

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
1. November 2012 (01.11.2012)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2012/146614 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation:
G01N 11/08 (2006.01) *G01N 11/00* (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2012/057557
- (22) Internationales Anmeldedatum:
25. April 2012 (25.04.2012)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
11164363.1 29. April 2011 (29.04.2011) EP
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **SIKA TECHNOLOGY AG** [CH/CH]; Zugerstrasse 50, CH-6340 Baar (CH).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **LOOTENS, Didier** [FR/CH]; Niederdorfstrasse 22, CH-8001 Zürich (CH). **BOURQUIN, Raphael** [CH/CH]; Mülibachstrasse 28, CH-8468 Waltalingen (CH). **KUHN, Patrik** [CH/CH]; Zelgwiesenstrasse 19, CH-8046 Zürich (CH).

BIRKHOFER, Beat [CH/CH]; Kronenstrasse 34, CH-8006 Zürich (CH).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

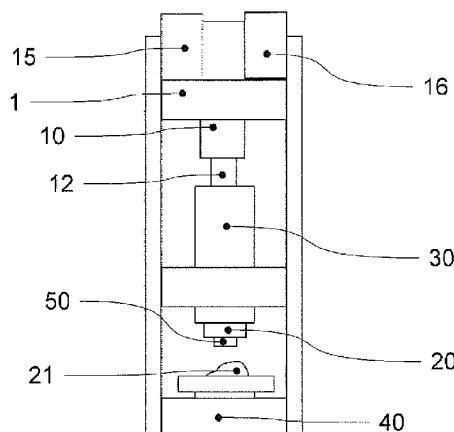
(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: RHEOLOGICAL MEASURING SYSTEM AND METHOD FOR DETERMINING AT LEAST ONE VISCOSITY VALUE

(54) Bezeichnung : RHEOLOGIEMESSSYSTEM UND VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG MINDESTENS EINES VISKOSITÄTSWERTS

Fig. 1



(57) Abstract: The invention relates to a rheological measuring system for determining at least one viscosity value of a sample (21). The system comprises: an extrusion device (10) for accommodating the sample (21) and for delivering the sample (21) to a collecting region through a nozzle (50); a flow velocity measuring device for determining a flow velocity (Q) at which the extrusion device (10) delivers the sample (21) through the nozzle (50); a force measuring device (15) for determining a force (F) necessary to discharge the sample (21) through the nozzle (50); and a computing unit (60), which is designed to control the extrusion device (10) in such a way that the sample (21) is discharged at constant flow velocity (Q) over a specified time period and which has a communication connection to the force measuring device (15) for determining the force (F), in order to determine the at least one viscosity value (η) on the basis of the flow velocity (Q) and the force (F).

(57) Zusammenfassung:

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2012/146614 A1



RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

Die vorliegende Anmeldung beschäftigt sich mit einem Rheologiemesssystem zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts einer Probe (21). Das System umfasst: - eine Extrusionseinrichtung (10) zur Aufnahme der Probe (21) und zur Abgabe der Probe (21) über eine Düse (50) in einen Auffangbereich; - eine Fließgeschwindigkeitsmesseinrichtung zur Bestimmung einer Fließgeschwindigkeit (Q), mit der die Extrusionseinrichtung (10) die Probe (21) über die Düse (50) abgibt; - eine Kraft-Messeinrichtung (15) zur Bestimmung einer Kraft (F), die zur Ausgabe der Probe (21) über die Düse (50) notwendig ist; - eine Recheneinheit (60), die dazu ausgebildet ist, die Extrusionseinrichtung (10) derart anzusteuern, dass die Probe (21) über einen vorgegebenen Zeitraum bei konstanter Fließgeschwindigkeit (Q) ausgegeben wird, und die mit der Kraft-Messeinrichtung (15) zur Bestimmung der Kraft (F) in kommunikativer Verbindung steht, um den mindestens einen Viskositätswert (η) anhand der Fließgeschwindigkeit (Q) und der Kraft (F) zu ermitteln.

**Rheologiemesssystem und Verfahren zur Bestimmung
mindestens eines Viskositätswerts**

5

Beschreibung

10 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Rheologiemesssystem und ein Verfahren zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts.

Die Rheologie ist die Wissenschaft, die sich mit dem Verformungs- und Fließverhalten von Material beschäftigt. Ein wesentliches Gebiet der Rheologie be-
15 beschäftigt sich mit der Bestimmung der Viskosität oder Zähflüssigkeit von Fluiden. Die Viskosität wird für verschiedene Fluide anhand einer Scherviskosität η bestimmt. Die Scherviskosität η kann wie folgt berechnet werden:

20 Scherviskosität $\eta = \frac{\text{Schubspannung } \sigma}{\text{Schergeschwindigkeit oder Scherrate } \dot{\gamma}}$

Zur Bestimmung der Viskosität werden nach verschiedenen Prinzipien arbeitende Rheometer (Rotations-, Schwing-, Dehn-, Kapillarviskosimeter, Kugelfallviskositätsmeter, kontinuierlicher Rheometer) verwendet. Häufig wird die Viskosität mit einem Kapillarviskosimeter gemessen. Das zu Grunde liegende Messprinzip ist hier der Fluss des zu messenden Fluids durch ein dünnes Rohr. Ein festgelegtes Flüssigkeitsvolumen läuft bei gleichbleibendem Druck durch
30 eine Kapillare einer vorgegebenen Länge und mit einem vorgegebenen Durchmesser. Es wird die benötigte Zeit für den Durchlauf des Flüssigkeitsvolumens gemessen. Die Viskosität kann dann anhand der gemessenen Zeit ermittelt werden. Ein Nachteil dieses Messverfahrens besteht darin, dass professionelle Geräte sehr teuer sind und deren Reinigung aufwändig ist.

35

Insbesondere wenn man derartige Kapillarviskosimeter zur Erzeugung von Kennlinien, die von dem aufgetragenen Druck oder einer Schubspannung abhängen, verwendet, ist der nötige Aufwand für exakte Ergebnisse sehr hoch.

Man unterscheidet üblicherweise zwischen newtonschen Fluiden, deren Viskosität sich sehr einfach bestimmen lässt, und nichtnewtonschen Fluiden, die beispielsweise eine Strukturviskosität oder Dilatanz aufweisen. Die Fluide können thixotrop oder rheopex sein. Klebstoffe, Bindemittel, Dichtstoffe, Lebensmittel, Kosmetika, Pharmaka, Farben, Polymere, Lacke, Chemikalien, Zement und Beton, weisen beispielsweise häufig keine Dilatanz auf. Teilweise haben diese Stoffe auch eine Thixotropie, bei der in Abhängigkeit von einer mechanischen Krafteinwirkung und deren Dauer eine Veränderung der Viskosität auftritt.

Für die Herstellung von Produkten, die in die Klasse der nichtnewtonschen Fluide fallen, und deren Weiterentwicklung ist es wichtig, die Viskosität insbesondere in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit bzw. der Temperatur genau zu erfassen. Des Weiteren ist es ein ständiges Bestreben, derartige Messverfahren so günstig wie möglich zu gestalten, so dass eine häufige Kontrolle des hergestellten Produkts erfolgen kann.

Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Rheologiemesssystem anzugeben, das einfach handhabbar ist, exakte Messungen, insbesondere in Abhängigkeit von einer Schubspannung liefert, einfach zu warten und kostengünstig in der Anschaffung ist. Des Weiteren soll ein entsprechendes Verfahren zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts angegeben werden.

Diese Aufgabe wird durch das Rheologiemesssystem gemäß dem Anspruch 1 gelöst.

Insbesondere wird die Aufgabe durch ein Rheologiemesssystem zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts einer Probe gelöst, wobei das System umfasst:

- eine Extrusionseinrichtung zur Aufnahme der Probe und zur Abgabe der Probe über eine Düse in einen Auffangbereich;
- eine Fließgeschwindigkeitsmesseinrichtung zur Bestimmung einer Fließgeschwindigkeit, mit der die Extrusionseinrichtung die Probe über die Düse abgibt;

- eine Kraft-Messeinrichtung zur Bestimmung einer Kraft, die zur Ausgabe der Probe über die Düse aufgewandt wird;
- eine Recheneinheit, die dazu ausgebildet ist, die Extrusionseinrichtung derart anzusteuern, dass die Probe über einen vorgegebenen Zeitraum bei konstanter Fließgeschwindigkeit und/oder mit konstanter Kraft ausgegeben wird, und die mit der Kraftmesseinrichtung und/oder der Fließgeschwindigkeitsmesseinrichtung in kommunikativer Verbindung steht, um den mindestens einen Viskositätswert anhand der Fließgeschwindigkeit und der Kraft zu ermitteln.

Die genannte Vorrichtung ist besonders dazu geeignet, Viskositätswerte für nichtnewtonsche Fluide, insbesondere Klebstoffe, Bindemittel, Dichtstoffe, Lebensmittel, Kosmetika, Pharmaka, Farben, Polymere, Lacke, Chemikalien, Zement und Beton, zu bestimmen. Die Fließgeschwindigkeit kann ein Volumenstrom oder Massenstrom sein. Theoretisch ist es auch möglich, die Fließgeschwindigkeit anhand anderer Parameter zu approximieren.

Ein wesentlicher Punkt der vorliegenden Erfindung besteht darin, die Fließgeschwindigkeit, mit der eine bestimmte Probe über eine Düse abgegeben wird und die Kraft, die hierfür notwendig ist, zu ermitteln. Anhand dieser Werte lassen sich Viskositätswerte errechnen, die die tatsächlichen physikalischen Eigenschaften des Fluids bzw. der Probe sehr detailliert wiedergeben.

Erfindungsgemäß ist es möglich, entweder die Kraft, die zur Ausgabe der Probe über die Düse notwendig ist, oder die Fließgeschwindigkeit auf einem konstanten Wert zu halten und den jeweilig anderen Wert, nämlich die Kraft bzw. die Fließgeschwindigkeit anhand einer geeigneten Messeinrichtung zu ermitteln. Insofern kann die Kraftmesseinrichtung beispielsweise derart ausgebildet sein, dass sie lediglich einmal eine bestimmte Kraft bestimmt, da diese während der Versuchsdurchführung konstant ist. Ebenso kann die Fließgeschwindigkeitsmesseinrichtung derart ausgebildet sein, dass lediglich einmal eine Fließgeschwindigkeit bestimmt wird, da diese während der Versuchsdurchführung konstant ist. Andererseits kann entweder die Fließgeschwindigkeits- oder Kraft-Messeinrichtung derart mit der Recheneinheit in kommunikativer Verbindung stehen, dass die Fließgeschwindigkeits- bzw. Kraft-Messeinrichtung dazu dient, der Recheneinheit ein konstantes Einhalten einer vorgegebenen Fließ-

geschwindigkeit bzw. Kraft einzuhalten. Im Endeffekt liefern die Fließgeschwindigkeits- bzw. Kraft-Messeinrichtung dann eine Regelgröße an die Recheneinheit.

- 5 Vorzugsweise erfolgt ein Regeln der Extrusionseinrichtung derart, dass die Probe mit einer konstanten Fließgeschwindigkeit abgegeben wird, wobei die Recheneinheit anhand der Kraft-Messeinrichtung die Kraft, die zur Einhaltung der vorgegebenen Fließgeschwindigkeit notwendig ist, misst.
- 10 Die Recheneinheit kann dazu ausgebildet sein, die Extrusionseinrichtung derart anzusteuern, dass die Probe in einem ersten Zeitraum mit einer ersten Fließgeschwindigkeit und in einem zweiten Zeitraum mit einer zweiten Fließgeschwindigkeit, die sich von der ersten Fließgeschwindigkeit unterscheidet, ausgegeben wird, wobei im ersten Zeitraum eine erste Kraft und im zweiten
- 15 Zeitraum eine zweite Kraft ermittelt wird, und die Recheneinheit mindestens zwei Viskositätswerte in Abhängigkeit von der Fließgeschwindigkeit ermittelt. Vorzugsweise können die Viskositätswerte in Abhängigkeit von einer Scherrate bestimmt werden, die sich durch die Fließgeschwindigkeit ermitteln lässt. Um die physikalischen Eigenschaften von nichtnewtonschen Fluiden genau zu
- 20 bestimmen, reicht die Ermittlung eines einzigen Viskositätswerts häufig nicht aus. Es ist vorteilhaft, wenn mehrere Viskositätswerte, insbesondere in Abhängigkeit von einer Scherrate, ermittelt werden. Vorzugsweise können so Kennlinien bestimmt werden, die die Viskositätswerte in Abhängigkeit von der vorliegenden Scherrate angeben, und eine exakte Einordnung des gemessenen
- 25 Fluids ermöglichen.

- Die erste Fließgeschwindigkeit kann mindestens um einen Faktor f kleiner sein als die zweite Fließgeschwindigkeit, wobei der Faktor f beispielsweise 10, 100 oder 1000 sein kann. Insofern können sich die erste und die zweite Fließgeschwindigkeit um ein 10faches, ein 100faches oder ein 1000faches unterscheiden. Die Viskosität einer Probe lässt sich wesentlich genauer bestimmen, wenn eine Vielzahl von Messungen bei unterschiedlichen Fließgeschwindigkeiten erfolgt. Dies gilt insbesondere für nicht newtonsche Fluide.

Die Recheneinheit kann dazu ausgebildet sein, eine Scherrate anhand der folgenden Formel zu berechnen:

5

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} K_s$$

10 , wobei K_s ein Scherratenkorrekturfaktor und R ein Düsenradius ist. Es ist also möglich, anhand der Fließgeschwindigkeit bei entsprechender Kenntnis der verwendeten Düse eine Scherrate zu ermitteln. Da sich die Fließgeschwindigkeit sehr einfach bestimmen lässt, kann an dieser Stelle auf störanfällige Sensoren verzichtet werden.

15 Die Recheneinheit kann dazu ausgebildet sein, eine Schubspannung anhand der folgenden Formel zu berechnen:

20

$$\sigma = \frac{F}{4\pi R(L + L_0)}$$

25 , wobei L eine Düsenlänge, R ein Düsenradius und L_0 ein Längenkorrekturfaktor ist. Es lässt sich also anhand der aufgewandten Kraft F zur Abgabe der Probe über die Düse eine Schubspannung ermitteln, die die tatsächlich herrschenden Verhältnisse sehr gut beschreibt. Auch hier ist es nicht notwendig, aufwändige Sensormittel, beispielsweise Drucksensoren, vorzusehen.

30 Die Extrusionseinrichtung kann mindestens einen Extrusionskolben zur Applikation der Kraft F umfassen, wobei der Schubspannungskorrekturfaktor vorzugsweise von einer Kolbengeschwindigkeit, mit der der Extrusionskolben bewegt wird, abhängt.

35 Es ist also möglich, die Probe unter Verwendung eines Extrusionskolbens durch die Düse zu drücken und so abzugeben. In diesem Fall lässt sich die

Fließgeschwindigkeit durch ein Messen der Geschwindigkeit, mit der der Kolben bewegt wird – der Kolbengeschwindigkeit – bestimmen.

Des Weiteren kann die Kolbengeschwindigkeit verwendet werden, um einen
5 adäquaten Längenkorrekturfaktor zu ermitteln. Dieser Längenkorrekturfaktor hängt von der verwendeten Düse ab.

Die Extrusionseinrichtung kann eine Aufnahme zum Einlegen einer Verpackung, insbesondere einer Tube, einer Kartusche oder sonstige Probenaufnahmebehälter, mit einem Auslass umfassen, wobei die Extrusionseinrichtung
10 dazu ausgebildet ist, die Probe aus der Verpackung über die Düse abzugeben.

Vorzugsweise ist es also nicht notwendig, die Probe in die Extrusionseinrichtung einzufüllen. Stattdessen kann sich die Probe in einer Verpackung befinden, die sich in die Extrusionseinrichtung, insbesondere eine hierfür vorgesehene Aufnahme, einlegen lässt. Dies hat den Vorteil, dass die Extrusionseinrichtung bis auf die Düse nicht mit der Probe in Kontakt gerät, so dass es
15 nicht notwendig ist, die Extrusionseinrichtung zu reinigen. Des Weiteren kann die Extrusionseinrichtung derart ausgebildet sein, dass die Probe in der Verpackung eingelegt werden kann, in der das Produkt auch verkauft werden soll. Insofern ist es ohne Weiteres möglich, hergestellte Produkte stichprobenartig zu überprüfen. Einer besonderen Vorbereitung und/oder Verarbeitung (z.B. Luftausschluss beim Umfüllen der Probe) bedarf dies nicht. Des Weiteren ist
20 so sichergestellt, dass die Probe nicht aufgrund von unsachgemäßer Handhabung fehlerhafte Viskositätswerte liefert. Eine Verunreinigung der Probe kann so weitestgehend ausgeschlossen werden. Für die Qualitätsüberprüfung ist ein derartiges Rheologiemesssystem sehr vorteilhaft.

Die Düse ist vorzugsweise derart ausgebildet, dass sie sich unmittelbar an der
30 Verpackung befestigen lässt. Die Düse kann mindestens zweiteilig aufgebaut sein, wobei eine Gewindeschraube zur Befestigung an der Verpackung der Probe und eine Führungseinrichtung mit einer Düsenöffnung vorgesehen ist. Insofern kann die Düse derart ausgebildet werden, dass lediglich die Führungseinrichtung mit der Probe in unmittelbaren Kontakt gerät, so dass lediglich
35 dieses eine Element nach der Durchführung der Viskositätsmessung gereinigt werden muss. Dies spart Zeit und erhöht die Effektivität des Rheologiemesssystems.

Die zur Messung verwendete Düse hat vorzugsweise einen vorgegebenen Düsensendurchmesser und eine vorgegebene Düsenlänge, wobei der Düsensendurchmesser zwischen 0,1 und 40 mm, vorzugsweise zwischen 0,5 und 8 mm, und die Düsenlänge vorzugsweise zwischen 1 und 200 mm beträgt. Es hat sich
5 herausgestellt, dass derartige Düsen zur Bestimmung der Viskositätswerte von nicht newtonschen Fluiden, z.B. Klebemitteln und Dichtstoffen, besonders geeignet sind.

Vorzugsweise ist der Düsensendurchmesser der Düse im Wesentlichen gleich dem
10 Auslassdurchmesser der die Probe enthaltenden Verpackung. Es hat sich herausgestellt, dass die besten Messergebnisse dann erzielt werden, wenn der Düsensendurchmesser im Wesentlichen mit dem Auslassdurchmesser übereinstimmt. Dies gilt besonders für nichtnewtonsche Fluide.

15 In einer Ausführungsform kann das Rheologiemesssystem eine Wiegeeinrichtung umfassen, die zur Bestimmung der Masse der Probe, die über die Düse abgegeben wird, angeordnet ist. Diese Massenbestimmung kann dazu verwendet werden, eine Fließgeschwindigkeit zu bestimmen. Andererseits ist es ebenfalls möglich, mittels der Massenbestimmung einen weiteren Test durch-
20 zuführen, der es ermöglicht, physikalische Eigenschaften der Probe zu charakterisieren.

So kann die Wiegeeinrichtung derart beabstandet von der Düse angeordnet sein, dass mittels der Wiegeeinrichtung ein Abrissgewicht der Probe bestimm-
25 bar ist, wobei die Recheneinheit dazu ausgebildet ist, das Abrissgewicht vorzugsweise in Abhängigkeit von einer Scherrate zu bestimmen.

Des Weiteren wird die genannte Aufgabe durch ein Verfahren zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts gelöst, wobei das Verfahren die folgenden
30 Schritte aufweist:

- Abgeben einer Probe über eine Düse mit einer Fließgeschwindigkeit;
- Messen mindestens einer Kraft, die zur Abgabe der Probe mit der Fließ-
35 geschwindigkeit notwendig ist;

- Berechnen des mindestens einen Viskositätswerts anhand der Fließgeschwindigkeit und der Kraft mittels einer Recheneinheit;
- Ausgeben des mindestens einen Viskositätswerts mittels einer Anzeigeeinheit und/oder speichern.

Das Verfahren kann auch derart abgewandelt werden, dass ein Abgeben einer Probe über eine Düse unter Aufwendung einer konstanten Kraft vorgenommen wird, wobei die Fließgeschwindigkeit anhand einer Messeinrichtung gemessen wird. Auch bei diesem Verfahren lässt sich erfindungsgemäß mindestens ein Viskositätswert anhand der Fließgeschwindigkeit und der Kraft mittels einer Recheneinheit berechnen.

Es ergeben sich auch für die Verfahren ähnliche Vorteile, wie diese schon in Verbindung mit der Vorrichtung beschrieben wurden. Insbesondere lassen sich die Viskositätswerte effizient und akkurat bestimmen.

Das erst genannte Verfahren kann derart durchgeführt werden, dass eine Vielzahl von Kraftmessungen bei sich unterscheidenden Fließgeschwindigkeiten vorgenommen werden. Weiterhin kann eine Vielzahl von Viskositätswerten in Abhängigkeit von den Fließgeschwindigkeiten berechnet und ausgegeben werden. Insofern ist es möglich, eine charakteristische Kennlinie der Viskosität für eine bestimmte Probe zu ermitteln und anzuzeigen.

Des Weiteren wird die Aufgabe durch ein computerlesbares Medium mit Instruktionen zur Ausführung auf einer Recheneinheit gelöst, wobei die Instruktionen das Verfahren wie vorab beschrieben umsetzen, wenn diese auf der Recheneinheit ausgeführt werden.

Nachfolgend wird die Erfindung mittels mehrerer Ausführungsbeispiele beschrieben, die anhand von Abbildungen näher erläutert werden. Hierbei zeigen:

Fig. 1 ein Rheologiemesssystem zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts einer Probe mit einer Extrusionseinrichtung;

Fig. 2 einen Querschnitt durch die Extrusionseinrichtung aus Fig. 1;

Fig. 3 die zu dem Rheologiemesssystem gehörende Recheneinheit mit entsprechenden Sensoren und Aktuatoren;

5 Fig. 4 einen Querschnitt durch eine Düse, die in dem Rheologiemesssystem gemäß Fig. 1 verwendet wird.

Fig. 1 zeigt wesentliche Komponenten des erfindungsgemäßen Rheologiemesssystems. Diese umfassen eine Halterung, die eine Extrusionseinrichtung
10 10 derart hält, dass Teilmengen einer Probe 21 über eine Extrusionsdüse 50 abgegeben werden können. Diese Teilmengen werden in einem Auffangbereich aufgefangen, der durch den Wiegeteller einer Wiegeeinrichtung 40 gebildet wird. Die Extrusionseinrichtung 10 hat eine Probenhalterung 30, in die eine Probenpackung 20, die die Probe 21 beinhaltet, eingelegt werden kann.
15 Vor dem Einlegen der Probenpackung 20 wird diese wie in der Fig. 2 gezeigt, mit der Extrusionsdüse 50 versehen. Somit kann eine kontrollierte Abgabe der Probe sichergestellt werden.

Die Extrusionseinrichtung 10 weist einen Extrusionskolben 12 auf, der von
20 oben in die Probenhalterung 30 hineinragt und derart mit einer Probenabdeckung 22 in Wirkverbindung tritt, dass die Probe 21 aus der Probenpackung 20 über eine Austrittsöffnung in die Extrusionsdüse 50 austritt. Alternativ kann der Extrusionskolben 12 derart auf die Probenpackung 20 einwirken, dass diese insgesamt zusammengedrückt wird und die Probe 21 entsprechend
25 austritt. Der Extrusionskolben 12 kann mittelbar oder unmittelbar auf die Probe einwirken.

Zum Antreiben des Extrusionskolbens 12 ist ein Servomotor 16 vorgesehen, der den Extrusionskolben 12 in einer vertikalen Richtung antreibt.

30 Vorzugsweise sind die Wiegeeinrichtung 40 und die Extrusionsdüse 50 derart voneinander beabstandet, dass die Probe nach dem Austritt aus der Düsenöffnung der Extrusionsdüse 50 nicht unmittelbar auf dem Wiegeteller der Wiegeeinrichtung 40 aufliegt. Die Probe 21 hängt also so lange in der Luft, bis diese abreißt und auf die Wiegeeinrichtung 40 herunterfällt. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform lässt sich die Distanz zwischen dem Wiegeteller
35 und der Extrusionsdüse 50 frei einstellen.

Auch die an der Probenpackung 20 anbringbare Extrusionsdüse 50 ist vorzugsweise zweiteilig aufgebaut und umfasst einen Gewinding 51 und eine Führungseinrichtung 52. Die Führungseinrichtung 52 bildet die eigentliche Düse. Die Probe 21 wird in dieser über einen Kanal mit einem konstanten Düsenradius R geführt. Die Düse hat eine Düsenlänge L , wie dies aus der Fig. 4 ersichtlich ist. Der Gewinding 51 hält die Führungseinrichtung 52 und weist ein Gewinde auf, mittels dessen die Extrusionsdüse 50 an einem Auslass der Probenpackung 20 befestigt werden kann. Eine einteilige Ausbildung der Extrusionsdüse 50 ist ebenso möglich.

Das Rheologiemesssystem wird durch eine Recheneinheit 60 (vgl. Fig. 3) gesteuert, die die eigentlichen Viskositätswerte ermittelt. Diese Recheneinheit 60 hat mindestens eine Anzeigeeinheit 61 zum Anzeigen von Messdaten sowie eine Eingabeeinheit 62, die es einem Benutzer ermöglicht, Daten einzugeben. Beispielsweise kann mittels der Eingabeeinheit 62 eine Probenbezeichnung der Probe 21 eingegeben werden. Des Weiteren können spezifische Parameter, die sich beispielsweise auf die Probe 21 und/oder die verwendete Extrusionsdüse 50 beziehen, erfasst werden.

Des Weiteren sind Sensoren und Aktuatoren vorgesehen, die es der Recheneinheit 60 ermöglichen, die Probe 21 zu analysieren. Die Aktuatoren umfassen beispielsweise den Servomotor 16, der den Extrusionskolben 12 der Extrusionseinrichtung 10 antreibt, und eine Heizeinrichtung 31 (vgl. auch Fig. 2), die es ermöglicht, die Probe 21 auf eine vorgegebene Temperatur aufzuheizen. Es können also auch temperaturspezifische Veränderungen erfasst werden.

Des Weiteren hat die Recheneinheit 60 Sensoren in Form von einer Positionsbestimmungseinrichtung 13, einer Kraftmesseinrichtung 15 und der Wiegeeinrichtung 40. Die einzelnen Sensoren erfassen Messsignale und führen diese der Recheneinheit 60 zu.

Erfindungsgemäß kann die Bestimmung einer charakteristischen Kennlinie für eine bestimmte Probe 21 wie folgt durch die Recheneinheit 60 gewährleistet werden. Nach dem Einlegen der Probenpackung 20 in die Probenhalterung 30 aktiviert die Recheneinheit 60 den Servomotor 16, so dass der Extrusionskolben 12 nach unten auf die Probenhalterung 30 zu bewegt wird und die Probe

21 mit einer vorgegebenen Fließgeschwindigkeit Q aus der Probenpackung 20 presst. Um die Fließgeschwindigkeit Q einzustellen, steuert die Recheneinheit 60 den Servomotor 16 derart, dass der Extrusionskolben 12 mit einer konstanten Geschwindigkeit angetrieben wird. Diese konstante Geschwindigkeit kann
 5 beispielsweise mittels der Positionsbestimmungseinrichtung 13 erfasst werden. Die Recheneinheit 60 kennt also die Kolbengeschwindigkeit V , mit der sich der Extrusionskolben 12 bewegt, und kann eine entsprechende Fließgeschwindigkeit Q ableiten.

- 10 Um die Probe 21 durch die Extrusionsdüse 50 zu drücken, ist eine bestimmte Kraft, nämlich die Extrusionskraft F notwendig, die von der Kolbengeschwindigkeit V abhängt. Wie in der Fig. 1 gezeigt, verfügt das Rheologiemesssystem über eine Kraftmesseinrichtung 15, die diese Extrusionskraft F erfasst und in die Recheneinheit eingibt. Der Recheneinheit ist es möglich, anhand der
 15 Extrusionskraft F eine für die Probe 21 spezifische Schubspannung σ und anhand der Fließgeschwindigkeit Q eine geschwindigkeitsspezifische Scherrate $\dot{\gamma}$ zu ermitteln.

Anhand dieser Werte lässt sich ein probenspezifischer Viskositätswert ermit-
 20 teln, z.B.:

25 Scherviskosität $\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$

Der ermittelte Viskositätswert kann dann über die Anzeigeeinheit 61 ausgegeben werden.

- 30 Beispielsweise kann die Recheneinheit 60 die Scherrate $\dot{\gamma}$ anhand der folgenden Formel berechnen:

35
$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} K_s$$

Hierbei ist K_s ein Scherratenkorrekturfaktor und R der Düsenradius, wie dieser in Fig. 4 gezeigt wird. Ein geeigneter Wert für den Scherratenkorrekturfaktor

K_s lässt sich anhand von Tests ermitteln. Theoretisch wäre es möglich, einen entsprechenden Wert über die Eingabeeinheit 62 einzugeben. Vorzugsweise ist das Rheologiemesssystem derart vorkonfiguriert, dass entsprechende Werte bereits eingestellt sind.

5

Die Schubspannung σ kann beispielsweise gemäß der folgenden Formel berechnet werden:

Die Düsenlänge L und der Düsenradius R der Extrusionsdüse 50 können dem Rheologiemesssystem bekannt sein oder vom Benutzer eingegeben werden. L_0 ist ein Längen-Korrekturfaktor, der gegebenenfalls von der Kolbengeschwindigkeit V abhängt.

Insgesamt kann die Recheneinheit 60 sowohl die Scherrate $\dot{\gamma}$ sowie die Schubspannung σ anhand der gemessenen Werte (Extrusionskraft F und Kolbengeschwindigkeit V) ausreichend genau bestimmen und somit für eine bestimmte Kolbengeschwindigkeit V oder Schubspannung σ einen adäquaten Viskositätswert ermitteln.

Vorzugsweise ist das Rheologiemesssystem derart ausgelegt, dass nicht nur ein Viskositätswert für eine bestimmte Fließgeschwindigkeit Q oder eine bestimmte Kolbengeschwindigkeit V oder eine bestimmte Schubspannung σ bestimmt wird.

So könnte es sich beispielsweise bei der Probe 21 um einen Klebstoff oder einen Dichtstoff für Fugen handeln, der eine gewisse Strukturviskosität oder Dilatanz und/oder Thixotropie/Rheopexie aufweist. Um die Qualität dieser Probe 21 bestimmen zu können, ist es notwendig, eine Vielzahl von Viskositätswerten η für unterschiedliche Schubspannungen σ zu bestimmen. Daher kann die Recheneinheit 60 derart ausgebildet sein, dass sie den Servomotor 16 so ansteuert, dass der Extrusionskolben 12 über eine erste Strecke mit einer ersten Kolbengeschwindigkeit V_1 , über eine zweite Strecke mit einer zweiten Kolbengeschwindigkeit V_2 und über eine dritte Strecke mit einer dritten Kolbengeschwindigkeit V_3 angetrieben wird. Zu jeder der Kolbengeschwindigkeiten V_1 , V_2 , V_3 können entsprechende Extrusionskräfte F_1 , F_2 , F_3 ermittelt werden, so dass sich mehrere Scherviskositäten η berechnen lassen. Diese Scherviskositäten η können beispielsweise in Form eines Diagramms auf der Anzeigeein-

heit 61 dargestellt werden. Es sollte für den hier tätigen Fachmann offensichtlich sein, dass die Recheneinheit 60 den Servomotor 16 derart steuern kann, dass der Extrusionskolben 12 während eines Messzyklus mit einer Vielzahl von unterschiedlichen Kolbengeschwindigkeiten V betrieben wird.

5

Vorzugsweise unterscheiden sich die einzelnen Kolbengeschwindigkeiten V deutlich, so dass eine charakteristische Kennlinie für die Probe 21 entsteht.

10 In dem vorbeschriebenen Ausführungsbeispiel wurde eine bestimmte Extrusionsdüse 50 mit einer bestimmten Düsenlänge L und einem bestimmten Düsenradius R verwendet. Es sollte für den hier tätigen Fachmann offensichtlich sein, dass andere Düsen mit sich unterscheidenden Düsenradien R und Düsenlängen L verwendet werden können. Die Wahl der Extrusionsdüse 50 hängt maßgeblich von der zu testenden Probe 21 ab. Die einzelnen genannten Be-

15 rechnungsregeln lassen sich jedoch derart anpassen, dass sie für beliebige Extrusionsdüsen 50 ein akkurates Ergebnis liefern.

Im vorab beschriebenen Beispiel umfasst das Rheologiemesssystem eine Heiz-/Kühleinrichtung 31, die es ermöglicht, die Probe 21 auf eine bestimmte Temperatur vorzuheizen. Theoretisch wäre es möglich, diese Heizeinrichtung 31

20 wegzulassen und die Viskositätsmessungen ohne die Berücksichtigung der Temperatur durchzuführen. Andererseits wäre es ebenfalls möglich, verschiedene Viskositätstests bei unterschiedlichen Temperaturen durchzuführen, so dass sich für die Probe 21 sehr charakteristische Messwerte ergeben.

25

Im vorab beschriebenen Ausführungsbeispiel steuert die Recheneinheit 60 den Servomotor 16 derart, dass über einen vorbestimmten Zeitraum eine konstante Fließgeschwindigkeit Q vorliegt. Es sollte für den hier tätigen Fachmann offensichtlich sein, dass dieser vorbestimmte Zeitraum relativ kurz bemessen

30 sein kann, so dass die Extrusionskraft bei einer Vielzahl von sich unterscheidenden Kolbengeschwindigkeiten V erfasst werden kann.

Im beschriebenen Ausführungsbeispiel wird die Fließgeschwindigkeit Q durch die Positionsbestimmungseinrichtung 13 im Endeffekt durch die Messung der

35 Kolbengeschwindigkeit V ermittelt. Theoretisch wäre es jedoch auch möglich, einen Massenstrom oder Volumenstrom mittels der Wiegeeinrichtung 40 zu ermitteln.

Das beschriebene Rheologiemesssystem erfasst ausschließlich verschiedene Viskositätswerte. Dieses System kann jedoch auch dazu verwendet werden, ein Abrissgewicht der Probe 21 zu bestimmen. Im Endeffekt kann die Probe 21
5 derart zähflüssig sein, dass diese so lange an der Extrusionsdüse 50 haftet, bis die bereits ausgetretene Probe 21 ein bestimmtes Gewicht hat, das dazu führt, dass die Probe 21 abreißt und auf die Wiegeeinrichtung 40 fällt. Die Recheneinheit 60 kann also anhand der Wiegeeinrichtung 40 den Abrisszeitpunkt und/oder das Gewicht der abgerissenen Probe 21 bestimmen. Dieses Gewicht
10 ist ebenfalls ein charakteristischer Wert, der einer bestimmten Probe 21 zugeordnet werden kann. Vorzugsweise wird das Abrissgewicht im Bezug zur vorliegenden Scherrate $\dot{\gamma}$ gesetzt. Auch das Abrissgewicht kann sich in Abhängigkeit von der Scherrate $\dot{\gamma}$ unterscheiden.

Bezugszeichenliste

	1	Halterung
5	10	Extrusionseinrichtung
	12	Extrusionskolben
	13	Positionsbestimmungseinrichtung
	15	Kraftmesseinrichtung
	16	Servomotor
10	20	Probenpackung
	21	Probe
	22	Probenabdeckung
	30	Probenhalterung
	31	Heizeinrichtung
15	40	Wiegeeinrichtung
	50	Extrusionsdüse
	51	Gewinding
	52	Führungseinrichtung
	60	Recheneinheit
20	61	Anzeigeeinheit
	62	Eingabeeinheit
	F	Extrusionskraft
	V	Kolbengeschwindigkeit
	Q	Fließgeschwindigkeit
25	R	Düsenradius
	2R	Düsendurchmesser
	L	Düsenlänge
	$\dot{\gamma}$	Scherrate
	σ	Schubspannung
30	η	Scherviskosität
	K _s	Scherratenkorrekturfaktor
	L ₀	Längen-Korrekturfaktor

Ansprüche

1. Rheologiemesssystem zur Bestimmung mindestens eines Viskositäts-
werts (η) einer Probe (21), insbesondere von einem nicht newton-
schen Fluid, umfassend:
- eine Extrusionseinrichtung (10) zur Aufnahme der Probe (21) und zur
Abgabe der Probe (21) über eine Düse (50) in einen Auffangbereich;
 - eine Fließgeschwindigkeitsmesseinrichtung zur Bestimmung einer
Fließgeschwindigkeit (Q), mit der die Extrusionseinrichtung (10) die
Probe (21) über die Düse (50) abgibt;
 - eine Kraft-Messeinrichtung (15) zur Bestimmung einer Kraft (F), die
zur Ausgabe der Probe (21) über die Düse (50) aufgewandt wird;
 - eine Recheneinheit (60), die dazu ausgebildet ist, die Extrusionsein-
richtung (10) derart anzusteuern, dass die Probe (21) über einen vor-
gegebenen Zeitraum bei konstanter Fließgeschwindigkeit (Q) und/oder
mit konstanter Kraft (F) ausgegeben wird, und die mit der Kraft-
Messeinrichtung (15) und/oder der Fließgeschwindigkeitsmesseinrich-
tung in kommunikativer Verbindung steht, um den mindestens einen
Viskositätswert (η) anhand der Fließgeschwindigkeit (Q) und der Kraft
(F) zu ermitteln.
2. Rheologiemesssystem nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Recheneinheit (60) dazu ausgebildet ist, die Extrusionseinrichtung
(10) derart anzusteuern, dass die Probe (21) über den vorgegebenen
Zeitraum bei konstanter Fließgeschwindigkeit (Q) ausgegeben wird,
wobei die Recheneinheit (60) mit der Kraft-Messeinrichtung (15) zur
Bestimmung der Kraft (F) in kommunikativer Verbindung steht.
3. Rheologiemesssystem nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Recheneinheit (60) dazu ausgebildet ist, die Extrusionseinrichtung
(10) derart anzusteuern, dass die Probe (21) in einem ersten Zeitraum
mit einer ersten Fließgeschwindigkeit (Q) und in einem zweiten Zeit-
raum mit einer zweiten sich von der ersten Fließgeschwindigkeit (Q)
unterscheidenden Fließgeschwindigkeit (Q) ausgegeben wird, wobei im

ersten Zeitraum eine erste Kraft (F) und im zweiten Zeitraum eine zweite Kraft (F) ermittelt wird, und die Recheneinheit mindestens zwei Viskositätswerte (η) in Abhängigkeit von der Fließgeschwindigkeit (Q), insbesondere in Abhängigkeit von einer anhand der Fließgeschwindigkeit (Q) bestimmten Scherrate ($\dot{\gamma}$), ermittelt.

4. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, insbesondere nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die erste Fließgeschwindigkeit (Q) mindestens um einen Faktor (f) kleiner ist als die zweite Fließgeschwindigkeit (Q), wobei der Faktor (f) größer oder gleich 10, insbesondere größer oder gleich 100, insbesondere größer oder gleich 1000, ist.

5. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Recheneinheit (60) dazu ausgebildet ist, eine Scherrate ($\dot{\gamma}$) anhand der folgenden Formel zu berechnen:

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} K_s$$

, wobei K_s ein Scherraten-Korrekturfaktor ist.

6. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Recheneinheit (60) dazu ausgebildet ist, eine Schubspannung (σ) anhand der folgenden Formel zu berechnen:

$$\sigma = \frac{F}{4\pi R (L + L_0)}$$

, wobei L eine Düsenlänge, R ein Düsenradius und L_0 ein Längen-Korrekturfaktor sind.

7. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, insbesondere nach Anspruch 6,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Extrusionseinrichtung (10) mindestens einen Extrusionskolben (12)
zur Applikation der Kraft (F) umfasst und die Recheneinheit (60) dazu
ausgebildet ist, der Schubspannungs-Korrekturfaktor (L_0) in Abhängig-
5 keit von einer Kolbengeschwindigkeit (V), mit der der Extrusionskolben
(12) bewegt wird, zu berechnen.

8. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
10 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Extrusionseinrichtung (10) eine Aufnahme zum Einlegen einer Ver-
packung (20), insbesondere einer Tube, einer Kartusche, mit einem
Auslass umfasst, wobei die Extrusionseinrichtung (10) dazu ausgebildet
ist, die Probe (21) aus der Verpackung über die Düse (50) abzugeben.

15 9. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
insbesondere nach Anspruch 8,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Düse (50) mindestens zweiteilig aufgebaut ist, umfassend eine Ge-
20 windeschraube (51) zur Befestigung an der/einer Verpackung (20) der
Probe (21) und eine Führungseinrichtung (52) mit Düsenöffnung.

10. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
25 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Düse (50) einen vorgegebenen Düsendurchmesser (2R) und eine
vorgegebene Düsenlänge (L) hat, wobei der Düsendurchmesser (2R)
vorzugsweise im Intervall zwischen 0,1 und 40 Millimeter (mm) und die
Düsenlänge vorzugsweise im Intervall zwischen 1 und 200 Millimeter
(mm) liegen.

30 11. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, ins-
besondere nach Anspruch 10,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
ein/der Düsendurchmesser (2R) der Düse (50) im Wesentlichen gleich
35 einem Auslassdurchmesser einer/der die Probe (21) enthaltenden Ver-
packung (20) ist.

12. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
g e k e n n z e i c h n e t d u r c h
eine Wiegeeinrichtung (40), die zur Bestimmung der Masse der Probe
(21), die über die Düse (50) abgegeben wird, angeordnet ist.
- 5
13. Rheologiemesssystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Wiegeeinrichtung (40) derart beabstandet von der Düse (50) ange-
ordnet ist, dass mittels der Wiegeeinrichtung ein Abrissgewicht der
10 Probe (21) bestimmbar ist, wobei die Recheneinheit (60) dazu ausge-
bildet ist, das Abrissgewicht vorzugsweise in Abhängigkeit von einer
Scherrate ($\dot{\gamma}$) zu bestimmen.
14. Verfahren zur Bestimmung mindestens eines Viskositätswerts (η), ins-
besondere mittels eines Rheologiemesssystems nach einem der vorher-
gehenden Ansprüche,
umfassend die Schritte:
- Abgeben einer Probe (21) über eine Düse (50) mit einer Fließge-
schwindigkeit (Q);
20 - Messen mindestens einer Kraft (F), die zur Abgabe der Probe (21) mit
der Fließgeschwindigkeit (Q) notwendig ist;
- Berechnen des mindestens einen Viskositätswerts (η) anhand der
Fließgeschwindigkeit (Q) und der Kraft (F) mittels einer Recheneinheit
(60);
25 - Ausgeben des mindestens einen Viskositätswerts (η) mittels einer
Anzeigeeinheit (61).
15. Verfahren nach Anspruch 14,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
30 eine Vielzahl von Kraftmessungen bei sich unterscheidenden Fließge-
schwindigkeiten (Q) vorgenommen und eine Vielzahl von Viskositäts-
werten (η) in Abhängigkeit von den Fließgeschwindigkeiten (Q) be-
rechnet und ausgegeben werden.
- 35 16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
mindestens eine Scherrate ($\dot{\gamma}$) der abgegebenen Probe (21) anhand

der Fließgeschwindigkeit (Q) und/oder eine Schubspannung (σ) anhand der gemessenen Kraft (F) berechnet wird.

- 5 17. Computerlesbares Medium mit Instruktionen zur Ausführung auf einer Recheneinheit (60), wobei die Instruktionen das Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16 umsetzen, wenn sie auf der Recheneinheit ausgeführt werden.

10

15

20

25

30

35

Fig. 1

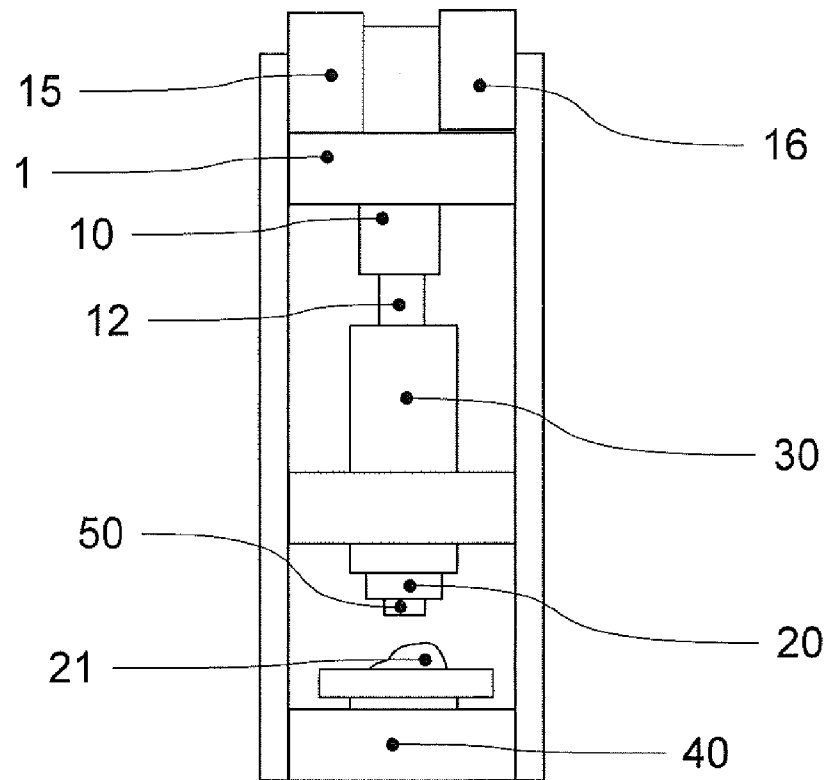


Fig. 2

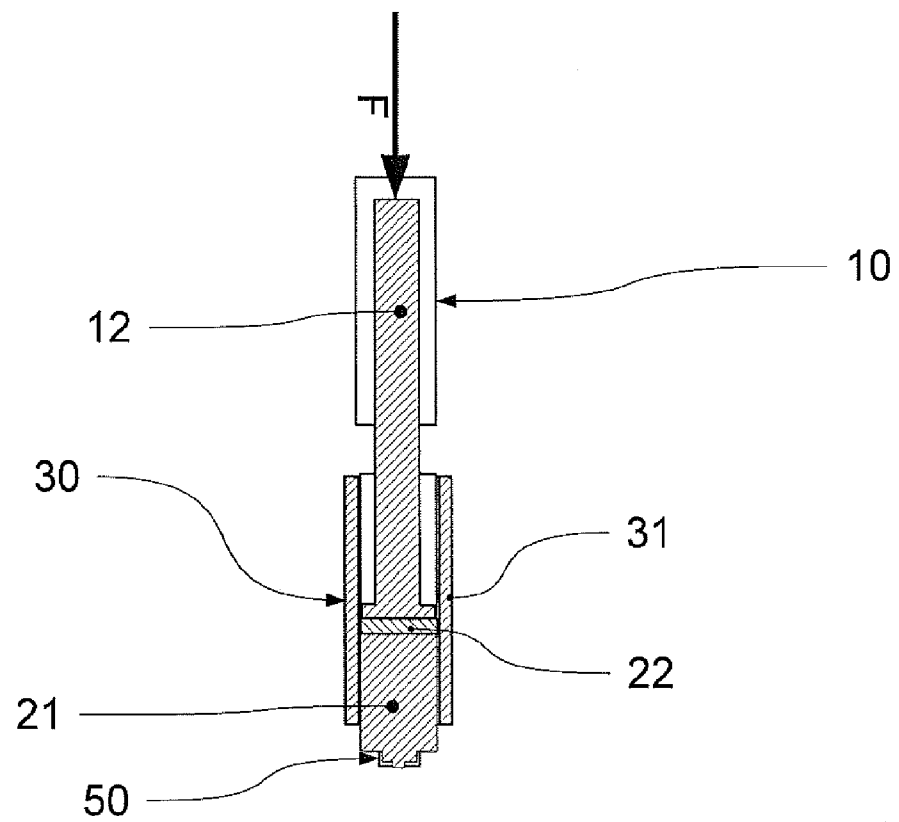


Fig. 3

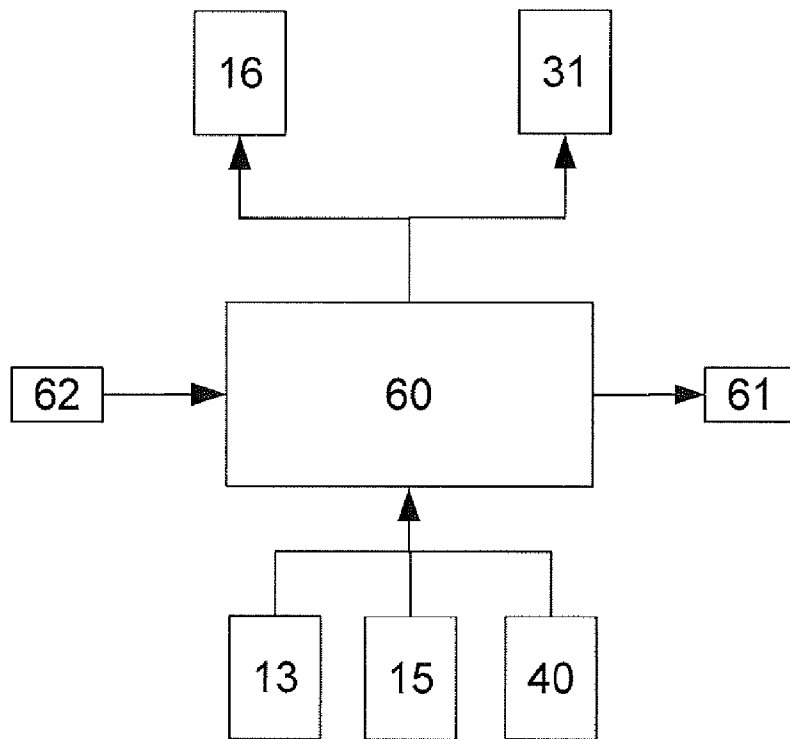
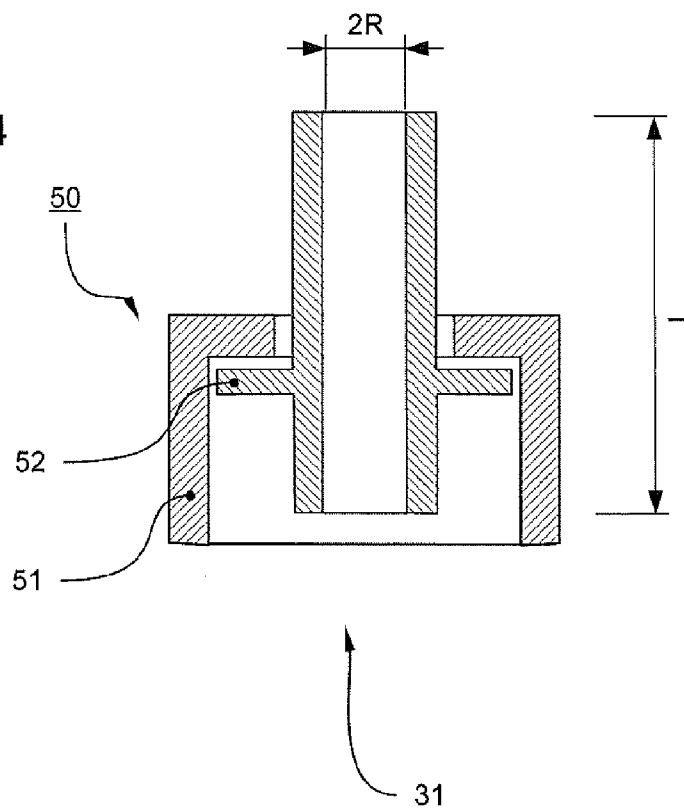


Fig. 4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2012/057557

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. G01N11/08

ADD. G01N11/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 680 958 A (RUELLE JEAN-JACQUES [BE] ET AL) 21 July 1987 (1987-07-21)	1-7,10, 14-17
Y	column 9, line 12 - column 11, line 42	12
A	column 12, lines 32-44	13

X	US 5 932 800 A (CUMMINGS MICHAEL W [US] ET AL) 3 August 1999 (1999-08-03)	1-11, 14-17
	the whole document	

X	US 5 308 953 A (GRUDZIEN JR CHRISTOPHER P [US] ET AL) 3 May 1994 (1994-05-03)	1-7,10, 14-17
	column 5, line 34 - column 6, line 24; figures 1,2	

X	JP 61 186833 A (MITSUBISHI HEAVY IND LTD) 20 August 1986 (1986-08-20)	1-7,10, 14-17
	abstract; figure 1	

	-/--	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 May 2012

Date of mailing of the international search report

05/06/2012

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

van Lith, Joris

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/057557

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 1 496 414 A (CIBA GEIGY AG) 30 December 1977 (1977-12-30) page 2, line 111 - page 3, line 73; figure 1 -----	1-7,10, 14-17
Y	US 7 730 769 B1 (KWON KYUNG C [US] ET AL) 8 June 2010 (2010-06-08) abstract; figure 1 column 5, lines 9-23 column 6, lines 45-65 column 8, line 38 - column 9, line 3 column 10, line 61 - column 11, line 30 -----	12
Y	US 5 974 866 A (TJAHJADI MAHARI [US] ET AL) 2 November 1999 (1999-11-02)	12
A	abstract; figure 1 column 6, line 23 - column 8, line 9 -----	13
A	US 4 245 517 A (BARKER ROBERT I ET AL) 20 January 1981 (1981-01-20) column 6, line 30 - column 7, line 8; figure 5 -----	13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/057557

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4680958	A	21-07-1987	AU 578370 B2 20-10-1988
		AU 5976286 A	22-01-1987
		CA 1257699 A1	18-07-1989
		DE 3667540 D1	18-01-1990
		EP 0210689 A1	04-02-1987
		ES 2000350 A6	16-02-1988
		FR 2585130 A1	23-01-1987
		IN 167028 A1	18-08-1990
		JP 62021040 A	29-01-1987
		MX 168433 B	25-05-1993
		US 4680958 A	21-07-1987
US 5932800	A	03-08-1999	NONE
US 5308953	A	03-05-1994	CA 2107565 A1 05-10-1992
		EP 0578785 A1	19-01-1994
		US 5209107 A	11-05-1993
		US 5308953 A	03-05-1994
		WO 9217764 A1	15-10-1992
JP 61186833	A	20-08-1986	NONE
GB 1496414	A	30-12-1977	NONE
US 7730769	B1	08-06-2010	NONE
US 5974866	A	02-11-1999	AU 733975 B2 31-05-2001
		AU 8186798 A	11-03-1999
		BR 9803269 A	03-11-1999
		CA 2245016 A1	28-02-1999
		DE 69809660 D1	09-01-2003
		DE 69809660 T2	19-02-2004
		EP 0899556 A2	03-03-1999
		ES 2187894 T3	16-06-2003
		JP 11153460 A	08-06-1999
		SG 81242 A1	19-06-2001
		US 5974866 A	02-11-1999
		US 6405579 B1	18-06-2002
US 4245517	A	20-01-1981	AU 530059 B2 30-06-1983
		AU 5435480 A	10-07-1980
		BR 8000037 A	23-09-1980
		CA 1121176 A1	06-04-1982
		EP 0014025 A1	06-08-1980
		JP 55094141 A	17-07-1980
		JP 61056937 B	04-12-1986
		US 4245517 A	20-01-1981

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2012/057557

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

see additional sheet

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

The International Searching Authority has found that this international application contains multiple (groups of) inventions, as follows:

1. Claims: 1-11, 14-17

A holder for the insertion of packaging.

2. Claims: 12, 13

A weighing device for determining the tear-off weight of the sample.

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 INV. G01N11/08
 ADD. G01N11/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 G01N

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 4 680 958 A (RUELLE JEAN-JACQUES [BE] ET AL) 21. Juli 1987 (1987-07-21)	1-7,10, 14-17
Y	Spalte 9, Zeile 12 - Spalte 11, Zeile 42	12
A	Spalte 12, Zeilen 32-44	13

X	US 5 932 800 A (CUMMINGS MICHAEL W [US] ET AL) 3. August 1999 (1999-08-03) das ganze Dokument	1-11, 14-17

X	US 5 308 953 A (GRUDZIEN JR CHRISTOPHER P [US] ET AL) 3. Mai 1994 (1994-05-03) Spalte 5, Zeile 34 - Spalte 6, Zeile 24; Abbildungen 1,2	1-7,10, 14-17

X	JP 61 186833 A (MITSUBISHI HEAVY IND LTD) 20. August 1986 (1986-08-20) Zusammenfassung; Abbildung 1	1-7,10, 14-17

	-/-	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

25. Mai 2012

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

05/06/2012

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

van Lith, Joris

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	GB 1 496 414 A (CIBA GEIGY AG) 30. Dezember 1977 (1977-12-30) Seite 2, Zeile 111 - Seite 3, Zeile 73; Abbildung 1 -----	1-7,10, 14-17
Y	US 7 730 769 B1 (KWON KYUNG C [US] ET AL) 8. Juni 2010 (2010-06-08) Zusammenfassung; Abbildung 1 Spalte 5, Zeilen 9-23 Spalte 6, Zeilen 45-65 Spalte 8, Zeile 38 - Spalte 9, Zeile 3 Spalte 10, Zeile 61 - Spalte 11, Zeile 30 -----	12
Y	US 5 974 866 A (TJAHJADI MAHARI [US] ET AL) 2. November 1999 (1999-11-02)	12
A	Zusammenfassung; Abbildung 1 Spalte 6, Zeile 23 - Spalte 8, Zeile 9 -----	13
A	US 4 245 517 A (BARKER ROBERT I ET AL) 20. Januar 1981 (1981-01-20) Spalte 6, Zeile 30 - Spalte 7, Zeile 8; Abbildung 5 -----	13

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2012/057557

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 4680958	A	21-07-1987	AU	578370 B2	20-10-1988
			AU	5976286 A	22-01-1987
			CA	1257699 A1	18-07-1989
			DE	3667540 D1	18-01-1990
			EP	0210689 A1	04-02-1987
			ES	2000350 A6	16-02-1988
			FR	2585130 A1	23-01-1987
			IN	167028 A1	18-08-1990
			JP	62021040 A	29-01-1987
			MX	168433 B	25-05-1993
			US	4680958 A	21-07-1987

US 5932800	A	03-08-1999	KEINE		

US 5308953	A	03-05-1994	CA	2107565 A1	05-10-1992
			EP	0578785 A1	19-01-1994
			US	5209107 A	11-05-1993
			US	5308953 A	03-05-1994
			WO	9217764 A1	15-10-1992

JP 61186833	A	20-08-1986	KEINE		

GB 1496414	A	30-12-1977	KEINE		

US 7730769	B1	08-06-2010	KEINE		

US 5974866	A	02-11-1999	AU	733975 B2	31-05-2001
			AU	8186798 A	11-03-1999
			BR	9803269 A	03-11-1999
			CA	2245016 A1	28-02-1999
			DE	69809660 D1	09-01-2003
			DE	69809660 T2	19-02-2004
			EP	0899556 A2	03-03-1999
			ES	2187894 T3	16-06-2003
			JP	11153460 A	08-06-1999
			SG	81242 A1	19-06-2001
			US	5974866 A	02-11-1999
			US	6405579 B1	18-06-2002

US 4245517	A	20-01-1981	AU	530059 B2	30-06-1983
			AU	5435480 A	10-07-1980
			BR	8000037 A	23-09-1980
			CA	1121176 A1	06-04-1982
			EP	0014025 A1	06-08-1980
			JP	55094141 A	17-07-1980
			JP	61056937 B	04-12-1986
			US	4245517 A	20-01-1981

Feld Nr. II Bemerkungen zu den Ansprüchen, die sich als nicht recherchierbar erwiesen haben (Fortsetzung von Punkt 2 auf Blatt 1)

Gemäß Artikel 17(2)a) wurde aus folgenden Gründen für bestimmte Ansprüche kein internationaler Recherchenbericht erstellt:

1. ☐ Ansprüche Nr.
weil sie sich auf Gegenstände beziehen, zu deren Recherche diese Behörde nicht verpflichtet ist, nämlich

2. ☐ Ansprüche Nr.
weil sie sich auf Teile der internationalen Anmeldung beziehen, die den vorgeschriebenen Anforderungen so wenig entsprechen, dass eine sinnvolle internationale Recherche nicht durchgeführt werden kann, nämlich

3. ☐ Ansprüche Nr.
weil es sich dabei um abhängige Ansprüche handelt, die nicht entsprechend Satz 2 und 3 der Regel 6.4 a) abgefasst sind.

Feld Nr. III Bemerkungen bei mangelnder Einheitlichkeit der Erfindung (Fortsetzung von Punkt 3 auf Blatt 1)

Diese Internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, dass diese internationale Anmeldung mehrere Erfindungen enthält:

siehe Zusatzblatt

1. ☒ Da der Anmelder alle erforderlichen zusätzlichen Recherchegebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht auf alle recherchierbaren Ansprüche.

2. ☒ Da für alle recherchierbaren Ansprüche die Recherche ohne einen Arbeitsaufwand durchgeführt werden konnte, der zusätzliche Recherchegebühr gerechtfertigt hätte, hat die Behörde nicht zur Zahlung solcher Gebühren aufgefordert.

3. ☐ Da der Anmelder nur einige der erforderlichen zusätzlichen Recherchegebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht nur auf die Ansprüche, für die Gebühren entrichtet worden sind, nämlich auf die Ansprüche Nr.

4. ☐ Der Anmelder hat die erforderlichen zusätzlichen Recherchegebühren nicht rechtzeitig entrichtet. Dieser internationale Recherchenbericht beschränkt sich daher auf die in den Ansprüchen zuerst erwähnte Erfindung; diese ist in folgenden Ansprüchen erfasst:

Bemerkungen hinsichtlich eines Widerspruchs

- ☐ Der Anmelder hat die zusätzlichen Recherchegebühren unter Widerspruch entrichtet und die gegebenenfalls erforderliche Widerspruchsgebühr gezahlt.
- ☐ Die zusätzlichen Recherchegebühren wurden vom Anmelder unter Widerspruch gezahlt, jedoch wurde die entsprechende Widerspruchsgebühr nicht innerhalb der in der Aufforderung angegebenen Frist entrichtet.
- ☐ Die Zahlung der zusätzlichen Recherchegebühren erfolgte ohne Widerspruch.

WEITERE ANGABEN

PCT/ISA/ 210

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, dass diese internationale Anmeldung mehrere (Gruppen von) Erfindungen enthält, nämlich:

1. Ansprüche: 1-11, 14-17

eine Aufnahme zum Einlegen einer Verpackung

2. Ansprüche: 12, 13

eine Wiegeeinrichtung zur Bestimmung des Abrissgewichts der Probe
