

Die Entmischung von Glasfasern in verstärkten Thermoplasten bestimmen

Entmischt, erwischt!

Kurzfaserverstärkte Thermoplaste werden üblicherweise als homogenes Material angesehen. Doch die Schmelze dieser Werkstoffe ist eine Suspension und unterliegt deshalb dem Phänomen der Entmischung der Füllstoffe. Faserverstärkte Kunststoffe werden häufig für mechanisch stark beanspruchte Produkte verwendet. Entmischung stellt bei diesen einen Unsicherheitsfaktor dar. Wünschenswert ist deshalb ein einfaches Verfahren, mit dem sich der Fasergehalt an verschiedenen Stellen der Produkte ermitteln lässt. Dafür bietet sich die Bestimmung des Glührückstands an.



© Adobe Stock: Justinias

Die Fasern in kurzfaserverstärkten Thermoplasten sind beweglicher als üblicherweise angenommen. Für das Beispiel eines glasfaserverstärkten Polyamids (PA) mit 30 Gew.-% Faseranteil lässt sich ausrechnen, dass ein Volumenanteil Fasern auf etwa neun Volumenanteile Schmelze kommt. Zudem ist die Viskosität der Schmelze der PA-Matrix überdurchschnittlich niedrig. Das liegt daran, dass die Viskosität der Suspension ausreichend niedrig sein muss, um die Kavität zu füllen. Kurzglasfasern können sich deshalb in der Thermoplastschmelze beim Füllvorgang relativ stark bewegen. Das ermöglicht sowohl eine gewünschte Orientierung, als auch eine unwillkommene Entmischung (Segregation).

Entmischung bedeutet in diesem Zusammenhang, dass der Werkstoff an manchen Stellen lokal weniger Fasern enthält. Deshalb weist der Werkstoff dort eine geringere Steifigkeit und Festigkeit auf. Eine Entmischung von 5 Gew.-% bedeutet, dass ein GF30-Material, an der Stelle nur die Eigenschaften von GF25 erreicht. Ein Effekt, den Konstrukteure bei der Dimensionierung berücksichtigen sollten.

Alternative zu numerischen Methoden

Numerische Methoden auf Basis der Folgar-Tucker-Differenzialgleichungen oder neueren Ansätzen ermöglichen die Berechnung der Entmischung. Sie erfordern jedoch eine hohe Rechenleistung und

die Konvergenz des Gleichungssystems. Deshalb ist es sinnvoll, neben numerischen Methoden die Entmischung auch experimentell bestimmen zu können.

Ein einfacher Ansatz zur Bestimmung des Faseranteils ist der sogenannte Glührückstand. Durch das gezielte Verglühen der Kunststoffmatrix bleiben ausschließlich die Fasern übrig. Auf diese Weise ist der Faseranteil direkt bestimmbar. Die Norm DIN EN ISO 34511:2019-05 beschreibt detailliert, wie das Messverfahren durchzuführen ist. Die Norm DIN EN ISO 34514:200-08 beschreibt die Bestimmung der Asche von PA und ist explizit auch auf faserverstärkte Varianten anwendbar.

Im folgenden Beispiel wird gezeigt, wie mit dieser Methode die Entmischung

der Fasern nachgewiesen und quantifiziert werden kann. Dazu wurden folgende Schritte durchgeführt:

- Herstellung von Prüfstäben aus PA (Typ: Grilon TSG-30/4 black 9832, Hersteller: EMS-Grivory) nach DIN EN ISO 163962:201707: Diese Norm gibt auch die wichtigsten Verfahrensparameter für das Spritzgießen der Prüfkörper aus PA vor.
- Zerteilen der Prüfstäbe inklusive Anguss in sieben Segmente mit einer handelsüblichen Dekupiersäge (**Bild 1**)
- Aufheizen eines handelsüblichen Muffelofens auf 650 °C
- Wägung von jeweils sieben Segmenten mit einer Präzisionswaage (Genauigkeit: 0,1 g)
- Verbrennung der Kunststoffmatrix nach den Regeln der DIN EN ISO 3451
- Wägung des Glührückstands

Beeinflusst die Geschwindigkeit der Schmelze die Entmischung?

Die Wahl der Segmentgrenzen wurde so vorgenommen, dass jedes Segment eine andere Strömung in der Kavität repräsentiert. Zum Beispiel liegt in Segment 4 eine ausgeprägte Kompressionsströmung vor. In diesem Segment wird die Schmelze in einen Querschnitt überführt, der halb so groß ist wie zuvor. Das entspricht einer Kompression von 2:1. Praktisch bedeutet das, dass die Schmelze auf die doppelte Geschwindigkeit beschleunigt wird. Die Frage ist nun, ob es dadurch zu einer Entmischung kommt. Deshalb wurde die Konzentration der Fasern in diesem Segment genauer untersucht. Die Abweichungen beim Glührückstand stimmen direkt mit den unterschiedlichen Faserkonzentrationen in den Segmenten überein.

Die nach dem Verbrennen zurückbleibenden Glührückstände haben eine schneeweiße Färbung (**Bild 2**). Sie sind von Blasen durchzogen, die aus der Verdampfung des Polymers herrühren. Der Versuch wurde zweimal durchgeführt: im ersten Fall mit Prüfstäben, die mit einer langsamen Einspritzgeschwin-



Bild 1. Prüfstab inklusive Anguss aus PA: Die Segmente wurden bewusst gewählt, um den Einfluss von verschiedenen Verarbeitungsbedingungen auf den Fasergehalt zu untersuchen.

© Stefan Krebs, Technische Hochschule Prag

digkeit produziert wurden, und im zweiten Fall mit Prüfstäben, die mit einer doppelt so hohen Einspritzgeschwindigkeit erzeugt wurden (**Tabelle**). Die ermittelten Werte belegen, dass die Ergebnisse präzise und statistisch abgesichert sind.

Die Untersuchungen zeigen, dass die Abweichung der Faserkonzentration im Formteil statistisch signifikant ist. Eine Entmischung der Fasern konnte eindeutig nachgewiesen werden (**Bild 3**). Die Kurven der beiden Versuchsreihen haben – bis auf Segment 7 – die gleiche Charakteristik. Bei der langsamen Einspritzgeschwindigkeit zeigen sich deutlich höhere Abweichungen in der Faserkonzentration als bei der schnelleren. Das könnte daher rühren, dass im Fall der langsameren Einspritzgeschwindigkeit

mehr Zeit zur Segregation der Fasern besteht.

Auffällige Faserkonzentrationen

Auffällig ist, dass die Konzentration in der Kompressionsströmung (Segment 4) deutlich erhöht ist. Im Mittelteil des Prüfstabs (Segment 5) liegt eine deut-

Info

Text

Dr. Stefan Krebs hat Kunststofftechnik am Institut für Kunststofftechnik (IKV) der RWTH Aachen studiert und zehn Jahre Erfahrung als Entwicklungsingenieur in der Industrie. Derzeit ist er Lehrbeauftragter an der Technischen Hochschule in Prag und hauptberuflicher Mitarbeiter der tschechischen Agentur für Normung; stefan.krebs@fs.cvut.cz

Digitalversion

Ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/onlinearchiv

	Einspritzgeschwindigkeit	durchschnittlicher Glührückstand	Standardabweichung
langsame Einspritzgeschwindigkeit	5 cm ³ /s	29,92 %	0,21 %
schnelle Einspritzgeschwindigkeit	10 cm ³ /s	29,92 %	0,23 %

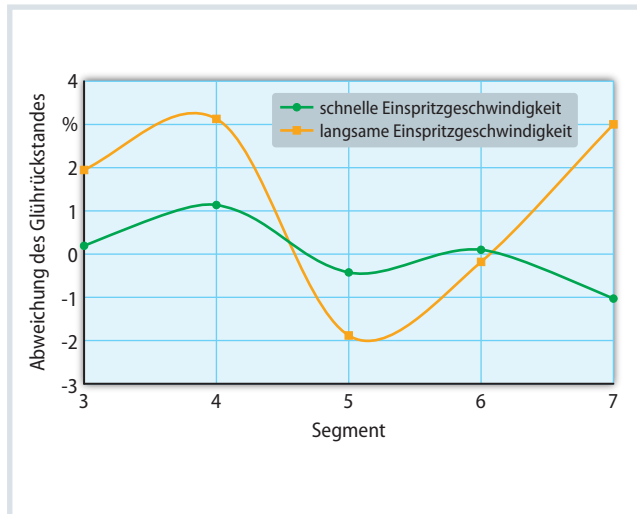
Tabelle. Ermittelter Glührückstand für die Versuchsreihen Quelle: Stefan Krebs, Technische Hochschule Prag



Bild 2. Nach dem Verbrennen bleiben die Fasern zurück. © Stefan Krebs, Technische Hochschule Prag

Bild 3. Abweichung des Glührückstands für die Segmente 3 bis 7: In Segment 4 ist der Fasergehalt deutlich höher, in Segment 5 deutlich niedriger als im restlichen Prüfstab. Die Abweichung in Segment 7 muss noch näher untersucht werden.

Quelle: Stefan Krebs,
Technische Hochschule Prag;
Grafik: © Hanser



lich niedrigere Konzentration vor. Die maximale Abweichung besteht in Segment 4 (3,1 bzw. 1,1 Gew.-%), die minimale in Segment 5 (-1,9 bzw. -0,4 Gew.-%). Dieser Effekt lässt sich wie folgt erklären: Wird das Material bei der Formteilfüllung durch Kompression unter zusätzlichen Druck gesetzt, eilt der flüssige Anteil (Thermoplastschmelze) vor und der Feststoff (Fasern) bleibt zurück. In Segment 4 wird die Schmelze auf den halben Querschnitt komprimiert und die Fasern bleiben zurück. Deshalb ist die Faserkonzentration an dieser Stelle höher. Die Fasern fehlen dann wiederum in Segment 5, weshalb die Faserkonzentration dort geringer als der Durchschnitt ist.

Fazit und Ausblick

Die vorgestellte einfache Methode liefert nachvollziehbare und signifikante Ergebnisse. Durch die Verwendung von technischen internationalen Normen ist die Eindeutigkeit der Testmethode gesichert. Im Falle der niedrigen Einspritzgeschwindigkeit wurden Abweichungen von insgesamt 5 Gew.-% gemessen. Das beeinflusst die lokalen Eigenschaften des Formteils stark. Um die Methode weiterführend zu bewerten und die Ergebnisse nachzuvollziehen, wäre es wünschenswert, das Experiment in der betrieblichen Praxis zu wiederholen. Die Abweichung in Segment 7 soll künftig in weiteren Versuchen geklärt werden. ■

Polyamid 6 und 66

Mit bis zu 100 % Rezyklatanteil

Ascend Performance Materials hat auf K 2022 mit ReDefyne eine Reihe von auf Rezyklaten beruhenden Polyamiden (PA) vorgestellt. Sie werden nach Herstellerangaben aus bis zu 100 % Pre- und Post-Consumer-Rezyklaten hergestellt. Die Serie umfasst sowohl PA6- als auch PA66-Typen. Durch den hohen Recyclinganteil soll ihr CO₂-Fußabdruck deutlich geringer als bei Neuware-PA sein.

Für die Produktreihe greift Ascend eigenen Angaben zufolge auf die Erfah-

rungen des Compoundeurs Poliblend zurück. Der Kunststoffhersteller hatte das italienische Unternehmen 2020 übernommen. „ReDefyne kombiniert unser Fachwissen aus Poliblend mit unseren integrierten Abläufen und unserer globalen Erfahrung in der Anwendungsentwicklung. Dadurch können wir ein recyceltes Polyamid herstellen, das in Bereichen eingesetzt werden kann, in denen recycelte Materialien normalerweise nicht zugelassen sind“, erklärte Steve

Manning, Senior Director für Engineered Materials bei Ascend.

Die PA sind Ascend zufolge von Dritten zertifiziert. Das Unternehmen testet außerdem gerade mit dem Automobilzulieferer ITW Global Fasteners die Rückverfolgbarkeit mittels Blockchain über das Certified-Circular-Plastic-Programm von Plastic Finder. ITW nutzt die Materialien für die Herstellung von Verbindungselementen.

www.ascendmaterials.com