

# Kwalitatief onderzoek naar deformatie- en stromingspatronen in een thermoharder

**Citation for published version (APA):**

Schouenberg, M. J. F. H. (1991). *Kwalitatief onderzoek naar deformatie- en stromingspatronen in een thermoharder*. (DCT rapporten; Vol. 1991.003). Technische Universiteit Eindhoven.

**Document status and date:**

Gepubliceerd: 01/01/1991

**Document Version:**

Uitgevers PDF, ook bekend als Version of Record

**Please check the document version of this publication:**

- A submitted manuscript is the version of the article upon submission and before peer-review. There can be important differences between the submitted version and the official published version of record. People interested in the research are advised to contact the author for the final version of the publication, or visit the DOI to the publisher's website.
- The final author version and the galley proof are versions of the publication after peer review.
- The final published version features the final layout of the paper including the volume, issue and page numbers.

[Link to publication](#)

**General rights**

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal.

If the publication is distributed under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license above, please follow below link for the End User Agreement:

[www.tue.nl/taverne](http://www.tue.nl/taverne)

**Take down policy**

If you believe that this document breaches copyright please contact us at:

[openaccess@tue.nl](mailto:openaccess@tue.nl)

providing details and we will investigate your claim.

**Kwalitatief onderzoek naar  
deformatie- en stromingspatronen  
in een thermoharder.**

**M.J.F.H. Schouenberg.  
coll.nr.:229523**

**WFW 91.003**

## INHOUDSOPGAVE.

|  |    |
|--|----|
| Doel van de proeven .....                                  | 2  |
| Samenvatting .....   | 2  |
| Opdrachtsomschrijving .....                                | 2  |
| 1. Thermoharders .....                                     | 3  |
| 2. Experimenten .....                                      | 4  |
| 3. Resultaten .....  | 6  |
| 4. Beschrijving en interpretatie van de experimenten ..... | 9  |
| 5. Discussie/Conclusies .....                              | 14 |
| 6. Aanbevelingen .....                                     | 15 |
| Literatuur .....   | 16 |
| Figuren 1-11, 22, 23 .....                                 | 17 |
| Bijlage A : materiaalgegevens .....                        | 22 |
| Bijlage B : meetgegevens .....                             | 23 |
| Bijlage C : meetdata van vergelijkbare epoxy .....         | 25 |

## DOEL VAN DE PROEVEN.

In het algemeen : Door middel van eenvoudige visualisatie-experimenten processen met reagerende materialen kwantitatief beschrijven.

Meer specifiek : Voor de experimenten is gekozen omdat o.a. al veel gegevens bekend zijn van dezelfde experimenten met thermoplasten [1]. In eerste instantie zijn de experimenten bedoeld voor een kwalitatieve analyse van de gevonden resultaten, daar er nog niet veel gegevens bekend zijn van thermoharders en een procesbeschrijving ontbreekt.

## OPDRACHTS-OMSCHRIJVING.

De opdracht van de hier beschreven stage is om mbv. eenvoudige proeven het stromingsgedrag van een thermoharder te visualiseren. Dit visualiseren vindt plaats in de vorm van proeven waarbij in een verwarmde cilinder gekleurde schijfjes thermoharder worden gestopt die, na een gekozen wachttijd, over vastgestelde afstanden worden verplaatst. Analyse van de gevisualiseerde stromingspatronen moet leiden tot een kwalitatieve beschrijving c.q. verklaring van het vloeigedrag. Daarnaast wordt geprobeerd de diverse trends te beschrijven met dimensieloze getallen.

## SAMENVATTING.

In de stage is m.b.v. visualisatieproeven gepoogt een kwalitatieve beschrijving te geven voor het stromingsgedrag van een thermoharder (epoxy). Tijdens de proeven wordt testmateriaal tussen twee plunjers in een verwarmde cilinder gebracht en na een vastgestelde opwarmtijd verplaatst. Aan de hand van de gedane experimenten kunnen uitspraken gedaan worden over het deformatiepatroon, invloed van opwarmtijd, wandtemperatuur, viscositeit als functie van de conversie en temperatuur. Verder worden de gevonden resultaten m.b.v. het DaIV-getal vergeleken met uit de literatuur bekende gegevens.

## 1. THERMOHARDERS.

### Algemeen.

Kenmerk van een thermoharder is dat het een reagerend materiaal is. Beneden een bepaalde temperatuur is dit reageren zo gering dat dit verwaarloosbaar klein is. Pas boven een bepaalde temperatuur wordt het reageren in rekening gebracht. Door het reageren ontstaat een chemisch gevormd netwerk. Zolang het materiaal nog 'niet' reageert, of nog ver onder het gelpunt ligt, zal met toenemende temperatuur de viscositeit dalen. Door het reageren van het materiaal echter zal dit minder bewegelijk worden en zal de viscositeit toenemen. Als men deze twee viscositeitsverlopen samenvoegt ontstaat bijv. een viscositeitsverloop zoals in figuur 1a.

### Conversie.

De mate waarin het materiaal gereageerd is, heet de conversie. De mate van conversie ligt per definitie tussen 0 en 100 %. Het punt waar het materiaal zover gereageerd is, dat het gevormde netwerk van dezelfde orde van grootte is als de sample, wordt het gelpunt genoemd. Dit is voor de verschillende soorten thermoharder zeer verschillend. Een belangrijke factor daarvoor is de molekuullengte. Bij stijgende molekuullengte zal het gelpunt dalen. Vanaf het gelpunt kun gezegd worden dat de viscositeit t.o.v. de laagst gemeten viscositeit van een materiaal theoretisch naar oneindig gaat (in de praktijk betekent dit dat de viscositeit met enkele decaden kan toenemen in zeer korte tijd). Er geldt dat de viscositeit een functie is van de conversie.

De conversiesnelheid is sterk afhankelijk van de temperatuur. In veel gevallen zal de conversiesnelheid toenemen en daarna naar nul gaan. Dit laatste omdat bij een conversie van 100% de conversiesnelheid wel nul moet zijn. Als voorbeeld wordt in figuur 1 viscositeitsverloop a gekozen. Vanaf het punt met de laagste viscositeit en daarna is de conversiesnelheid, dit is de afgeleide van de grafiek, te zien in figuur 1b.

### Viscositeit.

Bij temperaturen waar de reactie nog geen invloed op het proces heeft, geldt dat de verandering van de viscositeit bepaald wordt door verandering in de temperatuur.

Er geldt dus dat de viscositeit een functie is van de temperatuur.

### Afschuifsnelheid.

De afschuifsnelheid is een functie van het snelheidsverschil tussen twee aanéengrenzende vlakjes. Het snelheidsveld wordt bepaald door het viscositeitverloop op de diverse plaatsen in een kanaal. De viscositeit bij de niet-newtonse vloeistoffen, waar hier sprake van is, is afhankelijk van de afschuifsnelheid (shearthinning). De viscositeit is uiteindelijk dus een functie van temperatuur, conversie en afschuifsnelheid.

Als er duidelijke overgangen zijn tussen hoog en relatief laag visceuze gebieden zullen op deze grensvlakken de grootste afschuifsnelheden optreden.

Tijdsafhankelijkheid.

Door de conversie in het materiaal, die irreversibel is, is het gehele proces tijdsafhankelijk. Het bekend zijn van de materiaal- en proces-geschiedenis is daarom essentieel voor verklaring van de resultaten.

## 2.EXPERIMENTEN.

Materiaalgegevens.

Bij de experimenten is het de bedoeling om met één materiaal in twee kleuren te werken, waardoor het visualiseren van de deformatie mogelijk wordt. Echter bij vooronderzoek is gebleken dat de twee kleuren ook andere materiaaleigenschappen vertonen. Het 'zwarte' materiaal is lager visceus en eerder gelerend in de tijd t.o.v. het 'gele' materiaal.

(zie bijlage A voor verdere materiaalbeschrijving)

|                   |   |      |           |
|-------------------|---|------|-----------|
| Smelttemperatuur  | = | 70   | [°C].     |
| warmtegel.coëff.  | = | 0.3  | [W/m K].  |
| warmte capaciteit | = | 1200 | [J/kg K]. |

Materiaalbehandeling.

Het basismateriaal bestaat uit granulaat. Dit wordt bewaard onder het vriespunt bij ca. -10 oC. Dit granulaat wordt eerst tot poeder vermalen, wat dan in schijfjes wordt geperst. Voor iedere pil wordt 2.0 gram materiaal onder 170 bar samengedrukt. Afmetingen pil : diameter 16 mm, hoogte 5,5 mm. Voor iedere proef worden de pillen op kamertemperatuur gebracht.

Opstelling.

De opstelling bestaat uit een cilinder van gehard staal, die verwarmd wordt door verwarmingselementen. De temperatuurs-controle gebeurt dmv. 2 thermokoppels. Van onderen en boven worden plunjers in de cilinder geschoven waartussen het proefmateriaal komt. De onderste plunjer wordt bewogen mbv. een hydraulische cilinder. De bovenste moet met een gewicht zorgen voor tegendruk. De inwendige diameter van de cilinder is 16 mm. De gemiddelde lengte van de proefstaaf is 55 mm. Zie figuur 2.

Uitvoering van de proeven.

- De cilinder wordt op een vastgestelde temperatuur gebracht. (Het duurt enige tijd voordat deze zich

stabiliseert).

- De gestapelde pillen worden via de onderste plunjer snel in de cilinder geschoven. (Kan in ca. 5 sec.).
- Er volgt een wachttijd waarin het materiaal opgewarmd wordt.
- Via de onderste plunjer worden een verplaatsing en verplaatsingssnelheid opgelegd.
- Het materiaal wordt in ca. 10 min. bij hogere temperatuur (ca. 130 °C) uitgehard.
- Het proefstaafje wordt uit de cilinder gehaald en doormidden gezaagd m.b.v. een diamantzaag.

#### Procescondities.

Voor de proeven zijn er vier relevante procesparameters:

- De wandtemperatuur; bij toenemende temperatuur zal het materiaal eerder en ook sneller gaan reageren.
- De opwarmtijd; door de opwarmtijd te variëren kan worden vastgesteld in welke mate het materiaal al gereageerd is, hoe snel dit gebeurt en hoe de warmtegeleiding is.
- De verplaatsing; doordat het materiaal gaat reageren ontstaan er viscositeitsverschillen als functie van de straal. Door de verplaatsing te variëren kan worden nagegaan wat de invloed van de viscositeitsverschillen is op de manier van vloeien van het materiaal. Door de beperkte lengte van de opstelling ontstaat er een fonteinstraming waardoor bij grotere verplaatsingen de viscositeit geen functie meer is van de straal. Dit geeft complicaties bij het interpreteren van de experimenten.
- De verplaatsingssnelheid; hierbij kan worden gekeken hoe het materiaal bij verschillende snelheden deformeert. Snelheidsverhoging leidt o.a. tot verlaging van de viscositeit.

Alle vier de parameters worden tijdens de proeven binnen bepaalde grenzen gevarieerd.

Naast deze parameters is er nog een belangrijk gegeven, nl. dat de temperatuur over de straal varieert en er dus sprake is van een niet-isotherm proces.

#### Beschrijving van de conversie.

Dit kan worden bekeken aan de hand van het Damköhler-IV getal [2].

$$Da_{IV} = \frac{r^2 \rho h_r}{\lambda t_r (T_1 - T_0)}$$

|       |           |   |                     |                        |
|-------|-----------|---|---------------------|------------------------|
| met : | $r$       | = | straal              | [m]                    |
|       | $\rho$    | = | dichtheid           | [kg/m <sup>3</sup> ]   |
|       | $h_r$     | = | spec.reactie warmte | [K m <sup>3</sup> /kg] |
|       | $\lambda$ | = | temp.vereff.coeff.  | [m <sup>2</sup> /s]    |
|       | $t_r$     | = | spec. reactie tijd  | [s]                    |
|       | $T_1$     | = | wandtemperatuur     | [K]                    |
|       | $T_0$     | = | initiële mat.temp.  | [K]                    |

Deze geeft de verhouding weer van de reactie in het materiaal t.o.v. de geleiding in het materiaal.

$Da_{IV} < 1$  : Het temperatuursveld wordt geheel bepaald door de geleiding van materiaal. Na enige tijd zal doordat

het materiaal van het midden uit gaat reageren daar een temperatuursverhoging ontstaan.

Da-IV = 1 : Er is gelijke invloed van geleiding en conversie in het materiaal. De conversie begint duidelijk aan de rand en gaat naar binnen toe. Doordat de reactie op een bepaalde straal redelijk snel verloopt, zal daardoor op die straal een temperatuursverhoging plaatsvinden, omdat de reactiewarmte slecht weg kan.

Da-IV > 1 : De conversie overheerst over de geleiding. Gevolg is dat er een duidelijk conversiefront van buiten naar binnen loopt dat zo snel reageert, dat het nagenoeg direct over het gelpunt is. Verder naar de kern bewegend wordt de temp. weer plaatselijk verhoogd door de snelle reactie en de warmte die het materiaal daar slecht kwijt kan.

Uit de formule volgt dat bij toename van  $T_1$  het DaIV-getal afneemt, echter het zou moeten toenemen, volgens de experimenten. Dat het getal toch toeneemt bij toenemende  $T_1$  komt doordat  $t_r$  meer dan evenredig afneemt. In

Isayev [2] wordt voorgesteld dat  $\frac{1}{t_r} = a_2 e^{-b_2/RT}$ . Van een vergelijkbare epoxy zijn meetdata bekend, die ingevuld zijn

in de vergelijking. Voor de uitwerking zie bijlage C. Uit de uitwerking volgt dat de veronderstelling juist is, dat DaIV toeneemt bij toenemende  $T_1$ .

Voor verduidelijking zijn de figuren uit Isayev, [2], bijgevoegd (fig.3, 4 en 5). Hier wordt echter wel met een vlakke plaat gerekend en de wanddikte veranderd om tot de drie gevallen te komen met de verschillende waarden voor het Damköhlergetal.

### 3.RESULTATEN.

#### Algemeen.

Voor de eerder beschreven parameters zijn de volgende waarden gebruikt :

|                 |   |                       |                      |
|-----------------|---|-----------------------|----------------------|
| begintemp. mat. | : | 20                    | [°C]                 |
| wandtemperatuur | : | 80,90,100,110,120,130 | [°C]                 |
| opwarmtijd      | : | 3,5,7                 | [min]                |
| verplaatsing    | : | 10,20,30,40,50        | [mm]                 |
| verpl.snelheid  | : | 2.5,60                | [mm/s <sup>2</sup> ] |

Voor een overzicht van welke proeven zijn gedaan, zie de meetgegevens in bijlage B.

#### Globale beschrijving van de experimenten.

Uit de meetgegevens valt op te maken dat in een relatief klein temperatuursgebied alle experimenten zijn gedaan. Bij 90 en 100 °C is de invloed van de conversie in alle gevallen zeer klein. Bij 110 °C is de invloed van de conversie goed zichtbaar. Door bij deze temperatuur de andere parameters te variëren is de invloed van de conversie op het deformatiepatroon goed te visualiseren. Bij 120 en 130 °C gaat de conversie zo snel dat reproduceerbaarheid van de proeven door kritische tijdsafhankelijkheid moeilijk wordt.

In de resultaatbespreking wordt voor voorbeelden verwezen naar de experimentbeschrijvingen.

Proeven waarbij nog geen invloed van de conversie zichtbaar is.

Deze proeven worden uitgevoerd bij lage wandtemperatuur waarbij relatief lange opwarmtijden toegestaan zijn (tot 5 min.). Bij deze proeven zien we kwalitatief dezelfde resultaten als bij thermoplasten : Bovenin een fonteinstroming, onderin een inverse fonteinstroming en bij kleine verplaatsingen in het middengebied een pijpstroming [1]. Zie figuur 6 voor een kwalitatieve interpretatie van deze fenomenen. Figuren 15a, 18c en 19c zijn voorbeelden hiervan.

Interpretatie van de invloed van conversie in de experimenten beschreven m.b.v. het Damköhler-IV getal.

Als de experimenten vergeleken worden met de literatuur [2] verwachten we overeenkomstige resultaten. Doordat de conversiesnelheid een functie is van de temperatuur zal bij hogere temperatuur de conversie sneller verlopen. Aan de hand van literatuurgegevens en experimenten zijn de kwalitatieve grafieken in figuur 7 en 8 afgeleid, waarin het verloop van de conversie als functie van tijd en temperatuur is uitgezet.

Interpretatie en globale beschrijving van de deformatie.

Als de conversie van buiten naar binnen gaat komt, na de verplaatsing, materiaal met een lage viscositeit bovenin en met een hoge viscositeit onderin. Bovenin zal de stroming bepaald worden door nog niet gereageerd materiaal. Hier zie je dan ook nog dat er een fonteinstroming ontstaat. De stroming onderin valt te verdelen in twee soorten:

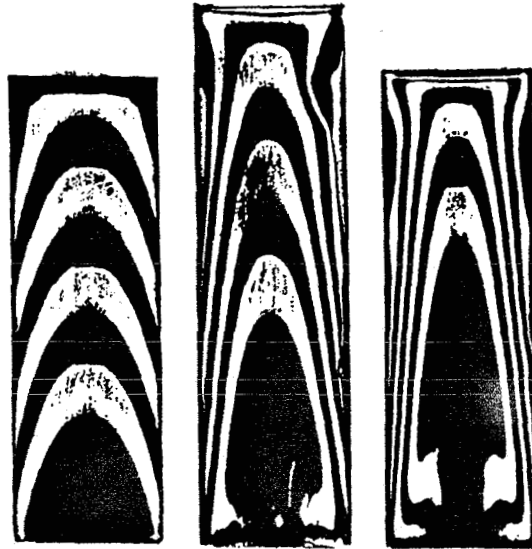
1. De buitenste laag is nog niet voorbij het gelpunt. Onderin ontstaat er geen mooie inverse fonteinstroming meer, maar stroomt het over een grotere hoogte naar binnen en materiaal met een lagere viscositeit wordt uit het midden omhoog weggedrukt. Zie figuur 10 en figuren 16c en 16d. Een goede verklaring voor dit gedrag is niet gevonden. Wat wel opvalt is dat als het buitenste materiaal verder gereageerd is, er meer slip aan de wand optreedt.
2. De buitenste laag is voorbij het gelpunt. Hier zijn twee gevallen te onderscheiden :
  - a. De onderste laag is tot de kern voorbij het gelpunt. Er is geen inverse fonteinstroming meer mogelijk. Daar het zwarte materiaal eerder geleert dan het gele, zie je dat door de druk van onderen het gele materiaal aan de rand tussen het zwarte wordt uitgedrukt en via de kern omhoog stroomt. Het zwarte materiaal slipt duidelijk aan de wand. De mate van slippen neemt van onderen naar boven af. Zie figuren 14f, 17e en 17f als voorbeeld.
  - b. De onderste laag is nog niet tot de kern voorbij het gelpunt. Er is dus nog doorstroming mogelijk. Dit gaat echter zo moeizaam dat ook weer slip aan de wand ontstaat en geel materiaal tussen het het zwarte wordt uitgedrukt. Zie figuur 14e.

Als bij een lage wandtemperatuur, echter boven het smeltpunt, ( $DA-IV < 1$ ) de wachttijd te lang wordt zie je dat de reactie van binnenuit gaat lopen. De kern en het buitenste randje zijn het eerst voorbij het gelpunt. Het verplaatsingsveld is nu totaal anders. Zie figuur 20c.

Snelheidsveld.

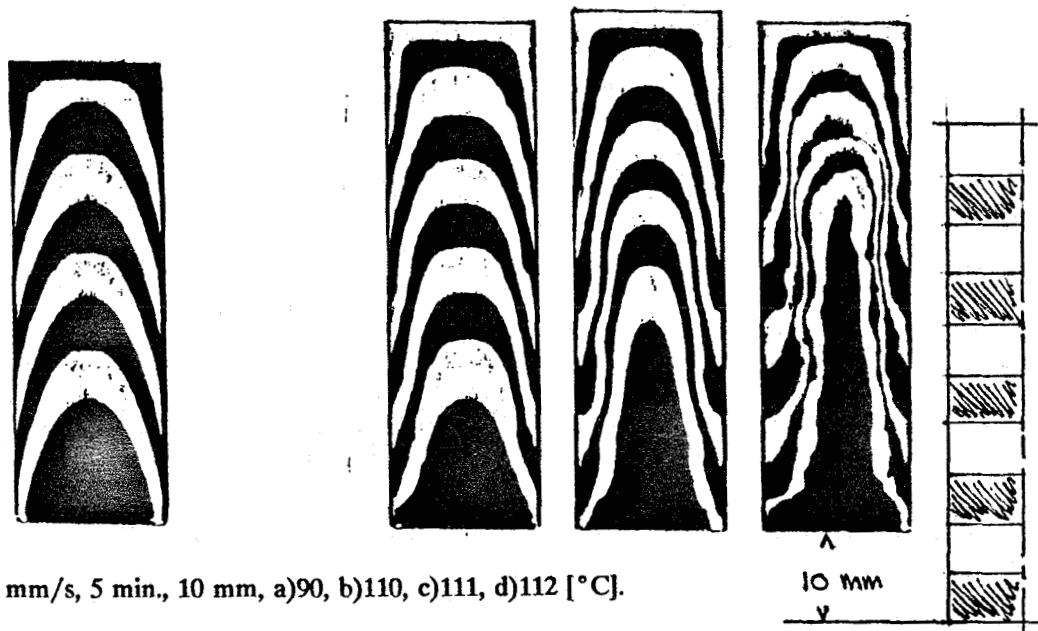
Het verloop van het snelheidsveld loopt, als de conversie van buiten naar binnen verloopt, van kort parabolisch, lang parabolisch naar een smal afgerond rechthoekig profiel. Zie figuur 11.

#### 4. BESCHRIJVING EN INTERPRETATIE VAN DE EXPERIMENTEN.



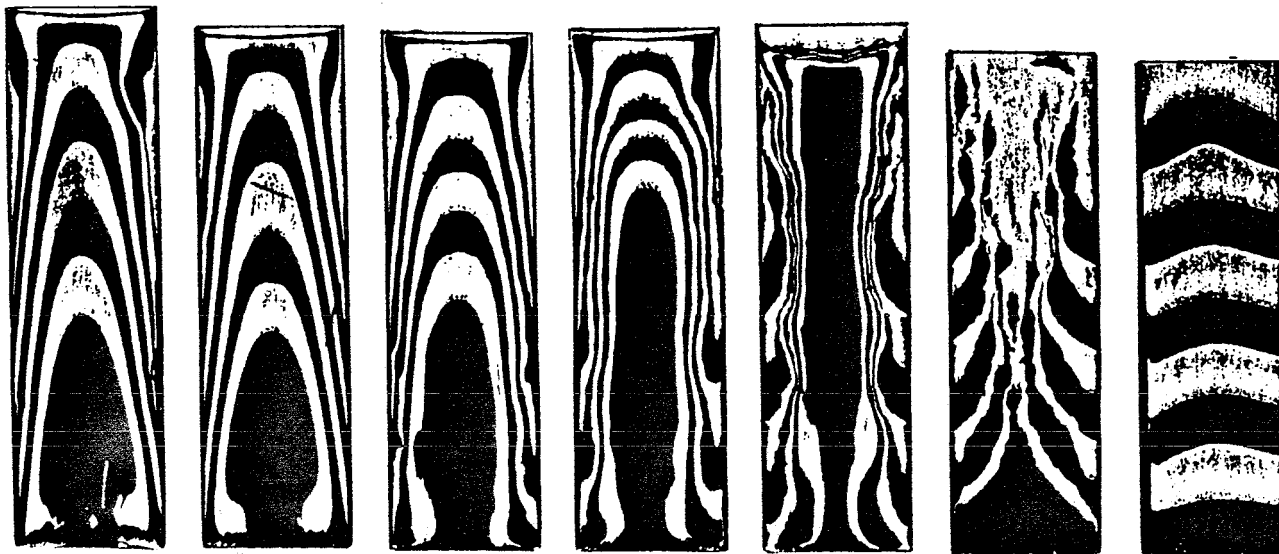
figuur 12: 2,5 mm/s, 5 min., 90 °C, a)10, b)20, c)30 [mm].

1. Figuur 12. Er is nog geen invloed van de conversie en bij toenemende verplaatsing ontstaat bovenin een fonteinstroming, onderin een inverse fonteinstroming. Bij kleine verplaatsing is dit zo weinig en kan het midden beschouwd worden als een pijpstroming.



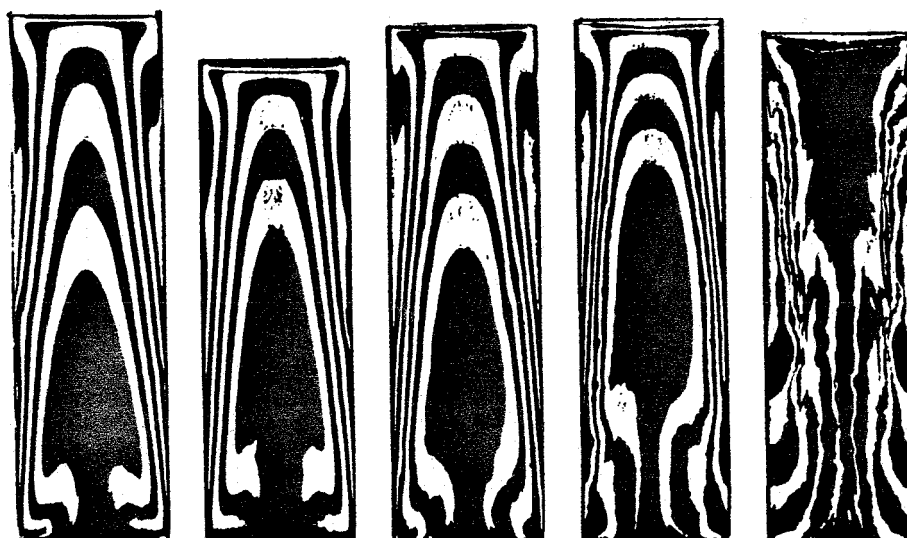
figuur 13: 2,5 mm/s, 5 min., 10 mm, a)90, b)110, c)111, d)112 [°C].

2. Figuur 13. Bij oplopende temperatuur gaat de conversiesnelheid omhoog en zal het materiaal gaan reageren. Eerst aan de wand en dan verder naar binnen. Hierdoor ontstaat aan de wand een gebied waar geen afschuiving meer mogelijk is en daarbinnen een gebied met relatief gelijke viscositeit. Op het grensvlak van deze twee gebieden zie je dan ook de grootste afschuiving en afschuifsnelheid. Bij 112 °C wordt het zwarte materiaal in dit gebied door afschuifkrachten dan ook kapotgetrokken.



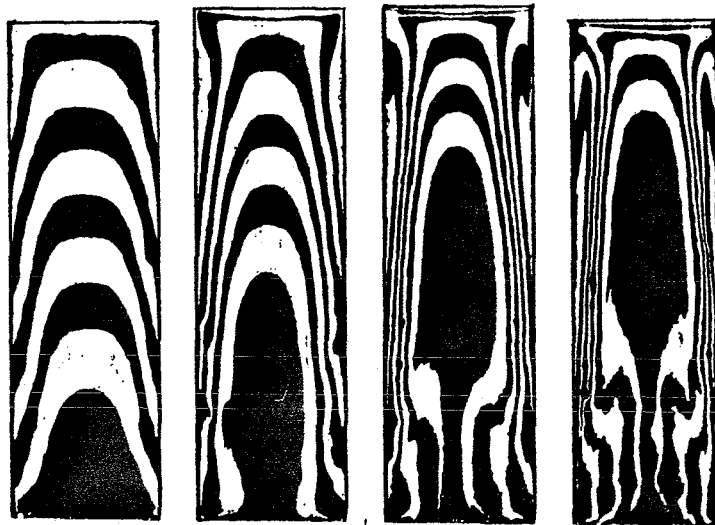
figuur 14: 2,5 mm/s, 5 min., 20 mm, a)90, b)100, c)110, d)111, e)112, f)115, g)120 [°C].

3. Figuur 14. Hier is nog duidelijker te zien als bij de vorige figuur dat het snelheidsveld van parabolisch naar smal rechthoekig gaat (zie 111,112 °C). Bij 120 °C is de conversiesnelheid zo groot dat het materiaal tot in het midden heeft gereageerd en er geen stroming meer mogelijk is.



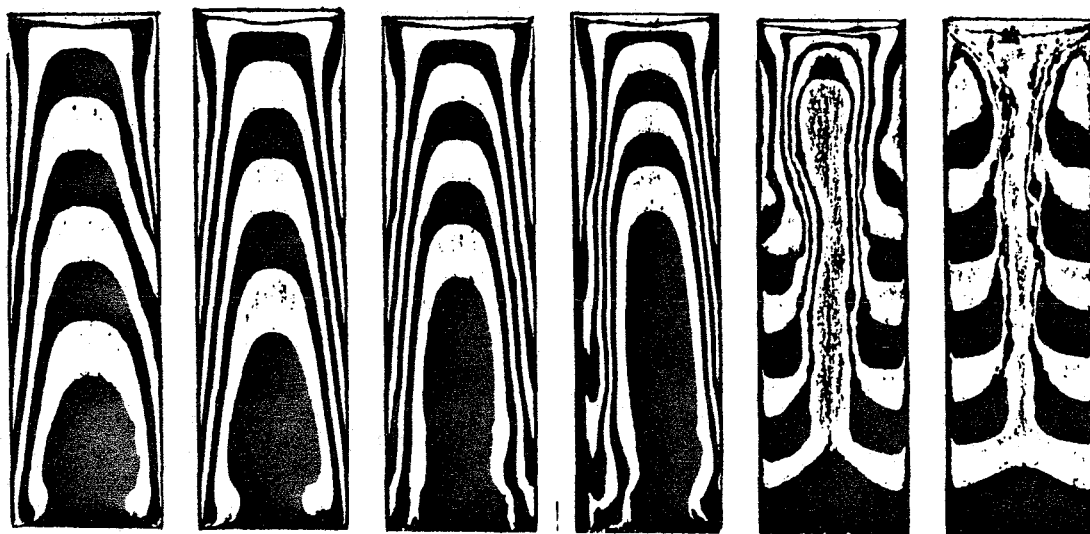
figuur 15: 2,5 mm/s, 5 min., 30 mm, a)80, b)90, c)100, d)110, e)112 [°C].

4. Figuur 15. Bij lage temperaturen zie je de fonteinstroming bovenin en een inverse fonteinstroming onderin. Bij conversie van het materiaal blijft wel een fonteinstroming bovenin doordat daar het materiaal uit de kern komt, wat nog weinig gereageerd heeft. Onderin verdwijnt de inverse fonteinstroming en wordt het buitenste materiaal niet meer omhoog maar naar binnen gedrukt en kernmateriaal wordt er tussenuit gedrukt.



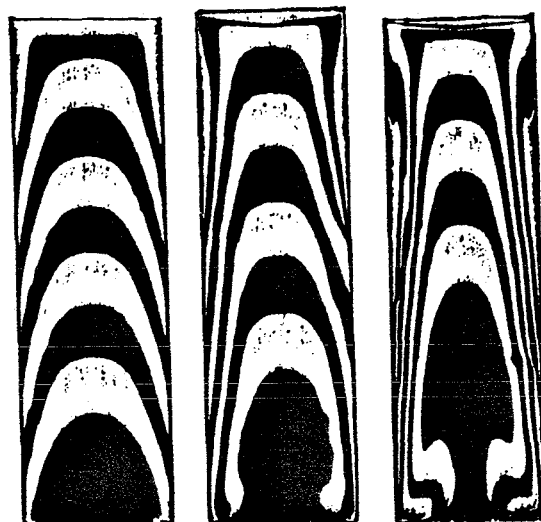
figuur 16: 2,5 mm/s, 5min., 110 °C, a)10, b)20, c)30, d)40 [mm].

5. Figuur 16. Hier is nog beter te zien wat bij de vorige serie is besproken. Heel duidelijk is er bij 40 mm bovenin een fonteinstraming te zien en onderin het naar binnen stromen van het materiaal.



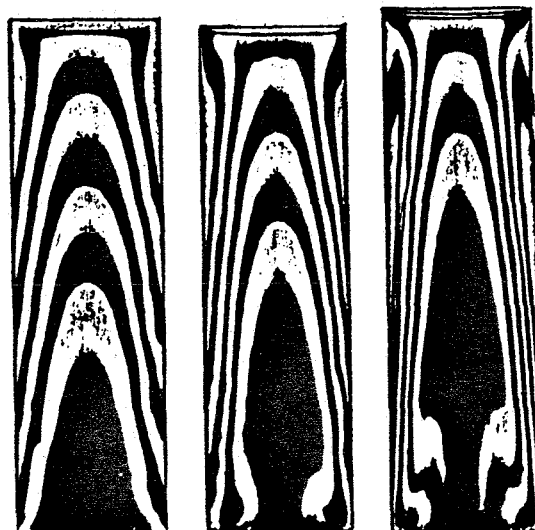
figuur 17: 2,5 mm/s, 3 min., 20 mm, a)110, b)111, c)120, d)121, e)130, f)131 [°C].

6. Figuur 17. Onder 110 °C is het materiaal nog niet geheel tot in de kern opgewarmd en is er weinig tot geen invloed van de conversie. In figuren 17a en 17b is dat nu ook nog te zien. De kern heeft een lagere temperatuur en dus een hogere viscositeit. Op het grensvlak zie je weer de grootste afschuivingen. Door de korte opwarmtijd ontstaat pas bij hogere temperaturen conversie. De conversie beweegt zich nu duidelijk als een front van buiten naar binnen. Door de hoge temperatuur is de conversiesnelheid zo hoog geworden dat het gereageerde deel direct boven het gelpunt komt en niet meer kan vloeien. Op dit grensvlak zie je dat door de grote afschuiving het materiaal hier ver uit elkaar getrokken wordt.



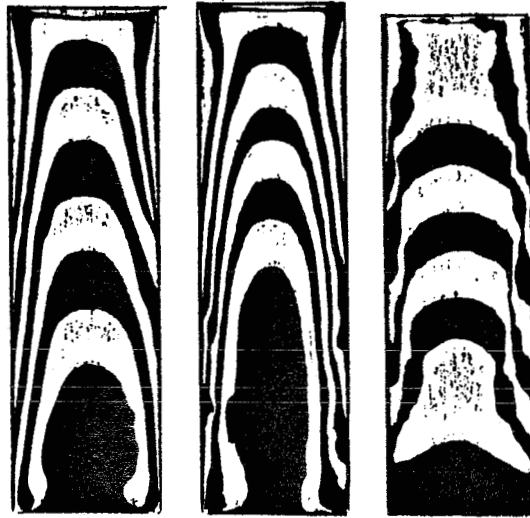
figuur 18: 2,5 mm/s, 3 min., 110 °C, a)10, b)20, c)30 [mm].

7. Figuur 18. Hier zie je kwalitatief hetzelfde gedrag als bij langere opwarmtijd en lagere temperatuur. Er is nog geen invloed van de conversie.



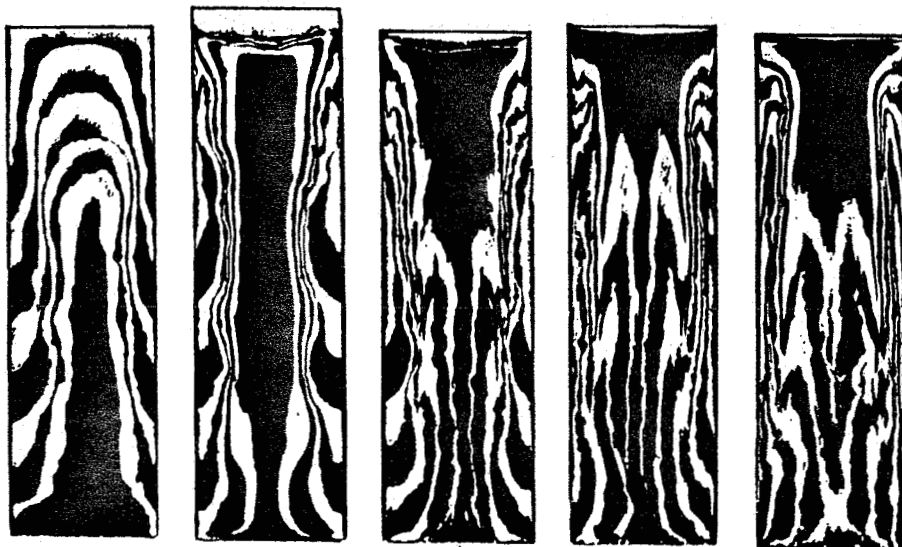
figuur 19: 60 mm/s, 5 min., 110 °C, a)13, b)22, c)33 [mm].

8. Figuur 19. Door de hoge snelheid ontstaat er een verlaging van de viscositeit en zal de invloed van de conversie minder zijn op het stromingsgedrag als bij lage verplaatsingssnelheid (zie serie 5).



figuur 20: 2,5 mm/s, 110 °C, 20 mm, a)3, b)5, c)7 [min.].

9. Figuur 20. Voor 3 en 5 min. zie bij vorigen series. Bij een opwarmtijd van 7 minuten is het materiaal aan de rand begonnen met reageren (zie 5 min.), het materiaal in de kern is ook begonnen met reageren en kan zijn warmte niet kwijt, waardoor de temperatuur in de kern toeneemt. Gevolg is dat de conversiesnelheid toeneemt en het materiaal nog sneller gaat reageren. Het reageren gaat nu van binnen naar buiten.



figuur 21: 2,5 mm/s, 5 min., 112 °C, a)10, b)20, c)30, d)40, e)50 [mm].

10. Figuur 21. Bij 10 en 20 mm verplaatsing is een nog interpreteerbaar en verklaarbaar patroon te herkennen. Bij de grotere verplaatsingen wordt het moeilijker de resultaten te verklaren.

## 5.DISCUSSIE, CONCLUSIES.

- Door de eenvoud van de proeven zijn het geschikt proeven om snel een kwalitatief inzicht te krijgen in het deformatiegedrag en de tijdsafhankelijkheid van thermoharders. Het is echter vrij moeizaam om het werken in het kritische gebied, waar de grootste conversie snelheid heerst, onder de knie te krijgen
- Een van de doelen is om de conversie als functie van de straal te beschrijven. Dit lukt nu alleen bij kleine verplaatsingen omdat bij grotere verplaatsingen de invloed van de fonteinstroming te groot wordt. Voor een goede beschrijving zie de voorstellen die in de volgende paragraaf gedaan worden.
- Uit de proeven zou aangenomen kunnen worden dat kernmateriaal van onderuit niet omhoog gedrukt wordt door het naar binnen bewegen van wandmateriaal, maar dat het eerder omhoog getrokken wordt door het materiaal erboven.
- Door de gekozen opstelling is het moeilijk om een proef reproduceerbaar uit te voeren.
- De plunjers moeten beide een gelijke temperatuur hebben bij de start van iedere proef. Dit is moeilijk. De onderste plunjer kan niet te warm zijn, anders smelt de onderste pil al voordat deze in de cilinder is. De bovenste plunjer wordt eerder ingebracht (ca. 20 sec) omdat er steeds een gewicht op moet worden geplaatst en is dus warmer.
- Ideaal zou zijn als de plunjers geen warmte zouden overdragen op het testmateriaal, zodat een pijpstroming kan worden gesimuleerd. Nu begint de conversie niet alleen van de zijwand, maar ook van onder- en bovenwand, wat aanzienlijke invloed kan hebben op de experimenten
- Het goed kunnen regelen van de hydraulische cilinder is een van de grootste problemen. Het werkgebied waarbij gewerkt moet worden is zo klein, dat het verkrijgen van een precies dezelfde stand bijna niet mogelijk is. Daarbij moet de plunjer bewegen binnen bepaalde tijdsgrenzen, daar het proces tijdsafhankelijk is.
- De meeste experimenten worden gedaan in het kritische gebied waar de conversiesnelheid het grootste is. Iedere kleine afwijking in de tijd geeft dus grote afwijkingen in de resultaten.

## 6.AANBEVELINGEN.

### Pijpstroming.

Om de invloed van de conversie nog beter zichtbaar te maken, zodat er kwantitatieve gegevens uitgehaald kunnen worden, kunnen bij een sample als functie van de tijd kleine positieve en negatieve verplaatsingen worden opgelegd. Hierdoor kan de conversie als functie van de straal en de tijd worden vastgelegd. Om dit zo zuiver mogelijk te doen mogen de plunjers geen invloed hebben, en moet een pijpstroming op de meetplaats heersen. De metingen kunnen dan met relatief eenvoudig sommen (pijpstroming) worden vergeleken.

### Opstelling.

Op de meetplaats moet een ontwikkeld snelheidsveld heersen en mag geen invloed van de plunjers te merken zijn. Dit kan door een relatief lang monster te nemen, of door een soort buffermateriaal tussen plunjer en monster te plaatsen dat de warmteoverdracht van plunjer naar het monster minimaliseert en dat zodanig vervormd dat het snelheidsveld over korte afstand ontwikkeld wordt.

Problemen in huidige proefopstelling hierbij zijn :

- Het is niet mogelijk veel proefmateriaal in te brengen.
- Dit geldt zeker als met buffermateriaal wordt gewerkt. Er is te weinig ruimte om met een hulpcilinder, zie alternatieve opstelling onder, te werken.

### Welk buffermateriaal gebruiken?

Het materiaal moet ongeveer dezelfde geleidingscoëfficiënt hebben als het proefmateriaal. Het moet incompressibel zijn. Het moet goed vervormbaar zijn zodat een ontwikkeld snelheidsveld kan ontstaan. Bij kamertemperatuur in vaste toestand.

Keuzes : PS, PE, siliconen rubber, kaarsvet.

PS en PE zitten bij de proeven net boven hun smelttemp.. Om de buffer op te smelten is er te weinig tijd. Het blijft te vast.

Siliconenrubber werkt goed, maar is zonder hulpcilinder niet in te brengen door grote elasticiteit. Zou wel werken in andere opstelling.

Kaarsvet is nog niet geprobeerd.

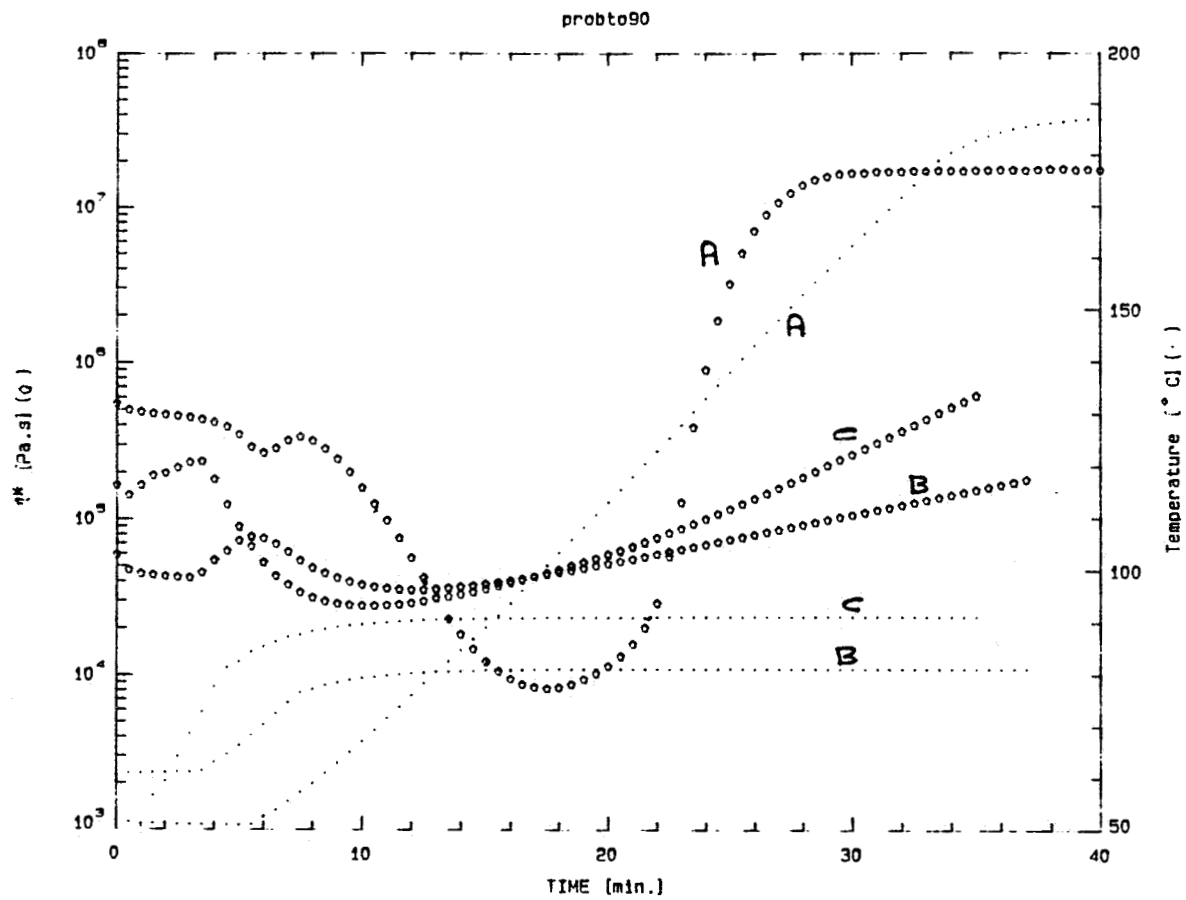
Resultaten van de experimenten met buffermateriaal zijn te zien in figuur 22. Bij gebruik van Si-rubber is te zien dat de boven- en onderwand al een stromingsprofiel aannemen. In enkele gevallen is duidelijk te zien hoever de reactie is bij verplaatsing in tegengestelde richting. Om pijpstroming in het midden te waarborgen moeten de opgelegde verplaatsingen klein zijn (max. 5 mm). Tevens moeten voor controleerbare proeven de verplaatsingssnelheid laag zijn.

### Alternatieve opstelling

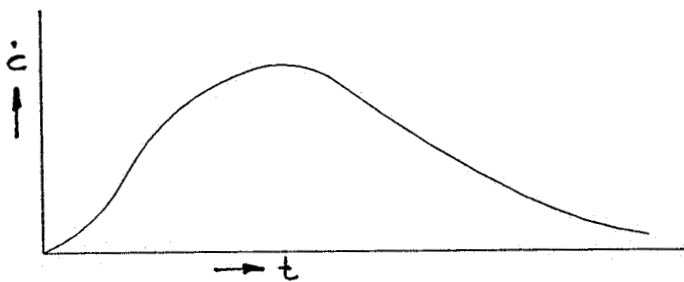
Er zou vóór de verwarmde cilinder zoveel ruimte moeten zijn, dat er een cilinder voor kan worden geplaatst waarin al het materiaal al op volgorde in zit. Deze kan van te voren worden gevuld, dan via een koppeling aan de verwarmde cilinder worden gemaakt en door een verlengde plunjer verder worden geschoven. Zie figuur 23.

### LITERATUUR :

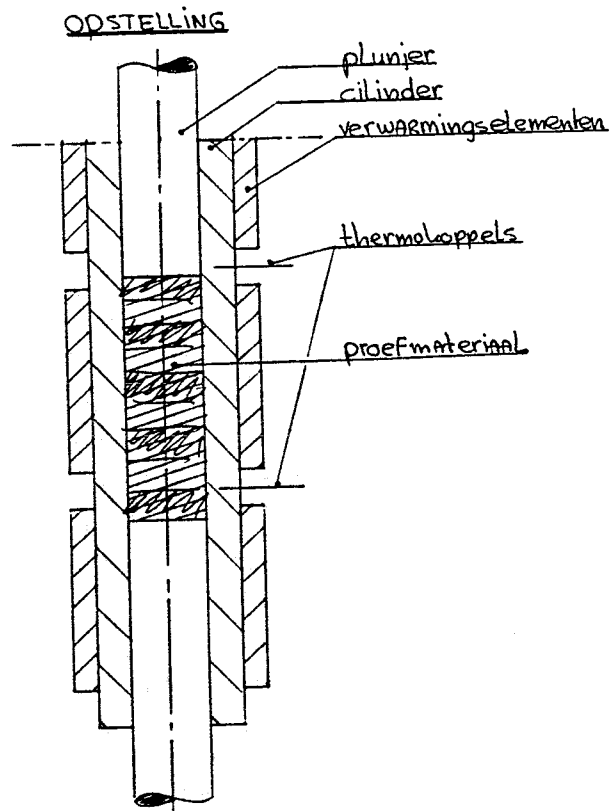
- [1] Vos, E.,  
Multilayer injection moulding. Part 1: the fountain flow and other phenomena in piston driven flow, Master thesis, Eindhoven University of Technology, Twente Univerity, the Netherlands, august 1989.
  
- [2] Isayev, A.I., (Editor), [p.510-520],  
Injection and copression molding fundamentals, Marcel Dekker, Inc., New York and Basel, 1987.



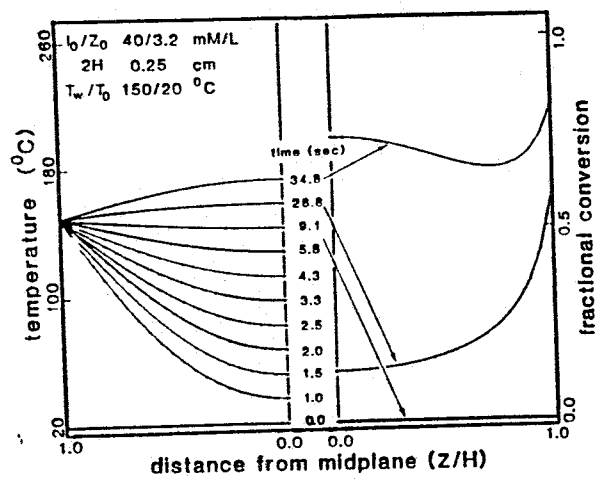
figuur 1a. viscositeit als functie van tijd bij voorgeschreven temp.verloop. a) temp. neemt lineair toe, b) temp.: 80 °C, c) temp.: 90 °C.



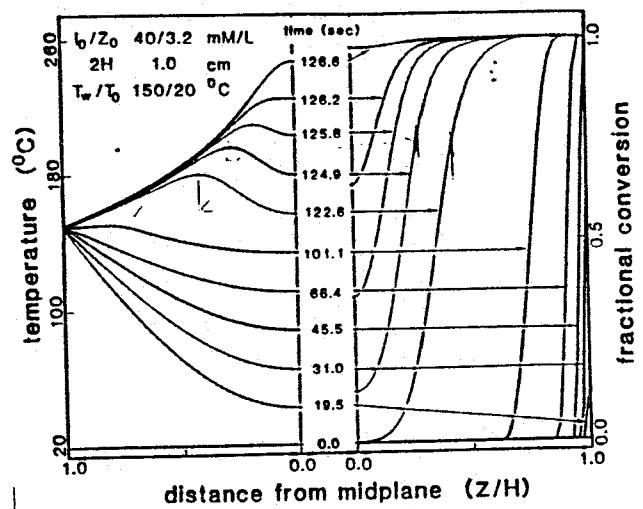
figuur 1b. conversiesnelheid als functie van de tijd, behorende bij figuur 1a,a.



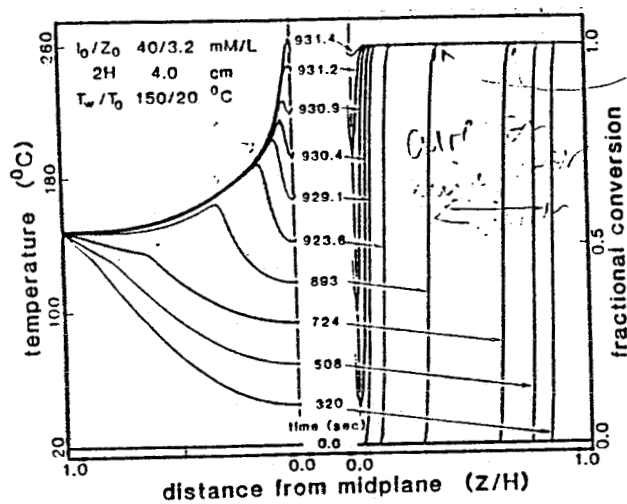
figuur 2. Meetopstelling



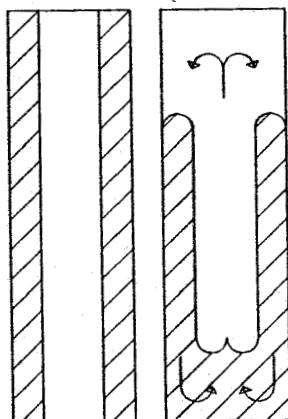
figuur 3.  $DaIV = 0,22$ .



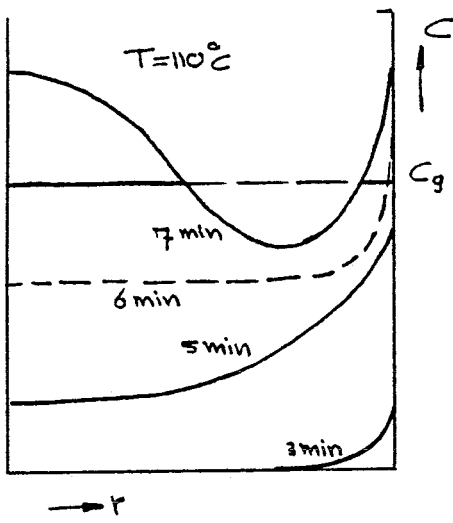
figuur 4.  $DaIV = 3,6$ .



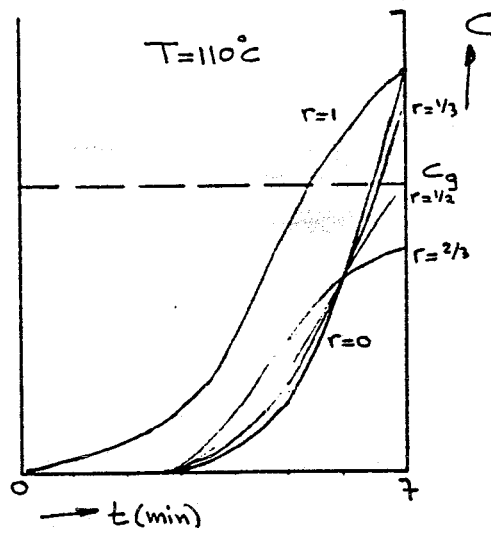
figuur 5.  $DaV = 57$ .



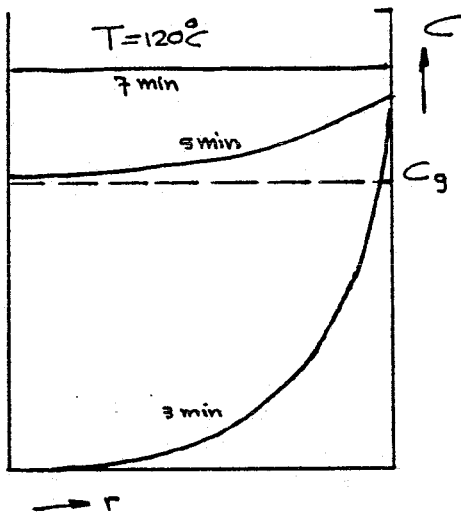
figuur 6. kwalitatieve beschrijving (inverse) fonteinstroming.



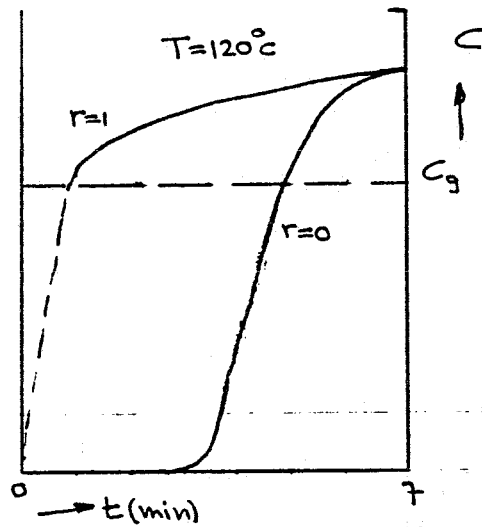
7a



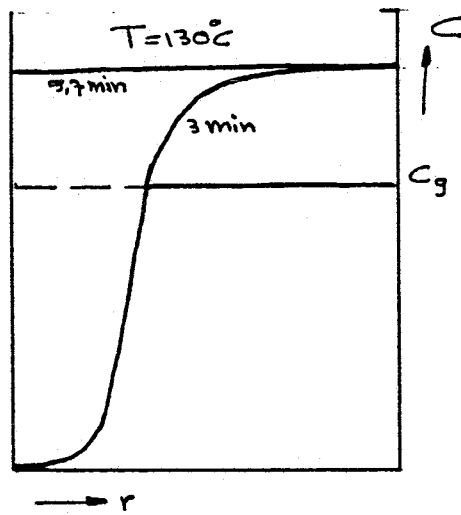
8a



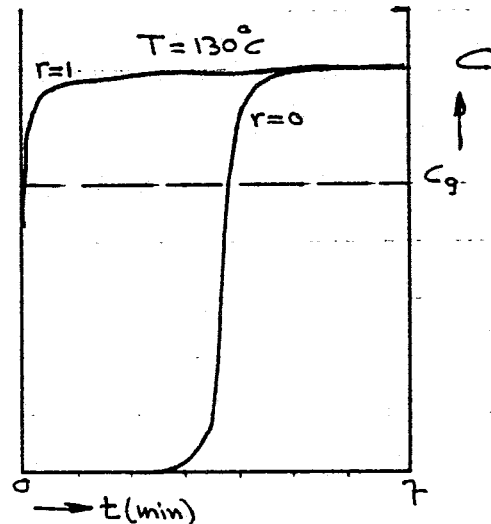
7b



8b



7c

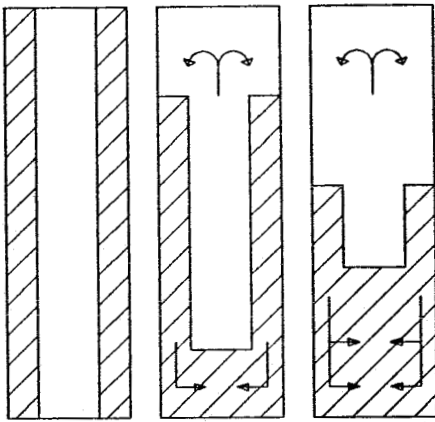


8c

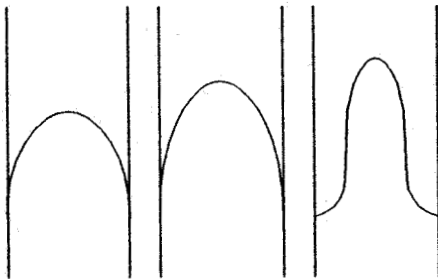
figuren 7a,b,c. conversie als functie van straal.

figuren 8a,b,c. conversie als functie van opwarmtijd.

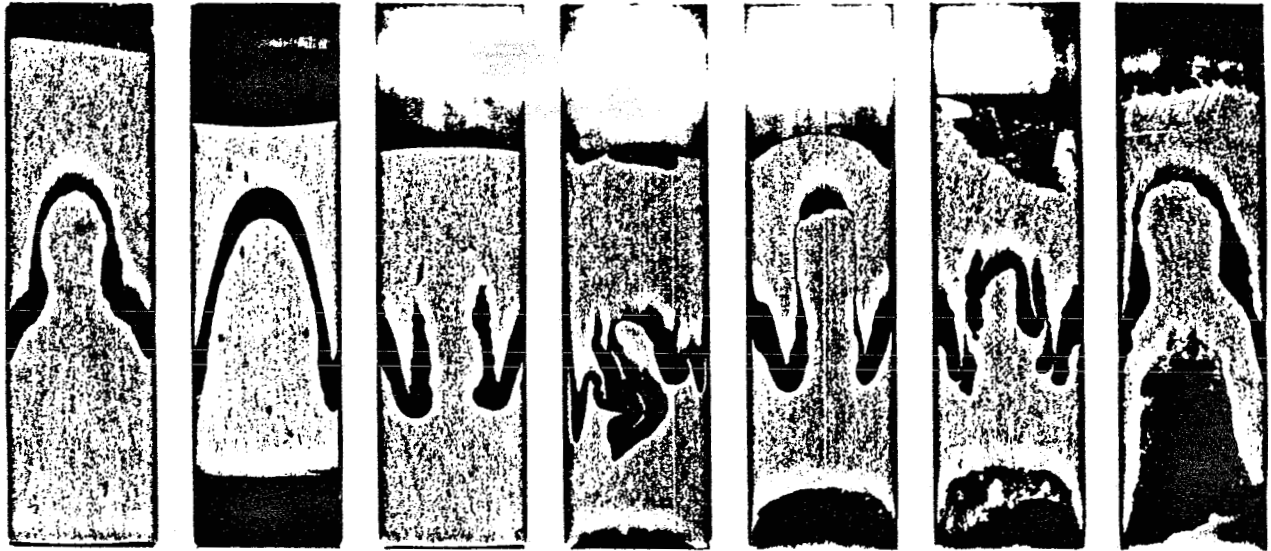
Beide figuren hebben oplopende wandtemperatuur.



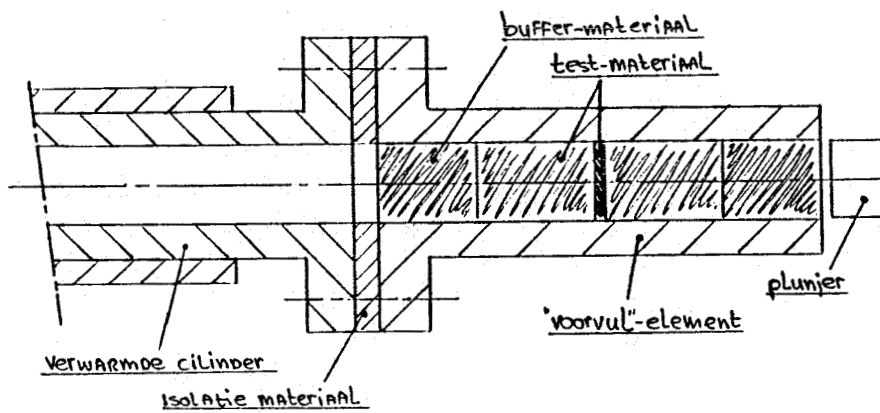
figuur 10. stromingspatroon bij toenemende verplaatsing.



figuur 11. snelheidsprofiel in pijpstrooming bij toenemende wandtemp.



figuur 22. experimenten met buffermateriaal. a)zonderbuffermat., b)PE, c)PS, d) t/m g)Si-rubber.



figuur 23. alternatieve opstelling.

## Bijlage A.

### MATERIAALGEGEVENS.

Gebruikte materialen :

|         |                    | Emmi     | Emmi       |
|---------|--------------------|----------|------------|
|         |                    | 150 °C   | 170 °C     |
| 'geel'  | : E-3557 CA-160    | 40-42"   | 40-41.5"   |
|         | Keg 4386 Ser 0430  |          |            |
| 'zwart' | : E-3557 CA-650    | 43-43.5" | 41.5-43.5" |
|         | Ke9 4391 Ser 0241N |          |            |

## Bijlage B.

### MEETGEGEVENS.

De pillen (16 mm diameter, ca. 5,5 mm hoog) van 2 gram poeder op 170 bar geperst.

| proefnr. | temp. | opwarmtijd | verplaatsing | verpl.snelh. |
|----------|-------|------------|--------------|--------------|
| 1.       | 90    | 5 min.     | 20 mm.       | ? ca.4 mm/s  |
| 2.       | 90    | 5          | 10           | ?            |
| 3.       | 90    | 5          | 30           | ?            |
| 4.       | 100   | 5          | 20           | ?            |
| 5.       | 120   | 5          | 20           | ?            |

- De eerste 5 proeven zijn voor de vakantie gedaan op de oude cilinder. Nr.5 is niet goed gegaan en wordt nu als 0-norm gebruikt.

- pillencombinaties : nr.2 en 3 : zgzgzg (zwart,geel)

de rest heeft allemaal : zgzgzg

|          |     |    |    |          |
|----------|-----|----|----|----------|
| 6. 15/8  | 80  | 15 | 30 | 2.5 mm/s |
| 7. 16/8  | 80  | 10 | 30 | 2.5      |
| 8.       | 110 | 5  | 20 | 2.5      |
| 9.       | 120 | 5  | 20 | 2.5      |
| 10. 17/8 | 110 | 5  | 10 | 2.5      |
| 11.      | 110 | 3  | 20 | 2.5      |
| 12. 22/8 | 110 | 5  | 30 | 2.5      |
| 13.      | 120 | 3  | 20 | 2.5      |
| 14.      | 110 | 5  | 40 | 2.5      |
| 15. 23/8 | 130 | 3  | 20 | 2.5      |
| 16.      | 110 | 5  | 30 | 2.5      |

|          |     |   |    |     |
|----------|-----|---|----|-----|
| 17. 24/8 | 110 | 5 | 21 | 2.5 |
| 18. 27/8 | 110 | 5 | 33 | 60  |
| 19. 29/8 | 110 | 7 | 20 | 2.5 |
| 20.      | 110 | 5 | 12 | 60  |
| 21.      | 130 | 3 | 20 | 2.5 |
| 22. 30/8 | 120 | 3 | 20 | 2.5 |
| 23.      | 110 | 5 | 22 | 60  |

- nr.11,13,15 passen beter in het geheel als ze worden beschouwd bij 10 °C lager. Dit verschil komt misschien door plaatsing van de thermokoppels. vanaf proef 19 staan ze weer in de meest naar binnen geplaatste meetgaatjes.

- nr.12 ook daarom niet geheel betrouwbaar.

- nr.18 ook daaron niet geheel betrouwbaar.

|         |     |   |    |     |
|---------|-----|---|----|-----|
| 24.     | 110 | 3 | 30 | 2.5 |
| 25.     | 110 | 3 | 20 | 2.5 |
| 26.     | 110 | 3 | 10 | 2.5 |
| 27.     | 110 | 5 | 30 | 60  |
| 28. 6/9 | 100 | 5 | 30 | 2.5 |
| 29.     | 110 | 5 | 30 | 2.5 |
| 30.     | 105 | 5 | 30 | 2.5 |

- vanaf nu zijn de thermokoppels veranderd van plaats. Ze meten nu daar waar ook het proefstaafje in de cilinder zit. Daarom zijn de volgende proeven veel herhalingen van vorigen.

|          |     |   |    |     |
|----------|-----|---|----|-----|
| 31.      | 110 | 5 | 30 | 2.5 |
| 32. 7/9  | 110 | 5 | 20 | 2.5 |
| 33.      | 110 | 5 | 40 | 2.5 |
| 34.      | 110 | 5 | 10 | 2.5 |
| 35.      | 110 | 5 | 10 | 2.5 |
| 36. 10/9 | 110 | 5 | 33 | 60  |
| 37.      | 110 | 5 | 22 | 60  |
| 38. 12/9 | 110 | 3 | 20 | 2.5 |
| 39. 13/9 | 110 | 5 | 13 | 60  |
| 40.      | 110 | 3 | 30 | 2.5 |
| 41.      | 110 | 3 | 10 | 2.5 |
| 42.      | 110 | 7 | 20 | 2.5 |
| 43.      | 120 | 3 | 20 | x.5 |
| 44. 14/9 | 115 | 5 | 20 | 2.5 |
| 45.      | 130 | 3 | 20 | 2.5 |
| 46.      | 120 | 5 | 20 | 2.5 |

- nr.34 is niet goed.

## MEETDATA VAN VERGELIJBARE EPOXY.

De vergelijking is :  $\frac{1}{t_r} = a_2 e^{-b_2/RT}$ .

Uit metingen aan een vergelijkbare epoxy zijn de volgende waarden gekomen :

|       |   |          |           |
|-------|---|----------|-----------|
| $a_2$ | = | 4,702E7  | [1/s].    |
| $b_2$ | = | -74,094  | [kJ/mol]. |
| $R$   | = | 8,314E-3 | [J/Kg K]. |

Voor T wordt waarden tussen 363 K en 403 K ingevuld.

|         |   |          |          |          |          |          |      |
|---------|---|----------|----------|----------|----------|----------|------|
| T       | : | 90       | 100      | 110      | 120      | 130      | [°C] |
|         |   | 363      | 373      | 383      | 393      | 403      | [K]  |
| $1/t_r$ | : | 1,023E-3 | 1,976E-3 | 3,688E-3 | 6,667E-3 | 1,170E-2 |      |
| $t_r$   | : | 1000     | 500      | 270      | 150      | 85       |      |

Het gaat er niet om, om het Damköhlergetal exact te bepalen maar om te controleren of bij toenemende wandtemperatuur het Damköhlergetal ook toeneemt zoals gevonden in literatuur [2], en zoals verwacht wordt.

$DaIV = C_1 \frac{1}{t_r \Delta T}$ , het schalen gebeurt door vermenigvuldigen met:  $\frac{1}{C_1} t_{r,90^\circ C} \Delta T_{90^\circ C}$

voor T = 90 °C :  $DaIV = \frac{1000 \cdot (90-20)}{1000 \cdot (90-20)} = 1$

voor T = 100 °C :  $DaIV = \frac{1000 \cdot (90-20)}{500 \cdot (100-20)} = 1,75$ , voor de andere waarden van T volgt hetzelfde.

Voor het DaIV-getal volgt dan:

|      |   |   |      |     |     |     |
|------|---|---|------|-----|-----|-----|
| DaIV | : | 1 | 1,75 | 2,9 | 4,7 | 7,5 |
|------|---|---|------|-----|-----|-----|

Het klopt dus dat bij toenemende wandtemperatuur het Damköhler toeneemt door de daling van  $t_r$ .