

Constructie van een Micro-shear Meetopstelling

Ing. P. Blok, Drs. S.J. Picken, H.H.T. Verwaaijen, Research Instituut AKZO, Arnhem

Er is in de laatste jaren een toenemende belangstelling voor vloeibaar kristallijne polymeren. Dit zijn polymere smelten of oplossingen waarin een spontane oriëntatie van de moleculen optreedt. Van deze oriëntatie wordt gebruik gemaakt bij de verbetering van o.a. de mechanische eigenschappen van synthetische vezelmateriaal en kunststoffen.

Ten behoeve van het onderzoek naar het gedrag van vloeibare kristallen onder een afschuifbelasting is door ons een Micro-shear Meetopstelling ontworpen en gebouwd.

In principe bestaat de opstelling uit twee microscoopglasjes die op een nauwkeurig gedefinieerde afstand worden gehouden. Hiertussen bevindt zich de te onderzoeken stof. De glasplaatjes worden met gedefinieerde en verschillend in te stellen snelheden t.o.v. elkaar bewogen.

Het geheel is gebouwd op een verwarmde objecttafel van een Leitz polarisatiemicroscoop, waardoor visueel of via foto-apparatuur het gedrag van het vloeibare kristal is te onderzoeken.

De opzet van het hier beschreven micro-shear apparaat is zodanig dat het onderzoeken van het stromingsgedrag van vloeibaar kristallijne polymeren op kwalitatieve wijze mogelijk is.

Door het meten van lichtintensiteiten zijn ook kwantitatieve bepalingen mogelijk.

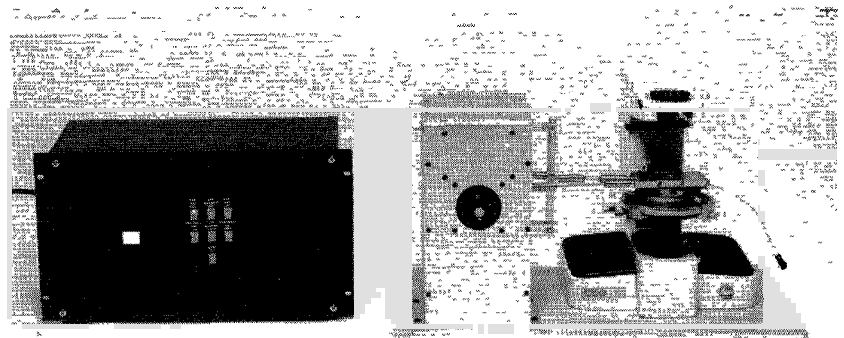
Eisen en wensen

Zoals gebruikelijk wordt voor elke nieuwe constructie een groot aantal eisen en wensen geformuleerd waaraan deze moet voldoen. In dit geval waren deze voor het deel dat op de verwarmde objecttafel kwam, verder het microscoopdeel genoemd, de volgende:

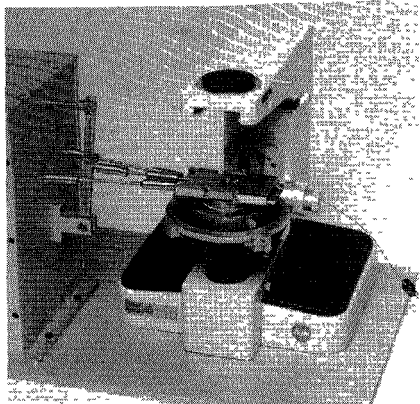
- Werktemperatuur in ieder geval tot 140 °C maar een maximum temperatuur van 500 °C zou zeer aantrekkelijk zijn.
- Temperatuur te meten en regelen via een ingebouwd thermokoppel, dat zo dicht mogelijk bij de objectglasjes is aangebracht.
- Afstand tussen de objectglasjes een gedefinieerde en vaste waarde van resp. 15, 25, 50 en 100 micrometer.
- Na het aanbrengen van de druppel vloeistof op het onderglasje wordt het bovenglasje geplaatst dat dan vervolgens aangedrukt moet worden en met de hand te verplaatsen zijn om de druppel goed te verdelen
- Voor de gegeven afmetingen van microscoop, objecttafel, afstanden tot condensoren etc., is de maximale bouwhoogte van het microscoopdeel begrensd op 9 mm.

- Stabiele en eenvoudige bevestiging op bestaande verwarmde objecttafel. Deze is voorzien van een verwarmingselement en een temperatuurregeling waarmee het microscoopdeel te verwarmen is mits er een goede warmteoverdracht kan plaatsvinden
 - De revolverkop van de microscoop moet zoveel mogelijk vrijgehouden worden van het microscoopdeel; het objectief komt op ca. 4 à 5 mm van het bovenste objectglasje. De microscoop is voorzien van een revolverkop van ca. 20 mm diameter. Het bovenste glasplaatje wordt door een aandrijving heen en weer bewogen. Bij het ontwerp hiervan zijn de volgende eisen en wensen gesteld.
 - Snelheid instelbaar in stappen tussen 12,5 µm/s en 12,5 mm/s; de ingestelde waarde moet constant zijn, over de gehele slag
 - Slag vanuit de middenstand naar weerskanten 5 mm
 - Naar beide richtingen spelingvrij werkend.
 - Op elke plaats moet de beweging gestopt kunnen worden met een maximale remtijd van 40 millisecondenHiermee kan een verschijnsel als het ware "bevroren" worden zodat foto's en d. gemaakt kunnen worden; een verkregen positie moet dan ook gefixeerd zijn.
 - De aandrijving moet naast de microscoop opgesteld worden en eenvoudig te bevestigen zijn aan het microscoopdeel
- Er mag geen beïnvloeding zijn op de tafelerstelling van de microscoop

- De horizontale verplaatsing van het bovenglasje moet in totaal 10 mm zijn.
- Bij deze verplaatsing kunnen krachten tot ca. 10 N nodig zijn, afhankelijk van de te onderzoeken stof.
- De glasplaatjes moeten eenvoudig te vervangen zijn, terwijl het gehele apparaat zonder bezwaar met sterk werkende chemicaliën gereinigd moet kunnen worden
- De glasplaatjes moeten in alle richtingen spelingvrij zijn opgesloten



Figuur 1 Complete opstelling van het micro-shearapparaat



Figuur 2 Microscopedeel met microscoop en aandrijfkast

Voor de gehele opstelling geldt tenslotte dat de microscoop zeer eenvoudig uit de opstelling wegneembaar moet zijn om deze voor ander microscopisch onderzoek te kunnen benutten.

Constructieve uitvoering

De complete opstelling na de montage is te zien in figuur 1. In deze figuur is de microscoop niet voorzien van de revolverkop en het oculair, maar wel van de verwarmde objecttafel waarop het microscopedeel is geplaatst.

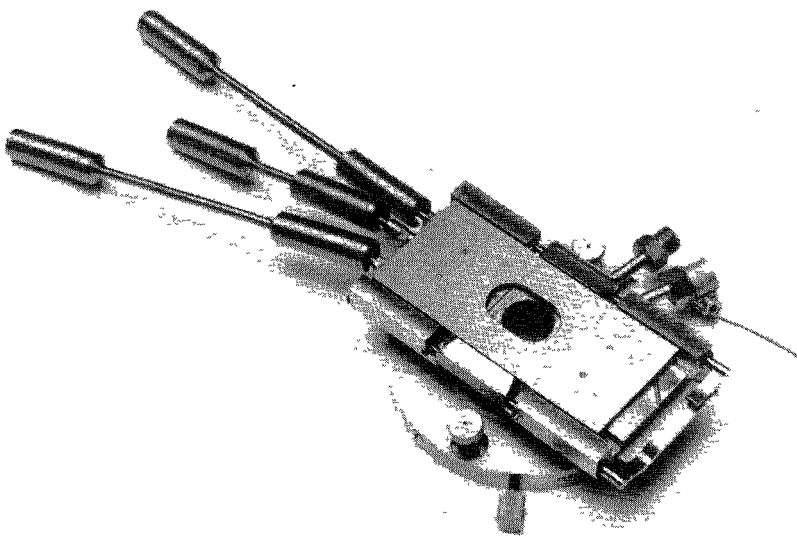
Links hiervan staat het aandrijfgedeelte, waarvan de uitgaande snelheid via de knop aan de voorzijde in tien stappen in te stellen is. De zwarte kast bevat het elektrische besturingsgedeelte voor de aandrijving. De regeling van de tafelverwarming wordt niet getoond.

Figuur 2 toont opnieuw het microscopedeel met een gedeelte van de aandrijving.

Hier is te zien, evenals bij de figuren 3 en 4, dat het microscopedeel bestaat uit twee delen. Het onderste deel zit vastgeklemd op de verwarmingstafel door middel van een veerconstructie. Het bovendee kan hierover heen en weer schuiven.

Teneinde de microscooptafel niet te belasten met de schuifkrachten is het vaste deel via twee staven verbonden met de aandrijfkast. Het bovendee wordt via de middelste, soortgelijke, staaf bewogen. De verbindingsplaatsen ervan zijn uitgevoerd als een soort kogelkoppen, zodat de microscooptafel in hoogte verstelbaar blijft ten behoeve van de scherpstelling. Door de kogelkoppen los te koppelen is het microscopedeel eenvoudig af te nemen.

In figuur 3 zijn de verwarmde objecttafel en het microscopedeel van de microscoop afgenomen, terwijl figuur 4 deze delen uit elkaar genomen toont. De twee delen zijn vervaardigd uit twee verschillende typen roestvaststaal en



Figuur 3 Microscopedeel op verwarmde tafel

geheel door freesbewerkingen gevormd. De delen glijden over elkaar met nauwe speling en zijn voorzien van een geschikt vet voor de smering bij de gevraagde hoge temperaturen. Om kromtrekken te voorkomen zijn ze na de voorbewerking spanningsvrij gegloeid bij 500 °C-650 °C, vervolgens rustig afgekoeld en nabewerkt.

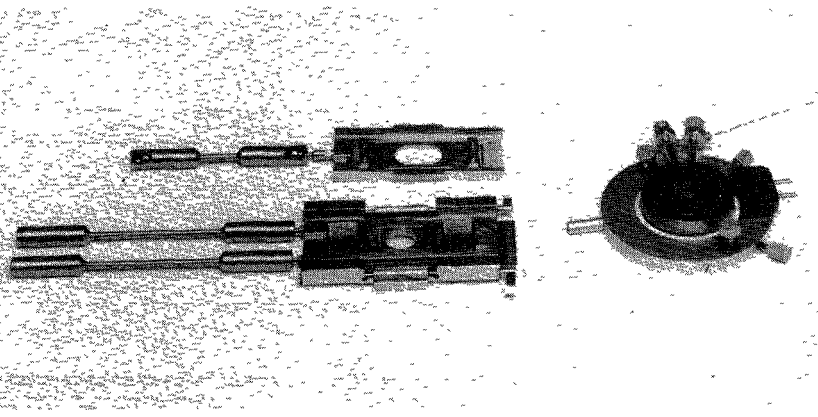
De glasplaatjes worden in beide delen opgesloten door klemblokjes die door freesbewerkingen voorzien zijn van vrede randen. Deze fixeren de glasplaatjes maar vangen tevens de uitzettingsverschillen tussen glas en roestvaststaal op.

Bij het glasplaatje in het bovendee worden tevens twee wolframlijntjes van een bepaalde dikte meegeklemd. Deze komen na samenvoegen van de twee delen tussen de plaatjes en handhaven hun onderlinge afstand op de gewenste maat.

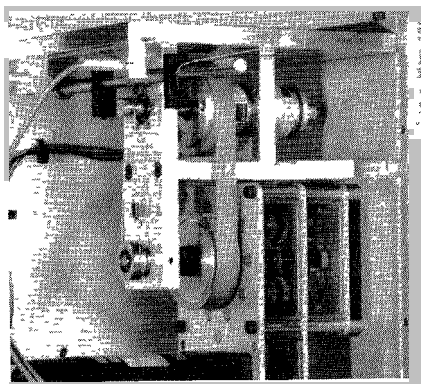
Het op elkaar drukken van de glasplaatjes, waartussen dus de druppelmonstervloeistof ligt, heeft plaats door

de twee aandrukblokjes die in het midden van figuur 3 zijn te zien. Deze blokjes worden gespannen door een roestvaststaal staaf die aan de einden in het onderste deel gesteund wordt. Deze staven zijn iets gebogen en zorgen voor de aandrukkraft. De blokjes zijn zodanig gevormd dat zij door de veerspanning op hun plaats worden gehouden. Als nu door de twee handgreepjes deze staven een halve slag gedraaid worden is de spanning van de blokjes weggenomen en kunnen ze eenvoudig weggeklapt worden. Dan is de boventafel eenvoudig af te nemen, zoals te zien in figuur 4.

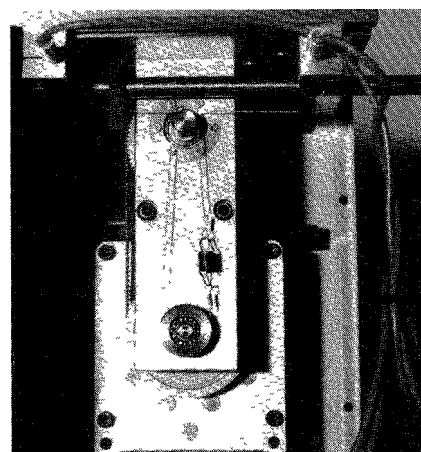
In het onderste deel is ook een kanaal te zien bestemd voor het thermokoppel. Dit eindigt in een schuin geboord gat zo dicht mogelijk bij het midden van de ondertafel gelegen. Hiermede wordt de temperatuur van het microscopedeel gemeten. De temperatuurregeling vindt plaats door de regeling van de verwarming van de objecttafel. Hiervoor wordt een Eurotherm 422 PID rege-



Figuur 4 Opendeel microscopedeel



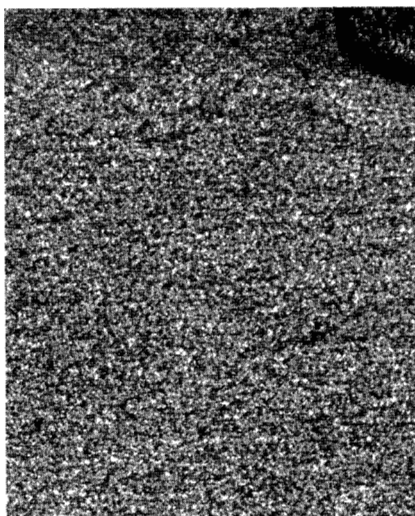
Figuur 5 Aandrijfgedeelte met vertragingkast, elektromagnetische koppeling en aandrijfsnaar



Figuur 6 Aandrijfgedeelte

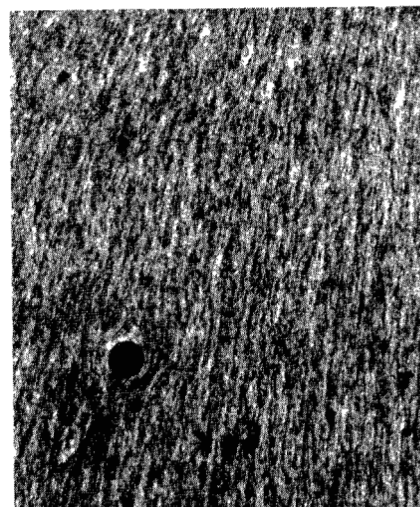
laar gebruikt die aangesloten is op een Delta SM 6020 regelbare voeding. De aldus verkregen stabiliteit van de temperatuur is ongeveer 0,2 °C. Het aandrijfgedeelte is in detail weergegeven op de figuren 5 en 6. Gekozen is voor de oplossing waarbij met een gespannen staaldraad een stang wordt verplaatst. Deze stang is via een hefboom aan de buitenzijde verbonden met de middelste trekstaaf van het microscoopdeel. De eis van de zeer korte stoptijd (40 ms) dwong ons in de richting van een elektromagnetische rem-koppelingcombinatie met voldoende overbrengingskoppel en zeer korte schakeltijden. Behalve de benodigde tijd voor de opbouw en afbouw van het magnetisch veld moet er ook rekening gehouden worden met een benodigde schakeltijd – die 13 ms bedraagt voor de gebruikte combinatie – in de besturing en dan wordt de eis van 40 ms zeer zwaar. De werkelijke stoptijd wordt ook beïnvloed door de massa traagheid van de erna geplaatste elementen, waardoor grote nokkenschijven, schroefspilaandrijvingen, etc., niet in aanmerking kwamen. De gevonden oplossing voldoet zeer goed.

Stromingsrichting



Figuur 7 Korrelstructuur in een Twaron spinoplossing bij lage afschuifsnellheden. Vergroting 50x, dikte 25 µm

Een mechanisch schakelbaar vertragingkastje met tien standen (fabr. Multur) is voorzien van een synchroonmotor en drijft via een tandriemoverbrenging en een elektromagnetische koppeling een as van 7,95 mm diameter aan. Bij een maximum toerental van 60 omw/min = 1 omw/s, is de sledeverplaatsing van het microscoopdeel $\pi \cdot 7,95 \cdot 1,0,5 = 12,5$ mm/s (de 0,5 is een factor vanwege de hefboomverhouding). De minimum snelheid is 12,5 µm/s. Aangezien afschuivingmetingen meestal worden uitgezet op een logaritmische schaal is gekozen voor logaritmische vertragingverhoudingen van het vertragingkastje; steeds een factor van ca 2 per stap. De eindstanden worden bewaakt door inductieve schakelaars. Een continue heen en weergaande beweging wordt dan mogelijk door het omkeren van de bewegingsrichting van de motor. Een daarbij optredend verloop in de snelheid wordt niet als storend ervaren. De microscoop en de aandrijving staan op een gemeenschappelijke grondplaat waardoor steeds een goede uitlijning van deze onderdelen bestaat. Het microscoopdeel en de verwarmde objecttafel hebben juist zoveel speling dat de verticale beweging van de microscooptafel niet verstoord wordt. De schakelaars op de bedieningskast maken het mogelijk om in een gewenste richting te starten, met kleine stapjes naar een gewenste richting te gaan en direct te stoppen. Bovendien kan een signaal gegeven worden om een fotocamera te bedienen. Deze gehele besturing wordt verzorgd door een microcomputer en is ondergebracht in de op figuur 1 getoonde bedieningskast.



Figuur 8 Bandenstructuur in een Twaron spinoplossing na het plotseling stilzetten van een snelle afschuiving. Vergroting 50x, dikte 25 µm.

Resultaten

Er is in de laatste jaren een steeds toenemende belangstelling voor vloeibaar kristallijne polymeren. Dit zijn polymere smelten of oplossingen waarin een spontane orientatie van de moleculen optreedt. Van deze orientatie wordt gebruik gemaakt bij de verbetering van o.a. de mechanische eigenschappen van synthetische vezelmateriaal en kunststoffen.

Hier gebruiken we als voorbeeld van een vloeibaar kristallijn materiaal de oplossing van waaruit de TWARON® vezel wordt gesponnen. Tijdens het afschuiven van een dergelijke spinoplossing met ons micro-shear apparaat is bij lage snelheden een karakteristieke "korrelstructuur" waar te nemen, zie figuur 7. Na het stilzetten van de afschuifbeweging is een "bandenstructuur" waar te nemen, zie figuur 8.

Hetzal duidelijk zijn dat het hier geschetste micro-shear apparaat het onderzoeken van stromingsgedrag van vloeibaar kristallijne polymeren op kwalitatieve wijze mogelijk maakt.

Door het meten van lichtintensiteiten zijn ook kwantitatieve bepalingen mogelijk. Deze blijken tamelijk goed reproduceerbare resultaten op te leveren, die bovendien in overeenstemming zijn met het dynamisch gedrag van deze materialen. Het micro-shear apparaat is nu enige maanden in gebruik en blijkt aan alle gestelde eisen te voldoen.

Dat deze micro-shear opstelling is uitgevoerd en werkt zoals gewenst, is te danken aan de grote inzet en vakmanschap van diverse afdelingen van de Technische Dienst van ons Research Instituut.