

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: **A 648/2009**

(22) Anmeldetag: **28.04.2009**

(43) Veröffentlicht am: **15.11.2010**

(51) Int. Cl.⁸: **G01N 11/16** (2006.01),

G01N 11/14 (2006.01),

G01N 11/00 (2006.01)

(73) Patentinhaber:

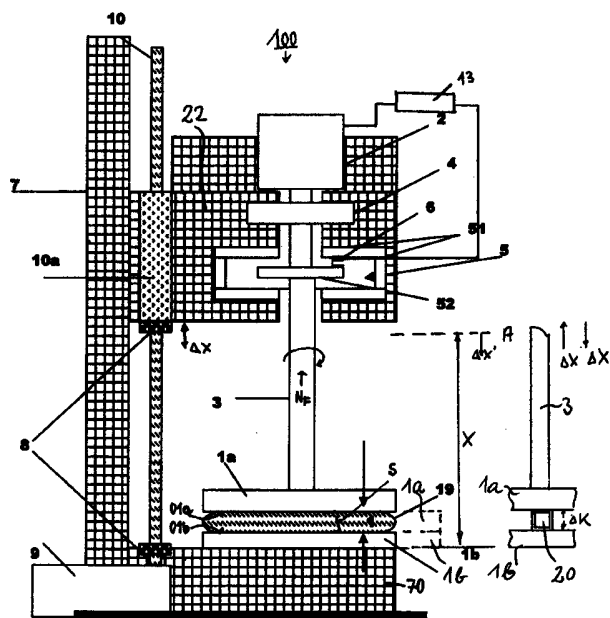
ANTON PAAR GMBH
A-8054 GRAZ-STRASSGANG (AT)

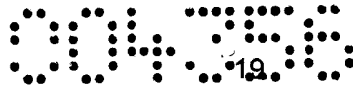
(72) Erfinder:

RAFFER GERHARD
GRAZ (AT)

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DER RHEOLOGISCHEN EIGENSCHAFTEN VON MEDIUMSPROBEN**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Mediumsproben (19), wobei die im Messspalt (1) senkrecht zu den Messflächen auftretenden Normalkräfte (N_F) mit einer Aufnahmeeinheit aufgenommen und die Höhe (S) des Messspaltes (1) mit einer Stelleinheit (9, 10) und von dieser betätigten Stellteilen (22, 70) eingeregelt werden. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass während des Messvorganges die Ausgangs-Höhe (S_0) des Messspaltes (1) konstant gehalten wird, indem die auftretenden Werte der Normalkräfte (N_F) mit einer Kalibrierfunktion verknüpft werden, und dass bei Feststellung von auftretenden Normalkräften von der Kalibrierfunktion abgeleiteten Werte als Steuersignale herangezogen werden, mit denen zumindest ein an zumindest einem der beiden Messteile (1a, 1b) angreifender Verschiebeaktor (11, 11a - 11d, 12, 12c) angesteuert wird, der durch Lage- bzw. Höhenverstellung des jeweiligen Messteiles eine sofortige Rück-Einstellung einer durch die von der zu untersuchenden Mediumsprobe (19) ausgeübten Normalkräfte (N_F) veränderten Höhe ($S_1=S_0+\Delta X$) des Messspaltes (1) auf den ursprünglich eingestellten Ausgangs-Abstand (S_0) vornimmt.



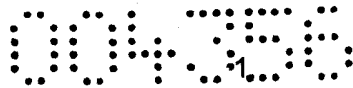


Zusammenfassung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Mediumsproben (19), wobei die im Messspalt (1) senkrecht zu den Messflächen auftretenden Normalkräfte (N_F) mit einer Aufnahmeeinheit aufgenommen und die Höhe (S) des Messspaltes (1) mit einer Stelleinheit (9, 10) und von dieser betätigten Stellteilen (22, 70) eingeregelt werden. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass

- während des Messvorganges die Ausgangs-Höhe (S_0) des Messspaltes (1) konstant gehalten wird, indem die auftretenden Werte der Normalkräfte (N_F) mit einer Kalibrier-Funktion verknüpft werden, und
- dass bei Feststellung von auftretenden Normalkräften von der Kalibrier-Funktion abgeleiteten Werte als Steuersignale herangezogen werden, mit denen zumindest ein an zumindest einem der beiden Messteile (1a, 1b) angreifender Verschiebe-Aktor (11, 11a - 11d, 12, 12c) angesteuert wird, der durch Lage- bzw. Höhenverstellung des jeweiligen Messteiles eine sofortige Rück-Einstellung einer durch die von der zu untersuchenden Mediumsprobe (19) ausgeübten Normalkräfte (N_F) veränderten Höhe ($S_1 = S_0 + \Delta X$) des Messspaltes (1) auf den ursprünglich eingestellten Ausgangs-Abstand (S_0) vornimmt.

(Fig. 1)



Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Mediumsproben, insbesondere von viskosen und viskoelastischen Stoffen, gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1. Die Erfindung betrifft ferner ein Rheometer gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 5.

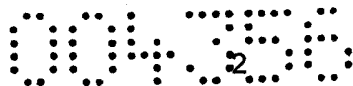
Bei derartigen Drehrheometern werden zwei Messteile definierter Geometrie, von welchen zumindest einer drehangetrieben wird, z.B. Becher-Messkörper, Platte-Platte oder Platte-Konus, in verstellbarem, konstantem axialen bzw. konstant gehaltenem Abstand zueinander an einem Stativ bzw. Gestell montiert und die auf ihre rheologische Eigenschaften zu untersuchende bzw. zu vermessende Mediumsprobe wird in den zwischen diesen beiden Messteilen gebildeten Messspalt eingebracht. Während der Messung kommt es durch den Einfluss der Eigenschaften der Mediumsprobe zu Veränderungen der Höhe des Spaltes zwischen den Messteilen bzw. zu einem Abbremsen des rotierten Messteiles.

Ein derartiges Gerät ist beispielsweise in der AT 404 192 B beschrieben. Bei diesem Gerät sind zwei Messteile definierter Geometrie, und zwar z.B. Becher mit Messkörper, Platte-Platte oder Platte-Konus, in jeweils einstellbarem, konstantem axialen Abstand zueinander mittels Stellteilen an einem Stativ höhenverstellbar geführt und die zu vermessende Probe wird in den zwischen diesen beiden Messteilen gebildeten Messspalt eingebracht. Die beiden Messteile werden durch eine motorgetriebene Antriebswelle in Rotationsbewegung relativ gegeneinander versetzt und dadurch wird auf das Probemedium eine Scher- und/oder Schubspannung ausgeübt. Der von dem Probemedium dieser Drehung /Scherung entgegengesetzte Widerstand äußert sich in einem auf die Messteile wirkenden Drehmoment und ist ein Maß für die rheologischen Eigenschaften der untersuchten Substanz.

Für die Versuchsdurchführung können unterschiedlich geformte Messteile an Stellteilen des Rheometers angebracht werden. Die Messteile werden vor oder nach dem Einbringen des Probenmediums in den gewünschten Abstand relativ zueinander gebracht, wobei gegebenenfalls vorher der Spalt-Nullpunkt zur Relativbestimmung der Spalthöhe gemessen wird.

Je nach Gerätetyp rotiert dabei der obere Messteil, z.B. gemäß Searle - Methode, oder der untere Messteil, beispielsweise ein Messbecher, z.B. gemäß Couette - Methode. Es werden das resultierende Drehmoment und/oder die Phasenlage bestimmt.

Die Drehmomentbestimmung kann mittels einem für Antrieb und Drehmomentmessung ausgelegten Motor erfolgen oder aber über zwei voneinander getrennte Einheiten für Rotations- und Drehmomentbestimmung, die jeweils einem der Messteile zugeordnet sind.



In der Fig. 1 ist eine bekannte Ausführungsform eines Drehrheometers 100 dargestellt. Die zu vermessende Mediumsprobe 19 befindet sich im Spalt 1, der zwischen den beiden plattenförmigen Messteilen 1a, 1b gebildet wird. Ein Messmotor 2 treibt die Messwelle 3 und den mit dieser verbundenen oberen Messteil 1a rotierend an. Dabei ist der Zusammenhang zwischen dem Drehmoment an der Messwelle 3 und der Leistungsaufnahme des Messmotors 2 genau bekannt oder kann durch Kalibrierung ermittelt werden. Ein Winkelencoder 4 ermöglicht die Bestimmung von Drehwinkel und Rotationsgeschwindigkeit. Alle Werte stehen in einer Auswerteeinheit 13 zur Verfügung. Auftretende Normalkräfte werden mit der Messeinheit 6 gemessen.

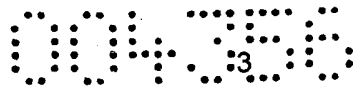
Die rheologischen Kenngrößen der Mediumsprobe 19_u werden in der Auswerteeinheit 13 aus dem Drehmoment bzw. aus den Versorgungsparametern, insbesondere aus der Stromaufnahme des Messmotors 2 und /oder aus der Frequenz und/oder aus der Phasenlage der Messwelle 3 und den Spalt Daten unter Berücksichtigung von Messgeometriedaten und der Temperatur ermittelt.

Alternativ können für die Versuchsdurchführung konstante Drehzahlen und damit die Scherraten vorgegeben werden (CSR-Test – controlled shear rate test) und das Drehmoment wird gemessen oder aber das Drehmoment bzw. die Schubspannung wird vorgegeben und konstant gehalten (CSS-Test – controlled shear stress test) und die Änderung der Drehzahl wird gemessen.

Als weitere Versuchsart stehen auch Oszillationsversuche zur Verfügung. Hierbei wird die Messwelle mit oszillierenden, beispielsweise sinusförmigen, Drehbewegungen beaufschlagt, womit auch die elastische Komponente eines realen Mediums, wie z.B. einer realen Flüssigkeit, ermittelt werden kann.

Die für höchste Messgenauigkeit im Rheometer bestimmenden Faktoren sind neben der genauen Bestimmung des Drehmomentes und der Stabilität der Umgebungsbedingungen die möglichst reibungsfreie Lagerung der Antriebs- und/oder Messwellen und insbesondere auch die Steifigkeit des Stators. Um das jeweilige momentan wirkende Drehmoment mit minimalen Reibungs- und Zugkräften zu messen, sind beispielsweise Magnet- und Luftlagerungen für die rotierten Komponenten bekannt.

In Fig 1 ist ein bekanntes Luftlager 5 schematisch dargestellt. Das gezeigte Radiallager umfasst im Wesentlichen einen stativ- bzw. gehäusefesten Stator 51 und eine in diesem drehbar gelagerte Rotor- bzw. Lagerscheibe 52, die mit der Messwelle 3 fest verbunden ist. Die Lagerscheibe 52 dient zur Aufnahme der auf die Messwelle 3 wirkenden Axiallasten, z.B. Gewicht der Messwelle und Messteile, und wird mittels durchströmender Luft gegenüber dem Stator 51 abgestützt. Die Versorgungseinrichtungen sowie Zu- und Ableitungen für die Luft sind in Fig. 1 nicht dargestellt.



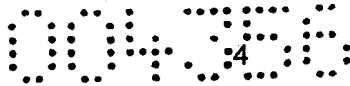
Die erhaltenen Messwerte werden in der Auswerteeinheit 13 mit der Proben temperatur, mit der Höhe des Messspaltes 1 sowie mit den Gerätekonstanten in an sich bekannter Weise verknüpft und es können daraus die rheologischen Daten der Mediumsprobe 19 berechnet werden.

Von großem Einfluss auf die Messgenauigkeit ist dabei auch die tatsächliche augenblickliche Höhe S des Messspaltes 1. Die Höhe S wird durch eine Stelleinheit, z.B. eine Schraubspindel 10 oder einen anders ausgebildeten präzisen mechanischen Linearvorschub durch Absenken des unteren Messteils 1b und/oder durch Anheben des oberen Messteils 1a verstellt bzw. eingestellt. Die Messteile 1a, 1b werden von von der Stelleinheit betätigten bzw. getragenen von Stellteilen 22, 70 getragen.

In der Fig. 1 ist eine konventionelle Art der Verstellung der Spalthöhe S dargestellt: Der am Stativ 7 montierte Drehmotor 9 verschiebt den von dem oberen Stellteil 22 getragenen Messteil 1a mittels der von einer Schraub-Spindel 10 gebildeten Stelleinheit relativ gegenüber den unteren, von einer Grundplatte 70 gebildeten Stellteil. Zur Spalthöhen-Einstellung erfolgt die Regelung des Vorschubmotors 9 mittels der von einem berührungslos arbeitenden, an der Spindel 10 angeordneten Abstand- bzw. Längenmesseinheit 8 gemessenen Werte. An sich bekannte Längenmesseinheiten, wie z.B. Potentiometer, inkrementale Wegaufnehmer, induktive Messaufnehmer oder Messuhren, messen jeweils die Distanz zwischen den Stellteilen 22, 70 und/oder zwischen der Spindelmutter 10a und einem Fixpunkt am Stativ 7 bzw. an der Grundplatte 70 oder anderen Fixpunkten. Die Messung des tatsächlichen Abstandes X kann sowohl absolut durch entsprechende Einjustierung für die jeweils verwendete Messgeometrie am Höhen-Vorschub- und -Verstellsystem bzw. an der Stelleinheit erfolgen als auch relativ, d.h. ausgehend vom jeweils durch geeignete Verfahren, beispielsweise durch den Drehmomentanstieg beim Einander-Berühren der Messteile 1a und 1b, ermittelten Spalt-Nullpunkt.

Auch der Einsatz von Steppermotoren, um eine gesteuerte Positionierung der Stellteile relativ zueinander, ohne Notwendigkeit eine Abstands-Messung durchzuführen, ist bekannt. Dabei wird z.B. die Position des oberen Messteils 1a, ausgehend von einer Anfangs- bzw. Ausgangslage der Spindel 10 durch Zählung der Verdreh-Schritte im bzw. gegen den Uhrzeigersinn und Multiplikation desselben mit dem Schrittwinkel bei definiertem Vorschub ermittelt.

Unter konstanten Umgebungsbedingungen können damit vorgegebene Spalthöhen S mikrometer-genau angefahren werden und gleichzeitig der benötigte Vorschub im mm- bzw. cm-Bereich für das Einbringen des Probenmediums 19 in den Messspalt 1 bzw. für das Wechseln der Messteile 1a, 1b erzielt werden.



Die AT 409304 B zeigt darüber hinaus die Möglichkeit, die Höhe des Messspaltes 1 mittels berührungslos arbeitenden, also z.B. mittels induktiven oder zumindest magnetischen, Wegsensoren möglichst genau zu bestimmen und die Spalthöhe S durch Regelung der Verstellung der Spindelmutter 10a am Stativ 7 konstant zu halten. Dabei wird der tatsächliche Abstand zwischen den beiden Messteilen 1a, 1b durch berührungslos arbeitende Sensoren bestimmt, die an denselben angeordnet sind. Die Einstellung bzw. Regelung des Abstandes zwischen den beiden Messteilen 1a, 1b mittels des Stellmotors 9 für die Stativ-Spindel 10 erfolgt durch die Auswerteeinheit 13 und zwar basierend auf den Messwerten dieser Abstandsmessung.

Viskoelastische Substanzen zeigen unter Scherung eine Mischung aus viskosem und elastischem Verhalten. Im Scherversuch treten Normalkräfte N_F in axialer Richtung der Messwelle bzw. -achse 3 auf, welche ein Maß für die elastische Komponente im Fließverhalten darstellen. Unter Scherung können Normalkräfte von bis zu einigen 10 N auftreten; der Druck, der in axialer Richtung auf die beiden Messteile 1a, 1b wirkt, wird mit unterschiedlichen, an sich bekannten Sensor-Anordnungen gemessen.

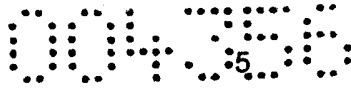
Während die US 6,167,752 B die Normalkräfte an der luftgelagerten Messwelle über Abstandssensoren bestimmt, schlägt die US 6,892,583 B beispielsweise die Messung der Normalkräfte mittels Piezosensoren in der Rheometer-Messplatte selbst vor. Weitere Möglichkeiten der Bestimmung sind ebenfalls bekannt.

Die auf unterschiedlichste Weise gemessenen Werte der Normalkraft N_F stehen wie auch alle zuvor beschriebenen Möglichkeiten und bekannten Varianten ohne Beschränkung für die im folgenden beschriebene erfindungsgemäße Vorgangsweise und Form der Spalthöhen-Korrektur insbesondere analog zur Verfügung. *Fig. 1a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u v w x y z*

In Fig. 1 ist die in der US 6,167,752 A dargestellte Variante der Messung der Normalkraft N_F mittels eines Sensors 6 am Luftlager 5 der Messwelle 3 dargestellt. Dabei wird die durch die in axialer Richtung wirkenden Kräfte bewirkte axiale Verstellung bzw. Auslenkung des oberen Messteils 1a und damit der Messwelle 3 mittels berührungslos arbeitenden Abstands- bzw. Wegsensoren 6 bestimmt und in Normalkraft N_F übersetzt.

Normalkräfte üben axial zur Messwelle Druck auf die Messteile 1a, 1b aus und bewirken im Regelfall ein axiales Öffnen oder Ausweiten des Spaltes 1. Dabei spielen neben der mangelnden Steifigkeit und/oder einem Verwinden des Stativs 7 auch weitere Einflüsse, teils in Abhängigkeit von der Bauweise des Drehrheometers 100, eine Rolle, beispielsweise die Steifigkeit der Messwellenlagerung 5, ein mögliches Spiel der Spindelmutter 10a an der Höhenverstell- bzw. Vorschubspindel 10 u. dgl.

Die erhaltenen Viskositätswerte enthalten somit einen geräte-inhärenten Fehler, dessen Größe mit der Höhe der Normalkraft N_F variiert.



Die in der AT 409304 B beschriebene Methode der Messung und Korrektur des mittels des Wegsensors 6 ermittelten Abstandes bzw. Abstandsänderung der Messteile stellt beispielsweise in Versuchen zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der rheologischen Eigenschaften ein probates Mittel zur Korrektur der Spalthöhe S dar. In diesen und ähnlichen Langzeitversuchen ändern sich die Normalkräfte N_F in ähnlicher Zeitskala wie die Temperaturdrift und damit kann die Spalthöhe S über das träge mechanische System bzw. über die Stelleinheit geregelt werden. Die Regelung mittels mechanischer Systeme zeigt eine gewisse Trägheit im Ansprechen. Aufgrund der mechanisch funktionierenden Vorschübe bzw. Stelleinheiten ist es praktisch nicht gut möglich, in den Submikrometer-Bereich vorzudringen.

Die vorgeschlagene Kompensation der Spalthöhe versagt auch im Falle von sich rasch ändernden Versuchsbedingungen bzw. bei Messung im Kurzzeitbereich, wie beispielsweise im Falle von Schersprung-Versuchen, die das Verhalten von thixotropen oder rheopexen Substanzen unter plötzlicher Änderung der Scherbelastung untersuchen.

Thixotropes Verhalten bedeutet eine Verringerung der ursprünglichen Strukturstärke und damit ein Absinken der Viskosität während einer Scherbelastungsphase und mehr oder weniger vollständigen Wiederaufbau während einer nachfolgenden Ruhephase. Dieser Abbau und der ihm folgende Aufbau sind reversible Vorgänge. Fast alle Dispersionen, Suspensionen, Emulsionen, Schäume, wie insbesondere Pasten, Cremes, Ketchup, Lackfarben u.dgl., zeigen thixotropes Verhalten, während rheopexe Substanzen in der Praxis eher selten auftreten und eine Erhöhung der Strukturstärke unter Scherbelastung zeigen. Zur Untersuchung dieser Eigenschaften werden mit dem Drehrheometer typischerweise Schersprungversuche ausgeführt.

Die Fig. 2 a zeigt schematisch die Sprungfunktion der Viskosität bei Auftreten einer Scherbelastung zum Zeitpunkt t_1 . Ab diesem Zeitpunkt bauen sich Normalkräfte N_F auf.

Die in Fig. 2b dargestellte strichlierte Linie gibt die gemessenen Normalkräfte an, sofern die Rückregelung der Spalthöhe S langsam erfolgt bzw. unterbleibt.

Fig.2 b zeigt mit durchgezogener Linie die auftretenden Normalkräfte bei sofort erfolgter Rückstellung der Spalthöhe S entsprechend der erfindungsgemäßen Vorgangsweise. Es zeigt sich hier der Einfluss der Gestell- und Stellteilparameter bezüglich Steifigkeit usw. auf die Normalkräfte, die für sich wiederum die Probensubstanz charakterisieren sollen.

Um die Messspalthöhe-Veränderung zu kompensieren, sind die Einflüsse und unterschiedlichen Beiträge des Gestells, der Messwelle, der Stelleinheit, d.h. aller zwischen den Messteilen gelegenen bzw. diese tragenden und betätigenden Teile des Drehrheometers zu berücksichtigen bzw. deren Effekt ist in Summe durch geeignete



Mittel zur Spalthöhenkonstanthaltung, also konkret durch entsprechend gewählte Vorschub- bzw. Verstellmittel, zu kompensieren.

Dabei gilt ganz allgemein der Zusammenhang für die zu korrigierende Spalthöhe S

$$\Delta S_{\text{kor}} = f(N_F)$$

Je nach Bauart können auf diese Weise unterschiedliche parasitäre Einflüsse in Zusammenwirkung mit der angreifenden bzw. auftretenden Normalkraft die tatsächliche Höhe des Messspaltes verändern.

Die gesamte Messspalt-Aufweitung aufgrund von Normalkräften wird durch die Summe der Beiträge s von mangelnder Steifigkeit der Lager, Spindelmutterspiel, mangelnder Steifigkeit des Stativs usw. bestimmt.

Es gilt dabei für die Änderung ΔS_{kor} der Spaltweite bzw. -höhe:

$$\Delta S_{\text{kor}} = \Sigma (S_{\text{Spindelmutter}} + S_{\text{Axiallager}} + S_{\text{Spiel der und Steifigkeit der Stellteile}} + S_{\text{Halterung der Messteile}} + S_{\text{Luftlager}} + S_{\text{Stativverbiegung}} + S_{\text{Magnetlager.....}}) = f(N_F)$$

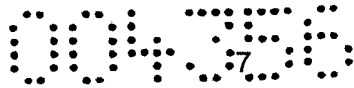
Die einzelnen Beiträge stehen dabei weder messtechnisch als Einzelbeitrag noch rechnerisch zur Korrektur zur Verfügung.

Der Gesamteinfluss ist jedoch für das jeweilige Rheometer, und zwar unabhängig von den Details aus der gewählten Messgeometrie, bestimmbar und ist in der Kalibrierfunktion berücksichtigt.

Um diese Einflüsse auszuschalten, ist ein Verfahren zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Mediumsproben der eingangs genannten Art mit den im Kennzeichen des Anspruches 1 genannten Merkmalen charakterisiert.

Um den Fehlereinfluss durch Aufweitung des Messspaltes infolge angreifender bzw. auftretender Normalkräfte bei der Messung zu kompensieren, wird diese Spaltaufweitung, die für ein jeweils konkretes Gerät aufgrund dessen Geräteparameter, z.B. Gestellsteifigkeit, Lagerspiel der Antriebe, Biegesteifigkeit usw. eine spezifische Größe ist, in einem Kalibrierschritt in Abhängigkeit von der Normalkraft gemessen. Nachfolgend wird die auf diese Weise erhaltene Kalibriertabelle bzw. -kurve zur Steuerung elektrischer Aktoren verwendet, die die Spalthöhe in Abhängigkeit von den im Messvorgang tatsächlich auftretenden Normalkräften praktisch ohne Zeitverzögerung kompensieren. Das Ergebnis der vorgenommenen Normalkraft-Messung wird zur Erstellung eines Steuersignals verwertet und wird in der Auswerte- und Steuereinheit in eine Steuerspannung für die Aktoren übersetzt. Die Spaltaufweitung infolge der mangelnden Steifigkeit des Stativs bzw. einer Entfernung der Stellteile bzw. der von ihnen getragenen Messteile voneinander durch die Normalkräfte wird damit in Summe kompensiert.

Die Ansprüche 2 bis 4 haben verschiedene Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Gegenstand.



Erfindungsgemäß wird vorgeschlagen, zur Kompensation der Spalthöhen-Änderung die Geräteparameter in einem ersten Schritt messtechnisch zu erfassen und als Teil der Kalibrierfunktion in der Auswerteeinheit 13 zu speichern.

Dazu wird bei Abwesenheit einer Mediumsprobe der tatsächliche Messspalt 1 mittels des mechanischen Spindelvorschubes bzw. der Stelleinheit auf die Höhe Null gesteuert, sodass die beiden Messteile 1a, 1b einander gerade berühren bzw. aneinander anliegen und $N_F=0$. Nun werden mittels der Stelleinheit bzw. durch Betätigung der Spindel über die Stellteile die Messplatten 1a, 1b mit genau definierten unterschiedlichen, insbesondere jeweils erhöhten, einzelnen Belastungsschritten aneinander gedrückt, wobei die für die einzelnen Schritte resultierenden Normalkräfte N_F gemessen bzw. bestimmt werden. Gleichzeitig wird der von der Stelleinheit bzw. der Spindel dazu erforderliche bzw. zurückgelegte Stellweg ermittelt.

Man erstellt sodann in Form einer Kalibriertabelle 9 Messpaare von Werten betreffend den jeweiligen Stellweg, der der Aufweitung des Gestells für die jeweilig auftretende Normalkraft N_F gleichgesetzt wird. Damit steht eine Funktion

$$\Delta S_{\text{kor}} = f'(N_F)$$

für vorzunehmende Messungen zur Verfügung.

Bei der Versuchsdurchführung mit realen Mediumsproben 19 wird die so erhaltene Kalibrierfunktion für die Steuerung der für die Spalthöhen-Verstellung zumindest einer der Messplatten 1a, 1b vorgesehenen Verschiebe-Aktoren 11, 11a bis 11d, 12, 12c verwendet. Dabei gibt die Auswerte- und Steuereinheit 1330 aufgrund des jeweils momentanen Messwertes der Normalkraft N_F ein aus den Kalibrierdaten ermitteltes Steuersignal an den Spannungsgeber 30 für die Verschiebe-Aktoren, z.B. Piezoaktoren, ab, die damit unmittelbar einen Linearvorschub zumindest eines der Messteile 1a, 1b gegen den jeweils anderen Messteil 1b, 1a, also in der Gegenrichtung zur Spaltaufweitung bzw. Spalthöhenvergrößerung durchführen. Dieser Linearvorschub entspricht dem ermittelten Stellweg der Stelleinheit bzw. der Spindel der im Kalibriervorgang eine Normalkraft erzeugt hat, die der im Versuch momentan auftretenden Normalkraft entspricht. Damit kann im Messbetrieb die durch auftretende Normalkräfte bedingte Spaltaufweitung nahezu verzögerungsfrei kompensiert werden, d.h. die aufgrund mangelnder Steifigkeit des Gestells aufgrund der Normalkräfte bewirkte Spaltaufweitung wird kompensiert. Während der Messung wird die aufgrund der auftretenden Normalkräfte N_F zu erwartende Spaltaufweitung durch sofortige Feinstverstellung der Messspalthöhe mittels der Verschiebe-Aktoren korrigiert.

Vorteilhaft wird zumindest ein Festkörper-Aktor eingesetzt, der den Abstand der Messplatten 1a, 1b voneinander, also die Spalthöhe S , zum ursprünglich eingestellten Wert hin nachstellt und damit konstant hält.



Solche Festkörper-Aktoren können Piezoaktoren (PZT), elektrodynamische Antriebe oder auch elektrostriktive Aktoren (PMN) sein. Essentiell ist dabei die direkte, rasche Umsetzung der elektrischen Spannungssignale in eine Linear-Bewegung mit entsprechend feiner Auflösung.

Der Vorteil dieser Verschiebeaktoren liegt bei an sich relativ kleinem Gesamtstellweg in ihren kleinen Inkrementen und ihren im Vergleich zu mechanischen Anordnungen extrem kurzen Ansprechzeiten. Während sich Piezoaktoren durch hohe Temperaturstabilität auszeichnen, zeigen elektrostriktive Aktoren geringeres Hystereseverhalten. Beide zeigen definierten Zusammenhang zwischen anliegender Steuerspannung und Auslenkung.

Erfindungsgemäß wird vorgeschlagen, derartige Verschiebeaktoren an jeweils geeigneter Position im Drehrheometer 100 so anzuordnen, dass die durch die Normalkraft N_F und Stativsteifigkeit verursachten Höhen-Änderungen im Spalt 1 zwischen den Messteilen 1a, 1b möglichst rasch kompensiert werden können.

Es gilt für die Steuerspannung U_{Piezo} :

$$U_{\text{Piezo}} = f(\Delta S_{\text{Korr}}) = f'(N_F)$$

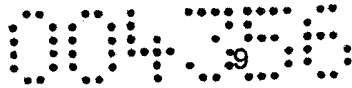
Zur Aufbringung des Stellweges kann ein oder eine Anzahl von linearen Vorschub-Aktor(en) vorgesehen werden.

Insbesondere dann, wenn eine Regelung auf konstante Spalthöhe S nicht erfolgt, können die Verschiebeaktoren aufgrund des aktuell gemessenen Normalkraftwertes sofort mit den mittels der Kalibriertabelle bzw. -kurve vorab bestimmten Spannungswerten beaufschlagt und der Linearvorschub der Verschiebeaktoren und damit die sofortige bzw. verzögerungsfrei erfolgende Verstellung der Spalthöhe gesteuert werden. Die unvermeidliche Verzögerung durch einen Regelkreis entfällt auf diese Weise. Eine, z.B. mit einem Abstandsmesssensor 6 an der Rotorscheibe 52, erfolgende Messung der Normalkraft N_F kann so in durch die Kalibrierfunktion zugeordnete Spalthöhenänderungen übersetzt werden und mit den zugeordneten Spannungssignalen erfolgt die mechanische Spalthöheneinstellung mit den Aktoren.

Die Fig. 3 bis 7 zeigen vorteilhafte Ausführungsformen von Rheometern mit unterschiedlicher Positionierung von Aktoren zur Kompensation einer Spaltaufweitung durch auftretende Normalkräfte.

Die Figur 1 zeigt stellvertretend für Fig. 3 bis 7 schematisch den grundlegenden bzw. prinzipiellen Aufbau der erfindungsgemäßen Rotationsrheometer 100 mit einem Messmotor 2 und einer Messwelle 3, die einen oberen Messteil 1a trägt, der hier als Messplatte ausgebildet ist.

Die Mediumsprobe 19 wird zwischen den unteren, als feststehende Messplatte ausgebildeten Messteil 1b und den oberen, ebenfalls als Messplatte ausgebildeten



Messteil 1a eingebracht. Die obere Messplatte wird in der Regel kleiner oder gleich groß wie die untere Messplatte 1b ausgeführt. Handelsübliche Rheometer besitzen durch einen Schnellverschluss nebst berührungsloser Messteilerkennung einfach auswechselbare Messteile 1a und 1b.

Die hier als Messplatten ausgebildeten Messteile 1a, 1b können direkt über den linearen Vorschub der als Schraubspindel 10 ausgebildeten Stelleinheit nach Kalibrierung auf die verwendete Geometrie, oder indirekt, nach vorangegangener Bestimmung des Nullpunkts relativ zu diesem, verstellt werden, um den Messspalt einzustellen. Gegebenenfalls kann die Auswertegenauigkeit durch ein berührungsloses Messsystem gemäß AT409304 B zur Bestimmung des tatsächlichen Abstandes erhöht werden.

Anhand Fig. 1 wird des weiteren erläutert, wie die Kalibrierungsfunktion ermittelt wird bzw. wie diese im Messbetrieb zur Anwendung gelangt. Für die Ermittlung der Kalibrierungsfunktion wird - wie strichliert dargestellt - bei direkt aneinander angelegten Messteilen 1a, 1b, d.h. ohne Probe 19, der sich in dieser Lage ergebende Abstand X , der mit der Abstandsmesseinrichtung 8 gemessen wird, schrittweise verringert. Durch Verdrehung der Spindel 10 wird der Stellteil 22 in Richtung auf den von einem Grundkörper des Gestells 7 gebildeten Stellteil 70 in einer entsprechenden Anzahl von Belastungsschritten um jeweils einen vorgegebenen Wert ΔX abgesenkt. Die Messung dieses Verschubwertes kann auf beliebige Weise erfolgen. Derartige Abstandsmesseinrichtungen 8 sind aus dem Stand der Technik ebenso bekannt, wie die Positionierung mittels Steppermotoren. Die sich dabei ergebenden Normalkraftwerte zwischen den Messteilen 1a, 1b werden hier mit der Messeinheit 6 aufgenommen. Aus dem Stand der Technik sind unterschiedlichste Anordnungen zur Bestimmung der auftretenden Normalkräfte bekannt und können für das erfindungsgemäße Verfahren angewendet werden. Die gemessenen Normalkraftwerte mit den zugeordneten Verschiebungswegen bilden die Kalibrierfunktion. Im Messbetrieb erfolgt bei Auftreten von Normalkräften unter Zuhilfenahme der abgespeicherten Kalibrierfunktion eine Verringerung des Messspaltes S durch die vorgesehenen Aktoren, indem in Axialrichtung zur Messwelle 3 die Stellteile 22 und 70 um den Wert $\Delta X'$ einander angenähert werden, wobei die Werte $\Delta X'$ durch die jeweils auftretenden und gemessenen Normalkraftwerte N_F bestimmt sind und den anfänglich ermittelten Werten ΔX entsprechen.

Derartige Aufnahme- bzw. Messeinheiten sind mit dem Bezugszeichen 6 allgemein bezeichnet, ohne dass es hierbei zu Einschränkungen hinsichtlich der Lage bzw. des Anbringungsortes kommt. Auch die Art und der Aufbau derartiger Aufnahme- bzw. Messeinheiten 6 sind beliebig wählbar. Beispielsweise könnten auch optische oder induktive oder auch nach anderen Messprinzipien arbeitende Messeinheiten 6 eingesetzt werden. Die erfindungsgemäße Anordnung und Ausbildung der Aufnahme- bzw.



Messeinheit 6 ergibt eine bevorzugte, weil einfach erstellbare und exakt messende Ausführungsform.

Die Werte ΔX und $\Delta X'$ sind a priori gleich groß anzusetzen. Unter Umständen könnte noch ein Korrekturfaktor oder eine Wichtung zur Berücksichtigung von Temperatureinflüssen oder anderen Parametern vorgenommen werden.

In Fig. 1 rechts ist dargestellt, wie zur Ermittlung der Kalibrierfunktion unter Zuhilfenahme einer Kraftaufbringungseinheit 20 die Messteile 1a, 1b mit einer Normalkraft ΔK auseinandergedrängt werden. Eine derartige Druckaufbringungseinheit 20 kann beispielsweise ein Piezoaktor sein, der bei einer entsprechenden Spannungsbeaufschlagung eine Dimensionsänderung in Richtung der Achse der Messwelle 3 durchführt. In entsprechenden Belastungsschritten können unterschiedliche Kräfte ΔK von innen her auf die Messflächen der Messteile 1a, 1b aufgebracht werden. Die Stelleinheit, die den Abstand der Messteile 1a und 1b einstellt, in diesem Fall die Messspindel 10, wird sodann entsprechend verstellt, bis die mit der Messeinheit 6 ermittelten Normalkräfte ΔK annulliert sind. In dieser Stellung wird mittels der Abstandsmesseinheit 8 der Abstand festgelegt, mit dem die beiden Stellteile 22, 70 voneinander entfernt wurden und diese Abstands-Messwerte werden den in den einzelnen Belastungsschritten ausgeübten Normalkräften ΔK zugeordnet, womit die Kalibrierfunktion erstellt ist.

Die Aufbringung des Wertes $\Delta X'$ mit den Aktoren hat immer derart zu erfolgen, dass sich eine Verringerung des Messspaltes 1 ergibt.

Fig. 3 zeigt schematisch den Einbau von Aktoren 11, 12 zur Spalthöhen-Korrektur an der Hubeinrichtung des Stativs 7 bzw. der Schraubspindel 10. Die Piezoaktoren 11, 12 können direkt an der Lagerung des Messmotors und/oder am Gestell 7 bzw. an dessen Vorschub- bzw. Höhenverstellmechanik und/oder an den Stellteilen und/oder an der Grundplatte angebracht sein und werden mittels eines Spannungsgebers 30 der Auswerte- und Steuereinheit 1330 gesteuert. Im vorliegenden Fall trägt der Stellteil 22 einen Lagerblock 25, der den Messmotor 2 inklusive Messwelle 3 und oberem Messteil 1a sowie einen Winkelencoder 4, ein Luftlager 5 und eine Normalkraftmesseinrichtung bzw. einen dazu geeigneten Wegsensor 6 enthält. Der Lagerblock 25 kann mit den Piezoaktoren 11 und 12 linear gegen die Wirkung der Normalkraft N_F verschoben, d.h. abgesenkt werden. Die Steuerung der Aktoren 11, 12 erfolgt über den Spannungsgeber 30 durch die Auswerteeinheit 13, also mittels der die Kalibrierfunktion gespeichert enthaltenden Einheit 1330.

Mit X ist in Fig. 3 der Abstand zwischen dem oberen Stellteil 22 und dem unteren Stellteil 70 bezeichnet, die sich in einer Lage befinden, in der die Messteile 1a, 1b aneinander anliegen, d.h. dass der obere Messteil 1a ^{um} die dargestellte Spalthöhe S auf

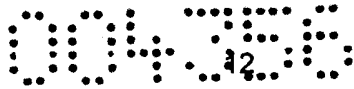


die Ausgangshöhe A abgesenkt werden müsste, um die anfängliche Kalibrierung vorzunehmen. Im Zuge der Ermittlung der Kalibrierungsfunktion werden die beiden Stellteile 22, 70 aus der dargestellten Lage einander angenähert, bis die Messteile 1a, 1b einander berühren und der Abstand X vorliegt. Bei weiterer Verdrehung der Schraubspindel 10 erfolgt unter entsprechender Druckaufbringung auf die beiden Messteile 1a, 1b kein weiteres Annähern dieser beiden Messteile 1a, 1b, sondern aufgrund der Weichheit des Gestells bzw. sämtlicher die Messteile 1a, 1b belastender Teile des Rheometers kann die Schraubmutter 10a bei Drehung der Spindel 10 dem Stellteil 70 weiter angenähert werden, obwohl der obere Messteil 1a seine Lage nicht verändern kann. Der zurückgelegte Weg ΔX wird mit der Messeinheit 8 festgestellt. Die Kalibrierfunktion ergibt sich somit durch die Verknüpfung der für unterschiedliche Belastungen festgestellten Wegeinheiten ΔX mit den auftretenden Normalkräften zwischen den Messteilen 1a und 1b, die mittels einer Messeinheit 6 z.B. im Lager der Messwelle 3 gemessen werden. Um im Messbetrieb die Kalibrierfunktion einsetzen zu können, wird bei Feststellung einer auftretenden Normalkraft N_f , welche versucht, den oberen Messteil 1a nach oben zu drücken, eine entsprechende Gegenkraft ausgeübt, indem der obere Stellteil 1a nach unten gedrückt wird. Im vorliegenden Fall wird allerdings nicht der Stellteil 22 nach unten verstellt, sondern es wird auf den Lagerblock 25 der Messwelle 3 eine nach unten in Richtung auf den unteren Messteil 1b gerichtete Kraft ausgeübt, indem der Lagerblock 25 um den Weg $\Delta X'$ mit Hilfe der Aktoren 11, 12 in Richtung auf dem Messteil 1b verstellt wird. Wie bereits zuvor ausgeführt, entspricht der Verstellweg $\Delta X'$ dem Verstellwert ΔX , der mit der Messeinheit 8 ermittelt wurde.

Die Aktoren können beispielsweise auch unter der unteren Messplatte 1b, an der Lagerung der Spindel 10 vorgesehen sein bzw. angreifen; wesentlich ist, dass durch ihre Betätigung eine Verringerung der Höhe S des Messspaltes 1 erreicht wird.

Die Figur 4 zeigt eine alternative Ausführungsform. Der Stellteil 22 ist als Lagerblock ausgebildet und umfasst einen Messmotor 2, einen Winkelencoder 4 und ein Lager 5 und ist fest mit dem Gestell 7 verbunden. Der obere Messteil 1a' ist hier als Messkegel, der untere Messteil 1b als Messplatte ausgeführt. Der untere Messteil 1b ruht auf einem Hubtisch 15, der axial zur Messwelle 3 im Gestell 7 verschiebbar gelagert ist und mit einem beliebigen Linearantrieb, beispielsweise bestehend aus Spindel 10, Drucklager 15 und Antriebsmotor 16, ausgestattet ist.

In Fig. 4 werden bei der Kalibrierung mit Hilfe des Drucklagers 15 die unterschiedlichen Normalkräfte während der Reihe von Belastungsschritten aufgebracht und die dabei auftretende relative Änderung ΔX des Abstandes X zwischen Drucklager 15 und dem unteren Messteil 1b wird ermittelt. Beim Messvorgang wird sodann mit Hilfe der Kalibrierfunktion mit den Aktoren 11 und 12 der mit der Messeinheit 6 festgestellten



Normalkraft entgegengewirkt und der Verstellweg $\Delta X'$ der unteren Messplatte 1b aufgeprägt. Dieser Verstellweg $\Delta X'$ entspricht im wesentlichen dem Verstellweg ΔX , der mittels der Messeinheiten 8 beim Kalibrieren ermittelt wurde.

Die auf dem Hubtisch 15' angeordneten Aktoren 11, 12 verschieben direkt den unteren Messteil 1b relativ zu seiner eingestellten Lagerposition in Richtung auf den oberen Messteil 1a.

Möglich ist hier zusätzlich auch die oben beschriebene Anordnung der Aktoren am oberen Teil des Messmotor-Lagers 5 oder am unteren Lager 15 vorzusehen.

Figur 5 zeigt schematisch eine weitere erfindungsgemäße Ausgestaltung eines Rheometers 100. Die Piezoaktoren 11, 12 sind hier zwischen dem als Stellteil wirkenden festen Bodenkörper 70 des Stativs 7 und dem unteren Messteil 1b angebracht.

Die Ermittlung der Kalibrierungsfunktion bei dem in Fig. 5 dargestellten Rheometer erfolgt vergleichbar wie für das Rheometer gemäß Fig. 1. Die Aufbringung des Verstellweges $\Delta X'$ zum Ausgleich der Normalkräfte erfolgt durch Anheben des unteren Messteiles 1b mittels der Aktoren 11, 12.

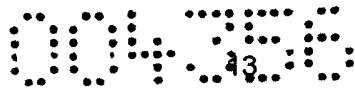
Es können prinzipiell beliebige Linearantriebe verwendet werden, wie Linear-Motoren, pneumatisch angetriebene Verstelleinrichtungen, Uhnig-Mutter-Antriebe u.dgl.

Es wird an dieser Stelle bemerkt, dass ganz allgemein die im Gestell 7 relativ zueinander verstellbaren Verstellteile 22 und 70 derart ausgebildet sein können, dass beide Stellteile relativ zueinander bewegbar sind oder einer der beiden Stellteile relativ zu dem jeweiligen anderen Stellteil bewegbar ist, welcher andere Stellteil am Gestell 7 lagefest angeordnet sein kann, wie beispielsweise eine Grundplatte des Gestells 7.

Aus den in den Fig. 6 und 7 gezeigten Ausführungsbeispielen ist ersichtlich, dass die erfindungsgemäß durchzuführende Korrektur des Normalkraft-Einflusses auf die Spalthöhe S mittels Piezoaktoren 11, 11a bis 11d, 12 und 12c in unterschiedlichen Ausführungsvarianten eines Drehrheometers 100 gemäß dem Stand der Technik an unterschiedlichen Positionen des Rheometers 100 möglich ist.

Die Fig. 6 zeigt den Aktor 11a zur Kompensation am Fuß der Spindel 10 bzw. an der dort angeordneten Spindellagerung.

Die Fig. 7 zeigt verschiedene Varianten der Anbringung von Aktoren 11, 11a bis 11d, 12, 12c an einem Rheometer 100 mit Messmotor 2. Hier wird die Scherkraft auf die Mediumsprobe 19 zwischen den Messteilen 1a, 1b durch Rotation des unteren Messteiles 1b mit einem Motor 23 mit Welle 24 aufgebracht. Der Motor 23 und/oder der Motor 2 messen das resultierende Moment. Ein Aktor 11a kann an der Lagerung der Spindel 10 vorgesehen sein; auch die Anbringung zumindest eines Aktors an der Motorlagerung des unteren Messteils 1b und/oder die Anbringung von Aktoren 11c, 12c an der Lagerung 5



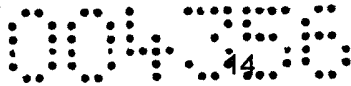
der Rotations-Lagerscheibe 52 und/oder des Messmotors 2 und/oder die Anbringung von Aktoren 11a, 11d an der Messspindel 10 ist möglich.

Entsprechend der jeweiligen Anordnung der Aktoren an den einzelnen Bauelementen des Rheometers, d.h. an den Stellteilen und/oder an dem Lagerblock und/oder an der Spindel usw. ist die Krafrichtung der von den jeweiligen Aktoren ausgeübten Stellkräfte festzulegen, um eben den Normalkräften, die im Zuge des Messvorganges im Messspalt auftreten, entgegenzuwirken.

Die in allen Figuren gezeigten schematischen Aktoren, können je nach Lage, Anzahl und Art variieren.

Im Stand der Technik befindliche Rheometer 100 mit verschiedenen Antriebs- und Messvarianten, insbesondere solche, wie sie eingangs beschrieben wurden, können mit den Merkmalen des erfindungsgemäßen Rheometers ohne Schwierigkeit kombiniert bzw. nachgerüstet werden.

Die Ermittlung der Kalibrierfunktion erfolgt mit stillgesetzten Aktoren, d.h. auch die eingesetzten Aktoren bzw. deren Lagerung können zur mangelnden Steifigkeit des Gesamtsystems beitragen.



Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Mediumsproben (19), die in dem von den einander zugekehrten Messflächen (01a, 01b) zweier relativ zueinander rotierter Messteile (1a, 1b) eines Dreh-Rheometers (100) gebildeten Messspalt (1) angeordnet werden, wobei die im Messspalt (1) senkrecht zu den Messflächen auftretenden Normalkräfte (N_F) mit einer Aufnahmeeinheit aufgenommen und in einer Auswerte- und Steuereinheit (13) ausgewertet werden und wobei die Höhe (S) des Messspaltes (1) mit einer Stelleinheit (9, 10) und von dieser betätigten Stellteilen (22, 70) eingeregelt wird, indem diese die den jeweiligen Messteil (1a, 1b) tragenden Stellteile (22, 70), relativ zueinander verstellen,

dadurch gekennzeichnet, dass

- während des Messvorganges ein jeweils eingestellter Wert einer vorgegebenen Ausgangs-Höhe (S_0) des Messspaltes (1) im wesentlichen verzögerungsfrei konstant gehalten wird, indem die auftretenden Werte der Normalkräfte (N_F) mit den Werten einer jeweils vorher ermittelten, insbesondere von einer Speichereinheit (1330) zur Verfügung gestellten, Kalibrier-Funktion verknüpft werden, welche Kalibrier-Funktion ($\Delta S = f(N_F)$) die funktionelle Abhängigkeit zwischen einer Änderung bzw. Vergrößerung (ΔX) der Höhe (S) des Messspaltes (1) und der jeweils dabei auf die Messteile (1a, 1b) einwirkenden Normalkraft (N_F) beschreibt und

- dass bei Feststellung von auftretenden Normalkräften von der Kalibrier-Funktion abgeleiteten Werte als Steuersignale herangezogen werden, mit denen zumindest ein direkt oder indirekt an zumindest einem der beiden Messteile (1a, 1b) im wesentlichen verzögerungsfrei angreifender bzw. diese(n) kraftbeaufschlagende(r) Verschiebe-Aktor (11, 11a - 11d, 12, 12c) angesteuert wird, der durch Lage- bzw. Höhenverstellung des jeweiligen Messteiles eine sofortige Rück-Einstellung einer durch die von der zu untersuchenden Mediumsprobe (19) ausgeübten Normalkräfte (N_F) veränderten Höhe ($S_1 = S_0 + \Delta X$) des Messspaltes (1) auf den ursprünglich eingestellten Ausgangs-Abstand (S_0) vornimmt.

2. Verfahren nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet,

- dass die Kalibrier-Funktion $\Delta S = f(N_F)$ ermittelt wird, indem in einem ersten Schritt die Messteile (1a, 1b) unter Vermeidung der Generierung einer Normalkraft ($N_F = 0$) in gegenseitige Anlage gebracht werden und

- dass dann in mehreren, in ihrer Größe genau festgelegten Belastungs-Schritten von der Stelleinheit über die Stellteile (22, 70) zumindest einer der Messteile (1a, 1b) gegen den

jeweils anderen Messteil (1b, 1a) gedrückt wird und für die jeweilige Belastung der zugehörige bzw. erforderliche Wert des von der Stelleinheit bzw. den Stellteilen (22, 70) zur Ausübung der Belastung erbrachten bzw. zurückgelegten Verstellweges (ΔX) ermittelt wird, oder

- dass dann in mehreren, in ihrer Größe genau festgelegten Belastungs-Schritten vom Inneren des Messspaltes (1) her auf die Messteile (1a, 1b) jeweils eine vorgegebene, die Höhe des Spaltes (1) vergrößernde Kraft ausgeübt wird und der Verstellweg (ΔX) der Stellteile (22, 70) bzw. der Stelleinheit gemessen wird, der erforderlich ist, um durch Aufweiten des Spaltes (1) die durch die jeweilige Belastung ausgeübte Kraft zu kompensieren bzw. zu annullieren.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet,

dass bei Auftreten einer Vergrößerung der Höhe (S) des Spaltes (1) bewirkenden Normalkraft (N_F) im Messbetrieb die Spaltveränderung durch ein dieser Normalkraft entsprechendes von der Kalibrierfunktion vorgegebenes bzw. abgeleitetes Spannungssignal, das im Zuge des Kalibriervorganges dieser Normalkraft (N_F) zugeordnet wurde, kompensiert wird, indem mit dem Aktor eine Verstellung zumindest eines Messteiles (1a, 1b) zur Veränderung bzw. Verringerung der Spalthöhe (S) gegen die Richtung der aufgetretenen Normalkraft (N_F) erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,

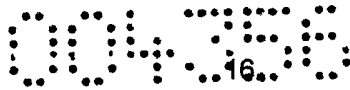
dadurch gekennzeichnet,

dass mit dem Aktor (11, 11a - 11d, 12, 12c) der Messteil (1a, 1b) senkrecht zur Ebene zumindest einer der Messflächen verschoben wird.

5. Drehrheometer zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4, mit einem Gestell mit einer Stelleinheit (10a, 10b) für Stellteile (22, 70), die relativ zueinander verstellbar gelagert sind und relativ zueinander rotierbare Messteile (1a, 1b) tragen, die die Höhe (S) des Messspaltes (1) begrenzen, wobei ein Normalkraftsensor vorgesehen ist, der die im Scherversuch in der Mediumsprobe (19) generierten Normalkraftwerte (N_F) ermittelt und an eine angeschlossene Auswerteeinheit (13) abgibt, und wobei eine Weg- bzw. Abstandsmesseinheit (8) zur Bestimmung des gegenseitigen Abstandes der Stellteile (22, 70) vorgesehen ist,

dadurch gekennzeichnet,

- dass die Auswerteeinheit (13) eine funktionelle Abhängigkeit zwischen einer schrittweise vorgenommenen Veränderung des Abstands (X) zwischen den Stellteilen



(22, 70) und der jeweils dabei auftretenden Normalkraft (N_F) beschreibenden Kalibrierfunktion $\Delta S = f(N_F)$ gespeichert enthaltende Speichereinheit (1330) aufweist,

- dass die Auswerteeinheit (13) der jeweiligen Größe der gemessenen Normalkraft (N_F) entsprechende Steuerungsdaten, insbesondere Spannungswerte, generiert, und
- dass zumindest ein Aktor (11, 12; 11a, 11a) vorgesehen ist, der von der Auswerteeinheit angesteuert und mit der Speichereinheit (1330) steuersignal-datenverbundenen ist und im wesentlichen verzögerungsfrei arbeitet und die Höhe (S) des Messspaltes (1) in Abhängigkeit von den zugeführten Steuerungsdaten in eine Richtung entgegengesetzt zu detektierten Normalkräften (N_F) verändert, insbesondere die beiden Messteile (1a, 1b) einander annähert.

6. Drehrheometer nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Aktor (11, 12) auf einem mittels einer Spindel (10) der Stelleinheit höhenver- und -einstellbaren Stellteil (22) positioniert ist und das Lager (5) der den oberen Messteil (1a) tragenden Messwelle (3), und vorzugsweise auch einen Messmotor (2) mit einem Winkelencoder (4), höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar abstützt. (Fig. 3)

7. Drehrheometer nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Aktor (11, 12) auf einem den Grundkörper des Stativs (7) bildenden Stellteil (70) positioniert ist, und dass von diesem Aktor (11, 12) der untere (1b), gegebenenfalls rotierbare, Messteil (1b) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar abgestützt ist. (Fig. 5)

8. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet,
- dass ein oberer Stellteil (22) an dem Gestell (7) lagerfest angeordnet ist und das Lager (5) der den oberen Messteil (1a) an ihrem unteren Ende tragenden Messwelle (3) und vorzugsweise auch einen Messmotor (2) mit einem Winkelencoder (4) trägt,
- dass der Stellteil (22) oberhalb eines den unteren Stellteil darstellenden Hubtisches (14, 15) angeordnet ist,
- dass ein Aktor (11, 12) auf der Oberseite des höhenverstellbaren Hubtisches (14, 15) angeordnet ist und
- dass der untere Messteil (1b) auf dem Aktor (11, 12) aufliegt und mit diesem gegenüber dem oberen Messteil (1a) abstandsveränderlich bzw. höhen-verstellbar abgestützt ist. (Fig. 4)



9. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet,

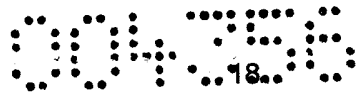
- dass der Stellteil (22) das Lager-Gehäuse der Messwelle (3) trägt und mittels einer von einer Schraubspindel (10) gebildeten Stelleinheit im Gestell (7) höhenverstellbar bzw. in einer vorgegebenen Spindelhöhe festlegbar ist,
- dass der Aktor (11) auf einem als feststehender Grundkörper (9) des Gestells (7) ausgebildeten Stellteil positioniert ist und
- dass die Schraubspindel (10) mit ihrem unteren Ende bzw. Fuß (101) auf einem Aktor (11) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar ruht, der am Grundkörper (9) angeordnet ist. (Fig. 6)

10. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 9, dadurch gekennzeichnet,

- dass in einem unteren Abschnitt des von einer Spindel (10) getragenen oberen Stellteiles (22) zumindest ein Aktor (11c, 12c) angeordnet ist, auf welchem das Lager (5) der den oberen Messteil (1a) tragenden Messwelle (3) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar aufliegt, und/oder
- dass am feststehenden Grundkörper (70) des Gestells (7) ein Aktor (11a) positioniert ist, auf welchem die Spindel (10) für den, gegebenenfalls selbst mit einem Aktor (11d) an der Spindelmutter (10a) ausgestattete, von einem Lagerblock gebildete obere Stellteil (22) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar aufliegt und/oder
- dass in bzw. an dem Antriebsmotor (9) der Spindel (10) oder an dem feststehenden Grundkörper (70) des Gestells (7) ein Aktor (11a) angeordnet ist, auf welchem ein Drehantriebsmotor (23) für die an dessen Drehwelle (24) befestigte untere, drehbare Messplatte (1b) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar aufliegt.

11. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 10, dadurch gekennzeichnet,

dass der Aktor (11, 12, 11a - 11d, 12c) durch einen von der Auswerte- und Steuereinheit (1330) bzw. der Speichereinheit in Form von Spannungsänderungen abgegebene Steuerimpulse beaufschlagten, im wesentlichen reibungsfrei arbeitenden Festkörper-Verschiebe-Aktor, vorzugsweise durch einen Piezo-Aktor (PZT), einen elektrodynamischen Antrieb oder einen elektromagnetischen Aktor (PMN), gebildet ist.



12. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 11, dadurch gekennzeichnet,
dass das im wesentlichen reibungsfrei arbeitende Lager (5) für die Messwelle (3), ein Luft- oder Magnetlager ist, in dem die Lager-Rotorscheibe (52) der Messwelle (3) gelagert ist.

Wien, am 28. April 2009

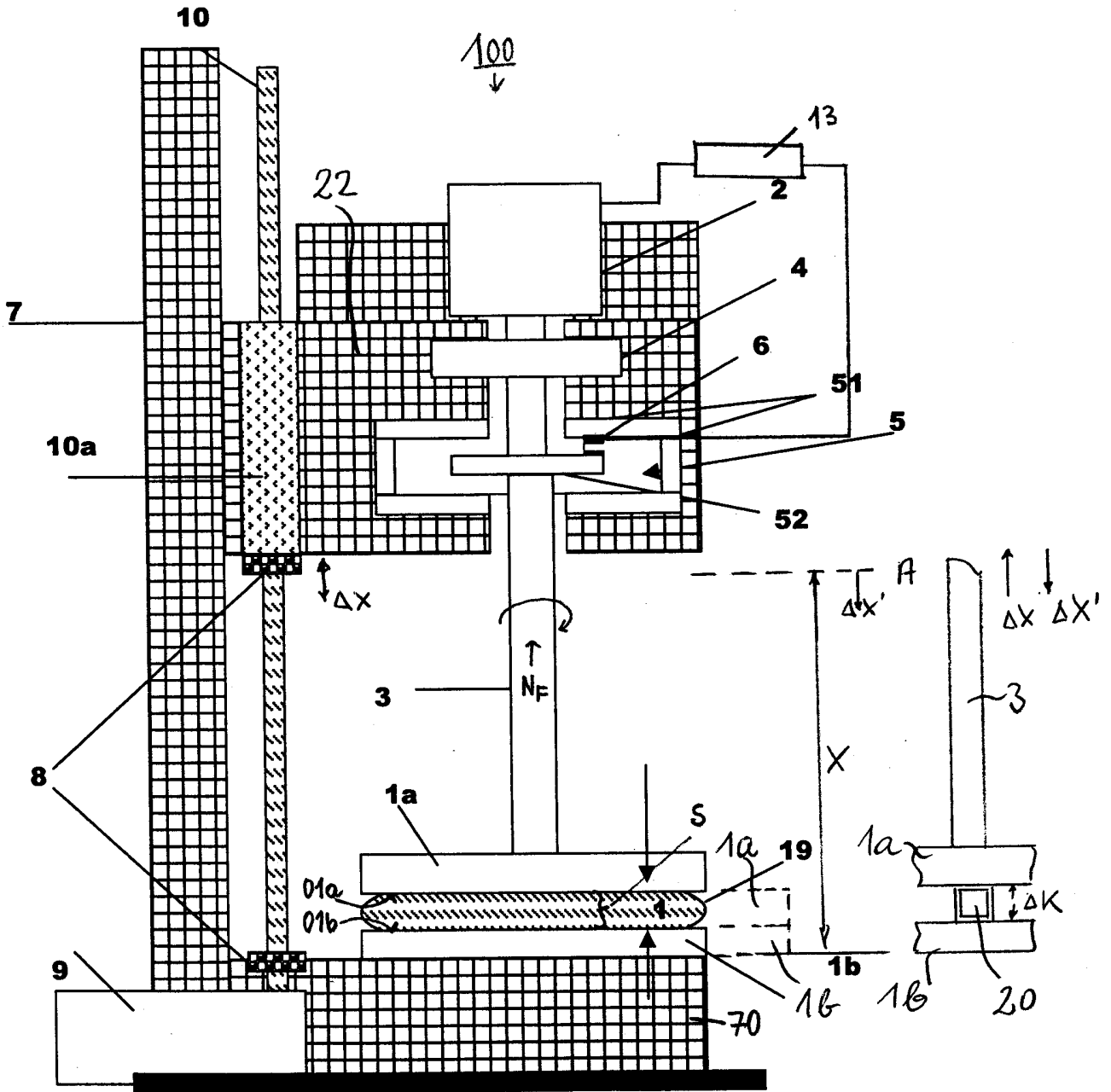
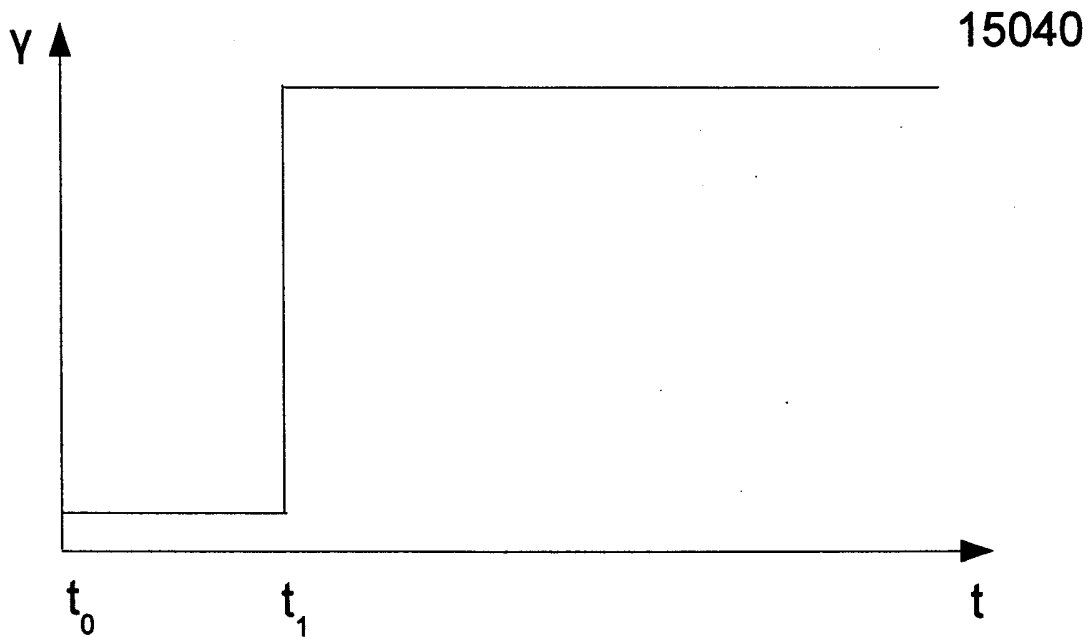
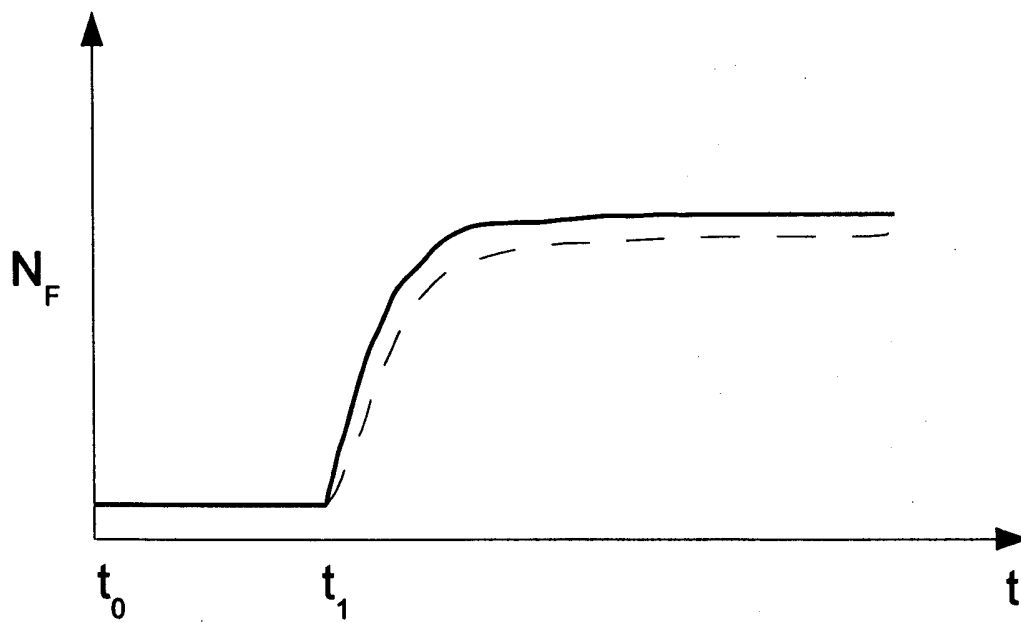


FIG.1

004355



a)



b)

Fig. 2

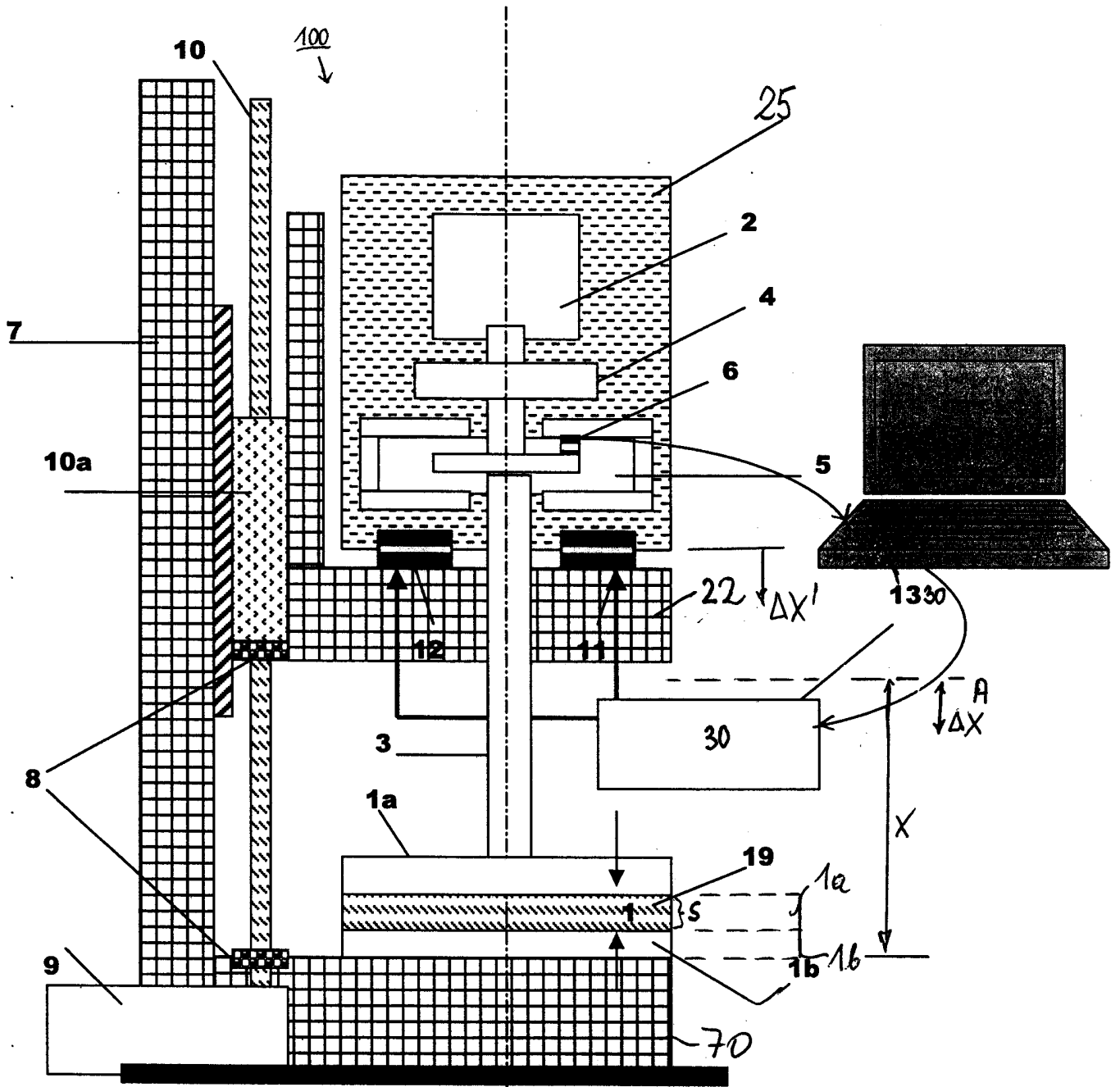


FIG.3

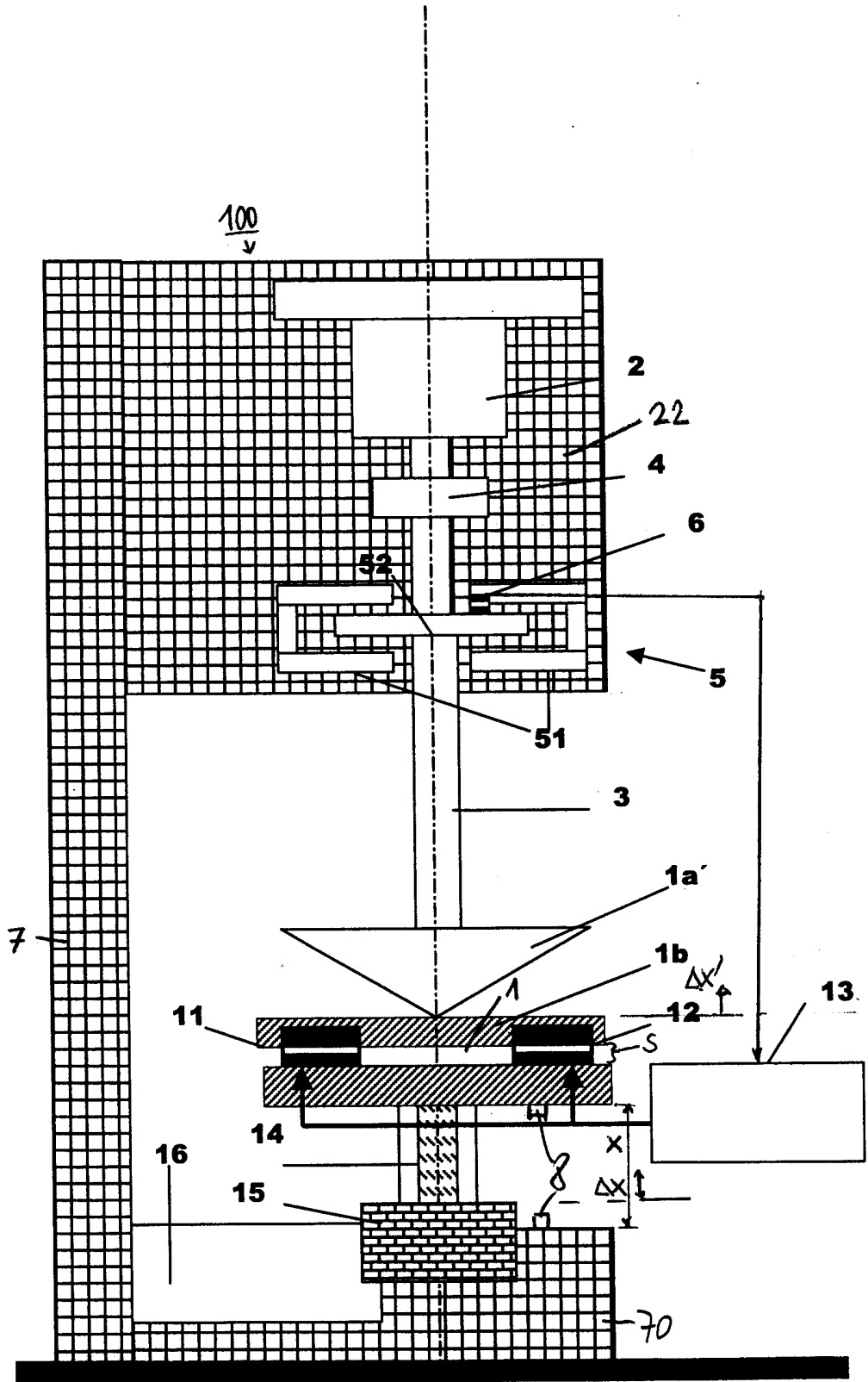


FIG.4

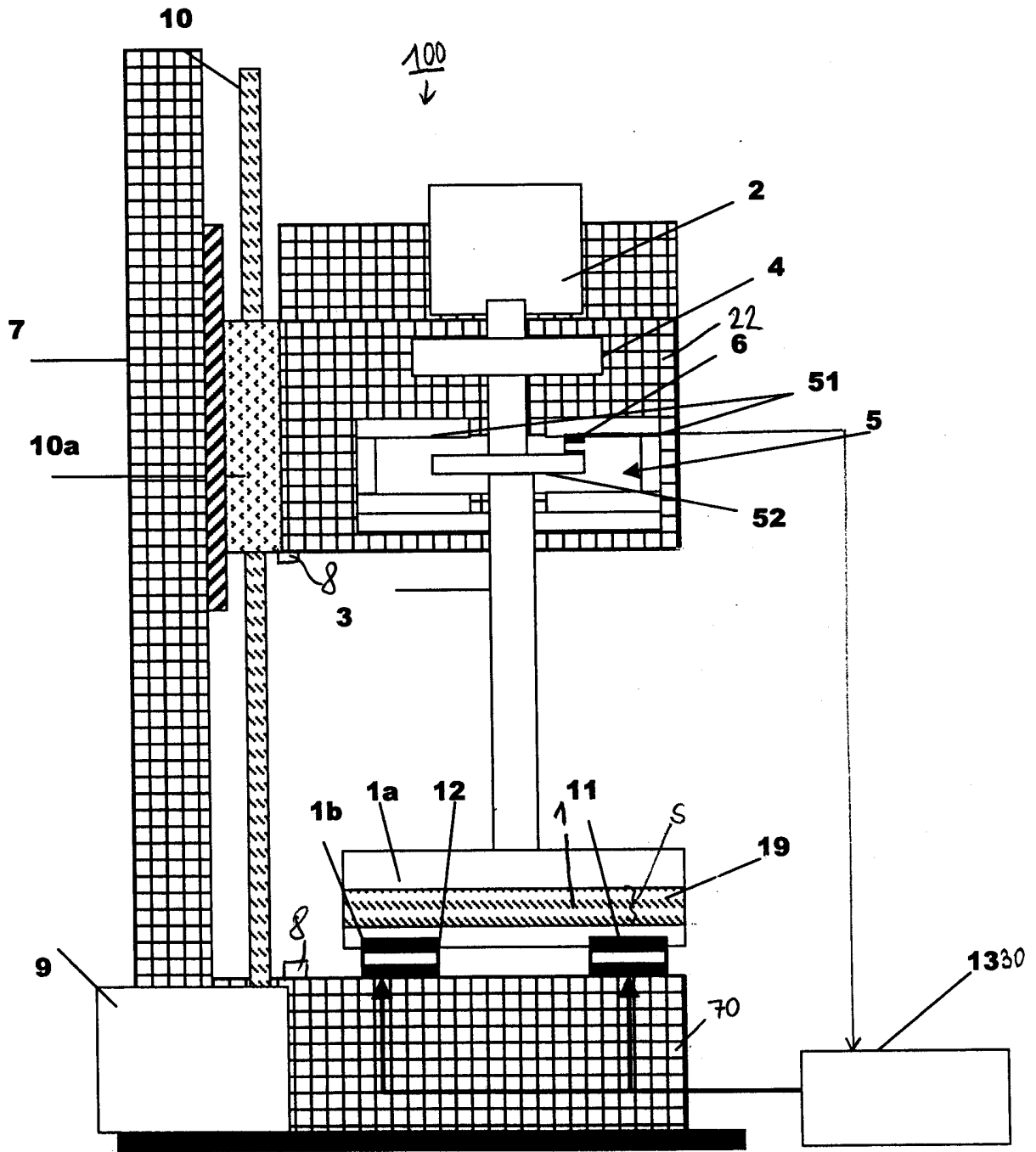


FIG.5

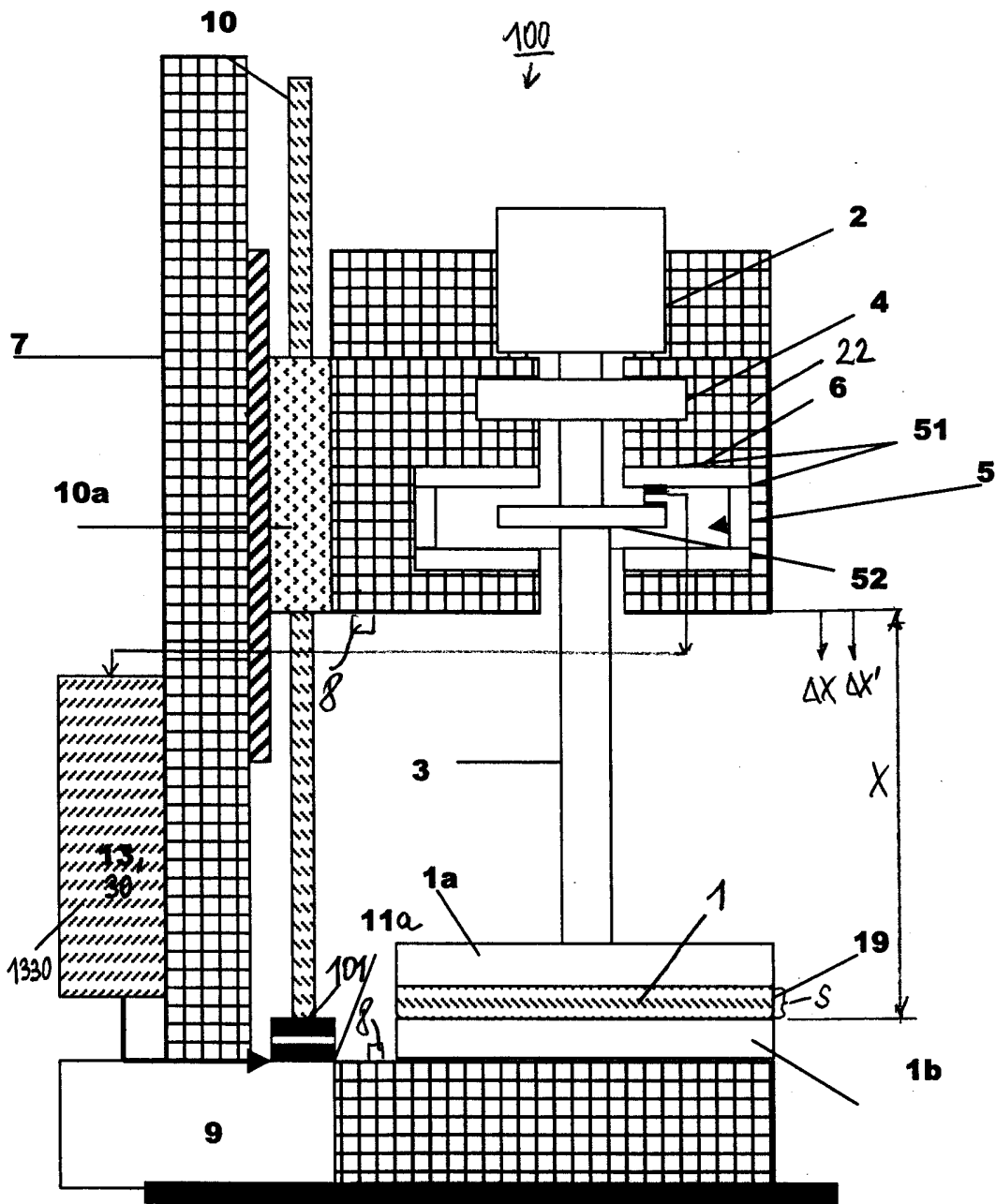


Fig.6

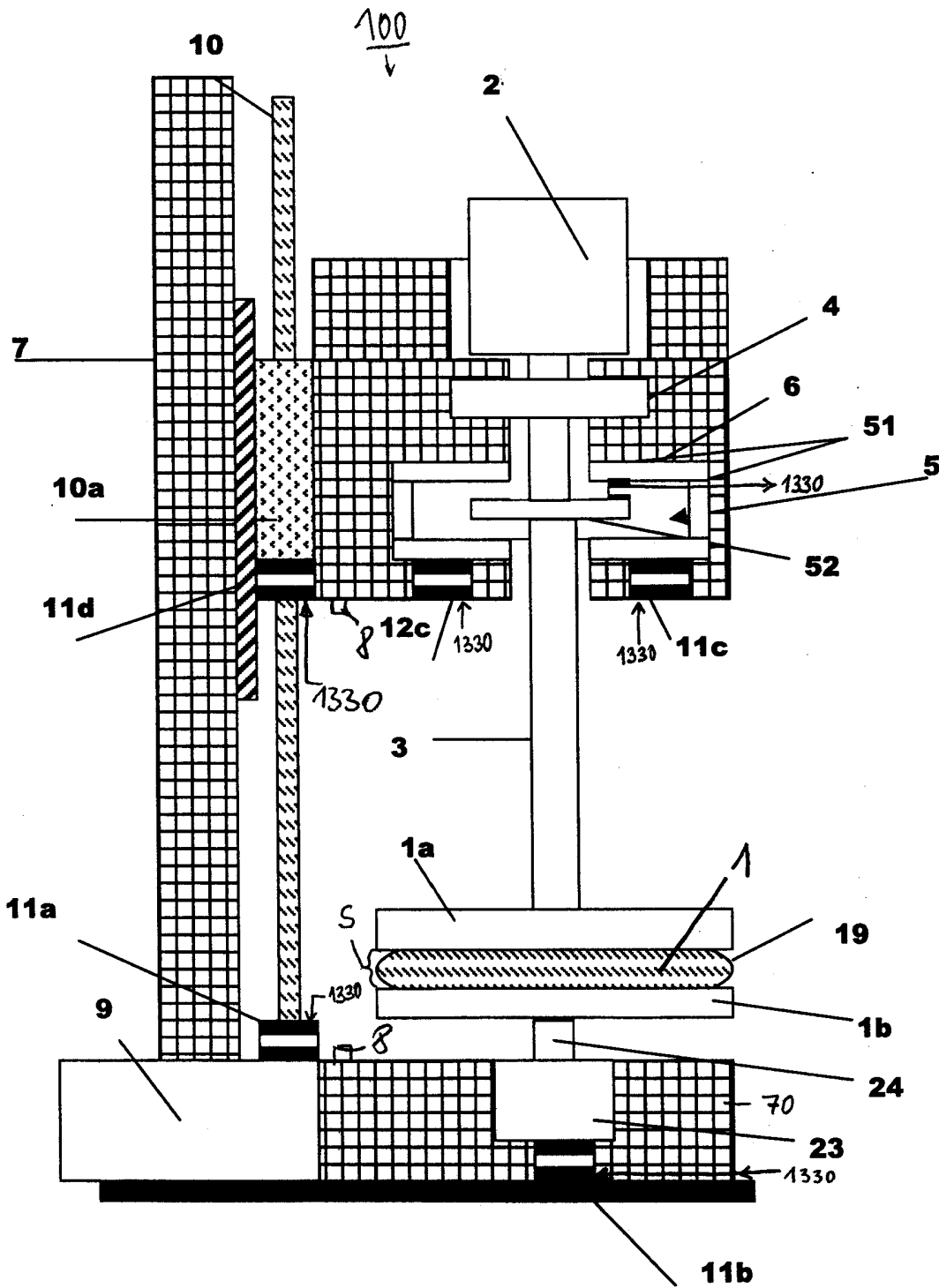
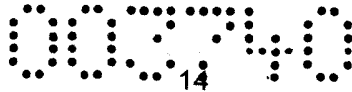


Fig.7



Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Mediumsproben (19), die in dem von den einander zugekehrten Messflächen (01a, 01b) zweier relativ zueinander rotierter Messteile (1a, 1b) eines Dreh-Rheometers (100) gebildeten Messspalt (1) angeordnet werden, wobei die im Messspalt (1) senkrecht zu den Messflächen auftretenden Normalkräfte (N_F) mit einer Aufnahmeeinheit aufgenommen und in einer Auswerte- und Steuereinheit (13) ausgewertet werden und wobei die Höhe (S) des Messspaltes (1) mit einer Stelleinheit (9, 10) und von dieser betätigten Stellteilen (22, 70) eingeregelt wird, indem diese Stelleinheit (9, 10) den jeweiligen Messteil (1a, 1b) tragenden Stellteile (22, 70) relativ zueinander verstellen,

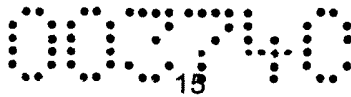
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , d a s s

- während des Messvorganges ein jeweils eingestellter Wert einer vorgegebenen Ausgangs-Höhe des Messspaltes (1) im wesentlichen verzögerungsfrei konstant gehalten wird, indem die auftretenden Werte der Normalkräfte (N_F) mit den Werten einer jeweils vorher ermittelten, insbesondere von einer Speichereinheit (1330) zur Verfügung gestellten, Kalibrier-Funktion verknüpft werden, welche Kalibrier-Funktion ($\Delta S = f(N_F)$) die funktionelle Abhängigkeit zwischen einer Änderung bzw. Vergrößerung (ΔX) der Höhe (S) des Messspaltes (1) und der jeweils dabei auf die Messteile (1a, 1b) einwirkenden Normalkraft (N_F) beschreibt und
- dass bei Feststellung von auftretenden Normalkräften von der Kalibrier-Funktion abgeleiteten Werte als Steuersignale herangezogen werden, mit denen zumindest ein direkt oder indirekt an zumindest einem der beiden Messteile (1a, 1b) im wesentlichen verzögerungsfrei angreifender bzw. diese(n) kraftbeaufschlagende(r) Verschiebe-Aktor (11, 11a - 11d, 12, 12c) angesteuert wird, der durch Lage- bzw. Höhenverstellung des jeweiligen Messteiles eine sofortige Rück-Einstellung einer durch die von der zu untersuchenden Mediumsprobe (19) ausgeübten Normalkräfte (N_F) veränderten Höhe des Messspaltes (1) auf den ursprünglich eingestellten Ausgangs-Abstand vornimmt.

2. Verfahren nach Anspruch 1,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,

- dass die Kalibrier-Funktion $\Delta S = f(N_F)$ ermittelt wird, indem in einem ersten Schritt die Messteile (1a, 1b) unter Vermeidung der Generierung einer Normalkraft ($N_F=0$) in gegenseitige Anlage gebracht werden und
- dass dann in mehreren, in ihrer Größe genau festgelegten Belastungs-Schritten von der Stelleinheit über die Stellteile (22, 70) zumindest einer der Messteile (1a, 1b) gegen den jeweils anderen Messteil (1b, 1a) gedrückt wird und für die jeweilige Belastung der zugehörige bzw. erforderliche Wert des von der Stelleinheit bzw. den Stellteilen (22, 70)



zur Ausübung der Belastung erbrachten bzw. zurückgelegten Verstellweges (ΔX) ermittelt wird, oder

- dass dann in mehreren, in ihrer Größe genau festgelegten Belastungs-Schritten vom Inneren des Messspaltes (1) her auf die Messteile (1a, 1b) jeweils eine vorgegebene, die Höhe des Spaltes (1) vergrößernde Kraft ausgeübt wird und der Verstellweg (ΔX) der Stellteile (22, 70) bzw. der Stelleinheit gemessen wird, der erforderlich ist, um durch Aufweiten des Spaltes (1) die durch die jeweilige Belastung ausgeübte Kraft zu kompensieren bzw. zu annullieren.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet,

dass bei Auftreten einer eine Vergrößerung der Höhe (S) des Spaltes (1) bewirkenden Normalkraft (N_F) im Messbetrieb die Spaltveränderung durch ein dieser Normalkraft entsprechendes von der Kalibrierfunktion vorgegebenes bzw. abgeleitetes Spannungssignal, das im Zuge des Kalibriervorganges dieser Normalkraft (N_F) zugeordnet wurde, kompensiert wird, indem mit dem Aktor eine Verstellung zumindest eines Messteiles (1a, 1b) zur Veränderung bzw. Verringerung der Spalthöhe (S) gegen die Richtung der aufgetretenen Normalkraft (N_F) erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,

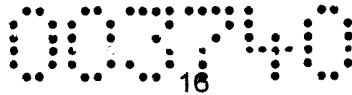
dadurch gekennzeichnet,

dass mit dem Aktor (11, 11a - 11d, 12, 12c) der Messteil (1a, 1b) senkrecht zur Ebene zumindest einer der Messflächen verschoben wird.

5. Drehrheometer zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4, mit einem Gestell mit einer Stelleinheit (10, 10a) für Stellteile (22, 70), die relativ zueinander verstellbar gelagert sind und relativ zueinander rotierbare Messteile (1a, 1b) tragen, die die Höhe (S) des Messspaltes (1) begrenzen, wobei ein Normalkraftsensor vorgesehen ist, der die im Scherversuch in der Mediumsprobe (19) generierten Normalkraftwerte (N_F) ermittelt und an eine angeschlossene Auswerteeinheit (13) abgibt, und wobei eine Weg- bzw. Abstandsmesseinheit (8) zur Bestimmung des gegenseitigen Abstandes der Stellteile (22, 70) vorgesehen ist,

dadurch gekennzeichnet,

- dass die Auswerteeinheit (13) eine die funktionelle Abhängigkeit zwischen einer schrittweise vorgenommenen Veränderung des Abstands (X) zwischen den Stellteilen (22, 70) und der jeweils dabei auftretenden Normalkraft (N_F) beschreibenden Kalibrierfunktion $\Delta S = f(N_F)$ gespeichert enthaltende Speichereinheit (1330) aufweist,



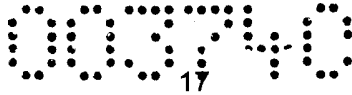
- dass die Auswerteeinheit (13) eine Recheneinheit zur Generierung der der jeweiligen Größe der gemessenen Normalkraft (N_F) entsprechende Steuerungsdaten, insbesondere Spannungswerte, aufweist, und
- dass zumindest ein Aktor (11, 12; 11a, 11a) vorgesehen ist, der von der Auswerteeinheit angesteuert ist, mit der Speichereinheit (1330) zur Übertragung von Steuersignaldaten verbundenen ist, im wesentlichen verzögerungsfrei arbeitet und zumindest einen der beiden Messteile (1a, 1b) direkt oder indirekt kraftbeaufschlagt.

6. Drehrheometer nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Aktor (11, 12) auf einem mittels einer Spindel (10) der Stelleinheit höhenver- und -einstellbaren Stellteil (22) positioniert ist und das Lager (5) der den oberen Messteil (1a) tragenden Messwelle (3), und vorzugsweise auch einen Messmotor (2) mit einem Winkelencoder (4), höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar abstützt. (Fig. 3)

7. Drehrheometer nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Aktor (11, 12) auf einem den Grundkörper des Stativs (7) bildenden Stellteil (70) positioniert ist, und dass von diesem Aktor (11, 12) der untere (1b), gegebenenfalls rotierbare, Messteil (1b) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar abgestützt ist. (Fig. 5)

8. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet,
- dass ein oberer Stellteil (22) an dem Gestell (7) lagefest angeordnet ist und das Lager (5) der den oberen Messteil (1a) an ihrem unteren Ende tragenden Messwelle (3), vorzugsweise auch einen Messmotor (2) mit einem Winkelencoder (4), trägt,
- dass der Stellteil (22) oberhalb eines den unteren Stellteil darstellenden Hubtisches (14, 15) angeordnet ist,
- dass ein Aktor (11, 12) auf der Oberseite des höhenverstellbaren Hubtisches (14, 15) angeordnet ist und
- dass der untere Messteil (1b) auf dem Aktor (11, 12) aufliegt und mit diesem gegenüber dem oberen Messteil (1a) abstandsveränderlich bzw. höhen-verstellbar abgestützt ist. (Fig. 4)

9. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet,
- dass der Stellteil (22) das Lager-Gehäuse der Messwelle (3) trägt und mittels einer von einer Schraubspindel (10) gebildeten Stelleinheit im Gestell (7) höhenverstellbar bzw. in einer vorgegebenen Spindelhöhe festlegbar ist,



- dass der Aktor (11a) auf einem als feststehender Grundkörper (9) des Gestells (7) ausgebildeten Stellteil positioniert ist und
- dass die Schraubspindel (10) mit ihrem unteren Ende bzw. Fuß (101) auf einem Aktor (11a) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar ruht, der am Grundkörper (9) angeordnet ist. (Fig. 6)

10. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 9, dadurch gekennzeichnet,

- dass in einem unteren Abschnitt des von einer Spindel (10) getragenen oberen Stellteiles (22) zumindest ein Aktor (11c, 12c) angeordnet ist, auf welchem das Lager (5) der den oberen Messteil (1a) tragenden Messwelle (3) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar aufliegt, und/oder
- dass am feststehenden Grundkörper (70) des Gestells (7) ein Aktor (11a) positioniert ist, auf welchem die Spindel (10) für den, gegebenenfalls selbst mit einem Aktor (11d) an der Spindelmutter (10a) ausgestattete, von einem Lagerblock gebildeten oberen Stellteil (22) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar aufliegt und/oder
- dass in bzw. an dem Antriebsmotor (9) der Spindel (10) oder an dem feststehenden Grundkörper (70) des Gestells (7) ein Aktor (11a) angeordnet ist, auf welchem ein Drehantriebsmotor (23) für die an dessen Drehwelle (24) befestigte untere, drehbare Messplatte (1b) höhen-verschiebbar bzw. höhenverstellbar aufliegt. (Fig. 7)

11. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 10, dadurch gekennzeichnet,
dass der Aktor (11, 12, 11a - 11d, 12c) durch einen von der Auswerte- und Steuereinheit (1330) bzw. der Speichereinheit in Form von Spannungsänderungen abgegebene Steuerimpulse beaufschlagten, im wesentlichen reibungsfrei arbeitenden Festkörper-Verschiebe-Aktor, vorzugsweise durch einen Piezo-Aktor (PZT), einen elektrodynamischen Antrieb oder einen elektromagnetischen Aktor (PMN), gebildet ist.

12. Drehrheometer nach einem der Ansprüche 5 bis 11, dadurch gekennzeichnet,
dass das im wesentlichen reibungsfrei arbeitende Lager (5) für die Messwelle (3) ein Luft- oder Magnetlager ist, in dem die Lager-Rotorscheibe (52) der Messwelle (3) gelagert ist.



Klassifikation des Anmeldegegenstands gemäß IPC ⁸ : G01N 11/16 (2006.01); G01N 11/14 (2006.01); G01N 11/00 (2006.01)		
Klassifikation des Anmeldegegenstands gemäß ECLA: G01N 11/16B, G01N 11/16B1, G01N11/16B2, G01N 11/14B		
Recherchiertes Prüfstoff (Klassifikation): G01N 11/00, G01N 11/14, G01N 11/14B, G01N 11/16, G01N 11/16B, G01N 11/16B1, G01N 11/16B2		
Konsultierte Online-Datenbank: EPODOC, WPI		
Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 28. April 2009 eingereichten Ansprüchen 1 - 12 erstellt.		
Kategorie ⁷⁾	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	AT 409 304 B (ANTON PAAR GMBH) 25. Juli 2002 (25.07.2002) <i>Zusammenfassung; Ansprüche; Fig. 3</i> --	1,5
A	AT 404 192 B (ANTON PAAR GMBH) 25. September 1998 (25.09.1998) <i>Zusammenfassung; Ansprüche; Fig. 1</i> --	1,5
A	DE 10 2004 050 753 A1 (THERMO ELECTRON GmbH) 20. April 2006 (20.04.2006) <i>Zusammenfassung; Ansprüche; Fig. 1</i> --	1,5
A	DE 196 32 589 A1 (GEBRÜDER HAAKE GmbH) 19. Februar 1998 (19.02.1998) <i>Spalte 3, Zeilen 15 bis 25; Ansprüche; Fig. 2</i> --	1,5
A	EP 0 043 892 A1 (CONTRAVES AG) 20. Jänner 1982 (20.01.1982) <i>Zusammenfassung; Ansprüche; Fig. 1</i> --	1,5
Datum der Beendigung der Recherche: 6. August 2009		<input checked="" type="checkbox"/> Fortsetzung siehe Folgeblatt Prüfer(in): Dr. GRÖSSING
⁷⁾ Kategorien der angeführten Dokumente: X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: der Anmeldegegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden. Y Veröffentlichung von Bedeutung: der Anmeldegegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist. A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert. P Dokument, das von Bedeutung ist (Kategorien X oder Y), jedoch nach dem Prioritätstag der Anmeldung veröffentlicht wurde. E Dokument, das von besonderer Bedeutung ist (Kategorie X), aus dem ein älteres Recht hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen). & Veröffentlichung, die Mitglied der selben Patentfamilie ist.		

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	SU613227 A1 (TOPCHIEV PETROCHEM SYNTH) 9. Juni 1978 (09.06.1978) (Zusammenfassung) [online] [ermittelt am: 05.08.2009] Ermittelt aus WPI-Datenbank Zusammenfassung ----	1,5