

Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter

Teil 4: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Meßunsicherheit

DIN

51562-4

ICS 17.060

Deskriptoren: Viskosimetrie, Kalibrierung, Ubbelohde-Viskosimeter, Meßunsicherheit

Viscometry — Measurement of kinematic viscosity by means of the Ubbelohde viscometer — Part 4: Viscometer calibration and determination of the uncertainty of measurement

Viscosimétrie — Mesure de la viscosité cinématique au moyen du viscosimètre Ubbelohde — Partie 4: Étalonnage du viscosimètre et évaluation de l'incertitude de mesure

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuß NMP 831 „Viskosimetrie“ erstellt.

Die Anwendung dieser Norm setzt die Kenntnis von DIN 51562-1 voraus. Bei der Verwendung von Mikro-Ubbelohde-Viskosimetern ist zusätzlich die Kenntnis von DIN 51562-2 erforderlich. Dort enthaltene Angaben zu Geräten und zur Durchführung der Messung werden hier nicht wiederholt.

Der Anhang A ist informativ.

DIN 51562 „Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter“ besteht aus

- Teil 1: Bauform und Durchführung der Messung;
- Teil 2: Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter;
- Teil 3: Relative Viskositätsänderung bei kurzen Durchflußzeiten;
- Teil 4: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Meßunsicherheit.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51562-1 und DIN 51562-2. Sie dient dazu, die Kalibrierung und die Abschätzung der Meßunsicherheit einheitlich durchzuführen und damit die Vergleichbarkeit von Meßergebnissen zu verbessern.

Werden Normale (Normalviskosimeter oder Normalproben) verwendet, die auf nationale Normale rückgeführt sind, so erfüllt die Kalibrierung nach dieser Norm die Voraussetzungen nach DIN EN ISO 9001.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 1319-3

Grundlagen der Meßtechnik — Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Meßgröße — Meßunsicherheit

DIN 51562-1

Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 1: Bauform und Durchführung der Messung

DIN 51562-2

Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 2: Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter

DIN 53012

Viskosimetrie — Kapillarkviskosimetrie newtonscher Flüssigkeiten — Fehlerquellen und Korrekturen

DIN 53017

Viskosimetrie — Bestimmung des Temperaturkoeffizienten der Viskosität von Flüssigkeiten

DIN ISO 3585

Borosilicatglas 3.3 — Eigenschaften; Identisch mit ISO 3585 : 1991

DIN EN ISO 9001

Qualitätsmanagementsysteme — Modell zur Qualitätssicherung/QM-Darlegung in Design, Entwicklung, Produktion, Montage und Wartung (ISO 9001 : 1994); Dreisprachige Fassung EN ISO 9001 : 1994

ISO/TR 3666

Viscosity of water

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Definitionen nach DIN 51562-1.

4 Formelzeichen und Einheiten

Tabelle 1: Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheiten	weitere gesetzliche Einheiten
H	Konstante der Hagenbach-Korrektion	m^2	mm^2
$t_{1, \text{korrt}}$	korrigierte Durchflußzeit	s	
$(s'_K)^2$	relative Varianz der Viskosimeterkonstanten		
$(s'_{Uhr})^2$	relative Varianz des Zeitmeßgerätes		
$(s'_{\vartheta v})^2$	relative Varianz der kinematischen Viskosität, bedingt durch Temperaturabweichungen		
s_{ϑ}	empirische Standardabweichung der Badtemperatur	$^{\circ}C$	
$(s'_N)^2$	relative Varianz der kinematischen Viskosität, bedingt durch Neigungsfehler		
$(s'_t)^2$	relative Varianz der Durchflußzeit		
ν_0, ν_1, ν_2	kinematische Viskositäten der zur Kalibrierung benutzten Flüssigkeiten	m^2/s	mm^2/s
ν_{N1}, ν_{N2}	kinematische Viskositäten, mit Normalviskosimeter 1 bzw. 2 bestimmt	m^2/s	mm^2/s

Weitere Formelzeichen und Einheiten siehe DIN 51562-1.

Sie werden in dieser Norm als Kalibrierflüssigkeiten KF bezeichnet. Geeignet als Kalibrierflüssigkeit sind z.B. reine organische Flüssigkeiten, unlegierte Mineralöle, Polyalphaolefine, Polyisobutylene. Nicht geeignet sind Silikonöle.

5 Geräte und Arbeitsstoffe

5.1 Allgemeines

Siehe DIN 51562-1. Für das Verfahren der Viskosimeterkalibrierung im Direktvergleich nach 6.4 ist ein Temperierbad erforderlich, das die gleichzeitige Messung mit mindestens 3 Viskosimetern (2 Normalviskosimeter und ein oder mehrere zu kalibrierende Viskosimeter) erlaubt.

5.2 Normalproben und Kalibrierflüssigkeiten

Für die Kalibrierung nach 6.3 sind Normalproben der Viskosität erforderlich. Der Kalibrierschein einer Normalprobe muß folgende Angaben enthalten: kinematische Viskosität bei der angegebenen Temperatur, Unsicherheit der Viskositätsangabe (vorzugsweise nach DIN 1319-3 mit einem Überdeckungsfaktor $k = 2$, entsprechend einem Vertrauensniveau von etwa 95 %), Temperaturkoeffizient der kinematischen Viskosität (siehe DIN 53017) bei der angegebenen Temperatur, Gültigkeitsdauer der Kalibrierung.

Für die Kalibrierung nach 6.4 können newtonsche Flüssigkeiten geeigneter Viskosität verwendet werden, wenn sie folgende Anforderungen erfüllen:

- hinreichend durchsichtig zur visuellen Erfassung der Meniskusdurchgänge,
- keine Viskositätsänderung während der Anwendung (z.B. durch Verdampfen einer Komponente, durch Wasseraufnahme, durch vorangegangene Erwärmung zur Erleichterung des Einfüllens in das Viskosimeter),
- gute Löslichkeit zum Zweck der Reinigung in nicht- oder gering-toxischen, organischen Lösemitteln (z.B. Siedegrenzbenzin).

6 Viskosimeterkalibrierung

6.1 Allgemeines

Da das für die Herstellung von Ubbelohde-Viskosimetern verwendete Glas (Borosilicatglas 3.3 nach DIN ISO 3585) einen sehr kleinen Längenausdehnungskoeffizienten hat, sind Temperatureinflüsse auf die Viskosimeterkonstante im Bereich zwischen $10^{\circ}C$ und $100^{\circ}C$ vernachlässigbar (siehe DIN 53012). Die Viskosimeterkalibrierung kann daher grundsätzlich bei jeder Meßtemperatur in diesem Intervall durchgeführt werden. Bevorzugt sollte eine Temperatur gewählt werden, die nicht mehr als $3^{\circ}C$ von der Raumtemperatur abweicht.

Es dürfen auch Meßeinrichtungen verwendet werden, die einen automatischen Ablauf des Meßvorganges realisieren (siehe hierzu DIN 51562-1 : 1999-01, 8.5).

6.2 Reinigung der Viskosimeter

Die Viskosimeter müssen nach dem in DIN 51562-1 angegebenen Verfahren gereinigt sein. Für das zu kalibrierende Viskosimeter sollte vor der Kalibrierung grundsätzlich das für stark verschmutzte Viskosimeter vorgesehene Verfahren benutzt werden.

6.3 Kalibrierung mit Normalproben

Die Bestimmung der Viskosimeterkonstanten erfolgt für Viskosimeter mit Viskosimeter-Gruppen-Nummern II bis V (siehe DIN 51562-1) mit je zwei Normalproben (in dieser Norm mit NP bezeichnet). Bei Viskosimetern mit Viskosi-

Tabelle 2: Durchflußzeit von Normalproben für Viskosimeter mit verschiedenen Gruppen-Nummern

Gruppen-Nr nach DIN 51562-1	Normalprobe	Durchflußzeit s
0	NP-0	350 bis 450
	NP-1	600 bis 800
	NP-2	1 000 bis 1 500
0c bis Ia	NP-0	180 bis 250
	NP-1	400 bis 600
	NP-2	800 bis 1 200
II bis V	NP-1	300 bis 500
	NP-2	700 bis 1 200

meter-Gruppen-Nummern 0 bis Ia wird zusätzlich mit Hilfe einer dritten Normalprobe die Konstante H der Hagenbach-Korrektur bestimmt. Die Normalproben sind so auszuwählen, daß sich Durchflußzeiten nach Tabelle 2 ergeben.

Für die Durchführung der Messung gelten die Angaben nach DIN 51562-1.

Für jede Normalprobe wird der Mittelwert der Durchflußzeiten t_i

$$t = \frac{1}{n} \sum t_i \quad n \geq 5 \quad (1)$$

sowie die relative Differenz zwischen der größten und der kleinsten Durchflußzeit

$$\varepsilon_t = \frac{t_{\max} - t_{\min}}{t} \quad (2)$$

berechnet.

Folgende Bedingungen

$$\varepsilon_t \leq \begin{cases} 1 \cdot 10^{-3} & \text{für } v \leq 1\,000 \text{ mm}^2/\text{s} \\ 2 \cdot 10^{-3} & \text{für } v > 1\,000 \text{ mm}^2/\text{s} \end{cases} \quad (3)$$

müssen erfüllt sein, anderenfalls sind die Messungen nach Reinigung des Viskosimeters mit einer frischen Füllung der Normalprobe zu wiederholen.

Ist die Bedingung auch nach mehrfacher Wiederholung trotz Einhaltung aller für die Durchführung der Messung nach DIN 51562-1 geltenden Angaben nicht erfüllt, ist das Viskosimeter für eine Kalibrierung nach dieser Norm nicht geeignet.

Die Viskosimeterkonstante wird nach der Gleichung

$$K = \frac{v}{t} \quad (4)$$

berechnet. Ist die Bedingung (5)

$$\frac{|K_1 - K_2|}{K_2} \leq u'_v \quad (5)$$

erfüllt, wird K als Mittelwert der mit den Normalproben NP-1 und NP-2 ermittelten Werte K_1 und K_2 berechnet. Dabei ist u'_v die relative Unsicherheit der Viskositätswerte v_1 und v_2 (siehe 7.2). Ist die relative Unsicherheit für beide Viskositätswerte unterschiedlich, ist der Mittelwert zu nehmen. Ist die Bedingung (5) nicht erfüllt, werden die Messungen mit NP-1 und NP-2 nach Reinigung der Viskosimeter wiederholt.

Für Viskosimeter mit Gruppen-Nummern 0 bis Ia nach DIN 51562-1 wird zusätzlich geprüft, ob die Bedingungen

$$\frac{|K_0 - K_2|}{K_2} \geq 1,5 \cdot \frac{|K_1 - K_2|}{K_2} \quad (6)$$

$$\frac{|K_0 - K_1|}{K_1} \geq 1,5 \cdot \frac{|K_1 - K_2|}{K_2} \quad (7)$$

erfüllt sind. Sind die Bedingungen (6) oder (6) und (7) erfüllt, wird nach Gleichung (8) ein Hagenbach-Korrektionsfaktor H berechnet und auf zwei gültige Ziffern gerundet.

$$H = K_2 \cdot t_0^3 - v_0 \cdot t_0^2 \quad (8)$$

Ist H positiv, wird die Konstante K_1 mit der korrigierten Durchflußzeit

$$t_{1, \text{kor}} = t_1 - \Delta t_H = t_1 - \frac{H}{v_1 t_1} \quad (9)$$

nach Gleichung (4) erneut berechnet und die Viskosimeterkonstante K als Mittelwert von K_1 und K_2 mit 4 gültigen Ziffern angegeben. Für die Berechnung der Viskosität bei Verwendung dieses so kalibrierten Viskosimeters gilt

$$v = K \left(t - \frac{H}{K \cdot t^2} \right) \quad (10)$$

Sollte H negativ sein, ist zunächst die Messung mit der Normalprobe NP-0, gegebenenfalls auch die mit NP-1 und NP-2 zu wiederholen.

6.4 Kalibrierung durch Direktvergleich mit Normalviskosimetern

Zwei Normalviskosimeter und ein oder mehrere zu kalibrierende Viskosimeter mit gleichen Viskosimeter-Gruppen-Nummern werden mit der gleichen Kalibrierflüssigkeit (KF) gefüllt und gleichzeitig in einem Temperierbad temperiert. Die Bestimmung der Viskosimeterkonstanten erfolgt mit zwei Kalibrierflüssigkeiten KF-1 und KF-2. Für Viskosimeter mit Gruppen-Nummern 0 bis Ia wird zusätzlich eine Kalibrierflüssigkeit KF-0 zur Bestimmung der Konstanten H der Hagenbach-Korrektur verwendet.

Die Viskositäten der Kalibrierflüssigkeiten sind so zu wählen, daß die Durchflußzeiten in den Bereichen liegen, die in 6.3 für die entsprechenden Normalproben angegeben sind.

Mit jeder Kalibrierflüssigkeit wird in jedem Viskosimeter die Durchflußzeit gemessen. Für die Durchführung der Messung gelten die Angaben nach DIN 51562-1, wobei jedoch bei jeder Meßreihe 5 Durchflußzeiten zu messen sind ($n = 5$). Die Messung der Durchflußzeiten in den Normalviskosimetern und in den zu kalibrierenden Viskosimetern verlaufen unter Berücksichtigung der durch die Ablesung bedingten Zeitverschiebung zeitlich parallel. Die genaue Einstellung des Temperierbades auf eine vorgegebene Temperatur ist hier nicht erforderlich. Wichtig ist lediglich die Einhaltung der zeitlichen und räumlichen Temperaturkonstanz im Temperierbad während der Messung.

Für jedes Viskosimeter wird der Mittelwert der Durchflußzeit nach Gleichung (1) berechnet. Die relative Differenz zwischen kleinster und größter Durchflußzeit nach Gleichung (2) muß die Bedingung (3) erfüllen, anderenfalls ist die Messung nach Reinigung und Neufüllung von Normalen und zu kalibrierenden Viskosimetern zu wiederholen.

Für jedes Normal ist entsprechend der Dokumentation (z.B. Kalibrierschein) aus der gemessenen Durchflußzeit, gegebenenfalls unter Berücksichtigung der Hagenbach-Korrektur, die Viskosität der Kalibrierflüssigkeit KF-1 nach DIN 51562-1 zu berechnen. Für die beiden Werte v_{N1} und v_{N2} wird unter Verwendung des Mittelwertes v die relative Abweichung

$$\varepsilon_v = \frac{|v_{N1} - v_{N2}|}{v} \quad (11)$$

berechnet.