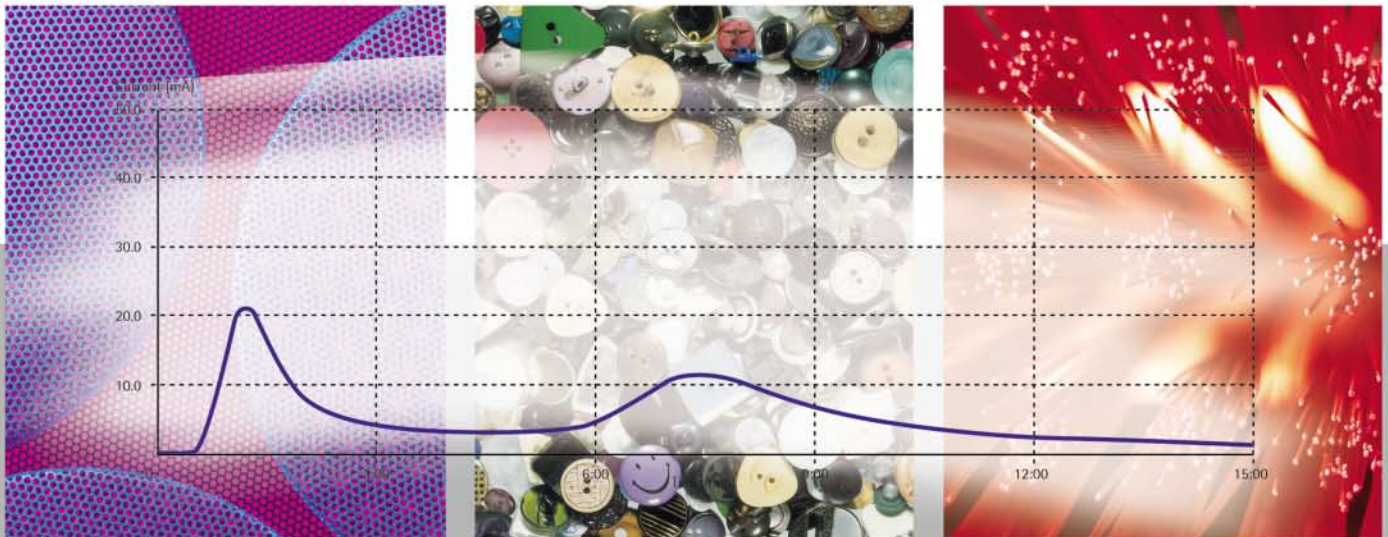




sartorius



Selektive Wassergehaltsbestimmung für die Kunststoff-Industrie

Kunststoffe nehmen im Herstellungsprozess, bei der Aufbereitung | Compoundierung, beim Transport und der Lagerung durch Kontakt mit Wasser und insbesondere aus der Umgebungsluft Feuchtigkeit auf.

Je nach Kunststofftyp sind diese Wasseranteile nur in wenigen hundertstel Gewichtsprozenten oberflächlich angelagert, bei technischen Thermoplasten aber meist in die Struktur bis in den Kern eingebettet. Z. B. kann der Wassergehalt bei Polyamid-Granulat bei hoher Luftfeuchtigkeit bis in den Prozent-Bereich ansteigen.

Bei der folgenden thermoplastischen Verarbeitung von Kunststoffen müssen Obergrenzen für den Wasseranteil eingehalten werden, die beispielsweise für ABS bei 0,1%, bei PC bzw. einem PC-Blend bei 0,02% liegen. Werden diese Limits überschritten, können Qualitätsmängel im Fertigprodukt auftreten: Oberflächen-Schlieren, Haftfehler bei der Lackierung, Blasenbildung, Trennstellen bei mehrschichtiger Verarbeitung. Schlimmer noch sind durch Molekülabbau und Struktur-schwächung geschädigte Teile, die auch bei sorgfältiger Qualitätskontrolle nur schwer zu erkennen sind und oftmals zu späteren Reklamationen, hohen Folgekosten und Imageverlust führen. Daher muss bei jedem anspruchsvollen Extrusionsprozess und vor dem Spritzen technischer Teile der Wassergehalt des zu verarbeitenden Kunststoffs in regelmäßigen Abständen, zusätzlich bei Material- oder Werkzeugwechsel, kontrolliert werden.

Der Verarbeiter sollte Wareneingangskontrollen durchführen, um ggf. die Trocknungszeiten anzupassen bzw. bei getrocknet angeliefertem Granulat die Lieferantenangaben zu überprüfen, um z. B. Leckagen in der Verpackung zu erkennen. Der Kunststoffhersteller | -lieferant stellt seinerseits durch seine laufende Qualitätsüberwachung sicher, dass der Wassergehalt im vereinbarten und ggf. attestierten Bereich liegt.

Um die genannten Kontrollen genau, sicher und möglichst lückenlos durchzuführen, bieten sich Messungen auf zwei betrieblichen Ebenen an:

- zum einen durch den Werker vor Ort – ggf. im Schichtbetrieb. Hierzu wird ein besonders einfaches, durch jeden bedienbares und stets verfügbares Messgerät gebraucht; der bereits hundertfach eingesetzte Hochleistungs-Feuchtebestimmer Sartorius MA100 ist hierfür prädestiniert;
- zum Zweiten im Qualitätssicherungs-Labor, um Prüfzeugnisse zu erstellen, Wareneingangsprüfungen und Endkontrollen durchzuführen und wiederum die betrieblichen Messungen zu validieren. Hier kommt das neue „Water Detection System mit Heiztemperatur bis 400°C“ – kurz: WDS400 – der Firma Sartorius zum Einsatz. Diesem Anwendungsbereich widmen wir uns im Folgenden.



Trockensensor (Bild 1)



WDS 400 mit Analysenwaage und Zubehör (Bild 2)

Verfahren zur selektiven Wassergehaltsbestimmung

Da im Kunststoff-Labor in aller Regel die verschiedensten Werkstoffe gemessen werden, muss ein universell verwendbares Feuchtemessgerät den Wassergehalt selektiv bestimmen können – auch von Proben, die außer Wasser andere leicht flüchtige Bestandteile wie Weichmacher, Wachse oder Monomere enthalten. Für diese anspruchsvolle Messaufgabe werden teils noch manometrische Verfahren eingesetzt, bei denen in einer Glasapparatur der Druck des ausgeheizten Wasserdampfes gemessen wird – eine Methode mit hohem manuellen Aufwand und möglichen individuellen Ablesefehlern. Häufiger verwendet wird die Karl-Fischer-(KF-)Titration, bei der man die Probe ebenfalls ausheizt; das austretende Gas wird in eine Lösung geleitet und die Wassermoleküle chemisch gebunden. Diese nasschemische Methode bedingt einen hohen Bedienungsaufwand, sorgfältigen Umgang mit den teils toxischen Chemikalien und deren fachgerechte Entsorgung.

Gerade im Kunststoff-Labor möchten viele Anwender den Wassergehalt einfach bedienbar, ohne Nasschemie, messen – diesem Wunsch kommt das WDS 400 mit seinem einzigartigen wasserselektiven Trockensensor (Bild 1) nach. Dieser „zählt“ die Wassermoleküle, die aus der Probe ausgeheizt werden, indem er sie mit seiner hygroskopischen Phosphorpentoxidschicht bindet und sie elektrolytisch in einen proportionalen, genau messbaren elektrischen Strom wandelt. Der Sensor regeneriert sich ständig selbst. Der gesamte Messablauf erfolgt vollautomatisch bis hin zur Erfassung der Daten im PC – der Anwender muss die Probe nur einwiegen und in das WDS 400 stellen (Bild 2).

Das neue WDS 400 – Anwendungsvorteile für das Kunststoff-Labor

Dank der hohen Empfindlichkeit (Nachweisgrenze 1 µg Wasser, Granulat-Einwaage typisch 1g) und guten Reproduzierbarkeit ($\pm 2\%$ vom absoluten Wassergehalt) können selbst geringste Restfeuchte-Grenzwerte wie für PET oder PEI noch sicher und hochauflösend gemessen werden;

die Messzeit beträgt für getrocknete Kunststoffe nur 10 bis 20 Minuten;

das WDS 400 ist bei geringem Energieverbrauch stets betriebsbereit, sodass die Messung einer „eiligen“ Probe sofort gestartet werden kann;

da sich die Bedienung auf das Einwiegen von ca. 1 g Material in das Probenschiffchen, das Einführen desselben in das WDS 400 (Bild 3), Anmeldung der Probe und Start der Messung am PC beschränkt, kann die Routinemessung durch einen erweiterten Mitarbeiterkreis erfolgen;

durch die Visualisierung der Messung auf dem PC-Monitor – die Messkurve wird in Echtzeit dargestellt – wird neben der quantitativen Bestimmung des Gesamtwassers auch eine Verteilung von Oberflächen- zu Kernwasser sichtbar, sodass z. B. Funktion und Durchsatzleistung der Trocknungsanlage beurteilt und verbessert werden können;

das WDS 400 wird mittels PC bedient und gesteuert; alle Daten, Kurven und Ergebnisse können gespeichert, gedruckt und archiviert werden.

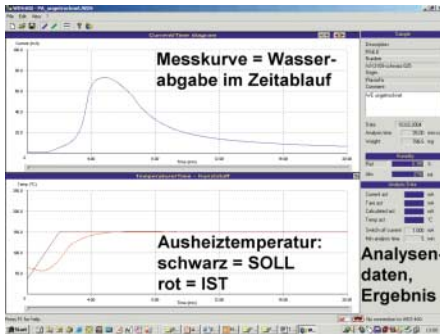


Einführung des Probenschiffchens (Bild 3)

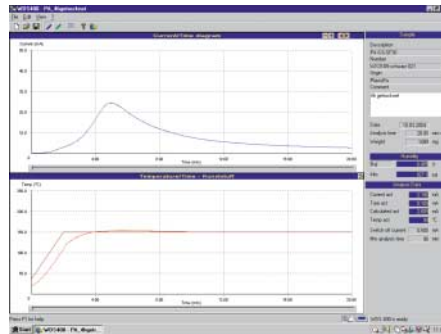
Messaufbau und Messablauf

Das WDS 400 wird zum Betrieb an trockenen Stickstoff oder getrocknete Pressluft angeschlossen. Die Datenverbindung zum PC erfolgt über die serielle Schnittstelle. Zur Einwaage der Probe wird eine Laborwaage benötigt.

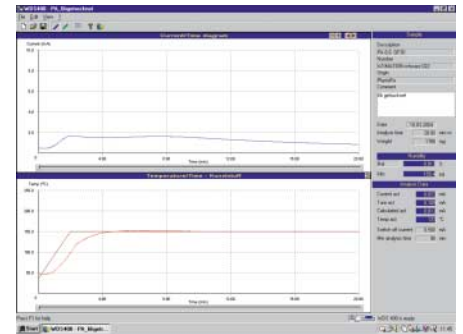
Die Messung wird am PC angemeldet, alle relevanten Daten einschließlich des ermittelten Probengewichts eingegeben und die Messung per Mausclick gestartet. Entsprechend der voreingestellten Temperaturkurve heizt das WDS 400 die Probe aus, das Trägergas führt die flüchtigen Stoffe am Sensor vorbei, der die Wassermoleküle vollständig erfasst. Die resultierende Stromkurve wird direkt auf dem Monitor über der Temperaturkurve angezeigt, ebenso alle Analysendaten. Die Messung wird automatisch vom WDS 400 abgeschlossen, sobald die vorgegebenen Endbedingungen erreicht sind. Nun kann die Messung mit den kompletten Kurven-Diagrammen und allen Daten gespeichert werden.



PA 6,6, GF30, ungetrocknet, Wassergehalt 0,355%, also nicht verarbeitungsfähig



PA 6,6, GF30, 4h getrocknet, Wassergehalt 0,085%, für hohe Verarbeitungs-Anforderungen noch zu feucht (Grenzwert 0,04%)



PA 6,6, GF30, 6h getrocknet, Wassergehalt 0,013%, sicher unter dem Grenzwert, sogar schon „übergetrocknet“ – d. h. für PA sind Strukturschädigungen möglich, jedenfalls Energieverschwendung

Anmerkungen

Die optimale Trocknungszeit für dieses PA-Granulat liegt bei 5 Stunden.

Bei besonders hohen Genauigkeits-Anforderungen kann vor den eigentlichen Messungen ein Blindwert erfasst werden, der den durch das Einbringen des leeren Probenschiffchens eingeschleppten Wassergehalt darstellt; mit dieser „Tarakurve“ kann die spätere Probenmessung automatisch korrigiert werden.

Zur Prüfmittelüberwachung und Sicherstellung der Richtigkeit der Messungen wird eine Standard-Kalibriersubstanz mit einem definierten Wassergehalt von 1,07% mit dem WDS 400 geliefert.

Soll, z. B. zur schnellen Betriebs- oder Wareneingangskontrolle ein erstes Ergebnis schon nach wenigen Minuten vorliegen, so hätte man im obigen Beispiel bereits im Scheitelpunkt der Kurven, also nach ca. 5 Minuten, den Wassergehalt abschätzen können.

Gute Übereinstimmung mit vorhandenen Messverfahren

Da das WDS 400 den Wassergehalt absolut und selektiv misst, stimmen die Ergebnisse bestens mit denen bisher verwendeter Verfahren, wie manometrischer Messung und KF-Titration, überein.

Beispielhaft sind hier die Vergleichsmessungen verschiedener Polyamide aufgeführt; die Versuchsreihe entstand bei einem Kunststoff-Hersteller.

Materialtyp	Farbe	mano- metrisch	Ergebnis Wassergehalt/ KF- Titration	Abweichung der Ergebnisse in %		
				WDS 400	WDS 400 - manometrisch	WDS 400 - KF-Titration
PA 6 glasfaser- verstärkt	natur	0,04	–	0,044	0,004	–
PA 6.6 unverstärkt	schwarz	0,06	–	0,059	–0,001	–
PA 12 verstärkt	blau	0,04	–	0,048	0,008	–
PA 6 carbonfaser- verstärkt	natur	0,05	–	0,057	0,007	–
PA 6 schlagzäh- modifiziert	silber	0,20	0,234	0,230	0,03	–0,004
PA 6 glasfaser- verstärkt	natur	0,06	0,070	0,060	0,0	–0,01
PA 6 Rohpolyamid	natur	0,03	0,029	0,028	–0,001	–0,001
PA 6.6 glasfaser- verstärkt	orange	0,06	0,065	0,063	0,003	–0,002
				Mittlere Abweichung:	0,009	–0,002

Die Abweichungen zwischen den Verfahren sind geringer als die übliche Messunsicherheit | Reproduzierbarkeit bei ein und demselben Verfahren.

Zusammenfassung

Das neue WDS 400 ist bestens für die selektive, präzise Wassergehaltsbestimmung von Kunststoffen geeignet. Es ist gleichermaßen für die Wareneingangsprüfung, Freigabeteils und den produktionsnahen Einsatz im Betriebslabor prädestiniert. Aufgrund seiner Wasserempfindlichkeit bis in den ppm-Bereich kann es für alle Kunststofftypen eingesetzt werden und noch Verarbeitungsgrenzwerte von weniger als 0,01% sicher und reproduzierbar erkennen.

Die Messergebnisse des WDS 400 decken sich mit denen bisher eingesetzter Verfahren, sodass der Anwender problemlos auf diese aktuelle Technik umsteigen und die Vorteile wie einfache, zeitsparende und sichere Bedienung ohne Chemikalien-Handling, sofortige Verfügbarkeit, visualisierter Messverlauf und automatische Datenerfassung erfolgreich und kostensparend nutzen kann.

Sartorius AG
Weender Landstraße 94–108
37075 Göttingen
Telefon 0551.308.3219
Fax 0551.308.1676
www.sartorius.com

Autor:

Dipl.-Ing. Thomas Krahl
Selbständiger Ingenieur
Beratung und Fachvertrieb
für industrielle Messtechnik,
Schwerpunkt „Feuchte- und
Wassergehaltsbestimmung“
Krahl-Messtechnik
37120 Bovenden
www.krahl-messtechnik.de
info@krahl-messtechnik.de