

## Herausfordernde Proben: Lösung zur Aufzeichnung des Aushärteverhaltens

### Verwendung der Kinexus-Einweg-Plattensysteme

Dr. Adrian Hill

#### Einleitung

Das NETZSCH-Kinexus-Rotationsrheometer verfügt über eine Reihe von Einweg-Plattensystemen für die verschiedenen Temperiersysteme (Tabelle 1). Alle beruhen auf Basis desselben Designs (Abbildung 1). Diese sind ideal, wenn die Probe voraussichtlich stark am Messsystem anhaftet, was eine normale Reinigung nahezu unmöglich macht. Für derartig anspruchsvolle Proben ermöglicht das einzigartige Kinexus-Design Routinemessungen mit minimalem Materialverlust/minimaler Umweltbelastung sowie geringen Kosten bei einer schneller Testdurchlaufzeit durchzuführen.

Dieses System besteht aus einem (mehrfach verwendbaren) Schnelkupplungs-Geometrieschaft für die obere platte (Abbildung 1, (1)) mit automatischer Erkennung/Konfiguration und einer unteren Platte (2), die beide zur

sicheren Aufnahme der preisgünstigen Einweg-Scheiben (4) dienen, die mit den Proben in direktem Kontakt stehen. Die obere Platte (3) ist in vielen verschiedenen Größen (typischerweise von 10 mm bis 40 mm, siehe Tabelle 1) und, je nach Testaufkommen, in verschiedenen Mengen erhältlich.

#### Kinexus-Modul mit aktiver Temperierhaube

Die aktive Temperierhaube des Kinexus basiert auf einer einzigartigen Technologie, die die Bildung von Temperaturgradienten durch die Probe verhindert. Für Messungen, bei denen die absolute Temperatur entscheidend ist, sollte die aktive Temperaturhaube des Kinexus in Betracht gezogen werden.



1 Kinexus-Einweg-Plattensystem (KNX2155)

# APPLICATIONNOTE Herausfordernde Proben: Lösung zur Überwachung des Aushärteverhaltens

## Verwendung der Kinexus-Einweg-Plattensysteme

In den Tabellen 1 und 2 sind die unterschiedlichen Temperiermodule und Einweg-Platten gelistet, die für die Kinexus-Rotationsrheometer erhältlich sind.

rSpace für das Kinexus: Eine Rheologie-Software, die Sie durch die Messungen führt

rSpace verfolgt einen einzigartigen Ansatz für rheologische Messungen mit Testmethoden, die Sequenzen

**Tabelle 1.** Kompatibilität Einweg-Plattensysteme

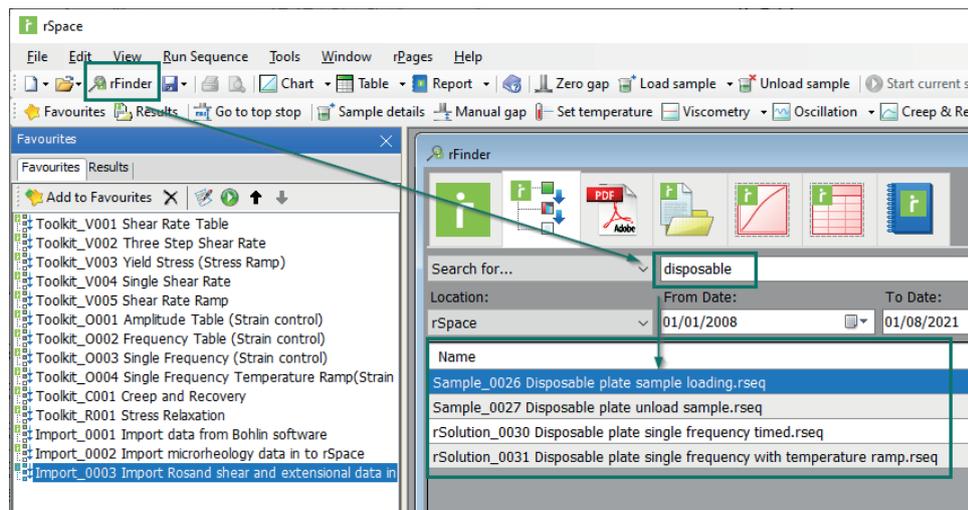
Kinexus -Temperiermodul	Temperaturbereich
Platte (Peltier)	-40 (-5)* bis 200 °C
Platte (Peltier), E-Variante	-40 (-5)* bis 150 °C
Aktive Temperierhaube (Peltier)	-40 (-5)* bis 200 °C
Aktive Temperierhaube), E-Variante	-40 (-5)* bis 150 °C
HTC-Platte	0 (Umgebung)* bis 350 °C

\* je nach optionalem Kühlsystem

**Tabelle 2.** Gängige Verbrauchsmaterialien für Einweg-Plattensysteme

Verbrauchsmaterialien Einweg-Platten	Material
<b>Einweg-Plattensets (obere und untere)</b>	
40 mm-Set	Aluminium oben, Edelstahl unten
40 mm-Set	Edelstahl unten und oben
25 mm-Set	Aluminium oben, Edelstahl unten
25 mm-Set	Edelstahl unten und oben
<b>Untere Einweg-Platte</b>	
Untere Einweg-Platte	Edelstahl
<b>Obere Einweg-Platte</b>	
40 mm	Aluminium
25 mm	Aluminium
12 mm	Aluminium
10 mm	Aluminium

\* Einzelheiten finden Sie im Kinexus- Zubehörkatalog



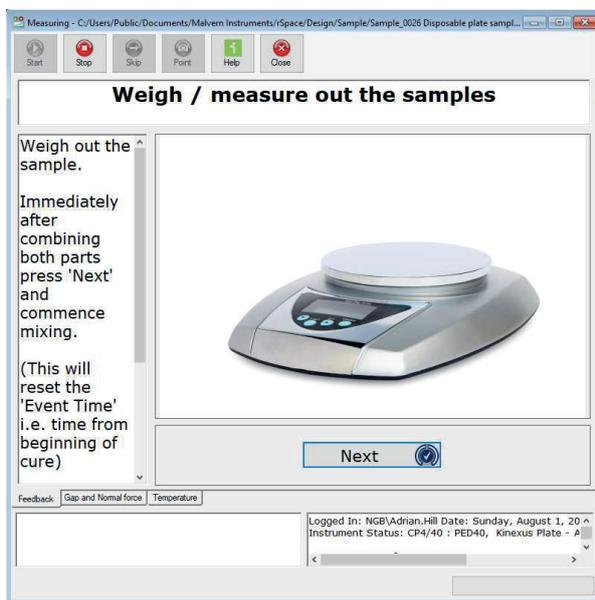
2 Standardmäßig enthaltene Einweg-Plattensequenzen für die geführte Anwendung

## APPLICATIONNOTE Herausfordernde Proben: Lösung zur Überwachung des Aushärteverhaltens Verwendung der Kinexus-Einweg-Plattensysteme

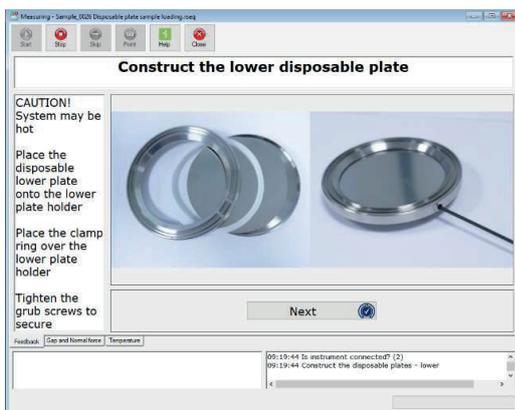
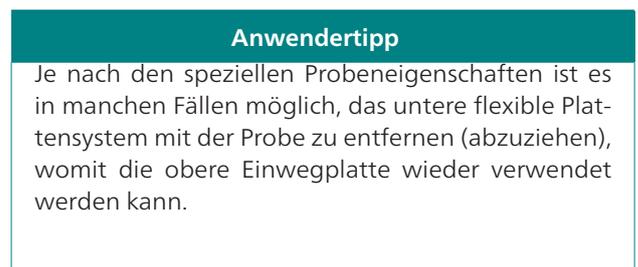
genannt werden. Hundert von vorkonfigurierten Sequenzen werden mit rSpace geliefert, die der Benutzer verwenden und für seine eigenen spezifischen Bedürfnisse bearbeiten kann. Dazu gehören Sequenzen für die Aushärtung von Proben, die chemisch\* (z.B. Zweikomponenten-Epoxidsysteme) oder thermisch\*\* (z.B. Duroplaste) initiiert werden. Ein vom Anwender zu definierender „Event Timer“ ist beinhaltet, so dass Proben, die extern initiiert werden (z.B. Mischen eines Zweikomponenten-Epoxidharzes), alle auf den kritischen Zeitpunkt des Mischens der Probe (Abbildung 3) abgestimmt werden (für genaue Vergleiche unterschiedlicher Proben).

Alle Sequenzen der Einweg-Platten führen den Benutzer Schritt für Schritt durch die Montage, die Anwendung und das Entfernen der Einweg-Platten (Abbildung 4) – und all das mit der Standardflexibilität von rSpace, die es ermöglicht, das System an jede spezifische Testanordnung anzupassen.

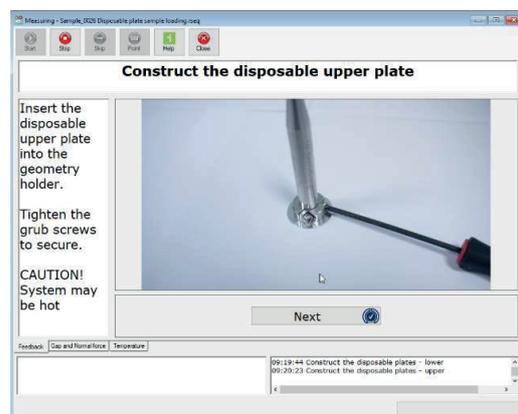
Mit „Sample“\_ gekennzeichnete Sequenzen sind ebenfalls enthalten, um sowohl die Einwegplatten als auch die auszuhärtende Probe separat zu laden (in der rSpace-Software Sample\_0026) und zu entfernen (in der rSpace-Software Sample\_0027) oder sie in Ihre eigene, benutzerdefinierte Messsequenz zu importieren.



3 Kinexus-Sequenzen: Schritt-für-Schritt-Anleitung zur Verwendung der Einweg-Platten



4 Inklusive Regelung der kundenspezifischen "Ereigniszeit" (engl. event time) auf den Zeitpunkt des Reaktionsbeginns



\* in Kinexus rSpace Software rSolution\_0030  
\*\* in Kinexus rSpace Software rSolution\_0301

## APPLICATIONNOTE Herausfordernde Proben: Lösung zur Überwachung des Aushärteverhaltens

Verwendung der Kinexus-Einweg-Plattensysteme

### Anwendertipp

Bei Proben, die stark zum Schrumpfen neigen, ist es empfehlenswert, einen Tropfen Flüssigkeit (Wasser bei niedrigen Temperaturen, Öl für bei höheren Temperaturen) zwischen die untere Einweg-Platte und deren Haltevorrichtung zu geben. Dadurch wird die Steifigkeit des Systems erhöht.

### Phasenwinkel

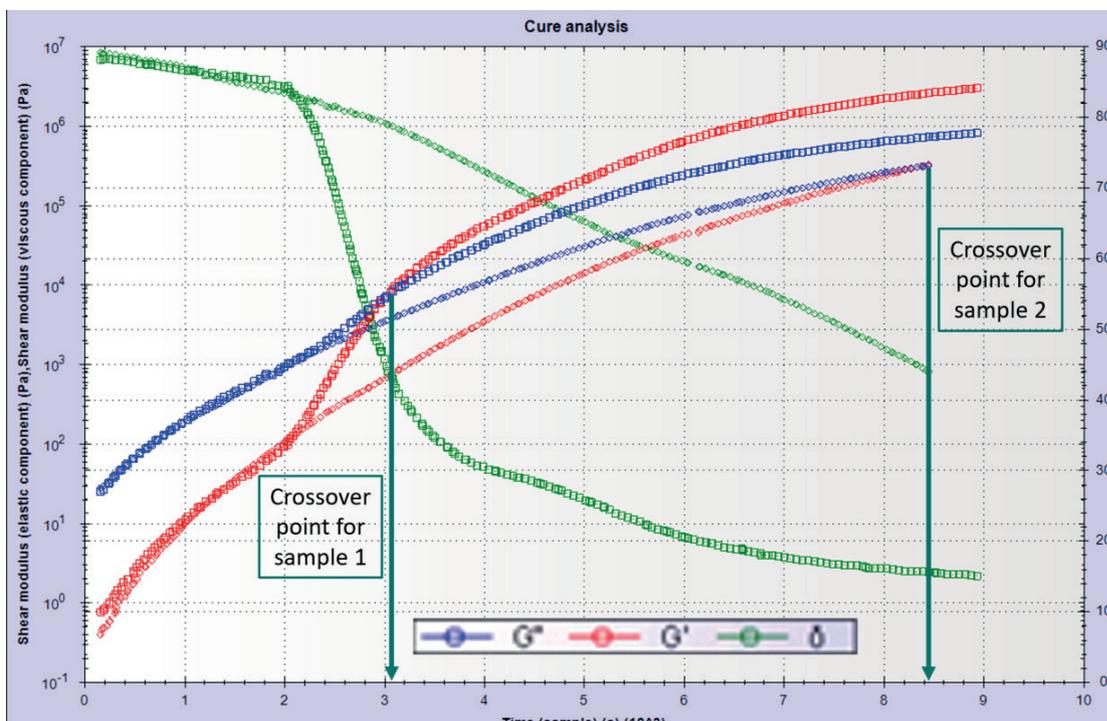
Der Phasenwinkel ist ein relatives Maß der viskosen und elastischen Eigenschaften eines Materials. Er reicht von  $0^\circ$  für ein vollständig elastisches Material bis hin zu  $90^\circ$  für ein vollständig viskoses Material.

### Aushärteprofile, gemessen mittels Rheometrie

Typische Aushärteprofile zweier unterschiedlicher mit dem Einweg-Plattensystem gemessenen Proben sind in Abbildung 5 mittels Einzel-Frequenzschwingung dargestellt. Charakteristisch ist, dass der Phasenwinkel (grüne Kurve) zu Beginn hoch ist (d.h. viskos/flüssigartig) und dann mit fortschreitender Aushärtung abnimmt (d.h. elastischer/feststoffähnlicher wird). Gleichzeitig nimmt der (komplexe) Modul des Materials (hier nicht dargestellt) zu, wenn die Probe „steifer“ wird.

Dies lässt sich auch anhand der Elastizitätsmoduls ( $G'$ , rote Symbole) und des Viskositätsmoduls ( $G''$ , blaue

Symbole) Modul beobachten, die beide mit fortschreitender Aushärtung ansteigen. Dabei dominiert der Viskositätsmodul (da flüssigkeitsähnlicher, Phasenwinkel  $>45^\circ$ ), bevor ein „Übergangspunkt“ erreicht wird, an dem der Viskositätsmodul gleich dem Elastizitätsmodul ist (Phasenwinkel =  $45^\circ$ ), was auch als „Gelpunkt“<sup>1</sup> bezeichnet werden kann. Schließlich dominiert der Elastizitätsmodul den Viskositätsmodul. In diesem Bereich wäre eine alternative Charakterisierungsmethode (DMA, z.B. NETZSCH-DMA 242 *Artemis*®) besser geeignet; das Einweg-Plattensystem ist darauf ausgelegt, den Aushärteverlauf zu beobachten.



5 Beispielhafte Aushärteprofile für zwei unterschiedliche Proben

<sup>1</sup> Es gibt mehrere Definitionen für den Gelpunkt. Eine einfache, praktische Definition (wie in ASTM 4473 beschrieben) lautet:  $G' = G''$  (d.h. Phasenwinkel =  $45^\circ$ ); dieser Wert würde sich jedoch je nach angewandter Frequenz der Schwingung ändern. In einer detaillierteren Definition wird von Winter & Chambon (Chambon, 1987) der Sol-Gel-Übergang als Punkt beschrieben, an dem der Phasenwinkel unabhängig von der Frequenz ist (anstatt  $45^\circ$  zu betragen).

## APPLICATIONNOTE Herausfordernde Proben: Lösung zur Überwachung des Aushärteverhaltens Verwendung der Kinexus-Einweg-Plattensysteme

Während des Aushärtevorgangs kann sich das Volumen einiger Materialien ändern, entweder durch Ausdehnung oder durch Kontraktion, was ebenfalls mit dem Kinexus während eines Aushärtetests beobachtet werden kann. Oftmals sind diese Änderungen unerwünscht: Mitunter können (je nach Endanwendung) dadurch hilfreiche Informationen über den Prozess gewonnen werden, wie z.B. die Ausdehnung einer Probe im Hohlraum, den der Klebstoff ausfüllen soll, oder die Vermeidung einer Kontraktion, die eine unmittelbare und unerwünschte Spannung auf die Klebeverbindung ausüben kann.

Für jedes dieser Szenarien steht das Kinexus zur Quantifizierung dieser Änderungen zur Verfügung. Entweder durch Fixieren des Spalts und Beobachtung der Änderungen der „Normalkraft“ (Axialkraft; positiver Wert nach oben, negativer Wert nach unten), um die „Tendenz“ eines Materials anzuzeigen, das Volumen zu ändern oder es beizubehalten.

### Triggersystem in rSpace

Die Kinexus-Software rSpace verfügt über eine erweiterte Regelung über die Normalkraftmessung hinaus mittels „Trigger“-System. Das bedeutet, dass sich sogar während einer Messung die Steuerung der Sequenz ändern lässt, wenn die „Trigger“-Bedingung erfüllt ist, um beispielsweise eine andere Aktion „auszulösen“.

Abbildung 6 zeigt ein typisches Beispiel für die Funktionsweise des Triggersystems für ein aushärtendes Material, das anfangs „viskos dominiert“ wird (d.h. sich wie eine viskoelastische Flüssigkeit verhält, also eine

Tendenz zu fließen aufweist), so dass eine aufgebrauchte Normalkraft die Probe aus dem Messspalt herausdrücken (fließen) würde. Da die Probe im viskosen Zustand fließt, kann sie keine Kraft nach außen ausüben, da sie sich stattdessen einfach verformt (entspannt) (daher keine Nettoänderung der Normalkraft). Daher beginnt die Sequenz mit einer Messung mit festem Spalt und geht zur Normalkraftregelung über (d.h. variabler Spalt), sobald die Probe nicht mehr viskos dominiert wird und sich ausdehnt oder zusammenzieht.

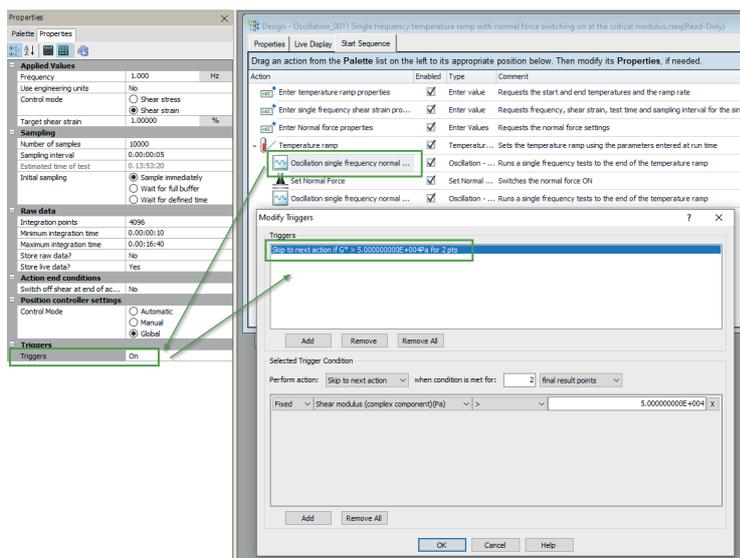
Weitere maßgeschneiderte Regelungen sind mit diesem einzigartigen und flexiblen Triggersystem, das mit rSpace geliefert wird, realisierbar; die meisten Gerätevariablen können getriggert werden.

Das Einweg-Plattensystem des Kinexus ist mit den Kinexus-Lösemittelfallen kompatibel:

- Abdeckung der Lösemittelfalle der passiven Haube aus Edelstahl, für Standardplatten und Temperiereinsätze für Messsysteme mit konzentrischer Zylinder-Messgeometrie
- Abdeckung der Lösemittelfalle für die aktive Temperierhaube aus Edelstahl

### Literaturverzeichnis

Chambon, F. A. (1987). Linear viscoelasticity at the gel point of a crosslinking PDMS with imbalanced stoichiometry. *Journal of Rheology* 31.8, 683-697.



6 Triggerregelung zur Änderung der Messbedingungen während einer Sequenz