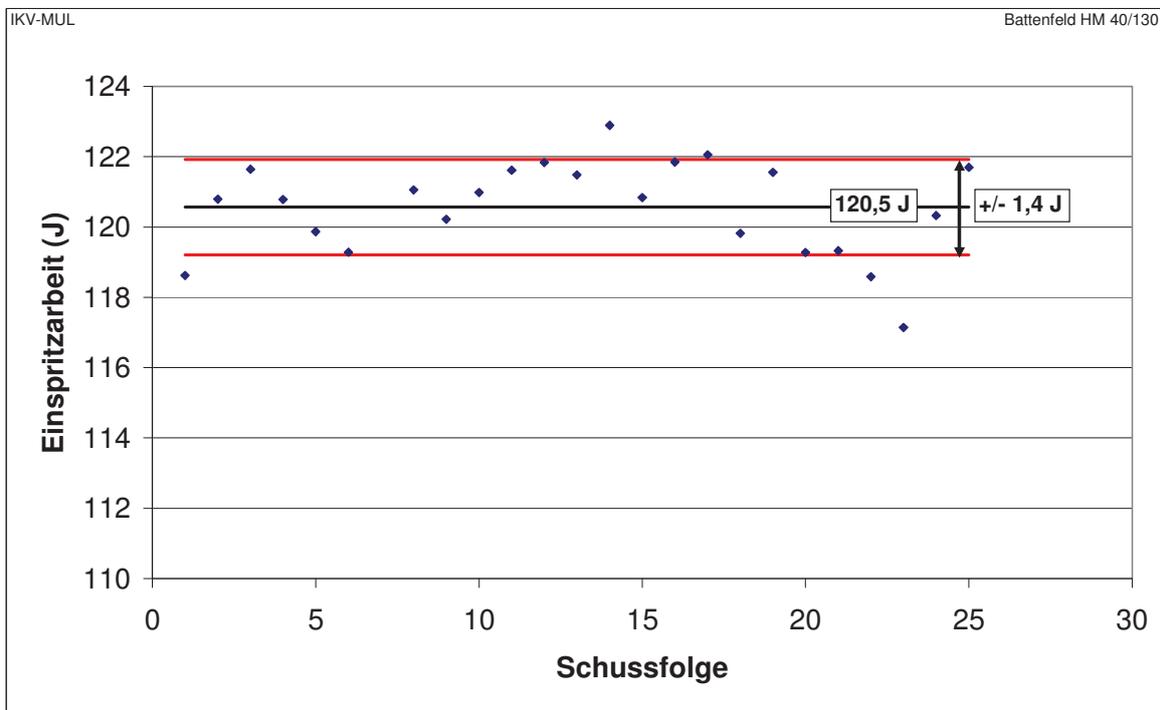


Abbildung 74: Einspritzarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 2.2, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

10. Anhang

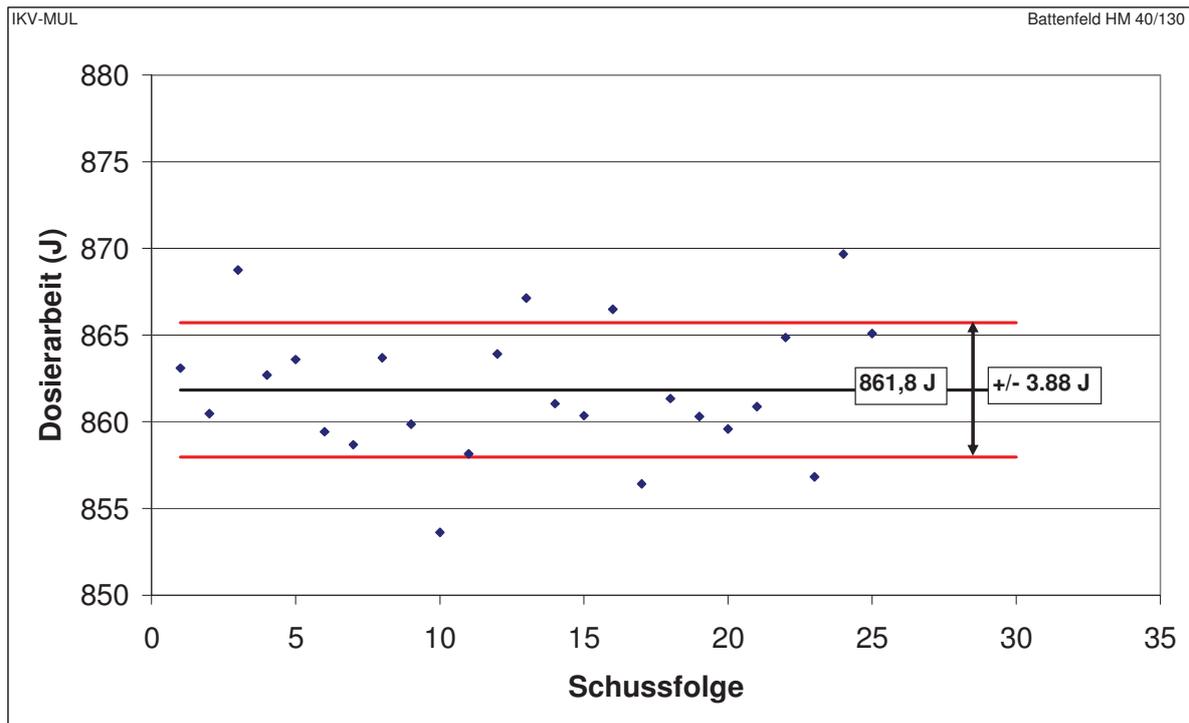


Abbildung 75: Dosierarbeit für Catamold FN08Exp Feedstock, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

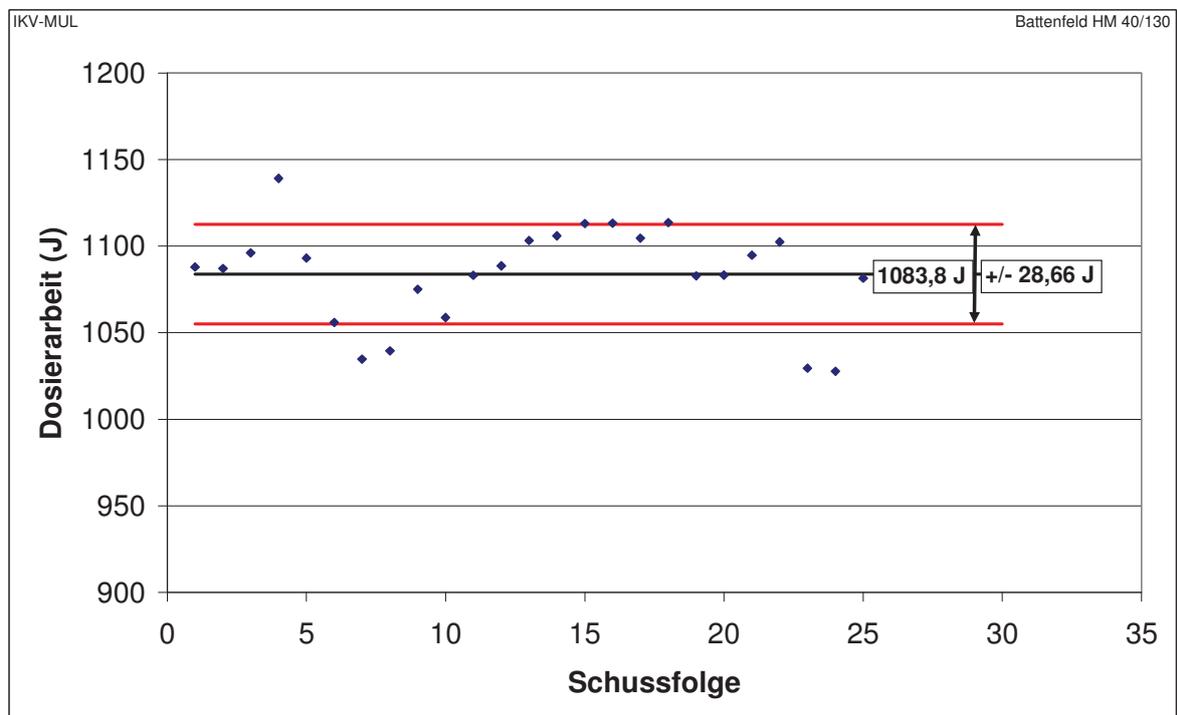


Abbildung 76: Dosierarbeit für den Catamold 316LG Feedstock der Fa. Battenfeld, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

10. Anhang

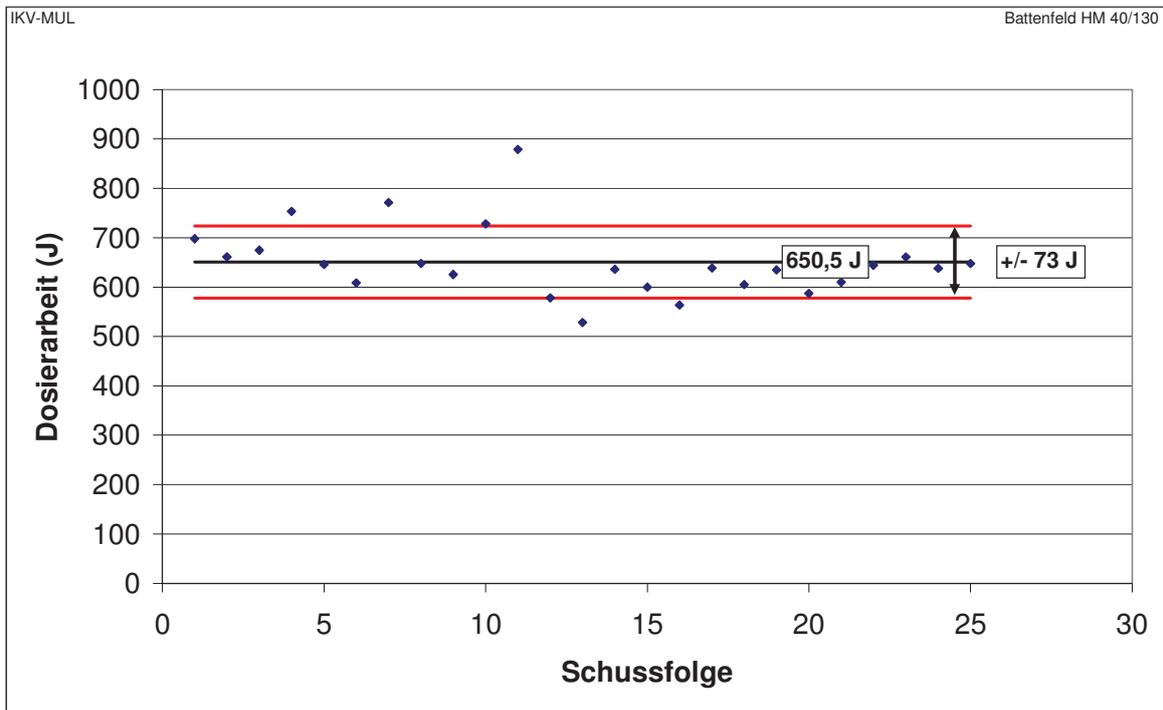


Abbildung 77: Dosierarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.1, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

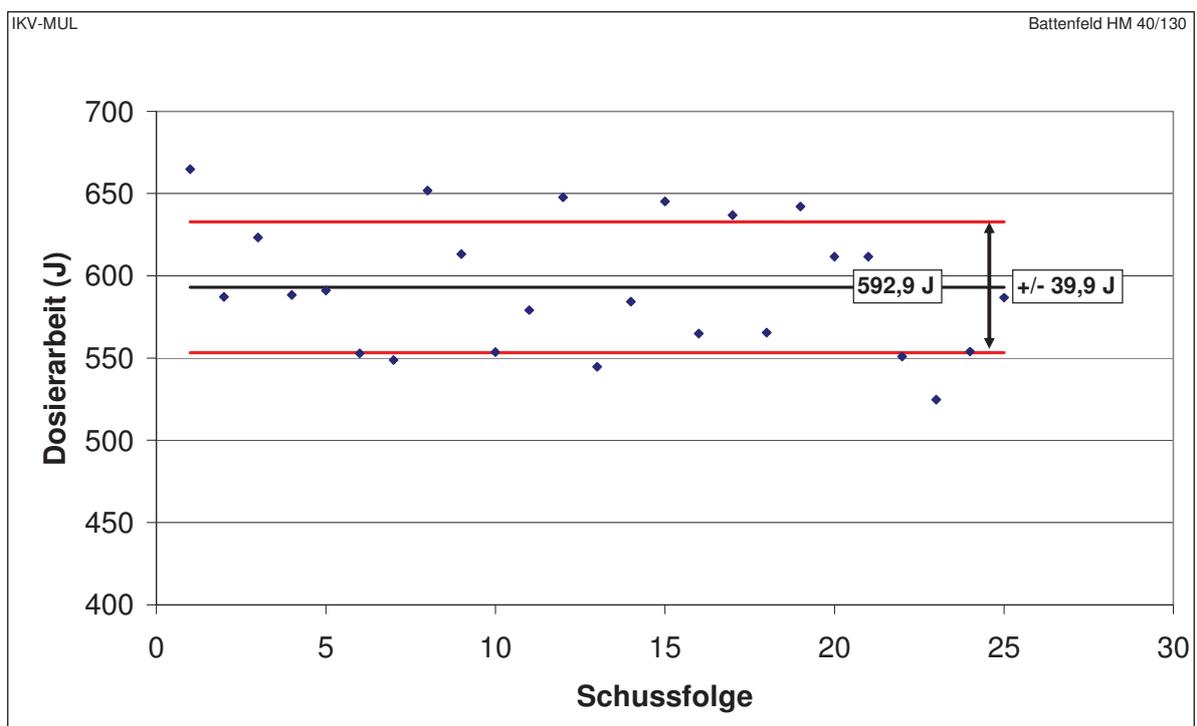


Abbildung 78: Dosierarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.2, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

10. Anhang

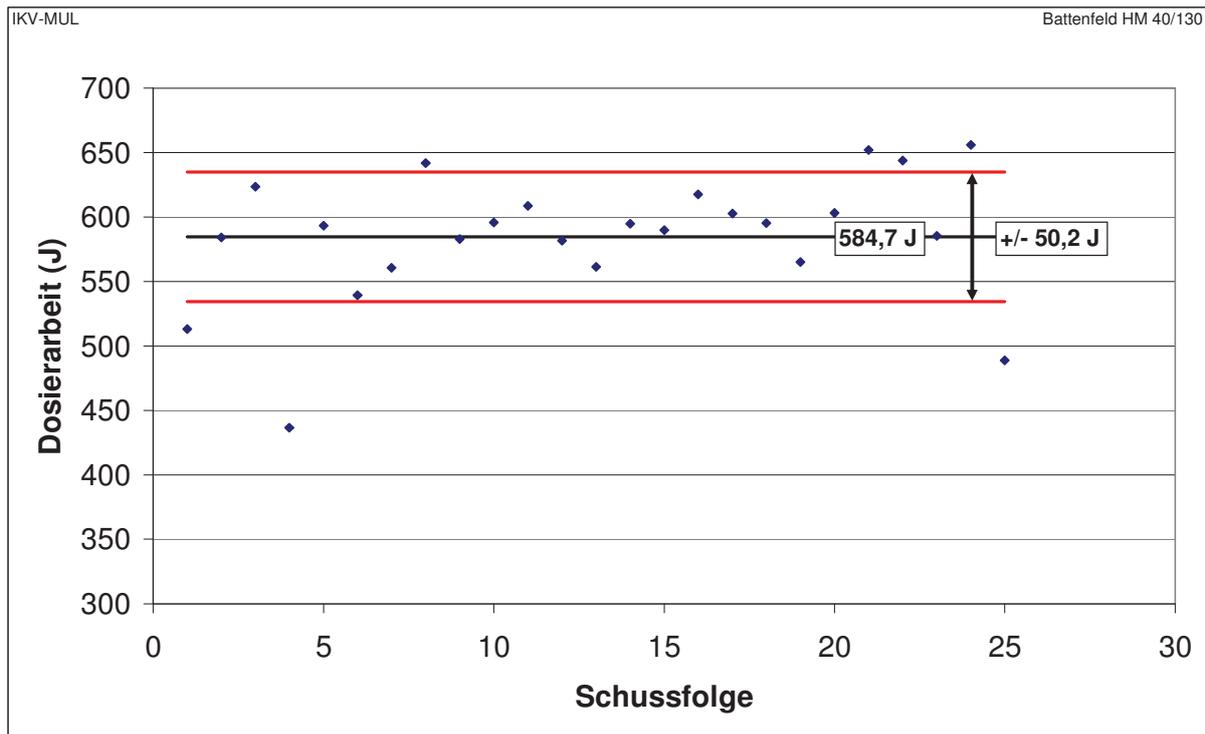


Abbildung 79: Dosierarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.3, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

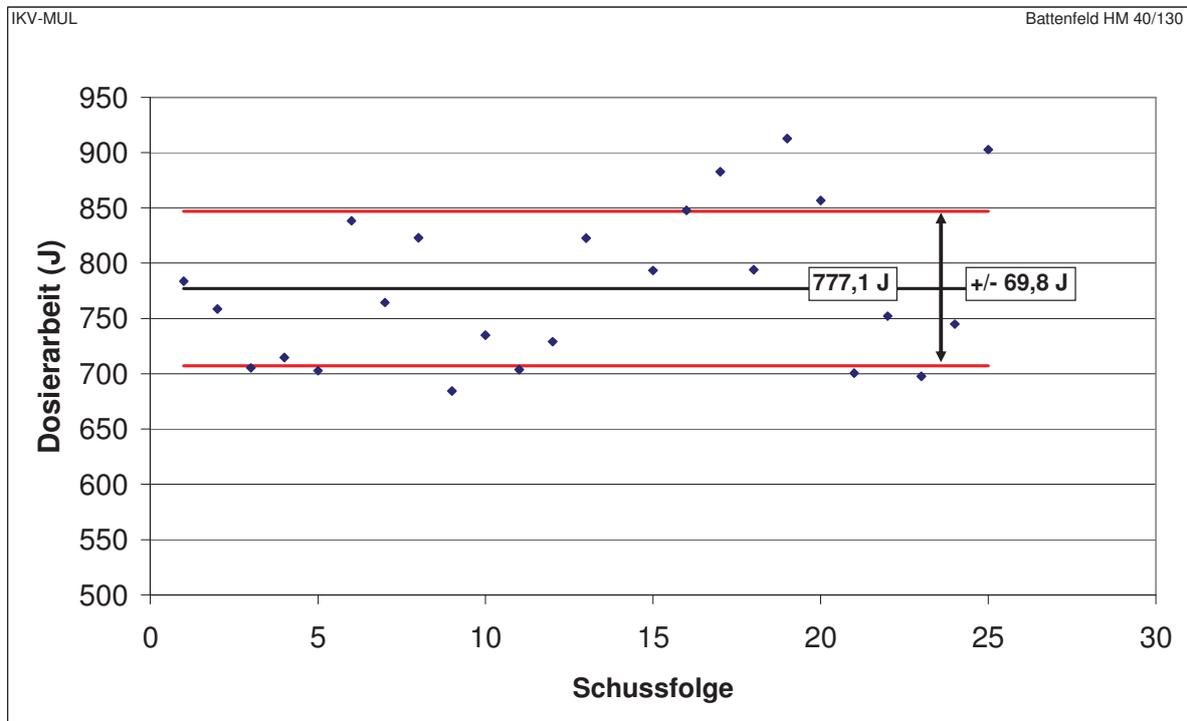


Abbildung 80: Dosierarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 1.4, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

10. Anhang

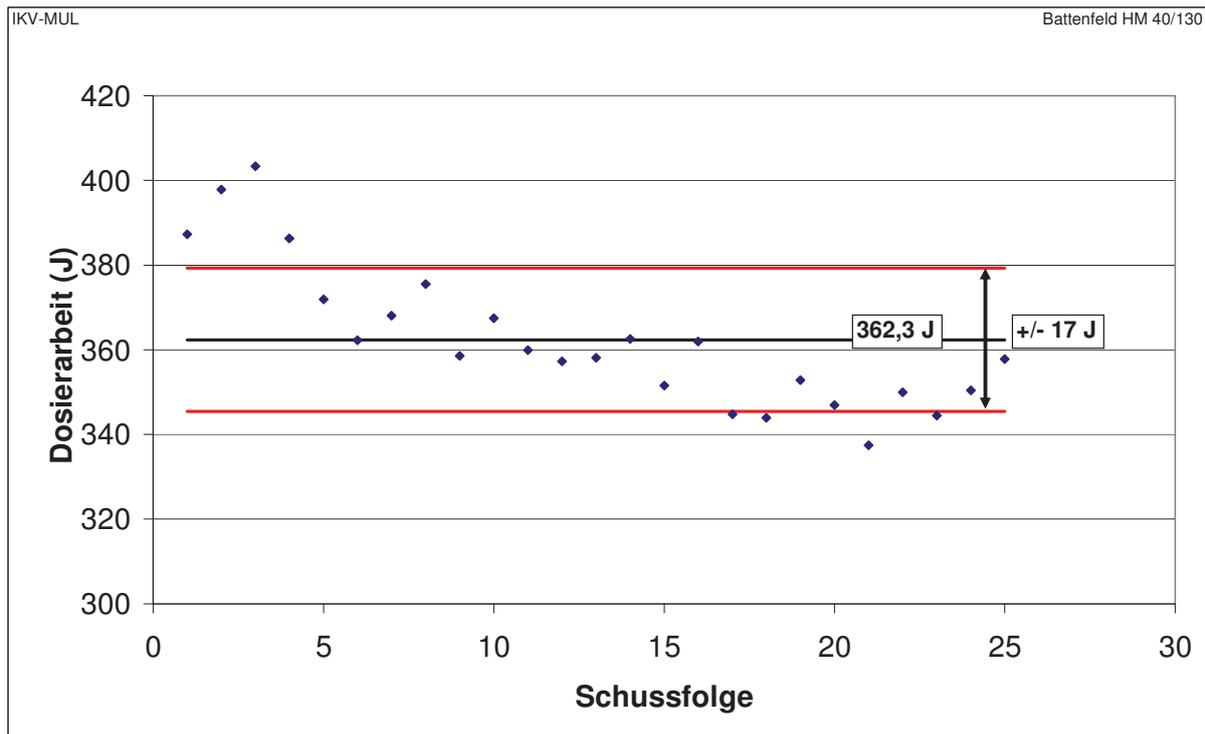


Abbildung 81: Dosierarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 2.1, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

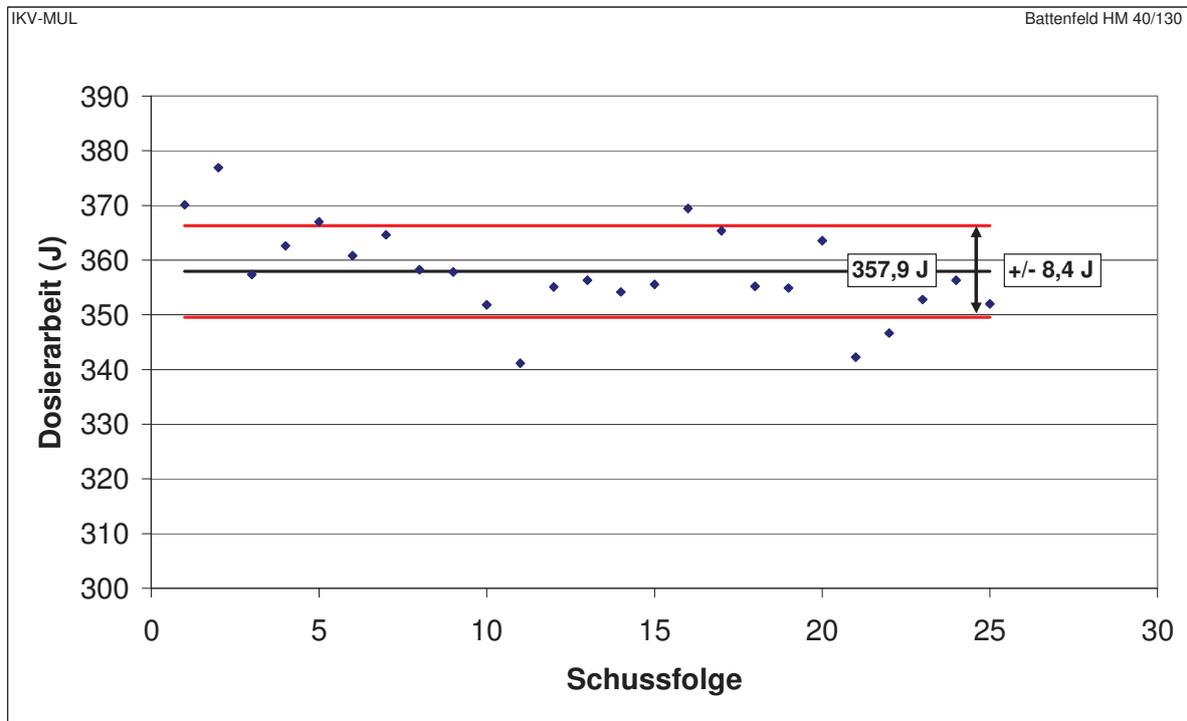


Abbildung 82: Dosierarbeit für den Mimitalia Feedstock Batch 2.2, gemessen an der Battenfeld Spritzgießmaschine HM 40/130

10.2 Viskosität

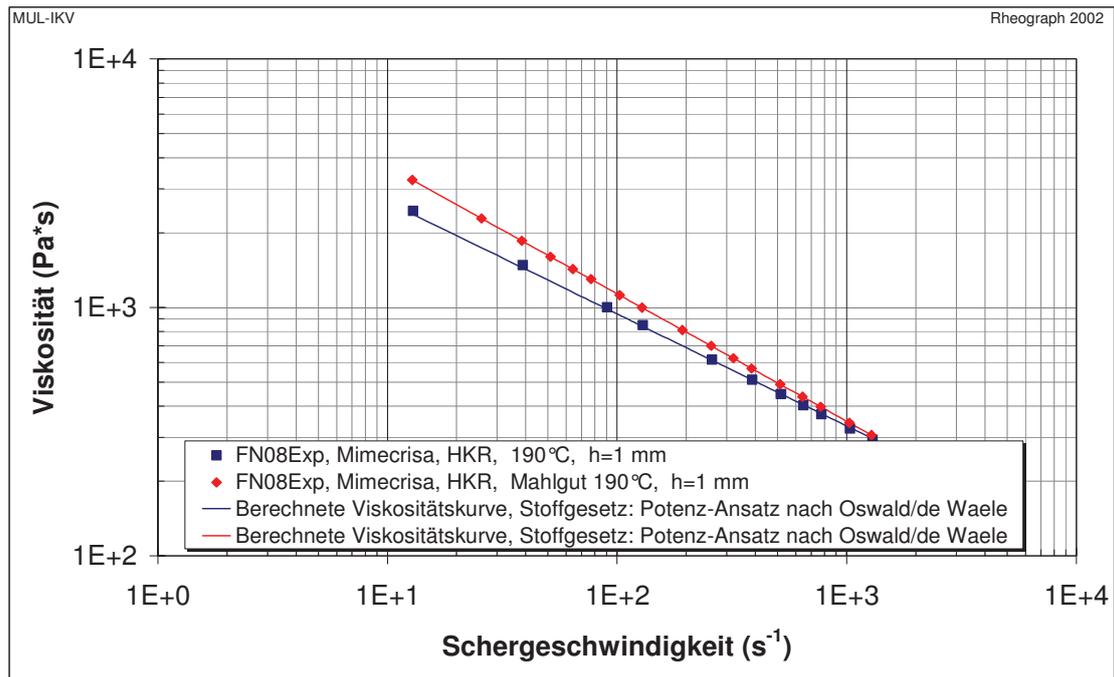


Abbildung 83: Viskositätskurven für den Catamold FN08Exp Feedstock der Fa. Mimecrisa im Vergleich mit Mahlgut

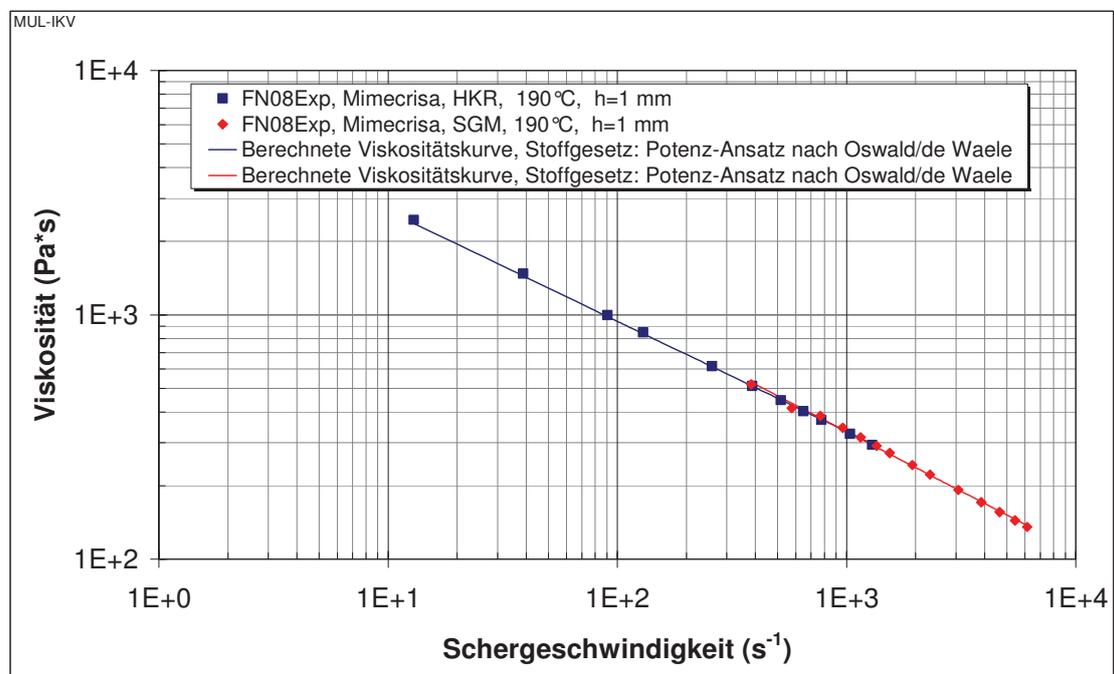


Abbildung 84: Viskositätskurven für den Catamold FN08Exp Feedstock der Fa. Mimecrisa; Vergleich der Messwerte von HKR und Spritzgießmaschine

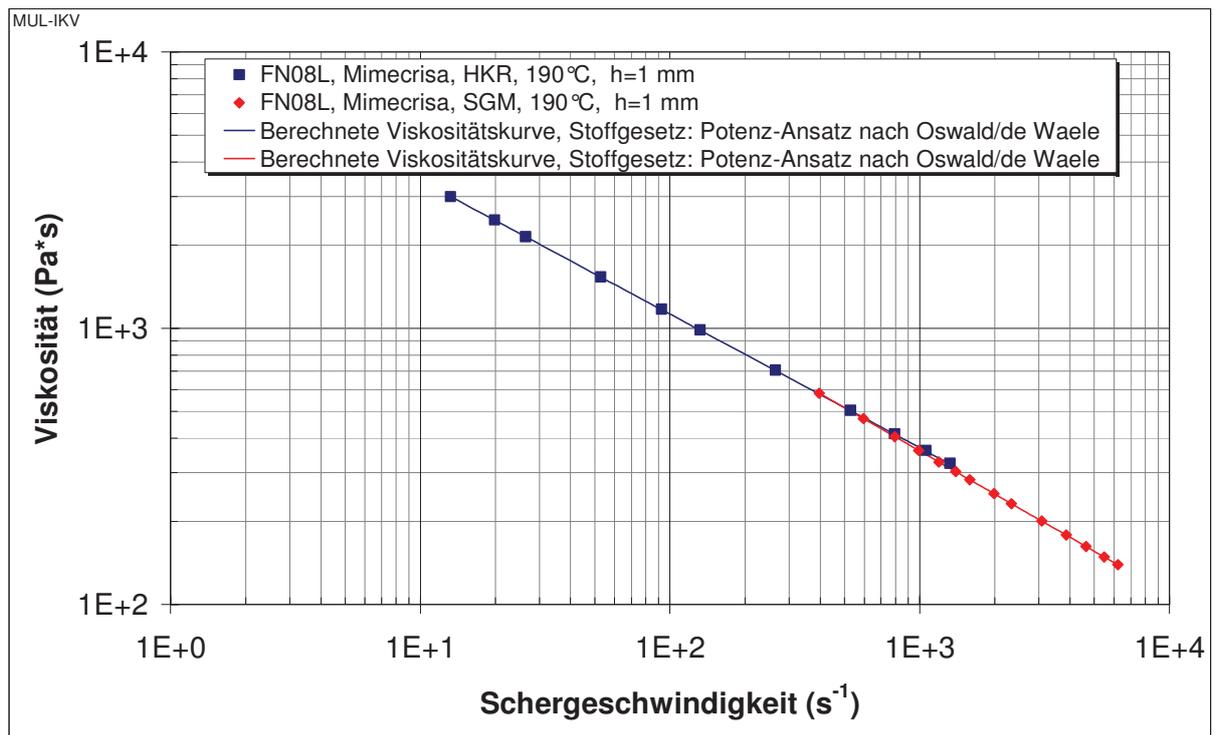


Abbildung 85: Viskositätskurven für den Catamold FN08L Feedstock der Fa. Mimecrisa; Vergleich der Messwerte von HKR und Spritzgießmaschine