

Testing of mineral oils and related materials; determination of density

Essais des huiles minérales et des matériaux analogues; détermination de la masse volumique

Zusammenhang mit den von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlungen ISO/R 91-1970 und ISO/R 758-1968 sowie mit den von der American Society for Testing and Materials (ASTM) herausgegebenen ASTM D 941-55, ASTM D 1298-67 und ASTM D 1481-62 siehe Erläuterungen.

1. Zweck

Die Dichte dient in erster Linie zur Errechnung der Masse eines gegebenen Volumens des zu prüfenden Stoffes, oft auch zur Kennzeichnung eines Erzeugnisses¹⁾.

2. Begriffe

(siehe auch DIN 1305 und DIN 1306)

2.1. Dichte

Die Dichte ρ eines Stoffes ist der Quotient aus seiner Masse m und seinem Volumen V .

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1)$$

Als übliche Bezugstemperaturen für Dichteangaben bei Mineralölerzeugnissen werden 15 °C und 20 °C festgelegt²⁾, vergleiche Abschnitt 9.

Anmerkung: Für Leichtöle, d.h. für Benzine und entsprechende Benzolerzeugnisse, ist in Deutschland durch die am 1. 1. 1964 in Kraft getretene Neufassung des Mineralölsteuergesetzes als Bezugstemperatur 12 °C für die Ermittlung des steuerlich maßgeblichen Volumens festgesetzt worden. Diese Temperatur entspricht dem Mittel aus den an den Tankstellen gemessenen Temperaturen dieser Erzeugnisse, wobei die Gegenden in Deutschland mit erhöhtem Kraftstoffumsatz mit zusätzlichem Gewicht berücksichtigt worden sind (das Volumen bei 12 °C wird aus dem Gewicht m' in Luft und der bei beliebiger Temperatur, z. B. bei 15 °C, bestimmten Dichte ermittelt, vgl. Fußnote 1).

1) Siehe auch die für fiskalische Zwecke in Deutschland gültige, vom Bundesminister der Finanzen herausgegebene „Anleitung zur Ermittlung des Eigengewichts von Mineralölen aus Volumen und Dichte für Steuerzwecke“, Bonn 1961 (Bundesdruckerei). Im folgenden „Anleitung“ genannt.

2) Die Bezugstemperatur 15 °C ist vor allem mit Rücksicht auf den internationalen Gebrauch gewählt worden; vgl. 1970 Book of ASTM Standards, Part 17 and 18, IP Standards for Testing Petroleum and its Products, Part I; ASTM-IP Petroleum Measurement Tables (Metric Edition), London 1953, The Institute of Petroleum. Diese niedrigere Bezugstemperatur ist zweckmäßig, weil viele nach dieser Norm zu prüfenden Flüssigkeiten leicht verdampfbare Anteile enthalten.

3) Bei 4 °C und 1013,25 mbar (1 atm) beträgt die Dichte des Wassers 0,999 972 g/cm³.

4) An Stelle des Wortes „Masse“ wird auch das im allgemeinen Sprachgebrauch übliche Wort „Gewicht“ angewendet, siehe DIN 1305.

2.2. Relative Dichte

2.2.1. Die relative Dichte d ist das Verhältnis der Dichte des zu untersuchenden Stoffes bei einer Temperatur t_1 zur Dichte eines Bezugsstoffes bei einer Temperatur t_2 . Sie wird deshalb – wo notwendig – mit d_{t_1/t_2} bezeichnet.

Oft wird als Bezugsstoff Wasser im Zustand seiner größten Dichte bei 4 °C genommen³⁾. Der Zahlenwert der relativen Dichte $d_{t/4}$ einer Flüssigkeit bei der Temperatur t – früher vielfach spezifisches Gewicht genannt – ist im Anwendungsbereich dieser Norm praktisch gleich mit dem Zahlenwert der Dichte ρ_t .

2.2.2. In den ASTM-Standards ist als übliche Bezugstemperatur oft $t_1 = t_2 = 60$ °F festgelegt. Diese Temperatur entspricht 15,56 °C.

Dementsprechend wird für Mineralöle auch in Deutschland oft $t_1 = t_2 = 15$ °C gesetzt. Dann gilt z. B.

$$d_{15/15} = \frac{\text{Dichte der Flüssigkeit bei 15 °C}}{\text{Dichte des Wassers bei 15 °C}}$$

Diese Definition ist identisch mit der folgenden:

$$d_{15/15} = \frac{\text{Masse eines gegebenen Volumens der Flüssigkeit bei 15 °C}}{\text{Masse eines gleichen Volumens Wasser bei 15 °C}}$$

Mit Wasser als Bezugsstoff wird die relative Dichte in der englischen Sprache oft als „specific gravity“ bezeichnet.

2.2.3. Bei der Umrechnung der relativen Dichte in die Dichte oder umgekehrt muß die Ausdehnung des Wassers und der zu prüfenden Flüssigkeit berücksichtigt werden, sofern die Bezugstemperaturen unterschiedlich sind (Berechnung mit Hilfe der Tabellen 3 bis 6).

2.2.4. In den USA und in den angelsächsischen Ländern ist vielfach als konventionelles Maß für die relative Dichte die API Gravity in Gebrauch (siehe Tabelle 7).

2.3. Masse⁴⁾

Das Produkt aus der bei einer bestimmten Temperatur t ermittelten Dichte ρ_t und dem Volumen V_t der Flüssigkeit bei der gleichen Temperatur ergibt die Masse dieses Volumens.

$$m = V_t \cdot \rho_t \quad (2)$$

Die Masse m eines Stoffes ist eine von allen äußeren Bedingungen, wie z. B. dem Auftrieb in der Luft und der vom Ort abhängigen Fallbeschleunigung, unabhängige Größe; sie kann durch Wägen, d. h. durch Vergleich mit geeichten Gewichtstücken, bestimmt werden.

Erläuterungen siehe Originalfassung der Norm

Fortsetzung Seite 2 bis 10

Tabelle 1. Dichte der trockenen Luft ρ_L bei normalem CO_2 -Gehalt

Temperatur °C	Dichte ρ_L in 10^{-3} g/cm^3 beim Druck in mbar							
	900	920	940	960	980	1000	1013,25	1040
-10	1,19	1,22	1,24 ₅	1,27	1,30	1,32 ₅	1,34	1,38
-5	1,17	1,19 ₅	1,22	1,25	1,27 ₅	1,30	1,32	1,35
0	1,15	1,17 ₅	1,20	1,22 ₅	1,25	1,27 ₅	1,29	1,33
5	1,13	1,15	1,18	1,20	1,23	1,25 ₅	1,27	1,30 ₅
10	1,11	1,13	1,16	1,18	1,20 ₅	1,23	1,24 ₅	1,28
15	1,09	1,11	1,14	1,16	1,18 ₅	1,21	1,22 ₅	1,26
20	1,07	1,09 ₅	1,12	1,14	1,16 ₅	1,19	1,20 ₅	1,23 ₅
25	1,05	1,07 ₅	1,10	1,12	1,14 ₅	1,17	1,18 ₅	1,21 ₅
30	1,03 ₅	1,06	1,08	1,10 ₅	1,12 ₅	1,15	1,16 ₅	1,19 ₅
40	1,00	1,02 ₅	1,04 ₅	1,07	1,09	1,11	1,13	1,16

(1 atm = 760 Torr = 1013,25 mbar = 1,01325 bar)

2.4. Gewicht in Luft

2.4.1. Im Handelsverkehr bildet gewöhnlich nicht die Masse m , sondern die Masse m' der Gewichtstücke, welche der zu wägenden Probe in Luft das Gleichgewicht halten, meist „Gewicht in Luft“ genannt, die Grundlage der Verrechnung. Die Umrechnung von m' auf m wird nach Gleichung (3) vorgenommen ⁵⁾:

$$m' = m \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho} \right) \quad (3)$$

Hierin bedeuten ρ die Dichte der Probe und ρ_L die Dichte der Luft (siehe Tabelle 1). Als üblicher Mittelwert kann $\rho_L = 0,0012 \text{ g/cm}^3$, d. h. die Dichte von Luft bei 20 °C und 1013,25 mbar (760 Torr), benutzt werden.

Für sehr genaue Messungen müssen auch der Luftauftrieb der Gewichtstücke und die Veränderlichkeit der Luftdichte berücksichtigt werden:

$$m' = m \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho} + \frac{\rho_L}{\rho_G} \right) \quad (4)$$

wobei ρ_G die Dichte des Werkstoffs der Gewichtstücke bedeutet. Es ist für die praktische Ermittlung von m' bedeutungslos, ob man mit Gewichtstücken aus Gußeisen (Dichte etwa 7,3 kg/dm³), aus Kupfer-Zink-Legierung (Messing) (Dichte etwa 8,4 kg/dm³) oder aus nichtrostendem Stahl (Dichte etwa 7,9 kg/dm³) wägt. Die Luftdichte in Abhängigkeit von der Temperatur und dem Luftdruck ist der Tabelle 1 zu entnehmen.

2.4.2. Umgekehrt kann aus dem Gewicht m' einer Probe in Luft ihre Masse m (Gewicht im Vakuum) für den Bereich der Mineralöle genau genug nach Gleichung (5) errechnet werden.

$$m = m' \left(1 + \frac{\rho_L}{\rho} \right) \quad (5)$$

⁵⁾ Für Steuerzwecke wird in Deutschland die Größe m' als „Eigengewicht“ bezeichnet, siehe Fußnote 1: „Anleitung“. Dort werden ferner die Begriffe des „Litergewichts“ und des „Spindelwerts“ benutzt.

⁶⁾ Nach dem Beschluß der 12. Generalkonferenz für Maß und Gewicht (1964) kann das Wort „Liter“ als spezieller Name für das Kubikdezimeter benutzt werden, d. h. ml als Ausdruck für cm³, vergleiche Ausführungsverordnung zum Gesetz über Einheiten im Meßwesen vom 26. Juni 1970, § 4. Bei Messungen hoher Präzision soll die Benennung „Liter“ für die Einheit dm³ nicht verwendet werden.

⁷⁾ Verfahren mit verringertem Prüffehler siehe Abschnitt 8.1.

⁸⁾ Allgemeine Bestimmungen für Aräometer siehe auch DIN 12 790.

3. Einheit

Die Dichte wird angegeben in Gramm je Kubikzentimeter (g/cm³) oder in Gramm je Milliliter (g/ml) ⁶⁾. Gebräuchlich sind auch die Einheiten kg/l oder kg/dm³.

4. Probenahme

(nach DIN 51 594 und DIN 51 750 ^{**)})

5. Bestimmung der Dichte mit dem Aräometer (einfaches Verfahren) ⁷⁾

5.1. Geräte

Aräometer (Spindeln) sind geschlossene zylindrische Schwimmkörper, die am unteren Ende z. B. durch Quecksilber oder Schrot beschwert sind und an dem stabförmig verjüngten Oberteil (Stengel) eine Skale in Einheiten der Dichte tragen.

Für die Prüfung von Mineralölen und verwandten Stoffen sind Aräometer und Thermoaräometer nach DIN 12 791 Blatt 1 und Blatt 2 geeignet ⁸⁾, die insgesamt den Meßbereich von 0,60 bis 1,20 g/ml bei Skalenwerten von 0,0020 bis 0,0002 g/ml umfassen (Teilmeßbereiche 0,100 bis 0,020 g/ml) und die für die Oberflächenspannungsklasse ⁹⁾ I (niedrig), zum Teil auch m (mittel) justiert sind. Sie tragen die Aufschrift: „Dichte-Aräometer für Mineralöle 15 °C“; sind sie für undurchsichtige Flüssigkeiten bestimmt, haben sie den zusätzlichen Vermerk: „Ablesung oben“.

Anmerkung: Die Anwendung von Aräometern mit anderer Bezugstemperatur als 15 °C, z. B. bei Heizölen, ist in den Anmerkungen auf Seite 10 dieser Norm beschrieben.

Die für undurchsichtige Flüssigkeiten bestimmten Aräometer dürfen nicht für durchsichtige Flüssigkeiten verwendet werden. Aräometer für durchsichtige Flüssigkeiten sollen nicht für undurchsichtige Flüssigkeiten benutzt werden.

Standzylinder: Der Innendurchmesser des Standzylinders für das zu prüfende Mineralöl darf 50 mm nicht unterschreiten, damit das Aräometer frei schwimmt und auch für das Thermometer genügend Raum ist.

Thermometer: Zur Ermittlung der Temperatur sind geeichte Feinthermometer nach DIN 12 775 oder Laboratoriums-Thermometer nach DIN 12 778 mit Skalenwerten nach Tabelle 2 je nach dem Skalenwert des verwendeten Aräometers geeignet.

⁹⁾ Die Oberflächenspannungsklassen-Kurzzeichen entsprechen der ISO-Empfehlung ISO/R 649. Im § 832 der Eichordnung vom 14. 4. 1965 werden dafür noch Großbuchstaben angegeben.

^{**)} Geplante Neuauflagen DIN 51 750 Blatt 1 bis Blatt 3 (z. Z. noch Entwurf).

Tabelle 2. Skalenwert des Thermometers

Aräometer	Skalenwert des verwendeten Aräometers	Skalenwert des Thermometers
Serie	g/ml	höchstens °C
L 20	0,0002	0,1
L 50	0,0005	0,2
M 50	0,001	0,5
M 100	0,002	0,5

5.2. Durchführung

5.2.1. Der Standzylinder wird mit der Probe gefüllt. Flüchtige Flüssigkeiten, z. B. Rohöle oder Kohlenwasserstoffe mit Siedebeginn unter 100 °C, müssen in der Probeflasche schon auf etwa 15 °C abgekühlt und unter Vermeiden von Verdampfungsverlusten in den Standzylinder eingefüllt werden. Dann wird das Aräometer vorsichtig in die Flüssigkeit getaucht, so daß der Stengel nicht weiter als 5 mm über der Anzeigestelle benetzt wird; es soll frei und lotrecht schwimmen. Etwa auftretende Luftblasen werden von der Flüssigkeitsoberfläche mit Filtrierpapier entfernt. Sofern erforderlich, werden Aräometer, Standzylinder und Probe unter Verwenden eines Temperaturbades auf die Prüftemperatur gebracht, die im Bereich von 10 bis 20 °C liegen soll. Bei Heizölen sind – soweit notwendig – höhere Prüftemperaturen zulässig.

Nach Beruhigung des Aräometers werden die Dichte und die zugehörige Temperatur abgelesen. Die Prüftemperatur muß bis auf $\pm 0,2$ °C konstant gehalten und vor und nach dem Ablesen des Aräometers auf 0,2 °C oder genauer abgelesen werden; der Mittelwert der Ablesung ist die Prüftemperatur. Vor jeder Temperaturablesung muß die Probe vorsichtig mit dem Thermometer durchgerührt werden.

5.2.2. Das Aräometer wird bei durchsichtigen Flüssigkeiten in der Ebene des Flüssigkeitsspiegels, bei undurchsichtigen am oberen Wulstrand abgelesen.

Wird ausnahmsweise ein Aräometer, das für durchsichtige Flüssigkeiten bestimmt ist, bei undurchsichtigen Ölen gebraucht, so muß eine Wulsthöhenkorrektur nach DIN 12 791 Blatt 1, Ausgabe Mai 1969, Abschnitt 10.2.3 angebracht werden. Meist genügt es aber, zum Ablesewert soviel Skalenteile hinzuzuzählen, wie 2 mm auf der Skale ausmachen.

5.2.3. Es ist auch möglich, mit Aräometern, die für 15 °C justiert sind, Dichtemessungen bei höheren Temperaturen durchzuführen. Dann müssen bei genauen Messungen an den Ablesungen Korrekturen angebracht werden, die im wesentlichen durch die Volumenausdehnung des Glases, aus dem der Aräometerkörper hergestellt ist, gegeben sind (siehe DIN 12 791 Blatt 1). Bei den Aräometern darf man mit einem mittleren Volumen-Ausdehnungskoeffizienten von $\beta = 25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ rechnen¹⁰⁾; dieser Wert liegt der in DIN 12 791 Blatt 1, Ausgabe Mai 1969, enthaltenen Korrektortabelle (Tabelle 5) zugrunde.

5.3. Angabe des Ergebnisses

Die Dichte bei 15 °C wird unter Hinweis auf diese Norm in g/ml auf 0,001 g/ml gerundet oder in kg/l auf 0,001 kg/l gerundet angegeben.

¹⁰⁾ In der „Anleitung“ (siehe Fußnote 1) ist die mittlere Wärmeausdehnung von Glas bereits mit einem Koeffizienten von $25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ berücksichtigt. Dichten, die mit Aräometern gemessen sind, deren Bezugstemperatur von 15 °C abweicht, können deshalb erst nach Anbringen von Korrekturen mit den Tabellen der „Anleitung“ umgerechnet werden (siehe Anmerkungen auf Seite 10 dieser Norm).

¹¹⁾ Verfahren mit verringertem Prüffehler siehe Abschnitt 8.2.

^{*)} Zur Zeit noch Entwurf

Bezüglich des Rundens auf die letzte anzugebende Stelle ist DIN 1333 zu berücksichtigen.

5.4. Prüffehler

(nach DIN 51 848 Blatt 1 *)

Die nachfolgenden Angaben gelten beim Messen der Dichte mit Aräometern der Serien L 50, M 50 und M 100. Beim Messen mit Aräometern der Serie L 20 ist Abschnitt 8.1 und Abschnitt 8.5 zu beachten.

Zum Beurteilen der Zuverlässigkeit von Ergebnissen werden folgende Merkmale benutzt:

Wiederholbarkeit

(ein Beobachter, ein Gerät)

Werden von einem Beobachter zwei Ergebnisse unter Wiederholbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als 0,001 g/ml unterscheiden.

Vergleichbarkeit

(verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte)

Wird in zwei verschiedenen Laboratorien je ein Ergebnis unter Vergleichbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als 0,002 g/ml unterscheiden.

6. Bestimmung der Dichte durch hydrostatische Wägung¹¹⁾

6.1. Geräte

Die einfache hydrostatische Waage ist eine Hebelwaage mit einem in zehn gleiche Teile eingeteilten Waagebalken. Die Teilung ist durch bezifferte Kerben oder Stahlschneiden, die zur Aufnahme von Reiter- oder Anhängengewichten dienen, vorgenommen. An die Endschnitte des Waagebalkens wird eine Senkkörpereinrichtung normalerweise von der Masse 30 g, bestehend aus Masseberichtigungsstück, Platindraht und Senkkörper aus Glas oder Kieselglas, angehängt. Bei der hydrostatischen Wägung wird der Senkkörper und die halbe Länge des Platindrathes in die zu prüfende Flüssigkeit, die sich in einem Standzylinder aus Glas befindet, getaucht und der Auftrieb durch Aufsetzen oder Anhängen von Reiter- oder Anhängengewichten ausgeglichen. Bei justierten Waagen wird der Auftrieb in reinem Wasser von 20 °C durch Gewichtstücke in Kerbe 9 von 10 und 1 Gramm, in Kerbe 8 von 0,1 Gramm und in Kerbe 2 von 0,01 Gramm ausgeglichen und damit die Dichte von 0,9982 g/ml des reinen Wassers bei 20 °C erhalten (Kontrollmessung). Die für den Ausgleich des Auftriebs erforderlichen Gewichtstücke geben je nach ihrer Masse und für die entsprechenden Kerben oder Schneiden der Teilung des Waagebalkens die Dezimalstellen des unkorrigierten Zahlenwertes der Dichte an (Korrekturen siehe Abschnitt 6.2).

Zur hydrostatischen Waage gehören folgende Reiter- oder Anhängengewichte: zwei 10-Gramm-, ein 1-Gramm-, ein 0,1-Gramm- und ein 0,01-Gramm-Gewichtstück, sowie ein Thermometer mit einem Skalenwert von 0,2 °C und eine Anweisung zur Berechnung der Dichte.

Bei eichfähigen Waagen darf der (stets auf 20 °C justierte) Senkkörper wegen seiner geringen Länge nicht als Thermometer ausgebildet sein; es sollte vielmehr die Temperatur mit einem beigegebenen geeichten Thermometer gemessen werden, dessen Skalenwert 0,1 °C betragen soll.

6.2. Durchführung

Da die hydrostatischen Waagen unterschiedlich ausgeführt sind, ist bei der Prüfung unbedingt nach der jeweiligen dem Gerät beigegebenen Gebrauchsanweisung zu verfahren (siehe auch Eichordnung).

Das Füllen des Standzylinders und das Angleichen der Temperaturen von Probe und Senkkörper sowie die Temperaturmessung werden sinngemäß wie in Abschnitt 5.2.1 angegeben durchgeführt. Die Prüftemperatur soll auch hier zwischen 10 und 20 °C gehalten werden (Temperaturbad bis auf $\pm 0,1$ °C konstant). Es muß darauf geachtet werden, daß keine Luftblasen am Senkkörper haften. Der Temperatur-