

Messen beim Erweichen



Proline-Brückenthermostat PB C mit Temperierbad (Fotos: Lauda)

**WERNER LANGE
MICHAEL SEIPEL**

Die Weiterentwicklung und gezielte Verbesserung von Thermoplasten schließt eine Vielzahl von Stabilitäts-Prüfverfahren nach DIN- und ISO-Normen ein. Eines dieser Testverfahren ist die Bestimmung der Vicat-Erweichungstemperatur nach DIN EN ISO 306 [1]. Die Prüfmethode gibt Aufschluss über die Temperatur, bei der sich die molekulare Struktur des Thermoplasten ändert und als Folge die Druckstabilität schlagartig abnimmt. Materialprüflabore verwenden für dieses thermomechanische Verfahren spezielle Präzisionstestgeräte (Bild 1). Diese Systeme bestehen aus zwei Komponenten: Erstens aus



Bild 1. Basic Vicat/HDT-System mit sechs Prüfstationen und digitalen Messstellen. Ein digitaler Thermostat sorgt für präzise Prüftemperaturen im Badmedium

der mechanischen Prüfapparatur mit digitaler Wegmessung zur Feststellung der Eindringtiefe eines normierten Metallprüfkörpers (Bild 2). Und zweitens aus einer Präzisionstemperiereinrichtung zur gleichmäßigen Erwärmung der Prüfkörper entlang einer vorgegebenen Temperaturrampe. Die Coesfeld GmbH & Co. KG, Dortmund, hat für diese Prüfmethode das Basic-Vicat/HDT-Testsystem entwickelt. Dafür bietet eine leistungsfähige Analyse-Software zudem die Möglichkeit, hochpräzise Messreihen mit geringem Arbeitsaufwand komfortabel auszuwerten.

Ein Brückenthermostat bei präzisen Temperaturrampen

Herzstück des Messsystems ist neben der mechanischen Prüfvorrichtung ein geeigneter Brückenthermostat (Typ: Proline PB C, Hersteller: Lauda, Titelbild). Dieser Thermostat eignet sich besonders für die Materialprüfung und Prozesstechnik. Er bietet eine umfangreiche technische Ausstattung, hohen Bedien- bzw. Programmierkomfort und eine präzise Temperierleistung. So kann die Prüftemperatur im gesamten Arbeitsbereich von 30°C bis zu 300°C langzeitkonstant auf einem definierten Wert $\pm 0,01$ °C genau gehalten werden, auch im Dauerbetrieb. Die gleichmäßige Erhöhung der Temperatur entlang einer vorgegebenen Rampe ist Voraussetzung für die Reproduzierbarkeit der Vicat-Messungen und bedingt damit deren Qualität. Mit 3,5 kW Heizleistung stehen sogar für mehrere Prüfvorrichtungen in großen Prüfbädern ge-

Materialprüfung. Die Weiterentwicklung von Thermoplasten ist ohne Stabilitäts-Prüfverfahren nach DIN- und ISO-Normen nicht möglich. Vorgestellt wird eine Prüfapparatur, die eine präzise thermische Prozesskontrolle erlaubt.

nug Reserven zur Verfügung, um ein schnelles Aufheizen bzw. Nachregeln zu ermöglichen. Auch bei höchster Leistungsaufnahme und kurzen Aufheizzeiten entstehen keine Netzüberlastungen.



Bild 2. Einstellung des Stativs für Methode A (10 N) und Methode B (50 N). Prüfvorrichtung mit eingespannten Thermoplast-Proben im unteren Bildbereich, Seitenansicht

Bei Bedarf kann die maximale Stromaufnahme sogar individuell bis auf 10 A gesenkt werden. So bleibt das Laborspannungsnetz auch im Vollastbetrieb stabil und störungsfrei. Das Selbstprüfprogramm des Thermostaten kontrolliert zudem vor jedem Betriebsstart das System und bietet damit zusätzliche Sicherheit. Eventuelle Fehler- oder Alarmmeldungen erscheinen gut sichtbar auf dem Grafik- ▶

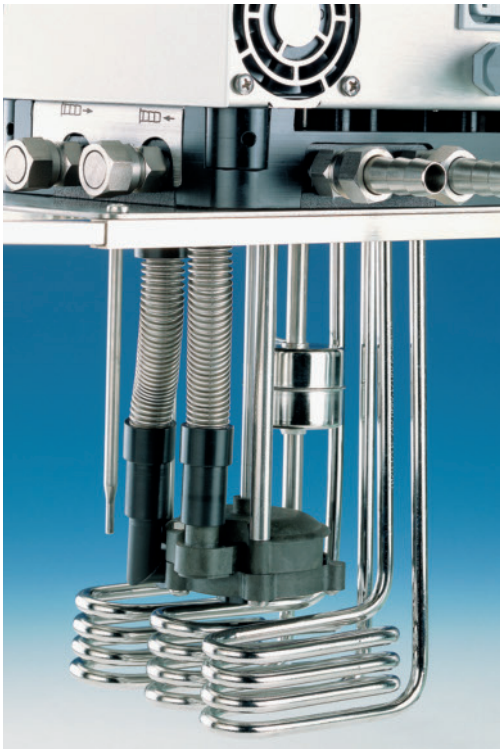


Bild 3. Das Temperiersystem mit 8-stufiger Pumpe

display. Die in acht Stufen programmierbare Hochleistungspumpe verfügt über einen Förderdruck/-sog von max. 0,7/0,4 bar bzw. einen Förderstrom von 25/23 L/min (Bild 3). Diese Werte gewährleisten selbst bei großen Prüfbädern einen schnellen und homogenen Wärmetransport und sichern die gleichförmige Proben temperierung. Hiervon profitiert die Messgenauigkeit von parallel getesteten Vicat-Proben. Ein patentierter Unterniveauschutz im Temperierbad bietet als Frühwarnsystem zusätzlichen Geräteschutz.

Für den Datenaustausch mit der Prüfapparatur bzw. die Kommunikation mit einem PC stehen RS 232/485-Schnittstellen zur Verfügung. Ein Analogmodul ist optional als Zubehör, z. B. für einen parallel angeschlossenen Temperaturschreiber, erhältlich. Besonderen Komfort bietet der vorgestellte Thermostat hinsichtlich der leichten und intuitiven Bedienung, dessen Menü in vier Bediensprachen ausgelegt ist. Die sichere Eingabe der Zieltemperaturen und anderer Parameter für den Vicat-Test ist auch ohne besondere Programmierkenntnisse und Einarbeitungszeit möglich. Alle relevanten Funktionsmeldungen zur Anlage sind auf dem großen Display übersichtlich dargestellt. Optional ist auch eine Version des Kontrollkopfs mit der abnehmbaren Bedienkonsole sogar mit Fernbedienung erhältlich. Alternativ kann die Programmierung des Thermostaten und die Datenwiedergabe auch über eine

spezielle Steuer- und Auswertesoftware vom PC aus erfolgen. Die technisch hochwertige Ausstattung und das zukunftsweisende Gesamtkonzept des vorgestellten Thermostaten bieten damit exzellente Voraussetzungen für die thermische Materialprüfung beim Vicat-Test.

Vicat-Erweichungstemperatur (VST) nach DIN EN ISO 306

Die Vicat-Erweichungstemperatur ist grundsätzlich für solche Thermoplaste als Prüfnorm heranzuziehen, bei denen die ermittelte Temperaturkennzahl mit einer sehr schnellen Materialerweichung einhergeht. Die internationale Norm legt vier Messverfahren fest: Variante A50 (B50) mit einer Prüfkraft von 10 N (50 N) und einer Heizrate von 50°C/h sowie Verfahren A120 (B120) mit einer Prüfkraft von 10 N (50 N) und einer Heizrate von 120°C/h. Im Test wird experimentell genau die Temperatur ermittelt, bei der die Spitze des Prüfwerkzeugs mit dem flachen Ende exakt 1 (±0,01) mm tief in die Oberfläche des Kunststoffprobekörpers eindringt. Die Grundfläche der Prüfkörper muss mindestens 10 × 10 mm betragen und die Mindestdicke zwischen 3 und 6,5 mm liegen. Drei Thermoplast-Probekörper werden unter Berücksichtigung

der weiteren Normvorgaben mit einer festgelegten Heizrate von 120°C/h entsprechend Variante B120 erwärmt und digital vermessen. Als Temperierflüssigkeit für das Prüfbad dient Silikonöl. Die Aufzeichnung der Temperatur der Probekörper erfolgt durch externe Temperaturmessfühler. Als Vicat-Erweichungstemperatur wurde bei den drei Probekörpern im Test ein Mittelwert von 144°C ± 0,23°C bestimmt (Bilder 4 und 5). Alle drei Kennlinien zeigen über den gesamten Prüfzeitraum sehr gute Übereinstimmung. Bis etwa 120°C Testtemperatur war die Druckstabilität hoch. Erst über diesen Wert verminderte sich die Festigkeit sehr schnell. Aus dem Prüfprotokoll geht hervor, dass die Vicat-Nadel bei Temperaturen oberhalb von ca. 120°C innerhalb nur weniger Minuten rasch auf die Prüftiefe von 1 mm eindringt.

Relevante Prozessparameter und deren technische Realisierung

Die vorgestellte Prüfapparatur mit integriertem Thermostaten bietet für den Vicat-Test optimale Systemvoraussetzungen. Die digitalen Messsensoren sind bis 300°C erprobt. Mit dem vorgestellten Thermostaten verfügt die Prüfvorrichtung über das erforderliche hochpräzise und gleichzeitig dynamische Temperiersystem. Die Temperatursteuerung im Thermostaten garantiert die exakte Einhaltung vorgegebener Prüfrahmen (Bild 4). Die minimalen Abweichungen von nur 0,1°C vom

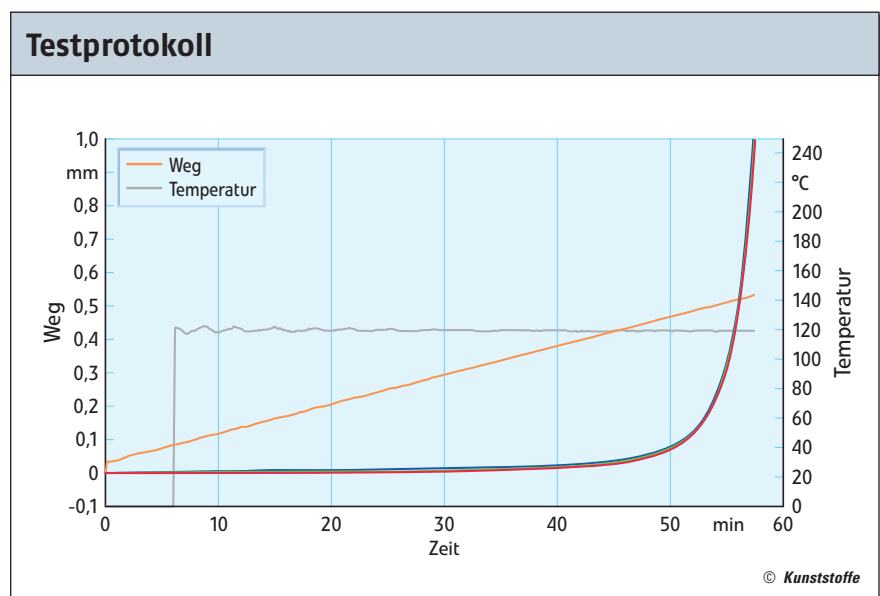


Bild 4. Testprotokoll zur Vicat-Erweichungstemperatur von drei parallel getesteten Thermoplastproben. Die Kennlinien (blau, grün, rot) repräsentieren die drei parallelen Messungen, die über den gesamten Prüfzeitraum untereinander sehr gute Übereinstimmung zeigen. Ab ca. 120°C vermindert sich die Festigkeit des Thermoplasten schlagartig

Starttemperatur: 30 °C	Auftrag: Inbetrieb 062699		
Gradient: 120 K/h	Material: VB120_04MA		
Wartezeit: 00:00:00	Batch:		
Haltezeit: 00:05:00	Zeit: 12:08:07	Datum: 21.09.2006	Prüfer: Lackmann
Station	1	2	3
Methode	Vicat_B	Vicat_B	Vicat_B
Gewicht	5097 g	5097 g	5097 g
Breite	10 mm	10 mm	10 mm
Dicke	4 mm	4 mm	4 mm
Kriechweg	0 mm	0 mm	0,01 mm
VST / HDT	144,3 °C	143,9 °C	143,9 °C
ZST	132,4 °C	131,5 °C	131,4 °C
Mittelwert	144,0 °C	Streuung 0,4 °C	Std.-Abw. 0,23 °C

Bild 5. Prüfbericht mit Parametern und Testergebnis. Der Mittelwert der Vicat-Erweichungstemperatur (VST) der Probe liegt bei 144 °C ± 0,23 °C

Temperatursollwert liegen deutlich unter der Vicat-Normvorgabe. Präzise eingehaltene Temperaturgradienten sind die Voraussetzung für die gleichmäßige Zufuhr an Wärmeenergie bei jeder Materialprobe. Die minimale Standardabweichung des vorgestellten Testergebnisses bestätigt diesen Zusammenhang.

Anwendungsvorteile professioneller Materialprüfsysteme

Aufeinander abgestimmte Prüfmodule, bestehend aus Digital-Messtechnik und auf dem neuesten Stand der Technik stehender Temperiertechnik, ergeben anwenderfreundliche Arbeitsplatzlösungen. Das hier vorgestellte Messsystem ermöglicht zuverlässig und kalkulierbar auch umfangreiche Prüfaufträge mit hohen Probenzahlen. Der Aufwand lässt sich auf das erforderliche Minimum bei

der Probenhandhabung und Analyse reduzieren. Fernbedienungsfunktionen und die praktische Auswertesoftware mit Testberichterstellung beschleunigen das zeitaufwendige Prüfverfahren und die Datenanalyse. Der Kunde profitiert von mehr Ökonomie und dem besser abschätzbaren Personalaufwand. Renommierte Hersteller bieten Systemlösungen und Prüfgeräte für ein breites Spektrum anderer anspruchsvoller Applikationen an. Auf steigende Anforderungen mit geringeren Messtoleranzen und noch engeren Temperatur-Toleranzbereichen sind die Anwender damit schon heute vorbereitet.

Zusammenfassung

Um höchsten Qualitätsanforderungen zu genügen, müssen neu entwickelte Thermoplaste eine Reihe von Normprüfungen

bestehen. Hierbei handelt es sich je nach Anwendung um Klimastresstests oder thermomechanische Stabilitätstests. Für die Zuverlässigkeit und Qualität dieser Prüfungen spielt die exakte Temperaturkontrolle während der mechanischen Belastungstests eine entscheidende Rolle. Anhand der Bestimmung der Vicat-Erweichungstemperatur mit einem speziellen Apparat mit integriertem Thermostaten werden die kritischen Parameter des Prüfverfahrens aus Sicht moderner Mess- und Temperiertechnologie vorgestellt. ■

LITERATUR

- 1 Kunststoffe – Thermoplaste – Bestimmung der Vicat-Erweichungstemperatur (VST) (ISO 306:2004); Deutsche Fassung EN ISO 306:2004, DIN Deutsches Institut für Normung e.V.; Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

DIE AUTOREN

DIPL.-BIOLOGE WERNER LANGE, geb. 1961, ist Leiter Marketing bei der Lauda Dr. R. Wobser GmbH & Co. KG, Lauda-Königshofen.

DR. MICHAEL SEIPEL, geb. 1970, ist Produktmanager bei Lauda; michael.seipel@lauda.de

SUMMARY KUNSTSTOFFE INTERNATIONAL

Measuring During Softening

MATERIAL TESTING. Thermoplastics could not be developed without stability test methods according to DIN and ISO standards. A test apparatus permitting precise thermal process control is presented.

NOTE: You can read the complete article in our magazine **Kunststoffe international** and by entering the document number **PE104248** on our website at www.kunststoffe-international.com