

**Erweiterung des Oszillationsspektrums
kommerzieller Rheometer in den
Hochfrequenzbereich, an derselben Probe,
durch Integration des PRV**

**Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
Dr. rer. nat.
der Fakultät für Naturwissenschaften
der Universität Ulm**

**vorgelegt von:
Christian Zimmermann
aus Heuchlingen**

2011

Amtierender Dekan: Prof. Dr. Axel Groß

Erstgutachter: Prof. Dr. sc. nat./ETH Zürich Othmar Marti

Zweitgutachter: Prof. Dr. Peter Cornelius Hägele

Tag der Promotion: 30.Juni 2011

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	1
Abbildungsverzeichnis	6
1. Einleitung	11
2. Viskoelastische Materialeigenschaften und ihre rheometrische Messung.....	15
2.1. Viskoelastische Materialien, rheologisches Verhalten	15
2.2. Messprinzip der mechanischen Rheometrie	17
2.3. Messung am Probenkörper	18
2.4. Das Trägheitsmoment der Probe und die Spaltnäherung	19
2.4.1. Quantitative Analyse des Auswertefehlers, Probenträgheit berücksichtigt	21
2.4.2. Einfluss des Probenträgheitsmoments auf D^*	23
2.4.3. Quantitative Analyse des Auswertefehlers, Probenträgheit nicht berücksichtigt	24
2.4.4. Gültigkeit der verwendeten Näherungen	25
2.5. Zeit/Temperatursuperposition - die Masterkurve	26
2.6. Die COX-MERZ-Relation	28
3. Das Bohlin CVOR Rheometer	29
3.1. Aufbau des CVOR.....	29
3.1.1. Komponenten innerhalb der Tube	31
3.1.2. Der Schaft.....	32
3.1.3. Der optimierte Schaft.....	32
3.1.4. Im CVOR eingesetzte Schäfte	34
3.1.5. System unterhalb der Probe	35
3.2. Messung mit CVOR.....	35
3.2.1. Messprinzip des CVOR	35

3.2.2.	Die Auswerteformel und ihre Parameter	36
3.2.3.	Die deformationsgesteuerte Messung	38
3.2.4.	Leistungsdaten des CVOR[7]	39
3.3.	Rheologische Grundversuche im CVOR	39
3.3.1.	Viskosimetrie	40
3.3.2.	Oszillation (frequenz- bzw. amplitudenabhängig)	41
3.3.3.	Kriechtest und Kriecherholung	50
3.3.4.	Die Deformationsrampe bzw. Relaxation (Sprungrelaxation)	52
3.4.	Temperiereinheiten	54
3.4.1.	Kurzbeschreibung verschiedener Temperiereinheiten	54
3.4.2.	Erweiterte Temperier-Einrichtung (ETC), kombiniert mit Tieftemperaturoption (LTU)	55
4.	Der PRV (Piezo-Rotary-Vibrator)	58
4.1.	Aufbau des PRV	58
4.1.1.	Die Piezospinne	59
4.1.2.	Der Schaft	60
4.1.3.	Die Messplatte	61
4.2.	Messprinzip des PRV	61
4.2.1.	Leermessung	62
4.2.2.	Beladenmessung und Auswertung	63
4.2.3.	Reduktion des Temperatureinfluss (qualitative Überlegungen)	65
4.3.	Kalibrierung des PRV	67
4.3.1.	Bestimmung von θ_s und $D1'$	69
4.3.2.	Bestimmung der anderen Parameter	70
4.3.3.	Bestimmung des Trägheitsmoments der Platte aus ω_0	71
5.	Der PRV im CVOR	73
5.1.	Einfluss des PRV auf die CVOR-Messung	73

5.2.	Einfluss des CVOR auf die PRV-Messung	74
5.2.1.	Messung mit Schaftklemmung (geklemmter oberer Schaft)	74
5.2.2.	Steifigkeit des oberen Schaftes und seiner Einspannung	77
5.3.	Aufbau mit Metallbalken und Schaftklemmung	79
5.3.1.	Trägheitsbalken mit offener Klemmzange	83
5.3.2.	Ohne Trägheitsbalken mit geschlossener Klemmzange	83
5.3.3.	Oberer Schaft fixiert und unendlich steif	84
5.4.	Die Bestimmung der Parameter	84
5.4.1.	Kontrollmessung für Gesamtmodell	89
5.5.	Vergleich der drei Aufbauten	91
5.6.	Variation des Trägheitsbalkens	93
5.6.1.	Betrachtung von Gesamtkurven für D_K	93
5.6.2.	Systematischer Verlauf der Resonanzen	95
5.7.	Resonanzen bei Messung mit Probe	98
5.7.1.	Engliegende Resonanzen als Alternative	104
6.	Anforderungen an den PRV durch ETC-Betrieb -der Einfluss der Temperierkammer	106
6.1.	Temperatureinfluss auf <i>U_{rel}</i>	107
6.1.1.	Temperatureinfluss auf <i>U_{rel}</i> im Bereich des Plateaus	107
6.1.2.	Temperatureinfluss auf <i>U_{rel}</i> im Gesamtbereich	108
6.2.	D^* -Fehler durch Wärmefluss	110
6.2.1.	Einfluss der Probe auf den Fehler durch Wärmefluss	114
6.3.	Maßnahmen zur Reduktion des Temperatureinflusses	115
6.3.1.	Druckluftstrom im PRV-Korpus	115
6.3.2.	Anderes Spinnenmaterial (Edelstahlspinne)	120
6.4.	Zusammenfassung der Änderungen am PRV	125
7.	Der Schaft-PRV	127

7.1.	Gründe für die Konstruktion des Schaft-PRVs	127
7.2.	Konsequenzen des Schaft-Einbaus	129
7.2.1.	Die Aufhängung und ihre Steifigkeit.....	130
7.2.2.	Messung mit weich aufgehängtem PRV	132
7.3.	Messbeispiele zum Schaft-PRV	134
7.4.	Fazit	135
8.	Messbeispiele	136
8.1.	Kombinationsmessungen – Übereinstimmung der beiden Messmodi und Vorteile der Kombination	136
	Bsp.: 2K-Siloxangel (2002).....	138
8.1.1.	Überprüfung der Übereinstimmung im Überlappbereich.....	138
8.1.2.	Überprüfung der Übereinstimmung im Hochfrequenzbereich durch Masterung	139
8.1.3.	Messung ohne Beeinflussung der Probe - Aushärtung.....	140
	Bsp.: Hyaluronan (2009);	142
8.1.4.	CVOR-Infrastruktur für PRV-Messung.....	142
	Bsp.: AK 60000 (2010)	144
8.1.5.	Vergleich mehrerer Rheometer und PRVs	144
	Bsp.: Semicosil (2010)	145
8.1.6.	Fehlende Übereinstimmung zwischen den Messmodi - Reproduzierbarkeit der Messungen	145
8.1.7.	Überprüfung der Zuverlässigkeit der Messmodi durch Masterung ..	148
8.1.8.	Ursachen fehlender Übereinstimmung	150
8.2.	Kleber - Einsatz im PRV-Bau	152
8.2.1.	DELO-DUOPOX 6950 (2006).....	153
8.2.2.	UHU plus endfest 300; Aushärtung bei 85°C (2008)	156
8.2.3.	J-B Weld AUTO Weld (2010).....	158
8.2.4.	Klebervergleich	160

9.	Dielektrische Messungen im PRV	162
9.1.	Dielektrischer Messaufbau im PRV	162
9.2.	Dielektrische Messung	163
9.2.1.	Das Prinzip der dielektrischen Messung	163
9.2.2.	Messung mit PRV-Programm	164
9.3.	Beispiele dielektrischer Messung	165
10.	Zusammenfassung und Ausblick	167
	Literaturverzeichnis	169
	Anhang A: Herleitung der Kalibrierfunktion	171
	Anhang B: Berechnung von θT aus ω_0	173
	Anhang C: Herleitung der Auswerteformel für PRV mit Trägheitsbalken und Schaftklemmung	176
	Anhang D: Ergänzungen zur Betrachtung des Wärmefehlers	182
	Anhang E: Herleitung der Auswerteformel für	185
	Schaft-PRV	185
	Anhang F: Dielectric measurements with PRV program in IdM (Bernhard Stoll 27.09.2007)	188
	Anhang G: Basis-PRV-Daten	192
	Summary	194
	Danksagung	196
	Lebenslauf	197

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1: Siliconöl AK 60000; verschiedene Messgeräte)	11
Abbildung 2-1: Grundprinzip der mechanischen Rheometrie	17
Abbildung 2-2: GR/GV im 2%-Fenster	21
Abbildung 2-3: GR/GV im 10%-Fenster	22
Abbildung 2-4: (tanδ)R/(tanδ)V im 10%-Fenster.....	23
Abbildung 2-5: Exemplarischer D*-Verlauf	24
Abbildung 2-6: GR/GV -Verlauf bei vernachlässigter Probenrtragheit	25
Abbildung 2-7: Bildung der Masterkurve	27
Abbildung 2-8: Aktivierungsdiagramm	28
Abbildung 3-1: CVOR (a) komplett (b) Ausschnitt	29
Abbildung 3-2: CVOR (a) schematischer Aufbau (b)Schnittbild [6].....	30
Abbildung 3-3: Viskositätsmessung an PDMS (Kegelgeometrie. R=20mm; Kegelwinkel 4°).....	40
Abbildung 3-4: Rohdaten Oszillationsmessung (Frequenzsweep) Drehmomentsteuerung	42
Abbildung 3-5: Rohdaten Oszillationsmessung (Frequenzsweep) Deformationssteuerung	43
Abbildung 3-6: Frequenzsweep an PDMS: Schubspannung 100Pa bzw. Deformation 2% (Kegelgeometrie: R=20mm Kegelwinkel 4°).....	44
Abbildung 3-7: Amplitudensweep an PDMS (Kegelgeometrie: r=20mm Kegelwinkel 4°).....	46
Abbildung 3-8: Mehrfrequenzmessung; Anregungs- und Messsignal.....	48
Abbildung 3-9: Mehrfrequenzergebnisse im Vergleich mit Frequenzsweep	49
Abbildung 3-10: Verlauf der Winkelauslenkung bei Kriecherholungsmessung an einer PDMS-Probe.	50
Abbildung 3-11: zeitliche Ableitung der Winkelauslenkung bei Kriecherholungsmessung an einer PDMS-Probe	51
Abbildung 3-12: zeitliche Ableitung der Winkelauslenkung (zum Vergleich aufeinander gelegt) bei Kriecherholungsmessung an einer PDMS-Probe.....	51
Abbildung 3-13: Schubspannung bei Deformationsrampe mit anschließender Relaxation.....	53
Abbildung 3-14: Schubspannung bei Deformation und Relaxation im Vergleich	53

Abbildung 3-15: ETC; Innenansicht mit Heizpatrone	56
Abbildung 3-16: ETC-Außenansicht in Einsatzposition	57
Abbildung 4-1: PRV-Schnittzeichnung (CVOR-Adapter)	58
Abbildung 4-2: Piezospinne für PRV	59
Abbildung 4-3: PRV-Leermessung mit Fit.....	62
Abbildung 4-4: Vergleich Leer- und Beladenmessung.....	63
Abbildung 4-5: PRV-Messung, Δ und G^*	64
Abbildung 4-6: PRV-Kalibrierung.....	69
Abbildung 4-7: Schaftsteifigkeit	70
Abbildung 5-1: PRV in CVOR, Erstversion	75
Abbildung 5-2: Frequenzabhängige Steifigkeit des CVOR mit geklemmtem Schaft	76
Abbildung 5-3: Frequenzabhängigkeit der Deformation bei CVOR-Messung.....	77
Abbildung 5-4: Oberer Schaft	78
Abbildung 5-5: PRV im Gemini mit zusätzlichem Trägheitsmoment.....	79
Abbildung 5-6: Steifigkeit des CVOR mit geklemmtem Schaft.....	85
Abbildung 5-7: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken offener Schaft, Resonanzbereich.....	87
Abbildung 5-8: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken offener Schaft, Gesamtbereich	88
Abbildung 5-9: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken geklemmter Schaft, Resonanzbereich.....	90
Abbildung 5-10: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken geklemmter Schaft, Gesamtbereich	90
Abbildung 5-11: Steifigkeit des CVOR, Methodenvergleich.....	91
Abbildung 5-12: Steifigkeit des CVOR, Methodenvergleich Theoriekurven	92
Abbildung 5-13: Steifigkeit CVOR, verschiedene f_3 , großer Ausschnitt	94
Abbildung 5-14: Steifigkeit CVOR, verschiedene f_3 , kleiner Ausschnitt (Tuberesonanz)	94
Abbildung 5-15: Geräteresonanzen CVOR als PRV-Gegenstück	97
Abbildung 5-16: Geräteres. CVOR als PRV-Gegenstück (det. Ausschnitt)	97
Abbildung 5-17: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft geklemt, logarithmische Darstellung	99

Abbildung 5-18: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft geklemmt, lineare Darstellung	100
Abbildung 5-19: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft offen, logarithmische Darstellung	101
Abbildung 5-20: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft offen, lineare Darstellung.....	102
Abbildung 5-21: Messbeispiel zur D^* -Korrektur	103
Abbildung 5-22: Steifigkeit CVOR und Probe, Minimalabstand Resonanzen, logarithmische Darstellung	104
Abbildung 5-23: Steifigkeit CVOR und Probe, Minimalabstand Resonanzen, lineare Darstellung	105
Abbildung 6-1: Verlauf der Relativspannung nach Temperatursprüngen (niedrige Frequenz)	107
Abbildung 6-2: Verlauf der Relativspannung nach Temperatursprüngen	109
Abbildung 6-3: Anteilige Veränderung der Relativspannung nach Temperatursprüngen	109
Abbildung 6-4: D^* -Verlauf nach Temperatursprüngen (Leermessung bei RT)	111
Abbildung 6-5: D^* -Verlauf nach Temperatursprung (Leermessung bei ca. 20min). ..	112
Abbildung 6-6: Phasenwinkelverlauf nach Temperatursprüngen.....	113
Abbildung 6-7: Verlauf der Relativspannung; Spinne im Luftstrom.....	116
Abbildung 6-8: D^* -Verlauf nach Temperatursprüngen (Leermessung bei RT); Spinne im Luftstrom.....	117
Abbildung 6-9: D^* -Verlauf nach Temperatursprüngen (Leermessung bei 20min); Spinne im Luftstrom.....	117
Abbildung 6-10: D^* -Verlauf bei Temperaturrampe; keine Luftkühlung.....	119
Abbildung 6-11: D^* -Verlauf bei Temperaturrampe; mit Luftkühlung	119
Abbildung 6-12: Anteilige Veränderung der Relativspannung nach Temperatursprüngen; Edelstahlspinne ohne Luftkühlung.....	121
Abbildung 6-13: D^* -Verlauf nach Temperatursprung (Leermessung bei ca. 20min); Edelstahlspinne ohne Luftkühlung.....	122
Abbildung 6-14: D^* -Verlauf nach Temperatursprung (Leermessung bei ca. 20min); Edelstahlspinne mit Luftkühlung	123

Abbildung 6-15: D*-Verlauf bei Temperaturrampe; Edelstahlspinne mit Luftkühlung	124
Abbildung 7-1: Schaft-PRV im Kinexus sowie mechanisches Ersatzschaltbild	128
Abbildung 7-2 Schaft-PRV im Hilfsrahmen (auf Ersatzkonstruktion)	129
Abbildung 7-3: AK60000 im Schaft-PRV mit Trägheitsbalken	134
Abbildung 7-4: AK60000 im mit Klemmung fixierten Schaft-PRV	135
Abbildung 8-1: Kombinationsmessung an Siloxangel; Originaldaten.....	138
Abbildung 8-2: Kombinationsmessung an Siloxangel; Masterkurve bei 20°C	139
Abbildung 8-3: Aushärtung von Siloxangel.....	141
Abbildung 8-4: Siloxangel, 20°C-Masterkuren, ausgehärtet bei verschiedenen Aushärtetemperaturen.....	142
Abbildung 8-5: Hyaluronan, Temperaturrampe mit 40K/h.....	143
Abbildung 8-6: AK60000 (RT); Gerätevergleich (CVOR und AR-G2 mit PRV).....	144
Abbildung 8-7: Semicosilprobe vor Lagerung; Gesamtbereich.....	146
Abbildung 8-8: Semicosil, 4 Proben gleiche Charge im Vergleich bei 30°C	146
Abbildung 8-9: Semicosil, 4 Proben gleiche Charge im Vergleich bei 150°C und - 40°C	147
Abbildung 8-10: Semicosil Probe D Masterung gesamt.....	149
Abbildung 8-11: Semicosil Probe D Masterung getrennt	149
Abbildung 8-12: Semicosil, Amplitudenabhängigkeit bei 10Hz und Raumtemperatur	150
Abbildung 8-13: Semicosil Probe D; Vergleich Anfangs- und Endmessung	151
Abbildung 8-14: DELO-DUOPOX 6950 Aushärtung (bei RT)	153
Abbildung 8-15: DELO-DUOPOX 6950 Aushärtung (bei RT)	154
Abbildung 8-16: DELO-DUOPOX 6950 (ausgehärtet) bei Raumtemperatur	155
Abbildung 8-17: DELO-DUOPOX 6950; Temperaturrampe.....	155
Abbildung 8-18: UHU plus endfest 300 Aushärtung	156
Abbildung 8-19: UHU plus endfest 300 (ausgehärtet bei 85°C); verschiedene Temperaturen	157
Abbildung 8-20: AUTO Weld, Aushärtung (bei RT)	158
Abbildung 8-21: AUTO Weld (ausgehärtet) bei Raumtemperatur.....	159
Abbildung 8-22: AUTO Weld (ausgehärtet), Temperaturrampe.....	159
Abbildung 8-23: Vergleich Temperaturrampe von drei Klebern	160

Abbildung 9-1: Dielektrische Messung, schematischer Aufbau	162
Abbildung 9-2: Dielektrische Messung, Schaltbild	163
Abbildung 9-3: Dielektrische Messung an AK 500 und Undecanol	165
Abbildung 9-4: Dielektrische Messung an PVAC	166
Abbildung F-1: Dielectric measurement with PRV	188

1. Einleitung

Um das viskoelastische Verhalten von Substanzen zu bestimmen stehen verschiedene dynamisch-mechanische bzw. rheologische Methoden zur Verfügung. Eine der umfassendsten davon, da sowohl elastische als auch viskose Eigenschaften gleichermaßen erfassend, ist die mechanische Spektroskopie. Man erhält frequenzabhängige Werte des Schermoduls ($G^*=G'+iG''$) bzw. von davon abgeleiteten Größen ($J^*=1/G^*$; $\eta^* = G^*/i\omega$).

Um den für eine vollständige Charakterisierung notwendigen Frequenzbereich von meist mehr als 5 Dekaden, welche zudem im richtigen Abschnitt liegen müssen, zu erreichen besteht für manche Proben die Möglichkeit eine Masterkurve¹ zu erstellen. Sind Messungen im ausreichenden Temperaturspektrum nicht möglich (Umwandlung oder Zerstörung der Probe), so bleibt als Ausweg nur, Messungen mit verschiedenen Geräten und Methoden zusammenzusetzen.

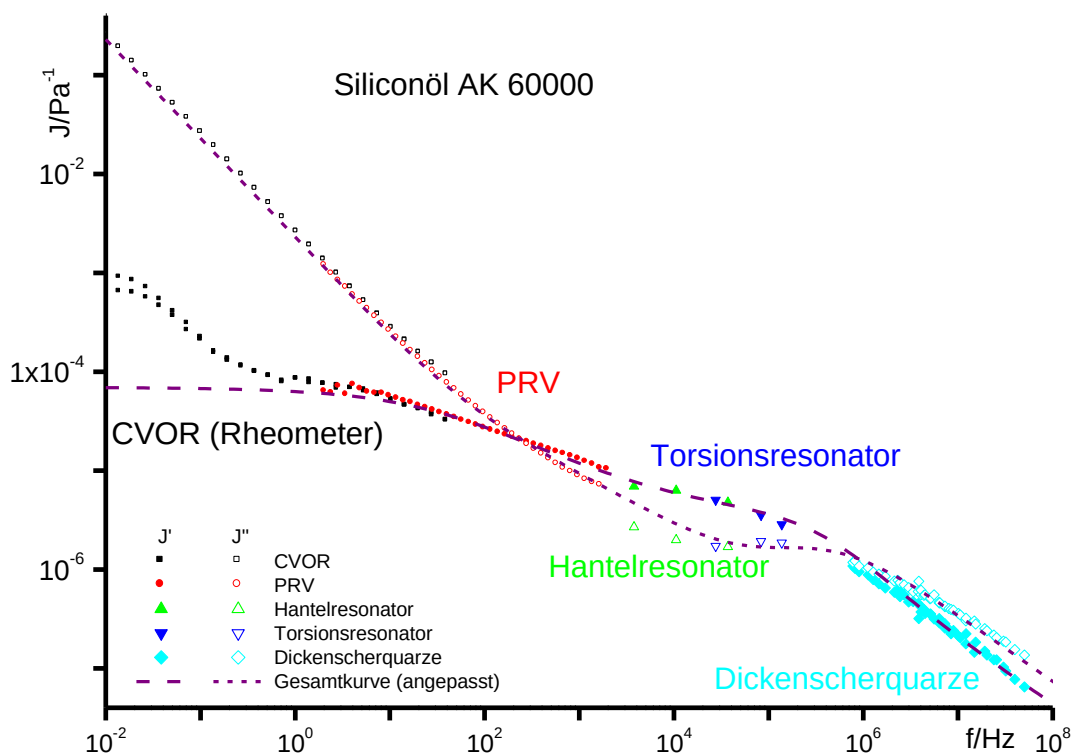


Abbildung 1-1: Siliconöl AK 60000; verschiedene Messgeräte)

¹ Messungen bei verschiedenen Temperaturen können so zusammengesetzt werden, dass sich ein erweitertes Frequenzspektrum ergibt (s. Kap. 2.5.). Das Verhalten bei höherer Temperatur entspricht dem bei niedrigerer Frequenz und umgekehrt.

Eine auf diese Weise bestimmte Gesamtkurve (Siliconöl AK60000 [15]) zeigt Abbildung 1-1. Die Daten stammen, abgesehen von den mit dem CVOR (kommerzielles Rotationsrheometer welches sowohl schubspannungs- als auch scherraten gesteuert messen kann; ausführlich beschrieben in Kap. 3) ermittelten, von L. Kirschenmann [1; 2: S.7] und wurden mittels stand-alone-PRV (Piezo-Drehschwingsystem; ausführlich beschrieben in Kap. 4), Hantel- und Torsionsresonator sowie Dickenscherquarzen² bestimmt. Die Gesamtkurve, die in dieser Arbeit teilweise auch als Referenzkurve dient, wurde von L. Kirschenmann als Theoriekurve, unter Berücksichtigung verschiedener Relaxationsprozesse, an die gemessenen Werte angepasst.

Fünf verschiedene Geräte bedeuten fünf verschiedene Präparationen mit jeweiligen Fehlern. Solche Messungen geben zwar einen guten Überblick, sind aber vom Ideal einer durchgängigen Messung in einem Gerät noch sehr weit entfernt. Da, als Ergänzung zum Messbereich kommerzieller Rheometer, vor allem die Eigenschaften im kHz-Bereich häufig benötigt werden, soll der PRV in eines oder mehrere dieser Geräte integriert werden und sein Messbereich damit verschmelzen. Grundsätzlich möglich ist dies, da beide, zumindest aus Sicht der Probe, dem gleichen Messprinzip folgen.

Die Integration des PRV ins Bohlin-CVOR (bzw. das direkte Nachfolgemodell Gemini) und Ansatzweise auch noch ins neu konstruierte Malvern-Kinexus sind Thema dieser Arbeit, zusammen mit der Weiterentwicklung des PRV und der Anwendung der Gerätekombination.

Ins CVOR (mit ETC; Extended Temperature Cell, einer luftstrombetriebenen Temperierkammer) wird das PRV auf der dem eigentlichen Messsystem abgewandten Seite eingebaut, was zunächst einen näherungsweise unabhängigen Betrieb erwarten lässt.

Da aber die Zusammenführung zweier Geräte, die ursprünglich nicht dafür konstruiert waren, manche unerwarteten Effekte zum Vorschein bringt, werden, nach

² Bei den drei zuletzt genannten Methoden handelt es sich um in Eigenresonanz angeregte Schwinger. Benetzt man diese mit Probenmaterial, so verschieben sich die Resonanzen (Lage und Dämpfung). Daraus können die viskoelastischen Eigenschaften der Probe bestimmt werden. Prinzipiell erklärt in [2; Kap.3].

Die Punktdichte im Bereich der Dickenscherquarze wurde durch lokale Masterung erhöht. Einen weiteren Beitrag zum Lückenschluss oberhalb des PRV liefert normalerweise der PAV (Piezo-Axial-Vibrator). Da AK 60000 allerdings als PAV-Kalibriersubstanz dient, können diese Punkte hier nicht verwandt werden.

einer kurzen Einführung in die Rheologie (Kap. 2) samt dem geräteunabhängigen Teil des Messprinzips (für Torsionsmessung), als erstes die einzelnen Geräte mit ihren Möglichkeiten und Messprinzipien vorgestellt (Kap. 3 und 4). Ein nächster Schritt (Kap. 5) ist dann die Betrachtung der Auswirkung der geänderten Umgebung auf die Messung, d.h. wie wird die Messung mit CVOR bzw. PRV, jetzt Messmodi genannt durch das Vorhandensein des jeweils anderen beeinflusst oder (insbesondere im PRV-Modus) im Umfang begrenzt. Dazu gehört die Beschreibung jener Maßnahmen, welche diese Begrenzungen wieder reduzieren, teilweise mechanisch, teilweise mathematisch.

Die Entwicklung des PRV als solchem ist nicht stehen geblieben. Die rein mechanischen Aspekte werden bereits zusammen mit dem Messprinzip beschrieben. Seine sonstige Weiterentwicklung, unter besonderer Berücksichtigung des Einsatzes als Sonde im Rheometer mit Temperierkammer, beschreibt Kapitel 6. Entscheidender Aspekt ist die Temperaturabhängigkeit der Eigenschaften des PRV selbst. Entweder müssen diese Eigenschaften nahezu temperaturunabhängig werden oder es muss gelingen, den Wärmefluss in den PRV wesentlich zu reduzieren.

In die Konstruktion des Kinexus, eines von Grund auf neu aufgebauten Rheometers, welches das nach wie vor im Programm befindliche Gemini als High-End-Produkt abgelöst hat, sind Erkenntnisse aus der PRV-Gemini-Kombination eingeflossen³. Die erfolgten konstruktiven Änderungen sollten die PRV-Integration erleichtern. Da zum Zeitpunkt der in dieser Arbeit vorgestellten Entwicklungsarbeiten noch keine Temperierkammer, sondern nur ein Peltiersystem⁴ [4: S.267] zur Verfügung stand, musste eine komplett neue PRV-Sonde, jetzt im Antriebsschaft des Rheometers eingesetzt, konstruiert und ihre Eigenschaften modelliert werden. Diese Sonde, sollte so prinzipiell in den meisten kommerziell verfügbaren Rheometern einsetzbar sein⁵. Den aktuellen Stand dieser Entwicklung (Schaft-PRV) stellt Kapitel 7 vor.

³ Neben der Verwendung von steiferen Schäften wurde der Ort der Normalkraftmessung, welche sich im Gemini als Schwachpunkt (hinsichtlich Torsionssteifigkeit) erwiesen hatte, verlagert.

⁴ Dieses System heizt über die dem Antriebssystem abgewandte Messplatte und nimmt damit den Platz ein, in dem vorher das PRV eingesetzt werden konnte.

⁵ Da eine Temperierkammer normalerweise nicht zur Grundausstattung eines Rheometers gehört, bezieht sich dies nicht nur allgemein auf die Geräteserien, sondern auch auf die konkret vorhandenen Geräte.

Die meisten Messkurven, die diese Arbeit zeigt, sollen entweder die Messprinzipien demonstrieren oder aber es wurde das Geräteverhalten, seine Eigenschaften und Veränderungen, selbst gemessen und die Ergebnisse systematisch verglichen. Ein kleines Spektrum der möglichen Anwendungen soll dann Kapitel 8 vorstellen, mit zwei Schwerpunkten. Zum einen wird die Übereinstimmung der beiden Geräte, sowie die Reproduzierbarkeit der Messungen überprüft, zum anderen verschiedene Kleber, welche für den PRV-Bau eingesetzt werden oder zumindest infrage kommen, verglichen.

Neben rheologischen Messungen ermöglichen manche PRVs auch dielektrische Spektroskopie. Eine kurze Einführung in dieses Messprinzip gibt Kapitel 9.

Da diese Dissertation nicht die erste ist, die sich mit dem PRV und seinen Anwendungen befasst [2; 3], werden, sofern zum Verständnis nicht zwingend notwendig, nur jene Aspekte beschrieben, zu denen Neues, Wesentliches beigetragen werden kann. Auf die Beschreibung der Messung mit offener Oberfläche [3: Kap.4.4.2] beispielsweise wird komplett verzichtet.

2. Viskoelastische Materialeigenschaften und ihre rheometrische Messung

Dieses Kapitel soll einen kurzen Einblick in die für diese Arbeit wesentlichen Aspekte der Rheologie und der grundlegenden Prinzipien der Rheometrie⁶ geben. Ein besonderer Schwerpunkt liegt dabei auf der Betrachtung des Einflusses der Probenrührigkeit (Abschnitt 2.4.), da diese in konventionellen Rheometern vernachlässigt wird, die PRV-Messung aber entscheidend beeinflussen kann und deshalb korrigiert werden muss.

2.1. Viskoelastische Materialien, rheologisches Verhalten

Die Rheologie beschäftigt sich mit den Fließeigenschaften von Materialien. Als rheologisches Verhalten wird folglich ihr Fließverhalten bezeichnet.

Als viskoelastisch bezeichnet man jenes mechanische oder rheologische Verhalten von Materialien, welches nicht den einfachen Grenzfällen des rein elastischen Festkörpers oder der rein viskosen Flüssigkeit entspricht⁷. Das viskoelastische Verhalten kann bei verschiedensten Beanspruchungen sehr unterschiedlich sein. Da Materialien von ihrer Produktion über die Lagerung und Verarbeitung bis hin zur Anwendung als Endprodukt unterschiedlichen Temperaturen und Temperaturdifferenzen, verschiedenen Kräften, Scherkräften und Scherraten bzw. Belastungsfrequenzen ausgesetzt sein können, muss man, um diese Einflüsse alle zu erfassen, das viskoelastische Verhalten über ein Spektrum von vielen Dekaden kennen. Erst dieses Kenntnis des Echtfrequenzspektrums ermöglicht die Auswahl des für die Anwendung richtigen Werkstoffs, zeigt wie seine Verarbeitung optimiert werden kann oder gibt, da sie auch Einblick in seinen inneren Aufbau gibt, Anhaltspunkte für seine Optimierung [3: Kap.2; 4].

Einen Überblick über anwendungstechnisch relevante Scherraten (teilweise entsprechend Belastungsfrequenzen) gibt die folgende Tabelle 2-1 [4: S.21].

⁶ Messung rheologischer Eigenschaften.

⁷ Da diese Grenzfälle streng genommen nie ganz erreicht werden, beschreiben in dieser Arbeit, so nicht explizit anders erwähnt, die Begriffe elastisches bzw. viskoses Verhalten nicht das reine, sondern nur das elastisch bzw. viskos dominierte Verhalten.

Vorgang	Scherraten- bereich $\dot{\gamma}/s^{-1}$	Beispiele
Alterung und Langzeit-Kriechprozesse (innerhalb von Tagen bis zu mehreren Jahren)	10^{-8} bis 10^{-5}	Polymere
Sedimentation von Partikeln	$\leq 0,001$ bis $0,01$	Dispersionsfarben, Keramiksuspensionen, Fruchtsäfte
Oberflächenverlauf von Beschichtungen	$0,01$ bis $0,1$	Lacke und Lackfarben, Beschichtungen, Druckfarben
Abtropfen, Ablaufen von Beschichtungen (unter Schwerkraft)	$0,01$ bis 1	Dispersionsfarben, Putze, Schokoladekuvertüren
Selbstverlaufen (bei Low-Shear-Bedingungen im Bereich der Null-Viskosität)	$\leq 0,1$	Silikon (PDMS)
Überziehen im Tauchbad	1 bis 100	Tauchlacke, Bonbonmasse
Auftragswalze der Streichmaschine, am Beschichtungskopf	1 bis 100	Papierstreichmassen
Thermoformen	1 bis 100	Polymere
Kauen, Schlucken	10 bis 100	Gummibären, Joghurt, Käse
Streichen	10 bis 1.000	Butter, Zahnpasta
Extrusion	10 bis 1.000	Polymerschmelzen, Teig, Keramikmassen
Rohr-, Kapillarströmung	10 bis 10^4	Erdöl, Lackfarben., Säfte, Blut
Mischen, Rühren	10 bis 10^4	Emulsionen, Plastisole, Polymerblends
Spritzgießen	100 bis 10^4	Polymerschmelzen, Keramiksuspensionen
Verstreichen, Pinseln, Rollen, Aufrakeln (händisch)	100 bis 10^4	Streichfarben, Dispersionsfarben, Tapetenkleister, Putze, Klebstoffe
Sprühen, Spritzen	1.000 bis 10^4	Spritzlacke, Kraftstoffe, Nasenspray- Aerosole
Schlagartige Belastung	1.000 bis 10^5	Feste Polymere
Nassvermahlung	1.000 bis 10^5	Pigmentpasten für Lackfarben und Druckfarben
Einreiben	1.000 bis 10^5	Hautcremes, Lotionen, Salben
Hochgeschwindigkeits- Beschichten, Rakeln (maschinell)	1.000 bis 10^7	Papierstreichmassen, Klebstoffdispersionen
Schmierung von Maschinenteilen	1.000 bis 10^7	Mineralöle, Schmierfette

Tabelle 2-1: Typische Scherratenbereiche aus der anwendungstechnischen Praxis

2.2. Messprinzip der mechanischen Rheometrie

Grundsätzlich kann ein Prüfkörper jede Form haben oder annehmen. Da damit teilweise einhergehende komplizierte Geometriefaktoren allerdings nichts zum Verständnis beitragen, wird für die prinzipielle Darstellung, als einfachstes Beispiel, der Würfel oder Quader verwendet.

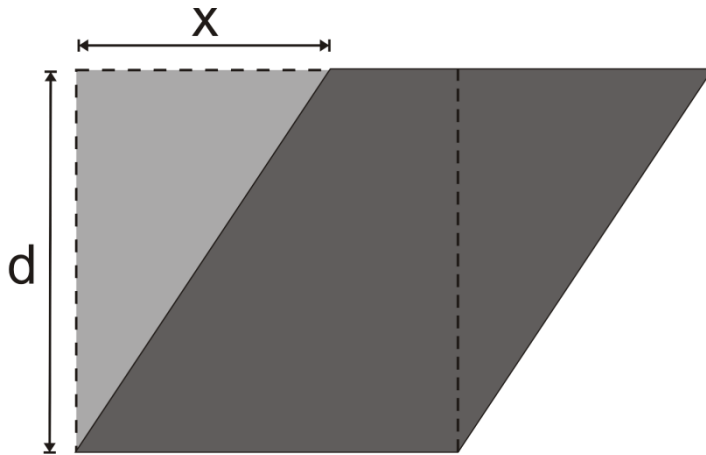


Abbildung 2-1: Grundprinzip der mechanischen Rheometrie

In der rheometrischen Messung wird ein Körper, wie in Abbildung 2-1 dargestellt geschert und seine Reaktion darauf gemessen. Die Scherung kann sowohl oszillatorisch, als auch permanent gleichgerichtet, evtl. mit variabler Scherrate, erfolgen.

Mit $\gamma = \frac{x}{d}$ folgt:

- bei geschwindigkeitsabhängiger Scherung in eine Richtung (Viskosimetrie) für die dynamische Viskosität (η)⁸

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (2-1)$$

- bei oszillatorischer Anregung für den dynamischen Schermodul (G^*)

$$G^*(\omega) = \frac{\sigma}{\gamma} \quad (2-2)$$

bzw. vollständig formuliert

$$|G^*(\omega)|e^{i\delta} = \frac{\sigma e^{i(\omega t + \alpha_\sigma)}}{\gamma e^{i(\omega t + \alpha_\gamma)}} \quad (2-3)$$

⁸

γ = Auslenkung bzw Scherung oder Deformation; $\dot{\gamma}$ = Scherrate; σ = Scher – bzw. Schubspannung

Die Anteile von Speichermodul (G') und Verlustmodul (G'') berechnen sich also aus der Phasendifferenz zwischen Scherspannung und Auslenkung $\delta = (\alpha_\sigma - \alpha_\gamma)$, der Betrag aus dem Quotient der Amplituden.

G^* ergibt sich mit $G = |G^*|$ zu

$$G^* = G e^{i\delta} = G' + iG'' = G \cos \delta + iG \sin \delta \quad (2-4)$$

Neben Speicher- und Verlustmodul selbst wird auch oft ihr Quotient $\tan \delta = \frac{G''}{G'}$ betrachtet.

Wie für jede andere Federkonstante (um eine spezielle handelt es sich bei G^*) gilt auch für G^* , dass er nur in einem bestimmten (bei rein elastischem Verhalten: hookeischen) Bereich konstant ist. In der Rheologie spricht man vom **linearen Bereich**.

Aus dem Schermodul abgeleitete bzw. ihm äquivalente Größen sind:

- Scherkomplianz (J): $J^* = \frac{1}{G^*} = \frac{G' - iG''}{G'^2 + G''^2} = J' - iJ'' \quad (2-5)$

(Im IdM hauptsächlich verwendet, da oft leichter zu interpretieren)

- Komplexe Viskosität: $\eta^* = \frac{G^*}{i\omega} = \frac{G'' - iG'}{\omega} = \eta' - i\eta'' \quad (2-6)$

Da weitere rheometrische Methoden für die Kombination des PRV mit CVOR nur von untergeordneter Bedeutung sind, werden sie erst im Zusammenhang der konkreten Anwendung des CVOR (Kap. 3.4.) beschrieben. In diesem Kapitel werden auch die konkrete Methodik und die Grenzen von Oszillationsmessung und Viskosimetrie im CVOR erläutert.

2.3. Messung am Probenkörper

Aus Scherspannung und Scherrate bzw. Deformation können rheologische Größen berechnet werden, sie sind aber nicht die direkt gemessenen Größen. Gewöhnlicherweise sind dies bei rotatorisch arbeitenden Geräten Drehmoment (τ in Nm) und Winkelgeschwindigkeit ($\dot{\vartheta}$ in rad/s) bzw. Deformation (ϑ in rad). Der Quotient aus Drehmoment und damit hervorgerufener Deformation ist die Steifigkeit der Probe ($D^* = \frac{\tau}{\vartheta}$ in Nm/rad), bei dynamischer Anregung eine komplexe trägheitsbehaftete Größe. Im Falle des PRV wird direkt D^* gemessen. Bei vernachlässigbarer Trägheit hängen D^* und G^* über einen konstanten Geometriefaktor (GF) zusammen ($D^* = GF * G^*$).

Für einen zwischen zwei parallelen Platten, um eine mittige Achse, gescherten zylinderförmigen Probenkörper (Platte-Platte System) gilt zur Berechnung von GF:

- Fläche von Kreisring im Abstand r und Breite dr : $2\pi r * dr$ (in m^2)
- Hebelwirkung, d.h. Abstand des Kreisrings von der Drehachse: r (in m)
- Scherung bei Auslenkung von 1 rad (d Probendicke): $\frac{r}{d}$ (in 1/rad)

Das Produkt dieser drei Faktoren (relevante Einflüsse auf Steifigkeit der Probe bei Torsion) von 0 bis zum Probenradius R integriert ergibt dann:

$$GF \text{ (Platte-Platte System)} = \int_0^R 2\pi r * dr * r * \frac{r}{d} = \int_0^R 2\pi \frac{r^3}{d} dr = \frac{\pi R^4}{2d} \quad (2-7)$$

Da das Platte-Platte System derzeit das einzige ist, das im PRV bei geschlossener Probenoberfläche zum Einsatz kommt, wird an dieser Stelle auf die Berechnung des Geometriefaktors für weitere Systeme verzichtet.

2.4. Das Trägheitsmoment der Probe und die Spaltnäherung

In allen bisherigen Überlegungen zur Messung von G^* wurde die Probenträgheit⁹ vernachlässigt. Im klassischen Frequenzbereich eines herkömmlichen Rheometers wird angenommen, dass dies gerechtfertigt ist (eine knappe Überprüfung folgt nach der Betrachtung der Situation bei hohen Frequenzen, in Abschnitt 2.4.3.). Im Frequenzbereich der PRV-Messung kann diese Annahme allerdings nicht mehr generell gemacht werden¹⁰. Hat die Probenträgheit wesentlichen Einfluss, gilt auch nicht mehr die gleichmäßige Scherung über der ganzen Schichtdicke, sondern die Anregung breitet sich wie eine Torsionswelle in Achsenrichtung aus. Als Maß für die darin enthaltene Zahl an Perioden dient, im Bogenmaß bezeichnet, z. $|z|=\pi/2$ bedeutet genau eine viertel Wellenlänge¹¹.

⁹ Eigentlich Probenträgheitsmoment. Um dieses zu überwinden muss die anregende Messplatte nicht nur die zur Überwindung der Steifigkeit notwendige Energie übertragen, sondern zusätzlich die Masse der Probe radiusabhängig beschleunigen.

¹⁰ Da dieser Umstand nicht dem Messprinzip des PRV, sondern allein seinem Frequenzbereich geschuldet ist und damit für den Fall, dass ein klassisches Rheometer diesen erreichen würde ebenfalls gültig wäre, wird dieses Thema bereits hier behandelt.

¹¹ Die in diesem Fall sich ausbildende stehende Welle entspricht einer Resonanz zwischen Trägheitsmoment und elastischer Komponente der Steifigkeit, welche damit als Null gemessen wird. Nach dem Superpositionsprinzip kann die Steifigkeit in einen, die Trägheit kompensierenden, und einen, elastisches Verhalten bewirkenden, Anteil aufgeteilt werden. Der Trägheitsanteil bildet mit dem Trägheitsmoment die stehende Welle, deren Antwortsignal immer um π verschoben eintrifft. In die Steifigkeit geht das Trägheitsmoment damit, zumindest Näherungsweise als (frequenzabhängige) negative Elastizität ein.

Um die Probenträgheit zu berücksichtigen wird die komplexe Steifigkeit (Federkonstante) der Probe D^* betrachtet. Ohne Trägheitsmoment, also quasistatisch betrachtet berechnet sie sich zu:

$$D^* = \frac{\pi R^4}{2d} G^* \quad (R=\text{Probenradius; } d=\text{Probendicke}) \quad (2-8)$$

Mit Trägheitskorrektur hingegen ergibt sich [2: Kap.3.3]:

$$D^* = \frac{\pi R^4}{2d} G^* z^* \cot(z) \quad (2-9) \quad \text{mit} \quad z^2 = \frac{\rho \omega^2 d^2}{G^*} \quad (2-10)$$

Aufgrund der Mehrdeutigkeit der Lösung des $z^* \cot(z)$ kann hier nicht einfach mit einer ohnehin sehr komplizierten, evtl. sogar nur numerisch zu bestimmenden Umkehrfunktion gearbeitet werden. Stattdessen wird die Reihenentwicklung des $\cot(z)$ genutzt:

$$\cot(z) = \left(\frac{1}{z} - \frac{z}{3} - \frac{z^3}{45} - \dots \right) \quad (2-11)$$

Damit wird:

$$D^* = \frac{\pi R^4}{2d} G^* \left(1 - \frac{z^2}{3} - \frac{z^4}{45} - \dots \right) \quad (2-12)$$

Mit $B = \omega^2 d^2 \rho$ sowie $c_1 = \frac{\pi R^4}{2d}$

folgt daraus:

$$D^* \approx c_1 \left(G^* - \frac{B}{3} - \frac{B^2}{45 G^*} \right) \quad (2-13)$$

was sich für $z^2 \ll 45$ (grobe Näherung) umformen lässt zu:

$$G^*(\omega) \approx \frac{D^*(\omega)}{c_1} + \frac{B}{3} + \frac{B^2/45}{\frac{D^*(\omega)}{c_1} + \frac{B}{3}} \quad (2-14)$$

Um zu prüfen, bis zu welchem z (genauer $|z|$) diese Näherung Gültigkeit besitzt, ist es nur begrenzt sinnvoll, eine Abschätzung allein aus der letzten, nähernden Umformung zu treffen, was zur bei [2: Kap.3.3 u. 3.4; 24] gewählten Abschätzung (dort bezeichnet als Spaltnäherung, maximaler Spalt bei dem noch, mit tolerablem Auswertefehler, gemessen werden kann) $|z| < 1,5$ führt. Denn auch der dafür verwandte Ansatz beruht bereits auf der nach dem dritten Glied abgebrochenen Entwicklung von $\cot(z)$.

Im Folgenden werden deshalb die mit der Auswerteformel berechneten G^* -Werte mit exakten Werten verglichen.

2.4.1. Quantitative Analyse des Auswertefehlers, Probenträgheit berücksichtigt

Es kommt folgende, den Fehler quantitativ zeigende Methode zur Anwendung:

Aus vorgegebenen, willkürlichen Modulwerten G_v^* wird, mit geeignet gewähltem c_1 , D^* berechnet. Diese Berechnung ist selbst bei komplexem z exakt möglich [26]. Aus den erhaltenen D^* -Werten werden nun, mithilfe der Auswerteformel, rechnerische Modulwerte G_R^* bestimmt und (für G' und G'' getrennt) der Quotient G_R/G_V gebildet, dessen Abweichung von 1 der Auswertefehler ist. Aus der Auftragung des Quotienten über $|z|$ kann nun die Gültigkeitsgrenze für z , abhängig vor allem vom Verhältnis des elastischen zum viskosen Anteil, bestimmt werden.

Da es sich bei dieser Auftragung um eine von konkretem B , G^* und D^* unabhängige Darstellung handelt, muss über diese Größen nicht gesondert variiert werden. Wählbar ist nur noch das Fehlerfenster¹² (Ordinate), welches je nach der geforderten Genauigkeit der Messwerte unterschiedlich festgelegt werden kann.

Sämtliche Punkte, die noch im gewählten Fehlerfenster liegen, sind verwendbar, die außerhalb nicht mehr.

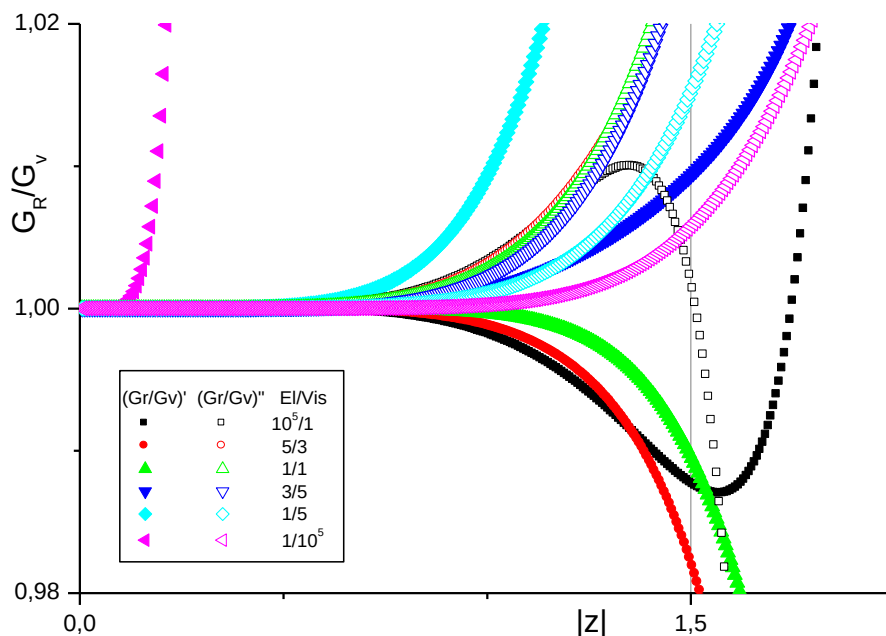


Abbildung 2-2: G_R/G_V im 2%-Fenster

¹² Maximal akzeptable Verfälschung (Messfehler) der Werte, welche noch im Rahmen der geforderten (oder im Bereich der Genauigkeit der anderen Größen liegenden) Messgenauigkeit liegt.

Abbildung 2-2 zeigt das G_R/G_V -Verhältnis für verschiedene G' und G'' im Fehlerfenster von $\pm 2\%$, einer Abweichung, die immer tolerabel sein sollte, da Präparations- oder sonstige Fehler oft höher liegen. Um im weiteren Verlauf dieser Graphen nicht auf Spekulationen angewiesen zu sein steht noch zusätzlich mit Abbildung 2-3 das 10%-Fenster zur Verfügung.

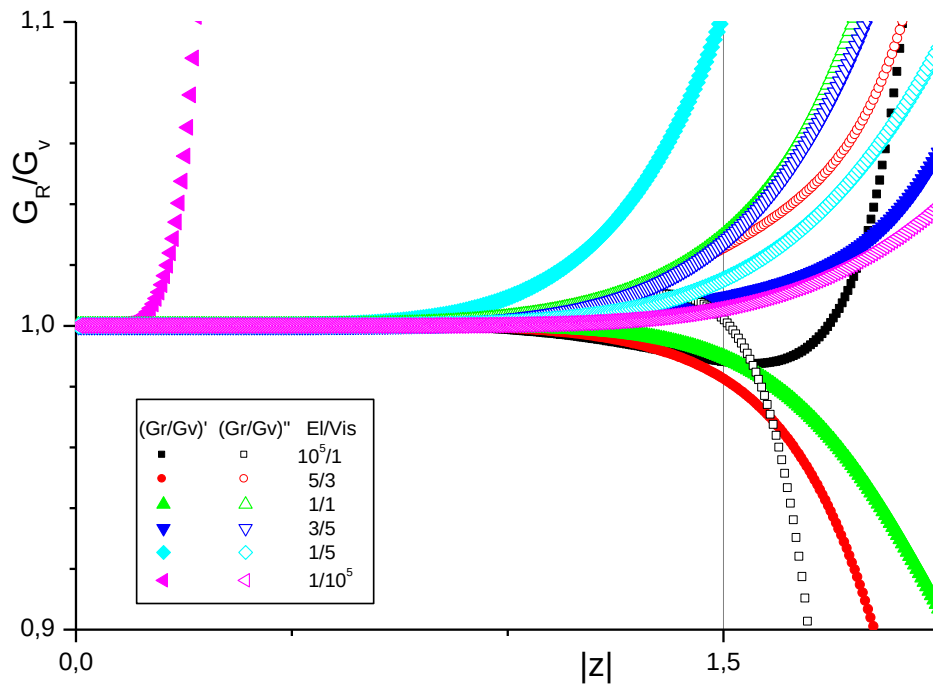


Abbildung 2-3: G_R/G_V im 10%-Fenster

Für elastisch dominierte Proben ($G' \gg G''$) bestätigt sich die Spaltnäherung ($|z| < 1,5$) als gültig bzw. eher sogar zu eng gefasst. Selbst für ($G' = G''$) kann sie bei 3% Abweichung im G'' bzw. 4,4% im $\tan \delta (= \frac{G''}{G'})$, welcher in Abbildung 2-4 gezeigt wird, noch als ausreichend gelten.

Anders die Situation im Falle einer viskosen Dominanz. Bereits ein Verhältniss von $1/5$ zeigt eine Verwertbarkeitsgrenze von $|z|=1,1$ für G' auf, die mit weiter sinkendem elastischen Anteil gegen 0 läuft. Da sich die Trägheit als negative Elastizität auswirkt, darf dieses Ergebnis nicht verwundern.

Sollte dagegen das Interesse in erster Linie G'' (oder η') gelten spricht nichts gegen eine Verwendung dieser Daten bis zu $|z|=2$ oder teilweise sogar darüber hinaus. Bis in jenen Bereich also, in dem dieser Anteil noch im Fehlerfenster liegt.

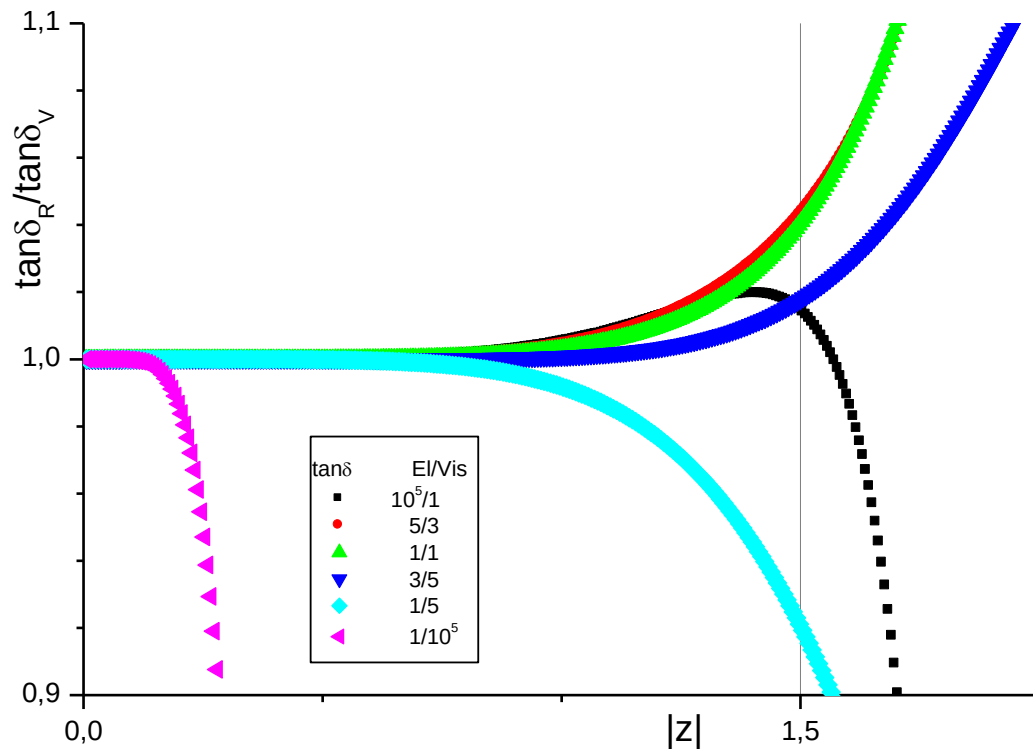


Abbildung 2-4: $(\tan\delta)_R/(\tan\delta)_V$ im 10%-Fenster

2.4.2. Einfluss des Probenträgheitsmoments auf D^*

Da G_R/G_V weder gemessene noch berechnete Größe ist, ist es, um sich die realen Auswirkungen in der Messung vorstellen zu können sinnvoll den in Abbildung 2-5 aufgetragenen Verlauf von D^* zu betrachten. Von Bedeutung sind hier nicht die Absolutwerte, sondern die Veränderungen zum Startwert (bei dem die D^* -Werte bei konstant vorgegebenen G^* idealerweise blieben) und insbesondere auch der Nulldurchgang von D' , dessen Lage beweist, dass er nicht das zwangsläufige Ende der Messung erzwingt. Deutlich schwächer und immer ansteigend fallen die Veränderungen in D'' aus und sollen hier deshalb nicht näher betrachtet werden.

Bei der Betrachtung des $\tan\delta$ muss beachtet werden, dass er ein sinnvolles Fehlermaß nur dann zeigt, wenn die Fehler bei Real- und Imaginärteil gegengerichtet sind. Gemäß Abbildung 2-4 gilt dies für $\tan\delta \leq 1$ ($G'' \leq G'$). Aus dem Vergleich der drei in diesen Bereich gehörenden Kurven (schwarz, rot, grün) erkennt man dann, dass die Fehlergröße bei $|z|=1$ noch keine Aussage über die für höhere $|z|$ zulässt.

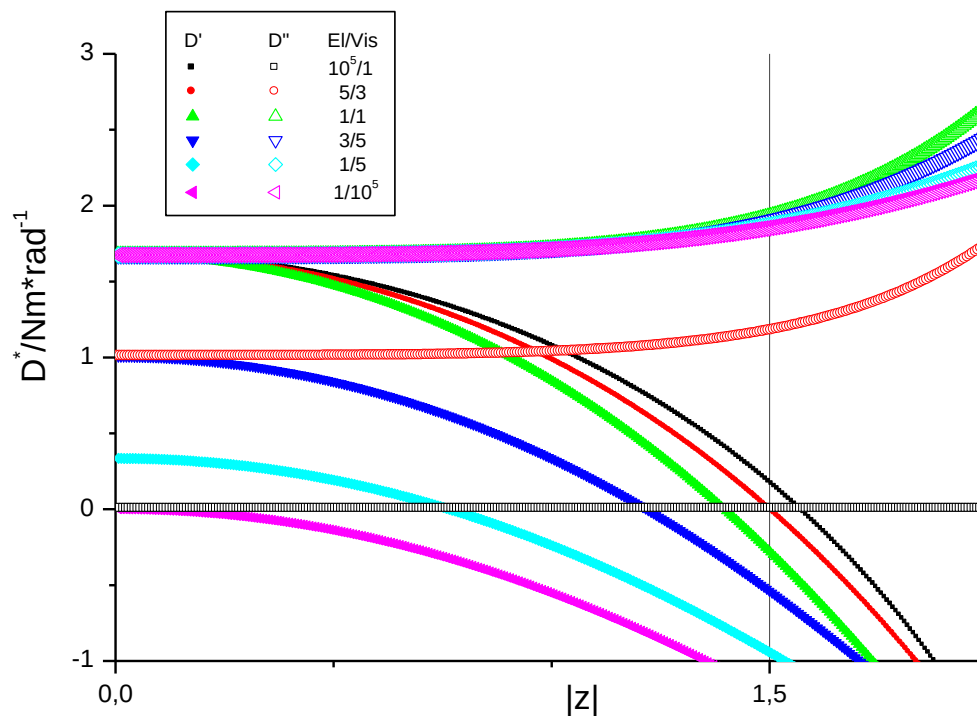


Abbildung 2-5: Exemplarischer D^* -Verlauf

2.4.3. Quantitative Analyse des Auswertefehlers, Probenträgheit nicht berücksichtigt

Nach der quantitativen Analyse des Auswertefehlers bei Verwendung der in der PRV-Auswertung angewandten Formel, soll nun zur Abschätzung der Situation im Rheometerbetrieb auch noch der Fehler berechnet werden, der bei Vernachlässigung der Probenträgheit auftritt.

Diese Abweichungen zeigt Abbildung 2-6. Für nahezu rein viskose Proben sind die G'_R/G'_V -Werte von Anfang an negativ (und deshalb im Diagramm nicht sichtbar), selbst bei niedrigsten Frequenzen wird also der elastische Anteil falsch gemessen, ist die Vernachlässigung der Trägheit ein schwerwiegender Fehler. Aus diesem Grund können solche Substanzen von Rheometern, ohne Trägheitskorrektur, nicht oszillatorisch gemessen werden.

Das Elastizität/Viskosität-Verhältnis von 1/1000 ist zusätzlich eingezeichnet, da ein Auftreten dieses Verhältnisses in diesem Frequenzbereich realistisch ist und die Genauigkeit der Messung dann bereits stark unter der Trägheit leidet.

Doch selbst für elastisch dominierte Proben sollte $|z| < 0,5$ erfüllt sein.

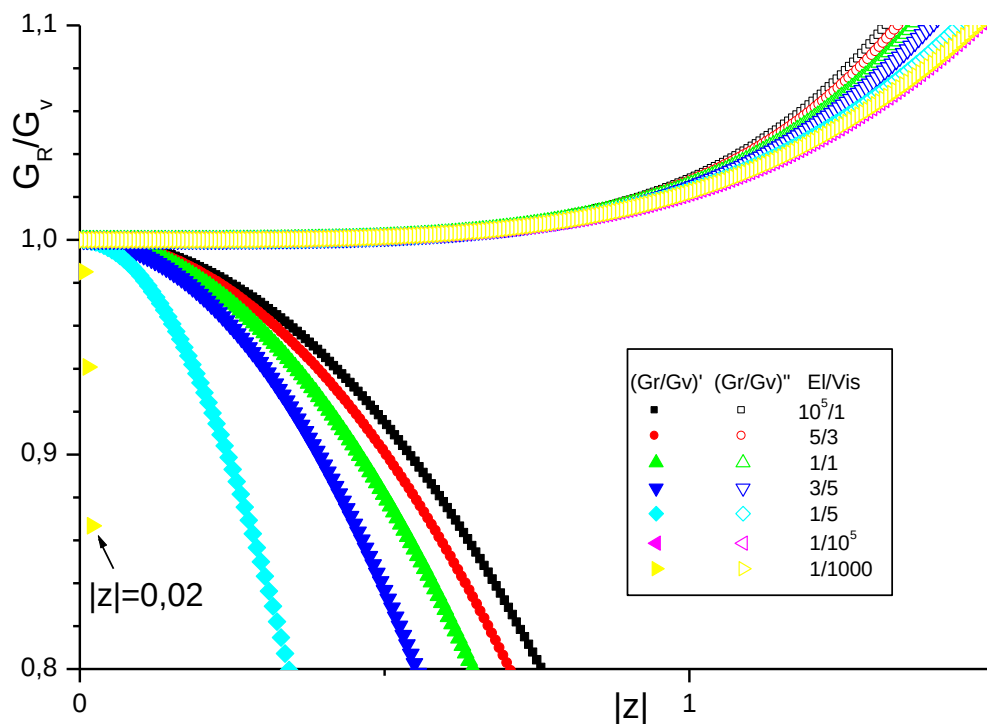


Abbildung 2-6: G_R/G_V -Verlauf bei vernachlässigter Probenträgeit

2.4.4. Gültigkeit der verwendeten Näherungen

Da z zwar eine, in der Berechnung sehr praktische, in der Vorstellung aber sehr schwierige Größe ist, soll die folgende Tabelle einen Überblick geben, bei welchen $|G|$ -Werten welche Frequenz welchem, in den vorhergehenden Abschnitten genannten $|z|$ -Wert entspricht.

Aus $z^2 = \frac{\rho \omega^2 d^2}{G^*}$ (2-10) ergibt sich für die Frequenz f : $f = \frac{|z|}{2\pi d} \sqrt{\frac{|G|}{\rho}}$ (2-15).

$ G^* \setminus z $	0,1	0,2	0,5	1	1,5
10	1,59	3,18	7,96	15,9	23,9
10^2	5,03	10,1	25,2	50,3	75,5
10^3	15,9	31,8	79,6	159	239
10^4	50,3	101	252	503	755
10^6	503	1010	2520	5030	7550
10^8	5030	10100	25200	50300	75500

Tabelle 2-2: $f(G^*)$ -Werte zu bestimmten $|z|$

Der Einfachheit halber und da leicht umzurechnen zeigt Tabelle 2-2 die Frequenzwerte generell für $d=1\text{mm}$ und $\rho = 1000\text{kg/m}^3$ berechnet. Die Dichte der meisten weichen Materialien weicht nicht wesentlich von diesem Wert ab. Wird d variiert, so ändert sich f reziprok zu d ($f \sim \frac{1}{d}$).

Betrachtet man die Werte in der Tabelle, so kann gesagt werden, dass abgesehen von stark viskos dominierten, insgesamt sehr niederviskosen Proben, die Vernachlässigung der Probenträge gerechtfertigt ist. Auch die J' -Abweichungen in Abbildung 1-1 sind eher auf Oberflächenspannungseffekte, als auf die Probenträge zurückzuführen. Allerdings zählt das dort verwendete Siliconöl auch zu den höherviskosen.

2.5. Zeit/Temperatursuperposition - die Masterkurve

Das Prinzip der Zeit/Temperatursuperposition (engl. time/temperature shift, TTS) besagt, dass die Zeitdauer einer Scherbelastung und die Temperatur vergleichbare Auswirkungen auf die rheologischen Eigenschaften einer Substanz haben: Erwärmung führt zu Erweichung, also zu sinkenden G -Werten, eine sehr langsame Scherbewegung hat dieselbe Auswirkung [4: Kap.8.7]. Das Verhalten bei einer bestimmten Frequenz und Temperatur entspricht folglich dem bei höherer Temperatur und niedrigerer Frequenz. Die umgekehrte Beziehung gilt analog.

Für thermo-rheologisch einfache Substanzen, d.h. solche die ihren Strukturcharakter nicht sprunghaft ändern erfolgt (für eine bestimmte andere Messtemperatur) die Verschiebung der Messwerte in der logarithmischen Frequenzskala um einen konstanten Betrag ($\lg a_T$) für alle Frequenzen.

Für den Verschiebungsfaktor a_T gilt: $a_T = \frac{\lambda(T)}{\lambda(T_r)}$. Dabei ist λ die Relaxationszeit¹³ bei der jeweiligen Temperatur, T die Messtemperatur und T_r die Temperatur auf die geschoben wird (Referenztemperatur), bei der die Gesamtkurve, die sogenannte Masterkurve gebildet wird. Empirisches Maß für die Verschiebung sind jene Werte (bei mehreren Kurven), welche zu einer Übereinstimmung der Kurven, sowohl im elastischen als auch im viskosen Anteil, letztlich also im $\tan\delta$ führen. Die Masterkurve bietet dann einen im Vergleich zur Einzelmessung deutlich erweiterten

¹³ Zeitkonstante, die den (exponentiellen) Abfall der inneren Spannung, bei konstanten äußeren Bedingungen, beschreibt.

Frequenzbereich sowie die Möglichkeit rheologische Daten für Temperaturen bei denen nicht gemessen wurde zu erstellen.

Eine Möglichkeit zur Berechnung der Verschiebungsfaktoren bietet die empirische Williams-Landel-Ferry Gleichung [5]. Sie gibt ihn mit $lga_T = \frac{-C_1(T-T_r)}{C_2+(T-T_r)}$ an. C_1 und C_2 sind materialspezifische Koeffizienten.

Als Ausgleich für ein nicht ideales Relaxationsverhalten, sowie Auswirkungen der thermischen Ausdehnung, d.h. Schichtdicke bei jeweiliger Temperatur zu groß oder zu klein angenommen, bzw. der geänderten Dichte, kann auch eine Anpassung des Betrags der J- bzw. G- oder η -Werte notwendig und zulässig werden.

Zur vollständigen Beschreibung gehört neben der Masterkurve und der Angabe der Temperatur auf die sie sich bezieht auch das sogenannte Aktivierungsdiagramm, also die logarithmische Verschiebung in Frequenz (Δlgf entspricht lga_T) und J^* , G^* oder η^* .

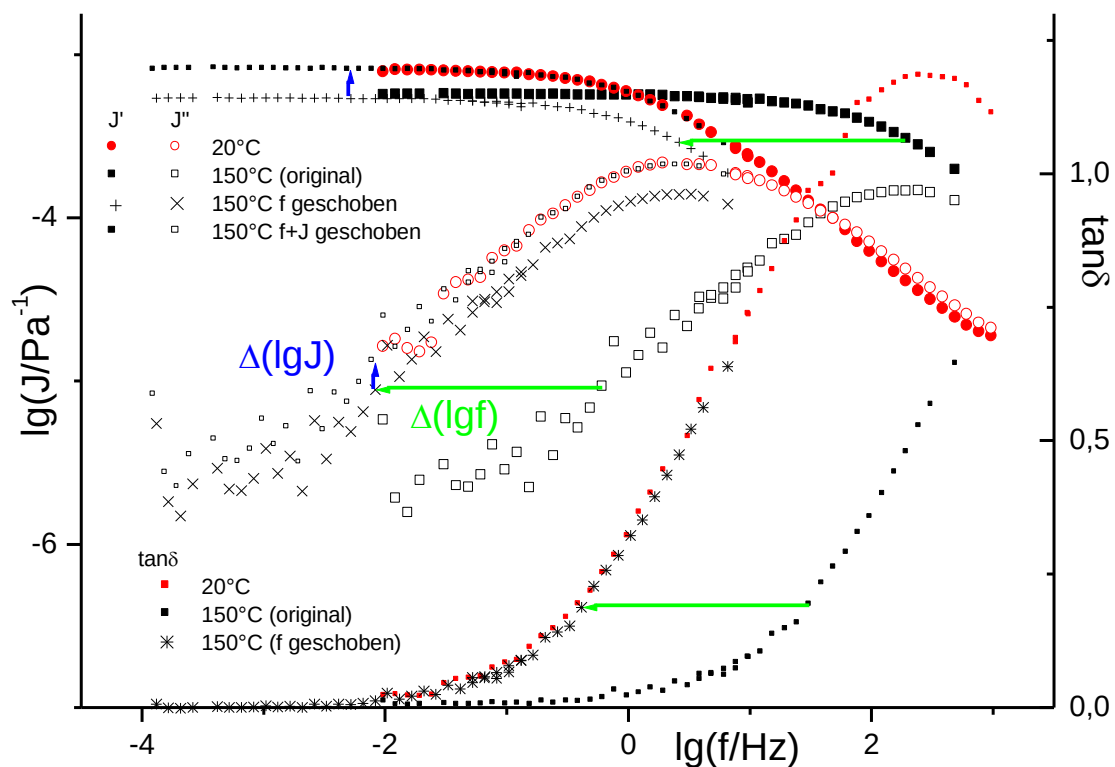
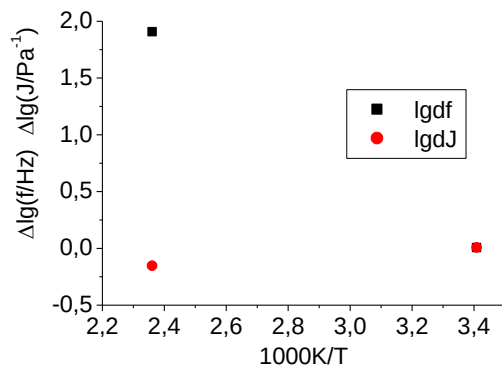


Abbildung 2-7: Bildung der Masterkurve

Das Beispiel der Verschiebung einer bei 150°C gemessenen Kurve auf die 20°C Kurve zeigt Abbildung 2-7 (zur Erläuterung des Prinzips nur 2 Isothermen, die

Masterkurve aus 5 Isothermen zeigt Abb. 8-2). Zur Verdeutlichung des Prinzips sind die $\tan\delta$ -Kurven mit eingezeichnet. An ihnen lässt sich am besten erkennen, wie weit $\lg f$ geschoben werden muss (grüne Pfeile). Die anschließende Vertikalverschiebung (blaue Pfeile) betrifft nur noch die J-Kurven. Das Maß der Verschiebungen zeigt das Aktivierungsdiagramm in Abbildung 2-8. Aufgetragen sind die Werte, welche zur Rückkehr in den Originalzustand addiert werden müssten.



Abbildungung 2-8: Aktivierungsdiagramm

An dieser Stelle hätten natürlich auch die beiden Werte tabellarisch gereicht, da aber normalerweise aus mehreren Einzelkurven gemastert wird, kann am Diagramm eher die Konsistenz der Verschiebungswerte erkannt werden.

2.6. Die COX-MERZ-Relation

Den empirischen Zusammenhang zwischen der dynamischen und der komplexen Viskosität stellt die COX-MERZ-Relation her.

$$\eta(\dot{\gamma}) = |\eta^*(\omega)| \text{ für } \dot{\gamma} = \omega \quad (2-16)$$

Sie besagt also eine Übereinstimmung der dynamischen mit dem Betrag der komplexen Viskosität bei einer der Scherrate entsprechenden Kreisfrequenz.

Dieser Zusammenhang gilt zwar nicht für alle Materialien, ist aber für fast alle Polymerlösungen und -schmelzen bewiesen¹⁴ [4: Kap.8.8]. Da die meisten Rheometer eine höhere Scherrate als Kreisfrequenz erreichen, wird durch den PRV der Vergleich und die Überprüfung dieser Relation in einem erweiterten Bereich ermöglicht.

¹⁴ Es führt jede Art von physikalischen und/oder chemischen Wechselwirkungen zu Abweichungen von der Cox/Merz-Regel, deshalb ist diese Beziehung nicht brauchbar für Substanzen, die $G' > G''$ („Gel-Charakter“) im Low-Shear-Bereich zeigen: stabile Dispersionen (Suspensionen, Emulsionen, Schäume), Pasten, Gele, und natürlich Feststoffe.

3. Das Bohlin CVOR Rheometer

Als eines der beiden Geräte, die vereinigt werden sollen, stellt dieses Kapitel das CVOR (ein kommerzielles Rheometer) und sein Spektrum vor. Rheometrische Grundversuche die für die Kombination mit dem PRV von eher untergeordneter Bedeutung sind, werden dabei erwähnt, aber nicht immer detailliert erklärt.

Aufgrund der klaren Aufgabenstellung der Integration des PRV ins CVOR, bildet der konstruktiv als Vorbild dienenden Aufbau mit ETC die Grundlage der technischen Beschreibung. Andere Temperiersysteme werden zwar erwähnt, aber nicht immer detailliert beschrieben. Auch wird, sofern nicht explizit anders erwähnt, immer vom Platte-Platte Messsystem ausgegangen.

Da das Nachfolgemodell Gemini prinzipiell baugleich ist werden, zwar nicht seine Leistungsdaten, aber seine fürs integrierte PRV wesentlichen Eigenschaften mit vorgestellt. CVOR und Gemini können in den Kapiteln (5, 6 und 8), die sich auf die Kombination beziehen, deshalb synonym verwendet werden.

3.1. Aufbau des CVOR



Abbildung 3-1: CVOR (a) komplett



(b) Ausschnitt

Die grundsätzliche Bauform des CVOR, soweit sichtbar, zeigt Abbildung 3-1.

Im gezeigten Aufbau ist die erste Bauform des PRV zwar bereits integriert, doch war diese noch so konstruiert, dass die CVOR-Funktion davon nicht beeinflusst wird. Der obere Schaft ist original, der des PRV entspricht exakt dem des CVOR-ETC-Aufbaus. Spätere Änderungen nehmen Einfluss auf Trägheitsmoment, Wärmeleitung und damit auch –verteilung.

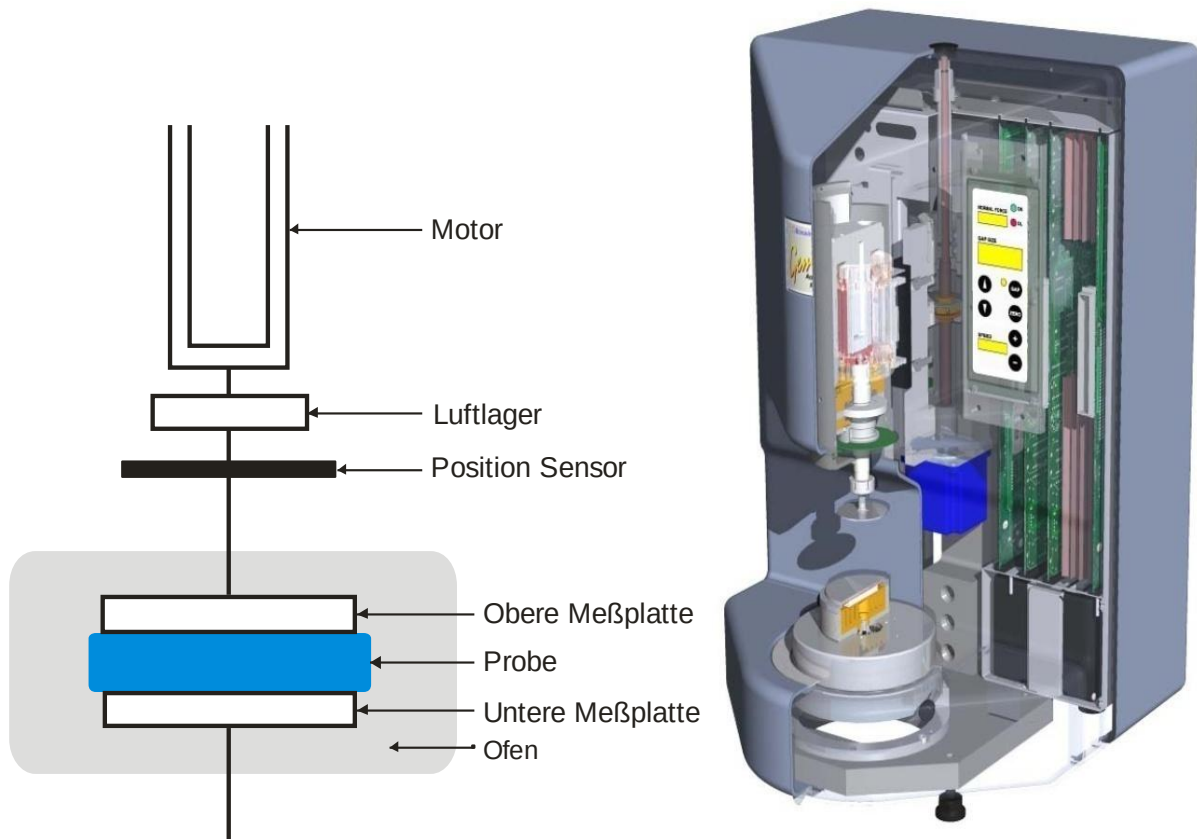


Abbildung 3-2: CVOR (a) schematischer Aufbau (b) Schnittbild [6]

Abbildung 3-2(a) zeigt den schematischen Aufbau des CVOR. Motor, Luftlager und Sensor befinden sich noch innerhalb des geschlossenen Körpers, Tube genannt. In der schematischen Abbildung wird zugunsten der Übersichtlichkeit auf ihre Darstellung verzichtet. Diese Tube ist mittels der Normalkraftmessung dienenden Dehnmessstreifen auf einem Schlitten befestigt. Auf einer Schiene fahrend bewirkt der Schlitten die Spaltführung, sowohl falls in der Messung nötig (z.B. thermische Kompensation), als auch zum Proben- und Systemwechsel.

Einen guten Eindruck des realen Gerätes vermittelt das neben dem schematischen Aufbau eingefügte Schnittbild des Gemini, Abbildung 3-2(b). Anders als der schematische Aufbau enthält das dargestellte Gerät als Temperieroption nicht die ETC (ein Schnittbild damit stand nicht zur Verfügung), sondern ein Peltier-System.

Beim CVOR handelt es sich um ein einachsiges Gerät, d.h. sämtliche rheologisch wesentlichen Funktionen werden mit einem relativ einfachen und kompakten mechanischen Aufbau von der oberen Seite gesteuert und gemessen.

Die untere Gegenseite kann deshalb (neben ihrer Funktion als fixierte Messplatte) verschiedentlich gestaltet werden:

- (a) eine Temperiereinheit wird eingebaut, damit kann der untere Körper und dadurch die Probe auf die gewünschte Temperatur erwärmt oder in gewissem Rahmen auch gekühlt werden
- (b) sie dient nur der Temperaturmessung
- (c) ein anderes Messsystem wie beispielsweise der PRV kann eingebaut werden

3.1.1. Komponenten innerhalb der Tube

In der Betrachtung von oben ausgehend beginnt das Gerät mit dem drehmomentgesteuerten Schrittmotor, der letztlich nur zwei Begrenzungen unterliegt:

- (a) der des Drehmoments, nach oben durch den Maximalwert von 120mNm, nach unten durch die Ansteuergenauigkeit von 0,1μNm
- (b) der Trägheit des Motors samt Achse (mit Messplatte etc.), durch welche ein Beschleunigungslimit entsteht

Erklärtes Ziel dieses Aufbaus ist es deshalb, das Trägheitsmoment der bewegten Teile so gering als möglich zu halten.

Herzstück und damit die Messgenauigkeit bestimmendes Element des einachsigen Systems ist die Lagerung der Achse, aus diesem Grund als Luftlager gewählt. Nur so ist es möglich die am Motor anliegenden Kräfte (trägheitskorrigiert) dem auf die Probe wirkenden Moment gleichzusetzen.

Das Luftlager selbst besteht aus einer gekapselten Scheibe, die nur durch die sie umströmende Luft beweglich wird. Wird es in drucklosem Zustand belastet, kann es sehr leicht zu schweren Schäden kommen, die einen Austausch erforderlich machen. Da die Achse durch die im Lager strömende Druckluft keinerlei sonstigen Kontakt zum Gerät mehr hat, ist sie auch elektrisch davon isoliert, was bei Spezialanwendungen (z.B. dielektrische Spektroskopie) berücksichtigt oder korrigiert werden muss.

Nächstes und gleichzeitig unterstes Teil in der abgeschlossenen Tube ist der Positionssensor, exakt betrachtet eigentlich ein Winkelsensor. Dieser ist zwar eigentlich nur Messgerät, kann aber auch als Grundlage der Motorsteuerung dienen, was die quasideformationsgesteuerte Messung ermöglicht.

3.1.2. Der Schaft

Außerhalb der Tube wird in einem speziellen Einspannfutter der Schaft (samt oberer Messplatte) befestigt. Der Schaft ist keine einheitliche Größe. Es wird versucht ihn den Erfordernissen möglichst optimal anzupassen. Dabei bewegt man sich immer zwischen den drei folgenden Zielen:

- (a) Möglichst geringes Trägheitsmoment: Dies erlaubt zum einen dem Motor eine schnellere Reaktion und verlangt weniger rechnerischen Korrekturaufwand. Zum anderen treten Resonanzen erst bei höherer Frequenz auf. Diese Eigenschaft wird im Zusammenhang mit der PRV-Anwendung (Kap.4.1.2.) noch näher erläutert.
- (b) Möglichst hohe Steifigkeit: Reduziert zum einen den Komplianzfehler der Messung und trägt zum anderen ebenfalls zur Verschiebung der Resonanzen zu höheren Frequenzen bei.
- (c) Möglichst geringe Wärmeleitfähigkeit: Dies soll zum einen die Ausbildung stärkerer Temperaturgradienten im Bereich der Probe verhindern, zum anderen den Wärmeverlust insgesamt minimieren und somit schnellere Temperaturanpassungen erlauben.
Dabei liegt das entscheidende Kriterium nicht darin, inwieweit der Schaft sich erwärmt, sondern wie viel Wärme entweder an das Gerät oder aber an die Umgebung weitergegeben wird. So gesehen müsste man eigentlich präziser von der Wärmeableitfähigkeit sprechen.

3.1.3. Der optimierte Schaft

Da sowohl Steifigkeit als auch Trägheitsmoment in vierter Potenz (bei Vollkörper) bzw. dritter Potenz (bei Hohlrohr) vom Radius abhängen, lässt sich allein aus dem Schaft keine zwingende Geometrie ableiten. Deshalb sollen zunächst die einzelnen Variationsmöglichkeiten mit ihren jeweiligen Vor- und Nachteilen vorgestellt werden.

- (a) **Die Länge des Schafts:** Eine Verkürzung bringt große Vorteile sowohl für die Trägheit als auch die Steifigkeit. Nachteile in der Wärmeleitfähigkeit werden zum Teil durch die dadurch mögliche Reduktion des Durchmessers und damit auch Querschnitts aufgefangen. In der Praxis wird dieses Prinzip teilweise bei Heizsystemen mit einseitiger Temperierung angewandt. Im Falle eines geschlossenen Ofens (z.B. ETC) ist aber durch dessen Abmessung ein Mindestmaß für die Länge vorgegeben, welches nicht unterschritten werden kann.
- (b) **Der Durchmesser des Schafts:** Eine Vergrößerung erhöht die Steifigkeit, aber in gleichem Maße auch das Trägheitsmoment. Da sich das Trägheitsmoment allerdings nicht nur aus dem des Schafts selbst, sondern auch dem der Messplatte zusammensetzt, kann darauf nur begrenzt Einfluss genommen werden. Es gilt, unter Berücksichtigung der ebenfalls leicht erhöhten Wärmeleitfähigkeit, einen vernünftigen Kompromiss zu finden, der beim geschlossenen Ofen auch die notwendige Öffnung, durch die der Schaft geführt wird, berücksichtigen muss. Dies gilt insbesondere für (c).
- (c) **Massiv- oder Hohlenschaft:** Ein Hohlenschaft reduziert die Wärmeleitfähigkeit bei begrenztem Steifigkeitsverlust und ist deshalb grundsätzlich sinnvoll. Die Wandstärke sollte allerdings so hoch bleiben, dass weder die statische noch die dynamische Stabilität gefährdet wird. Schon kleinste Abweichungen in der Fertigungspräzision können zu dynamischer Instabilität führen, vor allem wenn das Trägheitsmoment nicht mehr symmetrisch zur Drehachse liegt.
- (d) **Bohrungen im Schaft:** Sie dienen vor allem der Wärmeisolierung, verringern aber die Steifigkeit. Ein an sich gangbarer Weg, der in der Praxis des Geräts darunter leidet, dass die Bohrungen auch an den Stellen gemacht wurden, in denen sich der Schaft noch im Ofen befindet. Wärmeisolierung dort kann zwar sinnvoll sein, da die Wärmekapazität in der Kammer reduziert wird, d.h. Temperaturänderungen sind leichter zu erzielen, trotzdem wird die Steifigkeit dadurch zu sehr reduziert. Sinnvoller ist deshalb oft ein:
- (e) **Wärmeisolierter Schaft** (durch Bereich aus isolierendem Material): Ein speziell eingebauter Isolator ist zwar für Wärmeisolierung optimal, allerdings meist Schwachpunkt der Steifigkeit. Er ist also nur dann sinnvoll wenn ein

Material gefunden wird, welches bei hoher Wärmeisolierung immer noch relativ hart ist. Wird, zur Vermeidung allzu großer Steifigkeitsverluste, im Bereich der Wärmeisolierung der Radius erhöht, sollte wegen des Trägheitsmoments auch die Dichte deutlich niedriger als im Hauptmaterial (des Schafts) liegen.

- (f) **Anderes Schaftmaterial:** Insbesondere bei Metallen hat eine niedrigere Dichte normalerweise eine niedrigere Steifigkeit, bei meist gleichbleibender (oder höherer) Wärmeleitfähigkeit, zur Folge. Eine sinnvolle Alternative können deshalb nur Keramiken bieten, die allerdings meist in ihrer technischen Handhabung deutlich aufwändiger sind.

Die folgende Matrix fasst die Auswirkung verschiedener Veränderungsmöglichkeiten grob zusammen. +/- bedeuten hier positiven bzw. negativen Einfluss, im Sinne des optimierten Schaftes, auf die gewünschte Eigenschaft.

Variation	Trägheit	Steifigkeit	Wärmeleitung
Schaft kürzer	+	+	-
Durchmesser größer	-	+	-
Wandstärke dicker	-	+	-
Bohrungen	+	-	+
Isolierung	0	-	+
Dichte Material kleiner	+	-/0	+/-

Tabelle 3-1: Bewertung der Variationsmöglichkeiten des Schafts

3.1.4. Im CVOR eingesetzte Schäfte

Da im CVOR in seiner ursprünglichen Gestalt die Ansprüche an den Schaft (bzw. die Schäfte, denn die oben erwähnten Grundprinzipien gelten so vorhanden auch für den unteren) nicht so hoch sind, werden dort im Platte-Platte-Verfahren (bzw. Kegel-Platte) nur zwei Varianten eingesetzt:

- (a) der Kurzschaft, direkt an Platte oder Kegel befestigt, mit einem Durchmesser von 6mm und einer Länge von 15mm in massiver Ausführung
- (b) der Langschaft für die ETC-Anwendung: 50mm langer Hohlenschaft mit 13mm Außen-, sowie 10mm Innendurchmesser, was einer Wandstärke von 1,5mm entspricht. Zur Verringerung der Wärmeleitung hat dieser Schaft insgesamt 20 5mm-Bohrungen. Da die Platte daran nicht fest installiert ist, sitzt am unteren Ende noch eine Klemmung. Auch wenn diese wiederum zur Erhöhung des Trägheitsmoments beiträgt, hat sie doch den Vorteil, dass eine nicht mehr verwendbare Platte einfach ausgetauscht werden kann.

Auf die deutlich höher liegenden Anforderungen in der PRV-Anwendung wird im Kap. 4.1.2. näher eingegangen.

3.1.5. System unterhalb der Probe

Die Unterseite des Systems kann wie bereits erwähnt verschiedene Formen annehmen: Ist es im Standard der meisten Temperiersysteme eine große Fläche (größer als die Probe), so ist der für den Aufbau mit PRV-Anwendung als Vorbild dienende ETC-Aufbau eher als Spiegelbild des sichtbaren Teils des oberen Systems zu sehen, untere Messplatte und Schaft. Der untere Schaft sitzt fest in seiner Plattform.

Sofern die untere Fläche nicht selbst Teil des Temperiersystems ist, befindet sich in (bzw. direkt unterhalb) der Platte ein Thermofühler, auch im PRV.

3.2. Messung mit CVOR

3.2.1. Messprinzip des CVOR

Über den Motor wird auf die Welle (drehende Achse von Motor bis Probenplatte) ein Drehmoment aufgebracht und deren Reaktion gemessen: die Winkelauslenkung der Achse in Weg und Zeit.

Wird also beispielsweise ein sinusförmiges Drehmoment angelegt (Oszillationsmodus), so wird in der Regel ein ebenfalls sinusförmiges, konstant zeitversetztes Wegsignal als Antwort erwartet. Zwangsläufig ist dies nicht, vor allem

nicht außerhalb des linearen Bereichs, da die Antwort von den Eigenschaften der Probe abhängt.

Wichtigste Voraussetzung um aus diesen Messwerten Rückschlüsse auf die Probe ziehen zu können ist, dass das Gerät selbst dazu nur beherrschbare Einflüsse beiträgt. Beherrschbar meint in diesem Fall, entweder schon in der Messung selbst ausgleichbar (z.B. durch Drehmomentanpassung) oder aber, rechnerisch zu erfassen und zu korrigieren.

Eigentliche Messgrößen sind, wie bereits erwähnt, Drehmoment (Nm) und Auslenkung(rad).

Diese werden nach mathematischer Trägheitskorrektur (allerdings ohne Trägheit der Probe) und evtl. Subtraktion der Schaftkomplianz dann gemäß der untenstehenden Auswerteformel in G^* umgerechnet.

3.2.2. Die Auswerteformel und ihre Parameter

Da die Auswerteformel prinzipiell immer gleich ist, gelten die folgenden, für den Oszillationsmodus ausgeführten Erklärungen, analog auch für alle anderen CVOR-Messmodi.

Für G^* gilt:
$$G^*(\omega) = \frac{\sigma}{\gamma} \quad (2-2)$$

Da die Probenträgheit vernachlässigt wird, können σ und γ jeweils direkt aus τ bzw. ϑ berechnet werden [7: Section F, Appendix C]:

$$\sigma = C_1 * \tau \quad (3-1) \quad \gamma = C_2 * \vartheta * \frac{d_0}{d} \quad (\text{mit } d_0 = 1mm \text{ als Referenzspalt}) \quad (3-2)$$

Im Kegel-Platte System fällt wegen des eindeutig definierten Spalts (Null an der Spitze) der Term $\frac{d_0}{d}$ weg, für andere eindeutig definierte System ebenfalls.

Zusammengefasst lautet die Auswerteformel:

$$G^*[Pa] = \frac{C_1 \left[\frac{Pa}{Nm} \right] * Drehm.[Nm] * (evtl.) \frac{d[mm]}{mm}}{C_2 \left[\frac{1}{rad} \right] * Ausl.[rad]} (= GF * D^*) \quad (3-3)$$

Auch hier muss die Zeitabhängigkeit von Drehmoment und Auslenkung berücksichtigt werden.

Die Geometriekonstanten C_1 und C_2 sind für Standardsysteme im Programm vorhanden, bei selbstentwickelten Prüfgeometrien, zu welchen auch Nichtstandardradien oder –kegelwinkel zählen, müssen sie berechnet werden.

Für die Geometriekonstanten gilt allgemein:

$$C_1 = \frac{1}{\text{Fläche}} * \frac{1}{\text{Eff. radius}} \quad (3-4)$$

(Der effektive Radius ist der, an dem sich die ganze Fläche befinden müsste, um gleiches Ergebnis zu erzielen)

$$C_2 = \frac{\text{Eff. Radius}}{\text{Standardspalt}} \quad (3-5)$$

Zwar sind die Parameter sehr stark von der Art des Probenhaltersystems abhängig, trotzdem geben die nun folgenden Erläuterungen zum Platte-Kegel und Platte-Platte System auch einen Einblick in die Berechnung bei ganz anderen Systemen.

Für die **Kegel-Platte-Geometrie** berechnen sich die Parameter (analog Kap. 2.3.¹⁵) zu:

$$\frac{1}{C_1} = \int_0^R r(\text{Hebel}) * 2\pi(\text{Umfang}) * dr = \frac{2}{3} \pi R^3; \quad (3-6)$$

und, da das Verhältnis zwischen Radius und Spalt überall gleich ist:

$$C_2 = \frac{r}{\text{Spalt}(\text{bei } r)} = \frac{r}{d(r)} \quad (3-7) \quad \text{anders ausgedrückt: } C_2 = \frac{1}{\tan(\text{Kegelwinkel})} \quad (3-8)$$

In diesem Messsystem ist, wie bereits erwähnt, die gesamte Messgeometrie (auch der Spalt) festgelegt, nämlich mit $d=0$ bei $r=0$. Da die Platten sich nicht berühren sollen, wird die Spitze abgeflacht und das Maß der Abflachung als Standardspalt festgelegt. Diese Geometrie erfüllt die Anforderung einer über der gesamten Probe gleichen Deformation bzw. Scherung. Die Probendicke d taucht somit in der Auswerteformel nicht auf.

In der **Platte-Platte-Geometrie** gilt, bei Vernachlässigung des Trägheitsmoments der Probe (s. Kap. 2.3.):

¹⁵ Da $\frac{r}{d(r)}$ im Kegel-Platte-System konstant ist, wird darüber nicht integriert.

$$G^*[Pa] = \frac{2*d}{\pi*R^4} * \frac{Drehm.[Nm]}{Ausl.[rad]} \quad (3-9)$$

der effektive Radius läge nun bei $\frac{\sqrt{2}}{2}R$; allerdings wurde seitens Bohlin entschieden, C_1 beim Wert aus der Kegelgeometrie zu belassen und C_2 entsprechend obiger Formel für einen Standardspalt von 1mm anzupassen zu:

$$C_2 = \frac{\text{Kegelsatzradius}}{\text{rad} * \text{mm}} = \frac{3}{4} \frac{R}{\text{rad} * \text{mm}} \quad (3-10)$$

(Kegelsatzradius: Radius der in C_2 eingesetzt werden muss, um für Platte-Platte gleiches C_1 wie für Kegel nutzen zu können)

Als Referenzradius für die Scherung wird also $0,75R$ angenommen, was streng genommen bedeutet, dass eine höhere als die durchschnittliche Scherung angezeigt wird. Da diese aber mit dem Radius variiert (und somit ohnehin nur einen Orientierungswert darstellt), ist dies vernachlässigbar. Die Berechnung von G^* und anderer rheologischer Größen bleibt davon unberührt. Soll sichergestellt werden, dass nur im linearen Bereich der Probe gemessen wird, so dient ohnehin der äußere Rand als Maßstab.

3.2.3. Die deformationsgesteuerte Messung

Vom Messaufbau her wird prinzipiell immer schubspannungsgesteuert gemessen. Wenn trotzdem die Bezeichnung deformationsgesteuerte Messung verwendet wird, dann handelt es sich genau genommen um eine vom Auslenkungssensor bestimmte Schubspannungssteuerung, also eine simulierte Deformationssteuerung.

Die Qualität dieser Simulation wird im Wesentlichen von zwei Größen bestimmt:

- (a) der Trägheit des bewegten Systems
- (b) der Reaktionszeit (theoretisch 0,2s) der Schubspannungsanpassung

Es ist leicht zu erahnen, dass diese Methode bei niedrigen Frequenzen hervorragend, bei höheren nur noch sehr eingeschränkt funktioniert, insbesondere dann, wenn der Effekt des Trägheitsmoments größer als der der Probe ist.

3.2.4. Leistungsdaten des CVOR[7]

Drehmoment: 0,1µNm – 120mNm

Positionsbestimmung auf $5 \cdot 10^{-8} \text{ rad}$

Rotationsgeschwindigkeit (Deformation): $10^{-5} - 600 \text{ rad/s}$

Rotationsgeschwindigkeit (Schubspannung): $< 10^{-8} - 600 \text{ rad/s}$

Momentenanpassung in weniger als 10ms

Geschwindigkeitsänderung in weniger als 100ms

Normalkraft: 0,001 – 20N

3.3. Rheologische Grundversuche im CVOR

Folgende rheologische Grundversuchsmethoden stehen im CVOR zur Verfügung, welche, abhängig von ihrer Relevanz für die Kombination mit dem PRV, ausführlich oder knapp vorgestellt werden. In den Abschnitten Viskosimetrie und Oszillationsmessung, welche ja als Methoden grundsätzlich schon vorgestellt wurden, sollen vor allem die im CVOR real vorhandenen Möglichkeiten und Grenzen gezeigt und diskutiert werden.

Schubspannungsgesteuert:

Viskosimetrie: 3.4.1.

Oszillation (auch Mehrfrequenzanregung) : 3.4.2.

Kriechtest bzw. Kriech-Erholungstest: 3.4.3.

Scherratengesteuert:

Viskosimetrie: 3.4.1.

Oszillation (auch Mehrfrequenzanregung) : 3.4.2.

Relaxationsmessungen: 3.4.4.

Zum Teil können diese Versuche auch kombiniert werden, z.B. Oszillation mit stationärer Scherrate.

3.3.1. Viskosimetrie

Messprinzip der Viskosimetrie ist es, die Probe mit einer gewissen Scherrate (Deformationsmodus) bzw. Schubspannung (Schubspannungsmodus) zu deformieren und die jeweils andere Größe dabei zu messen. Gemessen wird die Scherrate $\dot{\gamma}$ in der Einheit [1/s]. Eine Scherrate von $\dot{\gamma} = 1/s$ bedeutet, dass die Auslenkung der oberen Platte sich pro Sekunde um genau die Schichtdicke erhöht. Wie bereits erwähnt ist dies zwar bei Kegelgeometrie, nicht aber bei Platte-Platte-Geometrie, über der gesamten Probe exakt erfüllt. Da in der Viskosimetrie gerade die Scherratenabhängigkeit interessiert, ist die Kegelgeometrie grundsätzlich zu bevorzugen. Standardmessgröße ist die Viskosität, also der Quotient aus Schubspannung und Scherrate: $\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$ (2-1)

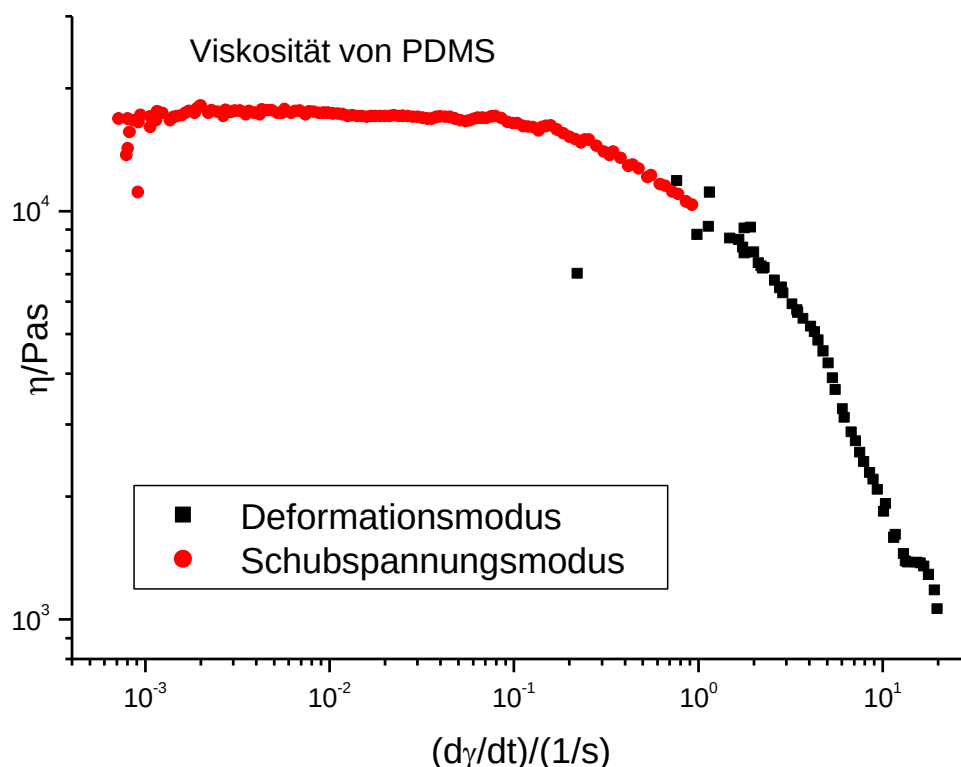


Abbildung 3-3: Viskositätsmessung an PDMS (Kegelgeometrie. R=20mm; Kegelwinkel 4°)

Abbildung 3-3 zeigt eine Viskositätsmessung an PDMS (Polydimethylsiloxan [17]), sowohl im Schubspannungs- als auch im Deformationsmodus. Wie nicht anders zu erwarten stimmen die beiden Messungen, soweit vergleichbar, überein.

Beide Methoden haben spezifische Vor- und Nachteile:

Die schubspannungsgesteuerte Methode misst als originäre Methode bei niedriger Schubspannung und damit kleiner Scherrate eindeutig genauer. Bei sehr hohen Scherraten, vor allem bei beginnender Zerstörung der Probe, ist sie nicht mehr beherrschbar, obiges Messbeispiel markiert noch nicht diese Grenze. In diesem Messbereich entfaltet dann die Deformationsregelung ihre Stärken, indem sie die Maximaldrehzahl begrenzt. Da es sich nur um eine simulierte Deformationsregelung handelt, zeigt die Regelgenauigkeit um $\dot{\gamma} = 1/s$ deutlich die untere Messgrenze an.

Eine Relevanz für die Kombination mit PRV ergibt sich bei Gültigkeit der COX-MERZ-Relation, denn die größtmögliche Scherrate ist viel größer als die Maximalfrequenz.

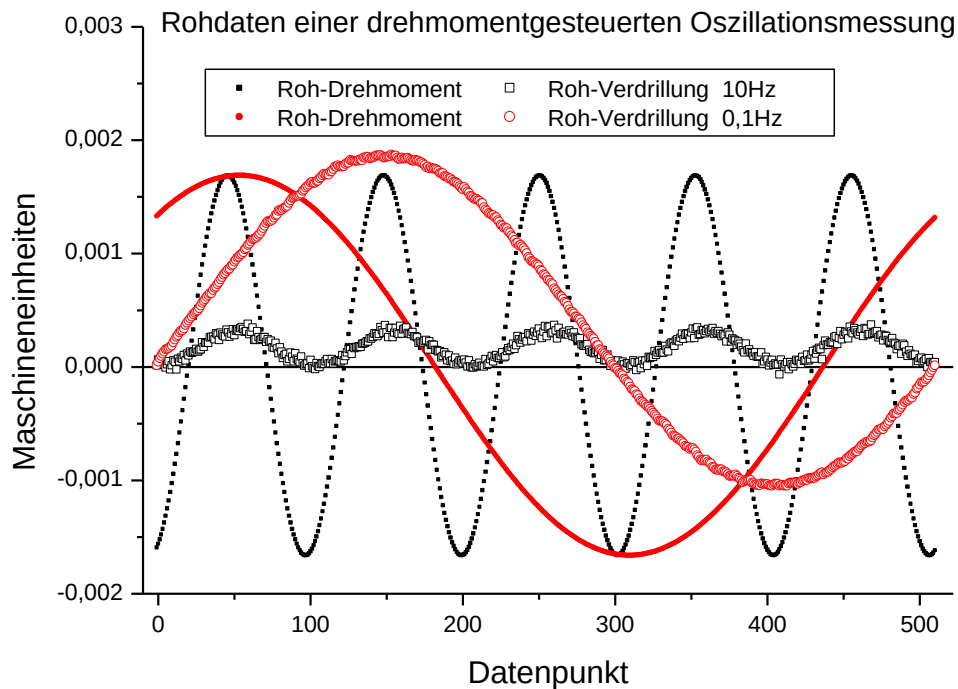
3.3.2. Oszillation (frequenz- bzw. amplitudenabhängig)

Vorbemerkung: Da der PRV nur diese Methode, in der Anwendung als Frequenzsweep, nutzt, wird auch für das ergänzende CVOR, dort der Schwerpunkt der Messungen und in der Beschreibung gelegt.

Das Prinzip der oszillations- oder frequenzabhängigen Messung ist die Anregung mittels eines sinusförmigen Kraft- (bei Deformationssteuerung: Weg-) signals. Das Antwortsignal sollte idealerweise zwar zeitversetzt, aber ebenfalls sinusförmig sein. Im Gegensatz zu den anderen Messoptionen findet hier eine aktive Vorwärts- und Rückwärtsbewegung statt, was die Variationsmöglichkeiten erhöht. Es kann sowohl bei konstanter oder sich nach klarer Gesetzmäßigkeit verhaltenden Amplitude die Frequenz variiert, als auch bei konstanter Frequenz die Amplitudenabhängigkeit bestimmt werden.

Bei der überwiegenden Zahl der Proben wird bei einer Scherung von bis zu 1-10% (selten auch höher) Linearität (Amplitudenunabhängigkeit) festgestellt, was die Verwendung der Platte-Platte-Geometrie ermöglicht und damit auch die Erweiterung des Frequenzbereichs mittels PRV. Zu kleine Scheramplituden reduzieren aufgrund des begrenzten Auflösungsvermögens der Winkelmessung die Messgenauigkeit.

Eine höhere Schichtdicke, die die Winkelauslenkung, nicht aber die Deformation erhöht, ist für die CVOR-Messung meist von Vorteil. Letztlich muss aber immer zwischen der Auflösung von Weg- und Drehmomentsignal so abgewogen werden, dass keines von beiden unbrauchbar wird. Muss zum Ausgleich des Trägheitsmoments (von Motor, Schaft,...) sehr viel mehr Kraft aufgewandt werden, als zur Deformation der Probe, so kann dies leicht geschehen.

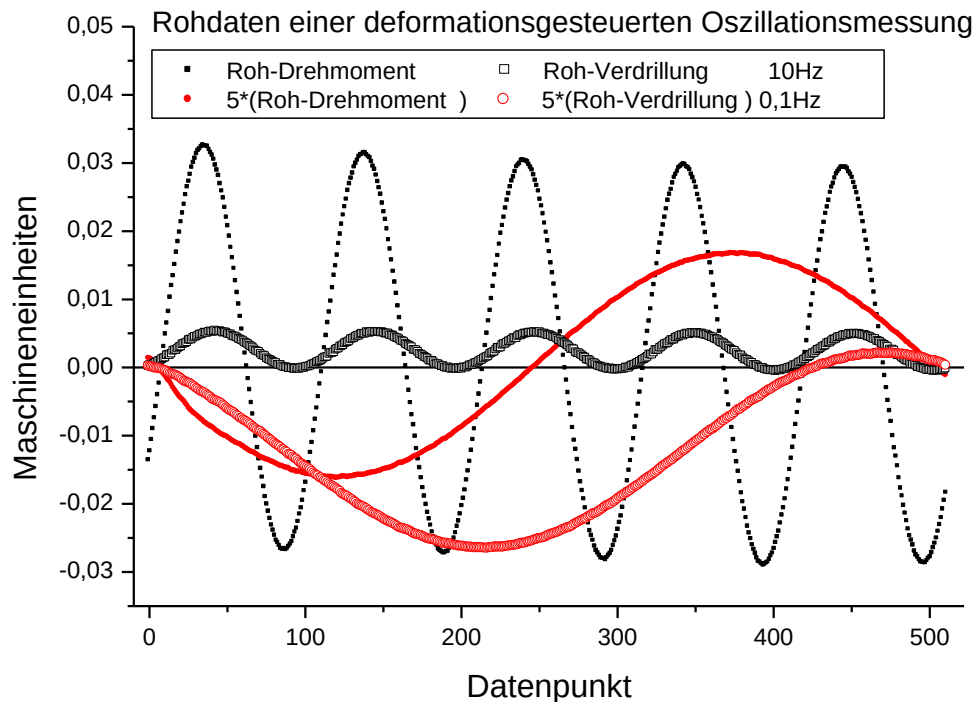


**Abbildung 3-4: Rohdaten Oszillationsmessung (Frequenzsweep)
Drehmomentsteuerung**

Den Messvorgang bzw. die eigentlichen Rohmessdaten in reinen Maschineneinheiten zeigen die Diagramme 3-4 und 3-5. Zum Verständnis der Auftragung muss beachtet werden, dass einerseits die (Maschinen-) Einheiten für Drehmoment und Verdrillung (trotz gleicher Ordinate) nichts miteinander zu tun haben und dass andererseits die Messpunktdichte bei unterschiedlichen Frequenzen unterschiedlich hoch ist. In der Zeitskala müsste also jedes dieser Diagramme mit verschiedenen Abszissen versehen werden, bzw. die 10Hz-Daten wären extrem gestaucht. Um die 0,1Hz-Kurven in Abbildung 3-5 besser sichtbar zu machen wurden sie in der Ordinate um Faktor 5 gestreckt.

Vergleicht man die beiden Diagramme, so fallen als erstes die durch die Methode bedingten Unterschiede auf: Schubspannungsgesteuert variiert die

Deformationsamplitude, deformationsgesteuert die der Schubspannung. Wesentlicher aber ist der Verlauf der verschiedenen Kurven. Dieser ist zwar überall noch gut als sinusförmig zu erkennen, trotzdem zeigen sich beim nichtregulierten Teil gewisse Unebenheiten. Am stärksten ist dies auf der 10Hz-Verdrillungskurve zu erkennen¹⁶, herrührend von der hier noch sehr niedrigen Amplitude und damit Auflösung, weniger vom eigentlichen Verhalten der Antriebswelle.



**Abbildung 3-5: Rohdaten Oszillationsmessung (Frequenzsweep)
Deformationssteuerung**

Beide Methoden zeigen hier, dass mit ihnen, bei sinnvoll gewählten Parametern und gut messbaren Proben, gute Ergebnisse zu erwarten sind. Auf die Grenzen der Deformationsregelung wird in der Beschreibung der Methode Sprungrelaxation noch näher eingegangen (3.4.4.).

Da das Grundprinzip der oszillatorischen Messung schon in Kap. 2 beschrieben wurde, auch das Messprinzip des CVOR (3.2.) an diesem Beispiel vorgestellt wurde, wird hier auf die erneute Erläuterung des Wegs von den Rohdaten zum Messpunkt ($G^*(\omega) = G'(\omega) + iG''(\omega)$) (2-4) verzichtet.

¹⁶ Eine erkennbare Unebenheit zeigt sich auch direkt hinter der 4. Spitze des Roh-Drehmoments (10Hz).

In der Möglichkeit sowohl den elastischen (G' , J' , η') als auch den viskosen (G'' , J'' , η'') Anteil gemeinsam, meist zerstörungsfrei, dynamisch bestimmen zu können liegt der entscheidende Vorteil der Oszillationsmethode.

Im Folgenden werden jetzt die vollständigen Messungen, aus denen die obigen Rohdaten entnommen sind, präsentiert.

3.3.2.1. Variation der Frequenz: Der Frequenzsweep

Wann immer eine Probe so vollständig als möglich über einen weiten Bereich charakterisiert werden soll und dieser mittels Oszillationsmessung abgedeckt werden kann, ist die Anwendung des Frequenzsweeps sinnvoll. Es ist wichtig eine Amplitude wählen zu können, die sowohl im linearen Bereich der Probe als auch im Messbereich des Gerätes (ausreichend genaue Auflösung des Signals) liegt.

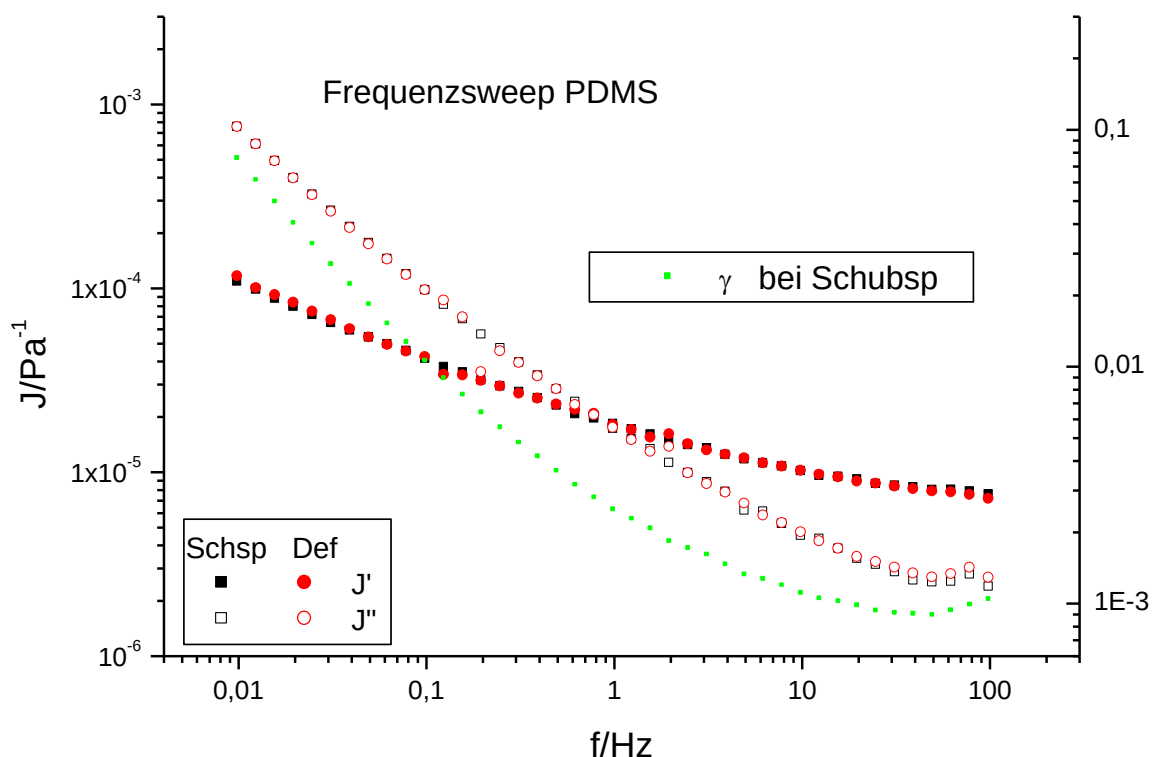


Abbildung 3-6: Frequenzsweep an PDMS: Schubspannung 100Pa bzw. Deformation 2% (Kegelgeometrie: R=20mm Kegelwinkel 4°)

Abbildung 3-6 zeigt die bei der PDMS-Messung erzielten Resultate. Sowohl die Schubspannungs- als auch die Deformationssteuerung führen zu guten Ergebnissen (wobei die Deformationssteuerung doch etwas mehr streut und oberhalb 12Hz

geringfügig abweicht), und sind hier verwendbar. Oberhalb 40Hz erscheint der Verlauf als sehr fraglich, erkennbar auch an der (real oder angeblich) wieder steigenden Deformation¹⁷ bei konstanter Schubspannung. Diese Punkte sollten nicht mehr verwendet werden. Diese obere Messgrenze variiert sehr stark von Probe zu Probe und kann nur individuell bestimmt oder abgeschätzt werden.

Deutlich abgelesen werden kann an diesem Diagramm das unterschiedliche Verhalten des PDMS bei hoher bzw. niedriger Scherfrequenz und damit in gewisser Weise (COX-MERZ qualitativ) auch Schergeschwindigkeit: Bei schwacher Belastung leicht verformbar, reagiert es bei starker Verformung eher elastisch. Für eine vollständige Charakterisierung ist der gemessene Bereich nicht ausreichend, er müsste also entweder durch andere Echtfrequenzmethoden oder aber, so möglich, durch Masterung erweitert werden. Der einzige markante Punkt im Messbereich ist der Schnittpunkt von Viskosität und Elastizität bei 0,8Hz.

3.3.2.2. Variation der Amplitude: Der Amplitudensweep

Um abschätzen zu können, bis zu welcher Beanspruchung sich das Material linear verhält, sollte vorher oder nachher (bei drohender Zerstörung der Probe) ein Amplitudensweep gefahren werden. Eine bewährte Frequenz dafür ist 1Hz, da der Zeitaufwand gering ist und die Gerätefehler (Trägheit, Resonanzen) normalerweise noch vernachlässigbar sind. Trotzdem muss beachtet werden, dass auch der Bereich der Linearität frequenzabhängig ist. Nicht unbedingt bei elastischen Proben, dafür deutlich bei viskosen.

Abbildung 3-7 zeigt das amplitudenabhängige Verhalten bei insgesamt 4 Frequenzen. Da ein gleichbleibender Amplitudenmessbereich über alle Frequenzen sowohl technisch fast unmöglich, als auch für die Probencharakterisierung nicht sinnvoll wäre, zeigt das Diagramm jeweils den für die Bestimmung der Linearität interessanten Bereich. Sollte gerade die Nichtlinearität von Belang sein, könnte hier noch etwas variiert werden.

¹⁷ Die Ursache, mangelnde Torsionssteife der Normalkraftdehnmessstreifen, d.h. die Tube schwingt gegen die Probe und erhöht somit die relative Auslenkung am Winkelsensor, konnte erst durch den Einsatz des PRV geklärt werden. Da diese Tuberesonanz im PRV-Modus korrigiert wird, wird sie quantitativ auch erst dann beschrieben (Kap. 5).

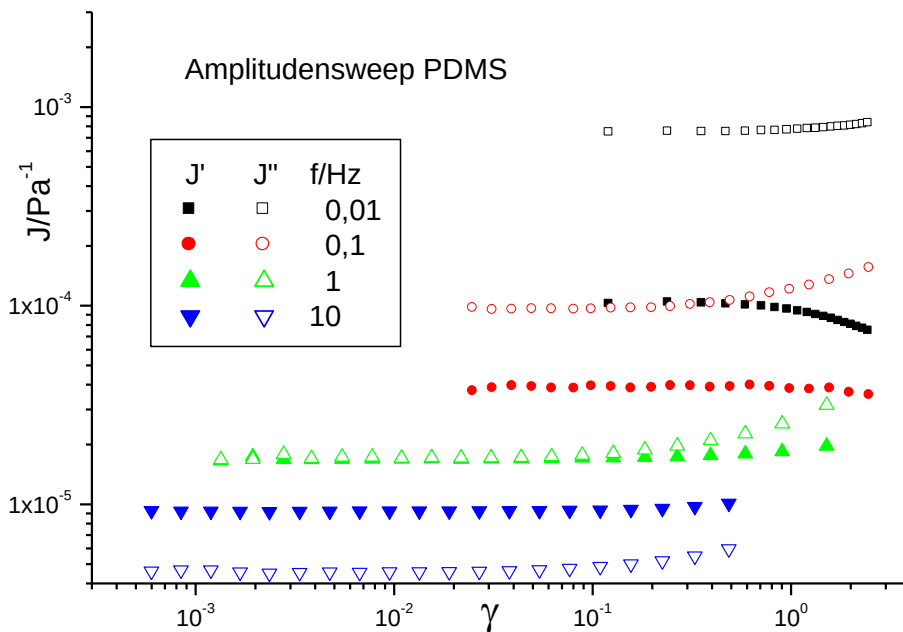


Abbildung 3-7: Amplitudensweep an PDMS (Kegelgeometrie: r=20mm Kegelwinkel 4°)

f/Hz	Linearitätsgrenze
0,01	35%
0,1	10%
1	3,5%
10	2%

Tabelle 3-2: Linearität des Deformationsverhaltens von PDMS (aus Abb.3-7)

Deutlich zeigen die aus Abbildung 3-7 gewonnen Werte in Tabelle 3-2 die Frequenzabhängigkeit des linearen Bereichs. Je mehr das Verhalten viskos dominiert ist, desto weiter reicht auch die Linearität. Um eine strenge Gesetzmäßigkeit zu bestimmen, müsste diese Messreihe bis in den Bereich des viskosen Fließens ausgedehnt werden. Da dies keinen Gewinn für die Bewertung des obigen Frequenzsweeps bedeutet, wird darauf verzichtet.

3.3.2.3. Bewertung der Steuermodi

Werden die Werte aus Abbildung 3-6 auf ihre Linearitätsgrenzen geprüft, erklärt sich die Abweichung oberhalb 12Hz mit der etwas zu hohen Amplitude der

deformationsgesteuerten Messung, während die frequenzgesteuerte im gesamten gemessenen Bereich sicher linear bleibt. Für die Deformationsregelung bliebe als Möglichkeit die Wahl einer niedrigeren Amplitude, dies allerdings nur auf Kosten der Messgenauigkeit bei tiefen Frequenzen. Berücksichtigt werden muss auch, dass die Deformationssteuerung zwar bei PDMS einen gut geregelten Sinus erzeugt, dieser aber bei anderen Proben leicht ähnlich der Messung mit Deformationsrampe (3.4.4.) verläuft und damit bei hohen Frequenzen faktisch nicht verwendbar ist. Hier wäre dann eindeutig die Drehmomentsteuerung zu bevorzugen.

Um auszuschließen, dass nicht doch (auch im drehmomentgeregelten Sweep) irgendwo noch Nichtlinearität auftritt oder die Proben durch zu starkes Walken aus dem Spalt befördert werden, wäre folgender Frequenzsweep sinnvoll: Beginnend bei hohen Frequenzen drehmomentgesteuert, dann, ab einer gewissen vorgegebenen Maximalamplitude, deformationsgesteuert mit dieser Amplitude. Anders ausgedrückt, eine Messung sowohl mit Drehmoment- als auch Deformationsbegrenzung. Leider ist dies in der Messsoftware nicht vorgesehen, und kann deshalb allenfalls mit einigem Aufwand in Form von 2 getrennten Sweeps realisiert werden.

Die Alternative dazu, ein eigentlich drehmomentgesteuerter Sweep, bei dem die Scherspannung jeweils so angepasst wird¹⁸, dass eine vorgegebene Amplitude erreicht wird, funktioniert zwar theoretisch ganz gut, kann aber extrem zeitaufwändig werden. Es wird erst nach einer ersten Testmessung bei der aktuellen Frequenz, unter der nicht immer gegebenen Voraussetzung linearen Verhaltens, die notendige Scherspannung kalkuliert. Drei Messungen pro Punkt, von denen eine mit zu hoher Amplitude u.U. schon zerstörend wirkt, sind dann eher die Regel als die Ausnahme.

3.3.2.4. Mehrfrequenzanregung

Eine besondere Form der Oszillationsmethode ist die Mehrfrequenzanregung [7: S.96], dabei wird nicht wie sonst eine diskrete Frequenz, sondern eine Mischung (Überlagerung) aus verschiedenen Frequenzen angeregt¹⁹. Das damit erhaltene Messsignal wird mittels Fourieranalyse wieder in diese Frequenzen separiert und das Ergebnis als eine Schar von Messpunkten einzelner Frequenzen dargestellt. Evtl.

¹⁸ Die Anpassung erfolgt erst nachdem der (evtl. später verworfene) Messpunkt ausgewertet wurde, nicht innerhalb des Zyklus selbst.

¹⁹ In der realen Umsetzung bedeutet das, dass außer der eigentlichen Grundfrequenz (1. Harmonische) auch höhere Harmonische (maximal 10 bis zur 64.) angeregt.

auftretende andere Frequenzen werden als Rauschsignal ausgefiltert. Auf diese Weise ist es möglich ein begrenztes Spektrum in der Zeit zu messen, die normalerweise für die Messung des Punktes mit der niedrigsten Frequenz gebraucht würde.

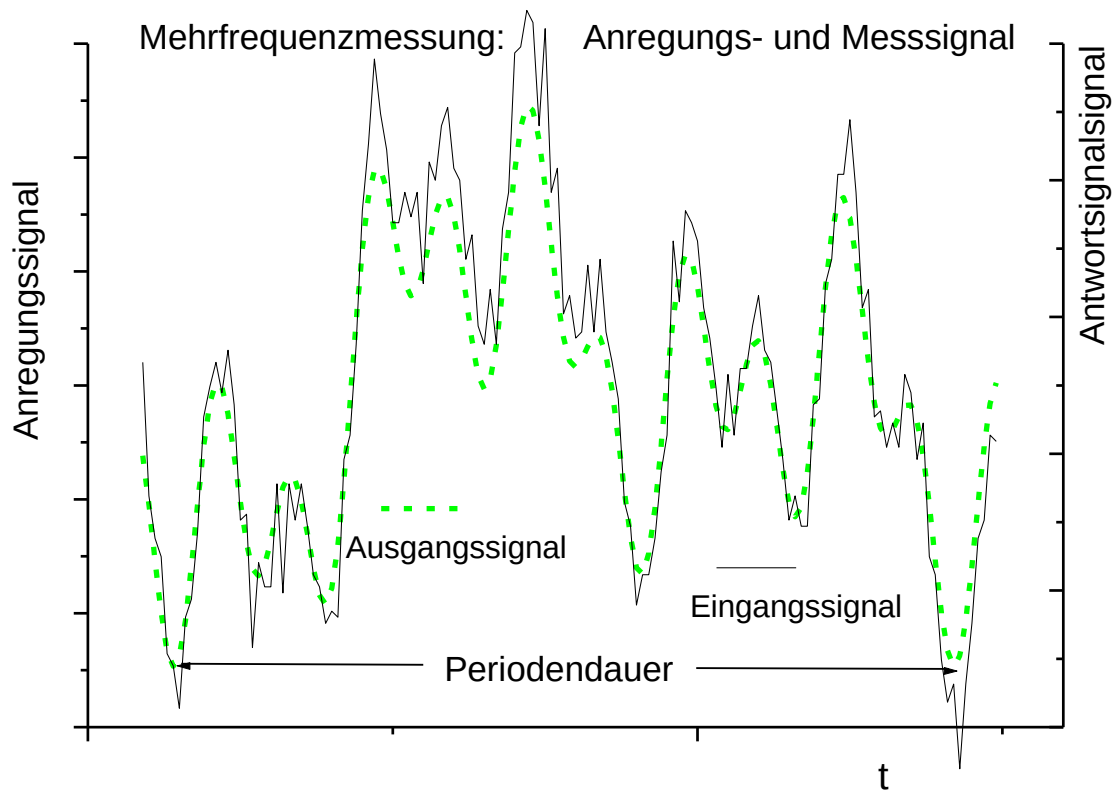


Abbildung 3-8: Mehrfrequenzmessung; Anregungs- und Messsignal

Zur Illustration der Messtechnik der Mehrfrequenzanregung, sind in Abbildung 3-8 das Anregungs- und das Antwortsignal (Drehmoment und Verdrillung) der 1., 2., 5. und 10. Harmonischen (alle 4 mit gleicher Amplitude angeregt) dargestellt. Da die beiden Signale von der Dimension her nicht vergleichbar sind, werden zwei Ordinatenachsen verwendet. Da vor allem die Form beachtet werden soll, wird auf deren numerische Beschriftung verzichtet.

Während für das Messsignal (Eingangssignal) optisch nur eine oberflächlich Analyse möglich ist, kann aus dem Anregungssignal (Ausgangssignal) deutlich mehr interpretiert werden:

- (a) die jeweils 10 Maxima und Minima bestimmt durch die höchste (10.) Harmonische

- (b) die Überlagerung aller Minima am Beginn der Periode, sowie die Auslöschung zur halben Periode (Maxima bei 1. u. 5.; Minima bei 2. u. 10.)
- (c) die Überlagerung von Punktsymmetrie (5.) und Spiegelsymmetrie (1., 2. u. 10.) ebenfalls zur halben Periode

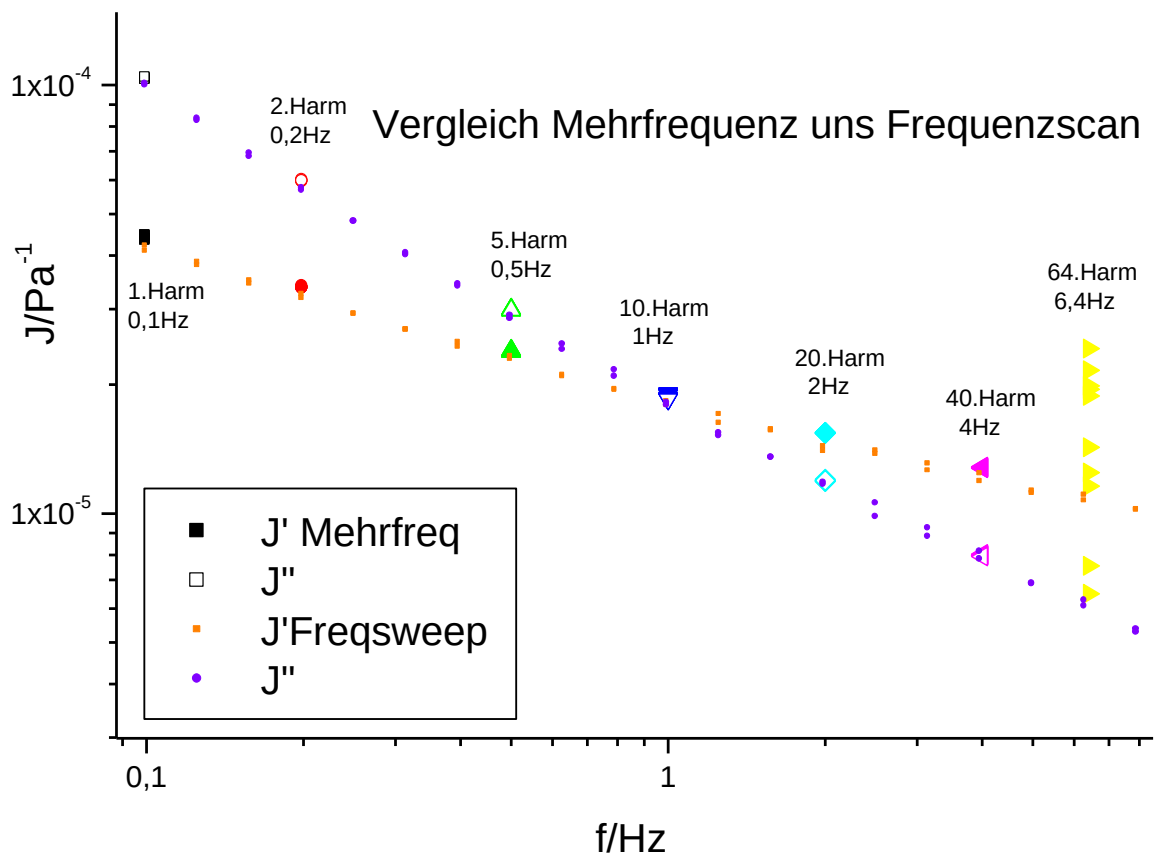


Abbildung 3-9: Mehrfrequenzergebnisse im Vergleich mit Frequenzsweep

Abbildung 3-9 zeigt zwei Messungen an PDMS: Zum einen mit Mehrfrequenzanregung und im direkten Vergleich dazu im Frequenzsweep.

Immerhin bis zur 40. Harmonischen zeigen die Werte eine gute Übereinstimmung, während der letzte Messpunkt (64.) stark streut. Als Ersatz für den Frequenzsweep ist die Methode nicht verwendbar, trotzdem bietet sie im Falle einer sich zeitlich ändernden Probe (z.B. Aushärtung) oder im Temperatursweep Vorteile, denn ca. 1,5 Dekaden Frequenzbreite können gleichzeitig bestimmt werden.

3.3.3. Kriechtest und Kriecherholung

Das Grundprinzip dieser schubspannungsgesteuerten Methode ist es, für eine bestimmte Zeit ein bestimmtes Drehmoment anzulegen und dann die Auslenkung während und evtl. auch deren Rückgang nach dieser Zeit zu messen.

Im Falle des reinen Kriechtests ist meist der Verlauf der Winkelgeschwindigkeit bis hin zu einem konstanten Wert gefragt. Bei rein viskosen Proben sollte diese von Anfang an konstant sein und bei rein elastischen (d.h., der elastische Anteil dominiert auch im quasistatischen) bei der zur Schubspannung gehörenden Auslenkung $\gamma = \frac{\sigma}{G'}$ Null werden. Bei viskoelastischen Proben dagegen, sollte sie bis zu einem bestimmten, dem elastischen Anteil entsprechenden Wert absinken und dann konstant bleiben.

Deutlich sichtbar wird dieser Anteil dann in der Erholungsphase. Der dortige Rückgang entspricht der Umkehrung des anfänglichen Verlaufs abzüglich des, nur in der Kriechphase vorhandenen, konstant bleibenden, viskosen Anteils.

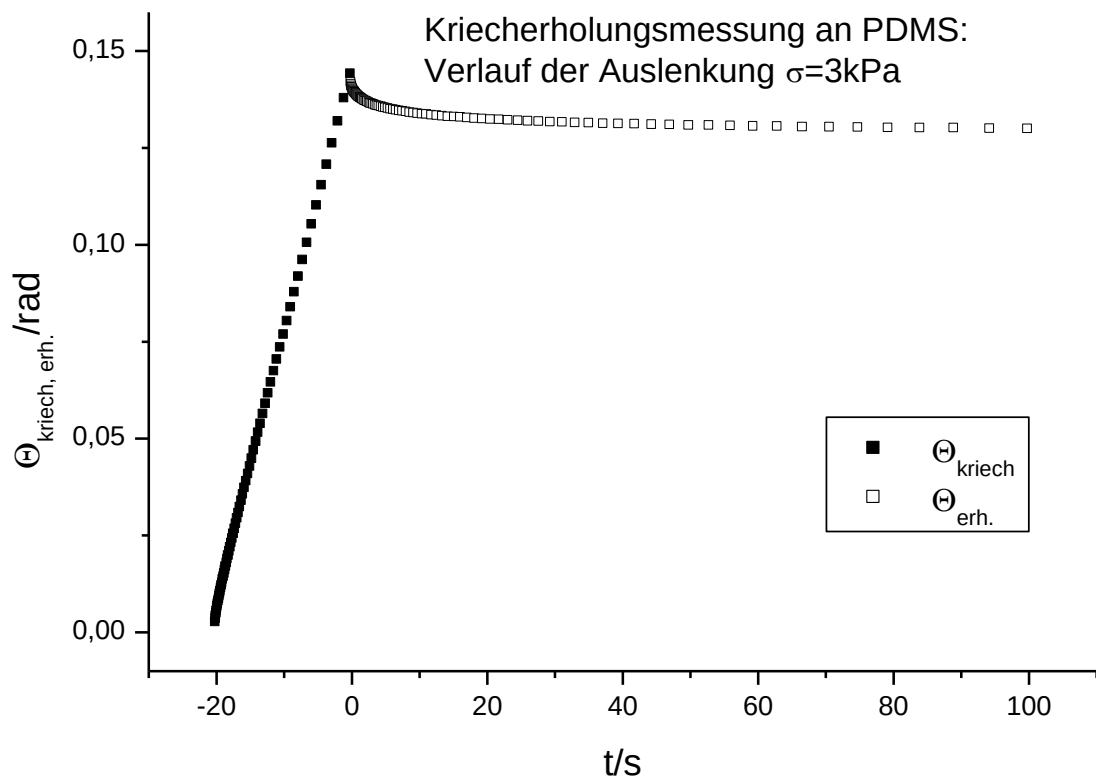


Abbildung 3-10: Verlauf der Winkelauslenkung bei Kriecherholungsmessung an einer PDMS-Probe.

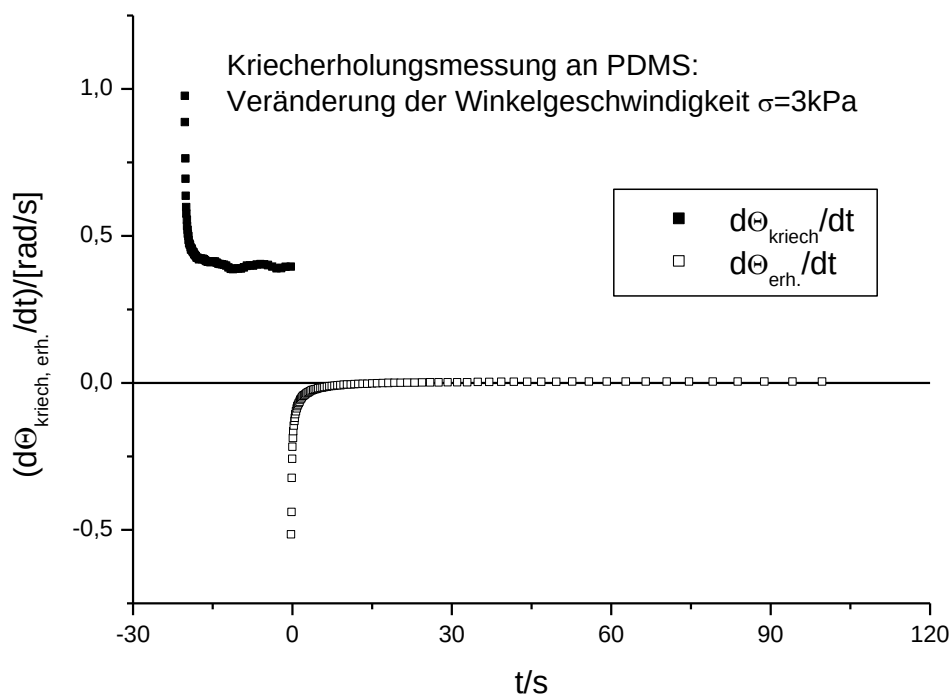


Abbildung 3-11: zeitliche Ableitung der Winkelauslenkung bei Kriecherholungsmessung an einer PDMS-Probe

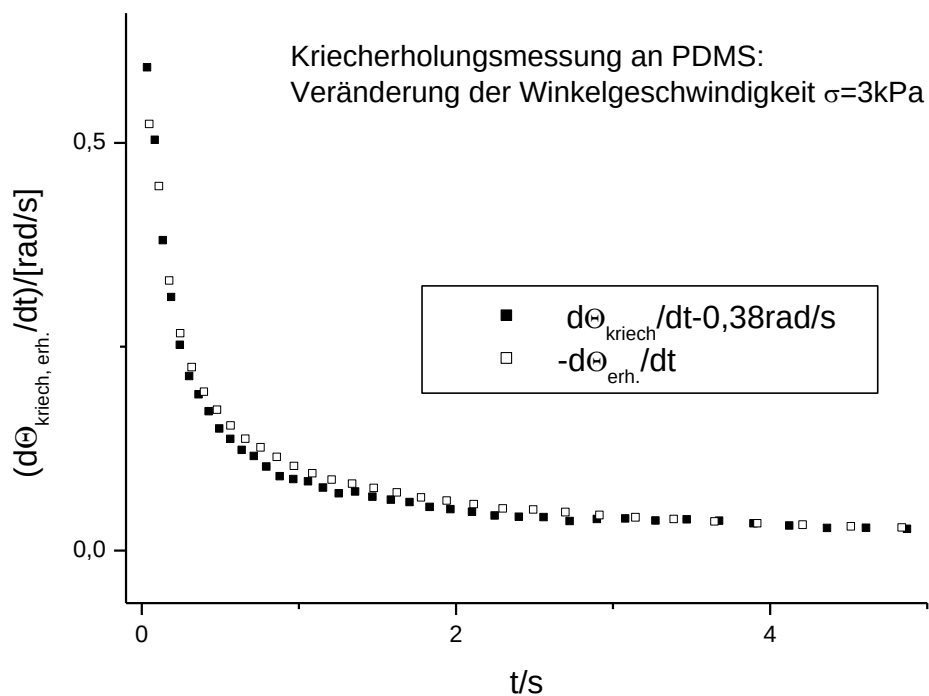


Abbildung 3-12: zeitliche Ableitung der Winkelauslenkung (zum Vergleich aufeinander gelegt) bei Kriecherholungsmessung an einer PDMS-Probe

Die Abbildung 3-10 bis 3-12 zeigen den Verlauf bzw. die erste zeitliche Ableitung des Auslenkungswinkels einer Messung an PDMS ($r=12,5\text{mm}$; $d=0,4\text{mm}$); Kriechzeit 20s bei Schubspannung $\sigma=3\text{kPa}$ und 100s Erholungsphase. Als Zeitnullpunkt gilt der Beginn der Relaxation. In Abbildung 3-12 wird auch der Beginn der Kriechphase auf 0 gelegt.

Am deutlichsten erkennbar ist der erwartete Effekt in Abb. 3-12. Abweichungen im Verlauf sind auf geringfügige Abweichungen im Beginn der Zeitmessung, aber vor allem auf die nicht absolut zylindersymmetrische Probe bzw. Messspalt zurückzuführen. Besonders gut kann dieser Fehlereinfluss in der wellenartigen Kriechphase in Abbildung 3-11 erkannt werden.

3.3.4. Die Deformationsrampe bzw. Relaxation (Sprungrelaxation)

Das deformationsgesteuerte Pendant zum Kriech- bzw. Kriecherholungstest besteht in der Deformationsrampe bzw. der anschließenden Relaxationsmessung. Das Grundprinzip besteht in einer über eine bestimmte Zeit vorgegebenen Scherrate und anschließender Verharrung in der Endposition. Die Schubspannung (abhängig von der Zeit) die benötigt wird, um diesen Verlauf zu erzwingen und dann zu erhalten, ist die anschließend verwertbare Größe.

Für rein viskose Proben wäre ein konstanter Verlauf der Schubspannung mit anschließender Relaxation auf null zu erwarten, für rein elastische ein Anstieg bis zur Endauslenkung und ein Verbleib bei diesem Endwert. Bei viskoelastischen Proben steigt der Wert zunächst an, verbleibt bis zum Ende der Rampe in einem Maximalwert um dann ebenfalls zu relaxieren.

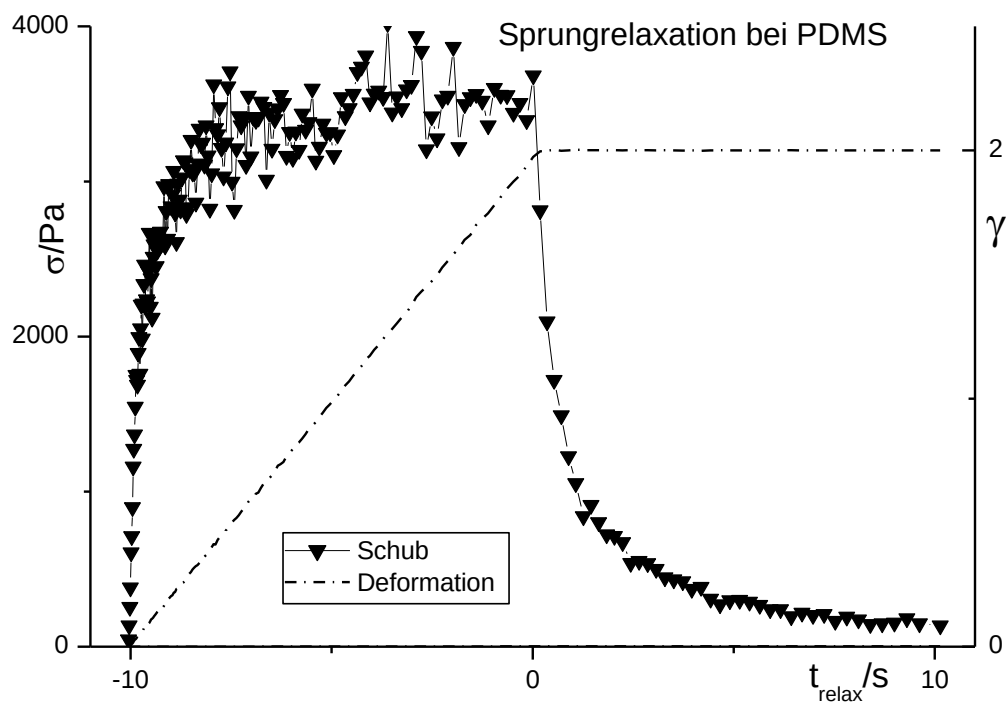


Abbildung 3-13: Schubspannung bei Deformationsrampe mit anschließender Relaxation

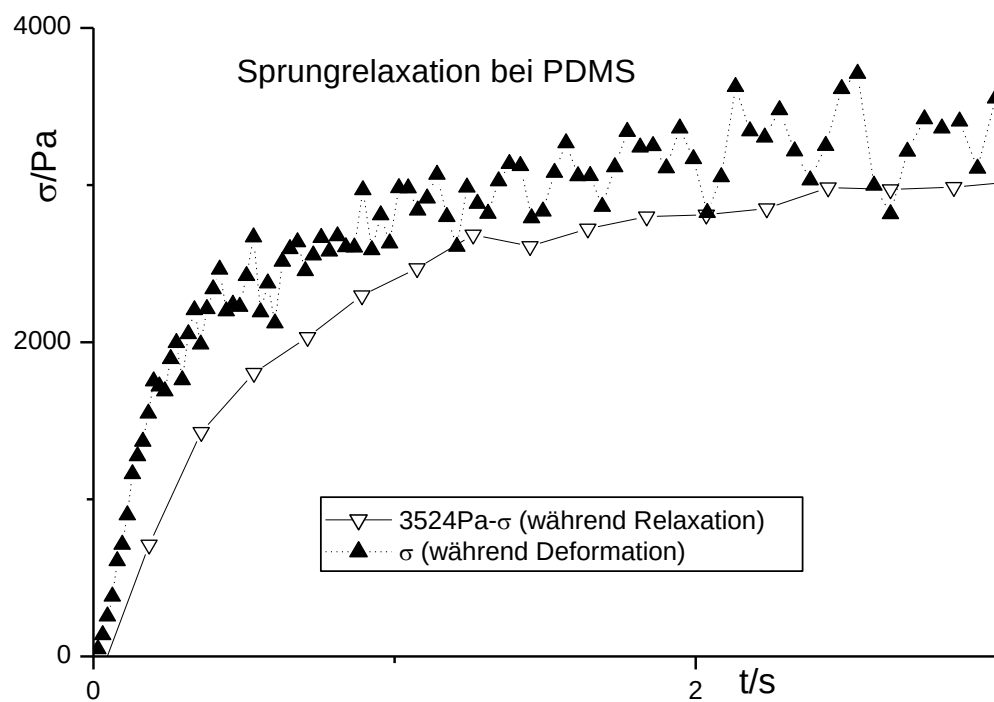


Abbildung 3-14: Schubspannung bei Deformation und Relaxation im Vergleich

Abbildungen 3-13 u. 3-14 zeigen den Verlauf der Schubspannung bei der Messung einer PDMS-Probe. Um eine durchgängig gleiche Scherrate zu haben wurde die Platte-Kegel-Geometrie gewählt ($r=20\text{mm}$; Kegelwinkel 4°). Deformiert wurde 10s bis zur Endauslenkung $\gamma = 2$ und anschließend relaxiert.

Der gemessene Verlauf entspricht, soweit interpretierbar, dem erwarteten. Gerade hier muss berücksichtigt werden, dass die „deformationsgesteuerte“ Messung eben doch nur eine Simulation ist, die sich in stark schwankenden Schubspannungswerten zeigt. Vorhanden sind die Schwankungen auch in der Deformationskurve, nur eben klein (und somit optisch nicht erkennbar) gemessen am Verlauf, der damit doch ganz gut dem vorgegebenen entspricht.

Auch wenn die Wahl der Ausgangsspannung des Relaxationsprozesses (Nullpunkt der invertierten Relaxationskurve) einer gewissen Willkür unterliegt, ist doch deutlich zu erkennen, dass beide Prozesse nicht im selben Maße analog verlaufen wie in der Kriecherholungsmessung. Die Relaxation, die kein Zwangsprozess ist wie der Sprung, wird immer langsamer ablaufen.

3.4. Temperiereinheiten

3.4.1. Kurzbeschreibung verschiedener Temperiereinheiten

Für das Bohlin-CVOR stehen verschiedene Temperiereinheiten zur Verfügung [7: Section E]:

- (a) **Erweiterte Temperatur Option (ETO)**; Temperierbereich -15°C bis 300°C (nur Druckluftkühlung):

Sie besteht im Wesentlichen aus einer elektrisch beheizten Platte, kombiniert mit einem Kaltluftgenerator (nutzt adiabatische Ausdehnung der Druckluft zur Kühlung) um diese wieder abzukühlen. Ein gut leitendes Substrat sorgt für die schnelle Anpassung der Probentemperatur an die der Heizplatte.

- (b) **Peltier-System**, in Form einer Platte oder als Zylinder (abhängig vom Probensystem); Temperierbereich -40°C bis max. 180°C :

Es besteht aus einem Wasserzirkulator und einer Peltierplatte, wodurch eine schnelle Anpassung der Temperatur möglich ist. Ausgenutzt wird dabei die Möglichkeit mittels des Peltiereffekts [4: S.267] eine Temperaturdifferenz zu erzeugen und damit Wärme von der kälteren auf die wärmere Seite zu

pumpen. Der Wasserzirkulator wird ausschließlich dazu genutzt überschüssige Wärmeenergie abzuleiten.

(c) **Melt-Ofen**, Temperierbereich von Umgebungstemperatur bis 450°C:

Er besteht aus einer unteren Heizplatte, in der auch die Temperaturmessung stattfindet und einem oberen Heizring, um auch den Raum um den Schaft zu erwärmen und damit zu starke Gradienten zu verhindern. Da der Melt-Ofen über keine Kühleinheit verfügt, ist er vor allem für nach oben gerichtete Temperaturrampen (bis 60K/min) und insgesamt im Hochtemperaturbereich geeignet. Die Abkühlung auf Raumtemperatur dauert sehr lange.

(d) **Flüssigkeitsbad**; Temperierbereich -40°C bis 250°C (abhängig von Thermostat und Temperiermedium):

Es besteht aus einem von einem fluiden Medium umspülten Innenzylinder, der auch für Platte-Platte- bzw. Kegel-Platte-Systeme mit einer Platte abgedeckt werden kann. Bestimmt wird die Temperatur durch das Medium (meist durch einen Thermostat temperiert). Es existiert sowohl ein Aufbau, in dem die Temperatur durch das CVOR lediglich gemessen wird, als auch einer, in dem die Fluidtemperatur von dort aktiv reguliert wird.

Da diese Temperiereinheiten in der klassischen Kombination mit dem PRV nicht verwendbar sind, werden sie hier nicht weiter betrachtet.

3.4.2. Erweiterte Temperier-Einrichtung (ETC), kombiniert mit Tieftemperaturoption (LTU)

Dieses System ist notwendig zur Temperierung beim Einsatz des PRV

Temperierbereich: -150°C bis 550°C (bei PRV je nach Ausführung entsprechend niedriger)

Temperaturrampe: max. 60K/min

Stabilität: $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$

Maximale Heizleistung: 900- 1000W (je nach Ausführung der Heizpatrone)

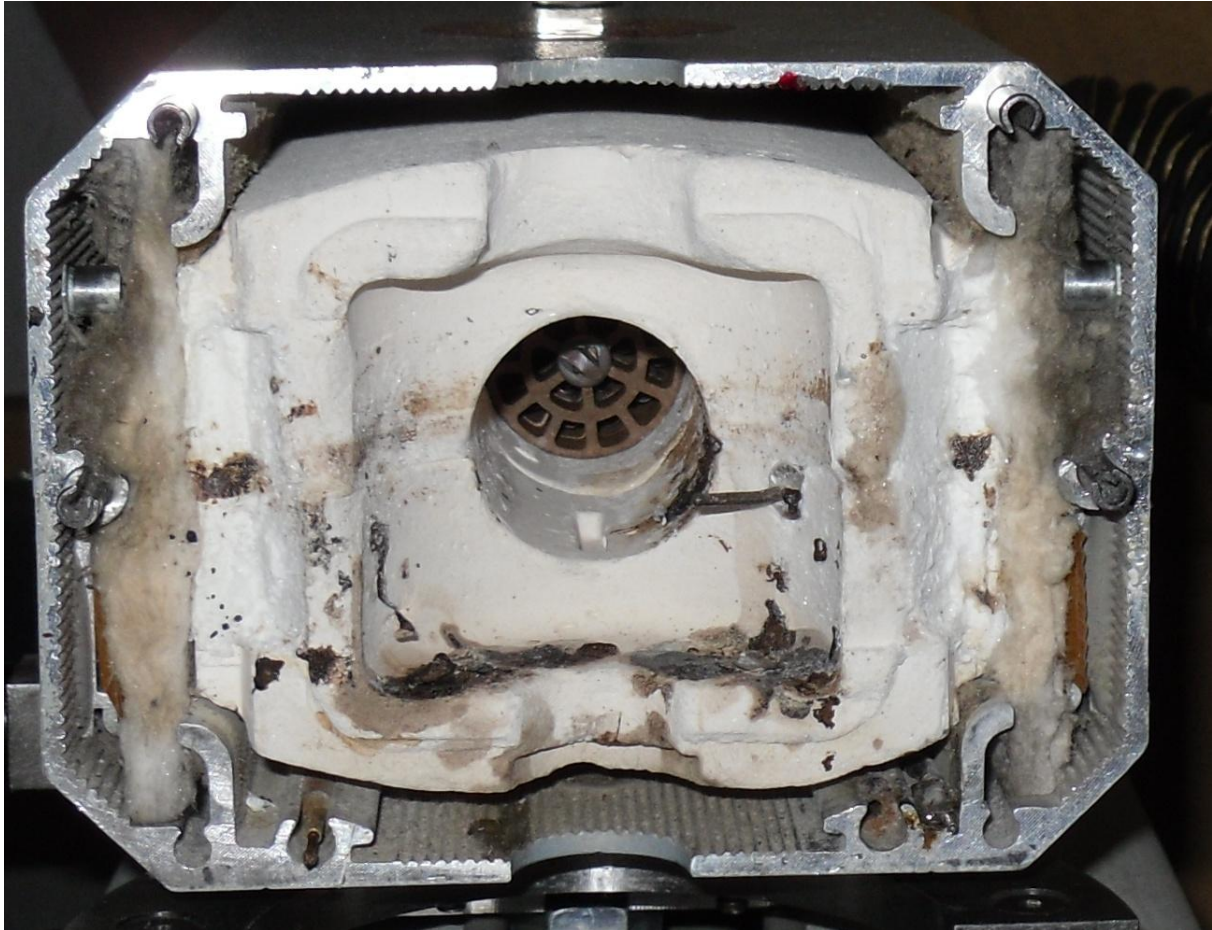


Abbildung 3-15: ETC; Innenansicht mit Heizpatrone

Bei der ETC handelt es sich um einen Luftströmungs-Ofen. Der eigentliche Temperierbereich ist von einem, vor allem der Isolierung dienenden, Keramikkörper umgeben, welcher sich in der äußeren Metallhülle befindet. Betrieben wird dieser Ofen mittels Druckluft, in deren Strömungsbereich sich zum einen eine elektrische Heizpatrone (braun in Bildmitte) befindet, in die zum anderen auch kalter Stickstoff (normalerweise schon dampfförmig) eingeleitet werden kann²⁰. Zwischen Metallhülle und Keramikkörper wird das ausströmende (evtl. verunreinigte) Gas dann wieder zu einem Filter abgesaugt.

Die Wärme- bzw. Kältezufuhr (bei Kombination mit LTU) werden also allein mittels heißer oder kalter Gase vollzogen. Diese erlauben zwar einen hohen Temperaturbereich, erzeugen aber bei schneller Regulierung hohe Gradienten. Besonders kritisch wirkt sich dabei der Umstand aus, dass der Probenkörper, nicht symmetrisch, sondern seitlich angeströmt wird. Insbesondere bei hohen

²⁰ Sie wird zugeführt über den in Abb. 3-16 links oben sichtbaren Metallstutzen.

Temperaturen bleibt ein gewisser Gradient von der einen Seite zur anderen immer übrig.

Um Schäden durch Überhitzung zu vermeiden, erfolgt die Temperaturregelung nicht mehr nur allein durch einen, in der unteren Probenplatte befindlichen, Thermofühler, sondern zusätzlich durch einen zweiten im Luftstrom des Ofens. Dieser begrenzt die Luftstromtemperatur auf maximal 40K oberhalb der Probenzieltemperatur. Bei Proben, die bereits durch diese 40K Überhitzung irreversibel geschädigt werden würden, kann dies nur durch zeitintensives langsames Hochheizen mittels Temperaturrampe umgangen werden.

Bei manchen Probenformen, z.B. Ringfolie im Luftraum kann es sinnvoller sein, allein auf Luftstromtemperatur zu regeln, was ebenfalls möglich ist.



Abbildung 3-16: ETC-Außenansicht in Einsatzposition

4. Der PRV (Piezo-Rotary-Vibrator)

Beim PRV handelt es sich um ein System zur Bestimmung dynamischer (viskoelastischer) Eigenschaften (Komplianz, Modul, Viskosität) in einem Frequenzbereich, der, abhängig von Probe und System, sich maximal von 1Hz – 4kHz erstreckt.

In diesem Kapitel soll der PRV vorgestellt werden und dabei vor allem jene Aspekte betrachtet werden, die sich unabhängig vom Einsatz in der Kombination mit Rheometern ergeben. Ausnahmen bilden der Aufbau (die Verankerung im CVOR ändert nichts am Funktionsprinzip) und der Strömungsofen (wäre auch für stand-alone Betrieb möglich).

4.1. Aufbau des PRV

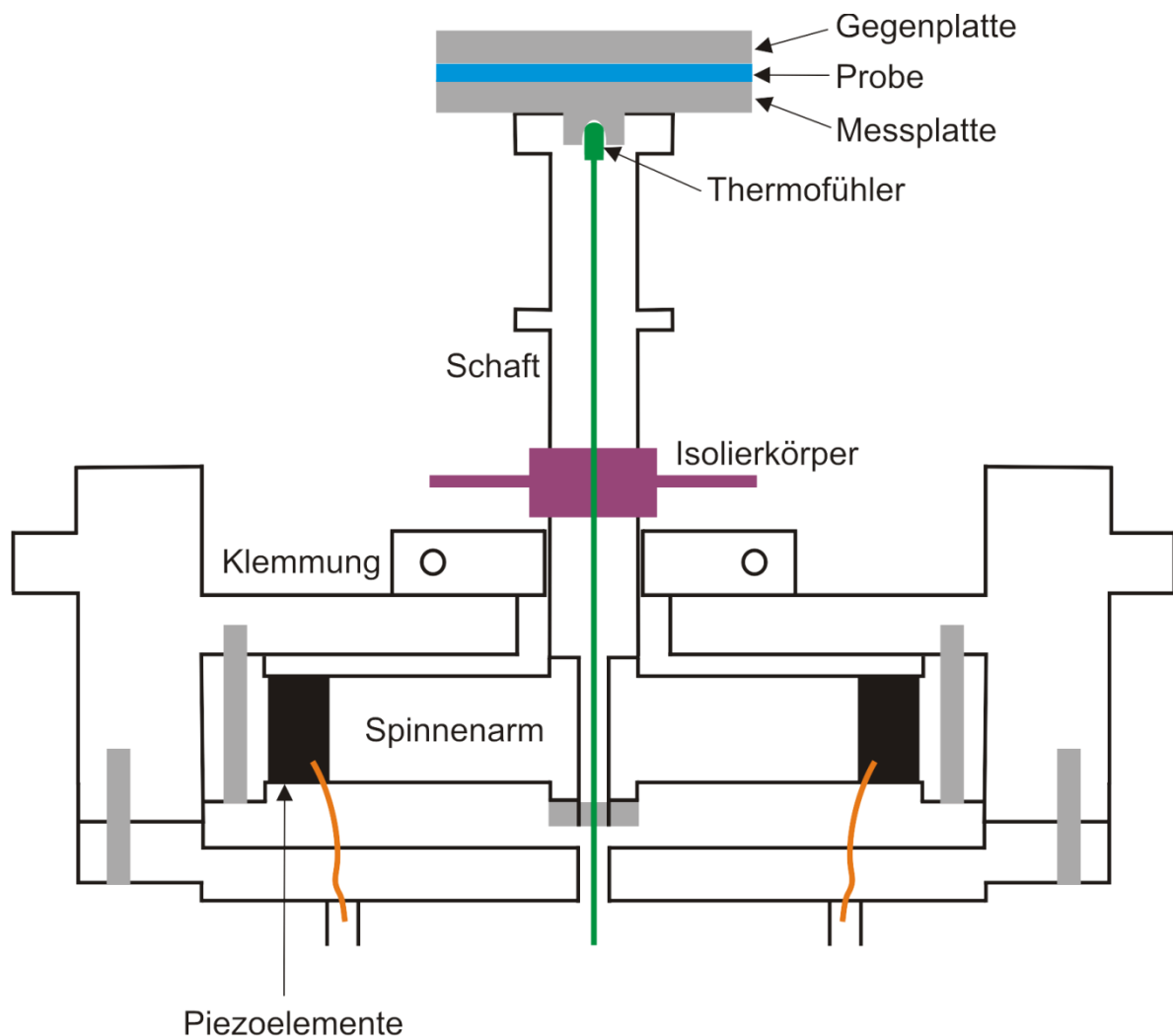


Abbildung 4-1: PRV-Schnittzeichnung (CVOR-Adapter)

Der PRV, dessen Aufbau im CVOR-Adapter in Abbildung 4-1 dargestellt ist, besteht im Wesentlichen aus einem äußeren Körper (hier mit Befestigungseinrichtung für CVOR), der Piezospinne, dem Schaft und der Messplatte, welche in den folgenden Abschnitten beschrieben werden.

4.1.1. Die Piezospinne

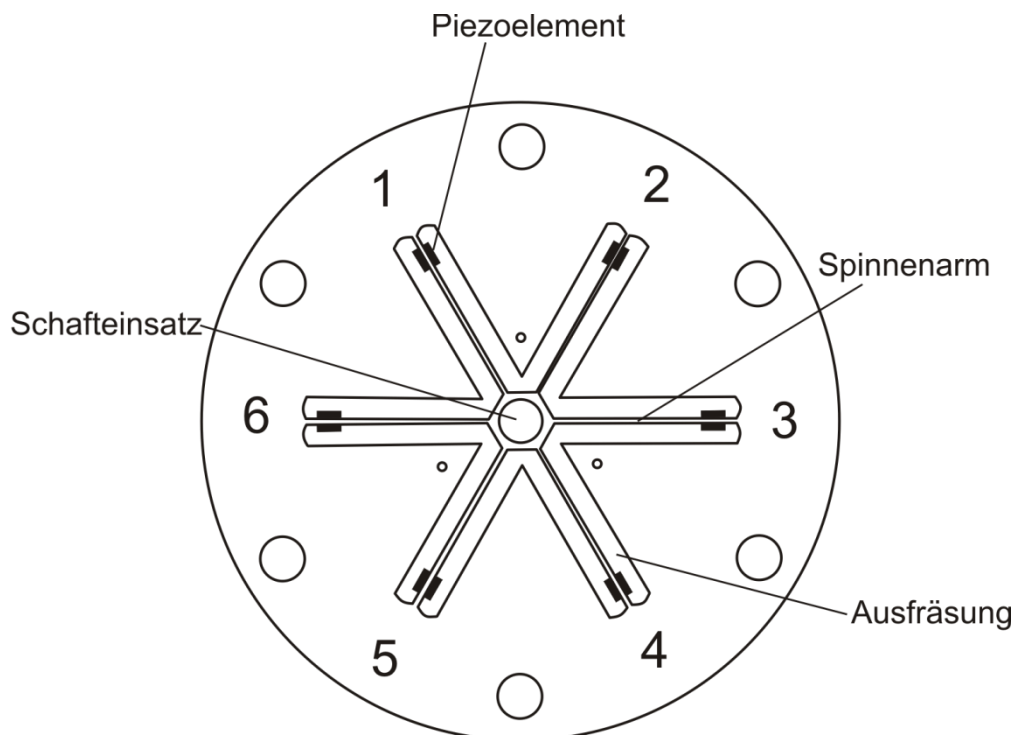


Abbildung 4-2: Piezospinne für PRV

Das Herzstück des PRV, gezeichnet in Abbildung 4-2, bildet die sogenannte Piezospinne (meist abgekürzt als Spinne). Sie ist ein sechsspeichiges System, deren Hauptteil aus einer Platte hochelastischer Aluminiumlegierung (oder auch anderen Materialien) gefräst wird.

Auf jedem Spinnenarm sind zwei Piezoplättchen (Längsdehnungsschwinger, normalerweise als Piezo abgekürzt) so aufgeklebt, dass beim Anlegen einer Spannung, zwischen den speichenabgewandten Seiten und den Speichen, sich eines dehnt und das andere sich zusammenzieht [25]. Erreicht wird dieser Effekt durch die unterschiedliche Kopplung (Klebung) der Piezos. Während beim einen Piezo des Paares die Polarisierung parallel zum elektrischen Feld ist, ist sie beim

anderen antiparallel. Der Arm der Spinne wird dadurch gekrümmt, und überträgt ein Moment auf den in der Mitte aufgeschraubten Schaft.

Jeweils drei der Arme dienen der Anregung, bzw. der Detektion. Zur Detektion findet der Umkehreffekt Anwendung, die Verformung eines Piezo induziert eine Spannung. Jeder Anregungsarm ist von zwei Detektionsarmen umgeben und umgekehrt. Die Detektionsarme messen die Winkelauslenkung (bzw. die daraus resultierende Piezospannung) des Schaftes und damit letztlich die der Platte. Die Piezospinne hat also sowohl die Funktion des Aktors, wie die des Sensors.

4.1.2. Der Schaft

Auf die Spinne aufgeschraubt ist der Schaft, dessen Hauptzweck darin besteht, die Momente zwischen Spinne und Messplatte während der Messung zu übertragen und zwar möglichst ohne sie selbst zu beeinflussen. Nicht übertragen sollte er hingegen andere mögliche Einflüsse:

- insbesondere keine Wärme in die Spinne selbst
- keine Biegemomente
- keine aus Probenwechsel etc. resultierenden Belastungen

Neben diesen, zum Teil neuen oder verschärften Kriterien, sind die bereits in den Kapiteln 3.1.2. und 3.1.3. angestellten Überlegungen nach wie vor gültig.

Lassen sich die mit dem Probenwechsel verbundenen Probleme noch relativ leicht mittels einer Schaftklemmung abfangen (vorausgesetzt sie wird dann auch wirklich eingesetzt), sind die in der Messung auftretenden Probleme bis jetzt allenfalls auf ein erträgliches Maß reduziert. Da sämtliche Eigenschaften des PRV temperaturabhängig sind, stellt die Wärmeleitung das kritischste darunter dar. Im Abschnitt 4.2.3. und Kap. 6 wird darauf noch näher eingegangen.

Einen wichtiger Punkt ist jetzt die Eigenresonanz des Schaftes. Diese ist zwar grundsätzlich mathematisch zu korrigieren, aber je mehr sich die Messung dieser Frequenz nähert, umso geringer werden das eigentliche Signal und umso größer parasitäre Effekte. In der Praxis bedingt die Schaftresonanz somit normalerweise die obere Grenze des Messbereichs.

Die bisher beste realisierte Bauform ist (s. Abb. 4-1) ein durchgängiger Hohl Schaft mit zwischengebaute Keramikisolierung. Mit reinen Keramikschäften²¹ (z.B. Zirkondioxid) wären weitere Verbesserungen sicherlich möglich. Bei ungefähr gleicher Härte wie Edelstahl und einer um Faktor 5-10 niedrigeren Wärmeleitfähigkeit [8; 9; 10], könnten sowohl Steifigkeit (im Moment durch Keramikisolierung reduziert) als auch Wärmeisolierung deutlich verbessert werden.

4.1.3. Die Messplatte

Die auf den Schaft aufgeschraubte Messplatte überträgt die anliegenden Momente auf die Probe. Durch den Abstand zur gegenüberliegenden Messplatte (oder auch nur Fläche) definiert sie die Probendicke. Im Falle von, im niederfrequenten Bereich viskosen Proben, bestimmt die obere (kleinere oder maximal gleich große) Platte den Probenradius, da es anders fast unmöglich ist eine vernünftige, berechenbare Geometrie zu präparieren. Ausnahmen gelten nur im Fall von nicht planparallelen Systemen (z.B. Platte-Kegel).

Im Falle von elastischen, d.h. fest geformten Probenkörpern können diese auch kleiner sein als die Messplatten. Da deren Trägheitsmoment allerdings zu dem des Schaftes addiert werden muss, wird dies möglichst vermieden. Aus eben diesem Grund werden größere Platten sofern möglich auch nicht aus Edelstahl, sondern nach außen hin dünner werdendem Aluminium gefertigt.

Nach abgeschlossener Betrachtung des Aufbaus werden in den folgenden beiden Abschnitten das Messprinzip und die Kalibrierung des PRV beschrieben.

4.2. Messprinzip des PRV

Im Gegensatz zum CVOR, das quasi direkt und zu jeder Zeit die komplexe Drehfederkonstante (meist nur Federkonstante bzw. Steifigkeit genannt) der Probe misst, wird im PRV immer nur das Verhalten des Gesamtsystems direkt bestimmt.

Die Messung erfolgt mittels eines Lock-In-Verstärkers, der die Piezoelemente der Antriebsarme mit der Anregungsspannung $U_{an} = |U_{an}| e^{i(\omega t + \varphi_{an})}$ versorgt und die durch die Deformation an den Detektionsarmen hervorgerufene Spannung $U_{mess} =$

²¹ Aus Keramiken, deren Schermodul höher liegt, als der der hier verwandten.

$|U_{mess}|e^{i(\omega t + \varphi_{mess})}$ in Betrag und Phase misst. Das komplexe Verhältnis $U_{rel} = \frac{U_{mess}}{U_{an}} e^{i\varphi}$ ($\varphi = \varphi_{mess} - \varphi_{an}$) stellt somit die eigentliche, vom Gerät übertragene Messgröße der Einzelmessung dar, aus der anschließend mechanische Größen, wie Rückstellmoment, Dämpfung, Trägheit berechnet werden können. Da der Lock-In-Verstärker für einen Messwert mehrere Perioden braucht (im CVOR reicht prinzipiell $\frac{1}{4}$ Periode), eignet sich die Methode nur sehr beschränkt für tiefe Frequenzen.

Um den Einfluss des Gerätes selbst zu bestimmen, muss zu jeder Messung eine zugehörige Leermessung (d.h. PRV ohne Probe, aber ansonsten alles gleich) vorhanden sein. Im Falle von Messserien gleicher Bedingungen, kann eine Leermessung für viele Beladenmessungen dienen.

4.2.1. Leermessung

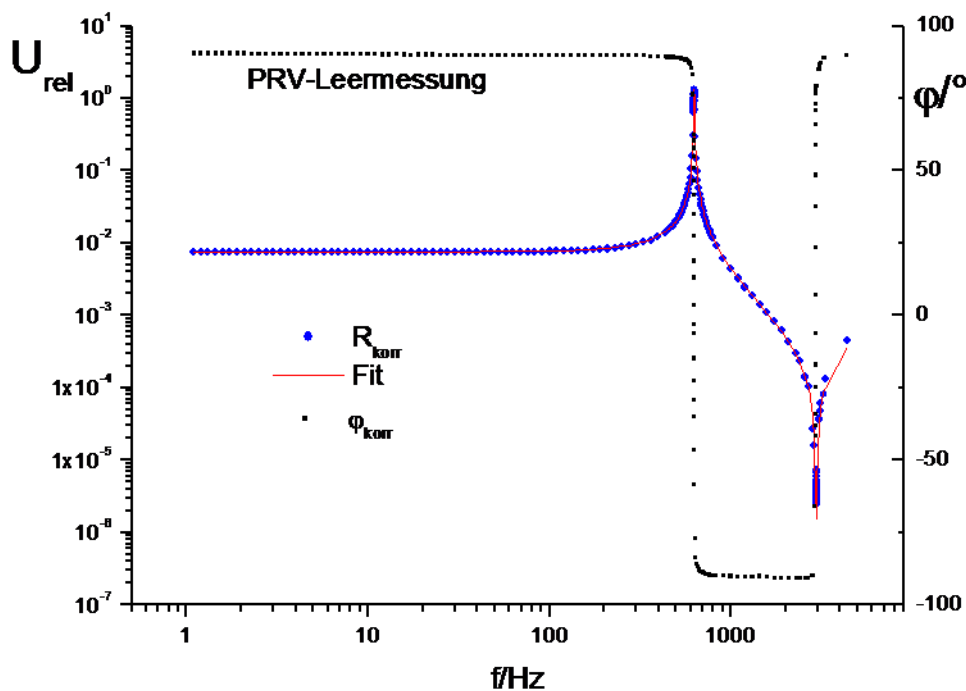


Abbildung 4-3: PRV-Leermessung mit Fit

Das Beispiel einer Leermessung (Edelstahlplatte: $r=20\text{mm}$, $d=1,5\text{mm}$) zeigt Abbildung 4-3. Neben dem Betrag der Relativspannung (R) ist auch die Phasenverschiebung (φ ; aus Darstellungsgründen sind immer 90° addiert) zwischen

den beiden Signalen aufgetragen. φ bezieht sich auf das Verhalten des Gesamtsystems und darf nicht mit der Probeneigenschaft δ (aus G^*) verwechselt werden. Der Index korr zeigt an, dass der Einfluss der Impedanzen von Kabeln, Lock-In-Verstärker etc. bereits korrigiert wurde[2: Kap.3.2].

Deutlich sind Haupt- und Schaftresonanz (620Hz bzw. 2950Hz) zu erkennen. Durch die zusätzliche Auftragung einer Fitkurve kann die Übereinstimmung des Verlaufs mit dem theoretisch zu erwartenden verglichen werden. Wie bereits in Abschnitt 4.1.2. angedeutet zeigen sich größere Abweichungen, erkennbar an einzelnen vom Fit abweichenden und an fehlenden Punkten²², vor allem im Bereich der Schaftresonanz. Deshalb endet die Beladenmessung normalerweise bereits vor diesem Bereich.

4.2.2. Beladenmessung und Auswertung

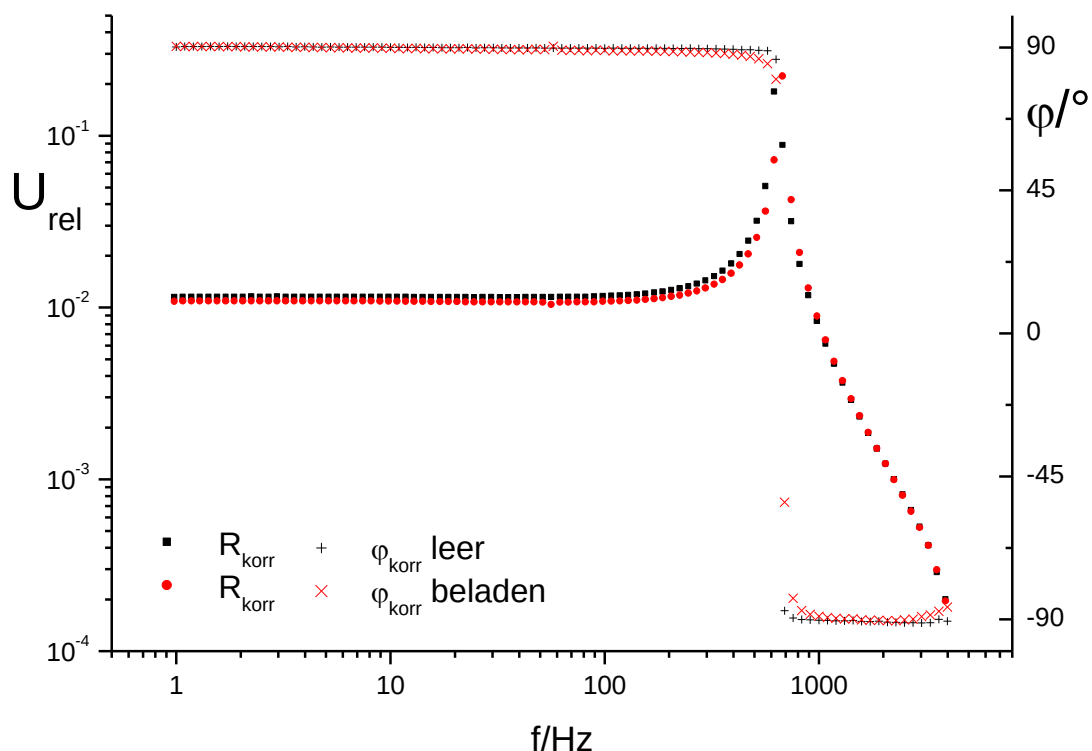


Abbildung 4-4: Vergleich Leer- und Beladenmessung

²² Punkte mit zu großer Abweichung wurden gelöscht.

Einen direkten Vergleich von Leer- und Beladenmessung bietet die Abbildung 4-4, Daten die grundsätzliche Unterschiede zeigen. Die Hauptresonanz verschiebt sich da die Probe als zusätzliche Feder wirkt, geringfügig nach oben, die Schaftresonanz, aufgrund der relativ weichen Probe, etwas nach unten. Beide Resonanzen sind deutlich stärker gedämpft. Das höhere Maximum der Beladenkurve resultiert vom relativ zum Maximum besser platzierten Messpunkt.

Für die bildliche Vorstellung des Messprinzips am interessantesten ist allerdings die Beobachtung, dass zwar vor der Hauptresonanz, wie erwartet, die Leermessung die höhere Amplitude hat, oberhalb davon aber, im jetzt gegenphasig zur Anregung schwingenden System, sich dieser Zustand genau umkehrt.

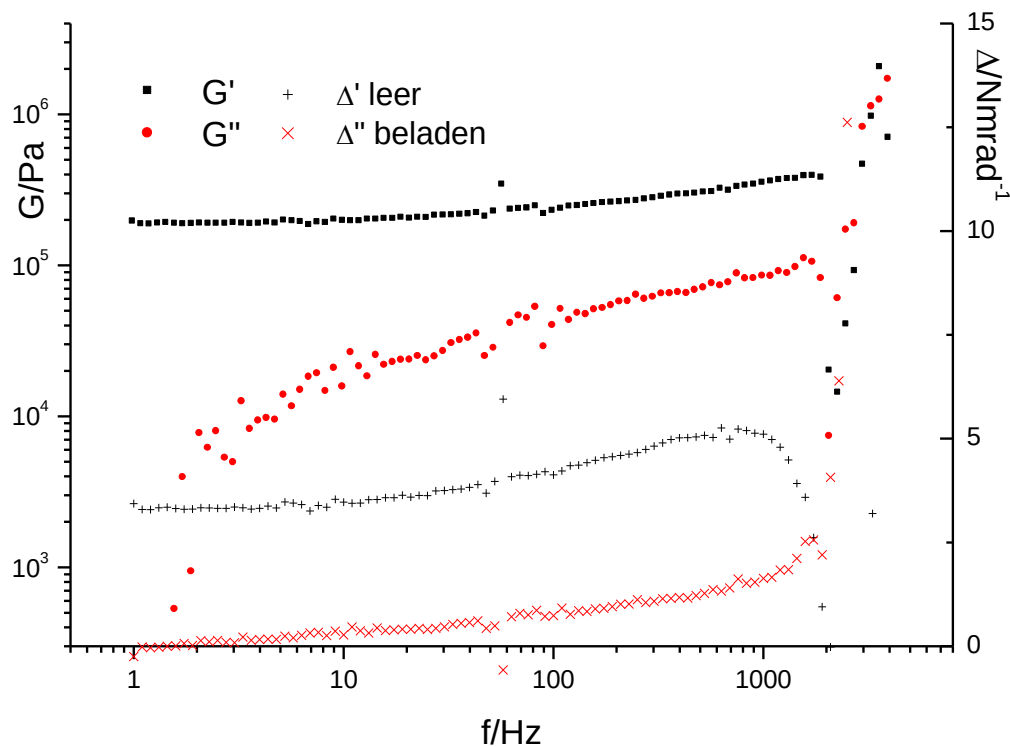


Abbildung 4-5: PRV-Messung, Δ und G^*

Zusammen mit den Probeneigenschaften (G^*) ist in Abbildung 4-5 die eigentlich ausgewertete „Messgröße“ (aus Beladen- und zugehöriger Leermessung), die Differenz der Reziprokwerte von U_{rel} aufgetragen.

$$\Delta = \Delta' + i\Delta'' = EK \left(\frac{1}{U_{rel}} \Big|_{D^*} - \frac{1}{U_{rel}} \Big|_{D^*=0} \right) \quad (4-1)$$

Multipliziert werden sie mit der Eichkonstante (EK) einer gerätespezifischen Größe, welche die mechanischen Größen in Zusammenhang mit den elektrischen (gemessenen) setzt. Sie wird im Rahmen der Kalibrierung bestimmt.

Daraus berechnet sich D^* (frequenzabhängige Steifigkeit oder Federkonstante der Probe) zu [2: Kap.3]²³:

$$D^* = \frac{\Delta(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2})^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1}(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2})} \quad (\omega_1: \text{Schaftrresonanz}; D_1: \text{Schafststeifigkeit}) \quad (4-2)$$

vorausgesetzt die Nachgiebigkeit der Gegenplatte zum PRV ist vernachlässigbar.

Zur Berechnung von G^* aus D^* sei auf Kapitel 2.3. verwiesen.

4.2.3. Reduktion des Temperatureinfluss (qualitative Überlegungen)

Die Überlegungen in diesem Abschnitt setzen ein Temperiersystem voraus, welches auch die Messplatte des PRV umgibt und sind deshalb am Beispiel der ETC ausgeführt. Bei einem allein einseitigen Temperierkopf sind derartige Maßnahmen nicht möglich, es kann nur versucht werden die Messung zu beenden ehe der Wärmefluss die Spinne erreicht.

Immer wieder vor Probleme stellt der Anspruch der exakt gleichen Bedingungen bei Leer- und Beladenmessung. Da sich der PRV außer bei Raumtemperatur (und selbst diese schwankt) nie im thermischen Gleichgewicht befindet, muss versucht werden, zumindest die vorhandenen Gradienten gleich zu halten. Am ehesten erreicht wird dies durch eine nahezu identische „Vorgeschichte“, z.B. gleiche Wartezeiten ab Beginn der Temperierung bei gleicher Vortemperatur bis zum Messbeginn. Mehr als ein Frequenzsweep pro Temperatur ist damit allerdings nicht möglich ohne die ganze Prozedur zu wiederholen. Ist es bei hohen Temperaturen sinnvoller, die Zeit ab Heizbeginn zu messen (die ETC nimmt sehr schnell die maximale Übertemperatur an; Kap.3.4.2), muss hin zu tiefen Temperaturen die Abkühlphase übergangen

²³ Im Zusammenhang des PRV im CVOR (Kap. 5) werden die entsprechenden Formeln für das dann deutlich komplexere System hergeleitet. Vereinfachungen daran (Kap.5.3.3.) führen dann wieder zu der hier verwandten Form (Gleichung 5-17).

werden, da selbst bei gleichem Kannendruck (flüssiger Stickstoff) die Kühlleistung vom Füllstand abhängig ist.

Reduziert werden diese Effekte dadurch, dass der PRV-Körper und damit die Spinne luftgekühlt wird, ganz vermeiden lassen sie sich dadurch nicht. Die Wärmeverteilung in der ETC wird außer vom Plattenabstand immer auch von der Wärmeleitfähigkeit der Probe selbst abhängen. Diese kann für die Leermessung nicht simuliert werden. Trotzdem sind isotherme Messungen, auch bei verschiedenen Temperaturen, auf diese Weise gut möglich. Kritisch bleiben Temperatursweeps, da eine ständige Anpassung der Leermessung softwaremäßig bisher nicht möglich ist, und scheiden deshalb manchmal, obwohl eigentlich sinnvoll, aus. Möglich sind sie dann, wenn der Messeffekt der Probe groß gegenüber dem Messfehler, hervorgerufen durch die Temperaturdifferenzen, ist. Dies beinhaltet ausdrücklich auch den Fall, in dem der Modul der Proben hin zu tiefen Temperaturen stark zunimmt (z.B. Glasübergang). Die Leermessung wird dann knapp unterhalb der Maximaltemperatur durchgeführt. Oberhalb des Übergangs stimmt sie näherungsweise, unterhalb ist der Fehler vernachlässigbar.

Zwei sinnvolle Wege zur Anpassung der Leermessung wären denkbar:

- (a) Die Leermessung wird ebenfalls als Rampe gefahren und das Programm wählt aus allen zur Verfügung stehenden Punkten einer Frequenz die mit der nächstliegenden Temperatur aus. Das wäre die präziseste Methode.
- (b) Es stehen mindestens zwei Leermessungen, z.B. Anfangs- und Endtemperatur zur Verfügung und diese werden temperaturabhängig gewichtet gemittelt. Dies wäre einfacher umzusetzen, zeigt aber in Resonanznähe deutliche Schwächen.

Nicht sinnvoll ist eine rein mathematische Korrektur, da diese das Verhalten des PRV nur in grober Näherung abbilden könnte. Der PRV ist bisher nur isotherm modelliert²⁴.

Ausführlich, auch quantitativ dargestellt wird dieses Thema in Kapitel 6.

²⁴ Da selbst bei isothermer Messung der Versuch, die Leermessung durch berechnete Daten zu ersetzen, nur sehr unzureichende Ergebnisse gebracht hat, erscheint eine weitere Modellierung als nicht sinnvoll.

4.3. Kalibrierung des PRV

Im Fitalgorithmus der Kalibrierung werden folgende Parameter angepasst (zuerst Formelschreibweise, dann Programmschreibweise falls abweichend):

- EK (Konstante zur Verknüpfung der mechanischen und elektrischen Werte)
- D'_0 und D''_0 ; D0Re und D0Im (Real- und Imaginärteil der Torsionssteife der Spinne)
- D_1 (Torsionssteife des Schafts, die Verbindung Schaft-Platte zählt dazu); hat, da sie außerhalb des Hauptalgorithmus berechnet wird keine Programmschreibweise.
- Q_1 ; Q1 (Schaftdämpfung)
- Θ_0 ; theta0 (Trägheitsmoment der Spinne; real zählt der untere Teil des Schaftes dazu)
- Θ_s ; theta1 (Trägheitsmoment des Schaftes, verbleibender Teil)
- Θ_T ; Teller (Trägheitsmoment der Messplatte); ist berechnet aus Dichte und Abmessung
- f_1 ; f1 (Schaftresonanz, Minimum von U_{rel}); sie wird zunächst abgelesen, muss aber, da die Schaftresonanz wegen des schwachen eigentlichen Messsignals besonders häufig auch von parasitären Resonanzen überlagert wird, oft aufwendig so angepasst werden, dass ein einheitliches Θ_s und D_1 errechnet wird. Anstelle von f_1 wird häufig mit $\omega_1 = 2\pi f_1$ gerechnet.

Da sowohl f_1 als auch Θ_T von der Messplatte abhängen, werden sie mit der Plattennummer zusätzlich indiziert: f_{1x} (f1_x) bzw. Θ_{Tx} (Teller_x)

Für einen (unendlich) steif verankerten PRV gilt ([2: Kap.4] bzw. Kap. 5.3. Gl. (5-6) für $D^*=0$) bei Leermessung:

$$\frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} = -\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1\left(1 - \frac{D_1}{-\omega^2\Theta_1 + D_1}\right) \quad (4-3)$$

$$\text{Daraus folgt mit } \omega_1^2 = \frac{D_1}{\Theta_1} \quad (4-4)$$

$$\frac{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}}{M_{an}} = \frac{1}{D_0 - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\omega^4\Theta_1}{\omega^2 - \omega_1'^2}} \quad (\text{Herleitung s. Anhang A}) \quad (4-5)$$

Es seien: $\omega_1 = \omega_1' + i\omega_1''$ (4-6) $\omega_1'' = \frac{\omega_1'}{2Q_1}$ (4-7)

Was bedeutet: $\omega_1^2 = \omega_1'^2 - \frac{\omega_1'^2}{4Q_1^2} + \frac{2i\omega_1'^2}{2Q_1} = \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} + \frac{i}{Q_1}\right)$ (4-8)

woraus mit $D_0 = D_0' + iD_0''$ (4-9) folgt:

$$\frac{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}}{M_{an}} = \frac{1}{D_0' + iD_0'' - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\omega^4\Theta_1}{\omega^2 - \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} + \frac{i}{Q_1}\right)}} \quad (4-10)$$

was schließlich unter Berücksichtigung von $\Theta_1 = \Theta_s + \Theta_T$ (Trägheitsmoment der Platte/Teller wirkt zusammen mit der des Schaftes) und (s. Anhang A)

$\frac{\varphi_0 e^{-i\alpha_0}}{M_{an}} = \frac{U_{rel} e^{-i\alpha_0}}{EK}$ (4-11) zu folgender Form führt:

$$|U_{rel}| = \frac{EK}{\sqrt{\left[D_0' - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \frac{(\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right)^2} + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2} \right]^2 + \left[D_0'' + \frac{(\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right)^2} + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2} \right]^2}} \quad (4-12)$$

Diese Theoriekurve muss nun an den tatsächlich gemessenen Leerscan angepasst werden. Da Θ_s und Θ_T nur in Kombination vorkommen müssen Kurven von verschiedenen Θ_T vorliegen um diese trennen zu können.

Ein Beispiel für dieses Verfahren zeigt Abbildung 4-6. Während es sich bei den Messplatten 1 und 2 (25mm bzw. 40mm Durchmesser bei 1,5mm Dicke) um tatsächlich auch in der Messung eingesetzte Platten handelt, werden die beiden anderen lediglich zur Kalibrierung eingesetzt.

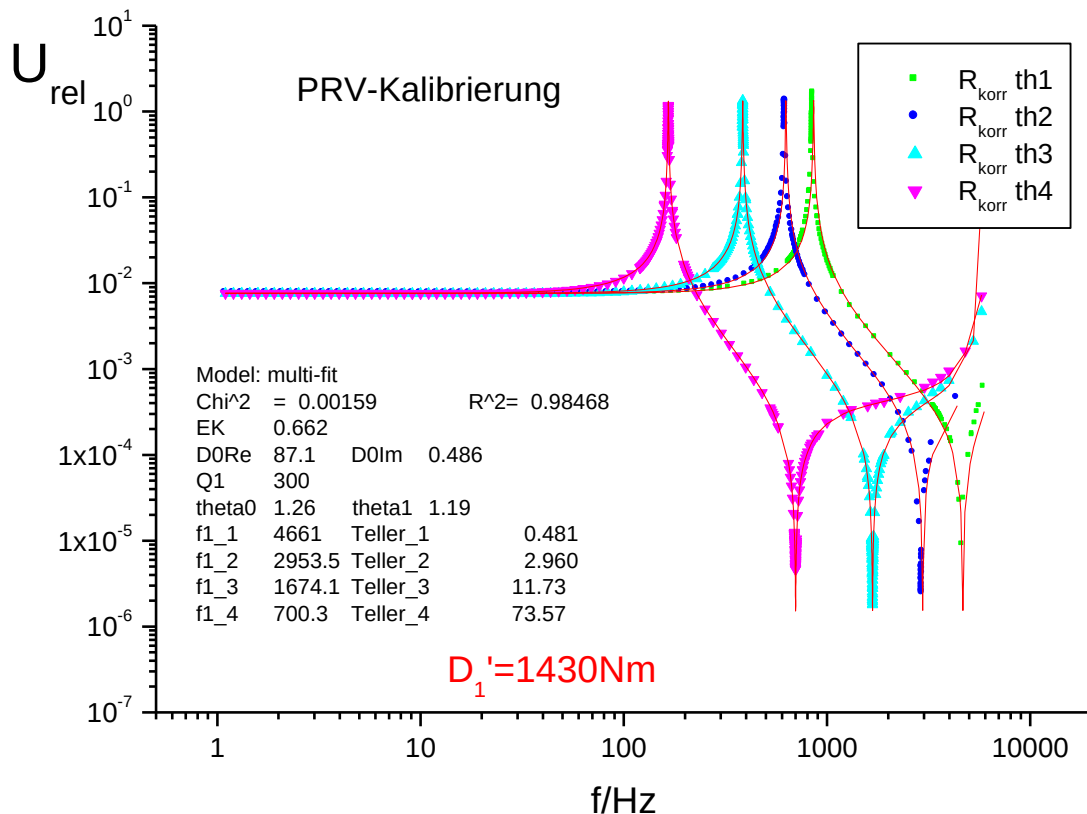


Abbildung 4-6: PRV-Kalibrierung

4.3.1. Bestimmung von Θ_s und D_1'

Der erste Schritt der Kalibrierung besteht in der Bestimmung der f_1 -Werte²⁵ und der darauf folgenden Berechnung und Anpassung von Θ_s und D_1'

Nach Wahl eines Wertes für Θ_s kann für die einzelnen Teller eine Schaftsteifigkeit berechnet werden. Diese Werte, sowohl vom verwendeten ($\Theta_s = 1,19 \cdot 10^{-6} \text{ kgm}^2$), als auch von zwei weiteren, zu deutlichen Abweichungen vom Idealfall führenden, sind in Abbildung 4-7 aufgetragen.

Im Idealfall kann Θ_s so angepasst werden, dass der Wert für alle vier Teller gleich liegt. Ist dies, wie auch im verwendeten Beispiel, nicht der Fall, muss abgewogen werden, welche Minima präzise dem Idealverlauf entsprechen und welche davon eher abweichen, evtl. sogar von parasitären Einflüssen überlagert werden.

²⁵ Da allein die Lage, nicht die Dämpfung abgelesen wird, handelt es sich um reelle Größen.

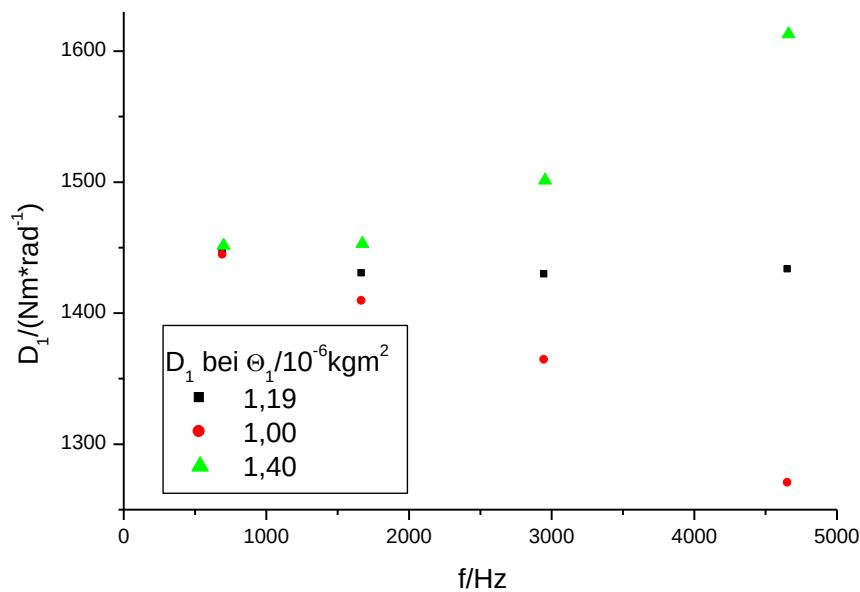


Abbildung 4-7: Schaftsteifigkeit

Dem Idealverlauf am nächsten kommen in Abbildung 4-6 die Minima für Messplatte 2 und Messplatte 3. Deutlich stärker gedämpft ist das für Messplatte 4. Das für Messplatte 1 leidet bereits unter parasitären Einflüssen.

Die für die Messplatten 1 bis 3 berechneten D_1' -Werte lassen sich durch geeignete Wahl von θ_s zur Übereinstimmung bringen, weshalb dann dieser Wert als gültig angenommen wird, auch weil diese Teller am ehesten den realen Messplatten entsprechen. Das Verhalten bei Messplatte 4 weicht aufgrund der enormen Größe, welche sämtliche Bauteile stark belastet, häufig geringfügig ab, gibt aber, da θ_s für seine Resonanzfrequenz nur eine geringe Rolle spielt, eine gewisse Orientierung für den D_1' -Wert.

Ein falsch gewählter θ_s -Wert bewirkt einen unzuverlässigen, beliebigen D_1' -Wert (s. rote und grüne Punkte), was vor allem bei steifen Proben Messwertverfälschungen zur Folge hat.

4.3.2. Bestimmung der anderen Parameter

Vor der eigentlichen Anpassungsrechnung sind damit θ_T , f_1 und θ_s bekannt.

Q_1 muss, da es im Algorithmus kaum Gewicht hat, immer wieder manuell nachjustiert werden (auf Übereinstimmung der Minima).

EK errechnet sich am einfachsten aus dem Produkt von U_0 (U_{rel} für $f \rightarrow 0$) und D_0 , und wird deshalb so vorgegeben (und ebenfalls manuell angepasst), dass der Verlauf von Mess- und Theoriekurven vor dem Anstieg zu f_0 maximal kongruent ist.

Die verbliebenen drei Parameter (D'_0 , D''_0 und θ_0) lassen sich, sofern die Rechnung nicht in einer Iterationsfalle hängen bleibt, gut bestimmen.

Zu beachten ist, dass sämtliche Parameter aus dem Massepunkt (bzw. Trägheitsmoment an einem Punkt auf der Drehachse konzentriert) – Federmodell abgeleitet sind und deshalb nicht unbedingt nur das beschreiben, was ihr Name ausdrückt. Da beispielsweise der Schaft über der ganzen Länge sowohl Feder als auch Trägheitsmoment ist, geht, wie bereits erwähnt, ein wesentlicher Teil seines Trägheitsmoments in θ_0 ein. Deutliche zu erkennen ist dies an den Änderungen der θ_0 -Werte, wenn dieselbe Spinne mit verschiedenen Schäften kalibriert wird.

Großen Einfluss auf die Steifigkeiten hat die Verbindung zwischen Spinne und Schaft. Muss diese z.B. zur Reparaturzwecken gelöst werden, so ist immer eine Neukalibrierung erforderlich.

Wirklich notwendig für den PRV-Betrieb sind aufgrund der Vergleichsmessung mit der Leermessung nur EK, D_1 , Q_1 und das jeweils zur Platte gehörende f_1 . Trotzdem sind die anderen Parameter nicht überflüssig, sondern ermöglichen die einfache Bestimmung anderer Größen.

Der bedeutendste Fall ist der einer gelegentlich notwendige Anpassung von EK: Es kann davon ausgegangen werden, dass die Spinne ihre Nachgiebigkeit nicht verändert, außer durch sehr grobe mechanische Einwirkung, D_0 also immer gleich bleibt. Anders die Piezos, die sowohl selbst depolarisieren können, bei denen sich aber auch die Klebung lösen kann. Sinkt deshalb U_{rel} , so kann die Kalibrierung des PRV mittels $EK=U_0 D_0$ schnell wiederhergestellt werden.

4.3.3. Bestimmung des Trägheitsmoments der Platte aus ω_0

Eine weitere Möglichkeit die sich aus der Kenntnis der verschiedenen Parameter ergibt ist die, das Trägheitsmoment der Messplatte θ_T allein mittels Messung von ω_0 berechnen zu können. Diese Messung ist viel präziser möglich als die von ω_1 . Die Genauigkeit von θ_T bewegt sich dann im Rahmen der Genauigkeit der dazu verwendeten Parameter,

Für ω_0 (Maximum von $|U_{rel}|$) muss aus (4-12) gelten (s. Anhang B):

$$D_0' - \omega_0^2 (\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \left(\frac{(\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega_0^4 Q_1^2}} \right) \omega_0^2 \left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right) = 0 \quad (4-13)$$

Bei Vernachlässigung der Dämpfung ($Q_1 = \infty$; $\rightarrow \omega_1 = \omega_1'$):

$$D_0' - \omega_0^2 (\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \frac{\omega_0^2 (\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}\right)} = 0 \quad (4-14)$$

Mit: $D_1 = \omega_1^2 (\Theta_s + \Theta_T)$ (4-16) folgt:

$$D_0' - \omega_0^2 (\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) - \frac{\omega_0^4 (\Theta_s + \Theta_T)^2}{(D_1 - \omega_0^2 (\Theta_s + \Theta_T))} = 0 \quad (4-17)$$

und schließlich:

$$\Theta_T = \frac{-D_0' D_1 + \omega_0^2 (D_1 (\Theta_s + \Theta_0) + D_0' \Theta_s) - \omega_0^4 \Theta_0 \Theta_s}{-\omega_0^2 (D_1 + D_0) + \omega_0^4 \Theta_0} \quad (4-18)$$

Selbst unter Berücksichtigung realistischer Werte für $Q_1 (\leq 80)$ liegt der durch diese Vernachlässigung entstandene Fehler noch weit unterhalb der Mess- oder Bestimmungsgenauigkeit der anderen Größen (s. Anhang B).

Sind alle Parameter bekannt, so kann damit auch ω_0 direkt berechnet werden.

Es gilt ($\Theta_{ges} = \Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T$):

$$\omega_0^2 = \frac{D_1 \left(\Theta_{ges} + \frac{D_0'}{D_1} (\Theta_s + \Theta_T) - \sqrt{\left(\Theta_{ges} + \frac{D_0'}{D_1} (\Theta_s + \Theta_T) \right)^2 - 4 \frac{D_0'}{D_1} \Theta_0 (\Theta_s + \Theta_T)} \right)}{2 \Theta_0 (\Theta_s + \Theta_T)} \quad (4-19)$$

$$\text{Für } D_1 \rightarrow \infty \text{ vereinfacht sich diese Formel zu: } \omega_0^2 = \frac{D_0'}{\Theta_{ges}} \quad (4-20)$$

5. Der PRV im CVOR

Da sowohl das CVOR (im Oszillationsmodus, Frequenzsweep) als auch der PRV dem, aus Sicht der Probe, gleichen Messprinzip folgen, gemeinsam aber ein viel breiteres Spektrum als jedes allein abdecken, stellt eine direkte Kombination der beiden Geräte einen konkreten Fortschritt in der Echtfrequenzspektroskopie dar. Dieses breite Spektrum könnte zwar auch durch Messung an zwei oder mehr verschiedenen Geräten erreicht werden, doch kann dabei nie die exakt gleiche oder zumindest nicht exakt gleich präparierte Probe verwendet werden

Da die Probe nicht nur durchgängig im gleichen Spalt bleibt, sondern die Infrastruktur des CVOR, sowohl für Temperierung als auch Normalkraftregelung und Spaltnachführung, auch für die PRV-Messung benutzt wird, können die Relativfehler aus diesen Funktionen und der Präparation auf ein Minimum reduziert werden. Treten trotzdem Differenzen auf (an einem Beispiel in Kap. 8.1.6. gezeigt), so liegt die Ursache, bei ordnungsgemäßer Bedienung, an anderer Stelle (z.B. Amplitude).

Die Vorteile der Kombinationsmessung liegen damit klar auf der Hand. Es ist jedoch eine sehr komplexe Aufgabe, den Einfluss, den die Kombination der beiden Geräte aufeinander hat, zu kompensieren oder zu eliminieren.

5.1. Einfluss des PRV auf die CVOR-Messung

Mit sehr geringem Aufwand kann der Einfluss des PRV auf die CVOR-Messung begrenzt werden. Entscheidend ist es, den Schaft mittels einer Klemmung so zu fixieren, dass die Nachgiebigkeit der PRV-Spinne bei der Messung außen vor bleibt. Da der PRV-Aufbau oberhalb der Klemmung sich im wesentlichen am Aufbau des unteren Schaftes bei Messung mit ETC-Temperierung orientiert, muss außerdem nur noch die evtl. geänderte Schaftnachgiebigkeit in den Parametern (speziell Nachgiebigkeitskorrektur) berücksichtigt werden.

Nicht mehr möglich ist eine Messung mit anderen Temperiersystemen, und für die ETC-Steuerung wäre es von Vorteil, wenn sie an die durch andere Schäfte veränderten Wärmeverluste angepasst würde.

5.2. Einfluss des CVOR auf die PRV-Messung

Deutlich mehr ändert sich für den PRV, denn der bisher als unendlich steif angenommene Temperierkopf (oder eine sonstige Gegenplatte) wird durch einen, an keiner Stelle absolut steif befestigten, oberen Schaft ersetzt. Sowohl dessen Nachgiebigkeit als auch die der Tubeaufhängung (Kap. 3.1.) addieren sich nun zu der der Probe und müssen vom Messwert subtrahiert werden.

Es ist auch hier nicht das PRV-Prinzip, welches diese Anpassung deutlich aufwendiger macht, sondern, wie bereits bei der Betrachtung des Einflusses der Probenr  gheit (Kap. 2.4.) gesehen, die hohen Anregungs- und Messfrequenzen. Diese haben zur Folge, dass die Nachgiebigkeiten nicht mehr statisch sondern dynamisch, d.h. mit allen zugeh  rigen Resonanzen, betrachtet werden m  ssen. Um diese im Analogon zum Massepunkt – Federmodell betrachten zu k  nnen, ist eine m  glichst klare Abtrennung der „Federn“, weniger der der einzelnen Tr  gheitsmomente notwendig. Schwingen pl  tzlich manche Abschnitte unvorhergesehen gegeneinander, so kann dies leicht ganze Messbereiche zerst  ren. Noch besser ist es nat  rlich die Beweglichkeit einzelne Abschnitte in ungewollte Richtungen ganz auszuschalten (d.h. durch eine extrem steife Zusatzkonstruktion so zu verst  rken, dass ihre Nachgiebigkeit im gesamten Frequenzbereich vernachl  ssigt werden kann). Dies ist allerdings nur in gewissem Grad m  glich, teilweise weil es die vertikale Tubebewegung hindern w  rde, oft aber auch nur wegen eines nicht zu rechtfertigenden, immer wieder zu wiederholenden, Justieraufwandes.

Zur Vermeidung einer rein spekulativen Modellierung, werden oberer und unterer Schaft durch einen 10mm durchmessenden Stahlstift verbunden und damit (ausschlie  lich) die komplette Gegenseite als „Probe“ gemessen. Pseudowerte von J^* oder G^* sind dabei nicht von Interesse, sondern es werden direkt die D^* -Werte betrachtet.

5.2.1. Messung mit Schaftklemmung (geklemmter oberer Schaft)

Die naheliegendste Methode das CVOR als Gegenst  ck zum PRV zu benutzen ist es, nur den oberen Schaft durch eine einfache Klemmvorrichtung fest zu halten und dann zu messen.



Abbildung 5-1: PRV in CVOR, Erstversion

Dieser erste und einfachste Aufbau, sichtbar in Abbildung 5-1 (identisch mit 2-1b) zu sehen, hat folgende Vorteile:

- Er muss nur einmal montiert werden, dann kann einfach zwischen den beiden Messmodi umgestellt werden.
- Ein einzelner Schaft ist leicht zu beschreiben.
- Für das Rheometer bedeutet er keine relevante Modifikation.
- Sämtliche Funktionen (außer der Messung) des Rheometers bleiben auch bei PRV-Messung erhalten.

5.2.1.1. Die Tuberesonanz

Bereits die Messung an diesem einfachen Aufbau zeigt deutlich eine der großen Schwächen in der Konstruktion des CVOR: Die Befestigung der Tube am Hauptrahmen erfolgt nur durch die, für die Normalkraftmessung eingesetzten, Dehnmessstreifen. Ihre erwünschte Nachgiebigkeit in vertikaler Richtung geht einher mit einer unerwünschten in horizontaler Richtung, welche die sogenannte Tuberesonanz (zwischen Tube und Dehnmessstreifen, als Trägheitsmoment-Drehfeder-Paar) zur Folge hat. Deutlich sichtbar wird dieser Effekt, gelegen im Bereich von ca. 60-100Hz, in Abbildung 5- 2.

Die Auswertung der Daten (vor allem der Sprung in D') ermöglicht eine Bestimmung der Torsionssteife der Tubeaufhängung auf 2300Nm/rad. Normalerweise, relativ zur Probensteifigkeit, ein recht hoher Wert, aber für das hohe Trägheitsmoment der Tube viel zu niedrig.

Für die PRV-Messung weniger kritisch ist die Lage der Resonanz, als vielmehr ihre Form. Die Asymmetrie der Aufhängung sorgt für eine undefinierbare Dämpfung. Der ganze Bereich muss deshalb ausgeschnitten und die Parameter so angepasst

werden, dass im Bereich darunter und darüber richtige Messwerte erzielt werden. Oberhalb dieser Resonanz wirkt die Tube, aufgrund ihres Trägheitsmoments, als unendlich steifes Gegenstück²⁶. Gemessen wird dann nur noch die Nachgiebigkeit des Schaftes ab der Klemmung. Es ist zwar grundsätzlich möglich, die Tuberesonanz durch einen zusätzlichen Rahmen komplett auszuschalten, aber damit gehen dann auch Normalkraftmessung und Spaltnachführung verloren. Für die meisten Anwendungen ist dies inakzeptabel oder schlicht unmöglich.

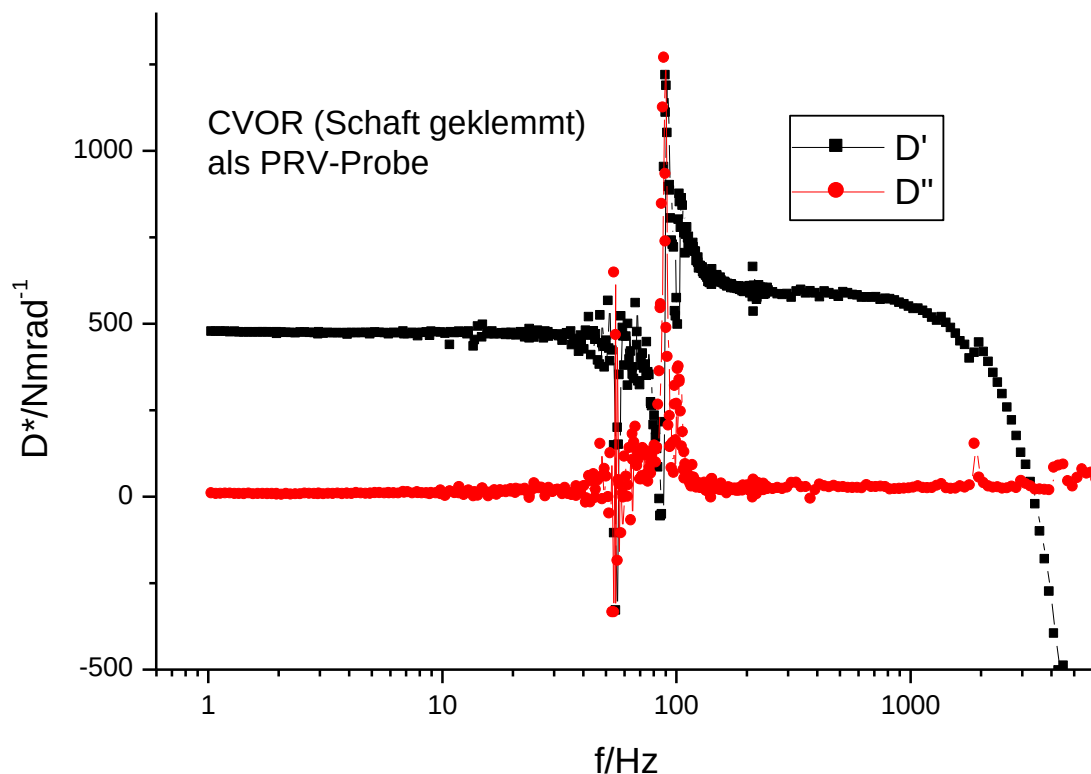


Abbildung 5-2: Frequenzabhängige Steifigkeit des CVOR mit geklemmtem Schaft

5.2.1.2. Exkurs: Tuberesonanz bei CVOR-Messung

Von der Tuberesonanz ist auch die Rheometermessung selbst massiv betroffen (s. a. Abb. 3-6). Besonders gravierend wirkt sich die Lage des Orts der Anregung (Motor) innerhalb der Tube aus.

²⁶ Situation der erzwungenen Schwingung weit oberhalb der Resonanz. Direkt oberhalb der Resonanz verstärkt die gegenschwingende Tube die messbare Steifigkeit des Schaftes.

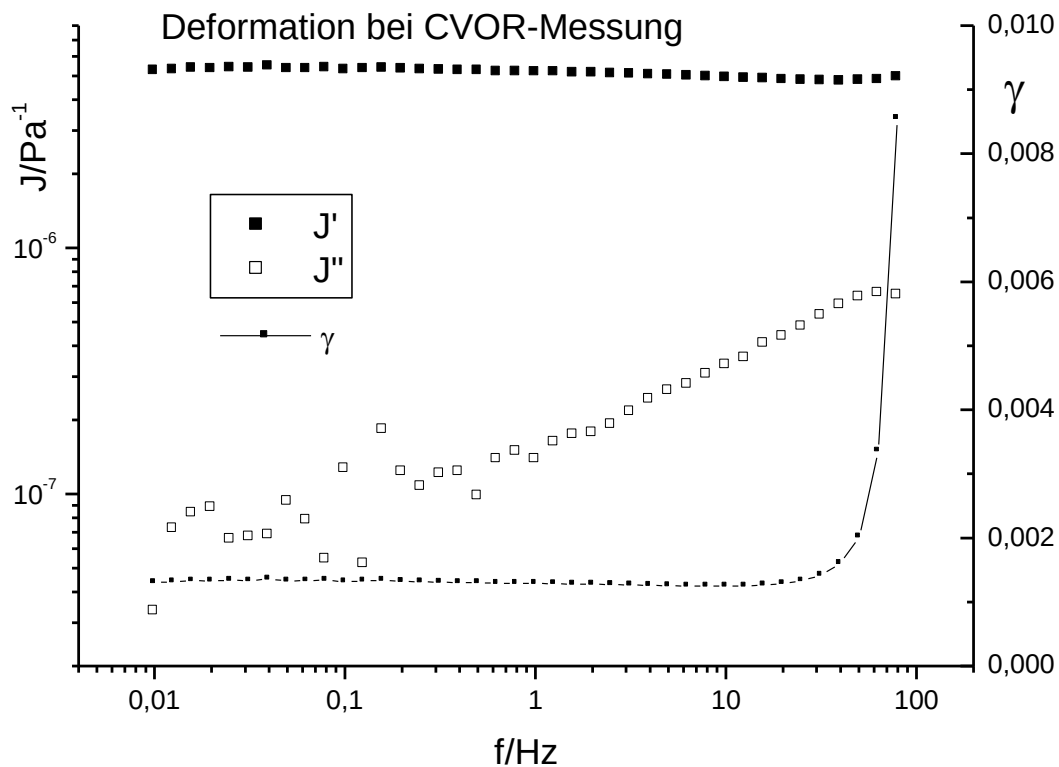


Abbildung 5-3: Frequenzabhängigkeit der Deformation bei CVOR-Messung

Gezeigt wird der Einfluss auf die Messung in Abbildung 5-3. Der starke Anstieg der gemessenen Deformation (γ) zwischen Welle und Tube findet nicht in der Probe, sondern an den Dehnmessstreifen statt. Diese werden entgegen der Probe deformiert. Eine logische Folge ist der, teilweise auch ohne Kenntnis der Probe selbst sichtbare, Fehlverlauf der Messwerte oberhalb 60Hz. Als verlässlich gelten können sie nur bis 20Hz.

5.2.2. Steifigkeit des oberen Schaftes und seiner Einspannung

Völlig unbeeinflusst durch die Tuberesonanz liegt, da weit oberhalb, die Resonanz des oberen Schaftes²⁷ bei ca. 3400Hz. Auch dies ist ein Wert, der zwar Messungen bis ca. 2kHz ermöglicht, damit aber bei entsprechendem PRV zur Messgrenze wird. Der eigentliche Schaft, insbesondere der mittlerweile verwendete durchgängige ohne Bohrungen, ist sehr steif (ca. 2500Nm/rad bei Normallänge), auch die Klemmzange

²⁷ Zusammen mit und damit abhängig vom Trägheitsmoment der Messplatte.

an der Tube relativ fest. Folglich muss der Schwachpunkt in der Verbindung zwischen der (jetzt geklemmten) vom Motor kommenden Welle und dem Schaft liegen. Vergleicht man die 13mm Durchmesser des Schafts und die 12mm der Motorwelle mit den 5mm des in das Spannfutter eingesetzten Zapfens (in Abbildung 5-4 links), und berücksichtigt die R^3 -Abhängigkeit der Steifigkeit bei Hohlrohren, so wird dies eindeutig bestätigt.

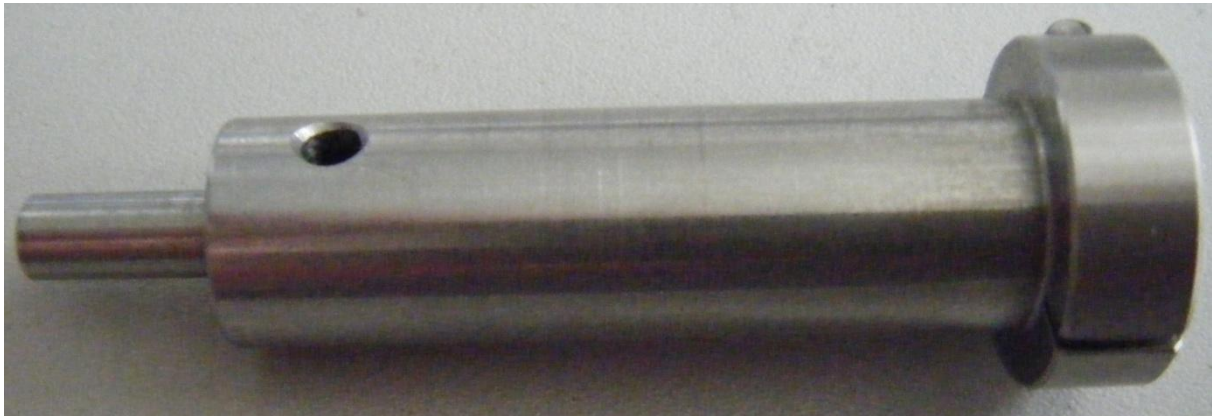


Abbildung 5-4: Oberer Schaft

Es wäre zwar möglich, eine Klemmzange zu konstruieren, die erst am vollen Durchmesser des Schaftes greift, doch je aufwendiger und je mehr vertikale Distanz überwindend solche Konstruktionen sind, umso größer auch die Gefahr, dass sie nicht nur klemmen sondern auch den Schaft aus seiner Position bringen. Das Luftlager ist zwar stabil, aber nicht unbeweglich.

Eine technisch einfachere, wenn auch nur bedingt bedienungsfreundliche, Lösung stellt das anbringen eines mit, gemessen an dem von Schäften und Messplatten, sehr großem Trägheitsmoment ausgestatteten Metallbalkens am Schaft dar. Mit diesem kann sowohl mit geschlossener als auch mit geöffneter Klemmzange gemessen werden. Bei geschlossener Zange wird sich vor allem die Resonanz des Schaftes nach oben verschieben, meist etwas oberhalb der des PRV-Schaftes, was wieder dessen Resonanz oder sonstige Effekte in Probe oder Spinne zur Messgrenze macht.

Der Vorteil bei offener Klemmzange ist, dass auch die Tuberesonanz wegfällt, dafür kann nicht beliebig hin zu tiefen Frequenzen gemessen werden. Da der obere Schaft sich im Luftlager fast reibungsfrei bewegt und trotzdem stabil sitzt und der Metallbalken symmetrisch am Schaft befestigt ist, kann diese Resonanz sehr gut modelliert und berechnet und damit auch korrigiert werden. Trotzdem gilt, dass erst

dann gute Werte gemessen werden, wenn $\omega^2 \Theta_{\text{Metallbalken}}$ die Größenordnung von D^* erreicht hat.

Da die gerade beschriebene und andere Möglichkeiten (inklusive stand-alone) nur eine Vereinfachung des Aufbaus mit Metallbalken und geschlossener Klemmzange darstellen und deshalb daraus leicht angeleitet werden können, soll nur diese Variante vollständig dargestellt und hergeleitet werden.

5.3. Aufbau mit Metallbalken und Schaftklemmung

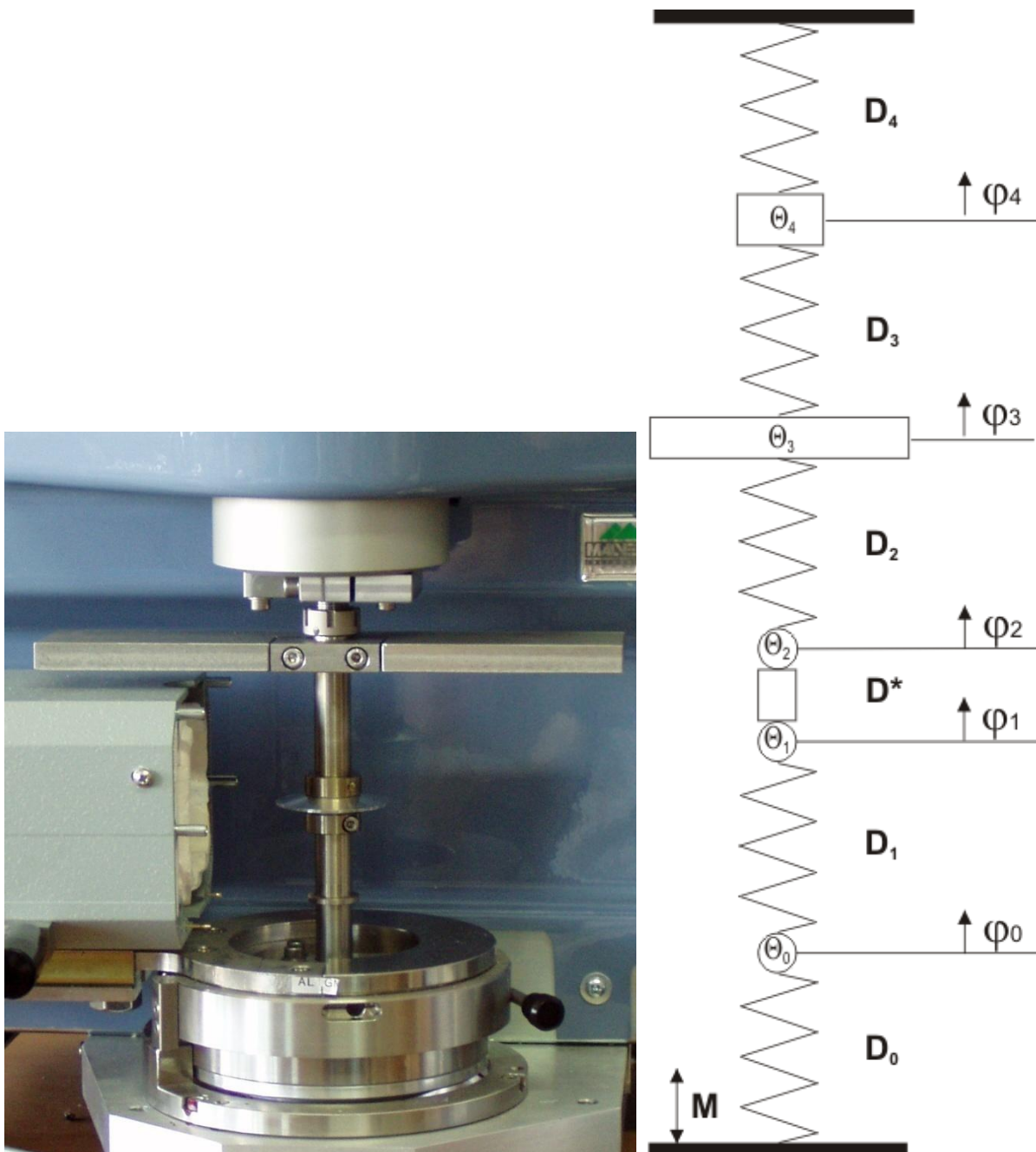


Abbildung 5-5: PRV im Gemini mit zusätzlichem Trägheitsmoment

Abbildung 5-5 zeigt den vollständigen Aufbau des PRV im Gemini, mit aktuell verwendeten Schäften und Trägheitsbalken, samt dem zugehörigen mechanischen Ersatzschaltbild als Feder-Massenpunkt-System²⁸. Zu berücksichtigen ist dabei, dass es sich in der Realität nicht um mathematische, sondern um physikalische Drehschwinger handelt. Das Trägheitsmoment ist also zumindest teilweise das der Feder selbst und deren Beitrag teilt sich numerisch auf die beiden Massenpunkte zwischen denen sie wirkt auf. In welchem Maße zeigt sich im Einzelfall.

Um sicher zu gehen, dass beide Seiten (unterhalb bzw. oberhalb der Probe) sich nicht doch unbeachtet beeinflussen, wird das gesamte System beschrieben.

Die im Ersatzschaltbild bezeichneten Größen umfassen (D jeweils Torsionssteifigkeit bzw. Drehfederkonstante; θ Trägheitsmoment):

- D_0 : Spinne (Spinnenarme)
- Θ_0 : innerer Teil der Spinnenarme und unterer Teil des PRV-Schafts
- D_1 : PRV-Schaft
- Θ_1 : oberer Teil des PRV-Schafts und untere Messplatte
- D^* : **Probe**; als trägheitsmomentbehaftete Drehfeder betrachtet, weshalb D^* das einzig exakt abgrenzbare Trägheitsmoment ist
- Θ_2 : unterer Teil des Rheometerschafts und obere Messplatte
- D_2 : Rheometerschaft bis Trägheitsbalken
- Θ_3 : oberer Teil des Rheometerschafts, bis nahe Schaftklemmung (bei geöffneter Klemmung bis beweglicher Teil Motor) und Trägheitsbalken
- D_3 : Rheometerschaft zwischen Trägheitsbalken und Schaftklemmung
- Θ_4 : Tube
- D_4 : Dehnmessstreifen zur Normalkraftmessung (Verbindung Tube/Außenrahmen)

Es gilt (mit φ_x als Auslenkung auf der Ebene von Θ_x) mit:

$$\ddot{\varphi}_0 \Theta_0 = D_0(0 - \varphi_0) - D_1(\varphi_0 - \varphi_1) + M_{an} \quad (5-1) \quad \varphi_0(t) = \varphi_0(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_0)} \quad (5-1a)$$

$$\ddot{\varphi}_1 \Theta_1 = D_1(\varphi_0 - \varphi_1) - D^*(\varphi_1 - \varphi_2) \quad (5-2) \quad \varphi_1(t) = \varphi_1(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_1)} \quad (5-2a)$$

²⁸ Eigentlich Drehfeder-2DTrägheitsmoment-Modell; Pfeile bei φ_x deuten Drehung an. Da sich die beiden Modelle mathematisch nicht unterscheiden, wird als Masse-Federpunkt gerechnet, aber es werden die Bezeichnungen des Drehschwingsystems verwendet, z.B. Massepunkt als θ statt m .

$$\ddot{\varphi}_2 \Theta_2 = D^* (\varphi_1 - \varphi_2) - D_2 (\varphi_2 - \varphi_3) \quad (5-3) \quad \varphi_2(t) = \varphi_2(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_2)} \quad (5-3a)$$

$$\ddot{\varphi}_3 \Theta_3 = D_2 (\varphi_2 - \varphi_3) - D_3 (\varphi_3 - \varphi_4) \quad (5-4) \quad \varphi_3(t) = \varphi_3(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_3)} \quad (5-4a)$$

$$\ddot{\varphi}_4 \Theta_4 = D_3 (\varphi_3 - \varphi_4) - D_4 (\varphi_4 - 0) \quad (5-5) \quad \varphi_4(t) = \varphi_4(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_4)} \quad (5-5a)$$

woraus folgt:

$$\begin{aligned} & \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}} \\ &= -\omega^2 \Theta_0 + D_0 + D_1 \left(1 - \frac{D_1}{-\omega^2 \Theta_1 + D_1 + D^* \left(1 - \frac{D_2}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right)} \right) \end{aligned} \quad (5-6)$$

Differenz Δ zwischen beladener Messung und Leermessung:

$$\begin{aligned} \Delta &= \left. \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}} \right|_{D^*} - \left. \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}} \right|_{D^*=0} \\ &= - \frac{D_1^2}{-\omega^2 \Theta_1 + D_1 + D^* \left(1 - \frac{D_2}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right)} + \frac{D_1^2}{-\omega^2 \Theta_1 + D_1} \end{aligned} \quad (5-7)$$

Mit Schaftresonanz $\omega_1^2 = \frac{D_1}{\Theta_1}$ (4-4):

$$D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right) = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)} \quad (5-8a)$$

bzw. bei Trennung in Probe und oberes Schaftsystem:

$$\frac{1}{\frac{1}{D^*} + \frac{1}{D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2}} = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)} = (X) \quad (5-8b)$$

Zusammengefasst (mit $D_K = D_2(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2\Theta_4})} - \omega^2\Theta_2)$):

$$\frac{1}{\frac{1}{D^*} + \frac{1}{D_K}} = \frac{\Delta(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2})^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1}(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2})} = (X) \quad (5-9)$$

im Folgenden wird D_K (Steifigkeit des Systems oberhalb der Probe) deshalb als Korrekturterm bezeichnet

Daraus berechnet sich D^* zu:

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_K}} \quad (5-10)$$

Ausformuliert (Trägheitsmomentform):

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 - \omega^2\Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2\Theta_4})} - \omega^2\Theta_3}} \quad (5-11)$$

bzw. mit: $\omega_2^2 = \frac{D_2}{\Theta_2}$ und $\omega_3^2 = \frac{D_3}{\Theta_3}$ und $\omega_4^2 = \frac{D_4}{\Theta_4}$ (Frequenzform):

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2(1 - \frac{\omega^2}{\omega_2^2} - (1 + \frac{D_3(1 - (1 + \frac{D_4}{D_3} - \frac{\omega^2}{\omega_4^2})^{-1})}{D_2} - \frac{\omega^2}{\omega_3^2})^{-1})}} \quad (5-12)$$

Da die ω_n immer nur im Verhältnis mit ω auftauchen, kann auch f bzw. f_n verwendet werden.

Wichtig ist es, in den hier eingeführten Resonanzfrequenzen, zu beachten, welches Trägheitsmoment gegen welche Feder schwingt, bei ω_3 bricht das bisherige Standardbezeichnungssystem.

Beide Endformeln, für D^* sind gleichwertig. In der Anwendung müssen jeweils die Werte für D_n und die für ω_n oder Θ_n (für jedes n einzeln wählbar) in die Parameterdatei eingegeben werden, die andere dazugehörige Größe wird automatisch berechnet. Faktisch wird also eine Mischung aus beiden angewandt.

Da, wie bereits erwähnt, in der Praxis meist anders gearbeitet wird, sollen kurz die dann geltenden Vereinfachungen dargestellt werden:

5.3.1. Trägheitsbalken mit offener Klemmzange

In diesem Fall gilt $D_3 = 0$ und damit auch $\omega_4 = 0$.

Vorausgesetzt D_4 und auch Θ_4 werden als endliche (am besten reale) Werte gesetzt vereinfacht sich die Berechnungsformel zu:

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 - \omega^2 \Theta_3}}} = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 (1 - \frac{\omega^2}{\omega_2^2} - (1 - \frac{\omega^2}{\omega_3^2})^{-1})}} \quad (5-13)$$

5.3.2. Ohne Trägheitsbalken mit geschlossener Klemmzange

Der Abschnitt D_3 wird gedanklich gegen Null geschrumpft wodurch $D_3 \rightarrow \infty$ und $\Theta_3 \rightarrow 0$ gehen. Als Berechnungsformel gilt dann:

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_4 - \omega^2 \Theta_4}}} = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 (1 - \frac{\omega^2}{\omega_2^2} - (1 + \frac{D_4}{D_2} - \frac{D_3}{D_2} \frac{\omega^2}{\omega_4^2})^{-1})}} \quad (5-14)$$

Wird Abschnitt 3 in seiner Eigenständigkeit ignoriert und werden folgende Umbenennungen vorgenommen:

$$d_2 = \frac{1}{D_2^{-1} + D_3^{-1}} \quad (5-15) \quad d_3 = D_4 \quad \omega_v^2 = \frac{d_2}{\Theta_4}$$

so folgt:

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{d_2 \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_2^2} - \left(1 + \frac{d_3}{d_2} - \frac{\omega^2}{\omega_v^2}\right)^{-1}\right)}} \quad (5-16)$$

Diese Umbenennung hat insofern Bedeutung, als in der Parameterdatei im Programm nur Eingabefelder bis Abschnitt 3 zur Verfügung steht.

5.3.3. Oberer Schaft fixiert und unendlich steif

Alle Federkonstanten gehen gegen unendlich, während die Trägheitsmomente endlich bleiben ($\Rightarrow D_K \rightarrow \infty$). Es folgt die bereits aus dem PRV mit starrem Temperierkopf (stand-alone) bekannte Form:

$$D^* = (X) = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2}\right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2}\right)} \quad (5-17)$$

5.4. Die Bestimmung der Parameter

Die Trägheitsmomente der Messplatten und teilweise auch der Schäfte können berechnet werden. Alle anderen Parameter werden an experimentellen Kurven gefittet. Da die Dämpfung der Schäfte gewöhnlicherweise recht hoch, die der Tuberesonanz nicht zu beschreiben ist, findet der Fit nur für den Realteil statt²⁹. Der Imaginärteil bzw. die Güten werden dann direkt am Gerät durch systematisches Ausprobieren unter Verwendung von Erfahrungswerten (z.B. Dämpfung unterer Schaft) gewählt.

Da eine Anpassung aller drei Abschnitte gleichzeitig fast unmöglich ist, werden die oben angeführten Vereinfachungen vorgenommen und die damit erzielten Messkurven angepasst. Der aus dem Aufbau ohne Trägheitsbalken folgende Verlauf wurde bereits in Abbildung 5-2 gezeigt, nun soll er angefitet werden. Verwendet wird dazu die Frequenzdarstellung (nur Korrekturterm unter Verwendung von f).

²⁹ Es muss am Betrag gefittet werden, da aus dem Winkelverlauf zwar Resonanzen, aber keine Steifigkeiten bestimmt werden können

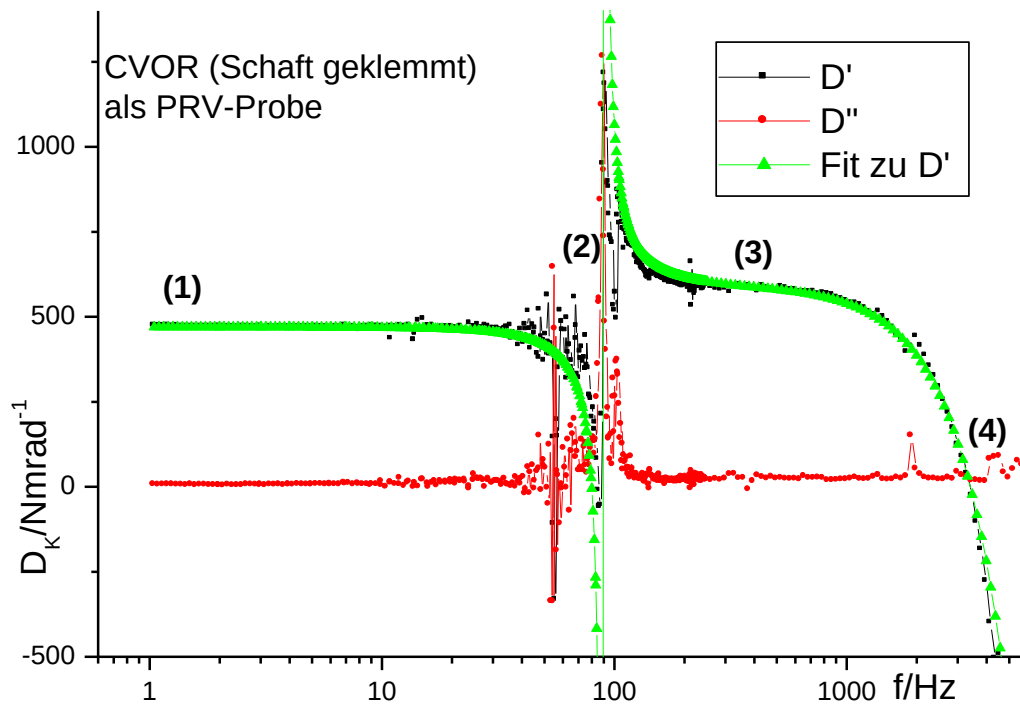


Abbildung 5-6: Steifigkeit des CVOR mit geklemmtem Schaft

Die schwarze Kurve in Abbildung 5-6 zeigt den Messwert, die grüne den daran angepassten Fit, welcher den Verlauf, außer im Bereich der Tuberesonanz, mit nur geringen Abweichungen recht gut wiedergibt.

Der Verlauf über der Frequenz untergliedert sich im Wesentlichen in die vier im Diagramm markierten Bereiche, in welchen jeweils der Korrekturterm (aus 5-16) in einer bestimmten Näherung zum Tragen kommt.

$$D_K = d_2 \left(1 - \frac{f^2}{f_2^2} - \frac{1}{1 + \frac{d_3}{d_2} \frac{f^2}{f_v^2}} \right) \quad (5-18)$$

Es gilt jetzt:

$$(1) \omega \rightarrow 0 \Rightarrow D_K = \frac{1}{\frac{1}{d_2} + \frac{1}{d_3}} \quad (5-19)$$

$$(2) 1 + \frac{d_3}{d_2} - \frac{f^2}{f_v^2} \rightarrow 0 \text{ bzw. } d_2 + d_3 - \omega^2 \theta_4 \rightarrow 0 \quad (5-20)$$

$$\Rightarrow (\text{mit } \omega_R = \text{Resonanzfrequenz}) \quad \theta_4 = \frac{d_2 + d_3}{\omega_R^2} \quad (5-21)$$

ω_R darf nicht mit ω_3 (bzw. ω_V) verwechselt werden. Eine Definition von ω_3 als ω_R wäre zwar ebenfalls möglich, für die Programmierung aber nicht sinnvoll. In der gewählten Definition ist ω_3 eine feststehende Größe für alle Aufbauvarianten.

$$(3) f_v \ll f \ll f_2 \Rightarrow D_K \approx d_2 \quad (5-22)$$

Da f_v und f_2 sich nicht stark genug unterscheiden, damit tatsächlich ein konstanter Bereich zwischen diesen Bereichen aufträte, ist es zwar nur ein Anhaltspunkt, der aber die Anpassung deutlich erleichtert.

$$(4) f \gg f_v \Rightarrow f = f_2 \text{ für } D_K = 0 \quad (5-23)$$

Da $f_2 \approx 80f_v$ kann der Nulldurchgang von D' tatsächlich als korrektes und damit messbares f_2 akzeptiert werden.

Die Anpassung in Abbildung 5-7 erfolgt mit folgenden Parametern:

$$\text{aus (5-22): } \frac{1}{D_2^{-1} + D_3^{-1}} = d_2 = 589 \text{ Nm/rad}$$

$$\text{aus (5-23): } f_2 = 3402 \text{ Hz}$$

$$\text{aus (5-19): } D_4 = d_3 (= 3,95d_2) = 2329 \text{ Nm/rad}$$

$$\text{empirisch und aus (5-20): } f_v = 40,21 \text{ Hz}$$

Bei genauer Betrachtung fällt natürlich die begrenzte Genauigkeit³⁰ dieser Anpassung ins Auge. Berücksichtigt man allerdings, dass es sich um eine Nachgiebigkeitskorrektur zu einer meist deutlich nachgiebigeren Probe handelt (D^* meist kleiner als 100 Nm/rad), so ist die Genauigkeit immer noch recht gut. Kritisch allerdings bleibt der (weiche) Bereich nahe f_2 , was sich nur durch Einführung des Trägheitsbalkens entscheidend verbessern lässt.

Für die Parameterbestimmung von besonderer Bedeutung ist der Aufbau mit geöffneter Klemmzange, denn durch das daraus folgende $D_3 = 0$ gilt (jetzt in Originalbezeichnung):

³⁰ Eine aus einem Modell gewonnene Korrektur kann nie genauer sein als das zugrunde liegende Modell. Vor allem die Tuberesonanz wird damit nur sehr unzureichend beschrieben.

$$D_K = D_2 \left(1 - \frac{f^2}{f_2^2} - \frac{1}{1 - \frac{f^2}{f_3^2}} \right) \quad (5-24)$$

Damit lässt sich aus der Messung f_3 direkt ablesen und θ_3 bestimmen³¹.

Da die im Bereich der Resonanz des Trägheitsbalkens extrem hohen D_K -Werte es unmöglich machen, alle Bereiche in einem Diagramm sinnvoll zu betrachten, soll eine getrennte Betrachtung helfen alles Wesentliche zu erfassen. Abbildung 5-7 zeigt deshalb den Resonanzbereich (mit sehr großem Maßstab für D_K), Abbildung 5-8 das ganze Spektrum mit einem für die Betrachtung außerhalb des Resonanzbereichs optimierten D_K -Maßstab.

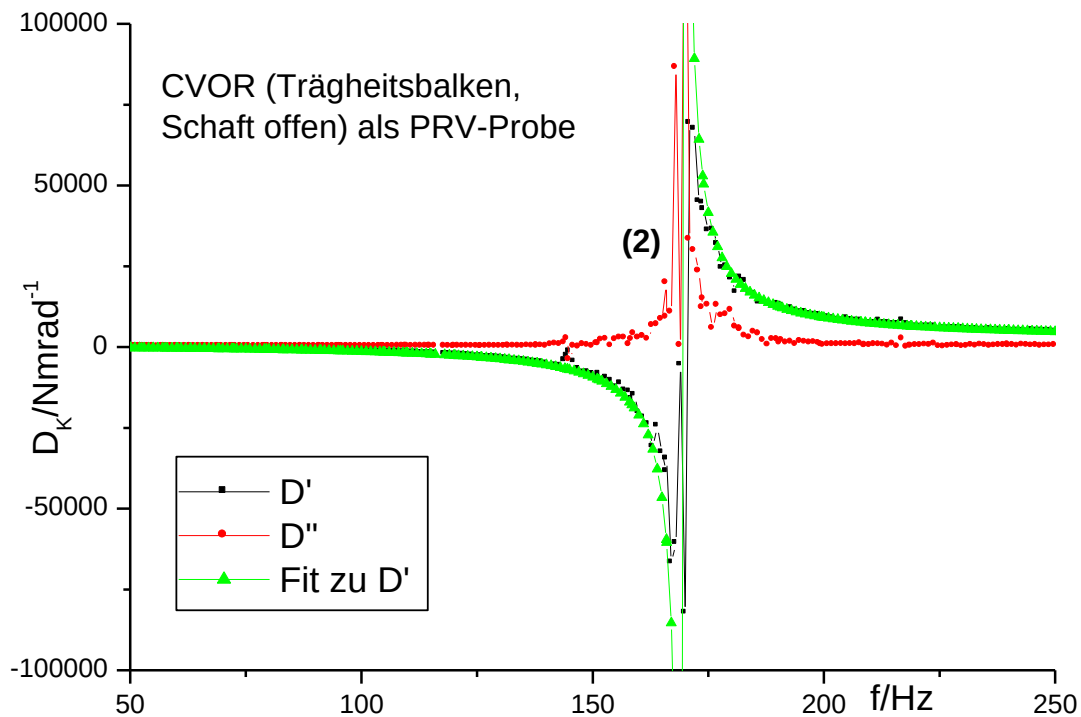


Abbildung 5-7: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken offener Schaft, Resonanzbereich

Es gilt: (2) $1 - \frac{f^2}{f_3^2} = 0$ für $f = f_3$ (5-25)

³¹ Bei offener Klemmzange gehört neben dem Trägheitsbalken und dem Schaft oberhalb zusätzlich die Welle und der Motor dazu. Deren Trägheitsmomente liegen aber mehrere Größenordnungen darunter und damit in der Größenordnung der Messgenauigkeit. θ_3 kann deshalb für beide Fälle gleich gesetzt werden.

D_K' springt von $-\infty$ nach ∞ , D_K'' durchläuft ein Maximum. Da leider in fast jeder Resonanz parasitäre Effekte zum Tragen kommen (die quasi unendliche Steife des Schaftes bringt normalerweise irrelevante sonstige Nachgiebigkeiten zum Vorschein), liegen diese beiden Effekte nur näherungsweise aufeinander. f_3 kann trotzdem direkt abgelesen werden.

Bereich (2) bezeichnet hier nicht die Tube-, sondern die Trägheitsbalkenresonanz.

Als fünfter Parameter folgt:

aus (5-25): $f_3=169,5\text{Hz}$

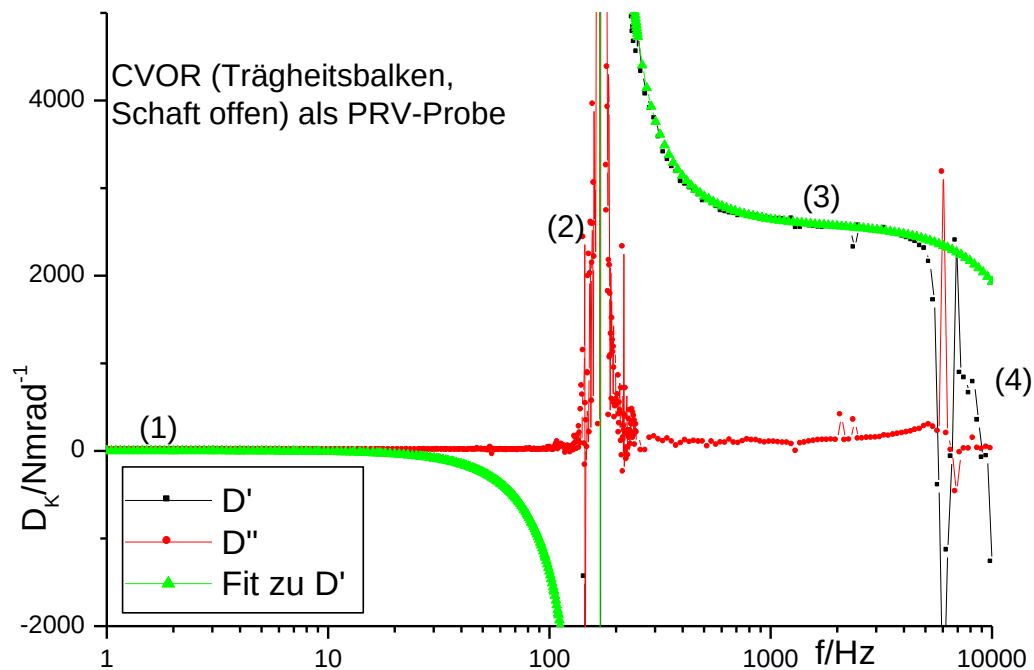


Abbildung 5-8: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken offener Schaft, Gesamtbereich

Bereich (3) erlaubt bei diesem Aufbau (analog zu d_2) die Bestimmung von D_2 und, zusammen mit dem bereits bekannten d_2 , auch die von D_3 aus (5-15).

Diese ergeben sich zu:

$$D_2=2575\text{Nm/rad}$$

$$D_3=764\text{Nm/rad}$$

Nicht mehr direkt verwertbar ist Bereich (4), da der Bereich um den Nulldurchgang von D_K nicht mehr als kontinuierliche Kurve gemessen wird. Hier dominieren bereits die parasitären Effekte im PRV. f_2 wird deshalb im Fit so gewählt, dass sich im Gesamtbereich bis ca. 4kHz (Messgrenze) die beste Übereinstimmung ergibt.

Dies ist erfüllt für:

$$f_2 = 20 \text{ kHz}$$

Dieser Wert für f_2 entspricht nicht dem aus θ_2 (ungefähr bekannt aus f_2 für Messung ohne Trägheitsbalken) berechneten, dieser läge bei ca. 9 kHz. Für eine genaue Messung ist es aber besser den Wert zu wählen, der dem Verlauf im Messbereich am besten entspricht. Ein Indiz für einen abweichenden Verlauf ist auch der kontinuierliche Anstieg der Dämpfung hin zu diesem Bereich (ca. 5 kHz). Wie schon bei der Bestimmung der Resonanz des PRV-Schaftes (D_1 bzw. insbesondere Q_1) zeigen sich die Grenzen des Modells.

Das Verhalten bei der Messung mit Probe kann anders sein und f_2 muss evtl. korrigiert werden. Die stärkste Änderung erfährt f_2 allerdings unabhängig davon durch das Trägheitsmoment der oberen Messplatte.

5.4.1. Kontrollmessung für Gesamtmodell

Nach der Anpassung von D_K an die vereinfachten Aufbauten, folgt jetzt noch die an das Gesamtmodell (Trägheitsbalken und geklemmter Schaft). Passen alle sechs Parameter, so muss der damit errechnete Verlauf mit der Messkurve übereinstimmen.

$$D_2 = 2575 \text{ Nm/rad} \quad f_2 = 20 \text{ kHz} (\Theta_2 = 1,63 \text{ e-7 kgm}^2)$$

$$D_3 = 764 \text{ Nm/rad} \quad f_3 = 169,5 \text{ Hz} (\Theta_3 = 2,27 \text{ e-3 kgm}^2)$$

$$D_4 = 2329 \text{ Nm/rad} \quad f_4 = \sqrt{\frac{D_3}{d_2}} f_v = 45,80 \text{ Hz} (\Theta_4 = 9,23 \text{ e-3 kgm}^2)$$

Auch hier gilt, dass der Verlauf sinnvoll nur in zwei Diagrammen betrachtet werden kann.

Abbildung 5-9 zeigt den Resonanz-, Abbildung 5-10 den Gesamtbereich. Aus der Tube- und Trägheitsbalkenresonanz sind jetzt zwei, sich gegenseitig beeinflussende Resonanzen geworden, hier bezeichnet als (2a) und (2b). Je nach Lage ist eine Bezeichnung der beiden Resonanzen mit diesen Begriffen sinnvoll (und wird verwendet) oder nicht. Exakt ist sie nie.

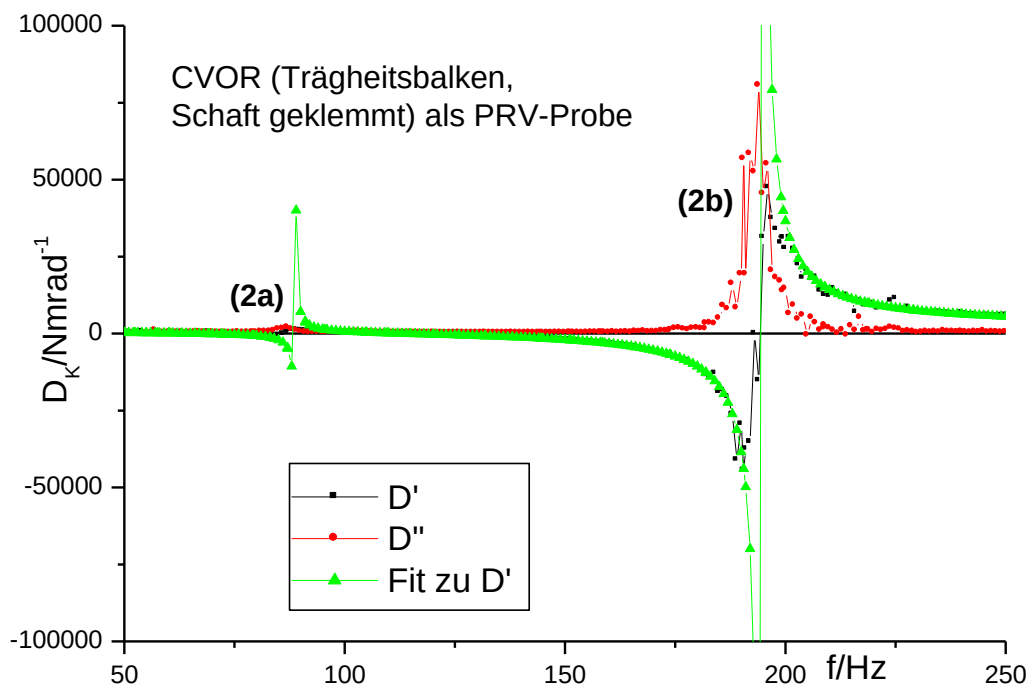


Abbildung 5-9: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken geklemmter Schaft, Resonanzbereich

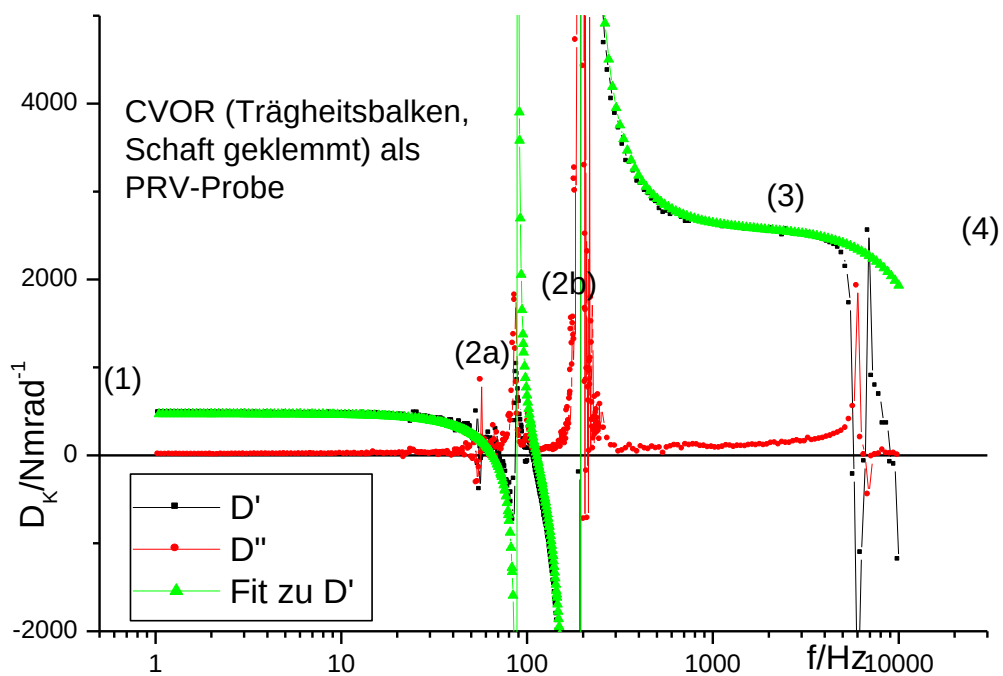


Abbildung 5-10: Steifigkeit des CVOR mit Trägheitsbalken geklemmter Schaft, Gesamtbereich

Bereich (2b), die Resonanz des Trägheitsbalkens stimmt recht gut mit der gemessenen Kurve überein. Deutlich schwieriger ist eine Aussage über den Bereich der Tuberesonanz (2a). Die chaotische Dämpfung wird durch den Trägheitsbalken leider verstärkt. Da eine saubere Korrektur deshalb nicht möglich ist, ist es wichtiger die Bereiche davor und danach zu betrachten, in denen eine exakte Übereinstimmung nur daran scheitert, dass die Peaks zu hoch sind. Die Berücksichtigung einer gewissen Dämpfung reduziert diese starken Differenzen aber recht gut. Soll also allein mit PRV gemessen werden und ist der Bereich der Tuberesonanz nicht der entscheidende, so kann dieser Aufbau Mittel der Wahl sein

5.5. Vergleich der drei Aufbauten

Stärken und Schwächen der einzelnen Methoden lassen sich am besten erkennen, wenn alle drei Korrekturkurven in einem Diagramm dargestellt werden.

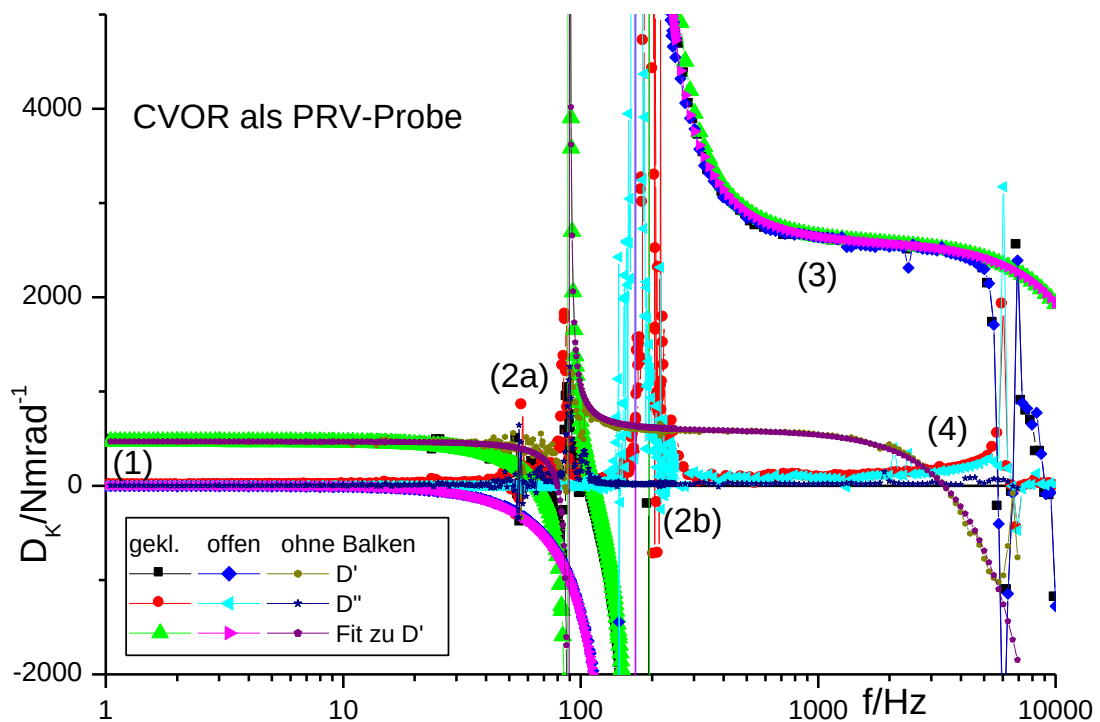


Abbildung 5-11: Steifigkeit des CVOR, Methodenvergleich

Abbildung 5-11 gibt einen recht guten Überblick über alle drei Verfahren und die Übereinstimmung zwischen Theorie und Messung. Insbesondere die Verschlechterung der Tuberesonanz wird nochmals klar dargestellt.

Für einen detaillierten Vergleich der Korrekturen im Gesamtbereich ist es aber übersichtlicher, ein Diagramm zu betrachten, welches nur die Theoriekurven zeigt (Abbildung 5-12).

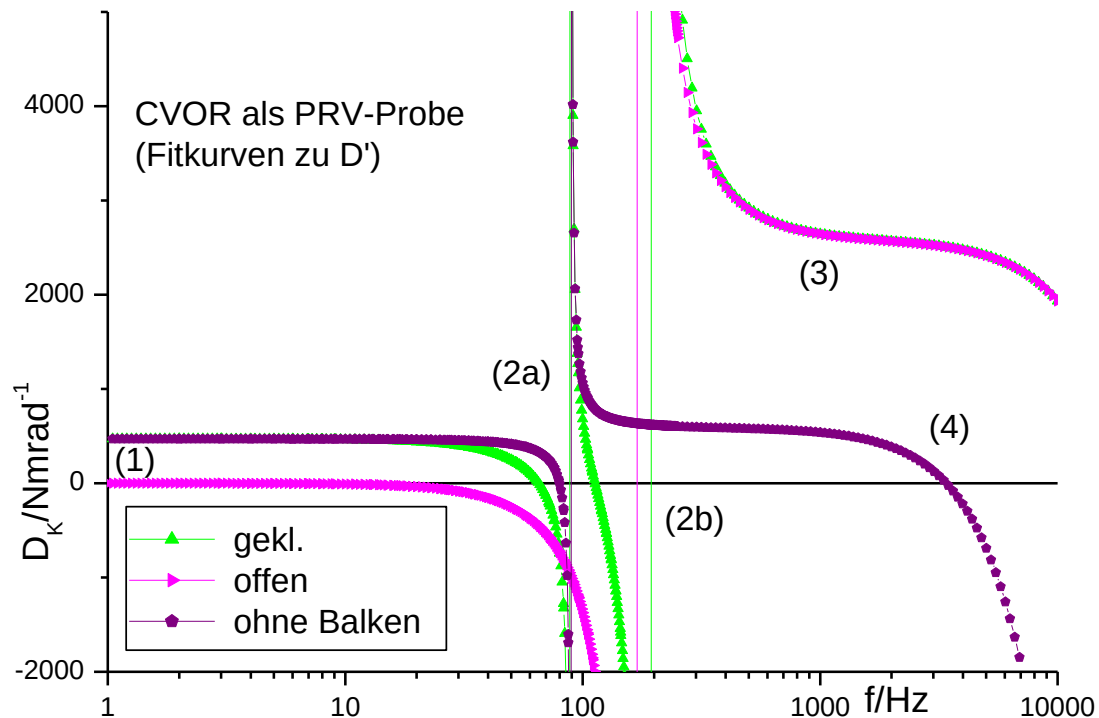


Abbildung 5-12: Steifigkeit des CVOR, Methodenvergleich Theoriekurven

Wie zu erwarten, stimmen im Bereich (1) beide Methoden mit Schaftklemmung, im Bereich (3) und (4) die mit Trägheitsbalken überein. Ganz klar zeigen sich die Schwächen der Messung ohne Klemmung hin zu tiefen und der ohne Trägheitsbalken hin zu hohen Frequenzen. Beachtet werden muss, dass nur der Betrag von D_K darüber entscheidet, ob eine Korrektur erfolgreich sein kann. $D_K(f = 33\text{Hz}) = -100\text{Nm/rad}$ erlaubt bei den meisten Proben eine Messung mit guten Ergebnissen. Gleiches gilt prinzipiell auch für den Bereich jenseits des Nulldurchgangs bei (4). Meist scheitert eine Messung in diesem Bereich aber aus im PRV selbst begründeten, bereits mehrfach erwähnten Ursachen (Schaftresonanz f_1 oder parasitären Schwingungen).

Die deutlichsten Differenzen treten im Bereich der Tube- und Trägheitsbalkenresonanz (2) auf. Sehr schön lässt sich erkennen, wie naheliegende Resonanzen sich meist gegenseitig beeinflussen: sie „schieben“ sich gegenseitig

weg, je näher sie liegen, desto mehr. Denn auch wenn gewisse Resonanzfrequenzen als Parameter definiert wurden, so finden sie im Allgemeinen nicht dort statt. Außer im Aufbau mit ungeklemmtem Schaft sitzen sämtliche Trägheitsmomente zwischen zwei Federn, teilweise sogar beeinflusst von noch weiteren.

Eine Ausnahme in der Korrekturkurve bildet hier nur f_2 , da hier die zweite Feder (D_1) bereits in der Berechnung für D_K (stand-alone-Formel für D^*) berücksichtigt wurde.

Die sehr große Differenz der Trägheitsbalkenresonanzen (geklemmt und offen) erklärt sich damit, dass der Maßstab der unbeeinflussten Resonanz nicht $D_3 = 0$ sondern $\Theta_4 = \infty$ sein müsste.

5.6. Variation des Trägheitsbalkens

5.6.1. Betrachtung von Gesamtkurven für D_K

Da die Trägheitsbalkenresonanz scharf und damit gut korrigierbar ist, im Gegenzug aber die Tuberesonanz verschlechtert, stellt sich die Frage, wie groß das Trägheitsmoment des Balkens sein müsste, damit seine Resonanz soweit unter die der Tube wandert, dass diese nicht mehr wesentlich in Erscheinung tritt.

Einfachste und anschaulichste Methode dafür ist, es Theoriekurven mit verschiedenen f_3 zu berechnen und dann zu betrachten, wie sich die Tuberesonanz darin auswirkt.

Insbesondere hier muss beachtet werden, dass, wie bereits erwähnt, die Begriffe Tube- und Trägheitsbalkenresonanz zwar die Verhältnisse im verwendeten Messaufbau recht gut wiedergeben, in der Realität aber trotzdem jede Resonanz von sämtlichen Trägheitsmomenten und Federn abhängt. Dann, wenn sich beide Resonanzen sehr stark annähern, sich im Falle der Unabhängigkeit voneinander schneiden müssten, sind diese Begriffe nicht mehr sinnvoll.

Abbildung 5-13 zeigt eine Auswahl dieser Kurven im Bereich jeweils beider Resonanzen. Die schwarze Kurve zeigt dabei den Verlauf mit jenem Trägheitsbalken, der real eingesetzt wird, die grüne Kurve jenen, bei dem sich beide Resonanzen am nächsten kommen (näher ausgeführt im folgenden Abschnitt). Die anderen Kurven dienen vor allem dem Vergleich.

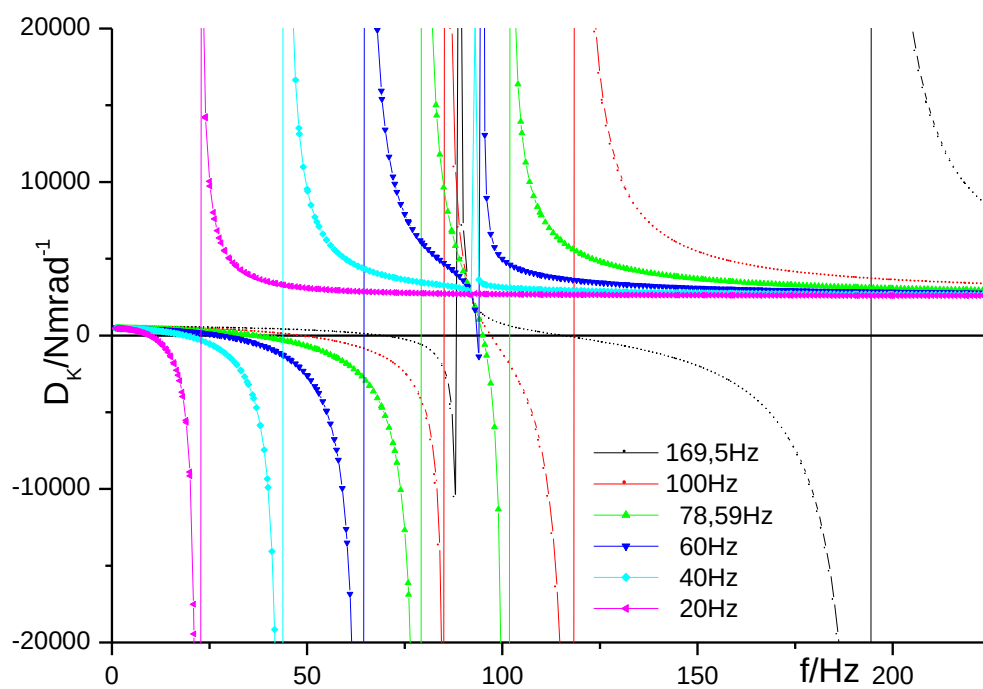


Abbildung 5-13: Steifigkeit CVOR, verschiedene f_3 , großer Ausschnitt

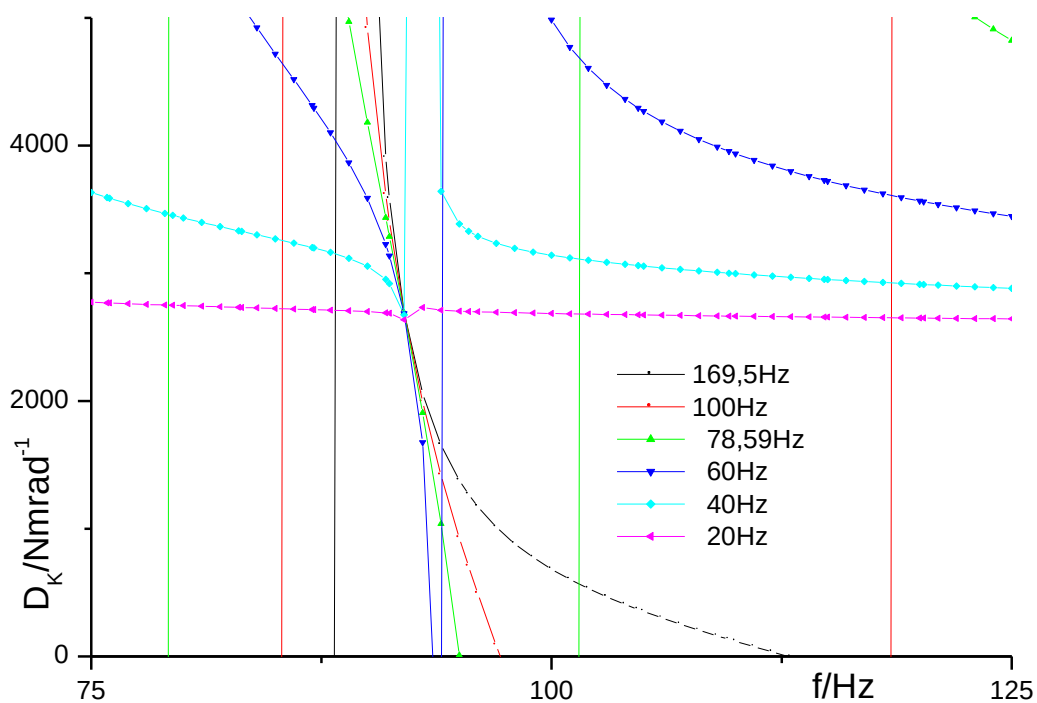


Abbildung 5-14: Steifigkeit CVOR, verschiedene f_3 , kleiner Ausschnitt (Tuberesonanz)

Eine genauere Betrachtung des Bereichs der Tuberesonanz ermöglicht Abbildung 5-14. An nahezu gleicher Stelle liegt die Tuberesonanz bei $f_3=40\text{Hz}$ bzw. 20Hz . Doch erst diese letzte Kurve ($f_3=20\text{Hz}$) zeigt einen langsam verschwindenden Effekt. Da ein Trägheitsbalken dieser Größenordnung ($0,16\text{kgm}^2$ ca. 2 Größenordnungen über dem verwendeten) nicht ohne Einfluß auf das Gesamtsystem bleiben kann (z.B. Überlastung der Normalkraftmessung, Eigenschwingungen im Balken) braucht diese Methode nicht weiter verfolgt zu werden.

5.6.2. Systematischer Verlauf der Resonanzen

So anschaulich es auch ist, D_K in seinem Gesamtverlauf oder zumindest den interessanten Abschnitten zu betrachten, ist es trotzdem sinnvoller, die Lage der Resonanzen in Abhängigkeit eines Variablen Θ_3 oder auch f_3 zu betrachten.

Es ist (aus 5-11):
$$D_K = D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3 - \frac{D_3^2}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} - \omega^2 \Theta_3} \quad (5-26)$$

Für die Resonanzen (Übergang von $-\infty$ nach ∞) muss also gelten:

$$D_2 + D_3 - \frac{D_3^2}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} - \omega^2 \Theta_3 = 0 \quad (5-27)$$

$$\Rightarrow \omega^2$$

$$= \frac{\Theta_3(D_3 + D_4) + \Theta_4(D_2 + D_3) \pm \sqrt{(\Theta_3(D_3 + D_4) + \Theta_4(D_2 + D_3))^2 - 4\Theta_3\Theta_4((D_2 + D_3)(D_3 + D_4) - D_3^2)}}{2\Theta_3\Theta_4} \quad (5-28)$$

Da die Diskriminante immer positiv ist, wird es bei endlichen Θ_3 und Θ_4 immer zwei Lösungen geben. Vereinfachte Formen mit nur einer Lösung treten dann auf, wenn Θ_3 bzw. Θ_4 Null oder unendlich werden, in den Grenzfällen also.

Zur Verdeutlichung des Verlaufs werden in den folgenden Diagrammen alle vier Grenzfälle mitberücksichtigt. Reale Bedeutung hat von diesen Extremen allerdings nur $\Theta_3 = 0$ (ohne Trägheitsbalken), mit Resonanz bei f_v . Da dieser Aufbau in sich nicht weiter variiert werden kann, beschränkt sich seine weitere Betrachtung im Wesentlichen darauf, zur Kenntnis genommen zu werden.

Da Θ_3 die Abszisse der folgenden Diagramme ist, sind ihre Extremwerte natürlich nur Orientierungslinien mit fester Ordinate.

Für den, real umgesetzten und deshalb auch weiter betrachteten, Fall $D_3 = 0$ (ungeklemmter Schaft) ergibt sich zwar neben der sichtbaren (bei $\omega_3^2 = \frac{D_2}{\Theta_3}$) rechnerisch noch eine weitere (für $\omega^2 = \frac{D_4}{\Theta_4}$) Resonanzstelle, die $f \approx 80\text{Hz}$ entspricht. Ist das Luftlager des CVOR in Ordnung (praktisch keine Dämpfung), so ist diese Resonanzstelle so schmal, dass die Wahrscheinlichkeit, dass ein Messpunkt ihren Einflussbereich trifft, nahe null liegt.

Im Zentrum der weiteren Betrachtungen stehen sollen die beiden Resonanzen des vollständigen, nicht vereinfachten Systems (Schaftklemmung und Trägheitsbalken), im Folgenden mit den Bezeichnungen höhere (für $+\sqrt{}$) und niedrigere (für $-\sqrt{}$) Resonanz. Als weitere wichtige, damit im Zusammenhang stehende Größe wird noch der Abstand (Δ_{Res}) zwischen diesen beiden Resonanzfrequenzen aufgetragen.

Die Abbildungen 5-16 und 5-17 zeigen einen Ausschnitt des Verlaufs der Resonanzfrequenzen in Abhängigkeit von Θ_3 . Von besonderem Interesse sind dabei die Bereiche um das real eingesetzte $\Theta_3 = 0,00227\text{kgm}^2$ sowie jenes mit minimalem Abstand der Resonanzen $\Theta_3 = 0,01056\text{kgm}^2$.

Eine Antwort auf die Frage, inwieweit die Begriffe Tube- und Trägheitsbalkenresonanz sinnvoll sind, ergibt sich aus dem Vergleich der Kurve für $\Theta_4 = \infty$ mit der der höheren und niedrigeren Resonanz.

Für $\Theta_3 < 0,003\text{kgm}^2$ (und damit noch im Bereich des verwendeten) bzw. $\Theta_3 > 0,05\text{kgm}^2$ sind die Übereinstimmungen dafür ausreichend. Damit kann aus Θ_3 prognostiziert werden, ob das aus den getrennten Messungen (5.3.1. und 5.3.2.) bekannte Verhalten zu erwarten ist, oder eher nicht. Diese getrennten Messungen zeigen einen scharfen (und vor allem beschreibbaren) Verlauf der Trägheitsbalken- (Trägheitsbalken bei offener Klemmung) und einen chaotischen der Tuberesonanz (ohne Trägheitsbalken).

Da sehr hohe Θ_3 , wie bereits begründet, konstruktiv nicht sinnvoll sind, bleiben nur zwei gute Strategien die Messlücke, die sich aus den Resonanzen ergibt, möglichst gering zu halten. Entweder sollte Θ_3 so niedrig sein, dass sich eine nahezu reine Trägheitsbalkenresonanz ergibt, oder aber exakt so, dass beide Resonanzen so eng wie möglich liegen und damit den, komplett nicht verwertbaren, Resonanzbereich insgesamt begrenzen. Berücksichtigt werden muss dabei allerdings immer auch noch deren reale Dämpfungsbreite.

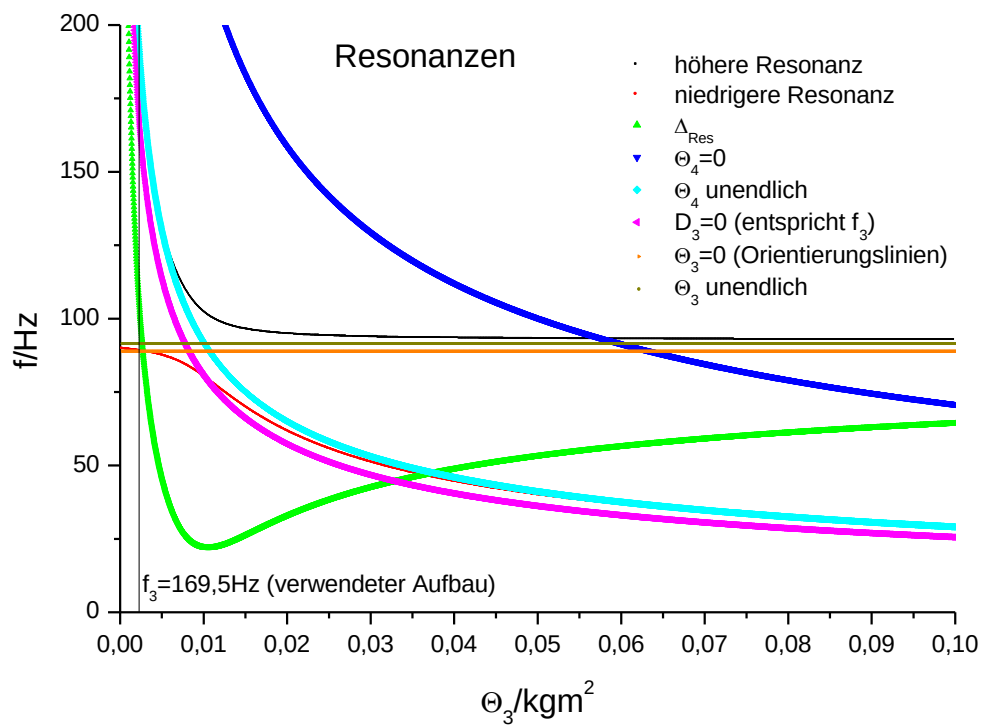


Abbildung 5-15: Geräteresonanzen CVOR als PRV-Gegenstück

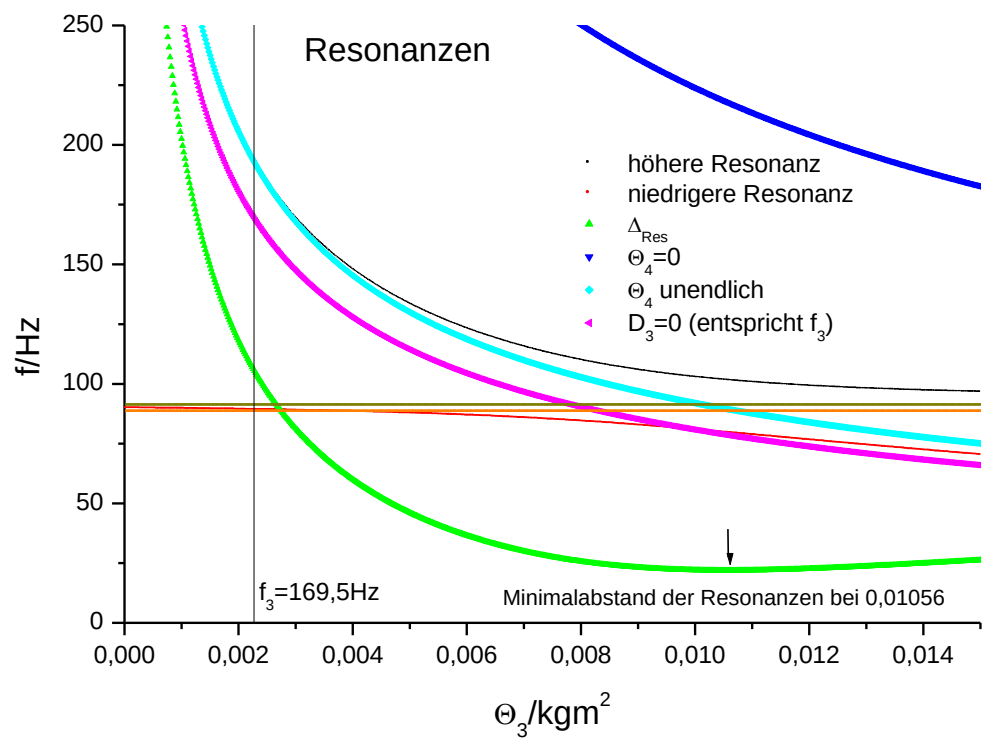


Abbildung 5-16: Geräteres. CVOR als PRV-Gegenstück (det. Ausschnitt)

Da die erste willkürlich gewählte Balkengröße die erste Bedingung, zumindest bei extrem steifer Probe, sehr gut erfüllt und sämtliche bisher durchgeführten Änderungen daran, empirisch betrachtet, für die Messung, egal ob mit oder ohne Schaftklemmung, keine Verbesserung ergaben, wird daran festgehalten. Dies gerade auch, weil die bisherige Theorie diese Wahl bestätigt.

Die zweite Strategie, jenes Trägheitsmoment ($0,1056\text{kgm}^2$; $f_3=78,59\text{Hz}$) einzusetzen, welches die beiden Resonanzen am engsten zusammenführt (grüne Kurve in Abb. 5-13 u. 5-14) und damit den Chaosbereich möglichst klein hält, wurde zwar nie umgesetzt, ist aber, allein aus diesen Kurven betrachtet eine Alternative. Im Zusammenhang mit dem Einfluss der Probe auf die Resonanzen (5.8.1.) wird es deshalb mitdiskutiert und sein Nichteinsatz begründet.

Zusammenfassend soll nochmals betont werden, dass andere, als der einmal gewählte Trägheitsbalken, zwar auch einsetzbar wären, aber keinen entscheidenden Vorteil bringen, der eine komplette Neubestimmung vieler Parameter rechtfertigen würde.

5.7. Resonanzen bei Messung mit Probe

So viel sich aus den Messungen mit und den Überlegungen und Berechnungen zum Verhalten bei sehr steifer Probe auch aussagen lässt, entscheidend ist das Verhalten mit endlich steifer Probe. Deren Nachgiebigkeit addiert sich zu der des Schaftes (D_2) und hebt damit, vor allem bei weichen Proben, die Trennung der Resonanzen auf.

Um zu überprüfen, ob insbesondere für diese Proben Änderungen am Aufbau sinnvoll sind, soll in den folgenden Abbildungen das Gesamtspektrum (über f) für den verwendeten Trägheitsbalken, bei geklemmtem und offenem Schaft, sowie für $\Theta_3 = 0,01056\text{kgm}^2$ (Minimalabstand) geklemmt bei verschiedenen D' aufgetragen werden.

Von besonderem Interesse sollen dabei Lage, Abstand und auch die Wanderung der Resonanzen bei Variation von D' im Bereich $1\text{Nm/rad} < D' < 1000\text{Nm/rad}$ sein. Noch weichere Proben sollen so nicht gemessen werden, für noch steifere nähert sich der Verlauf der bereits vorgestellten Korrekturkurven an.

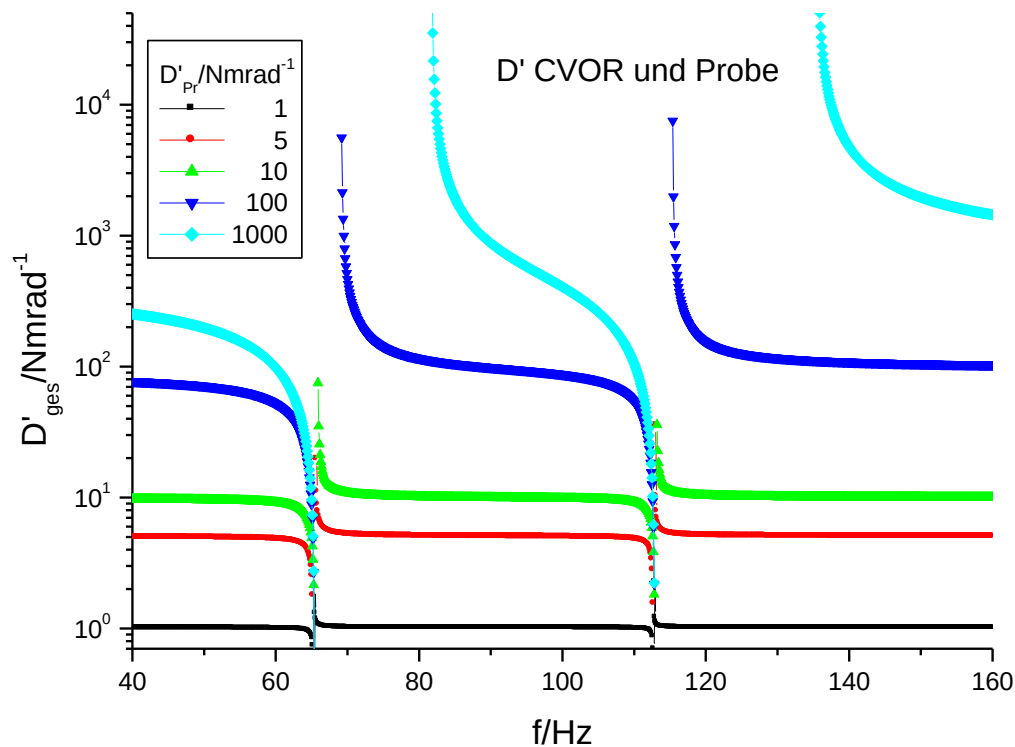


Abbildung 5-17: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft geklemmt, logarithmische Darstellung

Einen guten Einblick in das Verhalten bei niedrigem D' (bis 10 Nm/rad) gibt Abbildung 5-17. Beide Resonanzen sind deutlich zu tieferen Frequenzen hin verschoben, im Verlauf relativ schmal³² und niedrig.

Die Tuberesonanz wird beeinflusst von der Tubeaufhängung (D_4), dem Trägheitsmoment des Metallbalkens (Θ_3 gekoppelt mit D_3), sowie dessen Verankerung nach unten (D_2 in Serie mit Probe). Da nur die Verankerung nach unten variabel ist, wird sich die Tuberesonanz bei weicher werdender Probe einem (nur von der oberen Seite bestimmten) Grenzwert annähern.

Gleiches gilt für die Trägheitsbalkenresonanz, welche im Wesentlichen durch D_3 , verstärkt durch die noch gegenswingende Tube, bestimmt wird.

Da nur eine strake untere Feder (Probe und Schaft) die Trägheitsbalkenresonanz dem Einfluss der Tubeaufhängung entziehen kann, hat eine weiche Probe zur Folge, dass beide Resonanzen Einflüsse der nichtsymmetrischen Tubeaufhängung zeigen. Erst ein sehr viel kleinerer Balken, mit sehr hoher Resonanz könnte sich wohl diesem

³² Da die reale Tuberesonanz in sich sehr breit ist, zählt nur ihre Erniedrigung.

Einfluss entziehen³³. Die klare Abtrennung zu den Schaftresonanzen wäre dann aber schon gefährdet.

Was aus der weichen unteren Feder folgt, ist ein relativ breiter Abschnitt nicht verwertbarer Messwerte. Zumindest für $D' < 10 \text{ Nm/rad}$ liegt dieser Bereich praktisch immer gleich und muss daher nur einmal diskutiert werden. Problematisch wird dieser Bereich dann, wenn nicht einfach interpoliert werden kann, sondern offensichtlich in diesem Bereich ein Prozess stattfindet. Dies gilt natürlich noch mehr dann, wenn der nichtverwertbare Bereich variabel liegt.

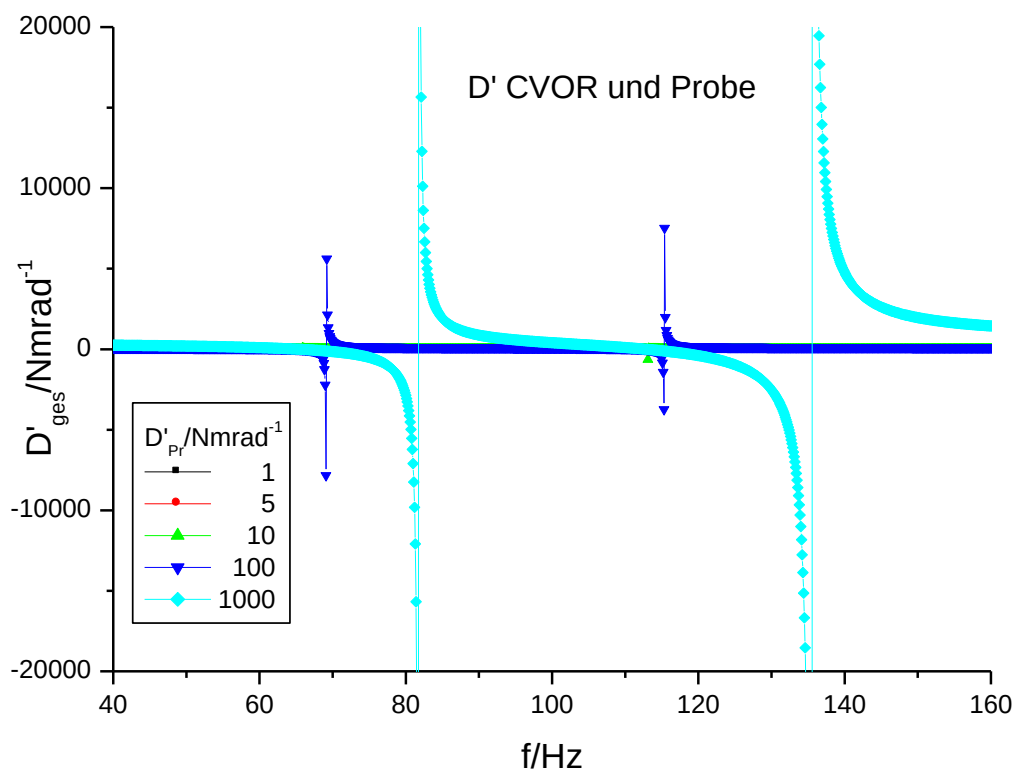


Abbildung 5-18: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft geklemmt, lineare Darstellung

Da für die Betrachtung bei steiferen Proben die logarithmische Darstellung nur unzureichend³⁴ ist, bietet Abbildung 5-18 die lineare. Vor allem die 1000 Nm/rad -Kurve hat bereits wieder deutlich mehr Ähnlichkeit mit der Korrekturkurve. Da in der Praxis die Geometrie nur in seltensten Fällen so gewählt wird, dass dieser Wert über dem gesamten Spektrum erreicht wird, handelt es sich bei dieser Kurve um

³³ Einen Eindruck von der notwendigen Größenordnung gibt Abb. 5-13.

³⁴ Negative Werte fehlen.

Information von eher theoretischem Wert. Kommt es doch zu diesem Fall (z.B. bei Klebern), ergibt sich zwar eine Verbreiterung des Bereichs, meist jedoch noch keine Verbesserung.

Brauchbare Messwerte werden eher noch bei sehr weichen Proben erzielt, das CVOR-Verhalten wird in diesem Fall nur sehr schwach eingekoppelt. Dann kann aber auch auf den Trägheitsbalken ganz verzichtet werden. Da sehr weiche Proben allerdings insgesamt die Messbereichsgrenzen berühren, sollte mit ihnen nur gearbeitet werden, wo es unumgänglich ist.

Die einzige echte Möglichkeit sich nicht modellierbaren Resonanzverhaltens zu entledigen besteht darin, die Schaftklemmung zu öffnen und allein auf den Resonanzbalken als Gegenstück zu setzen.

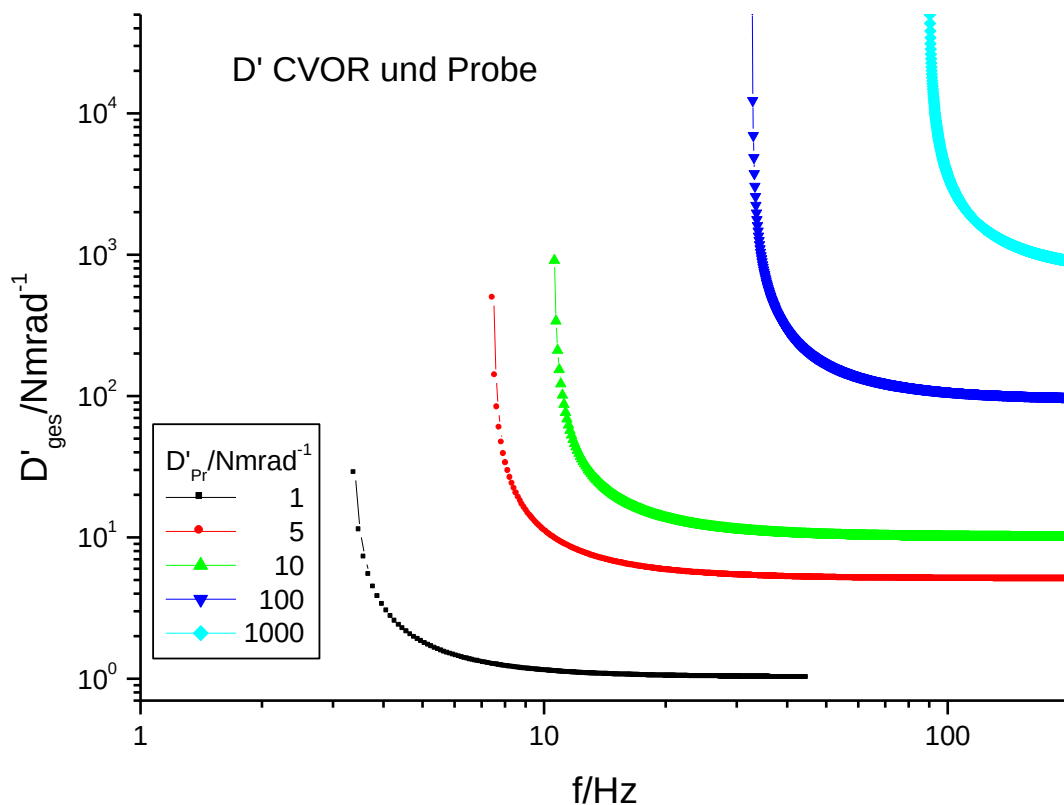


Abbildung 5-19: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft offen, logarithmische Darstellung

Da der obere Schaft näherungsweise frei gelagert ist, wird die Lage der Resonanz ausschließlich von der Nachgiebigkeit, die unterhalb des Trägheitsbalkens anzutreffen ist, bestimmt. Bei weichen Proben trägt fast ausschließlich diese zur

Gesamtnachgiebigkeit bei und bestimmt damit die Resonanzlage, welche sich folglich auch (ohne Grenzwert) sehr stark hin zu tiefen Frequenzen verschiebt.

Die in Abbildung 5-19 dargestellte logarithmische Darstellung zeigt recht gut die jeweilige Lage dieser (nur noch einen betrachteten) Resonanz. Dass eine sinnvolle Messung aber bereits unterhalb der Resonanz möglich ist, wird dann klar, wenn die negativen Werte mit betrachtet werden.

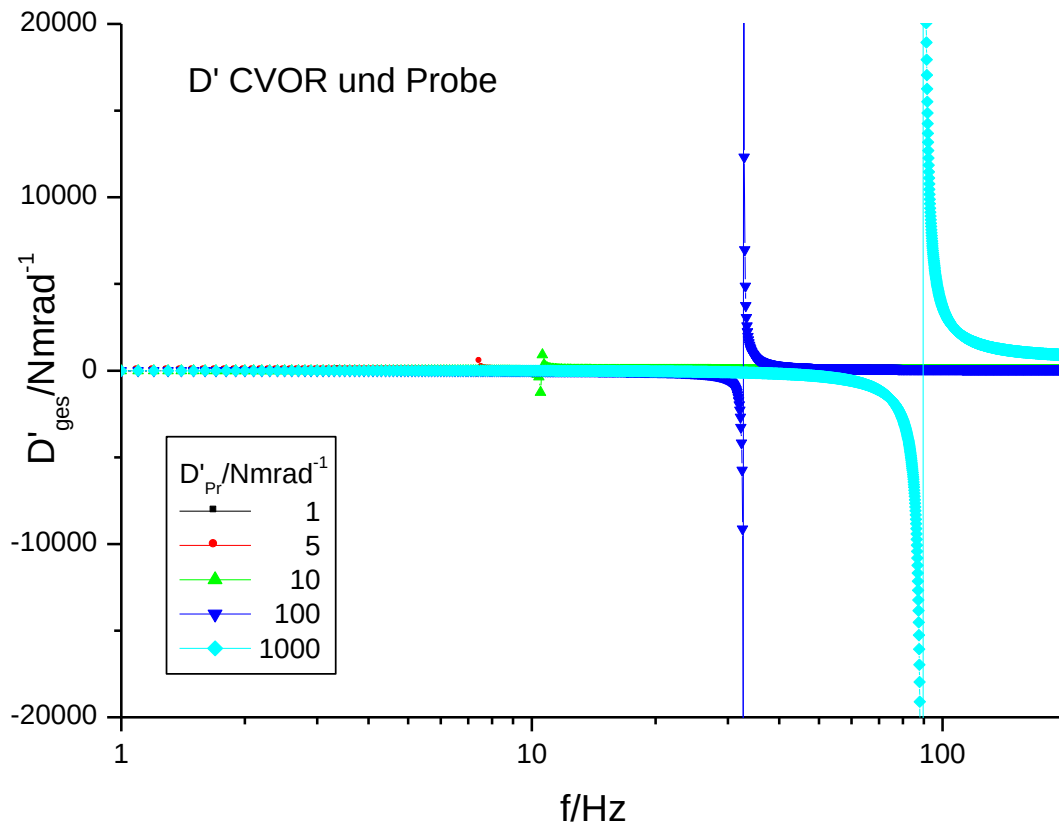


Abbildung 5-20: Steifigkeit CVOR und Probe, normales Trägheitsmoment, Schaft offen, lineare Darstellung

Sichtbar leider nur an den Kurven zu steifen Proben, zeigt Abbildung 5-20 jenen Bereich, ab dem $|D'_{ges}|$ die mindestens gleiche Größenordnung wie D'_{Probe} erreicht, dies ist ab 25% unterhalb des eigentlichen Resonanzpols gegeben.

Anders als bei der Messung mit geklemmtem Schaft kann, ab diesen Frequenzen, der Resonanzbereich hier tatsächlich, gute Messwerte erzielend, überfahren werden. Dies ist zu sehen an den D_{korrr} -Werten in Abbildung 5-21. Verloren geht der Bereich tieferer Frequenzen.

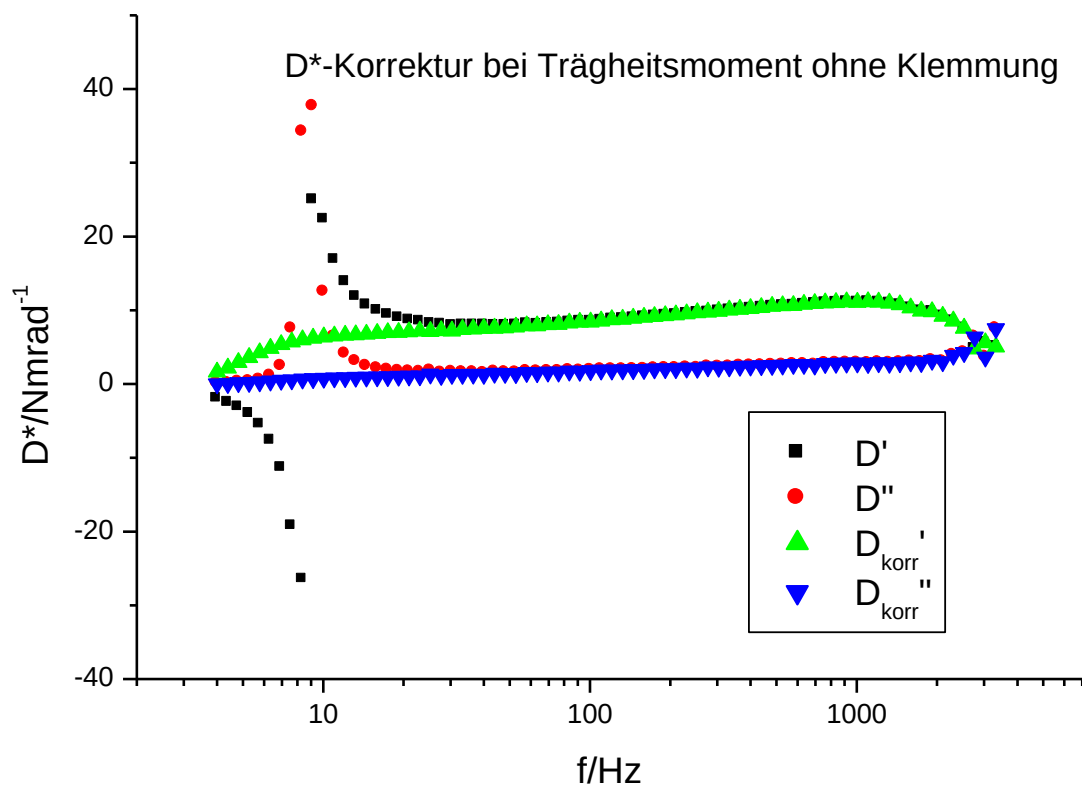


Abbildung 5-21: Messbeispiel zur D^* -Korrektur

Abbildung 5-21 ist eingefügt um die reale Funktion der Resonanzkorrektur am Messbeispiel zu demonstrieren.

Wird tatsächlich mit beiden Systemen gemessen und davon ausgegangen, mit dem CVOR zumindest bis 20Hz zuverlässige Ergebnisse zu bekommen, so folgt aus diesem PRV-Messbereichsverlust bei $D' < 10 \text{ Nm/rad}$ (Messung ab ca. 10Hz möglich) keine Ergebnislücke. Deshalb wird in der Praxis auch tatsächlich öfters so gearbeitet. Will man diese Ergebnislücke bei sehr viel höherem D' (bzw. nur im PRV) vermeiden, bietet sich als Ergänzung eine zweite Messung ohne Trägheitsbalken an, welche aufgrund von evtl. Temperaturgradienten in der Spinne fast nur bei Raumtemperatur korrekt umsetzbar ist.

Zwar wäre bei hohem D' der Temperatureinfluss auf dieses nur noch sehr gering, der auf ein häufig sehr viel kleineres D'' dafür umso größer. Eine alternativ denkbare Umstellung der Systems mitten im Scan hat sich nicht bewährt, da in diesem Falle dann doch die Grenzen der technischen Umsetzung sichtbar werden. Der Übergang zwischen beiden Messreihen muss oft fließend gewählt werden.

5.7.1. Engliegende Resonanzen als Alternative

Da die bisher vorgestellten Möglichkeiten (normaler Trägheitsbalken offen oder geschlossen) zwar ordentliche Messungen ermöglichen, aber eben auch deutlich ihre Grenzen zeigen, soll noch als dritte Möglichkeit³⁵ die Messung mit jenem Trägheitsbalken, der zu engliegenden Resonanzen führt betrachtet werden.

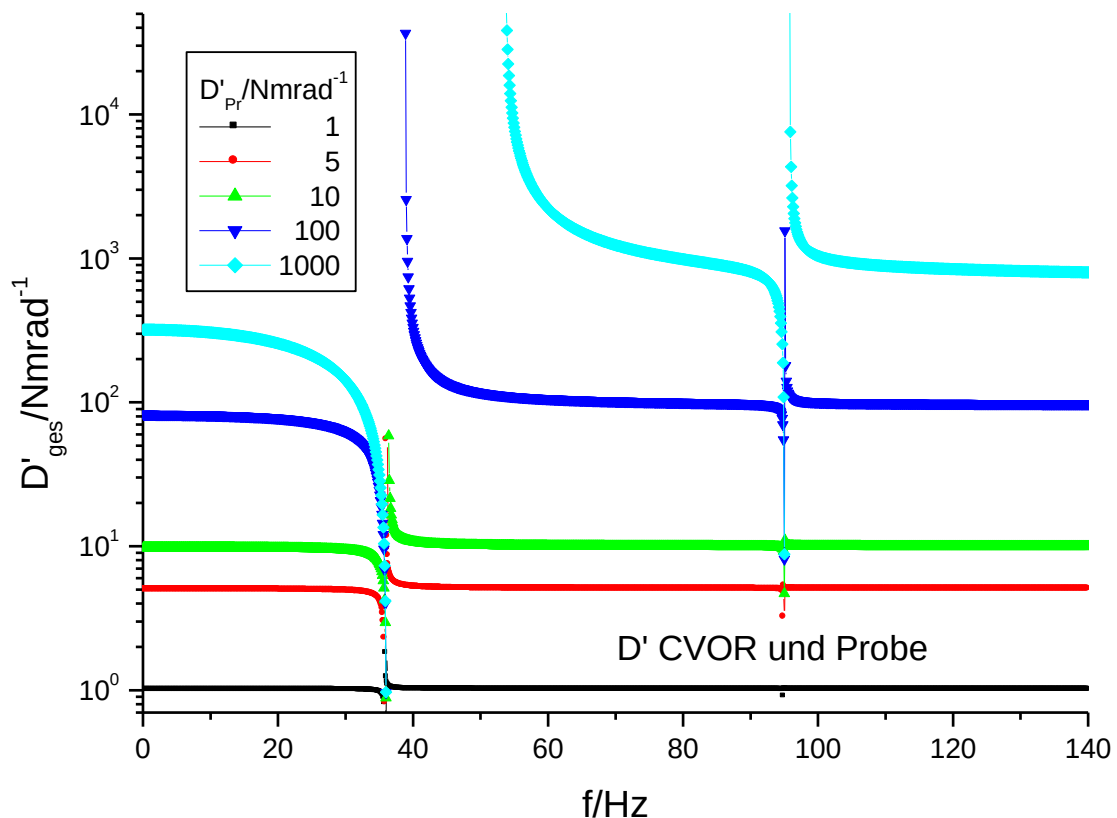


Abbildung 5-22: Steifigkeit CVOR und Probe, Minimalabstand Resonanzen, logarithmische Darstellung

Abbildungen 5-22 und 5-23 zeigen den zu erwartenden Kurvenverlauf, mit diesem bereits stark vergrößerten Trägheitsbalken. Linear betrachtet ist der Resonanzbereich verkleinert, nicht aber in die logarithmische Skala übertragen. Auch die jetzt höher gelegene Tuberesonanz (bei 95Hz) ist nur bei niedrigem D' ortsfest, was darauf hindeuten würde, dass die untere unbeeinflusst von der Tube erscheinen könnte.

³⁵ Neben klassischem Balken offen und geklemmt.

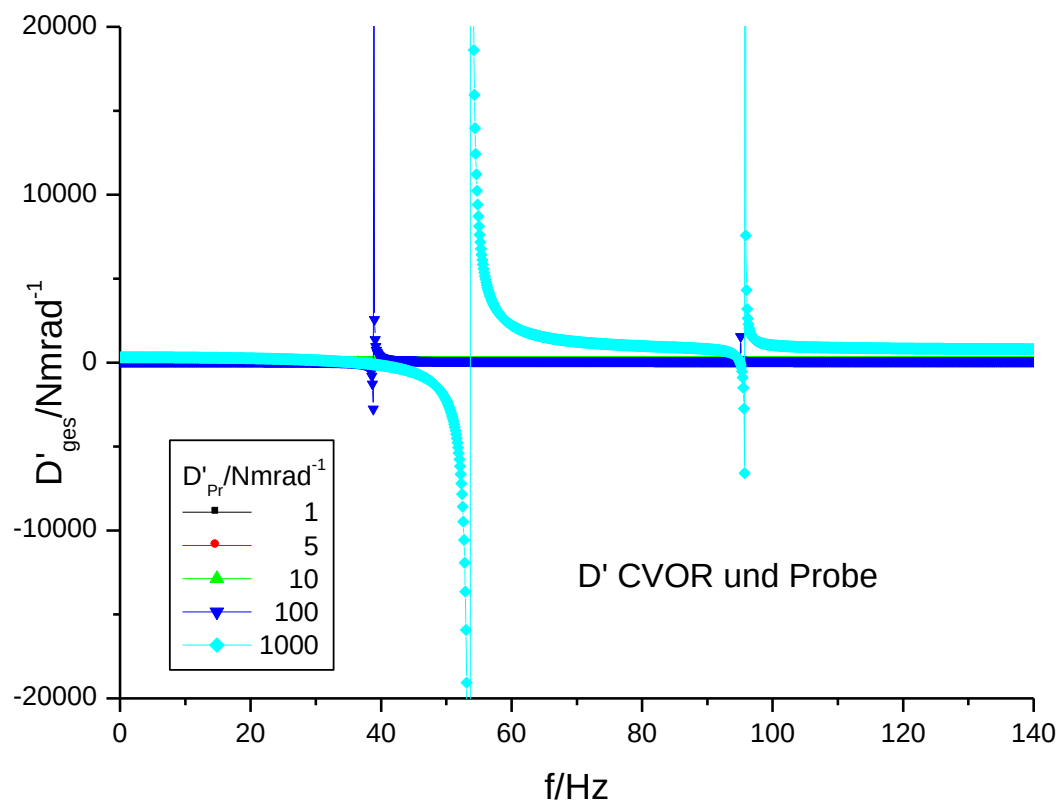


Abbildung 5-23: Steifigkeit CVOR und Probe, Minimalabstand Resonanzen, lineare Darstellung

Unabhängig davon traten bei Versuchen mit großen Trägheitsbalken (die nicht exakt diesem entsprachen) immer wieder auch andere parasitäre, vermutlich axiale oder Kippeffekte auf. Vor allem die von obigen Überlegungen unabhängig getestete Variante großer Trägheitsbalken, welche die untere Messgrenze um Faktor 2,2 hätte verschieben können, war davon betroffen.

Zusammenfassend kann somit festgestellt werden, dass auf diese Weise, bei manchen Unwägbarkeiten, kein wesentlicher Vorteil zu erzielen ist. Deshalb wird am bewährten System mit seinen Variationen festgehalten.

6. Anforderungen an den PRV durch ETC-Betrieb - der Einfluss der Temperierkammer

Im stand-alone-Betrieb des PRV erfolgt die Temperierung überwiegend einseitig, vom gegenüberliegenden Temperierkopf, evtl. ergänzt durch eine übergestülpte Isolierung. Für die Konstanz der Probeneigenschaften, aufgrund oftmals starker Temperaturgradienten in axialer Richtung, allenfalls suboptimal, bringt es der Spinne den Vorteil, vom Wärmefluss relativ gut isoliert zu sein. Nur ein kleiner Teil des Schaftes nimmt Wärme auf, ein großer Teil kann abgeben.

Trotzdem profitiert natürlich von einer konsequenten Umsetzung der im Folgenden beschriebenen und diskutierten Maßnahmen die Messung mit jedem Aufbau. Unabdingbar sind diese aber bei Messungen in Temperierkammern.

Größenordnungsmäßig die obere Hälfte des Schaftes befindet sich bei ETC-Temperierung in der Kammer. Was für die Probe zu einer, zumindest in axialer Richtung, relativ gleichen Temperatur führt, bedeutet für den Schaft, dass er sich, trotz Isolierung, bis hin zur Verbindung Schaft-Spinne erwärmt.

Ein wärmerer Schaft ist weicher, was zu einer zwar sichtbaren, aber trotzdem noch meist vernachlässigbaren Erniedrigung der Schaftresonanz führt.

Von allgemeiner Bedeutung ist dagegen die auf die Spinne übertragene Wärme. Innen vom Schaft her erwärmt, außen in einem recht massiven Körper sitzend, welcher kaum Abweichungen zur Raumtemperatur zulässt, führt dies unweigerlich zu Gradienten, den Speichen entlang. Diese verspannen sich und ändern ihr Verhalten deshalb viel stärker, als dies eine gleichmäßige Erwärmung des Gesamtkörpers zur Folge hätte.

Im Folgenden sollen nun diese Effekte, vor allem an Leermessungen, näher erläutert werden. Benutzt werden dabei ausschließlich Messungen an aktuell verwandten Systemen, da nur so eine über das rein Qualitative hinausgehende Abschätzung und Diskussion ihres Einflusses möglich ist.

Aufgetragen werden sollen zum einen die direkt gemessene Relativspannung $U_{rel} = \frac{U_{Ab}}{U_{An}}$ zum andern aber auch D_{pseudo}^* -Werte, welche sich dann ergeben, wenn eine Serie von Leerdaten als Quasibeladenmessung ausgewertet wird. Als

Leermessung kann dabei sowohl eine komplett andere Messung, meist aber ein bewusst gewählter Scan aus der Serie dienen.

Je nach Messung erfolgt die Auftragung über der Zeit (mit zusätzlicher Temperaturkurve) oder direkt über der Temperatur, dann mit Angaben zur Rampe.

Im letzten Abschnitt dieses Kapitels werden dann sämtliche am PRV vollzogene Änderungen zusammengefasst. Sowohl solche, die zur Reduktion des Temperatureinflusses, als auch solche, die aus anderen Gründen gemacht wurden.

6.1. Temperatureinfluss auf U_{rel}

6.1.1. Temperatureinfluss auf U_{rel} im Bereich des Plateaus

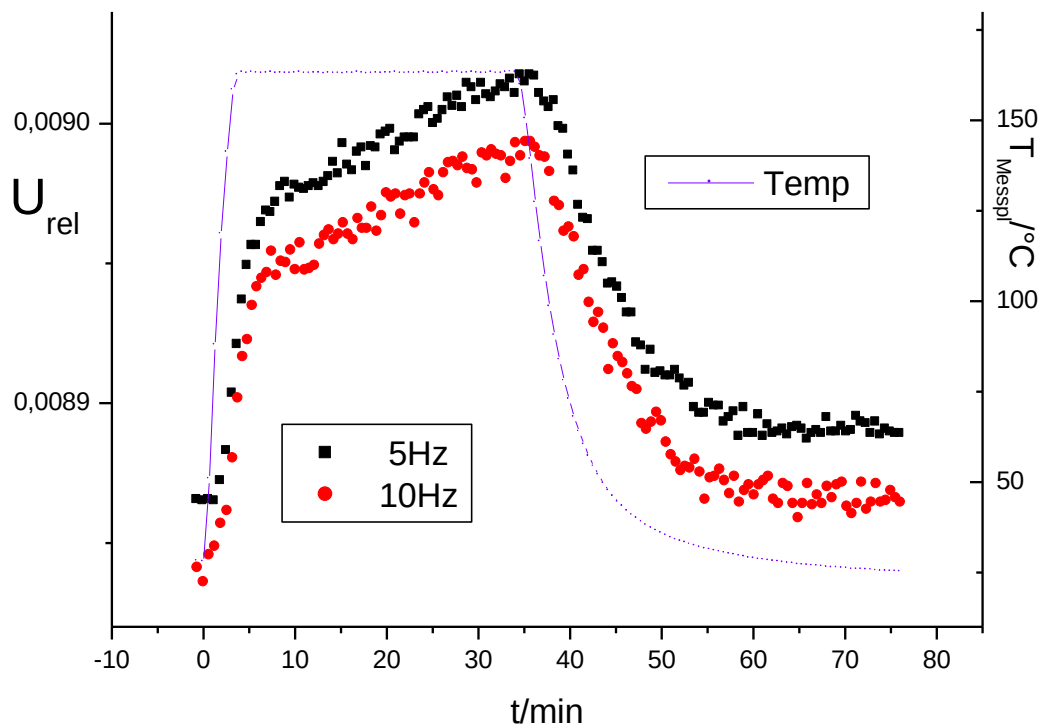


Abbildung6-1: Verlauf der Relativspannung nach Temperatursprüngen (niedrige Frequenz)

Einen guten Eindruck vom Verlauf der Relativspannung, im Niederfrequenzbereich vor dem Anstieg zu f_0 , gibt Abbildung 6-1. Vorgegeben war jeweils ein Temperatursprung, von Raumtemperatur auf 160°C und wieder zurück. Die Verzögerungen resultieren aus den technischen Möglichkeiten einer stickstofffrei betriebenen ETC, wobei zu beachten ist, dass die Kammerlufttemperatur sich

(zumindest im Anstieg) binnen weniger Sekunden anpasst. Die angezeigte Messplattentemperatur entspricht eher der des Schaftes.

Deutlich ist der massive Anstieg, der aus der sich langsam in Schaft und Spinne ausbreitenden Erwärmung resultiert, zu erkennen. Ungefähr 5-10 Minuten nach Heizbeginn flacht er auf eine weniger steile Rampe ab. Doch selbst 40 Minuten nach Heizbeginn ist immer noch kein baldiges einmünden in ein gleichbleibendes Plateau zu erkennen, da die Spinnenspeichen außen auf den massiven Metallkörper treffen, der sich allenfalls der Raumtemperatur komplett anpasst. Der beste, erreichbare Zustand, wäre eine stationäre Wärmeverteilung im ganzen System (nach ca. 2h).

Da eine derartige Wartezeit in der Praxis nicht möglich ist, üblich sind eher Zeitspannen bis 20 Minuten und selbst diese reichen aus um manche Proben zu zerstören, müssen sich die weiteren Überlegungen darauf konzentrieren, in diesem noch Veränderungen unterworfenen Zeitbereich gute Messwerte zu erzielen.

Beim Temperatursprung zurück zur Raumtemperatur verlaufen die Kurven geringfügig anders, auch bedingt durch die langsamere Anpassung. Die grundsätzlichen Überlegungen zur Messung unterscheiden sich aber nicht von denen, die die Situation des Zustands nach dem Sprung nach oben betreffen.

Im in Abbildung 6-1 gezeigten Frequenzbereich, der sich zumindest den qualitativen Verlauf betreffend noch erweitern lässt, wäre eine rechnerische Korrektur ohne weiteres denkbar, auch wenn die Bestimmung der Parameter zunächst aufwändig wäre. Einen Ersatz der gemessenen Leermessung durch eine berechnete temperatur- und gradientenabhängige würde es aber bedeuten, dies im Bereich der und zwischen den Resonanzen zu tun. Sind berechnete Leermessungen aber schon bei Raumtemperatur ungenau, werden sie im Extrembereich vollends unbrauchbar.

6.1.2. Temperatureinfluss auf U_{rel} im Gesamtbereich

Eine erweiterte Auswahl aus dem Frequenzspektrum zeigt Abbildung 6-2. Während sich der Verlauf für sämtliche Frequenzen unterhalb von f_0 (bei ca. 800Hz gelegen) noch grundsätzlich ähnelt, dreht er sich für die 1,5kHz-Kurve. Dies nicht, weil die Amplitude der Drehschwingung oberhalb von f_0 nicht auch prinzipiell zunehmen würde, sondern sich bei erniedrigtem f_0 (und f_1) die abfallende Flanke hin zu tieferen Frequenzen verschiebt.

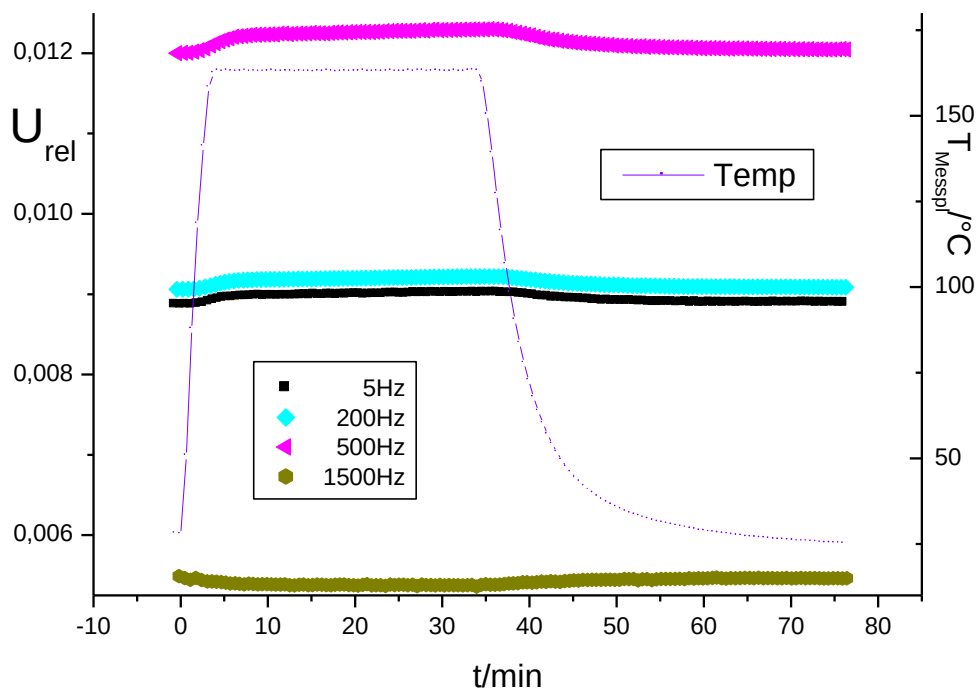


Abbildung 6-2: Verlauf der Relativspannung nach Temperatursprüngen

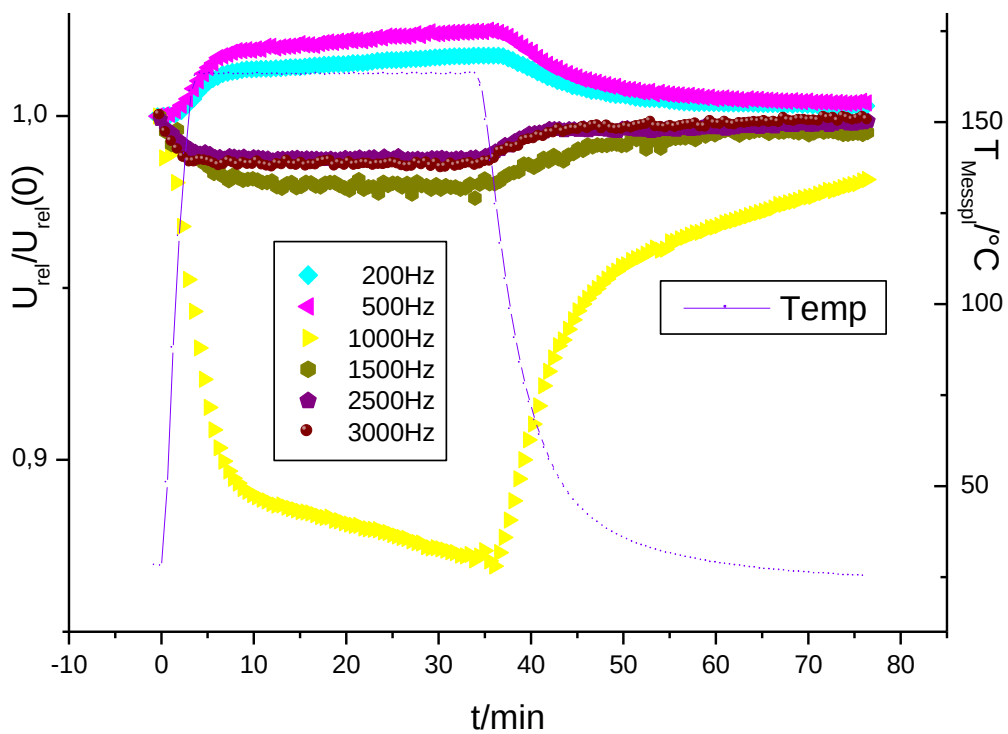


Abbildung 6-3: Anteilige Veränderung der Relativspannung nach Temperatursprüngen

Die erste gemessene Kurve, die diesen Umkehrung zeigt ist die bei 1kHz. Da sie das Diagramm aber zu sehr dominiert hätte wurde als Beispiel die nächstfolgende gewählt.

Dass die Frequenzabhängigkeit der Relativveränderung nicht erst oberhalb f_0 gilt, sondern sich auch schon weit unterhalb andeutet kann an den in Abbildung 6-3 aufgetragenen Quotienten gesehen werden. Je mehr U_{rel} das Anfangsplateau verlässt (s. auch Abbildung 6-2) umso stärker der Temperatureinfluss. Bis 200Hz im Prinzip noch gleich, ergibt sich ab 500Hz zu praktisch jeder Messfrequenz ein anderer Verlauf der Abweichung³⁶.

Auch wenn darin eine gewisse Systematik zu erkennen ist, muss insbesondere die erneute Tendenzumkehr von 2,5kHz zu 3kHz (Nähe zu f_1) beachtet werden.

Als bisher sinnvollste Methode auftretende Fehler zu minimieren hat sich deshalb erwiesen, Leer- und Beladenmessung mit der jeweils gleichen Temperaturvorgeschichte durchzuführen.

Da allerdings gleiche Messplattentemperatur nicht zwangsläufig gleiche Wärmeverteilung in der Kammer bedeutet, die Probe bewirkt ein anderes Maß an Wärmeabgabe bzw. -aufnahme, muss zur quantitativen Abschätzung des Messfehlers D_{pseudo}^* mit betrachtet werden.

6.2. D*-Fehler durch Wärmefluss

Dass eine Beladenmessung bei 160°C ausgewertet mit einer bei Raumtemperatur ausgeführten Leermessung wenig sinnvoll ist, lässt sich aus Abbildung 6-4 sofort erkennen. Sie zeigt die in Abbildung 6-3 bereits vorgestellte Leermessung, als Beladenmessung ausgewertet mit dem ersten Leerscan.

Besonders verhängnisvoll wirkt sich der Umstand aus, dass nicht nur die Absolut-, sondern auch die Relativwerte verschoben werden. Für eine Probe mit $D^* < 5Nm/rad$, was oberhalb 150°C bei Vulkanisaten mit fester Probendicke häufig vorkommt, würden bereits ab 1kHz viel zu niedrige Werte berechnet, für 3kHz negative. Meist reicht dann aber schon die Probenträgheit aus, die Messung bei solchen Frequenzen unmöglich zu machen.

³⁶ Allein dies schließt eine genaue Berechnung schon nahezu aus.

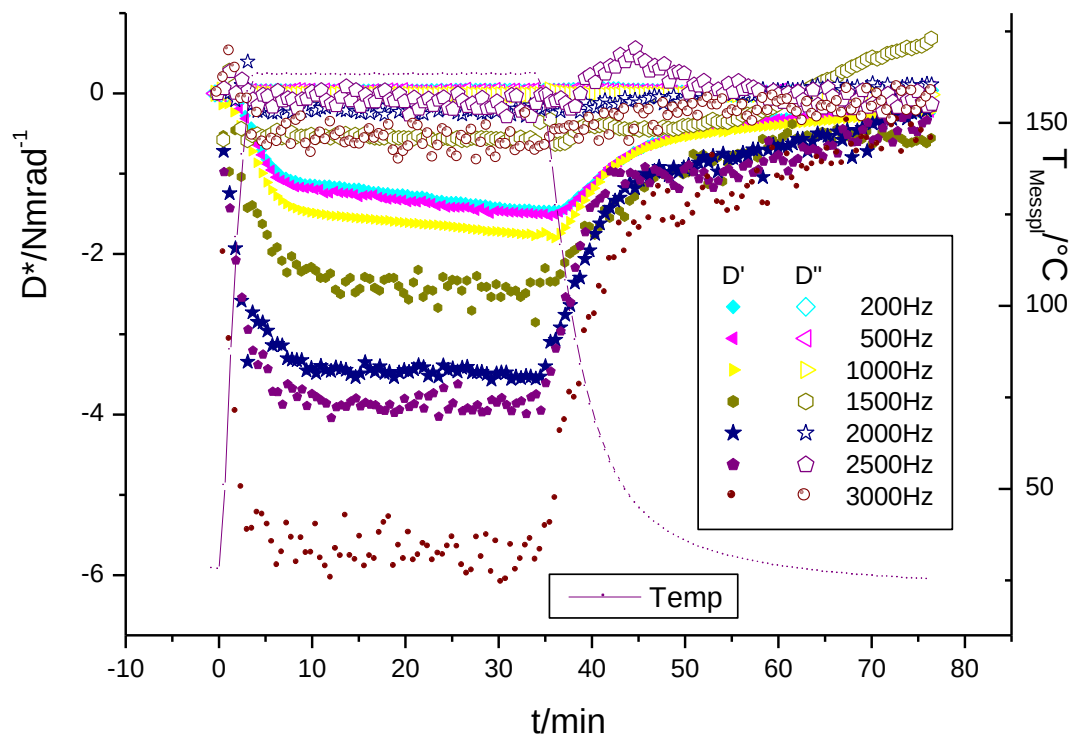


Abbildung 6-4: D*-Verlauf nach Temperatursprüngen (Leermessung bei RT)

Die Kombination dieser Leermessung mit einer solchen Probe ist natürlich rein hypothetisch, da für $D^* < D_{pseudo}^*$ im ganzen Spektrum negative Werte für G^* oder J^* errechnet würden. Realistisch ist dagegen, eine Messung im Plateau (ab 10min nach Heizbeginn) mit einer etwas früher oder später ausgeführten Leermessung auszuwerten, z.B. Leermessung ab 20min in der aufgetragenen Zeitskala, Beladenmessung etwas früher oder später.

Die D_{pseudo}^* -Werte müssen bei echter Beladenmessung streng genommen noch um $D_{pseudo_bel}^*$ ergänzt werden, bevor sie zum erwarteten D^* -Meßwert addiert werden können. Da diese, meist vernachlässigbaren Werte (s. Anhang D), allerdings den Fehler nicht verkleinern sondern vergrößern, wird jede Messung, welche nicht D^* -Werte liefert, die sowohl im Real- als auch Imaginärteil Größenordnungen oberhalb dieser Fehler liegen, bereits durch D_{pseudo}^* entscheidend verfälscht.

Eine Auswertung der Leermessungsserie mit Scan nach 20min zeigt Abbildung 6-5. Messpunkte an Frequenzen bis 1kHz unterliegen demzufolge, vorausgesetzt es wurde im entsprechenden Zeitfenster gemessen, einer zwar nicht vorteilhaften, aber vertretbaren Verschiebung.

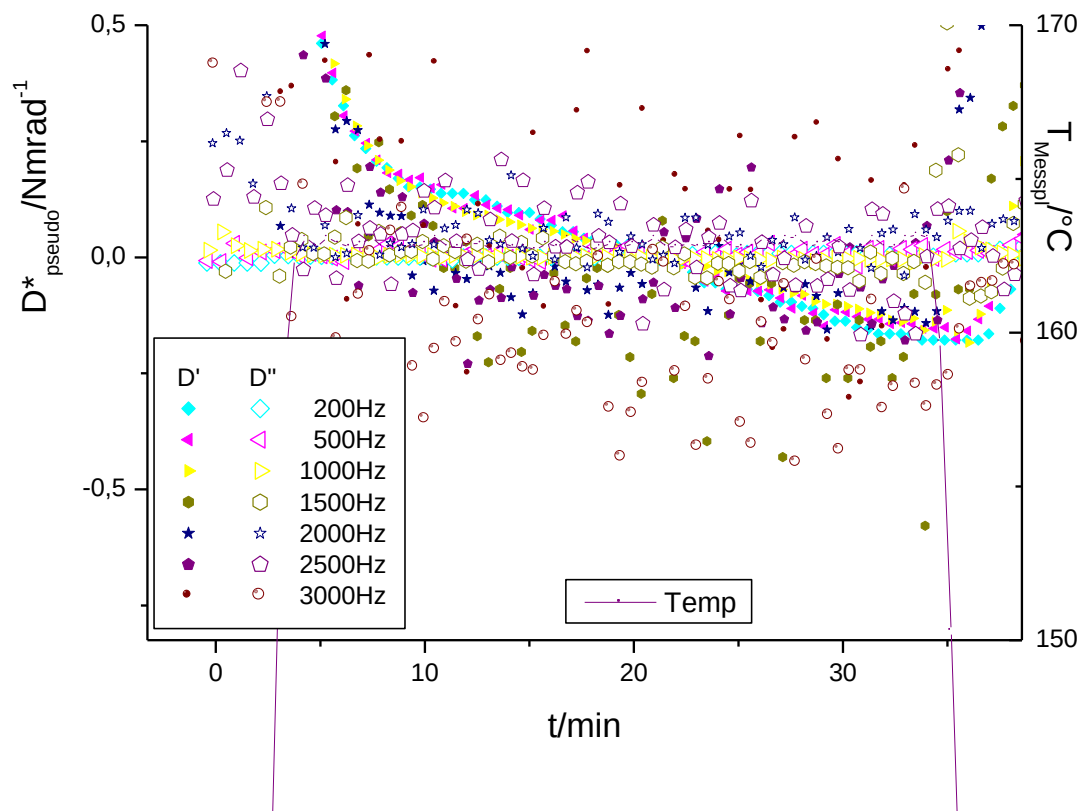


Abbildung 6-5: D^* -Verlauf nach Temperatursprung (Leermessung bei ca. 20min)

Auch darüber hinaus lässt der erste Blick noch keine großen Zweifel am System aufkommen. Die nicht mehr systematische, sondern eher statistische Abweichung der D' -Werte bleibt im Rahmen dessen, was eine aussagekräftige Messung noch erlaubt. Vorausgesetzt, die Probenträgeit biegt das D' der Probe selbst nicht nahe Null (s. Kap. 2.4.2.).

Was diesen statistischen D' -Fehler mindern kann, ist eine hohe Punktdichte die, trotz Streuung, den Verlauf immer noch gut erkennen lässt.

Viel kritischer wirkt sich die ab 1,5kHz langsam sichtbar auftretende und sich hin zu 3kHz immer mehr steigende Streuung der D'' -Werte aus. Diese Streuung liegt damit bei weichen, elastisch dominierten Proben immer noch im Bereich der Messwerte und darüber. Ist der Imaginärteil (z.B. J'') für sich genommen noch abschätzbar, verliert vor allem der $\tan\delta$ seine Aussagekraft.

Die Ursache dieser, sich in Real- und Imaginärteil selbstverständlich gegenseitig bedingenden, statistischen Fehler ist, wie so vieles, in parasitären Schwingungen im System zu finden. Je kleiner das eigentliche Signal, bedingt durch die Nähe zur

Schafftresonanz, wird umso stärker treten diese in Erscheinung. Dies nicht nur im Betrag, sondern auch in der Phase, wodurch die Streuung beide Teile gleichermaßen erreicht. Im nicht dominierenden Anteil wirkt sich dies viel stärker aus. Auch im Falle von, bei hohen Anregungsfrequenzen weichen Proben, ist dies fast immer der viskose Anteil. Vorhanden ist dieser Streueffekt unterschiedlich stark im gesamten Spektrum, doch erst bei großem D_{pseudo}^* bewirkt er eine entsprechend große Streuung in den Messwerten.

Verändert sich der Winkel (von U_{rel}) systematisch, gilt dies auch für D_{pseudo}'' und D_{pseudo}' . Sowohl die 1,5kHz- als auch die 2,5kHz-Kurve (Abb. 6-4) lassen deutlich erkennen, wie die Abweichung sich vom Real- in den Imaginärteil und zurück verschiebt, bei 2kHz nur andeutungsweise. Deshalb soll der dazugehörige Verlauf des Phasenwinkels betrachtet werden.

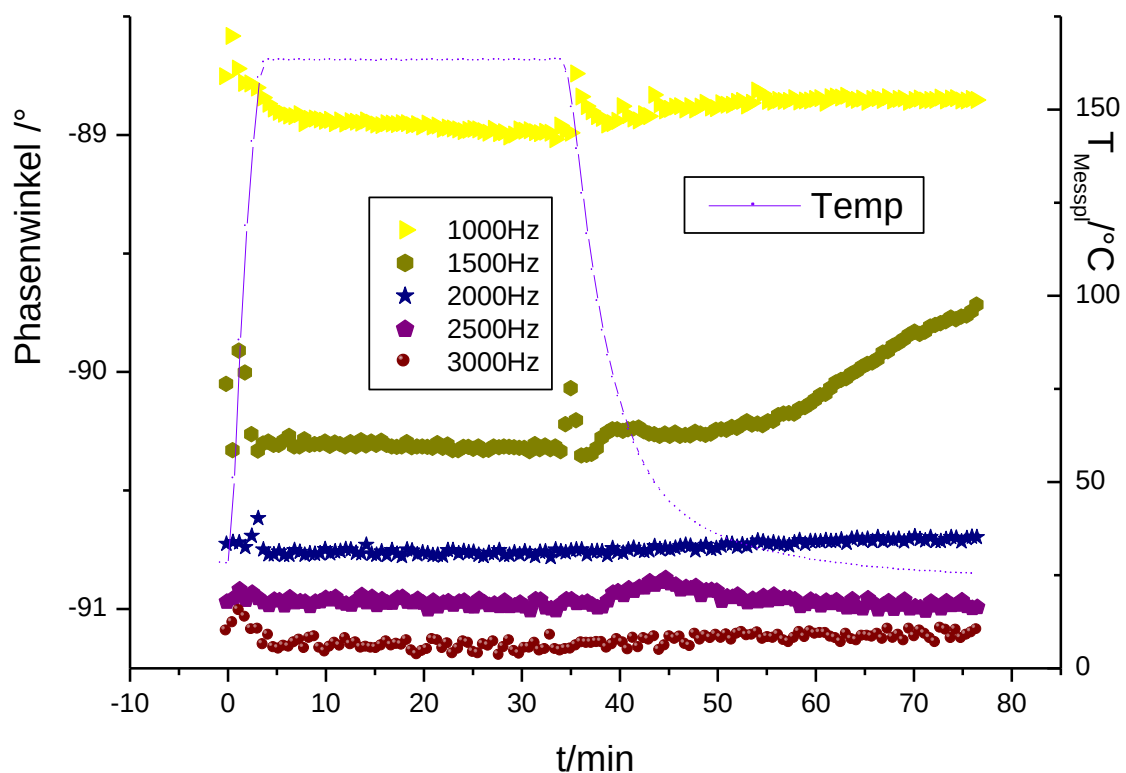


Abbildung 6-6: Phasenwinkelverlauf nach Temperatursprüngen

Abbildung 6-6 zeigt den Verlauf des Phasenwinkels für Frequenzen oberhalb von f_0 . Der aus den bisherigen Diagrammen zu erwartende Verlauf wird bestätigt. Für die beiden bereits näher betrachteten Frequenzen zeigen sich auch im Winkel die

stärksten, länger andauernden Änderungen. Besonders kritisch zu bemerken, dass sie in der 1,5kHz-Kurve gerade bei Annäherung an die einstige Ausgangstemperatur massivst einsetzen. Es bestätigt sich, dass die Ausgangslage nach Rückkehr zur gleichen Temperatur lange nicht die selbe ist. Auch ergibt sich aus dem Vergleich der beiden Kurven kein Hinweis darauf, dass die Absolutlage (Nähe zu $\pm 90^\circ$) einen entscheidenden Einfluss auf die Größe des Fehlers nimmt.

Die Phasenwinkelsprünge im Bereich der Steilrampen sind zwar noch stärker. Da diese Bereiche für Messungen allerdings nie in Frage kommen, sich dort auch kein besonderer Fehler andeutet, müssen sie nicht weiter diskutiert werden.

6.2.1. Einfluss der Probe auf den Fehler durch Wärmefluss

Aufgrund der doch geänderten Gesamtsituation bei Messung mit Probe darf gerade aus den Streueinflüssen nicht 1:1 auf die echte Beladenmessung geschlossen werden. Ein wesentlicher Teil der parasitären Einflüsse rührt von der nur näherungsweise erfüllten Symmetrie (bzgl. Schwerkraft) her. Ein typisches Beispiel dafür sind Kippschwingungen, wenn der Schaft bzw. der ganze PRV etwas zur Seite hängt.

Die Probe kann diese nun sowohl abdämpfen, was vor allem bei viskosen Proben der Fall ist, oder verstärken. Insbesondere dann, wenn die Schäfte nicht exakt fluchten, die Platten etwas gegeneinander schräg sind oder die Probendicke nicht ganz gleichmäßig ist, ist die Kopplung ungleichmäßig über der Fläche verteilt. Seitenkräfte und damit –schwingungen noch im PRV-Messbereich sind dann unvermeidlich, selbst wenn es möglich wäre sämtliche Temperaturfehler auszumerzen. Bei Raumtemperatur sollten sie, wegen der in Ruhelage komplett entspannten Speichen, weniger in Erscheinung treten als bei temperierter Kammer, vorhanden sind sie aber trotzdem.

Die besten Messungen im Hochfrequenzbereich werden deshalb an Proben gemacht, die direkt im Gerät präpariert werden können. Neben viskosen Proben gehören dazu vor allem Kleber und andere im Spalt vernetzende Materialien.

6.3. Maßnahmen zur Reduktion des Temperatureinflusses

Die bisherigen Betrachtungen zur Beeinträchtigung der Messgenauigkeit durch Wärmegradienten im System haben zu folgendem Ergebnis geführt: Messungen bei verschiedenen Temperaturen sind möglich, für viele Proben aber nicht optimal.

Deshalb wurden verschiedene Maßnahmen getestet, die zumindest zur Verbesserung der Situation beitragen sollten.

Neben der fast immer gegebenen und bereits erwähnten gleichen Wartezeit bzw. Vorgeschichte sind dies die unregelmäßige Temperierung (mittels Druckluftstrom) der Spinne und die Variation des Materials aus dem die Spinne gefertigt wird.

6.3.1. Druckluftstrom im PRV-Korpus

6.3.1.1. Isotherme Messungen

Da der Leermessungsfehler aus der in den Speichen zu viel oder bei Kühlung auch zu wenig vorhandenen Wärme folgt, ist der Gedanke diese überschüssige Energie mit Hilfe eines im PRV-Innenraum greifenden Systems permanent abzuführen naheliegend. Eine vollständige Temperierung war mit den im IdM vorhandenen Mitteln nicht möglich, deshalb konnte nur auf einen dauerhaft wirkenden Wasser- oder Luftstrom zurückgegriffen werden.

Von der Wirkung her erste Wahl scheitert die Wasserkühlung daran, dass dort wo temperiert werden muss, mit Wasser nicht gearbeitet werden kann. Ein in geklemmtem Zustand optimal temperierter Schaft erreicht binnen drei Minuten den nichttemperierten Zustand und verlängert damit nur die notwendige Wartezeit.

Als einzige technisch umsetzbare Möglichkeit bleibt deshalb zum jetzigen Zeitpunkt der Luftstrom. Da auch dieser die Spinne beeinträchtigt, kann er nur in begrenzter, vor neuen Messserien gelegentlich angepasster, Stärke eingesetzt werden.

Der Vergleich der Abbildungen 6-7 und 6-1 zeigt klare Veränderungen. Der Gesamtgang der Relativspannung ist nahezu halbiert (positiv) und verlangsamt (neutral). Als sehr vorteilhaft zeigt sich auch das tatsächliche Erreichen eines Plateaus nach 20Min. Als nachteilig erweist sich dagegen die deutlich größere Streubreite. Bei niedrigen Frequenzen sind es weniger die Speichen selbst, dafür

aber umso mehr die Verdrahtung der Piezos, die vom Luftstrom tangiert werden. Jede Berührung zwischen Draht und Spalte beeinflusst ihre Auslenkung.

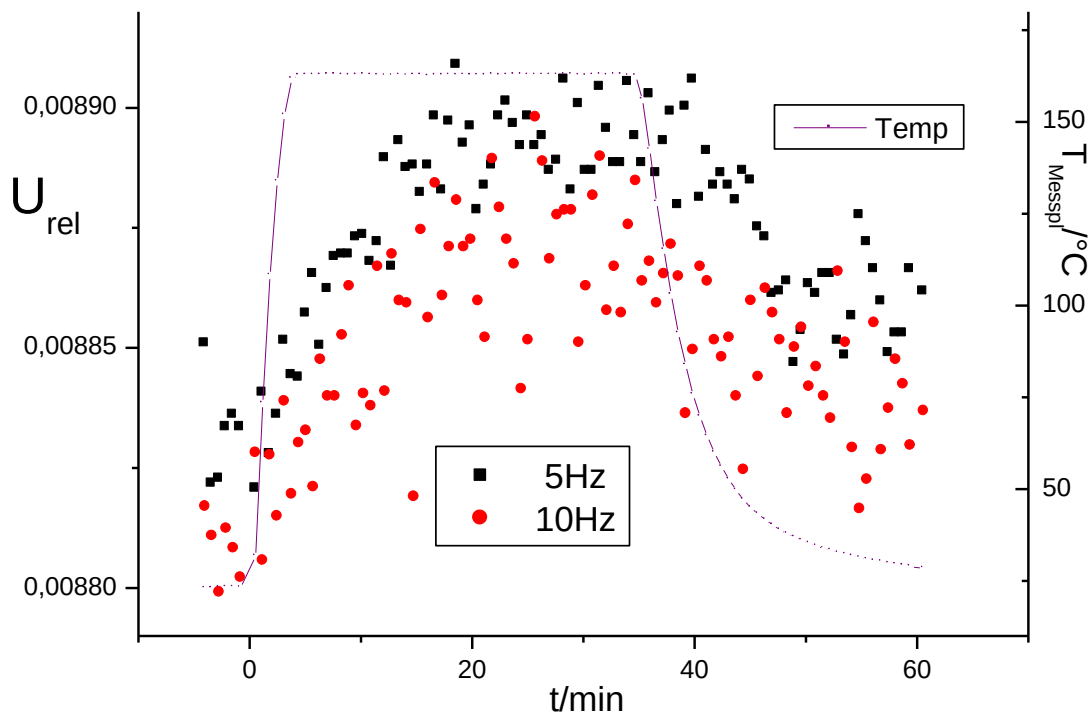


Abbildung 6-7: Verlauf der Relativspannung; Spinne im Luftstrom

Trotz dieser Mängel überwiegen, vor allem wegen des Plateaus im niederfrequenten Bereich, die Vorteile des Luftstroms. Wesentlicher ist aber die Frage des Einflusses an der oberen Messgrenze (Frequenzspektrum).

Abbildung 6-8 bestätigt die bereits in Abbildung 6-7 sichtbar gewordenen Tendenzen. Für alle Frequenzen wird eine Art Plateau mit weniger Gesamtabweichung erreicht, wobei oberhalb 2kHz die Streuung diesen Begriff verbietet. Legt man virtuelle Geraden durch diese Kurven, so haben sie sich gegenüber denen bei ungekühlter Messung verbessert, allerdings nicht im selben Ausmaß wie bei 5Hz bzw. 10Hz.

Da für die eigentliche Messung aber eine Leermessung im Plateau verwendet wird, muss der entscheidende Vergleich unter dieser Bedingung stattfinden.

Aus Abbildung 6-9 ist die deutlich höhere Streuung sofort zu erkennen. Der Drift der Mittelwerte der auch hier geringer wird, verschwindet dahinter fast ganz, sowohl optisch als auch in seiner Wirkung.

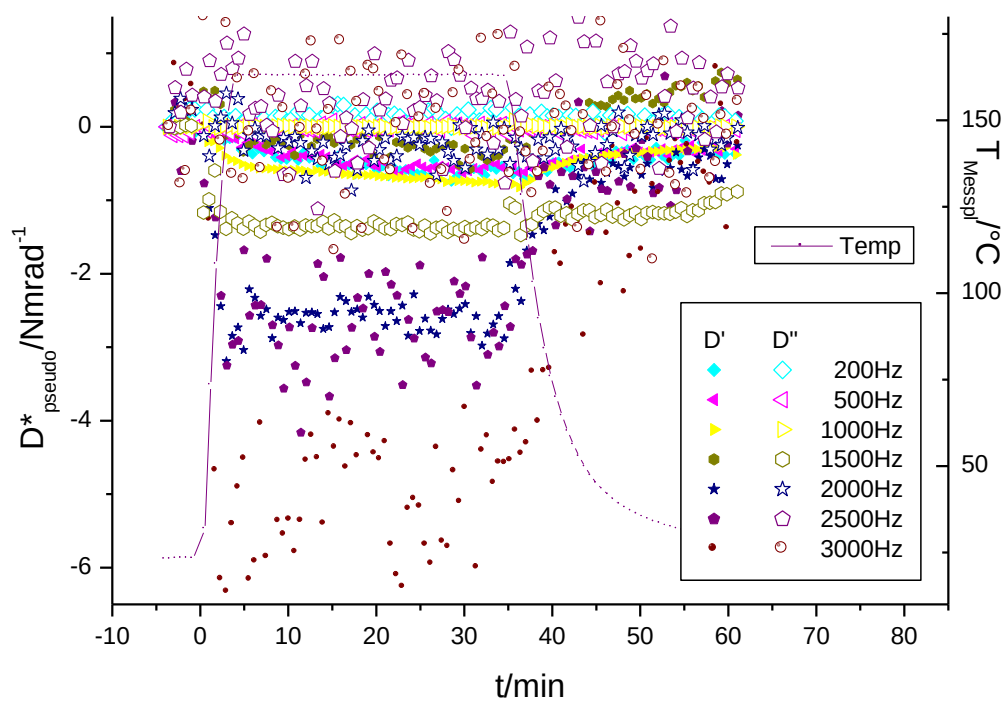


Abbildung 6-8: D*-Verlauf nach Temperatursprüngen (Leermessung bei RT); Spinne im Luftstrom

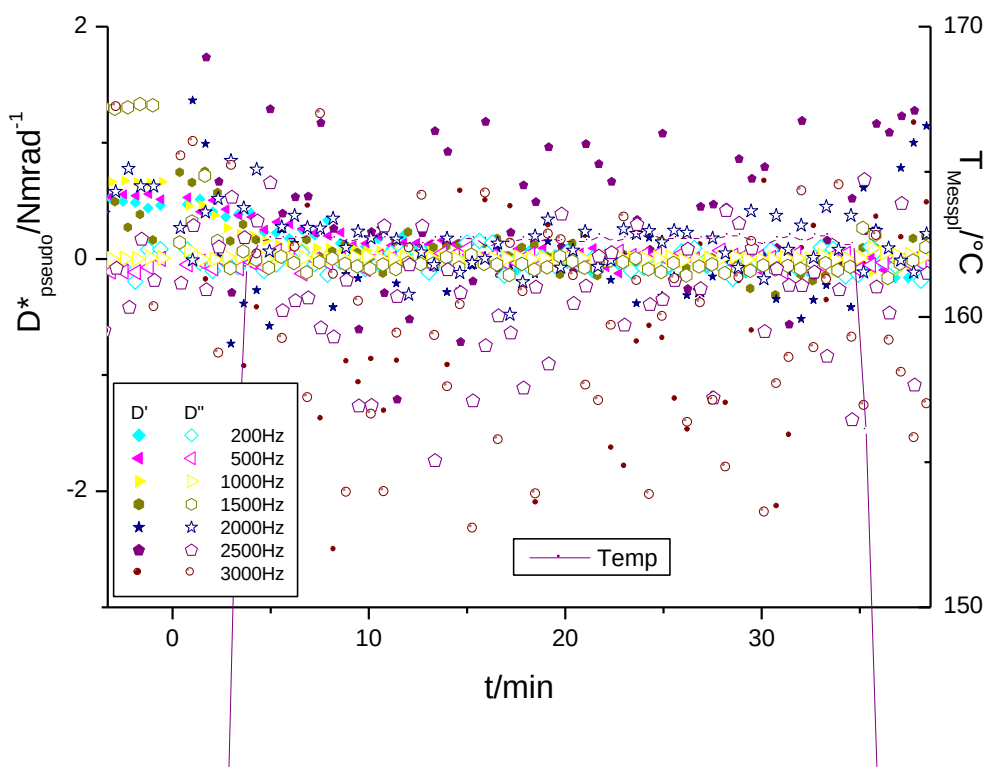


Abbildung 6-9: D*-Verlauf nach Temperatursprüngen (Leermessung bei 20min); Spinne im Luftstrom

Zusammengefasst kann festgestellt werden, dass die Luftkühlung den Temperaturdrift der Spinne effektiv reduziert, in der Anwendung aber nur sinnvoll ist, wenn die Punktdichte hoch genug ist um die Streuung auszumitteln. Ob sie eingesetzt wird, muss von Fall zu Fall entschieden werden.

Je mehr sonstige Fehlerfaktoren, wie z.B. die geänderte Wärmeverteilung in der Heizkammer durch Einfluss der Probe, eine Rolle spielen, umso notwendiger wird sie. Deshalb kann sie in unterschiedlicher Intensität mehr oder weniger als Standard betrachtet werden. Dies insbesondere dann, wenn nicht nur eine bereits fertige Probe, sondern auch ihre zeitliche Veränderung (z.B. Aushärtung) gemessen werden soll.

6.3.1.2. Temperaturrampe

Neben der bereits ausführlich diskutierten isothermen Messung gehört auch die Messung mit Temperaturrampe zum Standard der rheologischen Grundversuche. Da der Wechsel zwischen PRV- und Rheometerbetrieb bisher nur von Hand möglich ist, hat dies zwar die Begrenzung des Spektrums auf dasjenige eines der beiden Geräte (hier PRV) zur Folge, ist in der Anwendung aber trotzdem oft sinnvoll. Zum einen ist die Temperaturrampe häufig nur Teil eines das Rheometer einschließenden Messprogramms, zum anderen erweist sich die vom Rheometer zur Verfügung gestellte Infrastruktur, wie Temperierkammer, Spaltnachführung und Normalkraftmessung, der des stand-alone-Gerätes überlegen, vorausgesetzt es stünde überhaupt zur Verfügung.

Falls nicht gerade, erst mit der Erwärmung einsetzende, chemische Prozesse, wie z.B. Vulkanisation, gemessen werden sollen, ist davon auszugehen, dass die Probe bei tiefen Temperaturen deutlich steifer ist als bei hohen. Als typisches Beispiel sei hier die Suche nach der (selbstverständlich frequenzabhängigen) Glasübergangstemperatur genannt. Die Leermessung sollte in diesem Fall im wesentlichen der Ausgangssituation am Rampenbeginn oder kurz danach entsprechen.

Zwei Leermessungsrampen nach bereits bekanntem Schema zeigen die Abbildungen 6-10 und 6-11. Beide Leermessungen wurden direkt vor dem Start der jeweiligen Pseudobeladenmessungen gemacht. Abgesehen davon, dass die Wartezeiten für die 2kHz-Messungen (bei beiden) zu kurz waren, tritt nichts unerwartetes Neues auf.

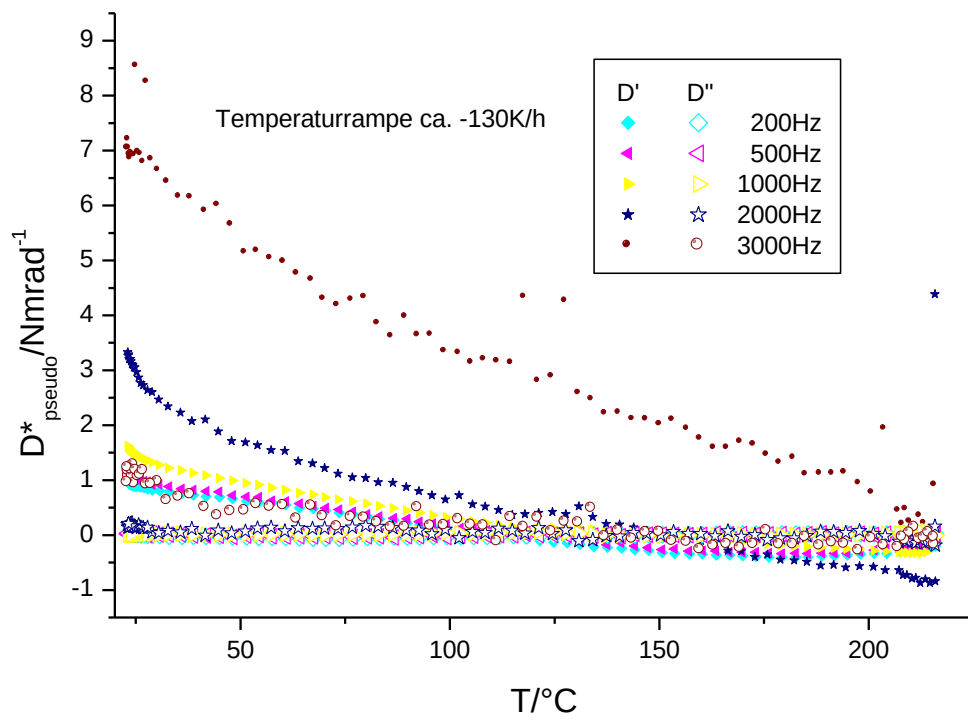


Abbildung 6-10: D*-Verlauf bei Temperaturrampe; keine Luftkühlung

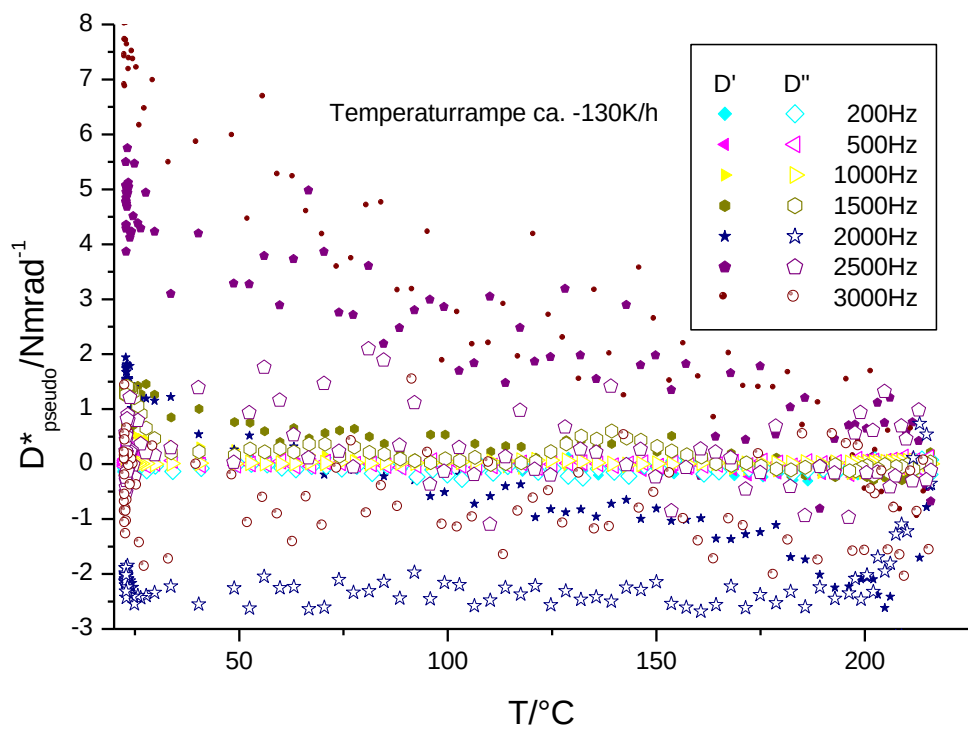


Abbildung 6-11: D*-Verlauf bei Temperaturrampe; mit Luftkühlung

Da, wie bereits erwähnt, die meisten Proben bei hohen Temperaturen noch Veränderung erfahren, beliebige Wartezeit deshalb nicht möglich sind, ist mit einem solchen Ausreißen einzelner Frequenzen immer zu rechnen. Die Verspannung der Speichen wirkt sich nicht im ganzen Bereich gleich aus. Blieben die anderen Messfrequenzen im normalen Trend, kann diese einzelne ignoriert werden. Erneut bestätigt sich die Notwendigkeit einer gewissen Frequenzdichte.

Was diese Messung auch nochmals deutlich bestätigt ist, dass der Fehler im Real- und Imaginärteil getrennt betrachtet werden muss und eine hohe Steifigkeit im einen den Fehler im anderen nicht reduziert. Auch zeigt der Vergleich zwischen beiden Diagrammen (jeweils 2kHz) wie unterschiedlich sich die prinzipiell gleiche Situation auswirken kann

Bis 1kHz sicher und eingeschränkt auch darüber hinaus, zeigt sich die Messung mit Luftkühlung als deutlich zuverlässiger. Bei isothermen Messungen noch eine Ermessensfrage, ist sie bei Temperaturrampen ein absolutes Muss.

6.3.2. Anderes Spinnenmaterial (Edelstahlspinne)

6.3.2.1. *Edelstahlspinne ohne Luftkühlung*

Da für den Leermessungsfehler bei Temperierung weniger die veränderte Speichenhärte, als vielmehr die unterschiedliche Ausdehnung in einzelnen Bereichen des PRV verantwortlich sind, sollte Material mit weniger Wärmedehnung einen geringeren Gang der Relativspannung nach sich ziehen. Wenn, im aus Edelstahl gefertigten PRV-Einsatz (für CVOR), anstelle einer Spinne aus Aluminiumlegierung (höherer Wärmedehnungskoeffizient) eine aus gleichem Edelstahl gefertigte eingebaut wird, sollten sich theoretisch die Verspannungen der Speichen reduzieren. Das reale Verhalten des Edelstahl-PRV zeigt Abbildung 6-12. Da jede Spinne ihr eigenes D_0 (Spinnensteifigkeit) hat, kann nur im Bereich vor dem beginnenden Hauptresonanzanstieg (f_0) verglichen werden. Für die Aluminiumspinne (Diagramm 6-3) war dies bis 200Hz erfüllt, für die Edelstahlspinne nur bis 100Hz, weshalb diese beiden Kurven (trotz unterschiedlicher Frequenz) verglichen werden.

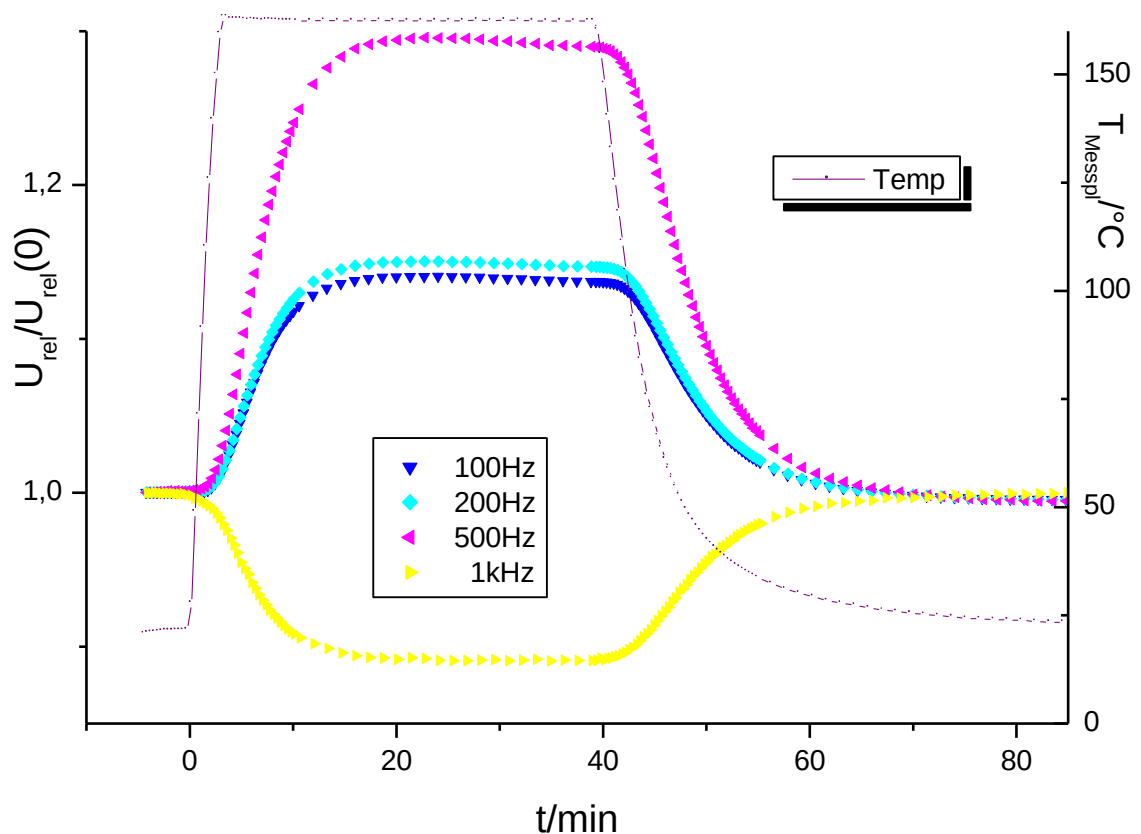


Abbildung 6-12: Anteilige Veränderung der Relativspannung nach Temperatursprüngen; Edelstahlspinne ohne Luftkühlung

Einer Maximalabweichung von knapp 2% in der Aluspinne stehen 14% in der Edelstahlspinne gegenüber. Für eine Beurteilung der Qualität der isothermen Messung reicht dies aber nicht, dazu muss der D_{pseudo}^* -Verlauf, bei Messung ausgewertet mit Leermessung bei Messtemperatur, betrachtet werden.

Vorher soll aber nochmals ein Blick auf die Messung in Diagramm 6-12 geworfen werden: Die Gesamtabweichung an sich ist indiskutabel. Was das Verhalten der Edelstahlspinne von dem der Aluspinne aber klar unterscheidet ist, dass ihre Relativspannung nicht durchgängig einem Maximum zustrebt, sondern dieses bei Frequenzen unterhalb von f_0 sehr zügig erreicht und dann wieder absinkt.

Offensichtlich wird der Vorteil des geringeren Wärmedehnungskoeffizienten durch die sehr viel geringere Wärmeleitfähigkeit zunichte gemacht. Es entsteht in den Speichen ein Wärmestau, welcher die Spinneneigenschaften stark ändert. Erst mit der sehr spät einsetzenden Erwärmung des äußeren Rings um die Spinne entspannen sie wieder etwas und die Situation verbessert sich.

Der geänderte Verlauf der 500Hz und 1kHz-Kurven hängen, soweit nicht aus dem Edelstahlverhalten gleichbegründet (wie tiefe Frequenzen) mit der insgesamt etwas weicheren Spinne zusammen.

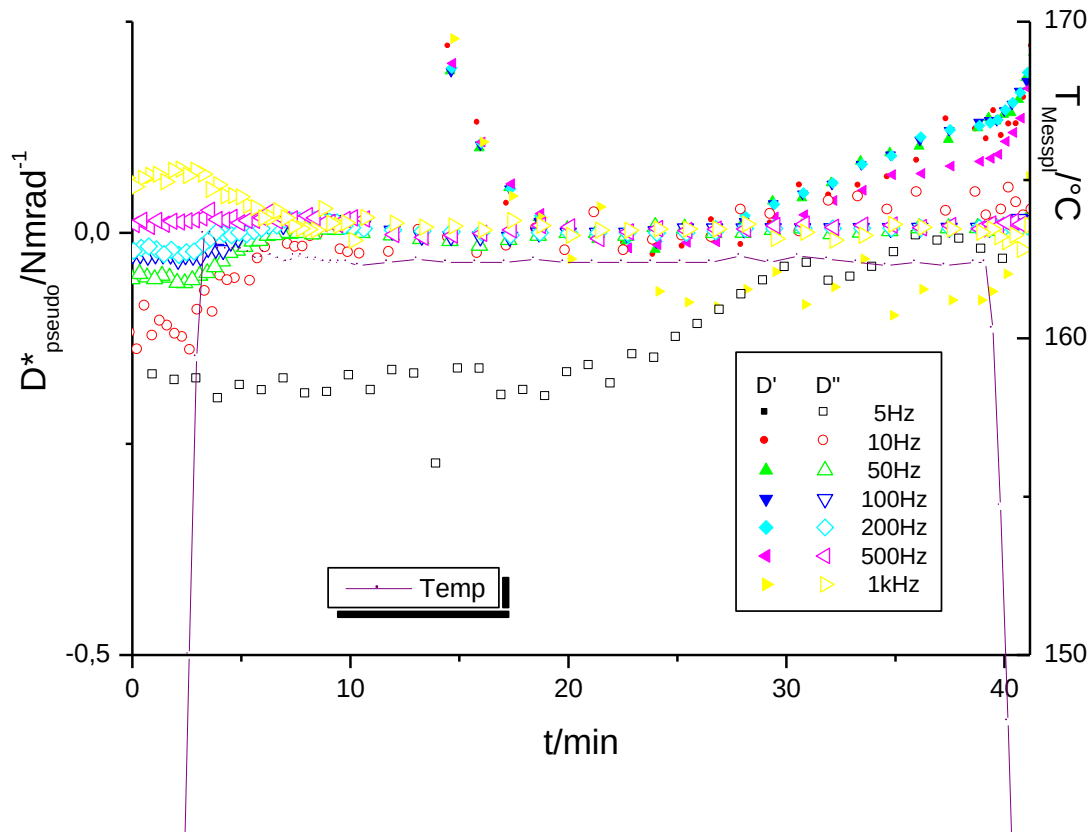


Abbildung 6-13: D^* -Verlauf nach Temperatursprung (Leermessung bei ca. 20min); Edelstahlspinne ohne Luftkühlung

Den für die Messung wesentlichen D^*_{pseudo} -Verlauf zeigt Abbildung 6-13. Im Bereich zwischen 20 und 30 Minuten nach Heizbeginn ergeben sich sehr stabile Werte, auf den ersten Blick ideal zur Messung. Da die Ursache hierfür allerdings nicht ein eingetretener stationärer Zustand, sondern nur zwei sich ausgleichende gegenläufige Effekte sind, ist dieser Bereich nicht sicher zu treffen. Allein der Probeneinfluss auf die Wärmeverteilung in der Kammer kann ausreichend sein die Bedingungen drastisch zu ändern. Kleine Effekte haben in diesem System eine große Wirkung. In der Messung konnte sich dieses System deshalb nicht etablieren.

6.3.2.2. Edelstahlspinne mit Luftkühlung

Da die Edelstahlspinne zwar nicht insgesamt aber vereinzelt doch bessere Eigenschaften gezeigt hat als die Aluspinne, soll sie auch noch mit Luftkühlung betrachtet werden.

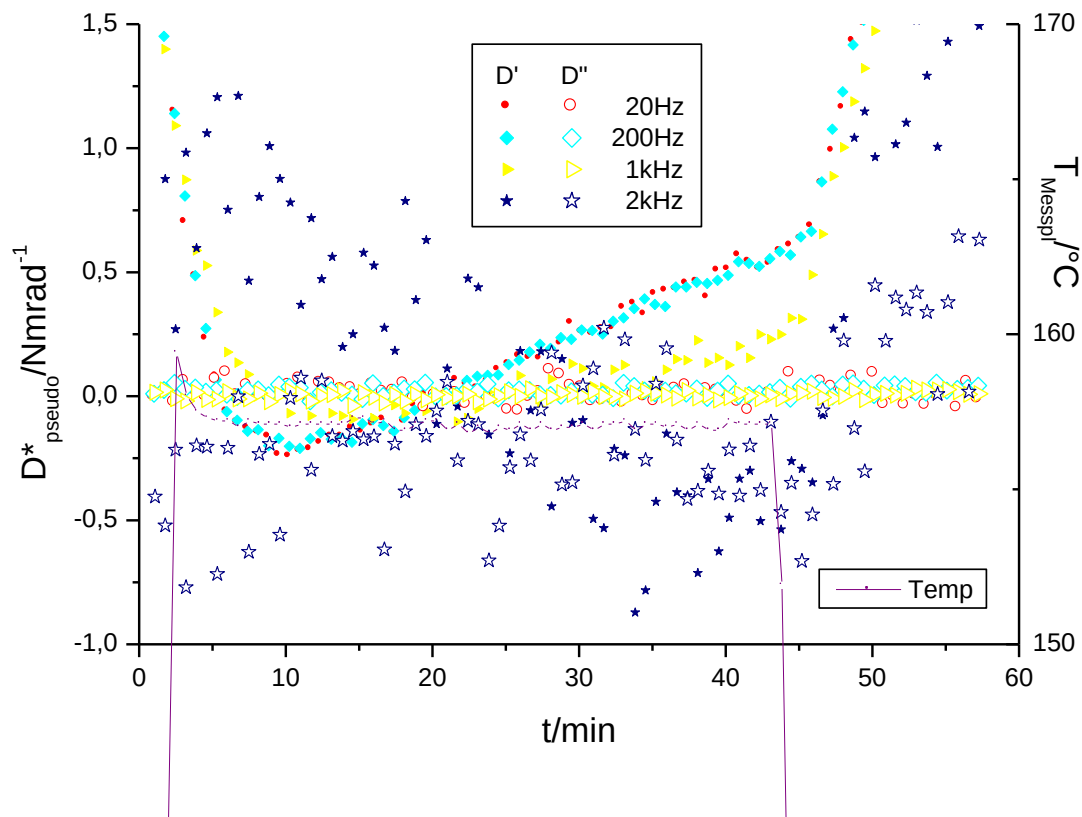


Abbildung 6-14: D^* -Verlauf nach Temperatursprung (Leermessung bei ca. 20min); Edelstahlspinne mit Luftkühlung

Abbildung 6-14 zeigt diese Messung, welche trotz einer geringeren Veränderung der Relativspannung (4% im Vergleich zu 14%; nicht dargestellt) gegenüber Raumtemperatur keine stabile Zone erreicht. Positiv ist der verbesserte 1kHz-Verlauf, auch insgesamt ist die Streuung nicht größer als bei der Aluspinne. Berücksichtigt werden muss, dass die weichere Spinne diese Effekte etwas geringer wiedergibt als die steifere. Die hier verwendete Edelstahlspinne ist ca. 30% weicher als die Aluspinne.

Vor einer endgültigen Beurteilung soll auch noch die Messung mit Temperaturrampe verglichen werden.

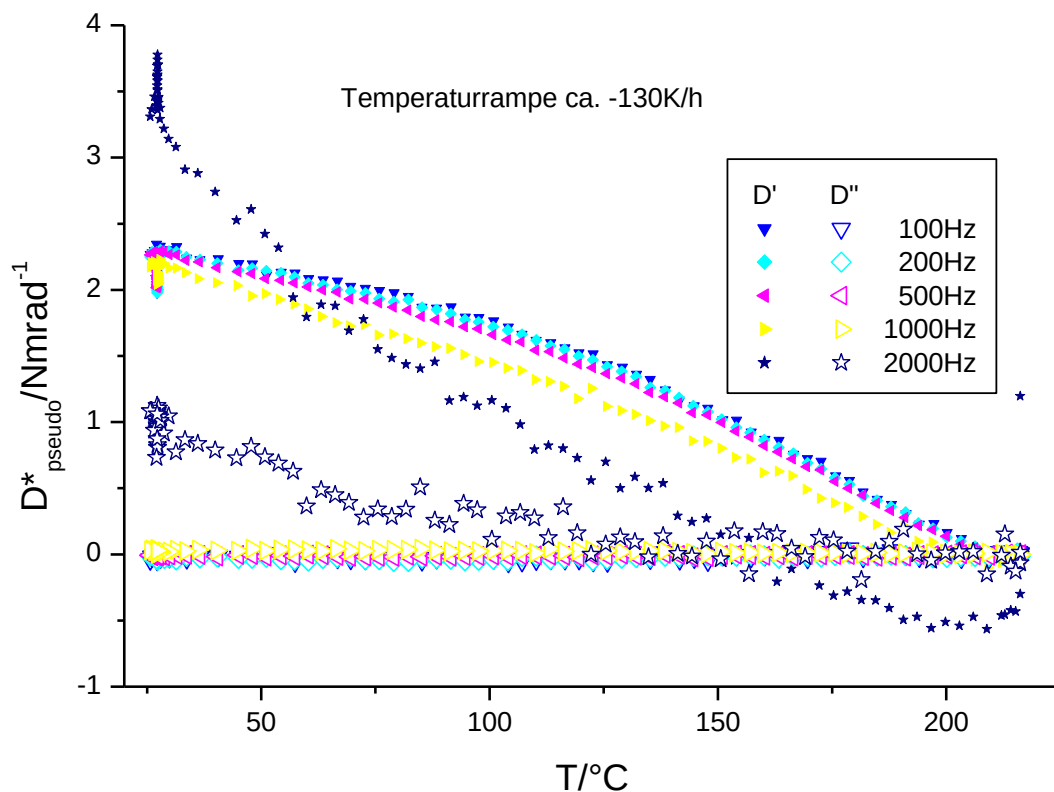


Abbildung 6-15: D*-Verlauf bei Temperaturrampe; Edelstahlspinne mit Luftkühlung

Vergleicht man Abbildung 6-15 mit den Abbildungen 6-10 und 6-11, so zeigt sich ein insgesamt größerer Gang bis zur Raumtemperatur. Insgesamt machen die Kurven aber den Eindruck eines übereinstimmenderen Verlaufs, in gewissem Maße auch für die 2kHz-Kurve (3kHz wurde nicht gemessen).

Als Unsicherheit bleibt der Umstand, dass die Luftkühlung nicht immer gleich stark war, ein Manometer stand nicht zur Verfügung. Ebenso wenig die Möglichkeit die Messungen nochmals systematisch zu wiederholen. Es musste deshalb teilweise auf Messungen, welche zu unterschiedlichen Zeiten gemacht wurden zurückgegriffen werden.

6.3.2.3. Fazit

Die Edelstahlspinne zeigt vereinzelt bessere Eigenschaften als die Aluspinne, insgesamt sind die Effekte aber größer und deshalb der Punkt an dem sie sich gegenseitig neutralisieren nur schwer zu treffen, was aber ohne Kühlung für die

Funktion absolut notwendig ist. Insbesondere die veränderliche Raumtemperatur wirkt sich als genereller Offset stark aus. Vor allem bei großen Messserien bei verschiedenen Temperaturen ist die unmittelbare zeitliche Nähe zwischen Leer- und Beladenmessung nicht immer gegeben. Ein deutliches Indiz sind Fehlverläufe direkt oberhalb f_0 . Bereits ein klimatisiertes Labor wäre eine wesentliche Verbesserung.

Ein wichtiger Schwachpunkt im PRV sind Speichenresonanzen in Axialrichtung (längere Seite des Speichenquerschnitts). Reduziert wurden sie durch die Erhöhung der Speichen (Spinne 5mm dicker), bei entsprechender Verkleinerung der Breite. Der Edelstahl wirkt nochmals versteifend, so dass bei weicherer Spinne eine höhere Frequenz erreicht werden kann.

Da die Fehler damit zu einem gewissen Grad erkennbar, im Hochfrequenzbereich auch nicht größer sind als bei der Aluspinne, wurde für manche Messserien die Edelstahlspinne eingesetzt, alleiniger Standard wurde sie nie.

Entscheidende Verbesserungen wären wohl eher mit einer Spinne aus sich nicht dehnendem Material wie der Eisen-Nickel Legierung Invar [11] zu erreichen. Dies war angedacht, wurde aber bisher nicht umgesetzt. Ob dabei andere bisher noch nicht bekannte Effekte auftreten würden, kann deshalb nicht gesagt werden. Die reine Wärmeerweichung wäre auf jeden Fall noch vorhanden aber vermutlich tolerabel.

Letzte Möglichkeit wäre sonst die vollständige, exakte Temperierung beginnend am Schaft um damit alle Einflüsse außer der Schaftresonanz auszuschalten.

6.4. Zusammenfassung der Änderungen am PRV

Die Maßnahmen zur Reduktion des Temperatureinflusses wurden in diesem Kapitel vorgestellt, andere Änderungen, dort wo sie vollzogen wurden, im Laufe verschiedener Kapitel. Deshalb sollen sie an dieser Stelle nochmals zusammengefasst werden.

Schaft:

- Verzicht auf Bohrungen im Schaft → Schaftresonanz höher, größerer Messbereich
- Isolierung (mit Platte zum Schutz der Spinne vor Verschmutzungen) → Schaft wird etwas schwächer, aber Wärmeeinfluss auf Spinne reduziert
- Nächster Schritt: Keramikschacht → Schaft steifer, Wärmeleitung geringer

Spinne:

- Höhere Speichen $\rightarrow$ die im vergrößerten Messbereich auftretenden Schwingungen in axialer Richtung werden erst wieder bei noch höheren Frequenzen angeregt
- Variation des Materials zur Reduktion der Verspannungen $\rightarrow$ Versuche mit Edelstahl nicht erfolgreich
- Variation der Speichendicke $\rightarrow$ unterschiedlich steife Spinnen (25 - 1000Nm/rad) für unterschiedliche Einsätze (beeinflusst Empfindlichkeit der Messung), höhere Frequenzen werden nur ab gewisser Steifigkeit ($> 60\text{Nm/rad}$) frei von parasitären Einflüssen erreicht
- Wechsel zu Kleber (für Piezos) mit niedrigerer Aushärtetemperatur $\rightarrow$ Gefahr der Ablösung der Piezos geringer
- Nächster Schritt: Material ohne Wärmedehnung, Spinne mit ca. 200Nm/rad $\rightarrow$ weniger Temperatureinfluss, stabil zu hohen Frequenzen ohne entscheidenden Empfindlichkeitsverlust

PRV-Grundkörper:

- Schaftspannzange für Rheometermessung
- Luftkühlung $\rightarrow$ Temperatureinfluss geringer, Luftstrom beeinflusst Spinne
- Nächster Schritt: Entweder Kühlung wird überflüssig durch Änderung des Spinnenmaterials oder Volltemperierung

Messplatte:

- Material mit niedrigerer Dichte (Aluminium), Platte nach außen kegelförmig dünner werdend $\rightarrow$ niedrigeres Trägheitsmoment, damit höhere Schaftresonanz

7. Der Schaft-PRV

Die Entwicklung des Schaft-PRV, welcher als neueste Entwicklung in diesem Kapitel vorgestellt werden soll, begann erst 2009 und hat bisher nur Prototypen hervorgebracht, die zwar eingeschränkt einsatzfähig sind, trotzdem aber nur als Entwicklungsstufen betrachtet werden können. Als Nachweis des Funktionsprinzips sind sie ausreichend. Deshalb wird dieses im Folgenden in getesteten Varianten beschrieben und bewertet.

Darüber hinaus werden bisher nur angedachte Verbesserungsmöglichkeiten diskutiert, ohne den Anspruch, damit bereits fertige Lösungen zu präsentieren. Notwendigkeiten werden klar formuliert, die Vorschläge zur technischen Umsetzung dagegen sind auch nur als solche zu betrachten.

Da sich die zum Schafteinbau verwandten Rheometer in ihrem Funktionsprinzip³⁷ nicht vom Gemini unterscheiden, werden sie in diesem Kapitel nicht explizit vorgestellt. Individuelle Unterschiede in der technischen Umsetzung werden, so sie für den PRV-Betrieb relevant sind, in diesem Zusammenhang erwähnt und erklärt.

7.1. Gründe für die Konstruktion des Schaft-PRVs

Aufgrund der klaren Trennung der Messsysteme ist der im CVOR (bzw. Gemini) mit Temperierkammer praktizierte Basiseinbau die Ideallösung der PRV-Rheometerkombination.

Die Geräte die mit dieser Endstufe der Temperierung ausgestattet sind bilden, falls überhaupt im Angebot, nur eine Minderheit. Deshalb muss eine Möglichkeit gefunden werden, den PRV auch in solche Geräte zu integrieren, an denen die Basisseite durch die Temperiereinheit belegt ist.

Da im CVOR der Rheometerkopf nur wenige cm gefahren werden kann, besteht dort keine Möglichkeit größere Messsonden zwischen Schaftaufnahme und Probe zu platzieren. Anders die Situation am Malvern-Kinexus, in dessen Konstruktion solche Begrenzungen von Anfang an zu vermeiden versucht wurden. Das Kinexus soll deshalb exemplarisch als Basisgerät für den Einbau des Schaft-PRV stehen, auch

³⁷ Was andere oder bessere Lösungen für einzelne Funktionen nicht ausschließt.

wenn diese Art Konstruktion auch in anderen Rheometertypen grundsätzlich möglich ist. Als einzigem davon wurde im ARG2 von TA-Instruments getestet.

Ein prinzipieller Vorteil des Schaft-PRV besteht darin, dass die Gefahr einer Verschmutzung der Spinne durch auslaufende Probenmaterialien, durch die Platzierung des PRVs oberhalb der Probe, deutlich reduziert wird.

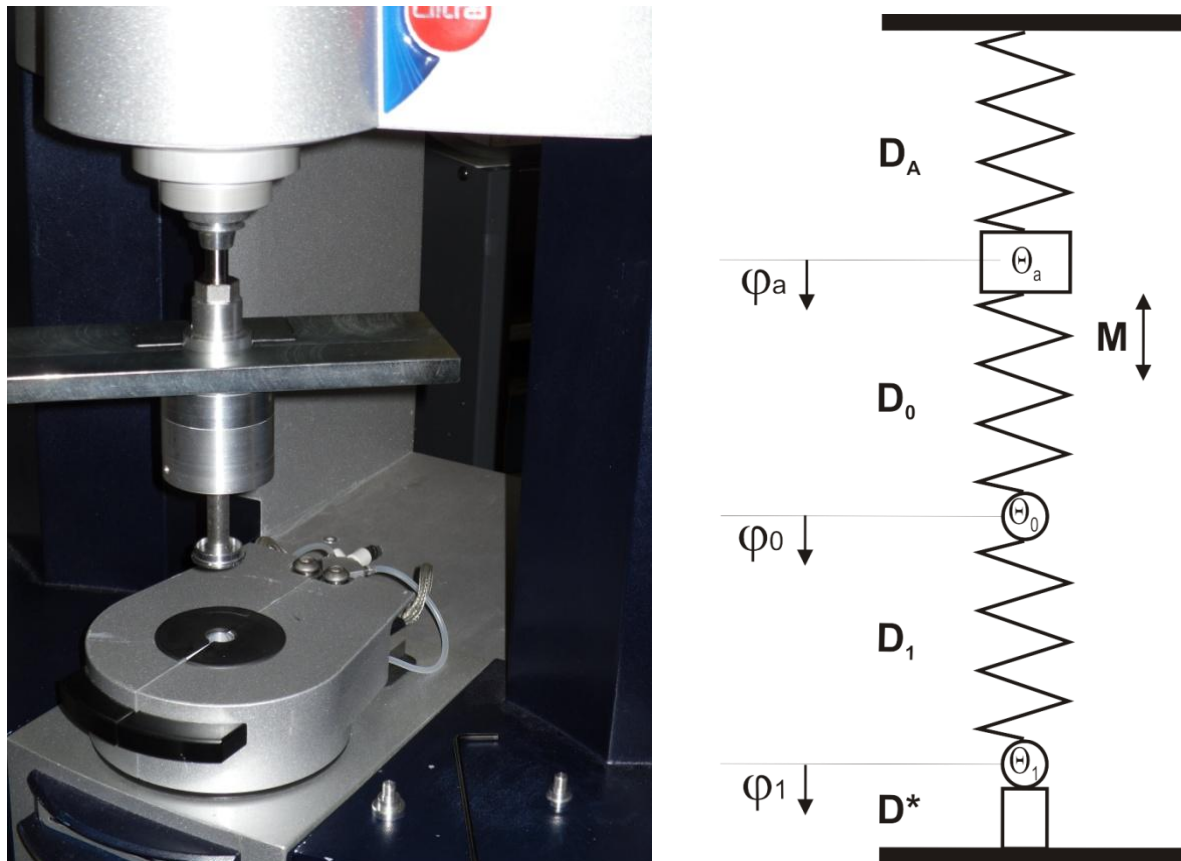


Abbildung 7-1: Schaft-PRV im Kinexus sowie mechanisches Ersatzschaltbild

Abbildung 7-1 zeigt den Schaft-PRV in der Ausführung mit Trägheitsbalken. In der konkreten, auf dem Foto dargestellten, Variante ist der PRV frei drehbar, d.h. $D_A=0$. Das Kinexus stand nur für kurze Zeit zu Testzwecken zur Verfügung, weshalb ein Foto des mittels Hilfsrahmens (endliches D_A) fixierten Schaft-PRV, der momentan mehr verwandten Ausführung, nur in einer Ersatzkonstruktion zur Verfügung steht. Dieses zeigt Abbildung 7-2



Abbildung 7-2 Schaft-PRV im Hilfsrahmen (auf Ersatzkonstruktion)

7.2. Konsequenzen des Schaft-Einbaus

Der Schaft-PRV wird mitten im Rheometer-Messsystem eingesetzt, was für beide Betriebsformen zum Teil gravierende Folgen hat.

Für das Kinexus bedeutet es vor allem eine Erhöhung des bewegten Trägheitsmomentes. Nicht mehr nur Antrieb (Motor) und Schaft müssen jetzt rechnerisch kompensiert werden, sondern zusätzlich der PRV. Grundsätzlich ist dies zwar nichts neues, doch wegen der zunehmenden Dominanz der Trägheit wird die Genauigkeit von Messungen bei hohen Frequenzen, vor allem an weichen Proben,

stark eingeschränkt. Deshalb muss der Schaft-PRV kleiner dimensioniert sein als der Basis-PRV (im CVOR).

Für den PRV wiederum bedeutet genau diese Einschränkung Steifigkeitsverluste in seiner Befestigung, die Annahme der vernachlässigbaren Nachgiebigkeit des PRV-Grundkörpers wird obsolet. Wird eine Anregungsspannung angelegt, so bewegen sich nun nicht mehr nur Spinne und Schaft, sondern das Drehmoment wirkt gleichermaßen auf den maximal endlich steifen und in der Realität auch nur endlich steif aufgehängten PRV-Grundkörper.

7.2.1. Die Aufhängung und ihre Steifigkeit

Bei der Messung mit Schaft-PRV muss nicht mehr das gegenüberliegende Schaftsystem, welches hier im Regelfall wegfällt, korrigiert werden, sondern die Aufhängung. Die annähernd unendlich steife Aufhängung ist zwar das Ideal, da aber die Nachgiebigkeit des (jetzt kleinen) Grundkörpers mit eingeht nicht erreichbar. Theoretisch müsste am Außenring der Spinne selbst geklemmt werden, was aber ohne diese mechanisch oder thermisch zu beeinflussen fast unmöglich ist.

Die prinzipiell einfachste realisierbare Lösung³⁸ besteht, wie bereits im Zusammenhang des Basis-PRVs diskutiert, in der drastischen Erhöhung des Trägheitsmoments. Um den Kinexusmodus nicht unnötig zu belasten erfolgt dies auch hier mittels eines demontierbaren Stahlbalkens (s. Abb.7-1). Da dieser Balken allerdings durch seine Befestigung mittels Klemmung die Spinne selbst deformiert hat, erwies sich diese als extrem temperaturanfällig, die bereits vordeformierten Speichen reagieren auf Temperaturgradienten deutlich stärker. Eine, dann andere Werte ergebende, Kalibrierung hingegen war auch für den deformierten PRV möglich.

Eine Modifikation der Montage, ohne diese Deformation, wäre sicher möglich, eine Automatisierung nur sehr schwer. Deshalb wird diese Variante derzeit nicht weiter verfolgt. In den Berechnungen zur Korrektur der Nachgiebigkeit der Aufhängung ist sie aber prinzipiell enthalten und wird deshalb dort mit berücksichtigt.

Geklemmt wird derzeit mithilfe eines an der Tube befestigten Hilfsrahmens, welcher allerdings auch erst noch so modifiziert werden müsste, dass er die Sonde an einer

³⁸ Auch hier folgt daraus natürlich eine Verschiebung der unteren Messgrenze zu höheren Frequenzen

Stelle fixiert, ab der deren eigene Nachgiebigkeit nicht mehr ins Gewicht fällt, d.h. innerhalb des Messbereichs sollte sie keine Eigenresonanz haben. Selbstverständlich muss auch diese Fixierung so beschaffen sein, dass die Spinne nicht deformiert wird.

Als Hauptproblem dieser Klemmung mit Hilfsrahmen insgesamt hat sich ihre Justierung erwiesen, weniger als 1/1000 Verkipfung wurde selten erreicht. Der Antriebsschaft, welcher im CVOR noch relativ gut zur Justierung zu gebrauchen war, bietet im Kinexus zu wenig Widerstand. Die Normalkraftmessung findet im Bereich des Luftlagers statt, weshalb es zwar Reibungsfreiheit aber keine Kippsteifigkeit bewerkstelligt³⁹.

Die bei sehr guter Justage erzielte Spaltgenauigkeit von 20-50µm wäre für die meisten Proben akzeptabel (viele Proben sind schiefer), kann aber in der momentan vorhandenen Entwicklungsstufe nur im Leersystem kontrolliert werden und wird damit faktisch nichtreproduzierbar. Ein ständiges Umschalten zwischen den Messmodi ist damit ausgeschlossen.

Doch selbst die direkte Abfolge von Leer- und Beladenmessung ohne Zwischenöffnung der Klemmung scheitert am Umstand der so nicht funktionierenden Normalkraftmessung. Bei Raumtemperatur könnte, nach Anpassungen in der Kinexussoftware zwar mit Risiko (bis 300N Normalkraft) für den PRV noch gemessen werden, für temperaturabhängige Messungen brächte auch diese Lösung nicht weiter.

Die Justierung könnte mittels elektronischen Positionssensoren und entsprechend aufwendiger Steuerung der Klemmvorrichtung gelöst werden. Soll aber auch die Normalkraftmessung und –steuerung permanent erhalten bleiben, wäre eine berührungslose, ausschließlich auf den Auslenkungswinkel wirkende Fixierung optimal.

Der Steuermotor des Kinexus scheidet dafür momentan aus, da er sich statisch nicht als Feder verhält (das Drehmoment, welches als Rückstellmoment wirken müsste, ist unabhängig von der Auslenkung) und die Steuerung für den PRV-Betrieb zu langsam reagiert. Eher möglich wäre die Ausrüstung der PRV-Sonde mit Permanentmagneten, welche durch Elektromagneten ausgerichtet werden. Die

³⁹ Hier wurden, bei der Konstruktion des Kinexus, die aus dem PRV-Einbau gewonnen Erkenntnisse bzgl. der Tuberesonanz bei CVOR-Messung (5.2.1.2.) berücksichtigt, das Kinexus zeigt diesen Effekt nicht mehr.

größte Herausforderung bedeutet es dann, ein Magnetfeld zu erzeugen, welches Rückstellmomente proportional zur Auslenkung bewirkt. Im Minimum braucht es eine klare Nullposition.

7.2.2. Messung mit weich aufgehängtem PRV

Wie bereits erwähnt und im mechanischen Ersatzschaltbild (Abb. 7-1) dargestellt, muss beim Schaft-PRV die Bewegung des PRV-Grundkörpers mitberücksichtigt werden.

Als zusätzliche Größen kommen jetzt hinzu:

D_A : Steifigkeit der Aufhängung (evtl. inklusive Klemmvorrichtung) und des Schaft-PRV-Grundkörpers

Θ_A : PRV-Grundkörper (evtl. beweglicher Teil Klemmvorrichtung) und äußerer Teil Spinnenarme

Die Ausgangsgleichungen (Differentiale bereits berechnet; analog Kap. 5.3.) modifizieren sich damit zu:

$$(D_A - \omega^2 \Theta_A) \varphi_A = -D_0(\varphi_A - \varphi_0) - M_{An} \quad (7-1)$$

$$-\omega^2 \Theta_0 \varphi_0 = -D_0(\varphi_0 - \varphi_A) - D_1(\varphi_0 - \varphi_1) + M_{An} \quad (7-2)$$

$$-\omega^2 \Theta_1 \varphi_1 = -D_1(\varphi_1 - \varphi_0) - D^* \varphi_1 \quad (7-3)$$

Woraus (s. Anhang E) folgt (Deformation der Spinne ist jetzt $\varphi_0 - \varphi_A$):

$$\frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} = \frac{((D_A - \omega^2 \Theta_A)(-\omega^2 \Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0 D_1 - \omega^2 \Theta_0 D_0)(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2 (D_A - \omega^2 \Theta_A + D_0)}{(D_A - \omega^2 \Theta_A - \omega^2 \Theta_0 + D_1)(D^* + D_1 - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2} \quad (7-4)$$

Ein Ergebnis, das zeigt, dass die Kalibrierung deutlich erschwert wird und evtl. in mehreren Stufen ablaufen muss, zunächst mit wirklich fixiertem PRV-Körper.

Differenz Δ zwischen beladener Messung und Leermessung:

$$\Delta = \left. \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} \right|_{D^*} - \left. \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} \right|_{D^*=0} \quad (7-5)$$

Woraus folgt:

$$D^* = \frac{\Delta((D_A - \omega^2 \Theta_A - \omega^2 \Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2)^2}{D_1^2(D_A - \omega^2 \Theta_A)^2 - \Delta(D_A - \omega^2 \Theta_A - \omega^2 \Theta_0 + D_1)((D_A - \omega^2 \Theta_A - \omega^2 \Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2)} \quad (7-6)$$

Diese im Vergleich zum Basiseinbau deutlich komplizierte Formel rührt von der eindeutig veränderten Situation direkt am Ort der Anregung und Detektion her, wodurch auch die Beschaffenheit der Spinne selbst mit eingeht.

Wirken sich die Veränderungen zur stand-alone-Version im Basis-PRV nur in der Beladenmessung aus, so jetzt auch in die Leermessung. Und dies bei beiden Messungen unterschiedlich.

Gültig ist diese Formel für jedes D_A . Ist es unendlich groß, so vereinfacht sie sich zur bekannten stand-alone-Form. Für $D_A = 0$ (frei drehbar evtl. mit Trägheitsbalken) kann bei niedrigen Frequenzen nicht gemessen werden. Für alle dazwischen liegenden Werte von D_A ergibt sich ein, im oder außerhalb des Messbereichs liegender, evtl. nicht verwertbarer Abschnitt. Die Lage außerhalb ist, wie bereits diskutiert, nur schwer realisierbar.

Sind die Parameter gut bestimmt, kann zumindest der Einfluss außerhalb des Resonanzbereichs korrigiert werden.

Da diese Auswerteformel im PRV-Programm bisher nicht umgesetzt ist, kann dazu keine Messung und somit auch keine experimentelle Bestätigung gezeigt werden.

Sämtliche Messbeispiele zeigen deshalb gute Messwerte nur in Messbereichen in denen gilt:

$$|D_A - \omega^2 \Theta_A| \gg \text{Steifigkeit des anderen Teils des Systems}$$

7.3. Messbeispiele zum Schaft-PRV

Auch hier soll wieder exemplarisch das bereits bekannte AK60000 gezeigt werden.

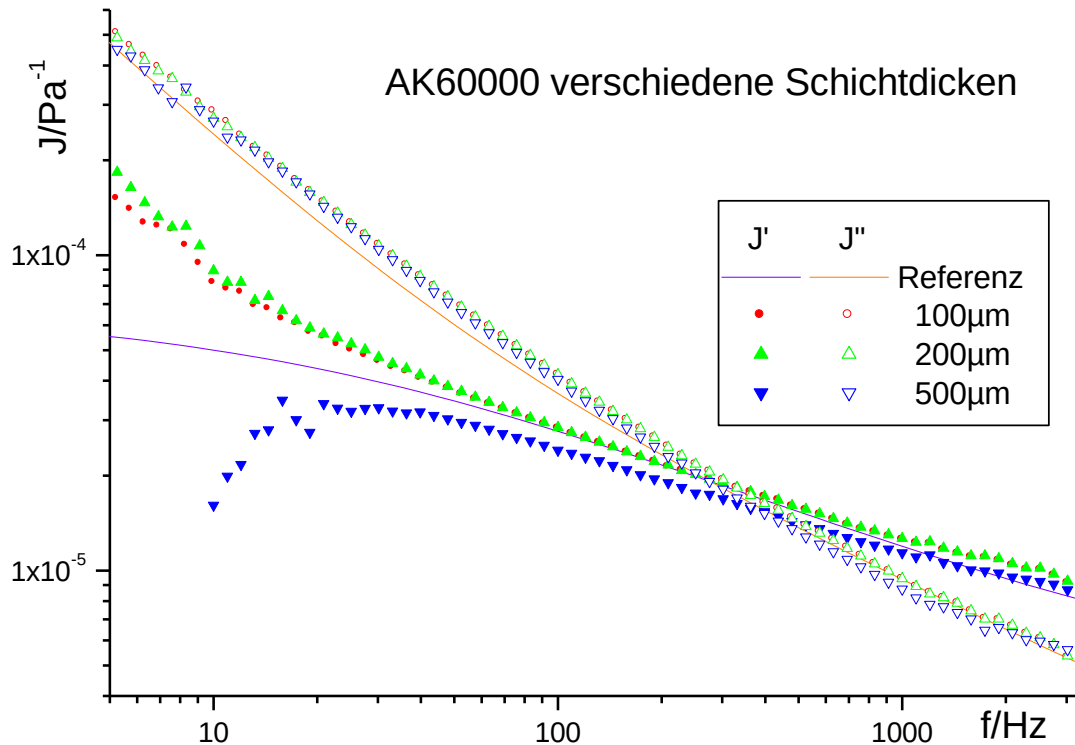


Abbildung 7-3: AK60000 im Schaft-PRV mit Trägheitsbalken

Eine Messung im mit Trägheitsbalken ausgerüsteten Schaft-PRV zeigt Abbildung 7-3. Wie erwartet zeigen erst die Messpunkte bei hohen Frequenzen den der Probe entsprechenden Verlauf.

Die generelle Abweichung der 500µm-Kurve von den anderen beiden ist den starken (zur Zeit der Messung noch nicht bekannten) Verspannungseffekten, aus der Befestigung des Trägheitsbalkens herrührend, geschuldet. Bereits das zur Montage notwendige Anfassen des Schaft-PRV reicht aus um eine, die Messung stark beeinträchtigende, Wärmemenge zu übertragen. Der Peak bei der Hauptresonanz (ca. 1, 2kHz) kann mit einer derart beeinflussten Leermessung erklärt werden und bestätigt deshalb die Vermutung.

In den, später gemessenen und deutlich steiferen, dünnen Proben wirken sich die thermischen Einflüsse weniger aus.

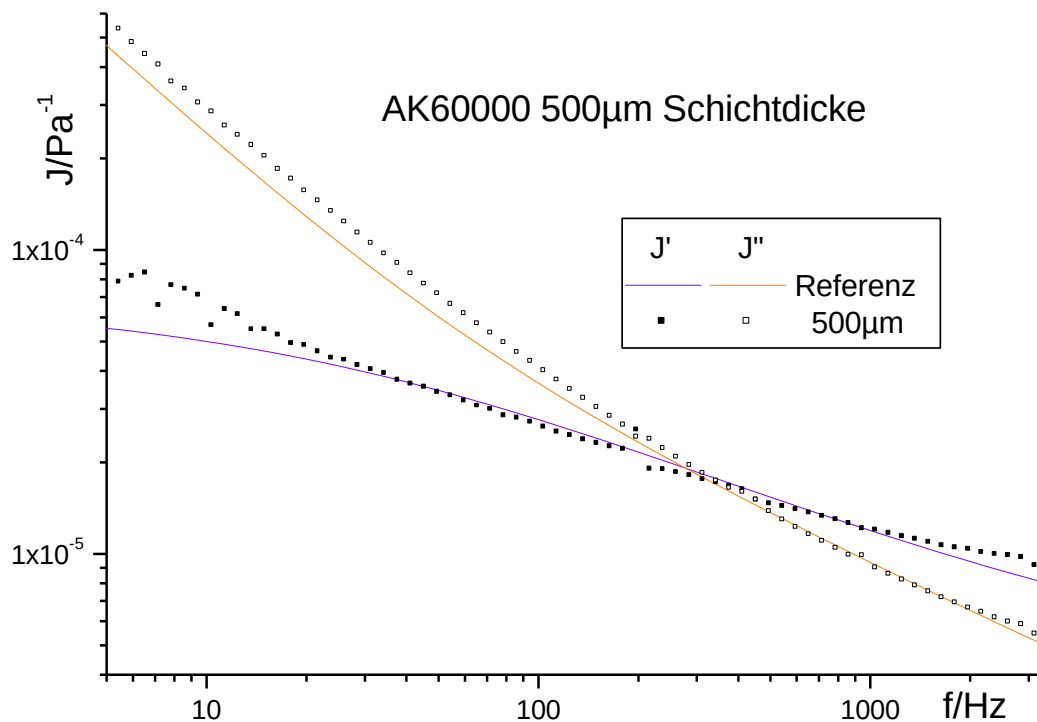


Abbildung 7-4: AK60000 im mit Klemmung fixierten Schaft-PRV

Die Messung mit dem im Hilfsrahmen fixierten Schaft-PRV zeigt Abbildung 7-4. Die Resonanz des Hilfsrahmens sollte, laut Rechnung, bei ca. 100Hz liegen, was näherungsweise auch erreicht wurde. Der hier verwendete Hilfsrahmen besteht im Wesentlichen aus Klemmzange und 3 dünnen Metallstiften, zur Verbindung mit dem Rheometer (Abb. 7-2).

Gute Messwerte werden, auch hier, im Bereich oberhalb der Resonanz erzielt. Die Abweichung darunter resultiert zumindest teilweise aus der Tatsache, dass die Nachgiebigkeit des Rahmens nicht mal statisch berücksichtigt wird.

7.4. Fazit

Nach den bisherigen Leer- und Beladenmessungen kann das Funktionsprinzip des Schaft-PRV als gesichert gelten. Bis zur Serienreife, auch nur im Sinne des Basis-PRVs, bedarf es noch einiges an Entwicklungsarbeit.

Das Ziel dieses Kapitels (s. Vorbemerkung), das Funktionsprinzip soweit möglich nachzuweisen und den Stand der Entwicklung zu zeigen kann trotzdem als erfüllt gelten.

8. Messbeispiele

Die in diesem Kapitel gezeigten Messbeispiele sollen einen Einblick in die messtechnischen Möglichkeiten der Gerätekombination geben.

Im ersten Teilabschnitt stehen vor allem messtechnische Fragestellungen im Vordergrund, weshalb interessante Aspekte der verwendeten Materialien allenfalls am Rande diskutiert werden.

Im zweiten Teilabschnitt hingegen soll beispielhaft der Frage, des für den Bau des PRV geeignetsten Klebers (Piezos auf Speichen der Spinne), nachgegangen werden.

8.1. Kombinationsmessungen – Übereinstimmung der beiden Messmodi und Vorteile der Kombination

Anders als beim CVOR und anderen Rheometern, welche mittels einer Eichsubstanz kalibriert werden, findet die PRV-Kalibrierung ausschließlich aus den Leermessungsdaten statt. Was damit einerseits eine gewisse Unabhängigkeit von der Genauigkeit der Eichsubstanzen schafft, verlangt andererseits eine viel präzisere Modellierung und Justierung des PRV selbst. Eine Überprüfung seiner Ergebnisse absolut, sowie der Reproduzierbarkeit einzelner Messungen ist deshalb notwendig.

Im Überlapp zum noch sicheren Messbereich des Rheometers werden in erster Linie dessen Messwerte zum Vergleich herangezogen. Für höhere Frequenzen kommt, für Proben die dies erlauben, die Zeit/Temperatur-Superposition zur Anwendung (s. Kap. 2.5.).

Die gesonderte Betrachtung gerade der hohen Frequenzen ist notwendig, da viele Fehler erst hier richtig zum Tragen kommen. Zum einen können dies Justier- und Präparationsfehler (schiefer Probenkörper), welche zu Kipp- und anderen parasitären Schwingungen führen, sowie im Verhalten der Spinne selbst begründete Abweichungen sein. Zum andern sind dies Geometriefehler, welche durch zylindersymmetrische Probenverformungen (z.B. durch Normalkraft welche ein Ankoppeln an die Messplatten sich stellen soll) im Gerät selbst hervorgerufen werden⁴⁰, bei denen die Probenträgheit (s. Kap. 2.4.) oft ein entscheidender Faktor

⁴⁰ Andere zylindersymmetrische Abweichungen vom idealen Probenkörper können ebenfalls dazu gezählt werden.

wird. Bei niederen Frequenzen spielt ihre Dichte keine Rolle. Spaltfehler gehen linear ein, der Radiusfehler zwar in vierter Potenz mit R , beide aber immerhin im gesamten Frequenzbereich gleich⁴¹.

Die Korrektur der Probenträgeit setzt exakte Werte voraus. Sind diese nicht gegeben, wird aus der anfangs prozentual konstanten Abweichung (s.o.) plötzlich eine dynamische, nicht nur den Betrag, sondern auch den Phasenwinkel verfälschende. Vor allem das Hochfrequenzverhalten wird dann falsch wiedergegeben.

Während die erste Fehlergruppe (welche zu überwiegend nichtkorrigierbaren Fehlern führt) zu ihrer Vermeidung vor allem technisches Geschick und gut präparierte Proben, relativ unabhängig vom Verständnis für das PRV-Messprinzip verlangt, fordert die zweite dieses sehr intensiv. Aus dem Verlauf der Messkurven muss abgelesen werden, welche Parameter, zu denen dann auch die Schaftresonanz zählt, müssen wie angepasst werden. Dies selbstverständlich nicht für jeder Messung einzeln, sondern begründet für eine ganze Messserie gleichartig. Einfacher ist es natürlich, so möglich, eine Probengeometrie zu wählen, in der die Dichte nur eine vernachlässigbare Rolle spielt.

Die folgenden Beispiele sollen einen Teil der Möglichkeiten der Messkombination demonstrieren und vor allem der Betrachtung der Übereinstimmung der beiden Messmodi dienen. Da es sich um Originaldaten aus Messungen mit verschiedenen PRVs handelt, sind sowohl der Messbereich als auch die angewandten Korrekturterme unterschiedlich. Dass hier auch ältere Messungen, welche manche mittlerweile selbstverständliche Korrekturen vermissen lassen, gezeigt werden hat im Wesentlichen zwei Gründe:

- (1) gerade in der Anfangsphase der Kombination der beiden Geräte wurde die Übereinstimmung und damit die Genauigkeit des PRV intensiv untersucht, später dann als gegeben angenommen
- (2) viele Auftragsmessungen, diese bilden den großen Teil der vorhandenen Messdaten, bezogen sich nur auf den PRV-Bereich, da Rheometermessungen oft vom Auftraggeber in Eigenregie durchgeführt wurden oder der Bereich nicht als wesentlich erachtet wurde. Ein aktuelles Beispiel zeigt, dass dies wissenschaftlich betrachtet nicht sinnvoll ist.

⁴¹ Abweichende Radien bedeuten oft auch, dass nicht mehr die ganze Probenfläche die Platten berührt, weshalb die exakte Berechnung des Fehlers sehr kompliziert werden kann. Da allerdings an dieser Stelle nur die Frequenzunabhängigkeit (bis zum Auftreten parasitärer Effekte) begründet werden soll, wird auf nähere Ausführungen verzichtet.

Da nicht die gemessenen Materialien, sondern die daran demonstrierten Möglichkeiten und Fragestellungen im Mittelpunkt stehen, folgt die Nummerierung der Abschnitte nicht den Proben, sondern den betrachteten Aspekten.

Bsp.: 2K-Siloxangel (2002)

8.1.1. Überprüfung der Übereinstimmung im Überlappbereich

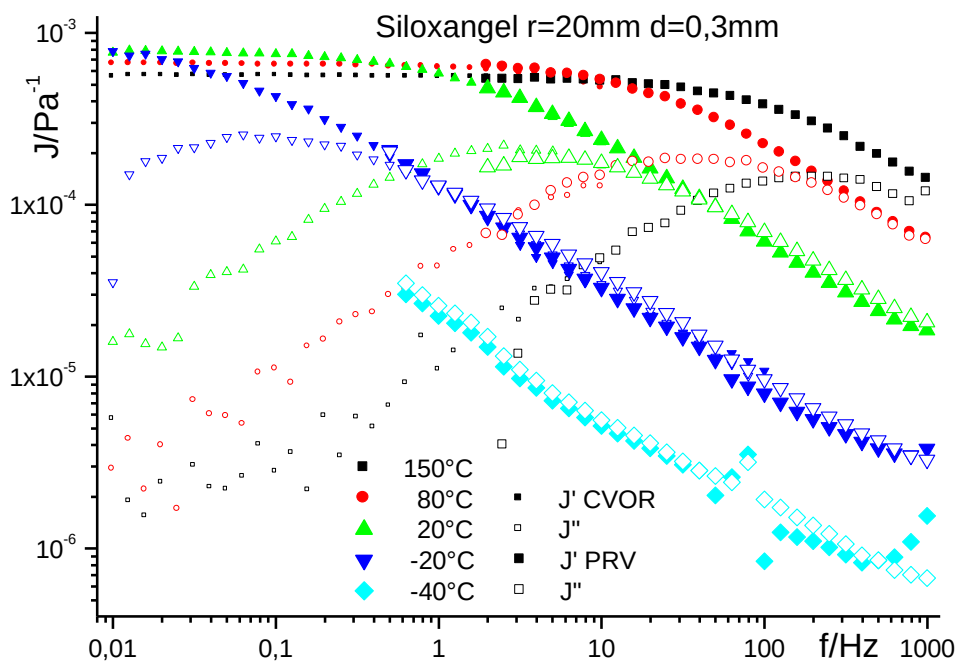


Abbildung 8-1: Kombinationsmessung an Siloxangel; Originaldaten

Eine der ersten systematischen Kombinationsmessungen zeigt Abbildung 8-1. Gemessen wurde ein Siloxangel bei verschiedenen Temperaturen zwischen 150°C und -20°C (CVOR) bzw. -40°C (PRV), von denen die dargestellten Kurven nur eine Auswahl bilden.

Die Übereinstimmung zwischen beiden Messmodi ist zwar nicht im ganzen Bereich, aber immerhin in einem hinreichend großen Überlappbereich gegeben. Nicht ganz der Theorie entsprechend ist der Verlauf der 20°C-Kurve (grün), vor allem in J'' , doch bestehen diese Differenzen innerhalb und nicht zwischen den Messmodi. Bei einem Beginn des PRV-Messbereichs erst zwischen 2 Hz und 5 Hz, sowie dem Ende des CVOR-Messbereichs bereits bei ca. 20 Hz, ist die durch die Kombination gegebene Messbereichserweiterung umso naheliegender.

Der Verlauf der PRV-Messkurven bei höheren Temperaturen (bis 20°C) zeigt sich, trotz fehlender Korrekturterme, als recht kontinuierlich, kritisch erst die letzten beiden Punkte (nahe 1kHz). Bei -20°C und insbesondere -40°C, hervorgerufen durch die jetzt wesentlich steifere Probe, sind die Unzulänglichkeiten des (nicht korrigierten) CVOR, in seiner Funktion als PRV-Gegenstück, deutlich zu erkennen, speziell bei 80Hz die Tuberesonanz und insgesamt die Nachgiebigkeit des oberen Schaftes bis zur Klemmung. Liegt dessen Nachgiebigkeit deutlich oberhalb der der Probe, wird fast nur noch sie gemessen. Da sie selbstverständlich auch frequenzabhängig ist, steigt das gemessene J' bei hohen Frequenzen an.

Eine Überprüfung der Messgenauigkeit mittels Masterung ist deshalb nur für die vom Gerät nahezu unbeeinflussten Messungen bei hohen Temperaturen möglich.

8.1.2. Überprüfung der Übereinstimmung im Hochfrequenzbereich durch Masterung

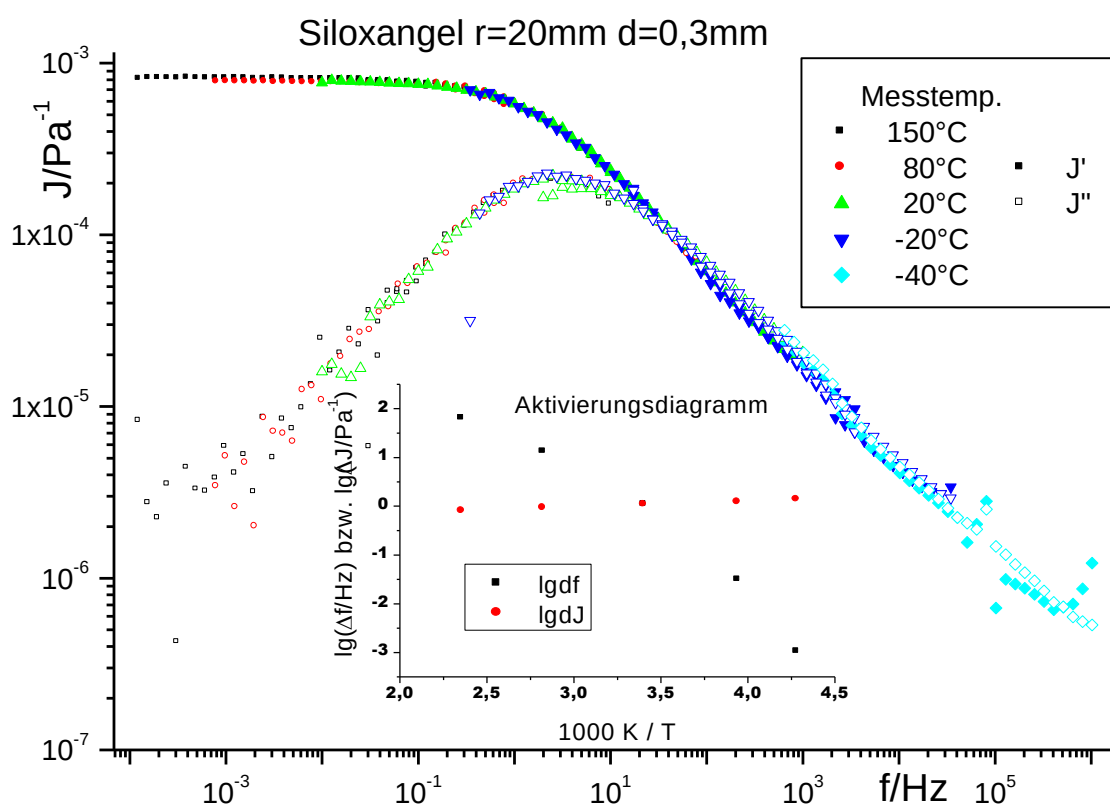


Abbildung 8-2: Kombinationsmessung an Siloxangel; Masterkurve bei 20°C

Den auf 20°C gemasterten Verlauf der in Diagramm 8-1 aufgetragenen Messungen zeigt Diagramm 8-2. Um den Hochfrequenzverlauf prüfen zu können, tragen die einzelnen Punkte noch die zur einstigen Isotherme gehörenden Farben.

Die genauere Betrachtung bestätigt das erwartete: der Hochfrequenzverlauf liegt, soweit schon in den Isothermen als gut eingeschätzt, auf der Masterkurve. Einzig die 150°C-Kurve weicht schon ab dem viertletzten Punkt (erkennbar vor allem an J“) etwas zu stark ab (Einfluss der Probenträgheit). Die Abweichungen aus der fehlenden CVOR-Nachgiebigkeitskorrektur bleiben.

Zumindest für diese Probe werden die PRV-Messungen bestätigt. Da die wirklich hohen Frequenzen hier nicht gemessen sind, bzw. einige der klassischen Präparationsprobleme, durch die Aushärtung direkt im Spalt, umgangen werden, können weitergehende Aussagen nicht gemacht werden.

8.1.3. Messung ohne Beeinflussung der Probe - Aushärtung

Gerade dann von Vorteil ist das Prinzip zweier Messgeräte an einer Probe dann, wenn die Probe direkt zwischen den Messplatten ausgehärtet werden soll. Neben dem nur einfachen Aufwand erlaubt das, mit sehr kleiner Scheramplitude arbeitende, PRV diesen Vorgang auch zu messen. Rheometermessungen, welche theoretisch auch möglich wären, könnten, wegen der deutlich höheren Amplituden, den Prozess beeinflussen.

Den Härtingsverlauf dieses Siloxangels⁴² zeigt Diagramm 8-3. Ab ca. einer Stunde Messzeit ist der Messeffekt groß genug um korrekte Werte zu erzielen. Neben der langen Aushärtezeit (nach den gemessenen 20h immer noch nicht ganz abgeschlossen), sticht vor allem das unterschiedliche Verhalten bei verschiedenen Frequenzen ins Auge: ändern sich die Eigenschaften, am stärksten der viskose Anteil, bei 2,51Hz noch sehr stark, so zeigt 1585Hz im Messzeitraum praktisch keine Veränderung mehr.

Ab wann das Material als ausgehärtet gelten kann hängt also wesentlich auch von der Art der Beanspruchung ab.

⁴² Das Siloxangel wird aus zwei Komponenten gemischt und dann innerhalb von weniger als einer Minute in den bereits vorgeheizten Platten auf die Aushärtungstemperatur gebracht.

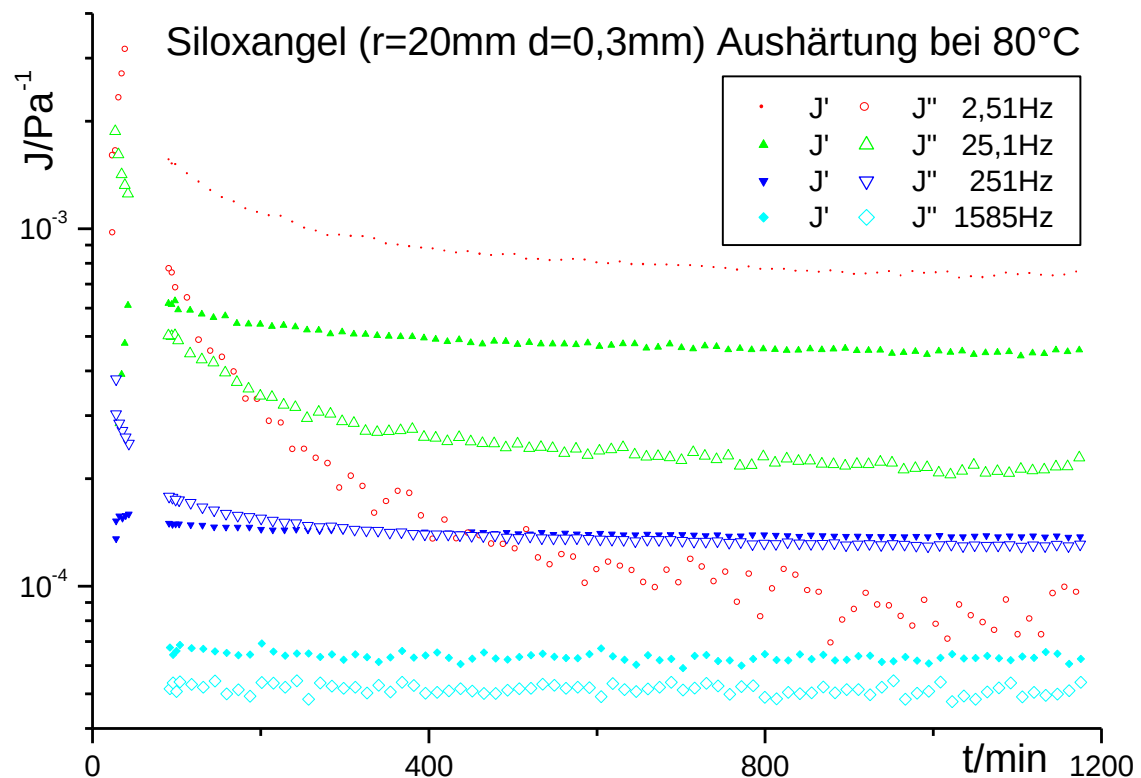


Abbildung 8-3: Aushärtung von Siloxangel

Bei verschiedenen Temperaturen ausgehärtetes Siloxangel

Ein weiterer interessanter Effekt, den die Messungen an diesem Siloxangel zeigen, ist der Einfluss der Aushärtebedingungen auf den Endzustand des Materials. Ein Einfluss der deutlich die Notwendigkeit exakten, die Probe nicht beeinflussenden, Arbeitens und Messens unterstreicht.

Masterkurven von unter verschiedenen Bedingungen (s. Legende) bereits vollständig ausgehärteten ($60^\circ\text{C}/18\text{h}$, $80^\circ\text{C}/20\text{h}$ beide vollständig nachgehärtet bei 150°C , $150^\circ\text{C}/15\text{h}$) Proben zeigt Abbildung 8-4. Je höher die Temperatur und damit auch je schneller der Vernetzungsprozess vonstatten geht, umso weicher die Probe bei langsamer Beanspruchung.

Da das Hochfrequenzverhalten nur in wesentlich geringerem Maße vom Aushärtungsgrad (und damit auch -vorgang) abhängt, zeigt sich hier eine Übereinstimmung der Kurven.

Im Gegensatz zur Masterkurve in Abbildung 8-2 wurden hier bereits erste, rein statische (in J' konstanter Wert für Nachgiebigkeit des CVOR abgezogen), Korrekturen vollzogen.

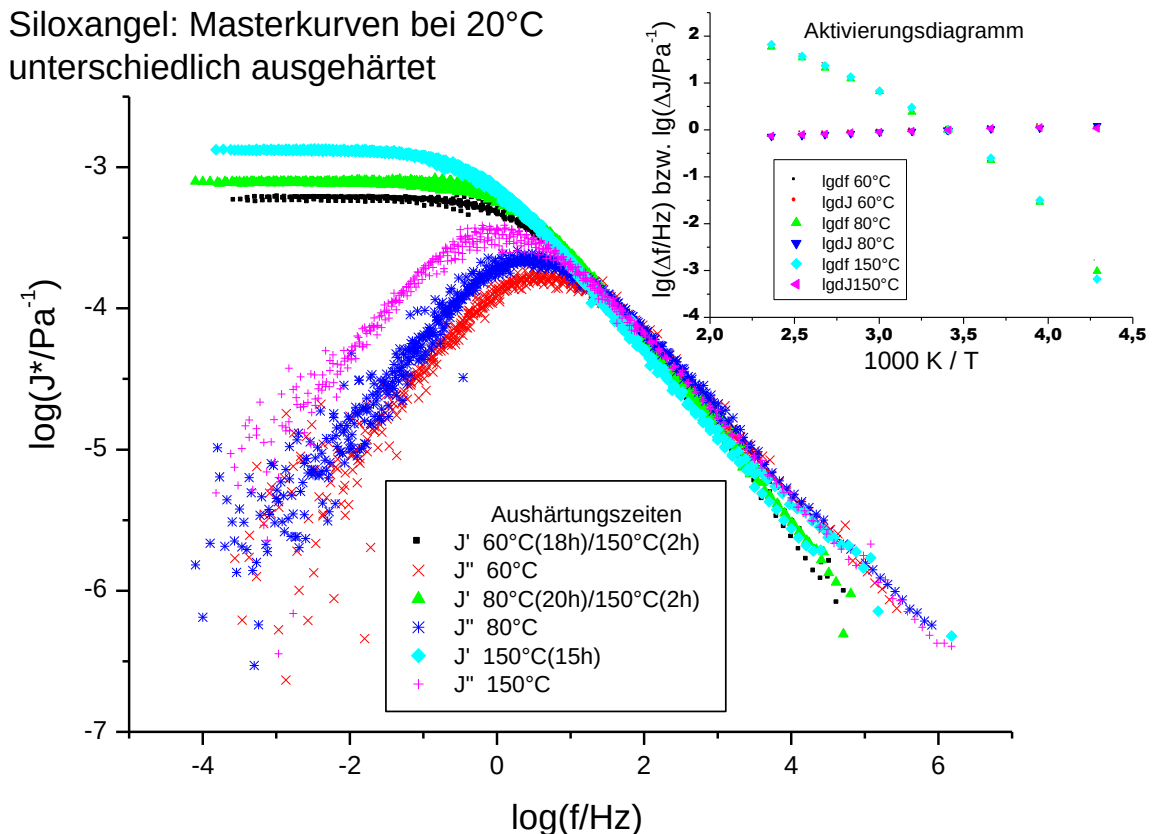


Abbildung 8-4: Siloxangel, 20°C-Masterkuren, ausgehärtet bei verschiedenen Aushärtetemperaturen

Bsp.: Hyaluronan (2009);

8.1.4. CVOR-Infrastruktur für PRV-Messung

Nicht immer wird die Kombination aus CVOR und PRV in Form des erweiterten Frequenzbereichs gefordert. Zur Messung einer Hyaluronanlösung⁴³ mittels PRV war neben der Temperierung vor allem die Spaltnachführung, geregelt auf Normalkraft Null, gefragt. Um ein Austrocknen zu verhindern wurde die Probe mittels einer Silikonölschicht (5mPas) abgedeckt. Mit dem PRV (anstelle der theoretisch

⁴³ Da dieses Material in einer aktuellen Studie verwandt wird, können nähere Informationen zu Konzentration etc. nicht gemacht werden.

denkbaren reinen CVOR-Messung) wird wegen der deutlich niedrigeren Amplitude gemessen.

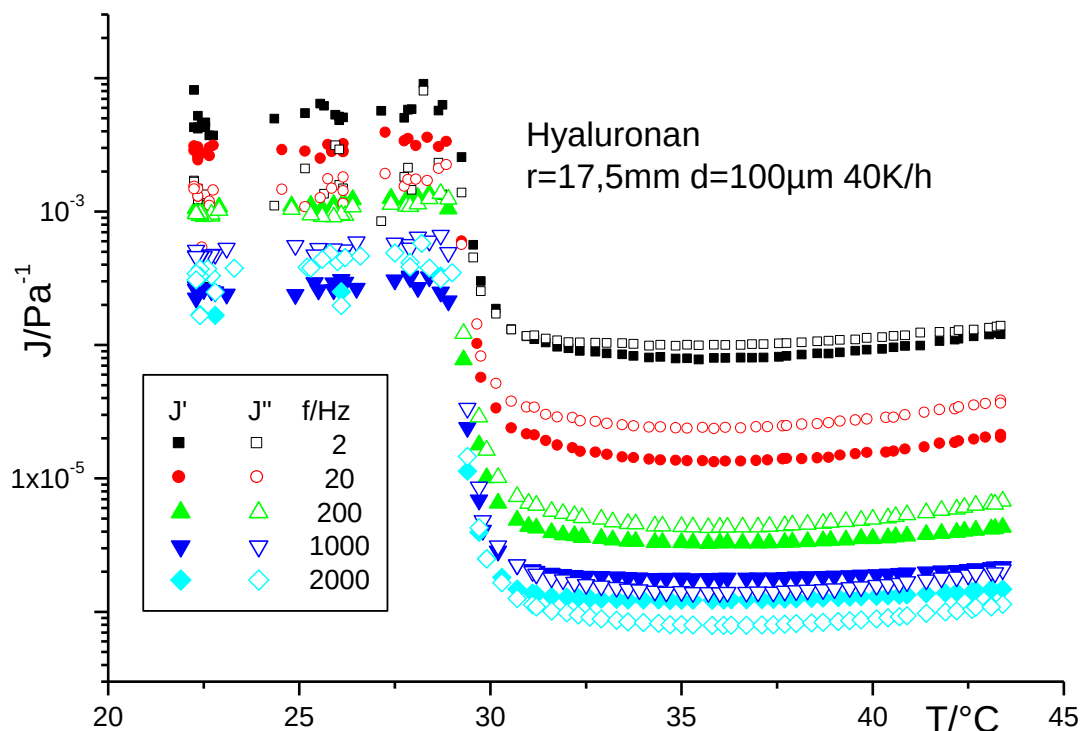


Abbildung 8-5: Hyaluronan, Temperaturrampe mit 40K/h

Ziel der in Abbildung 8-5 aufgetragenen Messung war es, den mit schrumpfender Probendicke verbundenen Gelierungsprozess zu messen, wozu vor allem eine Abkopplung verhindert werden musste, was durch die Kombination möglich wurde.

Da die interne Datenkopplung zwischen beiden Messmodi noch nicht realisiert ist, sind sämtliche Daten mit gleichem Spalt ausgewertet, was bei der unterhalb des Übergangs möglichen Genauigkeit nicht ins Gewicht fällt.

Die starken Schwankungen in der Punktdichte sind unterhalb 27°C der Regelgenauigkeit der nur unzureichend mit flüssigem Stickstoff unterstützten ETC geschuldet. Im Übergang hingegen bestätigen sie den exothermen Charakter des Prozesses.

Neben dem starken Sprung im Gelierungsprozess zeigt sich durchgehend die aus der Erwärmung herrührende Erweichung der Probe.

Bsp.: AK 60000 (2010)

Als klassische Referenzprobe wurde das Siliconöl AK 60000 im Rahmen dieser Arbeit schon mehrfach verwendet. Hier soll es als Beispiel für, zumindest im Niederfrequenzbereich, viskos dominierte Materialien stehen.

8.1.5. Vergleich mehrerer Rheometer und PRVs

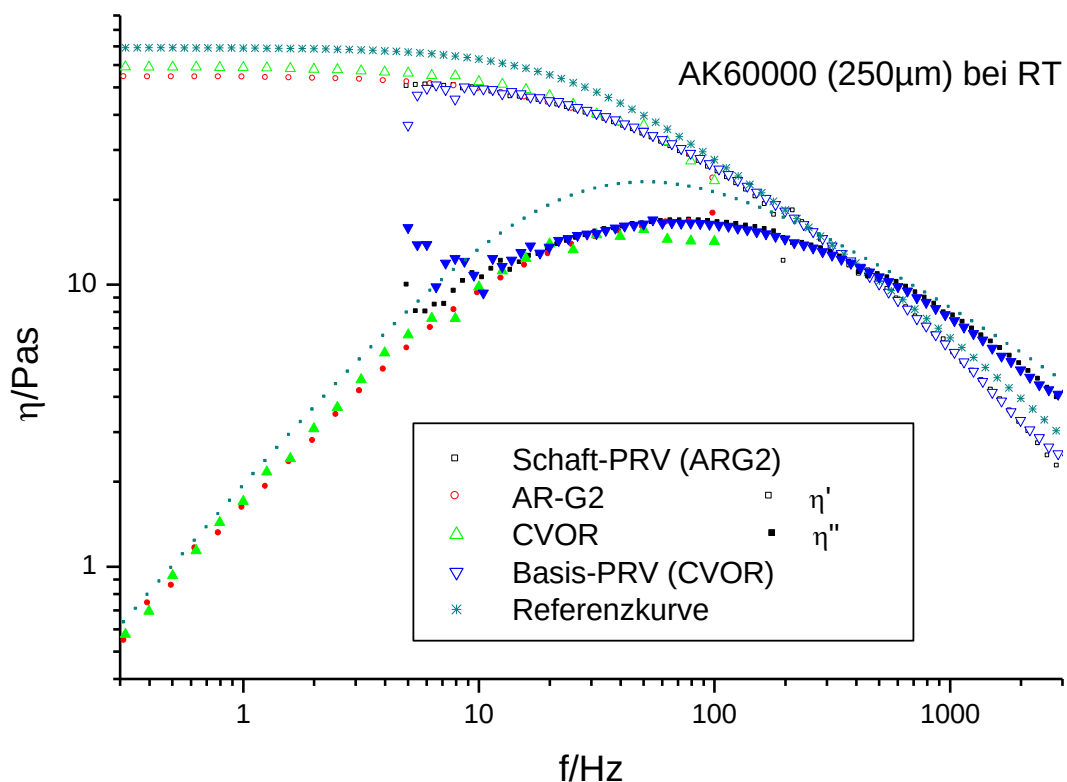


Abbildung 8-6: AK60000 (RT); Gerätevergleich (CVOR und AR-G2 mit PRV)

Das besondere an Abbildung 8-6 ist, dass sie nicht nur den klassischen Vergleich CVOR-Basis-PRV zeigt, sondern zusätzlich noch die Messkurven des AR-G2 (TA-Instruments) samt des darin getesteten Schaft-PRV. Wegen des geeigneteren Maßstabs wurde die Viskosität aufgetragen.

Diese Messung soll, zusätzlich zum PRV-Rheometervergleich, der Gegenüberstellung von jeweils zwei unabhängigen PRVs und Rheometern dienen.

Insgesamt zeigen alle 4 Kurven, außer an den jeweiligen Messbereichsgrenzen, eine ordentliche Übereinstimmung, die der PRVs ist sogar besser als die der

Rheometer. Das neuere AR-G2 misst die hohen Frequenzen besser, als das durch die Tube-Resonanz geschwächte CVOR. Der, mit offenem Schaft und Trägheitsbalken eingesetzte Basis-PRV misst erst ab ca. 20Hz gut, während der Schaft-PRV um ca. 200Hz eine Lücke aufweist. Beide können bei dieser Art Probe ihren Messbereich bis 3kHz ausschöpfen.

Die Differenz zur Standardkurve kann sowohl in einer etwas höheren Messtemperatur, als auch einer anderen Charge des Materials begründet sein.

Bsp.: Semicosil (2010)

8.1.6. Fehlende Übereinstimmung zwischen den Messmodi - Reproduzierbarkeit der Messungen

Neben der Übereinstimmung zwischen den Geräten bzw. Messmodi stellt sich, vor allem bei bereits fertigen elastischen Proben, die Frage nach der Reproduzierbarkeit der Messungen. Denn die Differenzen der Messungen an verschiedenen Materialien sollten im Material selbst und nicht in schlecht platzierten Proben begründet sein.

Am Beispiel eines Siliconkautschuks wird dieser Frage nachgegangen. Die Messreihe umfasst insgesamt 4 Proben (A, B, C, D) derselben Charge die alle im ursprünglichen Zustand und nach unterschiedlicher Lagerung gemessen wurden. Die Messungen erfolgten Isotherm bei 5-6 Temperaturen zwischen -40°C und 150°C sowohl mit PRV- als auch mit CVOR-Modus.

Abbildung 8-7 zeigt die noch ungelagerte Semicosilprobe (Eingangsmessung) gemessen in beiden Modi. Stark auffällig ist die hier nicht gegebene Übereinstimmung der beiden Messsysteme, auf deren vermutete Ursache später noch eingegangen werden soll.

In der Annahme, dass das CVOR als kommerzielles, kalibriertes Gerät verlässliche Werte misst, soll zunächst der Frage nachgegangen werden, ob sich die PRV-Messungen zumindest in sich bestätigen.

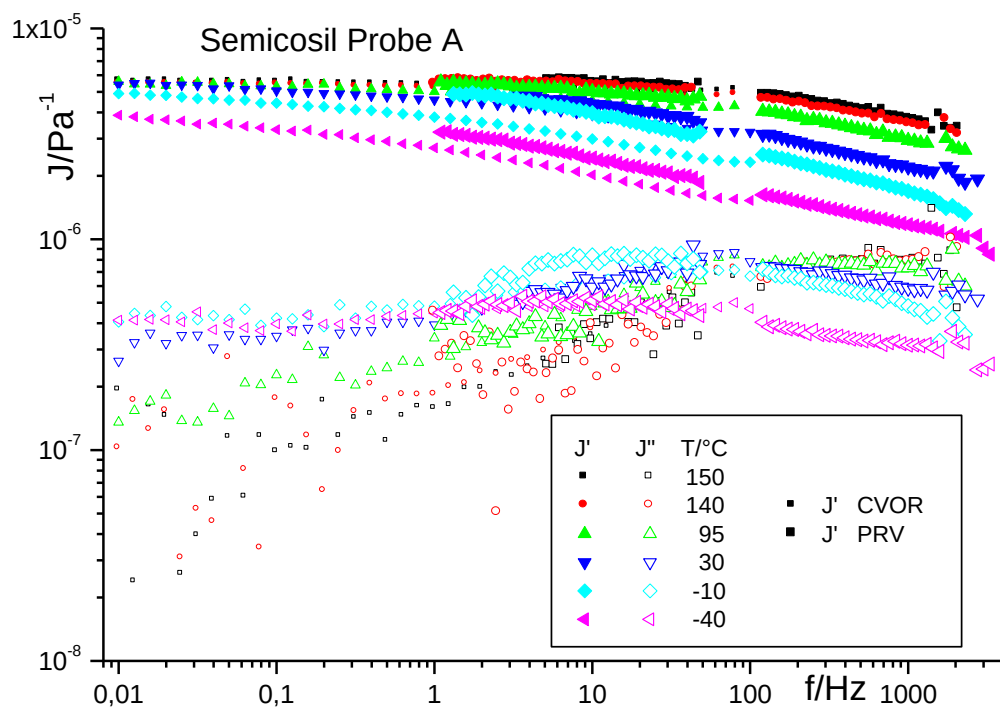


Abbildung 8-7: Semicosilprobe vor Lagerung; Gesamtbereich

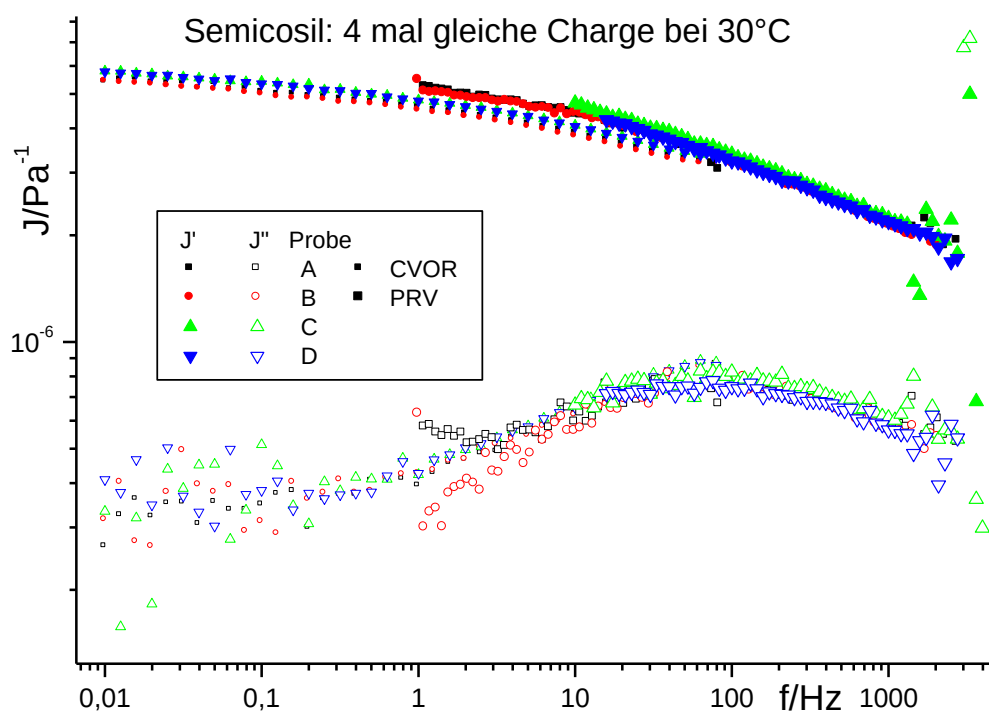


Abbildung 8-8: Semicosil, 4 Proben gleiche Charge im Vergleich bei 30°C

Die 30°C-Eingangsmessung aller vier Proben zeigt Abbildung 8-8. Sämtliche Proben wurden (PRV-Modus) mit Trägheitsbalken gemessen, A und B mit geschlossenem, C und D mit offenem Schaft. Dies beeinflusst natürlich den Messbereich. Abgesehen von Probe C passen alle Messungen sehr gut, doch selbst die Abweichung von C ist immer noch deutlich kleiner als die zur CVOR-Messung. Die starke Streuung zwischen 1 und 2 kHz deutet auf eine, gemessen am Zeitpunkt der Leermessung veränderte, in diesem Fall erhöhte, Raumtemperatur hin. A und B unterhalb 5 Hz bestätigen eher das Erreichen der Messgrenze, die Proben sind in diesem Bereich sehr weich.

Um einen realen Verlauf zu zeigen, sind einige der stark streuenden Punkte nicht, wie bei Auftragsmessungen normal, gelöscht.

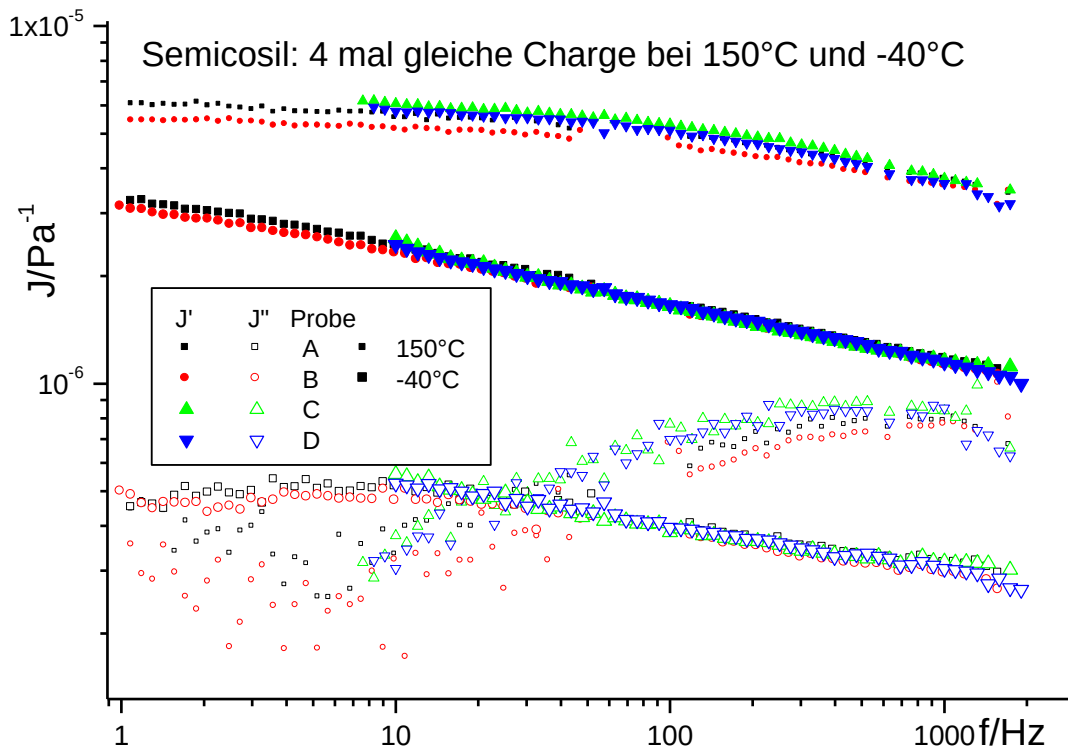


Abbildung 8-9: Semicosil, 4 Proben gleiche Charge im Vergleich bei 150°C und -40°C

Noch näher an der unteren Messgrenze (bzgl. Steifigkeit der Probe) liegen die Messungen bei 150°C, die ebenso wie die bei -40°C in Abbildung 8-9 aufgetragen sind. Der Imaginärteil streut unterhalb 10Hz, Probe B (rote Kurve) weicht relativ stark ab, je weicher sich die Probe verhält umso stärker. Vermutliche Ursache ist eine

falsche Wartezeit bis zur Messung. Gerade an solchen Proben bestätigt sich die Notwendigkeit, alles zur Reduktion des Temperatureinflusses mögliche zu tun.

Ähnliche Qualität, zum Teil sogar eine bessere, wie die 30°C-Kurven haben die bei -40°C. Die höhere Probensteifigkeit nivelliert die prinzipiell ähnlich wie bei 150°C liegenden Fehlereinflüsse.

Mit Ausnahme von Probe B bei 150°C zeigen sich die Messungen als gut reproduzierbar. Vergleicht man die PRV-Messungen mit den CVOR-Messungen (beispielhaft in Abbildung 8-8), so stehen sie diesen in ihrer Übereinstimmung nicht nach.

8.1.7. Überprüfung der Zuverlässigkeit der Messmodi durch Masterung

Da die Differenz der Messwerte aus den beiden Messmodi nicht aus fehlerhafter Messung und Auswertung zu resultieren scheint, soll die Masterung Aufschluss über die Zuverlässigkeit der Messungen geben. Dabei ist bewusst, dass die Relaxationsprozesse in rußgefülltem (darum handelt es sich hier) Semicosil durch den Füller sehr stark beeinflusst sein können [22].

Die Masterung erfolgt sowohl für die Gesamtkurve, als auch, da doch sehr unterschiedlich, für beide Messmodi getrennt. Diese zweite, an sich nicht zulässige Methode, dient einzig und allein dem Zweck, herauszufinden, welche Methode die in sich stimmigeren Ergebnisse liefert.

Die Masterung der Gesamtisothermen zeigt Abbildung 8-10. Im Bereich der hohen Frequenzen (eher mit PRV gemessen) zeigt sich ein, abgesehen von bereits vorher streuenden Punkten, recht gut übereinstimmender Verlauf. Anders die Situation im Bereich der CVOR- Daten.

Da für die Masterung vor allem die deutlich besser ausgeprägte Kontur im PRV-Bereich verwandt wurde, muss überprüft werden, wie sich die reinen CVOR-Kurven zusammenfügen.

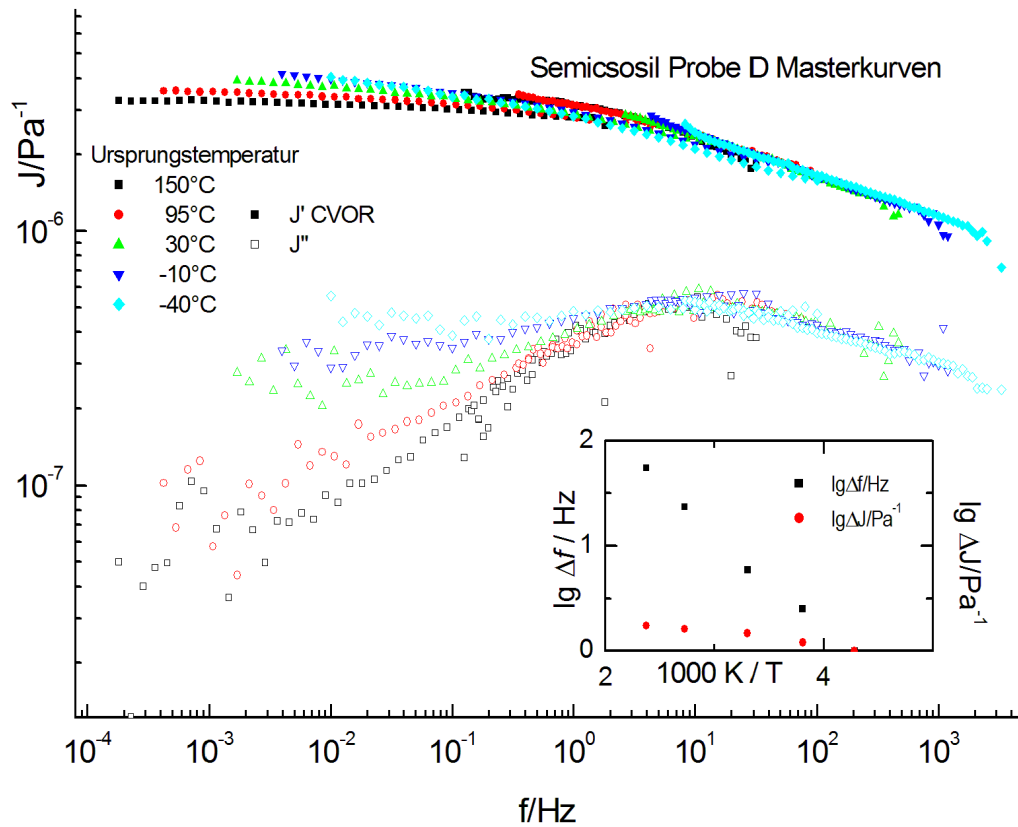


Abbildung 8-10: Semcosil Probe D Masterung gesamt

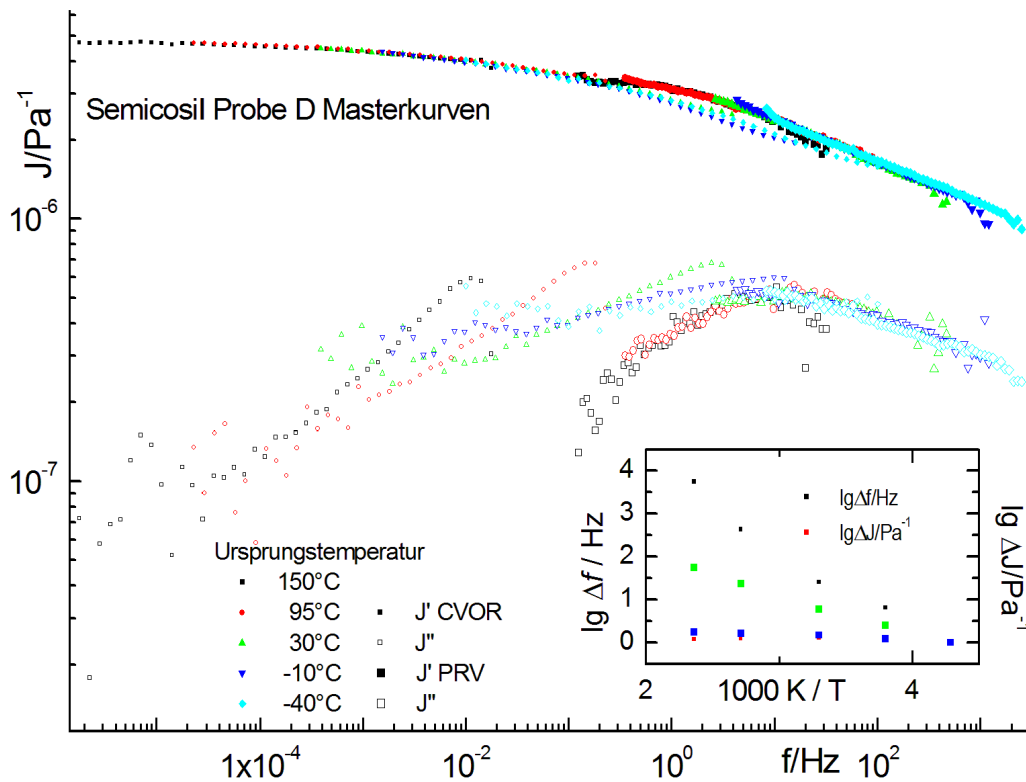


Abbildung 8-11: Semcosil Probe D Masterung getrennt

Diesen reinen CVOR-Verlauf, nochmals im Direktvergleich mit dem reinen PRV-Verlauf, zeigt Abbildung 8-11. Die Realteile allein lassen sich gut aneinander anpassen. die Imaginärteile bilden genauso wenig wie in der Gesamtmasterung eine übereinstimmende Kurve aus.

8.1.8. Ursachen fehlender Übereinstimmung

Begründet sein könnte die fehlende Übereinstimmung im Einfluss der, gemessen am PRV, sehr viel höheren Amplitude der CVOR-Messung.

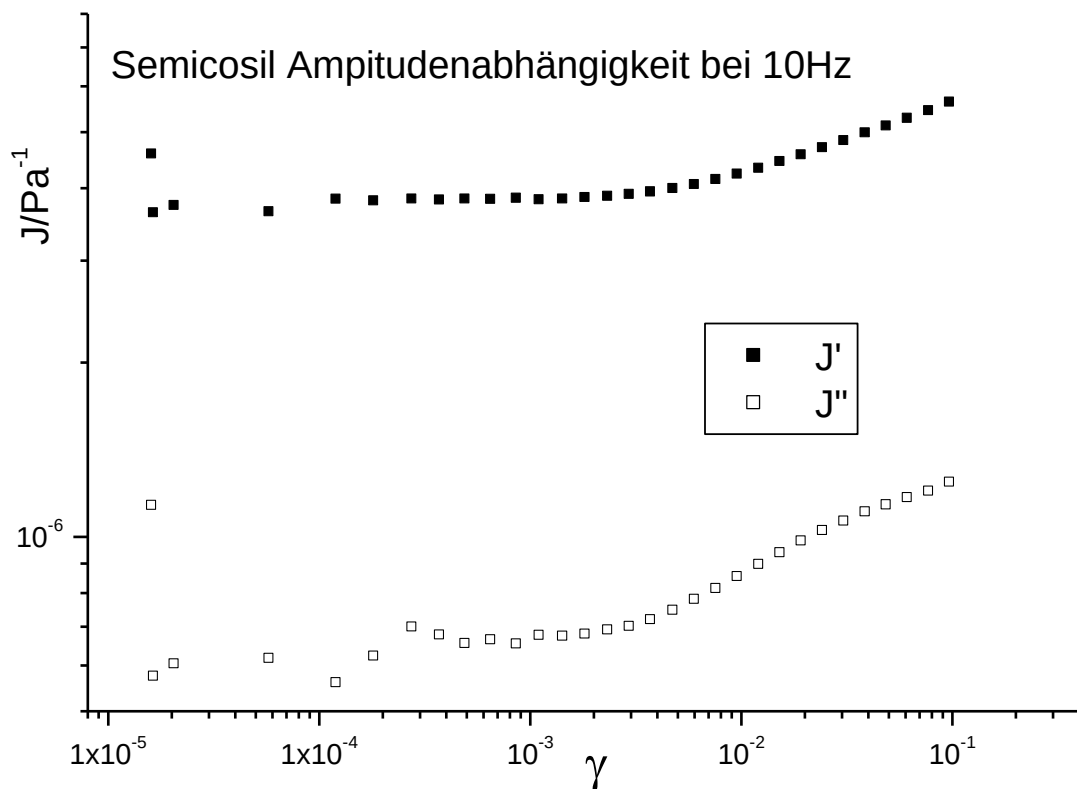


Abbildung 8-12: Semicosil, Amplitudenabhängigkeit bei 10Hz und Raumtemperatur

Eine amplitudenabhängige Messung bei 10Hz zeigt Abbildung 8-12. Bis ca. 0,002 zeigt sich noch keine wesentliche Amplitudenabhängigkeit. Berücksichtigt man, dass der lineare Bereich zu tiefen Frequenzen eher zu als abnimmt, kann dieser Bereich

im ganzen Spektrum unterhalb 10Hz als linear angenommen werden. Die Streuung unterhalb 0,005 resultiert aus der nicht ausreichenden Winkelauflösung des CVOR. Die Amplitude der bisherigen Messungen bewegt sich zwischen 0,0005 und 0,002 dem Bereich also, in dem sich keine Amplitudenabhängigkeit zeigt. Selbst wenn dieser Bereich überschritten wäre, würde die Probe weicher und nicht härter wie es zur Begründung der Differenzen nötig wäre. Mit der Amplitudenabhängigkeit lassen sich die unterschiedlichen Ergebnisse also nicht erklären. Anders sieht es aus, wenn von einem länger anhaltenden Einfluss auf die Probe durch die Rheometermessung ausgegangen wird und deshalb die PRV-Messung am Ende der ganzen (an einer Probe durchgeführten) Messreihe wiederholt und mit der Anfangsmessung verglichen wird.

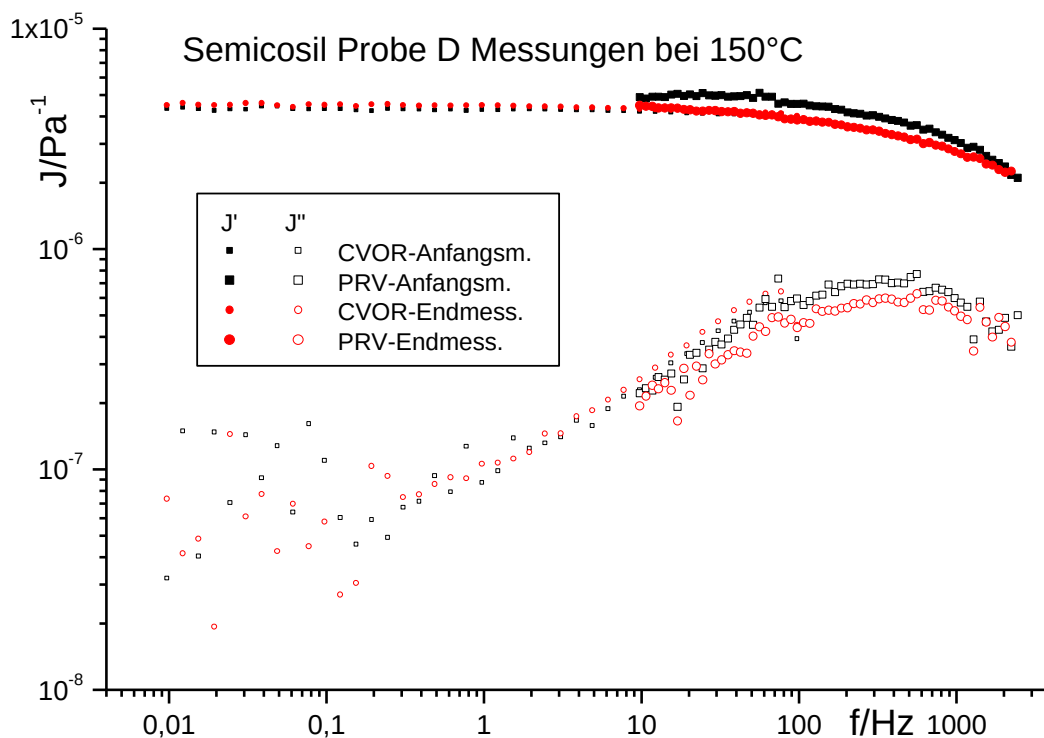


Abbildung 8-13: Semicosil Probe D; Vergleich Anfangs- und Endmessung

Diesen Vergleich zeigt Abbildung 8-13. Probe D (gelagert bei Raumfeuchte) wird standardmäßig, beginnend bei 150°C, bei allen Temperaturen gemessen, anschließend wieder auf 150°C aufgeheizt und erneut gemessen (rote Kurven). Auch dieses mal PRV vor CVOR.

Während sich die CVOR-Messung gut reproduziert, hat sich die PRV-Messung deutlich in Richtung CVOR-Werte verschoben. Die Realteile stimmen sehr gut überein und deuten in Richtung einer länger anhaltenden Veränderung der Probeneigenschaften. Einen gewissen Versatz zeigen die Imaginärteile. Nimmt man gewisse Verschiebungen im Bereich des Überlapps an, was bei derart starkem Frequenzgang gut vorstellbar ist, ergibt sich auch hier eine mögliche Übereinstimmung. Aufgrund der relativen Nähe beider Messungen und der strengen Überwachung der Bedingungen kann die Differenz der beiden PRV-Messungen allenfalls zu kleinen Teilen auf das Gerät zurückgeführt werden.

Ein strenger Beweis ist dieses ein Beispiel nicht, aber doch ein deutlicher Hinweis. Auch die Verformung der Probe, hervorgerufen durch die zur Kopplung notwendige Normalkraft, relaxiert erst im Zeitraum von Stunden oder gar Tagen wieder.

Eine Umkehrung der Reihenfolge würde die Wahrscheinlichkeit übereinstimmender Kurven deutlich erhöhen, die Probeneigenschaften aber vermutlich schlechter bestimmen.

8.2. Kleber - Einsatz im PRV-Bau

Neben Flüssigkeiten und bei Raumtemperatur gummielastischen Proben gehören Kleber zu den häufiger gemessenen Materialien. Da Kleber sehr steif sind und normalerweise auch in sehr dünnen Schichten eingesetzt werden, spielt die Probenträgheit, zumindest in ausgehärtetem Zustand, meist keine Rolle. Durch die Aushärtung im Gerät selbst, welche häufig mit gemessen wird, sind auch alle Präparationsfehler, außer der Gerätejustierung, eliminiert. Die meist kleinen Radien benötigen Probenplatten mit nur sehr geringem Trägheitsmoment, was die Schaftresonanzen hin zu hohen Frequenzen verschiebt. Die sehr hohe Steifigkeit reduziert den Einfluss der Leermessung, erweitert dafür aber den Störbereich der Tuberesonanz, bzw. den mit offener Schaftklemmung nicht messbaren Bereich.

Gewöhnlicherweise erwartet man also einen Messbereich welcher in niederfrequenten Regionen eingeschränkte, dafür aber in hochfrequenten umso bessere Ergebnisse zeigt.

Interessant sind speziell Epoxidharzkleber, weil sie teilweise als Piezokleber in der Spinne verwendet werden.

Die vorgestellten Messungen beschränken sich überwiegend auf den PRV-Modus, könnten aber ausgeweitet werden. Aushärtungsmessungen profitieren generell von vorhandener Normalkraftmessung und evtl. Spaltnachführung.

8.2.1. DELO-DUOPOX 6950 (2006)

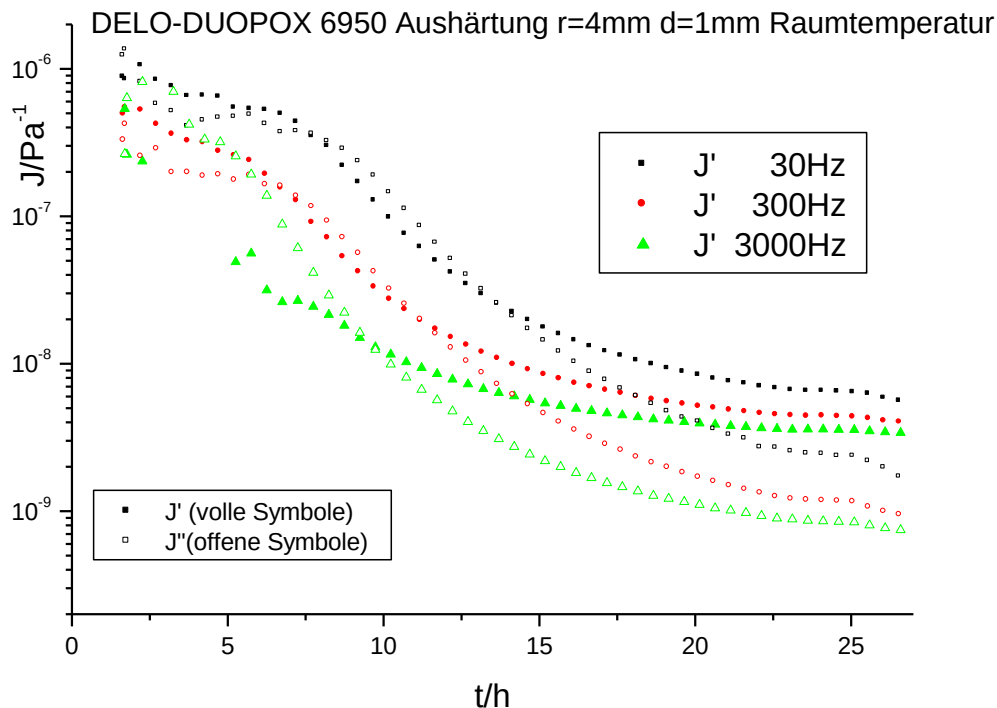


Abbildung 8-14: DELO-DUOPOX 6950 Aushärtung (bei RT)

Die Aushärtung von DELO-DUOPOX 6950 zeigen Abbildungen 8-14 und 8-15. Zum einen bei konstanter Frequenz über der Zeit, zum andern als komplette Frequenzscans zu verschiedenen Zeiten. Die Schichtdicke ist mit 1mm relativ dick gewählt, was messtechnisch betrachtet vor allem für die ausgehärtete Probe eine optimale Geometrie bedeuten sollte. Warum die Kurven oberhalb 2kHz einen Verlauf zeigen, der so nicht sein darf (Probe wird wieder weicher), kann nicht mehr sicher gesagt werden. Vermutlich setzt eine Kippschwingung ein.

Im technischen Datenblatt [12] wird die Aushärtezeit mit 24 Stunden (bei 23°C) angegeben, ein Wert der aus dieser Messung nicht exakt bestätigt werden kann, evtl. wegen zu geringer Raumtemperatur. Für die meisten Einsatzbedingungen ist aber

auch der nach 24h erreichte Zustand ausreichend, könnte die Nachhärtung bereits unter Einsatzbedingungen stattfinden.

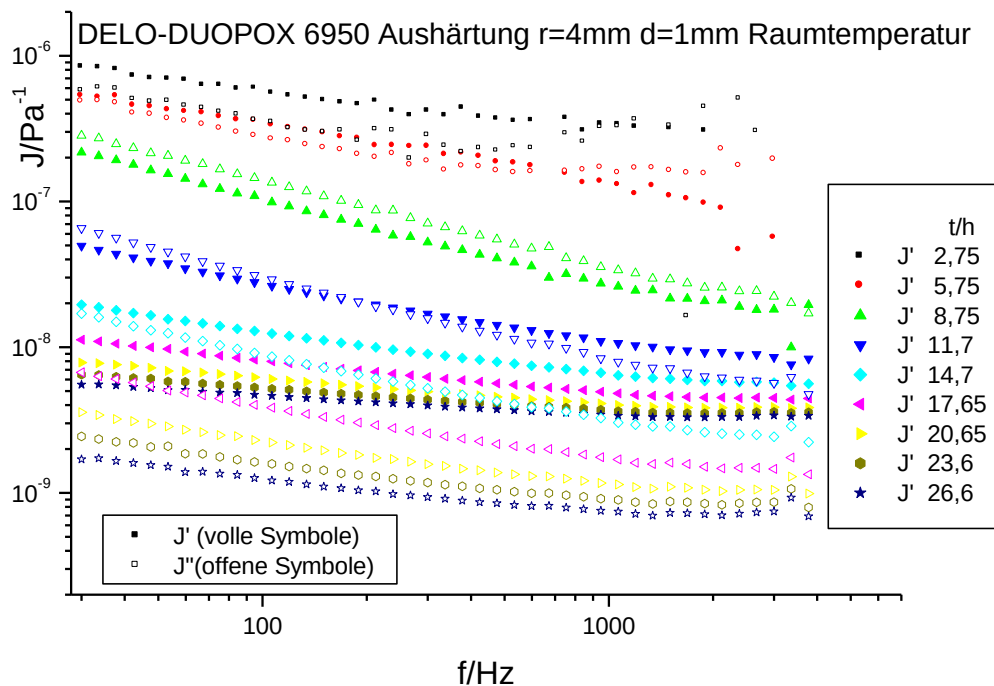


Abbildung 8-15: DELO-DUOPOX 6950 Aushärtung (bei RT)

Für den PRV-Bau wäre die Aushärtezeit, auch wenn eine Kalibrierung damit erst deutlich später als 24 h erfolgen könnte, akzeptabel. Wesentlicher sind der Endzustand bei Raumtemperatur und bis ca. 10K darüber, dem Temperaturbereich also, den der PRV (bzw. seine Speichen) bei Messung tatsächlich annimmt. Werden die Piezos samt Klebung höheren Temperaturen ausgesetzt, darf zwar die Messgenauigkeit abnehmen, dauerhafte Schäden sollten dadurch aber nicht auftreten. Für Epoxidharzkleber ist dies bis zum Gummiplateau der Fall.

Einen Gesamtscan bei Raumtemperatur zeigt Abbildung 8-16. Die Daten stimmen gut mit dem angegebenen E-Modul (800MPa) überein. Trotz der relativ großen Schichtdicke streuen die Rheometerdaten extrem, die Deformation von ca. $2 \cdot 10^{-5}$ (bei 10kPa Schubspannung) ist offensichtlich zu niedrig, bestätigen die PRV-Messung aber grundsätzlich. Die Abweichung oberhalb 2kHz zeigt sich, je steifer die Probe, desto deutlicher.

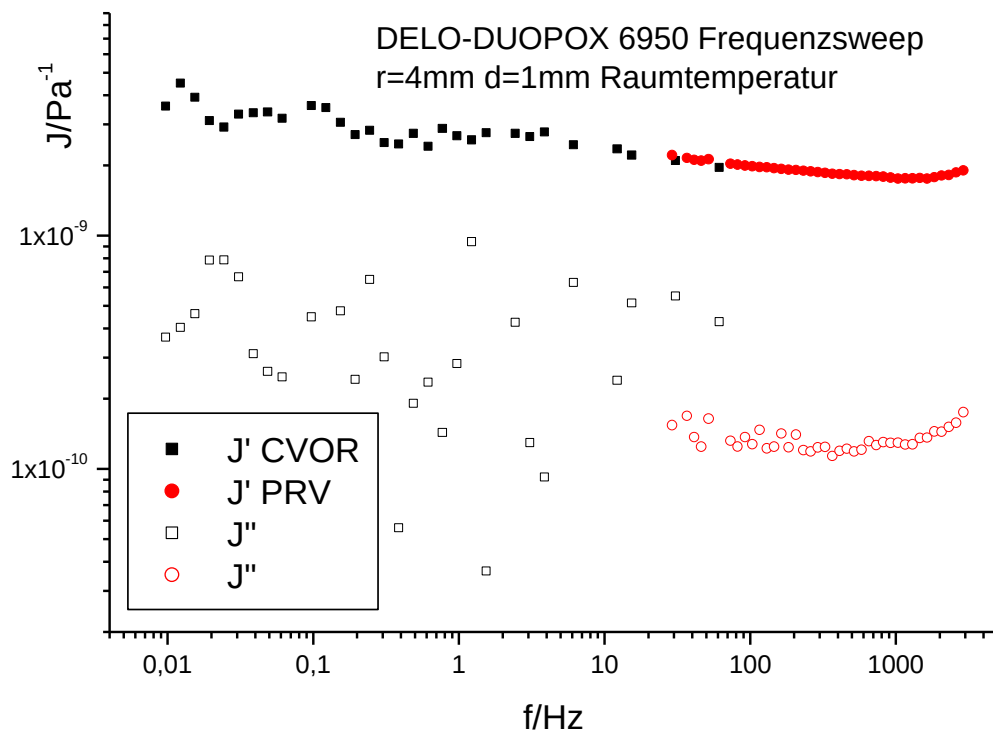


Abbildung 8-16: DELO-DUOPOX 6950 (ausgehärtet) bei Raumtemperatur

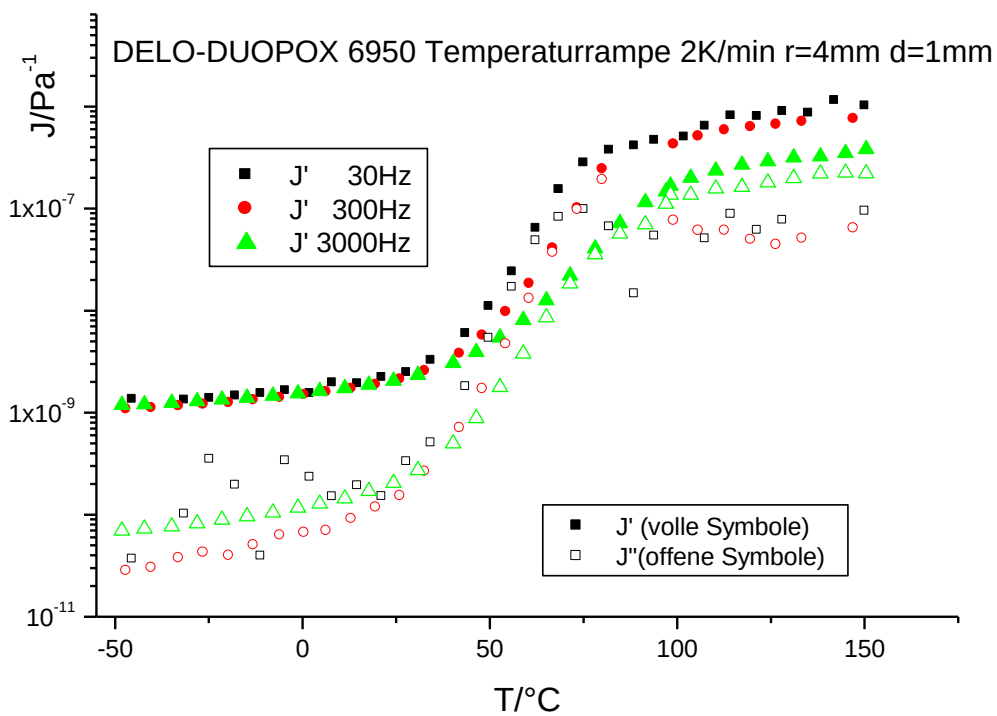


Abbildung 8-17: DELO-DUOPOX 6950; Temperaturrampe

Eine Temperaturrampe zeigt Abbildung 8-17. Die Glasübergangstemperatur bei 57°C kann, da der Effekt an sich frequenzabhängig ist, auch nur ungefähr bestätigt werden. In den im PRV-Einsatz wesentlichen Eigenschaften zeigt er sich aber bis ca. 35°C nahezu stabil.

8.2.2. UHU plus endfest 300; Aushärtung bei 85°C (2008)

Als Kleber tatsächlich zur Anwendung gekommen ist UHU plus endfest 300 [13]. Der vorher verwendete Silberleitkleber wurde ersetzt wegen der zu hohen Aushärtetemperatur, infolge derer es bei und nach Abkühlung, wegen der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten, unweigerlich zu starken Spannungen zwischen dem Speichenmaterial und den Piezos kam. Führen diese Spannungen bis zur Ablösung, so wird die Spinne unbrauchbar.

Aus diesem Grund wird der UHU auch nicht bei maximal erlaubter Aushärtetemperatur ausgehärtet, obwohl dies zu einer höheren Festigkeit führen würde, sondern nur bei ca. 85°C.

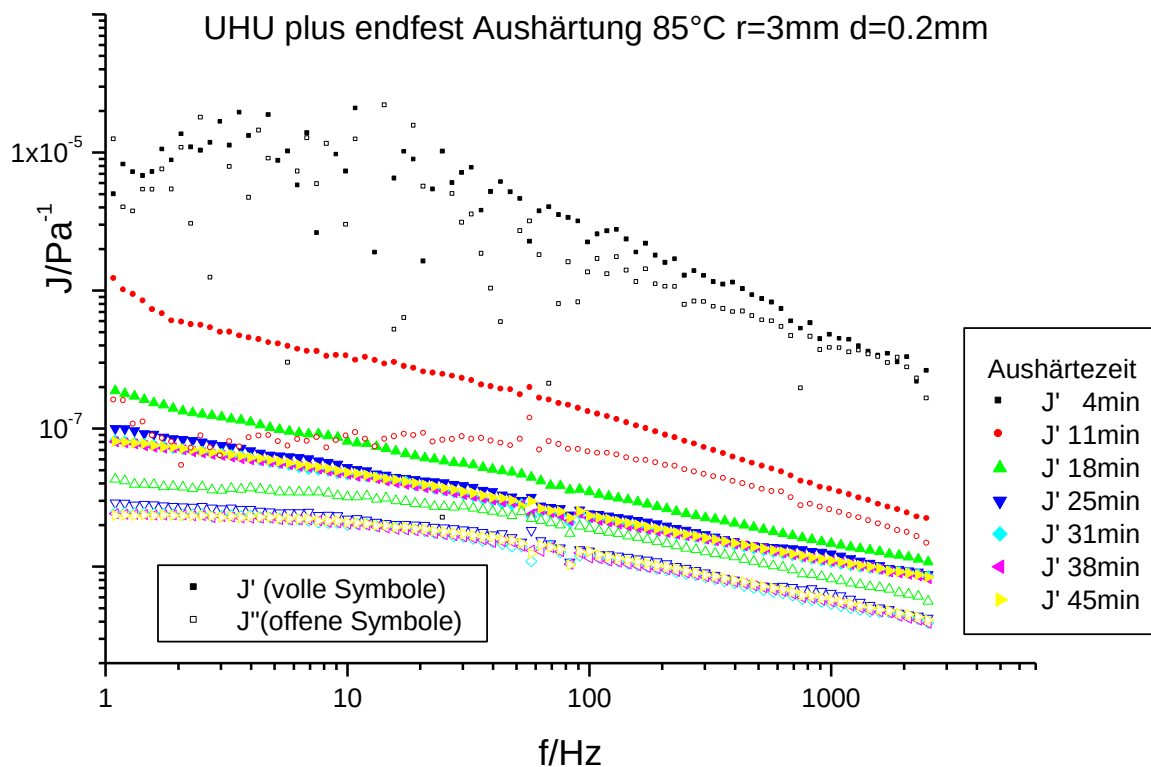


Abbildung 8-18: UHU plus endfest 300 Aushärtung

Die nach ungefähr 30 Minuten vollständig abgeschlossene Aushärtung zeigt Abbildung 8-18 (die Zeitangaben beziehen sich auf einen Mittelwert der ca. 6,5min dauernden Frequenzscans). Da sämtliche, auch die letzten übereinstimmenden Kurven, bei Aushärtetemperatur gemessen wurden muss, um mit anderen Klebern vergleichen zu können, der ausgehärtete Kleber bei verschiedenen Temperaturen (insbesondere RT) gemessen werden.

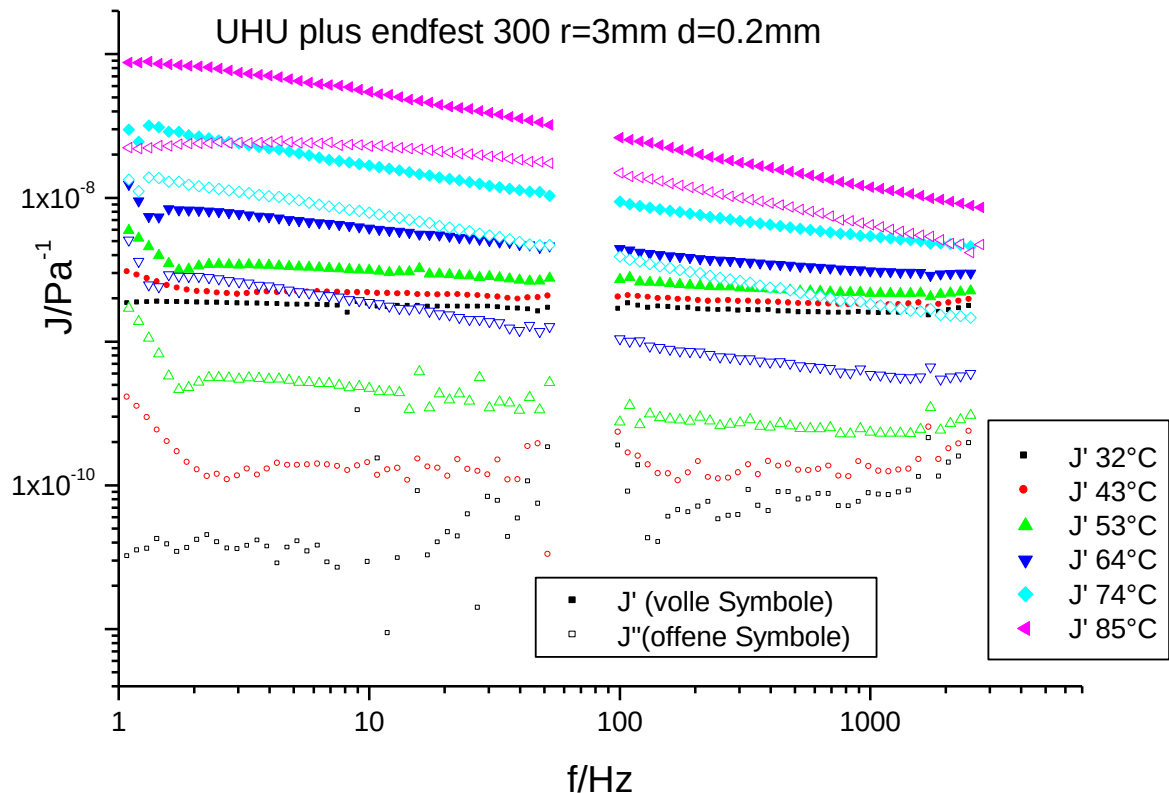


Abbildung 8-19: UHU plus endfest 300 (ausgehärtet bei 85°C); verschiedene Temperaturen

Diese Messungen zeigt Abbildung 8-19, Temperaturscans bei verschiedenen Frequenzen liegen nicht vor.

Bis 43°C, eingeschränkt auch noch bei 53°C lässt der (flache) Verlauf noch recht gute, gleichbleibende Klebeeigenschaften erwarten. Deutlich bessere, als das Datenblatt erwarten lässt.

Noch zu bestimmen wären die Eigenschaften von raumtemperaturgehärtetem Kleber.

8.2.3. J-B Weld AUTO Weld (2010)

Vom Aspekt der Wärmeausdehnung betrachtet, ist eine Aushärtung bei Raumtemperatur ideal. Da das Datenblatt [14] eine hervorragende Eignung erwarten lässt, wird der Kleber von J-B Weld auf seine Eigenschaften geprüft.

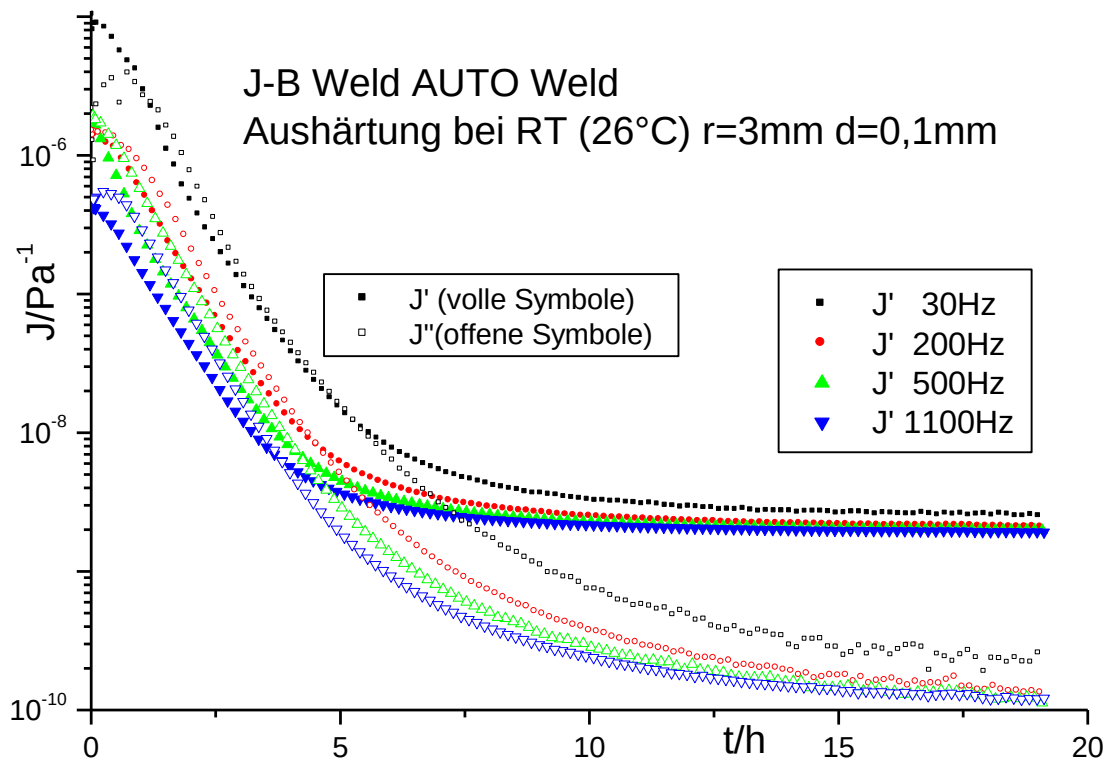


Abbildung 8-20: AUTO Weld, Aushärtung (bei RT)

Den Aushärtungsverlauf zeigt Abbildung 8-20. Der Prozess ist zwar am Ende der Messung noch nicht ganz abgeschlossen, dieser Kleber zeigt aber schon deutlich früher als DELO-DUOPOX gute Klebeeigenschaften, was allerdings auch durch eine geringfügig erhöhte Raumtemperatur beeinflusst sein könnte.

Einen deutlichen Blick auf Stärken und Schwächen der Klebermessung im PRV gibt Abbildung 8-21, welche einen Frequenzscan bei Raumtemperatur zeigt. Die dünne Schicht (realistische Kleberschichtdicke) bewirkt ein relativ hohes D^* von ungefähr 500-700Nm/rad. Der extremen Ausweitung des Bereichs der Resonanzen von Tube und Trägheitsbalken stehen gute Werte um 5Hz und bis knapp 4kHz gegenüber. Da die Messung den Glasübergang noch nicht erfasst (obwohl J'' ihn bereits andeutet), könnte noch problemlos interpoliert werden.

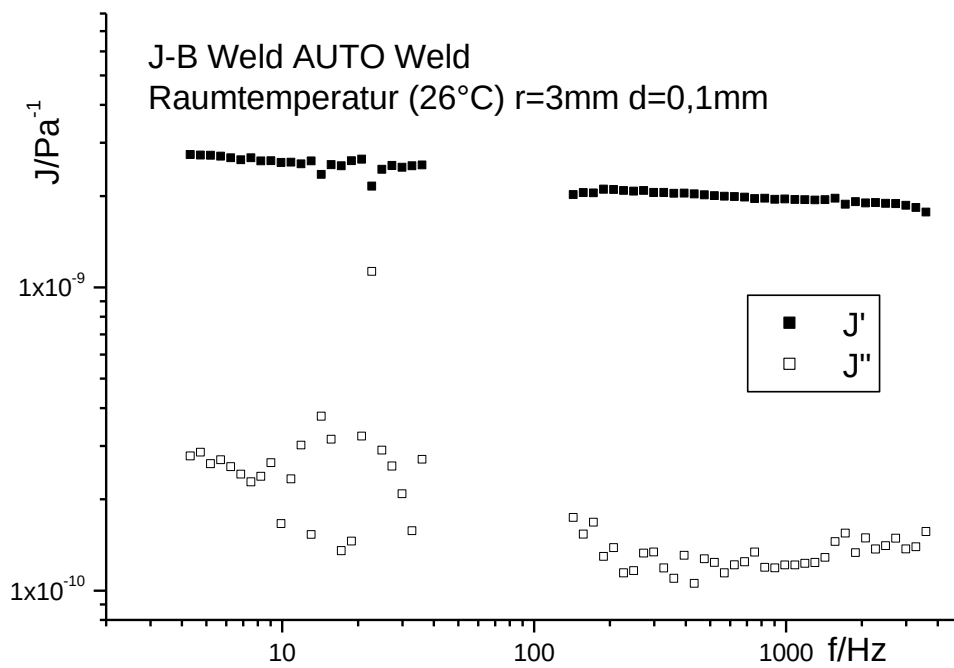


Abbildung 8-21: AUTO Weld (ausgehärtet) bei Raumtemperatur

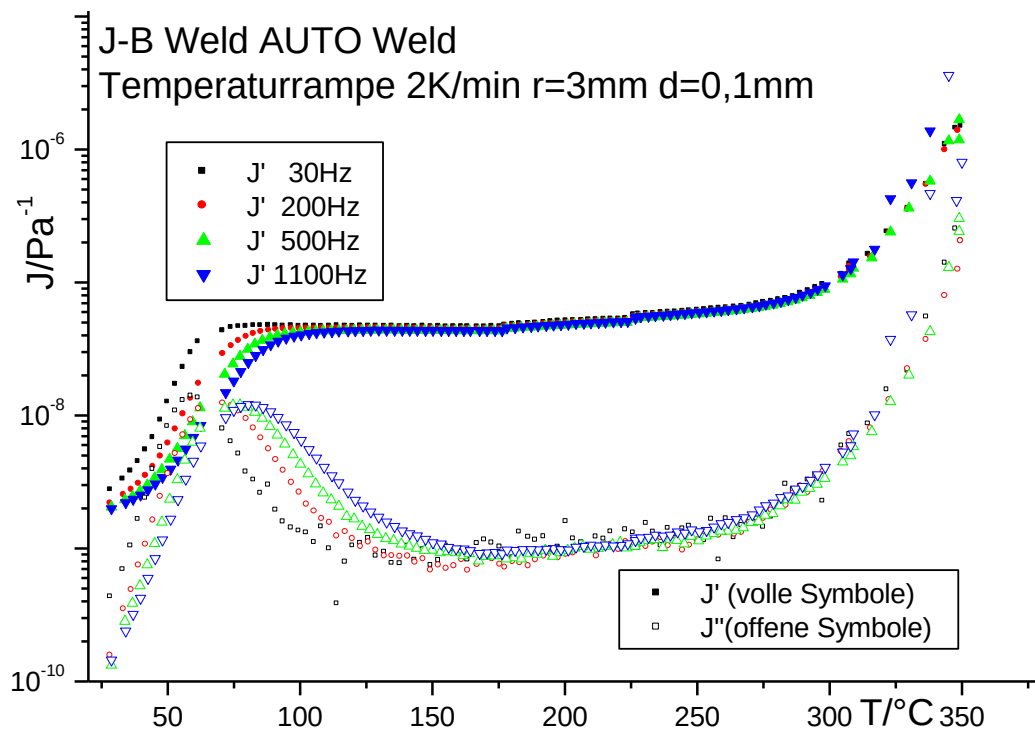


Abbildung 8-22: AUTO Weld (ausgehärtet), Temperaturrampe

Das Verhalten des Klebers kann also zumindest bei Raumtemperatur als nahezu Frequenzunabhängig bezeichnet werden.

Dass der Glasübergang bereits knapp oberhalb der Raumtemperatur einsetzt zeigt Abbildung 8-22. Immerhin bis ca. 300°C reicht das gummielastische Plateau. Eine Depolarisierung der Piezos würde also eher geschehen, als dass der Kleber sich löst.

Positiv zu bemerken ist das, im Vergleich mit den anderen beiden Klebern, deutlich steifere Gummiplateau.

8.2.4. Klebvergleich

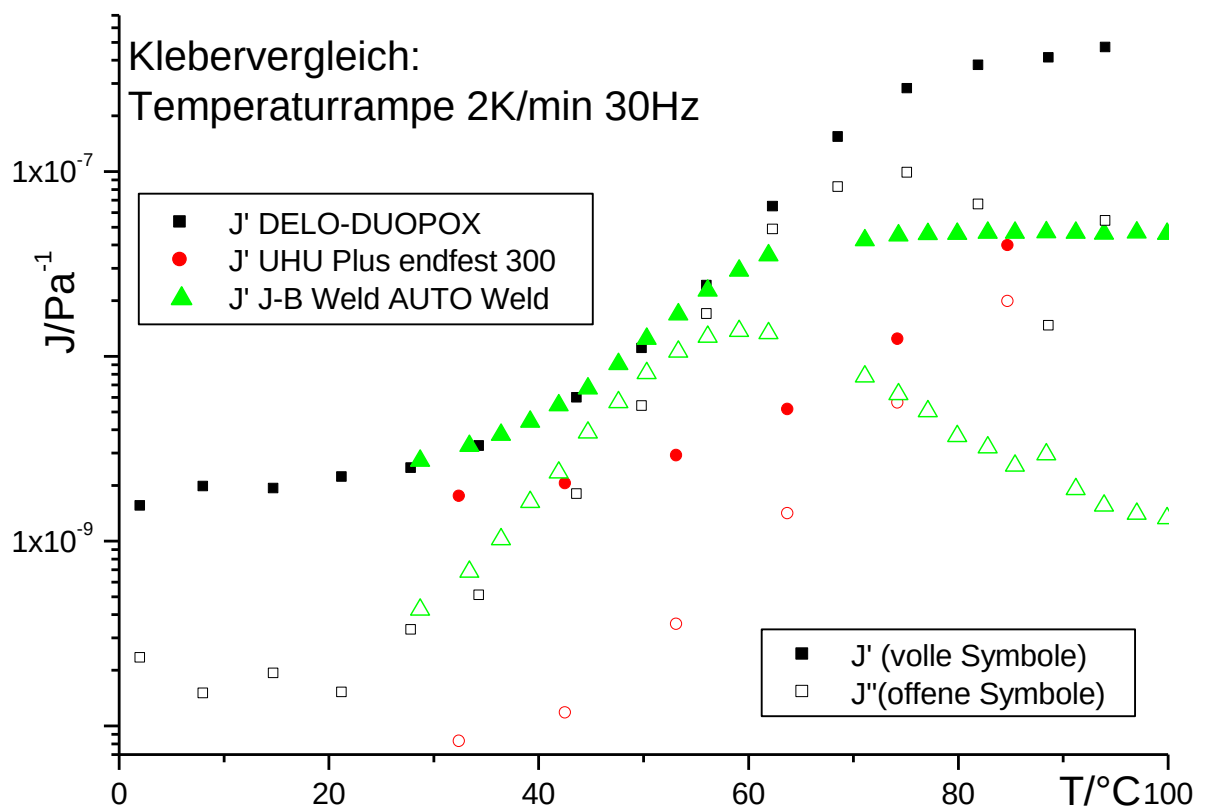


Abbildung 8-23: Vergleich Temperaturrampe von drei Klebern

Da das Ideal allerdings ein möglichst fester Kleber im relevanten Temperatursegment ist, werden zum Vergleich alle drei Kleber⁴⁴ bei 30Hz von Raumtemperatur (oder tiefer) bis durch den Glasübergang (sofern Daten vorhanden) aufgetragen.

Als logische Folgerung dieser Auftragung, Abbildung 8-23, muss eindeutig UHU Plus als geeignetster Kleber für die PRV-Piezoelemente gesehen werden. Entscheidend ist die deutlich höhere Glasübergangstemperatur⁴⁵, welche die Verwendbarkeit des PRV auch bei höheren Speichentemperaturen sicherstellt.

Für einen erweiterten Vergleich wären Daten von raumtemperaturgehärteten UHU Plus sinnvoll, die, wie bereits erwähnt, leider nicht zur Verfügung stehen.

⁴⁴ Da bei der Fertigung unterschiedliche Aushärtebedingungen erfüllt werden können, ist dieser sich rein auf den jeweiligen Endzustand beziehende Vergleich erlaubt. Die individuellen Aushärtebedingungen sind im jeweiligen Abschnitt beschrieben.

⁴⁵ Eine höhere Glasübergangstemperatur allein sagt noch nichts Wesentliches aus, dies sieht man am Vergleich von DUOPOX und AUTO Weld. Bei nahezu identischem Verlauf zwischen 30 und 60°C liegt die Glasübergangstemperatur des DUOPOX nur deshalb höher weil er in ein höheres (weicherer) Gummiplateau mündet.

9. Dielektrische Messungen im PRV

Neben dem klassischen PRV-Aufbau wurde auch ein solcher Aufbau entwickelt, welcher, ebenfalls an der gleichen Probe, zusätzlich dielektrische Messungen ermöglicht.

9.1. Dielektrischer Messaufbau im PRV

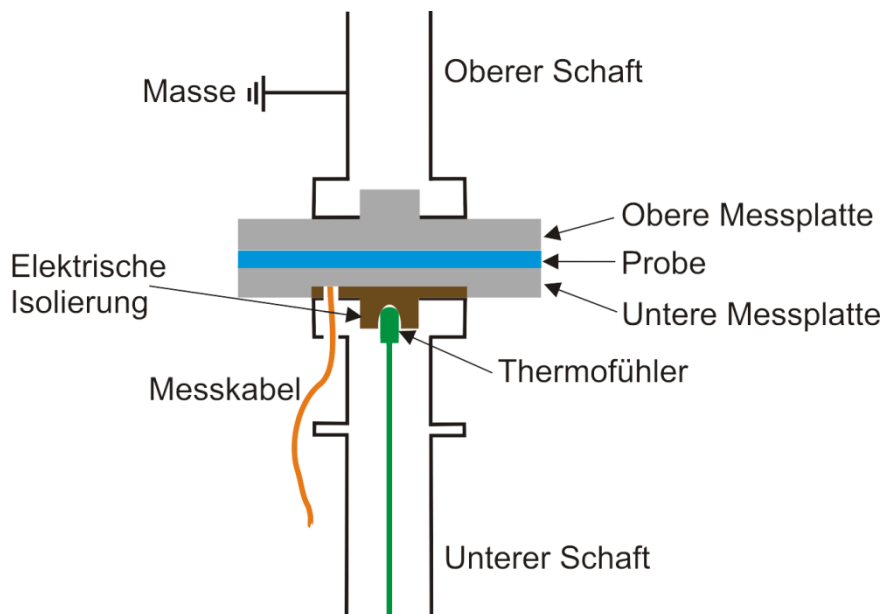


Abbildung 9-1: Dielektrische Messung, schematischer Aufbau

Ein PRV-Spezialaufbau, in Abbildung 9-1 schematisch dargestellt, erlaubt es nicht nur den Messbereich des Rheometers durch das PRV zu erweitern, sondern auch zusätzlich dielektrische Messungen an der Probe durchzuführen.

Die Probe wird als Dielektrikum zwischen die beiden als Kondensatorplatten wirkenden Messplatten gebracht und ein oszillierendes elektrisches Feld angelegt. Die Besonderheit dieser PRV-Variante ist, dass ihre Messplatte vom Unterteil elektrisch isoliert und an den Eingang des Lock-In-Verstärkers angeschlossen ist und ihr oberer Schaft auf Erdpotential liegt.

Der Anschluss des PRV an den Lock-In ist in Abbildung 9-2, dem Schaltbild des für dielektrische Messungen verwandten Messaufbaus gezeigt. Der in Abbildung 9-1 dargestellte Ausschnitt umfasst ausschließlich den rechts unten liegenden Bereich des Schaltbildes (Kabel, Probe und Massepotential).

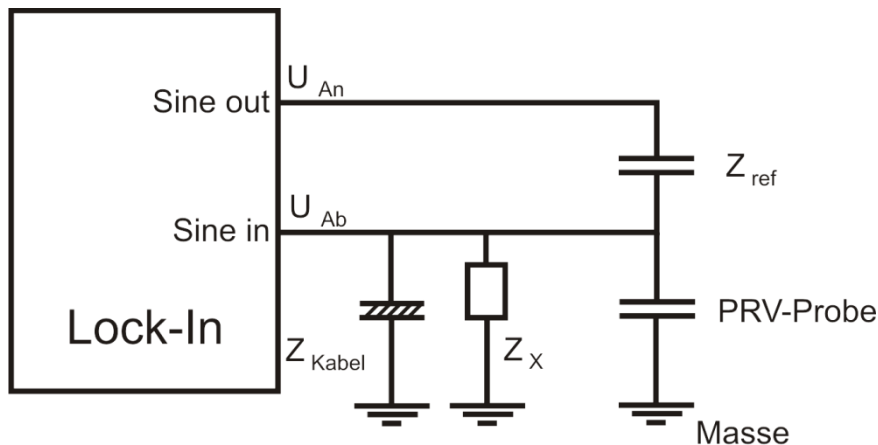


Abbildung 9-2: Dielektrische Messung, Schaltbild

Für die Impedanzen gelten folgende Werte:

- $Z_{\text{Kabel}} = C_{\text{Kabel}} \approx 700\text{pF}$ (Impedanz des Messkabels)
- $Z_X = R_X \approx 10\text{M}\Omega$ (Eingangswiderstand des Lock-In-Verstärkers)
- $Z_{\text{ref}} = C_{\text{ref}} \approx 1\text{nF}$ (Referenzimpedanz)

9.2. Dielektrische Messung

9.2.1. Das Prinzip der dielektrischen Messung

[20: Kap.2] In Untersuchungen zur dielektrischen Relaxation betrachtet man die Reorientierung permanenter molekularer Dipolmomente dielektrischer Substanzen in einem äußeren elektrischen Wechselfeld, welches in diesem Fall die Störung des Systems darstellt.

Unter Annahme von:

$$E^*(t) = E_0^* e^{i\omega t} \quad (\text{angelegtes elektrisches Feld}) \quad (9-1)$$

und: $D^*(t) = D_0^* e^{(i\omega t - \delta)}$ (dielektrische Verschiebung) (9-2)

gilt im zeitabhängigen elektrischen Feld für die komplexe Dielektrizitätskonstante auch dielektrische Funktion genannt:

$$D^*(t) = \varepsilon_0 \varepsilon^*(\omega) E^*(t) \quad \text{mit:} \quad \varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) \quad (9-3)$$

Analog zur PRV-Messung gilt (δ : Winkel um den D^* gegenüber E^* verschoben ist)

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_0 \cos(\delta(\omega)) \quad \text{sowie} \quad \varepsilon''(\omega) = \varepsilon_0 \sin(\delta(\omega))$$

$$\text{mit: } \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} = \tan(\delta(\omega)) \quad (\text{dielektrischer Verlustfaktor}) \quad (9-4)$$

$$\text{bzw. } \delta(\omega) \quad (\text{dielektrischer Verlustwinkel})$$

9.2.2. Messung mit PRV-Programm

Wie im (rheologischen) PRV-Modus besteht auch die dielektrischen Messung aus einer mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers gemachten, Kombination aus Leer- und Beladenmessung⁴⁶. Die parallel zur Probe geschalteten Impedanzen heben sich damit auf und in die Auswertung fließt deshalb nur $Z_{\text{ref}} (= C_{\text{ref}})$ ein.

Wird mit PRV-Programm gemessen, so gilt bei richtiger Wahl der Parameter (siehe Anhang):

$$\left(\frac{U_{\text{out}}}{U_{\text{in}}} \right)_{\text{loaded}} - \left(\frac{U_{\text{out}}}{U_{\text{in}}} \right)_{\text{empty}} = \left(\frac{1}{U_{\text{rel}}} \right)_{\text{loaded}} - \left(\frac{1}{U_{\text{rel}}} \right)_{\text{empty}} = \frac{\pi R^4}{2dEK} (G'_{\text{pseudo}} + iG''_{\text{pseudo}}) \quad (9-5)$$

G_{pseudo} ist bei dieser Messung eine fiktive geräteinterne Größe, bestimmt analog zu G bei PRV-Messung.

$$\text{Mit der Wahl von (im PRV-Messprogramm):} \quad EK = \frac{C_{\text{ref}} R^2}{2\varepsilon_0} \quad (9-6)$$

(EK ist in dieser Anwendung die, als Analogon zur PRV-Kalibrierkonstante/Kap.4.6. gewählte, „dielektrische Kalibrierkonstante“)

und: Phase=0

$$\text{folgt die Entsprechung: } \varepsilon' - 1 = G''_{\text{pseudo}} \quad (9-7)$$

$$\varepsilon'' = G'_{\text{pseudo}} \quad (9-8)$$

In der Ergebnisdatei für dielektrische Messungen werden nur noch $\varepsilon' - 1$ und ε'' angezeigt.

⁴⁶ In manchen, anderen Aufbauten werden Leer- und Beladenmessung auch an zwei identischen Aufbauten gleichzeitig gemacht.

9.3. Beispiele dielektrischer Messung

Eine einfache Prüfung der Messgenauigkeit kann mit einem Silicon-Oel erfolgen, wo bekannt [18] ist, dass die Dielektrizitätskonstante im hier relevanten Frequenzbereich praktisch unabhängig von der Frequenz ist ($\epsilon' = 2,9$ und ϵ'' sehr klein).

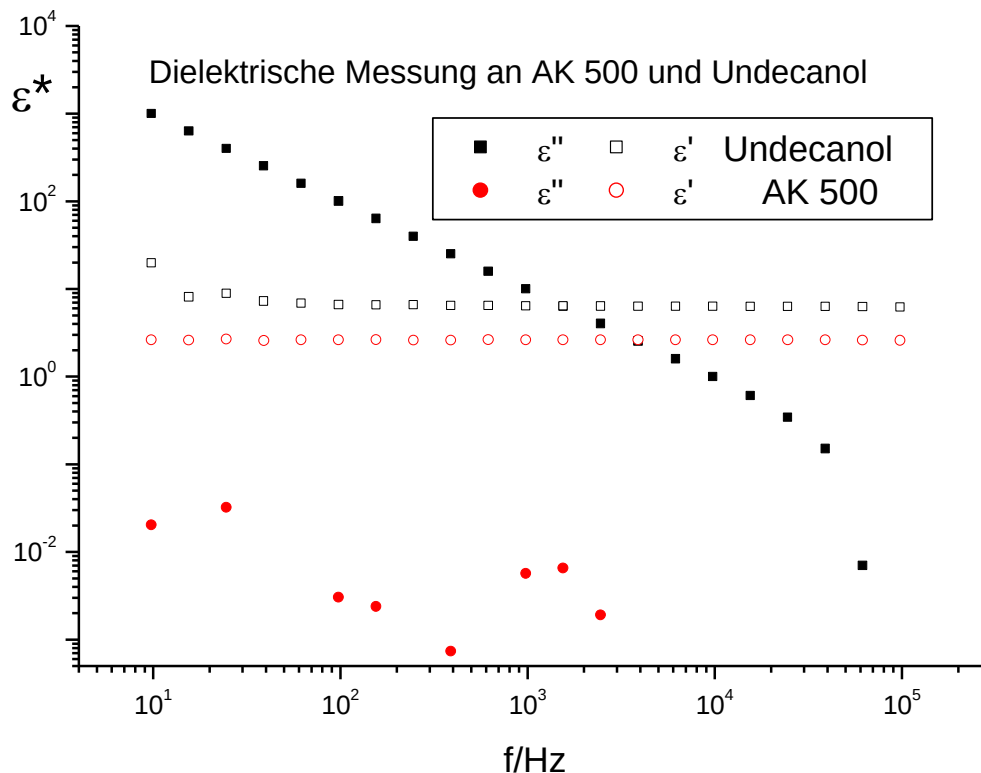


Abbildung 9-3: Dielektrische Messung an AK 500 und Undecanol

Abbildung 9-3 zeigt u.a. eine Messung am Siliconöl AK 500. Der angedeutete Anstieg des Imaginärteils zu tiefen Frequenzen hin ist auf ionische Verunreinigungen zurückzuführen, denen eine Leitfähigkeit σ zugeordnet werden kann, für die gilt [21]:

$$\sigma = i\omega\epsilon'' \quad (9-9)$$

Als weiteres Messbeispiel zeigt Abbildung 9-3 Undecanol, wo sich der Realteil im hier untersuchten Frequenzbereich ebenfalls unabhängig von der Frequenz zeigt. Aufgrund der hier vorliegenden OH-Gruppen ist jedoch eine höhere Ionenkonzentration als Verunreinigung zu erwarten, was den weit höheren ϵ'' -Daten entspricht. Es ist auch deutlich zu sehen, dass die Leitfähigkeit σ unabhängig von der Frequenz ist, was bedeutet, dass ϵ'' reziprok zur Frequenz ist (siehe oben).

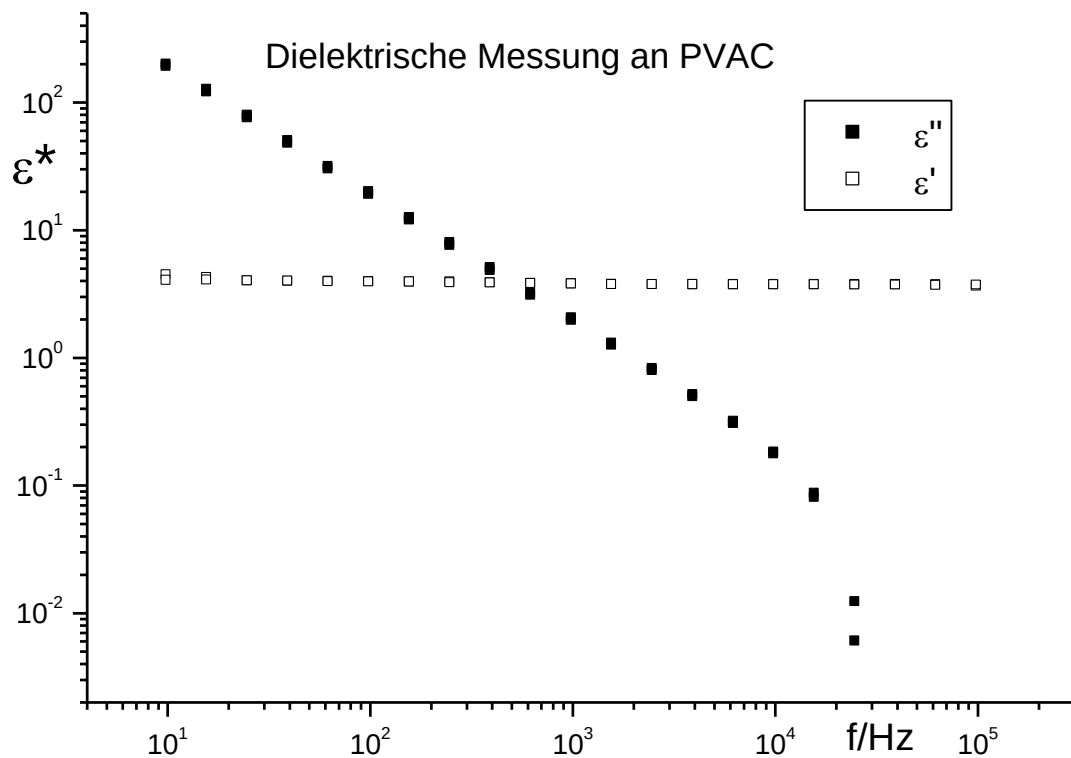


Abbildung 9-4: Dielektrische Messung an PVAC

Leitfähigkeit durch ionische Verunreinigungen zeigen auch Polymerschmelzen oberhalb der Glasstemperatur. Als Beispiel ist eine Messung an Polyvinylacetat bei 170 °C in Abbildung 9-4 aufgetragen. Die Glasstemperatur von PVAC ist 40 °C [19]. Durch Messung dieser Leitfähigkeit können beispielsweise chemische Reaktionen, wie Vernetzung, Degradation usw. überwacht werden.

10. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene Möglichkeiten vorgestellt, den Messbereich von herkömmlichen Rheometern zu erweitern. Den Schwerpunkt bildet die Erweiterung des Frequenzbereichs (bei oszillatorischer Messung) mittels PRV in den kHz-Bereich, bei nur einer Präparation.

Es konnte gezeigt werden, dass der PRV sowohl auf der Gegenseite des rheologischen Messsystems („Basis-PRV“, nur mit Temperierkammer), als auch in das System direkt integriert werden kann („Schaft-PRV“, prinzipiell für alle Temperiersysteme möglich). Diese Integration ist möglich, ohne die eigentliche Rheometerfunktion wesentlich zu beeinträchtigen. Beide Systeme fordern eine zwar aufwändige, für weite Teile des Messbereichs aber mögliche rechnerische Korrektur. Ermöglicht wurde dies durch die Modellierung der rheologischen Gesamtsysteme als dynamische Drehschwingsysteme.

Am PRV selbst konnten entscheidende Verbesserungen vorgenommen werden, welche die Einsatzmöglichkeiten sowohl im stand-alone-Betrieb, als auch in der Rheometerkombination erweitern. Ein noch nicht zufriedenstellend gelöstes Problem, stellt der Einfluss der ins PRV strömenden Wärme dar. Ungeregelte Kühlsysteme können ihn zwar begrenzen, doch sind gleiche Bedingungen (Temperatur und – vorlauf) für Leer- und Beladenmessung bei den meisten Proben zwingend.

Anhand von Messbeispielen konnten sowohl der erweiterte Messbereich (Rheometer plus PRV), als auch die Vorteile und erweiterten Möglichkeiten, die sich für eine reine PRV-Messung (mit ihrer deutlich niedrigeren Anregungsamplitude, die die Probe in keiner Weise beeinflusst) durch die Nutzung der vom Rheometer zur Verfügung gestellten Infrastruktur ergeben, gezeigt werden. Die weitgehende Übereinstimmung der Messung mit beiden Messmodi wurde demonstriert, aber auch Gründe für evtl. Abweichungen diskutiert.

Anhand dieser Ergebnisse kann der integrierte PRV als deutlicher Wertgewinn für kommerzielle Rheometer bestätigt werden.

In Zukunft muss der PRV mit, in ihrer Wirkung weitgehend temperaturunabhängigen, Materialien für Spinne und Schaft optimiert und/oder eine echte geregelte Temperierung implementiert werden. Ziel ist es, sämtliche Messungen bei denen mit

gleicher Messplatte gearbeitet wird, unter Verwendung nur einer Leermessung machen zu können.

Ein weiterer wichtiger Schritt ist die Konstruktion einer präzisen, automatisierbaren Arretierung, sowohl für den Schaft-PRV, als auch, im Falle des Einsatzes eines Basis-PRV, für den oberen Schaft. Neben sehr steifen Arretierungen, welche nur sehr schwer erfüllbare Bedingungen an die Justage stellen, kann auch mit weicheren, klar modellierbaren Systemen gearbeitet werden.

Ein dritter Schritt ist, den Messbereich jenseits der Schaftresonanz(en) zu erschließen. Erste Versuche mit sehr steifen Spinnen (ca. 1000Nm/rad) ergaben zwar ordentliche Werte für Leer- und Beladenmessung, für den Schermodul etc. aber deutliche Abweichungen vom erwarteten Verlauf. Dieser wurde teilweise mittels Masterung, teilweise mit anderen Messgeräten (s. Einleitung) bestimmt. Aufgrund ihrer Unzulänglichkeit werden die bisherigen Ergebnisse in dieser Arbeit nicht präsentiert.

Ein ebenfalls erst marginal bearbeitetes und deshalb noch weiter zu untersuchendes Arbeitsfeld ist das der direkten Kombination beider Messmodi, beispielsweise PRV-Messung an einer gesicherten Probe.

Neben der, für Rheometer ebenfalls immer wieder notwendigen, Entwicklung weiterer Probenhalter (welche z.B. Feuchtigkeitsdiffusion, UV-Einfluss etc. ermöglichen), auch mit anderer als Platte-Platte-Geometrie, was andere Terme zur Korrektur der Probenträgheit erfordert, sind vor allem Arbeiten an der Messsoftware notwendig. Neben der direkten Weiterentwicklung, welche vor allem mehr Laufstabilität, sowohl für kritische Messpunkte⁴⁷ als auch aktuelle Betriebssysteme, bringen soll, ist eine Integration ins Messprogramm des Rheometers sinnvoll. Diese Integration dient nicht nur der Nutzerfreundlichkeit, sondern trägt auch dazu bei, da sie den Einsatz automatischer Sicherungssysteme ermöglicht, Beschädigungen zu verhindern. Darüber hinaus sollen wichtige Daten wie Temperatur, Normalkraft und Spalt auch im PRV-Programm verwertet werden können und ein evtl. automatisierter Wechsel zwischen den Messmodi ermöglicht werden. Letztlich leistet damit auch die Software ihren Beitrag dazu, dass aus zwei Messgeräten tatsächlich eines werden kann.

⁴⁷ Die aktuelle Software ist nur bedingt in der Lage sich auf unerwartetes Verhalten des Systems einzustellen (z.B. zu hohe Amplitude im ersten Messpunkt).

Literaturverzeichnis

- [1] Kirschenmann, L., persönliche Mitteilung
- [2] Kirschenmann, L., Aufbau zweier piezoelektrischer Sonden (PRV/PAV) zur Messung der viskoelastischen Eigenschaften weicher Substanzen im Frequenzbereich 0,5Hz -2 kHz bzw. 0,5Hz - 7kHz, Dissertation Universität Ulm, 2003
- [3] Futterknecht, G., Neue Methoden zur Untersuchung viskoelastischer Materialeigenschaften im Frequenzbereich 0,5Hz -4 kHz und der Anwendung bei der Characterisierung von Automobillacksystemen, Dissertation Universität Ulm, 2003
- [4] Metzger, T.G., Das Rheologie Handbuch, 2.Auflage, Vincentz Network Hannover, 2006
- [5] Williams, M. L., Landel, R. F., Ferry, J. D, The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids, Journal of American Chemical Society, 1955
- [6] New Developments – The Bohlin Gemini rheometer with Rotonetic drive, Malvern UK
- [7] Bohlin Instruments Ltd, PART NUMBER 800014, User Manual for Bohlin Rheometers, Issue 2.0, December 2001, © 1999 Bohlin Instruments, <http://www.bohlin.com>
- [8] Werkstoffgruppendaten aus dem Projekt: FWF-P9007 (wiki.epfl.ch/fournisseurs/documents/werkstoffgruppen.xls [Stand: 2010-01-31])
- [9] Rauschert Heinersdorf - Pressig GmbH, Werkstoffblatt "Zirkonoxid deutsch" <http://www.rauschert.com/>
- [10] Wärmeleitfähigkeit – Metalle (http://www.schweizer-fn.de/stoff/wleit_metall/v2_wleit_metall.htm [Stand: 2010-01-31])
- [11] Woolger, C., Materials World, Vol. No. pp. 332-33, June 1996, Invar - Nickel Iron Alloy (http://www.nickel-alloys.net/invar_nickel_iron_alloy.html [Stand: 2010-01-31])
- [12] DELO Technical information, DELO-DUOPOX 6950, (http://www.syneo.net/pdf/epoxy_bi-composant_DUOPOX_6950.pdf [Stand: 2010-01-31])
- [13] UHU, Technisches Merkblatt, UHU plus endfest 300, (<http://www.swiss-composite.ch/pdf/t-UHU-Plus-endfest300.pdf> [Stand: 2010-01-31])

- [14] TECHNICAL DATA SHEET, J-B WELD AUTOWELD, (<http://www.das-angebot-der-woche.de/jbweld/docs/Auto%20Weld%20Technical%20Data%20Sheet.DOC>)
[Stand: 2010-01-31])
- [15] WACKER® AK 60000 SILICONÖL, (<http://www.wacker.com/cms/de/products-markets/products/product.jsp?product=9502>) [Stand: 2010-01-31])
- [16] WACKER SILICONES, SEMICOSIL®, (<http://www.wacker.com/cms/de/products-markets/trademarks/semicosil/semicosil.jsp>)
[Stand: 2010-01-31])
- [17] IFA GESTIS, Stoffdatenbank, Polydimethylsiloxan (<http://biade.itrust.de/biade/lpext.dll/Infobase/uberschrift43395?f=templates&fn=main-h.htm&2.0>) [Stand: 2010-02-28])
- [18] Wacker Siliconöle AK (<http://www.drawin.de/dasat/images/2/100212-siliconoleak.pdf>) [Stand: 2010-02-07])
- [19] Heinrich, W., Stoll, B.: Description of the freezing-in process in poly(vinyl acetate) based on the meander model; Progress in Colloid & Polymer Sci. 78 (1988) 37
- [20] Scholl, H.U., Dielektrische Spektroskopie: Apparative Weiterentwicklung und Untersuchungen zum Glasprozess in Polymermischungen, Dissertation Universität Ulm, 2001
- [21] McCrum, N.G., Read, B. E., Williams, G., Anelastic and dielectric effects in polymeric solids, Wiley, London, 1967
- [22] Wrana, C., Dynamisch-mechanische Analyse von gefüllten Elastomersystemen, Dissertation Universität Ulm, 1996
- [23] Pechhold, W., persönliche Mitteilung
- [24] Pechhold, W., Kirschenmann, L., Futterknecht, G., Patentschrift DE10029091C2 12.06.2003
- [25] piezoelektrischer Effekt (http://www.techniklexikon.net/d/piezoelektrischer_effekt/piezoelektrischer_effekt.htm)
[Stand: 2010-02-14])
- [26] Bronstein, I.A., Semendjajew, K.A., Musiol, G., Mühlig, H., Taschenbuch der Mathematik, Neubearbeitung, 1. Aufl., Deutsch Thun, Frankfurt am Main: 1993

Anhang A: Herleitung der Kalibrierfunktion

PRV bei Leermessung:

$$\begin{aligned}
 \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} &= -\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1\left(1 - \frac{D_1}{-\omega^2\Theta_1 + D_1}\right) \\
 &= -\omega^2\Theta_0 + D_0 + \frac{D_1^2 - D_1\omega^2\Theta_1 - D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1} \\
 \text{mit: } \omega_1^2 &= \frac{D_1}{\Theta_1} \quad \quad \quad = -\omega^2\Theta_0 + D_0 + \frac{-\omega_1^2\omega^2\Theta_1^2}{\omega_1^2\Theta_1 - \omega^2\Theta_1} + \omega^2\Theta_1 - \omega^2\Theta_1 \\
 &= -\omega^2\Theta_0 + D_0 + \frac{-\omega_1^2\omega^2\Theta_1^2 + \omega_1^2\omega^2\Theta_1^2 - \omega^2\omega^2\Theta_1^2}{\omega_1^2\Theta_1 - \omega^2\Theta_1} - \omega^2\Theta_1 \\
 &= D_0 - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\omega^4\Theta_1}{\omega^2 - \omega_1^2} \\
 \frac{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}}{M_{An}} &= \frac{1}{D_0 - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\omega^4\Theta_1}{\omega^2 - \omega_1^2}}
 \end{aligned} \tag{4-5}$$

$$\text{Es sei: } \omega_1 = \omega_1' + i\omega_1'' \quad \quad \quad \omega_1'' = \frac{\omega_1'}{2Q_1} \quad \quad \quad D_0 = D_0' + iD_0''$$

$$\omega_1^2 = \omega_1'^2 - \frac{\omega_1'^2}{4Q_1^2} + \frac{2i\omega_1'^2}{2Q_1} = \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} + \frac{i}{Q_1}\right)$$

$$\begin{aligned}
 \frac{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}}{M_{An}} &= \frac{1}{D_0' + iD_0'' - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\omega^4\Theta_1}{\omega^2 - \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} + \frac{i}{Q_1}\right)}} \\
 &= \frac{1}{D_0' + iD_0'' - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\omega^4\Theta_1 \left(\omega^2 - \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} - \frac{i}{Q_1}\right)\right)}{\left(\omega^2 - \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{Q_1^2}}}
 \end{aligned}$$

$$= \frac{1}{\left(D_0' - \omega^2 (\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\Theta_1 \left(\omega^2 - \omega_1'^2 \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right) + i \left(D_0'' + \frac{\Theta_1 \omega_1'^2 \frac{1}{Q_1}}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right)}$$

$$= \frac{1}{\left(D_0' - \omega^2 (\Theta_0 + \Theta_1) + \frac{\Theta_1 \omega^2 \left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right) + i \left(D_0'' + \frac{\Theta_1 \omega_1'^2 \frac{1}{Q_1}}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right)}$$

Unter Berücksichtigung von: $\Theta_1 = \Theta_s + \Theta_T$

$$= \frac{1}{\left(D_0' - \omega^2 (\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \frac{(\Theta_s + \Theta_T) \omega^2 \left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right) + i \left(D_0'' + \frac{(\Theta_s + \Theta_T) \omega_1'^2 \frac{1}{Q_1}}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right)}$$

Da weder φ_0 noch M_{An} direkt messbare Größen sind, setzen wir (vergleiche [2]):

$$M_{An} = E_1 U_{An} \quad \text{und} \quad \varphi_0 e^{-i\alpha_0} = E_2 U_{Ab} e^{-i\alpha_0}$$

dann erhalten wir mit $EK = \frac{E_1}{E_2}$ und $U_{rel} = \frac{U_{Ab}}{U_{An}}$ der eigentlichen Messgröße

$$\frac{\varphi_0 e^{-i\alpha_0}}{M_{An}} = \frac{U_{rel} e^{-i\alpha_0}}{EK}$$

und damit (4-12):

$$|U_{rel}| = \frac{EK}{\sqrt{\left(D_0' - \omega^2 (\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \frac{(\Theta_s + \Theta_T) \omega^2 \left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right)^2 + \left(D_0'' + \frac{(\Theta_s + \Theta_T) \omega_1'^2 \frac{1}{Q_1}}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2} \right) \right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right)^2}}$$

Anhang B: Berechnung von Θ_T aus ω_0

Als Ausgangsgleichung dient:

$$|U_{rel}| = \frac{EK}{\sqrt{\left[D_0' - \omega^2(\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \frac{(\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right]^2 + \left[D_0'' + \frac{(\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{1}{4Q_1^2}\right)\right)^2 + \frac{\omega_1'^4}{\omega^4 Q_1^2}} \right]^2} \quad (1)$$

Die Lage der Hauptresonanz ω_0^{48} , ist definiert als Maximum von $|U_{rel}|$. Dies wird an der Stelle erreicht, an der der Nenner der rechten Seite von (1) minimal wird.

Ohne Dämpfung im Schaft, d.h. $Q_1 \rightarrow \infty$ ist die Vereinfachung klar, aus dem einstigen Imaginärterm bleibt nur das Konstante D_0'' , letztlich der verbleibende Wert bei ω_0 .

ω_0 kann deshalb ohne Probleme aus der Bedingung des Betragsminimums des einstigen Realteils

$$D_0' - \omega_0^2(\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + \frac{\omega_0^2(\Theta_s + \Theta_T)}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}\right)} = 0 \quad (2)$$

berechnet werden.

Mit: $D_1 = \omega_1^2(\Theta_s + \Theta_T)$ folgt:

$$D_0' - \omega_0^2(\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) - \frac{\omega_0^2(\Theta_s + \Theta_T)}{-\omega_0^2(\Theta_s + \Theta_T) + D_1} = 0$$

$$D_0' - \omega_0^2(\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) - \frac{\omega_0^4(\Theta_s + \Theta_T)^2}{(D_1 - \omega_0^2(\Theta_s + \Theta_T))} = 0$$

⁴⁸ ω_0 meint hier tatsächlich nur die Lage, nicht die Breite.

umgeformt zu:

$$D_0' D_1 - \omega_0^2 [D_1(\Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T) + D_0'(\Theta_s + \Theta_T)] + \omega_0^4(\Theta_s + \Theta_T)^2 + \omega_0^4 \Theta_0(\Theta_s + \Theta_T) - \omega_0^4(\Theta_s + \Theta_T)^2 = 0 \quad (3)$$

$$\text{bzw. } D_0' D_1 - \omega_0^2 [D_1(\Theta_0 + \Theta_s) + D_0' \Theta_s] + \omega_0^4 \Theta_0 \Theta_s = \omega_0^2 \Theta_T (D_0' + D_1) - \omega_0^4 \Theta_T \Theta_0$$

und schließlich

$$\Theta_T = \frac{-D_0' D_1 + \omega_0^2 (D_1(\Theta_s + \Theta_0) + D_0' \Theta_s) - \omega_0^4 \Theta_0 \Theta_s}{-\omega_0^2 (D_1 + D_0) + \omega_0^4 \Theta_0} \quad (4)$$

Betrachtung für reale Dämpfung ($80 < Q_1 < 300$):

Für $Q_1 = 80$, $1,2\omega_0 < \omega_1 < 10\omega_0$, $\Theta_{ges} = \Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T$ und $\Theta_1 = \Theta_s + \Theta_T$ nähert sich die Diskriminante (bezeichnet als $N(1)$) des Nenners der rechten Seite von (1) innerhalb der Bestimmungsgenauigkeit⁴⁹ der einzelnen Größen (d.h. $\frac{1}{Q_1^2}$ kann gegenüber 1 vernachlässigt) zu ($\Theta_{ges} = \Theta_0 + \Theta_s + \Theta_T$):

:

$$\left[D_0' - \omega_0^2 \Theta_{ges} + \frac{\omega_0^2 \Theta_1}{1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}} \right]^2 + \left[D_0'' + \frac{\frac{\omega_1'^2}{80} \Theta_1}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}\right)} \right]^2 = N(1)$$

Dieser Term muss minimal werden.

$$\begin{aligned} N(1) = & (D_0' - \omega_0^2 \Theta_{ges})^2 + 2(D_0' - \omega_0^2 \Theta_{ges}) \omega_0^2 \frac{\Theta_1}{1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}} + \omega_0^4 \frac{\Theta_1^2}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}\right)^2} + D_0''^2 \\ & + 2D_0'' \frac{\frac{\omega_1'^2}{80} \Theta_1}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}\right)} + \frac{\frac{\omega_1'^4}{6400} \Theta_1^2}{\left(1 - \frac{\omega_1'^2}{\omega_0^2}\right)^2} \end{aligned}$$

⁴⁹ In der Kalibrierung werden die Parameter auf 3-4 gültige Stellen bestimmt $\frac{1}{Q_1^2}$ liegt gegenüber 1 erst in der fünften Stelle.

Extremfall: $\omega_1' = 10\omega_0$

$$N(1) = D_0'^2 - 2D_0'\omega_0^2\Theta_{ges} + \omega_0^4\Theta_{ges}^2 + 2D_0'\omega_0^2\frac{\Theta_1}{1-100} - 2\omega_0^4\Theta_{ges}\frac{\Theta_1}{1-100} \\ + \omega_0^4\frac{\Theta_1^2}{(1-100)^2} + D_0''^2 + 2D_0''\omega_0^2\frac{1,25\Theta_1}{(1-100)} + \omega_0^4\frac{1,5625\Theta_1^2}{(1-100)^2}$$

Da $\Theta_{ges} > \Theta_1$ und $D_0' \gg D_0''$ (normalerweise $D_0' > 100D_0''$) dominieren sowohl in den insgesamt größeren ω_0^2 als auch in den ω_0^4 -Termen die aus dem Realteil stammenden Anteile die aus dem Imaginärteil herrührenden. Die Verhältnisse liegen bei ca. 4 Größenordnungen. Die D_0 -Anteile spielen, da konstant, keine Rolle.

Extremfall: $\omega_1' = 1,2\omega_0$

$$N(1) = D_0'^2 - 2D_0'\omega_0^2\Theta_{ges} + \omega_0^4\Theta_{ges}^2 + 2D_0'\omega_0^2\frac{\Theta_1}{-0,44} - 2\omega_0^4\Theta_{ges}\frac{\Theta_1}{-0,44} + \omega_0^4\frac{\Theta_1^2}{0,1936} \\ + D_0''^2 + 2D_0''\omega_0^2\frac{0,018\Theta_1}{-0,44} + \omega_0^4\frac{0,000324\Theta_1^2}{0,03748}$$

Auch wenn die Dominanz in diesem Extremfall nur noch 3 Größenordnungen beträgt, ist die Vernachlässigung des Imaginärteils immer noch gerechtfertigt. Berücksichtigt man, dass eine derart niedrige Güte nur bei Implementierung des dielektrischen Messaufbaus festgestellt wird, normal ist oberhalb 150, so darf getrost gesagt werden, dass andere Fehler einen stärkeren Einfluss haben.

Berechnung von ω_0 direkt aus (3) :

$$\omega_0^2 = \frac{D_1 \left(\Theta_{ges} + \frac{D_0'}{D_1}(\Theta_s + \Theta_T) - \sqrt{\left(\Theta_{ges} + \frac{D_0'}{D_1}(\Theta_s + \Theta_T) \right)^2 - 4 \frac{D_0'}{D_1} \Theta_0 (\Theta_s + \Theta_T)} \right)}{2\Theta_0(\Theta_s + \Theta_T)}$$

die auch mögliche Lösung für + liegt außerhalb des Messbereichs der Beladenmessung (und interessiert deshalb nicht wirklich), kann bei Leermessungen mit steifer Spinne aber gefunden werden.

Anhang C: Herleitung der Auswerteformel für PRV mit Trägheitsbalken und Schafteklemmung

Die Gleichungen werden im diesem Anhang separat nummeriert. Im Hauptteil verwendete Bezeichnungen werden nach „ ; “ zusätzlich aufgeführt (Bezeichnung Anhang; Bezeichnung Hauptteil). Die Aufbau und die Parameter sind in Kap. 5.3. eingeführt und erläutert.

$$\ddot{\varphi}_0 \Theta_0 = D_0(0 - \varphi_0) - D_1(\varphi_0 - \varphi_1) + M_{an} \quad (1; 5-1) \quad \varphi_0(t) = \varphi_0(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_0)} \quad (1a; 5-1a)$$

$$\ddot{\varphi}_1 \Theta_1 = D_1(\varphi_0 - \varphi_1) - D^*(\varphi_1 - \varphi_2) \quad (2; 5-2) \quad \varphi_1(t) = \varphi_1(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_1)} \quad (2a; 5-2a)$$

$$\ddot{\varphi}_2 \Theta_2 = D^*(\varphi_1 - \varphi_2) - D_2(\varphi_2 - \varphi_3) \quad (3; 5-3) \quad \varphi_2(t) = \varphi_2(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_2)} \quad (3a; 5-3a)$$

$$\ddot{\varphi}_3 \Theta_3 = D_2(\varphi_2 - \varphi_3) - D_3(\varphi_3 - \varphi_4) \quad (4; 5-4) \quad \varphi_3(t) = \varphi_3(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_3)} \quad (4a; 5-4a)$$

$$\ddot{\varphi}_4 \Theta_4 = D_3(\varphi_3 - \varphi_4) - D_4(\varphi_4 - 0) \quad (5; 5-5) \quad \varphi_4(t) = \varphi_4(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_4)} \quad (5a; 5-5a)$$

(1a) in (1):

$$-\omega^2 \varphi_0(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_0)} \Theta_0 = -D_0 \varphi_0(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_0)} - D_1(\varphi_0(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_0)} - \varphi_1(\omega) e^{i(\omega t - \alpha_1)}) + M_{an} e^{i\omega t}$$

$$-\omega^2 \Theta_0 = -D_0 - D_1 \left(1 - \frac{\varphi_1(\omega) e^{-i\alpha_1}}{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}}\right) + \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}} \quad (6)$$

$$(2a) \text{ in } (2): \quad -\omega^2 \Theta_1 = D_1 \left(\frac{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}}{\varphi_1(\omega) e^{-i\alpha_1}} - 1\right) - D^* \left(1 - \frac{\varphi_2(\omega) e^{-i\alpha_2}}{\varphi_1(\omega) e^{-i\alpha_1}}\right) \quad (7)$$

$$(3a) \text{ in } (3): \quad -\omega^2 \Theta_2 = D^* \left(\frac{\varphi_1(\omega) e^{-i\alpha_1}}{\varphi_2(\omega) e^{-i\alpha_2}} - 1\right) - D_2 \left(1 - \frac{\varphi_3(\omega) e^{-i\alpha_3}}{\varphi_2(\omega) e^{-i\alpha_2}}\right) \quad (8)$$

$$(4a) \text{ in } (4): \quad -\omega^2 \Theta_3 = D_2 \left(\frac{\varphi_2(\omega) e^{-i\alpha_2}}{\varphi_3(\omega) e^{-i\alpha_3}} - 1\right) - D_3 \left(1 - \frac{\varphi_4(\omega) e^{-i\alpha_4}}{\varphi_3(\omega) e^{-i\alpha_3}}\right) \quad (9)$$

$$(5a) \text{ in } (5): \quad -\omega^2 \Theta_4 = D_3 \left(\frac{\varphi_3(\omega) e^{-i\alpha_3}}{\varphi_4(\omega) e^{-i\alpha_4}} - 1 \right) - D_4 \quad (10)$$

$$\text{aus (10):} \quad \frac{\varphi_4(\omega) e^{-i\alpha_4}}{\varphi_3(\omega) e^{-i\alpha_3}} = \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \quad (11)$$

$$\text{in (9):} \quad \frac{\varphi_3(\omega) e^{-i\alpha_3}}{\varphi_2(\omega) e^{-i\alpha_2}} = \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \quad (12)$$

$$\text{in (8):} \quad \frac{\varphi_2(\omega) e^{-i\alpha_2}}{\varphi_1(\omega) e^{-i\alpha_1}} = \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2} \quad (13)$$

in (7):

$$\frac{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}}{\varphi_1(\omega) e^{-i\alpha_1}} = \frac{-\omega^2 \Theta_1 + D_1 + D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right)}{D_1} \quad (14)$$

in (6):

$$\begin{aligned} & \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega) e^{-i\alpha_0}} \\ &= -\omega^2 \Theta_0 + D_0 + D_1 \left(1 - \frac{D_1}{-\omega^2 \Theta_1 + D_1 + D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right)} \right) \end{aligned}$$

(15; 5-6)

Differenz Δ zwischen beladener Messung und Leermessung:

$$\begin{aligned}
\Delta &= \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} \Big|_{D^*} - \frac{M_{an}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} \Big|_{D^*=0} \\
&= - \frac{D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1 + D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2\Theta_4}\right) - \omega^2\Theta_3}\right) - \omega^2\Theta_2}\right)} + \frac{D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1}
\end{aligned}$$

(16; 5-7)

$$\begin{aligned}
& - \omega^2\Theta_1 + D_1 + D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2\Theta_4}\right) - \omega^2\Theta_3}\right) - \omega^2\Theta_2}\right) \\
&= \frac{(D_1 - \omega^2\Theta_1)D_1^2}{D_1^2 - \Delta(D_1 - \omega^2\Theta_1)}
\end{aligned}$$

(17)

$$D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2\Theta_4}\right) - \omega^2\Theta_3}\right) - \omega^2\Theta_2}\right) = \frac{\Delta(D_1 - \omega^2\Theta_1)^2}{D_1^2 - \Delta(D_1 - \omega^2\Theta_1)}$$

(18)

Mit Schaftrresonanz $\omega_1^2 = \frac{D_1}{\Theta_1}$

$$D^* \left(1 - \frac{D^*}{D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2\Theta_4}\right) - \omega^2\Theta_3}\right) - \omega^2\Theta_2}\right) = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2}\right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2}\right)}$$

(19; 5-8a)

$$\left[\frac{D^* \left(D^* + D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3} \right) - \omega^2 \Theta_2 - D^* \right)}{D^* + \left(D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right) - \omega^2 \Theta_2 \right)} \right] = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)} \quad (20)$$

Umformen

zu:

$$\frac{1}{\frac{1}{D^*} + \frac{1}{D_2 \left(1 - \frac{D_2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_2} \right) - \omega^2 \Theta_2}} = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)} = (X) \quad (21; 5-8b)$$

$$\text{Zusammengefasst: } \frac{1}{\frac{1}{D^*} + \frac{1}{D_K}} = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2} \right)} = (X) \quad (22; 5-9)$$

im Folgenden wird D_K deshalb als Korrekturterm bezeichnet

Daraus folgt (Trägheitsmomentform):

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} \right) - \omega^2 \Theta_3}}} \quad (23; 5-11)$$

bzw. (Frequenzform) mit: $\omega_2^2 = \frac{D_2}{\Theta_2}$ und $\omega_3^2 = \frac{D_2}{\Theta_3}$ und $\omega_4^2 = \frac{D_3}{\Theta_4}$

$$D^* = \frac{(X)}{1 - \frac{(X)}{D_2 \left(1 - \frac{\omega_2^2}{\omega_2^2} - \left(1 + \frac{D_3 \left(1 - \left(1 + \frac{D_4}{D_3} - \frac{\omega^2}{\omega_4^2}\right)^{-1}\right)}{D_2} - \frac{\omega^2}{\omega_3^2}\right)^{-1}\right)}} \quad (24; 5-12)$$

Vereinfachte Formen:

Es wird nur der Korrekturterm betrachtet:

$$D_K = D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4}\right) - \omega^2 \Theta_3} \quad (25)$$

a) Trägheitsbalken mit offener Klemmzange ($D_3 = 0$ und $\omega_4 = 0$)

$$\begin{aligned} \text{Damit gilt: } D_K &= D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + 0 \left(1 - \frac{0}{0 + D_4 - \omega^2 \Theta_4}\right) - \omega^2 \Theta_3} \\ &= D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 - \omega^2 \Theta_3} \\ &= D_2 \left[1 - \frac{\omega^2}{\omega_2^2} - \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_3^2}\right)^{-1} \right] \end{aligned} \quad (26)$$

b) ohne Trägheitsbalken mit geschlossener Klemmzange ($D_3 \rightarrow \infty$, $\Theta_3 \rightarrow 0$ und $\omega_4 \rightarrow \infty$)

$$D_K = D_2 - \omega^2 \Theta_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{D_3}{D_3 + D_4 - \omega^2 \Theta_4}\right) - \omega^2 \Theta_3}$$

$$= D_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3 \left(1 - \frac{1}{1 + \frac{D_4 - \omega^2 \Theta_4}{D_3}} \right) - \omega^2 \Theta_3} - \omega^2 \Theta_2 \quad (27)$$

Da $D_4 - \omega^2 \Theta_4 \ll D_3$ gilt mit: $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{1+x} = 1 - x$ (Linearisierung)

$$1 - \frac{1}{1 + \frac{D_4 - \omega^2 \Theta_4}{D_3}} = \frac{D_4 - \omega^2 \Theta_4}{D_3} \quad (28)$$

und somit $D_K = D_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_3 \left(\frac{D_4 - \omega^2 \Theta_4}{D_3} \right) - \omega^2 \Theta_3}$

$$= D_2 - \frac{D_2^2}{D_2 + D_4 - \omega^2 \Theta_4} - \omega^2 \Theta_2$$

$$= D_2 \left[1 - \frac{\omega^2}{\omega_2^2} - \left(1 + \frac{D_4}{D_2} - \frac{\omega^2 D_3}{\omega_4^2 D_2} \right)^{-1} \right] \quad (29)$$

Die mit 3 indizierten Abschnitte wegzulassen und dafür die mit 4 indizierten Abschnitte in 3 umzubenennen und gleichzeitig D_4 unendlich zu setzen hätte zum gleichen Ergebnis geführt. In der Praxis wird aufgrund des immer noch unfertigen Programms auch so verfahren. Allerdings entspricht dies einer extra Berechnung und gerade nicht der Vereinfachung der allgemeinen Form, welche hier bewiesen werden sollte.

Anhang D: Ergänzungen zur Betrachtung des Wärmefehlers

Es gilt (da prinzipiell für starr verankerten PRV gleich, nur für PRV mit starrem Gegenstück berechnet) bei Wärmeprofil der Leermessung auch bei Beladenmessung:

$$\frac{M_{An}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} = -\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1\left(1 - \frac{D_1}{-\omega^2\Theta_1 + D_1 + D^*}\right)$$

Es sei X die durch das veränderte Wärmeprofil hervorgerufene Änderung an der Spinnensteifigkeit (bei Leermessung D_0 ; die Änderung um viel größeren D_1 wird vernachlässigt), welche sich damit zu $D_0 + X$ ändern.

Da X auch Resonanz- und evtl. andere frequenzabhängige Einflüsse mit bezeichnet, darf es selbst ebenfalls frequenzabhängig sein.

Für die Beladenmessung in diesem Fall gilt dann:

$$\frac{M_{An}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} = -\omega^2\Theta_0 + D_0 + X + D_1\left(1 - \frac{D_1}{-\omega^2\Theta_1 + D_1 + D^*}\right)$$

Differenz Δ zwischen beladener Messung und Leermessung:

$$\begin{aligned}\Delta &= \left. \frac{M_{An}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} \right|_{D^*} - \left. \frac{M_{An}}{\varphi_0(\omega)e^{-i\alpha_0}} \right|_{D^*=0} = X - \frac{D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1 + D^*} + \frac{D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1} \\ \Delta - X &= -\frac{D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1 + D^*} + \frac{D_1^2}{-\omega^2\Theta_1 + D_1} \\ -\omega^2\Theta_1 + D_1 + D^* &= \frac{(D_1 - \omega^2\Theta_1)D_1^2}{D_1^2 - (\Delta - X)(D_1 - \omega^2\Theta_1)}\end{aligned}$$

Man erhält:

$$D^* = \frac{(\Delta - X)(D_1 - \omega^2\Theta_1)^2}{D_1^2 - (\Delta - X)(D_1 - \omega^2\Theta_1)}$$

für $X=0$ ist dies die bekannte Form.

Für $D^* = 0$ (Leer- als Beladenmessung ausgewertet) folgt damit $\Delta = X$, woraus folgt:

$$D_{pseudo}^* = \frac{X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2 - X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)}$$

Zu beachten ist, dass nach wie vor gilt:

$$D_{ges}^* = \frac{\Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2 - \Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1)}$$

Für $D^* \neq 0$ gilt nun:

$$D_{ges}^* = D^* + D_{pseudo}^* + D_{pseudo_bel}^*$$

Gesucht ist der D_{ges}^* -Fehler. D_{pseudo}^* bezeichnet jenen Anteil, der auch in der Leermessung bei veränderten Bedingungen auftritt, $D_{pseudo_bel}^*$ jenen, der zusätzlich probeabhängig erscheint. Die Wärmeverteilung im System sei dabei exakt gleich wie bei jener Leermessung, mit der D_{pseudo}^* bestimmt wurde.

Es gilt dann:

$$\begin{aligned} D_{pseudo_bel}^* &= D_{ges}^* - D^* - D_{pseudo}^* \\ &= \frac{\Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2 - \Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1)} - \frac{(\Delta - X)(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2 - (\Delta - X)(D_1 - \omega^2 \Theta_1)} - \frac{X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2 - X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)} \end{aligned}$$

Für $f < f_1$ gilt $D_1 - \omega^2 \Theta_1 \leq D_1$;

für $D_0 \ll D_1$ (bei allen aktuell für Frequenzsweeps verwendeten Spinnen erfüllt) gilt $X \ll D_1$,

womit im Nenner $X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)$ gegenüber D_1^2 vernachlässigt werden kann (diese Vereinfachung ist auch für $\Delta < X$ zulässig).

Somit folgt:

$$\begin{aligned} D_{pseudo_bel}^* &\approx \frac{X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2 - \Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1)} - \frac{X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^2}{D_1^2} = \frac{X\Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1)^3}{D_1^2(D_1^2 - \Delta(D_1 - \omega^2 \Theta_1))} \\ &= \frac{X(D_1 - \omega^2 \Theta_1)}{D_1^2} D_{ges}^* \end{aligned}$$

Da die obige Vernachlässigung den D^* -Term geringfügig vergrößert, den D_{pseudo}^* -Term geringfügiger erniedrigt (beides mal X positiv angenommen), wird die Probe den Fehler geringfügig in Richtung von X verstärken, wegen $X \ll D_1$ aber vernachlässigbar.

Die höchsten gemessenen Werte für X liegen in der Größenordnung von 2% von D_1 . Wenn man weiter berücksichtigt, dass diese Größenordnungen erst in Bereichen auftreten, in denen $\omega^2 \theta_1 > 0,5 D_1$ ist, wird dieser Fehleranteil bei maximal 1% von D_{ges}^* liegen.

Da D_{pseudo}^* immer kleiner als D^* sein sollte wird das Gesamtergebnis durch die Vernachlässigung von $D_{pseudo_bel}^*$ nicht mehr als 2% zusätzlich zum (relevanten) D_{pseudo}^* verfälscht, ein Fehler, der im Rahmen der Messgenauigkeit kommerzieller Rheometer bleibt [23].

Da sämtliche durch ein anderes Gegenstück auftretenden Änderungen im, in diesem Fall noch unkorrigierten D^* enthalten sind, gelten diese Überlegungen grundsätzlich auch dann.

Anhang E: Herleitung der Auswerteformel für Schaft-PRV

Bezeichnungen analog Anhang C

$$(D_A - \omega^2 \Theta_A) \varphi_A = -D_0(\varphi_A - \varphi_0) - M_{An} \quad (1; 7-1)$$

$$-\omega^2 \Theta_0 \varphi_0 = -D_0(\varphi_0 - \varphi_A) - D_1(\varphi_0 - \varphi_1) + M_{An} \quad (2; 7-2)$$

$$-\omega^2 \Theta_1 \varphi_1 = -D_1(\varphi_1 - \varphi_0) - D^* \varphi_1 \quad (3; 7-3)$$

Da immer in Kombination vorkommend $D_A - \omega^2 \Theta_A$ abgekürzt: $A = D_A - \omega^2 \Theta_A$

$$\text{Aus (1): } \varphi_0 = \frac{(A+D_0)\varphi_A + M_{An}}{D_0} \quad \text{bzw. } \varphi_0 - \varphi_A = \frac{A\varphi_A + M_{An}}{D_0} \quad (4a,b)$$

$$\text{bzw. } \frac{\varphi_0}{\varphi_0 - \varphi_A} = 1 + \frac{D_0}{A + \frac{M_{An}}{\varphi_A}} \quad \text{bzw. } \frac{\varphi_A}{\varphi_0 - \varphi_A} = \frac{D_0}{A + \frac{M_{An}}{\varphi_A}} \quad (4c,d)$$

$$\text{bzw. } \frac{\varphi_A}{\varphi_0 - \varphi_A} = \frac{D_0 - \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A}}{A} \quad (4e)$$

$$\text{Aus (2): } -\omega^2 \Theta_0 \left(\frac{\varphi_0}{\varphi_0 - \varphi_A} \right) = -D_0 - D_1 \left(\frac{\varphi_0 - \varphi_1}{\varphi_0 - \varphi_A} \right) + \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} \quad (5)$$

$$\text{Aus (3): } \varphi_0 = \frac{D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1}{D_1} \varphi_1 \quad \text{bzw. } \varphi_0 - \varphi_1 = \frac{D^* - \omega^2 \Theta_1}{D_1} \varphi_1 \quad (6a,b)$$

$$\text{Aus (4a,6a): } \frac{\varphi_1}{\varphi_A} = \frac{D_1 \left(A + D_0 + \frac{M_{An}}{\varphi_A} \right)}{(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1) D_0} \quad (7)$$

$$\begin{aligned} \text{Aus (4b,6b,7): } \left(\frac{\varphi_0 - \varphi_1}{\varphi_0 - \varphi_A} \right) &= \frac{(D^* - \omega^2 \Theta_1) D_0 \varphi_1}{D_1 \left(A + \frac{M_{An}}{\varphi_A} \right) \varphi_A} = \frac{(D^* - \omega^2 \Theta_1) \left(A + D_0 + \frac{M_{An}}{\varphi_A} \right)}{\left(A + \frac{M_{An}}{\varphi_A} \right) (D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1)} \\ &= 1 - \frac{D_1}{D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1} + \frac{D_0 (D^* - \omega^2 \Theta_1)}{\left(A + \frac{M_{An}}{\varphi_A} \right) (D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1)} \quad (8) \end{aligned}$$

Aus (4d,e):
$$\frac{M_{An}}{\varphi_A} + A = \frac{AD_0}{D_0 - \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A}} \quad (9)$$

(8,4c) in (5):
$$\begin{aligned} \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} &= -\omega^2 \Theta_0 \left(1 + \frac{D_0}{A + \frac{M_{An}}{\varphi_A}} \right) + D_0 \\ &+ D_1 \left(1 - \frac{D_1}{D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1} + \frac{D_0(D^* - \omega^2 \Theta_1)}{\left(A + \frac{M_{An}}{\varphi_A} \right)(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1)} \right) \\ &= -\omega^2 \Theta_0 \left(1 + \frac{D_0 - \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A}}{A} \right) + D_0 \\ &+ D_1 \left(1 - \frac{D_1}{D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1} + \frac{(D_0 - \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A})(D^* - \omega^2 \Theta_1)}{A(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1)} \right) \\ &\frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} \left(\frac{(A - \omega^2 \Theta_0 + D_1)(D^* + D_1 - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2}{A(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1)} \right) \\ &= -\omega^2 \Theta_0 + D_0 + D_1 - \frac{D_1^2}{D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1} - \frac{D_0 D_1^2}{A(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1)} + \frac{D_0 D_1}{A} \end{aligned}$$

$$\frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A}$$

$$= \frac{((D_A - \omega^2 \Theta_A)(-\omega^2 \Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0 D_1 - \omega^2 \Theta_0 D_0)(D_1 + D^* - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2(D_A - \omega^2 \Theta_A + D_0)}{(D_A - \omega^2 \Theta_A - \omega^2 \Theta_0 + D_1)(D^* + D_1 - \omega^2 \Theta_1) - D_1^2} \quad (10; 7-4)$$

Differenz Δ zwischen beladener Messung und Leermessung:

$$\Delta = \left. \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} \right|_{D^*} - \left. \frac{M_{An}}{\varphi_0 - \varphi_A} \right|_{D^*=0} \quad (11; 7-5)$$

$$\Delta + \frac{(A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2(A + D_0)}{(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2}$$

$$= \frac{(A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)(D_1 + D^* - \omega^2\Theta_1) - D_1^2(A + D_0)}{(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D^* + D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2}$$

$$\frac{\Delta((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2) + (A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2(A + D_0)}{(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2}$$

$$= \frac{(A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2(A + D_0) + D^*(A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)}{(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2 + D^*(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)}$$

$$D^* = \frac{\Delta((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)^2}{(A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2) - (A - \omega^2\Theta_0 + D_1)((A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2(A + D_0)) - \Delta(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)}$$

Formel in größerer Darstellung: $D^* = \frac{\Delta((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)^2}{N}$

(mit $N = (A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2) - (A - \omega^2\Theta_0 + D_1)((A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) + D_0D_1 - \omega^2\Theta_0D_0)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2(A + D_0)) - \Delta(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)$)

$$D^* = \frac{\Delta((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)^2}{D_1^2((A + D_0)(A - \omega^2\Theta_0 + D_1) - A(-\omega^2\Theta_0 + D_0 + D_1) - D_0D_1 + \omega^2\Theta_0D_0) - \Delta(A - \omega^2\Theta_0 + D_1)((A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)}$$

$$D^* = \frac{\Delta((D_A - \omega^2\Theta_A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)^2}{D_1^2(D_A - \omega^2\Theta_A)^2 - \Delta(D_A - \omega^2\Theta_A - \omega^2\Theta_0 + D_1)((D_A - \omega^2\Theta_A - \omega^2\Theta_0 + D_1)(D_1 - \omega^2\Theta_1) - D_1^2)}$$

(12; 7-6)

Anhang F: Dielectric measurements with PRV program in IdM (Bernhard Stoll 27.09.2007)

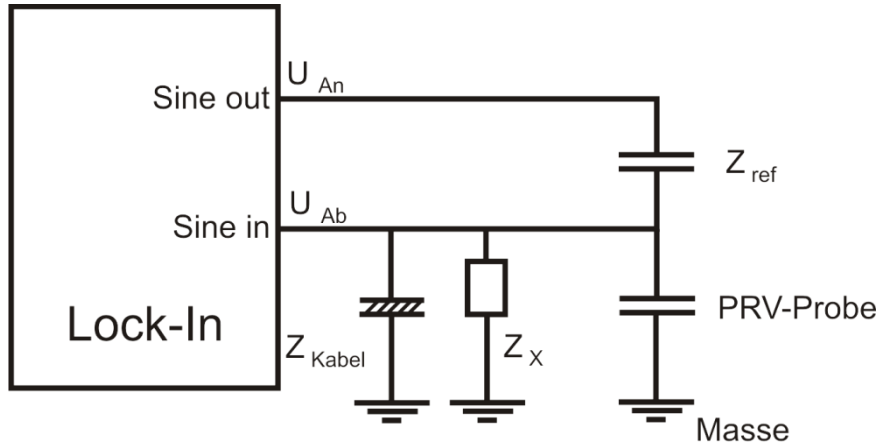


Abbildung F-1: Dielectric measurement with PRV

First measurement is with empty sample holder with same area A and same thickness d (=distance between plates)

Second measurement is with loaded sample (=filled)

$$\frac{U_{out}}{U_{in}} = \frac{Z_x + Z_{ref}}{Z_x} = 1 + \frac{Z_{ref}}{Z_x} \quad \text{impedance } Z_{ref} = \frac{1}{i\omega C_{ref}}$$

$$Z_x = \frac{1}{i\omega C_x + i\omega C_E + 1/R_E}$$

$$\frac{U_{out}}{U_{in}} = 1 + \frac{C_x}{C_{ref}} + \frac{C_E}{C_{ref}} - i \frac{1}{\omega R_E C_{ref}}$$

$$\left(\frac{U_{out}}{U_{in}} \right)_{loaded} - \left(\frac{U_{out}}{U_{in}} \right)_{empty} = \left(\frac{C_x}{C_{ref}} \right)_{loaded} - \left(\frac{C_x}{C_{ref}} \right)_{empty} = \frac{\epsilon_0 A}{d C_{ref}} (\epsilon' - 1 - i\epsilon'')$$

Voltages are complex numbers, indicated at the display by amplitude R and phase Θ

.

Dielectric function is also complex $\epsilon = \epsilon' - i\epsilon''$

C_{ref} is assumed to be without dielectric loss for instance commercial polystyrene element.

The above mentioned difference $\left(\frac{U_{out}}{U_{in}}\right)_{loaded} - \left(\frac{U_{out}}{U_{in}}\right)_{empty}$ is measured, when using the PRV program, by the “Lock-in” and it is used to calculate the viscoelastic parameters of the sample material. One of these, the shear modulus

$$G^* = G' + iG''$$

is related to the above mentioned difference in nearly the same way as the dielectric parameters (see above). Therefore we can activate the “Lock-in” by the PRV program to perform measurements in a “dielectric circuit” and we can use the results to calculate the dielectric parameters without changing modifying the program as will be shown below. For this aim we refer to the Ph.D. thesis of Ludwig Kirschenmann [2] in the IdM, 2003:

He relates in equation 3.15 “Meßgröße Δ ” and „Eichkonstante E“ with

$$\Delta = E \left(\frac{U_{out}}{U_{in}} \right)_{loaded} - E \left(\frac{U_{out}}{U_{in}} \right)_{empty}$$

then “Meßgröße Δ ” is related with „Rückstellmoment D^* “ of the sample by equation 3.10

$$D^* = \frac{\Delta \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2}\right)^2}{1 - \frac{\Delta}{D_1} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_1^2}\right)}$$

in the PRV program, this equation ist used to calculate D^* and from there the shear modulus G^* . In order to use this calculation for the dielectric circuit, we choose suitable values fo the parameters ω_1 and D_1 , so that this relation becomes more simple and not dependent on frequency. The maximum frequency of the “Lock-in” is $f=100\text{kHz}$ ($\omega = 2\pi f$).

Therefore I suggest to set $f_1 = 10^6 \text{ Hz}$ which is the maximum value allowed by the PRV program.

Also I suggest choosing $D_1 = 10^6 \text{ Nm}$ which is also the maximum value allowed.

Then we can neglect any frequency dependence (Δ usually is not greater then 1000Nm) and we obtain

$$D^* \approx \Delta$$

The next step is the relation 3.20 in the Ph.D. thesis

$$D^* = \frac{\pi R^4}{2d} \left(G^* - \frac{B}{3} - \frac{B^2}{45G^*} \right)$$

where $B = \omega^2 d^2 \rho$ with ρ = density of the sample,

d = gap size between sample plates and

R = radius of the circular sample plates.

These parameters are designed in the PRV program to be related to the PRV plates.

However these parameters can be chosen by the same as for the sample in the dielectric circuit, to avoid confusion. Therefore we set d = gap size = dielectric sample thickness

A = dielectric sample area = πR^2 .

Now we wish to have a relation between D^* and G^* , which is not frequency dependent. Therefore I suggest to set the density $\rho = 10^{-16} \frac{g}{cm^3}$; remembering that the density is only a parameter in the program, which is not related to the real density of the sample.

After this we will find $B \ll G^*$ for all data, and $D^* = \frac{\pi R^4}{2d} G^*$

Summarizing all this, the PRV program will calculate $G^* = G' + iG''$ by the equation

$$\left(\frac{U_{out}}{U_{in}} \right)_{loaded} - \left(\frac{U_{out}}{U_{in}} \right)_{empty} = \frac{\pi R^4}{2dE} (G' + iG'')$$

where the factors in brackets depend only on the size of the sample and some arbitrary selection of the "Eichkonstante" E . We are free to choose E convenient for for evaluation, for instance such that the factors in brackets assume the value $1(Nm)^{-1}$.

Thus means:

$$\frac{2dE\epsilon_0 A}{\pi R^4 dC_{ref}} = 1Nm$$

And with $A = \pi R^2$:

$$E = \frac{C_{ref} R^2}{2\epsilon_0}$$

For instance with $C_{ref} = 1nF$ and $R=2cm$: $E=0,022$

In this case the program yields G' and G'' values which are numerically the same as the dielectric:

$$\begin{aligned}\epsilon' - 1 &= G' \\ -\epsilon'' &= G''\end{aligned}$$

It should be mentioned that the PRV program offers an option to set the zero of the phase in the definition file. There I suggest to set $Phase=0$. This is because automatically 90° is subtracted from the phase of the measured voltage “Lock-in” data.

That means we have

$$\epsilon' - 1 - i\epsilon'' = -i(G' + iG'') = G'' - iG'$$

therefore

$$\begin{aligned}\epsilon' - 1 &= G'' \\ \epsilon'' &= G'\end{aligned}$$

This is convenient because all data will be positive and no problems appear to plot diagrams with logarithmic scale.

It should be mentioned that the PRV program offers a RC-correction procedure, which is due to the generation of the input signal by piezoelectric ceramic sensors. This is not applicable for the dielectric circuit, therefore to avoid correction in the program, the parameter RC in the definition file should be set to a high value, for instance

$$RC = 10^6 s$$

Anhang G: Basis-PRV-Daten

In der folgenden Tabelle werden (soweit vorhanden) die Daten der bisher gebauten und kalibrierten Schaft-PRV zusammengefasst. Da die PRV 1-3 noch von Ludwig Kirschenmann kalibriert wurden, stehen diese Daten nur größenordnungsmäßig zur Verfügung. Manche PRVs wurden mehrfach kalibriert (durch Buchstaben kenntlich gemacht), teilweise weil sie neu montiert wurden, teilweise wurde der Schaft ausgetauscht, teilweise eine schadhafte Piezospinne ganz ersetzt. Im letzten Fall kann dann auch der Wert der Spinnensteifigkeit stark variieren.

PRV-Nr. (Jahr)	D_0' [Nm/rad]	D_1'' [Nm/rad]	U_0 [mV/V]	Bemerkung
1	24	840	7,0	
2	17	733	8,2	
3	17??		4,8	
4a (05)	43	806	6,3	
4b (07)	41	755	4,54	
4c (08)	44	852	3,06	Neue (10mm) Spinne
5a (05)	45	794	5,86	
5b (08)	78	1466	7,64	Neue (15mm) Spinne
7 (05)	966	2050	2,41	
8 (07)	1029	1470	2,69	Bereits umgebaut
9 (06)	38	2078	5,0	Letzte 10mm-Spinne
10a (06)	85	2200	6,14	Erste 15mm-Spinne
10b (07)	28	1910	8,55	
11a (06)	76	1950	5,7	
11b (07)	94	1460	10,3	
12a (06)	76	1910	5,75	polyimidisolierter Schaft
12b (07)	78	614	2,9	polyimidisolierter Schaft
12c (07)	75	692	3,0	
12d (08)	82	1395	8,7	andere Spinne
12e (09)	85	1392	8,0	
13 (06)	78	1830	2,33	
14 (06)	25,6	2080	9,0	

PRV-Nr. (Jahr)	D_0' [Nm/rad]	D_1'' [Nm/rad]	U_0 [mV/V]	Bemerkung
15 (08)	85	1398	8,3	
16a (06)	25	2100	6,9	
16b (08)	26	1506	6,7	
16c (10)	50	1276	6,0	andere Spinne (geklebt von Zimmermann)
17 (07)	95	1400	11,0	
18 (07)	36	1400	8,4	
19 (07)	126	1477	11,6	
20a (07)	57	1498	11,5	Edelstahlspinne
20b (08)	57	1450	11,1	mit Dielektrik
21(08)	77	1400	9,1	
22 (08)	87	1329	8,7	mit Dielektrik
23 (08)	86	1402	8,1	
24a (08)	89	1393	8,9	
24b (08)	90	1390	8,9	mit Dielektrik
25 (08)	57	1400	9,3	
26 (09)	87	1430	7,6	
27 (09)	52	1437	8,7	
28 (09)	88	1391	8,4	
29 (09)	87	1420	7,8	

Tabelle G-1: Basis-PRV-Daten

Sofern nicht anders angemerkt, sind die Schäfte entweder gebohrt (ca. 800Nm/rad), massiv (ca. 2000Nm/rad) oder mit keramikisoliert (ca. 1400Nm/rad). Die Schäfte wurden im Zuge der fortschreitenden Entwicklung, Piezospinnen nur im Schadensfall ausgetauscht. Mit den Piezos beklebt wurden die Spinnen, abgesehen von 16c, durch W. Pechhold.

Summary

Rheometers are the usual equipment to determine viscoelastic behaviour of materials. One of the various methods used in rheometers is the so called frequency-sweep, which means the application of an oscillating excitation force (stress- or strain-controlled) onto the specimen leads to an oscillating time-delayed deformation signal which is recorded. The shear modulus G^* is measured as:

$$G^*(\omega) = |G^*(\omega)|e^{i\delta} = \frac{\sigma e^{i(\omega t + \alpha_\sigma)}}{\gamma e^{i(\omega t + \alpha_\gamma)}} \text{ with } \delta = (\alpha_\sigma - \alpha_\gamma); \sigma: \text{shear stress}; \gamma: \text{deformation}$$

Other quantities related to G^* are: $J^* = \frac{1}{G^*}$ (shear compliance) and $\eta^* = \frac{G^*}{i\omega}$ (dynamic viscosity).

As a wide frequency range is needed to study all relevant properties of materials during different stages of processing, experimental methods to reach a frequency range as large as possible are needed. For some materials this can be achieved via master-curve techniques (time/temperature shift, TTS) while for other materials specialized instrumentation for real-frequency-spectroscopy is needed. A range of different approaches to this have been developed during last years at the IdM (institute for dynamic materials testing at University of Ulm). As different instruments lead to different preparations and systematic errors it was tried to integrate the PRV (Piezo Rotary Vibrator, frequency range 1Hz- 4kHz), one of this methods into commercial rheometers, to achieved an extended frequency range within a single instrument at same specimen (high-frequency-rheology in rheometer).

This thesis introduces into PRV-technique and its optimization, also the advantages resulting from the availability of standard rheometer equipment. Special requirements (e.g. the consideration of moment of inertia of the specimen), resulting from the high frequency measurements are also discussed.

Based on that, the successful combination of rheometers and PRVs is described. The experimental efforts (both technical and physical modeling for mathematical correction) needed to merge the two techniques are described and also ways for possible further improvements are pointed out. The PRV insets developed in the course of this work can be set from the opposite side of the rheometer system or into the rheometer system itself.

Examples are given to demonstrate the new possibilities of the combined techniques. The special advantage of less mechanical influence of the PRV measurement onto

the specimen is pointed out in case of different results originating from the different methods of PRV and rheometer.

In a last chapter the integration of dielectric-spectroscopy as an additional measurement modality into the PRV-rheometer-combination is described.

Danksagung

In Memoriam Prof. Dr. Wolfgang Pechhold und Dr. Ludwig Kirschenmann.

Ich danke allen die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben:

Herrn Prof. Dr. Othmar Marti für die Unterstützung beim Verfassen dieser Arbeit und die Bereitschaft als Erstgutachter zur Verfügung zu stehen.

Herrn Prof. Dr. Peter C. Hägele für die Bereitschaft als Zweitgutachter zur Verfügung zu stehen

Allen ehemaligen Mitarbeitern und Freunden des IdM für die gute Zusammenarbeit und die Unterstützung.

Den Mitarbeitern des Geschäftsbereichs Rheologie der Firma Malvern Instruments, insbesondere Herrn Torsten Remmler, für die gute Zusammenarbeit und viele Anregungen.

Den Mitgliedern des Instituts für Experimentelle Physik, wo ich meine Arbeit zu Ende führen konnte.

Allen meinen Freunden und vor allem meiner Familie für alle Unterstützung in dieser Zeit.

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name: Christian Zimmermann
Geburtstag: 20. Juni 1970
Geburtsort: Heuchlingen
Nationalität: deutsch
Familienstand: verheiratet mit Jana Zimmermann
2 Kinder – Judith (9 Jahre) und Joram (6 Jahre)

Werdegang:

1976-1981 Grundschule Dettingen a.A.
1981-1990 Hellenstein-Gymnasium Heidenheim
1990-1999 Studium der Physik an der Universität Ulm
2000-2010 Wissenschaftlicher Angestellter am Institut für dynamische
Materialprüfung an der Universität Ulm

Studienbegleitende Tätigkeiten:

- Betreuer im physikalischen Praktikum für Mediziner
- Betreuer im Praktikum Physikalische Chemie für Anfänger und Fortgeschrittene
- Verschiedene Ehrenamtliche Tätigkeiten im In- und Ausland