

Optische und akustische Rheometerkonzepte: drei Beispiele

Optical and acoustic rheometers: three examples

P.O. Brunn,
J. Vorwerk und
R. Steger,
Erlangen,
Germany

1 Einleitung

Rein formal lassen sich gängige Viskosimeter einteilen in Kapillar- (bzw. Schlitz-) Viskosimeter und Rotationsviskosimeter. Beiden Klassen gemeinsam ist, daß nur scheinbare Viskositäten η_a bestimmt werden können. Diese zeichnen sich dadurch aus, daß zu ihrer Bestimmung (aus den meßbaren Größen) Formeln Verwendung finden, die für newtonsche Flüssigkeiten gelten. Als Beispiel diene die Hagen-Poiseuille-Beziehung, die in Kapillarviskosimetern zur Bestimmung von η_a herangezogen wird.

Der Vollständigkeit halber sei erwähnt, daß im Falle eines Kegel-Platte Viskosimeters (ein Rotationsviskosimeter) derartige Formeln richtige Ergebnisse liefern, d.h. η_a stimmt mit der (tatsächlichen) Scherviskosität überein. Der Grund ist, daß bei hinreichend kleinem Kegelwinkel die Scherrate $\dot{\gamma}$ räumlich konstant ist. Dasselbe muß dann auch für die Schubspannung τ – und somit auch für η – gelten. Konstante Viskosität für das gesamte Flüssigkeitsvolumen ist aber das, was newtonsche Fluide charakterisiert.

Die beiden anderen Größen, die in der viskosimetrischen Strömung auftreten, sind die erste und die zweite Normalspannungsdifferenz (N_1 und N_2). Beim Kegel-Platte Viskosimeter liefert die Bestimmung der Wanddruckverteilung auf die Platte die Kombination $N_1 + 2N_2$. Hat man also $N_1 + 2N_2$ als Funktion der Scherrate bestimmt (durch Variation der Drehzahl) und mißt man nun die Wanddruckverteilung auf die Wand eines Platte-Platte Viskosimeters, so läßt sich aus beiden Informationen N_2 – und somit auch N_1 – berechnen. Beide Viskosimeter zusammen sind also zur Bestimmung sowohl von N_1 als auch N_2 nötig.

Die meist in kommerziellen Geräten angebotene Alternative, N_1 direkt aus einer Kraftmessung am Kegel (in einem Kegel-Platte Viskosimeter) zu ermitteln, erfordert ideale Bedingungen an der Grenzfläche. Im allgemeinen können diese nicht erfüllt sein [1]. Die Konsequenz ist, daß auf die Verwendung zweier verschiedener Viskosimeter nicht verzichtet werden kann.

In dieser Arbeit werden drei verschiedene Rheometerkonzepte vorgestellt. Während die zwei auf optischer Basis arbeitenden Geräte mehr für Laboruntersuchungen gedacht sind, sollte das akustische Gerät speziell für die Praxis interessant sein. Bei einer Meßdauer im Millisekundenbereich werden on line ganze Fließkurven nebst Gleitgeschwindigkeiten und Fließgrenzen erhalten.

This article introduces three different types of rheometers. Two of these are optical instruments intended more for laboratory tests, the third one being an acoustic instrument which should find interest especially for practical use. Tests take only milliseconds, so that entire flow curves, together with shear rates and yield points can be obtained on-line.

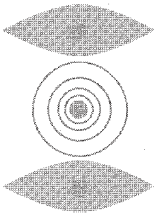
1 Introduction

Standard viscometers can be divided into capillary (or slit) and rotational viscometers. The feature common to both kinds of instrument is that they can only be used for measuring apparent viscosities η_a . To determine these from measurable quantities, formulae are used which apply to Newtonian liquids. Examples include the Hagen-Poiseuille equation which is used when determining the apparent viscosity using capillary viscometers.

For completeness' sake it should be pointed out that, with coneplate viscometers (rotational viscometers), such formulae produce correct results, i.e. η_a is in agreement with the true shear viscosity. The reason for this is that if the cone angle is sufficiently small, the shear rate $\dot{\gamma}$ is spatially constant. The same must then also apply to the shear stress τ and therefore also to η . Constant viscosity for the entire volume of liquid is exactly what is typical for Newtonian liquids.

The two other quantities which are found in viscometric flow are the first and the second normal stress difference (N_1 and N_2). In the cone-plate viscometer the determination of wall pressure distribution on the plate provides the combination $N_1 + 2N_2$. If one has therefore determined $N_1 + 2N_2$ as a function of shear rate by varying the speed, and now measures the wall pressure distribution on the wall of a plate-cone viscometer, the information obtained enables one to calculate N_2 and therefore also N_1 . Both types of viscometers must therefore be used in conjunction to determine N_1 and N_2 .

The alternative, usually offered with commercial instruments, of directly determining N_1 direct from a force measurement at the cone (in a cone-plate viscometer) requires ideal conditions at the interface. These cannot generally be guaranteed [1]. So that it is essential to use two different viscometers. The concepts explained above are fairly old. The rheometers designed on these principles have had time to mature and very probably cannot be improved upon. This means that one must look for alternative ideas – and this is the purpose of the present article. Here we shall



digkeit zu erzielen ist. Erwähnt sei an dieser Stelle noch einmal ausdrücklich, daß nur die Geschwindigkeitskomponente in Sensorrichtung gemessen werden kann. Damit wird durch einfache Variation des Winkels zwischen Sensor und Strömung eine Meßbereichserweiterung möglich.

Im Gegensatz zur Laser-Doppler-Anemometrie, die ja eine Punktmessung darstellt, wird hier das gesamte Geschwindigkeitsfeld aufgenommen. Eine typische Messung mit diesem Sensor, erstellt in einer Rohrströmung, ist in Abb. 5 zu sehen.

Aus der gemessenen Geschwindigkeitsverteilung $u = u(r)$ läßt sich durch eine gewichtete Integration der Durchsatz $\dot{V} = 2\pi \int_0^R dr \, r \, u(r)$ (mit R dem Rohrradius) bestimmen. Für den Rheologen interessanter ist die lokale Scherrate $\dot{\gamma}$, die ja die (negative) Ableitung der Geschwindigkeit u ist, d.h. $\dot{\gamma} = -\frac{du}{dr}$. Zusätzlich zeigt eine Kräftebilanz, daß in einem Rohr (Radius R) die Schubspannung τ linear mit dem Abstand r von der Rohrachse variieren muß, s. Gleichungen (15) und (16). Hat man also $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}(r)$ bestimmt, so folgt durch Umkehrung $r = r(\dot{\gamma})$. Schreiben wir dies formal als Gleichung (17), so ist f direkt proportional der Scherviskosität $\eta = \eta(\dot{\gamma})$, denn es gilt die Beziehung (18).

Relativ zu irgendeinem Referenzwert $\eta_{ref} = \eta(\dot{\gamma}_{ref})$ liefert das USV also die relative Viskosität η_{rel} gemäß Gleichung (19).

Um den absoluten Wert der Scherviskosität η zu ermitteln ist es nötig, entweder irgendeinen Referenzwert (z.B. die Nullviskosität) zu kennen oder zusätzlich zur Geschwindigkeit den Druckabfall zu messen (das bestimmt τ_w und damit nach Gleichung (18), η). Für die Praxis ausreichend dürfte jedoch eine Kenntnis relativer Größen sein. Dem würde das USV schnell und direkt gerecht.

Das USV ist aber noch wesentlich vielseitiger. Denn ein Geschwindigkeitsverlauf eines komplexen Fluids könnte durchaus so aussehen, wie in Abb. 6 skizziert. Als markante Punkte fallen dabei auf: Erstens ein Nicht-Haften an der Wand. Die Gleitungsgeschwindigkeit u_g könnte den Daten direkt entnommen werden. Sollte deren Abhängigkeit von der Wandschubspannung τ_w interessieren, so müßte diese bestimmt werden. Dies könnte entweder direkt, durch Messung von $\Delta p/L$, geschehen oder aber indirekt über den oben genannten Referenzwert η_{ref} . Analoges läßt sich für die zweite Besonderheit der Geschwindigkeitsverteilung, nämlich der Fließgrenze, sagen. Bezeichnet man mit r_c die

$\dot{\gamma} = -\frac{du}{dr}$. In addition, the force balance shows that inside a pipe with radius R the shear stress τ must vary linearly with the distance r from the pipe axis, i.e. with the wall shear stress, see equations (15) and (16). If, therefore, one has determined $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}(r)$, it follows through reversal that $r = r(\dot{\gamma})$. If we write this formally as equation (17), then f is directly proportional to shear viscosity $\eta = \eta(\dot{\gamma})$ since equation (18) applies.

Relative to an arbitrary reference value $\eta_{ref} = \eta(\dot{\gamma}_{ref})$ the ultrasonic viscometer thus provides the relative viscosity η_{rel} according to equation (19).

To determine the absolute value of shear viscosity η , it is necessary to either know some arbitrary reference value (e.g. zero viscosity) or to measure the pressure decrease in addition to the velocity (this is determined by τ_w and therefore, according to equation (18), η). For practical purposes however, a knowledge of relative quantities should be sufficient. The ultrasonic viscometer here represents a fast and direct means of determination.

This instrument is, however, much more versatile. Fig. 6 shows how the velocity profile of a complex liquid might well appear. The salient features are as follows: firstly, non-adhesion to the wall. The sliding velocity u_g could be obtained direct from the data. If its dependence on wall shear stress τ_w is of interest, this would have to be determined. This could be done either directly by measuring $\Delta p/L$, or indirectly via the above mentioned reference value η_{ref} . The same can be said for the second peculiarity of velocity distribution, namely the yield point. If r_c is the position of the yield point τ_c , then equation (20) applies.

A relative figure for the yield point can therefore be obtained using data obtained with the ultrasonic viscometer. Thirdly, it would also be possible to determine phase boundaries (by unsteadiness in the shear rate profile). The latter could be caused either by mix separation (e.g. due to less-than-perfect process management), through incomplete starting-up phenomena or similar.

Judging by the large amount of information which the ultrasonic viscometer can supply, it should be vastly superior to traditional viscometers. If one considers the speed of operation (about 50 ms for a velocity profile) its ease of operation (no laboratory assistant necessary) and the fact that it can be used at practically any stage of the process without interfering with flow, one realises that this is almost an ideal instrument for practical use, the like of which one had hitherto only dreamed of [8]. It operates under non-iso-

Abb. 5:
Geschwindigkeitsprofil einer durch ein Rohr ($R = 18 \text{ mm}$)
gepreßten Mayonnaise bei verschiedenen Durchsätzen

Fig. 5:
Velocity profile of a sample of mayonnaise forced through a
pipe with a radius of 18 mm, for different throughputs

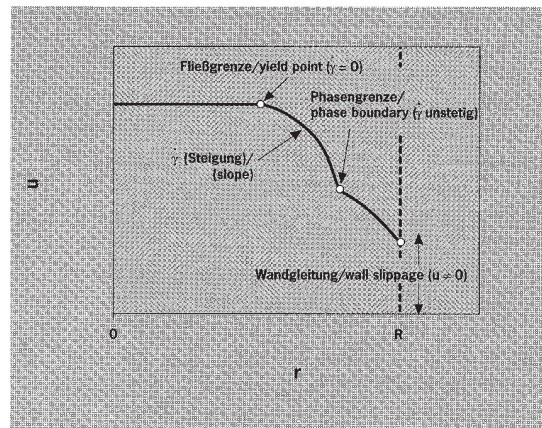
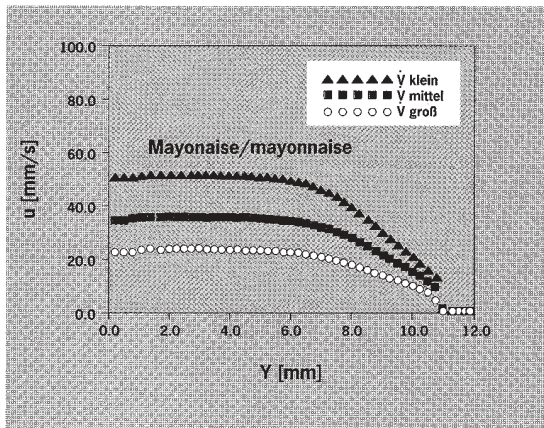


Abb. 6:
Schematischer Verlauf der
Geschwindigkeitsverteilung
eines komplexen Fluids in
einer Rohrströmung

Fig. 6:
Schematic profile of velocity
distribution of a complex
liquid in a tubular flow

Position, an der die Fließgrenze, genannt τ_c , liegt, so
gilt Gleichung (20).

Eine relative Fließgrenze ist den Daten des USV also
direkt zu entnehmen. Drittens wären auch Phasengren-
zen (durch Unstetigkeit im Scherratenverlauf) feststell-
bar. Letztere könnten entweder durch chemisch-biolo-
gische Prozesse, durch Entmischungserscheinungen
(z.B. durch nicht-optimale Prozeßführung), durch noch
nicht abgeschlossene Anfahrscheinungen oder ähnli-
ches hervorgerufen sein.

Von der Vielzahl an Informationen, die das USV zu lie-
fern im Stande ist, sollte es klassischen Viskosimetern
haushoch überlegen sein. Bedenkt man, daß es
schnell arbeitet (ca. 50 ms für ein Geschwindigkeits-
profil), einfach zu bedienen ist (kein Laborant erforder-
lich) und daß es praktisch an jeder Stelle eines Kreis-
laufs (Prozesses) eingesetzt werden kann ohne die
Strömung zu stören, so hat man es schon fast mit
dem idealen Gerät für die Praxis zu tun, von dem bis-
her nur geträumt wurde [8]. Es arbeitet unter nicht-iso-
thermen Bedingungen, läßt dann natürlich keine Rück-
schlüsse auf rheologische Daten (die ja isotherm ge-
wonnen werden) zu. In unseren Augen ist dies jedoch
kein Nachteil. Ganz im Gegenteil. Denn derartige Da-
ten, so wichtig sie für die Grundlagenforschung sind,
dürften unter realen Prozeßbedingungen (Reaktionen,
nicht-isotherme Verhältnisse, ...) häufig nur von margi-
naler Bedeutung sein. Dazu kommt, daß das USV ja
direkt unter diesen Bedingungen eingesetzt werden
kann, Extrapolationen jeglicher Art daher nicht erfor-
derlich sind. Vom Potential her könnte das USV das
Gerät für die Praxis werden. Die nächsten Jahre wer-
den zeigen, ob – und wenn ja, unter welchen Ein-
schränkungen – es diese Erwartungen erfüllt. **Rh**

thermal conditions and obviously provides no informa-
tion on rheological data (which, of course, are deter-
mined isothermally). We do not, however, consider this
a disadvantage – on the contrary, since such data
which are so important for fundamental research
would often only be of marginal importance under
actual process conditions (reactions, non-isothermal
conditions etc.) One also has to remember that the
ultrasonic viscometer can be used direct under these
conditions so that no extrapolation is necessary.
Potentially, therefore, this viscometer could become
the instrument for practical applications. The next few
years will show whether it will meet these expectations
and, if so, with what limitations. **Rh**



- [1] Böhme, G., Strömungsmechanik nicht-newtonscher Fluide, Teubner, Stuttgart 1981
- [2] Giesekus, H., Langer, G., Rheol. Acta 16 (1977), p. 1
- [3] Eitelberg, G., DFVLR Bericht Nr. DFVLR-FB 84-04, 1984
- [4] Brunn, P.O., Durst, F., Wunderlich, A.M., J. Non-Newtonian Fluid Mech. 22 (1987), p. 381
- [5] Wunderlich, A.M., Brunn, P.O., Durst, F., Rheol. Acta 28 (1989), p. 473
- [6] Savins, J.G., AIChE J. 11 (1965), p. 673
- [7] Durst, F., Takeda, Y., Vorwerk, J., Verfahrenstechnik 26 (1992), p. 50
- [8] Franck, A.J.P., Gerth, Ch., Giesekus, H., Tsas, H.E., Rheology 1 (1991), p. 1