

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTCHRIFT

(19) **DD** (11) **238 271 A1**

4(51) G 01 N 11/14

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 277 286 2 (22) 12.06.85 (44) 13.08.86

(71) VEB Filmfabrik Wolfen, Fotochemisches Kombinat, 4440 Wolfen 1, DD

(72) Kärmer, Reinhard, Dr. Dipl.-Ing.; Schöneburg, Wolfgang; Späthe, Eberhard, Dipl.-Math.; Hoffmann, Dieter; Reher, Ernst-Otto, o. Prof. Dr., DD

(54) Verfahren zur Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften von fließfähigen Substanzen

(57) Ziel und Aufgabe der Erfindung bestehen darin, viskoelastische Eigenschaften von fließfähigen Substanzen mit Hilfe eines einfachen Meßverfahrens exakt zu bestimmen, wobei das Verfahren für den Einsatz unter produktionsnahen Bedingungen in der stoffwandelnden Industrie geeignet ist. Das erfindungsgemäße Verfahren besteht darin, über eine Messung einer Druckdifferenz zwischen dem Zentrum und dem äußeren Rand des Spaltes zwischen einer feststehenden Platte und einer rotierenden Scheibe eines Scheibenrheometers und eine geeignete Gleichung die 1. Normalspannungsdifferenz einer fließfähigen Substanz physikalisch exakt zu bestimmen.

ISSN 0433-6461

5 Seiten



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **238 271 A1**

4(51) G 01 N 11/14

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 277 286 2 (22) 12.06.85 (44) 13.08.86

(71) VEB Filmfabrik Wolfen, Fotochemisches Kombinat, 4440 Wolfen 1, DD

(72) Kärmer, Reinhard, Dr. Dipl.-Ing.; Schöneburg, Wolfgang; Späthe, Eberhard, Dipl.-Math.; Hoffmann, Dieter; Reher, Ernst-Otto, o. Prof. Dr., DD

(54) **Verfahren zur Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften von fließfähigen Substanzen**

(57) Ziel und Aufgabe der Erfindung bestehen darin, viskoelastische Eigenschaften von fließfähigen Substanzen mit Hilfe eines einfachen Meßverfahrens exakt zu bestimmen, wobei das Verfahren für den Einsatz unter produktionsnahen Bedingungen in der stoffwandelnden Industrie geeignet ist. Das erfindungsgemäße Verfahren besteht darin, über eine Messung einer Druckdifferenz zwischen dem Zentrum und dem äußeren Rand des Spaltes zwischen einer feststehenden Platte und einer rotierenden Scheibe eines Scheibenrheometers und eine geeignete Gleichung die 1. Normalspannungsdifferenz einer fließfähigen Substanz physikalisch exakt zu bestimmen.

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Zur PS Nr. *238 271*.....

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs.1 d.Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften von fließfähigen Substanzen durch eine Ermittlung der 1. Normalspannungsdifferenz in der Strömung im Spalt zwischen einer feststehenden Platte und einer rotierenden Scheibe eines Scheiberrheometers, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die Winkelgeschwindigkeit der rotierenden Scheibe und den Spalt zwischen der feststehenden Platte und der rotierenden Scheibe so einstellt, daß die Werte für die Deformationsgeschwindigkeit am äußeren Rand der Scheibe in einem Bereich von 10^{-1} s^{-1} bis 10^3 s^{-1} liegen, daß man danach die radialen Druckunterschiede zwischen dem Zentrum und dem äußeren Rand des Spaltes zwischen feststehender Platte und rotierender Scheibe mißt, daß man die gemessenen radialen Druckunterschiede mit einem aus Trägheitseinflüssen resultierenden Druck, der abhängig ist von einer Gerätekonstanten, der Dichte der fließfähigen Substanz und der Winkelgeschwindigkeit der rotierenden Scheibe, zur Bestimmung der viskoelastischen Druckdifferenz Δp vergleicht und das man aus der viskoelastischen Druckdifferenz die 1. Normalspannungsdifferenz S_1 über die Beziehung

$$S_1 = n/\Delta p / (1 - a^n)$$

ermittelt, wobei a eine weitere Gerätekonstante und n der Exponent der Abhängigkeit der viskoelastischen Druckdifferenz Δp von der Deformationsgeschwindigkeit am Rand der rotierenden Scheibe sind.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf die Gebiete der Technik, in denen Flüssigkeiten hinsichtlich ihrer Fließeigenschaften charakterisiert werden müssen. Dies betrifft vor allem Fluide, die als Ausgangs- und Zwischenprodukte bei der Verarbeitung in Spinn-, Beschichtungs- und anderen Formgebungsprozessen der stoffwandelnden Industrie eingesetzt werden und bei denen das Auftreten viskoelastischen rheologischen Verhaltens Konsequenzen auf die Verarbeitbarkeit und auf mechanische Eigenschaften dieser Substanzen nach der Formung und Verfestigung ausübt oder Rückschlüsse auf deren stoffliche Zusammensetzung erlaubt.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind eine Vielzahl von Verfahren zur Bestimmung rheologischer Eigenschaften von Fluiden bekannt. Eine genaue Übersicht und Systematisierung wird in K. Walters „Rheometry“, Capman & Hal, London, 1975 gegeben. Es wird ausgeführt, daß eine große Gruppe von Meßverfahren auf der Analyse von Strömungen beruht, die durch die Bewegung eines Körpers innerhalb der zu untersuchenden Substanz induziert wird.

Unterschieden werden dabei wiederum Verfahren, die entweder auf der Messung der Steig- bzw. Fallgeschwindigkeit oder der Eindringtiefe von Prüfkörpern im Fluid oder aber auf der meßtechnischen Erfassung der Umströmung rotierender Körper basieren.

Die zuletzt aufgeführten Meßverfahren sind von besonderer Bedeutung, da sie sowohl die Bestimmung viskoser Eigenschaften von Fluiden auf Basis der Messung des an dem Rotationskörper angreifenden Drehmomentes in Abhängigkeit von dessen Rotationsgeschwindigkeit ermöglichen als auch eine Ermittlung von viskoelastischen Fließeigenschaften durch Erfassung der in der Strömung auftretenden Zusatznormalspannungen gestatten. In K. Walters „Rheometry“, Chapman & Hal, London, 1975 wird dazu eine Übersicht aller bekannten Verfahren gegeben, die ausnahmslos auf der Realisierung einer Schwerströmung zwischen feststehenden und rotierenden Platten oder Kegeln und auf der Messung der auf diese Körper senkrecht zur Richtung der Strömungsgeschwindigkeit wirkenden Gesamtkraft beruhen. Die Realisierung einer möglichst weglosen Kraftmessung stellt dabei das Hauptproblem des Meßverfahrens dar und kann nur mit großem technischen Aufwand gelöst werden.

So wird in der DE-OS 2 149 720 ein spezielles Verfahren zur Normalkraftmessung bei Kegel-Platte- bzw. Platte-Platte-Viskosimetern beschrieben, die eine genaue Bestimmung und Einstellung des Abstandes zwischen den Rotationskörpern ermöglicht und gleichzeitig dessen Konstanz während des Meßvorganges garantiert. In der DE-PS 2 314 670 wird die technische Lösung für ein Rotationsrheometer angegeben, bei dem die Messung der auf eine rotierende Scheibe wirkenden Normalkraft durch die Leistungsaufnahme eines Servomotors ermöglicht wird, der die federnd angeordneten Rotationskörper in eine Lage zurückstellt, die dem Zustand vor der Normalkraftmessung entspricht. Beide Meßverfahren haben den Nachteil, daß sie äußerst aufwendiger Meßtechniken bedürfen, die aus Gründen einer komplizierten Handhabbarkeit und Wartung nicht als Routinemeßgeräte einsetzbar sind.

Außer Verfahren zu Normalspannungsmessungen, die auf der Bestimmung von Normalkräften an rotierenden oder feststehenden Scheiben und Kegeln beruhen, sind für die Ermittlung von viskoelastischen Fließeigenschaften mit Totationsrheometern noch die in der DE-AS 1 598 408 beschriebenen Verfahren bekannt. Es handelt sich hierbei um ein Verfahren unter Verwendung von Rheometern für viskoelastische Substanzen, die aus zwei Drehkörpern bestehen, die um nicht fluchtende Achsen gleichsinnig und mit gleicher Winkelgeschwindigkeit drehbar sind. Die einander zugewandten Flächen werden durch die Meßsubstanz verbunden. Als Meßgröße fungiert das an einem Drehkörper auftretende Reaktionsmoment. Das Meßverfahren hat den Nachteil, daß es auf der Realisierung einer nicht eindeutig beschreibbaren Strömungssituation beruht und aus diesem Grund keine physikalisch exakten Auswertverfahren zur Verfügung gestellt werden können.

Ein unkompliziertes Meßverfahren mit einer entsprechenden Vorrichtung wird in dem WP G 01 N 236779 beschrieben. Durch Messung von Druckunterschieden zwischen zwei konzentrisch angeordneten Kammern, die durch einen Spalt verbunden sind, der durch eine rotierende Scheibe und einer feststehenden horizontalen Platte begrenzt wird, ist eine einfache und leicht handhabbare Möglichkeit zum Nachweis viskoelastischer Fließeigenschaften gegeben. Das Meßverfahren ist zwar für eine betriebliche Produktprüfung geeignet, gestattet aber nicht, physikalisch exakte Materialfunktionen der Viskoelastizität zu ermitteln.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, viskoelastische Eigenschaften von fließfähigen Substanzen mit Hilfe eines einfachen Meßverfahrens zu untersuchen, das für den Einsatz unter produktionsnahen Bedingungen in der stoffwandelnden Industrie geeignet ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, in einem Scheibenrheometer viskoelastische Eigenschaften von fließfähigen Substanzen, insbesondere der 1. Normalspannungsdifferenz, physikalisch exakt zu bestimmen, ohne die technisch aufwendigen und kompliziert handhabbaren Prinzipien einer Messung von Vertikalkräften an den umströmten Platten oder Scheiben anwenden zu müssen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Bestimmung der 1. Normalspannungsdifferenz in der Strömung im Spalt zwischen einer feststehenden Platte und einer rotierenden Scheibe eines Scheibenrheometers gelöst, bei dem man die Winkelgeschwindigkeit der rotierenden Scheibe und den Spalt zwischen der feststehenden Platte und der rotierenden Scheibe so einstellt, daß die Werte für die Deformationsgeschwindigkeit am äußeren Rand der Scheibe in einem Bereich von 10^{-1} s^{-1} bis 10^3 s^{-1} liegen, daß man danach die radialen Druckunterschiede zwischen dem Zentrum und dem äußeren Rand des Spaltes zwischen feststehender Platte und rotierender Scheibe mißt, daß man die gemessenen radialen Druckunterschiede mit einem aus Trägheitseinflüssen resultierenden Druck, der abhängig ist von einer Gerätekonstanten, der Dichte der fließfähigen Substanz und der Winkelgeschwindigkeit der rotierenden Scheibe, zur Bestimmung der viskoelastischen Druckdifferenz Δp vergleicht und daß man aus der viskoelastischen Druckdifferenz die 1. Normalspannungsdifferenz S_1 über die Beziehung

$$S_1 = n/\Delta p / (1-a^n)$$

ermittelt, wobei a eine weitere Gerätekonstante und n der Exponent der Abhängigkeit der viskoelastischen Druckdifferenz Δp von der Deformationsgeschwindigkeit am Rand der rotierenden Scheibe sind.

Der Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß eine Möglichkeit geschaffen wird, durch einfach und unkompliziert zu realisierende Druckmessungen eine exakte Bestimmung der 1. Normalspannungsdifferenz in der Strömung im Meßspalt eines Scheibenrheometers zu ermöglichen. Das Verfahren gestattet damit eine rheologische Charakterisierung von viskoelastischen Flüssigkeiten unter praxisnahen Bedingungen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

Fig. 1: Prinzipielle Darstellung der Meßvorrichtung

Fig. 2: Darstellung der Funktion $\Delta p_M = f\left(\frac{WR}{H}\right)$

Fig. 3: Darstellung der Überdruckwerte

Fig. 4: Darstellung der Funktion $S_1 = f\left(\frac{WR}{H}\right)$

Es wird eine Polyurethanlösung in Dichloräthan mit einer Dichte von $1,2 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ in der in Fig. 1 dargestellten Vorrichtung untersucht. Sie besteht aus einem Behälter, der durch Einbauten 1 in eine zylindrische Kammer 2 und eine dazu konzentrisch angeordnete ringspaltförmige Kammer 3 geteilt wird. Die beiden Kammern sind durch einen Kanal verbunden, in dem sich eine rotierende Scheibe 4 befindet. Die zu untersuchende Flüssigkeit wird im eigentlichen Meßspalt zwischen der rotierenden Scheibe 4 und einer darüber befindlichen feststehenden Platte 5 einer Scherdeformation unterzogen.

Durch Variation der Winkelgeschwindigkeit W in einem Bereich von $0,06 \text{ S}^{-1}$ bis $25,45 \text{ S}^{-1}$ und einer Veränderung der Spaltweite h von 0,5 bis 5,5 mm bei einem Scheibenradius R von 40 mm wird die Abhängigkeit der Unterdruckwerte Δp_M in der äußeren ringspaltförmigen Kammer von der Deformationsgeschwindigkeit am Rand der Scheibe (siehe Fig. 2) ermittelt. Durch einen Vergleich mit den in der Fig. 3 dargestellten Überdruckwerten, die für das verwendete Meßgerät und unter Berücksichtigung der Dichte der untersuchten Substanz auf Grund von Trägheitseinflüssen zu erwarten sind, wird der ebenfalls in der Fig. 2 aufgezeigte Verlauf der viskoelastischen Druckdifferenz Δp ermittelt.

Unter Benutzung der Beziehung

$$S_1 = n/\Delta p / (1-a^n)$$

wird die in der Fig. 4 dargestellte Abhängigkeit der 1. Normalspannungsdifferenz S_1 von der Deformationsgeschwindigkeit am Rand der Scheibe erhalten, wobei n aus dem Anstieg des Druckverlaufs Δp in der Fig. 2 mit 1,7 bestimmt wird und die Konstante a für das verwendete Meßgerät 0,25 beträgt.

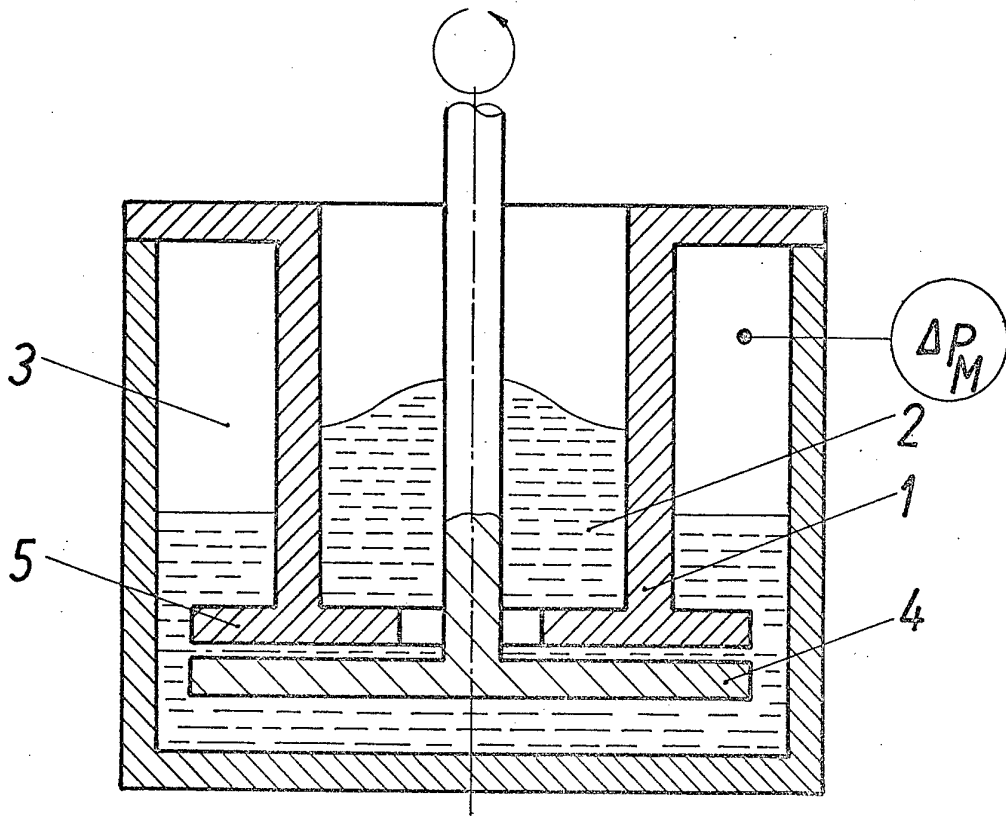


Fig. 1

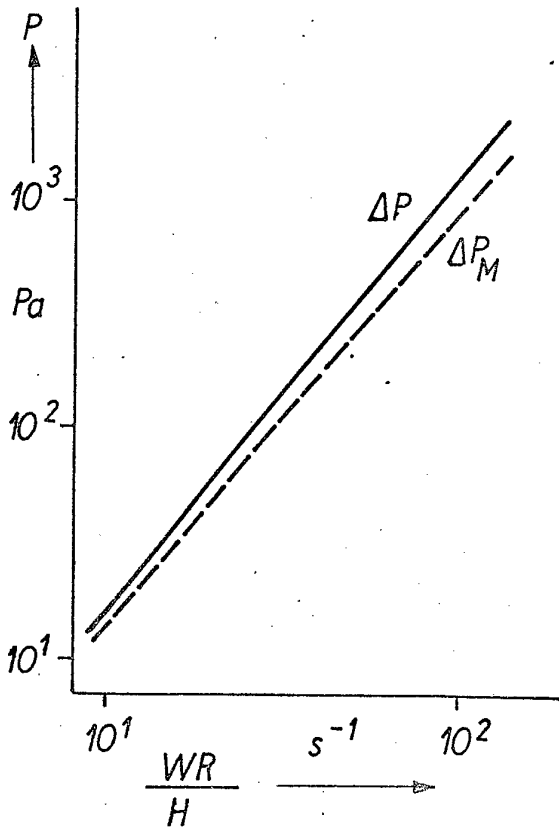


Fig. 2

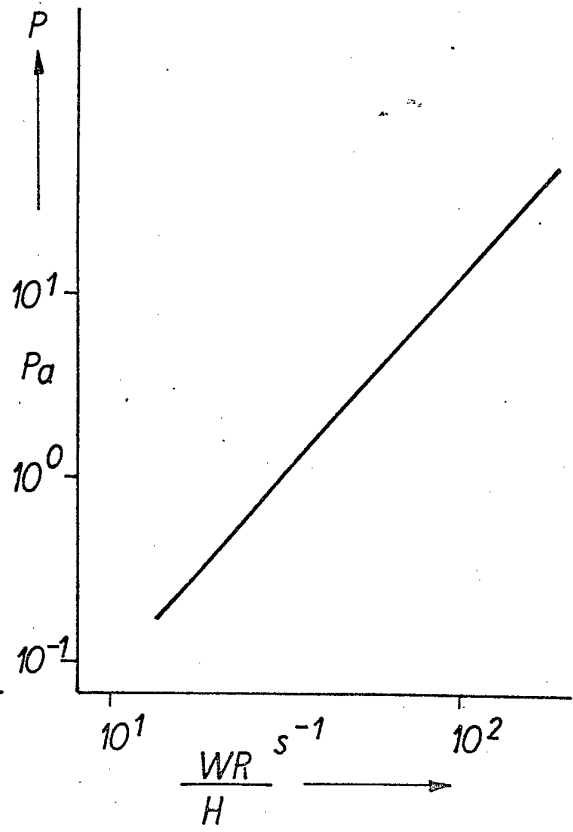


Fig. 3

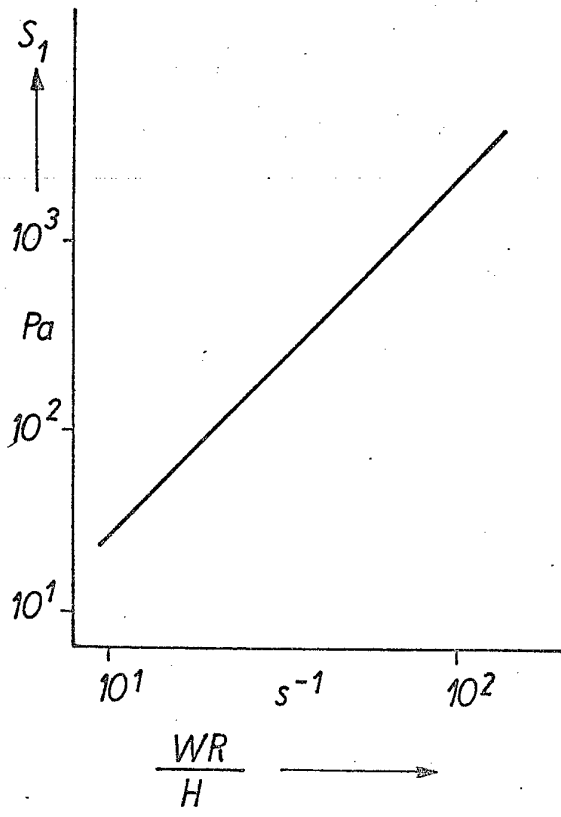


Fig. 4