

Herausforderungen bei der Verarbeitung von Biopolymeren mittels Kapillarrheometer verstehen

Frédéric Fraïsse, Manager Rheology, und Claire Strasser, Product Line Manager Rheometry

Einleitung

Um das Materialverhalten unter realen Verarbeitungsbedingungen zu verstehen, sind Hochdruck-Kapillarrheometer die erste Wahl. Es ist allgemein bekannt, dass die Temperatur die Polymerviskosität maßgeblich beeinflusst. Die Viskosität von Polymeren wird maßgeblich durch die Temperatur beeinflusst. NETZSCH-Rheometer ermöglichen daher die Untersuchung temperaturabhängiger rheologischer Eigenschaften, die eng mit den durch DSC und TG bestimmten Übergangstemperaturen sowie mit der Zersetzungstemperatur und deren Kinetik verknüpft sind. Kapillarrheometer setzen die Probe dabei sowohl Temperatur als auch einer Scherbeanspruchung aus. Dadurch kann der Abbau unter Prozessbedingungen untersucht und Verarbeitungsproblemen gezielt vorgebeugt werden.

Experimenteller Teil

Die Viskosität einer PHBH-Probe wurde bei 170 °C bei Scherraten von 100.000 s^{-1} bis 100 s^{-1} gemessen. An derselben Probe wurde eine zweite Messung mit ansteigender Scherrate durchgeführt. Anschließend wurde eine weitere Messung an einer frisch eingefüllten Probe durchgeführt. Zusätzlich wurde die Viskosität von PHBV bei 200 °C zweimal an zwei Proben bestimmt.

Ergebnisse

Bei der ersten PHBH-Beladung sind die Scherviskositätswerte im zweiten Teil der Messung (steigende

PHBV vs. PHBH

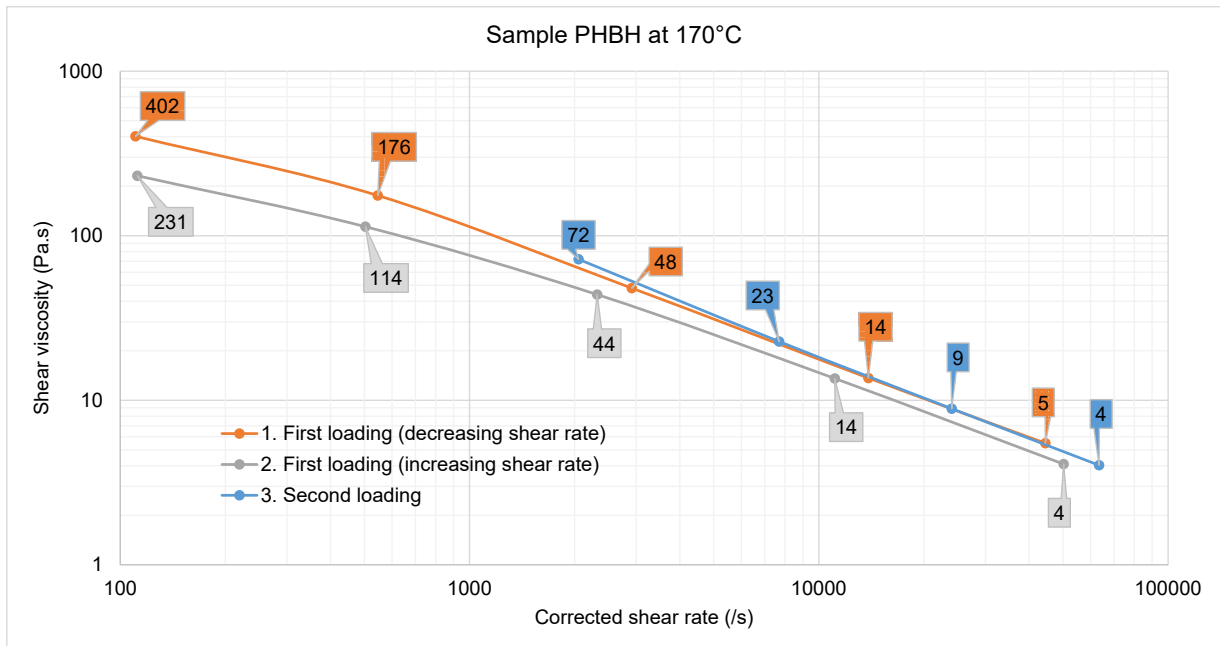
PHBV und PHBH sind biologisch abbaubare Biopolymere. Aufgrund der unterschiedlichen Comonomere weisen sie Unterschiede in der Flexibilität, Kristallinität und im Verarbeitungsverhalten auf.

PHBV = Poly(3-Hydroxybutyrat-co-3-Hydroxyvalerat)

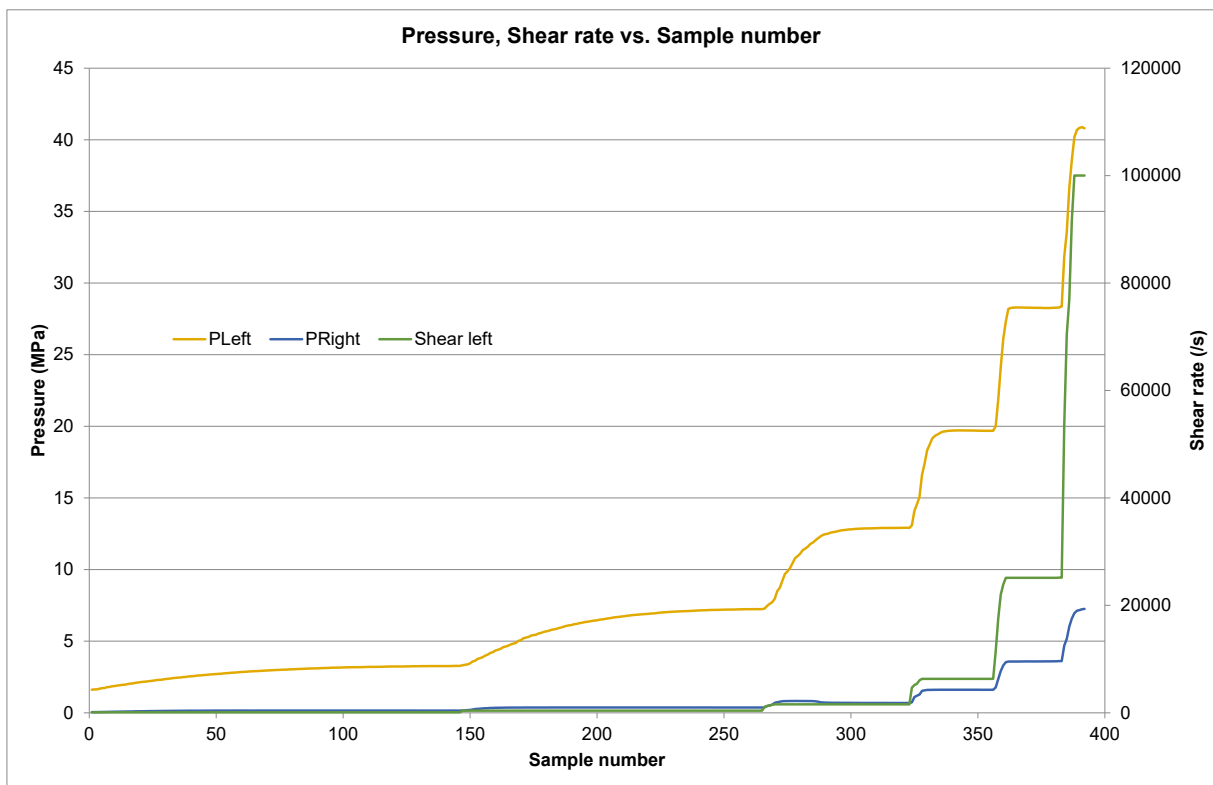
PHBH = Poly(3-Hydroxybutyrat-co-3-Hydroxyhexanoat)

Scherraten) niedriger (siehe Abbildung 1). Dies ist höchstwahrscheinlich auf die thermische Zersetzung des Biopolymers zurückzuführen. Zudem wurde beobachtet, dass das Extrudat im Verlauf der Messung eine immer dunklere Färbung annahm. Auch dies ist ein Hinweis auf einen Abbau. Die zweite Messung, die an einer zweiten (frischen) Probe durchgeführt wurde (blaue Kurve), zeigt die gute Wiederholbarkeit der Ergebnisse, sofern bei der Probenvorbereitung das gleiche Verfahren angewendet wird, um ähnliche Verweilzeiten im Kapillarrheometer bei 170 °C zu erzielen.

Die Rohdaten (d. h. die Druckkurven) zeigten während der Messung keinerlei Instabilität (siehe Abbildung 2).



1 Viskosität der PHBH-Probe bei 170 °C

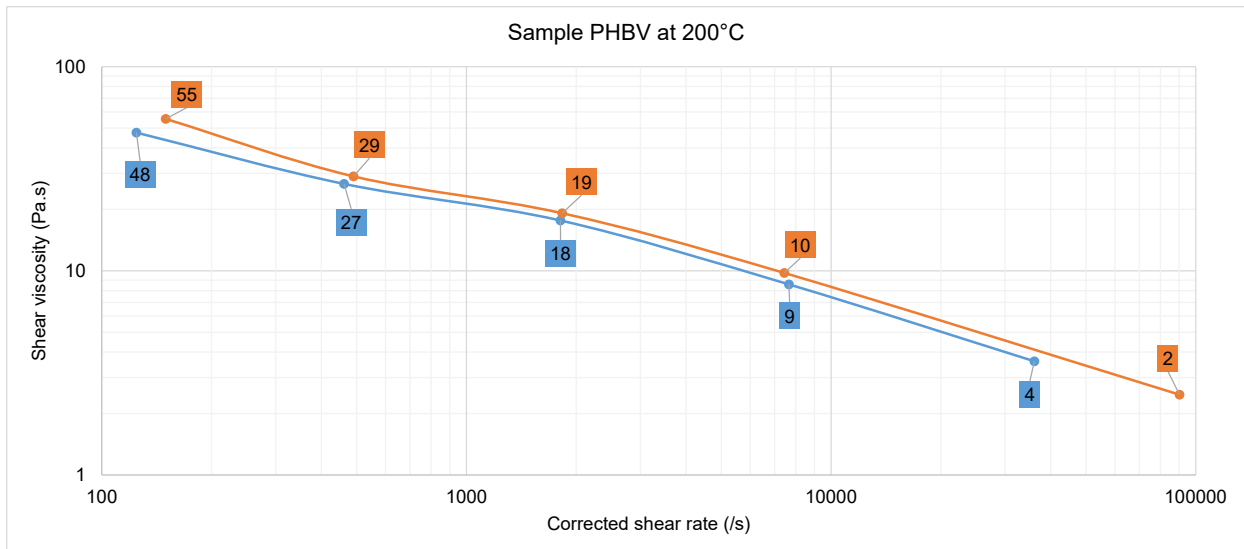


2 Druck (Rohdaten) und Scherrate für die Messung an der PHBH-Probe

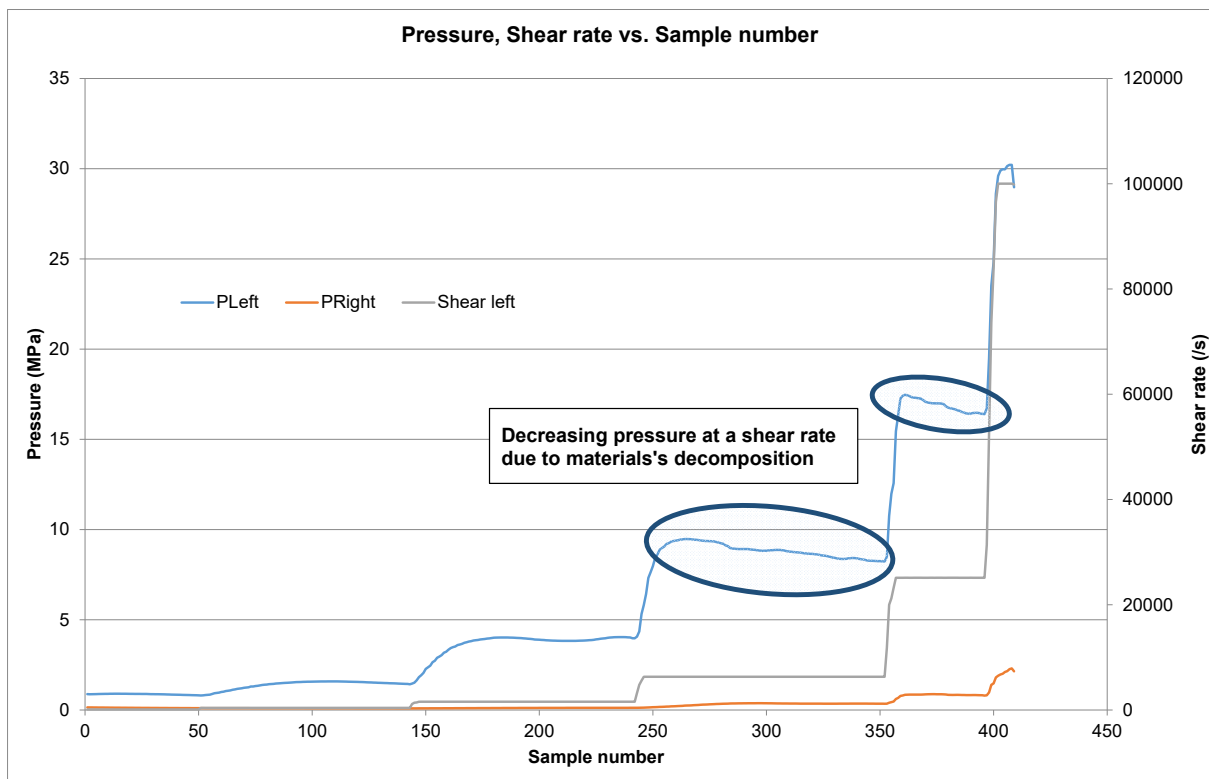
APPLICATIONNOTE Herausforderungen bei der Verarbeitung von Biopolymeren mittels Kapillarrheometrie verstehen

Die Ergebnisse für PHBV scheinen bei 200°C reproduzierbar zu sein (siehe Abbildung 3). Die Druckkurven zeigen jedoch, dass während der Messung eine Zersetzung stattfindet. Bei einer bestimmten Scherrate nimmt der Druck ab, anstatt ein Plateau zu erreichen (siehe Abbildung 4).

Mit zunehmender Scherrate verstärkt sich dieser Effekt. Ursache ist die bei hohen Scherraten zunehmend ausgeprägte Schererwärmung, die zu einem Anstieg der Proben temperatur führt und dadurch die thermische Zersetzung beschleunigt.



3 Viskosität der PHBV-Probe bei 200 °C



4 Druck (Rohdaten) und Scherrate der Messung an der PHBV-Probe

APPLICATIONNOTE Herausforderung bei der Verarbeitung von Biopolymeren mittels Kapillarrheometrie verstehen

Fazit

Während die PHBH-Probe bei 170 °C einem Abbau unterliegt, der von der Dauer der Einwirkung hoher Temperaturen abhängt, reagiert die PHBV-Probe bei 200 °C zusätzlich empfindlich auf die Scherrate. Dies führt bei hoher Scherrate zu einer Eigenerwärmung.

Nur Kapillarrheometer sind in der Lage, den Einfluss hoher Scherrate bei Verarbeitungstemperatur auf Polymerproben zu analysieren.

Danksagung

Wir danken dem Lycée Jean Zay in Thiers, Frankreich, für die Bereitstellung der Proben sowie der GBCC (Green Business & Consulting Company) für ihre Anmerkungen zu den Ergebnissen.