

RPA rotational - Erweiterung des RPA zur Ermittlung der stationären Viskosität bei hohen Scherraten

Fast 50 Jahre Erfahrung in der rheologischen Prüfung von Elastomer-Compounds münden in ein neues Prüfgerät - der RPA rotational. Der **Rubber Prozess Analyzer** (RPA) wird zur Analyse von Gummi-Compounds im plastischen und vulkanisierten Zustand sowie zur Charakterisierung der Vernetzung eingesetzt. Bei marktüblichen RPAs wird dabei die untere Düsenhälfte mit einer sinusförmigen Drehbewegung (Oszillation) angesteuert, während an der oberen Düsenhälfte das über die Probe übertragenen Drehmoment und die Kraft gemessen wird. Alternativ können auch Vernetzungsisothermen oder Temperatur-Sweeps und Relaxations- oder Rampen-Tests durchgeführt werden. Der neue RPA rotational verfügt über **eine kontinuierlich rotierende untere Kammer mit integriertem Temperaturgradientensensor** zur Ermittlung der Scherdissipation und stellt damit eine **Einzigartigkeit auf dem Markt** dar.

Wird die Dissipation nicht erfasst, verfälscht dies die Messergebnisse bereits im mittleren und hohen Scherratenbereich.

Transiente Viskosität

Die Messung erfolgt hier über eine sprunghafte Änderung der Winkelgeschwindigkeit bzw. der Schergeschwindigkeit und wird auch als Spannversuch bezeichnet. Als Antwort aus der Vorgabe der Schergeschwindigkeit erhält man das Drehmoment und damit die Schubspannung über der Zeit. Die Viskositäten erreichen ein Gleichgewicht nach genügend langer Zeit, wie in **Bild 1** dargestellt.

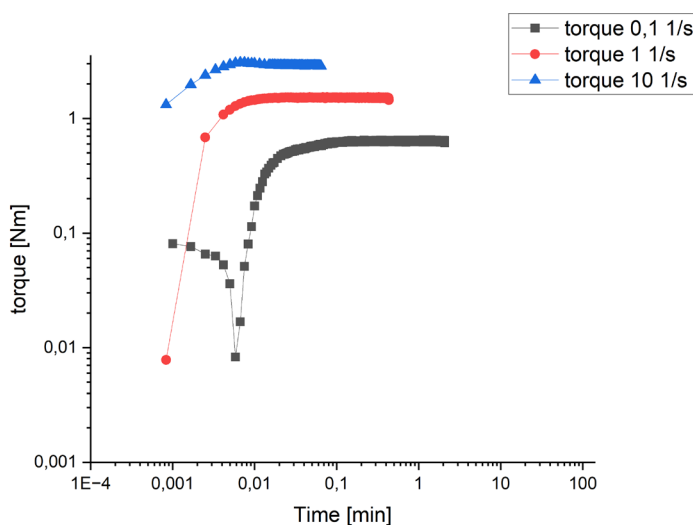


Bild 1: Typischer Drehmomentverlauf bei der Messung der transienten Viskosität

Dieser Wert wird auch als transiente Viskosität bezeichnet. Zur Bestimmung der transienten Viskosität sind bei niedrigen Scherraten im Gegensatz zum Kapillarrheometer keine Korrekturen notwendig. Hier können beim RPA rotational auch **mehrere Scherraten hintereinandergefahren** werden, da der Einfluss auf die Probe gering ist.

Bei hohen Scherraten hingegen kommt es im kleinen Probenvolumen bereits nach nur zehn Umdrehungen zu einer Schererwärmung, die von der dissipierten Energie und damit letztlich von der Viskosität abhängt.

Diese Energie wird beim RPA rotational über einen **Temperaturgradientensensor** erfasst, indem der entstehende Wärmestrom ermittelt wird. Über eine Energiebilanz wird dann die mittlere Probentemperatur ermittelt und zur Korrektur der Viskosität bei hohen Scherraten verwendet. Aufgrund der hohen Scherenergie empfiehlt sich ab einer Scherrate von 20-50 1/s die Messung der transienten Viskosität mit einer neuen Probe.

Bild 2 zeigt einen Vergleich der Messung der transienten Viskosität mit und ohne Berücksichtigung der Schererwärmung für ein hochviskoses EPDM Compound. In der unkorrigierten Viskositätskurve zeigt sich ein Abknicken. Die Temperaturerhöhung der Probe reduziert die Viskosität in diesem Beispiel um bis zu 40%.

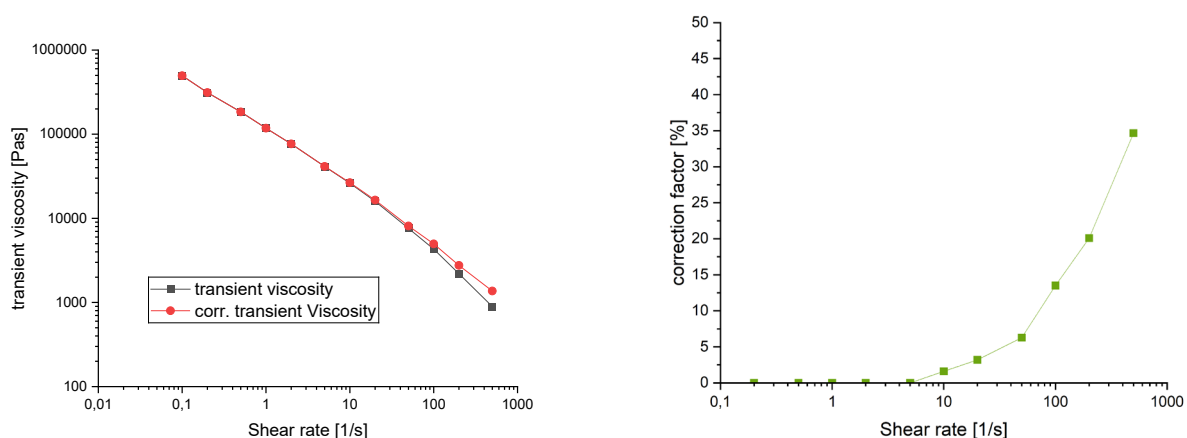


Bild 2: Transiente Viskosität mit und ohne Korrektur für ein hochviskoses EPDM

Bild 3 zeigt einen Vergleich der Messung der transienten Viskosität für ein EPDM compound mit einer niedrigeren Viskosität. Hier ist der Dissipationseinfluß weniger ausgeprägt, so dass der Einfluss der Korrektur geringer ausfällt.

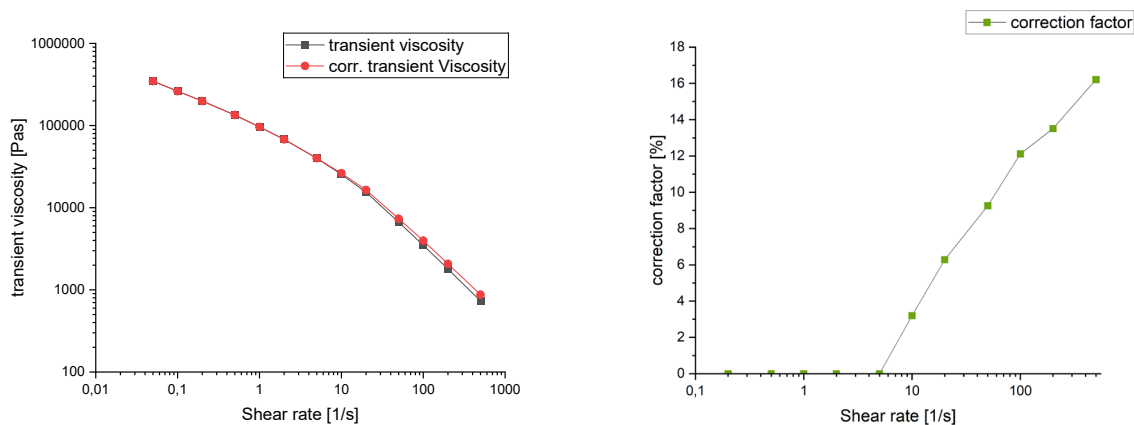


Bild 3: Transiente Viskosität mit und ohne Korrektur für ein EPDM mit niedrigerer Viskosität

Bild 4 zeigt die Abhängigkeit der transienten Viskosität von der Prüftemperatur. Wird die Dissipation nicht berücksichtigt kann die Viskosität bei tieferer Temperatur aufgrund der hohen Dissipation wie in diesem Beispiel tiefer als bei höherer Prüftemperatur liegen. Die unkorrigierten Daten bei 80°C liegen in diesem Beispiel unterhalb der Werte von 90°C und 100°C. Bei einem Temperatur-Shift würden diese Daten daher nicht berücksichtigt.

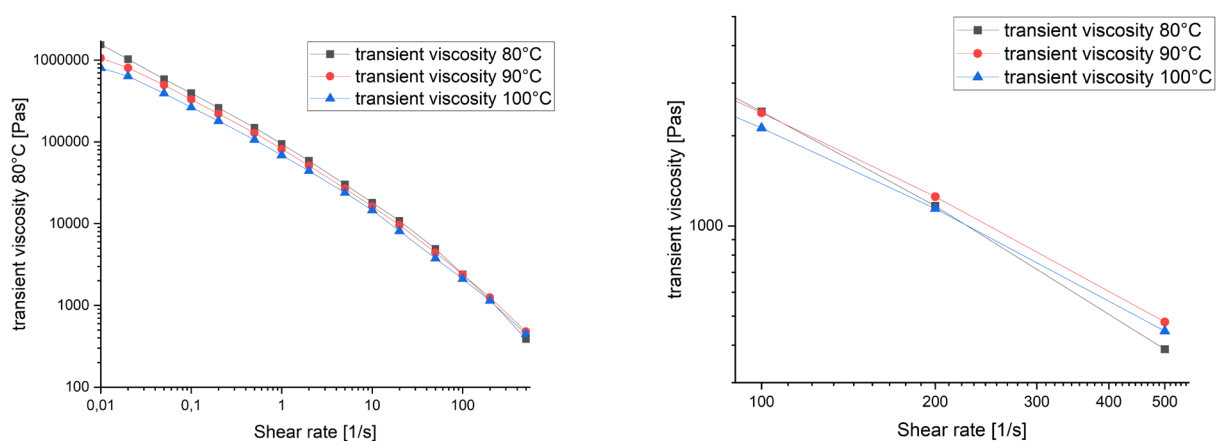


Bild 4: Temperaturabhängigkeit der Viskosität zeigt Einfluß der Dissipationskorrektur

Die korrigierten Werte in **Bild 5** zeigen das richtige Ranking über der Temperatur. Mit Hilfe dieser Daten kann dann ein Vergleich mit Daten aus dem Hochdruckkapillarrheometer – hier RG50 mit Contifeed – erfolgen. Die Daten des Kapillarrheometers sind in diesem Beispiel vollständig korrigiert, so dass sie gut ineinander überführt werden können. Häufig können aber nicht alle Korrekturen durchgeführt werden. Die transiente Viskosität liefert hierbei eine effektive Ergänzung und ermöglicht prozessnahe Messungen mit einer effektiven Betrachtung von Gleit- und Haftbereichen bei der Druckströmung im Kapillarrheometer.

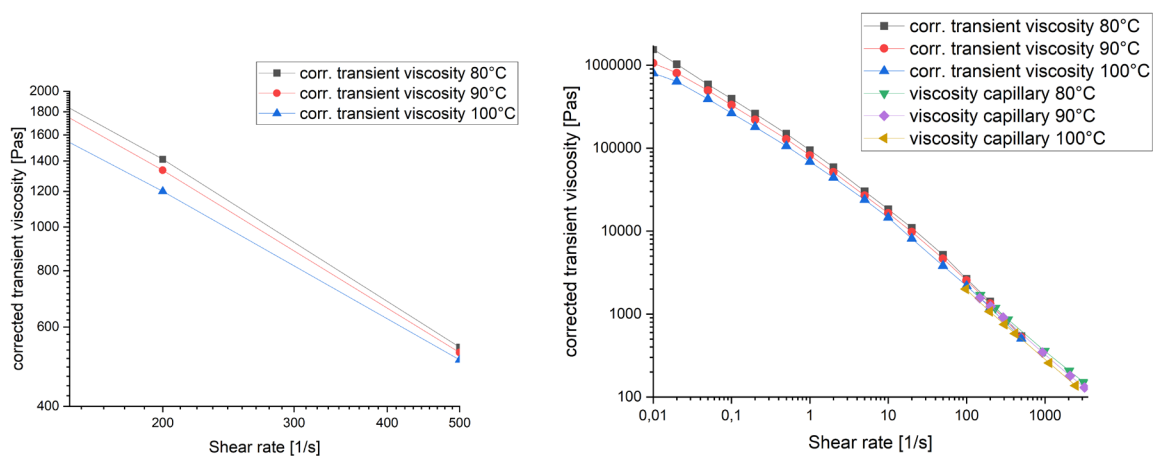
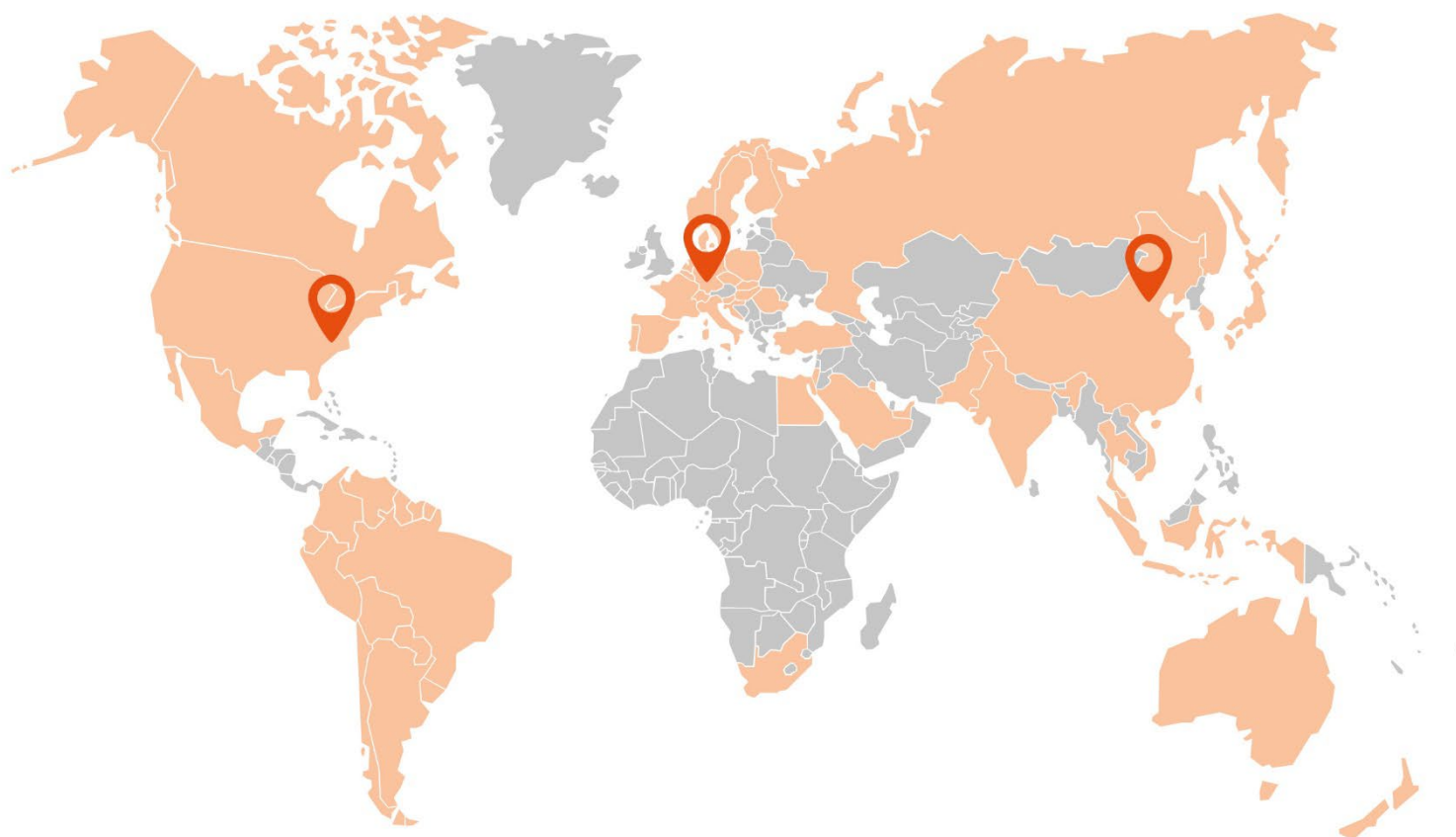


Bild 5: Temperaturkorrektur zeigt richtiges Temperaturverhalten und ermöglicht Cox-mertz Überprüfung

Fazit

Der neue RPA rotational ist um die Funktionalität einer kontinuierlich rotierenden unteren Kammerhälfte erweitert worden. Dies ermöglicht, zusätzlich zu allen Funktionen wie Sweep-, Rampen-/Relaxationstest und Laos eines des RPA, einen **vergrößerten Messbereich für die Ermittlung der transienten Viskosität**. Damit liefert der RPA rotational eine sehr gute Ergänzung zur Beurteilung der Daten aus der prozeßnahen Messung mit dem Kapillarrheometer.

Erst mit Hilfe des integrierten Temperaturgradientensensor ist eine **schnelle und effektive Korrektur** der gemessenen transienten Viskosität möglich, die für genaue Messergebnisse unabdingbar ist.



GÖTTFERT Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH

Siemensstraße 2 • 74722 Buchen

Tel: +49 (0) 6281 408-0 • info@goettfert.de



GOETTERT Inc.

Rock Hill, SC 29730, USA

Tel: +1 803 324 3883 • info@goettfert.com



GOETTERT (China) Ltd.

Beijing 100027, CHINA

Tel: +86 10 848 320 51 • info@goettfert-china.com

WWW.GOETTERT.DE

