

ASTM D7395 – eine Standardmethode zur Viskositätsbestimmung

Dr. Mitchell Ross und Brad Hammond; NIB Applications Laboratory

Einleitung

ASTM D7395 ist eine Methode zur Bestimmung der Viskosität einer Probe unter Verwendung einer Kegel-Platte-Konfiguration bei einer festgelegten Scherrate von 500 s^{-1} . Das System wird mithilfe von ein bis drei zertifizierten Kalibrierölen bekannter Viskosität verifiziert.

Die Rheometer der NETZSCH-Kinexus Prime-Serie verfügen über eine hohe Empfindlichkeit, die Möglichkeit, Messungen an geringen Probenvolumen durchführen zu können, modulare Geometrien und moderne Softwarefunktionen, mit denen sie ein breites Spektrum komplexer Flüssigkeiten und halbfester Stoffe charakterisieren können. Insbesondere verfügen diese Rheometer über ein extrem reibungsarmes Luftlager, das eine unübertroffene Empfindlichkeit über den gesamten Bereich von sehr niedrigen ($0,001\text{ s}^{-1}$) bis zu sehr hohen (10.000 s^{-1}) Scherraten bietet. Dies macht sie zu idealen Geräten für Forschungs- und Entwicklungszwecke sowie für Standardisierungstests im Qualitätsmanagement und zur Erfüllung von Methodenspezifikationen (einschließlich ASTM).

Die programmierbare rSpace-Software ermöglicht es Anwendern zudem, eigene Sequenzen für das Einlegen der Proben, die Messung sowie die automatische Auswertung zu erstellen oder auf über 200 vorgefertigte Sequenzen (in 6 Sprachen) zurückzugreifen. Zur Veranschaulichung wurde eine Sequenz programmiert, die die Anforderungen der Norm ASTM D7395 abdeckt. Im Rahmen der Qualitätskontrolle konnte diese Sequenz dann gegen Änderungen gesichert werden, um eine einheitliche Anwendung durch verschiedene Benutzer oder über in verschiedenen Prüfeinrichtungen sicherzustellen.

Sequenz für ASTM D7395

Zur Prüfung von Proben gemäß ASTM D7395 wurde eine maßgeschneiderte Sequenz erstellt, mit der sich die Viskosität jedes Standardöls und/oder jeder Probe

bestimmen lässt. Für die Messung wurde eine Kegel-Platte-Konfiguration mit 20 mm und 2° verwendet, sodass pro Durchlauf nur ein Volumen von $80\text{ }\mu\text{l}$ erforderlich war. Sobald eine Probe eingefüllt ist, fährt das System in die Trimmposition und rotiert mit 10 s^{-1} , um eine gleichmäßige Verteilung der Probe zu gewährleisten. Anschließend wird der Benutzer aufgefordert, das ordnungsgemäße Trimmen der Probe zu überprüfen. Zur Sicherstellung einer gleichbleibenden Dosierung wurde eine Hubkolbenpipette eingesetzt, die die Abgabe eines vorgegebenen Volumens ermöglichte, sodass auf ein manuelles Trimmen verzichtet werden konnte.

Gemäß ASTM D7395 wird die getrimmte Probe anschließend eine Minute lang bei 25°C equilibriert. Sobald die eingestellte Temperatur erreicht ist, wird eine Scherrate von 500 s^{-1} angewendet und die Viskosität wird dem Benutzer nach 15 Sekunden angezeigt. Abschließend wird der Benutzer gefragt, ob er eine weitere Probe untersuchen möchte.

Messung an Standardölen und -proben

Um die Genauigkeit der Methode über einen breiten Viskositätsbereich hinweg zu demonstrieren, wurden drei Standard-Mineralöle untersucht. Die Ergebnisse für die Mineralöle RTM12, RTM22 und RTM32 (jeweils doppelt gemessen) sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1 Gemessene Viskosität von drei Referenz-Mineralölen gemäß ASTM D7395

Mineral- öl	Referenz- Viskosität bei $35,00^\circ\text{C}$ (cP)	gemessene Viskosität (cP)	Fehler im Vergleich zur Referenz (%)
RTM12	55,21	$55,99 \pm 0,04$	$1,4 \pm 0,1$
RTM22	688,9	$710,6 \pm 3,1$	$3,1 \pm 1,0$
RTM32	6009	6080 ± 9	$1,2 \pm 0,1$

Wie aus der Tabelle ersichtlich ist, liegen die Viskositäten aller drei Standard-Mineralöle im Vergleich zu den spezifizierten Viskositätswerten innerhalb einer relativen Abweichung von 5 %. Zudem lag der relative Fehler zwischen den Reproduzierbarkeitsmessungen für jedes Referenzmineralöl unter 2 % und damit deutlich innerhalb der in der Norm angegebenen zulässigen Toleranz von 10 %.

Nachdem die Vorgehensweise gemäß ASTM festgelegt worden war, wurden verschiedene Materialien getestet, um ihre Viskosität gemäß ASTM D7395 zu bestimmen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Proben wurden ausgewählt, da sie beim Auftragen und Verstreichen Scherkräften ausgesetzt sind. Selbst eine komplexe Probe wie Honigsenf, die Senfkornpartikel enthält, erwies sich als reproduzierbar. Sie steht jedoch im Gegensatz zu den engeren Messwerten der Handlotion- und Haargel-Proben. Die Verwendung dieser Vorgehensweise als Standardverfahren in einer Produktionsumgebung wäre nützlich für die Standardisierung und die Sicherstellung der Produkt-Reproduzierbarkeit.

Zusammenfassung

Die Rheometer der Kinexus-Prime-Serie von NETZSCH bieten Anwendern bei der Charakterisierung komplexer Flüssigkeiten und halbfester Stoffe sowohl Vielseitigkeit als auch ein hohes Maß an Individualisierbarkeit. Die programmierbare Software ermöglicht den Zugriff auf Hunderte vorgefertigter Programme oder die Erstellung eigener Programme. In diesem Zusammenhang wurde für das Kinexus eine benutzerdefinierte Prüfmethode, zur Viskositätsbestimmung mit einer festgelegten Scherrate von $500 \cdot s^{-1}$ gemäß der Norm ASTM D7395 erstellt.

Tabelle 2 Gemessene Viskosität der drei Proben gemäß ASTM D7395

Probe	gemessene Viskosität (cP) gemäß ASTM D7395
Handlotion	$263,5 \pm 10,2$
Haargel	$918,3 \pm 18,4$
Honigsenf	$323,3 \pm 23,5$