

Ein breiterer Frequenzbereich in kürzerer Zeit: Chirps-Messungen an LLDPE mit dem Kinexus

Eine um 80 % reduzierte Messzeit bei gleichzeitg erweitertem Winkel-Frequenzbereich von 2 auf fast 4 Dekaden

Claire Strasser, Product Line Manager Rheometry, und Senol Gezgin, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Frequenzabhängige rheologische Messungen liefern einen charakteristischen viskoelastischen Fingerabdruck eines Polymers. Der Speichermodul G' beschreibt das elastische Verhalten, der Verlustmodul G'' das viskose Verhalten. Der Phasenwinkel δ gibt Aufschluss über die jeweiligen Anteile.

Bei herkömmlichen Oszillationsfrequenzsweeps wird die Materialantwort bei einzelnen Frequenzen nacheinander gemessen. Dies kann einen erheblichen Zeitaufwand erfordern, insbesondere wenn niedrige Frequenzen einbezogen werden. Chirps-Messungen bieten eine schnelle Alternative: Die Oszillationsfrequenz ändert sich während der Anregung kontinuierlich und die Analyse der gemessenen Signale liefert das frequenzabhängige viskoelastische Verhalten.

In dieser Application Note werden herkömmliche Messungen und Chirps-Messungen von linearem Polyethylen niedriger Dichte (LLDPE) unter Verwendung eines Kinexus-Rotationsrheometers verglichen. Die Messungen verdeutlichen den Hauptvorteil dieser Methode: einen wesentlich breiteren Frequenzbereich, der in etwa einem Fünftel der Zeit erfasst wird.

Messbedingungen

Es wurden zwei Messungen an LLDPE mit dem Kinexus durchgeführt. Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 gelistet.

Tabelle 1 Messbedingungen

Parameter	Konventioneller Frequenzsweep	Chirps-Messung
Winkelfrequenzbereich	0,62 bis 62 rad/s	0,02 bis 150 rad/s
Frequenzbereich	2 Dekaden	Fast 4 Dekaden
Angegebene Messdauer	Ca. 25 Minuten	Ca. 5 Minuten
Geometrie	Platte-Platte 20 mm	
Messspalt	1 mm	
Temperatur	130 ° C	

NGB · Application Note 484 · DE · 1126 · Technische Änderungen vorbehalten.

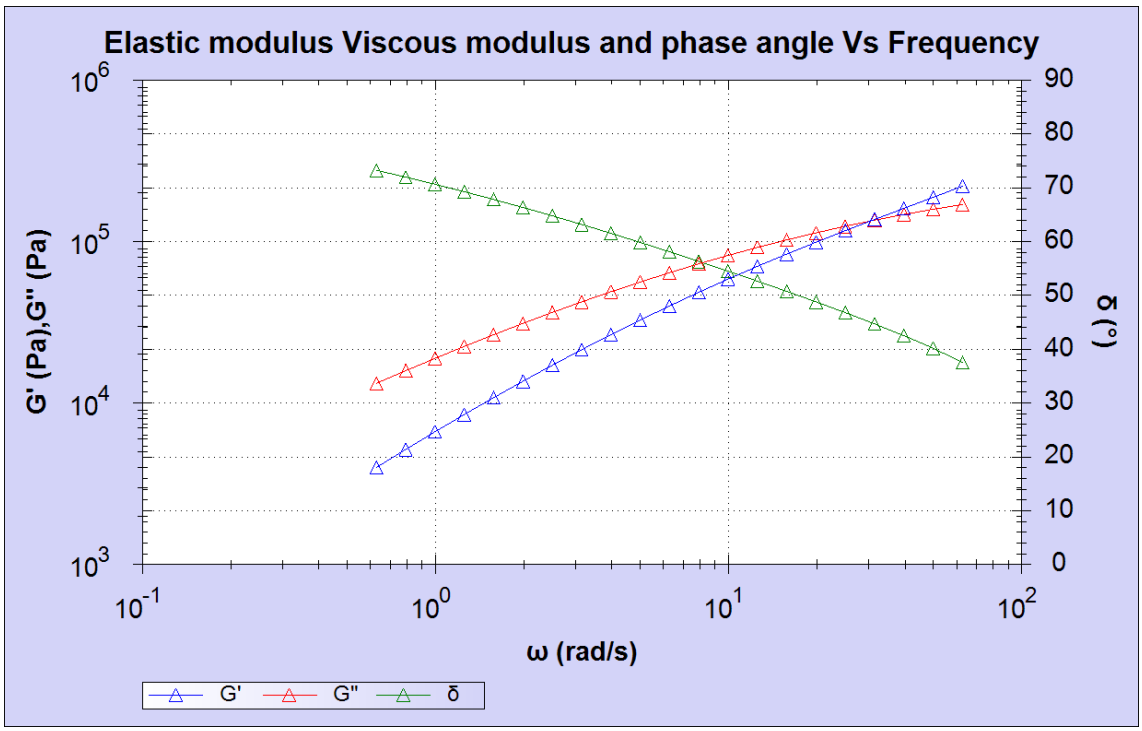
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com

Ergebnisse und Diskussion

Konventioneller Frequenzsweep

Abbildung 1 zeigt die Kurven, die sich aus dem herkömmlichen Frequenzsweep ergeben. Am unteren Ende des Messbereichs übersteigt G'' den Wert von G', was auf ein vorwiegend viskoses Verhalten hindeutet. Mit steigender Winkelfrequenz nehmen beide Moduln zu, wobei G' stärker ansteigt. Der Schnittpunkt der Kurven liegt bei 30 rad/s. Bei höheren Frequenzen ist G' größer als G'', was auf ein vorwiegend elastisches Verhalten hindeutet.

Der Phasenwinkel nimmt mit steigender Frequenz ab, was mit diesem Übergang im Einklang steht. Der herkömmliche Frequenzdurchlauf erfasst somit den Übergang vom viskos-dominierten zum elastisch-dominierten Verhalten innerhalb des ausgewählten Bereichs.



1 Herkömmlicher Winkelfrequenzsweep von LLDPE, gemessen mit dem Kinexus im Bereich von 0,62 bis 62 rad/s. G' ist blau, G'' rot und δ grün dargestellt. Messdauer: ca. 25 Minuten.

NGB · Application Note 484 · DE · 1126 · Technische Änderungen vorbehalten.

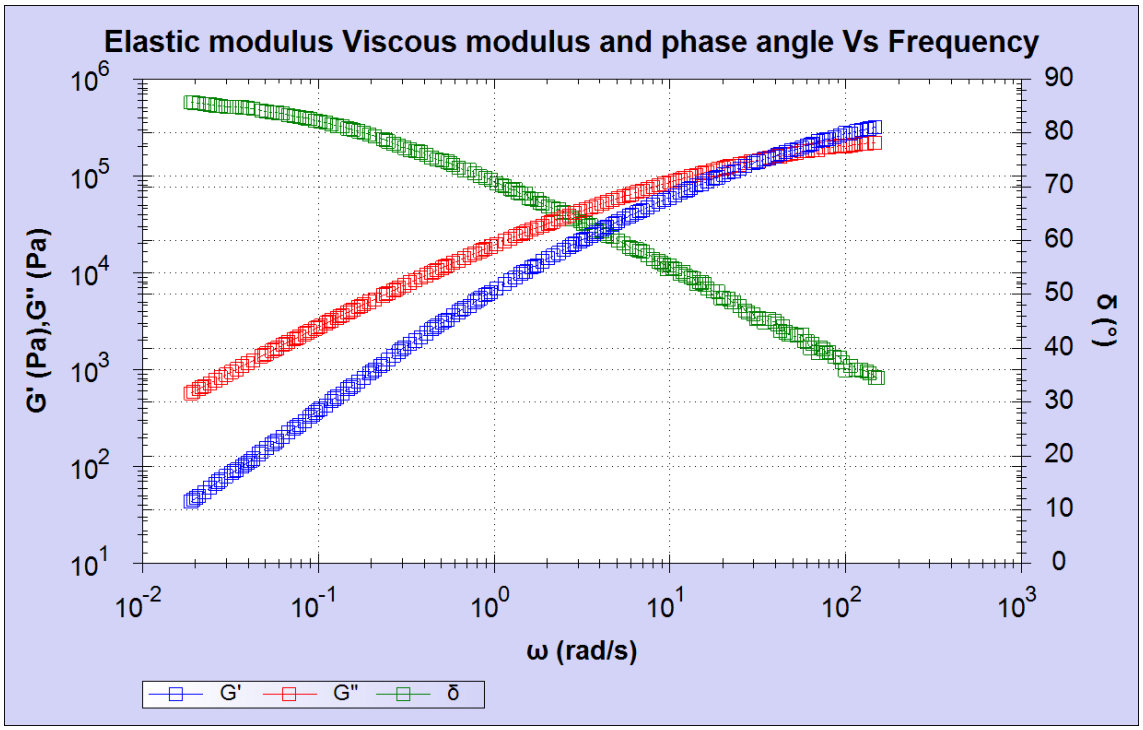
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com

Chirps-Messung

Wie in Abbildung 2 dargestellt, erweitert die Chirps-Messung das Spektrum sowohl in Richtung niedrigerer als auch höherer Winkelgeschwindigkeiten.

Bei niedrigen Frequenzen liegt G'' deutlich höher als G' und der Phasenwinkel nähert sich 90°, was auf eine stark viskos-dominierte Materialantwort hindeutet. Mit steigender Frequenz verringert sich der Abstand zwischen den Moduln. Bei höheren Frequenzen übersteigt G' den Wert von G'' und der Phasenwinkel fällt unter 45°.

Der erweiterte Niederfrequenzbereich liefert zusätzliche Informationen über das Verhalten der Probe über längere Beobachtungszeiträume. Aufgrund des Zeitfaktors werden diese Informationen durch den in Abbildung 1 dargestellten herkömmlichen Sweep nicht erfasst.



2 Chirps-Messung von LLDPE mit dem Kinexus im Bereich von 0,02 bis 50 rad/s. G' ist blau dargestellt, G'' rot und δ grün. Messdauer: ca. 5 Minuten.

NGB · Application Note 484 · DE · 1126 · Technische Änderungen vorbehalten.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com

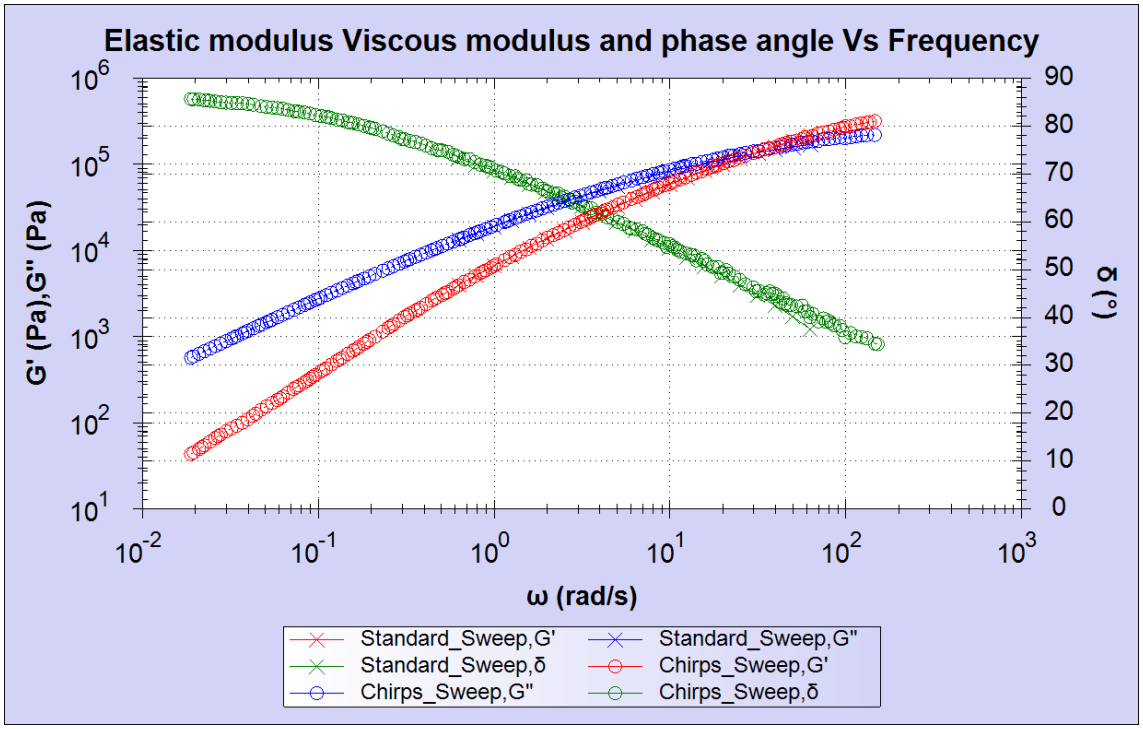
Vergleich der beiden Methoden

Die in Abbildung 3 dargestellte Überlagerung zeigt eine enge visuelle Übereinstimmung im gemeinsamen Frequenzbereich. Dies untermauert die Eignung der Chirps-Messung zur Charakterisierung dieser LLDPE-Probe. Zudem erweitern die Chirps-Daten das gemessene Spektrum über den typischen Bereich des herkömmlichen Sweeps hinaus.

Fazit: Vorteil von Chirps-Messungen mit dem Kinexus

Die LLDPE-Messungen zeigen einen klaren praktischen Vorteil der Chirps-Messung mit dem Kinexus-Rotationsrheometer. So deckt die Chirps-Messung in etwa fünf Minuten den Bereich von 0,02 bis 150 rad/s ab, während der herkömmliche Frequenzsweep etwa 25 Minuten für den Bereich von 0,62 bis 62 rad/s benötigt. Die Ergebnisse zeigen eine gute visuelle Übereinstimmung innerhalb ihres überlappenden Bereichs.

Kinexus-Chirps-Messungen liefern somit ein breiteres viskoelastisches Spektrum bei einer um etwa 80 % kürzeren Messzeit und unterstützen eine effiziente Polymercharakterisierung sowie den Materialvergleich.



3 Überlagerung der Ergebnisse des herkömmlichen Winkelfrequenzsweeps (Kreuze) und der Chirps-Ergebnisse (Kreise). In diesem Vergleich ist G' rot, G'' blau und δ grün dargestellt

NGB · Application Note 484 · DE · 1126 · Technische Änderungen vorbehalten.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com