



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Patentschrift
10 DE 38 31 818 C 2

51 Int. Cl.⁵:
G 01 N 11/10

- 21 Aktenzeichen: P 38 31 818.0-52
- 22 Anmeldetag: 19. 9. 88
- 43 Offenlegungstag: 22. 3. 90
- 45 Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 2. 9. 93

DE 38 31 818 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:
Reciprotor A/S, Farum, DK

74 Vertreter:
Prinz, E., Dipl.-Ing.; Leiser, G., Dipl.-Ing.;
Schwepfinger, K., Dipl.-Ing.; Bunke, H., Dipl.-Chem.
Dr.rer.nat.; Degwert, H., Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte,
8000 München

72 Erfinder:
Fink-Jensen, Paul, Kopenhagen/Koepenhaven, DK

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:
DE-AS 27 54 074
DE-OS 27 54 075
DD 1 50 941
GB 21 20 793
US 45 70 478
US-Z.: Tappi, Vol. 53, No. 1, Januar 1970, S. 96-101;

54 Vorrichtung zum Messen der Fließigenschaften von hochviskosen Flüssigkeiten

DE 38 31 818 C 2

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Messen der Fließeigenschaften von vorzugsweise hochviskosen Flüssigkeiten, mit einem Stab und einem um den Stab verschiebbar gelagerten Ring, wobei zwischen dem Stab und dem Ring ein Spalt zur Aufnahme der Flüssigkeit, deren Fließeigenschaften gemessen werden sollen, ausgebildet ist, mit einer ersten Meßeinrichtung zum Messen der Scherkraft, die auf die Flüssigkeit aufgrund der Relativbewegung zwischen Ring und Stab einwirkt, und einer zweiten Meßeinrichtung zum Messen der relativen Verschiebungsgeschwindigkeit sowie mit Bewegeinrichtungen, die entweder den Stab oder den Ring einer gesteuerten Bewegung bezüglich des Ringes bzw. des Stabes unterwerfen.

Unter hochviskosen Flüssigkeiten sind in diesem Zusammenhang Flüssigkeiten zu verstehen, die eine Viskosität von über ungefähr $1 \text{ Pa} \cdot \text{sec}$ haben.

Die meisten, industriell verwendeten Viskosimeter sind Rotationsviskosimeter und so beschaffen, daß die Viskosität dickflüssiger (hochviskoser) Flüssigkeiten, wie z. B. Druckfarben für den Offsetdruck, nur bei niedrigen Verschiebungsgeschwindigkeiten gemessen werden können. Der Grund dafür ist teilweise in den häufig ausgeprägten viskoelastischen Eigenschaften der Flüssigkeiten zu suchen, und teilweise in einer zu geringen Motorleistung. Ein weiterer Grund ist die unter der Messung auftretende Wärmeentwicklung, die das Aufrechterhalten einer konstanten Temperatur der zu messenden Flüssigkeit unmöglich macht.

Bekannte Rotationsviskosimeter zur Bestimmung von Fließkurven sind u. a. in DE-OS 23 10 461 und DE-AS 23 14 671 beschrieben.

Darüber hinaus ist es bekannt, Viskositätsmeßvorrichtungen zu verwenden, in denen ein Stab durch einen stationär angebrachten Ring gesenkt wird, auf dessen Innenflächen die zu messende Flüssigkeit aufgebracht ist, wobei der Stab unterschiedlichen Belastungen zur Bestimmung von korrelierenden Werten für die Schergeschwindigkeit und die Scherspannung ausgesetzt wird, vgl. z. B. DE-AS 27 54 075. Das Problem solcher Stabviskosimeter ist jedoch, daß während der praktischen Anwendung der Stab unvermeidlich gelegentlich schief fällt, was unkorrekte Messungen zur Folge hat. Darüber hinaus kann man mit einer solchen Vorrichtung während jeder Messung nur einen oder einige wenige Meßpunkte auf der Fließkurve bestimmen. Ein weiteres Problem ist die Temperaturregelung, die entweder gar nicht oder nur unter Schwierigkeiten durchführbar ist. Weiterhin muß die Vorrichtung notwendigerweise eine Höhe haben, die mindestens das doppelte der Länge des Stabes ausmacht.

Die GB-OS 21 20 793 A beschreibt ein Viskosimeter zum Messen der rheologischen Eigenschaften von Newtonschen Flüssigkeiten und Bingham Fluiden. Dabei bewegt sich ein gesteuerter Kolben durch einen hohlen Zylinder mit einer zu messenden Flüssigkeit. Die Verschiebungsgeschwindigkeit im Spalt zwischen dem Kolben und dem Zylinder schwankt jedoch ausgesprochen kräftig zwischen Null in der Mitte des Spalts und einem Maximalwert an den Grenzflächen. Mit diesem Viskosimeter, das somit in Wirklichkeit ein speziell ausgebildetes Kapillarviskosimeter ist, kann somit nicht eine Fließkurve bestimmt werden, wo jeder Meßpunkt mit einer bestimmten, konstanten Verschiebungsgeschwindigkeit korreliert.

Aus der US-PS 45 70 475 ist eine Vorrichtung der

eingangs genannten Gattung bekannt, bei der vor Beginn der Messung ein mit der zu testenden Flüssigkeit gefüllter Füllbecher an den Ring angeflanscht wird, der zusammen mit dem Ring so auf den feststehenden Stab aufgeschoben wird, daß die Flüssigkeit in den Ringspalt zwischen Stab und Ring gepreßt wird. Der Ring weist über seine ganze Länge kreiszylindrischen Querschnitt auf. Nach dem Befüllen des Ringspalts muß der Füllbecher entfernt und durch eine zylindrische Testkappe oder -hülse ersetzt werden. Ring und Testkappe werden dann, motorisch angetrieben, gegenüber dem Stab verschoben, wobei die eigentliche Messung durchgeführt wird. Maßnahmen zur gegenseitigen Zentrierung von Ring und Stab vor Beginn oder während der Messung sind weder angesprochen noch getroffen.

Schließlich ist aus der DE-AS 27 54 074 ein thermostatisierbares Stabviskosimeter bekannt, bei dem der Ring an seinem oberen Ende einen Fülltrichter in Form einer koaxialen, konischen Erweiterung aufweist, in den die zu untersuchende Stoffprobe gegeben wird, um den Stab damit zu umhüllen und den Ringspalt aufzufüllen. Auch hier ist die gegenseitige Zentrierung von Ring und Stab nicht angesprochen.

Aus TAPPI, Vol. 53, Nr. 1, S. 96 — 101 (1970), ist ein Bandviskosimeter bekannt, bei dem ein $25 \mu\text{m}$ starkes Band aus Polyester (PETP)-Folie durch einen zwischen zwei Stahlblöcken gebildeten Spalt von $76 \mu\text{m}$ Breite, der mit der zu messenden Flüssigkeit gefüllt ist, gezogen wird und das eine erste Meßeinrichtung zum Messen der Bandgeschwindigkeit, eine zweite Meßeinrichtung zum Messen der von der Scherspannung im Spalt abhängigen "Rücktriebskraft", die an den Stahlblöcken angreift und den Spalt zu verengen sucht, sowie Bewegeinrichtungen umfaßt, die das Band einer gesteuerten Bewegung bezüglich des Spaltes unterwerfen. Der Spalt ist rechteckig und besitzt keinen zylindrischen Bereich. Am Bandedeinlauf ist der Spalt rinnenförmig unter Bildung eines Reservoirs für die zu untersuchende Flüssigkeit erweitert, wobei die teilkreisförmige Geometrie des Übergangs vom Reservoir zum Spalt so gewählt ist, daß eine laminare Strömung beim Eintritt der Flüssigkeit in den Spalt gewährleistet ist und die Zentrierung des Bandes im Spaltinneren gefördert wird.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zum Messen der Fließeigenschaften von vorzugsweise hochviskosen Flüssigkeiten zu schaffen, mit der es gelingt, die relative Lage zwischen Stab und Ring während des gesamten Meßvorgangs konstant zu halten und dadurch die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Messung zu verbessern. Gleichzeitig soll die Vorrichtung eine für Laborzwecke passende Größe aufweisen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Vorrichtung gemäß Patentanspruch 1 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind durch die Merkmale der Unteransprüche gekennzeichnet.

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann innerhalb eines einzigen Meßvorgangs die Flüssigkeit gewünschten unterschiedlichen Schergeschwindigkeiten unterworfen werden, die z. B. im Bereich $0-4000 \text{ sec}^{-1}$ liegen. Gleichzeitig wird laufend die Scherspannung gemessen (z. B. bis zu 250 kPa), womit mittels eines einzigen Versuchs eine vollständige Fließkurve bestimmt werden kann.

Die Flüssigkeit wird vor dem Beginn der gesteuerten Bewegung in Form eines Überzugs auf den Stab aufgetragen. Damit wird sichergestellt, daß die gesamte

Oberfläche des Stabes vollständig befeuchtet wird und daß eine ungenügende Befeuchtung mit daraus resultierenden Luftblasen im Meßbereich vermieden wird.

Es können eine Vielzahl von korrelierenden Werten für Schergeschwindigkeit und Scherspannung innerhalb eines sehr kurzen Zeitraumes, d. h. innerhalb weniger Sekunden, gemessen werden, so daß eine vollständige Fließkurve oder andere Daten automatisch innerhalb sehr kurzer Zeit, d. h. in der Größenordnung von ca. 15 sec und weniger, ausgeschrieben werden können.

Die Tatsache, daß bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung die den Spalt bildende Öffnung durch den Ring einen zylindrischen Bereich aufweist, dessen Enden in koaxiale konische Bereiche mit zunehmender Konizität übergehen, deren Querschnittsflächen in axialer, dem zylindrischen Bereich abgewandter Richtung zunehmen, führt zu einer besonders vorteilhaften Selbstzentrierung von Stab und Ring.

In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist der Stab stationär angeordnet, und die Bewegeeinrichtungen umfassen eine motorangetriebene Gewindestange, die sich parallel zum Stab erstreckt und die mit einer daran aufgeschraubten mutterähnlichen Einrichtung zusammenwirkt, die wiederum mit dem Ring verbunden ist. Der stationäre Stab ermöglicht eine gesteuerte Bewegung in einer Vorrichtung, die eine auch für Laborzwecke passende Größe hat. Gleichzeitig wird kontinuierlich die Scherkraft (die Scherspannung) gemessen. Dies ist im Vergleich zu der in DE-AS 27 54 075 beschriebenen Vorrichtung mit beweglichem Stab zu sehen, wo eine Kraft verwendet wird, die durch die Benutzung von Gewichtskörpern erzeugt wird, die einzeln oder in Gruppen während der Stabbewegung entfernt werden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist die mutterähnliche Einrichtung mittels eines Kardangelenks mit dem Ring verbunden. Dadurch zentriert sich der Ring selbständig, was eine gleichförmige Schergeschwindigkeit im Meßbereich sowie eine geringe Abnutzung ermöglicht. Gleichzeitig ist es einfacher, die Temperatur konstant zu halten.

In einer zweiten bevorzugten Ausführungsform bilden der Stab und die Innenfläche des Ringes eine Rotationszylinderfläche, was die Reinigung der Vorrichtung erleichtert.

Darüber hinaus ist in einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung die Spaltbreite unter 200 µm, vorzugsweise unter 100 µm. Bei einer solchen Spaltbreite ist es möglich, niedrige relative Geschwindigkeiten zwischen Stab und Ring zu verwenden und trotzdem viel höhere Verschiebungsgeschwindigkeiten als mit bekannten Vorrichtungen zu erzielen. Weiterhin wird die Temperaturerhöhung des Materials herabgesetzt. Dies bedeutet wiederum, daß die Länge des Stabes kürzer gehalten werden kann und daß eventuelle Beschleunigungsphänomene weniger ausgeprägt sind. Auf der anderen Seite muß der Spalt so breit sein, daß eine eventuelle Inhomogenität der Flüssigkeit, z. B. in Verbindung mit der Messung der Viskosität pigmentierter Materialien nicht störend wirkt. Letztlich ist aufgrund der geringen Spaltbreite die erforderliche Menge Versuchsmaterial gering; sie bewegt sich in der Größenordnung von 1 g.

Weiterhin ist bei einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung der Stab hohl und enthält eine Temperierflüssigkeit. Dies ermöglicht eine im wesentlichen konstante Temperatur der Flüssigkeit. Darüber hinaus ist diese Temperatur bekannt, was z. B.

bei der Verwendung von bekannten Vorrichtungen mit beweglichem Stab nicht der Fall ist.

Die Erfindung wird nachstehend anhand der Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, und

Fig. 2 einige Beispiele für Fließkurven.

Die in Fig. 1 gezeigte Vorrichtung weist einen Stab 1 sowie einen um diesen Stab beweglich gelagerten Ring 2 auf, wobei zwischen dem Ring und dem Stab ein Spalt gebildet wird, der in der Zeichnung übertrieben groß dargestellt ist. Der Stab 1 ist hohl und mit einer Zuleitung 12 und einer Ableitung (nicht gezeigt) für eine geeignete Temperierflüssigkeit 10, vorzugsweise Wasser, versehen. Das untere Ende des Stabes 1 ist mit einer Wägeeinrichtung 5 verbunden, die ein Signal an eine Recheneinrichtung 11 abgibt.

Die Innenfläche des Ringes 2 ist durch einen zylindrischen Bereich begrenzt, der an jedem Ende in einen konischen Bereich mit zunehmender Konizität übergeht.

Der Ring 2 ist mittels eines Kardangelenks (nicht gezeigt) mit einer mutterähnlichen Einrichtung 7 verbunden, welches sicherstellt, daß sich der Ring während des Betriebs dauernd automatisch selbst um den Stab 1 zentriert. Die mutterähnliche Einrichtung 7 wird entlang einer Gewindestange 6 bewegt. Diese Bewegung wird durch das Drehen der Gewindestange 6 mittels eines Motors 8 und einer Steuereinrichtung 9 erzeugt, wobei letztere die gesteuerte Bewegung der mutterähnlichen Einrichtung 7 ermöglicht. Die Steuereinrichtung 9 ist so beschaffen, daß sie den Motor 8 mit einer bestimmten gewünschten Drehzahl und gewünschten Beschleunigungen und Verzögerungen laufen läßt. Darüber hinaus mißt die Steuereinrichtung 9, bei welcher Drehzahl der Motor 8 tatsächlich die mutterähnliche Einrichtung 7 und damit den Ring 2 der gesteuerten Bewegung unterwirft.

Bei Verwendung der Vorrichtung wird die zu untersuchende Flüssigkeit in Form einer Schicht auf die Oberfläche des Stabes aufgebracht. In der Praxis erfolgt dies derart, daß die Flüssigkeit auf den Stab an einem Niveau unterhalb des sich in seiner oberen Position befindlichen Ringes aufgetragen wird, wonach der Ring einmal langsam nach unten und wieder zurück bewegt wird. Die Flüssigkeitsschicht 4 und der Spalt 3 sind so aufeinander abgestimmt, daß die Flüssigkeitsschicht mit dem Ring über die gesamte Strecke um den Stab 1 herum in Berührung ist, und zwar sowohl an der inneren Zylinderfläche des Ringes als auch an einem Teil der einen oder beider konischer Flächen, durch welche die Flüssigkeitsschicht während der Bewegung des Ringes 2 beeinflußt wird. Der besseren Übersicht halber ist die Flüssigkeitsschicht 4 in Fig. 1 zu dünn dargestellt. Der Ring 2 erhält mittels der mutterähnlichen Einrichtung 7, der Gewindestange 6 und des Motors 8 eine Geschwindigkeit, die mittels der Steuereinrichtung 9 geändert werden kann. Die gesteuerte Geschwindigkeit wird in Form eines Geschwindigkeitssignals an die Recheneinheit 11 abgegeben, die auch, wie bereits erwähnt, die mit Hilfe der Wägeeinrichtung 5 gemessenen Scherspannungen empfängt, so daß die Abhängigkeit zwischen Scherspannung und Schergeschwindigkeit z. B. in Form einer Fließkurve ausgeschrieben werden kann.

Die Temperierflüssigkeit 10 stellt sicher, daß die im Spalt 3 befindliche Flüssigkeit 4 zu jedem Zeitpunkt eine bestimmte Temperatur aufweist.

Fig. 2 zeigt schematisch Beispiele für Fließkurven, die

aufgrund von mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung gemessener, korrelierender Werte für Schergeschwindigkeit und Scherspannung erhalten wurden. Die Kurven 13–17 zeigen jeweils Fließkurven, die mittels eines einzigen Meßvorgangs erhalten wurden, wohingegen in herkömmlichen Vorrichtungen mehrere Meßvorgänge notwendig sind, um solche Fließkurven zu erreichen.

Die Erfindung ist unter Berücksichtigung eines bevorzugten Ausführungsbeispiels der erfindungsgemäßen Vorrichtung beschrieben, sie kann aber vielfach variiert werden, ohne dabei von der Idee der Erfindung abzuweichen. So kann als die mutterähnliche Einrichtung mit Gewindestange eine handelsübliche Kugelmutter mit dazugehöriger Gewindespindel verwendet werden.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Messen der Fließeigenschaften von vorzugsweise hochviskosen Flüssigkeiten mit einem Stab und einem um den Stab verschiebbar gelagerten Ring, wobei zwischen dem Stab und dem Ring ein Spalt zur Aufnahme der Flüssigkeit, deren Fließeigenschaften gemessen werden sollen, ausgebildet ist, mit einer ersten Meßeinrichtung zum Messen der Scherkraft, die auf die Flüssigkeit aufgrund der Relativbewegung zwischen Ring und Stab einwirkt, und einer zweiten Meßeinrichtung zum Messen der relativen Verschiebungsgeschwindigkeit sowie mit Bewegungseinrichtungen, die entweder den Stab oder den Ring einer gesteuerten Bewegung bezüglich des Ringes bzw. des Stabes unterwerfen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die den Spalt bildende Öffnung (3) durch den Ring (2) einen zylindrischen Bereich umfaßt, dessen Enden in koaxiale konische Bereiche mit zunehmender Konizität übergehen, deren Querschnittsflächen in axialer, dem zylindrischen Bereich abgewandter Richtung zunehmen.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Stab (1) stationär angeordnet ist und daß die Bewegungseinrichtungen (6, 7) eine motorangetriebene Gewindestange (6) umfassen, die sich parallel zum Stab (1) erstreckt und die mit einer daran aufgeschraubten mutterähnlichen Einrichtung (7) zusammenwirkt, die wiederum mit dem Ring (2) verbunden ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mutterähnliche Einrichtung (7) mittels eines Kardangelenks mit dem Ring (2) verbunden ist.
4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Stab (1) und die Innenfläche des Ringes (2) eine Rotationszylinderfläche bilden.
5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Spaltbreite unter 200 µm, vorzugsweise unter 100 µm, liegt.
6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Stab (1) hohl ist und eine Temperierflüssigkeit (10) enthält.
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die erste Meßeinrichtung (5) eine Wägeeinrichtung umfaßt.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

Fig. 1

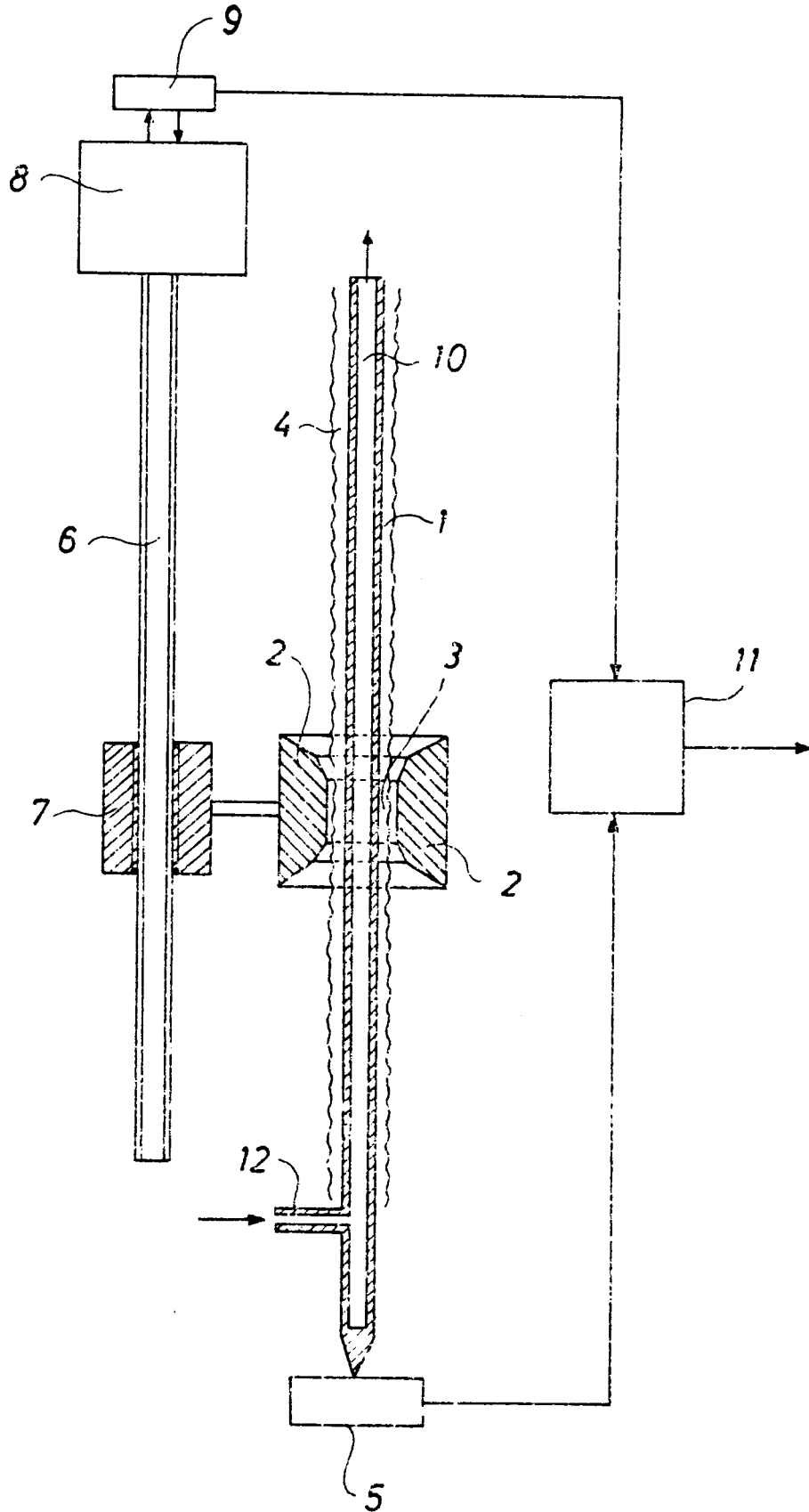


Fig 2

