



ID N° 13112 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement, ΔT 60,2K

Title: **Motoröl, 100°C - 40°C (VI-Messung)**
Remarks: LIQUI MOLY, 5W-40, Leichtlauf High Tech...

----- Results for **70,0°C** -----

Viscosity: $\eta_{(101/s)} = 25,9 \pm 0,4 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 31,6 \text{ cSt}$
Temperature coefficient: $\kappa_\eta = 31,2 \cdot 10^{-3}/\text{K}$

Density: $\rho = 0,8193 \pm 0,00012 \text{ g/cm}^3$
Coefficient of thermal expansion: $\kappa = 78,2 \cdot 10^{-5}/\text{K}$

Report

Hinweis: Dieser Bericht ist mit Kommentierungen versehen. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text. Nachfolgend wird eine kurze Erklärung zum Prinzip der Messung gegeben:

• 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen mit einem geraden Kreiszyylinder (=Messkörper), der sich konzentrisch in einer Röhre mit der Probe befindet. Dabei ist der Messkörper über die Aufhängung an einer Wägezelle angeschlossen. Die Röhre ist auf einer Plattform koaxial-konzentrisch zum Messkörper ausgerichtet. Wird die Plattform - also die Röhre - bewegt, so fließt Probe durch den ringförmigen Spalt zwischen Messkörper und Röhre. Dadurch wirkt auf den Messkörper eine zusätzliche Kraft, die durch Strömung und Zähigkeit der Probe 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 Berechnung der absoluten Viskosität für Newtonsche Fluide. Indem, wie in dieser Messung bei konstanter Deformation (der Schergeschwindigkeit 101 /s kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich), die Probentemperatur verändert wird, können Temperaturkoeffizienten der Viskosität, der Ausdehnungskoeffizient und entsprechende Regressionsfunktionen bestimmt werden, die die Interpolation der thermischen Eigenschaften ermöglichen (weitere Auswertungen erlauben evtl. die Bestimmung des Viskositätsindex und der Platzwechselenergie).

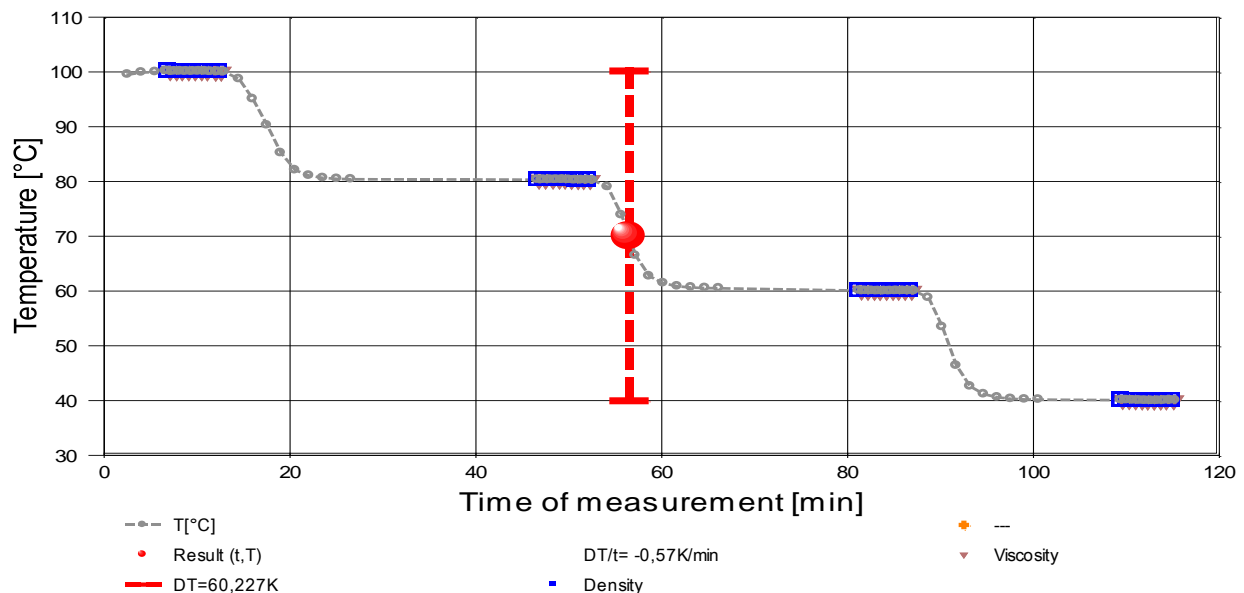
Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte (*spezifische Masse, Massekonzentration*) gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist ebenfalls eine temperaturabhängige Stoffkonstante. Die Dichte wird in diesem Verfahren nach der Auftriebsmethode (hydrostatische Wägung) bestimmt: "Ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) erscheint um so viel leichter, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft der Dichtewert definitiv berechnet werden kann, ist die Bestimmtheit des von Temperatur und Druck abhängenden Messkörpervolumens evident - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung - * DiVA-Messungen sind rein metrologisch. Die Ergebnisse sind rückführbar. Die im nachfolgenden Bericht aufgeschlüsselten Mess- und Normaldaten beschreiben das Zustandekommen der Resultate sehr weitgehend. Ergebnisse der DiVA-Messungen zeigen keine prinzipiellen Abweichungen zu Resultaten, die durch den Einsatz klassischer Referenzverfahren wie Glaskapillarviskosimeter oder Pyknometer gewonnen werden können. *

• 2. ÜBERSICHT

Dichte und Viskosität wurden 36-mal gemessen.

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 -



Mit Diagramm 1. ('VT-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

Akquisitionsperiode der 36 Messwerte im Messablauf: 7 bis 115 min, Temperatur $\Delta T = -60,156 \text{ K}$

Ergebniswert: $\eta = 25,88 \pm 0,38 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ (343,15 K)

Streuung: $\pm 0,13 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ absolute bzw. 0,50% relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

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

$$\eta [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 497,06 \cdot e^{(-0,053184 \cdot \vartheta + 1,5667E-4 \cdot \vartheta^2)} \quad r^2=0,999971 \quad s^2=1,68E-2$$

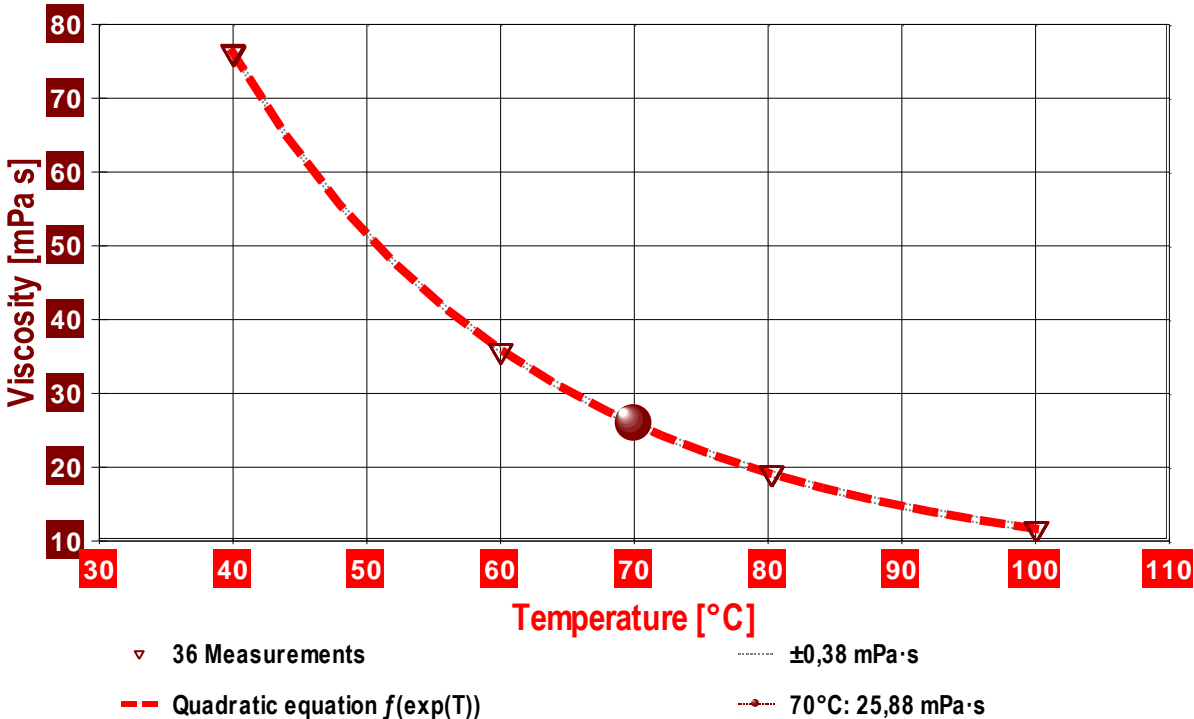
>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: $249,39 \cdot \exp(-31,24 \cdot \vartheta/1000)$ mit $r^2=0,9920$ und $s^2=7,84$ <<

Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR), $\dot{\gamma} = 101 \pm 0,63 \text{ s}^{-1}$.

Der Temperaturkoeffizient der Viskosität mit $31,2 [10^{-3} \text{K}^{-1}]$ entspricht durchschnittlichen Werten gut (etwas über 'Normal'). Er entspricht der Viskositäts-Änderung von 3,1%, entsprechend 0,81 mPa·s pro Grad bei der Angabetemperatur.

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 'hervorragend' ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) muss deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 2 -



Das Diagramm 2, "eta-f(T)2", zeigt die 36 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 70°C für die Noname-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 Noname-Probe zwischen 40 und 100°C :

$$\eta [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(T[\text{K}]) = 6,2253 \cdot 10^{-4} \cdot e^{3660,8/T} \quad \text{mit } r^2=0,99930 \quad \text{und } s^2=1,4$$

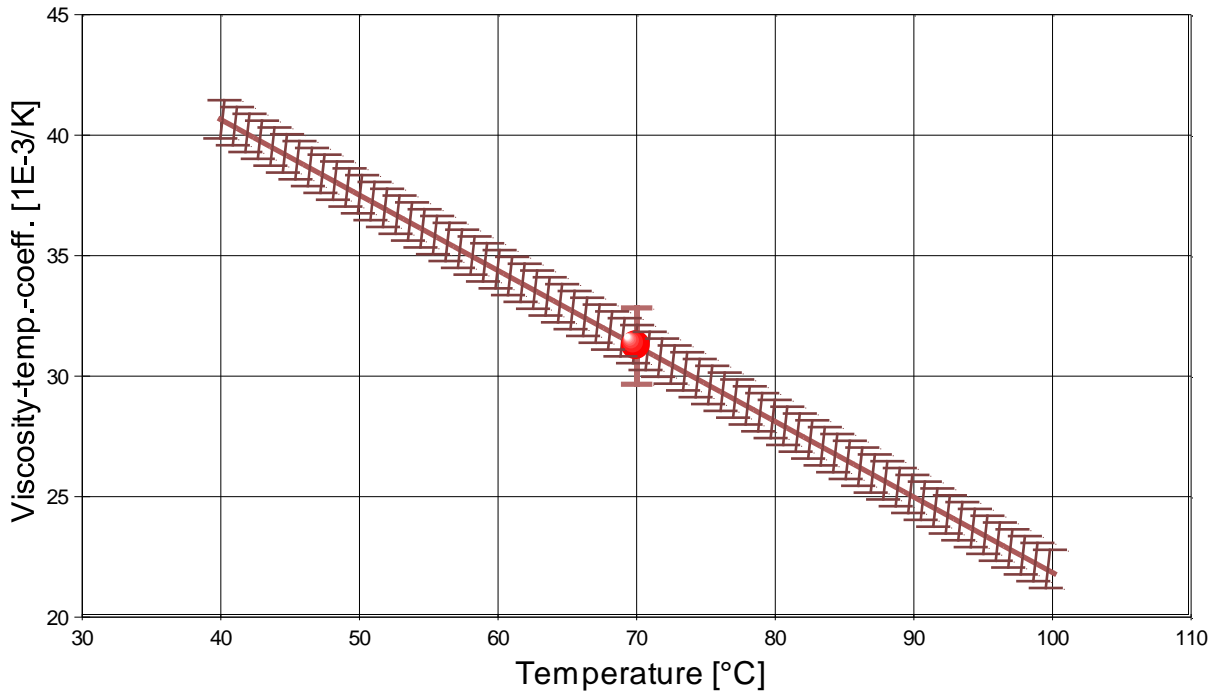
Die Arrhenius Gleichung der Form " $k = A \cdot e^{-E_a/RT} = \eta$ " gibt in Entsprechung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten k die Viskosität η an. In der Gleichung bedeuten die beiden Konstanten 'A' Arrheniusfaktor bzw. eine Materialkonstante ($\ln(A) = -7,3817$) sowie ' E_a ' die Aktivierungs- bzw. Platzwechselenergie. $E_a = -440,29 \text{ J/mol}$ (R ist die allgemeine Gaskonstante). Weil A temperaturabhängig ist, ist die Gleichung 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:

$$\nu [\text{mm}^2/\text{s}] = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 497,06 \cdot e^{(-0,053184 \cdot \vartheta + 1,5667 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2)} / (0,86414 - 6,4091 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta)$$

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 -



Das Diagramm 3, "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 durch Zehn geteilt wird.

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

$$\kappa_\eta \text{ [} 10^{-3} \cdot \text{K}^{-1}\text{]} = f(\vartheta[\text{°C}]) = 53,18 - 0,3133 \cdot \vartheta$$

Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,8 \cdot 10^{-3} / \text{K}$ berechnet.

Die Gleichung für κ_η liefert zur jeweiligen Temperatur die zugehörige Viskositätsänderung.

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 bei der Temperatur ϑ kann mit einem bekannten Viskositätswert bei ϑ_0 berechnet werden nach:

$$\eta_\vartheta = \eta_{\vartheta_0} \cdot e^{[-0,05318 \cdot (\vartheta - \vartheta_0) + 1,567E-4 \cdot (\vartheta^2 - \vartheta_0^2)]}$$

Während die Viskositäts-Temperatur-Gleichung die individuelle Viskosität der 'Noname-Probe' über den durchmessenen Bereich anzugeben erlaubt, kann ggf. mit den Koeffizientengleichungen für vergleichbare Fluide, von einem bekannten Viskositätswert ausgehend, die Viskosität bei einer anderen Temperatur geschätzt werden. - Oft unterscheiden sich (z.B.) Produktchargen in 'Offset'-Werten, doch nicht immer so sehr im Temperaturverlauf der 'viskosen Natur'.

• 3.1. Tabelle 1, Daten der Viskositätsmessung

Die gegebenen Zusammenhänge beruhen auf Ableitungen der ermittelten Messdaten - Tabelle 1 stellt dazu Eingangs- und Ergebnisdaten zur Verfügung. Weiter unten folgen die Tabellen 2 und 3, die ausführliche Informationen zur Rückverfolgbarkeit der Ergebnisse bieten.

N°	t	T	η .	v_z	F_z .	τ	v_{\max} .	$\dot{\gamma}$	Re
1.	7,1	100,118	11,65	2,450	22,4764	1,189	19,69	102,05	1,41
2.	7,8	100,087	11,64	2,450	22,4558	1,187	19,69	102,05	1,42
3.	8,4	100,097	11,63	2,450	22,4444	1,187	19,69	102,05	1,42
4.	9,1	100,086	11,63	2,450	22,4378	1,187	19,69	102,05	1,42
5.	9,8	100,088	11,62	2,450	22,4181	1,185	19,69	102,05	1,42
6.	10,5	100,101	11,62	2,450	22,4281	1,186	19,69	102,05	1,42
7.	11,1	100,081	11,63	2,450	22,4493	1,187	19,69	102,05	1,42
8.	12,0	100,008	11,64	2,450	22,4558	1,187	19,69	102,05	1,42
9.	12,6	100,031	11,63	2,450	22,4407	1,187	19,69	102,05	1,42
10.	46,8	80,306	19,18	2,450	36,6675	1,946	19,64	101,49	0,873
11.	47,5	80,309	19,15	2,450	36,6147	1,943	19,64	101,49	0,874
12.	48,3	80,318	19,1	2,450	36,5965	1,94	19,6	101,5	0,87
13.	49,0	80,318	19,1	2,450	36,5882	1,94	19,6	101,5	0,87
14.	49,6	80,315	19,18	2,450	36,6809	1,947	19,64	101,49	0,872
15.	50,3	80,268	19,21	2,450	36,7436	1,950	19,64	101,49	0,871
16.	51,0	80,236	19,21	2,450	36,7414	1,950	19,64	101,48	0,871
17.	51,6	80,238	19,2	2,450	36,6851	1,95	19,6	101,5	0,87
18.	52,3	80,234	19,19	2,450	36,6906	1,947	19,64	101,48	0,872
19.	81,5	60,053	35,75	2,450	67,7146	3,607	19,58	100,91	0,476

20.	82,2	60,011	35,75	2,450	67,7210	3,607	19,58	100,91	0,476
21.	82,9	59,998	35,79	2,450	67,8015	3,612	19,58	100,91	0,475
22.	83,5	59,984	35,75	2,450	67,7145	3,607	19,58	100,91	0,476
23.	84,2	59,993	35,74	2,450	67,7110	3,607	19,58	100,91	0,476
24.	84,9	60,007	35,72	2,450	67,6557	3,604	19,58	100,91	0,476
25.	85,5	60,015	35,76	2,450	67,7445	3,609	19,58	100,91	0,475
26.	86,2	60,007	35,73	2,450	67,6799	3,605	19,58	100,91	0,476
27.	86,9	60,016	35,74	2,450	67,6999	3,606	19,58	100,91	0,476
28.	109,6	40,077	76,01	2,450	142,7438	7,630	19,53	100,38	0,227
29.	110,3	40,062	76,18	2,450	143,0574	7,647	19,53	100,38	0,227
30.	111,0	40,018	76,22	2,450	143,1298	7,651	19,53	100,38	0,227
31.	111,7	39,993	76,30	2,450	143,2890	7,659	19,53	100,38	0,226
32.	112,3	39,973	76,34	2,450	143,3590	7,663	19,53	100,38	0,226
33.	113,0	39,962	76,28	2,450	143,2492	7,657	19,53	100,38	0,226
34.	113,7	39,978	76,16	2,450	143,0234	7,645	19,53	100,38	0,227
35.	114,3	40,005	76,10	2,450	142,9084	7,639	19,53	100,38	0,227
36.	115,1	40,019	76,13	2,450	142,9739	7,642	19,53	100,38	0,227

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], T 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], $\dot{\gamma}$ Schergeschwindigkeit [s^{-1}], Re Reynoldszahl.

Table 1 lists the essential key figures for the individual measurements. The central measured quantity is given in the column F_z ; it is the 'purely viscous' force and central quantity for the calculation of the viscosity by the IMETER-ring gap equation. It is corrected for the stationary force (F_w) and the driving force of the cylinder (F_p) and the suspension (F_{hp}), the velocity-proportional pressure loss due to the kinetic energy and the friction in the inlet zone of the ring gap (F_ζ), the viscous friction (recursively) of the suspension wires/rods in the medium ($F_{h\eta}$) as well as a constant contribution F_Θ , which is due to a given flow limit, wetting force, convection (...) is justified.

The correction of the stationary force results from $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta} - F_\Theta$. The corrections are given in the next table (the F_Θ was not given).

The shear stress τ corresponds to the force due to the viscosity of the medium per square meter of the cylinder surface. v_{max} is the maximum velocity of the Newtonian fluid in the ring gap relative to the cylinder. It results from the velocity and the geometric construction. The average velocity (not in the table) is given; $v_m = v_z \cdot ra^2 / (ra^2 - ri^2)$, with ra the cylinder radius and ri the inner radius. For the calculation of the Reynolds number $Re = \rho \cdot v_m \cdot d / \eta$, with d the characteristic length (as in pipe flows) for the ring gap with the hydrodynamic radius $d = 2(ra - ri)$ is calculated. The shear rate, shear velocity or deformation $\dot{\gamma}$, which is used for the calculation, is calculated as the velocity gradient immediately at the cylinder surface.

• 3.2. Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	F_w	σ_{Fw}	$\sigma_{Fw\ rel}$	F_p	F_{hp}	F_ζ	$F_{h\eta}$	N/n
1.	561,2456	0,0571	0,10‰	538,7484	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
2.	561,2400	0,0517	92ppm	538,7634	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
3.	561,2264	0,0601	0,11‰	538,7612	0,0036	0,0164	0,0008	84/90
4.	561,2233	0,0545	97ppm	538,7648	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
5.	561,2109	0,0528	94ppm	538,7720	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
6.	561,2198	0,0535	95ppm	538,7708	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
7.	561,2359	0,0503	90ppm	538,7658	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
8.	561,2437	0,0532	95ppm	538,7671	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
9.	561,2283	0,0549	98ppm	538,7667	0,0036	0,0164	0,0008	83/90
10.	574,6491	0,0779	0,14‰	537,9601	0,0036	0,0166	0,0013	81/90
11.	574,5955	0,2030	0,35‰	537,9592	0,0036	0,0166	0,0013	83/90
12.	574,5830	0,2742	0,48‰	537,9649	0,0036	0,0166	0,0013	83/90
13.	574,5746	0,2746	0,48‰	537,9649	0,0036	0,0166	0,0013	83/90
14.	574,6624	0,0648	0,11‰	537,9599	0,0036	0,0166	0,0013	81/90
15.	574,7280	0,0654	0,11‰	537,9628	0,0036	0,0166	0,0013	81/90
16.	574,7221	0,0648	0,11‰	537,9591	0,0036	0,0166	0,0013	81/90
17.	574,6715	0,2759	0,48‰	537,9648	0,0036	0,0166	0,0013	83/90
18.	574,6769	0,1579	0,27‰	537,9647	0,0036	0,0166	0,0013	82/90
19.	604,8709	0,2280	0,38‰	537,1333	0,0037	0,0168	0,0025	80/90
20.	604,8778	0,2681	0,44‰	537,1339	0,0037	0,0168	0,0025	82/90
21.	604,9581	0,2547	0,42‰	537,1336	0,0037	0,0168	0,0025	81/90
22.	604,8757	0,4053	0,67‰	537,1383	0,0037	0,0168	0,0025	82/90
23.	604,8735	0,2257	0,37‰	537,1396	0,0037	0,0168	0,0025	82/90
24.	604,8160	0,1851	0,31‰	537,1373	0,0037	0,0168	0,0025	81/90
25.	604,9055	0,1562	0,26‰	537,1381	0,0037	0,0168	0,0025	80/90
26.	604,8429	0,1746	0,29‰	537,1400	0,0037	0,0168	0,0025	80/89
27.	604,8588	0,3865	0,64‰	537,1360	0,0037	0,0168	0,0025	82/90
28.	679,0925	0,4419	0,65‰	536,3227	0,0037	0,0169	0,0053	78/90
29.	679,4076	0,3690	0,54‰	536,3242	0,0037	0,0169	0,0053	80/90
30.	679,4681	0,4787	0,70‰	536,3123	0,0037	0,0169	0,0053	81/90
31.	679,6395	0,3953	0,58‰	536,3245	0,0037	0,0169	0,0053	80/90
32.	679,7059	0,5630	0,83‰	536,3209	0,0037	0,0169	0,0053	81/90
33.	679,5896	0,4080	0,60‰	536,3144	0,0037	0,0169	0,0053	80/90
34.	679,3738	0,6974	1,0‰	536,3244	0,0037	0,0169	0,0053	82/90
35.	679,2561	0,4108	0,60‰	536,3218	0,0037	0,0169	0,0053	80/90
36.	679,3225	0,5517	0,81‰	536,3226	0,0037	0,0169	0,0053	81/90

Tabellensymbole: F_w Ausgangswert der stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{Fw} Standardabweichung innerhalb der

Werte aus der die stationären Kraft gemittelt wird [mN], $\sigma_{F_{w,rel}}$ relative Standardabweichung der vorgenannten Kraftwerte [mN], F_p Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN], F_{np} Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN], F_{ζ} Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (*Kinetische Energie-Korrektur*) [mN], F_{η} 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 Messwertauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet. Neben den statischen Korrekturen ist mit F_{ζ} die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-)Kapillarviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_{\zeta} = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

• 3.3. Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	Noise	H _{Start}	L _{cl}	D _{RSP}	Δ _{RSP}	Ø _{zyl.}	L _{zyl.}	Σσ	Σσ _{rel.}
1.	48,6	4,587	33,100	0,7598	-7,67	14,4886	41,3029	0,12	1,0%
2.	44,9	4,584	33,225	0,7598	-7,67	14,4885	41,3029	0,12	1,0%
3.	48,5	4,590	33,200	0,7598	-7,67	14,4885	41,3029	0,12	1,0%
4.	44,9	4,599	33,222	0,7598	-7,67	14,4885	41,3029	0,12	1,0%
5.	49,7	4,590	33,224	0,7598	-7,67	14,4885	41,3029	0,12	1,0%
6.	50,4	4,589	33,252	0,7598	-7,67	14,4886	41,3029	0,12	1,0%
7.	44,4	4,597	33,146	0,7598	-7,67	14,4885	41,3029	0,12	1,0%
8.	47,6	4,575	33,200	0,7598	-7,66	14,4885	41,3028	0,12	1,0%
9.	46,4	4,582	33,242	0,7598	-7,67	14,4885	41,3028	0,12	1,0%
10.	77,7	4,589	33,195	0,7619	-5,57	14,4835	41,2885	0,2	1,0%
11.	124	4,575	33,210	0,7619	-5,57	14,4835	41,2885	0,22	1,1%
12.	154	4,589	33,254	0,7619	-5,58	14,4835	41,2885	0,24	1,3%
13.	151	4,592	33,242	0,7619	-5,58	14,4835	41,2885	0,24	1,3%
14.	76,8	4,594	33,249	0,7619	-5,58	14,4835	41,2885	0,2	1,0%
15.	72,2	4,594	33,218	0,7619	-5,57	14,4835	41,2885	0,2	1,0%
16.	72,6	4,587	33,249	0,7619	-5,57	14,4835	41,2885	0,2	1,0%
17.	152	4,597	33,259	0,7619	-5,57	14,4835	41,2885	0,24	1,3%
18.	113	4,594	33,195	0,7619	-5,57	14,4835	41,2885	0,21	1,1%
19.	197	4,587	33,210	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,38	1,1%
20.	221	4,582	33,200	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,39	1,1%
21.	215	4,592	33,220	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,38	1,1%
22.	274	4,592	33,234	0,7641	-3,42	14,4783	41,2737	0,42	1,2%
23.	207	4,599	33,171	0,7641	-3,42	14,4783	41,2737	0,38	1,1%
24.	185	4,587	33,156	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,37	1,0%
25.	166	4,587	33,161	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,37	1,0%
26.	183	4,587	33,139	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,37	1,0%
27.	264	4,597	33,217	0,7641	-3,42	14,4783	41,2738	0,41	1,1%
28.	441	4,587	33,192	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,8	1,1%
29.	393	4,587	33,163	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,79	1,0%
30.	433	4,594	33,220	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,81	1,1%
31.	407	4,585	33,168	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,8	1,0%
32.	482	4,587	33,251	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,82	1,1%
33.	431	4,585	33,190	0,7661	-1,43	14,4735	41,2599	0,8	1,0%
34.	564	4,592	33,273	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,85	1,1%
35.	450	4,590	33,163	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,8	1,1%
36.	494	4,594	33,212	0,7661	-1,43	14,4735	41,2600	0,82	1,1%

Tabellensymbole: **Noise** Mittelwert der 'Rauheit' im Messkraftverlauf [µN/mm], **H_{Start}** Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], **L_{cl}** Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm]. **D_{RSP}** Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], **Δ_{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_η** Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und **Σσ_{η,rel.}** relative Unsicherheit des Viskositätswertes.

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 (ΔF/Δs). 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

Akquisitionsperiode der 36 Messwerte im Messablauf: 7 bis 115 min, Temperatur ΔT = -60,204 K
 Angabewert: $\rho = 0,8193 \pm 0,00012 \text{ g/cm}^3$ (343,15 K, 97,80 kPa)
 Streuung: $\pm 7,52 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. 92 ppm relative Standardabweichung
 Berechnung: lineare Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

Temperaturabhängigkeit zwischen 39,964 und 100,168 °C:

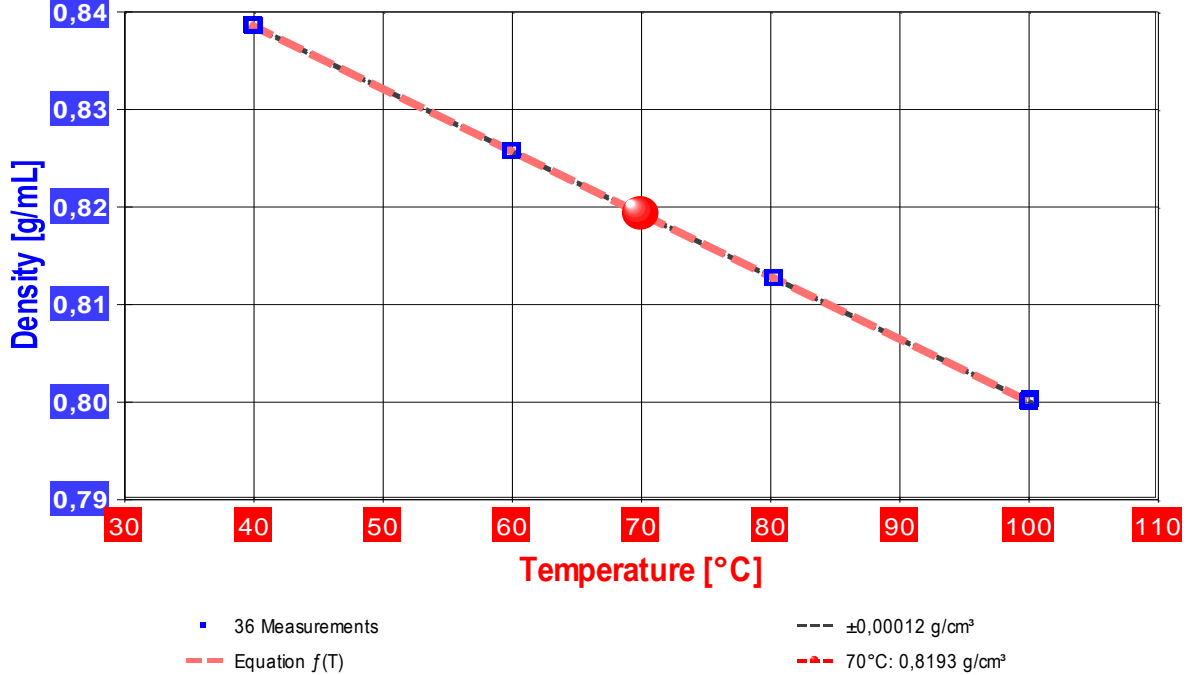
$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,8641 - 64,091 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 \quad r^2 = 0,999973 \quad s^2 = 5,66\text{E}-9$$

Der Ausdehnungskoeffizient mit $78,2 [10^{-5} \text{K}^{-1}]$ entspricht üblichen Werten gut (etwas unter 'Normal'). Die relative Änderung der Dichte mit der Temperatur beträgt 0,78‰, entsprechend 0,0006 g/cm³ pro Grad bei der Angabetemperatur.

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 10^{-5}K^{-1} . Der

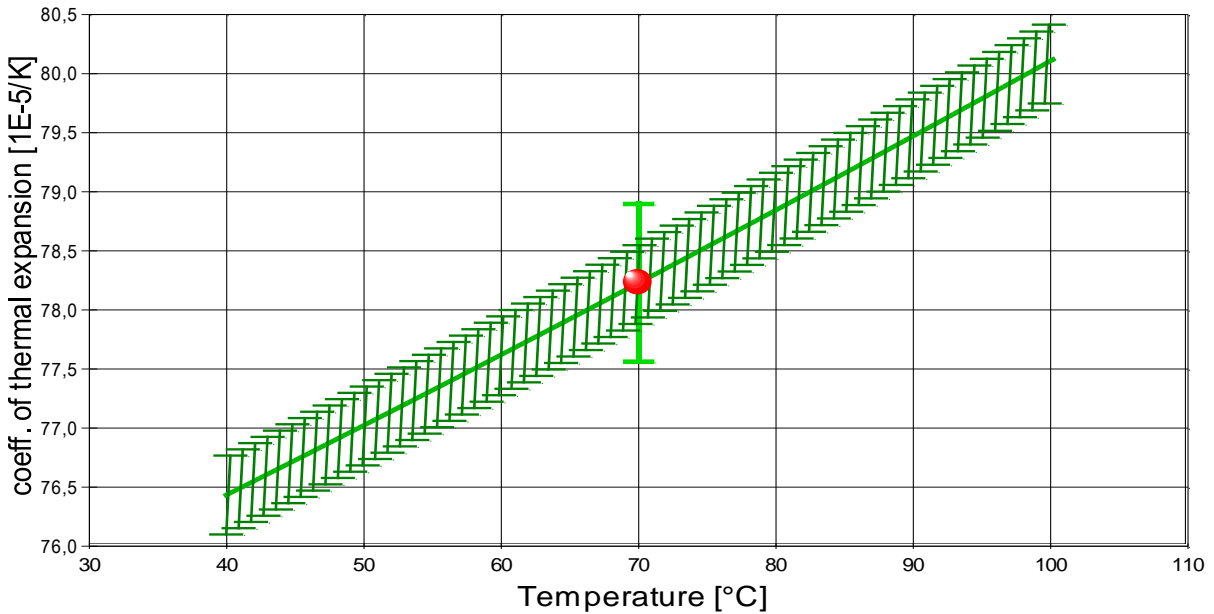
Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der 'hervorragend' ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) muss deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 4 -



Das Diagramm 4, "rho-f(T)", zeigt die 36 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 70°C für die Noname-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke Linie gezeichnet..

- Diagramm 5 -



Das Diagramm 5, "k-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten κ der Noname-Probe aus der Ableitung der Dichte-Verlaufsgleichung an. Die Breite entspricht dem hier angenommenen Fehler. Der Angabewert ist als kugelförmiges Symbol eingezeichnet.

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

$$\kappa \text{ [} 10^{-5} \cdot \text{K}^{-1} \text{]} = f(\vartheta[\text{°C}]) = 1\text{E}5 / (1348,3 - \vartheta)$$

Die Bestimmtheit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,3 \cdot 10^{-5} / \text{K}$ übernommen. Die relative Zunahme des Koeffizienten beträgt im Bereich der Messung konstant 0,78% pro Grad.

Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für 'Noname-Probe' bei einer bestimmten Temperatur ϑ im gültigen Temperaturbereich zwischen 40,0 und 100,2°C vorherzusagen, kann mit dem bei der Temperatur ϑ° gegebenen Volumen $V_{0\vartheta^\circ}$ das Volumen $V_{1\vartheta}$ bei der Temperatur ϑ über das entsprechende Verhältnis der Dichten berechnet werden:

$$V_{1\vartheta} = V_{0\vartheta^\circ} \cdot (\vartheta^\circ - 1348,3) / (\vartheta - 1348,3)$$

• 4.1. Tabelle 4, Dichtemessung

N°	t	T	ρ	H	ω	$\Delta_{rel.}$	N	F _A	F _{Korr.}
1.	6,9	100,168	0,8002	4,549	0,0	---	1	538,748	0,000 °
2.	7,6	100,098	0,8000	4,549	0,0	---	1	538,763	0,000 °
3.	8,3	100,126	0,8001	4,549	0,0	---	1	538,761	0,000 °
4.	8,9	100,107	0,8000	4,549	0,0	---	1	538,765	0,000 °
5.	9,6	100,103	0,7999	4,549	0,0	---	1	538,772	0,000 °
6.	10,3	100,126	0,7999	4,549	0,0	---	1	538,771	0,000 °
7.	10,9	100,127	0,8000	4,549	0,0	---	1	538,766	0,000 °
8.	11,6	100,059	0,8000	4,549	0,0	---	1	538,767	0,000 °
9.	12,4	100,048	0,8000	4,549	0,0	---	1	538,767	0,000 °
10.	46,7	80,331	0,8127	4,549	0,0	---	1	537,960	0,000 °
11.	47,4	80,321	0,8127	4,549	0,0	---	1	537,959	0,000 °
12.	48,1	80,335	0,8126	4,549	0,0	---	1	537,965	0,000 °
13.	48,8	80,336	0,8126	4,549	0,0	---	1	537,965	0,000 °
14.	49,4	80,342	0,8127	4,549	0,0	---	1	537,960	0,000 °
15.	50,1	80,305	0,8126	4,549	0,0	---	1	537,963	0,000 °
16.	50,8	80,255	0,8127	4,549	0,0	---	1	537,959	0,000 °
17.	51,4	80,258	0,8126	4,549	0,0	---	1	537,965	0,000 °
18.	52,1	80,254	0,8126	4,549	0,0	---	1	537,965	0,000 °
19.	81,3	60,073	0,8257	4,549	0,0	---	1	537,133	0,000 °
20.	82,0	60,025	0,8257	4,549	0,0	---	1	537,134	0,000 °
21.	82,7	60,015	0,8257	4,549	0,0	---	1	537,134	0,000 °
22.	83,4	59,995	0,8256	4,549	0,0	---	1	537,138	0,000 °
23.	84,0	59,999	0,8256	4,549	0,0	---	1	537,140	0,000 °
24.	84,7	60,008	0,8257	4,549	0,0	---	1	537,137	0,000 °
25.	85,4	60,028	0,8256	4,549	0,0	---	1	537,138	0,000 °
26.	86,0	60,014	0,8256	4,549	0,0	---	1	537,140	0,000 °
27.	86,7	60,029	0,8257	4,549	0,0	---	1	537,136	0,000 °
28.	109,5	40,082	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,323	0,000 °
29.	110,1	40,076	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,324	0,000 °
30.	110,8	40,030	0,8386	4,549	0,0	---	1	536,312	0,000 °
31.	111,5	40,003	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,325	0,000 °
32.	112,1	39,982	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,321	0,000 °
33.	112,8	39,964	0,8386	4,549	0,0	---	1	536,314	0,000 °
34.	113,5	39,974	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,324	0,000 °
35.	114,2	39,999	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,322	0,000 °
36.	114,9	40,024	0,8385	4,549	0,0	---	1	536,323	0,000 °

Tabellensymbole: *t* Zeitpunkt [min], *T* Temperatur [°C], ρ Dichte [g/cm³], *H* Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], ω Beobachtungsdauer der Auftriebsmessung [s], $\Delta_{rel.}$ relative Dichteänderung pro Minute in der Beobachtungszeit [g·cm⁻³·min⁻¹], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte, *F_A* gemessener Roh-Wert der Auftriebskraft [mN], *F_{Korr.}* konstante Korrekturkraft [mN].

*Die 'Nullhöhe' ist i.d.R. der Gefäßboden, falls nicht ein Podest für den Messkörper in der Röhre eingesetzt wurde. Die zu *F_{Korr.}* nachgestellten Zeichen '°' oder '±' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('°' für Dichtemesswerte ohne Meniskuseliminierverfahren, '±' für Werte mit unmittelbarer und '°' für solche mit in Folgemessungen übernommener Eliminierung)*

• 5. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

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

Auswertungsverfahren: Standard. Konfigurationstyp DiVA-B (N°2).

Messkörperdaten: Messzylindermasse 54,1632 ±0,0002 g, ~volumen 6,912689 ±0,001 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. Messzylinderauspension: 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- Korrektur (Faktor Zeta): $\zeta = 1,358$.

Individuelle Werte: Eine Korrekturkraft (*F₀*) wird nicht verwendet. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 79,1 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 37,9 mm.

Messunsicherheiten des Ergebnisses: Die Unsicherheit der Viskositätsangabe ist als Mittelwert der Messunsicherheiten der Einzelmessungen angegeben (±0,4 mPa·s); die Messunsicherheit der Dichte (±0,00012 g/cm³) stammt von den Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse, der Massebestimmung und der Temperatur.

Die Messunsicherheit des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus 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 als Wurzel der Quadratsumme der Einzelfehler berechnet; diese sind summarisch angegeben in der Spalte σ_1 von 3.2. Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I. 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 \pm (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% normalverteilter Werte.

Form und Informationsfülle des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr. 11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 13112, Datenbank imeterData29) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'modern'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Programm

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

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZ224-CW) wurde 3,0 Stunden vor dieser Messung von M. Breitwieser 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_a vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/sec². Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit $\pm 0,007$ [K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 10[min] (BN^o4, 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^o *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N^o1480456102 (H, DIE PLATTE#).

meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	ρ_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 Atmosphärendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten ϕ relative Luftfeuchte (r.H.), T_a Lufttemperatur und ρ_a absoluter Luftdruck, ρ_{air} die Luftdichte Die Ablesungen wurden automatisch durch das i-SIF ausgeführt.

Report created by IMETER

Ein IMETER-Anwendungsbeispiel – bitte den Kontext beachten! – www.imeter.de
<http://www.imeter.de/imeter-methoden/viskositat-und-rheologie/dichte-viskositat-allgemein.html>