

Ermittlung der Grenzviskosität (Intrinsische Viskosität) im Prozess mit dem Online-Rheometer

Einführung

Die Grenzviskosität bzw. Staudinger-Index wird auch intrinsische Viskosität (IV-Wert) genannt. Gelöste Polymere erhöhen die Viskosität des Lösemittels, selbst wenn sie nur in sehr geringen Konzentrationen vorliegen. Die Viskositätserhöhung durch den gelösten Stoff hängt letztlich von dessen mittlerer Molmasse ab. Die Bestimmung der intrinsischen Viskosität ist somit grundsätzlich zur Bestimmung der mittleren Molmasse von Polymerproben geeignet, lässt sich aber in keinsten Weise im Prozess während des Verarbeitungsprozesses direkt über das Verfahren des Staudinger-Index ermitteln.

Die Messung während der Polymerverarbeitung oder des Compoundierens von Polymer, erfolgt häufig mit GÖTTFERT Online-Kapillarrheometern und ist für eine schnelle und effektive Prozesskontrolle unerlässlich. Neben der Viskositätsmessung wird hauptsächlich die MFR/MVR-Messung durchgeführt. Die MFR/MVR-Messung oder die der Viskosität, ist hier als robuste Prüfmethode etabliert.

Ermittlung der Intrinsischen Viskosität während der Online-Qualitätskontrolle

Die Bestimmung der Intrinsischen Viskosität (Grenzviskosität) in Online-Kapillarrheometern geschieht über eine Korrelationsbeziehung zwischen Scherviskosität bzw. Schmelzindex (MVR) und Grenzviskosität. Aufgrund konstanter, materialunabhängiger Prüfbedingungen eignet sich die Schmelzviskosität bei einer festgelegten Schergeschwindigkeit besonders für die Messung mit dem Online-Rheometer.

Wie Abbildung 1 zeigt ergibt sich hier eine sehr gute Korrelation zwischen Schmelzeviskosität im Plateau der Nullviskosität und Grenzviskosität.

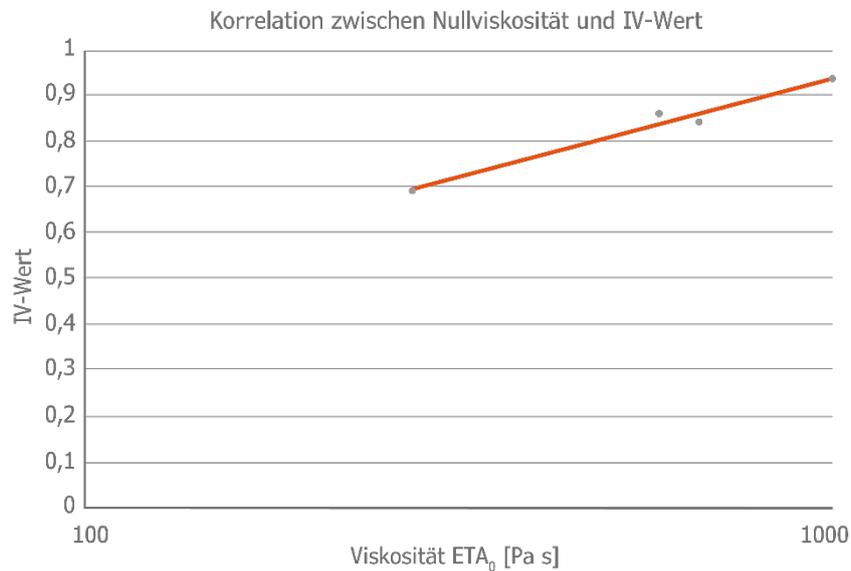


Abbildung 1: Korrelation zwischen Schmelzeviskosität und Intrinsischer Viskosität (IV-Wert)

Für die Aufgabe der kontinuierlichen Messung der Scherviskosität bei einer konstanten Schergeschwindigkeit eignet sich der Online-Rheometer „SSR“ Abbildung 2 am besten. Hierbei erlaubt die Schmelzerückführung eine materialverlustfreie Messung bei minimalem Installations- und Investitionsbedarf. Die Viskositätsmessung erfolgt hier bei konstanter Pumpendrehzahl über die Differenzdruckmessung an der eingesetzten Messkapillare. Die konstante Pumpendrehzahl generiert einen konstanten Volumenstrom, so dass sich dann in der Messkapillare eine konstante Scherrate ergibt. Änderungen der Viskosität des Polymers führen dann zu Druckänderungen.



Bild 2: SSR Seitenstromrheometer

Die Korrelation wird aus einmalig zu ermittelnden und für das Produktspektrum repräsentativen Datensatz von gemessenen Schmelzviskositäten und gemessenen Grenzviskositäten (IV) bestimmt. Dieser Datensatz sollte für mindestens vier Wertepaare IV-Werte und Schmelzindex bzw. Schmelzviskosität ermittelt worden sein. Mit einer höheren Anzahl von Wertepaaren wird eine erhöhte Genauigkeit des über die Korrelationsbeziehung errechneten IV-Werts erreicht. Einmal ermittelt kann diese Funktion für andere Materialien mit einem ähnlichen Füllstoffgehalt verwendet werden.

Die folgende Tabelle zeigt beispielhaft für PET gemessenen Wertepaare, zur Ermittlung der Korrelationsbeziehung für die IV-Wert-Bestimmung, mit der Gleichung zur Umrechnung der gemessenen temperaturabhängigen Viskosität in eine temperaturinvariante Viskosität.

Material	η_0 gemessen mit Online Rheometer	IV-Rheo	IV-Lösungviskosität gemessen mit Ubbelohde Rheometer
A	666	0,771	0,84
B	275	0,646	0,692
C	998	0,836	0,934
D	588	0,752	0,858

Tabelle 1: Wertepaare zur Ermittlung der Korrelationsbeziehung zur IV-Wertbestimmung mit der Gleichung zur Umrechnung der gemessenen temperaturabhängigen Viskosität in eine temperaturinvariante Viskosität

Die Auftragung der gemessenen IV-Werte über die temperaturinvariante Viskosität IV-Rheo liefert die Koeffizienten für die Korrelationsbeziehung, die für PET gültig ist.

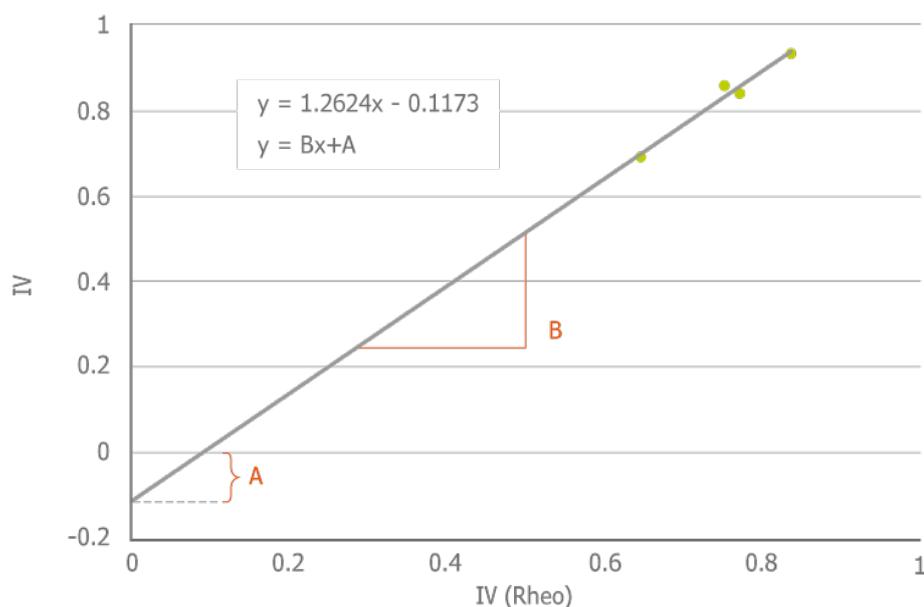


Abbildung 3: Bestimmung der Korrelationskoeffizienten – hier am Beispiel PET

Messungen an PET

Die für PET ermittelten Koeffizienten für die Online-Ermittlung des IV-Wertes werden in die Steuerungssoftware des Online-Rheometers eingegeben.

Der IV-Wert wird dann kontinuierlich ausgegeben und kann zum Beispiel für die Zugabe von Glykol zur Steuerung der Viskosität des PET verwendet werden. Durch die Wahl entsprechende Messparameter und Düsengeometrie, kann die Messung auch im SSR mit kurzen Antwortzeiten erfolgen.

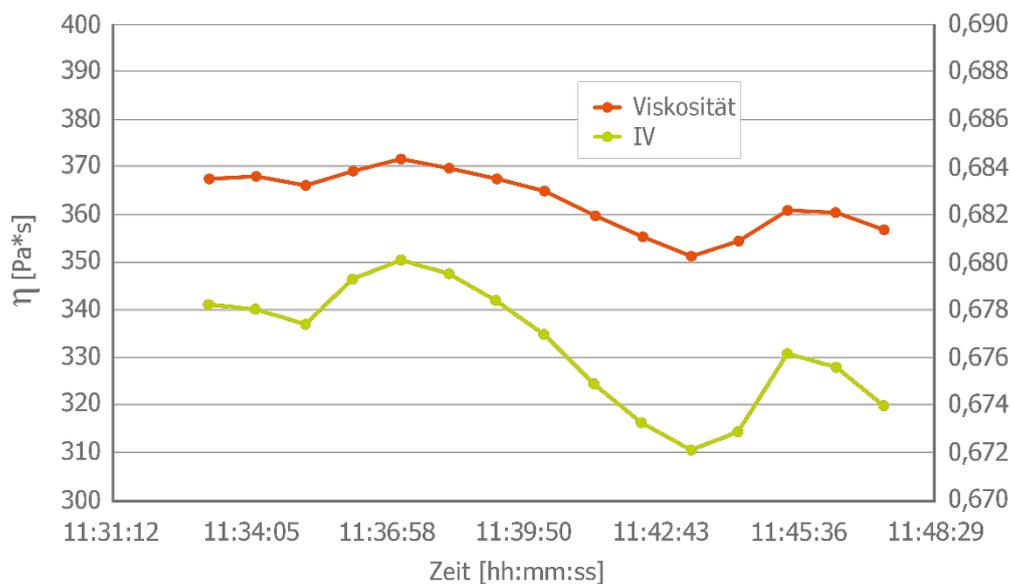


Abbildung 4: Bestimmung der Schmelze-Viskosität und des IV-Wertes im Prozess

Fazit

Die Online Bestimmung des IV-Wertes ermöglicht eine schnelle, einfach zu bedienende und effektive Chargenkontrolle sowie die Möglichkeit regelnd in den Herstellungsprozess und insbesondere das Recycling von PET einzugreifen.

THIS IS RHEOLOGY



GOETTFERT
THIS IS RHEOLOGY

GOETTFERT Inc.

Rock Hill, SC 29730
USA

☎ +1 803 324 3883

✉ info@goettfert.com

GÖTTFERT
THIS IS RHEOLOGY

**GÖTTFERT | Werkstoff-
Prüfmaschinen GmbH**

74722 Buchen

☎ +49 (0) 62 81 408-0

✉ info@goettfert.de

GÖTTFERT
CHINA LIMITED

GOETTFERT (China) Ltd.

Beijing 100027
CHINA

☎ +86 10 848 320 51

✉ info@goettfert-china.com