

Viskosimetrie
Messung von Viskositäten und Fließkurven mit
Rotationsviskosimetern mit Standardgeometrie
Normalausführung

DIN
53 019
Teil 1

Viscosimetry; measurement of viscosities and flow curves by means of rotation viscosimeters with standard geometry, normal type

Ersatz für DIN 53 788

Viscosimétrie; mesure des viscosités et des courbes d'écoulement par des viscosimètres à rotation avec géométrie standard, type normal

1 Zweck und Anwendungsbereich

Die Norm beschreibt durch Festlegung bestimmter Geometrieverhältnisse ein Standardfließfeld zur Messung des Fließverhaltens von newtonschen und nicht-newtonschen Flüssigkeiten in Rotationsviskosimetern mit koaxialen Zylindern.

4 Einheit

Die Einheit der dynamischen Viskosität nach dem Internationalen Einheitensystem (SI) ist die Pascalsekunde $(\text{Pa} \cdot \text{s})^2$

$$1 \text{ Pa} \cdot \text{s} = 1 \text{ N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$$

2 Mitgeltende Normen

DIN 1342	Viskosität newtonscher Flüssigkeiten
DIN 13 342	Nicht-newtonsche Flüssigkeiten; Begriffe, Stoffgesetze
DIN 53 018 Teil 1	Viskosimetrie; Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit Rotationsviskosimetern, Grundlagen
DIN 53 018 Teil 2	Viskosimetrie; Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit Rotationsviskosimetern, Fehlerquellen und Korrekturen bei Zylinder-Rotationsviskosimetern

5 Kurzbeschreibung des Meßverfahrens

Die zu untersuchende Flüssigkeit befindet sich in einem Ringspalt zwischen zwei koaxialen Zylindern, von denen der eine mit konstanter Drehzahl rotiert (Rotor), der andere ruht (Stator). Ermittelt werden die Drehzahl und das Drehmoment, das nötig ist, um den Reibungswiderstand der Flüssigkeit im Ringspalt zu überwinden. Aus den geometrischen Abmessungen des Systems sowie den ermittelten Drehmoment- und Drehzahlwerten lassen sich die in der Flüssigkeit herrschende Schubspannung und das Geschwindigkeitsgefälle berechnen.

3 Begriffe

Entsprechend DIN 13 342 soll mit der gewählten Rotationsviskosimeteranordnung in der laminaren Schichtenströmung des Standardfließfeldes das Fließgesetz der zu prüfenden Flüssigkeit, das heißt der Zusammenhang zwischen den Größen Geschwindigkeitsgefälle D und Schubspannung τ bestimmt werden.

$$D = f(\tau); \tau = D \cdot \eta(D^2) \quad (1)$$

Der Quotient aus Schubspannung und Geschwindigkeitsgefälle

$$\frac{\tau}{D} = \eta(D^2) \quad (2)$$

heißt Viskositätsfunktion.

Bei nicht-newtonschen Flüssigkeiten stellt sich die Viskositätsfunktion $\eta(D^2)$ und damit die Viskosität η als abhängig vom Geschwindigkeitsgefälle D (bzw. von der Schubspannung τ) dar, während bei newtonschen Flüssigkeiten die Viskositätsfunktion eine Konstante – also unabhängig von D – ist und damit die dynamische Viskosität η liefert¹⁾. Darüber hinaus ist sowohl newtonsches als auch nicht-newtonsches Fließverhalten von den Zustandsgrößen Druck und Temperatur abhängig.

Nach DIN 13 342 nennt man *Fließkurve* die Darstellung des Fließgesetzes mit der Schubspannung τ als Abszisse und dem Geschwindigkeitsgefälle D als Ordinate. Auch die umgekehrte Achsenzuordnung ist üblich.

Viskositätskurve heißt die Darstellung des Fließgesetzes mit der Schubspannung τ oder dem Geschwindigkeitsgefälle D als Abszisse und dem Quotienten τ/D als Ordinate.

6 Bezeichnung des Verfahrens

Prüfung DIN 53 019 – T 01 – 80

Benennung _____
DIN-Hauptnummer _____
Zusatz Teil 1 _____
die zwei letzten Ziffern des Ausgabejahres der Norm _____

7 Vorbereitung der Probe

Hier sind die grundsätzlichen Überlegungen hinsichtlich Probenahme und Reinheit der Probe zu beachten. Besondere Verfahren zur Vorbereitung und Einbringung der Probe in den Meßspalt sind gegebenenfalls speziellen Prüfnormen zu entnehmen.

8 Prüfgeräte³⁾

8.1 Rotationsviskosimeter

mit koaxialen Zylindern (siehe Bild)

Die geometrischen Abmessungen einer auf ein bestimmtes Viskosimeter abgestimmten Meßeinrichtung werden auf folgende geometrische Verhältnisse festgelegt, die für alle Einsatzbereiche und üblichen Viskosimeterbauarten ein geometrisch ähnliches Fließfeld sicherstellen:

¹⁾ Begriff siehe auch DIN 1342.

²⁾ $1 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ (Millipascalsekunde) = 1 cP (Zentipoise)
 $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N}/\text{m}^2$

³⁾ Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen über normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 4-10, 1000 Berlin 30.

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 4

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN

Frühere Ausgaben:
DIN 53 788: 04.74

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

Änderung Mai 1980:
Gegenüber DIN 53 788 (Vornorm), Ausgabe April 1974,
siehe Erläuterungen.

$$\delta = \left(\frac{R_a}{R_i} \right) \leq 1,1$$

vorzugsweise $\delta = 1,0847$

$$\frac{L}{R_i} \geq 3$$

vorzugsweise $\frac{L}{R_i} = 3$

$$\frac{L'}{R_i} \geq 1$$

vorzugsweise $\frac{L'}{R_i} = 1$

$$\frac{L''}{R_i} :$$

vorzugsweise $\frac{L''}{R_i} = 1$

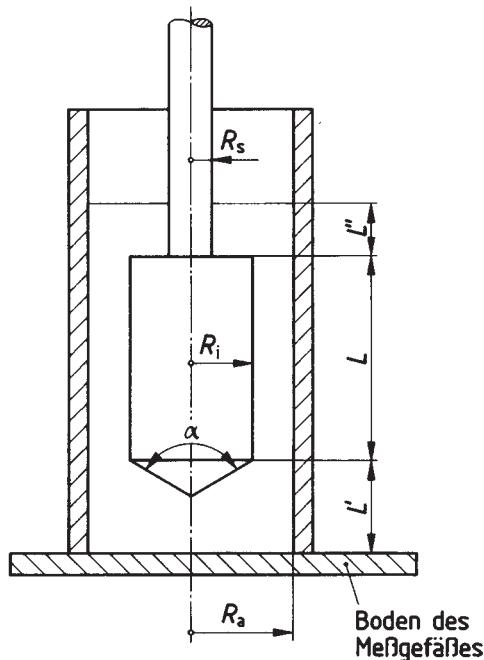
$$\frac{R_s}{R_i} \leq 0,3$$

$$90^\circ \leq \alpha \leq 150^\circ$$

vorzugsweise $\alpha = 120^\circ \pm 1^\circ$

Hierin bedeuten:

- δ Verhältnis des Radius des Außen- zu dem des Innenzylinders;
- L Länge des Innenzylinders;
- L' Abstand der Unterkante des Innenzylinders vom Boden des Außenzylinders;
- L'' eintauchende Schaftlänge;
- R_i Radius des Innenzylinders;
- R_a Radius des Außenzylinders;
- R_s Radius des Schaftes;
- α Öffnungswinkel des Kegels auf der Unterseite des Innenzylinders.



8.2 Thermostat

Die Temperatur der Probe soll auf $\pm 0,2^\circ\text{C}$ eingehalten werden. Diese Abweichungen sind für Temperaturen zwischen 0 und 50°C zulässig. Außerhalb dieses Bereiches sind oft größere zulässige Abweichungen (z. B. $\pm 0,4^\circ\text{C}$) ausreichend. Für genauere Messungen kann es auch notwendig sein, engere zulässige Abweichungen (z. B. $\pm 0,1^\circ\text{C}$) anzuwenden.

Spezielle Prüfnormen enthalten weitere Angaben.

9 Prüftemperatur

Als Prüftemperatur sollte im allgemeinen ($23 \pm 0,2$) $^\circ\text{C}$ eingehalten werden. Wegen der Temperaturabhängigkeit der Viskosität sollen die Prüftemperaturen bei Vergleichsmessungen übereinstimmen.

Näheres regeln die speziellen Prüfnormen.

10 Durchführung

Die blasenfrei eingefüllte Probe wird bei möglichst vielen Geschwindigkeitsgefällen geprüft (entsprechend den am jeweiligen Gerät einstellbaren Geschwindigkeitsstufen oder Geschwindigkeitsprogrammen). Die Meßwerte auf dem ersten Zehntel der Meßskale werden nicht berücksichtigt. Entsprechend den Möglichkeiten der verschiedenen am Markt befindlichen Grundgeräte sind die zum jeweiligen Meßproblem passenden Kombinationen von Innen- und Außenzylinder gemäß dieser Norm auszuwählen.

Man mißt zunächst mit zunehmendem Geschwindigkeitsgefälle, d. h. mit steigenden Drehzahlen, und nach Erreichen der höchstmöglichen Stufe mit abnehmendem Geschwindigkeitsgefälle⁴).

Wenn nichts anderes vereinbart, sind drei Bestimmungen mit jeweils neuer Füllung durchzuführen.

Spezielle Prüfnormen enthalten gegebenenfalls nähere Angaben.

Anmerkung: In aller Regel sollte eine Stoffprobe in mehreren Arbeitszyklen mit jeweils neuer Füllung ausgemessen werden.

11 Überprüfen des Viskosimeters

Die Viskosimeter sind von Zeit zu Zeit zu kalibrieren, zum Beispiel durch Messung der Drehmomentencharakteristik oder mit Standardflüssigkeiten bekannter Viskosität (newtonsche Flüssigkeiten)³).

Wenn dann die durch die Meßpunkte gelegte ausgleichende Gerade nicht durch den Nullpunkt des Koordinatensystems geht, müssen Verfahren und Gerät nach Angaben des Herstellers weitergehend überprüft werden.

12 Auswertung

12.1 Repräsentative Schubspannung

Bei Rotationsviskosimetern mit konzentrischen Zylindern sind τ und D im Meßspalt nicht konstant, sondern nehmen von innen nach außen hin ab. Die Variation von D hängt außerdem noch vom Fließgesetz ab.

Zur Berechnung von τ und D geht man am zweckmäßigsten von repräsentativen Werten aus, die nicht am Außenradius R_a oder Innenradius R_i des Meßsystems, sondern an einem bestimmten geometrischen Ort innerhalb des Meßspaltes auftreten. Wie sich in Strengre zeigen läßt, entsprechen diese repräsentativen Werte τ_{rep} und D_{rep} für praktisch alle vorkommenden Stoffsysteme den Werten τ und D der wahren Fließkurve⁵).

τ_{rep} ist in einer für die gegebenen Geometrieverhältnisse sehr guten Näherung als arithmetischer Mittelwert der Schubspannung am Außen- und Innenzylinder definiert.

³) Siehe Seite 1

⁴) Auf diese Weise lassen sich auch Thixotropie und Rheopexie, allerdings nur qualitativ, erfassen.

⁵) H. Gieseckus, G. Langer: Die Bestimmung der wahren Fließkurven nicht-newtonscher Flüssigkeiten und plastischer Stoffe mit der Methode der repräsentativen Viskosität. Rheologica Acta **16** (1977), No 1, S. 1–22.