

Viskosimetrie
**Messung der kinematischen Viskosität
 mit dem Ubbelohde-Viskosimeter**
 Relative Viskositätsänderung bei kurzen Durchflußzeiten

DIN
51 562
 Teil 3

Viscometry; measurement of kinematic viscosity by means of the Ubbelohde viscometer; viscosity relative increment at short flow times

Viscosimétrie; mesurage de la viscosité cinématique à l'aide du viscosimètre Ubbelohde; incrément relatif de viscosité pour des temps d'écoulements courts

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlung ISO/R 1628 – 1970 siehe Erläuterungen.

Diese Norm setzt die Kenntnis von DIN 51 562 Teil 1 voraus. Dort enthaltene Angaben über die Benennung der Viskosimeter und die allgemeine Versuchsdurchführung werden hier nicht wiederholt.

1 Anwendungsbereich und Zweck

In DIN 51 562 Teil 1 wird wie in fast allen Normen für Kapillarviskosimeter eine Mindestdurchflußzeit für das Volumen zwischen den Meßmarken von 200 s vorgeschrieben. Noch größere Durchflußzeiten werden festgelegt, wenn die Hagenbach-Korrektur bei 200 s nicht vernachlässigbar klein ist.

Diese Festlegung von Mindestdurchflußzeiten führt zu Schwierigkeiten in Anwendungsbereichen, in denen von der Praxis her kürzere Durchflußzeiten üblich sind und gefordert werden.

Besonders bei der Bestimmung der Staudinger-Funktion (Viskositätszahl, siehe Abschnitt 2) von Kunststoff-Lösungen (z. B. nach den Normen der Reihe DIN 53 728) sind für die Praxis bei häufigen Messungen Durchflußzeiten für die reinen Lösemittel von über 200 s zu lang, da die Durchflußzeiten für die Lösungen noch höher liegen und außerdem Schwierigkeiten in der Handhabung der Kapillaren auftreten.

Es hat sich gezeigt, daß es für derartige Messungen besser ist, mit weiteren Kapillaren und kürzeren Durchflußzeiten zu arbeiten.

Diese Norm gibt eine Anleitung, wie die bei niedrigen Viskositäten und kurzen Durchflußzeiten nicht zu vermeidende Hagenbach-Korrektur zu bestimmen und anzuwenden ist, und soll zusammen mit experimentellen Hinweisen eine einheitliche Arbeitsgrundlage schaffen.

2 Begriffe

(vergleiche DIN 1342)

Die relative Viskositätsänderung ist der Quotient

$$\frac{\eta - \eta_s}{\eta_s} = \eta_r - 1 \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

- η Viskosität der Lösung
- η_s Viskosität des Lösemittels
- η_r relative Viskosität (Viskositätsverhältnis)

Bezieht man die relative Viskositätsänderung auf die Massenkonzentration β_i des gelösten Stoffes in der Lösung, so erhält man die konzentrationsbezogene relative Viskositätsänderung J_v , Staudinger-Funktion (Viskositätszahl) genannt.

$$J_v = (\eta_r - 1) \cdot \frac{1}{\beta_i} \quad (2)$$

Bevorzugt angewendete Einheiten: Massenkonzentration β_i in g/cm³; Staudinger-Funktion J_v in cm³/g.

3 Berechnung der relativen Viskositätsänderung und der Staudinger-Funktion

Aus den mit dem Ubbelohde-Viskosimeter gemessenen Durchflußzeiten erhält man unmittelbar die kinematische Viskosität ν , das Verhältnis der dynamischen Viskosität η zur Dichte ρ . Sofern die Dichteunterschiede zwischen Lösemittel und Lösung gering sind, kann man J_v aus dem Verhältnis der kinematischen Viskositäten ν bzw. der ihnen proportionalen Durchflußzeiten berechnen.

$$J_v = \left(\frac{t}{t_s} - 1 \right) \cdot \frac{1}{\beta_i} \quad (3)$$

Hierin bedeuten:

- t Durchflußzeit der Lösung
- t_s Durchflußzeit des Lösemittels

In Gleichung (3) dürfen für t und t_s nicht die gemessenen, sondern nur die nach Abschnitt 5 korrigierten Durchflußzeiten eingesetzt werden.

Fortsetzung Seite 2 bis 5

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

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

4 Hagenbach-Korrektion

Wird die in DIN 51 562 Teil 1 angegebene Mindestdurchflußzeit t_{G1} unterschritten, so müssen für jedes Kapillarviskosimeter mit Hilfe von geeigneten Standardflüssigkeiten bekannter Viskosität individuelle Werte für die Hagenbach-Korrektion Δt_{Hi} ermittelt werden:

$$\Delta t_{Hi} = t_{gi} - \frac{v_i}{K} \quad (4)$$

Hierin bedeuten:

t_{gi} Mit der Standardflüssigkeit i gemessene Durchflußzeit
 v_i Kinematische Viskosität der Standardflüssigkeit i
 K Gerätekonstante des Viskosimeters.

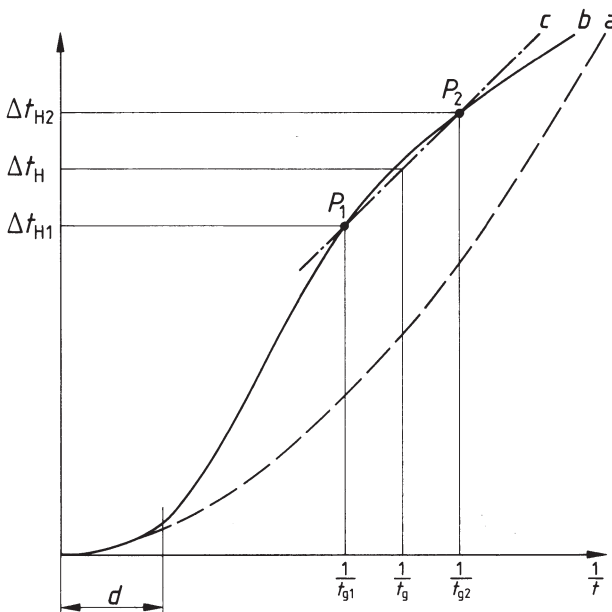
Übereinstimmend mit DIN 51 562 Teil 1 sollen die Durchflußzeiten t und die Hagenbach-Korrekturen Δt_{Hi} in s, die kinematischen Viskositäten ν in mm^2/s und die Gerätekonstanten K in mm^2/s^2 angegeben werden.

Durch lineare Interpolation zwischen den mit zwei Standardflüssigkeiten $i=1$ und $i=2$ mit den Durchflußzeiten t_{g1} und t_{g2} bestimmten Werten Δt_{H1} und Δt_{H2} wird die Hagenbach-Korrektion Δt_H für eine andere Durchflußzeit t_g nach den Gleichungen (5) und (6) berechnet (siehe Bild 1):

$$\Delta t_H = \Delta t_{H1} - K_{12} \cdot \left(\frac{1}{t_g} - \frac{1}{t_{g1}} \right) \quad (5)$$

$$K_{12} = \frac{\Delta t_{H1} - \Delta t_{H2}}{\frac{1}{t_{g2}} - \frac{1}{t_{g1}}} \quad (6)$$

Die Durchflußzeit t_g muß zwischen den Durchflußzeiten t_{g1} und t_{g2} liegen.



Kurve a Korrektionsgleichung (3) nach DIN 51 562 Teil 1 (Gültigkeitsbereich d)

Kurve b Wirklicher Verlauf der individuellen Hagenbach-Korrektion

Kurve c Interpolierende Gerade nach Gleichung (5); sie schneidet Kurve b in den Punkten

$$P_1 \left\{ \Delta t_{H1}; \frac{1}{t_{g1}} \right\} \text{ und } P_2 \left\{ \Delta t_{H2}; \frac{1}{t_{g2}} \right\}$$

Bild 1. Beispiel für die individuelle Hagenbach-Korrektion bei einem Ubbelohde-Viskosimeter Nr 0c nach DIN 51 562 Teil 1

In Bild 1 ist ein Beispiel für den typischen Verlauf der individuellen Hagenbach-Korrektion eines Ubbelohde-Viskosimeters Nr 0c nach DIN 51 562 Teil 1 wiedergegeben, bei dem der Übergang von der Kapillare zum hängenden Niveau trichterförmig ausgebildet ist.

5 Korrektur der gemessenen Durchflußzeiten

Zur Bestimmung der Staudinger-Funktion (Viskositätszahl) J_v nach Gleichung (3) müssen die gemessenen Durchflußzeiten des Lösemittels t_{gs} und der Lösung t_g um die Hagenbach-Korrektion nach Abschnitt 4 korrigiert werden.

$$t = t_g - \Delta t_H \quad (7)$$

$$t_s = t_{gs} - \Delta t_{Hs}, \quad (8)$$

wobei der Index s für das Lösemittel steht.

6 Begrenzung des Korrektionsverfahrens

Für Ubbelohde-Viskosimeter Nr 0 nach DIN 51 562 Teil 1 ist das Verfahren bis zu den kürzesten praktisch erreichbaren Durchflußzeiten anwendbar. Bei allen anderen Viskosimetern muß bei kurzen Durchflußzeiten (siehe Tabelle 1) auf Störungen geachtet werden, die den bevorstehenden Zusammenbruch des hängenden Niveaus ankündigen. Die Erscheinungsformen dieser Störungen sind in Bild 2 schematisch dargestellt.

Tabelle 1. Grenzwerte der gemessenen Durchflußzeit t_g und der Reynolds-Zahl Re nach DIN 53 012, bis zu denen im allgemeinen noch keine Störungen am hängenden Niveau auftreten.

Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51 562 Teil 1	Nr			
	0c	0a	I	Ic
Grenzwert für t_g in s	100	75	60	60
zugehörige Reynolds-Zahl Re	500	500	300	100

Anmerkung: Bei einzelnen Viskosimetern können die Störungen auch bereits bei etwas längeren Durchflußzeiten einsetzen, ohne daß die Sichtprüfung des unteren Kapillarenansatzes Besonderheiten erwarten läßt.

7 Prüfgeräte und Prüfmittel

7.1 Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau nach DIN 51 562 Teil 1. Bei Messungen an Kunststoff-Lösungen müssen Viskosimeter verwendet werden, bei denen die Oberflächenspannungs-Korrektion hinreichend klein ist (siehe Erläuterungen). Viskosimeter mit scharfkantigem und mit trichterförmigem unterem Kapillaren-Ende sind in gleicher Weise verwendbar.

Zur Verringerung der Meßunsicherheit sollten automatische Meßeinrichtungen zur Bestimmung der Durchflußzeiten bevorzugt verwendet werden. Die Bestimmung der Hagenbach-Korrektion muß in der gleichen Meßanordnung vorgenommen werden, in der auch die Prüfungen durchgeführt werden.

7.2 Thermometer nach DIN 51 562 Teil 1.

7.3 Flüssigkeitsthermostat nach DIN 12 879 Teil 1 mit einer Temperaturkonstanz bei der Prüftemperatur auf 0,01 °C. Weitere Einzelheiten siehe DIN 51 562 Teil 1.

*) Bisher Zentistokes (cSt); 1 cSt = 1 mm^2/s