

Online Rheometer – Erhöhte Selektivität durch kontinuierliche Messung der Dehnviskosität

Einführung

Die Online Überwachung der rheologischen Eigenschaften in Polymerisations- und Pilotanlagen ist unerlässlich zur schnellen und effektiven Prozesskontrolle. Neben der reinen Polymerherstellung wird der auf bestimmte Werkstoffeigenschaften zugeschnittenen Kunststoff-Kompoundierung immer mehr Bedeutung zugeschrieben.

Bislang ist die häufigste Aufgabe der Kapillar-Online-Rheometrie die kontinuierliche Bestimmung der Melt Flow Rate bzw. Melt Volume Rate (MFR/MVR-Wertes) um Fertigungslots schneller auf die jeweilige Spezifikation einzustellen. Der MFR charakterisiert allerdings die Verarbeitbarkeit von polymeren Werkstoffen nur bedingt, so dass teilweise die Forderung entsteht, die Verarbeitbarkeit über die Überwachung anderer rheologischer Kennwerte wie z.B. Scher- und Dehnviskosität sicherzustellen. In folgendem wird die Messung von Scher- und Dehnviskosität mittels Online Rheometer dargestellt.

Aufbau zur Dehnviskositätsmessung mit Online Rheometer RTS

Das **RTS** ist ein Online-Kapillarrheometer mit zwei simultan messenden Kapillaren. Diese Anordnung ist ähnlich der Messanordnung des Twin-Die Kapillarrheometer für die Messung im Labor, die in Abbildung 1 dargestellt ist.

Die Messung mit dem Kapillarrheometer erfolgt mit einer langen und einer kurzen Kapillare. Der Druckverlust jeder Kapillare wird über der Düsenlänge aufgetragen und gegen Null extrapoliert (Bagley-Korrektur [1] zur Bestimmung des Einlaufdruckverlusts) und hinsichtlich der Form des Strömungsprofile über Rabinowitsch-Weissenberg [2] korrigiert. Über das Modell nach Cogswell [3] wird die Dehnviskosität aus dem Einlaufdruckverlust und der scheinbaren Schubspannung und Scherrate der langen Kapillare berechnet.

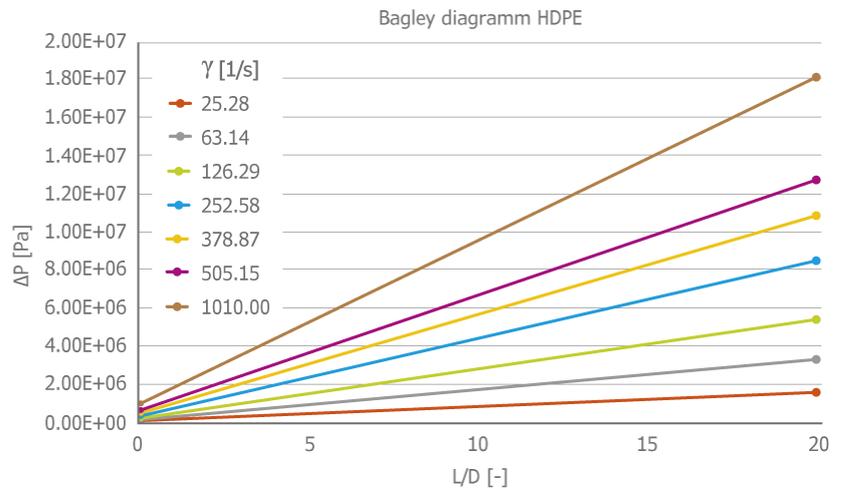
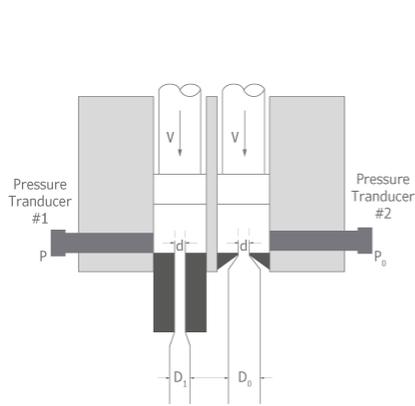


Abbildung 1: Twin Die Kapillarrheometer mit Bagley Korrektur

Abbildung 2 zeigt den prinzipiellen Aufbau im Online Kapillarrheometer RTS. Der Aufbau erfolgt ähnlich zum Kapillarrheometer im Labor über die Messung mit einer langen und einer kurzen Kapillare (Nulldüse). Der Druck wird im RTS jeweils vor und nach der Kapillare bestimmt. Anstelle der Stempel im Hochdruck Kapillarrheometer wird der Volumenstrom des zu prüfenden Materials über zwei Spinnpumpen bereitgestellt.

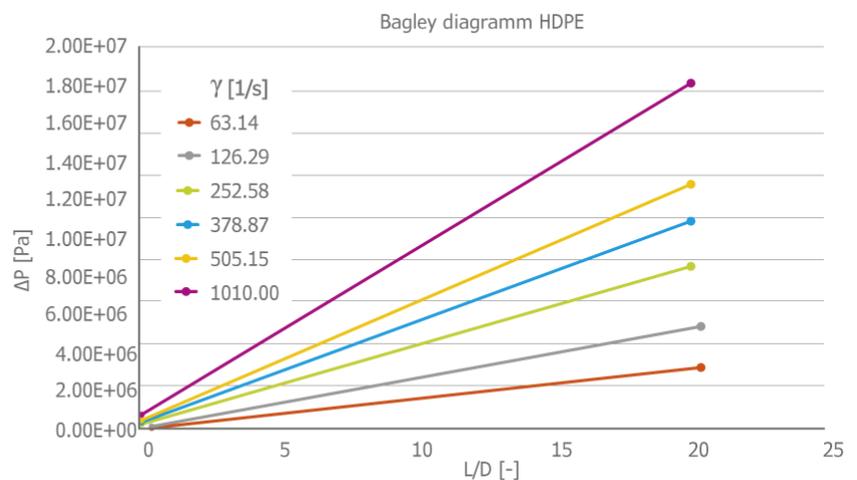
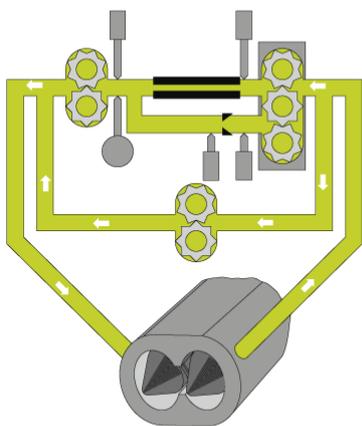


Abbildung 2: RTS mit langer und kurzer Kapillare und Bagley Korrektur

Der große Vorteil diese Anordnung mit langer Kapillare und Nulldüse im RTS ist, dass bestehende Bohrungen an vorhandenen Geräten genutzt werden können, um diese Prüfmethode nachzurüsten bzw. umzurüsten. Mit dieser beschriebenen Anordnung im RTS, die auch im MBR-TD möglich ist, eröffnet sich die einzigartige Möglichkeit neben der Messung der Scher- und Dehnviskosität alternierend auch den Schmelzindex (MFR/MVR) zu messen.

Vergleich von Online Messdaten zu Labormessungen

Zur Überprüfung der Anordnung dienen vergleichende Messungen mit Kapillarrheometer RG75 (Laborgerät) mit der Kapillaren Konfiguration 40/2 und 0/2 mm Länge/Durchmesser sowie dem RTS (Online-Gerät) mit der Kapillaren Konfiguration 60/2 und 0/2 mm. Die untersuchten Materialien sind zwei LDPE.

Die Untersuchung ist durchgeführt in einem mittleren Scherratenbereich von ca. 20-1000 1/s. Die Viskosität wird jeweils über Bagley (Einlaufdruckverlust) und Rabinowitsch Weissenberg korrigiert. Aus dem Einlaufdruckverlust, der aus der Bagley Korrektur ermittelt wird, und den scheinbaren rheologischen Daten lässt sich die Dehnviskosität und Dehngeschwindigkeit über das einfache Modell nach Cogswell berechnen. Die so ermittelte Dehnviskositätsfunktion liefert eine einfache Beschreibung der Visko-Elastischen Vorgänge in Querschnittsübergängen. Die Daten von Scherviskosität und Dehnviskosität lassen sich jeweils in einem Diagramm auftragen. Im Folgenden sind jeweils die Daten für 2 LDPE verglichen.

Die Kurven für 2 LDPE in Abbildung 4 bei 190 °C gemessen zeigen den charakteristischen Verlauf der Dehnverfestigung für die Dehnviskosität aufgrund der Polymerverzweigungen im Prüfmaterial. Beide Materialien weisen den gleichen MFR von 4 g/10 min auf, lassen sich also über die MFR Methode nicht unterscheiden. Auch im Verlauf der Viskositätsfunktion zeigt sich ein ähnlicher Verlauf mit nur relativ geringen Unterschieden. Die Dehnviskosität unterscheidet sich hingegen deutlich. Die Dehnviskosität bei Material 2 zeigt einen wesentlich bereiteren Verlauf der Dehnverfestigung mit auch höheren Werten.

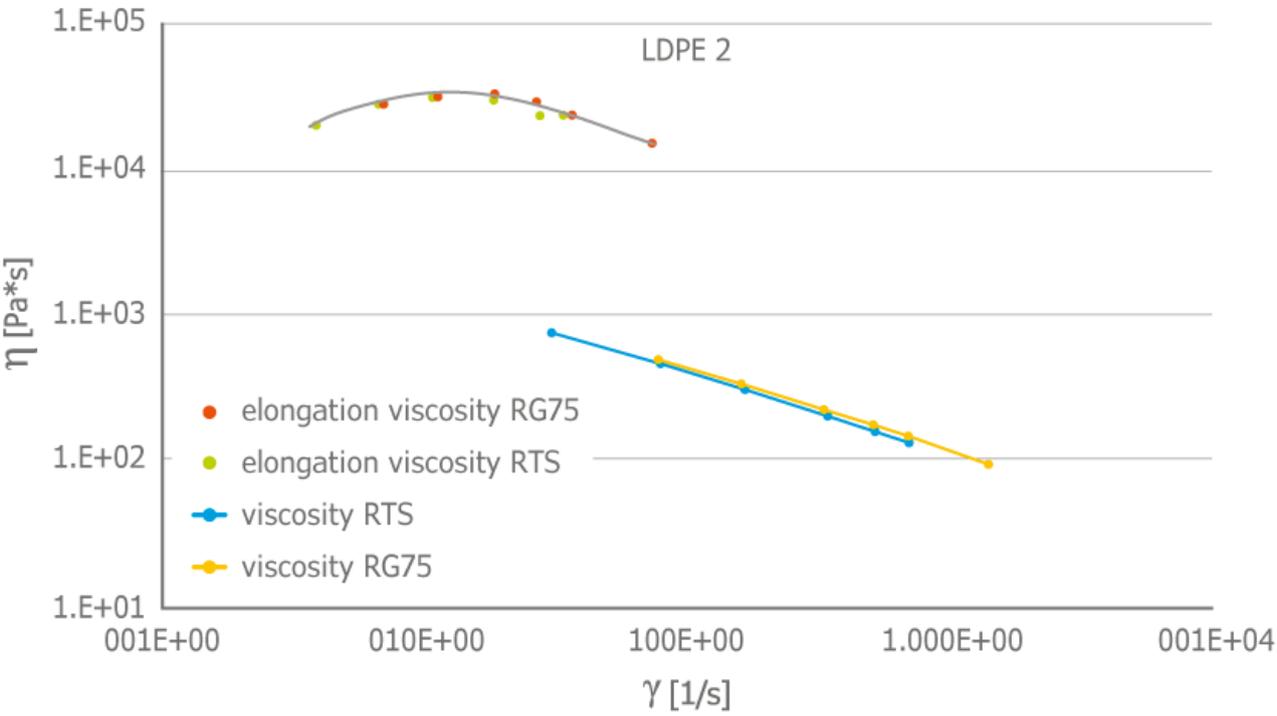
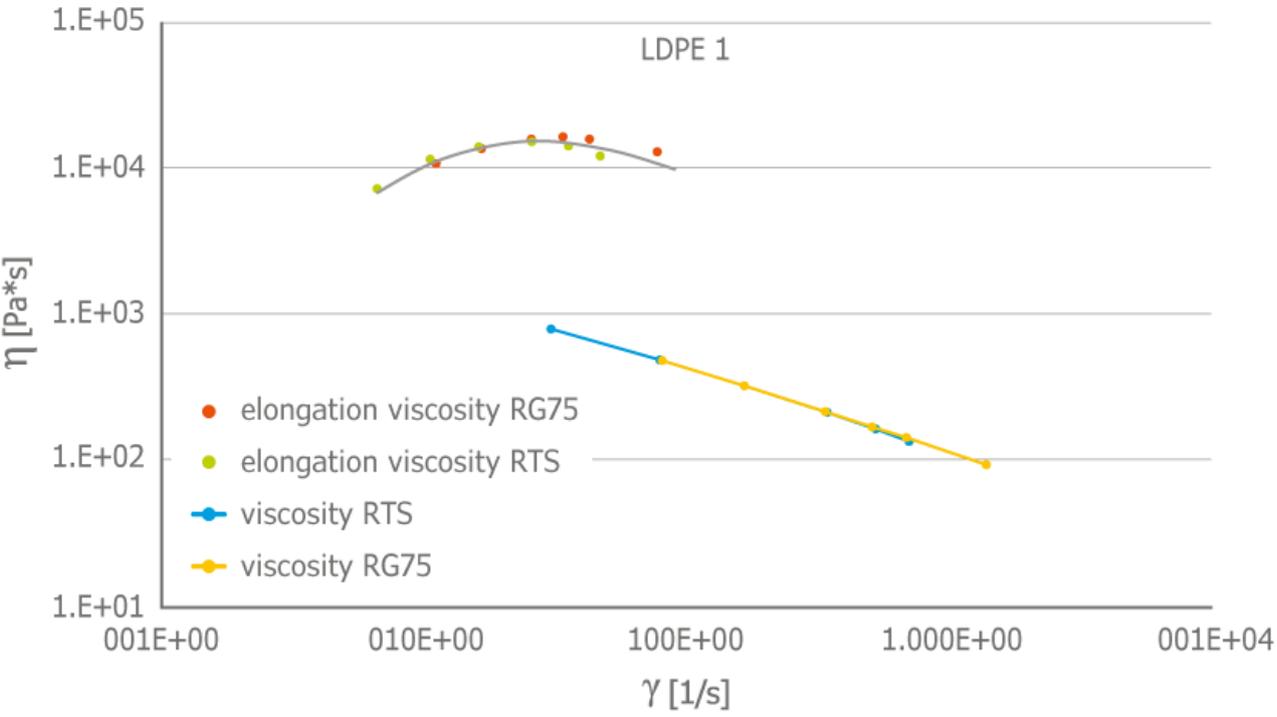


Abbildung 3: Vergleich von Scher- und Dehnviskosität zwischen Online- und Labor-Messung zweier LDPE

Die Analyse der Zahlen liefert nun ein noch deutlicheres Bild als die Grafik. Während die Selektivität beim Schmelzindex nicht gegeben ist zeigt die Dehnviskosität in Folge der unterschiedlichen Verzweigung einen sehr deutlichen Unterschied von über 60 %, wohingegen die Viskosität eine Bewertung in umgekehrter Reihenfolge gibt. Die Viskosität korreliert mit dem mittleren Molgewicht, was sich allerdings hier nur geringfügig unterscheidet.

Material	LDPE1	LDPE2
Schmelzindex [g/10 min]	4	4
Differenz [%]	-	0
Scher-Viskosität [Pas] at $\dot{\gamma}=1/s$	5611	5006
Differenz [%]	-	-10,8
Dehnviskosität Maximum [Pas]	18600	30500
Differenz [%]	-	+64 %

Tabelle 1: Vergleich der Selektivität von Schmelzindex, Viskosität und Dehnviskosität für 2 LDPE

Dieses Beispiel zeigt, dass über die Online-Bestimmung der Dehnviskosität eine deutliche Materialdifferenzierung bei unterschiedlicher Molekularverteilungsbreite oder Verzweigung möglich ist, die über die marktüblichen Methoden, wie zum Beispiel die Ermittlung des Schmelzindex nicht detektiert werden können.

Zusammenfassung

Die Bestimmung der Dehnviskositätsfunktion mit dem Online Rheometer RTS über die Nulldüse stellt eine sehr effektive Ergänzung dar, um den Messbereich und die Anwendung des Online Rheometers zu erweitern.

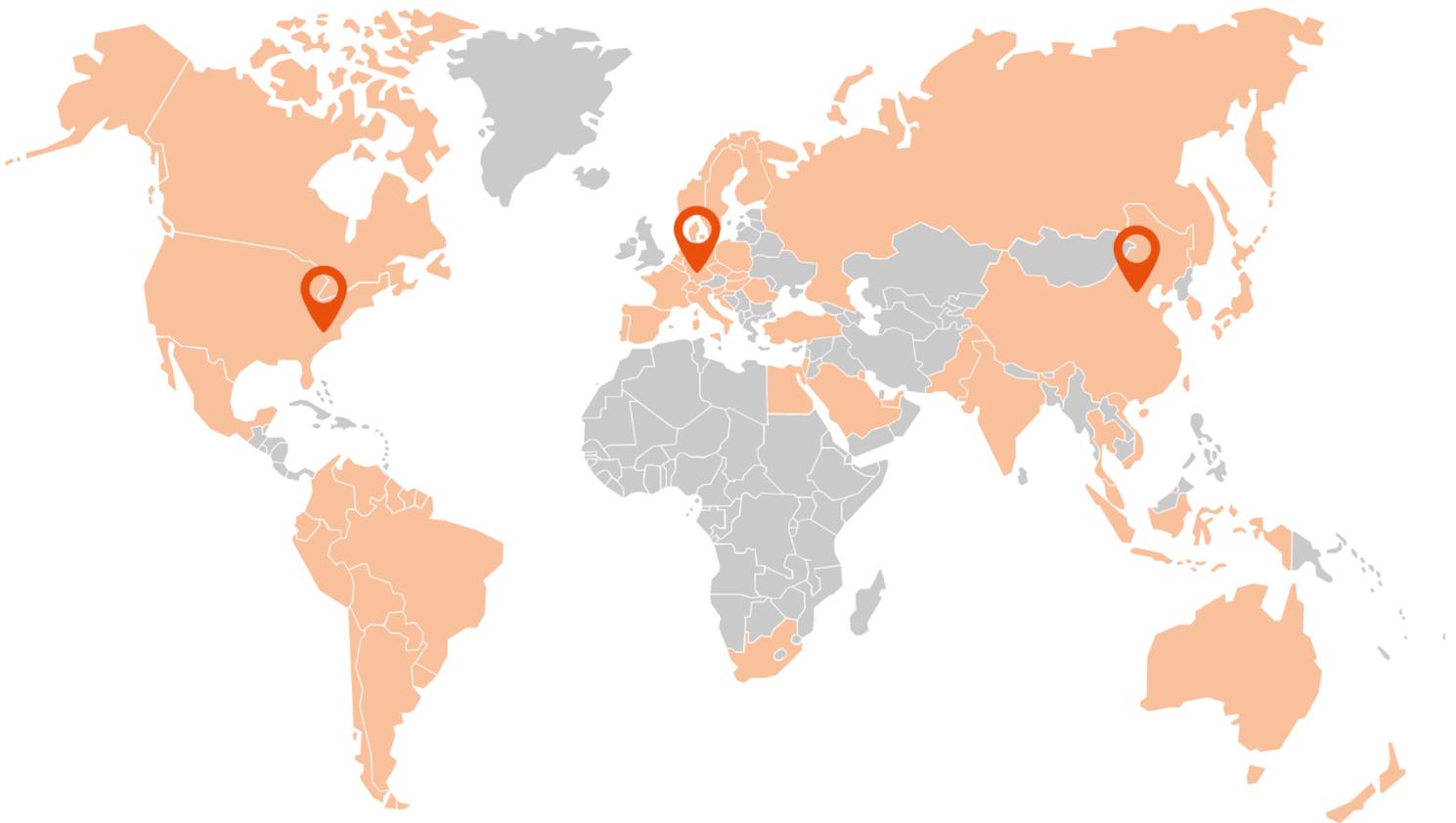
Anhand von Vergleichsversuch mit einem Hochdruckkapillarrheometer zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den im Labor und den Online ermittelten Daten.

Die Erweiterung hinsichtlich der Bestimmung der Dehnviskositätsfunktion liefert eine hohe Selektivität für unterschiedliche Materialstruktur wie Verzweigung und

Molmassenverteilungsbreite, die mit konventioneller Messanordnung nicht erreichbar ist.

Dieses Add-on liefert eine nur bei GÖTTFERT Online Rheometern mögliche Bestimmung von MVR/MFR, scheinbarer korrigierter Viskosität und Dehnviskosität in alternierende Fahrweise.

THIS IS RHEOLOGY



GOETTERT
THIS IS RHEOLOGY

GOETTERT 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

GOETTERT (China) Ltd.

Beijing 100027
CHINA

☎ +86 10 848 320 51

✉ info@goettfert-china.com