

DIN EN ISO 3104



ICS 75.080

Einsprüche bis 2022-12-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3104:2021-01

Entwurf

**Mineralölerzeugnisse –
Durchsichtige und undurchsichtige Flüssigkeiten –
Bestimmung der kinematischen Viskosität und Berechnung der
dynamischen Viskosität (ISO/DIS 3104:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3104:2022**

Petroleum products –
Transparent and opaque liquids –
Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity
(ISO/DIS 3104:2022);
German and English version prEN ISO 3104:2022

Produits pétroliers –
Liquides opaques et transparents –
Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique
(ISO/DIS 3104:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3104:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-10-14 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, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 oder 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 68 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3104:2022) 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 nationale 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 91-1*	siehe	DIN ISO 91-1
ISO 3675	siehe	DIN EN ISO 3675
ISO 3696:1987	siehe	DIN ISO 3696:1991-06
ISO 4259-4	siehe	DIN EN ISO 4259-4
ISO 12185	siehe	DIN EN ISO 12185
ISO 17034	siehe	DIN EN ISO 17034
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 ISO 3104:2021-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Präzisionsdaten aktualisiert auf alle Kraftstoffe, die aktuell am Markt sind;
- Biodiesel(FAME)-Mischungen und paraffinischen Dieselkraftstoff in den Anwendungsbereich aufgenommen;
- Prozessbeschreibung und Erlaubnis automatischer Methoden eingefügt.

* Die zitierte ISO 91-1 wurde zurückgezogen. Die aktuelle Ausgabe ist die ISO 91 (deutsches Dokument: DIN ISO 91).

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3675, *Rohöl und flüssige Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Dichte im Labor — Aräometer-Verfahren*

DIN EN ISO 4259-4, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 4: Verwendung von Kontrollkarten zur Validierung des Status der statistischen Kontrolle bei der Durchführung von genormten Prüfverfahren in einem einzelnen Labor*

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

DIN EN ISO 17034, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Referenzmaterialherstellern*

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

DIN ISO 91-1, *Mineralölmesstafeln — Auf Bezugstemperaturen von 15 °C und 60 °F basierende Tafeln*

DIN ISO 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 3104:2022-11

– Leerseite –

**Mineralölerzeugnisse – Durchsichtige und undurchsichtige Flüssigkeiten –
Bestimmung der kinematischen Viskosität und Berechnung der dynamischen
Viskosität (ISO/DIS 3104:2022)**

Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity (ISO/DIS 3104:2022)

Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique (ISO/DIS 3104:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Chemikalien und Hilfsmittel	8
6 Bauart der und Anforderungen an die Prüfgeräte	9
7 Verifizierung	13
7.1 Viskosimeter	13
7.2 Flüssigkeitsthermometer	13
7.3 Digitales Kontaktthermometer	13
7.4 Zeitmessgerät	13
8 Nachkalibrierung	14
9 Qualitätskontrolle	14
10 Probenvorbereitung	14
10.1 Probenkonditionierung vor der Analyse	14
10.2 Sichtprüfung und Filtrieren	14
11 Verfahren A — Manuelle Geräte (Schiedsprüfverfahren)	15
12 Verfahren B — Automatisierte Geräte	17
13 Reinigung des Viskosimeterrohrs	18
14 Berechnung	18
14.1 Verfahren A — Manuelle Viskosimeter	18
14.2 Verfahren B — Automatisierte Viskosimeter	19
15 Angabe der Ergebnisse	20
16 Präzision von Verfahren A	20
16.1 Bestimmbarkeit, d	20
16.2 Wiederholbarkeit, r	20
16.3 Vergleichbarkeit, R	20
17 Präzision von Verfahren B	22
17.1 Bestimmbarkeit, d	22
17.2 Wiederholbarkeit, r	22
17.3 Vergleichbarkeit, R	22
18 Prüfbericht	23
Anhang A (normativ) Viskosimeter-Typen, Kalibrierung und Verifizierung	24
Anhang B (normativ) Thermometer für die Prüfung der kinematischen Viskosität	25
B.1 Bauart und Beschreibung der Thermometer	25
B.2 Kalibrierung und Verifizierung der Thermometer	27
B.2.1 Bericht zur Temperaturkalibrierung	27
B.2.2 Überprüfungen des Eispunkts	27
B.2.3 Überprüfungen des Flüssigkeitsthermometers	27
B.2.4 Aufzeichnungen zur Kalibrierung	27
B.2.5 Verfahren zur Eispunkt-Überprüfung von Flüssigkeitsthermometern	27
Anhang C (normativ) Konditionierung der Proben vor der manuellen oder automatisierten Analyse	29
Anhang D (normativ) Berechnung der (des) zulässigen Toleranzzone (-bereichs) zur Bestimmung der Konformität mit einem zertifizierten Referenzmaterial (CRM)	31
Literaturhinweise	32

Bilder

Bild B.1 — Thermometerbauarten	25
--	----

Tabellen

Tabelle 1 — Anforderungen an ein DCT	11
Tabelle 2 — Probenarten und Verfahren der Konditionierung	14
Tabelle 3 — Präzisionsabschätzungen von Verfahren A	21
Tabelle 4 — Präzisionsabschätzungen, Verfahren B	22
Tabelle A.1 — Viskosimeter-Typen	24
Tabelle B.1 — Allgemeine Daten für Thermometer	25
Tabelle B.2 — Beispiele für die Anforderungen erfüllende Thermometer	26

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3104:2022) 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 ISO 3104:2020 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 3104:2022 wurde von CEN als prEN ISO 3104:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

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-Direktiven, 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-Direktiven, 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* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 3104:1994), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- die Präzisionsdaten wurden an alle derzeitig am Markt befindlichen Kraftstoffe angepasst;
- Biodiesel(FAME)-Mischungen und paraffinische Dieselmotorkraftstoffe wurden in den Anwendungsbereich aufgenommen;
- die Beschreibung des Verfahrens und die Berücksichtigung von automatisierten Techniken wurden aufgenommen.

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.

Einleitung

Viele Mineralölerzeugnisse und einige Stoffe auf anderer Basis werden als Schmierstoffe verwendet, und die richtige Betriebsweise von Geräten hängt von der geeigneten Viskosität der benutzten Flüssigkeit ab. Zusätzlich ist die Viskosität vieler Brennstoffe auf Mineralölbasis wichtig, um die optimalen Lagerungs-, Handhabungs- und Betriebsbedingungen abzuschätzen. Daher ist die genaue Messung der Viskosität wesentlich für viele Erzeugnisspezifikationen.

Dieses Dokument beschreibt zwei Prüfverfahren: Verfahren A: manuell und Verfahren B: automatisiert. Verfahren A ist das Schiedsprüfverfahren (oder Referenzprüfverfahren), um Zweifel auszuschließen oder Auseinandersetzungen zu vermeiden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren A mit manuellen Glas-Viskosimetern und Verfahren B mit Glas-Kapillarviskosimetern in einer automatisierten Apparatur zur Bestimmung der kinematischen Viskosität ν von flüssigen, sowohl durchsichtigen als auch undurchsichtigen, Mineralölerzeugnissen durch Messung der Durchflusszeit eines Flüssigkeitsvolumens unter dem Einfluss der Schwerkraft durch ein kalibriertes Glas-Kapillarviskosimeter fest. Die dynamische Viskosität η wird erhalten, indem die gemessene kinematische Viskosität mit der Dichte ρ der Flüssigkeit multipliziert wird. Die mit diesem Prüfverfahren abgedeckten kinematischen Viskositäten liegen im Bereich von $0,2 \text{ mm}^2/\text{s}$ bis $300\,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ über den Temperaturbereich -20°C bis $+150^\circ\text{C}$.

ANMERKUNG Das mit diesem Dokument erhaltene Ergebnis hängt vom Verhalten der Probe ab; die Norm ist für Flüssigkeiten vorgesehen, für die in erster Linie Schubspannung und Schergeschwindigkeit proportional sind (Newtonsches Fließverhalten). Wenn sich jedoch die Viskosität signifikant mit der Schergeschwindigkeit ändert, können unterschiedliche Ergebnisse mit Viskosimetern unterschiedlichen Kapillardurchmessers erhalten werden. Das Verfahren und Präzisionswerte für Rückstandsheizöle, die unter gewissen Bedingungen nicht-newtonsches Verhalten zeigen, wurden ebenfalls aufgenommen.

WARNUNG — Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme, soweit vorhanden, 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 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 3105, *Glass capillary kinematic viscometers — Specifications and operating instructions*

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ASTM E1137, *Standard Specification for Industrial Platinum Resistance Thermometers*

ASTM E2877, *Standard Guide for Digital Contact Thermometers*

ISO 4259-4, *Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results — Part 4: Use of statistical control charts to validate 'in-statistical-control' status for the execution of a standard test method in a single laboratory*

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 <http://www.electropedia.org/>

3.1

kinematische Viskosität

ν

Fließwiderstand einer Flüssigkeit unter Einwirkung der Schwerkraft

Anmerkung 1 zum Begriff: Für das Fließen unter dem Einfluss der Schwerkraft bei gegebener Druckhöhe einer Flüssigkeit ist der Wirkdruck proportional zur Dichte ρ der Flüssigkeit. Für jedes Viskosimeter ist die Durchflusszeit eines definierten Flüssigkeitsvolumens direkt proportional zu seiner kinematischen Viskosität ν :

$$\nu = \eta / \rho$$

wobei η der dynamische Viskositätskoeffizient ist.

3.2

dynamische Viskosität

Koeffizient der dynamischen Viskosität

Viskosität

η

Verhältnis von angelegter Schubspannung zur Schergeschwindigkeit einer Flüssigkeit

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie ist ein Maß für den Fließwiderstand oder die Verformbarkeit einer Flüssigkeit.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Ausdruck dynamische Viskosität wird auch in einem anderen Zusammenhang verwendet; er bezeichnet dann eine frequenzabhängige Größe, in welcher Schubspannung und Schergeschwindigkeit eine sinusartige Zeitabhängigkeit haben.

3.3

Dichte

ρ

Masse eines Stoffes geteilt durch sein Volumen bei einer gegebenen Temperatur

4 Kurzbeschreibung

Für ein definiertes Flüssigkeitsvolumen wird unter dem Einfluss der Schwerkraft die Durchflusszeit durch die Glaskapillare eines kalibrierten Viskosimeters gemessen, und zwar unter reproduzierbarem Druckgefälle und bei bekannter und genau geregelter Temperatur. Die kinematische Viskosität ist das Produkt der gemessenen Durchflusszeit und der Kalibrierkonstante des Viskosimeters.

5 Chemikalien und Hilfsmittel

5.1 Reinigungslösung, stark oxidierende Reinigungslösung oder basische Reinigungslösungen können verwendet werden.

Basische Reinigungslösungen mit einem pH-Wert von mehr als 10 werden nicht empfohlen, da sie erwiesenermaßen die Viskosimeter-Kalibrierung verändern. Wenn diese verwendet werden, dann sollte die Viskosimeter-Kalibrierung überprüft werden, um sicherzustellen, dass keine Veränderung vorliegt.

5.2 Probenlösemittel, das unbegrenzt mischbar mit einer Vorwaschlösung mit einem aromatischen Lösemittel, wie z. B. Toluol oder Heptan, ist, ist möglicherweise notwendig, um asphaltenische Stoffe zu entfernen. Wenn Kapillaren im Bad gereinigt werden, muss der Siedepunkt der Reinigungslösung höher sein als die Badtemperatur.

5.3 Trocknungslösemittel, geeignet und leichtflüchtig bei der angewendeten Temperatur. Vor Gebrauch filtrieren. Wenn Feuchtigkeit zurückbleibt, wird ein mit Wasser (5.4) mischbares Trocknungslösemittel verwendet.

ANMERKUNG Wenn Kapillaren im Bad gereinigt werden und die Badtemperatur mehr als 50 °C beträgt, ist Aceton nicht geeignet.

5.4 Wasser, deionisiert oder destilliert, entsprechend Qualität 3 nach ISO 3696:1987. Vor Gebrauch filtrieren.

5.5 Zertifizierte Referenzmaterialien für die Viskosität, (CRM, en: certified viscosity reference standards), deren Daten von einem akkreditierten Kalibrierlabor bereitgestellt werden — rückführbar auf den international vereinbarten Wert von destilliertem Wasser ($1,003\,4\text{ mm}^2/\text{s}$ bei 20 °C, wie in ISO/TR 3666 festgelegt) und kalibriert nach einem genormten Verfahren für die Grundkalibrierung von Referenzviskosimetern und Viskositätsölen, wie zum Beispiel in ASTM D2162 [8]. ISO 17034 legt die Anforderungen an CRM-Hersteller fest.

6 Bauart der und Anforderungen an die Prüfgeräte

6.1 Trockenröhrchen, bestehend aus einem Feuchtigkeit absorbierenden Trocknungssystem, entweder bestehend aus außenseitig angebrachten Trockenröhrchen oder einem integrierten Absorber-Trocknungssystem, das dazu ausgelegt ist, Umgebungsfeuchte aus dem Kapillarröhrchen zu entfernen. Es wird sichergestellt, dass die Trockenröhrchen lose gepackt sind und das Trocknungsmittel nicht mit Wasser gesättigt ist.

6.2 Probenfilter, Mikrometer-Siebfilter oder Fritten-(Sinter-)Glasfilter, Porengröße nicht mehr als 75 µm.

6.3 Chemikalienfilter, Mikrometer-Siebfilter oder Fritten-(Sinter-)Glasfilter, nicht mehr als 11 µm.

6.4 Ultraschallbad, unbeheizt, mit einer Betriebsfrequenz zwischen 25 kHz und 60 kHz und einer typischen Ausgangsleistung $\leq 100\text{ W}$, mit Abmessungen, die für die Aufnahme eines oder mehrerer Behälter im Bad geeignet sind; dient zur wirksamen Abführung und Beseitigung von Luft- oder Gasblasen, die in viskosen Probearten vor der Analyse enthalten sein können. Der Einsatz von Ultraschallbädern mit Betriebsfrequenzen und Ausgangsleistungen außerhalb dieses Bereichs ist zulässig, jedoch liegt es in der Verantwortung des Labors, eine Datenvergleichsstudie durchzuführen, um zu bestätigen, dass die mit und ohne Verwendung derartiger Ultraschallbäder erhaltenen Ergebnisse die Prüfergebnisse nicht wesentlich beeinflussen.

6.5 Manuelle Prüfgeräte

6.5.1 Glas-Kapillarviskosimeter, kalibriert nach ISO 3105.

Für das Viskosimeter muss ein von einem akkreditierten Labor, das ISO/IEC 17025 entspricht, ausgestellter Kalibrierschein vorliegen. Die Kalibrierkonstante sollte vor dem ersten Einsatz der Kapillare überprüft und nur bei Bedarf geändert werden.

Die Kalibrierkonstante, C , ist abhängig von der Fallbeschleunigung am Kalibrierort. Die Schwankung von g über die Erdoberfläche beträgt für den Längengrad etwa 0,5 %, zuzüglich etwa 0,003 % je 100 m Höhe. Wenn die Fallbeschleunigung am Ort des Prüflabors mehr als 0,1 % vom Wert des Kalibrierlabors abweicht, wird auf die Kalibrierkonstante des Viskosimeters eine Schwerkraftkorrektur wie in Gleichung (1) angewendet.

$$C_2 = (g_2/g_1) C \quad (1)$$

wobei die Indizes 1 und 2 für das Kalibrierlabor bzw. das Prüflabor stehen.

ANMERKUNG Die Berechnung der Werte der Fallbeschleunigung kann www.NPL.co.uk entnommen werden.

WICHTIG — Viskosimeter, die für Silikonflüssigkeiten, Fluorkohlenwasserstoffe und andere Flüssigkeiten verwendet werden, die mit Reinigungsmitteln schwer zu entfernen sind, dürfen ausschließlich für diese Flüssigkeiten verwendet werden, außer während der Kalibrierung. Die Kalibrierung dieser Viskosimeter wird in kurzen Abständen geprüft. Das Waschlösemittel aus diesen Viskosimetern darf nicht

zur Reinigung anderer Viskosimeter verwendet werden. Wird das Viskosimeter mit dem in 5.1 angegebenen Mittel gereinigt, muss der Anwender die Kalibrierung vor der weiteren Anwendung überprüfen.

6.5.2 Viskosimeterhalter oder Einspannvorrichtung im temperaturgeregelten Bad, der bzw. die es ermöglicht, das Glasviskosimeter so aufzuhängen, dass sich der obere Meniskus direkt über dem unteren Meniskus befindet, und zwar lotrecht bis auf 1° in allen Richtungen.

Viskosimeter, deren oberer Meniskus sich nicht direkt über dem unteren Meniskus befindet, sind lotrecht mit einer Abweichung von höchstens 0,3° in allen Richtungen aufzuhängen (siehe ISO 3105).

Zur Bestätigung der lotrechten Ausrichtung darf eine Lotschnur benutzt werden, jedoch ist dies bei rechteckigen Bädern mit undurchsichtigen Stirnseiten eventuell nicht möglich.

6.5.3 Temperaturgeregeltes Bad, das eine durchsichtige Flüssigkeit genügender Tiefe enthält, so dass während der Messung kein Teil der Probe im Viskosimeter jemals weniger als 20 mm unter der Oberfläche der Badflüssigkeit oder weniger als 20 mm über dem Boden des Bades ist.

Die Temperaturregelung der Badflüssigkeit muss so eingestellt sein, dass für jede Durchflusszeitmessreihe im Bereich von 15 °C bis 100 °C die Temperatur der Badflüssigkeit nicht mehr als $\pm 0,02$ °C von der gewählten Temperatur abweicht; dies gilt über die gesamte Länge des Viskosimeters und/oder zwischen den einzelnen Viskosimeterpositionen und/oder an der Position des Temperaturmessgerätes, d. h. die Temperatur muss an der Kapillare und der Position des Temperaturmessgerätes innerhalb eines maximalen Unterschieds von 0,04 °C konstant sein. Bei Temperaturen außerhalb dieses Bereichs darf die Abweichung von der Solltemperatur $\pm 0,05$ °C nicht überschreiten.

Das Viskosimeterbad wird unter Berücksichtigung der Bedingungen in Anhang B und der auf den Kalibrierscheinen für das Temperaturmessgerät angegebenen Korrekturen auf die erforderliche Prüftemperatur innerhalb der in 6.5.3 angegebenen Grenzen eingestellt und bei dieser Temperatur gehalten. Die Temperatur des Bades wird mit Hilfe der vom Temperaturmessgerät angezeigten Werte unter Anwendung der Korrekturen des Kalibrierscheins auf der Prüftemperatur gehalten.

Das Temperaturmessgerät muss aufrecht gehalten und bei den Eintauchbedingungen verwendet werden, die auch bei der Kalibrierung vorlagen.

6.5.4 Temperaturmessgerät, für den Bereich von 0 °C bis 100 °C, entweder:

- a) ein kalibriertes Flüssigkeitsthermometer, wie in Anhang B aufgeführt, mit einer Kalibrier- und Messfähigkeit (CMC, en: calibration and measurement capability) nach Korrektur von $\pm 0,04$ °C oder besser oder
- b) ein in Tabelle 1 beschriebenes digitales Kontaktthermometer (DCT, en: digital contact thermometer) für diese Temperatur mit gleicher oder besserer CMC.

ANMERKUNG Ein DCT wird aufgrund der geringeren Messunsicherheit bevorzugt.

6.5.4.1 Die Kalibrierdaten sollten auf ein Kalibrier- oder Messnormal rückführbar sein und die erforderliche Messunsicherheit einhalten. Der Kalibrierschein muss Daten zur Reihe der Temperaturmessstellen enthalten, die für den vorgesehenen Verwendungszweck geeignet sind. Werden in diesem Bereich zwei Temperaturmessgeräte in demselben Bad verwendet, müssen sie auf 0,04 °C übereinstimmen.

Bei Gebrauch von kalibrierten Flüssigkeitsthermometern wird empfohlen, zwei Thermometer zu verwenden.

Außerhalb des Bereichs von 0 °C bis 100 °C muss ein kalibriertes Flüssigkeitsthermometer mit einer CMC von $\pm 0,1$ °C oder besser verwendet werden, und bei zwei Temperaturmessgeräten in demselben Bad darf die Abweichung höchstens $\pm 0,1$ °C betragen.

Bei Gebrauch von Flüssigkeitsthermometern wird eine Vergrößerungsvorrichtung angewendet, um das Thermometer auf eine 1/5-Angabe abzulesen (z. B. 0,01 °C oder 0,02 °C), um sicherzustellen, dass die erforderliche

Prüftemperatur und die Temperaturregelfähigkeiten eingehalten werden. Es wird empfohlen, die Thermometerwerte (sowie im Kalibrierschein für die Thermometer angegebene Korrekturen) regelmäßig aufzuzeichnen, um die Übereinstimmung mit den Anforderungen an das Prüfverfahren nachzuweisen.

6.5.4.2 Ein DCT, das den Anforderungen in Tabelle 1 entspricht, muss verwendet werden und ist abhängig vom verwendeten Temperaturbereich.

ANMERKUNG Die resultierende Kalibrierunsicherheit kann von der Eintauchtiefe abhängig sein.

6.5.4.3 Die Messspitze des DCT ist über nicht weniger als die im Kalibrierschein angegebene Eintauchtiefe einzutauchen.

ANMERKUNG Für die Eintauchtiefe der DCT-Messspitze ist in ASTM E644-11, Abschnitt 7 [10] ein Verfahren zur Bestimmung der Mindesttiefe angegeben. Für Eisbäder enthält ASTM E563 [9] Hinweise zu deren Vorbereitung; eine Abweichung von den spezifischen Schritten ist jedoch zulässig, sofern die Vorbereitung konsistent erfolgt, da sie zur Rückverfolgung von Kalibrieränderungen verwendet wird.

6.5.4.4 Die Drift der Kalibrierung der DCT-Messspitze sollte während des Gebrauchs regelmäßig verifiziert werden, mindestens einmal im Jahr. Wenn der Messwert der Drift der DCT-Kalibrierung den festgelegten Grenzwert überschreitet, muss das DCT entsprechend seinem Einsatzbereich vollständig neu kalibriert werden. Wenn die Drift den angegebenen Grenzwert für die Drift der Kalibrierung überschreitet, ist das DCT in kürzeren Abständen, mindestens aber einmal pro Monat, erneut zu verifizieren, bis es als stabil betrachtet wird.

ANMERKUNG Die Verfahren ASTM E563 und ASTM E644-11 enthalten eine Anleitung zu den Schritten, die zur Überprüfung der Drift der Kalibrierung erforderlich sind.

Tabelle 1 — Anforderungen an ein DCT

Kriterien	Mindestanforderungen
DCT	ASTM E2877
Anzeigeauflösung	0,01 °C, empfohlen 0,001 °C
Fehlergrenze der Anzeige für die Kombination aus Messspitze und Messfühler	Bereich: -80 °C bis 0 °C, 0,05 °C Bereich: 0 °C bis 100 °C, 0,02 °C Bereich: > 100 °C, 0,05 °C
Messfühlertyp	Widerstandsthermometer (RTD, en: resistance temperature detector), zum Beispiel Platin-Widerstandsthermometer (PRT, en: platinum resistance thermometer) oder Thermistor
Drift	weniger als 20 mK (0,02 °C) je Jahr
Linearität	Weniger als 0,007 °C über den Bereich der vorgesehenen Anwendung
Kalibrierbericht	Für das DCT muss ein von einem Kalibrierlabor mit nachgewiesener Kompetenz im Bereich Temperaturkalibrierung ^a angefertigter Bericht über eine Temperaturkalibrierung vorliegen, die auf ein nationales Kalibrier- oder Messnormal rückführbar sein sollte.
Kalibrierdaten	Der Kalibrierbericht muss mindestens 3 Kalibriertemperaturen enthalten, darunter 0 °C und 2 weitere Punkte, einschließlich der verwendeten Prüftemperatur; die Eintauchtiefe, bei der die Kalibrierung erfolgt ist, sowie die resultierende Messunsicherheit müssen angegeben werden. Die Kalibrierdaten sollten über den Kalibrierbereich des DCT verteilt sein.
^a Ein nach ISO/IEC 17025 akkreditiertes Labor mit Temperaturkalibrierung im Akkreditierungsumfang, das die angegebene Messunsicherheit einhält, würde diese Anforderung erfüllen.	

6.6 Automatisierte Prüfgeräte

6.6.1 Allgemeines

Automatisierte Viskosimeter, die die technischen Grundlagen dieses Dokuments anwenden, sind zulässig, sofern sie die Fehlergrenzen und die Präzision aller in 6.5 angegebenen Gerätschaften einhalten. Zusätzlich muss, wenn die Probe nicht sofort nach der Konditionierung untersucht wird, ein beheizter Probenträger verwendet werden, wenn das Viskosimeter zur Messung der Viskosität von Proben genutzt wird, die einer Konditionierung nach Anhang C unterzogen wurden. Dieser Probenträger (6.6.2) muss auf eine Temperatur beheizt sein, die ein Abkühlen der Probe auf eine Temperatur unterhalb der Prüftemperatur nicht zulässt. Bei Proben, die bei 100 °C oder darüber zu analysieren sind, kann das Erhitzen der Probe über diese Temperaturen hinaus zur Verdampfung leichtsiedender Komponenten führen und ist daher nicht geeignet.

Durchflusszeiten von weniger als 200 s sind zulässig; die Kinetische-Energie-Korrektur muss jedoch berechnet werden und sollte 3 % der gemessenen Viskosität nicht überschreiten. Wird ein Wert über 3 % erreicht, sollte die Analyse mit einem Viskosimeterrohr mit kleinerem Durchmesser wiederholt werden.

ANMERKUNG In ISO 3105 werden die Grundsätze und die Berechnung der kinematischen Viskosität im Zusammenhang mit den Abmessungen des Viskosimeters näher beschrieben.

6.6.2 Probenträger

Einige automatisierte Geräte enthalten Probenträger zur Untersuchung mehrerer Proben. Wenn eine Probe nach Anhang C konditioniert wurde, darf sie auf dem Träger nicht auf Werte unterhalb der Prüftemperatur abkühlen, da dies zu einer Erhöhung der gemessenen Viskosität im Vergleich zum manuellen Verfahren führt. Der Probenaufgabepfad sollte erwärmt werden, da die Temperatur der konditionierten Probe sehr schnell abfallen kann; zur Analyse dieser Proben müssen die Probenträger, soweit praktisch durchführbar, über die Prüftemperatur erwärmt werden (in Bezug auf Proben, die bei 100 °C oder darüber analysiert werden, siehe 6.6.1), um sicherzustellen, dass die Temperatur der Probe zum Zeitpunkt der Analyse nicht die Prüftemperatur unterschritten hat und sich die Beschaffenheit der Probe nicht ändert. Für die Analyse dieser Proben bei 50 °C hat sich ein auf 54 °C erhitzter Probenträger als ausreichend erwiesen, um die Probentemperatur für mindestens 40 min über 50 °C zu halten. Für die Analyse dieser Proben bei anderen Temperaturen sollte das Labor vor der Analyse die richtige Probenträgertemperatur und zugehörige Dauer ermitteln.

6.6.3 Temperaturmessgerät

Ist ein Temperaturmessgerät integriert, muss es die Anforderungen von 6.5.4 in vollem Umfang erfüllen und für eine externe Kalibrierung abmontierbar sein. Das integrierte Gerät stellt einen unabhängigen Referenztemperaturwert bereit, mit dem es möglich ist, die Temperaturregelung des automatisierten Gerätes auf den geforderten Sollwert der Prüfung einzustellen.

6.7 Zeitmessgerät, das Messwerte mit einer Ansprechschwelle von 0,1 s oder besser erfasst und eine Messunsicherheit/Fehlergrenze von $\pm 0,07$ % des Messwerts bei Prüfungen über Zeitintervalle von 200 s und 1 000 s aufweist.

Zeitmessgeräte werden regelmäßig auf ihre Fehlergrenze überprüft und Aufzeichnungen dieser Überprüfungen werden geführt.

Vom US-amerikanischen National Institute of Standards and Technology (NIST), National Physical Laboratory (NPL) oder anderen Zeitsignal-Sendestationen gesendete Zeitsignale sind ein zweckmäßiges Primärnormal für die Kalibrierung von Zeitmessgeräten.

ANMERKUNG Viele Rundfunknetze senden ebenso wie viele Telefonnetze ein Normalfrequenzsignal. Derartige Signale sind für die Überprüfung der verwendeten Zeitmessgeräte bis zu einer Fehlergrenze von 0,1 s geeignet.

Zeitmessgeräte in automatisierten Viskosimetern dürfen ein fester Bestandteil des Prüfgerätes sein und sind typischerweise digital (Einsatz eines Präzisionskristalloszillators), mit Ansprechwerten von 0,01 s oder bes-

ser. Insofern sind die Zeitmessgeräte nach ihrem Einbau möglicherweise nicht mehr einzeln verifizierbar. Eine Dokumentation der Fehlergrenze des Zeitmessgerätes über den vorgesehenen Messbereich des Viskosimeterrohres sollte daher vom Hersteller bereitgestellt werden. Eine unabhängige Verifizierung der Zeitmessgeräte sollte in Fällen vorgesehen werden, in denen die genannten Grenzwerte nicht eingehalten werden.

Es dürfen auch elektrische Zeitmessgeräte verwendet werden, wenn die Stromfrequenz mit einer Unsicherheit von 0,05 % oder besser geregelt ist. Wechselstrom aus öffentlichen Stromnetzen wird eher unregelmäßig als kontinuierlich geregelt. Wird ein solcher Strom zum Betrieb elektrischer Zeitmessgeräte verwendet, kann diese unstetige Regelung große Fehler bei Durchflussmessungen zur Bestimmung der Viskosität verursachen.

7 Verifizierung

7.1 Viskosimeter

Die Kalibrierung des Viskosimeters wird mit einem zertifizierten Referenzmaterial für die Viskosität (5.5) nach Verfahren A (manuell, Abschnitt 11) oder Verfahren B (automatisiert, Abschnitt 12) verifiziert. Annehmbare Toleranzbereiche für diese Verifizierungsüberprüfung müssen den Ausführungen in Anhang D entsprechen. Fällt die gemessene kinematische Viskosität nicht in diesen annehmbaren Bereich, so wird jeder Schritt des Verfahrens nochmals überprüft, einschließlich der Thermometer- und Viskosimeter-Kalibrierung und der Reinigung, um die Fehlerquelle zu lokalisieren. ISO 3105:1994, Tabelle 1, enthält nähere Angaben zu den erhältlichen Referenzsubstanzen.

Alternativ werden funktionierende Viskosimeter anhand eines Referenzviskosimeters mit einem Kalibrierschein verifiziert, der von einem akkreditierten Kalibrierlabor, das für ISO 3105 akkreditiert ist, ausgestellt wurde.

Die Verifizierung ist mindestens vor der ersten Verwendung des Viskosimeters erforderlich sowie immer dann, wenn am Prüfgerät eine physikalische Änderung vorgenommen wurde, z. B. Nachkalibrierung des Temperatursollwertes, nach dem Reinigen oder Untersuchen des Ausfalls eines vorhandenen QS/QK-Protokolls.

7.2 Flüssigkeitsthermometer

Die Kalibrierung des Flüssigkeitsthermometers wird regelmäßig nach B.2 mit mindestens den beschriebenen Häufigkeiten verifiziert, und Aufzeichnungen dieser Überprüfungen werden geführt. Eine vollständige neue Nachkalibrierung des Thermometers ist, obwohl zulässig, zur Erfüllung der Fehlergrenze der Bauart des Thermometers nicht nötig, solange die Änderung des Eispunktes gegenüber der letzten vollständigen Kalibrierung weniger als ein Skalenintervall, zum Beispiel 0,05 °C, beträgt. Einige Thermometer verfügen für diese Maßnahme über eine Eispunktskala.

7.3 Digitales Kontaktthermometer

Die Verifizierung der Kalibrierung des DCT erfolgt mindestens einmal jährlich. Die Messspitze muss nachkalibriert werden, wenn der Wert der Überprüfung um mehr als 0,01 °C von der letzten Messspitzenkalibrierung abweicht.

Die Verifizierung kann mit einer Wassertripelpunktzelle oder einem Eisbad erfolgen.

Die genormten Verfahren von ASTM E563 [9], ASTM E1750 [11] und ASTM E2593 [12] dürfen für Kalibrierüberprüfungen als Referenz verwendet werden.

7.4 Zeitmessgerät

Die Fehlergrenze des Zeitmessgerätes wird verifiziert; Zeitmessgeräte werden regelmäßig überprüft, und Aufzeichnungen dieser Überprüfungen werden geführt.

ANMERKUNG Viele Rundfunknetze senden ebenso wie viele Telefonnetze ein Normalfrequenzsignal. Derartige Signale sind für die Überprüfung der verwendeten Zeitmessgeräte bis zu einer Fehlergrenze von 0,1 s geeignet.

8 Nachkalibrierung

Die Nachkalibrierung von Glas-Kapillarviskosimetern sollte, sofern erforderlich, mit den Verfahren nach ISO 3105 durchgeführt werden.

ACHTUNG — Anwender werden darauf hingewiesen, dass, wenn Geräte bei Nichtbestehen einer Verifizierung an Ort und Stelle nachkalibriert werden, möglicherweise ein Fehler eingeführt wird. Die häufigsten Fehlerquellen sind Staubteilchen, die sich in der Kapillarbohrung anlagern, sowie Temperaturmessfehler. Es sollte beachtet werden, dass ein mit üblichem Öl erhaltenes korrektes Ergebnis nicht die Möglichkeit ausschließt, dass sich mögliche Fehlerquellen gegenseitig ausgleichen.

9 Qualitätskontrolle

Zur Validierung des Zustands „unter statistischer Prozesskontrolle“ bei der Durchführung eines genormten Prüfverfahrens in einem einzelnen Labor nach ISO 4259-4 werden statistische Kontrollkarten verwendet.

Es wird eine Qualitätskontroll-(QK-)Probe verwendet, die für das bzw. die routinemäßig vom Labor geprüfte(n) Erzeugnis(se) repräsentativ ist, um zu bestätigen, dass das Gerät einer statistischen Kontrolle unterliegt.

Dies ist eventuell nicht möglich, wenn das zu prüfende Erzeugnis aufgrund seiner Beschaffenheit (instabil oder einer Wärmebehandlung unterzogen) nicht als QK-Material verwendet werden kann.

Wenn das Labor der Prüfstelle ein CRM-Material als Maß für die Qualitätskontrolle verwendet, kann für die Festlegung geeigneter Toleranzzonen für das QK/QS-System Anhang D angewendet werden.

10 Probenvorbereitung

10.1 Probenkonditionierung vor der Analyse

10.1.1 Unter Anwendung von Tabelle 2 wird überprüft, ob die zu analysierende Probenart vor der Analyse eine Konditionierung erfordert; ist dies der Fall, werden das entsprechende Verfahren und die entsprechenden Schritte befolgt, bevor das Viskosimeter gefüllt wird.

10.1.2 Ist die Probe bei Raumtemperatur durchsichtig, aber nicht flüssig, zum Beispiel Proben mit einem hohen Pourpoint, dann sollte die Probe vor dem Einfüllen in das Viskosimeter ausreichend erhitzt werden, um sicherzustellen, dass sie frei fließen kann.

10.2 Sichtprüfung und Filtrieren

Ist die Probe flüssig, wird sie einer Sichtprüfung unterzogen. Wenn die Probe Fasern oder feste Bestandteile enthält, wird vor oder während der Füllung des Viskosimeterrohrs ein Probenfilter (6.2) angewendet. Die Probe wird in jedem Schritt gegen Verunreinigung geschützt.

Tabelle 2 — Probenarten und Verfahren der Konditionierung

Probenart	Ist eine Probenkonditionierung vor der Analyse erforderlich?	Ist ein Probenfilter erforderlich?	Referenz des Konditionierverfahrens
Grundöle	Nein	Nein ^a	Nicht erforderlich
Gasöle	Nein	Nein ^a	Nicht erforderlich
Destillat	Nein	Nein ^a	Nicht erforderlich
Kerosin	Nein	Nein ^a	Nicht erforderlich
Düsentreibstoff	Nein	Nein ^a	Nicht erforderlich
Fertigöle	Nein	Nein ^a	10.1.2

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Probenart	Ist eine Proben-konditionierung vor der Analyse erforderlich?	Ist ein Probenfilter erforderlich?	Referenz des Konditionier-verfahrens
Schmierstoffadditive	Nein	Nein ^a	10.1.2
Biokraftstoffgemisch	Nein	Nein ^a	10.1.2
Biodiesel B100 (durchsichtig)	Nein	Nein ^a	10.1.2
Paraffinwachs (durchsichtig)	Nein	Nein ^a	10.1.2
Biodiesel B100 (undurchsichtig)	Ja	Ja	Anhang C
Paraffinwachs (undurchsichtig)	Ja	Ja	Anhang C
Rückstandsheizöle	Ja	Ja	Anhang C
Raffinierte Dampfzylinderöle	Ja	Ja	Anhang C
Dunkle Schmieröle	Ja	Ja	Anhang C
Gebrauchte Öle	Nein	Ja	Nicht erforderlich
^a Außer es enthält Fasern, feste Bestandteile oder ist nicht durchsichtig.			

11 Verfahren A — Manuelle Geräte (Schiedsprüfverfahren)

Verfahren A ist das Schiedsprüfverfahren (oder Referenzprüfverfahren), um Zweifel auszuschließen oder Auseinandersetzungen zu vermeiden.

11.1 Die Temperatur des Bades wird mit dem Temperaturmessgerät überprüft, wobei sichergestellt wird, dass der Sollwert innerhalb der annehmbaren Toleranz und der Grenzabweichung der Prüftemperatur liegt; diese Daten werden aufgezeichnet.

Bei bestimmten Produkten mit gelähnlichem Verhalten sollten Anwender darauf achten, die Messungen bei ausreichend hohen Temperaturen vorzunehmen, sodass diese Stoffe frei fließen können und in Viskosimetern mit verschiedenem Kapillardurchmesser ähnliche Ergebnisse für die kinematische Viskosität erhalten werden.

11.2 Ein oder mehrere geeignete gereinigte, trockene kalibrierte Viskosimeter mit einem Bereich, der die geschätzte kinematische Viskosität bei der festgelegten Prüftemperatur abdeckt, wird bzw. werden ausgewählt. Die Durchflusszeit darf nicht weniger als 200 s betragen bzw. muss der in Anhang A für Viskosimeter-Typen und/oder -größen festgelegten Mindest-Durchflusszeit und der in ISO 3105 angegebenen Höchst-Durchflusszeit entsprechen.

Die spezifischen Einzelheiten der Bedienung variieren je nach Viskosimeter-Typ. Die Anleitungen für die in Tabelle A.1 aufgeführten unterschiedlichen Viskosimeter-Typen sind in ISO 3105 enthalten. Im Allgemeinen handelt es sich bei den für undurchsichtige Flüssigkeiten verwendeten Viskosimetern um Reverse-Flow-Viskosimeter, siehe Tabelle A.1, Typ C.

Für die Messung der kinematischen Viskosität von Düsentreibstoffen bei -20 °C dürfen nur Suspended-Level-Typen nach ISO 3105 verwendet werden, wie in Tabelle A.1 angegeben. Die für Düsentreibstoff verwendeten Suspended-Level-Viskosimeter-Typen erfordern keine Korrektur der Kalibrierkonstante für die angewendete Prüftemperatur.

11.3 Das Viskosimeter wird entsprechend der Bedienungsanleitung nach ISO 3105 für den jeweiligen in Anhang A aufgeführten Viskosimeter-Typ mit der Probe gefüllt. Anschließend wird es so in das Bad gestellt, wie es der Auslegung des Gerätes entspricht. Die Durchführung dieser Schritte muss mit der Ausführung der Kalibrierung des Gerätes übereinstimmen.

Das gefüllte Viskosimeter wird solange im Bad belassen, bis es die Prüftemperatur erreicht hat und sichergestellt ist, dass alle Luftblasen aus der Probe entfernt wurden. Da die Zeit im Bad bis zum Erreichen des Gleichgewichts mit der Art des Erzeugnisses, dem Viskosimeterrohr, der Temperatur und mit der kinematischen Viskosität variiert, wird durch Vorversuche eine sichere Zeitdauer bis zum Erreichen des thermischen Gleichgewichts ermittelt. Für Düsentreibstoff bei -20 °C sind mindestens 30 min erforderlich.

Falls es die Bauart des Viskosimeters erfordert, wird das Volumen der Probe nach dem Erreichen des thermischen Gleichgewichts auf die Strichmarke eingestellt.

ANMERKUNG Bei einigen Viskosimetern erfordert die Bauart das Füllen außerhalb des Bades.

Wenn die Prüftemperatur unterhalb des Umgebungstaupunktes liegt, ist die Verwendung von an den offenen Enden des Viskosimeters angebrachten, lose gepackten Trockenröhrchen zulässig, jedoch nicht zwingend vorgeschrieben. Diese sind dafür ausgelegt, eine Kondenswasserbildung zu verhindern. Es ist jedoch maßgeblich, dass sie keine Druckdifferenz aufbauen und die Durchflussgeschwindigkeit nicht beeinflussen. Vor dem ersten Einsatz von Trockenröhrchen wird empfohlen, dass ein zertifiziertes Referenzmaterial für die Viskosität verwendet wird, um die richtige Verwendung des Viskosimeters mit und ohne Trockenröhrchen zu verifizieren, um sicherzustellen, dass keine Einschränkung des Durchflusses vorliegt.

Bei einer Prüftemperatur unterhalb des Taupunktes, zum Beispiel bei einer Analyse bei -20 °C , gelten besondere Bedingungen. Um sicherzustellen, dass keine Feuchtigkeit an den Wänden der Kapillare kondensiert oder gefriert, wird empfohlen, das Viskosimeter außerhalb des Bades zu füllen und, sofern verwendet, an den offenen Enden des Viskosimeters lose gepackte Trockenröhrchen anzubringen. Die Trockenröhrchen müssen der Bauart des Viskosimeters angepasst sein und dürfen den Probendurchfluss nicht durch eine Veränderung des Drucks im Gerät behindern. Durch Anlegen eines Vakuums an eines der Trockenröhrchen wird die feuchte Raumluft vorsichtig aus dem Viskosimeter gespült.

Schließlich wird empfohlen, bevor das Viskosimeter in das Bad getaucht wird, als zusätzlichen Schutz vor dem Kondensieren oder Gefrieren von Feuchtigkeit an den Wänden die Probe in die Arbeitskapillare und die Zeitmesskugel zu saugen und zurücklaufen zu lassen.

Viskosimeter, die zum Füllen mit der Probe nicht aus dem Bad mit konstanter Temperatur genommen werden können, sind nicht zu verwenden.

Bei mehreren Viskosimetern in einem Bad darf während der Durchflusszeitmessung mit einem Viskosimeter kein anderes hinzugefügt oder herausgenommen werden.

Bei Proben, die einer Konditionierung nach Anhang C unterzogen wurden, wird sichergestellt, dass mit den Bestimmungen innerhalb von 1 h nach Abschluss dieser Vorbehandlung begonnen wird.

11.4 Bestimmbarkeitsprüfung

11.4.1 Durch Saugen (falls die Probe keine flüchtigen Bestandteile enthält) oder durch Druck wird die Probenhöhe entsprechend der in ISO 3105 für den angewendeten Viskosimeter-Typ beschriebenen Anleitung eingestellt. Bei freiem Fluss der Probe wird auf 0,1 s die Zeit in Sekunden gemessen, die der Meniskus braucht, um von der ersten zur zweiten Zeitmessmarke zu gelangen. Ist diese Durchflusszeit geringer als das angegebene Minimum, so wird ein Viskosimeter mit einem kleineren Kapillardurchmesser gewählt und die Ausführung wiederholt.

11.4.2 Dieser Vorgang wird bei allen Flüssigkeiten, ausgenommen den nach Anhang C konditionierten, wiederholt. Für die in 11.4.1 beschriebenen Viskosimeter mit direktem Durchfluss wird eine zweite Messung der Durchflusszeit durchgeführt, ohne das Viskosimeter nachzufüllen. Bei einem Reverse-Flow-Viskosimeter werden entweder beide Viskosimeterrohre gefüllt oder ein einzelnes Rohr wird vor dem Nachfüllen vollständig gereinigt und getrocknet, bevor eine zweite Messung der Durchflusszeit durchgeführt wird.

11.3 und 11.4.1 werden wiederholt. Beide Messwerte der Durchflusszeit werden aufgezeichnet. Beabsichtigt ist, dass dieselbe Flüssigkeitsprobe nacheinander in derselben Zeitmesskugel gemessen wird. Bei einem

Reverse-Flow-Viskosimeter mit zwei Messkugeln darf nur die untere Kugel für die Messung der Durchflusszeit genutzt werden.

Bei nach Anhang C konditionierten Flüssigkeiten werden zwei Viskosimeterrohre gefüllt, und es wird das Verfahren nach 11.4.1 angewendet. Beide Messwerte werden aufgezeichnet.

Aus den beiden Messungen der Durchflusszeit werden zwei bestimmte Werte der kinematischen Viskosität wie in 14.1.1 berechnet.

Falls die beiden Messungen mit der angegebenen Bestimmbarkeitszahl für das Erzeugnis übereinstimmen, wird der Mittelwert der beiden Messungen berechnet und mit diesem Wert die kinematische Viskosität angegeben. Das Ergebnis wird aufgezeichnet.

Wenn zwei aufeinanderfolgende Messungen nicht mit der Bestimmbarkeitszahl für das Erzeugnis übereinstimmen, wird der Vorgang nach 7.1 wiederholt.

Eine schlechte Bestimmbarkeit kann zurückzuführen sein auf: eine nicht erfolgreich filtrierte Probe, Eisbildung in der Kapillare, ein verunreinigtes Viskosimeter oder eine verunreinigte Probe, instabile Temperaturbedingungen, unzureichende Gleichgewichtszeit oder die Heterogenität der Probe oder des Viskosimeters erfordern möglicherweise eine Reinigung. Vor Beginn einer neuen Analyse sind diese Punkte zu berücksichtigen.

Ist der Stoff oder die Temperatur (oder beides) nicht in 16.1 aufgeführt, wird für Temperaturen zwischen 15 °C und 100 °C 0,01y und für Temperaturen außerhalb dieses Bereichs 0,015y als Schätzwert für die Bestimmbarkeit verwendet, wobei y der Mittelwert der verglichenen Bestimmungen ist. Außerdem kann der Anwender durch einen Versuch eine sinnvolle Bestimmbarkeit ermitteln. Dieser „Versuchs-“Bestimmbarkeitswert wird dokumentiert und als Grundlage für die Beurteilung verwendet, ob die Bestimmbarkeit in der anschließenden Analyse erreicht wurde.

12 Verfahren B — Automatisierte Geräte

12.1 Das automatisierte Viskosimeter wird nach der Bedienungsanleitung des Herstellers aufgestellt, und es wird verifiziert, dass das Gerät gebrauchstauglich ist, indem geeignete Qualitätskontrollmaßnahmen angewendet werden.

12.2 Die Temperatur des Bades wird mit dem Temperaturmessgerät überprüft, wobei sichergestellt wird, dass der Sollwert innerhalb der annehmbaren Messunsicherheit und Toleranz der Prüftemperatur liegt — mit der Prüfung wird nicht begonnen, wenn der Messwert außerhalb der Toleranz liegt.

12.3 Bestimmbarkeitsprüfung

12.3.1 Nach der Gleichgewichtseinstellung wird das Viskosimeter gefüllt; es wird sichergestellt, dass die Probe in der Kapillare über die Zeitmesskugel hinaus hinaufgesaugt ist.

Erforderlichenfalls darf die Probe auch einmal angesaugt und dann ohne Zeitmessung freigegeben werden, um das Rohr anzufeuchten.

Bei Temperaturen unterhalb von 0 °C muss die Probe während der Einstellung des thermischen Gleichgewichts im Viskosimeterrohr gehalten werden. Die erforderliche Zeit hängt von der Probenart, dem Viskosimeterrohr und der Analysetemperatur ab und sollte für jedes automatisierte Gerät individuell bestimmt werden. Bei der Analyse von Düsentreibstoff bei –20 °C muss das automatisierte Viskosimeter die Probe mindestens 20 min in der gleichen Lage halten, damit sich das thermische Gleichgewicht einstellen kann.

12.3.2 Bei frei fließender Probe und mit einer Auflösung von mindestens 0,01 s wird die Zeit in Sekunden gemessen, die erforderlich ist, damit sich der Boden des Meniskus von einer Zeitmessstelle zur nächsten Zeitmessstelle bewegt.