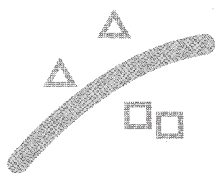


## Experimental errors when using rotational rheometers

Wolfgang Marquardt,  
Jint Nijman,  
Karlsruhe/Germany



Rotationsrheometer sind häufig im Labor eingesetzte Meßgeräte zur Charakterisierung viskoser und elastischer Eigenschaften von flüssigen und pastösen Produkten. Sie ersetzen immer mehr die traditionellen Meßgeräte, wie Kugelfallviskosimeter, Viskowaage und Glaskapillarviskosimeter, Geräte, die Ergebnisse mit sehr kleinen Meßunsicherheiten liefern. Die Erwartung, daß die neuen und wahrscheinlich viel teureren Rotationsrheometer die gleichen oder sogar noch kleinere Meßunsicherheiten liefern, erfüllt sich selten.

Man kann sagen, daß Rotationsrheometer schon prinzipbedingt durch die Vielzahl der Einflußparameter „ungenau“ sein müssen. Wenn darüber hinaus die Geräte nicht optimal oder am Rande der Spezifikationen eingesetzt werden, ist die Enttäuschung der Anwender vorprogrammiert.

Die Problematik der möglichen Meßfehler wird im folgenden am Beispiel der Viskositätsbestimmung gezeigt.

### 1 Messung der Viskosität

Die Viskosität ist eine physikalische Kenngröße, die nicht direkt meßbar ist, wie z. B. Zeit, Masse oder Länge, sondern abgeleitet werden muß. Es gibt zwei Methoden, die Viskosität zu bestimmen, die vom Prinzip und von den Möglichkeiten sehr unterschiedlich sind. Beide Methoden haben ihre eigenen Stärken und Schwächen und bergen jeweils unterschiedliche Fehlerarten.

#### 1.1 Vergleichende Messung mit Wasser als Bezugsnormal

Die kinematische Viskosität von Wasser hat bei einer Temperatur von 20 °C einen international festgelegten Wert von 1,0035 mm<sup>2</sup>/s, auf den sich im Prinzip alle andere Viskositätswerte abstützen. Dieser Bezug wird an einem sogenannten „Step-up“-Verfahren mit Glaskapillarviskosimetern (Cannon und Ubbelohde) in Normungsinstituten, wie z. B. bei der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (P.T.B.) in Braunschweig, hergestellt. Etwas vereinfacht dargestellt, wird bei diesem Verfahren mit Hilfe von Wasser ein Glaskapillarviskosimeter kalibriert, das heißt eine Kapillarkonstante  $k_{\text{Kap}}$  bestimmt. Mit diesem Glaskapillarviskosimeter wird dann die kinematische Viskosität  $\nu$  einer Normflüssigkeit höherer Viskosität bestimmt, und mit

Rotational rheometers are widely used in the laboratory to characterise the viscous and elastic properties of liquid and paste-like products. They are increasingly replacing traditional instruments such as the falling sphere viscometer, visco-balance and glass capillary viscometer, instruments which provide results with very small experimental errors. The expectation that the new, and probably much more expensive rotational rheometers would produce the same, or even smaller errors, is seldom fulfilled. It can be said that rotational rheometers must inevitably be “inaccurate” because of the many different factors which influence their performance. If, in addition, the instruments are not used to their best advantage, or near the limits of the specification, the user’s disappointment is inevitable. The problems of possible experimental errors are discussed below, using viscosity determination as example.

### 1 Determination of viscosity

Viscosity is a physical constant which cannot be measured direct like time, weight or length, but has to be derived from other data. There are two methods of measuring viscosity, based on very different fundamental principles. Both methods have their advantages and disadvantages, as well as different kinds of possible errors.

#### 1.1 Comparative determination using water as reference substance

The kinematic viscosity of water at a temperature of 20 °C has a fixed value of 1.0035 mm<sup>2</sup>/s, a value on which all other viscosity figures are based. This relationship is established by standards institutes such as the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (P.T.B.) in Brunswick, using glass capillary viscometers (Cannon or Ubbelohde). In this method, a glass capillary viscometer is calibrated with water, i.e. a capillary constant  $k_{\text{Kap}}$  is determined. This viscometer is then used to measure the kinematic viscosity  $\nu$  of a standard liquid with a high viscosity, and this liquid is then used to calibrate the next glass capillary viscometer. In this way one progresses in stages to higher viscosities. Many such steps are needed, because a glass capillary viscometer can only be used for a limited viscosity

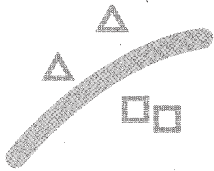


Abb. 5:  
Abstandsfehler bei  
Platte-Platte Meßeinrichtung

Fig. 5:  
Distance errors in  
plate-plate instruments

fügung, so muß man gemäß Gleichung (16) Kegel mit großen Öffnungswinkeln und großen Radien wählen, um den Fehler klein zu halten. Jeder Rheometerhersteller liefert eine Palette von Kegeln, die vom Anwender auch nach dem Gesichtspunkt der Fehlerminimierung ausgesucht werden können. Als Faustregel gilt, daß Kegel mit Radien  $< 10$  mm nicht empfehlenswert sind und Kegel mit Öffnungswinkeln von 1 Grad und größer einen guten Kompromiß in Bezug auf Substanzeffekte und Genauigkeit der Einstellung darstellen.

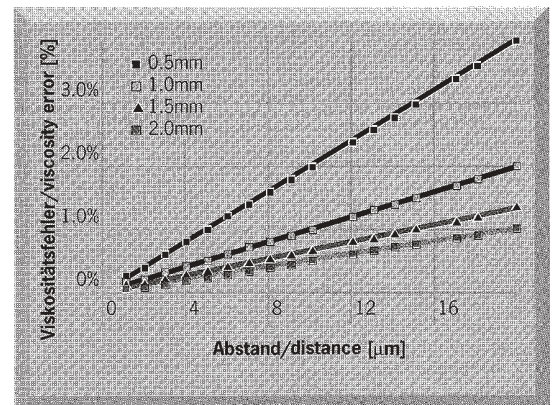
### 2.3.2 Platte-Platte-Meßeinrichtung

Platte-Platte-Meßeinrichtungen werden seltener für Standardmessungen eingesetzt, da das Geschwindigkeitsgefälle eine Funktion des Radius ist. Am Rand der Platte wird die Substanz maximal und im Zentrum gar nicht geschert. Für spezielle Fälle, wie z.B. sehr hochviskose Substanzen oder Suspensionen mit großen Partikeln, ist die Platte-Platte-Meßeinrichtung aber sehr gut geeignet.

Der Geometriefaktor  $b$  berechnet sich für den einfachen Newtonschen Fall nach den Gleichungen (17) und (18). Man sieht, daß der relative Fehler des Plattenradius mit einem Faktor 4 eingeht. Falsches Befüllen oder Einschnürungen durch elastische Effekte ändern den wirksamen Radius und ergeben starke Viskositätsfehler, die noch signifikanter als Abstandsfehler sind.

Die Abstandsfehler sind bei der Platte-Platte-Meßeinrichtung ungefähr genauso groß wie bei der Platte-Kegel-Meßeinrichtung, aber der Abstand läßt sich im Gegensatz zum „festen“ Kegelwinkel der Applikation anpassen. Aus diesem Grund werden diese Systeme mit Spaltweiten von 1 bis 3 mm bei Messungen mit Temperaturprogramm eingesetzt. Die thermische Ausdehnung ist zwar bei jedem Rheometer vorhanden und ändert den Meßspalt, der Fehler geht aber (nur) linear in das Meßergebnis ein. Bei neuen Rheometern kann über eine Abstandsregelung die thermische Änderung des Spaltes sogar kompensiert werden.

Der relative Fehler im Geschwindigkeitsgefälle als Folge der Abstandsfehler berechnet sich nach Gleichung (19).



accurately maintained. If only simple instruments are available one will have to use cones with large angles of aperture and radii, according to equation (16) in order to keep errors small. Every rheometer manufacturer supplies a range of cones from which the user can select the right one so that errors will be kept to a minimum. As a rule of thumb one can say that cones with radii of  $< 10$  mm are not recommended, and that cones with angles of aperture of 1 degree and bigger represent an acceptable compromise with regard to substance effects and setting accuracy.

### 2.3.3 Plate-plate instruments

Plate-plate instruments are less widely used for standard determinations, since the velocity gradient is a function of the radius. The substance under test is subjected to maximum shear along the periphery of the plate and is not sheared at all at the centre. These instruments are, however, very suitable for special cases, such as very high viscosity substances, or suspensions with large particles. The geometry factor  $b$  for the simple Newtonian liquid may be calculated according to equations (17) and (18).

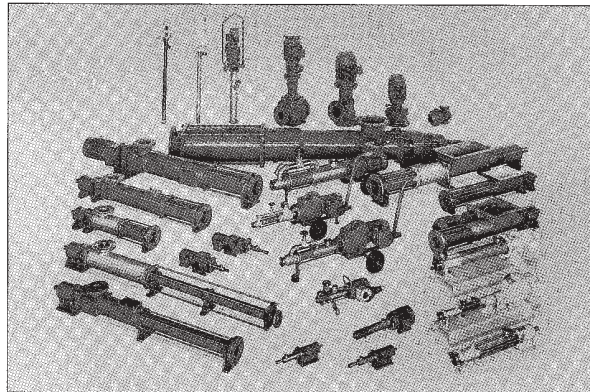
It is apparent that the relative error of the plate radius has a factor of 4. Faulty filling or constrictions due to elastic effects alter the effective radius and result in major viscosity errors which are even more important than distance errors.

Distance errors are about as great in plate-plate instruments as in plate-cone ones, although the distance can be adapted, in contrast to the "fixed" cone angle of the application. This is why these systems with gap widths of up to 3 mm are used in determinations with temperature programme. Although every rheometer is subject to thermal expansion, which alters the measuring gap, the error will enter into the result only linearly. With more recent rheometers, this change in gap width by heat can be compensated by a special distance control device.

The relative error in the velocity gradient as a consequence of distance errors can be calculated according to equation (19).



NEMO®Pumps.



The versatile Netzsch pumping concept for all branches of industry.

Our quality assurance system is certified according to DIN ISO 9001 under the DQS-No. 22405-01.

Netzsch-Mohnpumpen GmbH  
Liebigstraße 28, P.O. Box 1120  
D-8264 Waldkraiburg, Germany  
Phone 08638/63-0, Fax 67999  
Telex 56421

® NEMO: Registered trade mark of  
NETZSCH MOHNOPUMPEN GMBH

**NETZSCH**

#### 2.4 Temperaturabhängigkeit der Viskosität

Bei Viskositätsmessungen sollte man den starken Einfluß der Temperatur immer im Auge behalten, da er das Meßergebnis neben dem Fließverhalten bestimmt. Die Temperaturabhängigkeit der meisten Substanzen kann in bestimmten Temperaturbereichen mit einer Exponentialgleichung (20) beschrieben werden.

Charakteristische Werte von 10 – 15 % Viskositätsänderung pro Grad Celsius sind keine Seltenheit. Die Temperaturabhängigkeit der Viskosität ist die Fehlerquelle, die speziell bei der Kalibrierung von Viskosimetern mit Hilfe von Normflüssigkeiten am häufigsten auftritt und die größten Meßfehler verursacht.

#### Abschließende Bemerkungen

Die beschriebenen apparativen Fehlerquellen sind nur ein Teil der bei Rotationsrheometern auftretenden Fehlerquellen. Die Handhabung des Gerätes und die Substanzeigenschaften sind zwei weitere, nicht zu vernachlässigende Fehlerquellen [4]. Da eine ausführlichere Diskussion dieser Punkte den Rahmen dieses Artikels sprengen würde, sind im folgenden nur einige weitere Fehlerquellen genannt: Sedimentation, Verdunstung von leicht flüchtigen Stoffen, Phasentrennung, Gleitfließen, Normalspannungseffekte, Temperaturfehler infolge von Reibungserwärmung, thermische Änderung der Geometrie, Ungenauigkeit der mathematischen Beschreibung bei Messung nicht-Newton-scher Fluide usw.



- [1] Böse N., Überprüfung der Rheometer als Meßmittel im Sinne von ISO 9001, Referat, Expertentagung 1992 in Karlsruhe, Germany
- [2] Nijman J., Interne Haake Mitteilungen 30-4-1992
- [4] Nijman J., Möglichkeiten und Grenzen der (Viskositäts-) Messung mit Rotationsrheometern, Referat, 102. PTB Seminar, 21.10.1992, Braunschweig, Germany

#### 2.4 Effect of temperature on viscosity

The considerable effect of temperature on viscosity should always be borne in mind in viscosity determinations, since this will affect results apart from flow behaviour. The temperature dependence of most substances can be described by an exponential equation in certain temperature ranges.

Characteristic values of 10 – 15 % change in viscosity per degree Centigrade are by no means uncommon. The dependence of viscosity on temperature is the source of error which occurs most often especially when calibrating viscometers using standard liquids. It is this which causes the biggest measuring errors.

#### Concluding remarks

The sources of error due to the instruments used represent only part of those found in rotational rheometers. Two further such sources, whose importance should not be ignored, are the handling of the instrument and the properties of the substance under test [4]. Since a more detailed discussion of these factors would be beyond the scope of this paper, we shall only mention a few other sources of error, which include sedimentation, evaporation of volatile substances, phase separation, sliding flow, normal stress effects, temperature errors due to frictional heating, change in dimensions caused by high temperatures, inaccuracies in mathematical descriptions when testing non-Newtonian liquids etc.



Kennziffern-Service  
Reader-Service

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website

<http://www.appliedrheology.org>

Rheology 93  
June/Juni 1993

**129**

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website

<http://www.appliedrheology.org>