

LABOR - TEST - BERICHT

Datum: Dezember 2004
Einsatzgebiet: Chemische Industrie / Polymerchemie
Stoffsystem: **Polymer – Dispersionen**
Durchführung der Dr. Dinger
Messung / Ort: Labor MAT

Schallgeschwindigkeits-, Viskositäts- und Leitfähigkeitsmessungen an Polymer - Dispersionen

1. Aufgabenstellung

Generelle Zielstellung seitens des Kunden ist es, Parameter zur Beurteilung der Verarbeitbarkeit von Latexmischungen im Prozess zu finden. Diese existieren bisher noch nicht.

Deshalb wurden im ersten Schritt orientierende Messungen im Labor MAT durchgeführt, um herauszufinden, welche physikalischen Meßverfahren überhaupt relevante Informationen liefern. Aus den Erfahrungen bei MAT und den dort verfügbaren Meßverfahren kommen folgende Meßverfahren in Betracht:

- **Schallgeschwindigkeitsmessung**
- **Viskositätsmessung**
- **Leitfähigkeitsmessung**

Diese Meßverfahren wurden auch eingesetzt. Das Problem der Auswertung ist, dass keine Vergleichswerte zur Charakterisierung der drei übergebenen Proben bei MAT vorliegen. Normalerweise sind diese in der Phase der Entscheidungsfindung verfügbar. Durch den Vergleich Messwerte – Parallelanalysenwerte ist eine Entscheidung über die Eignung des jeweiligen Meßverfahrens mit einer ungefähren Aussage über erreichbare Genauigkeiten bei der Zielgröße zu treffen.

2. Eingesetzte Meßtechnik

Für die Schallmessungen wurde das Meßsystem LiquiSonic der Fa. SensoTech Magdeburg (nur Controller) und für die Viskositätsmessungen das neue Quarz – Viskosimeter QVis der Fa. Flucon Clausthal – Zellerfeld eingesetzt. Für die Messung der Leitfähigkeit wurde das Labor – Meßsystem PORTAMESS der Fa. Knick Berlin mit einem konduktiven Sensor genutzt.

Die Gesamtanordnung sowie die Meßsysteme zeigen die Abbildungen 1 bis 4.



Abbildung 1 Meßplatz mit Schallgeschwindigkeits, Viskositäts- und Leitfähigkeitsmessung



Abbildung 2 Sensoren in der Meßzelle



Abbildung 3 Viskositäts - Sensor

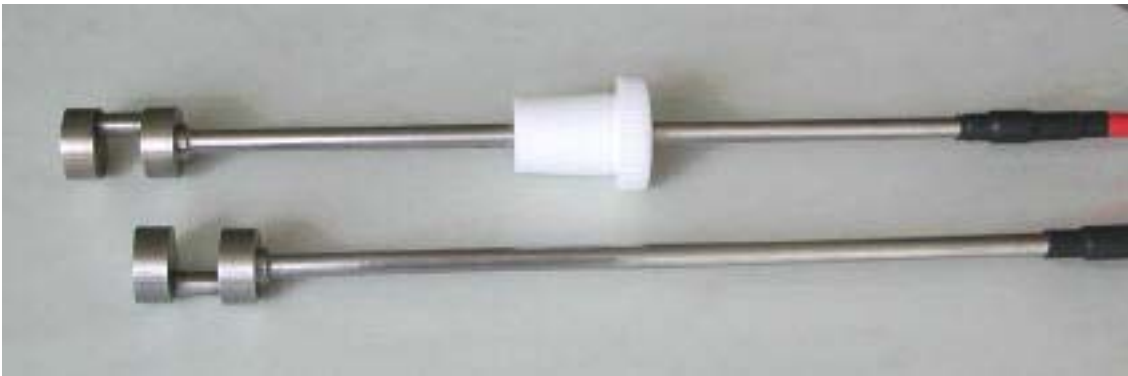


Abbildung 4 Ultraschall – Laborsensoren LT 25 – 15 der Fa. MAT

Für die Aufzeichnung und Darstellung der Daten wurde die Software MAT WinControl 2 S mit Interface ALMEMO (Viskositätsmessung) eingesetzt. Die Speicherung der Leitfähigkeitsdaten erfolgte mit der geräteeigenen Software PARALY. Der Meßpunktastand betrug 5 Sekunden. Das ist die minimal mögliche Speicherrate.

3. Messergebnisse

Die drei übergebenen Proben 10035, 10036 und 10037 wurden alle unter den gleichen Bedingungen gemessen. Mit einem programmierbaren Thermostaten wurde eine Kühlrampe von 31°C auf 16°C mit einer konstanten Kühlrate von 7,5 K/h gefahren.

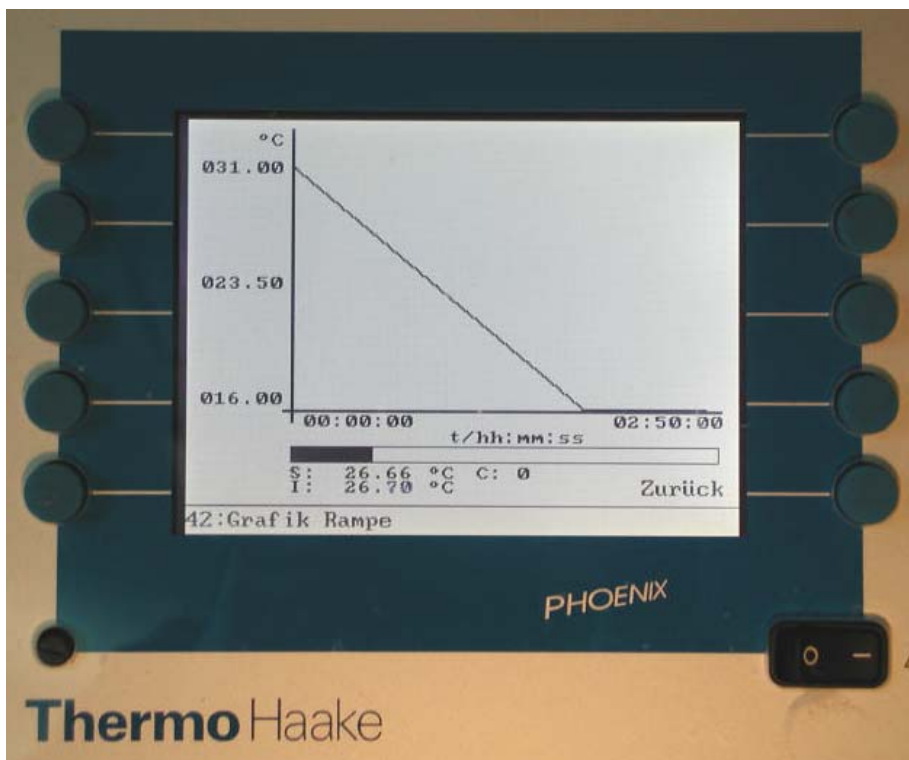
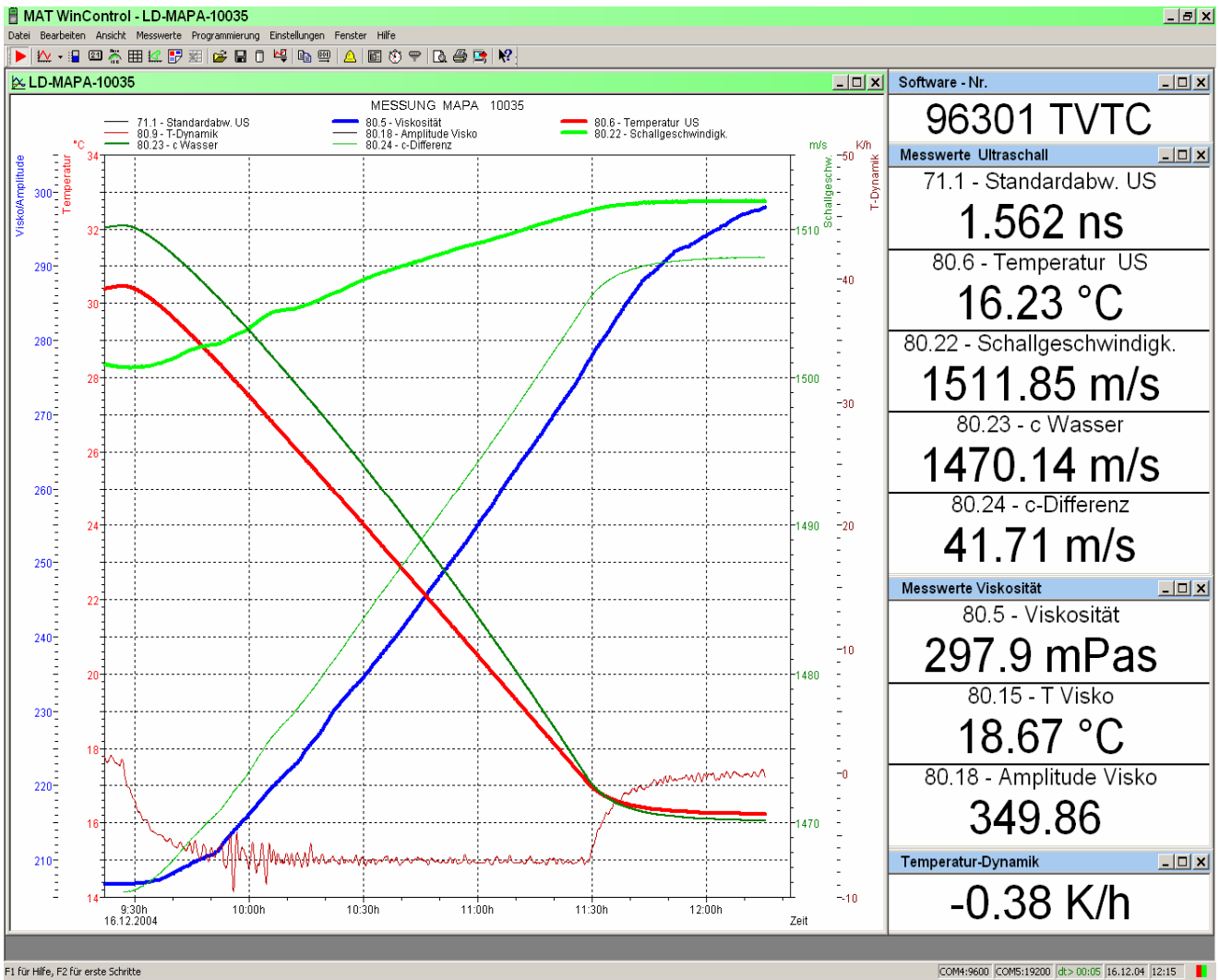


Abbildung 5 Kühlrampe

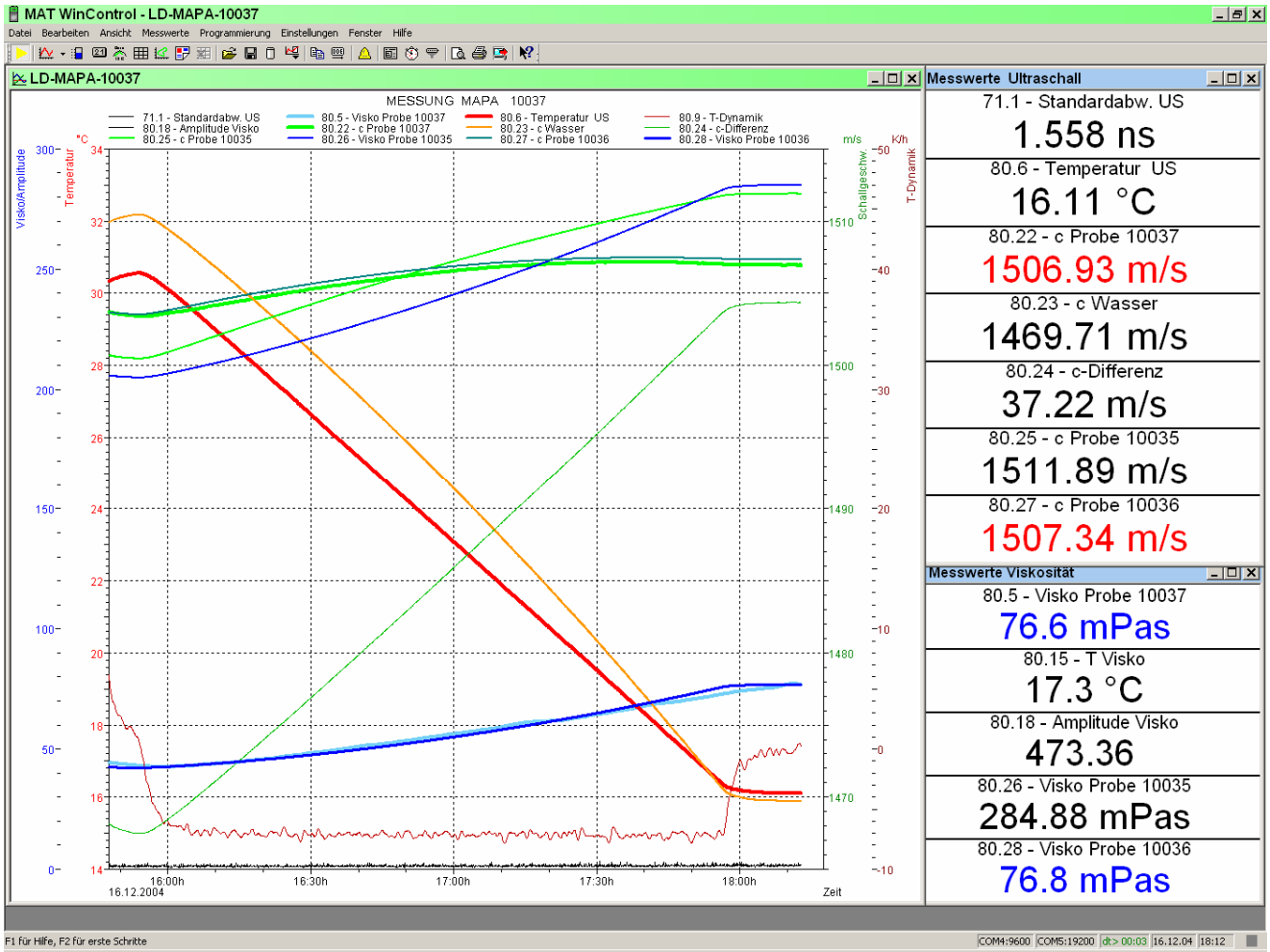
Im ersten Schritt wurde die Probe 10035 gemessen. Die Messergebnisse Schallgeschwindigkeit und Viskosität zeigt Grafik 1:



Grafik 1 Messung der Probe 10035

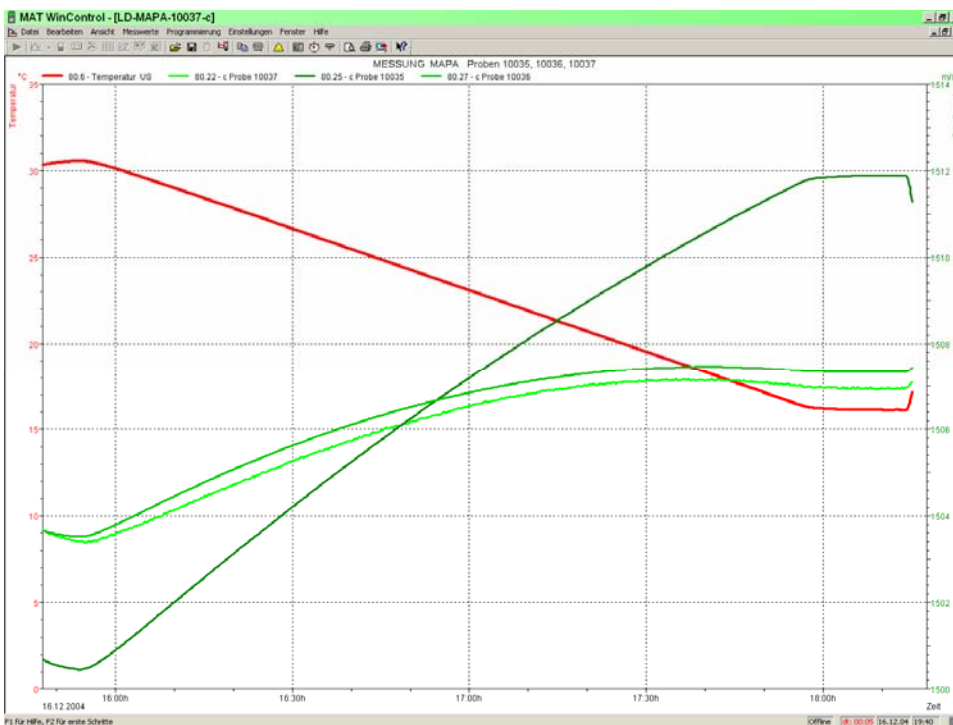
Die Temperaturabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit und der Viskosität wurde ermittelt und der Algorithmus wurde in die Software eingegeben. Gleichmaßen wurde mit der Probe 10036 verfahren. Bei der dritten Messung sind damit die Schallgeschwindigkeit und die Leitfähigkeit der Proben 10035 und 10036 mit angegeben. Das Messergebnis zeigt die Grafik 2.

Die Schallgeschwindigkeit der beiden Proben 10036 und 10037 am Ende der Messung ist **rot** gekennzeichnet. Die Viskosität der beiden Proben 10036 und 10037 am Ende der Messung ist **blau** gekennzeichnet.

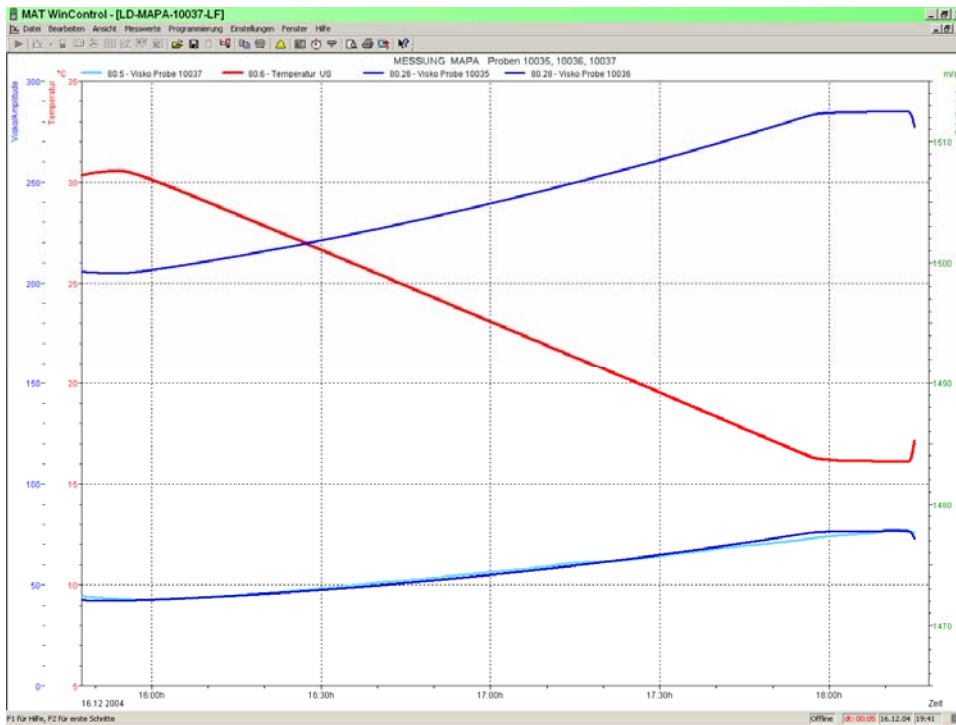


Grafik 2 Messung der Probe 10037 mit Anzeige der Proben 10035 und 10036

Die gesonderte Auswertung der Schallgeschwindigkeit und der Viskosität zeigen die Grafiken 3 und 4 :

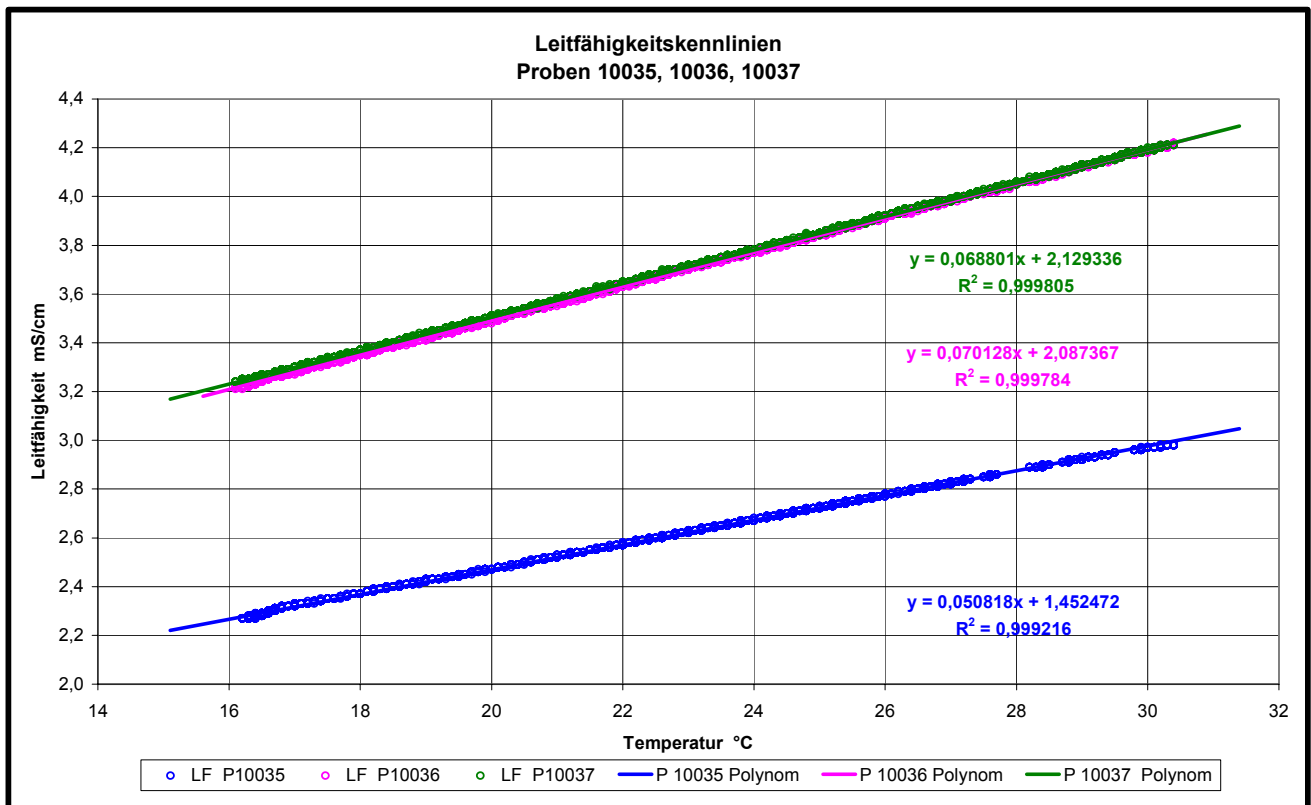


Grafik 3 Schall - Werte



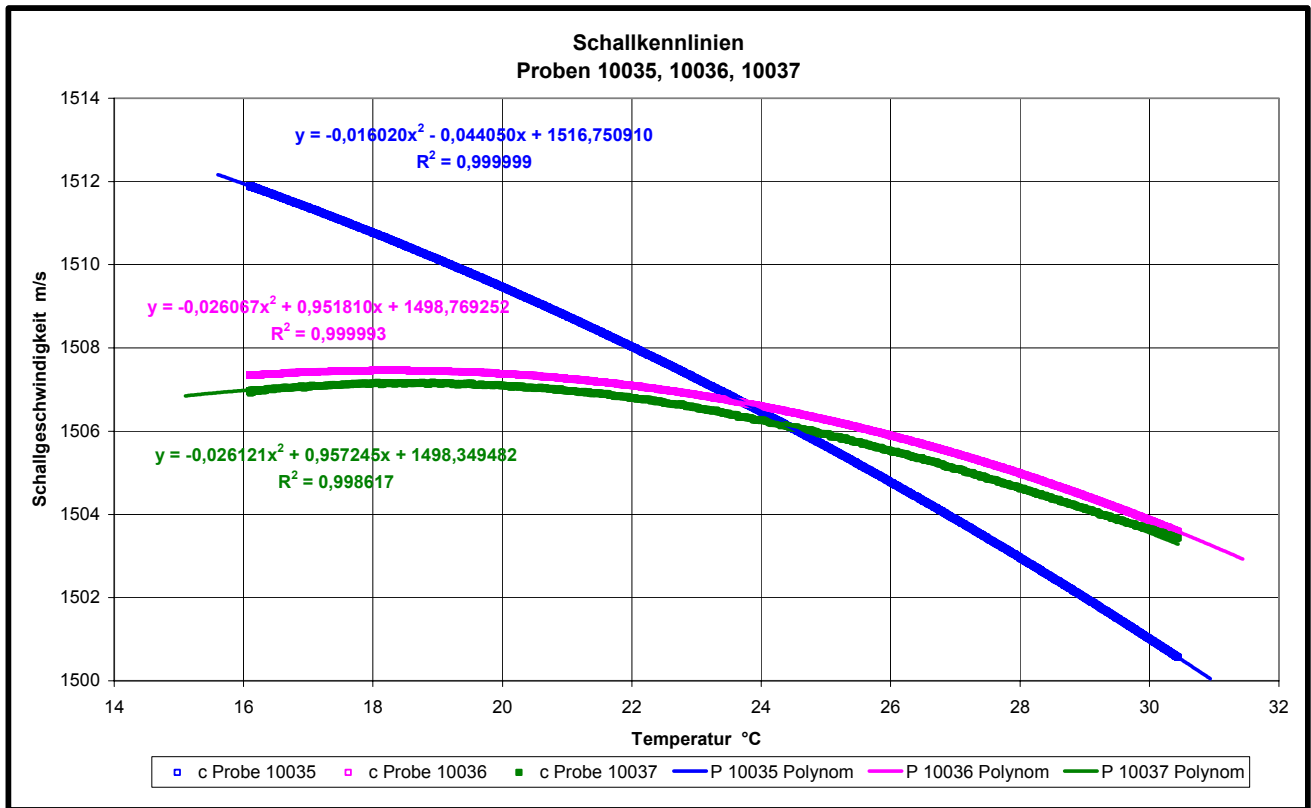
Grafik 4 Viskositäts - Werte

Die Leitfähigkeits – Kennlinien (Temperaturabhängigkeit der Leitfähigkeit) zeigt Grafik 5 :

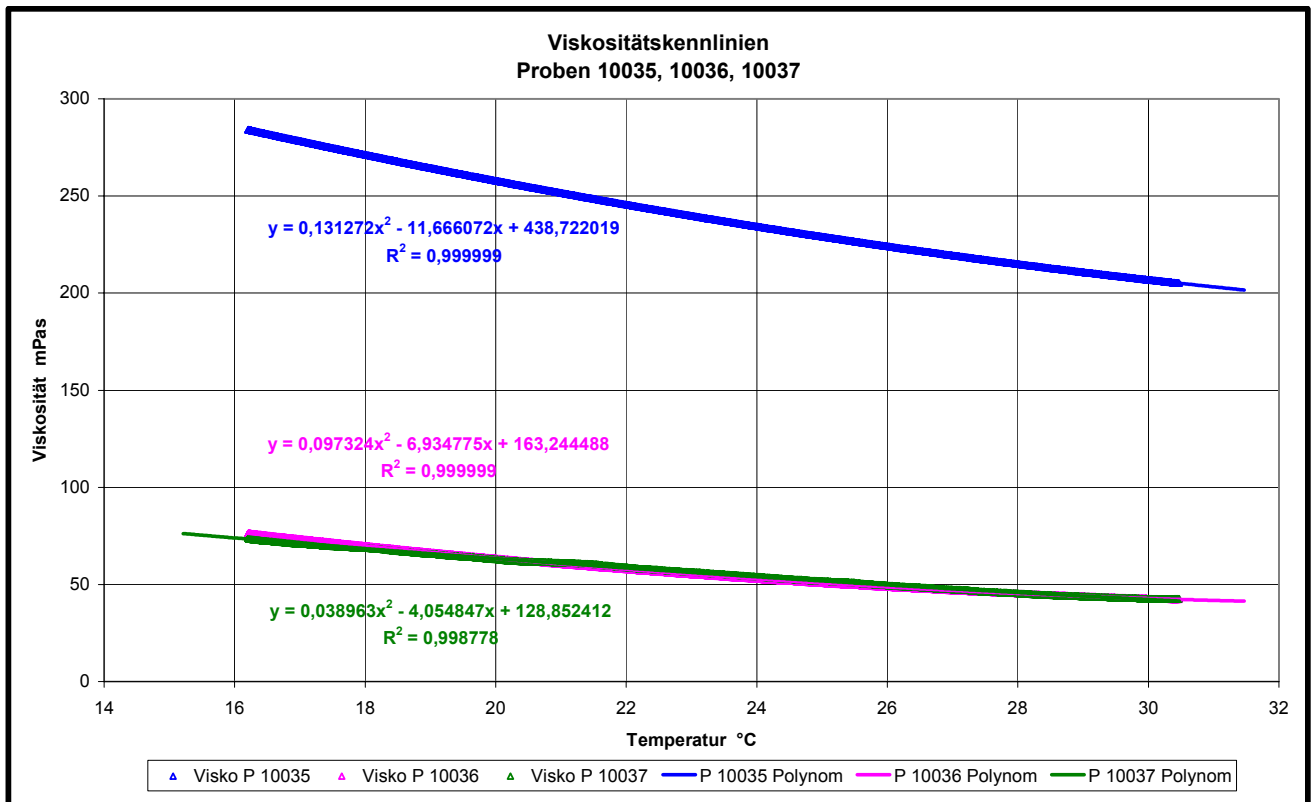


Grafik 5 Leitfähigkeits - Kennlinien

Die Schall – und Viskositäts – Kennlinien (Temperaturabhängigkeit) zeigen die Grafiken 6 und 7 :



Grafik 6 Schallkennlinien



Grafik 7 Viskositätskennlinien

Bei allen drei Meßgrößen sind für die Proben 10036 und 10037 die Werte nahezu identisch. Das legt die Schlussfolgerung nahe, dass es sich um **identische Proben** handelt.

Um einen quantitativen Vergleich zu ermöglichen, werden in Tabelle 1 die Messwerte bei 20°C und 30°C dargestellt:

Probe	Temperatur °C	Schallgeschwindigkeit m/s	Viskosität mPas	Leitfähigkeit mS/cm
10035	20,0	1509,46	257,93	2,47
	30,0	1501,00	206,85	2,97
10036	20,0	1507,38	63,49	3,49
	30,0	1503,86	42,78	4,19
10037	20,0	1507,09	62,9	3,50
	30,0	1503,64	42,7	4,19

Die Reproduzierbarkeit der einzelnen Meßverfahren beträgt:

Schallgeschwindigkeit	0,05 m/s
Viskosität	0,1 mPas
Leitfähigkeit	0,01 mS/cm

Die **Charakterisierungsschritte** zwischen den Proben berechnen sich demnach zu:

Meßwertdifferenz / Reproduzierbarkeit

Als Beispiel werden die **Schritte** für die Proben 10035 und 10037 bei 30°C dargestellt:

Schallgeschwindigkeit	1501,00 – 1503,64 / 0,05 = 52
Viskosität	206,85 - 42,7 / 0,1 = 1 641
Leitfähigkeit	2,97 - 4,19 / 0,01 = 122

4. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen

- **Es wurden Schallgeschwindigkeits-, Viskositäts- und Leitfähigkeitsmessungen an drei Proben von Polymerdispersionen durchgeführt.**
- **Der Temperaturbereich betrug 16° bis 31°C.**
- **Die Messbarkeit war bei allen drei Meßverfahren sehr gut gegeben.**
- **Nach den Messergebnissen waren die Proben 10036 und 10037 praktisch identische Proben.**
- **Zwischen den Proben 10035 und 10036 / 10037 traten bei allen Meßverfahren Unterschiede auf. Diese waren abhängig von der Temperatur.**
- **Ein großer Vorteil des Quarz – Viskosimeters ist es, dass sowohl im Labor als auch im Prozeß ohne Einschränkungen mit dem gleichen Sensor gemessen werden kann.**
- **Eine Beurteilung der Ergebnisse ist aus Sicht von *MAT* nicht möglich, da keine Vergleichswerte über die tatsächlichen Unterschiede bei den Proben vorliegen.**
- **Es bleibt zu hoffen, dass die Messergebnisse ausreichen, damit der Kunde eine fundierte Entscheidung treffen kann**