

## Produktinformation Verdünnungs-Viskosimetrie

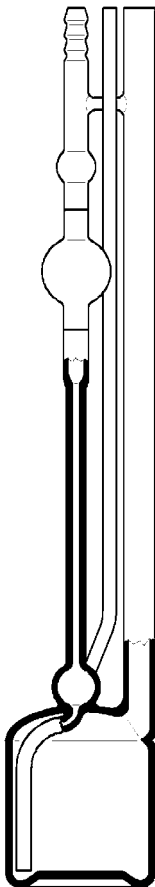
Zur Untersuchung von Kunststoffen wird in den Normen (z.B. DIN 53 727 und DIN 53 728 Blatt 1 bis 4) die konzentrationsbezogene relative Viskositätsänderung (VZ), auch Staudinger Funktion genannt, herangezogen. Hierbei wird als Bezugsgröße die Grenzviskositätszahl (GVZ oder intrinsic viscosity) angegeben.

Das Verfahren wird von J. Schurz [1] pp-33-37 beschrieben.

Man erhält eine lineare Abhängigkeit zwischen Konzentration „C“ und der reduzierten Viskosität. Wird nun die resultierende Gerade auf die Konzentration 0 graphisch extrapoliert, so erhält man die Grenzviskositätszahl GVZ  $[\eta]$ . Die Steigung der Geraden ist stoffspezifisch und hängt auch vom verwendeten Lösemittel ab.

J. Schurz erklärt [1] auch den Zusammenhang zwischen Grenzviskositätszahl und Molekulargewicht. Dies lässt nun den Schluss über den Molekulargewichtsmittelwert des geprüften Stoffes zu. In den Vorschriften zur Ermittlung der Viskositätszahl geht man davon aus, dass die Bestimmung der GVZ und der Steigung der Geraden als Grundlage für die Methode zumindest einmal im Versuch ermittelt wurde. Bei Einhaltung der Versuchsparameter kann mit einer Einpunktmessung auf das mittlere Molekulargewicht rückgeschlossen werden.

Das Verfahren zur Ermittlung der GVZ ist nun zum einen für die Einordnung von neuen Kunststoffentwicklungen notwendig und zum anderen aber auch zur Überprüfung der Einpunktmessung von Zeit zu Zeit empfehlenswert. Man stellt dabei sicher, dass die Verhältnisse bei der Ermittlung der Viskositätszahl den tatsächlichen Materialparametern entsprechen.



Bei der Vorbereitung einer solchen Versuchsreihe zeigt sich, dass der Arbeitsaufwand relativ hoch ist. Da im Anwendungsbereich der DIN noch kein Verdünnungviskosimeter als Norm existiert, hat SCHOTT bereits vor einigen Jahren ein solches Viskosimeter (siehe Bild 1; 531 00 – 531 20) entwickelt, um den erforderlichen Arbeitsaufwand für eine derartige Bestimmung zu vereinfachen.

Mit dem vorgestellten System werden in Ergänzung zur automatischen Viskositätsmessung Verdünnungsreihen an Polymerlösungen durchgeführt. Hierzu werden spezielle Ubbelohde-Viskosimeter (Bild 1) verschiedener Kapillargrößen eingesetzt, die bis zu 75 ml Messlösung aufgefüllt werden können.

Bild 1

Ein kompletter Messplatz setzt sich bei Verwendung der Bürette **Titronic Universal** z.B. aus folgenden Geräten und Zubehör zusammen:

- 1.) AVS 350/ AVS 360 – Viskositätsmessgerät mit RS-232-C-Schnittstelle
- 2.) AVS/SK-V – korrosionsfreies Messstativ mit optoelektronischer Abtastung
- 3.) 531 00 – 20 – Verdünnungs-Ubbelohde-Viskosimeter
- 4.) CT 53-M/ CT 54-M – Durchsicht-Thermostat mit integrierten Magnetrührern
- 5.) CK 300 – Durchflusskühler für Applikationen im Raumtemperaturbereich
- 6.) Titronic Universal – Bürette zur Lösemittel-Dosierung; längerer Dosierschlauch auf Anfrage
- 7.) TZ 3095 – Datenkabel zur Verbindung der Bürette mit dem AVS 350/ AVS 360
- 8.) VZ 5621 – Zusatz-Schlauchgarnitur (für AVS 360); für AVS 350 auf Anfrage
- 9.) VZ 7101 – 25°C-Kontroll-Thermometer mit 0,01°C-Teilung
- 10.) PC mit Drucker – zur Auswertung und Dokumentation der Messdaten
- 11.) TZ 1591 - Datenkabel zur Verbindung des Messgerätes mit dem PC
- 12.) VZ 5858 - UG-Verdünnungs-Software – zur optimalen Steuerung des gesamten Messvorganges

Das AVS 350/ 360 in Verbindung mit dem Messstativ AVS/SK-V und den Durchsicht-Thermostaten CT 53-M/ CT 54-M bilden die Basis eines Messplatzes, mit dem Einzelmessungen in nahezu beliebiger Wiederholung an Flüssigkeiten aller Art mit einer Viskosität  $> 1 \text{ mm}^2/\text{s}$  [früher cSt] gemessen werden können.

Während der Messung befindet sich das Verdünnungs-Viskosimeter im Messstativ. Das Viskosimeter ist pneumatisch, das Messstativ elektrisch mit dem Viskositätsmessgerät verbunden. Der Flüssigkeitsmeniskus wird in den Messebenen optoelektronisch per Lichtleiter erfasst. Die Signale werden zum Viskositätsmessgerät übertragen. Die Durchflusszeiten werden mittels Quarztimer (Auflösung = 0,01s) gemessen und ggf. an den PC zur Weiterbearbeitung gegeben. Messstativ und Viskosimeter befinden sich während der Messung im Durchsicht-Thermostat. Unter dem Viskosimeter, im Thermostaten eingebaut, ist ein Magnetrührer integriert, dessen Drehzahl stufenlos regelbar ist. Die extrem hohe Temperaturkonstanz der Thermostate ist auf die Belange der Viskositätsmessung ausgerichtet und gewährleistet bei einer Maximalabweichung von nur 0,01°C (bei Normaltemperatur und Gegenkühlung) reproduzierbare Messwerte.

### Messablauf

Nach Bestimmung der Durchflusszeit des reinen Lösemittels wird das Viskosimeter für Verdünnungsreihen mit min. 15 ml Messlösung gefüllt und in das Messstativ eingesetzt. Die Dosierspitze der ev. angeschlossenen Bürette wird in das Einfüllrohr des Viskosimeters eingeführt. Alle Teile der Büretten, die mit dem Lösemittel in Berührung kommen, wie Glaszylinder, Ventile und Schläuche sind resistent gegen nahezu alle Lösemittel.

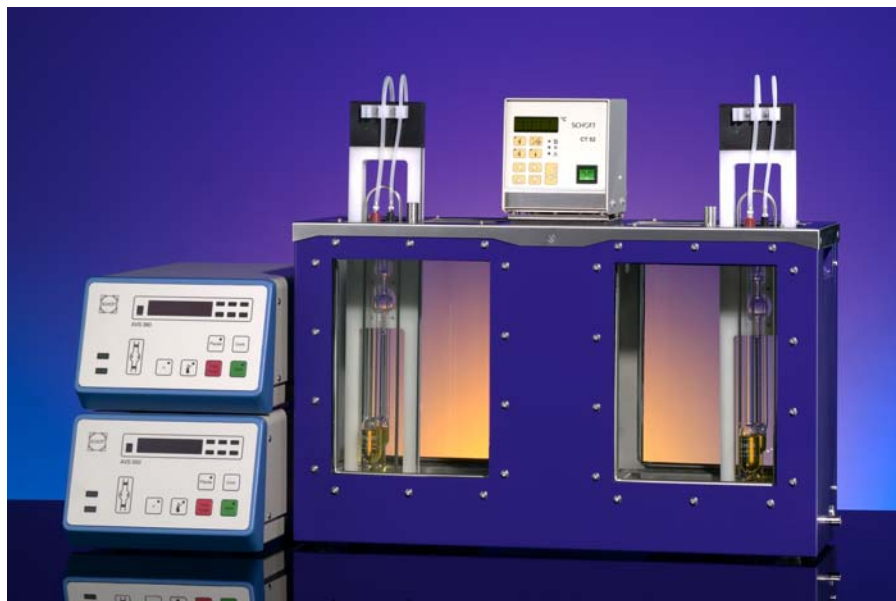


Bild 2 (CT 54)

Die Anzahl der Messungen sowie alle für die Versuchsreihe erforderlichen Parameter werden am Messgerät (für halbautomatische Verdünnungsreihen) oder (für vollautomatische Verdünnungsreihen) über den angeschlossenen PC eingestellt.  
Sehen Sie bitte hierzu Bild 3.

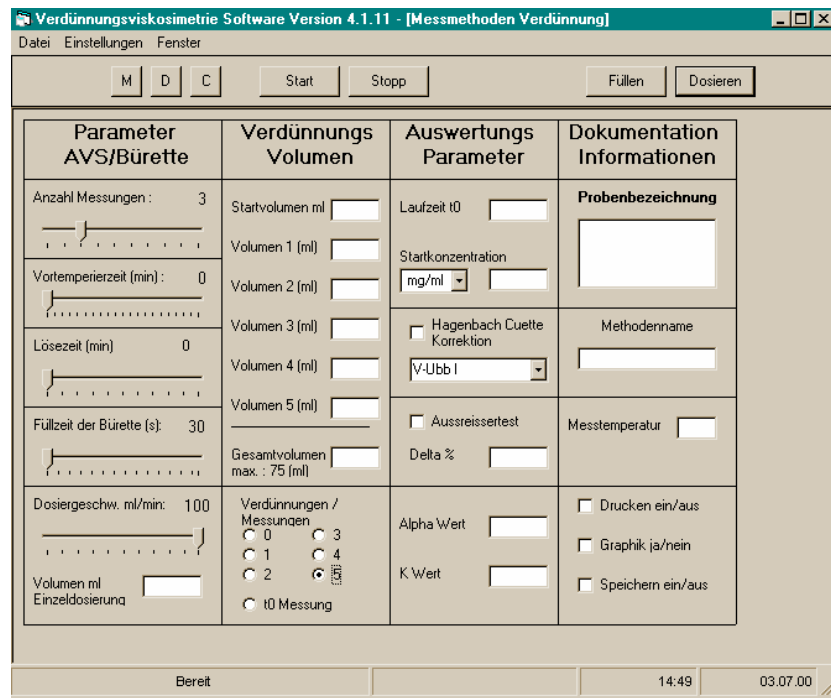


Bild 3

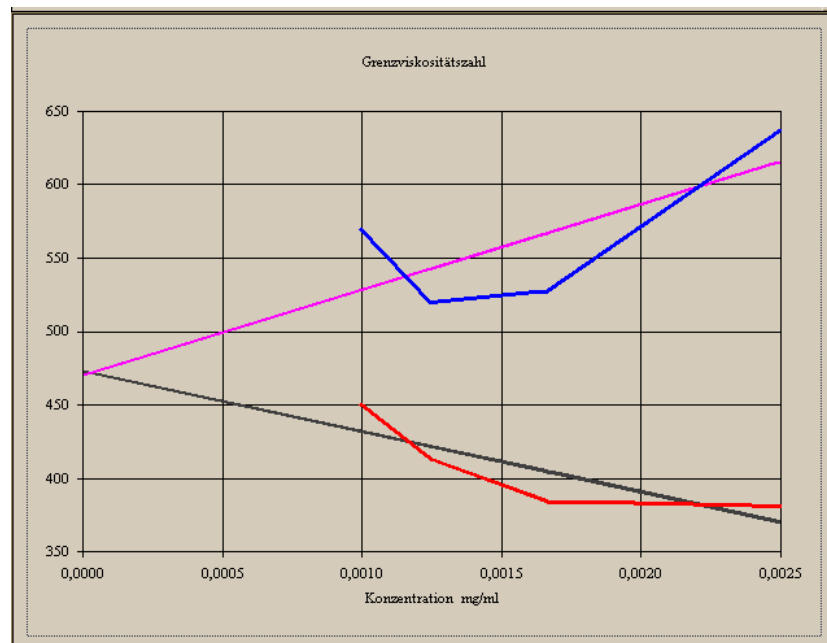


Bild 4

(Kurve für inherente und intrinsische Viskosität)

Die im Bild 4 dargestellte Grafik zeigt die Kurven der Messdaten (rot und blau), sowie die auf „0“ extrapolierten Geraden der intrinsischen Viskosität (violett) und der inherents Viskosität (schwarz).

Für vollautomatische Messreihen gilt:

Zunächst werden die Durchflusszeiten der Ausgangslösung gemessen. Nach Ablauf der programmierten Messungen erfolgt der erste Verdünnungsschritt. Das erforderliche Volumen wird von der Bürette in das Viskosimeter dosiert. Nach einer programmierten Temperierzeit werden die Durchflusszeiten der verdünnten Lösung automatisch gemessen. Die weiteren Verdünnungsschritte erfolgen in der bereits geschilderten Weise.

Eine intensive Durchmischung der Lösung im Viskosimeter wird durch den Magnetrührer während des gesamten Messablaufes einschließlich der Temperierzeit erreicht.

Die Durchflusszeiten der gesamten Verdünnungsreihe werden nun vom PC ausgewertet und gedruckt. Sehen Sie bitte hierzu Bild 4.

### **Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen**

Für die einzelnen Viskositätsbereiche innerhalb von 0,2 – 100 mm<sup>2</sup>/s [früher cSt] stehen entsprechende Ubbelohde-Viskosimeter (siehe Bild 1) für Verdünnungsreihen zur Verfügung. Sie haben ein vergrößertes Vorratsgefäß, sind aber in ihren Grundabmessungen und der erreichbaren Messgenauigkeit entsprechend DIN 51 562 und ISO/DIS 3105.

### **Automatische Steuerung und Auswertung**

Durch die RS-232-C-Schnittstellen werden das Messgerät, die Bürette und der PC miteinander verbunden. Die Datenübernahme, Auswertung und Diagrammausdruck (Bild 4) werden vom PC ausgeführt.

**Wichtige Hinweise:** Alle in dieser Produktinformation enthaltenen Angaben sind zum Zeitpunkt der Drucklegung gültige Daten. Es können jedoch von SCHOTT sowohl aus technischen und kaufmännischen Gründen, als auch aus der Notwendigkeit heraus, gesetzliche Bestimmungen der verschiedenen Länder zu berücksichtigen, Ergänzungen vorgenommen werden, ohne dass die beschriebenen Eigenschaften beeinflusst werden.

#### **SCHOTT Instruments GmbH**

Hattenbergstr. 10, D-55122 Mainz

O. Hofbeck, Viskosimetrie

Juli 2000

Schrifttum: [1] Josef Schurz, Viskositätsmessung an Hochpolymeren 1972, Berliner Union Kohlhammer  
Referat D. Wagner und P. Höllbacher 1981, SCHOTT Geräte GmbH  
DIN 51 562, DIN 53 726, DIN 53 727, DIN 53 728 (Blatt 1 bis 4)