

Über die Effektivität des Magnetrührers im ARC® 254

Dr. Ekkehard Füglein und Senol Gezgin



1 NETZSCH ARC® 254

Einleitung

Das NETZSCH ARC® 254 (Abbildung 1) ist ein Accelerating Rate Kalorimeter, mit dem das sogenannte thermische Durchgehen und Worst-Case-Szenarien untersucht werden können. Ziel dieser Messtechnologie ist es, das Gefährdungspotenzial im Hinblick auf die Temperatur einer Probe oder einer Reaktionsmischung unter adiabatischen Bedingungen zu untersuchen. Insbesondere bedeutet Adiabatizität, dass kein Wärmeaustausch

stattfindet. Bleibt die Reaktionswärme im Reaktionsbehälter und kann keine Wärme an die Umgebung abgegeben werden, steigt die Temperatur und somit die Reaktionsgeschwindigkeit. Dies führt zu einem selbstbeschleunigenden Reaktionsmechanismus. Wird dieses Szenario untersucht oder ist dieses bekannt, können alle realen Bedingungen, die in der Regel nicht völlig adiabatisch sind, da sie immer gewisse Wärmeverluste an die Umgebung aufweisen, berechnet und klassifiziert werden.

Müssen Proben gemischt werden, kann ein Magnetrührer eingesetzt werden. Mechanische Rührgeräte, die sicherlich leistungsstärker sind, wären natürlich auch eine Option. Eine mechanische Verbindung in den Probenbehälter (Abbildung 2) würde jedoch als Wärmebrücke an die Umgebung fungieren und somit die Qualität einer adiabatischen Probenumgebung mindern. Magnetrührer sind ein guter Kompromiss, es ist jedoch schwierig vorherzusagen, wie effektiv das Rühren ist, da es nicht möglich ist, einen Blick ins Innere des Behälters zu werfen. Das Behältermaterial muss druckdicht sein und schnellen Druckänderungen widerstehen, weshalb Metalle – und hier insbesondere Titan – in der Regel die bevorzugten Materialien sind.



2 Probenbehälter im NETZSCH ARC®

APPLICATIONNOTE Über die Effektivität des Magnetrührers im ARC® 254



3 NETZSCH-Kinexus-Rotationsrheometer

Die dynamische Viskosität wird in der SI-Einheit (Pa·s) angegeben und wird typischerweise mit dem Wert der dynamischen Viskosität von Wasser 20 °C mit 1,0 mPa·s verglichen.

Drei Polyglycolproben (Polypropylenglycolmonobuthylether) mit unterschiedlichen Viskositäten wurden untersucht, um die Leistungsfähigkeit des Magnetrührers im NETZSCH ARC® 254 zu testen [1]. Da die Viskosität eine temperaturabhängige Eigenschaft ist und Literaturwerte für die Viskosität der getesteten Polyglycole nur bei 50 °C verfügbar waren, wurden die entsprechenden Viskositätswerte bei 20 °C und 50 °C mit dem NETZSCH-Kinexus-Rotationsrheometer (Abbildung 3 und Tabelle 1) untersucht. Die bei 50 °C gemessenen Werte stimmen gut mit den Literaturdaten überein.

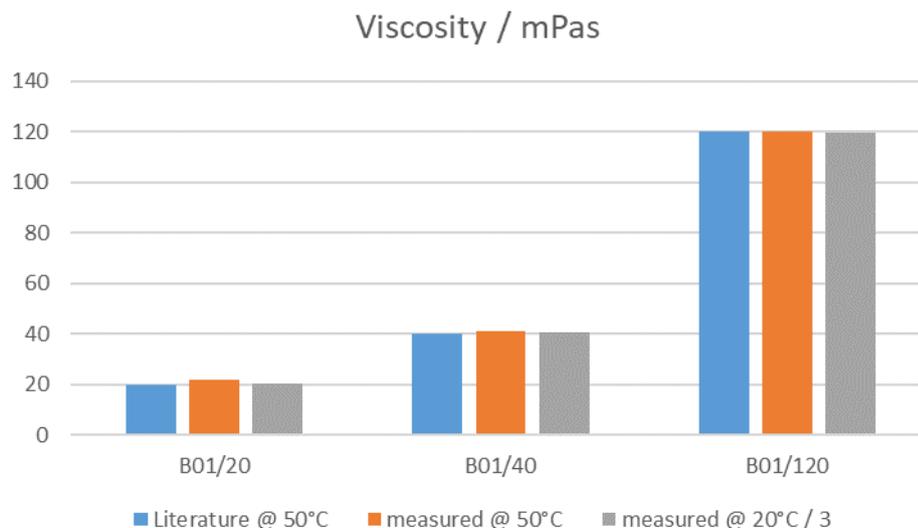
Tab 1. Messbedingungen der Kinexus-Messungen

Kinexus-Messkonfiguration	
Obere Geometrie	Parallele Platte mit 40 mm-Durchmesser
Untere Geometrie	65 mm untere Platte
Messspalt	0,5 mm
Messparameter	Scherrate von 0,1 ⁻¹ - 100 s ⁻¹

Viskositätsmessungen an drei Polyglycolproben

Die Viskosität ist ein gutes Maß, um abzuschätzen, ob eine Flüssigkeit oder ein chemisches Reaktionsgemisch richtig gemischt werden kann oder nicht. Sie beschreibt das Fließverhalten oder die Zähigkeit einer Flüssigkeit. Je höher die Viskosität, desto höher ist der Fließwiderstand.

Darüber hinaus konnte die starke Temperaturabhängigkeit der Viskosität bei Änderung der Proben temperatur von 50 °C auf 20 °C bestätigt werden. Der Temperaturunterschied von nur 30 K verdreifacht die Viskositätswerte für alle drei Proben, wie der Abbildung 4 zu entnehmen ist.



4 Vergleich der Viskositätsergebnisse für drei Polyglycole, gemessen mit dem NETZSCH Kinexus-Rotationsrheometer. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden die Werte für die Messungen bei 20 °C (grau) durch 3 dividiert.

APPLICATIONNOTE Über die Effektivität des Magnetrührers im ARC® 254

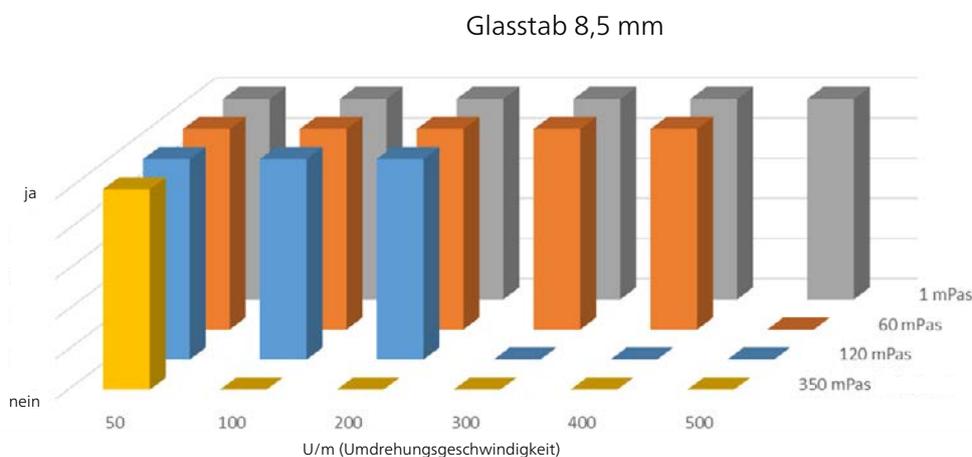
Leistungsfähigkeit des Magnetrührers

Die Effizienz des Magnetrührers wurde mit einem Behälter mit Standardabmessungen von 8 ml ($\varnothing = 2,54$ mm) und einem großen Behälter mit 130 ml ($\varnothing = 60,0$ mm) untersucht. Für Standarduntersuchungen des thermischen Durchgehens müssen die vorher beschriebenen Behälter aus Metall dem Druckaufbau der Zersetzungsreaktion standhalten. Deshalb sind Behälter aus Glas eine Ausnahme, hier wurden sie jedoch verwendet, um zu sehen, ob sich das Rührstäbchen bewegt oder nicht. Der Behälter wurde jedes Mal bis zur Äquatorebene des kugelförmigen Behälters gefüllt. Es wurden verschiedene Abmessungen und Formen von Rührstäbchen,

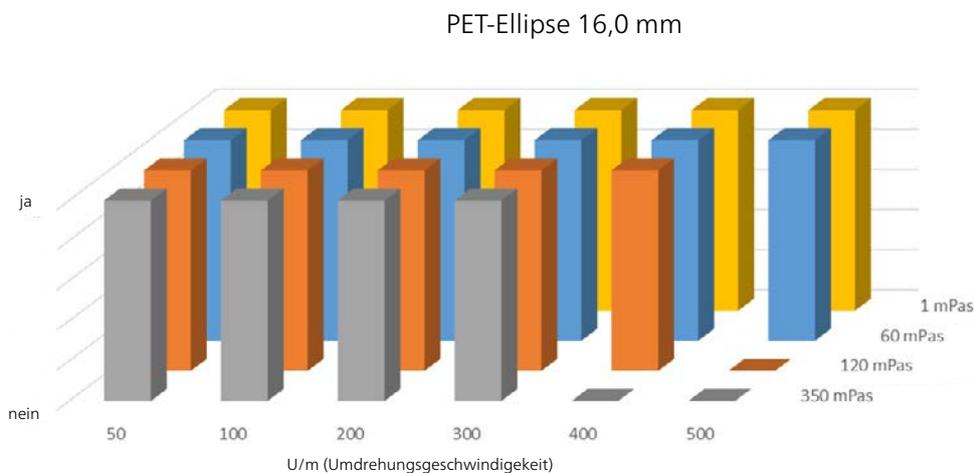
glasummantelte und PTFE-schichtete Rührstäbchen und unterschiedliche Rotationsgeschwindigkeiten, getestet. Alle Ergebnisse sind im Benutzerhandbuch zu finden [2]; einige Ergebnisse sind in Abbildungen 5 und 6 zusammengefasst, wobei ja bedeutet, Rühren mit dieser Geschwindigkeit ist möglich, nein bedeutet, ein Rühren ist nicht möglich.

Literatur

- [1] BYK-Chemie GmbH, Wesel, Germany
- [2] Bedienungsanleitung NETZSCH ARC 254



- 5 Effizienz des Rührens im Inneren des ARC® 254 mit verschiedenen Medien und variierender Rotationsgeschwindigkeit für ein glasbeschichtetes Rührstäbchen von 8,5 mm Länge



- 6 Effizienz des Rührens im Inneren des ARC® 254 mit verschiedenen Medien und variierender Rotationsgeschwindigkeit für ein PTFE-beschichtetes ellipsenförmiges Rührstäbchen von 16 mm Länge