

DIN EN ISO 3219-2



ICS 83.080.01

Mit DIN EN ISO 3219-1:2021-08
Ersatz für
DIN EN ISO 3219:1994-10

**Rheologie –
Teil 2: Allgemeine Grundlagen der Rotations- und Oszillationsrheometrie
(ISO 3219-2:2021);
Deutsche Fassung EN ISO 3219-2:2021**

Rheology –
Part 2: General principles of rotational and oscillatory rheometry (ISO 3219-2:2021);
German version EN ISO 3219-2:2021

Rhéologie –
Partie 2: Principes généraux de la rhéométrie rotative et oscillatoire (ISO 3219-2:2021);
Version allemande EN ISO 3219-2:2021

Gesamtumfang 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)
DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Das Dokument EN ISO 3219-2:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 002-00-07-16 AK „Rheologie“ im Arbeitsausschuss NA 002-00-07 AA „Allgemeine Prüfverfahren für Beschichtungsstoffe und Beschichtungen“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 2555	siehe	DIN EN ISO 2555
ISO 3219-1	siehe	DIN EN ISO 3219-1

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3219:1994-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Platte-Platte Messgeometrie wurde aufgenommen;
- b) Relativ-Messgeometrien wurden aufgenommen;
- c) Oszillationsrheometrie wurde aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 3219: 1994-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 2555, *Kunststoffe — Harze im flüssigen Zustand, als Emulsionen oder Dispersionen — Bestimmung der scheinbaren Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter mit Einzelzylinder*

DIN EN ISO 3219-1, *Rheologie — Teil 1: Allgemeine Begriffe der Rotations- und Oszillationsrheometrie*

Deutsche Fassung

Rheologie —
Teil 2: Allgemeine Grundlagen der Rotations- und
Oszillationsrheometrie (ISO 3219-2:2021)

Rheology —
Part 2: General principles of rotational and oscillatory
rheometry (ISO 3219-2:2021)

Rhéologie —
Partie 2: Principes généraux de la rhéométrie rotative
et oscillatoire (ISO 3219-2:2021)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 9. März 2021 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Formelzeichen	7
5 Messprinzipien	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Rotationsrheometrie	9
5.3 Oszillationsrheometrie	10
6 Messplatz	13
6.1 Allgemeines	13
6.2 Temperiersysteme	14
6.3 Messgeometrien	14
6.3.1 Allgemeines	14
6.3.2 Absolut-Messgeometrien	15
6.3.3 Relativ-Messgeometrien	24
6.4 Ausgewähltes optionales Zubehör	28
6.4.1 Abdeckung mit oder ohne Lösemittelfalle	28
6.4.2 Passive und aktive thermische Abdeckungen	30
6.4.3 Absatzplatten	30
Anhang A (informativ) Informationen zur Rheometrie und zu Fließfeldformen	32
Literaturhinweise	50

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 3219-2:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2021 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 3219:1994.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 3219-2:2021 wurde von CEN als EN ISO 3219-2:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35, *Paints and varnishes*, Unterkomitee SC 9, *General test methods for paints and varnishes*, in Zusammenarbeit mit dem mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 139, *Lacke und Anstrichstoffe*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung), und in Zusammenarbeit mit dem ISO/TC 61, *Plastics*, SC 5, *Physical-chemical properties* erarbeitet.

Dieses Dokument ersetzt ISO 3219:1993, das technisch überarbeitet wurden. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zu den Vorgängerausgaben sind folgende:

- die Platte-Platte-Messgeometrie wurde aufgenommen;
- Relativ-Messgeometrien wurden aufgenommen;
- Oszillationsrheometrie wurde aufgenommen.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 3219 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die allgemeinen Grundlagen der Rotations- und Oszillationsrheometrie fest.

Detaillierte Informationen sind im Anhang A enthalten. Weitere Hintergrundinformationen werden in Folgeanteilen der Normenreihe ISO 3219, die aktuell in Vorbereitung sind, enthalten sein.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 3219-1, *Rheology — Part 1: General terms and definitions for rotational and oscillatory rheometry*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 3219-1 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Messspalt

Raum zwischen den Randflächen der Messgeometrie

3.2

Spaltweite

h

H_{cc}

H_{cp}

Abstand der Randflächen der Messgeometrie

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Formelzeichen h bezieht sich auf eine Spaltweite, die variiert werden kann (z. B. Platte-Platte-Messgeometrie); das Formelzeichen H bezieht sich auf eine Spaltweite, die nicht variabel und durch die jeweilige Messgeometrie festgelegt ist. H_{cc} ist die Spaltweite bei der coaxialen Zylinder-Messgeometrie und H_{cp} ist die Spaltweite bei der Kegel-Platte-Messgeometrie.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Abstand der Randflächen wird gegeben durch Radiendifferenz (koaxiale Zylinder), Kegelwinkel (Kegel-Platte), Abstand zwischen den zwei Platten (Platte-Platte).

Anmerkung 3 zum Begriff: Bei Kegel-Platte-Messgeometrien variiert die Spaltweite mit dem Radius über die Messgeometrie. Die Größe H_{cp} ist dabei der Abstand zwischen der abgeflachten Kegelspitze und der Platte.

3.3

Fließfeldkoeffizient Geometriefaktor

k

Quotient aus *Schubspannungsfaktor* (3.9) k_τ und *Deformationsfaktor* (3.8) k_γ

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Fließfeldkoeffizient k verknüpft die Winkelgeschwindigkeit Ω und das Drehmoment M mit der Scherviskosität η der Flüssigkeit durch folgende Gleichung:

$$\eta = k \cdot \frac{M}{\Omega}$$

Der Fließfeldkoeffizient k wird in Radiant je Kubikmeter ($\text{rad}\cdot\text{m}^{-3}$) angegeben. Er kann aus der Form und aus den Abmessungen einer *Absolut-Messgeometrie* (3.7) berechnet werden.

3.4

Wandhaftung

Auftreten einer Relativgeschwindigkeit von Null zwischen einer Randfläche und der unmittelbar angrenzenden Flüssigkeitsschicht

3.5

Wandgleiten

Auftreten einer Relativgeschwindigkeit ungleich Null zwischen einer Randfläche und der unmittelbar angrenzenden Flüssigkeitsschicht

3.6

Relativ-Messgeometrie

Messgeometrie, bei der das Strömungsprofil und damit die rheologischen Größen nicht berechnet werden können

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Relativ-Messgeometrien darf die Viskosität nicht in Pascal mal Sekunde (Pa·s) angegeben werden außer bei Platte-Platte-Messgeometrien unter Verwendung der in 6.3.3.1.2 genannten Korrektur.

3.7

Absolut-Messgeometrie

Messgeometrie, bei der das Strömungsprofil und damit die rheologischen Größen in der gesamten Probe, unabhängig von deren Fließeigenschaft, exakt berechnet werden können

3.8

Deformationsfaktor

k_γ

Proportionalitätsfaktor zwischen Winkelauslenkung φ und Scherdeformation γ bei *Absolut-Messgeometrien* (3.7)

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Betrag des Deformationsfaktors entspricht dem Betrag des Scherratenfaktors. Letzterer ist der Proportionalitätsfaktor zwischen Scherrate $\dot{\gamma}$ und der Winkelgeschwindigkeit Ω .

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Faktor wird im Rotationsversuch Scherratenfaktor und im Oszillationsversuch Deformationsfaktor genannt.

Anmerkung 3 zum Begriff: Der Deformationsfaktor k_γ hat die Einheit reziproke Radiant (rad^{-1}).

3.9

Schubspannungsfaktor

k_τ

Proportionalitätsfaktor zwischen Drehmoment M und Schubspannung τ bei *Absolut-Messgeometrien* (3.7)

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Schubspannungsfaktor k_τ hat die Einheit reziproke Kubikmeter (m^{-3}).

4 Formelzeichen

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Bedeutung ^{N1)}	Formelzeichen	Einheit
Betrag des komplexen Schubmoduls	$ G^* $	Pa
Betrag der komplexen Viskosität	$ \eta^* $	Pa·s
Beschleunigung der Winkelauslenkung	$\ddot{\varphi}$	rad·s ⁻²
Amplitude der Winkelauslenkung des Motors	$\varphi_{M,0}^*$	rad
Amplitude der Winkelauslenkung des Drehmomentaufnehmers	$\varphi_{D,0}^*$	rad
Amplitude der Winkelauslenkung	φ_0	rad
Amplitude der Winkelgeschwindigkeit	$\dot{\varphi}_0$	rad·s ⁻¹
Amplitude der Scherrate	$\dot{\gamma}_0$	s ⁻¹
Amplitude der Scherdeformation	γ_0	1
Amplitude der Schubspannung	τ_0	Pa
Amplitude des Drehmoments	M_0	N·m
Winkelbeschleunigung des Motors	$\ddot{\varphi}_M^*$	rad·s ⁻²
Winkelbeschleunigung des Drehmomentaufnehmers	$\ddot{\varphi}_D^*$	rad·s ⁻²
Winkelauslenkung	φ	rad
Winkelauslenkung des Motors	φ_M^*	rad
Winkelauslenkung der Probe	φ_P^*	rad
Winkelauslenkung des Drehmomentaufnehmers	φ_D^*	rad
Kreisfrequenz	ω	rad·s ⁻¹ oder s ⁻¹
Winkelgeschwindigkeit entlang des Messspalts	$\omega(r)$	rad·s ⁻¹
Winkelgeschwindigkeit (in der Klammer dargestellt: als zeitliche Ableitung der Winkelauslenkung)	$\Omega, (\dot{\varphi})$	rad·s ⁻¹
Winkelgeschwindigkeit des Motors	$\dot{\varphi}_M^*$	rad·s ⁻¹
Winkelgeschwindigkeit des Drehmomentaufnehmers	$\dot{\varphi}_D^*$	rad·s ⁻¹
Koeffizient der Lagerreibung	D_L	N·m·s
Reibbeiwert	D	N·m·s
komplexe Winkelauslenkung	φ^*	rad
komplexer Schubmodul	G^*	Pa
komplexes Drehmoment	M^*	N·m
komplexe Scherviskosität	η^*	Pa·s
Kegelwinkel	α	° oder rad
Auslenkweg	s	m
Antriebsverlustfaktor	$\tan \zeta$	1
Antriebsphasenwinkel	ζ	rad

N1) Nationale Fußnote: Die Sortierung erfolgte alphabetisch nach den englischen Begriffen.

Bedeutung ^{N1)}	Formelzeichen	Einheit
Stirnflächenfaktor	c_L	1
Fließfeldkoeffizient, Geometriefaktor	k	$\text{rad} \cdot \text{m}^{-3}$
Frequenz	f	Hz
Spaltweite	h	m
Spaltweite bei festgelegter koaxialen Zylinder-Messgeometrie	H_{cc}	m
Spaltweite bei festgelegter Kegel-Platte-Messgeometrie	H_{cp}	m
Nachgiebigkeit der Geometrie	C_G	$\text{rad} \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$
Blindviskosität	η''	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
imaginäre Einheit	i	1
Verlustwinkel, Phasenwinkel	δ	rad
Verlustfaktor	$\tan \delta$	1
Trägheitsmoment	I	$\text{N} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^2$
Wirkviskosität	η'	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
Drehzahl	n	s^{-1} oder min^{-1}
Probendrehmoment	M_P^*	$\text{N} \cdot \text{m}$
Scherkraft	F	N
Schubverlustmodul, viskoser Schubmodul	G''	Pa
Schubmodul	G	Pa
Scherfläche	A	m^2
Scherratenfaktor	$k_{\dot{\gamma}}$	rad^{-1}
Scherrate, Scherdeformationsrate	$\dot{\gamma}$	s^{-1}
Schubspeicherm modul, elastischer Schubmodul	G'	Pa
Scherdeformation	γ	1 oder %
Schubspannung	τ	Pa
Schubspannungsfaktor	k_{τ}	m^{-3}
Scherviskosität, dynamische Viskosität	η	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
Deformationsfaktor	k_{γ}	rad^{-1}
Temperatur	T	$^{\circ}\text{C}$ oder K
Zeit	t	s
Drehmoment	M	$\text{N} \cdot \text{m}$
Drehmoment durch den Motor	M_M^*	$\text{N} \cdot \text{m}$
Drehmoment durch Lagerreibung	M_L^*	$\text{N} \cdot \text{m}$
Drehmoment durch den Messwertaufnehmer	M_I^*	$\text{N} \cdot \text{m}$
Drehmoment gemessen durch den Messwertaufnehmer	M_m^*	$\text{N} \cdot \text{m}$
Torsionsnachgiebigkeit des Messsystems	C	$\text{rad} \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$
Geschwindigkeit	v	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
ANMERKUNG Die mit einem * gekennzeichneten Größen bezeichnen komplexwertige Größen, deren Realteil durch ' und Imaginärteil durch '' gekennzeichnet ist.		

5 Messprinzipien

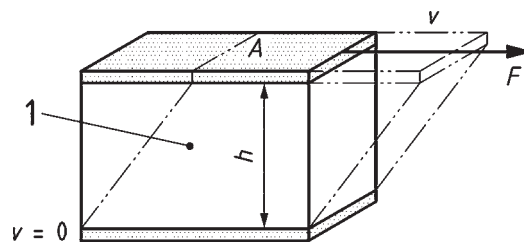
5.1 Allgemeines

Es gibt Rotations-, Oszillations- und verschiedene Sprungversuche. Die verschiedenen Versuche können miteinander kombiniert werden.

Diese können mit verschiedenen Messarten durchgeführt werden: deformationsgesteuert (CD, en: Controlled Deformation), scherraten-gesteuert (CR, en: Controlled Rate) oder schubspannungsgesteuert (CS, en: Controlled Stress).

5.2 Rotationsrheometrie

Im Grundversuch Rotation wird die Probe konstant oder variabel in eine Richtung belastet. Aus den gemessenen Daten lässt sich die Scherviskosität η berechnen. In Tabelle A.1 und Tabelle A.3 sind die entsprechenden mechanischen Anregungs- und Antwortgrößen gelistet. Schematisch können die Grundgrößen des Versuchs mit dem Zwei-Platten-Modell dargestellt werden. Dabei wird in diesem Unterabschnitt ein infinitesimaler Ausschnitt aus der Messgeometrie betrachtet (siehe Bild 1). Das Zwei-Platten-Modell besteht aus zwei parallelen Platten mit jeweils einer Fläche A und mit einer Spaltweite h , zwischen denen sich die Probe befindet. Die untere Platte hat die Geschwindigkeit Null ($v = 0$). Die obere Platte wird mit einer definierten Scherkraft F bewegt, woraus sich die Geschwindigkeit v ergibt. Es wird angenommen, dass die Probe zwischen den Platten aus Schichten besteht, die sich mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten zwischen $v = 0$ und v bewegen.



Legende

- 1 Probe
- v Geschwindigkeit
- A Scherfläche
- h Spaltweite
- F Scherkraft

Bild 1 — Zwei-Platten-Modell mit vereinfachter schematischer Darstellung der Grundgrößen eines Rotationsversuchs

Durch dieses Modell werden die nachfolgenden Größen in Gleichung (1) bis Gleichung (3) beschrieben:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (1)$$

Dabei ist

- τ die Schubspannung, in Pascal;
- F die Scherkraft, in Newton;
- A die Scherfläche, in Quadratmeter.

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{h} \quad (2)$$

Dabei ist

- $\dot{\gamma}$ die Scherrate, in reziproken Sekunden;
- v die Geschwindigkeit, in Meter je Sekunde;
- h die Spaltweite, in Meter.

Mittels des newtonschen Viskositätsgesetzes kann die Scherviskosität nach Gleichung (3) berechnet werden:

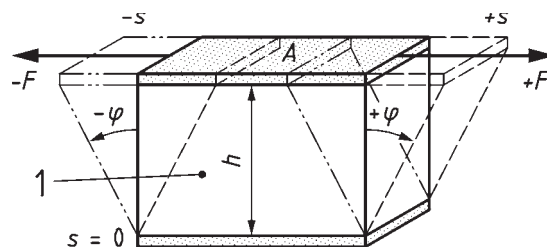
$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

Dabei ist

- η die Scherviskosität, in Pascal mal Sekunde.

5.3 Oszillationsrheometrie

Im Grundversuch Oszillation wird die Probe mit einer Winkelauslenkungs- oder Drehmoments-Amplitude bei gegebener Schwingungsfrequenz angeregt. Die sich einstellende Antwort oszilliert mit derselben Frequenz und wird durch eine Amplitude und eine Phasenverschiebung charakterisiert. In Tabelle A.2 und Tabelle A.3 sind die entsprechenden mechanischen Anregungs- und Antwortgrößen gelistet. Aus den gemessenen Daten können zur Charakterisierung des viskoelastischen Verhaltens u. a. der Schubspeichermodul G' (elastischer Schubmodul), der Schubverlustmodul G'' (viskoser Schubmodul), der Betrag der komplexen Viskosität $|\eta^*|$ und der Verlustfaktor $\tan \delta$ berechnet werden. Die mathematischen Grundlagen sind in A.3 beinhaltet. Schematisch können die Grundgrößen des Versuchs wiederum mit dem Zwei-Platten-Modell dargestellt (siehe Bild 2) werden.



Legende

- 1 Probe
- s Auslenkweg
- φ Auslenkwinkel
- A Scherfläche
- h Spaltweite
- F Scherkraft

Bild 2 — Zwei-Platten-Modell mit vereinfachter schematischer Darstellung der Grundgrößen eines Oszillationsversuchs

Durch dieses Modell können die nachfolgenden Größen nach Gleichung (4) veranschaulicht werden:

$$\gamma = \frac{s}{h} \quad (4)$$

Dabei ist

- γ die Scherdeformation, dimensionslos;
- s der Auslenkweg, in Meter;
- h die Spaltweite, in Meter.

Im Oszillationsversuch ändert sich die Scherdeformation γ sinusförmig mit der Zeit t , siehe Bild 3. Die dazugehörige Schubspannung τ ist innerhalb des linear-viskoelastischen Bereiches mit gleicher Kreisfrequenz ω um den Verlustwinkel δ verschoben. Es gilt Gleichung (5) und Gleichung (6):

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (5)$$

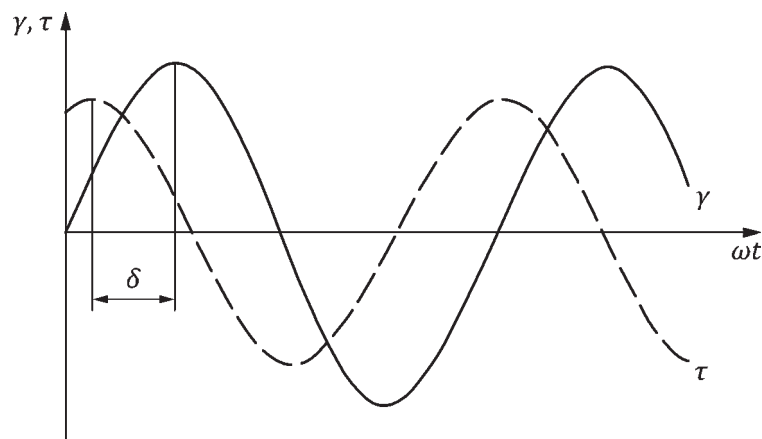
Dabei ist

- γ_0 die Amplitude der Scherdeformation, dimensionslos;
- ω die Kreisfrequenz, in Radiant je Sekunde;
- t die Zeit, in Sekunde.

$$\tau(t) = \tau_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (6)$$

Dabei ist

- τ_0 die Amplitude der Schubspannung, in Pascal;
- δ der Verlustwinkel, in Radiant;



Legende

- γ Scherdeformation
- τ Schubspannung
- ω Kreisfrequenz
- t Zeit
- δ Verlustwinkel

Bild 3 — Schematische Darstellung der Deformations- und Schubspannungsfunktion beim Oszillationsversuch

ANMERKUNG In der Praxis ist für den Verlustwinkel δ die Einheit Grad ($^{\circ}$) geläufig. Es gilt für die Umrechnung: $2\pi \text{ rad} = 360^{\circ}$.

Bei ideal-elastischem Verhalten (nach Hooke) beträgt der Verlustwinkel $\delta = 0^{\circ}$, d. h. Scherdeformation und Schubspannung sind stets in gleicher Phase. Bei ideal-viskosem Verhalten (nach Newton) beträgt der Verlustwinkel $\delta = \pi/2 = 90^{\circ}$, d. h. die Schubspannungskurve eilt der Scherdeformationskurve um 90° voraus.

Mittels des hookeschen Elastizitätsgesetzes können der komplexe Schubmodul G^* und dessen Betrag $|G^*|$ nach Gleichung (7) und Gleichung (8) berechnet werden:

$$G^* = \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} \quad (7)$$

$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (8)$$

Dabei ist

G^* der komplexe Schubmodul, in Pascal;

G' der Schubspeichermodul, in Pascal;

G'' der Schubverlustmodul, in Pascal;

G^* die Beschreibung des gesamten viskoelastischen Verhaltens.

Dieses kann nach Gleichung (9) und Gleichung (10) in den elastischen Anteil G' (Schubspeichermodul) und den viskosen Anteil G'' (Schubverlustmodul) aufgeteilt werden.

$$G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos \delta \quad (9)$$

$$G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin \delta \quad (10)$$

Das Verhältnis zwischen Schubverlustmodul G'' und Schubspeichermodul G' ist der Verlustfaktor $\tan \delta$, siehe Gleichung (11):

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

Das Verhältnis zwischen dem Betrag des komplexen Schubmoduls G^* und der Kreisfrequenz ω ist der Betrag der komplexen Viskosität η^* , siehe Gleichung (12):

$$|\eta^*| = \frac{|G^*|}{\omega} \quad (12)$$

Dabei ist

$|\eta^*|$ der Betrag der komplexen Viskosität, in Pascal mal Sekunde.

6 Messplatz

6.1 Allgemeines

Rheologische Eigenschaften werden mit dem Messsystem bestehend aus einem Messgerät (Viskosimeter oder Rheometer) und einer Messgeometrie (z. B. Kegel-Platte) untersucht.

Mit einem Viskosimeter kann nur die Rotationsviskosität bestimmt werden (Viskosimetrie). Dies bedeutet, dass die Viskositätsfunktion der Probe in Abhängigkeit von den Parametern Zeit, Temperatur, Scherrate, Schubspannung und weiteren, wie z. B. Druck, ermittelt werden kann.

Mit einem Rheometer ist es möglich, alle Grundversuche der Rotation und Oszillation durchzuführen (Rheometrie). Deshalb kann hiermit zusätzlich zur Viskositätsfunktion die viskoelastischen Eigenschaften, z. B. Schubspeichermodul und Schubverlustmodul, ermittelt werden.

Ein Messplatz, bestehend aus einem Messgerät und einer Messgeometrie sowie optionalem Zubehör, ist im Bild 4 dargestellt. Messgerät und einzelne Komponenten, wie z. B. das Temperiersystem, können rechnergesteuert betrieben werden.

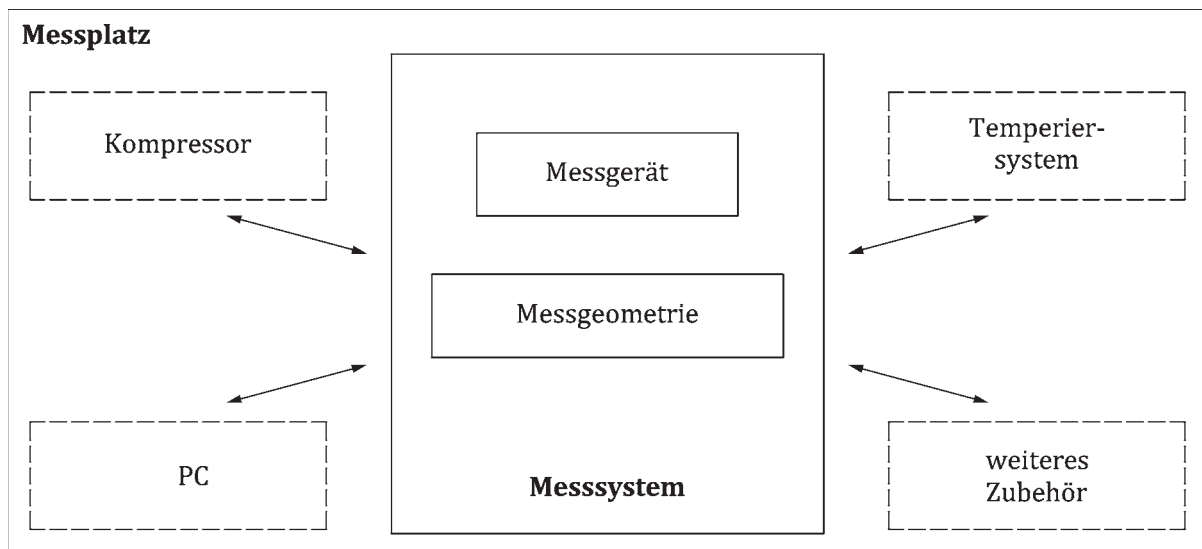


Bild 4 — Beispiel für einen Messplatz

Die zu untersuchende Probe befindet sich in einem Messspalt, in dem ein definiertes Strömungsprofil in der Probe erzeugt wird. Notwendige Voraussetzung dafür ist eine genügend kleine Spaltweite. Bei der Verwendung von Viskosimetern oder Rheometern müssen diese in der Lage sein, Drehmoment oder Drehzahl/Winkelauslenkung vorzugeben bzw. zu detektieren. Die Vorgabegröße muss dabei sowohl zeitabhängig als auch zeitunabhängig einstellbar sein.

Für viskosimetrische Messungen sind prinzipiell alle Viskosimeter geeignet, unabhängig von der Art der Lagerung der Antriebs- bzw. Detektionseinheit. Für Oszillationsmessungen müssen Rheometer mit möglichst geringer Eigenreibung der Antriebs- bzw. Detektionseinheit eingesetzt werden.

Um ein möglichst breites Anwendungsspektrum abzudecken, muss das Viskosimeter oder Rheometer in der Lage sein, mit verschiedenen Messgeometrien zu arbeiten. Der Bereich der sich einstellenden Drehmomente oder Winkelauslenkungen und der damit zugängliche Messbereich hängen vom Messsystem ab. Welches Messgerät und welche Messgeometrie zu wählen sind, ist abhängig von der Probe.

6.2 Temperiersysteme

Ein Temperiersystem besteht aus einer oder mehreren Temperierkomponente(n) zum Heizen und/oder Kühlen einschließlich der dafür erforderlichen Medien (z. B. Luft, Wasser, flüssiger Stickstoff) und der notwendigen Verbindungen (z. B. Schläuche und deren Isolation).

Die rheologischen Eigenschaften der Probe sind temperaturabhängig. Daher sind u. a. eine Regelung der Proben temperatur und deren Messung mit einem oder mehreren Temperaturfühler(n) in unmittelbarer Nähe der Probe notwendig.

Die Temperatur der Probe muss während des Messzeitraums zeitlich konstant sein.

6.3 Messgeometrien

6.3.1 Allgemeines

Eine Messgeometrie besteht aus zwei Teilen, die einen Probenraum bilden, in dem sich die Probe befindet. Eine Messgeometrie besteht aus einem Rotor und einem Stator oder aus zwei Rotoren.

Die Messgeometrie muss so gewählt werden, dass sie in ihren Abmessungen an den zu erwartenden Viskositätsbereich und die viskoelastischen Eigenschaften der Probe angepasst ist. Weiterhin muss die Messgeometrie hinsichtlich ihrer Spaltweite so gewählt werden, dass die möglicherweise vorhandenen Heterogenitäten der Probe (z. B. Partikel, Tröpfchen, Luftblasen) berücksichtigt sind. Die Größenordnung der Heterogenitäten muss mit geeigneten Methoden (z. B. Mikroskopie, Laserbeugung, Siebung oder Bestimmung der Mahlfeinheit) vorher bestimmt werden.

Im Folgenden werden Absolut- und Relativ-Messgeometrien für Rotationsviskosimeter bzw. -rheometer beschrieben.

Absolut-Messgeometrien sind koaxiale Zylinder-, Doppelspalt- und Kegel-Platte-Messgeometrien. Alle anderen sind Relativ-Messgeometrien.

Bei einer Absolut-Messgeometrie kann das Strömungsprofil in der gesamten Probe, unabhängig von deren Fließeigenschaft, exakt berechnet werden. Das gilt unter der Voraussetzung des laminaren Fließens und ohne Gleiten (Wandgleiten oder Gleiten zwischen den Strömungsschichten).

Bei Relativ-Messgeometrien, außer Platte-Platte-Messgeometrien, ist die Berechnung des Strömungsprofils nur möglich, wenn die Fließeigenschaft der Probe bekannt ist.

In der Praxis werden auch für Absolut-Messgeometrien Näherungen verwendet und damit Korrekturen durchgeführt. Die Herleitungen der Grundströmungen für die Absolut-Messgeometrien befinden sich in A.2.