

Stoppuhr ade

Computergesteuerte Viskositätsmessung

In der Herstellung von Kunststoffen werden Viskositätsmessungen zur Überwachung der Produktqualität eingesetzt. Automatische Systeme ermöglichen eine Zeit sparende und gut reproduzierbare Messung sowie eine umfassende Auswertung und Verarbeitung der Messergebnisse.

Die Bestimmung der Lösungsviskosität, als Maß für die mittlere molekulare Masse eines Polymers, ist eine bewährte und empfindliche Methode zur Beurteilung der molekularen Identität vieler Kunststoffe. Da die Verarbeitungs- und Gebrauchseigenschaften des Kunststoffs stark von der molekularen Struktur abhängen, kann die Qualität der Kunststoffe über die Lösungsviskosität auf einfache Weise überwacht bzw. optimiert werden. Es existieren für die meisten Kunststoffe verbindliche Normen für die konkrete Durchführung der Viskositätsmessung, die z.B. das Lösemittel, Konzentration, Probenpräparation, Viskosimetertyp und -größe, Messtemperatur, Anzahl und Reproduzierbarkeit der Durchlaufzeitmessungen sowie die Art der Auswertung festlegen. Als Messergebnis wird immer die relative Viskosität aus dem Verhältnis der Viskositäten der Polymerlösung und der Lösemittel berechnet. Je nach Vorschrift werden

daraus weitere Größen, z.B. die spezifische, reduzierte oder auch die intrinsische Viskosität (IV-Wert, Grenzviskositätszahl), ermittelt.

Die ermittelten Werte müssen sich in einem vorgegebenen Bereich bewegen und werden zur Charakterisierung der jeweiligen Produktionscharge in das Produktdatenblatt eingetragen. Sie dienen dem Verarbeiter und Endverbraucher zur Qualitätskontrolle der Rohstoffe bzw. der Zwischenprodukte.

Da die intrinsische Viskosität (v_{int}) über die Mark-Houwink-Gleichung direkt mit der mittleren Molmasse (M) des gelösten Polymers (K, a als Polymerstrukturparameter) zusammenhängt, ist sie eine aussagekräftige Größe der Lösungsviskosität:

$$v_{int} = K \cdot M^a$$

Mit zunehmender Automatisierung sind die in den Normen meist erwähnten manuellen Durchlaufzeitmessungen mittels Stoppuhr nicht mehr zeitgemäß. Eine PC-gesteuerte Alternative bietet das Prozessor-Viskositätsmesssystem PVS1, Lauda GmbH, Lauda-Königshofen (Bild 1). Neben der automatischen Erfassung der Messzeiten und der Auswertung der Messdaten nach unterschiedlichen Verfahren unter Windows ist auch die automatische Reinigung der Viskosimeter

und die Aufnahme von Verdünnungsreihen über einen angeschlossenen Dosimaten (Bürette) möglich. Das System ist modular aufgebaut und so jederzeit erweiterbar.

Ausgerüstet mit einem Probengeber können mit dem System bis zu 60 Proben im unbeaufsichtigten Betrieb vollautomatisch z.B. während der Nacht abgearbeitet werden (Bild 2). Diese Anlagen bewähren sich bei der Produktionskontrolle unter anderem von Polyamiden und Polyestern, Polycarbonaten, Plexiglas, aber auch bei Polyolefinen, in 135 °C heißen Lösungen, ebenso wie bei der Qualitätskontrolle von Kunststoffteilen für die Fahrzeugindustrie.

Daten erfassen und auswerten

In Ergänzung zu den im Standardmessprogramm enthaltenen Möglichkeiten zur Bestimmung der kinematischen, relativen, reduzierten und inhärenten Viskosität sowie des K-Werts nach Fickentscher kann mit dem Softwaremodul die intrinsische Viskosität mittels Näherungsformeln oder nach der von Staudinger vorgeschlagenen linearen Regressionsmethode bestimmt werden. Bei dieser müssen die relativen Viskositäten bei mindestens drei unterschiedlichen Konzentrationen im Bereich hoher Verdünnung gemessen werden. Das Mess-



Bild 1. Messplatz mit automatischer Verdünnung zur Bestimmung der intrinsischen Viskosität nach Staudinger



Bild 2. Die Module des Prozessor-Viskositätsmesssystems bieten eine Alternative zur manuellen Messung

programm erfragt die benötigten Messparameter, z.B. die Viskosität des Lösemittels (Blindwert), sowie die Polymerkonzentrationen. In einer internen Datenbank sind alle verfügbaren Viskosimeter samt deren Kapillarengrößen aufgelistet. Per Mausklick wird das vorgesehene Viskosimeter angewählt und deren Kenngrößen für die Messung übernommen und sofort oder nach Ablauf einer vorgegebenen Frist gestartet. Anschließend führt das Programm die Messungen aus und wertet sie gemäß dem gewählten Verfahren aus. Auch die Ansteuerung der Dosimaten und der Reinigungsmodule sowie des Probengebers übernimmt das Programm.

Vor der eigentlichen Bestimmung muss die zur Berechnung der relativen Viskosität notwendige kinematische Viskosität des reinen Lösemittels im selben Viskosimeter gemessen werden. Nach der Messung wird der ermittelte Wert in einer internen Datenbank zwischengespeichert und steht als Blindwert für die nachfolgende Viskositätsbestimmung zur Verfügung.

Nach Durchführung der Messungen an allen anderen vorgegebenen Polymerkonzentrationen kann die intrinsische Viskosität ermittelt werden. Hierzu können die Ergebnisse als numerische Tabelle oder Funktionsgrafik dargestellt werden.

Alle Ergebnisse werden zur Archivierung in einer Tagesprotokolldatei auf der Festplatte abgespeichert. Die im ASCII-Format vorliegenden Daten können über das Programm eingesehen werden und mittels Textverarbeitungs- oder Tabellenkalkulationsprogrammen weiterverarbeitet und auf einen Drucker ausgegeben werden. Nach Abschluss der Messung wird das Viskosimeter mit dem optionalen Reinigungsmodul gesäubert, getrocknet und für die nächste Messung vorbereitet.

Das PC-gesteuerte System bietet dem Anwender eine erhöhte Sicherheit, da Kontakte zu giftigen Lösungen oder heißen Medien weitgehend vermieden werden können.

Armin Hofmann, Lauda-Königshofen

✉ Lauda Dr. R. Wobser GmbH Co. KG,
Pfarrstr. 41-43,
97922 Lauda-Königshofen,
Tel.: 09343-503-0,
Fax: 09343-503-222,
info@lauda.de,
www.lauda.de