

In der Rheologie versucht man, die Fließeigenschaften eines Stoffes zu messen und zu beschreiben. Diese Fließeigenschaften werden durch die Verformung der Bestandteile des Stoffes - flüssige und feste - beeinträchtigt.

Grundsätzlich kann man sagen, daß die Deformation eines Stoffes die Antwort auf eine wirkende Kraft ist. Es muß deshalb bei rheologischen Messungen die wirkende Kraft so gewählt werden, daß keine bleibende Deformation auftritt.

Ist dies der Fall, kann man in Stoffen zwei Grundeigenschaften unterscheiden :

- ein elastisches Verhalten (Feder)
- ein viskoses Verhalten (Wasser).

Als Fließfeld wird die Gesamtheit der Bewegungszustände einer Flüssigkeit im jeweiligen Rheometer bezeichnet.

Dabei ist der Fließfeldkoeffizient k eine vom benutzten Meßsystem abhängige Konstante. Bei Rotations- oder auch bei Oszillationsrheometern ist die Winkelgeschwindigkeit Ω und das Drehmoment M mit der dynamischen Viskosität η der Flüssigkeit verknüpft durch :

$$\eta = k \cdot \frac{M}{\Omega}$$

Diese Gleichung zeigt, daß sich das Messen der Viskosität bei Rotationsrheometern als exakte Aufnahme der Winkelgeschwindigkeit Ω und des Drehmomentes M darstellt. Die Darstellung in der Form als Schubspannung τ und Schergeschwindigkeit, ist nur eine Umformung dieser Grundwerte. Hierbei geht man von folgender Definition aus :

$$\tau = \frac{\text{Kraft}}{\text{Fläche}} = \frac{F}{A} \left[\frac{N}{m^2} \right]$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\text{Geschwindigkeitsdifferenz}}{\text{Schichtdicke}} = \frac{dv}{dy} \left[s^{-1} \right]$$

und erhält :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \left[Pa \cdot s \right]$$

Anmerkung : Häufig wird für die Schergeschwindigkeit noch das Symbol D verwendet. Seit dem 29.4.1997 hat der DIN Fachausschuß festgelegt, daß als Symbol $\dot{\gamma}$ für die Schergeschwindigkeit verwendet werden soll.

Die Schubspannung τ ist die wichtigste Ausgangsgröße zur Beschreibung der Stoffeigenschaften. Sie ist direkt proportional zur meßtechnisch bestimmbar Kraft M und liefert die Basisinformation für alle mathematischen Beschreibungen des zu vermessenden Stoffes. Eine solche Beschreibung wiederum ist Grundlage für alle rheologischen Modelle und für alle weitergehenden Stoffbetrachtungen in Bezug auf die stoffspezifischen Kennwerten, Kenngrößen oder Kennzahlen.

Der Quotient aus dynamischer Viskosität η und Dichte des Stoffes ρ ist die kinematische Viskosität ν .

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \left[\frac{m^2}{s} \right]$$

1 Rotation

Bei rotierenden oder oszillierenden Rheometern wird entweder die Winkelgeschwindigkeit oder das Drehmoment vorgegeben. Wird die Winkelgeschwindigkeit Ω vorgegeben, handelt es sich um ein schergeschwindigkeitsgesteuertes Rheometer, wird das Drehmoment M vorgegeben, handelt es sich um ein schubspannungsgesteuertes Rheometer.

Bei der Drehmomentbestimmung darf nur der Anteil gemessen werden, der aus der Wechselwirkung zwischen Meßsystem und Substanz entsteht. Die durch das Gerät bedingten Momente, in Form von Lagerreibung u.ä., müssen im ganzen dynamischen Bereich des Rheometers minimiert werden. Diese Forderung stellt extreme Anforderungen an die Lager im Gerät und an die Vorrichtungen zur Übertragung des Drehmoments. Die Momente können als Motorstromänderung oder durch ein Torsionselement erfaßt werden.

Die Standardgeometrie bei Rotationsrheometern wurde für koaxiale Meßkörper und Meßgefäße in der DIN 53 019 festgelegt. Um unter definierten Bedingungen Messungen durchführen zu können, sind in der DIN 53 018 die Randbedingungen fixiert.

Meßsystemtypen

- **koaxiale Meßsysteme** (siehe Abb. 1-1)

Bei koaxialen Meßsystemen gilt für den Zusammenhang zwischen dem Meßmoment M und der Schubspannung τ

$$\tau = \left(\frac{1 + \delta^2}{2 \cdot \delta^2} \cdot \frac{1}{2\pi L R_i^2 C_L} \right) \cdot M$$

und für den Zusammenhang zwischen der Umdrehungsgeschwindigkeit n und der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$

$$\dot{\gamma} = \left(\frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \frac{\pi}{30} \right) \cdot n$$

mit R_a = Radius des zylindrischen Meßbechers

R_i = Radius des zylindrischen Meßkörpers

L = Länge des zylindrischen Meßkörpers

C_L = Korrekturfaktor abhängig vom Öffnungswinkel des Zylinders

$$\delta = \frac{R_a}{R_i}$$

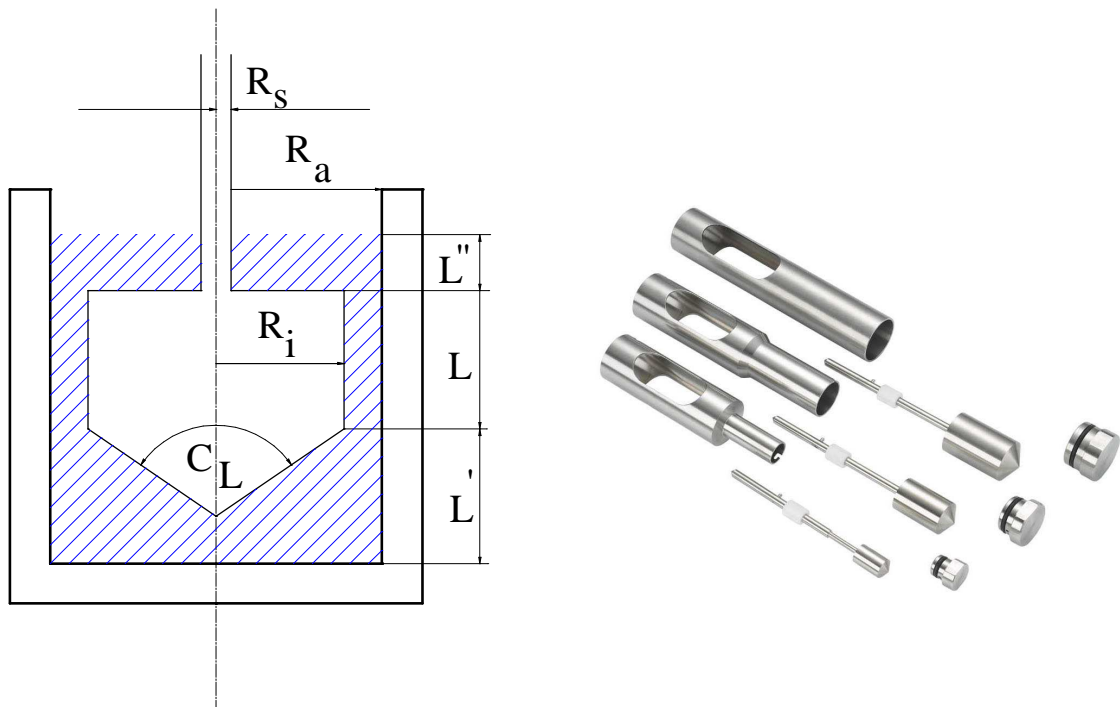


Abb. 1-1: koaxiales Meßsystem

Koaxiale Meßsysteme mit engem Spalt können überall dort verwendet werden, wo, die Substanz problemlos in den Meßspalt fließen kann.

Weitere Meßsystemgeometrien sind nach ihren Erfindern benannt, wie z.B. *Roscoe*, *Dietzel + Drückner*, *Mooney + Ewart* (vgl. hierzu auch DIN 53 018 Teil 2).

Sind die Substanzen hochviskos, geht man zu anderen Meßsystemen über, z.B. zu Kegel - Platte - Meßsystemen.

- **Kegel- Platte Meßsysteme** (siehe Abb. 1-2)

Für ein Meßsystem, bestehend aus einem sich auf einer Platte drehendem Kegel, ergibt sich für die Schubspannung :

$$\tau = \frac{3}{2\pi R^3} \cdot M$$

und für die Schergeschwindigkeit :

$$\dot{\gamma} = \frac{\pi}{30 \cdot \beta} \cdot n$$

mit β = Kegelwinkel (in rad) und
 R = Radius des Kegels.

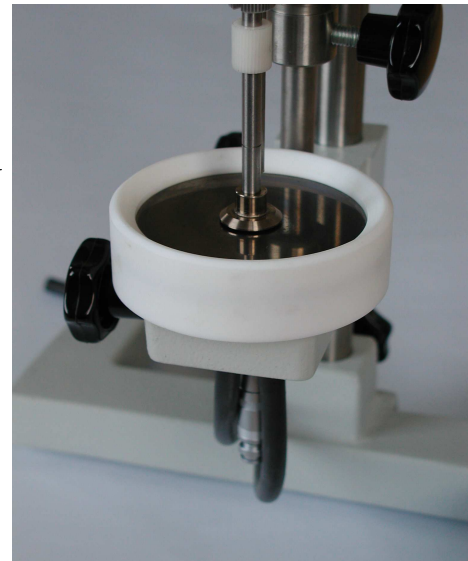
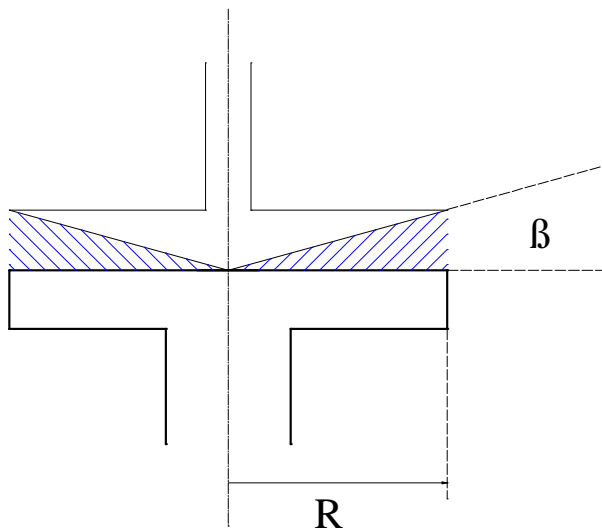


Abb. 1-2: Kegel- Platte Meßsystem

Der Kegelwinkel liegt i.a. zwischen $0,5^\circ$ und 3° . Es werden für die Messung somit geringe Substanzmengen benötigt. Ein weiterer Vorteil ist die einfache Füllung und Reinigung der Meßanordnung.

- **Platte- Platte- Meßsysteme** (siehe Abb. 1-3)

Bei der Platte- Platte- Meßanordnung erfolgt die Belastung der Probe in einem Spalt. Hierbei wächst die Winkelgeschwindigkeit im Spalt als Funktion des Radius r .

Es ergibt sich für die Schubspannung :

$$\tau = \frac{2}{\pi R^3} \cdot M$$

und für die Schergeschwindigkeit :

$$\dot{\gamma} = \frac{2\pi r}{h} \cdot n$$

mit h = Plattenabstand und
 R = Radius der Platten.

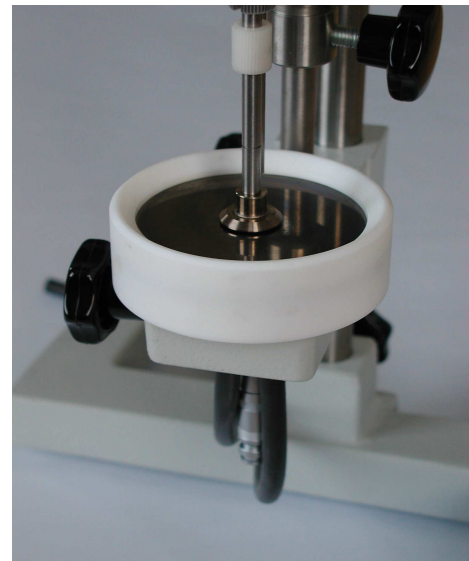
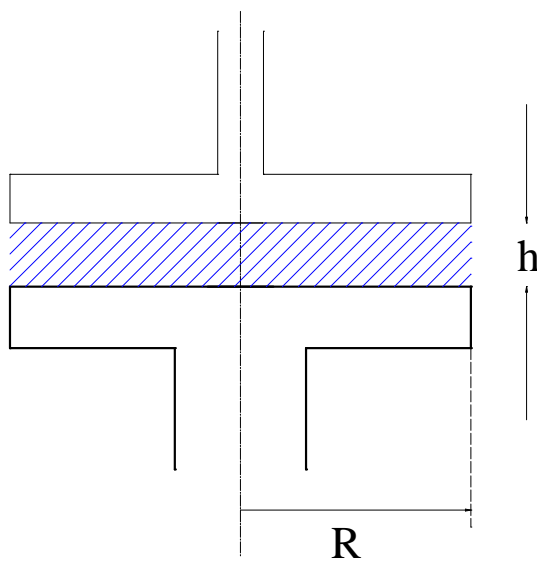


Abb. 1-3: Platte- Platte Meßsystem

Mit solchen Systemen können auch noch pastöse, pigmentierte Substanzen vermessen werden. Aufgrund dieser speziellen Meßanordnung muß hier besonders darauf geachtet werden, daß Geometriefehler oder Befüllungsfehler die Messung stark beeinflussen können.

2 Kapillarrheometer

Mit diesen Rheometern wird die kinematische Viskosität bestimmt. Wenn die Substanz es ermöglicht, den Durchgang zwischen zwei Schranken eindeutig festzustellen, können Kapillar - Rheometer eingesetzt werden. Den Durchgang durch die Schranken kann man mit dem Auge feststellen, und die Durchgangszeit von Hand stoppen. Eine andere Art sind Lichtschranken oder geeignete Feldsensoren, die einen Zeitzähler starten bzw. stoppen.

Im Bereich der niederviskosen Substanzen benötigt man lange, dünne Kapillaren. Bei hochviskosen Substanzen arbeitet man mit Hochdruck- Kapillar- Rheometern. Ein typischer Vertreter dieser Rheometergruppe ist das Ostwald- Viskosimeter (siehe Abb. 1-6)

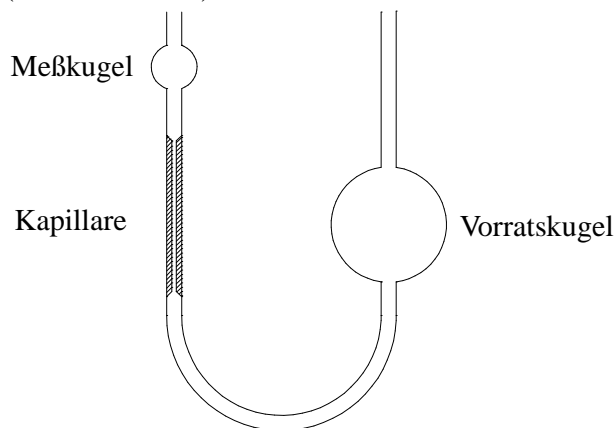


Abb. 1-6: Ostwald-Viskosimeter

Die darin gerätebedingt auftretenden Fehler, aufgrund der ungleichen Volumina, sind vermindert beim Ubbelohde- Viskosimeter (DIN 51 562, siehe Abb. 1-7), als einer technischen Weiterentwicklung des Ostwald- Viskosimeters.

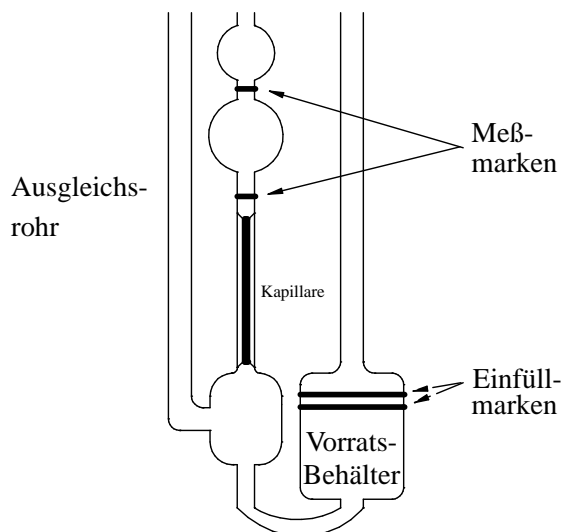


Abb. 1-7: Ubbelohde-Viskosimeter



Die Viskosität wird bestimmt :

für Kapillarrheometer ohne Fremdüberdruck als $v = K \cdot t_K$ und
mit Fremdüberdruck als $\eta = C \cdot t_C$

mit K bzw. C als Gerätekonstanten und
 t_K bzw. t_C als gemessene Durchflußzeiten.

3 Auslaufbecher

In diesem verhältnismäßig einfach gestalteten Meßgerät bestimmt man als Maß für die kinematische Viskosität einer Substanz diejenige Zeit, die ein festgelegtes Volumen (100 cm^3) benötigt, um durch eine Düse definierten Durchmessers auszulaufen. Die Viskosität wird dann mit der Dimension "Auslaufsekunde" angegeben, ergänzt durch den Vermerk z.B. DIN-Becher 4, d.h. genormter Becher mit 4 mm Düsendurchmesser (siehe Abb. 1-8)

Bei allen Geräten, die mit hydrodynamischem Druck als wirkender Kraft arbeiten, müßte die sich während des Versuchs ändernde Kraft auf die jeweils verbleibende Restmenge berücksichtigt werden. Da dies meist nicht geschehen kann, sind solche Meßanordnungen nur bedingt einsetzbar wenn es auf höhere Meßgenauigkeit ankommt. Als nicht im gewünschten Maß reproduzierbar gelten auch die Meßbedingungen, da Start- und Endpunkt der Messung nicht eindeutig fixierbar sind.

Folgende Normen beziehen sich auf die Auslaufbecher: DIN 53 211, DIN ISO 2431 und ASTM D-4212.

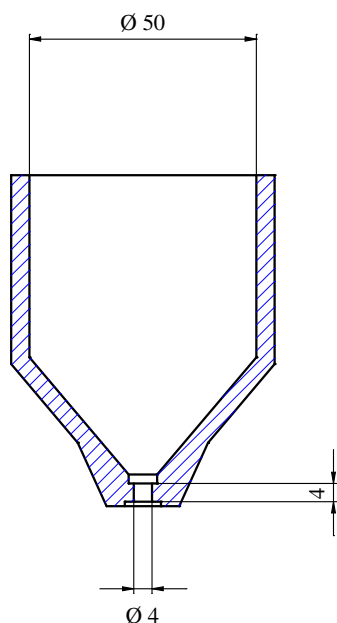


Abb. 1-8: DIN - Becher 4

Für den DIN-Becher 4 (DIN 53 211, siehe Abb. 1-8) gilt :

$$v = 4,57 t - \frac{452}{t} \quad \text{bzw.} \quad t = \frac{v}{9,14} + \sqrt{98,9 + \left(\frac{v}{9,14}\right)^2}$$

mit v = kinematische Viskosität und
 t = Auslaufzeit in s.

Trotz der erwähnten Einschränkungen, denen aber Handlichkeit und „das haben wir schon immer so gemacht“ gegenüber stehen, findet der Auslaufbecher noch vielfach Anwendung im Bereich der Druckfarben und Lacke.

4 Kugelfallviskosimeter

Diese Art der Viskositätsbestimmung, siehe Abb. 1-9, kann nur bei Newtonschen Substanzen eingesetzt werden. Der Prüfraum mit der Substanz, durch die eine Kugel fallen soll, die zunächst auf dem Behälterboden liegt, befindet sich in einem thermostatisierbaren Behälterraum. Der Stoff wird in den Probenraum eingefüllt. Danach wird der Behälter um 180° gedreht. Die Kugel fällt nun, durch die Schwerkraft, zurück auf den Boden. Die Zeit, die die Kugel benötigt, um die beiden Marken (MA und MB) zu passieren, wird ermittelt. Sie kann als Meßgröße genutzt werden.

Voraussetzung ist, daß die Substanz es z. B. aufgrund ihrer Transparenz ermöglicht, den Durchgang der Kugel zwischen den Marken eindeutig festzustellen. Dies kann durch optische oder bei undurchsichtigen Materialien durch elektromagnetische Sensoren erfolgen.

Die Kräfte, die beim Sinkvorgang zusätzlich auf den Kugelkörper wirken, bringen ihn in eine Taumelbewegung. Da diese nicht steuerbar, regelbar oder reproduzierbar ist, erhält man unter ungünstigen Umständen mit einer solchen Methode bei gleicher Substanz unterschiedliche Ergebnisse

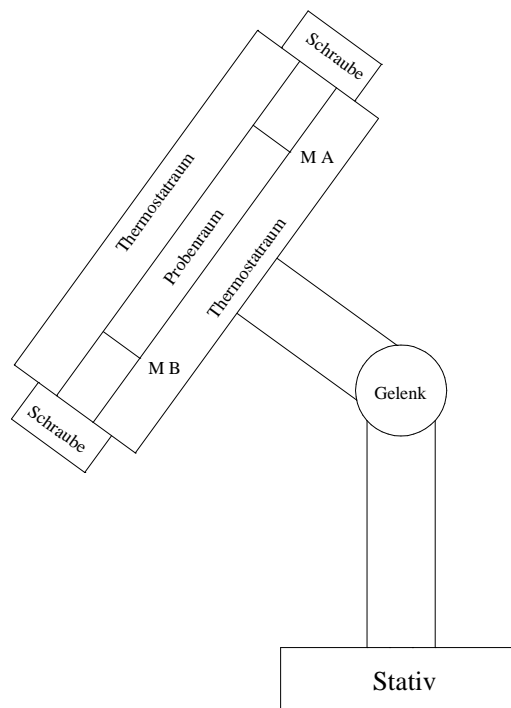


Abb. 1-9 : Kugelfall - Viskosimeter

Die Viskosität wird bestimmt durch:

$$\eta = K_F \cdot t_F \cdot \Delta\rho$$

mit K_F als Gerätekonstante,

t_F als gemessene Laufzeit der Kugel und

$\Delta\rho$ als Differenz der Dichten des Kugelwerkstoffs und der Probe

5 Schmelz - Prüfungen

Die Bestimmung des Schmelzindex (melt - flow - index MFI) erfolgt nach DIN ISO 1133 (ersetzt DIN 53 735). Der Schmelzindex ist die Menge der aufgeschmolzenen Masse einer Substanz, die innerhalb einer definierten Zeit, unter Einfluß einer definierten Kraft und Wärmemenge, aus einer Düse austritt.

Unter rheologischem Aspekt bedeutsam sind dabei folgende Zusammenhänge :
Schmilzt man eine Substanz und drückt diese gleichzeitig mit definierter Kraft durch eine Düse, so erhält man einen Wert, der der Viskosität proportional ist. Die wirkende Kraft ist jedoch nicht einfach zu ermitteln, da innere und äußere Kräfte nicht voneinander losgelöst gemessen werden können. Es ist darauf zu achten, daß keine Sekundäreffekte auftreten, z.B. dünnflüssiger Film an der Düsenwand haftend, Bildung eines festen oder flüssigen Kerns und / oder Haftreibung, denn dadurch ergäbe sich eine Düsendurchmesserverringerung (Pfropfenströmung). Die Strömungsgeschwindigkeit der Substanz beeinflußt deren (Strang-) Form außerhalb der Meßapparatur. Es muß vermieden werden, daß es zu Strangveränderungen kommt. Strangaufweitungen oder -einschnürungen sind deutliche Zeichen, daß die inneren Strukturen genauer untersucht werden müssen, was mit Oszillationsrheometern erfolgen muß. Denn Klassifizierungen der Strukturparameter sind durch MFI- Messungen nicht möglich.

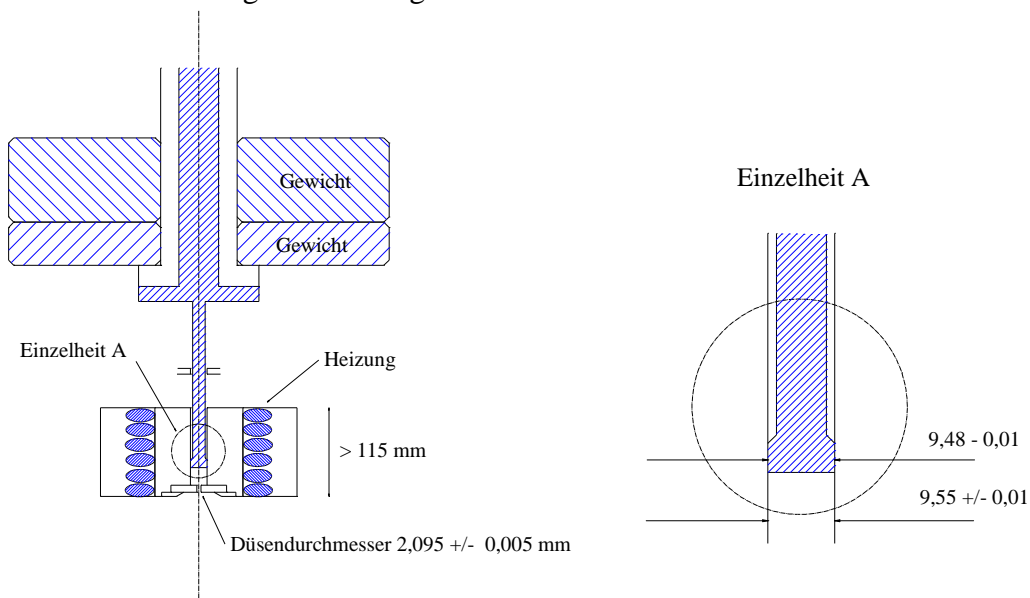


Abb. 1-10 : MFI Parameter

Die Abb. 1-10 zeigt den wesentlichen Teil der Schmelzindexprüfgeräte. Mit solchen Meßapparaturen sind jedoch, rheologisch betrachtet, nur Einpunktmessungen möglich, die Aufnahme eines Fließfeldes erscheint kaum realisierbar.

Neben dem Schmelzindex (MFI) kann mit solchen Geräten auch der Schmelzvolumenindex (melt- volume- index MVI) bestimmt werden. Die Normierung legt als Meßzeit 10 Minuten fest. Während dieser Zeit wird die Länge des Weges gemessen, den der Kolben innerhalb des MFI-Geräts zurücklegt.

Allgemein gilt für den vom Kolben auf die Substanz ausgeübten Druck :

$$p = \frac{4F}{\pi D_K^2},$$

sowie für die Schubspannung :

$$\tau = \frac{p \cdot D_D}{4L_D}$$

und für die Schergeschwindigkeit

$$\dot{\gamma} = \frac{32 \cdot V}{\pi D_D^3}$$

mit D_D = Düsendurchmesser,

D_K = Prüfkolbendurchmesser,

L_D = Düsenlänge,

V = Volumenstrom in der Düse und

F = Kraft auf den Kolben, durch variable Gewichtsauflage erzeugt.