

Prüfung von Mineralölen und verwandten Stoffen

Bestimmung der Dichte

DIN
51757

ICS 75.080; 75.040

Testing of mineral oils and related materials; Determination of density

Ersatz für Ausgabe 01.84

Essais des huiles minérales et produits connexes; Détermination de la masse volumique

Die vorliegende Norm ist im Einvernehmen mit der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) Braunschweig und Berlin herausgegeben worden.

Inhalt

	Seite		Seite
1 Zweck	2	4.3.4 Vorbereitung	5
2 Allgemeine Grundlagen, Begriffe, Einheiten	2	4.3.5 Durchführung	5
2.1 Dichte	2	4.3.6 Bestimmung des Pyknometervolumens	5
2.2 Masse	2	4.3.7 Auswertung	6
2.3 Wägewert	2	4.3.8 Angabe des Ergebnisses	6
2.4 Einheit	2	4.3.9 Präzision des Verfahrens	6
2.5 Probenahme	2	4.4 Bestimmung der Dichte mit Schwingungsmeßgeräten (Verfahren 4)	6
3 Bezeichnung	2	4.4.1 Anwendungsbereich	6
3.1 Bestimmung der Dichte	3	4.4.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens	6
3.2 Umrechnung	3	4.4.3 Geräte	7
3.3 Angabetemperatur	3	4.4.4 Chemikalien	7
3.4 Beispiel	3	4.4.5 Vorbereitung	7
4 Bestimmungsverfahren	3	4.4.6 Kalibrierung des Dichte-Meßgerätes	7
4.1 Bestimmung der Dichte mit dem Aräometer (Verfahren 1)	3	4.4.7 Durchführung der Dichtebestimmung	8
4.1.1 Anwendungsbereich	3	4.4.8 Auswertung	8
4.1.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens	3	4.4.9 Angabe des Ergebnisses	9
4.1.3 Geräte	3	4.4.10 Präzision des Verfahrens	9
4.1.4 Vorbereitung	3	4.5 Bestimmung der Dichte von Flüssiggasen und leichten Kohlenwasserstoffen mit Flüssiggas-Aräometern (Verfahren 5)	9
4.1.5 Durchführung	3	4.5.1 Anwendungsbereich	9
4.1.6 Temperaturkorrektur	4	4.5.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens	9
4.1.7 Angabe des Ergebnisses	4	4.5.3 Geräte	9
4.1.8 Präzision des Verfahrens	4	4.5.4 Probenahme	10
4.2 Bestimmung der Dichte durch hydrostatische Wägung (Verfahren 2)	4	4.5.5 Vorbereitung	10
4.2.1 Anwendungsbereich	4	4.5.6 Durchführung	10
4.2.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens	4	4.5.7 Temperaturkorrektur	10
4.2.3 Geräte	4	4.5.8 Angabe des Ergebnisses	10
4.2.4 Prüfung und Kalibrierung des Gerätes	4	4.5.9 Präzision des Verfahrens	10
4.2.5 Durchführung	4	5 Umrechnungen	12
4.2.6 Auswertung	4	5.1 Allgemeine Vorschriften	12
4.2.7 Angabe des Ergebnisses	5	5.2 Ermittlung der Dichte $\rho(15^\circ\text{C})$	13
4.2.8 Präzision des Verfahrens	5	5.2.1 Ermittlung der Dichte $\rho(15^\circ\text{C})$ mit Hilfe von Rechenverfahren	13
4.3 Bestimmung der Dichte mit dem Pyknometer (Verfahren 3)	5	5.2.2 Ermittlung der Dichte $\rho(15^\circ\text{C})$ mit Hilfe von gedruckten Tabellen	13
4.3.1 Anwendungsbereich	5	5.3 Ermittlung einer Dichte $\rho(t)$ bei beliebiger Temperatur aus $\rho(15^\circ\text{C})$	13
4.3.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens	5		
4.3.3 Geräte	5		

Fortsetzung Seite 2 bis 27

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



Documents

Document Sharing Hub

Anhang A	Rechenverfahren und Tabellenwerke der Verfahren A, B, C, D, X und Y	14
Anhang B	Gleichungen für die Umrechnung der gemessenen Dichte $\rho(t)$ bei der Temperatur t auf die Dichte $\rho(15^\circ\text{C})$ bei 15°C sowie für die Errechnung des Volumenkorrekturfaktors VCF_t	14
Anhang C	Dichte- und Temperaturgrenzen	17
Anhang D	Prüfbeispiele für die Rechenverfahren ..	18

Anhang E	Interpolation bei der Anwendung gedruckter Tabellen aus den „Petroleum Measurement Tables“	20
Anhang F	Rechenverfahren 53 X	21
Anhang G	Rechenverfahren 54 X	22
Anhang H	Rechenverfahren 54 Y	22
Anhang I	Anwendungsbereich	25

1 Zweck

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

2 Allgemeine Grundlagen, Begriffe, Einheiten

2.1 Dichte

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

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

Als Bezugstemperatur für die Angabe der Dichte von Mineralölen und verwandten Stoffen wird vorwiegend 15°C verwendet.

2.2 Masse

Das Produkt aus der bei einer bestimmten Temperatur t ermittelten Dichte ρ und dem Volumen V des Stoffes bei der gleichen Temperatur ergibt die Masse des Stoffes.

$$m = V \cdot \rho \quad (2)$$

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 und nachfolgende Berechnung nach Gleichung (3) bestimmt werden.

2.3 Wägewert

2.3.1 Im geschäftlichen Verkehr bildet vorwiegend nicht die Masse m , sondern der Wägewert W die Grundlage der Verrechnung.

Der Wägewert W ist das Ergebnis einer Wägung ohne Korrektur des Luftauftriebes des Wägegutes und der Gewichtstücke (siehe DIN 1305). Eine andere Benennung hierfür war früher „Gewicht in Luft“ (kurz auch „Gewicht“ genannt).

Für die Umrechnung von dem Wägewert W und der Masse m gilt Gleichung (3):

$$m = W \cdot \frac{1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}}{1 - \frac{\rho_L}{\rho}} \quad (3)$$

Hierin bedeuten:

- ρ Dichte der Probe in kg/m^3
- ρ_G Dichte der Gewichtstücke, die international auf 8000 kg/m^3 festgelegt wurden (Standardbedingungen nach DIN 1305)
- ρ_L Dichte der Luft, die in ausreichender Näherung $1,2 \text{ kg/m}^3$ beträgt (Standardbedingungen nach DIN 1305)

2.3.2 Für die Errechnung des Wägewertes W gilt Gleichung (4):

$$W = V \cdot \rho \cdot \frac{1 - \frac{\rho_L}{\rho}}{1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}} \quad (4)$$

näherungsweise gilt Gleichung (5):

$$W = V \left[\rho - \rho_L \left(1 - \frac{\rho}{\rho_G} \right) \right] \quad (5)$$

oder weiter vereinfacht gilt Gleichung (6):

$$W = V [\rho - 1,1 \text{ kg/m}^3] \quad (6)$$

Für Mineralölserzeugnisse gilt nämlich mit ausreichender Näherung Gleichung (7):

$$\rho_L \cdot \left(1 - \frac{\rho}{\rho_G} \right) \approx 1,1 \text{ kg/m}^3 \quad (7)$$

2.4 Einheit

Die Dichte wird angegeben in der SI-Einheit kg/m^3 . Für die früher gebräuchlichen Einheiten gilt folgende Umrechnung:

$$1 \text{ kg/l} = 1 \text{ g/ml} = 1000 \text{ kg/m}^3$$

2.5 Probenahme

Nach DIN 51750 Teil 1 bis Teil 3

3 Bezeichnung

Die Dichte nach dieser Norm wird unter Hinweis auf das angewendete Bestimmungsverfahren und die zur Umrechnung auf die Bezugs- oder Angabetemperatur benutzten Rechenverfahren bezeichnet.

Es werden Kurzzeichen nach den Abschnitten 3.1 und 3.2 verwendet.

3.1 Bestimmung der Dichte:

- mit dem Aräometer: 1
- durch hydrostatische Wägung: 2
- mit dem Pyknometer: 3
- mit einem Schwingungsmeßgerät: 4
- mit einem Flüssiggas-Aräometer: 5

3.2 Umrechnung (siehe Anhang A)

- nach 53 A und 54 A (Rohöle, generalisiert): A
- nach 53 B und 54 B (Mineralölprodukte, generalisiert): B
- nach 54 C (individuelles Verfahren): C
- nach 53 D und 54 D (Schmieröle, generalisiert): D
- nach 53 X und 54 X (leichte Produkte, generalisiert): X
- nach 53 X und 54 X (schwere Produkte, generalisiert): X
- nach 54 Y (individuelles Verfahren): Y

Wird die Dichte genau bei Bezugs- oder Angabetemperatur gemessen, so entfallen diese Kurzzeichen.

3.3 Angabetemperatur

Die Dichte ist grundsätzlich bei 15 °C anzugeben. Bezieht sich die Dichte ausnahmsweise auf eine andere Temperatur als 15 °C, so ist diese Temperatur auf 0,05 °C gerundet anzugeben.

3.4 Beispiel

Bezeichnung des Verfahrens zur Dichtebestimmung durch hydrostatische Wägung (2) und Umrechnung nach Tabelle 54 D (D) mit dem Ergebnis: 875,0 kg/m³

Dichtebestimmung DIN 51757 — 2 — D — 875,0 kg/m³

4 Bestimmungsverfahren

4.1 Bestimmung der Dichte mit dem Aräometer (Verfahren 1)

4.1.1 Anwendungsbereich

Dieses Bestimmungsverfahren wird auf Rohöle, Mineralölzeugnisse und verwandte Flüssigkeiten angewendet. Dieses Verfahren ist besonders gut für durchsichtige Flüssigkeiten mit niedriger Viskosität geeignet.

Für undurchsichtige Flüssigkeiten sind spezielle Aräometer einzusetzen, und bei höherer Viskosität ist dem Aräometer ausreichend Zeit zur Einstellung zu geben.

4.1.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Ein Standzylinder wird mit der Probe so weit gefüllt, daß ein anschließend eingesetztes Aräometer in der Flüssigkeit frei schwimmt. Nach Temperatúrausgleich werden der Meßwert am Aräometer und die Bestimmungstemperatur am Thermometer abgelesen.

4.1.3 Geräte¹⁾

- Aräometer

Aräometer sind geschlossene zylindrische Schwimmkörper aus Glas, die am unteren Ende beschwert sind und in dem stabförmig verjüngten Oberteil (Stengel) eine Dichte-Skala enthalten. Für den Bereich dieser Norm sind Aräometer der Serie L20 und L50 und Thermoaräometer der Serie L20Th und L50Th nach

DIN 12791 Teil 1 und Teil 2 zu verwenden. Für Mineralöl sind sie für die Oberflächenspannungsklasse L (niedrig) — in gewissen Fällen auch für die Oberflächenspannungsklasse M (mittel) — justiert. Die Bezugstemperatur der Aräometer für Mineralöle ist grundsätzlich 15 °C. Es sind auch andere Bezugstemperaturen zulässig. Die Aräometer tragen die Aufschrift: „Dichte-Aräometer für Mineralöle 15 °C“ oder „Klasse L, 15 °C“ oder „Klasse M, 15 °C“. Aräometer für durchsichtige Flüssigkeiten sind für Ablesungen in der Ebene des Flüssigkeitsspiegels und solche für undurchsichtige Flüssigkeiten für Ablesungen am oberen Rand des Meniskus justiert. Diese tragen den Hinweis „Ablesung oben“.

- Standzylinder

Der Innendurchmesser des Standzylinders muß mindestens 50 mm betragen, damit das Aräometer frei schwimmt und gegebenenfalls auch für das Thermometer genügend Platz ist.

- Thermometer

Falls nicht Thermoaräometer verwendet werden, sind zur Ermittlung der Temperatur Feinthermometer nach DIN 12775 oder DIN 12778 mit Skalenteilungswerten nach Tabelle 1 zu verwenden.

Tabelle 1: Skalenteilungswert von Aräometer und Thermometer

Aräometer Serie	Skalen- teilungswert des Aräometers kg/m ³	Skalen- teilungswert des Thermometers °C
L 20	0,2	≤ 0,1
L 50	0,5	≤ 0,2
M 50	1,0	≤ 0,5

4.1.4 Vorbereitung

Flüssigkeiten mit flüchtigen Anteilen, z.B. Rohöle oder Kohlenwasserstoffe mit einem Siedebeginn unter 100 °C, sind, sofern durchführbar, zur Vermeidung von Verdampfungsverlusten auf mindestens 10 °C abzukühlen.

4.1.5 Durchführung

(siehe auch DIN 12791 Teil 3)

4.1.5.1 Der Standzylinder wird mit der Probe unter möglicher Vermeidung von Verdampfungsverlusten gefüllt. Dann wird das Aräometer vorsichtig in der Flüssigkeit so zum Schwimmen gebracht, daß der Stengel nicht weiter als 5 mm über der Anzeigestelle benetzt wird. Es muß frei schwimmen. Etwa am Aräometer haftende Luftblasen werden entfernt. Bei Flüssigkeiten mit einem Siedebeginn unter 100 °C hat die Prüftemperatur im Bereich von 10 bis 30 °C zu liegen; bei schweren Heizölen und ähnlichen Erzeugnissen sind höhere Bestimmungstemperaturen zulässig. Sobald sich das Aräometer eingestellt hat, wird zunächst die Temperatur, dann die Dichte und danach erneut die Temperatur, jeweils auf einen halben Skalenteilungswert, abgelesen. Die beiden Temperaturablesungen dürfen sich nicht um mehr als einen Skalenteilungswert unterscheiden. Vor jeder Temperaturablesung muß die Probe vorsichtig durchgerührt werden. Der Mittelwert beider Temperaturablesungen gilt als Bestimmungstemperatur. Die abgelesenen Werte sind auf 0,1 kg/m³ bzw. 0,05 °C zu runden.

¹⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin.

4.1.5.2 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 (Meniskuskorrektur) nach DIN 12 791 Teil 3 berücksichtigt werden.

4.1.5.3 Wird ausnahmsweise abweichend von Abschnitt 4.1.3 ein Aräometer mit einer anderen Bezugstemperatur t'_B als 15°C verwendet, so ist dessen Anzeige $q''(t'_B)$ nach Gleichung (8) auf die Anzeige eines Aräometers mit der Bezugstemperatur $t_B = 15^\circ\text{C}$ umzurechnen.

$$q'(t_B = 15^\circ\text{C}) = \frac{q''(t'_B)}{1 - 23 \cdot 10^{-6} (t'_B - t_B) - 2 \cdot 10^{-8} (t'_B - t_B)^2} \quad (8)$$

Hierin bedeuten:

$q'(t_B = 15^\circ\text{C})$	Anzeige eines Aräometers mit der Bezugstemperatur $t_B = 15^\circ\text{C}$
$q''(t'_B)$	Anzeige eines Aräometers, das auf eine von 15°C abweichende Bezugstemperatur t'_B justiert ist
t_B	15°C (genormte Bezugstemperatur für Mineralöl-Aräometer und Angabetemperatur für die Dichte von Mineralölen, auf die umzurechnen ist)
t'_B	Bezugstemperatur in $^\circ\text{C}$ des verwendeten Aräometers

4.1.6 Temperaturkorrektur

Soll der Ablesewert des Aräometers bei Bestimmungstemperatur $q'(t)$ nach Abschnitt 5 auf $q(15^\circ\text{C})$ umgewandelt werden, so entfällt die nachfolgende Temperaturkorrektur, da sie bereits in diese Verfahren eingearbeitet ist. Weicht die Bestimmungstemperatur t von der Bezugstemperatur t_B des Aräometers ab (im allgemeinen $t_B = 15^\circ\text{C}$), so wird die Dichte $q(t)$ bei der Bestimmungstemperatur aus der Anzeige $q'(t)$ des Aräometers nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

$$q(t) = [1 - Hy] \cdot q'(t) \quad (9)$$

Hierin bedeuten:

Hy	$23 \cdot 10^{-6} (t - t_B) + 2 \cdot 10^{-8} (t - t_B)^2$
$q'(t)$	Ablesewert des Aräometers bei Bestimmungstemperatur
t	Bestimmungstemperatur in $^\circ\text{C}$
t_B	Bezugstemperatur in $^\circ\text{C}$ des Aräometers

4.1.7 Angabe des Ergebnisses

Der Ablesewert des Aräometers (nicht temperaturkorrigiert) in kg/m^3 , gerundet auf $0,1 \text{ kg/m}^3$, wird in Abschnitt 5 zur Umrechnung auf 15°C eingesetzt. Die Dichte bei Prüftemperatur wird unter Hinweis auf diese Norm und das Verfahren in kg/m^3 , gerundet auf $0,1 \text{ kg/m}^3$, angegeben. Bezüglich des Rundens auf die letzte anzugebende Stelle ist DIN 1333 zu berücksichtigen.

4.1.8 Präzision des Verfahrens

Nach DIN 51 848 Teil 1 bis Teil 3

4.1.8.1 Wiederholbarkeit (ein Beobachter, ein Gerät)

Werden von einem Beobachter zwei Ergebnisse unter Wiederholbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als normgerecht betrachtet, wenn sie sich bei Verwendung der Aräometer L 50, L 20 Th, L 50 Th, M 50 um nicht mehr als 1 kg/m^3 und bei Verwendung des Aräometers L 20 um nicht mehr als $0,2 \text{ kg/m}^3$ unterscheiden.

4.1.8.2 Vergleichbarkeit (verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte)

Wird in zwei verschiedenen Laboratorien je ein Ergebnis unter Vergleichbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als normgerecht betrachtet, wenn sie sich bei der Verwendung der Aräometer L 50, L 20 Th, L 50 Th, M 50 um nicht mehr als 2 kg/m^3 und bei der Verwendung des Aräometers L 20 um nicht mehr als $0,4 \text{ kg/m}^3$ unterscheiden.

4.2 Bestimmung der Dichte durch hydrostatische Wägung (Verfahren 2)

4.2.1 Anwendungsbereich

Dieses Bestimmungsverfahren ist anwendbar auf Rohöle, Mineralölerzeugnisse und verwandte Flüssigkeiten mit Ausnahme leicht flüchtiger und hochviskoser Stoffe.

4.2.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Mit Hilfe einer Waage wird der Auftrieb eines Senkkörpers bestimmt. Daraus erhält man die Dichte bei der Bestimmungstemperatur.

4.2.3 Geräte¹⁾

4.2.3.1 Hydrostatische Waage

Es sind hydrostatische Waagen zu verwenden, die der Eichordnung entsprechen.

4.2.3.2 Standzylinder und Thermometer (siehe Abschnitt 4.1.3)

4.2.4 Prüfung und Kalibrierung des Gerätes

Es wird der Auftrieb in reinem Wasser bei 20°C gemessen und die Waage so justiert, daß eine Dichte von $998,2 \text{ kg/m}^3$ erhalten wird.

4.2.5 Durchführung

Das Füllen des Standzylinders und das Angleichen der Temperaturen von Probe und Senkkörper sowie die Temperaturmessung werden sinngemäß, wie in Abschnitt 4.1.5.1 angegeben, durchgeführt. Die Bestimmungstemperatur soll zwischen 10°C und 30°C , d.h. bei Raumtemperatur liegen. Die Temperatur der Probe darf sich während der Messung um nicht mehr als $0,1^\circ\text{C}$ ändern. Es muß darauf geachtet werden, daß keine Luftblasen am Senkkörper haften. Die Dichte wird nach der dem Gerät beigegebenen Anleitung ermittelt. Die Temperatur der Probe wird auf $0,05^\circ\text{C}$ abgelesen, wobei die im Eichschein des Thermometers angegebene Korrektur zu berücksichtigen ist.

4.2.6 Auswertung

Die Dichte bei Bestimmungstemperatur wird auf $0,1 \text{ kg/m}^3$ abgelesen. Bei Abweichungen der Bestimmungstemperatur von der Bezugstemperatur 20°C des Senkkörpers ist folgende Temperaturkorrektur K_t nach Gleichung (10) anzubringen:

$$K_t = -q' [23 \cdot 10^{-6} (t - t_B) + 2 \cdot 10^{-8} (t - t_B)^2] \quad (10)$$

Hierin bedeuten:

q'	Ablesewert der Dichte bei Bestimmungstemperatur
t	Bestimmungstemperatur in $^\circ\text{C}$
t_B	Bezugstemperatur in $^\circ\text{C}$ des Senkkörpers

Hierdurch ergibt sich die Dichte bei Bestimmungstemperatur:

$$q = q' + K_t \quad (11)$$

¹⁾ Siehe Seite 3

4.2.7 Angabe des Ergebnisses

Die Dichte bei Bestimmungstemperatur wird unter Hinweis auf diese Norm und dieses Bestimmungsverfahren auf $0,1 \text{ kg/m}^3$ gerundet angegeben. Bezüglich des Rundens der letzten Stelle ist DIN 1333 zu berücksichtigen. Ist die Angabe der Dichte bei 15°C oder bei einer anderen als der Bestimmungstemperatur erforderlich, ist nach Abschnitt 5 umzurechnen.

4.2.8 Präzision des Verfahrens

Nach DIN 51848 Teil 1 bis Teil 3

Wiederholbarkeit: $0,2 \text{ kg/m}^3$

Vergleichbarkeit: $0,5 \text{ kg/m}^3$

4.3 Bestimmung der Dichte mit dem Pyknometer (Verfahren 3)

4.3.1 Anwendungsbereich

Pyknometrische Dichtebestimmungen sind anwendbar auf Rohöle, Mineralölerzeugnisse und verwandte Flüssigkeiten. Die Bestimmung der Dichte von Bitumen, Zubereitungen aus Bitumen und Zubereitungen aus Steinkohlenteerpech werden nach DIN 52 004 durchgeführt.

4.3.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Volumen des Pyknometers wird vorab durch Wägen mit Wasserfüllung bestimmt. Das Pyknometer wird mit der Probe gefüllt und gewogen. Aus den Wägewerten wird die Dichte berechnet.

4.3.3 Geräte¹⁾

4.3.3.1 Pyknometer

Die hier verwendeten Pyknometer sind Wägegefäße aus Glas.

Es werden z. B. folgende Pyknometer verwendet:

- a) Pyknometer mit Bohrung im Stopfen:
 - nach Gay-Lussac (GL) nach DIN 12 797 und
 - nach Hubbard (H) nach DIN 12 806
- b) Pyknometer mit einer Ringmarke:
 - nach Sprengel (S) nach DIN 12 800 und
 - nach Bingham (B) nach DIN 12 807.
- c) Pyknometer mit Skale:
 - nach Reischauer mit Schliffstopfen (RS) nach DIN 12 801 und
 - nach Lipkin (L) nach DIN 12 798

Es sollten Pyknometer mit einem Volumen von 10 ml, 25 ml oder 50 ml verwendet werden.

Für hochviskose Flüssigkeiten ist das Pyknometer nach Hubbard am besten geeignet. Für leichtflüchtige Flüssigkeiten sind Pyknometer mit Verschuß zu wählen, nämlich die Pyknometer nach Bingham und Reischauer. Zweckmäßigerweise sind Pyknometer zu verwenden, die bei 15°C oder 20°C justiert sind.

4.3.3.2 Waage

Eine Feinwaage mit einer Eichfehlergrenze $\leq 1 \text{ mg}$

4.3.3.3 Thermometer

- Thermometer mit dem Skalenteilungswert $0,1^\circ\text{C}$ zur Messung der Badtemperatur
- Thermometer mit dem Skalenteilungswert $0,5^\circ\text{C}$ zur Messung der Lufttemperatur

4.3.3.4 Badthermostat

Badthermostat, der eine Temperaturkonstanz von $\pm 0,05^\circ\text{C}$ ermöglicht

4.3.3.5 Druckmeßgerät

Druckmeßgerät zur Ablesung des Luftdrucks auf 1 mbar

4.3.4 Vorbereitung

Das Pyknometer ist mit Lösemitteln, z.B. Siedegrenzbenzin nach DIN 51631, Ether, Aceton, zu spülen. Erforderlichenfalls muß eine Reinigung mit Chromschwefelsäure vorangehen. Die letzten Reste Lösemittel müssen z.B. mit einem reinen, trockenen und staubfreien Luftstrom entfernt werden. Das Pyknometer wird mit einem leicht angefeuchteten Lederlappen abgerieben, um ihm eine gleichmäßige Oberflächenfeuchte zu geben und um elektrische Aufladungen zu vermeiden oder abzuleiten. Es wird nach dem Reinigen für die Dauer von etwa einer halben Stunde bis zum Erreichen des Temperatursausgleichs in einem gegen Staub geschützten Behälter neben der Waage aufbewahrt.

4.3.5 Durchführung

Das leere Pyknometer wird auf $0,1 \text{ mg}$ gewogen. Dann wird es mit der Probe gefüllt, je nach Art des Pyknometers bis zur Marke oder bis zum Kapillarende oder bis zu einer Stelle innerhalb der Skale. Es ist darauf zu achten, daß keine Luftblasen im Pyknometer zurückbleiben. Dann wird das Pyknometer in ein Bad gestellt, das die Bestimmungstemperatur auf $0,05^\circ\text{C}$ einhält. Nach 30 min wird im allgemeinen der Temperatursausgleich erreicht sein. Noch im Bad wird bei Pyknometern mit einer Ringmarke der Flüssigkeitsspiegel durch Entfernen der überschüssigen Flüssigkeit auf die Ringmarke eingestellt (z.B. mit einem Docht, Filterpapierstreifen oder einer feinen Pipette). Bei Pyknometern mit Skale wird der Füllstand abgelesen. Bei den Pyknometern nach Gay-Lussac und Hubbard ist durch den Schliffspalt um den Stopfen möglicherweise hindurchgetretene Flüssigkeit sorgfältig zu beseitigen. Bei den anderen Pyknometern ist darauf zu achten, daß die Gefäßinnenwand oberhalb des Flüssigkeitsspiegels trocken ist. Dann wird das Pyknometer aus dem Bad genommen, mit einem weichen, leicht angefeuchteten Ledertuch sorgfältig abgetrocknet und auf $0,1 \text{ mg}$ gewogen. Werden bei der Bestimmungstemperatur 15°C gemessen, was meist merklich unter der Raumtemperatur liegt, besteht die Gefahr, daß sich nach dem Herausnehmen des Pyknometers eine feine Feuchtigkeitshaut auf der Pyknometerwand niederschlägt und die Wägung verfälscht. Es empfiehlt sich deshalb, das Pyknometer nach dem Abtrocknen auf oder neben der Waage stehen zu lassen und erst nach einer Wartezeit von etwa 30 min zu wägen. Selbstverständlich darf dabei keine Flüssigkeit infolge Wärmeausdehnung aus dem Pyknometer austreten. Deshalb sind hierfür Pyknometer nach Gay-Lussac und nach Hubbard ohne Verschußkappe nicht geeignet.

4.3.6 Bestimmung des Pyknometer Volumens

Zur vorangehenden Bestimmung des Pyknometer Volumens sind die Verfahrensschritte nach den Abschnitten 4.3.4 und 4.3.5 mit destilliertem Wasser als Füllflüssigkeit im Pyknometer durchzuführen (Ergebnis der Wägung: W_w).

Das Pyknometer Volumen V in ml bei der Bestimmungstemperatur t wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$V = \frac{W_w - W_L}{\rho_w - \rho_L} \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G} \right) \cdot 1000 \quad (12)$$

¹⁾ Siehe Seite 3

Hierin bedeuten:

- W_w Wägewert des mit reinem destilliertem Wasser bei der Temperatur t gefüllten Pyknometers in g
 W_L Wägewert des leeren Pyknometers in g
 ρ_w Dichte des reinen Wassers nach Tabelle 5
 ρ_L Dichte der Luft nach Tabelle 3 bzw. Tabelle 4
 ρ_G Dichte der Gewichtstücke

Für die allgemeine Anwendung gilt:

$\frac{\rho_L}{\rho_G} = 0,000\,15$ (siehe Abschnitt 2.3.1), daraus ergibt sich Gleichung (13):

$$V = \frac{W_w - W_L}{\rho_w - \rho_L} \cdot 999,85 \quad (13)$$

Das Volumen ist möglichst bei der Temperatur zu bestimmen, bei der die Dichte der zu prüfenden Flüssigkeiten anzugeben ist. Es ist zweckmäßig, das Volumen des Pyknometers in angemessenen Zeitabständen zu kontrollieren, über die Ergebnisse eine Liste zu führen und einen Mittelwert aus den letzten Messungen zu benutzen, um zufällige Abweichungen zu eliminieren. Systematische Abweichungen müssen berücksichtigt werden.

BEISPIEL:

Pyknometer mit einem Nennvolumen von 25 ml
 Füllen des Pyknometers bei 15 °C

Die Wägungen in Luft bei 20 °C ergeben:

$$\begin{aligned} W_w &= 51,345\,3\text{ g} \\ W_L &= 26,416\,3\text{ g} \\ W_w - W_L &= 24,929\,0\text{ g} \end{aligned}$$

Es ist:

$$\begin{aligned} \rho_w (20\text{ °C}) &= 998,2\text{ kg/m}^3 \\ \rho_L &= 1,2\text{ kg/m}^3 \end{aligned}$$

Nach Gleichung (13) erhält man:

$$V = \frac{24,929\,0}{998,2 - 1,2} \cdot 999,85\text{ ml} = 25,000\,3\text{ ml}$$

4.3.7 Auswertung

Die Dichte ρ in kg/m³ wird aus den Ergebnissen der Wägungen nach Gleichung (14) berechnet.

$$\rho = \frac{W - W_L}{V} \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \cdot 1000 + \rho_L \quad (14)$$

Hierin bedeuten:

- W Wägewert des mit der Probe bei der Temperatur t gefüllten Pyknometers in g
 W_L Wägewert des leeren Pyknometers in g
 V Pyknometervolumen bei der Temperatur t in ml
 ρ_L Dichte der Luft nach Tabelle 3 bzw. Tabelle 4
 ρ_G Dichte der Gewichtstücke

Für die allgemeine Anwendung gilt (siehe Abschnitt 4.3.6, Gleichung (13)):

$$\rho = \frac{W - W_L}{V} \cdot 999,85 + \rho_L \quad (15)$$

ANMERKUNG 1: Weicht die Temperatur t , bei der das Pyknometer mit der Probe bis zur Begrenzung des Volumens V gefüllt worden ist, ausnahmsweise von der Temperatur t_B etwas (d. h. um nicht mehr als 5 °C) ab, bei der das Volumen bestimmt worden ist, so kann das Volumen $V(t)$ bei der Temperatur t aus folgender Gleichung berechnet werden:

$$V(t) = V(t_B) \cdot (1 + \alpha_v(t - t_B)) \quad (16)$$

Für Pyknometer aus Borosilicatglas ist

$$\alpha_v = 10 \cdot 10^{-6} \text{ °C}^{-1}.$$

BEISPIEL:

Ermittlung der Dichte einer Mineralölprobe für 15 °C:

Füllen des Pyknometers und Volumenbestimmung bei 15 °C, Wägungen bei 20 °C und einer Luftdichte von 1,2 kg/m³.

Ergebnis der Wägung:

$$\begin{aligned} W &= 47,539\,1\text{ g} \\ W_L &= 26,416\,3\text{ g} \\ W - W_L &= 21,122\,8\text{ g} \end{aligned}$$

Pyknometervolumen bei 15,00 °C: $V = 25,000\,3\text{ ml}$.

Nach Gleichung (15) ergibt sich:

$$\begin{aligned} \rho(15\text{ °C}) &= \frac{21,122\,8}{25,000\,3} \cdot 999,85\text{ kg/m}^3 + 1,2\text{ kg/m}^3 \\ &= 844,775\text{ kg/m}^3 + 1,2\text{ kg/m}^3 \\ &= 845,975\text{ kg/m}^3 \end{aligned}$$

gerundet nach Abschnitt 4.3.8 ergibt sich:

$$\rho(15\text{ °C}) = 846,0\text{ kg/m}^3$$

ANMERKUNG 2: Bei Anwendung der Gleichung (14) z. B. mit $\rho_L = 1,182\text{ kg/m}^3$ nach Tabelle 4 (bei 20 °C, 65 % relativer Feuchte und einem Druck von 1000 mbar) und $\rho_G = 8\,000\text{ kg/m}^3$ erhält man:

$$\rho(15\text{ °C}) = 845,959\text{ kg/m}^3$$

4.3.8 Angabe des Ergebnisses

Die Dichte bei Bestimmungstemperatur wird unter Hinweis auf diese Norm und das Bestimmungsverfahren in kg/m³ auf 0,1 kg/m³ gerundet angegeben.

Wird die Dichte bei einer anderen als der Bestimmungstemperatur verlangt, so ist nach Abschnitt 5 umzurechnen. Bezüglich des Rundens der letzten Stelle ist DIN 1333 zu berücksichtigen.

4.3.9 Präzision des Verfahrens

Nach DIN 51848 Teil 1 bis Teil 3

Bei der Verwendung von Pyknometern nach Reischauer oder Bingham mit einem Volumen von mindestens 25 ml:

Wiederholbarkeit: 0,2 kg/m³

Vergleichbarkeit: 0,3 kg/m³

Bei Verwendung der anderen festgelegten Pyknometer:

Wiederholbarkeit: 0,5 kg/m³

Vergleichbarkeit: 0,7 kg/m³

4.4 Bestimmung der Dichte mit Schwingungsmeßgeräten (Verfahren 4)

4.4.1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren ist auf Rohöle, Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte anwendbar, die bei der Bestimmungstemperatur flüssig sind (Viskosität < 15 000 mm²/s) und bei dieser Temperatur einen Dampfdruck unter 80 kPa aufweisen. Der Temperaturbereich dieses Bestimmungsverfahrens beträgt mit den genannten Kalibrier-substanzen 0 bis 90 °C, kann aber, je nach Gerätetyp, geringer sein. Durch dieses Bestimmungsverfahren wird die Dichte bei der Bestimmungstemperatur gemessen. Zur Umrechnung dieser Dichtewerte auf andere Temperaturen ist nach Abschnitt 5 zu verfahren.

4.4.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Ungefähr 0,7 ml der flüssigen Probe werden in ein schwingendes Rohr gefüllt. Die Änderung der Schwingungsfrequenz und somit auch der Schwingungsdauer infolge der dadurch geänderten Schwingungsmasse des Rohrs dient unter Benutzung von Kalibrierdaten dazu, die Dichte der Probe zu bestimmen.



Documents

Document Sharing Hub

4.4.3 Geräte¹⁾

4.4.3.1 Digitales Dichte-Meßgerät

Es sind nur eichfähige Geräte zulässig.

Die Hauptbestandteile des Gerätes sind ein thermostatisierbares U-förmiges Rohr, z. B. aus Borosilikatglas (Probenrohr), die elektromagnetische Anregung, eine Uhr, der Rechner und das Anzeigesystem. Das U-Rohr ist ein an beiden Enden eingespanntes schwingungsfähiges Gebilde (Biegeschwinger oder Meßschwinger, im folgenden Probenrohr genannt). Es wird durch den elektronischen Teil der Meßeinrichtung so angeregt, daß es bei konstanter Amplitude mit seiner Eigenfrequenz schwingt. Der Schwingungswert T — ein Vielfaches der Schwingungsdauer des Probenrohres — wird mit Hilfe einer eingebauten Quarzuhr gemessen. Er ist von der Masse der eingefüllten Flüssigkeit abhängig und erlaubt daher die Berechnung ihrer Dichte. Das Probenrohr ist im allgemeinen in einen aus zwei coaxialen Rohren gebildeten Glasmantel eingesetzt; der Zwischenraum wird von einer Thermostatenflüssigkeit aus einem geregelten Umlaufthermostaten durchströmt.

4.4.3.2 Umlaufthermostat

Umlaufthermostat mit einer Temperaturkonstanz von mindestens $\pm 0,05^\circ\text{C}$ für den Prüftemperaturbereich bei Geräten ohne eingebaute Temperaturregelung.

4.4.3.3 Injektionsspritze

Injektionsspritze aus Kunststoff (Einwegspritze), Volumen mindestens 2 ml mit Spitze oder Adapter, der für die Öffnung des Dichte-Meßgerätes paßt. Wegen der Verletzbarkeit der Einfüllöffnung dürfen nur Spritzen mit Kunststoffspitzen oder entsprechenden Kunststoffadaptern zum direkten Befüllen des Probenrohres verwendet werden.

Alternativ dürfen Durchfluß- oder Druckadapter für Probeneingabe über Druck oder Vakuum in das Dichte-Meßgerät verwendet werden.

4.4.3.4 Thermometer und Halter zur Messung der Prüftemperatur (bei nicht fest eingebauter Temperaturregelung)

Es dürfen nur geeichte Thermometer mit einem Skalenteilungswert von $0,1^\circ\text{C}$ oder kleiner verwendet werden. Die zeitlichen Mittelwerte der Bestimmungstemperatur müssen unter Berücksichtigung der im Eichschein angegebenen Korrekturen auf wenigstens $0,05^\circ\text{C}$ gemessen werden.

ANMERKUNG 3: Die genaue Einhaltung und Kontrolle der Bestimmungstemperatur in dem Probenrohr ist sehr wichtig. Eine Abweichung von $0,1^\circ\text{C}$ verursacht eine Änderung der Dichte um $0,1 \text{ kg/m}^3$.

4.4.4 Chemikalien¹⁾

4.4.4.1 Kalibrierflüssigkeiten

Für die Kalibrierung sind nur Chemikalien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ zu verwenden. Andere Reinheitsgrade sind nur zulässig, wenn sichergestellt ist, daß die Genauigkeit der Bestimmung nicht beeinträchtigt wird.

4.4.4.1.1 Wasser

Wasser, bidestilliert, gekocht (Dichte-Werte siehe Tabelle 5)

4.4.4.1.2 Reintoluol

Reintoluol nach DIN 51633

Siedetemperatur $110,6^\circ\text{C}$ (Dichte-Werte siehe Tabelle 2)

Tabelle 2: Dichte von Reintoluol nach DIN 51633

Temperatur t $^\circ\text{C}$	Dichte von Reintoluol kg/m^3
0	885,4
5	880,8
10	876,2
15	871,6
20	866,9
50	839,2
100	793,1

4.4.4.2 Aceton (Propanon)

Zum Spülen und Trocknen des Probenrohres

4.4.4.3 Siedegrenzenbenzin Typ 3 nach DIN 51 631 oder Toluol (Toluen)

Zum Reinigen des Probenrohres

4.4.5 Vorbereitung

Vor Inbetriebnahme des Gerätes ist die Herstellerbetriebsanweisung durchzulesen. In manchen Geräten ist der Thermostat eingebaut. Der Umlaufthermostat wird mit schaumstoffisolierten Schläuchen mit den Ein- und Auslaßöffnungen für den Thermostatisier-Kreislauf verbunden. Das Bad wird mit Wasser oder einer anderen Thermostatisierflüssigkeit nach Hersteller-Empfehlungen befüllt. Die elektrischen Leitungen werden angeschlossen und Bad und Dichte-Meßgerät in Betrieb genommen. Anschließend wird die Bestimmungstemperatur eingeregelt.

4.4.6 Kalibrierung des Dichte-Meßgerätes

4.4.6.1 Allgemeines

Bei der ersten Aufstellung und bei jeder Änderung der Bestimmungstemperatur ist das Gerät neu zu kalibrieren. Bei Dauerbetrieb ist das Gerät wöchentlich zu kalibrieren, anderenfalls vor jeder Messung.

ANMERKUNG 4: Wenn die Herstellerbetriebsanweisung für die Geräte Hinweise auf eine längere Gültigkeit der Kalibrierung enthält und durch eingesetzte Prüfmateriale keine Ablagerungen entstehen können, darf das in der Herstellerbetriebsanweisung angegebene, längere Kalibrierintervall benutzt werden.

Zur Kalibrierung werden für Wasser und Luft die Schwingungswerte T_w und T_L bestimmt.

ANMERKUNG 5: Es dürfen auch andere geeignete Flüssigkeiten mit genau bekannter Dichte als Kalibrierflüssigkeiten benutzt werden. Bei der Kalibrierung der Meßgeräte mit Kalibrierflüssigkeiten niedriger Viskosität und Einsatz für Dichtemessungen von Proben mit hoher Viskosität treten Abweichungen des Meßwertes von der Dichte der Probe auf, so daß eine Korrektur der Dichte notwendig ist. Für Viskositäten unter $1 \text{ mm}^2/\text{s}$ kann die Korrektur vernachlässigt werden; bei $3 \text{ mm}^2/\text{s}$ beträgt sie bereits etwa $0,1 \text{ kg/m}^3$ und steigt für höhere Viskositäten bis über $0,5 \text{ kg/m}^3$ an. Erfolgt eine derartige Dichtekorrektur durch das Schwingungsdichtemeßgerät nicht automatisch, so sind Korrekturen zu berechnen und anzuwenden. Ent-

¹⁾ Siehe Seite 3

sprechende Hinweise und Korrekturen werden von den Geräte-Herstellern geliefert. Sind entsprechende Hinweise nicht verfügbar, so ist es möglich, die Richtigkeit der Dichtemessung von Flüssigkeiten mit Viskositäten größer als $3 \text{ mm}^2/\text{s}$ bei der Prüftemperatur zu kontrollieren, indem eine Kalibrierung mit Flüssigkeiten genau bekannter Dichte und etwa gleicher Viskosität wie die der Proben durchgeführt wird.

4.4.6.2 Das Probenrohr wird zuerst mit Siedegrenzbenzin und anschließend mit Aceton gespült. Dann wird das Probenrohr mit Luft getrocknet. Wenn die Anzeige — mit dem Schalter auf dem Instrument in der Schwingungswert-Meßposition („T-Position“) — einen konstanten Wert angenommen hat, wird die Luftversorgung abgestellt. Danach wird abgewartet bis sich ein Gleichgewicht eingestellt hat, und anschließend wird der Schwingungswert T_L für Luft notiert.

ANMERKUNG 6: Verunreinigte oder sehr feuchte Luft kann die Kalibrierung beeinträchtigen. Wenn solche Bedingungen im Labor vorhanden sind, muß die verwendete Luft durch eine geeignete Reinigungs- und Trockeneinrichtung geleitet werden.

Anschließend wird doppelt destilliertes und abgekochtes Wasser mit Hilfe einer Injektionsspritze vorsichtig und ohne übermäßigen Druck durch die untere Öffnung in das Probenrohr eingefüllt. Die Füllung ist beendet, wenn der Anfang des Flüssigkeitsfadens die obere der beiden Einspannstellen des Probenrohres überschritten hat. Das eingefüllte Wasser muß frei von Gasblasen sein. Durch kurzzeitiges Einschalten der Beleuchtung kann die einwandfreie Füllung kontrolliert werden. Das Vorhandensein von kleinsten, manchmal kaum sichtbaren Gasbläschen macht sich meistens durch stärkere Streuung der T-Werte bemerkbar. Wenn ein konstanter Wert der Anzeige erreicht ist, wird dieser als Schwingungswert T_w für Wasser notiert. Sowohl für Wasser als auch für Luft sind mehrere Messungen bei der gleichen Temperatur durchzuführen. Hierbei muß eine vollständige Temperaturangleichung gesichert sein. Die zusammengehörigen Meßwerte der Schwingungsdauer sollen sich um nicht mehr als höchstens $0,0001 \text{ ms}$ unterscheiden, anderenfalls sind die Werte zu verwerfen und die Messungen zu wiederholen.

4.4.6.3 Ermittlung der Dichte für Luft und Wasser

Die Dichte der Luft ρ_L wird für die Kalibriertemperatur — je nach Verwendung von getrockneter oder feuchter Luft — aus Tabelle 3 oder Tabelle 4 entnommen. Die Dichte von Wasser ρ_w bei der Kalibriertemperatur wird aus Tabelle 5 entnommen.

ANMERKUNG 7: Eine Änderung der Kalibrierfaktoren ergibt sich meistens durch Ablagerungen im Probenrohr, die nicht durch übliche Spülvorgänge entfernt werden können. Obwohl diese Ablagerungen durch eine Veränderung der Gerätekonstanten ausgeglichen werden können, ist es vorzuziehen, das Probenrohr mit einem Reinigungsmittel oder warmer Chromschwefelsäure zu säubern.

4.4.6.4 Berechnung von Gerätekonstanten

Je nach Gerätetyp werden aus den gemessenen Schwingungswerten und der Dichte für die Kalibriersubstanzen Wasser und Luft Gerätekonstanten errechnet, die bei den die Dichte anzeigenden Geräten in den Speicher eingegeben oder bei anderen Geräten in entsprechenden Gleichungen für die Berechnung benutzt werden (siehe Abschnitt 4.4.8).

4.4.7 Durchführung der Dichtebestimmung

Etwa $0,7 \text{ ml}$ der Probe werden in das saubere, trockene Probenrohr mittels einer Injektionsspritze eingefüllt. Bei leichtflüchtigen Komponenten in der Probe ist die Spritze vorher auf 0 bis 1°C abzukühlen. Enthält die Probe größere Anteile an leichtflüchtigen Komponenten, dann ist auch die Probe vorher auf 0 bis 1°C abzukühlen.

Die Probe kann auch mittels Siphon eingebracht werden. Das eine Ende eines Kapillarschlauches aus Polytetrafluorethylen (PTFE) wird in die untere Öffnung des Probenrohres und das andere Ende in die Probe gesteckt. Dann wird Unterdruck an der oberen Öffnung des Probenrohres durch einen Vakuumschlauch oder eine Injektionsspritze angelegt, bis das Probenrohr vollständig gefüllt ist.

ANMERKUNG 8: Dieses Verfahren darf bei Produkten, die leichtflüchtige Komponenten enthalten, nicht angewandt werden, da deren Zusammensetzung sich hierdurch ändern kann.

Die Beleuchtung des Probenrohres wird eingeschaltet und das Probenrohr sorgfältig auf vollständige Füllung überprüft. Es muß bis zur Einspannstelle gefüllt und die Probe homogen und frei von Blasen sein.

ANMERKUNG 9: Wenn die Probe zu dunkel ist, um mit Sicherheit die Abwesenheit auch von kleinsten Blasen ausschließen zu können, muß mit einer größeren Streuung der Dichte-Werte gerechnet werden.

Die Beleuchtung wird sofort danach ausgeschaltet, da die Wärme der Lichtquelle die Meßtemperatur beeinflussen kann. Bei jeder Dichte-Messung sind mindestens drei Ablesungen der Dichte oder des Schwingungswertes und zwei Ablesungen der Temperatur vorzunehmen. Die abgelesenen Schwingungs- bzw. Dichte-Werte dürfen sich nicht um mehr als $0,0001 \text{ ms}$ bzw. $0,1 \text{ kg/m}^3$ und die Werte für die Temperatur nicht um mehr als $0,1^\circ\text{C}$ unterscheiden. Anderenfalls sind drei weitere Messungen durchzuführen. Das Ergebnis ist zu notieren.

ANMERKUNG 10: Bei Messung unterschiedlicher Temperaturen und hier bei größeren Temperatursprüngen ($>20^\circ\text{C}$, z.B. von 20°C auf 40°C und wieder zurück auf 20°C) ist eine Angleichzeit des T-Wertes von mindestens 30 min einzuhalten, um eine Fehlergrenze bei der Bestimmung der Dichte von $\pm 0,1 \text{ kg/m}^3$ einzuhalten.

4.4.8 Auswertung

4.4.8.1 Schwingungswertanzeigende Geräte

Nach Stabilisierung des angezeigten Schwingungswertes wird bis zur letzten Dezimalstelle abgelesen und in Gleichung (17) zur Dichte-Berechnung eingesetzt:

$$\rho(t) = \frac{\rho_w - \rho_L}{T_w^2 - T_L^2} (T^2 - T_w^2) + \rho_w \quad (17)$$

Hierin bedeuten:

- $\rho(t)$ Dichte der Probe in kg/m^3 bei der Bestimmungstemperatur t
- ρ_w Dichte von Wasser in kg/m^3 bei der Bestimmungstemperatur t
- ρ_L Dichte von Luft in kg/m^3 bei der Bestimmungstemperatur t
- T_L Schwingungswert für Luft bei der Bestimmungstemperatur t
- T_w Schwingungswert für Wasser bei der Bestimmungstemperatur t
- T Schwingungswert der Probe bei der Bestimmungstemperatur t

Die Berechnung erfolgt auf 5 Stellen.



4.4.8.2 Dichteanzeigende Geräte

Der angezeigte Wert entspricht der Dichte der Probe bei der Bestimmungstemperatur. Diese Geräte enthalten einen eingebauten Rechner, der so programmiert ist, daß er nach einer Gleichung unter Verwendung der Apparatekonstanten A, B oder K die Dichte berechnet und anzeigt, z. B.

$$\rho = \frac{1}{A} \cdot (T^2 - B) \quad (18)$$

mit

$$A = \frac{T_w^2 - T_L^2}{\rho_w - \rho_L} \quad (19)$$

und

$$B = T_L^2 - (A \cdot \rho_L) \quad (20)$$

oder

$$\rho = \rho_w + K (T^2 - T_w^2) \quad (21)$$

mit

$$K = \frac{\rho_w - \rho_L}{T_w^2 - T_L^2} \quad (22)$$

4.4.9 Angabe des Ergebnisses

Die Dichte bei Bestimmungstemperatur wird unter Hinweis auf diese Norm und das Bestimmungsverfahren in kg/m^3 , auf $0,1 \text{ kg/m}^3$ gerundet, angegeben.

Bezüglich des Rundens auf die letzte anzugebende Stelle ist DIN 1333 zu berücksichtigen. Ist die Dichte bei 15°C oder bei einer anderen Temperatur als der Meßtemperatur gefordert, so ist nach Abschnitt 5 umzurechnen.

4.4.10 Präzision des Verfahrens

Nach DIN 51848 Teil 1 bis Teil 3

Wiederholbarkeit:

Für helle Produkte mit einer Dichte von 680 bis 970 kg/m^3 und bei einer Temperatur von 15°C oder 20°C :

$0,1 \text{ kg/m}^3$.

Für andere Produkte und/oder andere Temperaturen:

$0,5 \text{ kg/m}^3$.

Vergleichbarkeit:

Für helle Produkte mit einer Dichte von 680 bis 970 kg/m^3 und einer Bestimmungstemperatur von 15°C oder 20°C :

$0,5 \text{ kg/m}^3$.

Für andere Produkte und/oder andere Temperaturen:

$1,0 \text{ kg/m}^3$.

4.5 Bestimmung der Dichte von Flüssiggasen und leichten Kohlenwasserstoffen mit Flüssiggas-Aräometern (Verfahren 5)

4.5.1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren dient der Bestimmung der Dichte von Flüssiggasen nach DIN 51622 und leichten Kohlenwasserstoffen.

WARNUNG:

Die beschriebene Apparatur darf nicht verwendet werden für Produkte mit einem Dampfdruck über $1,5 \text{ MPa} = 15 \text{ bar}$ bei der Prüftemperatur. Die Vorsichtsmaßregeln beim Umgang mit Flüssiggasen und leichten Kohlenwasserstoffen sind zu beachten.

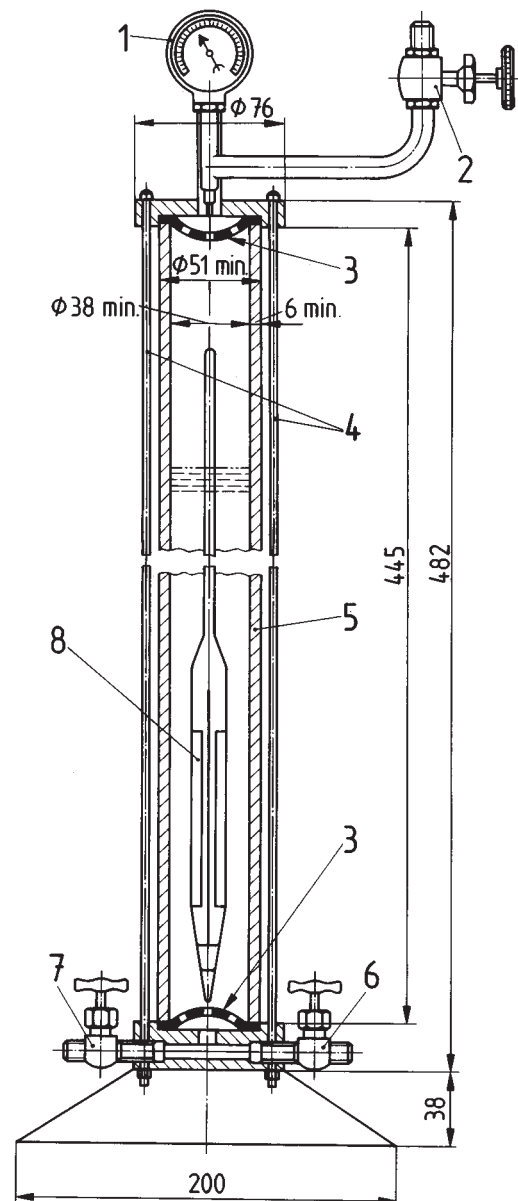
ANMERKUNG 11: Ein Verfahren zur Berechnung der Dichte von Flüssiggasen aus der mit Hilfe der Gaschromatographie nach DIN 51619 ermittelten Zusammensetzung wird in DIN 51618 beschrieben.

4.5.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Apparatur wird mit einem Teil der Probe gespült und luftfrei gemacht. Sodann wird der Druckzylinder mit Flüssiggas gefüllt, bis das Aräometer frei schwimmt. Aräometerablesung und Temperatur der Probe werden notiert.

4.5.3 Geräte¹⁾

- Kalibriertes Flüssiggas-Aräometer nach DIN 12 804.
- Druckzylinder aus Glas oder hierfür geeignetem durchsichtigen Kunststoff (siehe Bild 1), im folgenden Zylinder genannt. Die Enden sollen mit Gummidichtungen und Metallplatten abgedichtet sein.



- | | |
|--|---|
| 1 Druckmeßgerät
0 bis 25 bar | 6 Nadelventil $\frac{1}{4}$ in
(Flüssiggas-Ablaufventil) |
| 2 Dampfableß-Ventil | 7 Flüssiggas-Einlaßventil |
| 3 Gummidichtung | 8 Aräometer |
| 4 Stäbe $\varnothing 6$ | |
| 5 Zylinder aus durchsichtigem
Kunststoff oder Glas, aus-
reichend druckfest bei Innen-
druck bis 22 bar | |

Bild 1: Druckzylinder

¹⁾ Siehe Seite 3