



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

206 58

Int.Cl.³

3(51) G 01 N 33/44

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2395 686

(22) 04.05.82

(44) 01.02.84

- (71) VEB LEUNA-WERKE "WALTER ULBRICHT" DD;
(72) SIPPEL, LOTHAR, DIPL.-ING.; WOLF, MATTHIAS; FAHRENSCHON, PETER, DIPL.-ING.; HEITMANN, PETER; DD;
SIEK, UWE, DIPL.-CHEM.; MAUERHOFF, BERND; WILDE, GERD, DIPL.-PHYS.; DD;
(73) siehe (72)
(74) VEB LEUNA-WERKE "WALTER ULBRICHT" FOIP 4220 LEUNA 3

(54) VORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DES SCHWINDUNGSVERLAUFES VON REAKTIONSHARZMASSEN

(57) Die Vorrichtung zur Bestimmung des Schwindungsverlaufes von Reaktionsharzmassen bezieht sich auf die Charakterisierung der Verarbeitungs- und Endigenschaften von Reaktionsharzmassen. Das Ziel der Erfindung besteht darin, den Verlauf der linearen Schwindung von Reaktionsharzmassen reproduzierbar zu messen und die Einflüsse der Verarbeitungsbedingungen auf den Härtingsprozeß und den Schwindungsverlauf zu erfassen. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zu erstellen, mit welcher die Auswahl und Dimensionierung geeigneter härtpbarer Formstoffe erfolgen kann. In einem definierten Hohlraum, der durch zueinander parallele formstabile Platten gebildet wird, wird eine Reaktionsharzmasse eingebracht. Der Hohlraum ist so gestaltet, daß die während des Härtingvorganges der Reaktionsharzmasse eintretende Maßänderung zwischen den Platten als lineare Schwindung mit an sich bekannten Meßverfahren erfaßt wird. Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist so ausgelegt, daß die Reaktionsharzmasse in einem vorgegebenen Temperaturbereich aushärtet. Durch die erfindungsgemäße Vorrichtung können neben der linearen Schwindung zugleich die Gelierzeit, die Reaktionsgeschwindigkeit und die Aushärtungszeit bestimmt werden. Die Erfindung kann bei Polyester-, Polyurethan- und Epoxidharzen zur Optimierung der Rezepturen und Verarbeitungsbedingungen angewendet werden. Die ermittelten Eigenschaften der Reaktionsharze ermöglichen die Herstellung von Präzisionsteilen z. B. in den Industriezweigen Maschinenbau, Elektrotechnik und Elektronik. Fig.

239568 6

- 1 -

Titel der Erfindung

Vorrichtung zur Bestimmung des Schwindungsverlaufes von Reaktionsharzmassen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Das Anwendungsgebiet der Erfindung erstreckt sich einmal auf die chemische Industrie bei der Synthetisierung und Konfektionierung von Reaktionsharzmassen und zum zweiten auf die Verarbeitungsbetriebe dieser Reaktionsharzmassen, um spezielle technologische und auch maßliche Forderungen bei der Teileproduktion optimieren zu können.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Aus der Literatur und der praktischen Anwendung sind Vorrichtungen zur Bestimmung der Schwindungsbeträge bzw. des Schwindungsverlaufes von Reaktionsharzmassen bekannt. Die bekannten Vorrichtungen basieren auf Methoden der Volumensmessung, Spannungsmessung oder Wegmessung verursacht durch Schwindung. Über die Bestimmung der Volumenänderung werden

als Kenngrößen die Gesamtvolumenschwindung ermittelt und die Reaktionsgeschwindigkeit und Aushärtungszeit abgeleitet. Nicht erfaßt werden können mit derartigen Vorrichtungen die Anteile aus der flüssigen und der technisch interessierenden Phase der Schwindung sowie die Gelierzeit (Jahn, H., Epoxidharze, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1969, S. 93-96).

Die Vorrichtungen zur Spannungsmessung basieren auf Methoden der Spannungsoptik für Eigenspannungen oder Spannungen an Grenzflächen, verursacht durch Schwindung, aus denen Gelierzeit, Reaktionsgeschwindigkeit und Aushärtezeit abgeleitet werden können. Nachteile dieser Vorrichtungen sind, daß der Schwindungsbetrag und der Schwindungsverlauf nicht direkt ausweisbar sind. Außerdem können spannungsoptische Untersuchungen nur an füllstofffreien Reaktionsharzmassen vorgenommen werden (Stamm, H., Hanella, K., Elektrische Gießharze, VEB Verlag Technik Berlin, 1968, S. 143-151).

Die Vorrichtungen zur Wegmessung erfassen den Schwindungsbetrag in der technisch interessierenden Phase des Härungsprozesses von Reaktionsharzmassen (Jahn, H., S. 96; Stamm, Hanella, S. 142-143).

Der Nachteil dieser Vorrichtungen ist ein großer Fehler im Schwindungsbetrag, der durch nichterfaßte Schwindungsbeträge senkrecht zum gemessenen Weg verursacht wird. Damit ist die Anwendbarkeit derartiger Meßergebnisse nur für Formteile mit relativ großen Toleranzen nutzbar. Desweiteren sind mit diesen Vorrichtungen die Gelierzeit nicht und die Reaktionsgeschwindigkeit sowie Aushärtungszeit nur bedingt erfaßbar. Für den vorhandenen Stand der Technik ist kennzeichnend, daß die technisch interessierenden Kenngrößen wie Schwindungsbetrag, Schwindungsverlauf, Gelierzeit, Reaktionsgeschwindig-

keit und Aushärtungszeit nicht gleichzeitig meßbar sind. Außerdem sind die jeweiligen Meßwerte in ihrer Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit unzureichend für die Anforderungen der Technik.

Eine der erfindungsgemäßen Vorrichtung ähnliche Meßmethode stellt das Druckdilatometer nach Boss und Hausschild (Kunststoffe 1973, S. 181-184) dar. Eine definierte Meßkammer, welche zum Teil mit Quecksilber gefüllt ist, wird mit einer vorgegebenen Menge (Volumen) an Reaktionsharzmasse gefüllt. Die Meßkammer ist mit einer Kapillare verbunden, so daß Volumenänderungen während des Härtingsverlaufes am Stand des Quecksilbers in der Kapillare verfolgt werden können. Aus dem registrierten charakteristischen Kurvenverlauf können bestimmt werden: thermische Ausdehnung der Reaktionsharzmasse, Volumenkontraktion, Reaktionsende und thermische Kontraktion während der Abkühlung. Nachteilig ist hierbei, daß zwar die Volumenänderungen in flüssiger und fester Phase erfaßt werden, nicht jedoch der technisch interessierende Betrag der linearen Schwindung während des Härtingsverlaufes. Zusätzlich bestehen Arbeitsschutzprobleme, da beim Druckdilatometer direkter Kontakt mit Quecksilber nicht auszuschließen ist. Für Routinemessungen ist eine derartige Meßanordnung nicht einsetzbar.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, den realen Verlauf der linearen Schwindung von Reaktionsharzmassen reproduzierbar zu messen und die Einflüsse der Verarbeitungsbedingungen auf den Härtingsprozeß und den Schwindungsverlauf zu erfassen, wobei insbesondere die Einflüsse der Verarbeitungsbedingungen auf den Zeitpunkt des Beginns der Aushärtung, die Gelierzeit, die Aushärtungszeit, die Entformbarkeit, die Dauer und die Geschwindigkeit des Härtingsvorganges und der Schwindungsbe-

trag als Äquivalent der Maßhaltigkeit des Reaktionsharzformstoffes gleichzeitig bestimmt werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die in der Charakteristik der bekannten technischen Lösungen beschriebenen Mängel lassen sich auf folgende Ursachen zurückführen:

- Die Prüfmethoden sind im technologischen Ablauf und in den Formgebungsbedingungen beim Härtingsprozeß nicht den Praxisbedingungen angepaßt.
- Die Prüfmethoden sind nur auf das Erfassen von einer oder von mehreren Grundeigenschaften der Formstoffe ausgelegt.

Um diese Ursachen zu beseitigen, liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zu erstellen, mit welcher es möglich wird, die Dimensionierung von härtbaren Formstoffen für ihre Anwendung voranzubestimmen und gleichzeitig die Verarbeitungsparameter anzupassen, wodurch für bekannte Aufgabenstellungen durch Anwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung geeignete Werkstoffe ausgewählt werden können und die notwendigen werkstoffspezifischen Verarbeitungsbedingungen bestimmt werden. Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß in vorzugsweise horizontaler Ebene zwei formstabile Platten mit parallelem Abstand gemeinsam mit elastischen Abdichtelementen einen symmetrischen Hohlraum bilden, der eine Maßänderung nur in symmetrieaxialer Richtung des Hohlraumes durch die Schwindung der eingegossenen Reaktionsharzmasse zuläßt, wobei diese Maßänderung in gleicher Richtung erfaßt wird. Nach weiteren Merkmalen, welche die Erfindung weiter ausgestalten, ist der Hohlraum vorzugsweise als Kreisringzylinder gestaltet, wobei die Geometrie und Rauigkeit der hohlraumbildenden Flächen der Platten so beschaffen sind, daß an ihnen

gleiche adhäsive Kräfte wirken. Weitere ausgestaltende Merkmale der Erfindung sind Temperierkanäle in den Platten der Vorrichtung zum Einstellen einer konstanten Temperatur, Gewährleistung einer maßstabilen Fixierung der Platten auch beim Formfüllvorgang durch Druckfedern und Spannschrauben. Anguß-, Steiger- und Entlüftungsöffnungen sind wiederverwendbar abgedichtet, und die Bestimmung des Schwindungsverlaufes erfolgt unter Verwendung an sich bekannter Meßverfahren zur Bestimmung von Wegänderungen und deren nachfolgender Meßdatenverarbeitung. Damit können insbesondere Epoxidharze, ungesättigte Polyester- und Polyurethanharze in reiner und/oder modifizierter Form so geprüft werden, daß die Schwindung, die Gelierzeit, die Reaktionsgeschwindigkeit und die Aushärtezeit in beliebigem Temperaturbereich, vorzugsweise von 273 bis 473 K, von den Reaktionsharzmassen in einem Meßvorgang bestimmt werden.

Ausführungsbeispiel

Eine bevorzugte Ausführung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist als Querschnittsdarstellung in Figur 1 dargestellt.

Die Vorrichtung besteht aus der Oberplatte 1 und der Unterplatte 2, deren Meßflächen 3 durch Schleifen eine annähernd gleiche Oberflächengüte erhalten haben.

In der Oberplatte 1 sind durchgehende Bohrungen als Einfüllöffnung 4 und Steiger- bzw. Entlüftungsöffnung 5 vorhanden.

Die Spannschrauben 6 ermöglichen eine Einstellung des Abstandes der Meßflächen 3 entgegen den distanzerzeugenden Tellerfedern 7. In die Oberplatte 1 sind außerdem kreisförmige Nuten zur Aufnahme gummielastischer Abdichtelemente 8 eingearbeitet, die mit den Meßflächen 3 einen geometrisch definierten kreisringförmigen Raum zur Aufnahme der Reaktionsharzmasse 9 bilden. Durch eine Bohrung in der Mitte der Oberplatte 1 ist zur integralen Meßwerterfassung ein Wegaufnehmer 10 geführt, der durch die Arretierung 11 gegenüber der Oberplatte 1 fixiert ist.

Zur Temperierung der Vorrichtung sind in die Oberplatte 1 und in die Unterplatte 2 Temperierkanäle 12 eingebracht. Zur Kontrolle der Temperatur ist in die Oberplatte 1 ein Temperaturlaufnehmer 13 so eingebaut, daß die Abtaststelle der Temperatur nahe dem Raum zur Aufnahme der Reaktionsharzmasse 9 zu liegen kommt.

In der Oberplatte 1 ist zum Trennen der Vorrichtung nach erfolgter Aushärtung der Reaktionsharzmasse eine Abdruckschraube 14 angeordnet.

Die Wirkungsweise der Vorrichtung ist folgende:

Nachdem die Meßflächen 3 für die Aufnahme der Reaktionsharzmasse durch Auftragen eines geeigneten Trennmittels vorbehandelt und die gummielastischen Abdichteteile 8 in die Aufnahmebohrungen der Oberplatte 1 eingebracht sind, werden die Oberplatte 1 mit der Unterplatte 2 durch die Spannschrauben 6 gegen die distanzherzeugenden Tellerfedern so verspannt, daß ein definierter Abstand zwischen den Meßflächen 3 der Oberplatte 1 und der Unterplatte 2 von zum Beispiel 2,00 mm entsteht. Zur Temperaturführung der Vorrichtung wird durch die Temperierkanäle 12 der Oberplatte 1 und der Unterplatte 2 ein der gewünschten Temperatur angepaßter Wärmeträger geleitet.

Die Temperaturstabilisierung erfolgt durch den Anschluß eines handelsüblichen Thermostaten. Die Kontrolle der Temperatur der Vorrichtung erfolgt mittels des Temperaturlaufnehmers 13. Nach der Temperaturstabilisierung der Vorrichtung wird die Anzeige des Wegaufnehmers 10 genullt und die Reaktionsharzmasse über die Einfüllöffnung 4 in den Raum zur Aufnahme der Reaktionsharzmasse 9 eingebracht. Danach erfolgt die kontinuierliche Messung der Veränderung des Abstandes der Meßflächen 3 während der Härtung durch den Wegaufnehmer 10. Die

ungehinderte Bewegung der Oberplatte 1 gegenüber der Unterplatte 2 infolge der Schwindung der eingebrachten Reaktionsharzmasse wird durch die Nachgiebigkeit der Tellerfedern 7 und der gummielastischen Abdichtelemente 8 gewährleistet.

Als Ergebnis der durchgeführten Messung werden Kurven entsprechend Figur 2 erhalten, in welchen der Verlauf der Schwindung in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt wird. Aus den Kurven $E = f(t)$ kann entnommen werden:

- der Beginn der Gelierung als Gelierzeit 15,
- der Anstieg der Kurve $E = f(t)$ als Maß der Reaktionsgeschwindigkeit 16,
- das Erreichen des Maximums der linearen Schwindung als Zeitangabe für die Entformbarkeit und gleichzeitig als minimale Aushärtungszeit 17 sowie
- der Betrag der absoluten linearen Schwindung 18.

Durch die erfindungsgemäße Vorrichtung lassen sich diese für die Praxis unmittelbar nutzbaren Meßgrößen für Reaktionsharzmassen gleichzeitig und reproduzierbar bestimmen. Insbesondere ist die Vorrichtung geeignet für alle Modifizierungen fließfähiger Epoxid-, ungesättigter Polyester- und Polyurethanharzsysteme.

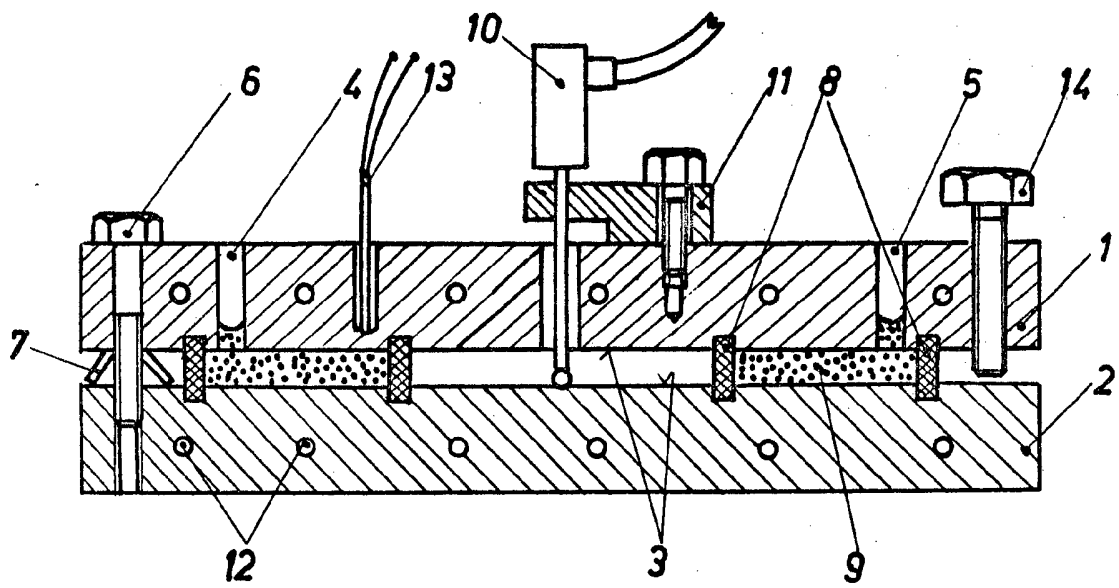
Die Nutzung der erfindungsgemäßen Vorrichtung beinhaltet die Ermittlung der linearen Schwindung unter Reaktionsbedingungen. Dadurch ist es möglich, auf spezielle Anwendungsfälle zugeschnittene optimale Rezepturen (Füllstoffart, Füllstoffgehalt, Harz-, Härter- und Beschleunigeranteile usw.) und günstigste Verarbeitungsbedingungen (Variation von Zeiten und Temperaturen) zu ermitteln. Die Kenntnis über die Schwindung von Reaktionsharzmassen ist für die sichere Produktion von Präzisionsteilen, z.B. in den Industriezweigen Maschinenbau und Elektrotechnik/Elektronik, besonders wichtig.

239568 6 - 8 -

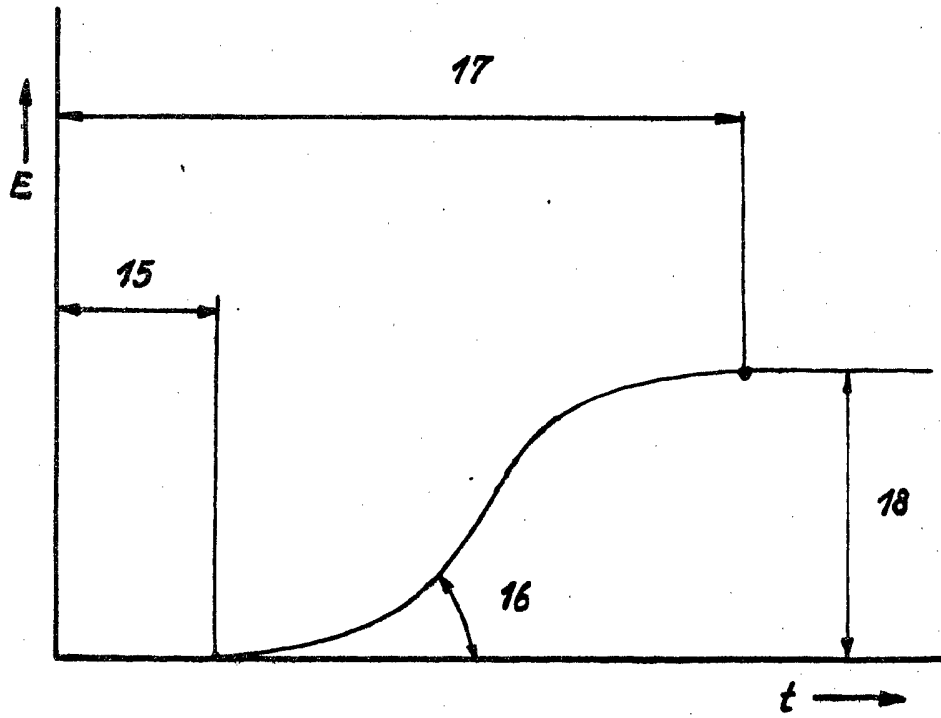
Erfindungsanspruch

1. Vorrichtung zur Bestimmung des Schwindungsverlaufes von Reaktionsharzmassen, insbesondere Epoxidharzen, ungesättigten Polyester- und Polyurethanharzen in reiner und/oder modifizierter Form, während des vollständigen Härtingsprozesses, wobei die flüssige Reaktionsmasse in einen Hohlraum eingegossen ist und dort aushärtet, dadurch gekennzeichnet, daß in vorzugsweise horizontaler Ebene zwei formstabile Platten (1;2) mit parallelem Abstand gemeinsam mit elastischen Abdichtelementen (8) einen symmetrischen Hohlraum bilden, der eine Maßänderung nur in symmetrieaxialer Richtung des Hohlraumes zuläßt.
2. Vorrichtung nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlraum als Kreisringzylinder gestaltet ist.
3. Vorrichtung nach Punkt 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flächen der Platten, die mit der Reaktionsmasse in Berührung stehen, eine gleiche Rauigkeit besitzen.
4. Vorrichtung nach Punkt 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß in den Platten Temperierkanäle für das Einstellen einer konstanten Temperatur vorhanden sind.
5. Vorrichtung nach Punkt 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß für eine maßstabile Fixierung der Platten beim Formfüllvorgang Druckfedern und Spannschrauben vorhanden sind.

Hierzu gehören 2 Blatt Zeichnungen



Figur 1



Figur 2