

Probenvorbereitung in der Viskosimetrie von Polymerlösungen



Zusammenfassung

Eine ordnungsgemäße Probenvorbereitung ist für genaue Viskositätsmessungen von Polymerlösungen unerlässlich. Selbst wenn das Viskosimeter einwandfrei funktioniert, können Fehler bei der Probenvorbereitung – beispielsweise beim Abwiegen, beim Dosieren des Lösungsmittels, beim Auflösen des Polymers oder bei der Temperaturregelung – das Endergebnis beeinflussen.

Dieser Leitfaden beschreibt die wichtigsten Schritte bei der Probenvorbereitung, erläutert, wo Fehler auftreten können, und behandelt Methoden zur Verbesserung der Genauigkeit und Wiederholbarkeit. Die Informationen basieren auf praktischen Laborerfahrungen und folgen den Grundsätzen, die in häufig **herangezogenen Normen** wie **ISO 1628**, **ISO 307**, **ASTM D4603** und **ASTM D789** zugrunde liegen.

In den folgenden Abschnitten werden die wichtigsten Aspekte der Probenvorbereitung behandelt, die die Genauigkeit und Wiederholbarkeit der Viskosimetrie von Polymerlösungen beeinflussen:

- Faktoren, die die Messunsicherheit beeinflussen
- Polymerkonzentration
- Proben- und Lösungsmittelquantifizierung
- Manuelle und automatisierte Probenvorbereitung
- Volumetrische und gravimetrische Verfahren
- Auflösen, Rühren, Erhitzen und Mahlen
- Polymerabbau
- Sicherheitshinweise

1. Einleitung

Die Viskosimetrie von Polymerlösungen mithilfe von Glaskapillarviskosimetern ist bei der Qualitätskontrolle von technischen Kunststoffen sowohl für die Verarbeitung als auch für die Eigenschaften des Endprodukts von Bedeutung. Die Viskosität verdünnter Lösungen wird üblicherweise bei Polyestern und Polyamiden während der Herstellung, Verarbeitung und des Recyclings gemessen. Das Verfahren wird auch für Polymere wie PMMA, PVC, Polycarbonat und Polyolefine eingesetzt.

Zu den häufig herangezogenen Normen zählen **ISO 1628 (Teile 1–6), ISO 307, ASTM D2857, ASTM D4603 und ASTM D789**. Abbildung 1 zeigt ein Viskosimetrie-System, das zur Messung von Polyamiden, Polyestern und Polyolefinen verwendet wird.



Abbildung 1: Viskositätsmesssystem AVS® 370, aufgestellt in einem Abzug bei der KraussMaffei Extrusion GmbH, Hannover.1

Die in Abb. 1 dargestellte Probenvorbereitungsanlage umfasst: eine Bürette zur automatischen Dosierung von Lösungsmitteln auf der linken Seite sowie einen beheizten Rührer auf der rechten Seite, der für die Auflösung von PE/PP bei erhöhter Temperatur erforderlich ist. Aufgrund der bei diesen Anwendungen verwendeten gefährlichen Lösungsmitteln wird der Einsatz eines Abzugs empfohlen.

Im Vergleich zu Messungen der kinematischen Viskosität, die mit denselben Kapillarviskosimetern für Anwendungen z.B. in der Petrochemie und der Pharmazie durchgeführt werden, weist die Viskosimetrie von Polymerlösungen im Allgemeinen eine höhere Messunsicherheit auf. Der Hauptgrund dafür ist, dass Polymerlösungen vor der Messung hergestellt werden müssen und die Qualität dieser Probenvorbereitung einen wesentlichen Einfluss auf das Ergebnis hat.

Zu den wichtigsten Faktoren zählen:

- **Polymerkonzentration:** Die Konzentration muss dem in der geltenden Norm festgelegten Wert entsprechen. Abweichungen von der Sollkonzentration führen in der Regel zu einem Fehler des Endergebnisses in vergleichbarer prozentualer Höhe.
- **Vollständige Auflösung und Polymerstabilität:** Polymere können sich zersetzen, insbesondere wenn erhöhte Temperaturen oder aggressive Lösungsmittel erforderlich sind. Die Auflösung kann mehrere Stunden dauern, und das gesamte Probenmaterial muss vor der Messung vollständig aufgelöst sein.

In den folgenden Abschnitten werden die wichtigsten Schritte der Probenvorbereitung, die üblicherweise verwendeten Methoden und Geräte sowie die kritischen Punkte beschrieben, an denen Fehler auftreten können.

2. Ermittlung genauer Polymerkonzentrationen

2.1 Konzentrationsvariablen in der Polymerviskosimetrie

Die Konzentration einer Polymerlösung wird üblicherweise als Masse (oder Einwaage) des Polymers pro Gesamtvolumen der Lösung angegeben. Dies wird als Massenkonzentration bezeichnet und typischerweise in Einheiten wie g/ml, g/dl, g/l oder mg/ml angegeben.

In der Polymeranalytik werden auch andere Konzentrationsdefinitionen verwendet. Tabelle 1 fasst die in diesem Leitfaden genannten Konzentrationsparameter zusammen.

	Name	Formel	Beschreibung	Einheit
(1)	Massenkonzentration	$C_P = m_P / V$	C_P : Polymerkonzentration m_P : Polymermasse V : Lösungsvolumen	g/ml, g/dl, g/l, mg/ml
(2)	Massenkonzentration, bezogen auf das Lösungsmittelvolumen	$C_P = m_P / V_s$	V_s : Lösungsmittelvolumen	g/ml, g/dl, g/l, mg/ml
(3)	Massenanteil des Polymers	$w_P = m_P / m$	m : Gesamtmasse der Lösung	/

Tabelle 1: Bei der Polymeranalyse verwendete Konzentrationsparameter

2.2 Quantifizierung der Probenmenge: Waagen und Wiegen

Die Probenmenge wird durch Wiegen bestimmt. Für Viskositätsmessverfahren von verdünnten Lösungen wie **ISO 1628 (Teile 1–5), ISO 307 und ASTM D4603** ist eine Analysenwaage erforderlich. Bei diesen Verfahren liegt die Probenmasse in der Regel zwischen 50 und 500 mg.

Die geltenden Normen legen auch die erforderliche Wägegenauigkeit fest. In vielen Fällen muss die Probenmasse auf 0,2 mg genau gewogen werden, was eine Analysenwaage mit einer Ablesbarkeit von 0,0001 g erfordert. Um diese Genauigkeit zu erreichen, sollte die Waage mit einem Windschutz ausgestattet und auf einer stabilen, vibrationsfreien Oberfläche aufgestellt werden, fern von Zugluft und elektromagnetischen Störungen. Abbildung 2 zeigt eine typische Analysenwaage, die für die Probenvorbereitung bei der Polymerviskosimetrie verwendet wird.



Abbildung 2: Typische Analysenwaage, die zum Abwiegen der Probenmenge bei der Viskositätsmessung in verdünnten Lösungen benötigt wird.



2.3 Quantifizierung des Lösungsmittels bei der Vorbereitung von Standardproben

Messkolben gehören zur Standardausstattung eines Labors und dienen dazu, Polymerlösungen auf ein definiertes Volumen einzustellen. Das Endvolumen umfasst sowohl das Lösungsmittel als auch das gelöste Polymer und nicht nur das Lösungsmittel allein. Dieser Ansatz entspricht der in Tabelle 1, Zeile (1) definierten Massenkonzentration. Die Probenvorbereitung erfolgt in der Regel wie folgt: Zunächst wird die abgewogene Polymerprobe in den Messkolben überführt. Anschließend werden etwa 50 % bis 80 % des benötigten Lösungsmittels zugegeben. Nachdem sich das Polymer vollständig aufgelöst hat, wird vorsichtig weiteres Lösungsmittel zugegeben, bis die Lösung die Skalenmarkierung des Messkolbens erreicht (Abbildung 3).

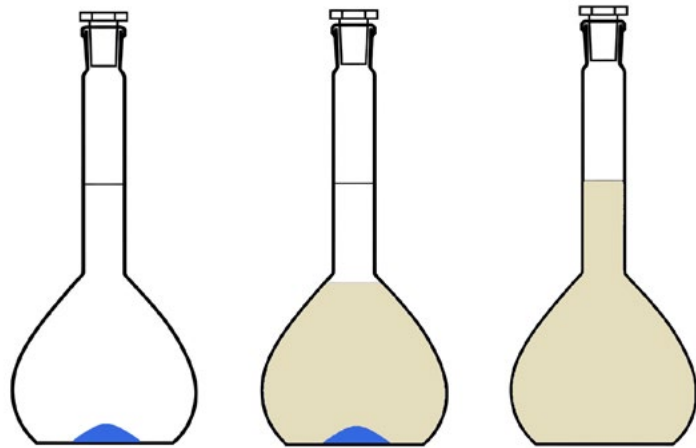


Abbildung 3: Dreistufige Probenvorbereitung unter Verwendung eines Messkolbens. Nachdem sich das Polymer vollständig aufgelöst hat, wird die Lösung mit Lösungsmittel bis zur Skalenmarkierung aufgefüllt.

2.4 Wichtige Aspekte bei der manuellen volumetrischen Probenvorbereitung

In den folgenden Abschnitten werden wichtige Aspekte der manuellen Probenvorbereitung für die Polymerviskosimetrie beschrieben, die sich auf die Konzentrationsgenauigkeit und letztlich auf das Messergebnis auswirken können.



Probengewicht / Wiegen

Bei der Vorbereitung der Lösungen wie oben beschrieben hängt die erforderliche Probenmenge von der Zielkonzentration und dem Volumen des Messkolbens ab. So legt beispielsweise die Norm ISO 307 für Polyamid (PA) eine Konzentration von 0,5 g/dl fest. Bei Verwendung eines 50-ml-Messkolbens werden genau 250 mg Polymer benötigt, um diese Konzentration zu erreichen.

Das Erreichen dieser exakten Masse kann schwierig sein, wenn das Polymer in Form von Granulat oder anderem körnigen Material vorliegt. Es kann erforderlich sein, wiederholt einzelne Pellets hinzuzufügen oder zu entfernen, bis die erforderliche Masse erreicht ist. Weicht die gemessene Masse vom Nennwert (250 mg) ab, muss bei der Berechnung der Lösungskonzentration die tatsächliche Masse zugrunde gelegt werden. Die Zielkonzentration von 0,5 g/dl wird nur erreicht, wenn die Polymermasse $250,0 \pm 0,2$ mg beträgt.

In den Normen sind weitere Anforderungen festgelegt. So nimmt beispielsweise Polyamid leicht Feuchtigkeit auf. Die Norm ISO 307 empfiehlt daher, die Proben vor dem Wiegen zu trocknen. Das Wiegen sollte zudem zügig erfolgen, um die Feuchtigkeitsaufnahme aus der Luft so gering wie möglich zu halten.



Probengewicht / Wiegen

In vielen Fällen handelt es sich bei dem Prüfmaterial nicht um reines Polymer, sondern es enthält weitere Bestandteile wie Füllstoffe oder Glasfasern. Da sich die Konzentration ausschließlich auf den Polymeranteil bezieht, muss der Anteil der Zusatzstoffe bei der Berechnung der erforderlichen Probenmasse berücksichtigt werden. Enthält ein Material beispielsweise 10 % Glasfasern und beträgt die angestrebte Polymermasse 250 mg, muss die Gesamtmasse der Prüfprobe 277,8 mg betragen, berechnet wie folgt:

$$250 \text{ mg} \div (100 - 10) \times 100 = 277,8 \text{ mg}$$

Detaillierte Berechnungsmethoden und weitere Beispiele sind in den entsprechenden Normen enthalten.



Verwendung von Magnetrührstäbchen

Die vorhergehenden Punkte bezogen sich auf die Richtigkeit der Polymermasse. Ein genaues Lösungsmittelvolumen ist für das Erreichen der erforderlichen Polymerkonzentration ebenso wichtig.

Wird ein Magnetrührstab verwendet, muss dieser vor dem endgültigen Auffüllen bis zur Markierung entfernt werden. Um zu vermeiden, dass an dem Rührstab haftende Polymerlösung verloren geht, sollte der Rührstab zunächst mit Hilfe eines externen Magneten zum Flaschenhals bewegt und mit Lösungsmittel gespült werden, damit die verbleibende Lösung zurück in den Kolben fließt. Erst dann sollte der Rührstab entfernt werden.

Dieses Verfahren ist bei wässrigen Lösungen unkompliziert, wird jedoch schwieriger, wenn gefährliche Lösungsmittel zum Einsatz kommen, wie sie üblicherweise in der Polymeranalytik verwendet werden. Im weiteren Verlauf dieses Leitfadens werden automatisierte Probenvorbereitungssysteme mit einfacherer Handhabung behandelt.



Verwendung von Pipetten oder Büretten anstelle von Messkolben

Einige Viskositätsnormen, wie beispielsweise ASTM D789 für konzentrierte Polyamidlösungen, geben das Volumen des reinen Lösungsmittels anstelle des Gesamtvolumens der Lösung vor. Bei diesen Verfahren werden keine Messkolben verwendet. Stattdessen wird das Lösungsmittelvolumen mit einer Pipette oder einer Bürette gemessen. Dieser Ansatz entspricht der in Tabelle 1, Zeile (2) angegebenen Definition der Konzentration.

Da die Messung des Lösungsmittelvolumens mit einer Pipette oder Bürette einfacher ist als die Herstellung von Lösungen in Messkolben, wenden einige Labore dieses Verfahren auch dann an, wenn in den Normen die Konzentration auf der Grundlage des Gesamtvolumens der Lösung angegeben ist, wobei das vom gelösten Polymer eingenommene Volumen praktisch außer Acht gelassen wird.

Um die Auswirkungen der Vernachlässigung des Polymervolumens zu veranschaulichen, betrachten wir eine Zielkonzentration von 0,5 g/dl und nehmen an, dass sowohl das Lösungsmittel als auch das gelöste Polymer eine Dichte von 1 g/ml haben. Eine mit 100 ml Lösungsmittel und 0,5 g Polymer hergestellte Lösung hat ein Gesamtvolumen von 100,5 ml. Infolgedessen liegt die tatsächliche Konzentration etwa 0,5 % unter dem Sollwert, was zu einer entsprechenden Abweichung im endgültigen Viskositätsmesswert führt.

Dieser Unterschied ist möglicherweise nicht von Bedeutung, wenn die Ergebnisse nur innerhalb desselben Labors verglichen werden, da die Wiederholbarkeit in der Regel davon unberührt bleibt. Wenn jedoch Ergebnisse zwischen verschiedenen Laboren verglichen werden oder eine bestimmte Norm eingehalten werden muss, ist dieser Punkt zu beachten.

2.4 Wichtige Aspekte bei der manuellen volumetrischen Probenvorbereitung



Einfluss der Temperatur auf die volumetrische Quantifizierung von Lösungsmitteln

Da sich alle Flüssigkeiten bei Temperaturänderungen ausdehnen oder zusammenziehen, hängt die Genauigkeit der volumetrischen Dosierung von der Temperatur des Lösungsmittels oder der Lösung ab. Die ungefähren Wärmeausdehnungskoeffizienten für gängige Lösungsmittel sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Lösungsmittel	$\gamma / 10^{-4} \text{K}^{-1}$
Schwefelsäure (96 %)	5.5
Phenol / 1,2-Dichlorbenzol (50:50)	8.5
Ameisensäure 90 %	8
m-Kresol	8
Chloroform	8

Tabelle 2: Ungefähre Wärmeausdehnungskoeffizienten für gängige Lösungsmittel

Der daraus resultierende Konzentrationsfehler beträgt etwa **0,05 % bis 0,09 % pro 1 °C Temperaturunterschied** zwischen der Temperatur bei der Probenvorbereitung und der Temperatur bei der Viskositätsmessung.

Um diese Fehlerquelle zu minimieren, muss der letzte Schritt der volumetrischen Probenvorbereitung – das Auffüllen der Lösung bis zur Skalenmarke – bei einer Temperatur durchgeführt werden, die nahe an der Messtemperatur liegt. Beispielsweise legt die Norm ISO 307 für den letzten Schritt der volumetrischen Probenvorbereitung – nämlich das Auffüllen der Lösung bis zur Skalenmarke – bei einer Messtemperatur von 25 °C einen Bereich zwischen 23 °C und 27 °C fest. Diese maximale Temperaturdifferenz von $\pm 2 \text{ °C}$ begrenzt die durch thermische Ausdehnung bedingte Konzentrationsunsicherheit auf etwa 0,11 %, wenn Schwefelsäure als Lösungsmittel verwendet wird.



2.5 Automatisierung der Probenvorbereitung

Die manuelle Probenvorbereitung unter Verwendung von Messkolben ist die in den meisten Normen zur Polymerviskosimetrie festgelegte Referenzmethode. Sie erfordert lediglich eine grundlegende Laborausstattung und minimiert das Risiko systematischer Fehler, da keine automatisierten Geräte zum Einsatz kommen.

Viele Labore haben jedoch auf eine automatisierte Probenvorbereitung umgestellt, um die Effizienz, die Wiederholbarkeit und die Sicherheit des Bedienpersonals zu verbessern.

Zu den wichtigsten Vorteilen zählen:

- Messkolben haben ein festes Volumen, weshalb die Probenmasse sehr genau abgewogen werden muss, um die Zielkonzentration zu erreichen. Dies kann die Probenvorbereitung zeitaufwendig machen und erhöht das Risiko von Wägefehlern.
- Wenn ein Magnetrührer erforderlich ist, kann das Entnehmen des Rührstabs und das genaue Auffüllen der Lösung bis zur Skalenmarkierung sehr aufwendig sein, insbesondere wenn gefährliche Lösungsmittel verwendet werden.

Volumetrische Probenvorbereitung mit automatisierten Büretten

Automatisierte Kolbenbüretten, die mit einer Software zur Probenvorbereitung ausgestattet sind, können diese Verfahren vereinfachen. Anhand der gemessenen Probenmasse berechnet die Software das erforderliche Lösungsmittelvolumen, sodass die Zielkonzentration erreicht wird, ohne dass eine exakte Zieleinwaage der Probe erreicht werden muss.

Die Kolbenbüretten von Xylem Analytics werden mit einer Software geliefert, die Berechnungsroutinen für die Herstellung von Polymerlösungen enthält. Bei der Berechnung des erforderlichen Lösungsmittelvolumens berücksichtigt die Software sowohl das Volumen des Lösungsmittels als auch das des gelösten Polymers. Für diese Berechnung wird die Dichte des Polymers benötigt.

Bei der Viskositätsmessung in verdünnten Lösungen nimmt das Polymer nur einen geringen Anteil am Gesamtvolumen der Lösung ein. Daher reicht in der Regel ein aus der Literatur entnommener Wert für die Polymerdichte aus, da die Unsicherheit dieses Wertes nur einen geringen Einfluss auf die Endkonzentration hat. In einigen Fällen ist der entsprechende Dichtewert direkt in der geltenden Norm (z. B. ISO 307) angegeben.



Abbildung 4: Xylem-Bürette Titronic® 500 zur Herstellung von Polyamidlösungen. Die Bürette ist mit speziellen Dosiereinheiten erhältlich, die für korrosive und hochviskose Lösungsmittel wie konzentrierte Schwefelsäure geeignet sind.

2.5 Automatisierung der Probenvorbereitung

Gravimetrische Probenvorbereitung unter Verwendung spezieller Waagen

Neben Messkolben, Pipetten und Büretten ermitteln einige automatisierte Probenvorbereitungssysteme die erforderliche Lösungsmittelmenge nicht nach Volumen, sondern durch Wiegen. Der volumetrische Ansatz ergibt direkt die Massenkonzentration (w/v), während das gravimetrische Dosieren zum Massenanteil (w/w) führt, wie in Tabelle 1, Zeile (3) definiert.

Der Massenanteil ist eine dimensionslose Größe, die üblicherweise als Prozentwert (%) angegeben wird. Er lässt sich in die Massenkonzentration (c_p) umrechnen, indem man ihn mit der Dichte (ρ) der Lösung multipliziert:

$c_p = w_p \cdot \rho$ (Gleichung 1)

Genau genommen sollte ρ die Dichte der Lösung sein. Für die meisten Anwendungen lässt sich dieser Wert jedoch ausreichend durch die Dichte des Lösungsmittels annähern, die aus Standardwerten oder der Literatur entnommen werden kann.

Anmerkung: Der Zusammenhang zwischen diesen Konzentrationsparametern wird hier beschrieben, da die Massenkonzentration (g/dl) manchmal fälschlicherweise mit dem Massenanteil (%) gleichgesetzt wird. Dies gilt jedoch nur, wenn die Dichte ρ genau 1 g/ml beträgt. Bei anderen Dichten weichen die Zahlenwerte voneinander ab.

Der Hauptvorteil der w/w-Methode besteht darin, dass Einwaagen temperaturunabhängig sind, während Volumenmessungen durch die thermische Ausdehnung beeinflusst werden. Daher kann die Probenvorbereitung nach der w/w-Methode eine verbesserte Wiederholbarkeit und in einigen Fällen eine höhere Konzentrationsgenauigkeit ermöglichen.



2.5 Automatisierung der Probenvorbereitung

In den Normen wird die Konzentration als Massenkonzentration (w/v) angegeben. Diese Konvention beruht nicht nur auf der historischen Praxis, sondern auch auf den grundlegenden Arbeiten von Einstein (1906) und Staudinger (1930), die zeigten, dass die **Viskosität** einer Polymerlösung mit dem **Volumenanteil des** gelösten **Polymers** zusammenhängt.

Bei der w/w-Methode muss die Massenkonzentration daher anhand von Gleichung 1 unter Verwendung der Dichte der Lösung berechnet werden. Jeder **Fehler beim Dichtewert** führt zu einer **systematischen Abweichung** gegenüber der **volumetrischen Referenzmethode**. So kann die Dichte von Lösemitteln je nach Zusammensetzung erheblich variieren, wie bei Phenol / Dichlorbenzol (50:50 w/w) oder bei Schwefelsäure mit unterschiedlichem Wassergehalt.

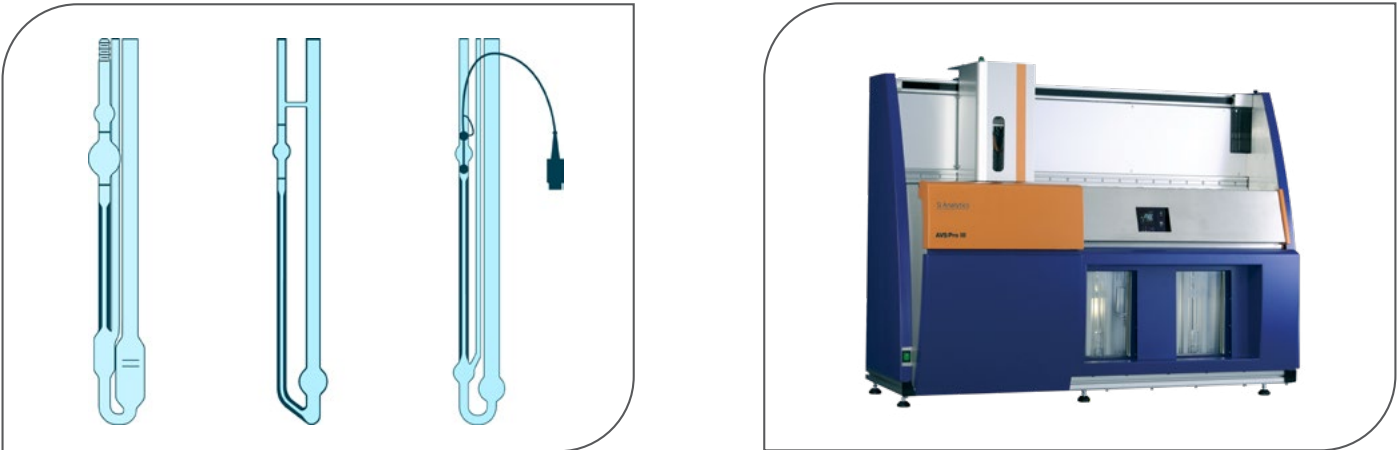
Ein weiterer Nachteil des w/w-Ansatzes ist die erhöhte Komplexität der Hardware. Die automatisierte gravimetrische Dosierung erfordert eine integrierte Waage, die die Lösungsmittelmasse während der Dosierung kontinuierlich überwacht. Im Vergleich dazu ist die volumetrische Dosierung mit einer automatisierten Bürette technisch einfacher.

Trotz dieser Einschränkungen bietet die gravimetrische Dosierung bei bestimmten Anwendungen mit flüchtigen Lösungsmitteln wie Dichlormethan oder Chloroform einen Vorteil. Durch Verdunstung während oder nach der Dosierung verursachte Lösungsmittelverluste können durch Wiegen ausgeglichen werden, wodurch sich die Dosiergenauigkeit verbessert. Das geringste Risiko eines Lösungsmittelverlusts wird jedoch nach wie vor mit Messkolben erreicht.

Die Vorteile und Einschränkungen der verschiedenen Methoden zur Probenvorbereitung sind in der folgenden Tabelle 3 zusammengefasst.

	Manuell, volumetrisch: Messkolben	Automatisiert, volumetrisch: Bürette mit Software für Probenvorbereitung	Automatisiert, gravimetrisch
Referenzverfahren	✓	✓	–
Kein Einfluss der Temperatur auf die Dosiermenge	✗	✗	✓
Komplexität / Preis	Einfach / günstig	Einfach / erschwinglich	Komplex / teuer
Benutzerfreundlichkeit	–	+	(+)
Genauigkeit	+/-	+	+
Wiederholbarkeit	+/-	+	++
Vergleichbarkeit mit der Referenzmethode	++	+	(–) Die Dichte des Lösungsmittels muss genau bekannt sein
Genauigkeit bei flüchtigen Lösungsmitteln	+	–	+

Tabelle 3: Probenvorbereitung - Vergleich verschiedener Methoden zur Quantifizierung von Lösungsmitteln.²



² Die Polymermenge wird stets mit einer Analysenwaage bestimmt.

3. Auflösung der Probe: Rühren, Erhitzen und gegebenenfalls Mahlen

Wie bereits erwähnt, benötigen Polymere in der Regel Zeit, um sich nach Zugabe des Lösungsmittels aufzulösen. Um die Auflösung zu beschleunigen, ist in der Regel Rühren oder Schütteln erforderlich, wobei Magnetrührer in Laboren die gängigste Wahl sind. Die Auflösungszeit hängt sowohl vom Polymer als auch vom Lösungsmittel ab. So benötigen beispielsweise Polyamid-Granulate etwa eine Stunde, um sich bei Raumtemperatur in 90-prozentiger Ameisensäure aufzulösen, in 96-prozentiger Schwefelsäure aufgrund ihrer höheren Viskosität jedoch etwa vier Stunden. Auch die Form der Probe beeinflusst die Auflösungszeit: Granulate oder Kunststoffschnitzel benötigen länger als fein gemahlenes Pulver.

In den geltenden Normen ist häufig die erforderliche Auflösungstemperatur festgelegt. So erfordert beispielsweise PET für eine vollständige Auflösung erhöhte Temperaturen. Die Norm ASTM D4603 legt eine Lösetemperatur von 110 °C und eine Lösezeit von 15 bis 45 Minuten fest. Da erhöhte Temperaturen den Polymerabbau begünstigen können, sollte die Lösung nicht länger erhitzt werden, als in der Norm beschrieben. Durch das Zerkleinern der Probe lässt sich die Auflösungszeit weiter verkürzen, da sich Pulver schneller auflösen als Pellets oder Granulat.

3.1 Mahlen

Die Einzelheiten zum Vermahlen würden den Rahmen dieses Leitfadens sprengen. Die folgenden Punkte sollten hier jedoch erwähnt werden.

PET-Zerkleinerung

Das Mahlen wird häufig bei der Probenvorbereitung von PET eingesetzt. PET ist oft stark kristallin, was die Auflösung verlangsamt. Durch die Verringerung der Partikelgröße lässt sich die Auflösungszeit erheblich verkürzen. Da PET relativ elastisch ist, ist in der Regel eine Kryogenvermahlung erforderlich. Durch die Kühlung der Probe mit flüssigem Stickstoff wird das Material spröde, was ein effizientes Mahlen ermöglicht. Geeignete Labormühlen sind im Handel von verschiedenen Herstellern erhältlich.

Repräsentative Stichprobe

Das Mahlen verbessert zudem die Repräsentativität der Probe bei der Viskositätsmessung von verdünnten Lösungen. Typische Prüfmengen betragen nur 150–250 mg und bestehen aus lediglich wenigen Granulatkörnern oder Teilen. Diese Stichprobe spiegelt möglicherweise nicht genau das Gesamtmaterial wider. Dies ist besonders wichtig bei verarbeiteten Polymeren, bei denen verschiedene Bereiche möglicherweise unterschiedlich stark abgebaut wurden und daher unterschiedliche Molekulargewichte aufweisen. Selbst PET-Pellets können Schwankungen im Molekulargewicht aufweisen. Bei der Festphasenpolykondensation (SSP) entsteht ein radialer Molekulargewichtsgradient, wobei die äußeren Bereiche des Pellets ein höheres Molekulargewicht aufweisen als der Kern. Infolgedessen können die Messungen der intrinsischen Viskosität (IV) je nach Pelletgröße variieren. Das Zerkleinern einer größeren Materialmenge vor der Probenahme führt zu einer repräsentativeren Prüfprobe.



3.2 Rührer

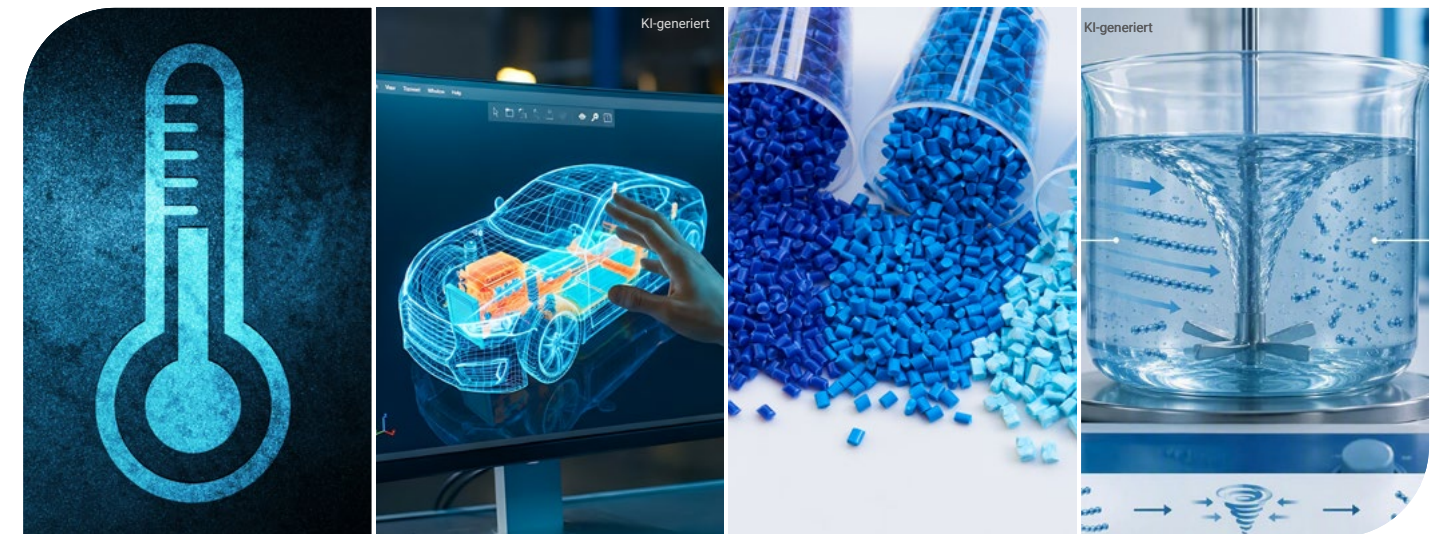
Magnetrührer sind die am häufigsten verwendeten Geräte zum Auflösen von Polymerproben. Wenn das Auflösen bei Raumtemperatur erfolgen kann, lassen sich mit Mehrplatz-Magnetrührern mehrere Proben gleichzeitig aufbereiten. Es können auch Laborschüttler verwendet werden, diese sind jedoch weniger verbreitet.

Wenn erhöhte Auflösungs-Temperaturen erforderlich sind, kann entweder ein Ölbad oder ein mit einem Heizblock ausgestatteter Magnetrührer verwendet werden. Beheizte Magnetrührer werden von einer begrenzten Anzahl von Herstellern angeboten und ermöglichen im Allgemeinen eine bequemere Handhabung der Probenflaschen als Flüssigkeitsbäder.

3.3 Mögliche Ursachen für den Polymerabbau

Bei der Probenvorbereitung können verschiedene Faktoren zum Abbau der Polymerketten beitragen.

- **Temperatur und Lösezeit** sollten innerhalb der in der geltenden Norm festgelegten Grenzwerte bleiben.
- **Auch die Qualität des Lösungsmittels ist von entscheidender Bedeutung.** Kondensationspolymere wie Polyester können einer Hydrolyse unterliegen, wenn das Lösungsmittel Wasser enthält, insbesondere bei erhöhten Temperaturen. Aus diesem Grund legen die Normen ISO 1628-5 und ASTM D4603 Höchstwerte für den Feuchtigkeitsgehalt des Lösungsmittels fest. Da die Hydrolyse säurekatalysiert ist, empfiehlt ASTM D4603 zudem die Zugabe eines Chlorwasserstoff-Fängers.
- Bei Polyolefinen ist **die Oxidation** zu berücksichtigen. Polyethylen (PE) und Polypropylen (PP), gemessen gemäß ISO 1628-3 bei 135 °C, sind bei der vorgeschriebenen Auflösungstemperatur oxidationsanfällig. Daher schreibt die Norm die Zugabe eines Oxidationsinhibitors zum Decalin-Lösungsmittel vor.
- Auch **Scherspannung** kann Polymere zersetzen, obwohl dies selten vorkommt und vor allem für zellulosehaltige Materialien wie Papier, Zellstoff und Baumwolle relevant ist, die in Bis(ethylendiamin)-Kupfer(II)-hydroxid (CuEN) gelöst sind. Bei diesen Anwendungen sollte die Probenvorbereitung sorgfältig gemäß der Norm erfolgen, da übermäßiges Rühren und Sauerstoffeinwirkung die Zelluloseketten zersetzen können.



3.4 Sicherheitsvorkehrungen

Viele Verfahren zur Viskositätsmessung von Polymeren erfordern den Einsatz gefährlicher Lösungsmittel. Daher müssen alle geltenden Sicherheitsvorschriften für Laboratorien sowie die örtlichen Bestimmungen eingehalten werden. Die nachstehenden Empfehlungen dienen lediglich als Ergänzung und ersetzen nicht die Sicherheitsvorschriften für Laboratorien.

- Es sollte stets **persönliche Schutzausrüstung (PSA)** getragen werden.
 - Schutzbrille
 - Laborkittel
 - Geeignete chemikalienbeständige Handschuhe
 - Zusätzliche PSA, wie z. B. Sicherheitsschuhe oder ein Gesichtsschutz, falls erforderlich
- **Probenvorbereitung bei erhöhten Temperaturen**
Heiße Oberflächen und erhitzte Lösungsmittel bergen zusätzliche Gefahren. Bei Verwendung eines Ölbad sollte die Temperatur mit einem unabhängigen Kontrollthermometer überwacht werden. Es ist darauf zu achten, dass die Probenflasche niemals über den Siedepunkt des Lösungsmittels erhitzt wird, insbesondere bei der Verwendung gefährlicher Lösungsmittel.
- **Gefährliche und flüchtige Lösungsmittel**
Die Probenvorbereitung unter Verwendung flüchtiger oder gefährlicher Lösungsmittel sollte stets in einem ordnungsgemäß funktionierenden Chemikalienabzug erfolgen.

Kontakt

Dieser Inhalt wurde erstellt von:

Dr. Andreas Eich

Produktmanager Viskosimetrie

andreas.eich@xylem.com

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, SI Analytics

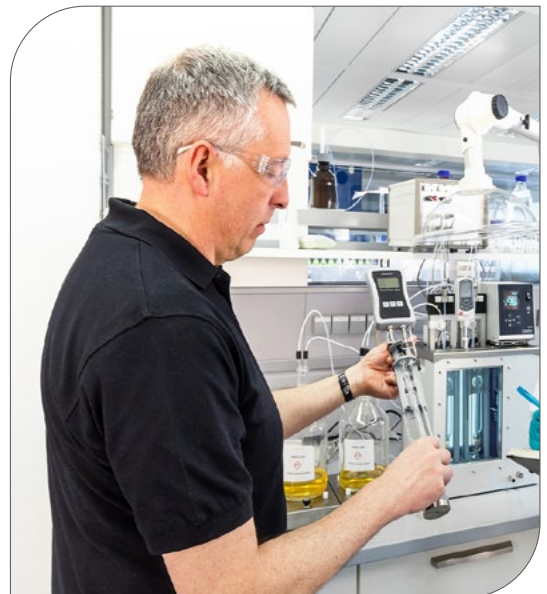
Erich-Dombrowski-Straße 4

D-55127 Mainz

Deutschland

Bei Fragen oder Anmerkungen wenden Sie sich bitte an Dr. Andreas Eich.

Weitere Informationen: xylemanalytics.com/de/produkte/viskosimetrie



Xylem |'zīlām|

- 1) Das Leitgewebe in Pflanzen, das Wasser und Nährstoffe von den Wurzeln nach oben transportiert.
- 2) Ein führender Anbieter einzigartiger Lösungen für Ihr Labor.

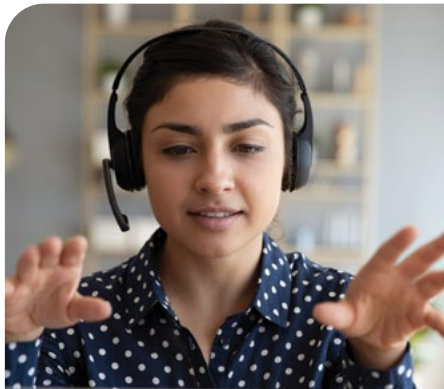
Die globalen Marken von Xylem Lab Solutions gehören seit Jahrzehnten zu den führenden Anbietern von Laborinstrumenten und genießen das Vertrauen von Anwendern in mehr als 150 Ländern. In enger Zusammenarbeit mit unseren Kunden entwickeln wir Lösungen, die auf individuelle Anforderungen zugeschnitten sind. Dabei profitieren Sie von unserer umfassenden Anwendungsexpertise und unserer langjährigen Innovationskraft in den Bereichen Instrumentierung und Service.

Unsere Lösungen für Analyse, Messung und Überwachung unterstützen moderne Labore und industrielle Prozesse weltweit und liefern die Zuverlässigkeit und Leistungsfähigkeit, die unsere Kunden für ihren Erfolg benötigen.



Unser Service geht weit über die Messtechnik hinaus

Von Verbrauchsmaterialien und Zubehör bis hin zu technischem Support vor Ort oder per Fernunterstützung: Wir helfen Ihnen dabei, die Leistungsfähigkeit Ihrer Systeme dauerhaft zu sichern. Ihr regionaler Ansprechpartner informiert Sie gerne über die verfügbaren Produkte und Services.



Technischer Support

Wir unterstützen Sie dabei, Ihre Systeme schnell und zuverlässig in Betrieb zu nehmen. Ob per Telefon mit unserem technischen Support oder durch einen Vor-Ort-Termin für Installation und Einweisung – wir sind für Sie da.



Verbrauchsmaterial und Ersatzteile

Wir bieten Ihnen ein umfassendes Sortiment an Verbrauchsmaterialien und Ersatzteilen. Denn nur ein gut gewartetes Gerät liefert dauerhaft optimale Ergebnisse. Über unseren Online-Shop erhalten Sie schnell und unkompliziert genau die Produkte, die Sie benötigen.



Kalibrierung und Wartung

Damit Ihr System dauerhaft präzise Ergebnisse liefert, stehen wir Ihnen auch nach der Inbetriebnahme zur Seite. Mit zertifizierten Kalibrierungen und umfassendem Reparaturservice unterstützen wir Sie weltweit.

SI Analytics
— xylem

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG
Am Achalaich 11
82362 Weilheim
Deutschland

Telefon: +49 881 183-0
Fax: +49 881 183-420
Info.XAGS@xylem.com
www.xylemanalytics.com

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Marken von Xylem Inc. oder einer ihrer Tochtergesellschaften.
Technische Änderungen, Modellabweichungen und Irrtümer vorbehalten. Alle technischen Daten wurden mit größter Sorgfalt zusammengestellt.
Für den sicheren Betrieb sind die Angaben in der aktuellen Betriebsanleitung maßgebend.
© 2026 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.

xylem