

DIN EN ISO 23581



ICS 75.080

Entwurf

Einsprüche bis 2023-06-28
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 16896:2017-02

**Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte –
Bestimmung der dynamischen Viskosität und Berechnung der
kinematischen Viskosität –
Verfahren mit dem Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip
(ISO/DIS 23581:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23581:2023**

Petroleum products and related products –
Determination of kinematic viscosity –
Method by Stabinger type viscometer (ISO/DIS 23581:2023);
German and English version prEN ISO 23581:2023

Produits pétroliers et produits connexes –
Détermination de la viscosité cinématique –
Méthode avec le viscosimètre Stabinger (ISO/DIS 23581:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 23581:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-04-28 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Große Elbstr. 131, 22767 Hamburg.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 57 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23581:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-84 AA „Gemeinschaftsausschuss NA 062-06-42 AA/NA 062-06-61 AA“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3104	siehe	DIN EN ISO 3104
ISO 3170	siehe	DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe	DIN EN ISO 3171
ISO 12185	siehe	DIN EN ISO 12185
ISO 4259:2006	siehe	DIN EN ISO 4259:2006-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 16896:2017-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Grundöle, formulierte Öle, Düsenkraftstoffe und Rückstandsheizöle wurden in den Anwendungsbereich aufgenommen;
- b) die Gerätebeschreibung, die Verfahren zur Handhabung der Proben und die Bestimmungskriterien wurden aktualisiert, um dem neuen Anwendungsbereich Rechnung zu tragen;
- c) redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3104, *Mineralölerzeugnisse — Durchsichtige und undurchsichtige Flüssigkeiten — Bestimmung der kinematischen Viskosität und Berechnung der dynamischen Viskosität*

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen*

DIN EN ISO 12185, *Rohöl und Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte — U-Rohr-Oszillationsverfahren*

DIN EN ISO 4259:2006-10, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:2006); Deutsche Fassung EN ISO 4259:2006*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 23581:2023-06

– Leerseite –

Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte – Bestimmung der dynamischen Viskosität und Berechnung der kinematischen Viskosität – Verfahren mit dem Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip (ISO/DIS 23581:2023)

Petroleum products and related products – Determination of kinematic viscosity – Method by Stabinger type viscometer (ISO/DIS 23581:2023)

Produits pétroliers et produits connexes – Détermination de la viscosité cinématique – Méthode avec le viscosimètre Stabinger (ISO/DIS 23581:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien und Hilfsmittel	7
6 Prüfgerät	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip	8
6.2.1 Viskositätsmessung	8
6.2.2 Dichtemessung	9
6.2.3 Temperaturregler	9
6.2.4 Spritzen	9
6.2.5 Durchfluss- oder Druckadapter	9
6.2.6 Heißfülladapter	10
6.2.7 Probenwechsler/Probenbearbeiter	10
6.2.8 Siebfilter	10
6.2.9 Magnet	10
6.2.10 Ultraschallbad, unbeheizt	10
7 Probenahme und Probenhandhabung	10
7.1 Probenahme	10
7.2 Probenhandhabung	10
7.2.1 Allgemeine Probenhandhabung	10
7.2.2 Konditionierung von Rückstandsheizölen	11
8 Kalibrierung und Verifizierung	12
8.1 Allgemeines	12
8.2 Prüfgerät	12
9 Vorbereitung des Prüfgeräts	12
10 Durchführung	15
10.1 Messverfahren	15
10.2 Manuelles Füllen und Reinigen unter Verwendung von Spritzen	15
10.3 Manuelles Füllen mittels Probenverdrängung	16
10.4 Automatisches Füllen und Reinigen mittels Probenwechsler/Probenbearbeiter	16
10.5 Verfahren für den Temperatur-Scan	17
11 Berechnung	17
11.1 Kinematische Viskosität, dynamische Viskosität und Dichte	17
11.2 Viskositätsindex	18
11.3 Extrapolation der Dichte	18
12 Angabe der Ergebnisse	18
13 Präzision	18
13.1 Wiederholbarkeit, r	18
13.2 Vergleichbarkeit, R	19
13.3 Systematischer Fehler	20
13.3.1 Grad der Übereinstimmung der Ergebnisse nach Prüfverfahren ASTM D7042 und Prüfverfahren ASTM D445	20
13.4 Ringversuch	23
14 Prüfbericht	26
Anhang A (normativ) Berechnung der (des) zulässigen Toleranzzone (-bereichs) zur Bestimmung der Konformität mit einem Referenzmaterial	27
Literaturhinweise	28

Bilder

Bild 1 — Viskositätszelle	9
-------------------------------------	---

Tabellen

Tabelle 1 — Bestimmbarkeits- und Stabilitätseinstellungen	14
Tabelle 2 — Wiederholbarkeit (95 %)	18
Tabelle 3 — Vergleichbarkeit (95 %)	19
Tabelle 4 — Vorgeschlagene relative Bias-Korrektur zur manuellen kinematischen Viskosität nach ASTM D445	23
Tabelle 5 — Ringversuch	24

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23581:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 16896:2016 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 23581:2023 wurde von CEN als prEN ISO 23581:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „*Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources*“ in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 19 „*Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung*“, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Teile dieses Dokuments wurden mit Genehmigung von ASTM D7042-21a, Copyright ASTM International, nachgedruckt. Ein Exemplar der vollständigen Norm kann unter www.astm.org erhalten werden.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 23581:2020), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Grundöle, Fertigöle, Düsentreibstoffe und Rückstandsheizöle wurden in den Anwendungsbereich eingefügt;
- die Beschreibung des Prüfgeräts, die Verfahren zur Probenhandhabung und die Bestimmbarkeitskriterien wurden aktualisiert, um dem neuen Anwendungsbereich Rechnung zu tragen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Diese Dokument legt ein Verfahren fest, in dem die kinematischen Viskosität (ν) von sowohl durchsichtigen als auch undurchsichtigen flüssigen Mineralölerzeugnissen und Mineralölen unter Verwendung eines Viskosimeters nach dem Stabinger-Prinzip bestimmt wird, die kinematische Viskosität wird dabei durch Berechnung aus der dynamischen Viskosität (η) und der Dichte (ρ) ermittelt.

Das unter Anwendung des in diesem Dokument beschriebenen Verfahrens erzielte Ergebnis ist vom Fließverhalten der Probe abhängig. Dieses Dokument ist hauptsächlich auf Flüssigkeiten anwendbar, deren Schubspannung und Schergeschwindigkeit proportional sind (Newtonsches Fließverhalten). Ändert sich die Viskosität signifikant mit der Schergeschwindigkeit, ist der Vergleich mit anderen Messverfahren nicht möglich mit Ausnahme bei ähnlichen Schergeschwindigkeiten.

Die Präzision wurde nur für die in Abschnitt 13 beschriebenen Materialien, Dichtebereiche und Temperaturen bestimmt. Das Prüfverfahren darf auf einen breiteren Bereich von Viskosität, Dichte, Temperatur und Materialien angewendet werden. Die Präzision und die systematischen Fehler sind möglicherweise nicht auf Materialien anwendbar, die nicht in Abschnitt 13 aufgeführt sind.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung dieses Dokuments geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und die Geltung weiterer diesbezüglicher Auflagen zu prüfen.

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).

ISO 3104, *Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity*

ISO 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

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

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ASTM D2270, *Standard Practice for Calculating Viscosity Index from Kinematic Viscosity at 40 °C and 100 °C*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

dynamische Viskosität

η

Verhältnis der aufgetragenen Schubspannung zur resultierenden Schergeschwindigkeit einer Flüssigkeit

3.2

kinematische Viskosität

ν

Verhältnis der *dynamischen Viskosität* (3.1) zur *Dichte* (3.3) einer Flüssigkeit bei gleicher Temperatur und gleichem Druck

Anmerkung 1 zum Begriff: Die kinematische Viskosität ist ein Maß für den Fließwiderstand einer Flüssigkeit unter Einwirkung der Schwerkraft.

3.3

Dichte

ρ

Masse eines Stoffes geteilt durch sein Volumen bei einer gegebenen Temperatur

3.4

Bestimmbarkeit

d

quantitatives Maß der Schwankung, die bei einem einzelnen Bearbeiter in einem festgelegten Labor auftritt, wobei unter Verwendung derselben Prüfeinrichtung aufeinanderfolgende festgelegte Werte für eine Reihe von Arbeitsgängen erreicht werden und ein einziges Ergebnis erzielt wird, das als die Differenz zwischen zwei dieser einzelnen bestimmten Werte definiert wird

3.5

Probekörper

Anteil oder Volumen der aus der Laborprobe erhaltenen Probe, die den Messzellen zugeführt wird

4 Kurzbeschreibung

Ein Probekörper wird bei einer bekannten und kontrollierten Temperatur in die Messzellen eingebracht. Die Messzellen bestehen aus einem Paar konzentrisch rotierender Zylinder und einem oszillierenden U-Rohr. Die Bestimmung der dynamischen Viskosität erfolgt anhand der im Gleichgewicht erreichten Drehgeschwindigkeit des inneren Zylinders, die sich unter Einwirkung der Schubspannung des Probekörpers und einer Wirbelstrombremse einstellt, in Verbindung mit den Einstelldaten. Die Dichte wird anhand der Oszillationsfrequenz des U-Rohrs in Verbindung mit den Einstelldaten bestimmt. Die kinematische Viskosität wird als Quotient aus der dynamischen Viskosität und der Dichte berechnet.

5 Reagenzien und Hilfsmittel

5.1 Lösemittel zur Reinigung, welches das Entfernen der Probe aus der Messzelle nach der Messung ermöglicht und vollständig mit sämtlichen Bestandteilen der Probe mischbar ist. Als Reinigungsmittel haben sich handelsübliches flüchtiges Leichtbenzin oder Waschbenzin von technischer Qualität oder besser als geeignet erwiesen.

5.2 Lösemittel zur Trocknung, leichtflüchtig und mit dem Reinigungsmittel mischbar, muss vor Gebrauch filtriert werden und von angemessener Reinheit sein, um keine Rückstände im Prüfgerät zu hinterlassen. In Abhängigkeit von der Probe sind *n*-Hexan, *n*-Heptan oder konzentriertes Ethanol ($\geq 96\%$) geeignet.

ANMERKUNG 1 Ein separates Lösemittel zur Trocknung ist nicht erforderlich, wenn das Reinigungsmittel auch den Anforderungen an das Lösemittel zur Trocknung entspricht.

ANMERKUNG 2 Bei der Messung von Rückstandsheizöl darf asphaltiertes Material durch Vorspülen mit einem aromatischen Lösemittel (z. B. Toluol oder Xylol) entfernt werden.

5.3 Druckluft, ölfrei und gefiltert, mit einem Taupunkt unter der niedrigsten Messzellentemperatur, bei der das Gerät getrocknet werden sollte.

Der Druck sollte auf 100 kPa begrenzt sein.

Die Verwendung von Inertgasen, z. B. technischem Stickstoff, ist auch möglich. Hierfür gelten ebenfalls die Anforderungen für Druckluft.

5.4 Zertifizierte Referenzflüssigkeiten für kinematische Viskosität und Dichte, identisch mit den Referenzstandards nach ISO 3104 bzw. ISO 12185.

5.5 Referenzthermometer und -messfühler zur Verifizierung der Temperaturkalibrierung.

Die Fehlergrenze des Referenzthermometers darf, einschließlich des Messfühlers, 0,01 °C nicht überschreiten. Die Auflösung muss mindestens 0,001 °C betragen.

Die Form des für die Kalibrierung verwendeten Messfühlers (erforderlichenfalls mit Adapter) muss der Geometrie der Viskositätszelle angepasst sein. Der Messfühler ersetzt das Messsystem (Rohr und Messrotor).

6 Prüfgerät

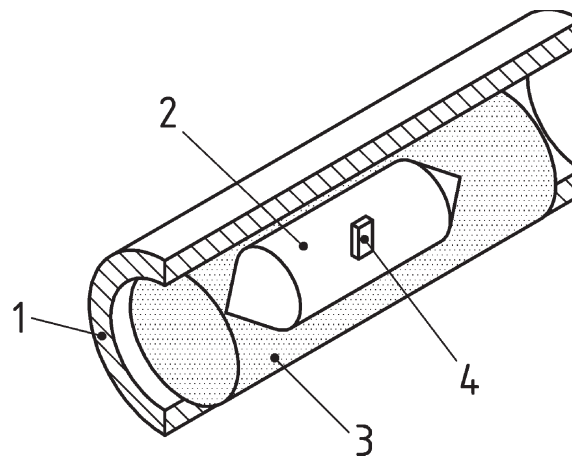
6.1 Allgemeines

Es sollten die übliche Laboreinrichtung und Glasgeräte verwendet werden.

6.2 Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip

6.2.1 Viskositätsmessung

Das Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip ist ein konzentrisch rotierendes Viskosimeter und umfasst einen äußeren Rotor und einen inneren Rotor (siehe Bild 1). Der kleine Ringspalt zwischen diesen Rotoren ist mit der Probe gefüllt. Der äußere Rotor wird mit konstanter Drehzahl angetrieben, wodurch der innere Rotor aufgrund der Viskosität der Probe in Drehbewegung versetzt wird. Der leichte innere Rotor wird aufgrund der Zentrifugalkräfte in der schwereren Probe zentriert. Das Drehzahlverhältnis im Gleichgewichtszustand ist abhängig von der antreibenden viskosen Schubkraft und der entgegenwirkenden magnetischen Induktionskraft (Wirbelstrom). Die dynamische Viskosität ist eine Funktion des Drehzahlverhältnisses im Gleichgewichtszustand und der Einstellkonstanten. Die kinematische Viskosität wird erhalten, indem die gemessene dynamische Viskosität durch die gemessene Dichte dividiert wird.



Legende

- | | |
|--------------------------------------|---------------|
| 1 äußerer Rotor (konstante Drehzahl) | 3 Probenfluid |
| 2 innerer Rotor (gemessene Drehzahl) | 4 Magnet |

Bild 1 — Viskositätszelle

6.2.2 Dichtemessung

Das Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip verfügt über eine integrierte Dichtemessung, beruhend auf dem Prinzip des oszillierenden U-Rohrs. Das mit der Probe gefüllte U-Rohr oszilliert und das Messgerät berechnet die Dichte anhand der gemessenen natürlichen Frequenz des gefüllten Rohrs unter Verwendung von Einstellfaktoren. Der viskositätsabhängige Fehler dieses Verfahrens wird unter Verwendung des gemessenen Viskositätswertes korrigiert.

6.2.3 Temperaturregler

Das Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip verfügt über einen integrierten Temperaturregler, der die Viskositäts- und Dichtemessung bei gleicher Temperatur hält.

Unter Verwendung von Peltier-Elementen wird ein hochleitfähiger Messzellenblock, der die Messzellen umgibt, auf die Zieltemperatur mit einer Stabilität von $\pm 0,005\text{ °C}$ über den gesamten Temperaturbereich an der Position der Viskositätszelle eingestellt.

Die Messunsicherheit der Temperaturkalibrierung ($k = 2$; 95 % Vertrauensniveau) muss im Bereich von 15 °C bis 100 °C innerhalb von $\pm 0,03\text{ °C}$ und außerhalb dieses Bereichs innerhalb von $\pm 0,05\text{ °C}$ liegen und muss von Dritten bestätigt werden, die die Anforderungen von ISO/IEC 17025 oder einer entsprechenden nationalen Norm erfüllen.

6.2.4 Spritzen

Handelsübliche Spritzen mit einer Luer-Spitze mit einem Volumen von mindestens 5 ml. Der Anwender muss eine vollständige chemische Verträglichkeit der Konstruktionsmaterialien der Spritze mit allen Proben- und Reinigungsflüssigkeiten sicherstellen, indem er die Herstellerunterlagen zu Rate zieht.

6.2.5 Durchfluss- oder Druckadapter

Alternativ zu einer Spritze darf ein Durchfluss- oder Druckadapter verwendet werden, um den Probekörper in die Messzellen einzubringen. Derartige Adapter üben entweder Druck oder Sog auf den Probekörper aus, deshalb muss darauf geachtet werden, dass sich keine Blasen bilden. Der Anwender muss eine vollständige chemische Verträglichkeit der Konstruktionsmaterialien des Durchfluss- oder Druckadapters mit allen Proben- und Reinigungsflüssigkeiten sicherstellen, indem er die Herstellerunterlagen zu Rate zieht.

6.2.6 Heißfülladapter

Ein Heißfülladapter hält die Probertemperatur während des manuellen Einführens des Probekörpers in die Messzellen aufrecht. Er darf dem Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip hinzugefügt werden, um das Fließen des Prüfkörpers zu verbessern und das Ausfällen von Wachskristallen während des Füllens und Reinigens der Messzellen zu verhindern.

6.2.7 Probenwechsler/Probenbearbeiter

Der Probenwechsler oder Probenbearbeiter muss so ausgelegt sein, dass die Unversehrtheit des Prüfkörpers vor und während der Analyse beibehalten wird; er muss in der Lage sein, einen repräsentativen aliquoten Anteil des Prüfkörpers in die Messzellen zu überführen. Es muss in der Lage sein, das in 7.2 beschriebene Verfahren für die Probenhandhabung zu imitieren. Der Probenwechsler oder Probenbearbeiter kann erforderlichenfalls über eine Heizvorrichtung verfügen.

6.2.8 Siebfilter

Wenn ein Sieb angewendet wird, muss es eine Sieböffnung von 75 µm haben, um Partikel aus der Probe zu entfernen.

6.2.9 Magnet

Wenn ein externer Magnet verwendet wird, muss der Magnet stark genug sein, um ferromagnetische Stoffe aus der Probe zu entfernen. Magnetische Rührstäbe dürfen angewendet werden.

6.2.10 Ultraschallbad, unbeheizt

Vor der Analyse darf ein Ultraschallbad zur Abführung und Beseitigung von Luft- oder Gasblasen angewendet werden. Das Bad sollte Maße aufweisen, die für die Aufnahme des (der) darin eingebrachten Behälter geeignet sind, und bei einer Betriebsfrequenz zwischen 25 kHz und 60 kHz und einer typischen Ausgangsleistung ≤ 100 W betrieben werden. Ultraschallbäder mit Betriebsfrequenzen und Ausgangsleistungen außerhalb dieses Bereichs dürfen angewendet werden, jedoch liegt es in der Verantwortung des Anwenders, über eine Datenvergleichsstudie zu bestätigen, dass die nach einer Probenvorbereitung mit und ohne derartige Bäder erhaltenen Ergebnisse die Prüfergebnisse nicht wesentlich beeinflussen.

7 Probenahme und Probenhandhabung

7.1 Probenahme

Die Probenahme muss entsprechend der Beschreibung nach ISO 3170 oder ISO 3171 erfolgen.

ANMERKUNG Nationale Vorschriften können gelten.

7.2 Probenhandhabung

7.2.1 Allgemeine Probenhandhabung

Für Proben wie zähflüssige Schmieröle, die wahrscheinlich Luft- oder Gasblasen enthalten, darf ein Ultraschallbad (6.2.10) ohne eingeschaltete Heizeinrichtung (falls damit ausgestattet) für typischerweise 1 min angewendet werden, um die Blasen abzuführen.

Der Probekörper muss wie folgt erhalten werden:

Die Laborprobe muss gemischt werden, wenn sie nicht homogen ist. Das Mischen sollte in einem geschlossenen, unter Druck stehenden Behälter oder bei Temperaturen unterhalb der Umgebungstemperatur erfolgen, um den Verlust von flüchtigen Stoffen zu vermeiden.

Der Probekörper darf mit einer geeigneten Spritze einer ordnungsgemäß gemischten Laborprobe entnommen werden. Alternativ darf die Probe mithilfe eines Durchfluss- oder Druckadapters, eines Probenwechslers oder eines Probenbearbeiters aus dem Mischgefäß direkt den Messzellen zugeführt werden, sofern ordnungsgemäße Anschlüsse und Verbindungsschläuche angewendet werden. Bei wachsartigen oder anderen Probekörpern mit hohem Pourpoint ist die Probe vor Entnahme auf die gewünschte Temperatur zu erwärmen, die ausreichend hoch für das Auflösen der Waskristalle sein muss.

Proben, die dazu neigen, Partikel zu enthalten, z. B. Altöl oder Rohöl, müssen vor der Messung durch ein 75-µm-Siebfilter geleitet werden. Wenn diese Partikel ferromagnetischer Natur sind, sollte stattdessen ein Magnet (6.2.9) angewendet werden.

7.2.2 Konditionierung von Rückstandsheizölen

7.2.2.1 Die erforderliche Anzahl von Einwegspritzen oder Probengefäßen für die Analyse der Charge wird in ein Probenvorwärmgerät (z. B. Ofen, Heizblock oder Bad) mit einer Temperatur zwischen 60 °C und 65 °C eingebracht. Beim manuellen Füllen der Messzellen muss das Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip mit einem Hülladapter ausgestattet sein, und die Injektionsadapter müssen zusammen mit den Spritzen vorgewärmt werden.

7.2.2.2 Die Probe wird 1 h in ihrem dicht verschlossenen Originalbehälter im Probenvorwärmgerät bei einer Temperatur zwischen 60 °C und 65 °C erwärmt. Nach dem Erwärmen muss die Probe ausreichend flüssig sein, dass sie leicht geschüttelt und gerührt werden kann.

7.2.2.3 Die Probe wird gründlich mit einem geeigneten Stab, der bis zum Boden des Behälters reicht, gerührt. Es wird so lange weitergerührt, bis die Probe vollständig homogen ist und kein Schlamm oder Wachs mehr am Stab hängen bleibt.

7.2.2.4 Der Behälter wird wieder fest verschlossen und 1 min bis zur völligen Durchmischung kräftig geschüttelt.

7.2.2.5 Bei sehr wachshaltigen Proben oder Ölen mit hoher kinematischer Viskosität kann es notwendig sein, die Erwärmungstemperatur auf über 60 °C zu erhöhen, um eine richtige Durchmischung zu erreichen. Die Probe sollte nach dem Erhitzen hinreichend flüssig sein, um Rühren und Schütteln zu erleichtern.

7.2.2.6 Unmittelbar danach wird genügend Probe in einen Glaskolben gegossen, dass das Probenahmesystem des Geräts gefüllt ist, und der Kolben wird lose mit einem Stopfen verschlossen.

7.2.2.7 Der Kolben wird in ein beheiztes Flüssigkeitsbad oder eine andere Einrichtung getaucht, die die Probe 30 min zwischen 100 °C und 105 °C hält.

ANMERKUNG Vorsicht ist geboten, da undurchsichtige Flüssigkeiten mit einem hohen Wassergehalt beim Erhitzen auf hohe Temperaturen möglicherweise heftig überkochen. Beim Umgang mit heißen Materialien sollte eine geeignete persönliche Schutzausrüstung getragen werden.

7.2.2.8 Der Kolben wird dem Bad (oder der sonstigen Einrichtung) entnommen, fest mit einem Stopfen verschlossen und 1 min geschüttelt.

7.2.2.9 Wird die Probe manuell in das Viskosimeter eingebracht, wird die Probe mithilfe eines vorgewärmten Injektionsadapters in eine vorgewärmte Spritze gefüllt und sofort gemessen.

7.2.2.10 Wenn ein beheizter Probenwechsler angewendet wird, wird die Temperatur des Probengefäßbehälters zwischen 60 °C und 80 °C gehalten. Jede Probe wird in ein vorgewärmtes Probengefäß gefüllt und die Probengefäße in den Probengefäßbehälter eingeführt. Es wird 10 min bis 15 min gewartet, bevor mit der Messung begonnen wird.

7.2.2.11 Wenn ein beheizter Probenbearbeiter angewendet wird, wird das vorgewärmte Probengefäß oder die Spritze (in Abhängigkeit vom Modell) mit der ersten zu prüfenden Probe in der Charge gefüllt und das

Probengefäß oder die Spritze in den Probenbearbeiter gestellt, der zwischen 60 °C und 80 °C gehalten wird. Die Temperatur des Probenvorwärmgeräts wird auf 60 °C bis 80 °C eingestellt und die anderen Behälter werden eingebracht.

7.2.2.12 Die Analyse der Proben muss innerhalb 1 h nach Abschluss von 7.2.2.8 abgeschlossen sein.

8 Kalibrierung und Verifizierung

8.1 Allgemeines

Die Kalibrierung ist regelmäßig unter Verwendung zertifizierter Referenzflüssigkeiten (5.4) zu verifizieren.

Aufgrund des Messbereichs für die Viskosität und die Temperatur kann mehr als eine Kalibrierflüssigkeit erforderlich sein. Wenn eine Referenzflüssigkeit keinen Referenzwert angibt oder wenn der gegebene Referenzwert nicht ausreichend genau für einen der beiden Parameter (Viskosität oder Dichte) ist, z. B. ein Dichtestandard ohne Viskositätswerte, muss der betreffende Parameter mit einer anderen geeigneten Referenzflüssigkeit verifiziert werden.

Die Kalibrierung der Temperaturmessung ist regelmäßig unter Verwendung eines Referenzthermometers (5.5) zu verifizieren.

Als Intervall werden eine monatliche Verifizierung der Kalibrierung von Viskosität und Dichte und eine jährliche Verifizierung der Kalibrierung der Temperaturregelung empfohlen.

8.2 Prüfgerät

Es wird sichergestellt, dass das Gerät dicht ist und die Messzellen vor der Durchführung der Verifizierung der Kalibrierung gereinigt und getrocknet wurden.

Die Verifizierung der Kalibrierung (Überprüfungsmessung der Kalibrierung) sollte entsprechend den Anweisungen des Messgeräteherstellers erfolgen.

Nach Anhang A wird eine zulässige Nachweisgrenze berechnet. Wenn die gemessene Viskosität oder Dichte trotz des ordnungsgemäßen Zustands des Messgeräts in 19 von 20 Fällen nicht innerhalb der zulässigen Nachweisgrenze liegt, müssen die Viskositäts- oder Dichtezelle oder beides entsprechend den Anweisungen des Messgeräteherstellers angepasst werden. Nach dem Anpassen wird zur Überprüfung eine Messung zur Überprüfung der Kalibrierungsprüfung durchgeführt.

ANMERKUNG Messwerte von Viskosität und Dichte, die nicht innerhalb der angegebenen Grenzen mit den zertifizierten Werten übereinstimmen, sind in der Regel auf Ablagerungen in den Messzellen zurückzuführen, die nicht durch ein routinemäßiges Spülverfahren entfernt werden. Gründlichere Reinigungsverfahren sind in 10.2.8 und in den Anweisungen des Messgeräteherstellers beschrieben.

Wenn die gemessene Temperatur nicht mit dem zertifizierten Wert in akzeptabler Abweichung übereinstimmt, d. h. $\pm 0,03$ °C über den Bereich von 15 °C bis 100 °C, $\pm 0,05$ °C außerhalb dieses Bereichs, dann muss die Temperaturmessung entsprechend den Anweisungen des Messgeräteherstellers angepasst werden.

9 Vorbereitung des Prüfgeräts

Vor dem Einfüllen der Probe wird sichergestellt, dass die Messzellen sauber und trocken sind. Der angezeigte Dichtewert der Luft kann als Indikation dienen.

Die gewünschte Messtemperatur wird eingestellt. Das Viskosimeter nach dem Stabinger-Prinzip stellt automatisch die Temperaturregelung und das Temperaturgleichgewicht der Probe sicher.

Wenn die Prüftemperatur unter dem Taupunkt der Umgebungsluft liegt, ist ein geeignetes Lufttrocknungsgerät an den Luftpumpeneinlass des Messgeräts anzuschließen. Bei Einsatz von externer Druckluft oder Inertgasen

ist sicherzustellen, dass der Taupunkt unterhalb der niedrigsten Prüftemperatur, die erwartet werden kann, liegt.

Die Bestimmbarkeits- und Stabilitätskriterien werden entsprechend den in Tabelle 1 angegebenen Werten eingestellt.

ANMERKUNG RDV, RDD, Temperaturstabilität, Viskositätsstabilität, Dichtestabilität und Zeiteinstellungen könnten unter dem Begriff „Genauigkeitsklasse“ zusammengefasst werden. Einzelheiten siehe Anweisungen des Messgeräteherstellers.

- Entwurf -

Tabelle 1 — Bestimmbarkeits- und Stabilitätseinstellungen

	RDV (Bestimmbarkeit, dynamische Viskosität)	RDD Bestimmbarkeit, Dichte)	Temperatur- stabilität	Viskositäts- stabilität	Dichtestabilität	Zeit ^b	Wieder- holungen	Gleichgewichts- einstellungszeit
Für ALLE Materialien bei ALLEN Temperaturen, sofern nicht nachstehend ausdrücklich aufgeführt ^a	0,10 % 0,001 X	0,000 2 g/cm ³	±0,005 °C	±0,07 %	0,000 03 g/cm ³	60 s	3	0 s
Rückstandsheizöle bei 50 °C und 100 °C ^a	0,35 % 0,0035 X	0,000 3 g/cm ³	±0,010 °C	±0,10 %	0,000 05 g/cm ³	40 s	3	30 s
Düsentreibstoffe bei -20 °C und -40 °C, Scan-Verfahren ^a	0,001 188 9 X	0,000 113 g/cm ³	±0,005 °C	±0,07 %	0,000 1 g/cm ³	60 s	0	0 s
X: abschließende Bestimmung.								
^a Aus ASTM D7042-21a [10] nachgedruckt.								
^b Mindestzeit, in der Temperatur, Viskosität und Dichte innerhalb der festgelegten Stabilitätskriterien liegen müssen.								