Karlsruher Institut für Technologie

Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik

Praktikum Verfahrenstechnik

Versuch:

Ermittlung der Viskositäten von Motorölen

- Kugelfallviskosimetrie -

Bernhard Hochstein

Bernhard.Hochstein@kit.edu

Rheologie komplexer Fluide

Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Bereich Angewandte Mechanik

Ermittlung der Viskositäten von Motorölen
- Kugelfallviskosimetrie -

1. Gegenstand der Rheologie
2. Rheologische Grundbegriffe und Materialverhalten
3. Funktionsweise des Kugelfall-Viskosimeters
3.1 Bewegung einer Kugel durch ein (zähes) Medium
3.2 Aufbau des Kugelfallviskosimeters nach Höppler
4. Versuchsöle/Aufgabenstellung
5. Weiterführende Literatur
6. Symbolverzeichnis

1. Gegenstand der Rheologie

Die Rheologie (Fließkunde) beschäftigt sich mit der Messung, Beschreibung, Modellierung und Simulation des Fließverhaltens von fließfähigen Stoffen. Diese können Lösungen, Schmelzen, Suspensionen, Emulsionen oder auch Gele sein wie sie in der Mineralöl-, Kunststoff-, Lack-, Pharma-, Kosmetik- oder Lebensmittelindustrie oder der Biotechnologie vorkommen. Aufgabe der Rheologie ist somit die Ermittlung von Materialgesetzen. Diese sind zur Auslegung von (Verarbeitungs-) Prozessen, z.B. zur Berechnung von Rohrströmungen oder der Auslegung von Abfüllanlagen nötig. Andererseits dienen rheologische Größen oft auch als Indikatoren für nicht rheologische Eigenschaften des Materials, wie z.B. die Extrudierbarkeit keramischer Pasten, das Tropfverhalten von Farben und Lacken oder die Stabilität von Emulsionen. Rheologische Eigenschaften lassen auch Rückschlüsse auf strukturelle Parameter oder Wechselwirkungen der einzelnen Bestandteile der Formulierungen zu. Bei Motorölen kann daran die Schmierfähigkeit und deren Änderung mit der Temperatur beurteilt werden. Ein wichtiges Einsatzgebiet rheologischer Messungen ist daher die Qualitätskontrolle. Dabei haben Parameter wie Temperatur, Druck, pH-Wert, Salzkonzentration, Molekulargewicht und bei dispersen Systemen Konzentration und Partikel- bzw. Tropfengrößenverteilung der dispersen Phase (Füllgrad) usw. Einfluß auf das rheologische Verhalten des Materials und müssen zusätzlich erfasst und berücksichtigt werden.

2. Rheologische Grundbegriffe und Materialverhalten

Flüssigkeiten können sowohl viskose als auch elastische Eigenschaften besitzen.

Die an einem infinitesimalen Volumenelement in einer beliebigen Strömung angreifenden Spannungen sind in Abb. 1 dargestellt (vgl. Technische Mechanik II).

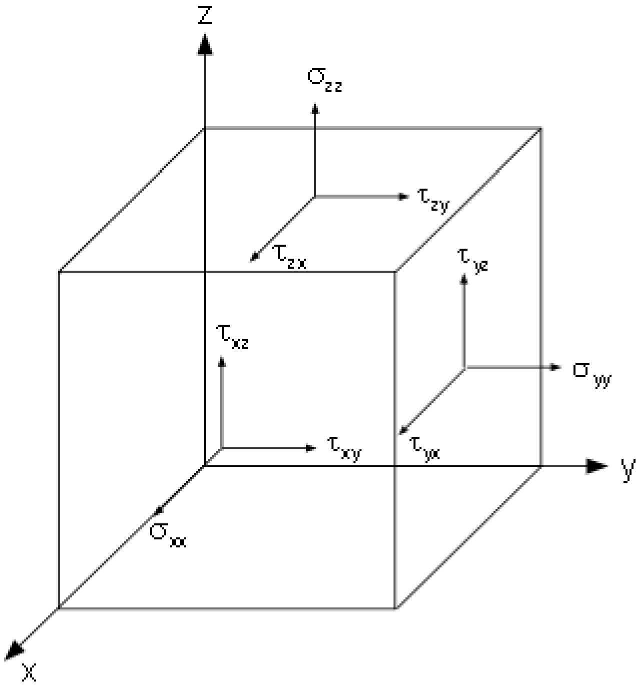

Abb.1: Nomenklatur der Spannungen an einem infinitesimalen Fluidelement

Die Matrix des Spannungstensors hat folgende Form:

$$\tilde{\sigma} = \begin{vmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{vmatrix} \qquad \text{Gl. 1}$$

Diese neun (!) Spannungen können nicht nach Betrag und Richtung erfasst werden. In der Rheologie betrachtet man daher eine vereinfachte, sog. viskometrische Strömung. Diese ist laminar, stationär und (lokal) eben. Für eine solche Strömung vereinfacht sich der Spannungstensor zu:

$$\tilde{\sigma} = \begin{vmatrix} \sigma_{xx} & \tau & 0 \\ \tau & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{vmatrix} \qquad \text{Gl. 2}$$

Wobei die beiden Schubspannungen $\tau_{xy} = \tau_{yx} = \tau$ aus Gleichgewichtsgründen identisch sind und daher nicht unterschieden werden müssen. In einer ruhenden Flüssigkeit sind die Normalspannungen σ_{ii} - bis auf das Vorzeichen - stets gleich dem (hydrostatischen) Druck p. In bewegten (visko-elastischen) Flüssigkeiten sind die Normalspannungen verschieden. Aus ihnen werden rheologische Materialfunktionen abgeleitet die das elastische Verhalten der Flüssigkeiten beschreiben. (Elastische Eigenschaften sind jedoch nicht Gegenstand dieses Praktikumsversuches und werden daher nicht weiter erläutert.)

Die am häufigsten zur Charakterisierung des Fließverhaltens herangezogene Größe ist die (dynamische) Viskosität η. Sie ist ein Maß für die Zähigkeit bzw. die innere Reibung in einer Flüssigkeit und ist als Quotient aus Schubspannung τ und Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ definiert. Dabei kann die Schubspannung selbst von der Schergeschwindigkeit abhängen.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} \qquad \text{Gl. 3}$$

Zur Veranschaulichung der Größen Schubspannung τ, Scherung γ und Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ dient die Betrachtung einer homogenen Flüssigkeit zwischen zwei planparallelen Platten. Die untere Platte sei in Ruhe, die obere bewege sich durch die tangential angreifende Kraft F mit konstanter Geschwindigkeit u, Abbildung 2.

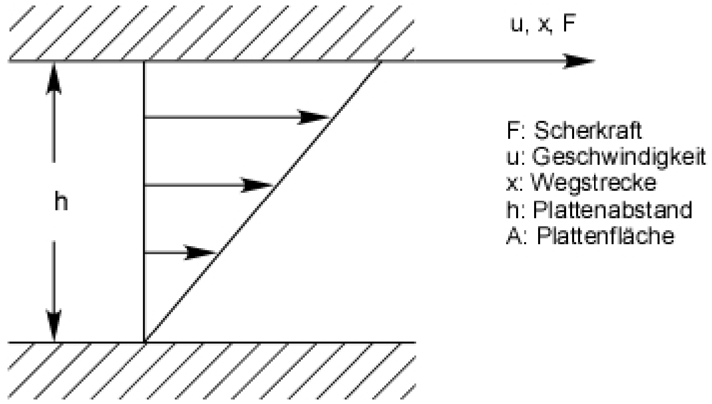

Abb. 2: Nomenklatur zur Definition der Grundgrößen im Scherversuch.

Schubspannung τ, Scherung γ und Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ sind mit den Größen aus Abbildung 2 wie folgt definiert:

Schubspannung: $\tau = \frac{F}{A}$ Gl. 4

Scherung: $\gamma = \frac{x}{h}$ Gl. 5

Schergeschwindigkeit: $\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{u}{h}$ Gl. 6

Ein einfacher Spezialfall rheologischen (Material-)Verhaltens ist das „Newtonsche Fluid“. Es zeigt eine, zwar von der Temperatur und – in geringem Maße - vom Druck, nicht jedoch von der Schergeschwindigkeit abhängige Viskosität. (Die Druckabhängigkeit ist bei Flüssigkeiten in der Regel so gering, dass ein Einfluß des Luftdruckes nicht feststellbar ist!) Newtonsches Verhalten zeigen Wasser, Alkohole, die meisten Mineralöle und Zuckerlösungen. Bei nichtnewtonschen Flüssigkeiten ist die Viskosität eine Funktion der Schergeschwindigkeit und/oder – bei konstanter Schergeschwindigkeit – eine Funktion der Scherzeit, Abb. 3.

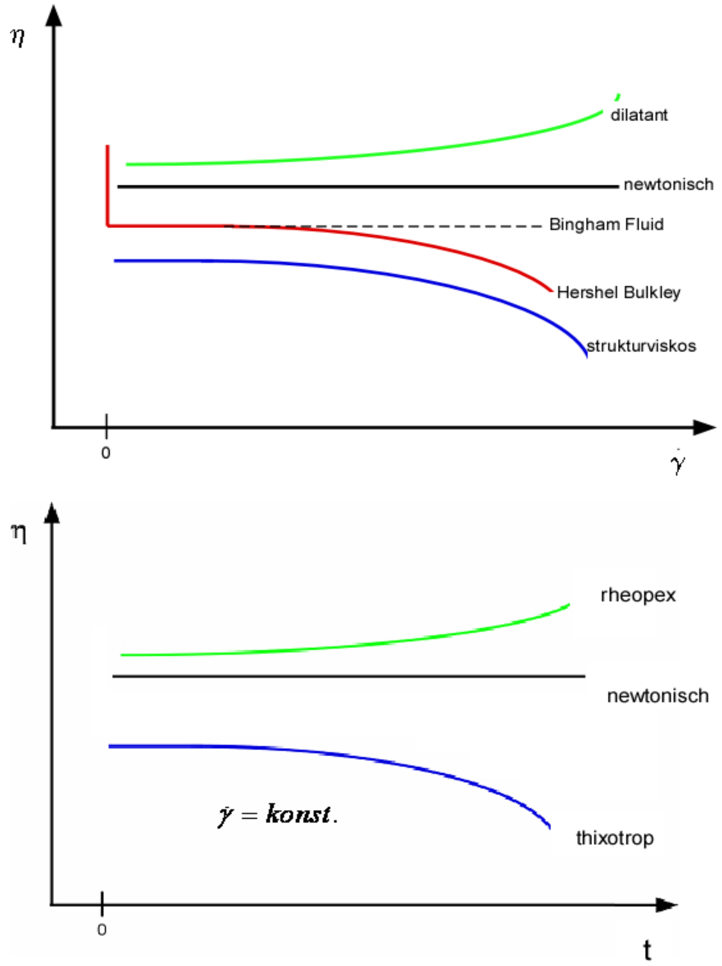

Abb. 3: Prinzipielle Verläufe der Viskositätsfunktionen bei unterschiedlichem Materialverhalten

Strukturviskoses und thixotropes Verhalten werden oft verwechselt. Thixotropes Materialverhalten bedeutet die Abnahme der Viskosität mit der Zeit bei konstanter Schergeschwindigkeit. Dieses Verhalten muss bei „echter" Thixotropie – nach einer hinreichend langen Ruhephase des Materials - reversibel sein. Strukturviskosität hingegen bedeutet die Abnahme der Viskosität mit der Schergeschwindigkeit.

Ganz allgemein hängt die dynamische Viskosität η einer reinen Flüssigkeit vom Druck p, der Temperatur T, der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ und der Scherzeit t ab. Bei dispersen Systemen (Emulsionen und Dispersionen) kommen weitere Einflussgrößen wie (Volumen-) Konzentration c_V sowie Tropfen- bzw. Partikelgrößenverteilung der dispersen Phase, Form und Oberfläche der dispergierten Teilchen sowie Wechselwirkungen der Teilchen untereinander und mit der kontinuierlichen Phase hinzu.

$$\eta = \eta\left(T, p, \dot{\gamma}, t, c_V, ...\right) \qquad \text{Gl: 7}$$

3. Funktionsweise des Kugelfallviskosimeters

3.1 Bewegung einer Kugel durch ein (zähes) Medium

Auf eine Kugel, die sich durch eine Flüssigkeit bewegt, wirken drei Kräfte:

Die Gewichts-, die Auftriebs- und die Reibkraft nach Stokes.

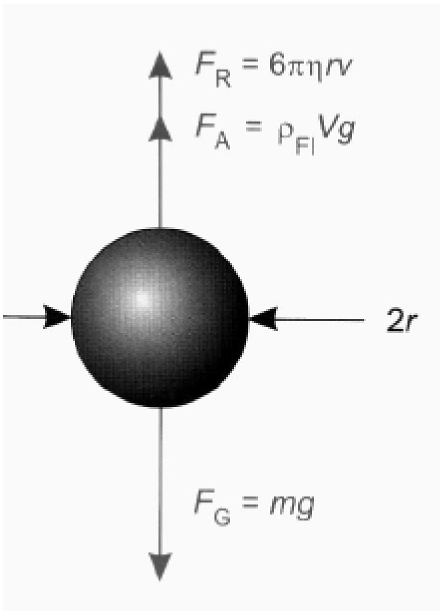

Abb. 4: Kräfte auf eine von Flüssigkeit umgebene Kugel

Die an der Kugel angreifenden Kräfte lassen sich wie folgt darstellen:

Gewichtskraft: $$F_G = \frac{4}{3}\pi r^3 \rho_K g \qquad \text{Gl. 8}$$

Auftriebskraft: $$F_A = -\frac{4}{3}\pi r^3 \rho_{Fl.} g \qquad \text{Gl. 9}$$

Reibkraft nach Stokes: $$F_R = -6\pi r \eta v \qquad \text{Gl. 10}$$

Der Ansatz für die Reibkraft nach Stokes gilt dabei nur für unendlich ausgedehnte Gefäße (kein Einfluß der Gefäßwände) und Reynoldszahlen kleiner 0.25.

Die Kräftebilanz (Masse x Beschleunigung = Summe aller angreifenden Kräfte) an der fallenden Kugel (vgl. Abb. 4) lautet demnach:

$$m\dot{v} = F_G + F_A + F_R \qquad \text{Gl. 11}$$

bzw.

$$m\dot{v} = \frac{4}{3}\pi r^3 \rho_K g - \frac{4}{3}\pi r^3 \rho_{Fl.} g - 6\pi r \eta v \qquad \text{Gl.12}$$

Dies ist eine inhomogene Differenzialgleichung (DGL) 1. Ordnung für die Sinkgeschwindigkeit v.

Die allgemeine Lösung dieser DGL ist:

$$v = v_\infty + (v_0 - v_\infty)e^{-\lambda t} \qquad \text{Gl. 13}$$

mit:

$$v_\infty = \frac{(\rho_K - \rho_{Fl.})2r^2 g}{9\eta} \qquad \text{und} \qquad \lambda = \frac{6\pi\eta r}{m}$$

Wenn die Kugel aus der Ruhe startet $(v_0 = 0)$ vereinfacht sich die Lösung zu:

$$v = v_\infty(1 - e^{-\lambda t}) \qquad \text{Gl. 14}$$

Abbildung 5 zeigt den Verlauf der Geschwindigkeit in Abhängigkeit der Zeit für eine Viskosität von 500 mPas, Abbildung 6 die Geschwindigkeit in Abhängigkeit der Fallhöhe für Kugeln verschiedener Massen und Durchmesser.

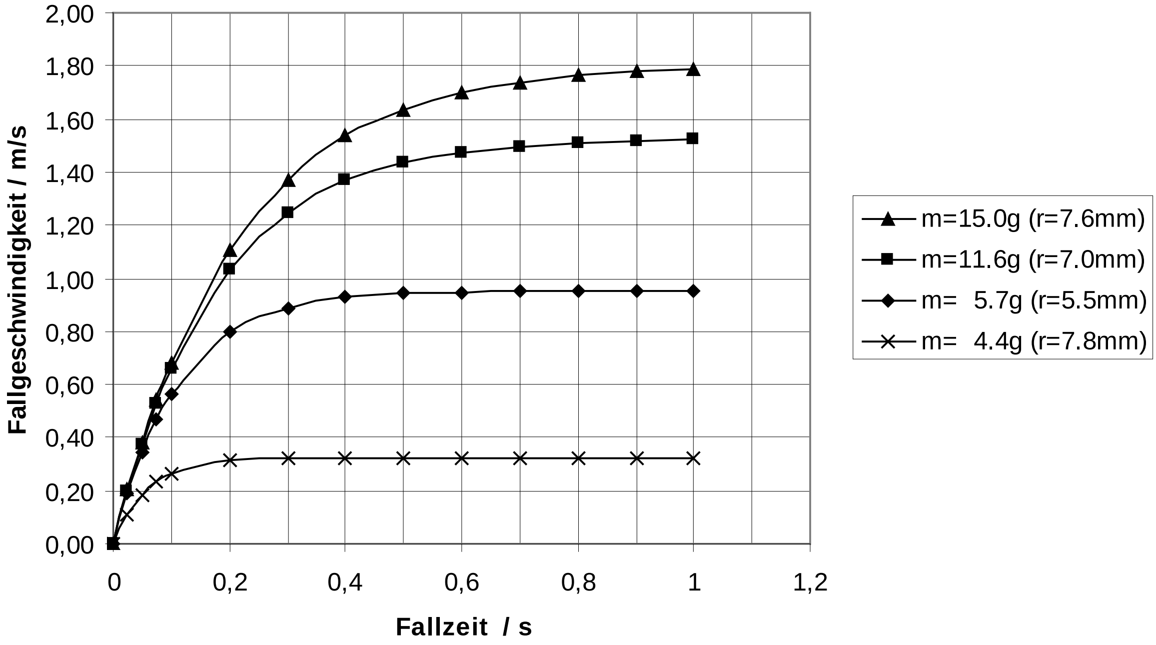

*Abb. 5: Fall**geschwindigkeit** in Abhängigkeit von der Fall**zeit** für verschiedene Kugeln und einer Viskosität von 500 mPas*

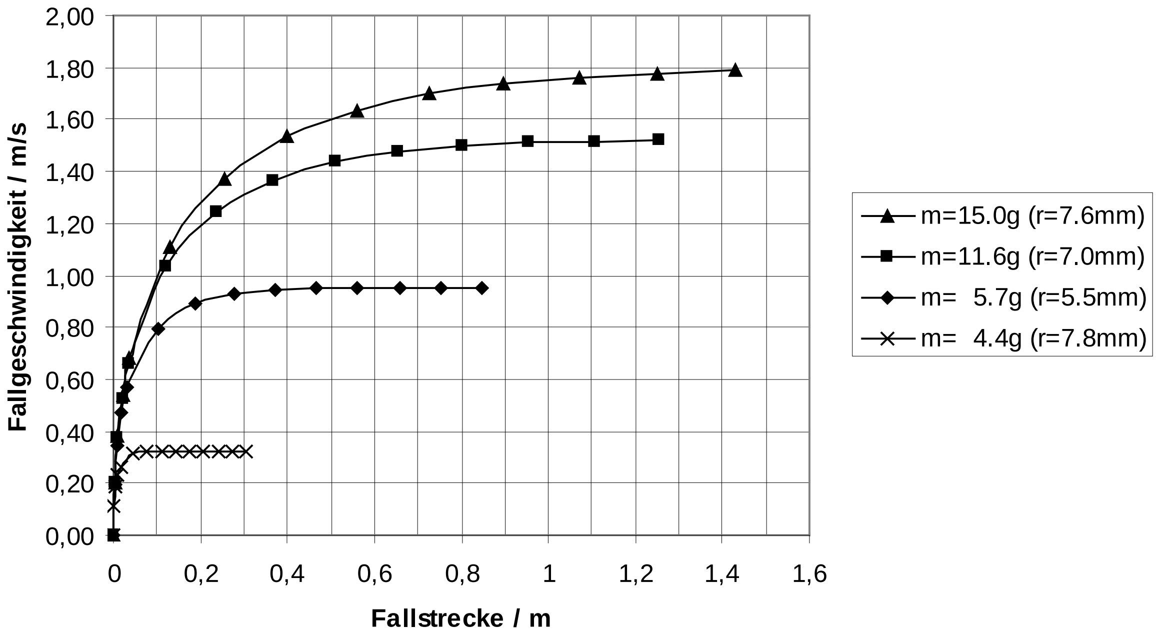

*Abb. 6: Fall**geschwindigkeit** in Abhängigkeit von der Fall**strecke** für verschiedene Kugeln und einer Viskosität von 500 mPas*

Für den stationären Zustand, d.h. für den Fall dass die Kugel ihre stationäre End-geschwindigkeit v_∞ bereits erreicht hat, vereinfacht sich die Kräftebilanz (Gl. 11) zu:

$$0 = F_G + F_A + F_R \qquad \text{Gl. 15}$$

Diese Bilanz lässt sich nach der Viskosität auflösen:

$$\eta = \frac{2g(\rho_K - \rho_{Fl.})r^2 t}{9s} \qquad \text{Gl. 16}$$

mit:

$$\frac{s}{t} = v$$

3.2 Aufbau des Kugelfallviskosimeters nach Höppler

Die Viskositäten transparenter, newtonscher Flüssigkeiten können mit Hilfe des Kugelfallviskosimeters nach Höppler ermittelt werden. Abbildung 7 veranschaulicht den Aufbau des Viskosimeters, und zeigt das Gerät selbst.

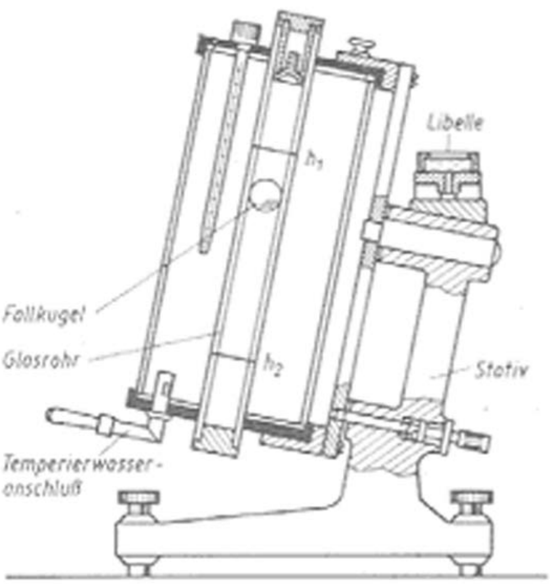

Abb. 7: Funktionsweise eines Kugelfallviskosimeters

In einem schräg stehenden, von einem Temperiermantel umgebenen, Fallrohr fällt eine Kugel durch die zu messende Flüssigkeit. Die für eine definierte - und am Rohr markierte - Fallstrecke nötige Fallzeit wird gemessen. Dabei muss sicher gestellt werden, dass die Kugel bei erreichen der ersten Markierung bereits ihre stationäre Endgeschwindigkeit erreicht hat. Dazu sind die beiden Markierungen in unterschiedlichen Abständen von den jeweiligen Rohrenden (Startpunkte der Kugel) angebracht. Durch Vergleich der Fallzeiten aus den beiden Startpunkten heraus kann geprüft werden ob die Beschleunigung der Kugel an der Markierung bereits abgeschlossen war. Für den Fall, dass dies nicht sichergestellt ist - erkennbar daran, dass die Fallzeiten nicht identisch sind - muss eine andere Kugel eingesetzt werden. Dazu stehen insgesamt 5 Kugeln verschiedener Massen (und Durchmesser) zur Verfügung.

Im Höppler-Viskosimeter ist jedoch eine wesentliche Annahme die für den Ansatz der Reibkraft nach Stokes gemacht wurde nicht zutreffend. **Der Einfluß der Gefäßwände ist nicht vernachlässigbar,** da die Wände nicht unendlich von der fallenden Kugel entfernt sind!

D.h. die Viskosität der Flüssigkeit kann nicht nach Gleichung 16 ermittelt werden.

In der Praxis werden die Fallzeiten der Kugeln verschiedener Massen und Durchmesser anhand von Flüssigkeiten bekannter Viskositäten (sog. Eichöle) bestimmt und daraus für die jeweilige Kugel eine Kugelkonstante berechnet. **Die jeweilige Kugel/Fallrohr-kombination wird somit kalibriert.** Als Folge davon dürfen die Kugeln nur mit dem damit in Kombination kalibrierten Fallrohr eingesetzt werden.

Die Bestimmung der Viskositäten aus der Fallzeit geschieht nach Gleichung 17:

$$\eta = k(\rho_K - \rho_{Fl.})t \qquad \text{Gl. 17}$$

mit: $[k] = Pa \cdot m^3 / kg$ Kugelkonstante

$[\rho_K] = kg / m^3$ Dichte der Kugel

$[\rho_{Fl.}] = kg / m^3$ Dichte der Flüssigkeit

$[t] = s$ Fallzeit

Anmerkung:

Als Fallzeit ist diejenige Zeit definiert die zwischen den Zeitpunkten verstreicht zu denen die Kugel – in Fallrichtung - jeweils die Markierung erreicht!

4. Versuchsöle / Aufgabenstellung

Mit Hilfe des Kugelfallviskosimeters sind die Viskositäten sowie deren Temperaturabhängigkeit zweier Motorenöle – ein mineralisches Mehrbereichsöl sowie ein vollsynthetisches Öl – bei vier Temperaturen im Bereich zwischen 20°C und 80°C zu bestimmen.

- Zunächst sind die Kugelkonstanten der eingesetzten Kugeln mit Hilfe eines Kalibrieröles bekannter Viskosität zu bestimmen. (Das Kalibrieröl wird vom Betreuer bereitgestellt).

- Die Viskositäten der einzelnen Motorenöle bei den jeweiligen Temperaturen sind mindestens durch Dreifachmessungen zu bestimmen, Durchschnittswert und Streuung der Messungen sind tabellarisch anzugeben.

- Die Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur ist graphisch darzustellen und zu diskutieren.

    - Darstellung η über der Temperatur in °C

    - Unter der Annahme, dass die Temperaturabhängigkeit der Öle einem Arrhenius-Ansatz

$$a_T = \frac{\eta(T)}{\eta(T_0)} = e^{\frac{E_0}{R}\left(\frac{1}{T}-\frac{1}{T_0}\right)}$$

      gehorcht, bestimme man die Aktivierungsenergien E_0 der beiden Öle und trage die natürlichen Logarithmen der Temperaturverschiebungsfaktoren a_T über 1/T auf.

- Welche physikalischen Grössen sind formal in der Kugelkonstanten k zusammengefasst? Leiten Sie daraus die Einheit der Kugelkonstanten ab.

- Es ist eine Fehlerdiskussion (keine Fehlerrechnung) durchzuführen.

- Die Bestimmung der temperaturabhängigen Dichte der Öle ist nicht Gegenstand dieses Praktikumsversuches, die Daten werden vom Betreuer bereitgestellt.

- Pro Gruppe ist ein Versuchsprotokoll anzufertigen.

- Im Protokoll sind die ergänzenden Fragestellungen zu diskutieren.

Ergänzende Fragestellungen

- Welche Aufgaben hat ein Öl in einem (Verbrennungs-) Motor zu erfüllen?
- Welche Temperaturabhängigkeit der Viskosität ist für ein Motorenöl anzustreben, wie ist die Temperaturabhängigkeit zu beeinflussen?
- Wodurch „altert“ ein Motorenöl und wird dadurch unbrauchbar?

5. Weiterführende Literatur

DIN 53015:2001-02; Messung der Viskosität mit dem Kugelfallviskosimeter nach Höppler, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2001

Mezger Th.; Das Rheologie-Handbuch, Vincentz Verlag, Hannover, 2000

Schramm G.; Einführung in die Rheologie und Rheometrie, Gebrüder Haake GmbH, Karlsruhe, 1995

Pahl M., Gleißle W., Laun H.M.; Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf, 1991

6. Symbolverzeichnis

$\tilde{\sigma}$	Spannungstensor
σ	Normalspannung
τ	Schubspannung
η	Dynamische Viskosität
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit
γ	Scherung
ρ_K	Dichte der Kugel
$\rho_{Fl.}$	Dichte der Flüssigkeit
a_T	Temperaturshiftfaktor
A	Platten-Fläche
E_0	Aktivierungsenergie
F	Kraft
F_R	Reibkraft
F_A	Auftriebskraft
F_G	Gewichtskraft
g	Erdbeschleunigung
h	Platten-Abstand
k	Kugel-Konstante
m	Kugel-Masse
p	Hydrostatischer Druck
R	universelle Gaskonstante
r	Kugelradius
s	Fall-Strecke
t	Zeit
T	Temperatur
u	Platten-Geschwindigkeit
v	Sink-Geschwindigkeit
V	Kugel-Volumen
$\dot{v}$	Beschleunigung
v_0	Anfangsgeschwindigkeit der Kugel
v_∞	Stationäre Endgeschwindigkeit der Kugel
x	Wegstrecke