

# Rotationsviskosimeter mit breitem Spalt

## Wide-Gap Rotational Viscometer

E. W. Hollinderbäumer,  
Essen,  
Germany

Rotationsviskosimeter bestimmen die Fließkurven nicht-newtonscher Fluide ausgesprochen fehlerhaft, wenn eine Meßzelle mit einem breiten Scherspalt verwendet wird. Besonders bei Suspensionen ist die Verwendung eines breiten Spaltes wegen der Feststoffpartikel erforderlich. In diesen Fällen muß die Fließkurve aus den rohen Meßwerten Drehmoment und Drehzahl selbst berechnet werden. Für die Fließgesetze von *Herschel-Bulkley* und *Prandtl-Eyring* werden hierfür neue Gleichungen vorgestellt. Ein von Fließgesetzen unabhängiges Verfahren nach *Krieger* kann vorteilhaft angewendet werden, wenn die Fluide über eine Fließgrenze verfügen und es gelingt, störendes Rauschen aus dem Meßsignal zu entfernen.

### 1 Rotationsviskosimeter

Bei der Fließkurvenbestimmung mit einem Rotationsviskosimeters werden aus Drehmomenten ( $M_i$ ) und Winkelgeschwindigkeitsdifferenzen ( $\omega_i$ ), gemessen zwischen konzentrischen Zylindern, die rheologischen Größen Schubspannung ( $\tau$ ) und Schergefälle ( $\dot{\gamma}$ ) bestimmt. Die Schubspannung ist nach Gl. (1) proportional zum Drehmoment. Das Schergefälle berechnet sich aus dem Winkelgeschwindigkeitsgradienten  $\delta\omega/\delta r$  im Scherspalt, Gl. (2), der aber nur in einem schmalen Spalt direkt bestimmt werden kann. Bei Verwendung einer Breitspaltmeßzelle muß anders vorgegangen werden, weil das Schergefälle in diesem Fall nicht mehr konstant ist, sondern – zunächst unbestimmt – von innen nach außen abfällt. Zwei Verfahren sind möglich:

1. *Krieger* [1] entwickelte eine allgemeingültige Gleichung zur Bestimmung des Schergefälles im Meßspalt, losgelöst von jedem Fließgesetz. Mit dieser Gleichung werden aber wegen mathematischer Schwierigkeiten nicht immer akzeptable Ergebnisse erzielt.
2. Das Fließverhalten der Testsubstanz ist durch ein Fließgesetz  $\tau = f(\dot{\gamma})$  beschreibbar, aus dem eine Gleichung für die rotationssymmetrische Ringspaltströmung  $M = f(\omega)$  abgeleitet wird. Bekannt sind hier u. a. die *Margules*-Gleichung für newtonsche Fluide und die *Reiner-Rivlin*-Gleichung für Binghamfluide. Die Fließgesetzparameter werden dann durch Approximationsrechnungen bestimmt. Für viele Fließgesetze konnten aber die entsprechenden Gleichungen noch nicht abgeleitet werden.



There is a large inherent error when flow curves of non-Newtonian liquids are determined using a wide gap rotational viscometer. However, when testing suspensions, a wide gap is often necessary because of the solid particulates. In such cases, the flow curve must be calculated from the measured values of the torque and rotation rate. New equations are presented here for the *Herschel-Bulkley* and *Prandtl-Eyring* constitutive theories. A procedure suggested by *Krieger*, which is independent of constitutive equation, can be advantageously used for fluids exhibiting a yield stress if it is possible to eliminate noise from the measurement signal.

### 1 Rotational Viscometer

In determining flow curves via measurements between concentric cylinders, the rheological properties shear stress  $\tau$  and shear rate  $\dot{\gamma}$  are determined from the torque  $M_i$  and angular rotation rate  $\omega_i$ . As shown in eq. (1), the shear stress is proportional to the torque. The shear rate, which is calculated from the gradient of the angular rotation rate  $\delta\omega/\delta r$  in the gap (eq. (2)), can only be determined directly for narrow gap rheometers. When using a wide gap Couette a different approach must be used because  $\dot{\gamma}$  is not constant, but instead varies in an unknown way from the inner to the outer cylinder.

Two methods are possible:

1. *Krieger* [1] developed a general equation for determining the shear rate in any gap, independent of the constitutive equation that describes the fluid. However, due to mathematical complexity, it is not always possible to obtain acceptable results using this equation.
2. The flow behavior of a sample can be described with an equation  $\tau = f(\dot{\gamma})$ ; from this equation one can derive the relationship for the rotationally symmetric flow in the gap  $M = f(\omega)$ . Well-known constitutive laws include the *Margules* equation for Newtonian fluids and the *Reiner-Rivlin* equation for Bingham fluids. The flow equation parameters are determined by numerical approximation methods. However, for many constitutive laws, it is impossible to derive the corresponding equations.

### 2 Tabular Description of Flow Behavior

Using *Krieger's* method [1], the shear rate in a rotationally symmetric concentric cylinder flow can be determined using eq. (3). Combining with eq. (1), one

**Abb. 3:**  
Prinzip einer Dickstoffversatz-  
anlage im Steinkohlenbergbau.

Typische Daten:  
Pipelinelänge 7000m,  
Rohrdurchmesser 200mm,  
Gesamtdruckverlust  
bis zu 250 bar,  
Förderkapazität 100 m<sup>3</sup>/h

**Fig. 3:**  
Principles for conveying  
slurry in a coal mine.  
Typical data:  
pipeline length 7000 m;  
pipe diameter 200 mm;  
total pressure loss  
up to 250 bar;  
conveying capacity 100 m<sup>3</sup>/h

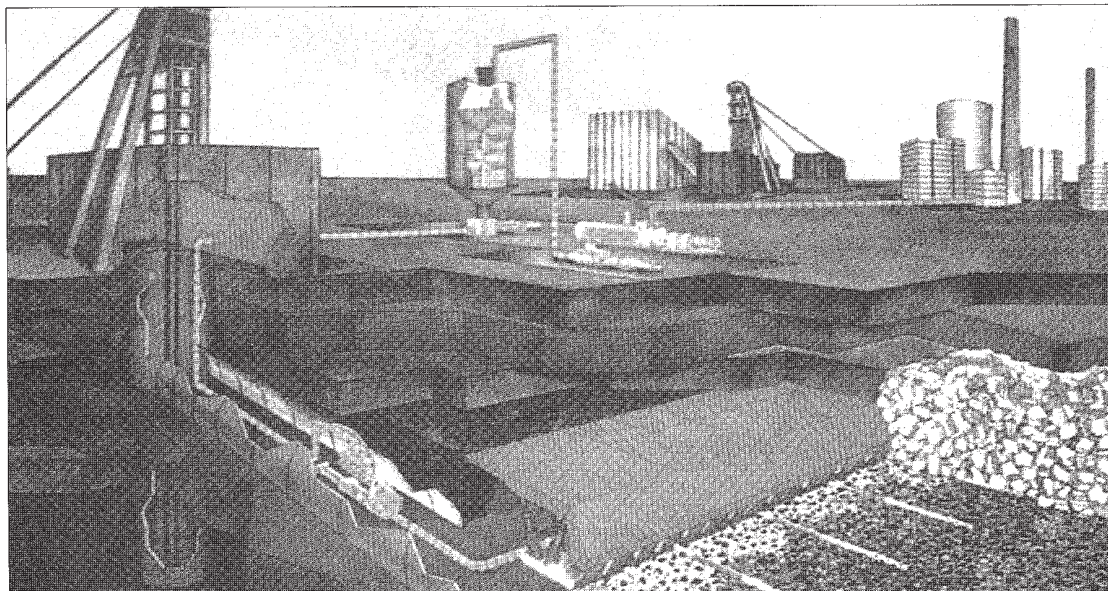


Abb. 1 zeigt die aufgenommene Meßkurve (Drehmoment und Winkelgeschwindigkeit) einer Flotationsbergesuspension und die Approximationen mit den Gl. (5) und (7). Die Herschel-Bulkley Anpassung gibt die Meßkurve bestens wieder. Sie wird in der Abbildung von den Meßpunkten vollständig überdeckt. Die zugehörige Fließkurve in Abb. 2 deckt sich mit der nach Krieger bestimmten. Die Prandtl-Eyring-Anpassung an den Meßwertesatz ist etwas unvollkommener. Die zugehörige Fließkurve weicht entsprechend von der Herschel-Bulkley Fließkurve ab.

Vollig falsch liegt die vom Viskosimeter selbst berechnete Fließkurve. Die Steuersoftware des Viskosimeters berechnet jeden einzelnen Punkt dieser Kurve nach der Margules-Gleichung, welche nur für newtonsche Fluide gültig ist. Die in der Literatur oft geschilderte und von unterschiedlicher Viskosimetersoftware benutzte Vorgehensweise, Fließgesetze an derart gewonnene Fließkurven anzupassen, muß in Frage gestellt werden.

#### 4 Praktische Anwendung

Im deutschen Bergbau arbeiten Anlagen, die verschiedene feindisperse Rückstände in Form eines konzentrierten Dickstoffes von über Tage aus in untertägige Hohlräume pumpen, unter Gesichtspunkten der Reststoffverwertung und des Versatzes (näheres siehe [4]). Abb. 3 zeigt das Verfahrensprinzip. Aus den verschiedenen Reststoffen wird in einem Mischer ein hochkonzentrierter Dickstoff (Feststoffgehalt bis über 50 Vol.-%) konditioniert. Der Dickstoff hat ausgesprochen nicht-newtonsche Fließeigenschaften. Nach Zwischenspeicherung in einem großen Rührbehälter wird er mit hydraulischen Kolbenpumpen durch eine mehrere Kilometer lange Rohrleitung in das untertägige Abbaufeld gefördert (Typische Daten: Pipelinelänge 7000 m, Rohrdurchmesser 200 mm, Gesamtdruckverlust bis zu 250 bar, Förderkapazität 100 m<sup>3</sup>/h).

Für den Betrieb ist es erforderlich, die Fließeigenschaften des Dickstoffes präzise auf die Förderanlage abzustimmen. Bei zu großen Fließwiderständen erreicht die Anlage nicht ihre volle Kapazität. Bei einer zu großen Fließgrenze können sogar Verstopfungsprobleme auf-

series. In each case however, the series converges very rapidly. For the case  $n = 1$ , eq. (5b) reduces to the Reiner-Rivlin equation, while for a zero yield stress, it reduces to the Margules equation.

Using these equations and measured values of  $\omega_j(M_j)$ , one can determine the equation parameters ( $\tau_0$ ,  $K$ ,  $n$ , or  $A$  and  $B$ ) using least squares approximations. The nonlinearity inherent in the relationships requires that one use an iterative procedure. Good results have been obtained using an algorithm reported by Levenberg and Marquardt (see reference [3]).

Figure 1 shows measured curves and fits of eqs. (5) and (7), respectively, of the angular velocity as a function of torque for a flotation tailings suspension. The Herschel-Bulkley equation provides the best fit of the experimental data; the measured points actually completely cover the Herschel-Bulkley curve. The corresponding flow curve is shown in Fig. 2; it lies on top of the flow curve calculated according to Krieger's method. The Prandtl-Eyring fit shown in Fig. 1 does not show the same excellent agreement with the measured data and the corresponding flow curve deviates significantly from the Herschel-Bulkley equation.

The flow curve calculated by the instrument itself does not agree at all with the true data. The viscometer software calculates the flow curve using the Margules equation, which is only valid for Newtonian fluids. This brings into question a practice that is often seen in the literature: applying constitutive equations to flow curves that have been calculated using software included with the viscometer.

#### 4 Practical Applications

The German mining industry uses equipment that pumps various finely dispersed residues as a concentrated slurry. The suspension is conveyed from surface sites into underground cavities for material recycling and/or stowing (for further details, see reference [4]). The procedure is shown in Fig. 3. From the various residues, a highly concentrated slurry with a solids volume fraction over 50 % is obtained by processing the ingredients in a mixer. The slurry has





#### Schubspannung/shear stress:

$$\tau = \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot r^2} \quad (1)$$

#### Schergefälle allgemein/shear rate, expressed generally:

$$\dot{\gamma} = r_1 \cdot \left( \frac{\delta \omega}{\delta r} \right)_{r=r_1} = f(\tau) \quad (2)$$

#### Schergefälle nach /shear rate, as expressed by/Krieger:

$$\dot{\gamma}(\tau) = 2 \cdot \tau \cdot \left( \frac{\delta \omega}{\delta \tau} \right) + \left( \tau \cdot \frac{r_1^2}{r_a^2} \right) = 2 \cdot \sum \left( \frac{r_1^2}{r_a^2} \right) \cdot \tau \cdot \left( \frac{\delta \omega}{\delta \tau} \right)_{\tau=\tau} \cdot \left( \frac{r_1^2}{r_a^2} \right) \quad (3)$$

#### Herschel-Bulkley Fließgesetz/constitutive equation:

$$\tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma}^n \quad (4)$$

#### Ringraumströmung/flow between concentric cylinders:

Durch Einsetzen von (4) in (2) entsteht eine Differentialgleichung. Der Integrand ist ein Binomisches Differential, das nach dem Binomischen Lehrsatz in einer Reihe entwickelt wird. Aus der Integration der Reihenglieder folgt:

By substituting (4) in (2), one obtains a differential equation. The integrand is a binomial differential that can be written as a series according to the binomial theorem. After integration, the following series is obtained:

$$\omega(r) = -\frac{1}{2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \left[ \left( \frac{1}{n} \right) \cdot \left( \frac{\tau_0}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left( \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot K} \cdot \frac{1}{r_a^2} \right)^{\frac{1}{n}} + \left( \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot K} \cdot \frac{1}{r^2} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left( \frac{1}{n} \right) \right] \quad (5a)$$

Im Sonderfall/in the special case  $1/n=1, 2, 3, 4 \dots$ :

$$\omega(r) = -\frac{1}{2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \left[ \left( \frac{1}{n} \right) \cdot \left( \frac{\tau_0}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left( \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot K} \cdot \frac{1}{r_a^2} \right)^{\frac{1}{n}} + \left( \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot K} \cdot \frac{1}{r^2} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left( \frac{1}{n} \right) \right] + \left( \frac{\tau_0}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \ln \left( \frac{r_a}{r} \right) \quad (5b)$$

maximaler Außenradius/the maximal outer radius is:

$$r_{a,\max} = \sqrt{\frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot \tau_0}}$$

#### Prandtl-Eyring Fließgesetz/constitutive equation:

$$\tau = A \cdot \sinh \left( -\frac{\dot{\gamma}}{C} \right) \quad (6)$$

#### Ringraumströmung/flow between concentric cylinders:

Durch Einsetzen von (6) in (2) entsteht wiederum eine Differentialgleichung. Nach Substitution mit  $t=1/r^2$  läßt sich die Differentialgleichung analog zur Integraleponentialfunktion entwickeln. Hieraus folgt:

By substituting (6) in (2), one again obtains a differential equation. After substituting  $t=1/r^2$ , the differential equation can be developed analogously to an integral exponential function. The result is:

$$\omega(r) = -\frac{1}{2} \cdot C \cdot \sum_{i=1}^{\infty} \frac{1}{2i-1} \cdot \frac{1}{(2i-1)!} \cdot \left[ \left( \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot A} \cdot \frac{1}{r^2} \right)^{2i-1} + \left( \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot A} \cdot \frac{1}{r_a^2} \right)^{2i-1} \right] \quad (7)$$

treten. Sind die Fließwiderstände hingegen zu gering, kann die bis zu 1000 m hohe Schachtleitung durch ihren hydrostatischen Druck leerlaufen. Hier bildet sich dann ein Vakuum, das zu Kavitation in der Schachtleitung führt.

Da die Reststoffe öfters wechseln, müssen für die verschiedenen Gemische ständig neue Dickstoffrezepturen entwickelt werden. Die Fließeigenschaften dieser Rezepturen wurden bisher überwiegend durch Pumpversuche im Technikum ermittelt. Die geschilderten Fortschritte in der Viskosimetrie ermöglichen es, viele der Pumpversuche durch preisgünstigere Messungen im Labor zu ersetzen.



Tabelle 1:  
Gleichungen

Table 1:  
Equations

|                |                                                                                                         |
|----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| A              | 1. Parameter Prandtl-Eyring Fließgesetz/1st parameter in the Prandtl-Eyring constitutive equation [Pa]  |
| C              | 2. Parameter Prandtl-Eyring Fließgesetz/2nd parameter in the Prandtl-Eyring constitutive equation [1/s] |
| K              | Steifigkeit/consistency [1/s <sup>n</sup> ]                                                             |
| l              | Zylinderlänge/cylinder length [m]                                                                       |
| M              | Drehmoment/torque [Nm]                                                                                  |
| n              | Strukturexponent/power law exponent [-]                                                                 |
| r <sub>1</sub> | Zylinderdurchmesser/outer diameter of inner cylinder [m]                                                |
| r <sub>a</sub> | Meßzellendurchmesser/inner diameter of outer cylinder [m]                                               |
| $\dot{\gamma}$ | Schergefälle/shear rate [1/s]                                                                           |
| $\pi$          | 3.14159...                                                                                              |
| $\tau$         | Schubspannung/shear stress [Pa]                                                                         |
| $\tau_0$       | Fließgrenze/yield stress [Pa]                                                                           |

Tabelle 2:

Symbole

Table 2:

Symbols used

pronounced non-Newtonian flow properties. After provisional storage in a large agitated tank, the slurry is conveyed using a hydraulic reciprocating pump through several kilometers of piping into an underground area (Typical data are: pipeline length 7 000 m; pipe diameter 200 mm; total pressure loss up to 250 bar; conveying capacity 100 m<sup>3</sup>/h).

For successful operation, the flow properties of the slurry must be precisely matched to the conveying equipment operating parameters. If the flow resistance is too high, the equipment cannot operate at the necessary capacity. Blockages may occur if the yield stress of the slurry is too high. On the other hand, if the flow resistance is too low, the pipes emerging from the shaft (which may approach heights of 1000 m) may be pumped dry. In this case, a vacuum can form, causing cavitation in the pipes.

Because the type of residue often changes, different formulations are continuously developed for mixing the slurry. The general flow properties of these formulations are determined via pump experiments in the laboratory. Advances in viscometry such as those presented in this work offer an economical alternative to conducting numerous pump experiments and measurements in the laboratory.



- [1] I. M. Krieger: "Shear Rate in the Couette Viscosimeter"; Transactions of the Society of Rheology, Nr. 12 (1968), p. 5-11
- [2] F. Ebert: "Strömung nicht-newtonscher Fluide", Vieweg und Sohn Verlagsgesellschaft, Braunschweig 1980
- [3] P. Kurzweil: "Modellanalyse leichtgemacht", MC-Mikrocomputer, Nr. 5 (Mai 1990) p. 124-131
- [4] F. Sill; W. Mez; U. Krämer: "Die Bruchhohlraumverfüllung - Entwicklung eines neuen Entsorgungsverfahrens für den Steinkohlenbergbau"; Erzmetall 44 (1991) Nr. 3, p. 140-144