

DIN EN ISO 3219-2



ICS 83.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2020-03-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 2884-1:2006-09,
DIN EN ISO 2884-2:2006-09 und
DIN EN ISO 3219:1994-10

**Rheologie –
Teil 2: Allgemeine Grundlagen der Rotations- und Oszillationsrheometrie
(ISO/DIS 3219-2:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3219-2:2020**

Rheology –

Part 2: General principles of rotational and oscillatory rheometry (ISO/DIS 3219-2:2020);
German and English version prEN ISO 3219-2:2020

Rhéologie –

Partie 2: Principes généraux du rhéométrie rotational et oscillatoire (ISO/DIS 3219-2:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3219-2:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-01-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nab@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 104 Seiten

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

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 3219-2:2020 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 2555	siehe	DIN EN ISO 2555
ISO/DIS 3219-1	siehe	E DIN EN ISO 3219-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3219:1994-10, DIN EN ISO 2884-1:2006-09 und DIN EN ISO 2884-2:2006-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Platte-Platte Messgeometrie wurde aufgenommen;
- b) relative Messgeometrien wurden aufgenommen;
- c) Oszillationsrheometrie wurde aufgenommen;
- d) die Angaben zum Kegel-Platte-Viskosimeter bei hohem Geschwindigkeitsgefälle (ISO 2884-1:1999) und zum Scheiben- oder Kugelviskosimeter bei festgelegter Geschwindigkeit (ISO 2884-2:2003) wurden in die Normenreihe ISO 3219 eingefügt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

Rheologie — Teil 2: Allgemeine Grundlagen der Rotations- und Oszillationsrheometrie (ISO/DIS 3219-2:2020)

Rhéologie — Partie 2 : Principes généraux du rhéométrie rotationnel et oscillatoire (ISO/DIS 3219-2:2020)

Rheology — Part 2: General principles of rotational and oscillatory rheometry (ISO/DIS 3219-2:2020)

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Messprinzipien	7
4.1 Allgemeines	7
4.2 Rotationsrheometrie	7
4.3 Oszillationsrheometrie	8
5 Messplatz	11
5.1 Messgerät	11
5.2 Temperiersysteme	12
5.3 Messgeometrien	12
5.3.1 Allgemeines	12
5.3.2 Absolut-Messgeometrien	13
5.3.3 Relativ-Messgeometrien	22
5.4 Ausgewähltes optionales Zubehör	27
5.4.1 Abdeckung mit oder ohne Lösemittelfalle	27
5.4.2 Passive und aktive thermische Abdeckungen	28
5.4.3 Absatzplatten	29
Anhang A (normativ) Informationen zur Rheometrie und zu Fließfeldformen	30
A.1 Rheologische Anregungs- und Antwortgrößen in Rotation und Oszillation	30
A.2 Fließfeldformen	31
A.2.1 Allgemeines	31
A.2.2 Zylinder-Messgeometrie	31
A.2.3 Kegel-Platte-Messgeometrie	36
A.2.4 Platte-Platte-Messgeometrie	37
A.3 Oszillationsrheometrie	39
A.3.1 Allgemeines	39
A.3.2 Berechnungsgrundlagen	42
A.3.3 Arbeitsgleichungen für die unterschiedlichen Gerätetypen	43
A.4 Formelzeichen und Einheiten	47
Literaturhinweise	50

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3219-2:2020) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3219:1994, EN ISO 2884-1:2006 und EN ISO 2884-2:2006 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 3219-2:2020 wurde von CEN als prEN ISO 3219-2:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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*, SC 9, *General test methods for paints and varnishes* in Zusammenarbeit mit dem ISO/TC 61, *Plastics*, SC 5, *Physical-chemical properties* erarbeitet.

Dieses Dokument ersetzt ISO 3219:1993, ISO 2884-1:1999 und ISO 2884-2:2003, die technisch überarbeitet wurden. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zu den Vorgängerausgaben sind folgende:

- die Platte-Platte Messgeometrie wurde aufgenommen;
- relative Messgeometrien wurden aufgenommen;
- Oszillationsrehometrie wurde aufgenommen;
- die Angaben zum Kegel-Platte-Viskosimeter bei hohem Geschwindigkeitsgefälle (ISO 2884-1:1999) und zum Scheiben- oder Kugelviskosimeter bei festgelegter Geschwindigkeit (ISO 2884-2:2003) wurden in die Normenreihe ISO 3219 eingefügt.

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.

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 durch die jeweilige Messgeometrie (cc – koaxiale Zylinder, cp – Kegel-Platte) festgelegte Spaltweite.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Abstand der Randflächen wird gegeben durch Radiendifferenz (cc), Kegelwinkel (cp), Abstand zwischen zwei Platten.

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 k_τ und Deformationsfaktor k_γ

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Fließfeldkoeffizient k verknüpft die Winkelgeschwindigkeit $\dot{\Omega}$ und das Drehmoment M mit der Scherviskosität η der Flüssigkeit durch folgende Gleichung:

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

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 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 ($\text{Pa}\cdot\text{s}$) angegeben werden außer bei Platte-Platte-Messgeometrien unter Verwendung der in 5.3.3.1.2 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

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

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

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

4 Messprinzipien

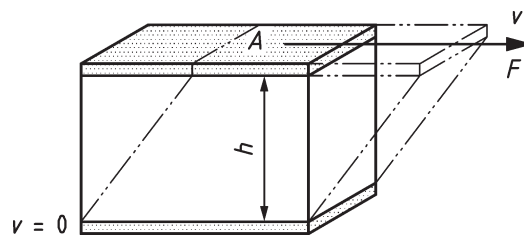
4.1 Allgemeines

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

Diese können mit verschiedenen Messarten durchgeführt werden: deformationsgesteuert (CD – aus dem Englischen für Controlled Deformation), scherraten gesteuert (CR – aus dem Englischen für Controlled Rate) oder schubspannungsgesteuert (CS – aus dem Englischen für Controlled Stress). Das Materialverhalten wird durch mehrere Messpunkte beschrieben. Die Voraussetzungen für die Erfassung der einzelnen Messpunkte werden in ISO 3219-3 [2] im Detail beschrieben. Die Fehlerbetrachtung erfolgt in ISO 3219-4 [3] und ISO 3219-5 [4].

4.2 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 werden die Grundgrößen des Versuchs mit dem Zwei-Platten-Modell dargestellt. Dabei wird ein infinitesimaler Ausschnitt aus der Messgeometrie betrachtet (Bild 1). Das Zwei-Platten-Modell besteht aus zwei parallelen Platten mit jeweils einer Fläche A und mit einer Spaltweite h zwischen der 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 in Schichten vorliegt, die sich mit unterschiedlicher Geschwindigkeiten zwischen $v = 0$ und v bewegen.



Legende

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 lässt sich die Scherviskosität nach Gleichung 3 berechnen:

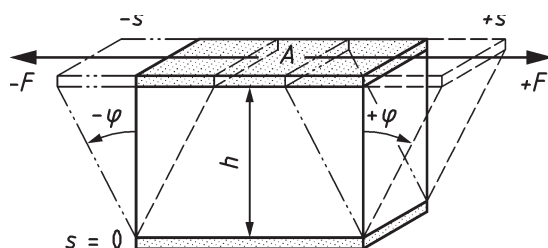
$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

Dabei ist

- η die Scherviskosität, in Pascal mal Sekunde.

4.3 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 lassen sich 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 $\tan \delta$ berechnen. Die mathematischen Grundlagen sind in A.3 beinhaltet. Schematisch werden die Grundgrößen des Versuchs wiederum mit dem Zwei-Platten-Modell dargestellt (Bild 2).



Legende

- s Auslenkweg
- φ Auslenkwinkel
- h Spaltweite
- F Scherkraft

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

Durch dieses Modell lassen sich die nachfolgenden Größen nach Gleichung 4 veranschaulichen:

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

Dabei ist

γ die Scherdeformation, in 1;

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:

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

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

Dabei ist

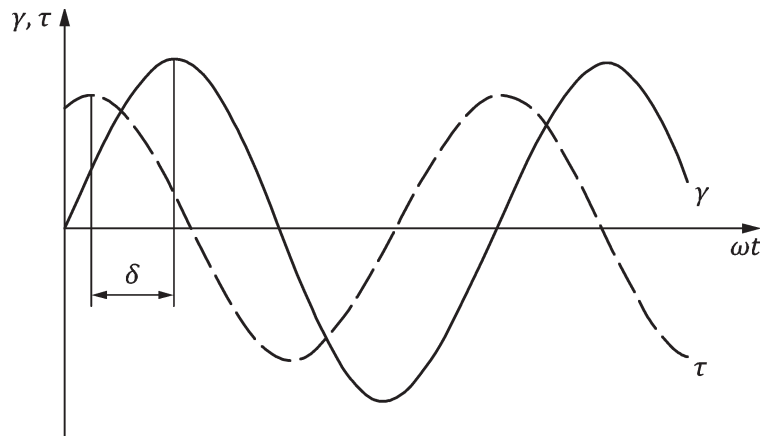
γ_0 die Amplitude der Scherdeformation, in 1;

τ_0 die Amplitude der Schubspannung, in Pascal;

δ der Verlustwinkel, in Radiant;

ω die Kreisfrequenz, in Radiant je Sekunde;

t die Zeit, in Sekunde.



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

Mittels des hookeschen Elastizitätsgesetzes lassen sich der komplexe Schubmodul G^* und dessen Betrag $|G^*|$ nach Gleichung 7 und Gleichung 8 berechnen:

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

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

Dabei ist

G^* der komplexe Schubmodul, in Pascal;

G' der Schubspeichermodul, in Pascal;

G'' der Schubverlustmodul, in Pascal.

G^* beschreibt das gesamte viskoelastische Verhalten.

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:

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

Dabei ist

$\tan \delta$ der Verlustfaktor, in 1.

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;

ω die Kreisfrequenz, in Radiant je Sekunde.

5 Messplatz

5.1 Messgerät

Rheologische Eigenschaften werden mit dem Messgerät (Viskosimeter oder Rheometer) 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 lassen sich hiermit zusätzlich zur Viskositätsfunktion die viskoelastischen Eigenschaften, z. B. Schubspeichermodul und Schubverlustmodul, ermitteln.

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.

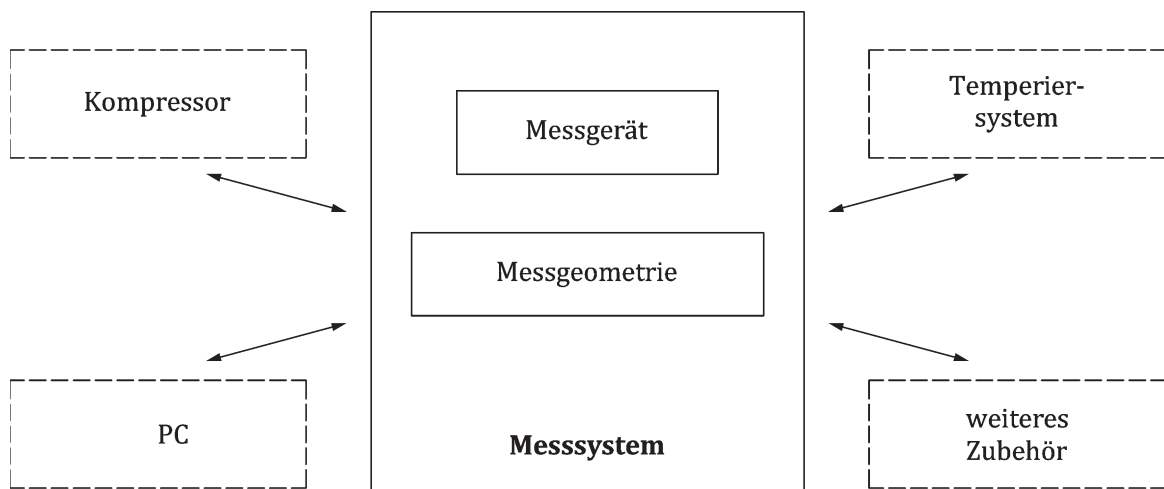


Bild 4 — Beispiel für einen Messplatz

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 (siehe auch ISO 3219-4). 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 sind Rheometer mit möglichst geringer Eigenreibung der Antriebs- bzw. Detektionseinheit einzusetzen.

Um ein möglichst breites Anwendungsspektrum abdecken zu können, 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; weiteres siehe ISO 3219-3.

5.2 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 und Anschlüsse (z. B. Schläuche und deren Isolation).

ANMERKUNG Es stehen verschiedene Temperiersysteme zur Auswahl, z. B. Peltier-Elemente, Flüssigkeits-thermostaten, Kryostaten, Konvektions- oder Strahlungs-Temperierkammern; weiteres siehe ISO 3219-3.

Die rheologischen Eigenschaften der Probe sind temperaturabhängig. Daher sind u. a. eine Regelung der Probertemperatur 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; weiteres siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5.

5.3 Messgeometrien

5.3.1 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, Tropfen, Luftblasen) berücksichtigt sind, siehe ISO 3219-4. Die Größenordnung der Heterogenitäten ist mit geeigneten Methoden (z. B. Mikroskopie, Laserbeugung, Siebung oder Bestimmung der Mahlfeinheit) vorher zu bestimmen. Die Einsatzbereiche, Vor- und Nachteile der jeweiligen Messgeometrien werden in ISO 3219-3 näher beschrieben.

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. Der Einfluss dieser Korrekturen auf die Messwerte ist, im Vergleich zum Gesamtmessfehler, vernachlässigbar (siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5).

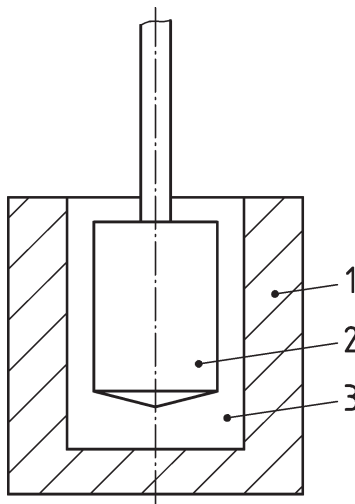
Die Herleitungen der Grundströmungen für die Absolut-Messgeometrien befinden sich in A.2.

5.3.2 Absolut-Messgeometrien

5.3.2.1 Koaxiale Zylinder-Messgeometrie

5.3.2.1.1 Beschreibung der Messgeometrie

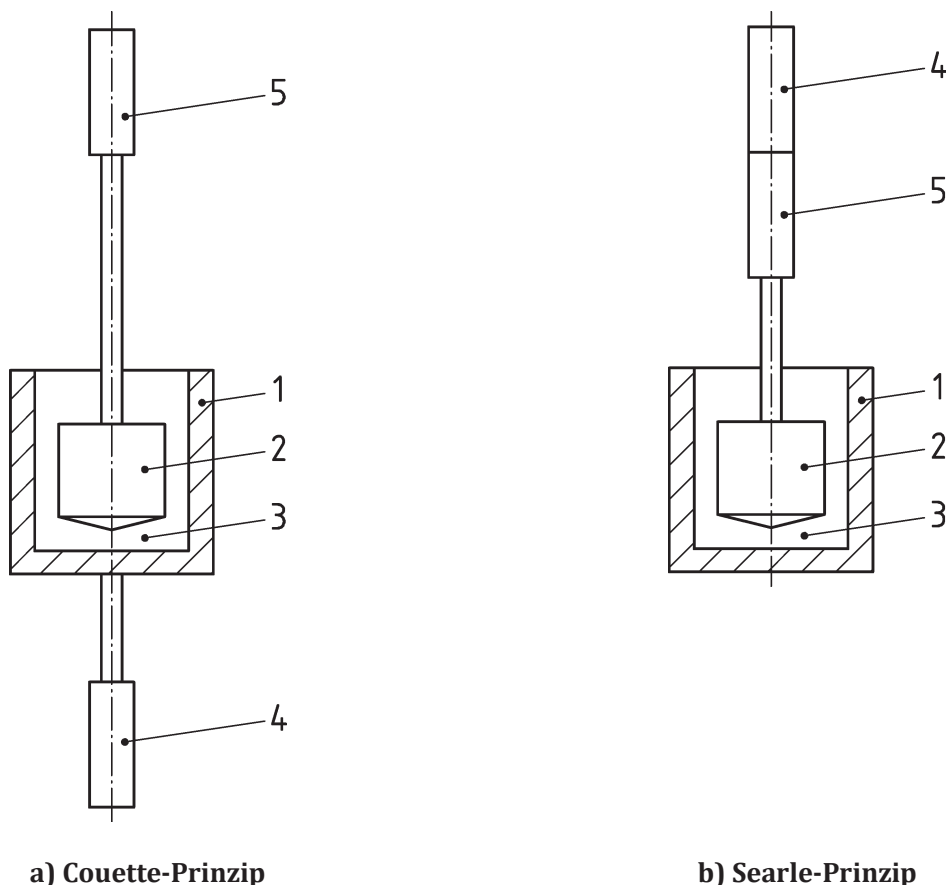
Die Messgeometrie besteht aus einem Messbecher (d. h. dem Außenzylinder) und einem Messkörper (d. h. dem Innenzylinder mit Schaft, wie im Bild 5 dargestellt). Der Messkörper kann als Rotor dienen und der Messbecher als Stator (Searle-Prinzip), oder umgekehrt (Couette-Prinzip), siehe Bild 6. Wenn nicht anders angegeben, wird im Folgenden das Searle-Prinzip angenommen.



Legende

- 1 Messbecher (Außenzylinder)
- 2 Messkörper (Innenzylinder)
- 3 Probenraum

Bild 5 — Prinzipskizze einer koaxialen Zylinder-Messgeometrie



a) Couette-Prinzip

b) Searle-Prinzip

Legende

- 1 Messbecher (Außenzylinder)
- 2 Messkörper (Innenzylinder)
- 3 Probenraum
- 4 Antrieb
- 5 Messsensor

Bild 6 — Searle- und Couette-Prinzip

Das im Messspalt der Zylinder-Messgeometrie entstehende Strömungsprofil wird nach A.2.2 berechnet. Der Messspalt ist der Raum zwischen der Mantelfläche des Messkörpers mit Radius R_1 und der Mantelfläche des Messbechers mit Radius R_2 gleicher Länge L , siehe Bild 7.

5.3.2.1.2 Berechnungsverfahren

Zur Berechnung von Schubspannung τ und Scherrate $\dot{\gamma}$ werden am zweckmäßigsten repräsentative Werte verwendet, die nicht am Innenradius des Außenzylinders R_2 oder Außenradius des Innenzylinders R_1 der Messgeometrie, sondern an einem bestimmten geometrischen Ort innerhalb des Messspaltes auftreten. τ_{rep} ist in einer für die gegebenen Radienverhältnisse ($\delta \leq 1,1$) guten Näherung als arithmetischer Mittelwert der Schubspannung am Außenzylinder τ_1 und Innenzylinder τ_2 definiert. Für größere Werte und damit Relativ-Messgeometrien siehe 5.3.3.2.

Dieses Dokument beschränkt sich ausschließlich auf diese Näherung:

$$\tau = \tau_{\text{rep}} = \frac{\tau_1 + \tau_2}{2} \quad (13)$$

Für die repräsentative Schubspannung gilt:

$$\tau_{rep} = k_{\tau} \cdot M = \frac{1 + \delta^2}{2 \cdot \delta^2} \cdot \frac{1}{2 \pi \cdot L \cdot R_1^2 \cdot c_L} \cdot M \quad (14)$$

Für die repräsentative Scherrate gilt:

$$\dot{\gamma}_{rep} = k_{\dot{\gamma}} \cdot \Omega = \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega = \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot 2\pi \cdot n \quad (15)$$

Für die Standardgeometrie mit $\delta = 1,084\,7$ ergibt sich:

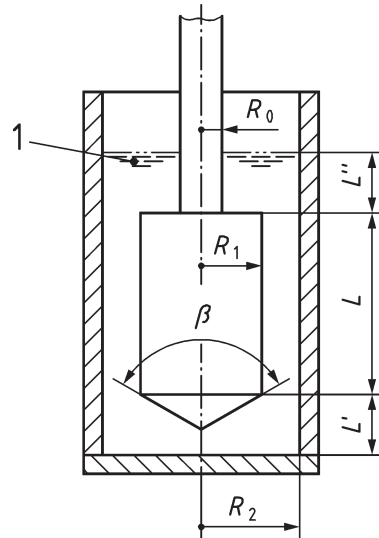
$$\tau_{rep} = 0,044\,6 \cdot \frac{M}{R_1^3} \quad (16)$$

$$\dot{\gamma}_{rep} = 77,46 \cdot n \quad (17)$$

Dabei ist unter Berücksichtigung von Bild 7

- k_{τ} der Schubspannungsfaktor zur Umrechnung des Drehmomentes in die Schubspannung, in reziproken Kubikmetern;
- $k_{\dot{\gamma}}$ der Scherratenfaktor zur Umrechnung der Winkelgeschwindigkeit in die Scherrate, in reziproken Radiant;
- τ_1 die Schubspannung am Außenradius des Innenzylinders, in Pascal;
- τ_2 die Schubspannung am Innenradius des Außenzylinders, in Pascal;
- M das Drehmoment, in Newton mal Meter;
- n die Drehzahl, in reziproken Sekunden;
- Ω die Winkelgeschwindigkeit, in Radiant je Sekunde;
- R_1 der Außenradius des Innenzylinders, in Meter;
- R_2 der Innenradius des Außenzylinders, in Meter;
- δ das Radienverhältnis aus dem Innenradius des Außenzylinders und dem Außenradius des Innenzylinders;
- L die Länge des Innenzylinders, in Meter;
- c_L der Stirnflächenfaktor, in 1.

ANMERKUNG Der Stirnflächenfaktor hängt von der Messgeometrie und von den rheologischen Eigenschaften der Probe ab und muss experimentell bestimmt werden. Weiteres siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5.



Legende

- 1 Probe
- R_0 Radius des Schaftes
- R_1 Außenradius des Innenzylinders
- R_2 Innenradius des Außenzylinders
- β Stirnflächenöffnungswinkel auf der Unterseite des Innenzylinders
- L Länge des Innenzylinders
- L' Abstand zwischen der Unterkante des Innenzylinders und dem Boden des Außenzylinders
- L'' eintauchende Schaftlänge

Bild 7 — Standard-Messgeometrie für koaxiale Zylinder

Für die im Bild 7 schematisch dargestellte Standard-Messgeometrie für koaxiale Zylinder wurde der Stirnflächenfaktor c_L (Widerstandsbeiwert für die Stirnflächenkorrektur, der das an den Endflächen der Messgeometrie wirkende Drehmoment berücksichtigt) experimentell bestimmt und beträgt für Proben mit newtonschem Fließverhalten $c_L = 1,1$ für die in Gleichung 18 angegebenen Verhältnisse. Abweichungen von 1,1 sind möglich und erfordern dann eine experimentelle Bestimmung des Stirnflächenfaktors.

Für die Standard-Messgeometrie für koaxiale Zylinder gelten diese festgelegten Verhältnisse:

$$\frac{L}{R_1} = 3, \quad \frac{L'}{R_1} = 1, \quad \frac{L''}{R_1} = 1, \quad \frac{R_0}{R_1} = 0,3, \quad \delta = \frac{R_2}{R_1} = 1,0847, \quad \beta = 120^\circ \quad (18)$$

Dabei ist

- L die Länge des Innenzylinders, in Meter;
- L' der Abstand zwischen der Unterkante des Innenzylinders und dem Boden des Außenzylinders, in Meter;
- L'' die eintauchende Schaftlänge, in Meter;
- R_0 der Radius des Schaftes, in Meter;
- R_1 der Außenradius des Innenzylinders, in Meter;
- R_2 der Innenradius des Außenzylinders, in Meter;
- β der Stirnflächenöffnungswinkel auf der Unterseite des Innenzylinders, in Grad.

5.3.2.1.3 Vor- und Nachteile

— Vorteile:

- Bestimmung von Absolut-Messwerten;
- Handhabungsfehler durch Über- oder Unterfüllung kleiner als bei Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messgeometrien;
- Je nach Spaltweite auch gut für grobdisperse Proben geeignet (Faustregel: Spalt mindestens 10× größer als der Durchmesser des dispergierten Stoffes, z. B. Partikel, Tropfen. Einzelheiten siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5.);
- Durch geringe Randfläche im Verhältnis zum Probenvolumen kaum Verdunstungseinfluss;
- Viskositätsbereich von nieder- bis hochviskos abdeckbar durch Variation der Abmessungen der koaxialen Zylinder-Messgeometrie (siehe ISO 3219-3);
- Geringe Scherratenverteilung im Messspalt im Vergleich zur Platte-Platte-Messgeometrie.

— Nachteile:

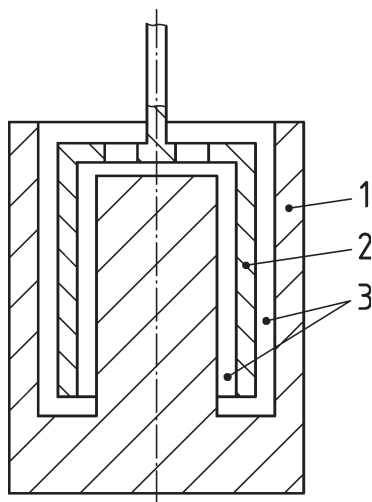
- In Abhängigkeit von der Empfindlichkeit des Messgerätes und der verwendeten Messgeometrie ein größeres Probenvolumen erforderlich als bei Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messgeometrien;
- In der Regel größere Massenträgheit im Vergleich zu Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messgeometrien;
- Aufwendigere Reinigung im Vergleich zu Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messgeometrien;
- Stärkere Schädigung der Probenstruktur beim Einbringen des Rotors in die Probe im Vergleich zur Platte-Platte-Messgeometrie mit normalkraftgesteuerter Spalteinstellung;
- Auf Grund des höheren Probenvolumens und der größeren Dimensionen der Messgeometrie im Vergleich zu Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messgeometrien niedrigere Heiz- und Kühlraten realisierbar und damit längere Temperierzeiten erforderlich;
- Gefahr des Luftblaseneinschlusses beim Einbringen des Rotors in die Probe.

5.3.2.2 Doppelspalt-Messgeometrie

5.3.2.2.1 Beschreibung der Messgeometrie

Die Messgeometrie ist eine Variante einer koaxialen Messgeometrie und besteht aus einem Messbecher mit Inneneinsatz und einem Hohlzylinder, die koaxial zueinander angeordnet sind, wie im Bild 8 dargestellt.

Bei der Doppelspalt-Messgeometrie sind Schubspannung τ und Scherrate $\dot{\gamma}$ im Messspalt nicht konstant, sondern nehmen von innen nach außen ab. Die Berechnung geht von einem repräsentativen Messwert innerhalb des Messspaltes aus.

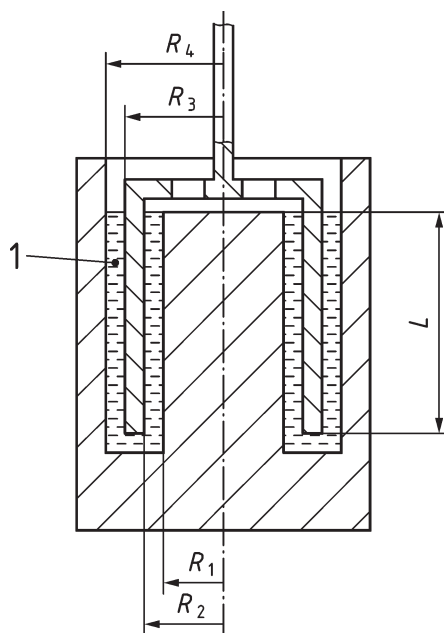


Legende

- 1 Messbecher mit Inneneinsatz
- 2 Hohlzylinder mit Entlüftungsöffnungen
- 3 Probenraum

Bild 8 — Prinzipskizze einer Doppelspalt-Messgeometrie

5.3.2.2.2 Berechnungsverfahren



Legende

- 1 Probe
- L Wirklänge des Hohlzylinders
- R_1 Außendurchmesser des Inneneinsatzes
- R_2 Innendurchmesser des Hohlzylinders
- R_3 Außendurchmesser des Hohlzylinders
- R_4 Innendurchmesser des Messbechers

Bild 9 — Doppelspalt-Messgeometrie

Für die Doppelspalt-Messgeometrie gelten nach Bild 9 folgende Verhältnisse:

$$\delta = \frac{R_2}{R_1} = \frac{R_4}{R_3} \leq 1,15 \quad (19)$$

$$\frac{L}{R_3} \geq 3 \quad (20)$$

Für die repräsentative Schubspannung gilt:

$$\tau_{\text{rep}} = \frac{1 + \delta^2}{4\pi \cdot L(\delta^2 R_3^2 + R_2^2) \cdot c_L} \cdot M \quad (21)$$

Die repräsentative Scherrate wird analog zur coaxialen Zylinder-Messgeometrie berechnet:

$$\dot{\gamma}_{\text{rep}} = \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega = \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot 2\pi \cdot n \quad (22)$$

Dabei ist

- δ das Radienverhältnis;
- L die Wirklänge des Hohlzylinders, in Meter;
- n die Drehzahl, in reziproken Sekunden;
- Ω die Winkelgeschwindigkeit, in Radiant je Sekunde;
- R_1 der Außendurchmesser des Inneneinsatzes, in Meter;
- R_2 der Innendurchmesser des Hohlzylinders, in Meter;
- R_3 der Außendurchmesser des Hohlzylinders, in Meter;
- R_4 der Innendurchmesser des Messbechers, in Meter;
- c_L der Stirnflächenfaktor, in 1.

ANMERKUNG Der Stirnflächenfaktor hängt von der Messgeometrie und von den rheologischen Eigenschaften der Probe ab und muss experimentell bestimmt werden. Weiteres siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5.

5.3.2.2.3 Vor- und Nachteile

Siehe 5.3.2.1.3. Zusätzlich bzw. abweichend gelten:

— *Vorteile:*

- Durch größere Messfläche im Vergleich zur coaxialen Zylinder-Messgeometrie Erweiterung des zugänglichen Messbereiches für niederviskose Proben (siehe ISO 3219-3);
- Für Oszillationsmessungen besser geeignet, da bei gleichem Außendurchmesser des Messkörpers das Trägheitsmoment der Doppelspalt-Messgeometrie deutlich geringer im Vergleich zur Zylinder-Messgeometrie ist.

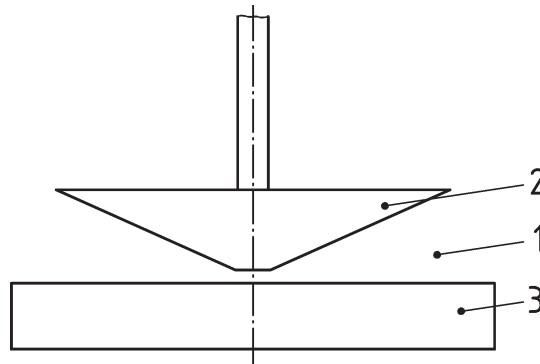
— Nachteile:

- Befüllungsfehler hat im Vergleich zur koaxialen Zylinder-Messgeometrie größere Auswirkungen;
- Nur für niederviskose Proben geeignet.

5.3.2.3 Kegel-Platte-Messgeometrie

5.3.2.3.1 Beschreibung der Messgeometrie

Die Messgeometrie besteht aus einem Kegel und einer Platte (siehe Bild 10).



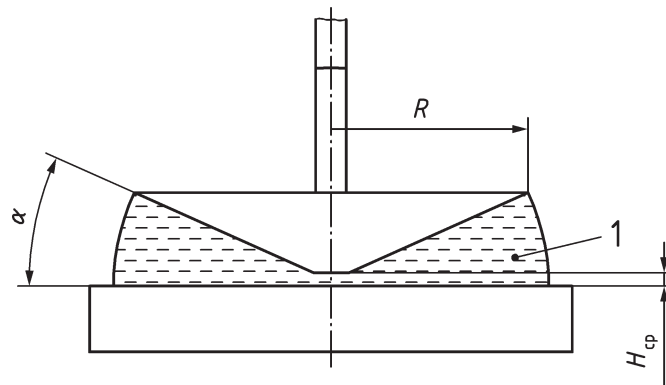
Legende

- 1 Probenraum
- 2 Kegel
- 3 Platte

Bild 10 — Prinzipskizze einer Kegel-Platte-Messgeometrie

Der Winkel zwischen dem Kegel und der Platte (Kegelwinkel) muss möglichst klein sein, auf keinen Fall größer als 5° . Mit der abgeflachten Kegelspitze (Kegelstumpf) wird ein Reibungseinfluss zwischen Kegelspitze und Platte vermieden. Aus abgeflachter Kegelspitze und Winkel ergibt sich der festgelegte Messspalt für den individuellen Kegel. Details siehe Bild 11. Das Ausmaß der Kegelspitzenabnahme, d. h. der Abstand zwischen abgeflachter Kegelspitze und Platte hat einen Einfluss auf das Messergebnis.

ANMERKUNG 1 Es gibt auch Kegelgeometrien mit nicht abgeflachter Kegelspitze. Dieses und der Einfluss der Abnahme der Kegelspitze wird in ISO 3219-4 und ISO 3219-5 beschrieben.



Legende

- 1 Probe
 R Radius des Kegels
 α Kegelwinkel
 H_{cp} Abstand zwischen abgeflachter Kegelspitze und Platte

Bild 11 — Kegel-Platte-Messgeometrie

5.3.2.3.2 Berechnungsverfahren

Die Herleitung der Schubspannung bzw. Scherrate für diese Kegel-Platte-Messgeometrie kann A.2.3 entnommen werden. Für Kegelwinkel $> 3^\circ$ müssen die exakten Gleichungen in A.2.3 und Gleichung (23) und Gleichung (24) verwendet werden.

Wenn $\alpha \leq 0,05$ rad (d. h. $\alpha \leq 3^\circ$) ist, können die folgenden Gleichungen für die Berechnung der Schubspannung und der Scherrate angewendet werden:

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \quad (23)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\alpha} \quad (24)$$

Dabei ist

- M das Drehmoment, in Newton mal Meter;
 R der Radius des Kegels, in Meter;
 α der Winkel zwischen Kegel und Platte, in Radiant;
 Ω die Winkelgeschwindigkeit, in Radiant je Sekunde.

5.3.2.3.3 Vor- und Nachteile

— Vorteile:

- Bestimmung von Absolut-Messwerten;
- Für kleine Kegelwinkel kann die Scherdeformation bzw. Scherrate im Kegelspalt als hinreichend konstant angesehen werden;
- Schnellere Reinigung im Vergleich zu koaxialen Zylinder- und Doppelspalt-Messgeometrien;

- Geringere Füllmenge als bei koaxialen Zylinder-Messgeometrien;
 - Viskositätsbereich von nieder- bis hochviskos abdeckbar durch Variation der Abmessungen der Kegel-Platte-Messgeometrie (siehe ISO 3219-3);
 - Geringes Trägheitsmoment im Vergleich zu koaxialen Zylinder-Messgeometrien, d. h. bessere Detektion von Kurzzeit-Effekten, z. B. in Oszillations-, Kriech- oder Relaxationsexperimenten (siehe ISO 3219-3);
 - Kürzere Temperierzeiten und höhere Heiz- und Kühlraten im Vergleich zu koaxialen Zylinder- und Doppelspalt-Messgeometrien.
- *Nachteile:*
- Spaltweite deutlich kleiner als bei koaxialen Zylinder-Messgeometrien, wodurch die maximale Größe des dispergierten Stoffes (z. B. Partikel, Tropfen) begrenzt ist;
 - Darf bei dispersen Systemen nur verwendet werden, wenn der Durchmesser des dispergierten Stoffes (z. B. Partikel, Tropfen) höchstens 1/10 des Abstands der abgeflachten Kegelspitze und der Platte H_{cp} (siehe Bild 11) beträgt. Abweichungen siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5;
 - Starker Einfluss von eventueller Lösemittelverdunstung wegen größerer Randfläche im Vergleich zum Probenvolumen (Einsatz einer Lösemittelfalle minimiert den Effekt);
 - Im Vergleich zu koaxialen Zylinder- und Doppelspalt-Messgeometrien höherer Einfluss durch Unter- oder Überfüllung;
 - Hohe Beeinflussung der Probenstruktur durch Trimmen möglich;
 - Größerer Einfluss einer Spaltweitenänderung durch Temperaturänderung;
 - Größerer Einfluss von Änderungen der Oberflächenrauheit, z. B. durch abrasive Proben oder falsche Reinigungsprozedur;
 - Ungeeignet für sedimentierende Proben;
 - Messspalt-Entleerung möglich.

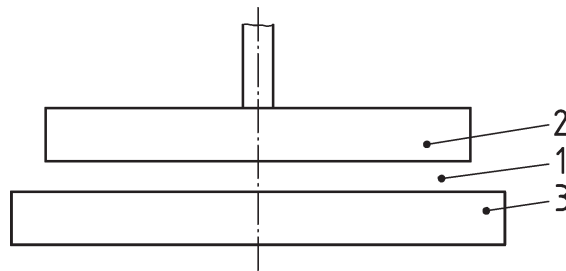
5.3.3 Relativ-Messgeometrien

5.3.3.1 Platte-Platte-Messgeometrie

Im Gegensatz zur Kegel-Platte-Messgeometrie ist bei der Platte-Platte-Messgeometrie die Scherrate im Messspalt nicht konstant. Mittels Korrekturen ist es möglich, mit einer Platte-Platte-Messgeometrie im Rahmen der Messgenauigkeit identische Messwerte im Vergleich zu einer Absolut-Messgeometrie zu erhalten, siehe 5.3.3.1.2. Dies gilt für alle anderen Relativ-Messgeometrien nicht.

5.3.3.1.1 Beschreibung der Messgeometrie

Die Messgeometrie besteht aus einer oberen und einer unteren Platte, die planparallel zueinander sind (siehe Bild 12).



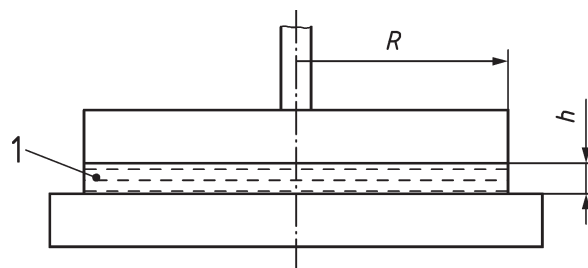
Legende

- 1 Probenraum
- 2 obere Platte
- 3 untere Platte

Bild 12 — Prinzipskizze einer Platte-Platte-Messgeometrie

Die Spaltweite h zwischen den Platten (siehe Bild 13) ist frei wählbar. Ein in der Praxis üblicher Wert ist 1 mm. Die Spaltweite h muss jedoch so gewählt werden, dass eine vollständige Benetzung an der unteren und oberen Messplatte durch die Probe sichergestellt ist. Andererseits muss sie so gewählt werden, dass die Dimension von evtl. vorhandenen Heterogenitäten der Probe mindestens $10\times$ kleiner als die Spaltweite h ist. Bei der Auswahl der Spaltweite sind die entstehenden Messfehler für sehr kleine und sehr große Spaltweiten zu berücksichtigen (siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5).

In dieser Messgeometrie entsteht eine radiale Verteilung der Scherdeformation bzw. Scherrate, d.h. sie variieren vom Wert Null im Mittelpunkt der Platte zu einem maximalen Wert am Plattenrand. Bei Vorgabe der Winkelgeschwindigkeit hängt das gemessene Drehmoment direkt von der Fließfunktion der Probe über die gesamte Scherratenverteilung im Messpalt ab. Dies gilt auch für den Fall, dass ein Drehmoment vorgegeben und die Winkelgeschwindigkeit gemessen wird. Das ist der wesentliche Grund, warum diese Messgeometrie der Gruppe der relativen Messgeometrien zugeordnet ist.



Legende

- 1 Probe
- R Radius der Platte
- h variable Spaltweite

Bild 13 — Platte-Platte-Messgeometrie

5.3.3.1.2 Berechnungsverfahren

Für nicht-newtonsche Flüssigkeiten muss für die Berechnung der Schubspannung τ und der Scherrate $\dot{\gamma}$ nach Rabinowitsch-Weissenberg [7] und wie in der ISO 3219-4 und ISO 3219-5 beschrieben, korrigiert werden.

Ausschließlich für newtonsche Flüssigkeiten und darüber hinaus ausschließlich am äußeren Plattenrand können für diese Berechnungen die folgenden Gleichungen angewendet werden:

$$\tau = \frac{2}{\pi R^3} \cdot M \quad (25)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{R}{h} \cdot \Omega \quad (26)$$

Dabei ist

- M das Drehmoment, in Newton mal Meter;
- R der Radius der Platte, in Meter;
- h die variable Spaltweite, in Meter;
- Ω die Winkelgeschwindigkeit, in Radiant je Sekunde.

5.3.3.1.3 Vor- und Nachteile

Siehe auch 5.3.2.3.3. zusätzlich bzw. abweichend gelten:

- *Vorteile:*
 - Variable Spaltweite unter Berücksichtigung der Probeneigenschaften und der Messgerätegrenzen;
 - Verschiedene Sonder-Bauformen und -materialien möglich, z. B. Aluminium-Einwegplatten, Quarzglas-Platten, Acryl-Platten;
 - Strukturschonendes Einfüllen durch normalkraftgesteuerte Spalteinstellung möglich;
 - Messung von grobdispersen Proben möglich;
 - Physikalisch-chemisch bedingte Volumenänderungen der Probe können über Messspalt-Änderung kompensiert werden, z. B. Vernetzungsschrumpfung, Quellung, thermische Proben-Ausdehnung;
 - Wandgleiten kann durch Verwendung von Platten mit gleichem Durchmesser aber mit unterschiedlicher Oberflächen-Struktur, z. B. durch Profilieren oder Sandstrahlen, quantifiziert werden.
- *Nachteile im Vergleich zu Absolut-Messgeometrien:*
 - Bei nicht-newtonschen Proben werden ohne Berücksichtigung der Rabinowitsch-Korrektur Relativ-Messwerte erhalten.

5.3.3.2 Koaxiale Relativ-Zylinder-Messgeometrien mit einem Radienverhältnis > 1,1

Bei diesen Messgeometrien handelt es sich um Relativ-Messgeometrien, da das Verfahren der Ermittlung der repräsentativen Werte nach A.2.2 nicht angewendet werden kann. Die Ermittlung der Werte bezieht sich in dem Fall auf den Radius des Innenzylinders der Messgeometrie. Bei nicht-newtonschen Flüssigkeiten treten Abweichungen im Vergleich zu Messergebnissen, die unter Verwendung der Standardgeometrie ermittelt wurden, auf. Diese sind in ISO 3219-4 und ISO 3219-5 näher beschrieben.

5.3.3.3 Relativ-Messgeometrien mit Oberflächenmodifizierung

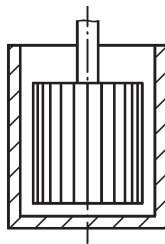
Derartige Messgeometrien werden bei unerwünschten probenbedingten Effekten eingesetzt. Beispiele hierfür sind Wandgleiten und Sedimentation. Eine Oberflächenmodifizierung bedeutet eine Abweichung zu den bisher beschriebenen Messgeometrien (Platte-Platte, Kegel-Platte und koaxiale Zylinder Messgeometrien) durch eine zusätzliche Bearbeitung der Fläche, die mit der Probe in Kontakt steht. Dazu zählen zum Beispiel Profilieren (z. B. vertikal – siehe Bild 14a), Zylinder mit Wendelnut (siehe Bild 14b), Sandstrahlen und Beschichten. Die Messwerte sind abhängig von der Oberflächenmodifizierung.

— Vorteile:

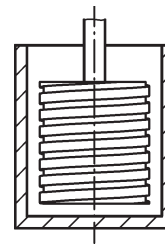
- Vermeidung von unerwünschten probenbedingten Effekten;
- Gezieltes Erzeugen oder Unterdrücken von Wandgleiteffekten.

— Nachteile:

- Für profilierte Messgeometrien höherer Reinigungsaufwand;
- Einschränkung der minimalen Spaltweite bei profilierten Messgeometrien.



a) Zylinder mit vertikaler Profilierung am Messbecher und Messkörper (gegen Wandgleiten)



b) Zylinder mit helikaler Wendelnut auf dem Messkörper (gegen Sedimentation)

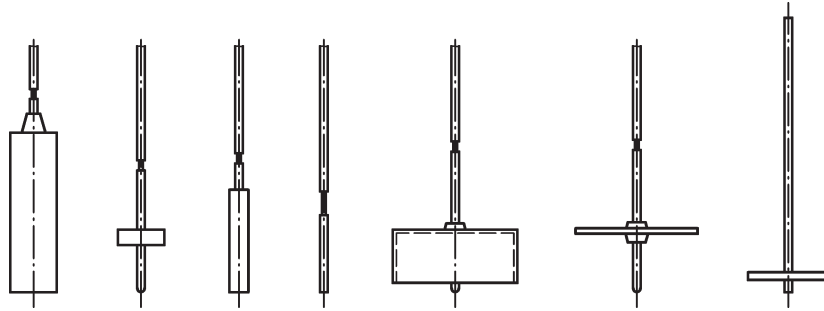
Bild 14 — Relativ-Messgeometrien mit Oberflächenmodifizierung

5.3.3.4 Ausgewählte Sonderbauformen von Relativ-Messgeometrien

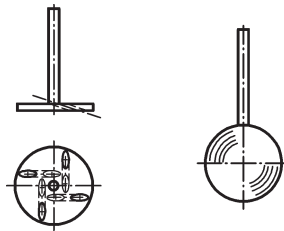
Eine Auswahl von Relativ-Messgeometrien ist im Bild 15 dargestellt. Mit derartigen Messgeometrien können keine Absolut-Messwerte ermittelt werden, sodass solche Messwerte im Protokoll als Relativ-Werte gekennzeichnet werden müssen. Dies gilt auch, wenn das Messsystem (Messgerät und Messgeometrie) mit einer Referenzflüssigkeit justiert wurde (siehe 3.6 und ISO 3219-3).

Relativ-Messgeometrien werden immer dann eingesetzt, wenn Absolut-Messgeometrien nicht verwendet werden können. Das gilt z. B. für:

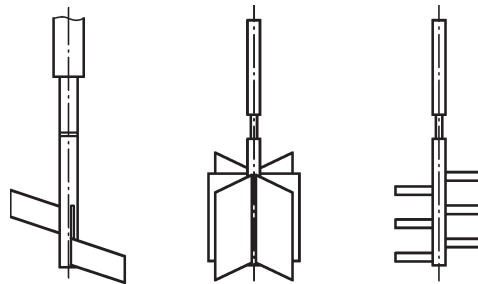
- Proben mit Partikeln größer als 1/10 der gewählten Spaltweite. Abweichungen siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5;
- Messungen in Originalgebinden;
- Optimierung der Versuchsdurchführung, um mit minimaler Strukturbeeinflussung bei Anfahren der Messposition eine Messung zu beginnen;
- Helipath-Versuchsdurchführung, das ist eine vertikale Bewegung der rotierenden Messgeometrie während der Messung.



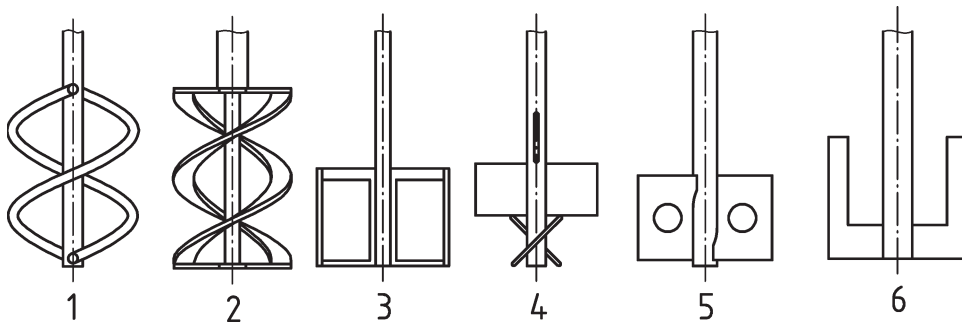
a) Drehkörper (Spindeln) nach ISO 2555 [1]



b) Drehkörper (Scheiben- und Kugelspindel)



c) Drehkörper (Paddel-Spindel, nach ASTM D562 [5]), Flügel-Drehkörper und Stift-Drehkörper



d) Weitere Bauformen für Drehkörper (1 und 2: Helixform, 3 bis 5: Blattform, 6: Ankerform)

Bild 15 — Beispiele für Relativ-Messgeometrien

— Vorteile:

- Erweiterung des Einsatzbereiches des Messgerätes, da es oft die einzige Messmöglichkeit darstellt;
- Zur Simulation von prozessabhängigen Parametern;
- Gezieltes Erzeugen einer turbulenten Strömung zur Auslegung von Prozessanlagen.

— Nachteile:

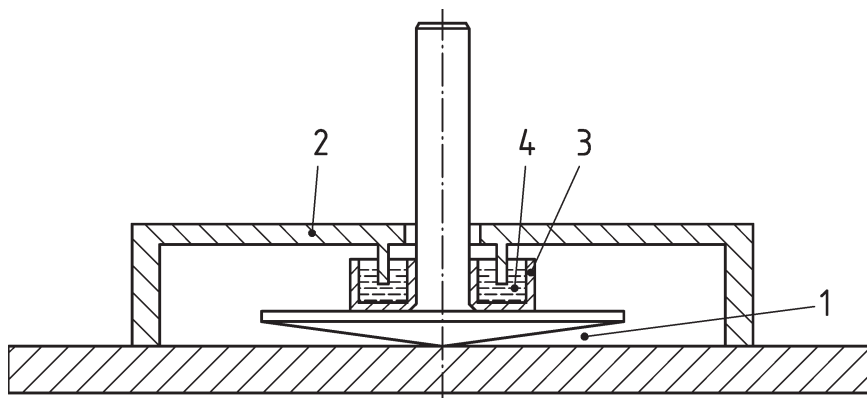
- Keine absoluten Messwerte und damit keine Vergleichbarkeit zu anderen Messergebnissen, die nicht mit exakt dieser relativen Messgeometrie bei den gleichen Messbedingungen (z. B. Drehzahl, Temperatur, Messbecher) gemessen wurden;
- Berechnung des Strömungsprofils nicht möglich;
- In der Regel Verwendung von größeren Probenvolumina;
- In der Regel schlechte Temperierbarkeit.

5.4 Ausgewähltes optionales Zubehör

5.4.1 Abdeckung mit oder ohne Lösemittelfalle

Nach dem Befüllen kann zur Minimierung des Austritts von flüchtigen Komponenten über den Zeitraum der Messung eine Abdeckung mit einer Lösemittelfalle verwendet werden (siehe Bild 16). Die Lösemittelfalle besteht i. a. aus Halbschalen und einem Lösemittel-Reservoir, um eine gesättigte Atmosphäre im Raum innerhalb der Abdeckung realisieren zu können. Die Halbschalen werden um den Schaft der Messgeometrie positioniert, wobei das Reservoir zuvor mit einer Flüssigkeit gefüllt wird, so dass die Halbschalen in das Reservoir eintauchen und damit eine Dampfsperre erzeugen. Es darf zwischen den Halbschalen und dem Schaft der Messgeometrie keinen mechanischen Kontakt geben. Das Reservoir muss einerseits während des gesamten Zeitraums der Messung hinreichend gefüllt sein, um eine Dampfsperre zu erzeugen, andererseits darf keine Flüssigkeit aus dem Reservoir austreten und mit der Probe in Kontakt kommen.

Als Befüll-Medium für das Reservoir sollten Flüssigkeiten mit geringer Viskosität und niedrigem Dampfdruck bei der jeweiligen Messtemperatur gewählt werden, abhängig von der Probe z. B. Wasser, Dodekan, Mineralöl. Einzelheiten siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5.



Legende

- 1 Probenraum
- 2 Abdeckung
- 3 Lösemittelreservoir
- 4 Lösemittel

Bild 16 — Prinzipskizze einer Lösemittelfalle am Beispiel einer Kegel-Platte-Messgeometrie

Die Abdeckung kann auch ohne Lösemittelfalle verwendet werden zum Schutz vor äußeren Einflüssen oder zum Anschluss von Inertgas, um empfindliche Proben unter Schutzgasatmosphäre zu messen. In Abhängigkeit von den Messtemperaturen stehen Probenabdeckungen aus den verschiedensten Materialien zur Verfügung (z. B. Polytetrafluorethen oder Glas).

— *Vorteile:*

- Minimierung der verdunstungsbedingten Veränderungen der Probe;
- Schutz des Anwenders vor austretender Probe bei hohen Scherraten;
- Schutz der Probe vor äußeren Einflüssen, wie Zugluft, Staub usw.

— *Nachteile:*

- Exaktes Befüllen des Reservoirs notwendig;
- Falsch gewähltes Befüll-Medium kann sich auf Messergebnis auswirken;
- Bestimmung des Einflusses des zusätzlich auftretenden Drehmomentes auf das Messergebnis;
- Höherer Messaufwand gegenüber Messungen ohne Abdeckung;
- Je nach Ausführung ist die Beobachtung der Probe/des Messspaltes während der Messung unmöglich;
- Eventuell vorhandene Temperaturgradienten in der Probe können im Vergleich zur Verwendung einer aktiven thermischen Abdeckung nur schlecht minimiert werden.

5.4.2 Passive und aktive thermische Abdeckungen

Um eine homogene Temperaturverteilung der Probe im Messspalt sicherzustellen, ist eine thermische Abdeckung vorzusehen.

Eine passive thermische Abdeckung besteht in der Regel aus einer wärmeleitenden Schicht im Inneren und einer äußeren isolierenden Schicht. Der innere Teil kontaktiert das Temperiersystem und leitet somit einen Teil des Wärmestromes in die Messgeometrie.

Bei einer aktiven thermischen Abdeckung wird die Probe gleichmäßig von allen Seiten temperiert.

— *Vorteile:*

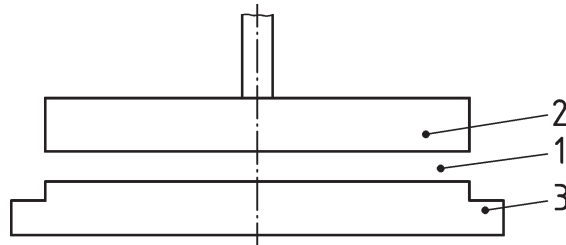
- Aktive thermische Abdeckung zur Realisierung einer konstanten Temperatur in der Probe;
- Passive thermische Abdeckung zur Minimierung des Temperaturgradienten in der Probe;
- Mit Lösemittelfalle kombinierbar;
- Schutz des Anwenders vor austretender Probe bei hohen Scherraten;
- Schutz der Probe vor äußeren Einflüssen, wie Zugluft, Staub usw.;
- Mit Anschluss für Inertgas zur Messung unter Schutzgasatmosphäre.

— *Nachteile:*

- Höherer Messaufwand gegenüber Messungen ohne Abdeckung;
- Zusätzliche Wärmekapazität erfordert längere Temperierzeit für Temperaturgleichgewicht.

5.4.3 Absatzplatten

Für Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messgeometrien stehen Absatzplatten zur Verfügung (siehe Bild 17). Bei denen hat der untere Teil der Messgeometrie im Vergleich zum oberen Teil den gleichen Durchmesser. Diese beiden Teile müssen hinsichtlich des Durchmessers und auch in Bezug auf das verwendete Material und die Oberfläche (z. B. sandgestrahlt oder profiliert) abgestimmt sein.



Legende

- 1 Probenraum
- 2 obere Platte
- 3 Absatzplatte

Bild 17 — Prinzipskizze einer Platte-Platte-Messgeometrie mit unterer Absatzplatte

— Vorteile:

- Vermeidung von Überfüllung;
- Vereinfachung des Trimmens: fließfähiges Material kann ablaufen, bei anderen Proben kann überschüssiges Material einfacher am Rand entfernt werden;
- Absatzplatte kann an obere Geometrie angepasst werden bezüglich Größe, Material und Oberflächenbeschaffenheit.

— Nachteile:

- Veränderte Wärmekapazität im Vergleich zur Standardausführung muss für die Temperierzeit berücksichtigt werden.

Anhang A (normativ)

Informationen zur Rheometrie und zu Fließfeldformen

A.1 Rheologische Anregungs- und Antwortgrößen in Rotation und Oszillation

In Tabelle A.1 sind die korrespondierenden Größen für die Rotationsmessung und in Tabelle A.2 für die Oszillationsmessung aufgelistet.

Tabelle A.1 — Rotationsmessung — Rheologische Anregungs- und Antwortgrößen

Versuchstyp	Anregung	Antwort
scherratengesteuert (CR)	$\dot{\gamma}$	τ
schubspannungsgesteuert (CS)	τ	$\gamma, \dot{\gamma}$
deformationsgesteuert (CD)	γ	τ

Tabelle A.2 — Oszillationsmessung — Rheologische Anregungs- und Antwortgrößen

Versuchstyp	Anregung		Antwort	
	Amplitude	Kreisfrequenz bzw. Frequenz	Amplitude	Phasenwinkel
scherratengesteuert (CR)	$\dot{\gamma}_0$	ω bzw. f	τ_0	δ
schubspannungsgesteuert (CS)	τ_0		$\gamma_0, \dot{\gamma}_0$	
deformationsgesteuert (CD)	γ_0		τ_0	

Der Zusammenhang zwischen den Rohdaten des Messgerätes (mechanische Größen) und den berechneten rheologischen Größen ist in Tabelle A.3 ausgeführt. Weitere Informationen zu den Berechnungsverfahren siehe ISO 3219-4 und ISO 3219-5.