

DIN 53000-1



ICS 17.060

Ersatz für
DIN 51562-1:1999-01,
DIN 51562-1
Berichtigung 1:2018-11 und
DIN 51562-2:1988-12

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

Viscometry –
Measurement of kinematic viscosity by means of the Ubbelohde viscometer –
Part 1: Viscometer specification and measurement procedure

Viscosimétrie –
Mesure de la viscosité cinématique au moyen du viscosimètre Ubbelohde –
Partie 1: Spécification du viscosimètre et méthode de mesurage

Gesamtumfang 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole und Einheiten	6
5 Kurzbeschreibung des Messverfahrens	8
6 Geräte	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Standard-Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau	8
6.3 Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau	9
6.4 Sonderbauformen	11
7 Maße und Daten der Standard-Ubbelohde-Viskosimeter	13
7.1 Allgemeines	13
7.2 Hagenbach-Korrektion	13
7.3 Manuelle Messung	14
7.4 Automatische Messung	15
8 Maße und Daten der Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter	16
8.1 Allgemeines	16
8.2 Hagenbach-Korrektion	16
8.3 Manuelle Messung	17
8.4 Automatische Messung	17
9 Messeinrichtungen	19
9.1 Temperiereinrichtung	19
9.2 Temperaturmesseinrichtung	19
9.3 Manuelle Zeitmesseinrichtung	19
9.4 Automatische Zeitmesseinrichtung	19
9.5 Automatische Messeinrichtungen	20
10 Kalibrierung der Viskosimeter	20
11 Vorbereitung der Messung	21
11.1 Vorbereitung der Probe	21
11.2 Auswahl der Viskosimeter	21
11.3 Reinigung der Viskosimeter	21
12 Durchführung der Messung	22
13 Auswertung der Messung	23
13.1 Hagenbach-Korrektion	23
13.2 Prüfung der Messwerte und Berechnung der Viskosität	23
14 Messunsicherheit	24
14.1 Berechnung der relativen Messunsicherheit	24
14.2 Vergleichbarkeit	25
14.3 Erhöhte Messunsicherheit	25
15 Angabe des Messergebnisses	25
Literaturhinweise	27

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung der Viskosimeter	10
Bild 2 — Sonderbauformen von Ubbelohde-Viskosimetern	12

Tabellen

Tabelle 1 — Symbole und Einheiten	6
Tabelle 2 — Richtwerte für Maße und Daten der Standard-Ubbelohde-Viskosimeter bei manueller Messung	14
Tabelle 3 — Richtwerte für Maße und Daten der Standard-Ubbelohde-Viskosimeter bei automatischer Messung	15
Tabelle 4 — Richtwerte für Maße und Daten der Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter bei manueller Messung	17
Tabelle 5 — Richtwerte für Maße und Daten der Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter bei automatischer Messung	17

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-31 AA „Viskosimetrie und Rheometrie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Wichtigkeit der Beachtung der zusammengestellten Gesichtspunkte in DIN 53000-2, *Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 2: Fehlerquellen und Korrekturen* und DIN 53000-3, *Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 3: Kalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit* hingewiesen. Es ist geplant, einen Teil 4 mit voraussichtlich folgendem Titel DIN 53000-4, *Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 4: Messung relativer Viskositätsänderungen bei kurzen Durchflusszeiten* zu ergänzen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokumentes Patentrechte berühren könnten. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

DIN 53000, *Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter* besteht aus:

- Teil 1: Bauform und Durchführung der Messung
- Teil 2: Fehlerquellen und Korrekturen
- Teil 3: Kalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseite von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 51562-1:1999-01, DIN 51562-1 Berichtigung 1:2018-11 und DIN 51562-2:1988-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung des Dokuments in die Normenreihe DIN 53000;
- b) Integration von DIN 51562-2;
- c) Dokument nach den aktuellen Gestaltungsregeln erweitert um Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“ und Abschnitt 3 „Begriffe“;
- d) Änderung der Mindestlaufzeiten für automatische Messungen;
- e) redaktionelle Überarbeitung des gesamten Dokuments.

Frühere Ausgaben

DIN 51562: 1955-04, 1964-10, 1967-03, 1976-02
DIN 51562-1: 1978-12, 1983-01, 1999-01
DIN 51562-1 Berichtigung 1: 2018-11
DIN 51562-2: 1988-12
DIN 53655 Bbl. 1: 1947-12

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument ist anzuwenden für Ubbelohde-Viskosimeter und Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau und Ringmarken zur Abgrenzung des Durchflussvolumens zur Bestimmung der kinematischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten, soweit diese hinreichend durchsichtig sind, um den Meniskus der Flüssigkeit bei der Durchführung der Messung beobachten zu können.

Für die Messung undurchsichtiger Flüssigkeiten siehe Sonderbauformen (6.4) sowie DIN 51366.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1319-1, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 1: Grundbegriffe*

DIN 51366, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Cannon-Fenske-Viskosimeter für undurchsichtige Flüssigkeiten*

DIN 53000-2, *Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 2: Fehlerquellen und Korrekturen*

DIN 53000-3, *Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Teil 3: Kalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit*

DIN EN ISO 3219-1, *Rheologie — Teil 1: Begriffe und Formelzeichen für die Rotations- und Oszillationsrheometrie*

ISO 3105, *Glass capillary kinematic viscometers — Specifications and operating instructions*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 1319-1, DIN EN ISO 3219-1 und die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Normalviskosimeter

Kapillarviskosimeter nach Ubbelohde, das auf das nationale Normal der Viskositätseinheit rückgeführt ist

3.2

newtonsche Kalibrierflüssigkeit

für den Zweck der Weitergabe der Viskositätseinheit geeignete newtonsche Flüssigkeit, deren durch Umgebungsbedingungen und Lagerzeit bedingte Änderung der Viskosität genügend klein im Vergleich zur angestrebten Messunsicherheit ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Als üblicher Richtwert kann $< 1/3$ der angestrebten Messunsicherheit verwendet werden.

3.3
Normalprobe der Viskosität

Probe einer newtonschen Kalibrierflüssigkeit, deren Viskosität bei einer oder mehreren Temperaturen mit Normalviskosimetern gemessen wurde und die als Maßverkörperung zur Weitergabe der Viskositätseinheit dient

Anmerkung 1 zum Begriff: Solche Flüssigkeiten können als zertifizierte Referenzflüssigkeiten nach DIN EN ISO 17034 oder auch als Kalibrierflüssigkeit von, nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierten Kalibrierlaboratorien, angeboten werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine überholte Bezeichnung ist Eichöl.

4 Symbole und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole und Einheiten in Tabelle 1.

Tabelle 1 — Symbole und Einheiten

Symbol	Bedeutung	SI-Einheiten	Häufig verwendete SI-konforme Einheiten
g	Fallbeschleunigung am Ort der Viskositätsmessung	$\frac{\text{m}}{\text{s}^2}$	—
g_0	Fallbeschleunigung am Ort der Kalibrierung des Viskosimeters	$\frac{\text{m}}{\text{s}^2}$	—
h_m	mittlere Druckhöhe	m	mm
k	Überdeckungsfaktor	—	—
K	Viskosimeterkonstante	$\frac{\text{m}^2}{\text{s}^2}$	$\frac{\text{mm}^2}{\text{s}^2}$
l, L	Kapillarenlänge	m	mm
m	von der Reynolds-Zahl und der Geometrie der Kapillarübergänge abhängiger Korrekturfaktor für die Hagenbach-Korrektion	—	—
n	Anzahl der Durchflusszeiten einer Messreihe	—	—
R	Kapillarenradius	m	mm
Re	Reynolds-Zahl	—	—
t	Durchflusszeit	s	—
t_i	Durchflusszeit der i -ten Messung	s	—
$\bar{t}$	Mittelwert der Durchflusszeiten	s	—
$t_{\text{max}}, t_{\text{min}}$	Höchstwert bzw. Mindestwert Durchflusszeit einer Messreihe von n Einzelmessungen	s	—

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Symbol	Bedeutung	SI-Einheiten	Häufig verwendete SI-konforme Einheiten
Δt_H	Hagenbach-Korrektion	s	—
u'_v	relative Messunsicherheit der Viskosität; Überdeckungsfaktor $k = 2$	—	—
u'_K	relative Messunsicherheit der Viskosimeterkonstanten; Überdeckungsfaktor $k = 2$	—	—
U_v	Temperaturkoeffizient der kinematischen Viskosität	K^{-1}	—
V	Durchflussvolumen	m^3	cm^3
$\dot{\gamma}_w$	Scherrate an der Innenwand der Kapillare bei newtonschen Flüssigkeiten	s^{-1}	—
ε_t	relative Spanne der Durchflusszeiten einer Messreihe in einem Viskosimeter	—	—
ε_v	relative Differenz der mit zwei Viskosimetern gemessenen Viskositäten	—	—
ρ	Dichte der Flüssigkeit	$\frac{kg}{m^3}$	$\frac{g}{cm^3}$
τ_w	Schubspannung an der Innenwand der Kapillare	Pa	—
ν	kinematische Viskosität	$\frac{m^2}{s}$	$\frac{mm^2}{s}$
$\bar{\nu}$	Mittelwert der kinematischen Viskosität	$\frac{m^2}{s}$	$\frac{mm^2}{s}$

Zur Charakterisierung des Fließverhaltens in einer Kapillare sind die Größen Reynolds-Zahl Re [siehe Gleichung (1)], Scherrate $\dot{\gamma}_w$ [siehe Gleichung (2)] und Schubspannung τ_w [siehe Gleichung (3)] an der Innenwand der Kapillare von großem Nutzen.

$$Re = \frac{2 \cdot V}{\pi \cdot R \cdot \nu \cdot t} = \frac{2 \cdot V}{\pi \cdot R \cdot K \cdot t^2} \quad (1)$$

$$\dot{\gamma}_w = \frac{4 \cdot V}{\pi \cdot t \cdot R^3} \quad (2)$$

$$\tau_w = \frac{g \cdot \rho \cdot h_m \cdot R}{2 \cdot l} \quad (3)$$

5 Kurzbeschreibung des Messverfahrens

Grundlage des Verfahrens ist die aus dem Hagen-Poiseuilleschen Gesetz abgeleitete Viskosimeter-Gleichung unter Berücksichtigung der Kinetische-Energie-Korrektur (in Deutschland üblicherweise als Hagenbach-Korrektur bezeichnet), siehe DIN 53000-2:

$$\nu = K \cdot (t - \Delta t_H) \cdot \frac{g}{g_0} \quad (4)$$

Es wird die Zeit gemessen, die ein durch zwei Ringmarken begrenztes Volumen der zu messenden Flüssigkeit (Probe) benötigt, um unter dem Einfluss der Schwerkraft laminar durch eine Kapillare zu strömen. Bei langen Durchflusszeiten und/oder höheren Viskosimetergruppen-Nummern ist Δt_H vernachlässigbar (siehe Abschnitt 14).

Durch das Ubbelohde-Viskosimeter kennzeichnende hängende Kugelniveau ist die als treibende Kraft wirkende mittlere Druckhöhe unabhängig von der Füllmenge. Der Einfluss der Oberflächenspannung (siehe DIN 53000-2) ist dabei im Allgemeinen vernachlässigbar.

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Für alle Kapillarviskosimeter gilt: Standard-Temperaturbereich -50 °C bis $+150\text{ °C}$.

Für die Herstellung der Viskosimeter wird hauptsächlich Borosilikatglas 3.3 nach DIN ISO 3585 verwendet. Das Glas hat einen relativen Längenausdehnungskoeffizienten von $3,3 \cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$. Ist ein Viskosimeter bei 20 °C kalibriert und wird bei 150 °C angewendet (Temperaturdifferenz = 130 °C), dann beträgt in diesem Falle die relative Messabweichung gegenüber einer Messung bei 20 °C $4,3 \cdot 10^{-4}$, so dass bei einem solchen Temperaturunterschied im Allgemeinen keine Korrektur erforderlich ist (siehe DIN 53000-2).

Wird das Viskosimeter bei Temperaturen außerhalb der angegebenen Bereiche benutzt, so sollte eine Temperaturkorrektur der Viskosimeterkonstanten erfolgen.

Bei Messungen unterhalb der Taupunkttemperatur der umgebenden Luft muss die Kondensation von Feuchte im Viskosimeter verhindert werden.

6.2 Standard-Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau

Das Viskosimeter [siehe Bild 1 a)] besteht aus dem Belüftungsrohr (1), dem Kapillarrohr (2), dem Einfüllrohr (3), der Vorlaufkugel (4), dem Messgefäß (5), der Kapillare (6), die in dem als Kugelkalotte (7) ausgebildeten oberen Teil des Niveaugefäßes (8) endet, dem Ausgleichsrohr (9) und dem Vorratsgefäß (10) [siehe Bild 1 a)]. Über die Kugelkalotte läuft bei der Messung die Probe aus der Kapillare in Form eines dünnen Films (hängendes Kugelniveau) durch das Ausgleichsrohr in das Vorratsgefäß zurück.

Das Belüftungsrohr muss unterhalb der Kugelkalotte mit ausreichendem Abstand zum unteren Ende der Kapillare so angesetzt sein, dass die achsensymmetrische Ausbildung des hängenden Niveaus sichergestellt ist.

Die Füllmarken M_F begrenzen die einzufüllende Probemenge auf etwa 15 cm^3 bis 20 cm^3 . Die Ringmessmarken M_1 und M_2 begrenzen das Durchflussvolumen der Probe und legen die mittlere Druckhöhe h_m fest. Zur weitgehenden Kompensation des Einflusses der Oberflächenspannung sollte das Verhältnis der Radien von Kugelkalotte und Messgefäß 0,75 betragen. Der Innendurchmesser des Ausgleichsrohres muss so groß sein, dass auch bei Flüssigkeiten hoher Viskosität ein ausreichend schneller Ausgleich zwischen dem Niveaugefäß und dem Vorratsgefäß erfolgen kann, d. h., dass das Belüftungsrohr während der Messzeit frei bleibt.

Diese Bauart ist in Übereinstimmung mit ISO 3105, wobei letztere zusätzliche messtechnisch nicht relevante Maßangaben enthält.

Da der Messbereich eines Viskosimeters kleiner ist als der Gesamtmessbereich nach Abschnitt 7, stehen Viskosimeter mit unterschiedlichen Messbereichen zur Verfügung, die sich durch den Kapillardurchmesser und damit durch die Viskosimeterkonstante voneinander unterscheiden. Die Tabelle 2 und Tabelle 3 enthalten Richtwerte für die Hauptparameter der Viskosimeter. Die Viskosimeterkonstanten der Viskosimeter dürfen nicht mehr als 10 % von den in der Tabelle 2 und Tabelle 3 angegebenen Werten abweichen.

Ringmessmarken, Füllmarken, Herstellerkennzeichnung, Viskosimetergruppen-Nummer und eine Identifikationsnummer müssen vom Hersteller dauerhaft auf das Viskosimeter aufgebracht werden.

Das Viskosimeter wird in ein Gestell eingesetzt, das zur definierten Fixierung des Viskosimeters in der Temperiereinrichtung dient und das im oberen Teil eine ebene Auflageplatte besitzt, die der Viskosimeternaufnahme der Temperiereinrichtung angepasst ist. Die Abweichung der Achse der Kapillare vom rechten Winkel zur Auflageplatte des Gestells darf 1° nicht überschreiten.

Entsprechend der Beschreibung der Temperiereinrichtung in 9.1 darf die Gesamtabweichung der Achse der Kapillare zur Lotrechten nicht mehr als 2° betragen.

6.3 Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau

Diese Ausführung [siehe Bild 1 b)] dient zur Viskositätsbestimmung an kleinen Probemengen von 3 cm^3 bis 4 cm^3 unter ähnlichen Messbedingungen wie im Standard-Ubbelohde-Viskosimeter. Hierbei ergeben sich kurze Durchflusszeiten bei kleinen Hagenbach-Korrekturen.

Wie bei der Standardausführung stehen mehrere Kapillaren gleicher Länge, aber mit verschiedenen Kapillar-Durchmessern zur Verfügung (siehe Tabelle 4 und Tabelle 5).

Das Viskosimeter besteht aus dem Belüftungsrohr (1), dem Kapillarrohr (2), dem Einfüllrohr (3), dem Messgefäß (5), der Kapillare (6), die in dem als Kugelkalotte (7) ausgebildeten oberen Teil des Niveaugefäßes (8) endet, dem Ausgleichsrohr (9) und dem Vorratsgefäß (10) [siehe Bild 1 b)]. Das Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter besitzt keine Vorlaufkugel. Das Messergebnis wird vom Vorlauf der Flüssigkeit vor Beginn der Durchflusszeit nicht beeinflusst, wenn die Flüssigkeit etwa 20 mm über die Ringmessmarke M_1 gesaugt oder gedrückt worden ist. Über die Kugelkalotte läuft bei der Messung die Probe aus der Kapillare in Form eines dünnen Films (hängendes Kugelniveau) durch das Ausgleichsrohr in das Vorratsgefäß zurück.

Das Belüftungsrohr muss unterhalb der Kugelkalotte mit ausreichendem Abstand zum unteren Ende der Kapillare so angesetzt sein, dass die achsensymmetrische Ausbildung des hängenden Niveaus sichergestellt ist.

Die Füllmarke M_F begrenzt die einzufüllende Probemenge. Die Ringmessmarken M_1 und M_2 begrenzen das Durchflussvolumen der Probe und legen die mittlere Druckhöhe, h_m , fest. Zur weitgehenden Kompensation des Einflusses der Oberflächenspannung sollte das Verhältnis der Radien von Kugelkalotte und Messgefäß etwa 0,75 betragen. Der Innendurchmesser des Ausgleichsrohres muss so groß sein, dass auch bei Flüssigkeiten hoher Viskosität ein ausreichend schneller Ausgleich zwischen dem Niveaugefäß und dem Vorratsgefäß erfolgen kann, d. h., dass das Belüftungsrohr während der Messzeit frei bleibt.

Die Geräte sollten so gebaut sein, dass die Viskosimeterkonstanten K nicht mehr als 20 % von den in den Tabelle 4 und Tabelle 5 angegebenen Richtwerten abweichen. Ringmessmarken, Füllmarken, Herstellerkennzeichnung, Viskosimetergruppen-Nummer und eine Identifikationsnummer müssen vom Hersteller dauerhaft auf das Viskosimeter aufgebracht werden.