

Rheologie

**Einführung in
Rheologie und Rheometrie**

von
Gebhard Schramm

2. Auflage

Thermo Electron (Karlsruhe) GmbH

Rheologie

Vorwort	9
1. Einführung in die Rheometrie	13
2. Definition der Grundgrößen der Rheologie	18
2.1 Grundlagen	18
2.2 Schubspannung	18
2.3 Geschwindigkeitsgefälle	19
2.4 Dynamische Viskosität	20
2.5 Kinematische Viskosität	21
2.6 Fließ- und Viskositätskurven	22
2.7 Viskositätsparameter	24
2.8 Substanzen	26
2.8.1 Newtonsche Flüssigkeiten	26
2.8.2 Nicht-Newtonsche Flüssigkeiten	26
2.9 Randbedingungen	42
2.9.1 Laminares Fließen	42
2.9.2 Stationärer Strömungszustand	42
2.9.3 Wandhaftung	43
2.9.4 Homogenität einer Probe	43
2.9.5 Keine chemischen oder physikalischen Veränderungen während der Meßzeit	44
2.9.6 Keine Elastizität	45
2.10 Absolut-Messungen in Rheometrie/Viskosimetrie	49
3. Typen der Rheometer/Viskosimeter	50
3.1 Rotations-Rheometer/Viskosimeter	50
3.1.1 Verschiedene Konstruktionsprinzipien im Vergleich ..	50
3.1.2 Vergleich von CS- und CR-Rheometern	56
3.1.3 Berechnungsgleichungen	73
3.1.4 Qualitätskriterien für die Meßeinrichtungen	80
3.1.5 Vergleich zwischen koaxialen Zylinder- und	

Rheologie

	Kegel/Platte-Meßeinrichtungen	88
3.2	Kapillar-Viskosimeter	96
3.2.1	Gegenüberstellung der verschiedenen Typen	96
3.2.2	Kapillar-Viskosimeter mit variablem Förderdruck und langer Kapillare	97
3.2.3	Kapillar-Viskosimeter mit hohen Werten des Verhältnisses von Kapillarlänge zu Durchmesser	106
3.2.4	Schmelzindex-Geräte	108
3.2.5	Kapillarviskosimeter mit auf die Substanz wirkender Schwerkraft mit kurzer Kapillare. Auslaufbecher	111
3.3	Das Höppler-Kugelfallviskosimeter	114
4.	Das Messen der Elastizität bei viskoelastischen Flüssigkeiten	118
4.1	Warum soll Elastizität gemessen werden?	118
4.2	Was bringt ein Fluid dazu, viskoelastisch zu sein?	119
4.3	Wie wird Viskoelastizität gemessen?	126
4.3.1	Der Weissenberg- Effekt.....	127
4.3.2	Strangaufweitung und Schmelzenbruch an Extrudaten	136
4.3.3	Kriechen und Rückverformung	138
4.3.3.1	Beschreibung der Meßmethode	138
4.3.3.2	Einige theoretische Aspekte von Kriech- und Rückerholungsversuchen	146
4.3.3.3	Vorteile der Kriech- und Rückverformungstests	157
4.3.3.4	Meßinstrumente für Kriech- und Rückerholungsversuche	162
4.3.4	Versuche mit erzwungener Oszillation	165
4.3.4.1	Beschreibung der Testmethode	165
4.3.4.2	Einige theoretische Aspekte dynamischer Messungen	167
4.3.4.3	Beispiele für einen vorteilhaften Einsatz von dynamischen Meßdaten	182

Rheologie

5. Einfluß des Geschwindigkeitsgefältes auf rheologische Daten und auf die Verarbeitbarkeit von viskoelastischen Flüssigkeiten	193
5.1 Beispiel 1: Geschwindigkeitsgefälle in der Kunststoffverarbeitung	194
5.2 Beispiel 2: Beschichten eines Teppichs mit einem Latex	198
5.3 Beispiel 3: Das Pfropfenfließen von Schmelzen oder von Dispersionen mit hohem Füllstoff- Anteilen	201
5.4 Beispiel 4: Farbenindustrie	203
5.5 Beispiel 5: Papierbeschichtung	208
5.6 Beispiel 6: Scherbeanspruchung von Ölen in Verbrennungsmotoren	209
5.7 Beispiel 7: Siebdruck	213
5.8 Beispiel 8: Aufträgen von Lippenstift	215
5.9 Einige andere typische Geschwindigkeitsgefälle	215
6. Optimierung der Versuchsergebnisse von Viskosimetern und Rheometern	216
6.1 Wie genau sind Kapillar- und Kugelfallviskosimeter?	216
6.2 Wie genau sind Rotations-Viskosimeter und Rheometer? ...	217
6.2.1 Die Genauigkeit der Schubspannungs/Drehmoment-Vorgabe bei CS-Rheometern u. des gemessenen Schubspannungs/Drehmoment-Wertes bei GR-Rheometern .	219
6.2.2 Die Genauigkeit der Rotordrehzahl (Verformung bzw. Winkelgeschwindigkeit)	223
6.2.3 Die Genauigkeit der Geometriefaktoren, die den Einfluß der jeweiligen Geometrie der Meßeinrichtung definieren	223
6.2.4 Die Genauigkeit der Temperaturvorgabe	224
6.2.5 Die Meßgenauigkeit in der Rotations-Rheometrie wird durch die Kombination der Genauigkeiten der vier vorgenannten Parameter definiert	224
6.2.6 Es gibt keine einfache Antwort auf die Frage: Wie genau sind Rotations-Viskosimeter?	230
6.3 Mögliche Gründe für Fehlinterpretation von Testergebnissen	237
6.3.1 Nullpunkteinstellung bezogen auf Schubspannung ..	237

Rheologie

6.3.2	Effekte durch Überfüllung mit Prüfsubstanz	239
6.3.3	Dämpfungseffekte auf Fließ- und Viskositätskurven ..	240
6.3.4	Die Auswirkung einer Schererwärmung auf die Viskositätsdaten eines Fluids	244
6.3.5	Ungenügende Zeitvorgabe zum Erreichen der Solltemperatur einer Probe	246
6.3.6	Die Auswirkung chemischer und/oder physikalischer Veränderungen der Prüfsubstanz	247
6.3.7	Auswirkungen nicht-laminaren Fließens	249
6.3.8	Der Einfluß der Spaltgröße auf die Genauigkeit der Viskositätsdaten	252
6.3.9	Der Einfluß der Spaltgröße auf die Phasentrennung bei Dispersionen	253
6.3.10	Störungen bei Versuchen m. viskoelastischen Proben in coaxialen Zylinder- o. Platte/Kegel-Meßeinrichtungen	255
6.3.11	Verringerung der Auswirkungen von Lösungsmittelverlusten	257
6.3.12	Auswirkungen von Partikel- oder Korpuskel-sedimentation in Dispersionen	259
7.	Das Problem der Schererwärmung	262
8.	Die Bestimmung von zwei wichtigen rheologischen Phänomenen: Thixotropie und Fließgrenze	265
8.1	Die Messung der Thixotropie	265
8.1.1	Die Bestimmung des Abbaus thixotroper Strukturen ..	265
8.1.2	Messung der Erholungsgeschwindigkeit von Gelstrukturen einer gescherten thixotropen Flüssigkeit ..	270
8.2	Die Messung von Fließgrenzen	274
8.2.1	Der Einsatz von CS-Rheometern für die Messung der Fließgrenze von Fluiden	275
8.2.2	Der Gebrauch von CR-Rheometern zur Bestimmung einer Fließgrenze	277
8.2.3	Die Bedeutung von t_{01} und t_{02}	278
8.2.4	Bestimmung von t_{01} und t_{02} durch Extrapolation	

Rheologie

	zur Ordinate	279
8.2.5	Die Verwendung einer doppellogarithmischen Skalierung für Fließkurven thixotroper Proben	280
8.2.6	Kriech- und Rückerholungskurven zur Bestimmung des zeitabhängigen rheologischen Verhaltens von Fluiden	282
8.2.7	Der Einsatz von sternförmigen Flügeldrehkörpern mit CR-Viskosimetern zur Kennzeichnung v. Fließgrenzen	284
9.	Die mathematische Auswertung von an nicht-Newton'schen Flüssigkeiten gewonnenen rheologischen Meßergebnissen	290
9.1	Die Umwandlung von Fließ- in Viskositätskurven	290
9.2	Das Konzept der "scheinbaren" und "wahren" Viskosität	292
9.3	Das mathematische Beschreiben von Fließ- und Viskositätskurven durch Regressionsgleichungen	295
9.4	Mögliche Fehler bei extrapolierten Regressionskurven	298
9.5	Korrektur von gemessenen "Roh"-Meßwerten, wie sie im Falle der Kapillar-Viskosimetrie erforderlich ist	302
9.5.1	Die Bagley-Korrektur der Schubspannungswerte ...	302
9.5.2	Die Weissenberg-Rabinowitsch Korrektur der Geschwindigkeitsgefälle-Werte	309
9.5.3	Eine kurze Zusammenfassung der Prinzipien für die Durchführung von Korrekturen an Meßwerten	315
9.6	Die WLF-Zeit- Temperatur-Superposition	317
9.7	Das viskoelastische Langzeit- Verhalten einer Polyäthylen-Schmelze bestimmt in Kriech- u. Rückverformungsversuchen	324
9.8	Die mathematische Auswertung der Testergebnisse kritisch bewertet	329
10.	Relative Polymer-Rheometrie: Drehmoment-Rheometer mit Labor-Meßknetern als Sensoren der Verarbeitbarkeit	330
10.1	Vorbemerkungen	330
10.2	Abschätzung des in Meßknetern auftretenden Geschwindigkeitsgefälles	331

Rheologie

10.3 Die Bedeutung der relativen Meßergebnisse von Drehmoment-Rheometern mit Meßknetern	334
10.4 Beispiele von Rheogrammen	336
10.5 Prüfung der Verarbeitbarkeit mit Meßknetern	338
10.6 Beispiele f. Meßknetter-Tests zur Bewertung d. Verarbeitbarkeit	340
10.6.1 Fließ- und Rieselfähigkeit von PVC-dry-blends	340
10.6.2 Das Aufschmelzverhalten von PVC-dry-blends	341
10.6.3 Versuche zur Bestimmung der Wärme- und der Scherstabilität von Polymermischungen	344
10.6.4 Untersuchung von Roh-Kautschuken in Hinblick auf deren Verhalten beim Mastizieren	346
10.6.5 Die Untersuchung der Ölabsorption von Rußen	348
10.6.6 Kennzeichnung der Molekularstruktur und der Scherstabilität von Polyäthylen-Proben mit Meßknetern ...	351
10.6.7 Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Viskosität von Polymerschmelzen	352
11. Wie wählt man das bestgeeignete Rheometer für eine bestimmte Probe aus?	355
11.1 Klären Sie zuerst das rheologische Grundverhalten der zu untersuchenden Probe	355
11.2 Sie sollten die relevanten Geschwindigkeiten kennen, denen Ihre Probe bei Herstellung u. Verarbeitung ausgesetzt ist ...	356
11.3 Sind Absolut- oder Relativwerte für Sie wichtig?	357
11.4 Besondere Anforderungen an Rheometer	357
11.5 Budget-Restriktionen	358
12. Literatur-Hinweise	359
Index	361