

Der neue RPA rotational von GÖTTFERT – Teil II: Die Vorteile der kontinuierlichen Rotation gegenüber der Oszillation

Fast 50 Jahre Erfahrung in der rheologischen Prüfung von Elastomeren haben zur Entwicklung eines neuen Prüfgeräts geführt – des **RPA rotational von GÖTTFERT**. Der Rubber Process Analyzer (RPA), zu Deutsch Gummi-Prozess-Analysegerät, dient zur Analyse von Kautschuk-Compounds sowohl im plastischen als auch im vulkanisierten Zustand sowie zur Charakterisierung des Vernetzungsverhaltens. Bei herkömmlichen RPAs wird die untere Kammerhälfte sinusförmig rotierend bewegt (oszilliert), während an der oberen Kammerhälfte das durch die Probe übertragene Drehmoment gemessen werden. Neben entsprechenden Frequenz-Sweeps können auch LAOS-Messungen (Large Amplitude Oscillatory Strain - oszillatorische Scherung mit großer Amplitude), Vulkanisationsisothermen, Temperatur-Sweeps, Relaxations- oder Sprungversuche durchgeführt werden.

Der neue RPA rotational verfügt über eine **kontinuierlich rotierende untere Kammerhälfte** mit integriertem **Gradiententempersensor** zur Bestimmung des durch Scherdissipation verursachten **Temperaturanstiegs** – ein Alleinstellungsmerkmal am Markt. **Abbildung 1** veranschaulicht den grundlegenden Unterschied zwischen üblichen RPAs und dem RPA rotational.



Abbildung 1: Herkömmliche Rubber Process Analyzer (RPA) sind Rotationsrheometer mit begrenztem Drehwinkel (links). Entsprechend sind die Messungen überwiegend auf oszillatorische Anregungen beschränkt. Der RPA rotational (rechts) gehört zu den ersten RPAs mit beweglicher Kammerhälfte, die Rotationen mit unbegrenzter Amplitude durchführen kann. Dadurch werden kontinuierliche Rotationsmessungen zur Bestimmung der stationären Scherviskosität möglich. Dank des integrierten Gradiententempersensors kann der Temperaturanstieg infolge dissipativer Erwärmung erfasst und korrigiert werden, sodass auch bei hohen Schergeschwindigkeiten zuverlässige Viskositätsdaten erhalten werden. Die Abbildung wurde einem Artikel der KGK Rubberpoint entnommen ¹.

Teil II der RheoInfo zum RPA rotational vergleicht die neue Möglichkeit, die **stationäre Scherviskosität** mittels **kontinuierlicher Rotation** zu bestimmen, mit üblichen Oszillationsmessungen, wie sie bei herkömmlichen RPA-Bauformen typisch sind. Dabei werden die Vorteile der kontinuierlichen Rotation für industrielle Anforderungen deutlich. Außerdem vergleichen wir den RPA rotational mit **Kapillarrheometern**, die ebenfalls stationäre Scherviskositäten messen können.

Zur Gültigkeit der Cox-Merz-Beziehung

Kontinuierliche Rotation für RPAs ist eine relative neue Technologie. Herkömmliche RPAs zählen in der Kautschukindustrie und -forschung noch immer zu den am weitesten verbreiteten Geräten. Daher werden **Viskositäts-Scherraten-Diagramme** für Kautschukmaterialien üblicherweise durch konventionelle RPA-Oszillationsmessungen bestimmt. Dabei wird eine kleine oszillatorische Drehung um eine Nullposition mit einer bestimmten Kreisfrequenz ω ausgeführt. Aufgrund der kleinen Amplitude der oszillatorischen Messanregung entspricht die ermittelte komplexe Viskosität $\eta^*(\omega)$ jedoch nicht unmittelbar den großskaligen stationären Scherprozessen, die in der industriellen Praxis üblich sind (Mischen, Extrusion, Spritzgießen, Kalandrieren usw.). Die stationäre Scherviskosität bildet solche Prozesse deutlich besser ab und wird daher aus Oszillationsmessungen mithilfe der **empirischen Cox-Merz-Regel** abgeschätzt. Diese besagt, dass der Betrag der durch Oszillation gemessenen komplexen Viskosität bei $\omega = \dot{\gamma}$ der stationären Scherviskosität entspricht:

$$|\eta^*(\omega)| = \eta(\dot{\gamma})|_{\omega=\dot{\gamma}} \quad (1)$$

Abbildung 2 vergleicht oszillatorisch und stationär bestimmte Scherviskositätsdaten für ein EPDM-Compound (Ethylen-Propylen-Dien-Monomer) bei Solltemperaturen von 80, 90 und 100 °C. Zusätzlich sind stationäre Scherviskositäten dargestellt, die mit den **GÖTTFERT Kapillarrheometern RG75 und RG50** gemessen wurden. Die stationären Scherviskositäten aus dem RPA rotational und der Kapillarrheometrie stimmen gut überein. Dies gilt jedoch nur für die dissipationskorrigierten RPA-Daten, da die unkorrigierten Viskositäten im Bereich schneller Scherung aufgrund ihrer durch Dissipation verursachten Pseudo-Scherverdünnung deutliche Abweichungen von den kapillarrheologischen Vergleichsdaten zeigen. Dies unterstreicht erneut, dass das Verfahren zur Dissipationskorrektur notwendig ist, um aus RPA-Messungen mit kontinuierlicher Rotation unverfälschte rheologische Daten zu erhalten.

Die dargestellten Ergebnisse stellen die Cox-Merz-Regel infrage, da die Oszillationsdaten etwa doppelt so hoch liegen wie beide Datensätze der stationären Scherung. Während diese empirische Regel bei rheologisch einfachen Flüssigkeiten oft gut funktioniert ^{2,3}, stößt sie bei Industrietypischen, rheologisch komplexen Materialien ^{4,5} – wie dem hier untersuchten Compound – oft an ihre Grenzen.

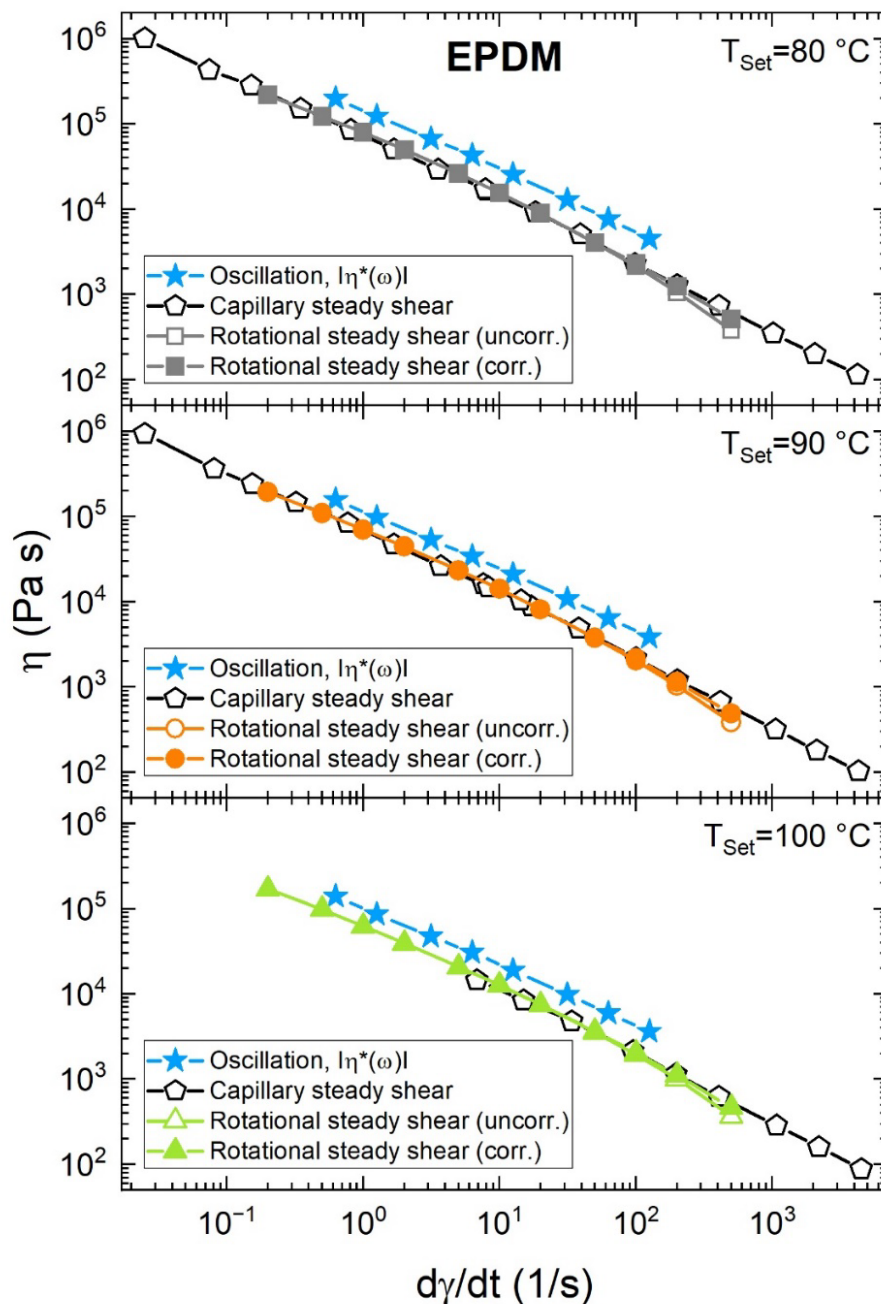


Abbildung 2: Vergleich der Viskositätsdaten für EPDM bei drei verschiedenen Temperaturen. Die blauen Sterne stellen den Betrag der komplexen Viskosität als Funktion der Kreisfrequenz dar, bestimmt aus Oszillationsmessungen mit dem RPA rotational. Die grauen, orangefarbenen und grünen Datenpunkte repräsentieren stationäre Scherviskositäten ermittelt aus kontinuierlicher Rotation, jeweils ohne (ungefüllt) und mit (gefüllt) angewandter Dissipationskorrektur. Die schwarzen ungefüllten Fünfecke zeigen stationäre Scherviskositäten, die kapillarrheologisch bestimmt wurden. Die Abbildung wurde einem Artikel der KGK Rubberpoint entnommen ¹.

Cox-Merz ist daher ein unzuverlässiger Ansatz, um industrielle Scherprozesse wie Mischen, Kalandrieren, Extrusion oder Spritzgießen abzubilden und zu quantifizieren. Zuverlässige

rheologische Messansätze sollten die großskalige Scherung dieser Prozesse abbilden. Mit anderen Worten: **Die direkte Messung der stationären Scherviskosität stellt die beste, verlässlichste Option dar.** Dies kann sowohl kapillarrheologisch als auch mit dem **RPA rotational** in Form kontinuierlicher Rotationsrheologie mit Temperatur-Dissipationskorrektur durchgeführt werden.

Der RPA rotational im Vergleich zur Kapillarrheometrie

Mit der kontinuierlichen Rotationsfunktion des RPA rotational lassen sich stationäre Scherviskositäten bestimmen – eine physikalische Größe, die üblicherweise mit Kapillarrisosimetern erfasst wird. Dies legt einen direkten Vergleich der beiden Gerätetypen nahe. Einerseits bietet die kontinuierliche Rotation mit dem RPA rotational einen einfacheren Messablauf als ein Kapillarrheometer. Darüber hinaus werden RPAs typischerweise für **Vulkanisationsuntersuchungen** eingesetzt und bieten alle Möglichkeiten oszillatorischer Messungen, beispielsweise die Bestimmung des Real- und Imaginärteils des komplexen Schermoduls oder die Durchführung von **LAOS-Untersuchungen (Large Amplitude Oscillatory Strain)**.

Andererseits kann ein Kapillarrheometer höhere stationäre Scherraten von weit über 500 1/s erreichen. **Abbildung 3** vergleicht die stationären Scherviskositäten eines Lkw-Reifen-Compounds, gemessen mit einem **GÖTTFERT Kapillarrheometer RG75**, mit den entsprechenden dissipationskorrigierten und unkorrigierten Daten des RPA rotational. Auch hier ist eine Übereinstimmung der Daten nur dank der Dissipationskorrektur möglich, wie in Teil I der RheoInfo ausführlich erläutert. Das Kapillarrheometer kann selbst extremste Scherbedingungen im Scherratenbereich oberhalb von 1000 1/s charakterisieren. Dort werden Stick-Slip-Effekte sichtbar, die mit dem RPA rotational nicht aufgelöst werden können. Darüber hinaus sind die Kapillarrheometer der GÖTTFERT RG-Serie **hochgradig konfigurierbar** und bieten ein sehr breites Spektrum an **optionalen Erweiterungen**, beispielsweise zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit, der Strangaufweitung (Die Swell), von Sharkskin-Effekten, von Normalspannungen zur Korrelation mit dem Verarbeitungsverhalten oder für pVT-Messungen zur Bestimmung von Schwindung.

Zusammenfassend haben beide Rheometertypen unterschiedliche Anwendungsbereiche sowie jeweils eigene Vor- und Nachteile und sind daher eher als komplementär anzusehen. Für beide Geräte sind Korrekturen erforderlich, um präzise Daten zur stationären Scherviskosität zu erhalten: bei Kapillarrheometern die Rabinowitsch-Weißenberg- und Bagley-Korrekturen und beim RPA rotational im kontinuierlichen Schermodus die in **Teil I der RheoInfo** vorgestellte **Dissipationskorrektur**.

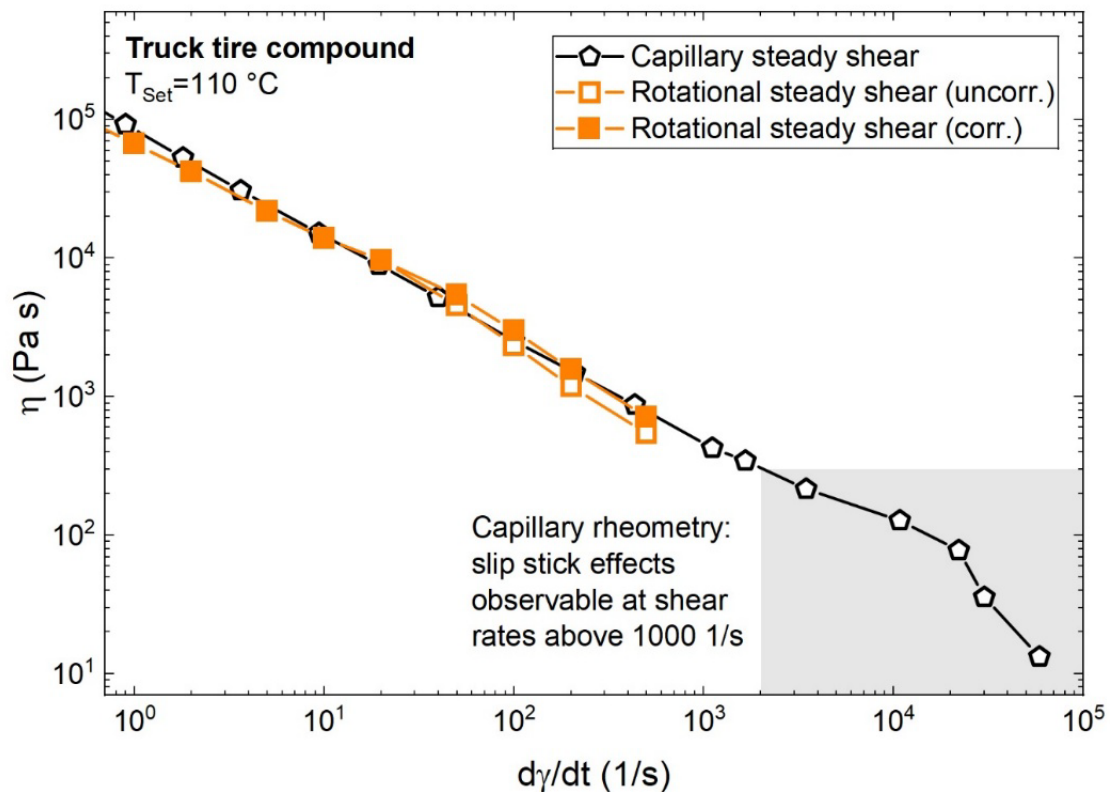


Abbildung 3: Unkorrigierte und korrigierte stationäre Scherviskositäten aus RPA-Messungen mit kontinuierlicher Rotation an einem Lkw-Reifen-Compound bei 110 °C im Vergleich zu kapillarrheologisch ermittelten stationären Scherviskositäten. Der größere zugängliche Messbereich der Kapillarrheometrie ermöglicht es, den Scherratenbereich von Instabilitäten in Form von Stick-Slip-Effekten zu identifizieren, die oberhalb von 1000 1/s auftreten. Die Abbildung wurde einem Artikel der KGK Rubberpoint entnommen ¹.

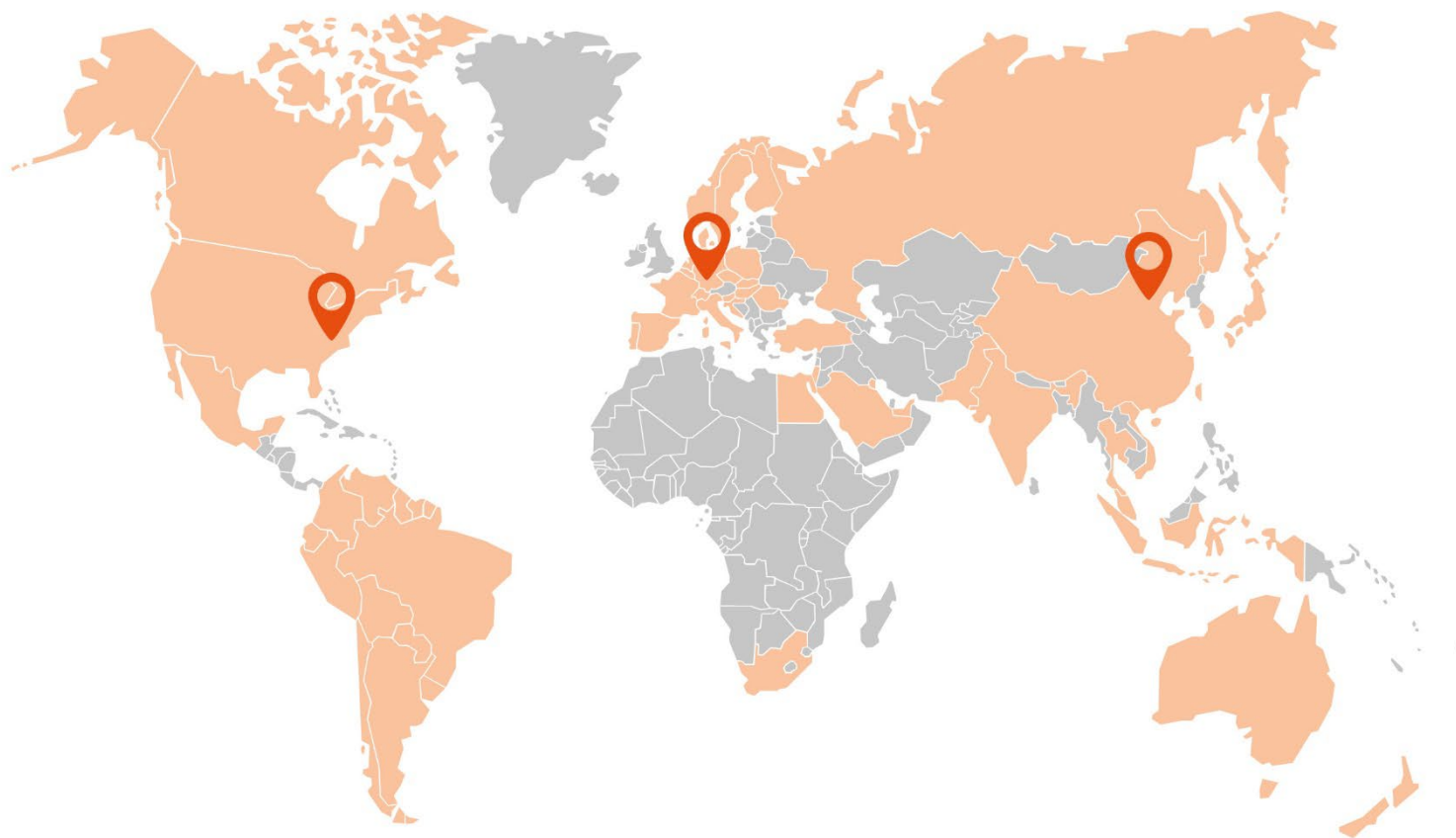
Fazit

Der **RPA rotational** begründet durch die Kombination einer frei rotierenden Kammerhälfte mit fortschrittlichen Temperaturmessmöglichkeiten eine neue Generation von Rubber Process Analyzern. Er ist das erste Gerät auf dem Markt, das über einen großen Scherratenbereich **zuverlässige, dissipationskorrigierte stationäre Scherviskositäten** liefert. Die stationäre Scherviskosität bildet die großskaligen Scherströmungen industrieller Prozesse angemessen ab. Herkömmliche RPA-Geräte können die stationäre Scherviskosität dagegen nur in einem sehr begrenzten Scherratenbereich messen oder müssen auf Oszillationsmessungen zurückgreifen, um sie mithilfe der fehleranfälligen Cox-Merz-Beziehung abzuschätzen. Die direkte Messung der korrigierten stationären Scherviskosität mit dem RPA rotational stellt für industrielle Anforderungen die **bessere und zuverlässigere Alternative** dar.

Teil III der RheoInfo zum RPA rotational wird darstellen, warum und wie die Dissipationskorrektur des RPA rotational die Untersuchung von **transienten Effekten und dissipationsinduziertem Scorch** ermöglicht.

Quellen

1. Frey M, Sunder J. Temperature buildup in sheared rubber - Measuring reliable viscosity data and predicting scorch with the RPA rotational. *KGK Rubberpoint*. 2026;6.
2. Bair S, Yamaguchi T, Brouwer L, Schwarze H, Vergne P, Poll G. Oscillatory and steady shear viscosity: The Cox-Merz rule, superposition, and application to EHL friction. *Tribol Int*. 2014;79:126-131. doi:10.1016/j.triboint.2014.06.001
3. Mead DW. Analytic derivation of the Cox-Merz rule using the MLD "toy" model for polydisperse linear polymers. *Rheol Acta*. 2011;50(9-10):837-866. doi:10.1007/s00397-011-0550-5
4. Rathner R, Roland W, Albrecht H, Ruemer F, Miethlinger J. Applicability of the Cox-Merz rule to high-density polyethylene materials with various molecular masses. *Polymers (Basel)*. 2021;13(8). doi:10.3390/polym13081218
5. Stieger S, Kerschbaumer RC, Mitsoulis E, et al. Contraction and capillary flow of a carbon black filled rubber compound. *Polym Eng Sci*. 2020;60(1):32-43. doi:10.1002/pen.25256



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

