

ID N° 13110 - M5 DiVA, Rheological Measurement

Motoröl, 100°C - rheologisch

LIQUI MOLY, 5W-40, Leichtlauf High Tech. Bei 100°C ein fast absolut newtonisches Fluid.

Sample/Ref.: **LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)** • *ideal Newtonian (nearly perfect)*

Results at **100,0°C**

Viscosity: $\eta_{(100,0s^{-1})} = 11,66 \pm 0,16 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 14,57 \pm 0,20 \text{ mm}^2/\text{s}$

50 shear rates inc.^{+exp}(1,1 → 620)·s⁻¹, resolves $K = 11,72 \text{ mPa}\cdot\text{s}^{0,9989}$ and $n = 0,9989$

Density: $\rho = 0,80013 \pm 0,000055 \text{ g/cm}^3$

Report

• 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. Wird die Plattform nach unten bewegt, so fließt das Probenfluid um den stillstehenden Messzylinder durch den ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die genau der Viskosität der Probe entspricht. - Eine Relativgeschwindigkeit zwischen den Zylindern fördert parallel ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist durch die geometrischen Verhältnisse definiert, Geschwindigkeit, Strömung, Kraft gehorchen wie das *Hagen-Poiseuille*'sche Gesetz der *Navier-Stokes*-Gleichung. M5 DiVA ermöglicht unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten sowie der Strömungskinetik die sehr präzise Bestimmung der Viskosität (η). Durch Variationen der Relativgeschwindigkeit, liefert die Messung *rheologische Eigenschaften* - die Viskosität in Abhängigkeit vom Schergradienten ($\dot{\gamma}$). Dem hier durchmessenen Bereich 1,11 s⁻¹ bis 624,31 s⁻¹ kommt technisch die Bedeutung von *Ausgießen, Verlaufen bis etwa Pumpen, starkem Rühren* zu. -- Auf den Messkörper wirken stets durch die *Dichte* des Probenfluids bedingte Auftriebskräfte. Die Dichte ρ gibt als *spezifische Masse* die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine besonders temperaturabhängige Stoffkonstante und wird simultan 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 das Messkörpervolumen unter den jeweils vorliegenden Bedingungen entscheidend.

- Verglichen mit etablierten Rotationsrheometer-Techniken bietet M5 DiVA überhaupt Kohärenz, Itegrität und Haltbarkeit, eine deterministische MessTechnik ohne ×Oberflächeneffekte, ×Wirbelbildung, ×Zentrifugalkräfte, ×Lagerreibung oder ×unklare Scher-historien und dazu absolut maximale Ressourceneffizienz. IMETER M5 DiVA-Resultate sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, Pyknometer). Vgl. Referenz M5 DiVA 'https://imeter.de/?view=article&id=73' - **Beispiele & Auftragsmessungen über 'www.imeter.de/?view=article&id=58'**

• 2. ÜBERSICHT

Dichte und Viskosität wurden 50-mal gemessen. Messdauer eine Stunde; Temperatur 98,14 bis 100,15°C

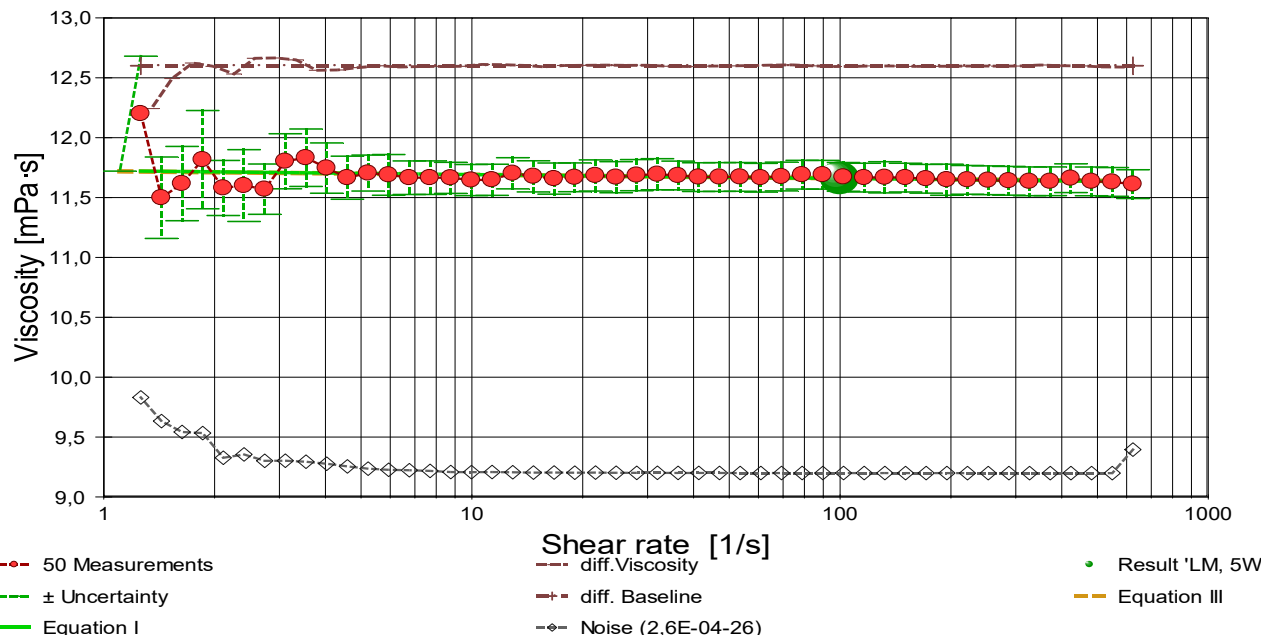
• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

Temperatur **LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe** in Rheometrie-Messung: 100,015 ± 0,042 °C, Zeitbereich: 23,9 bis 62,5 Minuten. Die 50 Viskositätsmesswerte wurden mit ebenso vielen unterschiedlichen Scherraten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 1,106 bis 624,31 s⁻¹ wobei die Viskosität (η) Werte zwischen 11,5 bis 12,2 mPa·s erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung 11,66 ± 0,16 mPa·s für $\dot{\gamma} = 100,0 \text{ s}^{-1}$ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

$$\eta_{100^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 11,724 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,0012031)} \quad \text{Gleichung I, } r^2 = 0,08, \sigma = 0,0075\%$$

- Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. (sie hat 'zufällig' die gleiche Form, wie das empirische Ostwald/de Waale - Potenzgesetz, vgl. Gleichung III) Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren quadratischen relativen Fehler. Diese Messunsicherheit wird als relative Standardabweichung " $\sigma \pm U\%$ " der Regressionsgleichung ausgewiesen.

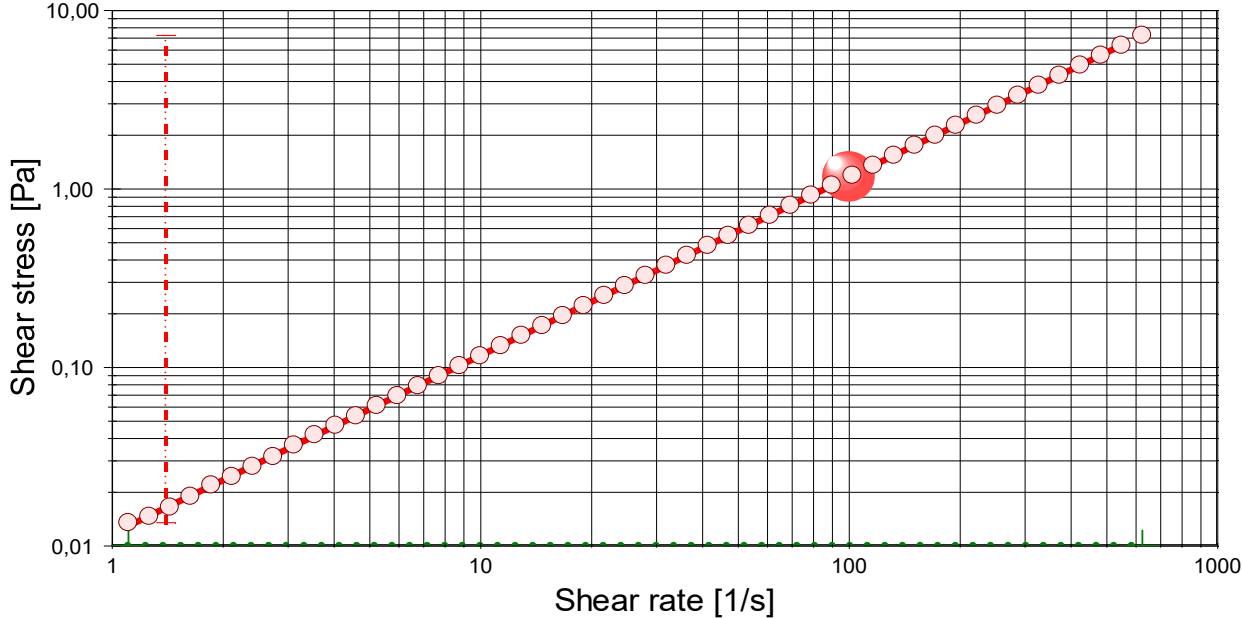
- *Diagramm 1. Viskosität in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit - 'Viskositätskurve-Lin-Log'*



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Lin-Log", zeigt die Viskositätswerte η als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ($\pm \sigma$, Tabelle III). Der numerische Differenzenquotient der 50 Scherraten (diff.Viscosity) ist als relative Kurve mit zugehöriger Basislinie mit $d\eta/d\ln(\dot{\gamma}) = 0$ eingezeichnet. Der Verlauf der Viskositätsänderung bietet mitunter exakt lokalisierbare rheologische Qualitäten: ein Kurvenverlauf über der Nullbezugslinie ('diff.Baseline') bedeutet Dilatanz, unter Null

liegt Strukturviskosität vor, eine Differenziallage, auf oder dicht an der Null-Linie, drückt newtonische Proportionalität aus. Mit rautenförmigen Marken wird 'Noise' (als strukturell-dissipatives Merkmal der Schergradienten Fluktuation) angezeigt. Die zwei Regressionsgraphen nach Gleichung I und Gleichung III zeigen im Diagramm die mathematischen Näherungen an die Messwerte.

→ Diagramm 2. Verhältnis von Schubspannung und Schergeschwindigkeit - 'Fließkurve (log)'



- LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Flow, 100°C, 50 Meas., ID13110
- Point 1,166 Pa @Rate 100,0 1/s — 11,66 mPa·s
- min-max (SYS): 1,4/s - 2,5E+04/s
- + 'Tau⁰' not detected
- OW-POWERLAW-NO_PLATEAU (OK)

Die dynamische Viskosität ist definiert als das Verhältnis von Schubspannung zu Schergeschwindigkeit ($\eta = \tau / \dot{\gamma}$) und ist für newtonsche Fluide zu allen Verhältnisse von τ und $\dot{\gamma}$ konstant. - Das Diagramm 3, "Fließkurve (log)", zeigt die Lage der einzelnen Messwerte in den Koordinaten von Schergeschwindigkeit und Schubspannung. Der Verlauf markiert die sog. Fließkurve. Zu den Werten ist die Regressionsfunktion (Gleichung II) gemäß Potenz-Fließgesetz nach W. Ostwald und de Waele. eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in LM, 5W bei 100°C beschreibt die Gleichung II insgesamt exzellent:

$$\tau \text{ [Pa]} = 0,01172 \cdot \dot{\gamma}^{0,9989} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,9999976, \sigma \pm 0,75\%$$

Konsistenz ($K = 11,72 \text{ mPa}$) und Fließindex ($n = 0,9989$) charakterisieren das Fließverhalten der LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus dem klassischen Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \ddot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Deformation:

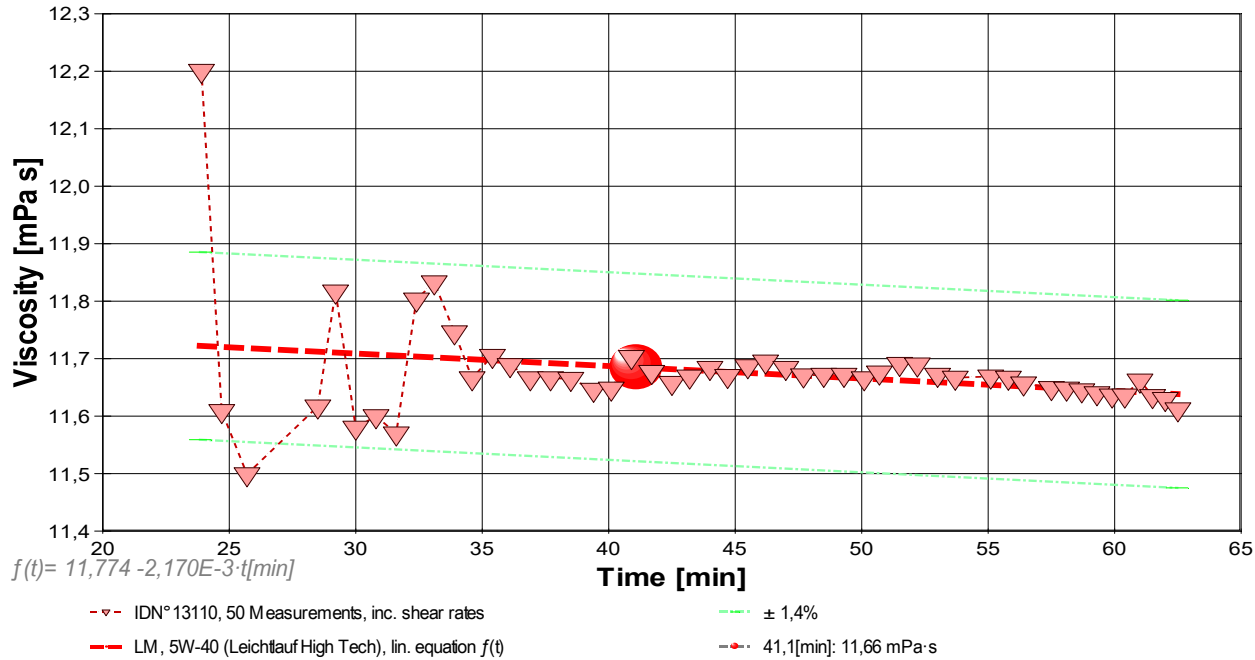
$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = 11,72 \cdot \dot{\gamma}^{-0,0011} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = \sim 0, \text{VK} = 0,80\%, \sigma \pm 9,3\text{E-}05\%$$

Daraus eine Kurzdiagnose zur LM, 5W-40 (Leichtlauf High Tech)-Probe: • **Newtonsche Idealdynamik** .

- Das System zeigt vernachlässigbare Fließgrenzen; die rheologische Dynamik wird primär durch viskose Dissipation bestimmt.
- Das System verhält sich idealviskos; eine strukturelle Fließgrenze ist messtechnisch nicht nachweisbar (Newton-Limit).
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ($\ddot{\gamma}$).

<Bitte beachten: die automatisch erzeugten Texte und Gleichungen sind grundsätzlich mit Vorsicht zu betrachten. So könnte hier zu klären sein, ob tatsächlich ein newton'sches Verhalten anzunehmen ist. Verfahren und aufbereitete Ergebnisse erfordern Expertise und fachmenschliche Besprechung.>

→ Diagramm 4. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-Zeit'



- Im Diagramm 4, "eta-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. - Die Darstellung zeigt die Viskositätswerte entsprechend der Chronologie der angewendeten Scherraten.

Tabelle 1 zeigt die wesentlichen Daten und Ergebnisse der Viskositätsmessung. Weiter unten folgen die Tabellen 2 und 3, wodurch eine vollständige Datenkollektion zu Rückverfolgbarkeit, Diagnose und Überprüfung der Sachverhalte mit diesem Report vorliegt.

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

N°	t	θ	η	v _z	F _z	τ	v _{max}	γ̇	Re
IDN°13110	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s ⁻¹]	[Zahl]
1.	23,9	100,115	12,2	0,02658	0,2551	0,0135	0,214	1,106	0,015
2.	24,7	100,135	11,6	0,03029	0,2767	0,0146	0,243	1,261	0,018
3.	25,7	100,119	11,5	0,03447	0,3118	0,0165	0,277	1,435	0,020
4.	28,5	100,062	11,6	0,03920	0,3583	0,0190	0,315	1,632	0,023
5.	29,2	100,078	11,8	0,04462	0,4148	0,0219	0,358	1,857	0,025
6.	30,0	100,081	11,6	0,05075	0,4624	0,0245	0,408	2,112	0,029
7.	30,8	100,082	11,6	0,05775	0,5270	0,0279	0,464	2,404	0,033
8.	31,6	100,062	11,6	0,06573	0,5983	0,0317	0,528	2,736	0,038
9.	32,4	100,030	11,8	0,07478	0,6944	0,0367	0,601	3,113	0,043
10.	33,1	100,020	11,8	0,08513	0,7924	0,0419	0,684	3,543	0,048
11.	33,9	100,000	11,7	0,09690	0,8954	0,0474	0,778	4,033	0,055
12.	34,6	99,985	11,7	0,1103	1,0118	0,0535	0,886	4,589	0,064
13.	35,4	99,991	11,7	0,1255	1,1557	0,0611	1,01	5,224	0,072
14.	36,1	100,005	11,7	0,1428	1,3129	0,0695	1,15	5,942	0,082
15.	36,9	100,027	11,67	0,1625	1,4912	0,07889	1,305	6,7628	0,0936
16.	37,7	100,016	11,67	0,1850	1,6976	0,08981	1,486	7,6986	0,107
17.	38,5	99,988	11,66	0,2105	1,9314	0,1022	1,691	8,7598	0,121
18.	39,4	99,966	11,65	0,2395	2,1945	0,1161	1,924	9,9693	0,138
19.	40,1	100,015	11,65	0,2726	2,4978	0,1321	2,190	11,345	0,157
20.	40,9	100,022	11,70	0,3103	2,8564	0,1511	2,493	12,913	0,178
21.	41,7	99,985	11,68	0,3530	3,2430	0,1716	2,836	14,693	0,203
22.	42,5	99,979	11,66	0,4018	3,6849	0,1950	3,228	16,722	0,232
23.	43,2	99,989	11,67	0,4572	4,1970	0,2220	3,673	19,028	0,263
24.	44,0	99,978	11,68	0,5203	4,7828	0,2530	4,180	21,656	0,299
25.	44,7	99,988	11,67	0,5920	5,4354	0,2876	4,756	24,641	0,341
26.	45,5	99,968	11,69	0,6738	6,1951	0,3278	5,413	28,044	0,388
27.	46,2	99,981	11,69	0,7668	7,0548	0,3732	6,160	31,915	0,441
28.	47,0	99,987	11,68	0,8726	8,0212	0,4244	7,010	36,319	0,502
29.	47,7	100,032	11,67	0,9931	9,1179	0,4824	7,978	41,333	0,572
30.	48,5	100,054	11,67	1,130	10,3773	0,5490	9,079	47,039	0,651
31.	49,3	100,039	11,67	1,286	11,8101	0,6248	10,33	53,530	0,741
32.	50,1	100,046	11,67	1,464	13,4326	0,7107	11,76	60,918	0,843
33.	50,7	100,066	11,68	1,666	15,2994	0,8094	13,38	69,325	0,959
34.	51,5	100,005	11,69	1,896	17,4333	0,9223	15,23	78,893	1,09
35.	52,2	99,967	11,69	2,157	19,8387	1,050	17,33	89,782	1,24
36.	53,0	99,954	11,67	2,455	22,5412	1,193	19,72	102,17	1,41
37.	53,7	99,985	11,67	2,794	25,6406	1,357	22,44	116,27	1,61
38.	55,1	99,962	11,67	3,179	29,1849	1,544	25,54	132,32	1,83
39.	55,8	99,987	11,67	3,618	33,2056	1,757	29,07	150,58	2,09
40.	56,4	99,987	11,66	4,117	37,7580	1,998	33,08	171,36	2,37
41.	57,5	99,994	11,65	4,686	42,9396	2,272	37,64	195,02	2,70
42.	58,1	100,024	11,65	5,332	48,8613	2,585	42,84	221,93	3,08
43.	58,7	100,034	11,64	6,068	55,5909	2,941	48,75	252,57	3,50
44.	59,3	100,010	11,64	6,906	63,2382	3,346	55,48	287,42	3,99
45.	59,9	100,002	11,64	7,859	71,9364	3,806	63,13	327,09	4,54
46.	60,4	99,999	11,64	8,944	81,8689	4,331	71,85	372,24	5,17
47.	61,0	99,985	11,66	10,18	93,3718	4,940	81,77	423,61	5,87
48.	61,5	99,992	11,64	11,58	106,0173	5,609	93,05	482,07	6,69
49.	62,0	99,992	11,63	13,18	120,5993	6,380	105,9	548,60	7,62
50.	62,5	99,990	11,61	15,00	137,0307	7,250	120,5	624,31	8,69

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], $\dot{\gamma}$ 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 ($F_{h\eta}$), die rekursiv bestimmt wird. Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta}$. 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 eines Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Messzylinder. Sie ergibt sich aus der Beweggeschwindigkeit und dem geometrischen Aufbau. Die mittlere Geschwindigkeit (nicht in der Tabelle ausgegeben; $v_m = v_z \cdot r_a^2 / (r_a^2 - r_i^2)$), mit r_a Röhrenradius und r_i Zylinderradius) wird für die Berechnung der Reynoldszahl benötigt. $Re = \rho \cdot v_m \cdot d / \eta$, mit der charakteristischen Länge d , die (wie bei Rohrströmungen) für den Ringspalt aus dem hydrodynamischen Radius mit $d = 2(r_a - r_i)$ berechnet wird. Die Scherrate, Schergeschwindigkeit oder Deformation $\dot{\gamma}$, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

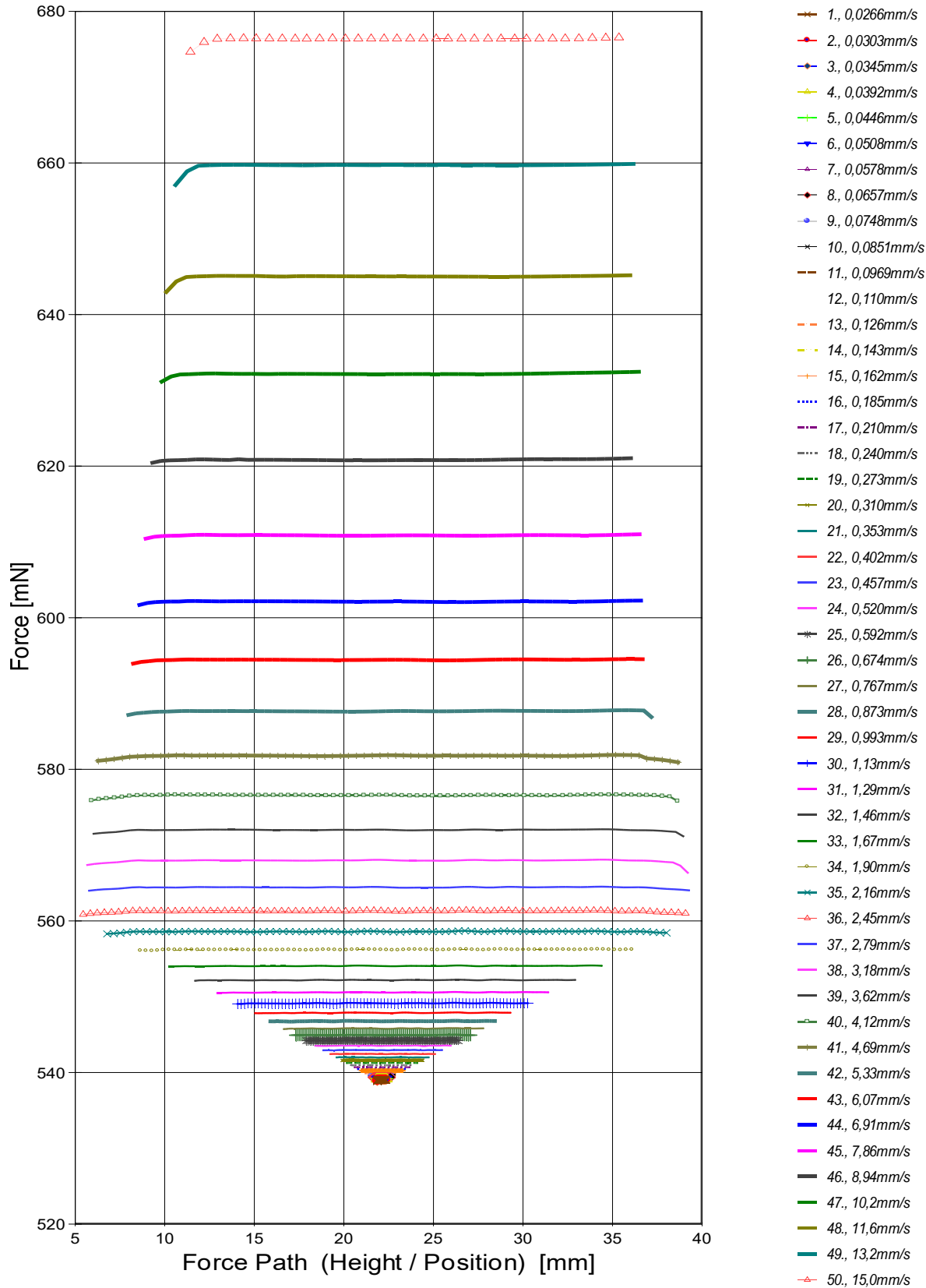
Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	F_w	σ_{Fw}	$\sigma_{Fw\ rel}$ -- Alle Werteinträge in [mN] --	F_p	F_{hp}	F_ζ	$F_{h\eta}$	N/n Datenauswahl
1.	539,0185	0,00776	14 ppm	538,7678	0,00441	1,93E-06	1,52E-05	45/93
2.	539,0483	0,00716	13 ppm	538,7760	0,00441	2,51E-06	1,65E-05	44/92
3.	539,0882	0,00685	13 ppm	538,7808	0,00441	3,25E-06	1,86E-05	43/90
4.	539,1339	0,00682	13 ppm	538,7800	0,00442	4,20E-06	2,14E-05	44/91
5.	539,1875	0,0119	22 ppm	538,7771	0,00442	5,45E-06	2,48E-05	43/90
6.	539,2367	0,00599	11 ppm	538,7787	0,00442	7,05E-06	2,77E-05	43/90
7.	539,2984	0,0107	20 ppm	538,7758	0,00443	9,12E-06	3,16E-05	44/91
8.	539,3696	0,00737	14 ppm	538,7757	0,00443	1,18E-05	3,59E-05	44/91
9.	539,4594	0,00953	18 ppm	538,7694	0,00444	1,53E-05	4,17E-05	44/91
10.	539,5534	0,0116	22 ppm	538,7653	0,00445	1,98E-05	4,77E-05	44/91
11.	539,6574	0,0108	20 ppm	538,7664	0,00446	2,57E-05	5,40E-05	44/91
12.	539,7776	0,0101	19 ppm	538,7701	0,00446	3,33E-05	6,11E-05	44/91
13.	539,9161	0,00721	13 ppm	538,7648	0,00447	4,31E-05	7,00E-05	44/91
14.	540,0763	0,0124	23 ppm	538,7677	0,00448	5,58E-05	7,97E-05	44/91
15.	540,2577	0,008537	16 ppm	538,7708	0,004497	7,22E-05	9,08E-05	44/91
16.	540,4633	0,009207	17 ppm	538,7700	0,004510	9,36E-05	1,04E-04	44/91
17.	540,6950	0,007588	14 ppm	538,7679	0,004527	1,21E-04	1,18E-04	44/91
18.	540,9571	0,009585	18 ppm	538,7668	0,004546	1,57E-04	1,35E-04	44/91
19.	541,2623	0,01103	20 ppm	538,7687	0,004566	2,03E-04	1,54E-04	43/90
20.	541,6153	0,01012	19 ppm	538,7631	0,004592	2,63E-04	1,77E-04	44/91
21.	542,0008	0,01156	21 ppm	538,7619	0,004620	3,41E-04	2,03E-04	44/91
22.	542,4470	0,01176	22 ppm	538,7661	0,004650	4,42E-04	2,32E-04	44/91
23.	542,9548	0,01328	24 ppm	538,7617	0,004684	5,72E-04	2,66E-04	44/91
24.	543,5397	0,02044	38 ppm	538,7605	0,004726	7,41E-04	3,06E-04	44/91
25.	544,2038	0,02007	37 ppm	538,7719	0,004765	9,59E-04	3,50E-04	43/90
26.	544,9535	0,02342	43 ppm	538,7616	0,004824	0,00124	4,04E-04	44/91
27.	545,8130	0,02796	51 ppm	538,7611	0,004885	0,00161	4,66E-04	44/91
28.	546,7813	0,01970	36 ppm	538,7624	0,004942	0,00208	5,36E-04	43/90
29.	547,8820	0,02804	51 ppm	538,7658	0,005016	0,00270	6,19E-04	43/90
30.	549,1443	0,02472	45 ppm	538,7679	0,005101	0,00349	7,16E-04	43/90
31.	550,5789	0,02306	42 ppm	538,7686	0,005199	0,00453	8,31E-04	43/90
32.	552,2010	0,02310	42 ppm	538,7669	0,005327	0,00586	9,68E-04	44/91
33.	554,0699	0,02761	50 ppm	538,7672	0,005458	0,00759	0,00113	44/91
34.	556,2014	0,02577	46 ppm	538,7625	0,005608	0,00983	0,00132	44/91
35.	558,6051	0,04559	82 ppm	538,7579	0,005773	0,0127	0,00155	44/91
36.	561,3140	0,07503	0,13‰	538,7603	0,005877	0,0165	0,00179	43/90
37.	564,4210	0,08368	0,15‰	538,7629	0,005893	0,0214	0,00204	43/89
38.	567,9693	0,1266	0,22‰	538,7603	0,005883	0,0277	0,00232	43/88
39.	572,0022	0,06707	0,12‰	538,7640	0,005869	0,0358	0,00264	42/86
40.	576,5629	0,05247	91 ppm	538,7613	0,005841	0,0464	0,00298	41/84
41.	581,7609	0,1677	0,29‰	538,7637	0,005871	0,0601	0,00341	40/82
42.	587,7029	0,04450	76 ppm	538,7657	0,005776	0,0778	0,00382	38/78
43.	594,4561	0,04538	76 ppm	538,7659	0,005776	0,101	0,00435	36/76
44.	602,1300	0,04377	73 ppm	538,7621	0,005798	0,130	0,00496	35/74
45.	610,8681	0,03953	65 ppm	538,7629	0,005800	0,169	0,00565	34/71
46.	620,8513	0,07292	0,12‰	538,7629	0,005811	0,219	0,00644	32/68
47.	632,4198	0,02567	41 ppm	538,7626	0,007178	0,283	0,00907	3/67
48.	645,1534	0,02501	39 ppm	538,7659	0,007161	0,367	0,0103	3/60
49.	659,8397	0,02828	43 ppm	538,7604	0,007253	0,475	0,0118	3/54
50.	676,4088	0,02970	44 ppm	538,7573	0,005940	0,616	0,0110	22/47

Tabellensymbole: F_w Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{Fw} Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN], $\sigma_{Fw\ rel}$ 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, Force_Path, 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-) Kapillarrisosimetern 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' - 'Force_Path'



- Diagramm 5, "Force_Path", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte. Der Streckenbezug ('Position') gibt den Abstand der Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Daten wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Gesamtkraft (F_w) verwendet. Abweichungen oder Kurven-Störungen betreffen die Angaben zu Noise und Messunsicherheit $\Sigma\sigma$. Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,52 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 9,2 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [μPa/mm]	H _{Start} [mm]	L _{CH} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [μm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
1.	26,0	21,861	0,504	0,7601	-7,39	14,4880	41,3013	0,48	3,9%
2.	16,3	21,861	0,505	0,7601	-7,39	14,4880	41,3013	0,4	3,4%
3.	17,9	21,853	0,517	0,7601	-7,39	14,4880	41,3013	0,34	3,0%
4.	14,2	21,817	0,594	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,31	2,7%
5.	13,8	21,777	0,669	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,41	3,5%
6.	5,29	21,731	0,761	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,23	2,0%
7.	6,43	21,679	0,874	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,3	2,6%
8.	4,24	21,619	0,994	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,21	1,8%
9.	4,27	21,551	1,131	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,23	1,9%
10.	3,92	21,474	1,290	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,24	2,0%
11.	3,23	21,386	1,468	0,7601	-7,37	14,4880	41,3012	0,21	1,8%
12.	2,32	21,286	1,671	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,18	1,5%
13.	1,54	21,172	1,901	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,15	1,3%

14.	1,15	21,042	2,158	0,7601	-7,37	14,4880	41,3012	0,17	1,5%
15.	0,997	20,895	2,461	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,14	1,2%
16.	0,772	20,727	2,796	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,14	1,2%
17.	0,375	20,535	3,189	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
18.	0,338	20,319	3,631	0,7601	-7,37	14,4879	41,3011	0,13	1,1%
19.	0,371	20,073	4,094	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,13	1,1%
20.	0,291	19,790	4,701	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,13	1,1%
21.	0,179	19,469	5,351	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
22.	0,213	19,104	6,087	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
23.	0,149	18,689	6,909	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
24.	0,185	18,217	7,884	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
25.	0,116	17,682	8,880	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
26.	0,0959	17,068	10,200	0,7601	-7,37	14,4879	41,3011	0,13	1,1%
27.	0,0994	16,373	11,617	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
28.	0,0621	15,582	13,099	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
29.	0,0645	14,678	14,897	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
30.	0,0525	13,656	16,941	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
31.	0,0372	12,490	19,284	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
32.	0,0358	11,158	22,174	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
33.	0,0291	9,647	25,224	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
34.	0,0294	7,934	28,717	0,7601	-7,37	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
35.	0,0315	5,970	32,683	0,7601	-7,37	14,4879	41,3011	0,12	1,0%
36.	0,0278	4,597	35,212	0,7601	-7,37	14,4879	41,3011	0,12	1,0%
37.	0,0228	4,596	35,502	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
38.	0,0259	4,609	35,540	0,7601	-7,37	14,4879	41,3011	0,13	1,1%
39.	0,0139	4,610	35,416	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
40.	0,0103	4,618	35,248	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
41.	0,0155	4,628	35,423	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,13	1,1%
42.	0,00522	6,211	32,553	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
43.	0,00437	6,200	32,289	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
44.	0,00342	6,212	32,436	0,7601	-7,38	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
45.	0,00296	6,258	32,598	0,7601	-7,37	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
46.	0,00212	6,242	32,456	0,7601	-7,37	14,4880	41,3012	0,12	1,0%
47.	3,22E-04	6,311	33,200	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
48.	2,93E-04	6,316	33,137	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
49.	2,65E-04	6,357	33,756	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%
50.	8,10E-04	6,361	33,495	0,7601	-7,37	14,4879	41,3012	0,12	1,0%

Tabellensymbole: *Noise* Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen 'Schergradienten Fluktuation' im Kurvenzug der Messkraft bestimmt. Der Wert ist über die Geschwindigkeit und Messkörper-mantelfläche normiert [$\mu\text{Pa}/\text{mm}$], H_{Start} Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], L_{cp} 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], ΔD_{RSP} Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [μm], θ_{zyl} Durchmesser des Messzylinders [mm], L_{zyl} Länge des Messzylinders [mm]. $\Sigma\sigma$ Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [$\text{mPa}\cdot\text{s}$] und $\Sigma\sigma_{\text{rel}}$ 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 ($\Delta F/\Delta s$); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. Als oszillierende Mikrobeschleunigungen mit Extremwerten bei bestimmten Scherraten (und Proben) kann der Resonanzeffekt auf Inhomogenitäten in der Probe hindeuten. 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

50 Messwerte; Zeitbereich 24 bis 62 min, Temperatur $\Delta T = 0,193 \text{ K}$

Ergebniswert: $\rho_{100^\circ\text{C}} = 0,80013 \pm 5,5 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 69 \text{ ppm}$ (373,15 K)

Streuung: $5,5 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. 69 ppm relative Standardabweichung

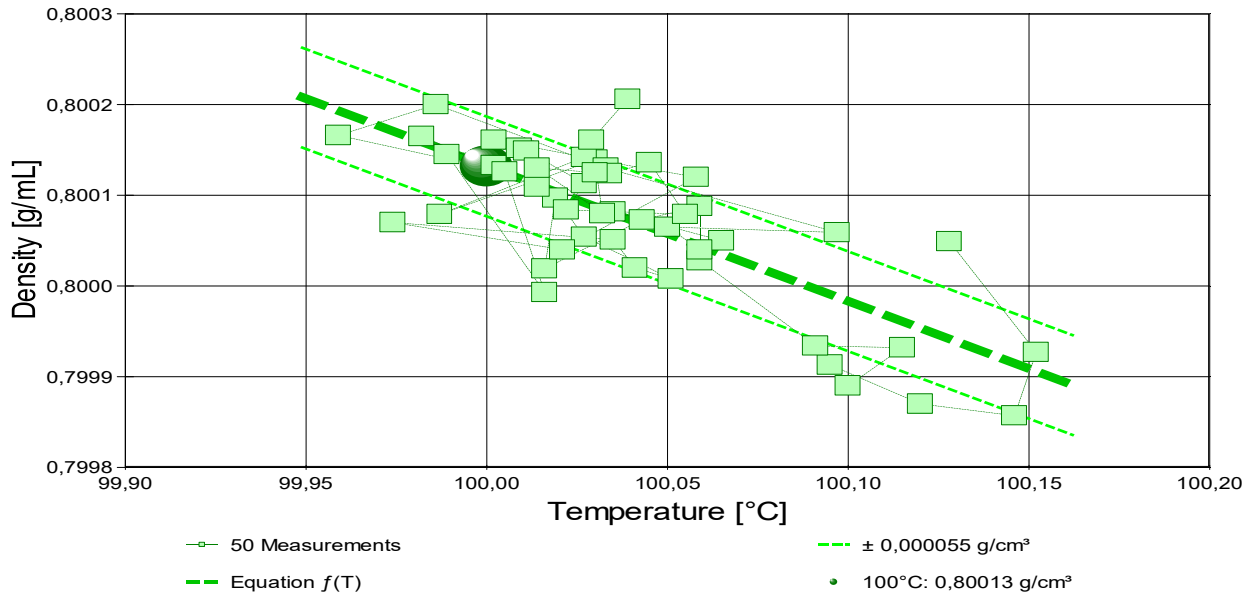
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Temperaturzusammenhang zwischen 99,959 und 100,152 °C:

$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,94879 - 148,661 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 \text{ mit } r^2 = 0,58, s^2 = 3,05\text{E}-9$$

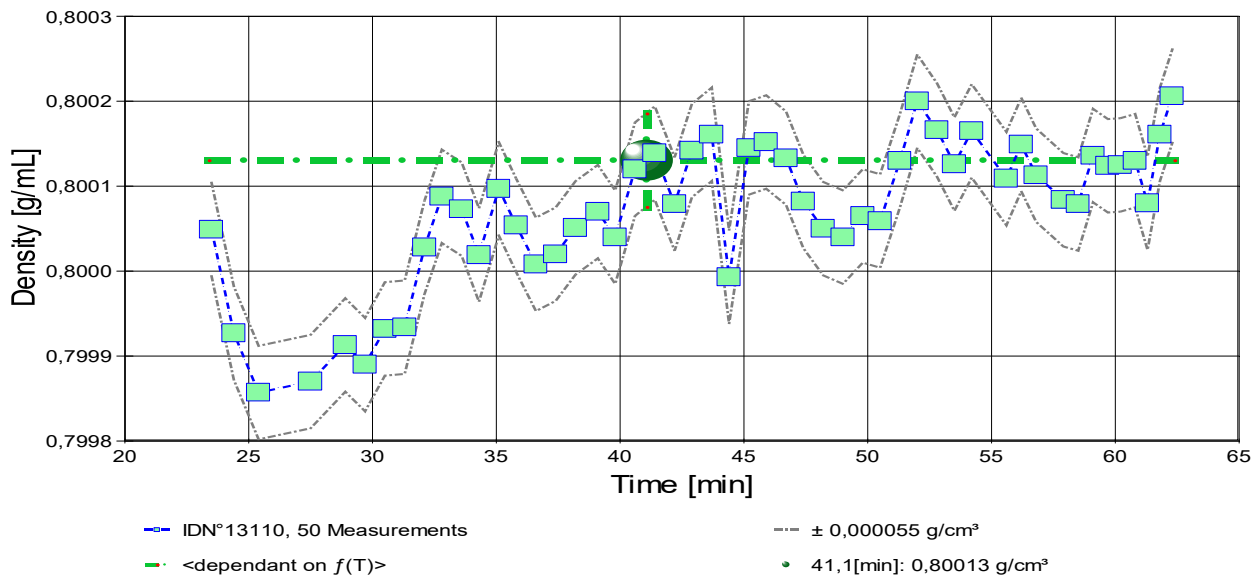
- Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit von $\pm 3,1\text{E}-5 \text{ g/cm}^3$ relativ große Standardabweichung zwischen Gleichung und Messwerten ($\pm 5,5\text{E}-5 \text{ g/cm}^3$) führt dazu, dass die aus der Fortpflanzung der Unsicherheiten berechnete kombinierte Messunsicherheit des Ergebnisses, die gepunktet unterstrichen zum Ergebniswert angegeben ist, durch die Standardmessunsicherheit ersetzt wurde. --- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei ' $r^2=0,58$ ' eine schlechte Korrelation anzeigt). 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 50 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 100°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-Zeit'



- Im Diagramm 7, "rho-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Die Darstellung zeigt die Dichtewerte entsprechend der chronologischen Abfolge der Visko-Scherraten

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N°	t [min]	ϑ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	$\Delta\rho_\omega$ [g/cm³]	N	F_A [mN]	$F_{\text{kor.}}$ [mN], TSymb.
IDN°13110							Werte & Trend		
1.	23,5	100,128	0,80005	4,549	0,0	0	1	538,768	-
2.	24,4	100,152	0,79993	4,549	0,0	0	1	538,776	-
3.	25,4	100,146	0,79986	4,549	0,0	0	1	538,781	-
4.	27,5	100,120	0,79987	4,549	0,0	0	1	538,780	-
5.	28,9	100,095	0,79991	4,549	0,0	0	1	538,777	-
6.	29,7	100,100	0,79989	4,549	0,0	0	1	538,779	-
7.	30,5	100,115	0,79993	4,549	0,0	0	1	538,776	-
8.	31,3	100,091	0,79993	4,549	0,0	0	1	538,776	-
9.	32,1	100,059	0,80003	4,549	0,0	0	1	538,769	-
10.	32,8	100,059	0,80009	4,549	0,0	0	1	538,765	-
11.	33,6	100,043	0,80007	4,549	0,0	0	1	538,766	-
12.	34,3	100,016	0,80002	4,549	0,0	0	1	538,770	-
13.	35,1	100,019	0,80010	4,549	0,0	0	1	538,765	-
14.	35,8	100,027	0,80005	4,549	0,0	0	1	538,768	-
15.	36,6	100,051	0,80001	4,549	0,0	0	1	538,771	-
16.	37,4	100,041	0,80002	4,549	0,0	0	1	538,770	-
17.	38,2	100,035	0,80005	4,549	0,0	0	1	538,768	-
18.	39,1	99,974	0,80007	4,549	0,0	0	1	538,767	-
19.	39,8	100,021	0,80004	4,549	0,0	0	1	538,769	-
20.	40,6	100,058	0,80012	4,549	0,0	0	1	538,763	-
21.	41,4	100,030	0,80014	4,549	0,0	0	1	538,762	-
22.	42,2	99,987	0,80008	4,549	0,0	0	1	538,766	-
23.	42,9	100,027	0,80014	4,549	0,0	0	1	538,762	-
24.	43,7	100,002	0,80016	4,549	0,0	0	1	538,761	-
25.	44,4	100,016	0,79999	4,549	0,0	0	1	538,772	-
26.	45,2	99,989	0,80015	4,549	0,0	0	1	538,762	-
27.	45,9	100,009	0,80015	4,549	0,0	0	1	538,761	-
28.	46,7	100,002	0,80013	4,549	0,0	0	1	538,762	-
29.	47,4	100,035	0,80008	4,549	0,0	0	1	538,766	-
30.	48,2	100,065	0,80005	4,549	0,0	0	1	538,768	-

31.	49,0	100,059	0,80004	4,549	0,0	0	1	538,769	-
32.	49,8	100,050	0,80006	4,549	0,0	0	1	538,767	-
33.	50,5	100,097	0,80006	4,549	0,0	0	1	538,767	-
34.	51,3	100,033	0,80013	4,549	0,0	0	1	538,763	-
35.	52,0	99,986	0,80020	4,549	0,0	0	1	538,758	-
36.	52,8	99,959	0,80017	4,549	0,0	0	1	538,760	-
37.	53,5	100,005	0,80013	4,549	0,0	0	1	538,763	-
38.	54,2	99,982	0,80016	4,549	0,0	0	1	538,760	-
39.	55,6	100,014	0,80011	4,549	0,0	0	1	538,764	-
40.	56,2	100,011	0,80015	4,549	0,0	0	1	538,761	-
41.	56,8	100,027	0,80011	4,549	0,0	0	1	538,764	-
42.	57,9	100,022	0,80008	4,549	0,0	0	1	538,766	-
43.	58,5	100,055	0,80008	4,549	0,0	0	1	538,766	-
44.	59,1	100,045	0,80014	4,549	0,0	0	1	538,762	-
45.	59,7	100,034	0,80012	4,549	0,0	0	1	538,763	-
46.	60,2	100,030	0,80012	4,549	0,0	0	1	538,763	-
47.	60,8	100,014	0,80013	4,549	0,0	0	1	538,763	-
48.	61,3	100,032	0,80008	4,549	0,0	0	1	538,766	-
49.	61,8	100,029	0,80016	4,549	0,0	0	1	538,760	-
50.	62,3	100,039	0,80021	4,549	0,0	0	1	538,757	-

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], ϑ Temperatur [°C], ρ Dichte [g/cm³], H Positionshöhe der Messkörperunterkannte 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_{kor} 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

a). **Messkörper:** Name *IStahl14.5/PA*, b). IdentN° 7014, c). Spaltweite 0,767 mm.

d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Axio-Rheometrie. e). Konfigurationstyp DiVA-B (II+).

f). **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] = $f(\vartheta[\text{°C}]) = 50,873 - 0,18583 \cdot \vartheta + 3,8490 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta^2 - 1,9601 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3$

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

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

j). **Bezugstemperatur:** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

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

Individuelle Werte: l). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 81,4 mm, max. Bewegstrecke in der Phase: 40,1 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,4% bestimmt; die n). Messunsicherheit der Dichte ±0,000055 g/cm³ stammt von der Varianz 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_{η} 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. Benutzerabbruch in Zeile N°427.)

(the digital twin of process IDN°13110 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 1,6 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} 1,14048 kg/m³; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s².

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,01[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 10[min] (BN° 3, -10/100°C, 7S, FS15, Offset: -0,005). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 6.1.40, LizenzN° *3037-4759*, W. 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

Kommentar/Bewertung/Interpretation:

Über den gesamten Bereich sehr newtonisch. Keine indizierte Fließgrenze, eine Voraussetzung für gute Kriecheigenschaften.

Die Untersuchung der "High-Noise-Bereiche" kleiner Scherung zeigt eine für Stoffgemische typische Formen-vielfalt.

"Nachtägliche Anmerkungen" sind Anmerkungen, die nach Abschluss des Messablaufs angefügt wurden.