

Relative Viskosität von Polyamiden (PA) gemäß ASTM D789



Systemkonfiguration und Hinweise aus der Praxis

Die relative Viskosität gemäß ASTM D789 ist nach wie vor ein entscheidender Qualitätsparameter bei der Polyamidherstellung. Da sie mit dem Molekulargewicht korreliert, hat sie direkten Einfluss auf das Verarbeitungsverhalten, die mechanischen Eigenschaften und die Produktqualität.

In Produktionslabors besteht die Herausforderung nicht in der Berechnung der relativen Viskosität. Die eigentliche Herausforderung liegt darin, unter den täglichen Qualitätskontrollbedingungen konsistente, reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen, während aggressive Lösungsmittel und konzentrierte Polymerlösungen gehandhabt werden.

Dieser technische Leitfaden konzentriert sich auf die praktische Umsetzung von ASTM D789 in Polyamid-Laboren. Zudem hebt er die wesentlichen Unterschiede im Vergleich zu ISO 307 hervor und skizziert Überlegungen zur Systemauslegung, die die Sicherheit, Reproduzierbarkeit und Betriebssicherheit verbessern.

ASTM D789 im Vergleich zu ISO 307

Obwohl beide Normen die Kapillarviskosimetrie nutzen, unterscheiden sie sich in ihrem Anwendungsbereich. ASTM D789 bestimmt die relative Viskosität anhand konzentrierter Polymerlösungen, während ISO 307 die Viskositätszahl anhand verdünnter Lösungen misst. Allein dieser Unterschied wirkt sich auf die Probenvorbereitung, das Reinigungsverfahren und den Umgang mit Lösungsmitteln aus. Darüber hinaus unterscheiden sich die beiden Normen bei der Auswahl der Lösungsmittel: ASTM D789 verwendet in erster Linie 90%-ige Ameisensäure, wobei für bestimmte Polymertypen m-Kresol vorgeschrieben ist. ISO 307 hingegen lässt je nach dem zu prüfenden Polyamidtyp eine breitere Palette an Lösungsmitteln zu – darunter 96%-ige Schwefelsäure, 90%-ige Ameisensäure und/oder m-Kresol.

Beide Normen sehen Viskosimeter vom Typ Ubbelohde als bevorzugte Geometrie vor und legen eine Messtemperatur von 25 °C in einem Konstanttemperaturbad fest. Die 90-prozentige Ameisensäure ist in beiden Normen ein gängiges Lösungsmittel, auch wenn einige Anwender der ISO 307 Schwefelsäure bevorzugen. Da bei ASTM D789 mit konzentrierten Lösungen gearbeitet wird, stellen die Reinigung und die Rückstandskontrolle höhere Anforderungen als bei Anwendungen nach ISO 307.



Herausforderungen bei der Anwendung der Norm ASTM D789 in Laboren

Bei der routinemäßigen Qualitätskontrolle sind die Hauptursachen für Probleme oder Unsicherheiten:

1. Probenvorbereitung

Die Genauigkeit der Konzentrationsbestimmung ist entscheidend für das Endergebnis. In vielen Fällen ist die mangelnde Vergleichbarkeit zwischen verschiedenen Laboren auf Unterschiede bei der Probenvorbereitung zurückzuführen.

2. Reinigung und Rückstandskontrolle

Wenn Ameisensäure verdampft, kann sich gelöstes Polyamid absetzen und an Kapillaren, Trichtern oder Schläuchen anhaften. Eine unvollständige Reinigung führt zu Verschleppungen und einer schlechten Reproduzierbarkeit.

3. Sicherer Umgang mit Ameisensäure

90%-ige Ameisensäure ist flüchtig und ätzend und muss unter einem Abzug gehandhabt werden. Eine geschlossene Handhabung der Flüssigkeit und eine wirksame Absaugung sind erforderlich.

4. Systemzuverlässigkeit

In der Qualitätskontrolle ist ein unterbrechungsfreier Betrieb unerlässlich. Ausfallzeiten aufgrund verstopfter Leitungen, korrodierter Bauteile oder Pumpenausfälle wirken sich unmittelbar auf die Produktion aus.

Optimale Systemkonfiguration für ASTM D789-Prüfungen mit SI Analytics®

Xylem Analytics bietet mit dem AVS® 370 und dem AVS® Pro III zwei automatisierte Lösungen für die Glaskapillarkviskosimetrie an, die sich ideal für zuverlässige Prüfungen nach ASTM D789 eignen. Diese Systeme wurden speziell entwickelt, um den hohen Anforderungen an Viskositätsmessungen von Polymeren in Produktionslabors gerecht zu werden. Beide Systeme verfügen über eine Mehrpositions-Messsteuerung für parallele Messungen an bis zu vier Positionen unter Verwendung optoelektronischer Durchflusszeitmessung, eines transparenten Thermostatbads und Kühlers sowie eines Abfall- und Reinigungssystems.

Das Probenvorbereitungssystem kann je nach individuellen Anforderungen variieren. Der Unterschied zwischen den beiden Systemen liegt in der Probenhandhabung: Das AVS® 370 wird manuell befüllt, während das AVS® Pro III über einen Autosampler für vollautomatische Messabläufe verfügt.



AVS® Pro III – automatisches Probennahmesystem



AVS® 370 – manuelle Befüllung

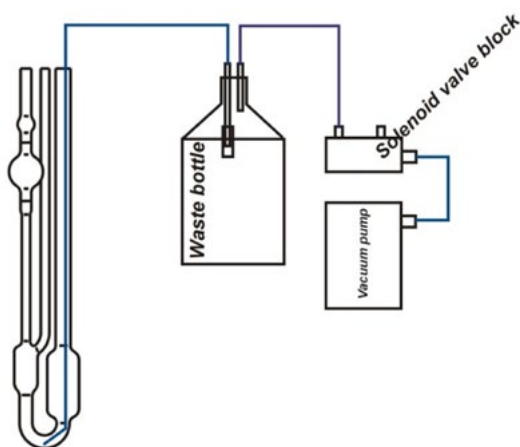


Abbildung 1: Abfallsystem in AVS®-Anlagen

Kontrollierte und sichere Handhabung von Flüssigkeiten

Bei der Arbeit mit 90%-iger Ameisensäure und konzentrierten Polyamidlösungen muss der Flüssigkeitskreislauf geschlossen bleiben und stets unter Kontrolle stehen. Die Systemauslegung sollte verhindern, dass im Falle einer Leckage Lösungsmittel entweichen können.

In AVS®-Systemen erfolgt der Abfalltransport nicht durch Druck, sondern durch Vakuum.

Abbildung 1 veranschaulicht das Prinzip. Eine Vakuumpumpe erzeugt im Inneren der Abfallflasche einen Unterdruck. Durch diesen Druckunterschied wird Flüssigkeit aus dem Viskosimeter in den Abfallbehälter gesaugt.

Diese Konfiguration bietet zwei praktische Vorteile:

1. Leckagesicherheit

Sollte sich eine Schlauchverbindung zwischen dem Viskosimeter und der Auffangflasche lösen oder beschädigt werden, gelangt Luft in das System, anstatt dass Flüssigkeit austritt. Da die Absaugleitung unter Unterdruck steht, kann das Lösungsmittel nicht aus dem System herausgedrückt werden.

2. Keine mit Lösungsmitteln in Kontakt stehende Abfallpumpe oder Ventile

Ameisensäure ist korrosiv, und konzentrierte Polymerlösungen können ausfallen, wenn das Lösungsmittel verdampft. In druckbetriebenen Systemen sind Pumpen und Ventile, die mit der Flüssigkeit in Kontakt kommen, chemischen Einflüssen und Verstopfungen ausgesetzt.

Bei der AVS®-Konfiguration kommt das Magnetventil nicht mit der Probenflüssigkeit in Berührung, sondern nur mit dem Dampf. Dies verringert das Risiko von Korrosion, Verstopfungen und wartungsbedingten Ausfallzeiten.

Dieses vakuumbasierte Konzept verbessert die Betriebssicherheit und die langfristige Zuverlässigkeit beim Arbeiten mit aggressiven Lösungsmitteln und konzentrierten Polymerlösungen.

Präzision und Reproduzierbarkeit: Die Bedeutung der Reinigung

Bei der Prüfung nach ASTM D789 ist die Viskositätsmessung selbst äußerst stabil. Moderne Temperaturregelsysteme sorgen für konstante Badbedingungen bei 25,0 °C, und die optoelektronische Durchflusszeitmessung gewährleistet eine präzise Zeitmessung.

Daher ist die Messung der relativen Viskosität in der Routinepraxis an sich sehr robust und genau. Die größten Anteile an der Gesamtmessunsicherheit stammen aus:

- Probenvorbereitung
- Unvollständige Reinigung zwischen den Proben

In dieser Anleitung konzentrieren wir uns der Übersichtlichkeit halber auf die Reinigung. Da gemäß ASTM D789 **konzentrierte** Polymerlösungen in 90%-iger Ameisensäure verwendet werden, ist die Reinigung besonders wichtig. Wenn das Lösungsmittel verdunstet, kann sich das gelöste Polyamid absetzen und an Kapillaren, Trichtern oder Schläuchen anhaften. Selbst geringe Rückstände können die Reproduzierbarkeit beeinträchtigen.

Reinigungsmethoden

Es kommen zwei grundlegende Strategien zum Einsatz:

Spülen mit Lösungsmittel

Das System wird mit einem geeigneten Lösungsmittel gespült, um eventuelle Rückstände zu entfernen. Ist das Lösungsmittel nicht flüchtig genug, sollte ein zweites, flüchtigeres Lösungsmittel verwendet werden, um eine vollständige Trocknung zu gewährleisten. Eventuell verbleibende Spuren können nachfolgende Messungen beeinträchtigen. Vor dem erneuten Befüllen müssen das Viskosimeter und das Befüllsystem vollständig sauber und trocken sein.

Spülen mit der nächsten Probe

Dieses Verfahren ist schneller und macht Trocknungsschritte überflüssig. Es eignet sich jedoch nur, wenn aufeinanderfolgende Proben hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung und Viskosität ähnlich sind. Bei konzentrierten PA-Lösungen reicht dieses Verfahren allein oft nicht aus.

Empfohlenes Verfahren gemäß ASTM D789

Da konzentrierte Polyamidlösungen schnell ausfallen können, ist in der Regel ein Spülen mit Lösungsmittel erforderlich.

AVS® 370 (manuelle Befüllung)

Es wird eine zweistufige Spülung mit Lösungsmittel empfohlen:

1. Ameisensäure zum Auflösen von Polymerrückständen
2. Aceton, um die Ameisensäure zu verdrängen und eine schnelle Trocknung zu ermöglichen

Dieser Ansatz ist besonders wichtig bei offenen Einfüllsystemen, in denen es zur Verdunstung kommen kann.

AVS® Pro III (automatische Befüllung)

In geschlossenen Dosiersystemen verlängert die vollständige Trocknung des Lösungsmittels die Zykluszeit. Aus diesem Grund wird eine kombinierte Strategie bevorzugt: Spülen mit Ameisensäure, gefolgt von Proben-Spülschritten. Dieses Vorgehen verbindet eine gute Reinigung mit einem hohen Probendurchsatz.

Vorteile des Systems

AVS®-Systeme ermöglichen eine flexible Konfiguration der Spül- und Trocknungsvorgänge je nach den Anforderungen des Arbeitsablaufs. Die Konstruktion minimiert das Risiko von Rückständen, z. B. in den Verbindungsschläuchen, und gewährleistet gleichzeitig Reproduzierbarkeit und effiziente Zykluszeiten.

Systemrobustheit

Die Prüfung nach ASTM D789 wird in der Regel in Produktionslabors durchgeführt, in denen Zuverlässigkeit von entscheidender Bedeutung ist. Die Anlagen müssen im Dauerbetrieb arbeiten und dabei mit korrosiven Lösungsmitteln und konzentrierten Polymerlösungen umgehen.

AVS®-Systeme sind darauf ausgelegt, diese betrieblichen Anforderungen zu erfüllen.

Chemikalienbeständige Konstruktion

Alle Komponenten, die mit Lösungsmitteln oder Proben in Berührung kommen, werden in Hinblick auf eine langfristige chemische Beständigkeit ausgewählt.

- Viskosimeter aus Borosilikatglas
- PTFE- und FEP-Schläuche für medienberührte Teile
- PPS-Schraubverbindungen
- Edelstahl oder Hastelloy in kritischen Metallbauteilen
- Chemikalienbeständige Konstruktionswerkstoffe wie PVDF und PPA

Diese Materialauswahl verringert das Korrosionsrisiko und verlängert die Lebensdauer beim Einsatz mit 90%-iger Ameisensäure und konzentrierten Polyamidlösungen.

Pumpen ohne Kontakt mit Lösungsmitteln

Wie bereits beschrieben, wird bei AVS®-Systemen, soweit möglich, darauf verzichtet, dass Pumpen und Ventile in direkten Kontakt mit gefährlichen Flüssigkeiten kommen. Der Transport des Lösungs-Abfalls erfolgt vakuumbasiert, und die Dosierung wird mithilfe chemikalienbeständiger Bürettensysteme durchgeführt.

Dadurch verringert sich:

- Mechanischer Verschleiß durch aggressive Lösungsmittel
- Risiko einer Pumpenverstopfung durch Polymerausfällung
- Wartungsanforderungen

Modulares Servicekonzept

Ausfallzeiten in der Qualitätskontrolle wirken sich auf die Produktion aus. Aus diesem Grund sind AVS®-Systeme modular aufgebaut. Wichtige Komponenten wie die ViscoPump-Steuerung oder Messstände können einzeln ausgetauscht werden. Steht ein Ersatz- oder Leihgerät zur Verfügung, kann das System weiterbetrieben werden, während das defekte Modul repariert wird.

Dieser Ansatz minimiert Unterbrechungen und gewährleistet einen kontinuierlichen Qualitätskontrollbetrieb.

Schlussfolgerungen

Die Prüfung von Polyamiden nach ASTM D789 erfordert mehr als nur eine genaue Messung der Fließzeit. Da bei diesem Verfahren konzentrierte Polymerlösungen in aggressiven Lösungsmitteln zum Einsatz kommen, ist die Systemauslegung entscheidend für die Reproduzierbarkeit, Sicherheit und langfristige Zuverlässigkeit.

Zu den entscheidenden Erfolgsfaktoren zählen:

- Stabile Temperaturregelung
- Präzise und reproduzierbare Probenkonzentration
- Effektive und einheitliche Reinigungsverfahren
- Sicherer Umgang mit 90%-iger Ameisensäure
- Chemikalienbeständige Bauteile
- Minimale Ausfallzeiten in QC-Umgebungen

Automatisierte AVS®-Systeme wurden speziell entwickelt, um diesen praktischen Anforderungen gerecht zu werden. Die Kombination aus vakuumbasiertem Abfalltransport, lösungsmittelbeständigen Materialien, flexiblen Spülstrategien und modularer Wartungsfreundlichkeit gewährleistet einen zuverlässigen Betrieb gemäß ASTM D789 in anspruchsvollen Produktionslabors.

Für Polyamid-Hersteller bedeutet dies reproduzierbare Ergebnisse, einen sicheren Umgang mit Lösungsmitteln und eine langfristig stabile Leistung bei der täglichen Qualitätskontrolle.

Dieser Inhalt wurde in Zusammenarbeit erstellt mit:

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

TechInfo.XAGS@xylem.com

Erich-Dombrowski-Straße 4

D-55127 Mainz

Deutschland

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

Xylem |'zīlām|

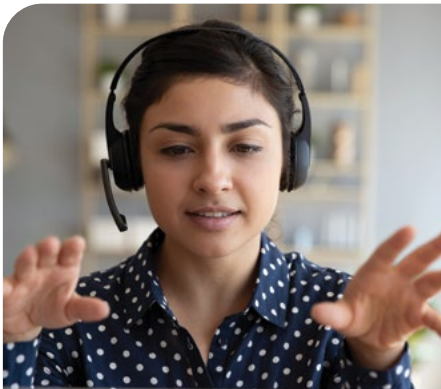
- 1) Das Leitgewebe in Pflanzen, das Wasser und Nährstoffe von den Wurzeln nach oben transportiert.
- 2) Ein führender Anbieter einzigartiger Lösungen für Ihr Labor.

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