

Viskosimetrie
Messung der Viskosität mit dem Kugelfallviskosimeter
nach Höppler

DIN
53015

ICS 17.060

Ersatz für
DIN 53015:1978-09

Viscometry — Measurement of viscosity by means
of the rolling ball viscometer by Höppler

Viscosimétrie — Mesure de la viscosité à l'aide
du viscomètre à bille d' Höppler

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 831 „Viskosimetrie“ im Normenausschuss Materialprüfung ausgearbeitet.

Der Anhang A ist informativ.

Änderungen

Gegenüber DIN 53015:1978-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Werkstoff für die Kugeln 5 und 6 geändert.
- b) Verfahren zur Viskosimeterkalibrierung neu aufgenommen.
- c) Verfahren zur Ermittlung der Messunsicherheit neu aufgenommen.
- d) Norm wurde inhaltlich und redaktionell grundlegend überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 53655 Bbl 1: 1947-12

DIN 53015: 1959-02, 1976-03, 1978-09

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit dem Kugelfallviskosimeter nach Höppler und dessen Kalibrierung.

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 (einschließlich Änderungen).

Fortsetzung Seite 2 bis 16

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

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

DIN 1319-3, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße — Messunsicherheit*.

DIN 1342-1, *Viskosität — Rheologische Begriffe*.

DIN 12785, *Laborgeräte aus Glas — Laborthermometer für besondere Zwecke*.

DIN ISO 3585, *Borosilicatglas 3.3 — Eigenschaften (ISO 3585:1998)*.

ISO 3507:1999, *Laboratory glassware — Pyknometers*.

ISO/TR 3666:1998, *Viscosity of water*.

ISO 12185:1996, *Crude petroleum and petroleum products — Determination of density — Oscillating U-tube method*.

ISO 15212-1:1998, *Oscillation-type density meters — Part 1: Laboratory instruments*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe nach DIN 1319-1, DIN 1342-1 sowie der folgende Begriff:

3.1

Normalprobe der Viskosität

Probe einer newtonschen Normalflüssigkeit, deren Viskosität bei einer oder mehreren Temperaturen mit Normalviskosimetern gemessen wurde, deren Viskositätswert(e) und seine (ihre) Rückführung auf das Nationale Normal der Viskositätseinheit dokumentiert ist und die als Maßverkörperung zur Weitergabe der Viskositätseinheit dient.

4 Formelzeichen und Einheiten

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit	weitere gesetzliche Einheiten
d	Kugeldurchmesser	m	mm, μm
D	Differenz zwischen Kugel- und Flüssigkeitsdichte	kg/m^3	g/cm^3
g	Fallbeschleunigung am Ort der Viskositätsmessung	m/s^2	—
g'	Fallbeschleunigung am Ort der Kalibrierung des Viskosimeters	m/s^2	—
K	Kugelkonstante	$\text{Pa} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^3/(\text{kg} \cdot \text{s})$	$\text{mPa} \cdot \text{s} \cdot \text{cm}^3/(\text{g} \cdot \text{s})$
m	Kugelmasse	kg	g
m_W	Wägewert der Kugelmasse	kg	g
n	Anzahl der Fallzeiten einer Messreihe	—	—
$(s'_D)^2$	relative Varianz der Differenz zwischen Kugel- und Flüssigkeitsdichte	—	—
$(s'_K)^2$	relative Varianz der Kugelkonstanten	—	—
$(s'_N)^2$	relative Varianz der Viskosität, bedingt durch eine Abweichung von der waagerechten Aufstellung des Viskosimeters	—	—

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit	weitere gesetzliche Einheiten
$(s'_t)^2$	relative Varianz der Kugelfallzeit	—	—
$(s'_{\text{Uhr}})^2$	relative Varianz des Zeitmessgerätes	—	—
s_{ϑ}	Standardabweichung der Temperaturmessung	°C	K
$(s'_{\vartheta, \eta})^2$	relative Varianz der Viskosität, bedingt durch die Unsicherheit der Temperaturmessung	—	—
$s_{\varrho F}^2$	Varianz der Flüssigkeitsdichte	kg ² /m ⁶	g ² /cm ⁶
$s_{\varrho K}^2$	Varianz der Kugeldichte	kg ² /m ⁶	g ² /cm ⁶
$(s'_{\varrho K})^2$	relative Varianz der Kugeldichte	—	—
t	Kugelfallzeit	s	—
t_1	Mindestfallzeit, für die die in Tabelle 4 angegebene Messunsicherheit gilt	s	—
t_2	Mindestfallzeit für die Durchführung einer reproduzierbaren Messung	s	—
$t_{\max}, t_{\min}$	größte bzw. kleinste Kugelfallzeit einer Messreihe von n Einzelmessungen	s	—
u_{ϑ}	Unsicherheit der Temperaturmessung	°C	K
U_{η}, U_{ν}	Temperaturkoeffizient der dynamischen bzw. kinematischen Viskosität	1/K	1/°C
u'_{η}	relative Messunsicherheit der Viskosität	—	—
$u'_{\varrho K}$	relative Messunsicherheit der Kugeldichte	—	—
u'_{K}	relative Messunsicherheit der Kugelkonstanten	—	—
W	Luftauftriebskonstante	—	—
α	Längenausdehnungskoeffizient	1/K	—
ϵ_t	relative Spanne der Kugelfallzeiten einer Messreihe in einem Viskosimeter	—	—
η	dynamische Viskosität	Pa · s	mPa · s
η_{N}	dynamische Viskosität einer Normalprobe	Pa · s	mPa · s
$\eta_{\text{N}\vartheta}$	dynamische Viskosität einer Normalprobe bei Kalibriertemperatur	Pa · s	mPa · s
ϑ	Temperatur	°C	K
ϑ_{K}	Kalibriertemperatur	°C	K
ϱ_{F}	Flüssigkeitsdichte	kg/m ³	g/cm ³
ϱ_{K}	Kugeldichte	kg/m ³	g/cm ³
ϱ_{KW}	Richtwert der Kugeldichte (zur Berechnung der Luftauftriebskorrektur)	kg/m ³	g/cm ³

5 Messbereich

Dynamische Viskosität: 0,6 mPa · s bis 250 000 mPa · s

Zur Realisierung dieses Bereiches werden sechs Kugeln unterschiedlichen Durchmessers verwendet. Jeder Kugel entspricht ein Teilmessbereich (siehe Tabelle 2).

ANMERKUNG 1 Die untere Messbereichsgrenze von 0,6 mPa · s wird bei Berücksichtigung der Mindestfallzeit t_2 nach Tabelle 3 bei einer Dichte der zu messenden Flüssigkeit von $\geq 1,0 \text{ g/cm}^3$ erreicht.

Temperatur: -20°C bis 120°C

ANMERKUNG 2 Messungen außerhalb dieses Temperaturbereiches sind grundsätzlich möglich (-40°C bis 150°C), sofern die verwendeten Materialien (z. B. Dichtungen, Zuleitungsschläuche) dafür geeignet sind. Es ist damit zu rechnen, dass die im Temperiermantel gemessene Temperatur mehr als in 8.4 angegeben von der Temperatur der Probe im Messrohr abweicht. Dies ist bei der Unsicherheitsermittlung zu berücksichtigen.

Tabelle 2 — Kugeln für das Kugelfallviskosimeter mit einem Messrohr von 15,94 mm Innendurchmesser

Kugel-Nr.	Werkstoff	Dichte (Richtwert) ρ_{KW} g/cm^3	Durchmesser der Kugel mm	Unrundheit mm	Konstante (Richtwert) K $\text{mPa} \cdot \text{s} \cdot \text{cm}^3 / \text{g} \cdot \text{s}$	Messbereich mPa · s
1	Borosilicatglas	2,4	$15,81 \pm 0,01$	$\pm 0,0005$	0,007	0,6 bis 10
2	Borosilicatglas	2,4	$15,6 \pm 0,05$	$\pm 0,0005$	0,09	9 bis 140
3	Ni-Eisen	8,1	$15,6 \pm 0,05$	$\pm 0,001$	0,09	40 bis 700
4	Ni-Eisen	8,1	$15,2 \pm 0,1$	$\pm 0,001$	0,7	150 bis 5 000
5	Ni-Eisen	8,1	$14,0 \pm 0,5$	$\pm 0,001$	7	1 500 bis 50 000
6	Ni-Eisen	8,1	$11,0 \pm 1$	$\pm 0,002$	35	$> 7 500$

6 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Messung der Zeitspanne, die eine Kugel benötigt, um eine durch Ringmarken gekennzeichnete Strecke in einem geneigten, mit der zu messenden Flüssigkeit gefüllten zylindrischen Rohr unter Einwirkung der Schwerkraft zurückzulegen.

7 Grundlage des Verfahrens

Grundlage des Verfahrens ist die auf dem Stokes'schen Gesetz basierende Viskosimetergleichung:

$$\eta = K \cdot (\rho_K - \rho_F) \cdot t \cdot \frac{g}{g'} \quad (1)$$

Die Konstanten K und ρ_K sind durch Kalibrierung zu bestimmen (siehe Abschnitt 11).

8 Geräte

8.1 Kugelfallviskosimeter nach Höppler

Das Gerät (siehe Bild 1) besteht aus dem konzentrisch von einem zylindrischen Temperiermantel (1) umgebenen Messrohr (2), das die zu messende Flüssigkeit und eine der Viskosität der Flüssigkeit angepasste Messkugel (3) enthält, und dem Gestell (4). Das Messrohr ist über eine senkrecht zur Messrohrachse angeordnete, um $(10 \pm 1)^\circ$ gegenüber der Waagerechten geneigte Schwenkachse (5) mit dem Gestell verbunden. Es kann zusammen mit dem Temperiermantel für den Rücklauf der Kugel in die Messstellung um 180° gegenüber dem Gestell geschwenkt werden. In der Messstellung ist die Lage des Messrohres gegenüber dem Gestell über eine Arretierung (6) gesichert.

Das Gestell besitzt drei Füße (7), von denen zwei in ihrer Höhe einstellbar sind.

Die richtige Neigung des Fallrohres zur Vertikalen wird mit einer am Gestell angebrachten Libelle (8) mit einer maximalen Abweichung von $0,2^\circ$ angezeigt.

Die Temperaturmessung erfolgt durch ein in den Temperiermantel eingesetztes austauschbares Thermometer (9).

Das Messrohr ist ein kalibriertes Präzisionsglasrohr aus Borosilicatglas 3.3 nach DIN ISO 3585 mit einem Längenausdehnungskoeffizienten von $3,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und einem Innendurchmesser von 15,94 mm. Es trägt in seinem mittleren Teil eine obere und eine untere Ringmarke (M_1) und (M_2), die die Messstrecke von $(100 \pm 1) \text{ mm}$ begrenzen, eine kennzeichnende Messrohrnummer sowie einen Längsstreifen oder eine entsprechende Markierung.

Das Messrohr ist so eingesetzt, dass ein auf der Deckplatte des Temperiermantels befindlicher Pfeil auf diesen Längsstreifen zeigt.

Zum Viskosimeter gehören sechs Messkugeln, denen jeweils ein Teilmessbereich zugeordnet ist (siehe Tabelle 2). Alle Kugeln müssen den gleichen Ausdehnungskoeffizienten wie das Messrohr ($\alpha = 3,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) haben. Die Unsicherheiten gelten für den Fall, dass die Ausdehnungskoeffizienten von Kugel und Messrohr gleich groß sind.

Das Messrohr ist mit zwei Verschlussstopfen verschlossen, von denen der obere Stopfen (10) eine Kapillare und einen Hohlraum enthält. Dieser Verschluss verhindert unzulässige Druckänderungen und Luft-eintritt bei Temperaturänderungen.

8.2 Thermometer

Ganz eintauchend kalibrierte Thermometer, die unter Anwendung der auf dem Kalibrierschein angegebenen Korrekturen die Messung der Temperatur im Temperiermantel mit einer Messunsicherheit (siehe Abschnitt 12) von $u_\theta = 0,03^\circ\text{C}$ gestatten. Es können sowohl Quecksilber-Glasthermometer als auch elektrische Thermometer verwendet werden.

Geeignet sind z. B. Quecksilber-Glasthermometer nach DIN 12785 zum Kugelfallviskosimeter nach Höppler oder Platinwiderstands-Thermometer geeigneter Ausführung. Wird die Temperatur im Temperiermantel mit einer größeren Messunsicherheit bestimmt, so ist dies bei der Unsicherheitsberechnung für die Viskositätsmessung nach 12.2 entsprechend zu berücksichtigen.

Das Thermometer ist bei der Messung vor Wärmestrahlung zu schützen.

8.3 Zeitmesseinrichtung

Stoppuhr mit einem kleinsten Ziffernschritt (oder Skalenteilungswert) von $\leq 0,01 \text{ s}$. Die relative Messunsicherheit darf $2 \cdot 10^{-4}$ nicht überschreiten. Die Zeitmesseinrichtung muss in Zeitabständen, die von der Art der Zeitmesseinrichtung und den Betriebsbedingungen abhängen, rekali-briert werden.

8.4 Temperiereinrichtung

Automatisch geregelter Flüssigkeitsthermostat, der mit dem Temperiermantel des Viskosimeters in einem geschlossenen Kreislauf verbunden wird und der ermöglicht, dass sich die Temperatur im Temperiermantel des Viskosimeters im Temperaturbereich von 10°C bis 70°C nicht mehr als $0,02^\circ\text{C}$ während der Dauer der Aufnahme einer Messreihe ändert. Bei Temperaturen außerhalb dieses Bereiches darf diese Änderung $0,05^\circ\text{C}$ betragen.

ANMERKUNG Der Temperaturunterschied zwischen der im Temperiermantel angezeigten Temperatur und der Temperatur im Messrohr ist nach der vorgeschriebenen Temperierzeit $\leq 0,01^\circ\text{C}$.

8.5 Dichtemesseinrichtung

Kalibrierte Dichtemesseinrichtung, die die Messung der Dichte der zu messenden Flüssigkeit mit einer relativen Messunsicherheit

- von $5 \cdot 10^{-4}$ bei Anwendung von Glaskugeln und
 - von $1 \cdot 10^{-3}$ bei Anwendung von Metallkugeln
- gestattet.