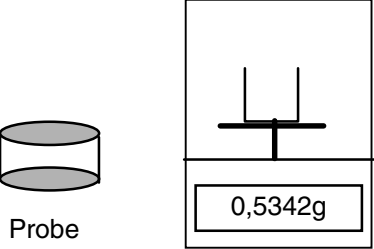


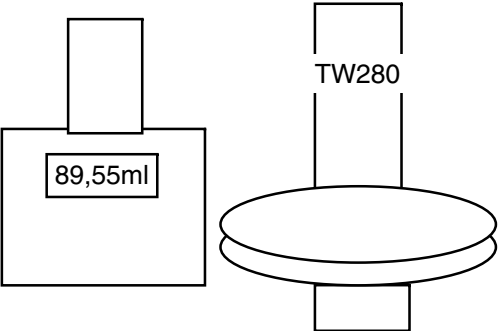
Bestimmen der Lösungsviskosität in der Kunststoffindustrie



Probe

0,5342g

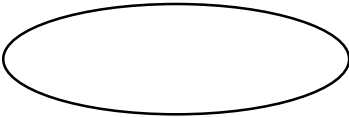
Einwiegen der Proben
Zeit: 0,5 - 1,5 min/Probe



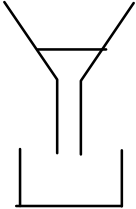
89,55ml

TW280


Lösemittel dosieren
Zeit: 1 - 3 min / Probe



Rührstation
Zeit: 0,5 - 15 h



Filtrierstation
Zeit: 0,1 - 5 min



Viskositätsmeßplatz
Zeit: 5-30 min / Probe

Ergebnisprotokoll

Probennamen
Einwaage
relative Viskosität

Gla

Bearbeitungsstationen der Probenvorbereitung mit Zeitbedarf

1 Einleitung

Die Bestimmung der Lösungsviskosität als Qualitätskriterium bei der Herstellung und Verarbeitung von Kunststoffen gewinnt im Zuge der ISO 9000-Zertifizierung immer mehr an Bedeutung.

Als Parameter werden die relative Viskosität, die spezifische Viskosität, die Viskositätszahl (oder die reduzierte Viskosität) und die Grenzviskositätszahl (oder der Staudinger-Index) herangezogen. Um die oben genannten Kenngrößen bestimmen zu können, muß das Polymer in gelöster Form vorliegen. Hierbei ist es für die Aussagekraft des Messergebnisses und der Vergleichbarkeit von Werten untereinander von entscheidender Bedeutung, daß die Konzentration der Proben möglichst genau eingehalten wird. Bei falschen Konzentrationen können keine Korrekturen vorgenommen werden.

2 Herstellung der Polymerlösungen

Für die Bestimmung der obengenannten Kenngrößen ist es erforderlich eine Polymerlösung mit einer bestimmten Konzentration herzustellen. Die Konzentrationen liegen in der Regel zwischen 0,1 g/100 ml und 7 g/100 ml bzw. 0,001 g/ml und 0,07 g/ml.

Nach dem klassischen Verfahren wird das Polymer möglichst genau eingewogen und in einem Meßkolben bis zur Marke mit dem Lösemittel aufgefüllt. Als Waage ist eine Analysenwaage mit 0,1mg Anzeigegenauigkeit zu verwenden. Um eine lange Zeit beim genauen Einwiegen zu ersparen, wird in den Normen für die Kunststoffprüfung ein Bereich angegeben innerhalb dessen Grenzen die Einwaage schwanken darf, ohne daß das Ergebnis von dieser Ungenauigkeit stark beeinflusst wird. Diese Vorgehensweise führt dazu, daß die Konzentrationen der Lösungen von der Sollkonzentration abweicht. Die gemessenen Viskositätswerte haben also prinzipiell einen systematischen Konzentrationsfehler. Wenn in der Probe Füllstoffe enthalten sind, die bei der Einwaage des Polymers nicht berücksichtigt werden, so erhöht sich unter Umständen der Fehler beträchtlich.

3 Geräte zur Herstellung von Polymerlösungen

Einen Ausweg aus diesem systematischen Fehler bietet die individuelle Berechnung der erforderlichen Lösemittelmenge für jede Polymerprobe. Mit Hilfe einer Kolbenbürette TITRONIC® T200 lassen sich die entsprechenden Lösemittelmengen automatisch berechnen und dosieren. Für den Einwaagebereich gilt hier: Untere Grenze ist das für die Viskositätsmessung erforderliche Mindestvolumen an Polymerlösung und die obere Grenze ist vom Maximalvolumen des Probengefäßes gegeben. Die Konzentration der nach diesem Verfahren hergestellten Lösung ist genau und reproduzierbar. Die Messwerte schwanken bei Mehrfachbestimmung gleicher Proben wesentlich geringer als nach der klassischen Methode hergestellten Lösungen. Für die Berechnung der Lösemittelmenge sind einige Angaben erforderlich. Diese Angaben werden von der Kolbenbürette abgefragt.

Wichtige Parameter sind z.B.:

Einwaage:	diese kann manuell oder automatisch (über eine Waage) eingegeben werden
Konzentration:	der Wert der Sollkonzentration
Einheit:	Einheit der Konzentration ist wählbar (g/l, mg/l, %, g/100 ml, ppm, i.E.)
Dichte	Dichte der entstehenden Lösung (bei Einheit "%" Dichte des Lösemittels)
Gehalt Feststoff:	nicht löslicher Feststoffgehalt
Gehalt Monomer:	Monomeranteil, der als Lösungsmittel behandelt wird

Diese Angaben dienen dazu, die Lösungsmittelmenge genau zu berechnen. Da die Einwaagedaten direkt zur Verfügung stehen, ist eine individuelle Berechnung gewährleistet.

4 Herstellung der Polymerlösung

Die Kunststoffprobe wird nach Norm vorbehandelt und dann eingewogen. Nach der Parametrierung der Kolbenburette TITRONIC® T200 wird automatisch, die für die gewählte Konzentration benötigte Lösemittelmenge berechnet und in die Probenflasche dosiert, in der bereits das Polymer eingewogen wurde. Die Verwendung der Sensorbox PV 15 verhindert das Dosieren der Burette ohne Probenflasche. Das Lösen der Probe kann auf vielfältige Weise geschehen, z.B. Stehenlassen, Schütteln, Rühren bei Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur. Genaue Angaben sind in den jeweiligen Stoffnormen zu finden.

Von Vorteil, z.B. bei Kunststoffproben, die als Film vorliegen, ist die Möglichkeit mit der Kolbenburette TITRONIC® T200 nur einen Teil des erforderlichen Lösemittelvolumens zu dosieren, die Probe zu lösen und anschließend den Rest der Lösemittelmenge aufzufüllen.

5 Teilautomatisierung bei der Herstellung von Kunststofflösungen

Die Herstellung der Lösungen läßt sich in mehreren Stufen teilautomatisieren:

Es besteht die Möglichkeit mehrere Proben hintereinander einzuwiegen, in einem Probenwechsler zu stellen und dann automatisch, die für jede Probe berechnete Lösemittelmenge, von der Kolbenburette TITRONIC® T200 dosieren zu lassen. Wenn es gewünscht wird, kann auf einem angeschlossenen Drucker ein vollständiges Protokoll ausgegeben werden. Auch bei Benutzung eines Probenwechslers besteht die Möglichkeit eine bestimmte Menge des Lösemittels erst nach Lösen der Probe zu dosieren.

Eine Anbindung an einen Rechner (PC) ist ebenfalls gewährleistet. Der Rechner (PC) kann, sowohl als Datensammler, als auch als Steuergerät für die Herstellung der Polymerlösungen dienen.

6 Erforderliche Geräte für die Probenvorbereitung mit einer Kolbenbürette TITRONIC® T200

Geräte	Einsatzgebiet
Kolbenbürette TITRONIC® T200 Tastatur TZ 2825	manuelle Eingabe aller Werte, einzelne Proben, manuelles Tauschen der Proben nach dem Dosieren
Kolbenbürette TITRONIC® T200 Tastatur TZ 2825 Waage	automatische Einwaage, einzelne Proben, manuelles Tauschen der Proben nach dem Dosieren
Kolbenbürette TITRONIC® T200 Probenwechsler TW 280 Tastatur TZ 2825 Waage	automatische Einwaage, größere Probenzahl, automatisches Wechseln der Proben durch Probenwechsler, paralleles Arbeiten durch gleichzeitiges Einwiegen der nächsten Probenserien
Kolbenbürette TITRONIC® T200 (auch mehrere) Waage Rechner (PC) mit VPC33	automatische Einwaage, Dokumentation online Proben mit verschiedenen Dosierprogrammen bearbeitbar, manuelle Wechseln der Proben, verschiedene Lösemittel gleichzeitig einsetzbar
Kolbenbürette TITRONIC® T200 (auch mehrere) Probenwechsler TW 280 (auch mehrere) Tastatur TZ 2825 Waage Rechner (PC) mit VPC33	automatische Einwaage Dokumentation online Proben mit verschiedenen Dosierprogrammen bearbeitbar automatisches Wechseln der Probengefäße

Zusätzlich kann bei Anwendungen ohne Probenwechsler TW 280 eine Sensorbox PV 15 verwendet werden. Die Sensorbox PV 15 verhindert, daß dosiert wird, wenn kein Probengefäß untergestellt wurde. Es wird die Benutzung einer Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,1 mg vorausgesetzt. Wenn die Waage über eine RS-232-C- Schnittstelle verfügt, so kann die Kolbenbürette TITRONIC® T200 direkt angeschlossen werden, und die Waagedaten intern automatisch verarbeiten.

7 Viskositätsmessung

Es gibt mehrere Möglichkeiten die Viskosität der Polymerlösung zu bestimmen:
Voraussetzung für das Gelingen einer Viskositätsbestimmung ist in jedem Fall die Verwendung eines genauen Thermostatenbades (Temperaturkonstanz mindestens $\pm 0,02$ K). Es ist von entscheidender Bedeutung, daß die Temperatur der Probe bei der Messung konstant und genau gehalten wird.

7.1 Manuelle Messung

Bei der manuellen Messung wird die Polymerlösung in ein geeignetes Viskosimeter gefüllt und dieses in ein durchsichtiges Thermostatenbad eingesetzt. Nach Einhalten einer Temperierzeit (ca. 5 bis 20 Minuten) wird die Lösung in die Kapillare des Viskosimeters bis über die obere Meßmarke hochgedrückt bzw. hochgesaugt. Mit einer Stoppuhr wird die Zeit bestimmt, die die Lösung benötigt, um von der oberen zur unteren Meßmarke zu gelangen. Die Messung wird mehrmals wiederholt und es wird aus den Ergebnissen der Mittelwert gebildet.

7.2 Automatische Messung mit manuellem Probenwechsel

Auch hier wird die Probe manuell in das Viskosimeter gefüllt und das Meßstativ in das Thermostatenbad gestellt. Die Lichtschranken des Meßstatives ersetzen sozusagen die Augen des Beobachters. Das Viskosimeter sowie das Stativ werden mit dem Meßgerät verbunden und anschließend die Messung am Meßgerät gestartet. Als Meßgerät kommen Viskositätsmeßgeräte der Serien AVS 300/400 zum Einsatz. Das Meßgerät steuert die Vortemperierzeit und die Bestimmung der Durchflußzeiten. Die Auswertung der Ergebnisse kann manuell durchgeführt, oder vom im Gerät integrierten Rechner (Viskositätsmeßgeräte AVS 410 und 450) bzw. von einem Rechner (PC) in Verbindung mit den Viskositätsmeßgeräten AVS 350, 360 übernommen werden.

7.3 Automatische Messung mit automatischem Probenwechsel

Müssen sehr viele ähnliche Proben gemessen werden, dann ist es empfehlenswert die Messungen automatisch durchzuführen. Mit dem Viskositätsmeßsystem VISCOSYSTEM AVS 500 werden die Proben von einem Probenteller in das Viskosimeter transferiert und die Durchflußzeit bestimmt. Das Viskosimeter wird nach Beenden der Messung automatisch entleert und mit der nächsten Probe gespült. Die Auswertung der gemessenen Zeiten und die Berechnung des Ergebnisses wird vom VISCOSYSTEM AVS 500 übernommen.

7.4 Auswertung der Ergebnisse

Die Auswertung der Messungen und die Angabe des Meßergebnisses ist in den Stoffnormen für die meisten Kunststoffe beschrieben. Es ist zu empfehlen die Hagenbach-Korrektion für kurze Durchflußzeiten (z.B. für das Lösemittel) und/oder kleine Kapillar-Durchmesser (z.B. Kapillare 0c, 0a, I) in jedem Fall zu berücksichtigen, um den Meßfehler zu verringern.

7.5 Gerätezusammenstellung für die Viskositätsmessung

Viskosimeter: DIN-Ubbelohde (Normal- und Mikro-Ausführung)
ASTM-Ubbelohde
Cannon-Fenske-Routine

Die Auswahl der Viskosimeter richtet sich nach der Anwendung, dem Viskositätsbereich der Proben und nach internen Richtlinien und Normen.

Die Verwendung von Mikro-Ubbelohde-Viskosimetern ist dann von Vorteil, wenn nur geringe Probenmengen zur Verfügung stehen (z.B. teure Proben) oder verwendet werden sollen (z.B. Entsorgung). Außerdem sind die nach Norm erlaubten Durchflußzeiten wesentlich kürzer. Bei Mikro-Ubbelohde-Viskosimetern muß allerdings auf absolute Staubfreiheit der Lösungen geachtet werden, da die Kapillardurchmesser bei diesen Viskosimetern wesentlich geringer sind, als bei vergleichbaren Normal-Ubbelohde-Viskosimetern.

Geräte:	Manuelle Messung:	Stoppuhr Thermostatenbad Viskosimetergestell Kapillar-Viskosimeter
	Automatische Messung: Manueller Probentransfer	Viskositätsmeßgeräte AVS 350 oder AVS 450 Meßstativ Thermostatenbad
	Vollautomat:	VISCOSYSTEM AVS 500 mit Probenteller Meßstativ Thermostatenbad

8 Anhang

8.1 Stoffnormen für die Prüfung von Kunststoffen

DIN 7744, Teil 2
DIN 7745, Teil 2
DIN 53 726
DIN 53 727
DIN 53 728, Teil 1
DIN 53 728, Teil 3
DIN 53 728, Teil 4
DIN 54 270, Teil 1 bis 4
ISO 1628, Teil 2 bis 6

8.2 Allgemeine Normen für Viskositätsmessung

DIN 51 562, Teil 1 bis 3
DIN 53 012
ISO 1628, Teil 1

Ihre Ansprechpartner bei Schott-Geräte GmbH sind:

Roland Glatzer Tel.: 06192 2091-63
Ottmar Hofbeck Tel.: 06192 2091-56
Dieter Wagner Tel.: 06192 2091-37

Schott-Geräte GmbH
Im Langgewann 5
D-65719 Hofheim a. Ts.
Postfach 1130
D-65701 Hofheim a. Ts.

Telefon (06192) 2091-0
Telex 4072115 sgh d
Telefax (06192) 8086

