

|  |                                                                                                                                                                                        |                                         |
|--|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
|  | <p>Viskosimetrie</p> <p><b>Messung von Viskositäten und Fließkurven<br/>mit Rotationsviskosimetern</b></p> <p>Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit</p> | <p><b>DIN</b></p> <p><b>53019-2</b></p> |
|--|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|

ICS 17.060

Viscosimetry – Measurement of viscosities and flow curves by means of rotation viscometers – Part 2: Viscometer calibration and determination of the uncertainty of measurement

Viscosimétrie – Mesurage des viscosités et des courbes d'écoulement par des viscosimètres à rotation – Partie 2: Étalonnage du viscosimètre et évaluation de l'incertitude de mesure

## Vorwort

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

DIN 53019 „Viskosimetrie – Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Standardgeometrie“ besteht aus

- Teil 1: Normalausführung
- Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit

Die Anhänge A bis D sind informativ.

Fortsetzung Seite 2 bis 30

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

## Inhalt

|                                                                                                                                     | Seite     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1 Anwendungsbereich</b>                                                                                                          | <b>3</b>  |
| <b>2 Normative Verweisungen</b>                                                                                                     | <b>3</b>  |
| <b>3 Begriffe</b>                                                                                                                   | <b>3</b>  |
| 3.1 CR-Viskosimeter                                                                                                                 | 3         |
| 3.2 CS-Viskosimeter                                                                                                                 | 3         |
| 3.3 Drehmomentnormal                                                                                                                | 3         |
| 3.4 Newtonsche Normalprobe                                                                                                          | 4         |
| <b>4 Formelzeichen und Einheiten</b>                                                                                                | <b>4</b>  |
| <b>5 Kurzbeschreibung des Verfahrens</b>                                                                                            | <b>6</b>  |
| <b>6 Kalibrierung der Messgeometrie</b>                                                                                             | <b>6</b>  |
| <b>7 Kalibrierung des Winkelgeschwindigkeitsmesssystems</b>                                                                         | <b>7</b>  |
| <b>8 Drehmomentkalibrierung</b>                                                                                                     | <b>7</b>  |
| 8.1 Prinzip der Drehmomentkalibrierung                                                                                              | 7         |
| 8.2 Kalibrierung mit Umlenkrollen, Faden und Gewicht                                                                                | 8         |
| 8.3 Kalibrierung mit Drehmomentnormal                                                                                               | 9         |
| 8.4 Kalibrierung mit newtonschen Flüssigkeiten                                                                                      | 11        |
| <b>9 Kalibrierung der Temperaturmessung</b>                                                                                         | <b>11</b> |
| <b>10 Ermittlung der Messunsicherheit</b>                                                                                           | <b>11</b> |
| 10.1 Messunsicherheit von Viskositäten und Fließkurven                                                                              | 11        |
| 10.2 Koaxiale Zylindersysteme                                                                                                       | 12        |
| 10.2.1 Berechnung der Messunsicherheit                                                                                              | 12        |
| 10.2.2 Stirnflächeneinfluss                                                                                                         | 13        |
| 10.2.3 Überprüfung der Messunsicherheit                                                                                             | 13        |
| 10.2.4 Indirekte Drehmomentkalibrierung                                                                                             | 14        |
| 10.2.5 Relativmessung von Viskositäten und Fließkurven                                                                              | 14        |
| 10.3 Kegel-Platte-Messsystem                                                                                                        | 14        |
| 10.3.1 Berechnung der Messunsicherheit                                                                                              | 14        |
| 10.3.2 Einfluss der Abstandseinstellung                                                                                             | 15        |
| 10.3.3 Füllvolumenbedingte Messunsicherheit                                                                                         | 16        |
| <b>11 Anwendungsbedingte Beiträge zur Messunsicherheit</b>                                                                          | <b>19</b> |
| <b>Anhang A</b> (informativ) Erläuterungen zur Messunsicherheit                                                                     | <b>20</b> |
| <b>Anhang B</b> (informativ) Erläuterung zur Ermittlung der Messunsicherheit<br>der Drehmomentmessung mit dem Faden-Rolle-Verfahren | <b>22</b> |
| <b>Anhang C</b> (informativ) Indirekte Kalibrierung der Temperaturmesseinrichtung                                                   | <b>24</b> |
| <b>Anhang D</b> (informativ) Beispiele                                                                                              | <b>24</b> |

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Rotationsviskosimeter mit koaxialen Zylinder- und Kegel-Platte-Messgeometrien im stationären Rotationsbetrieb (siehe DIN 53018-1:1976-03, Abschnitte 2 und 3). Voraussetzung ist die Verfügbarkeit der Messsignale bzw. Messwerte für Drehmoment und Winkelgeschwindigkeit, z. B. bei rechnergesteuerten Geräten in einem Kalibrierprogramm.

Diese Norm ist sowohl für CR- als auch für CS-Viskosimeter anzuwenden und beschreibt Verfahren zur Kalibrierung von Rotationsviskosimetern für Rotationsbetrieb (in Abgrenzung zu Oszillationsbetrieb) und zur Ermittlung messgerätespezifischer Beiträge zur Messunsicherheit. Damit werden Viskosimeter für Viskositäts- und Fließkurvenmessungen auf die SI-Basiseinheiten (repräsentiert durch nationale oder internationale Normale) rückgeführt und so Grundvoraussetzungen für die Einbeziehung von Rotationsviskosimetern in QS-Systeme erfüllt.

## 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).

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 – Teil 1: Rheologische Begriffe*.

DIN 1342-2, *Viskosität – Teil 2: Newtonsche Flüssigkeiten*.

DIN 53018-1:1976-03, *Viskosimetrie – Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit Rotationsviskosimetern – Teil 1: Grundlagen*.

DIN 53018-2, *Viskosimetrie – Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit Rotationsviskosimetern – Teil 2: Fehlerquellen und Korrekturen bei Zylinder-Rotationsviskosimetern*.

DIN 53019-1, *Viskosimetrie – Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern mit Standardgeometrie – Teil 1: Normalausführung*.

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe nach DIN 1319-1, DIN 1342-1, DIN 1342-2, DIN 53018-1, DIN 53019-1 sowie die folgenden Begriffe:

### 3.1

#### CR-Viskosimeter

Drehzahlgesteuertes Rotationsviskosimeter (en: controlled rate)

### 3.2

#### CS-Viskosimeter

Drehmomentgesteuertes Rotationsviskosimeter (en: controlled stress)

### 3.3

#### Drehmomentnormal

Maßverkörperung oder Messgerät zur Darstellung der Drehmomenteinheit zum Zweck der Weitergabe an andere Drehmomentmesseinrichtungen

### 3.4

#### Newtonsche Normalprobe

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 (sind), und die als Maßverkörperung zur Weitergabe der Viskositätseinheit dient.

## 4 Formelzeichen und Einheiten

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Formelzeichen und Einheiten nach DIN 53019-1 sowie folgende Formelzeichen und Einheiten:

**Tabelle 1 – Formelzeichen und Einheiten**

| Formelzeichen                                            | Bedeutung                                                                                                                                       | SI-Einheit                 | weitere gesetzliche Einheit |
|----------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|-----------------------------|
| $\alpha$                                                 | Kegelwinkel bei Kegel-Platte-Messsystemen                                                                                                       | rad                        | ° (Grad)                    |
| $\dot{\gamma}, \dot{\gamma}_{\text{rep}}$                | Geschwindigkeitsgefälle, repräsentatives Geschwindigkeitsgefälle                                                                                | $\text{s}^{-1}$            | –                           |
| $\delta$                                                 | Radienverhältnis bei Zylinder-Messsystemen                                                                                                      | –                          | –                           |
| $\Delta'_{\dot{\gamma}}, \Delta'_{\eta}, \Delta'_{\tau}$ | relative Änderung des Geschwindigkeitsgefälles, der Viskosität, der Schubspannung bei Kegel-Platte-Messsystemen aufgrund einer Abstandsänderung | –                          | –                           |
| $\Delta H$                                               | Änderung des Abstandes Kegel – Platte                                                                                                           | m                          | $\mu\text{m}$               |
| $\Delta H_K$                                             | Abstandsänderung Kegel – Platte bedingt durch Unsicherheit der Kegelgeometrie                                                                   | m                          | $\mu\text{m}$               |
| $\Delta H_G$                                             | Abstandsänderung Kegel – Platte bedingt durch Unsicherheit der Positioniereinrichtung                                                           | m                          | $\mu\text{m}$               |
| $\eta; \eta_{\text{rep}}$                                | dynamische Viskosität; repräsentative dynamische Viskosität                                                                                     | $\text{Pa} \cdot \text{s}$ | $\text{mPa} \cdot \text{s}$ |
| $\eta_N$                                                 | dynamische Viskosität einer newtonschen Normalprobe                                                                                             | $\text{Pa} \cdot \text{s}$ | $\text{mPa} \cdot \text{s}$ |
| $F$                                                      | Gewichtskraft bei Drehmomentkalibrierung                                                                                                        | N                          | mN                          |
| $f_{\Omega}, f_{\Omega}(\Omega)$                         | Kalibrierfaktor/Kalibrierfunktion für Winkelgeschwindigkeitsmessung                                                                             | –                          | –                           |
| $f_M; f_M(M)$                                            | Kalibrierfaktor/Kalibrierfunktion für Drehmomentmessung                                                                                         | –                          | –                           |
| $L$                                                      | Länge des zylindrischen Teils des Messkörpers bei Zylinder-Messsystem                                                                           | m                          | mm                          |
| $M$                                                      | Drehmoment                                                                                                                                      | Nm                         | mNm                         |
| $M_A$                                                    | angezeigter Wert des Drehmoments                                                                                                                | Nm                         | mNm                         |
| $M_R$                                                    | Drehmomentbeitrag durch Lagerreibung der Umlenkrollen                                                                                           | Nm                         | mNm                         |

**Tabelle 1 (fortgesetzt)**

| Formelzeichen                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | Bedeutung                                                                                                                                                                           | SI-Einheit      | weitere gesetzliche Einheit |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------------------|
| $R$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | Radius der Scheibe zur Drehmomentkalibrierung                                                                                                                                       | m               | mm                          |
| $R_a$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Radius des Außenzylinders bei Zylinder-Messsystem                                                                                                                                   | m               | mm                          |
| $R_i$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Radius des Innenzylinders bei Zylinder-Messsystem                                                                                                                                   | m               | mm                          |
| $R_K$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Kegelradius bei Kegel-Platte-Messsystemen                                                                                                                                           | m               | mm                          |
| $r_F$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Fadenradius bei Drehmomentkalibrierung                                                                                                                                              | m               | mm                          |
| $s'^{*})$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | relative Standardabweichung                                                                                                                                                         | –               | –                           |
| $s_T$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Standardabweichung der Temperaturmessung                                                                                                                                            | K               | °C                          |
| $s'_{M,\Omega}$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | relative Standardabweichung für das Verhältnis $M/\Omega$ bei Viskositätsmessungen an newtonschen Flüssigkeiten                                                                     | –               | –                           |
| $s'^2{*})$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | relative Varianz                                                                                                                                                                    | –               | –                           |
| $s'^2_{\Delta H, \dot{\gamma}}, s'^2_{\Delta H, \tau}, s'^2_{\Delta H, \eta}$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | Beitrag zur relativen Varianz des Geschwindigkeitsgefälles $\dot{\gamma}$ , der Schubspannung $\tau$ , der Viskosität $\eta$ bedingt durch die Unsicherheit der Abstandseinstellung | –               | –                           |
| $s'^2_V$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | füllvolumenbedingter Beitrag zur relativen Varianz bei Kegel-Platte-Messsystemen                                                                                                    | –               | –                           |
| $U_\eta$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | Temperaturkoeffizient der dynamischen Viskosität                                                                                                                                    | K <sup>-1</sup> | °C <sup>-1</sup>            |
| $u'^{*})$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | relative Messunsicherheit                                                                                                                                                           | –               | –                           |
| $u'_{MN}$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | relative Messunsicherheit des Drehmomentnormals                                                                                                                                     | –               | –                           |
| $u'_{\eta N}$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | relative Messunsicherheit der Viskosität einer Normalprobe                                                                                                                          | –               | –                           |
| $V$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | Füllvolumen bei Kegel-Platte-Messsystemen                                                                                                                                           | m <sup>3</sup>  | ml                          |
| $\Omega$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | Winkelgeschwindigkeit                                                                                                                                                               | rad/s           | –                           |
| $\Omega_A$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | angezeigter Wert der Winkelgeschwindigkeit                                                                                                                                          | rad/s           | –                           |
| *) Sofern sich die relative Messunsicherheit, die relative Standardabweichung oder die relative Varianz auf eine in dieser Tabelle angegebene Größe bezieht, wird das zugehörige Formelzeichen als Index an $u'$ , $s'$ oder $s'^2$ angehängt (z. B. $u'_{\dot{\gamma}}$ , $s'_{\tau}$ ). Diese einfach indizierten Formelzeichen werden nicht gesondert aufgelistet, wenn die Bedeutung unmittelbar erkennbar ist. |                                                                                                                                                                                     |                 |                             |

ANMERKUNG Die nur in den Anhängen A bis D benutzten Formelzeichen sind dort jeweils erläutert und werden hier nicht angeführt.

## 5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

### 5.1 Kalibrierung

Die Kalibrierung des Viskosimeters erfolgt elementweise. Dabei sind getrennte Kalibrierungen

- des Drehmomentmesssystems des Viskosimeters;
- des Winkelgeschwindigkeitsmesssystems;
- der Messgeometrie;
- der Temperaturmeseinrichtung

sowie abschließend eine Überprüfung der Kalibrierung und der Messunsicherheitsabschätzung mit newtonschen Normalproben erforderlich.

ANMERKUNG Wird das Viskosimeter nur zur Messung newtonscher Flüssigkeiten angewendet, dann ist eine Kalibrierung mit newtonschen Normalproben der Viskosität und eine Prüfung der Konstanz des Verhältnisses  $\frac{M}{\Omega}$  sowie eine Kalibrierung der Temperaturmeseinrichtung hinreichend (10.2.5).

### 5.2 Messunsicherheit

Die Messunsicherheit wird für repräsentative Werte des Geschwindigkeitsgefälles, der Schubspannung und der dynamischen Viskosität (siehe DIN 53019-1) aus den Unsicherheitsbeiträgen der Messung des Drehmomentes, der Winkelgeschwindigkeit, der geometrischen Abmessungen und der Temperatur unter Verwendung des in DIN 1319-3 beschriebenen Verfahrens ermittelt.

## 6 Kalibrierung der Messgeometrie

Die messtechnisch relevanten Längen (Durchmesser) und Winkel der Elemente des Messsystems werden mit Hilfe kalibrierter Längen- und Winkelmessgeräte gemessen und der Berechnung von  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  zugrunde gelegt. Die Messunsicherheiten müssen bekannt sein und eventuelle Formabweichungen einschließen.

Als messtechnisch relevant sind diejenigen geometrischen Abmessungen zu verstehen, die in den Gleichungen für  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  enthalten sind. Bei Zylindermesssystemen sind dies  $R_i$ ,  $R_a$ ,  $L$ , bei Kegel-Platte-Messsystemen sind es  $R_K$  und  $\alpha$  sowie der theoretische Kegel-Platte-Abstand (Bild 4), aus denen auch das Füllvolumen zu berechnen ist. Dabei ist angenommen, dass der Justierzustand (z. B. Fluchtungs- und Richtungsabweichungen der Achsen des rotierenden und des feststehenden Teils des Messsystems) keinen nennenswerten Beitrag zur Messunsicherheit liefert, anderenfalls ist dies bei der Berechnung der Messunsicherheit zu berücksichtigen (siehe Abschnitt 10).

Ist eine Einrichtung zur messbaren Einstellung der Lage der beiden Teile des Messsystems zueinander Bestandteil des Viskosimeters, z. B. zur Einstellung des axialen Abstandes von Kegel und Platte, so ist diese Einrichtung in die Kalibrierung einzubeziehen. Hierzu sind Mess- und Hilfsmittel erforderlich, z. B. Justierfernrohr, Parallelendmaße, gegebenenfalls Hilfsvorrichtungen.

Andere geometrische Größen, z. B. Schaftdurchmesser, Kegelwinkel der Stirnfläche bei Zylinder-Systemen mit Standardgeometrie nach DIN 53019-1, Gesamtlänge des Außenzylinders u. a. sind im Rahmen einer Vorprüfung auf Einhaltung der in Normen oder vom Hersteller festgelegten Toleranzen zu prüfen.

Werden die vom Hersteller angegebenen Toleranzen für die messtechnisch relevanten Abmessungen als deren Messunsicherheiten betrachtet und ist die sich damit im Ergebnis der Messunsicherheitsabschätzung ergebende Gesamt-Messunsicherheit für den jeweiligen Anwendungszweck des Viskosimeters ausreichend, so kann anstelle der Kalibrierung eine Prüfung auf Einhaltung der Toleranzen der geometrischen Abmessungen treten. Dieser Fall sollte der Regelfall sein.

ANMERKUNG Durch die Möglichkeit der Verwendung von Lehren ist die Durchführung einer solchen Prüfung einfacher als die Messung der relevanten Abmessungen. Die Unsicherheit der Prüfmittel sollte 20 % der jeweiligen Toleranzgrenze nicht überschreiten.

## 7 Kalibrierung des Winkelgeschwindigkeitsmesssystems

Die Winkelgeschwindigkeit des rotierenden Teils des Messsystems wird mit Hilfe kalibrierter Zeit-(Frequenz-) und Winkelmessgeräte (z. B. inkrementaler Geber) gemessen und mit dem angezeigten Wert verglichen. Die Messung wird bei mehreren Winkelgeschwindigkeiten im Drehzahlbereich wiederholt. Die systematische Abweichung der Winkelgeschwindigkeit vom angezeigten Wert wird als Kalibrierfaktor  $f_{\Omega}$  erfasst.

$$\Omega = \Omega_A \times f_{\Omega} \quad (1)$$

Bei nichtlinearem Zusammenhang ergibt sich anstelle von  $f_{\Omega}$  die Kalibrierfunktion  $f_{\Omega}(\Omega)$ .

Ist die vom Viskosimeter angezeigte Winkelgeschwindigkeit abhängig von der Temperatur (Mess- oder Umgebungstemperatur, Eigenerwärmung), so ist die Kalibrierung bei verschiedenen Temperaturen durchzuführen.  $f_{\Omega}$  ist dann ebenfalls abhängig von der Temperatur.

Oft genügt es, die mittlere Winkelgeschwindigkeit während einer Umdrehung zu messen. In diesem Falle werden keine zusätzlichen Winkelmessgeräte benötigt. Am rotierenden und am feststehenden Teil des Messsystems werden dazu Markierungen angebracht. Die Zeit zwischen zwei Durchgängen der Markierung am rotierenden Teil wird gemessen.

Eine weitere Möglichkeit ist die Anbringung eines Spiegels am rotierenden Teil (z. B. mit Klebwachs), an dem bei jeder Umdrehung einmal ein Lichtstrahl reflektiert wird, der über einen optischen Sensor eine elektronische Stoppuhr ein- und ausschaltet.

Eine Streuung der gemessenen Umlaufzeiten kann auf Schwankungen der Winkelgeschwindigkeit hindeuten, die z. B. durch Regelabweichungen bei der Drehzahlregelung, aber auch durch Getriebefehler verursacht sein können.

Bei Messzeiten, deren Dauer kleiner als die Zeit einer vollen Umdrehung des rotierenden Teils des Messsystems ist, sollte geprüft werden, ob und in welchem Ausmaß die Winkelgeschwindigkeit während einer Umdrehung schwankt. Das kann mit Hilfe eines konzentrisch am rotierenden Teil angebrachten inkrementalen Gebers und eines Frequenzmessgerätes geschehen. Die Größe der Schwankung fließt in die Unsicherheit von  $\Omega$  ein. Die Bestimmung der Zeit einer Umdrehung aus der Zeit mehrerer Umdrehungen und Division durch deren Anzahl sollte nur angewendet werden, wenn auch die Messzeit mehrere Umdrehungen umfasst.

ANMERKUNG Die relative Unsicherheit für die Messung der Winkelgeschwindigkeit ist im Allgemeinen vom Wert der Winkelgeschwindigkeit abhängig.

## 8 Drehmomentkalibrierung

### 8.1 Prinzip der Drehmomentkalibrierung

Auf die Achse des Drehmomentaufnehmers des Viskosimeters wird ein bekanntes Drehmoment (Eingangsgröße)  $M$  querkräftfrei ausgeübt und mit dem vom Viskosimeter angezeigten Drehmoment (Ausgangsgröße)  $M_A$  verglichen.

Der Unterschied zwischen Eingangs- und Ausgangsgröße fließt als Kalibrierkonstante  $f_M$  in die Berechnung der Schubspannung ein:

$$M = M_A \times f_M \quad (2)$$

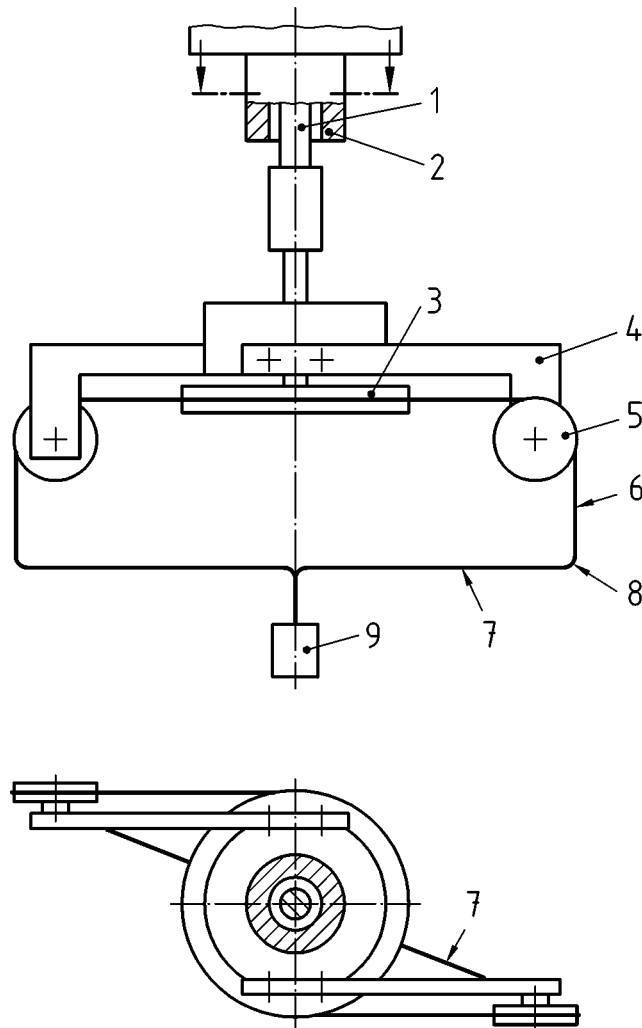
Sind Drehmoment und Anzeige nicht proportional, so tritt an die Stelle der Konstanten  $f_M$  eine Kalibrierfunktion  $f_M(M)$ .

Ist die Anzeige des Drehmomentaufnehmers des Viskosimeters temperaturabhängig (Umgebungs-, Mess- temperatur, Eigenerwärmung), so ist die Kalibrierung in Abhängigkeit von der entsprechenden Temperatur durchzuführen. Der Kalibrierfaktor ist dann eine Funktion der Temperatur.

Das bekannte Drehmoment muss auf nationale Normale (Länge und Masse oder Drehmoment) rückgeführt sein, d. h. die Unsicherheit des Drehmomentnormals muss bekannt sein.

ANMERKUNG Die relative Unsicherheit der Drehmomentmessung ist im Allgemeinen vom Wert des Drehmoments abhängig.

## 8.2 Kalibrierung mit Umlenkrollen, Faden und Gewicht



### Legende

- 1 Achse des Drehmomentaufnehmers des Viskosimeters
- 2 Viskosimetergestell
- 3 zylindrische Scheibe
- 4 Haltevorrichtung
- 5 Umlenkrollen
- 6 flexible Fäden
- 7 Brücke zur Verbindung beider Fäden
- 8 Befestigungspunkte
- 9 Gewichtsstück

**Bild 1 – Anordnung zur Drehmomentkalibrierung mit Umlenkrollen, Faden und Gewicht**

Der Aufbau der zur Kalibrierung benötigten Vorrichtung kann unterschiedlich sein. Im Folgenden wird eine Vorrichtung beschrieben, wie sie zur Kalibrierung des Drehmomentmesssystems eines Rotationsviskosimeters verwendet werden kann.

An die senkrechte Achse des Drehmomentaufnehmers (1) des Viskosimeters wird eine zylindrische Scheibe (3) mit bekanntem Außendurchmesser achsfluchtend angesetzt. Anstelle einer Scheibe kann auch der Innenzylinder eines Messsystems verwendet werden. Der Durchmesser  $2R$  der Scheibe (des Zylinders) muss durch Messung mit einem kalibrierten Längenmessgerät auf die Längeneinheit rückgeführt sein.

Eine Haltevorrichtung (4) mit zwei um  $2R$  parallel versetzten Umlenkrollen (5) wird so gegenüber dem Viskosimetergestell (2) fixiert, dass die obere Tangente an die Umlenkrollen waagrecht und in der Höhe so positioniert ist, dass sie etwa in halber Höhe der Scheibe liegt.

Zwei möglichst dünne und flexible Fäden (6) werden so um die Scheibe und jeweils eine Umlenkrolle gelegt, dass sie oberhalb der Umlenkrollen parallel zueinander und in der Ebene der (waagrechten) Tangente an die beiden Umlenkrollen liegen. Die herabhängenden Teile der Fäden werden durch eine Brücke (7) miteinander verbunden. Der Abstand der Befestigungspunkte (8) der Fäden an der Brücke sollte so sein, dass beide Fäden senkrecht verlaufen. Der Radius der Umlenkrollen ist möglichst groß zu wählen.

In der Mitte der Brücke wird ein Gewichtsstück (9) angehängt, das eine Gewichtskraft  $F$  zur Folge hat.

Die Kräfte in den beiden Fäden sind dann  $\frac{F}{2}$  und das erzeugte Drehmoment beträgt:

$$M = F \times (R + r_F) - 2M_R \quad (3)$$

Durch Änderung des Gewichtsstückes (9) wird eine punktweise Kalibrierung des Drehmomentaufnehmers in seinem Messbereich durchgeführt.

**ANMERKUNG** Die Lagerreibung  $M_R$  kann, wenn nötig, in einem getrennten Versuch mit Faden und Gewichten in Abhängigkeit von der Lagerbelastung ermittelt werden. Als Lager können reibungsarme Kugellager (geringe Unterschiede des Reibmomentes während einer Umdrehung), Luftlager oder Spitzenlager (Radialbelastung beachten) verwendet werden. Bei einem gut gereinigten und mit wenig Schmieröl mit einer Viskosität von etwa  $1,5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  geschmierten geräuscharmen Präzisionskugellager kann das Ruhereibmoment bis auf weniger als  $0,003 \text{ mN} \cdot \text{m}$  gesenkt werden.

Die Kalibrierung des Drehmomentaufnehmers erfolgt in diesem Falle im statischen Zustand (Welle des Drehmomentaufnehmers des Viskosimeters ruht). Deshalb wird bei Systemen, bei denen die Drehmomentmessung am rotierenden Teil erfolgt, eventuell vorhandene Lagerreibung während des Betriebes nicht erfasst.

Die Kalibrierung von schubspannungsgesteuerten Geräten erfordert eine Variation des beschriebenen Verfahrens. Hier können z. B. das Gewicht, das in diesem Falle etwas größer sein muss als das, das zur Erzeugung des maximalen Drehmomentes erforderlich wäre, auf die Schale einer Waage gestellt, diese auf Null tariert und am Viskosimeter Drehmomente eingestellt werden, die die Waage teilweise entlasten. Aus den jeweils dazugehörigen Ablesungen der Waage werden dann die Kräfte und daraus die Drehmomente errechnet.

Die Messunsicherheit (siehe auch Anhang A) von  $M$  ergibt sich aus den Varianzen der in Gleichung (3) enthaltenen Einflussgrößen (siehe Anhang B). Bei der Ermittlung der Varianz der Kraft  $F$  sind auch durch Winkelabweichungen der Fäden von ihrer theoretischen Lage verursachte Abweichungen zu berücksichtigen. Wichtige Einflussgrößen sind die Lagerreibung in den Umlenkrollen und der bei Belastung wirksame Fadenradius.

### 8.3 Kalibrierung mit Drehmomentnormal

Ein Drehmomentnormal wird in Reihe mit dem Drehmomentaufnehmer des Viskosimeters und einem mit einer Flüssigkeit geeigneter Viskosität gefüllten Messsystem angeordnet. Bei Rotation wird über die Flüssigkeit im Spalt des Messsystems ein drehzahlabhängiges Drehmoment querkraftfrei auf Aufnehmer und Drehmomentnormal übertragen. Beide Anzeigen werden miteinander verglichen.

Bilder 2 und 3 zeigen mögliche Anordnungen des Drehmomentnormal bei einem Couette- und einem Searle-Rotationsviskosimeter.