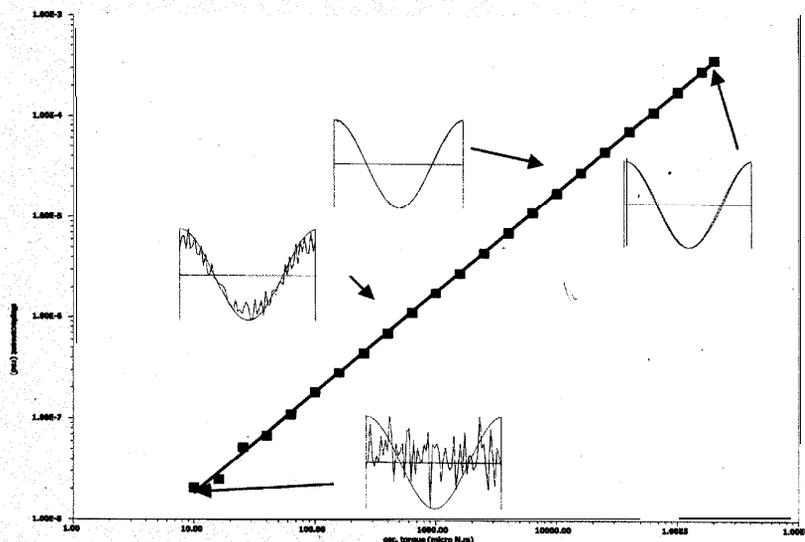


Der Weg vom Viskosimeter zum Rheometer

Die Rheologie hat in den letzten Jahrzehnten in zunehmenden Maße Einzug gefunden in der Produktentwicklung und Qualitätskontrolle vieler Industriezweige. Ob in der Kunststoffindustrie, bei Lacken und Farben, in der Kosmetik und Waschmittelbranche, bei Lebensmitteln, Klebstoffen oder Bauchemie, überall werden die rheologischen Eigenschaften bestimmt, um die Beziehungen zwischen Struktur, Prozesseigenschaften und Endprodukteigenschaften zu ermitteln.



1 Überprüfung radialer Nachgiebigkeit durch Darstellung der Winkelauslenkung gegenüber dem angelegten Drehmoment bei Frequenz 1 Hz an Wasser in parallelen Platten bei -1 °C.

ALOYSE FRANCK*, MATTHIAS QUAIßER*

Obwohl die Rheometrie in vielen Bereichen zunehmend genutzt wird, fehlen bisher Standards oder allgemein gültige Prüfvorschriften, die bei anderen Messmethoden wie z.B. bei der einfachen Viskositätsmessung üblich sind. Wegen der Komplexität der unterschiedlichsten Materialien und Stoffe und den hohen Leistungsanforderungen sind jedoch heutzutage Viskositätsmessungen nicht aussagekräftig genug. Diejenigen, die den Schritt von der einfachen Viskositätsmessung zur rheologischen Charakterisierung planen, oder die Rheologie intensiver einsetzen wollen, stehen vor der Aufgabe, eine für ihre spezielle Anwendung optimale Versuchsmethode zu ermitteln.

Für die Geräteauswahl kommt erschwerend hinzu, dass die Spezifikationswerte nicht wie zum Beispiel die Leistungsangabe bei Automobilen in kW/PS nach genormten Methoden angegeben werden. Aber gerade an den Spezifikationswerten halten sich viele potenzielle Käufer von Rheometern fest, weil es mangels Erfahrung und Zeit nicht leicht ist, das beste Instrument zu ermitteln. Da es aber leider keinen eindeutigen Zusammenhang zwischen diesen Spezifikationswerten eines Rheometers und dessen Eignung für eine spezielle Anwendung gibt, muss man die

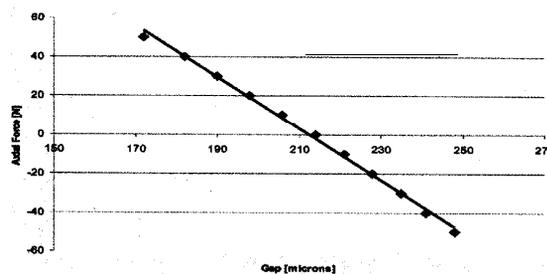
Auswahlkriterien auf eine breitere Basis stellen und dieser Artikel soll denjenigen eine Hilfe sein, die sich mit der Auswahl eines Rheometers beschäftigen.

Grundsätzlich gibt es zwei verschiedene Typen von Rotationsrheometer: Rheometer mit einem separaten Drehmomentaufnehmer und Systeme, bei denen das Drehmoment aus der Leistung des Antriebsmotors bestimmt wird. Beide Rheometertypen konkurrieren nicht miteinander, sondern ergänzen sich je nach Anwendung. Im folgenden werden aber nur Rheometer, bei denen das Drehmoment aus der Leistung bestimmt wird, in die Überlegungen einbezogen. Um ein Rheometer für eine spezifische Anwendung zu beurteilen, sollten die folgenden Komponenten im einzelnen bewertet werden:

- Rahmen
- Motor,
- Luftlager,
- Winkelmessvorrichtung,
- Normalkraftaufnehmer,
- Temperiersysteme,
- Messsysteme,
- Steuer- und Auswertesoftware und das
- Zubehör.

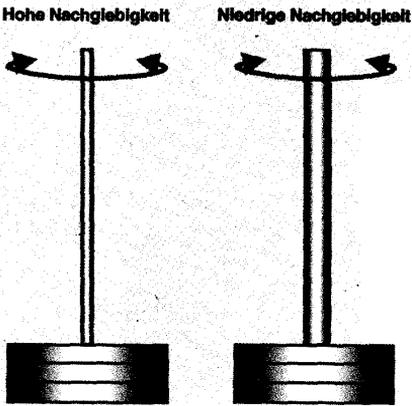
Es versteht sich von selbst, dass der Rahmen, der alle Rheometerbestandteile vereint, steif, also wenig nachgiebig sein soll. Die rheolo-

gische Messung basiert auf einer definierten Probengeometrie, die sich über die Zeit, bei verschiedenen Temperaturen und mechanischen Belastungen (Druck, Zug) nicht ändern darf. Das gelingt am besten, indem der Rahmen aus einem Stück hergestellt wird und nicht geschraubt ist. Ein Blick hinter das Gehäuse oder auf die Rückseite des Rheometers wird zeigen, ob dieses Kriterium erfüllt wird. Wird das Gerät in nicht klimatisierten Räumen aufgestellt, sollte man die Temperaturempfindlichkeit des Gussrahmens berücksichtigen. Die axiale Nachgiebigkeit des Rheometers hängt jedoch nicht nur vom Rahmen, sondern auch von der Spindel, dem Luftlager und dem Normalkraftsensor ab. Ein einfacher Versuch, die radiale Nachgiebigkeit des Rheometers zu überprüfen, besteht darin, Wasser im Messspalt bei -10 °C einzufrie-



2 Überprüfung der axialen Nachgiebigkeit durch Spaltveränderung als Funktion der Axialkraft.

*Dr. A. Franck, M. Quaißer, TA Instruments, 63755 Alzenau



3 Einfluss der Nachgiebigkeit auf die minimale Deformation.

ren und die Winkelauslenkung gegenüber dem vorgegebenen Drehmoment im Oszillationsversuch bei konstanter Frequenz zu erfassen. Die Steigung der linear ansteigenden Messkurve ist die axiale Nachgiebigkeit (Abb. 1). Wichtig ist, dass die Steigung über den gesamten Bereich konstant und die Wellenform des Deformationssignals sinusförmig ist. Die axiale Nachgiebigkeit wird überprüft, indem die „Spaltveränderung“ der zusammen gefrorenen Platten bei Variation der Axialkraft über den ganzen Messbereich erfasst wird. Die Darstellung der Axialkraft über dem Spalt sollte einen linearen Zusammenhang ergeben (Abb. 2). Aus der Steigung wird die axiale Nachgiebigkeit ermittelt.

Abbildung 3 verdeutlicht, dass bei dem Rheometer mit der kleineren Nachgiebigkeit die Probe am meisten deformiert wird, weil die gemessene Winkelauslenkung aus der Summe der Probe und Instrumentenverformung besteht. Deshalb sollte man sich vergewissern, ob die Spezifikation der minimalen Winkelauslenkung sich nur auf die Probe oder auf das System Probe/Instrument bezieht. Der Einfluss des Messinstruments steigt mit abnehmender Festigkeit der Probe.

Motor

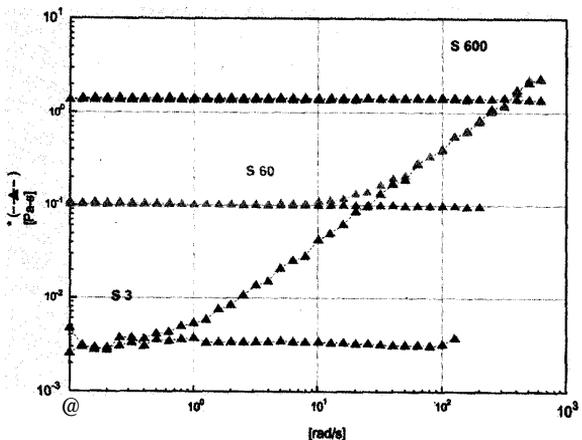
Der Motor, als Herzstück des Rheometers, soll je nach Konsistenz der Probe (von Wasser bis zum Feststoff) und Messbedingungen im Fließversuch einen großen Spannungsbereich abdecken können. Im Oszillationsversuch, bei dem die Messgeometrie sinusförmig hin- und herschwingt, kommt es auf eine sehr niedrige Systemträgheit an. Kleine Systemträgheiten erreicht man durch Verringerung der beweglichen Massen und der radialen Dimen-

sion, wodurch sich Drag-Cup-Motoren besonders auszeichnen. Höhere Trägheit bedeutet größere Korrekturen und somit höhere Fehlerfortpflanzung. Die beweglichen Teile bei Rheometern, inklusive des Drag-Cup-Motors weisen normalerweise Trägheitsmomente deutlich unter 20 µNms² auf.

Ein weiterer Vorteil des Drag-Cup-Motors ist der große lineare Bereich zwischen Drehmoment und Leistungsaufnahme des Motors. Dadurch können leicht sehr kleine Drehmomente angesteuert werden. Drag-Cup-Motoren haben keine Permanentmagnete, sind also nicht anfällig auf externe Magnetfeldstörungen welche Drehmomentschwankungen verursachen.

Den Einfluss der Trägheit kann man nachweisen, indem man Newton'sche Flüssigkeiten wie z.B. Kalibrieröle verschiedener Viskosität im Oszillationsversuch untersucht und die komplexe Viskosität über die Kreisfrequenz aufträgt (Abb. 4). Bei Rheometern mit separatem Drehmomentaufnehmer wie z.B. das Ares von TA Instruments, spielt die Motorträgheit keine Rolle und man erhält frequenzunabhängige, konstante Werte für die komplexe Viskosität. Bei Rheometern ohne Drehmomentaufnehmer tritt trotz Trägheitskorrektur ab einer bestimmten Frequenz ein Abdriften der Viskosität zu größeren Werten auf. Je größer die Trägheit des Messsystems, umso niedriger die Frequenz bei der die Viskosität abweicht.

Einer der wichtigsten Kennwerte eines Rheometers ist der Drehmomentbereich. Beim Vergleich von Rheometerspezifikationen ist es wichtig zu wissen, welche Werte angegeben werden - das minimale Drehmoment, das auf die Probe wirkt, oder das vom Motor erzeugte, denn Restreibung im Lager und vor allem die Beschleunigung der trägen Masse verbraucht die vom Mo-



4 Einfluss der Trägheit auf die Frequenzabhängigkeit der Viskosität, gemessen an Rheometer mit und ohne unabhängige Drehmomenterfassung.

tor abgegebene Energie. Betrachtet man wiederum zwei Rheometer, diesmal mit unterschiedlich großer Trägheit der rotierenden Teile (verdeutlicht durch die Masse am Schaft in Abb. 5), stellt sich die Frage, bei welchem Rheometer bei identischer Probe unter gleichen Bedingungen die kleinste Spannung (Drehmoment) in der Probe erzeugt wird.

Natürlich bei dem Rheometer mit der größeren Masseträgheit, weil der Teil der hineingesteckten Energie (Drehmoment), der zur Überwindung der Trägheit notwendig ist, in diesem Fall größer ist und dem zufolge weniger Energie (Drehmoment) bei der Probe ankommt.

Luftlager

Die Qualität des Luftlagers ist ausschlaggebend für die Leistungsfähigkeit der Rheometer in bezug auf Drehmoment und Winkeldeformation. Heute werden hauptsächlich Porenluftlager (Diffusion Bearings) in Rheometer eingesetzt. Luftlager stellen immer einen Kompromiss dar in bezug auf Stabilität, Genauigkeit der Winkelmessung und Lagerreibung. Sie werden normalerweise nicht spezifiziert, da die Qualität direkt in die Spezifikation des Drehmomentbereiches und der Winkelauflösung eingeht. Beurteilen kann man die Qualität des Luftlagers anhand der Lagerkalibrierkurve, welche zur Linearisierung der Drehmomentabgabe als Funktion der Winkelposition verwendet wird. Eine gute Vergleichszahl ist der Unterschied zwischen den extremen Restdrehmomentwerten. Ebenso ist die Reproduzierbarkeit der Kalibrierkurve in Uhr- und Gegenuhrzeigersinn ein wichtiges Kriterium. Je kleiner die Restdrehmomentdifferenz und je reproduzierbarer die Kalibrierkurve, desto kleiner sind die Korrekturen des vorgegebenen Drehmoments und die

Messfehler. Ist Information über die Lagerkalibrierung nicht vorhanden, dann kann man die Qualität des Lagers bestimmen, indem man an einem niederviskosen Öl, bei kleinem, konstanten Drehmoment die Veränderung der Winkelgeschwindigkeit über eine volle Rotation bestimmt. Aus der Schwankungsbreite der Schergeschwindigkeit kann man bei bekanntem Viskositätswert des Kalibrieröls, die Drehmomentenschwankungen berechnen.

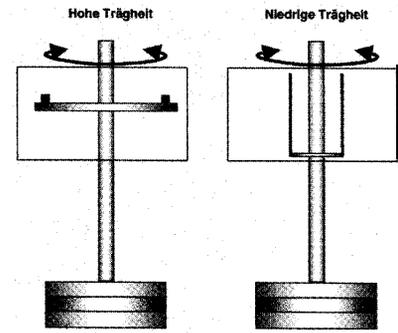
Winkelmessvorrichtung

Modernere Rheometer setzen zur Erfassung der Winkelauslenkung und der Bestimmung der Winkelgeschwindigkeit optische Winkelaufnehmer ein. Der Vorteil des optischen Winkelaufnehmers ist dessen Linearität und vor allem seine geringere Drift als Funktion von Zeit und Temperatur. Eine Scheibe mit aufgedruckten, äquidistanten Linien ist an der Messachse des Rheometers angebracht. Durch Interpolation erhält man die genaue Position des rotierenden Rheometerschafts. Die Wirkungsweise wird in Abbildung 6 dargestellt. Spezifiziert wird die digitale Auflösung des Winkelgebers. Eine gute digitale Auflösung ist nicht unbedingt gleichbedeutend mit guter mechanischer Genauigkeit der Winkelmessung. Diese wiederum hängt weitgehend von der Qualität des Luftlagers ab. Die effektive Leistung des Rheometers in bezug auf Winkelauflösung bestimmt man am besten an einer hochviskosen, Newtonschen Flüssigkeit im Oszillationsversuch.

Normalkraftaufnehmer

Der Normalkraftaufnehmer erfüllt zwei Funktionen: die Steuerung des Messspaltes und das Erfassen von Normalspannungen während rheologischer Messungen. Es gibt mehrere Ansätze um die Kraft in axialer Richtung zu messen. Meistens erfolgt die Normalkraftmessung über die axiale Bewegung der rotierenden Teile im Luftlager. Bei dieser Methode ist es unausweichlich, dass Störungen durch die Rotationsbewegung auf die axiale Kraftmessung übertragen werden. Drift durch Erwärmung ist ebenfalls nicht auszuschließen. Diese Einflüsse können weitgehend eliminiert werden, indem die Normalkraftmessung von der Rotationsbewegung entkoppelt wird. Dies wird erreicht indem die axiale Kraftmessung an den nicht beweglichen Teil des Rheometers gekoppelt ist, zum Beispiel im Fuß, unterhalb des fest montierten Messsystems.

Der oft spezifiziertere Messbereich der Normalkraft bezieht sich in der



Einfluss der Trägheit auf die Drehmoment spezifikation von Rheometer.

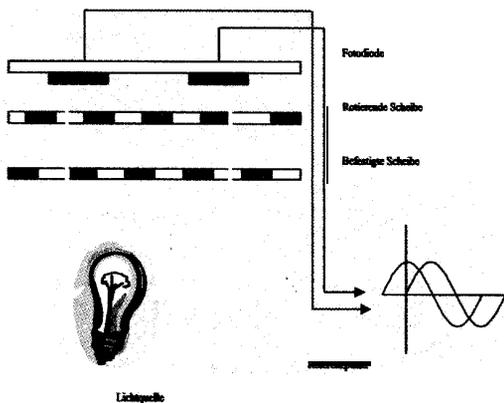
Regel nur auf den Normalkraftaufnehmer. Die minimale Angabe des Bereiches ist meist ohne Belang, da Störungen bedingt durch die Probe, Temperatur, Rotation des Schaftes oft weit größer sind als das Minimum des Messbereiches.

Temperiersysteme

Je nach Anwendung und Messprobe werden unterschiedliche Temperiersysteme benötigt. Eine Rolle spielt dabei nicht nur der einstellbare Temperaturbereich, sondern auch die Art des Mediums, welches die Temperatur auf die Probe überträgt, die Heiz- und Kühlrate sowie die sich einstellende Temperaturkonstanz und Temperaturverteilung in der Probe. Sehr bewährt haben sich die auf Peltierelementen beruhenden Heizsysteme für den Temperaturbereich von -20 bis 200°C. Die Beheizung ist direkt über die Platte oder einem äußeren Koaxialzylinder gewährleistet. Die Heiz-/Kühlraten sind schnell, Temperaturkonstanz und auch Temperaturverteilung in der Probe in der Regel homogen. Die Peltier temperiersysteme eignen sich sehr gut für Untersuchungen bei Temperaturen in der Nähe der Raumtemperatur. Weichen die einzustellenden Temperaturen nach oben oder unten wesentlich von der Umgebungstemperatur ab, dann muss ebenso die obere, bewegliche Probenhalterung beheizt oder gekühlt werden. Für Temperaturen über 200°C bieten sich elektrisch geheizte Platten an. Für Untersuchungen an Polymer-schmelzen und Festkörpern ist ein Ofen vorteilhaft. Das Wärmeübertragungsmedium ist Luft oder Stickstoff und die Temperatur kann über einen weiten Temperaturbereich (-150 bis 600 °C) eingestellt werden. Beachten sollte man, dass bei Öfen mit Luftumwälzung, die Messtemperatur schneller erreicht wird als bei reinen Strahlungsöfen.

Messsysteme

Die Geometrien, Messsysteme oder Probeaufnehmer, haben die Funktion die eingebrachte Deformation oder Schubspannung auf die Probe zu übertragen. Dabei sollen sie sich durch ein geringes Eigengewicht (Trägheit!), hohe Temperaturstabilität, variable Größen oder Kegelwinkel und wenn nötig durch verschiedene Ober-



Prinzipskizze optischer Winkelaufnehmer: Über zwei versetzte Fotodioden, kann aus der Intensität des durchfallenden Lichtes die genaue Position interpoliert werden.

flächenbeschaffenheit auszeichnen. Wichtig ist, dass die Verbindung zur Antriebsachse einfach herzustellen und mechanisch und thermisch stabil sein sollte und reproduzierbare gute Parallelität und Konzentrität gewährleistet. Die Unterschiede der Platte-Platte, Kegel-Platte und konzentrische Zylinder Messsysteme bei den einzelnen Herstellern sind gering und deshalb bei der Auswahl eines Rheometers weniger signifikant.

Steuer- und Auswertungsprogramm

Die Software ist der Teil des Rheometers, mit dem man mit dem Instrument kommuniziert. Deshalb ist dieser Punkt besonders wichtig. Die Einschätzung einer Software ist allerdings sehr subjektiv. Man kann für ein und das selbe Steuer- und Auswertungsprogramm mitunter im Markt komplett gegenteilige Meinungen über die Güte finden. Deshalb sollte man am besten mehrere Anwender befragen, die möglichst mehrere unterschiedliche Fabrikate in Benutzung haben. Die Software muss dem Nutzer den Einblick auf alle und experimentell bestimmten Korrekturfaktoren

und Korrekturfunktionen erlauben. Alle Messdaten müssen nach den gerätespezifischen Korrekturen ungeglättet dargestellt werden. Aufarbeitung und Verschönerung von graphischen Darstellungen müssen der Kontrolle des Benutzers unterliegen.

Zubehör

Im Laufe der Entwicklung von Rheometern haben immer wieder neue Anwendungen dafür gesorgt, dass zusätzliche Zubehöreile entwickelt wurden. Die Gewichtung dieser Zubehöre ist vom geplanten Einsatzgebiet und Anwendung abhängig. Marktbefragungen haben ergeben, dass die meisten Zubehöre einen Anteil von weniger als fünf Prozent haben. Man sollte sich deshalb überlegen, welche Kompromisse man eingehen muss, um ein Rheometer mit einem einzigartigen Zubehör zu beschaffen.

Schlussfolgerung

Bei der Auswahl eines luftgelagerten Rotationsrheometers gibt es, wie in den vorhergehenden Abschnitten erläutert, eine Reihe von Eigenschaften zu betrach-

ten und zu beurteilen, die nicht unmittelbar aus den Spezifikationswerten der Hersteller hervorgehen. Neben der Anwendung modernster Sensortechnik, Hard- und Software ist die konstruktive Gestaltung und Qualität aller beweglichen Teile des Rheometers von allergrößter Bedeutung für die Güte eines Rheometers. Eine ausführliche Prüfung lohnt sich aber, denn nur so gewinnt man das Vertrauen in das Rheometer, was eine wichtige Voraussetzung für seinen erfolgreichen Einsatz in Forschung, Entwicklung und Qualitätssicherheit ist.

Weitere Informationen:

www.laborpraxis.de

InfoClick

140857

- Das gesamte Produktportfolio von TA Instruments im Bereich Rheologie
- Der direkte Kontakt zur deutschen Niederlassung von TA Instruments

Fax: +49 (0 60 23) 96 47 - 77