



Visko Fibel

THEORIE UND PRAXIS DER VISKOSIMETRIE
MIT GLAS-KAPILLARVISKOSIMETERN

SI Analytics

a xylem brand



Willkommen bei SI Analytics!

Bereits mit unserem Firmennamen SI Analytics drücken wir unsere Kernkompetenz - die Herstellung von Analysengeräten - aus. Außerdem steht SI stellvertretend für die Hauptprodukte unseres Unternehmens: Sensoren und Instrumente.

Aus der Historie der SCHOTT® AG hervorgegangen verfügt SI Analytics über rund 80 Jahre Erfahrung in der Glastechnik sowie der Entwicklung von Analysengeräten. Nach wie vor werden unsere Produkte mit hohem Anspruch an Innovation und Qualität in Mainz gefertigt. Die Elektroden, Titratoren und Kapillarviskosimeter werden auch in Zukunft überall dort zu Hause sein, wo Know-how in der Analysenmesstechnik gefragt ist.

Seit 2011 gehört SI Analytics zu dem börsennotierten Unternehmen Xylem Inc., mit Hauptsitz in Rye Brook / N.Y., USA. Xylem ist ein weltweit führender Anbieter von Problemlösungen zum Thema Wasser.

Wir freuen uns, Ihnen die Visko Fibel vorstellen zu können!

Sie ersetzt die bisherige Broschüre „Theorie und Praxis der Kapillarviskosimetrie“. Diese wurde aktualisiert, neu strukturiert und gestaltet. Der Informationsgehalt einiger Bereiche wie z.B. der Polymeranalytik wurde gesteigert und spezielle Themengebiete wie die hydrodynamischen Grundlagen in einen eigenen Anhang verschoben, um den Leser nicht durch zu viel Theorie abzuschrecken.

Der Fokus wurde auf praktische und allgemeine Informationen gelegt, die jeder Anwender der Kapillarviskosimetrie benötigt. Dabei sind sowohl Laborerfahrungen als auch Richtlinien der gültigen Normen berücksichtigt. Wir hoffen Ihnen damit einen treuen Begleiter für den Laboralltag zur Seite zu stellen, den Sie gewinnbringend nutzen können.

Wir von SI Analytics freuen uns, auch in Zukunft erfolgreich mit Ihnen zusammen zu arbeiten.

SI Analytics GmbH

Dr. Robert Reining
Geschäftsführer

INHALTSVERZEICHNIS

KAPITEL 1

Viskosität - Rheologie

- 1.1 Einführung..... 7
- 1.2 Nicht-Newtonsches Fließverhalten11
- 1.3 Prinzipien der Viskositätsmessung.....13

KAPITEL 2

Grundlagen der Kapillarviskosimetrie

- 2.1 Messprinzip.....14
- 2.2 Ausführungsformen von Glas-Kapillarviskosimetern16

KAPITEL 3

Messung der Durchflusszeit

- 3.1 Manuelle Zeitmessung19
- 3.2 Automatische Zeitmessung.....19

KAPITEL 4

Verfahren zur Viskositätsermittlung

- 4.1 Vernachlässigung der HC-Korrektur.....23
- 4.2 Anwendung der HC-Korrektur25
- 4.3 Experimentelle Bestimmung der individuellen
HC-Korrektur (gemäß DIN 51562-3).....26
- 4.4 Beispiele zur Viskositätsermittlung28

KAPITEL 5

- Kalibrierung 29

KAPITEL 6

Handhabung von Kapillarviskosimetern

6.1 Allgemeine Richtlinien zur Auswahl des Messsystems	32
6.2 Reinigung von Kapillarviskosimetern.....	35
6.3 Vorbereitung der Messung	38
6.4 Durchführung der Messung	41

KAPITEL 7

Fehlerquellen und spezielle Korrekturen

7.1 Korrigierbare Fehler und Korrekturen	47
7.2 Nicht korrigierbare Fehler.....	51
7.3 Fehlersuchtafel	53

KAPITEL 8

Spezielle Applikationen

8.1 Prüfung von Kunststoffen.....	57
8.2 Viskositätsbestimmung von Ölen und Additiven	68
8.3 Lebensmittelprüfung	71

Anhang A

Verwendete Formelzeichen und Einheiten

Literaturverzeichnis

Normen

Autoren Erstausgabe:

Prof. Dr.-Ing. habil. Jürgen Wilke

Dr.-Ing. Holger Kryk

Dr.-Ing. Jutta Hartmann

Dieter Wagner

grundlegende Überarbeitung, Aktualisierung und
Neuausgabe (© 2015):

Dr. Andreas Eich

KAPITEL 1

VISKOSITÄT-RHEOLOGIE

1.1 Einführung

Gegenstand dieser Visco-Fibel ist die Viskosimetrie mit Glas-Kapillarviskosimetern.

Die Viskosimetrie beschäftigt sich mit der Bestimmung der Viskosität und ist ein Teilgebiet der Rheologie, die sich wissenschaftlich mit dem Fließ- und Deformationsverhalten von Materialien beschäftigt. In der Rheologie werden vor allem viskoelastische ("halb feste") Stoffe untersucht, die bezüglich ihrer mechanischen Eigenschaften zwischen einer Flüssigkeit und einem Feststoff einzuordnen sind.

Mit Glas-Kapillarviskosimetern wird ausschließlich die Viskosität von Proben mit idealem Fließverhalten ("Newtonsche Flüssigkeiten") gemessen. Dieser Abschnitt erläutert kurz den Unterschied zwischen idealen und nicht idealen Fließeigenschaften. Weitere Informationen zur Rheologie finden sich in [1,19].

Die Viskosität charakterisiert die innere Reibung, von Flüssigkeiten und Gasen. Befindet sich zwischen zwei planparallelen Platten ein fluides Medium, so erfordert das Verschieben der oberen Platte einen Kraftaufwand.

Die Flüssigkeit kommt im Spalt zum Fließen. Es bildet sich eine Schichtenströmung aus (Abb. 1).

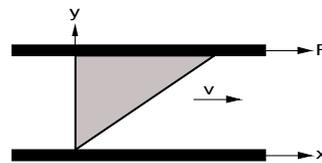


Abb. 1 Grundmodell der Scherung bei laminarer, stationärer Schichtenströmung

Die direkt an die Platten angrenzenden Flüssigkeitsteilchen haften durch Adhäsionskräfte fest an der Oberfläche. Damit nimmt die der bewegten Platte benachbarte Flüssigkeitsschicht die Geschwindigkeit der Platte an. Alle angrenzenden Schichten bleiben in zunehmendem Abstand zur bewegten Platte immer weiter zurück. Ursache dafür sind Kohäsionskräfte, die der gegenseitigen Verschiebung der einzelnen Schichten entgegenwirken.

Visko Fibel

Die Schubspannung τ ist der Quotient aus der Kraft F bezogen auf die Grenzfläche A der Flüssigkeit, auf welche die Kraft wirkt

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (1.1)$$

Das Geschwindigkeitsgefälle, die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ ist der Differentialquotient:

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dy} \quad (1.2)$$

Nach dem Newtonschen Viskositätsgesetz ist die Schubspannung τ zur Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ proportional:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (1.3)$$

Der Proportionalitätsfaktor η (gesprochen "eta") wird als dynamische Viskosität bezeichnet.

Die Masseinheit ist $\text{Pa} \cdot \text{s}$, wobei die Angabe bei niederviskosen Proben meist in $\text{mPa} \cdot \text{s}$ erfolgt und damit zahlenmäßig der früheren Einheit cP (Centipoise) entspricht:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \left[\frac{\text{Ns}}{\text{m}^2} \right] = \left[\text{Pa} \cdot \text{s} \right] \quad (1.4)$$

Das Verhältnis von dynamischer Viskosität η und Dichte ρ bezeichnet man als kinematische Viskosität ν (gesprochen "ny"):

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = \left[\frac{\text{m}^2}{\text{s}} \right] \quad (1.5)$$

Zweckmäßigerweise verwendet man die Einheit mm^2/s , die dann zahlenmäßig der früheren Einheit cSt (Centistokes) entspricht.

Bei Newtonschen Flüssigkeiten bleibt die Viskosität bei Änderung der Schergeschwindigkeit konstant. Infolge der unterschiedlichen Größe, Gestalt und Wechselwirkung der Moleküle kann sich η in sehr weiten Grenzen ändern.

Beispiele:

n-Pentan	0,230 mPas (20 °C)
Wasser	1,002 mPas (20 °C)
Propantriol (Glycerin)	1480 mPas (20 °C)

Temperaturabhängigkeit der Viskosität

Beim Fließen werden unter Energieaufwand (Aktivierungsenergie) Flüssigkeitsmoleküle gegeneinander verschoben. Der Anteil der Moleküle, die diese Energie haben, hängt von der Temperatur ab und wird durch die Boltzmann-Verteilung beschrieben.

Dies führt zu der Beziehung:

$$\eta = k \cdot e^{-\frac{E_{\text{visk}}}{RT}} \quad (1.6)$$

k	<i>Proportionalitätsfaktor</i>
E_{visk}	<i>Aktivierungsenergie des viskosen Fließens</i>
R	<i>Gaskonstante</i>
T	<i>absolute Temperatur</i>

Danach nimmt η bei Flüssigkeiten mit steigender Temperatur stark exponentiell ab. In der Regel ist die Abnahme um so größer, je höher die Absolutwerte der Viskosität sind und je niedriger die Temperatur ist.

Dieser Effekt ist von großer praktischer Bedeutung z.B. in der Schmieringstechnik, wie später gezeigt wird.

Neben der Temperatur wirkt sich auch der Druck auf die Viskosität aus: Eine Zunahme des Drucks führt im Allgemeinen zu einer erhöhten Viskosität. Der Effekt tritt im Alltag aber nicht so sehr in Erscheinung, da erst Drucksteigerungen von 10 bis 100 bar (oder noch höher) zu einer signifikanten Viskositätssteigerung von Flüssigkeiten führen. Die Druckabhängigkeit der Viskosität spielt deshalb in der Viskosimetrie mit Glas-Kapillarviskosimetern, die in dieser Visko-Fibel behandelt wird, keine Rolle.

Viskosität von Mischungen/ Lösungen

Bei Mischungen von Flüssigkeiten lässt sich die Viskosität näherungsweise aus den Viskositäten der einzelnen Komponenten nach einer logarithmischen Mischungsregel berechnen.

Beispiel für zwei Komponenten:

$$\ln \eta_{mix} = w_1 \ln \eta_1 + w_2 \ln \eta_2 \quad (1.7)$$

w_1, w_2 : Gewichtsanteile der jeweiligen Komponenten

Diese Regel gilt aber nur für Mischungen aus ähnlichen Komponenten, und für wässrige Lösungen gilt sie generell nicht. Für eine bessere Beschreibung der Realität müssen Gleichungen mit anpassbaren Parametern gewählt werden [2].

Die Viskosität der Lösungen fester Stoffe ist häufig größer als die des reinen Lösemittels. Die Angabe erfolgt meist als relative oder spezifische Viskosität (siehe Kapitel 8).

Ein besonderes Verhalten zeigt die Konzentrationsabhängigkeit der Viskosität von Elektrolytlösungen.

Bewegen sich die Flüssigkeitsschichten mit unterschiedlicher Geschwindigkeit, so treten durch die Deformation der Ionenwolke zusätzliche interionische Wechselwirkungskräfte auf, die sich auf die Reibung zwischen den Schichten auswirken.

Aus der Theorie der interionischen Wechselwirkungen für stark verdünnte Elektrolytlösungen hat H. Falkenhagen das Grenzgesetz der Viskosität abgeleitet:

$$\eta_c = \eta_0 + K\sqrt{c} \quad (1.8)$$

- η_c Viskosität bei der Ionenkonzentration c
- η_0 Viskosität des reinen Lösemittels bei gleicher Temperatur
- K Konstante die von folgenden Einflussgrößen abhängt:
 - Temperatur
 - Dielektrizitätskonstante des Lösemittels
 - Ionenwertigkeiten
 - Ionenbeweglichkeiten

1.2 Nicht-Newton'sches Fließverhalten

Scherverdickung (Dilatanz)

Die Scherviskosität nimmt mit steigender Schergeschwindigkeit zu (Fließverfestigung: Abb. 2, Kurve b).

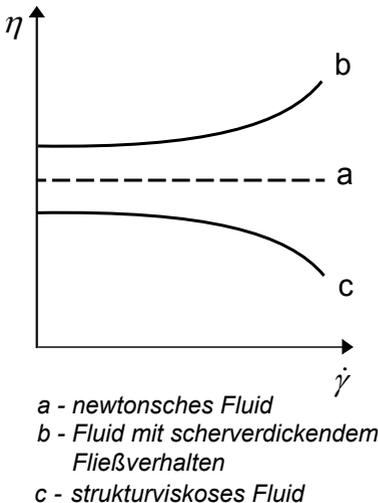


Abb. 2 Viskositätskurven von Fluiden

Scherverdünnung (Pseudoplastizität, Strukturviskosität)

Bei großen Schergeschwindigkeiten nimmt η mit der Schergeschwindigkeit ab (Abb. 2, Kurve c). Bei kleinen Schergeschwindigkeiten haben die Stoffe häufig Newton'sches Verhalten.

Beispiele:

- Lacke
- Thermoplaste,
- Polymerschmelzen
- Klebstoffe
- Additive
- Emulsionen
- Suspensionen

Fließgrenze (Plastizität)

Die Flüssigkeiten beginnen erst bei einer Mindestschubspannung zu fließen. Unterhalb dieser Fließgrenze verhält sich der Stoff wie ein Feststoff.

Beispiele:

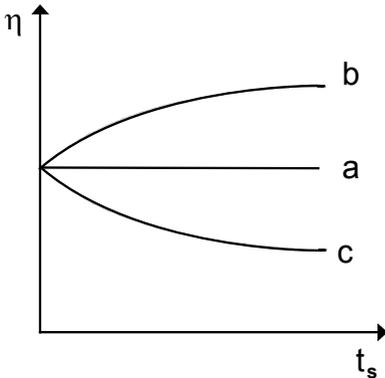
- Farben, Dispensionen, Creme
- Lebensmittel (Mayonnaise)
- Zahnpasta
- Vaseline

Außer diesen schergeschwindigkeitsabhängigen Effekten wird bei einigen nicht-newton'schen Stoffen ein scherzeitabhängiges Fließverhalten beobachtet:

$$\tau = f(\dot{\gamma}, t) \quad (1.9)$$

Visko Fibel

Die Scherviskosität wird also von der Dauer der Scherung beeinflusst (siehe Abb. 3).



- a = scherzeitunabhängiges Fließverhalten*
- b = Rheopexie*
- c = Thixotropie*

Abb. 3 Abhängigkeit der Scherviskosität von der Scherzeit

Man unterteilt in:

Thixotropie

Die Scherviskosität sinkt bei gleichbleibender Schergeschwindigkeit mit zunehmender Scherzeit. In Ruhe baut sich die innere Struktur der Probe wieder auf, so dass die ursprüngliche Ausgangsviskosität nach einer gewissen Ruhezeit wieder erreicht wird. Viele Farben oder Lacke zeigen thixotropes Fließverhalten, um optimales Verlauf- und Ablaufverhalten zu erreichen.

12

Rheopexie

Die Scherviskosität erhöht sich bei gleichbleibender Schergeschwindigkeit mit zunehmender Scherzeit.

Rheopexie wird beispielsweise bei PVC-Plastisolen beobachtet. Sie werden zum Korrosionsschutz von Metallen verwendet. Rheopexie Flüssigkeiten zeichnen sich durch eine allmähliche Strukturbildung bei Scherbeanspruchung aus.

Wie bei der Thixotropie liegt auch Rheopexie nur vor, wenn sich nach der Scherbelastung die Ruheviskosität nach einer gewissen Zeit wieder einstellt.

Viskoelastizität

Die Kombination von viskosem und elastischem Verhalten führt zur Bezeichnung viskoelastische Fluide. Insbesondere Polymer-schmelzen und -lösungen zeigen solche von der Molekularstruktur abhängigen Eigenschaften.

Die Beschreibung von viskoelastischem Verhalten ist zentraler Bestandteil der Rheologie nicht-Newtonscher Flüssigkeiten [1], jedoch ohne Bedeutung für die Viskosimetrie mit Glas-Kapillarviskosimetern.

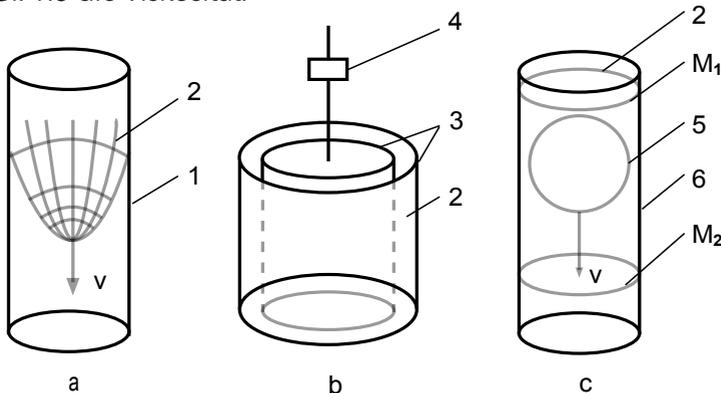
1.3 Prinzipien der Viskositätsmessung

Rheologische Messverfahren verwenden überwiegend mechanische Methoden, da sie auf den mechanischen Größen Spannung und Deformation der Probe basieren.

Viskositätsmessgeräte erzeugen meist eine definierte Scherdeformation (Scherung) und messen die dafür notwendige Schubspannung, oder umgekehrt. Das Verhältnis beider Größen ist nach Gl. 1.3 die Viskosität.

Die wichtigsten Möglichkeiten zur Realisierung der Deformation der Probe zeigt Abb. 4.

Eine ausgefeilte Fertigung und Qualitätssicherung bilden die Grundlage für standardisierte Messsysteme, die hinsichtlich Reproduzierunsicherheit und absoluter Messunsicherheit höchsten Genauigkeitsforderungen entsprechen.



a = Kapillarviskosimeter
b = Rotationsviskosimeter
c = Kugelfallviskosimeter

1 = Kapillare
2 = Probe
3 = koaxiale Zylinder
4 = Drehmoment-Aufnehmer

5 = Messkugel
6 = Glaszylinder
 M_1, M_2 = Messmarken

Abb. 4 Messprinzipien für Viskosimeter

KAPITEL 2

GRUNDLAGEN DER KAPILLARVISKOSIMETRIE

2.1 Messprinzip

In Kapillarviskosimetern wird das zur Viskositätsmessung erforderliche Geschwindigkeitsgefälle in Form einer laminaren Rohrströmung innerhalb einer Messkapillare erzeugt.

Unter idealisierten Voraussetzungen,

- laminare, isotherme, stationärer Strömungszustand
- Newtonsches Fließverhalten der Flüssigkeit
- Druckunabhängigkeit der Viskosität

- Inkompressibilität der Flüssigkeit
- Wandhaftung der Flüssigkeit
- Vernachlässigung der Strömungseinflüsse am Ein- und Auslauf einer hinreichend langen Kapillare

bewegt sich die Flüssigkeit in coaxialen Schichten in Richtung des Druckgefälles durch die Kapillare, wobei sich ein parabolisches Geschwindigkeitsprofil ausbildet (siehe Abb. 5).

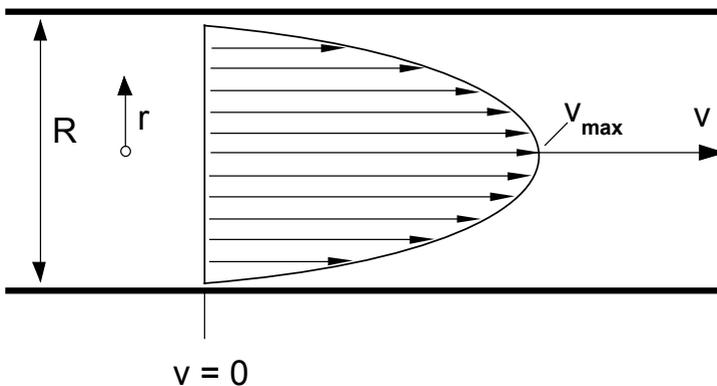


Abb. 5 Geschwindigkeitsprofil bei der laminaren Rohrströmung

Das Gesetz von Hagen-Poiseuille ist die Grundlage* für die Beschreibung der Viskosität aller nach dem Kapillarprinzip arbeitenden Viskosimeter [3, 4]:

$$\frac{V}{t} = \frac{\pi R^4 \Delta p}{8L\eta} \quad (2.1)$$

Für die Viskositätsmessung ergeben sich daraus zwei grundsätzliche Messprinzipien:

- 1) Messung des Volumenstromes durch die Kapillare bei vorgegebenem Differenzdruck
- 2) Messung des Differenzdruckes bei konstantem Volumenstrom der Flüssigkeit durch die Kapillare.

Das erste Messprinzip wird bei der Kapillarviskosimetrie mit Glas-Kapillarviskosimetern ausgenutzt: Der Differenzdruck wird als hydrostatischer Druck auf einfache Weise und sehr gut reproduzierbar vorgegeben. Details zu diesem Messprinzip finden sich ab dem nächsten Abschnitt.

Mit dem zweiten Messprinzip können kontinuierlich arbeitende Viskosimeter gebaut werden, deren Messgenauigkeit von der erzielbaren Genauigkeit bei der

Differenzdruckmessung sowie vom Konstanthalten eines definierten Volumenstromes abhängt.

Anwendungsgebiete sind z.B. Relativmessungen in der Polymeranalytik, bei denen das reine Lösemittel als Bezugsflüssigkeit in einer ersten Kapillare eingesetzt wird. Die Probe befindet sich wie bei einem Chromatographie-System in einer Probenschleife zwischen der ersten und einer zweiten Kapillare, die mit der ersten Kapillare in Reihe geschaltet ist - dadurch wird erreicht, dass die Probe nur durch die zweite Kapillare fließt und der Volumenstrom in beiden Kapillaren gleich ist. Der aus dem Volumenstrom resultierende Druckabfall wird über beide Kapillare gemessen und als relative Viskosität ausgewertet.

Ein weiteres Anwendungsgebiet des ersten Messprinzips ist die Messung der Viskosität von Kunststoffschmelzen. Die Probe wird mit hohem Druck durch die Kapillare gepresst. Dabei werden kurze Kapillaren, häufig Spalte vorgegebener Geometrie eingesetzt (Hochdruck-Kapillarviskosimetrie).

* Bei realen Rohrströmungen in Kapillarviskosimetern müssen u.U.

2.2 Ausführungsformen von Glas-Kapillarviskosimetern

Bei Niederdruck-Kapillarviskosimetern wird die Viskosität über die Durchflusszeit eines definierten Flüssigkeitsvolumens durch eine Messkapillare gemessen.

Treibende Kraft ist der hydrostatische Druck der Flüssigkeitssäule. Zur Erzielung höherer Schergeschwindigkeiten kann auch mit Überdruck gearbeitet werden.

Unabhängig von der spezifischen konstruktiven Ausführung weisen die meist u-förmigen Glaskörper häufig kugelförmige Erweiterungen auf, deren Volumen die Füllmenge bestimmt. Messmarken am Glaskörper oder exakt fixierte Sensoren ermöglichen die zeitliche Detektion des Meniskus-Durchgangs (Grenzschicht Probe/Luft), wodurch die Durchflusszeit eines so begrenzten Messvolumens mit Messunsicherheiten $< 1/10$ s gemessen werden kann.

Abb. 6 zeigt die zwei grundsätzlichen Viskosimetertypen nach OSTWALD und UBBELOHDE .

Bei beiden Viskosimetern wird die zu untersuchende Flüssigkeit über das Füllrohr (3) in das Vorratsgefäß (4) eingefüllt. Da die mittlere Druckhöhe beim OSTWALD Viskosimeter von der Füllmenge abhängt, sind die vorgeschriebenen Messvolumina unbedingt einzuhalten. Zum Füllen wird deshalb eine Pipette verwendet. Die Probe wird zur Messung in das Rohr (2) gesaugt. Gemessen wird die Zeit, die der Meniskus benötigt, um von Messmarke M_1 auf Messmarke M_2 (Ringmessmarken) abzusinken.

Bei UBBELOHDE Viskosimetern ist der Übergang von der Kapillare (7) in das Niveaugefäß (6) als Kugelkalotte ausgebildet. In das Niveaugefäß mündet ein zusätzliches Belüftungsrohr (1) (DIN 51562-1, ISO 3105, [2, 32, 33]). Nach dem Einfüllen der Probe über das Füllrohr (3) in das Gefäß (4) wird das Belüftungsrohr (1) verschlossen. Je nach Betriebsweise, drückend oder saugend, wird durch einen Überdruck an Rohr (3) oder durch Ansaugen über Kapillarrohr (2), die Kapillare (7), die Messkugel (8) und mindestens bis zur Hälfte die Vorlaufkugel (9) mit der Probe gefüllt.

Nach Belüften von Rohr (1) reißt die Flüssigkeitssäule im Niveaugefäß (6) ab. Es bildet sich am Ausgang der Kapillare das sogenannte hängende Niveau (siehe auch Abb. 22) aus. Aus diesem Grund darf nur eine begrenzte Probenmenge (zwischen max./min.-Füllmarken (5)) eingefüllt werden.

Während der Messung läuft die aus der Kapillare ausfließende Flüssigkeit an der Innenwand des Niveaugefäßes (6) als Film ab. Auf diese Weise ist der hydrostatische Druck der Flüssigkeitssäule unabhängig von der eingefüllten Substanzmenge.

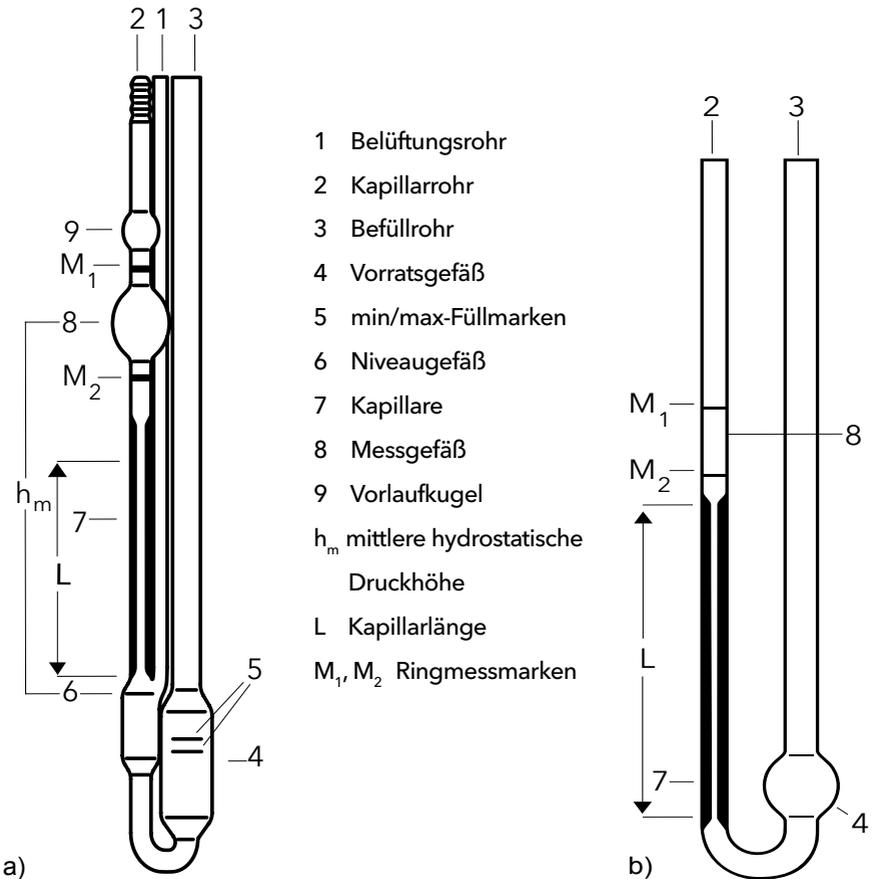


Abb. 6 Glas-Kapillarviskosimeter nach a) UBBELOHDE und b) OSTWALD

Visko Fibel

Durch die geometrische Gestaltung des Niveaugefäßes (6) wird außerdem der Einfluß der Oberflächenspannung auf das Messergebnis nahezu beseitigt.

Auch beim UBBELOHDE-Viskosimeter wird die Zeit gemessen, die der Flüssigkeitsmeniskus benötigt, um von der Ringmessmarke M_1 auf die Ringmessmarke M_2 abzusinken. Bei stark gefärbten, undurchsichtigen Flüssigkeiten kann infolge der Rohrbenetzung der Menisksdurchgang durch die Messmarken visuell nicht erkannt werden. Für den manuellen Betrieb werden in diesem Fall Steigrohrviskosimeter (siehe Abb. 7) eingesetzt (DIN 51366, ISO 3105). Das Viskosimeter wird über Kopf stehend befüllt, indem das Kapillarrohr (2) in die Probe eintaucht und die Probe bis zu einer Füllmarke (3) oberhalb der kugelförmigen Erweiterung eingesaugt wird. Das Rohr (1) wird während der Thermostatisierung verschlossen und zum Messbeginn geöffnet. Zur Messung der Viskosität wird die Durchflusszeit des Meniskus durch die Messmarken M_1 , M_2 und M_3 am Steigrohr (1) erfaßt. Weitere Hinweise zur Handhabung finden sich in Kapitel 6.

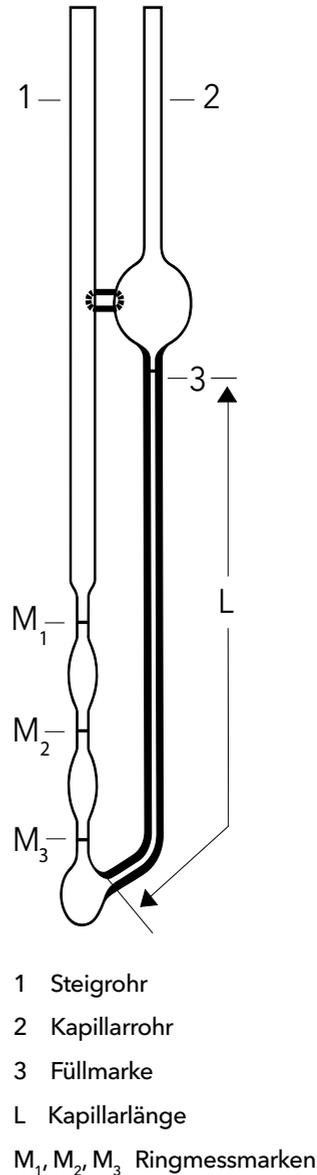


Abb. 7 CANNON-FENSKE-Steigrohrviskosimeter

KAPITEL 3

MESSUNG DER DURCHFLUSSZEIT

3.1 Manuelle Zeitmessung

Im einfachsten Fall wird die Durchflusszeit durch einen Beobachter mittels Stoppuhr erfasst. Dafür gefertigte Glasviskosimeter haben oberhalb und unterhalb der Messkugel eingebrannte Ringmessmarken (siehe Bilder 6, 7).

Die Nachteile der Methode sind :

- Subjektiv bedingte Beobachtungsfehler sowie unterschiedlich schnelles Reaktionsvermögen des Beobachters bei Start und Stop der Zeitmessung führen zu erhöhten Wiederholunsicherheiten und unter Umständen zu systematischen Fehlern.
- Bei undurchsichtigen Substanzen ist der Meniskus nicht erkennbar. Man muss auf die in der Handhabung aufwendigeren und weniger genauen Steigrohrviskosimeter zurückgreifen.

3.2 Automatische Zeitmessung

Aufgaben und Besonderheiten

Bei automatisch arbeitenden Kapillarviskosimetern muss beim Durchgang der Grenzschicht Luft/Messflüssigkeit durch die Messmarken ein elektrisches Signal erzeugt werden.

Es wird als

- *Start- und Stop- Signal für den Zeitmessvorgang,*

sowie als

- *Statussignal für den automatischen Betrieb (Hochpumpen der Flüssigkeit in die Messkugel, Entleeren des Viskosimeters)*

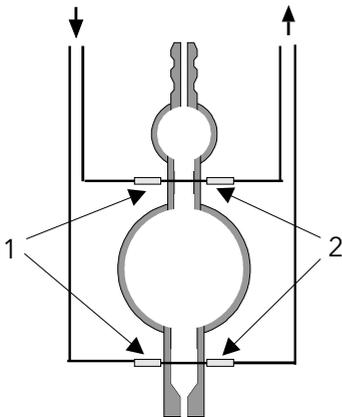
benötigt.

Die Erfassung und Verarbeitung von Zeitsignalen bereitet aus messtechnischer Sicht keine Schwierigkeiten. Die erzielbaren Messunsicherheiten werden bei der praktischen Viskositätsmessung durch die strömungstechnischen Verhältnisse und durch die Erkennung des Meniskusbereiches durch die Messmarken bestimmt.

Der Messgerätehersteller muss durch konstruktive und fertigungstechnische Maßnahmen absichern, dass sich die Viskosimeter-Konstante auch dann nicht verändert, wenn die Messbedingungen von den Kalibrierbedingungen (z. B. Mess- und Kalibriertemperatur) abweichen.

Detektion des Menisksdurchganges

Für diese Aufgabe werden Sensoren eingesetzt, die auf den Unterschied der stofflichen Eigenschaften von Luft und Probe beim Durchgang des Meniskus durch die Messmarken ansprechen.



- 1 = Lichtwellenleiter Input
- 2 = Lichtwellenleiter Output

Abb. 8 Anordnung der optischen Sensoren

Optische Sensoren

Beim Menisksdurchgang ändern sich die optischen Verhältnisse wie Brechung und Reflexion in der Detektionsebene. Dadurch verändert sich auch die Strahlungsintensität des vom Sender zum Empfänger gelangenden Lichts (siehe Abb. 8).

Für den Zeitmessvorgang wird z.B. das von einer Fotodiode bereitgestellte analoge Signal in einen Impuls für Start und Stop der Zeitmessung gewandelt. Als Statussignal für den Zustand „gefüllt“ bzw. „leer“ können Schwellenwerte des analogen Signals festgelegt werden.

- Vorteil:
Universell einsetzbar; einfacher Aufbau
- Nachteil:
Stark gefärbte oder undurchsichtige Flüssigkeiten, vor allem mit starker Wandhaftung, können nicht gemessen werden.

In Viskosimetern der SI Analytics GmbH sind die optischen Sensoren in einem Messstativ aus Metall oder Kunststoff untergebracht. Im Stativ wird das Glasviskosimeter mit einer Klemmverbindung befestigt.

Abb. 8 zeigt die Anordnung der optischen Sensoren im Messstativ am Viskosimeter. Das Licht wird aus dem Stativkopf über Lichtwellenleiter in die Stativschenkel bis an die obere und untere Messebene geführt. Die wasserdichte Versiegelung gestattet es, die Messstative in Flüssigkeitsthermostate zu stellen. Durch eine präzise glastechnische und mechanische Fertigung sowie durch Qualitätssicherungsmaßnahmen wird gewährleistet, dass Glaskörper und Stative beliebig vertauscht werden können, unter Gültigkeit der zertifizierten Viskosimeterkonstanten.

Wärmeleitfähigkeits-Sensoren

Kleine, in Höhe der Messebene eingeschmolzene Thermistoren (NTC-Widerstände) werden durch einen elektrischen Strom aufgeheizt. Infolge der besseren Wärmeleitung der Flüssigkeit kühlt sich der Thermistor beim Übergang Luft/Probe ab, wodurch sich sein elektrischer Widerstand erhöht.

- Vorteil:
Messsignalbildung ist unabhängig von Farbe; Transparenz und Leitfähigkeit der Probe
- Nachteil:
Höherer Fertigungsaufwand (Einschmelzung der Sensoren); Inkrustations- und Verschmutzungsgefahr bei thermisch zersetzbaren Proben.

Abb. 9 zeigt schematisch ein TC-Viskosimeter von SI Analytics. In der Rohrachse gut erkennbar sind die glasummantelten Thermistoren, deren Durchmesser im eingeschmolzenen Kopfteil < 1 mm beträgt.

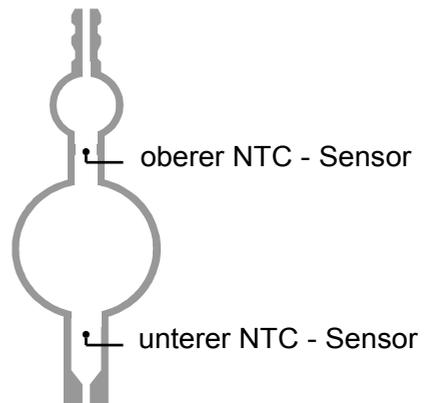


Abb. 9
TC-Viskosimeter von SI Analytics

KAPITEL 4

VERFAHREN ZUR VISKOSITÄTSMITBESTIMMUNG

Der Absolutwert der kinematischen Viskosität wird aus der Durchflusszeit mit Hilfe der Kalibrierkonstante ermittelt.

Den Ausgangspunkt bildet das Modell einer laminaren Rohrströmung, beschrieben durch das Hagen-Poiseuilleschen Gesetz (siehe Gleichung (2.1)).

Als treibender Druck dient der hydrostatische Druck der Flüssigkeitssäule in Form der mittleren Druckhöhe h_m (Bilder 6, 7). Da der Volumenstrom über die Messung der Durchflusszeit t erfasst wird, ergibt sich für die kinematische Viskosität ν :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = \frac{\pi \cdot R^4 \cdot g \cdot h_m}{8LV} t \quad (4.1)$$

Gleichung (4.1) enthält außer der Durchflusszeit ausschließlich Konstanten sowie geometrische Angaben.

Sie können, für ein gegebenes Viskosimeter zu einer charakteristischen Größe, der sogenannten Viskosimeterkonstanten K , zusammengefasst werden:

$$\nu = K \cdot t \quad (4.2)$$

Aufgrund der bei der Fertigung der Geräte unvermeidbaren Toleranzen lässt sich aus den Abmessungen des Viskosimeters nur ein Richtwert der Konstante K berechnen. Der präzise Wert von K wird durch die Kalibrierung jedes einzelnen Viskosimeters bestimmt (siehe Kapitel 5).

Nach Gleichung (4.2) ergibt sich ein linearer Zusammenhang zwischen kinematischer Viskosität und Durchflusszeit. In Abb. 10 ist dies in Form der idealen Kennlinie dargestellt (Kurve a).

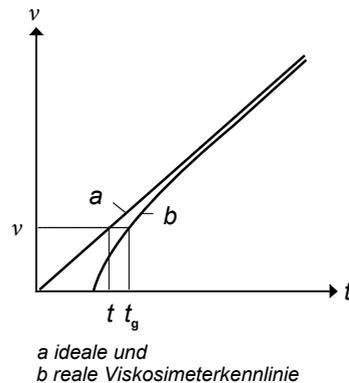


Abb. 10 Viskosimeterkennlinie

Bei Anwendung des Strömungsmodells in Form des Hagen-Poiseuilleschen Gesetzes werden zusätzliche Druckverluste an den Kapillarenden nicht berücksichtigt. Auf Grund der endlichen Kapillarlänge wirken sich aber die Druckverluste im Ein- und Auslauf auf die Messgenauigkeit aus. Bedingt durch diese zusätzlichen Druckverluste ist die gemessene Durchflußzeit t_g größer als die Zeit t , die sich aus dem Hagen-Poiseuilleschen Gesetz ergibt.

Die grundlegenden hydrodynamischen Prozesse wurden erstmals durch Hagenbach [5] und Couette [6] untersucht. Die Differenz zwischen gemessener und theoretischer Durchflußzeit ($t_g - t$) wird deshalb als Hagenbach-Couette-Korrektionszeit (t_H) bezeichnet. (Synonyme Begriffe: HC-Korrektur bzw. Hagenbach-Korrektur [engl.: *kinetic energy correction*]).

$$t = t_g - t_H \quad (4.3)$$

Somit ergibt sich die folgende korrigierte Arbeitsgleichung für Glas-Kapillarviskosimeter:

$$\nu = K \cdot (t_g - t_H) \quad (4.4)$$

Je kleiner die Durchflußzeit ist, umso größer wird die Hagenbach-Couette-Korrektionszeit. Kurve b in Abb. 10 zeigt den realen Kennlinienverlauf. In der Praxis der Viskositätsmessung gibt es prinzipiell drei Möglichkeiten, um den Einfluß der Hagenbach-Couette-Korrektur zu berücksichtigen und somit die kinematische Viskosität der Messsubstanz zu ermitteln.

4.1 Vernachlässigung der HC-Korrektur

Durch die Auswahl von Viskosimetern mit kleinem Kapillardurchmesser (angepasst an die Probenviskosität) erhält man lange Durchflußzeiten. Die HC-Korrektur wird dann so klein, dass im Rahmen der geforderten Genauigkeit eine Korrektur entfallen kann. Die minimale Durchflußzeit, die erreicht werden muss, um die Hagenbach-Couette-Korrektur vernachlässigen zu können, ist je nach Viskosimetertyp und Kapillargröße unterschiedlich. Zudem gibt es auch Unterschiede, je nachdem ob der Absolutwert der Viskosität (z.B. für Messungen von Ölen) oder die relative Viskosität (meist Polymeranalytik) gemessen wird.

4.1.1 Absolutmessungen

Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51562-1

Bei DIN-Ubbelohde-Viskosimetern gelten folgende minimale Durchlaufzeiten:

Größe	Durchflusszeit
0	1000 s
0c	800 s
0a	600 s
I	400 s
Ic und größer	200 s

Micro-Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51562-2

Aufgrund eines kleineren Messvolumens und einer größeren Kapillarlänge ist die Hagenbach-Korrektur bei Mikro-Ubbelohde-Viskosimetern kleiner als bei Ubbelohde-Viskosimetern der Standardgröße. Die Hagenbach-Korrektur kann vernachlässigt werden bei folgenden minimalen Durchlaufzeiten:

Größe	min. Durchflusszeit
MI	70 s
MIc	40 s
MII und größer	30 s

Kurze Durchflusszeiten unter 100 Sekunden sind nur bei Messung mit automatischen Messeinrichtungen (also nicht manuell mit Stoppuhr) zulässig.

Ubbelohde-Viskosimeter nach ASTM D 446

Die Viskosimeter nach ASTM ähneln den DIN-Typen, haben jedoch ein kleineres Messvolumen. Es beträgt 4 ml für die Kapillargrößen 1 bis 4B und 5 ml für die Größe 5. Die für niederviskosen Proben verwendeten Größen 0, 0C bzw. 0B haben kleine Messvolumina von 1, 2 bzw. 3 ml.

Die kleinen Messvolumina wurden gewählt, um den Einfluss der Hagenbach-Korrektur gering zu halten. Deshalb kann die Korrektur für alle Kapillargrößen im Rahmen der spezifizierten Messunsicherheit vernachlässigt werden, wenn die Durchflusszeit min. 200 Sekunden beträgt.

4.1.2 Relativmessungen

Für Relativmessungen in der Polymeranalytik gilt die Norm **ISO 1628**. Hier werden DIN- bzw. ASTM-Ubbelohde-Viskosimeter zur Viskositätsmessung empfohlen. Generell wird in **ISO 1628-1** auf die Verwendung der Hagenbach-Korrektion verzichtet, solange sie max. 3 % der kürzesten Durchlaufzeit - also des Blindwerts (Lösemittel) - beträgt. Folgende Minimalwerte der Durchlaufzeiten werden angegeben:

Größe (DIN/ASTM)	min. Durchlaufzeit
0/0	150
0c/0C	100
0a/0B	100
I/1	75
Ic/1C und größer	50

Bei automatisierten Geräten wird auch eine Unterschreitung dieser Werte erlaubt.

4.2 Anwendung der HC-Korrektion

Der Hersteller berechnet aus den geometrischen Abmessungen HC-Korrektionszeiten als Funktion der Durchflusszeit und gibt diese in den Gerätebeschreibungen an.

Die Grundlagen zur Hagenbach-Couette-Korrektion und deren Berechnung sind in Anhang A beschrieben.

Die HC-Korrektion kann aufgrund von Exemplarschwankungen der Viskosimeter nur näherungsweise berechnet werden. Für genaue Absolutmessungen darf deshalb der berechnete Wert max. 1 % der Durchlaufzeit betragen. Liegt er höher, sind Viskosimeter mit geringerer Kapillargröße zu verwenden - um die Durchlaufzeit zu verlängern -, oder die individuelle HC-Korrektion ist experimentell für die Viskosimeter zu ermitteln.

4.3 Experimentelle Bestimmung der individuellen HC-Korrektion

(nach DIN 51562-3)

Die HC-Korrektion nimmt mit abnehmenden Durchflusszeiten zu und wirkt sich verstärkt auf das Messergebnis aus. Die Viskosimeterkennlinie wird außerdem durch Nachlaufeffekte der Flüssigkeit und durch die beginnende Verformung des hängenden Niveaus bei UBBELOHDE-Viskosimetern beeinflusst.

Sollte eine Unterschreitung des in den Gebrauchsanleitungen empfohlenen Messbereiches unumgänglich sein, muss eine HC-Korrektion für das Viskosimeter experimentell bestimmt werden. Hierzu sind zwei Standardflüssigkeiten bekannter Viskosität zu verwenden, wobei die Viskosität der zu untersuchenden Probe zwischen den Viskositätswerten der Standardflüssigkeiten liegen muss. Je geringer die Differenz der Viskositäten ist, um so genauer ist das Korrektionsverfahren.

Durchführung des Korrektionsverfahrens

1) Ermittlung individueller Werte für die Hagenbach-Korrektion mit den Standard-Flüssigkeiten:

$$t_{H_i} = t_{g_i} - \frac{V_i}{K} \quad i = \{1;2\} \quad (4.5)$$

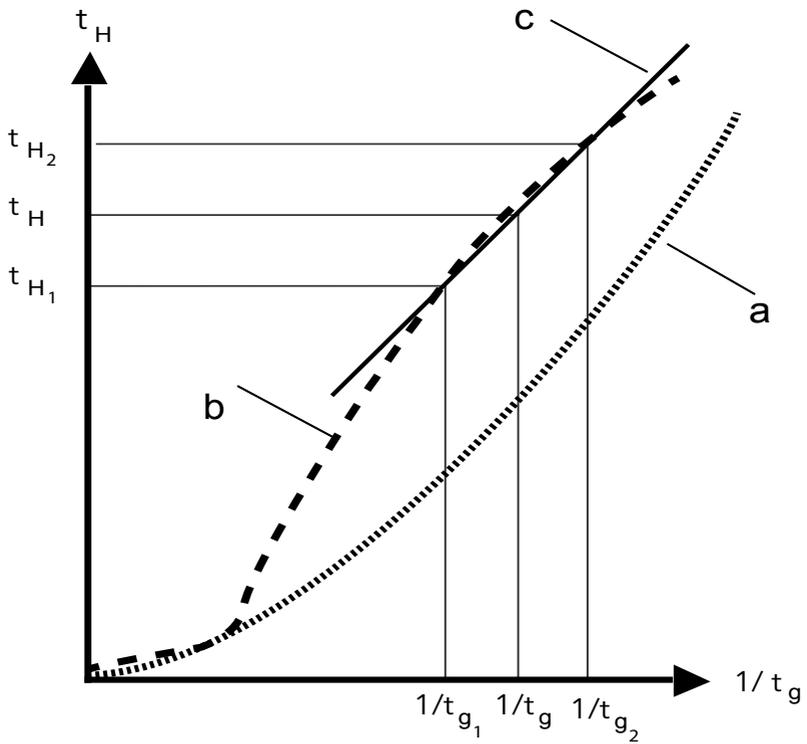
2) Bestimmung der Hagenbach-Korrektion t_H für die Durchflusszeit t_g durch lineare Interpolation zwischen den Werten t_{H1} und t_{H2} :

$$t_H = t_{H_1} - K_{12} \left(\frac{1}{t_g} - \frac{1}{t_{g_1}} \right) \quad (4.6)$$

Dabei beschreibt K_{12} die Steigung der Hagenbach-Korrektion zwischen den Kehrwerten der gemessenen Laufzeiten t_{g_1} und t_{g_2} :

$$K_{12} = \frac{t_{H_1} - t_{H_2}}{\frac{1}{t_{g_2}} - \frac{1}{t_{g_1}}} \quad (4.7)$$

In Abb.11 ist das Korrektionsverfahren graphisch dargestellt.



- a Berechnung der Hagenbach-Korrektur wie in Anhang A ausgeführt (vgl. Gleichung A 1.13)
- b realer Verlauf der individuellen Hagenbach-Korrektur
- c Interpolationsgerade

Abb. 11 Individuelle Hagenbach-Korrektur (DIN 51562-3)

4.4 Beispiele zur Viskositätsmessung

Viskositätsmessung von n-Decan bei 23 °C ($\nu \approx 1,21\text{ mm}^2/\text{s}$) mit UBVELOHDE Viskosimetern

1. Fall

Wahl eines DIN-Ubbelohde-Viskosimeters mit der Kapillare 0

$$\begin{aligned}K &= 0,0009801\text{ mm}^2/\text{s}^2 \\L &= 90\text{ mm} \\V &= 5,7\text{ ml} \\h_m &= 130\text{ mm} \\D &= 0,36\text{ mm}\end{aligned}$$

Messbereich laut Gebrauchsanleitung:

$$0,2 \dots 1,2\text{ mm}^2/\text{s}$$

mittlere gemessene Durchflusszeit:

$$t_g = 1234,57\text{ s}$$

Die HC-Korrektionszeit beträgt ca. 0,3 s. Das entspricht etwa 0,025 % der Durchflusszeit. Es ist somit keine signifikante Veränderung des Messergebnisses durch Vernachlässigung der HC-Korrektionszeit zu verzeichnen.

Berechnung der Viskosität:

$$\begin{aligned}\nu &= K \cdot t_g \\ \nu &= 0,0009801\text{ mm}^2/\text{s}^2 \\ &\quad \cdot 1234,57 \\ &= 1,210\text{ mm}^2/\text{s}\end{aligned}$$

2. Fall

Wahl eines Viskosimeters mit der Kapillare I

$$\begin{aligned}K &= 0,01050\text{ mm}^2/\text{s}^2 \\L &= 90\text{ mm} \\V &= 5,7\text{ ml} \\h_m &= 130\text{ mm} \\D &= 0,63\text{ mm}\end{aligned}$$

Messbereich laut Gebrauchsanleitung:

$$1,2 \dots 10\text{ mm}^2/\text{s}$$

mittlere gemessene Durchflusszeit:

$$t_g = 116,05\text{ s}$$

Berechnete HC-Korrektionszeit wie im Anhang A gezeigt (vgl. Gleichung (A 1.13))

$$t_H = 0,69\text{ s}$$

Berechnung der Viskosität:

$$\begin{aligned}\nu &= K \cdot (t_g - t_H) \\ \nu &= 0,0105\text{ mm}^2/\text{s}^2 \\ &\quad \cdot (116,05 - 0,69)\text{ s} \\ &= 1,211\text{ mm}^2/\text{s}\end{aligned}$$

3. Fall

Wahl eines Viskosimeters mit der Kapillare Ic

$$K = 0,03032 \text{ mm}^2 / \text{s}^2$$

$$L = 90 \text{ mm}$$

$$V = 5,7 \text{ ml}$$

$$h_m = 130 \text{ mm}$$

$$D = 0,84 \text{ mm}$$

Meßbereich laut
Gebrauchsanleitung:

$$3 \dots 30 \text{ mm}^2 / \text{s}$$

mittlere gemessene
Durchflusszeit:

$$t_g = 39,95 \text{ s}$$

Berechnete HC-Korrektionszeit
(nach Gleichung A 1.13)

$$t_H = 1,03 \text{ s}$$

Der Messbereich des Viskosimeters wurde unterschritten. In diesem Falle sollte auf ein Viskosimeter mit geringerem Kapillardurchmesser zurückgegriffen werden. Ist dies nicht möglich, so muss für Präzisionsmessungen die individuelle HC-Korrektionszeit experimentell bestimmt werden.

KAPITEL 5

KALIBRIERUNG

Die Viskosimeterkonstante K wird durch Kalibrierung jedes Glas-Kapillarviskosimeters individuell ermittelt. Durch den Einsatz von Referenz-Messnormalen mit sehr geringer Messunsicherheit garantiert SI Analytics eine reproduzierbare Kalibrierung höchster Präzision.

Messprinzip

Die Bestimmung der Konstanten erfolgt bei SI Analytics durch gleichzeitige Durchflusszeitmessung in den zu kalibrierenden Viskosimetern (Prüflingen) und in Referenz-Messnormalen, deren Konstanten durch Prüfung bei der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Braunschweig ermittelt wurden.

Dieses Kalibrierverfahren wird als Kalibrierung durch Direktvergleich bezeichnet, im Unterschied zur Kalibrierung mit Kalibrierflüssigkeiten.

Ein wesentlicher Vorteil besteht darin, dass eine Abweichung der Absoluttemperatur vom Sollwert nicht zu einer Erhöhung der

Visko Fibel

Messunsicherheit führt, solange die Temperatur im Thermostat badzeitlich und räumlich konstant ist. Trotzdem wird bei SI Analytics unter Verwendung zertifizierter Thermometer die Kalibriertemperatur auf $23,00\text{ °C} \pm 0,02\text{ °C}$ eingestellt.

Realisierung

In einem Thermostatenbad mit einer Temperaturunsicherheit von $\max \pm 0,02\text{ °C}$ wird von mehreren Glas-Kapillarviskosimetern die Durchflusszeit einer Prüflüssigkeit gemessen.

Unter diesen Viskosimetern befindet sich ein Referenz-Messnormal, aus dessen Durchflusszeit die kinematische Viskosität der Prüflüssigkeit errechnet wird.

Prüflüssigkeiten müssen bei der Kalibrierung durch Direktvergleich keine Referenz-Messnormale sein - die Viskosität der Prüflüssigkeiten wird ja in dem Referenzviskosimeter bestimmt.

Zur Überprüfung werden jedoch bei SI Analytics als Prüflüssigkeit Newtonsche Normalproben des Deutschen Kalibrierdienstes (DKD) eingesetzt - die gemessene Viskosität der Prüflüssigkeit kann auf diese Weise auf seine Plausibilität geprüft werden.

Die Konstanten der Prüflinge werden aus der kinematischen Viskosität der Prüflüssigkeit und der Durchflusszeit ermittelt (siehe Abb. 12).

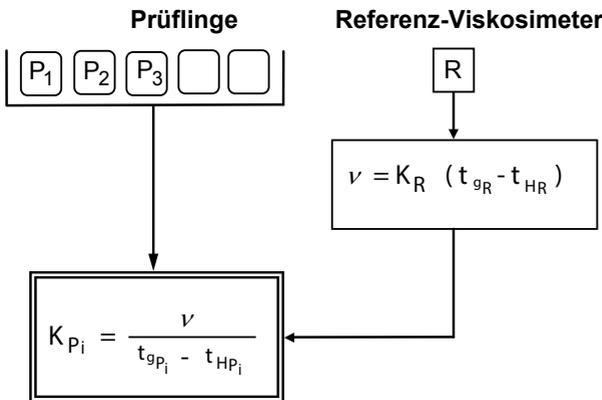


Abb. 12 Durchführung der Kalibrierung von Glas-Kapillarviskosimetern

Jede Kalibrierung kann die messtechnische Richtigkeit der Viskosimeter-Konstanten nur für einen begrenzten Zeitraum garantieren. Deshalb wird empfohlen, die Konstanten turnusmäßig zu überprüfen oder durch den Hersteller überprüfen zu lassen. Die Prüfung kann entweder durch Vergleichsmessungen mit Referenz-Messnormalen (siehe oben) oder mit Normalflüssigkeiten des Deutschen Kalibrierdienstes (DKD) erfolgen. Bei Nutzung von Normalölen ist jedoch die Limitierung der Genauigkeit des Prüfverfahrens durch die Unsicherheit der Normalöl-Viskositätsangabe zu beachten.

Siehe auch **DIN 51562-4**: Viskosimeter-Kalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit.

Kalibrierung der Viskosimeter an nationalen metrologischen Instituten

Die Kalibrierung von Viskosimetern wird rückgeführt auf die Viskosität von Wasser, für die folgende Werte international (**ISO / TR 3666:1998**) gültig sind:

$$\eta = 1,0016 \text{ mPas (20° C)}$$

$$\nu = 1,0034 \text{ mm}^2 / \text{s}.$$

An metrologischen Instituten werden Master-Viskosimeter mit einer besonderen Kapillarlänge von 400 mm eingesetzt. Durch Vergleich der Durchflusszeit von Wasser mit denen von höherviskosen Kalibrierflüssigkeiten im identischen Viskosimeter sowie der Durchflusszeiten gleicher Flüssigkeiten in Viskosimetern unterschiedlicher Kapillargröße (Step-up-Verfahren) wird der Viskositätswert von Wasser letztendlich auch als Bezugsnormal für Viskosimeter großer Kapillargrößen genutzt, in denen Wasser nicht gemessen werden kann.

Viskosimeter für den industriellen Einsatz haben in der Regel kürzere Kapillaren (70 - 250 mm).

KAPITEL 6

HANDHABUNG VON KAPILLAR- VISKOSIMETERN

6.1 Allgemeine Richtlinien zur Auswahl des Messsystems

Auswahl des Viskosimetertyps

Zur Messung von durchsichtigen Flüssigkeiten können folgende Viskosimeter von SI Analytics verwendet werden:

- UBBELOHDE-Viskosimeter
- OSTWALD-Viskosimeter
- CANNON-FENSKE-Routine Viskosimeter

Hierbei sind Geräte für manuelle oder automatische Messungen mit optoelektrischer Detektion des Meniskusdurchgangs nutzbar. Auch der Einsatz von TC-UBBELOHDE-Viskosimetern mit Thermistor-Sensoren ist möglich. UBBELOHDE-Viskosimeter sollten wegen der in Kapitel 2 genannten Vorteile in den meisten Anwendungsfällen den anderen Typen vorgezogen werden.

Ausnahme: Bei Viskosimetern ohne Belüftungsrohr (OSTWALD und CANNON-FENSKE) treten weniger Blasen auf. Diese Viskosimeter sind bei Messungen von leicht schäumenden oder blasenbildenden Flüssigkeiten einzusetzen, da Schaum oder Blasen die Funktion der Lichtschranken beeinträchtigen.

Aufgrund des Belüftungsrohrs der UBBELOHDE-Viskosimeter sollten diese nicht für Proben verwendet werden, die chemische Reaktionen mit der Umgebungsluft eingehen. Hier sind OSTWALD- und CANNON-FENSKE-Routine Viskosimeter vorzuziehen.

Stehen nur geringe Substanz- oder Lösemittelmengen zur Verfügung, bietet sich der Einsatz von Mikro-UBBELOHDE- oder Mikro-OSTWALD-Viskosimetern an.

Hoch- bzw. Tieftemperaturmessungen sollten aus Gründen temperaturbedingter Volumenänderungen der Messsubstanz grundsätzlich in UBBELOHDE-Viskosimetern durchgeführt werden.

Zur manuellen Messung von undurchsichtigen Flüssigkeiten stehen CANNON-FENSKE-Steigrohrviskosimeter zur Verfügung. Für die automatische Viskositätsbestimmung von undurchsichtigen Ölen und Emulsionen eignen sich TC-UBBELOHDE-Viskosimeter. Da die Thermistor-Sensoren glasummantelt und hermetisch dicht in die Viskosimeter eingeschmolzen sind, können z. B. auch leitfähige und stark aggressive Flüssigkeiten gemessen werden.

Auswahl der Kapillare

Der Kapillardurchmesser (0,25 ...10 mm) bestimmt den Messbereich des Viskosimeters. Jedem Kapillardurchmesser ist eine Viskosimeter-Gruppen-Nr. (meist Kapillar-Nr. oder einfach Größe) zugeordnet (Tabelle1).

Zur Auswahl eines Viskosimeters muss die Viskosität der zu untersuchenden Substanz abgeschätzt werden, indem die Durchflusszeit überschlägig (ohne HC-Korrektion) nach Gleichung (4.2) abgeschätzt wird.

Nach DIN 51562 / ISO 3105 und ASTM D446 sollte die anzustrebende Mindestdurchflusszeit bei Absolutmessungen für die meisten Viskosimetertypen 200 s betragen.

Bei Relativmessungen sind nach ISO 1628-1 für die Viskosimeter mit größeren Kapillarnummern auch Durchlaufzeiten von min. 50 Sekunden zulässig. Siehe hierzu die Angaben in Abschnitt 4.1.

Bei Mikro-UBBELOHDE Viskosimetern kann die Durchflusszeit bis auf 35 s (Viskosimeter-Nr. M I) bzw. 30 s (Viskosimeter-Nr. M Ic und größer) verkürzt werden. Bei Anwendung der individuellen Hagenbach-Couette-Korrektion sowie der automatischen Durchflusszeitmessung sind nach einigen Forschungsergebnissen auch Durchflusszeiten bis ca. 10 s möglich [34, 35]. Solche kurzen Durchflusszeiten sollten in der normalen Industrielabor-Praxis aber nicht zur Anwendung kommen.

Tabelle 1 zeigt als Beispiel die Messbereiche in Abhängigkeit des Kapillardurchmessers für DIN-UBBELOHDE Viskosimeter.

Kapillar-Nr.	Kapillar-Durchmesser [mm]	K (Richtwert) [mm ² /s ²]	Messbereich [mm ² /s]
0	0,36	0,001	0,2 ... 1,2
0c	0,46	0,003	0,5 ... 3
0a	0,53	0,005	0,8 ... 5
I	0,63	0,01	1,2 ... 10
Ic	0,84	0,03	3 ... 30
Ia	0,95	0,05	5 ... 50
II	1,13	0,1	10 ... 100
IIc	1,50	0,3	30 ... 300
IIa	1,69	0,5	50 ... 500
III	2,01	1	100 ... 1000
IIIc	2,65	3	300 ... 3000
IIIa	3,00	5	500 ... 5000
IV	3,60	10	1000 ... 10000
IVc	4,70	30	3000 ... 30000
IVa	5,34	50	6000 ... 30000
V	6,40	100	> 10000

Tabelle 1 Messbereich von DIN-UBBELOHDE Viskosimetern [15]

6.2 Reinigung von Kapillarviskosimetern

Eine sorgfältige Reinigung der Viskosimeter ist Grundvoraussetzung für exakte und reproduzierbare Messwerte. Die Praxis hat gezeigt, dass in der Mehrzahl der Fälle Verunreinigungen die Ursache für erhöhte Streuungen der Durchflusszeit sind. Dabei können bereits geringste Mengen mikroskopisch kleiner Schmutzpartikel im Viskosimeter Standardabweichungen bis zu mehreren Prozent hervorrufen.

An der Kapillarwand fest anhaftende, häufig visuell schwer erkennbare Partikel sind oftmals die Ursache systematischer Messfehler. Solche Fehler, die zu einer Verlängerung der Durchflusszeit führen, sind aus den Einzelwerten einer Messreihe schwer erkennbar. Je größer der Kapillardurchmesser gewählt wird, um so geringer ist die Verschmutzungsgefahr.

Neben Feststoffpartikeln haben an der Innenwand des Viskosimeters anhaftende Öl- bzw. Fettfilme einen Einfluß auf die Durchflusszeit.

Besonders bei Messungen von Stoffen mit großer Oberflächenspannung (z. B. wässrige Medien) kommt es bei unzureichend gereinigten Viskosimetern während des Auslaufprozesses zur Bildung von Flüssigkeitströpfchen, die an der Wand haften und das Messergebnis verfälschen. Darum ist es empfehlenswert, in einem Viskosimeter nur Stoffe mit ähnlichen Eigenschaften zu messen. Ist dies nicht realisierbar, so muss eine besonders gründliche Reinigung vorgenommen werden.

Es ist empfehlenswert alle Reinigungsmittel vor Gebrauch zu filtrieren. Hierzu eignen sich Glasfritten und bei ungefährlichen Flüssigkeiten auch Spritzenvorsatzfilter. Papierfilter neigen zur Ablösung von Fasern und sind daher nicht zu empfehlen.

Erst- bzw. Intensivreinigung

Durch Transport und Lagerung kann es zu Verunreinigungen kommen. Zudem können bei kalibrierten Viskosimetern - trotz Reinigung beim Hersteller - Reste von Kalibrieröl auftreten. Eine gründliche Erstreinigung ist deshalb zu empfehlen.

Als geeignete Reinigungsflüssigkeiten haben sich erwiesen:

• **Erstreinigung**

Bei kalibrierten Viskosimetern sollte zur Entfernung von evtl. vorhandenen Rückständen der Kalibrierflüssigkeit, mit einem leichtflüchtigen Petroleumbenzin gespült werden (z.B. Siedebereich 40°C - 60°C).

• **Intensivreinigung**

Das klassische Reinigungsmittel bei hartnäckigen Verunreinigungen ist konzentrierte Schwefelsäure mit Zusatz von Kaliumdichromat (Chromschwefelsäure).

ACHTUNG!

In vielen Laboren ist die Verwendung von Chromschwefelsäure untersagt! Es ist immer äußerste Vorsicht geboten: Chrom-(VI)-verbindungen sind sehr giftig und krebserzeugend. Der Umgang ist deshalb erfahrenem Laborpersonal unter Einhaltung der gültigen Vorschriften vorbehalten. Nach Möglichkeit ist diese Chemikalie zu vermeiden.

In vielen Fällen ausreichend ist der Einsatz von konzentrierter Schwefelsäure ohne Zusatz von Chromat. Auch diese ist gefährlich und es sind zwingend die Richtlinien für Gefahrstoffe zu beachten!

Ein milderes Reinigungsmittel ist eine Lösung von 15 %iger Salzsäure und 15 %igem Wasserstoffperoxid. Diese Mischung wirkt oxidierend und kann dadurch gewisse organische und anorganische Verunreinigungen entfernen.

In vielen Fällen reicht auch ein Laborreiniger wie z.B. Mucaso[®]. Solche Laborreiniger sind alkalisch und greifen deshalb in hoher Konzentration, bei hohen Temperaturen und bei langer Einwirkungsdauer auch Glas an. Damit sich die Kalibrierkonstante der Viskosimeter nicht verändert, sollten Laborreiniger nur

- gelegentlich,
- als verdünnte Lösung entsprechend Herstellerangaben,
- nicht bei erhöhter Temperatur
- und mit einer Einwirkungsdauer von max. 60 Minuten eingesetzt werden.

Methodik der Reinigung

1. Vollständige Füllung des Viskosimeters mit einer der oben angegebenen Reinigungssubstanzen.
2. Durchführung bei Raumtemperatur. Als Einwirkzeit reicht im Fall von Benzin ca. eine Minute. Bei einer Intensivreinigung mit Schwefelsäure, Chromschwefelsäure oder Salzsäure / Wasserstoffperoxid empfiehlt es sich, die Viskosimeter mind. 12 Stunden mit dem Reagenz zu füllen.
3. Spülen des Viskosimeters mit entionisiertem Wasser. Dies entfällt, wenn Öle oder ähnliche hydrophobe Probenreste mit Petrolumbenzin o. ä. entfernt werden.
4. Spülen mit einem filtrierten, mit Wasser mischbarem, leichtflüchtigem Lösemittel (z.B. Aceton). Dies entfällt, wenn Öle oder ähnliche hydrophobe Probenreste mit Petrolumbenzin o.ä. entfernt werden.
5. Beim Trocknen mit einem Luftstrom wird dieser vorzugsweise durch Anschließen einer Vakuumpumpe erzeugt, also nicht durch Überdruck: Diese Vorgehensweise ist sicherer, zu dem ist die Luft sauber und ölfrei.

Die Verwendung von stark alkalischen Lösemitteln führt zu Glaskorrosion, durch die sich die Viskosimeterkonstante ändert.

Zwischenreinigung

Unmittelbar nach jeder Messung ist das Viskosimeter mit geeigneten Lösemitteln zu reinigen. Dabei hat sich die Verwendung einer Vakuumpumpe bewährt.

Reinigung bei Verwendung einer Vakuumpumpe

1. Anschluß der Vakuumpumpe über eine Flüssigkeitsfalle an das Kapillarrohr.
2. Einfüllen der Reinigungsflüssigkeit in das Füllrohr und das Belüftungsrohr (bei UBBELOHDE-Viskosimetern).
3. Periodisches Verschließen des Füll- und des Belüftungsrohres während des Absaugens der Flüssigkeit. Entstehung einer pulsierenden Flüssigkeitssäule, die selbst hartnäckige Verunreinigungen löst.
4. Evtl. Wiederholung (ein- bis zweimalig) des Reinigungsprozesses.
5. Spülen mit leichtflüchtigem Lösemittel.
6. Trocknen durch Saugen von trockener, staubfreier Luft.

Reinigung ohne Verwendung einer Vakuumpumpe

1. Einfüllen der Reinigungsflüssigkeit in das Füllrohr.
2. Mehrmaliges Einsaugen der Flüssigkeit in die Messkugel.
3. Reinigen der übrigen Viskosimeterteile durch Schütteln des Viskosimeters.
4. Entleeren des Viskosimeters.
5. Zwei- bis dreimalige Wiederholung des Reinigungsprozesses
6. Spülen mit filtriertem, leichtflüchtigem Lösemittel.
7. Trocknen mittels Durchblasen von trockener, staubfreier Luft oder im Trockenschrank.

Bei nicht unmittelbar aufeinanderfolgenden Messungen sind die gereinigten Viskosimeter staubfrei aufzubewahren. Ein Reinigungsvorgang sollte auch durchgeführt werden, wenn die Messwerte (Durchlaufzeiten) um mehr als 0,2 % streuen.

Um die Wahrscheinlichkeit des Auftretens solcher Fehler von vornherein zu mindern, ist auch eine turnusmäßige Reinigung der Viskosimeter mit der Intensivreinigungsflüssigkeit in größeren Zeitabständen empfehlenswert.

6.3 Vorbereitung der Messung

Probenvorbereitung

Feststoffpartikel in der zu untersuchenden Probe haben ähnliche Auswirkungen auf das Messergebnis wie Verunreinigungen im Viskosimeter. Aus diesem Grund gilt:

1. Alle mit der Messsubstanz in Berührung kommenden Teile sind gründlich zu reinigen und zu trocknen.
2. Die Proben sind zu filtrieren.

Filtration niedrigviskoser Proben

- Glasfilter Porosität 2 bis 4 (10 - 100 µm)
- Spritzenvorsatzfilter mit Porosität 5 µm: Solche Vorsatzfilter dürfen nur bei ungefährlichen Proben verwendet werden, da die Gefahr besteht, dass bei der Filtration der Vorsatzfilter abspringt und die Probe dadurch umherspritzt. Erhöhte Sicherheit bieten Spritzen mit Luner-Lock-Anschluss.
- Für gefährliche Chemikalien, insbesondere in der Kunststoffanalytik: SI Analytics bietet hierfür eine Filtriereinrichtung ProClean II für saugende Filtration an.

Filtration hochviskoser Proben

Sieb, Maschenweite 0,3 mm.
Paraffin- oder harzhaltige Erzeugnisse sowie Substanzen, bei denen der Stockpunkt (Pour-point) um weniger als 30 °C unter der Prüftemperatur liegt, sind vor der Messung entsprechend zu erwärmen. Die Mess-temperatur muss mindestens um 20 °C höher liegen als der Stockpunkt.

Füllen von UBBELOHDE- und OSTWALD-Viskosimetern

Die zu untersuchende Substanz wird über das Füllrohr in das Flüssigkeitsreservoir eingefüllt.

Da die mittlere Druckhöhe des OSTWALD Viskosimeters von der Füllmenge abhängig ist, sind die in Tabelle 2 angegebenen Messsubstanz-Volumina für OSTWALD-/Mikro-OSTWALD Viskosimeter unbedingt einzuhalten. Zur Füllung wird deshalb eine Pipette verwendet.

UBBELOHDE Viskosimeter besitzen am Reservoirgefäß zwei Strichmarken, die die maximale und minimale Füllmenge kennzeichnen.

Bei Mikro-UBBELOHDE Viskosimetern ist lediglich eine Marke vorhanden, die in einem Toleranzbereich von etwa ± 1 mm einzuhalten ist. Eine genaue Dosierung ist somit nicht erforderlich. Es muss lediglich darauf geachtet werden, dass die Mündung des Belüftungsrohres am Niveaugefäß über dem Flüssigkeitsspiegel liegt.

Während des Messvorgangs auftretende Luftblasen können zu erhöhten Messwertstreuungen führen. Deshalb ist auf ein blasenfreies Füllen des Viskosimeters zu achten.

Hierzu wird das Viskosimeter etwas schräg gehalten und die Flüssigkeit derart eingefüllt, dass sie blasenfrei am Füllrohr hinab in das Reservoirgefäß fließt.

Viskosimeter-Typ	Füllmenge [ml]
OSTWALD	3
Mikro-OSTWALD	2
UBBELOHDE	15 - 20
Mikro-UBBELOHDE	3 - 4
CANNON-FENSKE-Routine	ca. 7*
CANNON-FENSKE-Steigrohr	ca. 12*

* Füllung über Kopf bis zur Füllmarke

Tabelle 2 Füllmengen verschiedener Viskosimetertypen

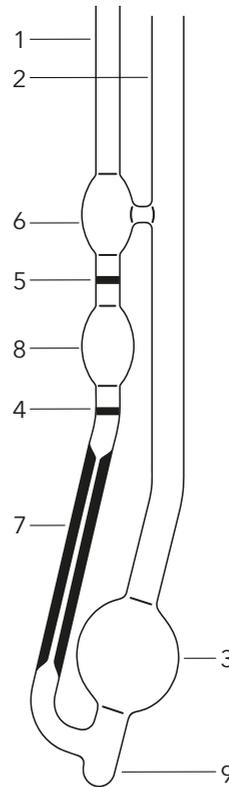
Visko Fibel

Besonders beim Einfüllen von höherviskosen Substanzen in OSTWALD Viskosimeter soll die Pipette zur Vermeidung von Nachlauf Fehlern möglichst tief in das Füllrohr eingetaucht werden.

Füllen von CANNON-FENSKE-Routine-Viskosimetern

CANNON-FENSKE-Routine-Viskosimeter (s. Abb. 13) werden zur Füllung auf den „Kopf“ gestellt. Das Kapillarrohr (1) taucht in die zu messende Flüssigkeit, während am anderen Rohr (2) so lange gesaugt wird, bis die Flüssigkeit die Ringmarke M_2 erreicht hat. Nach dem Füllen wird das Viskosimeter in die normale Messlage gebracht.

Da sich der Füllprozess von Steigrohrviskosimetern komplizierter gestaltet, sei an dieser Stelle auf die Normen **DIN 51366**, **ISO 3105**, **ASTM D446** sowie auf die Gebrauchsanleitungen verwiesen.



- 1 Kapillarrohr
- 2 Belüftungsrohr
- 3 Vorratsgefäß
- 4 Untere Ringmessmarke M_2
- 5 Obere Ringmessmarke M_1
- 6 Vorlaufkugel
- 7 Kapillare
- 8 Messgefäß
- 9 Rohrerweiterung

Abb. 13 CANNON-FENSKE-Routine-Viskosimeter

Einsetzen der Viskosimeter in die Gestelle

SI Analytics bietet für alle Viskosimetertypen Fixiergestelle bzw. Halterungen an, die einen stabilen senkrechten Hang der Viskosimeter im Thermostatenbad gewährleisten. Sie schützen außerdem die Viskosimeter vor Bruch. Vor der Messung sind UBBELOHDE Viskosimeter in das dafür vorgesehene Gestell einzusetzen (vgl. Abb. 14) und durch Herunterdrücken der Feder zu arretieren.



Abb. 14 Einsetzen des Viskosimeters in ein Fixiergestell

6.4 Durchführung der Messung

Thermostatisierung

Die Viskosität hängt sehr stark von der Temperatur ab. Daher sind die Viskosimeter grundsätzlich während der Messung zu thermostatisieren. Als Thermostaten werden automatisch geregelte Flüssigkeits-Durchsicht-Thermostate verwendet. Das Viskosimeter muss soweit eintauchen, dass die Badflüssigkeit mindestens 2 cm höher steht als der Flüssigkeitsmeniskus im Viskosimeter bei seiner höchsten Stellung.

Die Prüftemperatur ist im Bereich zwischen + 15 °C bis + 100 °C auf $\pm 0,02$ K zeitlich und örtlich konstant zu halten. Außerhalb des angegebenen Temperaturbereiches wird man größere Schwankungen nicht immer vermeiden können, doch sollten diese $\pm 0,05$ K nicht übersteigen. Zur Temperaturkontrolle werden kalibrierte Präzisions-Thermometer mit einer Auflösung von 0,01 °C empfohlen. Solch eine hohe Genauigkeit wird häufig von zertifizierten Quecksilber-Glasthermometern mit einer Skalenteilung von 1/100 °C erreicht.

Visko Fibel

Die alternativ erhältlichen elektronischen Platin-Widerstandsthermometer sind bei vergleichbarer Präzision erheblich teurer. Zudem ist die Gültigkeit der Kalibrierung über einen langen Zeitraum nur schwer zu realisieren. Das Flüssigkeitsbad und besonders das Thermometer sind vor direkter Lichteinstrahlung zu schützen. Als Badflüssigkeiten werden empfohlen:

unter 0 °C	Alkohol
0...80 °C	destilliertes Wasser + Leitungswasser
80...105 °C	Wasser + Glycol, Siliconöl
105...200 °C	Siliconöl, außerdem bedingt geeignet: Polyglykole, Paraffinöl

Die für die Kapillarviskosimetrie von SI Analytics entwickelten Durchsicht-Thermostate der CT-Serie erfüllen die Forderungen hinsichtlich der zeitlichen und örtlichen Konstanz der Badflüssigkeitstemperatur von $\pm 0,02$ °C. Sie besitzen Öffnungen bzw. Einsätze für zwei (CT 72/2) oder vier Kapillarviskosimeter (CT 72/4). Die gefüllten und in das Fixiergestell bzw. die Halterung eingesetzten Kapillarviskosimeter

werden in das vortemperierte Thermostatenbad eingehängt. Bei Verwendung von Durchsicht-Thermostaten der CT-Serie sind spezielle Einsätze für die Viskosimetergestelle zur manuellen Messung vorhanden.

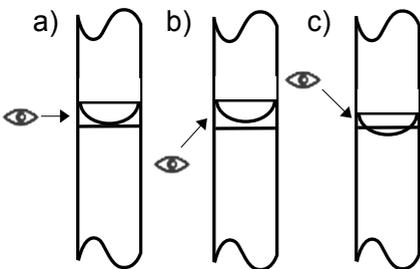
Im Anschluss erfolgt die Thermostatisierung der Probe im Viskosimeter. Bei Messungen mit UBBELOHDE-, OSTWALD- oder CANNON-FENSKE-Routine-Viskosimetern empfiehlt es sich, den Wärmetransport durch Einsaugen der bewegten Probe in die Messkugel zu beschleunigen. Bei Steigrohrviskosimetern ist dies nicht möglich. Deshalb sind diese entsprechend länger zu temperieren. Folgende Temperierzeiten werden empfohlen:

5 min	bewegte, niedrigviskose Substanzen
10 min	bewegte, hochviskose Substanzen, niedrigviskose Substanzen im Steigrohrviskosimeter
15 min	hochviskose Substanzen im Steigrohrviskosimeter

Die Temperierzeiten sind um so länger zu wählen, je stärker die Messtemperatur von der Raumtemperatur abweicht.

Manuelle Messung

Zur Messung der Durchflusszeit wird Flüssigkeit durch Anlegen eines Unterdruckes an das Kapillarrohr in die Messkugel eingesaugt. Bei Verwendung von Viskosimetern mit Vorlaufkugel ist diese mindestens zur Hälfte zu füllen. Viskosimeter ohne Vorlaufkugel werden so weit gefüllt, dass der Flüssigkeitsmeniskus ca. 20 mm oberhalb der oberen Ringmarke liegt. Kommen UBBELOHDE-Viskosimeter zur Anwendung, ist das Belüftungsrohr vor dem Ansaugen (z.B. mit Finger) zu verschließen. Nach Beendigung des Füllprozesses wird der Saugschlauch vom Kapillarrohr entfernt und beim UBBELOHDE-Viskosimeter das Belüftungsrohr freigegeben.



Blickwinkel:

- (a) – richtig
- (b), (c) – falsch, da Ablesefehler durch Parallaxe

Bei der Messung hochviskoser Proben empfiehlt es sich, nach dem Freigeben des Belüftungsrohres das Kapillarrohr noch so lange zuzuhalten, bis das Niveaugefäß freigelaufen ist und sich das hängende Niveau gebildet hat.

Bei der Untersuchung von leichtflüchtigen Substanzen ist es vorteilhaft, das Füllen der Messkugel durch Überdruck am Füllrohr zu realisieren, um Verdunstung zu vermeiden. Das Verschließen und Öffnen des Belüftungsrohres bei UBBELOHDE Viskosimetern ist dabei sinngemäß vorzunehmen.

Gemessen wird die Zeitspanne, in der der untere Scheitelpunkt des Meniskus von der oberen Kante der oberen Ringmarke bis zur oberen Kante der unteren Ringmarke absinkt. Die zur Zeitmessung verwendete Stoppuhr muss eine Auflösung von mindestens 0,01 s haben.

Bei der Detektion des Meniskusbereichs ist darauf zu achten, dass sich die Ringmarke in Augenhöhe befindet (siehe Abb. 15).

Abb. 15 Detektion des Meniskusbereichs bei der manuellen Messung

Um die Messwerte einer statistischen Auswertung zugänglich zu machen, ist der Messvorgang mehrmals zu wiederholen. Insbesondere bei Verwendung von UBBELOHDE-Viskosimetern ist zur Vermeidung von Blasenbildungen zu beachten, dass mit dem erneuten Hochsaugen bzw. Hochdrücken der Messsubstanz erst begonnen wird, wenn das Abfließen der Flüssigkeit aus der Kapillare beendet ist.

Beim Einsatz von Steigrohrviskosimetern entfällt das Einsaugen der Flüssigkeit in die Messkugel. Zur Messung öffnet man das nach der Füllung verschlossene Rohr auf der Messkugel-seite und misst die Zeitspanne, in der die Flüssigkeit von der unteren bis zur oberen Ringmarke ansteigt.

Das CANNON-FENSKE-Steigrohrviskosimeter besitzt zwei übereinanderliegende Meßkugeln, so daß im Ergebnis eines Flüssigkeitsdurchlaufes zwei Meßwerte vorliegen. Steigrohrviskosimeter müssen zur Wiederholung der Messung entleert, gereinigt und neu befüllt werden.

Streuen die Durchlaufzeiten einer Messreihe um mehr als 0,2-0,4 %, liegt in der Regel eine der folgenden Fehlerursachen vor:

- Die Probe ist nicht homogen, oder es liegen Partikel in der Lösung vor. Proben mit Partikeln können nur filtriert gemessen werden.
- Das Viskosimeter ist verunreinigt.
- Die Probe ist nicht ausreichend thermostatisiert.

Die Messungen müssen dann nach Reinigen des Viskosimeters mit einem neuen Teil der filtrierten Probe wiederholt werden. Ist lediglich ein „Ausreißer“ vorhanden, so kann dieser gestrichen, oder besser, durch einen zusätzlichen Messwert ersetzt werden. Gegebenenfalls ist ein Ausreissertest durchzuführen [17].

Die Berechnung der Viskosität erfolgt aus dem Mittelwert der Durchflusszeiten.

Automatische Messung

Zur automatischen Viskositätsmessung mit UBBELOHDE-, MICRO-OSTWALD- und CANNON-FENSKE-Routine-Viskosimetern bietet SI Analytics die automatischen Viskositätsmessgeräte der AVS®-Serie an. Tabelle 3 gibt eine Übersicht vom Geräteprogramm.

Die Auswahl der Messstative AVS®/S, AVS®/SK und AVS®/S-CF zur automatischen Viskositätsmessung mit optischer Detektion wird bestimmt durch die Viskosimeterart und die Badflüssigkeit des Thermostaten (Metallstativ für nicht-wässrige Medien, PVDF-Messstativ als korrosionsfreie Variante).

Geräte-Typ	Meniskusedektion	Arbeitsweise zur Förderung der Probe in die Messkugel	Besonderheiten
ViscoClock	Lichtschanke	saugend oder drückend, manuell	keine Cannon-Fenske Viskosimeter
AVS®370	Lichtschanke NTC- Sensor	saugend oder drückend, automatisch	Steuerung über PC- Software
AVS®470	Lichtschanke NTC- Sensor	saugend oder drückend automatisch	Stand-alone-Gerät: Betrieb mit Drucker, ohne PC
AVS®Pro III	Lichtschanke NTC- Sensor	saugend, automatisch	Vollautomatisches Viskositätsmesssystem

Tabelle 3 Automatische Viskositätsmessgeräte von SI Analytics

Für Messungen mit dem TC-UBBELOHDE-Viskosimeter ist kein Messstativ erforderlich. Das Viskosimeter wird in ein spezielles Fixiergestell eingespannt und in das Thermostatenbad gehängt. Die Verbindung zum Steuergerät erfolgt über ein Kabel, welches in eine Buchse am Viskosimeterkopf eingesteckt wird. Die Viskosimeterrohre sind durch Silikon- oder PTFE-Schläuche pneumatisch mit dem AVS®-Gerät verbunden.

Alle automatisch arbeitenden Geräte sind mikroprozessorgesteuert. Eine RS-232-C-Schnittstelle ermöglicht den Anschluss eines externen Druckers oder Rechners. Die Parametrierung sowie der Start des automatischen Messablaufes erfolgen am Steuergerät. Die Förderung der Messflüssigkeit im Viskosimeter wird durch eine interne, drückend oder saugend wirkende Mikropumpe realisiert. Sie wird so angesteuert, dass sich je nach Viskosität der Probe ein optimaler Pumpdruck zur reproduzierbaren Füllung des Messsystems einstellt.

Der Betrieb der Viskositätsmessgeräte erfolgt entweder über eingebaute Software (AVS® 470) oder über einen PC mit entsprechender PC-Software (AVS®370, AVS®Pro III).

Der Viskositätsprobenautomat AVS®Pro III stellt ein vollautomatisches Viskositätsmesssystem für Routinemessungen dar. Das Gerät führt selbsttätig Messungen der kinematischen und relativen Viskosität bis zur Berechnung und Dokumentation durch. Das Befüllen, Entleeren und Spülen der Viskosimeter ist in den automatischen Messablauf integriert. Die Viskositätshöchstgrenze der Proben beträgt aufgrund der automatischen Befüllung ca. 800 mm²/s bei 25 °C.

KAPITEL 7

FEHLERQUELLEN UND SPEZIELLE KORREKTIONEN

Die folgenden Ausführungen verstehen sich nicht als Ersatz für ein individuelles Studium der zu diesem Thema grundlegenden Norm **DIN 53012**. Wir empfehlen daher dringend deren Anschaffung zur vertieften Auseinandersetzung.

Viele der im folgenden Abschnitt genannten Einflüsse und Korrekturen sind in der allgemeinen Praxis zu vernachlässigen, da sie die Messunsicherheit nur im Bereich $< 0,1\%$ ändern.

Bestimmte Einflüsse können aber beträchtliche Fehler verursachen. Am wichtigsten ist die Thermostatisierung der Viskosimeter. Außerdem kann die Änderung der Erdbeschleunigung am Aufstellungsort im Verhältnis zum Kalibrierort sowie eine hohe Oberflächenspannung der Proben Fehlerquellen darstellen, die korrigiert werden sollten.

7.1 Korrigierbare Fehler und Korrekturen

Oberflächenspannungs- Korrektion

Durch die Oberflächenspannung wird bewirkt, dass eine die Rohrwand benetzende Flüssigkeit um einen Betrag Δh emporsteigt. Die Größe des relativen Steighöhenfehlers ε in % kann mit folgenden Formel berechnet werden:

$$\varepsilon = \frac{2}{gh_m} \left(\frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right) \left(\frac{\sigma}{\rho} - \frac{\sigma_0}{\rho_0} \right) \cdot 100\% \quad (7.1)$$

h_m - mittlere Druckhöhe

g - Erdbeschleunigung

r_1 - Radius der Messkugel

r_2 - Radius der Kugelkalotte des Gerätes, in die Flüssigkeit aus Kapillare hineinströmt

σ - Oberflächenspannung der Messsubstanz

σ_0 - Oberflächenspannung der Kalibriersubstanz

ρ - Dichte der Messsubstanz

ρ_0 - Dichte der Kalibriersubstanz

Unterscheidet sich das Oberflächenspannungs-Dichte-Verhältnis der Messflüssigkeit wesentlich von dem der zur Kalibrierung eingesetzten Substanz, ist bei folgenden Viskosimetertypen ein Einfluss der Oberflächenspannung zu beachten:

- a) bei Viskosimetern mit kleiner Druckhöhe, bei denen die Flüssigkeit aus dem oberen Gefäß in ein Gefäß strömt, dessen Durchmesser wesentlich von dem des oberen Gefäßes verschieden ist, z. B. CANNON-FENSKE- und OSTWALD-Viskosimeter.
- b) bei allen Viskosimetern, bei denen die Flüssigkeit aus der Kapillare frei ausfließt.

Bei UBBELOHDE Viskosimetern übersteigt die Korrektur im allgemeinen nicht 0,1 bis 0,2 % und kann somit in den meisten Fällen vernachlässigt werden. Dies wurde experimentell nachgewiesen [12].

Wärmeausdehnung der Kapillare und des Messgefäßes

Bei Hoch- bzw. Tieftemperaturmessungen ändern sich aufgrund der Differenz zwischen Mess- und Kalibriertemperatur der Radius und die Länge der Kapillare, das Volumen der Messkugel sowie die mittlere Druckhöhe des Viskosimeters. Deshalb kann für Präzisionsmessungen eine Korrektur der Viskosimeterkonstante durchgeführt werden.

Die Gerätekonstante des Viskosimeters lässt sich nach DIN 53012 korrigieren nach:

$$K' = K (1 + \alpha (\vartheta - \vartheta_0)) \quad (7.2)$$

Viskosimeter von SI Analytics werden bei einer Temperatur von $\vartheta_0 = 23 \text{ °C}$ kalibriert. Der Längenausdehnungskoeffizient α des zur Herstellung verwendeten DURAN®-Glases beträgt $3,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Auch bei einer Temperaturdifferenz von 150 °C beträgt nach Gl. (7.2) die Änderung der Kalibrierkonstante weniger als 0,1 % und kann deshalb im Allgemeinen vernachlässigt werden.

Wärmeausdehnung der Messsubstanz

Bei UBBELOHDE-Viskosimetern ist keine Korrektur erforderlich, da das Messergebnis in weiten Grenzen unabhängig von der eingefüllten Substanzmenge ist. Weicht bei Viskosimetern ohne hängendem Niveau die Substanztemperatur beim Befüllen von der Messtemperatur ab, so kommt es während des Temperierprozesses zu einer Volumenänderung der Messsubstanz, die zu einer Veränderung der Viskosimeterkonstanten führt. Die Konstanten sind dann gemäß Gl. (7.3) für OSTWALD- und CANNON-FENSKE-Routine-Viskosimeter bzw. Gl. (7.4) für Steigrohrviskosimeter zu korrigieren (DIN 53012, ASTM D 446).

$$K' = K \left(1 + \frac{4V(\rho_2 - \rho_1)}{\pi D_m^2 h_m \rho_2} \right) \quad (7.3)$$

$$K' = K \left(1 - \frac{4V(\rho_2 - \rho_1)}{\pi D_m^2 h_m \rho_2} \right) \quad (7.4)$$

- D_m - Mittlerer Durchmesser des Flüssigkeitsmeniskus im Vorratsgefäß
- ρ_1 - Dichte der Messsubstanz bei Einfülltemperatur
- ρ_2 - Dichte der Messsubstanz bei Messtemperatur
- V - Füllmenge
- h_m - Mittlere Druckhöhe

Neigungsfehler

Viskosimeter müssen in der Stellung verwendet werden, in der sie kalibriert worden sind. Weicht die Verbindungslinie zwischen den Mittelpunkten der Niveaugefäße von der Normallage ab, so ändert sich die mittlere Druckhöhe des Viskosimeters. Hat die Verbindungslinie statt des ursprünglichen Winkels Φ_0 den Winkel Φ gegenüber der Senkrechten, wird die korrigierte Gerätekonstante errechnet nach:

$$K' = K \frac{\cos \phi}{\cos \phi_0} \quad (7.5)$$

Die von SI Analytics angebotenen Fixiergestelle/Halterungen gewährleisten einen senkrechten Hang des Viskosimeters mit einer Abweichung $< 1^\circ$. Das entspricht einem maximalen relativen Fehler der Konstante von 0,02 %. Der Neigungsfehler kann somit bei Verwendung dieser Gestelle vernachlässigt werden.

Ortsabhängigkeit der Fallbeschleunigung

Die Viskosimeter von SI Analytics werden bei einer Fallbeschleunigung von $9,8105 \text{ m/s}^2$ kalibriert. Eine Korrektur der Viskosimeterkonstante ist nötig, wenn sich die Fallbeschleunigung am Kalibrierort g_0 und am Messort g signifikant voneinander unterscheiden. Mittels Gleichung (7.6) wird die korrigierte Gerätekonstante berechnet.

$$K' = K \frac{g}{g_0} \quad (7.6)$$

Die Fallbeschleunigung auf der Erde hängt von dem geografischen Breitengrad und der Höhe über dem Meeresspiegel ab: mit abnehmendem Breitengrad und zunehmender Höhe verringert sich die Fallbeschleunigung. Laut WELMEC (Western European Cooperation in Legal Metrology) kann sie für verschiedene geografische Positionen nach folgender Formel, die das globale Schwerfeld wiedergibt, berechnet werden [24, 37]:

$$g = 9,780318 (1 + 0,0053024 \sin^2\phi - 0,0000058 \sin^2\phi - 0,000003085 \cdot h \text{ m/s}^2)$$

ϕ : geographische Breite

h : Höhe [m] über dem Meeresspiegel

Ungenauere Temperaturierung und Temperaturmessung

Fehler durch ungenaue Temperaturierung bzw. ungenügende Temperaturkonstanz oder Temperaturmessung sind oft groß, da die Viskosität der meisten Flüssigkeiten sehr stark temperaturabhängig ist.

Nach DIN 53012 ist es zulässig bei Temperaturabweichungen $< 1^\circ\text{C}$ die Viskositätsabweichung zur Solltemperatur zu korrigieren:

$$U_v = -\frac{1}{v} \cdot \left(\frac{dv}{dT} \right) \quad (7.7)$$

Der Temperaturkoeffizient U_v wird entsprechend DIN 53017 bestimmt. In der Praxis ist dies jedoch aufwendiger, als bei der korrekten Solltemperatur zu arbeiten.

Zur Temperaturmessung sollen ganzeintauchend geeichte Thermometer mit einer Auflösung von $0,01 \text{ K}$ benutzt werden. Die Anforderungen an die zu verwendenden Thermostate sind in Kapitel 6.4 beschrieben.

7.2 Nicht korrigierbare Fehler

Turbulenz

Eine laminare Strömung ist die Grundvoraussetzung für eine Viskositätsmessung nach dem Kapillarprinzip. Der Umschlag von laminarer zu turbulenter Rohrströmung tritt in Kapillaren (Rohren) bei einer Reynolds-Zahl von ca. 2300 auf. Bei Kapillarviskosimetern treten aufgrund der Einflüsse der Kapillarenden schon früher Turbulenzen auf (bei scharfkantigen Kapillare z.B. schon bei ca. 1100).

Für ein vorgegebenes Viskosimeter kann die Reynolds-Zahl nach folgender Zahlenwert-Gleichung berechnet werden (DIN 53012):

$$Re = 63,7 \cdot \frac{V}{R \cdot K \cdot t_g^2} \quad (7.8)$$

mit den Einheiten

$$[V] = \text{cm}^3$$

$$[R] = \text{cm}$$

$$[K] = \text{mm}^2/\text{s}^2$$

$$[t_g] = \text{s}$$

Da mit steigender Reynolds-Zahl auch die Hagenbach-Korrektur ansteigt, sollte in der Praxis nach Möglichkeit mit einer Reynolds-Zahl unter 200 gearbeitet werden.

Störung des hängenden Niveaus bei UBBELOHDE-Viskosimetern

Werden Messungen bei kurzen Durchflusszeiten durchgeführt, kann es u. U. zu einer Verformung des hängenden Niveaus kommen. Dies führt zu systematischen Messfehlern, da sich die mittlere Druckhöhe des Viskosimeters ändert. Außerdem ist in den Grenzbereichen zwischen gestört und ungestört hängendem Niveau mit einer erhöhten Messwertstreuung zu rechnen, und der Einfluß der Oberflächenspannung auf das Messergebnis nimmt zu. In Abb. 16 sind verschiedene Stadien der Niveau-Störung dargestellt.

Tabelle 4 gibt für UBBELOHDE-Viskosimeter (Nomalausführung) einen Überblick über die Grenzwerte von Reynolds-Zahlen und Durchflusszeiten, bis zu denen im allgemeinen noch keine Störungen des hängenden Niveaus auftreten.

Kapillar-Nr.	0c	0a	I	Ic
t_g [s]	100	75	60	60
Re	500	500	300	100

Tabelle 4 Grenzwerte von t_g und Re nach DIN 51562-4

Visko Fibel

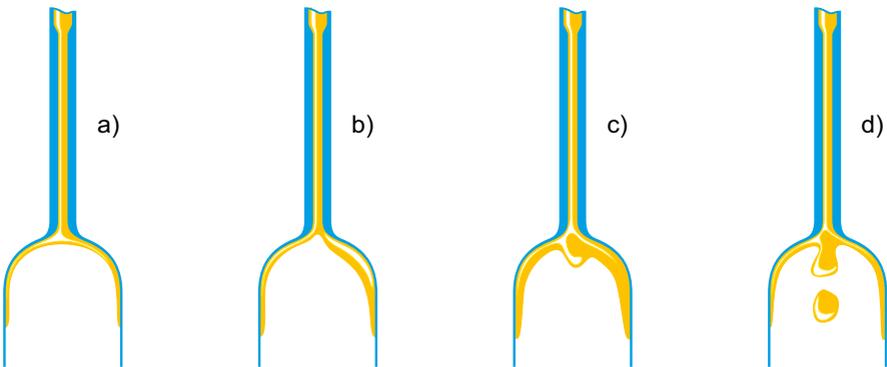
Da die Grenzwerte weiterhin von der Oberflächenspannung der Flüssigkeit und von der Form des Kapillarauslaufes abhängig sind, können die Störungen auch bereits bei etwas längeren Durchflusszeiten einsetzen.

Anlaufänge

Eine Voraussetzung der Kapillarviskosimetrie ist das parabolische Geschwindigkeitsprofil. Deshalb muss die Durchflusszeit so gewählt werden, dass die Anlaufänge l_e zur Ausbildung des Profils wesentlich kleiner ist als die Kapillarlänge.

Die Anlaufänge kann nach Schiller [10] wie folgt berechnet werden:

$$l_e = 0,015 \frac{V}{\pi \nu t_g} \quad (7.9)$$



- a) keine Störung - Messung verwendbar
- b), c), d) Störung - Messung nicht verwendbar

Abb. 16 Stadien der Störung des hängenden Niveaus bei UBBELOHDE-Viskosimetern (nach DIN 51562-3)

Nachlauffehler

Nachlauffehler entstehen dadurch, dass oberhalb des absinkenden Flüssigkeitsmeniskus ein kleines Flüssigkeitsvolumen ΔV an der Wand des Viskosimeters haftet. ΔV nimmt mit der Viskosität und der Absinkgeschwindigkeit des Meniskus zu. Die Größe des Fehlers wird außerdem durch die Benetzbarkeit der Wandung, die Oberflächenspannung der Flüssigkeit und die Viskosimetergeometrie beeinflusst. Je nach Bauform des Gerätes kann es zu einer Verkürzung oder Verlängerung der Durchflusszeit kommen.

Strahlungswärme

Zur Vermeidung einer unkontrollierbaren Erwärmung der zu prüfenden Flüssigkeit durch Wärmestrahlung ist das Flüssigkeitsbad vor direkter Bestrahlung durch Sonne oder Lichtquellen zu schützen. Vorzugsweise sollten Kaltleuchten (LED oder Leuchtstofflampen) zur Beleuchtung benutzt werden.

Unsicherheit der Zeitmessung

Die relative Messabweichung der Zeitmeseinrichtung muss kleiner als 0,02 % sein und ist in der Messunsicherheit nach **DIN 51562-4** berücksichtigt. Die Unsicherheit der Zeitmeseinrichtung ist in der Praxis klein gegenüber anderen Unsicherheiten.

7.3 Fehlersuchtable

In Tabelle 5 sind häufig auftretende Fehler bei Viskositätsmessungen mit Glas-Kapillarviskosimetern, sowie deren Ursachen und Möglichkeiten zur Fehlerbeseitigung, zusammengefaßt. Fehler, die auf Gerätedefekte sowie auf unsachgemäßen Gebrauch zurückzuführen sind, werden nicht berücksichtigt.

Fehler	Fehlerursachen	Möglichkeiten zur Fehlerbeseitigung
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu gering	Temperatur der Badflüssigkeit zu hoch	Temperatur überprüfen; ggf. Thermostat nachregeln
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu groß	Verunreinigungen in der Kapillare Temperatur der Badflüssigkeit zu gering	Viskosimeter entleeren und reinigen (siehe Kapitel 6.2), Messung wiederholen Temperatur überprüfen; ggf. Thermostat nachregeln
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu groß bei kurzen Durchflusszeiten	Hagenbach-Korrektion nicht angewendet oder zu gering	für Präzisionsmessungen Viskosimeter mit geringerem Kapillardurchmesser wählen oder experimentelle Bestimmung der Hagenbach-Korrektion mit Substanzen, die eine ähnliche Viskosität und Oberflächenspannung wie die Probe haben (siehe Kapitel 4)
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu gering bei kurzen Durchflusszeiten	Nachlauffehler, Hagenbach-Korrektion zu groß	Viskosimeter mit geringerem Kapillardurchmesser wählen oder Hagenbach-Korrektion experimentell bestimmen
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu gering (OSTWALD-, CANNON-FENSKE-Viskosimeter)	eingefüllte Substanzmenge zu gering	Viskosimeter entleeren, reinigen und neu befüllen (siehe Kapitel 6.2 / 6.3)
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu groß (OSTWALD-, CANNON-FENSKE-Viskosimeter)	eingefüllte Substanzmenge zu groß	Viskosimeter entleeren, reinigen und neu befüllen (siehe Kapitel 6.2 / 6.3)

Tabelle 5 Häufig auftretende Fehler bei der Verwendung von Glas-Kapillarviskosimetern

Fehler	Fehlerursachen	Möglichkeiten zur Fehlerbeseitigung
Systematischer Messfehler: Durchflusszeit zu gering bei kurzen Durchflusszeiten (UBBELOHDE-Viskosimeter)	Störung des hängenden Niveaus	Viskosimeter mit geringem Kapillardurchmesser wählen (siehe Kapitel 6.1 / 7.2)
Drift der Durchflusszeiten	Drift der Badtemperatur	Thermostat vor direkter Strahlung schützen (siehe Kapitel 6.4), ggf. Thermostat austauschen
	Temperierung der Messsubstanz nicht abgeschlossen	Temperierung fortsetzen bis die Zeitwerte konstant sind (siehe Kapitel 6.4)
	Verdampfung einer leichtflüchtigen Komponente	Anwendung der drückenden anstatt der saugenden Arbeitsweise
erhöhte stochastische Streuung der Messwerte	Verunreinigungen im Viskosimeter	Viskosimeter entleeren und reinigen; Messung mit wiederholen
	Verunreinigungen in der Probe	Viskosimeter entleeren und reinigen; Messung mit filtrierter Probe wiederholen; ggf. Filter mit kleinerer Porenweite verwenden (siehe Kapitel 6.2 / 6.3)
	Luftblasen im Viskosimeter	bei Stoffen mit vernachlässigbarer Flüchtigkeit und ausreichend chemischer Hitzebeständigkeit: Austreiben durch kurzzeitige Temperaturerhöhung allg. möglich: Viskosimeter entleeren und reinigen (siehe Kapitel 6.2); bei Neufüllung auf Blasenfreiheit achten (siehe Kapitel 6.3)

Fehler	Fehlerursachen	Möglichkeiten zur Fehlerbeseitigung
sehr starke stochastische Streuungen bei automatischen Messungen mit Lichtschranken (ggf. völlige Fehlfunktion)	Verschmutzung der optischen Sensoren Fehlauslösungen der Lichtschranke durch Blasen-, Schlamm- oder Flüssigkeitslamellen-Bildung	Viskosimeterstativ aus Thermostatenbad entfernen; Optiken mit in unvergälltem Alkohol getränktem, weichem Tuch säubern TC-UBBELOHDE-, Ostwald- oder CANNON-FFENSKE-Routine Viskosimeter verwenden (siehe Kapitel 6.1)
sehr starke stochastische Streuungen bei automatischen Messungen mit TC-Viskosimeter (ggf. völlige Fehlfunktion)	Inkrustation der Sensoren (bei thermisch instabilen Medien) Verschleiß der Sensoren	durchsichtige Medien: optische Durchflusszeitmessung verwenden undurchsichtige Medien: Steigrohrviskosimeter verwenden Viskosimeter wechseln
erhöhte stochastische Streuungen bei kurzen Durchflusszeiten (UBBELOHDE-Viskosimeter)	beginnende Verformung des hangenden Niveaus	Viskosimeter mit geringerem Kapillardurchmesser wählen (siehe Kapitel 6.1 / 7.2)
periodisch schwankende Durchflusszeiten	Aufheiz- und Abkühlphasen des Thermostaten zu lang Thermostat defekt	Regelparameter des Thermostaten optimieren Thermostat austauschen
Fehlfunktion durch Luftblasen während des Einsaugens der Flüssigkeit in das Messgefäß	eingefüllte Substanzmenge zu gering	UBBELOHDE Viskosimeter: Nachfüllen Messsubstanz alternativ: Viskosimeter entleeren und reinigen; Messung wiederholen

Fortsetzung Tabelle 5 Häufig auftretende Fehler bei der Verwendung von Glas-Kapillarviskosimetern

KAPITEL 8

SPEZIELLE APPLIKATIONEN

8.1 Prüfung von Kunststoffen

Einführung

Ein wichtiges Qualitätsmerkmal für Kunststoffe ist das mittlere Molekulargewicht der Polymermoleküle. Das Molekulargewicht kennzeichnet die Kettenlänge der Polymermoleküle, welche entscheidenden Einfluss auf die Verarbeitbarkeit eines Kunststoffes hat, sowie die mechanischen Eigenschaften des Endprodukts.

Die Beanspruchung des Kunststoffes durch den Verarbeitungsprozess kann zu Veränderungen der Polymerketten (in der Regel Kettenabbau) führen. Dadurch können die Eigenschaften des Fertigteilens u. U. so stark verändert werden, dass es für seinen Einsatzzweck nicht mehr geeignet ist. Das mittlere Molekulargewicht wird durch Messung der Viskosität einer verdünnten Polymerlösung ermittelt.

Es gibt alternative Verfahren zur Molekulargewichtsbestimmung (GPC, Schmelzviskosität, Osmose, Lichtstreuung an Lösungen, Field flow fractionation), aber in der Qualitätskontrolle von Kunststoffen hat sich die Lösungsviskosimetrie als das wichtigste Standardverfahren etabliert:

Sie bietet hohe Genauigkeit (Reproduzierbarkeit), Zuverlässigkeit und Robustheit, zu relativ niedrigen Anschaffungs- und Betriebskosten.

Für verschiedene Anwendungen ergeben sich unterschiedliche Messaufgaben:

Polymerchemie (Polymerherstellung)

- *Ermittlung von mittlerer Kettenlänge bzw. mittlerem Polymerisationsgrad des Endproduktes (Rohgranulat)*
- Charakterisierung des Endproduktes
- Qualitätssicherung
- Optimierung der Prozessparameter
- Verhinderung der Produktion von Fehlchargen

Polymerverarbeitung

- *Charakterisierung der Eigenschaften des Ausgangsstoffes (Rohgranulat)*

- Eingangskontrolle
- Auslegen von Anlagen zur Polymerverarbeitung
- Festlegung optimaler Prozessparameter

- *Ermittlung der chemischen und physikalischen Eigenschaften des Fertigteil*

- Endkontrolle
- Ermittlung der Schädigung des Polymers während der Verarbeitung: Optimierung der Prozessparameter

Viskosimetrie von Polymerlösungen

Die Ermittlung von Kettenlänge, Verarbeitbarkeit und Qualität eines Kunststoffes erfolgt durch Viskositätsmessungen an Lösungen des Kunststoffes in geeigneten Lösemitteln mittels Kapillarviskosimetern (Lösungviskosimetrie). Über Lösemittel, Viskosimeter sowie verwendete Normen informiert Tabelle 6.

Anstelle der absoluten Viskosität der Lösung wird bei Polymeranwendungen im Allgemeinen die relative Viskosität und darauf basierend die Viskositätszahl (VZ), die Intrinsische Viskosität (IV) oder auch der K-Wert nach Fikentscher berechnet.

Der Arbeitsablauf zur Viskosimetrie von Polymerlösungen lässt sich in drei Schritte aufteilen:

1. **Probenvorbereitung**
2. **Messung der Viskosität (Durchlaufzeit) von Probe und reinem Lösemittel (Blindwert)**
3. **Auswertung**

Für alle Schritte gilt: Müssen für dieses Polymer geltende Normen berücksichtigt werden? Dies ist insbesondere bei der Probenvorbereitung, aber auch bei der Auswertung wichtig. Die Messung der Durchlaufzeit ist in vielen Fällen am unkritischsten.

Typ	Abk.	Lösemittel	Kapillare	Arbeitstemp.	Normen
Cellulose	C I	EWN		20 °C	SNV 195598
		Cuen (CED)		20 °C	DIN EN 60450
		Cuen (CED)		20 °C	ASTM D 4243
		Cuen (CED)		25 °C	ISO 5351
		Cuen (CED)		25 °C	AST; D 1795
		Cuen (CED)		25 °C	SCAN CM 15:99
Cellulose-Acetat	CA	Dimethyl-Chlorid/ Methanol	0c	25 °C	ASTM D817
			I I Mikro		
Polyamid	PA	Schwefelsäure (96%)	II IIc	25 °C	ISO 307
Polyamid	PA	Ameisensäure (90%)	I Ic	25 °C	ISO 307
Polyamid	PA	m-Kresol	II IIc	25 °C	ISO 307
Polybutylen-terephthalat	PBT	Phenol/Dichlorbenzol (50:50)	Ic	25 °C	ISO 1628-5
			II		
Polycarbonat	PC	Dichlormethan	0c I	25 °C	ISO 1628-4
Polyethylen	PE	Decahydro-naphtalin	I Ic	135 °C	ISO 1628-3 ASTM D 1601
Polyethylen-terephthalat	PET	m-Kresol	II IIc IIc Mikro	25 °C	ISO 1628-5 ASTM D 4603
Polyethylen-terephthalat	PET	Phenol/Dichlorbenzol (50:50)	Ic	25 °C	ISO 1628-5 ASTM D 4603
			II		
Polyethylen-terephthalat	PET	Dichlor-essigsäure	II IIc Mikro	25 °C	
Polymethyl-methacrylat	PMMA	Chloroform	0c I	25 °C	ISO 1628-6
Polypropylen	PP	Decahydro-naphtalin	0c I	25 °C	ISO 1628-3
Polystyrol	PS	Toluol	I Ic	25 °C	
Polysulfon	PSU	Chloroform	0c	25 °C	
Polyvinylchlorid	PVC	Cyclohexanon	Ic	25 °C	ISO 1628-2 ASTM D 1243
Styrol/Acrylnitril-Copolymer	SAN	Ethylmethylketon	0c I	25 °C	
Styrol/Butadien-Copolymer	SB	Toluol	0c I	25 °C	

Tabelle 6 Kapillarviskosimetrie in der Polymeranalytik

1. Probenvorbereitung

Die Lösung sollte immer nach der jeweils zugrundeliegenden Norm hergestellt werden. Sehr häufig sind Unstimmigkeiten im Endergebnis gerade nicht in der Messung oder Auswertung der Probe, sondern in der Probenvorbereitung begründet.

Die Normen bieten vielfältige Informationen, insbesondere zu:

- den Lösemitteln,
- der Polymerkonzentration
- der Lösetemperatur
- und der Lösedauer.

Bei Lösemitteln ist die genaue Zusammensetzung zu beachten. So werden z.B. nach **ISO 307** für Polyamid 96 %ige Schwefelsäure oder 90 %ige Ameisensäure eingesetzt. Der Wassergehalt ist in diesen beiden Fällen also genau definiert.

In einigen Fällen sind mehrere Lösemittel erlaubt (z.B. in **ISO 307** für Polyamid oder in **ISO 1628-5** für Polyester). Unternehmen oder Institute, die zusammenarbeiten, sollten deshalb die Wahl des Lösemittels abstimmen, um eine möglichst gute Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten.

Die Polymerkonzentration ist in den Normen zumeist eindeutig vorgeschrieben. Häufig ist für die Gesamtlösung die Angabe von 0,5 g Polymer/100ml (= 5 g/Liter) zu finden. Zum Einwiegen dieser kleinen Probenmengen ist eine Analysenwaage mit einer Auflösung und Genauigkeit von $\pm 0,1$ mg nötig.

Zur Herstellung einer solchen Lösung gibt es zwei Verfahrensweisen:

(a) Die Lösung wird in Messkolben mit definierten Volumina hergestellt, z.B. in 50 ml - Kolben. Hierzu wird die berechnete Menge Polymer eingewogen. In dem Beispiel bei einer Konzentration von 0,5g / 100ml in 50 ml Gesamtvolumen sind dies 250,0 mg. Abweichungen von der berechneten Einwaage müssen notiert werden, damit daraus eine korrigierte Konzentration berechnet werden kann. Das Polymer wird in ca. $\frac{3}{4}$ der notwendigen Lösemittelmenge gelöst. Nach Auflösen wird bis zur Kalibriermarke des Messkolbens mit Lösemittel aufgefüllt (Abb.17).

Hierbei ist zu beachten: Das Volumen der Lösung ist temperaturabhängig. Der Messkolben muss deshalb bei Raumtemperatur aufgefüllt werden. Dies ist besonders wichtig, wenn die Probe zum Auflösen zuvor erwärmt wurde - dann die Proben vor dem Auffüllen auf Raumtemperatur abkühlen.

Wurde zum Auflösen ein Magnet-Rührstäbchen eingebracht, muss dieses vor dem Auffüllen entfernt werden. Es sollte sogar mit dem Lösemittel abgespült und die Spüllösung in dem Messkolben aufgefangen werden, um keine anhaftende Probe zu verlieren.

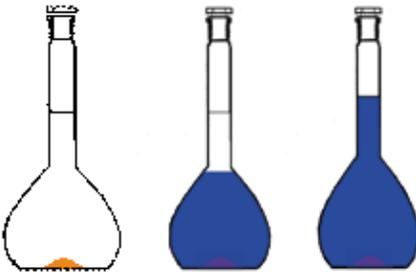


Abb. 17 Probenvorbereitung

(b) Die Lösung wird in Standard-Probenflaschen mit Hilfe einer elektronischen Kolbenbürette, z.B. TITRONIC® 500 von SI Analytics, hergestellt (siehe Abb. 18).

Bei dieser Arbeitsweise kann die Probenmenge in einem gewissen Bereich eingewogen werden, z.B. 200 bis 300 mg - es muss kein genauer Sollwert erreicht werden. Die Einwaage wird in der Kolbenbürette eingegeben, die daraufhin die Lösemittelmenge berechnet und zum Polymer hinzu dosiert. Dieses Verfahren ist im Vergleich zu Methode (a) einfacher in der Handhabung. Zudem gewährleistet es eine gleichbleibende Konzentration.

Technische Kunststoffe enthalten häufig Glasfasern oder andere Zusatzstoffe. Diese „Fremdbestandteile“ müssen aus der Einwaage herausgerechnet werden, um den reinen Polymergehalt zu erhalten. Um eine Polymermenge von 250 mg zu erhalten, beträgt z. B. die einzuwiegende Probenmenge eines glasfaserverstärkten Kunststoffs:

Visko Fibel

$$m_{\text{Probe}} = \frac{250 \text{ mg}}{1 - \frac{w_{\text{GF}}(\%)}{100}}$$

$w_{\text{GF}}(\%)$: Glasfaseranteil in %

Beim Herstellen der Lösung nach Methode b mit Hilfe einer Kolbenbürette ist diese Formel zur Berücksichtigung der Additive in der internen Software enthalten.

In der Praxis kommen als Fremdbestandteil am häufigsten Glasfasern vor, die bei der Konzentrationsberechnung berücksichtigt werden müssen. Der Glasfaseranteil wird durch Veraschung entsprechend genormter Verfahren (meist **ISO 3451**) separat bestimmt.

Bei der Veraschung wird eine Kunststoffprobe in einem Tiegel (in der Praxis meist aus Porzellan) verbrannt und anschließend bei Temperaturen von typ. 850 °C in einem Muffelofen bis zur Gewichtskonstanz gegläht.



Fig. 18 Probenvorbereitung mit der Kolbenbürette TITRONIC® 500

2. Messung der Durchlaufzeit von Probe und reinem Lösemittel

In der Viskosimetrie von Polymeren wird neben der Durchlaufzeit der Probenlösung in fast allen Fällen auch die Durchlaufzeit des reinen Lösemittels (Blindwert) gemessen. Beide Ergebnisse werden in eine relative Viskosität η_r umgerechnet:

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{K \cdot \rho \cdot t}{K \cdot \rho_0 \cdot t_0} = \frac{t}{t_0}$$

η, η_0	Viskosität der Probe bzw. des Lösemittels
ρ, ρ_0	Dichte der Probe bzw. des Lösemittels
t, t_0	Durchlaufzeit der Probe bzw. des Lösemittels

Da die Durchlaufzeiten für Probe und Blindwert in der Regel im gleichen Viskosimeter gemessen werden, entfällt in der Ergebnisberechnung die Kalibrierkonstante K des Viskosimeters.

Zudem sind die Dichte von Probe und Lösungsmittel bei den untersuchten verdünnten Lösungen näherungsweise gleich, so dass die relative Viskosität einfach das Verhältnis aus den Durchlaufzeiten von Probe und Lösemittel ist.

Man kann deshalb zur Messung der relativen Viskosität unkalibrierte Viskosimeter einsetzen. In der Praxis wird meist aus jeweils drei Durchlaufzeiten ein Mittelwert ermittelt, der dann in die relative Viskosität umgerechnet wird. Die automatisierten (AVS®-) Geräte von SI Analytics führen die Wiederholungsmessungen und die Berechnungen automatisch durch. Die relative Viskosität wird in den meisten Fällen noch weiter in ein Endergebnis umgerechnet (siehe Punkt 3 „Auswertung“).

Blindwert

Für jedes Viskosimeter wird der Blindwert bestimmt, also die Laufzeit des Lösemittels. Der Blindwert sollte in einem bestimmten Viskosimeter immer gleich sein. Wenn der Blindwert bei Wiederholungsmessungen schwankt, kann dies folgende Ursachen haben:

- Das Viskosimeter ist nicht sauber, z.B. können im Routineeinsatz von einer vorhergehenden Probemessung noch Rückstände verschleppt werden. In diesem Fall sollte der Blindwert ein weiteres Mal gemessen werden.

Liegen hartnäckige Verschmutzungen vor, ist es notwendig, das Viskosimeter einer geeigneten Intensivreinigung zu unterziehen (siehe Abschnitt 6.2).

- Das Lösungsmittel hat eine etwas andere Zusammensetzung, z.B. wenn eine neue Flasche Lösemittel angebrochen wurde. Eine Änderung der Zusammensetzung ist insbesondere bei Lösungsmittelmischungen möglich, wie z.B. Phenol/ortho-Dichlorbenzol (50/50, w/w), das nach **ISO 1628-5** für Polyester (PET, PBT) verwendet wird. Bei diesem Lösemittel besteht die Gefahr, dass beim Abkühlen unter Raumtemperatur das Phenol auskristallisiert und sich auf diese Weise die Lösemittelzusammensetzung verändert.

Auch bei 96 %iger Schwefelsäure (**ISO 307** für Polyamid) kann sich die Zusammensetzung ändern: Die Flüssigkeit ist hygroskopisch, nimmt also beim Stehen an Luft die Luftfeuchtigkeit auf und verdünnt sich auf diese Weise selbst. Die Schwefelsäure muss deshalb immer gut verschlossen aufbewahrt werden.

- Wenn sich die Temperatur ändert, verändert sich ebenfalls der Blindwert.

Der Blindwert gibt deshalb dem routinierten Anwender Hinweise, ob bei dem gesamten Messsystem alles in Ordnung ist: Dies betrifft vor allem die Qualität des Lösemittels, die Sauberkeit des Viskosimeters und die Mess-temperatur. Der Blindwert sollte regelmäßig gemessen werden, zumindest beim Anbrechen einer neuen Lösemittelflasche.

Messung der Probe

Bei der Messung der Probelösung wird wie beim Blindwert in der Regel 3x die Laufzeit gemessen.

Nach **ISO 1628-1** soll das Verhältnis aus der Laufzeit der Probe zur Laufzeit des Blindwerts – also die relative Viskosität – mindestens 1,2 betragen. Der Grenzwert von 1,2 muss eingehalten werden, um eine ausreichende Präzision für die Differenz der gemessenen Durchlaufzeiten zu erhalten. Als oberer Grenzwert für die relative Viskosität wird ein Wert von 2 empfohlen.

In der Praxis wird dieser Wert aber in einigen Fällen überschritten, wenn Polymere mit hohen Molekulargewichten gemessen werden und die Polymerkonzentration nicht geändert werden soll, weil sie in entsprechenden Normen festgesetzt ist.

Proben, die Partikel (z.B. Glasfasern) enthalten, müssen vor Einfüllen in das Viskosimeter unbedingt filtriert werden. Zum Filtrieren siehe Hinweise in Abschnitt 6.3.

Treten Streuungen der Laufzeiten > 0,2 % auf, so liegt das in der Regel an Partikeln, die in das Viskosimeter gelangt sind. In diesen Fällen ist die Messung mit einer filtrierten Probe zu wiederholen.

3. Auswertung

Zur Auswertung der Laufzeiten wird zunächst in der Regel die relative Viskosität Gl. (8.2) berechnet und darauf basierend weitere Größen. Sie sind in der Übersichtstabelle 7 aufgeführt.

Am wichtigsten sind:

- **die Viskositätszahl VZ**

synonyme Begriffe:

- reduzierte Viskosität η_{red} oder l

- nach **DIN 1342-2** :

Staudinger-Funktion J_v

- **Intrinsische Viskosität IV**

synonyme Begriffe:

- Abk. $[\eta]$

- Grenzviskositätszahl

- nach **DIN 1342-2** :

Staudinger-Index J_g

In einigen Fällen, vor allem bei PVC (gemäß **DIN EN ISO 1628-2**) wird auch der sog.

- **K-Wert nach Fikentscher** bestimmt.

Welche Auswertung und welches Endergebnis verwendet werden, ist in den Normen festgesetzt und meist historisch bedingt. So wird in der Regel bei der Analytik von PVC der K-Wert nach Fikentscher, für PET die Intrinsische Viskosität und für Polyamid die Viskositätszahl berechnet.

Auch hier sollte man beim Vergleich von Messergebnissen unterschiedlicher Labore darauf achten, dass nicht „Äpfel mit Birnen“ verglichen werden. Die Art der Auswertung ist deshalb zu dokumentieren.

Größe	Bezeichnung
η	dynamische Viskosität
$\nu = \eta / \rho$	kinematische Viskosität
$\eta_{rel} = \eta / \eta_0$	relative Viskosität, Viskositätsverhältnis
$(\eta - \eta_0) / \eta_0 = \eta_r - 1$	relative Viskositätsänderung, spezifische Viskosität
$VZ^* = 1 / c \cdot (\eta - \eta_0) / \eta_0$	Viskositätszahl, reduzierte Viskosität
$\ln(\eta_{rel}) / c$	inhärente Viskosität
$IV^{**} = [\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} 1 / c \cdot (\eta - \eta_0) / \eta_0$	Staudinger - Index, Grenzviskositätszahl, Intrinsic Viskosität
$K = \frac{a - 1 + \sqrt{1 + a(2/c + 2 + a)}}{0,15 + 0,3 \cdot c}$ $a = 1,5 \cdot \log \eta_{rel}$	K-Wert nach Fikentscher

* engl. VN, in manchen Normen J_v oder I

** in manchen Normen auch J_g oder I

Tabelle 7 Definition der Begriffe in der Lösungsviskosimetrie [18]

Intrinsische Viskosität

Die Intrinsische Viskosität ergibt sich durch Extrapolation der reduzierten Viskosität (Viskositätszahl) auf Konzentration 0 ("unendliche Verdünnung"), s. Abb. 19.

Für Anwendungen in der Qualitätskontrolle wird die Intrinsische Viskosität aus Messungen einer einzigen Konzentration (Ein-Punkt-Messung) und Anwendung von Extrapolationsformeln ermittelt, z.B. die Billmeyer-Formel für PET (ASTM D4603) oder die Martin-Formel für Cellulose. Der Arbeitsaufwand für die Bestimmung einer IV ist hier vergleichbar mit der einer VZ.

Die Intrinsische Viskosität hat auch eine besondere Bedeutung im wissenschaftlichen Bereich: Sie ist über die sog. Kuhn-Mark-Houwink-Beziehung mit der Molmasse M verknüpft:

$$[\eta] = K \cdot M^a \quad (8.3)$$

In dieser Gleichung sind die Konstanten K und a Parameter, die für ein bestimmtes Polymer, Lösemittel und eine bestimmte Messtemperatur gelten und die Berechnung der Molmasse aus der Intrinsischen Viskosität ermöglichen.

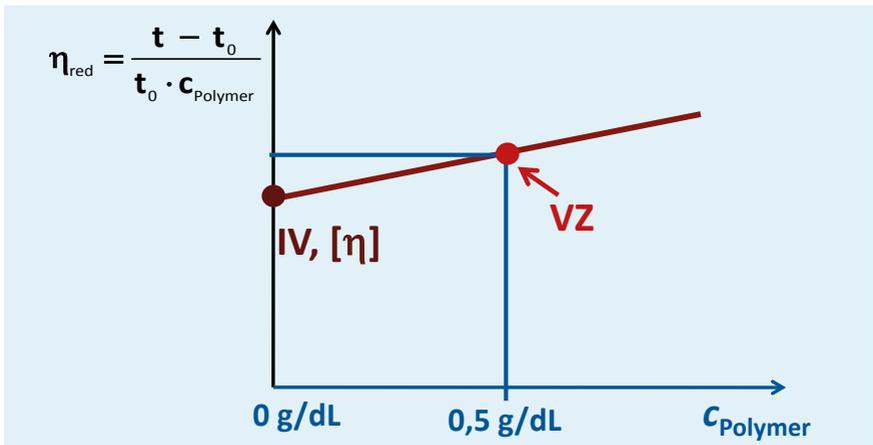


Abb. 19 Vergleich von Viskositätszahl und Intrinsischer Viskosität

Da alle technischen Polymere eine Verteilung unterschiedlicher Molmassen aufweisen, erhält man einen Mittelwert - bei der viskosimetrischen Bestimmung das Viskositätsmittel M_{η} . Die Konstanten K und a können der Literatur entnommen werden [16].

Zur genauen Ermittlung der Intrinsic Viskosität werden von einer Polymerprobe Lösungen unterschiedlicher Konzentration hergestellt (sog. Verdünnungsreihen [36]). Die Intrinsic Viskosität ergibt sich aus der Extrapolation der Viskositätszahlen auf die Konzentration = 0.

SI Analytics stellt für diese Verdünnungsreihen spezielle Viskosimeter her. Parallel wird auch eine Geräte-Software angeboten, die automatisch und schrittweise die Lösung in diesen Viskosimetern über angeschlossene Büretten verdünnt und misst.

Aufgrund des höheren Aufwands im Vergleich zu Ein-Punkt-Messungen ist die Messung von Verdünnungsreihen im Wesentlichen auf Forschung und Entwicklung beschränkt.

Die Beschreibung der Kunststoffanalytik in diesem Kapitel stellt nur eine Zusammenfassung der wichtigsten Punkte dar. Die Details der einzelnen Verfahren - Probenvorbereitung, Messung und Auswertung - entnehmen man bitte den zitierten Normen.

8.2 Viskositätsbestimmung von Ölen und Additiven

Mineralöle bestehen im Wesentlichen aus einem Gemisch von Kohlenwasserstoffen. Sie werden unter anderem als Schmierstoff eingesetzt, wofür aber noch Zusätze von Additiven, wie z.B. Viskositätsindex-(VI-)Verbesserer, Verschleißminderer, Oxidationsinhibitoren u.s.w. zugesetzt werden müssen.

Die Viskosität ist eine entscheidende Kenngröße für die Fließ- und Schmierfähigkeit eines Öles. Schmieröle bilden zwischen den reibenden Teilen im Motor einen Schmierfilm, der eine unmittelbare Berührung der festen Oberflächen verhindert. Die Viskosität des Öles beeinflusst dabei sowohl die Dicke des Schmierfilmes und damit den Verschleiß als auch die Energie, die durch Reibung verloren geht.

Die Viskosität eines Mineralöles ändert sich stark mit der Temperatur:

- Bei niedrigen Temperaturen (z. B. im Winter, bei Kaltstart des Motors) muß sie so niedrig sein, dass das Öl zu den Reibstellen im Motor gepumpt werden kann.
- Bei hohen Temperaturen (im Sommer, bei Vollgasfahrten; extremen Belastungen wie z. B. Bergfahrten) können Öltemperaturen über 100 °C auftreten. Es muss auch hier eine noch ausreichende Schmierfilmbildung gewährleistet sein, damit der Schmierfilm aufgrund zu niedriger Viskosität nicht an den Reibstellen reißt.

Die Lebensdauer eines Motorenöles ist begrenzt da sich während des Betriebes einerseits Alterungs- und Fremdstoffe (z. B. durch Grundöloxidation, Metallabrieb, Rußbildung) anreichern und andererseits die Additive (z. B. durch Abbau der Polymere durch Scherung, Oxidation und thermische Beanspruchung) abmagern [20, 21, 22].

Die Bestimmung der Viskosität spielt bei der Herstellung und der Entwicklung von legierten Ölen (Grundöl-Additiv-Mischungen) eine große Rolle.

In der Produktion wird durch regelmäßige Messungen eine ausreichende Qualitätskontrolle gewährleistet. In der Entwicklung wird das Viskositäts-Temperatur-Verhalten neuer Öl-Additiv-Mischungen untersucht. Bei gebrauchten Motorenölen hingegen läßt sich überprüfen, ob die Bildung des Schmierfilmes auch bei höheren Temperaturen noch ausreichend ist.

Visko Fibel

Viskositätsindex (VI)

Eine häufig gebrauchte Kenngröße für das Viskositäts-Temperatur-Verhalten (VT-Verhalten) eines Schmieröles ist der Viskositätsindex VI. Der VI eines Öles läßt sich aus der Angabe der Viskositäten bei 40 °C und 100 °C mit Hilfe von Tabellen berechnen (DIN ISO 2909).

Das Maß für den Viskositätsabfall mit steigender Temperatur ist abhängig von der chemischen Zusammensetzung des jeweiligen Öls. Eine geringe Temperaturabhängigkeit der Viskosität führt zu einem hohen Viskositätsindex. Mehrbereichs-, Motoren- und Getriebeöle haben einen hohen VI [23].

Für die Einordnung eines Motorenschmieröles in sogenannte SAE-Viskositätsklassen wird die dynamische Viskosität bei -17,8 °C (0 °F) und die kinematische Viskosität bei 98,9 °C (210 °F) zugrunde gelegt. Andere Schmieröle sind gemäß ISO 3448 bei 40 °C zu messen.

In Tabelle 8 sind Beispiele für Viskosimeter und Zubehör von SI Analytics - Geräten zusammengestellt.

	automatische Messung	manuelle Messung
Viskosimeter	<ul style="list-style-type: none">• UBBELOHDE• CANNON-Fenske-Routine• TC-Viskosimeter (für undurchsichtige Öle)	<ul style="list-style-type: none">• UBBELOHDE• CANNON-Fenske-Routine• CANNON-Fenske-Steigrohr (für undurchsichtige Öle)
Viskositäts-Messgeräte	<ul style="list-style-type: none">• AVS® 370, AVS® 470• AVS® Pro III (bis $v \approx 800 \text{ mm}^2/\text{s}$ bei Raumtemperatur)	<ul style="list-style-type: none">• Stoppuhr
Zubehör	<ul style="list-style-type: none">• Thermostat und Kühler	<ul style="list-style-type: none">• Thermostat und Kühler

Tabelle 8 Messplätze für Viskositätsmessungen an Ölen und Additiven

8.3 Lebensmittelprüfung

Die in der Lebensmittelindustrie zu verarbeitenden Rohstoffe, Halbfabrikate und Endprodukte haben unterschiedliche rheologische Eigenschaften und sind überwiegend nicht-Newtonsch. Sie hängen z.B. von Temperatur, Wassergehalt, Teilchengrößenverteilung (bei Suspensionen/Emulsionen), der mechanischen Bearbeitung, Lagerzeit und Transportbedingungen ab. Solche Proben werden nicht mit Glas-Kapillarviskosimetern, sondern z.B. mit Rotationsviskosimetern gemessen.

Es gibt aber auch Flüssigkeiten in der Lebensmittelproduktion, die Newtonsches Fließverhalten aufweisen, und zu deren Viskositätsmessung Kapillarviskosimeter vorteilhaft eingesetzt werden können.

Beispiele für Messaufgaben in der Lebensmittelindustrie

a) Ermittlung der Viskosität von Bierwürze und Bier [26]

Biere mit einer Viskosität $> 1,7$ mPas sind schwer filtrierbar, wodurch die Produktionsleistung limitiert wird. Andererseits wirkt eine höhere Viskosität positiv auf die Vollmundigkeit und die Schaumstabilität.

Ziele der Viskositätsmessung:

- Optimierung der Maischbarkeit
- Auswahl der Filtrationsstrategie
- Qualitätsbewertung von Malz, Würze und Bier

b) Viskositätsbestimmung von Obst- und Gemüsesäften

Rohpresssäfte mit einer hohen Viskosität lassen sich schwer klären. Dominierenden Einfluß auf die Viskosität hat der Pektin-gehalt, der bei der Herstellung von Fruchtsaftkonzentraten so weit ansteigen kann, dass bei der Einlagerung der Konzentrate die Gefahr des Gelierens der Tankinhalte besteht. Ein völliger Abbau des Pektins ist auf Grund der ernährungsphysiologischen Bedeutung unerwünscht.

Durch gezielten pektinolytischen Abbau im technologischen Abschnitt der Schönung und Klärung der Säfte wird versucht, einen optimalen Gehalt an Pektin einzustellen [27].

Ziele der Viskositätsmessung:

- Gewinnung von Steuerparametern für den pektinolytischen Prozeß zur Optimierung der Klärung und Schönung
- Qualitätsüberwachung
- Charakterisierung des Geliervermögens von Pektinen u.a. durch Bestimmung der Grenzviskositätszahl [28]

c) Viskositätsbestimmung in der Zuckerindustrie

Bei der Gewinnung und technischen Verarbeitung von Saccharoselösungen lässt sich aus der Viskosität die Zucker-Konzentration ermitteln [29]. Sie nimmt mit wachsender Konzentration exponentiell zu und hat damit einen maßgeblichen Einfluß auf die Bereitschaft von Zuckerlösungen zur Kristallisation. So wird die Kristallisation einer Saccharoselösung mit zunehmender Konzentration (Übersättigungszustand) zwar begünstigt, nimmt jedoch mit zunehmendem

Anteil mehrerer Saccharide wieder ab. Die Viskosität erhöht sich mit steigender Molekülmasse der Lösungskomponenten (Mono- u. Disaccharide, Glucosesirup [30]) und ergibt sich näherungsweise nach einer logarithmischen Mischungsregel:

$$\eta = w_A \log \eta_A + w_B \log \eta_B \quad (8.4)$$

w - Massenanteile an der Gesamtmischung
A,B - Komponenten

Glucosesirupe haben bei gleichem Verzuckerungsgrad unterschiedliche Saccharidfraktionen, woraus Unterschiede in der Viskosität resultieren. Da sie als Kristallisationsverhinderer bei der Herstellung von Süßwaren genutzt werden, ist die Viskosität ein wichtiger technologischer Parameter.

Ziele der Viskositätsmessung:

- Gewinnung von Steuerparametern für die Verarbeitung von Zuckerlösungen
- Qualitätsüberwachung
- Rezeptentwicklung
- Bereitstellung von Informationen für die Auslegung von Apparaten und Anlagen der Zuckerindustrie.

d) Viskositätsmessung in der Milchindustrie

Durch die unterschiedliche Provenienz und Zusammensetzung der Milch und Milchprodukte ergibt sich ein sehr verschiedenartiges rheologisches Verhalten der Milchprodukte [31].

Die Viskosität von Milch, Rahm, Kondensmilch usw. wird vom Fettgehalt, der Trockenstoffkonzentration und in starkem Maße von den Verarbeitungsbedingungen, z.B. der Homogenisierung, beeinflusst. Der Zusatz von Hydrokolloiden (Dickungs-, Binde- und Geliermittel) sowie von Stabilisatoren, wirkt stark viskositätserhöhend. Zur Aufklärung ihrer chemischen Struktur und Wirkung in Verbindung mit den Milchkomponenten gibt die Viskositätsmessung wertvolle Informationen.

Ziele der Viskositätsmessung:

- Qualitätsbewertung
- Rezepturentwicklung

e) Viskosimetrie für spezielle Lebensmittel-Applikationen

Nachdem überprüft wurde, ob die zu untersuchende Lebensmittel-Flüssigkeit hinreichend als Newtonsches Fluid behandelt werden kann, sind prinzipiell alle Typen von Kapillarviskosimetern einsetzbar.

Schwierigkeiten können sich bei der Detektion des Flüssigkeitsmeniskus ergeben. Milchprodukte lassen sich infolge der geringen Transparenz und der Nachlaufeffekte nur schwer optisch detektieren.

Der Einsatz von TC-Viskosimetern erfordert eine häufige gründliche Reinigung, da die Thermistoren infolge Inkrustation zur Verschmutzung neigen. Einfacher ist die Viskositätsmessung von Bier, Fruchtsäften u.ä. Da diese Fluide zum Schäumen neigen, hat sich der Einsatz von OSTWALD- (auch Mikro-OSTWALD-)Viskosimetern bewährt [26]. Ähnlich gute Erfahrungen wurden bei Viskositätsmessungen von Fruchtsäften gemacht.

ANHANG A

GRUNDLAGEN DER HC-KORREKTION

Zur Beschreibung der realen Strömung in Kapillarviskosimetern reicht das Gesetz von Hagen-Poiseuille (vgl. Kapitel 2, Gl (2.1)) nicht aus.

Abb. A 1 zeigt den real auftretenden Druckverlauf in der Kapillare [7]. Die Abweichungen vom idealen Verlauf resultieren aus hydrodynamischen Vorgängen in der Ein- und Austrittzone der Kapillare. Sie werden im Strömungsmodell (Abb. A 2) durch zusätzliche Terme berücksichtigt.

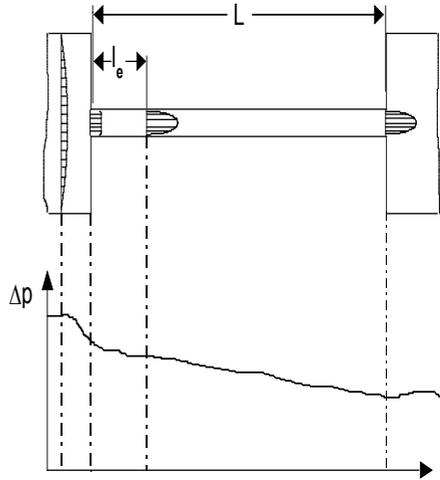


Abb. A 1 axialer Druckverlauf in der Kapillare

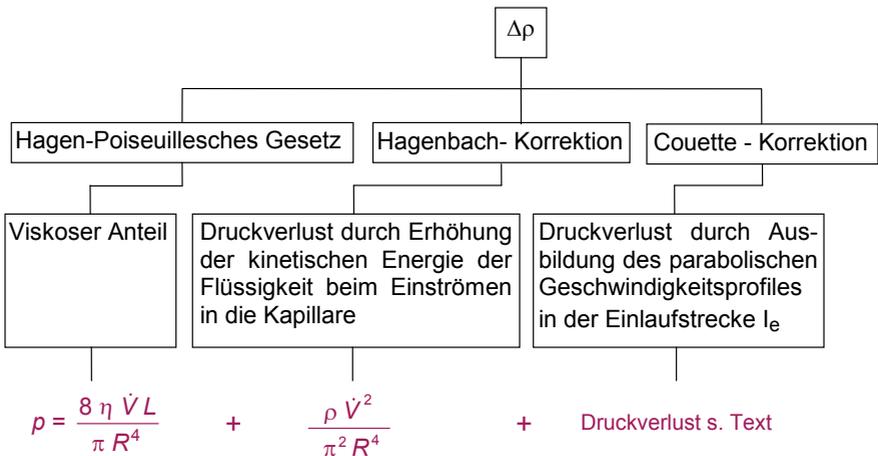


Abb. A 2 Strömungsmodell mit Korrekturtermen

(A 1.1)

Hagenbach [5,14] hat erstmals darauf hingewiesen, dass die kinetische Energie der ausgebildeten Kapillarströmung - für die ein Teil des hydrostatischen Drucks aufgewendet werden muss - als Korrektur zu berücksichtigen ist. Diese Energie wird nicht in der Kapillare durch viskose Reibung in Wärme umgewandelt, sondern erst nach dem Auslauf.

Diese kinetische Energie bzw. der Druckverlust kann prinzipiell berechnet werden (Abb. A 2, Gl. (A 1.1)). Da die Strömungsverhältnisse in der Praxis komplizierter sind, wird der Hagenbach-Korrekturterm um eine Konstante m erweitert [2, 8].

Couette beschrieb einen zusätzlichen Druckverlust [6]: Eine Kapillarströmung mit ausgebildetem parabolischem Strömungsprofil hat den geringsten Druckverlust - jede andere Strömungsform verbraucht mehr Energie. Da das parabolische Strömungsprofil erst in der Einlaufstrecke ausgebildet wird, ist längs dieser der Druckabfall pro Kapillarlänge größer als im anschließenden Kapillarbereich.

Dieser Effekt wurde ursprünglich durch eine fiktive Verlängerung der Kapillare um ein bestimmtes Vielfaches n des Kapillarradius $n \cdot R$ erfasst. Somit ergibt sich das folgende korrigierte Hagen-Poiseuille-Gesetz zur Bestimmung der Viskosität:

$$\eta = \frac{\Delta p \pi R^4}{8V(L+nR)} - \frac{m \rho \dot{V}}{8\pi(L+nR)} \quad (\text{A 1.2})$$

Die Werte von n liegen zwischen 0,2 und 1,2 - trichterförmige Kapillarenden haben dabei niedrigere Werte als scharfkantige Kapillarenden. Da die Couette-Korrektion nur schwer messtechnisch erfasst werden kann, wird in der Praxis nicht mit einer Verlängerung $n \cdot R$ der Kapillare gerechnet. Stattdessen werden Hagenbach- und Couette-Korrektion in dem Faktor m zusammengefasst.

Mit den Gleichungen

$$\Delta p = \rho g h_m \quad (\text{A 1.3})$$

und

$$\dot{V} = \frac{V}{t_g} \quad (\text{A 1.4})$$

gilt für die kinematische Viskosität:

$$\nu = \frac{\pi R^4 g h_m}{8LV t_g} - \frac{mV}{8\pi L t_g} \quad (\text{A 1.5})$$

Visko Fibel

Der Parameter m ist maßgeblich von der Form der Kapillarenden sowie von der Reynolds-Zahl (Re) abhängig.

Die Reynolds-Zahl ist eine wichtige dimensionslose Ähnlichkeitskenngröße zur strömungsmechanischen Beschreibung inkompressibler Fluide:

$$Re = \frac{\rho \cdot v_m \cdot 2R}{\eta} = \frac{v \cdot 2R}{\nu} \quad (\text{A 1.6})$$

v_m = mittlere Geschwindigkeit

Sie charakterisiert die Strömungsform, laminar oder turbulent, bedingt durch Einflüsse von Trägheit und Reibung (Viskosität). Je nach Fertigungstechnologie können die Kapillarenden von Viskosimetern scharfkantig oder trichterförmig sein (Abb. A 3).

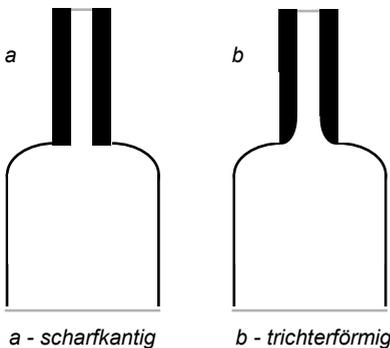


Abb. A 3 Kapillarenden von Viskosimetern

Für scharfkantige Kapillarenden wurde ein konstanter Wert von $m = 1,12$ theoretisch berechnet [9, 10, 11]. Dieser Wert ist auch in DIN 53012 als maximale Richtgröße angegeben. Ideal scharf abgeschnittene Kapillarenden sind jedoch aus fertigungstechnischen Gründen nicht realisierbar.

Für $Re > 100$ wurde der berechnete Wert experimentell bestätigt. Bei Re -Zahlen unter 100 fällt m stark ab und hat bei $Re = 25$ nur noch etwa 30 - 40 % seines Ausgangswertes [12]. Bei $Re < 10$ ist m vernachlässigbar klein [13].

Sind die Kapillarenden trichterförmig ausgebildet, so ist m über den gesamten messtechnisch genutzten Durchflusszeitbereich eine Funktion der Reynolds-Zahl. Cannon, Manning und Bell [14] fanden eine Proportionalität zwischen m und der Wurzel der Reynoldszahl:

$$m = 0,037 \sqrt{Re} \quad (\text{A 1.7})$$

Gleichung (4.15) stellt die Grundlage zur Berechnung der HC-Korrektur mittels einer universell anwendbaren Formel für Viskosimeter mit trichterförmigen Kapillarenden dar, siehe unten.

Somit ergeben sich folgende Arbeitsgleichungen für Viskosimeter mit scharfkantigen bzw. trichterförmigen Kapillarenden:

scharfkantige Kapillarenden

$$\nu = K \cdot t - \frac{B}{t_g} \quad (\text{A 1.8})$$

$$B = \frac{1,12V}{8\pi L} \quad (\text{A 1.9})$$

$$t_H = \frac{B}{K t_g} \quad (\text{A 1.10})$$

trichterförmige Kapillarenden

Kapillarviskosimeter von SI Analytics besitzen aus fertigungstechnischen Gründen trichterförmige Kapillarende

Bei Gültigkeit der Gleichung A (1.7) nach [14] lässt sich die Hagenbach-Couette-Korrektur wie folgt berechnen:

$$\nu = K \cdot t - \frac{E}{t_g^2} \quad (\text{A 1.11})$$

$$E = \frac{0,00166 V^{\frac{3}{2}}}{L(2KR)^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{A 1.12})$$

$$t_H = \frac{E}{K t_g^2} \quad (\text{A 1.13})$$

Diese Berechnungsformel wird von SI Analytics standardmäßig sowohl in den Gebrauchsanleitungen der Viskosimeter als auch in der Software eingesetzt. Die nach dieser Formel berechnete HC-Korrektur wurde in alten Versionen der **DIN 51562-1** für DIN-Ubbelohde-Viskosimeter tabelliert und ist in der weiterhin gültigen **DIN 51562-2** von 1988 für Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter enthalten.

In der aktuellen **DIN 51562-1:1998** wird die individuelle Bestimmung der experimentellen Hagenbach-Korrektur empfohlen.

Die **ASTM D 446** erlaubt noch die Verwendung der Berechnungsformel, empfiehlt aber ebenfalls eine individuelle Hagenbach-Korrektur. Der Grund dafür ist, dass die Hagenbach-Korrektur der einzelnen Viskosimeter deutlichen Exemplarschwankungen unterliegt, z.B. durch die individuelle Form der Ein- und Auslauftrichter an den Kapillarenden. Aus diesem Grund sollte die Berechnungsformel der Hagenbach-Korrektur nur bei kleinen Korrekturwerten zur Anwendung kommen, wie in den Anleitungen der Viskosimeter vermerkt.

VERWENDETE FORMELZEICHEN UND EINHEITEN

A	Fläche parallel zur Strömungsrichtung	m^2
B	Konstante der Hagenbach-Korrektion bei scharfkantigen Kapillarenden	$mm^2 s$
c	Konzentration	g/cm^3
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	$1/s$
E	Konstante der Hagenbach-Korrektion bei trichterförmigen Kapillarenden	$mm^2 s$
F	Kraft in Strömungsrichtung	N
g	Fallbeschleunigung am Ort der Messung	m/s^2
g_0	Fallbeschleunigung am Ort der Konstantenbestimmung	m/s^2
h_m	mittlere hydrostatische Druckhöhe	cm
Δh	kapillare Steighöhe der Flüssigkeit	cm
$IV, [\eta]$	Intrinsische Viskosität, Grenzviskositätszahl	cm^3/g
K	Viskosimeter-Gerätekonstante	mm^2/s^2
K_p	Viskosimeter-Gerätekonstante (Prüfling)	mm^2/s^2
K_R	Viskosimeter-Gerätekonstante (Referenz-Viskosimeter)	mm^2/s^2
K'	korrigierte Viskosimeter-Gerätekonstante	mm^2/s^2
L	Länge der Kapillare	cm

l_e	Einlauflänge	cm
m	Koeffizient der Hagenbach-Korrektion	-
n	Koeffizient der Couette-Korrektion	-
Δp	Wirkdruck	mbar
Δp_c	aus der Couette-Korrektion resultierender Druckverlust	mbar
R	Radius der Kapillare	cm
Re	Reynolds-Zahl	-
r_1	Radius des oberen Vorratsgefäßes am Flüssigkeitsmeniskus	cm
r_2	Radius des unteren Vorratsgefäßes am Flüssigkeitsmeniskus	cm
s	Temperaturfehler	K
t	Durchflusszeit korrigiert nach Hagenbach-Couette	s
t_g	gemessene Durchflusszeit	s
t_{gP}	gemessene Durchflusszeit (Prüfling)	s
t_{gR}	gemessene Durchflusszeit (Referenz-Viskosimeter)	s
t_H	Hagenbach-Couette-Korrektionszeit	s
t_{HP}	Hagenbach-Couette-Korrektionszeit (Prüfling)	s
t_{HR}	Hagenbach-Couette-Korrektionszeit (Referenz-Viskosimeter)	s
t_s	Scherzeit	s

Visko Fibel

T	Mess-Temperatur	K
T_0	Kalibrier-Temperatur	K
U	Spannung	V
U_v	Temperaturkoeffizient der kinematischen Viskosität	1/K
V	Durchfluss-Volumen	cm ³
\dot{V}	Volumenstrom	cm ³ /s
ΔV	an den Innenwandungen des Viskosimeters haftendes Flüssigkeitsvolumen	cm ³
v_m	mittlere Strömungsgeschwindigkeit	m/s
x	Koordinate in Strömungsrichtung	m
y	Koordinate in Richtung des Geschwindigkeitsgradienten	m
α	Längen-Ausdehnungskoeffizient	1/K
ε	relativer Fehler des Messwertes	%
η	dynamische Viskosität	mPa s
η_r	relative Viskosität	-
η_0	dynamische Viskosität des Lösemittels	mPa s
ν	kinematische Viskosität	mm ² /s
ρ	Dichte der zu messenden Flüssigkeit	g/cm ³
ρ_0	Dichte der Normalflüssigkeit bzw. des Lösemittels (in der Polymeranalytik)	g/cm ³
σ	Oberflächenspannung der zu messenden Flüssigkeit	mN/m

σ_0	Oberflächenspannung der Normalflüssigkeit	mN/m
ϑ	Temperatur	°C
τ	Schubspannung	Pa
Φ	Winkel zwischen der Senkrechten und der Verbindungslinie von oberem und unterem Mittelpunkt der Niveaugefäße bei der Messung	-
Φ_0	Winkel zwischen der Senkrechten und der Verbindungslinie von oberem und unterem Mittelpunkt der Niveaugefäße bei der Kalibrierung	-

LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Mezger, T.
Das Rheologie-Handbuch, Vincentz-Verlag, 4. Aufl. 2012
- [2] Viswanath, D.S. et al.
Viscosity of Liquids, Springer-Verlag, Dordrecht, 2007
- [3] Prandtl, L.
Führer durch die Strömungslehre, Springer-Verlag, Berlin,
13. Aufl. 2012
- [4] Eck, B.
Technische Strömungslehre Band 1, Springer-Verlag, Berlin,
9. Aufl. 1988
- [5] Hagenbach, E.
Poggendorffs Annalen der Physik **109** (1860), 385
- [6] Couette, M.
Annales de Chimie et Physique **21** (1890), 433
- [7] Hengstenberg, J./ Sturm, B./ Winkler, O.
Messen, Steuern und Regeln in der chemischen Technik B. II, 432 - 499,
Springer-Verlag, Berlin, 3. Aufl. 1980
- [8] Dinsdale, A./ Moore F.,
Viscosity and its measurement, Chapman and Hall, London (1962)
- [9] Boussinesq, V. S.
Comptes rendus **110** (1890), 1160, 1238
- [10] Schiller, L.
Forschung auf dem Gebiete des Ingenieurwesens (1922), H. 248
- [11] Riemann, W.
Journal of the American Chemical Society **50** (1928), 46
- [12] Weber, W./ Fritz, W.
Rheologica Acta **3** (1963), 34

- [13] Dorsay, N. E.
The physical review **28** (1926), 833
- [14] Cannon, M. R.; Manning, R. E. Bell, J. D.
Analytical Chemistry **32** (1960), 355
- [15] Gebrauchsanleitung UBBELOHDE-Viskosimeter
mit hängendem Kugelniveau SI-Analytics, Mainz
- [16] Grulke & Grulke, Wiley
Polymer Handbook, 5th ed. 2014
- [17] Doerffel, K.
Statistik in der analytischen Chemie, Wiley-VCH Verlag 1990
- [18] Brown, R. P.
Taschenbuch der Kunststofftechnik.
Carl Hanser Verlag, München 1984
- [19] DIN - Taschenbuch 398 Rheologie
Beuth Verlag Berlin, 2 Aufl. 2012
- [20] Jentsch, C.
Chemie in unserer Zeit **12** (1978), 57
- [21] Bannister, K.E.
Lubrication for Industry, Industrial Press, Inc., 2nd ed. 2006
- [22] Klein, J./ Müller, H. G.
Erdöl und Kohle, Erdgas, Petrochemie **35** (1982), 187
- [23] Stepina, V./ Vesely, V./ Trebicky, V.
Tribologie und Schmierungstechnik **34** (1987), 113
- [24] Gravity Zones. In: Directive 90/384/EEC - Common Application.
WELMEC 2 (Issue 3), 2000, S 20-24.
- [25] Wilke, J./ Kryk,
H. Temperaturkonstanz und Temperaturverteilung in Flüssigkeitsthermostaten, VDI/VE-GMA-Tagung TEMPERATUR '92 VDI Berichte 982 (1992), 265 - 268

- [26] Greif, P.
Monatsschrift für Brauerei **32** (1979), 356
- [27] Köller, M./ Grandke, I.
Lebensmittelindustrie **24** (1977), 162
- [28] Kunzele, H./ Kleiber, U. / Bergemann, U.
Lebensmittelindustrie **36** (1989), 78
- [29] Hoffmann, H./ Mauch, W./ Untze, W.
Zucker und Zuckerwaren, Verlag Paul Parey, Berlin 1985
- [30] Schiweck, H./ Kolber, A.
Gordian **72** (1972), 41
- [31] Kessler, H. G.
Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik, Molkereitechnologie Verlag
A. Kessler, Freising 1988
- [32] UBBELOHDE, L.
Zur Viskosimetrie S. Hirzel Verlag, Stuttgart 1965
- [33] UBBELOHDE, L.
Öl und Kohle vereinigt mit Erdöl und Teer **12** (1936), 949
- [34] Kryk, H./ Wilke J.
GIT Fachzeitschrift für das Labor **5** (1994), 463
- [35] Kryk, H./ Wilke J.
Erdöl und Kohle, Erdgas, Petrochemie **47** (1994), 467
- [36] Elias, H.-G. Makromoleküle, Band 2:
Physikalische Struktur und Eigenschaften, 6. Aufl. 2000
- [37] Thulin, A.: A "Standardized" Gravity Formula.
OIML-Bulletin Nr. 127, 1992, S.45
- [38] Gebrauchsanleitung UBBELOHDE-Viskosimeter (DIN),
SI Analytics Mainz

NORMEN

Grundlagen

DIN 1342-1
Rheologische Begriffe

DIN 1342-2
Newtonsche Flüssigkeiten

DIN 53017
Bestimmung des Temperaturkoeffizienten der Viskosität von Flüssigkeiten

ASTM D 445
Bestimmung der kinematischen Viskosität von transparenten und opaken Flüssigkeiten und Berechnung der dynamischen Viskosität

Messtechnik

DIN 51366
Messung der kinematischen Viskosität mit dem CANNON-FENSKE-Viskosimeter für undurchsichtige Flüssigkeiten

DIN 51562-1
Messung der kinematischen Viskosität mit dem UBBELOHDE-Viskosimeter

DIN 51562-2
Messung der kinematischen Viskosität mit dem UBBELOHDE-Viskosimeter, Mikro-UBBELOHDE-Viskosimeter

DIN 51562-3
Messung der kinematischen Viskosität mit dem UBBELOHDE-Viskosimeter, Relative Viskositätsänderungen bei kurzen Durchflusszeiten

DIN 51562-4
Messung der kinematischen Viskosität mit dem UBBELOHDE-Viskosimeter, Viskosimeter-Kalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit

DIN 53012

Kapillarviskosimetrie Newtonscher Flüssigkeiten,
Fehlerquellen und Korrekturen

ISO 3105

Kapillar-Viskosimeter aus Glas zur Bestimmung der kinematischen Viskosität
- Anforderungen und Bedienungsanleitungen

ASTM D 446

Glaskapillarviskosimeter für die kinematische Viskositätsmessung;
Anforderungen und Bedienungsanleitung

BS 188

Verfahren zur Bestimmung der Viskosität von Flüssigkeiten

Prüfung von Mineralölen und verwandten Stoffen

DIN ISO 2909

Mineralölerzeugnisse -
Berechnung des Viskositätsindex aus der kinematischen Viskosität

DIN ISO 3448

Flüssige Industrie-Schmierstoffe - ISO-Viskositätsklassifikation

DIN 51563

Prüfung von Mineralölen und verwandten Stoffen -
Bestimmung des Viskosität-Temperatur-Verhaltens - Richtungskonstante m

DIN EN ISO 3104

Mineralölerzeugnisse - Durchsichtige und undurchsichtige Flüssigkeiten
- Bestimmung der kinematischen Viskosität und Berechnung der
dynamischen Viskosität

Prüfung von Kunststoffen und Cellulose

DIN EN ISO 1628-1

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein
Kapillarviskosimeter - Teil 1: Allgemeine Grundlagen

DIN EN ISO 1628-2

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung unter Verwendung von Kapillarviskosimetern - Teil 2: Vinylchlorid-Polymere

DIN EN ISO 1628-3

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter - Teil 3: Polyethylen und Polypropylen

DIN EN ISO 1628-4

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter - Teil 4: Polycarbonat

DIN EN ISO 1628-5

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter - Teil 5: Thermoplastische Polyester (TP) Homopolymere und Copolymere

ISO 1628-6

Bestimmung der Viskositätszahl und der Grenzviskositätszahl;
Teil 6: Methylmethacrylatpolymere

DIN EN ISO 307

Polyamide - Bestimmung der Viskositätszahl

EN ISO 1157

Celluloseacetat in verdünnter Lösung - Bestimmung der Viskositätszahl und des Viskositätsverhältnisses

DIN 54270-1

Prüfung von Textilien; Bestimmung der Grenzviskosität von Cellulosen, Grundlagen

DIN 54270-2

Prüfung von Textilien; Bestimmung der Grenzviskosität von Cellulosen, Cuen-Verfahren

DIN 54270-3

Prüfung von Textilien; Bestimmung der Grenzviskosität von Cellulosen, EWNN_{mod(NaCl)}-Verfahren

ISO 5351

Faserstoff - Bestimmung der Viskositätsgrenze in einer Kupferethylendiamin (CED)-Lösung

DIN EN 60450

Messung des durchschnittlichen viskosimetrischen Polymerisationsgrades von neuen und gealterten cellulosehaltigen Elektroisierstoffen (IEC 60450)

SNV 195598

Textilien; Prüfung auf Faserveränderung und Faserschädigung;
Bestimmung der Viskositätszahl von Cellulose in EWN-Lösungsmittel

TAPPI T230 om-99

Viscosity of pulp (capillary viscometer method)

ASTM D 2857

Standard Practice for Dilute Solution Viscosity of Polymers

ASTM D 789

Standard Test Methods for Determination of Solution Viscosities of Polyamide (PA)

ASTM D 1243

Prüfung der Viskosität von Vinylpolymeren in verdünnter Lösung

ASTM D 1601

Prüfung der Viskosität von verdünnten Lösungen aus Ethylenpolymeren

ASTM D 4603

Bestimmung der logarithmischen Viskositätszahl von Polyethylenterephthalat (PET)

ASTM D 4243

Bestimmung des durchschnittlichen Polymerisationsgrades von neuem und abgelagertem Elektropapier und -platten

ASTM D 4878

Bestimmung der Viskosität von Polyolen

Normen zu Flüssigkeitsthermostaten

DIN 12876-1

Laborthermostate und Laborbäder

- Teil 1: Begriffe und Klasseneinteilung

DIN 12876-2

Laborthermostate und Laborbäder

- Teil 2: Bestimmung der Kenndaten von Wärme- und Kältethermostaten

DIN 12876-3

Laborthermostate und Laborbäder

- Teil 3: Bestimmung der Kenndaten von Laborbädern

SI Analytics

a xylem brand

Bereits mit unserem Firmennamen SI Analytics drücken wir unsere Kernkompetenz - die Herstellung von Analysengeräten - aus. Außerdem steht SI stellvertretend für die Hauptprodukte unseres Unternehmens: Sensoren und Instrumente.

Aus der Historie der SCHOTT® AG hervorgegangen verfügt SI Analytics über rund 80 Jahre Erfahrung in der Glastechnik sowie der Entwicklung von Analysengeräten. Nach wie vor werden unsere Produkte mit hohem Anspruch an Innovation und Qualität in Mainz gefertigt.

Als ein seit nunmehr über 40 Jahren eigenständiges Unternehmen in Mainz, sind wir, als ehemalige Tochter der SCHOTT® AG, weiterhin sehr traditionsverbunden und fertigen nach wie vor nach Mainzer Glasmachersitte.

Unsere Elektroden, Titratoren und Kapillarviskosimeter werden auch in Zukunft überall dort zu Hause sein, wo Know-how in der Analysentechnik gefragt ist.

Seit 2011 gehört SI Analytics zu dem börsennotierten Unternehmen Xylem Inc., mit Hauptsitz in Rye Brook / N.Y., USA. Xylem ist ein weltweit führender Anbieter von Problemlösungen zum Thema Wasser.

Wir sind Xylem Analytics

Xylem besteht aus drei Geschäftsbereichen - Water Solutions, Applied Water Systems und Analytics. Die folgenden Firmen aus Xylem Analytics agieren, wie SI Analytics, in den Märkten Chemie-, Pharma-, Biotechnologie-, Lebensmittel- sowie Kunststoffindustrie.

Bellingham + Stanley

- Refraktometer
- Polarimeter
- Zertifizierte Referenzmaterialien

www.bellinghamandstanley.com



a xylem brand

ebro

- Ölqualitätsmessgeräte
- Präzisionsthermometer
- Temperatur-, Druck- und Feuchtedatenlogger

www.ebro.com



a xylem brand

OI Analytical

- Gesamtorganischer Kohlenstoff & Zyanid
- Phosphororganische & Organochlorpestizide
- Flüchtige organische Verbindungen (FOV)

www.oico.com



a xylem brand

More Xylem Analytics brands:



a xylem brand



a xylem brand



a xylem brand

Xylem | 'zīləm|

- 1) Das Gewebe in Pflanzen, das Wasser von den Wurzeln nach oben befördert;
- 2) ein führendes globales Wassertechnikunternehmen.

Wir sind ein globales Team, das ein gemeinsames Ziel eint: innovative Lösungen zu schaffen, um den Wasserbedarf unserer Welt zu decken. Im Mittelpunkt unserer Arbeit steht die Entwicklung neuer Technologien, die die Art und Weise der Wassernutzung und Wiedernutzung in der Zukunft verbessern. Wir bewegen, behandeln, analysieren Wasser und führen es in die Umwelt zurück, und wir helfen Menschen, Wasser effizient in ihren Haushalten, Gebäuden, Fabriken und landwirtschaftlichen Betrieben zu nutzen. In mehr als 150 Ländern verfügen wir über feste, langjährige Beziehungen zu Kunden, bei denen wir für unsere leistungsstarke Mischung aus führenden Produktmarken und Anwendungskompetenz, unterstützt durch eine Tradition der Innovation, bekannt sind.

Weitere Informationen darüber, wie Xylem Ihnen helfen kann, finden Sie auf www.xyleminc.com.

SI Analytics
a xylem brand

SI Analytics GmbH

Hattenbergstr. 10
55122 Mainz
Germany

Phone: +49.(0)6131.66.5111
Fax: +49.(0)6131.66.5001
E-Mail: si-analytics@xyleminc.com
Internet: www.si-analytics.com

überreicht durch