

Messfehler bei rheologischen Untersuchungen

Lothar Gehm

Jede Viskositätsmessung oder rheologische Untersuchung wird von Menschen vorbereitet oder ausgeführt und somit ist das Ergebnis nicht nur vom Messgerät, dem Messverfahren und dem Produkt abhängig, sondern es kommt der menschliche Faktor hinzu. Deshalb steht dieser Beitrag unter dem Untertitel: „Jeder macht mal Fehler!“ Nur wenn man sich dessen immer bewusst ist, ist es möglich, die Varianz der Messergebnisse zu minimieren und Messergebnisse sinnvoll zu vergleichen und zu bewerten.

Viskositätswerte, oder warum messen wir eigentlich?

Im Jahre 1883 erschien das erste Landolt- Börnstein Handbuch mit Tabellen und man kann dort und an vielen anderen Stellen Literaturwerte für die Viskositäten unterschiedlichster Produkte nachlesen. Diese Viskositätswerte unterscheiden sich auch für anscheinend gleiche Produkte deutlich. Die Unterschiede können bis zu einer Zehnerpotenz betragen. Woher kommt das? Ein wesentlicher Grund ist sicher, dass mit unterschiedlichen Verfahren gemessen wird.

Viskositätsmeßgeräte und die Einheit(en) der Viskosität

Die Viskositätsmessung ist in verschiedenen DIN- Normen geregelt. Dies sind z. B.

DIN 1319, Grundlagen der Messtechnik

Teil 1: Grundbegriffe

Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße,
Messunsicherheit

DIN 1342, Viskosität

Teil 1: Rheologische Begriffe

Teil 2: Newtonsche Flüssigkeiten

DIN 53019, Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern mit Standardgeometrie

Teil 1: Normalausführung

Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit

Teil 3: Messabweichungen und Korrekturen

Das wesentliche Maß für eine Viskositätsangabe gemäß DIN ist die dynamische Viskosität η , angegeben in Pas oder mPas und die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$, angegeben in s^{-1} , wobei diese beiden Größen i. A. nicht linear voneinander abhängig sind.

In der Praxis kommen jedoch unterschiedlichste Messgeräte zum Einsatz, die unterschiedliche Massangaben für die „Viskosität“ liefern, wie z. B.

Viskosimetertyp	Viskositätsangabe in
Bostwick Viskositmeter	cm
Viskowaage	g / s
Auslaufbecher	s
Prozessviskosimeter	mA
Rheomat 15	Ohm

Es ist also nicht möglich, einfach Zahlenwerte zu vergleichen. Wesentlich ist immer, deren Herkunft zu kennen.

Minimierung der Messfehler durch menschlichen Beitrag

Auch bei gleichen und genormten Messverfahren, kann durch Handhabung, Vorbehandlung der Probe oder Aufnahme und Bewertung der Messergebnisse die Objektivität der Messung einschränkt sein.

Besonderes Augenmerk muss gelegt werden auf

- Homogenität der Probe
- Entnahme einer repräsentativen Probe
- Blasenfreies Befüllen des Messsystems
- Sauberkeit des Messgeräts
- Messfühler (Messsystem) unbeschädigt
- Ausreichende Thermostatisierung
- Automatische Aufnahme der Messergebnisse
- Wahl des optimalen Messsystems (Messbereich)

Messungen gemäß DIN und Berechnung der Viskosität

Kapillarviskosimeter gemäß DIN 51 562 Typ Ostwald oder Ubelohde liefern einen zuverlässigen Viskositätswert, haben aber einen großen Nachteil, dass keine definierte Variation der Schergeschwindigkeit möglich ist. Damit ist keine Untersuchung des Fließverhaltens möglich, wie dies bei einer Produktentwicklung notwendig ist.

Gemessen wird die Durchflusszeit t_c und aus dieser mit Hilfe einer Gerätekonstante C die Viskosität h berechnet:

$$\eta = C \cdot t_c$$

Fehlerquellen sind in diesem Fall die Messung der Zeit, aber vor allem auch in der Reinigung der Kapillare.

Der **Auslaufbecher** ist ein weit verbreitetes, preiswertes Messgerät und beschrieben in DIN 53 211 / DIN ISO 2431 bzw. ASTM D – 4212. Ebenso wie beim Kapillarviskosimeter wird die Viskosität durch die Auslaufzeit bestimmt. Die Viskositätsangabe erfolgt in Sekunden unter Angabe des verwendeten Bechers. Fehlerquellen sind hier ebenfalls die Zeitmessung und die Sauberkeit der Düse.

Kugelfallviskosimeter sollten DIN 53 015 entsprechen. Berechnet wird die Viskosität durch

$$\eta = K_F \cdot t_F \cdot \Delta r$$

Hierbei ist K_F eine Gerätekonstante, t_F die gemessene Zeit und Δr die Differenz der Radien von Rohr und Kugel.

Auch in diesem Fall liegen die Fehlerquellen in der Zeitmessung und der Sauberkeit. Hinzu kommt, dass die Kugel unbeschädigt sein muss.

Bei den drei beschriebenen Messverfahren ist zu beachten, dass die Messungen nicht unabhängig von der Dichte der Flüssigkeit sind, da mit dem Gewicht der Flüssigkeit bzw. der Kugel gearbeitet wird. Eine Ausnahme bildet hier nur das Kapillarviskosimeter mit Fremdüberdruck. Gemessen wird also eigentlich immer die kinematische Viskosität ν , die ein Produkt aus dynamische Viskosität η und der Dichte ρ ist. Die Viskosität η wird also nur indirekt gemessen.

Die Messung des Melt Flow Index (MFI) und des Melt Volume Index (MVI) ist genormt durch DIN 53 735 und wird nur zur Vollständigkeit aufgeführt.

Rotationsviskosimeter gemäß DIN 53 019

Der wesentliche Vorteil der Rotations- und Oszillationsviskosimeter besteht darin, dass die Scherbelastung der Probe und die Schubspannung in der Probe gezielt variiert werden können. Nur diese Vorgehensweise kann als rheologische Untersuchung der Probe bezeichnet werden und ermöglicht eine Aussage über die Viskosität bei einer definierten Schergeschwindigkeit.

Die Berechnung der Viskosität erfolgt aus:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{Bzw.} \quad \eta = k \cdot \frac{M}{\Omega}$$

Mit k = Fließfeldkoeffizient, M = Drehmoment, Ω = Winkelgeschwindigkeit

Wobei der Fließfeldkoeffizient bei coaxialen Messsystemen definiert wird durch die Geometrie des verwendeten Messsystems:

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

Für Kegel- Platte- Messsysteme gilt:

$$\tau = \frac{3}{2\pi R^3} \cdot M \quad \dot{\gamma} = \frac{\pi}{30 \cdot \beta} \cdot n$$

Und für Platte- Platte- Messsysteme:

$$\tau = \frac{2}{\pi R^3} \cdot M \quad \dot{\gamma} = \frac{2\pi r}{h} \cdot n$$

Voraussetzung für diese Berechnungen ist, dass die Messsysteme den Bedingungen der DIN 53 019 entsprechen.

Die Messung der Viskosität stellt sich also dar als die exakte Bestimmung von Rotationsgeschwindigkeit und Drehmoment. Wesentlich ist, dass diese beiden Messparameter unabhängig voneinander überprüft und kalibriert werden können. Nur dies garantiert ein exaktes Messergebnis.

Die Fehlerquellen dieser Messungen bestehen (unabhängig vom Hersteller des Messgeräts) in folgenden Parametern und addieren sich im ungünstigsten Fall auf:

- Drehmoment
- Drehzahl
- Temperatur
- Mechanik

Die Messung von Drehmoment und Drehzahl wird vom Hersteller der Messgeräte kalibriert und im technischen Datenblatt des Messgeräts ist eine obere Abschätzung für die entsprechenden Messfehler angegeben. Bei Temperatur und Mechanik kommt der oben angesprochene Punkt des menschlichen Einflusses zum Tragen. Um zu zeigen, wie wesentlich diese Einflüsse sind, ist in der folgenden Tabelle angegeben, welchen Einfluss z. B. die Höheneinstellung bei einem Kegel- Platte- Messsystem hat:

α	ΔH	Fehler
°	μm	%
0,5	1	1,71
	3	5,09
	5	8,43
	10	16,7

Es sei noch ein Beispiel für die Viskositäts- Temperaturabhängigkeit angegeben: Ein Newtonsches Normöl von 20 Pas zeigt eine Viskositätsänderung von 286,0 mPas pro 0,1 °C, d.h. 1,4 % vom Nennwert pro 0,1 °C. Dies ist besonders auch unter dem Gesichtspunkt zu bewerten, dass durch die Messung, abhängig von der Drehzahl, Energie in die Probe gebracht wird, die sich als Temperaturerhöhung bemerkbar macht. Es ist also unverzichtbar, die Probe während der Messung zu thermostatisieren.

Vorteile Messgeometrie gemäß DIN

Die oben angegebenen Berechnungsformeln für Schubspannung und Schergeschwindigkeit gelten nur unter der Voraussetzung, dass die Messsystemgeometrie den Bedingungen entspricht, die in DIN 53019 definiert sind. Dies bedeutet bei coaxialen Messsystemen z. B. dass der Messspalt zwischen Becher und Rotationskörper vergleichsweise klein ist. Nur unter dieser Bedingung gilt, dass die Rotationsgeschwindigkeit in der zu vermessenden Substanz linear abnimmt. Diese Annahme der linearen Abnahme ist eine wesentliche Grundlage für die Berechnung. Außerdem muss die Messsystemachse im Vergleich zum Messkörper dünn sein, damit sie nur vernachlässigbar zum Drehmoment beiträgt. Die in der Norm angegebenen Bedingungen erlauben also anzunehmen, dass das Geschwindigkeitsgefälle linear ist und die Strömung im Messspalt laminar.

Somit ist die Scherung, der die Probe ausgesetzt wird, definiert und berechenbar. Nur unter diesen Voraussetzungen können Viskositätsmessungen mit verschiedenen Messsystemen verglichen werden, allerdings unter Angabe der Schergeschwindigkeiten und der Temperatur.

Bei Messungen mit Rotationsviskosimetern mit Relativ- Messsystemen, gleich welcher Bauform (Anker, Platten, Glocken, großer Messspalt,...) sind Vergleiche nur

sehr bedingt möglich, da keine definierte Schergeschwindigkeit vorliegt und auch Laminarität nicht gewährleistet werden kann.

Auswertung von Messergebnissen

Die praktische Auswertung von Messergebnissen überrascht den Fachmann immer wieder. Ein simpler Fehler ist z. B. dass ein Messsystem verwendet wird, das zu klein ist, d. h. das Drehmoment bleibt immer im untersten Messbereich des Messgeräts. Damit ist der relative Fehler der Messung unnötig hoch. Wichtig ist insofern immer die Messdaten mit dem Messbereich des Rheometers mit diesem Messsystem zu vergleichen. Bleiben die Messwerte grundsätzlich unter 10 % des Messbereichs sollte ein größeres Messsystem verwendet werden.

Die Erstellung der Messvorschrift für die tägliche Routine ist unter diesem Gesichtspunkt betrachtet ein wesentlicher Beitrag, um die Varianz der Messergebnisse zu verringern. Die Erarbeitung der Messvorschriften wäre einen gesonderten Beitrag wert und soll hier nicht weiter erörtert werden, denn dies würde den Rahmen dieser Veröffentlichung sprengen. Hier nur so viel: Wichtig ist, sich zunächst klar zu werden, welche Frage aus der Praxis mit der Messung beantwortet werden soll. Man stellt fest, dass auf Grund der höher entwickelten Geräte, vermehrt z. B. Oszillationsmessungen durchgeführt werden, die Messergebnisse aber nicht interpretiert werden können und auch für den Anwendungsfall unnötig komplex sind.

Ein weiterer Punkt zur Auswertung soll hier noch angesprochen werden, und zwar die Berechnung der Thixotropie. Die Thixotropie soll ein Maß für den Strukturabbau in der Substanz sein. Leider ergibt die Messung der Thixotropie, so wie sie bisher angewendet wird, keine stoffspezifische Größe. Bei gleichem Stoff, gleichem Messgerät, gleichem Messsystem, gleicher Proben temperatur und gleichem Anwender erhält man allein aufgrund der Variation der Messdauer unterschiedliche Thixotropiewerte. Es sind also nur Vergleiche mit gleicher Messvorschrift und gleichem Messsystem möglich. Weitere Berechnungen mit einem so gemessenen Thixotropiewert sind nicht sinnvoll.



