

Kalibrierung von Viskosimetern

Wie viel Kalibrieraufwand ist sinnvoll?

Die Kalibrierung von Messgeräten soll sicherstellen, dass die Reproduzierbarkeit von Messergebnissen mit einer größtmöglichen Genauigkeit gewährleistet ist und Veränderungen rechtzeitig erkannt werden. Der Begriff Kalibrierung wird jedoch unterschiedlich verstanden und es werden unter diesem Begriff verschiedene Dienstleistungen angeboten. Hier sollen die Unterschiede am Beispiel von Rotationsviskosimetern erläutert und vor allem geklärt werden: Was ist notwendig und sinnvoll?

Unter Kalibrierung eines Messgeräts versteht man zunächst einmal das Feststellen des Ist- Zustands. Funktioniert das Messgerät noch richtig? Sind die Messergebnisse bei Wiederholungen gleich?

Hausinterne Kalibrierung von Viskositätsmessgeräten

Bei Viskositätsmessgeräten kann eine Überprüfung hausintern mit einer Substanz bekannter Viskosität stattfinden und viele Firmen führen diese Kalibrierung wöchentlich oder monatlich durch, in dem sie die Viskosität eines Kalibrieröls messen. Diese Kalibrieröle sind Silikonöle, deren Viskosität auf einem Kalibrierschein bestätigt wird.

Hierbei sind zwei wesentliche Angaben zu beachten. Die Viskosität sollte in Anhängigkeit der Temperatur angegeben sein, wobei die Messunsicherheit beachtet werden muss. In Abb. 1 sieht man die Temperaturabhängigkeit eines Kalibrieröls. Man stellt fest, dass die Temperierung eine wesentliche Fehlerquelle ist, denn bei einem Temperaturunterschied von $0,1^\circ\text{C}$ im Messspalt verändert sich die Viskosität um ca. 1 %.

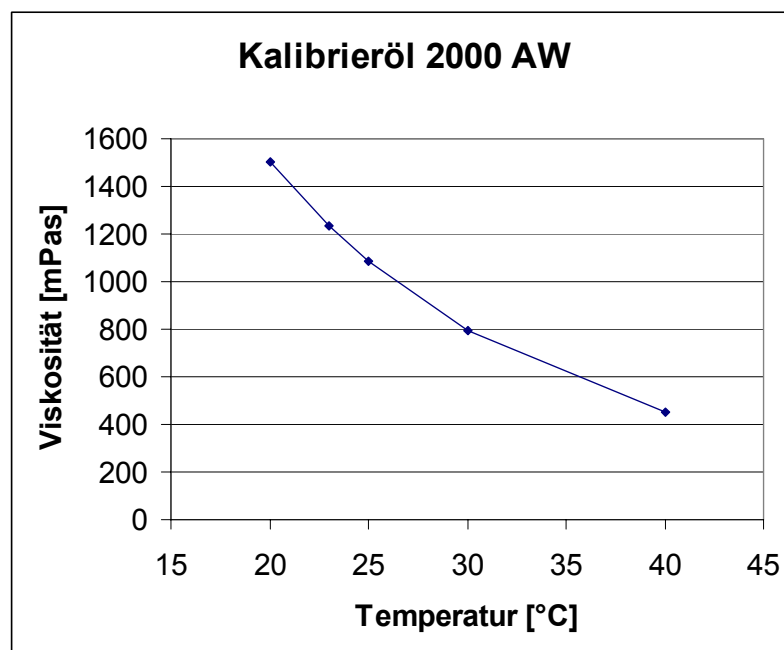


Abb.2: Viskositäts- Temperatur- Abhängigkeit von Kalibrierölen

Weiterhin sind die Anweisungen zur Lagerung der Öle streng einzuhalten, d. h. das Öl ist dunkel und in einem geschlossenen Behältnis nicht mehr als 6 Monate haltbar. Einmal benutzte Flüssigkeit ist zu entsorgen und nicht wieder zu verwenden. Betrachtet man nun die Kosten für die Kalibrieröle und die Arbeitszeit, die für die Messungen notwendig ist, so ist diese Methode nicht ganz billig. Sie gibt jedoch die Möglichkeit, den Zustand der Messgeräte laufend zu dokumentieren. Sie ersetzt jedoch in keiner Weise eine rückführbare Kalibrierung, wie im Folgenden gezeigt wird. Doch was ist eine rückführbare Kalibrierung? Hierzu muss zunächst einmal kurz auf die Messtechnik eines Rotationsviskosimeters eingegangen werden.

Messtechnik Rotationsviskosimeter

Bei jedem Rotations- oder Oszillationsviskosimeter besteht das Messsystem aus einem Messkörper und einem Messbecher. Zwischen Messkörper und Messbecher befindet sich die zu untersuchende Substanz. Messkörper und –becher können unterschiedliche Formen annehmen, so z. B. koaxiale Messsysteme, Kegel- Platte, Ankerrührer und vieles mehr. Gemeinsam ist diesen, dass entweder Messkörper oder Becher rotiert und die zu messende Flüssigkeit im Messspalt zwischen Becher und Körper geschert wird. Berechnet wird die Viskosität aus dem Widerstand, den die Flüssigkeit dieser Bewegung entgegensetzt. Bei einem zylindrischen Messkörper z. B. gilt folgende Berechnung gemäß DIN 53 019:

Die Viskosität η ist definiert als das Verhältnis aus Schubspannung τ und Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$

$$(1) \quad \eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

Die Schubspannung und die Schergeschwindigkeit berechnen sich, wie folgt:

$$(2) \quad \tau = \left(\frac{1 + \delta^2}{2 \cdot \delta^2} \cdot \frac{1}{2\pi L R_i^2 C_L} \right) \cdot M \quad \dot{\gamma} = \left(\frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \frac{\pi}{30} \right) \cdot n$$

mit $\delta = \left(\frac{R_a}{R_i} \right)$

Bezeichnungen wie in Abb. 2:

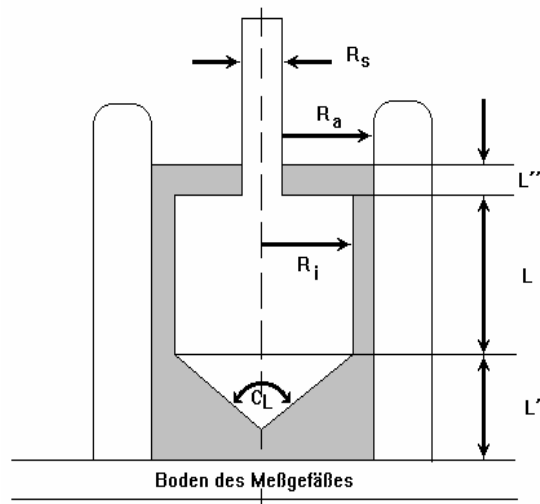


Abb. 2: koaxiales Messsystem

Man sieht, dass die Berechnung der Viskosität aus der Drehzahl n und dem Drehmoment M erfolgt. Die Berechnungsformel ist außerdem abhängig von der Messsystemgeometrie und, wie im Abschnitt vorher gezeigt, von der Temperatur. Man hat also folgende Fehlerquellen:

- Drehzahl
- Mechanik
- Temperatur
- Drehmoment

Die Einflüsse dieser unterschiedlichen Parameter sind bei einer sinnvollen Kalibrierung getrennt voneinander zu untersuchen. Mit einer Messung von Kalibrieröl ist dies nicht möglich. Geht man z. B. davon aus, dass die Oberfläche des Messsystems beschädigt ist, so erhöht sich das gemessene Drehmoment. Dies kann jedoch leicht durch eine minimale Erhöhung der Temperatur ausgeglichen werden, so dass die Messung der Viskosität eines Kalibrieröls wieder stimmt. Bei der Messung der Viskosität eines nichtnewtonschen Stoffes mit anderem Viskositäts-Temperatur- Gradienten wird das Messergebnis jedoch ganz anders beeinflusst.

Eine wesentliche Schwäche der hausinternen Kalibrierung ist außerdem, dass diese Überprüfung oft von den Mitarbeitern ausgeführt wird, die auch täglich mit dem Gerät arbeiten, so dass Fehler, die sich in der täglichen Routine eingeschlichen haben, nicht bemerkt werden, da man ja immer wieder das Gleiche tut und somit auch immer wieder die gleichen Ergebnisse erhält.

Rückführbare Kalibrierung

Eine rückführbare Kalibrierung untersucht im Gegensatz zu der Überprüfung mittels eines Kalibrieröls jede der vier Komponenten unabhängig von den anderen und führt diese auf die Eich-Normale zurück. Was bedeutet dies im Einzelnen:

Die **Drehzahl** kann durch ein kalibriertes Drehzahlmessgerät überprüft werden.

Die **Mechanik** des Messkörpers wird mit Hilfe einer speziellen Apparatur geprüft, die erlaubt, sowohl den Rundlauf der Messsystemachse wie auch die Oberflächengüte des Messkörpers zu prüfen.

Die **Temperaturmessung** wird mit einem kalibrierten Temperaturmessgerät verglichen.

Die Überprüfung der **Drehmomentmessung** erfordert eine spezielle Apparatur, die das Drehmoment in eine andere messbare Größe überführt. Dies wird üblicherweise mit einem Kalibrierstativ durchgeführt, das die Drehmomentmessung durch die kalibrierbare Messung eines Gewichts überprüfbar macht. Abbildung 4 zeigt ein solches Kalibrierstativ.

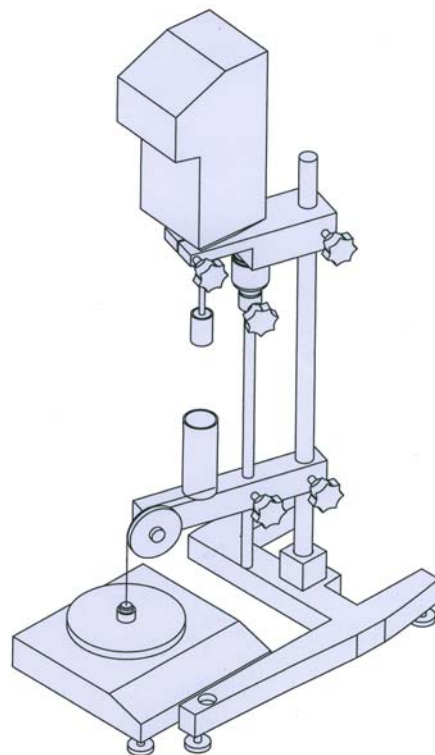


Abb.3: Kalibrierstativ mit Waage

Der rotierende Messkörper des Viskosimeters taucht in einen reibungsfrei gelagerten Messbecher, der mit einer Flüssigkeit gefüllt ist. An diesem Messbecher ist ein Faden befestigt, der ein Gewicht, das auf einer kalibrierten Waage steht, zieht. Es stellt sich bei konstanter Drehzahl und Eintauchtiefe des Messkörpers in die Flüssigkeit ein Kräftegleichgewicht ein zwischen dem auf den Messkörper wirkenden Drehmoment und der auf das Gewicht wirkenden Kraft. So kann bei bekannten geometrischen Verhältnissen auf das Drehmoment geschlossen werden.

Diese Form der Kalibrierung macht es also möglich, alle Einflüsse, die auf die Viskositätsmessung wirken, getrennt voneinander zu untersuchen. Abschließend kann dann noch die Messung eines Kalibrieröls durchgeführt werden, um die letzte Unsicherheit zu beseitigen und alles abschließend zu prüfen. Optimal ist, wenn dies

dann von einer anderen Person ausgeführt wird, um den menschlichen Faktor so klein wie möglich zu halten.

Justage des Messgeräts

Die Einstellung oder Justage des Messgeräts ist in einer Kalibrierung zunächst einmal nicht selbstverständlich beinhaltet. Sie stellt einen weiteren Schritt dar, wenn die Kalibrierung zeigt, dass sie erforderlich ist. Daher ist es sinnvoll, den Hersteller des Messgeräts mit der Kalibrierung zu beauftragen, da in diesem Fall garantiert ist, dass das Messgerät auch, wenn notwendig, justiert wird.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass nur durch eine rückführbare Kalibrierung einschließlich einer eventuell notwendigen Justage eine objektiv richtige und vergleichbare Viskositätsmessung garantiert werden kann.

Lothar Gehm

Öffentlich bestellter und vereidigter Sachverständiger für Rheologie

www.Rheologie.de