KUNSTSTOFFGRANULAT

Bestimmung des Wassergehalts

Bei der Kunststoffverarbeitung ist der Wassergehalt ein wichtiger Qualitätsparameter. Überschüssiges Wasser in Kunststoffgranulaten während der Verarbeitung führt in der Regel zu einem qualitativ minderwertigen Produkt, das häufig sichtbare Oberflächenfehler aufweist. Strukturelle Defekte können auch dann auftreten, wenn das Granulat vorgetrocknet ist, was auf die Notwendigkeit hinweisen kann, die Parameter des Prozesses zu ändern. Die häufigste Methode zur Prüfung des Wassergehalts von Kunststoffen ist die Bestimmung des Trocknungsverlust der Probe (LOD, en: loss on drying). Diese scheinbar einfache Testmethode liefert jedoch nicht immer korrekte Ergebnisse, da sie eine sehr genaue Messung eines geringen Massenverlustes erfordert. Genauigkeit und Präzision bei der Bestimmung des Wassergehalts können mit den Feuchtebestimmern der Serien MA R, MA X2, MA X7 und MA 5Y von Radwag erreicht werden.

Das White Paper enthält grundlegende Informationen zur Validierung des Trocknungsprozesses von Kunststoffgranulat unter Verwendung von Radwag Feuchtebestimmern der Serien MA R, MA X2, MA X7 und MA 5Y. Das White Paper kann als Grundlage für die Entwicklung einer eigenen Trocknungsmethode unter Berücksichtigung der spezifischen Eigenschaften des getesteten Produktes verwendet werden.

Zentrum für Metrologie, Forschung und Zertifizierung, Radwag Elektronische Waagen, Polen
Toruńska 5, 26-600 Radom, Polen +48 48 386 60 00, e-mail: office@radwag.com, www.radwag.com

Begriffe

GENAUIGKEIT DER BESTIMMUNG DES WASSERGEHALTS / DER TROCKENMASSE – die Differenz zwischen dem Ergebnis des Wassergehalts / der Trockenmasse, bestimmt nach der Methode unter Verwendung eines Feuchtigkeitsbestimmers, und dem Ergebnis des Wassergehalts / der Trockenmasse, bestimmt durch Trocknen derselben Probe nach der Referenzmethode.

PRÄZISION – der Grad der Übereinstimmung zwischen unabhängigen Prüfergebnissen, die unter bestimmten Bedingungen erzielt wurden. Die Präzision wird anhand der Standardabweichung einer Reihe von Messungen gemessen.

Referenzmethode

Die Bestimmung des Wassergehalts in Kunststoffgranulaten wurde mit dem coulometrischen Verfahren nach Karl-Fischer in Übereinstimmung mit den Anforderungen der ISO 15512 B2, „Plastics - Determination of water content“ durchgeführt.

Probenvorbereitung

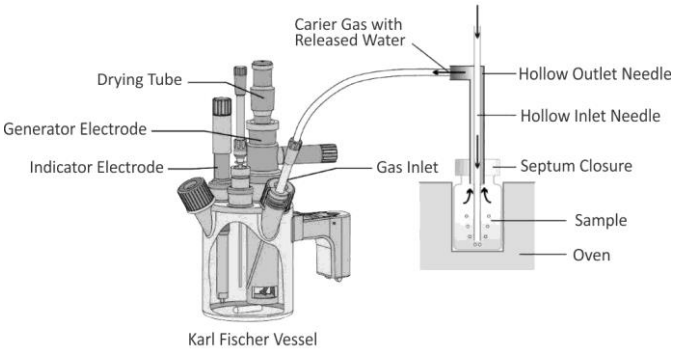
Vor der Bestimmung sind die Proben in dicht geschlossenen Behältern aufzubewahren.

ZUBEHÖR

Karl-Fischer-Apparat, Reagenzien, Testproben.

Beschreibung der Methode

Bei der Methode nach ISO 15512 B2 wurde eine kleine Menge jeder Probe (etwa 0,5 g) in versiegelte Fläschchen gefüllt, die dann in eine rotierende Lagereinheit gestellt wurden. Zur Messung wurde ein Fläschchen automatisch in die Kammer des Heizofens geschoben. Infolge des Temperaturanstiegs wurde das in der Probe enthaltene Wasser in der Probe enthaltene Wasser verdampft und mittels einer Sonde über trockene Luft (Stickstoff-Trägergas) in die Titrationszelle übertragen. In der Titrationszelle wurde das aufgefangene Wasser nach der Karl-Fischer-Methode titriert.



Schema der coulometrischen KF-Methode, Quelle: Determination of Moisture in Petroleum Samples According to ASTM D6304 (Karl Fischer Oven Method). Metrohm USA Inc

ERGEBNISSE

Name	PA 6 Ultramid	PA 66 GF50 EMS	PW Makrolon 1260	PC APEC 2095	ABS Nowodur HH-12	PMMA Plexiglas	POM Delrin 90 P BK602	HDPE CRP 1000	Tarnamid T-27GF30 NAT	Alphalon 27 C
Wassergehalt (%)	1,62	1,41	0,11	0,04	0,37	0,18	0,21	0,001	0,09	0,02
Standard-abweichung (%)	0,04	0,01	0,01	0,001	0,04	0,001	0,01	0,001	0,01	0,001

KUNSTSTOFFGRANULAT – ANALYSE DES WASSERGEHALTS UNTER VERWENDUNG EINES FEUCHTEBESTIMMERS

Die Hygroskopizität, d. h. die Fähigkeit, Feuchtigkeit aus der Umgebung aufzunehmen, ist ein wichtiger Faktor bei der Bestimmung des Wassergehalts von Kunststoffen. Hygroskopische Kunststoffe wie PA, PS, PC, PET, ABS und PBT weisen eine deutlich höhere Sorption von Feuchtigkeit auf, die in das Innere des Granulats wandert und somit volumenabsorbierend wirkt. Aus diesem Grund sollte jede Probe in einem fest verschlossenen Behälter gelagert werden.

Probenvorbereitung

Keine Voraussetzungen.

ZUBEHÖR

Feuchtebestimmer Serie MA 50/1.R oder MA 50/1.X2.A, Wägegefäße mit Deckel, Laborlöffel.

Beschreibung der Methode

Das Trocknungsprofil als Standard wählen. Die nachstehend angegebenen Trocknungsparameter einstellen. Eine Probe von etwa 12 – 15 g auf die Waagschale legen. Die Trockenkammer schließen – entweder manuell oder automatisch.

TROCKNUNGSPARAMETER / ERGEBNISSE

Name der Probe	Temperatur (^{o}C)	Masse [g]	Abschluss der Analyse	Wassergehalt ± Messgenauigkeit $\bar{x}$ ± st. dev. (%) *)	Analysezeit (min:s)	Fehler bei der Bestimmung des Wassergehalts (%)**)
PA 6 Ultramid	150	12	1 mg / 40 Sek.	1.62 ± 0.02	14:18:00	- 0.01
PA 66 GF50 EMS	150	12	1 mg / 40 Sek.	1.41 ± 0.03	15:48:00	0,00
PW Makrolon 1260	115	15	Auto 3	0.10 ± 0.01	07:09:00	- 0.01
PC BAYER APEC 2095	70	12	Auto 3	0.07 ± 0.01	04:04:00	0,03
ABS Nowodur HH-12	110	13	t=28 min	0.33 ± 0.01	28:00	- 0.04
PMMA Plexiglas	100	15	1 mg / 80 Sek.	0.17 ± 0.01	15:48:00	- 0.01
POM Delrin 90 P BK602	100	13	Auto 3	0.23 ± 0.01	09:09:00	0,01
HDPE CRP 1000	100	14	Auto 3	0.02 ± 0.003	04:36:00	x
Tarnamid T-27 GF30 NAT	120	13	Auto 3	0.09 ± 0.01	05:40:00	-0,003
Alphalon 27 C	125	13	Auto 3	0.02 ± 0.001	01:31:00	0,001

*) – die Messgenauigkeit wurde als Standardabweichung einer Serie von 5 Messungen bestimmt.
**) – Der Fehler bei der Bestimmung des Wassergehalts wurde als Differenz zwischen dem mit dem Feuchtebestimmer ermittelten durchschnittlichen Wassergehalt und dem durch die Karl-Fischer-Methode ermittelten Wassergehalt bestimmt.

HAFTUNGSAUSSCHLUSS

Die beschriebene Methode wurde durch das Prüflaboratorium verifiziert, die dargestellten Ergebnisse berücksichtigen jedoch nicht die Faktoren, die sich aus der unterschiedlichen Spezifität der untersuchten Proben, den persönlichen Fähigkeiten des Bedieners und den Messfähigkeiten der Waagenbenutzer ergeben. Daher kann RADWAG keine Verantwortung für die Anwendung der dargestellten Trocknungsparameter übernehmen, sie können jedoch zur Entwicklung eigener Trocknungsmethoden verwendet werden.

	 Feuchtebestimmer MA R Wägebereich [Max]: **50g - 210g** Ablesbarkeit [d]: **0,1mg - 1mg** **Ab € 1.870,68** inkl. 19% MwSt., zzgl. Versandkosten ZUM PRODUKT	 **Feuchtebestimmer MA X7.A** Wägebereich [Max]: **50g - 210g** Ablesbarkeit [d]: **0,1mg - 1mg** **Ab € 2.788,17** inkl. 19% MwSt., zzgl. Versandkosten ZUM PRODUKT	 **Feuchtebestimmer MA 5Y** Wägebereich [Max]: **50g - 210g** Ablesbarkeit [d]: **0,1mg - 1mg** **Ab € 5.187,21** inkl. 19% MwSt., zzgl. Versandkosten ZUM PRODUKT
Zielgruppe	Standard-Laboranwendungen	Fortgeschrittene Industrie	High-End Forschung & Pharma
Display	5,3" LCD (hinterleuchtet)	**7" Touchscreen** (farbig)	**10" Touchscreen** (kapazitiv)
Ablesbarkeit [d]	1 mg	0,1 mg / 1 mg	**0,1 mg**
Feuchte-Wiederholbarkeit	+/- 0,05% (2g Probe)	+/- 0,05% (2g Probe)	**+/- 0,05% (2g Probe)**
Trocknungskammer	Manuell	**Automatisch**	**Automatisch**
Justierung	Extern	Extern	**Intern (Automatisch)**
Datenbanken	6 (Basis)	8 (Erweitert)	**10 (Vollständig)**
Besonderheiten	Einfache Bedienung	Näherungssensoren	**21 CFR Part 11 / EU GMP**
Schnittstellen	RS232, USB, Wi-Fi	Ethernet, RS232, USB, Wi-Fi	**HDMI, Ethernet, USB-C, Wi-Fi**

Persönliche Beratung in Deutschland

Haben Sie Fragen zu den Trocknungsparametern oder benötigen Sie ein individuelles Angebot? Unser Team in Hilden ist für Sie da:

Standort: Radwag Waagen GmbH | Hofstraße 64 | 40723 Hilden

Telefon: +49 2103 9413231

E-Mail: info@radwag-waagen.de