

Die Ermittlung der Grenzviskosität (Intrinsische Viskosität)

Einführung

Zur Charakterisierung des mittleren Molekulargewichts von Polyester (PET) und Polyamid (PA) basierten Kunststoffen wird vielfach die Lösungsviskosität, auch intrinsische- oder Grenzviskosität (SV oder IV) genannt, verwendet. Dieser Wert ist zeitintensiv zu bestimmen und die dabei anfallenden Lösungsmittel sind gesundheitsschädlich in der Handhabung sowie umständlich in der Entsorgung. Häufig ist der so gewonnene Wert auch mit großer Streubreite des Messergebnisses behaftet. Automatische Messapparaturen zur Bestimmung der Lösungsviskosität sind sehr aufwendig.

Im Gegensatz dazu ist der Schmelzindex oder auch die Schmelzeviskosität mittels Schmelzindex-Prüfgeräten sowie Labor- und Online-Kapillarrheometern leicht und schnell zu messen. Die Handhabung ist bedienerfreundlich und unkompliziert. Einzelheiten zu diesen Produktgruppen entnehmen Sie bitte unseren jeweiligen Produktbeschreibungen.

Die Ermittlung der Grenzviskosität und die Anzeige des IV-Wertes erfolgt in allen GÖTTFERT-Prüfgeräten automatisch oder nach Anwahl in der jeweiligen Software. Einzelheiten zur Bedienung entnehmen Sie den Technischen Dokumentationen / Betriebsanleitungen / Software-Programm-Dokumentationen des jeweiligen Prüfgerätes bzw. der Software.

Anwendung

Charakterisierung des mittleren Molekulargewichts

Berechnung der Grenzviskosität

Die Bestimmung der Grenzviskosität geschieht über eine Korrelationsbeziehung. Diese wird aus einmalig zu ermittelnden und für das Produktspektrum repräsentativen Datensatz von gemessenen Schmelzindexen oder Schmelzeviskositäten und gemessenen Grenzviskositäten (IV) bestimmt. Dieser Datensatz sollte für mindestens drei Wertepaare IV-Werte und Schmelzindex bzw. Schmelzeviskosität 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.

Folgende 2 Diagramme zeigen beispielhaft für PET sehr gute Korrelation zwischen Schmelzindex- und IV-Wert sowie Schmelzeviskosität und IV-Wert:

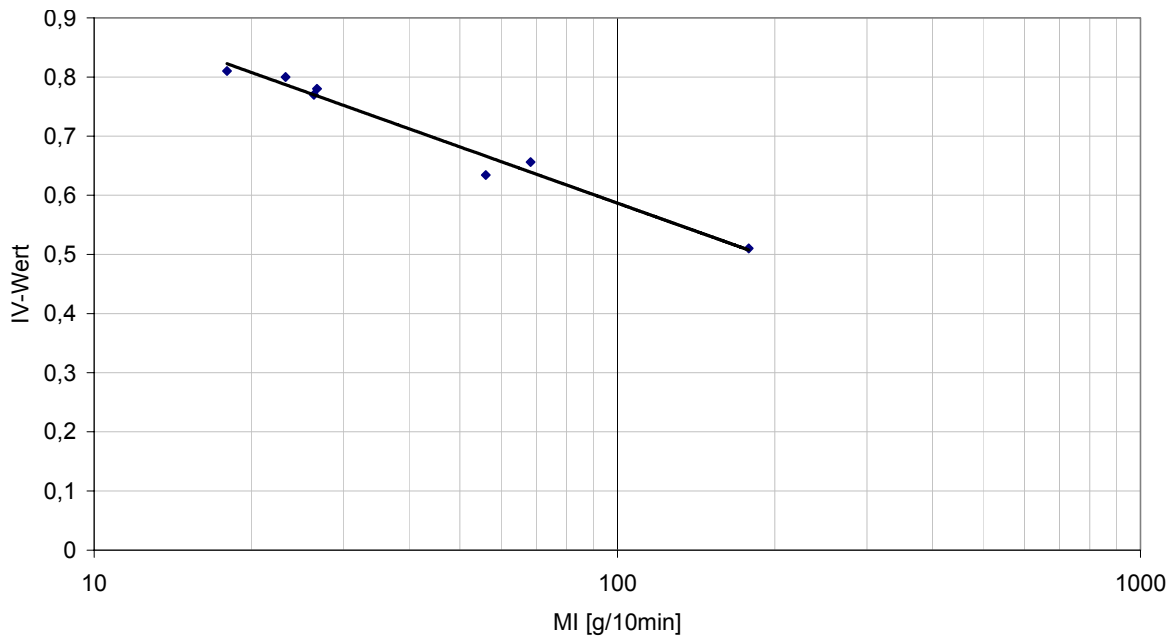


Diagramm 1: Korrelation zwischen Schmelzindex- und IV-Wert für PET

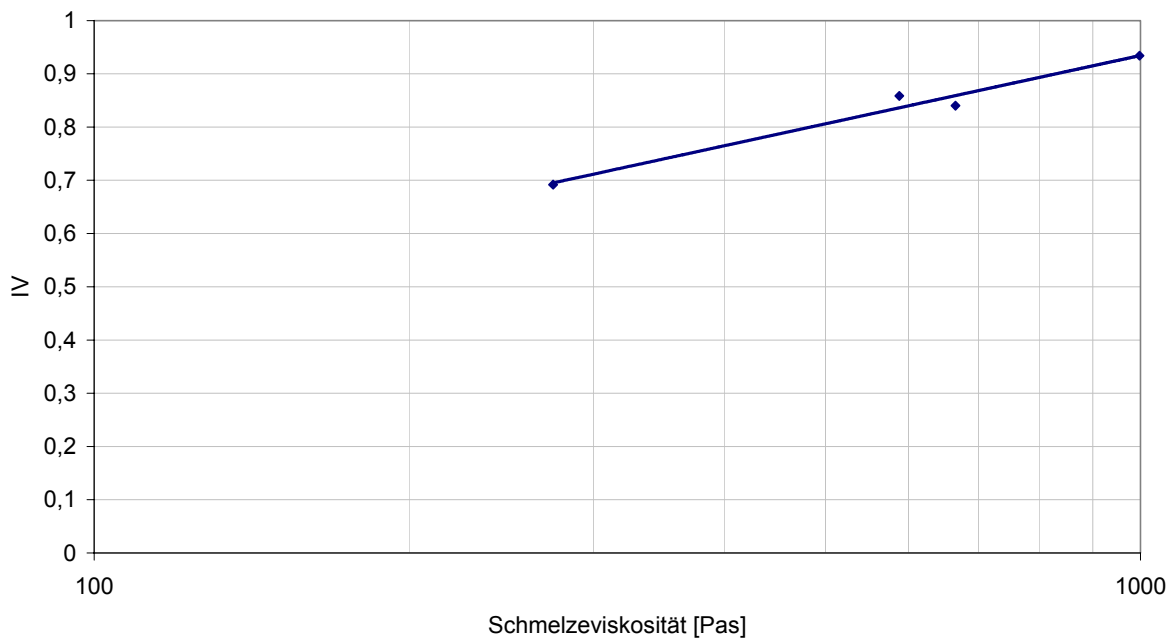


Diagramm 2: Korrelation zwischen Schmelzeviskosität und IV-Wert für PET

Für die Korrelationsbeziehung zwischen Grenzviskosität und Schmelzindex bzw. Schmelzviskosität gelten folgende Zusammenhänge, die letztlich die Temperaturabhängigkeiten des Schmelzindex bzw. der Schmelzviskosität beschreiben.

Über Mittelwert von MFR oder MVR wird die Grenzviskosität IV_{Rheo} wie folgt berechnet:

$$\text{Gleichung 1} \quad IV_{Rheo} = e^{\frac{2.30259}{5} \left(\log\left(\frac{1}{MI}\right) - \frac{2953}{TK} + 1.9508 \right)}$$

Bzw. mit der berechneten oder gemessenen Schmelzviskosität η
(hier ist es als Schmelzviskosität vorzugsweise die Null-Viskosität η_o zu verwenden;
zur Bestimmung der Nullviskosität können die Modelle wie Yasuda oder Carreau-Winter herangezogen werden. Diese sind u.a. in der Auswertesoftware „WinRheo II“ integriert):

$$\text{Gleichung 2} \quad IV_{Rheo} = e^{\frac{2.30259}{5} \left(\log(\eta) - \frac{2953}{TK} + 1.9508 \right)}$$

Dabei sind:

- TK = Prüftemperatur in °K
- A = Achsenabschnitt (Konstante)
- B = Steigung (Konstante)
- MI = Mittelwert von MFR oder MVR
- η = Viskosität

Daraus ergibt sich eine Korrelation zwischen gemessenen und berechneten Grenzviskositäten IV und IV_{Rheo} (siehe Diagramm 3). Diese Korrelationsbeziehung ist eine Geradengleichung mit 2 Konstanten A und B:

$$\text{Gleichung 3} \quad IV = A + B \cdot IV_{Rheo}$$

Die Konstanten A und B müssen zunächst ermittelt werden, damit die Berechnung im Folgenden ausgeführt werden kann. Die Konstanten gelten jeweils für ein Prüfgewicht bzw. eine Schergeschwindigkeit unter der Voraussetzung, dass immer die gleiche Prozedur zur Messung der Grenzviskosität durchgeführt wurde.

Sind die Konstanten einmal bestimmt, werden diese im Gerät bzw. in der Software eingegeben.

Die Berechnung von IV erfolgt dann nach der Messung.

Zunächst wird IV_{Rheo} mit dem gemessenen MI-Mittelwert oder mit der Schmelzeviskosität nach Gleichung 1 bzw. nach Gleichung 2 berechnet.

Danach wird IV aus berechnetem IV_{Rheo} und den eingegebenen Koeffizienten A und B nach Gleichung 3 ermittelt.

Aus dem Mittelwert der MI Messung oder aus der Viskosität wird pro Gewicht bzw. Schergeschwindigkeit ein IV-Wert berechnet.

Da der gemessene IV-Wert stark von dem Messverfahren und dem hierbei verwendeten Lösungsmittel abhängt empfehlen wir die Konstanten für das jeweilige Produktspektrum individuell neu zu bestimmen.

Bestimmung der Konstanten A und B

Zur Bestimmung der Konstanten A und B benötigt man mindestens drei Wertepaare von gemessenem Schmelzindex oder Schmelzviskosität und gemessener IV-Viskosität.

Folgendes Beispiel ist mit 7 Schmelzindex-Messungen durchgeführt worden, wodurch die Genauigkeit der Approximation gesteigert wird (s. Diagramm 1):

MI	IV (gemessen)
178,3	0,51
56,059	0,634
68,27	0,656
26,3	0,77
17,94	0,81
23,215	0,8
26,675	0,78

Der Wert IV_{Rheo} wird über die Gleichung 1 aus dem Schmelzindexwert bestimmt. Man erhält folgende Tabelle:

IV_{Rheo}	IV (gemessen)
0,074511649	0,51
0,093912972	0,634
0,090283552	0,656
0,109260616	0,77
0,117947945	0,81
0,112021422	0,8
0,108951674	0,78

Die Werte werden grafisch zur Bestimmung der Koeffizienten A und B aufgetragen, hierbei müssen die Punkte linear approximiert werden:

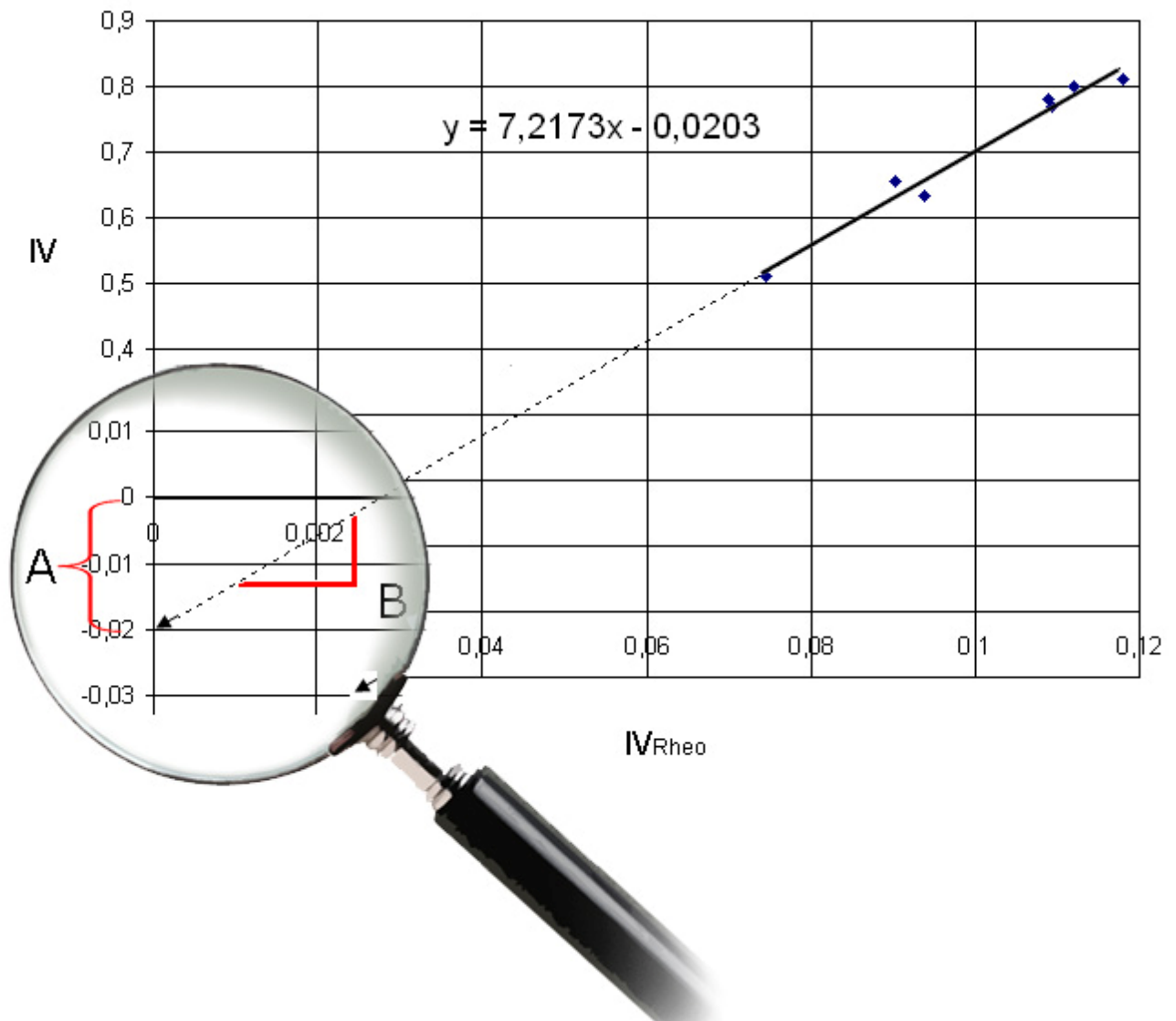


Diagramm 3: Korrelation zwischen den gemessenen (IV) und berechneten IV_{Rheo} Grenzviskositäten

Aus der Auftragung der Messpunkte und linearen Approximation ergeben sich die Konstanten A und B zu $A = -0,0203$ und $B = 7,2173$.

QUALITÄT KANN MAN NICHT ERPRÜFEN – MAN MUSS SIE HERSTELLEN...

THIS IS RHEOLOGY

GÖTTFERT
Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH
Siemensstraße 2
D-74722 Buchen
Germany
Tel: +49 (0) 62 81 408 - 0
Fax: +49 (0) 62 81 408 - 18
www.goettfert.de

GOETTERT Inc.
488 Lakeshore Parkway
Rock Hill, SC 29730
U.S.A.
Tel: +1 803 324 3883
Fax: +1 803 324 3993
www.goettfert.com

GOETTERT (China) Limited
2-1211 Xiaoyun Tower, No. 15 Xiaguangli
Chaoyang District
Beijing 100027
China
Tel: +86-10-84832051
Fax: +86-10-84832053
www.goettfert-china.com