



IMETER V.5.0 rev.46

automatic Report (593E6CH16312B), imeter/MSB, Augsburg

## ID N° 13076 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement, $\Delta T$ 24,1K

Title: **Ether 10° - 35°C**  
Remarks: Test einer sehr niederviskosen Flüssigkeit! (Sample: Sigma Aldrich, Chromasolv  $\geq 99,9\%$ , Lot#SHBB7276V)  
Sample/Ref.: **Diethylether**  
----- Results for **10,0°C** -----  
**Viscosity:**  $\eta_{(500/s)} = 0,262 \pm 0,006 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $\nu = 0,361 \text{ cSt}$   
**Temperature coefficient:**  $\kappa_{\eta} = 9,7 \cdot 10^{-3}/\text{K}$   
**Density:**  $\rho = 0,726310 \pm 0,000032 \text{ g/cm}^3$   
**Coefficient of thermal expansion:**  $\kappa = 157,4 \cdot 10^{-5}/\text{K}$

## Report

*Hinweis: Die Aktivierung der Option "ERLÄUTERUNGSTEXTE", die für diese Berichtsausgabe eingestellt ist, bewirkt, dass der Bericht mit automatischen Kommentaren versehen wird. Die Option "BEARBEITUNGSHINWEISE" erzeugt Ausgaben für den Anwender/Prüfer, die auch auf nicht ausgegebene Informationen hinweisen. Deaktivieren Sie bitte diesen Schalter bei Erstellung von Kundenberichten. - 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 festgelegter Deformation (der Schergeschwindigkeit 500 /s kommt etwa die Bedeutung von *Pumpen, starkem Rühren* gleich), die Proben temperatur 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).

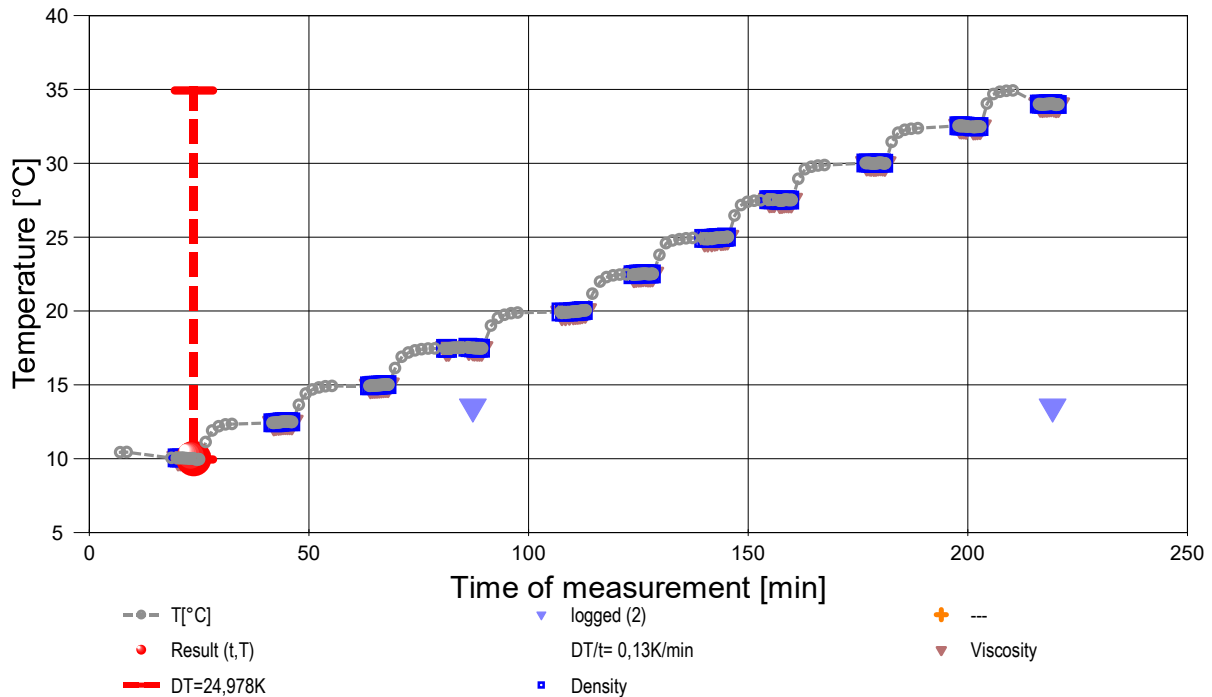
Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte (*spezifische Masse, Massekonzentration*) gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist ebenfalls eine temperaturabhängige Stoffkonstante. Die Dichte wird in diesem Verfahren nach der Auftriebsmethode (hydrostatische Wägung) 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. Als Erfinder und Hersteller dieser neuen Methode versichert IMETER, dass Ergebnisse der DiVA-Messungen prinzipiell keine signifikanten Abweichungen zu Ergebnissen aus anerkannten Referenzverfahren aufweisen (Glaskapillarviskosimeter, Pyknometer). \*

## • 2. ÜBERSICHT

Dichte und Viskosität wurden 94 mal gemessen.

Messdauer vier Stunden; stufig, zwischen 10,0 und 34,0°C ansteigender Temperaturverlauf, elf Temperaturniveaus; mit zehn Stufen; grob 2,4 K Temperaturunterschied je Stufe, mit jeweils rund acht Viskositätsmesswerten.

### ↳ Diagramm 1 -



87,3' : *Problem - Kontakt v Aufhängung / Abdeckung, Online-entfernung der Fehlmessungen!*

219,3' : *Bei 35°C siedet der Ether bereits (Siedeverzüge an Kanten) - Temperatur auf 34°C reduziert!*

Die zur Laufzeit der Messung vom Anwender/Prüfer eingegebenen Bemerkungen werden hier wiedergegeben, wobei am Anfang der Zeile der Eintragszeitpunkt als Minutenzahl angegeben ist.

Mit Diagramm 1. ('t/T-Protokoll') wird eine Übersicht gezeigt, die den Temperaturverlauf in der Messung und eine Zusammenfassung der Vorgänge anzeigt (z.B. 2 Online-Protokollanmerkung(en) während der Messung) . -- Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die blauen Quadrate stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Dichtemessungen, rote Winkel für Viskositätsmessungen. Die Dreiecke zeigen jene Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer die oben angegebenen Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

## • 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

Akquisitionsperiode der 94 Messwerte im Messablauf: 20 bis 221 min, Temperatur  $\Delta T = +24,066$  K

Resultat:  $\eta = 0,2618 \pm 0,0056$  mPa·s (283,15 K)

Streuung:  $\pm 6,53 \cdot 10^{-4}$  mPa·s absolute bzw. 2,5‰ relative Standardabweichung

Berechnung: lineare Regressionsgleichung.

Temperaturzusammenhang zwischen 9,954 und 34,020 °C:

$$\eta [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,2886 \cdot e^{(-9,7339 \cdot \vartheta / 1000)} \quad r^2 = 0,9984 \quad s^2 = 4,27\text{E-}7$$

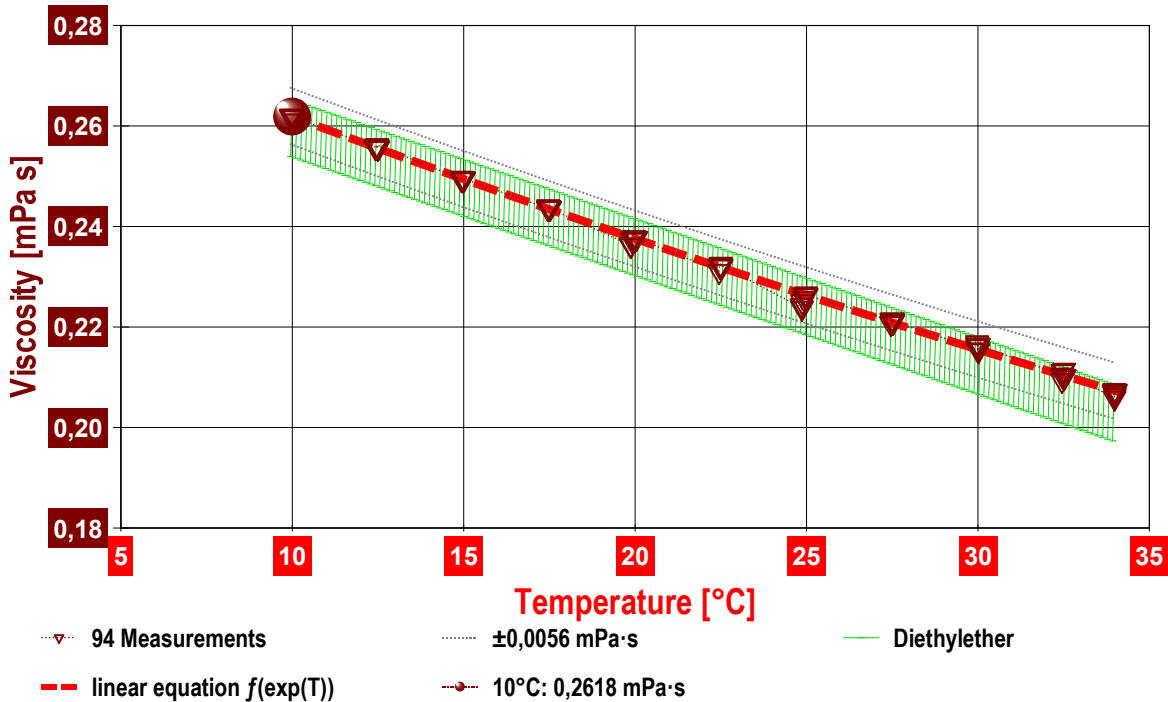
Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR),  $\dot{\gamma} = 500 \pm 1,0$  s<sup>-1</sup>.

Der Temperaturkoeffizient der Viskosität mit  $9,7$  [10<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup>] entspricht durchschnittlichen Werten im unteren 'Normalbereich'. Die relative Änderung der Viskosität mit der Temperatur beträgt 0,97%, entsprechend 0,0025 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. - Aus der Abwägung der Einflüsse werden formale Zusammenhänge für die Bewertung ermittelt und auch 'Qualitätsangaben' erzeugt, die, wie hier, offenbar nicht ganz eindeutig sind (eine Messzeitabhängigkeit kann immer Temperatureinflüsse überlagern - Ergebnisse werden eindeutiger, wenn im Messablauf stärker unregelmäßige Temperaturänderungen eingestellt werden). Üblicherweise kann der Temperaturkoeffizient der Viskosität für Fluide bei 25°C im Bereich zwischen 5 und 35 10<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup> liegen. Die Interpretation des Temperaturkoeffizienten

erfolgt, um einen Eindruck von dieser, eher unbekanntem Größe zu liefern. Der Vergleich zum fiktiven 'Normalwert' wird über Mittelwert (20) und die Standardabweichung ( $\pm 15$ ) der in der Referenzdatenbank gespeicherten Flüssigkeitsdaten hergestellt. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an ( $r^2$ , der 'brauchbar' 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 94 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 10°C für die Diethylether-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 und die hinterlegte Referenzfunktion zu 'Diethylether-' ist schraffiert in der Breite der Messunsicherheit eingezeichnet.

Die thermodynamische Formulierung gemäß der Arrhenius-Andrade Beziehung lautet für die Diethylether-Probe zwischen 10 und 34°C :

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = f(T[\text{K}]) = 0,013089 \cdot e^{849,23/T} \quad \text{mit } r^2=0,9990 \text{ und } s^2=5,86 \cdot 10^{-7}$$

Zur Verwendung der Gleichung in Kalkulationsprogrammen:  $0,013089 \cdot \text{EXP}(849,23/(x+273.15))$  mit  $x$  in °C; Standardabweichung:  $\sqrt{s^2}=7,7 \cdot 10^{-4} \text{ mPa}\cdot\text{s}$ .

Die Arrhenius Gleichung der Form " $k = A \cdot e^{-E_a/RT} = \eta$ " gibt in Entsprechung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten  $k$  die Viskosität  $\eta$  an. In der Gleichung bedeuten die beiden Konstanten 'A' Arrheniusfaktor bzw. eine Materialkonstante ( $\ln(A)=-4,3360$ ) sowie 'E<sub>a</sub>' die Aktivierungs- bzw. Platzwechsellenergie.  $E_a=-102,14 \text{ J/mol}$  ( $R$  ist die allgemeine Gaskonstante). Weil A temperaturabhängig ist, ist die Gleichung wenig extrapolierbar.

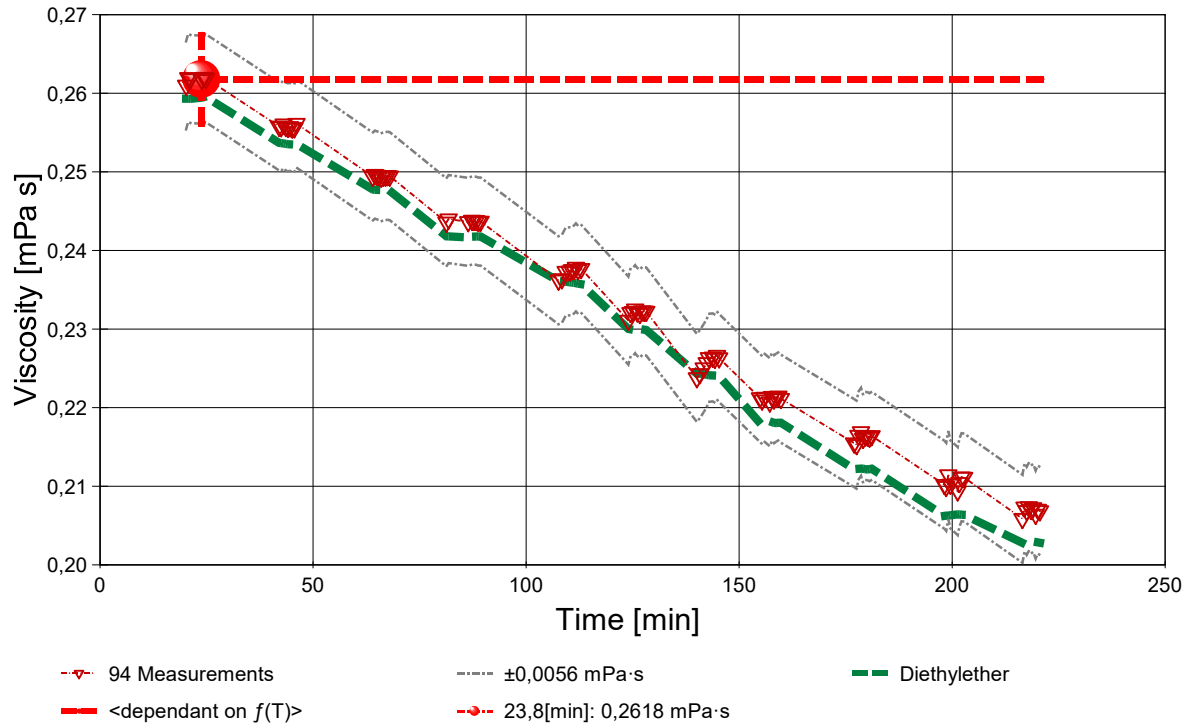
Mit der ebenfalls in Temperaturabhängigkeit gemessenen Dichte ( $\rho$ ) kann die kinematische Viskosität ( $\nu$ ) gemäß  $\nu = \eta / \rho$  als Funktion der Temperatur angegeben werden. Ein Berechnungsterm für  $\nu$  in der Einheit Centistokes (cSt [mm<sup>2</sup>/s]) ergibt sich nach:

$$\nu \text{ [mm}^2\text{/s]} = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 0,28862 \cdot e^{(-9,7339 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta)} / (0,73761 - 1,1186 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta - 1,2213 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

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

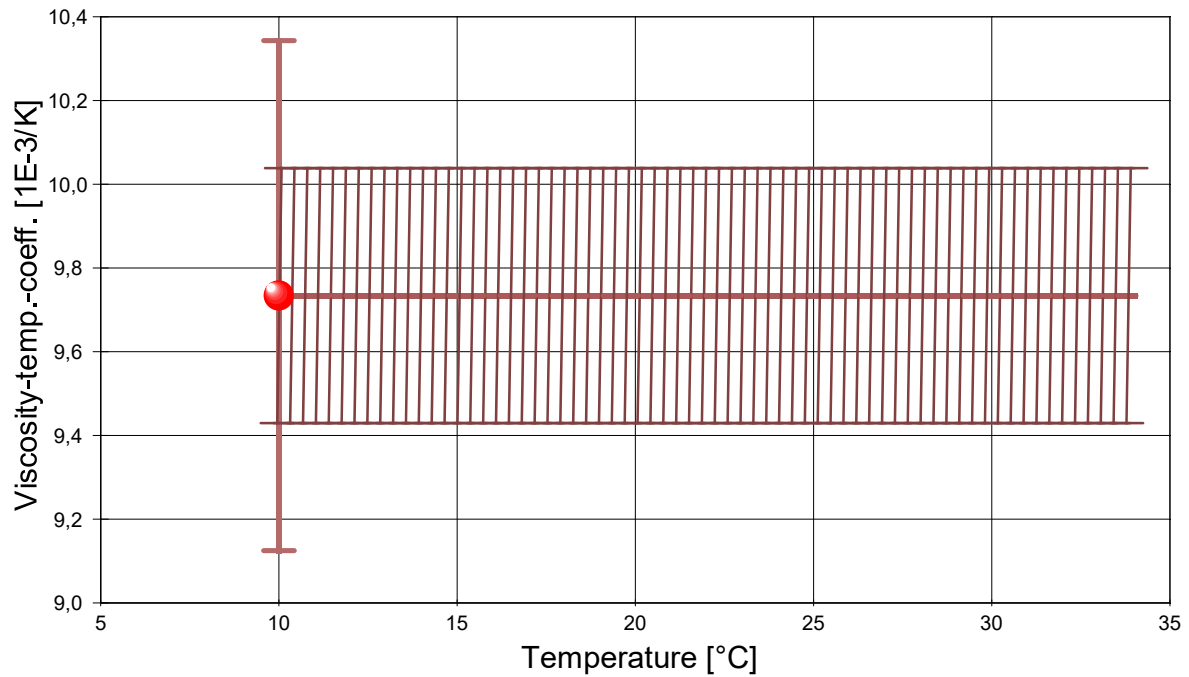
Zur Verwendung der Gleichung in Kalkulationsprogrammen:  $(0,28862 \cdot \exp(-9,7339E-3 \cdot x)) / (0,73761 - 1,1186E-3 \cdot x - 1,2213E-6 \cdot x^2)$ .

Diagramm 3 -



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. Referenzwerte werden temperaturgetreu bei der jeweiligen Zeit dargestellt.

Diagramm 4 -



Das Diagramm 4, " $\kappa$ - $f(T,t)$ ", zeigt den Verlauf des Viskositäts-Temperaturkoeffizienten  $\kappa_n$  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 dem Verlauf der Viskositätsmesswerte ergibt sich keine Temperaturabhängigkeit des Koeffizienten im durchmessenen Intervall:  $\kappa_\eta = 9,7 \pm 0,3 [10^{-3} \cdot K^{-1}]$ .  
Die Abnahme der Viskosität mit der Temperatur beträgt *konstant* 0,97% pro Grad.

*Die Berechnung der Viskosität bei einer anderen Temperatur (im Bereich) ausgehend von einem bekannten Wert  $\eta^\circ$  erfolgt nach  $\eta = \eta^\circ \cdot e^{\kappa_\eta \Delta T}$  (Die für Temperaturkoeffizienten gebräuchliche Formulierung ' $\eta = \eta^\circ \cdot (1 + \kappa_\eta \Delta T)$ ' ist relativ ungenau). - Während die Viskositäts-Temperatur-Gleichung die individuelle Viskosität der 'Diethylether-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.

N°	t	T	$\eta$ .	$v_z$	$F_z$ .	$\tau$	$v_{max.}$	$\gamma'$	Re
1.	20,2	10,038	0,261	12,250	2,4201	0,130	97,3	498,1	290
2.	20,7	10,039	0,262	12,250	2,4289	0,130	97,3	498,1	290
3.	21,2	10,043	0,262	12,250	2,4276	0,130	97,3	498,1	290
4.	23,9	9,985	0,262	12,250	2,4265	0,130	97,3	498,1	290
5.	24,4	9,954	0,262	12,250	2,4291	0,130	97,3	498,1	290
6.	24,9	9,955	0,262	12,250	2,4281	0,130	97,3	498,1	290
7.	42,0	12,418	0,256	12,250	2,3742	0,127	97,3	498,4	290
8.	42,5	12,438	0,256	12,250	2,3736	0,127	97,3	498,4	290
9.	43,1	12,453	0,256	12,250	2,3768	0,128	97,3	498,4	290
10.	43,6	12,472	0,256	12,250	2,3739	0,127	97,3	498,4	290
11.	44,1	12,493	0,256	12,250	2,3731	0,127	97,3	498,4	290
12.	44,6	12,501	0,256	12,250	2,3735	0,127	97,3	498,4	290
13.	45,1	12,498	0,256	12,250	2,3722	0,127	97,3	498,4	290
14.	45,6	12,495	0,256	12,250	2,3723	0,127	97,3	498,4	290
15.	46,1	12,481	0,256	12,250	2,3775	0,128	97,3	498,4	290
16.	64,0	14,930	0,249	12,250	2,3173	0,124	97,3	498,7	300
17.	64,5	14,949	0,250	12,250	2,3197	0,125	97,3	498,7	300
18.	65,0	14,954	0,250	12,250	2,3187	0,124	97,3	498,8	300
19.	65,5	14,963	0,249	12,250	2,3183	0,124	97,3	498,7	300
20.	66,0	14,968	0,249	12,250	2,3165	0,124	97,3	498,7	300
21.	66,5	14,986	0,249	12,250	2,3178	0,124	97,3	498,8	300
22.	67,0	15,001	0,249	12,250	2,3179	0,124	97,3	498,8	300
23.	67,5	15,006	0,249	12,250	2,3184	0,124	97,3	498,8	300
24.	68,0	15,005	0,249	12,250	2,3179	0,124	97,3	498,8	300
25.	81,3	17,458	0,244	12,250	2,2658	0,122	97,4	499,1	300
26.	81,8	17,463	0,244	12,250	2,2695	0,122	97,4	499,1	300
27.	86,4	17,521	0,244	12,250	2,2663	0,122	97,4	499,1	300
28.	87,3	17,496	0,244	12,250	2,2679	0,122	97,4	499,1	300
29.	87,7	17,476	0,244	12,250	2,2678	0,122	97,4	499,1	300
30.	88,3	17,471	0,244	12,250	2,2677	0,122	97,4	499,1	300
31.	88,8	17,465	0,244	12,250	2,2665	0,122	97,4	499,1	300
32.	89,3	17,467	0,244	12,250	2,2668	0,122	97,4	499,1	300
33.	107,6	19,874	0,236	12,250	2,1995	0,118	97,4	499,4	310
34.	108,4	19,879	0,236	12,250	2,2010	0,118	97,4	499,4	310
35.	109,3	19,906	0,237	12,250	2,2098	0,119	97,4	499,4	310
36.	110,2	19,935	0,237	12,250	2,2100	0,119	97,4	499,4	310
37.	110,7	19,952	0,238	12,250	2,2117	0,119	97,4	499,4	310
38.	111,2	19,967	0,238	12,250	2,2121	0,119	97,4	499,4	310
39.	111,7	19,980	0,238	12,250	2,2147	0,119	97,4	499,4	310
40.	112,2	20,012	0,238	12,250	2,2120	0,119	97,4	499,4	310
41.	112,9	20,038	0,238	12,250	2,2133	0,119	97,4	499,4	310
42.	124,0	22,450	0,231	12,250	2,1540	0,115	97,4	499,7	320
43.	124,5	22,471	0,232	12,250	2,1633	0,116	97,4	499,7	320
44.	125,1	22,489	0,232	12,250	2,1645	0,116	97,4	499,7	320
45.	125,6	22,497	0,233	12,250	2,1675	0,116	97,4	499,7	320
46.	126,1	22,513	0,232	12,250	2,1641	0,116	97,4	499,7	320
47.	126,7	22,514	0,232	12,250	2,1623	0,116	97,4	499,7	320
48.	127,2	22,497	0,232	12,250	2,1652	0,116	97,4	499,7	320
49.	127,7	22,491	0,232	12,250	2,1650	0,116	97,4	499,7	320
50.	128,2	22,508	0,232	12,250	2,1647	0,116	97,4	499,7	320
51.	140,1	24,868	0,224	12,250	2,0880	0,112	97,5	500,0	330
52.	140,8	24,860	0,224	12,250	2,0927	0,112	97,5	500,0	330
53.	141,7	24,875	0,225	12,250	2,0998	0,113	97,5	500,0	320
54.	142,4	24,922	0,226	12,250	2,1060	0,113	97,5	500,0	320
55.	142,9	24,947	0,226	12,250	2,1120	0,113	97,5	500,0	320
56.	143,8	24,957	0,226	12,250	2,1126	0,113	97,5	500,0	320

57.	144,3	24,968	0,226	12,250	2,1111	0,113	97,5	500,0	320
58.	144,8	24,981	0,227	12,250	2,1147	0,113	97,5	500,0	320
59.	145,3	25,004	0,226	12,250	2,1117	0,113	97,5	500,0	320
60.	154,9	27,523	0,221	12,250	2,0666	0,111	97,5	500,3	330
61.	155,4	27,527	0,221	12,250	2,0640	0,111	97,5	500,3	330
62.	155,9	27,528	0,221	12,250	2,0671	0,111	97,5	500,3	330
63.	157,2	27,466	0,221	12,250	2,0615	0,110	97,5	500,3	330
64.	157,7	27,472	0,221	12,250	2,0680	0,111	97,5	500,3	330
65.	158,2	27,512	0,221	12,250	2,0650	0,111	97,5	500,3	330
66.	158,7	27,526	0,221	12,250	2,0669	0,111	97,5	500,3	330
67.	159,2	27,509	0,221	12,250	2,0684	0,111	97,5	500,3	330
68.	159,8	27,507	0,221	12,250	2,0656	0,111	97,5	500,3	330
69.	177,0	30,010	0,215	12,245	2,0142	0,108	97,5	500,5	340
70.	177,6	30,010	0,215	12,275	2,0169	0,108	97,7	501,6	340
71.	178,0	29,990	0,216	12,231	2,0206	0,108	97,4	499,9	330
72.	178,6	29,979	0,217	12,221	2,0234	0,108	97,3	499,5	330
73.	179,1	29,986	0,216	12,250	2,0202	0,108	97,5	500,6	340
74.	179,6	30,014	0,216	12,226	2,0194	0,108	97,3	499,7	330
75.	180,1	30,025	0,216	12,235	2,0209	0,108	97,4	500,1	330
76.	180,6	30,010	0,216	12,245	2,0212	0,108	97,5	500,4	330
77.	181,1	29,986	0,216	12,240	2,0219	0,108	97,4	500,3	330
78.	198,2	32,529	0,210	12,260	1,9690	0,105	97,6	501,4	340
79.	198,6	32,515	0,210	12,290	1,9715	0,106	97,9	502,6	340
80.	199,1	32,515	0,211	12,226	1,9751	0,106	97,4	500,0	340
81.	199,6	32,495	0,210	12,265	1,9702	0,105	97,7	501,6	340
82.	201,3	32,449	0,209	12,269	1,9630	0,105	97,7	501,7	340
83.	201,7	32,453	0,210	12,255	1,9706	0,105	97,6	501,2	340
84.	202,2	32,467	0,211	12,226	1,9724	0,106	97,4	500,0	340
85.	202,8	32,473	0,211	12,226	1,9721	0,106	97,4	500,0	340
86.	216,5	33,985	0,206	12,255	1,9289	0,103	97,6	501,3	350
87.	217,0	33,965	0,207	12,240	1,9403	0,104	97,5	500,8	350
88.	217,5	33,988	0,207	12,265	1,9399	0,104	97,7	501,7	350
89.	218,0	33,987	0,207	12,236	1,9399	0,104	97,5	500,6	350
90.	218,5	34,009	0,207	12,255	1,9399	0,104	97,6	501,4	350
91.	219,0	34,020	0,207	12,250	1,9410	0,104	97,6	501,1	350
92.	219,6	33,993	0,206	12,260	1,9348	0,104	97,7	501,5	350
93.	220,1	33,956	0,207	12,240	1,9376	0,104	97,5	500,7	350
94.	220,6	33,977	0,207	12,279	1,9420	0,104	97,8	502,3	350

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $T$  Temperatur [°C],  $\eta$  Messwert Viskosität [mPa·s],  $v_z$  Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s],  $F_z$  viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN],  $\tau$  Schubspannung [Pa],  $v_{max}$  maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s],  $\dot{\gamma}$  Schergeschwindigkeit [s<sup>-1</sup>],  $Re$  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 'reinviskose' 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 ( $F_d$ ), die viskose Reibung (rekursiv) des/der Aufhängungsdrähte/Stäbe des Zylinders im Medium ( $F_{rn}$ ) sowie ein konstanter Beitrag  $F_\theta$ , der durch eine vorgegebene Fließgrenze, Benetzungskraft, Konvektion (...) begründet sein muss.

Die Korrektur der stationären Kraft ergibt sich damit aus  $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_d - F_{rn} - F_\theta$ . Die Korrekturen können in einem erweiterten Berichtsformat (zuschaltbar) in allen Einzelheiten ausgegeben werden.

Die Schubspannung  $\tau$  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;  $v_m = v_z \cdot ra^2 / (ra^2 - ri^2)$ ), mit  $ra$  Röhrenradius und  $ri$  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  $d = 2(ra - ri)$  berechnet wird. Die Scherrate, Schergeschwindigkeit oder Deformation  $\dot{\gamma}$ , die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Diagramm 5 -

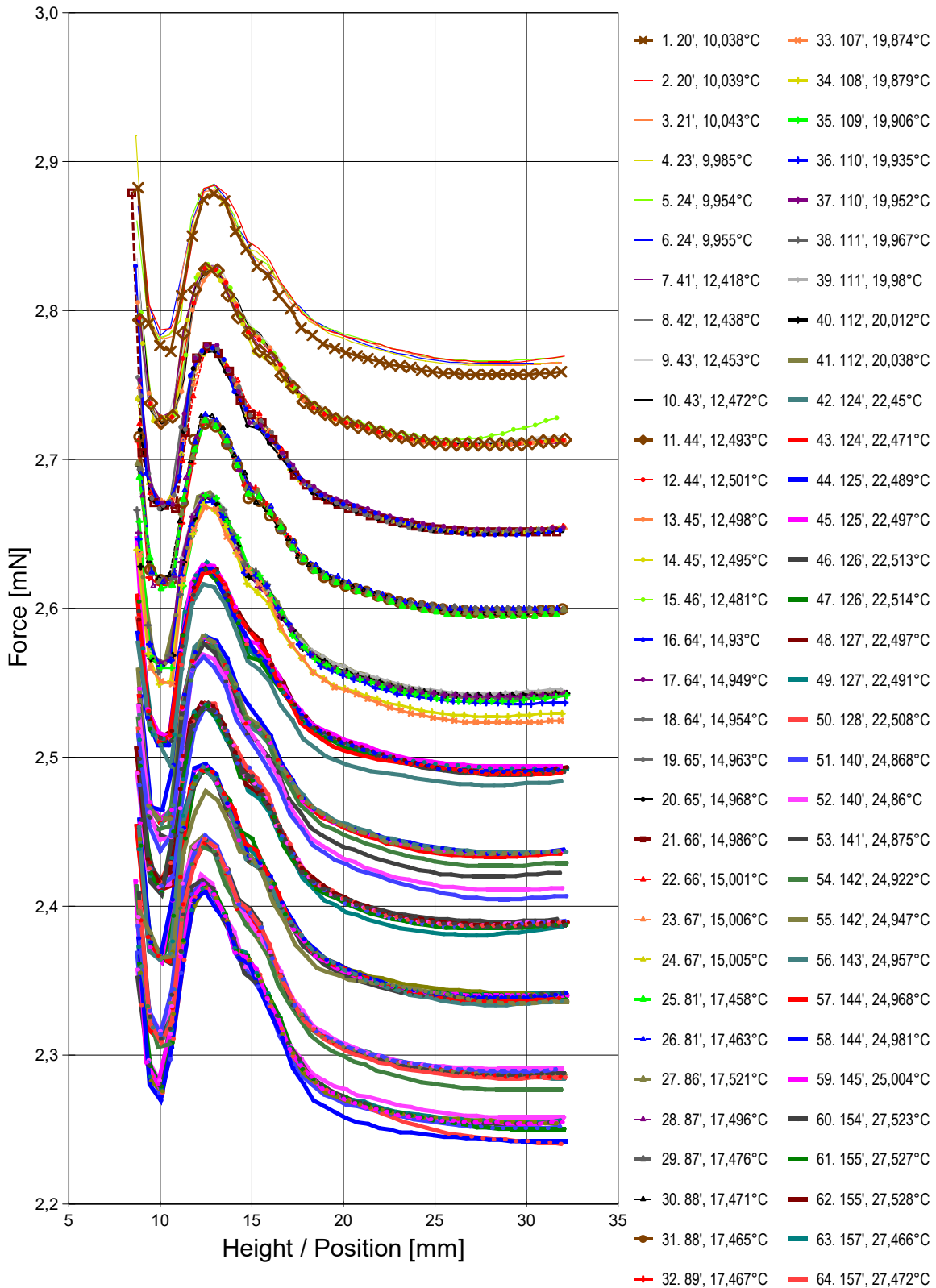


Diagramm 5, "hRawData", zeigt die bei zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte nach Korrektur durch den Messzylinderauftrieb. Der Streckenbezug ("Position") gibt den Abstand der Messkörperbasis zum Gefäßboden an. Von den abgebildeten Daten wird nicht die ganze Kurve, sondern eine zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Kraft verwendet. Sofern ein instationärer (d.h. ein nicht waagerechter) Verlauf angezeigt wird, kann diese Abweichung von der Idealform auch folgende Ursachen haben: Röhre und Messzylinder sind nicht koaxial-konzentrisch, die Probe ist vertikal geschichtet inhomogen oder es liegt eine rheologische Anomalie vor. Ein exakt waagerechter Verlauf im rechten Kurventeil bedeutet i.d.R. eine valide Messung.



#### • 4. DICHT E - MESSUNG

Akquisitionsperiode der 94 Messwerte im Messablauf: 20 bis 220 min, Temperatur  $\Delta T = +24,087$  K  
 Resultat:  $\rho = 0,72631 \pm <0,000027> \text{ g/cm}^3$  (283,15 K, 96,63 kPa)

Streuung:  $\pm 3,21 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$  absolute bzw. 44ppm relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

Temperaturfunktion zwischen 9,950 und 34,037 °C:

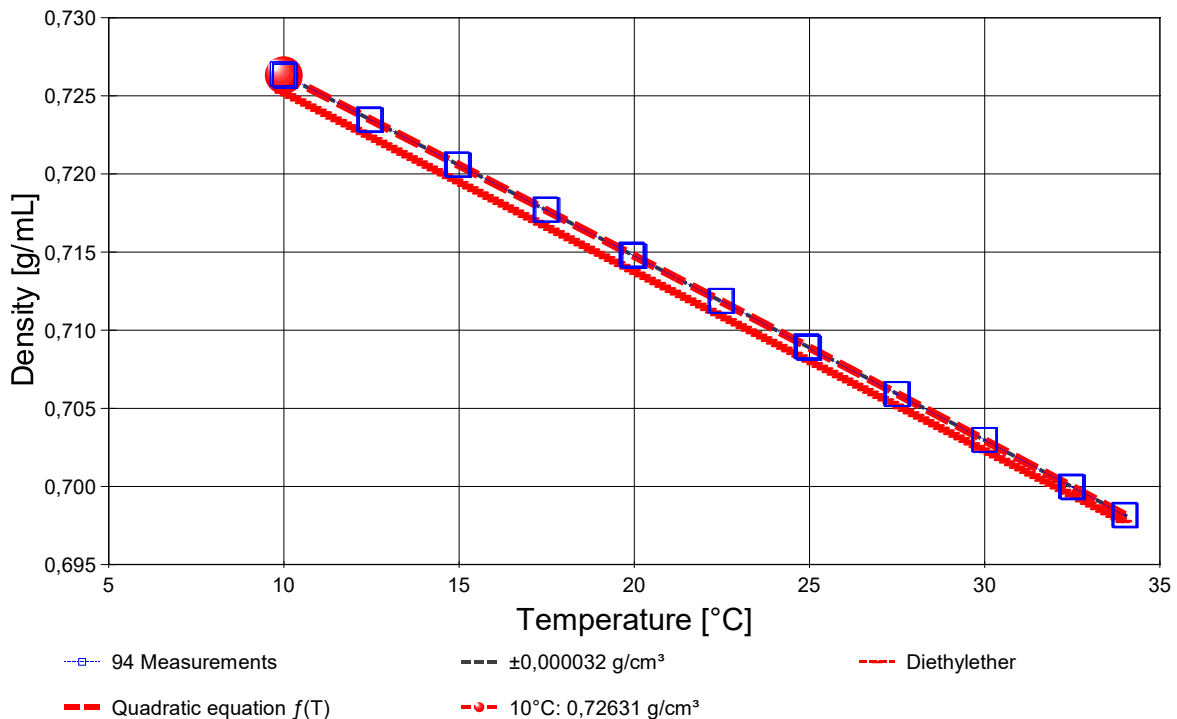
$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,737614 - 111,86 \cdot \vartheta / 1E5 - 0,12213 \cdot \vartheta^2 / 1E5 \quad r^2=0,999987 \quad s^2=1,03E-9$$

>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: '0,73816 - 117,3452 ·  $\vartheta / 1E5$ ' mit  $r^2=0,999940$  und  $s^2=4,78E-9$  <<

Der Ausdehnungskoeffizient mit  $157,4 [10^{-5} \text{K}^{-1}]$  ist wesentlich größer als für *Flüssigkeiten normal*. Er entspricht der Dichte-Änderung von 1,6‰, das sind  $0,00114 \text{ g/cm}^3$  pro Grad bei der Angabe-temperatur.

*Die relativ große Streuung zeigt Klärungsbedarf an!! - Die angenommene Messunsicherheit '0,000027 g/cm³' wird somit durch die Standardabweichung ersetzt. --- 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 Ausdehnungskoeffizient für Fluide bei 25°C im Bereich zwischen 50 und 150  $10^{-5} \text{K}^{-1}$  liegen. Die Interpretation des Temperaturkoeffizienten erfolgt, um einen Eindruck von dieser, eher unbekanntem Größe zu liefern. Der Vergleich zum fiktiven 'Normalwert' wird über Mittelwert (100) und die Standardabweichung ( $\pm 50$ ) der in der Referenzdatenbank gespeicherten Flüssigkeitsdaten hergestellt. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an ( $r^2$ , der 'ausgezeichnet' 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.*

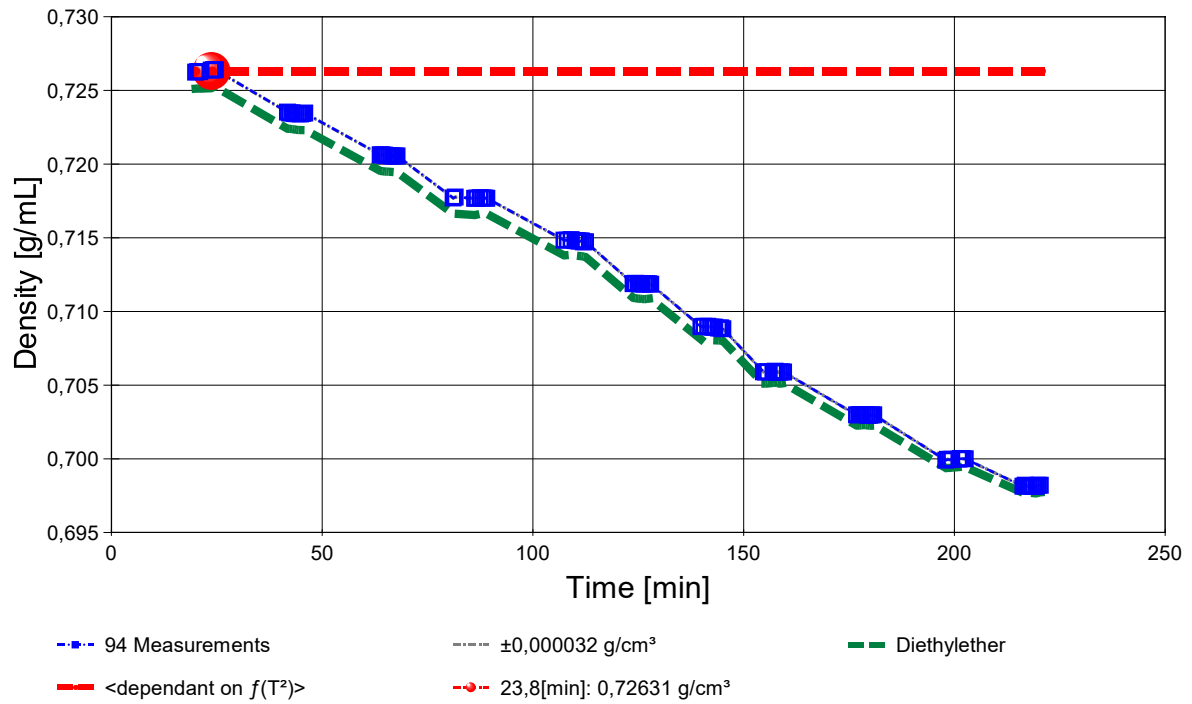
▮ Diagramm 6 -



Das Diagramm 6, "rho-f(T)", zeigt die 94 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 10°C für die Diethylether-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke Linie gezeichnet. In Markierungsbreite der Messunsicherheit ist die Referenzfunktion von 'Diethylether-' aus der Datenbank abgebildet.

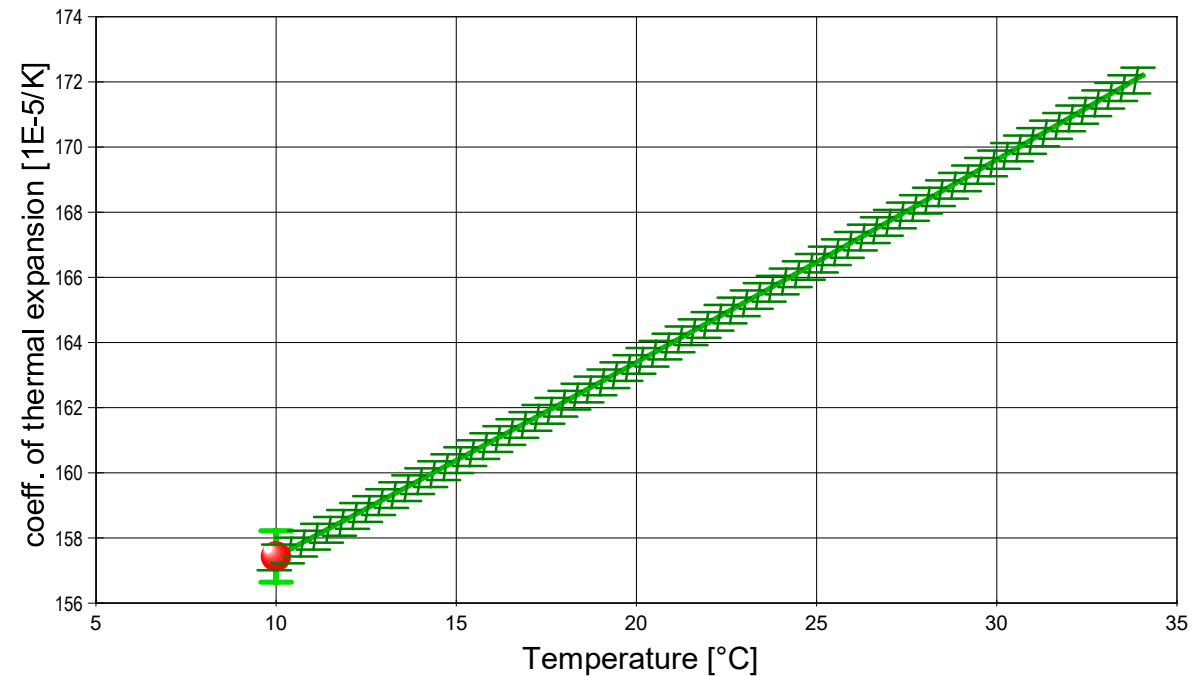


Diagramm 7 -



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

Diagramm 8 -



Das Diagramm 8, " $k-f(T,t)$ ", zeigt den Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten  $k$  der Diethylether-Probe aus der Ableitung der Dichte-Verlaufsgleichung 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:

$$\kappa \mid [10^{-5} \cdot K^{-1}] = f(\vartheta [^{\circ}C]) = (111,9 + 0,2443 \cdot \vartheta) / (0,73761 - 1,1186E-3 \cdot \vartheta - 1,2213E-6 \cdot \vartheta^2)$$

Die Bestimmtheit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu  $\pm 0,4 \cdot 10^{-5}/K$  übernommen. Bei 10 °C beträgt die relative Zunahme des Koeffizienten 3,7‰ pro Grad.

Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für 'Diethylether-Probe' bei einer bestimmten Temperatur  $\vartheta$  im gültigen Temperaturbereich zwischen 10,0 und 34,0°C vorherzusagen, kann mit dem bei der Temperatur  $\vartheta^{\circ}$  gegebenen Volumen  $V_{0\vartheta^{\circ}}$  das Volumen  $V_{1\vartheta}$  bei der Temperatur  $\vartheta$  über das entsprechende Verhältnis der Dichten berechnet werden:

$$V_{1\vartheta} = V_{0\vartheta^{\circ}} \cdot (0,73761 - 1,1186 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta^{\circ} - 1,2213 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^{\circ 2}) / (0,73761 - 1,1186 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta - 1,2213 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

Gleichung für ein Kalkulationsprogramm:  $(0,73761 - 1,1186E-3 \cdot x_0 - 1,2213E-6 \cdot x_0^2) / (0,73761 - 1,1186E-3 \cdot x_1 - 1,2213E-6 \cdot x_1^2) - \text{mit } x_0, x_1 \text{ in } ^{\circ}C$ . - Wird stattdessen die angegebene Bestimmungsgleichung für  $\kappa(\vartheta)$  verwendet ( $\kappa = -1/\rho \cdot (\partial\rho/\partial T)$ ), gemäß  $V_1 = V_0(1 + \kappa\Delta T)$  bzw. (besser)  $V_1 = V_0 \cdot \exp(\int \kappa(\vartheta)dT)$ , dann ist der Wert von  $\kappa$  für die mittlere Temperatur  $(\vartheta^{\circ} + \vartheta)/2$  einzusetzen. Korrekt ist  $V_1 = V_0 \cdot \exp(\int \kappa(\vartheta)dT)$ .

#### • 4.1. Tabelle 2, Dichtemessung

N°	t	T	$\rho$	H	$\omega$	$\Delta_{rel.}$	N	$F_A$	$F_{korr.}$
1.	20,0	10,048	0,7262	4,549	0,0	---	1	544,056	0,000 °
2.	20,5	10,037	0,7263	4,549	0,0	---	1	544,054	0,000 °
3.	21,0	10,049	0,7263	4,549	0,0	---	1	544,054	0,000 °
4.	23,7	10,021	0,7264	4,549	0,0	---	1	544,047	0,000 °
5.	24,2	9,964	0,7264	4,549	0,0	---	1	544,045	0,000 °
6.	24,7	9,950	0,7264	4,549	0,0	---	1	544,046	0,000 °
7.	41,8	12,426	0,7235	4,549	0,0	---	1	544,234	0,000 °
8.	42,3	12,427	0,7235	4,549	0,0	---	1	544,238	0,000 °
9.	42,9	12,447	0,7235	4,549	0,0	---	1	544,237	0,000 °
10.	43,4	12,460	0,7234	4,549	0,0	---	1	544,240	0,000 °
11.	43,9	12,488	0,7234	4,549	0,0	---	1	544,241	0,000 °
12.	44,4	12,500	0,7234	4,549	0,0	---	1	544,242	0,000 °
13.	44,9	12,502	0,7234	4,549	0,0	---	1	544,242	0,000 °
14.	45,4	12,501	0,7234	4,549	0,0	---	1	544,240	0,000 °
15.	45,9	12,487	0,7235	4,549	0,0	---	1	544,238	0,000 °
16.	63,8	14,924	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,424	0,000 °
17.	64,3	14,936	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,425	0,000 °
18.	64,8	14,960	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,425	0,000 °
19.	65,3	14,961	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,428	0,000 °
20.	65,8	14,970	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,428	0,000 °
21.	66,3	14,979	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,428	0,000 °
22.	66,8	14,995	0,7205	4,549	0,0	---	1	544,430	0,000 °
23.	67,3	15,006	0,7205	4,549	0,0	---	1	544,429	0,000 °
24.	67,8	15,006	0,7206	4,549	0,0	---	1	544,429	0,000 °
25.	81,1	17,461	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,617	0,000 °
26.	81,6	17,461	0,7178	4,549	0,0	---	1	544,612	0,000 °
27.	86,2	17,539	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,618	0,000 °
28.	86,7	17,512	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,617	0,000 °
29.	87,5	17,490	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,615	0,000 °
30.	88,1	17,474	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,617	0,000 °
31.	88,6	17,473	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,617	0,000 °
32.	89,1	17,471	0,7177	4,549	0,0	---	1	544,618	0,000 °
33.	107,4	19,931	0,7148	4,549	0,0	---	1	544,804	0,000 °
34.	108,2	19,912	0,7148	4,549	0,0	---	1	544,805	0,000 °
35.	109,1	19,917	0,7149	4,549	0,0	---	1	544,802	0,000 °
36.	110,0	19,949	0,7148	4,549	0,0	---	1	544,807	0,000 °
37.	110,5	19,948	0,7148	4,549	0,0	---	1	544,807	0,000 °
38.	111,0	19,965	0,7148	4,549	0,0	---	1	544,809	0,000 °
39.	111,5	19,977	0,7148	4,549	0,0	---	1	544,808	0,000 °
40.	112,0	20,001	0,7147	4,549	0,0	---	1	544,813	0,000 °
41.	112,5	20,026	0,7147	4,549	0,0	---	1	544,812	0,000 °
42.	123,8	22,448	0,7119	4,549	0,0	---	1	544,999	0,000 °
43.	124,3	22,471	0,7119	4,549	0,0	---	1	544,997	0,000 °
44.	125,0	22,493	0,7119	4,549	0,0	---	1	544,999	0,000 °
45.	125,4	22,496	0,7119	4,549	0,0	---	1	544,998	0,000 °
46.	125,9	22,513	0,7119	4,549	0,0	---	1	545,001	0,000 °
47.	126,5	22,522	0,7118	4,549	0,0	---	1	545,001	0,000 °
48.	127,0	22,510	0,7119	4,549	0,0	---	1	544,999	0,000 °
49.	127,5	22,493	0,7119	4,549	0,0	---	1	544,999	0,000 °
50.	128,0	22,506	0,7118	4,549	0,0	---	1	545,001	0,000 °
51.	139,9	24,911	0,7090	4,549	0,0	---	1	545,191	0,000 °
52.	140,6	24,911	0,7090	4,549	0,0	---	1	545,190	0,000 °
53.	141,5	24,911	0,7090	4,549	0,0	---	1	545,189	0,000 °

54.	142,2	24,922	0,7089	4,549	0,0	---	1	545,193	0,000 °
55.	142,7	24,952	0,7089	4,549	0,0	---	1	545,194	0,000 °
56.	143,2	24,965	0,7089	4,549	0,0	---	1	545,194	0,000 °
57.	144,1	24,973	0,7089	4,549	0,0	---	1	545,198	0,000 °
58.	144,6	24,980	0,7089	4,549	0,0	---	1	545,197	0,000 °
59.	145,1	25,006	0,7088	4,549	0,0	---	1	545,201	0,000 °
60.	154,7	27,528	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,393	0,000 °
61.	155,2	27,532	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,394	0,000 °
62.	155,7	27,523	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,393	0,000 °
63.	157,0	27,487	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,393	0,000 °
64.	157,5	27,464	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,390	0,000 °
65.	158,0	27,496	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,394	0,000 °
66.	158,5	27,533	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,395	0,000 °
67.	159,0	27,522	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,393	0,000 °
68.	159,5	27,503	0,7059	4,549	0,0	---	1	545,394	0,000 °
69.	176,8	30,014	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,585	0,000 °
70.	177,4	30,021	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,585	0,000 °
71.	177,9	30,002	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,584	0,000 °
72.	178,4	29,982	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,584	0,000 °
73.	178,9	29,991	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,584	0,000 °
74.	179,4	30,003	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,587	0,000 °
75.	179,9	30,026	0,7029	4,549	0,0	---	1	545,588	0,000 °
76.	180,4	30,023	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,585	0,000 °
77.	180,9	29,993	0,7030	4,549	0,0	---	1	545,585	0,000 °
78.	198,0	32,537	0,6999	4,549	0,0	---	1	545,788	0,000 °
79.	198,4	32,525	0,7000	4,549	0,0	---	1	545,784	0,000 °
80.	198,9	32,526	0,6999	4,549	0,0	---	1	545,786	0,000 °
81.	199,4	32,510	0,7000	4,549	0,0	---	1	545,784	0,000 °
82.	201,1	32,475	0,7000	4,549	0,0	---	1	545,784	0,000 °
83.	201,5	32,454	0,7000	4,549	0,0	---	1	545,781	0,000 °
84.	202,0	32,468	0,7000	4,549	0,0	---	1	545,781	0,000 °
85.	202,6	32,480	0,7000	4,549	0,0	---	1	545,782	0,000 °
86.	216,3	34,005	0,6981	4,549	0,0	---	1	545,905	0,000 °
87.	216,8	33,999	0,6982	4,549	0,0	---	1	545,900	0,000 °
88.	217,3	33,987	0,6981	4,549	0,0	---	1	545,904	0,000 °
89.	217,8	34,007	0,6982	4,549	0,0	---	1	545,902	0,000 °
90.	218,3	34,027	0,6981	4,549	0,0	---	1	545,904	0,000 °
91.	218,8	34,025	0,6981	4,549	0,0	---	1	545,906	0,000 °
92.	219,4	34,037	0,6981	4,549	0,0	---	1	545,906	0,000 °
93.	219,9	33,990	0,6982	4,549	0,0	---	1	545,900	0,000 °
94.	220,4	33,977	0,6982	4,549	0,0	---	1	545,900	0,000 °

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $T$  Temperatur [°C],  $\rho$  Dichte [g/cm<sup>3</sup>],  $H$  Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm],  $\omega$  Beobachtungsdauer der Auftriebsmessung [s],  $\Delta_{rel}$  relative Dichteänderung pro Minute in der Beobachtungszeit [g·cm<sup>-3</sup>·min<sup>-1</sup>],  $N$  Anzahl Auftriebsmesswerte,  $F_A$  gemessener Roh-Wert der Auftriebskraft [mN],  $F_{kor}$  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  $F_{kor}$  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)

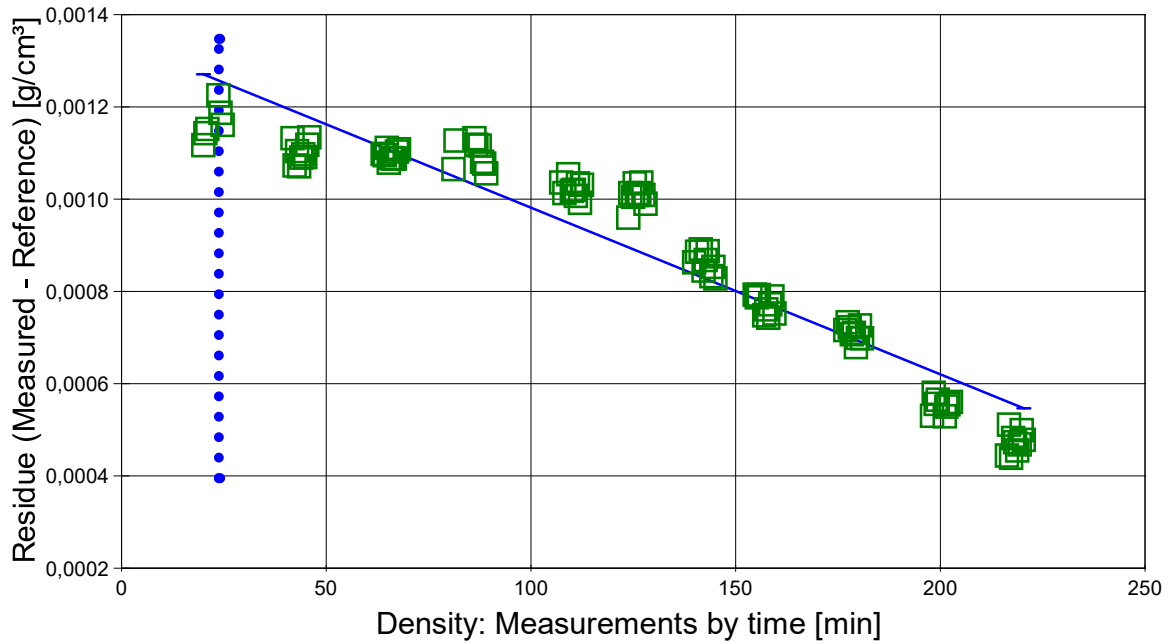
**Bearbeitungshinweise:** Der Roh-Wert der Auftriebskraft  $F_A$  [mN] ist in der Original-Messwertetabelle der Dokumentation angegeben (Die Rohdatentabelle enthält auch die anderen Werte, die der automatischen Interpretation zugrunde liegen).

## • 5. REFERENZ VERGLEICH

Beurteilung von Viskositäts- und Dichtemessungen anhand der Residuen: Die Differenzen zwischen Mess- und Sollwerten zum Referenzeintrag *Diethylether* wird in den Diagrammen unten dargestellt. Die temperaturunabhängige Abbildung der Differenzwerte entspricht der zeitlichen Abfolge der Messwerte. Unterhalb zeigt eine tabellarische Aufstellung den Zahlenvergleich zum angegebenen Ergebnis; dieser folgt eine Liste mit Stoffnamen aus der Datenbank mit vergleichbaren Werten.

**VORSICHT** Die Bedeutung des automatischen Vergleichs mit jeweiligen Referenzwerten ist extrem von der Richtigkeit und Präzision der hinterlegten Stoffdaten abhängig. Bearbeitungshinweis: Überprüfen Sie bei wichtigen Aussagen die Richtigkeit der Referenzdaten; korrigieren Sie ggf. den Eintrag über das Referenzdatenformular.

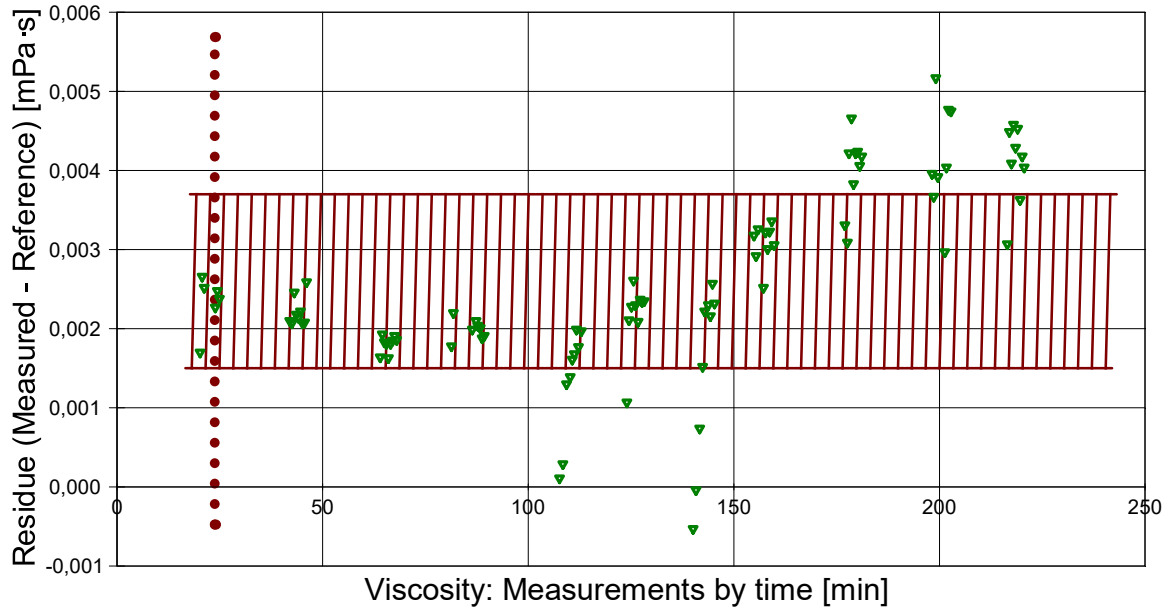
▮ Diagramm 9 -



Reference values for 'Diethylether' acc. to  $f(T[^\circ\text{C}])=0.7080-1.145\text{E-}3 \cdot (T - 25)$   
 Deviance as a function:  $f(t[\text{min}]) = 1,34\text{E-}3 - 3,61\text{E-}6 \cdot [\text{min}]$ ,  $r^2 = 0,90$

Das Chart N°9, "r-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Dichtemesswerte zum jeweiligen Wert des Referenzwertes in der zeitlichen Sequenz der Messung. In der Diagrammunterschrift ist die Berechnungsfunktion der Referenzwerte angegeben sowie das mittlere Residuum und die Standardabweichung der Residuen, die im Diagramm schraffiert eingezeichnet ist.

▮ Diagramm 10 -



Reference values for 'Diethylether' acc. to  $f(T[^\circ\text{C}])=2.83\text{E-}1-2.360\text{E-}3 \cdot T$   
 Mean and Standarddev. of Residuals:  $2,60\text{E-}3 \pm 1,1\text{E-}3$  mPa·s, relative: +0,99% at a spread of 4,2‰

Das Chart N°10, "h-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Viskositätsmesswerte zum jeweiligen Wert des Referenzwertes in der zeitlichen Sequenz der Messung. In der Diagrammunterschrift ist die Berechnungsfunktion der Referenzwerte angegeben sowie das mittlere Residuum und die Standardabweichung der Residuen, die im Diagramm schraffiert eingezeichnet ist.

• 5.1 Vergleich mit Diethylether bei 10°C

	Referenz	Messung	$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$\Delta / u$
$\rho$	0,7252	0,7263	+0,0011 g/cm <sup>3</sup>	2‰	41
$-\Delta\rho/\Delta T$	0,0011	0,0011	$\pm 0,0000$ g/cm <sup>3</sup> ·K <sup>-1</sup>	---	@
<i>Zum Vergleich der Werte wurde das Messergebnis auf die Präzision der Referenzangabe gerundet.</i>					
$\eta$	0,259	0,262	+0,003 mPa·s	1%	0,5
$-\Delta\eta/\Delta T$	0,002	0,003	+0,001 mPa·s·K <sup>-1</sup>	50%	@

*Zum Vergleich der Werte wurde das Messergebnis auf die Präzision der Referenzangabe gerundet.*

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'DIETHYLETHER' gefunden werden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol  $\eta$  steht für die Messgröße,  $-\Delta\eta/\Delta T$  für die absolute Änderung bei einem Grad Temperaturabnahme (bei 10°C); die Zahl zu " $\Delta u$ " gibt ggf. an, um welchen Faktor die absolute Differenz von Mess- und Referenzwert größer ist als die angenommene Messunsicherheit. Das Zeichen "@" bringt zum Ausdruck, dass bei der Messgröße kein signifikanter Unterschied zwischen Mess- und Referenzwert auftritt.

• 5.2 Referenzwerte zu Dichte und Viskosität

--- DICHTEN --- REFERENZEN	(g/cm <sup>3</sup> )	ABWEICHUNG	REF. ID
1. Diethylether <sup>1</sup>	0,7252	-1,6‰	ID34.3
2. Triethylamin <sup>2</sup>	0,7245 (25°C)	-2,5‰	ID113.7
3. Isobutyl amin <sup>2</sup>	0,7296 (25°C)	+4,5‰	ID62.8
4. Diisopropylether <sup>2</sup>	0,7207 (25°C)	-0,77‰	ID36.7
5. Propyl amin <sup>2</sup>	0,7139 (25°C)	-1,7%	ID94.9
6. Butylamin <sup>2</sup>	0,7406 (25°C)	+2,0%	ID8.9
7. DKD-2AW <sup>1</sup>	0,7555	+4,0%	ID1263.6
8. Dodekan (Findenegg) <sup>1</sup>	0,75601	+4,1%	ID1373.2

--- VISKOSITÄT ---	(mPa·s)	ABWEICHUNG	REF. ID
1. Diethylether <sup>1</sup>	0,259	-1,1%	ID99.2
2. Isopentan <sup>1</sup>	0,247	-5,7%	ID121.2
3. Chlorethan <sup>1</sup>	0,280	+6,9%	ID40.0
4. 1-Hexen <sup>1</sup>	0,293	+12%	ID148.8
5. Dimethyl sulfid <sup>1</sup>	0,327	+25%	ID47.3
6. ethanthiol <sup>1</sup>	0,333	+27%	ID48.9
7. 2-Methylpentan <sup>1</sup>	0,334	+27%	ID159.7
8. 1-chlor-1,1-difluorethan <sup>1</sup>	0,336	+28%	ID30.7

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) <sup>1</sup>Referenzwert für 10°C berechnet.

Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben. **Bearbeitungshinweis:** Herkunft bzw. Richtigkeit der jeweiligen Referenzdaten sowie ggf. Zusatzinformationen können über den Vermerk zur Substanz in der Referenzdatenbank geprüft/geändert werden.

• 6. 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 ±2,6E-4 cm<sup>3</sup>, ~durchmesser 14,47 ±0,01 mm, ~länge 41,25 ±0,01 mm.

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

Nicht tauchendes Gewicht am Messzylinder (Lastträger, Haltekonus) 6,3188 g.

**Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,021 mm<sup>2</sup>, Umfang 0,515 mm, Aufhängungsart: fixierte Verbindung.

**Behälter/Röhre:** Durchmesser 16,005 ±0,005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 8 · 10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>.

**Bezugstemperatur** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

**Kinetische Energie-** Korrektur  $F_\zeta$ , Faktor Zeta:  $\zeta = 1,358$ .

**Individuelle Werte:** Eine Korrekturkraft ( $F_\theta$ ) wird nicht verwendet. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 77,1 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 35,9 mm.

**Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe ist als Mittelwert der Messunsicherheiten der Einzelmessungen angegeben ( $\pm 0,006$  mPa·s); die Messunsicherheit der Dichte ( $\pm 0,000032$  g/cm<sup>3</sup>) stammt - ausnahmsweise! - von der Standardabweichung der Regressionsfunktion.

*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.*

## • Meldungen

**MESSKÖRPERDIVERGENZ:** geänderte Messkörperdaten nach aktuellem Datenbankeinträgen aktualisiert! - Ergebnisse könnten sich geändert haben!

Parameter: -Vol. (T<sup>x</sup>), [cm<sup>3</sup>]: 6,9127 geändert zu 6,912689,

-kappa, [1E-6/K]: 50,719 $\mu$ -0,15768 $\mu$ 1,8972E-3 geändert zu 50,873 $\mu$ -0,18583 $\mu$ 3,8490E-3 $\mu$ -1,9601E-5. Begeben Sie sich ggf. ins Datenblatt und/oder Artefakteformular und prüfen dort bitte die Messkörperdaten.

*'Meldungen': Falls Besonderheiten auftreten, die sich mit der Auswertung herausstellen können, werden diese ggf. von der Software detektiert und hier zur Rückkopplung ausgegeben. Evtl. dienen diese Hinweise zur Korrektur der Abläufe und Angaben. Sie können bei der Bewertung und Einordnung der Ergebnisse helfen.*

*Wägewerte sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML); Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. Standardabweichungen: Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s<sup>2</sup>) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für  $\pm$ (Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) 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 13076, Datenbank imeterData29) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

---

## Programm

Data created by execution of the IMPro "**DiVA-B-Probenwechsel**", type 5/0. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt.

---

## Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (WZ224-CW) wurde zuletzt eine Minute nach dem Beginn dieser Messung justiert.

**IMETER ID23903733:** Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit<sup>\*)</sup> 0,2 mg, Dichte der Justiermasse<sup>\*)</sup> 8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte vgl. Tabelle unten; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec<sup>2</sup> für die Fallbeschleunigung<sup>\*)</sup>. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit  $\pm 0,01$ [K], R<sup>o</sup> 100,0018[Ohm], AutoCal 10[min] (BN<sup>o</sup>3, -10/100°C, 7S, FS15, Offset: -0,005). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit<sup>\*)</sup> 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 6.1.40, LizenzN<sup>o</sup> \*3037-4759\*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N<sup>o</sup>1480456102 (H, DIE PLATTE#).

<sup>\*)</sup>: Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden - etwa um individuelle Messunsicherheiten durch den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden im Audit-Log protokolliert und können zurückgenommen werden.

### eine Justierung der Wägezelle während der Messung:

Zeit: 2,1 [min] Korrektur: 0,0000 [g]

*Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeterData29.cal' gesondert gespeichert).*

**meteorologische Angaben, Luftdichte:**

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
1,0	45,97	20,68	96,166	1,13546
41,4	45,5	21,09	96,195	1,13416
63,5	45,39	21,3	96,209	1,13364
80,8	45,43	21,347	96,220	1,13339
107,1	45,05	21,48	96,263	1,13338
123,6	44,92	21,51	96,290	1,13362
139,1	44,76	21,53	96,298	1,13364
153,9	44,6	21,62	96,284	1,13313
176,2	45,26	21,654	96,308	1,13317
197,6	45,32	21,73	96,33	1,13312
213,9	45,21	21,74	96,346	1,13328

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphärendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten  $\phi$  relative Luftfeuchte (r.H.),  $T_a$  Lufttemperatur und  $p_a$  absoluter Luftdruck,  $\rho_{air}$  die Luftdichte Die Ablesungen wurden automatisch durch das i-SIF ausgeführt.

Report created by M. Breitwieser