



ID N° 13112 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement, ΔT 60K

Motoröl, 100°C - 40°C (VI-Messung)

LIQUI MOLY, 5W-40, Leichtlauf High Tech... der VI (Viskositätsindex) wurde aus den Messdaten zu 168 bestimmt (DIN 2909); ein diesbezüglich offenbar relativ gutes Motoröl.

Sample/Ref.: **LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)**

----- Results at 75,0°C -----

Viscosity: $\eta_{(101/s)} = 22,25 \pm 0,20 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 27,26 \pm 0,30 \text{ cSt}$

- **Temperature coefficient:** $\kappa_{\eta} = 30 \cdot 10^{-3}/\text{K}$

Density: $\rho = 0,81610 \pm 0,000053 \text{ g/cm}^3$

- **Coefficient of thermal expansion:** $\kappa = 78,4 \cdot 10^{-5}/\text{K}$

Report

Autogener Prüfbericht mit Erklärungen. Diese sind formatiert wie dieser Text. Nachfolgend eine Erklärung zum Prinzip der Messung:

• 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem zylindrischen Körper, der sich konzentrisch in einem Rohr zusammen mit der flüssigen Probe befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit der Wägezelle verbunden. Das Rohr ist durch die Plattform vertikal positionierbar. Wird die Plattform bewegt, so fließt Probe durch den ringförmigen Spalt zwischen Messkörper und Röhre. Dadurch wirkt auf den Messkörper eine zusätzliche Kraft, die durch die Zähigkeit des Probenfluids hervorgerufen wird. - Über die Bewegungsgeschwindigkeit ergibt sich aus der Geometrie von Röhre und Messzylinder eine entsprechende Zwangsströmung durch den Ringspalt. Strömung, Kraft, Geschwindigkeit und geometrische Verhältnisse gehorchen der analogen Form des Hagen-Poiseuille'schen Gesetzes für Ringspalte und erlauben unter Berücksichtigung von Aufhängung, Auftriebseffekten und der Strömungskinetik eine ungewöhnlich exakte Bestimmung der absoluten Viskosität normaler Fluide. Indem, wie in dieser Messung bei festgelegter Deformation (der Schergeschwindigkeit 101 /s kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich) die Probestemperatur verändert wird, können Temperaturkoeffizienten der Viskosität, der Ausdehnungskoeffizient und entsprechende Regressionsfunktionen bestimmt werden, die die Interpolation der thermischen Eigenschaften ermöglichen (weitere Auswertungen erlauben die Bestimmung der Platzwechselenergie und ggf. von Viskositätsindizes).

Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte ρ (spezifische Masse, Massekonzentration) gibt die Stoffmenge an, die in einem bestimmten Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine temperatur- und druckabhängige Stoffkonstante. Die Dichte der untersuchten Flüssigkeit wurde hier simultan (sequenziell) mittels Auftriebswägung am ruhenden Zylinder-Messkörper bestimmt: Diese *hydrostatische Wägung* basiert darauf, dass "ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) um den Betrag leichter erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft des Messkörpers die Dichte exakt berechnet werden kann, ist die Bestimmtheit des Messkörpervolumens unter vorliegenden Umständen entscheidend - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung -

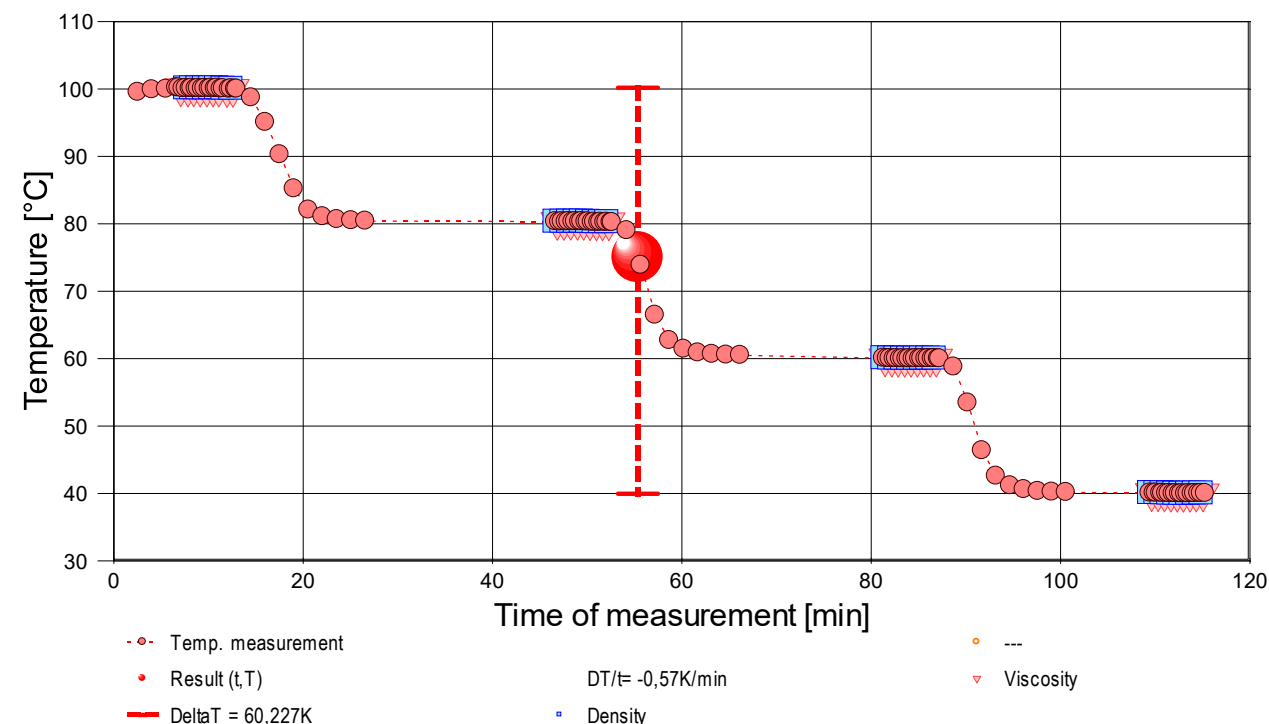
- IMETER M5 DiVA-Ergebnisse sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Glaskapillarviskosimeter, Hydrometer, Pyknometer). Referenz M5 DiVA <https://imeter.de/?view=article&id=73> - Beispiele & Auftragsmessungen über www.imeter.de/?view=article&id=58

• 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 36-mal gemessen, die Dichte 35-mal.

Messdauer zwei Stunden; stufig, zwischen 100,1 und 40,0°C abfallender Temperaturverlauf, vier Temperaturniveaus; mit drei Stufen; 20 K Temperaturunterschied je Stufe, mit jeweils neun Viskositätsmesswerten.

- Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'



- Mit Diagramm 1. ('t/T-Protokoll') wird eine Übersicht gezeigt, die den Temperaturverlauf in der Messung und eine Zusammenfassung der Vorgänge anzeigt. -- Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die blauen Quadrate stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Dichtemessungen, rote Winkel für Viskositätsmessungen.

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

36 Messwerte; Zeitbereich 7 bis 115 min, Temperatur $\Delta T = -60,156 \text{ K}$

Angabewert: $\eta_{75^\circ\text{C}} = 22,25 \pm 0,22 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bzw. $\pm 0,99\%$ (348,15 K)

Streuung: $\pm 0,089 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ absolute bzw. 0,4% relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

Temperaturzusammenhang zwischen 39,962 und 100,118 °C:

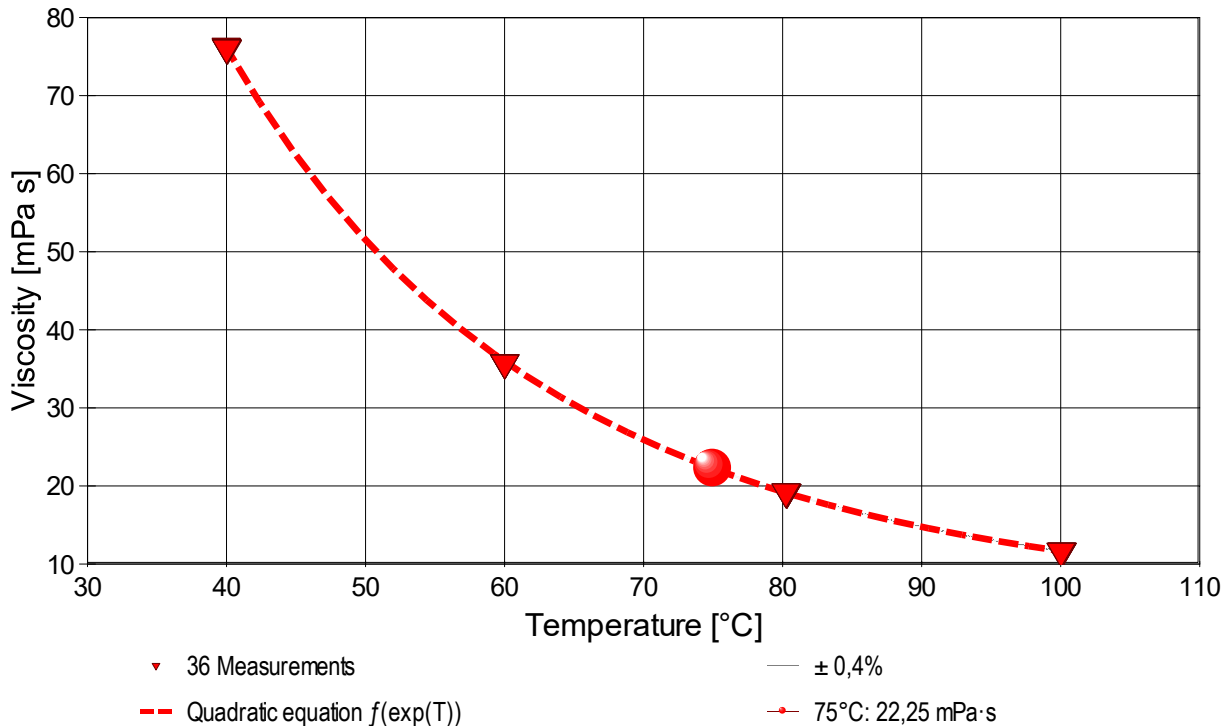
$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 495 \cdot e^{(-0,0531 \cdot \vartheta + 1,56 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2)} \quad \text{mit } r^2 = 0,999970, \quad s^2 = 7,89 \cdot 10^{-3}$$

Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR): $\gamma \cdot = 101 \pm 0,6 \text{ s}^{-1}$.

Der Temperaturkoeffizient der Viskosität κ_η mit $29,7 [10^{-3} \text{K}^{-1}]$ entspricht gewöhnlichen Werten gut (etwas über 'Normal'). Er entspricht der Viskositäts-Änderung von 3,0%, entsprechend 0,66 mPa·s pro Grad bei der Angabetemperatur 75°C.

- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Üblicherweise kann der Temperaturkoeffizient der Viskosität für Fluide bei 25°C im Bereich zwischen 5 und $35 \cdot 10^{-3} \text{K}^{-1}$ liegen. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der hier wohl 'hervorragend' zu nennen ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 2. Temperaturabhängigkeit der Viskosität - 'eta-Temp.'



- Das Diagramm 2, "eta-Temp.", zeigt die 36 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 75°C für die LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe ist als Kugelmarke abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird zwischen den beiden feinen Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke, gestrichelte Linie gezeichnet.

Die thermodynamische Formulierung gemäß der *Arrhenius-Andrade* Beziehung lautet für die LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe zwischen 40 und 100°C :

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = f(T[\text{K}]) = 6,2636 \cdot 10^{-4} \cdot e^{3658,9/T} \quad \text{mit } r^2 = 0,999931 \quad \text{und } s^2 = 1,3$$

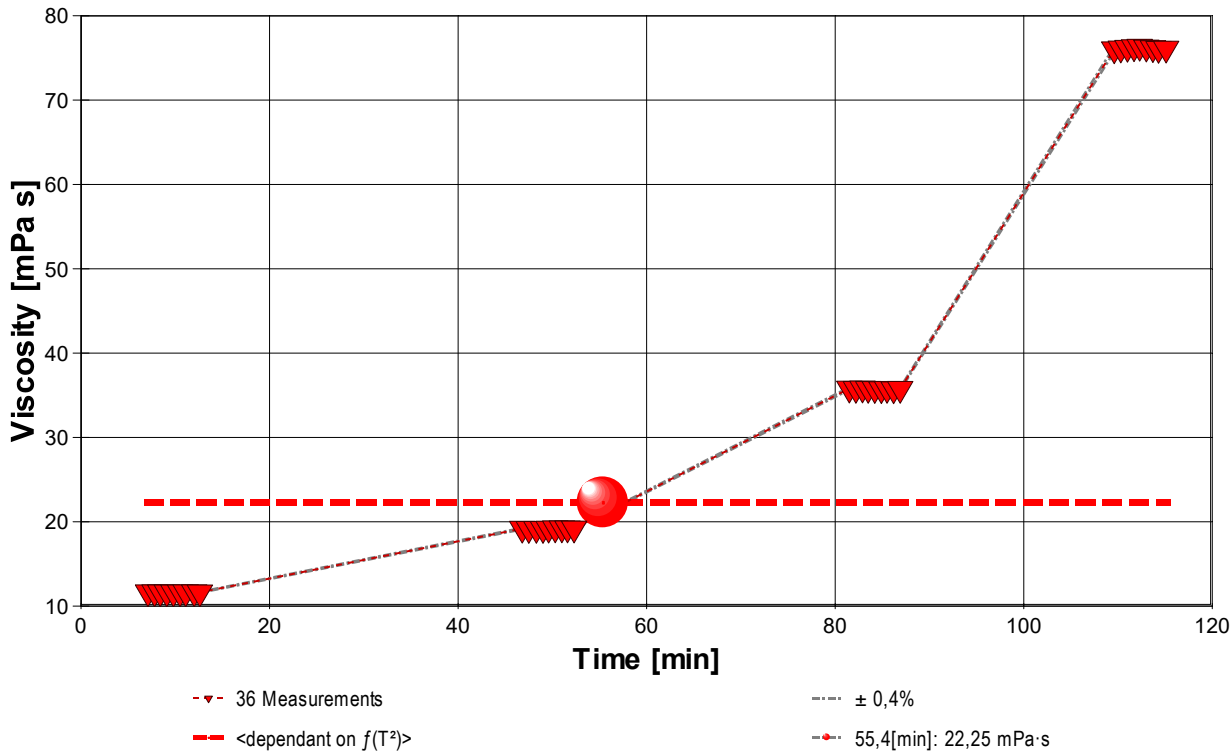
- Die Arrhenius Gleichung der Form " $k = A \cdot e^{-E_a/RT} = \eta$ " gibt in Entsprechung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten k die Viskosität η an. In der Gleichung bedeuten die beiden Konstanten 'A' Arrheniusfaktor bzw. eine Materialkonstante ($\ln(A) = -7,3756$) sowie ' E_a ' die Aktivierungs- bzw. Platzwechselenergie. $E_a = -30,422 \text{ kJ/mol}$ (R ist die allgemeine Gaskonstante). Weil A temperaturabhängig ist, gilt die Gleichung als wenig extrapolierbar.

Mit der ebenfalls in Temperaturabhängigkeit gemessenen Dichte (ρ) kann die kinematische Viskosität (ν) gemäß $\nu = \eta / \rho$ als Funktion der Temperatur angegeben werden. Ein Berechnungsterm für ν in der Einheit Centistokes (cSt [mm^2/s]) ergibt sich nach:

$$\nu \text{ [mm}^2/\text{s]} = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 495,3 \cdot e^{(-0,053072 \cdot \vartheta + 1,5598 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2)} / (0,86426 - 6,4490 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta + 3,5880 \cdot 10^{-8} \cdot \vartheta^2)$$

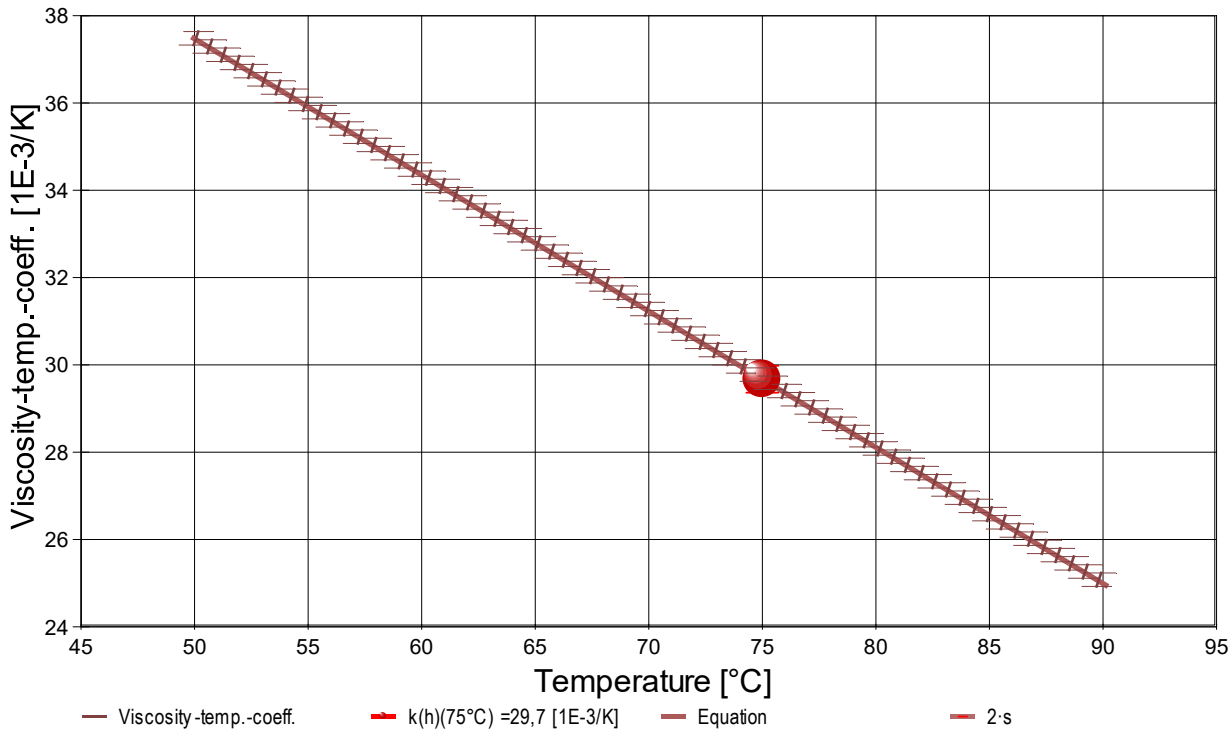
- Die kinematische Viskosität stellt die Zähigkeit eines Fluids inklusive seiner Massenträgheit dar, aus ihr kann ggf. der Viskositätsindex (VI) nach ASTM D2270 berechnet werden. .

- Diagramm 3. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-f(t)'



- Im Diagramm 3, "eta-f(t)", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

- Diagramm 4. Temperaturkoeffizient der Viskosität - 'kh-f(T,t)'



- Das Diagramm 4, "kh-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Viskositäts-Temperaturkoeffizienten κ_η aus der Ableitung der Viskositätsgleichung an. Die Breite der Linie entspricht der angesetzten Präzision. Der Angabewert ist separat eingezeichnet. Aus dem Diagramm ist die relative Änderung der Viskosität in Prozent einfach zu entnehmen, indem der jeweilige Ordinatenwert (in % gegeben) durch Zehn geteilt wird.

Aus der quadratischen Regressionsgleichung der Viskositätsmesswerte ergibt sich für die Temperaturabhängigkeit des Koeffizienten die folgende Gleichung:

$$\kappa_\eta \mid [10^{-3} \cdot K^{-1}] = f(\vartheta [^\circ C]) = 53,07 - 0,312 \cdot \vartheta$$

- Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,2 \cdot 10^{-3} / K$ berechnet.

Die Gleichung κ_η liefert zur jeweiligen Temperatur die relative Viskositätsänderung der LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe.

- Bestimmungsgleichung: $\kappa_\eta = -1/\eta \cdot (\partial\eta/\partial T)$. Die Berechnung einer Viskositätsänderung über den Temperaturkoeffizienten κ_η nach ' $\eta = \eta^\circ \cdot (1 + \kappa_\eta \Delta T)$ ' bzw. ' $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\kappa_\eta \Delta T)}$ ' ist lediglich über wenige Temperaturgrade mit hinreichender Genauigkeit möglich. Die geeignete Formulierung ergibt sich aus dem über ΔT bestimmten Integral ' $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\int \kappa_\eta(\vartheta) dT)}$ ' zur explizit angegebenen Gleichung, also: Die Viskosität η_ϑ bei der Temperatur ϑ kann mit einem bekannten Viskositätswert η_0 und zugehöriger Temperatur ϑ_0 berechnet werden:

$$\eta_\vartheta = \eta_0 \cdot e^{[-0,05307 \cdot (\vartheta - \vartheta_0) + 1,560E-4 \cdot (\vartheta^2 - \vartheta_0^2)]}$$

- Während die Viskositäts-Temperatur-Gleichung die individuelle Viskosität der LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe über den durchmessenen Bereich anzugeben erlaubt, kann ggf. für vergleichbare Fluide von einem bekannten Viskositätswert ausgehend, die Viskosität bei einer anderen Temperatur geschätzt werden.

Die gegebenen Zusammenhänge basieren auf Ableitungen aus den erfassten Messdaten - Tabelle 1 zeigt die wesentlichen Daten zur Viskositätsmessung. Weiter unten folgen die Tabellen 2 und 3, wodurch eine vollständige Datenkollektion zu Rückverfolgbarkeit, Diagnose und Überprüfung der Berechnungen in diesem Report vorliegt.

N°	t [min]	θ [°C]	η. [mPa·s]	v _z [mm/s]	F _z [mN]	τ [Pa]	v _{max} [mm/s]	γ' [s ⁻¹]	Re [Zahl]
1.	7,1	100,118	11,65	2,450	22,4594	1,188	19,68	101,98	1,41
2.	7,8	100,087	11,64	2,450	22,4455	1,187	19,68	101,98	1,41
3.	8,4	100,097	11,64	2,450	22,4297	1,187	19,68	101,97	1,42
4.	9,1	100,086	11,63	2,450	22,4246	1,186	19,68	101,97	1,42
5.	9,8	100,088	11,63	2,450	22,4088	1,186	19,68	101,97	1,42
6.	10,5	100,101	11,63	2,450	22,4206	1,186	19,68	101,98	1,42
7.	11,1	100,081	11,64	2,450	22,4407	1,187	19,68	101,97	1,41
8.	12,0	100,008	11,65	2,450	22,4484	1,188	19,68	101,97	1,41
9.	12,6	100,031	11,64	2,450	22,4276	1,187	19,68	101,97	1,42
10.	46,8	80,306	19,19	2,450	36,6604	1,946	19,63	101,43	0,872
11.	47,5	80,309	19,17	2,450	36,6189	1,944	19,63	101,43	0,873
12.	48,3	80,318	19,17	2,450	36,6219	1,944	19,63	101,43	0,873
13.	49,0	80,318	19,16	2,450	36,6140	1,944	19,63	101,43	0,873
14.	49,6	80,315	19,20	2,450	36,6792	1,947	19,63	101,43	0,872
15.	50,3	80,268	19,23	2,450	36,7407	1,951	19,63	101,43	0,870
16.	51,0	80,236	19,23	2,450	36,7426	1,951	19,63	101,43	0,870
17.	51,6	80,238	19,22	2,450	36,7234	1,950	19,63	101,43	0,870
18.	52,3	80,234	19,21	2,450	36,7021	1,949	19,63	101,43	0,871
19.	81,5	60,053	35,80	2,450	67,8042	3,612	19,58	100,89	0,475
20.	82,2	60,011	35,77	2,450	67,7382	3,609	19,58	100,89	0,475
21.	82,9	59,998	35,82	2,450	67,8289	3,614	19,58	100,89	0,475
22.	83,5	59,984	35,77	2,450	67,7408	3,609	19,58	100,89	0,475
23.	84,2	59,993	35,75	2,450	67,7094	3,607	19,58	100,89	0,476
24.	84,9	60,007	35,73	2,450	67,6669	3,605	19,58	100,89	0,476
25.	85,5	60,015	35,77	2,450	67,7399	3,609	19,58	100,89	0,475
26.	86,2	60,007	35,72	2,450	67,6507	3,604	19,58	100,89	0,476
27.	86,9	60,016	35,77	2,450	67,7369	3,609	19,58	100,89	0,475
28.	109,6	40,077	76,04	2,450	142,7913	7,633	19,53	100,38	0,227
29.	110,3	40,062	76,14	2,450	142,9762	7,643	19,53	100,38	0,227
30.	111,0	40,018	76,22	2,450	143,1287	7,651	19,53	100,38	0,227
31.	111,7	39,993	76,28	2,450	143,2448	7,657	19,53	100,38	0,226
32.	112,3	39,973	76,35	2,450	143,3641	7,663	19,53	100,38	0,226
33.	113,0	39,962	76,25	2,450	143,1905	7,654	19,53	100,38	0,226
34.	113,7	39,978	76,18	2,450	143,0487	7,647	19,53	100,38	0,227
35.	114,3	40,005	76,09	2,450	142,8876	7,638	19,53	100,38	0,227
36.	115,1	40,019	76,12	2,450	142,9404	7,641	19,53	100,38	0,227

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], θ Temperatur [°C], η Messwert Viskosität [mPa·s], v_z Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s], F_z viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN], τ Schubspannung [Pa], v_{max} maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s], γ' Schergeschwindigkeit [s⁻¹], Re Reynoldszahl.

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte F_z angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft (F_w) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder (F_p) und Aufhängung (F_{hp}), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes (F_ζ), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (F_{hη}), die rekursiv bestimmt wird.
Die viskositätsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich damit aus F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_ζ - F_{hη}. Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt.
Die Schubspannung τ entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylindermantelfläche ausgeübten Kraft. v_{max} ist die Maximalgeschwindigkeit des Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Zylinder. Sie ergibt sich aus der Bewegungsgeschwindigkeit und dem geometrischen Aufbau. Die mittlere Geschwindigkeit (nicht in der Tabelle ausgegeben; v_m = v_z·ra²/(ra²-ri²), mit ra Röhrenradius und ri Zylinderradius) wird für die Berechnung der Reynoldszahl benötigt. Re = ρ·v_m·d / η, mit der charakteristischen Länge d, die (wie bei Rohrströmungen) für den Ringspalt aus dem hydrodynamischen Radius mit d = 2(ra-ri) berechnet wird. Die Scherrate, Schergeschwindigkeit oder Deformation γ', die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

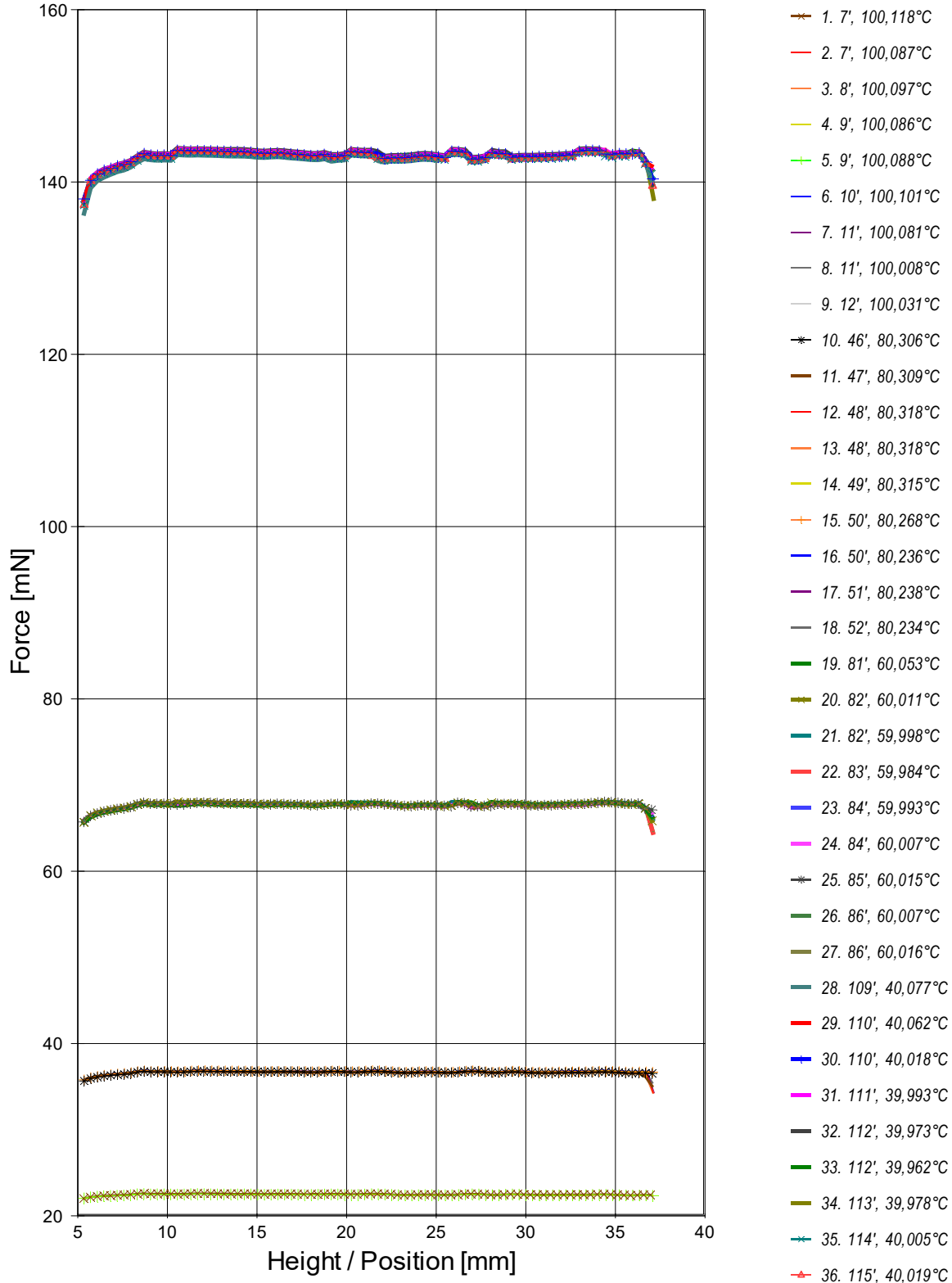
N°	F _w	σ _{Fw}	σ _{Fw rel} -- Alle Werteinträge in [mN] --	F _p	F _{hp}	F _ζ	F _{hη}	N/n Datenauswahl
1.	561,2196	0,0402	72 ppm	538,7484	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
2.	561,2207	0,0344	61 ppm	538,7634	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
3.	561,2027	0,0417	74 ppm	538,7612	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
4.	561,2012	0,0358	64 ppm	538,7648	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
5.	561,1926	0,0399	71 ppm	538,7720	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
6.	561,2032	0,0379	68 ppm	538,7708	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
7.	561,2183	0,0314	56 ppm	538,7658	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
8.	561,2273	0,0416	74 ppm	538,7671	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
9.	561,2061	0,0327	58 ppm	538,7667	0,0056	0,0164	0,0010	43/90
10.	574,6330	0,0620	0,11‰	537,9601	0,0057	0,0166	0,0016	43/90
11.	574,5906	0,0917	0,16‰	537,9592	0,0057	0,0166	0,0016	44/90
12.	574,5993	0,0564	98 ppm	537,9649	0,0057	0,0166	0,0016	44/90
13.	574,5914	0,0805	0,14‰	537,9649	0,0057	0,0166	0,0016	44/90
14.	574,6516	0,0536	93 ppm	537,9599	0,0057	0,0166	0,0016	43/90
15.	574,7160	0,0497	86 ppm	537,9628	0,0057	0,0166	0,0016	43/90
16.	574,7142	0,0494	86 ppm	537,9591	0,0057	0,0166	0,0016	43/90
17.	574,7007	0,0473	82 ppm	537,9648	0,0057	0,0166	0,0016	44/90
18.	574,6793	0,0505	88 ppm	537,9647	0,0057	0,0166	0,0016	44/90
19.	604,9515	0,1450	0,24‰	537,1333	0,0058	0,0168	0,0030	44/90
20.	604,8861	0,1392	0,23‰	537,1339	0,0058	0,0168	0,0030	44/90
21.	604,9765	0,1477	0,24‰	537,1336	0,0058	0,0168	0,0030	44/90
22.	604,8931	0,1495	0,25‰	537,1383	0,0058	0,0168	0,0030	44/90
23.	604,8629	0,1437	0,24‰	537,1396	0,0058	0,0168	0,0030	44/90
24.	604,8182	0,1470	0,24‰	537,1373	0,0058	0,0168	0,0030	44/90

25.	604,8920	0,1478	0,24‰	537,1381	0,0058	0,0168	0,0030	44/89
26.	604,8047	0,1474	0,24‰	537,1400	0,0057	0,0168	0,0030	44/89
27.	604,8868	0,1472	0,24‰	537,1360	0,0058	0,0168	0,0030	44/90
28.	679,1314	0,3597	0,53‰	536,3227	0,0059	0,0169	0,0064	44/90
29.	679,3179	0,3153	0,46‰	536,3242	0,0060	0,0169	0,0065	41/90
30.	679,4584	0,3122	0,46‰	536,3123	0,0059	0,0169	0,0064	44/90
31.	679,5868	0,3124	0,46‰	536,3245	0,0059	0,0169	0,0064	43/90
32.	679,7025	0,3205	0,47‰	536,3209	0,0059	0,0169	0,0064	44/90
33.	679,5224	0,3214	0,47‰	536,3144	0,0060	0,0169	0,0066	41/90
34.	679,3905	0,3239	0,48‰	536,3244	0,0059	0,0169	0,0064	44/90
35.	679,2268	0,3149	0,46‰	536,3218	0,0059	0,0169	0,0064	44/90
36.	679,2805	0,3268	0,48‰	536,3226	0,0059	0,0169	0,0064	44/90

Tabellensymbole: F_w Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{F_w} Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN], $\sigma_{F_w,rel}$ relative Standardabweichung[-], F_p Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN], F_{hp} Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN], F_ζ Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (Kinetische Energie-Korrektur) [mN], $F_{h\eta}$ Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN], N/n Abtastung: Anzahl verwendeter (N) und '/' Anzahl vorhandener Kraftmesswerte (n) zur Bildung von F_w .

- In der Tabelle 2 sind die Mess- und Zwischenergebnisse zur Bilanzierung der Kräfte zusammengestellt. Die dabei in Betracht gezogene Messwerteauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 5, eta-Raw (M), unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit F_ζ die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarkviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_\zeta = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

→ Diagramm 5. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'eta-Raw (M)'



- Diagramm 5, 'eta-Raw (M)', zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte nach Korrektur durch den Messzylinderauftrieb. Der Streckenbezug ('Position') gibt den Abstand der

Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Kurven wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Kraft (F_z) verwendet. Sofern ein instationärer (d.h. ein nicht waagerechter) Verlauf angezeigt wird, kann diese Abweichung von der Idealform als Symptom folgender Ursachen gedeutet werden: es liegt ein Temperaturgefälle vor, die Probe ist vertikal inhomogen (geschichtet), mehrphasig, ... oder die Probe scherverflüssigt / -verfestigt bewegzeitabhängig im Ringspalt. Das Gesamtvolumen im Ringspalt von $1,52 \text{ cm}^3$ wird über die Bewegungstrecke von $9,2 \text{ mm}$ komplett ausgetauscht. - Ein waagerechter Verlauf im rechten Kurventeil kennzeichnet eine valide Viskositätsmessung.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	Noise [μN/mm]	H _{Start} [mm]	L _{cn} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [μm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
1.	48,7	4,587	33,100	0,7601	-7,39	14,4880	41,3013	0,12	1,0%
2.	41,0	4,584	33,225	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
3.	46,2	4,590	33,200	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
4.	38,9	4,599	33,222	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
5.	45,6	4,590	33,224	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
6.	45,9	4,589	33,252	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
7.	37,7	4,597	33,146	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
8.	43,3	4,575	33,200	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
9.	43,9	4,582	33,242	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
10.	76,9	4,589	33,195	0,7621	-5,37	14,4831	41,2873	0,2	1,0%
11.	99,1	4,575	33,210	0,7621	-5,37	14,4831	41,2873	0,2	1,0%
12.	81,6	4,589	33,254	0,7621	-5,37	14,4831	41,2874	0,2	1,0%
13.	96,8	4,592	33,242	0,7621	-5,37	14,4831	41,2874	0,2	1,0%
14.	73,9	4,594	33,249	0,7621	-5,37	14,4831	41,2874	0,2	1,0%
15.	71,1	4,594	33,218	0,7621	-5,37	14,4831	41,2873	0,2	1,0%
16.	67,7	4,587	33,249	0,7621	-5,36	14,4831	41,2873	0,2	1,0%
17.	75,0	4,597	33,259	0,7621	-5,36	14,4831	41,2873	0,2	1,0%
18.	72,5	4,594	33,195	0,7621	-5,36	14,4831	41,2873	0,2	1,0%
19.	185	4,587	33,210	0,7641	-3,36	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
20.	205	4,582	33,200	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
21.	197	4,592	33,220	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
22.	211	4,592	33,234	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
23.	213	4,599	33,171	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
24.	203	4,587	33,156	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
25.	192	4,587	33,161	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
26.	217	4,587	33,139	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
27.	217	4,597	33,217	0,7641	-3,35	14,4782	41,2734	0,37	1,0%
28.	452	4,587	33,192	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,79	1,0%
29.	398	4,587	33,163	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,78	1,0%
30.	431	4,594	33,220	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,78	1,0%
31.	428	4,585	33,168	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,79	1,0%
32.	458	4,587	33,251	0,7661	-1,42	14,4735	41,2599	0,79	1,0%
33.	438	4,585	33,190	0,7661	-1,42	14,4735	41,2599	0,79	1,0%
34.	508	4,592	33,273	0,7661	-1,42	14,4735	41,2599	0,79	1,0%
35.	496	4,590	33,163	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,78	1,0%
36.	469	4,594	33,212	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,79	1,0%

Tabellensymbole: *Noise* Mittelwert der höherfrequenten Lastschwankungen 'Rauheit' im Kurvenzug der Messkraft [μN/mm], *H_{Start}* Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], *L_{cn}* Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm]. *D_{RSP}* Weite des Ringspalt zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], *ΔD_{RSP}* Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [μm], *Ø_{zyl.}* Durchmesser des Messzylinders [mm], *L_{zyl.}* Länge des Messzylinders [mm]. *Σσ* Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und *Σσ_{rel.}* relative Unsicherheit des Viskositätsmesswertes.

- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Bewegungstrecke dar ($\Delta F/\Delta s$); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. Die folgenden Rubriken geben gemessene und berechnete geometrische Gegebenheiten der jeweiligen Messung wieder. Die individuellen Gesamtfehlersummen werden in den beiden letzten Spalten ausgegeben; bei idealer Kalibrierung und konformem Aufbau ist der tatsächlich einzuräumende Gesamtfehler um die bedeutenden Beiträge aus den geometrischen Unsicherheiten vermindert!

• 4. DICHTE - MESSUNG

35 Messwerte; Zeitbereich 8 bis 115 min, Temperatur $\Delta T = -60,163 \text{ K}$

Resultat: $\rho_{75^\circ\text{C}} = 0,81610 \pm 5,3 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 65 \text{ ppm}$ (348,15 K, 97,80 kPa)

Streuung: $5,3 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. **65 ppm** relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

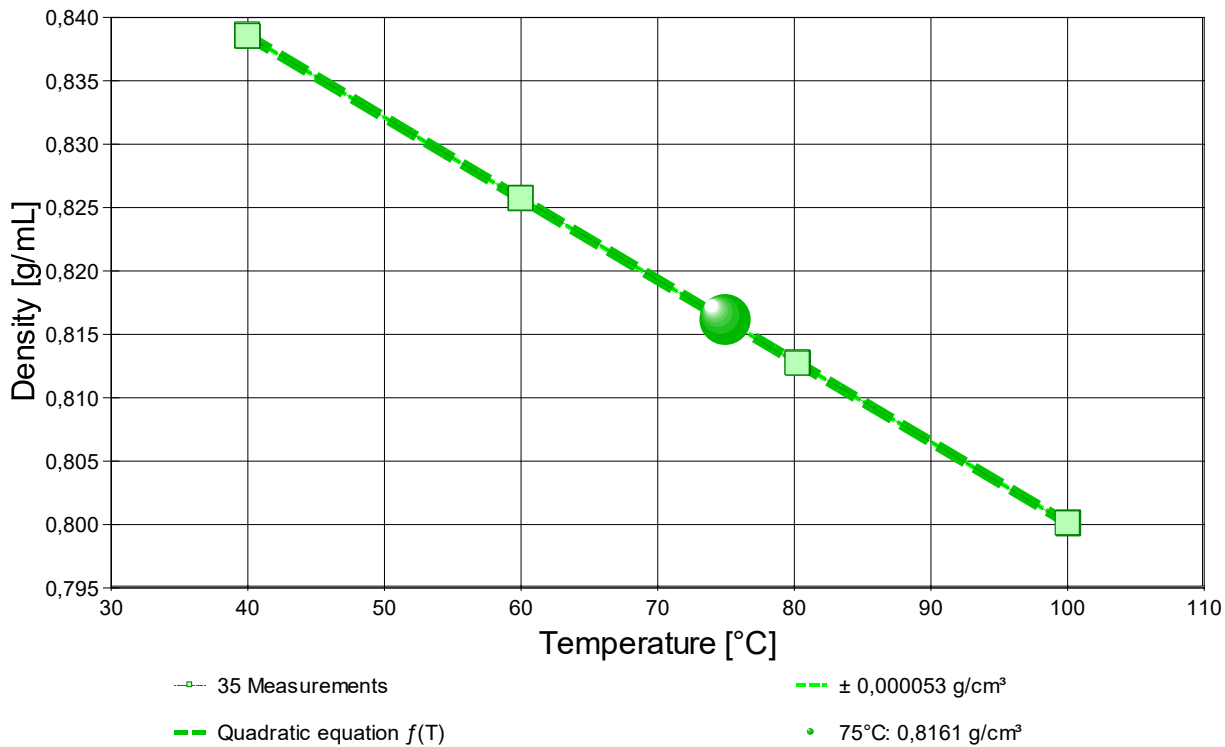
Temperaturabhängigkeit zwischen 39,964 und 100,127 °C:

$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,864263 - 64,490 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 + 0,003588 \cdot \vartheta^2 / 1\text{E}5 \text{ mit } r^2 = 0,999987, s^2 = 2,84\text{E}-9$$

Der Ausdehnungskoeffizient κ mit $78,4 [10^{-5} \text{K}^{-1}]$ entspricht gewöhnlichen Werten gut (etwas unter 'Normal'). Er bewirkt eine Dichte-Änderung von 0,78‰, das sind $0,00064 \text{ g/cm}^3$ pro Grad bei der Angabetemperatur 75°C .

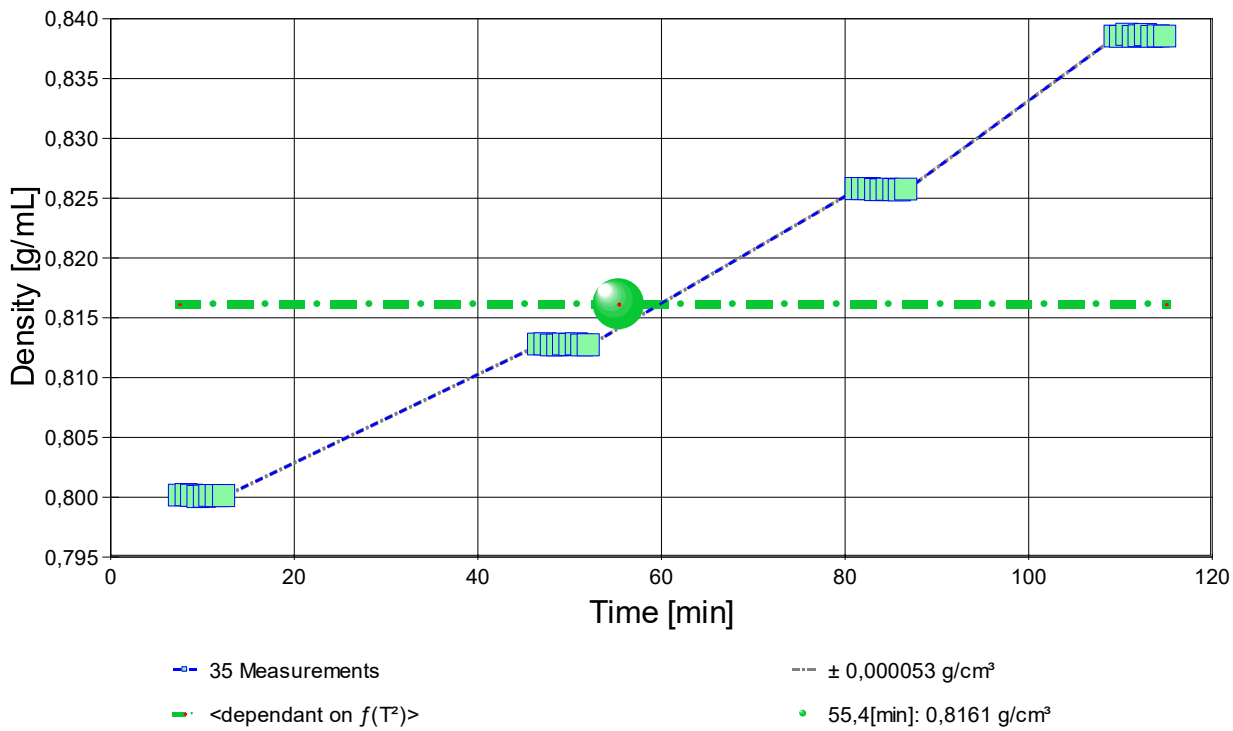
- Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit von $\pm 3,1\text{E}-5 \text{ g/cm}^3$ relativ große Standardabweichung zwischen Gleichung und Messwerten ($\pm 5,3\text{E}-5 \text{ g/cm}^3$) führt dazu, dass die aus der Fortpflanzung der Unsicherheiten berechnete kombinierte Messunsicherheit des Ergebnisses, die gepunktet unterstrichen zum Ergebniswert angegeben ist, durch die Standardmessunsicherheit ersetzt wurde (Evtl. ist der Temperaturbereich für eine bessere Konvergenz von Gleichung und Messwerten zu groß; vgl. Abschnitt weiter unten). --- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Ein 'normaler' Ausdehnungskoeffizient reicht bei 25°C von etwa 50 bis $150 \cdot 10^{-5} \text{K}^{-1}$. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der hier wohl 'ausgezeichnet' zu nennen ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 6. Temperaturabhängigkeit der Dichte - 'rho-Temp.'



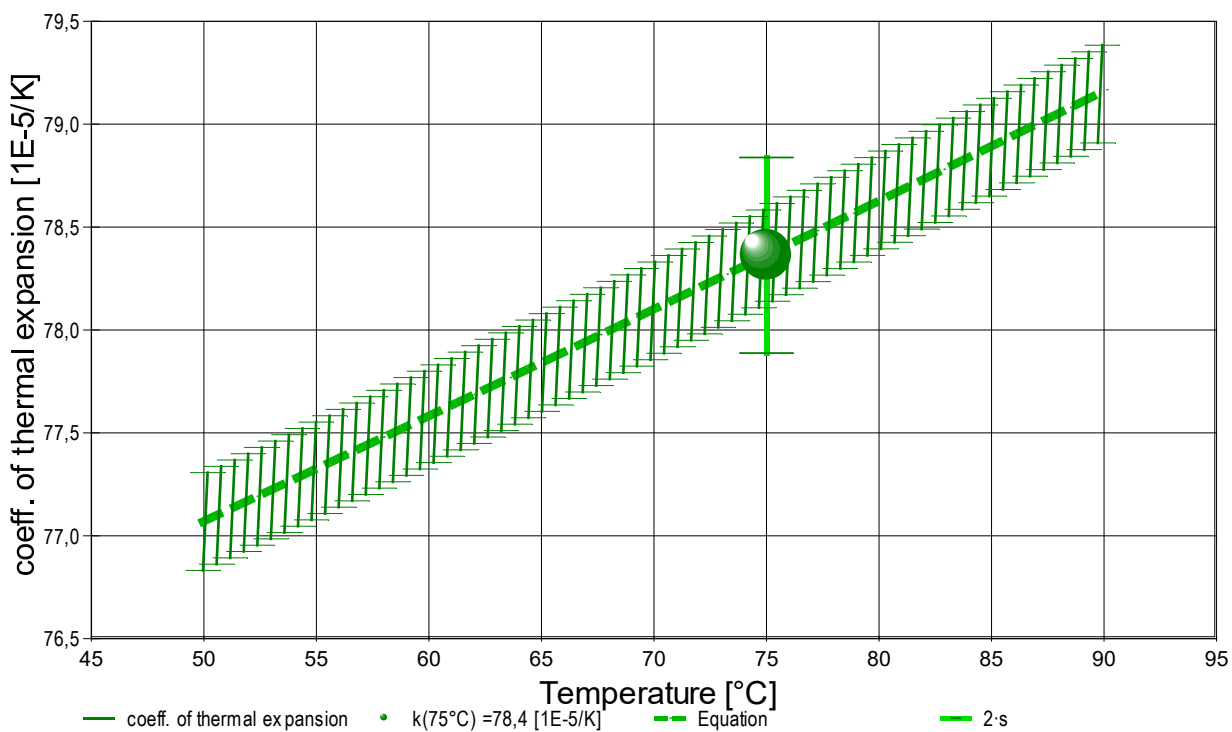
- Das Diagramm 6, "rho-Temp.", zeigt die 35 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 75°C für die LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke Linie gezeichnet.

- Diagramm 7. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-f(t)'



- Im Diagramm 7, "rho-f(t)", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

- Diagramm 8: Der Ausdehnungskoeffizient -



- Das Diagramm 8, "k-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten κ der Probe LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe entsprechend der unten angegebenen Gleichung an. Die Breite entspricht dem hier angenommenen Fehler. Der Angabewert ist als kugelförmiges Symbol eingezeichnet.

Aus der quadratischen Regressionsgleichung des Dichteverlaufs kann für den Raumausdehnungskoeffizienten eine Gleichung angegeben werden:

$$\kappa [10^{-5} \cdot K^{-1}] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = (64,49 - 0,007176 \cdot \vartheta) / (0,86426 - 6,4490\text{E-}4 \cdot \vartheta + 3,5880\text{E-}8 \cdot \vartheta^2)$$

Die Präzision der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,2 \cdot 10^{-5} / \text{K}$ angenommen. Bei 75°C beträgt die relative Zunahme des Koeffizienten $0,67\%$ pro Grad.

- Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für 'LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe' bei einer bestimmten Temperatur ϑ im gültigen Temperaturbereich zu berechnen kann mit dem bei der Temperatur ϑ° gegebenen Volumen VO_{ϑ° das Volumen VI_{ϑ} bei der Temperatur ϑ über das entsprechende Verhältnis der Dichten bestimmt werden:

$$VI_{\vartheta} = VO_{\vartheta^\circ} \cdot (0,86426 - 6,4490 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta + 3,5880 \cdot 10^{-8} \cdot \vartheta^2) / (0,86426 - 6,4490 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta + 3,5880 \cdot 10^{-8} \cdot \vartheta^2)$$

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N°	t [min]	ϑ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	$\Delta\rho_{\omega}$ [g/cm³]	N Werte & Trend	F_A [mN]	$F_{\text{korrr.}}$ [mN], TSymb.
[1.	6,9	100,168	0,80033	4,549	0,0	0,0	1	538,748	-]*
2.	7,6	100,098	0,80011	4,549	0,0	0,0	1	538,763	-
3.	8,3	100,126	0,80015	4,549	0,0	0,0	1	538,761	-
4.	8,9	100,107	0,80009	4,549	0,0	0,0	1	538,765	-
5.	9,6	100,103	0,79999	4,549	0,0	0,0	1	538,772	-
6.	10,3	100,126	0,80000	4,549	0,0	0,0	1	538,771	-
7.	10,9	100,127	0,80008	4,549	0,0	0,0	1	538,766	-
8.	11,6	100,059	0,80006	4,549	0,0	0,0	1	538,767	-
9.	12,4	100,048	0,80007	4,549	0,0	0,0	1	538,767	-
10.	46,7	80,331	0,81274	4,549	0,0	0,0	1	537,960	-
11.	47,4	80,321	0,81275	4,549	0,0	0,0	1	537,959	-
12.	48,1	80,335	0,81267	4,549	0,0	0,0	1	537,965	-
13.	48,8	80,336	0,81267	4,549	0,0	0,0	1	537,965	-
14.	49,4	80,342	0,81274	4,549	0,0	0,0	1	537,960	-
15.	50,1	80,305	0,81270	4,549	0,0	0,0	1	537,963	-
16.	50,8	80,255	0,81275	4,549	0,0	0,0	1	537,959	-
17.	51,4	80,258	0,81267	4,549	0,0	0,0	1	537,965	-
18.	52,1	80,254	0,81267	4,549	0,0	0,0	1	537,965	-
19.	81,3	60,073	0,82573	4,549	0,0	0,0	1	537,133	-
20.	82,0	60,025	0,82573	4,549	0,0	0,0	1	537,134	-
21.	82,7	60,015	0,82573	4,549	0,0	0,0	1	537,134	-
22.	83,4	59,995	0,82566	4,549	0,0	0,0	1	537,138	-
23.	84,0	59,999	0,82564	4,549	0,0	0,0	1	537,140	-
24.	84,7	60,008	0,82568	4,549	0,0	0,0	1	537,137	-
25.	85,4	60,028	0,82567	4,549	0,0	0,0	1	537,138	-
26.	86,0	60,014	0,82564	4,549	0,0	0,0	1	537,140	-
27.	86,7	60,029	0,82570	4,549	0,0	0,0	1	537,136	-
28.	109,5	40,082	0,83849	4,549	0,0	0,0	1	536,323	-
29.	110,1	40,076	0,83846	4,549	0,0	0,0	1	536,324	-
30.	110,8	40,030	0,83864	4,549	0,0	0,0	1	536,312	-
31.	111,5	40,003	0,83846	4,549	0,0	0,0	1	536,325	-
32.	112,1	39,982	0,83852	4,549	0,0	0,0	1	536,321	-
33.	112,8	39,964	0,83861	4,549	0,0	0,0	1	536,314	-
34.	113,5	39,974	0,83846	4,549	0,0	0,0	1	536,324	-
35.	114,2	39,999	0,83850	4,549	0,0	0,0	1	536,322	-
36.	114,9	40,024	0,83849	4,549	0,0	0,0	1	536,323	-

*[Die Zeile N° 1 wurde durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], ϑ Temperatur [°C], ρ Dichte [g/cm³], H Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], ω Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s], $\Delta\rho_\omega$ Standardabweichung der Dichtewerte in der Beobachtungszeit [g/cm³], N Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägewertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, F_A Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], $F_{korr.}$ konstante Korrekturkraft [mN].

- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht ($H=0$ mm).

• 5. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

Messkörper: Name *IStahl14.5/PA*, IDN° 7014, Spaltweite 0,767 mm.

Auswertungsverfahren: Standard. Konfigurationstyp DiVA-B^{roril}.

Messkörperdaten: Messzylindermasse 54,1632 ±0,0002 g, ~volumen 6,912689 ±2,6E-4 cm³, ~durchmesser 14,47 ± 0,01 mm, ~länge 41,25 ±0,01 mm.

kub. Ausdehnungskoeff. κ [10⁻⁶K⁻¹] = $f(\vartheta[°C]) = 50,873 - 0,18583 \cdot \vartheta + 3,8490 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta^2 - 1,9601 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3$

Nicht tauchendes Gewicht am Messzylinder (Lastträger, Haltekonus) 6,3142 g. Messzylindersuspension: Querschnitt 0,021 mm², Umfang 0,515 mm, Aufhängungsart: fixierte Verbindung.

Behälter/Röhre: Durchmesser 16,005 ±0,005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 8·10⁻⁶K⁻¹.

Bezugstemperatur: für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

Kinetische Energie: Faktor Zeta: $\zeta = 1,358$.

Individuelle Werte: Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 79,1 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 37,9 mm.

Messunsicherheiten des Ergebnisses: Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,0% bestimmt; die Messunsicherheit der Dichte (±0,000053 g/cm³) stammt - ausnahmsweise! - von der Standardabweichung der Regressionsfunktion.

- Die Messunsicherheit des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus den folgenden Unsicherheitsquellen bestimmt: 1.: der geometrischen Toleranzangaben zu Messkörperdurchmesser, 2.: zur Länge und 3.: zum Radius des Gefäßes. Individuell aus 4.: der Standardabweichung der Messkraft ($\sigma_{F1/2}$), 5.: der Exzentrizität pauschal zu 0.5% (v.M.), 6.: der Unsicherheit der Kalibrierung zu 0.5% (v.M.), 7.: der Geschwindigkeitsangabe zu 0.1% , 8.: pro Grad Temperaturmessunsicherheit werden 5% (v.M.) angesetzt. - Die Gesamtunsicherheiten einer Messung wird aus der Wurzel der Quadratesumme der Einzelunsicherheiten berechnet; diese sind summarisch zu jeder Einzelmessung angegeben in der Spalte σ_n von Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II., und in den jeweiligen Diagrammen eingezeichnet.

Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der Werte.

Programm

Data created during execution of the IMPro "DiVA-B2", type 5/0. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 3,0 Stunden vor dieser Messung von Labor justiert.

IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,000 g/cm³, Luftdichte ρ_{air} vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s².

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,007[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 10[min] (BN°4, 100/250°C, 7S, FS0). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 6.1.40, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
1,3	46,98	22,69	97,34	1,14085
46,4	47,87	22,756	97,357	1,14063
81,0	39,5	22,656	97,390	1,14247
109,2	43,89	22,71	97,393	1,14173

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphärenendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten ϕ relative Luftfeuchte (r.H.), T_a Lufttemperatur und p_a absoluter Luftdruck, ρ_{air} die Luftdichte; Die Luftdichte wird dabei aus den Druck-, Temperatur- und Luftfeuchtwerten berechnet.