

# **Polymerbasierende elektrorheologische Flüssigkeiten und ihre haptische Wirkung in einem Modellaktorsystem**

Dissertation zur Erlangung des  
naturwissenschaftlichen Doktorgrades  
der Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg

vorgelegt von  
Mario Baumann  
aus Pößneck

Würzburg 2005

Eingereicht am: .....  
bei der Fakultät für Chemie und Pharmazie

1. Gutachter: .....  
2. Gutachter: .....  
der Dissertation

1. Prüfer: .....  
2. Prüfer: .....  
3. Prüfer: .....  
des Öffentlichen Promotionskolloquiums

Tag des Öffentlichen Promotionskolloquiums:.....

Doktorurkunde ausgehändigt am: .....

## **Danksagung**

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer Institut für Silicatforschung in Würzburg. Die Durchführung der Arbeit wurde durch ein vom Bundesministerium für Bildung und Forschung gefördertes Projekt "Virtuelle und Erweiterte Realität" ermöglicht.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. G. Müller.

Meinem Projektleiter Herrn Dr. H. Böse möchte ich für die Betreuung der Arbeit und das mir und meinem Tun entgegengebrachte Vertrauen sowie den gewährten wissenschaftlichen Freiraum danken.

Für die kritische Durchsicht und die sich daraus ergebenden konstruktiven Diskussionen bin ich im Weiteren auch Herrn Dr. B. Brunner und Herrn Dr. J. Uebe dankbar.

Außerdem will ich allen Mitarbeitern des ISC, die direkt und indirekt zur Durchführung dieser Arbeit beigetragen haben und für verschiedenste wissenschaftliche, technische und sonstige Fragen und Probleme ein offenes Ohr hatten, danken.

Insbesondere danke ich hierbei Herrn P. Löschke, der mich durch seine langjährige praktische Erfahrung in der Partikelcharakterisierung und Labortätigkeit unterstützte.

Mein ganz besonderer Dank gilt meiner Frau Sonja Baumann, die mich stets aufmunternd unterstützt hat und der ich diese Arbeit widmen möchte.

Mario Baumann

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>Inhaltsverzeichnis.....</b>	<b>1</b>
<b>Abkürzungen .....</b>	<b>3</b>
<b>1. Einleitung und Zielsetzung.....</b>	<b>5</b>
<b>2. Haptische Systeme.....</b>	<b>8</b>
<b>3. Elektrorheologie .....</b>	<b>12</b>
3.1. Der elektrorheologische Effekt .....	12
3.2. Strukturmodelle .....	14
3.3. Rheologische Modelle.....	20
3.4. Elektrische Modelle.....	23
3.5. Elektrorheologische Fluide (ERF) mit dispergierten Teilchen.....	28
<b>4. Charakterisierungsmethoden und ER-Fluidherstellung.....</b>	<b>31</b>
4.1. Elektrorotationsviskosimeter.....	32
4.1.1. Messablauf für ER-Fluide im Elektrorotationsviskosimeter.....	32
4.2. Kraftmessapparatur .....	33
4.2.1. Modellaktor .....	34
4.2.2. Aufnahme von Weg-Kraft-Werten mit der Kraftmesseinrichtung.....	36
4.3. Herstellung der Partikel für die ER-Fluide .....	38
4.3.1. Herstellung von Partikeln aus Poly-(natriumacrylat).....	39
4.3.2. Herstellung von Partikeln auf Basis von sulfonierten Polystyrol .....	42
4.3.3. Herstellung von Partikeln auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis.....	44
4.3.4. Dichten der Polymere.....	46
<b>5. Ergebnisse: ER-Fluide aus polymeren Materialien .....</b>	<b>47</b>
5.1. kommerzielle ER-Fluide als Referenzmaterialien .....	47
5.2. ER-Fluide aus Polyacrylaten.....	53
5.2.1. Rheologisches Verhalten von Na-PAA-ER-Fluiden ohne Feld.....	53
5.2.2. Charakterisierung von Na-PAA-ER-Fluiden im Gleichspannungsfeld .....	54
5.2.3. Charakterisierung von Na-PAA-ER-Fluiden im Wechselfeld .....	61
5.2.4. Verhalten von Na-PAA-ER-Fluiden im Plattenaktor.....	68
5.3. ER-Fluide mit sulfonierten aromatischen Partikeln .....	71
5.3.1. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrol- partikeln im Gleichspannungsfeld.....	71
5.3.2. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrol- partikeln im Wechselfeld.....	78
5.3.3. Rheologische Eigenschaften ohne elektrisches Feld.....	85
5.3.4. Verhalten von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln im Plattenaktor.....	87

---

5.4. ER-Fluide auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis .....	91
5.4.1. Rheologische Eigenschaften ohne elektrisches Feld.....	91
5.4.2. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Gleichspannungsfeld .....	93
5.4.3. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Wechselspannungsfeld .....	95
5.4.4. Verhalten von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Plattenaktor....	98
5.5. Vergleich der Wirkung der ER-Fluide .....	101
<b>6. Zusammenfassung.....</b>	<b>108</b>
6.1. Deutsche Zusammenfassung .....	108
6.2. Englische Zusammenfassung – Summary.....	111
<b>7. Anhang / Experimenteller Teil.....</b>	<b>113</b>
7.1. Synthese der Polyacrylat ER-Fluide .....	113
7.1.1. Herstellung der Partikel aus unvernetzter Polyacrylsäure Na-Salz.....	113
7.1.2. Herstellung von ER-Fluiden aus Polyacrylat .....	114
7.2. Synthese der ER-Fluide auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln .....	115
7.2.1. Herstellung der Partikel auf Basis von sulfonierten Polystyrol .....	115
7.2.1.1. Herstellung der Partikel durch Polymerisation .....	115
7.2.1.2. Sulfonierung der Polymerpartikel .....	116
7.2.1.3. Herstellen der Salze aus sulfoniertem Polymer: .....	117
7.2.2. Herstellen von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln .....	118
7.3. Synthese der ERF auf Basis von Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz.....	118
7.3.1. Herstellung von polymerisierten Natriumsalzpartikeln von Naphthalin-2- sulfonsäure.....	118
7.3.2. Herstellung von Natriumsalzpartikeln von Naphthalin-2-sulfonsäure.....	119
7.3.3. Herstellen der ER-Fluide auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis.....	119
7.4. Verwendete Geräte bei der Herstellung und Charakterisierung.....	120
7.4.1. Sprühtrockner .....	120
7.4.2. Druckfiltrator.....	120
7.4.3. Ultra Turrax.....	120
7.4.4. Partikelgrößenmessgerät .....	120
7.4.5. Carl-Fischer-Titrator .....	120
7.4.6. Rasterelektronenmikroskop.....	120
7.4.7. Elektrorotationsviskosimeter.....	121
7.4.8. Kraftmesssystem .....	123
7.4.9. Rheometer .....	125
<b>8. Literatur.....</b>	<b>126</b>

**Abkürzungen**

A	Fläche
AC	Wechselspannung
A/D-	analog/digital-
d	Tag
$\bar{d}$	mittlerer Durchmesser
D; $\dot{\gamma}$	Scherrate
D(V,0.1)	volumenabhängiger Partikeldurchmesser bei 10%
D(V,0.5)	volumenabhängiger Partikeldurchmesser bei 50%
D(V,0.9)	volumenabhängiger Partikeldurchmesser bei 90%
D/A-	digital/analog-
DC	Gleichspannung
DVB	Divinylbenzol
E	Feldstärke
ER-	elektorrheologisch(er)
ERF	elektorrheologische Flüssigkeit
EV-Effekt	elektroviskoser Effekt
F	Kraft
Fa.	Firma
G	Schubmodul
Gl.	Gleichung
h	Plattenabstand
HV-	Hochspannung(s)-
J	Stromdichte
M.-%	Massenprozent
$M_w$	Molgewicht
Na-PAA-	Poly-(natriumacrylat)-
OP	Operationsverstärker
R	Widerstand
R·	Radikal
REM	Rasterelektronenmikroskop
s	Spaltweite
S	Styrol

---

SNSF	Sodium naphthalene sulfate = Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz
SNSFC	Sodium naphthalene sulfate formaldehyde condensate = Naphthalin-2-sulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat Natriumsalz
sPS-DVB	sulfonierter Polystyrol-co-Divinylbenzol
sPS-tr.-Stilben- DVB	sulfonierter Polystyrol-trans-Stilben-Divinylbenzol
T	Temperatur
$T_{\text{inlet}}$	Temperatur an der Düse des Sprühtrockners
$T_{\text{outlet}}$	Temperatur am Zyklon des Sprühtrockners
tr.-Stilben	trans Stilben
U	Spannung
Upm	Umdrehungen pro Minute
$v_{\text{max}}$	Maximalgeschwindigkeit
Vol%	Volumenprozent
z.Z.	zur Zeit
$\Delta p$	Druckdifferenz
$\epsilon_p$	Permittivitätszahl der Partikel
$\epsilon_r$	Permittivitätszahl
$\epsilon_F$	Permittivitätszahl des Fluids
$\gamma$	Deformation
$\tau$	Schubspannung
$\tau_f$	Fließgrenze
$\tau_{f,d}$	dynamische Fließgrenze
$\tau_{f,s}$	statische Fließgrenze
$\eta$	Viskosität
$\eta_0$	Nullviskosität
$\eta_B$	Bingham Viskosität
$\eta_c$	Casson Viskosität

## 1. Einleitung und Zielsetzung

Ende der vierziger Jahre des 20. Jahrhunderts wurde erstmals von Fluiden berichtet, die unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes von einigen Kilovolt pro Millimeter binnen weniger Millisekunden vom flüssigen in einen gelartigen Zustand übergehen [WIN1]. Diese Änderung der Fließ- und Deformationseigenschaften von Fluiden unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes wird als elektrorheologischer Effekt (ER-Effekt) bezeichnet. Untrennbar mit dem ER-Effekt ist der Name W.M. Winslow verbunden. Der ER-Effekt wird in einigen Veröffentlichungen aus diesem Grund auch Winslow-Effekt genannt. Winslow's ER-Fluid bestand aus einem dünnflüssigen nichtleitenden Öl und anorganischen Silikatpartikeln. Moderne ER-Fluide hingegen enthalten z.B. Polymerpartikel in dünnflüssigen nichtleitenden Silikonölen.

In den Jahren nach der Entdeckung des ER-Effekts wurde dieser nicht weiter beachtet. Erst seit Ende der sechziger Jahre des 20. Jahrhunderts wurde durch die Arbeiten von D.L. Klass und T.W. Martinek [KLA1, KLA2] die Neugier von Naturwissenschaftlern und Ingenieuren geweckt. Mittlerweile ist das Interesse an ER-aktiven Materialien so groß, dass seit 1987 regelmäßig eine Konferenz zum Thema „Elektrorheologische Fluide und ihre Anwendung“ stattfindet [CON1, CAR1, TAO1, TAO2, BUL1].

Die heutigen Forschungsarbeiten lassen sich trotz fließender Übergänge in vier Schwerpunkte unterteilen:

- **Materialtechnologie**
- **physikalische Mechanismen**
- **makroskopische Eigenschaften der ER-Fluide**
- **Anwendungen**

Die **Materialtechnologie** befasst sich mit Fragen zur Präparation und Zusammensetzung von ER-Fluiden. Bei den Fluiden handelt es sich meist um Suspensionen polarisierbarer Teilchen im Mikrometerbereich in einem elektrisch nichtleitenden fluiden Medium. Untersucht wird an diesen Suspensionen beispielsweise die Größe des ER-Effekts in Abhängigkeit von der Partikelkonzentration oder der Einfluss von oberflächenaktiven Substanzen.

In der Rubrik **physikalische Mechanismen** wird versucht, den ER-Effekt, der bis heute nicht vollständig geklärt ist, durch theoretische Modelle anhand der experimentellen Daten zu erklären.



Die Untersuchungen der **makroskopischen Eigenschaften** der ER-Fluide, beispielsweise von Fließgrenzen, Viskositäts erhöhungen mit zunehmendem elektrischen Feld sowie die Modellierung von Fließeigenschaften, sollen zu gezielten Aussagen über das Verhalten der ER-Fluide in verschiedensten Geometrien führen.

Neben den bereits genannten Bereichen beschäftigt sich der Schwerpunkt **Anwendungen** mit technologischen Entwicklungen, wie Aktoren, die sich den ER-Effekt zunutze machen. So werden beispielsweise technische Lösungen für Kupplungen und Ventile aufgezeigt. Diese technischen Bauteile wurden für den jeweiligen Anwendungszweck speziell konstruiert. Neu in diesem Zusammenhang sind Aktoren, die im Rahmen von virtueller Realität taktile und kinästhetische Informationen darzustellen vermögen [FUR1, BÖS1, BÖS2, BÖS3].

Die vorliegende Arbeit ist im Rahmen eines Projektes im Themenbereich "Virtuelle und Erweiterte Realität" entstanden. In diesem Projekt wurde ein neuartiges System entwickelt, mit dem der menschliche Tastsinn angesprochen wird. Mit dem System wird die Konsistenz- oder Härteverteilung eines realen Objektes durch ein Sensorsystem detektiert und über ein Aktorsystem für den Benutzer fühlbar virtuell dargestellt [BÖS1, BÖS2]. Das Sensorsystem auf der Basis der Echtzeitelastographie wurde von der Ruhr-Universität Bochum aufgebaut. Zur Realisierung des Aktorsystems auf der Grundlage von elektrorheologischen Materialien wurde im Institut für Mikrotechnik Mainz ein mikrotechnisch gefertigtes Array aus einer Vielzahl von einzelnen Tastaktoren aufgebaut und von der Fachhochschule Regensburg die zugehörige elektrische Steuereinheit entwickelt.

Bevor ein solches Aktorarray überhaupt mikrotechnisch gefertigt werden konnte, war es zum einen notwendig, verschiedene Wirkprinzipien der ER-Fluide in makroskopischen Modellaktoren unterschiedlicher Konstruktionen zu testen. Zum anderen mussten die ER-Fluide, die im Zusammenwirken mit dem Aktorarray für den Benutzer fühlbare Informationen darstellen, für die Anwendung hinsichtlich ihrer relevanten Eigenschaften abgestimmt werden. Da hierfür kein kommerzielles Fluid mit den dafür nötigen Eigenschaften zur Verfügung steht, war es Ziel der Arbeit, neue geeignete ER-Fluide auf Basis von Polymerteilchen zu synthetisieren und ihre Eigenschaften in einem makroskopischen Modellaktor zu untersuchen.

Zum besseren Verständnis der Verwendung von ER-Fluiden in der Haptik und der vorliegenden Arbeit wird zunächst in Kapitel 2 näher auf den aktuellen technischen Stand von kinästhetischen und taktilen Aktorsystemen eingegangen. Im Anschluss an diese

Betrachtungen werden in Kapitel 3 einige theoretische Modellvorstellungen in Bezug auf elektrorheologische Flüssigkeiten näher vorgestellt. Kapitel 4 beschäftigt sich mit den Charakterisierungsmethoden sowie der Herstellung von ER-Fluiden, die im Modellaktorsystem zu Einsatz gekommen sind. In Kapitel 5 wird das Verhalten dieser ER-Fluide im Rheometer und im Modellaktorsystem dargestellt und diskutiert.

## 2. Haptische Systeme

Die gesellschaftliche Entwicklung hin zur Informationsgesellschaft bedingt die technische Entwicklung auf den Gebieten der Multisensorik und Aktorik neben den schon weit verbreiteten visuellen und auditorischen Möglichkeiten. Die in diesem Rahmen entwickelten Methoden und Komponenten der multimodalen Mensch-System-Schnittstelle lassen sich auch für die Präsenz in virtuellen Umgebungen einsetzen. So erlauben sie Anwendungen wie Virtual Prototyping, CAD-Systeme für Fertigung und Entwicklung, virtuelles Shopping usw.

Die wirklichkeitsnahe Telepräsenz erfordert die Vermittlung von Informationen in mehreren Modalitäten der menschlichen Wahrnehmung (visuell, auditorisch, haptisch). Die Entwicklung haptischer Schnittstellen für die Vermittlung kinästhetischer und taktiler Information an den menschlichen Bediener ist daher von entscheidender Bedeutung. Die folgende Abbildung 2.1. zeigt schematisch den prinzipiellen Aufbau eines Telepräsenz-Systems:

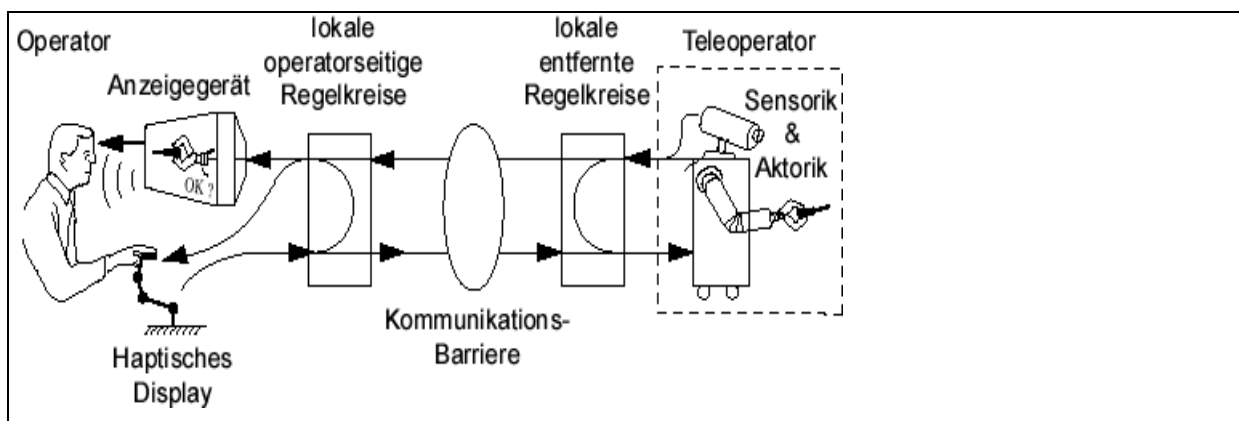


Abb. 2.1.: Schematisch prinzipieller Aufbau eines Telepräsenz-Systems [WEB1]

### 2.1. Stand der Technik bei haptischen Displays

Das Gebiet der haptischer Aktoren steht noch am Anfang seiner Entwicklung. Für jeden einzelnen Anwendungszweck ist es daher notwendig, spezielle Wiedergabe- bzw. Interaktionslösungen zu finden. In Tabelle 2.1. sind einige Möglichkeiten solcher haptischer Schnittstellen für die Vermittlung kinästhetischer und taktiler Informationen an den menschlichen Bediener aufgeführt.

Die meisten der bekannten Systeme arbeiten elektromechanisch, pneumatisch bzw. mit einer Kombination aus beiden Möglichkeiten, jedoch zeigt sich hierbei recht schnell die beschränkte Darstellungsmöglichkeit von kinästhetischen und taktilen Informationen.




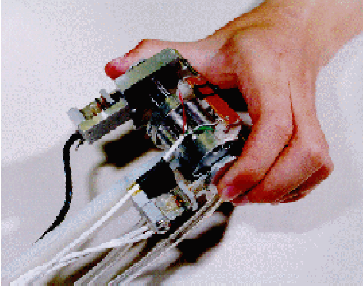

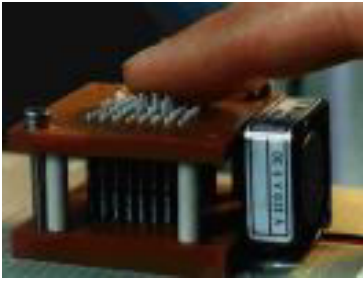
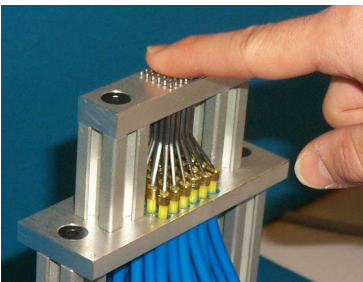
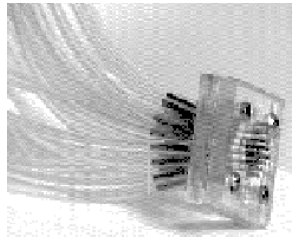
So ermöglicht das Haptische Display (Abbildung 2.2. [WEB1]) nur die Wiedergabe von kinästhetischen Informationen, d.h. die Darstellung von Feedback-Kräften bezogen auf die gesamte Hand bzw. den Arm. Die Konstruktionen PHANToM (Abb. 2.3. [WEB2]), Cybergrasp force feedback glove (Abb. 2.4. [WEB2]) und Fingermanipulator (Abb. 2.5. [WEB3]) lassen die Wiedergabe von kinästhetischen und eingeschränkt taktilen Informationen zu. Hier werden Feedback-Kräfte so dargestellt, dass auch ein „Erfühlen“ mit den Fingern möglich ist. Die taktilen Displays und Aktorarrays (Abb. 2.6. – 2.9.) lassen die Darstellung von topographischen Oberflächen durch Einzelaktoren, welche zu einem Array angeordnet sind, zu. Ein realitätsnahes „Fühlen“ ist hierbei nicht möglich, da diese Arrays nicht in der Lage sind, einzelne Kraftwerte darzustellen. Zudem ist die Ansteuerung der einzelnen Aktorzellen teilweise mit recht hohem technischen Aufwand verbunden. Die taktilen Displays (Abb. 2.6. [WEB2], 2.7. [WEB2], 2.8. [WEB4]) erzeugen die statischen Kräfte mittels elektromechanisch arbeitender Aktoren, die bautechnisch zwar recht kompakt sind, aber eine hohe Verlustleistung, d.h. eine große Wärmeentwicklung, aufweisen.

Beim Aktorarray in Abbildung 2.9. [WEB5] erfolgt die Erzeugung von Kräften pneumatisch, d.h. für jede Zelle ist eine eigene pneumatische Ansteuerung erforderlich. Aufgrund der zunehmenden räumlichen Verbreiterung der einzelnen Aktorzellen eines solchen Arrays ist eine Vergrößerung auf einige hundert Aktoren nur bedingt zu realisieren. Die Systeme der Abbildungen 2.8. und 2.9. weiten sich ausgehend von der Tastfläche hin zur elektromechanischen bzw. pneumatischen Ansteuerung räumlich stark aus. Des Weiteren ist beim pneumatischen System nur eine sehr geringe taktile Bildwiederholrate von wenigen Hertz, bedingt durch die Kompressibilität der Luft, möglich [JUN1].

Mit piezoelektrisch betriebenen Systemen lassen sich zwar recht große Kräfte erzeugen, jedoch nur verbunden mit einer Wegänderung von ca. 0,1%, was zur Folge hat, dass mechanische Wandlerysteme zum Einsatz kommen müssen. Allerdings benötigen diese viel Platz. Somit ist es nur schwer möglich, größere taktile Arrays aufzubauen [JUN2].

Der hohe technische Aufwand und Raumbedarf der pneumatischen Aktorsysteme sowie die hohe Verlustleistung der elektromechanisch arbeitenden Systeme lässt eine Vergrößerung der Tastfläche auf ca. 70 x 70 mm<sup>2</sup> (entspricht etwa 1000 Einzelaktoren) nicht zu [KHA1, MON1]. Hier bieten Aktorsysteme mit Smart Materials, wie elektrorheologischen Flüssigkeiten, eine gute Alternative. Die Flüssigkeiten lassen sich feldstärkeabhängig stufenlos von

Tabelle 2.1.: Auswahl an haptischen Schnittstellen

<p>Abb.2.2.: Fraunhofer Institut für Silicatforschung Haptisches Display [WEB1]</p>			<p>Abb.2.3.: Sensable Technologies, Inc. PHANToM [WEB2]</p>
<p>Abb.2.4.: Virtual Technologies, Inc. Cybergrasp force feedback glove [WEB2]</p>			<p>Abb.2.5.: MIT Touch Lab. Fingermanipulator [WEB3]</p>
<p>Abb.2.6.: TU Darmstadt Taktils Display mit elektromagne- tischen Aktoren (4x4) [WEB2]</p>			<p>Abb.2.7.: Forschungszentrum Karlsruhe Taktils Display (8x8) [WEB2]</p>
<p>Abb.2.8.: TU München Taktils Aktor- array (6x6) [WEB4]</p>			<p>Abb.2.9.: UC Berkeley Prototyp eines pneumatischen taktils Aktor- arrays (5x5) [WEB5]</p>

ihrer Basisviskosität bis zu einer maximalen Viskosität, welche vom ER-Fluid abhängig ist, steuern. Somit ist bei geeigneter Aktorkonstruktion auch die Kraft innerhalb der technisch vorgegebenen Grenzen stufenlos darstellbar. Die Ansteuerung der einzelnen Elemente ist nicht einfach zu lösen, da Hochspannung mit sehr kleiner Leistung geschaltet werden muss. Dies könnte über Hochspannungsschalter auf GaAs-Basis erfolgen [MON2]. Die bautechnischen Dimensionen und die geringe Verlustleistung einer solchen einzelnen Aktorzelle lassen den Aufbau von großen Arrays zu [MON1].

Die Aktorsysteme mit Smart Materials bestehen aus mehreren technischen Komponenten, wie der elektrischen Ansteuerung, einem Ensemble an Aktorelementen sowie der elektro-rheologischen Flüssigkeit. Auf die theoretischen Hintergründe zu diesen Flüssigkeiten wird im folgenden Kapitel eingegangen.

### **3. Elektrorheologie**

#### **3.1. Der elektrorheologische Effekt**

Der elektrorheologische Effekt zeigt sich durch die Änderung des makroskopischen rheologischen Verhaltens der ER-Fluide unter Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes. Die Größe des ER-Effekts hängt nicht von der Größe der elektrischen Hochspannung, sondern von der Größe der elektrischen Feldstärke ab [KLA1]. Die typischen Feldstärken befinden sich im Bereich von  $E = 1 - 5 \text{ kV/mm}$  und die Stromdichten von  $J = 1 - 100 \text{ } \mu\text{A/cm}^2$  bei  $25^\circ\text{C}$ . Als maximale Feldstärke wird aufgrund der Durchschlagsfestigkeit der ER-Fluide eine Feldstärke von typischerweise  $10 \text{ kV/mm}$  bei  $25^\circ\text{C}$  angenommen. Ein Überschreiten dieser Feldstärke führt im Allgemeinen zu einem plötzlichen hohen Stromfluss durch das ER-Fluid und stellt somit einen Kurzschluss dar. Die Folge eines solchen Kurzschlusses ist meist die irreversible chemische Veränderung des ER-Fluids, d.h. die Materialeigenschaften und somit die ER-Eigenschaften des Fluids werden permanent verändert.

Die meisten ER-Fluide zeigen einen ER-Effekt sowohl im Gleich- als auch im Wechselspannungsfeld. Hierbei ändern sie unter dem Einfluss des äußeren elektrischen Feldes binnen weniger Millisekunden reversibel ihre Fließ- und Deformationseigenschaften. Nimmt nach dem Anlegen des elektrischen Feldes die Viskosität des Fluids zu, so spricht man von einem positiven ER-Effekt. Auch der gegenteilige Effekt ist möglich [BOI1].

Auf den ER-Effekt haben mehrere Parameter, wie die Zusammensetzung des Fluids, Feldstärke, Feldfrequenz, Scherrate und Temperatur, einen Einfluss. Zur Erklärung des ER-Effekts gibt es verschiedene Erklärungs- und Lösungsansätze. Auf einige ausgewählte Ansätze wird im Verlauf dieses Kapitels näher eingegangen. So haben C.W. Wu und H. Conrad [WU1, WU2] festgestellt, dass große Unterschiede der Permittivitätszahl bzw. der Leitfähigkeit zwischen der dispersen Phase und dem Basisfluid den größten Einfluss auf den ER-Effekt bewirken. Man kann davon ausgehen, dass die Partikelkonzentration und die Partikeleigenschaften sich direkt auf den ER-Effekt auswirken. So zeigen Fluide mit einer Volumenkonzentration an Partikeln kleiner 10 Prozent so gut wie keine ER-Aktivität. Der Bereich zwischen 10 und 40 Vol% wird als optimal angesehen, da in diesem Bereich die Verstärkung der Schubspannung bzw. die Vergrößerung der Fließgrenze aufgrund des äußeren elektrischen Feldes und die Basisviskosität des ER-Fluids ohne Feld in einem ausgewogenen Verhältnis stehen. Sehr hohe Konzentrationen an Partikeln führen zu einer

Verschlechterung der Fließeigenschaften und bedingen zudem einen erhöhten Stromfluss, was eine Verringerung des ER-Effekts zur Folge hat. Der ER-Effekt beschreibt das Verhältnis der Viskositäten, mit und ohne Einwirkung eines elektrischen Feld auf das Fluid, zueinander.

So ist eine Abhängigkeit des ER-Effektes vom Partikeldurchmesser möglich [WU2]. Der maximale Teilchendurchmesser hängt aber auch von der vorgegebenen Elektrodengeometrie ab und sollte 1/10 des Elektrodenabstandes nicht übersteigen. Die verwendeten Partikel sollten einen Durchmesser im Bereich von 0,04 bis 50  $\mu\text{m}$  haben [BLO1]. Die untere Grenze ist praktisch dadurch begrenzt, Partikel mit einem definierten Durchmesser herzustellen. Neben dieser technischen Grenze gäbe es auch noch eine theoretische Grenze, nämlich die Brownsche Molekularbewegung. Dieses Limit wäre erreicht, wenn die thermische Molekularbewegung den Aufbau der Mikrostrukturen, die den ER-Effekt bedingen, verhindert. Eine Aussage über den Einfluss der Form ist bedingt durch die Herstellungsmethoden der Partikel nicht möglich, da die Partikel meist irreguläre Formen aufweisen. In der Mehrzahl der Modelle wird jedoch von einer repräsentativen kugelförmigen Gestalt ausgegangen.

Das Temperaturverhalten von ER-Fluiden ist recht komplex und meist von den einzelnen Komponenten abhängig. So können sich die Materialeigenschaften, wie z.B. die Dielektrizitätszahl [UEJ1] oder die Leitfähigkeit [WU2] drastisch ändern. Zudem können aktivierende Komponenten, wie z.B. Wasser, bei erhöhten Temperaturen verdunsten und somit zu einer Veränderung der Zusammensetzung des Fluids führen, was im Allgemeinen zu einer Abnahme des ER-Effektes führt. Bei steigender Scherrate oder Feldfrequenz wird üblicherweise der ER-Effekt kleiner [KLA1, KLA2].

Die Mechanismen, die zur Ausbildung des ER-Effektes führen, sind bis heute noch nicht lückenlos verstanden. Für partikelhaltige ER-Fluide ist unstrittig, dass der ER-Effekt auf die Polarisation, d.h. die räumliche Trennung der elektrischen Ladungsträger entlang der einzelnen ER-aktiven Teilchen, zurückzuführen ist [BLO2].

Da bisher noch keine einheitliche Theorie zur Erklärung sämtlicher Phänomene des ER-Effekts in partikelhaltigen Fluiden existiert, werden Modelle aufgeführt, mit denen man zumindest Teilaspekte des Verhaltens von ER-Fluiden erklären kann:

- **Strukturmodelle**, wie die Modellvorstellung von Kettenbildung, das Klingenberg-Zukoski-Modell, das Modell nach Filisko und Henley



- **rheologische Modelle**, wie das Bingham Modell, das Casson Modell und das Herschel-Bulkley Modell
- **elektrische Modelle**, wie die Modellvorstellung der Polarisation von Doppelschichten, das Polarisationsmodell, das Leitfähigkeitsmodell und das dielektrische Verlustmodell

### 3.2. Strukturmodelle

Die nachfolgend aufgeführten Strukturmodelle basieren auf der früheren Annahme, dass eine Polarisation der suspendierten Partikel durch das äußere angelegte elektrische Feld erreicht wird. So ist nach dem Polarisationsmodell diese Polarisation mit der Polarisation eines Dielektrikums in einem elektrischen Feld identisch. Hierbei werden die dispergierten Partikel wegen der viel höheren Permittivitätszahl deutlich stärker polarisiert als das umgebende Fluid. Das Fluid soll zudem die induzierten Dipole (Teilchen) gegeneinander isolieren. Mit dem neueren Leitfähigkeitsmodell sind die Strukturmodelle ebenfalls gut erklärbar. Bei diesem Modell ist aber nicht das Verhältnis der Polarisierbarkeiten, sondern das Verhältnis der Leitfähigkeiten zwischen den Partikeln und des Trägerfluids der entscheidende Parameter, welcher in Zusammenhang mit der Größe des ER-Effekts gebracht werden kann. Ferner lässt mit diesem Modell der auftretende Stromfluss im ER-Fluid erklären. Auf die einzelnen elektrischen Modelle wird in Kapitel 3.4. näher eingegangen.

Zu den Strukturmodellen gehören u.a.:

- das **quasistatische Modell der Kettenbildung**
- das **Klingenberg-Zukoski-Modell**
- das Modell nach **Filisko** und **Henley**

Das **quasistatische Modell der Kettenbildung** beschreibt eine ruhende ER-Suspension, die unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes mikroskopische Strukturen ausbildet. Bei diesen handelt es sich um Partikelketten, die in Richtung des E-Feldes orientiert sind. Dieses Verhalten wurde bereits von Winslow beobachtet [WIN5]. Er führte die Veränderungen der rheologischen Eigenschaften auf eine „mechanische“ Verbindung zwischen den Elektroden zurück. Bis zum heutigen Tage gibt es eine Vielzahl von Veröffentlichungen, die sich mit der Kettenbildung sowohl theoretisch als auch experimentell befassen.

So zeigen zwei fotografische Aufnahmen [CON1] einer mikroskopischen Untersuchung (Abbildung 3.2.) den Einfluss des elektrischen Feldes auf die Kettenbildung. Bei der für dieses Experiment verwendeten ERF handelt es sich um eine Suspension von Glaskugeln ( $d = 27 \mu\text{m}$ ) in einem Silikonöl ( $\eta_0 = 48 \text{ mPas}$ ). Aus [CON1] ist ferner zu entnehmen, dass die Partikel mit einem adsorbierten Wasserfilm von  $d_{\text{ad}} \approx 20 \text{ nm}$  Dicke umgeben sind und die beiden Kupferelektroden einen Abstand von  $1,2 \text{ mm}$  aufweisen. Das gesamte System ist während des Versuchs in Ruhe, d.h. es wirken keine Scherkräfte auf die Suspension ein. Das Bild 3.2.a zeigt den feldfreien Zustand und das Bild 3.2.b den Zustand  $30 \text{ s}$  nach Anlegen eines elektrischen Feldes mit  $3 \text{ kV/mm}$ . Im Feld weist das Fluid deutlich Zonen auf, die nahezu partikelfrei sind und andere, in denen die Partikel kettenförmig den Spalt überbrücken. Physikalisch betrachtet beruht der Effekt der Kettenbildung auf Dipolkräften. Diese beschreiben die Bewegung von neutralen Festkörperpartikeln, die aufgrund einer Polarisierung in einem inhomogenen elektrischen Feld zu wandern beginnen. Für die physikalische Erklärung der Entstehung von Partikelketten muss die Feldverteilung des elektrischen Feldes in dem ER-Fluid betrachtet werden.

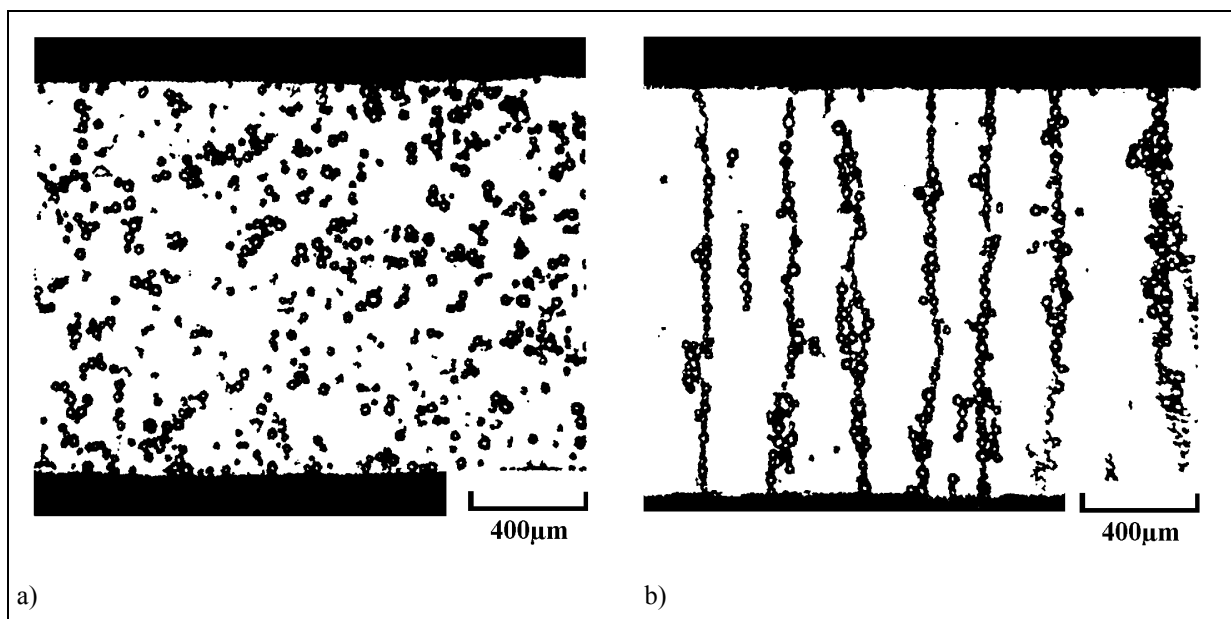


Abbildung 3.2. Fotografische Aufnahmen einer mikroskopischen Untersuchung des Einflusses eines elektrischen Feldes auf die Kettenbildung (ohne elektrisches Feld (a);  $30 \text{ s}$  nach Anlegen eines elektrischen Feldes von  $3 \text{ kV/mm}$  (b))

Innerhalb gewisser Grenzen stellt hierfür ein Plattenkondensator, der mit einer Flüssigkeit mit der Permittivitätszahl  $\epsilon_F$  zwischen den Elektroden gefüllt ist und den Plattenabstand  $h$  aufweist, ein mögliches Modell dar [HUA1]. Über dem Fluid liegt eine Hochspannung  $U$  an. Das hieraus resultierende Feld kann als homogen mit der Feldstärke  $E = U / h$  angesehen werden. Wird in dieses Feld nun ein Festkörperpartikel der Höhe  $h_p$  und einer relativ großen

Permittivitätszahl  $\epsilon_p$  ( $\epsilon_r \gg \epsilon_f$ ) gebracht, so wird dieses - wie Abbildung 3.3. dargestellt - durch das äußere Feld polarisiert. Die Ladungen haben ein entgegengesetztes Vorzeichen gegenüber der nächsten Kondensatorplatte. Im Inneren des Partikels entsteht somit ein elektrisches Feld, welches dem Kondensatorfeld entgegenwirkt. Dies verursacht eine Schwächung des elektrischen Feldes  $E_1$  im Partikelinneren. Was zur Folge hat, dass die Feldstärke im Partikel nur noch  $E / \epsilon_p$  beträgt. Dem gegenüber ist die Feldstärke  $E_2$  zwischen dem Partikel und den Kondensatorplatten größer als die Feldstärke  $E$  des Kondensators, weil bedingt durch die Oberflächenladung des Partikels ein elektrisches Feld  $E_1$  entsteht, das dem äußeren Feld  $E$  überlagert ist. Da sich aber die angelegte Spannung  $U$  und der Plattenabstand nicht ändern, ist das elektrische Feld im Fluid zwischen den Elektroden ohne Partikel ( $E$ ) und im Fluid zwischen den Elektroden mit Partikel ( $E_2$ ) identisch. Daraus folgt nach [BUR1, KOH1] für die Feldstärke  $E_2$ :

$$E_2 = \frac{\frac{U}{h}}{1 - \frac{h_p \left(1 - \frac{\epsilon_f}{\epsilon_p}\right)}{h}} \quad \text{Gl 3.1.}$$

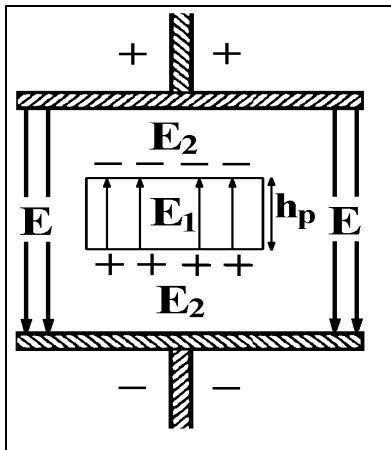


Abbildung 3.3. Teilchen in einem äußeren elektrischen Feld

Wegen der größeren Feldstärke  $E_2$ , die zwischen dem Partikel und den entsprechenden Kondensatorplatten besteht, wandern andere benachbarte Partikel in den Bereich  $E_2$ , bis ein energetisch günstiger Zustand (Kettenstrukturen) erreicht ist, wie er in Abbildung 3.2.b zu sehen ist. Wird eine solche Kette einer Scherbeanspruchung, z.B. durch Verschieben einer Kondensatorplatte gegen die zweite unter Beibehaltung des Abstands zueinander ausgesetzt, wird die Kette deformiert. Für die Deformation wird eine Kraft beansprucht, die proportional zum angelegten elektrischen Feld ist. Überschreitet die Kraft einen bestimmten Wert, so brechen die Ketten auseinander und das Fluid beginnt zu fließen. Die Kraft bzw. die Grenze,

ab der das Fluid zum ersten Mal zu fließen beginnt, bezeichnet man als Fließgrenze. Nach Überschreiten dieser Grenze brechen die Ketten und es bilden sich zwischen den Elektroden unterschiedliche Zonen aus. Charakteristisch für diese Zonen ist der sich einstellende Gleichgewichtszustand zwischen dem Kettenabbau, bedingt durch die mechanische Scherbeanspruchung, und dem Kettenaufbau, bedingt durch das angelegte äußere elektrische Feld.

Das **Klingenberg-Zukoski-Modell** [KLI1] beschreibt die Ausbildung von Zonen, wie sie bereits in diesem Kapitel erwähnt wurden. Die Abbildung 3.4. zeigt die Ausbildung einer Gleitzzone (Scherzone), die sich auf der Mittelebene zwischen den beiden Elektroden befindet. In der Nähe der Elektroden bilden sich hingegen Zonen mit festkörperartigen Strukturen aus, die zumindest teilweise an den Elektroden haften. Die festkörperartigen Strukturen können in der Gleitzzone aufeinander abgleiten und somit der Deformation folgen. Ein anderes Modell nach Douglas et al. (Abbildung 3.5.) geht im Gegensatz dazu davon aus, dass die Kettenstrukturen frei im gesamten Flüssigkeitsraum driftend beweglich sind. Mit steigender Scherbewegung neigen diese Strukturen dazu in Richtung der Deformation zu brechen [HAL1] und werden zerstört.

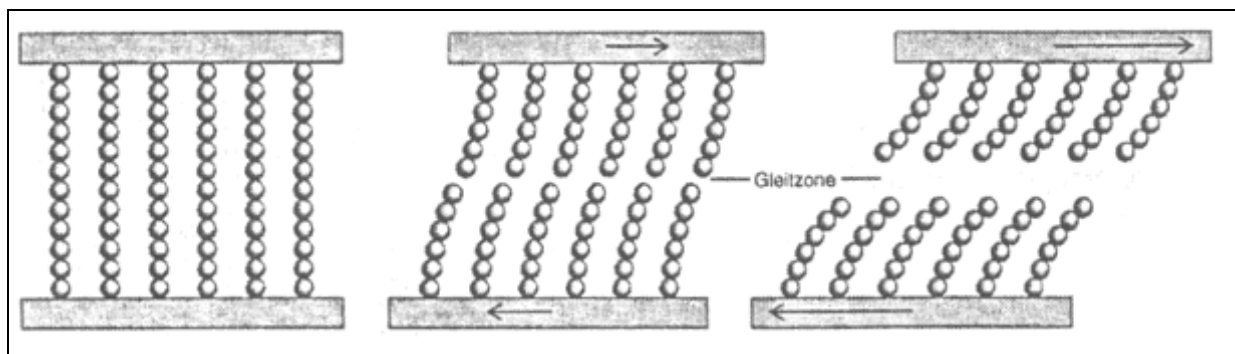


Abbildung 3.4.: Deformationsverhalten von ER-Fluiden oberhalb der Fließgrenze unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes nach Klingenberg-Zukoski [HAL1]

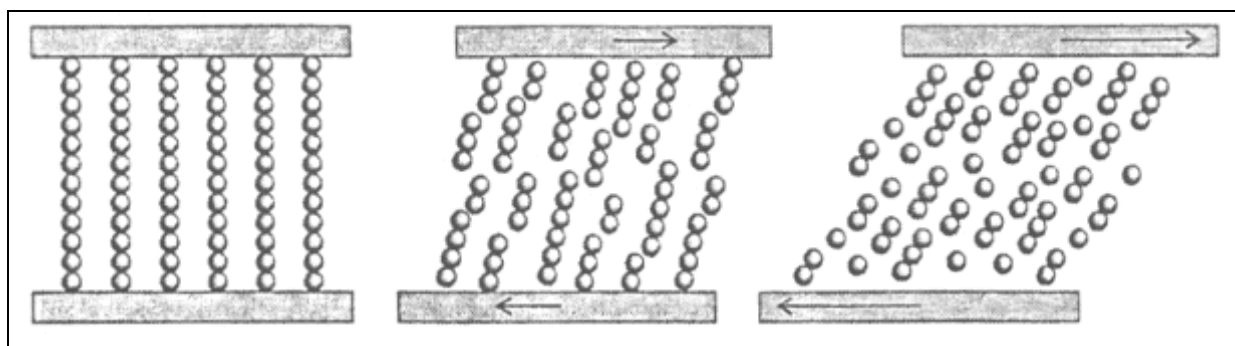


Abbildung 3.5.: Deformationsverhalten von ER-Fluiden oberhalb der Fließgrenze unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes nach Douglas u.a. [HAL1]

Sowohl die Existenz der Fließgrenze (qualitativ und quantitativ) als auch die quadratische Abhängigkeit von der Feldstärke des äußeren elektrischen Feldes lassen sich, in Kombination

mit elektrischen Modellen (Kap.3.4.), sowohl mit dem Modell der Kettenbildung als auch dem Klingenberg-Zukoski-Modell, welche das Ausbilden von Mikrostrukturen beim ER-Effekt beschreiben, erklären [WIN1]. Diese beiden Modelle zeigen jedoch auch Schwächen. So ist für die Ausbildung der Strukturen ein Materialtransport innerhalb des Fluids nötig, der jedoch nicht in so kurzer Zeit erfolgen kann. Der Zeitraum zur Ausbildung von Strukturen würde, bedingt durch den Materialtransport (Partikelwanderung), einige Sekunden bis wenige Minuten betragen [WEI1]. Im Experiment tritt jedoch der ER-Effekt binnen Millisekunden nach Anlegen des äußeren elektrischen Feldes auf [WEI1]. Einen weiteren Schwachpunkt zeigt das Experiment von Klingenberg und Zukoski [KLI1] auf. So lassen sich bei Scherraten ( $D \geq 10 \text{ s}^{-1}$ ) keine mikroskopischen Strukturen, die zur Kettenbildung führen, mehr beobachten, dennoch ist die Viskosität mit angelegtem elektrischen Feld größer als im Nullfeld. Dieser Befund widerspricht dem Kettenmodell, bei dem demnach hier beide Viskositätszustände identisch sein müssten, da keine Mikrostrukturen ausgebildet werden. Um diesen Widerspruch zu lösen, entwickelten Klass und Martinek [KLA1, KLA2] einen Erklärungsansatz: Das Modell der Polarisierung von Doppelschichten ( Kapitel 3.4.).

Einen anderen Lösungsansatz zur Erklärung des ER-Effekt haben **Filisko** und **Henley** aus ihren experimentellen Ergebnissen entwickelt. Sie gingen, wie andere Wissenschaftler auch, zunächst vom Kettenmodell aus, d.h. unter einem äußeren elektrischen Feld finden sich die Partikel des ER-Fluids in Mikrostrukturen, welche statistisch verteilt sind, längs der Feldlinien zusammen. Ihr alternatives Modell führt gegenüber dem Kettenmodell jedoch bei Scherbelastung zu keinem Bruch der Mikrostrukturen, sondern zur Ausbildung von größeren Strukturen (Lamellen), die durch Zusammenpacken der Mikrostrukturen entstehen. Diese Lamellenstrukturen haften immer noch an einer der Elektroden. Die Scherung findet längs der durch die Lamellen aufgespannten Ebenen statt.

Der Abbildung 3.6. ist zu entnehmen, dass diese Lamellenstrukturen durch den Einfluss der Scherung entstehen. Bei Abbildung 3.6.a ist der Einfluss des elektrischen Feldes auf ein ER-Fluid (Amberlite200<sup>®</sup> in Parafinwachs) ohne Scherung, bei den Abbildungen 3.6.b bis d mit Scherung auf erstarrte Fluide mit steigender Partikelkonzentration zu sehen [HEN1].

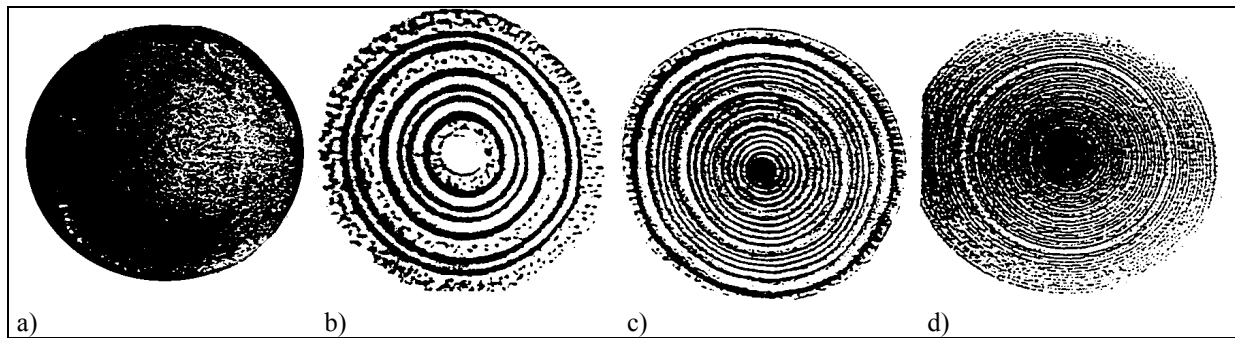


Abb. 3.6.: Einfluss des elektrischen Feldes (4 kV/mm) auf die (Lamellen-)Struktur eines ER-Fluids (a) ohne und (b - d) mit Scherung und verschiedenen Partikelkonzentrationen {b) 5 %; c) 6,6 %; d) 30 %} [HEN1]

In den Abbildungen 3.6. b bis d erkennt man, dass sich zwischen den Ringlamellen helle Ringe ausbilden, die nur aus der Matrixflüssigkeit ohne Partikel bestehen. Die Stärke der einzelnen Lamellen hängt von der Konzentration der Partikel und der elektrischen Feldstärke ab [HEN1].

Anhand der Abbildung 3.7. lässt sich die alternative Modellvorstellung nach Filisko und Henley beschreiben. Unter dem Einfluss des elektrischen Feldes und der Scherung bilden sich konzentrische Ringe von Partikelstrukturen (Lamellen) aus, wie man der Abbildung 3.7. entnehmen kann. Die einzelnen Lamellen haften wechselweise an einer der beiden Elektroden und bewegen sich mit einem Abstand zueinander. Die zwischen den Lamellen befindliche Matrixflüssigkeit wird geschert. Die zur Scherung aufzuwendende Kraft hängt von der Partikelkonzentration ab. So ist die Anzahl bzw. Größe der Lamellen bei Suspensionen mit niedriger Partikelkonzentration geringer als bei hoher. Da aber die Scherung entlang der aufgespannten Ebenen zwischen den Lamellen erfolgt, erhöht sich die Scherfläche mit steigender Partikelkonzentration, d.h. höherer Lamellenanzahl pro Volumen. Dies wiederum macht sich in der Erhöhung der Viskosität bemerkbar.

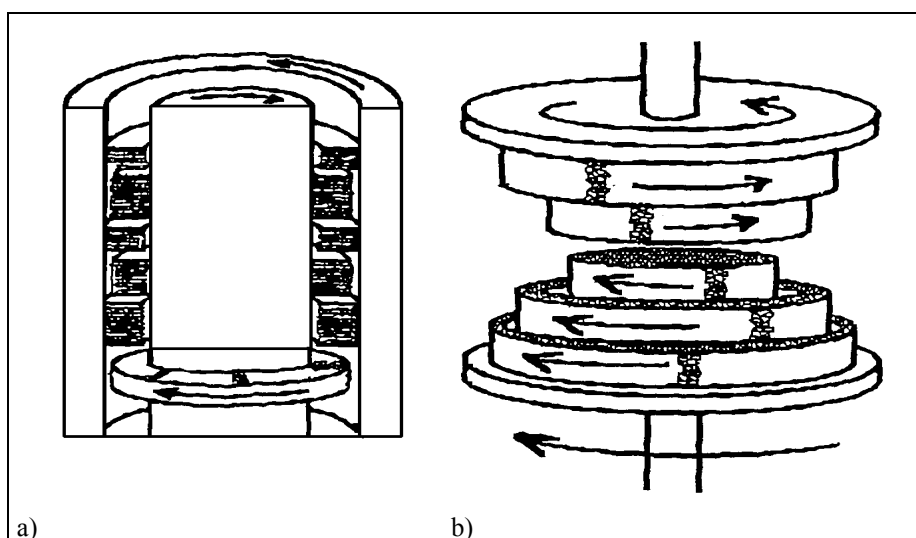


Abb. 3.7. Modellvorstellung des Verhaltens eines ER-Fluids unter dem Einfluss des elektrischen Feldes und Scherung nach Filisko und Henley (a) im Zylindersystem und (b) zwischen parallel rotierenden Platten [HEN1]

Die alternative Modellvorstellung greift einige Schwächen des Kettenmodells auf, wie z.B. den Materialtransport durch Partikelwanderung, und kann diese durch realitätsnähere und genauere experimentelle Befunde erklären. Allerdings setzt auch dieses Modell einen Stofftransport voraus, da die Lamellenstrukturen unter Feldeinfluss zunächst entstehen müssen. Dieser Stofftransport ist laut den rheologischen Messungen sehr schnell ( $\sim 0,1$  s) und nutzt scheinbar als treibende Kraft das angelegte Scherfeld aus [HEN1]. Die schnellere Ansprechzeit der ER-Fluide nach Anlegen des elektrischen Feldes von einigen Millisekunden lässt sich aber nicht allein durch diese Form des Stofftransportes erklären; hier liegt wahrscheinlich noch ein anderer der Effekt, wie die Polarisierung der Doppelschichten (Kap. 3.4.), vor.

### 3.3. Rheologische Modelle

Die rheologischen Modelle beschreiben das makroskopisch rheologische Verhalten von ER-Fluiden mit verschiedenen mathematischen Ansätzen. Auf eine Auswahl dieser Ansätze (Modelle) soll im Folgenden eingegangen werden:

- das **Bingham Modell**
- das **Casson Modell**
- das **Herschel-Bulkley Modell**

Die drei Modellansätze gehen von einer Fließgrenze für das ER-Fluid aus. Dieses wird einem äußeren elektrischen Feld ohne gleichzeitige Scherung ausgesetzt. Binnen kürzester Zeit bilden sich aus den Partikeln der Suspension Mikrostrukturen aus. Das Entstehen dieser Mikrostrukturen zeigt sich in der Fließkurve des ER-Fluids durch Ausbilden einer Fließgrenze  $\tau_f$ . Diese entspricht einer definierten Kraft pro Flächeneinheit. Unterhalb der Grenze wird angenommen, dass sich das Fluid wie ein Festkörper verhält. Oberhalb der Fließgrenze beginnt das Fluid zu fließen, d.h. die Kraft, die auf das Fluid wirkt, ist größer als der Kraftwert der Fließgrenze. Die Fließgrenze von ER-Fluiden lässt sich auf zwei Arten bestimmen: dynamisch oder statisch. Den Wert der dynamischen Fließgrenze ( $\tau_{f,d}$ ) erhält man durch Extrapolation der gemessenen Fließkurve bei vorgegebener Scherratenvariation und Extrapolation gegen  $D = 0 \text{ s}^{-1}$ .

Um die statische Fließgrenze ( $\tau_{f,s}$ ) zu ermitteln, wird das Fluid einer bestimmte Zeit dem äußeren elektrischen Feld ausgesetzt und anschließend von Null an mit steigender Kraft belastet. Durch den zeitlichen Ablauf können sich vor der Belastung des Fluids Mikrostrukturen entwickeln, welche aufbrechen, wenn die Fließgrenze erreicht ist [WEI1].

Wird ein ER-Fluid einer Scherbelastung bei anliegendem äußeren elektrischen Feld ausgesetzt, geht man davon aus, dass es sich wie ein Festkörper bis zum Erreichen der statischen Fließgrenze verhält. Der Zusammenhang zwischen der Deformation ( $\gamma$ ) und der Schubspannung ( $\tau$ ) lässt sich wie folgt beschreiben:

$$\tau = G(E) \cdot \gamma \quad \text{allgemein: } G = G(E, \gamma) \quad \text{Gl 3.2.}$$

Bei einem ER-Fluid mit positiven ER-Effekt nimmt das Schubmodul  $G$  mit steigender Feldstärke zu.

Wenn ER-Fluide nach dem Überschreiten der Fließgrenze ( $\tau_f$ ) einen linearen Zusammenhang zwischen der Schubspannungsdifferenz ( $\tau - \tau_f$ ) und der Scherrate ( $D$ ) aufzeigen, so verhalten diese sich entsprechend dem **Bingham Modell**.

$$\tau = \tau_f(E) + \eta_B \cdot D \quad \text{für } \tau > \tau_f \quad \text{Gl 3.3.}$$

$$\eta = \begin{cases} \infty & \text{für } \tau \leq \tau_f \\ \frac{\tau_f(E)}{D} + \eta_B & \text{für } \tau > \tau_f \end{cases} \quad \text{Gl 3.4.}$$

Die konstante Bingham-Viskosität wird mit  $\eta_B$  bezeichnet. Im Experiment wurden einige Fluide gefunden, deren Verhalten durch diese Formel gut beschrieben werden kann. Dies gilt besonders bei Feststoffsuspensionen, die eine Fließgrenze besitzen. In der folgenden Abbildung 3.8. ist der schematische Verlauf eines solchen Bingham Plots wiedergegeben.

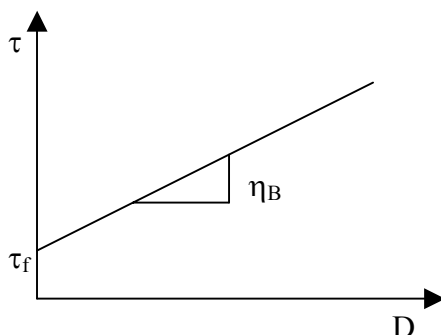


Abbildung 3.8.: Bingham Plot [WUN1]



Das **Casson Modell** ist ähnlich dem Bingham Modell aufgebaut. Es existieren jedoch keine linearen Zusammenhänge beim Überschreiten der Fließgrenze  $\tau_f$  wie beim Bingham Modell, sondern die Parameter sind komplexer miteinander verknüpft. Die Casson Viskosität  $\eta_c$  ist eine Konstante in diesem Modell. Der graphische Verlauf, der Casson Plot, ist in Abbildung 3.9. dargestellt.

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_f} + \sqrt{\eta_c \cdot D} \quad \text{für } \tau > \tau_f \quad \text{Gl 3.5.}$$

$$\eta = \frac{\tau_f + 2 \cdot \sqrt{\tau_f \cdot \eta_c \cdot D} + \eta_c \cdot D}{D} \quad \text{für } \tau > \tau_f \quad \text{Gl 3.6.}$$

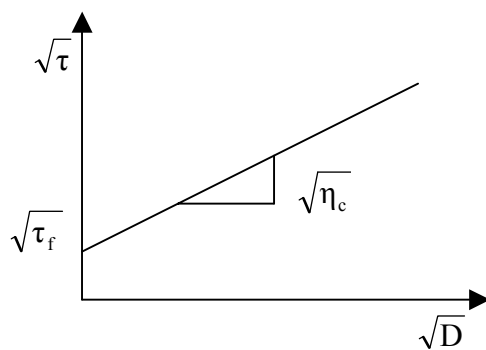


Abbildung 3.9.: Casson Plot [WUN1]

Es gibt auch Fluide, deren Viskosität bei steigender Scherbelastung zu- bzw. abnimmt. Besitzen solche Fluide keine Fließgrenze, so lassen sich diese oft, zumindest abschnittsweise, mit dem Power-Law Modell beschreiben:

$$\tau = m \cdot D^n \quad \text{für } D \neq 0 \quad \text{Gl 3.7.}$$

Bei diesem Modell sind  $m$  und  $n$  Konstanten. Für  $n > 1$  liegt eine scherverdickende oder auch eine dilatante Substanz vor. Für  $n < 1$  nennt man die Fluide strukturviskos oder pseudoplastisch. Ist ein ähnliches Fließverhalten auch noch mit einer Fließgrenze gekoppelt, so kann man diese Fluide mit dem **Herschel-Bulkley Modell** beschreiben. Die Abbildung 3.10. zeigt eine solche Auftragung nach Herschel-Bulkley.

$$\tau = \tau_f + m \cdot D^n \quad \text{für } \tau > \tau_f \quad \text{Gl. 3.8.}$$

$$\eta = \frac{\tau_f}{D} + m \cdot D^{n-1} \quad \text{für } \tau > \tau_f \quad \text{Gl. 3.9.}$$

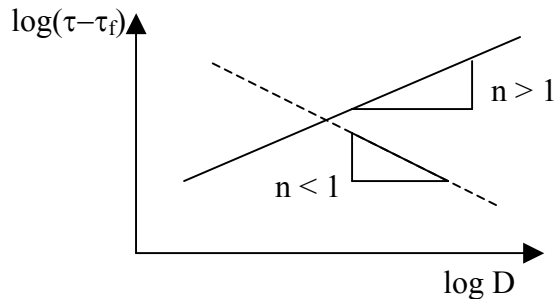


Abbildung 3.10.: Fließkurvenauftragung nach dem Modell von Herschel-Bulkley [WUN1]

### 3.4. Elektrische Modelle

Neben den strukturellen und rheologischen Ansätzen zur Beschreibung gibt es noch weitere Modellansätze, die sich mit dem ER-Effekt beschäftigen. Im Folgenden wird auf ausgewählte elektrische Modellansätze näher eingegangen:

- **Polarisation von Doppelschichten**
- **Polarisationsmodell**
- **Leitfähigkeitsmodell**
- **dielektrisches Verlustmodell**

Die **Polarisation von Doppelschichten** beschreibt die Viskositätsveränderung eines ER-Fluids bei Scherbelastung unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes. So kommt es an der Oberfläche der suspendierten Partikel durch Anlagerung von freien Ionen zur Ausbildung einer Doppelschicht. Die freien Ionen werden durch die Additive (hochpolare Flüssigkeiten) im Fluid zur Verfügung gestellt und steigern somit die ER-Aktivität der Suspension. Die Ionen richten sich unter dem Einfluss des äußeren elektrischen Feldes in eine Vorzugsrichtung aus, die eine Deformation der Doppelschichten um die Ionen bewirkt. Die Abbildung 3.11. zeigt dies schematisch. Die Geschwindigkeit mit der diese Ausrichtung erfolgt, geschieht binnen weniger Millisekunden nach Anlegen des äußeren elektrischen Feldes. Durch den Einfluss von Scherbewegungen wird die Lage der Partikel relativ zueinander verändert, was aber gleichzeitig die Änderung der Wechselwirkung zwischen den Doppelschichten bedeutet, d.h. die Viskosität ändert sich analog dazu. Voraussetzung für dieses Modell ist allerdings, dass eine ausreichend hohe Ladungsträgerkonzentration im Fluid vorhanden ist, d.h. dass Stromfluss unter Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes stattfindet [HUA1].

Mit diesem Modell lassen sich gut die Veränderungen der rheologischen Eigenschaften, die innerhalb weniger Millisekunden erfolgen, qualitativ beschreiben. Der dem Modell zugrunde liegende Mechanismus der polarisierten Doppelschicht ist jedoch als Primäreffekt innerhalb des ER-Fluides nach dem Anlegen des äußeren elektrischen Feldes anzusehen, weil die Größenordnung dieses Effekts mit Sicherheit kleiner ist als der Effekt, der mit der Ausbildung von Mikrostrukturen zu erreichen ist (vgl. Kap. 3.2.) [WEI1].

Mit dem Modell kann man zwar die Viskositätserhöhung auch bei hohen Scherraten trotz Zerstörung der Mikrostruktur erklären, jedoch versagt es bei (partikelhaltigen) ER-Fluiden, die eine Fließgrenze aufweisen. Hierbei ist davon auszugehen, dass sowohl die Strukturbildung (Kettenmodell) als auch die Polarisation der Doppelschichten nebeneinander vorliegen. Welcher Mechanismus stärker ausgeprägt ist, ist von der Art des Experimentes abhängig.

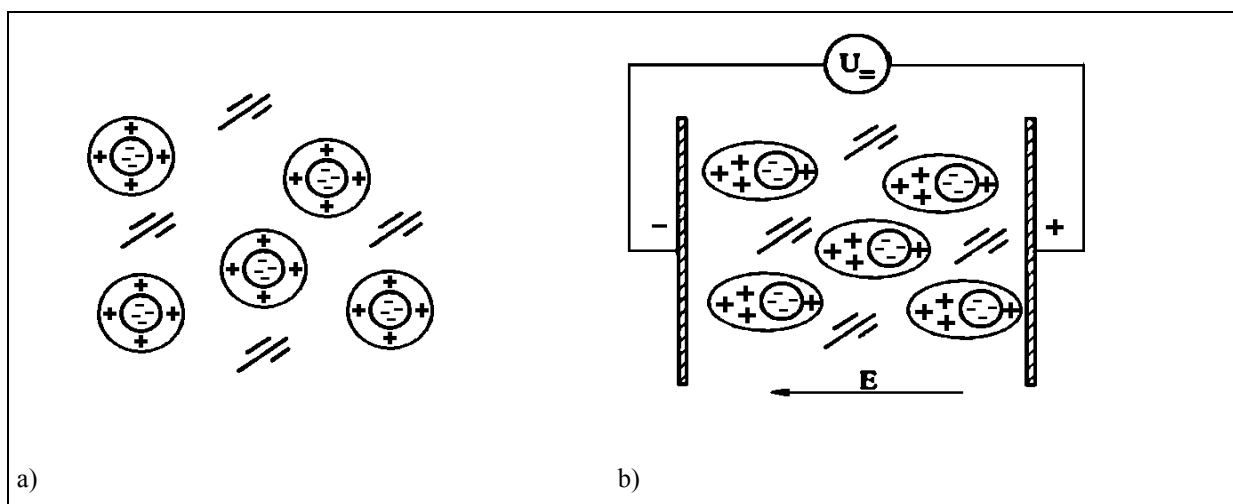


Abb. 3.11. Polarisation und Form der Doppelschicht eines ER-Fluids (a) ohne und (b) mit äußerem elektrischem Feld [SCH1]

Beim **Polarisationsmodell** werden Materialparameter, wie das Verhältnis der Dielektrizitätszahlen zwischen Partikel und Fluid, der Partikelvolumenanteil, die elektrische Feldstärke etc., mit rheologischen Eigenschaften der Suspension in Kombination mit mikrostrukturellen Eigenschaften gebracht. Bei einem idealisierten physikalischen ER-Modellsystem, bei dem die Partikel eine uniforme harte dielektrische Sphäre mit einem Durchmesser  $2r$  bei einer realen Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_p$  aufweisen und in einer Newton'schen Flüssigkeit mit realer Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_m$  dispergiert sind, ist die elektrostatische Kraft  $F$  abhängig von der Differenz der Dielektrizitätszahlen zwischen den Partikeln und dem Fluid [ADR1, CHE1, AND1, CLA1, TAO3, DAV1, DAV2, DAV3]. Allgemein bringt dies die Gleichung 3.10. zum Ausdruck. In dieser stellt  $F$  die elektrostatische Kraft, die zwischen einem Partikel und

der kontinuierlichen Phase (Fluid) herrscht, dar.  $k$  ist eine Konstante des Systems und  $f$  ist ein Parameter, welcher wie folgt definiert ist:  $f = (g - 1) / (g + 2)$ , wobei  $g$  das Verhältnis der Dielektrizitätskonstanten widerspiegelt ( $g = \epsilon_p / \epsilon_m$ ). Der Parameter  $S$  ist ein Faktor, der mit der Partikelmikrostruktur in Verbindung steht.

$$F = k \epsilon_m (2r)^2 f^2 E^2 S \quad [\text{HAO1}] \quad \text{Gl. 3.10.}$$

Das Polarisationsmodell ist aber nicht in der Lage, experimentelle Beobachtungen, wie die Abhängigkeit der rheologischen Eigenschaften von der Feldfrequenz und der Partikelleitfähigkeit, zu erklären.

Eine Modifikation des Polarisationsmodell stellt das **Leitfähigkeitsmodell** dar. Atten [ATT1] und Foulc [FOU1] entwickelten ein Leitfähigkeitsmodell, bei dem sich der ER-Effekt über das Verhältnis der Leitfähigkeiten der Partikel zum Fluid  $\Gamma = \sigma_p / \sigma_f$  erklären lässt.

Mit dem Leitfähigkeitsmodell lassen sich auch ER- Phänomene, wie Stromfluss und Temperaturabhängigkeit, theoretisch begründen [HAO1], ferner kann auch das Phänomen des negativen ER-Effekts erklärt werden. Das Leitfähigkeitsmodell nach Atten und Foulc entwickelten Wu und Conrad [WU2] weiter. Das Modell von Wu und Conrad beinhaltet die nichtlineare Leitfähigkeit von Flüssigkeiten, unterscheidet aber nicht mehr zwischen zwei deutlich erkennbaren Zonen, wie bei Atten und Foulc. Des Weiteren muss bei diesem Modell nicht mehr ein Potentialausgleich der Partikeloberfläche angenommen werden. Das Modell macht die Unterscheidung nach der Größe des angelegten äußeren Feldes notwendig [WU2, WU3]. So steigen bei kleinem angelegten elektrischen Feld die Kräfte zwischen den Partikeln quadratisch an, während der Anstieg der Kräfte zwischen den Partikeln bei hohem angelegtem elektrischen Feld linear erfolgt, was aus den Gleichungen 3.11., 3.12. hervorgeht [WU2].

So gilt bei kleinem angelegten elektrischen Feld, welches sich in der Größenordnung des kritischen Feldes ( $E_c$ ) bewegt:

$$F \approx 4\pi a^2 \epsilon_f K_\Gamma^2 \Gamma^2 E_0^2 \quad [\text{WU2}] \quad \text{Gl. 3.11.}$$

Bei einem angelegten elektrischen Feld, welches ca. zwei Zehnerpotenzen größer als  $E_c$  ist, gilt für die Kräfte zwischen den Partikeln:

$$F = 2\pi a^2 \epsilon_f E_c E_0 \left\{ \ln \left[ (10\Gamma / \pi) (2 E_0 / E_c)^{0,5} \right] \right\}^2 \quad [\text{WU2}] \quad \text{Gl. 3.12.}$$

Da die Summe der Kräfte zwischen den Partikeln direkt proportional mit der Schubspannung sind, wirkt sich folglich die von Wu und Conrad gemachte Unterscheidung zwischen niedrigem Feld und hohem Feld auch auf die Vorhersage der zu erwartenden Schubspannung aus.

Mit dem Leitfähigkeitsmodellen nach Wu und Conrad [WU2, WU3] lassen sich neben Aussagen zu den attraktiven Kräften, die zwischen den Partikeln unter dem Einfluss eines elektrischen Feldes wirken, Aussagen zum Stromfluss zwischen den Partikeln der ER-Fluide treffen. Basierend auf Gleichung 3.13. (entnommen der Literatur [WU3]) kann die Leitfähigkeit der Trägerflüssigkeit beschrieben werden als

$$\sigma_f(x) = \sigma_f(0) \{ 1 - A + A \exp[(E(x) / E_c)^{0,5}] \}. \quad [\text{WU3}] \quad \text{Gl. 3.13.}$$

Unter Berücksichtigung der Definition von

$$\sigma_f = d j / d E \quad [\text{WU3}] \quad \text{Gl. 3.14.}$$

ergibt sich für die Stromdichte  $j(x)$  zwischen zwei Partikeln:

$$j(x) = \sigma_f(0) \{ (1 - A) + A \exp[(E(x) / E_c)^{0,5}] \} E(x) \quad [\text{WU3}] \quad \text{Gl. 3.15.}$$

Die durchschnittliche Stromdichte einer Einfachkette von Partikeln ergibt sich daher wie folgt:

$$J = \frac{2}{a^2} \int_0^a x j(x) dx \quad (\text{mit } a = \text{Partikelradius}) \quad [\text{WU3}] \quad \text{Gl. 3.16.}$$

Die Stromdichte einer Kette hängt folglich vom Leitfähigkeitsverhältnis  $\Gamma$ , der Leitfähigkeit des Trägerfluids ohne Feld  $\sigma_f(0)$ , der kritischen Feldstärke  $E_c$ , der Konstanten  $A$  und der elektrischen Feldstärke  $E_0$  ab. Für eine ER-Suspension wird die Stromdichte abgeschätzt durch

$$J = \frac{3\phi}{a^2} \int_0^a x j(x) dx \quad (\text{mit } \phi = \text{Partikelvolumenfraktion}) \quad [\text{WU3}] \quad \text{Gl. 3.17.}$$

Wenn die maximale Sättigung zwischen der flüssigen Phase und sich zwei nahezu berührenden Partikeln vorliegt, kann die Stromdichte näherungsweise mit einem 10%igen Fehler wie folgt ausgedrückt werden:

$$J \approx 2 \sigma_f(E_m) E_0 \quad (\text{mit } E_m = \text{maximal mögliche Feldstärke}) \quad [\text{WU3}] \quad \text{Gl. 3.18.}$$

Das **dielektrische Verlustmodell** von Hao und Mitarbeitern [HAO2, HAO3, HAO4] dient dem Verständnis der ER-Mechanismen und basiert auf experimentellen Ergebnissen. Das Modell setzt zwei dynamische Prozesse voraus. Der erste ist die Polarisation der Partikel, hier ist der wichtige Parameter die Dielektrizitätszahl der Partikel. Im zweiten Prozess richten sich die Partikel entlang der Feldlinien aus. Bei diesem Schritt wurde bei den Partikeln ein dielektrischer Verlust festgestellt. Der zweite Prozess macht den Unterschied zwischen Nicht-ER-Partikeln und ER-Partikeln aus. Beide Partikel können im elektrischen Feld polarisiert werden, jedoch richten sich nur die ER-Partikel entlang der Feldlinien aus und bilden Kettenstrukturen (Abb. 3.12.). Als möglicher Grund ist der vergleichsweise hohe dielektrische Verlustwinkel ( $\tan \delta$ ), vor allem zwischen 0,1 und 100 kHz, zu nennen. Hierbei wird eine große Anzahl von gebundenen Oberflächenladungen erzeugt, was bedingt, dass sich die Partikel entlang des Feldes ausrichten. Bei Nicht-ER-Partikeln bilden sich nicht genügend gebundene Oberflächenladungen. Die ERF weist somit nur einen kleinen dielektrischen Verlustwinkel auf.

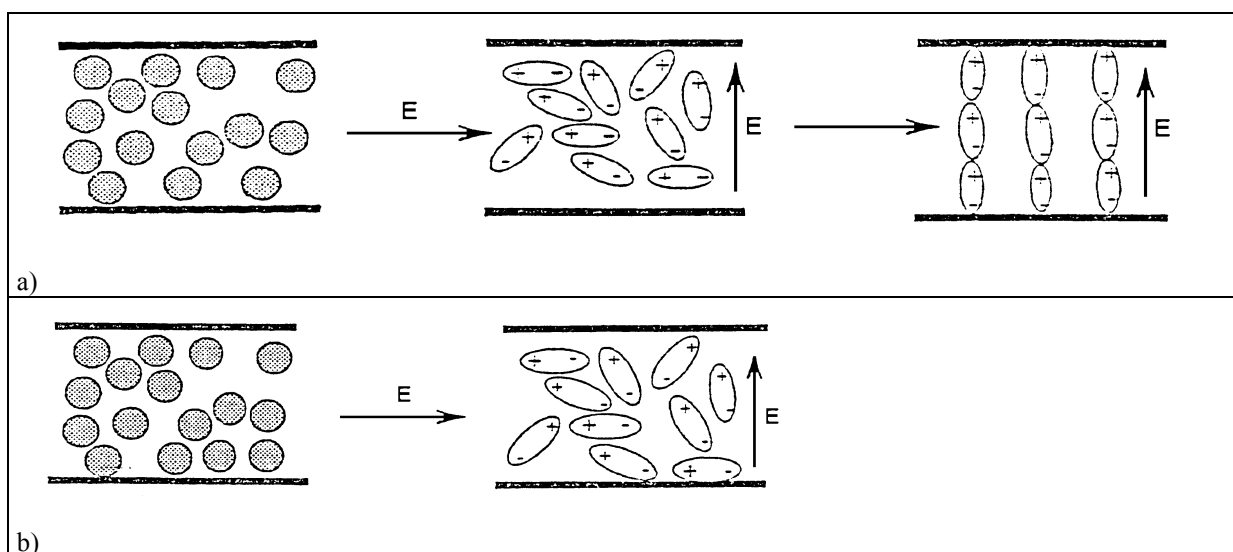


Abb. 3.12.: Schematische Darstellung der (a) ER- und (b) Nicht-ER-Partikel vor und nach Anlegen eines äußeren elektrischen Feldes [HAO2].

### 3.5. Elektorheologische Fluide (ERF) mit dispergierten Teilchen

Die in den vorangegangenen Unterkapiteln 3.1. bis 3.4. beschriebenen Modelle gehen auf eine Entdeckung Ende der vierziger Jahre des 20. Jahrhunderts zurück. Damals berichtete Winslow von Fluiden, die unter dem Einfluss eines elektrischen Feldes ihre Viskosität so stark änderten, dass sie einen gelartigen Zustand annahmen. Das Erreichen dieses Zustandes stellte sich binnen weniger Millisekunden ein. Hierbei wurden die Fluide Feldstärken von einigen tausend Volt pro Millimeter ausgesetzt [WIN1]. Winslow führte seine Versuche mit Fluiden durch, die sich in ihrer Zusammensetzung von heutigen ER-Fluide unterschieden. Er verwendete dabei Silikatpartikel in einem elektrisch nahezu nichtleitenden Öl [WIN2, WIN3, WIN4].

Heute stellt man solche partikelhaltigen ER-Fluide aus einem (nahezu) nichtleitenden Trägerfluid mit geringer Permittivitätszahl sowie unterschiedlichsten Festkörperpartikeln mit hoher Permittivitätszahl her, die im Trägerfluid suspendiert sind. Als Trägerfluid (Dispersanz) kommen vor allem verschiedenste Öle (z.B. Mineral- und Silikonöle) zum Einsatz, während die Partikel (Dispersum) aus anorganischen Materialien, wie Oxiden, aber auch aus organischen Polymeren bestehen können. Tabelle 3.1. listet einige Zusammensetzungen von ER-Fluiden auf. Umfangreiche Informationen und weitere Zusammensetzungen zu partikelhaltigen ERF findet man z.B. in den Literaturstellen [BLO1] und [WAN1].

Tabelle 3.1.: Zusammensetzungen von einigen partikelhaltigen ER-Fluiden

Partikel	Trägerfluid	Additive	Literatur
Zeolithe	Mineralöl, Silikonöl	Wasser, Elektrolyte	[HAO1]
karbonisierte Partikel	Mineralöl, Xylol		[BLO3]
vernetztes Polyvinylsilan	Fluorsilikonöl	Elektrolyte	[POD1]
Polyaniline	Silikonöl		[GUW1,PIA1]
modifizierte Cellulose	Silikonöl, Paraffin	Wasser, Elektrolyte	[BLO1]
Phenolharze	bromierte Kohlenwasserstoffe	Wasser	[BLO1]
sulfonierte Polymerpartikel	chlorierte/ fluorierte Kohlenwasserstoffe		[BLO3]
Poly-(lithiummethacrylat)	chlorierte/ fluorierte Kohlenwasserstoffe	Wasser	[STA1]
Polyurethan	Silikonöl	Alkalisalze	[BLO3]

Neben den genannten Grundbausteinen (Dipergenz und Dispersum) enthalten die meisten ER-Fluide noch weitere zusätzliche Komponenten, wie oberflächenaktive Substanzen (Tenside) und Additive. Die Additive, auch Aktivatoren genannt, adsorbieren an den Partikeln und sollen den ER-Effekt verstärken. Es handelt sich dabei um hochpolare Flüssigkeiten, die Ladungsträger zur Verfügung stellen bzw. die Beweglichkeit vorhandener Ladungsträger erhöhen. Die zusätzlichen Ladungsträger bewirken eine Verbesserung der Polarisierung der Teilchen und damit auch des ER-Effekts. Bei vielen ERF ist diese Flüssigkeit Wasser. Wasser als Aktivator hat den Nachteil, dass es den technischen Einsatzbereich der ER-Fluide einschränkt, da es aufgrund der Verdunstung aus den Fluiden entweicht und somit deren ER-Effekt deutlich verringert. Zudem lassen sich ERF mit Wasser als Aktivator nur im eingeschränkten Temperaturbereich einsetzen. Aufgrund dieses Problems wurden so genannte „wasserfreie“ ER-Fluide entwickelt, die gegenüber den wasseraktivierten ER-Fluiden den Vorteil eines größeren Temperatureinsatzbereichs aufweisen. Tenside dienen der Stabilisierung der dispersen Phase. Hierdurch wird eine Koagulation der Partikel und somit auch die Neigung zur Sedimentation verringert [REC1].

Bei den ER-Fluiden mit dispergierten Teilchen ergeben sich bei der technischen Nutzung einige Probleme:

Es befindet sich zur Zeit noch kein Fluid auf dem Markt, das sedimentationsstabil ist, d.h. es existiert bisher immer ein zumindest kleiner Dichteunterschied zwischen den Partikeln und der Trägerflüssigkeit. Die Sedimentation bewirkt eine Verringerung der Konzentration der Partikel im Fluid und somit eine Verringerung des ER-Effektes, da die Sedimente inaktiv sind. Für die technischen Konstruktionen bedeutet dies einen erhöhten Aufwand, da das Fluid ständig in Bewegung gehalten werden muss.

Viele der verwendeten Partikel sind aus harten anorganischen Materialien, die vor allem bei hohen Scherraten abrasiv wirken können. Die daraus bedingte mechanische Abnutzung der Bauteile spielt eher eine untergeordnete Rolle. Problematisch hierbei ist der abrasive Angriff von Metallflächen, bei dem sehr kleine Metallspäne aus der Oberfläche herausgelöst werden. Diese feinen Metallpartikel ändern die elektrischen Eigenschaften des ER-Fluids und reduzieren die Durchschlagsfestigkeit des Fluids im Bereich der Elektroden bei angelegtem elektrischen Feld. In der Praxis lassen sich diese Metallteilchen nur mit Magnetfilter aus dem Fluid entfernen, da sie sich vom Durchmesser her in der Größenordnung der suspendierten Partikel befinden.



Beim Einsatz im Gleichspannungsfeld beobachtet man häufig Elektrophorese, das bedeutet, dass die geladenen Partikel der Suspension im Feld zu wandern beginnen. Erklärung hierfür ist eine Ladungsverschiebung auf den Partikeln. Es kommt zur negativen oder positiven Aufladung der Partikel, die dann wegen der elektrostatischen Anziehung zur jeweils entgegengesetzt geladenen Elektrode wandern. Im elektrischen Gleichspannungsfeld bewirkt die Elektrophorese eine Entmischung der Suspension und somit auch eine Reduktion des ER-Effekts. Der Effekt der Elektrophorese lässt sich durch ein elektrisches Wechselfeld vermeiden, da hier die geladenen Partikel mit der Frequenz des Feldes um ihre Ruhelage schwingen.

Die genannten Nachteile von ER-Fluiden mit anorganischen Partikeln lassen sich durch den Einsatz von weichen organischen Polymerpartikeln in der dispersen Phase und durch Trägerflüssigkeiten, wie beispielsweise Silikonöle als Dispersionsmedium, die auf die Dichte der Partikel abgestimmt sind, reduzieren.

Aus diesen Gründen werden für das zu entwickelnde haptische Display mit Smart Materials im Rahmen dieser Arbeit ER-Fluide auf Polymerbasis hergestellt.

#### **4. Charakterisierungsmethoden und ER-Fluidherstellung**

Elektrorheologische Flüssigkeiten mit Partikeln aus polymeren Materialien zeichnen sich - im Gegensatz zu ER-Flüssigkeiten mit anorganischen Partikeln - durch folgende Eigenschaften aus: Die Polymerpartikel lassen sich deutlich leichter in der gewünschten Zusammensetzung und Partikelgröße herstellen, zudem sind sie weniger abrasiv und haben eine geringere Dichte als anorganische Partikel.

Für die Anwendung der Darstellung der Konsistenz- oder Festigkeitsverteilung eines realen Objektes auf dem mikrotechnisch gefertigten Aktorarray [BÖS1, BÖS2, BÖS3] werden folgende Anforderungen an das verwendete ER-Fluid gestellt: So sollen hohe Schubspannung bei niedrigen Scherraten im Gleichspannungsfeld bis 3 kV/mm bei einem Elektrodenabstand von 1 mm und Raumtemperatur erreicht werden. Die Basisviskosität des Fluids ohne Feld soll zudem niedrig sein. Da mit dem Aktorarray Kräfte bis zu 10 N pro cm<sup>2</sup> Tastfläche dargestellt werden sollen, muss die wirksame Elektrodenfläche des mikrotechnisch gefertigten Aktorsystems bei vorgegebener Tastfläche auf die erreichte Schubspannung des verwendeten ER-Fluids abgestimmt werden. Aufgrund der räumlichen Dimensionen jedes einzelnen Aktors im Array ist eine Anpassung der Konstruktion an das Fluid nur in Grenzen möglich.

Daher sind unter hohen Schubspannungen zeitlich konstante Werte größer 2000 Pa bei einer Gleichspannungsfeldstärke von 3 kV/mm und einer Schergeschwindigkeit von 10 s<sup>-1</sup> zu verstehen. Die Schergeschwindigkeit von 10 s<sup>-1</sup> ergibt sich aus dem Abstand der Elektroden und der Geschwindigkeit beim Herunterdrücken des beweglichen Stempels von 5 mm/s. Nach Abwägung der Vor- und Nachteile beim Schalten von Hochspannungen wird das elektrische Feld im Aktorsystem mittels Gleichspannung erzeugt. So tragen bei Gleichspannung kapazitive Blindwiderstände der Aktorzellen und Leitungen nicht zu einer Erhöhung des Stromflusses bei. Zudem lässt sich beim optischen Schalten jeder Aktorzelle mittels GaAs-Element [MON2] die gewählte Feldstärke sicher einstellen, ohne die Phase der Spannung beachten zu müssen.

Bevor aber eine elektrorheologische Flüssigkeit in dem Aktorsystem zum Einsatz kommt, muss sie durch rheologische Untersuchungen bezüglich ihre Fließeigenschaften charakterisiert werden, da in der Literatur keine Daten vorliegen. Hierzu wird im Rahmen dieser Arbeit zunächst ausführlich auf die experimentellen Arbeiten zur Charakterisierung der ER-Fluide eingegangen und die beiden Systeme zur rheologischen Charakterisierung vorgestellt.

## 4.1. Elektrorotationsviskosimeter

Zur rheologischen Charakterisierung der ER-Fluide wird ein Elektrorotationsviskosimeter verwendet, dessen Kernstück ein Rotationsviskosimeter der Fa. Physica bildet.

Den schematischen Aufbau des gesamten Messsystems zeigt die folgende Abbildung 4.1. Die einzelnen Komponenten werden im Kapitel 7.4.7. genauer beschrieben.

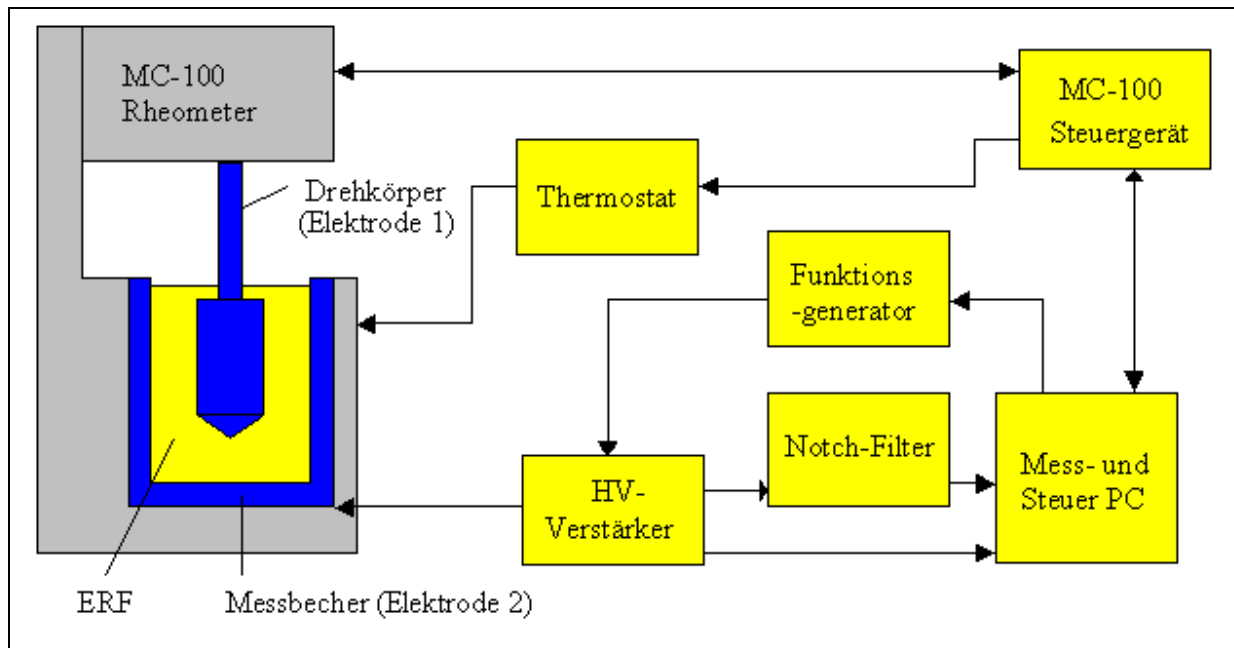


Abb. 4.1.: Schema des gesamten Messsystemaufbaus

### 4.1.1. Messablauf für ER-Fluide im Elektrorotationsviskosimeter

Die ER-Flüssigkeiten werden in einem Rheometer MC100 mit einem Messsystem DIN-Z4 für Elektrorheologie elektrorheologisch gemessen. Dazu wird die ERF-Probe vor der Messung gut homogenisiert und dann im Rheometer auf 25°C temperiert. Anschließend wird das ER-Fluid zunächst einer Vorscherung mit  $500 \text{ s}^{-1}$  über einen Zeitraum von 72 s unterzogen, danach werden 6 Messwerte über jeweils 12 s Messzeit bei  $10 \text{ s}^{-1}$  ohne äußeres elektrisches Feld bestimmt, um die Basisschubspannung des Fluids zu erhalten. Dann wird stufenweise die Feldstärke von 1 bis 5 kV/mm in kV/mm-Schritten, bei Gleich- bzw. Wechselspannung (sinus 100 Hz), erhöht. Bei jeder Feldstärke werden auch hier 6 Messwerte über je 12 s Messzeit ermittelt und aufgezeichnet. Hierbei zeigt sich auch, ob das ER-Fluid über die Messzeit von 72 s je Feldstärke stabile Schubspannungswerte liefert. Zum Abschluss einer solchen Messung wird nochmals die Basisviskosität bei 0 kV/mm bestimmt, um zu prüfen, ob

Veränderungen an der Probe aufgetreten sind. Diagramm 4.1. ist ein Beispiel für solch eine Messwertdarstellung.

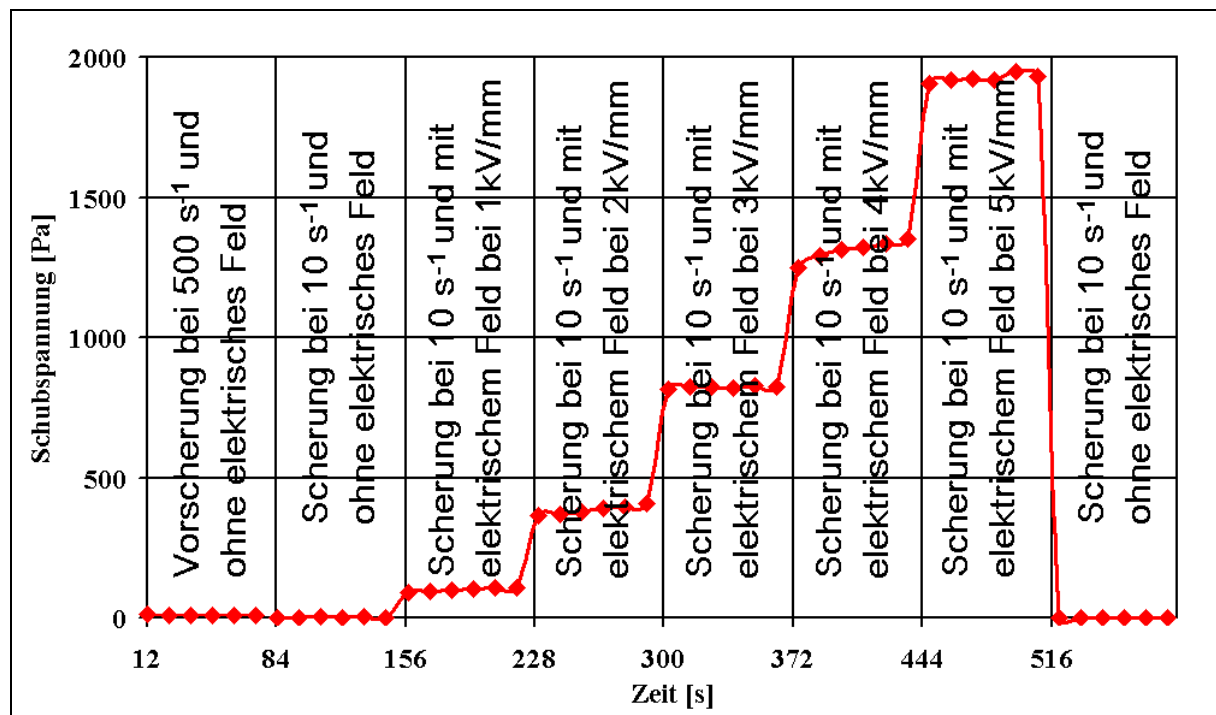


Diagramm 4.1.: Beispiel für eine mit Elektrorotationsviskosimeter aufgenommene Messwertdarstellung (Die Verbindungslien dienen zur Darstellung des Verlaufs, die gemessenen Werte sind aber nur die Punkte.)

## 4.2. Kraftmessapparatur

Zur rheologischen Charakterisierung der ER-Fluide im Actor kommt ein eigens im Rahmen des Projektes "Virtuelle und Erweiterte Realität" aufgebautes Messsystem zum Einsatz. Der Aufbau des Systems wurde notwendig, da die für die Anwendung notwendigen Wirkprinzipien der Aktoren und das Verhalten der ER-Fluide in Zusammenspiel mit dem Actor technisch nicht anders ermittelt werden können.

Das Messsystem besteht aus einem Computer mit einer D/A-A/D-Messkarte ME3000 der Fa. Meilhaus, einer Hochspannungsquelle der Fa. Heinzinger, einem Steuergerät für die Ansteuerung der Kraftmesseinrichtung und der eigentlichen Kraftmesseinrichtung mit dem Kraftsensor.

Die folgende Abbildung 4.2. zeigt den schematischen Aufbau des gesamten Messsystems. Auf die einzelnen Komponenten wird im Kapitel 7.4.8. genauer eingegangen.

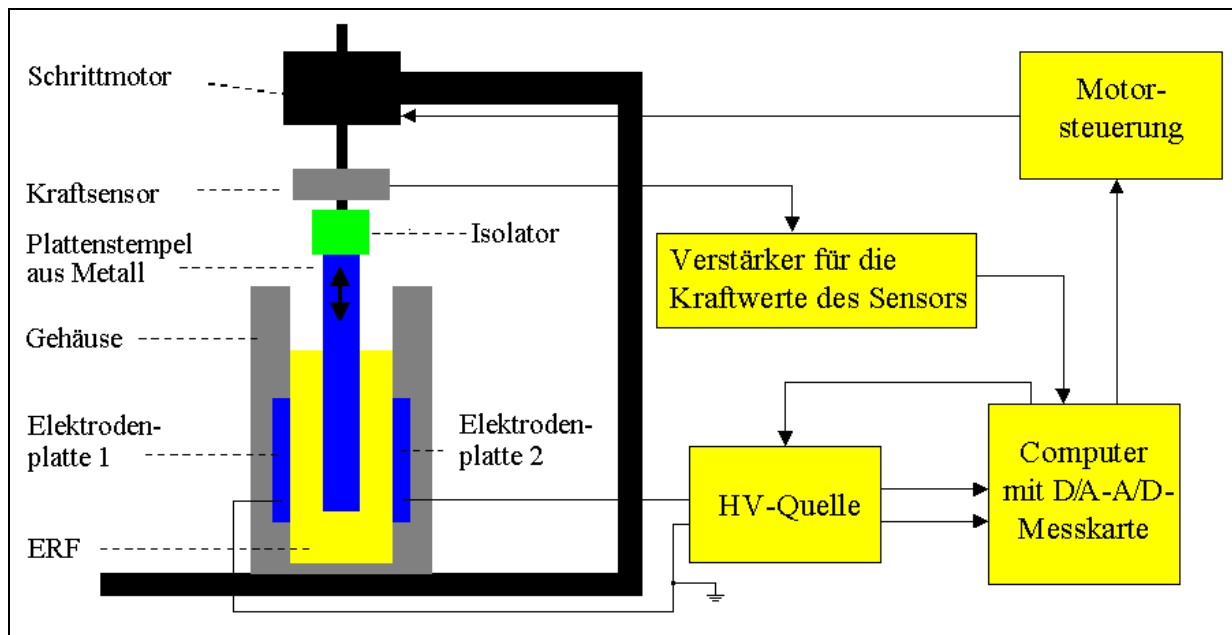


Abbildung 4.2.: Schematischer Aufbau der Kraftmessapparatur mit Plattenaktor

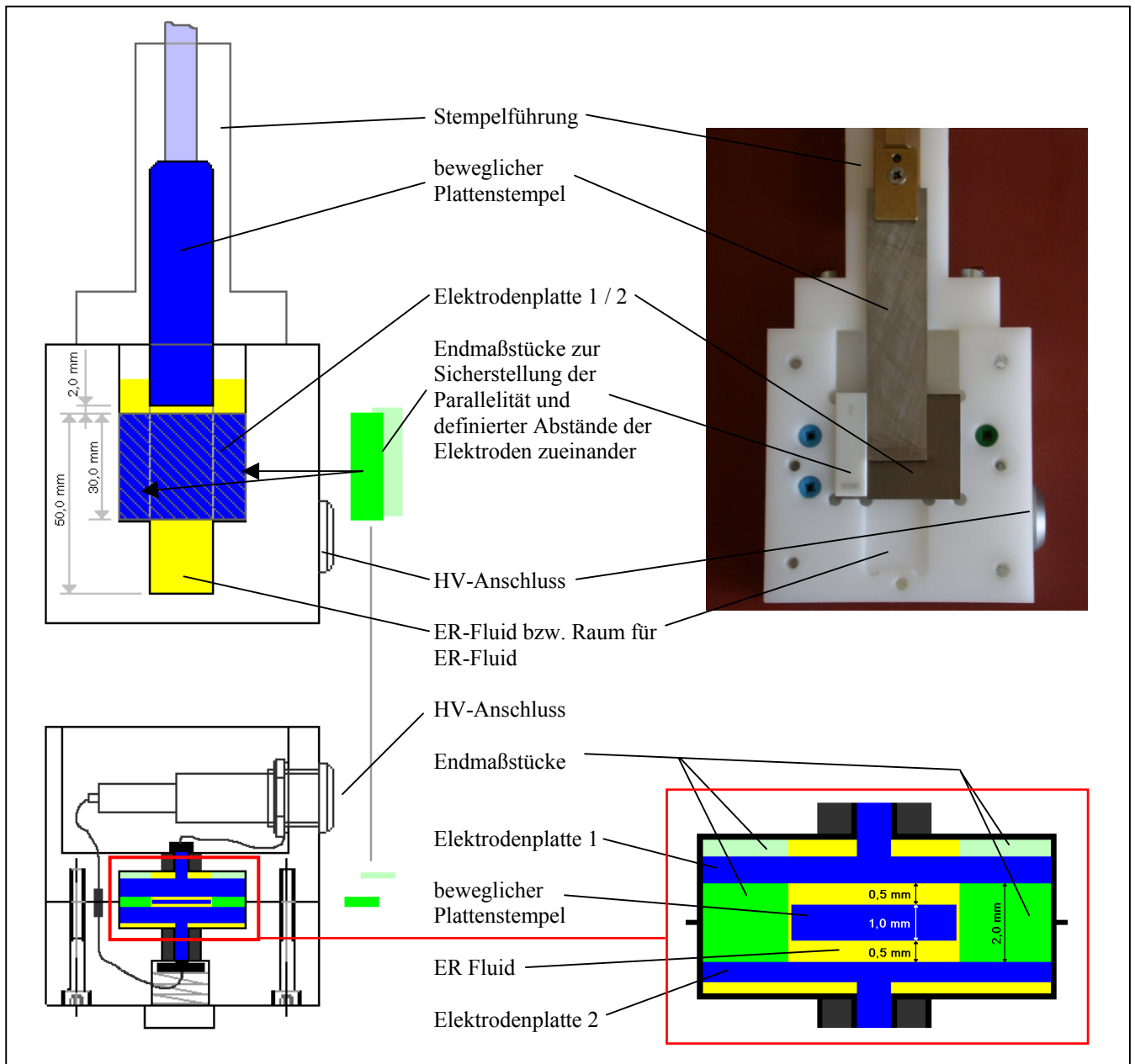
#### 4.2.1. Modellaktor

Durch die experimentellen Arbeiten hat sich herausgestellt, dass für die Miniaturisierung des Aktors ein Plattenaktor mit Metallstempel sich von der Konstruktion her am einfachsten realisieren lässt.

Der im Rahmen dieser Arbeit aufgebaute Plattenaktor (Modellaktor) stellt die Grundlage für ein mikrotechnisch gefertigtes 4x4 Aktorarray im Rahmen des in der Einleitung erwähnten Projekts dar. Dieses unterscheidet sich nicht im Abstand der Elektroden, sondern nur in der Tastfläche und der wirksamen Elektrodenfläche, was zur Folge hat, dass die Kräfte, die erreicht werden, um ein Vielfaches größer sind als die eines Einzelaktors des Arrays. Da aber für die Kraftwirkung des Aktors der Quotient von erreichter Kraft pro wirksamer Elektrodenfläche und die Abmessungen der Tastfläche die entscheidenden Parameter sind, entsprechen die darstellbaren Kräfte des Modellaktors bei einer vorgegebenen Feldstärke der Summe von ca. 16 Einzelaktoren des mikrotechnisch gefertigten Arrays bei der gleichen Feldstärke.

Die Abbildungen 4.3. und 4.4. zeigen den Aufbau des Plattenaktors. Die beiden Elektrodenplatten besitzen jeweils die Abmessung  $30 \times 36 \text{ mm}^2$ , wovon nur  $30 \times 18 \text{ mm}^2$  mit der ERF in Berührung kommen. Die übrige Fläche dient dazu, die Parallelität der beiden Elektroden mit einem Abstand von einem Millimeter mittels keramischer Endmaßstücke sicherzustellen. Der bewegliche Plattestempel (Metallstempel) ist  $80 \times 18 \text{ mm}^2$  groß und ist über eine Führung so

justiert, dass dieser genau zwischen den beiden Elektroden mittig und parallel geführt wird. Hierdurch ist sichergestellt, dass der Abstand unabhängig von der Eindringtiefe des Stempels zu den beiden Elektroden stets gleich groß ist. Das ER-Fluid befindet sich zwischen den beiden Elektroden und wird beim Anlegen eines elektrischen Feldes versteift. Dieses bedingt dass eine größere Kraft zum Durchdringen des ER-Fluids mittels Plattenstempels aufwendet werden muss.



Abbildungen 4.3., 4.4. (oben rechts) : Schematischer Aufbau des Plattenaktors mit Anordnung der statischen Elektroden und des beweglichen Stempels in Frontalansicht und Aufsicht, sowie deren Anordnung in der Frontalansicht am geöffneten Plattenaktor (nur eine Hälfte des Aktors ist auf dem Foto abgebildet).

#### 4.2.2. Aufnahme von Weg-Kraft-Werten mit der Kraftmeseinrichtung

Um einen Satz von Weg-Kraft-Werten eines ER-Fluids bei verschiedenen Gleichspannungsfeldstärken (Diagramm 4.2.) zu erhalten, werden der Steuersoftware (HAASasem V.2.1.RC3 ME3000) der Kraftmeseinrichtung folgende Daten übergeben: Vorschubgeschwindigkeit, Aktortyp, maximaler Verfahrenweg in z-Richtung und elektrische Feldstärke. Die Parameter für Vorschubgeschwindigkeit (5 mm/s), Aktortyp (Plattenaktor), Verfahrenweg (48 mm) und Temperatur (25°C) bleiben gleich und werden bei den Versuchen nicht geändert. Die Feldstärke wird von 0 bis 3 kV/mm in 500 V/mm-Schritten variiert. Als erstes wird eine Leermessung ohne ER-Fluid und Feld im Aktor durchgeführt. Diese wird zu Korrekturzwecken benötigt und dient dazu, die Grundkraft, die der Plattenstempel verursacht, zu ermitteln und später von den Messwerten abzuziehen. Nach erfolgter Leermessung wird das ER-Fluid eingefüllt und es folgen die Messungen für 0 bis 3 kV/mm. Die Pause zwischen zwei Messvorgängen beträgt 2 min.

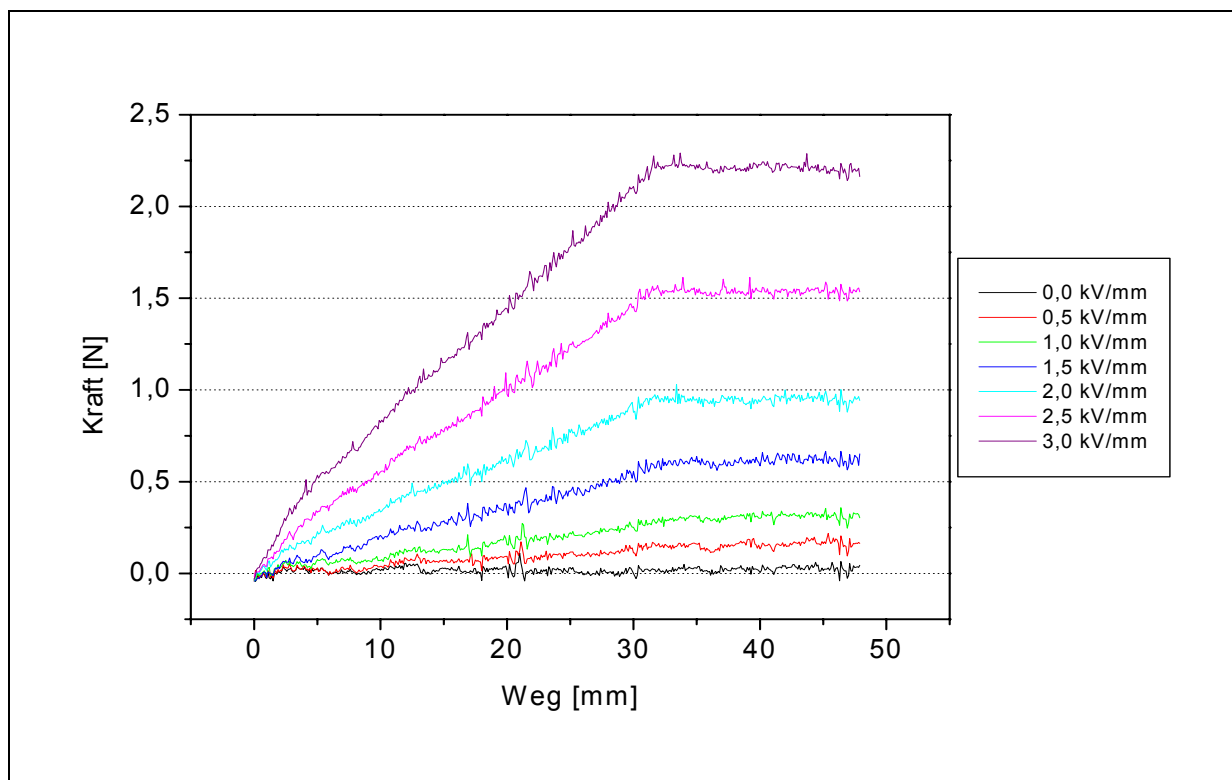


Diagramm 4.2.: Beispieldarstellung von Weg-Kraft-Werte eines ER-Fluids bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahl Elektroden.

Für die Auswertung der erhaltenen Messwerte ist die Kenntnis einiger technischer Details des Aktors und des Kraftmesssystem notwendig. Das Kraftmesssystem bestimmt bei konstanter Geschwindigkeit in z-Richtung die Kraft, die nötig ist, um den Plattenstempel bei

verschiedenen Feldstärken durch das versteifte ER-Fluid zu bewegen. Aus den aufgenommenen Weg-Kraft-Werten lässt sich die wirkende Schubspannung bei konstanter Wirkungsfläche bestimmen.

Die wirksame Elektrodenfläche auf den ersten 2 mm in z-Richtung ist Null und steigt anschließend bis zu einem Weg von 32 mm von der Startposition aus gesehen linear an. Erst dann verändert sich die wirksame Fläche bis zur maximalen Verfahrtdiefe von 48 mm nicht mehr (Siehe Abb. 4.3., 4.4.).

Die Schubspannung berechnet sich aus der wirksamen Fläche und dem erhaltenen Kraftwert:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad \text{Gl. 4.1.}$$

Die wirksame Fläche A errechnet sich im Bereich der statischen Elektrodenplatten während der Messung wie folgt:

$A = 2 \times \text{Breite des Stempels} \times \text{Eintauchtiefe zwischen den statischen Elektrodenplatten}$

$A = 2 \times (\text{Breite des Stempels} \times \text{Geschwindigkeit des Stempels} \times \text{Zeit, die sich der Stempel bewegt hat})$   
Gl. 4.2.

$A[\text{mm}^2] = 2 \times (18 \text{ mm} \times 5 \text{ mm/s} \times \Delta t[\text{s}])$  Gl. 4.3.

Bei der Berechnung der wirksamen Fläche ist zu beachten, dass die Messung 2 mm oberhalb der statischen Elektrodenplatten beginnt und 16 mm unterhalb dieser endet. Die statischen Elektrodenplatten selbst sind 30 mm lang, d.h. die maximale wirksame Fläche beträgt somit :

$$A_{\text{max}} = 2 \times 18 \text{ mm} \times 30 \text{ mm} = 1080 \text{ mm}^2 = 0,001080 \text{ m}^2 \quad \text{Gl. 4.4.}$$

Aus den Konstruktionsdaten für den Modellaktor lässt sich der Abstand (Spaltbreite) der statischen Elektrodenplatten zu dem voll eingetauchten beweglichen Plattenstempel entnehmen (Abb. 4.3., 4.4.). Die Spaltweite (y) zwischen dem Plattenstempel und den Elektrodenplatten beträgt jeweils 0,5 mm. Da die Maximalgeschwindigkeit der ERF ( $v_{\text{max}}$ ) der Geschwindigkeit des Stempels entspricht und unter der Annahme, dass es sich um ein lineares Geschwindigkeitsgefälle quer zur Spaltweite y handelt, lässt sich das Geschwindigkeitsgefälle D durch folgenden Ausdruck beschreiben [SCH2]:

$$D = \frac{v_{\text{max}}}{y} \quad \text{Gl. 4.5.}$$

$$D = \frac{5 \text{ mm/s}}{0,5 \text{ mm}} = 10 \text{ s}^{-1} \quad \text{Gl. 4.6.}$$

Aus den erhaltenen Messungen der Weg-Kraft-Werte wird zur Auswertung vom Startpunkt ausgehend der Bereich des Verfahrwegs in z-Richtung von 32 bis 48 mm herangezogen. In



diesem Bereich können Randeffekte vernachlässigt werden, die z.B. durch Strömungseffekte bedingt durch Querschnittsänderungen entstehen. Außerdem ist sichergestellt, dass das ER-Fluid in diesem Bereich im Schermodus arbeitet. Der elektrisch leitende bewegliche Plattenstempel besitzt eine endliche Dicke von 1,0 mm. Dessen Stirnfläche übt auf das ER-Fluid zwischen den statischen Elektroden bei der Bewegung in z-Richtung Druck aus und bedingt durch das Verdrängen von Volumen (ER-Fluid), dass das ER-Fluid in diesem Bereich auch im Fließmodus arbeitet. Zudem verringert sich der Abstand zwischen den statischen Elektroden. Dieser beträgt ohne den beweglichen Plattenstempel 2,0 mm (2 x 0,5 mm Spaltbreite + 1,0 mm für die Dicke des Stempels). Diese Gegebenheiten bedingen, dass während des Durchdringens der statischen Elektrodenplatten mit dem beweglichen Plattenstempel der Aktor noch in anderen Modi, wie dem Fließmodus, arbeitet. Um die erhaltenen Messdaten mit den elektrorheologischen Untersuchungen des Elektrorheometers vergleichen zu können, ohne andere Modi des ER-Fluids berücksichtigen zu müssen, wird wie bereits erwähnt nur der Bereich von 32 bis 48 mm betrachtet. Im Bereich bis 32 mm überlagern sich die Modi, so dass eine Interpretation der Daten wegen der unbekanntem Anteile nur schwer möglich ist. Die Schwankungen in den einzelnen Weg-Kraft-Kurven ergeben sich aus mechanischen Toleranzen im Aktorsystem wie die Abweichung von der idealen Position des Plattenstempels in x und y-Richtung, Messungenauigkeiten (Rauschen des Kraftsensors, Toleranz A/D-Wandlerkarte) und aus den Eigenschaften des ER-Fluids, mit der Oberfläche der Elektroden in Wechselwirkung zu treten.

### **4.3. Herstellung der Partikel für die ER-Fluide**

Der aufgebaute Modellaktor wurde nach seiner Fertigstellung mit dem kommerziell erworbenen ER-Fluid Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 (Fa. Bayer AG) hinsichtlich der erreichten Kraftwirkung getestet.

Das auf Polyurethan basierende ER-Fluid zeigt zwar gute Kraftwirkungen im Aktor, weist aber für den Betrieb nachteilige Eigenschaften wie die Bildung eines Sediments auf. So ist dem Datenblatt für das Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 [BAY1] zu entnehmen, dass es für die Verwendung bei 40°C und hohen Scherraten optimiert wurde. Das Fluid zeigt im Plattenaktor eine deutlich kleinere erreichte Schubspannung gegenüber der mit dem Elektrorheometer ermittelten (siehe Kapitel 5.1.). Außerdem weist das Fluid im Gleichspannungsfeld einen deutlich fühlbaren Memoryeffekt auf. So bleibt das Fluid noch einige Sekunden nach Abschalten des elektrischen Feldes versteift. Bei längerem Stehen sedimentiert das Fluid, wie

nahezu alle partikelhaltigen ER-Fluide, merklich. Beim Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 ist aber das Sediment so fest, dass eine Resuspendierung nur schwer möglich ist.

Um diese Probleme zu vermeiden, wurden nach weiteren ER-Fluiden, die eine gute Kraftwirkung aufweisen, in der Literatur gesucht.

So ist bekannt, dass ER-Fluide mit Poly-(lithiummethacrylat)-Partikeln (Advanced Fluid Systems) [BLO3] hohe Schubspannungswerte erreichen können. Da das Fluid weder zur Verfügung stand noch beschafft werden konnte und zudem das Poly-(lithiummethacrylat) nicht kommerziell angeboten wird, habe ich das chemisch ähnliche System Poly-(natriumacrylat) mit der Perspektive, ebenfalls hohe Schubspannungswerte zu erhalten, untersucht.

Aus der Literatur [BLO3, CRA1] kann man entnehmen, dass etliche ER-Fluide auf Basis von sulfonierten Partikeln hergestellt wurden, so auch das TX-ER8 (Nippon Shokubai). Aus der Datenquelle [WEB6] geht hervor, dass das TX-ER8 bei kleinen Scherraten ( $10 \text{ s}^{-1}$ ) im Gleichspannungsfeld bei  $3 \text{ kV/mm}$  Schubspannungen von ca.  $4000 \text{ Pa}$  erreicht. Das Fluid konnte nicht beschafft werden, da die Produktion eingestellt wurde.

Wegen der Perspektive, ER-Fluide mit ähnlich hohen Schubspannungen zu erhalten, habe ich ER-Fluide auf Basis von sulfonierten Styrol-Divinylbenzol und Naphthalin-2-sulfonsäure hergestellt und charakterisiert. Die Herstellung der Partikel für die ER-Fluide dieser beiden Systeme sind in den Kapitel 4.3.2. und 4.3.3. dargestellt.

#### **4.3.1. Herstellung von Partikeln aus Poly-(natriumacrylat)**

Elektorrheologische Flüssigkeiten mit Polyacrylsäuresalzen lassen sich leicht aus kommerziell erhältlichen Komponenten herstellen. So ist das in den hier aufgeführten ERF-Synthesen verwendete Trägeröl von Wacker, Typ Siliconöl AK 10, gut zugänglich.

Ebenfalls leicht erhältlich sind die linear polymerisierten Polyacrylsäuren in Pulverform mit definierten mittleren Molmassen (respektive Kettenlängen), z.B. in Form der reinen Säure bzw. des Natriumsalzes. In den untersuchten ER-Fluiden kommt als Partikelmaterial das Natriumsalz der Polyacrylsäure (Na-PAA) mit einer mittleren Molmasse von  $2100 \text{ g/mol}$  der Fa. Fluka zum Einsatz. Das kommerziell erhältliche Na-PAA weist eine mittlere Teilchengröße von  $800 \mu\text{m}$  auf, was zur Herstellung eines ER-Fluids zu groß ist. Die Partikelgröße sollte für die geplante Anwendung ca.  $10$  bis  $20 \mu\text{m}$  aufweisen. Daher ist es notwendig, die gewünschten Partikel aus den industriell hergestellten Polymeren selbst zu gewinnen.

Mittels Sprühtrockenprozess werden die gewünschten Partikel aus einer Lösung des Polymersalzes hergestellt. Die gute Löslichkeit der Polyacrylsäure bzw. -salze in Wasser begünstigt diesen Vorgang. Zum Sprühtrocknen der Polymersalzlösungen steht ein Laborsprühtrockner Typ B-190 der Fa. Büchi zur Verfügung. Die mittlere Teilchengröße kann durch entsprechende Wahl der Sprühtrockenparameter hergestellt werden.

Ein geeigneter Parametersatz wurde in der Datenbank der Fa. Büchi für das fragliche Polyacrylsäure / Wasser System nicht gefunden, daher wurde das nahe liegende System Polyacrylsäure / Maleinsäure-Copolymer als Basis für die eigenen Versuche benutzt [BÜC1]. Hierbei erwies sich zunächst die angegebene Temperatur an der Sprühdüse ( $T_{\text{inlet}}$  [BÜC3]) als zu niedrig, da das Sprühgut noch feucht war, d.h. stark klebte. Deswegen wurde die Temperatur mit Erfolg von 150°C auf 180°C unter Beibehaltung der Konzentration der Sprühlösung und der übrigen Parameter erhöht.

Betrachtet man den Zusammenhang zwischen den Sprühtrockenparametern und der mittleren Teilchengröße der Na-PAA-Partikel in der daraus hergestellten ERF, so stellt man fest, dass die Größe der Partikel unter gleichen Bedingungen von der Einstellung für den Gasfluss durch die Sprühdüse (Flow) abhängen. Neben dem Flow beeinflusst die Konzentration der zu sprühtrocknenden Lösung die Partikelgröße stark. Die Tabelle 7.1. (Kapitel 7.1.1.) zeigt den Zusammenhang zwischen Flow, Konzentration der Lösung und Partikelgröße für Na-PAA auf.

Aus dem Diagramm 4.3. ist ersichtlich, dass mit zunehmendem Flow bei gleicher Konzentration die Verteilung zu kleinen Partikeln hin verschoben wird. So bewirkt beispielsweise ein niedriger Flow von 400 l/h insbesondere bei einer Konzentration der Lösung von 33 M.-% Partikel einen  $D(V,0.5)$  von 20,76  $\mu\text{m}$  und eine breite Teilchengrößenverteilung, erkennbar an  $D(V,0.1)$  und  $D(V,0.9)$ . Bei einem Flow von 800 l/h wird bei gleicher Konzentration der Lösung die Teilchengrößenverteilung enger und die mittlere Teilchengröße erreicht annähernd 10  $\mu\text{m}$  (Diagramm 4.3.). Bei den beiden anderen Konzentrationen der zu sprühtrocknenden Lösungen ist ebenfalls eine Abnahme des  $D(V,0.5)$  und eine enger werdende Teilchengrößenverteilung mit steigendem Flow feststellbar (Diagramm 4.3.).

Die Anzahl der Hohlpartikel, die sich beim Sprühtrocknen bilden, nimmt mit zunehmenden Flow und abnehmender Konzentration der Sprühtrockenlösung ab. In der Abbildung 4.5. sind REM-Aufnahmen von Partikeln, die mit einem Flow von 400 l/h bei einer Konzentration der Sprühtrockenlösung von 50 M.-% hergestellt worden sind, zu sehen. In den REM-Aufnahmen sind deutlich deformierte kugelförmige Partikel und Hohlpartikel zu erkennen.

Die Abbildung 4.6. zeigt eine REM-Aufnahme von Partikeln, die mit einem Flow von 800 l/h bei einer Konzentration der Sprühtrockenlösung von 33 M.-% hergestellt worden sind. Hier ist zu erkennen, dass die Partikel von kugelförmiger Gestalt sind und deutlich weniger deformierte Partikel und Hohlpartikel vorkommen.

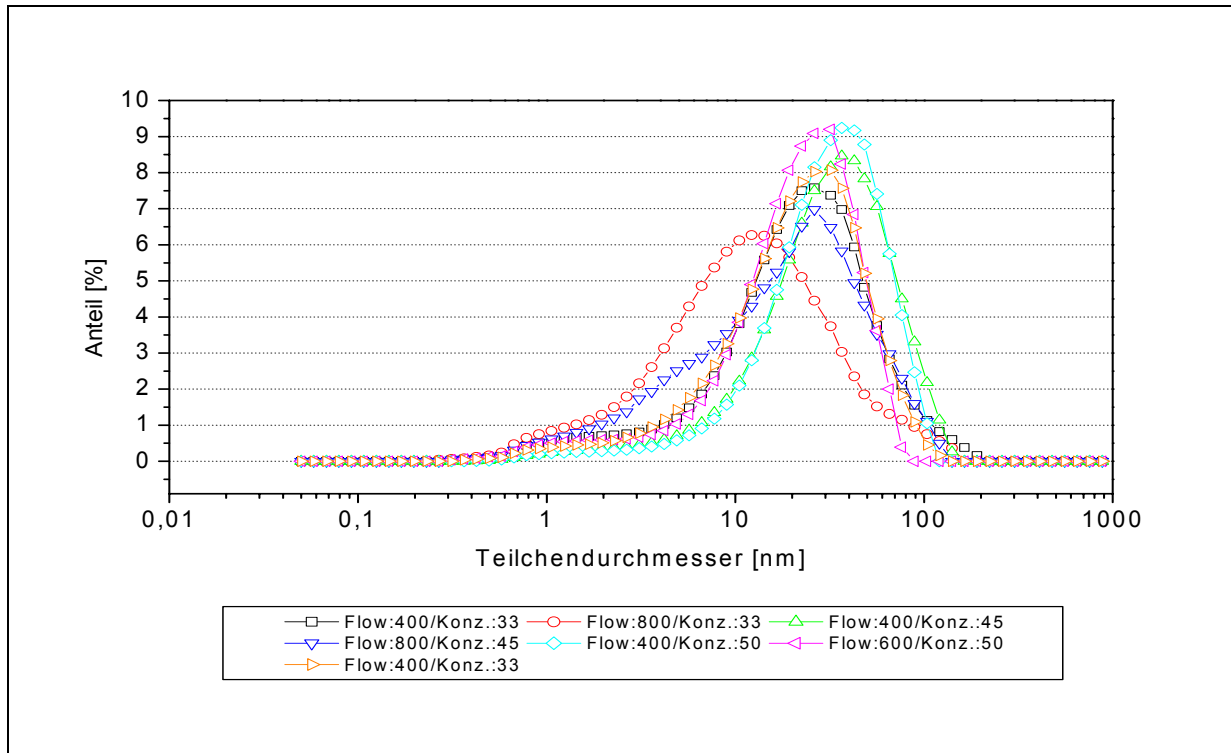


Diagramm 4.3.: Größenverteilung der Na-PAA-Partikel in Abhängigkeit von Flow [l/h] und Konzentration (Konz.) der Sprühtrockenlösung [M.-%]

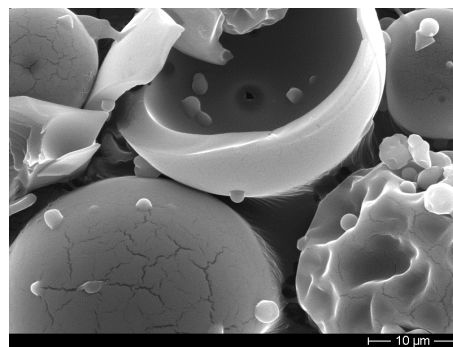
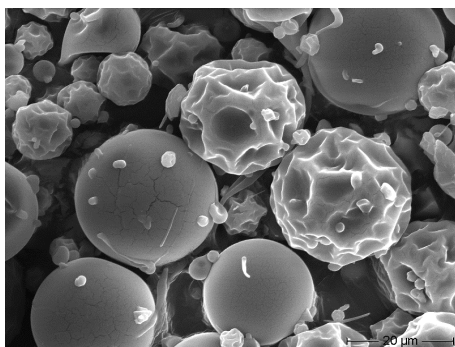


Abbildung 4.5.: REM-Aufnahmen von Partikeln, hergestellt durch Sprühtrocknen mit einem Flow von 400 l/h

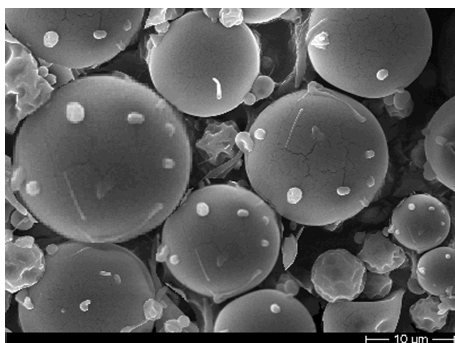


Abbildung 4.6.: REM-Aufnahme von Partikeln, hergestellt durch Sprühtrocknen mit einem Flow von 800 l/h

Aus den Ergebnissen der Sprühtrockenversuche lassen sich folgende Ergebnisse ableiten: Die Partikel sind von kugelförmiger Gestalt und überwiegend Vollpartikel. Ferner bilden sich bei hohem Flow (800 l/h) und einer Konzentration von 33 M.-% an Na-PAA in der Sprühtrockenlösung bevorzugt Partikel mit einem  $D(V,0.5)$  von ca. 10  $\mu\text{m}$ . Mit dieser Größe sind die Partikel für die Herstellung eines ER-Fluids gut verwendbar.

Die optimalen Herstellungsparameter für Partikel aus Na-PAA durch Sprühtrocknen auf einem Büchi Laborsprühtrockner vom Typ B-190 sind in der Tabelle 7.2. (Kap. 7.1.1.) aufgeführt.

Die durch Sprühtrocknen hergestellten Partikel werden zur Einstellung einer definierten Feuchte zunächst im Vakuum bei 100°C getrocknet. Die Partikel mit der gewünschten Partikelgröße und Feuchtigkeit werden zu einem ER-Fluid verarbeitet, indem diese in gewünschter Konzentration im Trägerfluid, wie Silikonöl, dispergiert werden. Hinzukommen können Zusätze, welche die Suspension stabilisieren.

#### **4.3.2. Herstellung von Partikeln auf Basis von sulfonierten Polystyrol**

Die Partikel werden durch radikalische Suspensionspolymerisation von Styrol, Divinylbenzol (DVB) und ggf. Styrolderivaten, wie trans-Stilben, in Wasser unter Verwendung eines Polyvinylalkohols ( $M_w$  15000 g/mol) als Emulgator dargestellt.

Das Polymer weist eine dreidimensional vernetzte Struktur auf, wie in der Abbildung 4.7. am Beispiel des Styrol-Divinylbenzopolymers dargestellt ist.

Die so erhaltenen dreidimensional vernetzten Polymerpartikel werden in einem unreaktiven n-Alkan, wie n-Heptan, suspendiert. Die Sulfonierung erfolgt in para-Position der aromatischen Ringe mit einem Sulfonierungsmittel, wie z.B. konzentrierter Schwefelsäure (Abbildung 4.8.). Diese Sulfonierungsreaktion läuft an den aromatischen Ringen des Co-Polymers aus Styrol und trans-Stilben ab (Abbildung 4.9.).

Das Diagramm 4.4. zeigt die Teilchengrößenverteilung von sulfonierten Styrol-Divinylpolymer (10:1) und des sulfonierten Styrol-tr.-Stilben-Divinylbenzol-copolymers (8,5:1,5:1) vor der abschließenden Neutralisierung. Es zeigt sich hierbei, dass unter gleichen Polymerisationsbedingungen annähernd gleiche Partikelgrößen entstehen. Die Abbildungen 4.10. a, b zeigen REM-Aufnahmen von den Partikeln.

Das Proton der Sulfonsäuregruppe lässt sich sehr leicht durch Kationen, wie Natrium, Kalium, Lithium usw., substituieren. Diese Substitution erfolgt bereits vollständig in wässrigen

Laugen. Nach der Isolation der Partikel aus der Lauge werden diese getrocknet und anschließend in einem Trägerfluid, wie Silikonöl, suspendiert.

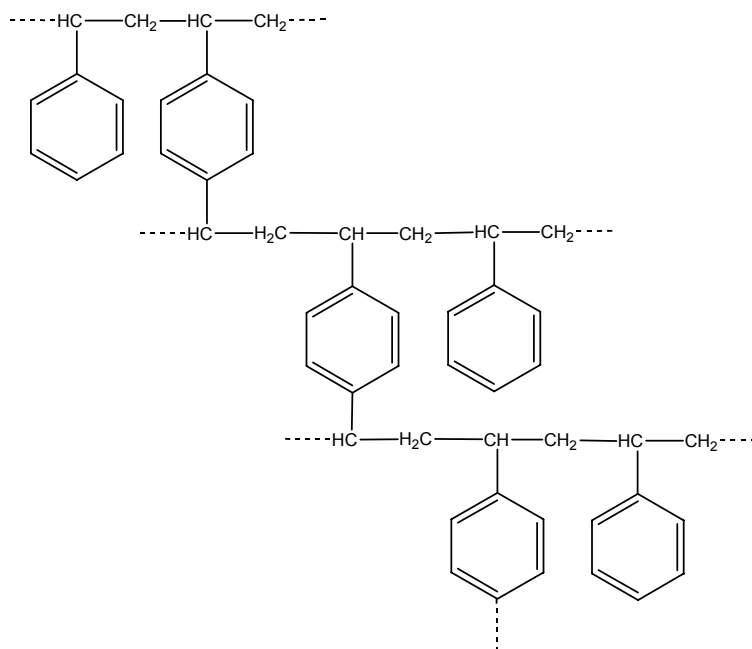


Abbildung 4.7.: mögliche dreidimensional vernetzte Struktur von Styrol-Divinylbenzolpolymer

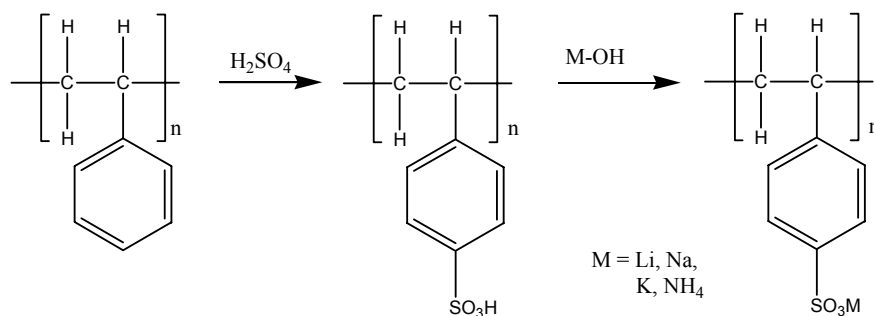


Abbildung 4.8.: Sulfonierungsreaktion des Polystyrols mit konz. Schwefelsäure und Neutralisation mit Lauge

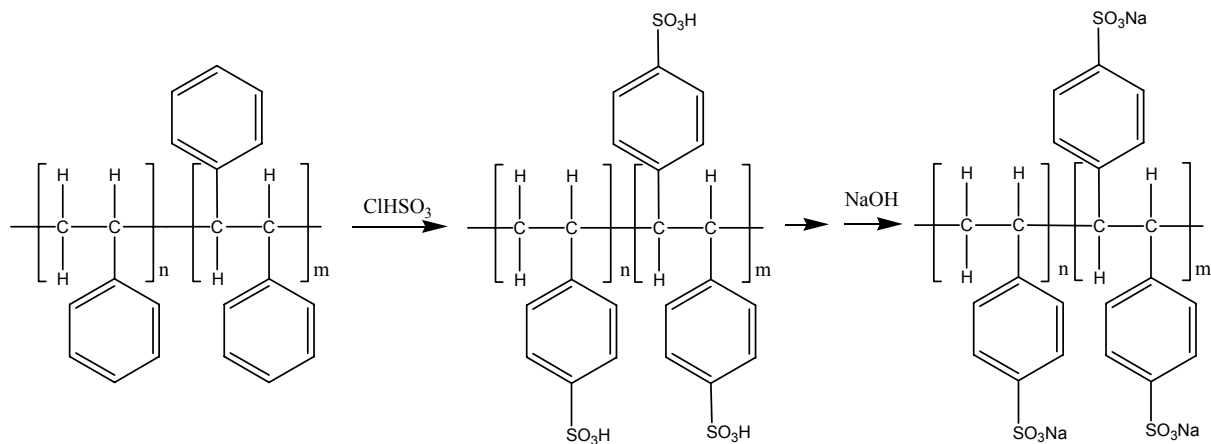


Abbildung 4.9.: Sulfonierung und Neutralisation des Co-Polymeren aus Styrol, trans-Stilben (Vernetzung mit DVB nicht dargestellt).

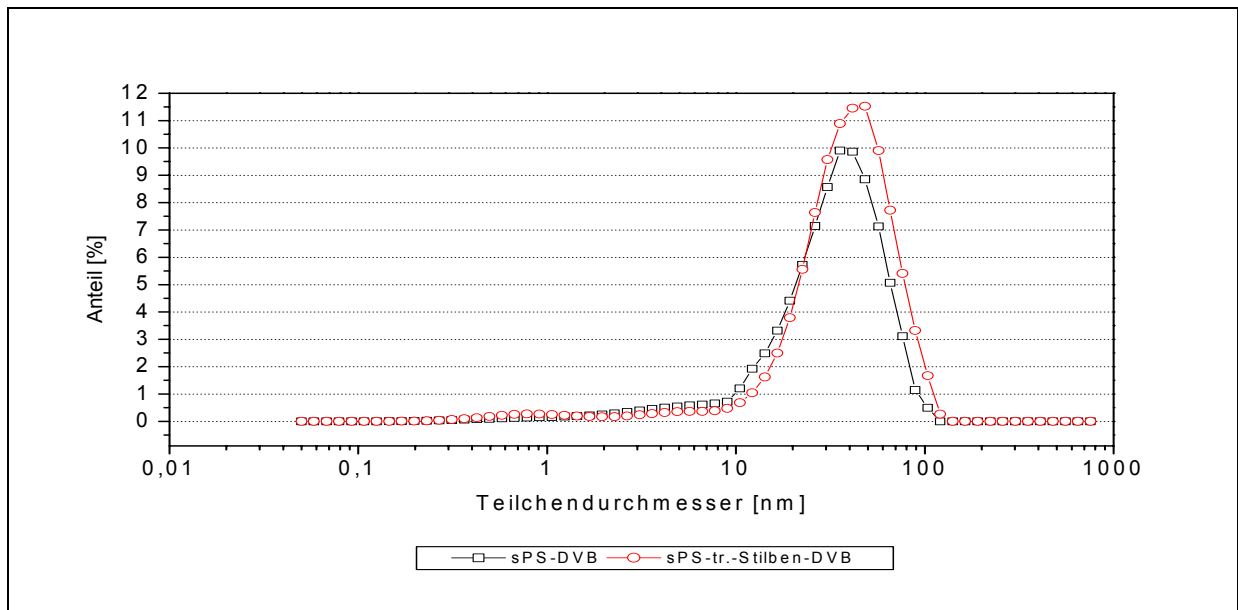
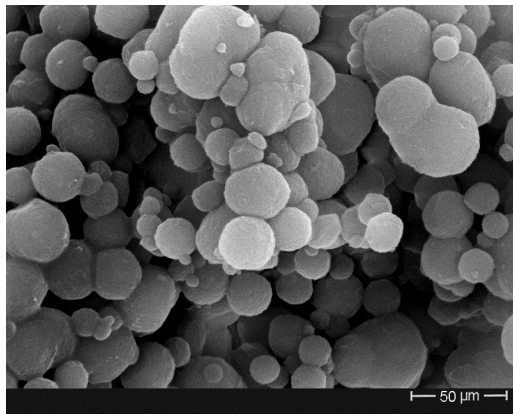
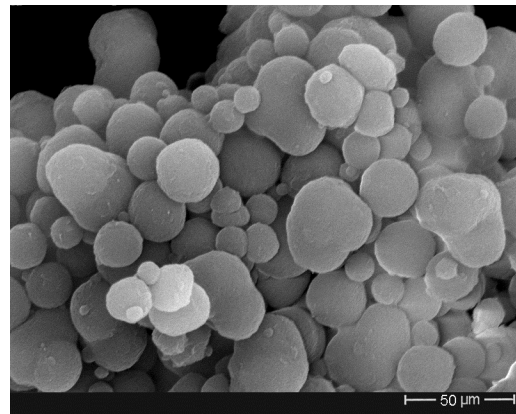


Diagramm 4.4.: Teilchengrößenverteilung des sulfonierten Styrol-Divinylpolymers (10:1) bzw. des sulfonierten Styrol-tr.-Stilben-Divinylbenzol-copolymers (8,5:1,5:1) vor der abschließenden Neutralisierung



a)



b)

Abbildung 4.10.: REM-Bilder des sulfonierten Styrol-Divinylbenzolpolymers (10:1) (a) und des sulfonierten Styrol-tr.-Stilben-Divinylbenzol-copolymers (8,5:1,5:1) (b)

#### 4.3.3. Herstellung von Partikeln auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis

Die Partikel für das ER-Fluid werden durch Sprühtrocknen einer wässrigen Lösung neutralisierter linear kondensierter Naphthalin-2-sulfonsäure gewonnen. Die linear kondensierte Naphthalin-2-sulfonsäure wird ausgehend vom Naphthalin nach [YOS1] dargestellt (Abb. 4.11. und 4.12.). Die Neutralisation der linear kondensierten Naphthalin-2-sulfonsäure erfolgt mittels wässriger Natronlauge bei Raumtemperatur. An diesen Prozessschritt schließt sich ein Dialysevorgang an, der zur Entfernung von störenden Salzen wie  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dient. Erst danach erfolgt der eigentliche Schritt zur Partikelgewinnung durch Sprühtrocknen.

Die erhaltenen Partikel von reinem Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz (SNSF) als auch von Naphthalin-2-sulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat Natriumsalz (SNSFC) weisen annähernd gleiche Partikelgröße (Diagramm 4.5.) bei gleichen Sprühtrocknenparametern auf.

Die Herstellungsparameter für Partikel aus SNSF und SNSFC durch Sprühtrocknen auf einem Büchi Laborsprühtrockner vom Typ B-190 sind in der Tabelle 7.4. (Kapitel 7.3.2.) aufgeführt und entsprechen weitgehend denen des Na-PAA.

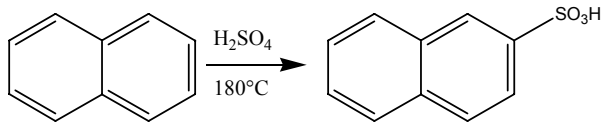


Abbildung 4.11.: erster Reaktionsschritt: Sulfonierung von Naphthalin [YOS1]

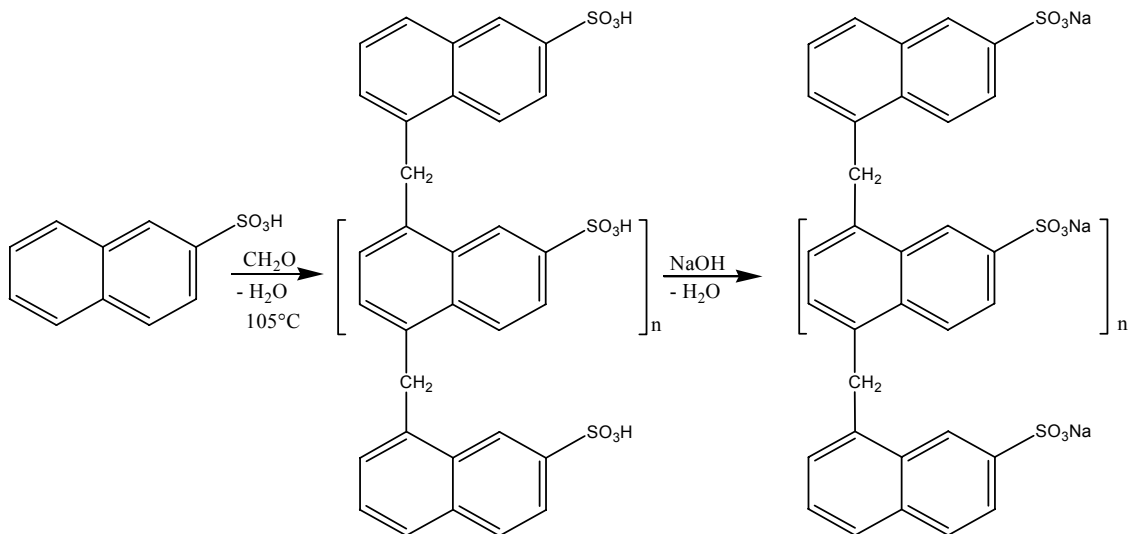


Abbildung 4.12.: Reaktionsschritte zwei und drei: Kondensation mit Formaldehyd und Neutralisation mit Natronlauge

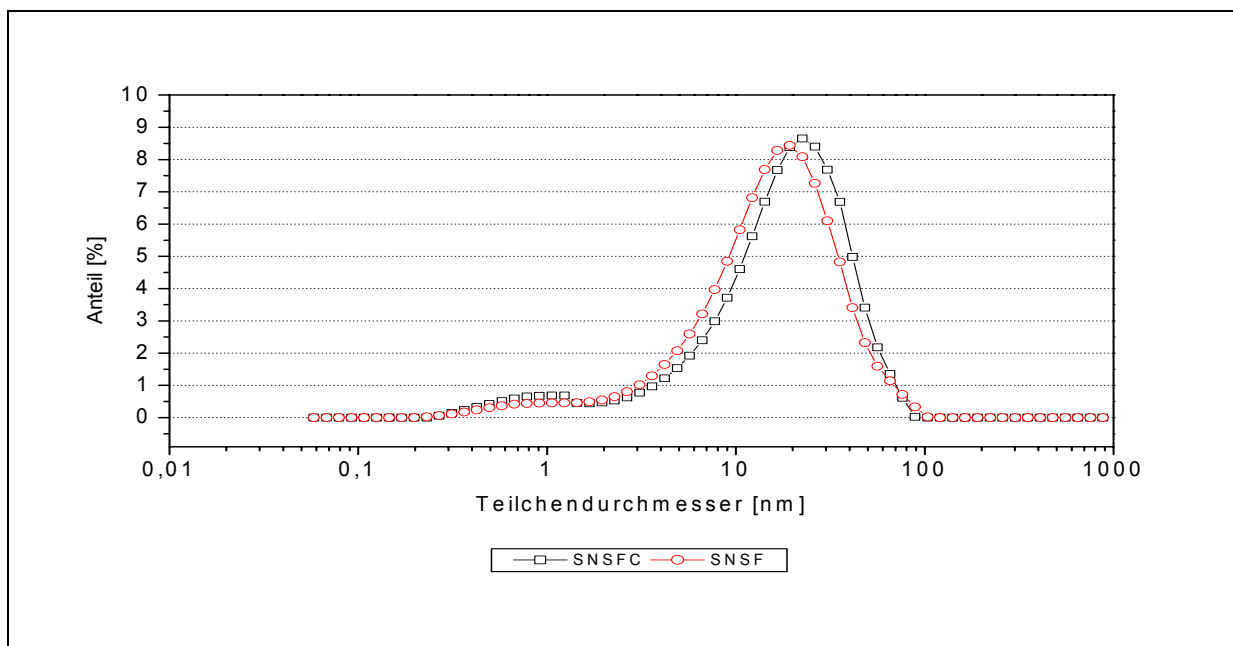


Diagramm 4.5.: Partikelgrößenverteilung von SNSF und SNSFC nach dem Sprühtrocknen



#### 4.3.4. Dichte der Polymere

Die Materialdichten einiger ausgewählter Polymerpartikel, die zu ER-Fluid verarbeitet wurden, wurde mittels Flüssigkeitspyknometrie bestimmt. Aus den Messungen sind die in Tabelle 4.1. aufgeführten Daten bestimmt worden. Ferner wurde die Neigung zur Sedimentation aufgeführt, d.h. wie schnell separiert sich die Suspension. So bedeutet 0 – 1, dass die Suspension über Monate stabil ist und dann wenn überhaupt nur sehr wenig sedimentiert ist. Bei 2 – 3 sedimentiert das Polymer binnen 3 bis 7 Tagen vollständig. 4 – 5 bedeutet, dass die Suspension in weniger als 3 Tagen sedimentiert ist.

Tabelle 4.1.: Dichte der verwendeten Materialien

Material	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ] (20°C)	Dichtedifferenz zum Silikonöl Wacker AK10	Sedimentations- neigung der Partikel in Wacker AK10
Wacker Silikonöl AK10	0,93		
Poly-(natriumacrylat) (mittlerer Molmasse 2100 g/mol)	1,20	0,27	3
sulfoniertes Styrol-Divinylbenzopolymer Natriumsalz (10:1)	1,32	0,39	4-5
sulfoniertes Styrol-tr.-Stilben- Divinylbenzol-copolymer Natriumsalz (8,5:1,5:1)	1,36	0,43	4-5
SNSF	1,38	0,45	2-3
SNSFC	1,40	0,47	2-3

## 5. Ergebnisse: ER-Fluide aus polymeren Materialien

### 5.1. kommerzielle ER-Fluide als Referenzmaterialien

Als Referenz-ER-Fluid wird das kommerziell erhältliche Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 (Polyurethanpartikelmassenanteil 50 M.-%) verwendet. Seine rheologischen Eigenschaften können der Literatur [BAY1] entnommen werden. Da die rheologischen Daten vom verwendeten Messsystem abhängen, wurde eine Probe bei 25°C im Elektrorheometer (Kapitel 4.1.) und im Plattenaktor (Kapitel 4.2.) charakterisiert. Neben dem Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 sind noch zwei weitere kommerziell erhältliche Fluide (Produktnamen dürfen aufgrund von Geheimhaltungsvereinbarungen nicht genannt werden) im Elektrorheometer hinsichtlich der erreichten Schubspannung im Gleichspannungsfeld charakterisiert worden. Die so erhaltenen rheologischen Daten der verschiedenen ER-Fluide lassen sich somit direkt miteinander vergleichen.

Die mit dem Elektrorheometer bei verschiedenen Feldstärken gemessenen Schubspannungen und Stromdichten im Gleichspannungsfeld von Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 und den beiden anderen kommerziellen ER-Fluiden sind in den Diagrammen 5.1.1. und 5.1.2. dargestellt.

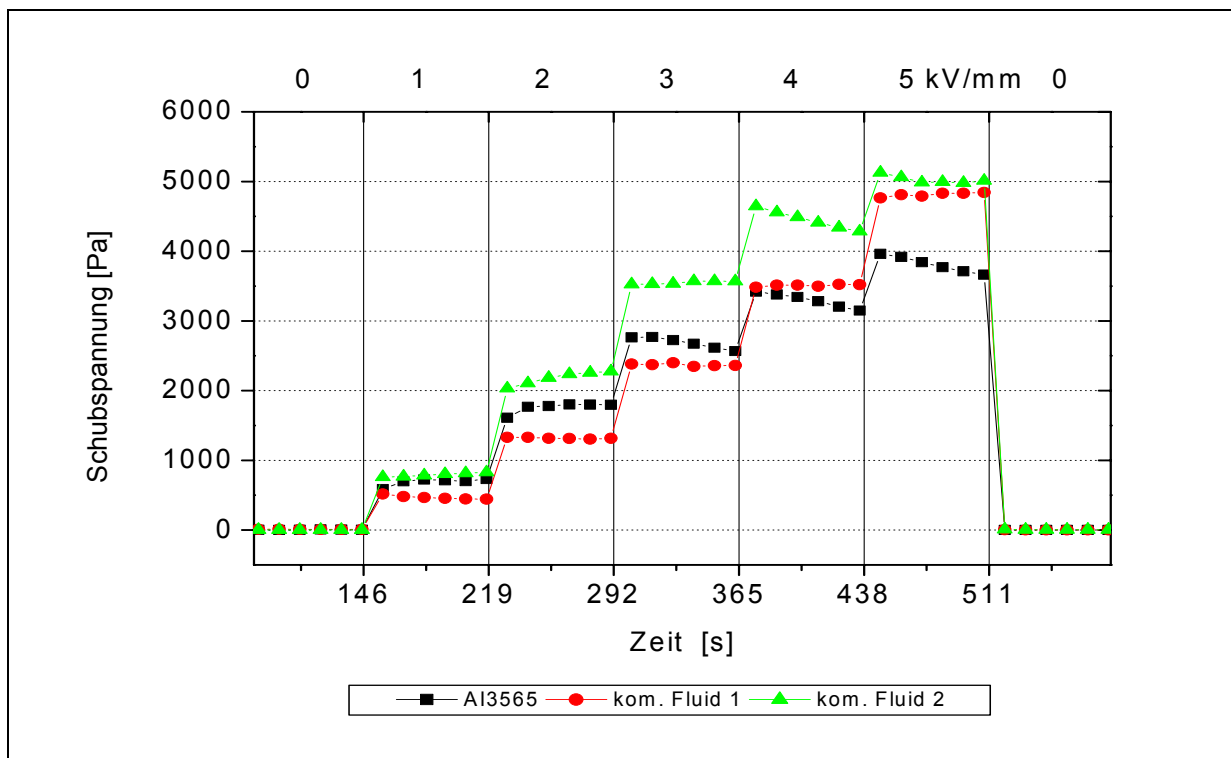


Diagramm 5.1.1.: kommerzielle ER-Fluide: zeitlicher Verlauf der Schubspannungen bei verschiedenen Feldstärken im Gleichspannungsfeld gemessen mit dem Elektrorheometer bei  $10 \text{ s}^{-1}$  und  $25^\circ\text{C}$ .

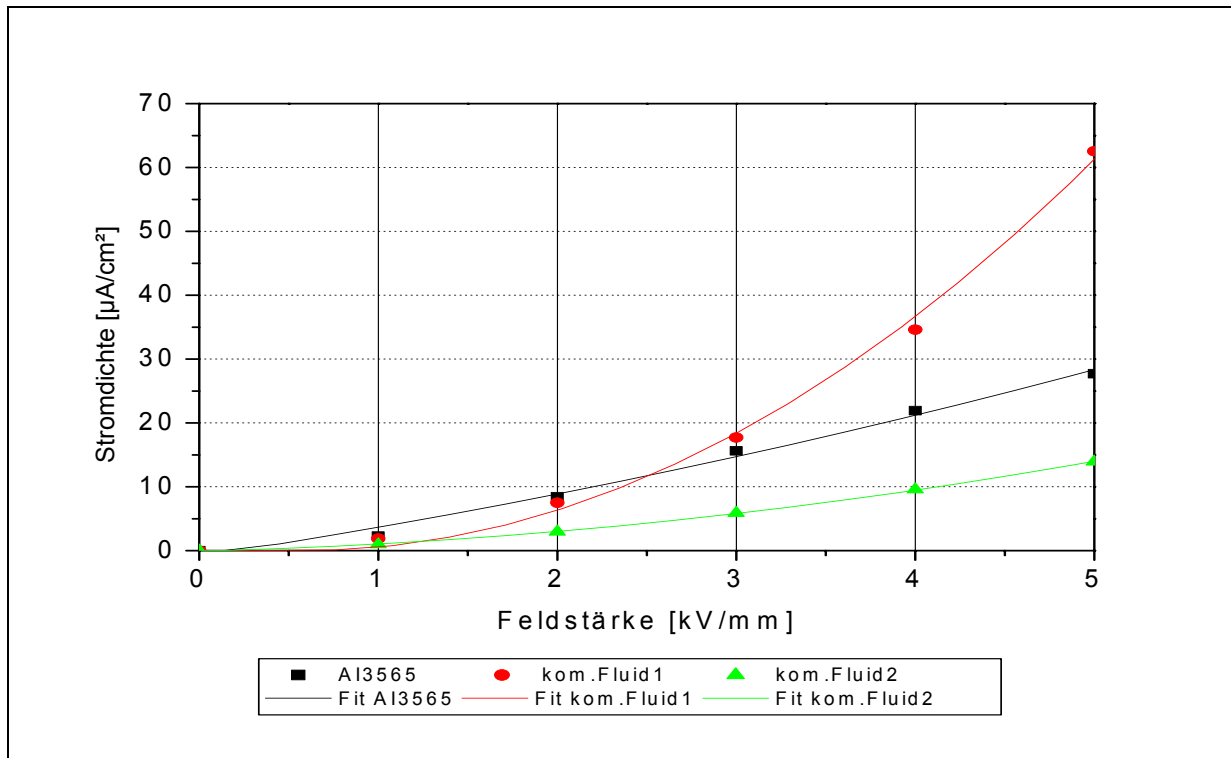


Diagramm 5.1.2.: kommerzielle ER-Fluide: mittlere Stromdichten bei verschiedenen Feldstärken im Gleichspannungsfeld gemessen mit dem Elektrorheometer bei  $10 \text{ s}^{-1}$  und  $25^\circ\text{C}$ .

Die Wirkung der drei kommerziellen ER-Fluide im Plattenaktor sind mit dem Kraftmesssystem bei verschiedenen Gleichspannungsfeldstärken bestimmt worden. Im Diagramm 5.1.3. sind die gemessenen Kräfte bei verschiedenen Feldstärken mit dem Plattenaktor abgebildet. Die berechneten Schubspannungswerte nach Gl. 4.1. (Kapitel 4.2.2.) aus den Kräften im Bereich von 32 bis 48 mm sind im Diagramm 5.1.4. für Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 bei verschiedenen Feldstärken im Gleichspannungsfeld dargestellt. Die gemessenen Kräfte für verschiedene Feldstärken, ermittelt mit dem Plattenaktor, sind für das kommerzielle Fluid 1 im Diagramm 5.1.5. und für das kommerzielle Fluid 2 im Diagramm 5.1.6. visualisiert.

Bei der Betrachtung der Kraft-Weg-Werte der drei kommerziellen ER-Fluide im Plattenaktor (Diagramme 5.1.3., 5.1.5., 5.1.6.) ist ein weitgehend linearer Anstieg der Kraftwerte bis zu einem Weg von 32 mm zu beobachten. Dieser Kraftanstieg ist auf die zunehmende Wirkfläche zwischen dem beweglichen Plattenstempel und den statischen Elektroden, bedingt durch den gleichmäßigen Vorschub von  $5 \text{ mm/s}$ , zurückzuführen (Kapitel 4.2.2.). Die Abweichungen vom idealen linearen Verlauf sind durch apparative Einflüsse (Messfehler, Abweichung von der optimalen Position des Plattenstempels) und das Fließverhalten der ER-Fluide, bedingt durch die Volumenverdrängung des Stempels, erklärbar. Ab 32 mm ändert sich bedingt durch die Aktorkonstruktion die Wirkfläche nicht mehr. Die gemessenen Kräfte steigen nicht mehr bzw. nur noch geringfügig an. Die Schwankungen in den gemessenen Kraftwerten sind auf apparative Einflüsse zurückzuführen.

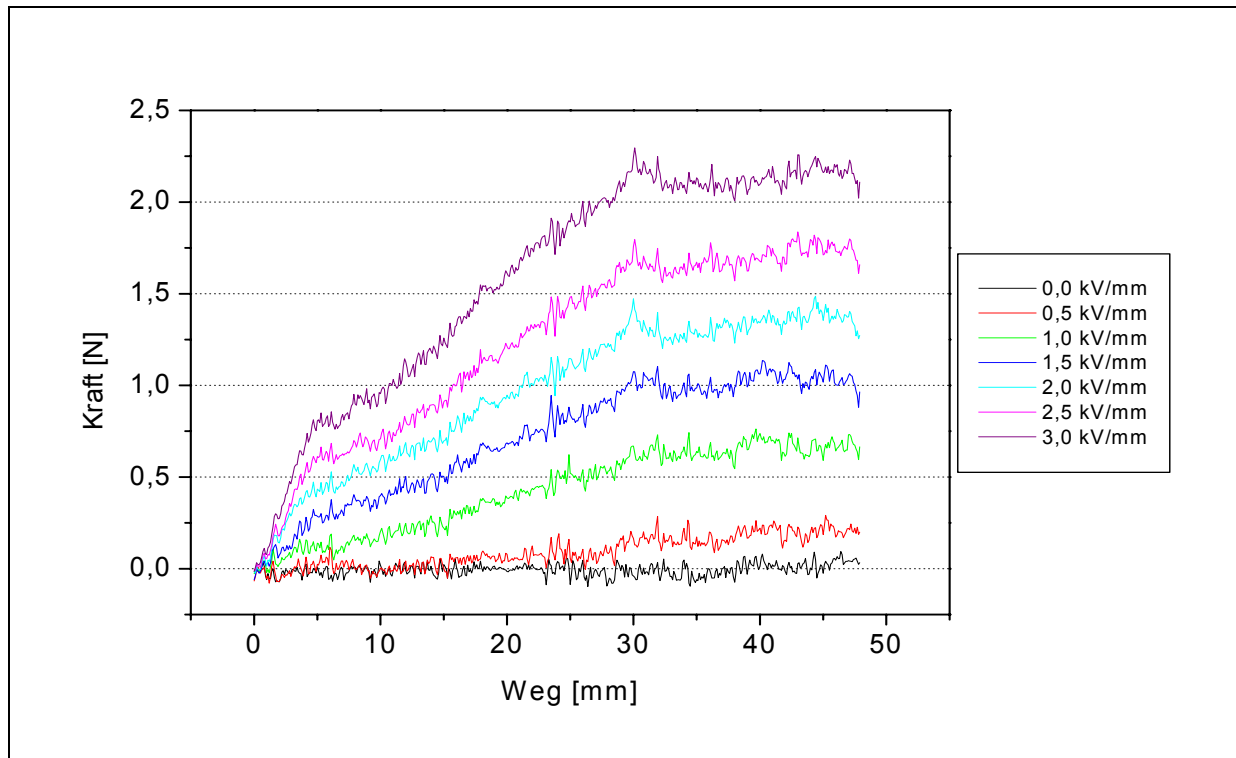


Diagramm 5.1.3.: gemessene Weg-Kraft-Werte im Plattenaktor bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahlelektroden, Rheobay® TP AI3565

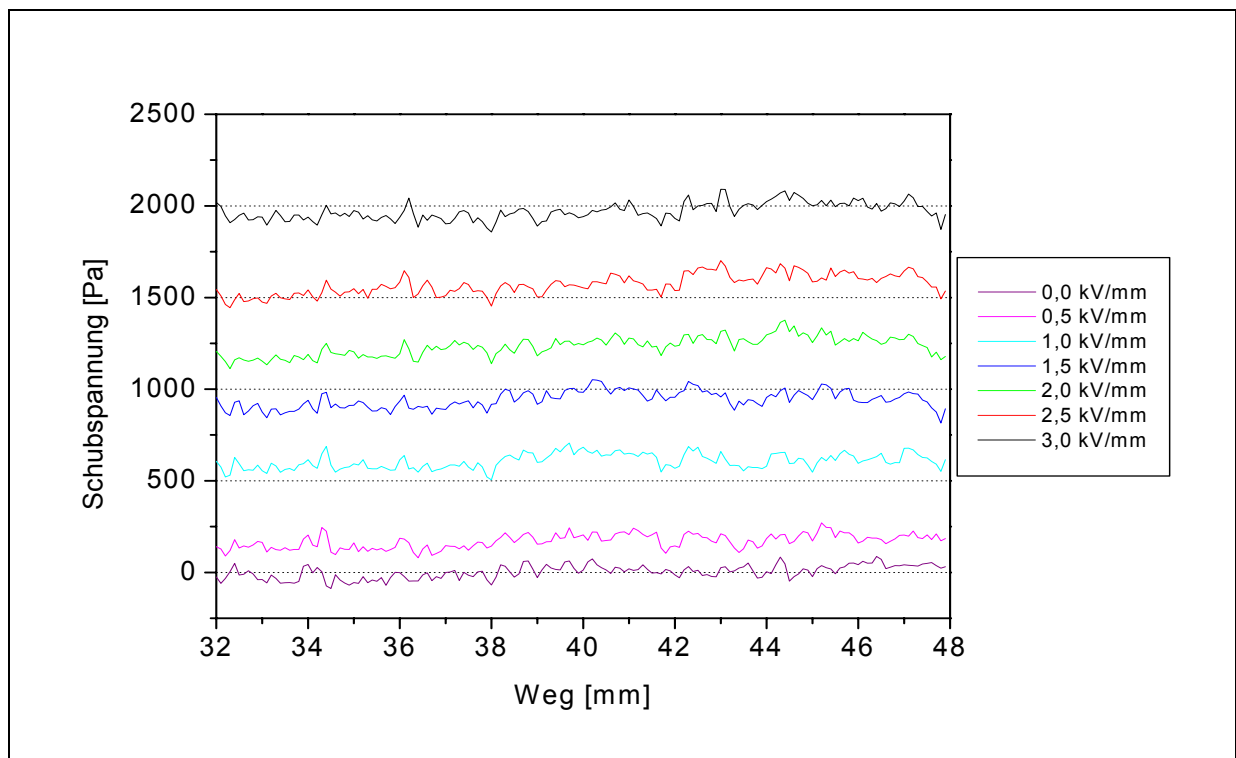


Diagramm 5.1.4.: berechnete Schubspannung (32 – 48 mm) bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahlelektroden, Rheobay® TP AI3565

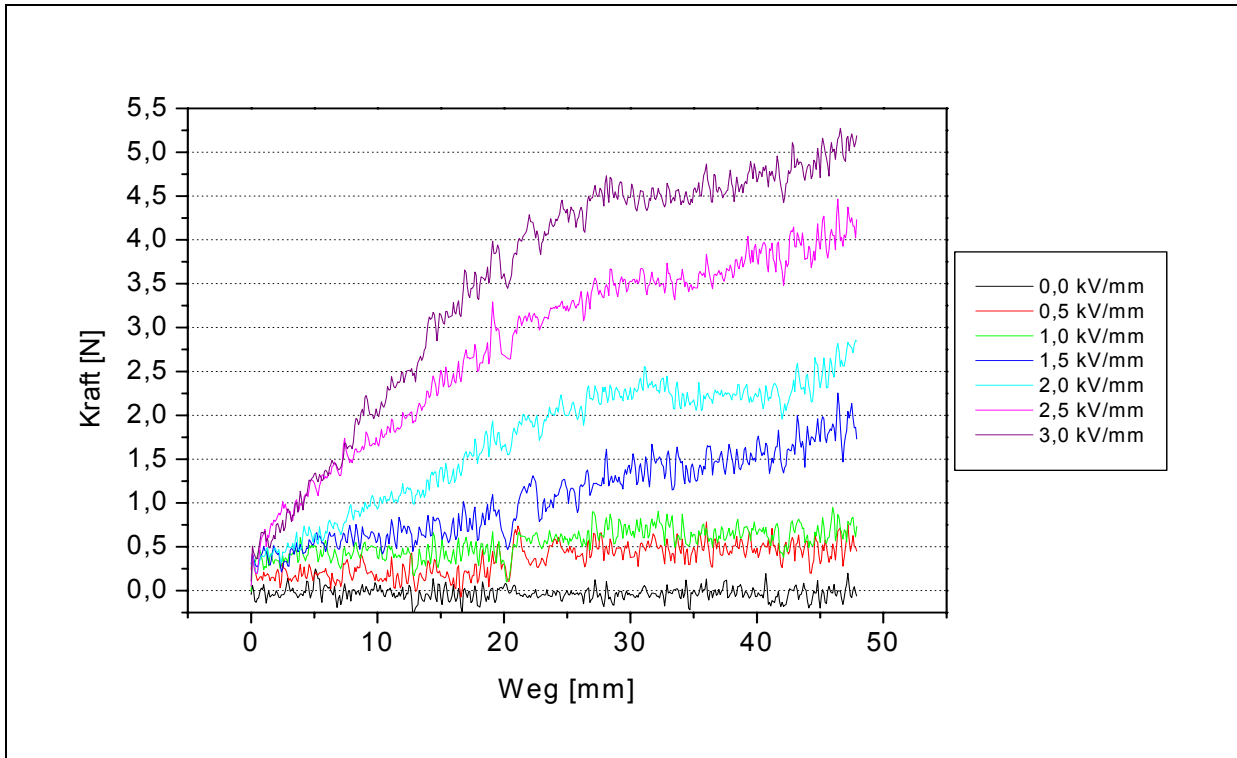


Diagramm 5.1.5.: gemessene Weg-Kraft-Werte im Plattenaktor bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahl Elektroden, Fluid 1

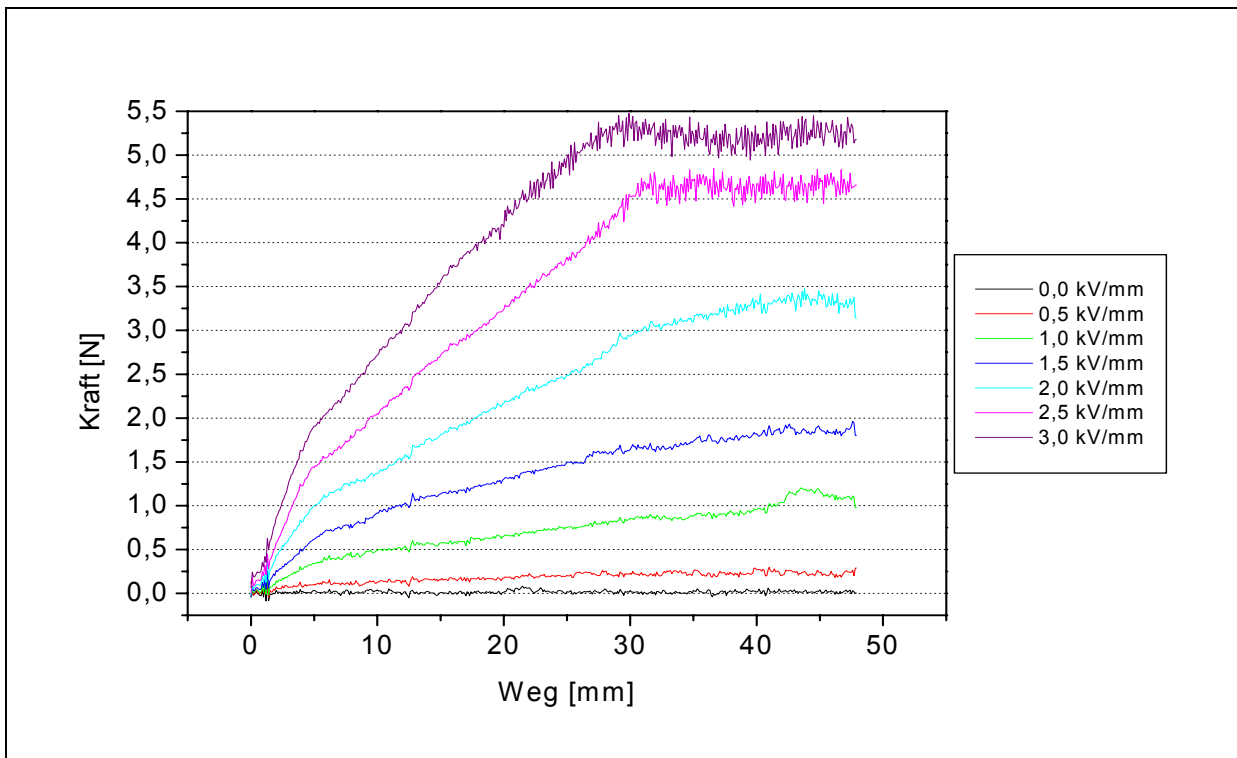


Diagramm 5.1.6.: gemessene Weg-Kraft-Werte im Plattenaktor bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahl Elektroden, Fluid 2

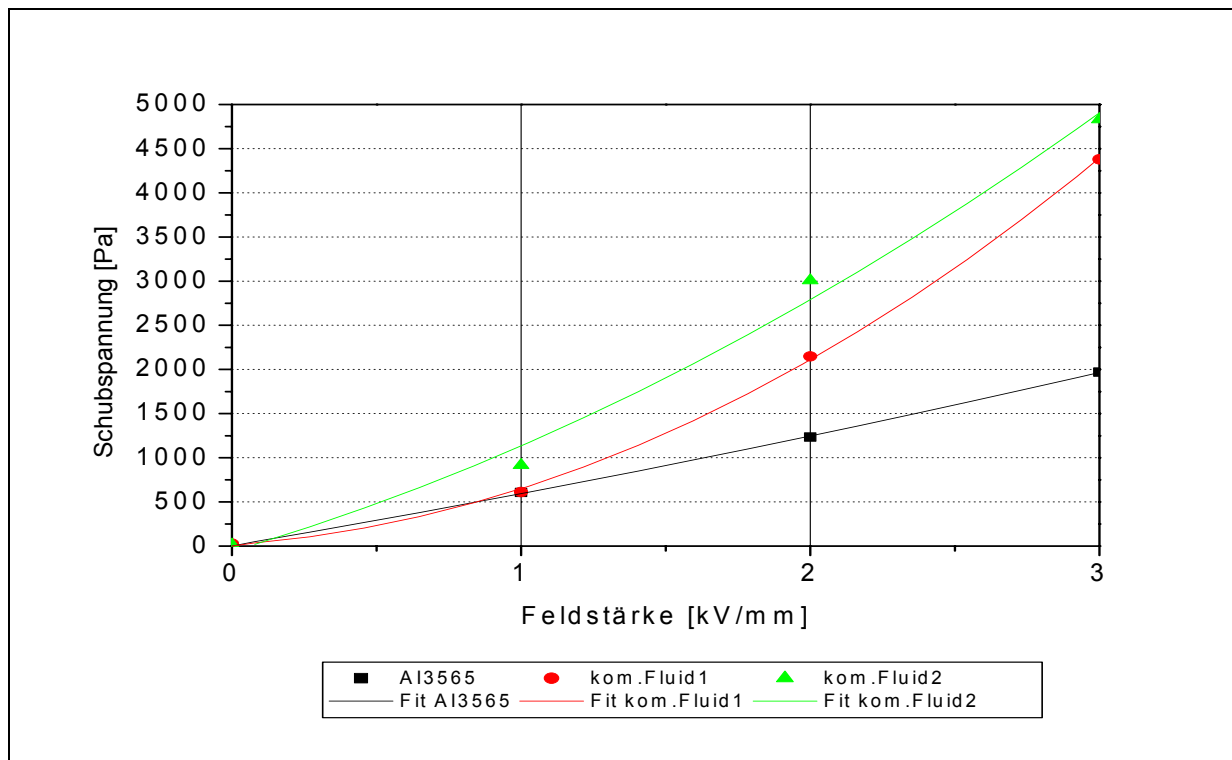


Diagramm 5.1.7.: gemittelte Schubspannungswerte der drei kommerziellen ER-Fluide aus dem Bereich 32 bis 48 mm des Plattenaktors bei verschiedenen Gleichspannungsfeldstärken

Um die gemessenen Schubspannungen des Elektrorheometers mit den Schubspannungen im Plattenaktor vergleichen zu können, muss sichergestellt sein, dass die ER-Fluide im Schermodus bei konstanter Wirkfläche arbeiten. Somit ist es möglich, die Schubspannungswerte nach Gleichung 4.1. (Kapitel 4.2.2.) aus den gemessenen Kräften zu bestimmen. Diese sind für das Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 im Diagramm 5.1.4. für den Verfahrensweg von 32 bis 48 mm dargestellt. Da die Schubspannung direkt proportional mit den gemessenen Kräften ist, wurde auf die Darstellung der berechneten Schubspannungen für die kommerziellen Fluide 1 und 2 verzichtet. Die Schwankungen der gemessenen Kraftwerte übertragen sich auf die berechneten Schubspannungswerte (Diagramm 5.1.4.). Die ER-Fluide zeigen im Plattenaktor bei zunehmender Feldstärke einen Anstieg der Schubspannungen, wie es aus den Daten der Messungen mit dem Elektrorheometer zu erwarten wäre. Auch hier kann der Anstieg der Schubspannung mit zunehmender Feldstärke (Diagramm 5.1.7.) mit einem Polynom 2. Ordnung beschrieben werden. Dennoch lassen sich die erreichten Schubspannungen beider Systeme nicht miteinander vergleichen. So erreichen die beiden kommerziellen Fluide 1 und 2 in der Aktorkonstruktion (Plattenaktor) höhere Schubspannungen als aus ihren rheologischen Daten, ermittelt mit dem Elektrorheometer, zu erwarten ist. Das Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 hingegen erreicht in der Aktorkonstruktion nicht die erwarteten Schubspannungswerte. Erklären lässt sich dies möglicherweise durch die Unterschiede im Aufbau der Messsysteme

(anderes Messprinzip und andere technische Parameter, wie Spaltweite). Aus den Messungen lässt sich schlussfolgern, dass die drei kommerziellen Fluide prinzipiell von den erreichten Kraftwerten für die Anwendung im Modellaktor und im Mikroaktorsystem einsetzbar sind. Jedoch weisen die ER-Fluide gravierende Nachteile auf, die den permanenten Einsatz in den Aktorkonstruktionen verhindern. So bildet das Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 ein nur sehr schwer resuspendierbares klebriges Sediment aus. Die Bildung des Sediments trägt aber nicht mehr zum ER-Effekt bei, sondern reduziert den Massengehalt an Partikeln im ER-Fluid und somit auch den ER-Effekt. Ferner führt dieses Sediment zu leitenden Verbindungen zwischen den beiden Elektroden, in dessen Folge es zu Kurzschlüssen bei anliegender Hochspannung kommen kann. Bei den beiden anderen kommerziellen Fluiden 1 und 2 verflüchtigt sich ein Großteil des Trägerfluids binnen einer Stunde. Die Folge hiervon ist zunächst eine Konzentrationszunahme an Partikeln im ER-Fluid und die damit verbundene Verschlechterung der Fließeigenschaften, da durch den Verlust an Trägerfluid das Volumenverhältnis der Partikel zum Fluid ansteigt. Letztendlich führt der Verlust an Trägerfluid zur Bildung eines gelartigen Festkörpers, der keinerlei ER-Aktivität mehr aufweist.

## 5.2. ER-Fluide aus Polyacrylaten

### 5.2.1. Rheologisches Verhalten von Na-PAA-ER-Fluiden ohne Feld

Die Na-PAA-ER-Fluide, die im Rheometer und im Kraftmesssystem eingesetzt wurden, sind auch ohne äußeres elektrisches Feld in ihrem rheologischen Verhalten charakterisiert worden. Hierzu wurden Fließkurven im Scherratenbereich von 0 bis  $100 \text{ s}^{-1}$  aufgenommen und die erhaltenen Daten nach den drei Modellen nach Bingham, Casson, Herschel-Bulkley (siehe Kapitel 3.3.) ausgewertet. Hierbei zeigt sich, dass das Bingham-Modell bei den Na-PAA-ER-Fluiden mit 25 bis 60 M.-% aufgrund seiner linearen Zusammenhänge nicht an die Messdaten angepasst werden kann. Bei den Fluiden mit 25 bis 60 M.-% lässt sich das Cassonsche Modell recht gut an die Messdaten anpassen. Die Darstellung der Messwerte und der Casson Modell Plots in Diagramm 5.2.1. a erfolgt in doppelter Wurzeldarstellung analog der Abb. 3.9. (Kap. 3.3.), so dass die Fit-Kurven eine lineare Steigung ergeben. Das Herschel-Bulkley Modell, dargestellt in Diagramm 5.2.1. b, lässt sich auch auf die gemessenen Daten anwenden, weicht aber insbesondere bei kleinen Scherraten ab. Hier ist die Darstellung des Diagramms doppelt logarithmisch analog der Abb. 3.10. (Kap. 3.3.). Die Fit-Kurven sind steigend und verlaufen nicht durch Null, d.h. die Na-PAA-ER-Fluide sind strukturviskos und weisen eine Fließgrenze auf.

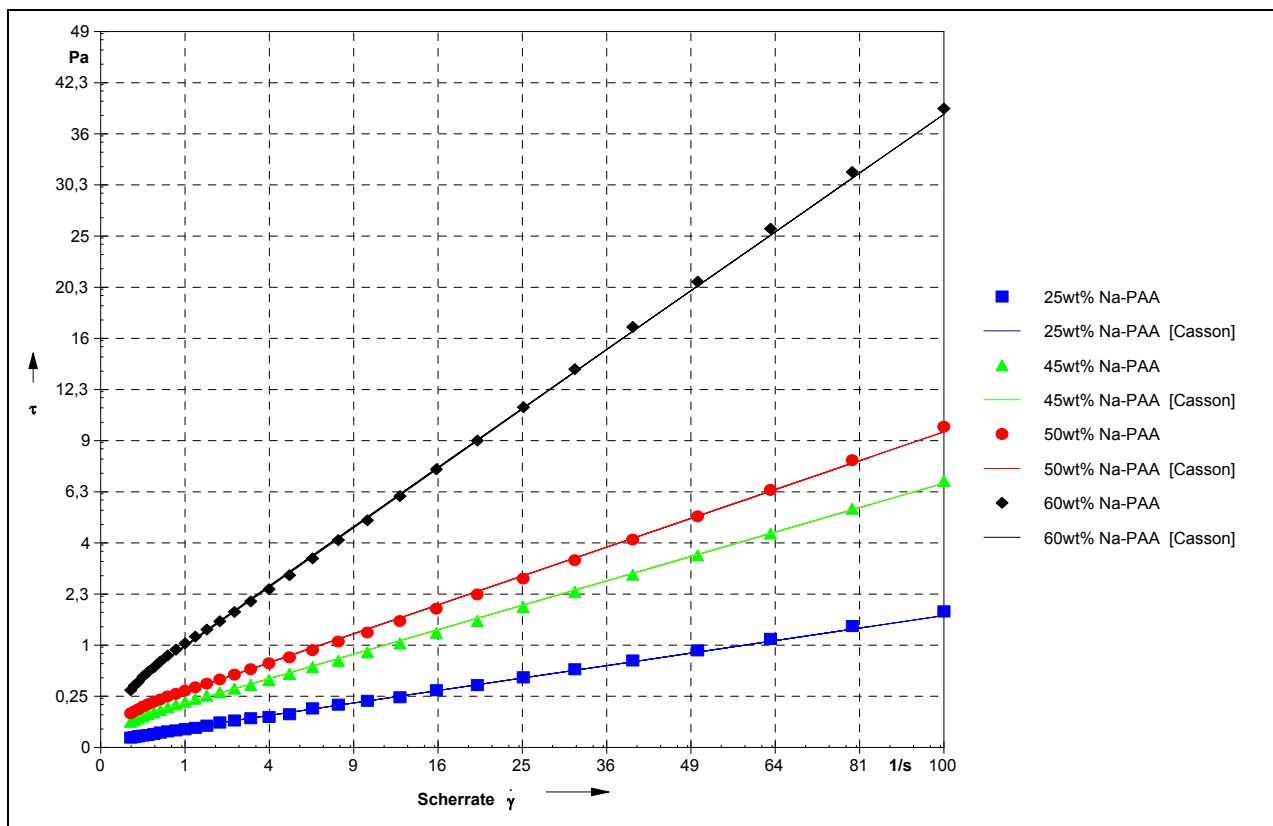


Diagramm 5.2.1.a: Fließkurven der 25 bis 60 M.-% Na-PAA-ER-Fluide ohne Feld bis  $100 \text{ s}^{-1}$  und Casson Modell Plots



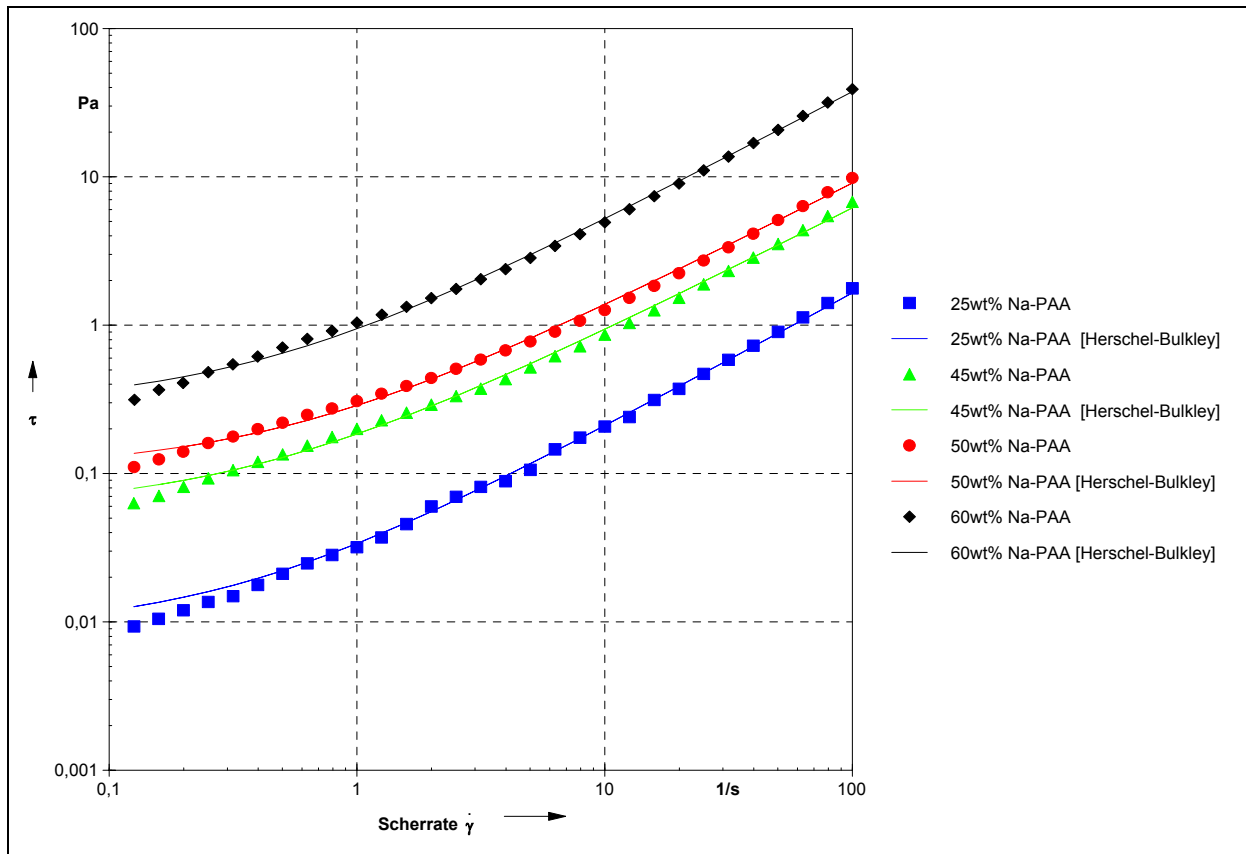


Diagramm 5.2.1.b: Fließkurven der 25 bis 60 M.-% Na-PAA-ER-Fluide ohne Feld bis  $100 \text{ s}^{-1}$  und Herschel-Bulkley Modell Plots

### 5.2.2. Charakterisierung von Na-PAA-ER-Fluiden im Gleichspannungsfeld

Die Charakterisierung der Na-PAA-ER-Fluide erfolgt in dem Rheometersystem, welches im Kapitel 4.1. beschrieben ist. Die Flüssigkeiten werden im Rheometer bei  $25^\circ\text{C}$  und einer Scherrate von  $10 \text{ s}^{-1}$  unter Gleichspannungseinfluss bei verschiedenen Feldstärken bezüglich der erreichbaren Schubspannung charakterisiert.

Das Diagramm 5.2.2. zeigt für drei 25 M.-%ige Na-PAA-ER-Fluide die Schubspannungswerte in Abhängigkeit von der Messzeit und bei verschiedenen Feldstärken. Als Trägerflüssigkeit dient bei allen PAA-ER-Fluiden Silikonöl vom Typ AK 10 der Fa. Wacker. Die Partikel der Fluide sind durch Sprühtrocknen mit optimierten Herstellungsparametern dargestellt (siehe Kap. 4.3.1.) und so getrocknet worden, dass die daraus hergestellten drei ER-Fluide einen Wassergehalt von 3,8 M.-%, bestimmt nach der Carl-Fischer-Methode, haben.

Im Diagramm 5.2.2. ist bei den drei Na-PAA-ER-Fluiden die gute Reproduzierbarkeit bei den erreichten Schubspannungswerten bei verschiedenen Feldstärken mit einer Fehlertoleranz von  $\pm 10\%$  gut zu erkennen. Bei konstanter Feldstärke, d.h. innerhalb eines Zeitintervalls von 72 s, sind die erreichten Schubspannungswerte der einzelnen Fluide nahezu konstant, was günstig für die technische Anwendung ist.

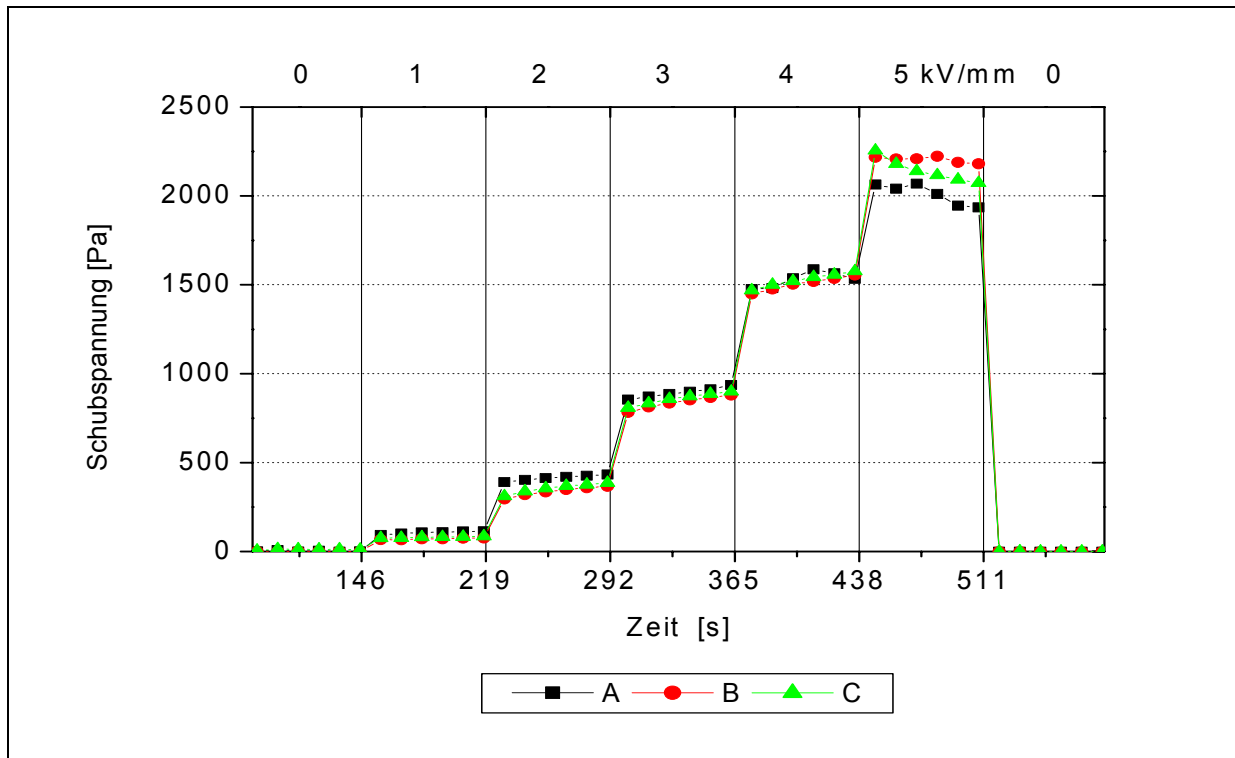


Diagramm 5.2.2.: Reproduzierbarkeit der Schubspannung von drei Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) (A, B, C) mit einem Wassergehalt im Fluid von 3,8 M.-% im Gleichspannungsfeld bei 25°C und  $10 \text{ s}^{-1}$

Der Wassergehalt in den Na-PAA-ER-Fluiden hat einen Einfluss auf die ER-Aktivität. So wurde dieser systematisch zwischen 0 und 3,8 M.-% variiert. Um einen Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf die Schubspannungswerte auszuschließen, wurden Partikel aus derselben Charge mit unterschiedlich eingestellten Wassergehalten zu ER-Fluiden verarbeitet. In den Diagrammen 5.2.3. a, b sind die Abhängigkeit der erreichten Schubspannung (a) bzw. Stromdichte (b) von der angelegten elektrischen Gleichspannungsfeldstärke und dem Wassergehalt dreidimensional dargestellt. Die Schubspannungswerte der 25 M.-%-igen Na-PAA-ER-Fluide sind bei einer Scherrate von  $10 \text{ s}^{-1}$  und bei einer Temperatur von 25°C im Elektrorheometer (siehe auch Kapitel 4.1.) bestimmt worden.

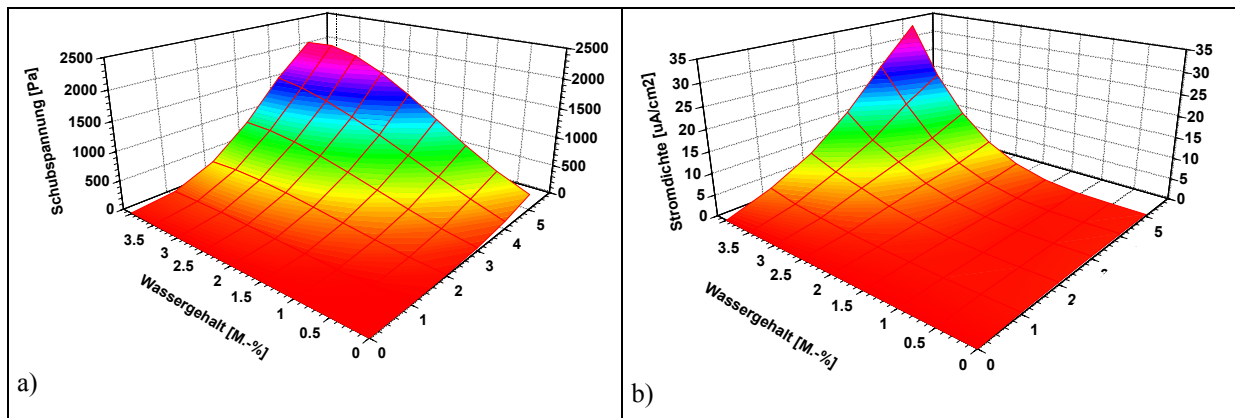


Diagramme 5.2.3. a, b: Na-PAA-ER-Fluide (25 M.-%): Zusammenhang zwischen Feldstärke, Wassergehalt und Schubspannung (a) bzw. Stromdichte (b) für bei  $10 \text{ s}^{-1}$  und 25°C

Um die Abhängigkeiten der Schubspannung (a) bzw. Stromdichte (b) vom Wassergehalt und von der Gleichspannungsfeldstärke besser darstellen zu können, werden diese Zusammenhänge getrennt betrachtet.

Dazu sind zunächst sind die ermittelten Schubspannungs- (Diagramm 5.2.4.) und Stromdichtewerte (Diagramm 5.2.5.) gegen die Gleichspannungsfeldstärke aufgetragen worden. Die gemessene Schubspannung der ER-Fluide – betrachtet bei gleicher Feldstärke – nimmt bis zu einem Wassergehalt von 3,8 M.-% zu. Der festgestellte Anstieg steht im Einklang mit den Modellvorstellungen im Kapitel 3. So bilden sich unter dem Einfluss des elektrischen Feldes Ketten aus Partikeln entlang der Feldlinien. Diese werden durch die Rotationsbewegung des Messsystems geschert. Dabei bilden sich letztlich Strukturen aus, die dem Modell von Henley und Filisko entsprechen. Die Erklärungsansätze für die Ausbildung dieser Strukturen sind in den verschiedenen elektrischen Modellen, wie der Polarisierung von Doppelschichten, dem Polarisationsmodell und dem Leitfähigkeitsmodell zu finden. So bildet das Wasser um die Partikel eine Doppelschicht aus, die sich unter dem Einfluss des elektrischen Feldes polarisieren lässt. Die Polarisierung hängt aber nach dem Polarisationsmodell von dem Dielektrizitätsverhältnis zwischen den Partikeln und dem Trägerfluid ab. Mit steigendem Wassergehalt steigt die Dielektrizitätszahl und die Leitfähigkeit der Partikel an. Da die Änderung des Verhältnisses sich auf die resultierenden Kräfte zwischen den Partikeln mit quadratischer Funktion bemerkbar macht (Gl. 3.10., Gl. 3.11.) und diese Kräfte direkten Einfluss auf die Schubspannung haben, lässt sich der Anstieg der Schubspannung bei gegebenen elektrischen Feld durch eine quadratische Funktion mit linearem Anteil beschreiben. Die Stromdichte lässt sich über bewegliche Ladungsträger, die die Leitfähigkeit der Partikel bewirken, erklären. Die Anzahl der beweglichen Ladungsträger steigt mit zunehmendem Wassergehalt an. Dieser Anstieg bewirkt bei diesem System eine lineare Zunahme der Schubspannung bei konstanter Feldstärke mit steigendem Wassergehalt (Diagramm 5.2.6.). Der Anstieg flacht in der Nähe der kritischen Leitfähigkeit ab. Die resultierende Stromdichte steigt hingegen bis zu einem kritischen Wert bei zunehmenden Wassergehalt (Diagramm 5.2.7.) mit quadratischer Funktion an. Ab diesem kritischen Wert kommt es nach dem Leitfähigkeitsmodell unter dem Einfluss des elektrischen Feldes zu einem sprunghaften Anstieg der Leitfähigkeit im System, da die maximale Feldstärke zwischen den Partikeln überschritten wird (vgl. Kap. 3.4.). Hierdurch kommt es zum Kurzschluss zwischen den Elektroden. Dieser bewirkt einen Zusammenbruch des elektrischen Feldes und somit auch des ER-Effekts. Deshalb sollte für technische Anwendungen und zur Sicherheit, dass keine Durchschläge auftreten, der Wassergehalt 3,2 M.-% in den Na-PAA-ER-Fluiden nicht überschritten werden.

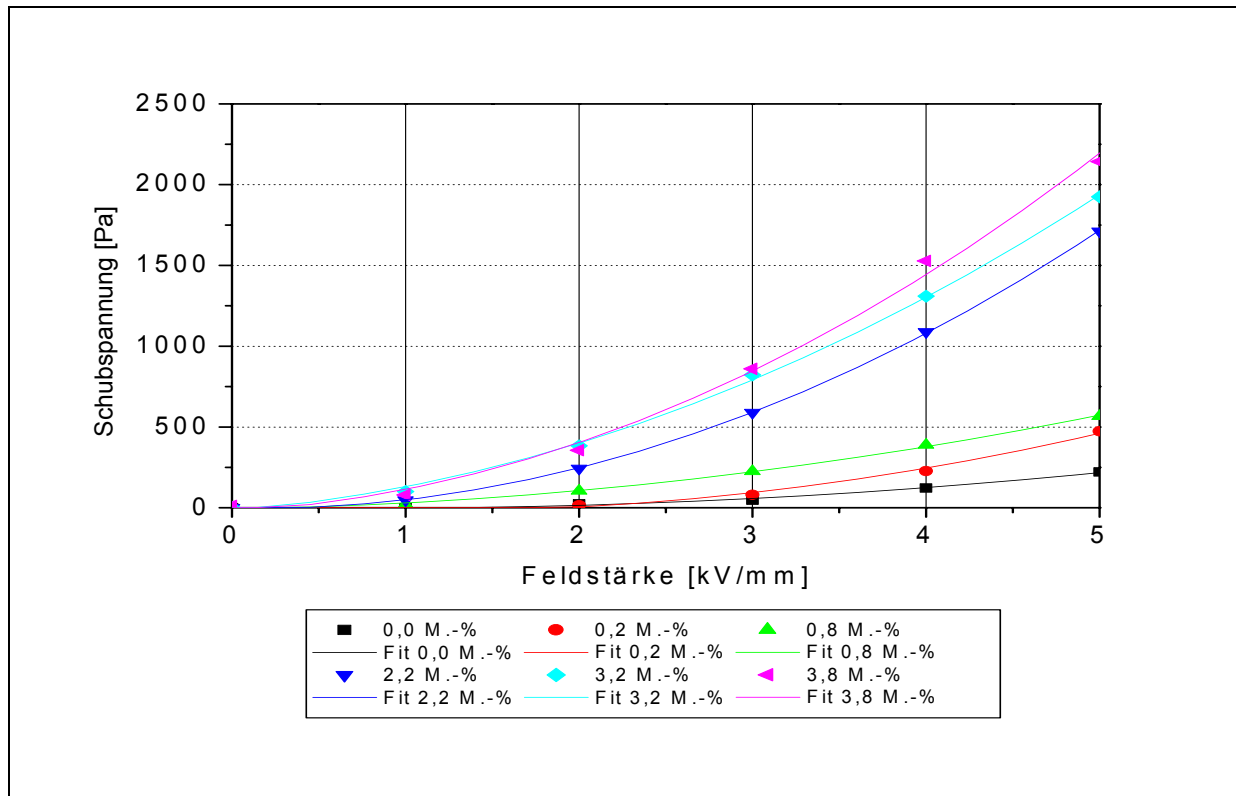


Diagramm 5.2.4.: gemittelte Schubspannungen von Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) mit verschiedenen Wassergehalten im Gleichspannungsfeld bei 25°C und  $10 \text{ s}^{-1}$

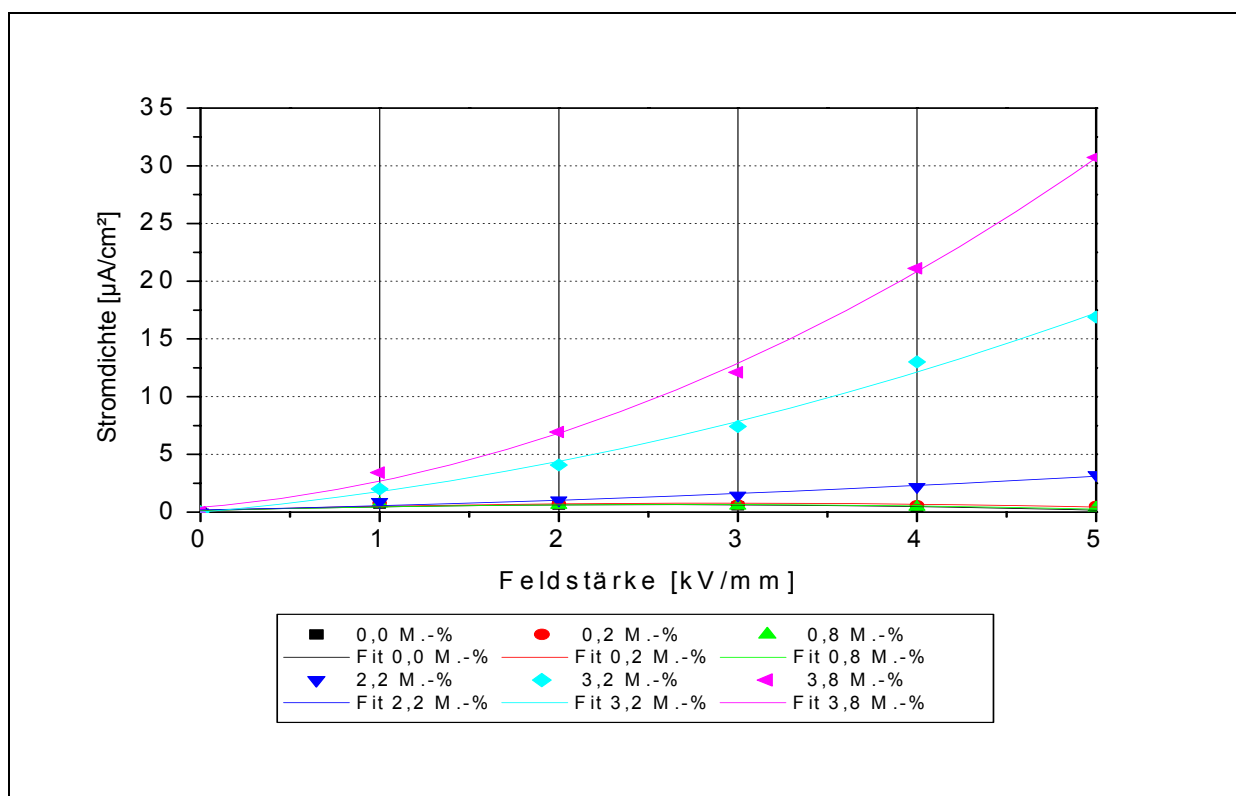


Diagramm 5.2.5.: gemittelte Stromdichten von Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) mit verschiedenen Wassergehalten im Gleichspannungsfeld bei 25°C und  $10 \text{ s}^{-1}$

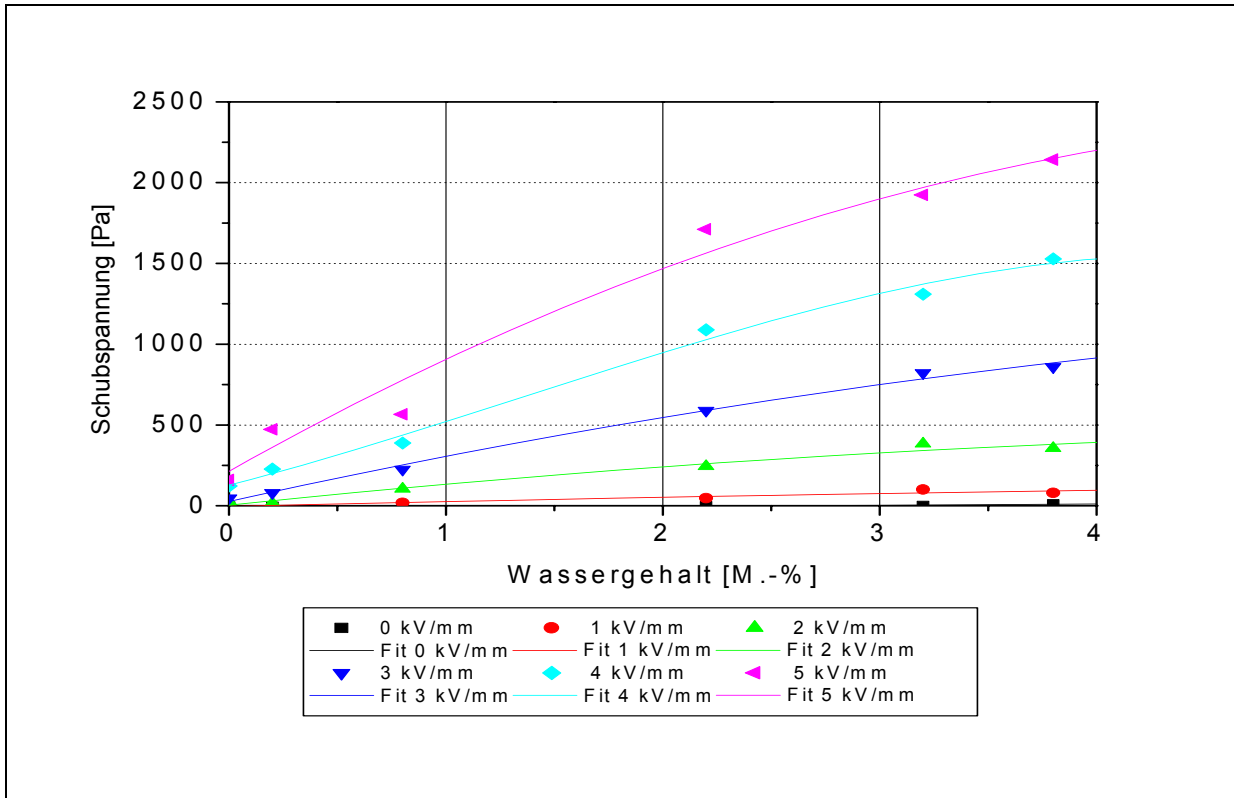


Diagramm 5.2.6.: Zusammenhang zwischen dem Wassergehalt und der Schubspannung von Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) im Gleichspannungsfeld bei  $10 \text{ s}^{-1}$  und  $25^\circ\text{C}$

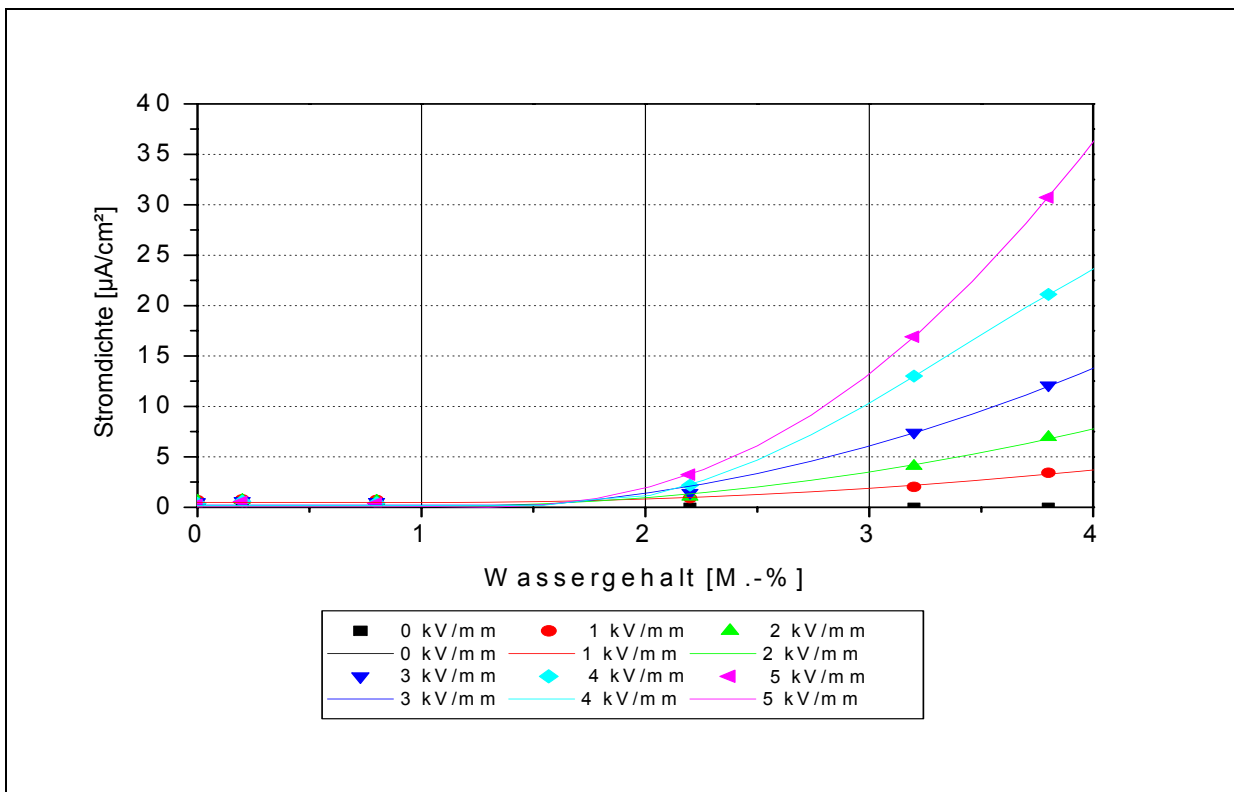


Diagramm 5.2.7.: Zusammenhang zwischen dem Wassergehalt und der Stromdichte von Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) im Gleichspannungsfeld bei  $10 \text{ s}^{-1}$  und  $25^\circ\text{C}$

Neben Wassergehalt und Feldstärke lässt sich die Schubspannung von Na-PAA-ER-Fluiden auch durch Erhöhung der Partikelmenge steigern. Bisher wurden nur Fluide mit 25 M.-% Partikeln in Silikonöl AK10 untersucht. Im Folgenden wird die Abhängigkeit der Schubspannung von der Partikelkonzentration betrachtet: Um die Vergleichbarkeit der hier betrachteten Messwerte sicherzustellen, wurden zur Herstellung der Fluide die gleiche Partikelcharge des Na-PAA und das gleiche Öl (AK10) verwendet. Somit ist sowohl die Partikelgröße und -größenverteilung als auch der Wassergehalt (3,2 M.-%) in allen hergestellten Fluiden identisch. Die Temperatur (25°C) und die Scherrate (10 s<sup>-1</sup>) sind bei den Messungen gleich geblieben, lediglich die Konzentration der Partikel im Fluid wurde zwischen 25 M.-% und 60 M.-% variiert.

Bei der Variation des Partikelgehaltes im ER-Fluid beobachtet man, dass die Schubspannung (Diagramm 5.2.8.) sich bis zu einem Massengehalt von 60 M.-% steigern lässt, ohne eine übermäßig hohe Stromdichte (Diagramm 5.2.9.) zu erhalten. Innerhalb eines Zeitintervalls von 72 s mit konstanter Feldstärke ist bei Partikelkonzentrationen bis 50 M.-% keine zeitliche Veränderung der erreichten Schubspannungswerte aufgetreten. Bei einer Konzentration von 60 M.-%, vor allem bei Feldstärken größer als 3 kV/mm, vermindert sich jedoch der ER-Effekt bei konstanter Feldstärke innerhalb des Zeitintervalls von 72 s stark. Mit der Verminderung des ER-Effekts ist ein starker Anstieg der Stromdichte im ER-Fluid (im Diagramm nicht dargestellt) feststellbar; dieses deutet auf Veränderungen im Fluid und nachfolgende Durchschläge hin. Es ist daher aufgrund der Modellvorstellung nach Wu und Conrad (vgl. Kap. 3.4.) anzunehmen, dass die maximale Feldstärke zwischen den Partikeln erreicht und sogar überschritten wird.

Aus den Messergebnissen lässt sich zusammenfassend feststellen, dass die Schubspannung von Na-PAA-ER-Fluiden im Gleichspannungsfeld vom Wassergehalt, der Partikelkonzentration und der angelegten Feldstärke abhängig ist. Bei den untersuchten Na-PAA-ER-Fluiden mit einem Partikelmassengehalt von 25 M.-% ist eine Steigerung der Schubspannung bis zu einem Wassergehalt von 3,2 M.-% möglich, ohne dass die Stromdichte stark zunimmt. Bei höheren Wassergehalten ist nur noch eine geringfügige Steigerung der Schubspannung zu erwarten. Die Stromdichte steigt dann allerdings stark an, was bei Wassergehalten größer 4 M.-% zu Durchschlägen und somit zum Verlust der ER-Effekts führt. Ein nahezu linearer Anstieg der Schubspannung bei konstanter Feldstärke lässt sich bis zu einem Wassergehalt der ER-Fluide von 3,2 M.-% beobachten. Die Abhängigkeit der Schubspannung bzw. Stromdichte von der Feldstärke steht im Einklang mit den theoretischen Ansätzen nach Wu und Conrad (Kap. 3.4.).

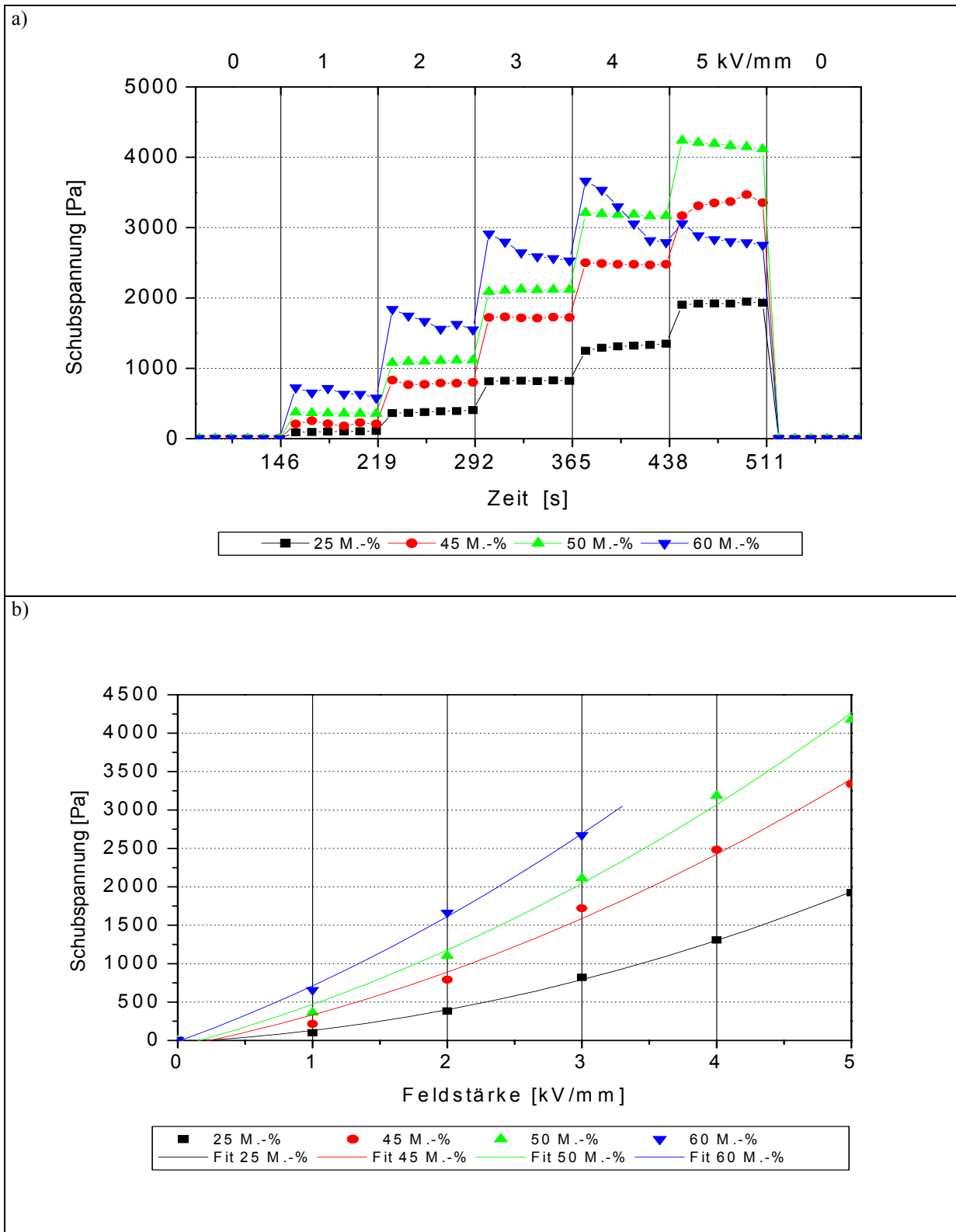


Diagramm 5.2.8.: Abhängigkeit der Schubspannung der Na-PAA-ER-Fluide mit verschiedenen Partikelkonzentrationen von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>, 3,2 M.-% Wassergehalt der Fluide; zeitlicher Verlauf mit Variation der Feldstärke (a); gemittelte Schubspannungswerte (b)

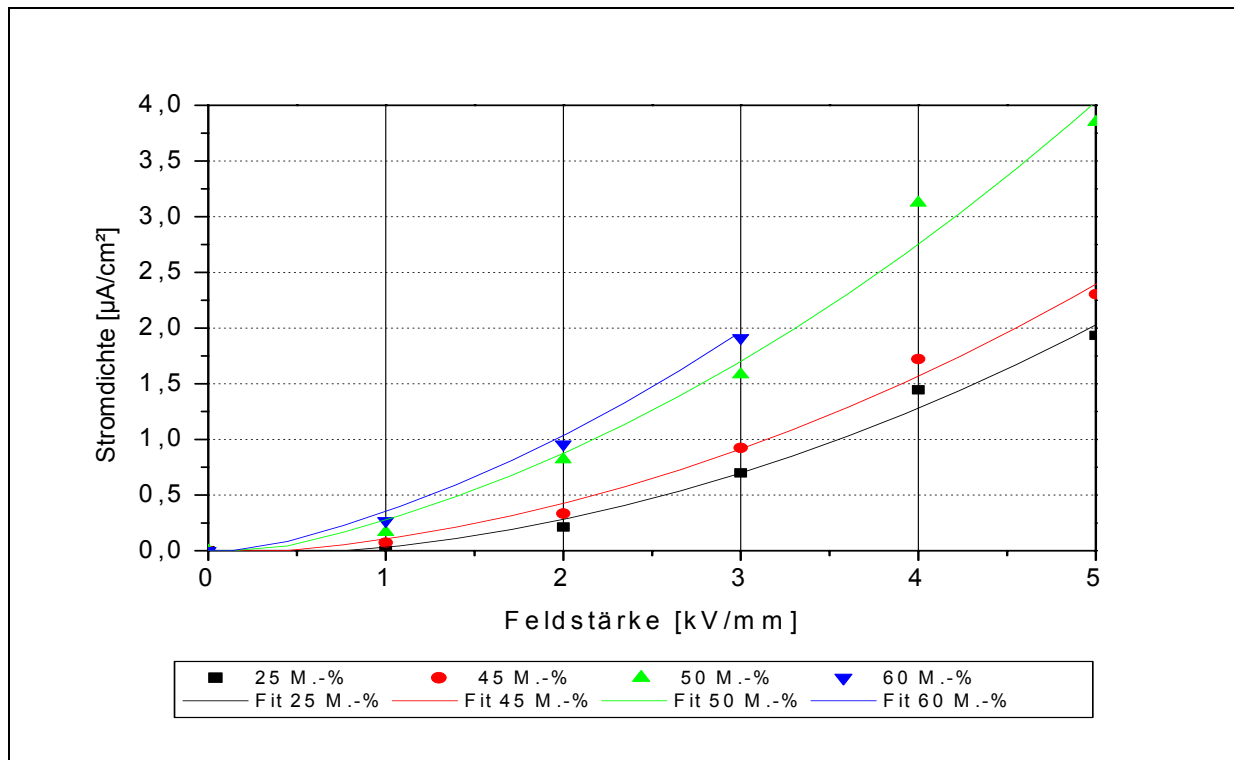


Diagramm 5.2.9.: Abhängigkeit der Stromdichte der Na-PAA-ER-Fluide mit verschiedenen Partikelkonzentrationen von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>, 3,2 M.-% Wassergehalt der Fluide

### 5.2.3. Charakterisierung von Na-PAA-ER-Fluiden im Wechselfeld

Die gleichen Na-PAA-ER-Fluide aus Kapitel 5.2.2. sind im Wechselfeld unter den selben Bedingungen charakterisiert worden. Lediglich die Gleichspannung wurde durch sinusförmige Wechselfeld mit 100 Hz ersetzt. Die Feldstärkeangaben in diesem Kapitel beziehen sich auf die Effektivwerte, nicht auf die Spitzenwerte der Wechselfeld. Im Wechselfeld zeigen die Na-PAA-ER-Fluide ebenfalls einen reproduzierbaren ER-Effekt innerhalb einer Fehlertoleranz von  $\pm 10\%$  (Diagramm 5.2.10.), wenn diese unter gleichen Bedingungen hergestellt werden.



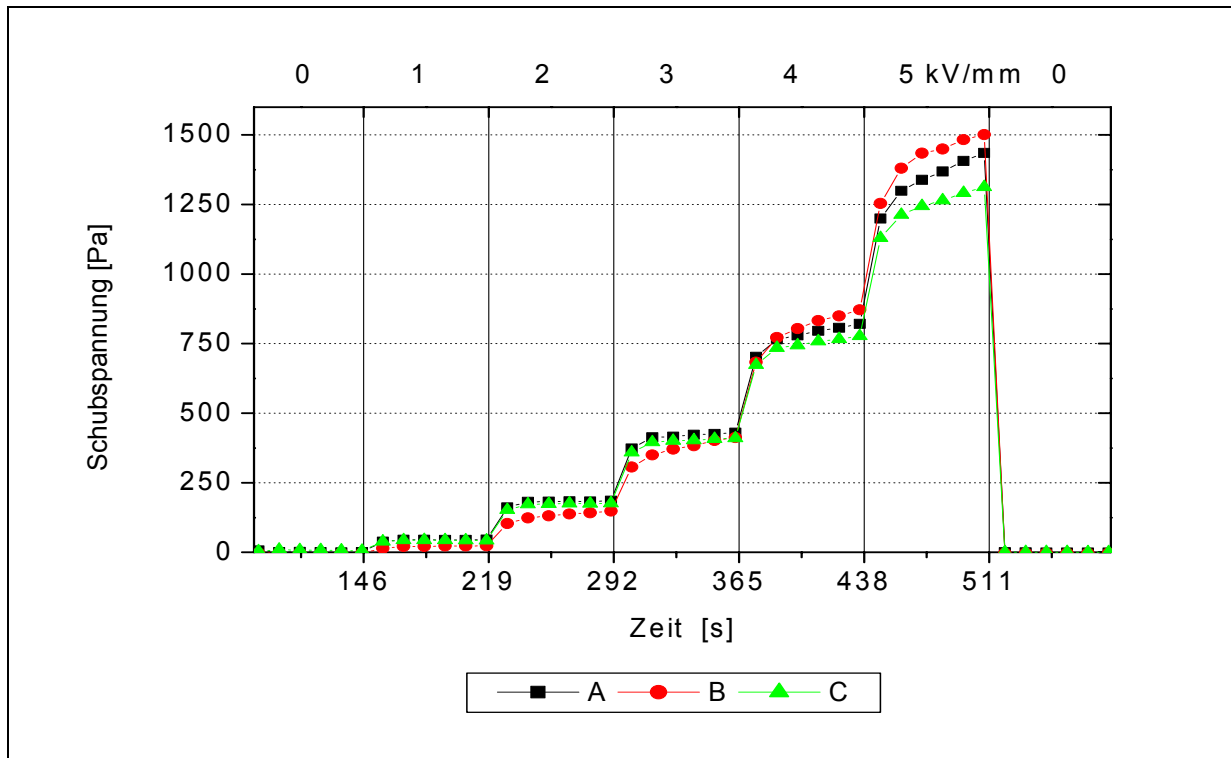


Diagramm 5.2.10.: Reproduzierbarkeit der Schubspannung von drei Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) (A, B, C) mit einem Wassergehalt von 3,8 M.-% im Fluid im Wechselfeld sinus 100 Hz bei 25°C und  $10 \text{ s}^{-1}$

In den beiden folgenden Diagrammen 5.2.11. a, b ist der Zusammenhang zwischen Feldstärke, Wassergehalt des Fluids und Schubspannung (a) bzw. Stromdichte (b) dreidimensional dargestellt. Die einzelnen Zusammenhänge werden auch hier separat betrachtet.

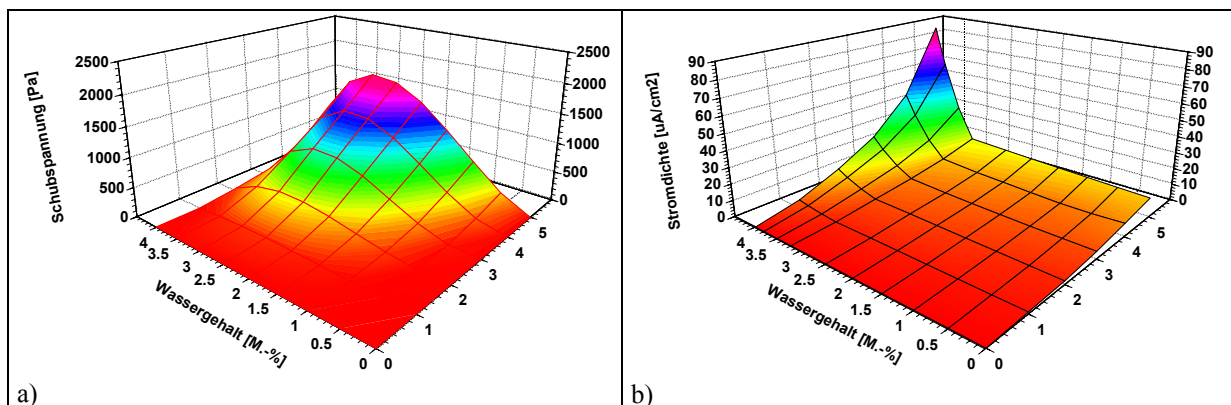


Diagramme 5.2.11. a, b: Na-PAA-ER-Fluide (25 M.-%): Zusammenhang zwischen Feldstärke, Wassergehalt und Schubspannung (a) bzw. Stromdichte (b) für bei  $10 \text{ s}^{-1}$  und 25°C

Die gemessenen Schubspannungen der ER-Fluide (Diagramm 5.2.12.) nehmen mit steigendem Wassergehalt bis etwa 2,2 M.-% zu. Bei weiterer Steigerung des Wassergehalts auf 3,8 M.-% nimmt die Schubspannung nur noch sehr wenig zu und fällt schließlich wieder ab. Die Stromdichte, die um den Beitrag des kapazitiven Blindstroms des Koaxialkabels und des Messsystems reduziert wurde, steigt hingegen bei steigendem Wassergehalt in ER-Fluid

stark an (Diagramm 5.2.13.). Dieser Anstieg lässt sich auf die Zunahme der Leitfähigkeit der Partikel zurückführen. Bei Wassergehalten größer 4 M.-% im ER-Fluid kommt es durch Überschreiten der maximalen Feldstärke zwischen den Partikeln auch im Wechselfeld zu elektrischen Durchschlägen, in deren Folge der ER-Effekt zusammenbricht. Mittels der Gleichungen 3.11. bzw. 3.17. lassen sich die Zusammenhänge im Wechselfeld zwischen Schubspannung und Feldstärke bzw. Stromdichte und Feldstärke mathematisch beschreiben, d.h. sie stehen demzufolge im Einklang mit im Kapitel 3.4. vorgestellten elektrischen Modellen. Da diese elektrischen Modelle auf den Strukturmodellen, die im Kapitel 3.2. erwähnt sind, basieren, kann man davon ausgehen, dass die Partikel der Na-PAA-ER-Fluide die erwähnten Strukturen unter Feldeinfluss aufweisen.

Bei der Betrachtung des Zusammenhangs zwischen Wassergehalt der Na-PAA-ER-Fluide und der erreichten Schubspannung ist festzustellen, dass die Schubspannung bis 2,2 M.-% Wasser kontinuierlich zunimmt (Diagramm 5.2.14.). Dann ist zu beobachten, dass der Anstieg der Schubspannung zwischen 2,2 M.-% Wasser und 3,2 M.-% Wasser nur sehr gering ist, bei weiter ansteigendem Wassergehalt sogar wieder abfällt. Dieses Verhalten steht im Einklang mit dem Leitfähigkeitsmodell. Die Feldstärke zwischen den Partikeln nähert sich mit steigendem Wassergehalt der maximalen Feldstärke an und überschreitet diese sogar mit der Konsequenz, dass es zu Ladungsausgleichen und schließlich zu Durchschlägen kommt. Der Verlauf der Schubspannung in Abhängigkeit vom Wassergehalt bei konstanter Feldstärke lässt sich mit einem Polynom 2. Ordnung - nach dem Leitfähigkeitsmodell - beschreiben. Die Stromdichte steigt in Bezug auf den Wassergehalt ebenfalls mit einem Polynom 2. Ordnung bis zu einem Wassergehalt von 3,2 M.-% an, danach nimmt die Stromdichte überproportional zu (Diagramm 5.2.15.). Dieser sehr starke Anstieg steht im Einklang mit dem Abfall der Schubspannung. Die Erklärung hierzu liefert das Leitfähigkeitsmodell nach WU und Conrad [WU2, WU3].

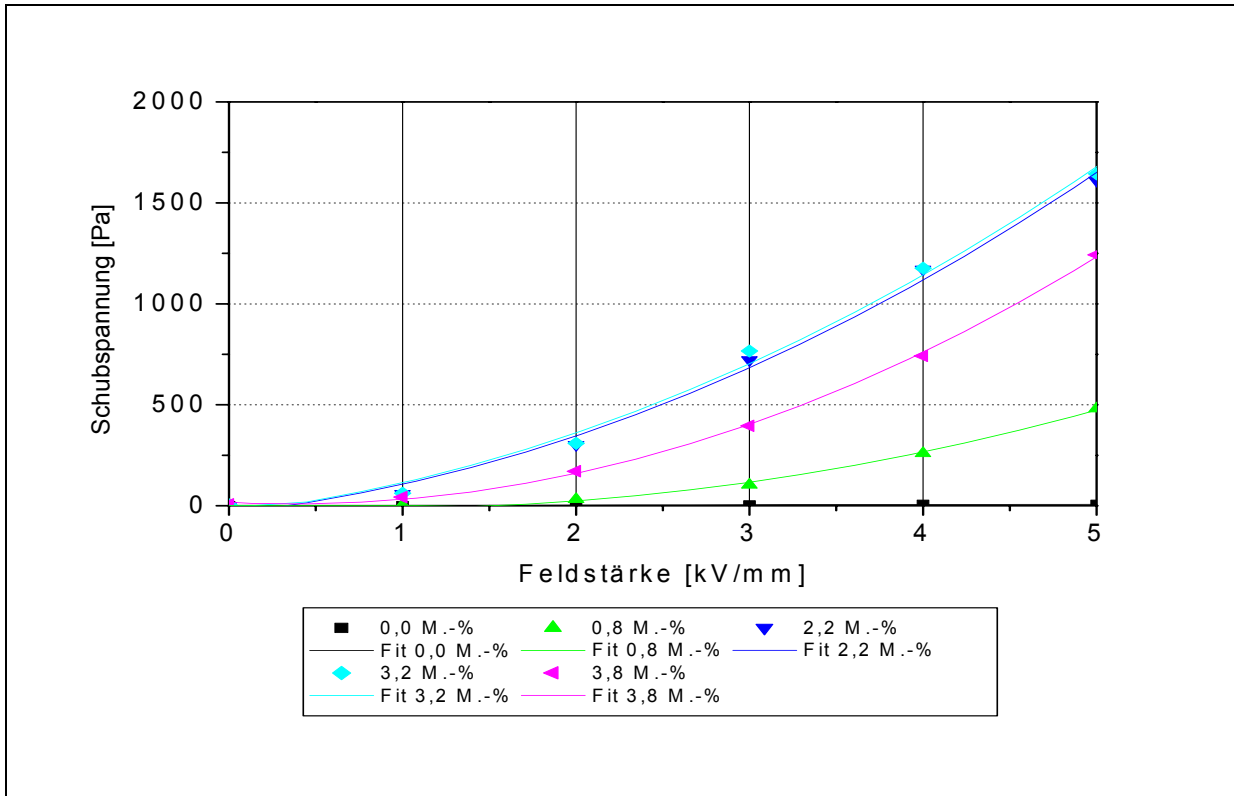


Diagramm 5.2.12.: Abhängigkeit der gemittelten Schubspannungen von der Feldstärke von Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) mit verschiedenen Wassergehalten im Wechselspannungsfeld 100 Hz bei 25°C und 10 s<sup>-1</sup>

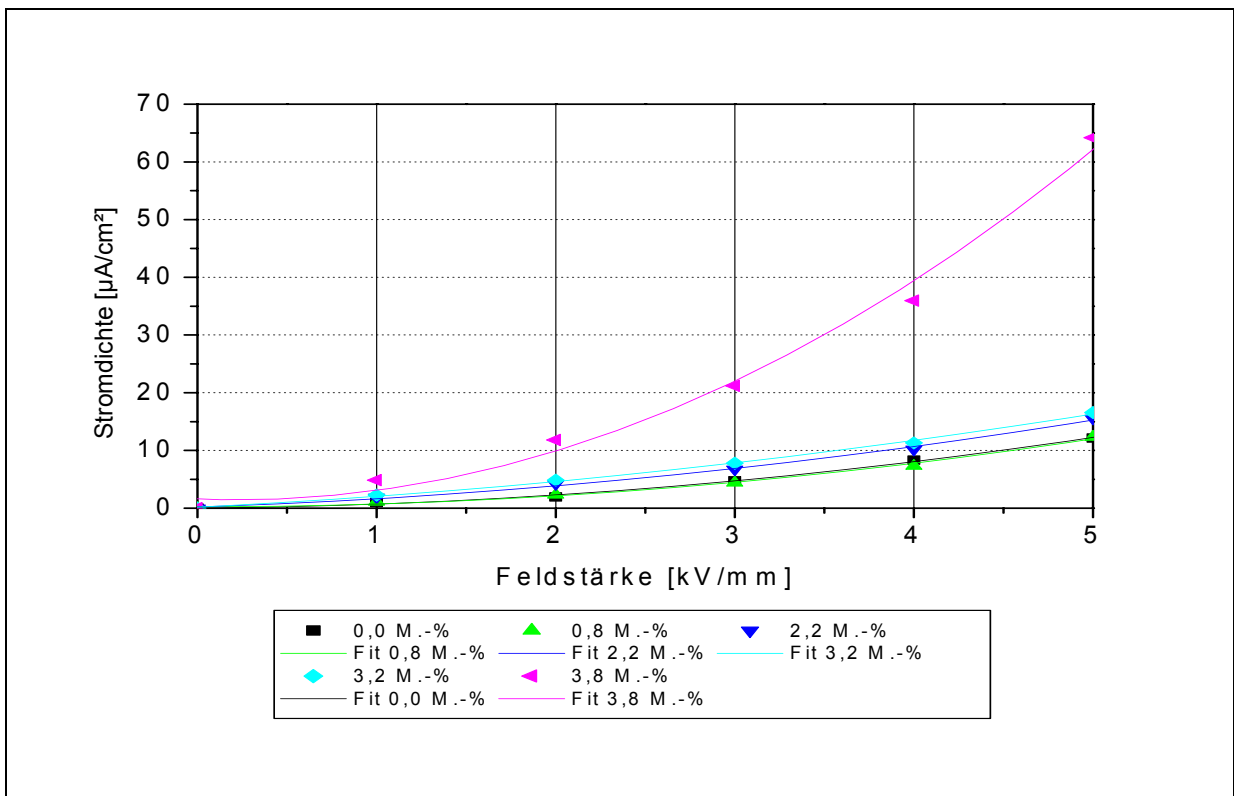


Diagramm 5.2.13.: Abhängigkeit der gemittelten Stromdichte von der Feldstärke bei Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) mit verschiedenen Wassergehalten im Wechselspannungsfeld sinus 100 Hz bei 25°C und 10 s<sup>-1</sup>

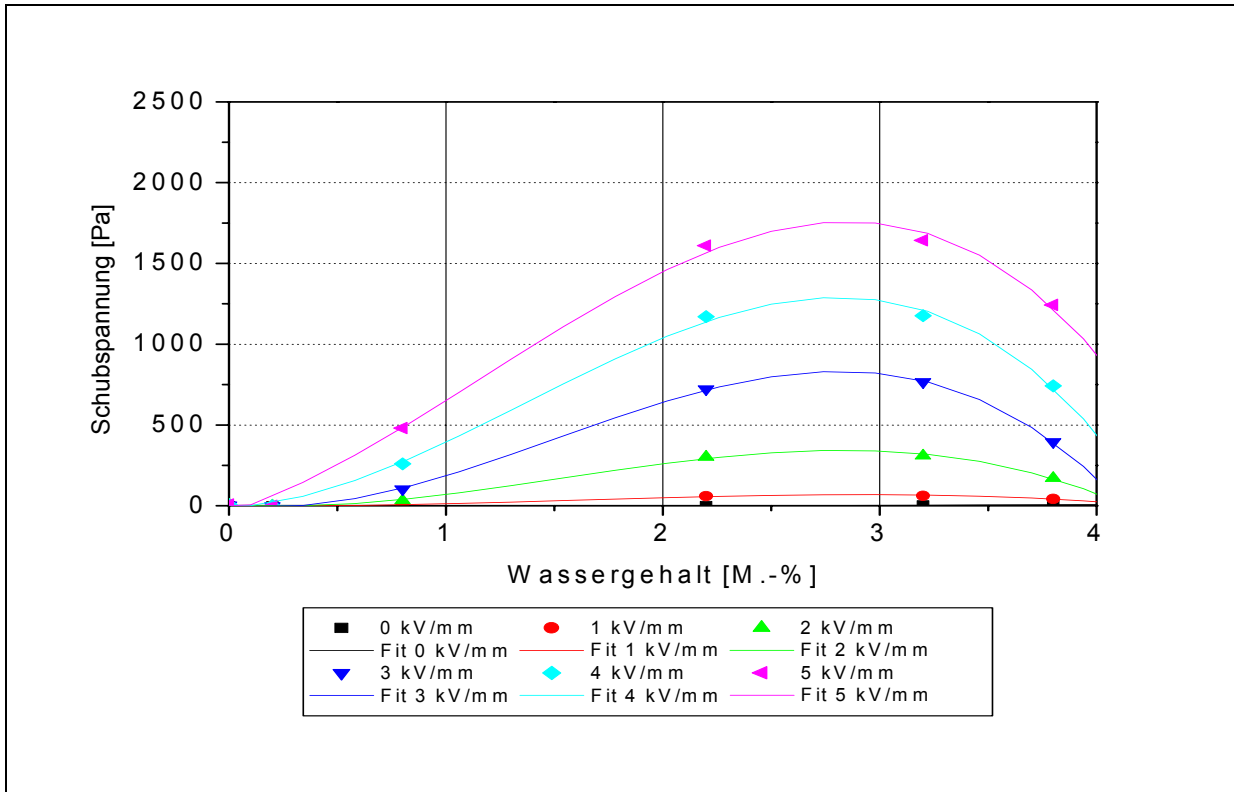


Diagramm 5.2.14.: Abhängigkeit der gemittelten Schubspannungen vom Wassergehalt von Na-PAA-ER-Fluiden (25 M.-%) im Wechselfeld sinus 100 Hz bei 25°C , 10 s<sup>-1</sup> und verschiedenen Feldstärken

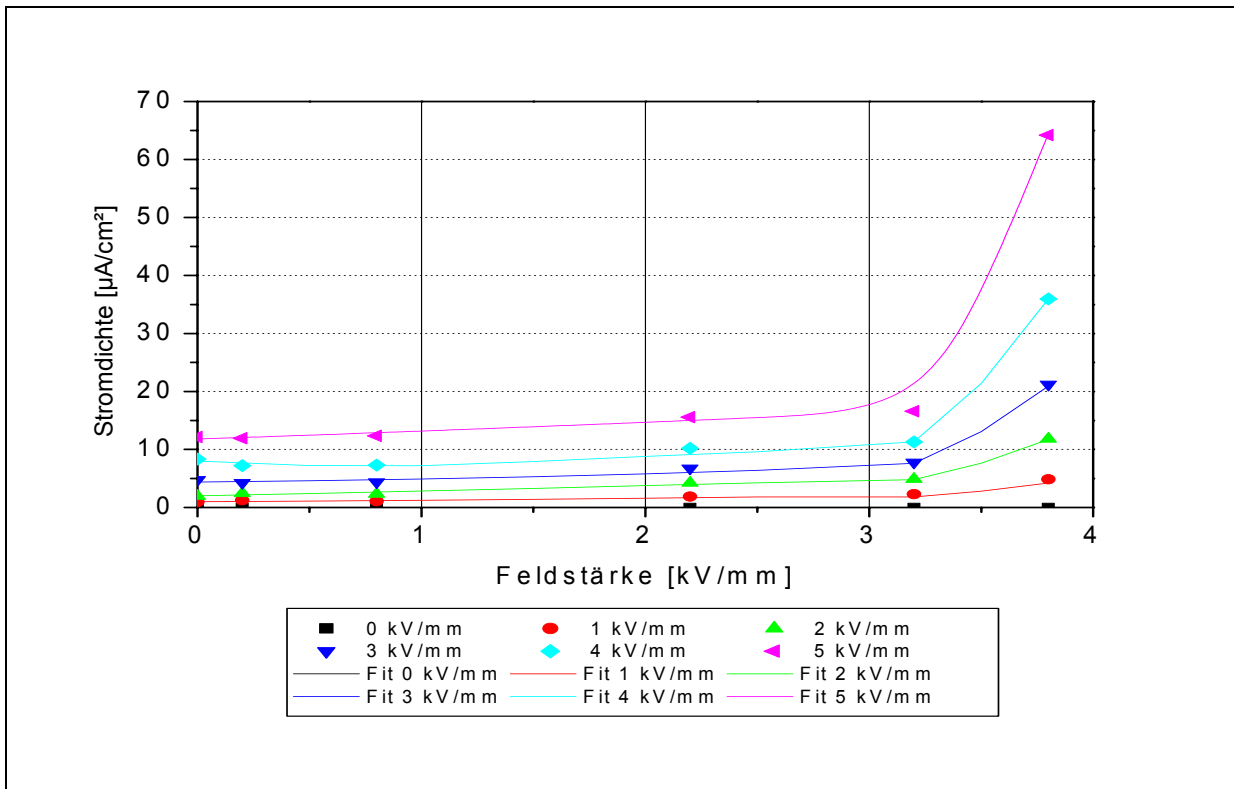


Diagramm 5.2.15.: Abhängigkeit der gemittelten Stromdichten vom Wassergehalt der Na-PAA-ER-Fluide (25 M.-%) im Wechselfeld sinus 100 Hz bei 25°C 10 s<sup>-1</sup> und bei verschiedenen Feldstärken

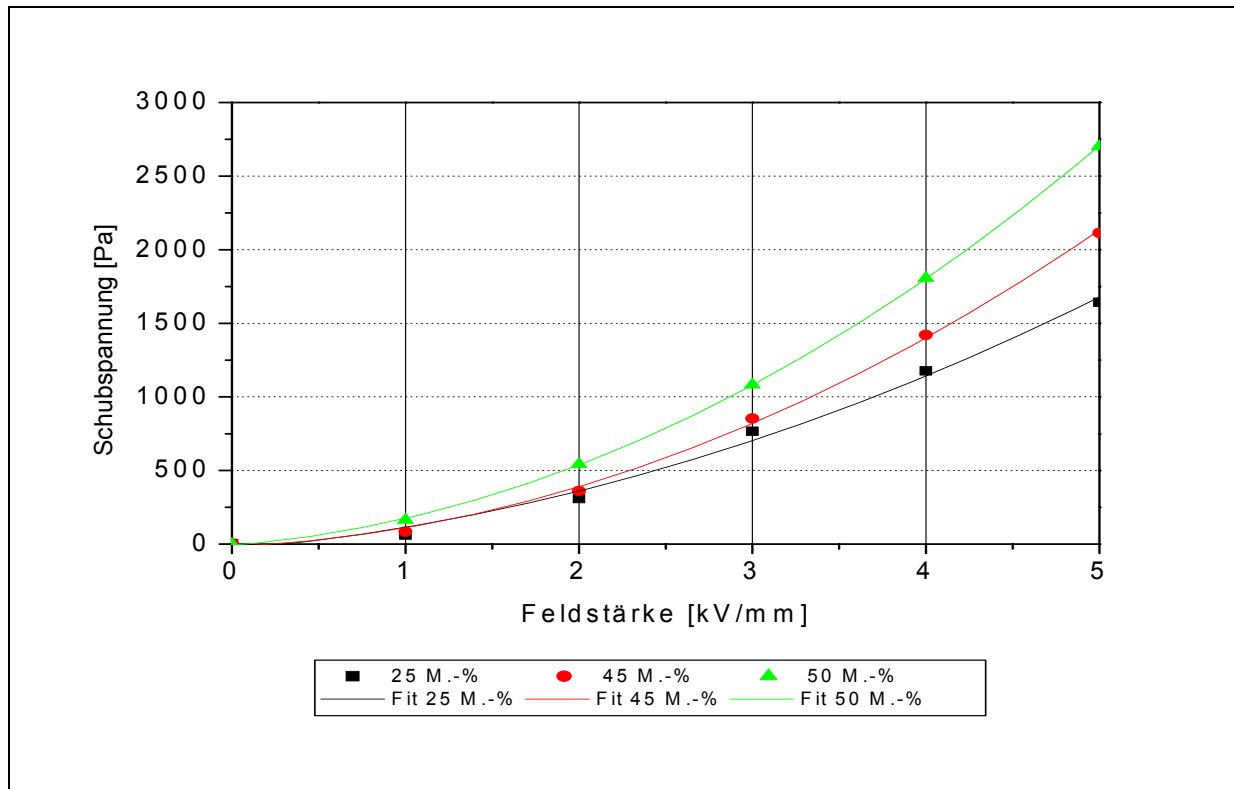


Diagramm 5.2.16.: Abhängigkeit der Schubspannung der Na-PAA-ER-Fluide mit verschiedenen Partikelkonzentrationen von der Feldstärke im Wechselfeld von 100 Hz bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>, 3,2 M.-% Wassergehalt der Fluide

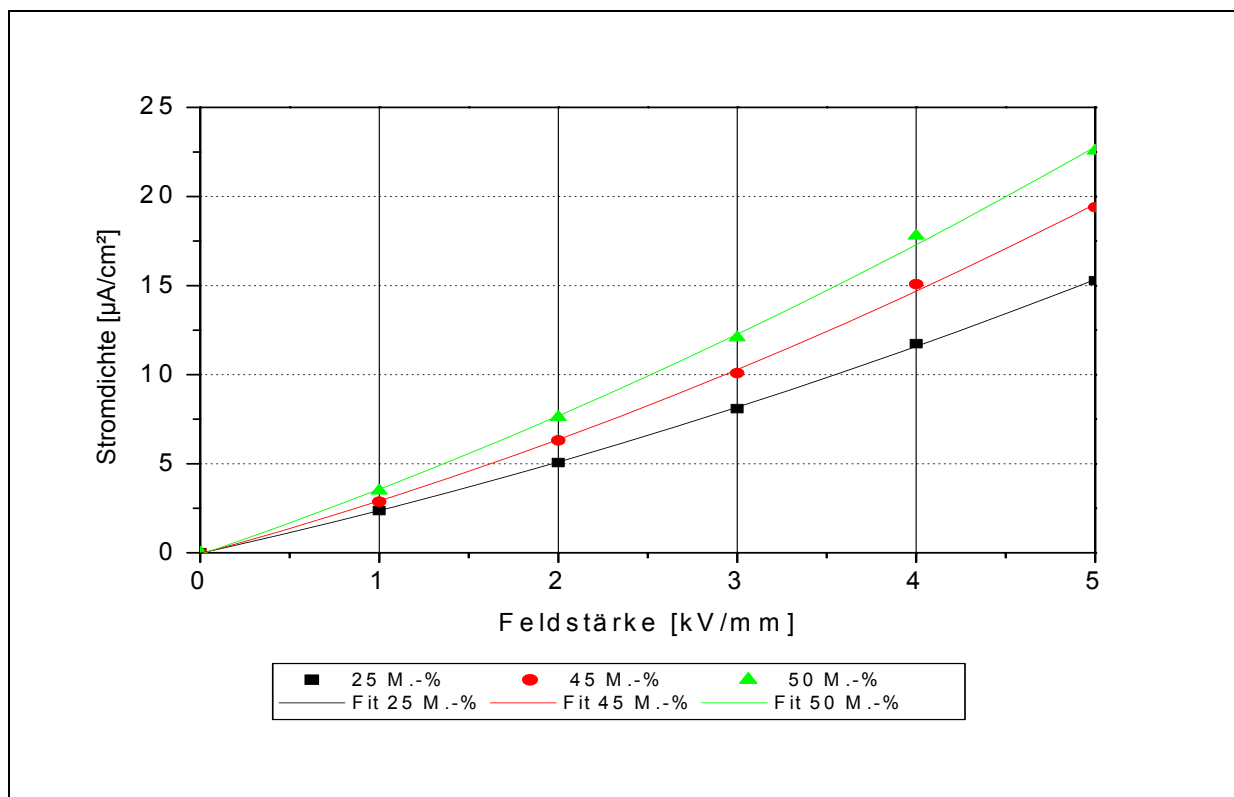


Diagramm 5.2.17.: Abhängigkeit der Stromdichte der Na-PAA-ER-Fluide mit verschiedenen Partikelkonzentrationen von der Feldstärke im Wechselfeld von 100 Hz bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>, 3,2 M.-% Wassergehalt der Fluide

Bei der Steigerung des Na-PAA-Partikelgehalts im ER-Fluid ist auch im Wechselfeld ein Anstieg der Schubspannung zu beobachten (Diagramm 5.2.16.). Parallel mit dem Anstieg der Schubspannung steigt auch die Stromdichte, da die Zunahme des Partikelvolumens einen direkten Einfluss hat (Gl. 3.17., Kap. 3.4.).

Bei den ER-Fluiden mit Na-PAA-Partikeln und höheren Massengehalten an Partikeln lässt sich, wie beim 25 M.-%igen Fluid, die Steigerung der Schubspannung und Stromdichte mit Polynomen 2. Ordnung beschreiben. Der Anstieg der Stromdichte (Diagramm 5.2.17.) bei steigendem Partikelgehalt ist auf die zunehmende Anzahl von Ladungsträgern, die die Partikel tragen, und der damit verbundenen Zunahme des Partikelvolumens im ER-Fluid zurückzuführen.

Aus Messergebnissen lässt sich entnehmen, dass bei den untersuchten Na-PAA-ER-Fluiden mit einem Partikelgehalt von 25 M.-% eine Steigerung der Schubspannung im Wechselfeld von sinus 100 Hz mit zunehmendem Wassergehalt bis 2,2 M.-% einhergeht. Darüber hinaus ist nur noch eine geringe Zunahme und schließlich sogar wieder eine Abnahme bei gleichzeitig stark steigendem Stromfluss zu erkennen. Bei noch höheren Wassergehalten (größer 4 M.-%) kommt es wegen der Überschreitung der maximalen Feldstärke zwischen den Partikeln zu Durchschlägen und somit zum Verlust des ER-Effektes. Bei konstanter Feldstärke lässt sich ein nahezu linearer Anstieg der Schubspannung mit steigendem Wassergehalt bis 2,2 M.-% im ER-Fluid feststellen. Bei Wassergehalten zwischen 2,2 und 3,2 M.-% steigt die Schubspannung nur noch gering an und erreicht ein Maximum. Schließlich fällt diese dann bei noch höheren Wassergehalten wieder ab. Als Ursache kommen Prozesse im Fluid zum Tragen, die die isolierende Wirkung des Trägerfluids verringern und somit zur Reduktion des ER-Effekts führen.

Das Wasser bildet eine Hydrathülle um die einzelnen Partikel und erhöht somit deren Leitfähigkeit. Überschreitet diese Leitfähigkeit einen kritischen Wert, so gleichen sich die elektrischen Ladungen zwischen den Partikeln aus. Als Folge davon beobachtet man einen erhöhten Stromfluss bzw. Durchschläge durch das Fluid. Diese bedeuten aber eine Verringerung bzw. den Verlust ER-Effekts, da sich die elektrostatisch gebildeten Kettenstrukturen aus Partikeln (nach den Strukturmodellen, Kap. 3.2.) verringern bzw. auflösen.

#### 5.2.4. Verhalten von Na-PAA-ER-Fluiden im Plattenaktor

Die Messungen der Na-PAA-ER-Fluide im Elektrorheometer haben dazu gedient, die Eigenschaften der Fluide im Schermodus bei  $10 \text{ s}^{-1}$  zu charakterisieren. Der Plattenaktor, der einen Modellaktor für ein haptisches Display darstellt, arbeitet im Schermodus. Daher sollte es möglich sein, die Daten aus den elektrorheologischen Messungen auf dieses System zu übertragen. Dies wurde in dem Modellaktor (Plattenaktor) auf einem Kraftmesssystem mit dazugehöriger Software überprüft (Kapitel 4.2.).

Die Diagramme 5.2.18. und 5.2.19. zeigen jeweils einen in der Feldstärke variierten Satz an Weg-Kraft-Werten mit folgenden Randbedingungen:

Die Vorschubgeschwindigkeit in z-Richtung beträgt  $5 \text{ mm/s}$ , der Verfahrensweg  $48 \text{ mm}$ , der Spaltabstand der Edelstahlelektroden  $1,0 \text{ mm}$ , die Temperatur  $25^\circ\text{C}$ , die ER-Fluide sind das 25 M.-%-ige Na-PAA-ER-Fluid mit 3,2 M.-% Wassergehalt (Diagramm 5.2.18.) bzw. das 50 M.-%-ige Na-PAA-ER-Fluid mit 3,2 M.-% Wassergehalt (Diagramm 5.2.19.), welche in den vorangegangenen Kapiteln bereits elektrorheologisch charakterisiert wurden und die besten Eigenschaftsprofile aufwiesen.

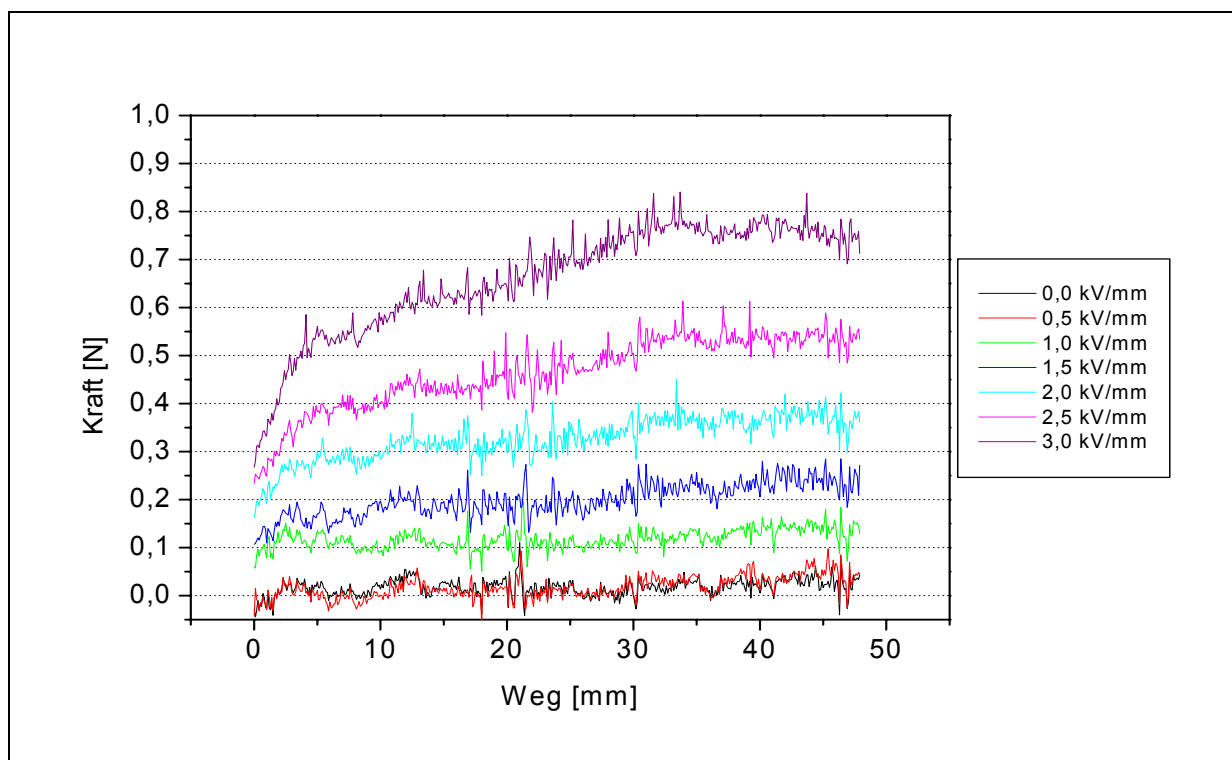


Diagramm 5.2.18.: Weg-Kraft-Werte im Modellaktor bei verschiedenen Feldstärken (DC),  $25^\circ\text{C}$ ,  $1 \text{ mm}$  Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit  $5 \text{ mm/s}$ , Edelstahlelektroden, 25 M.-% Na-PAA-ERF mit 3,2 M.-% Wasser.

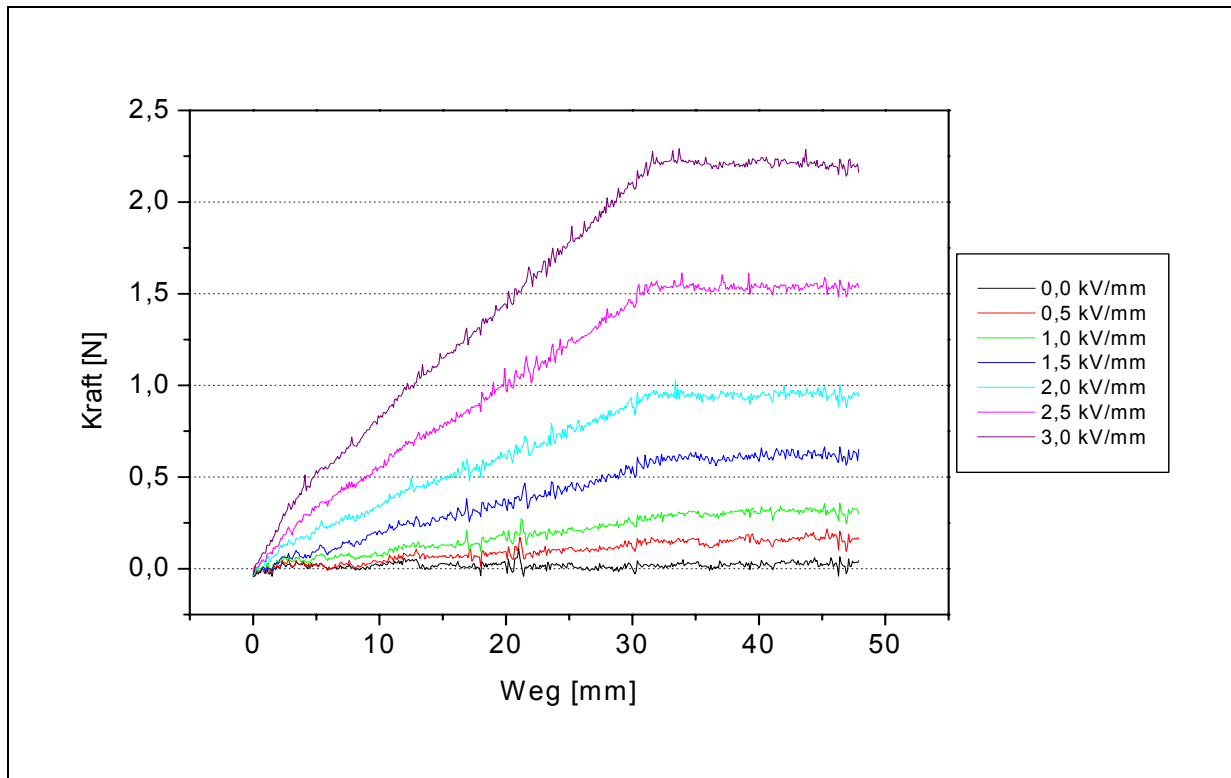


Diagramm 5.2.19.: Weg-Kraft-Werte im Modellaktor bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahlelektroden, 50 M.-% Na-PAA-ERF mit 3,2 M.-% Wasser.

In den Diagrammen 5.2.18. und 5.2.19. ist im Bereich von 0 bis 32 mm ein gleichmäßiger Anstieg der Kräfte mit zunehmender Wirkfläche des Plattenaktors bei den einzelnen Feldstärken zu erkennen. Zum Vergleich mit den elektrorheologischen Daten der beiden Fluide, ermittelt mit dem Elektrorheometer, lässt sich dieser Bereich allerdings nicht heranziehen, da sich verschiedene Modi überlagern (Kapitel 4.2.2.). Ab 32 mm sind die Kraftverläufe konstant. Somit ist die Schubspannung, berechenbar nach Gleichung 4.1. (Kapitel 4.2.2.), ebenfalls konstant in diesem Bereich. Vergleicht man die erreichten Schubspannungen im Plattenaktor der beiden ER-Fluide in Diagramm 5.2.20., so ist deutlich zu erkennen, dass das 50 M.-%ige ER-Fluid deutlich größere Schubspannungen und unter Berücksichtigung der Diagramme 5.2.18. und 5.2.19. konstantere Werte bei Feldstärken bis 3 kV/mm erreicht, was auch so aus den elektrorheologischen Daten der Fluide zu erwarten war.

Vergleicht man die Messergebnisse beider Messsysteme miteinander, so fällt auf, dass im Gegensatz zu den kommerziellen ER-Fluiden (Kap. 5.1.) die erreichten Schubspannungen bei den einzelnen Feldstärken in beiden Systemen annähernd die gleiche Größe aufweisen. Bei diesen ER-Fluiden ist also eine Übertragung der Ergebnisse des Elektrorheometer (Kap. 5.2.2.) auf die Aktorkonstruktion möglich. Allerdings muss diese Übertragbarkeit für jedes Fluid einzeln überprüft werden und kann nicht generell angenommen werden.



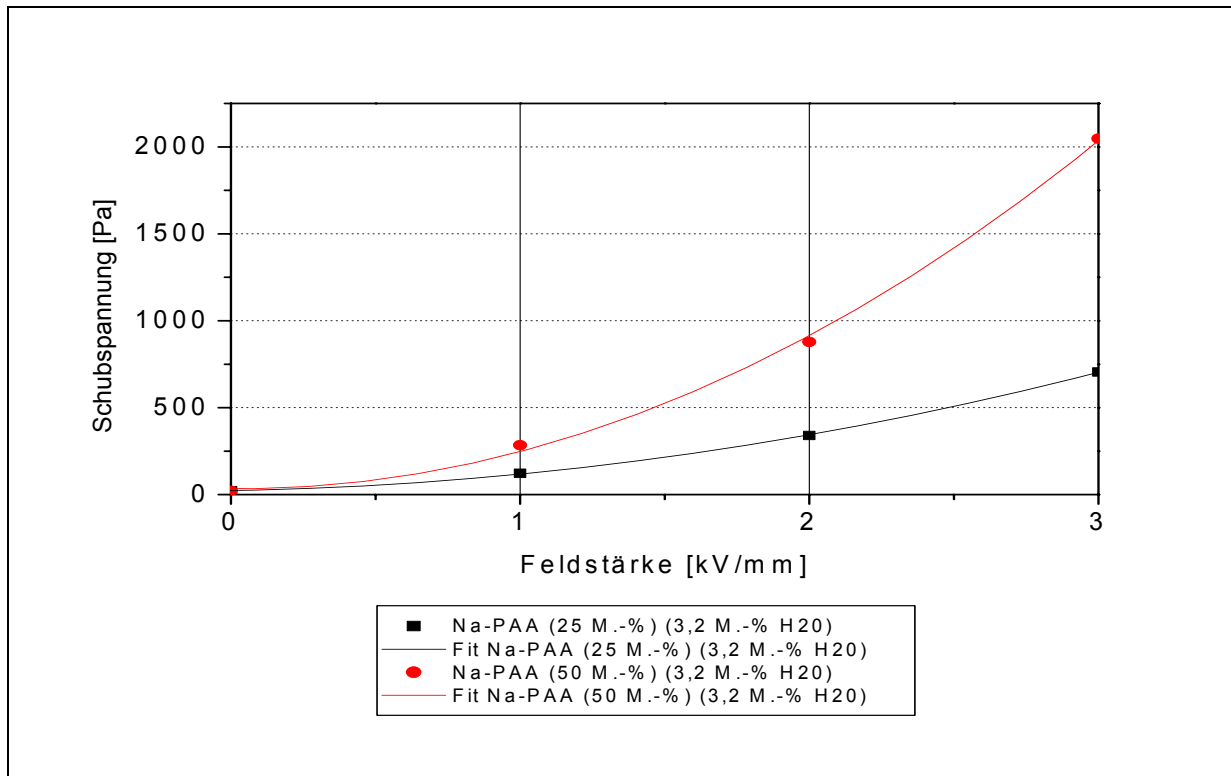


Diagramm 5.2.20.: gemittelte Schubspannungswerte der zwei Na-PAA-ER-Fluide mit 3,2 M.-% Wasser und unterschiedlichem Massengehalt an Partikeln im Fluid aus dem Bereich 32 bis 48 mm des Plattenaktors bei verschiedenen Gleichspannungsfeldstärken

Aus den Ergebnissen der Untersuchungen an den Na-PAA-ER-Fluiden lässt sich Folgendes schlussfolgern: Die Fluide mit einem Massengehalt von 50 M.-% und einem Wassergehalt von 3,2 M.-% sind wegen ihrer ausreichend hohen zeitlich konstanten Kraftwirkung (Schubspannung) und der geringen Stromdichte im Gleichspannungsfeld für die Verwendung im Modellaktor und somit für das Aktorsystem gut geeignet. Die gemessenen Kräfte im Modellaktor sind mit denen des kommerziellen Fluids Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 vergleichbar. Wie alle partikelhaltigen ER-Fluide sedimentieren allerdings auch diese Fluide, jedoch lässt sich das gebildete Sediment im Gegensatz zum Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 leichter resuspendieren.

Die Verwendung von Na-PAA-ER-Fluiden mit kleineren Massengehalten als 50 M.-% an Partikeln und Wassergehalten kleiner 2,2 M.-% ist wegen der verringerten Schubspannungen in Konstruktionen des Typs Plattenaktor nicht zu empfehlen. Auch der Einsatz der Fluide in Kombination mit Wechselfeldspannung ist nicht vorteilhaft, da die erreichten Schubspannungen gegenüber denen im Gleichspannungsfeld deutlich kleiner sind.

### **5.3. ER-Fluide mit sulfonierten aromatischen Partikeln**

In diesem Unterkapitel werden für ER-Fluide auf Basis von Partikeln aus Salzen von sulfoniertem Polystyrol(-derivaten)-co-Divinylbenzol die elektrorheologischen Eigenschaften und die Wirkungsweise im Aktorsystem dargestellt.

#### **5.3.1. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln im Gleichspannungsfeld**

Die Charakterisierung der ER-Fluide auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln erfolgt in dem Rheometersystem, welches im Kapitel 4.1. beschrieben ist. Die Flüssigkeiten werden im Rheometer bei 25°C und einer Scherrate von  $10 \text{ s}^{-1}$  unter Gleichspannung bei verschiedenen Feldstärken bezüglich der erreichten Schubspannungen charakterisiert. Auch die übrigen Messbedingungen entsprechen denen der PAA-ER-Fluide (Kapitel 5.2.2.).

Zunächst wird der Einfluss der Kationen auf den ER-Effekt von sulfonierten Polystyrol-Divinylbenzol (SPS-DVB) basierenden ER-Fluiden betrachtet. Die hierzu untersuchten ER-Fluide weisen ein Massenverhältnis Styrol zu Divinylbenzol von 10:1 bei den polymerisierten Partikeln auf. Im Diagramm 5.3.1. ist zu erkennen, dass bei ER-Fluiden, deren Polymerpartikel mit Schwefelsäure sulfoniert wurden und die sich nur in den Kationen unterscheiden, die Fluide mit Kalzium-, Kalium- und Ammoniumkationen nur einen sehr kleinen ER-Effekt bei gleichzeitig hoher Stromdichte (Diagramm 5.3.2.) aufweisen. Diese ER-Fluide schlagen aufgrund der Überschreitung der maximalen Feldstärke zwischen den Partikeln und der hohen Partikelleitfähigkeit ab 4 kV/mm durch. In Folge dessen kommt es zum völligen Verlust des ER-Effekts. Die Fluide mit Lithium- und Natriumkationen, ebenfalls mit Schwefelsäure sulfoniert, zeigen einen etwas stärkeren ER-Effekt bei gleichzeitig niedrigerer Stromdichte und neigen nicht so leicht zu Durchschlägen wie die Fluide mit Kalzium-, Kalium- und Ammoniumkationen. In den Diagrammen 5.3.1. und 5.3.2. sind neben den mit Schwefelsäure sulfonierten ER-Fluiden mit 25 M.-% Partikel in Silikonöl AK10 noch zwei weitere ER-Fluide dargestellt. Hierbei handelt es sich um ER-Fluide, deren Polymerpartikel mit Chlorsulfonsäure anstelle von Schwefelsäure sulfoniert wurden. Die sulfonierten Partikel unterscheiden sich nicht in der Zusammensetzung und Partikelgröße des eingesetzten PS-DVB und liegen als Natriumsalz vor.

Die Sulfonierung der PS-DVB-Partikel mit Chlorsulfonsäure führt zu Partikeln, die bei gleichem Massenanteil im Fluid einen deutlich höheren ER-Effekt zeigen. Zurückzuführen ist dies auf den deutlich höheren Sulfonierungsgrad und somit auf die Anzahl der polarisierbaren Gruppen, die sich auf den ER-Effekt auswirken. So sind bei der Methode mit Chlorsulfonsäure 80% der möglichen para-Positionen des Styrols mit Sulfonsäuregruppen substituiert, im Gegensatz dazu sind es bei der Methode mit Schwefelsäure nur 15%.

Die Verdopplung des Massenanteils an Partikeln im Fluid führt darüber hinaus zu einer mehr als doppelt so hohen Schubspannung. Allerdings steigt auch mit den höheren Schubspannungen die Stromdichte gegenüber den mit Schwefelsäure sulfonierten PS-DVB-ER-Fluiden (Natriumsalze) an. Bei allen sPS-DVB-ER-Fluiden ist der bereits bei den Na-PAA-ER-Fluiden beobachtete Anstieg der Schubspannung mit zunehmender Feldstärke festzustellen. Dieser steht in Einklang mit den theoretischen Betrachtungen von Wu und Conrad (Kap. 3.4.). Nach dem Leitfähigkeitsmodell steigen die Schubspannungen mit der Feldstärke zunächst quadratisch an und gehen bei großen Feldstärken in einen linearen Anstieg über (Diagramm 5.3.1.). Die Schubspannung und Anstieg hängen nach den Gleichungen 3.11. und 3.12. von verschiedenen Parametern ab, von denen einige materialabhängig sind. Da sich diese, wie beispielsweise das Leitfähigkeitsverhältnis, je nach Kationenart und anderen Materialparametern verändern, sind erwartungsgemäß die Kurvenverläufe der Schubspannung mit steigender Feldstärke unterschiedlich. Da die Materialparameter Einfluss auf die Größe der ER-Effekte haben, wurde neben verschiedenen Kationen auch der Einfluss des Vernetzungsgrads der sPS-DVB-ER-Fluide untersucht. Die Polymerpartikel der sPS-DVB-ER-Fluide (Diagramm 5.3.2.) unterscheiden sich in ihrem Verhältnis von Styrol zu Divinylbenzol, nicht aber in der Sulfonierungsmethode mit konz. Schwefelsäure und ihren Kationen, bedingt durch die Neutralisation mit Natronlauge.

So zeigt ein sehr weiches Polymer (Verhältnis Styrol zu Divinylbenzol 100:1) nur einen kleinen ER-Effekt auf (Diagramm 5.3.3.). Ist das Polymer allerdings sehr stark vernetzt (Verhältnis Styrol zu Divinylbenzol 3:1), so sinkt der ER-Effekt mit zunehmender Härte ebenfalls wieder ab. Bei einem Verhältnis von Styrol zu Divinylbenzol von 10:1 ist der ER-Effekt der untersuchten Zusammensetzungen am größten. Durch die Sulfonierung mit Chlorsulfonsäure kann die Schubspannung gesteigert werden. Dies ist am Beispiel der Polymerzusammensetzung Styrol Divinylbenzol 10:1 dargestellt. Die Stromdichte ändert sich ebenfalls mit dem Vernetzungsgrad des Polymers. Je härter das Polymer wird, desto höher ist die Stromdichte (Diagramm 5.3.4.). Die Änderung der Härte und die Anzahl der polarisierbaren Gruppen haben einen Einfluss auf die Polarisierbarkeit der Partikel und somit auf die Möglichkeit zur Ausbildung von Partikelketten unter Einfluss des elektrischen Felds, wie

diese in Kapitel 3.2. in den Strukturmodellen angenommen und mit verschiedenen theoretischen Modellen (Kap. 3.4.) erklärt werden.

Dass die Schubspannung der ER-Fluide aus Partikeln von Salzen von sulfoniertem Polystyrol-Divinylbenzol von der Kationenart, der Sulfonierungsmethode und dem Vernetzungsgrad abhängig ist, lässt sich als Zwischenergebnis festhalten. Der ER-Effekt im Gleichspannungsfeld steigt in Abhängigkeit von den Kationen in der Reihenfolge Kalium, Kalzium, Ammonium, Lithium und Natrium an. Die Sulfonierungsmethode mit konzentrierter Schwefelsäure führt im Vergleich zur Methode mit Chlorsulfonsäure zu einem kleineren ER-Effekt bei gleichem Vernetzungsgrad und gleicher Partikelgröße.

Die Höhe des ER-Effekts wird neben den zuvor erwähnten Parametern auch von der chemischen Zusammensetzung des Polymers beeinflusst. So wurde ein Teil der Masse des Styrols durch trans-Stilben bei der Polymerisation ersetzt. Bedingt durch die größere Anzahl der Phenylgruppen, welche die Sulfonsäuregruppen tragen, konnte die Ladungsträgerdichte erhöht werden. Aufgrund bisheriger Erkenntnisse - aus den Versuchen mit den sPS-DVB-ER-Fluiden - wurde die Sulfonierung mittels Chlorsulfonsäure und die Neutralisation mittels Natronlauge durchgeführt. Hierdurch weisen die mit trans-Stilben modifizierten Polymere höhere Schubspannungen auf.

Aus den Versuchsergebnissen (Diagramm 5.3.5.) kann entnommen werden, dass nur die Substitution von einem geringen Anteil des Styrols durch trans-Stilben bei der Polymerherstellung zu einer Erhöhung des ER-Effektes im Fluid führt. So sind Schubspannungen der ER-Fluide, bei denen die Partikel 1 M.-% bzw. 2 M.-% trans-Stilben enthalten, kleiner als bei dem Fluid, dessen Partikel 1,5 M.-% trans-Stilben im Polymer enthält. Die Gleichspannungsstromdichten wiederum zeigen ein Maximum bei dem Fluid, welches 1,5 M.-% trans-Stilben enthält (Diagramm 5.3.6.). Hierbei zeigt sich, dass die Materialparameter, die in den Gleichungen 3.10. – 3.12. enthalten sind, ihre Berechtigung haben. Durch die Änderung der chemischen Zusammensetzung des Polymers ändern sich unter anderem die Leitfähigkeit der Partikel und andere Materialkonstanten.

Das ER-Fluid mit Partikeln aus Styrol-trans-Stilben-Divinylbenzol (8,5:1,5:1) weist gegenüber dem ER-Fluid, das Partikel aus mit Chlorsulfonsäure sulfoniertem Styrol-Divinylbenzopolymer (10:1) enthält, eine deutlich höhere Schubspannung bei gleichzeitig geringerer Stromdichte auf. Die erreichten Schubspannungen (Diagramm 5.3.5.) im Gleichspannungsfeld

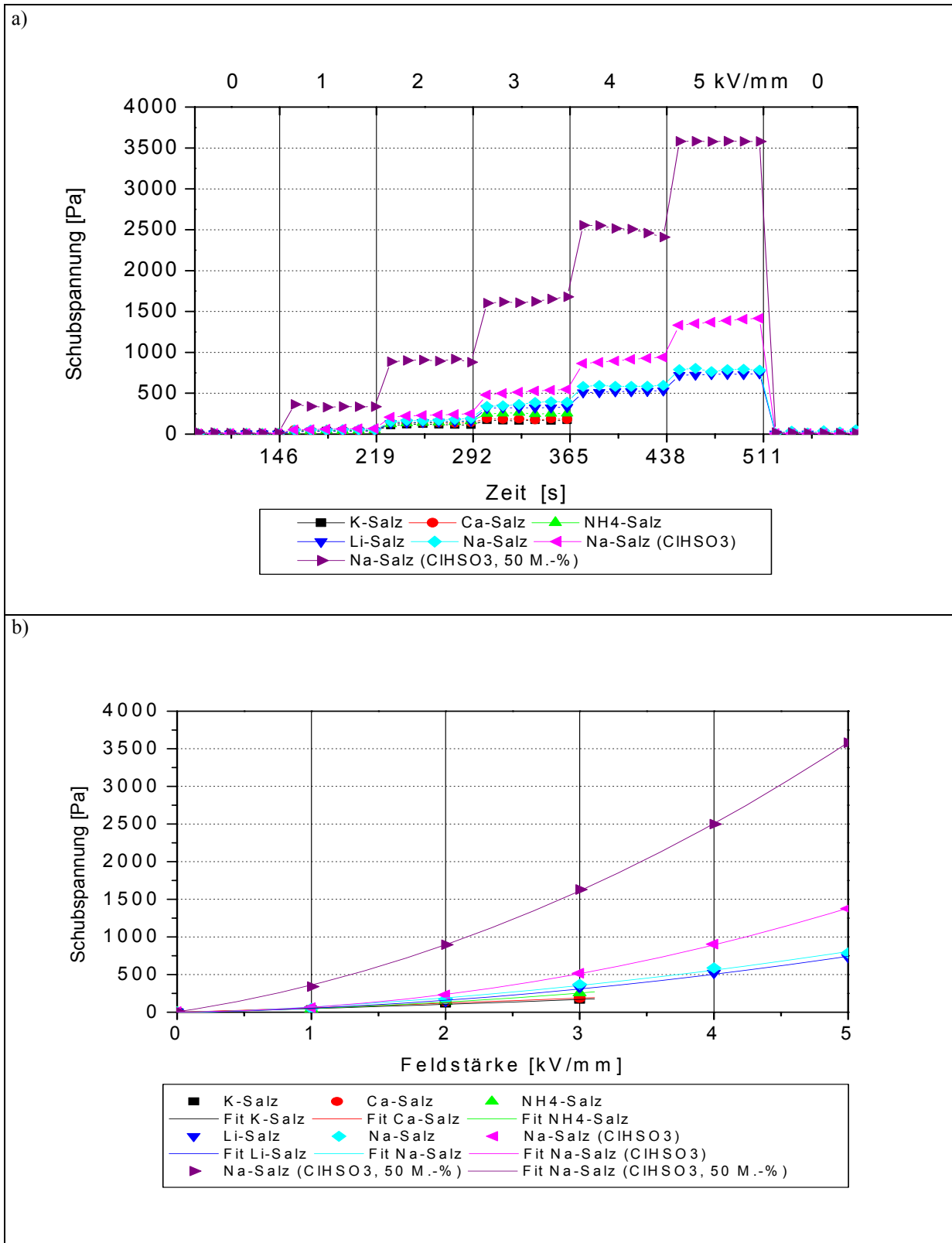


Diagramm 5.3.1.: Abhängigkeit der Schubspannung der sPS-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Kationen von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>. a) zeitlicher Verlauf mit Variation der Feldstärke; b) gemittelte Schubspannungswerte

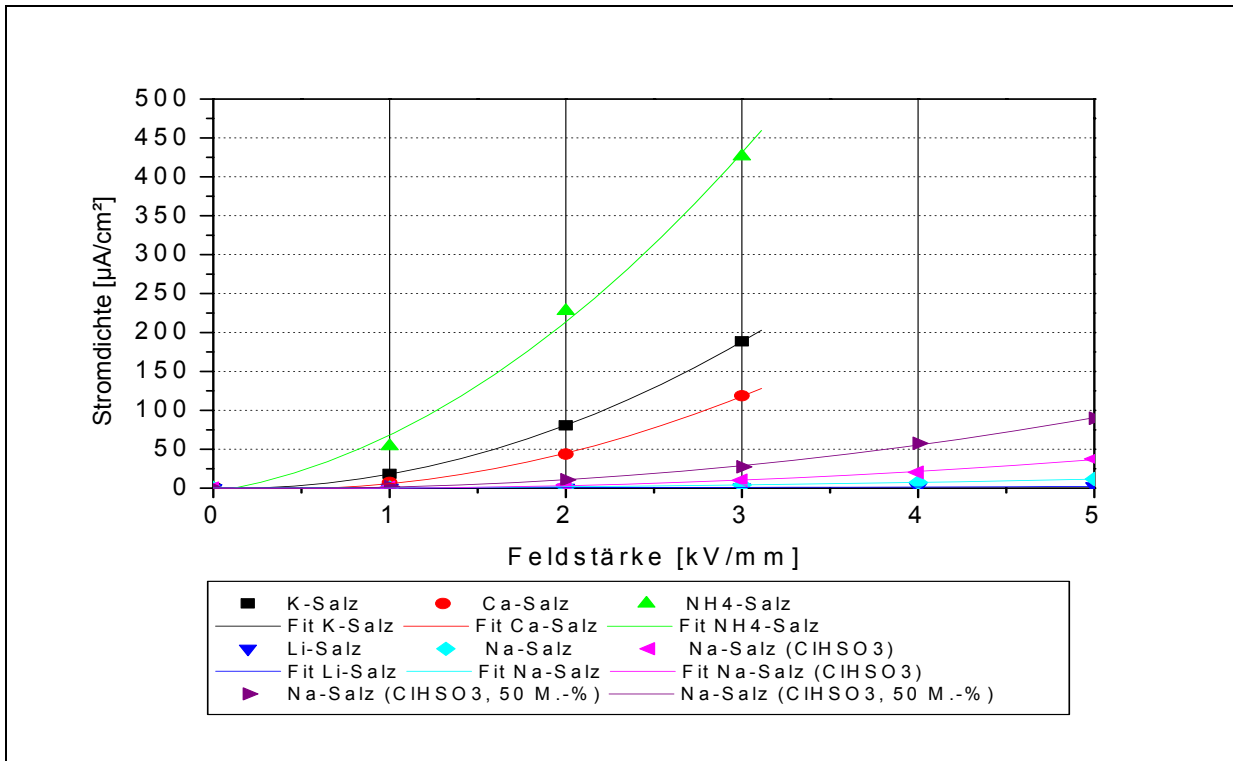


Diagramm 5.3.2.: Abhängigkeit der Stromdichte der sPS-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Kationen von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei  $25^\circ\text{C}$ ,  $10 \text{ s}^{-1}$ .

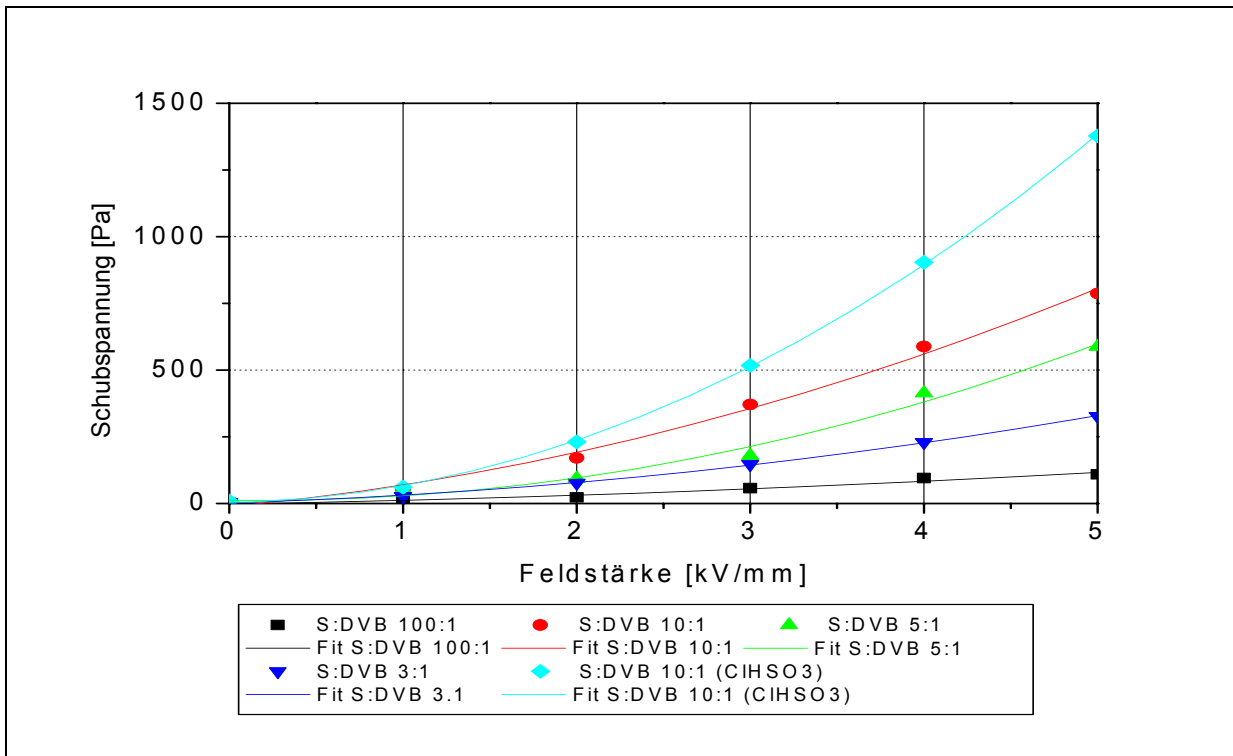


Diagramm 5.3.3.: Abhängigkeit der Schubspannung der 25 M.-% sPS-DVB-ER-Fluide mit verschiedenen Polymerzusammensetzung von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei  $25^\circ\text{C}$ ,  $10 \text{ s}^{-1}$ .

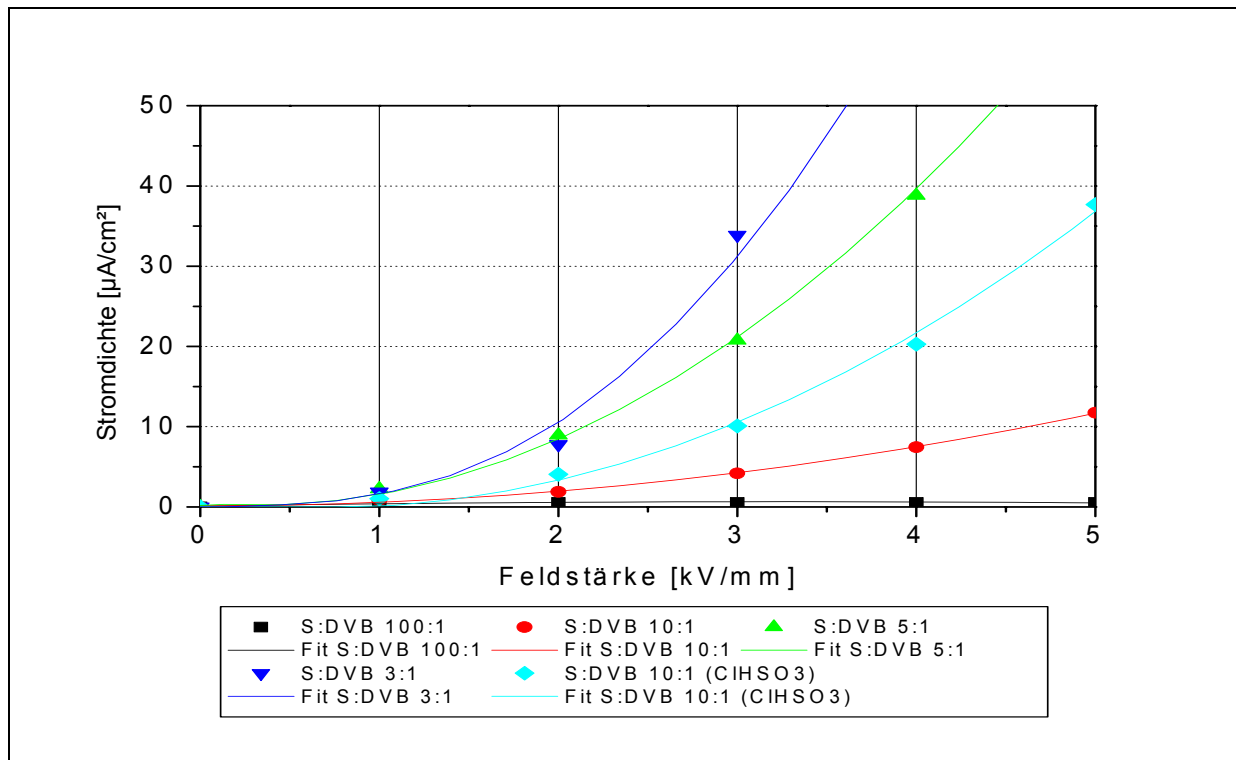


Diagramm 5.3.4.: Abhängigkeit der Stromdichte der 25 M.-% sPS-DVB-ER-Fluide mit verschiedenen Polymerzusammensetzung von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>.

bei den beiden anderen Zusammensetzungen mit Styrol-trans-Stilben-Divinylbenzol von 9:1:1 und 8:2:1 unterschieden sich nur unwesentlich voneinander und sind vergleichbar mit dem ER-Fluid des nicht substituierten Polymers (25M.-%, 10:1, sulfoniert mit Chlorsulfonsäure, Natriumsalz)

Aus den Ergebnissen der Experimente lässt sich schlussfolgern, dass die Substitution von Styrol durch trans-Stilben bei ER-Fluiden im Gleichspannungsfeld eine Steigerung des ER-Effekts in Grenzen ermöglicht. Durch die Erhöhung des Massenanteils lässt sich ebenfalls die Schubspannung erhöhen. Allerdings steigt mit dem Massenanteil die Stromdichte der ER-Fluide stark an. So kommt es ab 4 kV/mm zu Durchschlägen im Fluid, die zum völligen Verlust des ER-Effekts führen. Ferner kann man feststellen, dass die erreichbaren Schubspannungen der ER-Fluide auf Basis von Salzen von sulfonierten Polystyrolpartikeln abhängig von der Kationenart, der Sulfonierungsmethode, vom Vernetzungsgrad und von der chemischen Zusammensetzung des Polymers sind. Das Verhalten der Fluide im elektrischen Feld entspricht den Erwartungen aus den theoretischen Ansätzen der elektrischen Modelle des Kapitels 3.4..

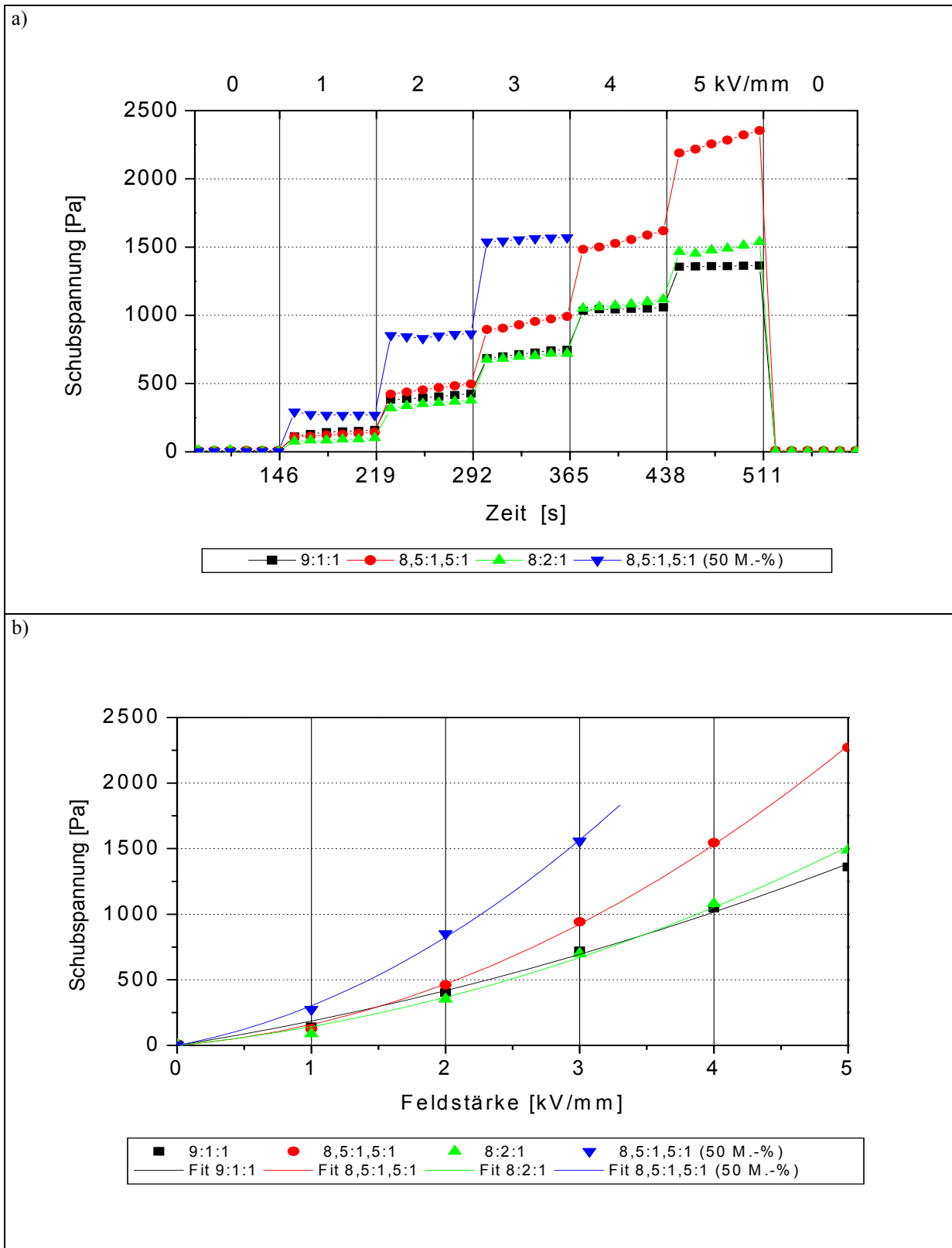


Diagramm 5.3.5.: Abhängigkeit der Schubspannung der sPS-tr.Silben-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Verhältnissen Styrol : trans-Stilben : Divinylbenzol von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>; a) zeitlicher Verlauf mit Variation der Feldstärke; b) gemittelte Schubspannungswerte



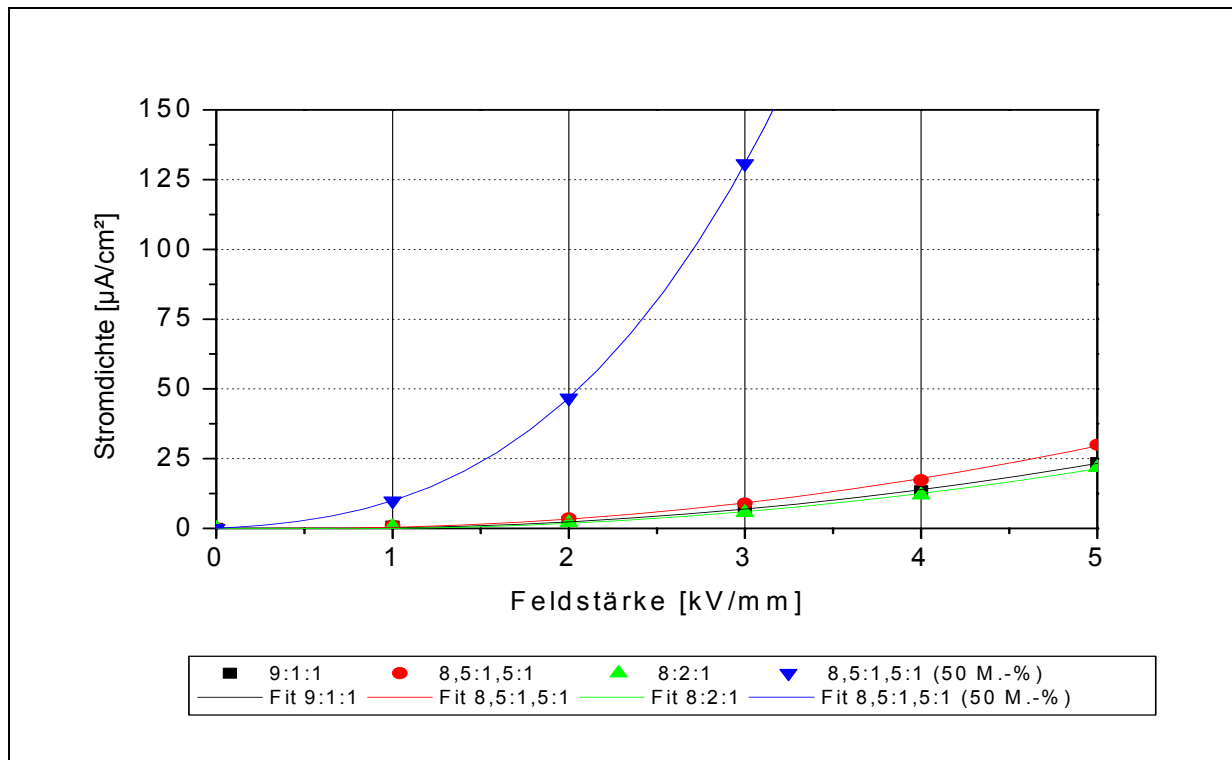


Diagramm 5.3.6.: Abhängigkeit der Stromdichte der sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Verhältnissen Styrol : trans-Stilben : Divinylbenzol von der Feldstärke im Gleichspannungsfeld bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>

### 5.3.2. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln im Wechselfeld

Die gleichen ER-Fluide aus Kapitel 5.3.1. auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln wurden im Wechselfeld (sinus 100 Hz) bei verschiedenen Feldstärken in dem Rheometersystem, welches im Kapitel 4.1. beschrieben ist, bezüglich der Schubspannung charakterisiert. Die Messbedingungen entsprechen denen der ER-Fluide in Kapitel 5.3.1., nur die Spannungsart ist verschieden.

Im Wechselfeld wird zunächst ebenfalls der Einfluss der Kationen auf den ER-Effekt der auf sulfonierten Polystyrol-Divinylbenzol-Partikeln basierenden ER-Fluide betrachtet. Die ER-Fluide sind dieselben wie im Kapitel 5.3.1. und weisen daher ebenfalls ein Verhältnis von Styrol zu Divinylbenzol von 10:1 auf.

Im Diagramm 5.3.7. erkennt man, dass die ER-Fluide, deren Polymerpartikel mit Schwefelsäure sulfoniert und mit Kalzium-, Kalium- bzw. Ammoniumhydroxidlösung vollständig neutralisiert wurden, nur einen sehr kleinen ER-Effekt bei gleichzeitig hoher Stromdichte (Diagramm 5.3.8.) zeigen. Die genannten ER-Fluide neigen auch hier wegen Überschreitung der maximalen Feldstärke ab 4 kV/mm zu Durchschlägen. Diese wiederum führen zum Verlust des ER-Effekts. Dem gegenüber sind die mit Schwefelsäure sulfonierten Fluide mit Lithium- und Natriumkationen auch über 4 kV/mm durchschlagsfest und besitzen einen

stärkeren ER-Effekt bei gleichzeitig niedriger Stromdichte als die Fluide, deren Partikel mit Kalzium-, Kalium- bzw. Ammoniumlauge neutralisiert wurden. Auch hier wirken sich die unterschiedlichen Materialparameter, wie die Leitfähigkeit, aus. In den Diagrammen 5.3.7. und 5.3.8. sind neben den mit Schwefelsäure sulfonierten ER-Fluiden auch die zwei ER-Fluide, deren Polymerpartikel mit Chlorsulfonsäure anstelle von Schwefelsäure sulfoniert wurden, dargestellt. Sie unterscheiden sich im Sulfonierungsgrad nicht aber in der Neutralisationsmethode mit Natronlauge, der Zusammensetzung des verwendeten PS-DVB-Polymers und der Partikelgröße. Auch hier ist, neben dem Fluid mit 25 M.-% Partikelmassenanteil, das Fluid mit 50 M.-% dargestellt.

Zu erkennen ist, dass die Sulfonierung der PS-DVB-Partikel mit Chlorsulfonsäure, wie auch unter Gleichspannungseinfluss, zu Partikeln führt, die bei gleichem Massenanteil einen deutlich stärkeren ER-Effekt aufweisen. Bei Verdopplung des Massenanteils an Partikeln erreicht das ER-Fluid unter gleichen Messbedingungen eine mehr als doppelt so große Schubspannung. Verbunden mit der höheren Schubspannung ist allerdings auch eine höhere Stromdichte. Diese ist korrigiert, die kapazitiven Blindströme des Koaxialkabels und des Messsystems wurden abgezogen. So hat sich die Stromdichte des 25 M.-%-igen ER-Fluid, welches mit Chlorsulfonsäure sulfoniert und mit Natronlauge neutralisiert wurde, gegenüber dem 25 M.-%-igen Fluid, welches mit Schwefelsäure sulfoniert wurde, verdoppelt.

Auch im Wechselfeld ist der für viele Feststoffsuspensionen typische Anstieg der Schubspannung und der Stromdichte mit zunehmender Feldstärke, wie im Gleichspannungsfeld, entsprechend der Ansätze zum Leitfähigkeitsmodell nach Wu und Conrad (Kap. 3.4.) festzustellen.

Wie in Kapitel 5.3.1. wurden der Einfluss des Vernetzungsgrads auf die Höhe der Schubspannung mit den gleichen ER-Fluiden aus Kap. 5.3.1. untersucht. Die Härte der Partikel wurde durch Variation des Verhältnisses Styrol zu Divinylbenzol geändert. Um nur den Einfluss des Vernetzungsgrads der Polymere zu untersuchen, wurden weder die Sulfonierungsmethode mit konz. Schwefelsäure noch die Neutralisation mit Natriumkationen verändert. So zeigt ein Polymer mit dem Verhältnis Styrol zu Divinylbenzol von 100:1 nur einen kleinen ER-Effekt (Diagramm 5.3.9.). Bei einem Verhältnis Styrol zu Divinylbenzol von 3:1 sinkt der ER-Effekt allerdings auch wieder, da die Partikel unter Einfluss des elektrischen Feldes schlechter deformiert und polarisiert werden können. Bei einem Verhältnis Styrol zu Divinylbenzol von 10:1 ist der ER-Effekt bei den untersuchten Zusammensetzungen auch im Wechselfeld am größten.

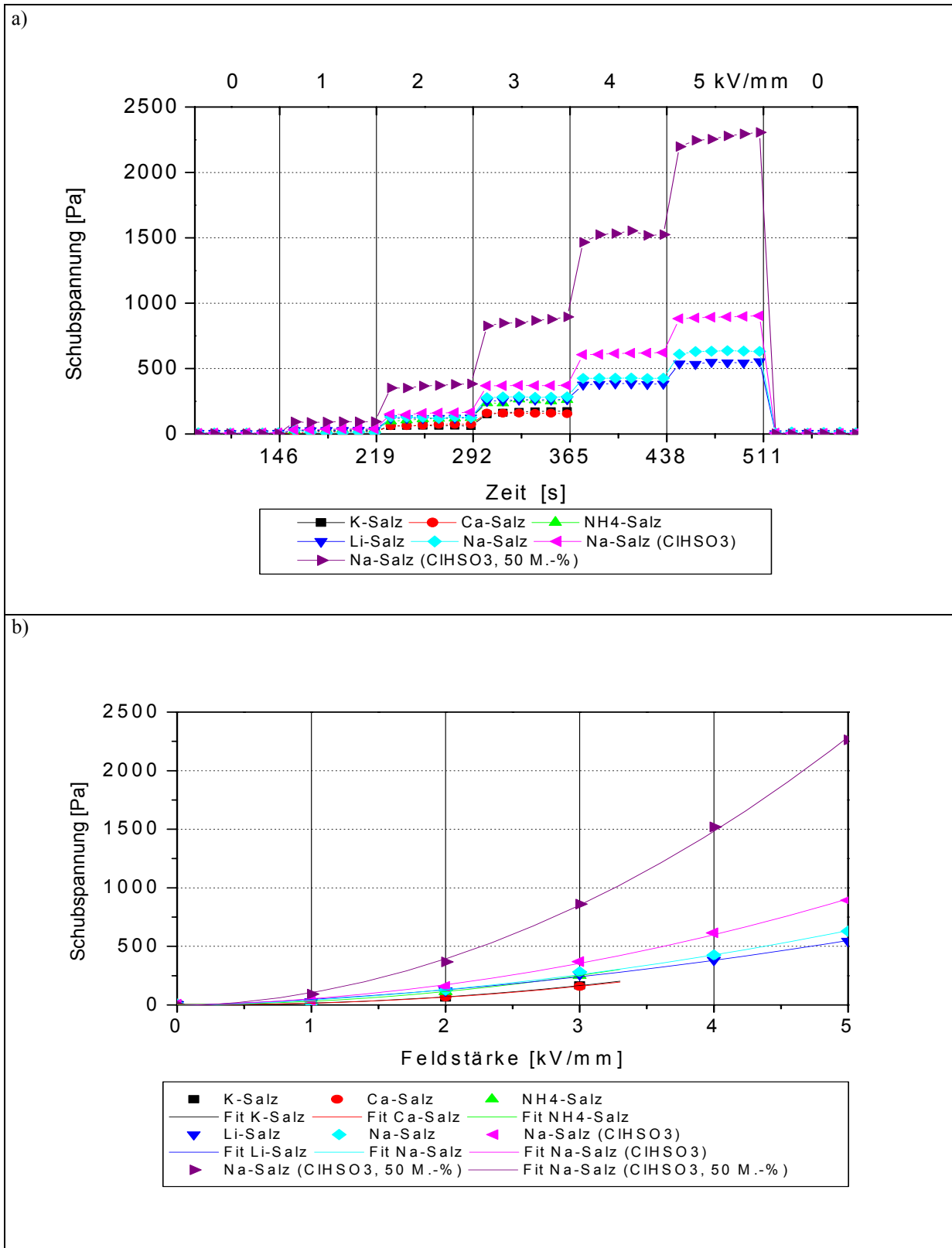


Diagramm 5.3.7.: Schubspannungen der sPS-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Kationen in Abhängigkeit von der Feldstärke im Wechselfeld (sinus 100 Hz) bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>; (a) der zeitlicher Verlauf mit Variation der Feldstärke; (b) gemittelte Schubspannungswerte

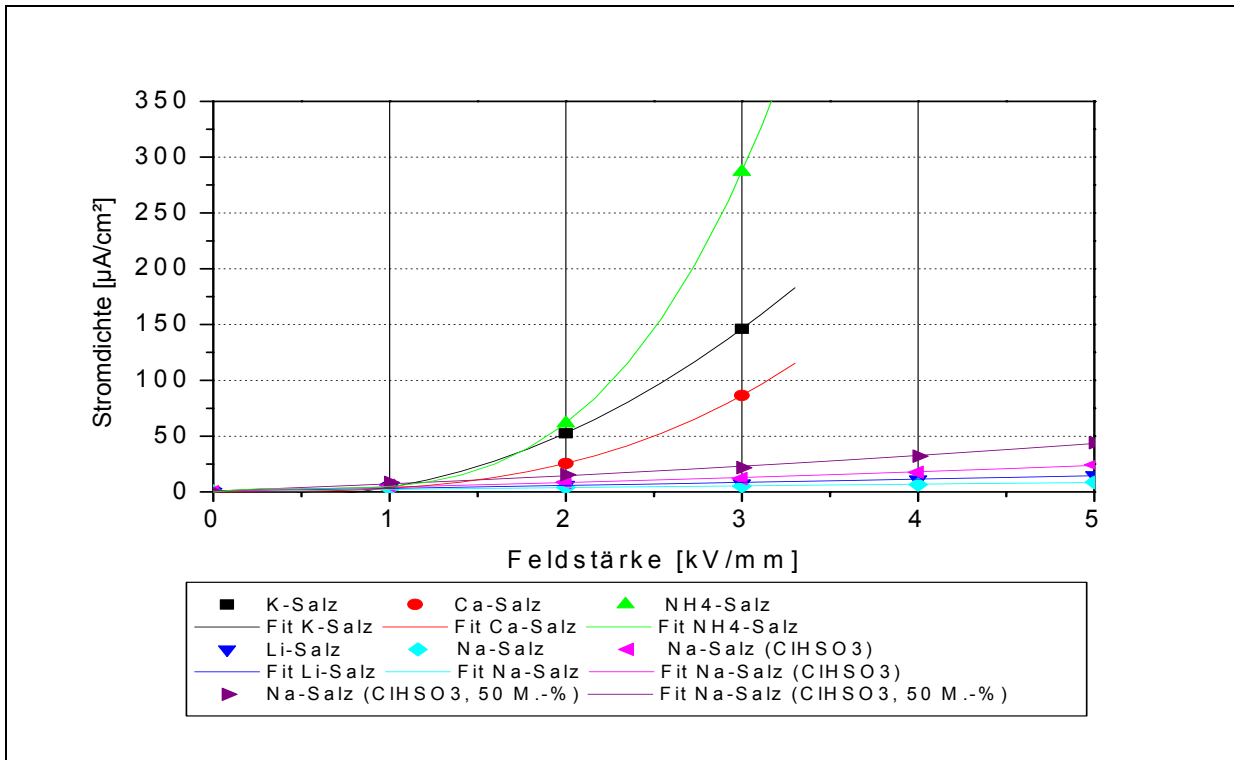


Diagramm 5.3.8.: Mittelwerte der Stromdichte der sPS-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) von verschiedenen Kationen von der Feldstärke im Wechselfeld (sinus 100 Hz) bei 25°C und 10 s<sup>-1</sup>.

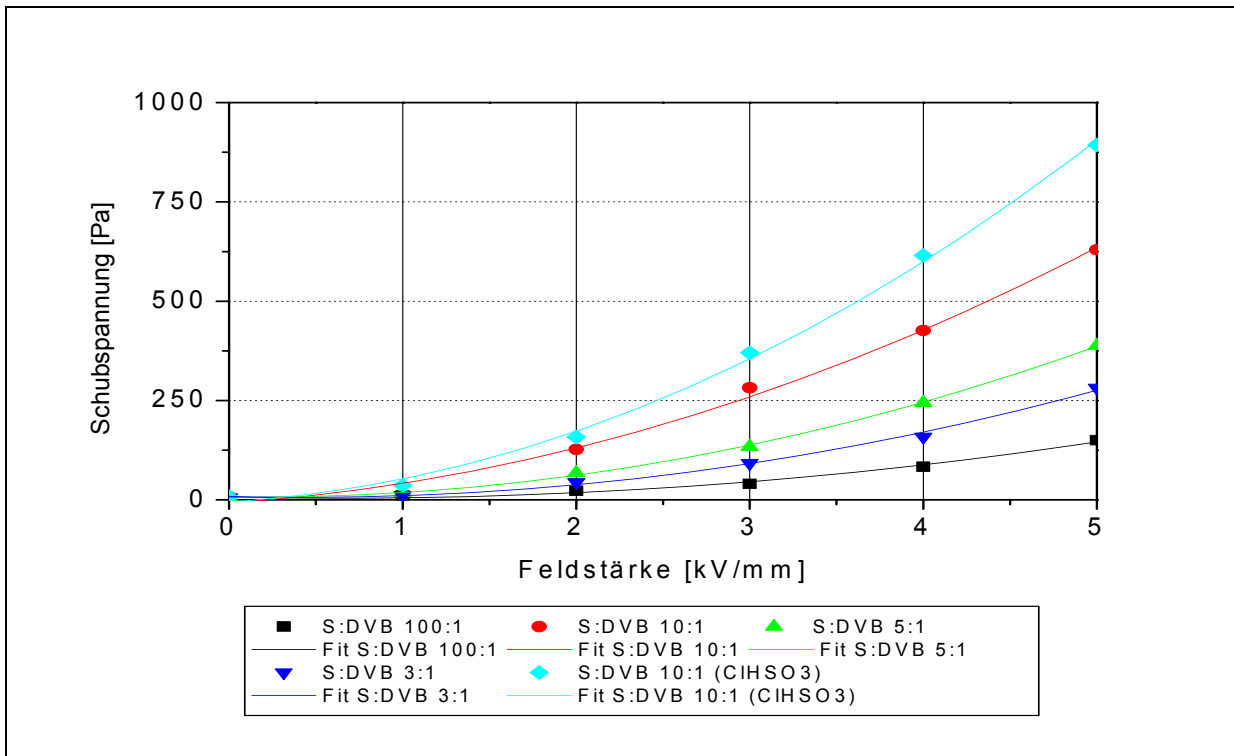


Diagramm 5.3.9.: Abhängigkeit der Schubspannung der 25 M.-%-igen sPS-DVB-ER-Fluide mit verschiedenen Polymerzusammensetzungen von der Feldstärke im Wechselfeld mit sinus 100 Hz bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>

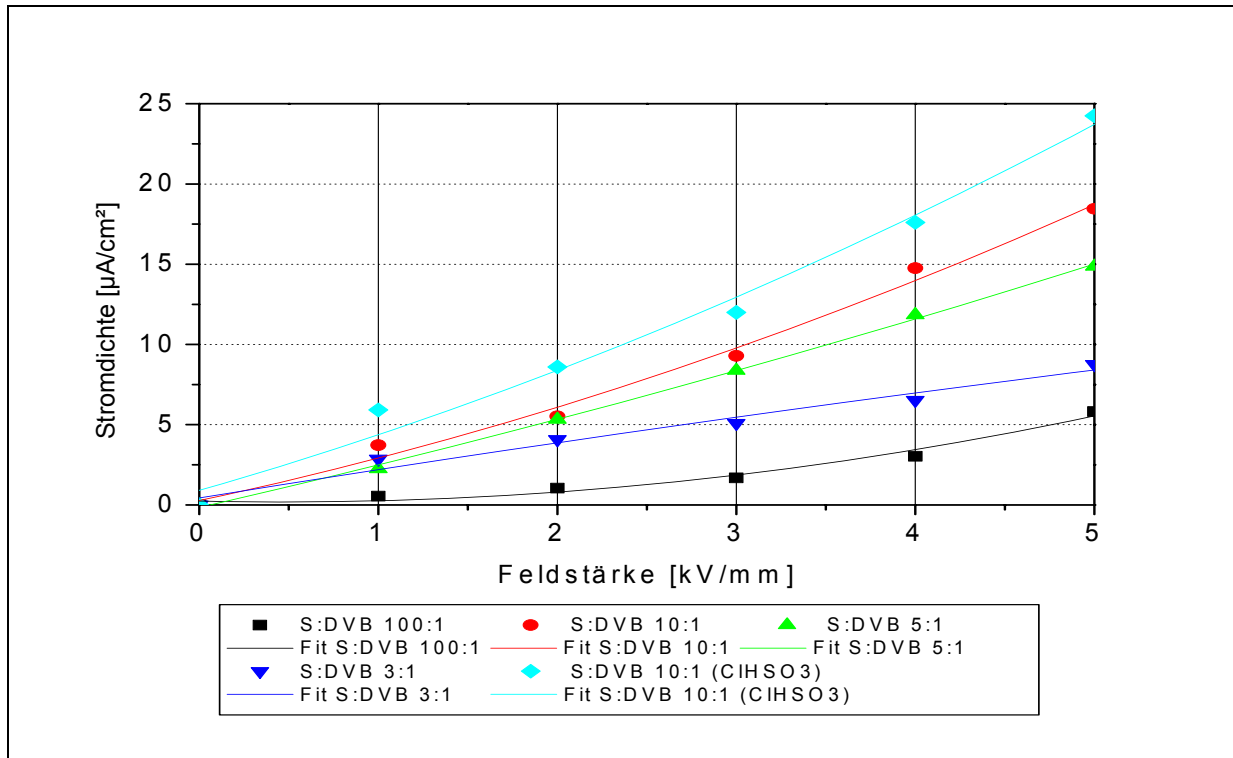


Diagramm 5.3.10.: Abhängigkeit der Stromdichte der 25 M.-%-igen sPS-DVB-ER-Fluide mit verschiedenen Polymerzusammensetzungen von der Feldstärke im Wechselfeld mit sinus 100 Hz bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>

Durch den Wechsel der Sulfonierungsmethode lässt sich auch im Wechselfeld der ER-Effekt steigern. Dies ist am Beispiel der ER-Fluide mit der Polymerzusammensetzung Styrol Divinylbenzol 10:1 dargestellt (Diagramm 5.3.9.). Die beiden Fluide unterscheiden sich nur in der Sulfonierung der Partikel, die einmal mit konz. Schwefelsäure und im anderen Fall mit Chlorsulfonsäure durchgeführt wurde. Die auftretenden Stromdichten im Wechselfeld sind nicht von der Polymerhärte (Vernetzungsgrad) abhängig, sondern von anderen nicht näher untersuchten Parametern (Diagramm 5.3.10.).

Als Zwischenergebnis lässt sich, ebenso wie im Gleichspannungsfeld, festhalten, dass die Schubspannung der ER-Fluide mit Partikeln aus Salzen von sulfonierten Polystyrol-Divinylbenzol im Feld von der Kationenart, der Sulfonierungsmethode und dem Vernetzungsgrad abhängig sind. Der ER-Effekt im Wechselfeld steigt in der Kationen-Reihenfolge Kalium, Kalzium, Ammonium, Lithium und Natrium an. Die Sulfonierungsmethode mit konzentrierter Schwefelsäure bedingt im Vergleich zur Methode mit Chlorsulfonsäure einen kleineren ER-Effekt bei gleichem Vernetzungsgrad und gleicher Partikelgröße. Der ER-Effekt erreicht bei der Polymerzusammensetzung von Styrol zu Divinylbenzol von 10:1 ein Optimum.

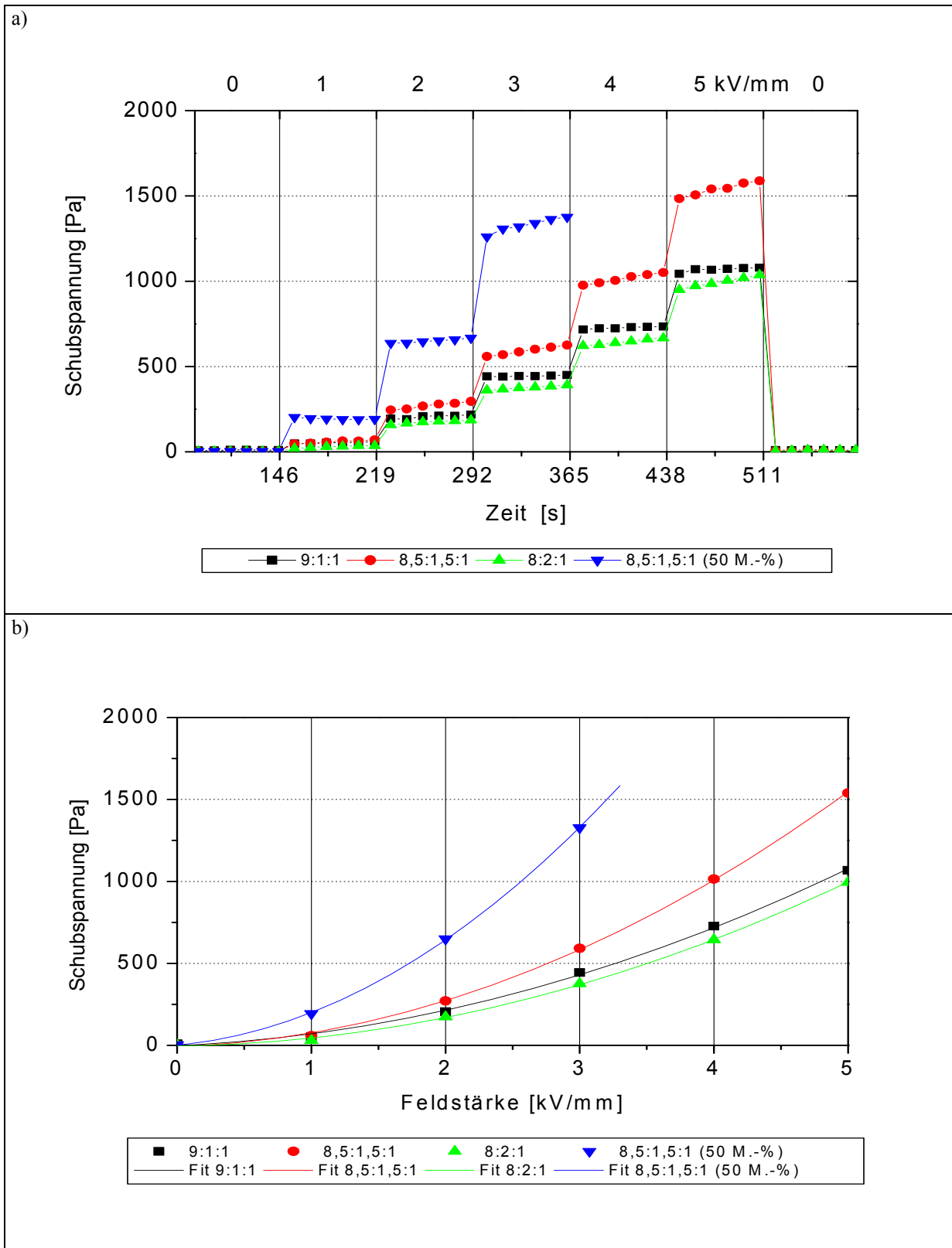


Diagramm 5.3.11.: Schubspannung der sPS-tr.Silben-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Verhältnissen an Styrol, trans-Stilben und Divinylbenzol von der Feldstärke im Wechselfeld (sinus 100 Hz) des bei 25°C, 10 s<sup>-1</sup>; a) zeitlicher Verlauf mit Variation der Feldstärke; b) gemittelte Schubspannungswerte

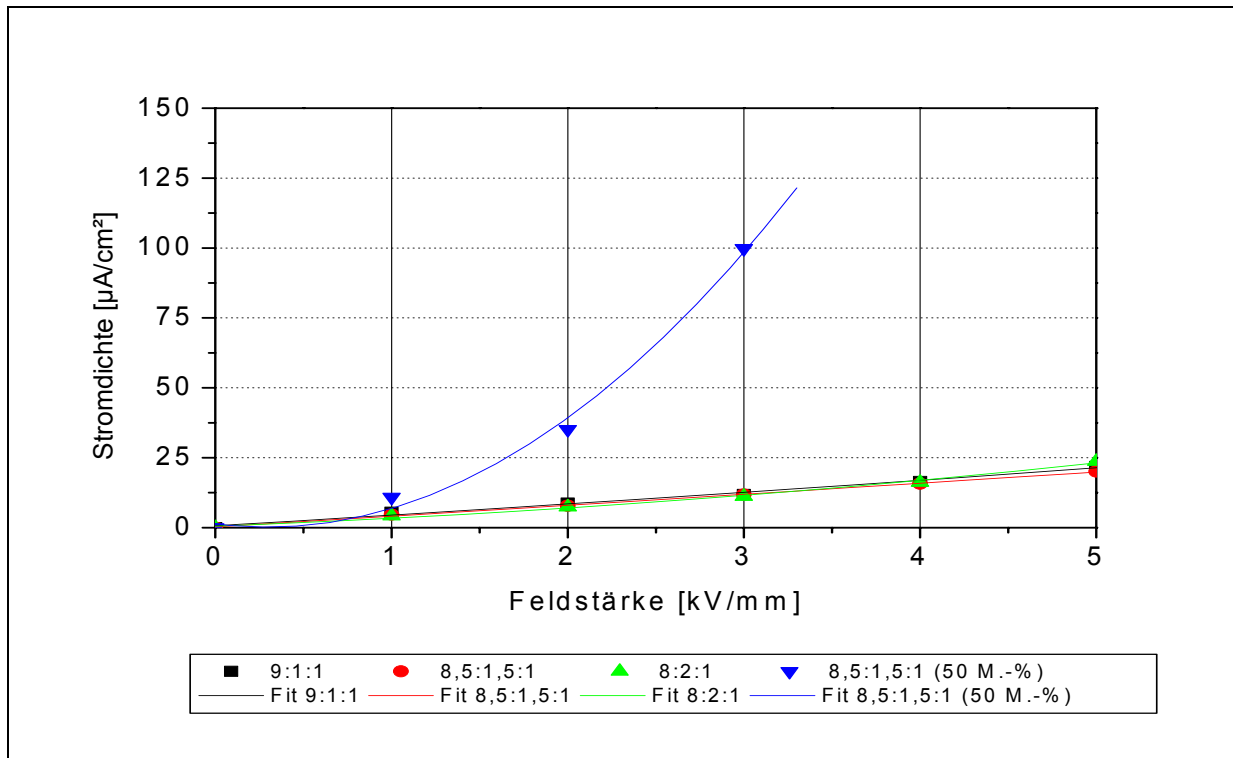


Diagramm 5.3.12.: Abhängigkeit der Stromdichte der sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluide (25 M.-%, soweit nicht anders angegeben) mit verschiedenen Verhältnissen an Styrol, trans-Stilben und Divinylbenzol von der Feldstärke im Wechselspannungsfeld bei 100 Hz, 25°C, 10 s<sup>-1</sup>.

Aus den Experimenten des Kapitels 5.3.1. wird deutlich, dass die Größe des ER-Effektes neben der Sulfonierungsart, der Kationenart und dem Vernetzungsgrad auch von der chemischen Zusammensetzung des Polymers und dessen Massenanteil abhängt. Analog den ER-Fluiden, die im Gleichspannungsfeld untersucht worden sind, wurde ein Teil des Styrols durch trans-Stilben ersetzt. Auch im Wechselspannungsfeld lässt sich eine Steigerung des ER-Effektes feststellen. So weisen die Fluide, deren Partikel 1 M.-% bzw. 2 M.-% trans-Stilben enthalten, eine geringere Schubspannungssteigerung auf als das Fluid, dessen Partikel 1,5 M.-% trans-Stilben enthalten (Diagramm 5.3.11.). Die Stromdichten der 25 M.-%-igen ER-Fluide mit trans-Stilben im Polymer weichen im Wechselspannungsfeld nur unsignifikant voneinander ab, d.h. sie haben die gleiche Größenordnung (Diagramm 5.3.12.). Bei der Steigerung des Massenanteils auf 50 M.-% steigt hingegen die Stromdichte vor allem bei Feldstärken ab 2  $\text{kV}/\text{mm}$  erkennbar an. Allerdings nimmt auch die gemessene Schubspannung deutlich zu. Ab 4  $\text{kV}/\text{mm}$  kommt es im Fluid wegen der Überschreitung von kritischen Parametern, wie der maximalen Feldstärke zwischen den Partikeln, zu Durchschlägen, die zum völligen Verlust des ER-Effekt führen.

### 5.3.3. Rheologische Eigenschaften ohne elektrisches Feld

Von einzelnen ausgewählten ER-Fluiden, die einen guten ER-Effekt zeigen (siehe Unterkapitel 5.3.1.), sind die rheologischen Eigenschaften ohne elektrisches Feld bestimmt worden. Zu den ausgewählten ER-Fluiden gehören 25 M.-% und 50 M.-% Fluide, deren Partikel aus dem Natriumsalz des sulfonierten Styrol-Divinylbenzol-Polymers (10:1) bestehen. Die Sulfonierung der Partikel erfolgte mittels Chlorsulfonsäure. Weiterhin wurden das 25 M.-%-ige und 50 M.-%-ige ER-Fluid, deren Partikel aus dem Natriumsalzes des sulfonierten Styrol-trans-Stilben-Divinylbenzol-Copolymers (8,5:1,5:1) bestehen, charakterisiert.

Dazu wurden Fließkurven im Scherratenbereich von 0 bis  $100 \text{ s}^{-1}$  aufgenommen und die erhaltenen Daten nach den drei Modellen nach Bingham, Casson und Herschel-Bulkley (Kapitel 3.3.) ausgewertet. Hierbei zeigt sich, dass das Bingham-Modell, dessen Zusammenhänge linear sind, nicht an die Messdaten der ER-Fluide angepasst werden kann.

Die Darstellung der Messwerte und der berechneten Daten nach dem Casson Modell in Diagramm 5.3.13. a erfolgt in doppelter Wurzelarstellung analog der Abbildung 3.9. (Kapitel 3.3.), so dass die Fit-Kurven einen linearen Verlauf ergeben. Das Herschel-Bulkley Modell, dargestellt in Diagramm 5.3.13. b, lässt sich aufgrund der größeren Anzahl der variablen Parameter besser auf die gemessenen Daten anwenden. So sind beim Casson Modell zwei Parameter veränderbar, dem hingegen sind es beim Herschel-Bulkley Modell drei Parameter. Die Darstellung des Diagramms 5.3.13. b erfolgt doppelt logarithmisch analog der Abbildung 3.10. (Kapitel 3.3.). Die Fit-Kurven in diesem Diagramm steigen an und verlaufen nicht durch Null, d.h. die Fluide auf Basis des Natriumsalzes von sulfoniertem Styrol-Divinylbenzol-Polymer bzw. Styrol-trans-Stilben-Divinylbenzol-Copolymer sind strukturviskos und weisen eine Fließgrenze auf.



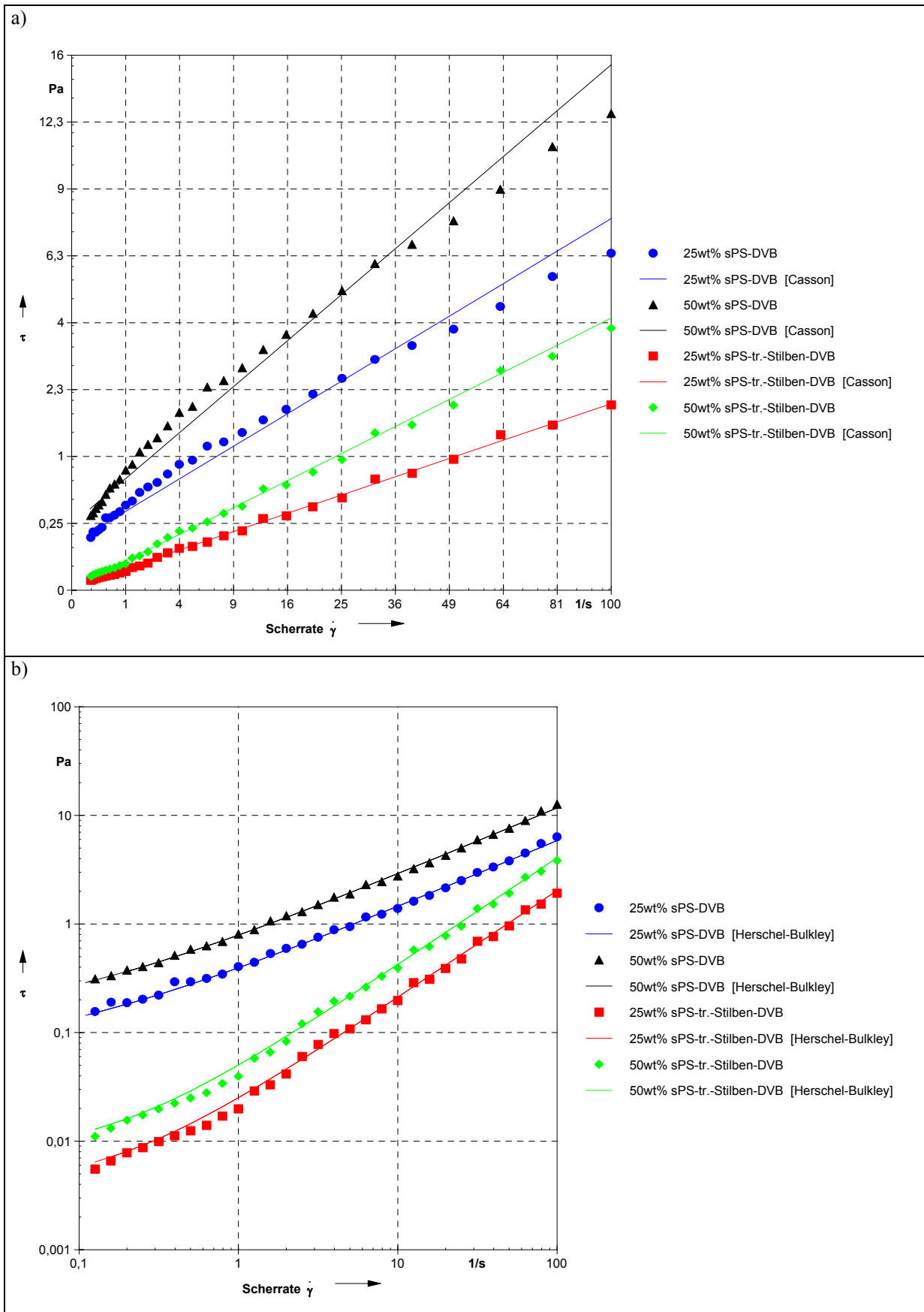


Diagramm 5.3.13.: Fließkurven ohne Feld bis  $100 \text{ s}^{-1}$  der sPS-DVB-ER-Fluide (10:1,  $\text{ClHSO}_3$ ) mit 25 M.-%, 50 M.-% und der sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluide (8,5:1,5:1) mit 25 M.-%, 50 M.-% sowie Fit mit Casson Modell (a) bzw. Herschel-Bulkley Modell (b)

#### **5.3.4. Verhalten von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln im Plattenaktor**

Die Messungen der auf Polystyrol basierenden ER-Fluide im Elektroheometer haben dazu gedient, die Eigenschaften der Fluide im Schermodus zu charakterisieren. Der Plattenaktor, der einen Modellaktor für ein haptisches Display darstellt, arbeitet im Schermodus. Daher sollte es auch bei den ER-Fluiden auf Polystyrolbasis möglich sein, die Daten aus den elektrorheologischen Messungen in diesem System zu reproduzieren.

Die Messungen erfolgen im einem Kraftmesssystem mit dem Modellaktor (Plattenaktor) (Kapitel 4.2.). Die Rahmenbedingungen der Messungen sind dieselben wie die bei den Messungen der Na-PAA-ER-Fluide ( Kapitel 5.1.).

Im Aktorsystem wurden einzelne ausgewählte ER-Fluide, die einen guten ER-Effekt zeigen (siehe Unterkapitel 5.3.1.), auf ihre Kraftwirkung hin überprüft. Bei den Fluiden handelt es sich, wie im Unterkapitel 5.3.3., um die 25 M.-% und 50 M.-%-igen sPS-DVB-ER-Fluide (10:1,  $\text{ClHSO}_3$ ) sowie die 25 M.-% und 50 M.-%-igen sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluide (8,5:1,5:1). Diese ER-Fluide erreichten die größten Schubspannungswerte im Elektroheometer und wurden daher für die Versuche im Aktor ausgewählt .

Das Diagramm 5.3.14. zeigt die erhaltenen Weg-Kraft-Werte des sPS-DVB-ER-Fluids (10:1,  $\text{ClHSO}_3$ ) mit 25 M.-%. Deutlich ist der Anstieg der Kräfte während des Durchdringens des statischen Elektrodensatzes mit dem beweglichen Plattenstempel zu erkennen. Danach ist die ermittelte Kraftwirkung konstant. Da die Schubspannung direkt über die konstante Fläche mit der Kraft zusammenhängt (Gleichung 4.1.; Kapitel 4.2.2.), ist auch diese in diesem Bereich konstant. Das gleiche Verhalten ist auch bei dem 50 M.-%-igen Fluid mit sPS-DVB (10:1,  $\text{ClHSO}_3$ ) zu beobachten, lediglich die erreichten Kraftwerte (Diagramm 5.3.15.) sind entsprechend höher. Zudem ist das Signal- / Rauschverhältnis wegen der höheren Kräfte günstiger.

Auch das 25 M.-%-ige ER-Fluid mit sPS-tr.-Stilben-DVB-Partikeln zeigt in den Weg-Kraft-Werten während des Durchdringens der statischen Elektroden mit dem Plattenstempel einen gleichmäßigen Anstieg der Kraftwerte. Danach verlaufen auch hier die Kräfte konstant bis zur maximalen Eindringtiefe (Diagramm 5.3.16.). Die berechneten Schubspannungen nach Gleichung 4.1. (Kap. 4.2.2.) sind demzufolge im Bereich von 32 bis 48 mm auch konstant. Das gleiche Verhalten ist auch bei dem 50 M.-%-igen Fluid mit sPS-tr.-Stilben-DVB-Partikeln erwartungsgemäß zu beobachten (Diagramm 5.3.17.). Die Kraftwerte im Bereich von 32 bis 48 mm Verfahrensweg, die für die Berechnung der Schubspannung herangezogen werden, sind fast konstant, weisen aber eine etwas größere Schwankungsbreite als beim 25 M.-%-igen Fluid auf.

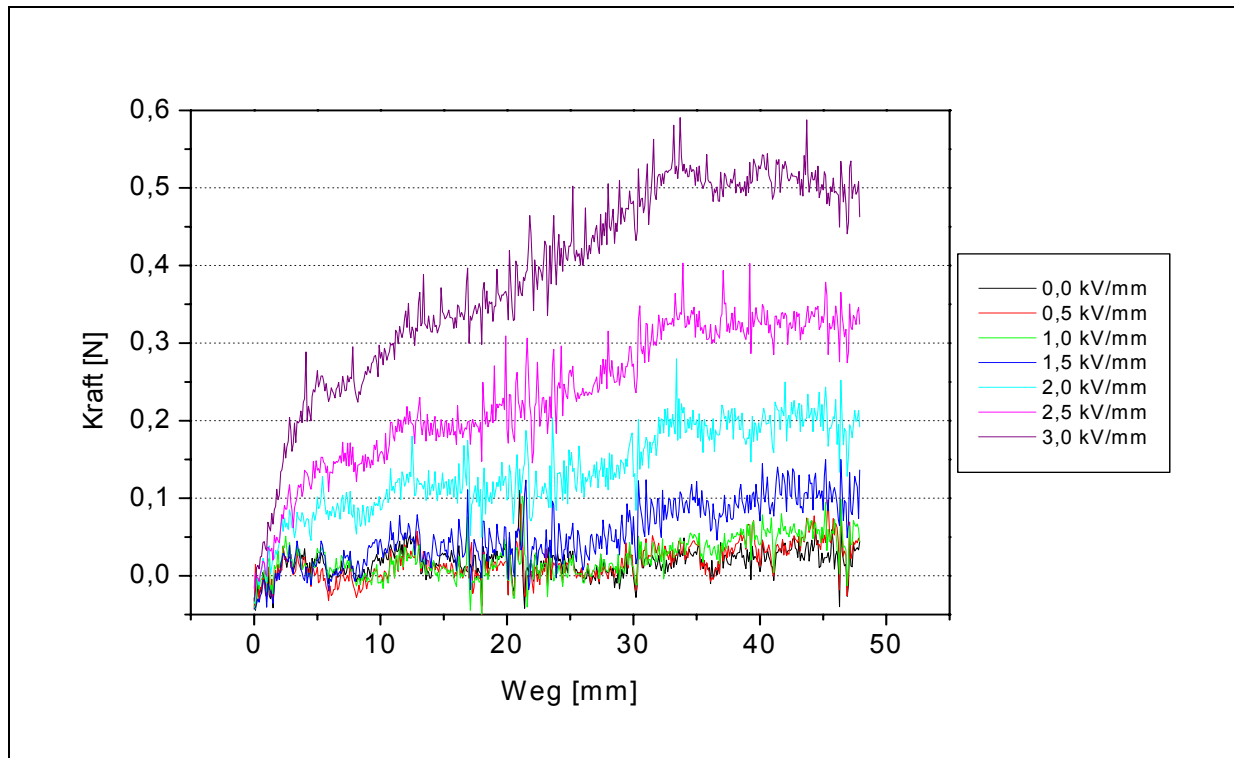


Diagramm 5.3.14.: Weg-Kraft-Werte der 25 M.-% sPS-DVB-ERF (10:1,  $\text{ClHSO}_3$ ) bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahlelektroden

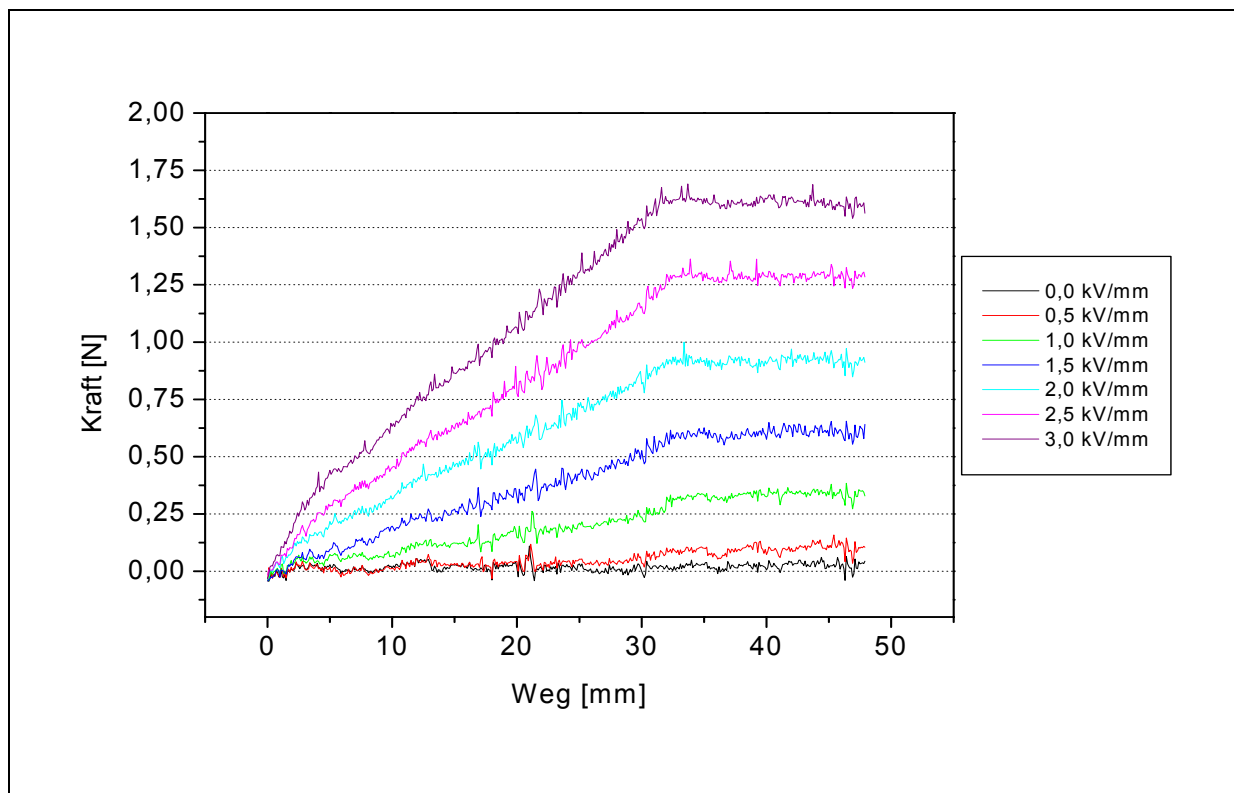


Diagramm 5.3.15.: Weg-Kraft-Werte der 50 M.-% sPS-DVB-ERF (10:1,  $\text{ClHSO}_3$ ) bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahlelektroden

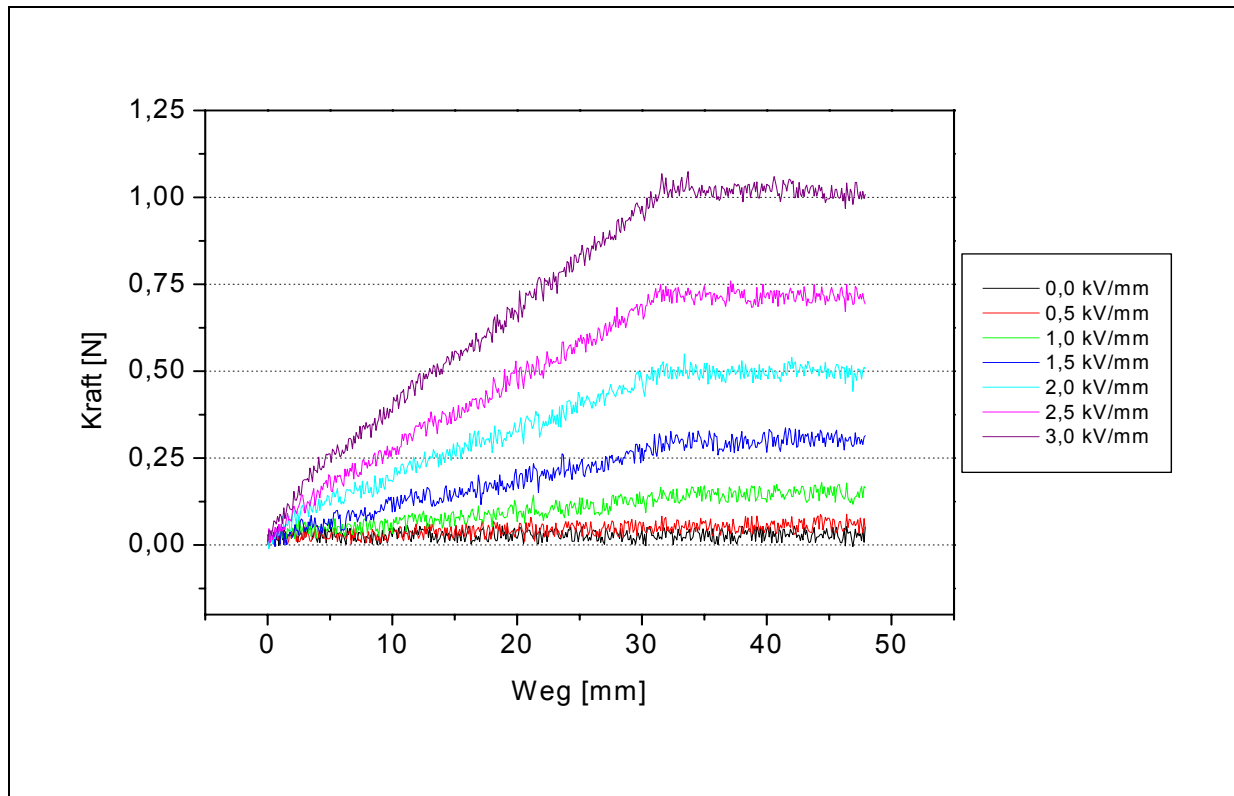


Diagramm 5.3.16.: Weg-Kraft-Werte der 25 M.-% sPS-tr.-Stilben-DVB-ERF (8,5:1,5:1) bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahl Elektroden

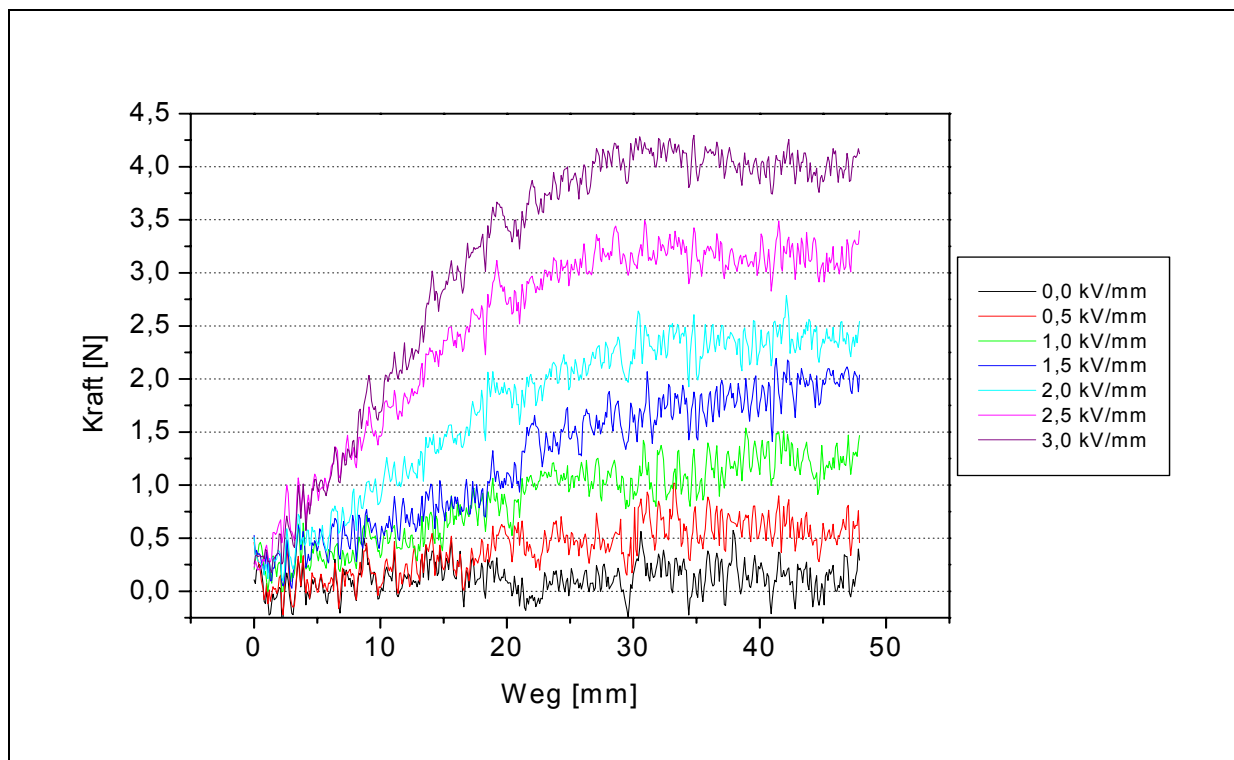


Diagramm 5.3.17.: Weg-Kraft-Werte der 50 M.-% sPS-tr.-Stilben-DVB-ERF (8,5:1,5:1) bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahl Elektroden

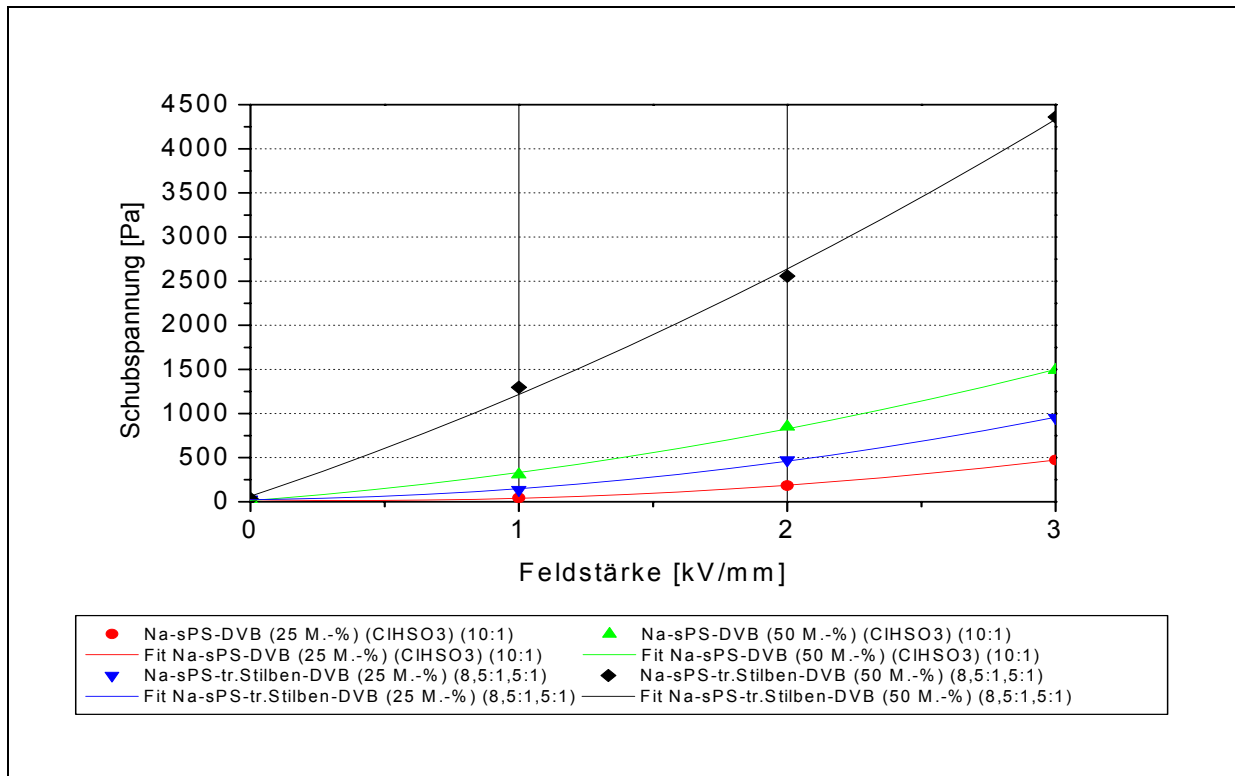


Diagramm 5.3.18.: gemittelte Schubspannungswerte der auf Polystyrol basierenden ER-Fluide mit unterschiedlichen Zusammensetzungen und Massengehalten an Partikeln im Fluid aus dem Bereich 32 bis 48 mm des Plattenaktors bei verschiedenen Gleichspannungsfeldstärken

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass das 25 M.-%-ige sPS-DVB-ER-Fluid (Diagramm 5.3.14.) zwar eine Kraftwirkung im Aktor aufweist, jedoch sind die erreichten Kraftwerte klein und unterschieden sich vor allem bei Feldstärken kleiner 2 kV/mm nur unwesentlich voneinander. Die Steigerung des Partikelmassengehalts im Fluid auf 50 M.-% (Diagramm 5.3.15.) bewirkt deutlich höhere Kraftwerte und auch der Unterschied der erreichten Kräfte bei Feldstärken kleiner 2 kV/mm ist nun deutlich erkennbar. Im Vergleich dazu zeigt das sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluid im Diagramm 5.3.16. bereits bei 25 M.-% unterscheidbare Kraftwerte bei verschiedenen Feldstärken. Diese sind etwa ein Drittel kleiner als die des 50 M.-%-igen sPS-DVB-ER-Fluides aus Diagramm 5.3.15. Die Gegenüberstellung der erreichten Schubspannungen, berechnet aus den Kräften, ist in Diagramm 5.3.18. dargestellt. Erhöht man den Massenanteil an sPS-tr.-Stilben-DVB-Partikeln von 25 M.-% auf 50 M.-% (Diagramm 5.3.17.), so steigen die Kräfte deutlich an. Dieses ER-Fluid weist hohe Schubspannungen bei Feldstärken bis 3 kV/mm in der Aktorkonstruktion auf, jedoch ist es aufgrund einer starken Sedimentationsneigung nur sehr bedingt einsetzbar.

## 5.4. ER-Fluide auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis

Im diesem Unterkapitel werden elektrorheologische Eigenschaften von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis und ihre Wirkungsweise im Aktorsystem dargestellt. Die ER-Fluide enthalten Partikel aus dem Natriumsalz von Naphthalin-2-sulfonsäure (SNSF) bzw. das Natriumsalz von Naphthalin-2-sulfonsäure, welches mit Formaldehyd kondensiert wurde (SNSFC).

### 5.4.1. Rheologische Eigenschaften ohne elektrisches Feld

Die ER-Fluide mit SNSF (Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz) als auch mit SNSFC (Naphthalin-2-sulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat Natriumsalz) sind zunächst ohne äußeres elektrisches Feld in ihrem rheologischen Verhalten charakterisiert worden. Es sind die Fließkurven im Scherratenbereich von 0 bis  $100 \text{ s}^{-1}$  aufgenommen worden. Die erhaltenen Messwerte wurden nach den Modellen von Bingham, Casson und Herschel-Bulkley ausgewertet (siehe Kapitel 3.3.). Das Bingham-Modell lässt sich aufgrund seiner linearen Zusammenhänge nicht an die erhaltenen Messwerte der strukturviskosen SNSF und SNSFC ER-Fluide anpassen. Das Verhalten der SNSF-ER-Fluide kann mit dem Modell nach Casson (Diagramm 5.4.1.a) und Herschel-Bulkley (Diagramm 5.4.1.b) gut dargestellt werden, wobei letzteres die Messdaten aufgrund der größeren Anzahl der variablen Parameter präziser wiedergibt. Mit beiden Modellen lassen sich strukturviskose Fluide mit Fließgrenzen beschreiben, so auch die SNSF-ER-Fluide. Hierbei weisen die SNSF-ER-Fluide sehr niedrige Fließgrenzen auf. Zur Beschreibung des Fließverhaltens der SNSFC-Fluide ist das Cassonsche Modell (Diagramm 5.4.1.a) nicht verwendbar. Das Fließverhalten der SNSFC-Fluide lässt sich aber mit dem Modell von Herschel-Bulkley (Diagramm 5.4.1.b) beschreiben. So kann man aus den Verläufen der Fit's und der zugehörigen Parameter entnehmen, dass die Fluide strukturviskos sind und sehr kleine Fließgrenzen aufweisen.

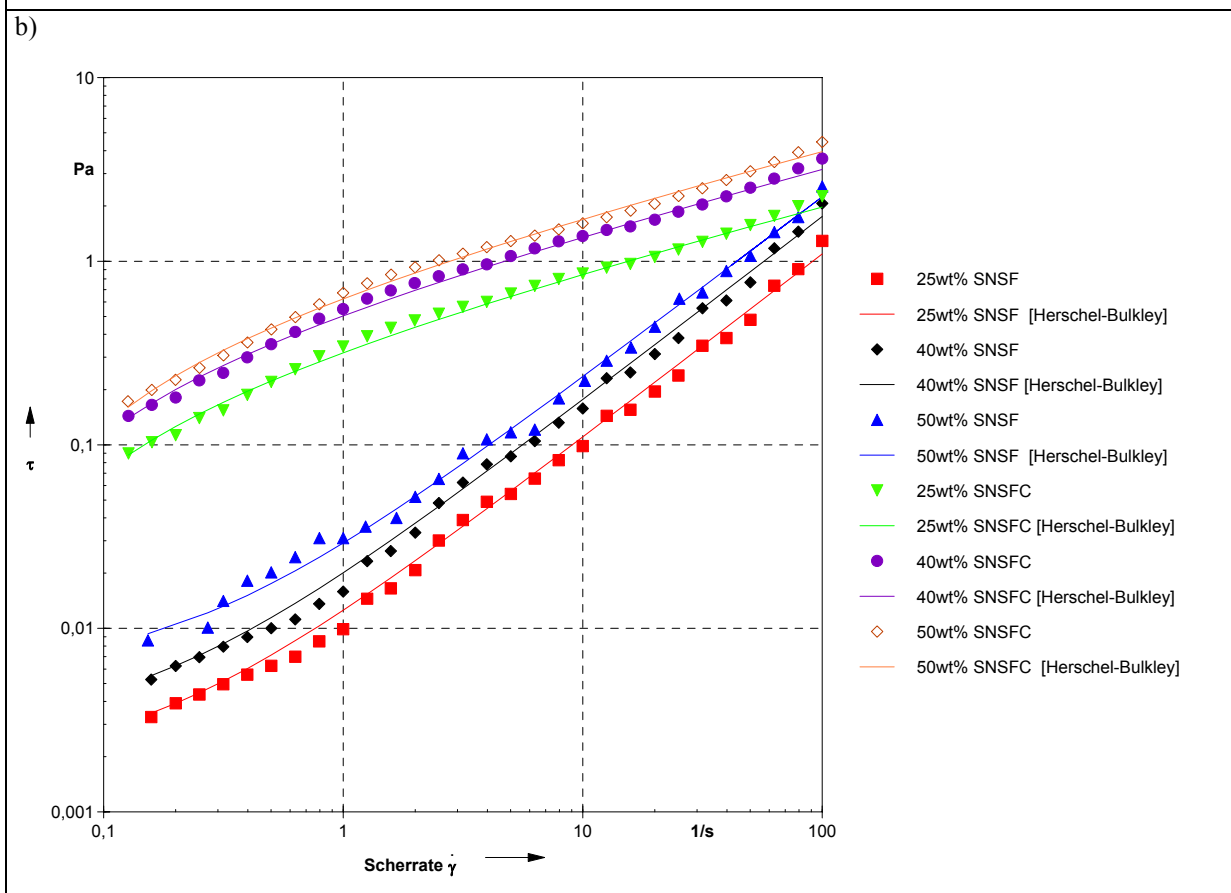
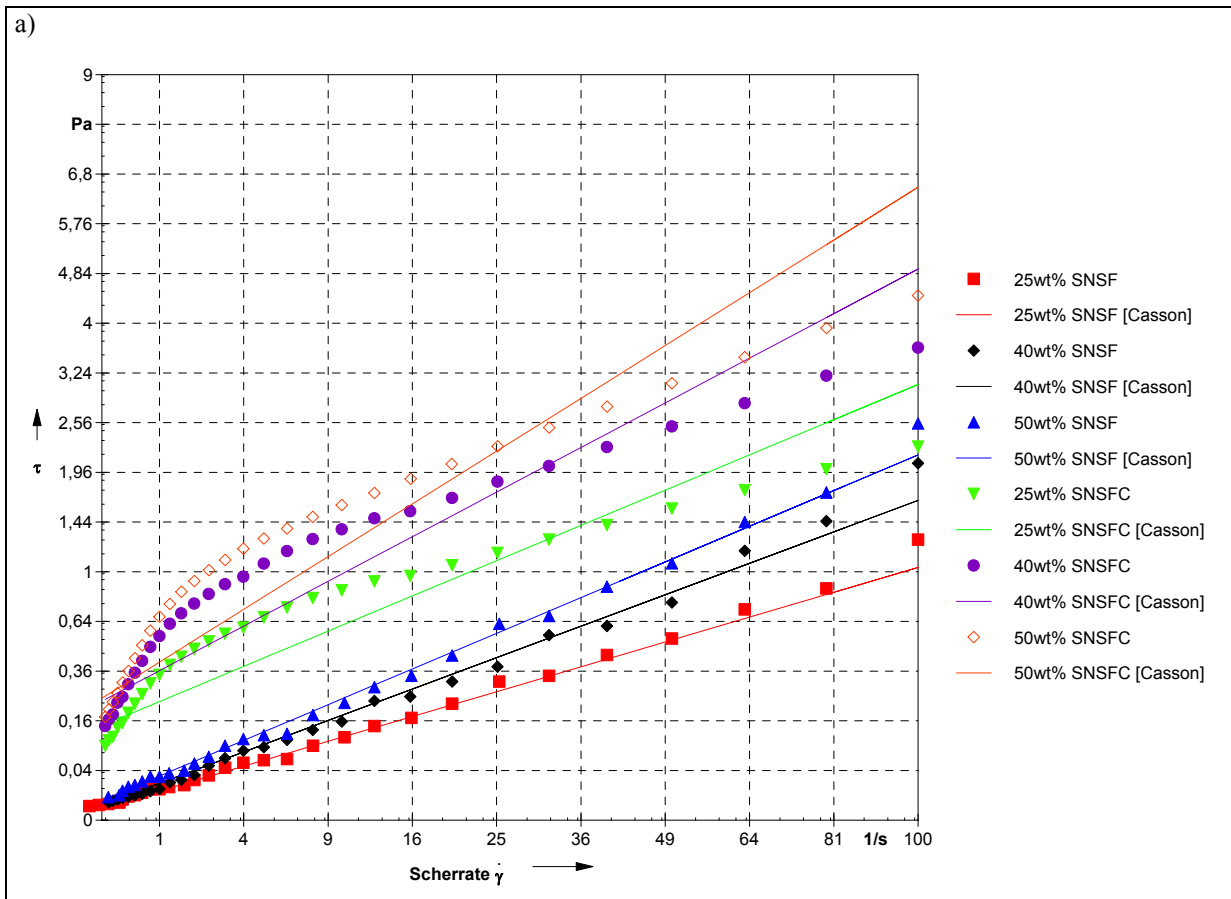


Diagramm 5.4.1.: Fließkurven ohne Feld bis  $100 \text{ s}^{-1}$  der SNSF und SNSFC ER-Fluide und Fit mit Casson Modell (a) bzw. Herschel-Bulkley Modell (b)

### 5.4.2. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Gleichspannungsfeld

In diesem Unterkapitel werden die Fluide aus SNSF und SNSFC mit verschiedenen Massengehalten an Partikeln hinsichtlich ihrer elektrorheologischen Eigenschaften im Gleichspannungsfeld betrachtet. Beide ER-Fluidtypen zeigen im elektrischen Gleichspannungsfeld elektrorheologische Eigenschaften. Hierbei lässt sich entnehmen, dass bei annähernd gleicher Partikelgröße und gleichem Massengehalt an Partikeln bei den Fluiden mit SNSF der ER-Effekt im Vergleich zu den Fluiden mit SNSFC deutlich schwächer ausgeprägt ist (Diagramme 5.4.2. und 5.4.3.).

Die ER-Fluide mit SNSF bzw. SNSFC neigen bei höheren Massengehalten ab 3 kV/mm zu Durchschlägen, was sich im vollständigen Verlust des ER-Effekts und der gleichzeitig stark steigenden Stromdichte zeigt. Nach dem Leitfähigkeitsmodell deutet die starke Abnahme der Leitfähigkeit unter dem Einfluss des elektrischen Feldes darauf hin, dass die maximale Feldstärke zwischen den Partikeln überschritten worden ist. Hierbei kommt es zunächst zu Ladungsausgleich zwischen den einzelnen Partikeln, die in ihrer Summe letztlich zum Kurzschluss zwischen den Elektroden und somit zum Zusammenbruch des elektrischen Feldes und des ER-Effekts führen.

Die Stromdichte (Diagramm 5.4.4.) ist sowohl bei den Fluiden mit SNSF als auch mit SNSFC hoch, d.h. die Leitfähigkeit der einzelnen Partikel ist hoch, während sich die isolierende Wirkung des Trägerfluids konzentrationsbedingt verringert. Bei einem Einsatz dieser Fluide ist daher mit einem erhöhten technischen und sicherheitstechnischen Aufwand zu rechnen.

Die Anstiege der Schubspannungen (Diagramm 5.4.3.) und der Stromdichten (Diagramm 5.4.4.) bei zunehmender Feldstärke ist typisch für viele partikelhaltige ER-Fluide und ist auf die Bildung von Kettenstrukturen (siehe Strukturmodelle in Kap. 3.2.) durch Dipol-Dipol-Wechselwirkung zwischen Partikeln unter Einwirkung eines äußeren elektrischen Feldes zurückzuführen. Die Kurvenverläufe der Diagramme 5.4.3. und 5.4.4. sind mit den theoretischen Ansätzen nach Wu und Conrad (Leitfähigkeitsmodell Kap. 3.4.) in Einklang zu bringen.

Die ER-Fluide mit SNSFC erreichen gegenüber Fluiden mit SNSF bei gleichem Massengehalt an Partikeln und gleicher Feldstärke erheblich höhere Schubspannungen, allerdings ist die korrespondierende Stromdichte auch deutlich erhöht. Die hohen Stromdichten weisen allerdings auf zunehmende Isolationsprobleme, wie Durchschläge, im Fluid hin. Dies bedeutet, dass zwischen den Partikeln das elektrische Feld den maximal möglichen Wert nach dem Leitfähigkeitsmodell erreicht bzw. überschritten hat. Dass die Schubspannungen zwischen SNSFC und SNSF unterschiedlich sind, ist auf die strukturellen Eigenschaften der Partikel und somit auf deren unterschiedliche Polarisierbarkeit zurückzuführen.



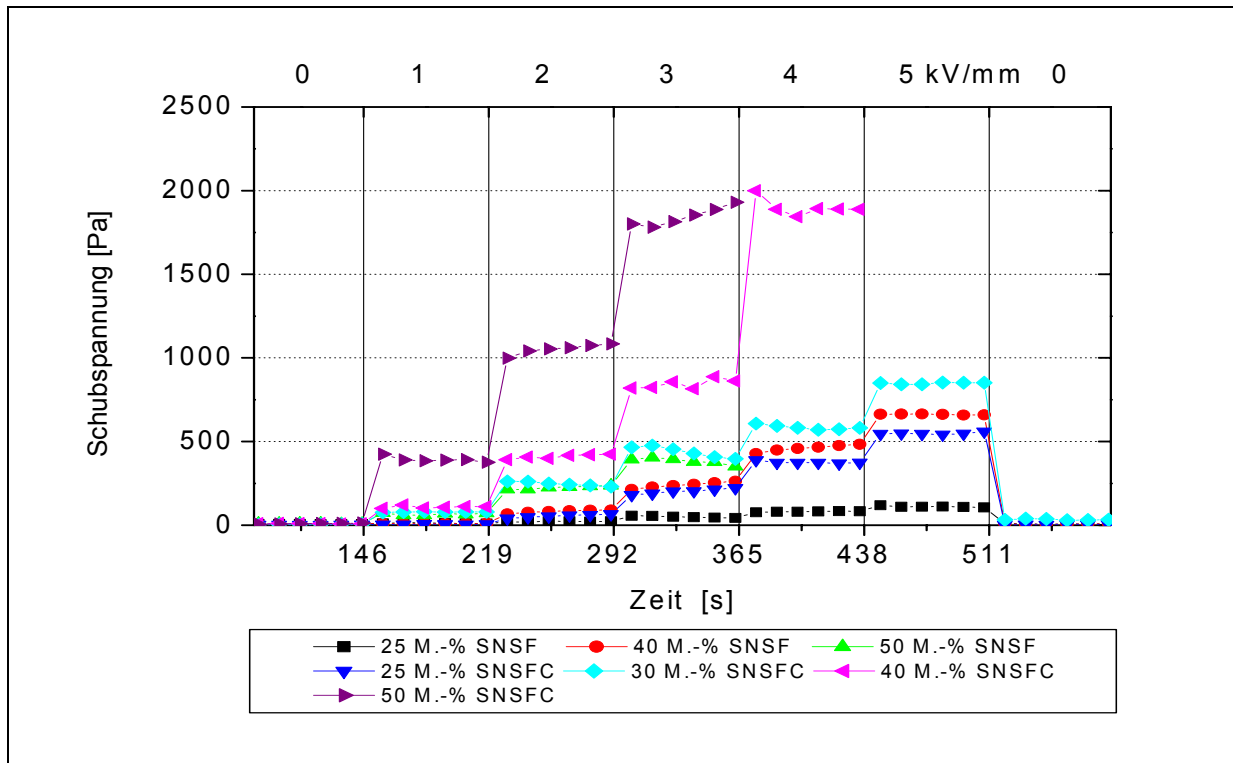


Diagramm 5.4.2.: Schubspannungen der ER-Fluide mit unterschiedlichen Massengehalten an SNSF bzw. SNSFC in Silikonöl AK10 im Gleichspannungsfeld mit verschiedenen Feldstärken.

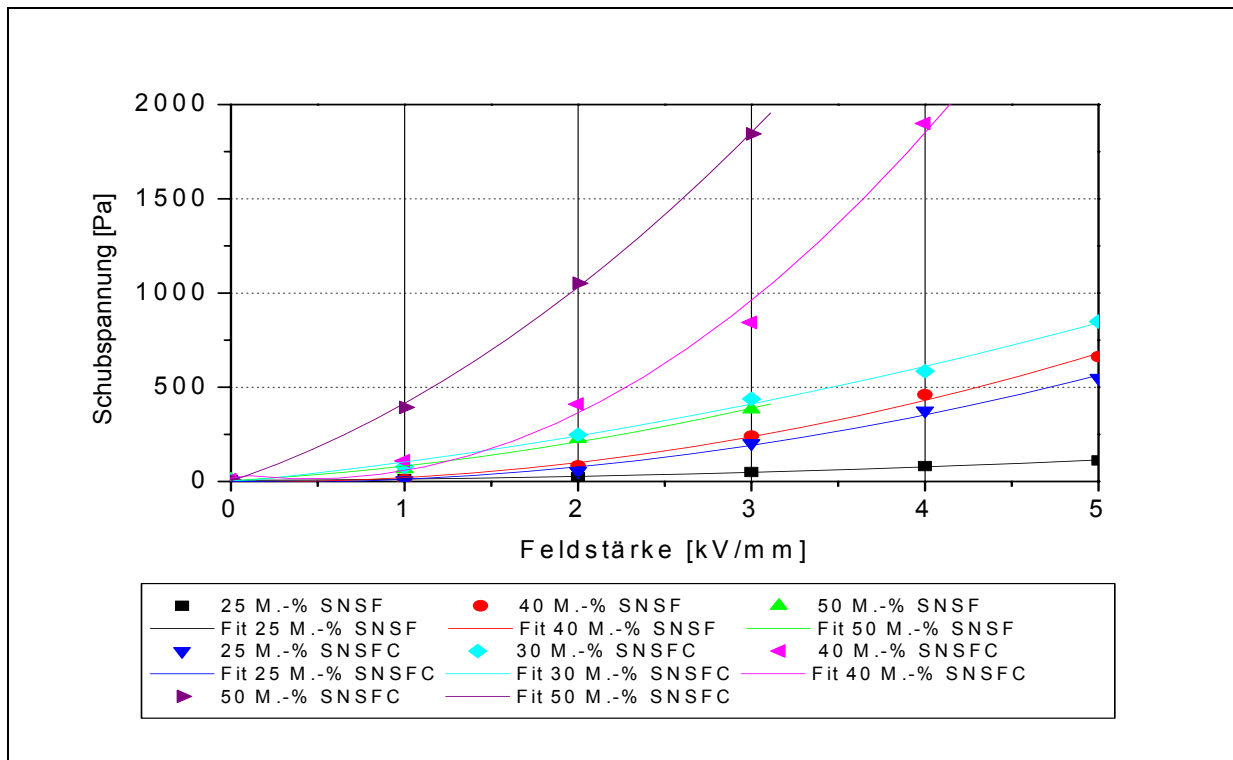


Diagramm 5.4.3.: Gemittelte Schubspannungen im Gleichspannungsfeld der ER-Fluide mit unterschiedlichen Massengehalten an SNSF bzw. SNSFC in Silikonöl AK10 bei verschiedenen Feldstärken aus dem Diagramm 5.4.2.

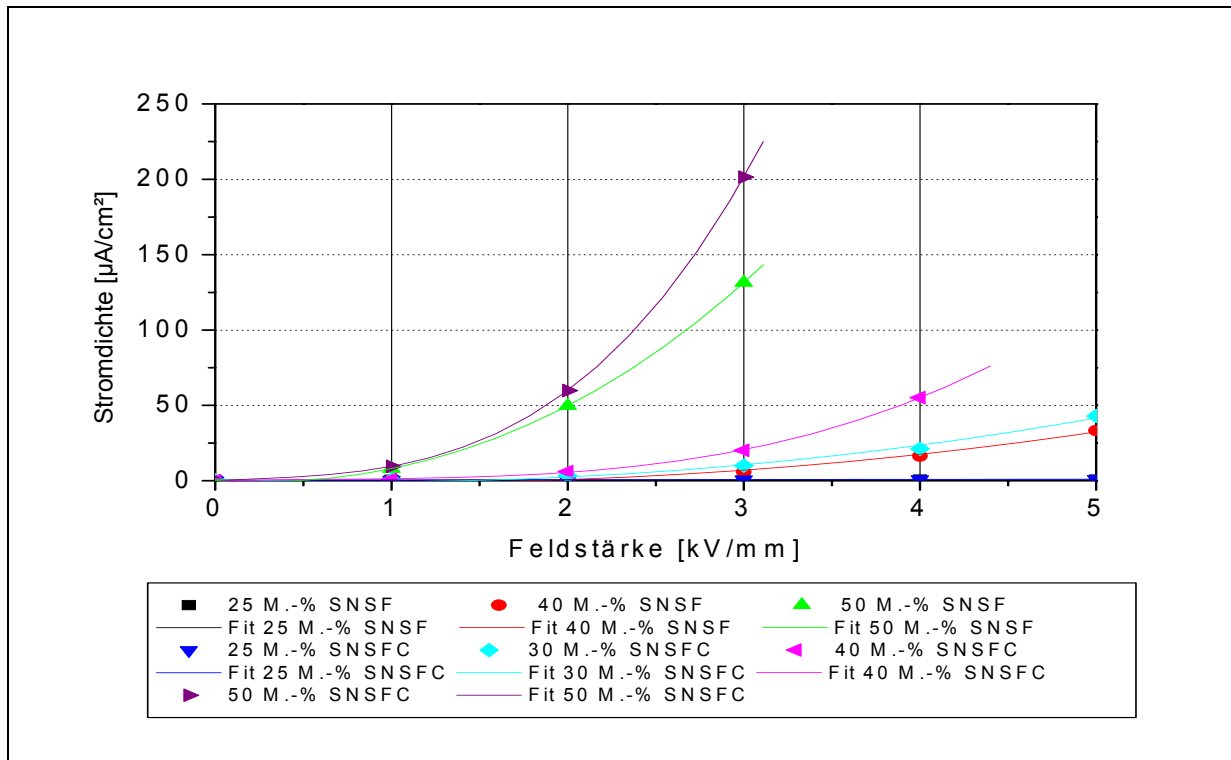


Diagramm 5.4.4.: Gemittelte Stromdichten im Gleichspannungsfeld zu den ER-Fluiden mit unterschiedlichen Massengehalten an SNSF bzw. SNSFC in Silikonöl AK10 bei verschiedenen Feldstärken aus dem Diagramm 5.4.4.

### 5.4.3. Charakterisierung von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Wechselfeld

Auf die elektrorheologischen Eigenschaften der ER-Fluide auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Wechselfeld wird in diesem Unterkapitel eingegangen.

So zeigen die ER-Fluide mit Partikeln aus SNSF bzw. SNSFC bei verschiedenen Massengehalten an Partikeln im Fluid auch im elektrischen Wechselfeld (sinus 100 Hz) elektrorheologische Eigenschaften. Bei annähernd gleicher Partikelgröße und gleichem Massengehalt im Fluid zeigen die ER-Fluide mit SNSF im Vergleich zu den ER-Fluiden mit SNSFC einen schwächeren ER-Effekt (Diagramme 5.4.5. und 5.4.6.). Dieser Unterschied kann durch die Modellvorstellung zum dielektrischen Verlustmodell (Kap. 3.4.) und die unterschiedlichen Materialeigenschaften der eingesetzten Polymere erklärt werden. Die Fluide neigen, wie im Gleichspannungsfeld, ab 3 kV/mm und bei höheren Massengehalten (ab 40 M.-%) zu Durchschlägen und des damit verbundenen vollständigen Verlustes des ER-Effekts. Die Stromdichten, welche um den kapazitiven Blindstroms verringert wurden, sind sowohl bei den Fluiden mit SNSF als auch bei Fluiden mit SNSFC Partikeln hoch (Diagramm 5.4.7.). Dies bedeutet, dass die Leitfähigkeit der einzelnen Partikel hoch ist, während sich die

isolierende Wirkung des Trägerfluids konzentrationsbedingt verringert. Bei einem Einsatz dieser Fluide ist auch, wie im Gleichspannungsfeld, mit einem erhöhten technischen und sicherheitstechnischen Aufwand zu rechnen.

Das Verhalten der Schubspannungen (Diagramme 5.4.5., 5.4.6.) und der Stromdichten (Diagramm 5.4.7.) mit zunehmender Feldstärke ist für die meisten partikelhaltigen Fluide typisch und auf Bildung von Kettenstrukturen durch Dipol-Dipol-Wechselwirkung zwischen Partikeln unter Einwirkung eines äußeren elektrischen Feldes zurückzuführen. Wie im Gleichspannungsfeld greifen auch im Wechselfeld die Strukturmodelle (Kap. 3.2.) und die mathematischen Lösungsansätze (Kap.3.4.).

Im Wechselfeld sind die Schubspannungen und Stromdichten der ER-Fluide mit SNSF bedingt durch unterschiedliche Material- und Polarisations-eigenschaften deutlich kleiner als die der Fluide mit SNSFC.

Die ER-Fluide mit SNSF und SNSFC zeigen im Wechselfeld bei gleichen Massenanteilen und gleichen Feldstärken ca. 10% höhere Schubspannungen als unter gleichen Bedingungen im Gleichspannungsfeld. Dieses Verhalten geht auf die Materialeigenschaften der Partikel zurück.

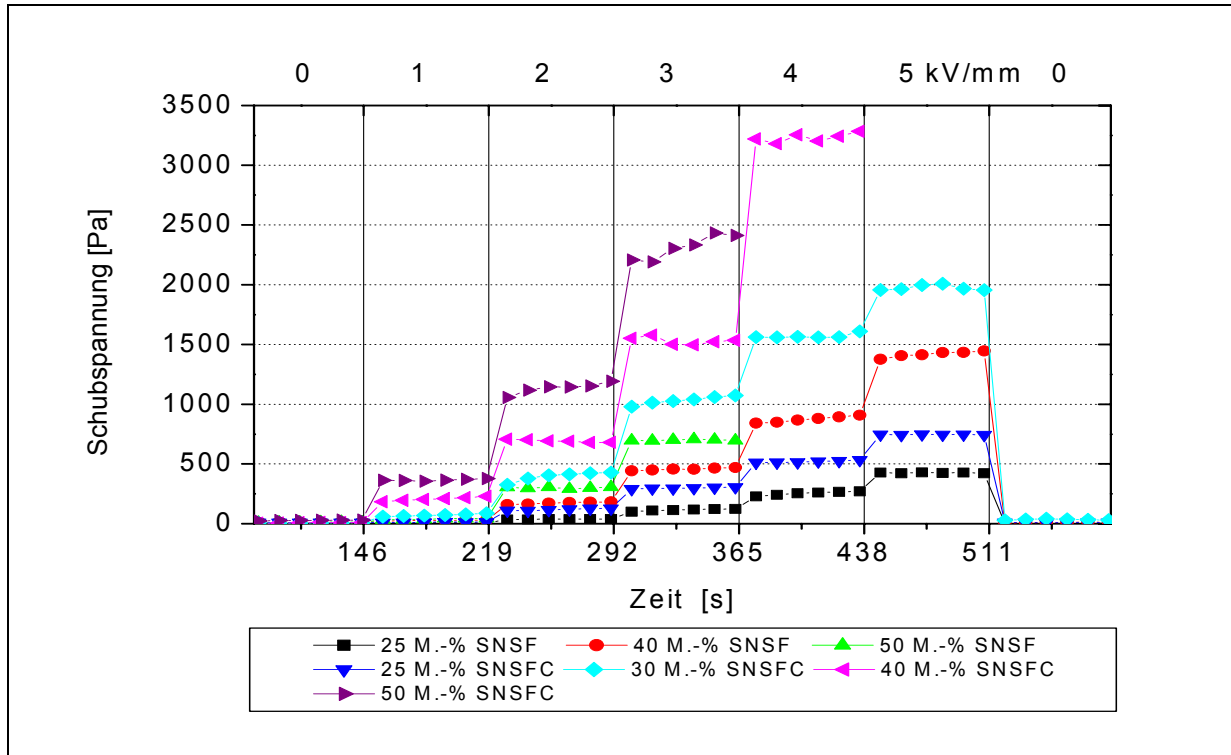


Diagramm 5.4.5.: Schubspannungen der ER-Fluide mit unterschiedlichen Massengehalten an SNSF bzw. SNSFC in Silikonöl AK10 im Wechselfeld mit sinus 100 Hz und verschiedenen Feldstärken.

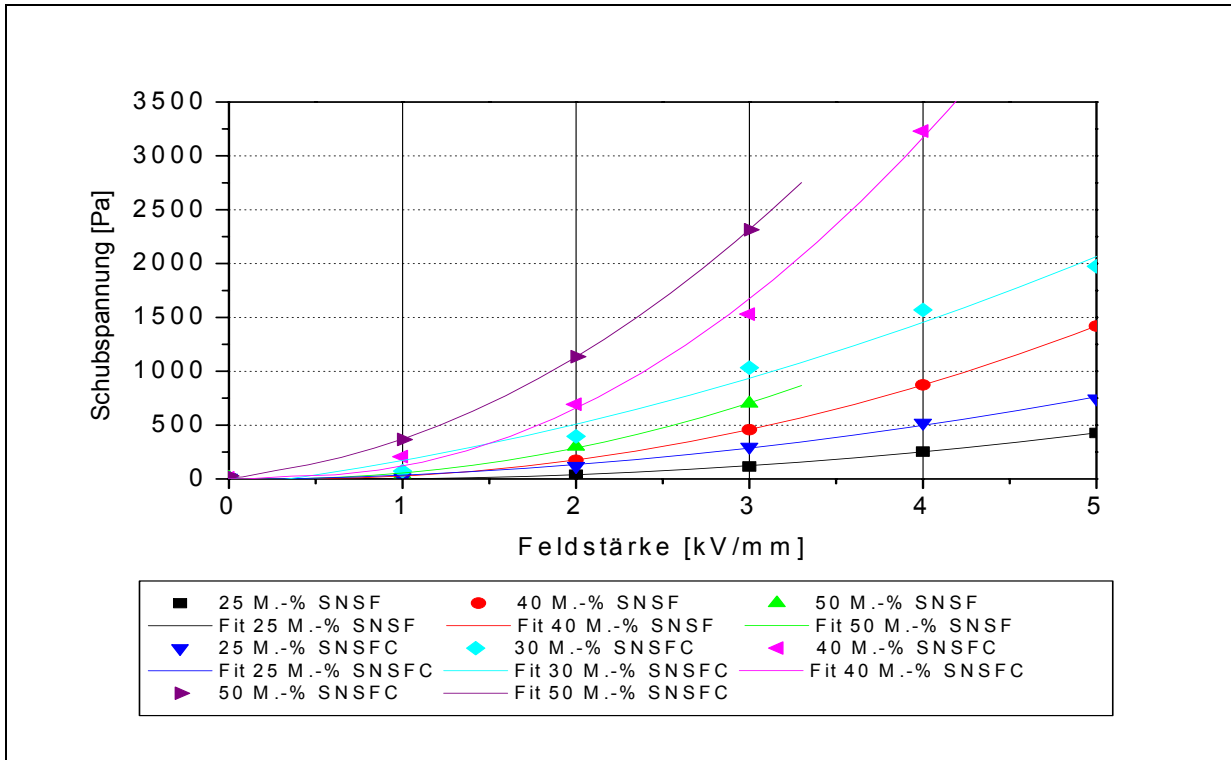


Diagramm 5.4.6.: Gemittelte Schubspannungen der ER-Fluide mit unterschiedlichen Massengehalten an SNSF bzw. SNSFC in Silikonöl AK10 bei verschiedenen Feldstärken im Wechselfeld sinus 100 Hz aus dem Diagramm 5.4.3.

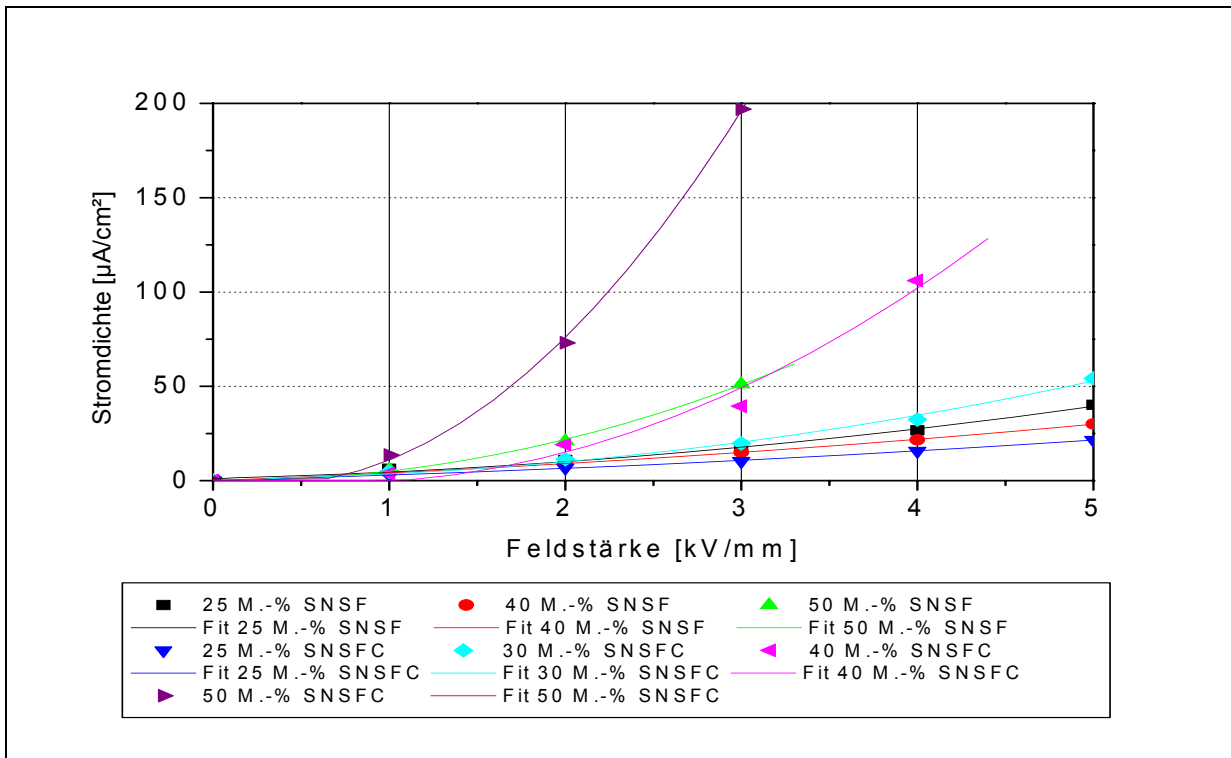


Diagramm 5.4.7.: Gemittelte Stromdichten zu den ER-Fluiden mit unterschiedlichen Massengehalten an SNSF bzw. SNSFC in Silikonöl AK10 bei verschiedenen Feldstärken im Wechselfeld sinus 100 Hz aus dem Diagramm 5.4.6.

#### 5.4.4. Verhalten von ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis im Plattenaktor

Die Messungen der SNSF- und SNSFC-ER-Fluide im Elektroreometer haben dazu gedient, die Eigenschaften der Fluide im Schermodus zu charakterisieren. Der Plattenaktor, der einen Modellaktor für ein haptisches Aktorarray darstellt, arbeitet ebenfalls im Schermodus. Daher sollte es auch bei den ER-Fluiden auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis möglich sein, die Daten aus den elektrorheologischen Messungen in diesem System zu reproduzieren.

Die Messungen erfolgen in einem Kraftmesssystem mit dem Modellaktor (Plattenaktor) (Kapitel 4.2.) unter den gleichen Rahmenbedingungen wie die Messungen der Na-PAA-ER-Fluide im Kapitel 5.2.

Die ER-Fluide auf SNSF-Basis weisen zu geringe Schubspannungen auf und sind somit nicht für den Einsatz in den Aktorkonstruktionen (Modellaktor und Array) geeignet. Die ER-Fluide auf SNSFC-Basis erreichen nur bei höheren Massenkonzentrationen akzeptable Schubspannungen. Im Aktorsystem wurde daher nur das 50 M.-% SNSFC-ER-Fluid untersucht, da dieses die größten Schubspannungswerte im Elektroreometer erreicht hat. Das Diagramm 5.4.8. zeigt die erhaltenen Weg-Kraft-Werte dieses Fluids. Deutlich ist der lineare Anstieg der Kräfte während des Durchdringens des statischen Elektrodensatzes mit dem beweglichen Plattenstempel zu erkennen. Die gemessenen Kräfte (Diagramm 5.4.8.) in Abhängigkeit von der Feldstärke im Bereich von 32 bis 48 mm unterscheiden sich deutlich voneinander und sind konstant. Trägt man die gemittelten Schubspannungswerte, berechnet aus den Kräften nach Gleichung 4.1. (Kap. 4.2.2.), dieses Bereiches gegen die Feldstärke auf, so lässt sich der Anstieg der Schubspannung mit zunehmender Feldstärke mit einem Polynom 2. Ordnung beschreiben. Dieser Anstieg steht im Einklang mit dem Anstieg der Schubspannung mit der Feldstärke, wie dieser in den Messungen des Elektroreometers in den vorangegangenen Kapiteln ersichtlich ist. Der Vergleich der gemessenen Schubspannungswerte des 50 M.-%igen ER-Fluids mit SNSFC im Elektroreometer und im Plattenaktor (Diagramm 5.4.9.) für die Gleichspannungsanwendung zeigt, dass die erreichten Schubspannungen im Plattenaktor etwa 20 % kleiner sind als im Elektroreometer. Trotz der kleineren Wirkung zeigt das ER-Fluid mit Partikeln aus SNSFC in beiden Messsystemen gleiches Verhalten, so dass die theoretischen Überlegungen zum ER-Effekt der beiden vorangegangenen Unterkapitel 5.4.2., 5.5.2. auch hier Bestand haben. So kommt es beim 50 M.-%igen SNSFC-ER-Fluid auch im Plattenaktor ab 3 kV/mm zu Durchschlägen und dem damit verbundenen vollständigen Verlust des ER-Effekts. Obwohl die ER-Fluide mit SNSF und SNSFC gemessen mit Wechselspannung im Elektroreometer deutlich höhere Schubspannungen aufweisen als im Gleichspannungsfeld, war aus technischen Gründen eine Bestimmung der Schubspannung im

Wechselspannungsfeld im Plattenaktor nicht möglich und zudem für die Anwendung nicht vorgesehen. Unter Berücksichtigung der hohen Stromdichten bei beiden Spannungsarten muss eine leistungsfähige und zugleich sichere Stromversorgung zur Verfügung stehen, wenn der gleichzeitige Betrieb einer Vielzahl an gleichen Aktoren, wie dies beim Aktorarray der Fall ist, erfolgen soll. Diesen Nachteil und die damit verbundenen Einschränkungen heben auch die moderate Sedimentationsneigung und die leichtere Resuspendierbarkeit der Fluide auf Basis von SNSF und SNSFC nicht auf.

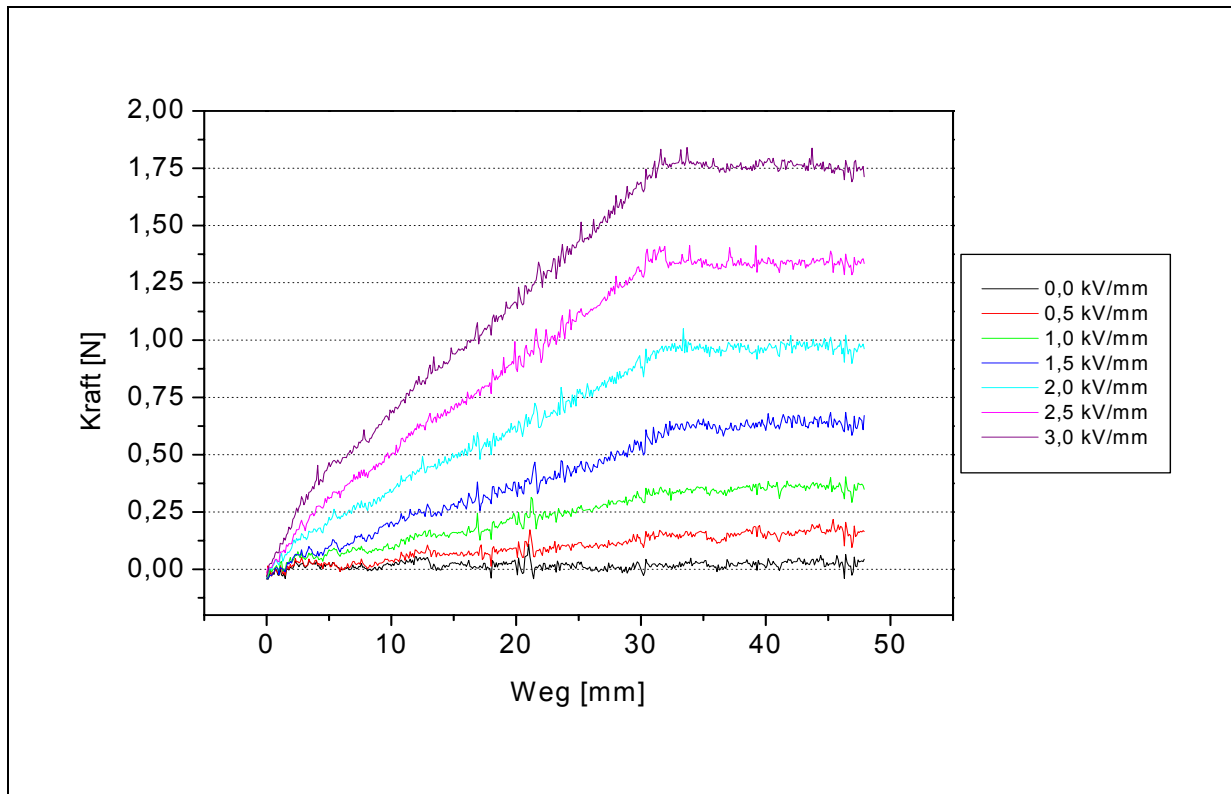


Diagramm 5.4.8.: Weg-Kraft-Werte der 50 M.-% SNSFC-ERF bei verschiedenen Feldstärken (DC), 25°C, 1 mm Spaltabstand, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s, Edelstahl Elektroden

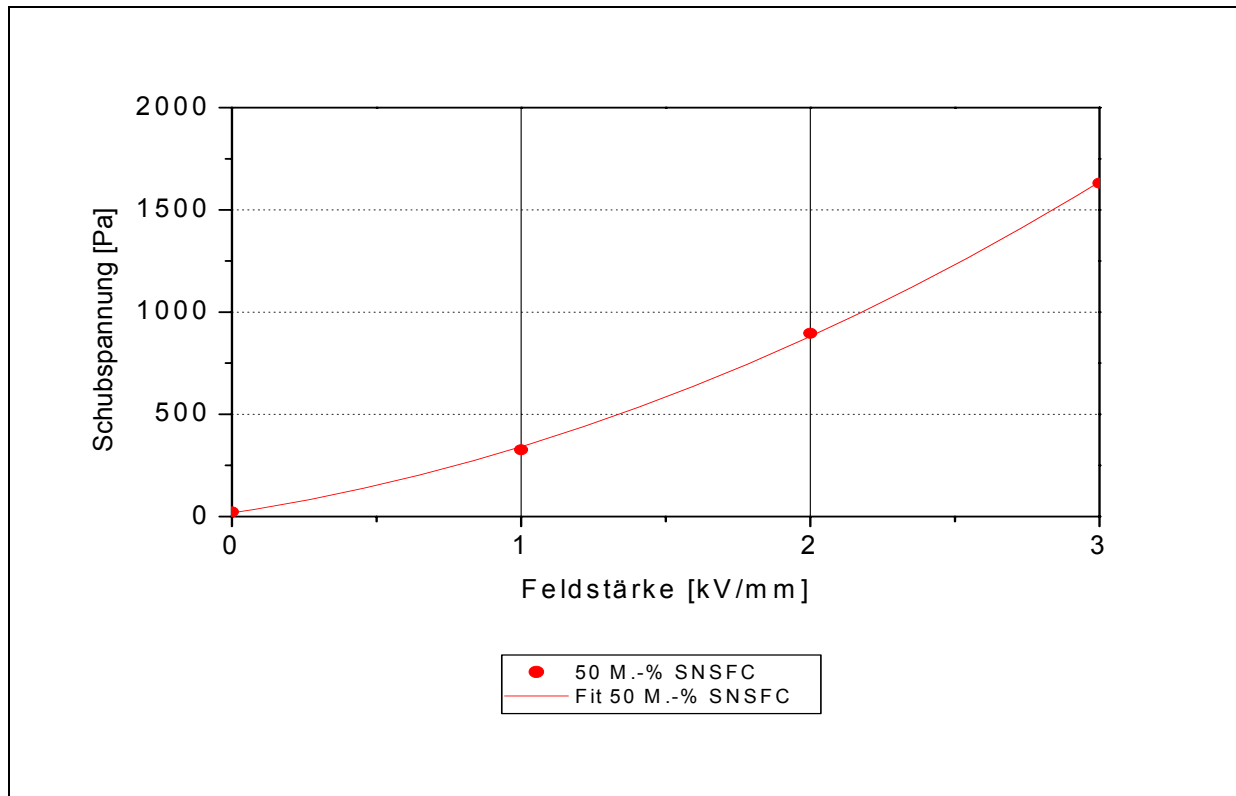


Diagramm 5.4.9.: gemittelte Schubspannungen des 50 M.-% SNSFC-ER-Fluids aus dem Bereich 32 bis 48 mm des Plattenaktors bei verschiedenen Gleichspannungsfeldstärken

## 5.5. Vergleich der Wirkung der ER-Fluide

Die ER-Fluide mit verschiedenen Massengehalten an Partikeln aus Na-PAA, Na-sPS-DVB Na-sPS-tr.-Stilben-DVB und SNSFC wurden bezüglich ihrer elektrorheologischen Eigenschaften im Gleich- und Wechselfeld im Elektrorheometer und ihrer Kraftwirkung im Plattenaktor (Gleichspannungsfeld) charakterisiert. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in den Kapiteln 5.2. bis 5.4. dargestellt. Das Diagramm 5.5.1. zeigt Schubspannungen, die im Elektrorheometer bei  $10\text{ s}^{-1}$  und  $25^\circ\text{C}$  im Gleichspannungsfeld bei verschiedenen Feldstärken gemessen wurden. Die so erhaltenen Daten lassen den Vergleich mit den im Plattenaktor mit Hilfe des Kraftmesssystems ermittelten Schubspannungen zu. Im Diagramm 5.5.2. sind die Schubspannungen für die gleichen Fluide, wie in Diagramm 5.5.1., jedoch im Plattenaktor ( $25^\circ\text{C}$ ,  $10\text{ s}^{-1}$ ) ermittelt, dargestellt. Der Skalierungen der beiden Diagramme sind zur besseren Vergleichbarkeit identisch gewählt.

Die elektrorheologischen Daten der kommerziellen ER-Fluide, ermittelt im Elektrorheometer bei einer Gleichspannungsfeldstärke  $3\text{ kV/mm}$ , weisen im Vergleich zu den im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Fluiden hohe Schubspannungswerte auf. Jedoch haben die kommerziellen ER-Fluide Nachteile für die Anwendung im Aktorsystem, die ihren Einsatz verhindern. So verflüchtigt sich in weniger als einer Stunde ein erheblicher Teil des Trägerfluids bei den kommerziellen Fluiden 1 und 2, was zur Folge hat, dass sich der Massenanteil an Partikeln mit der Zeit zu höheren Konzentrationen verschiebt. Die Fließeigenschaften der Fluide ohne Feld verschlechtern sich ebenfalls mit steigender Konzentrationen an Partikeln. Mit dieser Verschlechterung geht ein erhöhter Stromfluss einher, hervorgerufen durch die Verstärkung der Isolationsprobleme (Durchschläge) durch das ER-Fluid, d.h. der elektrorheologische Effekt des Fluids verringert sich bis zum vollständigen Verlust. Das Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 ist für eine Anwendung, in der es ständig bewegt wird, konzipiert, damit die Partikel nicht sedimentieren. Die sedimentierten Partikel des Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 bilden einen festen klebrigen Bodensatz, der sich nur sehr schwer wieder resuspendieren lässt. Da die Konstruktion des Aktorsystems einen solchen Fluss nicht vorsieht, bildet sich beim Stehen des Fluids innerhalb weniger Tage ein merklicher Bodensatz aus sedimentierten Partikeln. Dieser Bodensatz ist in der Konstruktion fast nicht mehr resuspendierbar. Die von mir hergestellten Fluide sedimentieren bedingt durch den Dichteunterschied (Kapitel 4.3.4.) zwischen den Partikeln und dem Trägerfluid zwar auch innerhalb weniger Tage. Jedoch ist



das gebildete Sediment nicht fest und klebrig und lässt sich daher auch in der Aktorkonstruktion leicht wieder resuspendieren.

Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten ER-Fluide erreichen im Elektrorheometer zwar nicht die Schubspannungswerte der kommerziellen Fluide (Diagramm 5.5.1.), aber dennoch erzielen die selbst hergestellten Fluide mit einem Partikelmassenanteil von 50 M.-% Schubspannungen von über 1500 Pa bei 3 kV/mm im Gleichspannungsfeld. Listet man diese Fluide sortiert nach zunehmender Schubspannung auf, so ergibt sich folgende Reihenfolge: ER-Fluid mit Na-sPS-tr.-Stilben-DVB-, Na-sPS-DVB-, SNSFC- und Na-PAA-Partikeln.

Die selbst hergestellten Fluide mit 25 M.-% weisen dagegen deutlich schwächere Schubspannungswerte unter Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes auf und erreichen bei gleicher Feldstärke ca. 50 bis 60% der entsprechenden 50 M.-%-igen Fluide. Auch ändert sich die Reihenfolge, so weist das 25 M.-%-ige ER-Fluid mit Na-sPS-DVB-Partikeln die kleinste Schubspannung (3 kV/mm, DC) auf, gefolgt von den Fluiden mit Na-sPS-tr.-Stilben-DVB- und Na-PAA-Partikeln.

Für jedes der untersuchten ER-Fluide gilt, dass mit zunehmender Masse an Partikeln die Schubspannung erhöht. Bei einer Verdopplung der Masse von 25 M.-% auf 50 M.-% steigt die Schubspannung um den Faktor 2 bis 3 an. Der Steigerung der Masse im Fluid ist jedoch eine physikalische Grenze gesetzt, da das Trägerfluid den Raum zwischen den Partikeln auffüllt. Ist jedoch das Volumen der Partikel größer bzw. gleich dem Volumen des Trägerfluids, so geht die Suspension in ein Gel über.

Vergleicht man die Schubspannungen der ER-Fluide des Elektrorheometers mit denen im Plattenaktor, so ist festzustellen, dass die kommerziellen Fluide 1 und 2 deutlich größere Werte im Plattenaktor erreichen, als es aus den Daten, ermittelt mit dem Elektrorheometer, zu erwarten ist. Das Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 hingegen zeigt im Aktor eine um ca. 30% verringerte Wirkung. Wie sich bereits bei den kommerziellen ER-Fluiden gezeigt hat, lassen sich die (elektro-)rheologischen Messergebnisse der ER-Fluide im Rheometer nicht unbedingt auf ihre Wirkung im Aktorsystem übertragen.

Die Fluide mit Na-sPS-DVB-, SNSFC- und Na-PAA-Partikeln zeigen vergleichbare Werte in beiden Messsystemen. Dagegen ist die Übertragung der Ergebnisse beim sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluid nicht möglich. So erreicht das 50 M.-%-ige Na-sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluid eine mehr als doppelt so große Schubspannung im Aktor im Vergleich zum Rheometer. Folglich zeigt dieses ER-Fluid ein Verhalten, wie es bei den kommerziellen Fluiden 1 und 2 zu beobachten ist. Die Übertragbarkeit bzw. Nichtübertragbarkeit der rheologischen Ergebnisse des Rheometers auf den Plattenaktor ist folglich vom verwendeten ER-Fluid abhängig.

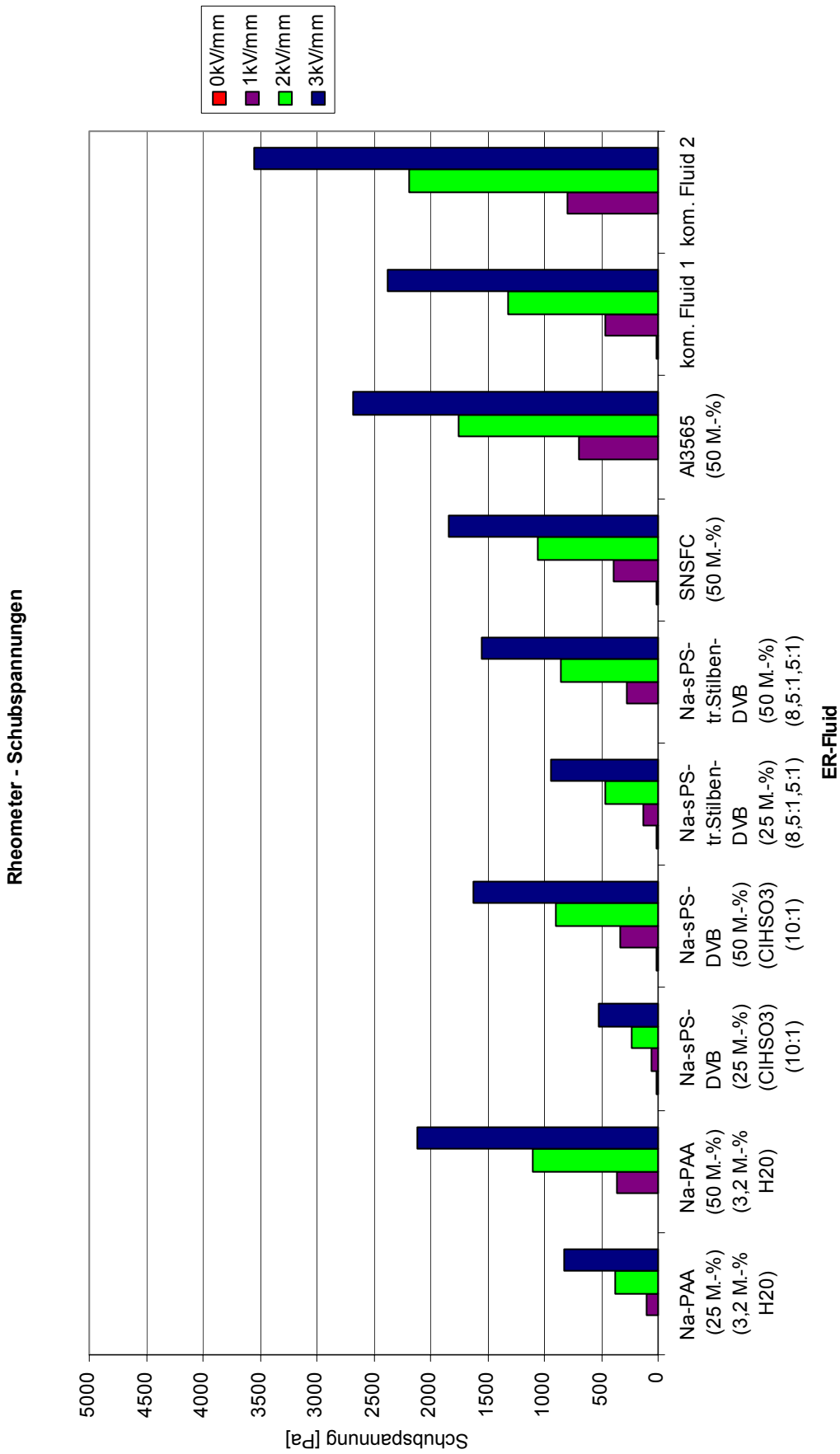


Diagramm 5.5.1: Gegenüberstellung der Schubspannungen von verschiedenen ER-Fluiden gemessen im Elektrorheometer bei  $10 \text{ s}^{-1}$ ,  $25^\circ\text{C}$

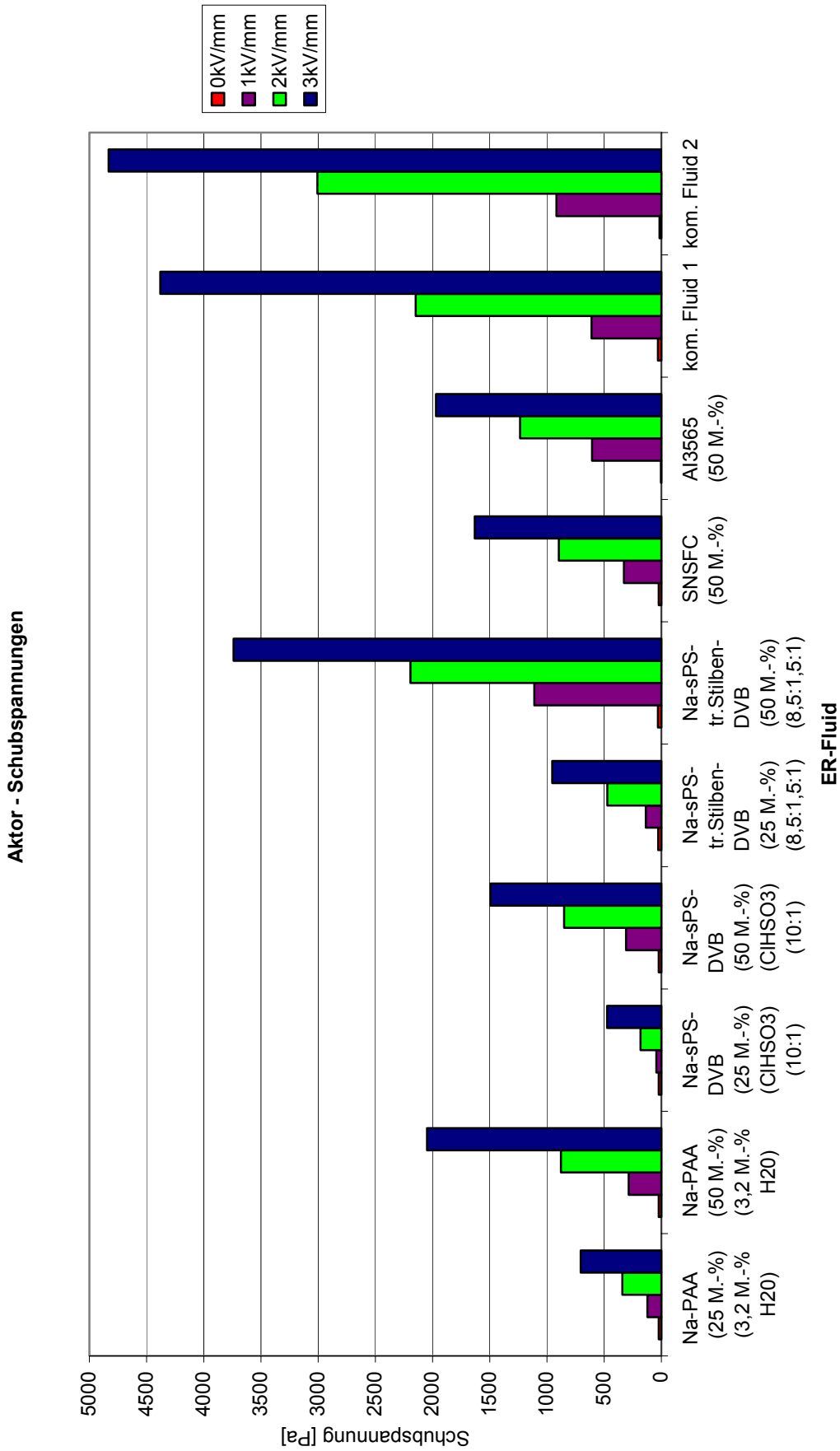


Diagramm 5.5.2: Gegenüberstellung der Schubspannungen von verschiedenen ER-Fluiden gemessen im Plattenaktor bei  $10 \text{ s}^{-1}$ ,  $25^\circ\text{C}$

Tabelle 5.5.1: ausgewählte Eigenschaften der ER-Fluide und Einsatztauglichkeit im Aktor

Fluid	Schubspannung Rheometer (DC, 3 kV/mm) [Pa]	Schubspannung Aktor (DC, 3 kV/mm) [Pa]	Sedimentationsgeschwindigkeit	Resuspendierbarkeit	Einsatz im Aktor sinnvoll	Kommentar
25 M.-% Na-PAA	820	710	3	2	nein	erzeugte Kräfte zu klein
50 M.-% Na-PAA	2110	2050	3	2	ja	
25 M.-% Na-sPS-DVB	520	470	4-5	2-3	nein	erzeugte Kräfte zu klein, hohe Stromdichte, sedimentiert zu schnell
50 M.-% Na-sPS-DVB	1630	1490	4-5	2-3	bedingt	hohe Stromdichte, sedimentiert schnell
25 M.-% Na-sPS-tr.-Stilben-DVB	940	950	4-5	2-3	nein	erzeugte Kräfte zu klein, hohe Stromdichte, sedimentiert zu schnell
50 M.-% Na-sPS-tr.-Stilben-DVB	1560	3740	4-5	2-3	bedingt	hohe Stromdichte, sedimentiert zu schnell
50 M.-% SNSFC	1850	1630	2-3	3	nein	sehr hohe Stromdichte
Rheobay® TP AI3565	2690	1970	2	4	(ja)	nur kurzzeitig, da festes klebriges Sediment
kommerzielles Fluid 1	2370	4380	0-1	2	nein	Trägerfluid sehr flüchtig
kommerzielles Fluid 2	3550	4830	2	3	nein	Trägerfluid sehr flüchtig

Sedimentation: 0:keine; 1:sehr gering; 2: gering; 3:mittel; 4:mäßig; 5:stark  
 Resuspendierbarkeit: 1:sehr gut; 2:gut; 3 mittel; 4 schlecht; 5 sehr schlecht

Inwieweit die Wechselwirkung der Partikel der ER-Fluide mit dem Material der Oberfläche der beiden Systemen eine Rolle spielt, konnte nicht geklärt werden, da in beiden Systemen als Material Edelstahl zum Einsatz kam. Bei Untersuchungen im Plattenaktor mit beispielsweise vergoldeten Oberflächen unter Verwendung des gleichen ER-Fluids haben sich keine signifikanten Unterschiede in den Messergebnissen ergeben. Daher ist davon auszugehen, dass das Konstruktionsprinzip in Kombination mit dem ER-Fluid eine entscheidende Rolle bei der Wirkung in beiden Systemen spielt. So wirkt im Rheometer das angelegte elektrische Feld auf das Fluid, welches sich im Ringspalt befindet und durch die rotierende Zylinderelektrode geschert wird. Beim Plattenaktor hingegen wird das Fluid bei angelegtem Feld zwischen den beiden statischen Elektroden durch die Bewegung des Stempels beidseitig geschert. Vom Prinzip her ähnelt diese Konstruktion einem Doppelspaltsystem. Zudem weisen die Elektroden eine endliche Länge in Richtung der Scherung auf. Im Zylindermesssystem des Rheometers ist diese, bedingt durch die Geometrie, faktisch endlos. So bilden sich unter Einfluss des elektrischen Feldes in beiden Messsystemen bei den verwendeten ER-Fluiden ständig Mikrostrukturen in Form von Ketten aus, die durch die Scherung deformiert und schließlich wieder aufgebrochen werden. Dabei erfolgt ein Materialtransport in Richtung der Scherung. Während sich im Ringspalt die Fragmente der Partikelketten entlang der Kreisbahn der Zylinder bewegen und somit den Einflussbereich des elektrischen Feldes nicht verlassen, verlassen die Partikelkettenfragmente im Plattenaktor das elektrische Feld. Im Gegensatz zu der nur teilweisen Zerstörung der Kettenstrukturen und deren Rekombination durch die Scherung im Ringspalt müssen sich die Kettenstrukturen beim Plattenaktor komplett neu im Eintrittsbereich des beweglichen Stempels zwischen den statischen Elektroden bilden, während diese im Austrittsbereich durch das Wegfallen des elektrischen Feldes komplett zerfallen.

Von den untersuchten kommerziellen Fluiden ist keines für den Dauerbetrieb in dem geplanten Aktorarray, welches auf dem Wirkprinzip des Plattenaktors basiert, verwendbar. Als Nachteile sind z.B. das Verflüchtigen des Trägerfluids bei den Fluiden 1 und 2 zu nennen. Aber auch die Bildung des festen Sediments beim Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 ist in Bezug auf die Aktorkonstruktion nachteilig. Bei den eigens hergestellten Fluiden bewirkt zwar das 50 M.-%-ige ER-Fluid mit Na-sPS-tr.-Stilben-DVB-Partikeln eine ansprechend hohe Kraftwirkung im Aktor bei Feldstärken von 3 kV/mm, jedoch sind die gemessenen Stromdichten für das Aktorarray in der Summe für die Einzelaktoren zu hoch, was einen erhöhten Aufwand an Schutzmaßnahmen erforderlich macht. Neben den erhöhten Stromdichten wandern im Gleichspannungsfeld mit der Zeit die Partikel aufgrund elektrostatischer Aufladung vermehrt

zu den Elektroden, d.h. das Fluid entmischt sich. Bedingt durch die Entmischung verringert sich aber auch der ER-Effekt, weil sich die Partikelkonzentration lokal verringert. Die ER-Fluide mit sulfonierten Partikeln (Na-sPS-DVB; SNSFC) weisen ebenfalls hohe Stromdichten auf. Ihre Wirkungen im Aktor sind aber deutlich schlechter als die des Na-sPS-tr.-Stilben-DVB-ER-Fluids mit 50 M.-%.

Für das Aktorarray ist das Na-PAA-ER-Fluid mit 50 M.-% zum einen wegen seiner hohen Schubspannungen im Plattenaktor bei 3 kV/mm, vergleichbar mit dem Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565, zum anderen wegen seiner geringen Stromdichte gut einsetzbar. Weiterhin positiv ist, dass im Gleichspannungsfeld mit der Zeit keine Entmischung des Fluids festzustellen ist. Das Fluid sedimentiert zwar wie die meisten partikelhaltigen ER-Fluide mit der Zeit, lässt sich aber im Gegensatz zum Rheobay<sup>®</sup> TP AI3565 gut resuspendieren.

Von den untersuchten ER-Fluiden ist das 50 M.-%-ige ER-Fluid mit Na-PAA-Partikeln für die Anwendung im Aktorarray unter Berücksichtigung aller einsatzrelevanter Aspekte folglich am besten geeignet (vgl. Tabelle 5.5.1.).

## **6. Zusammenfassung**

### **6.1. Deutsche Zusammenfassung**

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Herstellung von partikelhaltigen ER-Fluiden auf Polymerbasis sowie deren Wirkung in einem Modellaktor. Bei den ER-Fluiden handelt es sich um partikelhaltige Fluide auf Basis von Polyacrylat, sulfonierten Polystyrolcopolymeren und Naphthalin-2-sulfonsäure.

Da die Partikel für die ER-Fluide kommerziell nicht zur Verfügung standen, wurden diese von mir hergestellt und zu ER-Fluiden verarbeitet. Da es zu diesen Fluiden in der Literatur keine Informationen über die Materialeigenschaften gibt, war es notwendig, die Fluide in einem speziell für die Elektrorheologie gebauten Rheometer (Elektrorheometer) zu charakterisieren. Für das Elektrorheometer wurde eine Software eingesetzt, die eine standardisierte Vorgabe der Messbedingungen zulässt und gleichzeitig die erhaltenen Messwerte erfasst. Neben der Charakterisierung im Elektrorheometer erfolgt die Spezifizierung der haptischen Wirkung der ER-Fluide an einem Modellaktor (Plattenaktor), der im Rahmen eines Projekts in dieser Arbeit aufgebaut worden ist. Für die Tests mit diesem Plattenaktor wurde ein spezielles Kraftmesssystem konstruiert und die dazugehörige Software entwickelt und optimiert.

Für die Herstellung der partikelhaltigen ER-Fluide werden Partikel in der Größenordnung von 10 bis 40  $\mu\text{m}$  benötigt. Die Partikel auf Polyacrylat- und Naphthalin-2-sulfonsäurebasis lassen sich wegen der Wasserlöslichkeit der Polymere durch Sprühtrocknen aus ihren Polymerlösungen gewinnen. Hierzu optimierte ich zunächst die Parameter des Sprühtrockners so, dass die Partikel die gewünschte Größenordnung von ca. 15  $\mu\text{m}$  aufweisen.

Bei den ER-Fluiden mit Poly-(natriumacrylat) konnte durch Variation des Wassergehalts der Partikel und deren Konzentration im Fluid die Größe des ER-Schubmodul gesteigert werden. Die im elektrischen Feld auftretenden Stromdichten sind sehr klein und stellen somit kein Problem für eine Vielzahl von baugleichen Mikroaktoren dar.

Das mittels Formaldehyd kondensierte Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz zeigt mit steigender Polymerkonzentration im Fluid den erwarteten Anstieg des ER-Effekts. Problematisch für die technische Anwendung dieses Materials als ER-Fluid ist allerdings die hohe Stromdichte, die bei einer Vielzahl von baugleichen Mikroaktoren erhöhte Sicherheitsmaßnahmen erforderlich macht.

Bei den ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolcopolymeren werden die Partikel durch Suspensionspolymerisation aus Styrol und Divinylbenzol hergestellt. Durch Parametervariation beim Herstellprozess gelang es, Partikel in der Größenordnung von ca. 35  $\mu\text{m}$  herzustellen. Bei der Herstellung der Polymerpartikel wurden Parameter wie die Art der Kationen, die Sulfonierungsart, der Vernetzungsgrad und die chemische Zusammensetzung systematisch geändert. So konnte gezeigt werden, dass durch den Einsatz von unterschiedlichen Kationen bei gleicher Polymerzusammensetzung und Sulfonierungsmethode der ER-Effekt bei den Natriumkationen für die geplante Anwendung am größten ist. Durch geeignete Wahl der Sulfonierungsmethode für das Polymer lässt sich eine Steigerung des ER-Effekts bei gleicher Partikelgröße und gleichen Kationen erreichen. Schließlich hat auch die Härte des Polymers einen Einfluss auf den ER-Effekt. Durch geeignete Wahl der Härte des Polymers, der Sulfonierungsmethode und der Art der Kationen lässt sich ein Maximum beim ER-Effekt erreichen. Dieses Maximum lässt sich durch die Veränderung der Monomerzusammensetzung, wie der Substitution von Styrol durch trans-Stilben, steigern. Auch hier steigt mit zunehmender Partikelkonzentration im Fluid die Größe des ER-Effekts.

Bei der Betrachtung der Wirkung der ER-Fluide im Plattenaktor zeigte sich, dass die Größe des ER-Effekts im Schermodus, bestimmt im Elektrorheometer, z. T. verifiziert werden konnte. Die erreichte Kraftwirkung im Plattenaktor ist somit direkt proportional zur Größe des ER-Effekts. Für die Anwendung im Aktorsystem lässt sich die von mir hergestellte Poly(natriumacrylat)-ERF verwenden. Das ER-Fluid besitzt ein hohes zeitlich stabiles ER-Schermodul bei gleichzeitig niedriger Stromdichte. Einen zeitlich stabilen ER-Effekt weisen auch die sulfonierten Polystyrolcopolymeren auf, jedoch ist die Stromdichte für die Anwendung deutlich zu hoch. Aus diesem Grund und wegen des kleineren ER-Effekts ist eine Verwendung des ER-Fluids auf Basis von Naphthalin-2-sulfonsäure nicht von Vorteil. Da die von mir verwendeten partikelhaltigen ER-Fluide aufgrund des Dichteunterschieds zwischen den Partikeln und dem Fluid nicht sedimentationsstabil sind, ist eine Stabilisierung der Fluide durch bessere Dichteanpassung für die technische Anwendung im Aktor empfehlenswert.

Aus den Versuchen ergibt sich, dass mit den von mir hergestellten ER-Fluiden Kräfte bis 2,3 N bei 3 kV/mm (Gleichspannungsfeld) im Plattenaktor erreicht werden konnten. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass diese hergestellten ER-Fluide auch in einem miniaturisierten Aktorsystem Wirkung zeigen, sofern nur die Wirkfläche, nicht aber die Elektrodengeometrie geändert wird.

Das noch in Herstellung befindliche haptische Mikroaktorarray, welches auf dem Plattenaktor basiert, soll zur Darstellung von Festigkeitsverteilungen von Ultraschallelastogrammen



dienen. Als weitere mögliche Anwendungsfelder für ein solches Array lassen sich technische Bereiche nennen, bei denen der Mensch durch die Umgebungen Gefahren ausgesetzt ist. In diese Rubrik fallen z.B. die Raumfahrt und Kerntechnik. Auch Bereiche, bei denen große Entfernungen überbrückt werden sollen, wie Tele-Instandhaltung, Teleservice, Telemedizin, Teleoperation und Teleshopping, wären zu nennen.

## 6.2. Englische Zusammenfassung – Summary

The present thesis deals with the synthesis of different electrorheological fluids (ER fluids) based on polymer particles and their effect on a model actuator system. The polymer particles are made of polyacrylic acid salts, salts of sulfonated polystyrene-divinylbenzene-co-polymer or naphthalen-2-sulfonic acid sodium salt. Such particles are not commercially available. The synthesized particles are combined with oil to ER-fluids. For these ER fluids no data exists in the literature, so it was necessary to characterise them. A special rheometer system, which was built to measure ER fluids in an electrical field, was used for the characterisation. Together with a specially designed software, it was possible to set and control the rheometer system and the measurement, so that standardized measurement files could be obtained. The ER fluids were also characterised in a model actuator (a so called “plate actuator”) that was built in the frame of this work. For the tests with the plate actuator, a special force-measurement system with software was constructed and optimised. For the ER fluids particles with a diameter between 10 and 40µm are needed. The particles based on polyacrylic acid salts and naphthalene-2-sulfonic acid sodium salt are produced by spray drying and gained from the solution of these polymers in water. I optimised the spray-drying process so that I got particles with an approximate diameter of 15 µm.

The ER shear stress of ER fluids with poly-(sodiumacrylate) could be increased by increasing the water content and the concentration of the particles in the fluid. The current densities in the electrical field are very low and represent no problem for an array with an assembly of micro-actuators that are identical in construction.

With an increased concentration of particles of naphthalene-2-sulfonic acid sodium salt condensed by formaldehyde the ER fluid shows the expected result. The very high current density could be problematic for a technical application of this material as an ER fluid. In combination with an assembly of micro-actuators which are identical in construction, it requires enhanced precautions regarding the power source and the construction.

The particles for the ER fluid based on salts of sulfonated styrene-copolymers are made via suspension polymerisation. By variation of the process parameters I succeeded in achieving particles with an approximate diameter of 35 µm. The parameters of the polymerisation to get particles were systematically varied. They are the following: type of kation, method of sulfonating the particle, the degree of cross-linking and the chemical composition of monomers.

Under the same conditions, the same method of sulfonating the particles, the degree of cross-linking and the chemical composition of monomers, the sodium salts have the best ER effect among the characterised ER fluids with particles of sulfonated styrene-copolymers sodium salts.

The selection of the right method for the sulfonation of the particles can increase the ER effect, even if the other parameters and the particle size are not changed. The degree of cross-linking and the hardness of the polymer have an influence on the ER effect. With a suitable selection of these parameters (type of cation, method of sulfonating the particles and the degree of cross-linking) it is possible to get a maximum of the ER effect. A further improvement of the ER effect can be attained by a variation of the chemical composition of the polymer like substitution of a part of styrene by trans-stilbene. In this case, an increase in the ER effect resulting from the rising of the particle concentration in the fluid can also be obtained.

Considering the effect of the ER fluids in the plate actuator the extent of the ER effect in the shear modulus measured in the rheometer for electrorheology could be partly verified.

So for the most parts the forces measured in the plate actuator are proportional to the size of the ER effect. Well suited for the use in the actuator system is the ER fluid with poly-(sodium acrylate) particles. This ER fluid shows a high time-stable ER shear stress and a low current density at the same time.

The ER fluids based on sulfonated polystyrene polymers show also a time-stable ER shear stress, but their current density is too high for the application aimed at. The ER fluids based on naphthalene-2-sulfonic acid sodium salt also have a very high current density and a lower ER effect. The use of these fluids is thus not advantageous. The ER fluids with particles are not stable in sedimentation because their densities vary. So the stabilisation of the fluid by an adjustment of the density is recommended before using it in the actuator and other applications. In the experiments the ER fluids I developed reached forces up to 2.3 N (3 kV/mm DC) in the plate actuator. So these fluids may also have an effect in the miniaturised actuator system (array of actuators) when the active surface of the electrodes, but not their geometry is reduced.

The miniaturised actuator array based on the plate actuator described above is in production. This array is to be used to show forces from an object. The forces distribution data are gained from an ultrasonic system. Further fields of applications being considered are for example aerospace and nuclear power engineering, where information about dangerous forces which humans are exposed to are needed. Telemedicine, teleshopping, teleservices etc. are areas where this actuator array could also be helpful.

## **7. Anhang / Experimenteller Teil**

### **7.1. Synthese der Polyacrylat ER-Fluide**

#### **7.1.1. Herstellung der Partikel aus unvernetzter Polyacrylsäure Na-Salz**

Es werden 33,3 g Polyacrylsäure Na-Salz  $M_w = 2100$  g/mol (Fluka) in 66,7 g warmen Wasser (60°C) gelöst. Die auf Raumtemperatur abgekühlte klare Lösung wird zur Gewinnung von Partikeln mit definiertem Teilchendurchmesser sprühgetrocknet. Der Teilchendurchmesser richtet sich nach der Konzentration der zu sprühtrocknenden Lösung und mehreren Geräteparametern.

In der Tabelle 7.1. sind die Ergebnisse der Teilchengrößen für unterschiedliche Einstellungen aufgeführt. Die Parameter [BÜC3] T inlet (180°C), Aspiratorunterdruck ( $\Delta p = 25$  mbar) und Pumpengeschwindigkeit (Stufe 3) wurden nicht variiert.

Tabelle 7.1.: Zusammenhang zwischen Vorgabeparametern des Sprühtrockners und der resultierenden Partikelgrößenverteilung von Konzentration und Flow für Na-PAA

Konzentration der Lösung [M.-%]	Flow [l/h]	T outlet [°C] [BÜC3] (Mittelwert)	D(V,0.1) [ $\mu\text{m}$ ]	D(V,0.5) [ $\mu\text{m}$ ]	D(V,0.9) [ $\mu\text{m}$ ]
50	400	122	9,98	29,48	61,09
50	600	117	5,84	20,85	44,96
50	800	112	5,29	20,60	49,52
45	400	120	8,96	29,87	68,40
45	800	110	3,59	22,65	48,23
33	400	118	4,81	20,76	55,18
33	800	108	2,52	10,83	37,30

Für Partikel mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 10 - 15µm sind die optimierten Parameter für den Büchi B-190 Sprühtrockner:

Tabelle 7.2.: optimale Herstellungsparameter für Partikel aus Na-PAA

Parameter [BÜC3]	Einstellwert	Bemerkung
Konzentration der Sprühtrockenlösung	33 M.-% Na-PAA	wässrige Lösung
T <sub>inlet</sub>	180°C	einstellbar von 20-220°C
T <sub>outlet</sub>	ca. 120°C	Temperatur am Zyklon, nicht einstellbar, ergibt sich aus T <sub>inlet</sub> , Flow, Pumpleistung und Aspiratorunterdruck
Flow	800 l/h	einstellbar von 80-800 l/h
Aspiratorunterdruck	25 mbar	einstellbar von 1-50 mbar
Düse	0,7 mm Ø	0,5 mm oder 0,7 mm Ø
Pumpleistung	4 ml/min (Stufe 3)	einstellbar von 3 ml/min bis 40 ml/min
Düsenreinigung	manuell nach Bedarf	manuell oder automatisch mit Intervall 1-10 s [BÜC2]

### 7.1.2. Herstellung von ER-Fluiden aus Polyacrylat

Die ER-Fluide sind Suspensionen von Partikeln in Öl. Im Folgenden wird am Beispiel eines 25 M.-% ER-Fluid die Herstellung der Suspension aufgezeigt. Für Fluide mit höherem Massenanteil wird analog verfahren.

Es wird eine Suspension mit einem Massenanteil von 25% der Partikel (Na-PAA) in Silikonöl AK10 (Silikonöl der Firma Wacker-Chemie mit einer kinematischen Viskosität von 10 mm<sup>2</sup>/s bzw. dynamischen Viskosität von 9,3 mPas [WAK1]) hergestellt. Um 20 g einer solchen Probe herzustellen, werden 5 g der Na-PAA-Partikel mit dem gewünschten Wassergehalt in einer 100 ml Glasflasche mit breiter Öffnung eingewogen und 15 g Siliconöl dazugegeben. Anschließend wird die Suspension etwa 2 min lang mit dem ULTRA TURRAX, einem Hochleistungsrührer, mit 12.000 Upm gerührt.

## 7.2. Synthese der ER-Fluide auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln

### 7.2.1. Herstellung der Partikel auf Basis von sulfonierten Polystyrol

Die Synthese der Partikel erfolgt in mehreren Reaktionsschritten, auf die in den folgenden Unterkapiteln näher eingegangen wird.

#### 7.2.1.1. Herstellung der Partikel durch Polymerisation

Es werden in einem 500 ml Dreihalskolben mit aufgesetztem Intensivkühler, KPG-Rührer und einem Ölbad 3,2 g Polyvinylalkohol ( $M_w$  15000 g/mol) in 240 ml 50°C warmen Wasser gelöst. Dazu tropft man eine Lösung bestehend aus x g Styrol bzw. -derivaten, y g Divinylbenzol und 0,8 g Azoisobutyronitril (genaue Mengenverhältnisse von x, y siehe Tabelle 7.3.). Das Reaktionsgemisch wird nun auf 80°C unter Rühren mit 600 Upm erwärmt. Die Temperatur wird 12 Stunden lang bei 600 Upm gehalten. Während dieser Zeit fällt das Polymer als weißes Pulver in monodisperser Form aus, d.h. die einzelnen Polymerpartikel liegen in enger Größenverteilung vor.

Das ausgefallene weiße Pulver wird mit einem Überdruckfiltrationsgerät isoliert, dann 3 mal mit 100 ml Wasser, 3 mal mit 50 ml Ethanol und abschließend mit 50 ml Aceton gewaschen. Nach dem Trocknen des Pulvers wird dieses in einem zweiten Reaktionsschritt der Sulfonierung unterzogen.

Tabelle 7.3.: Monomeranteile zur Herstellung der Co-Polymere

lfd. Nr.	Masse Styrol [g]	Masse trans-Stilben [g]	Masse Divinylbenzol [g]
1	50	0	0,5
2	50	0	5
3	50	0	10
4	50	0	16,7
5	45	5	5
6	42,5	7,5	5
7	40	10	5

### 7.2.1.2. Sulfonierung der Polymerpartikel

#### *Methode I: Sulfonierung mit Schwefelsäure:*

75 ml konzentrierte Schwefelsäure (98%) werden in einem 500 ml Rundkolben mit Rückflusskühler in einem Ölbad auf 80°C unter Rühren erwärmt. Hat die Säure die Temperatur von 80°C erreicht, gibt man vorsichtig unter Rühren 20 g des entsprechenden Polymers hinzu. Das Reaktionsgemisch wird dann bei 80°C noch 3 Stunden weitergerührt. Das anfangs weiße Pulver verfärbt sich dabei über gelb nach dunkelbraun.

Nach dieser Zeit kühlt man den Kolben mit der Reaktionsmischung im Eiswasserbad ohne Rühren auf 20°C ab. Hierbei kann man beobachten, wie das sulfonierte Polymer aufgrund des Dichteunterschieds an die Flüssigkeitsoberfläche der Schwefelsäure aufsteigt. Die Schwefelsäure wird vorsichtig mittels einer Glaspipette und einer Waschflasche abgesaugt. Danach gibt man vorsichtig unter Rühren etwa 250 ml Wasser zu den Partikeln. Schwimmen die Partikel beim anschließenden Stehen ohne Rühren wieder auf der Säure, wird nochmals abgesaugt und wieder Wasser hinzugegeben. Dieser Schritt wird solange wiederholt, bis sich die Partikel am Boden des Reaktionskolbens absetzen. Nach dem Absetzen der Partikel wird die wässrige Phase abdekantiert. Zu den Partikeln wird Wasser hinzugegeben und wiederum abdekantiert, bis die Suspension einen pH-Wert größer als 3 besitzt.

Jetzt kann zum Isolieren der Partikel das Druckfiltrationsgerät verwendet werden, da bei einem pH-Wert kleiner als 3 der eingesetzte Filter von der Schwefelsäure zersetzt wird. Die Partikel werden im Druckfiltrationsgerät solange mit Wasser gewaschen, bis das ablaufende Wasser pH-neutral ist. Abschließend wird noch je einmal erst mit Ethanol und dann mit Aceton gewaschen. Das gewaschene Pulver wird in eine Kristallisationsschale gegeben und zum Trocknen in den Abzug und danach in einen Trockenschrank bei 80°C gestellt.

#### *Methode II: Sulfonierung mit Chlorsulfonsäure:*

Die Reaktion wird in einem 500 ml Dreihalskolben, der mit einem KPG-Rührer, Tropftrichter und Intensivkühler versehen ist, durchgeführt. Über dem Kühler werden die entstehenden Salzsäuredämpfe aufgefangen und durch zwei Waschflaschen geleitet. Die zweite der Waschflaschen ist zum Neutralisieren der Dämpfe zur Hälfte mit konzentrierter NaOH-Lösung gefüllt. Die erste Waschflasche fungiert als Sicherheitswaschflasche.

Zur vollständigen Sulfonierung aller para-Positionen der aromatischen Ringe des Styrols im Polymer wird die doppelte molare Masse an Chlorsulfonsäure benötigt [BEC1].

Das zu sulfonierende Polymer wird im Reaktionskolben vorgelegt und mit n-Heptan suspendiert (100 ml n-Heptan pro 20 g Polymer). Die Suspension im Reaktionsgefäß wird mit einem Eisbad auf 0°C abgekühlt. Nun lässt man langsam unter Rühren (100 Upm) die Chlorsulfonsäure hinzutropfen. Ist keine Gasentwicklung mehr erkennbar, wird das Eisbad entfernt. Nach dem Erwärmen des Reaktionsgemisches auf Raumtemperatur ist wiederum eine Gasentwicklung zu beobachten. Hört auch diese auf, so wird mit einem Ölbad langsam auf 80°C erwärmt und diese Temperatur so lange gehalten, bis endgültig keine Gasentwicklung mehr zu erkennen ist. Die Reaktion ist nun beendet. Jetzt kühlt man das Reaktionsgemisch mit dem Eisbad auf 20°C ab. Zum Hydrolysieren der restlichen Chlorsulfonsäure lässt man nun vorsichtig unter Kühlung (Eisbad) 90 ml Wasser zutropfen, danach wird zum Abtrennen der Partikel von der Säurelösung mit soviel Wasser verdünnt, bis die Partikel sich am Boden absetzen. Nun wird zunächst die n-Heptan Phase und dann das überschüssige Wasser abdekantiert. Dieser Schritt wird solange wiederholt, bis der pH-Wert der Suspension größer 3 ist. Erst jetzt kann zum Isolieren der Partikel das Druckfiltrationsgerät verwendet werden, da bei einem pH-Wert kleiner als 3 der eingesetzte Filter von der durch Hydrolyse entstandenen Schwefelsäure zersetzt wird. Die Partikel werden im Druckfiltrationsgerät solange mit Wasser gewaschen, bis das ablaufende Wasser pH-neutral ist. Abschließend wird noch je einmal erst mit Ethanol und dann mit Aceton gewaschen. Das gewaschene Pulver wird in eine Kristallisationsschale gegeben und zum Trocknen in den Abzug und danach in einen Trockenschrank bei 80°C gestellt. Die erhaltenen Partikel haben einen mittleren Teilchendurchmesser von ca. 35 µm.

#### 7.2.1.3. Herstellen der Salze aus sulfoniertem Polymer:

Das getrocknete sulfonierte Polymer-Pulver wird in 200 ml 10 M.-%-iger Lauge (z.B. NaOH, KOH, LiOH, Ca(OH)<sub>2</sub> oder NH<sub>4</sub>OH) suspendiert. Die alkalische Suspension wird 3 Stunden gerührt. Nun kann man die Partikel mit dem Druckfiltrationsgerät isolieren. Das Waschen der Partikel mit Wasser erfolgt solange, bis die ablaufende Flüssigkeit pH-neutral ist. Abschließend werden die Partikel mit Ethanol und Aceton gewaschen. Die erhaltenen Partikel werden in eine Schale gegeben und in einem Vakuumtrockenschrank bei 100°C getrocknet.



### **7.2.2. Herstellen von ER-Fluiden auf Basis von sulfonierten Polystyrolpartikeln**

Die ER-Fluide stellen eine Suspensionen von Partikeln auf Basis von Salzen des sulfonierten Polystyrols in Silikonöl AK10 dar. Die Herstellung der Fluide erfolgt analog den Na-PAA-ER-Fluiden in Kapitel 7.1.2. mittels ULTRA TURRAX, wobei die Na-PAA-Partikel mit dem gewünschten Wassergehalt durch Partikel von Salzen auf Basis des sulfonierten Polystyrols ersetzt werden.

## **7.3. Synthese der ERF auf Basis von Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz**

### **7.3.1. Herstellung von polymerisierten Natriumsalzpartikeln von Naphthalin-2-sulfonsäure**

Die Synthese der Partikel erfolgt in mehreren Reaktionsschritten ausgehend vom Naphthalin. Das Naphthalin wird in einer thermisch kontrollierten Sulfonierung mit Schwefelsäure zu Naphthalin-2-sulfonsäure nach Literatur [YOS1] umgesetzt. Die so gewonnene Naphthalin-2-sulfonsäure wird vollständig von den nicht umgesetzten Edukten gereinigt. Diese werden vollständig durch Vakuumdestillation entfernt. Die Kontrolle der Reinheit der Naphthalin-2-sulfonsäure erfolgt durch Dünnschichtchromatographie auf einer Kieselgelplatte 60 (Fa. VWR) mit Trichlormethan als Laufmittel. Mittels Bestrahlung der getrockneten DC-Platte mit UV-Licht werden das Naphthalin ( $R_F = 0,94$ ) und die Naphthalin-2-sulfonsäure ( $R_F = 0,57$ ) sichtbar.

20,8 g Naphthalin-2-sufonsäure werden in einer Apparatur, bestehend aus einem 250 ml Dreihalskolben mit aufgesetztem Intensivkühler und KPG-Rührer, im Ölbad auf 105°C erhitzt. Dann werden 3,0 g Formaldehyd und 40 ml Wasser dazugegeben, und das Ganze unter Rückfluss bei 105°C 12 Stunden lang erhitzt. Die Lösung wird heiß filtriert. Nach dem Abkühlen wird das Filtrat mit NaOH auf pH 7,0 eingestellt. Anschließend wird die Lösung in einem Dialyseschlauch (Porenweite 200 – 300 nm, Fa. C. Roth) eingefüllt und 3 Tage in 200 ml demineralisiertem Wasser dialysiert. Das Wasser wird täglich ausgetauscht. Wegen der Volumenzunahme im Dialyseschlauch wird die Lösung vor dem nächsten Prozessschritt, dem Sprühtrocknen, auf 70 ml eingengt. Die Konzentration der sprühtrocknenden Lösung beträgt ca. 30 M.-%. Die Parameter für das Sprühtrocknen mit dem Büchi B-190 Sprühtrockner sind in Tabelle 7.4. aufgeführt. Mit diesen Parametern erhält man Partikel mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 19 µm.

Tabelle 7.4.: Herstellungsparameter für Partikel aus SNSFC und SNSF

Parameter [BÜC3]	Einstellwert	Bemerkung
Konzentration der Sprühtrockenlösung	30 M.-% SNSFC bzw. SNSF	wässrige Lösung
T <sub>inlet</sub>	180°C	einstellbar von 20-220°C
T <sub>outlet</sub>	ca. 120°C	Temperatur am Zyklon, nicht einstellbar, ergibt sich aus T <sub>inlet</sub> , Flow, Pumpleistung und Aspiratorunterdruck
Flow	800 l/h	einstellbar von 80-800 l/h
Aspiratorunterdruck	25 mbar	einstellbar von 1-50 mbar
Düse	0,7 mm Ø	0,5 mm oder 0,7 mm Ø
Pumpleistung	5 ml/min (Stufe 4)	einstellbar von 3 ml/min bis 40 ml/min
Düsenreinigung	manuell nach Bedarf	manuell oder automatisch mit Intervall 1-10 s [BÜC2]

### 7.3.2. Herstellung von Natriumsalzpartikeln von Naphthalin-2-sulfonsäure

Die Partikel werden aus kommerziell erhältlichem Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz durch Lösen in Wasser und anschließendem Sprühtrocknen hergestellt. Dazu werden 30 g Naphthalin-2-sulfonsäure Natriumsalz (Fluka) in 70 g warmen Wasser (60°C) gelöst. Die auf Raumtemperatur abgekühlte klare Lösung wird zur Gewinnung von Partikeln mit definiertem Teilchendurchmesser sprühgetrocknet. Die Parameter für das Sprühtrocknen mit dem Büchi B-190 Sprühtrockner wurden wie für das polymerisierte Natriumsalz der Naphthalin-2-sulfonsäure (Tabelle 7.4.) gewählt. Die Konzentration der wässrigen Lösung beträgt 30 M.-% an Natriumsalz der Naphthalin-2-sulfonsäure. Mit den Parametern des Sprühtrocknens (Tabelle 7.4.) erhält man Partikel mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 17 µm.

### 7.3.3. Herstellung der ER-Fluide auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis

Die ER-Fluide sind eine Suspensionen von Partikeln auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis in Silikonöl AK10. Die Herstellung des Fluids erfolgt analog der in Kapitel 7.1.2. beschriebenen Vorgehensweise mit Hilfe eines ULTRA TURRAX, wobei die Na-PAA-Partikel mit dem gewünschten Wassergehalt durch Partikel auf Naphthalin-2-sulfonsäurebasis ersetzt werden.

## **7.4. Verwendete Geräte bei der Herstellung und Charakterisierung**

### **7.4.1. Sprühtrockner**

Zur Herstellung der Partikel (Na-Polyacrylat, SNSF, SNSFC) aus wässriger Lösung wurde ein Sprühtrockner Modell Büchi B-190 verwendet. Die Einstellparameter sind bei den jeweiligen Versuchen aufgeführt.

### **7.4.2. Druckfiltrator**

Zur Isolation von Partikeln auf Polystyrolbasis wurde ein Druckfiltrator von Schleicher & Schuell Typ MD050/1 mit einem Filter HDC II 5 µm der Fa. Pall eingesetzt.

### **7.4.3. Ultra Turrax**

Zum Eintrag der Partikel in das Öl wurde ein Homogenisiersystem der Fa. Art vom Typ Micra D-13 mit dem Dispergierwerkzeug DS-20 / PF verwendet.

### **7.4.4. Partikelgrößenmessgerät**

Die Partikelteilchenverteilungen wurden nach der Methode Fraunhofer mit einem Malvern Mastersizer S mit 300 RF-Optik und einer Eigenbaudurchflusszelle in Silikonöl AK10 (Wacker) gemessen.

### **7.4.5. Carl-Fischer-Titrator**

Der Wassergehalt der ER-Fluide wurde nach der Methode von Carl-Fischer mit dem Mettler DL18 bestimmt.

### **7.4.6. Rasterelektronenmikroskop**

Die REM Bilder entstanden mit einem Hitachi S800 unter Verwendung des SE-Detektors. Die Proben sind mit Gold bedampft.

### 7.4.7. Elektrorotationsviskosimeter

Das Elektrorotationsviskosimeter besteht aus mehreren Komponenten, die miteinander verbunden sind. Den schematischen Aufbau des gesamten Messsystems zeigt die folgende Abbildung 7.1. Die einzelnen Komponenten werden im Folgenden genauer beschrieben.

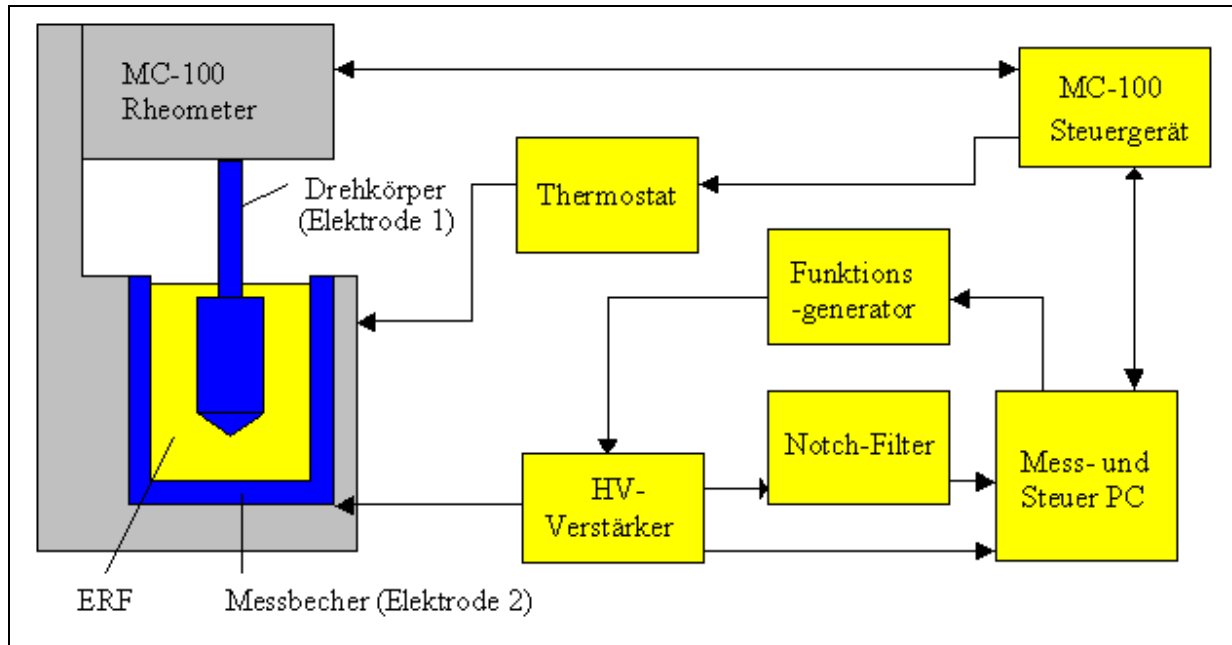


Abb. 7.1.: Schema des gesamten Messsystemaufbaus

#### **MC100-Rheometer, MC100-Steuergerät, Thermostat**

Das Viskosimeter ist ein Rotationsviskosimeter der Fa. Physika vom Typ MC100, welches mit einer Elektrorheologiemesszelle mit einem konzentrischen Zylindersystem DIN-Z4 (Spaltweite  $s = 0,59 \text{ mm}$  [PHY1]) ausgestattet ist. Das Gerät selbst besteht aus einem Steuergerät und einem Messantrieb mit austauschbarer Messzelle. Die eingesetzte Messzelle in der Messeinheit wird mittels eines externen Thermostaten vom Typ VT2, welcher durch das MC100 programmiert werden kann, temperiert. Die in der vorhandenen Applikation eingesetzte Elektrorheologiemesszelle arbeitet nach dem Searle-System.

Der Messantrieb und der Drehmomentwandler sind in der Lage, in Verbindung mit einem DIN-Z4 Messsystem, Schubspannungen von 0 - 6500 Pa aufzunehmen [PHY1].

Die erhaltenen Messdaten des Rheometers werden vom Steuergerät des MC 100 über die serielle Schnittstelle zum Mess- und Steuercomputer (PC) übertragen.

### ***Funktionsgenerator, HV-Verstärker, Notchfilter***

Die Hochspannungsversorgung für die ER-Messzelle des MC100 besteht aus zwei Komponenten. Die erste stellt der Agilent Funktionsgenerator vom Typ 31120 und die zweite ein HV-Verstärker des Typs 10/10 der Fa. Trek dar. Der Funktionsgenerator verfügt über eine IEEE488 Schnittstelle und ist über diese mit dem Mess- und Steuercomputer verbunden. Mittels Software wird dieser so programmiert, dass das erzeugte Ausgangssignal einem Tausendstel der gewünschten Feldstärke in kV/mm entspricht. Im nachgeschalteten Verstärker wird das eingehende Spannungssignal des Funktionsgenerators im Verhältnis 1:1000 verstärkt. Die maximal lieferbare Spannung des Verstärkers beträgt  $\pm 10$  kV [TRE1]. Die Übertragung der Hochspannung zum Messsystem des Rheometers erfolgt mit einem hochspannungsfesten Koaxialkabel und entsprechenden Steckverbindern.

Der HV-Verstärker liefert die Monitorsignale für die Ausgangsspannung (1V pro 1kV) und den Stromfluss (1V pro mA) [TRE1].

Das Strommonitorsignal wird zur Signalglättung über einen Notch-Filter (Eigenbau) geleitet, bevor es - wie das Spannungsmonitorsignal - auf einen der Eingangskanäle der D/A-Wandlerkarte des Typs ME-2000 der Fa. Meilhaus gelangt. Diese Karte ist im gleichen PC eingebaut, von dem aus auch der Funktionsgenerator und das Rheometer gesteuert werden.

### ***Mess- und Steuercomputer (PC)***

Der Computer, ein Pentium 200 mit 128 MB Arbeitsspeicher, Windows NT4 und A/D-Messkarte ME2000 (Fa. Meilhaus), dient zur Steuerung des Rheometers sowie des Funktionsgenerators und zur Aufnahme der Daten der HV-Quelle und des Rheometers. Hierzu ist auf dem PC entsprechende Software installiert, auf die im Folgenden eingegangen wird.

### ***Steuersoftware für Rheometer MC100, Spannungsversorgung und Messwert erfassung***

Das Rheometer MC100 wird über die herstellereitig gelieferte Software US200 V2.51 gesteuert. Die Software ermöglicht anderen Programmen Kommunikation über die DDE-Schnittstelle (Dynamic Data Exchange = dynamischer Datenaustausch zwischen Windows-Programmen). Diese Möglichkeit nutzt ein in der Programmiersprache Agilent VEE 5.0 geschriebenes Programm ERF-Auto 3.0 [FHG1], um Vorgabewerte für das Rheometer und

Messwertdaten vom Rheometer zu übermitteln. Die gleiche Software steuert darüber hinaus den Funktionsgenerator, welcher direkt den HV-Spannungsverstärker ansteuert und die A/D-Wandlerkarte zum Monitoring der Spannungs- und Stromsignale des HV-Spannungsverstärkers. Die zeitkritischen Module der Software ERF-Auto 3.0 sind in Form von C++-Programmteilen realisiert.

#### 7.4.8. Kraftmesssystem

Das Messsystem besteht aus einem Computer mit einer D/A-A/D-Messkarte ME3000 der Fa. Meilhaus, einer Hochspannungsquelle der Fa. Heinzinger, einem Steuergerät für die Ansteuerung der Kraftmesseinrichtung und der eigentlichen Kraftmesseinrichtung mit dem Kraftsensor.

Die folgende Abbildung 7.2. zeigt den schematischen Aufbau des gesamten Messsystems. Auf die einzelnen Komponenten wird im Folgenden genauer eingegangen.

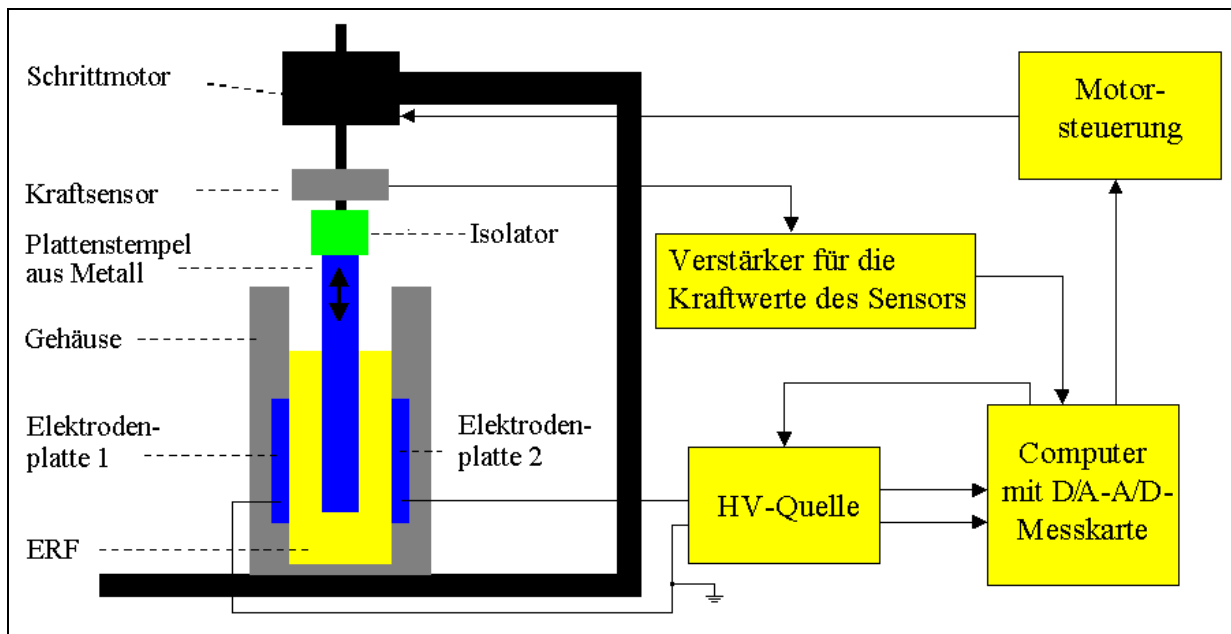


Abbildung 7.2.: Schematischer Aufbau der Kraftmessapparatur

#### **Computer mit D/A-A/D-Messkarte**

Der Computer, ein Athlon 1400 mit 256 MB Arbeitsspeicher, Windows 2000 und einer D/A-A/D-Messkarte ME3000 (Fa. Meilhaus), dient zur Ansteuerung des Steuergeräts für die Kraftmesseinrichtung und zur Aufnahme der Daten der HV-Quelle und des Kraftsensors. Hierzu ist entsprechende Software erstellt und auf dem PC installiert worden. Auf diese wird im Folgenden eingegangen.

### ***Software zur Steuerung und Datenaufnahme der Kraftmesseinrichtung***

Die Software HAASasem V.2.1.RC3 ME3000 [FHG2] zum Ansteuern der Kraftmesseinrichtung ist ein in der Programmiersprache Agilent VEE 5.0 geschriebenes Programm. Zeitkritische Module sind programmiert in Programmiersprache C++. Die Software dient sowohl als Verwaltungs- und Steuersoftware für die Übergabe der Vorgaben und des Exports der Ergebnisse von und nach Excel mittels der Windows eigenen DDE-Schnittstelle als auch zur Ansteuerung des Schrittmotoreninterfaces iSMIF, der A/D-D/A-Messwertwandlerkarte ME3000. Die ME3000 dient also zur Steuerung und Datenaufnahme der HV-Quelle und des Kraftaufnehmers.

### ***HV-Quelle***

Die Hochspannungsversorgung erfolgt mittels einer Gleichstromhochspannungsquelle LNC 6000/10 der Fa. Heinzinger. Die HV-Quelle wird über ihren analogen Eingang von einem der analogen Ausgänge der D/A-A/D-Messkarte ME3000 so angesteuert, dass die gewünschte Spannung am Ausgang der HV-Quelle und somit auch am Aktor anliegt. Bei der verwendeten HV-Quelle bedeutet dies, dass 1 V am Eingang 600 V am Ausgang entsprechen, was einem Verstärkungsfaktor von 1:600 entspricht. Gleichzeitig liefert die HV-Quelle die Monitor-signale für die Ausgangsspannung (1 V pro 600 V) und den Stromfluss (1 V pro mA), die auf je einen der analogen Eingangskanäle der D/A-A/D-Wandlerkarte gelangen [HEI1].

### ***Motorsteuerung***

Damit die Kraftmesseinrichtung den Stempel des Aktors mit gleichmäßiger Geschwindigkeit nach unten bewegen kann, ist es nötig, den Schrittmotor präzise anzusteuern. Da der Schrittmotor vom Typ L92411-P2 wegen seiner Leistungsdaten [MCL1] und wegen seines Multitaskingbetriebssystems nicht direkt über den PC gesteuert werden kann, übernimmt diese Aufgabe eine Schrittmotorenkarte des Typs SMC800 (Fa. Conrad Electronic GmbH) und ein iSMIF (Fa. EMIS GmbH). Der iSMIF erhält die Steuerdaten für den Schrittmotor über die serielle Schnittstelle des PC [EMI1]. Nachdem dieser vom PC aus den Befehl zum Abarbeiten der zuvor erhaltenen Daten erhalten hat, arbeitet der iSMIF diese zeitlich unabhängig vom PC ab. Die nachgeschaltete Schrittmotorenkarte SMC800 verstärkt die Signale des iSMIF so, dass der Schrittmotor passend angesteuert wird [CON2].

### ***Kraftsensor und Verstärker für die Kraftwerte des Kraftsensors***

Bei dem Kraftsensor handelt es sich um eine Kraftmessdose mit einem Messbereich von 0...10 N und Überlastungsschutz bis 50 N der Fa. Burster Präzisionsmesstechnik [BUR2]. Die Dehnungsmessstreifen des Kraftsensors sind als Vollbrücke geschaltet und benötigen eine konstante Versorgungsspannung von 5 V. Die Versorgungsspannung liefert die zur Kontrolle und Überlastsicherung des Kraftsensors eingesetzte Dehnungsmessbrücke tico 735 (Fa. Hengstler) [HEN2]. Auf diese Weise ist eine präzise Versorgungsspannung des Kraftmessensors sichergestellt, so dass dieser bei einer wirkenden Kraft von 10 N eine Brückenspannung von 8 mV liefert. Da Spannungsänderungen bei Krafteinwirkung zu klein sind, um direkt von der D/A-A/D-Messkarte ME-3000 erfasst zu werden, ist es notwendig diese zu verstärken. Hierzu wird ein Instrumentenverstärker des Typs INA111 (Fa. Burr-Brown) verwendet. Dieser benötigt nur einen externen Widerstand, mit welchem der Verstärkungsfaktor festgelegt wird [BUR3]. Bei der hier vorliegenden Applikation wurde dieser so gewählt, dass eine Kraft von 10 N auf dem Kraftsensor eine Ausgangsspannung des Verstärkers von 1 V ergibt. Das verstärkte Kraftsignal wird auf einen der analogen Eingangskanäle der D/A-A/D-Wandlertkarte des Typs ME-3000 zur Erfassung geleitet.

#### **7.4.9. Rheometer**

Für die Fließkurven ohne äußeres elektrisches Feld wurde ein Rheometer MCR 300 der Fa. Physica mit einem Messsystem TEZ180 mit DG26,7 bei 25°C verwendet. Die Messungen erfolgten mit der herstellerseitig gelieferten Software US200 V2.50.



## **8. Literatur**

- [ADR1] Adriani, P.M.; Gast, A.P.: Phys. Fluid 31, 2757 ff., 1988
- [AND1] Anderson, R.A.: Langmuir 10, 2917 ff., 1994
- [ASA1] Asako, Y. et al., European Patent 0523300, 1991
- [ATT1] Atten, P.; Foulc, J-N.; Felici, N.:Int. J. Mod. Phys. B 8, 2731 ff, 1994
- [BAY1] Provisional Product Information Rheobay<sup>®</sup> TP AI 3565 and Rheobay<sup>®</sup> TP AI 3566, Bayer Silicones
- [BEC1] Becker, H.G.O. et al, Organikum, 19. bearbeite und erweiterte Auflage, Barth, Dt. Verlag der Wissenschaften, Leipzig, S.325 ff, 1993
- [BLO1] Block, H.; Kelly, J.P.: Electrorheology. J. Phys. D: Appl. Phys. 21, 166 1-1677, 1988
- [BLO2] Block, H.: Elektrorheologische Flüssigkeiten. Z. Mikroperipherik 6, 1992
- [BLO3] Bloodworth, R.; Wendt, E.: Materials for ER Fluids, in Bullough, W. A. (Editor); Proceedings of the Fifth International Conference an ER Fluids, MR Suspensions and Associated Technology 1995. Singapore: World Scientific, 119-131, 1996
- [BOI1] Boissy, C. et al.: On a negative electrorheological effect, J. of Electrostatics 35, 13-20, 1995
- [BÖS1] Böse H. et al.: "Entwicklung eines haptischen Sensor-Aktor-Systems für Anwendungen in der virtuellen Realität.", Tagungsband der Internationalen Statustagung des Bundesministeriums für Bildung und Forschung "Virtuelle und Erweiterte Realität" auf CD-ROM des Projektträgers im DLR (Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e. V.), Leipzig, 5. - 6.11.2002.
- [BÖS2] Böse H., Monkman G. J. et al: ER fluid based haptic system for virtual reality. Proceedings of Actuator 2002 – 8<sup>th</sup> International Conference on New Actuators, Bremen, 351 – 354, 2002
- [BÖS3] Böse H., Baumann M., Freimuth H., Klein D., Monkman G.J., Egersdörfer S., DE Patent 10310588, 2003
- [BUL1] Bullough, W. A. (Editor); Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference an ER Fluids, MR Suspensions and Associated Technology 1995. Singapore: World Scientific, 1996
- [BUR1] Burchill, P. J.: Electrorheological fluids and their applications, Materials Forum 15, 197-204, 1991
- [BUR2] Datenblatt zu Präzisions-Miniatur-Kraftsensor Typ8431, Burster Präzisionsmesstechnik GmbH & Co. KG, Gernsbach, 2001

- [BUR3] Datenblatt für High Speed FET-Input Instrumentation Amplifier INA111, Burr-Brown Corporation, 1998
- [BÜC1] Application Sheet Büchi Mini-Spray B-191, Applikationsnummer: 121002en, Ver. B, Büchi Labortechnik, 2001; ([www.buchi.ch](http://www.buchi.ch))
- [BÜC2] Mini Spray Dryer Büchi B-190, Literatur Nr. 97021, Büchi Labortechnik, 1988
- [BÜC3] technische Bezeichnung aus BÜC1 und BÜC2 übernommen
- [BYT1] Bytt, D.G.: GB Patent 218903, 1987
- [CAR1] Carlson, J. D.; Sprecher, A. F.; Conrad, H. (Editors); Proceedings of the Second International Conference on ER Fluids 1989. Lancaster: Technomic Publications, 1990
- [CHE1] Chen, Y.; Sprecher, A.F.; Conrad, H.: J. Appl. Phys. 94, 6796 ff., 1991
- [CLA1] Clarx, H.H.; Bossis, G.: Phys. Rev. E 48, 2721 ff, 1993
- [CON1] Conrad, H.; Fisher, M; Sprecher, A. F.: Characterisation of the Structure of a Model Electrorheological Fluid Employing Stereology. In: Carlson, J. D.; Sprecher, A. E; Conrad, H. (Editors); Proceedings of the 2<sup>nd</sup> International Conference on ER Fluids 1989. Lancaster: Technomic Publications, 1990
- [CON2] Technisches Handbuch SMC800 (Art.Nr. 965799), Conrad Electronic GmbH, Hirschfeld
- [CRA1] Craig, B.: The AMPTIAC Quarterly, Vol. 7, Nr. 2, 15-19, 2003
- [DAV1] Davis, L.C.: Appl. Phys. Lett. 60, 319 ff, 1992
- [DAV2] Davis, L.C.: J. Appl. Phys. 73, 680 ff, 1993
- [DAV3] Davis, L.C.: J. Appl. Phys. 72, 1334 ff, 1992
- [EMI1] Technisches Handbuch iSMIF, EMIS GmbH, Weiden i.d. Opf., 2001
- [FHG1] Software entwickelt in Zusammenarbeit mit dem Informatikerstudenten Baier H. und Wörrlein J., Fraunhofer Institut für Silicatforschung, 2001/2002
- [FHG2] Software entwickelt in Zusammenarbeit mit dem Informatikerstudenten Rabe C. und Haas T., Fraunhofer Institut für Silicatforschung, 2001
- [FIL1] Filisko, F.E.; Armstrong, W.F.: European Patent 0313351, 1959
- [FUR1] Furushu J., Sakaguchi M.: New Actuators using ER Fluid and their applications to force display devices in virtual reality and medical treatments, In Nakano M., Koyama K. (editors); Proceedings of the 6<sup>th</sup> International Conference on Electro-rheological fluids, magneto-rheological suspensions and their Applications, Yonezawa, Japan, 22. - 25.07.1997, World Scientific Publishing, Singapore, 1998, 755 - 763
- [FOU1] Foulc, J-N.; Atten, P.; Felici, N.: J. Electrostatic 33, 103 ff. 1994
- [GUW1] Guw, C.J.; Zukoski. C.F.: J. Colloid Interface Sci. 126, 175, 1990

- [HAL1] Halsey, T.; Martin, J.: Elektroviskose Flüssigkeiten. Spektrum der Wissenschaft 12, 60-67, 1993
- [HEI1] Bedienungsanleitung HV-Quelle LNC 6000/10, Heinzinger electronic GmbH, Rosenheim
- [HEN1] Henley, S.; Filisko, F.E.: Parameters affecting lamellar formations in ER-Fluids: An alternative model for ER activity, Proceedings of the 7th International Conference an ER and MR Suspensions. Singapore: World Scientific, 143-151, 2000
- [HEN2] Betriebsanleitung tico735-Dehnungsmessbrücke, Hengstler GmbH, Aldingen, 1998
- [HAO1] Hao, T.: Advances in Colloid and Interface Science 97, 1-35, 2002
- [HAO2] Hao, T.; Kawai, F.; Ikazaki, F.: Langmuir 14, 1256 ff., 1998
- [HAO3] Hao, T.; Kawai, F.; Ikazaki, F.: Langmuir 15, 918 ff., 1999
- [HAO4] Hao, T.; Kawai, F.; Ikazaki, F.: Langmuir 16, 3058 ff., 2000
- [HUA1] Huang, Z.; Spurk, J.H.: Der elektroviskose Effekt als Folge elektrostatischer Kraft, Rheol. Acta 29, 475-481, 1990
- [JOR1] Jordan, T. C.; Shaw, M. T.: Electrorheology. IEEE Transactions an Electrical Insulation 24, 5, 849-878, 1989
- [JUN1] Jungmann, M.; Schlaak, H.F.: Taktiler Display mit elektrostatischen Polymeraktoren, 47. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, Technische Universität Ilmenau, 2002; ([thor.emk.e-technik.tu-darmstadt.de/forsch/publikationen/mj\\_ilm02.pdf](http://thor.emk.e-technik.tu-darmstadt.de/forsch/publikationen/mj_ilm02.pdf), Stand 02/2004)
- [JUN2] Jungmann, M.; Schlaak, H. F.: Miniaturised Electrostatic Tactile Display with High Structural Compliance, Proceedings of the Conference "Eurohaptics 2002", Edinburgh, 2002; ([thor.emk.e-technik.tu-darmstadt.de](http://thor.emk.e-technik.tu-darmstadt.de), Stand 02/2004)
- [KAN1] Kanbara, M.; Tomizawa, H.: European Patent 0361931, 1990
- [KHA1] Khaled W. et al.: "A haptic system for virtual reality applications based on ultrasound elastography and electrorheological", Acoustical Imaging conference, Saarbrücken, 2003, 667 - 675.
- [KLA1] Klass, D.L.; Martinek, T.W.: Electroviscous Fluids I. Rheological Properties, J. App. Phys. 38, 67-74, 1967
- [KLA2] Klass, D.L.; Martinek, T.W.: Electroviscous Fluids II. Electrical Properties, J. App. Phys. 38, 75-80, 1967
- [KLI1] Klingenberg, D.J.; Zukosi, C.F.: Studies an the steady-Shear Behaviour of Electro-rheological Suspensions. Langmuir 6, 23-31, 1990
- [KLI2] Klingenberg, D.J.; van Frank, S.; Zukosi, C.F.: J. Chem Phys. 94, 6160 ff., 1991

- [KOH1] Kohlrausch, F.: Praktische Physik. Bd. 3; Tabellen und Diagramme. 23. Auflage. Stuttgart: Teubner, 1986
- [MCL1] Datenblatt zur L92000 Schrittmotoren Serie, Mclennan Servo Supplies Ltd., UK., 2000; ([http://www.mclennan.co.uk/datasheets/european/stepper/08-linear\\_actuators\\_92000\\_series.pdf](http://www.mclennan.co.uk/datasheets/european/stepper/08-linear_actuators_92000_series.pdf) ; Stand 12/2002)
- [MON1] a) Monkman, G. J. et al. : Technologies for Haptic Displays in Teleoperation, Industrial Robot: An international Journal, Vol 30, Nr. 6, MCB University Press, 525-530, 2003.
- b) Monkman, G. J et al.: Technologies for Haptic Systems in Telemedicine. 7<sup>th</sup> Intl. Conf. Medical Aspects of Telemedicine, Ed. Nerlich, Schaechinger: Integration of Health Telematics into Medical Practice Vol.97, 83 - 94, IOS Press, Regensburg 2002.
- [MON2] Monkman, G.J.; Egersdörfer, S.: GB Patent 0304769-3, 2003.
- [PET1] Petrzhik, G.G.; Chertkova, O.A.; Trapeznikov, A.A.: Dokl. Akad. Nauk USSR 253, 173, 1980
- [PIA1] Pialet, J.W.; Bryant, C.P.; Lal, K.: European Patent 0562067, 1997
- [POD1] Podszun, W.; Bloodworth, R.; Oppermann, G.: US Patent 5503763, 1996
- [PHY1] Produktinformation Rheometersystem Rheolab MC10, Physica Messtechnik GmbH, Stuttgart, 39, 1989
- [REC1] Rech, B.: Messungen an elektrorheologischen Flüssigkeiten mit einem Rotationsviskosimeter, Rheology 3, 1993
- [SCH1] Schwarz, S.: Elektrorheologische Fluide - Charakterisierung und Anwendung, Diss., Univ. Hamburg, VDI Verlag, Düsseldorf, 1997.
- [SCH2] Schramm G.: Einführung in die praktische Viskosimetrie, Gebrüder Haake GmbH, Karlsruhe, 6-7, 1981
- [STA1] Stangroom, J.E., GB Patent 1570234, 1977
- [TAO1] Tao, R. (Editor); Proceedings of the Third International Conference an ER Fluids 1991. Singapore: World Scientific, 1992.
- [TAO2] Tao, R.; Roy, G. D. (Editors); Proceedings of the Fourth International Conference an Electrorheological Fluids 1993. Singapore: World Scientific, 1994.
- [TAO3] Tao, R.; Jiang, Q.: Phys. Rev. Lett. 73, 2721 ff, 1994
- [TRE1] Trek Model 10/10, Operator's Manual, Trek Inc., Medina
- [UEJ1] Uejima, H.: Dielectric Mechanism and Rheological Properties of Electro-Fluids, Japan J. Appl. Phys. 11, 3, 319-326, 1972
- [WAK1] Wacker Siliconöle AK, Nr. 4405 1.02, Wacker-Chemie GmbH, München, 2001

- [WAN1] Wang, K.C. et al.: ER-fluid modelling, Proc. 2nd International Conference an Electrorheological Fluids. Technomic PA, Lancaster, 41-52, 1990
- [WEB1] [http://www.isc.fraunhofer.de/alteseiten/analytik/index\\_a3\\_2.html](http://www.isc.fraunhofer.de/alteseiten/analytik/index_a3_2.html) (Stand 12/2003)
- [WEB2] <http://haptic.mech.nwu.edu/intro/gallery> (Stand 12/2003)
- [WEB3] <http://touchlab.mit.edu> (Stand 12/2003)
- [WEB4] a) <http://www.lsr.e-technik.tu-muenchen.de> (Stand 12/2003)  
b) <http://www.lsr.ei.tum.de/~tele> (Stand 12/2003)
- [WEB5] <http://robotics.eecs.berkeley.edu/~ronf/tactile.html> (Stand 12/2003)
- [WEB6] <http://www.mmjp.or.jp/ER-CONSORTIUM/eng/data-e.html> (Stand 1/1999)
- [WEI1] Weiss, K.D. et al.: Material Aspects of Electrorheological Systems, J. Intel. Mater. Syst. Struct. 4, 13-34, 1993
- [WIN1] Winslow, W.M.: Induced Fibration of Suspension. J. Appl. Phys. 20 (1949) 1137-1140.
- [WIN2] Winslow, W.M.: US Patent 2417850, 1947
- [WIN3] Winslow, W.M.: US Patent 2886151, 1959
- [WIN4] Winslow, W.M.: US Patent 3047507, 1962
- [WIN5] Winslow, W. M.: induced Fibration of Suspension, J. Appl. Phys. 20, 1137-1140, 1949
- [WUN1] Wunderlich, Th.: Der Einfluß von Elektrodenoberfläche und der Strömungsform auf den Elektorrheologischen Effekt, Diss., Erlangen, 2000.
- [WU1] Wu, C.W.; Conrad, H.: Negative electrorheological effect und electrical properties of a teflon / silicone oil suspension, J. Rheol. 41, 267-281, 1997
- [WU2] Wu, C.W.; Tang, X.; Conrad, H.: On the conductivity model for the electrorheological effect, Journal of rheology 39, 1059-1073, 1995
- [WU3] Wu, C.W.; Tang, X.; Conrad, H.: A modified conduction model for the electrorheological effect, J. Phys. D: Appl. Phys. 29, 2147-3153, 1996
- [YOS1] Yoshio, M.; et al.: Naphthalene sulfonate formaldehyd (NSF)-resin derived carbon beads as an anode material for Li-ion batteries, Electrochimica Acta 48, 791-797, 2003

## **Lebenslauf**

### **Persönliche Angaben**

Name: Mario Baumann

Familienstand: verheiratet, 1 Kind

Geburtsdatum: 10.11.1972

Geburtsort: Pößneck (Thüringen)

Nationalität: deutsch



### **Schulbildung**

09/79 - 05/89 Polytechnische Oberschule „Dr. Theodor Neubauer“, Ranis

06/89 - 01/90 Kopernikus Gymnasium, Neubeckum

02/90 - 06/92 Städtisches Gymnasium, Ahlen

### **Studium**

10/92 - 11/99 Studium der Chemie  
Universität Bielefeld

Abschluss: Diplom Chemiker

Diplomarbeit in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. Dr. h.c. A. Müller  
Darstellung und Charakterisierung von ring- und kugelförmigen  
Polyoxometallaten

### **Praktika und Projekte**

11/97 - 12/97 Praktikum zum Thema: Entwicklung einer Methode zur Erfassung von  
polyaromatischen Kohlenwasserstoffen mittels GC/MS  
Dr. Weßling Laboratorien GmbH, Labor München

12/99 - 01/00 Umbau eines Partikelanalysegerätes zur Verwendung mit verschiedenen  
Laserwellenlängen  
Universität Bielefeld

01/00 - 02/00 Arbeiten mit überkritischen Fluiden  
Entwicklung, Bau und Erprobung verschiedener Messgeräte in Mittel-  
und Hochdruckapparaturen (insbesondere überkritisches CO<sub>2</sub>)  
Fraunhofer Institut UMSICHT, Oberhausen

## **Berufspraxis**

- 03/00 - 04/00      Verifizierung des umgebauten Partikelanalysegerätes  
Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl Anorganische Chemie  
Universität Bielefeld
- 05/00 - 07/00      Automatisierung einer Technikumsanlage zur Kristallisation mit  
überkritischen Fluiden  
Wissenschaftliche Hilfskraft im Bereich Umwelttechnik  
Fraunhofer Institut UMSICHT, Oberhausen
- 08/00 – 03/01      Produktberater für die Labor- und Medizintechnik im Außendienst  
Fa. Barkey GmbH & Co. KG, Leopoldshöhe
- 07/01 – 12/05      Projekt- und Promotionsarbeit zum Thema Smart Materials  
Wissenschaftlicher Mitarbeiter im Bereich Adaptive Materialien und  
Disperse Systeme  
Fraunhofer Institut für Silicatforschung, Würzburg
- seit 05/05          Mitarbeiter in der Grundlagenentwicklung  
Conrac GmbH, Weikersheim