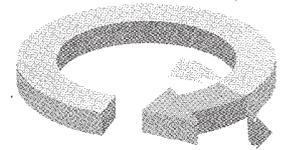


Anmerkungen zur Anwendung von spannungsgesteuerten und deformationsgesteuerten Rotationsrheometern*

Comments on the Application of Stress Controlled and Strain Controlled Rheometers*

Beiträge
Papers



1 Einführung

Rotationsrheometer unterscheiden sich im wesentlichen in der Funktionsvorgabe, d. h. entweder spannungs- oder deformationsgesteuert. Beide Rheometertypen können sowohl in Oszillation dynamisch-mechanisch als auch in Rotation bei vorgegebener Schubspannung oder Scherrate messen. Die in den Geräten auftretenden Trägheits- und Nachgiebigkeitseffekte sowie Motorreaktionszeiten wirken sich

je nach Rheometertyp in verschiedener Weise aus, sind aber auf jeden Fall beim Auswerten der rheologischen Meßdaten in Betracht zu ziehen. Zum Beispiel zeigt Abb. 1 für Wasser die Ergebnisse eines Kriechversuchs mit einem spannungsgesteuerten Rheometer. Bis zu Zeiten von 100 s äußern sich in den Viskositätsdaten die Trägheitseinflüsse. Abb. 2 zeigt die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls G' von Polymethylmethacrylat (PMMA) mit den bei Parallelplatten-Anordnung zu beobachtenden Nachgiebigkeitseffekten in der Übergangszone nahe 130 °C. Die PMMA Daten wurden mit einem deformationsgesteuerten Rheometer gemessen.

2 Systemaufbau und Anwendungsbeispiele

2.1 Deformationsgesteuerte Rheometer

In deformationsgesteuerten Rheometern sind Motor und Drehmomentaufnehmer separate Systemkomponenten, in den spannungsgesteuerten Geräten hingegen bilden sie eine Einheit. Hierzu ist in Abb. 3 der Aufbau eines deformationsgesteuerten Rheometers dargestellt. Mit dem in eine geschlossene Regelschleife einbezogenen Motor ist eine trägheitsfreie Deformations- und Scherratenvorgabe möglich. Im allgemeinen lassen sich bei Drehmomentaufnehmern der Bauart FRT (Force Rebalance Transducer) die Trägheitseffekte vernachlässigen, weil der elektromagnetische Schaltkreis selbst im oberen Frequenzbereich eine Nullposition ermöglicht. Hingegen hat man bei mit Federn betriebenen Drehmomentaufnehmern bei hohen Frequenzen eventuell mit merklichen Trägheitseffekten zu rechnen.

Beispiele zeigen die Einsatzmöglichkeiten von spannungsgesteuerten und deformationsgesteuerten Rheometern. Offene und geschlossene Regelschleifen führen zu unterschiedlichen Leistungsmerkmalen der Geräte. Diskutiert werden für beide Rheometertypen Einfluß und Bedeutung von Trägheit, Trägheitskorrekturen und Nachgiebigkeitseffekten.

Examples will illustrate areas of application of stress controlled and strain controlled rheometers. Closed loop and open loop circuits in rheometers entail different performance characteristics. The significance and implications of inertia, inertia correction and compliance will be discussed for both types of rheometers.

1 Introduction

Rotational rheometers differ essentially in the type of commanded input function used, i. e. either stress controlled or strain controlled. Both types of rheometers can operate dynamic mechanically with an oscillating input signal as well as in steady rotation with a commanded stress or shear rate. Instrument inertia, instrument compliance as well as motor response times, however, assume different

degrees of significance depending on the type of rheometer under consideration and must be taken into account when evaluating rheological material data. For example, Fig. 1 shows a creep test of water carried out on a stress controlled rheometer. The viscosity data are distorted up to 100 s by inertial effects. Fig. 2 shows the temperature dependence of the storage modulus G' of polymethyl-methacrylate (PMMA) and the effect of compliance with parallel plates in the transition zone near 130 °C. The PMMA data were measured on a strain controlled instrument.

2 System Setup and Examples of Application

2.1 Strain Controlled Rheometers

In strain controlled rheometers the actuator and torque transducer are separate system components whereas in stress controlled rheometers they comprise one unit. Fig. 3 [1] illustrates the system setup of a strain controlled rheometer. A closed loop actuator enables a strain and shear rate input free of inertia. In general, inertial effects of torque transducers of the FRT-type (Force Rebalance Transducer) can be neglected as the electromagnetic circuit ensures a

M. Schmidt,
A.J.P. Franck,
Frankfurt,

*Vortrag, gehalten beim
2. Jahrestreffen der
Nordischen Rheologischen
Gesellschaft in Göteborg,
Schweden,
am 19./20. August 1993

*presented at the
2nd Annual Meeting of the
Nordic Rheology Society
in Gothenburg, Sweden,
19-20th August 1993

Marcus Schmidt.

Bachelor of Engineering
(Honours) von der Monash
University in Melbourne
(Australien), ist seit 1990 als
Anwendungingenieur und
Produktspezialist (Europa) im
Bereich Marketing bei
Rheometrics Europe GmbH,
Frankfurt/Main, tätig.

Bachelor of Engineering with
Honours from Monash University,
Melbourne (Australia) has
worked as applications
engineer and product specialist
(Europe) in marketing at
Rheometrics Europe GmbH,
Frankfurt/Main since 1990.

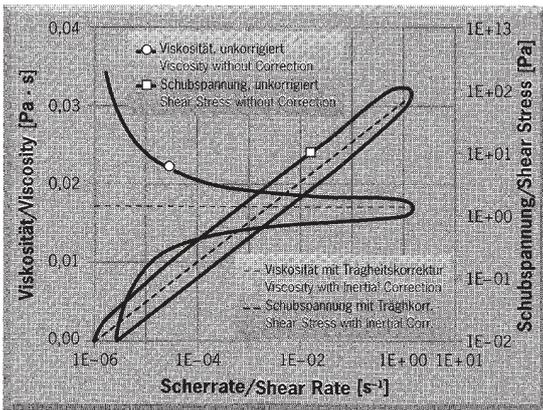


Abb. 8:
Linearer Spannungsanstieg (Thixotropie-Schleife)
und Trägheitseffekte

Fig. 8:
Stress ramp (thixotropic loop) and inertia

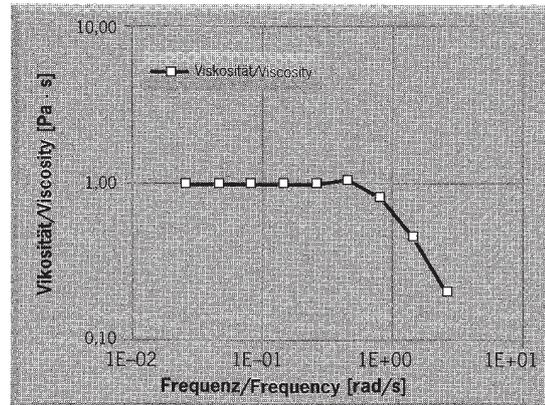


Abb. 9:
Frequenzversuch mit Wasser
und Trägheitseffekte

Fig. 9:
Frequency sweep of water
and inertial effects

DOP-Weichmacher (Abb. 7) veranschaulicht ist. Eine wirkungsvolle Korrektur muß allerdings über die Hardware und nicht die Software erfolgen.

Bei linearem Spannungsanstieg, d. h. $M(t) = \text{const.} \cdot t$, liefert Gleichung (4) nach Krieger [4] die Aussage, daß Trägheitseffekte um so mehr an Bedeutung gewinnen, je steiler der Spannungsanstieg und je geringer die Materialviskosität ist. Außer der Nichterfassung rascher thixotroper Umwandlungen kann auch falsches Thixotropieverhalten die Folge sein, wie Abb. 8 verdeutlicht.

In dynamisch-mechanischen Analysen kommt in Gleichung (4) ein periodisches Drehmoment, d. h. $M(t) = M \sin \omega t$, zur Anwendung. Trägheitseffekte machen sich dann als eine obere Grenzfrequenz bemerkbar, wie der Frequenzversuch an Wasser (Abb. 9) erkennen läßt. In diesem Fall betrug ω_{max} etwa 0,1 Hz. Diese Grenzfrequenz hängt ab von der Materialviskosität η , vom System-Trägheitsmoment I sowie von der Meßgeometrie, z. B. Plattenabstand, mit dem Faktor K gemäß

$$\omega_{\text{max}} \propto (\eta/K \cdot I) \quad (6)$$

Details zur Behandlung von Differentialgleichungen 2. Ordnung vermittelt die Literatur, wie z. B. von Couarraze und Grossiord [5], Kreyszig [6] und Spiegel [7].

Das Ausmaß der Trägheitskorrektur geht aus Abb. 10 hervor, anhand der Resultate eines PVC-Plastisols, bei einem Frequenzversuch mit und ohne Trägheitskorrektur. Vor allem beim Speichermodul G' macht sich der Trägheitseffekt deutlich bemerkbar.

Bei hochviskosen Materialien, wie z. B. Polydimethylsiloxane (PDMS), verschwinden die Trägheitseffekte bei höheren Frequenzen, wie aus Abb. 11 hervorgeht. Ursache hierfür ist der erheblich größere Energiebedarf zur Deformation einer hochviskosen Probe, verglichen mit jenem zur Überwindung von Reibungs- und Trägheitsverlusten. So kann auf Trägheitskorrekturen bei hochviskosen Polymeren, d. h. viele thermoplastische Schmelzen, oft verzichtet werden.

In dynamic mechanical analysis a sinusoidal torque $M(t) = M \sin \omega t$ (see Eq. 4) is applied and inertial effects are reflected by a limiting upper frequency as shown by the frequency sweep of water in Fig. 9. In this case $\omega_{\text{max}} \approx 0.1$ Hz. This frequency limit is a function of material viscosity η , system inertia I and test geometry, such as plate gap, K and can be calculated according to

$$\omega_{\text{max}} \propto (\eta/K \cdot I) \quad (6)$$

Details of the mathematics of second order differential equations can be found in books such as by Couarraze and Grossiord [5], Kreyszig [6], and by Spiegel [7].

The extent of inertia correction becomes apparent in Fig. 10 where a PVC plastisol has been subjected to a frequency sweep with and without inertia correction. Notice the strong effect of inertia on the storage modulus G' .

For high viscosity materials such as Polydimethylsiloxane (PDMS) inertial effects at high frequencies tend to diminish as shown in Fig. 11. This is due to the fact that for high viscosity materials significantly more energy is required to deform the sample than to overcome inertial and frictional losses. Thus inertial corrections can often be neglected for high viscosity polymers, i. e. most thermoplastic melts.

3 General Comments and Conclusions

The fundamental difference between stress controlled and strain controlled rheometers is that in the former the input signal is torque whereas in the latter it is strain. In both types of rheometers the input signal can be controlled very accurately and the material response measured very accurately. However, for some suspensions and emulsions with relatively small linear-viscoelastic regions the type of rheometer used may play a decisive role in the type of rheological material data obtained. Moreover, if high frequency data for low viscosity materials are required a strain controlled rheometer with an FRT torque transducer would be recommended in order to avoid instrument inertial effects.

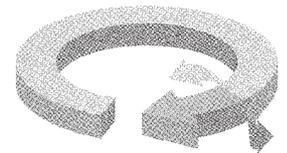
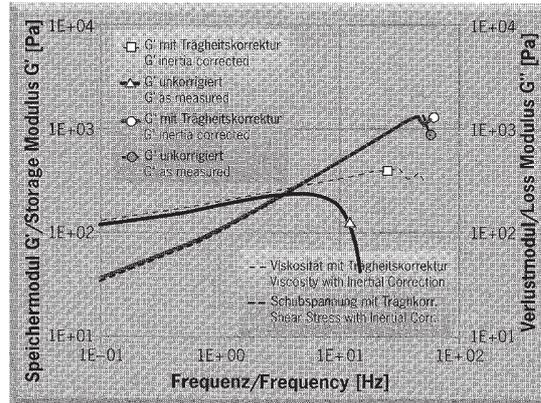


Abb. 10:
Frequenzversuch eines
PVC-Plastisol mit und ohne
Trägheitskorrektur

Fig. 10:
Frequency sweep of PVC
plastisol with/without
inertial correction



3 Allgemeine Bemerkungen und Schlußfolgerungen

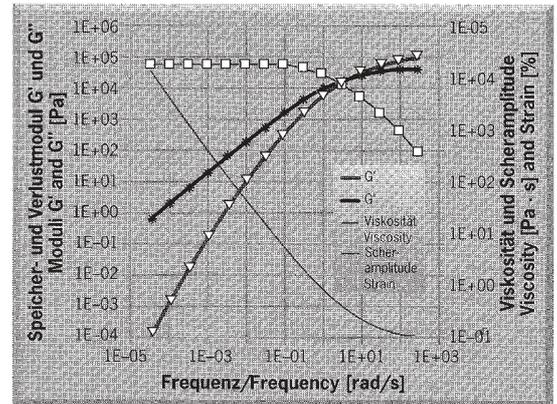
Der grundlegende Unterschied zwischen spannungsgesteuerten und deformationsgesteuerten Rheometern besteht darin, daß bei ersteren ein Drehmoment zum Eingangssignal führt, während dieses bei letzteren auf einer Dehnungsbestimmung beruht. In beiden Fällen aber ist die Vorgabe des Eingangssignals und das Messen des Ausgangssignals genau möglich. Für einige Substanzen, z. B. Suspensionen oder Emulsionen mit relativ kleinen viskoelastischen Bereichen, spielt es indessen durchaus eine Rolle, mit welchem Gerätetyp die rheologischen Materialdaten ermittelt werden. Zudem wird bei niedrigviskosen Stoffen, namentlich im höheren Frequenzbereich, ein deformationsgesteuertes Rheometer mit FRT-Drehmomentaufnehmer empfohlen, um Trägheitseffekte des Meßsystems auszuschließen.

Bei Frequenzversuchen mit deformationsgesteuerten Rheometern muß der Anwender oft mit abnehmender Kreisfrequenz die Deformationsvorgabe erhöhen, um das gemessene Drehmoment über der Auflösung des Drehmomentaufnehmers zu halten. Eine Alternative bestünde darin, die Probengeometrie oder das Anzeigesystem zu wechseln. Das würde aber in beiden Fällen nur durchführbar sein, wenn der Frequenzversuch unterbrochen wird. Auf der anderen Seite ist es mit spannungsgesteuerten Rheometern möglich, die Frequenzvariation ohne eine solche Unterbrechung vorzunehmen, bis hin zu sehr niedrigen Frequenzen. Möglich ist dies dank der konstanten Drehmomentvorgabe und relativ großer meßbarer Deformationen wie Abb. 11 veranschaulicht.



Abb. 11:
Frequenzversuch
von PDMS (25 °C)

Fig. 11:
PDMS frequency
sweep at 25 °C



Frequency sweeps with strain controlled rheometers often require the operator to increase the applied strain as the frequency decreases in order to maintain the measured torque above the transducer limit. Other possibilities are to change the sample geometry or the transducer. However, both methods require the operator to interrupt the frequency sweep. On the other hand, stress controlled rheometers allow uninterrupted frequency sweeps down to very low frequencies due to a constant torque input and very large measurable deformations as illustrated in Fig. 11.



- [1] A.J.P. Franck, Proc. Xlth Int. Congr. on Rheology, Brussels, Belgium, Aug. 1992, p. 982-984
- [2] M. Grehlinger, Rheometrics internal document (1987)
- [3] G. Böhme and M. Stenger, J. Rheol. 34 (1990), No. 3, p. 415-424
- [4] I.M. Krieger, J. Rheol. 34 (1990), No. 4, p. 471-483
- [5] G. Couarraze and J.L. Grossiord, "Initiation à la Rheologie", Lavoisier-Tec & Doc, 1990, p. 138-144
- [6] E. Kreyszig, "Advanced Engineering Mathematics", J. Wiley & Sons, 1983, p. 107-113
- [7] M.R. Spiegel "Theory and Problems of Laplace Transformations", McGraw Hill Book Comp., 1965, p. 78-100