



Gebhard Schramm
Karlsruhe/Germany

Bedingungen für Viskositätsmessungen

Conditions for viscosity tests

1 Einleitung

Die Rheologie beschreibt, wie sich ein Körper bei Beanspruchung durch äußere Kräfte verformt. Körper können in diesem Zusammenhang Festkörper oder Fluide (Flüssigkeiten oder Gase) sein.

Nur wenige technisch oder praktisch wichtige Flüssigkeiten verhalten sich annähernd wie ideale Flüssigkeiten. Die meisten Flüssigkeiten zeigen ein rheologisches Verhalten, mit dem sie in einem Bereich zwischen Flüssigkeit und Festkörper eingestuft werden müssen. Sie sind in verschiedenem Maße sowohl elastisch als auch viskos und werden deshalb „visko-elastisch“ genannt.

Festkörper lassen sich durch Zugbeanspruchung dehnen: sie werden dann einer Normalspannung unterworfen. Sie sind aber auch durch eine Schubbeanspruchung zu verformen.

Flüssigkeiten lassen sich im Gegensatz zu Festkörpern nur Schubspannungen unterwerfen.

Der Widerstand einer Flüssigkeit gegen einen erzwungenen irreversiblen Ortswechsel ihrer Volumenelemente wird Viskosität genannt. Energie muß kontinuierlich zugeführt werden, um ein Fließen einer Flüssigkeit aufrechtzuerhalten.

Das durch Schubspannungen hervorgerufene Fließen von Flüssigkeiten kann in vier verschiedenen Arten auftreten (Abb. 1).

2 Definition der Viskosität

2.1 Grundlagen

Um die Viskosität von Flüssigkeiten zu messen, müssen die beim Fließvorgang wirksam werdenden Parameter definiert werden. Danach müssen die passenden Versuchsbedingungen gefunden werden, die

1 Introduction

Rheology describes the deformation caused in a body through the application of external force. In this context, a body may be a solid, liquid or gas.

There are but few liquids of technical or practical importance which behave anything like ideal liquids. The rheological behaviour of most liquids is such that they must be classified as being somewhere halfway between liquids and solids in character. To varying extents they are elastic as well as viscous and are therefore referred to as being "viscoelastic".

When solids are subjected to tensile stress they stretch. They can also, however, be deformed by the application of shear stresses. In contrast, liquids can only be subjected to shear forces. The resistance of a fluid to a forced, irreversible change in its volume is called its viscosity. Energy has to be supplied continuously in order to maintain the liquid's flow.

The flow produced in fluids through application of shear forces can take four different forms (Fig. 1).

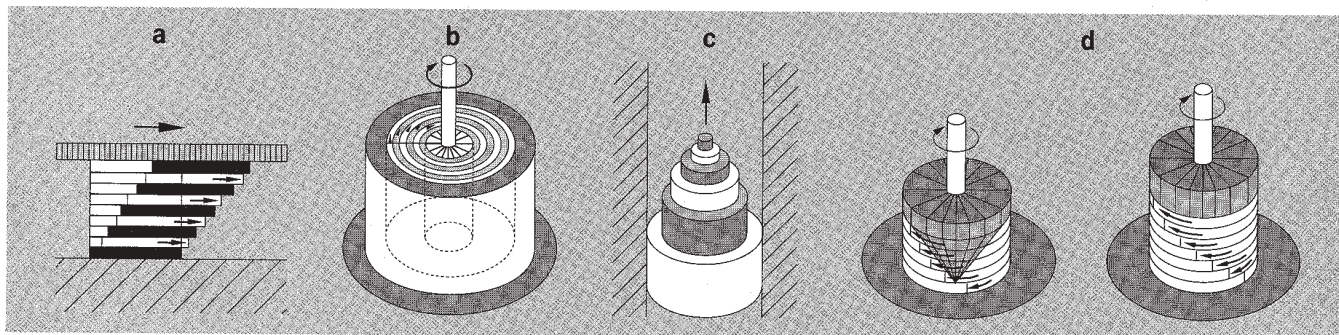
2 Definition of viscosity

2.1 Fundamental principles

To measure the viscosity of fluids, one must define the parameters involved in the flow process. The next step is to find the appropriate experimental conditions which will enable flow characteristics to be determined objectively and reproducibly.

Abb. 1:
a) Fließen zwischen zwei parallelen, ebenen Platten
b) Fließen im Ringspalt zwischen zwei koaxialen Zylindern
c) Fließen durch Kapillaren, Breitschlitzdüsen, Schläuche oder Rohre
d) Fließen im Ringspalt zwischen einem Kegel und einer ebenen Platte
oder
Fließen im Spalt zwischen zwei planparallelen, runden Platten

Fig. 1: Various kinds of Flow:
a) flow between two parallel plates
b) flow in the annular gap between two coaxial cylinders
c) flow through capillaries, slit dies, tubes or pipes
d) flow in the annular gap between a cone and a plate or flow in the gap between two plane-parallel, circular plates





Für viele Flüssigkeiten ist der viskositätserniedrigende Effekt umkehrbar – oft mit einer Zeitverzögerung –, d.h. Flüssigkeiten gewinnen ihre frühere hohe Viskosität zurück, wenn die Scherung reduziert oder beendet wird: Infolge der Braunschen Molekularbewegung kehren kettenartige Moleküle in ihren natürlichen, verknäulten Ausgangszustand zurück, deformierte Tropfen nehmen wieder ihre Kugelform an und manche Füllstoff-Aggregate bilden sich zurück.

5.4 Dilatanz (Kurven 3 in Abb. 5)

Im Gegensatz zu strukturviskosen Substanzen zeigen dilatante Substanzen eine Viskositätssteigerung mit zunehmendem Geschwindigkeitsgefälle: je mehr man z.B. die Beschichtungsgeschwindigkeit für einige PVC-Plastisole erhöht, desto dickflüssiger wird das Material.

5.5 Plastizität (Kurven 4 in Abb. 5)

Plastizität beschreibt strukturviskose Flüssigkeiten mit einer zusätzlichen Fließgrenze.

5.6 Thixotropie

Thixotropie tritt bei nicht-Newtonschen Flüssigkeiten auf, deren Viskosität im Ruhezustand (Gel-Zustand) hoch ist. Sobald die Substanz geschert wird, z.B. mit einem Rührer, fällt die Viskosität stark ab, bis der Sol-Zustand erreicht ist. Die hohe Gel-Viskosität wird wieder erreicht, wenn die Substanz in Ruhe gelassen wird. Thixotrope Flüssigkeiten weisen meist eine Fließgrenze auf.

6 Randbedingungen für Viskositätsmessungen

Die mathematische Behandlung gemessener Daten und die Gewinnung von reproduzierbaren Ergebnissen ist nur möglich, wenn die zu untersuchende Substanz sehr einschränkenden Versuchsbedingungen im Hinblick auf die konstruktive Auslegung der Meßsysteme wie auf die Art der zu prüfenden Probe unterworfen wird. Nur wenn diese Randbedingungen in jedem Fall eingehalten werden, lassen sich vergleichbare Ergebnisse für ein und dieselbe Probe mit verschiedenen Viskosimetertypen gewinnen. Wichtige Randbedingungen sind:

6.1 Laminares Fließen

Diese Bedingung schließt bei der Messung alle solche Fließverhältnisse aus, die zu turbulenten Strömungen wie z.B. bei Mischvorgängen führen.

6.2 Stationäres Fließen

Dafür ist nur die Energie erforderlich, mit der eine konstante Fließgeschwindigkeit aufgehalten werden kann.

Shear can break up filler and pigment aggregates in paints, for example. This means that, generally speaking, such a fluid can flow more easily if it contains many small particles than if it contains few but large aggregate, at a given shear stress.

With many fluids the viscosity-reducing effect is reversible – often after some time has passed – i.e. their viscosities return to the original, high values if shear is reduced or discontinued. Chain-like molecules revert to their original, entangled condition as a result of "Brownian movement", deformed droplets recover their original, spherical shape and certain filler aggregates which had been broken up, re-form.

5.4 Dilatancy (curves 3 in Fig. 5)

The viscosities of dilatant substances, unlike pseudoplastic or non-Newtonian ones, increase with increasing shear rate. The more one increases the coating speed for certain PVC pastes, the more viscous the paste will become.

5.5 Plasticity (curves 4 in Fig. 5)

Plasticity describes non-Newtonian or pseudoplastic fluids which also have a yield point.

5.6 Thixotropy

Thixotropy is encountered in non-Newtonian fluids and is characterised by a high viscosity when the fluid is at rest. As soon as shear is applied to it, e.g. by stirring, the viscosity decreases, reverting to its original high value some time after the shear stress is discontinued. Such fluids usually also have a yield point.

6 Boundary Conditions for Testing Viscosity

A mathematical treatment of measured data and reproducible results are only possible if the substances to be tested are subjected to very limiting test conditions with regard to the sensor systems and the type of substance to be looked at. Only within the framework of these limiting conditions one may hope to find comparable results when testing the same substances in different types of viscometers.

6.1 Laminar Flow

This requirement excludes all those flow patterns leading to turbulences as for instance in mixing.

6.2 Stationary Flow

It requires only that energy, which maintains a constant flow rate for any length of time.

Fig. 6: Dispersion at rest and when flowing through a pipe. top row: liquid at rest, bottom row: flowing liquid (reading from left to right: orientation, extension, deformation, breakdown of aggregates)

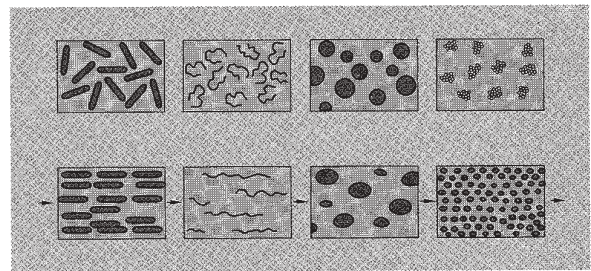


Abb. 6: Dispersionen im Ruhezustand und beim Fließen durch ein Rohr
obere Reihe: Flüssigkeit in Ruhe
untere Reihe: Strömende Flüssigkeit
von links nach rechts: Orientierung, Streckung, Deformation und Zerfall von Aggregaten

6.3 Keine physikalischen oder chemischen Veränderungen

in der Probe während eines Versuches, d.h. in dieser Zeit kein Aushärten, kein Mastizieren oder Gelieren.

6.4 Keine Beeinträchtigung der Meßergebnisse durch Elastizität

Diese Forderung schränkt die Verwendung von einfachen Viskosimetern für die rheologische Untersuchung von vielen hochviskosen Polymerlösungen und -schmelzen ein. Bei solchen visko-elastischen Substanzen übersteigt oft die Elastizität die Viskosität um ein Mehrfaches. Wird dann eine Probe geschert, so ergibt sich mehr elastisch gespeicherte Scherenergie als ein Fließen. Unter diesen Bedingungen stimmt die einfache Beziehung zwischen der aufgewendeten Scherenergie und dem resultierenden Fließen nicht mehr.

Die rheologische Untersuchung von Flüssigkeiten mit deutlich erkennbar visko-elastischen Eigenschaften erfordert Rheometer anstelle von Viskosimetern, die gleichzeitig Schubspannungen und Normalspannungen an gescherten Proben messen.

7 Absolute Viskositätsmessungen

Viskosimeter werden als „Absolut-Viskosimeter“ bezeichnet, wenn die Messung der Viskosität auf die Messung der physikalischen Grundeinheiten von Kraft, Länge und Zeit zurückgeführt werden kann.

$$\eta = \frac{N}{m^2} \cdot s = \frac{\text{Kraft}}{\text{Länge}^2} \cdot \text{Zeit} = \text{Pa} \cdot \text{s}$$

Bedingungen für absolute Viskositätsmessungen:

- Die Testsubstanzen müssen eine Strömung aufweisen, die mathematisch berechenbar ist.
- Die gewählten Testbedingungen müssen die vorgenannten Randbedingungen in Betracht ziehen.

Ein wichtiger Vorteil von Absolut-Viskosimetern ist, daß die Ergebnisse unabhängig von dem speziellen Typ oder Hersteller des verwendeten Viskosimeters sind. Dies ist schon wichtig, um Newtonsche Flüssigkeiten zu prüfen, aber es ist unerlässlich, wenn nicht-Newtonsche Fließeigenschaften gekennzeichnet werden müssen.

Absolute Viskositätswerte können weltweit zwischen verschiedenen Labors verglichen werden. Sie sind eine akzeptierte Grundlage für Absprachen zwischen Herstellern und Abnehmern.

Rh

6.3 Homogeneity

The sample is homogeneous and stays that way during the whole test. This excludes the testing of liquids containing i.e. particles, that can sediment.

6.4 No physical or any chemical change

within the sample during the test. This excludes testing while the sample hardens, masticates or gels.

6.5 No Elasticity

This is a very awkward condition i.e. difficult to fulfill, because very many liquids of high viscosity such as polymer solutions or melts are indeed very visco-elastic. In fact their elasticity may often exceed their viscosity manifold. Applied shear will then lead more to elastically stored energy within the sample than to flow. The simple balance between shear energy applied and the resulting flow is no longer valid.

Testing visco-elastic fluids requires the use of rheometers instead of viscometers, i.e. instruments which measure simultaneously shear stress and normal stress in samples subjected to shear.

7 Absolute viscometry

Viscometers are defined "absolute viscometers" when the measurement of viscosity can be traced to the measurement of the test results in the absolute units of physics:

$$\eta = \frac{N}{m^2} \cdot s = \frac{\text{force}}{\text{length}^2} \cdot \text{time} = \text{Pa} \cdot \text{s}$$

Requirements for absolute viscosity measurements are:

- The samples tested must be subjected to a flow pattern that lends itself to a mathematical evaluation,
- Test conditions chosen must take into account the limits as given by the boundary conditions mentioned.

One important benefit of absolute viscometry is that the test results are independent of the particular type or make of the viscometer used. This is important enough for testing Newtonian liquids but it is essential for defining non-Newtonian properties.

Absolute viscosity data can be compared easily between laboratories world-wide. They are an accepted common basis in discussions between suppliers and customers.

Rh

.....

Lesen Sie in „Rheology 91“ Nr. 2: Viskosimeter und Rheometer für die Kennzeichnung viskoser und visko-elastischer Eigenschaften von Flüssigkeiten.

.....

See "Rheology 91" No. 2: "Viscometers and Rheometers to characterize the viscosity and the visco-elasticity of fluids".

.....