



DEUTSCHES PATENTAMT

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Aufrechterhaltung kann Einspruch eingelegt werden

(21) Aktenzeichen:	(22) Anmeldetag:	(44) Veröff.-tag der DD-Patentschrift:	(45) Veröff.-tag der Aufrechterhaltung:
DD G 01 N / 314 765 4	15. 04. 88	19. 09. 91	05. 09. 96

(30) Unionspriorität:

—

(72) Erfinder:	Marinow, Slaweyko, Dr. sc. techn., 06122 Halle, DE; Broy, Werner, Dr. sc. techn., 09127 Chemnitz, DE; Steller, Ryszard, Dr.-Ing., 50-344 Wroclaw, PL; Fischer, Hans-Dieter, Dr.-Ing., 09557 Flöha, DE
(73) Patentinhaber:	Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Siemensstr. 2, 74722 Buchen, DE
(74) Vertreter:	Ullrich & Naumann, Pat.-Anwälte, 69115 Heidelberg

(54) Verfahren und Vorrichtung zur vibrorheometrischen Charakterisierung fließfähiger Stoffe

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
BASSOW, N. J.: Plaste und Kautschuk (1975) Nr. 22, S. 970–974

Patentansprüche:

1. Verfahren zur vibrorheometrischen Charakterisierung fließfähiger Stoffe durch Überlagerung einer variierbaren stationären Strömung durch periodische Scherdeformationen mit variierbaren Frequenzen und Amplituden in der Meßkapillare eines Kapillar-Vibrorheometers, bei dem eine variierbare Strömung in der Meßkapillare bei einem konstanten Betriebspunkt der als Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat verwendeten Schnecken- oder Kolben-Pressen und somit bei einem konstanten physikalischen Zustand des fließfähigen Stoffes vor dem Eintritt in die Meßkapillare durch Aufteilung des Massestromes in mindestens zwei abhängig voneinander variierbare Teilströme mit konstantem Gesamtdurchsatz erzeugt wird, **dadurch gekennzeichnet**,
 - daß ein konstanter Betriebspunkt einer als Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat verwendeten Schnecken- oder Kolben-Pressen, bei dem eine möglichst große Förderleistung bei einer ausreichenden zeitlichen Konstanz des physikalischen Zustandes des Stoffes in ortsfesten Querschnitten und somit bei einer ausreichenden Stationarität der Strömung in der Meßkapillare gewährleistet wird, durch eine entsprechende Änderung von Schneckendrehzahl oder von Kolbenvorschubgeschwindigkeit und nach Bedarf auch von Zylinderwandtemperatur so eingestellt wird, daß die Differenz zwischen dem mittleren Volumendurchsatz ($\bar{V}$) bei der dabei erzielten Strömung in der Meßkapillare und dem Volumendurchsatz ($\dot{V}_s$) der bei der dabei herrschenden mittleren Druckgefälle (Δp) entlang der Meßkapillare vorausgesetzten stationären Strömung, die anhand der meßtechnisch erfaßten Zeitfunktionen von Volumendurchsatz ($\dot{V}(t)$) und Druckgefälle $\Delta p(t)$ in an sich bekannter Weise ermittelt werden, annähernd gleich Null oder kleiner als einen vorgegebenen zulässigen Wert ist,
 - und daß der so erzeugte Massestrom in zwei abhängig voneinander variierbaren Teilströmen aufgeteilt ist, die nach der Aufteilung gleichen geometrischen und thermischen Bedingungen ausgesetzt sind, und dabei zumindest einer eine Meßkapillare passiert, so daß ihre Variierung bei Gewährleistung der Konstanz des Gesamtdurchsatzes durch die Erzeugung von gekoppelt verstellbaren gleichwertigen Drosselwirkungen mit unterschiedlichen Vorzeichen erfolgt,
 - so daß eine periodische Änderung einer eingestellten Drosselwirkung mit einer nach einer bestimmten Gesetzmäßigkeit mit der Zeit wechselnden variierbaren Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude zu einer Überlagerung der vorliegenden stationären Teilströme durch periodische Scherdeformationen mit entsprechend einstellbaren Frequenzen und Amplituden bei Gewährleistung der Konstanz des Gesamtdurchsatzes und somit des physikalischen Zustandes des Stoffes vor der Stromaufteilung führt, wobei auch entsprechenden periodischen Schwankungen der Druckgefälle entlang der Meßkapillare sowie des Volumendurchsatzes die Meßkapillare entstehen, und somit anhand der meßtechnisch erfaßten Zeitfunktionen des Volumendurchsatzes $\dot{V}(t)$ und der Druckgefälle $\Delta p(t)$ bei verschiedenen Schergeschwindigkeiten der stationären Strömung und bei verschiedenen Frequenzen und Amplituden der damit überlagerten periodischen Scherdeformationen erfolgt die Ermittlung der an sich bekannten Amplituden-Phasen-Beziehungen sowie ihren Frequenzabhängigkeiten zur Charakterisierung des rheologischen Verhaltens des untersuchten Stoffes.
2. Vorrichtung zur vibrorheometrischen Charakterisierung fließfähiger Stoffe, **dadurch gekennzeichnet**, daß am Austrittsende einer als Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat verwendeten Schnecken- oder Kolben-Pressen (1) ein Stromteiler (2) befestigt ist, welcher Einlaufkanal (3) in zwei Auslaufkanälen (4 und 5) gleicher Geometrie aufgeteilt ist, die an in einem Düsenkörper (9) ausgebildeten Kanälen (10 und 11) gleicher Geometrie anschließen, wobei zumindest einer der Düsenkanäle (10, 11) als Meßkapillare (10) mit erforderlichen Temperaturmeßgebern (13) sowie mit mindestens zwei in Strömungsrichtung versetzt angeordneten Druckgebern (12) und einer Durchsatzmeßeinrichtung (14) ausgerüstet ist, und daß die Auslaufkanäle (4, 5) des Stromteilers (2) mit konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselementen versehen sind, welche mittels eines gemeinsamen Stellgliedes so gekoppelt verstellbar sind, daß der summierte Fließwiderstand der Auslaufkanäle (4, 5) konstant bleibt, wobei das Stellglied an einer steuerbaren Antriebsvorrichtung angeschlossen ist, die das Stellglied in einer periodischen Bewegung mit einer nach einer bestimmten Gesetzmäßigkeit mit der Zeit wechselnden variierbaren Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude um jede eingestellte Drosselwirkung versetzt, wodurch eine entsprechende periodische Änderung der Drosselwirkung der Drosselemente erfolgt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Stromteiler (2) für die Ausbildung und Verstellung von konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselemente für die Teilströme mit einer quer der Strömungsrichtung drehbar gelagerten Welle (8, 15, 20) versehen ist, die dabei entweder die Auslaufkanäle (4, 5) oder den Einlaufkanal (3) versperrt, wobei beim Versperren der Auslaufkanäle (4, 5) ist die Welle (8, 15) im Bereich der Auslaufkanäle (4, 5) mit zueinander um einen Winkel (α) versetzten Querbohrungen (6, 7) mit gleichen Durchmessern oder mit zueinander um einen Winkel (β) versetzten Drosselschlaufen (16, 17), die von durch symmetrische Ausfräsungen gleicher Breiten und gleicher Tiefen entstandenen Flächen (18, 19) ausgebildet sind, so versehen, daß wenn ein Auslaufkanal (4 bzw. 5) durch entsprechendes Verdrehen der Welle (8, 15) gerade vollständig geöffnet ist, der andere Auslaufkanal (5 bzw. 4) zugleich geschlossen ist, oder beim Versperren des Einlaufkanals (3) weist die Welle (21) im Bereich des Einlaufkanals (3) einen Bereich (22) mit kleinerem Durchmesser auf, wodurch eine ringförmige Verlängerung (23) des Einlaufkanals (3) entsteht, die durch um einen Winkel (γ) versetzt zu einander angeordneten taschenartigen Ausfräsungen (26, 27) mit einer Breite gleich dem Durchmesser der Auslaufkanäle (4, 5) auf die Wellenbereiche (24, 25), die die ringförmige Verlängerung des Einlaufkanals (3) seitlich begrenzen, mit den Auslaufkanälen (4, 5) so verbunden ist, daß, wenn ein Auslaufkanal (4 bzw. 5) bei einer Verdrehung der Welle (21) durch die jeweilige taschenartige Ausfräsung (26 bzw. 27) gerade vollständig geöffnet ist, der andere Auslaufkanal (5 bzw. 4) durch die Mantelfläche des jeweiligen Wellenbereiches (25 bzw. 27) zugleich gerade geschlossen ist, wobei die drehbar gelagerte Welle (8, 15, 21) über einen aus dem Stromteiler (2) herausragendem Schaft (34) mittels eines Kopplungselementes, bestehend aus einer Buchse (37), einem Bolzen (36) und einer Feder (38), verdrehsicher mit einem Hebel (35) verbunden ist, der mit einer schlitzförmigen Öffnung (39) versehen ist, in der eine Achse (40) gelagert ist, die an einer durch einen an sich bekannten Antrieb (42) mit variierbaren Drehzahlen angetriebenen Scheibe (41) mit einer variierbaren Exzentrizität (E) befestigt ist.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Stromteiler (2) für die Ausbildung und Verstellung von konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselementen mit einer quer seiner Auslaufkanäle (4, 5) axial verschiebbar gelagerten Welle (28) versehen ist, die zwei Schäfte (30, 31) mit gleichen Durchmessern und einem mittleren Bereich (32) größeren Durchmessers mit einer solchen Länge aufweist, daß, wenn ein Auslaufkanal (4, 5) bei einer axialen Verschiebung der Welle (28) gerade vollständig geöffnet ist, der andere Auslaufkanal (5, bzw. 4) durch die Mantelfläche des mittleren Bereiches (32) zugleich gerade geschlossen ist, wobei die axial verschiebbar gelagerte Welle (28) mit einem aus dem Stromteiler (2) herausragendem Gewindeschaft (29) versehen ist, der eine Gewindebuchse (43) aufweist, mit der ein Scharnier (46) durch eine Schraube (44) drehbar befestigt ist, der eine Kontermutter (45) aufweist und durch eine Achse (48) mit einem Hebel (47) verbunden ist, der eine gegenüber dem Stromteiler (2) unbeweglich gelagerte Fixierachse (49) aufweist und mit einer schlitzförmigen Öffnung (50) versehen ist, in der eine Achse (51) gelagert ist, die an einer durch einen an sich bekannten Antrieb (42) mit variierbaren Drehzahlen angetriebenen Scheibe (52) mit einer variierbaren Exzentrizität (E) befestigt ist.

Hierzu 6 Seiten Zeichnungen

Anwendung der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur vibrorheometrischen Charakterisierung fließfähiger Stoffe durch die Überlagerung einer variierbaren stationären Scherströmung durch periodische Scherdeformationen bei relativ breiten Einstellbereichen von Frequenz, Amplitude und Temperatur. Derartige dynamische Untersuchungsverfahren werden sehr vorteilhaft zur Ermittlung der rheologischen Stoffkenngrößen und -funktionen von Stoffen mit viskoelastischem Fließverhalten, wie z. B. Polymerlösungen, -dispersionen und -schmelzen sowie Feststoffdispersionen, verwendet. Die dadurch ermittelten Stoffkenngrößen und -funktionen dienen der Auslegung, Intensivierung, Überwachung und Steuerung von Verarbeitungsprozessen sowohl unter den Bedingungen stationärer Strömungen als auch unter den Bedingungen pulsierender Strömungen. Die Erfindung ist bei allen bekannten Kapillar-Rheometern anwendbar.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Charakterisierung des rheologischen Verhaltens von Stoffen und dessen Strukturabhängigkeit werden bekanntlich verschiedene dynamische Untersuchungsmethoden angewendet. Der untersuchte Stoff wird dabei einer periodischen im allgemeinen sinusförmigen Scherdeformation bei möglichst breiten Einstellbereichen von Frequenz, Amplitude und Temperatur ausgesetzt. Die dadurch hervorgerufene Spannung wird nach Wert und gegebenenfalls auch zeitlicher Verschiebung gegenüber der Deformation meßtechnisch erfaßt. Solche dynamischen Verfahren werden bekanntlich in Rheometern verschiedener Bauart realisiert (Walters, K. Rheometry, Chapman and Hall, London 1975). So werden bekanntlich dynamische Untersuchungen des rheologischen Verhaltens von Stoffen durch Couette-Rheometer oder Rheogoniometer (Kegel-Platte oder Platte-Platte) durchgeführt.

Hierfür wird der bewegliche Teil des Rheometers mit einer sinusförmigen mit der Zeit wechselnder Winkelgeschwindigkeit angetrieben, wodurch eine sinusförmige pulsierende Scherdeformation mit einer bestimmten Kreisfrequenz und einer bestimmten Amplitude aufgebracht wird. Durch die meßtechnische Erfassung des Drehmoments wird die dabei herrschende Amplitude und Phasenverschiebungswinkel gegenüber der Scherdeformation der hervorgerufenen pulsierenden Spannung bestimmt. Zur Erfassung des rheologischen Verhaltens des untersuchten Stoffes wird noch vorausgesetzt, daß aufgebrachte Deformation und hervorgerufene Spannung mit gleicher Frequenz pulsieren. Das trifft bekanntlich nur dann zu, wenn der untersuchte Stoff ein lineares Verhalten aufweist oder wenn die Frequenz der aufgebrachten periodischen Deformation ausreichend klein ist.

Bei sämtlichen Rotationsrheometern wird die gesamte zu testende Substanz einer bestimmten Scherdeformation unterworfen, d. h., während der gesamten Versuchszeit werden stets dieselben Materialpartikel beansprucht. Aufgrund des im Scherspalt nahezu konstanten Geschwindigkeitsgefälles wird in jedem Volumenelement dieselbe Wärmemenge pro Zeiteinheit dissipiert. Infolge der schlechten Wärmeleitung im untersuchten Medium kommt es deshalb rasch zu einer Temperaturerhöhung und zur Ausbildung eines Temperaturprofils über den Meßspalt, wodurch die Meßwerte erheblich verfälscht werden können. Man ist deshalb gezwungen, die Frequenz (bzw. die Schergeschwindigkeit) niedrig oder die Versuchszeit kurz zu halten. Speziell im letztgenannten Fall besteht aber die Gefahr, daß man die Meßwerte noch während des Anfahrvorganges (instationärer Vorgang während des Aufschmelzens) abnimmt.

Eine Begrenzung der Anwendbarkeit von Rotationsrheometern im Bereich höherer Frequenzen (bzw. Schergeschwindigkeiten) resultiert auch aus Rand- und Zentrifugalkrafteinflüssen oder ist durch das verstärkte Auftreten von Sekundäreffekten (z. B. Weissenberg-Effekt) gegeben.

Gesicherte Meßergebnisse erhält man nur unter der Voraussetzung einer sorgfältigen Temperierung und wenn man sich auf kleine Frequenzen (bzw. Schergeschwindigkeiten von 10^{-3} bis 10^{-1} s $^{-1}$) beschränkt.

Es ist bereits auch bekannt, die rheologische Charakterisierung von fließfähigen Stoffen und insbesondere Polymerlösungen und -schmelzen unter den Bedingungen der Überlagerung einer stationären Scherströmung durch periodische Scherdeformationen vorzunehmen. Hierfür werden sowohl Rheogoniometer (vorteilhafter Weise mit Kegel-Platte-Wirkteil) als auch Kapillar-Vibrorheometer verwendet (N.I. Bassow u. a., Plaste und Kautschuk 22 [1975] 970 - 974).

Die gewünschten dynamischen Bedingungen im Scherspalt eines Rheogoniometers werden dabei erzeugt, indem der stationär rotierende bewegliche Teil gleichzeitig auch Kreisschwingungen vollführt. Ein Kegel-Platte-Rheogoniometer ermöglicht dabei dynamische Messungen im Frequenzbereich von 10^{-3} bis 10^{-1} Hz bei einer Amplitude der Scherdeformation von 10^{-3} bis 10^2 s $^{-1}$ und bei einer Schergeschwindigkeit der stationären Beanspruchung von 10^{-3} bis 10^{-1} s $^{-1}$. Hierbei können die bereits aufgeführten Nachteile von Rotationsrheometern auch auftreten.

Bei einem bekannten Kapillar-Vibrorheometer (N.I. Bassow u. v. a., Plaste u. Kautschuk 22 [1975] 970) wird die untersuchte Substanz in einem vertikal angeordneten temperierbaren Massezylinder in einen fließfähigen Zustand überführt. Danach wird sie über einen von unten angeordneten Kolben einer pulsierenden Belastung ausgesetzt. Über einen von oben angeordneten Kolben wird zugleich eine stationäre Belastung ausgeübt. Unter Einwirkung der überlagerten stationären und pulsierenden Belastung wird die untersuchte Substanz durch eine Kapillarbohrung in den oberen Kolben extrudiert. Die Kapillarbohrung mündet in einen Hohlraum innerhalb von Kolben und Kolbenstange, in dem eine genau angepaßte Stange aus Textolit angeordnet ist.

Die durch die Kapillarbohrung extrudierte Masse gelangt in den Hohlraum und drückt die Textolitstange nach oben. Durch die meßtechnische Erfassung der Bewegungsgeschwindigkeit der Textolitstange wird der momentane Volumendurchsatz durch die Kapillarbohrung gemessen. Der im Massezylinder herrschende Druck wird auch meßtechnisch über die Zeit erfaßt. Anhand der registrierten Oszillogramme des Volumendurchsatzes und des Druckes werden die Amplituden-Phasen-Beziehungen zwischen der pulsierenden Schergeschwindigkeit und Scherspannung unter Verwendung der allgemeinen üblichen Gesetzmäßigkeiten der Kapillarrheometrie bestimmt.

Die so vorgeschlagene dynamische Untersuchungsmethode weist den Nachteil auf, daß die Variierung der pulsierenden Strömung in der Kapillare über eine entsprechende Variierung der stationären und pulsierenden Belastung des untersuchten Stoffes im Massezylinder vorgenommen wird. Hierbei werden die Verweilzeit und der physikalische Zustand des untersuchten Stoffes vor dem Eintritt in die Kapillare auch entsprechend verändert, so daß das rheologische Verhalten und insbesondere die Aufklärung seiner Strukturabhängigkeit fehlerhaft ermittelt werden. Auch die Ermittlung der Strömungsparameter in der Kapillare anhand der vorgenommenen meßtechnischen Erfassung ist sehr problematisch. So z. B. ist die Bestimmung des Druckgradienten entlang der Kapillare anhand des gemessenen Druckes im Massezylinder bei Nichtberücksichtigung der herrschenden dynamischen Beziehungen zwischen geometrisch-kinematischen und thermischen Bedingungen im Massezylinder und dem Stoffverhalten mit erheblichen Fehlern behaftet.

Besonders problematisch ist weiterhin die Ermittlung von Amplitude und Phasenverschiebungswinkel der Pulsation des Druckgradienten entlang der Kapillare. Bei der vorliegenden Übertragung der pulsierenden Belastung über das sich ändernde Stoffvolumen im Massezylinder ist außerdem ein konstant pulsierender Druckgradient entlang der Meßkapillare nicht erreichbar.

Es ist noch zu bemerken, daß die Ausfüllung des Raumes hinter der Kapillare zur Messung des Volumendurchsatzes durch eine Fließfrontausbreitung und somit immer mit einem über die Zeit veränderlichen und auch von der aufgetragenen reversiblen Deformation in der Kapillare abhängigen Druckaufbau vor sich geht. Dementsprechend werden sowohl die Bestimmung als auch die zeitliche Konstanz des Druckgradienten bzw. seiner Pulsationsparameter zusätzlich beeinträchtigt.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, eine vibrorheometrische Charakterisierung fließfähiger Stoffe durch die Überlagerung einer variablen stationären Scherströmung durch periodische Scherdeformationen bei relativ breiten Einstellbereichen von stationären Schergeschwindigkeiten und Temperatur sowie von Frequenz und Amplitude der Strömungspulsation zu ermöglichen, wobei eine fehlerhafte Ermittlung von rheologischen Stoffkenngrößen und -funktionen sowie eine fehlerfreie Aufklärung ihrer Strukturabhängigkeit gewährleistet wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur vibrorheometrischen Charakterisierung fließfähiger Stoffe durch die Überlagerung einer variablen periodischen Scherdeformation in einer Meßkapillare bei Gewährleistung der zeitlichen Konstanz des physikalischen Zustandes des Stoffes vor dem Eintritt in die Meßkapillare zu schaffen, so daß die Amplituden-Phasen-Beziehungen zwischen der pulsierenden Schergeschwindigkeit und Scherspannung in der Meßkapillare nur von den rheologischen Eigenschaften des Stoffes abhängen.

Die Konstanz des physikalischen Zustandes des Stoffes vor dem Eintritt in Meßkapillare soll dabei bei einem konstanten Betriebspunkt des versendeten Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregates erzielt werden, bei dem eine möglichst hohe Förderleistung bei Gewährleistung ausreichender zeitlicher Konstanz des physikalischen Zustandes des Stoffes in ortsfesten Querschnitten der dabei erzielten Strömung in der Meßkapillare vorliegt. Außerdem soll auch keine Verfälschung des rheologischen Verhaltens des Stoffes durch eine mit Fehlern behaftete meßtechnische Erfassung des momentanen Volumendurchsatzes durch die Meßkapillare sowie der momentanen Druckgefälle entlang der Meßkapillare herbeigeführt werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein konstanter Betriebspunkt einer als Plastizier-, Homogenisier- und Förderaggregat verwendeten Kolben- oder Schnecken-Presse, bei dem eine möglichst große Förderleistung bei einer ausreichenden Stationarität der Strömung in einer entsprechend angeschlossenen Meßkapillare gewährleistet wird, in an sich bekannter Weise so eingestellt wird, daß die Differenz zwischen dem mittleren Volumendurchsatz bei der dabei erzielten Strömung in der Meßkapillare und dem Volumendurchsatz der bei den dabei herrschendem mittleren Druckgefälle entlang der Meßkapillare vorausgesetzten stationären Strömung annähernd gleich Null ist oder einen vorgegebenen zulässigen Wert nicht überschreitet, und daß für eine gezielte Variierung der so erzielten stationären Strömung in der Meßkapillare bei der Gewährleistung der Konstanz des physikalischen Zustandes des Stoffes vor dem Eintritt in die Meßkapillare eine Aufteilung des Massestromes in zwei abhängig voneinander variablen Teilströmen vorgenommen wird, die nach der Aufteilung gleichen geometrischen und thermischen Bedingungen ausgesetzt werden, so daß ihre Variierung bei Gewährleistung der Konstanz des Gesamtdurchsatzes durch die Erzeugung von gekoppelt verstellbaren gleichwertigen Drosselwirkungen mit unterschiedlichen Vorzeichen ermöglicht wird, wobei auch eine periodische Änderung einer eingestellten Drosselwirkung mit einer nach einer bestimmten Gesetzmäßigkeit mit der Zeit wechselnden und entsprechend variablen Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude bei Gewährleistung der Konstanz des Gesamtdurchsatzes und somit des physikalischen Zustandes des Stoffes vor der Stromaufteilung erfolgen wird, wodurch die bei der jeweilig eingestellten Drosselwirkung vorliegende stationäre Strömung in der Meßkapillare mit periodischen Scherdeformationen mit bestimmten entsprechend einstellbaren Frequenzen und Amplituden überlagert wird, wobei auch ein entsprechend pulsierendes Druckgefälle entlang der Meßkapillare und ein entsprechend pulsierender Volumendurchsatz durch die Meßkapillare vorliegen werden, so daß durch die meßtechnische Erfassung des momentanen Volumendurchsatzes und der momentanen Druckgefälle bei verschiedenen Schergeschwindigkeiten der stationären Strömung und bei verschiedenen Frequenzen und Amplituden der damit überlagerten periodischen Scherdeformationen die Ermittlung von an sich bekannten Amplituden-Phasen-Beziehungen sowie ihren Frequenzabhängigkeiten vorgenommen wird.

Die Bestimmung der Amplituden-Phasen-Beziehungen und ihrer Frequenzabhängigkeiten erfolgt somit für einen konstanten physikalischen Zustand und eine konstante Vorgeschichte des Stoffes sowie bei Gewährleistung der Konstanz der Belastungsübertragung in die Meßkapillare und die Meßwertübertragung, so daß die damit ermittelten rheologischen Eigenschaften des Stoffes und die Aufklärung ihrer Strukturabhängigkeit nicht mit dadurch bedingten Fehlern behaftet sind. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß am Austrittsende einer als Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat verwendeten Schnecken- oder Kolben-Presse ein Stromteiler befestigt wird, welcher Einlaufkanal in zwei Auslaufkanäle gleicher Geometrie aufgeteilt wird, die an in einem Düsenkörper ausgebildeten Kanäle gleicher Geometrie anschließen, wobei zumindest einer der Düsenkanäle als Meßkapillare mit erforderlichen Temperaturmeßgebern sowie mit mindestens zwei in Strömungsrichtung versetzt angeordneten Druckmeßgebern und einer Durchsatzmeßeinrichtung ausgerüstet wird, und daß die Auslaufkanäle des Stromteilers mit konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselelementen versehen sind, welche mittels eines gemeinsamen Stellgliedes so gekoppelt verstellbar sind, daß der summierte Fließwiderstand der Auslaufkanäle konstant bleibt, wobei das Stellglied um jede eingestellte Stellung in einer periodischen Bewegung mit einer nach einer bestimmten Gesetzmäßigkeit mit der Zeit wechselnden entsprechend einstellbaren Geschwindigkeit sowie mit einer einstellbaren Amplitude mit Hilfe einer entsprechend steuerbaren Antriebseinrichtung versetzt wird, wodurch eine entsprechende periodische Änderung der Drosselwirkung der Drosselelemente um eine jeweilige Einstellung erzeugt wird, wobei die zeitliche Konstanz des summierten Fließwiderstandes des Auslaufkanäle gewährleistet wird.

Die gezielte Variierung der stationären Strömung in der Meßkapillare sowie die Ausübung einer pulsierenden Belastung, um eine pulsierende mit der stationären Strömung überlagernde Scherdeformation zu erzeugen, wird somit nicht mehr über das verwendeten Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat, sondern über einen nachgeschalteten Stromteiler vorgenommen, wodurch eine Verfälschung des rheologischen Verhaltens des Stoffes infolge der Änderung des physikalischen Zustandes des Stoffes sowie der Übertragung von Belastung und Meßsignal angeschlossen wird.

Erfindungsgemäß wird ein Stromteiler für die Ausbildung und Verstellung von konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselementen mit einer quer der Strömungsrichtung drehbar gelagerten Welle versehen, die dabei entweder die Auslaufkanäle oder den Einlaufkanal versperrt, beim Versperren der Auslaufkanäle wird die Welle im Bereich der Auslaufkanäle mit zu einander um einen bestimmten Winkel versetzten Querbohrungen mit gleichen Durchmessern oder mit zu einander entsprechend versetzten Drosselschaufeln, die durch symmetrische Ausfräsungen mit einer dem Durchmesser der Auslaufkanäle gleichen Breiten ausgebildet werden, so versehen, daß, wenn ein Auslaufkanal durch ein Verdrehen der Welle gerade vollständig geöffnet wird, dann wird der andere Auslaufkanal zugleich gerade geschlossen, oder beim Versperren des Einlaufkanals weist die Welle im Bereich des Einlaufkanals einen Bereich mit kleinerem Durchmesser auf, dessen Breite nicht kleiner als der Durchmesser des Einlaufkanals ist, wodurch eine ringförmige Verlängerung des Einlaufkanals ausgebildet wird, die über versetzt zu einander angeordnete taschenartige Ausfräsungen auf die Wellenbereiche, die die ringförmige Verlängerung des Einlaufkanals seitlich begrenzen, mit den Auslaufkanälen so verbunden wird, daß, wenn ein Auslaufkanal bei einer Verdrehung der Welle durch die jeweilige taschenartige Ausfräsung gerade vollständig geöffnet wird, der andere Auslaufkanal durch die Mantelfläche des jeweiligen Wellenbereiches, der die ringförmige Verlängerung des Einlaufkanals seitlich begrenzt, zugleich gerade geschlossen wird, und somit werden gleichwertige Drosselwirkungen mit umgekehrten Vorzeichen durch eine entsprechende Verdrehung der Welle hervorgerufen, so daß durch eine periodische Verdrehung der Welle um jede Einstellung mit einer nach einer bestimmten Gesetzmäßigkeit mit der Zeit wechselnden einstellbaren Geschwindigkeit sowie mit einer einstellbaren Amplitude mit Hilfe einer Antriebseinrichtung eine entsprechende periodische Änderung der jeweilig eingestellten Drosselwirkung bei Gewährleistung der zeitlichen Konstanz des summierten Fließwiderstandes der Auslaufkanäle vorliegen wird. Erfindungsgemäß wird ein Stromteiler für die Ausbildung und Verstellung von konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselementen mit einer quer der Auslaufkanäle axial verschiebbar gelagerten Welle versehen, die zwei Schäfte gleichen Durchmessers und einen mittleren Bereich größeren Durchmessers mit einer solchen Länge aufweist, daß, wenn ein Auslaufkanal bei einer axialen Verschiebung der Welle gerade vollständig geöffnet wird, der andere Auslaufkanal durch die Mantelfläche des mittleren Bereiches der Welle zugleich gerade geschlossen wird, wobei bei einer entsprechenden axialen Verschiebung der Welle gleichwertige Drosselwirkungen mit umgekehrten Vorzeichen in den Auslaufkanälen hervorgerufen werden, so daß durch eine periodische axiale Verschiebung der Welle um jede Einstellung mit einer nach einer bestimmten Gesetzmäßigkeit mit der Zeit wechselnden einstellbaren Geschwindigkeit sowie mit einer einstellbaren Amplitude mit Hilfe einer Antriebseinrichtung eine entsprechende periodische Änderung der jeweilig eingestellten Drosselwirkung bei Gewährleistung der zeitlichen Konstanz des summierten Fließwiderstandes der Auslaufkanäle vorliegen wird.

Erfindungsgemäß werden eine variierbare Einstellung und eine periodische Verdrehung einer im Stromteiler drehbar gelagerten Welle um eine Einstellung mit einer sinusförmig mit der Zeit wechselnden einstellbaren Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude dadurch erreicht, daß die Welle durch ein Kopplungselement, bestehend aus einer Buchse, einer Feder und einem Bolzen, dreh sicher mit einem Hebel verbunden wird, der eine schlitzförmige Öffnung aufweist, in der eine Achse gelagert wird, die an einer angetriebenen Scheibe mit einer variierbaren Exzentrizität befestigt wird, wobei die Scheibe über einen an sich bekannten Antrieb mit variierbaren Drehzahlen angetrieben wird. Durch die Einstellung der Drehzahl der Scheibe und der Exzentrizität der an der Scheibe befestigten Achse werden entsprechend die Frequenz und die Amplitude der periodischen Verdrehung der Welle um eine vorliegende Einstellung variiert. Zur Variierung dieser Einstellung wird der Bolzen des Kopplungselementes gelöst, wobei die Buchse durch die Feder in die Bohrung des Hebels hineingeschoben wird, und die Welle wird dann in die gewünschte Stellung verdreht.

Erfindungsgemäß werden eine variierbare Einstellung und eine periodische axiale Verschiebung einer im Stromteiler axial verschiebbar gelagerten Welle um eine Einstellung mit einer sinusförmigen Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude dadurch erreicht, daß ein verlängerter mit Gewinde versehener Schaft der Welle eine Gewindebuchse aufweist, die mit einem durch eine Schraube drehbar befestigten Scharnier versehen ist, der eine Kontermutter aufweist und durch eine Achse mit einem Hebel verbunden wird, der im mittleren Bereich eine Fixierachse aufweist und mit einer schlitzförmigen Öffnung versehen wird, in der eine Achse gelagert wird, die an einer angetriebenen Scheibe mit einer variierbaren Exzentrizität befestigt wird, wobei die Scheibe über einen an sich bekannten Antrieb mit variierbaren Drehzahlen angetrieben wird. Durch die Einstellung der Drehzahl der Scheibe und der Exzentrizität der an der Scheibe befestigten Achse werden entsprechend die Frequenz und die Amplitude der periodischen axialen Verschiebung der Welle um einer vorliegenden Einstellung variiert, die durch Verdrehung der Gewindebuchse entsprechend variiert wird.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung soll nachstehenden Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.
In den zugehörigen Zeichnungen zeigen

- Fig. 1: eine Darstellung der Vorrichtung mit einer drehbar im Stromteiler gelagerten Welle mit versetzt angeordneten Querbohrungen
- Fig. 2: einen Schnitt gemäß der Linie I–I in Fig. 1
- Fig. 3: eine Darstellung der Vorrichtung mit einer drehbar im Stromteiler gelagerten Welle mit versetzt angeordneten Drosselschaufeln
- Fig. 4: einen Schnitt gemäß der Linie II–II in Fig. 3
- Fig. 5: eine Darstellung der Vorrichtung mit einer drehbar im Stromteiler gelagerten Welle mit versetzt angeordneten taschenartigen Ausfräsungen
- Fig. 6: einen Schnitt gemäß der Linie III–III in Fig. 5
- Fig. 7: eine Darstellung der Vorrichtung mit einer axial verschiebbar im Stromteiler gelagerten Welle

Fig. 8: eine Darstellung der Antriebseinrichtung für die periodische sinusförmige Verdrehung der im Stromteiler gelagerten Welle

Fig. 9: eine Ansicht gemäß dem Zeiger A in Fig. 8

Fig. 10: eine Darstellung der Antriebseinrichtung für die periodische sinusförmige axiale Verschiebung der im Stromteiler gelagerten Welle

Fig. 11: eine Ansicht gemäß dem Zeiger B in Fig. 10

Im Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 1 besteht die Vorrichtung aus einem Stromteiler 2, der in an sich bekannter Weise an einer Schnecken- oder Kolben-Presse 1, die als Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat dient, angeschlossen ist. Der Stromteiler 2 weist einen entsprechend gestalteten und dimensionierten Einlaufkanal 3 und zwei Auslaufkanäle 4 und 5 gleicher Geometrie auf. Durch eine senkrecht der Strömungsrichtung gelagerten Welle 8 werden die Auslaufkanäle 4 und 5 unterbrochen. Dabei ist die Welle 8 im Bereich der Auslaufkanäle 4 und 5 mit um einen Winkel α versetzt zu einander angeordneten Querbohrungen 6 und 7 mit gleichen Durchmessern (vgl. Fig. 2) so versehen, daß, wenn ein Auslaufkanal 4 bzw. 5 durch die entsprechende Querbohrung 6 bzw. 7 gerade vollständig geöffnet wird, der andere Auslaufkanal 5 bzw. 4 durch die Mantelfläche der Welle 8 zugleich gerade geschlossen (s. Fig. 2) wird. Die einander um den Winkel α versetzten Querbohrungen 6 und 7 und die Mantelfläche der Welle 8 bilden die in den Auslaufkanälen 4 und 5 angeordnete konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselelemente aus, die durch eine Verdrehung der als gemeinsames Stellglied dienenden Welle 8 in der Weise gekoppelt verstellbar sind, daß bei einer positiven Änderung der Drosselwirkung in einem der Auslaufkanäle 4 bzw. 5 eine gleichwertige negative Änderung der Drosselwirkung im anderen Auslaufkanal 5 bzw. 4 zugleich stattfindet.

Nach dem Stromteiler 2 ist ein Düsenkörper 9 angeordnet, der mit einer Meßkapillare 10 und einem Ausgleichskanal 11 gleicher Geometrie versehen ist, an die die Auslaufkanäle 4 und 5 anschließen.

Die Meßkapillare 10 ist dabei mit an sich bekannten Meßgebern für Massedruck 12 und für Massetemperatur 13 sowie mit einer an sich bekannten Durchsatzmeßeinrichtung 14 ausgerüstet.

Stromteiler 2 und Düsenkörper 9 sind auch in an sich bekannter Weise temperierbar, wodurch die Einstellung einer bestimmten Massetemperatur in der Meßkapillare 10 gewährleistet wird.

Im Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 3 weist die Vorrichtung nur eine veränderte Konstruktionsform der Drosselelemente zur Variierung der Teilströme bei Konstanzhaltung des Gesamtdurchsatzes auf. Auch hier werden die Auslaufkanäle 4 und 5 durch eine im Stromteiler 2 senkrecht der Strömungsrichtung gelagerte Welle 15 unterbrochen. Im Bereich der Auslaufkanäle 4 und 5 ist die Welle 15 mit zu einander um einen Winkel β versetzten Drosselschaufeln 16 und 17, die von durch symmetrische Ausfräsungen gleicher Breiten und Tiefen entstandenen Flächen 18 bzw. 19 ausgebildet sind, so versehen, daß, wenn ein Auslaufkanal 4 bzw. 5 durch die entsprechenden Drosselschaufeln 16 und 17 gerade vollständig geöffnet wird, der andere Auslaufkanal 5 bzw. 4 durch die dazu gehörende Drosselschaufel 17 bzw. 16 zugleich gerade geschlossen wird (s. Fig. 4). Die zu einander um den Winkel β versetzten Drosselschaufel 16 und 17 und die Fläche 20 der Wellenbohrung im Stromteiler 2 bilden die in den Auslaufkanälen 4 und 5 angeordnete konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselelemente aus, die durch eine Verdrehung der als gemeinsames Stellglied dienenden Welle 15 in der Weise gekoppelt verstellbar sind, daß bei einer positiven Änderung der Drosselwirkung in einem der Auslaufkanäle 4 bzw. 5 eine gleichwertige negative Änderung der Drosselwirkung im anderen Auslaufkanal 5 bzw. 4 zugleich stattfindet.

Im Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 5 weist die Vorrichtung eine im Stromteiler 2 senkrecht der Strömungsrichtung angeordnete Welle 21, wodurch sowohl die Stromteilung als auch die Variierung der Teilströme erfolgt. Hierfür weist die Welle 21 einen Bereich 22 mit kleinerem Durchmesser auf, dessen Breite nicht kleiner als der Durchmesser des Einlaufkanals 3 ist, wodurch eine ringförmige Verlängerung 23 des Einlaufkanals 3 ausgebildet wird. Die Wellenbereiche 24 und 25, die die ringförmige Verlängerung 23 des Einlaufkanals 3 seitlich begrenzen, sind mit um einen Winkel γ zu einander versetzten taschenartigen Ausfräsungen 26 und 27 gleicher Geometrie und mit einer Breite gleich dem Durchmesser der Auslaufkanäle 4 und 5 so versehen, daß, wenn ein Auslaufkanal 4 bzw. 5 bei einer Verdrehstellung der Welle 21 gerade mit vollständig geöffnetem Querschnitt über die jeweilige taschenartige Ausfräsung 26 bzw. 27 mit der ringförmigen Verlängerung 23 des Einlaufkanals 3 verbunden wird, der andere Auslaufkanal 5 bzw. 4 durch die Mantelfläche des jeweiligen Wellenbereiches 25 bzw. 24 zugleich gerade geschlossen wird. Die zueinander um den Winkel γ versetzten taschenartigen Ausfräsungen 26 und 27 und die Mantelflächen der Wellenbereiche 24 und 25 bilden die konstruktions- größenmäßig gleichen Drosselelemente aus, die durch eine Verdrehung der als gemeinsames Stellglied dienenden Welle 21 in der Weise gekoppelt verstellbar sind, daß bei einer positiven Änderung der Drosselwirkung in einem der Auslaufkanäle 4 bzw. 5 eine gleichwertige negative Änderung der Drosselwirkung im anderen Auslaufkanal 5 bzw. 4 zugleich stattfindet. Zur variierbaren Einstellung und periodischen Verdrehung der Welle 8, 15, 21 um eine Einstellung mit einer sinusförmigen mit der Zeit wechselnden einstellbaren Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude dient eine Antriebseinrichtung gemäß Fig. 8 und 9. Hier wird ein aus dem Stromteiler 2 herausragender Schaft 34 der drehbar gelagerten Welle 8, 15, 21 (vgl. Fig. 1, 3 und 5) durch eine Buchse 37, einen Bolzen 36 und eine Feder 38 verdrehsicher mit einem Hebel 35 verbunden, der eine schlitzförmige Öffnung 39 aufweist.

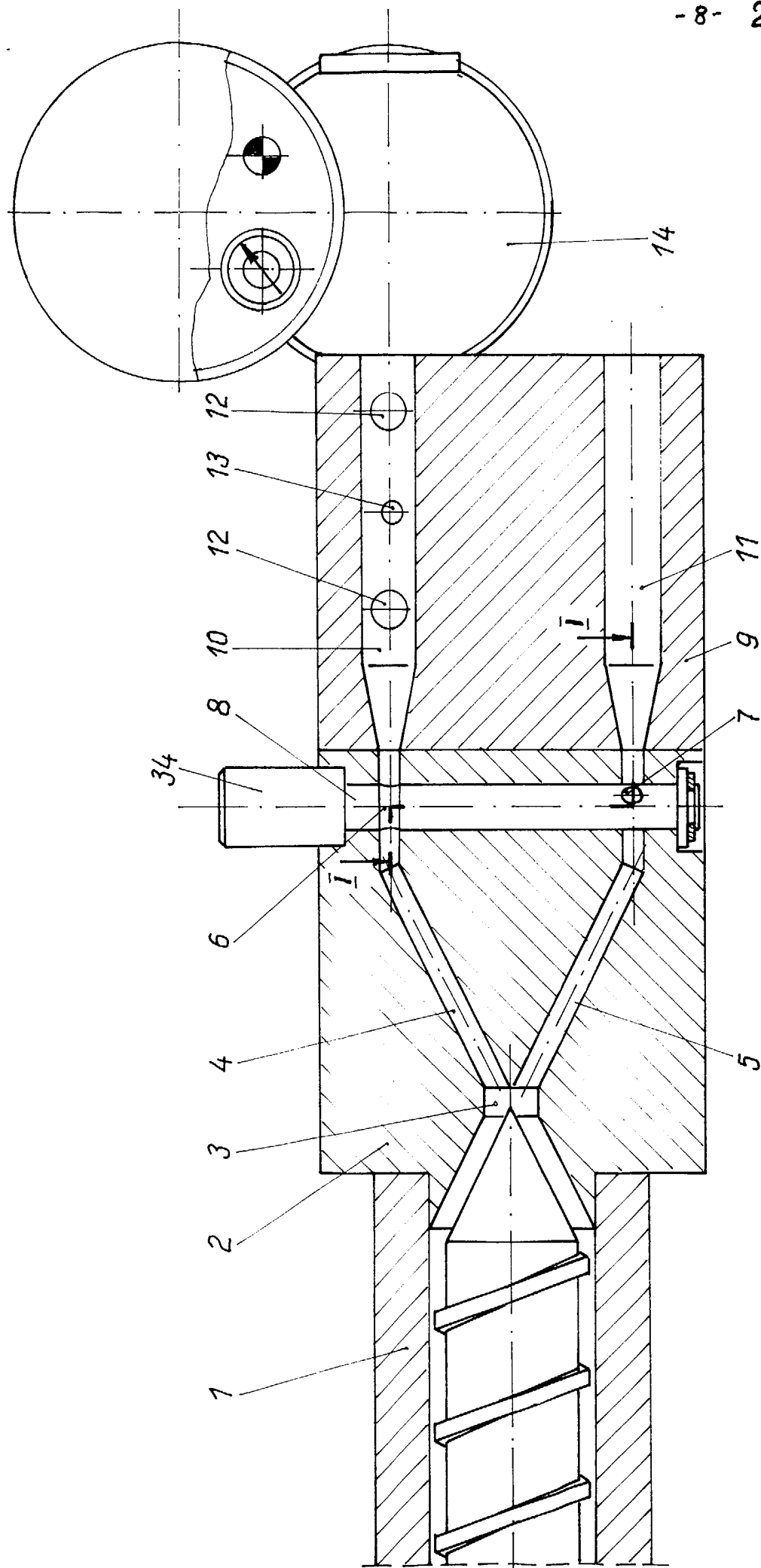
Eine in der schlitzförmigen Öffnung 39 gelagerte Achse 40 ist an einer angetriebenen Scheibe 41 mit einer variierbaren Exzentrizität (E) befestigt. Die Scheibe 41 wird durch einen an sich bekannten Antrieb 42 mit variierbaren Drehzahlen angetrieben. Durch Änderung der Drehzahl der Scheibe 41 wird gemäß an sich bekannter Beziehungen die Variierung der Frequenz der periodischen sinusförmigen Verdrehung der Welle 8, 15, 21 vorgenommen. Die Variierung der Verdrehungsamplitude der Welle 8, 15, 21 um eine vorgegebene Stellung erfolgt durch Änderung der Exzentrizität (E). Für eine gewünschte Veränderung dieser mittleren Stellung der Welle 8, 15, 21 wird der Bolzen 36 gelöst, wobei die Buchse 37 in die Bohrung des Hebels 35 hineingeschoben wird, und danach wird die Welle 8, 15, 21 in die gewünschte neue Stellung verdreht, und anschließend wird auch der Bolzen 36 eingeschraubt, wobei auch die Buchse 37 in die Wellenbohrung hineingeschoben und somit eine drehsichere Verbindung zwischen Welle 8, 15, 21 und Hebel 35 hergestellt wird.

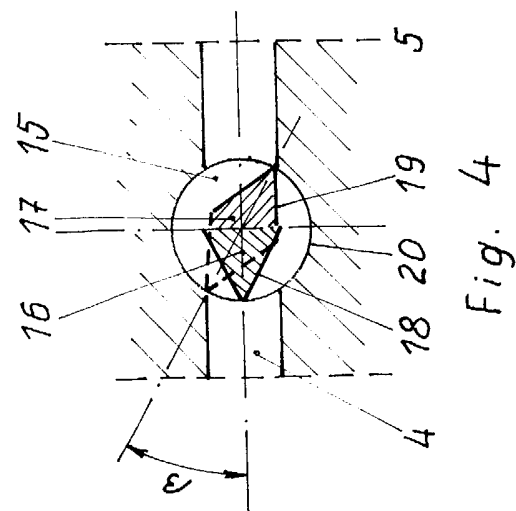
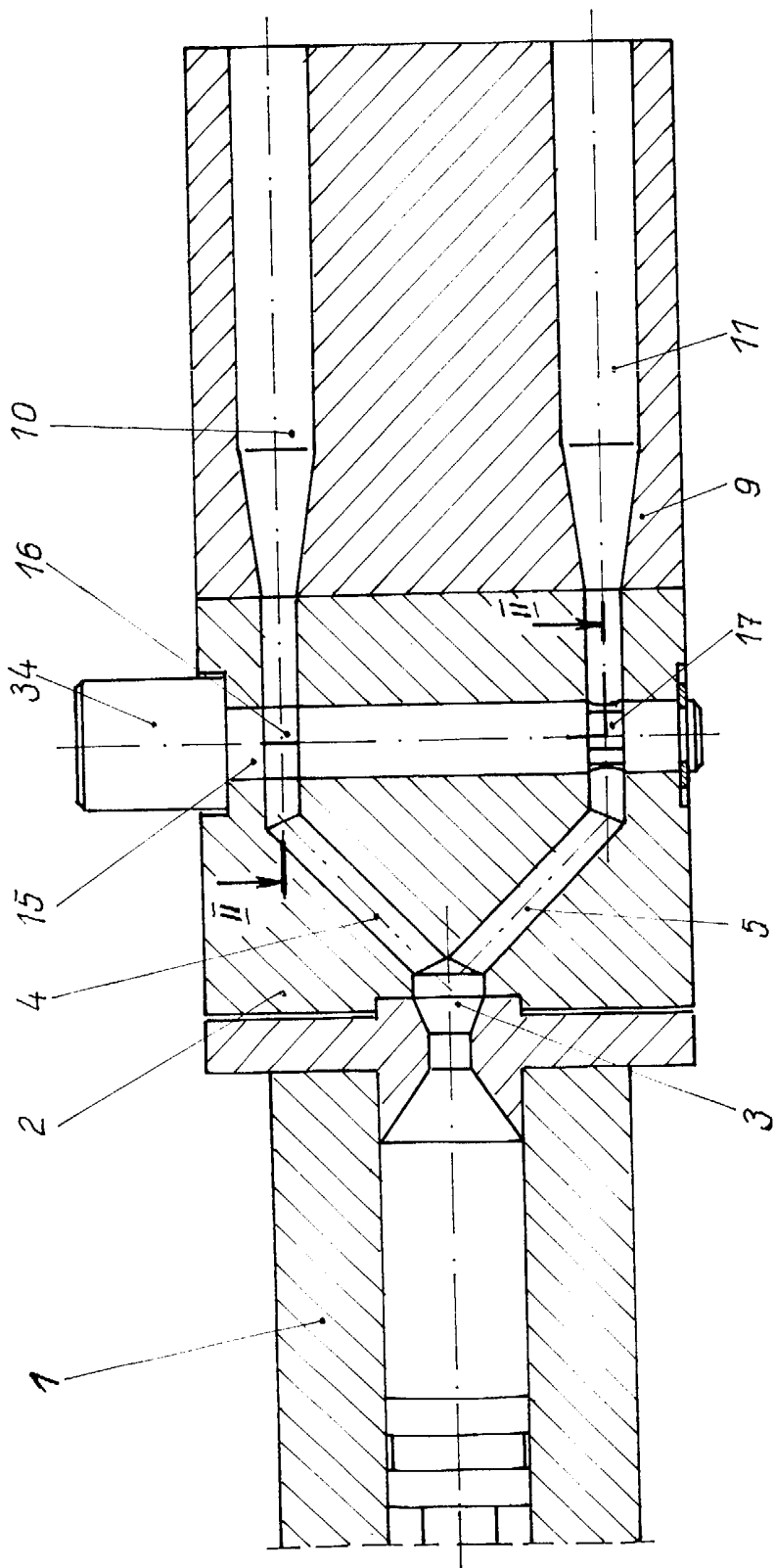
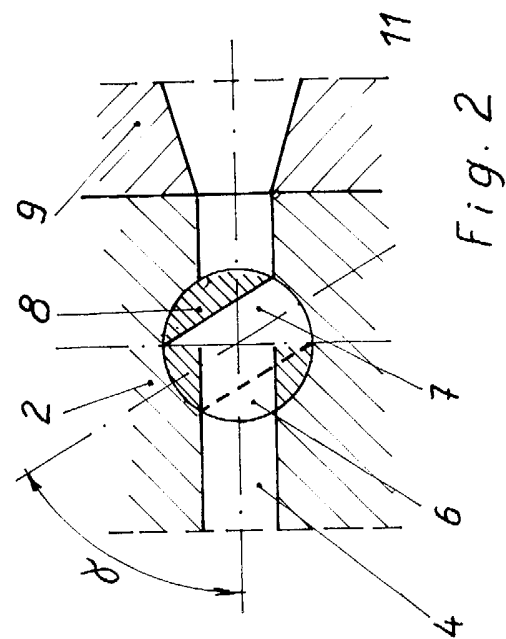
Im Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 7 ist die Vorrichtung mit einer im Stromteiler 2 senkrecht der Strömungsrichtung axial verschiebbar gelagerten Welle 28 versehen, die zwei Schäfte 30 und 31 mit gleichen Durchmessern und einem mittleren Bereich 32 mit größerem Durchmesser und einer solchen Länge aufweist, so daß, wenn ein Auslaufkanal 5 bzw. 4 durch die Mantelfläche des mittleren Wellenbereiches 32 bei einer axialen Verschiebung der Welle 28 gerade geschlossen wird, der andere Auslaufkanal 4 bzw. 5 zugleich vollständig geöffnet wird, wobei der fließende Stoff den jeweiligen Wellenschaft 30 bzw. 31

umfließt. Die Mantelfläche des mittleren Wellenbereiches 32 und die Wellenschäfte 30 und 31 mit gleichen Durchmessern bilden die konstruktions- und größenmäßig gleichen Drosselelemente aus, die durch die axiale Verschiebung der als gemeinsames Stellglied dienenden Welle 28 in der Weise gekoppelt verstellbar sind, daß bei einer positiven Änderung der Drosselwirkung in einem der Auslaufkanäle 4 bzw. 5 eine gleichwertige negative Änderung der Drosselwirkung im anderen Auslaufkanal 5 bzw. 4 zugleich stattfindet.

Zur variierbaren Einstellung und periodischen axialen Verschiebung der Welle 28 um eine Einstellung mit einer sinusförmig mit der Zeit wechselnden einstellbaren Geschwindigkeit und mit einer einstellbaren Amplitude dient eine Antriebseinrichtung gemäß Fig. 10 und 11.

Hier weist ein aus dem Stromteiler 2 herausragender und mit einem Gewinde versehener Schaft 29 der axial verschiebbar gelagerten Welle 28 eine Gewindebuchse 43 auf, die mit einem durch eine Schraube 44 drehbar befestigtem Scharnier 46 versehen ist. Das Scharnier 46 weist eine Kontermutter 45 auf, die zur Sicherung der Einschraublage der Gewindebuchse 43 auf dem Schaft 29 dient. Das Scharnier 46 ist durch eine Achse 48 mit einem Hebel 47 verbunden. Der Hebel 47 weist eine gegenüber dem Stromteiler 2 unbeweglich gelagerte Fixierachse 49 auf. Er ist weiterhin mit einer schlitzförmigen Öffnung 50 versehen, in der eine Achse 51 gelagert ist, die an einer angetriebenen Scheibe 52 mit einer variierbaren Exzentrizität (E) befestigt ist. Die Drehzahl der Scheibe 52 wird gemäß an sich bekannten Einrichtungen angetrieben. Durch Änderung der Amplitude der sinusförmigen axialen Verschiebung der Welle 28 vorgerichtet wird die Amplitude der axialen Verschiebung der Welle 28 um eine vorgegebene Stellung erfolgt durch Änderung der Exzentrizität (E). Für eine gewünschte Veränderung dieser Stellung der Gewindebuchse 43 wird die Welle 28 in der gewünschten neuen Stellung verschoben. Danach wird die Kontermutter 45 fest angezogen. Bei allen vorgestellten Varianten der erfindungsgemäßen Aufteilung des Massestromes in zwei variierbare stationäre Strömungen in einer oder Kolben-Pressen 1 als Plastizier-, Homogenisier- und Förder-Aggregat und somit bei Einstellung eines konstanten Betriebspunktes des Zylinderwandtemperatur so vorgenommen, daß eine entsprechende Verstellung von Schnecken- und Förder-Aggregaten durch Stationarität der voll entwickelten Strömung in der Stationarität der Strömungsschwankungen vorliegt. Hierfür werden die auftretenden Schwankungen des Druckgefälle (Δp_1 bzw. Δp) anhand der meßtechnischen Druckgefälle $\Delta p(t)$ bei der vollständigen Öffnung der statistischer Sicherheit ermittelt. Auf Grundlage von den zwischen dem mittleren Volumendurchsatz ($\bar{V}$), der herrschenden stationären Strömung und dem Volumendurchsatz ($\bar{V}_s$) der bei dem herrschenden mittleren Druckgefälle (Δp) herrschenden stationären Strömung, dem Differenz ($\bar{V} - \bar{V}_s$) annähernd gleich Null oder kleiner als ein vorgegebener zulässiger rheologischer Verhaltens des Stoffes. Für jede einstellbare Volumendurchsatz ($\bar{V}_s$) und Druckgefälle (Δp) meßbare eingestellten Drosselwirkung mit einer sinusförmig einstellbaren Amplitude bei Gewährleistung der Koppelung der Stellglied für die Drosselelemente dienenden Welle 28 axialen Verschiebung mit einer variierbaren Frequenz eingestellten Drosselwirkung vorliegende stationäre Scherdeformation mit bestimmter einstellbarer Frequenz sinusförmig pulsierenden Druckgefälle entlang der Meßkapillare 10 und somit bei verschiedenen Schergeschwindigkeiten der Strömung der damit überlagerten periodischen Scherdeformation Frequenzen sowie die Phasenverschiebungswinkel der Strömung. Somit werden auch die an sich bekannten Amplituden der Strömung sowie ihre Frequenzabhängigkeiten bestimmt, wodurch die Ermittlung der rheologischen Eigenschaften des Stoffes und die Aufklärung ihrer Strukturabhängigkeit erfolgen.





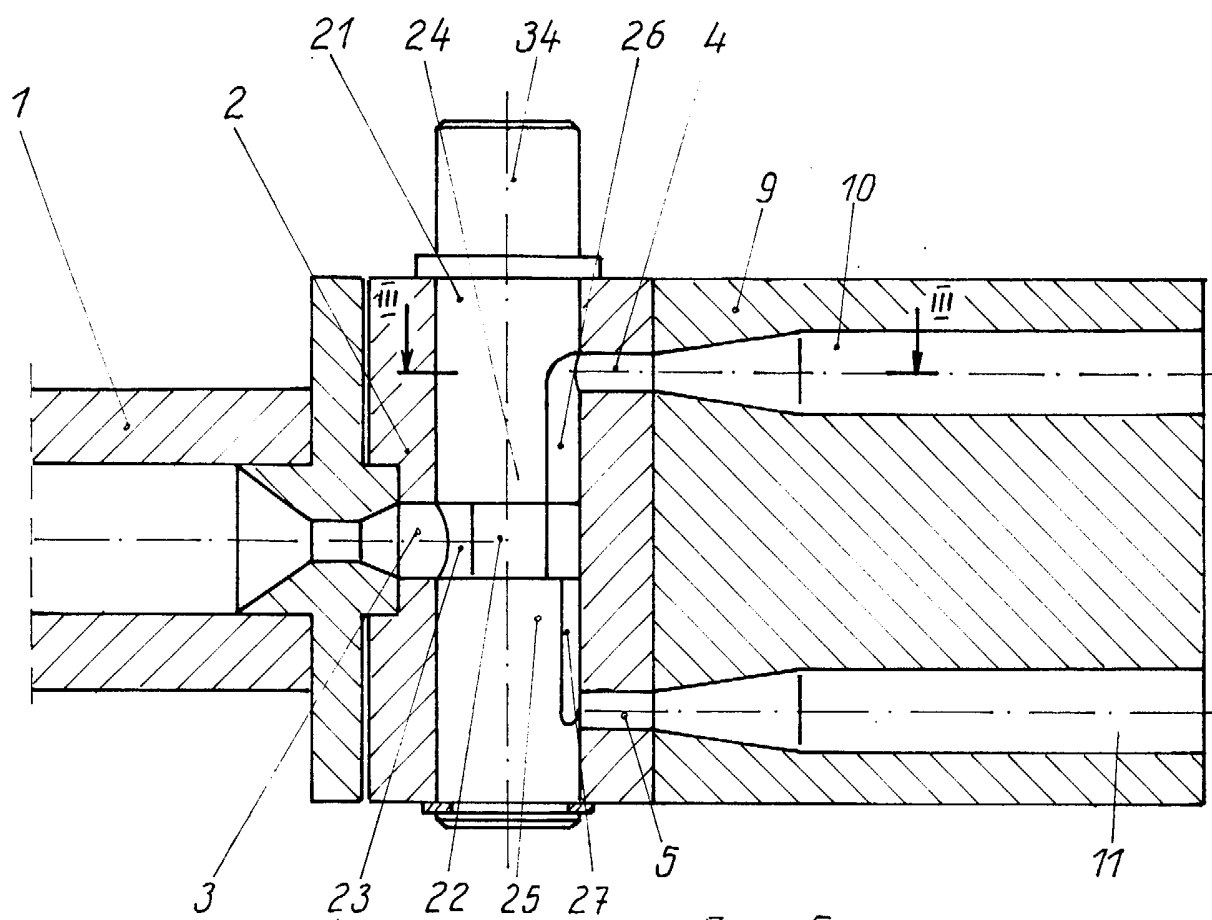


Fig. 5

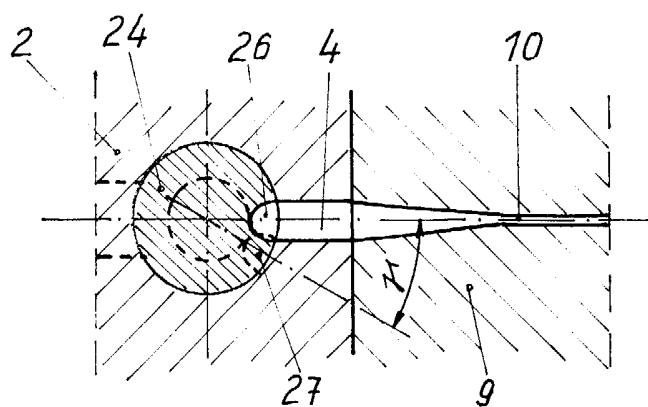
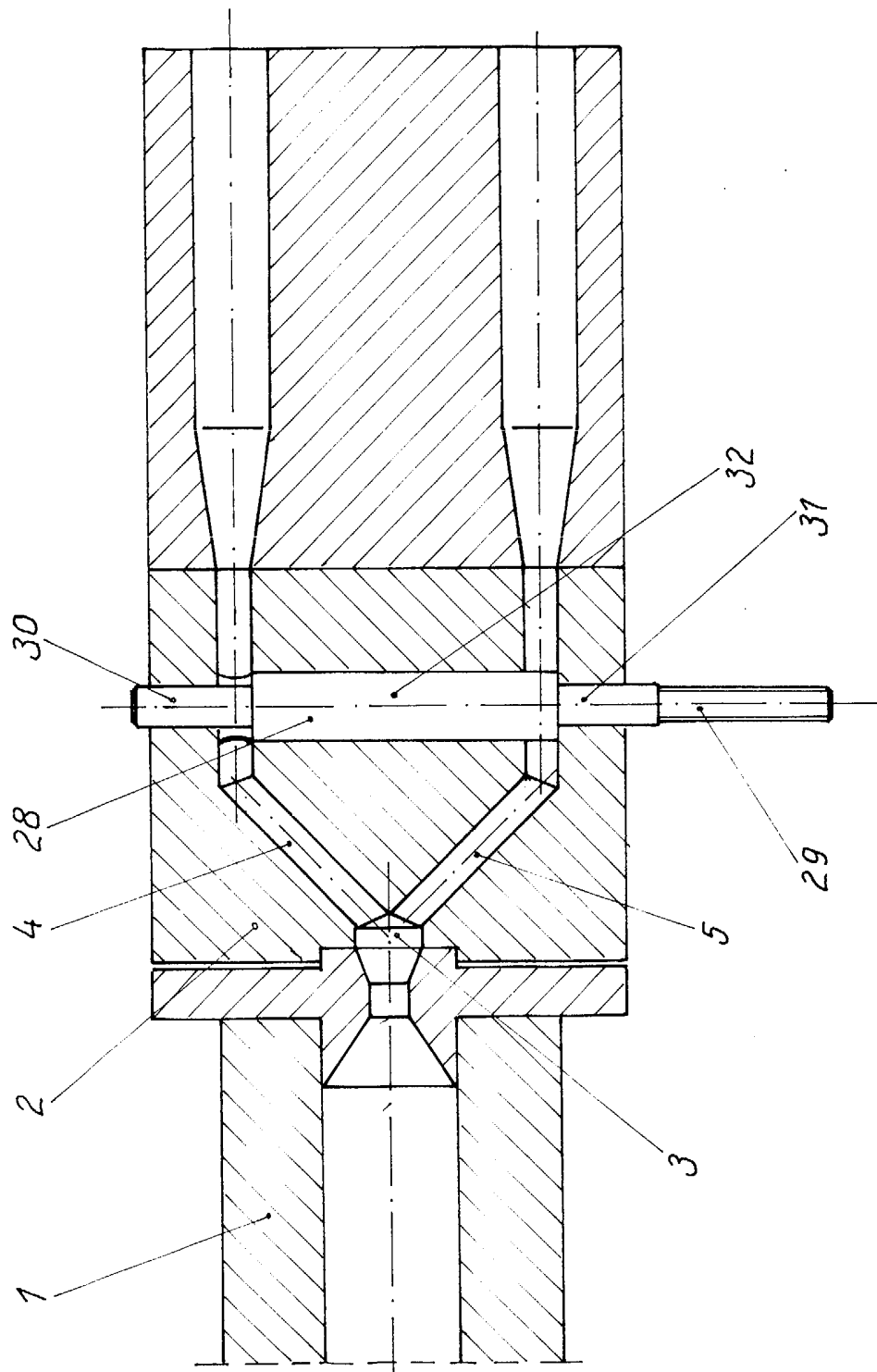


Fig. 6



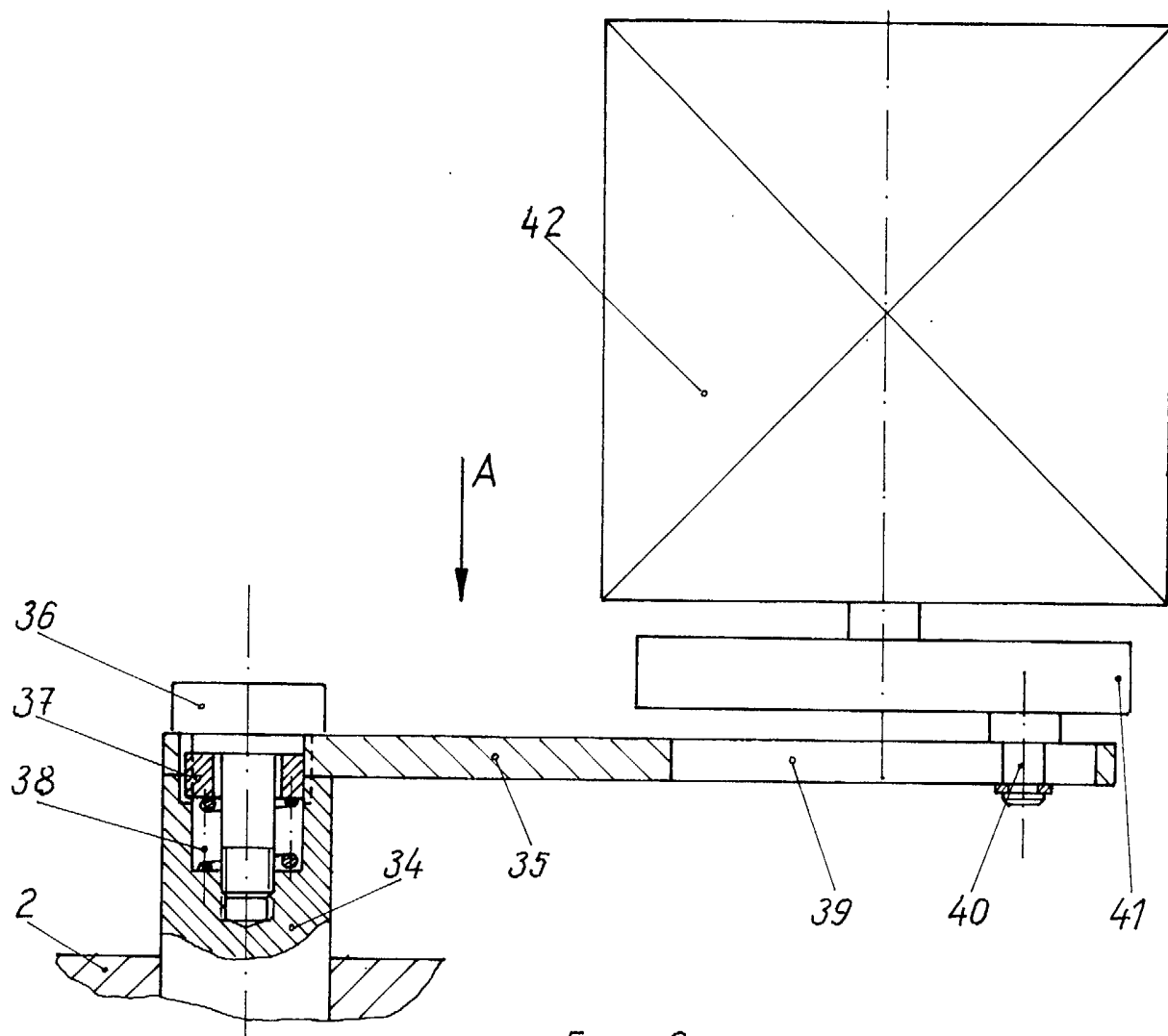


Fig. 8

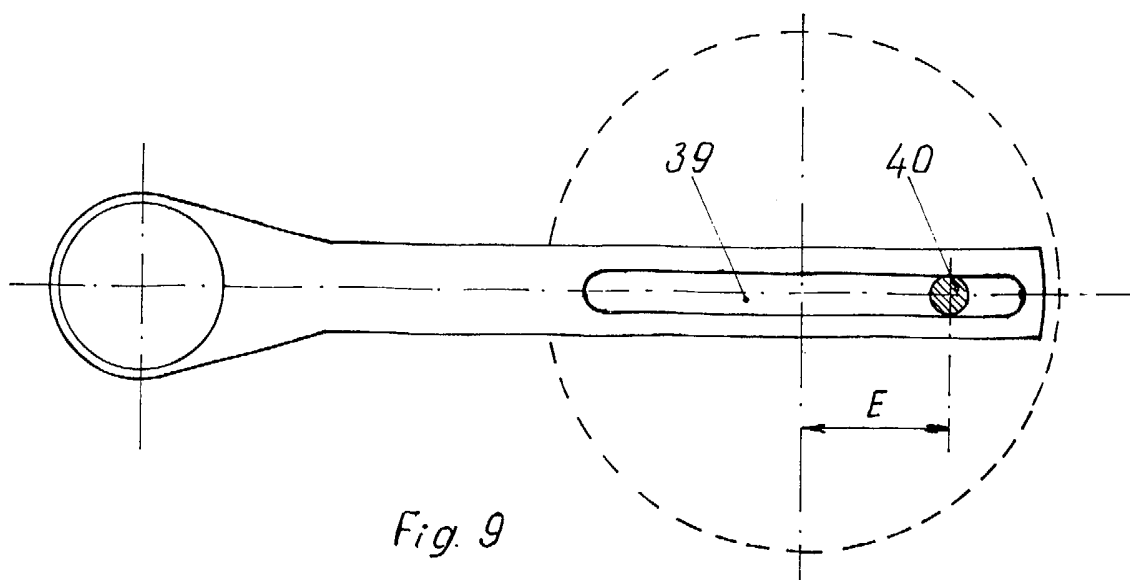


Fig. 9

