Betriebsanleitung

HAAKE CaBER 1

„Originalbetriebsanleitung“

Version 1.8

Part of Thermo Fisher Scientific

Thermo SCIENTIFIC

Konformitätserklärung /
Declaration of Conformity

075-5019

Produktbezeichnung / Product name	**Identifikation / Identification**
HAAKE CaBER 1	398-0001, 398-0002

Hersteller / Manufacturer	**Thermo Electron (Karlsruhe) GmbH** **Dieselstraße 4** **D – 76227 Karlsruhe** **Germany**
Dokumentationsbevollmächtigte Person **Authrised person for technical file**	**Henry Eisenlohr** **Thermo Electron (Karlsruhe) GmbH**

Richtlinie / Directive

2006/42/EG	**Maschinenrichtlinie / Machinery directive**

Konform zu weiteren Richtlinien / Conform to other directives

2004/108/EG	**Richtlinie für elektromagnetische Verträglichkeit** **Electromagnetic Compatibility Directive**
2006/95/EG	**Niederspannungsrichtlinie** **Low voltage directive**

Folgende harmonisierte Normen wurden angewandt:
Following harmonized standards are used:

EN ISO 12100-1:2003 + A1:2009 12100-2:2003 + A1:2009	Sicherheit von Maschinen - Grundbegriffe, allgemeine Gestaltungsleitsätze- Safety of machinery – basic concepts, general principles for design
EN 61326-1: 2006	Elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte - EMV-Anforderungen, Teil 1 Allgemeine Anforderungen Electrical equipment for measurement, control and laboratory use EMC-requirements, Part 1 general requirements
EN 61010-1: 2001	Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel-, und Laborgeräte - allgemeine Anforderungen Safety requirements for electrical equipment for measurement, control and laboratory use - general requirements
EN 61010-2-010: 2003	Besondere Anforderungen an Laborgeräte für das Erhitzen von Stoffen Particular requirements for laboratory equipment for the heating of materials

Wir erklären in unserer ausschließlichen Verantwortung, dass das Produkt, auf das sich diese Erklärung bezieht, mit den oben genannten Normen, normativen Dokumenten und den Bestimmungen der genannten Richtlinien übereinstimmt. Die Prüfprotokolle werden bei Thermo Electron (Karlsruhe) 10 Jahre aufbewahrt.

We declare under our sole responsibility, that this product to which this declaration relates is in conformity with the a.m. standards or other normative documents and is following the provisions of the a.m. directives.
All test certificates will be kept by Thermo Electron (Karlsruhe) for 10 years.

	23.03.2010	Thermo Electron (Karlsruhe) GmbH Dieselstr. 4 * 76227 Karlsruhe Tel. + 49-721-4094-444, Fax + 49-721-4094-418
Unterschrift / Signature Geschäftsleitung/Business Management	Datum/Date	Hersteller/Manufacturer

Inhaltsverzeichnis

1. Erläuterung der Symbole 4

1.1 In der Betriebsanleitung verwendete Symbole 4
1.2 Am Gerät verwendete Symbole 4

2. Qualitätssicherung 5

3. Kontakte zu Thermo Fisher Scientific 5

4. Gewährleistung 6

5. Sicherheits- und Gefahrenhinweise 7

6. Gerätebeschreibung 9

6.1 Einführung 9
6.2 Dehnungsfließen 10
6.3 Das HAAKE CaBER 1 Rheometer 11
6.3.1 Bedienungsgrundlagen 11
6.3.2 Messgerät 14
6.3.3 Das Lasermikrometer 15
6.3.4 Der Linearmotor 15
6.3.5 Die Temperaturkontrolle 15

7. Information zum CE-Zeichen 16

7.1 WEEE Konformität 17

8. Auspacken / Aufstellen 18

8.1 Transportschäden 18
8.2 Lieferumfang 18
8.2.1 Standard-Lieferumfang Rheometer 18
8.2.2 Messsystem 19
8.2.3 Anwender - Software 19
8.3 Platzbedarf 19
8.4 Umgebungsbedingungen gemäß EN 61010 19

9. Funktions-und Bedienungselemente 20

9.1 Messgerät 20
9.2 Messgerät-Rückseite 21
9.3 Steuerbox- Rückseite 21

10. Installation 22

10.1 Installation der Software und der Hardware 22
10.1.1 Installieren der National Instruments NI-DAQTM Treiber - Software 22
10.1.2 Installieren der NI-DAQ Karte 22
10.1.3 Installieren der HAAKE CaBER 1 - Software 27

Inhaltsverzeichnis

10.2 Aufstellen des Messgerätes 27
10.3 Anschließen 27
10.3.1 Kabelverbindungen 27
10.3.2 Schlauch – Anschlüsse 28
10.4 Netzanschluss 29
10.5 Installation der Normalkraft - Option 30
10.5.1 The HAAKE CaBER 1 Normalkraft - Option 30
10.6 Inbetriebnahme 36

11. Die HAAKE CaBER Control – Software 37

11.1 Einführung 37
11.2 Starten 37
11.3 Das Programm – Hauptfenster 37
11.4 Das „File“ – Menü 38
11.5 Das „Configuration“ – Menü 38
11.5.1 Geometrie definieren 38
11.5.2 Kalibrierung 39
11.5.3 Allgemeine Optionen definieren 40
11.5.4 Hardware Setup 41
11.5.5 Check Rheometer Output 42
11.6 Das Measurements–Menü 43
11.6.1 Zurückfahren der Messplatte zur Reinigung 43
11.6.2 Bediener–und Proben Indentifikation 43
11.6.3 Definieren der Dehnprofile 44
11.6.4 Einzelmessung definieren 45
11.6.5 Einzelmessung ausführen 46
11.6.6 Autom. Serienmessung definieren . . 47
11.6.7 Serienmessung ausführen 47
11.7 Das „Analysise“ – Menü 47
11.8 Das „Help“ – Menü 48

12. Die CaBER Analysise – Software 49

12.1 Einleitung 49
12.2 Der Abschnitt „Graphs” 50
12.3 Der Abschnitt „Legend” 50
12.4 Der Abschnitt „Graph parameters” 51
12.5 Der Abschnitt „Modell parameter and fitting” . 51
12.6 Die Menüleiste 52
12.6.1 „Open” 52
12.6.2 „Remove” 52
12.6.3 „Save As” 53
12.6.4 „Save as Excel Workspace” 53
12.6.5 „Report” 53

Inhaltsverzeichnis

12.6.6 „Exit" 53
12.6.7 „The view menu" 53
12.6.8 „Complete Graph Legend" 53
12.6.9 „File Header" 53
12.6.10 „View Table" 53
12.6.11 „Model information" 53
12.6.12 „Analysis" 54
12.6.13 „Trim Data" 54
12.6.14 „Calculate Average" 54
12.6.15 „Batch File Analysis" 54
12.6.16 „Options" 54
12.6.17 „Calculation options" 54
12.6.18 „Help" 54

13. Arbeiten mit dem Gerät 55

13.1 Einleitung 55
13.2 Einfüllen der Probe 55
13.3 Messung durchführen 57
13.4 Einstellen des „final gap" 58
13.5 Versuchsphilosophie 58
13.6 Transparente/lichtundurchlässige Proben . 59
13.7 Gravitation und Scherfließen 60
13.8 High speed – Antworten 60
13.9 Durchführung von CaBER – Messungen mit Normalkraft – Option 61
13.9.1 Bedienung 61
13.10 Kalibrierung 66
13.10.1 Durchführung der Durchmesser-kalibrierung 67
13.10.2 Pflege des Kalibriertools 67
13.10.3 Inhalt des Kalibriertools 67
13.10.4 Mechanisches Setup 68
13.10.5 Durchführung der Kalibrierung 68
13.11 CaBER 1 – Kalibrierung der Temperatur . . 71
13.11.1 Vorbereitung der Kalibrierung 71
13.11.2 Kalibrierung der Temperatur 71

14. Die Theorie der Dehnrheometrie 74

14.1 Newtonsche Flüssigkeiten 74
14.2 Power-Law Flüssigkeiten 76
14.3 Elastische Flüssigkeiten 76
14.4 Komplexe Flüssigkeiten 78
14.5 Generisches Modell 79
14.6 Assoziierungszeit 81

15. Technische Spezifikationen 82

15.1 Gerätespezifikation 82
15.2 Data file format 82
15.3 Minimale Computerausstattung 83
15.4 Referenz 84

1. Erläuterung der Symbole

1.1 In der Betriebsanleitung verwendete Symbole

! Warnt vor möglicher Beschädigung des Gerätes, macht auf Verletzungsgefahr aufmerksam oder enthält Sicherheitshinweise und Warnungen.

☞ Wichtige Information

1 Der jeweils nächste Bedienungsschritt, welcher auszuführen ist und …

⇒ … was daraufhin am Gerät geschieht.

1.2 Am Gerät verwendete Symbole

Achtung: Laser Lichtstrahl

Achtung: Verletzungsgefahr

Achtung: Gerät wird heiß

Achtung: Die Betriebsanleitung lesen!

2. Qualitätssicherung

Sehr geehrter Kunde,
Thermo Fisher Scientific arbeitet im Rahmen eines zertifizierten **Q**ualitäts-**M**anagement-Systems nach ISO 9001:2008.
Damit sind die organisatorischen Voraussetzungen geschaffen, dass Produkte entsprechend den Erwartungen unserer Kunden entwickelt, hergestellt und betreut werden. Damit unser **QM**-System funktioniert, wird es durch interne und externe Auditoren ständig überprüft.
Auch unsere Produkte werden während der Herstellung immer wieder überprüft, um zu beweisen, dass sie entsprechend den Vorgaben gefertigt wurden, einwandfrei funktionieren und sicher sind. Die resultierenden Ergebnisse halten wir als Referenz fest.
Die Erfüllung aller Anforderungen zum Zeitpunkt der Fertigstellung bestätigen wir dann mit dem Zeichen „Final Test“ auf dem Produkt.
Bitte teilen Sie es uns mit, wenn Sie trotz unserer Sorgfalt Mängel am Produkt feststellen. Auch diese möchten wir in Zukunft vermeiden.

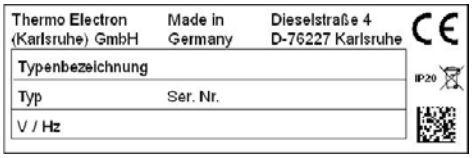
3. Kontakte zu Thermo Fisher Scientific

Bitte wenden Sie sich bei Rückfragen an uns, unsere Partnerfirmen oder an die für Sie zuständige Generalvertretung, die Ihnen das Gerät geliefert hat.

Thermo Fisher Scientific
Dieselstraße 4
D-76227 Karlsruhe, Germany
Tel. +49(0)721 4094-444
Fax +49(0)721 4094-300

support.mc.de@thermofisher.com
www.thermo.com

In jedem Fall sollten Sie aber bei allen Rückfragen zum Gerät bitte diese Angaben machen:



Typenbezeichnung an der Frontseite und am Typenschild auf der Rückseite.
Typ: Bestell-Nr. (z.B.: 376-0010)
Ser.:Nr.:

_ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _

_	Auftragskennungs-Nr. (0-9)
_ _	Baujahr (z.B. 09)
_ _ _ _ _ _	Fertigungsauftrags-Nr. (000001 -999999)
_ _ _	Laufende Nr. Serie

Netzspannung in V / Stromaufnahme:
z.B. 230 V/ 50-60Hz/ 2 A

4. Gewährleistung

Der Anwender hat für die Gewährleistung und eine optionale zusätzliche Gewährleistung sicherzustellen, dass die Geräte in folgenden Intervallen fachmännisch gewartet werden:

Die Wartung ist erforderlich nach ca. 2000 Betriebsstunden, spätestens aber 12 Monate nach der Inbetriebnahme bzw. letzten Wartung.

2000 Betriebsstunden werden erreicht:

Bei täglich achtstündiger Betriebsdauer (5 Tage Woche) etwa einmal pro Jahr

Bei täglicher Betriebsdauer von mehr als 8 bis 16 Stunden ca. alle 6 Monate

Bei täglicher Betriebsdauer von mehr als 16 Stunden ca. alle 3 Monate

Wir empfehlen, die Wartungen durch Thermo Fisher Scientific oder durch von Thermo Fisher Scientific autorisiertes Personal durchführen zu lassen, da hierfür spezielle Kenntnisse und Werkzeuge benötigt werden.

Die durchgeführten Wartungs- und Kalibrierarbeiten sind durch ISO 9000ff konforme Zertifikate zu dokumentieren.

5. Sicherheits- und Gefahrenhinweise

Das HAAKE CaBER1 entspricht den einschlägigen Sicherheitsbestimmungen. Die sachgemäße Handhabung und der richtige Gebrauch liegt aber allein bei Ihnen.

Das Gerät dient ausschließlich zur rheologischen Bestimmung von flüssigen und halbfesten Stoffen. Diese Stoffe dürfen nicht untersucht werden, wenn dadurch Personen verletzt oder Geräte beschädigt werden könnten.

! Das Herzstück des Gerätes bildet ein Laser-Mikrometer, das Licht mit 780 nm (unsichtbares Licht) und mit einer Strahlkraft von 1,4 mW ausgibt. Demzufolge handelt es sich bei diesem Produkt um ein "Laserprodukt der Klasse 1" entsprechend dem Gefährdungsgrad des Klassifizierungssystems der FDA, Standards 21 CFR 1040.10 und 1040.11

- **Der Gebrauch der optischen Instrumente erhöht die Augenverletzungs-Gefahr.**
- **Nicht in den Lichtstrahl schauen.**
- **Eine Verwendung von Steuerungen, Anpassungen oder geänderten Verfahrensleistungen, die nicht von Thermo Fisher Scientific empfohlen wird, kann zu einer gefährlichen Strahlenaussetzung führen.**

! Das Gerät nicht in Betrieb nehmen, wenn aufgrund des äußerlichen Zustands des Gerätes (z. B. Beschädigungen) Zweifel am sicheren Betrieb bestehen.

! Der sichere Betrieb des Gerätes ist in Frage gestellt, wenn der Verwender das Gerät nicht entsprechend dieser Betriebsanleitung gebraucht.

! Sorgen Sie dafür, dass diese Anleitung für jeden Verwender des Gerätes immer griffbereit ist.

! Benutzen Sie das Gerät ausschließlich für den vorge-sehenen Zweck.

! Stellen Sie sicher, dass das Gerät bzw. der PC ausgeschaltet sind, wenn Sie Kabelverbindungen herstellen oder lösen.
Sie verhindern somit eine elektrostatische Aufladung und eine mögliche Zerstörung der Elektronik.

! Bedienen Sie das Gerät nicht mit feuchten oder öligen Händen.

! Bespritzen Sie das Gerät nicht mit Wasser.

! Reinigen Sie das Gerät nicht mit Lösungsmittel – es besteht Brandgefahr!
Ein feuchtes Tuch, mit haushaltsüblichem Spülmittel getränkt, reicht häufig aus.

! Reparaturen oder Eingriffe am Gerät dürfen nur von autorisiertem Fachpersonal durchgeführt werden. Durch eine unsachgemäße Reparatur kann erheblicher Schaden entstehen. Für Reparaturen steht Ihnen der Thermo Fisher Scientific-Service zur Verfügung.

! Lassen Sie das Gerät regelmäßig von einer Fachwerkstatt warten.

! Wir wissen nicht, welche Substanzen mit diesem Gerät untersuchen werden. Viele Substanzen sind:

- entzündlich, brennbar oder explosiv
- gesundheitsschädlich
- umweltgefährdend

also: **gefährlich**

Sie allein sind für den Umgang mit diesen Stoffen verantwortlich!

Unser Ratschlag:

- Ziehen Sie im Zweifelsfall einen Sicherheitsbeauftragten zu Rate.
- Lesen Sie das ”EU-Sicherheitsdatenblatt” des Produktherstellers oder Lieferanten.
- Informieren Sie sich über die Gefahrstoff-Verordnung.
- Beachten Sie die ”Richtlinien für Laboratorien” (Richtlinie Nr. 12 der BG. Chemie).

6. Gerätebeschreibung

6.1 Einführung

Das HAAKE CaBER 1 (**Ca**pillary **B**reakup **E**xtensional **R**heometer) ist ein kompaktes und einfach zu bediendendes Dehnrheometer. Im Moment gibt es kaum erfolgreiche kommerziell verfügbare Geräte um das Dehnverhalten komplexer Flüssigkeiten (wie z.B. das von Kolloiden, Klebstoffen, Farben, Nahrungsmitteln, Konsumprodukten und Schmelzen) zu bestimmen.
Dieses steht im Widerspruch zu dem ansteigenden Interesse von Industrie und Forschung, mehr Kenntnis über die Dehneigenschaften von Flüssigkeiten zu erhalten. Die bestehenden Geräteausführungen sind zudem unhandlich, komplex und teuer. Zwei Beispiele für kommerziell erhältliche Dehnrheometer sind das RFX™ „opposed Jetrheometer“ (nicht mehr in Produktion) und das REM™ Dehnrheometer für Schmelzen (Rheometrics Scientific). Sie zielen auf sehr spezifische Bereiche von Flüssigkeitsviskositäten wie aus Abb.1 zu erkennen ist.

Das HAAKE CaBER 1 eignet sich für einen großen Bereich von Flüssigkeitsviskositäten, welche mit den bisher verfügbaren Rheometern nicht zugänglich ist. Teilweise überlappen sich die Messbereiche des HAAKE CaBER 1 mit denen der beiden anderen Geräte. Aber kein anderes sich im heutigen Gebrauch befindliches Gerät kann so genaue und reproduzierbare Ergebnisse über die Reaktion von Flüssigkeiten und Schmelzen in einer Dehnströmung liefern wie das HAAKE CaBER 1.

Komplexe Strömungen, die starke Dehnkomponenten beinhalten, treten in vielen industriellen Prozessen und Anwendungen auf. Einige Beispiele sind Strömungen, die bei Pumpvorgängen, Fadenspinnen, Extrusionen, Gieß– und Füllprozessen auftreten. Jedoch unterscheidet sich das Dehnverhalten aller, ausser der einfachsten Materialien, deutlich vom Fließverhalten, welches aufgrund des Wissens über die Scherrheologie hervorgesagt wird. Folglich ist für Prozeßverbesserungen, Herstellungskontrolle sowie für die Entwicklung und Gestaltung von Materialien das Wissen über die Dehneigenschaften essentiell. Das HAAKE CaBER 1 wird für viele verschiedene Materialien von Nutzen sein, denn erfaßt werden auch solche Flüssigkeiten wie Farben und Tinten, die in Nahrungsmitteln, Shampoos, Gelen und Pasten enthalten sind (siehe dazu auch Abb.1).

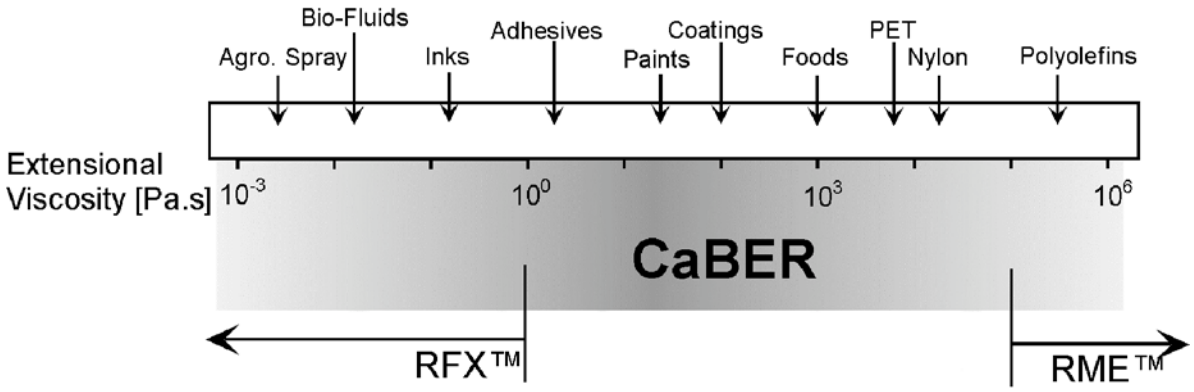


Abb. 1: Schematische Darstellung des Anwendungsbereiches des HAAKE CaBER1 RFX™ und RME™ sind eingetragene Warenzeichen von Rheometic Scientific

6.2 Dehnungsfließen

Dehnung kommt gewöhnlich in den meisten industriellen Prozessen vor, aber die meisten Flüssigkeiten sind in ihrem Dehnverhalten kaum untersucht. Materialien, die sich in einer Scherströmung ähnlich oder gleich verhalten, können in einer Dehnströmung völlig unterschiedlich sein.

Vom Befüllen von Shampooflaschen bis zur Herstellung von künstlichen Fasern und dem Beschichten der Walzen in der Druckindustrie, es gibt stets eine dehnungskinetische Komponente in industriellen Prozessen. Dehnungskinematik entsteht immer bei freier Oberflächenströmung, (beispielsweise beim Faden-und Folienziehen und bei Prozessen, bei denen Flüssigkeitsstrahlen auftreten), und in Quetschströmungen oder in einer Stromlinienbeschleunigung. Tatsache ist, daß die meisten heute verfügbaren viskosimetrischen Verfahren um exakte Flüssigkeitseigenschaften zu analysieren, sich auf das Wissen aus dem Rotations- und Oszilllationsexperiment stützen. Da Polymerlösungen, Schmelzen und Suspensionen deutliche Unterschiede in Scher- und Dehnverhalten haben können, können diese zur Identifizierung von komplexen Parameter-Werten führen. Es gibt zur Zeit Methoden, die einige Hinweise auf das Dehnverhalten von Materialien geben, wie zum Beispiel Kapillar-Rheometer und Kugelfall-Viskosimeter. Jedoch liefern diese Methoden eher Daten für einen Index und die Möglichkeit, Materialien einzuordnen, -als das absolute quantitative Parameter erhalten werden. Außerdem ist es dabei sehr schwierig, Resultate zu erhalten, die unabhängig von den experimentellen Bedingungen sind. Hinzu kommt, daß das thermophysikalische Verhalten der Flüssigkeit in Dehnungsströmung, das Umgebungsbedingungen ausgesetzt ist, an sich schon interessant sein mag. Die Bedingungen, unter denen

diese Dehnströmungen industriell vorkommen, beispielsweise beim Fadenspinnen, schließen oft Aushärtungen, Gelierung oder Massen- und Wärmetransportmechanismen ein, die nur erfolgreich in entsprechenden Dehnströmungen untersucht werden können. Prozesse wie Aushärtung, Sinterung und Kristallisierung werden alle durch das Fließfeld stark beeinflußt und können in der Gegenwart von Dehnströmungen zusätzlich beeinflußt werden. Eine Technik, die relevante Materialeigenschaften für solche Prozesse messen kann, wäre dafür von unschätzbaren Wert.

6.3 Das HAAKE CaBER 1 Rheometer

6.3.1 Bedienungsgrundlagen

Das HAAKE CaBER 1 basiert vom Konzept her auf dem Entwurf von Bazilevsky et al. (Bazilevkii et al., 1990, Bazilevskii et al., 1997). Das Messprinzip basiert auf einem Lasermikrometer, der den Durchmesser eines dünner werdenden Fadens detektiert.

Abb. 2 zeigt eine Sequenz von Videobildern, auf denen der Abriss zweier Flüssigkeiten dargestellt ist. Das Öl ist eine einfache Newtonsche Flüssigkeit, die viskoses Verhalten aufweist. Die untere Bilderreihe zeigt eine verdünnte Polymerlösung, die hochmolekulare Polystyren-Moleküle enthält, die in dem Newtonschen Öl der oberen Bilderreihe aufgelöst sind. Diese Lösung ist eine Modellflüssigkeit, bekannt als „**Boger Flüssigkeit**“, die in einer Dehnströmung ein starkes „**Strain hardening**“-Verhalten zeigt. Optisch gibt es einen klaren Unterschied zwischen den Proben, auch wenn ihre Scherviskosität praktisch identisch ist. Diese Darstellungen zeigen die Notwendigkeit, zusätzliche Messungen am HAAKE CaBER 1 durchzuführen. Die Veränderung des Durchmessers als Funktion der Zeit ist in Abb.3 illustriert.

Der Unterschied zwischen den beiden Flüssigkeiten von Abb.2 in der Dehnung wird deutlich sichtbar. Zum Vergleich wurde noch ein dritter Datensatz eines druckempfindlichen Klebers aufgetragen, wobei das Lösungsmittel in der Lösung während des Experimentes verdunstete. Der Faden „stellt sich dann ein“, was in einem konstanten Durchmesser resultiert Auch wenn diese Daten die Rheologie der Flüssigkeit nicht quantitativ beschreiben (-so wie Kraft und Verschiebung keine rheologischen Parameter für Scherrheometer sind), so geben sie doch einen Hinweis auf das Flüssigkeitsverhalten und sind unabhängig von einem **„constitutive model for interpretation“.**

Abriss einer newtonschen und viskoelastischen Flüssigkeit

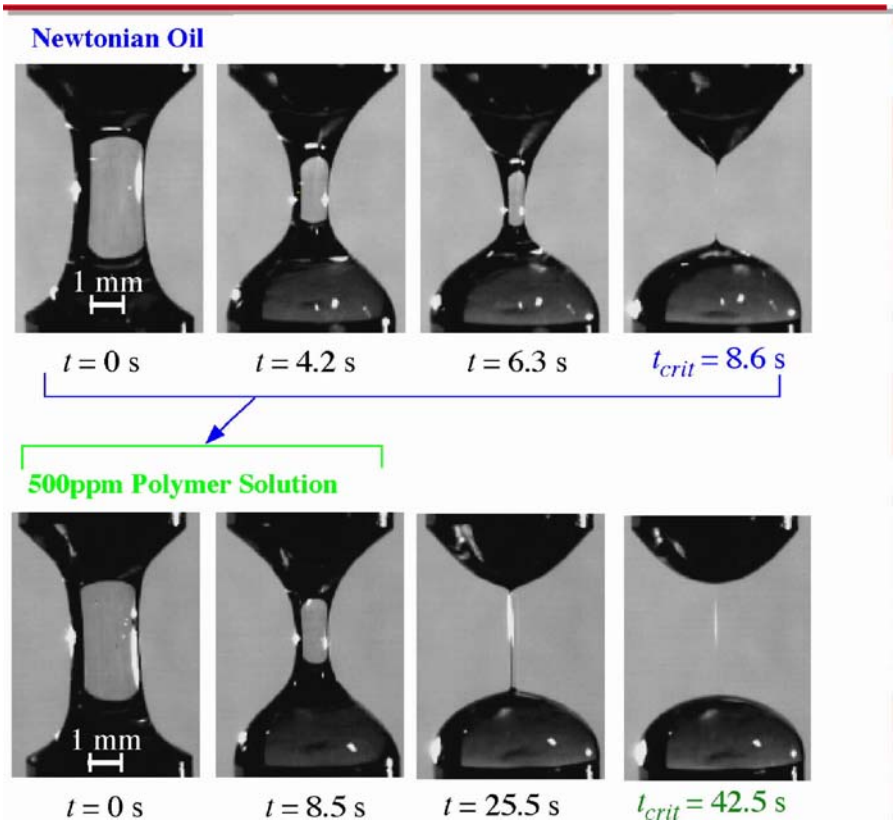


Abb. 2: Zwei Sequenzen von Bildern, die den Abriss eines Styrenoligomers (Newtonsche Flüssigkeit) und des gleichen Oligomers mit einem hinzugefügten verdünnten (550ppm) hochmolekularen Polystyrenpolymer zeigen (Boger Flüssigkeit). Nach McKinley und Tripathi, Journal of Rheology 2000.

Qualitative Informationen, die man aus diesen Daten erhalten kann, sind die „Abrisszeit“ und anhand der Kurvenform, die Fähigkeit zum Fadenziehen. Aus Abbildung 3 geht deutlich hervor, daß die Newtonsche Flüssigkeit schnell in einer kurzen Zeit abreißt, während die Boger Flüssigkeit dazu mehr Zeit benötigt. Die Y-Achse ist logarithmisch dargestellt und die exponentielle Abnahme des Durchmessers (wie es bei der Boger-flüssigkeit der Fall ist) erscheint in diesem Diagramm wie ein linearer Anstieg. Der Kleber mit der verdunstenden Komponente „stellt sich ein“ und nimmt einen bestimmten Durchmesser an.

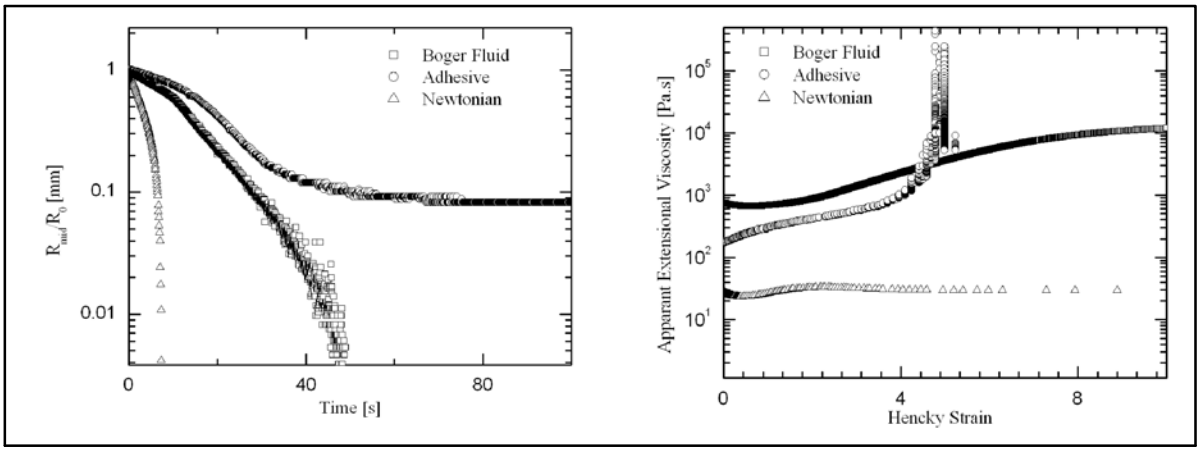


Abb. 3: Drei Datensets, die den normalisierten Filamentradius mit der Zeit vergleichen. Die Daten beziehen sich auf drei Flüssigkeiten: die einfache Newtonflüssigkeit, die modellelastische Flüssigkeit aus Abb. 2 und ein druckempfindliches Haftmittel.
Das linke Schema vergleicht den Durchmesser mit dem Zeitwert. Das rechte Schema zeigt eine offensichtliche Dehnviskosität im Vergleich zur Beanspruchung. Die Analyse und Software, die zur Ausgabe der Dehnviskosität in Dmid (t) aus der gemessenen Entwicklung erforderlich werden, sind in Kapitel 6 beschrieben.

Die Abnahme des Durchmessers der Flüssigkeit als Funktion der Zeit sind die vom HAAKE CaBER 1 gelieferten Rohdaten, die dann mit der dazugehörigen Software benutzt werden, um rheologische Parameter zu bestimmen. Dieses wird in Kapitel 11 näher beschrieben. Prinzipiell gibt es 2 Methoden, um quantitative Informationen aus den Messergebnissen zu gewinnen:

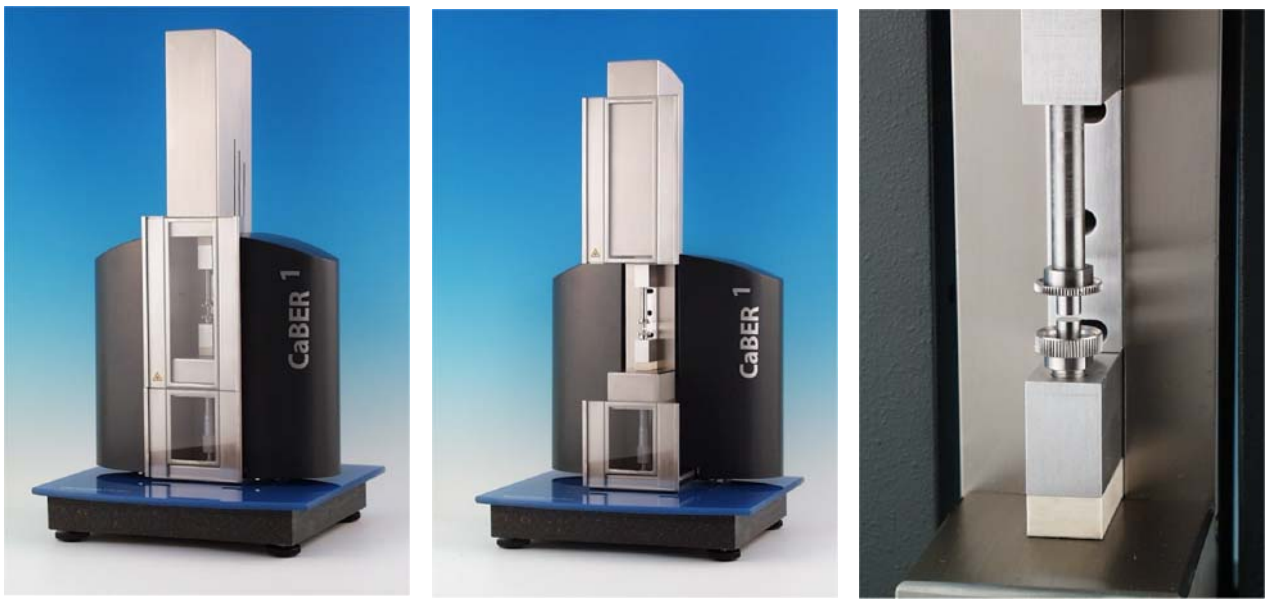
a) Die verfügbaren Modelle sind geeignet, um rheologische Parameter herzuleiten

b) Die Werte für den Durchmesser können in eineschein-bare Dehnungsviskosität umgerechnet werden, wobei diese Verformung durch den des Fadendurchmessers definiert ist und daher mit der Zeit variiert.

Alle beide Methoden setzen ein **„constitutive Model“** voraus, vergleichbar mit den Analysen, die üblicherweise mit den aus der Scherrheometrie gewonnen Daten durchgeführt werden.

6.3.2 Messgerät

Das HAAKE CaBER 1 Messgerät ist in Abb. 4 dargestellt. Die zentrale Achse enthält den Linearmotor und die Messplatten. Diese Messplatten sind axial im Gerät montiert und werden im Weiteren als „obere“ und „untere“ Platte bezeichnet. Beide Platten sind standardmäßig aus rostfreiem Stahl gefertigt und haben einen Durchmesser von 6mm bzw. 4 oder 8 mm. Die untere Platte ist auf einer Mikrometerschraube montiert, welches eine vertikale Justierung der Plattenposition erlaubt. Diese Justierung definiert die Rheometer-Geometrie für den Versuch.



geschlossen geöffnet Platten im Detail

Abb. 4: HAAKE CaBER 1 Messgerät

Die Rinne um die untere Platte ist dafür gedacht, um eine etwaiges Überfüllung auf-zu-fangen oder um im Bedarfsfall als Reservoir für Lösungsmittel zu dienen. Wie zu sehen ist, können die „Flügel“ des Gerätes nach hinten bewegt werden, um den Zugang zu den Messplatte zu erleichtern. Dieser Teil des Gehäuses enthält das Lasermikrometer.

☞ Die obere Platte ist abnehmbar und hat in der Mitte ein Loch, welches beim Einfüllen der Probe eine Injektion von Flüssigkeiten ermöglicht. Dieser Vorgang wird in Kapitel 13.2 genauer behandelt.

6.3.3 Das Lasermikrometer

Das HAAKE CaBER 1 verwendet ein Hochpräzisionsmikrometer, um die Abnahme des Flüssigkeitsfadendurchmessers als Funktion der Zeit zu messen. Dieses Lasermikrometer gibt dem HAAKE CaBER 1 einen deutlichen Vorteil gegenüber anderen, aus der Literatur bekannten Techniken. Abgesehen von seiner Auflösung (10 νμm), ist das Mikrometer auch unempfindlich gegen hohe äußere Lichtfluktuationen und kann daher auch sehr kleine Fadendurchmesser auflösen.
Das Messgerät ist ein Klasse 1 Laser und arbeitet im Infrarotbereich. Diese Art von Laser ist aufgrund seiner geringen Stärke, wie bei allen Lasern üblich, eigensicher. Bei der Handhabung des Gerätes ist jedoch Vorsicht geboten, da die unsachgemäße Benutzung jeglicher Laserarten potentiell zu Augenschäden führen kann.

! Schauen Sie nicht in das Strahlenbündel, da das Licht, welches von den HAAKE CaBER 1 Messplatten zerstreut wird, kohärent genug ist, um Augenschäden zu verursachen.

6.3.4 Der Linearmotor

Die Plattenbewegung wird durch einen linearen Antriebsmotor kontrolliert. Dieses System erlaubt eine schnelle Antwort und eine vernünftige Kontrolle über die verwendeten Dehnprofile. In den bereitgestellten Konfigurationen kann der Benutzer frei zwischen linearer, exponentieller und „stoßgedämpfter“ Dehnung wählen. Diese Optionen werden detailliert im Abschnitt 10.6.3 erklärt. Die kürzeste Dehnungszeit liegt in der Größenordnung von 20ms (abhängig vom Dehnabstand), und der Motor hat eine Positionierungsgenauigkeit von 20μm. Für den Linearmotor werden hohe Voltzahlen und Ströme im Mechanismus benutzt. Montieren Sie das Gerät nicht auseinander.

6.3.5 Die Temperaturkontrolle

Die Messzelle des HAAKE CaBER 1 ist mit einer zweifachen Haube ausgestattet. Die äussere Haube (oder Tür) wird manuell bedient (siehe Abschnitt 9.1). Die innere Haube gleitet mit der Bewegung der äußeren Haube automatisch auf und ab. Die Temperatur innerhalb der Messzelle des HAAKE CaBER 1 kann mittels eines externen Thermostaten kontrolliert werden, die Thermostatenschläuche werden auf der Rückseite des HAAKE CaBER1 Messgerätes angeschlossen. Die Temperierflüssigkeit fließt durch die beiden Blöcke, die die axiale Bewegung der unteren und oberen Messplatten führen.

7. Information zum CE-Zeichen

Thermo Scientific Mess-und Prüfgeräte tragen das CE-Zeichen.

Mit der CE Kennzeichnung wird die Konformität des Produktes mit den für das Produkt zu berücksichtigenden EG-Richtlinien und die Einhaltung der darin festgelegten „wesentlichen Anforderungen", dem festgelegten allgemein relevanten Schutzniveau, bestätigt. Das Konformitätsbewertungsverfahren wurde jeweils gemäß der anwendbaren EG-Richtlinien durchgeführt. Maßgebend ist hier der Beschluss des Rates 93/465/EWG über die in den technischen Harmonisierungsrichtlinien zu verwendeten Module für die verschiedenen Phasen der Konformitätsbewertungsverfahren und die Regeln für die Anbringung und Verwendung der CE-Kennzeichnung.

Um die Konformität mit der EU-Richtlinie 2004/108/EG über die elektromagnetische Verträglichkeit (EMV) zu bestätigen, wurde unser Produkt nach den EMV Anforderungen für Störaussendung und Störfestigkeit für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte geprüft.

Dies ist ein Gerät der Klasse A. Die Einhaltung der Schutzanforderungen im indutriellen Bereich ist gegeben. Dieses Gerät kann im Wohnbereich (Einsatzort, der direkt an die öffentliche Niederspannungsversorgung angeschlossen ist) Funkstörungen verursachen; in diesem Fall kann vom Betreiber verlangt werden angemessene Maßnahmen durchführen.

Unsere strengen Vorgaben zur Betriebsqualität und der damit verbundene erhebliche Entwicklungs- und Prüfaufwand unterstreichen unsere Bemühungen, den hohen Qualitätsstandard unserer Produkte auch unter schwierigen elektromagnetischen Verhältnissen zu gewährleisten.

Die Praxis zeigt aber auch, dass selbst CE gekennzeichnete Geräte, wie z.B. Monitore oder Analysengeräte, beeinflusst werden können, wenn deren Hersteller eine Beeinflussung (z.B. Flackern des Bildschirmes) als Mindestqualität unter EMV Bedingungen akzeptieren. Aus diesem Grund und in Ihrem Interesse empfehlen wir daher, einen Mindestabstand von ca. 1m zu derartigen Geräten einzuhalten.

7.1 WEEE Konformität

Dieses Produkt muss der Richtlinie 2012/19/EU des Europäischen Parlaments und Rates über Elektro- und Elektronik-Altgeräte entsprechen. Das Produkt ist durch folgendes Symbol gekennzeichnet:

Thermo Fisher Scientific hat mit Verwertungs-/Entsorgungsunternehmen in allen EU-Mitgliedsstaaten Vereinbarungen getroffen. Diese sind dadurch verpflichtet das Produkt zu entsorgen oder wieder zu verwerten. Mehr Informationen über die Einhaltung dieser Verordnungen durch Thermo Fisher Scientific, die Verwerter und Hinweise zu Substanzen, die unter die RoHS Richtlinie fallen, finden Sie unter
www.thermo.com/WEEERoHS

8. Auspacken / Aufstellen

8.1 Transportschäden

- Benachrichtigen Sie den Zusteller (Versandfirma, Zustelldienste der Bahn und der Post)
- Verfassen Sie einen Schadenbericht

Bevor Sie die Lieferung zurückschicken:

- Informieren Sie den Händler oder den Hersteller (kleine Probleme können oft vor Ort erledigt werden)

8.2 Lieferumfang

8.2.1 Standard-Lieferumfang Rheometer

Das Rheometer wird in einer wiederverwertbaren Verpakkung mit folgenden Teilen geliefert:

006-0072 HAAKE CaBER 1 Gerät
inklusive Linearmotorenkabel zur Steuerbox

006-0033 HAAKE CaBER 1 Steuerbox

222-1643 Messsystem 6 mm (obere/untere Platte)

222-0563 Datenkabel, von Gerät zur Steuerbox, 25polig

222-1322 RS232 Kabel, von Steuerbox zum PC,
25 bis 9polig

Netzkabel länderspezifisch

087-0532 Sicherung, 1.6 A für 230 V

087-1191 Sicherung, 2.5 A für 115 V

222-1646 Daten-Aquisitionskarte PCI für Desktop PC + Software und Datenkabel von Steuerbox zur Daten-Aquisitionskarte
oder
222-1645 Daten-Aquisitionskarte PC-Card für Notebook PC + Software und Datenkabel von Steuerbox zur Daten-Aquisitionskarte

098-5030 HAAKE CaBER 1 Software auf CD

006-0075 Bedienungsanleitung

8.2.2 Messsystem

Drei Messsysteme mit verschiedenen Durchmessern, jedes aus einer oberen und unteren Platte bestehend, stehen zur Verfügung:

222-1642 Messsystem D = 4 mm
(obere und untere Platte)

222-1643 Standard Messsystem D = 6 mm
(obere und untere Platte)

222-1644 Messsystem D = 8 mm
(obere und untere Platte)

Ein Set von Platten mit 6mm Durchmesser gehört zum Standard Lieferumfang des Gerätes.

8.2.3 Anwender - Software

Das Messgerät wird mit der National Instrument NI-DAQ-TM -Software für Windows 95 / 98 / ME / NT4 / 2000 / XP geliefert, welche für die Übertragung mit der Daten-Aquisitationskarte benötigt wird und um die HAAKE CaBER Control - Software verwenden zu können.

Die HAAKE CaBER Analysis - Software benötigt nicht die NI-DAQ - Software.

Das Messgerät wurde mit der HAAKE CaBER - Software für Windows 95 / 98 / ME / NT4 / 2000 / XP nachgeprüft.

8.3 Platzbedarf

Als Arbeitsplatz für eine funktionsbereite Geräteanordnung wird eine Fläche von 2m x 0.6 m auf einem Labortisch mit planer, fester und möglichst abwaschbarer Oberfläche benötigt. Ein Thermostat, der zur Temperaturkontrolle des Rheometers verwendet werden kann, sollte auf einem separaten Labortisch oder auf dem Boden stehen, um eine Übertragung von Vibrationen auf das Messsystem zu vermeiden.

8.4 Umgebungsbedingungen gemäß EN 61010

Es wird empfohlen, das Meßgerät in einem klimatisierten Raum zu installieren (T = ca. 23°C):

- Innenräume, max. 2000 m NN,
- Umgebungstemperatur 15 ... 40° C,
- Relative Feuchte max. 80% 31°C (→ 50% 40°C)
- Überspannungskategorie II,Verschmutzungsgrad 2

9. Funktions-und Bedienungselemente

9.1 Messgerät

Abb. 5: Funktionselemente

1 Haube über Linearmotor (fest)
2 Schiebetür (auf-ab) für Messzelle
3 verschiebbare Haube (Vorder-Rückseite)
4 Messsystem, obere Platte
5 Messsystem, untere Platte
6 Mikrometerschraube
7 Schiebetür (auf-ab) für Messzelle
8 justierbare Füße

9.2 Messgerät-Rückseite

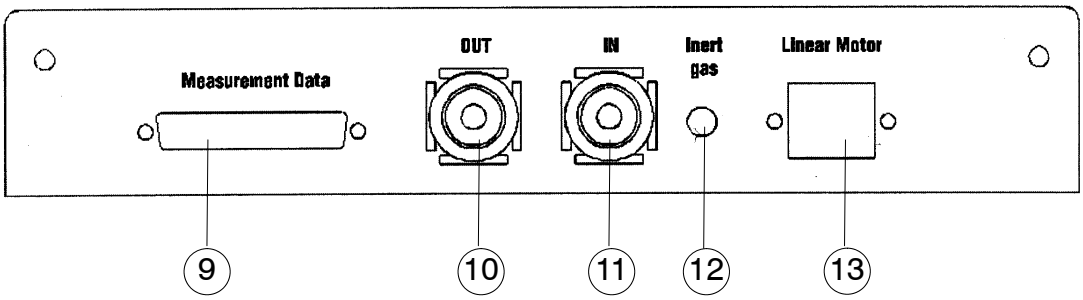


Abb. 6: Rückwand des HAAKE CaBER1 Messgerätes

9 Anschluss für Messdaten
10 Wassereinlass
11 Wasserauslass
12 Edelgas-Anschluss
13 Anschluss für Linearmotor

9.3 Steuerbox- Rückseite

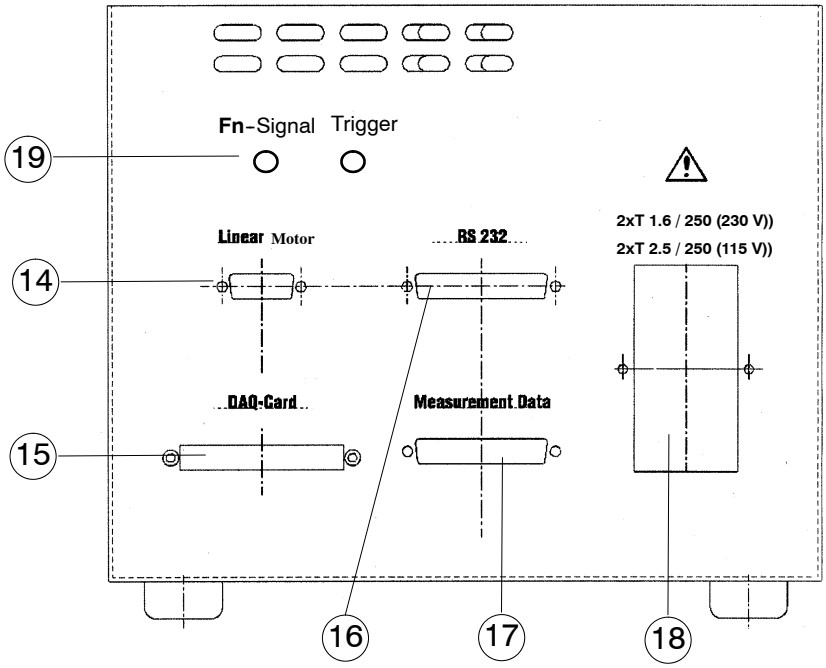


Abb. 7: Rückwand der HAAKE CaBER 1 Steuerbox

14 Anschluss für Linearmotor
15 Anschluss für DAQ-Karte
16 RS232 Schnittstelle (PC)
17 Anschluss für Messdaten
18 Schalter mit Netzanschluss und Sicherungen
19 Fn-Signal und Ansteuerung

10. Installation

10.1 Installation der Software und der Hardware

Das HAAKE CaBER 1 – Gerät wird mit 2 separaten CD□s ausgeliefert, die die Treiber für die NI–DAQ – Karte sowie die CaBER – Software enthalten. Bitte installieren Sie alle notwendigen Komponenten auf Ihrem PC bevor Sie das Gerät starten.

☞ Es wird dringend empfohlen, die Installationsschritte in der hier beschriebenen Reihenfolge abzuarbeiten.

10.1.1 Installieren der National Instruments NI-DAQ™ Treiber - Software

Standardmäßig wird das Haake CaBER 1 – Gerät mit einer National Instruments Data Acquisation card (NI–DAQ) als PCI– oder PC – Kartenformat für den Anschluss an einen PC oder ein Notebook ausgeliefert.
Starten Sie bitte den PC neu, nachdem die NI–DAQ – Karte eingebaut haben. Nach dem Start des Installationsprogramms werden Sie gefragt, ob die Dokumentation zur NI–DAQ – Software ebenfalls auf Ihrem PC installiert werden soll. Da es keinen Grund dafür gibt, kann diese Frage mit „no” beantwortet werden. Danach können Sie überprüfen, ob die NI–DAQ – Karte ordnungsgemäß installiert wurde, indem Sie die „Measurement & Automation Explorer” – Software starten. In diesem Programm öffnen Sie bitte den „Devices and Interfaces” – Reiter und überprüfen, ob Ihr Gerät in dieser Rubrik erscheint.

10.1.2 Installieren der NI-DAQ Karte

Legen Sie die NI–DAQ – Treiber CD in das CD–ROM – Laufwerk Ihres PC’s ein. Das Installationsprogramm sollte automatisch starten. Ist dies nicht der Fall, starten Sie das Programm setup.exe manuell von der CD.
Bitte stellen Sie sicher, dass die für Ihr Computersystem passende Software installiert wird:

- NI–DAQ 7.4.4 (Traditional legacy) für Windows XP
- NI–DAQ 7.5.0 (Traditional legacy) für Windows Vista und Windows 7

Außerdem benötigen Sie noch den Treiber für die RS 232 Com Ports, NI–VISA 5.0.2.

Um die NI–DAQ – Software auf einem Rechner mit Windows XP – Betriebssystem zu installieren, führen Sie bitte die folgenden Schritte durch:

1. Legen Sie die NI–DAQ – Software CD in IHR CD–ROM – Laufwerk ein. Öffnen Sie das Verzeichnis „NI–DAQ 7.4.4” und starten Sie das Setup – Programm.

2 Wählen Sie das Verzeichnis, in das Sie das Programm installieren möchten.

Um die NI-DAQ - Software auf einem Rechner mit Windows Vista- oder Windows 7 - Betriebssystem zu installieren, führen Sie bitte die folgenden Schritte durch:

1 Legen Sie die NI-DAQ - Software CD in IHR CD-ROM - Laufwerk ein. Öffnen Sie das Verzeichnis „NI-DAQ 7.5.0", starten Sie das Setup - Programm und folgen Sie den Anweisungen in Abb. 8.

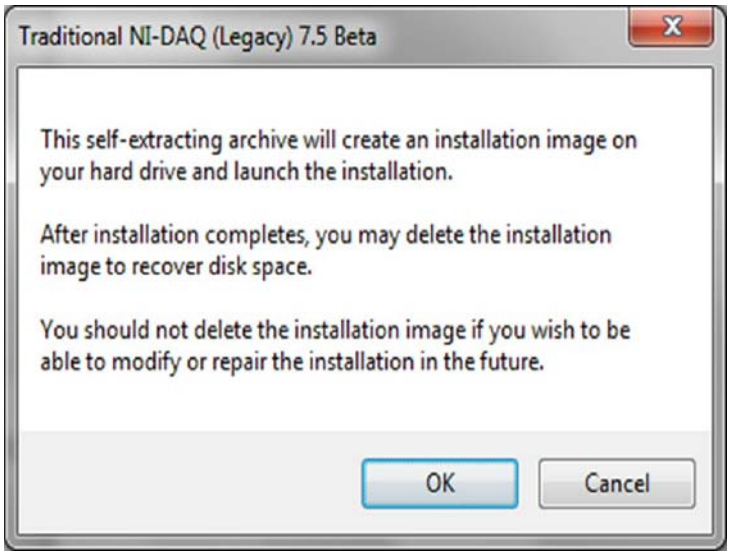


Abb. 8: Installationsanweisungen

Drücken Sie „ok" und es erscheint Abb. 9

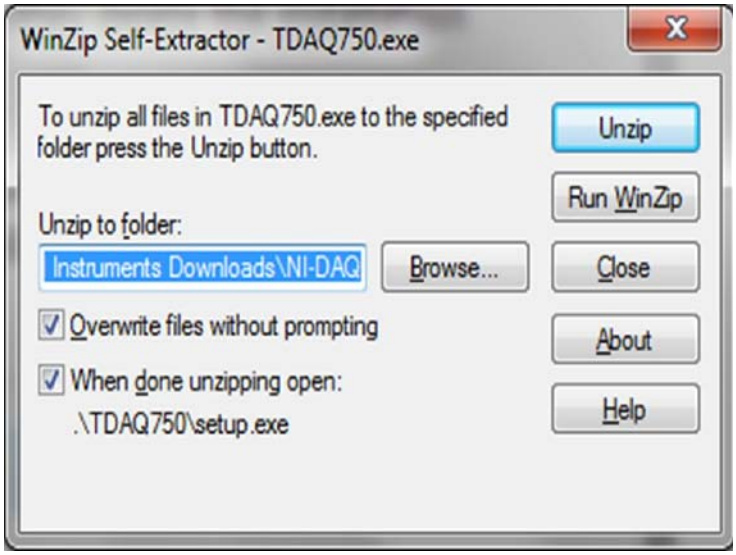


Abb. 9: Installationsanweisungen

2 Wählen Sie das Verzeichnis, in das Sie das Programm installieren möchten und drücken Sie unzip. Die Image – Datei, die durch diese Prozedur erstellt wird, können Sie nach der Installation wieder löschen.

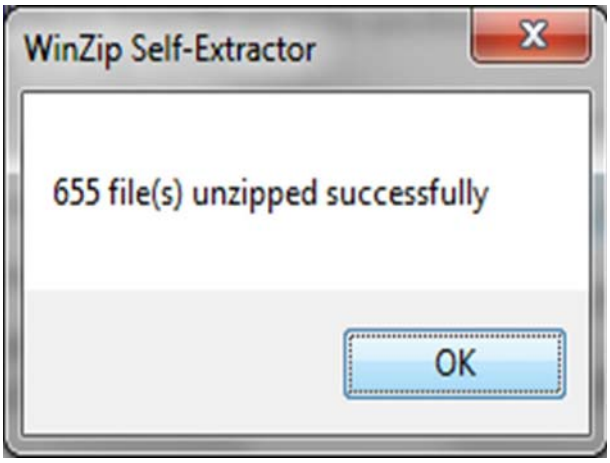
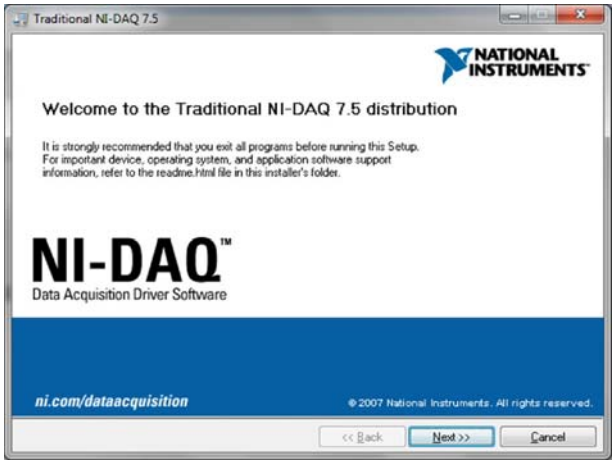


Abb. 10: Image – Installation erfolgreich abgeschlossen

Nach Installation der Image – Datei drücken Sie „ok" damit das Installationsprogramm der NI–DAQ – Karte startet. Danach drücken Sie bitte „continue":



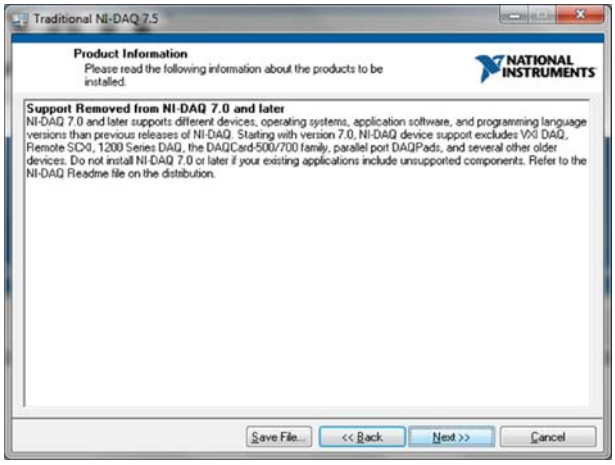


Abb. 11: Start der NI–DAQ – Software Installation

3 Wählen Sie das Verzeichnis, in das die NI–DAQ – Software installiert werden soll und setzten Sie die Installation durch drücken des „next" – Buttons fort.

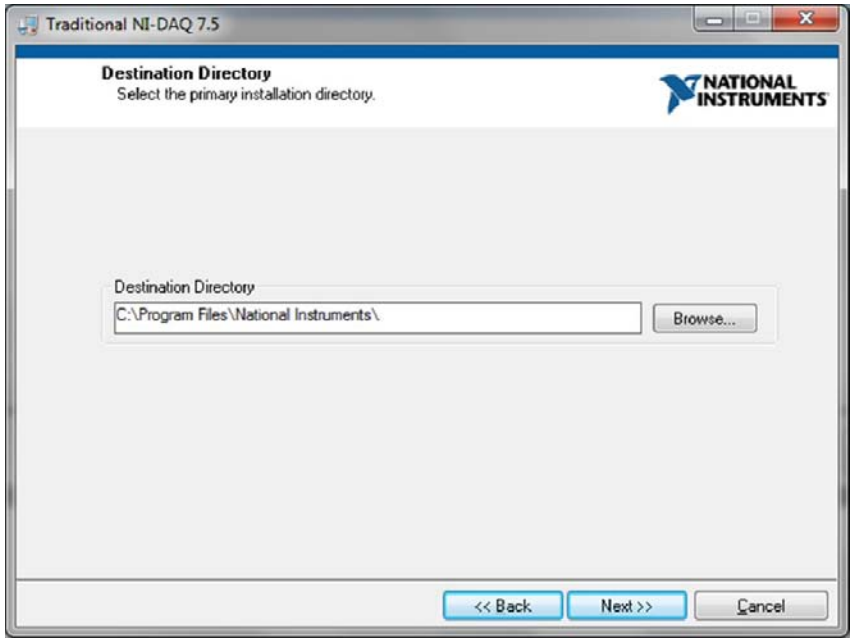


Abb. 12: Verzeichnisauswahl für NI-DAQ - Software

4 Für das CaBER - Gerät müssen nur der NI-DAQ - Gerätetreiber und der NI-DAQ OPC Server installiert werden. Diese beiden Komponenten sind bereits im Installationsbaum voreingestellt, so dass keine zusätzliche Auswahl getroffen werden muss. Aus diesem Grund können Sie die Installation durch drücken des „next" - Buttons direkt fortsetzen.

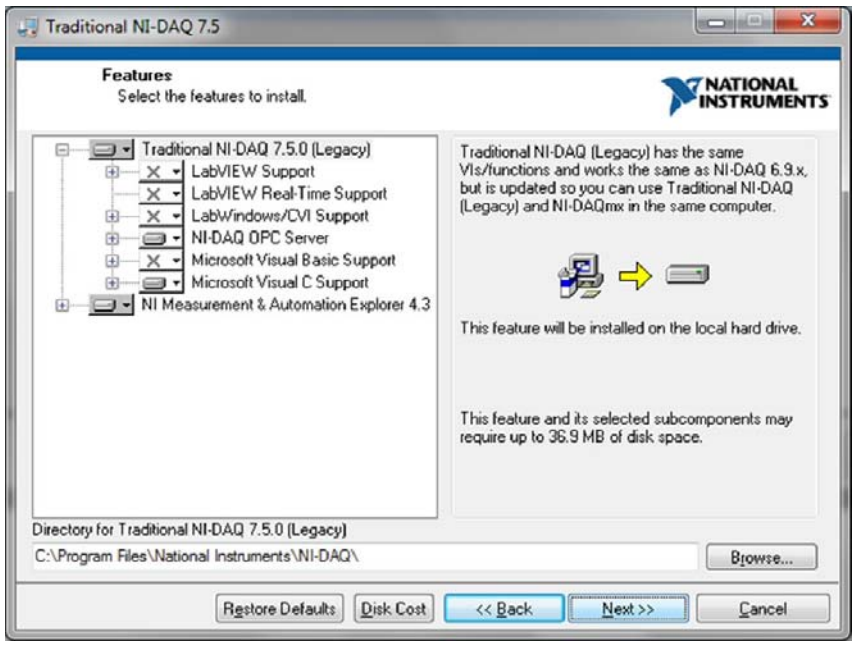


Abb. 13: Softwarekomponentenauswahl

5 Akzeptieren Sie die Lizenzbestimmungen (Abb. 14).

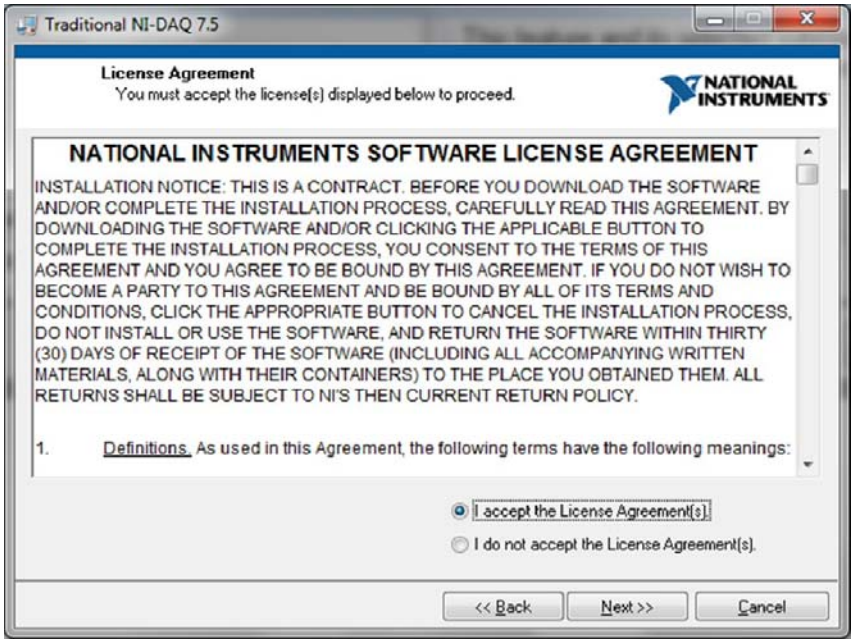
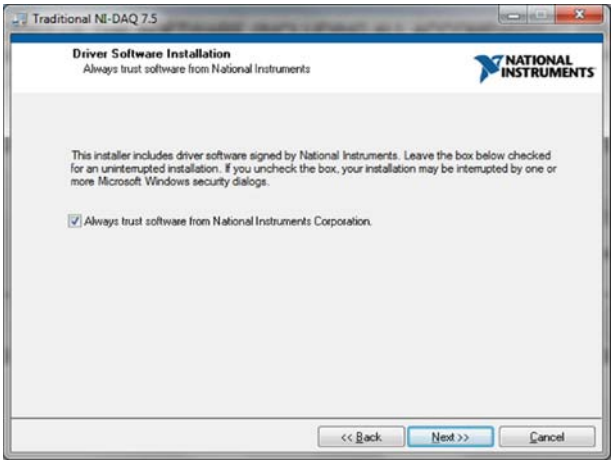


Abb. 14: Lizenzbestimmungen

6 Um einen Abbruch der Software – Installation durch Windows zu verhindern, bestätigen Sie bitte, dass Sie der Software der National Instruments Coorporation vertrauen und fahren Sie mit der Installation fort.



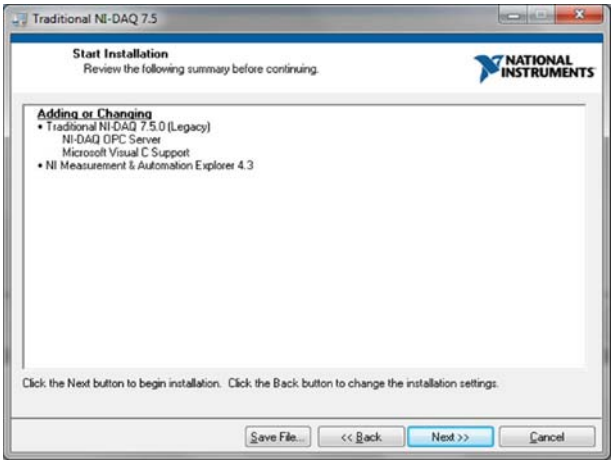


Abb. 15: Letze Schritte der Software – Installation

7 Nach Beendigung der Installation starten Sie bitte Ihren PC neu.

10.1.3 Installieren der HAAKE CaBER 1 - Software

Die CaBER 1 – Software wird auf einer einzelnen CD geliefert. Klicken Sie doppelt auf das Setup – Symbol und folgen Sie den Installationsanweisungen. Die Installations – Software wird auch ein Programm für den Linearmotor, das Herz des CaBER – Gerätes, installieren. Dieses Programm wird im gleichen Unterverzeichnis wie die CaBER – Software abgespeichert. Sie wird allerdings nur benötigt, wenn es Probleme mit der Steuerung des Linearmotors geben sollte. Wenn alle Installationsprozeduren abgeschlossen sind, können Sie mit dem nächsten Abschnitt fortfahren.

10.2 Aufstellen des Messgerätes

1. Heben Sie das Rheometer aus seiner Verpackung und stellen Sie es auf einen stabilen, ebenen Tisch.
2. Unter dem Sockel befinden sich vier Füße, die ein- oder ausgeschraubt werden können, um den waagerechte Stand des Messgeräte zu justieren.
3. Der waagerechte Stand des Messgerätes sollte mittels einer Wasserwaage, die auf die Glasplatte gelegt wird, überprüft und gegebenenfalls korrigiert werden.

10.3 Anschließen

10.3.1 Kabelverbindungen

Das HAAKE CaBER 1 Messgerät und die Steuerbox sind durch zwei Kabel miteinander verbunden. Das Kabel für den Linearmotor ist am Messgerät befestigt und kann aus technischen Gründen nicht entfernt werden. Verbinden Sie den Stecker am anderen Kabelende mit dem „linear drive“ Anschluß der Steuerbox. Die Anschlüsse „measurement data“ von Messgerät und Steuerbox werden miteinander durch Verwendung des Kabels mit den beidseitig vorhandenen 25 Pol Steckern verbunden.

Der RS232 Anschluß der Steuerbox wird mit dem RS232 Anschluß Ihres Computers verbunden Den „DAQ card“ Anschluß der Steuerbox verbinden Sie mit dem Anschluss „NI-DAQ card“ Ihres PC, indem Sie das 68pin abgeschirmtes Kabel verwenden.

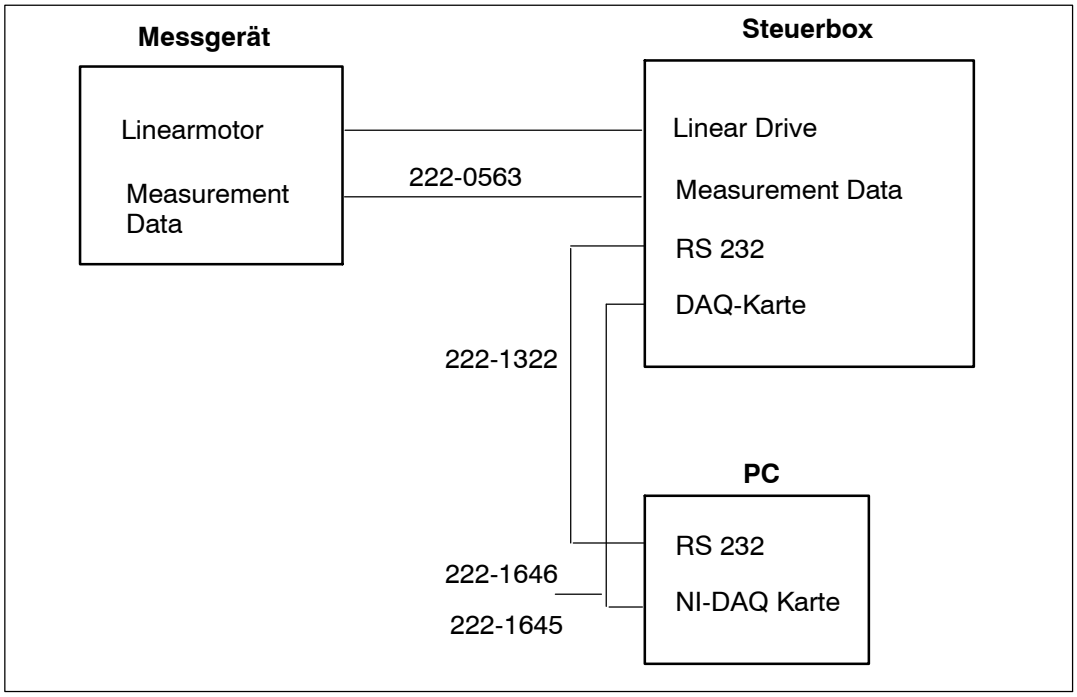


Abb. 16: Anschuss – Schema

10.3.2 Schlauch - Anschlüsse

Die HAAKE CaBER 1 Messzellen können in ihrer Temperatur kontolliert werden, indem ein geeigneter Thermostat an die mit „IN“ und „OUT“ beschrifteten Stutzen auf der Rückseite des CaBER 1 Meßgerätes angeschlossen wird.

Der Stutzen mit der Aufschrift „Inert gas“auf der Rückseite des HAAKE CaBER 1 Messgerätes kann dazu benutzt werden, um die Messzellen mit einem Edelgas zu umströmen.

10.4 Netzanschluss

! Verbinden Sie das Gerät nur mit einem geerdetem Hauptanschluss. Vor dem Anschluss an die Spannungsversorgung muss auf die richtige Netzspannung geachtet werden. Bitte vergleichen Sie die vorhandene Netzversorgung mit den Angaben, die auf den Namensschildern von Messgerät und Kontrolleinheit angegeben sind. Spannungsschwankungen von ± 10% sind zulässig.

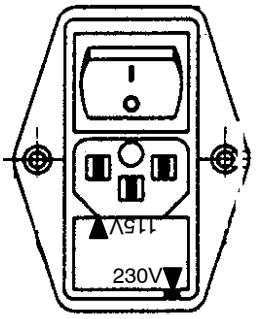


Abb. 17: Netzanschluss

Netzkabel und Gerätesicherung:

Ziehen Sie den Sicherungsinsatz aus der Netzeingangsbuchse heraus und setzen Sie die Sicherungen gemäß der örtlichen Netzspannung ein.

230V	2xT1,6A
100/115V	2xT2,5A

Setzen Sie den Sicherungseinsatz wieder ein und versichern Sie sich, dass der Pfeil an der Netzeingangsbuchse dem Pfeil an der Sicherungseingangsbuchse gegenübersteht, die Ihrer örtlichen Netzspannung entspricht.

Verwenden Sie das der örtlichen Netzspannung entsprechende Netzkabel.

10.5 Installation der Normalkraft - Option

10.5.1 The HAAKE CaBER 1 Normalkraft - Option

Die CaBER 1 Normalkraft – Option (Bestellnr.: 222–2021, früher 603–0469) besteht aus einem Kistler 5015A Spannungsmesser, (Abb. 18a), einem Kistler typ 9215 Kraftsensor (Abb. 18b) mit Verbindungskabel, einem Adapterstück (603–0466) (Abb. 18c), um den Kraftsensor in an das CaBER 1 zu montieren und zwei Kabeln, wobei das eine Kabel das Kraftsignal aus dem Sensor weiterleitet und durch das andere Kabel der Sensor ausgelöst wird.

Abb. 18a: Kistler 5015A Ladungsverstärker Abb. 18b: Kistler 9218 Kraftsensor Abb. 18c: Adapterstück

Abb. 18: Normalkraftoption für HAAKE CaBER 1

Damit das CaBER1 mit der Normalkraft – Option genutzt werden kann, muss die Kontrollbox, wie in Abb. 17 dargestellt, mit zwei zusätzlichen Steckplätzen (einen für das Normalkraftsignal, das andere für die Auslösung des Kraftsensors) ausgerüstet sein.
Wird das CaBER 1 direkt mit der Normalkraft – Option bestellt, ist die Kontrollbox bereits mit den o.g. zwei zusätzlichen Steckplätzen ausgerüstet, andernfalls muss die Kontrollbox beim Hersteller modifiziert werden.

Um das Gerät zu betreiben, ist die Software – Version 4.522 oder neuer erforderlich.

Installation (Hardware)

Die Adapterstücke A, B, C und D und der Kistler Kraftsensor müssen zu einer Einheit zusammengebaut werden.
Nachdem die Einzelteile zusammengebaut sind, kann die komplette Baueinheit (die in Abb. 19b dargestellt ist) nicht in das CaBER 1 eingebaut werden, da der BNC – Stecker am Ende des grünen Kabels nicht durch das Montageloch des Adapters passt. Aus diesem Grund muss die Montage wie unten beschrieben erfolgen.

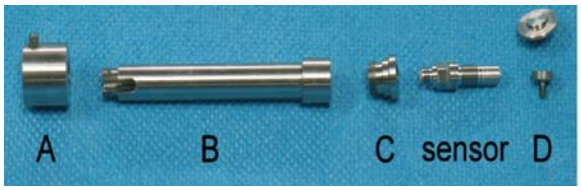


Abb. 19a: Adapterteile + Kraftsensor

Abb. 19b: Sensor montiert auf Adapter

Abb. 19: Adapter

1 Die Hauptabdeckung besteht aus zwei Teilen, die das Lasermikrometer bedecken. Sie kann einfach entfernt werden, nachdem die beiden 3 mm Sechskanntschrauben an der Vorderseite (s. Abb. 20a) und die beiden 3 mm Sechskanntschrauben auf der Rückseite (s. Abb. 20b) des Gerätes gelöst wurden. Um die beiden rückseitigen Schrauben zu lösen wird der Einsatz eines Sechskanntschraubendreher mit mindestens 20cm Länge empfohlen. Um Zugang zu den hinteren Schrauben zu erhalten, empfiehlt es sich, die Abdeckhaube in die hintere Position zu schieben.

! Die beiden Teile der Abdeckhaube können erst voneinander getrennt werden, nachdem sie zur gleichen Zeit vom Gerät entfernt wurden.

Abb. 20:

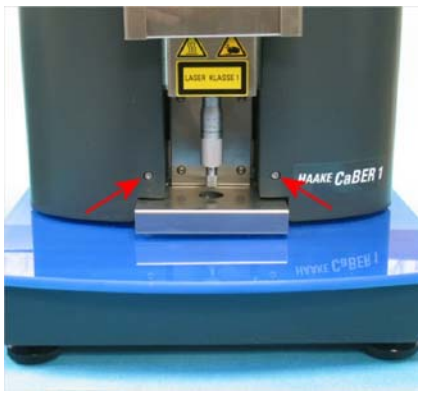


Abb. 20a: 3 mm Sechskantschrauben an der Frontseite

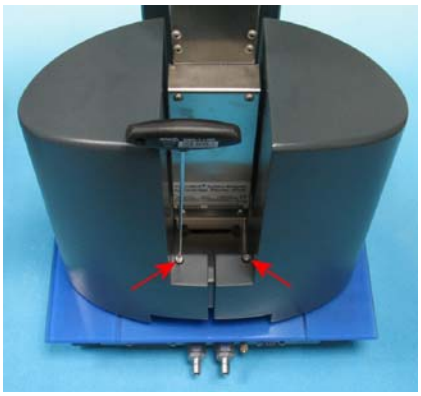


Abb. 20b: 3 mm Sechskantschrauben an der Rückseite

2 Die untere Schiebetüre kann durch Spreizen des hinteren Befestigungsteils leicht aus den Führungsschienen entfernt werden.

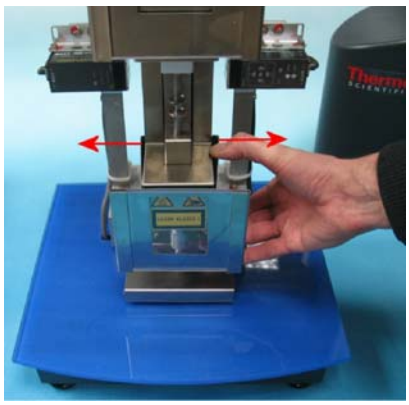


Abb. 20c: Entfernen Sie die untere Schiebetür.

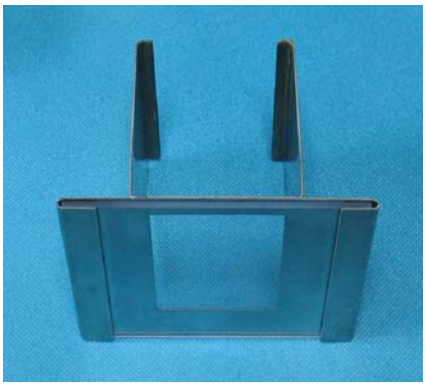


Abb. 20d: untere Schiebetür

3 Um die untere Abdeckplatte zu entfernen müssen zunächst die beiden seitlichen Schrauben und die Schraube auf der Oberseite entfernt werden. Danach kann die Abdeckplatte durch leichtes Biegen und Wackeln abgenommen werden.

Abb. 21:

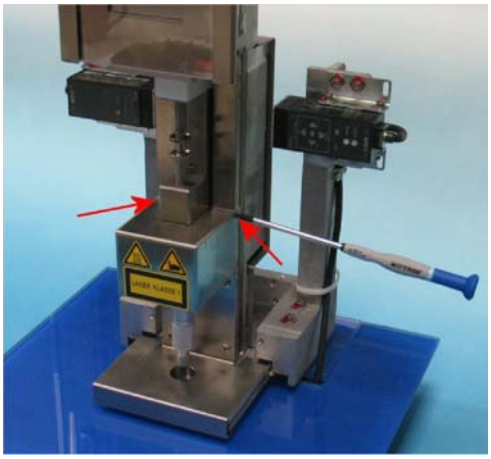


Abb. 21a: Seitliche Schrauben entfernen.

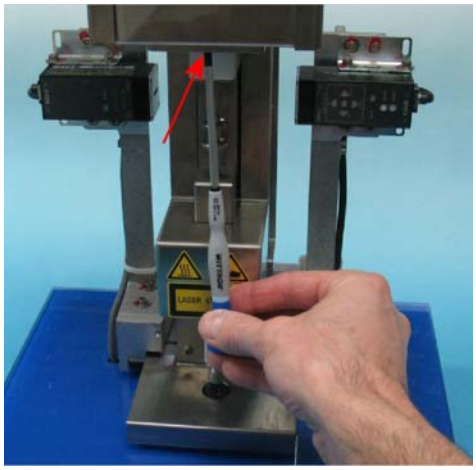


Abb. 21b: Obere Schrauben entfernen.

4 Um die untere Stange zu entfernen, entfernen Sie zunächst die unteren und oberen Messplatten (s. Pfeil A in Abb. 22a). Danach lockern Sie die 2 mm Sechskanntschrauben, mit der die untere Stange an der Mikrometerschraube befestigt ist (s. Pfeil B in Abb. 22b). Danach lösen Sie die 4 mm Sechskanntschraube, mit der die Mikrometerschraube festgeklemmt ist. Die untere Stange kann danach durch leichtes Ziehen entfernt werden.

Abb. 22:

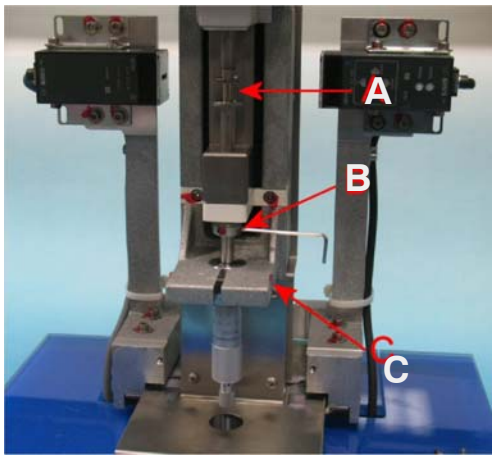


Abb. 22a: Entfernen Sie die originale untere Stange

Abb. 22b: Die originale untere Stange mit Messplatte

5 Führen Sie die Adapterstange (Teil B in Abb. 19a) in die Öffnung der Gestängeführung (s. Abb. 23a), dann führen Sie den kleinen Verbindungsstecker des grünen Normalkraftsignal – Kabels durch die Adapterstange (s.Abb. 23b). Es wird empfohlen das Kabel durch das Loch in der CaBER 1 Basisplatte zu führen (s. Abb. 23c, Abb.23d), um Probleme mit der unteren Schiebetür zu vermeiden.

Abb. 23:

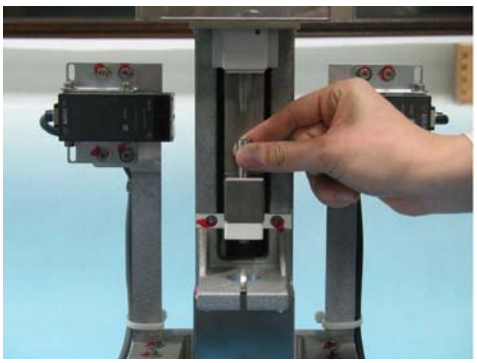


Abb. 23a: Installieren Sie die Adapterstange

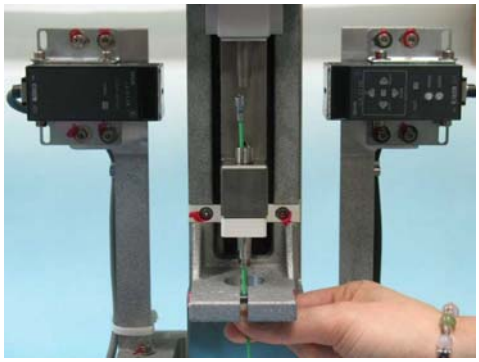


Abb. 23b: Installieren Sie das Sensorkabel

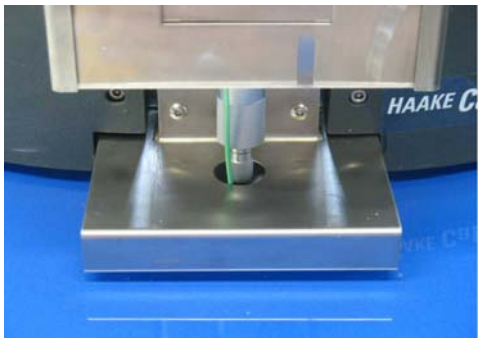


Abb. 23c: Führen Sie das Kabel durch das Loch in der Basisplatte

Abb. 23d: Untere Ansicht der Basisplatte

Verbinden Sie den Normalkraftsensor mit dem grünen Normalkraftkabel und befestigen Sie den Adapterring (Teil C in Abb. 19a) am Normalkraftsensor (s. Abb. 23e).
Danach montieren Sie den Normalkraftsensor und den Adapterring in die Adapterstange (s. Abb. 23f). Bitte beachten Sie, dass es aufgrund des langen Sensorkabels einfacher ist, den Sensor und den Adapterring in der einen Hand festzuhalten, während die Adapterstange mit der anderen Hand festgeschraubt wird.

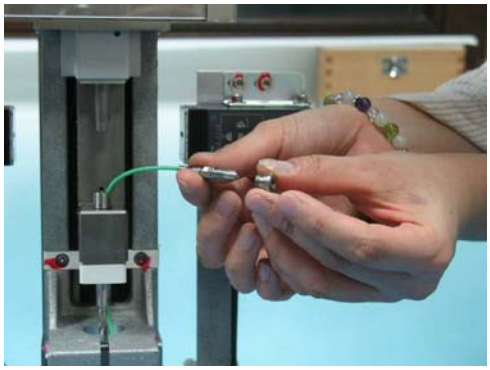


Abb. 23e: Montieren Sie den oberen Adapterring

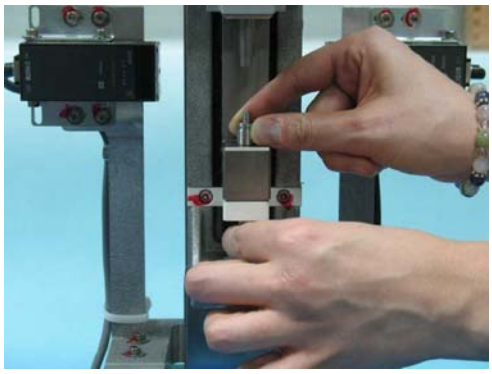


Abb. 23f: Montieren sie den Sensor in die Adapterstange.

Führen Sie das grüne Kabel durch den Schlitz in der Stange und schrauben Sie den unteren Adapterring (Teil a in Abb. 19a) auf das untere Ende der Adapterstange (s. Abb. 23g). Stellen Sie dabei sicher, dass das grüne Kabel dabei nicht beschädigt wird.

Platzieren Sie die Mikrometerschraube und befestigen Sie diese mit dem Bolzen (s. Pfeil A in Abb. 23h). Danach befestigen Sie mit einem kleineren Schraubendreher die Schrauben, mit der die Adapterstange an der Mikrometerschraube festgeklemmt wird.

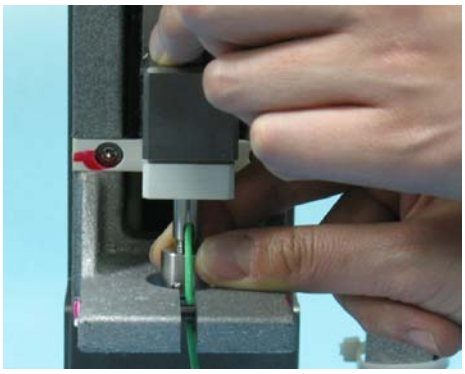


Abb. 23g: Montieren Sie den unteren Adapterring.

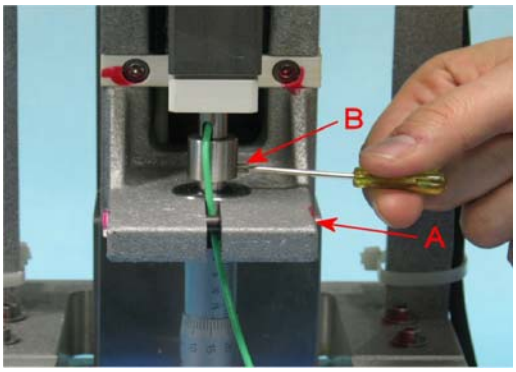


Abb. 23h: Befestigen Sie die Bolzen.

6 Befestigen Sie die untere Deckplatte, die Schiebetüre und zum Schluss die Hauptabdeckhaube. Dazu lesen Sie bitte die Punkte 3 bis 1 dieses Abschnittes erneut durch.

☞ Bitte stellen Sie sicher, dass das Kabel nicht beschädigt wird, wenn die untere Schiebetüre nach unten bewegt wird und das Kabel nicht durch das Loch an der Basisplatte geführt wird.

7 Verbinden Sie den BNC – Stecker des grünen Kraftsensor – Kabels mit dem „Sensor charge” BNC – Steckplatz auf der Rückseite des Kistler – Ladungsverstärkers (dieses Kabel wird in Abb. 24 nicht gezeigt). Danach schliessen Sie das kurze schwarze BNC – Kabel an den „Output” – Steckplatz auf der Rückseite des Kistler Ladungsverstärkers und den „Fn–Signal” – Steckplatz auf der Rückseite der CaBER 1 – Kontrollbox an. Verbinden Sie dann das Triggerkabel (grüner und schwarzer Stecker) mit dem „Remote Control” – Steckplatz auf der Rückseite des Kistler – Ladungsverstärkers und dem „Trigger” – Steckplatz auf der Rückseite der CaBER 1 – Kontrollbox.

Abb. 24: Signal und Triggerkables

10.6 Inbetriebnahme

Nach Drücken des Netzschalters auf der Rückseite der Steuerbox sollte die grüne Anzeigeleuchte auf dem vorderseitgen Bedienfeld einschalten. Der Linearmotor bewegt nun die obere Platte runter und wieder hoch und steht dann still Geräusche vom Motor (wie ein kleiner Summ–oder Brummton) können vernehmbar sein. Ab diesem Punkt wird das Mikrometer eingeschaltet sein.

☞ Schauen Sie niemals in die viereckige Öffnung des Mikrometers, auch wenn Sie denken, daß es abgeschaltet ist.

☞ Nach Einschalten des Gerätes warten Sie mindestens 15 Minuten, bevor Sie eine Messung starten. Diese Zeit wird für das „Aufwärmen“ des Lasermikrometers benötigt und um einen stabilen Durchmessermesswert zu erreichen.

11. Die HAAKE CaBER Control - Software

11.1 Einführung

Die Bedienung der HAAKE CaBER 1 - Software ist einfach und intuitiv. Dieses Kapitel wird den Bediener durch die vielfältigen Funktionen der HAAKE CaBER 1 Control - Software führen und dabei einige Anleitungen bezüglich Versuchsdauer, Versuchsabläufen und verfügbaren Optionen und Parametern geben. Beachten Sie, dass eine kontextabhängige Hilfe zur Verfügung steht, wenn das „Hilfe“ Symbol im Programm-Hauptfenster erscheint.

11.2 Starten

Beim Starten des Programms führt das HAAKE CaBER 1 einige diagnostische und initialisierende Routinen durch, die für den Bediener nicht sichtbar sind. Während dieser Zeit erscheint auf dem Bildschirm ein Starter-Fenster, und das Messgerät bestimmt die Systemgeometrie (Abbildung 10).

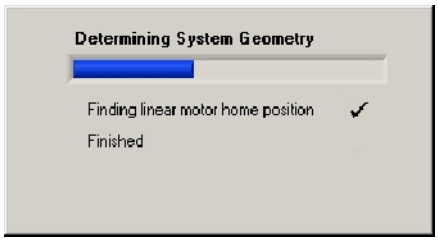


Fig. 25: Bestimmen der Systemgeometrie

Anschließend wird das Programm-Hauptfenster, wie in Abbildung 26 gezeigt, geöffnet.

Falls die DAQ-Karte und/oder der Linearmotor durch die Software nicht gefunden werden, erscheint eine Meldung im Starter-Fenster, und die Software kehrt in den Demo-Modus zurück.

11.3 Das Programm - Hauptfenster

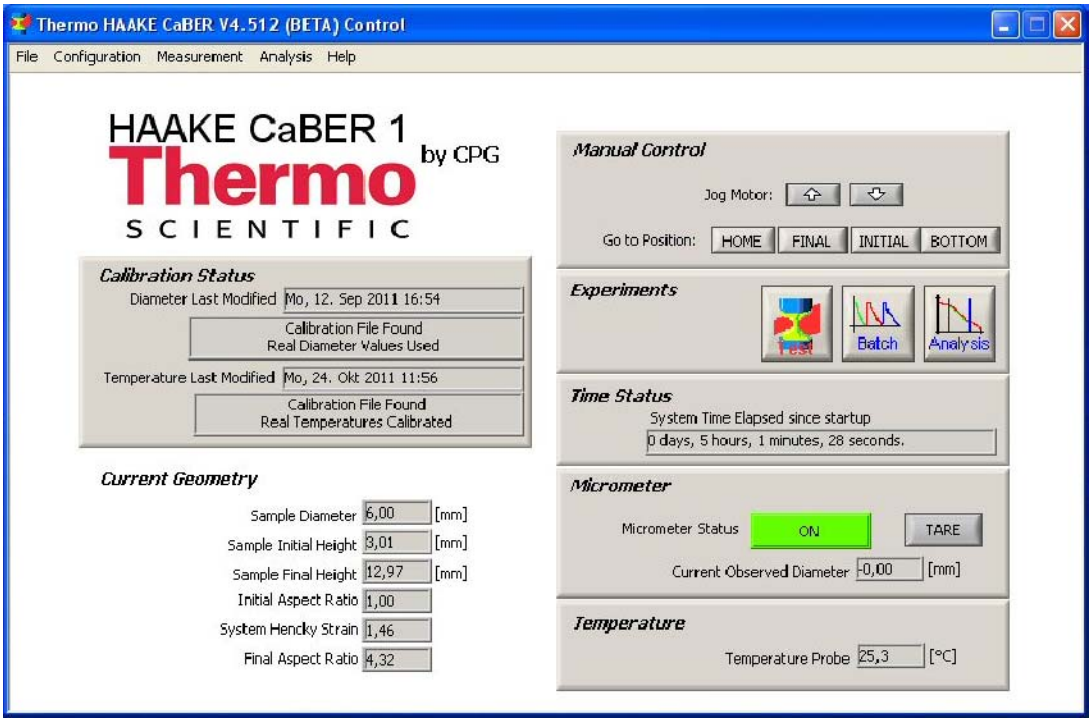


Abb. 26: Das Programm-Hauptfenster

Alle Funktionen des HAAKE CaBER 1 werden vom Programm-Hauptfenster aus erreicht (siehe Abb. 26).
Im Folgenden werden die einzelnen Untermenüs der Betriebssoftware deren Funktionen erklärt. Das Startmenü und alle Untermenüs sind in Abb. 27 dargestellt.

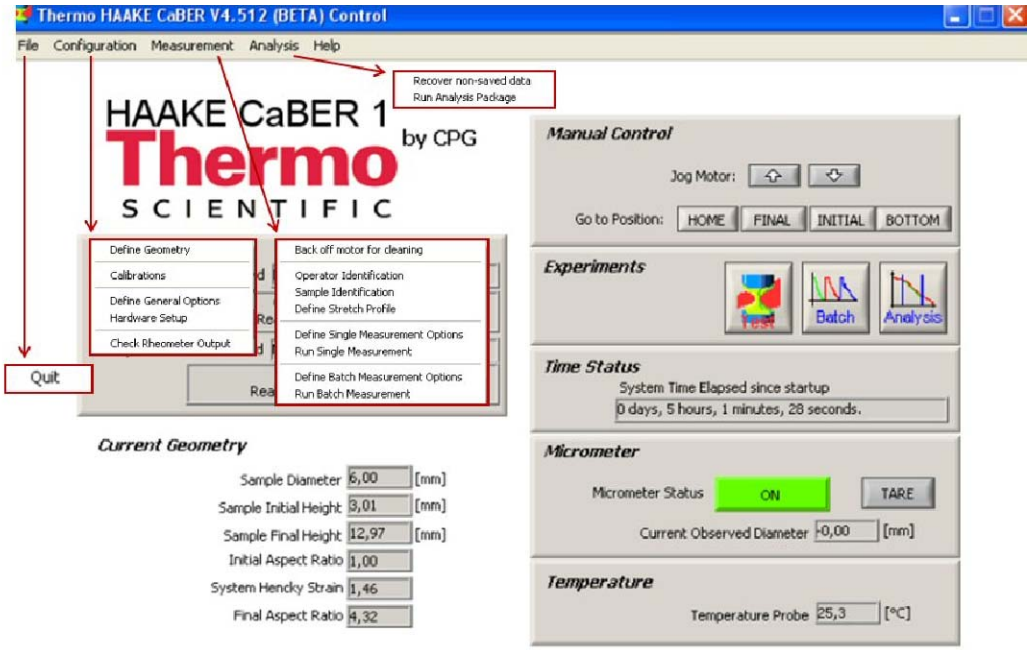


Fig. 27: Das Hauptmenü

11.4 Das „File“ - Menü

Mit der „Quit“ Funktion beendet der Bediener die Software. Beachten Sie, dass die Software für die Versuche und Tests im allgemeinen in einem einzigen Fenster läuft. Die Analysis - Software befindet sich in einem separatem Fenster. Obwohl alle Fenster (abgesehen von Pop-up Optionen) mit Hilfe des „Minimalfeldes“ vorrübergehend geschlossen werden können, kann keines durch Anklicken des „Schließfeldes“ in der Titelleiste geschlossen werden.

11.5 Das „Configuration“ - Menü

Abbildung 27 zeigt alle in diesem Menü zur Verfügung stehenden Funktionen.

11.5.1 Geometrie definieren

Nach Anklicken von „ Define Geometry “ erscheint das in Abbildung 27 dargestellte Fenster. Der Bediener kann die Konfiguration des HAAKE CaBER 1 Messsystems definieren

und verändern. In diesem Fenster ist der einzig einstellbare Parameter der Plattendurchmesser.

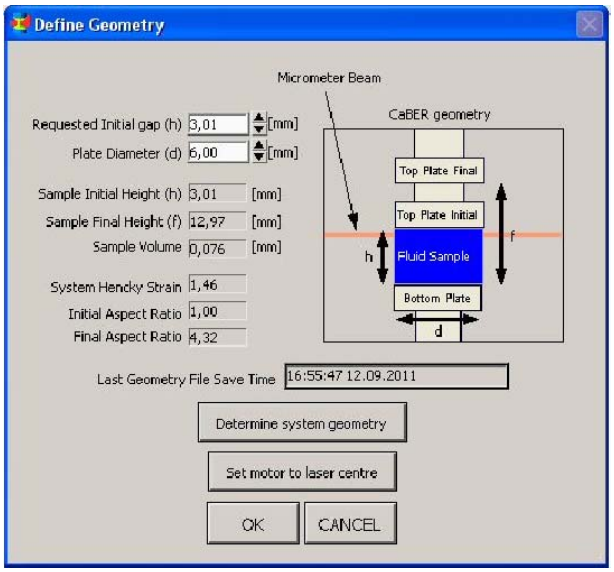


Abb. 28: Geometrie bestimmen

Klicken Sie auf „Determine system geometry“, um die Software die Plattenkonfiguration bestimmen zu lassen. Der Linearmotor bestimmt zunächst die „Home position“ der oberen Platte und bestimmt anschließend die Position des Laserstrahles und der unteren Platte. Nach jeder Positionsänderung der unteren Platte läuft diese Routine ab.

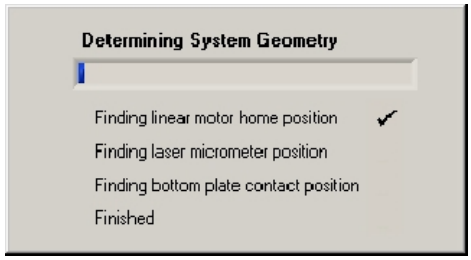


Abb. 29: Überwachen der Funktion „Motor homing“

Klicken auf „OK“ speichert die in der „caber_config.cfg“ Datei erfassten Geometriedaten im „CaBER_Program“ Verzeichnis ab.

11.5.2 Kalibrierung

Der HAAKE CaBER 1 Kalibrierstatus kann durch Klicken auf „Calibration“ im „Configuration“-Menü (siehe Abb. 30) überprüft werden. Mit den Funktion „Diameter“ und „Temperature“ können das Mikrometer und die Temperatursensoren unabhängig voneinander neu kalibriert werden. Das Fenster „Kalibrier-Status“ ist in Abb. 30 dargestellt. In diesem Fenster werden die aktuellen Kalibrierfaktoren sowie das Datum

der letzten Kalibrierung angezeigt. Falls das Messgerät nach dem letzten Programmstart erneut kalibriert wurde, wird diese Information ebenfalls angezeigt. Es ist auch möglich, die Kalibrierung von Mikrometer und Temperatursensoren direkt vom Fenster „Kalibrier-Status“ aus zu starten.

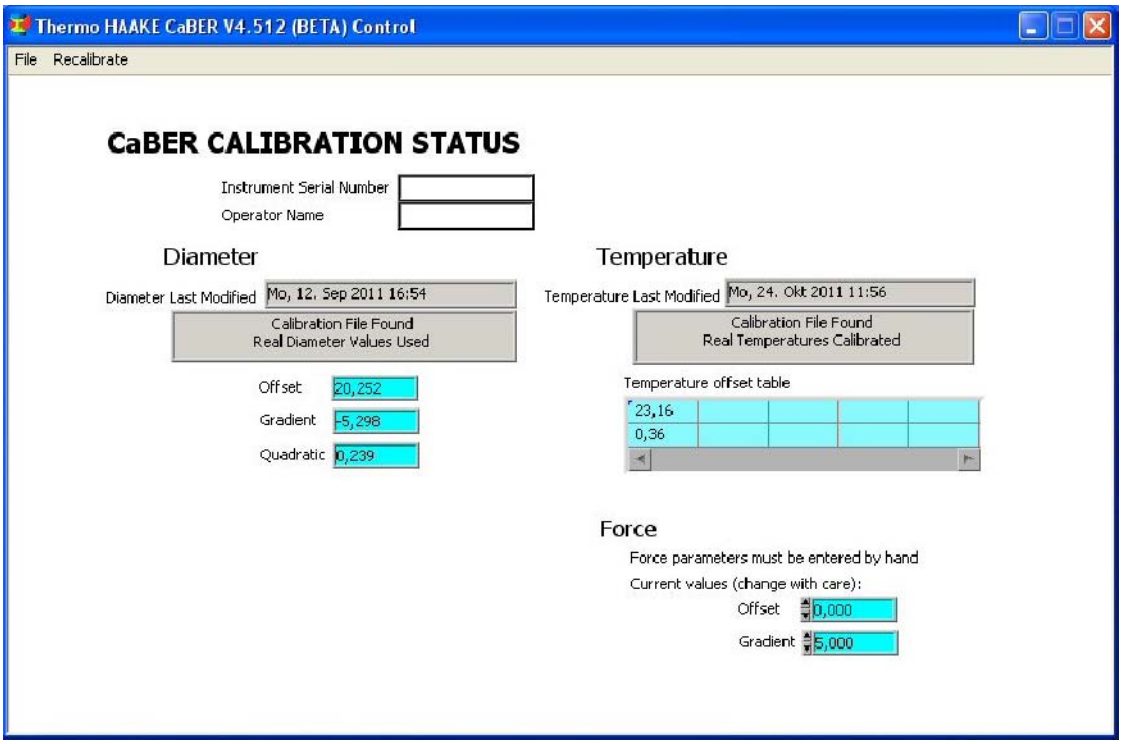


Fig. 30: Calibration status

11.5.3 Allgemeine Optionen definieren

Mit „Define General Option“ kann der Bediener zwei Optionen auswählen, die den weiteren Versuchsablauf nach Beendigung der Messung bestimmen. Abbildung 31 zeigt diese Optionen, wie sie in der Grundeinstellung erscheinen.

Mit der aktiven Option „Force Analysis after save“ wird nach Sicherung der Messdaten automatisch zum Analyse - Programm übergegangen.

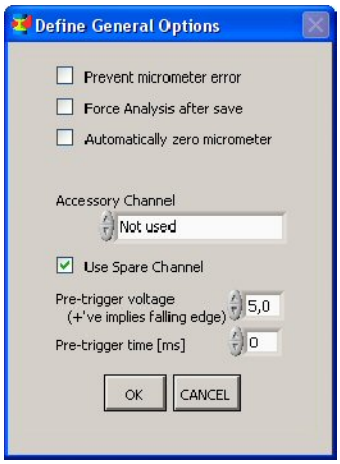
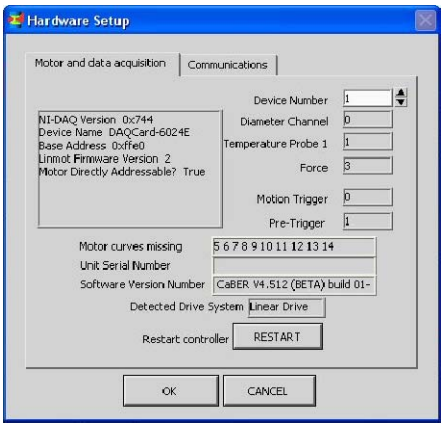


Abb. 31: Allgemeine Optionen

Ist die Option „Automatically zero micrometer“ aktiviert, wird nach dem Ende jeder Messung die Mikrometerspannung auf Null gesetzt.

11.5.4 Hardware Setup

Diese Funktion (siehe Abb. 32) erlaubt das Setup des Messgerätes (insbesondere das der Daten -Aquisitionskarte) auf seine Richtigkeit hin zu überprüfen. Abhängig davon, welche DAQ-Karte gerade in Gebrauch ist, werden leicht unterschiedliche Parameter angezeigt, die automatisch von der Software ausgewählt werden. Der einzige für den Bediener einstellbare Parameter ist die Treibernummer, welche normalerweise 1 sein wird, falls nicht noch andere NI-DAQ-Karten vorhanden sind. Diese Nummer sollte mit der Treibernummer des National Instruments „Measurement Explorer“ übereinstimmen, welche mit der Karte installiert wurde.



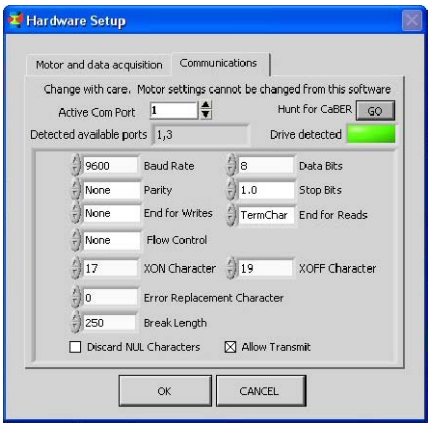


Fig. 32: Hardware setup

11.5.5 Check Rheometer Output

Klicken auf „Check Rheometer Output“ öffnet das in Abbildung 33 gezeigt Fenser. Dieses Fenster ermöglicht die Rohsignale aus dem Messgerät zu überprüfen und einfache Linearmotorbewegungen durchzuführen. Diese Funktion sollte im Normalfall nicht erforderlich sein, da sie eher für diagnostische Zweck vorgesehen ist, falls der Bediener einmal Probleme mit dem Messgerät haben sollte.

Sollte der Rheometer Output fehlerhaft sein, stellen Sie zuerst sicher, dass der Laserstrahl des Mikrometers nicht blokkiert wird. Dazu drehen Sie die Mikrometerschraube in die unterste Position. Sollte die Ausgabewerte immer noch schlecht sein, muss der Laserstrahl neu ausgerichtet werden. Die können Sie durchführen, indem Sie zunächst die kleine blende an der vorderen rechten Seite des CaBER 1 – Gerätes entfernen und vorsichtig die dahinter befindliche Schraube mit einem kleinen Schraubendreher solange drehen, bis der Micrometer Output bei ca. 4.95 V liegt.

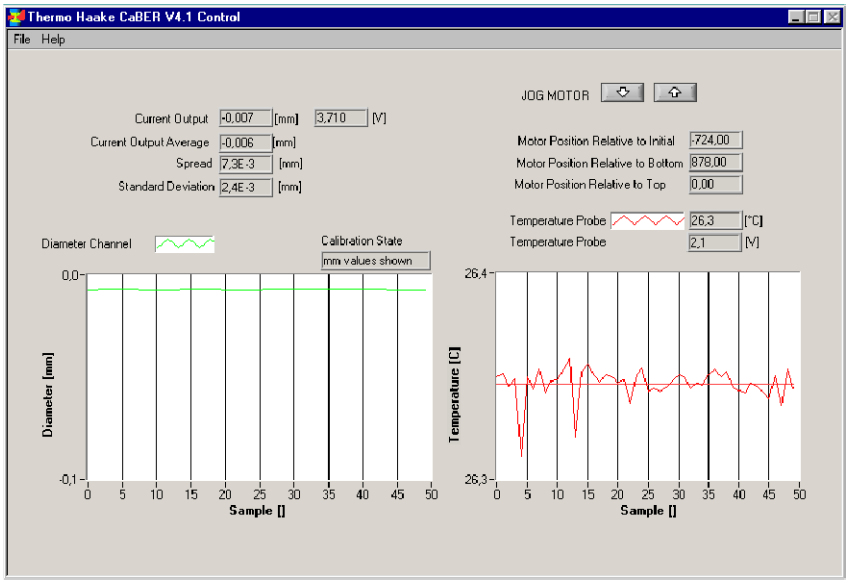


Abb. 33: Check rheometer output

11.6 Das Measurements–Menü

Im folgenden Abschnitt werden einige anwendungsbezogene Details zu messungsrelevanten Einstellungen und Funktionen gegeben.

11.6.1 Zurückfahren der Messplatte zur Reinigung

Durch Aktivierung dieser Funktion wird die obere Messplatte nach oben zur „home position“ gefahren. Keine andere Funktionen sind aktiv während die Platte nach oben gefahren ist.

11.6.2 Bediener-und Proben Indentifikation

Nach Klicken auf „Operator Identification“ oder „Sample idenfication“ (siehe Abb. 34) öffnet sich der Registerdialog „Identification“ mit dem dazugehörigen Register. Die in den Register „Operator“ eingegebenen Informationen werden gespeichert und bei einem Neustart der Software wieder hergestellt. Alle in diesen Dialog eingegebenen Informationen werden in den HAAKE CaBER Textdateien gespeichert.

Durch Auswahl der „Sample” - Lasche kann auf alle Informationen zur jeweiligen Probe zugegriffen werden. Wie in der Einleitung beschrieben, wird die Oberflächenspannung zur Berechnung der Dehnviskosität benötigt. Für Newtonische Materialien kann so zusätzlich über verschiedene Modelle die Kapillargeschwindigkeit bestimmt werden, die das Verhältnis von Oberflächenspannung zu Viskosität darstellt. Ist die Oberflächenspannung bekannt, kann für Newtonische Flüssigkeiten die Viskosität ermittelt werden.

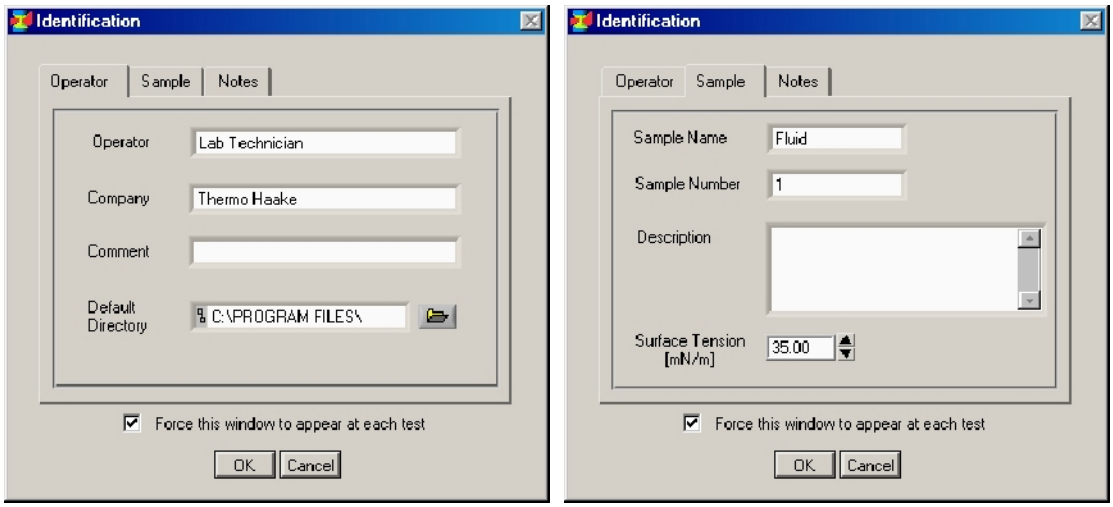


Fig. 34: Sample and Operator identification

11.6.3 Definieren der Dehnprofile

Für den Versuchsablauf kann der Bediener zur Zeit zwischen drei verschiedenen Dehnprofilen auswählen:das „lineare“, das „exponentielle“ und das „gedämpfte“ (cushioned) Dehnprofil (siehe Abb. 35). Für alle Anwendungen gilt: die im Versuchsablauf zurückgelegte Distanz (d) bezogen auf eine Referenzdistanz (d_0) wird durch die Position der unteren Messplatte definiert und ist somit keine einstellbare Größe. Die gewünschte Dehnzeit (t) wird auf eine Referenz-Dehnzeit von t_0 = 20ms bezogen.

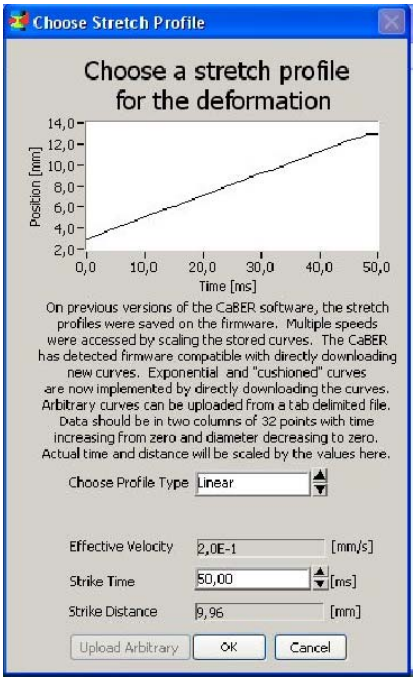


Abb. 35: Dehnprofile

Linear:

Ein einfaches lineares Profil ergibt sich, wenn die zurückgelegte Distanz als Funktion der Zeit *($d_{(t)}$)* nach folgender Gleichung berechnet wird:

$$d_{(t)} = (d / d_0) (t / t_0).$$

Die Auslösezeit oder die Deformationsrate können aus zwei Gründen eingestellt werden. Erstens muss die obere Platte ihre Endposition erreichen, bevor die Kapillarkräfte den Fadenabriss verursachen können. Aus diesem Grund sollte für niederviskose Materialien eine kurze Auslösezeit gewählt werden. Zweitens kann die Separationsgeschwindigkeit die Abriss – Kinetik von komplexen Nicht – Newtonischen Materialien beeinflussen. Viele Nicht – Newtonische Materialien sind stark scherabhängig. Um die Materialantworten im Bezug zu verschiedenen Deformationshistorien zu ermitteln, wird ein Wissenschaftler mehrmals die Auslösezeit anpassen müssen.

Bitte beachten Sie, dass die Auslösezeit niemals die Deformation oder die Deformationsgeschwindigkeit in der Probe beeinflussen wird. Die aktuell mit dem HAAKE CaBER 1 gemessene Dehnströmung wird lediglich durch die Eigenschaften des Materials beeinflusst. Dies steht im Gegensatz zur Rotationsrheometrie, wobei das Fließverhalten der Probe direkt durch die mechanische Deformationskraft, die auf das Fluid wirkt, beeinflusst wird.

Exponentiell:

Bei einer Geschwindigkeitszunahme werden die Dehnzeit und die konstante Zeit durch den Bediener definiert. Für $d_{(t)}$ ergibt sich:

$$d_{(t)} = (d / d_0) (1 - e^{at}) (1 - e^{at}{}_0).$$

Stoßgedämpft (cushioned):

Eine zunächst lineare Bewegung (ab der schnellsten Dehnzeit von ca. 20 ms) wird durchgeführt, aber mit einer Geschwindigkeitsabnahme am Ende der Bewegung, um Probleme, die aufgrund einer schnellen Geschwindigkeitsabnahme auftreten können, zu vermeiden.

11.6.4 Einzelmessung definieren

Die dem Bediener zur Verfügung stehenden Versuche gliedern sich in 2 Kategorien, namentlich die „Single Measurement“ (Einzelmessung) und die „Batch Measurement“ (automatische Serienmessung).

Die Beschreibung und Verwendungsmöglichkeiten der „Batch Measurement“ erfolgt in den Abschnitten 10.6.6. und 10.6.7.

Innerhalb des Optionsfeldes „Define Single Measurement Options“ kann der Bediener zwischen „Real Time Measurement“ und „High Speed Measurement“ wählen, wodurch die ausgewählten Versuchsparameter beinflußt werden. Der „Real Time Modus“ zeigt die Daten, so wie sie vom Messgerät aufgenommen werden. Für die meisten Flüssigkeiten ist dieser Modus vollkommen ausreichend und bietet dem Bediener die Möglichkeit, den Versuchablauf zu überwachen.

Dagegen ist für andere Flüssigkeiten, die einen schnellen Abriss (weniger als 0.5 s) aufweisen, der „High Speed Modus“ die bessere Wahl, da dieser Modus eine schnellere~~s~~ Datenaquisitionsrate ermöglicht. Der „High Speed Modus“ bezieht sich nicht auf die Plattenbewegung sondern auf die Datenaquisition. Für den aktivierten „High Speed Modus“ müssen vom Bediener Werte für die Datenaquisitionsrate („sample rate“) und die Messdauer („sample duration“) eingeben werden. Abbildung 36 zeigt den Dialog mit den Optionen für die Einzelmessung.

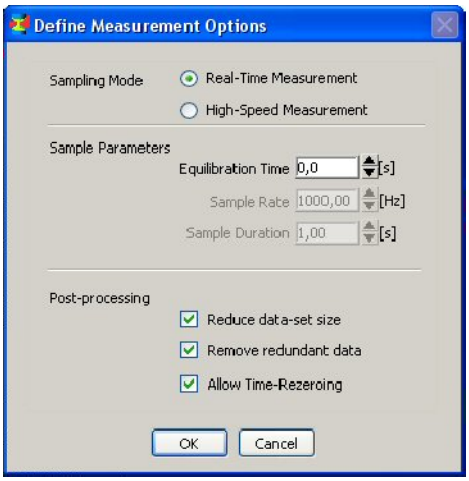


Fig. 36: Optionen für Einzelmessung

Für beide Modi kann der Bediener zwischen verschiedenen Optionen für eine Nachbearbeitung der gesammelten Daten ausgewählen:

„Reduce data-set size“: erlaubt der Software, überflüssige Daten zu entfernen. Dieser Vorgang kann durchgeführt werden, weil die Startzeit genau bekannt ist, und weil das Ende der Datenaquisition durch eine Veränderung der zuletzt gemessenen Daten bestimmt werden kann.

„Remove redundant data“ „beschneidet“ die Daten durch Entfernen von Messdaten, bei denen die Änderung des Fadendurchmessers am langsamsten ist Das bedeutet, dass durch diese Option die Daten mit einem veränderten Zeitintervall quasi „neu“ aufgenommen werden mit der Folge, dass die Datendichte bei einem sich schnell ändernden Fadendurchmesser maximiert wird.

„Allow Time Rezoering“ setzt die Messzeit auf Null in dem Augenblick, wo die obere Platte ihre Endposition erreicht hat.

11.6.5 Einzelmessung ausführen

Nach Klicken auf „Run Single measurement wird die Messung mit den unter „Define Single Measurement“ ausgewählten Optionen und Parametern durchgeführt. Zunächst erscheint das Identifikations POP-UP-Fenster, vorrausgesetzt, die Option „Force this window to appear at each test“ wurde im Registerdialog aktiviert (Abschnitt 10.6.2).

Die Messplatte wird in ihre Anfangsposition bewegt (zwischen den beiden Messplatten befindet sich nun der „initial gap“), und der Bediener wird aufgefordert, die Platten frei-zu geben. Nun kann die Probe eingefüllt werden.

11.6.6 Automatische Serienmessung definieren

Die Funktion „batch measurement“ dient dazu, zeitabhängige Proben zu untersuchen. Bei solchen Proben ist höchste Aufmerksamkeit geboten, da die Luft–Flüssigkeitsgrenze oft diejenige Stelle ist, an der sich das Material am schnellsten verändert (beispielsweise durch Verdunstung). Der Versuch setzt vorraus, dass sich die Flüssigkeit nicht verflüchtigt (langsam austrocknet) und dass sich die anfängliche „Flüssigkeitssäule“ zuverlässig umformen läßt. Im Dialogfeld „Define Batch Measurement Options“ müssen Angaben zu Parametern wie Relaxationdauer, Messdauer und Anzahl der Wiederholungen gemacht werden. Die Angaben müssen folgerichtig und logisch sein. Auf sich widersprechende Angaben wird durch Warnhinweise aufmerksam gemacht. Die Software stellt die Datenaquisitionsrate so ein, dass die 1000 Messpunkte über die gesamte Messzeit gleichmässig verteilt werden.

Abbildung 37 zeigt den Dialog mit den für die Serienmessung einzustellenden Parametern und Optionen.

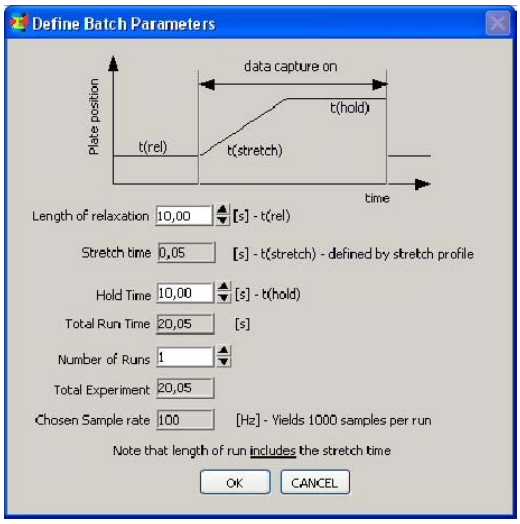


Fig. 37: Definieren der automatischen Serienmessung

11.6.7 Serienmessung ausführen

Durch Anklicken von „Run Batch Measurement“ wird die automatische Serienmessung durchgeführt. Wie bei der Einzelmessung wird die automatische Serienmessung mit den festgelegten Optionen durchgeführt. Vor dem Befüllen mit Probe befinden sich die Platten in ihrer Anfangsposition, zwischen ihnen ist der „initial gap“.

11.7 Das „Analysise“ - Menü

Durch Klicken auf „Run Analyse Package“ wird das Analyse Programm gestartet. Diese Funktion kann auch vom Programm–Hauptfenster aus gestartet werden.

11.8 Das „Help“ – Menü

Das „Hilfe-Menü erlaubt den Zugang zur kontextabhängigen Hilfe. Falls Sie die Versionsnummer der Software suchen, finden Sie diese unter „About“.

12. Die CaBER Analysise - Software

12.1 Einleitung

Die HAAKE CaBER Analysis Software kann entweder innerhalb der HAAKE CaBER Control-Software oder vom Windows Start Menu aus gestartet werden.

Die mit Hilfe des HAAKE CaBER 1 erhaltenen Messdaten können eine erste Information über die untersuchte Flüssigkeit liefern. Eine Bearbeitung der Messdaten erhöht deren rheologischen Wert in beträchtlicher Weise. Die Arbeitsweise der Analysis - Software erfolgt auf zwei Arten:

- Bestimmung eines zu den Messdaten passenden Modells:
  Wie bei jedem Rheometer können durch eine Modellanpassung die Messdaten bearbeitet und damit die Parameter für eine konstitutive Gleichung hervorgebracht werden. Für viele Flüssigkeiten kann dies sehr effizient sein, wenn dadurch das Verhalten dieser Flüssigkeit schnell und einfach geklärt wird. Natürlich ist bei dieser Anwendung auch eine gewisse Achtsamkeit angebracht, da zwar viele Modelle. die Messdaten ziemlich gut anpassen aber auch irrelevante physikalische Parameter liefern. Detaillierte Informationen zu diesem Thema finden Sie in dem Abschnitt 14.4. mitgeteilten Literaturhinweise.

- Entwickeln einer Modell-unabhängigen Interpretation für das Flüssigkeitsverhalten durch Berechnen einer „scheinbaren“ Dehnviskosität:
  Wenn auch diese Interpretation nicht auf einem Einzel-Parameter ergibt und alle Einflüsse wie Elastizität und Viskosität in einer einzigen Kurve zusammengefaßt werden, so kann diese Interpretation doch zum Verständnis und beim Studium komplexer Flüssigkeiten von großem Nutzen sein. Die Theorie zu dieser Darstellungsmöglichkeit wird im folgenden Abschnitt diskutiert.

Das HAAKE CaBER1 Analyse-Fenster ist in vier Abschnitte gegliedert:

Grafik, Legende, Model-Parameter und Programm-Dialoge. Diese Abschnitte sind in Abbildung 38 zu sehen und werden im folgenden genauer beschrieben.

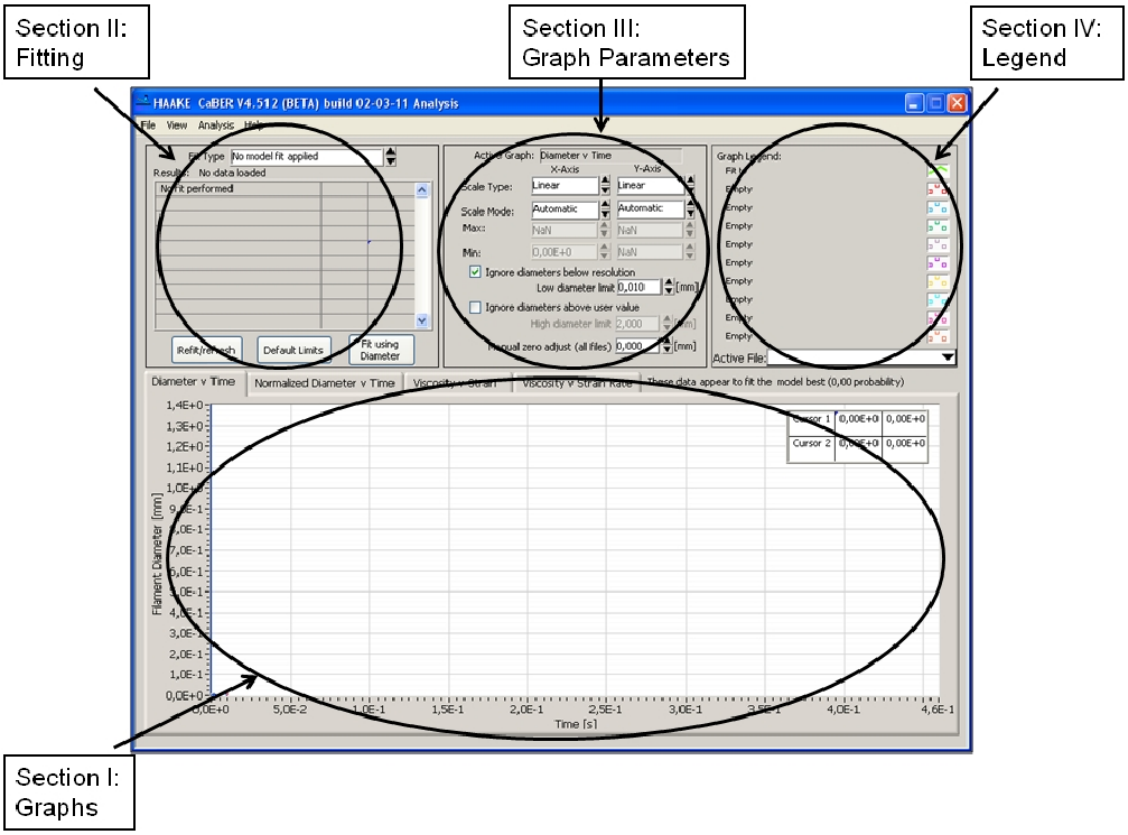


Abb. 38: Analyse Fenster

12.2 Der Abschnitt „Graphs”

Die untere Hälfte des Fensters wird durch die grafische Darstellung eingenommen. Beachten Sie, dass es drei Schaltflächen gibt, die dem Bediener die Darstellung drei verschiedener Grafiken ermöglicht.
In der Grafik „Diameter v. Time“ werden die Rohdaten aller geladenen Dateien gezeigt.
In der Grafik „Normalized Diameter v. Time“ werden Daten dargestellt, die in Bezug auf den Anfangsdurchmesser, der vom ausgewählten Parameter abhängig ist, normalisiert wurden.
In der dritten Grafik „Viscosity v. Strain“ wird eine scheinbare Dehnviskosität gegen die Verformung aufgetragen. Generell gilt, dass die zur Zeit aktive Datei immer die erste oben rechts in der Legende angezeigte Datei ist. Wenn Sie aktive Dateien umstellen wollen, müssen Sie zunächst eine neue Datei aus dem „File dialog“ (siehe 11.5) auswählen.

12.3 Der Abschnitt „Legend”

Die Legende zu einer Grafik ist im rechten oberen Teil des Analyse Fensters zu sehen. Unter der Legende befindet sich die Auswahlliste, die durch Anklicken des Pfeilsymbols geöffnet wird und aus der Sie dann die aktive Datendatei auswählen können.

12.4 Der Abschnitt „Graph parameters”

Die Einstellungen der Graphen sind im oberen mittleren Abschnitt dargestellt. Dadurch kann der Benutzer jede Achse und jede Skalierung der vier möglichen graphischen Darstellungen separat ändern.
Die Software stellt die meisten Parameter dynamisch ein. Eine Neuberechnung der Modellanpassung wird erst nach Klicken auf „Refit“ durchgeführt. Für lange Datendateien oder komplizierte Anpassungen kann diese Prozedur zeitintensiv sein.
Die Modell-Parameter, die von der Software hergeleitet werden, werden im mittleren oberen -Analyse-Fenster angegeben. Bestimmte Parameter werden nicht angezeigt, wenn diese nicht relevant für die gewählte Modellanpassung sind. Andere Parameter dagegen, wie Oberflächenspannung und Abrisszeit, haben für alle Anpassungen Gültigkeit Die „Calculated Breakup Time“ wird durch die Modellanpassung definiert.- Der Wert für diese Größe kann mit der physikalischen Abrisszeit korrespondieren, muß aber nicht. Die „Experimental Breakup Time“ wird durch den letzten Datenpunkt definiert. Im unteren Teil des Abschnittes befindet sich die „Refit“ Schaltfläche. Durch Klicken auf „Refit“ wird entweder die grafische Darstellung erneuert oder eine neue Berechnung gestartet.

12.5 Der Abschnitt „Modell parameter and fitting”

Der obere Teil dieses Abschnittes erlaubt dem Benutzer die Möglichkeit, das jeweilige mathematische Modell für die Kurvenanpassung zu wählen. Dieses Modell wird nur innerhalb der Grenzen, die vom Benutzer anzugeben sind, graphisch dargestellt. Um die Grenzen zu bestimmen, kann der Cursor manuell mit dem Mauszeiger bewegt werden. Wird der „use default limits” - Button gedrückt, definiert die Software die Grenzen, basierend auf der Oberflächenspannung und dem letzten gemessenen Datenpunkt automatisch. Die Modellparameter, die dabei von der Software hergeleitet werden, werden im oberen linken Abschnitt dargestellt. Einige Parameter werden nicht dargestellt, wenn sie für das benutze Anpassungsmodell nicht weiter relevant sind. Andere Parameter, wie Oberflächenspannung und Fadenabrisszeit sind für alle verwendeten Modelle gleich. Die berechnete Fadenabrisszeit, ist die Fadenabrisszeit, die mit Hilfe des Modells berechnet wurde. Diese Zeit stimmt nicht immer mit der experimentellen Fadenabrisszeit überein, die durch den letztenMesspunkt im ausgewählten Datensatz charakterisiert ist. Die Parameter „shear viscosity” und „surface tension” können im Optionenteil des Analysemenüs geändert werden, auf den später noch eigegangen wird. Der Benutzer muss immer den „refine / refresh” - Button drücken um den Bildschirm zu aktualisieren oder eine Neuberech-

nung zu starten. In diesem Abschnitt kann der Benutzer auch wieder zu den voreingestellten Grenzwerten zurückkehren, indem er den zugehörigen Button drückt. Ebenso kann er aber auch entweder die Scherviskosität oder den Fadendurchmesser als relevanten Anpassungsparameter wählen.

12.6 Die Menüleiste

An overview of the menu bar which contains the file, the view, the analysis and the help dialogs is displayed in Fig. 39.

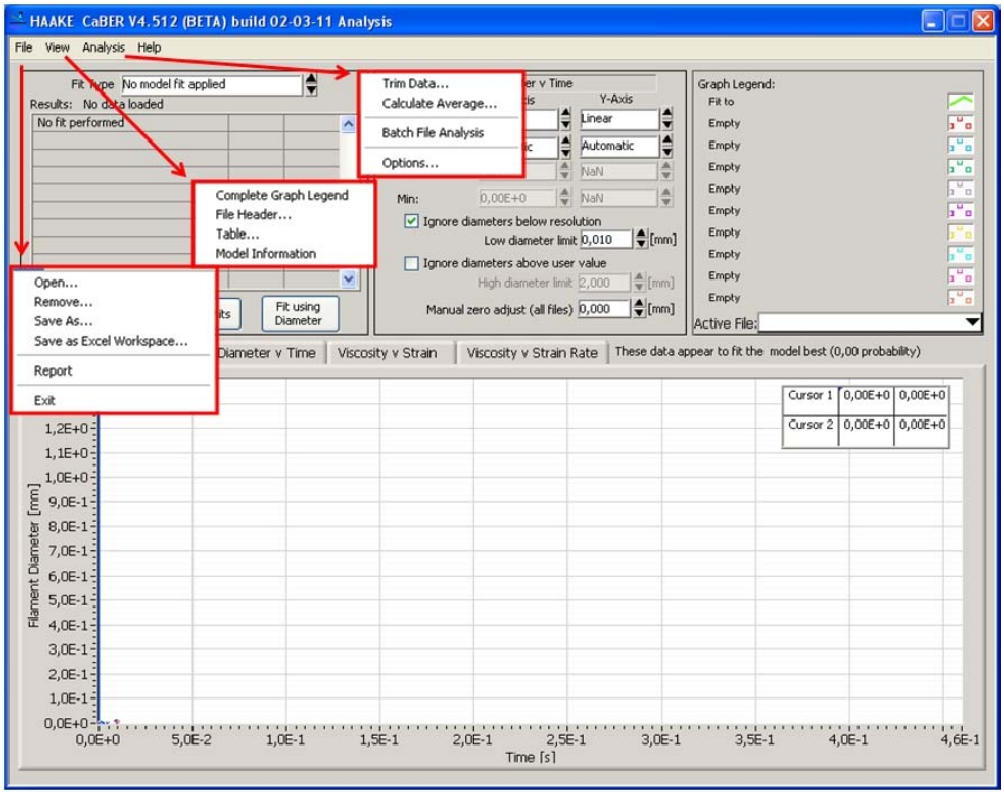


Abb. 39: Die Menüleiste

12.6.1 „Open"

Wird dieser Menüpunkt gewählt können ein oder mehrere Datensätze aus einem Verzeichnis gewählt und geladen werden. Bitte beachten Sie, dass die zuletzt geladene Datei immer an oberster Stelle der Verzeichnisliste gesetzt wird.

12.6.2 „Remove"

Die Datensätze, die entfernt werden sollen, können hier gewählt werden. Sie werden dann aus der Auflistung der Graphen und dem Diagramm entfernt.

12.6.3 „Save As”

Nachdem die Arbeit mit einem Datensatz beendet wurde, kann dieser in einem Verzeichnis abgespeichert werden.

12.6.4 „Save as Excel Workspace”

Durch Wählen dieses Menüpunktes kann der Datensatz auch als Exceldatei abgespeichert werden.

12.6.5 „Report”

Die Funktion „Report“ erzeugt einen Bericht im HTML–Format mit der Modellanpassung, den dazugehörigen Parametern und den drei Grafiken. Die HTML– Datei hat den gleichen Defaultnamen wie die CaBER Textdatei. Diese HTML–Datei hat einen Link zur CaBER Textdatei, und die Grafikbilder werden im gleichen Verzeichnis abgespeichert. Folglich müssen Sie, falls Sie den Bericht in ein anderes Verzeichnis kopieren oder ablegen wollen, sämtliche Dateien kopieren.

12.6.6 „Exit”

Das Programm wird verlassen. Zuvor wird der Bediener gefragt, ob er die aktive Datei mit den normalisierten Durchmesserwerten und den Werten für die scheinbare Dehnviskosität abspeichern möchte.

12.6.7 „The view menu”

In diesem Menü kann der Benutzer die Legende der einzelnen Graphen ändern. Außerdem werden hier zusätzliche Informationen zu den Datensätzen angeboten.

12.6.8 „Complete Graph Legend”

Nachdem dieses Untermenü aktiviert wurde, erscheint eine komplette Liste aller Datensätze. Drückt man mit dem linken Mausknopf auf die Symbole eines Graphen, erscheint ein Fenster, in dem alle Eigenschaften dieses Graphen geändert werden können.

12.6.9 „File Header”

Aktivierung dieses Menüpunktes erlaubt dem Benutzer, die Kopfzeile der abgespeicherten Datei anzusehen. Die Kopfzeile enthält alle experimentellen Parameter (einschließlich der Kalibrationen).

12.6.10 „View Table”

Zeigt eine Tabelle, welche die Messdaten und die daraus abgeleiteten Werte für Deformation, Dehnrate und scheinbare Dehnviskosität enthält.

12.6.11 „Model information”

Anzeige von zusätzlichen Informationen über die Ergebnisse, die durch das vorher ausgewählte Modell gewonnen werden konnten.

12.6.12 „Analysis”

In diesem Menü können zusätzliche Einstellungen für die Datenanalyse vorgenommen werden.

12.6.13 „Trim Data”

Diese Option erlaubt dem Benutzer, überflüssige Daten zu löschen. Beachten Sie, dass durch diese Funktion lediglich die Daten im Arbeitsspeicher gelöscht werden. Sollen Änderungen beibehalten werden, ist ein erneutes Abspeichern des Datensatzes erforderlich.

12.6.14 „Calculate Average”

Die Messdaten und die daraus abgeleiteten Werte werden über einen bestimmten Satz von Datenpunkten gemittelt die in diesem Untermenü definiert werden können.

12.6.15 „Batch File Analysis”

Hat der Benutzer einen Datensatz mit Hilfe der Batch – Prozess – Option generiert, erlaubt diese Funktion einige einfache Analysen für mehrere Versuche durchzuführen.

12.6.16 „Options”

In diesem Untermenü können verschiedene Berechnungs– und Zeichnungsoptionen geändert werden.

12.6.17 „Calculation options”

In diesem Menü kann der Benutzer die Vorfaktoren für die Viskosität durch Auswahl der verschiedenen Modelle für Newtonische Fluide auswählen. Zusätzliche Informationen werden sichtbar, wenn man den Mauszeige über die Pfeile bewegt, mit denen die jeweiligen Modelle ausgewählt werden können. Der Benutzer kann ebenfalls die Referenzen auswählen, die zur Normalisierung des Fadendurchmessers verwendet werden sollen. Außerdem können in diesem Untermenü die Vorfaktoren für die verschiedenen Modelle aktiviert und die Daten reduziert werden, indem die Parameter zur Mittelung der Datenpunkte eingestellt werden.
Unterhalb der Berechnungsoptionen können die Eigenschaften des Fluids, wie Scherviskosität und Dichte für spätere Berechnungen geändert werden.
Der Benutzer kann hier auch einige zusätzliche Einstellungen der graphischen Darstellungen vornehmen. Diese Optionen sind jedoch selbsterklärend und werden im Weiteren nicht näher erläutert.

12.6.18 „Help”

Wird dieser Menüpunkt aufgerufen, erscheinen Informationen über die zur Zeit verwendete Software – Version.

12. Die CaBER Analysise - Software

12.1 Einleitung

Die HAAKE CaBER Analysis Software kann entweder innerhalb der HAAKE CaBER Control-Software oder vom Windows Start Menu aus gestartet werden.

Die mit Hilfe des HAAKE CaBER 1 erhaltenen Messdaten können eine erste Information über die untersuchte Flüssigkeit liefern. Eine Bearbeitung der Messdaten erhöht deren rheologischen Wert in beträchtlicher Weise. Die Arbeitsweise der Analysis - Software erfolgt auf zwei Arten:

- Bestimmung eines zu den Messdaten passenden Modells:
  Wie bei jedem Rheometer können durch eine Modellanpassung die Messdaten bearbeitet und damit die Parameter für eine konstitutive Gleichung hervorgebracht werden. Für viele Flüssigkeiten kann dies sehr effizient sein, wenn dadurch das Verhalten dieser Flüssigkeit schnell und einfach geklärt wird. Natürlich ist bei dieser Anwendung auch eine gewisse Achtsamkeit angebracht, da zwar viele Modelle. die Messdaten ziemlich gut anpassen aber auch irrelevante physikalische Parameter liefern. Detaillierte Informationen zu diesem Thema finden Sie in dem Abschnitt 14.4. mitgeteilten Literaturhinweise.

- Entwickeln einer Modell-unabhängigen Interpretation für das Flüssigkeitsverhalten durch Berechnen einer „scheinbaren“ Dehnviskosität:
  Wenn auch diese Interpretation nicht auf einem Einzel-Parameter ergibt und alle Einflüsse wie Elastizität und Viskosität in einer einzigen Kurve zusammengefaßt werden, so kann diese Interpretation doch zum Verständnis und beim Studium komplexer Flüssigkeiten von großem Nutzen sein. Die Theorie zu dieser Darstellungsmöglichkeit wird im folgenden Abschnitt diskutiert.

Das HAAKE CaBER1 Analyse-Fenster ist in vier Abschnitte gegliedert:

Grafik, Legende, Model-Parameter und Programm-Dialoge. Diese Abschnitte sind in Abbildung 38 zu sehen und werden im folgenden genauer beschrieben.

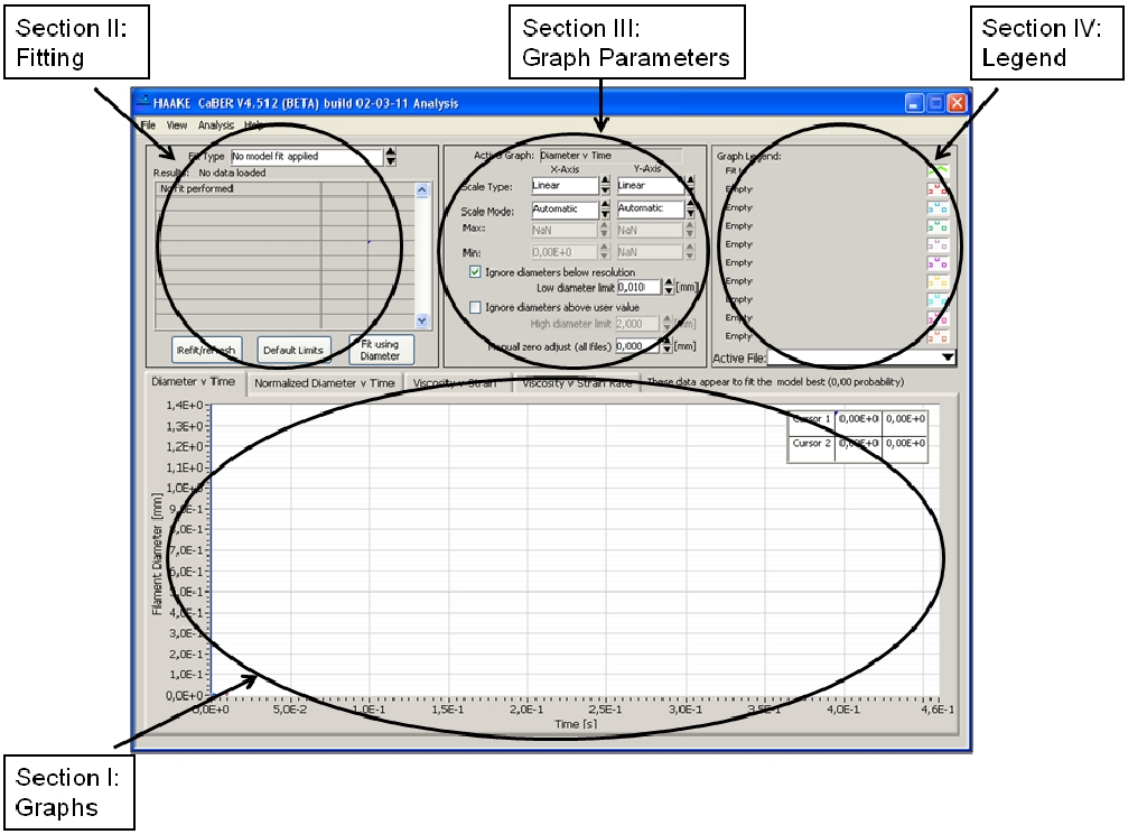


Abb. 38: Analyse Fenster

12.2 Der Abschnitt „Graphs”

Die untere Hälfte des Fensters wird durch die grafische Darstellung eingenommen. Beachten Sie, dass es drei Schaltflächen gibt, die dem Bediener die Darstellung drei verschiedener Grafiken ermöglicht.
In der Grafik „Diameter v. Time“ werden die Rohdaten aller geladenen Dateien gezeigt.
In der Grafik „Normalized Diameter v. Time“ werden Daten dargestellt, die in Bezug auf den Anfangsdurchmesser, der vom ausgewählten Parameter abhängig ist, normalisiert wurden.
In der dritten Grafik „Viscosity v. Strain“ wird eine scheinbare Dehnviskosität gegen die Verformung aufgetragen. Generell gilt, dass die zur Zeit aktive Datei immer die erste oben rechts in der Legende angezeigte Datei ist. Wenn Sie aktive Dateien umstellen wollen, müssen Sie zunächst eine neue Datei aus dem „File dialog“ (siehe 11.5) auswählen.

12.3 Der Abschnitt „Legend”

Die Legende zu einer Grafik ist im rechten oberen Teil des Analyse Fensters zu sehen. Unter der Legende befindet sich die Auswahlliste, die durch Anklicken des Pfeilsymbols geöffnet wird und aus der Sie dann die aktive Datendatei auswählen können.

12.4 Der Abschnitt „Graph parameters”

Die Einstellungen der Graphen sind im oberen mittleren Abschnitt dargestellt. Dadurch kann der Benutzer jede Achse und jede Skalierung der vier möglichen graphischen Darstellungen separat ändern.
Die Software stellt die meisten Parameter dynamisch ein. Eine Neuberechnung der Modellanpassung wird erst nach Klicken auf „Refit“ durchgeführt. Für lange Datendateien oder komplizierte Anpassungen kann diese Prozedur zeitintensiv sein.
Die Modell-Parameter, die von der Software hergeleitet werden, werden im mittleren oberen -Analyse-Fenster angegeben. Bestimmte Parameter werden nicht angezeigt, wenn diese nicht relevant für die gewählte Modellanpassung sind. Andere Parameter dagegen, wie Oberflächenspannung und Abrisszeit, haben für alle Anpassungen Gültigkeit Die „Calculated Breakup Time“ wird durch die Modellanpassung definiert.- Der Wert für diese Größe kann mit der physikalischen Abrisszeit korrespondieren, muß aber nicht. Die „Experimental Breakup Time“ wird durch den letzten Datenpunkt definiert. Im unteren Teil des Abschnittes befindet sich die „Refit“ Schaltfläche. Durch Klicken auf „Refit“ wird entweder die grafische Darstellung erneuert oder eine neue Berechnung gestartet.

12.5 Der Abschnitt „Modell parameter and fitting”

Der obere Teil dieses Abschnittes erlaubt dem Benutzer die Möglichkeit, das jeweilige mathematische Modell für die Kurvenanpassung zu wählen. Dieses Modell wird nur innerhalb der Grenzen, die vom Benutzer anzugeben sind, graphisch dargestellt. Um die Grenzen zu bestimmen, kann der Cursor manuell mit dem Mauszeiger bewegt werden. Wird der „use default limits” - Button gedrückt, definiert die Software die Grenzen, basierend auf der Oberflächenspannung und dem letzten gemessenen Datenpunkt automatisch. Die Modellparameter, die dabei von der Software hergeleitet werden, werden im oberen linken Abschnitt dargestellt. Einige Parameter werden nicht dargestellt, wenn sie für das benutze Anpassungsmodell nicht weiter relevant sind. Andere Parameter, wie Oberflächenspannung und Fadenabrisszeit sind für alle verwendeten Modelle gleich. Die berechnete Fadenabrisszeit, ist die Fadenabrisszeit, die mit Hilfe des Modells berechnet wurde. Diese Zeit stimmt nicht immer mit der experimentellen Fadenabrisszeit überein, die durch den letztenMesspunkt im ausgewählten Datensatz charakterisiert ist. Die Parameter „shear viscosity” und „surface tension” können im Optionenteil des Analysemenüs geändert werden, auf den später noch eigegangen wird. Der Benutzer muss immer den „refine / refresh” - Button drücken um den Bildschirm zu aktualisieren oder eine Neuberech-

nung zu starten. In diesem Abschnitt kann der Benutzer auch wieder zu den voreingestellten Grenzwerten zurückkehren, indem er den zugehörigen Button drückt. Ebenso kann er aber auch entweder die Scherviskosität oder den Fadendurchmesser als relevanten Anpassungsparameter wählen.

12.6 Die Menüleiste

An overview of the menu bar which contains the file, the view, the analysis and the help dialogs is displayed in Fig. 39.

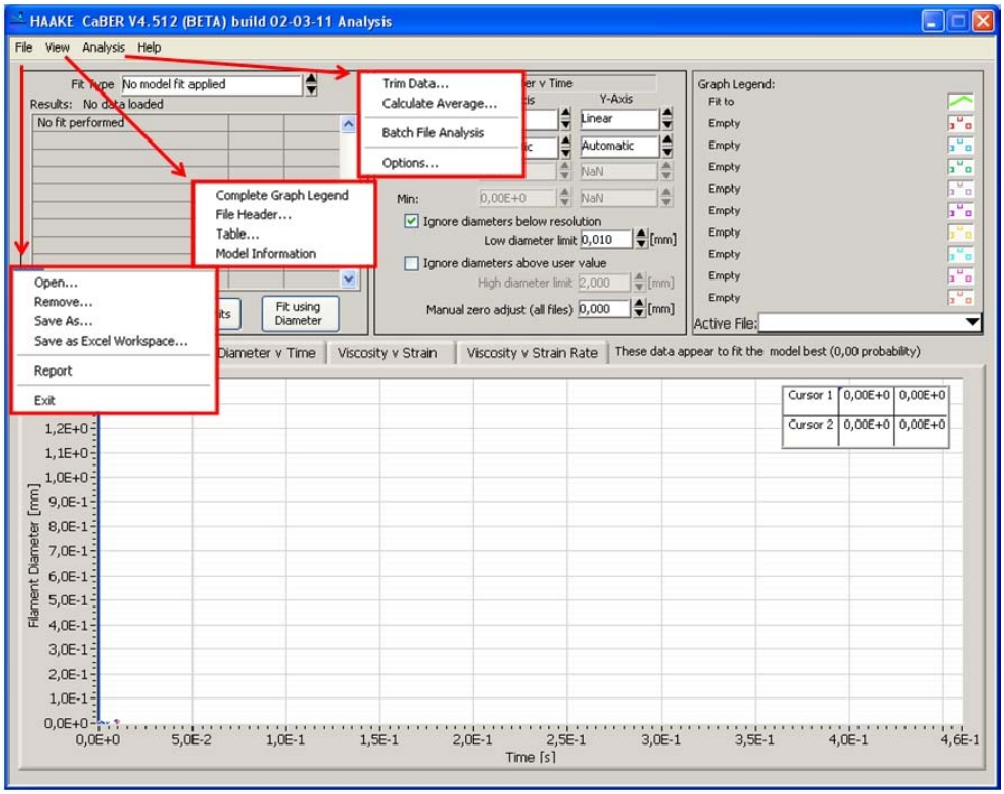


Abb. 39: Die Menüleiste

12.6.1 „Open"

Wird dieser Menüpunkt gewählt können ein oder mehrere Datensätze aus einem Verzeichnis gewählt und geladen werden. Bitte beachten Sie, dass die zuletzt geladene Datei immer an oberster Stelle der Verzeichnisliste gesetzt wird.

12.6.2 „Remove"

Die Datensätze, die entfernt werden sollen, können hier gewählt werden. Sie werden dann aus der Auflistung der Graphen und dem Diagramm entfernt.

12.6.3 „Save As”

Nachdem die Arbeit mit einem Datensatz beendet wurde, kann dieser in einem Verzeichnis abgespeichert werden.

12.6.4 „Save as Excel Workspace”

Durch Wählen dieses Menüpunktes kann der Datensatz auch als Exceldatei abgespeichert werden.

12.6.5 „Report”

Die Funktion „Report“ erzeugt einen Bericht im HTML–Format mit der Modellanpassung, den dazugehörigen Parametern und den drei Grafiken. Die HTML– Datei hat den gleichen Defaultnamen wie die CaBER Textdatei. Diese HTML–Datei hat einen Link zur CaBER Textdatei, und die Grafikbilder werden im gleichen Verzeichnis abgespeichert. Folglich müssen Sie, falls Sie den Bericht in ein anderes Verzeichnis kopieren oder ablegen wollen, sämtliche Dateien kopieren.

12.6.6 „Exit”

Das Programm wird verlassen. Zuvor wird der Bediener gefragt, ob er die aktive Datei mit den normalisierten Durchmesserwerten und den Werten für die scheinbare Dehnviskosität abspeichern möchte.

12.6.7 „The view menu”

In diesem Menü kann der Benutzer die Legende der einzelnen Graphen ändern. Außerdem werden hier zusätzliche Informationen zu den Datensätzen angeboten.

12.6.8 „Complete Graph Legend”

Nachdem dieses Untermenü aktiviert wurde, erscheint eine komplette Liste aller Datensätze. Drückt man mit dem linken Mausknopf auf die Symbole eines Graphen, erscheint ein Fenster, in dem alle Eigenschaften dieses Graphen geändert werden können.

12.6.9 „File Header”

Aktivierung dieses Menüpunktes erlaubt dem Benutzer, die Kopfzeile der abgespeicherten Datei anzusehen. Die Kopfzeile enthält alle experimentellen Parameter (einschließlich der Kalibrationen).

12.6.10 „View Table”

Zeigt eine Tabelle, welche die Messdaten und die daraus abgeleiteten Werte für Deformation, Dehnrate und scheinbare Dehnviskosität enthält.

12.6.11 „Model information”

Anzeige von zusätzlichen Informationen über die Ergebnisse, die durch das vorher ausgewählte Modell gewonnen werden konnten.

12.6.12 „Analysis”

In diesem Menü können zusätzliche Einstellungen für die Datenanalyse vorgenommen werden.

12.6.13 „Trim Data”

Diese Option erlaubt dem Benutzer, überflüssige Daten zu löschen. Beachten Sie, dass durch diese Funktion lediglich die Daten im Arbeitsspeicher gelöscht werden. Sollen Änderungen beibehalten werden, ist ein erneutes Abspeichern des Datensatzes erforderlich.

12.6.14 „Calculate Average”

Die Messdaten und die daraus abgeleiteten Werte werden über einen bestimmten Satz von Datenpunkten gemittelt die in diesem Untermenü definiert werden können.

12.6.15 „Batch File Analysis”

Hat der Benutzer einen Datensatz mit Hilfe der Batch – Prozess – Option generiert, erlaubt diese Funktion einige einfache Analysen für mehrere Versuche durchzuführen.

12.6.16 „Options”

In diesem Untermenü können verschiedene Berechnungs– und Zeichnungsoptionen geändert werden.

12.6.17 „Calculation options”

In diesem Menü kann der Benutzer die Vorfaktoren für die Viskosität durch Auswahl der verschiedenen Modelle für Newtonische Fluide auswählen. Zusätzliche Informationen werden sichtbar, wenn man den Mauszeige über die Pfeile bewegt, mit denen die jeweiligen Modelle ausgewählt werden können. Der Benutzer kann ebenfalls die Referenzen auswählen, die zur Normalisierung des Fadendurchmessers verwendet werden sollen. Außerdem können in diesem Untermenü die Vorfaktoren für die verschiedenen Modelle aktiviert und die Daten reduziert werden, indem die Parameter zur Mittelung der Datenpunkte eingestellt werden.
Unterhalb der Berechnungsoptionen können die Eigenschaften des Fluids, wie Scherviskosität und Dichte für spätere Berechnungen geändert werden.
Der Benutzer kann hier auch einige zusätzliche Einstellungen der graphischen Darstellungen vornehmen. Diese Optionen sind jedoch selbsterklärend und werden im Weiteren nicht näher erläutert.

12.6.18 „Help”

Wird dieser Menüpunkt aufgerufen, erscheinen Informationen über die zur Zeit verwendete Software – Version.

13. Arbeiten mit dem Gerät

13.1 Einleitung

Eine rheologische Messung mit dem HAAKE CaBER 1 durchzuführen, ist äußerst einfach. Sie ist kaum schwieriger als der sogenannte „Daumen-und Zeigefinger-Test“, den man anwendet, um einen ersten Eindruck zu gewinnen, welche Tendenz eine Substanz zum Fädenziehen hat. Um jedoch die Dehneigenschaften einer Flüssigkeit unabhängig, verlässlich und reproduzierbar zu bestimmen, sind einige grundlegende Bedingungen in den Versuchsabläufen einzuhalten. Die Bedienung der Software während eines Versuches wurde im vorhergehenden Kapitel schon erläutert. In diesem Abschnitt geht es nun um die Vermittlung einiger „Tipps und Tricks“, um den von Ihnen geplanten Versuchsablauf zu optimieren.

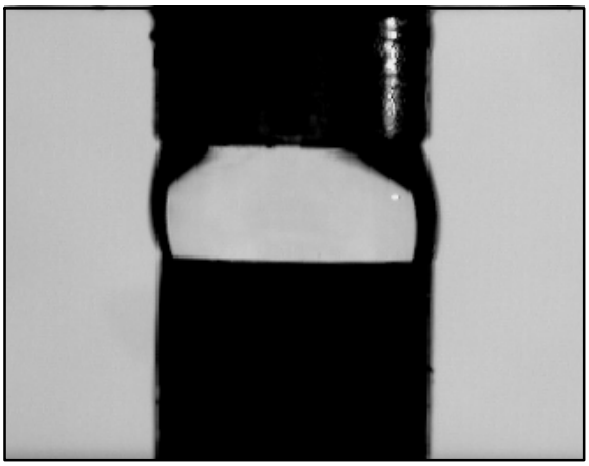
13.2 Einfüllen der Probe

Am besten wird die Probe durch die Öffnung, die sich in der Mitte der oberen Platte befindet, eingefüllt. Dadurch wird ein gleichmäßiges Befüllen gewährleistet, und die Probe wird vor Einflüssen aus der Umgebung geschützt. Diese Art des Einfüllens kann bei hochviskosen Flüssigkeiten etwas schwierig sein. Eine alternative Methode wäre, die Flüssigkeit seitlich, an der oberen Patte beginnend, einzupipettieren. Zuerst sammelt sich die Flüssigkeit an der oberen Platte wie ein hängendes Tröpfchen und benetzt diese bis zu ihren Rändern, bis schließlich genug Flüssigkeitsvolumen vorhanden ist, um den gesammten Spalt zwischen den Platten zu befüllen.

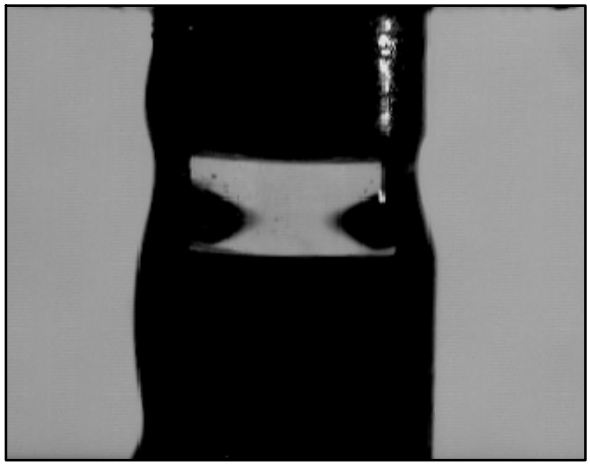
Stellen Sie sicher, dass der Spalt zwischen den Platten vollständig gefüllt ist und die Plattenseiten trocken sind (siehe Abbildung 23). In der Theorie wird vorausgesetzt, dass die Flüssigkeit ohne jegliches Wandgleiten an den Plattenrändern haftet, und dass es kein Fließen über die Plattenränder hinweg gibt.

Geben Sie der zu untersuchenden Probe Zeit zu relaxieren. Das ist besonders wichtig für hoch-elastische Flüssigkeiten, wobei als Faustregel gilt: Die Zeit zum Relaxieren sollte fünf mal so lang sein wie die Zeit bis zum Abriss.

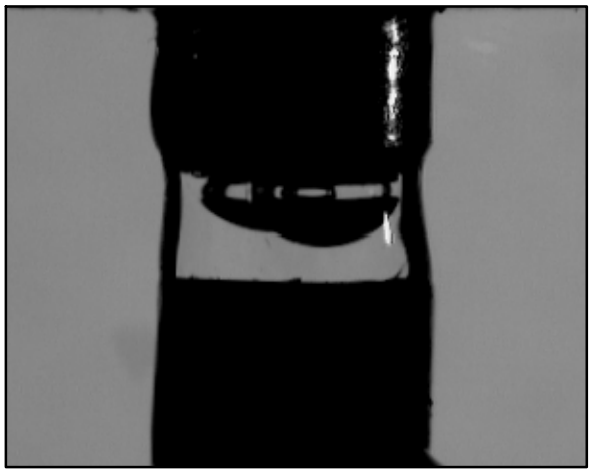
Stellen Sie ebenfalls sicher, dass sich keine Luftblasen in der Probe befinden, und die Probe homogen ist. Vergessen Sie nicht, dass die Durchmesserwerte besonders klein werden, wenn sich der immer dünner werdende Faden seinem Abriss nähert. Wenn sich in der Flüssigkeit Partikel in der Größenordnung von 10 μm und größer befinden, wird in diesem Zustand die Flüssigkeit nicht mehr homogen sein (siehe Abbildung 23).



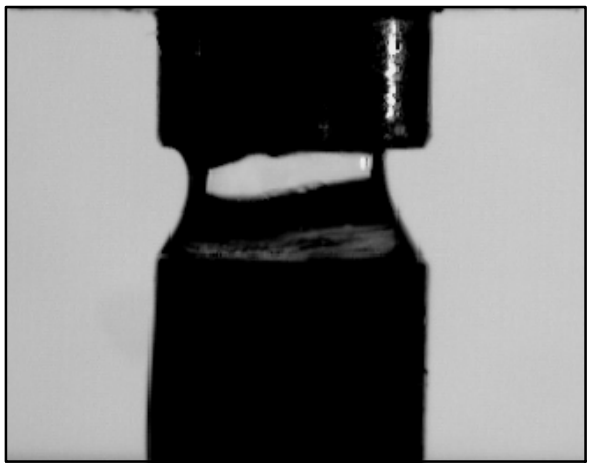
Gut eingefüllte Probe



überfliessende Probe



Luftblasen in der Probe



unterfülltes Probenvolumen

Abb. 40: Beispiel für das Einfüllen von Proben

Wenn der Faden dünner wird, nimmt die Fläche des Fadens im Verhältnis zum Volumen umgekehrt proportional mit dem Radius zu. Durch die immer größer werdende Oberfläche wird der Faden empfindlicher gegen Verdunstung.

Hinzu kommt, dass am Anfang des Versuches eine neue Oberfläche „erzeugt“ wird und „oberflächenaktive“ Proben nicht genug Zeit haben, um vollständig im Gleichgewicht zu bleiben. Daraus resultiert dann eine zeitabhängige Oberflächenspannung, welche nur schwer in der Modellberechnung berücksichtigt werden kann.

Die korrekte Befüllung des Messspaltes ist zwingend notwendig, um den Versuchsablauf zu optimieren und die Versuchsergebnisse zu verbessern.

13.3 Messung durchführen

1. Gerät einschalten und HAAKE CaBER1 Software starten.

2. Nachprüfen der geometrischen Parameter. Der Endabstand kann durch Drehung der Mikrometerschraube geändert werden.
   Bitte beachten: Nach jeder Änderung des Abstandes, muss die Geometrie neu definiert werden (Configuration –> Define Geometry).

3. Testmodus auswählen und die obere Platte nach unten fahren.

4. Zum Einfüllen der Probe einfüllen wird am besten eine Spritze verwendet. Dazu eine Spritze (V = 2 mL) mit Kanüle (d = 0,8 mm) an der oberen Platte anlegen und den Flüssigkeitstropfen langsam auf die untere Platte fließen lassen. Überprüfen ob der Spalt zwischen den Platten komplett gefüllt ist, die Plattenseiten aber trocken sind. Außerdem sollte die Probe möglichst frei von Luftblasen sein. Eine gute Befüllung des Spaltes erreichen Sie dadurch, dass Sie die obere Platte leicht drehen, während die Probe mit Hilfe der Spritze langsam zwischen die Platten injeziert wird.
   Lassen Sie die Probe nach der Befüllung relaxieren. Dabei sollte diese Relaxationszeit die Fadenabrisszeit nicht unterschreiten.

5. Geben Sie den Namen des Benutzers, die Probe und bei Bedarf zusätzliche Informationen ein und starten Sie die Messung durch Drücken des „Test" – Buttons. Die Platten werden dann auseinander gezogen und die zeitliche Entwicklung des Fadendurchmessers in der Fadenmitte vom IR – Laser gemessen.)

6. Nachdem die Messung durchgeführt wurde, können Sie das Gerät für die nächste Messung vorbereiten.

13.4 Einstellen des „final gap“

Durch Verstellen der unteren Platte in vertikale Richtung mittels der Mikrometerschraube kann der „final gap“ eingestellt werden.
Der maximale Abstand beträgt 40 mm. Für Flüssigkeitsproben liegt der verwendete Abstand gewöhnlich zwischen 10 und 20 mm.

Um den „final gap“ auf den Wert x mm einzustellen gehen Sie wie folgt vor:

1. In der CaBER Control – Software öffnen Sie das „Check Rheometer Output“ Fenster. Das Mikrometersignal im „Output“ Fenster sollte 0.0 mm sein.

2. Drehen Sie die Mikrometerschraube aufwärts bis das Mikrometersignal sich nicht mehr ändert. Drehen Sie jetzt die Mikrometerschraube langsam nach unten, bis das Signal beginnt sich deutlich und verhältnismässig zur Schraubenbewegung zu verändern

3. Die untere Platte befindet sich nun am unteren Rand des Lasermikrometerstrahls, der 1 mm dick ist.

4. Jetzt drehen Sie die Mikrometerschraube um x/2+0.5 mm abwärts, um den „final gap’ einzustellen.

5. Gehen Sie jetzt zur Funktion „Define Geometry“ im „Configuration“ – Menü über.

Der exakte „final gap“ wird jetzt durch die Software bestimmt. In den meisten Fällen wird es nicht ganz genau der Wert x sein, weil der obere Rand des Lasermikrometerstrahls nicht mit Hilfe der oben beschriebenen Methode bestimmt werden kann.

13.5 Versuchsphilosophie

Aufgrund bestimmter Eigenschaften der Hardware muss eine grundlegende Wahl getroffen werden zwischen einer schnellen Geräteantwort und der Fähigkeit, die Fadenentwicklung genau zu verfolgen.

Um den Faden während seines Dünnerwerdens zu beobachten, ist eine „Lebenssdauer“ von mehr als 0.5 s notwendig (was annähernd einer Scherviskosität von etwa 1 Pa.s entspricht). Das Gerät kann die Daten jedoch nur gleichzeitig messen und anzeigen, wenn die Datenaquisitionsrate 100 Hz oder weniger beträgt. Deshalb ist im „Real time mode“ die Datenaqisitionsrate auf 100 Hz beschränkt, und die Datenaquisition dauert so lange wie die Messung.

Wenn man auch bei sehr kurzen Messungen ausreichend

viele Datenpunkte aufnehemen möchte, muß in den „High speed mode“ übergegangen werden. Dabei wird mit einer Datenaqisitionsrate von bis zu 100 kHz gemessen und die Daten zunächst intern abgespeichert. Erst am Ende der Messung werden die Daten in der Software zur Anzeige gebracht.

Für diese „schnellen“ Versuche werden die Optionen zur Nachbearbeitung der gesammelten Daten empfohlen, um die Datenmenge zu reduzieren. Obwohl die Hardware diese Mengen an Daten gewinnen kann, ist die erforderliche Bearbeitungszeit gewöhnlich inakzeptabel und zudem nicht notwendig, da die Rate der Durchmesserveränderung sehr groß im Vergleich zur Gesamtabrisszeit ist.

13.6 Transparente und lichtundurchlässige Proben

Eine oft in Bezug auf das CaBER 1 gestellte Frage lautet, wie das Gerät mit den unterschiedlichen Brechungsindices von verschiedenen Proben umgeht. Es ist offensichtlich, dass die Lichtmenge, die den Detektor erreicht (und somit den scheinbar erkannten Durchmesser) von der Lichtdurchlässigkeit der verwendeten Flüssigkeit abhängen muß. Wenn das HAAKE CaBER 1 große Filamente messen würde, so wäre dieses ein Problem. Jedoch hat die Praxis gezeigt, dass für die verwendete Konfiguration das Problem nicht signifikant ist bei Durchmessern kleiner 1 mm, da in dieser Größenordnung der Fadendurchmesser größtenteils durch die Dehnungseigenschaften der Flüssigkeit bestimmt wird (siehe Abbildung 41).

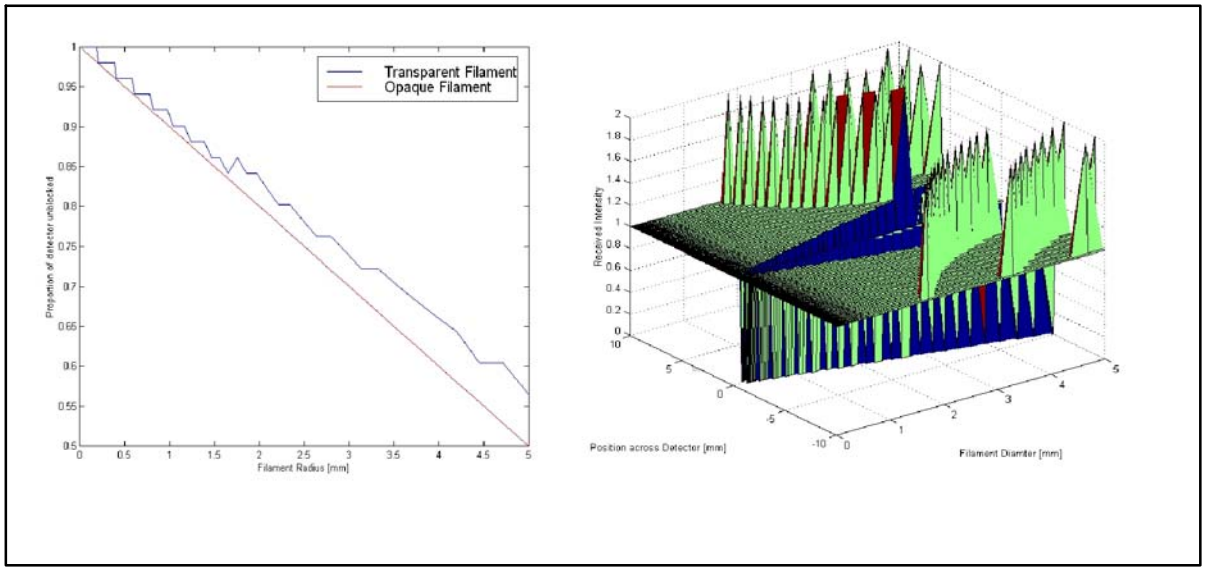


Abb. 41: Vergleich einer transparenten und einer lichtundurchlässigen Probe. Links: erkannter Durchmesser. Rechts: empfangenen Lichtintensität

Das Licht scheint durch die transparente Probe hindurch, wird aufgrund der Lichtbrechung an der Grenzfläche

gekrümmt und erreicht den Detektor nicht. Folglich nimmt der Detektor Schatten sowohl bei transparenten als auch bei lichtundurchlässigen Proben wahr. Offensichtlich erreicht das Licht, welches die Mitte des Fadens passiert, immer den Detektor, aber es handelt sich dabei um nur einen geringen Teil der Gesamtlichtmenge.

13.7 Gravitation und Scherfließen

Es wird empfohlen, bei Verwendung der 6 mm Messplatte einen Anfangsspalt von 3 mm einzustellen, woraus sich ein Höhen/Radius-Verhältnis von 1 ergibt. Diese Konfiguration wurde wegen der Dehnmechanik gewählt. Falls der „initial gap“ zu breit ist, nimmt die anfängliche Flüssigkeitssäule durch den Einfluß der Schwerkraft eine „Stundenglasform“ an. Diese Form bedingt eine Art „Vorbehandlung“, die den Endfaden verformt und somit die gemessenen Eigenschaften verfälscht. Wenn andererseits der „initial gap“ zu schmal ist, kann eine starke Scherströmung am Anfang der Dehnung auftreten (Quetschströmung dominiert), welche ebenfalls die Flüssigkeit in der Strömung vorbehandelt. Beide Effekte können durch die sorgfältige Wahl der Anfangsplattenhöhe minimiert werden.

Die Schwerkraft spielt auch eine Rolle für den Abriss des Fadens, nachdem die mechanische Dehnung beendet ist. Sobald sich die instabile Brücke gebildet hat, gibt es normalerweise ein signifikantes Flüssigkeitsvolumen an der oberen Platte. Die Kräfte, die auf den Mittelpunkt des Fadens während dieser Anfangsmomente wirken, sind Oberflächenspannung (die ein Wegfließen vom Mittelpunkt bewirkt) und Schwerkraft (die ein Fließen von der oberen zur unteren Platte bewirkt). Erst nachdem der Faden dünn geworden ist und ausreichend gewölbt ist (und somit die Kapillarkräfte groß genug sind) braucht der Einfluß der Schwerkraft nicht länger betrachtet zu werden. Dieser Übergangszeitpunkt liegt für Newtonsche Flüssigkeiten bei einem Durchmesser von etwa 700μm, abhängig von der Oberflächenspannung.

13.8 High speed - Antworten

Bei dem Versuch, schnelle Abbruchkinematiken zu messen, stößt man auf zwei Probleme.

Das erste Problem wird durch das Fließverhalten des Materials verursacht:

Flüssigkeiten mit niedrigen Viskositäten (<100 mPa.s) neigen dazu, in Tröpfchen abzureißen. Dieses Phänomen kann durch vorsichtiges Einstellen der Anfangsbedingungen reduziert werden, ist jedoch oft der limitierende Faktor für sehr niedrigviskose Fadenabrisse.

Die Wirkung des tröpfchenweisen Abreissens ist in Abbildung 42 anhand einer typischen Messung dargestellt. Unterhalb einer bestimmten kritischen Kapillarzahl (zum Beispiel Verhältnis von Viskosität zu Oberflächenspannung) zeigen diese Materialien wegen Trägheitseffekten in der Flüssigkeit immer einen nicht-idealen Abriss.

Das zweite Problem findet seine Ursache im verwendeten Lasermikrometer:

Bei sehr hoher Datenaquisitionsrate wird oft eine exponentielle Abnahme des Fadendurchmessers beobachtet, die nur wenige Sekunden anhält. Dabei handelt es sich nicht um ein rheologisches Phänomen, sondern um ein Geräteartefakt. (siehe Abbildung 42).

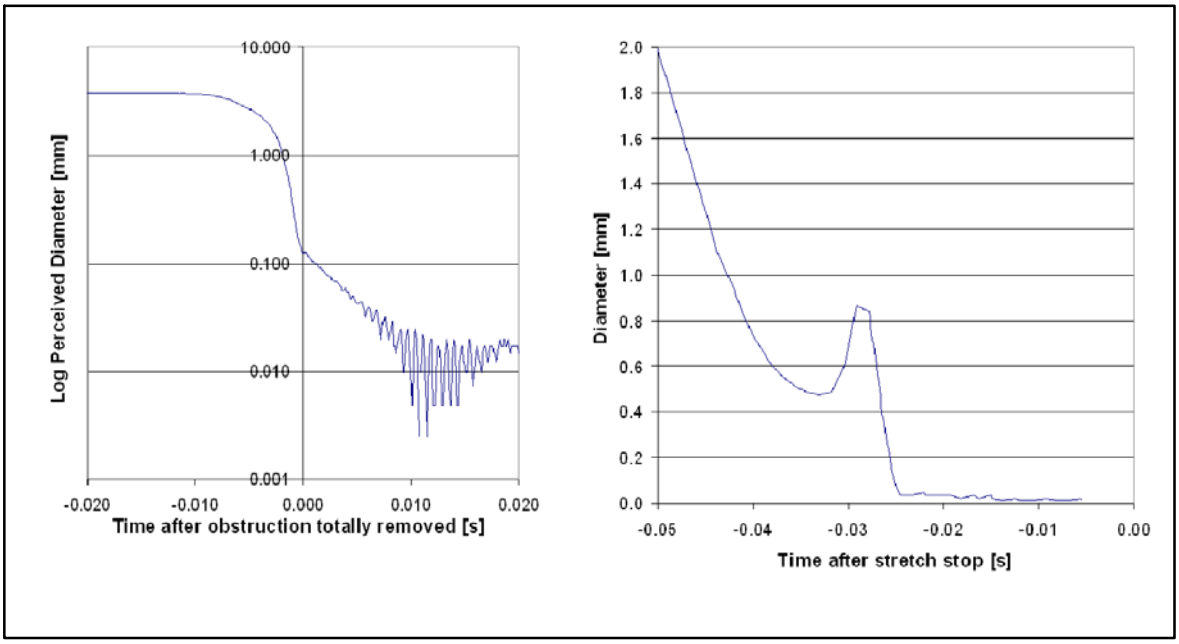


Abb. 42: Fadenabriss in Tröpfchen bei einer niedrigviskosen Probe (links). Exponentielle Abnahme des Fadendurchmessers als Geräteartefakt (rechts).

13.9 Durchführung von CaBER - Messungen mit Normalkraft - Option

13.9.1 Bedienung

Hardware-Einstellungen

Vor Messungen unter Verwendung der Normalkraft - Option müssen zunächst, wie später in diesem Kapitel beschrieben, einige Grundeinstellungen am Kistler 5015A Ladungsverstärker vorgenommen werden. Es wird dringend empfohlen, die Kapitel 4.4, 4.5.1, 5.3, 5.4 und 5.5 des Kistler - Handbuches zu lesen, um mit den Funktionen des Kistler 5015A Ladungsverstärkers vertraut.

1. Anschluss des Sensors und Sensitivität des Sensors

- Der Sensorinput muss auf „charge" gestellt sein (s. Kistler Handbuch, Kapitel 4.5.1, Seite 31)
- Die Sensorsensitivität muss auf den Wert eingestellt sein, der auf der blauen Kunststoffbox angegeben ist, in der der Sensor ausgeliefert wird (s. Abb. 38, s. Kistler – Handbuch, Kapitel 4.5.1, Seite 32 und Kapitel 5.4, Seite 38). Bitte beachten Sie, dass jeder Kistler – Sensor einen individuellen Sensitivitätswert besitzt.
- Die Einheit der Sensorsensitivität muss in der Einheit eingestellt sein, wie sie auch auf der Kunststoffbox angegeben ist (s. Abb. 43, Kistler – Handbuch, Kapitel 4.5.1, Seite 32 und Kapitel 5.4. Seite 38).

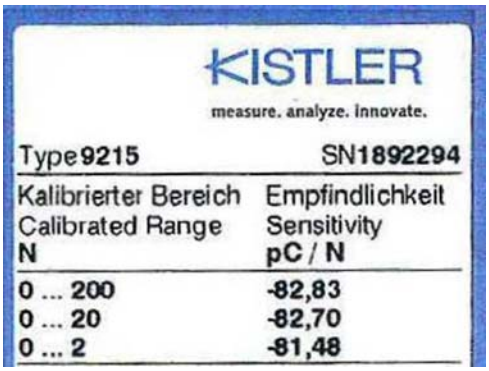


Fig. 43: Sensorsensivitätseinstellung in der Box

2. Skalierung der Spannungsausgabe

Die Einstellung für die Spannungsausgabe „Output FS" muss auf ± 10 V eingestellt sein (s. Kistler – Handbuch, Kapitel 4.5.1, Seite 32 und Kapitel 5.5, Seite 40).

3. Messbereich

Der einzustellende Messbereich richtet sich nach der maximal zu messenden Kraft, die während des Experimentes auftreten kann. Die Einstellung des Messbereiches ist im Kistler – Handbuch im Kapitel 4.5.1, auf Seite 31 und im Kapitel 5.3, auf Seite 36 beschrieben. Damit der Normalkraftsensor nicht überlastet wird, kann für eine unbekannte Probe als Ausgangspunkt ein Bereich von 0,5 N eingestellt werden.

4. Fernsteuerungsmodem

Am Bevor eine Messung durchgeführt werden kann, müssen am Kistler – Ladungsverstärker ein Messzyklus gestartet werden. Dieser kann manuell durch drücken des

„Measure" – Buttons oder aber auch durch andere Geräte, die mit der „Remote" – Verbindung auf der Rückseite des Gerätes verbunden sind, per Fernsteuerung ausgelöst werden. Unter Benutzung des Triggerkabels (s.o.) löst die CaBER – Software einen Messzyklus kurz vor dem Start der CaBER – Messung aus.
Damit der Kistler – Ladungsverstärker per Fernsteuerung ausgelöst werden kann, muss der „Control mode" am Gerät auf „Remote" eingestellt sein. In den Kapiteln 5.7 und 4.4.2 der Kistler – Bedienungsanleitung wird dieser Vorgang beschrieben.
Um den Sensor manuell zu testen, kann es manchmal nützlich sein, den Kontrollmodus auf „Local" umzustellen.

Software - Einstellungen

1. Aktivierung der Kraftsignalmessung

Damit das Normalkraftsignal mit der CaBER 1 – Software gemessen werden kann muss der Kraftsensor im „Accessory Chanel" des „Define General Options" – Dialogs im Konfigurationsmenü (s. Abb. 44a und Abb. 44b) ausgewählt sein.

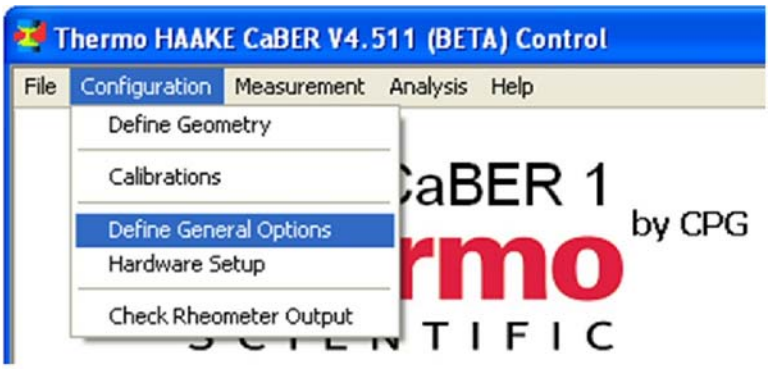


Abb. 44a: Configuration menu screenshot

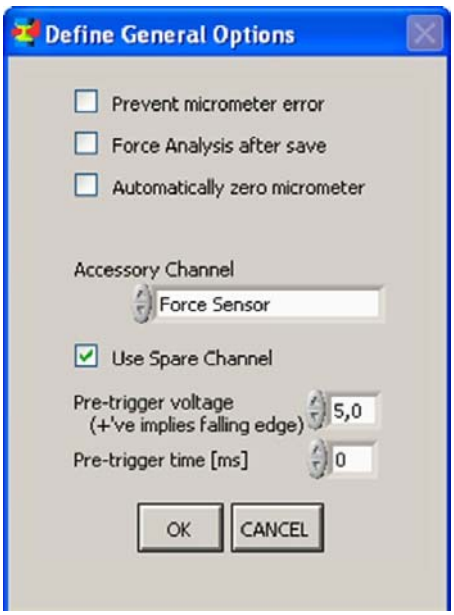


Abb. 44b: Define General Options dialog screenshot

2. Einstellen des Sampling Mode

Die CaBER 1 – Software kann nur die Normalkraft messen, wenn die Option „High–Speed Measurement" als „Sampling mode" im „Define Measurement Options" – Dialog des Messmenüs ausgewählt ist (s. Abb. 45a und 45b).

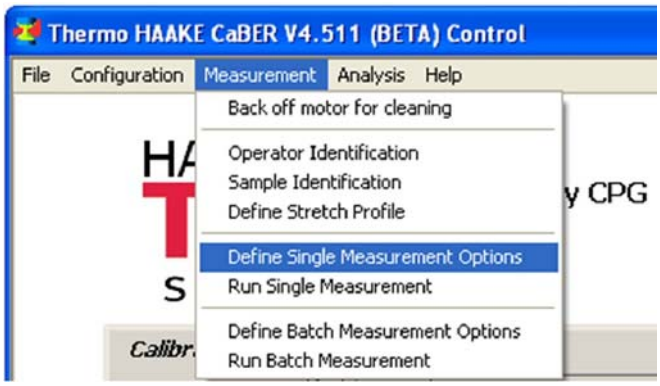
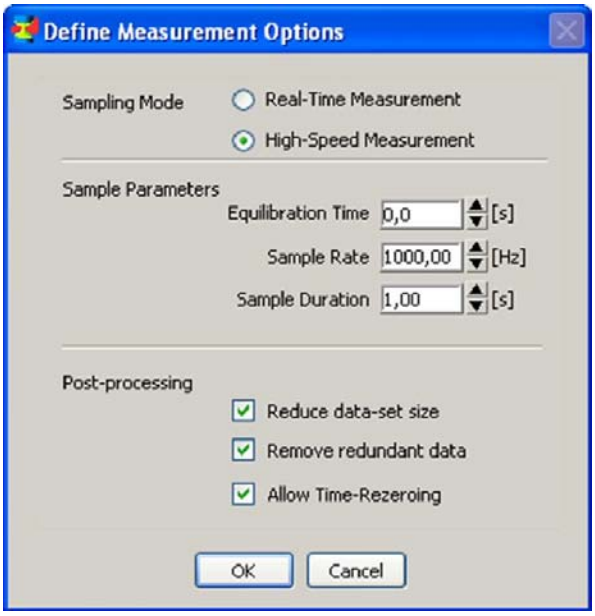


Abb. 45a: Measurement menu screenshot



Ab. 45b: Define Measurement Options dialog screenshot

3. Skalierungsfaktor des Kraftsignals

Der Skalierungsfaktor des Kistlersignals muss manuell in der „caber_config.cfg" – Datei definiert werden. Diese Datei ist im Verzeichnis „C:\Documents and Settings\All Users\Application Data\Thermo\caber" abgelegt.
Weil die es sich hierbei um eine einfache ASCII – Datei handelt, kann sie mit einem Editor wie z.B. Notepad geöffnet und bearbeitet werden.

In der „caber_config.cfg" – Datei müssen die folgenden Zeilen in der CaBER – Kalibrations Sektion hinzugefügt werden:
Force grad = 1.0
Force offset = 0.0

Die Werte, die für Force grad und Force offset eingeben werden, werden in der folgenden Gleichung verwendet, um die Normalkraft aus dem Spannungssignal des Kistlersensors zu berechnen.

Fn = Force grad * Voltage + Force offset

Der Force offset – Wert sollte auf 0.0 gesetzt sein. Der Wert für Force grad hängt von der Einstellung des Messbereiches am Kistlerinstrument ab. Der Force grad – Wert korrespondiert mit Gesamtskalierung der Spannungsausgabe am Kistler 5015A Ladungsverstärker und kann dort in der untersten Zeile abgelesen werden (s. Abb. 46). Der rot eingekreiste Text ist die Skalierung der Spannungsausgabe. Typische Werte im Umgang mit der CaBER Normalkraft – Option sind 5.0 . 10^{-2} N/V und kleiner.

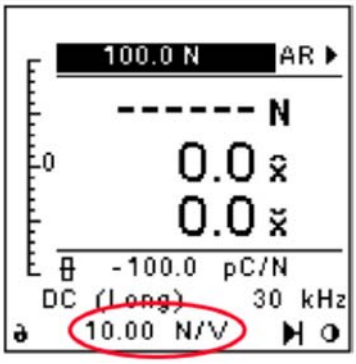


Fig. 46: Kistler 5015A Display

☞ Bitte beachten Sie: damit die Änderungen in der „caber_config.cfg" – Datei aktiviert werden, muss die CaBER Kontroll – Software neu gestartet werden.

Durchführung einer Messung

Die Durchführung einer Messung mit der installierten Normalkraftoption unterscheidet sich nicht wesentlich von der Messung ohne Kraftsensor.

Bitte beachten Sie, dass:

1. Nur der „High-Speed measurement sampling mode" genutzt wird.
2. Die Mess - LED über dem LCD - Display an der Vorderseite des Kistler während der aktuellen Messung leuchten. Ist dies nicht der Fall, überprüfen Sie die die korrekte Montage des Steuerungskabels.
3. Das Normalkraftsignal im Graphen während der Messung angezeigt wird.
4. Das Normalkraftsignal weder in der CaBER - Analysesoftware, noch in Excel dargestellt werden kann.
5. Die Daten des Normalkraftsignals sind z.Zt. nur in den CaBER*.cbr - Dateien verfügbar. Da diese Daten im ASCII - Format hinterlegt sind, können sie einfach in Excel oder andere Kalkulationsprogramme importiert werden.

Ist das gemessene Kraftsignal viel kleiner als der vorher definierte Messbereich des Kistler 5015 Ladungsverstärkers, sollte der Messbereich verkleinert werden. Dazu lesen bitte Kapitel 4.5.1 (Seite 31) und Kapitel 5.3 (Seite 36). Vergessen Sie dann nicht, den Force grad - Wert in der „caber_config.cfg" - Datei zu ändern und die CaBER 1 - Software neu zu starten.

13.10 Kalibrierung

Die beiden Größen, die monatlich am Gerät überprüft und kalibriert werden sollten, sind der Fadendurchmesser, der von der Spannungsausgabe des Mikrometers abhängig ist und die Temperatur an den Temperaturfühlern. Auch wenn sich insgesamt gezeigt hat, dass diese Werte über einen langen Zeitraum stabil bleiben, empfehlen wir, öfter zu kalibrieren. Die Kalibrationswerte werden in der Datei „calc.txt" im CaBER - Verzeichnis abgelegt. Zusätzlich wird die jeweils genutzte Durchmesserkalibration in jeder Datei, die vom Gerät generiert wird, abgespeichert.

13.10.1 Durchführung der Durchmesserkalibrierung

Zur Durchführung der Durchmesserkalibrierung empfehlen wir die Verwendung des CaBER Calibration Kits (Bestellnr.: 222–1691), das speziell entwickelt wurde um das HAAKE CaBER 1 Laser – Mikrometer zu kalibrieren. Mit diesem Calibration Kit kann die kalibration einfach und schnell in fünf bis zehn Minuten durchgeführt werden.

13.10.2 Pflege des Kalibriertools

Die Stifte des Kalibriertools sind aus gehärtetem Material hoch präzise gefertigt. Es empfiehlt sich, die Stifte mit geeignetem Mittel (z.B. Balistrol oder Maschinenöl) einzuölen, um ein eventuelles Rosten auszuschließen.

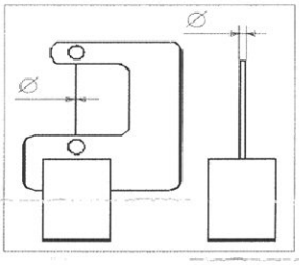
13.10.3 Inhalt des Kalibriertools

Das CaBER Kalibriertool enthält sieben zwischen Bügeln befestigte Drähte, mit einem Durchmesser von 0,03 mm bis 3,0 mm. Die Durchmesser der Kalibrationsdrähte sind wie, unten dargestellt, auf einem Testzertifikat angegeben, das zusammen mit dem Calibration Kit ausgeliefert wird.

Prüfbescheinigung/Test certificate — **Thermo Electron (Karlsruhe) GmbH**

Produkt / Product	Typ /Type	Bestell-Nr. / Order-No
CaBER Kalibrier-Kit / Calibration Kit	Kalibriereinsatz Calibration insert	222-1691

Sach-Nr: Part-No.	Serien-Nr: Serial No.	Durchmesser/Diameter D Ø in mm soll / specified	Durchmesser/Diameter Ø in mm ist / actual
006-0272	04/078	0,03	0,030
006-0273	04/079	0,06	0,058
006-0274	04/080	0,12	0,119
006-0275	04/081	0,25	0,249
006-0269	04/082	0,50	0,499
006-0270	04/083	1,00	1,000
006-0271	04/084	3,00	3,000



Messgerät, Rückführbarkeit / Measuring instrument, traceability:
Längenmessgerät SIP 305 m; Messunsicherheit: U95 = 0,2 µm
Length measuring instrument SIP 305 m; uncertainty of measurement: U95 = 0,2 µm
Endmaßsatz Koba, KDK Nr. 0431 [nationaler Anschluß 952 DKD-K-09001 01-02]
set of gauge blocks Koba, KDK Nr. 0431 [national traceability 952 DKD-K-09001 01-02]
Raumtemperatur: 20°C ± 1°C temperature: 20°C ± 1°C

Kraus	15.03.04	Qualitätswesen / Quality control Thermo Electron (Karlsruhe) GmbH * Dieselstr. 4 * 76227 Karlsruhe
Unterschrift/Signature	Datum / Date	Abteilung/Department

Formular 089-2002

13.10.4 Mechanisches Setup

1. Entfernen Sie die untere Messplatte von der unteren Stange.
2. Bewegen Sie, durch wählen der entsprechenden Programmfunktion die obere Platte in die „home" – Position.
3. Drehen Sie die Mikrometerschraube der unteren Stange so lange, bis deren Höhe ca. 13 mm beträgt.
4. Platzieren Sie einen der Drahtbügel des Calibration – Kits auf der unteren Stange (siehe Abbildung).
5. Justieren Sie die Höhe der unteren Stange, wenn der Bügel sich nicht im unteren Teil der Testkammer befinden sollte.

13.10.5 Durchführung der Kalibrierung

Nachdem das Gerät für mindestens 15 Minuten angeschaltet ist, schließen Sie die Bedienungssoftware und starten Sie diese erneut. Dies ist notwendig, damit die Software den Nullpunkt des Laser – Mikrometers finden kann.
Die Kalibrierung wird mit Hilfe der in der CaBER – Software implementierten Kalibrationsfunktion durchgeführt.

1. Wählen Sie im Hauptmenü die Funktion „Configuration" und darin den Unterpunkt „Calibrations". Daraufhin wird das Statusfenster der Kalibrierung angezeigt.

2 Nach Auswahl von „Diameter” im drop down Menü „Recalibrate” erscheint das Fenster zu Durchführung der Durchmesserkalibration.

3 Ein Dialogfenster weist Sie dann darauf hin, dass das Mikrometer nicht blockiert werden soll und dass die Kalibration gestartet werden kann.

Stellen Sie hier sicher, dass der Laserstrahl im Mikrometer nicht blockiert wird, da der erste Kalibrationspunkt der Durchmesser D = 0,0 mm ist.

4 Geben Sie 0,0 im Feld „Next wire diameter [mm]” ein und wählen „Find calibration”.

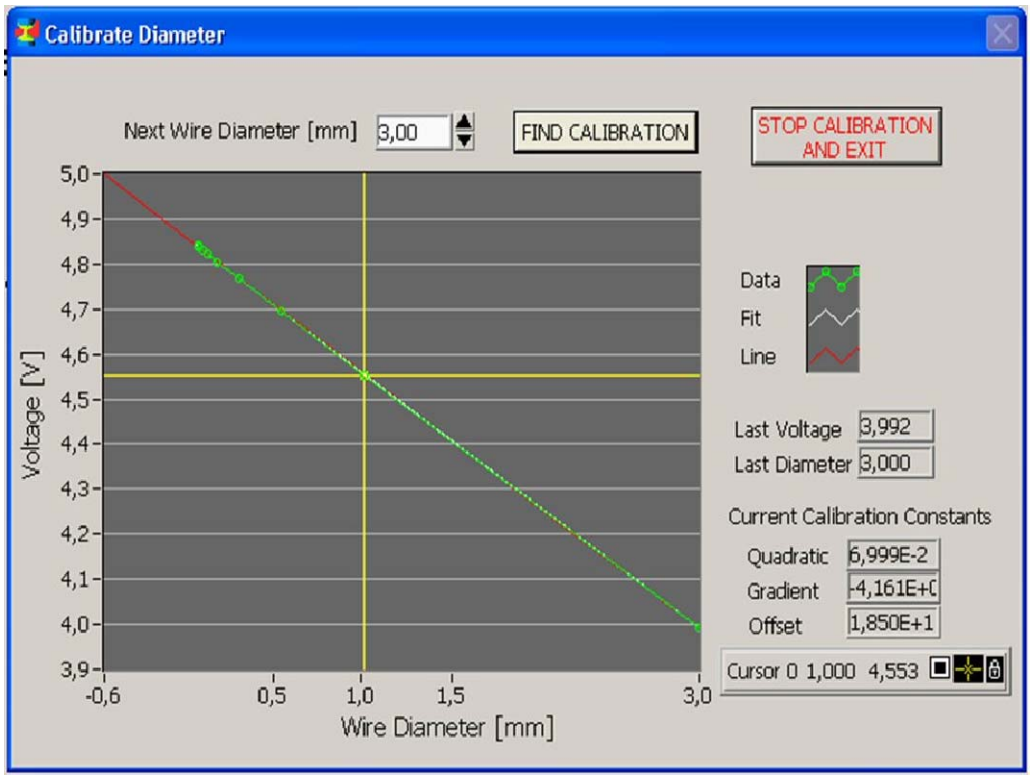
Die Software misst dann das Spannungssignal des Mikrometers und zeichnet einen Datenpunkt in den Graphen ein, sobald die Messung abgeschlossen ist.

5 Platziere Sie dann den Bügel mit dem 0,03 mm Kalibrationsdraht auf der unteren Stange des HAAKE CaBER 1.

Geben Sie den aktuellen Durchmesser ein (s. Testzertifikat des Calibration Kits) und wählen Sie „find calibration”.
Die Software misst dann das Spannungssignal des Mikrometers und zeichnet dann einen neuen Datenpunkt in den Graphen, nachdem die Messung abgeschlossen ist.
Entfernen Sie dann den Bügel mit dem 0,03 mm Kalibrationsdraht.

6 Wiederholen Sie den Schritt 5 mit den anderen sechs Drähten in Reihenfolge der zunehmenden Durchmesser. Vergessen nicht, bei jeder Messung den korrekten Durchmesser anzugeben.

7 Nach Messung aller sieben Drähte, sollte die Kalibrationskurve wie beschrieben (siehe Abbildung aussehen:



Drücken Sie auf den „Stop calibration and exit" – Button. Es erscheint eine kurze Abfrage, ob Sie die Kalibration akzeptieren wollen. Klicken Sie hier auf „Yes".

8 Sie befinden sich nun wieder im Kalibrationsstatus – Fenster Die Software stellt hier das Ergebnis der Kalibration dar. Das Ergebnis wird automatisch in der Caber_config.cfg – Datei abgespeichert.

9 Die Ergebnisse der Kalibration sollten auch in einer separaten Kalibrationsdatei abgelegt werden: wählen Sie „Calibration file" aus dem file drop down Menü. Dann wählen Sie „Export", um die Kalibration in einer *.cal – Datei zu speichern.

Die Import – Funktion im gleichen Menü kann auch dazu verwendet werden, um Kalibrationsergebnisse, die in einer *.cal – Datei gespeichert wurden, in die caber_config.cfg – Datei der CaBER – Software zu laden.

10 Wählen Sie aus dem „File menu" die Funktion „Return to main screen" um auf den Hauptbildschirm der Software zurück zu kehren. Der Durchmesser, der nun in der unteren rechten Ecke sollte nun 0,0 ± 0,01 mm betragen (vorausgesetzt, das Mikrometer ist durch nichts blockiert).

11 Damit ist die Kalibration des Durchmessers beendet.

13.11 CaBER 1 - Kalibrierung der Temperatur

13.11.1 Vorbereitung der Kalibrierung

1. Zur Kalibration ist folgendes Zubehör erforderlich:
   - Thermostat
   - Zwei Schläuche, die den Thermostaten mit dem CaBER 1 verbinden
   - Digitalthermometer mit einem sehr flachen Temperaturfühler

2. Installieren Sie das HAAKE CaBER 1, schalten Sie das Gerät und den PC an.

3. Verbinden Sie den Thermostaten mit den Schläuchen an der CaBER 1.

4. Schalten Sie den Thermostaten ein.

13.11.2 Kalibrierung der Temperatur

Die Kalibrierung wird mit Hilfe der in der CaBER - Software implementierten Kalibrationsfunktion durchgeführt.

12 Wählen Sie im Hauptmenü die Funktion „Configuration" und darin den Unterpunkt „Calibrations". Daraufhin wird das Statusfenster der Kalibration angezeigt.

13 Nach Auswahl von „Temperature" im drop down Menü „Recalibrate" erscheint das Fenster zu Durchführung der Temperaturkalibration.

14 Stellen Sie den Thermosten mindestens 5 °C niedriger ein als die niedrigste Temperatur, bei der Sie mit dem CaBER 1 messen möchten.

Warten Sie, bis der bis der Temperatursensor im CaBER - Gerät einen konstanten Wert erreicht hat. Dies kann einige Zeit dauern.

15 Messen Sie die Temperatur zwischen der unteren und der oberen Platte mit dem Digitalthermometer.
Geben Sie den gemessenen Wert in das „Input Real Temperature" - Feld und drücken Sie auf den „Measure Temperature" - Button.

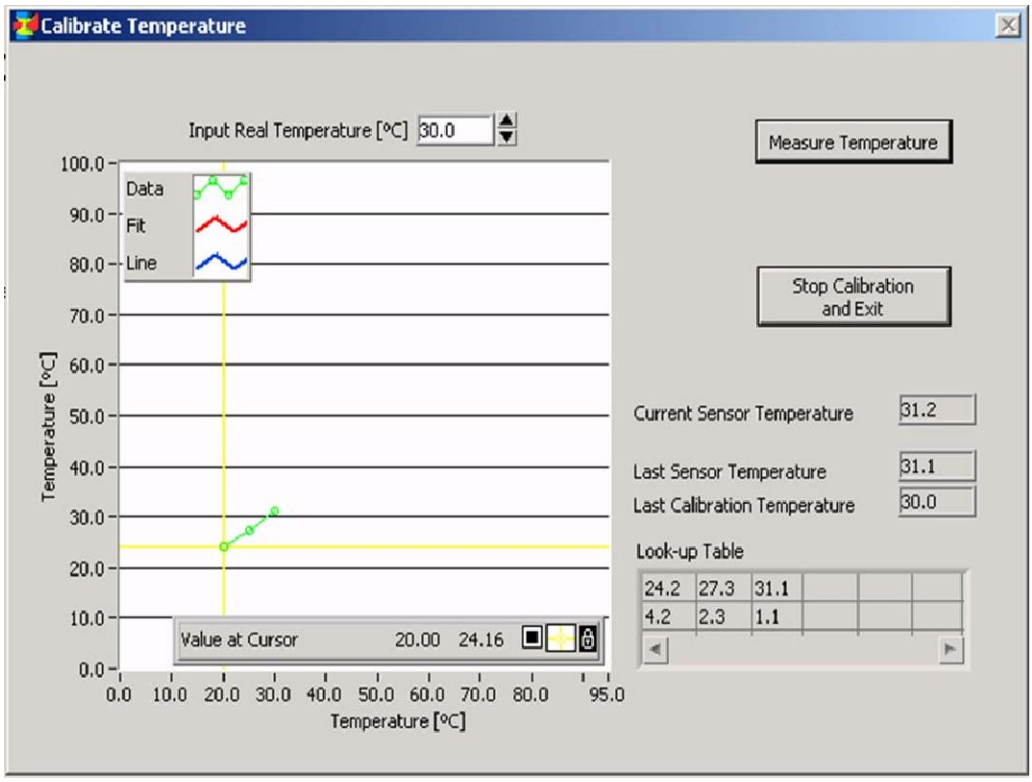
16 Die Software misst nun mit Hilfe des Temperatursensors im CaBER 1 die Temperatur und trägt einen Datenpunkt in den Graphen ein, wenn die Messung abgeschlossen ist.
Die Software trägt auch Werte in die Tabelle ein, die sich in der oberen, rechten Ecke des Temperatur-

Kalibrierung – Fenster befindet. Der obere Wert in dieser Tabelle ist der durch den Temperaturfühler des CaBER 1 gemessene Wert. Der untere Wert ist der Offset – Wert, mit dem die richtige Temperatur (gemessen mit dem Digitalthermometer) berechnet wird.

17 Stellen Sie nun den Thermostaten auf die Temperatur, die Sie als nächstes kalibrieren möchten. Warten Sie, bis der bis der Temperatursensor im CaBER – Gerät einen konstanten Wert erreicht hat.

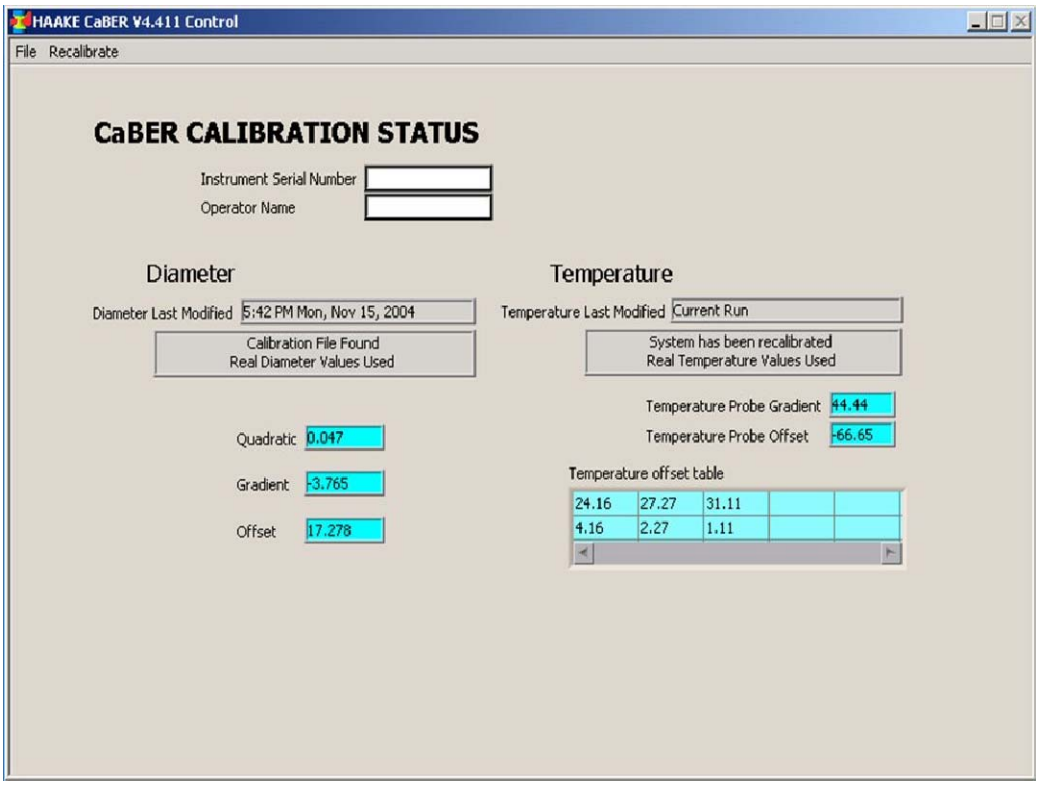
18 Wiederholen Sie die Schritte 4 bis 6 mit zunehmenden Temperaturen bis Sie eine Temperatur erreichen, die mindestens 5 °C höher liegt als die höchste Temperatur, bei der Sie Messungen mit dem CaBER 1 durchführen möchten. Für eine normale Messgenauigkeit reicht es aus, wenn Sie die Temperatur schrittweise um 10 °C erhöhen.
Vergessen Sie nicht, jeweils die richtige Temperatur, die Sie mit dem Digitalthermometer bestimmt haben, anzugeben.

19 Nach einigen Messungen sollte die Kalibrationskurve wie unten dargestellt aussehen.:



Drücken Sie auf den „Stop calibration and exit" – Button. Es erscheint eine kurze Abfrage, ob Sie die Kalibration akzeptieren wollen. Klicken Sie hier auf „Yes".

20 Sie befinden sich nun wieder im Kalibrationsstatus – Fenster Die Software stellt hier das Ergebnis der Kalibration dar. Das Ergebnis wird automatisch in der Caber_config.cfg – Datei abgespeichert.



21 Die Ergebnisse der Kalibration sollten auch in einer separaten Kalibrationsdatei abelegt werden: wählen Sie „Calibration file" aus dem file drop down Menü. Dann wählen Sie „Export", um die Kalibration in einer *.cal – Datei zu speichern.
Die Import – Funktion im gleichen Menü kann auch dazu verwendet werden, um Kalibrationsergebnisse, die in einer *.cal – Datei gespeichert wurden, in die caber_config.cfg – Datei der CaBER – Software zu laden.

22 Wählen Sie aus dem „File menu" die Funktion „Return to main screen" um auf den Hauptbildschirm der Software zurück zu kehren. Die Temperatur, die nun in der unteren rechten Ecke dargestellt wird, sollte nun mit der Temperatur, die mit dem Digitalthermometer bestimmt wurde, übereinstimmen.

23 Damit ist die Kalibration der Temperatur beendet.

14. Die Theorie der Dehnrheometrie

Wie schon in der Einleitung kurz erwähnt, haben einige Autoren Arbeiten darüber veröffentlicht, wie man mit Hilfe eines Rheometers den Fadenabriss messen und die Dynamik eines Flüssigkeitsfadens überwachen kann (Bazilevskii et al., 1990, Bazilevskii et al., 1997, Shelter et al., 2000, Liang und Mackley, 1994, McKinley und Tripathi, 2000). Wissenschaftliche Untersuchungen auf diesem Gebiet konzentrierten sich im Prinzip auf Modellflüssigkeiten (z.B. Newtonsche Öle und Homopolymerlösungen), deren Dehnverhalten durch einfache „constitutive models“ wie das Maxwell-Modell beschrieben werden können. Die Beschränkung auf eine bestimmte Stoffgruppe vereinfacht die Bestimmung von Materialeigenschaften, da die Dynamik des „ kapillaren Dünnerwerdens“ einfach genug ist, um quantitativ analysiert zu werden. In den folgenden Abschnitten wird die Theorie zu den Messungen mit dem CaBER erläutert, und es werden Informationen zu den unterschiedlichen Dehnverhalten typischer Flüssigkeiten gegeben. In Kapitel 14.4 findet der interessierte Leser themenrelevante Veröffentlichungen.

14.1 Newtonsche Flüssigkeiten

Die meisten der Informationen zu den nun folgenden Auslegungen finden sich in der aktuellen Veröffentlichung von McKinley und Tripathi (McKinley und Tripathi, 2000).

Für die Messung wird die Probe zwischen zwei glatten, konzentrischen Patten mit dem Radius R_0 eingefüllt. Die Flüssigkeit bildet zwischen den Platten eine Flüssigkeitsbrücke mit normalerweise zylindrischer Form (siehe Abbildung 26(a)). Die präzise Form wird bestimmt durch die Young-Laplace-Gleichung und ist eine Funktion des Bezugsverhältnissen von $\Lambda = 2L_0 / D_0$. Die Form der Flüssigkeitsbrücke wird auch bestimmt durch das zwischen den beiden Platten enthaltene Flüssigkeitsvolumen sowie der Schwerkraft und der Oberflächenspannung (Szabo, 1997, Slobozhanin und Perales, 1993).

Im CaBER 1 bewegt sich die obere Platte schnell, über eine kurze Distanz, nach oben. In dieser Hinsicht funktioniert das Gerät wie ein „Dehnäquivalent“ zu den „step strain“-Versuchen bei konventionellen Rotationsrheometern. Durch die plötzliche Dehnung nimmt der Flüsigkeitsfaden die Form einer „Sanduhr“ an (siehe Abb. 47 (b) und 47 (c)).Nach dem sich diese instabile Struktur gebildet hat (siehe Abb. 47 (c), (d) und (e)), wird der Mittelpunktsdurchmesser D_{mid} (t) als Funktion der Zeit mit Hilfe des Lasermikrometers gemessen. Falls Trägheitseinflüsse und viskose Spannung vernachlässigbar sind, ist diese „Sanduhrform“ axialsymmetrisch um die Mittelfläche. Wenn die oben genannten Einflüsse an Be-

deutung gewinnen, können komplexere Formen entstehen (Gaudel et al., 1996, Berg et al., 1994).

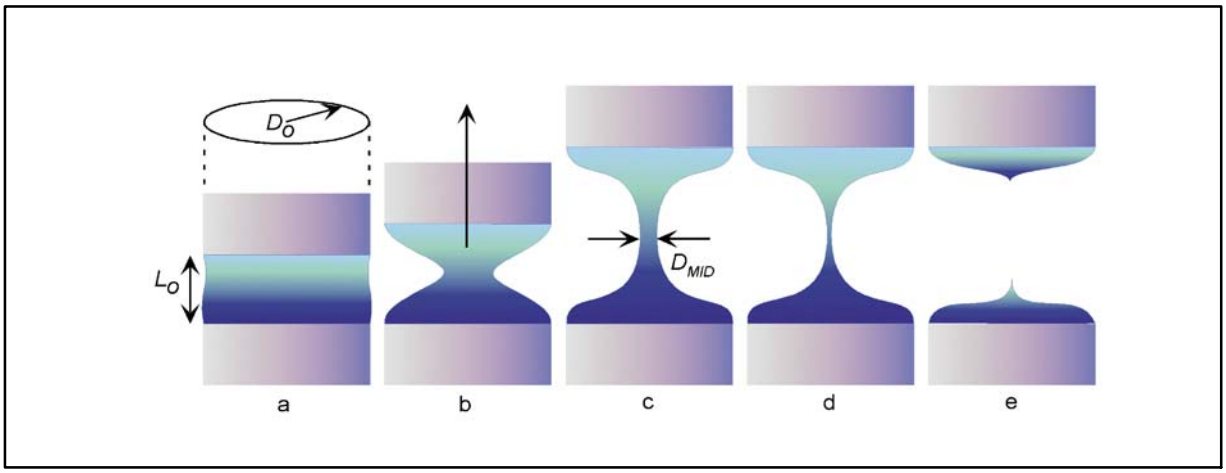


Fig. 47: Schematische Darstellung der Dehnvorgänge in 5 Schritten. (a) Konzentrische Platten mit Probe vor Messbeginn, (b) während der Anfangsdehnung, (c) kurz nach Beendigung der Anfangsdehnung (d) Flüssigkeitsfaden während der Dehnströmung, (e) nach dem Fadenabriss.

Die Dynamik des dünner werdenden Flüssigkeitsfadens und der Abbriss der Flüssigkeitsbrücke in zwei oder mehr Tröpfchen werden durch die viskosen und elastischen Eigenschaften der Flüssigkeit bestimmt. Das völlige Verstehen dieses nicht-linearen, dynamischen Vorganges erfolgte erst in den letzten Jahrzehnten (Eggers, 1997). Detaillierte theoretische Analysen und numerische Simulationen unter Verwendung einer „Theorie über lange, schlanke Körper" („slender body theory") zeigen, dass die zeitliche Entwicklung des Mittelpunktdurchmessers bei einer Newtonschen Flüssigkeit immer durch die folgende Gleichung (McKinley und Tripathi, 2000) beschrieben werden kann:

$$D_{mid}(t) = D_1 - \frac{(2X(t)-1)}{3}\frac{\sigma}{\eta_s}t \qquad (1)$$

Die nicht-lokalen Effekte werden durch die Nettodehnkräfte F(t), die auf den Faden wirken, beschrieben. Diese Effekte erscheinen in Gleichung 1 durch die dimensionslose Funktion

$$X(t) = F(t)/\pi\sigma D_{mid}(t)\,. \qquad (2)$$

Die genaue Bestimmung der Funktion X(t) erlaubt die Berechnung des Verhältnisses σ/η_s

Wenn der Mittelpunktsdurchmesser D_{mid} (t) tatsächlich linear mit der Zeit abnimmt, dann wird der durch die Regression an den Daten bestimmte Wert für das Verhältnisses

σ/η_s entscheidend davon abhängen, welcher Wert von *X* geeignet ist, um in der Analyse verwendet zu werden. Alle bisher analysierten Versuchsergebnisse (Bazilevski et al., 1990, Liang und Mackley, 1994, Kolte und Szabo, 1999) setzten stillschweigend voraus, dass *X* = 1. Neuere Untersuchungen (McKinley und Tripathi, 2000) haben jedoch gezeigt, dass unter typischen Versuchsbedingungen der richtige Wert wohl *X* = 0,7127 ist, dies in Übereinstimmung mit der selbstähnlichen Lösung von Papageorgiou (Papageorgiou, 1995). In den veröffentlichten Schätzungen der Dehnviskosität wurde immer um den Faktor ca. 2 falsch berechnet. Abbildung 48 zeigt Messdaten, aufgetragen in einer halblogarithmischen Achsenskala unter Verwendung von *X* = 0,7127. Für eine einfache Newtonsche Flüssigkeit ermöglicht das CaBER die Bestimmung des charakteristischen Verhältnisses σ/η_s, das die Flüssigkeit vollständig beschreibt.

Die Einheit für dieses Verhältnis σ/η_s ist [m/s]. Es wird als „kapillare Geschwindigkeit“ der Flüssigkeit bezeichnet, welche die Geschwindigkeit der Abnahme des Fadendurchmessers einer viskosen Flüssigkeit beschreibt.

14.2 Power-Law Flüssigkeiten

Eine sehr ähnliche Analyse kann für die „Power-Law“ Flüssigkeiten durchgeführt werden. Bei einer „Power-Law“ Flüssigkeit ist die Spannung proportional zur Schergeschwindigkeit in der Potenz n. Hier ist das charakteristische Verhältnis σ/K, welches das Dünnerwerden des Fadens beschreibt. Der Faktor *K* ist der „Viskositätsindex“ für das „Power Law“ - Modell.

$$\tau = K \cdot \dot{\gamma}^{\,n} \qquad (3)$$

Wenn n = 1, ist das „Power-law“ - Modell identisch mit dem „Newtonschen“ - Modell. Offensichtlich ist das hier vorausgesetzte „constitutive“ - Modell ein einfaches „shear thinning“ - Modell, wobei es kein Nullscherviskositätsplateau gibt, was in der Praxis erwartet und vom „Carreau“ - Modell (Macosko 1994) beschrieben wird. Auf den ersten Blick ist das eine Schwäche dieses Modells, aber im allgemeinen haben die niedrigen Scherbereiche die großen Durchmesser (und der Einfluss der Schwerkraft dominiert), so dass es Informationen über die Dehnung hauptsächlich unter den Anfangsbedingungen gibt.

14.3 Elastische Flüssigkeiten

Bezüglich viskoelastischer Flüssigkeiten und Schmelzen haben theoretische Arbeiten (Bousfield et al. 1986, Renardy 1994, Bazilevskii et al. 1990) und nachfolgende nummerische Analysen (Entov und Hinch, 1997) gezeigt, dass im

Anschluss an eine sehr schnelle, anfänglich viskose-dominierten Phase, es eine zweite Phase gibt, in der die Dynamik des Fadendurchmessers eher durch die Balance zwischen Oberflächenspannung und Elastizität als durch die Flüssigkeitsviskosität bestimmt wird.

Während dieser Zweiter Phase nimmt der Fadendurchmesser exponentiell ab, nach der Gleichung

$$D_{mid}(t) = D_0 \left(\frac{GD_0}{\sigma} \right)^{1/3} e^{-t/3\lambda_c} \qquad (4)$$

wobei λ_c eine charakteristische Relaxationszeit ist, die den kapillaren Abriss bestimmt und *G* der elastische Modul des Fadens. Für eine halbverdünnte PIB/PB Boger-Flüssigkeit (eine Modell-elastische Flüssigkeit) wurde gezeigt (Kolte und Szabo, 1999), dass λ_c in enger Beziehung zu der längsten Relaxationszeit λ_1 der Flüssigkeit steht. Kolte und Szabo haben auf elegante Weise gezeigt, daß die Wirkung einer radialen Inhomogenität in der Dehnung eine Erklärung für die verbleibende Diskrepanz zwischen λ_c und λ_1 geben kann. Es konnte gezeigt werden, dass es bei Wahl des geeigneten Längen/Radius-Verhältnisses möglich ist, anhand der Messergebnisse (Abnahme des Radius als Funktion der Zeit) folgende Parameter quantitativ zu bestimmen:

1. Die längste Rouse/Zimm-Relaxationszeit für ideal-elastische Flüssigkeiten (bestehend aus verdünnten Lösungen von monodispersen Polysterenen).

2. Die ungefähre Bestimmung der Abhängigkeit der „steady state“ - Dehnviskosität vom Molekulargewicht (Anna und McKinley, 2001).

Abbildung 49 zeigt die Messergebnisse einer Modell-elastischen Flüssigkeit , wobei durch eine einfache exponentielle Anpassung die materialspezifische Relaxationszeit bestimmt wurde.

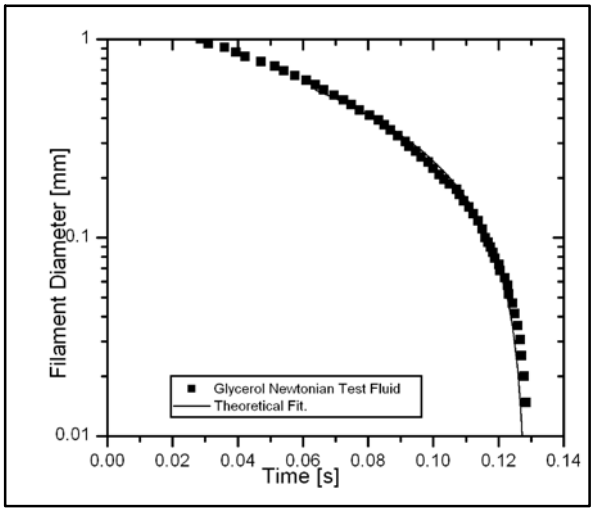


Abb. 48

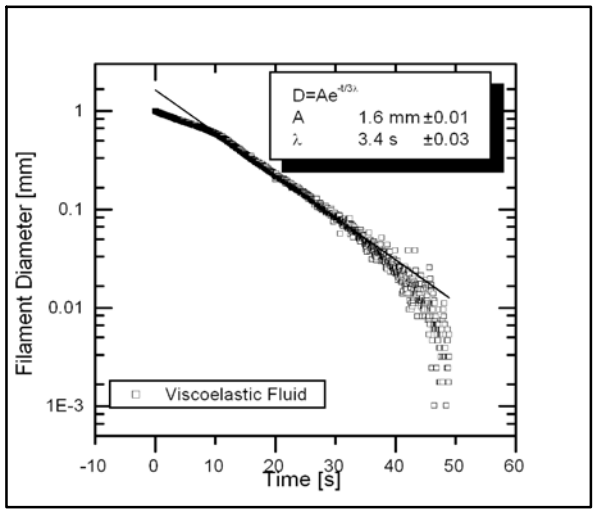


Abb. 49

Fig. 48: Glyzerin bei Raumtemperatur. Die Messergebnisse wurden mit einer Newtonschen Anpassung überlagert. Die Anpassung ergibt eine kapillare Geschwindigkeit σ/η = 16,5 m/s. Mit der bekannten Oberflächenspannung von σ = 64,8 mN/m errechnet sich eine Viskosität von 1,07 Pa.s (Literaturwert von η = 1,03 Pa.s).

Fig. 49: Halblogarithmische Darstellung des Fadendurchmessers als Funktion der Zeit einer viskoelastischen Flüssigkeit. Aus der Anpassung folgt eine Ralaxationseit von λ = 3.4s.

14.4 Komplexe Flüssigkeiten

Wie die theoretischen Ausführungen in den Abschnitten 13.1 bis 13.3 gezeigt haben, können die Materialeigenschaften wie die kapillaren Geschwindigkeit σ/η_s, die Relaxationszeit λ_c und der elastische Modul *G* von einfachen Testflüssigkeiten bestimmt werden. In der Industrie finden solche „idealisierten“ Flüssigkeiten jedoch selten Anwendung, vielmehr zeigen die von der Industrie benötigten Materialien im Versuch ein viel komplexeres Verhalten. Diese Komplexität beruht auf die Anwesenheit von flüchtigen Lösungsmitteln, phasentrennnden Bestandteilen und verbindenden Komponenten, sowie auf chemischen Veränderungen und dem Vorhandensein von Fliessgrenzen. Demnach haben viele Materialien viskometrische Eigenschaften, die sich mit der Zeit entwickeln. Die folgenden drei Beispiele zeigen, welche (Verarbeitungs-) prozesse die Fliesseigenschaften verändern können.

- Absorption:

  Glyzerin ist ein sehr hygroskopisch, es absorbiert das Wasser aus der Atmosphäre absorbiert zeigt deshalb eine deutliche, zeitabhängige Viskositätsänderung.

- Abbinden:

  In Prozessen wie Kleben, Nassspinnen und Schmelzspinnen kommen Materialien vor, die abbinden oder trocknen. Sie sind in der Industrie häufig zu finden

- Aushärtung und Gelierung

  Materialien, die selbst assoziierend sind oder aushärten (z.B. Epoxide), zeigen eine zeitabhängige Viskositätsänderung.

14.5 Generisches Modell

Um sämtliche, das Fliessverhalten einer Substanz bestimmenden Phenomene zu erfassen, ist ein generisches Modell erforderlich, das die zeitabhängigen Newtonschen und nicht-Newtonschen Einflüsse einschließt. Ein auf den Flüssigkeitsfaden wirkendes Kräftegleichgewicht bestimmt die Entwicklung des Mittelpunktprofils der Flüssigkeitsbrücke. Für einen schmalen Flüssigkeitsfaden kann dieser Zusammenhang in der folgenden, recht kompakten Gleichung beschrieben werden (Renardy, 1995):

$$\underbrace{3\eta_s\left(-\frac{2}{D_m}\frac{dD_m}{dt}\right)}_{\text{Viscous Stress}} = 3\eta_s\dot{\varepsilon} = \underbrace{\frac{4F_z}{\pi D_m^{\,2}}}_{\text{Tensile Stress}} - \underbrace{\left[\tau_{zz}-\tau_{rr}\right]}_{\text{Elastic/ Non-Newtonian Stress}} - \underbrace{\frac{2\sigma}{D_m}}_{\text{Capillary Pressure}} \qquad (5)$$

mit σ : Oberflächenspannung der Flüssigkeit

F_z : Zugkraft, die auf die Säulenenden wirkt

η_s : Newtonsche Viskosität des Lösungsmittels

$(\tau_{zz}-\tau_{rr})$: nicht-newtonsche Beitrag an der gesamt Normalspannungsdifferenz .

Der letzte Term ist modellabhängig und die resultierende Lösung der Differentialgleichung hängt davon ab, in wie weit die Polymermitwirkung an der Spannung mit der Verformungsgeschwindigkeit variiert. Lösungen für diese Entwicklungsgleichung wurden für einige Modelle gefunden (Bazilevskii et al.,1997, Entov und Hinch, 1997, McKinley und Tripathi, 2000), die Lösungen sind in Abbildung 50 zusammengefaßt. Kompliziertere „multimode“ Modelle sagen eine Spektrum von Relaxationszeiten voraus, welche für „richtige“ Polymerflüssigkeiten realistischer sind. Durch diese Modelle erhält man meistens die zu Anfang schnellere Abnahme des Radius während der Relaxation. Dieser Rückgang ist normalerweise auf die Relaxation von kürzeren Zeitskalen zurückzuführen.

Constitutive Model	Form of Solution	Parameters found from regression to data
Newtonian, $\tau = \eta_s \dot{\gamma}$	$D_{mid}(t) = 0.142(\sigma/\eta_s)(t_c - t)$	t_c, σ/η_s
Power-Law Fluids $\tau = K\dot{\gamma}^n$	$D_{mid}(t) = 2^{1-n}(0.142)(\sigma/K)(t_c - t)^n$	t_c, σ/K, n
Upper Convected Maxwell $\tau + \lambda\tau_{(1)} = \eta_p\dot{\gamma}$	$D_{mid}(t) = D_0\left(GD_0/\sigma\right)^{1/3}\exp\left(-t/3\lambda_c\right)$	t_c, λ_c, G/σ
"Advanced Model" Gives correct limiting expressions for Newtonian/Oldroyd/Bingham Fluids	$D_{mid}(t) = \left[D_1\left\{1-\left(\frac{D_1G}{2\sigma}\right)^{1/3}\right\}+\frac{\tau_y}{2\rho g}\right] - \left[\frac{0.42\sigma}{12\eta_s}t\right] + \left[D_1\left(\frac{D_1G}{2\sigma}\right)^{1/3}e^{-t/3\lambda}\right]$	$t_c, \tau_y, G/\sigma, \sigma/\eta_s$

Fig. 50: Entwicklung des Mittelpunktsdurchmessers in einem Flüssigkeitsfaden mit einem kapillar bestimmten Abriss

Zeit bis zum Abriss

Ein wichtiger, immer zu bestimmender Parameter ist die „kritische Zeit bis zum Abriss, t_c. Dabei handelt es sich nicht ausschließlich um eine Materialeigenschaft, vielmehr hängt sie von den Eigenschaften der Flüssigkeit, der Fließgeometrie und dem umgebenden Mediums (z.B. relative Feuchtigkeit, partieller Druck, Lösungsmittel) ab. Dieser Parameter ermöglicht, Begriffe wie „Tendenz zum Fädenziehen“, und die allgemeine Prozessfähigkeit von komplexen Materialien, wie z.B. Nahrungsmitteln, Shampoos und andere Konsumprodukte zu quantifizieren. Auch wenn diese Parameter auf die „kapillare Geschwindigkeit“, σ/η_s bezogen werden, so enthalten sie doch einige Informationen über das nicht-Newtonsche Verhalten eines Materials.

Scheinbare Dehnviskosität

Die Entwicklung des Fadendurchmessers als Funktion der Zeit wird durch den kapillaren Druck bestimmt, wobei die Dehnspannung dieser Entwicklung entgegenwirkt. Die Messergebnisse können in eine „scheinbare Dehnviskosität“ umgerechnet werden, die durch

$$\bar{\eta}_{app}(\varepsilon) = \left[\tau_{zz} - \tau_{rr}\right]_{total} / \dot{\varepsilon}(t), \qquad (6)$$

definiert ist. Die „Hencky Dehnung“ ist gegeben durch

$$\varepsilon = \ln\left(D_{mid}(t)/D_1\right). \qquad (7)$$

Durch Umformen der Gleichnung (5) ergibt sich für die Berechnung der „scheinbaren Dehnviskosität“ folgende Gleichung

$$\bar{\eta}_{app}(\varepsilon) = \frac{2\sigma / D_{mid}(t)}{\left\{ -\frac{2}{D_{mid}} \frac{dD_{mid}}{dt} \right\}} = \frac{\sigma}{\frac{dD_{mid}}{dt}} \tag{8}$$

Die momentane Dehngeschwindigkeit der $\dot{\varepsilon}(t)$ ist durch den Term in geschweifte Klammer definiert. Falls die Oberflächenspannung σ bekannt ist, kann die „scheinbare Dehnviskosität“ als Funktion der Dehnung aufgetragen werden (siehe Abbildung 51 rechts).

14.6 Assoziierungszeit

Die Theorie über den kapillaren Abriss von assoziierende Flüssigkeiten befindet sich noch in der Entwicklung, aber aufgrund ihrer Wichtigkeit für die Industrie ist es notwendig, die Dehnkinematik von assoziierende Flüssigkeiten kurz zu beschreiben. Es gibt einige Belege dafür, dass komplexe selbst–assoziierende Materialien mittels zwei unterschiedlicher Mechanismen relaxieren können, die in zwei sich deutlich voneineander unterscheidenden, zeitabhängigen Verhalten resultieren. Das eine zeitabhängige Verhalten wird durch die molekulare Relaxation bestimmt, wobei die ungeordeten Moleküle Zeit benötigen, um ihre Gleichgewichtsanordnung zurückzuerlangen. Für Materialien mit selbst–assoziierende Eigenschaften gibt es deshalbe eine charakterisitsche Assoziierungszeit, die eine Aussage über die zum Aufbau einer innere Struktur benotigten Zeit macht. Ist der Dehnvorgang langsamer als in der vom Material benotigten Assoziierungszeit, hat die Flüssigkeit genug Zeit, sich der Dehnung anzupassen. Die Flüssigkeit wird sich dehalb wie ein nicht– assoziierendes Material verhalten. Ist die Dehnung schneller als die Assoziierungszeit, hat die Flüssigkeit keine Zeit zur Ausbildung einer Struktur und wird sich deshalb im Versuch anders verhalten.

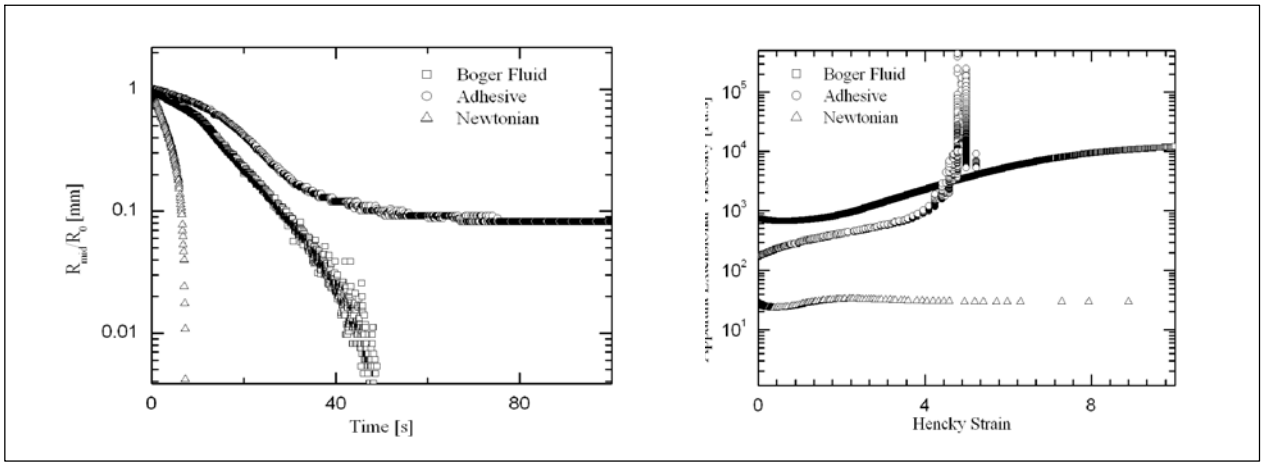


Fig. 51: Messergebnisse von drei verschiedenen Flüssigkeiten (Boger Flüssigkeit, Kleber, Newtonshe Flüssigkeit). Links: Darstellung des normalisierten Fadendurchmessers als Funktion der Zeit. Rechts: Darstellung der scheinbaren Dehnviskosität als Funktion der Dehnung.

15. Technische Spezifikationen

15.1 Gerätespezifikation

Hencky Dehnung	up to $\varepsilon_0 = 10$
Dehngeschwindigkeitsbereich Aufgelegte dehngeschwindigkeit	$0{,}0 < \varepsilon_0 < 300\ s^{-1}$ $10^{-5} < \varepsilon_0 < 10\ s^{-1}$
Flüssigkeitsdehngeschwindigkeit	$10–10^6$ mPas
Plattendurchmesser	4,6 und 8 mm
Linearmotor, Positionierungsgenauigkeit	0,02 mm
Lasermikrometer Typ Auflösung Wellenlänge Leistung	 Class 1 0,01 mm 780 nm 1,7 mW
Zeit fur Systemantwort	10 ms
Temperaturbereich	0 bis 80°C
Umgebungsbedingungen Temperatur Relative Feuchte	 15 bis 40 °C 35 bis 85 %

15.2 Data file format

HAAKE CaBER 1 Thermo Fisher Scientific

Filename: example file.cbr

Experiment Start

Time and Date: 10:41:22 AM Friday, August 23, 2002

File Save
Time and Date: 10:44:07 AM Friday, August 23, 2002

Temperature Probe 1 °C: 25.5
Temperature Probe 2 °C: 25.3

Force Sensor: Not Connected

Drive System Used: Linear Drive

Strike Time [ms]: 50.000000E+0

Operator: Laboratory Technician

Company: Thermo Fisher Scientific

Comment: An example Newtonian fluid

Sample Name: s2000

Sample Number: 1

Notes:
Sample End height 12.070312E+0
Sample start height 3.007812E+0
Sample Diameter 6.000000E+0
Hencky Strain 1.389536E+0

Conversion to actual size:
Second coeff 381.999999E-3
grad -6.886000E+0
offset 24.600000E+0

No Fit Performed

SURFACE TENSION 40.000000

START OF DATA

Experimental Time	Experimental Data
-5.000E-2	4.432E+0
-4.900E-2	4.432E+0
-4.700E-2	4.432E+0
-4.600E-2	4.422E+0
-4.499E-2	4.422E+0
-4.399E-2	4.422E+0
-4.299E-2	4.432E+0

15.3 Minimale Computerausstattung

- 500 MHZ Pentium PC
- Bildschirmauflösung 1024 x 768 Pixles (256 Farben)
- Ein freier PCI Steckplatz (Tischrechner) oder
- Eine freie PCI Karten Steckplatz (Notebook)
- Eine freie serieller Anschlussbuchse (RS232)
- Maus
- 40 MB freier Speicherplatz
- Betriebsssystem: Windows XP

15.4 Referenz

Anna, S., McKinley, GH. (2001). Elasto-capillary thinning and breakup of model elastic liquids. Journal of Rheology, 45(1), 115.

Arnolds, O., Buggisch, H., Sachsenheimer, D., Willenbacher, N. (2010). Capillary breakup extensional rheometry (CaBER) on semi-dilute and concentrated polyethylene oxide (PEO) solutions. Rheologica Acta, 49, 1207-1217.

Bazilevskii, A. V., Entov, V. M. and Rozhkov, A. N. (1990) In Proceedings of the 3rd European Rheology Conference(Ed, Oliver, D. r.) Elsevier, pp. 41-43.

Bazilevskii AV., Entov VM. et al. (1997). Failure of Polymer Solution Filaments. Polym. Sci., A(39), 316-324.

Bazilevskii AV., Entov VM. et al. (2001). Failure of an Oldroyd Liquid Bridge as a Method for Testing the Rheological Properties of polymer Solutions. Polym. Sci., A 43, 1161-1172.

Berg, S., Kröger, R. and Rath, H. (1994) ”Measurement of Extensional Viscosity by Stretching Large Liquid Bridges in Microgravity” Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 55, 307-319.

Bhardwaj, A., Miller, E. et al. (2007). Filament stretching and capillary breakup extensional rheometry measurements of viscoelastic wormlike micelle solutions. J. Rheol., 51, 693-719.

Bousfield, D., Keunings, R., Marrucci, G. and Denn, M. (1986) ”Nonlinear Analysis of the Surface-Tension Driven Breakup of Viscoelastic Fluid Filaments” Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 21, 79-97.

Christanti Y, Walker, LM. (2001a). Effect of fluid relaxation time of dilute polymer solutions on jet breakup due to a forced disturbance. Journal of Rheology, 46, 733-748.
Christanti, Y., Walker, LM. (2001b). Surface tension driven jet break up of strain-hardening polymer solutions. Science, 100, 9-26.

Clasen, C., Plog, JP, Kulicke, WM., Owens, M., Macosko, C.W, Scriven, LE., et al. (2006). How dilute are dilute solutions in extensional flows? Journal of Rheology, 50(6), 849.

Eggers, J. (1997) ”Nonlinear Dynamics and Breakup of Free-Surface Flows” Review of Modern Physics, 69, 865-929.

Entov, V. M. and Hinch, E. J. (1997) ”Effect of a spectrum of relaxation times on the capillary thinning of a filament of elastic liquid.” J. Non-Newtonian Fluid Mech., 72, 31-53. Gaudet, S., McKinley, G. and Stone, H. (1996) ”Extensional Deformation of Newtonian Liquid Bridges” Physics of Fluids, 8, 2568-2579.

Kheirandish S., Guybaidullin, I., Wohlleben, W., Willenbacher, N. (2008a). Shear and elongational flow behavior of acrylic thickener solutions. Rheologica Acta, 47(9), 999-1013.

Kheirandish, S., Gubaydullin, I., Willenbacher, N. (2008b). Shear and elongational flow behavior of acrylic thickener solutions. Part II: effect of gel content. Rheologica Acta, 48(4), 397-407.

Klein, C., Naue, I., Wilhelm, M., Brummer, R., Nijman, J., Co, A., et al. (2009). Addition of the force measurement capability to a commercially available extensional rheometer (CaBER). Soft Materials, 7(4), 242-257.

Kolte, M. and Szabo, P. (1999) ”Capillary Thinning of Polymeric Filaments” Journal of Rheology, 43, 609-626.

Liang, R. F. and Mackley, M. R. (1994) ”Rheological Characterization of the Time and Strain Dependence for Polyisobutylene Solutions” Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 52, 387-405.

McKinley, G H., Tripathi, A. (2000). How to extract the Newtonian viscosity from capillary breakup measurements in a filament rheometer. Journal of Rheology, 44(3), 653.

Niedzwiedz, K., Arnolds, O., Willenbacher, N, & Brummer, R. (2009). How to Characterize Yield Stress Fluids with Capillary Breakup Extensional Rheometry (CaBER)? Appl. Rheol., 19(4), 41969.

Niedzwiedz, K., Buggisch H., Willenbacher N. (2010). Extensional rheology of concentrated emulsions as probed by capillary breakup elongational rheometry (CaBER). Rheol. Acta, 49(11-12), 1103-1116.

Oliveira, MSN, McKinley, G H. (2005). Iterated stretching and multiple beads-on-a-string phenomena in dilute solutions of highly extensible flexible polymers. Physics of Fluids, 17, 71704.

Oliveira, M., Yeh, R., Mckinley, GH. (2006). Iterated stretching, extensional rheology and formation of beads-on-a-string structures in polymer solutions. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 137(1-3), 137-148.

Papageorgiou, D. (1995) ”On the Breakup of Viscous Liquid Threads” Physics of Fluids, 7, 1529-1544.

Renardy, M. (1994) ”Some Comments on the Surface-Tension Driven Breakup (or the lack of it) of Viscoelastic Jets” Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 51, 97-107.

Renardy, M. (1995) ”Numerical Study of the Asymptotic Evolution and Breakup of Newtonian and Viscoelastic Jets” Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 59, 267-282.

Slobozhanin, L. and Perales, J. (1993) ”Stability of Liquid Bridges between Equal Disks in an Axial Gravity Field” Physics of Fluids A, 5, 1305-1314.

Sridhar T. (1990). An overview of the project M1. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 35(2), 85-92.

Stelter, M., Brenn, G., Yerin, A., Singh, R. and Durst, F. (2000) ”Validation and application of a novel elongational device for polymer solutions” Journal of Rheology, 44, 595-616.

Szabo, P. (1997) ”Transient Filament Stretching Rheometer I: Force Balance Analysis” Rheologica Acta, 36, 277-284.

Tirtaatmadja, V. (1993). A filament stretching device for measurement of extensional viscosity. Journal of Rheology, 37(6), 1081.

Tirtaatmadja, V., McKinley, GH., Cooper-White, J.J. (2006). Drop formation and breakup of low viscosity elastic fluids: Effects of molecular weight and concentration. Physics of Fluids, 18(4), 043101.

Wang, M., Hsieh, A.J., Rutledge, G.C. (2005). Electrospinning of poly (MMA-co-MAA) copolymers and their layered silicate nanocomposites for improved thermal propeties. Polymer, 46(10), 3407-3418.

Thermo Fisher SCIENTIFIC

Servicekontakte zu Thermo Fisher Scientific
Your Service Contacts at Thermo Fisher Scientific
Thermo Fisher Scientific: Contact Service

Bitte wenden Sie sich bei Servicefragen an uns, unsere Partnerfirmen oder an die für Sie zuständige Generalvertretung, die Ihnen das Gerät geliefert hat.

Please get in contact with us or the authorized agent who supplied you with the unit if you have any services questions.

Veuillez vous adresser pour tout renseignement à votre fournisseur ou directement à :

Thermo Fisher Scientific

International / Germany
Thermo Fisher Scientific
Dieselstrasse 4
D-76227 Karlsruhe, Germany
Tel. +49(0)721 4094-444
Fax +49(0)721 4094-300
Hotline +49(0)18 05 04 22 53
info.mc.de@thermofisher.com

USA
Thermo Fisher Scientific
2 Radcliff Rd.
Tewksbury, MA 01876
Tel. 603 436 9444
Fax 603 436 8411

info.mc.us@thermofisher.com

UK
Thermo Fisher Scientific
Ion Path, Road 3
Winsford
Cheshire, CW7 3GA
Tel. +44(0) 1606548100
Fax: +44(0) 1606548101
info.mc.uk@thermofisher.com

China
Thermo Fisher Scientific
Building 6, No. 27,
Xin Jinqiao Rd., Shanghai 201206

Tel. +86(21) 68654588
Fax: +86(21) 64457830
info.mc.china@thermofisher.com

Japan
Thermo Fisher Scientific K.K.
C-2F, 3-9, Moriya-cho, Kanagwa-KU
Yokohama, 221-022

Tel. +81-45-453-9170
Fax: +81-45-453-9082
info.mc.japan@thermofisher.com

India
Thermo Fisher Scientific
403-404, Delphi-B Wing,
Hiranandani Business Park,
Powai, Andheri (E),
Mumbai - 400076
Tel. +91 22 6680 3000
Fax: +91 22 6680 3001
info.mc.in@thermofisher.com

www.thermoscientific.com/mc