

Methodensammlung

Zementchemie

Prüfverfahren

Prüfverfahrensnummer PV-7

Prüfverfahren: Druckplattenviskosimetrie (DPV)

Version	Revisionsgrund	Datum	Autor
1		1. März 2006	ZP90
2	Klarstellung zuhanden HSK	21. August 2007	ZP90

1 Technisches Vorgehen

Die Viskositätsbestimmung geschieht durch das Zusammenpressen zweier paralleler Stahlplatten, wobei die dazwischen befindliche „Flüssigkeit“ herausgequetscht wird. Aus dem Plattenabstand in Abhängigkeit von der Zeit, angelegter Kraft und dem Plattendurchmesser kann eine dynamische Viskosität berechnet werden.

Es handelt sich bei der klassischen Quetschfilm-Methode nicht um ein genormtes Verfahren für die Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften des Bitumens.

Die Grundprinzipien dazu sind z.B. in R. B. Bird, R. C. Armstrong, O. Hassager Dynamics of Polymeric Liquids, Vol.1, Fluid Mechanics, Second Edition, Wiley-Interscience, New York. . . (1987) [Bir] erklärt. Der prinzipielle Aufbau ist auch als „parallel plate plastometer“ etc. bekannt.

S. Huscek und Ch. Angst [Hus] wendeten diese Methoden mit anderen Randbedingungen auf Bitumen-Filler-Gemische an.

In Zusammenarbeit mit der EMPA, Abt. 113, Strassenbau/Abdichtungen, wurde die Methode für die beim PSI und durch die Beschaffenheit der KKG-Proben gegebenen Randbedingungen ausgearbeitet und evaluiert.

Eine Scheibe einer Bitumen-Abfall-Matrix wird zwischen zwei Stahlplättchen plaziert und bei einer definierten Temperatur senkrecht von oben mit einer „konstanten“ Kraft belastet.

Dabei mißt man den von der oberen Scheibe nach unten zurückgelegten Weg, was der Verformung der Bitumenprobe entspricht.

Aus der Weg-Zeit-Kurve kann dann durch eine entsprechende numerische Kurvenanpassung die Viskosität ermittelt werden.

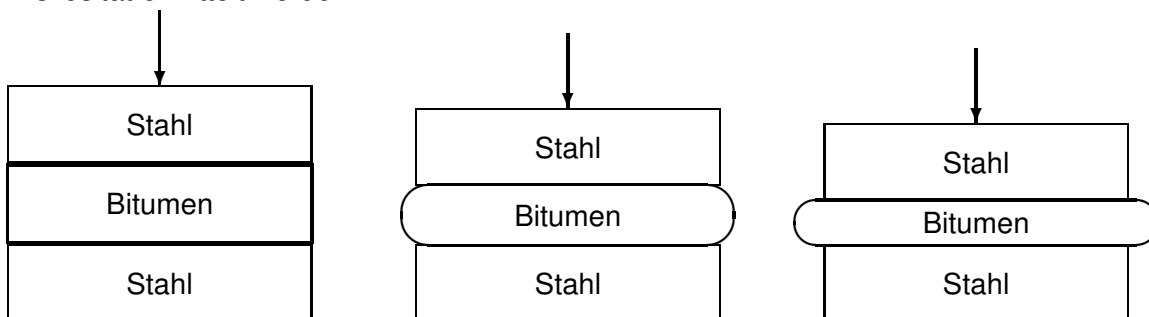


Abbildung 1: *Prinzip der „klassischen“ Quetschfilm-Methode. Die Bitumenscheibe wird unter dem Einfluß der Kraft breitgequetscht, wobei das verdrängte Bitumen zwischen den beiden Stahlplatten nach außen quillt.*

Dies ist eine der wenigen Methoden, die direkte Messungen von sehr hohen dynamischen Viskositäten in einem sehr großen dynamischen Bereich zwischen 10^3 und $10^8 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ermöglichen (je nach Bauart des jeweiligen Gerätes).

2 Versuchsdurchführung

Die Messung erfolgt mittels eines speziell dafür modifizierten Texture Analyzers von Stable Micro Systems mit montierter Ofeneinheit zur Temperierung:

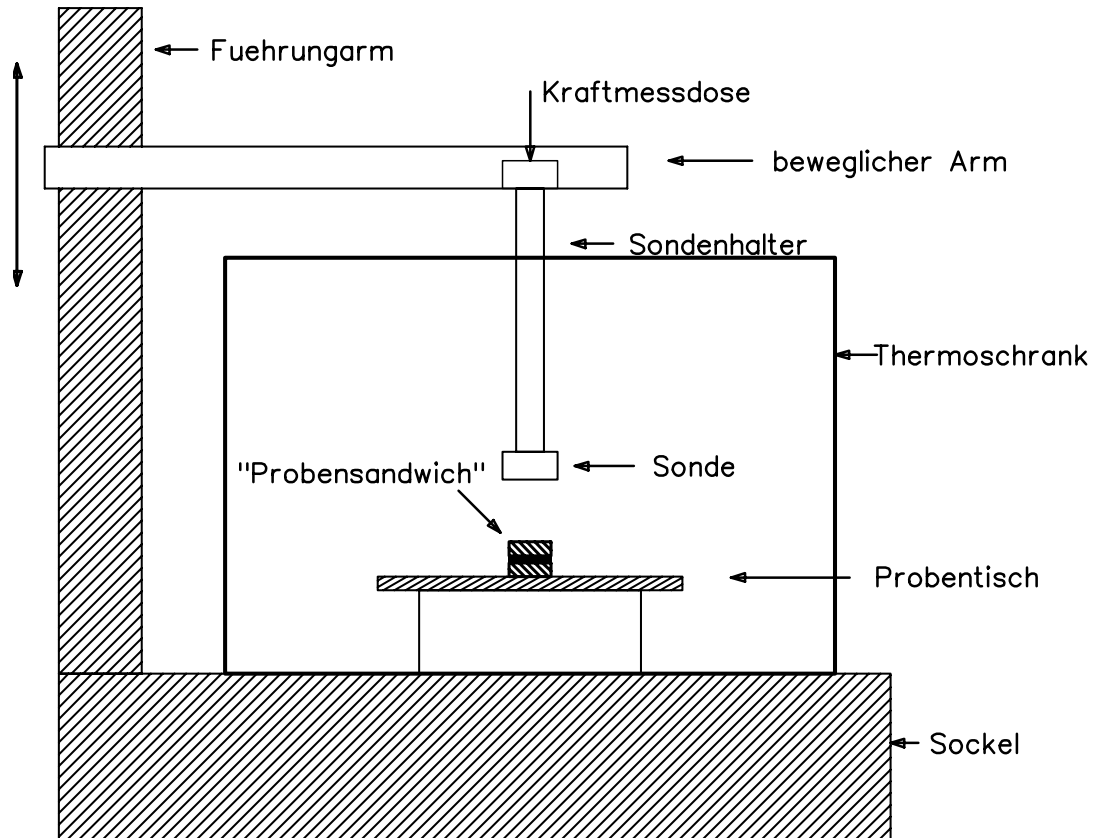


Abbildung 2: Prinzipieller Aufbau des "Texture Analyzer" mit Thermoschrank (Seitenansicht). Der bewegliche Meß-Arm des eigentlichen Texture Analyzers wird durch einen Schrittmotor am Führungsarm auf und ab bewegt. In den Meß-Arm ist eine Kraftmeßdose eingebaut, die die auf die Probe ausgeübte Kraft registriert. An der Meßdose ist die Sondenhalterung angebracht. Die Sondenhalterung reicht durch eine Öffnung ins Innere des Thermoschranks, in dem sich die Probe auf einem kleinen Probentisch befindet. Dort kann z.B. eine Probe in Form eines "Bitumensandwichs", wie in Abbildung 1 dargestellt, plaziert werden. Sowohl Kraft als auch Bewegungsrichtung und -geschwindigkeit werden von einer Rechneinheit aus sowohl gesteuert als auch zeitaufgelöst registriert, ebenso wie die Temperatur im Thermoschrank. Im Thermoschrank nicht eingezeichnet sind der Ventilator, die Widerstandsheizung und das Magnetventil für den Einlaß der Kaltluft sowie die beiden Temperaturfühler.

Der „Stahl-Bitumen-Sandwich“ wird vor der Messung ausgeschalt. Die Messung beginnt, sobald die Temperatur im Thermoschrank sich wieder stabilisiert hat (ca. 10 – 15 Minuten). Mittels einer Lehre wird der „Sandwich“ unter einem Stempel in Position gebracht und mittels einer anderen Lehre auf eine Ausgangshöhe von 4 mm vorgequetscht. Nach Wegziehen der Lehre bei erreichter Ausgangshöhe beginnt die eigentliche Messung.

Registriert werden dabei Weg (Plattenabstand), Zeit, Kraft und Temperatur.

3 Versuchsumfang und Auswertung

Die Auswertung der Meßparameter hängt dabei von zugrunde gelegten physikalischen Modellen der untersuchten Substanz und den verschiedenen mathematischen Lösungsansätzen ab. Beim PSI wird der klassische Ansatz von Stefan (1874) für newtonsche Flüssigkeiten verwendet. Demnach gilt unter bestimmten Annahmen (Newtonsche Flüssigkeit, Schmierfilmnäherung, runde Platten, keine Trägheitseffekte etc.) für die Annäherungsgeschwindigkeit v der beiden Platten

$$v = \frac{2h^3 \cdot \sigma}{3r^2 \cdot \eta} \quad (1)$$

mit v	=	Annäherungsgeschwindigkeit der Platten	[mm/s]
$h(t)$	=	Höhe der Probe zum Zeitpunkt t	[mm]
σ	=	Flächenbelastung, d.h. Druck	[Pa]
r	=	Plattenradius	[mm]
η	=	Viskosität	[Pas]

Nach einigen Umformungen erhält man die auf unsere Meßparameter zugeschnittene Formel

$$w = h_0 - \sqrt{\frac{1}{k \cdot \frac{1}{\eta} \cdot t + \frac{1}{h_0^2}}} \quad (2)$$

mit w	=	Weg der oberen Platte, bzw. Höhendifferenz $h_0 - h(t)$	[mm]
h_0	=	Probenhöhe zum Zeitpunkt $t = 0$	[mm]
k	=	$\frac{4 \cdot \sigma}{3 \cdot r^2}$	[Pa/mm ²]
t	=	Zeit	[s]

Dies läßt sich auch umformen in

$$\eta = \frac{h_0^2 \cdot h(t)^2 \cdot k \cdot t}{h_0^2 - h(t)^2} \quad (3)$$

Pro Probe bzw. Material werden mindestens 3, besser 5 Einzelmessungen durchgeführt und die Anzahl der Messungen sowie der Mittelwert der Viskosität mit der durchschnittlichen Abweichung angegeben.

Literatur

- [Bir] R. B. Bird, R. C. Armstrong, O. Hassager
Dynamics of Polymeric Liquids, Vol.1, Fluid Mechanics, Second Edition, Wiley-Interscience, New York. . . (1987)
- [Hus] S. Huschek, Ch. Angst
ISETH Mitteilungen 44, Teil 1, Institut für Strassenbau der ETH Zürich (1980)

- [Zim99] H. P. Zimmermann, M. Egloff, R. Gubler, M. Lips,
Application of parallel-plate squeezing flow technique for quality control of bituminous samples, in
R. Vanbrabant, P. Selucky (ed.), Radwaste Bituminization ' 99
Proceedings of the International Workshop on the Safety and Performance Evaluation of Bituminization Processes for Radioactive Waste, Rez, (1999)