

DIN 53019-4

ICS 17.060

**Rheometrie –
Messung von Fließeigenschaften mit Rotationsrheometern –
Teil 4: Oszillationsrheologie**

Rheometry –

Measurement of rheological properties using rotational rheometers –

Part 4: Oscillatory rheology

Rhéométrie –

Mesure des propriétés rhéologiques en utilisant des rhéomètres rotatifs –

Partie 4: Rhéologie oscillatoire

Gesamtumfang 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Formelzeichen und Einheiten	5
5 Kurzbeschreibung	7
6 Geräte.....	9
6.1 Allgemeines	9
6.1.1 Variablen und Indizes	10
6.2 Arbeitsgleichungen für die unterschiedlichen Gerätetypen	10
6.2.1 Drehmomentbilanz für Gerätetyp A: Messwertaufnehmer vom Antrieb entkoppelt	10
6.2.2 Drehmomentbilanz für Gerätetyp B: Messwertaufnehmer mit Antrieb gekoppelt.....	12
6.3 Nachgiebigkeitskorrektur der verwendeten Geräte	13
6.4 Quantitative Betrachtung des Trägheitseinflusses.....	15
6.4.1 Gerätetyp A	15
6.4.2 Gerätetyp B	16
7 Potentielle Fehlerquellen	17
7.1 Messparameter.....	17
7.2 Probeneigenschaften	17
7.3 Massenträgheit	18
7.4 Gerätenachgiebigkeit.....	18
8 Durchführung der Messung	18
8.1 Betriebsmodi.....	18
8.1.1 Schubspannungsvorgabe (CS).....	19
8.1.2 Deformationsvorgabe (CD)	19
8.1.3 Scherratenvorgabe (CR).....	19
8.2 Messmethoden.....	19
8.2.1 Zeitversuch	19
8.2.2 Amplitudensweeps.....	20
8.2.3 Frequenzsweeps	20
8.2.4 Temperaturrampen/Temperatursweeps	21
Anhang A (informativ) Zusätzliche Informationen.....	22
A.1 Gegenüberstellung der rheologischen Größen in Rotation und Oszillation.....	22
A.2 Ermittlung des linear-viskoelastischen Bereiches (LVB)	23
A.2.1 Amplitudenabhängigkeit.....	23
A.2.2 Temperaturabhängigkeit	25
A.2.3 Frequenzabhängigkeit.....	25
A.3 Gerätetechnische Einflüsse	26
A.4 Geräteüberprüfung.....	27
A.5 Einige charakteristische rheologische Darstellungen	28

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-31 AA „Viskosimetrie und Rheometrie“ des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

DIN 53019, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern* besteht aus:

— *Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*

— *Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit*

— *Teil 3: Messabweichungen und Korrekturen*

und DIN 53019, *Rheometrie — Messung von Fließeigenschaften mit Rotationsrheometern*

— *Teil 4: Oszillationsrheologie*

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Bestimmung des viskosen und elastischen Verhaltens von Materialien mittels oszillatorischer Messungen fest. Dazu wird zuerst die Erfassung eines Messpunktes betrachtet. Das Materialverhalten wird dann durch mehrere Messpunkte beschrieben.

Für die Erfassung eines Messpunktes wird vorausgesetzt:

- 1) Die Verformung der Probe erfolgt mit konstanter Frequenz und Amplitude sinusförmig (d. h. harmonisch) in einem Rotationsrheometer.
- 2) Die Antwort der Probe im eingeschwungenen Zustand ist ebenfalls harmonisch mit der gleichen Frequenz.
- 3) Die Eigenschaften der Probe ändern sich während der Messpunkterfassung nicht, d. h. alle Umgebungsbedingungen, u. a. die Temperatur, sind konstant.
- 4) Der Messspalt ist während der Messpunkterfassung korrekt befüllt.

Hierbei ist die Frequenz f bzw. Kreisfrequenz $\omega = 2\pi f$ eine im Vergleich zur Rotationsrheometrie weitere Vorgabegröße. Deshalb gibt es auch eine weitere Probenantwortgröße, die Phasenverschiebung ζ bzw. δ . In Tabelle A.1 sind zum Vergleich die mechanischen und rheologischen Größen als Funktionen der Zeit gegenübergestellt. Die komplexe Schreibweise erweist sich als vorteilhaft, weil zueinander gehörende Größen wie Speichermodul und Verlustmodul als Real- und Imaginärteil dargestellt werden.

ANMERKUNG Wenn nicht alle Voraussetzungen erfüllt sind, werden dennoch die hier beschriebenen Gleichungen angewendet. Die Messwerte beschreiben dann aber die Probeneigenschaften nicht mehr vollständig.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1342-1, *Viskosität — Teil 1: Rheologische Begriffe*

DIN 13316, *Mechanik ideal elastischer Körper — Begriffe, Größen, Formelzeichen*

DIN 13343, *Linear-viskoelastische Stoffe — Begriffe, Stoffgesetze, Grundfunktionen*

DIN 53019-1, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 13343, DIN 1342-1, DIN 53019-1 und die folgenden Begriffe.

3.1

Schubspannungsvorgabe

CS

(en: Controlled Stress)

Vorgabe einer Schubspannung als Regelgröße

3.2**Deformationsvorgabe****CD**

(en: Controlled Deformation)

Vorgabe einer Deformation als Regelgröße

3.3**Scherratenvorgabe****CR**

(en: Controlled (deformation) rate)

Vorgabe einer Scherrate als Regelgröße

3.4**Geometriefaktor** **K** gegeben durch den Quotienten der Schubspannungs-Konstanten K_τ und der Deformations-Konstanten K_γ

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Geometriefaktor K verknüpft die Winkel-Amplitude φ_0 und die Drehmoment-Amplitude M_0 mit dem Betrag des komplexen Schubmoduls der Probe $|G^*|$ durch folgende Gleichung:

$$|G^*| = K \cdot \frac{M_0}{\varphi_0}$$

Der Geometriefaktor K hat die Dimension (Länge)⁻³. Er kann aus der Form und aus den Dimensionen der Messgeometrie berechnet werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wird auch als Fließfeldkoeffizient k bezeichnet (siehe DIN 53019-1:2008-09, 3.5).

4 Formelzeichen und Einheiten

Die Formelzeichen und Einheiten sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit
η^*	komplexe Viskosität	Pa·s
$ \eta^* $	Betrag der komplexen Viskosität	Pa·s
η'	Wirkviskosität	Pa·s
η''	Blindviskosität	Pa·s
c_s	Scherwellengeschwindigkeit	m/s
λ_s	Scherwellenlänge	m
C	Komplianz, Torsionsnachgiebigkeit	rad/Nm
D	Reibbeiwert	Nm·s
G^*	komplexer Schubmodul	Pa
$ G^* $	Betrag des komplexen Schubmoduls	Pa
G'	Speichermodul	Pa
G''	Verlustmodul	Pa

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit
i	imaginäre Einheit	1
I	Trägheitsmoment	$\text{N}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^2$
M	Drehmoment	$\text{N}\cdot\text{m}$
M^*	komplexes Drehmoment	$\text{N}\cdot\text{m}$
M_0	Drehmomentamplitude	$\text{N}\cdot\text{m}$
φ	Winkelposition	rad
φ^*	komplexe Winkelposition	rad
φ_0	Winkelamplitude	rad
$\dot{\varphi}$	Winkelgeschwindigkeit	$\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$
$\dot{\varphi}_0$	Winkelgeschwindigkeitsamplitude	$\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$
$\ddot{\varphi}$	Winkelbeschleunigung	$\text{rad}\cdot\text{s}^{-2}$
τ	Schubspannung	Pa
τ_0	Schubspannungsamplitude	Pa
γ	Deformation	1
γ_0	Deformationsamplitude	1
$\dot{\gamma}$	Scherrate	s^{-1}
$\dot{\gamma}_0$	Scherratenamplitude	s^{-1}
f	Frequenz	Hz
ω	Kreisfrequenz	$\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$
t	Zeit	s
T	Temperatur	$^{\circ}\text{C}$, K
ζ	Antriebsphasenwinkel	rad
$\tan(\zeta)$	Antriebsverlustfaktor	1
δ	Phasenverschiebung	rad
ωt	Phase	rad
$\tan(\delta)$	Verlustfaktor	1
K_{τ}	Schubspannungskonstante	m^{-3}
K_{γ}	Deformationskonstante	1
K	Geometriefaktor	m^{-3}
ANMERKUNG Die mit einem * gekennzeichneten Größen bezeichnen komplexwertige Größen, deren Realteil durch ' und Imaginärteil durch '' gekennzeichnet ist.		

5 Kurzbeschreibung

Eine Probe des zu untersuchenden Fluids befindet sich in einem Messspalt zwischen rotationssymmetrisch und coaxial angeordneten Randflächen, von denen eine ruht, die andere relativ zur ruhenden mit der Winkelamplitude φ_0 , der Drehmomentamplitude M_0 , der Kreisfrequenz ω bzw. der Frequenz $f = \omega/2\pi$ oszilliert. Alle hier dargestellten Gleichungen betrachten den eingeschwungenen Zustand. Das Einschwingen nach Veränderung der Vorgabegröße wird hier nicht betrachtet. In Kenntnis der Geometrieabmessungen ergeben sich aus der zeitabhängigen Winkelposition $\varphi(t)$ die Deformation $\gamma(t)$ der Probe und aus dem auf die Probe wirkenden Drehmoment¹⁾ $M_p(t)$ die Spannung $\tau(t)$ zu

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \sin(\omega t) \quad (1)$$

und

$$\tau(t) = \tau_0 \cdot \sin(\omega t + \delta) \quad (2)$$

wobei die Schubspannung gegen die Deformation um einen Phasenwinkel δ verschoben ist, vgl. Bild 1 (δ wird auch als Verlustwinkel bezeichnet). Diese Schubspannung lässt sich in zwei Anteile aufspalten:

$$\begin{aligned} \tau(t) &= \tau_0 \cdot \sin(\omega t) \cdot \cos(\delta) + \tau_0 \cdot \cos(\omega t) \cdot \sin(\delta) \\ &= \tau'(t) + \tau''(t) \\ &= \tau'_0 \cdot \sin(\omega t) + \tau''_0 \cdot \cos(\omega t) \end{aligned} \quad (3)$$

Von denen ist der eine, der elastische Spannungsanteil $\tau'(t)$, gestrichelt dargestellt in Bild 1, in Phase mit der Deformation $\gamma(t)$, der andere, der viskose Spannungsanteil $\tau''(t)$, strichpunktiert dargestellt in Bild 1, in Phase mit der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\gamma}(t)$.

$$\dot{\gamma}(t) = \gamma_0 \omega \cdot \cos(\omega t) \quad (4)$$

Der viskose Spannungsanteil $\tau''(t)$ ist also um $\pi/2$ ($= 90^\circ$) phasenverschoben gegen die Deformation $\gamma(t)$.

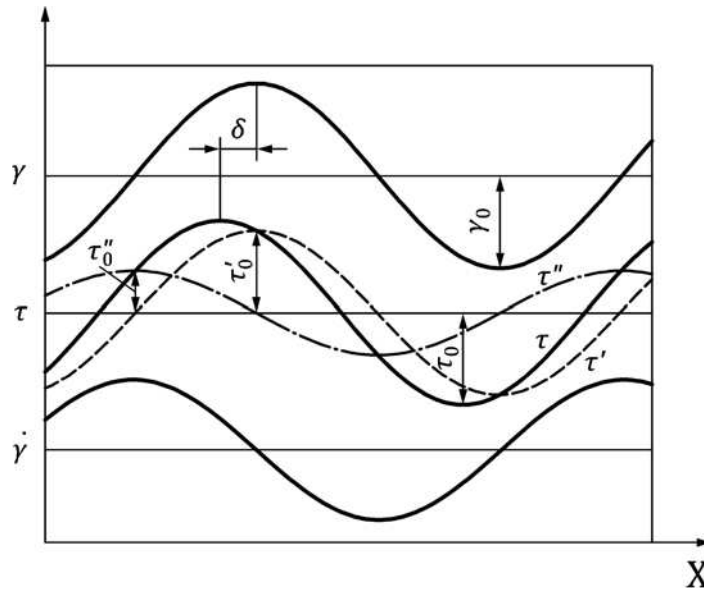
Für die Amplituden des elastischen und des viskosen Spannungsanteils gilt

$$\begin{aligned} \tau'_0 &= \tau_0 \cdot \cos(\delta) \\ \tau''_0 &= \tau_0 \cdot \sin(\delta) \end{aligned} \quad (5)$$

und daraus folgend für den Verlustfaktor $\tan(\delta)$

$$\tan(\delta) = \frac{\tau''_0}{\tau'_0} \quad (6)$$

1) Das auf die Probe wirkende Drehmoment $M_p(t)$ unterscheidet sich im Allgemeinen vom gemessenen oder vorgegebenen Drehmoment $M_m(t)$. Für die geräteabhängigen Beziehungen zwischen diesen Größen sei auf Abschnitt 6 verwiesen.



Legende

X ωt

Bild 1 — Prinzipielle Darstellung der verwendeten Größen im eingeschwungenen Zustand

In Verallgemeinerung des elastischen (Hookeschen) Festkörpers und des viskosen (Newtonschen) Fluids lassen sich für viskoelastische Materialien ein komplexer Modul G^* und eine komplexe Viskosität η^* definieren. Zur Herleitung dieser Parameter empfiehlt sich die Darstellung der periodischen Größen in der Eulerschen Exponentialschreibweise:

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \exp(i\omega t), \quad (7)$$

$$\tau(t) = \tau_0 \cdot \exp(i(\omega t + \delta)) \text{ und} \quad (8)$$

$$\dot{\gamma}(t) = i\omega\gamma_0 \cdot \exp(i\omega t) = i\dot{\gamma}_0 \cdot \exp(i\omega t) \quad (9)$$

Für den komplexen Modul G^* als Verhältnis von Spannung zu Deformation und die komplexe Viskosität η^* als Verhältnis von Spannung zu Deformationsgeschwindigkeit ergeben sich folgende Zusammenhänge:

$$\begin{aligned} G^* &= \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} & \eta^* &= \frac{\tau(t)}{\dot{\gamma}(t)} \\ &= \frac{\tau_0}{\gamma_0} \exp(i\delta) & &= \frac{\tau_0}{i\dot{\gamma}_0} \exp(i\delta) \cdot \frac{-i}{-i} \quad | i \cdot (-i) = 1 \\ &= \frac{\tau_0}{\gamma_0} (\cos(\delta) + i \sin(\delta)) & &= -\frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_0} i (\cos(\delta) + i \sin(\delta)) \\ &= \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos(\delta) + i \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin(\delta) & &= \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_0} \sin(\delta) - i \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_0} \cos(\delta) \quad | \text{ mit Gl. (5)} \\ &= \frac{\tau_0'}{\gamma_0} + i \frac{\tau_0''}{\gamma_0} & &= \frac{\tau_0''}{\omega\gamma_0} - i \frac{\tau_0'}{\omega\gamma_0} \\ &= G' + i G'' & &= \eta' - i \eta'' \end{aligned} \quad (10)$$

Damit lässt sich die Gleichung (6) für den Verlustfaktor ergänzen zu

$$\tan(\delta) = \frac{\tau_0''}{\tau_0'} = \frac{G''}{G'} = \frac{\eta'}{\eta''} \quad (11)$$

Für die Beträge des komplexen Moduls und der komplexen Viskosität folgt:

$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} \text{ bzw. } |\eta^*| = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2} \quad (12)$$

Es gelten die allgemeinen Zusammenhänge

$$G^* = i \omega \eta^*, \quad |G^*| = \omega |\eta^*|, \quad G' = \omega \eta'', \quad G'' = \omega \eta' \quad (13)$$

Die Grenzfälle idealen Materialverhaltens sind in Tabelle 2 gezeigt.

Tabelle 2 — Grenzfälle idealen Materialverhaltens

	ideal-elastisch, Hookesch $\tau \sim \gamma$	ideal-viskos, Newtonsch $\tau \sim \dot{\gamma}$
Phasenwinkel	$\delta = 0 \equiv 0^\circ$	$\delta = \pi/2 \equiv 90^\circ$
Modul	$G' = G^* $ $G'' = 0$	$G' = 0$ $G'' = \omega \eta^* $
Viskosität	$\eta' = 0$ $\eta'' = G^* /\omega$	$\eta' = \eta^* $ $\eta'' = 0$

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Ermittelt werden die Winkelamplitude φ_0 , die Drehmomentamplitude M_0 , die nötig ist, den Verformungswiderstand der Probe zu überwinden, sowie der Antriebsphasenwinkel ζ zwischen dem Motordrehmoment und dem Auslenkungswinkel des Motors.

Im Regelfall werden die Amplituden nicht direkt gemessen sondern mittels mathematischer Algorithmen (z. B. Kreuzkorrelation, Fast Fourier Transformation) aus den diskreten Winkel- und Drehmomentsignalen bestimmt. Die Messwerterfassung muss dafür über mindestens eine Periode erfolgt sein.

Aus den geometrischen Abmessungen des Messsystems sowie den ermittelten Amplituden und dem Phasenwinkel lassen sich die in der Probe herrschende Schubspannungsamplitude τ_0 und Deformationsamplitude γ_0 bzw. Scherratenamplitude $\dot{\gamma}_0 = \omega \cdot \gamma_0$ berechnen. Zusammen mit dem Phasenwinkel δ können die komplexen rheologischen Größen Viskosität η^* , und Schubmodul G^* berechnet werden.

6.1.1 Variablen und Indizes

Die Variablen sind in Tabelle 3 und die Indizes in Tabelle 4 gezeigt.

Tabelle 3 — Variablen

M	C	D	I	G^*	φ	ω
Drehmoment	Komplianz	Reibbeiwert	Trägheitsmoment	Modul	Auslenkung	Kreisfrequenz

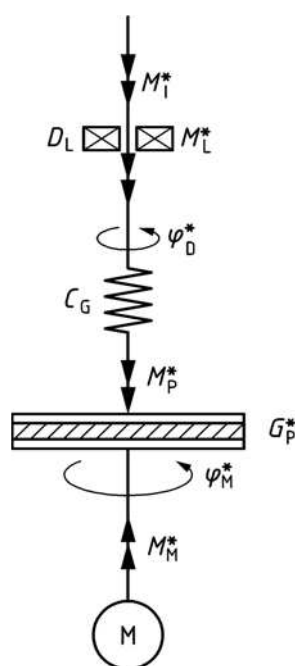
Tabelle 4 — Indizes

m	M	P	I	L	D	G	0
gemessen	Motor	Probe	Trägheit (Inertia)	Lager	Drehmomentaufnehmer	Geometrie	Amplitude

Die in 6.2 angegebenen Arbeitsgleichungen zur Berechnung von Speicher- und Verlustmodul aus den Messwerten beinhalten keine Korrektur der torsionalen Nachgiebigkeit des Messgerätes C_G . Diese Korrektur wird in 6.3 beschrieben.

6.2 Arbeitsgleichungen für die unterschiedlichen Gerätetypen

6.2.1 Drehmomentbilanz für Gerätetyp A: Messwertaufnehmer vom Antrieb entkoppelt



Das gemessene Drehmoment M_m^* teilt sich auf in:

M_P^* , das Probedrehmoment zur Auslenkung der Probe um einen Auslenkwinkel φ_P^*

und

M_I^* , das Trägheitsdrehmoment zur Überwindung der Massenträgheit des mit der Winkelbeschleunigung $\ddot{\varphi}_D^*$ beschleunigten Drehmomentaufnehmers

und

M_L^* , das Reibungsmoment zur Überwindung der Lagerreibung des mit der Winkelgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_D^*$ bewegten Drehmomentaufnehmers,

sodass gilt

$$M_m^* = M_P^* + M_I^* + M_L^* = \frac{G^*}{K} \varphi_P^* + I \ddot{\varphi}_D^* + D_L \dot{\varphi}_D^* \quad (14)$$

Unter Vernachlässigung der Geometrienachgiebigkeit ergibt sich die Probenauslenkung

$$\varphi_P^* = \varphi_M^* - \varphi_D^* \quad (15)$$