

DIN 53019-3

ICS 17.060

Ersatz für
DIN 53018-2:1976-03

**Viskosimetrie –
Messung von Viskositäten und Fließkurven mit
Rotationsviskosimetern –
Teil 3: Messabweichungen und Korrekturen**

Viscometry –
Measurement of viscosities and flow curves by means of rotational viscometers –
Part 3: Errors of measurement and corrections

Viscosité –
Mesurage des viscosités et des courbes d'écoulement par des viscosimètres à rotation –
Partie 3: Erreurs de la mesure et corrections

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	4
4 Formelzeichen und Einheiten.....	4
5 Fließfeldunabhängige Messabweichungen	5
6 Messabweichungen bei Zylinder-Messsystemen.....	9
7 Messabweichungen bei Kegel-Platte-Messsystemen.....	16
8 Messabweichungen bei Platte-Platte-Messsystemen.....	18
9 Weitere anwendungsbedingte Messabweichungen.....	18
Anhang A (informativ) Berechnung des Einflusses der Reibungserwärmung im Messspalt von Zylindersystemen	19
Literaturhinweise	22

Vorwort

Diese Norm wurde vom NA 062-08-31 AA „Viskosimetrie“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. erstellt.

DIN 53019, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern* besteht aus:

- Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie
- Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit
- Teil 3: Messabweichungen und Korrekturen

Änderungen

Gegenüber DIN 53018-2:1976-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm-Nummer geändert;
- b) Norm-Titel geändert;
- c) Anwendungsbereich auf alle Arten von Rotationsviskosimetern erweitert.

Frühere Ausgaben

DIN 53018-2: 1976-03

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt fest, wie bei der Anwendung von Rotationsviskosimetern systematische Messabweichungen berücksichtigt werden müssen, die durch die Eigenschaften der Flüssigkeit, durch Besonderheiten des Fließvorganges, durch die Ausführung der Geräte und durch die Versuchsführung verursacht werden.

Diese Norm setzt ein stationäres Fließfeld zwischen den mit konstanter Winkelgeschwindigkeit rotierenden Randflächen voraus. Außerhalb des Anwendungsbereiches liegen:

- a) Ein- und Ausschaltvorgänge sowie Drehschwingungen (Oszillationen);
- b) Überlagerungen anderer Grundströmungen über der der Rotation;
- c) Messabweichungen der reinen Zeit-, Drehzahl und Drehmomentmessung (siehe DIN 53019-2);
- d) Temperatur-, Scher- oder Schubspannungsrampen.

Soweit die Einflussgrößen, die zu systematischen Messabweichungen führen, quantitativ erfasst werden können, werden in dieser Norm Angaben zu entsprechenden Korrekturen gemacht. Für nichtkorrigierbare Messabweichungen werden Hinweise zur Vermeidung sowie zur Abschätzung der Abweichung zur Verwendung bei der Unsicherheitsberechnung gegeben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 1342-1, *Viskosität — Teil 1: Rheologische Begriffe*

DIN 1342-2, *Viskosität — Teil 2: Newtonsche Flüssigkeiten*

DIN 53017, *Viskosimetrie — Bestimmung des Temperaturkoeffizienten der Viskosität von Flüssigkeiten*

DIN 53019-1:2008, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern mit — Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*

DIN 53019-2:2001, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 1319-1, DIN 1342-1, DIN 1342-2, DIN 53019-1 und DIN 53019-2.

4 Formelzeichen und Einheiten

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Formelzeichen und Einheiten nach DIN 53019-1 sowie die in Tabelle 1 angegebenen Formelzeichen und Einheiten.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit	Weitere gebräuchliche Einheit
U_{η}	Temperaturkoeffizient der dynamischen Viskosität	K^{-1}	$^{\circ}C^{-1}$
η, η_b	dynamische Viskosität, dynamische Viskosität, die ohne Wirkung der Reibungserwärmung gemessen wurde	Pa·s	mPa·s
T, T_a, T_i, T_0, T_b	Messtemperatur ^a , Bezugstemperatur	K	$^{\circ}C$
ΔT	Temperaturerhöhung infolge Reibungserwärmung	K	$^{\circ}C$
T	Zeit	s	—
$\omega, \Omega, \Omega_i, \Omega_a$	Winkelgeschwindigkeit ^a	rad/s	—
$\Omega_{i, \text{krit}}$	kritische Winkelgeschwindigkeit ^a	rad/s	—
M, M_Z	Drehmoment, Zusatzmoment	Nm	mNm
M_a	angezeigtes Drehmoment	Nm	mNm
α_L	Längen-Ausdehnungskoeffizient	K^{-1}	—

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit	Weitere gebräuchliche Einheit
δ	Radienverhältnis bei Zylindersystemen	—	—
K	Fließfeldkoeffizient	m^{-3}	mm^{-3}
c_L	Widerstandsbeiwert der Stirnflächenkorrektur	—	—
Δ_L	Stirnflächenkorrektur als Längenkorrektur des Innenzylinders ausgedrückt	m	mm
R_a, R_i	Radius ^a	m	mm
L, L_1, L_2	Länge des zylindrischen Teils des Innenzylinders bei Zylindermesssystemen	m	mm
L_a, L_{eff}	wirksame Länge des Außenzylinders bei Mooney-Ewart-Messsystemen bzw. bei Zylindersystemen mit Schutzringen ^a	m	mm
L_s	Bodenabstand des Innenzylinders	m	mm
L'	Bodenabstand des zylindrischen Teils des Innenzylinders bei der Standardgeometrie eines Zylindersystems	m	mm
L''	in die Flüssigkeit eintauchende Schaftlänge des Innenzylinders	m	mm
$c_E^{(ij)}$	Widerstandsbeiwert exzentrischer Zylinderstellungen	—	—
ρ	Dichte	kg/m^3	g/cm^3
c_W	Widerstandsbeiwert der Reibungserwärmung	—	—
λ	Wärmeleitfähigkeit	$\text{W/m}\cdot\text{K}$	—
θ_0	Kegelwinkel am Innenzylinder bei Mooney-Ewart-Systemen	rad	°
β	Kegelwinkel am Innenzylinder bei Standardgeometrie	rad	°
ε	Exzentrizität	—	—
E	Achsenabstand bei exzentrischer Zylinderstellung	m	Mm

^a Bei Zylindersystemen bezeichnet Index i den Innenzylinder, Index a den Außenzylinder.

5 Fließfeldunabhängige Messabweichungen

5.1 Einflüsse durch Abweichungen der Probentemperatur

Das Messsystem und die Probe müssen vor der Messung ausreichend lange temperiert werden.

Abweichungen der Viskosität durch ungenaue Temperierung und/oder Temperaturmessung bzw. ungenügende Temperaturkonstanz sind oft groß, weil die Viskosität der meisten Flüssigkeiten stark temperaturabhängig ist.

Der Temperaturkoeffizient U_η der dynamischen Viskosität η einer Flüssigkeit (siehe DIN 53017)

$$U_\eta = -\frac{1}{\eta} \times \frac{d\eta}{dT} \quad (1)$$

ist in der Regel umso größer, je hochviskoser die Flüssigkeit ist. Gegebenenfalls muss U_η für jede untersuchte Flüssigkeit und Messtemperatur T bestimmt werden.

Zur Kalibrierung der Temperaturmesseinrichtung siehe DIN 53019-2.

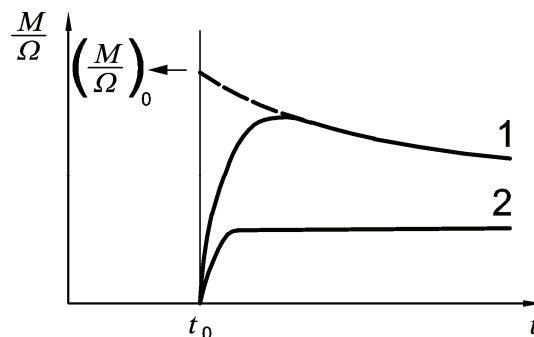
5.2 Experimentelle Bestimmung des Einflusses der Reibungserwärmung im Messspalt

Die Reibungserwärmung äußert sich folgendermaßen.

- Der Quotient aus Drehmoment und Winkelgeschwindigkeit M/Ω sinkt im Verlauf der Messung auf einen konstanten Endwert ab.
- Der Endwert von M/Ω entsprechend a) ist umso kleiner, je höher die Winkelgeschwindigkeit ist.

Die Erscheinung nach a) kann auch bei thixotropen, die nach b) bei strukturviskosen Flüssigkeiten auftreten und kann mit Reibungserwärmung verwechselt werden. Reibungserwärmung als Ursache ist dann wahrscheinlicher, wenn im Messspalt eine Temperaturerhöhung experimentell nachzuweisen ist und wenn die folgenden Abschätzungsmethoden (dieser und der folgende Abschnitt) zu übereinstimmenden Ergebnissen führen.

Die Erscheinung nach a) ist zur experimentellen Bestimmung der Reibungserwärmung zu verwenden, wenn das Viskosimeter eine kurze Einstellzeit hat. Hierbei wird die zeitliche Abnahme des Quotienten M/Ω aufgezeichnet und auf den Zeitpunkt des Anfangs des Messvorganges extrapoliert (siehe Bild 1).



Legende

- Kurve 1: deutliche Reibungserwärmung, Extrapolation auf den Zeitpunkt t_0
 Kurve 2: unwesentliche Reibungserwärmung

Bild 1 — Auswirkung der Reibungserwärmung in Abhängigkeit von der Zeit $t - t_0$ nach dem Einschalten

Bei Scherbeanspruchungen, bei denen die Temperaturänderung im Messspalt durch Reibungswärme zu vernachlässigen ist, ergibt sich der horizontale Verlauf (Kurve 2 in Bild 1). Durch diese graphische Extrapolationsmethode kann der Messbereich auf Scherbeanspruchungen erweitert werden, die in günstigen Fällen um den Faktor 5 über dem Wert liegen, bei dem eine Reibungserwärmung noch nicht zu einer Abnahme des Endwertes führt. Darüber hinaus nimmt die Unsicherheit dieser Methode stark zu.

5.3 Einflüsse der thermischen Ausdehnung

Einflüsse der thermischen Ausdehnung können das Messergebnis beeinflussen wenn die Temperatur bei der Kalibrierung des Messsystems und die Temperatur bei der Messung unterschiedlich sind sowie wenn die Probe bei einer anderen als der Messtemperatur eingefüllt wird. Der Einfluss der thermischen Ausdehnung auf die Abmessungen des Messsystems kann berücksichtigt werden, indem die entsprechende Abmessung mit

$$\alpha_L (T - T_0)$$

multipliziert wird.

Dabei ist

T die Messtemperatur;

T_0 die Bezugstemperatur, bei der die Abmessung bestimmt wird;

α_L der Längen-Ausdehnungskoeffizient des Messsystem-Werkstoffs.

Die thermische Ausdehnung der zu messenden Flüssigkeit ist im Regelfall größer als die des Messsystems, so dass sich bei höheren Temperaturen ein Flüssigkeitsüberschuss ergibt. Dieser Überschuss führt im Allgemeinen zu einer Erhöhung des gemessenen Drehmoments. Dieser Einfluss kann durch konstruktive Maßnahmen (z. B. Überlauf) oder durch entsprechende Versuchsführung vermieden werden.

5.4 Zusatzmoment infolge Eigenreibung des Gerätes

Zusätzlich zu dem im Messspalt durch die Viskosität der Messflüssigkeit entstehenden Moment M kann ein Zusatzmoment M_z durch Lagerreibung vorhanden sein. Entsprechend dem derzeitigen Stand der Messtechnik werden solche Zusatzmomente, sofern sie konstruktionsbedingt unvermeidlich sind (z. B. Beiträge durch Luftreibung in Luftlagern) in dem von der Drehmoment-Messeinrichtung ermittelten Messwert bereits berücksichtigt. Wird darüber hinaus innerhalb des kalibrierten Drehmoment-Messbereiches ein Zusatzmoment festgestellt, das die Messunsicherheit der Drehmomentmessung übersteigt, so kann dies als Gerätedefekt angesehen werden. Dabei kann sowohl ein drehzahlunabhängiges als auch ein drehzahlproportionales Zusatzmoment auftreten. Möglichkeiten zur Feststellung eines Zusatzmomentes sind in Tabelle 1 angegeben.