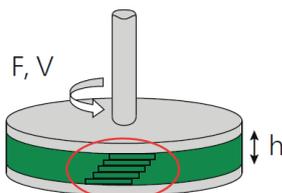




Anwendung der Cox-Merz-Regel: Eine Schritt-für-Schritt-Anleitung

Einleitung

Bei einer viskosimetrischen Messung wird die Scherviskosität eines Materials bestimmt. Dazu wird eine Probe zwischen zwei Platten eingebracht. Die obere Platte rotiert mit einer definierten Scherrate (oder Schubspannung), siehe Abbildung 1. Die Scherrate wird anhand der Winkelgeschwindigkeit V der oberen Platte sowie des Abstands h zwischen beiden Platten bestimmt. Die für die Erzeugung dieser Scherrate benötigte Schubspannung wird aufgrund des aufgetragenen Drehmoments F berechnet.



- 1 Rotationsmessung: Die obere Platte dreht sich mit definierter Geschwindigkeit und erzeugt ein Scherprofil über den Messspalt

Solch eine Messung kann, wie oben erläutert, scherraten- oder schubspannungsgeregelt durchgeführt

werden. In diesem Fall wird eine Schubspannung aufgebracht und die Scherrate bestimmt.

Unabhängig von der Steuerungsart ist die Bestimmung der Scherviskosität mit folgender Gleichung möglich:

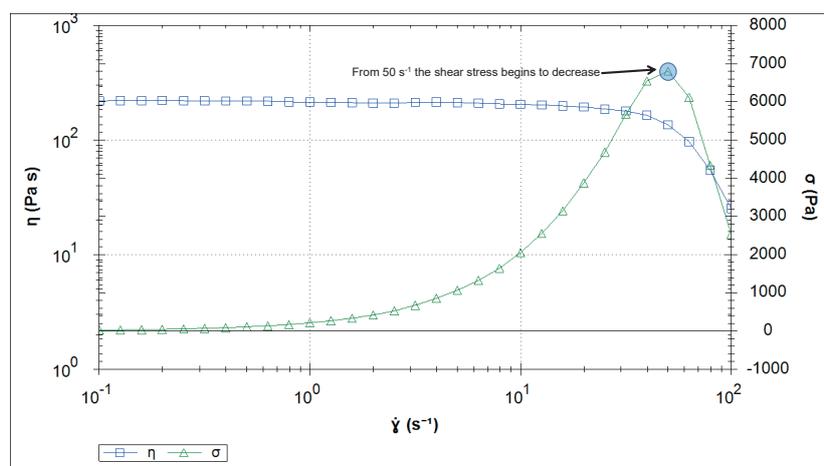
$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$$

η : Scherviskosität [Pa·s]

σ : Schubspannung [Pa]

$\dot{\gamma}$: Scherrate [s^{-1}]

Der Scherratenbereich einer solchen Messung ist begrenzt. Ist die Zentrifugalkraft (die das Material nach außen drückt) höher als die Normalkraft (die die obere Geometrie nach oben drückt), kann die Probe aus dem Messspalt herausgedrückt werden. In diesem Fall ist bei der Auswertung der Viskositätskurve mit großer Sorgfalt vorzugehen. Die Schubspannungskurve ist eine der Indikatoren für die Gültigkeit. Da sie mit zunehmender Scherrate ansteigen sollte, zeigt eine Abnahme der Schubspannung die Grenzen des Messbereichs auf.



- 2 Rotationsmessung an PEEK bei 360 °C (Geometrie CP2/25, Messspalt: 70 μ m, Temperatur: 360 °C, Scherraten: 0,1 bis 100 s^{-1}).

In Abbildung 2 ist ein Beispiel für dieses Verhalten dargestellt. Hier wurde eine Polymerschmelze (PEEK) in Rotation zwischen 0.1 und 100 s^{-1} gemessen. Die Abnahme der Schubspannung bei 50 s^{-1} deutet darauf hin, dass die Probe herausgedrückt wurde, da die Schubspannung an diesem Punkt abzufallen beginnt. Daher sind die Viskositätswerte oberhalb dieser Scherrate ungültig und nicht repräsentativ für die Probe.

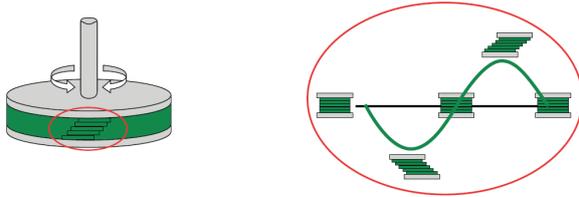
APPLICATIONNOTE Anwendung der Cox-Merz-Regel: Eine Schritt-für-Schritt-Anleitung

Wie erhält man die Scherviskosität bei höheren Scherraten?

Eine einfache Möglichkeit, Ergebnisse bei Scherraten über 50 s^{-1} (in einem Rotationsrheometer) zu erhalten, ist die Anwendung der Cox-Merz-Regel. Dieses empirische Verhältnis besagt, dass sich die Scherviskosität für die meisten ungefüllten Polymerschmelzen aufgrund der komplexen Viskosität η^* vorhersagen lässt. Eine alternative Lösung für die Messung des Fließverhaltens bei schnelleren Verarbeitungsbedingungen oder höheren Scherraten kann durch Verwendung eines Hochdruck-Kapillarrheometers erreicht werden.

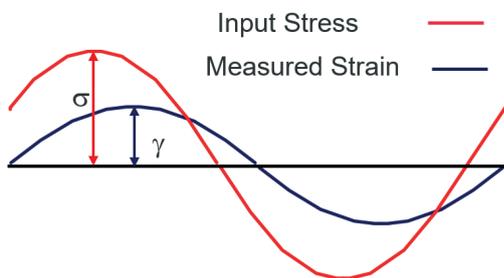
Was ist die komplexe Viskosität?

Die komplexe Viskosität wird durch eine Oszillationsmessung erhalten. In diesem Test rotiert die obere Geometrie nicht mehr, sondern oszilliert bei einer definierten Frequenz (Abbildung 3).



3 Oszillationsmessung: Die obere Platte oszilliert bei definierter Frequenz und Dehnungs- (oder Spannungs-) Amplitude

Der Unterschied (Verzögerung/Phase δ) zwischen dem sinusförmigen Eingangs- und Ausgangssignal definiert die Materialeigenschaften der Probe (Abbildung 4). Diese Messungen werden für Amplituden durchgeführt, die klein genug sind, um die Probenstruktur nicht



4 Eingangs- und Ausgangssignal während eines Oszillationstests

zu zerstören, sodass die aufgebrachte Dehnung und die daraus resultierende Spannung proportional sind und die Frequenz des Antwortsignals gleich der Eingangsfrequenz ist.

Durch diese Prüfung lassen sich die viskoelastischen Eigenschaften des Materials, z.B. seine Steifigkeit¹, angeben durch den sogenannten komplexen Modul G^* , bestimmen. Die komplexe Viskosität η^* ist:

$$\eta^* = \frac{G^*}{\omega}$$

η^* : komplexe Viskosität [Pa·s]

G^* : komplexer Modul [Pa]

ω : Winkelfrequenz [$\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$]

Komplexe Viskosität und Scherviskosität: Die Cox-Merz-Regel

Die Cox-Merz-Regel lässt sich aufgrund des folgenden Verhältnisses zusammenfassen:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta^*(\omega)$$

In Worten ausgedrückt bedeutet dies, dass das Ergebnis der Scherviskosität in Abhängigkeit von der Scherrate (erhalten durch Rotation) dem Ergebnis der komplexen Viskosität in Abhängigkeit von der Winkelfrequenz (erhalten durch Oszillation) entspricht.

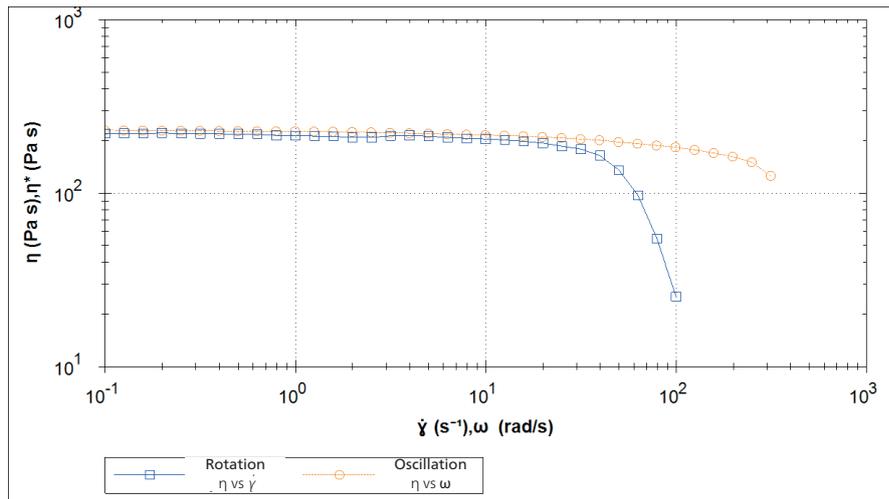
Daher ist es möglich, die Scherviskosität für Scherraten zu erhalten, die über dem Grenzwert einer Rotationsmessung liegen, der bei dem hier vorgestellten Beispiel bei 50 s^{-1} lag.

¹ Weitere Informationen über die mittels Oszillationsmessungen erhaltenen Eigenschaften finden Sie in unserem White Paper: A Basic Introduction to Rheology, <https://analyzing-testing-netzsch.com/en/media/white-paper>

APPLICATIONNOTE Anwendung der Cox-Merz-Regel: Eine Schritt-für-Schritt-Anleitung

Abbildung 5 zeigt die Ergebnisse der Rotations- und Oszillationsmessung für die PEEK-Probe, aufgetragen in Abhängigkeit von der Scherrate und Winkelfrequenz auf derselben Skalierung. Üblicherweise werden solche Kurven nur in Abhängigkeit von der Scherrate mit einem Hinweis auf die Cox-Merz-Regel dargestellt. Die in Abbildung 5 illustrierten Ergebnisse zeigen, dass die komplexe Viskosität und Scherviskosität im unteren

Scherratenbereich gut übereinstimmen. Bei höheren Scherraten erhält man einen genaueren Wert der Scherviskosität durch Anwendung der Cox-Merz-Regel auf die komplexe Viskosität (orange Linie). Der stärker ausgeprägte Rückgang der Scherviskosität (blaue Linie) ist, wie oben erläutert, auf das Herausdrücken der Probe zurückzuführen.



5 Rotation (blau) und Oszillation (orange) Messung an PEEK
(Rotation: Geometrie: CP2/25, Messspalt: 70 μm , Temperatur: 360 $^{\circ}\text{C}$, Scherraten: 0,1 bis 100 s^{-1}
Oszillation: Geometrie: PP25, Messspalt: 500 μm , Temperatur: 360 $^{\circ}\text{C}$, Frequenz: 0,1 bis 300 rad/s ; Schubspannung: 500 Pa)

Zusammenfassung

Das dargestellte Beispiel zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen Scherviskosität und komplexer Viskosität im niedrigen Scherratenbereich. Beginnt das Material

während der Rotation aus dem Spalt zu fließen, lässt sich die Viskosität durch diese Art von Messung nicht mehr bestimmen. Wendet man jedoch die Cox-Merz-Regel an, können Scherviskositätswerte mittels Oszillationsmessung bestimmt werden.