

Lösungsviskosität von Polymeren komplett automatisiert

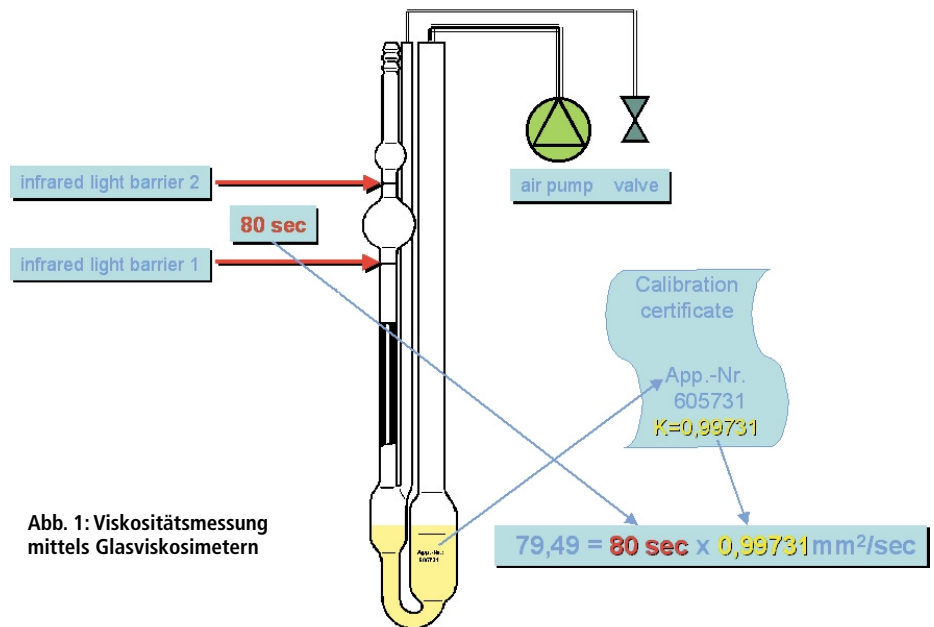


Wolf-Eberhard Heyer, Andreas Halbig,
Armin Hofmann

Obwohl für viele Thermoplaste die Messung der Lösungsviskosität mittels Kapillarviskosimetern ein unerlässliches analytisches Werkzeug ist, werden oft noch „vorsintflutliche“ Techniken eingesetzt. Dass man schon lange auf die Stoppuhr zur Messung der Durchflusszeiten verzichten kann, hat sich herumgesprochen. Bei modernen Systemen werden Probenbeschickung und automatische Reinigung vollautomatisch vom PC gesteuert. Darüber hinaus wird die weitgehende Einbindung der Probenvorbereitung und die Anbindung an LIMS-Systeme immer stärker gefordert. Besonderer Wert wird hierbei auf die konsequente Datensicherung, den Arbeitsschutz sowie die geringe Fehleranfälligkeit von Anwender und Technik gelegt.

Viskosität als Maß für die Molekulare Masse

In geeigneten Lösemitteln behalten die einzelnen Polymermoleküle ihre molekulare Struktur bei. Hinreichend verdünnt können sich die Einzelmoleküle in Form von Clustern in den Flüssigkeiten frei bewegen und führen zu einer Zunahme der Viskosität der Lösung. Wird die Viskosität der Lösung präzise gemessen und durch die Viskosität des reinen Lösemittels dividiert, so ergibt sich daraus die relative Viskosität. Bezieht man diese



wiederum auf die eingewogene Konzentration des Polymers, so hängt der auf unendliche Verdünnung extrapolierte Wert dieses Quotienten, die sogenannte intrinsische Viskosität, direkt mit der mittleren molekularen Masse der gelösten Polymere und damit deren Kettenlänge zusammen. Da Verarbeitungs- und

Gebrauchseigenschaften des Kunststoffes stark von der molekularen Struktur abhängen, kann die Qualität der Kunststoffe über die Lösungsviskosität auf einfache Weise überwacht bzw. optimiert werden. Die ermittelten Werte müssen sich in einem vorgegebenen Bereich bewegen und werden zur Charakterisie-



Abb. 2: Vollautomatisches Vier-Platz Messsystem mit automatischem Probengeber

Keywords

Viskosität, Polymere, Automatisierung, LIMS

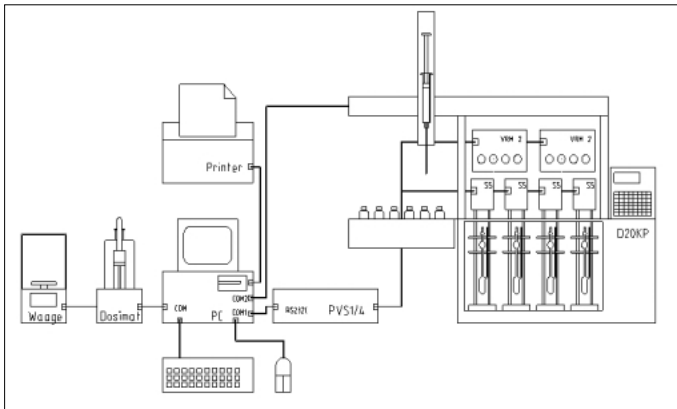


Abb. 3: Komponenten eines kompletten Viskositätsmessplatzes.
Den schematischen Ablauf der Kommunikation zeigt die Abb. 4.

rung der jeweiligen Produktionscharge in das Produktdatenblatt eingetragen. Sie dienen dem Verarbeiter und Endverbraucher zur Qualitätskontrolle der Rohstoffe bzw. der Zwischenprodukte.

Messtechnische Grundlagen der Kapillarviskosimeter

Viskositätsmessungen werden mit der höchsten Genauigkeit in Kapillarviskosimetern durchgeführt. Hierfür werden spezielle Glasviskosimeter, z.B. des Typs Ubbelohde, verwendet. Zur Messung lässt man die Probe über eine Kapillare mit bekannten Abmessungen unter Schwerkrafteinfluss abfließen und misst dabei die Zeit, die ein ebenfalls bekanntes Volumen dafür benötigt (Abb. 1). Aus der gemessenen Zeit wird die absolute, dichteunabhängige kinematische Viskosität berechnet. Bei modernen Systemen wird dazu nicht nur der Durchgang des Flüssigkeitsmeniskus mittels Lichtschranken automatisch bestimmt und die Durchflusszeit quazgenau gemessen, sondern auch der gesamte Prozess durch das Messgerät gesteuert.

Anwendungstechnische Probleme

Obwohl die Kapillarviskosimetrie prinzipiell als einfach durchzuführende Meßmethode anerkannt ist, gibt es gerade bei der Qualitätskontrolle von Polymeren häufig Vorbehalte gegen den praktischen Einsatz dieser Me-

thode. Hierfür werden folgenden Gründe angeführt:

Hoher Arbeitsaufwand

Die hohen Kosten qualifizierter Arbeitskräfte in Qualitätskontrolllabors erfordern deren effizienten Einsatz und somit die Reduzierung monotoner Routinearbeiten auf ein unumgängliches Minimum. Die Kapillarviskosimetrie war aber lange Zeit mit sehr viel Arbeit verbunden: So mussten sowohl die Proben per Hand eingewogen, gelöst und in die Viskosimeter eingebracht sowie die Durchlaufzeit mit Stoppuhr und Auge gemessen werden. Anschließend wurden die Kapillarviskosimeter ausgebaut und manuell gereinigt werden.

Kontakt mit aggressiven Chemikalien:

Zum Lösen der Proben sind nur wenige meist sehr aggressive organische Flüssigkeiten oder starke Säuren verwendbar, deren Verarbeitung das Vorhandensein entsprechender Kenntnisse sowie Labor- bzw. Entsorgungseinrichtungen voraussetzt. Mit diesen Flüssigkeiten muss nicht nur beim Lösen der Probe hantiert werden, sondern auch beim Filtrieren der Proben, beim Befüllen der Viskosimeter, besonders aber auch bei der nach jeder Messung notwendigen manuellen Spülung. Aus Gründen des Arbeitsschutzes sollte der Kontakt von Personen mit diesen Lösemitteln auf das notwendige Minimum beschränkt werden.

Eingabe- und Übertragungsfehler

Die gemessenen Durchflusszeiten müssen selbst bei halbautomatischen Systemen meist vom Anwender vom Display abgeschrieben werden, ehe aus diesen Rohdaten die eigentlichen Kenngrößen berechnet werden können. Hierzu muss die Polymerkonzentration vom Anwender aus der Einwaage und dem Lösemittelvolumen ermittelt und berücksichtigt werden. Bei automatischen PC-gesteuerten Systemen müssen diese Daten in das Messprogramm eingegeben werden. Naturgemäß ergeben sich hier leicht Schreib- oder Übergabefehler, die zu fehlerhaften Endresultaten und somit unbrauchbaren Messungen führen. Auch die Zuordnung zum verantwortlichen Nutzer ist häufig nicht ermittelbar. Außerdem verleiten diese immer komplexer werdenden Programme zu Manipulationen der zahlreichen internen Parameter mit vom Nutzer nicht voraussehbaren Folgen. Die genannten Nach-

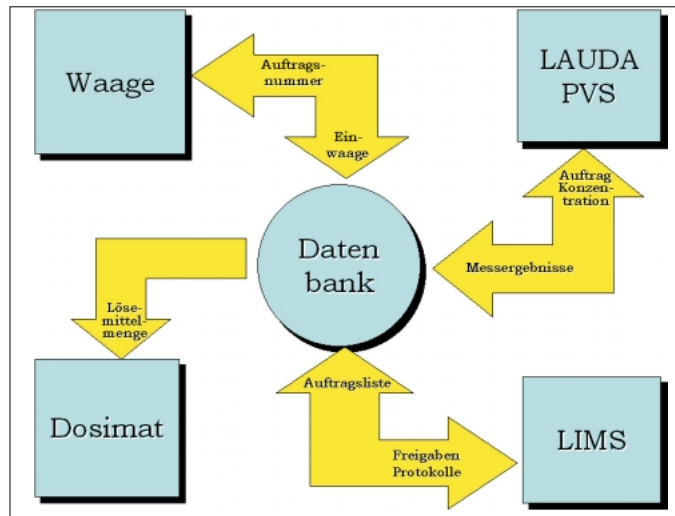


Abb. 4: Struktogramm der Kommunikationswege. Der Bildschirmausdruck in Abb. 5 zeigt am Beispiel der Messung von Polyethylen, wie die notwendigen Eingaben und Steuerimpulse am PC ausgelöst werden.

teile der Kapillarviskosimetrie sind mit dem Viskositätsmesssystem von Lauda schrittweise abgestellt worden.

Das Baukastensystem mit Anbindung der Probenvorbereitung

Aufgrund der konsequenten PC-Steuerung und Digitalisie-

rung der Messtechnik bietet das Prozessor Viskositätsmesssystem PVS von Lauda anwendungsbezogene Lösungen mit weitest gehenden Ausbaumöglichkeiten hinsichtlich Automatisierungsgrad und Auswertekomfort. Dies betrifft sowohl die mechanischen Komponenten als auch Softwaremodule für Spezialappli-

kationen. Beginnend mit kostengünstigen Ein-Platz Messsystemen mit automatischer Messwertfassung und -auswertung, wahlweise mit oder ohne automatische Reinigung, lässt sich das Messsystem auf bis zu acht parallel zu betreibende, zentral von einem PC gesteuerte Messplätze mit integrierter automatischer Reinigung ausbauen. Als Vier-Platz Variante lässt sich zusätzlich noch die Probenbeschickung mittels eines aufgesetzten Probengebers automatisieren (Abb. 2), wodurch täglich mehr als hundert Proben bei minimalem Arbeitsaufwand abgearbeitet werden können. Die Laborkraft wird hierbei soweit von Routinetätigkeiten freigestellt, dass zwischenzeitlich höherqualifizierte Tätigkeiten ausgeführt werden können. Dieses System vermeidet konsequent den Kontakt des Betreibers mit Lösemitteln beim Messen der Viskosität. Weder das Einfüllen der Proben noch die Reinigung der Kapillaren geschieht per

Hand. Nur das Lösen der Probe selbst, das Filtern der Probe sowie die Eingabe der Konzentration in das Messprogramm müssen weiterhin durch den Anwender durchgeführt werden. Damit auch diese Arbeitsschritte möglichst fehlerfrei von ungeschultem Personal ausgeführt werden können und dennoch viele der obengenannten Fehlermöglichkeiten und praktischen Probleme ausgeschaltet werden, werden neuerdings auch die zur Einwaage benötigten Laborwaagen sowie die zur Zugabe des Lösemittels notwendigen Dosimaten vom Messprogramm überwacht und gesteuert, so dass der Nutzer weder eigenen Berechnungen durchführen noch irgendwelche Einwaagen oder Konzentrationen dem Messprogramm mitteilen muss. In Zusammenarbeit mit Datenbanken, die aus dem LIMS verwaltet werden, wird das Bedienpersonal über die wenigen noch verbleibenden Handgriffe instruiert, die sich im wesentlichen auf das Einbringen von Proben, das Verschließen und Positionieren von Probengläsern an der Waage, dem Dosimaten und dem Vorlagegestell des Probengebers sowie dem Zuordnen per Drag & Drop der tatsächlich bereitgestellten Probe aus vorgegebenen Listen und dem Auslösen der Messung per Tastendruck beschränkt. Auch eine „Inline“-Filterung der Proben ist möglich. Somit entfallen die Eingabe von Probenbeschreibungen, Messparametern oder das Notieren von Messwerten sowie jegliche Berechnungen durch das Bedienpersonal. Dies erledigt das Programm selbst über die Kommunikation mit Waage, Dosimat und zentral verwalteter Datenbank.

Aufbau des Messvorgangs

Im folgenden Schemabild (Abb. 3) werden die Kommunikationswege zwischen den Systemmodulen des PVS und den externen Einheiten Waage, Dosimat, zentraler Datenbank und LIMS ver-

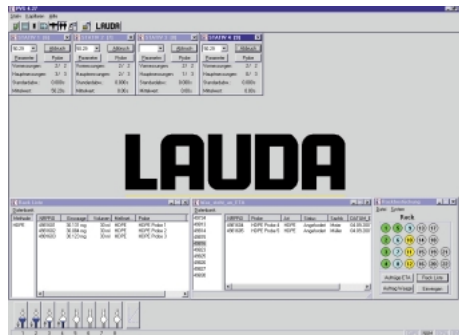


Abb. 5: Bildschirmausdruck am Steuerrechner während der Abarbeitung von HDPE-Proben

schaulich. Die anstehenden Aufträge werden aus der Datenbank (Abb. 4) auf den Steuercomputer des Messplatzes (Abb. 5) übertragen. Durch Ziehen mit der Maus werden die Aufträge an die Waage oder bei Bedarf an den Dosimaten weitergeleitet. Im Display der Waage erscheint dann die Bezeichnung der einzuwiegenden Probe, die auch auf der Verpackung der Probe vermerkt ist. Damit besteht die Möglichkeit zu kontrollieren, ob die richtige Probe verwendet wird. Das Ergebnis der Wägung wird durch Tastendruck an der Waage an den Steuerrechner zurückgegeben. Anschließend erfolgt die Dosierung des Lösemittels. Zu diesem Zweck wird entweder eine feste Lösemittelmenge vorgegeben oder die Lösemittelmenge vom Steuerrechner in Abhängigkeit von der Einwaage und der vorgegebenen Konzentration berechnet und an den Dosimaten ausgegeben. Die verwendete Waage und der eingesetzte Dosimat müssen allerdings mit einer Schnittstelle RS 232 und einem Display ausgerüstet sein. Nach dem Lösen der Probe, die wahlweise durch Schütteln oder Rühren erfolgen kann, wird in die Probeflasche ein „Inline“-Filter eingesetzt, durch den die Probe beim Befüllen der Kapillaren gezogen wird. Dieses Filter kann sowohl bei der Befüllung der Viskosimeter mit dem Probenroboter als auch bei manueller Zugabe verwendet werden.

Resümee

Das Lauda Viskositätsmesssystem PVS reduziert in Verbin-

dung mit kommunikationsfähigen Waagen und Dosimaten Bedienungstätigkeiten des Anwenders auf ein Minimum. Insbesondere bei der Messung von Lösungsviskositäten von Polymeren wird hierdurch Arbeits- und Fehlersicherheit extrem

erhöht. Aufgrund des baukastenartigen Aufbaus des Systems ist eine ständige Erweiterung der Geräte in Abhängigkeit von der zu bearbeitenden Probenanzahl jederzeit möglich. Besonders bewährt hat sich das System in der Produktionskontrolle und in der Zentralen Analytik von großen Polymerproduzenten.

Die Autoren

Dr.-Ing. Wolf-Eberhard Heyer
Studium des Maschinenbaus an der Technischen Universität in Dresden.

Tätigkeit im VEB Geräte- und Reglerwerk in Teltow sowie in der Akademie der Wissenschaften in Potsdam als Geräteentwickler und später als Abteilungsleiter Forschung und Entwicklung. Seit 1991 bei Lauda verantwortlich für die Entwicklung von Messgeräten für die Viskosimetrie und Tensiometrie.

Andreas Halbig

Ausbildung zum Informationselektroniker, seit 1987 Entwicklungsingenieur für Elektronik, Firmware und Anwender-Software in der Abteilung Messgeräte bei Lauda.

Dr. rer. nat. Armin Hofmann

Studium der Physik in Karlsruhe, danach wissenschaftlicher Mitarbeiter am Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart, seit 1989 Produktmanager für Tensiometer und Viskosimeter bei Lauda.

Lauda Dr. R. Wobser GmbH&Co.KG

Pfarrstraße 41-43
97922 Lauda-Königshofen
Fax 09343 / 503222
info@lauda.de
www.lauda.de