



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

Bachelorarbeit

Umsetzung einer Viskositäts Skala im Zuge der Validierung einer Zeitmesseinrichtung für Kapillarviskosimeter mit hängendem Kugelniveau zur Bestimmung der dynamischen und der kinematischen Viskosität von Flüssigkeiten mit newtonschem Fließverhalten

Ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines
Bachelor of Science

unter der Betreuung von
Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Franz Josef Maringer
(E141 Atominstitut)
Dipl.-Ing. Dr. techn. Christian Buchner, MSc,
(Bundesamt für Eich- und Vermessungswesen)

eingereicht an der Technischen Universität Wien
Fakultät für Physik
LVNr. 141.A72 Projektarbeit Metrologie
von

Pia Wenty
MNr. 11923527, Studienkennzahl 033 261
Königswinkelgasse 5, 3001 Mauerbach

Wien, Juli 2022

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre hiermit, dass ich diese Bachelorarbeit selbstständig ohne Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Quellen und Hilfsmittel verfasst habe. Alle den benutzten Quellen wörtlich oder sinngemäß entnommenen Stellen sind als solche einzeln kenntlich gemacht.

Diese Arbeit ist bislang keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt worden und auch nicht veröffentlicht worden.

Ich bin mir bewusst, dass eine falsche Erklärung rechtliche Folgen haben wird.

Ort, Datum, Unterschrift

Kurzfassung

Durch diese Arbeit soll eine Viskositäts - Skala im BEV, dem nationalen Institut für Metrologie von Österreich aufgebaut und dargestellt werden. Im Zuge der Messungen soll die im BEV befindliche Zeitmesseinrichtung für Kapillarviskosimeter zur Bestimmung der dynamischen Viskosität und der kinematischen Viskosität von Flüssigkeiten mit newtonschem Fließverhalten im Viskositätslabor validiert werden.

Um die Viskosität von Flüssigkeiten mittels Kapillarviskosimetern mit hängendem Kugelniveau zu bestimmen, fließt ein festgelegtes Flüssigkeitsvolumen bei konstantem Atmosphärenruck und konstanter Temperatur durch eine Kapillare mit bekannter Länge l sowie Radius r und die benötigte Zeit t wird gemessen. Aus diesen Daten und Messwerten kann dann die Viskosität berechnet werden. Bekannte Kapillarviskosimeter sind unter anderem Oswald-, Ubbelohde- und Cannon-Fenske-Kapillaren.

In dieser Arbeit wird entsprechend der Theorie ausgehend von der der Viskosität des Wassers, in Messserien mittels eines Satzes Ubbelohde Viskosimeter und der Verwendung von verschiedenen Flüssigkeiten die Kapillarkonstanten für jedes verwendete Viskosimeter bestimmt. Durch die Verwendung von Flüssigkeiten unterschiedlicher Viskositäten wird bei Vergleichsmessungen mit bekannten und unbekanntes Kapillaren eine Matrix von Kapillaren und Normalflüssigkeiten erstellt, und damit eine Skala zur Darstellung der Viskosität ermittelt. Dazu sind die Einflüsse auf die Messungen zu beachten, auf Basis der Modellgleichung die Messunsicherheitsbeiträge zu betrachten und ein Messunsicherheitsbudget zu erstellen.

Die Vergleichsmessungen stellen die Basis der Validierung der Zeitmesseinrichtung dar. Durch die Offenlegung des Messunsicherheitbudgets und dessen Bewertung kann die Eignung der verwendeten Zeitmesseinrichtung validiert und gegebenenfalls bestätigt werden. Damit ist die Basis für die Erstellung eines Hierarchieschemas sowie die Erstellung einer Arbeitsanweisung im Fachbereich der Viskosität des BEV geschaffen.

Abstract

Through this work, a viscosity - scale in the BEV, the national metrology institute of Austria, shall be built up and presented. Over the course of the measurements, the time measurement equipment for capillary viscometers for the determination of the dynamic viscosity and the kinematic viscosity of liquids with Newtonian flow behavior inside the viscosity laboratory is to be validated.

To determine the viscosity of liquids by means of capillary viscometers with a suspended sphere level, a specified volume of liquid flows at constant atmospheric pressure and constant temperature through a capillary of known length l and radius r , and the required time t is measured. From this data and measurements, the sought-after viscosity can then be calculated. Known capillary viscometers include Oswald-, Ubbelohde- and Cannon-Fenske capillaries.

Building on this theory, starting with the viscosity of water, a set of Ubbelohde viscometers and using different liquids, the capillary constants for each viscometer used are to be determined. By using liquids of different viscosities, a matrix of capillaries and normal liquids is created for comparative measurements with known and unknown capillaries, and a scale for representing viscosity is thus determined. For this purpose, the external influences on the measurements must be taken into account, the measurement uncertainty contributions are to be calculated on the basis of the model equation, and a measurement uncertainty budget must be prepared.

The comparative measurements form the basis for validating the time measurement equipment. By disclosing and evaluating the measurement uncertainty budget, the suitability of the time measurement equipment used can be validated and, if necessary, confirmed. This provides the basis for the creation of a hierarchy scheme and the creation of work instruction in the viscosity department of the BEV.

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung	I
Kurzfassung	II
Abstract.....	III
Inhaltsverzeichnis	IV
Formelzeichen	VII
1. Einleitung	1
2. Physikalische Grundlagen	2
2.1. Unterteilung von Fluiden	2
2.1.1. Newtonsche Fluide	2
2.1.2. Nichtnewtonsche Fluide	2
2.1.2.1. Schergeschwindigkeitsabhängigkeit	2
2.1.2.2. Zeitabhängigkeit.....	3
2.2. Definition der Viskosität	4
2.2.1. Temperaturabhängigkeit der Viskosität	5
2.2.2. Druckabhängigkeit der Viskosität	5
2.3. Laminare und turbulente Strömungen	6
2.4. Hagen-Poiseuille Gesetz	6
2.5. Bestimmung der Viskosität	7
2.5.1. Rotationsviskosimetrie	7
2.5.2. Fallkörpervis kosimetrie.....	7
2.5.3. Kapillarviskosimetrie	8
2.6. Ubbelohde Viskosimeter	8
3. Messaufbau und Vorbereitungen.....	10
3.1. Messaufbau	10
3.2. Vorbereitungen	10
3.2.1. Vorbereiten der Probe	10
3.2.2. Auswahl des Viskosimeters	11
3.2.3. Reinigung	11
3.2.4. Thermostatisierung.....	11
3.3. Gültigkeit der Messung	12
4. Korrekturfaktoren	13
4.1. Hagenbach-Korrektur.....	13
4.2. Oberflächenspannungs-Korrektur	14
4.3. Luftauftriebs-Korrektur.....	15
4.4. Neigungs-Korrektur	15
4.5. Erdschwere Fallbeschleunigungs-Korrektur	17
4.6. Thermostatisierung	17

4.7.	Wärmedehnung der Kapillare	17
4.8.	Druck-Korrektur	18
4.9.	Erwärmung durch Reibung	18
4.10.	Laminare Strömung -Turbulenzen	19
4.11.	Nachlauf	19
4.12.	Zufällige Einflüsse	19
4.13.	Zusammenfassung der angewandten Korrekturen	20
5.	Theoretische Abhandlung Messunsicherheit.....	21
5.1.	Verwendete Tools	21
5.2.	Verwendete Modelgleichung	21
5.2.1.	Modellgleichung für die Ermittlung der Kapillarkonstanten	21
5.2.2.	Modellgleichung für die Ermittlung der Viskositäten der Referenzflüssigkeiten	22
5.2.3.	Messunsicherheitsbetrachtungen.....	22
6.	Dokumentation und Auswertung.....	23
6.1.	Wasser als Basis der Viskositätsmessung.....	24
6.1.1.	Messserie 1: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003687.....	25
6.1.2.	Messserie 2: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003663.....	26
6.1.3.	Messserie 3: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003665.....	27
6.1.4.	Messserie 4: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003656.....	28
6.2.	Bestimmung der Viskosität der ersten Referenzflüssigkeit	29
6.2.1.	Messserie 5: Bestimmung der Viskosität mittels Kapillare MM003687.....	29
6.2.2.	Messserie 6: Bestimmung der Viskosität mittels Kapillare MM003663.....	30
6.2.3.	Messserie 7: Bestimmung der Viskosität mittels Kapillare MM003687.....	31
6.2.4.	Ergebnis der Bestimmung der Viskosität für Referenzflüssigkeit 85078.260.....	32
6.3.	Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Viskositäten der Referenzflüssigkeiten.....	33
6.4.	Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Kapillarkonstanten	34
6.5.	Die Messmatrix	35
7.	Analyse der Ergebnisse	36
7.1.	Vergleich der Viskositäten.....	36
7.2.	Vergleich der Kapillarkonstanten	37
7.3.	Zeitnehmung	38

8. Erkenntnisse	39
Anhang	40
A Tabellenverzeichnis	40
B Abbildungsverzeichnis.....	41
C Literaturverzeichnis	42
D Viscosity Standard certificate	43
Lebenslauf	44

Formelzeichen

Für dieses Dokument gelten die Formelzeichen und Einheiten aus Tabelle 1

Symbol	Einheit	Bedeutung
α	K^{-1}	Relativer Längenausdehnungskoeffizient des Viskosimeter Werkstoffes
B		Viskosimeter bezogener Korrekturfaktor für die Berechnung der Hagenbach-Korrektur für ein scharfes Ende der Kapillare
$c_{0,0}$	$Pa\ s/s$	Viskosimeterkonstante für Viskosimeter mit Fremdüberdruck, die bei dem Druck p_0 mit einer Flüssigkeit der Dichte ρ_0 ermittelt wurde
c_p	$J/kg\ K$	Spezifische Wärmekapazität
c_σ		Oberflächenspannungskorrekturfaktor
c_B		Auftriebskorrekturfaktor
E		Viskosimeter bezogener Korrekturfaktor für die Berechnung der Hagenbach-Korrektur für ein trichterförmiges Ende der Kapillare
E_{VIS}	J	Fließenergie (Aktivierungsenergie durch Platzwechselenergie)
ε_φ		Relativer Fehler in Folge des Einflusses der Neigung des Viskosimeters
ε		Relative Spanne der Durchfluss Zeiten einer Messserie
F	N	Kraft
g	m/s^2	Fallbeschleunigung am Ort der Viskositätsmessung
g'	m/s^2	Fallbeschleunigung am Ort der Kalibrierung des Viskosimeters
h_m	m	Mittlere Höhendifferenz zwischen den Reservoirs
Δh	m	Kapillare Steighöhe
K	mm^2/s^2	Viskosimeterkonstante
K'	mm^2/s^2	Korrigierte Viskosimeterkonstante
k		Überdeckungsfaktor
κ	s^2/m^3	Individueller Faktor der Oberflächenspannungskorrektur
l, L	m	Kapillarlänge
m		Von der Reynolds-Zahl und der Geometrie der Kapillarübergänge abhängiger Korrekturfaktor für die Hagenbach-Korrektur
n		Anzahl der Durchflusszeiten einer Messserie
φ, φ_0	<i>Grad</i>	Winkel zwischen der Senkrechten und der Verbindungslinie von oberem und unterem Mittelpunkt der Niveaugefäße bei der Messung bzw. Kalibrierung
π		Kreiszahl mit dem Zahlenwert 3.1415926535897932384626433832...
p	Pa	Umgebungsluftdruck
Δp	Pa	Druckdifferenz zwischen Rohrenden des Viskosimeters

Formelzeichen

ρ_x	kg/m^3	Dichte von x
R	m	Messzylinder Rohrradius
r	m	Rohrradius des Viskosimeters
Re		Reynolds-Zahl
R_m	$J/mol K$	Universelle Gaskonstante
τ	Pa	Schubspannung in der Flüssigkeit
T	K	Temperatur
$\Delta\vartheta$	K	Temperaturunterschied
t_i	s	Durchflusszeit einer Messung
t'	s	Korrigierte Durchflusszeit
t_{max} , t_{min} , t_{mittel}	s	Höchstwert, Mindestwert und Mittelwert der Durchflusszeit einer Messserie von n Einzelmessungen
Δt_H	s	Hagenbach-Korrektur Faktor
U		Zusammengefasste Messunsicherheit
U_{MAX}		Maximale Messunsicherheit bei n Messserien
V	m^3	Volumen
v	m/s	Geschwindigkeit
ν	mm^2/s	Kinematische Viskosität
Δv	m/s	Geschwindigkeitsgradient zwischen Flüssigkeitsschichten
\dot{V}	m^3/s	Volumenstrom durch die Kapillare
η	$Pa s$	Dynamische Viskosität
η_0	$Pa s$	Materialkonstante der Arrhenius-Andrade-Beziehung
$\dot{\gamma}$	$1/s$	Scherrate/Schergeschwindigkeit

Tabelle 1: Formelzeichen

1. Einleitung

Fluide spielen nicht nur eine wichtige Rolle in der Technik, Umwelt oder Medizin. Sie beeinflussen unser aller Leben maßgeblich und das jeden Tag. Sei es der Diesel im Auto oder das Kühlmittel in der Klimaanlage, jede Flüssigkeit wird maßgeblich von ihrer physikalischen Eigenschaften beeinflusst. Die Viskosität trägt essenziell dazu bei das Verhalten von Fluiden unter verschiedenen Umwelteinflüssen besser verstehen zu können.

Als nationales Institut für Metrologie Österreichs hat das Bundesamt für Eich- und Vermessungswesen (BEV), im Bereich der Viskosimetrie, Normale bereit zu stellen. Dies erfolgt in Form von kalibrierten Viskosimeter oder von geprüften Referenzflüssigkeiten. Industrie und Forschungsbetriebe können so ihre Viskositätsmessungen auf die Darstellung des BEV Rückführen.

Dazu ist es wichtig eine exakte und einheitliche Zeitmessung vornehmen zu können. Im Jahr 2021 wurde im BEV eine Zeitmesseinrichtung für Viskosimeter entwickelt und aufgebaut. Inhalt dieser Arbeit ist es diese Zeitmessungseinrichtung am BEV anhand mehrerer Messreihen zu validieren, die Einflüsse auf die Messungen zu evaluieren, auf Basis der Modellgleichung die Messunsicherheitsbeiträge zu bestimmen und ein Messunsicherheitsbudget zu erstellen.

2. Physikalische Grundlagen

2.1. Unterteilung von Fluiden

Der Begriff „Fluid“ ist ein Überbegriff für Flüssigkeiten sowie Gase. Fluide unterteilt nach ihren Viskositätseigenschaften werden generell in zwei Gruppen eingeteilt: Newtonsche Fluide und Nichtnewtonsche Fluide.

2.1.1. Newtonsche Fluide

Für Newtonsche Fluide entfällt die Abhängigkeit der dynamischen Viskosität η von der Geschwindigkeit und man erhält ein linear viskoses Fließverhalten. Deren Scherspannung (τ) ist proportional zur Schergeschwindigkeit ($\frac{dv}{dx} = \dot{\gamma}$). Hieraus folgt das Newtonsche Viskositätsgesetz.

$$\tau = \eta * \dot{\gamma} \quad (1)$$

Die meisten reinen Fluide sind Newtonsche Fluide (z.B. Wasser oder Luft).

2.1.2. Nichtnewtonsche Fluide

Kann das Fließverhalten eines Fluids nicht korrekt durch das Newtonsche Viskositätsgesetz beschrieben werden (z.B. durch Verunreinigungen, Zusatzstoffen, ...) spricht man von einem Nichtnewtonschen Fluid. Diese werden in die Schergeschwindigkeits- und Zeitabhängige Fluide eingeteilt.

2.1.2.1. Schergeschwindigkeitsabhängigkeit

Steigt die Viskosität bei steigender Schergeschwindigkeit spricht man von Dilatanten Fluiden, umgekehrt von Strukturviskosen. Ein eigenständige Sondergruppe dieser Regeln bilden die Bingham-Fluide. Jene Fluide besitzen eine Fließgrenze τ_0 bei welcher sie erstmals beginnen zu fließen, wonach sie wieder ein Newtonsches Fließverhalten aufweisen. Die nachstehende Abbildung 1 zeigt den Zusammenhang zwischen Scherspannung und Schergeschwindigkeit für verschiedene Fluide in linearer Auftragung.

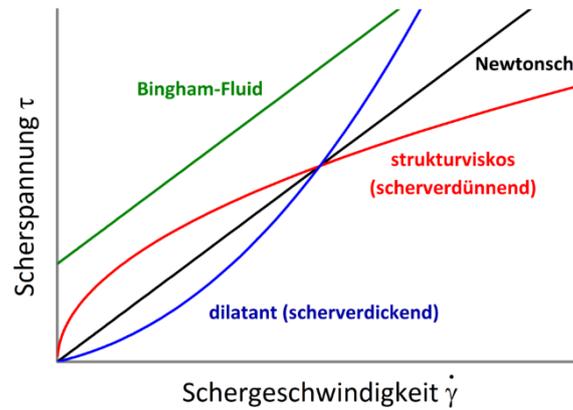


Abbildung 1: Schergeschwindigkeitsabhängigkeit (Haba, 2013, Wikimedia)

2.1.2.2. Zeitabhängigkeit

Bei zeitabhängig viskositätsändernden Fluiden spricht man je nach Richtung der Änderung von Thixotropen- oder Rheopexen Fluiden. Die Viskosität von Thixotropen Fluiden nimmt, bei konstanter Scherbeanspruchung, mit zunehmender Zeit ab, während Rheopexen Fluide mit der Zeit viskoser werden. Abbildung 2 zeigt das Verhalten dieser Fluide in der Scher- und Ruhephase

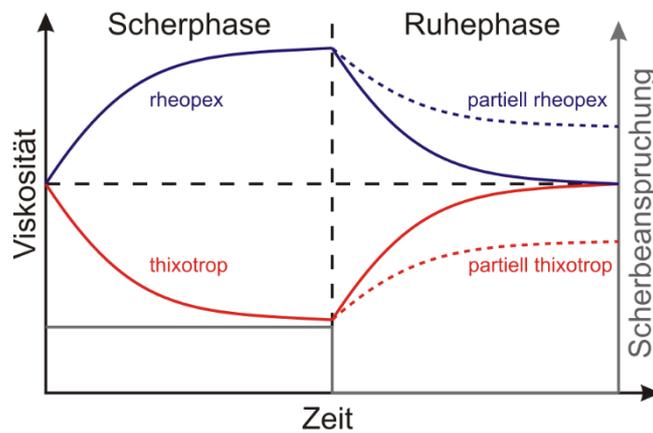


Abbildung 2: Zeitabhängige Viskositätsänderung (Spura, 2011, Wikimedia)

In dieser Arbeit werden in den nachstehenden Kapiteln nur Newtonsche Flüssigkeiten behandelt.

2.2. Definition der Viskosität

Flüssigkeiten unterscheiden sich von Festkörpern dahingehend, dass sie zwar ein fixes Volumen besitzen allerdings keine feste Gestalt annehmen. Die Moleküle in ihnen sind ungeordnet und verschieben sich andauernd gegeneinander. Hierbei treten Reibungskräfte auf, welche proportional zur Geschwindigkeit der Verschiebung sind. Diese Reibungskräfte bezeichnet man als innere Reibung. Sie führen zu der sogenannten Viskosität von Fluiden.

Abbildung 3 veranschaulicht das einfachste Beispiel der Darstellung der Viskosität: Eine Platte mit der Fläche (A) wird im Abstand (x) mit konstanter Geschwindigkeit (v) parallel zu einer ruhenden Wand verschoben. Die Flüssigkeitsschichten in dem Raum zwischen der Platte und der Wand wirken der Kraft (F) entgegen. Diese Kraft ist dementsprechend zum Geschwindigkeitsgradienten $\frac{dv}{dx}$ senkrecht zur Wand und der Fläche proportional.

$$F = \eta A \frac{dv}{dx} \quad (2)$$

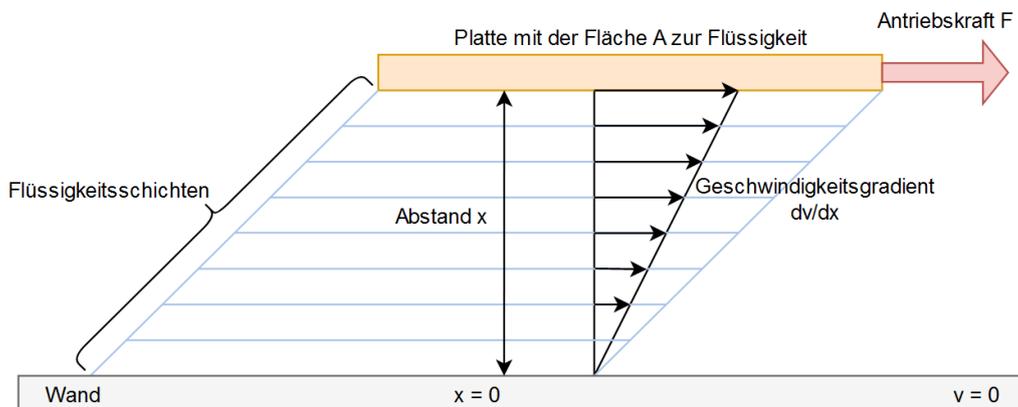


Abbildung 3: Plattenmodell

Die Proportionalitätskonstante (η) heißt dynamische Viskosität und ist materialabhängig, ihre Einheit ist die Pascal-Sekunde (Pa s) welche im SI-System $\text{kg s}^{-1} \text{m}^{-2}$ entspricht.

Der Quotient von dynamischer Viskosität (η) und Dichte (ρ) kann mittels Formel (3) berechnet werden und heißt kinematische Viskosität (ν). Ihre Einheit ist $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$.

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (3)$$

2.2.1. Temperaturabhängigkeit der Viskosität

Durch die Verschiebung der Flüssigkeitsmoleküle zueinander wird beim Fließen der Flüssigkeit Energie (E_{vis}) aufgewandt. Jene Energie hängt von der Anzahl der Moleküle und deren Temperatur ab. Dieser Zusammenhang kann durch die Arrhenius-Andrade-Beziehung (mittels (R_m) Universeller Gaskonstante, (T) Temperatur und (η_0) Materialkonstante) beschreiben werden und es ergibt sich folgende Beziehung.

$$\eta = \eta_0 * e^{-\frac{E_{vis}}{R_m T}} \quad (4)$$

Daraus folgt das die Viskosität bei steigender Temperatur stark exponentiell abnimmt. Deshalb wird eine Viskosität Angabe nie ohne dazugehöriger Temperatur gemacht.

2.2.2. Druckabhängigkeit der Viskosität

Im Allgemeinen führt eine Zunahme des Druckes auch zu einer erhöhten Viskosität (bei netwonschen Flüssigkeiten). Dieser Effekt führt aber erst ab einer Drucksteigerung von 10 bis 100 bar zu einer signifikanten Viskositätsänderung. Die Messungen der Viskositäten wird bei Atmosphärendruck durchgeführt, daher wird diese Abhängigkeit in dieser Arbeit vernachlässigt.

2.3. Laminare und turbulente Strömungen

Abbildung 4 zeigt den grundlegenden Unterschied zwischen einer laminaren (links) und einer turbulenten (rechts) Strömung. Bei laminaren Strömungen gleiten die Flüssigkeitsschichten gleichmäßig aneinander vorbei. Wenn allerdings die Strömungsgeschwindigkeit zu groß wird reißen die Stromlinien ab und es kommt zu Verwirbelungen welche die laminare Strömung in eine turbulente Strömung umwandeln.

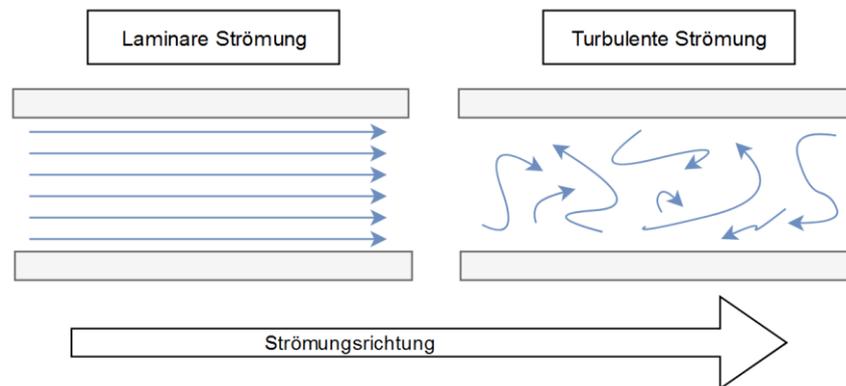


Abbildung 4: Strömungseigenschaften

Für eine grobe Abschätzung ob eine laminare oder turbulente Strömung vorliegt kann die Reynolds-Zahl (Re) heran gezogen werden. Diese hängt von der dynamischen Viskosität (η), Dichte (ρ) und Mittleren Geschwindigkeit (v_{mittel}) der Flüssigkeit ab und lässt sich mittels Formel (5) berechnen.

$$Re = \frac{L * \rho * v_{mittel}}{\eta} \quad (5)$$

Das Formelzeichen (L) steht für die charakteristische Länge des Systems. Wird diese Formel bei Rohrströmungen angewendet, wird (L) durch $d = 2 * r$, was den Innendurchmesser des Rohres darstellt, ersetzt.

2.4. Hagen-Poiseuille Gesetz

Das Hagen-Poiseuille Gesetz (Formel (6)), welches nur eine grobe Näherung darstellt, beschreibt die laminare Strömung eines homogenen Newtonschen Fluides durch ein Rohr (Volumenstrom \dot{V}) in Abhängigkeit von der dynamischen Viskosität (η) des Fluides, sowie Länge des Rohres (l), dem Innenradius des Rohres (r) und der Druckdifferenz (Δp) zwischen den beiden Rohrenden.

$$\dot{V} = \frac{\pi * r^4 * \Delta p}{8 * \eta * l} \quad (6)$$

2.5. Bestimmung der Viskosität

Zur experimentellen Bestimmung der Viskosität werden sogenannte Viskosimeter verwendet. Diese gibt es in vielen verschiedenen Ausführungen. Die bekanntesten sind Rotations-, Kapillar- und Fallkörperviskosimeter, wie in Abbildung 5 skizziert.

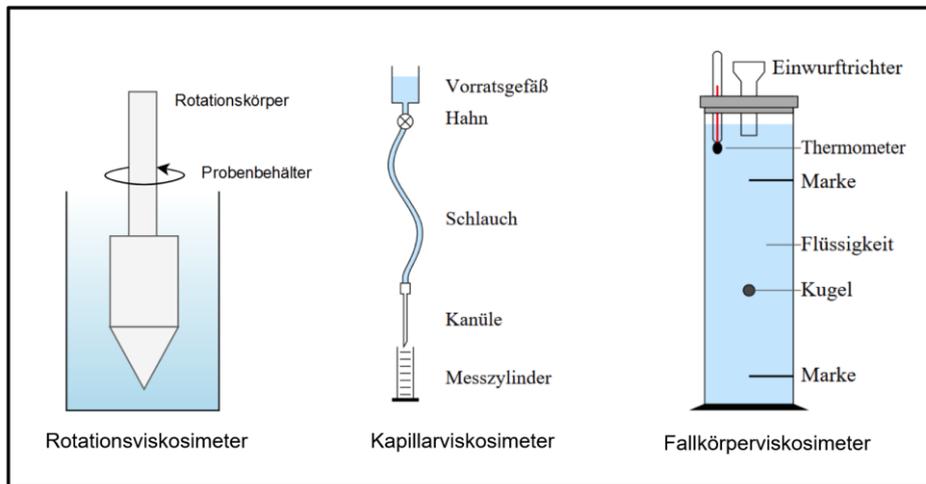


Abbildung 5: Viskosimeter Arten

2.5.1. Rotationsviskosimetrie

Um die dynamische Viskosität einer Flüssigkeit bestimmen zu können verwendet man Rotationsviskosimeter. Hierbei wird ein Körper, dessen Geometrie bis zur Gänze bekannt ist, in der Flüssigkeit mittels einem Elektromotor um die eigene Achse gedreht. Das benötigte Drehmoment wird gemessen und über die bekannten Parameter, Geometrie und Geschwindigkeit, kann die dynamische Viskosität berechnet werden. Die Standard Anordnung für solche Geräte ist ein Zylinder in einem stehenden Rohr, hier spricht man auch vom Searle-Typ. Weitere übliche Anordnungen sind zum Beispiel: Platte gegen Platte oder Kegel gegen Platte.

2.5.2. Fallkörperviskosimetrie

Ein Fallkörperviskosimeter bedient sich an dem Gesetz von Stokes. Hierbei fällt eine Kugel mit der Dichte (ρ_K) und dem Radius (r) durch eine Flüssigkeit, der Dichte (ρ_F) in einen Messzylinder mit dem Radius (R) wobei $r < R$ vorausgesetzt wird. Die Geschwindigkeit (v) der Kugel hängt direkt von der dynamischen Viskosität (η) der Flüssigkeit ab, welche sich mit Formel (7) berechnen lässt:

$$\eta = \frac{2 * g * r^2}{9 * v} * (\rho_K - \rho_F) \quad (7)$$

2.5.3. Kapillarviskosimetrie

Das zugrundeliegende Gesetz hinter dem Messprinzip eines Kapillarviskosimeters ist das Hagen-Poiseuillesche Gesetz. Wie in Kapitel 2.4 beschreiben, formuliert dieses Gesetz die laminare Strömung eines homogenen Newtonschen Fluids durch ein Rohr in Abhängigkeit von der dynamischen Viskosität (η) des Fluids, sowie der Länge des Rohres (l) und der Druckdifferenz (Δp) zwischen den beiden Rohrenden und dem Volumenstrom (\dot{V}). Wird Formel (6) umgestellt so erhält man:

$$\eta = \frac{\pi * r^4 * \Delta p}{8 * l * \dot{V}} \quad (8)$$

Der Term $\frac{\pi * r^4}{8 * l}$ ist eine Viskosimeter abhängige Eigenschaft, welche in eine Konstante (K) zusammengefasst werden kann. Es ergeben sich hieraus zwei mögliche Messmethoden zur Bestimmung der Viskosität.

- a. Bestimmung des Volumenstroms bei bekannter Druckdifferenz
- b. Bestimmung der Druckdifferenz bei konstantem Volumenstrom

Die Ubbelohde Viskosimeter basieren auf Methode a).

2.6. Ubbelohde Viskosimeter

Ein Ubbelohde Viskosimeter (siehe Abbildung 6) besteht aus einem Belüftungsrohr (1), einem Kapillarrohr (2), einem Einfüllrohr (3), einem Vorlaufrohr (bei Micro-Ubbelohde-Viskosimeter nicht vorhanden) (4), einem Messgefäß (5) mit Ringmessmarken (M_1 und M_2) welche das Durchflussvolumen der Probe begrenzen und damit die mittlere Druckhöhe h_m festlegen, der Kapillare (6) welche im als Kugelkalotte (7) ausgebildeten oberen Teil des Niveau Gefäßes (8) endet, einem Ausgleichsrohr (9) und einem Vorratsgefäß (10) mit Füllmarken (M_F).

Während der Messung läuft die Probe in Form eines dünnen Films, welcher sich als hängendes Kugelniveau ausbildet, aus der Kapillare. Diese Eigenschaft war Namensgebend für diese Art von Viskosimeter. Anschließend fließt die Flüssigkeit über das Ausgleichsrohr zurück in das Vorratsgefäß.

Da der gesamte Messbereich aller Viskositäten größer ist als eine Viskosimeter-Art alleine abdecken kann, gibt es verschiedene Viskosimeter Gruppen, welche sich anhand des Kapillardurchmessers und der damit verbunden Kapillarkonstante unterscheiden. (siehe dazu Tabelle 3 in Kapitel 3.2.2 Auswahl des Viskosimeters)

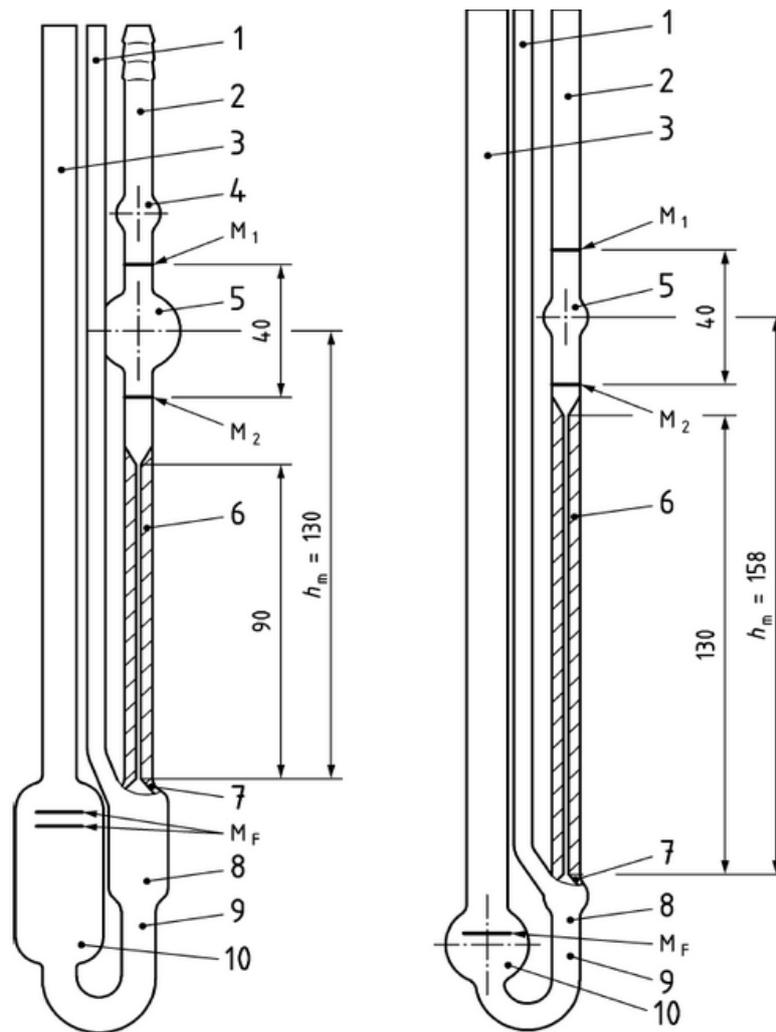


Abbildung 6: Schematische Darstellung des Ubbelohde-Viskosimeters (rechts) und des Micro-Ubbelohde-Viskosimeters (links), aus der DIN 53000-1 [9]

Nummer	Beschreibung	Nummer	Beschreibung
1	Belüftungsrohr	7	Kugelkalotte
2	Kapillarrohr	8	Nivea Gefäß
3	Einfüllrohr	9	Ausgleichsrohr
4	Vorlaufkugel	10	Vorratsgefäß
5	Messgefäß	M_1 und M_2	Ringmessmarken
6	Kapillare	M_F	Füllmarken

Tabelle 2: Legende zur Schematischen Darstellung eines Ubbelohde-Viskosimeters

3. Messaufbau und Vorbereitungen

3.1. Messaufbau

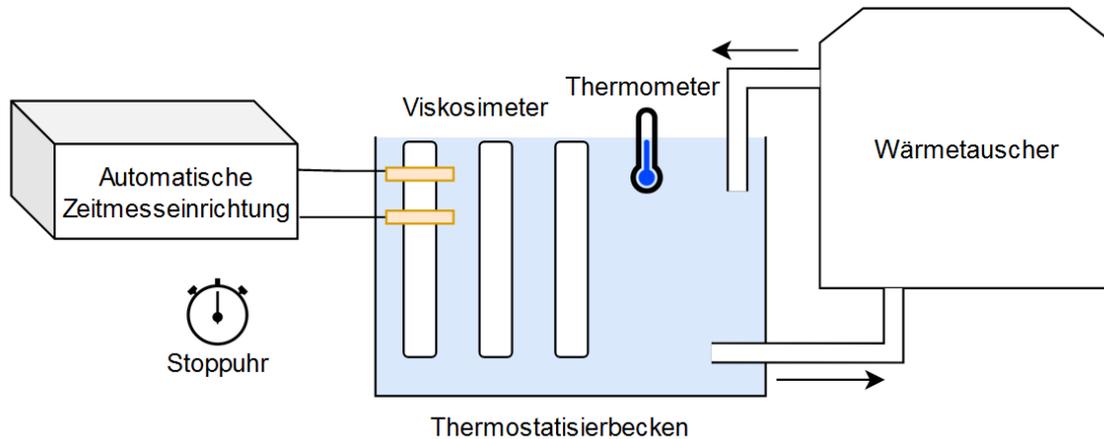


Abbildung 7: Grundlegender Messaufbau

Der Messaufbau gestaltete sich wie in Abbildung 7 skizziert. Das Thermostatisierbecken (Inv. Nr. 543-342/16) wurde mit einem Wärmetauscher verbunden um die Wassertemperatur konstant auf 20 °C zu halten. Die Viskosimeter wurden bis zur Oberkante senkrecht in das Thermostatisierbecken getaucht. Mittels Thermometer (MM003633) wurde die Wassertemperatur bestimmt. Die automatische Zeitmesseinrichtung wurde mittels Lichtschranken an dem Viskosimeter befestigt. Zusätzlich zu der automatischen Zeitmessung wurde ebenfalls händisch mittels Stoppuhr (Inv. Nr.114-1/254) die Zeit gestoppt.

3.2. Vorbereitungen

Bevor eine Messung durchgeführt werden kann müssen einige Vorbereitungen getroffen werden. Die Schritte 3.3.1 bis 3.3.4 müssen vor jeder Messung sorgfältig durchgeführt werden.

3.2.1. Vorbereiten der Probe

Für Standard-Ubbelohde-Viskosimeter werden etwa 15 cm³ bis 20 cm³ der Probe je Füllung des Viskosimeters benötigt. Zur Befüllung der Viskosimeter wird für jede Probe eine eigene Einwegspritze verwendet, damit es zu keiner Kontamination der Probe kommt. Es ist darauf zu achten, dass die Probe luftfrei aufgezogen und eingefüllt

wird. Vor allem bei höherviskosen Flüssigkeiten verweilen eingeschlossene Luftbläschen über lange Zeiträume in den Flüssigkeiten und beeinflussen die Messergebnisse.

3.2.2. Auswahl des Viskosimeters

Die Viskosimeter wurden nach den Richtwerten aus der Bedienungsanleitung der Firma Schott [8], siehe Tabelle 3, ausgewählt

Viskosimeter-Typ	Kapillardurchmesser [mm]	Konstante K [mm²/s²]	Messbereich [mm²/s]
0	0,36	0,001	0,2 bis 1,2
0c	0,46	0,003	0,5 bis 3
0a	0,53	0,005	0,8 bis 5
I	0,63	0,01	1,2 bis 10
Ic	0,84	0,03	3 bis 30
Ia	0,95	0,05	5 bis 50
II	1,13	0,1	10 bis 100
IIc	1,50	0,3	30 bis 300
IIa	1,69	0,5	50 bis 500
III	2,01	1	100 bis 1000
IIIc	2,65	3	300 bis 3000
IIIa	3,00	5	500 bis 5000

Tabelle 3: Richtwerte zur Auswahl der Viskosimeter

3.2.3. Reinigung

Die Reinigung des Viskosimeters stellt sicher, dass keine Kontamination der Probe innerhalb des Viskosimeters erfolgt. Dazu wird das Viskosimeter mit einem geeigneten Lösungsmittel (z.b.: Ethanol, Benzin oder Aceton) wiederholt ausgewaschen und mittels hochreiner Luft zur Trocknung ausgeblasen.

3.2.4. Thermostatisierung

Vor dem Start einer Messung muss das gereinigte und befüllte Viskosimeter mindestens 30 min in ein auf 20 °C temperiertes Wasserbad gestellt werden. Dies soll sicherstellen das sich die Temperatur der Probe an die Temperatur des Wasserbades angleichen kann.

3.3. Gültigkeit der Messung

Entsprechend DIN_53000-1 [9] wird für jede Messserie der Maximalwert (t_{max}), der Minimalwert (t_{min}), der Mittelwert (t_{mittel}) und die Standardabweichung der Durchflusszeit bestimmt und nach folgendem Kriterium bewertet.

$$t_{mittel} = \frac{1}{n} \sum t_i \quad (9)$$

Wobei die Durchläufe $n \geq 5$ sein sollten.

$$\varepsilon = \frac{t_{max} - t_{min}}{t_{mittel}} \quad (10)$$

Es muss gelten:

$$\varepsilon \leq \begin{cases} 1 * 10^{-3} \text{ für } \nu \leq 1000 \frac{mm^2}{s} \\ 2 * 10^{-3} \text{ für } \nu > 1000 \frac{mm^2}{s} \end{cases} \quad (11)$$

Wobei (ε) die relative Differenz zwischen dem höchsten- (t_{max}) und niedrigsten (t_{min}) Wert der Durchlaufzeit ist. Wird das Verhältnis nicht eingehalten ist die Messserie zu verwerfen, die Reinigung und Befüllung des Viskosimeters zu wiederholen und eine neue Messserie zu starten.

4. Korrekturfaktoren

4.1. Hagenbach-Korrektur

Das in Kapitel 2.4 beschriebene Hagen-Poiseuillesche Gesetz setzt voraus, dass die Kapillare unendlich lang ist. Den nur bei einer unendlich langen Kapillare wird die gesamte potenzielle Energie der Flüssigkeit in der Kapillare in Reibungsenergie umgewandelt. In der Praxis wird durch die Verwendung von Kapillaren mit endlicher Länge die Flüssigkeit beim Eintreten beschleunigt.. Aufgrund dieser Beschleunigung kommt es zu einem Druckverlust, welcher zu einer Verlängerung der Durchlaufzeit (t) führt. Diese muss mit der sogenannten Hagenbach Korrekturzeit (Δt_H) korrigiert werden.

$$t' = t - \Delta t_H \quad (12)$$

mit

$$\Delta t_H = \frac{m * V}{8 * \pi * K * l * t} \quad (13)$$

Wobei (V) das Volumen zwischen den beiden Ringmarken ist, (K) die Kapillarkonstante, (l) die Länge der Kapillare und (t) die Durchlaufzeit.

Der Faktor (m) in Gleichung (13) wird für jedes Viskosimeter experimentell bei der Kalibrierung abhängig nach dem Kapillarende bestimmt.

Man unterscheidet Viskosimeter anhand ihres Kapillarendes (siehe Abbildung 8, Quelle: SCHOTT-GERÄTE GmbH [8]) in scharfe Enden und trichterförmige Enden.

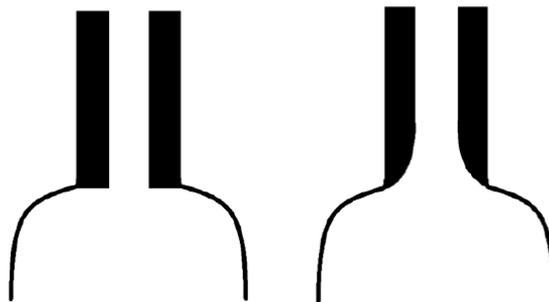


Abbildung 8: scharfes Ende (links), trichterförmiges Ende (rechts)

Nach „Theory and Praxis Of Capillary Viscometry“ [1] folgt die Berechnung der Hagenbach-Korrektur für ein scharfes Ende laut Gleichung (14).

$$\Delta t_H = \frac{B}{K * t} \text{ mit } B = \frac{1,12 * V}{8 * \pi * l} \quad (14)$$

Und für trichterförmige Enden laut Gleichung (15)

$$\Delta t_H = \frac{E}{K * t^2} \text{ mit } E = \frac{1,66 * V^{3/2}}{l(2Kr)^{1/2}} \quad (15)$$

Aus den relevanten DIN Standards sind die Faktoren (B) und (E) vom Hersteller angegeben. Von der Herstellerfirma SCHOTT-GERÄTE GmbH [8] werden aufgeschlüsselt nach Viskosimeter Typ und abhängig nach der gemittelten Fließdauer die direkt abzuziehenden Zeitwerte der Haagenbach-Korrektur (Δt_H) angegeben. Zwischenwerte müssen interpoliert werden.

4.2. Oberflächenspannungs-Korrektur

Gleichung (16) beschreibt die Tatsache das Aufgrund der Oberflächenspannung (σ) die Flüssigkeit mit der Dichte (ρ) innerhalb eines Rohres mit dem Durchmesser (R) an dessen Rohrwand um den Betrag (Δh) aufsteigt.

$$\Delta h = \frac{2 * \sigma}{R * \rho * g} \quad (16)$$

Nach DIN 35000-1 [9] sind bei Ubbelohde-Viskosimeter die Verhältnisse der Radien der Messgefäße und Kugelkalotte günstig gewählt, sodass die Korrektur im allgemeinen 0,2 % nicht übersteigt. Dennoch ist der Einfluss der Oberflächenspannung (c_σ) mittels Gleichung (17) und (18) zu korrigieren.

$$K' = K * c_\sigma \quad (17)$$

mit

$$c_\sigma = 1 + \kappa * \left(\frac{\sigma_K}{\rho_K} - \frac{\sigma_P}{\rho_K} \right) \quad (18)$$

Der Faktor (κ) ist abhängig vom Viskosimeter und wird bei der Kalibrierung des jeweiligen Viskosimeters experimentell bestimmt.

Der Faktor $1 - c_\sigma$ sollte sich in der Größenordnung von 10^{-4} befinden. Höhere Abweichungen können auf ein Problem im Experimentablauf hinweisen.

4.3. Luftauftriebs-Korrektur

Die Luftauftriebs-Korrektur-Faktor (c_B) ist im Gegensatz zur Hangebach- oder Oberflächenspannungs-Korrektur kein gerätespezifischer Faktor. Er ist probenabhängig und muss für jede Probe individuell bestimmt werden. Unterscheidet sich die Dichte der Probe (ρ_P) signifikant von der Dichte der Kalibrierflüssigkeit (ρ_K) entsprechend der Bedingung $\left(|\rho_P - \rho_K| \geq 0,3 \frac{g}{cm^3}\right)$ unterscheidet sich auch der Druck der Flüssigkeitssäule im Viskosimeter. Dieser Druckunterschied wird mittels Gleichung (19) und (20) korrigiert.

$$K' = K * c_B \quad (19)$$

mit

$$c_B = \frac{1 - \frac{\rho_L}{\rho_P}}{1 - \frac{\rho_L}{\rho_K}} \quad (20)$$

Wenn die Messungen bei Raumtemperatur durchgeführt werden, wird die Dichte der Luft mit dem bekannten Literaturwert $\rho_L = 1,2 * 10^{-3} \frac{g}{cm^3}$ bei 1013,25 mbar, 20 °C und 45 % rH nach „Density of moist air“ von Fuitschi Tanaka NMIJ [13] angenommen.

4.4. Neigungs-Korrektur

Ubbelode Viskosimeter sind in lotrechter Lage zu verwenden. Hiermit wird sichergestellt, dass die Lage bei jeder Messungen ident ist. Weicht die Verwendungslage von der Kalibrierungslage ab kommt es zu hydrostatischen Niveaudifferenzen welche mittels Formel (12) korrigiert werden müssen. Hierbei beschreibt (φ_0) den ursprünglichen Winkel der Kapillarachse, und (φ) den geänderten Winkel der Kapillarachse.

$$K' = K * \frac{\cos \varphi}{\cos \varphi_0} \quad (21)$$

Tabelle 4 zeigt eine Abschätzung des relativen Fehlers ($\varepsilon\varphi$) in % abhängig von $\Delta\varphi$.

$\Delta\varphi$	1°	2°	3°	4°	5°
$\varepsilon\varphi$	0,02	0,06	0,14	0,24	0,38

Tabelle 4: Relativer Fehler

Um die Notwendigkeit dieser Korrektur zu verringern können Viskosimeter in eine spezielle Zentriervorrichtung eingespannt werden, siehe Abbildung 9.



Abbildung 9: Zentriervorrichtung für Viskosimeter

4.5. Erdschwere Fallbeschleunigungs-Korrektur

Aufgrund des Unterschieds der örtlich vorherrschenden Erdschwere wird die Viskosimeterkonstante mit dem Verhältnis von (g') (Fallbeschleunigung am Ort der Kalibrierung) zu (g) (Fallbeschleunigung am Ort der Verwendung) korrigiert werden, siehe dazu Gleichung (22).

$$K' = K * \frac{g'}{g} \quad (22)$$

Diese Korrektur ist bei einem Vergleich zweier Kapillarkonstanten, welche an unterschiedlichen Messorten ermittelt wurden, anzuwenden.

4.6. Thermostatisierung

Um systematische Messfehler zu verhindern werden die befüllten Viskosimeter, abhängig von der Wärmeleitfähigkeit und der Wärmekapazität der Badflüssigkeit, der Probe und des Viskosimeter Glases, für eine Mindestdauer in das Thermostatisierbecken getaucht.

Um Temperaturunterschiede innerhalb des Bades sowie zwischen Thermometer und Viskosimeter zu verhindern ist das Thermometer in der unmittelbaren Nähe zum Viskosimeter zu platzieren und mittels einer Umwälzpumpe für ausreichende Verwirbelung zu sorgen.

Zur Vermeidung der Einbringung zusätzlicher Energie durch Wärmestrahlung ist auf die Verwendung einer Beleuchtung zu verzichten. Die Praxis hat gezeigt, dass durch den Infrarotanteil der Badbeleuchtung, bei Verwendung der automatischen Zeitmesseinrichtung, die Infrarotsensorik der Zeitnehmung irritiert wird und daher es zu einer erhöhten Streuung der Messergebnisse kommt.

4.7. Wärmedehnung der Kapillare

Durch die wärmebedingte Ausdehnung des Kapillar-Materials ist die Kapillarkonstante entsprechend Gleichung (23) zu korrigieren.

$$K' = K * (1 + \alpha * \Delta\vartheta) \quad (23)$$

Wobei sich hierbei ($\Delta\vartheta$) auf den Temperaturunterschied zwischen Verwendung und Kalibrierung des Viskosimeters bezieht. Diese Korrektur ist somit anzuwenden wenn eine Verwendung der Kapillare bei einer anderen Temperatur erfolgt als bei der Kalibrierung vorgelegen ist.

Viskosimeter werden standartmäßig aus Borosilikatglas nach DIN ISO 3585 mit einem relativen Längenausdehnungskoeffizienten $\alpha = 3,3 * 10^{-6} K^{-1}$ im Temperaturbereich von 0 °C bis 300 °C hergestellt.

Da die Messungen dieser Arbeit mit der Temperatur bei der Kalibrierung der Viskosimeter übereinstimmt ($T = 20$ °C) wird $\Delta\vartheta = 0$ wodurch diese Korrektur entfällt.

4.8. Druck-Korrektur

Wird der hydrostatische Druck auf die Flüssigkeitssäule im Viskosimeter mittels Fremdüberdrücke erhöht oder verringert so ist eine Druckhöhenkorrektur nach Gleichung (24) durchzuführen. Wobei der Kalibrierungsdruck und -dichte mittels (p_0) und (ρ_0) angegeben ist. Sowie die Konstante ($c_{0,0}$) die Viskosimeterkonstante bei dem Druck (p_0) mit der Flüssigkeit der Dichte (ρ_0) ist.

$$c_{p,\rho} = K * \left[\frac{p}{p_0} * \left(\frac{c_{0,0}}{K} - \rho_0 \right) \pm \rho \right] \quad (24)$$

Die Messungen dieser Arbeit wurden ohne Fremdüberdruck durchgeführt wodurch diese Korrektur entfällt.

4.9. Erwärmung durch Reibung

Aufgrund der inneren Reibung wird ein Teil der Energie, welche die Probe durch die Kapillare fließen lässt, in Wärme umgewandelt. Für den adiabatischen Fall lässt sich diese mittlere Temperaturerhöhung ($\Delta\vartheta_m$) dieser erzeugten Wärmemenge mittels Gleichung (25) annehmen. Wobei (c_p) die Spezifische Wärmekapazität beschreibt.

$$\Delta\vartheta_m = 0,05 * \frac{\Delta p}{\rho * c_p} \quad (25)$$

Der größte Teil dieser erzeugten Wärmemenge wird allerdings durch die Kapillare an das Wasserbad abgegeben. Wodurch die tatsächliche Temperaturerhöhung wesentlich geringer ausfällt, sodass die Reibungserwärmung in den meisten Fällen vernachlässigt werden kann.

4.10. Laminare Strömung -Turbulenzen

Wie in Kapitel 2.3 beschrieben schlägt eine laminare Strömung um in eine turbulente bei zu hoher Reynolds-Zahl (Re) (Formel (5)). Der kritische Wert wird bei Viskosimetern mit scharfkantiger Kapillare mit $Re=100$ laut DIN 53000-1 [9] angegeben. Diese Korrektur wird in der Hagenbach-Korrektur mitberücksichtigt.

Es ist anzunehmen, dass Durchlaufzeiten unter 100 Sekunden zu stärker streuenden Messergebnissen führen. Als Grund dafür ist anzunehmen, dass die damit verbundenen höheren Reynolds-Zahlen die als laminar angenommene Strömung doch in turbulente Strömung umwandeln. Die Haagebach-Korrektur kann diese Bandbreite an Störung dann nicht mehr abdecken.

4.11. Nachlauf

Der absinkende Flüssigkeitsmeniskus der Probe hinterlässt einen Flüssigkeitsfilm an der Innenwand des Viskosimeters, dieser hängt von der Benetzung der Wand, der Oberflächenspannung, der Viskosität und der Sinkgeschwindigkeit ab.

Läuft Flüssigkeit von oberhalb der Ringmessmarke (M_1) nach Durchgang des Meniskus nach, so vergrößert sich das durch die Kapillare fließende Volumen und damit die Durchlaufzeit.

Dieses Phänomen wird einerseits durch die Geometrie der Vorlaufkugel korrigiert, indem die während der Messung nachlaufende Flüssigkeit jenem Volumen gleich ist welches in dem Messgefäß haften bleibt. Andererseits wird das erste Messergebnis einer Messserie, welches noch bei trockenem Viskosimeter aufgenommen wird, verworfen.

4.12. Zufällige Einflüsse

Unter Messabweichungen durch zufällige Einflüsse werden Messabweichungen verstanden, deren Hintergründe vollkommen zufällig sind und damit keinem erkennbaren Zusammenhang folgen. Eine Korrektur ist nicht möglich.

Als Beispiel können genannt werden:

- Reaktionsvermögen des Beobachters bei der Zeitmessung von Hand
- Höhenversetzte Bewertung der Meniskusposition bei händischer Ablesung
- Ungenau ablesen der Einflussgrößen
- Umgebungsbedingte Bodenvibrationen durch Umwelteinflüsse
- ...

Diese Faktoren werden in der Messsicherheit in Form der Standardabweichung des Mittelwertes jeder Messreihe berücksichtigt.

4.13. Zusammenfassung der angewandten Korrekturen

Tabelle 5 gibt einen Überblick über die anzuwendenden Korrekturen und deren Größenordnungen des Einflusses auf das Messergebnis.

Korrektur	Symbol	Einfluss
Hagenbach-Korrektur	Δt_H	10^1
Luftauftriebs-Korrektur	c_B	10^{-4}
Oberflächen-Korrektur	c_σ	10^{-4}
Gravitations-Korrektur	$\frac{g'}{g}$	10^{-4}

Tabelle 5: Überblick der anzuwendenden Korrekturen

Wie Tabelle 5 zeigt ist der Anteil der Einflüsse auf das Messergebnis unterschiedlich, weswegen sie auch im Ergebnis unterschiedlich stark berücksichtigt werden.

Die Gravitations-Korrektur wird beim Vergleich der Kapillarkonstanten nur dann verwendet, wenn die Viskosimeter an unterschiedlichen Orten kalibriert worden sind, und somit die Kapillarkonstanten bei unterschiedlichen Erdbeschleunigungen bestimmt worden sind.

Die damit entstehenden Gleichungen zur Korrektur der Messergebnisse sind damit folgende.

$$t' = t - \Delta t_H \quad (26)$$

$$K' = K * c_\sigma * c_B \quad (27)$$

5. Theoretische Abhandlung Messunsicherheit

Das Wort Messunsicherheit wird in technisch-wissenschaftlichen Kontext laut dem *Internationalen Wörterbuch der Metrologie* [10] als ein Kennwert der den Bereich der Werte charakterisiert, die der Messgröße durch die durchgeführte Messung vernünftigerweise zugeschrieben werden kann. Die nach einem einheitlichen Verfahren berechnete und in einer bestimmten Weise mitgeteilte Messunsicherheit drückt so die Stärke des Vertrauens aus, mit der angenommen werden darf, dass der Wert der gemessenen Größe unter den Bedingungen der Messung innerhalb eines bestimmten Wertintervalls liegt.

5.1. Verwendete Tools

Der „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)“, (International Organization for Standardization (ISO), 2008) wurde zur Messunsicherheitsbetrachtung verwendet. Zur besseren Darstellung und Bedienung wurde der GUM Workbench des Herstellers Metrodata GmbH verwendet.

Die Betrachtung der Messunsicherheit ist für jede Messserie einzeln durchzuführen, wobei die nachfolgenden Modellgleichungen sowie die Listen der Größen für alle Berechnungen sofern nicht anders angegeben, gleichbleiben.

5.2. Verwendete Modelgleichung

5.2.1. Modellgleichung für die Ermittlung der Kapillarkonstanten

Modell Gleichung:

$$K = \frac{v}{t - t_H} \quad (28)$$

Größe	Einheit	Definition	Verteilungsfunktion
K	mm^2/s^2	Kalibrierungskonstante	Ergebnis
v	mm^2/s	kin. Viskosität	Typ B Rechteckverteilung
t	s	Durchflusszeit	Typ B Normalverteilung
t_H	s	Hagenbach-Korrektur	Typ B Rechteckverteilung

Tabelle 6: Liste der Größen für die Kalibrierungskonstanten

5.2.2. Modellgleichung für die Ermittlung der Viskositäten der Referenzflüssigkeiten

Modellgleichung:

$$v = K * (t - \Delta t_H) * c_\sigma * c_B \quad (29)$$

Größe	Einheit	Definition	Verteilungsfunktion
K	mm ² /s ²	Kalibrierungskonstante	Typ B Rechteckverteilt
v	mm ² /s	kin. Viskosität	Ergebnis
t	s	Durchflusszeit	Typ B Normalverteilt
t_H	s	Hagenbach-Korrektur	Typ B Rechteckverteilt
c_σ	-	Oberflächenspannungskorrektur	Typ B Rechteckverteilt
c_B	-	Luftauftriebskorrektur	Typ B Rechteckverteilt

Tabelle 7: Liste der Größen für die Viskositäten

5.2.3. Messunsicherheitsbetrachtungen

Zur Messunsicherheitsbetrachtung bei n-Messserien wurde die Standardabweichung (s_v) der kinematischen Viskositäten (v) mittels Formel (30) berechnet und die Zusammengefasste Messunsicherheit ($U(k = 2)$) mittels Formel (31) berechnet.

$$s_v = \sqrt{\frac{\sum (v - v_{mittel})^2}{n}} \quad (30)$$

$$U(k = 2) = 2 * \sqrt{s_v^2 + U_{MAX}^2} \quad (31)$$

6. Dokumentation und Auswertung

Der Messaufbau sowie die Vorbereitungen vor jeder Messung entsprechen jenem wie in Kapitel 3 beschriebenen Aufbau und Ablauf. Im Folgenden wird die Erste Stufe, hierbei handelt es sich um die ersten acht Messserien, ausführlich mit allen Werten beschrieben und in dieser Arbeit dokumentiert. Ab Messserie acht werden nur mehr die mittels GUM ausgewerteten Ergebnisse aufgelistet.

Viskositätsnormale	Kapillarkonstante [mm ² /s ²]		Ubbe 1	Ubbe 2	Ubbe 3	Ubbe 4	Ubbe 5
	kin. Viskosität [mm ² /s]						
85067.260			Nr. 31	Nr. 32	Nr. 33		
dest. Wasser	1,0034		Nr.1	Nr.2	Nr. 3	Nr. 4	
85078.260	errechnete Viskosität				Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7
85084.260							Nr. 9
85097.260							Nr. 12
85074.260							
85081.260							
85087.260							
85075.260							
85083.260							

Abbildung 10: Beispielhafte Darstellung der Messmatrix

Abbildung 10 zeigt die ersten fünf Stufen der Messmatrix. Die Bezeichnungen „Nr. XX“ beschreiben die Nummer der jeweiligen Messserie. Ausgehend von der kinematischen Viskosität des Wassers, werden bei mehreren Kapillarviskosimeter die Durchlaufzeiten bei Wasser bestimmt. Auf Basis dieser erhaltenen Messwerte kann die Kapillarkonstanten ermittelt werden. Darauf folgend, werden mit diesen Viskosimeter durch Messungen die Viskositäten unterschiedlichen Referenzflüssigkeiten bestimmt, wobei hier, auf vertretbare Durchlaufzeiten zu achten ist. Unter Verwendung der ermittelten Viskositäten der Referenzflüssigkeiten werden in Folge die Durchflusszeiten und somit die Kapillarkonstanten weiterer Kapillaren bestimmt.

Durch gezielte Variation von Kapillardurchmesser einerseits und unterschiedliche viskoser Referenzflüssigkeiten andererseits, ist es möglich, ein Set von Messungen zu schaffen, auf Basis derer eine Viskositätsskala dargestellt werden kann.

Als Referenzflüssigkeiten dienen in der Regel unterschiedlich viskose mehrwertige Alkohole, Benzol-Öl-Gemische oder synthetische Öl und deren Gemische.

Die Messungen wurden im April 2022 in dem Viskositätslabor des BEV, Artlgasse 35 1160 Wien, durchgeführt.

6.1. Wasser als Basis der Viskositätsmessung

Ausgehend von dem bekannten Literaturwert für der dynamischen Viskosität von 1 mPas, bezogen auf die Dichte des Wasser, ist 1,0034 mm²/s [13] die kinematische Viskosität von luftfreiem Wasser. Hiermit werden von vier Viskosimetern die Kapillarkonstanten eingemessen.

Die Verifikation der Wasserdichte wurden mittels eines Biegeschwingers DMA5000 mit der Messmittel-Nummer MM003479 am BEV vorgenommen.

Nach der Verifikation der Messserie mittels der Bestimmung der relativen Differenz (ϵ) wurde die Kapillarkonstante der verwendeten Viskosimeter berechnet. Die Hagenbach-Korrektur wurde aus den Angaben der Hersteller entnommen. Aus diesen Angaben wurden für die genauen Durchflusszeiten die anzuwendenden Hagenbach-Korrekturen interpoliert.

Für die nachfolgende Messunsicherheitsbetrachtung jeder Messserie wurde die Modell Gleichung aus Formel (28) und die Liste der Größen aus Tabelle 6 verwendet.

Die erste Stufe, Messserien Nummer eins bis sieben, werden im Detail dargestellt, für die weiteren Stufen werden nur mehr die Ergebnisse gezeigt.

Laut Physikalisch Technischer Bundesanstalt (PTB) [16] ist es zweckmäßig für die Oberflächenspannungskorrektur zwischen Wasser und Ölen ein Zwischenschritt über n-Nonan und U-Rohr-Viskosimeter einzuführen. Dieser Zwischenschritt wurde in dieser Arbeit nicht durchgeführt. Zur Korrektur der Oberflächenspannung wurden hier die von der PTB publizierten Richtwerte angewandt.

6.1.1. Messserie 1: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003687

Viskosimeter Identifikationsnummer: 85500 / MM003687

Viskosimeter Typ: 50100 / 0

Flüssigkeit	Kin. Viskosität [mm ² /s]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
Destilliertes Wasser	1,0034	948,702	20,040
Destilliertes Wasser	1,0034	948,558	20,039
Destilliertes Wasser	1,0034	948,689	20,041
Destilliertes Wasser	1,0034	948,590	20,040
Destilliertes Wasser	1,0034	948,645	20,038
			Zeit in [s]
		Maximalwert:	948,702
		Minimalwert:	948,558
		Mittelwert:	948,636
		Epsilon:	0,1518 * 10 ⁻³
		Standardabweichung:	0,0555
		Hagenbach-Korrektur:	0,4618
			Konstante in [mm ² /s ²]
Kapillarkonstante:			0,001058

Tabelle 8: Ergebnisse der Messserie 1

Größe	Wert	Standard-messunsicherheit	Freiheitsgrad	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
ν	1,0034 mm ² /s	110*10 ⁻⁶ mm ² /s	∞	1.1*10 ⁻³	120*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
t	948,6368 s	0.555 s	50	-1.1*10 ⁻⁶	-620*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
t_H	0,4618 s	0.244 s	∞		270*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
K	1,05824*10 ⁻³ mm ² /s ²	687*10 ⁻⁹ mm ² /s ²	75		

Tabelle 9: Messunsicherheits-Budget von Messserie 1

Ergebnis:

Größe: K

Wert: 0,0010582 mm²/s²

Erweiterte Messunsicherheit: $\pm 1,4 \cdot 10^{-6}$ mm²/s²

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95,45 %

6.1.2. Messserie 2: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003663

Viskosimeter Identifikationsnummer: 26490 / MM003663

Viskosimeter Typ: 0c

Flüssigkeit	Kin. Viskosität [mm ² /s]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
Destilliertes Wasser	1,0034	362,309	20,033
Destilliertes Wasser	1,0034	362,792	20,032
Destilliertes Wasser	1,0034	362,962	20,034
Destilliertes Wasser	1,0034	362,174	20,036
Destilliertes Wasser	1,0034	362,480	20,037
			Zeit in [s]
			Maximalwert: 362,962
			Minimalwert: 362,174
			Mittelwert: 362,543
			Epsilon: 0,0002173
			Standardabweichung: 0,294
			Hagenbach-Korrektur: 0,5386
			Konstante in [mm ² /s ²]
Kapillarkonstante:			0,002773

Tabelle 10: Ergebnisse der Messserie 2

Größe	Wert	Standardmessunsicherheit	Freiheitsgrad	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
ν	1.0034 mm ² /s	110*10 ⁻⁶ mm ² /s	∞	2.8*10 ⁻³	300*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
t	362.543 s	0.294 s	50	-7.7*10 ⁻⁶	-2.3*10 ⁻⁶ mm ² /s ²
t_H	0.53860 s	3.06*10 ⁻³ s	∞	7.7*10 ⁻⁶	23*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
K	2.771*10 ⁻³ mm ² /s ²	2.27*10 ⁻⁶ mm ² /s ²	51		

Tabelle 11: Messunsicherheits-Budget von Messserie 2

Ergebnis:

Größe: K

Wert: 0,002771 mm²/s²

Erweiterte Messunsicherheit: $\pm 4,5 \cdot 10^{-6}$ mm²/s²

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95,45 %

6.1.3. Messserie 3: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003665

Viskosimeter Identifikationsnummer: 61632 / MM003665

Viskosimeter Typ: 0c

Flüssigkeit	Kin. Viskosität [mm ² /s]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
Destilliertes Wasser	1,0034	209,634	20,108
Destilliertes Wasser	1,0034	209,641	20,109
Destilliertes Wasser	1,0034	209,544	20,101
Destilliertes Wasser	1,0034	209,483	20,081
Destilliertes Wasser	1,0034	209,318	20,076
			Zeit in [s]
			Maximalwert: 209,641
			Minimalwert: 209,318
			Mittelwert: 209,521
			Epsilon: 0,00157
			Standardabweichung: 0,1204
			Hagenbach-Korrektur: 1,678
			Konstante in [mm ² /s ²]
			Kapillarkonstante: 0,004827

Tabelle 12: Ergebnisse der Messserie 3

Größe	Wert	Standardmessunsicherheit	Freiheitsgrad	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
ν	1.003400 mm ² /s	110*10 ⁻⁶ mm ² /s	∞	4.8*10 ⁻⁶	530*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
t	209.521 s	0.120 s	50	-23*10 ⁻⁶	-2.8*10 ⁻⁶ mm ² /s ²
t_H	1.67800 s	3.06*10 ⁻³ s	∞	23*10 ⁻⁶	71*10 ⁻⁹ mm ² /s ²
K	4.827 * 10 ⁻⁶ mm ² /s ²	2.85*10 ⁻⁶ mm ² /s ²	53		

Tabelle 13: Messunsicherheits-Budget von Messserie 3

Ergebnis:

Größe: K

Wert: 0,0048277 mm²/s²

Erweiterte Messunsicherheit: $\pm 5,7 \cdot 10^{-6}$ mm²/s²

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95,45 %

6.1.4. Messserie 4: Bestimmung der Kapillarkonstante mittels Wasser von MM003656

Viskosimeter Identifikationsnummer: 10707 / MM003656

Viskosimeter Typ: 0c

Flüssigkeit	Kin. Viskosität [mm ² /s]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
Destilliertes Wasser	1,0034	104,805	20,061
Destilliertes Wasser	1,0034	104,669	20,058
Destilliertes Wasser	1,0034	104,763	20,051
Destilliertes Wasser	1,0034	104,752	20,050
Destilliertes Wasser	1,0034	104,875	20,048
			Zeit in [s]
			Maximalwert: 104,875
			Minimalwert: 104,669
			Mittelwert: 104,772
			Epsilon: 0,0019
			Standardabweichung: 0,0675
			Hagenbach-Korrektur: 4,678
			Konstante in [mm ² /s ²]
			Kapillarkonstante: 0,01002

Tabelle 14: Ergebnisse der Messserie 4

Größe	Wert	Standardmessunsicherheit	Freiheitsgrad	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
ν	1.003400 mm ² /s	110* 10 ⁻⁶ mm ² /s	∞	0.010	1.1* 10 ⁻⁶ mm ² /s ²
t	104.7720 s	0.0675 s	50	-100* 10 ⁻⁶	-6.8* 10 ⁻⁶ mm ² /s ²
t_H	4.67800 s	3.06* 10 ⁻³ s	∞	100* 10 ⁻⁶	310* 10 ⁻⁹ mm ² /s ²
K	0.010024 mm ² /s ²	6.86* 10 ⁻⁶ mm ² /s ²	52		

Tabelle 15: Messunsicherheits-Budget von Messserie 4

Ergebnis:

Größe: K

Wert: 0,010025 mm²/s²

Erweiterte Messunsicherheit: $\pm 14 \cdot 10^{-6}$ mm²/s²

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95,45 %

6.2. Bestimmung der Viskosität der ersten Referenzflüssigkeit

Ausgehend von den zuvor ermittelten Kapillarkonstanten werden nun mit der Referenzflüssigkeit 85078.260 die Durchlaufzeiten bestimmt, korrigiert nach Kapitel 4 und aus n Messungen der Mittelwert der Kinematischen Viskosität, bezogen auf die Bezugstemperatur von 20 °C, gebildet.

6.2.1. Messserie 5: Bestimmung der Viskosität mittels Kapillare MM003687

Identifikationsnummer: 85500 / MM003687

Viskosimeter Typ: 50100 / 0

Flüssigkeit	Kapillarkonstante [mm ² /s ²]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
85078.260	0,002771	977,559	20,049
85078.260	0,002771	976,990	20,050
85078.260	0,002771	978,382	20,051
85078.260	0,002771	975,812	20,052
85078.260	0,002771	978,372	20,053
		Zeit [s]	Temperatur [°C]
		Maximalwert:	978,382 20,053
		Minimalwert:	975,812 20,049
		Mittelwert:	977,423 20,051
		Epsilon:	0,00262 -
		Standardabweichung:	0,96141 -
		Hagenbach-Korrektur:	0,435 -
			Korrekturtherme [1]
			Oberflächenspannung: 1,2293*10 ⁻³
			Luftauftriebe: -0,3155*10 ⁻³
			Viskosität in [mm ² /s]
Kinematische Viskosität:			2,70

Tabelle 16: Ergebnisse der Messserie 5

Ergebnis:

Größe: ν

Wert: 2.70 mm²/s

Erweiterte Messunsicherheit: ± 0.22 mm²/s

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95.45%

6.2.2. Messserie 6: Bestimmung der Viskosität mittels Kapillare
MM003663

Identifikationsnummer: 26490 / MM003663

Viskosimeter Typ: 0c

Flüssigkeit	Kapillarkonstante [mm ² /s ²]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
85078.260	0,0048277	558,761	20,051
85078.260	0,0048277	558,142	20,052
85078.260	0,0048277	558,920	20,053
85078.260	0,0048277	558,718	20,052
85078.260	0,0048277	558,562	20,056
		Zeit [s]	Temperatur [°C]
Maximalwert:		558,920	20,056
Minimalwert:		558,142	20,051
Mittelwert:		558,620	20,052
Epsilon:		0,0013	-
Standardabweichung:		0,265	-
Hagenbach-Korrektur:		0,227	-
			Korrekturtherme [1]
Oberflächenspannung:		1,2293*10 ⁻³	
Luftauftriebe:		-0,3155*10 ⁻³	
			Viskosität in [mm ² /s]
Kinematische Viskosität:			2,69

Tabelle 17: Ergebnisse der Messserie 6

Ergebnis:

Größe: ν

Wert: 2.69 mm²/s

Erweiterte Messunsicherheit: ± 0.12 mm²/s

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95.45%

6.2.3. Messserie 7: Bestimmung der Viskosität mittels Kapillare
MM003687

Identifikationsnummer: 1213 / MM003645

Viskosimeter Typ: 0c

Flüssigkeit	Kapillarkonstante [mm ² /s ²]	Durchlaufzeit [s]	Badtemperatur [°C]
85078.260	0,01002	280,779	20,027
85078.260	0,01002	281,432	20,049
85078.260	0,01002	281,400	20,042
85078.260	0,01002	281,722	20,045
85078.260	0,01002	280,730	20,050
		Zeit [s]	Temperatur [°C]
Maximalwert:		281,722	20,050
Minimalwert:		280,730	20,027
Mittelwert:		281,212	20,042
Epsilon:		0,003	-
Standardabweichung:		0,390	-
Hagenbach-Korrektur:		0,893	-
			Korrekturtherme [1]
Oberflächenspannung:		1,2293*10 ⁻³	
Luftauftriebe:		-0,3155*10 ⁻³	
			Viskosität in [mm ² /s]
Kinematische Viskosität:			2,80

Tabelle 18: Ergebnisse der Messserie 7

Ergebnis:

Größe: ν

Wert: 2.80 mm²/s

Erweiterte Messunsicherheit: ± 0.062 mm²/s

Erweiterungsfaktor: 2.0

Überdeckung: 95.45%

6.2.4. Ergebnis der Bestimmung der Viskosität für Referenzflüssigkeit
85078.260

Aus n Messserienmittelwerten und dazugehörigen Messunsicherheiten werden der abschließende Mittelwert (v_{MITTEL}), die Standardabweichung (s_v) und die zusammengefasste Messunsicherheit ($U(k = 2)$) nach Kapitel 5.2.3 bestimmt.

Messserie	Viskosität [mm^2/s]	Messunsicherheit [mm^2/s]
5	2,70	0,22
6	2,69	0,12
7	2,80	0,06
v_{MITTEL}	2,73	-
s_v	-	0,031
U_{MAX}	-	0,22
$U(k=2)$	-	0,44

Tabelle 19: Ergebnisse der Referenzflüssigkeit 85078.260

Messergebnis:

$$\begin{aligned}
 v_{1(20)} &= 2,73 \frac{mm^2}{s} \\
 \text{mit } U(k = 2) &= 0,44 \frac{mm^2}{s}
 \end{aligned}
 \tag{32}$$

6.3. Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Viskositäten der Referenzflüssigkeiten

Die verkürzte Darstellung der Bestimmung der Viskositäten der Referenzflüssigkeiten in Tabelle 20 zeigt zu der jeweiligen Messserie die zuvor ausgemessene Kapillarkonstante und die mittlere Durchlaufzeit der Messserie. Wie zuvor wurden die Viskositäten und die Erweiterten Messunsicherheiten mittel GUM-Workbench berechnet.

<i>Messerie</i>	<i>Kapillarkonstante</i> <i>[mm²/s²]</i>	<i>Durchlaufzeit</i> <i>[s]</i>	<i>kin. Viskosität</i> <i>[mm²/s]</i>	<i>Messunsicherheit</i> <i>[mm²/s]</i>
9	0,01002	687,27	6,88	0,11
10	0,03020	225,24	6,77	0,15
12	0,01002	1044,62	10,46	0,19
13	0,03020	345,40	10,40	0,24
14	0,0504	208,25	10,47	0,39
16	0,05040	603,59	30,353	0,40
17	0,1002	310,91	31,118	0,78
19	0,1002	606,56	60,73	0,79
20	0,3082	199,345	61,27	0,92
22	0,3082	337,731	103,92	3,02
23	0,4974	207,72	103,05	5,3
25	0,4974	870,51	432,67	8,6
26	1,023	425,61	434,80	5,9
28	1,023	1016,56	1039	41
29	3,06	334,77	1023	46
32	0,002773	201,877	0,5575	2,2*10 ⁻³
33	0,001058	438,63	0,4631	1,1*10 ⁻³

Tabelle 20: Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Viskositäten

6.4. Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Kapillarkonstanten

Tabelle 21 zeigt die gemittelten Durchlaufzeiten der Messergebnisse der Messserien für die Bestimmung der Kapillarkonstanten. Wie zuvor wurden die Ergebnisse der Kapillarkonstanten und die erweiterten Messunsicherheiten mittels GUM-Workbench berechnet.

<i>Messserie</i>	<i>kin. Viskosität</i> <i>[mm²/s]</i>	<i>Durchlaufzeit</i> <i>[s]</i>	<i>Kapillarkonstante</i> <i>[mm²/s²]</i>	<i>Erw. Messunsicherheit</i> <i>[mm²/s²]</i>
8	2,73	91,83	0,0302	4,9*10 ⁻³
11	6,81	136,26	0,0504	2,5*10 ⁻³
15	10,44	105,32	0,1002	4,7*10 ⁻³
18	30,73	100,93	0,3082	8,6*10 ⁻³
21	61,00	123,84	0,4974	8,3*10 ⁻³
24	103,48	102,35	1,023	0,012
27	433,73	142,93	3,06	0,12
30	1031	200,32	5,18	0,25
31	0,50	468,94	0,001069	1,5*10 ⁻³

Tabelle 21: Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Kapillarkonstanten

6.5. Die Messmatrix

Abbildung 11 zeigt die vollständige Messmatrix mit den Mittelwerten der gemessenen Durchlaufzeiten, berechneten Kapillarkonstanten und kinematischen Viskositätswerten.

Viskositätsnormale	Kapillarkonstante [mm ² /s ²]		0,001058	0,002773	0,004827	0,010025	0,0302	0,0504	0,1002	0,3082	0,4974	1,023	3,06	5,18
	kin. Viskosität [mm ² /s]													
85067.260	0,50	468,94	438,63	201,877										
dest. Wasser	1,0034		948,63	362,54	209,52	104,772								
85078.260	2,73			977,43	558,62	281,21	91,83							
85084.260	6,81					687,27	225,24	136,26						
85097.260	10,44					1044,62	345,40	208,25	105,32					
85074.260	30,73							603,592	310,91	100,93				
85081.260	61,00								606,56	199,34	123,84			
85087.260	103,48									335,731	207,72	102,35		
85075.260	433,73										870,51	425,61	142,93	
85083.260	1031,00											1016,56	334,77	200,32

Abbildung 11: Vollständige Messmatrix

7. Analyse der Ergebnisse

Zur Verifizierung der Gültigkeit der im Zuge dieser Arbeit gemachten Messungen werden die errechneten Werte der Viskositäten der Viskositätsnormale und der Kapillarkonstanten der Viskosimeter mit den angegebenen Werten auf den Kalibrierscheinen verglichen.

7.1. Vergleich der Viskositäten

Identifikation Nummer	Berechnete kin. Viskosität [mm ² /s]	kin. Viskosität vom Kalibrierschein [mm ² /s]	Abweichung [%]
85067.260	0,50	0,4863	2,74
85078.260	2,731	2,745	0,549
85084.260	6,81	6,903	1,366
85097.260	10,44	10,32	1,149
85074.260	30,73	30,33	1,302
85081.260	61,00	59,87	1,852
85087.260	103,48	101,0	2,397
85075.260	433,73	427,3	1,482
85083.260	1031,00	996,2	3,395

Tabelle 22: Viskositätenvergleich

Die Abweichung befinden sich innerhalb der auf den Kalibrierscheinen angegebenen Messunsicherheit, womit man davon ausgehen kann, dass diese Messungen verwendbar sind.

7.2. Vergleich der Kapillarkonstanten

Die zuvor errechneten Kapillarkonstanten müssen für einen adäquaten Vergleich zu jenen auf den Kalibrierscheinen zusätzlich mit den entsprechenden Korrekturterm nach Kapitel 4.5 korrigiert werden. Die für die Korrekturen verwendeten Werte findet sich in der Tabelle 23.

Formelzeichen	Beschreibung	Zahlenwert
g	Gravitation am Ort der Verwendung	9,808403 m/s ²
g'	Gravitation am Ort der Kalibrierung	9,8125 m/s ²

Tabelle 23: Korrekturterme für den Kapillarkonstantenvergleich

Die Ergebnisse finden sich in der nachgestellten Tabelle 24.

Identifikation Nummer	Korrigierte Konstante [mm ² /s ²]	Angegebene Konstante [mm ² /s ²]	Abweichung in [%]
MM003689	0,00106855	0,001016	5,17
MM003687	0,0010575	0,001089	2,88
MM003663	0,0027718	0,002844	2,53
MM003665	0,004824	0,004993	3,36
MM003645	0,010015	0,010023	0,07
MM003664	0,03018	0,03048	0,96
MM003670	0,05037	0,05032	0,11
MM003657	0,1001	0,09936	0,80
MM003669	0,3080	0,3042	1,27
MM003661	0,4971	0,4954	0,36
MM003652	1,022	0,9961	2,65
MM003667	3,058	3,034	0,81
MM003683	5,177	5,053	2,47

Tabelle 24: Kapillarkonstantenvergleich

Die Abweichungen zwischen den errechneten und den gegebenen Kapillarkonstanten lassen sich auf Ablagerungen bzw. Verdickungen der Kapillaren zurückführen und machen die Wichtigkeit einer wiederkehrenden Kalibrierung deutlich.

Durch die systematische Bestimmung der Kapillarkonstanten von einem Satz unterschiedlicher Ubbelode Viskosimeter, bezogen auf die Wasserviskosität, ist eine Bestimmung von Flüssigkeitsviskositäten über den Messbereich möglich. Somit ist die Skala der Viskosität ausreichend abgebildet und realisiert.

7.3. Zeitnehmung

Die Bestimmung der Durchlaufzeiten erfolgte bei den Messungen mittels automatischer Zeitmesseinrichtung. Zur Verifizierung der Zeitmesseinrichtung wurden bei einem Großteil der durchgeführten Messungen die Durchflusszeiten zusätzlich mittels Stoppuhr manuell bestimmt. Die händisch ermittelten Zeiten stimmten mit denen der Zeitmesseinrichtung, mit einer maximalen Abweichung von zwei Sekunden, überein. Somit wurde ein Bezug der automatischen Zeitnehmung auf die herkömmliche manuelle Zeitmessung hergestellt.

Die automatische Zeitnehmung hat gezeigt, dass bei kurzen Durchlaufzeiten (200 s - 350 s) eine geringere Streuung der festgestellten Durchlaufzeiten mit der Zeitmesseinrichtung erlangt werden kann als mit der händischen Messung.

Hierbei hat sich gezeigt, dass Durchlaufzeiten unter 100 Sekunden zu stärker streuenden Ergebnissen der ermittelten Kapillarkonstante führen. Als Grund dafür ist anzunehmen, dass für die damit verbundenen niedrigeren Reynolds-Zahlen nicht wie erforderlich eine laminare Strömung in den Kapillaren vorliegt, sondern, zumindest teilweise, turbulente Strömung auftreten. Die Haagenbach-Korrektur kann diese Bandbreite an Störung nicht mehr abdecken. Deshalb hat sich gezeigt dass Messungen mit geringen Durchlaufzeiten (< 150 s) nicht zu empfehlen sind.

Weiters wurde festgestellt, dass ab einer Durchlaufzeit über 700 s (~11 min) die Streuungen der Messergebnisse bei 120 s lagen. Das lässt sich Aufgrund des Nachlaufes und des verwendeten Software-Algorithmuses, beschrieben in der Bachelorarbeit [6], erklären.

8. Erkenntnisse

Bei der Auswertung der Messergebnisse und Interpretation von festgestellten Streuungen in den Ergebnissen wurden Feststellungen getätigt, deren Ursache verifiziert wurden. Dabei war es primär notwendig Erkenntnisse für die Verwendung der Viskosimeter und der automatischen Zeitnehmung zu gewinnen. Dadurch kann eine Optimierung der Arbeitsanweisungen zur Viskositätsbestimmung vorgenommen werden. Obwohl von einer Grundkonstanz der Kapillaren als Glasmessinstrumenten ausgegangen werden kann, ist durch augenscheinliche Änderung der Kapillarkonstanten eine wiederkehrende Kalibrierung notwendig. Die Kalibrierung sollte je nach Verwendungsintensität des Viskosimeters auf ein kürzeres Zeitintervall gesetzt werden.

Obwohl in der Standard-Modellgleichung der Viskosimeter nicht vorgesehen, besteht ein Einfluss der Oberflächenspannung beim Übergang von Messungen mit Wasser auf Referenzflüssigkeiten außer Wasser.

Die Verwendung der Automatischen Zeitmesseinrichtung sollte der händischen gegenüber bevorzugt werden, da hier geringere Streuungen auftreten. Die Durchflusszeit sollte zwischen 150 s und 700 s gewählt werden, da bei diesen Zeiten Messtechnisch die geringsten Messunsicherheiten festzustellen sind.

Diese Arbeit dient dem BEV als Ausgangsbasis zur Schaffung der Dokumentation im Fachbereich der Darstellung der Viskositätsskala zum Zwecke der Anerkennung im BIPM MRA Abkommen.

Anhang

A Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Formelzeichen	VIII
Tabelle 2: Legende zur Schematischen Darstellung eines Ubbelohde-Viskosimeters.....	9
Tabelle 3: Richtwerte zur Auswahl der Viskosimeter	11
Tabelle 4: Relativer Fehler	15
Tabelle 5: Überblick der anzuwendenden Korrekturen.....	20
Tabelle 6: Liste der Größen für die Kalibrierungskonstanten	21
Tabelle 7: Liste der Größen für die Viskositäten	22
Tabelle 8: Ergebnisse der Messserie 1	25
Tabelle 9: Messunsicherheits-Budget von Messserie 1.....	25
Tabelle 10: Ergebnisse der Messserie 2	26
Tabelle 11: Messunsicherheits-Budget von Messserie 2.....	26
Tabelle 12: Ergebnisse der Messserie 3	27
Tabelle 13: Messunsicherheits-Budget von Messserie 3.....	27
Tabelle 14: Ergebnisse der Messserie 4	28
Tabelle 15: Messunsicherheits-Budget von Messserie 4.....	28
Tabelle 16: Ergebnisse der Messserie 5	29
Tabelle 17: Ergebnisse der Messserie 6	30
Tabelle 18: Ergebnisse der Messserie 7	31
Tabelle 19: Ergebnisse der Referenzflüssigkeit 85078.260	32
Tabelle 20: Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Viskositäten.....	33
Tabelle 21: Verkürzte Darstellung der Bestimmung der Kapillarkonstanten	34
Tabelle 22: Viskositätenvergleich	36
Tabelle 23: Korrekturtherme für den Kapillarkonstantenvergleich	37
Tabelle 24: Kapillarkonstantenvergleich.....	37

B Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schergeschwindigkeitsabhängigkeit (Haba, 2013, Wikimedia)	3
Abbildung 2: Zeitabhängige Viskositätsänderung (Spura, 2011, Wikimedia).....	3
Abbildung 3: Plattenmodell.....	4
Abbildung 4: Strömungseigenschaften.....	6
Abbildung 5: Viskosimeter Arten.....	7
Abbildung 6: Schematische Darstellung des Ubbelohde-Viskosimeters (rechts) und des Micro-Ubbelohde-Viskosimeters (links), aus der DIN 53000-1 [9].....	9
Abbildung 7: Grundlegender Messaufbau.....	10
Abbildung 8: scharfes Ende (links), trichterförmiges Ende (rechts).....	13
Abbildung 9: Zentriervorrichtung für Viskosimeter	16
Abbildung 10: Beispielhafte Darstellung der Messmatrix	23
Abbildung 11: Vollständige Messmatrix.....	35

C Literaturverzeichnis

- [1] J. Wilke, H. Kryk, J. Hartmann, D. Wagner; Theorie und Praxis der Viskosimetrie mit Glas-Kapillarviskosimetern, 2015, Seite 1-92
- [2] L. Bergmann, C. Schäfer; Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 1, de Gruyter, 3. Auflage
- [3] Giancoli, C. Douglas, Lehr- und Übungsbuch der Physik, Pearson Verlag, Jahr 2009, 3. Auflage
- [5] W. Walcher; VIS-Skriptum, TU-München, Version vom 17. Oktober 2018, Seite 1-8
- [6] M. Loewit; Konzeptionierung einer Zeitmesseinrichtung für Kapillarviskosimeter, Bachelorarbeit, TU Wien , 2020, Seite 1-88
- [7] W. Demtröder; Lehrbuch der Experimentalphysik 1, 2018, 8. Auflage
- [8] Informationsblatt für Kapillarviskosimetrie newton'scher Flüssigkeiten – Fehler und Korrekturen, Amt für Standardisierung der DDR, 1962, Seite 1-4
- [9] DIN Standards: DIN_53000-1,-2,-3,-4,-5_2019
- [10] Internationales Wörterbuch der Metrologie (VIM), Deutsche-Englische Fassung, 2 Auflage, 1994, Beuth Verlag GmbH
- [11] GUM, „Evaluation of Measurement data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“, JCGM 100; 2008
- [12] International Organization for Standardization (ISO), Guide to the Expression Uncertainty in Measurement; 2008
- [13] Fujita, NMIJ Evaluation of uncertainty in viscosity, Metrologia, 2009
- [14] Loreface, The Italian primary kinematic viscosity standard the viscosity scale, Measurement, 2017
- [15] C. P. Maggi, D. Trowbridge, M. T. Zubler: Final Report CCM.V-K2 Comparison – BIPM Feb 11 2009
- [16] Broeke, Klingenberg; PTB Laborbericht, Deutsche Fassung, 2000

D Viscosity Standard certificate



Certificate of Analysis



Viscosity Standard

MATERIAL PRODUCT: Viscosity Standard (cSt) reads; 2.9@20°C, 2.6@25°C, 2.1@37.78°C, 2@40°C, 1.7@50°C

MATERIAL NUMBER: 85078.280

LOT NO: 150262

DATE OF TEST: 18/09/2015

EXPIRY DATE: 09/2017

CERTIFIED VALUES:

Temperature		Viscosity		Density (g/mL)
°C	°F	Kinematic - mm ² /s (cSt)	Dynamic - mPa.s (cP)	
20.00	68.00	2.745	2.151	0.7838
25.00	77.00	2.485	1.938	0.7800
37.78	100.00	1.974	1.521	0.7708
40.00	104.00	1.902	1.463	0.7692
50.00	122.00	1.628	1.241	0.7621

METHOD OF ANALYSIS: Kinematic Viscosity measurements are in accordance with ASTM D2162. Density measurements are in accordance with ASTM D4052 (Dynamic Viscosity = Kinematic Viscosity x Density)

METROLOGICAL TRACEABILITY: Kinematic Viscosity measurements are traceable to the Primary Standard of pure water @ 20°C, as adopted by NIST. Temperature measurements are traceable via National Standards to the ITS-90 temperature scale. Density measurements are traceable to high purity ISO Guide 34 Certified Reference Materials

Expanded Uncertainties (k=2)

Viscosity Range (mm ² /s)	Kinematic Viscosity mm ² /s (cSt)	Dynamic Viscosity mPa.s (cP)	Viscosity Range (mm ² /s)	Kinematic Viscosity mm ² /s (cSt)	Dynamic Viscosity mPa.s (cP)
0.85 - 6.6	0.14%	0.22%	540 - 1500	0.24%	0.29%
6.6 - 14	0.16%	0.23%	1500 - 3600	0.26%	0.31%
14 - 37	0.17%	0.24%	3600 - 9000	0.27%	0.32%
37 - 85	0.19%	0.25%	9000 - 25500	0.30%	0.34%
85 - 230	0.21%	0.27%	25500 - 110000	0.31%	0.35%
230 - 540	0.23%	0.29%			

Date: 18/09/2015

This certificate must not be reproduced except in full.

Signature

We certify that this batch conforms to the specifications listed above.

Rubán Mc Donagh

Rubán Mc Donagh – QC Technician

VWR International LLC, Radnor Corporate Center, Building One, Suite 200, 100 Mettsford Road, Radnor, PA 19087, USA
VWR International bvba, Huisrode Research Park Zone 2020, Coldenhuislaan 464, 3001 Louvain, Belgium

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Pia Romana Wenty
Anschrift: Königswinkelgasse 5, 3001 Mauerbach
Telefon: +43 680 2324125
E-Mail: pia.wenty@gmail.com



Geburtsdatum: 09.05.2000
Staatsbürgerschaft: Österreich
Geschlecht: Weiblich

Schulbildung

2006 – 2010 VS – Mauerbach
2010 – 2014 NMS – Purkersdorf
2014 – 2019 HTBLuVA St. Pölten (Elektronik und technische Informatik)
Seit 2019 TU Wien – Bachelor Technische Physik
2021 - 2022 TU Wien – Erweiterungsstudium Digitalisierung

Berufserfahrung

Juli-August 2017: Praktikantin bei TW-Komtec GmbH
Aufgaben: Planung, Installation und Instandhaltung von Mobilfunkanlagen

August 2018: Praktikantin bei Biegler Medizinelektronik GmbH
Aufgaben: Entwicklung, sowie Qualitätsüberprüfung der von Biegler hergestellten Medizin Elektronischen Geräten

Seit Mai 2020: Mitarbeiterin bei IMS Nanofabrication GmbH
Aufgaben: Entwicklung, Bau und Betreuung der IMS Intern benötigten Testbenches

Weitere Kenntnisse

Fremdsprachen: Englisch (Verhandlungssicher), Russisch (Anfänger)
Programmiersprachen: Basic, C, C++, Python, (SQL, HTML, CSS)
CAD: Autodesk Inventor/Fusion 360
EDA: Autodesk Eagle, Altium Designer
Führerschein: A & B
Zusatzausbildungen: Rettungssanitäterin, Kinderfeuerwehrbetreuerin