

Gebrauchsanleitung

**Ubbelohde-Viskosimeter
für Verdünnungsreihen**

Operating Instructions

**Ubbelohde Viscometer
for dilution sequences**

Mode d'emploi

**Viscosimètre Ubbelohde
pour séries de dilution**

SI Analytics

Gebrauchsanleitung Seite 3 8

Wichtige Hinweise: Die Gebrauchsanleitung vor der ersten Inbetriebnahme des Ubbelohde-Viskosimeters für Verdünnungsreihen bitte sorgfältig lesen und beachten. Aus Sicherheitsgründen darf das Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen ausschließlich nur für die in dieser Gebrauchsanleitung beschriebenen Zwecke eingesetzt werden.

Bitte beachten Sie auch die Gebrauchsanleitungen für die anzuschließenden Geräte.

Alle in dieser Gebrauchsanleitung enthaltenen Angaben sind zum Zeitpunkt der Drucklegung gültige Daten. Es können jedoch von SI Analytics GmbH sowohl aus technischen und kaufmännischen Gründen, als auch aus der Notwendigkeit heraus, gesetzliche Bestimmungen der verschiedenen Länder zu berücksichtigen, Ergänzungen am Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen vorgenommen werden, ohne dass die beschriebenen Eigenschaften beeinflusst werden.

Operating Instructions Page 9 13

Important notes: Before initial operation of the Ubbelohde viscometer for dilution sequences please read and observe carefully the operating instructions. For safety reasons the Ubbelohde viscometer for dilution sequences may only be used for the purposes described in these present operating instructions.

Please also observe the operating instructions for the units to be connected.

All specifications in this instruction manual are guidance values which are valid at the time of printing. However, for technical or commercial reasons or in the necessity to comply with the statutory stipulations of various countries, SI Analytics GmbH may perform additions to the Ubbelohde viscometer for dilution sequences without changing the described properties.

Mode d'emploi Page 14 18

Instructions importantes: Prière de lire et d'observer attentivement le mode d'emploi avant la première mise en marche du viscosimètre Ubbelohde pour séries de dilution. Pour des raisons de sécurité, le viscosimètre Ubbelohde pour séries de dilution pourra être utilisé exclusivement pour les usages décrits dans ce présent mode d'emploi.

Nous vous prions de respecter également les modes d'emploi pour les appareils à connecter.

Toutes les indications comprises dans ce mode d'emploi sont données à titre indicatif au moment de l'impression. Pour des raisons techniques et/ou commerciales ainsi qu'en raison des dispositions légales existantes dans les différents pays, SI Analytics GmbH se réserve le droit d'effectuer des suppléments concernant le viscosimètre Ubbelohde pour séries de dilution qui n'influencent pas les caractéristiques décrits.

Gebrauchsanleitung Ubbelohde Viskosimeter für Verdünnungsreihen

I N H A L T S V E R Z E I C H N I S

SEITE

1 Beschreibung	4
2 Vorbereitung der Probe	4
3 Auswahl der Kapillare	4
4 Reinigung des Viskosimeters	4
5 Füllen des Viskosimeters	4
6 Durchführung der Messung	4
7 Applikationsbeispiel	5
8 Tabelle der Hagenbach-Korrektion	8

Operating Instructions

Ubbelohde Viscometer for dilution sequences

C O N T E N T S

PAGE

1 Description	9
2 Preparing the sample	9
3 Selecting the capillary	9
4 Cleaning the viscometer	9
5 Filling the viscometer	9
6 Making the measurement	9
7 Application example	10
8 Table of Hagenbach correction	13

Mode d'emploi

Viscosimètre Ubbelohde pour séries de dilution

T A B L E D E S M A T I E R E S

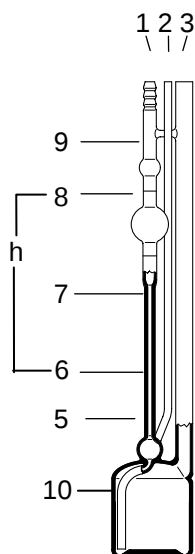
PAGE

1 Description	14
2 Préparation de l'échantillon	14
3 Choix des tubes capillaires	14
4 Nettoyage du viscosimètre	14
5 Remplissage du viscosimètre	14
6 Exécution de la mesure	14
7 Exemple d'application	15
8 Tableau de la correction Hagenbach	18

Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen

Ubbelohde Viscometer for dilution sequences

Viscosimètre Ubbelohde pour séries de dilution



- | | |
|---|---|
| 1 Kapillarrohr
Tube with capillary
Tube avec capillaire | 7 Kapillare
Capillary
Tube capillaire |
| 2 Belüftungsrohr
Venting tube
Tube de ventilation | 8 Messkugel
Measuring sphere
Boule de mesure |
| 3 Befüllrohr
Filling tube
Tube de remplissage | 9 Vorlaufkugel
Pre-run sphere
Boule d'entrée |
| 5 Niveaugefäß
Reference level vessel
Récipient de détente | 10 Vorratsgefäß
Reservoir vessel
Récipient du réservoir |
| 6 Kugelkalotte
Dome-shaped top part
Calotte sphérique | |

Gebrauchsanleitung

Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen

1 Beschreibung

Das Gerät besteht im wesentlichen aus den drei Rohrteilen (1, 2 und 3), der Kapillare (7) mit der Messkugel (8), der Vorlaufkugel (9), dem Niveaugefäß (5) und dem Vorratsgefäß (10). Die Kapillare (7) endet im als Kugelkalotte ausgebildeten oberen Teil (6) des Niveaugefäßes (5). Über diese Kugelkalotte läuft die Probe aus der Kapillare (7) in Form eines dünnen Filmes ab (hängendes Kugelniveau).

Für Ubbelohde-Viskosimeter von SI Analytics GmbH gelten bei gleicher Kapillarweite die gleichen Korrektionssekunden (Hagenbach-Korrektion). Eine Neubestimmung der Hagenbach-Korrektion ist nicht erforderlich, wenn SI Analytics GmbH-Viskosimeter gleicher Kapillargröße ausgetauscht werden.

Diese Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen sind nicht geeicht und haben deshalb keine aufgedruckte Konstante.

2 Vorbereitung der Probe

Niedrigviskose Proben müssen vor der Messung durch SCHOTT-Glasfilter (10...100 µm) gefiltert werden. Höher viskose Messflüssigkeiten brauchen nicht von feinen Partikeln befreit werden, solange die Kapillare nicht verstopft wird.

3 Auswahl der Kapillare

Die Größe der Kapillare ist so zu wählen, dass die der Hagenbach-Korrektion anhaftende Unsicherheit den für die Zeitmessung zugelassenen Fehler nicht überschreitet (siehe Tabelle). Für Präzisionsmessungen sollten daher die in Klammer stehenden Korrektionssekunden nicht zur Anwendung kommen. Gegebenenfalls ist ein Viskosimeter mit einer engeren Kapillare zu verwenden.

4 Reinigung des Viskosimeters

Vor dem ersten Gebrauch empfiehlt sich eine Reinigung mit 15 % H₂O₂ und 15 % HCl. Anschließend sollte das Viskosimeter mit einem geeigneten Lösemittel gespült werden. Es muss vollkommen trocken und staubfrei sein und somit einsetzbar für automatische Messungen.

5 Füllen des Viskosimeters

Von der gefilterten Probe werden z. B. genau 15 ml durch das weite Rohr (3) in das Vorratsgefäß (10) gefüllt.

6 Durchführung der Messung

Automatische Viskositäts-Messgeräte (AVS) von SI Analytics GmbH führen die Messungen und Verdünnungen für die Ermittlung der Viskositätszahlen zur Berechnung der Grenzviskositätszahl selbsttätig durch. Sie ist nur durch das maximale Füllvolumen des Vorratsgefäßes (max. 75 ml) begrenzt.

Beispiel: Startvolumen 15 ml + 3 Verdünnungen à 15 ml = Endvolumen von 60 ml

7 Applikationsbeispiel

Messbedingungen: Viskosimeter der Größe **0c** für Verdünnungsreihen

Messtemperatur	= 25,00 °C
Anzahl der Messungen	= jeweils 5
Ausgangskonzentration	= 1,00 g Polycarbonat auf 100 ml Dichlormethan
Anzahl der Verdünnungsschritte	= 3

Zunächst werden die Laufzeiten für t_0 des Lösemittels ermittelt und der Mittelwert $\bar{t}_0$ berechnet.

$$t_{0(1)} = 110,35 \text{ s}$$

$$t_{0(2)} = 110,33 \text{ s}$$

$$t_{0(3)} = 110,34 \text{ s}$$

$$t_{0(4)} = 110,35 \text{ s}$$

$$t_{0(5)} = 110,35 \text{ s}$$

Der Mittelwert $\bar{t}_0$ beträgt 110,34 s.

Die Hagenbach-Korrektion wurde nach der in DIN 51 562, Teil 1, Jan. 1983, angegebenen Formel berechnet:

$$\Delta t_{\text{HC}} = \frac{E}{K \cdot t^2} - \frac{E}{K} = 70500 \text{ (s. DIN 51 562, Teil 1, Seite 3, Spalte 6)}$$

$$\begin{aligned} \Delta t_{\text{HC}} &= 70500 \cdot \frac{1}{110,34^2} \\ &= 5,79 \text{ s} \end{aligned}$$

Die korrigierte Durchflusszeit $\bar{t}_{0(\text{Korr.})}$ für das Lösemittel beträgt:

$$\begin{aligned} \bar{t}_{0(\text{Korr.})} &= \bar{t}_0 - \Delta t_{\text{HC}} \\ &= 110,34 - 5,79 \\ &= 104,55 \text{ s} \end{aligned}$$

Das Viskosimeter wurde mit genau 15 ml der Ausgangslösung ($C_1 = 1,000 \text{ g/100 ml}$) gefüllt.

Zum besseren Verständnis werden hier die einzelnen Schritte rechnerisch erklärt:

$$\begin{array}{rcl}
 \text{1. Messung: Startlösung} & \bar{t}_1 & = 184,82 \text{ s} \\
 C_1 = 1,00 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 2,06 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{1(\text{Korr.})} & = 182,76 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{2. Messung: 1. Verdünnung} & \bar{t}_2 & = 143,17 \text{ s} \\
 C_2 = 0,5 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 3,43 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{2(\text{Korr.})} & = 139,74 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{3. Messung: 2. Verdünnung} & \bar{t}_3 & = 130,92 \text{ s} \\
 C_3 = 0,333 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_{HC} & = 4,13 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{3(\text{Korr.})} & = 126,79 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{4. Messung: 3. Verdünnung} & \bar{t}_4 & = 125,28 \text{ s} \\
 C_4 = 0,25 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 4,49 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{4(\text{Korr.})} & = 120,79 \text{ s}
 \end{array}$$

Die Viskositätszahl VZ (Staudinger Index J) wird nach der Formel

$$VZ = \left(\frac{\left(\bar{t}_n - \Delta t_H \right)}{\left(\bar{t}_0 - \Delta t_H \right)} - 1 \right) \cdot \frac{1}{C} \text{ berechnet.}$$

Danach ergeben sich nachfolgende Viskositätszahlen in Abhängigkeit der jeweiligen Verdünnung mit der Konzentration C.

$$\begin{aligned}
 VZ_1 &= \left(\frac{182,76}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{1} \\
 &= 74,81 \text{ bei } C_1 = 1,000 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 VZ_2 &= \left(\frac{139,74}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0,5} \\
 &= 67,32 \text{ bei } C_2 = 0,500 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 VZ_3 &= \left(\frac{126,79}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0,333} \\
 &= 63,88 \text{ bei } C_3 = 0,333 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 VZ_4 &= \left(\frac{120,79}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0,25} \\
 &= 62,13 \text{ bei } C_4 = 0,250 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

Die Grenzviskositätszahl GVZ wird entweder grafisch oder rechnerisch ermittelt.

Grafische Methode

Ordinate (y-Achse): VZ-Zahlen

Abszisse (x-Achse): Konzentration

Die Ausgleichsgerade wird rückwärts extrapoliert und schneidet die Ordinate in Höhe der Grenzviskositätszahl.

Die Berechnung erfolgt nach der Gleichung:

$$\text{GVZ} = \frac{\sum x_i^2 \cdot \sum y_i - \sum x_i \cdot \sum x_i \cdot y_i}{n \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

x = Konzentration in g/100 ml

y = Viskositätszahl (VZ)

n = Anzahl der Viskositätszahlen

Beim Einsetzen der oben ermittelten Werte ergibt sich:

$$\begin{aligned}\sum x_i &= 1 + 0,5 + 0,33 + 0,25 \\ &= 2,08\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum y_i &= 74,81 + 67,32 + 63,88 + 62,13 \\ &= 268,14\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum x_i^2 &= 1^2 + 0,5^2 + 0,33^2 + 0,25^2 \\ &= 1,4214\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum x_i \cdot y_i &= 1 \cdot 74,81 + 0,5 \cdot 67,32 + 0,333 \cdot 63,88 + 0,25 \cdot 62,13 \\ &= 145,27\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}(\sum x_i)^2 &= (1 + 0,5 + 0,33 + 0,25)^2 \\ &= 4,3264\end{aligned}$$

$$\text{GVZ} = \frac{1,4214 \cdot 268,14 - 2,08 \cdot 145,27}{4 \cdot 1,4214 - 4,3264}$$

$$\text{GVZ} = 58,10$$

Typ-Nr.	Kapillare Nr.	Kapillare Ø _i mm	Konstante K (Richtwert)	Messbereich [mm ² /s]* (Richtwert)
531 00	0	0,36	0,001	0,3 bis 1
531 03	0c	0,46	0,003	0,5 bis 3
531 01	0a	0,53	0,005	0,8 bis 5
531 10	I	0,63	0,01	1,2 bis 10
531 13	Ic	0,84	0,03	3 bis 30
531 20	II	1,13	0,1	10 bis 100

* bisher Zentistokes [cSt]; 1 cSt = 1 mm²/s

8 Tabelle der Hagenbach-Korrektion (HC) für:

Ubbelohde-Viskosimeter für Verdünnungsreihen Typ-Nr. 531 ..

Korrektionssekunden¹:

Durchflusszeit [s]	Kapillare Nr.					
	0	0c	0a	I	Ic	II
40	—*	—*	—*	—*	(1,03)*	0,15
50	—*	—*	—*	(3,96)*	0,66	0,10
60	—*	—*	—*	(2,75)*	0,46	0,07
70	—*	—*	—*	(2,02)*	0,34	0,05
80	—*	—*	(4,78)*	(1,55)*	0,26	0,04
90	—*	—*	(3,78)*	1,22	0,20	—
100	—*	(7,07)*	(3,06)*	0,99	0,17	—
110	—*	(5,84)*	(2,53)*	0,82	0,14	—
120	—*	(4,91)*	2,13	0,69	0,12	—
130	—*	(4,18)*	1,81	0,59	0,10	—
140	—*	(3,61)*	1,56	0,51	0,08	—
150	—*	(3,14)*	1,36	0,44	0,07	—
160	—*	2,76	1,20	0,39	0,06	—
170	—*	2,45	1,06	0,34	0,06	—
180	—*	2,18	0,94	0,30	0,05	—
190	—*	1,96	0,85	0,28	0,05	—
200	(10,33)*	1,77	0,77	0,25	0,04	—
225	(8,20)*	1,40	0,60	0,20	—	—
250	(6,64)*	1,13	0,49	0,16	—	—
275	(5,47)*	0,93	0,40	0,13	—	—
300	4,61	0,79	0,34	0,11	—	—
325	3,90	0,66	0,29	0,09	—	—
350	3,39	0,58	0,25	0,08	—	—
375	2,95	0,50	0,22	0,07	—	—
400	2,59	0,44	0,19	0,06	—	—
425	2,30	0,39	0,17	0,05	—	—
450	2,05	0,35	0,15	0,05	—	—
475	1,84	0,31	0,13	0,04	—	—
500	1,66	0,28	0,12	0,04	—	—
550	1,37	0,23	0,10	—	—	—
600	1,15	0,20	0,09	—	—	—
650	0,98	0,17	0,07	—	—	—
700	0,85	0,14	0,06	—	—	—
750	0,74	0,13	0,05	—	—	—
800	0,65	0,11	0,05	—	—	—
850	0,57	0,10	0,04	—	—	—
900	0,51	0,09	0,04	—	—	—
950	0,46	0,08	0,03	—	—	—
1000	0,42	0,07	0,03	—	—	—

* Für Präzisionsmessungen sollten diese Durchflußzeiten nicht zur Anwendung kommen. Gegebenenfalls ist ein Viskosimeter mit einer anderen Kapillare zu verwenden.

¹ Die angegebenen Korrektionssekunden beziehen sich auf die jeweilige Soll-Konstante.

Operating Instructions

Ubbelohde Viscometer for dilution sequences

1 Description

The device essentially consists of the three tube sections (1, 2 and 3), the capillary (7) with the measuring sphere (8), the pre-run sphere (9), the reference level vessel (5) and the reservoir vessel (10). The capillary (7) ends in the dome-shaped top part (6) of the reference level vessel (5). The sample runs out of the capillary (7) via this spherical dome, in the form of a thin film (suspended spherical reference level).

For the Ubbelohde viscometers from SI Analytics GmbH, the correction value in seconds (the so-called Hagenbach correction) is always the same for the same capillary width. Thus re-determinations of the Hagenbach correction are not necessary when interchanging SI Analytics GmbH viscometers having the same capillary size.

These viscometers are not calibrated and thus have no device constant marked on them.

2 Preparing the sample

Low viscosity samples should be filtered through SCHOTT glass filters (10...100 µm) before making the measurement. Liquids with higher viscosities need not be freed of fine particles as long as the capillary is not plugged.

3 Selecting the capillary

Choose the capillary size such that the uncertainty associated with the Hagenbach correction will not exceed the error tolerance for the time measurement (see table). Thus the correction seconds in brackets should not be used in precision measurements. If necessary, use a viscometer with a narrower capillary tube.

4 Cleaning the viscometer

Before using it for the first time, it is advisable to clean the viscometer with 15 % H₂O₂ and 15 % HCl. Thereafter, rinse the viscometer with a suitable solvent. For satisfactory performance in automatic measurements, the viscometer must be completely dry and dust-free.

5 Filling the viscometer

Pour exactly 15 ml (for example) of the filtered sample through the wide tube (3) into the reservoir vessel (10).

6 Making the measurement

The automatic measuring equipment (AVS) from SI Analytics GmbH performs the measurements and dilutions for determining the viscosity number for calculating the limiting viscosity number under self-control. Up to 8 dilution steps can be pre-selected. This free choice is restricted only by the maximum filling volume of the reservoir vessel, which is max. 75 ml.

Example: Start volume 15 ml + 3 dilution steps of 15 ml each = final volume of 60 ml

7 Application example

Measuring conditions: Size 0c Viscometer for the dilution sequences
 Measuring temperature = 25.00 °C
 Number of measurements = 5 in each case
 Initial concentration = 1.00 g polycarbonate in 100 ml dichloromethane
 Number of dilution steps = 3

First determine the run times t_0 of the solvent and calculate their average $\bar{t}_0$.

$$t_{0(1)} = 110.35 \text{ s}$$

$$t_{0(2)} = 110.33 \text{ s}$$

$$t_{0(3)} = 110.34 \text{ s}$$

$$t_{0(4)} = 110.35 \text{ s}$$

$$t_{0(5)} = 110.35 \text{ s}$$

The average value $\bar{t}_0$ is 110.34 s.

The Hagenbach correction was calculated according to the formula specified in DIN 51 562, Part 1, Jan. 1983:

$$\Delta t_{\text{HC}} = \frac{E}{K \cdot t^2} - \frac{E}{K} = 70500 \text{ (see DIN 51 562, Part 1, Page 3, Column 6)}$$

$$\Delta t_{\text{HC}} = 70500 \cdot \frac{1}{110.34^2}$$

$$= 5.79 \text{ s}$$

Thus the corrected run-through time $\bar{t}_{0(\text{corr.})}$ for the solvent is:

$$\begin{aligned} \bar{t}_{0(\text{corr.})} &= \bar{t}_0 - \Delta t_{\text{HC}} \\ &= 110.34 - 5.79 \\ &= 104.55 \text{ s} \end{aligned}$$

The viscometer has been filled with exactly 15 ml of the initial solution ($C_1 = 1.000 \text{ g/100 ml}$).

For better understanding, the individual steps are explained here using a sample calculation:

$$\begin{array}{rcl}
 \text{1. Measurement: Initial dilution} & \bar{t}_1 & = 184.82 \text{ s} \\
 C_1 = 1.00 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 2.06 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{1(\text{corr.})} & = 182.76 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{2. Measurement: 1. dilution} & \bar{t}_2 & = 143.17 \text{ s} \\
 C_2 = 0.5 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 3.43 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{2(\text{corr.})} & = 139.74 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{3. Measurement: 2. dilution} & \bar{t}_3 & = 130.92 \text{ s} \\
 C_3 = 0.333 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_{HC} & = 4.13 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{3(\text{corr.})} & = 126.79 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{4. Measurement: 3. dilution} & \bar{t}_4 & = 125.28 \text{ s} \\
 C_4 = 0.25 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 4.49 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_{4(\text{corr.})} & = 120.79 \text{ s}
 \end{array}$$

The viscosity number VN is calculated according to the formula (Staudinger Index J):

$$\text{VZ} = \left(\frac{\left(\bar{t}_n - \Delta t_H \right)}{\left(\bar{t}_0 - \Delta t_H \right)} - 1 \right) \cdot \frac{1}{C}$$

This gives the following viscosity numbers as a function of the particular dilution with Concentration C.

$$\begin{aligned}
 \text{VZ}_1 &= \left(\frac{182.76}{104.55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{1} \\
 &= 74.81 \text{ bei } C_1 = 1.000 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{VZ}_2 &= \left(\frac{139.74}{104.55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0.5} \\
 &= 67.32 \text{ bei } C_2 = 0.500 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{VZ}_3 &= \left(\frac{126.79}{104.55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0.333} \\
 &= 63.88 \text{ bei } C_3 = 0.333 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{VZ}_4 &= \left(\frac{120.79}{104.55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0.25} \\
 &= 62.13 \text{ bei } C_4 = 0.250 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

The limiting viscosity number LVN can be determined either graphically or calculated.

Graphical Method

Ordinate (y-axis): VN number

Abscissa (x-axis): Concentration

The theoretical straight line is extrapolated backwards and cuts the ordinate at the height of the limiting viscosity number.

The calculation is made in accordance with the equation:

$$LVN = \frac{\sum x_i^2 \cdot \sum y_i - \sum x_i \cdot \sum x_i \cdot y_i}{n \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

x = Concentration in g/100 ml

y = Viscosity number (VN)

n = Number of viscosity numbers

When the values determined above are inserted, the results are:

$$\begin{aligned}\sum x_i &= 1 + 0.5 + 0.33 + 0.25 \\ &= 2.08\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum y_i &= 74.81 + 67.32 + 63.88 + 62.13 \\ &= 268.14\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum x_i^2 &= 1^2 + 0.5^2 + 0.33^2 + 0.25^2 \\ &= 1.4214\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum x_i \cdot y_i &= 1 \cdot 74.81 + 0.5 \cdot 67.32 + 0.333 \cdot 63.88 + 0.25 \cdot 62.13 \\ &= 145.27\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}(\sum x_i)^2 &= (1 + 0.5 + 0.33 + 0.25)^2 \\ &= 4.3264\end{aligned}$$

$$LVN = \frac{1.4214 \cdot 268.14 - 2.08 \cdot 145.27}{4 \cdot 1.4214 - 4.3264}$$

$$LVN = 58.10$$

Type No.	Capillary No.	Capillary Ø _i mm	Constant K (nominal)	Measuring range [mm ² /s]* (nominal)		
531 00	0	0.36	0.001	0.3	to	1
531 03	0c	0.46	0.003	0.5	to	3
531 01	0a	0.53	0.005	0.8	to	5
531 10	I	0.63	0.01	1.2	to	10
531 13	Ic	0.84	0.03	3	to	30
531 20	II	1.13	0.1	10	to	100

* formerly Centistokes [cSt]; 1 cSt = 1 mm²/s

8 Table of Hagenbach corrections (HC) for:

Ubbelohde viscometers for dilution sequences Type No. 531 ..

Correction seconds¹:

Flow-through time [s]	Capillary No.					
	0	0c	0a	I	Ic	II
40	—*	—*	—*	—*	(1.03)*	0.15
50	—*	—*	—*	(3.96)*	0.66	0.10
60	—*	—*	—*	(2.75)*	0.46	0.07
70	—*	—*	—*	(2.02)*	0.34	0.05
80	—*	—*	(4.78)*	(1.55)*	0.26	0.04
90	—*	—*	(3.78)*	1.22	0.20	—
100	—*	(7.07)*	(3.06)*	0.99	0.17	—
110	—*	(5.84)*	(2.53)*	0.82	0.14	—
120	—*	(4.91)*	2.13	0.69	0.12	—
130	—*	(4.18)*	1.81	0.59	0.10	—
140	—*	(3.61)*	1.56	0.51	0.08	—
150	—*	(3.14)*	1.36	0.44	0.07	—
160	—*	2.76	1.20	0.39	0.06	—
170	—*	2.45	1.06	0.34	0.06	—
180	—*	2.18	0.94	0.30	0.05	—
190	—*	1.96	0.85	0.28	0.05	—
200	(10.33)*	1.77	0.77	0.25	0.04	—
225	(8.20)*	1.40	0.60	0.20	—	—
250	(6.64)*	1.13	0.49	0.16	—	—
275	(5.47)*	0.93	0.40	0.13	—	—
300	4.61	0.79	0.34	0.11	—	—
325	3.90	0.66	0.29	0.09	—	—
350	3.39	0.58	0.25	0.08	—	—
375	2.95	0.50	0.22	0.07	—	—
400	2.59	0.44	0.19	0.06	—	—
425	2.30	0.39	0.17	0.05	—	—
450	2.05	0.35	0.15	0.05	—	—
475	1.84	0.31	0.13	0.04	—	—
500	1.66	0.28	0.12	0.04	—	—
550	1.37	0.23	0.10	—	—	—
600	1.15	0.20	0.09	—	—	—
650	0.98	0.17	0.07	—	—	—
700	0.85	0.14	0.06	—	—	—
750	0.74	0.13	0.05	—	—	—
800	0.65	0.11	0.05	—	—	—
850	0.57	0.10	0.04	—	—	—
900	0.51	0.09	0.04	—	—	—
950	0.46	0.08	0.03	—	—	—
1000	0.42	0.07	0.03	—	—	—

* These flow-through times should not be used for precision measurements. If necessary, use a viscometer with a narrower capillary tube.

¹ The specified correction seconds are valid for the respective nominal constant.

Mode d'emploi

Viscosimètre Ubbelohde pour séries de dilution

1 Description

L'appareil est composé essentiellement des trois parties tubulaires (1, 2, 3), du tube capillaire (7) avec la boule de mesure (8), de la boule d'entrée (9), du récipient de détente (5) et du réservoir (10). Le tube capillaire (7) débouche dans la partie supérieure (6) du récipient de détente (5), développée comme calotte sphérique. Au-dessus de cette calotte, l'échantillon coule du tube capillaire (7) sous forme d'une très mince (niveau sphérique suspendu).

Pour les viscosimètres Ubbelohde de SI Analytics GmbH, les mêmes secondes de corrections sont valables dans le cas d'une largeur égale du tube capillaire (correction Hagenbach). Une nouvelle détermination de la correction Hagenbach n'est pas nécessaire si vous remplacez les viscosimètres SI Analytics GmbH pourvus de tubes capillaires de même taille.

Ces viscosimètres Ubbelohde pour séries de dilution ne sont pas étalonnés et n'ont donc pas de constante imprimée.

2 Préparation de l'échantillon

Avant la mesure, les échantillons peu visqueux doivent être filtrés à l'aide du filtre en fibres de verre SCHOTT (10...100 µm). Les liquides de mesure de viscosité plus élevée ne doivent pas être débarrassés de particules fines tant que les tubes capillaires ne soient pas bouchés.

3 Choix des tubes capillaires

La taille des tubes capillaires doit être choisie de manière que l'insécurité inhérente à la correction Hagenbach ne dépasse pas l'erreur admise pour la mesure du temps (voir tableau). Pour les mesures de précision, nous vous recommandons de ne pas utiliser les secondes de correction entre parenthèses. Le cas échéant, il faut utiliser un viscosimètre avec un tube capillaire plus étroit.

4 Nettoyage du viscosimètre

Avant le premier usage, nous vous recommandons le nettoyage avec 15 % H₂O₂ et 15 % HCl. Ensuite, le viscosimètre sera rincé avec un solvant approprié. Il doit être absolument sec et propre, c.-à-d. prêt pour des mesures automatiques.

5 Remplissage du viscosimètre

Précisément 15 ml, par exemple, de l'échantillon filtré vont être versés à travers le tube large (3) dans le réservoir (10).

6 Exécution de la mesure

Les appareils automatiques de mesure de la viscosité (AVS) de SI Analytics GmbH exécutent automatiquement les mesures et les dilutions pour la détermination des nombres de viscosité pour le calcul du nombre limite de viscosité. La mesure n'est limitée que par le volume de remplissage maximum du réservoir (75 ml au maximum).

Exemple: Volume initial 15 ml + 3 dilutions à 15 ml = volume final de 60 ml

7 Exemple d'application

Conditions de mesure: Viscosimètre de la taille 0c pour séries de dilution

Température de mesure = 25,00 °C
 Nombre de mesures = 5 à chaque fois
 Concentration de départ = 1,00 g polycarbonate sur 100 ml dichlorométhane
 Nombre des pas de dilution = 3

D'abord, on détermine les périodes pour t_0 du solvant et l'on calcule la valeur moyenne $\bar{t}_0$.

$$t_{0(1)} = 110,35 \text{ s}$$

$$t_{0(2)} = 110,33 \text{ s}$$

$$t_{0(3)} = 110,34 \text{ s}$$

$$t_{0(4)} = 110,35 \text{ s}$$

$$t_{0(5)} = 110,35 \text{ s}$$

La valeur moyenne $\bar{t}_0$ est égale à 110,34 sec.

La correction Hagenbach a été calculée selon la formule indiquée dans la norme DIN 51 562, Partie 1, janvier 1983:

$$\Delta t_{\text{HC}} = \frac{E}{K \cdot t^2} - \frac{E}{K} = 70500 \text{ (voir DIN 51 562, Partie 1, page 3, colonne 6)}$$

$$\begin{aligned} \Delta t_{\text{HC}} &= 70500 \cdot \frac{1}{110,34^2} \\ &= 5,79 \text{ s} \end{aligned}$$

Le temps de passage corrigé $\bar{t}_{0(\text{Corr.})}$ pour le solvant est égal à:

$$\begin{aligned} \bar{t}_{0(\text{Corr.})} &= \bar{t}_0 - \Delta t_{\text{HC}} \\ &= 110,34 - 5,79 \\ &= 104,55 \text{ s} \end{aligned}$$

Le viscosimètre a été rempli avec 15 ml exactement de la solution initiale ($C_1 = 1,000 \text{ g/100 ml}$).
Pour une meilleure compréhension, nous expliquons dans ce qui suit les différents pas du calcul:

$$\begin{array}{rcl}
 \text{1ère mesure: Solution initiale} & \bar{t}_1 & = 184,82 \text{ s} \\
 C_1 = 1,00 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 2,06 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_1(\text{Corr.}) & = 182,76 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{2ème mesure: 1ère dilution} & \bar{t}_2 & = 143,17 \text{ s} \\
 C_2 = 0,5 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 3,43 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_2(\text{Corr.}) & = 139,74 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{3ème mesure: 2ème dilution} & \bar{t}_3 & = 130,92 \text{ s} \\
 C_3 = 0,333 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_{HC} & = 4,13 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_3(\text{Corr.}) & = 126,79 \text{ s}
 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \text{4ème mesure: 3ème dilution} & \bar{t}_4 & = 125,28 \text{ s} \\
 C_4 = 0,25 \text{ g/100 ml} & - \Delta t_H & = 4,49 \text{ s} \\
 & \text{-----} & \\
 & \bar{t}_4(\text{Corr.}) & = 120,79 \text{ s}
 \end{array}$$

Le nombre de viscosité VZ (index J de Staudinger) sera calculé suivant la formule:

$$VZ = \left(\frac{\left(\bar{t}_n - \Delta t_H \right)}{\left(\bar{t}_0 - \Delta t_H \right)} - 1 \right) \cdot \frac{1}{C} \text{ berechnet.}$$

D'où résultent les nombres de viscosité suivants en fonction de la dilution respective avec la concentration C:

$$\begin{aligned}
 VZ_1 &= \left(\frac{182,76}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{1} \\
 &= 74,81 \text{ bei } C_1 = 1,000 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 VZ_2 &= \left(\frac{139,74}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0,5} \\
 &= 67,32 \text{ bei } C_2 = 0,500 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 VZ_3 &= \left(\frac{126,79}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0,333} \\
 &= 63,88 \text{ bei } C_3 = 0,333 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 VZ_4 &= \left(\frac{120,79}{104,55} - 1 \right) \cdot \frac{100}{0,25} \\
 &= 62,13 \text{ bei } C_4 = 0,250 \text{ g/100 ml}
 \end{aligned}$$

Le nombre limite de viscosité GVZ sera déterminé soit graphiquement, soit par le calcul.

Méthode graphique

Ordonnée (axe y): nombres VZ

Abscisse (axe x): concentration

La droite de compensation sera extrapolée à rebours et coupe l'ordonnée au niveau du nombre limite de viscosité.

Le calcul est effectué suivant l'équation:

$$GVZ = \frac{\sum x_i^2 \cdot \sum y_i - \sum x_i \cdot \sum x_i \cdot y_i}{n \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

x = concentration en g/100 ml

y = nombre de viscosité (VZ)

n = Nombre des nombres de viscosité

En prenant les valeurs déterminées ci-dessus, on obtient:

$$\begin{aligned}\sum x_i &= 1 + 0,5 + 0,33 + 0,25 \\ &= 2,08\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum y_i &= 74,81 + 67,32 + 63,88 + 62,13 \\ &= 268,14\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum x_i^2 &= 1^2 + 0,5^2 + 0,33^2 + 0,25^2 \\ &= 1,4214\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sum x_i \cdot y_i &= 1 \cdot 74,81 + 0,5 \cdot 67,32 + 0,333 \cdot 63,88 + 0,25 \cdot 62,13 \\ &= 145,27\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}(\sum x_i)^2 &= (1 + 0,5 + 0,33 + 0,25)^2 \\ &= 4,3264\end{aligned}$$

$$GVZ = \frac{1,4214 \cdot 268,14 - 2,08 \cdot 145,27}{4 \cdot 1,4214 - 4,3264}$$

$$GVZ = 58,10$$

No. type	Tube capillaire No.	Tube capillaire Ø _i mm	Constante K (Valeur approximative)	Plage de mesure [mm ² /s]* (Valeur approximative)
531 00	0	0,36	0,001	0,3 à 1
531 03	0c	0,46	0,003	0,5 à 3
531 01	0a	0,53	0,005	0,8 à 5
531 10	I	0,63	0,01	1,2 à 10
531 13	Ic	0,84	0,03	3 à 30
531 20	II	1,13	0,1	10 à 100

* jusqu'à présent centistokes [cSt]; 1 cSt = 1 mm²/s

8 Tableau de la correction Hagenbach (HC) pour:

Viscosimètres Ubbelohde pour séries de dilution Type No. 531 ..

Secondes de correction¹:

Temps de passage [s]	Tube cap. No.					
	0	0c	0a	I	Ic	II
40	—*	—*	—*	—*	(1,03)*	0,15
50	—*	—*	—*	(3,96)*	0,66	0,10
60	—*	—*	—*	(2,75)*	0,46	0,07
70	—*	—*	—*	(2,02)*	0,34	0,05
80	—*	—*	(4,78)*	(1,55)*	0,26	0,04
90	—*	—*	(3,78)*	1,22	0,20	—
100	—*	(7,07)*	(3,06)*	0,99	0,17	—
110	—*	(5,84)*	(2,53)*	0,82	0,14	—
120	—*	(4,91)*	2,13	0,69	0,12	—
130	—*	(4,18)*	1,81	0,59	0,10	—
140	—*	(3,61)*	1,56	0,51	0,08	—
150	—*	(3,14)*	1,36	0,44	0,07	—
160	—*	2,76	1,20	0,39	0,06	—
170	—*	2,45	1,06	0,34	0,06	—
180	—*	2,18	0,94	0,30	0,05	—
190	—*	1,96	0,85	0,28	0,05	—
200	(10,33)*	1,77	0,77	0,25	0,04	—
225	(8,20)*	1,40	0,60	0,20	—	—
250	(6,64)*	1,13	0,49	0,16	—	—
275	(5,47)*	0,93	0,40	0,13	—	—
300	4,61	0,79	0,34	0,11	—	—
325	3,90	0,66	0,29	0,09	—	—
350	3,39	0,58	0,25	0,08	—	—
375	2,95	0,50	0,22	0,07	—	—
400	2,59	0,44	0,19	0,06	—	—
425	2,30	0,39	0,17	0,05	—	—
450	2,05	0,35	0,15	0,05	—	—
475	1,84	0,31	0,13	0,04	—	—
500	1,66	0,28	0,12	0,04	—	—
550	1,37	0,23	0,10	—	—	—
600	1,15	0,20	0,09	—	—	—
650	0,98	0,17	0,07	—	—	—
700	0,85	0,14	0,06	—	—	—
750	0,74	0,13	0,05	—	—	—
800	0,65	0,11	0,05	—	—	—
850	0,57	0,10	0,04	—	—	—
900	0,51	0,09	0,04	—	—	—
950	0,46	0,08	0,03	—	—	—
1000	0,42	0,07	0,03	—	—	—

* Ces temps de passage ne devraient pas être utilisés pour des mesures de précision. Le cas échéant, il faudrait utiliser un viscosimètre avec un autre tube capillaire.

¹ Les secondes de correction indiquées se réfèrent à la constante de consigne respective.

Typ / Type / Type / Tipo:

**Ubbelohde-Viskosimeter
für Verdünnungsreihen**

Bescheinigung des Herstellers

Wir bestätigen, dass das oben genannte Gerät gemäß DIN EN ISO 9001, Absatz 8.2.4 „Überwachung und Messung des Produkts“ geprüft wurde und dass die festgelegten Qualitätsanforderungen an das Produkt erfüllt werden.

Supplier's Certificate

We certify that the equipment was verified according DIN EN ISO 9001, part 8.2.4 "Monitoring and measurement of product" and that the specified requirements for the product are met.

Certificat du fournisseur

Nous certifions que le produit a été vérifié selon DIN EN ISO 9001, partie 8.2.4 « Surveillance et mesure du produit » et que les exigences spécifiées pour le produit sont respectées.

Certificado del fabricante

Nosotros certificamos que el equipo está verificada conforme a DIN EN ISO 9001, parte 8.2.4 « Seguimiento y medición del producto » y que las especificaciones requeridas para el equipo son respetados y cumplidas.

SI Analytics GmbH
Postfach 2443
55014 Mainz
Hattenbergstrasse 10
55122 Mainz

Telefon: +49 (0)6131 66-5111
Telefax: +49 (0)6131 66-5001
E-Mail: avs@si-analytics.com
www.si-analytics.com

SI Analytics

SI Analytics GmbH
Postfach 2443
55014 Mainz
Hattenbergstrasse 10
55122 Mainz

Telefon: +49 (0)6131 66-5111
Telefax: +49 (0)6131 66-5001
E-Mail: avs@si-analytics.com
www.si-analytics.com

SI Analytics