

Viskosimetrie

Kapillarviskosimeter mit Kreis- und Rechteckquerschnitt zur Bestimmung von Fließkurven

Systematische Abweichungen: Ursachen und Korrekturen

DIN
53 014
Teil 2

Viscometry; capillary viscometers with circular and rectangular cross section for determination of flow curves; systematic deviations: sources and corrections

Viscosimétrie; Viscosimètres à tube capillaire de section transversale circulaire ou rectangulaire pour la détermination des courbes d'écoulement; écarts systématiques, causes et corrections

1 Zweck

In dieser Norm werden die Ursachen für systematische Abweichungen bei Kapillarviskosimetern mit Kreis- und Rechteckquerschnitt behandelt und die Korrekturen — soweit möglich — angegeben.

2 Anwendungsbereich

Bei der Bestimmung von Fließ- und Viskositätskurven mit Kapillarviskosimetern müssen systematische Meßabweichungen berücksichtigt werden, die durch die Eigenschaften der Flüssigkeit, durch Besonderheiten des Fließvorganges, durch die Ausführung der Geräte und durch die Versuchsführung verursacht werden.

Festlegungen über zulässige Abweichungen und Fehlergrenzen müssen speziellen Prüfnormen vorbehalten bleiben, da diese Anforderungen an die Prüfung in Kapillarviskosimetern zur Bestimmung von Fließkurven je nach dem Anwendungsgebiet so unterschiedlich sind, daß keine starre Regelung sinnvoll ist (siehe Erläuterungen).

3 Korrigierbare systematische Abweichungen

3.1 Kapillaren mit Kreisquerschnitt (Kreiskapillaren)

3.1.1 Form und Maße

Die Stirnflächen der Kapillaren müssen senkrecht zur Kapillarenachse geschnitten und poliert sein. Sie dürfen keinen Grat und keine Fase aufweisen.

Die geometrische Länge L' (in der Regel identisch mit der Meßlänge L) ist bei Beträgen über 50 mm auf 0,05 mm zu bestimmen, z.B. mit Meßschiebern (siehe DIN 862), bei Längen bis 50 mm auf 0,01 mm, z.B. mit Bügelmeßschrauben (siehe DIN 863 Teil 1).

Abweichungen der Form der Kapillaren von der einer idealen zylindrischen Bohrung und die Meßunsicherheit bei der Bestimmung des Radius können das Ergebnis der Viskositätsmessung stark beeinflussen. Die Bestimmung des mittleren effektiven Kapillarenradius R hat deshalb besondere Bedeutung. Da sich wesentliche Änderungen von Querschnitts-Form und -Fläche der Kapillaren längs ihrer Achse bei nicht-newtonschen Flüssigkeiten anders auswirken können als bei newtonschen Flüssigkeiten, ist durch Auswahl der Kapillaren für die beste verfügbare Gleichmäßigkeit zu sorgen.

3.1.2 Bestimmung des mittleren effektiven Radius R an Kapillaren mit der Länge $L' > 10$ mm und dem Durchmesser $2 \cdot R < 1$ mm

Für Kapillaren, deren Radius entweder wegen des geringen Durchmessers oder wegen eines zu großen Verhältnisses Länge durch Durchmesser nicht mit Innentastern bestimmt werden kann, stehen zwei Verfahren der Radiusbestimmung zur Verfügung.

3.1.2.1 Bestimmung des mittleren effektiven Radius R durch Referenzflüssigkeiten mit bekannter Viskosität

Der mittlere effektive Radius R kann durch Anwenden des Hagen-Poiseuilleschen Gesetzes mit Hilfe einer geeigneten newtonschen Flüssigkeit mit bekannter Viskosität nach Gleichung (1) bestimmt werden,

$$R = \sqrt[4]{\frac{8 \cdot \eta \cdot Q \cdot L'}{\pi \cdot \Delta p'}} \quad (1)$$

wenn durch geeignete Wahl der Strömungsbedingungen die Hagenbach-Korrektur unter 1 % bleibt und damit zu vernachlässigen ist. Das Bestimmungsverfahren liefert den mittleren effektiven Radius R für newtonsche Flüssigkeiten unabhängig vom Ausmaß und von der axialen Verteilung der Formfehler der Kapillare, gibt aber keine Detailinformationen über diese Fehler, die deshalb nach anderen Verfahren bestimmt werden müssen (siehe zum Beispiel nach Abschnitt 3.1.2.2).

Das Verfahren erfordert kleine Druckdifferenzen $\Delta p'$ und Volumenströme Q , so daß für diese Bestimmung im allgemeinen die Kapillare ausgebaut und in einer besonderen Meßeinrichtung (zum Beispiel unter Verwendung der Eigendruckhöhe der Referenzflüssigkeit) geprüft werden muß.

ANMERKUNG: Wenn die Hagenbach-Korrektur höchstens 1 % beträgt, so ergibt sich für die Reynolds-Zahl Re (siehe DIN 53 012) die Bedingung nach Gleichung (2)

$$Re \leq 0,32 \cdot \frac{L'}{2 \cdot R} \quad (2)$$

Für den in DIN 53 014 Teil 1 empfohlenen Bereich $5 \leq L'/(2 \cdot R) \leq 100$ ergeben sich mithin maximal zulässige Reynolds-Zahlen von 1,6 bis 32. Über die Auswahl der geeigneten kinematischen Viskosität ν der Referenzflüssigkeit, des Volumenstroms Q und/oder der Druckdifferenz $\Delta p'$ siehe Bild 5 in den Erläuterungen.

Fortsetzung Seite 2 bis 18

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



Documents

Document Sharing Hub

3.1.2.2 Bestimmung des mittleren effektiven Radius R durch Auswägen mit Quecksilber

Der mittlere effektive Radius R kann durch Wägen der leeren (sorgfältig gereinigten und getrockneten) und der vollständig mit Quecksilber gefüllten Kapillare aus dem Massenunterschied m_{Hg} nach Gleichung (3) berechnet werden.

$$R = \sqrt{\frac{m_{\text{Hg}}}{\rho_{\text{Hg}} \cdot \pi \cdot L'}} \quad (3)$$

In Gleichung (3) bedeutet ρ_{Hg} die Dichte des Quecksilbers: 13,546 g/cm³ bei 20°C; 13,534 g/cm³ bei 25°C; Zwischenwerte bei anderen Prüftemperaturen sind linear zu interpolieren. Eine Luftauftriebskorrektur der Wägung ist nicht erforderlich.

Das Bestimmungsverfahren ist hauptsächlich für Kapillaren aus Borosilikatglas geeignet, wo sich die vollständige Füllung leicht überwachen läßt. Die Verträglichkeit des Kapillaren-Werkstoffs mit Quecksilber ist bei Borosilikatglas 3.3 (nach DIN ISO 3585) gegeben; bei anderen Werkstoffen ist hierauf zu achten.

Die Gleichmäßigkeit des Kapillarenquerschnitts kann dadurch geprüft werden, daß ein Quecksilberfaden der Länge $l \approx L'/10$ an 10 etwa gleichmäßig über die Kapillarenlänge verteilte Stellungen gebracht und seine jeweilige Länge l_i bestimmt wird (zum Beispiel mit Meßmikroskop oder Kathetometer). Die Längen l_i dürfen sich nur um maximal 1 % unterscheiden; anderenfalls ist die Kapillare zu verwerfen.

ANMERKUNG: Wegen der verschiedenen Gewichtung der Querschnittsabweichungen in den Gleichungen (1) und (3) werden sich die nach den beiden Verfahren bestimmten mittleren effektiven Radien voneinander unterscheiden, wenn Abweichungen von der idealen zylindrischen Bohrung vorliegen. Bei hinreichend gleichmäßigen Kapillaren sind diese Unterschiede jedoch im Rahmen der Meßunsicherheit für den Volumenstrom Q und die Wirk-Druckdifferenz $\Delta p'$ nicht zu bemerken.

3.1.3 Bestimmung des mittleren effektiven Radius R an Kapillaren mit Durchmessern $2 \cdot R > 1 \text{ mm}$ und dem Verhältnis $L'/(2 \cdot R) < 20$

Für Kapillaren mit einem Verhältnis Länge durch Durchmesser $L'/(2 \cdot R) < 20$ und einem Durchmesser $2 \cdot R > 1 \text{ mm}$ stehen zwei Verfahren der direkten Durchmesserbestimmung mit Innenmeßsonden zur Verfügung¹⁾.

3.1.3.1 Bestimmung des mittleren effektiven Radius R mit Innentastern

Für eine Meßunsicherheit von 0,1 % stehen Feinmeß-Innentaster in Verbindung mit Meßuhren für Radien von mindestens 1 mm zur Verfügung. Dabei ist vorausgesetzt, daß die Kapillare von beiden Enden zugänglich ist und das Verhältnis Länge zu Durchmesser $L'/(2 \cdot R)$ höchstens 20 beträgt. Bei größeren Werten von $L'/(2 \cdot R)$ muß der Mindestradius größer sein, um diese Meßunsicherheit einhalten zu können. Neben mechanischen stehen auch pneumatische oder induktive Meßsonden zur Verfügung.

¹⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft:

DIN-Bezugsquellenverzeichnis für normgerechte Erzeugnisse im DIN e.V., Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin; Postanschrift 10772 Berlin.

Der Durchmesser ist in 5 bis 6 gleichmäßig über die Kapillarenlänge verteilten Querschnittsebenen in vier radialen Richtungen (etwa alle 45°) zu bestimmen. Aus den Ablesungen wird der Mittelwert R und der Variationskoeffizient $v = (s/R) \cdot 100\%$ gebildet. Hierbei ist s die empirische Standardabweichung.

Der Variationskoeffizient v darf nicht größer sein als 0,25 %; dann darf der Mittelwert R für den mittleren effektiven Radius verwendet werden.

ANMERKUNG: Diese Festlegung entspricht bei 20 Einzelablesungen und dem Vertrauensniveau von 95 % einem Vertrauensbereich für den Erwartungswert R von 0,24 %, siehe Gleichung (4) und Tabelle 1 in DIN 1319 Teil 3/08.83.

3.1.3.2 Bestimmung des mittleren effektiven Radius R durch Lehrdorne

Wenn bei kleinen Verhältnissen $L'/(2 \cdot R)$ davon ausgegangen werden kann, daß die fertigungsbedingten Abweichungen von der idealen zylindrischen Bohrung im wesentlichen in einer Querschnittszunahme zu den Kapillarenenden hin bestehen, dann sind mit einem genügend fein abgestuften Satz gehärteter zylindrischer Dorne (zum Beispiel nach Art der Lehrdorne in DIN 2245 Teil 1) der kleinste Radius R_m etwa in der Mitte zwischen den Kapillarenenden und die Radien R_1 und R_2 an den beiden Enden zu bestimmen und die Konusfehler der beiden Kapillarenteile durch die Gleichungen (4) und (5) zu berücksichtigen.

$$\bar{R}_1 = \sqrt[4]{\frac{3 \cdot R_m^3 \cdot R_1^3}{R_m^2 + R_m \cdot R_1 + R_1^2}} \quad (4)$$

$$\bar{R}_2 = \sqrt[4]{\frac{3 \cdot R_m^3 \cdot R_2^3}{R_m^2 + R_m \cdot R_2 + R_2^2}} \quad (5)$$

$\bar{R}_1$ und $\bar{R}_2$ sind die Radien der für die Poiseuille-Strömung äquivalenten Kapillarenteile zylindrischer Form. Als mittlerer effektiver Radius R ist das Mittel aus $\bar{R}_1$ und $\bar{R}_2$ zu bilden, wenn sie sich um weniger als 0,3 % unterscheiden; anderenfalls sollte die Düse verworfen werden.

ANMERKUNG: Die Gleichungen für Konusfehler, elliptischen Kapillarenquerschnitt und gleichzeitig elliptische und konische Bohrung sind bei S. Erk [1] zusammengestellt. Sie sind für newtonsche Flüssigkeiten hergeleitet. Wie aus Versuchen an kurzen Düsen, die in beiden Richtungen durchströmt werden, hervorgeht, können sich Konusfehler bei manchen nicht-newtonschen Flüssigkeiten stärker auswirken.

3.2 Kapillaren mit Rechteckquerschnitt (Schlitzkapillaren)

3.2.1 Form und Maße

Bei Kapillaren mit Rechteckquerschnitt ist die geometrische Länge L' in der Regel nicht identisch mit der Meßlänge L ; dann gilt als Meßlänge der Abstand der Lochmitten der Bohrungen für die Druckmeßsonden. Die Meßlänge sollte bei Werten $L > 50 \text{ mm}$ auf 0,05 mm, bis 50 mm auf 0,01 mm mit Hilfe der Feinmeßeinrichtungen nach den Abschnitten 3.1.1 und 3.1.3 bestimmt werden. Die geometrische Schlitzlänge L' sollte über die Schlitzbreite B auf 0,1 mm konstant sein.

Form und Flächeninhalt des Rechteckquerschnitts sind bei zweiteilig ausgebildeter Meßstrecke über die Meßlänge prüfbar so konstant zu halten (Tiefenlehren mit Meßuhren oder induktiven Tastern, Ebenheitsnormale).

daß Korrekturen nicht erforderlich sind. Abweichungen von der Planparallelität müssen bei der Schlitzhöhe H unter $H/200$ bleiben (siehe DIN 53 014 Teil 1).

Die Schlitzbreite B muß über die Länge L' auf 0,5% konstant sein.

Der Sitz der beiden Teile der Meßstrecke ist so zu konstruieren, daß beim Verschrauben keine Deformationen eintreten können, durch welche die Schlitzgeometrie verändert wird. Die Wände sollen so stark (oder gegebenenfalls durch Rippen verstärkt) sein, daß die höchsten bei der Prüfung auftretenden Drücke keine merkliche Verformung des Schlitzes bewirken.

3.2.2 Korrektur des Seitenwandeinflusses

In Gleichung (6) (siehe DIN 53 014 Teil 1, Gleichung (14))

$$Q = \frac{B \cdot H^3 \cdot \Delta p}{12 \cdot \eta \cdot L} \quad (6)$$

wird der Volumenstrom Q einer newtonschen Flüssigkeit mit der Viskosität η so berechnet, als ob die kurzen Seitenwände keinen Einfluß auf das Fließfeld hätten.

Da in Wirklichkeit die Flüssigkeit auch an diesen Wänden haftet und Geschwindigkeitsgefälle aufgebaut werden, ist der gemessene Volumenstrom Q^* kleiner. Das Verhältnis $c_s = Q/Q^*$ ist der Widerstandsbeiwert des Seitenwandeinflusses. Schubspannung und Geschwindigkeitsgefälle an der Wand sind um den Faktor $B/(H+B)$ kleiner als bei Vernachlässigung des Seitenwandeinflusses.

Der Widerstandsbeiwert c_s hängt vom Verhältnis Schlitzbreite durch Schlitzhöhe ab. Der Zusammenhang ist in Bild 1 dargestellt (Berechnung dieser Funktion siehe beispielsweise [2]).

Die Werte für den Widerstandsbeiwert nach Bild 1 gelten für newtonsche Flüssigkeiten. Sie geben aber auch einen Anhalt dafür, wie groß das Verhältnis B/H gewählt werden muß, damit sich der Widerstandsbeiwert c_s beim Übergang vom newtonschen zum nicht-newtonschen Fließen nicht wesentlich ändert.

BEISPIEL:

Für einen Schlitz mit $B/H = 15$ ist der Widerstandsbeiwert $c_s = 1,044$. Für strukturviskoses Stoffverhalten (Scherentzähung) ist der Seitenwandeinfluß geringer (siehe [2]), d.h. der für newtonsche Flüssigkeiten geltende Wert von c_s ist zu groß; er muß aber größer als eins sein, so daß für $B/H = 15$ mit einem Schätzwert $c_s = 1,025$ für scherentzähende Flüssigkeiten die Abweichung in Q 2% nicht überschreiten kann.

ANMERKUNG: Das Diagramm zeigt, daß flache breite Schlitze kleine Seitenwandeinflüsse haben; daraus folgt, daß bei sehr hohen Werten von B/H die Annäherungen an den Idealzustand unmerklicher Seitenwandeinflüsse nur bei großen Volumenströmen erreicht werden können. Der günstigste Bereich liegt etwa bei $10 \leq B/H \leq 30$.

Der Seitenwandeinfluß ist unabhängig davon, ob die Wirk-Druckdifferenz Δp vor und hinter der Meßstrecke oder mit Druckmeßsonden innerhalb der Meßstrecke bestimmt wird.

3.2.3 Hagenbach-Korrektur bei Schlitzgeometrie

Wird die Gesamt-Druckdifferenz Δp_g in der Flüssigkeit unmittelbar vor und hinter der Schlitzkapillare gemessen und ist die Korrektur des Einlauf-Druckverlustes nach Abschnitt 3.2.2 nicht möglich oder nicht erforderlich, so kann die Hagenbach-Korrektur in Analogie zur Berechnung für die Kreiskapillare nach Gleichung (7) durchgeführt werden.

$$\eta = \frac{B \cdot H^3 \cdot \Delta p_g}{12 \cdot Q^* \cdot c_s \cdot L'} - 1,12 \cdot \frac{\rho \cdot Q^* \cdot H}{12 \cdot L' \cdot B} \quad (7)$$

In Gleichung (7) ist ρ die Dichte der Flüssigkeit. Für den Hagenbach-Koeffizienten wird der Wert 1,12 verwendet, wie für Kreiskapillaren mit glatt abgeschnittenen Enden (siehe DIN 53 012/03.81, Abschnitt 5.1).

3.3 Veränderungen an den Kapillarenmaßen

An den Maßen der Kapillaren, die nach den Abschnitten 3.1 und 3.2 bestimmt wurden, können durch die Prüfung oder die Prüfbedingungen Veränderungen eintreten, die berücksichtigt oder vermieden werden müssen. Hierbei ist zwischen reversiblen und irreversiblen Veränderungen zu unterscheiden.

3.3.1 Reversible Veränderungen der Maße

Die thermische Längenänderung fester Körper wird nach DIN 51 045 Teil 1 annähernd durch den mittleren linearen Längenausdehnungskoeffizienten $\alpha(\vartheta_1; \vartheta_2)$ im Temperaturbereich $\vartheta_1 \leq \vartheta \leq \vartheta_2$ beschrieben. ϑ_1 ist in der Regel die Temperatur, bei der die Maße der Kapillare bestimmt werden.

Ist X_1 irgendeine Länge des isotropen Kapillarenwerkstoffs (sie kann für L' , L , B , H und R stehen) bei der Temperatur ϑ_1 , bei der die Kapillarenmaße bestimmt werden,

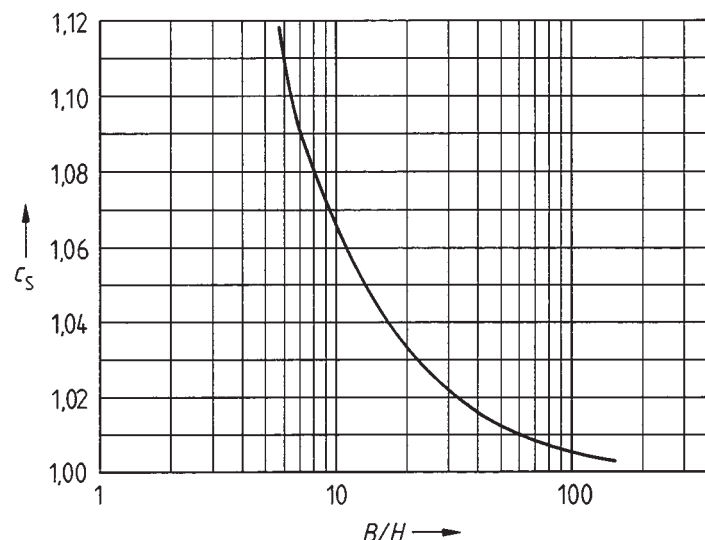


Bild 1: Diagramm zur Abschätzung des Widerstandsbeiwertes c_s der Seitenwandkorrektur bei Schlitzkapillaren

so ist die relative Längenänderung $\Delta X/X_1$ bei einer Betriebstemperatur ϑ (einer Prüftemperatur für die Flüssigkeit) nach Gleichung (8) zu berechnen.

$$\frac{100 \cdot \Delta X(\vartheta)}{X_1} = 100 \cdot \bar{\alpha} \cdot (\vartheta - \vartheta_1) \quad (8)$$

In Tabelle 1 sind die Werte der linearen mittleren Längenausdehnungskoeffizienten und die Temperaturbereiche, für die sie gelten, für einige Kapillarenwerkstoffe zusammengestellt. Als $\Delta\vartheta^*$ ist die Temperaturdifferenz aufgeführt, durch die eine Längenänderung von 0,1% gegenüber der Ausgangstemperatur ϑ_1 bewirkt wird.

Tabelle 1: Thermische Längenänderung $\bar{\alpha}$ von Kapillarenwerkstoffen

	$\bar{\alpha}(\vartheta_1; \vartheta_2)$	ϑ_1 °C	ϑ_2 °C	$\Delta\vartheta^*$ °C
Quarzglas	$0,58 \cdot 10^{-6}$	20	300	(1720)
Borosilikatglas 3.3 nach DIN ISO 3585	$3,3 \cdot 10^{-6}$	20	300	303
Wolframcarbid	$4,5 \cdot 10^{-6}$	20	60	222
nichtrostender Stahl	$16,5 \cdot 10^{-6}$	0	100	61

Bei den polykristallinen Werkstoffen können die Werte von $\bar{\alpha}$ nur als typische Richtwerte angesehen werden. Wie der eingeklammerte Wert von $\Delta\vartheta^*$ für Quarzglas zeigt, ist die thermische Längenänderung dieses Werkstoffs als Fehlerquelle bedeutungslos.

Eine merkliche Änderung der Kapillarenmaße durch die bei der Prüfung auftretenden Drücke kann durch konstruktive Maßnahmen (siehe Abschnitt 3.2.1) vermieden werden.

3.3.2 Irreversible Veränderungen der Maße

Die Maße der Kapillaren — insbesondere der effektive mittlere Radius R der Kreiskapillaren und die Schlitzhöhe H der Schlitzkapillaren — sollten durch erneutes Vermessen auf Veränderungen durch den Prüfbetrieb überwacht werden. Ursachen für irreversible Veränderungen und geeignete Maßnahmen zur Abstellung sind im folgenden aufgeführt.

- Verformung durch Abbau mechanischer Spannungen im Werkstoff beim Erwärmen. Dieser Fehler muß bei der Fertigung der Kapillaren durch Tempern etwa 10°C oberhalb der höchsten vorgesehenen Prüftemperatur vermieden werden. Häufig wird mehrfaches Tempern notwendig sein, insbesondere bis zur letzten Feinbearbeitung.

- Aufweitung des Kapillarenquerschnitts durch abtragende Wirkung des Flüssigkeitsstroms, insbesondere bei Suspensionen (z. B. Pigmente in Anstrichstoffen, Füllstoffe in Kunststoffschmelzen). Um diesen Fehler klein zu halten, muß der Kapillarenwerkstoff bezüglich seiner Abriebfestigkeit den zu prüfenden Flüssigkeiten angepaßt werden (Hartmetall). Auf schonende Reinigung der Kapillare ist zu achten.

- Veränderung des Kapillarenquerschnitts durch chemische Einwirkung der Flüssigkeit auf die Kapillarenwand (Aufätzen oder Quellung). Wo dieser Fehler eine Rolle spielen könnte, muß der Kapillarenwerkstoff bezüglich seiner chemischen Resistenz den zu prüfenden Flüssigkeiten angepaßt werden.

3.4 Korrektur der Wirk-Druckdifferenz

3.4.1 Drücke vor und hinter der Kapillare

Der Einlauf-Druckverlust Δp_e ist der Anteil an der Gesamt-Druckdifferenz (vor und hinter der Kapillaren) Δp_g , der am Kapillareneingang und im vordersten Teil der Kapillare bis zur Ausbildung der viskosimetrischen Strömung verbraucht wird. Für die Wirk-Druckdifferenz Δp gilt Gleichung (9), wie in Bild 2 am Beispiel eines Kapillarviskosimeters veranschaulicht wird.

$$\Delta p = (\Delta p_g - \Delta p_e) \cdot \frac{L}{L'} \quad (9)$$

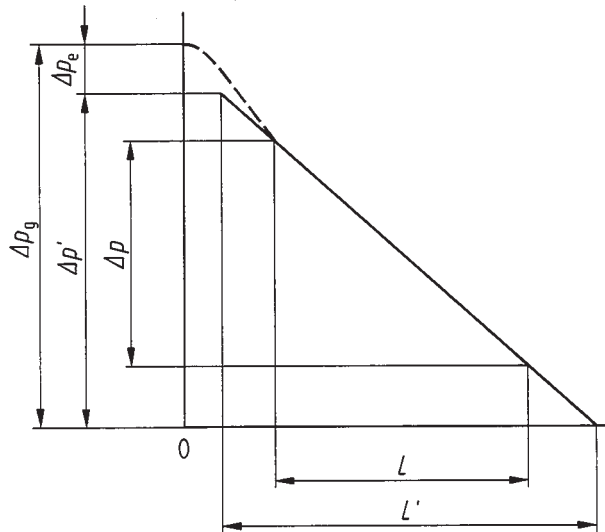


Bild 2: Druckdifferenzen an der Meßstrecke eines Kapillarviskosimeters. Einlaufdruckverlust Δp_e und seine Bestimmung mit Druckmeßsonden in der Meßstrecke

Die Höhe des Einlauf-Druckverlustes hängt von rheologischen Eigenschaften der Flüssigkeit und häufig auch von der Form des Kapillareneinlaufs und dem Durchmesser des Vorlagekanals ab. Im Einlauf-Druckverlust ist auch die Hagenbach-Korrektur enthalten (siehe die Darstellung in [1]). Korrektionsbeiträge am Kapillarenauslauf werden hier vernachlässigt.

3.4.1.1 Bagley-Korrektur bei Kapillaren mit Kreisquerschnitt

Als Bagley-Korrektur wird das nachfolgend beschriebene experimentelle Bestimmungsverfahren des Einlauf-Druckverlusts Δp_e bei Verwendung der zu prüfenden Flüssigkeit bezeichnet [3]. Das Verfahren beruht auf dem Einsatz mehrerer Kapillaren mit variiertem Verhältnis Länge durch Durchmesser $L'/(2 \cdot R)$ und beschreibt den Einlauf-Druckverlust als scheinbare Verlängerung der Kapillare um die Couette-Länge $n \cdot R$, wobei die scheinbare Kapillarenlänge L_v nach Gleichung (10)

$$L_v = L' + n \cdot R \quad (10)$$

so behandelt wird, als hätte die Strömung auf der gesamten scheinbaren Länge L_v das endgültige Geschwindigkeitsprofil. In Gleichung (10) ist n der Couette-Koeffizient.

Das uneingeschränkte Bagley-Verfahren beruht (neben den allgemeinen Annahmen für die Kapillarströmung nach DIN 53 014 Teil 1) auf der Annahme, daß der Couette-Koeffizient n zwar in zunächst unbekannter Weise vom Fließgesetz der zu prüfenden Flüssigkeit und vom scheinbaren Geschwindigkeitsgefälle an der Wand D_{ap} (siehe Gleichung (11)), jedoch nicht vom effektiven mittleren Radius R abhängt.

ANMERKUNG: Eine gewisse Berechtigung erhält diese Annahme dadurch, daß bei gegebenem Fließgesetz und konstantem Wert für die Schubspannung an der Wand τ_w (und damit auch für D_{ap}) die Geschwindigkeitsprofile für verschiedene Kapillarenradien geometrisch ähnlich sind.

Für jede Kapillare wird eine scheinbare Fließkurve in der Form $D_{ap} = f(\Delta p_g)$ aufgenommen. Das scheinbare Geschwindigkeitsgefälle D_{ap} wird nach Gleichung (11) aus dem Volumenstrom Q berechnet (siehe auch DIN 53 014 Teil 1).

$$D_{ap} = \frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot R^3} \quad (11)$$

Die scheinbaren Fließkurven werden in ein gemeinsames Diagramm mit der Gesamt-Druckdifferenz Δp_g als Abszisse eingetragen (siehe Bild 3). Aus diesem Diagramm werden für mehrere Werte des scheinbaren Geschwindigkeitsgefälles an der Wand D_{ap} die zugehörigen Werte der Gesamt-Druckdifferenz Δp_g abgegriffen und als Funktion des Verhältnisses $L'/(2 \cdot R)$ der verschiedenen Kapillaren in ein Diagramm eingetragen (siehe Bild 4). Hierbei ergeben sich Geraden, wenn das uneingeschränkte Bagley-Verfahren anwendbar ist.

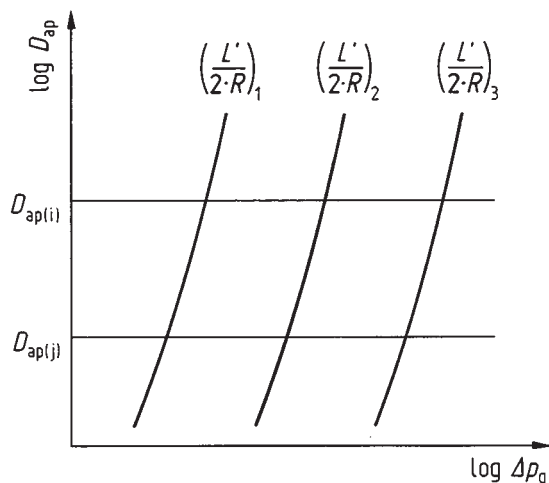


Bild 3: Prinzip des Korrektionsverfahrens nach Bagley Graphische Bestimmung von $D_{ap} = f(\Delta p_g)$ mit dem Verhältnis $L'/(2 \cdot R)$ als Parameter

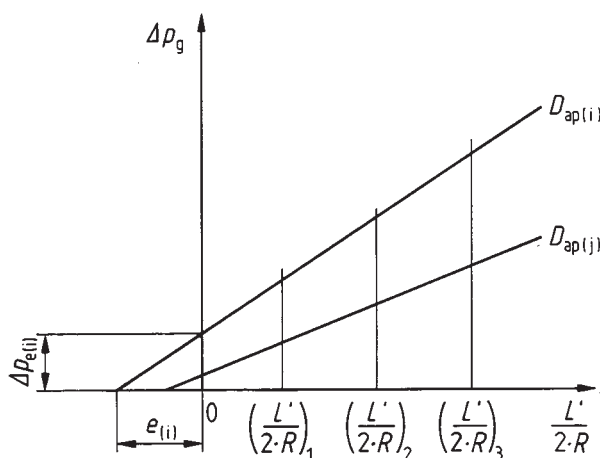


Bild 4: Bagley-Geraden $\Delta p_g = f(L'/(2 \cdot R))$ mit dem scheinbaren Geschwindigkeitsgefälle an der Wand D_{ap} als Parameter

Die bis zu beiden Achsen verlängerten Kennlinien in Bild 4 werden Bagley-Geraden genannt. Aus der Steigung $\Delta p_{e(i)}$ der Bagley-Geraden für einen gegebenen Wert des Geschwindigkeitsgefälles an der Wand $D_{ap(i)}$ ist die zugehörige Wandschubspannung $\tau_{w(i)}$ nach Gleichung (12) zu berechnen.

$$\tau_{w(i)} = \frac{\Delta p_{e(i)}}{4 \cdot e_{(i)}} \quad (12)$$

In Gleichung (12) und Bild 4 ist $e_{(i)}$ der Betrag des Abszissenabschnitts der durch den Index (i) gekennzeichneten Bagley-Geraden. Die Ordinatenabschnitte im Diagramm Bild 4 entsprechen den Einlauf-Druckverlusten $\Delta p_{e(i)}$, $\Delta p_{e(j)}$ usw. Da Meßlänge L und geometrische Länge L' bei Meßeinrichtungen ohne Druckmeßsonden in der Meßstrecke übereinstimmen, gilt Gleichung (13).

$$\Delta p = \Delta p' = \Delta p_g - \Delta p_e \quad (13)$$

Die aus den Bagley-Geraden nach Bild 4 und mit Gleichung (12) erhaltenen Wertepaare $\{D_{ap}; \tau_{w(i)}\}$, $\{D_{ap}; \tau_{w(j)}\}$ usw. können nach DIN 53 014 Teil 1 weiter ausgewertet werden.

Ergeben sich in dem Diagramm nach Bild 4 keine Geraden oder werden negative Ordinatenabschnitte erhalten, so sind die Voraussetzungen für das uneingeschränkte Bagley-Verfahren nicht erfüllt. In solchen Fällen sind durch einschränkende Bedingungen für die Versuchsp Parameter häufig doch wieder auswertbare Geraden zu erhalten.

Die **kinetische Energie** ist eine (seltene) Ursache für gekrümmte Bagley-Kennlinien, wenn sie einen wesentlichen Beitrag zum Einlauf-Druckverlust liefert. Die Hagenbach-Korrektion ist nicht verträglich mit der Annahme, daß in Gleichung (10) n nicht von R abhängt. Diese Störung des Bagley-Verfahrens wird dadurch behoben, daß beim Variieren des Verhältnisses $L'/(2 \cdot R)$ nur die Kapillarenlänge L' variiert wird und der einmal gewählte Radius R für alle Kapillaren dieses Satzes gleich ist.

Viskoelastizität, wenn sie in der Flüssigkeit stark ausgeprägt ist, wie insbesondere bei Kunststoff-Schmelzen, ist eine häufige Ursache für gekrümmte Bagley-Kennlinien. In diesen Fällen muß ebenfalls der einmal gewählte Radius für alle Kapillaren des Satzes gleich sein. Zusätzlich dürfen die Maße des Vorlagekanals und die Einlaufgeometrie durch den Austausch der Kapillaren nicht verändert werden. Da diese Flüssigkeiten mit Gedächtnis zu großen Werten der Couette-Länge führen können, sind zu kleinen Werten der Variablen $L'/(2 \cdot R)$ hin Einschränkungen im Meßbereich möglich; diesbezüglich ist eine Anpassung der Kapillarenmaße an die jeweilige viskoelastische Flüssigkeit notwendig.

Die **Reibungserwärmung** in der Flüssigkeit (siehe Abschnitte 3.6.2 und 3.6.3) führt zu Abweichungen der Bagley-Kennlinie von der Geraden zu hohen Werten des Verhältnisses $L'/(2 \cdot R)$ hin. Zur Verminderung dieses Einflusses siehe die Erläuterungen.

Die **Druckabhängigkeit der Viskosität** der Probe (siehe Abschnitt 3.7.1) wirkt sich auf die Form der Bagley-Kennlinien im umgekehrten Sinn aus wie die Reibungserwärmung.

Thixotropie, Rheopexie und Wandgleitung der Probe (siehe Abschnitte 4.1 und 4.4) bedingen ebenfalls Einschränkungen des Bagley-Verfahrens. Hierauf wird in dieser Norm nicht eingegangen.

3.4.1.2 Bagley-Korrektion bei Kapillaren mit Rechteckquerschnitt

Soll die Bagley-Korrektion an einem Kapillarensatz mit Rechteckquerschnitt angebracht werden, so ist statt des Verhältnisses $L'/(2 \cdot R)$ bei Kreiskapillaren das Verhält-

nis Kapillarenlänge durch Schlitzhöhe L'/H zu variieren und in den Diagrammen nach den Bildern 3 und 4 zu verwenden. Das Verhältnis Schlitzbreite durch Schlitzhöhe B/H muß bei diesem Kapillarensatz konstant sein. Im übrigen gelten die Festlegungen nach Abschnitt 3.4.1.1 sinngemäß.

3.4.2 Korrekturen an direkt gemessenen Drücken

Durch Berücksichtigen der im folgenden aufgeführten Korrekturen kann erreicht werden, daß die Wirk-Druckdifferenz Δp auf 1 % bestimmt ist.

Anforderungen, Prüfung und Betrieb der geeigneten Druckmeßeinrichtungen siehe DIN 16 005, DIN 16 255, DIN IEC 770, VDI/VDE 3512 Teil 3 und gegebenenfalls DIN 16 006.

3.4.2.1 Korrektur der Meßanzeige

Die Meßanzeige der Druckmeßeinrichtungen ist durch Vergleich mit einem als Gebrauchsnormal geeigneten kalibrierten Druckmeßgerät in angemessenen Zeitabständen und nach jeder wesentlichen Veränderung an der Anlage auf systematische Abweichungen zu prüfen. Diese Kalibrierung ist bei statischen Drücken, im übrigen jedoch unter möglichst betriebsnahen Bedingungen durchzuführen. Nach Möglichkeit sind diese Messungen auch im ganzen Bereich der vorgesehenen Prüftemperaturen durchzuführen, auch wenn sich der Druckaufnehmer außerhalb des temperierten Teils der Prüfanlage befindet.

Gegebenenfalls ist die Nennlage der Druckmeßgeräte (siehe DIN 16 257) zu beachten.

Einstellzeit und Hystereseverhalten der eigentlichen Druckaufnehmer werden vernachlässigt, wenn sie den Festlegungen in den in Abschnitt 3.4.2 aufgeführten Normen und anderen Regelwerken entsprechen. Eine Ausnahme bildet die Druckmessung hinter Druckmeßbohrungen (siehe Abschnitt 3.7.4.2).

3.4.2.2 Statischer Zusatzdruck

Der Einfluß des statischen Druckes einer zusätzlichen Flüssigkeitssäule ist zu berücksichtigen, wenn bauartbedingt ein wesentlicher Höhenunterschied zwischen Kapillaren-Einlauf bzw. Eingang eines Druckmeßkanals und dem Meßglied des Druckmeßgeräts besteht und der druckvermittelnde Stoff eine Flüssigkeit ist oder wenn der Druck des treibenden Gaspolsters gemessen wird und die Flüssigkeitsoberfläche unter dem Gaspolster wesentlich höher liegt als der Kapillaren-Einlauf. Wesentlich sind z. B. Höhenunterschiede > 10 cm bei Drücken < 10 bar.

3.4.2.3 Strömungseinflüsse

Durch die Strömung bedingte Abweichungen von der Druckmeßanzeige unter statischen Bedingungen sollen durch konstruktive Maßnahmen klein gehalten werden. Hierzu gehören:

- Anordnung des Meßfühlers im Vorlagekanal in der Nähe des Kapillaren-Einlaufs, jedoch etwas stromaufwärts (Richtwert: ein Durchmesser des Vorlagekanals).
- Enge Druckmeßbohrungen in der Wand von Schlitzkapillaren (Richtwert für den Durchmesser: ein Zehntel der Schlitzbreite B).
- Bei in die Wand von Schlitzkapillaren eingelassenen Druckmeßmembranen: genaues Fluchten und kleine Durchmesser zur Vermeidung zu starken Druckabfalls über die Membrane (siehe auch [13]).

3.4.3 Korrekturen an den aus einer Kraftmessung berechneten Drücken

3.4.3.1 Allgemeines

Wird der Volumenstrom durch Kolbenantrieb erzeugt (siehe DIN 53 014 Teil 1) und die Gesamt-Druckdifferenz aus der Kraft berechnet, die am Kolben angreift, so können die in den Abschnitten 3.4.3.2 bis 3.4.3.4 aufgeführten Korrekturen erforderlich werden. Durch Berücksichtigen dieser Korrekturen kann erreicht werden, daß die Gesamt-Druckdifferenz Δp_g auf 1 % bestimmt wird.

Im einfachsten Fall wird die Kraft durch Belasten des Kolbens mit Gewichtsstücken bekannter Masse erzeugt; dann muß die Kolbengeschwindigkeit bzw. der Volumenstrom gesondert bestimmt werden.

Die Gleichungen (14) und (15) in den folgenden Abschnitten gelten sinngemäß.

Wird der Kolbenvorschub und damit der Volumenstrom vorgegeben (zum Beispiel durch Spindel und Motor mit geregelter Drehfrequenz), so ist ein geeigneter Kraftaufnehmer erforderlich. Anforderungen, Prüfung und Betrieb von Kraftaufnehmern siehe DIN 51 301 und VDI/VDE 2638. Die Kalibrierung der Kraftaufnehmer muß bei den Temperaturen vorgenommen werden, denen der Kraftaufnehmer unter Prüfbedingungen ausgesetzt ist; in der Regel liegen diese Temperaturen zwischen den Prüftemperaturen und der Umgebungstemperatur. Diese besondere Kalibrierung kann entfallen, wenn die Temperatur des Kraftaufnehmers unter Prüfbedingungen um weniger als 10°C von der Umgebungstemperatur abweicht, bei der die übliche Kalibrierung des Kraftaufnehmers erfolgte.

ANMERKUNG: Die auftretenden Kräfte liegen unter 10 kN, das entspricht der kleinsten Belastungs-Kategorie in DIN 51 301. Deshalb kommt hier auch die Verwendung von Wägezellen nach VDI/VDE 2637 in Frage, die für kleinere Belastungen ausgelegt sind.

3.4.3.2 Druckberechnung bei Kolbenantrieb

Soll der Druck aus einer Kraftmessung am angetriebenen Kolben berechnet werden, so gilt Gleichung (14)

$$\Delta p_g^* = F/(\pi \cdot R_K^2) + g \cdot \rho_F \cdot h_F \pm g \cdot m_K/(\pi \cdot R_K^2) \quad (14)$$

bei vertikaler Aufstellung des Zylinders (der in der Regel gleichzeitig als Vorlagekanal dient).

Hierin bedeuten:

- Δp_g^* Gesamt-Druckdifferenz, berechnet aus der gemessenen Kraft, den Maßen und den von der Anordnung bzw. Kolbenstellung abhängigen statischen Zusatzdrücken, jedoch ohne Berücksichtigung der bei der Kolbenbewegung entstehenden Druckverluste (hierzu siehe die Abschnitte 3.4.3.3 und 3.4.3.4)
- F die am Kraftaufnehmer gemessene Kraft
- R_K Radius des Kolbens
- g Fallbeschleunigung am Meßort
- ρ_F Dichte der Flüssigkeit
- h_F Höhenunterschied zwischen Kolben und Kapillareneinlauf (h_F ist positiv, wenn der Kolben höher steht als der Kapillareneinlauf)
- m_K die Masse des Kolbens und gegebenenfalls des Teils des Stempels zwischen Kolben und Kraftmeßglied.

Der zweite Term in Gleichung (14) ist der statische Zusatzdruck nach Abschnitt 3.4.2.2. Der dritte Term ist negativ, wenn der Kolben in Aufwärtsrichtung fördert. Zweiter und dritter Term entfallen, wenn die Zylinderachse horizontal angeordnet ist, was jedoch aus praktischen