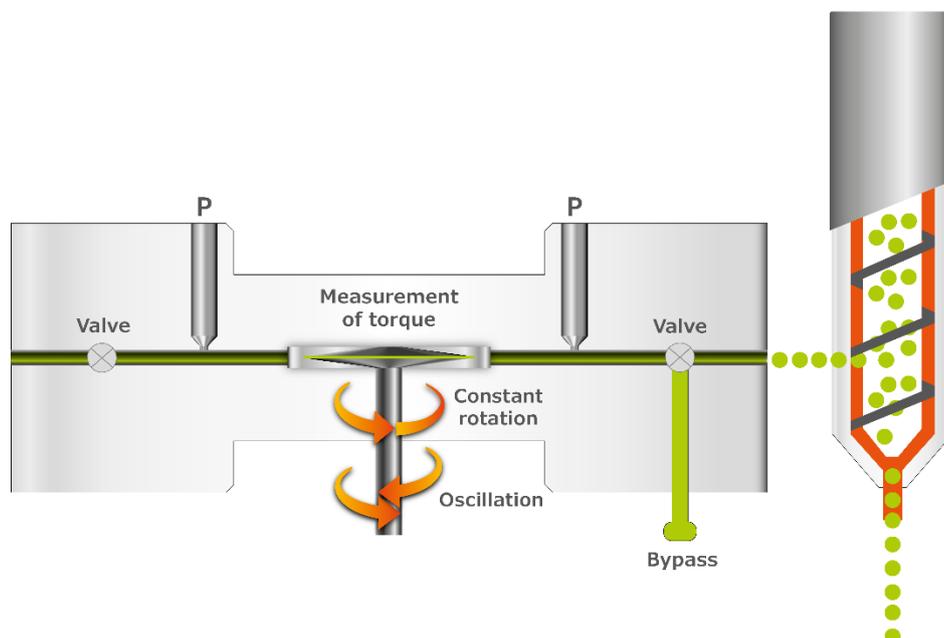


## Messung viskoelastischer Eigenschaften von Polymerschmelzen – kontinuierlich und online: Rotational Online-Rheometer (ROR)

Die rheologische Charakterisierung von Polymerschmelzen beruht im Wesentlichen auf zwei Haupt-Messmethoden zur Bestimmung sowohl der Polymerstruktur als auch des Fließverhaltens.

Rotationsrheometer (RR) mit Platten-/Platten- oder Kegel-/Plattengeometrien sind die Referenztechnik zur Bestimmung der Polymerstruktur. Insbesondere der dynamische Messmodus mit variierender Frequenz ist Voraussetzung, um das viskoelastische Verhalten von Polymerschmelzen zu erfassen. Da RR bei relativ niedrigen Frequenzen messen können, lassen sich auch feine Strukturänderungen nachweisen. Neben der Strukturcharakterisierung spielt auch die Messung des Fließverhaltens unter verarbeitungsnahen Bedingungen eine wichtige Rolle in der Polymer-Rheometrie. Die meisten polymerverarbeitenden Verfahren liegen jedoch außerhalb des Einsatzbereichs von RR, da deren Messungen auf Deformationsraten unterhalb von 100 Hz beschränkt sind. Kapillarrheometer (CR) werden daher häufig eingesetzt, um den Messbereich bei großen Deformationen unter prozessabhängigen Bedingungen zu ergänzen.

Da RR klassische Laborgeräte sind, die eine zeitaufwändige Probenvorbereitung und Handhabung erfordern, wurden aus CRs abgeleitete **Online-Prozess-Kapillarrheometer** entwickelt. Diese lassen sich sowohl in die Polymerisation als auch in nachgeschaltete Verarbeitungsprozesse integrieren und liefern Echtzeitdaten zur Viskositätsfunktion in einem großen Scherratenbereich. Der in CRs erzeugte Strömungszustand erlaubt jedoch im Gegensatz zu RR keine Messung viskoelastischer Eigenschaften.



**Das neu entwickelte ROR (Rotational Online Rheometer) kombiniert erstmals die Charakterisierung unter Verarbeitungsbedingungen mit der Messung des viskoelastischen Fließverhaltens – online und im kontinuierlichen Betrieb!**

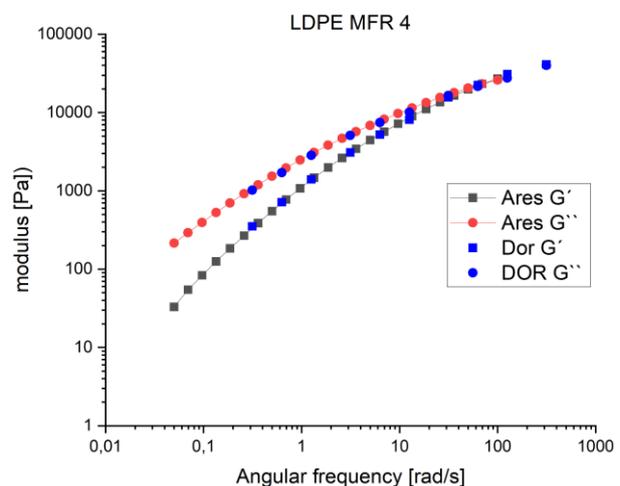
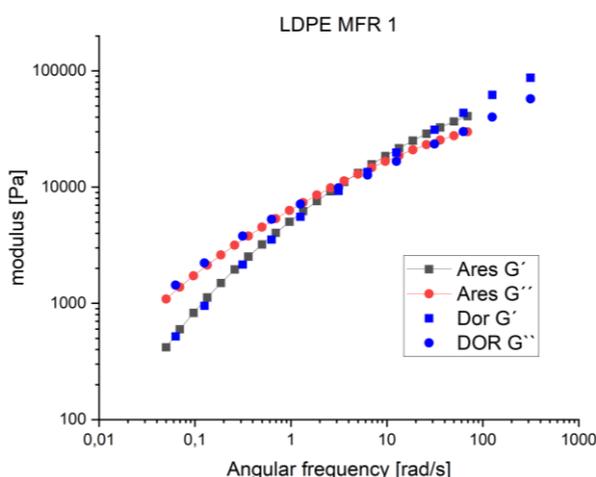
In der ersten Anwendung wird das ROR online über einen Laborextruder oder eine Zahnradpumpe beschickt.

### Oszillierende und transiente Scherung

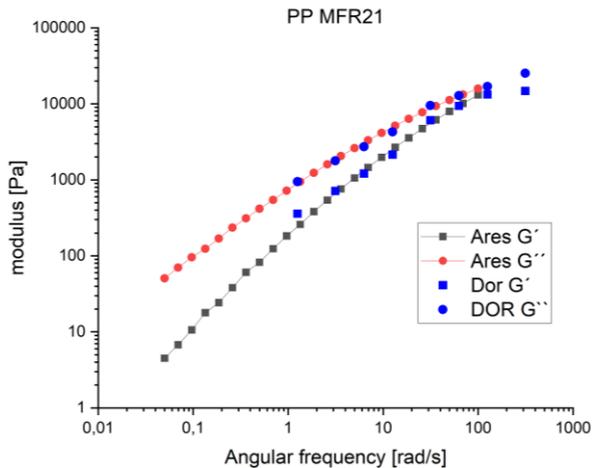
Das ROR bietet Frequenzsweeps im Bereich von 0,06–314 rad/s. Darüber hinaus erweitern transiente Sweeps zwischen 0,01–500 1/s die Möglichkeiten dieses erstmals verfügbaren dynamischen Online-Rheometers.

**Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den Daten des ROR und klassischen Rotationsrheometern bei verzweigten Polyolefinen!**

Erste Ergebnisse belegen die Zuverlässigkeit der ROR-Messungen im Vergleich zur Standard-RR-Technologie. Es wurden verschiedene Polyolefine mit linearer und verzweigter Struktur sowie mit hohem als auch niedrigem Schmelzindex untersucht.

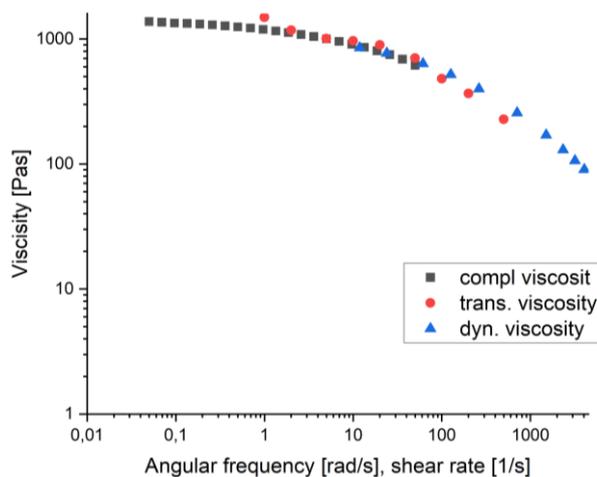


Die Abbildungen zeigen die entsprechenden  $G'$ - und  $G''$ -Funktionen für LDPE-Proben mit MFR 1 bzw. MFR 4 – sowohl für das ROR als auch für ein RR. Es ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung über einen weiten Frequenzbereich.



Die seitliche Abbildung beschreibt ein lineares PP mit MFR 21. Auch hier bestätigen die Daten die gute Übereinstimmung zwischen ROR- und RR-Messungen.

## Nachweis nach Cox-Merz-Beziehung



Zum Nachweis der Gültigkeit **Cox-Merz-Beziehung**, wurde die transiente Viskosität mit dem ROR bestimmt. Abbildung links zeigt Daten der transienten Viskosität des ROR, der komplexen Viskosität eines Rotations-Laborrheometers (oszillatorischer Modus) sowie der dynamischen Viskosität aus einem Kapillarrheometer (stationäre Deformation). Im untersuchten Bereich überlagern sich die Daten aller drei Geräte auf einer einheitlichen Masterkurve, was die Annahme der Gültigkeit der Cox-Mertz Beziehung für dieses Material bestätigt.

## Zusammenfassung

Das neue ROR ist ein industrietaugliches Prüfrheometer mit oszillatorischer Strömungsdeformation, das kontinuierlich und vollautomatisch in Verbindung mit einem Extruder betrieben wird. Ein wichtiges Einsatzgebiet ist die **Überwachung der Polymerproduktion** – insbesondere dann, wenn es erforderlich ist, viskoelastische Fließeigenschaften **direkt und online während der Polymerisation** zu erfassen.



**GÖTTFERT Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH**

Siemensstraße 2 • 74722 Buchen  
Tel: +49 (0) 6281 408-0 • info@goettfert.de



**GOETTERT Inc.**

Rock Hill, SC 29730, USA  
Tel: +1 803 324 3883 • info@goettfert.com



**GOETTERT (China) Ltd.**

Beijing 100027, CHINA  
Tel: +86 10 848 320 51 • info@goettfert-china.com