

ID N° 11166 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Bio-Ketchup, 25°C

Tomaten Ketchup: Tomatenmark 70% (einfach konzentriert), Rohrzucker, Brantweinessig, Salz, Gewürze. pro 100g 1.7g Eiweiss, 20.6g Kohlehydrate, 0.1g Fett. Alnatura GmbH, Birkenbach

Sample/Ref.: **Ketchup** • pronounced shear thinning

Results at 25,00°C

Viscosity: η (50s⁻¹) = 2260 ± 29 mPa·s, ν = 891 ± 41 mm²/s

47 shear rates inc. ^{+exp}(0,0605 → 85,9)·s⁻¹, resolves τ^0 = 28,2 Pa, K = 18,7 Pa·s^{0,43} and n = 0,425

Density: ρ = 2,5373 ± 0,15 g/cm³

Vertical gradient of density: 110%

Report

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

• 1. MESSPRINZIP

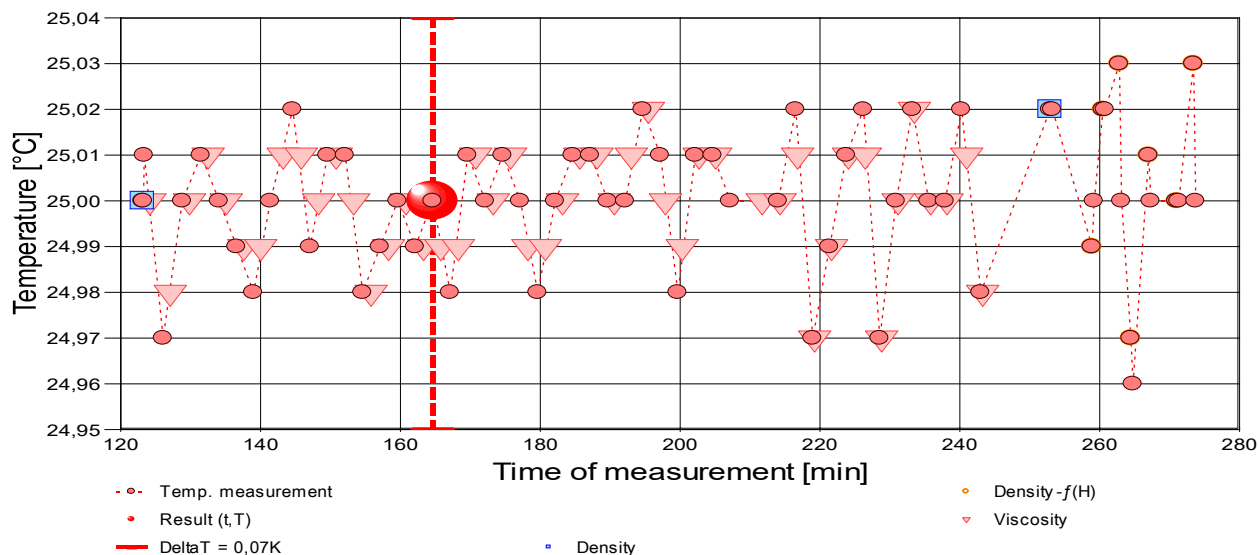
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. Wird die Plattform nach unten bewegt, so fließt das Probenfluid um den stillstehenden Messzylinder durch den exakt ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die von der Viskosität erzeugt wird. - Eine genaue Bewegungsgeschwindigkeit fördert ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist definiert, Strömung, Kraft, Geschwindigkeit und geometrische Verhältnisse folgen Navier-Stokes sowie einer analogen Form des Hagen-Poiseuille'schen Gesetzes und erlauben unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten und der Strömungskinetik eine ungewöhnlich genaue Bestimmung der absoluten Viskosität Newtonscher Fluide. Für nicht so normale Flüssigkeiten wird Viskosität 'scheinbare Viskosität' genannt. Über die Variation der Bewegungsgeschwindigkeit ist die Rheometerfunktion angesprochen - d.h. die Messung der 'Viskosität' in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit. Dem hier durchmessenen Bereich 0,0605 bis 85,886 /s kommt technisch die Bedeutung von Oberflächenverlauf bis etwa Rühren, stärkerem Mischen zu. -- Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte ρ (spezifische Masse, Massekonzentration) gibt die Stoffmenge an, die in einem bestimmten Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine temperatur- und druckabhängige Stoffkonstante. Die Dichte der untersuchten Flüssigkeit wurde hier simultan (sequenziell) mittels Auftriebswägung am ruhenden Zylinder-Messkörper bestimmt: Diese hydrostatische Wägung basiert darauf, dass "ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) um den Betrag leichter erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft des Messkörpers die Dichte exakt berechnet werden kann, ist die Bestimmtheit des Messkörpervolumens unter vorliegenden Umständen entscheidend - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung - Wird der vertikale Ort der Dichtemessung verändert - d.h. der Messkörper in verschiedene Höhen in der Röhre zur Messung der Dichte bewegt, kann die vertikale Dichteänderung - d.h. der Dichtegradient - gemessen werden.

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

• 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 47-mal gemessen, die Dichte zwei-mal sowie ein Dichtegradient. Messdauer fünf Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 25°C. - Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'

Protokoll'



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

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

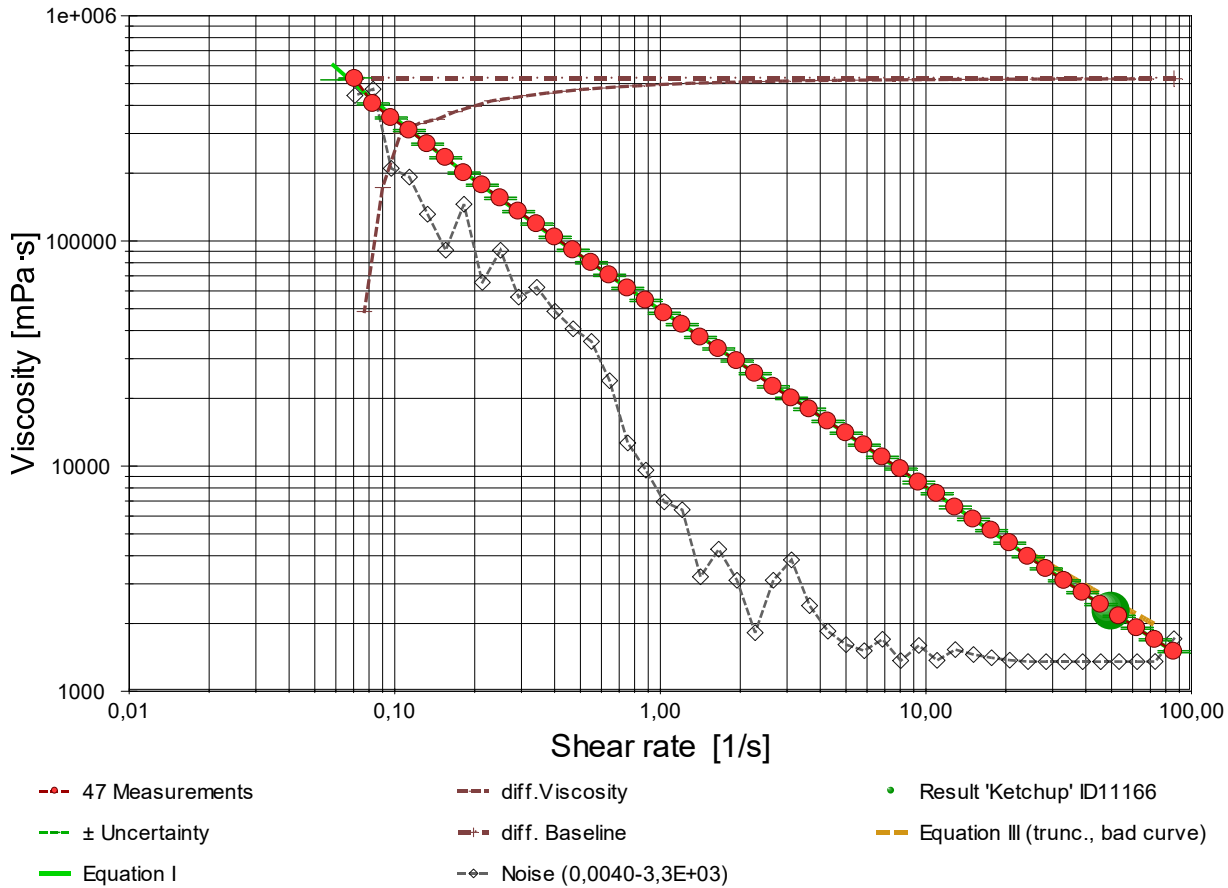
Temperatur Ketchup-Probe in Rheometrie-Messung: 25,00 ± 0,01 °C, Zeitbereich: 124,2 bis 243,3 Minuten. Die 47 Viskositätsmesswerte wurden mit ebenso vielen unterschiedlichen Schergeschwindigkeiten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 0,060452 bis 85,886 s⁻¹ wobei die scheinbare Viskosität (η') Werte zwischen 1690 bis 5,25·10⁵ mPa·s erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung 2260 ± 25 mPa·s für $\dot{\gamma}$ = 50 s⁻¹ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

$$\eta'_{25,0^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 49385 \cdot \dot{\gamma}^{-0,79045} + 0,0099828 \cdot \ln(\dot{\gamma}) - 0,0056137 \cdot \ln(\dot{\gamma})^2 + 8,1612 \cdot 10^{-4} \cdot \ln(\dot{\gamma})^3$$

Gleichung I, $r^2 = 0,999942$, $\sigma \pm 0,013\%$

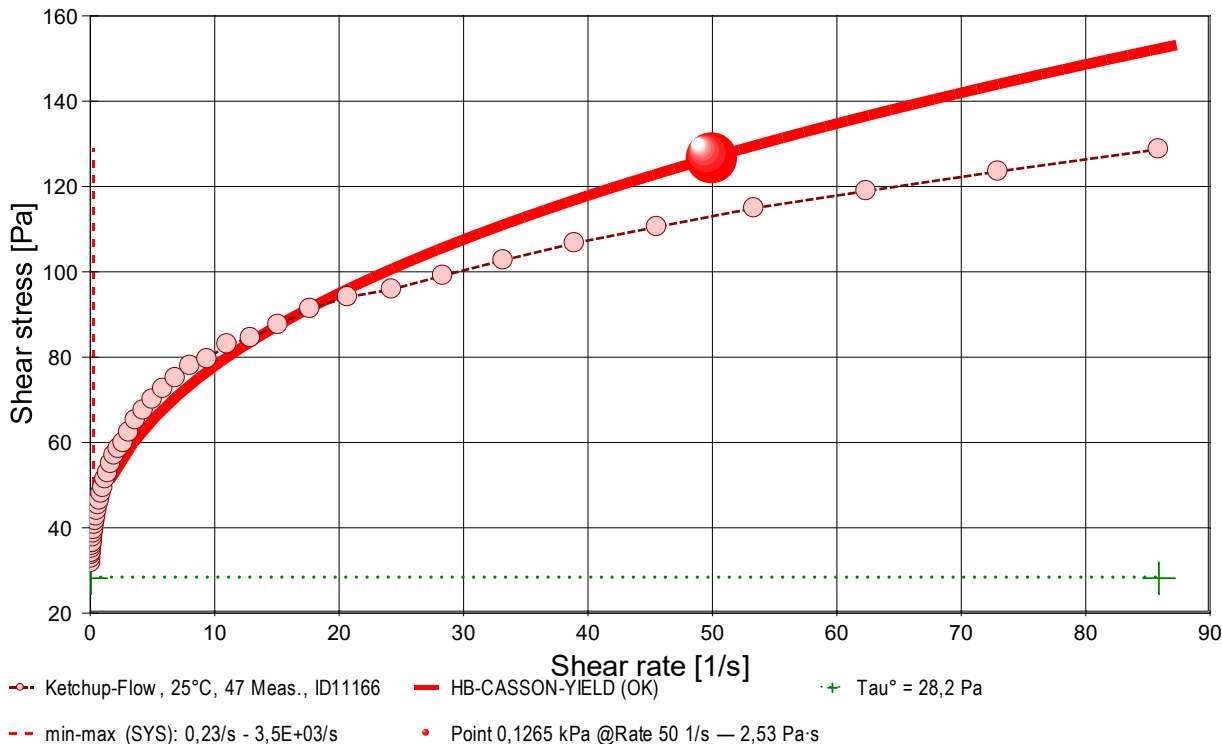
- Es wird von ("scheinbare Viskosität" gesprochen, da bei nicht-newtonischen Fluiden ein parabelförmiges Strömungsprofil ungewiss ist. - Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird 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-Log-Log'



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Log-Log", zeigt die Viskositätswerte η' als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ($\pm \Delta\sigma$, Tabelle III). Der numerische Differenzenquotient der 47 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 Schergredienten 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 (lin)'



- Die dynamische Viskosität ist definiert als das Verhältnis von Schubspannung zu Schergeschwindigkeit ($\eta = \tau / \dot{\gamma}$) und ist für newtonische Fluide zu allen Verhältnisse von τ und $\dot{\gamma}$ konstant. - Das Diagramm 3, "Fließkurve (lin)", 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 Herschel & Buckley (HB) eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in **Ketchup** bei 25°C beschreibt die Gleichung II insgesamt unbefriedigend:

$$\tau \text{ [Pa]} = 28,2 + 18,7 \cdot \dot{\gamma}^{0,425} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,942, \sigma \pm 6,6\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = 28,2 \text{ Pa}$), Konsistenz ($K = 18,7 \text{ Pa}$) und Fließindex ($n = 0,425$) charakterisieren das Fließverhalten der Ketchup-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus dem geläufigen Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Scherung:

$$\eta' [\text{Pa}\cdot\text{s}] = 28,2 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 18,7 \cdot \dot{\gamma}^{-0,575} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = 0,9974, \sigma_{\text{abs.}} \pm 6,9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

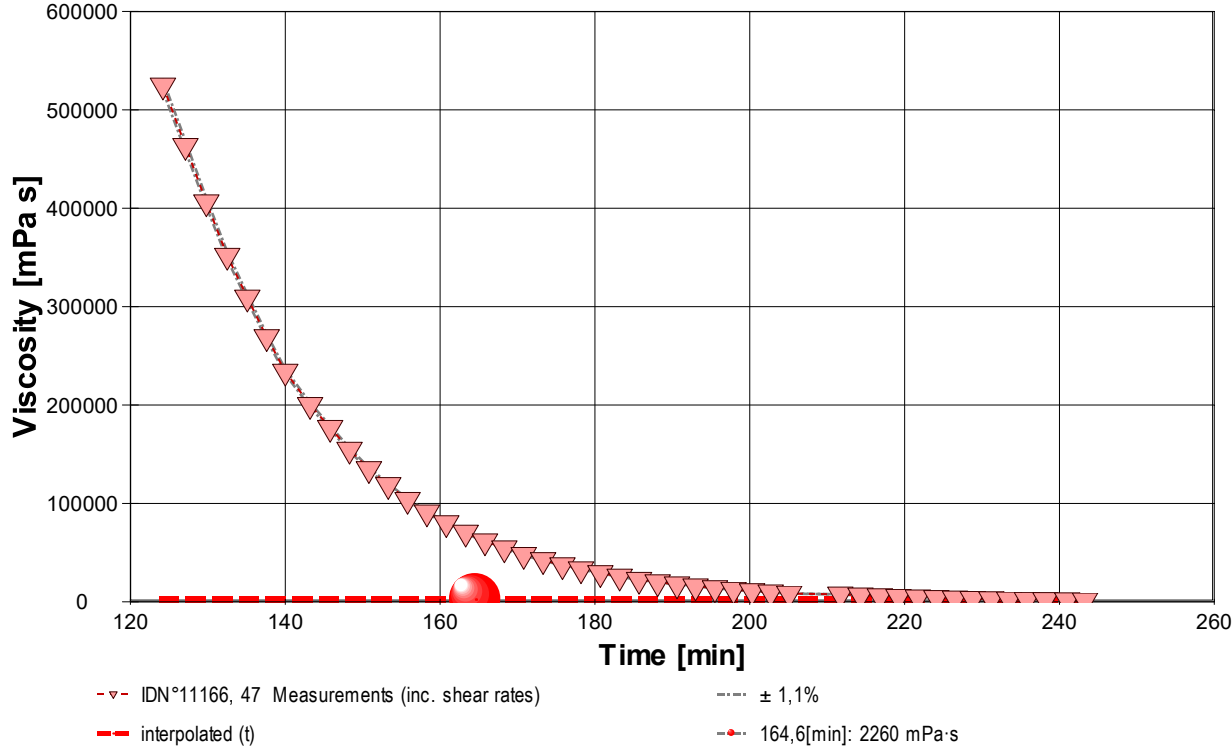
Der Flow-Index n klassifiziert die Ketchup-Probe: • **dominante Pseudoplastizität.**

- Hohe strukturelle Stabilität. Das Material zeigt ausgeprägte plastische Eigenschaften; der Yield-Stress dominiert das Kurzzeitverhalten.
- Der Yield Stress ist konsistent mit der strukturellen Viskosität der Probe.
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ($\dot{\eta}$).

- Die Begriffe 'Yield Stress', 'Fließgrenzspannung', 'Fließgrenze' sind synonym, um eine *Rigidität* am quasi ruhenden Fluid zu quantifizieren.

- <Bitte beachten: die automatisch erzeugten Texte und Gleichungen sind grundsätzlich mit Vorsicht zu betrachten. Verfahren und aufbereitete Ergebnisse erfordern Expertise und fachmenschliche Besprechung.>

- Diagramm 4. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-f(t)'



- Im Diagramm 4, "eta-f(t)", 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° IDN°11166	t [min]	θ [°C]	η' [mPa·s]	v _z [mm/s]	F _z [mN]	τ [Pa]	v _{max} [mm/s]	γ̇ [s ⁻¹]	Re [Zahl]
1.	124,2	25,00	5,248E+05	0,01000	100,0251	31,73	0,03150	0,060452	4,60E-07
2.	127,1	24,98	4,635E+05	0,01171	103,4184	32,80	0,03687	0,070773	6,09E-07
3.	129,8	25,00	4,062E+05	0,01371	106,1203	33,66	0,04318	0,082871	8,12E-07
4.	132,5	25,01	3,519E+05	0,01605	107,6110	34,13	0,05054	0,097008	1,10E-06
5.	135,1	25,00	3,093E+05	0,01878	110,6955	35,11	0,05914	0,11350	1,46E-06
6.	137,6	24,99	2,692E+05	0,02199	112,7960	35,78	0,06925	0,13291	1,96E-06
7.	140,0	24,99	2,340E+05	0,02573	114,7394	36,39	0,08103	0,15552	2,63E-06
8.	143,2	25,01	2,002E+05	0,03014	114,9766	36,47	0,09492	0,18218	3,59E-06
9.	145,8	25,01	1,769E+05	0,03535	119,1849	37,80	0,1113	0,21369	4,76E-06
10.	148,3	25,00	1,547E+05	0,04139	121,9986	38,70	0,1304	0,25018	6,36E-06
11.	150,8	25,01	1,350E+05	0,04842	124,5830	39,52	0,1525	0,29270	8,52E-06
12.	153,3	25,00	1,188E+05	0,05670	128,3911	40,72	0,1786	0,34273	1,13E-05
13.	155,8	24,98	1,038E+05	0,06638	131,2578	41,63	0,2091	0,40128	1,51E-05
14.	158,3	24,99	90920	0,07767	134,5767	42,69	0,2446	0,46948	2,02E-05
15.	160,8	25,00	80000	0,09103	138,7971	44,02	0,2867	0,55027	2,69E-05
16.	163,3	24,99	70380	0,1065	142,9105	45,33	0,3356	0,64405	3,57E-05
17.	165,8	24,99	61570	0,1247	146,3421	46,42	0,3928	0,75396	4,77E-05
18.	168,3	24,99	54440	0,1460	151,4975	48,05	0,4599	0,88262	6,30E-05
19.	170,8	25,01	47740	0,1711	155,6846	49,38	0,5389	1,0343	8,41E-05
20.	173,3	25,00	42500	0,2001	162,0320	51,39	0,6301	1,2094	1,10E-04
21.	175,8	25,01	37280	0,2343	166,5016	52,81	0,7380	1,4165	1,47E-04
22.	178,2	24,99	33140	0,2746	173,4085	55,00	0,8648	1,6597	1,93E-04
23.	180,7	24,99	29300	0,3216	179,5797	56,96	1,013	1,9439	2,56E-04
24.	183,2	25,00	25730	0,3763	184,5594	58,54	1,185	2,2748	3,40E-04
25.	185,7	25,01	22490	0,4405	188,8304	59,89	1,387	2,6627	4,55E-04

26.	188,1	25,01	19990	0,5159	196,5293	62,34	1,625	3,1187	5,99E-04
27.	190,6	25,00	1,79E+04	0,6037	205,6428	65,2	1,90	3,649	7,8E-04
28.	193,0	25,01	15800	0,7073	212,9025	67,53	2,228	4,2753	0,00104
29.	195,5	25,02	13990	0,8280	220,8449	70,05	2,608	5,0053	0,00137
30.	197,9	25,00	12390	0,9693	228,8280	72,58	3,053	5,8592	0,00180
31.	200,3	24,99	10940	1,135	236,7364	75,09	3,576	6,8633	0,00239
32.	202,7	25,01	9703	1,329	245,8054	77,97	4,187	8,0354	0,00315
33.	205,1	25,01	8450	1,556	250,7433	79,5	4,90	9,408	0,0042
34.	211,7	25,00	7537	1,823	261,7867	83,03	5,740	11,018	0,00553
35.	214,3	25,00	6550	2,134	266,4164	84,5	6,72	12,90	0,0074
36.	216,8	25,01	5800	2,499	276,1180	87,6	7,87	15,11	0,0098
37.	219,2	24,97	5168	2,924	288,0191	91,36	9,209	17,676	0,0129
38.	221,7	24,99	4546	3,423	296,5993	94,08	10,78	20,692	0,0171
39.	224,1	25,01	3956	4,009	302,2975	95,88	12,63	24,237	0,0230
40.	226,5	25,01	3496	4,691	312,4911	99,12	14,77	28,354	0,0304
41.	228,8	24,97	3093	5,494	323,8587	102,7	17,30	33,208	0,0402
42.	231,2	25,00	2741	6,441	336,5106	106,7	20,29	38,934	0,0530
43.	233,5	25,02	2426	7,536	348,4675	110,5	23,74	45,556	0,0700
44.	235,8	25,00	2154	8,827	362,3488	114,9	27,80	53,357	0,0922
45.	238,2	25,00	1906	10,32	374,9856	118,9	32,51	62,388	0,122
46.	241,0	25,01	1693	12,07	389,4394	123,5	38,02	72,977	0,160
47.	243,3	24,98	1499	14,21	405,8269	128,7	44,75	85,886	0,212

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

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte *F_z* angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft (*F_w*) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder (*F_p*) und Aufhängung (*F_{hp}*), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspalt (*F_ζ*), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (*F_{hη}*), 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 Bewegungsgeschwindigkeit 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* 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 *γ*, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

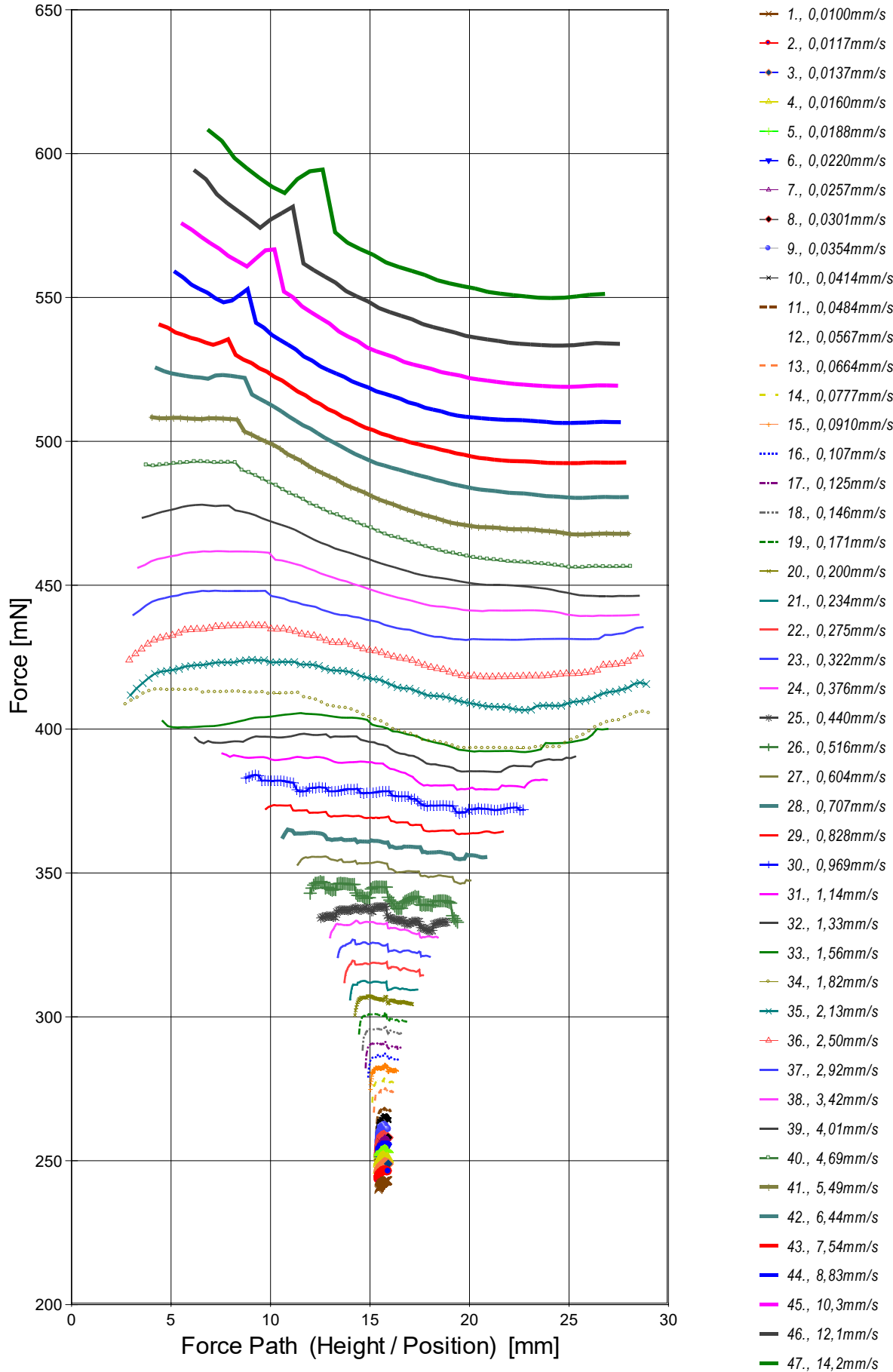
N°	<i>F_w</i>	<i>σ_{Fw}</i>	<i>σ_{Fw rel}</i>	<i>F_p</i>	<i>F_{hp}</i>	<i>F_ζ</i>	<i>F_{hη}</i>	<i>N/n</i>
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
1.	242,9756	0,1169	0,48‰	142,7619	0,06790	7,75E-08	0,257	38/98
2.	246,3775	0,1520	0,62‰	142,7619	0,06769	1,06E-07	0,265	48/98
3.	249,0862	0,1973	0,79‰	142,7619	0,06753	1,45E-07	0,272	42/97
4.	250,5815	0,09548	0,38‰	142,7619	0,06760	1,99E-07	0,276	33/97
5.	253,6732	0,1467	0,58‰	142,7619	0,06725	2,71E-07	0,283	33/96
6.	255,7796	0,1922	0,75‰	142,7619	0,06728	3,72E-07	0,289	36/95
7.	257,7281	0,2173	0,84‰	142,7619	0,06718	5,08E-07	0,294	34/94
8.	257,9659	0,4610	0,18‰	142,7619	0,06703	6,96E-07	0,294	46/93
9.	262,1845	0,1332	0,51‰	142,7619	0,06676	9,56E-07	0,305	25/92
10.	265,0065	0,5770	0,22‰	142,7619	0,06692	1,31E-06	0,313	45/92
11.	267,5981	0,3833	0,14‰	142,7619	0,06694	1,79E-06	0,320	42/92
12.	271,4164	0,5459	0,20‰	142,7619	0,06690	2,45E-06	0,330	45/92
13.	274,2910	0,5377	0,20‰	142,7619	0,06692	3,35E-06	0,338	45/92
14.	277,6191	0,5989	0,22‰	142,7619	0,06694	4,58E-06	0,347	45/92
15.	281,8512	0,7041	0,25‰	142,7619	0,06700	6,28E-06	0,359	45/92
16.	285,9760	0,6811	0,24‰	142,7619	0,06703	8,59E-06	0,371	43/92
17.	289,4196	0,2636	0,091‰	142,7619	0,06756	1,18E-05	0,383	34/92
18.	294,5899	0,4101	0,14‰	142,7619	0,06773	1,61E-05	0,398	35/92
19.	298,7897	0,3139	0,11‰	142,7619	0,06794	2,21E-05	0,411	36/92
20.	305,1542	0,3287	0,11‰	142,7619	0,06788	3,01E-05	0,428	33/92
21.	309,6404	0,2607	0,84‰	142,7619	0,06862	4,12E-05	0,445	36/92
22.	316,5667	0,5428	0,17‰	142,7619	0,06865	5,65E-05	0,465	34/92
23.	322,7551	0,2882	0,89‰	142,7619	0,06863	7,74E-05	0,482	30/92
24.	327,7728	0,1463	0,45‰	142,7619	0,07245	1,06E-04	0,524	14/92
25.	332,0531	1,166	0,35‰	142,7619	0,07188	1,45E-04	0,533	29/92
26.	339,7684	1,169	0,34‰	142,7619	0,07096	1,98E-04	0,548	36/92
27.	348,9229	1,36	0,39‰	142,7619	0,0730	2,71E-04	0,591	37/92
28.	356,2305	0,8648	0,24‰	142,7619	0,07651	3,72E-04	0,642	25/92
29.	364,2078	0,4311	0,12‰	142,7619	0,07777	5,08E-04	0,678	28/92
30.	372,2561	0,3023	0,81‰	142,7619	0,08266	6,96E-04	0,748	17/92
31.	380,1751	1,022	0,27‰	142,7619	0,08066	9,53E-04	0,756	34/92
32.	389,3704	0,1165	0,30‰	142,7619	0,09156	0,00130	0,893	4/92
33.	394,2752	2,18	0,55‰	142,7619	0,0857	0,00179	0,854	36/92
34.	405,5465	0,4359	0,11‰	142,7619	0,1053	0,00244	1,10	4/93
35.	410,0361	2,54	0,62‰	142,7619	0,0885	0,00334	0,943	37/91
36.	419,7794	1,84	0,44‰	142,7619	0,0890	0,00457	0,984	34/89
37.	431,7285	0,9810	0,23‰	142,7619	0,08919	0,00625	1,03	34/88
38.	440,3832	0,8533	0,19‰	142,7619	0,09283	0,00855	1,11	25/85
39.	446,2185	0,06289	0,14‰	142,7619	0,1027	0,0117	1,25	6/84
40.	456,4560	0,05803	0,13‰	142,7619	0,1023	0,0160	1,29	5/81
41.	467,8782	0,06462	0,14‰	142,7619	0,1023	0,0219	1,34	5/78
42.	480,5990	0,07424	0,15‰	142,7619	0,1028	0,0301	1,40	5/76
43.	492,6145	0,04397	89 ppm	142,7619	0,1025	0,0411	1,45	4/74
44.	506,5545	0,1562	0,31‰	142,7619	0,1013	0,0563	1,49	8/70
45.	519,3061	0,1767	0,34‰	142,7619	0,1041	0,0769	1,59	4/62
46.	533,8671	0,3274	0,61‰	142,7619	0,1051	0,105	1,67	4/54
47.	550,3025	0,4459	0,81‰	142,7619	0,1009	0,145	1,67	7/46

Tabellensymbole: *F_w* Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], *σ_{Fw}* Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären

Bereiche [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_z 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_z die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarkviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

- 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 Σ_{σ} . Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 2,07 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 18,3 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [μPa/mm]	H _{Start} [mm]	L _{cn} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [μm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
1.	3100	15,419	0,500	2,005	0	11,9900	23,5000	5374	1,0%
2.	3200	15,419	0,502	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	4764	1,0%
3.	3310	15,419	0,500	2,005	0	11,9900	23,5000	4201	1,0%
4.	1470	15,419	0,504	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	3593	1,0%
5.	1340	15,419	0,501	2,005	0	11,9900	23,5000	3173	1,0%
6.	915	15,419	0,500	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	2776	1,0%
7.	630	15,419	0,500	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	2421	1,0%
8.	1010	15,419	0,501	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	2190	1,1%
9.	451	15,404	0,531	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1810	1,0%
10.	630	15,359	0,622	2,005	0	11,9900	23,5000	1736	1,1%
11.	386	15,306	0,728	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1435	1,1%
12.	428	15,244	0,852	2,005	0	11,9900	23,5000	1310	1,1%
13.	333	15,172	0,998	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	1138	1,1%
14.	277	15,087	1,166	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1010	1,1%
15.	242	14,987	1,368	2,005	0	11,9900	23,5000	910	1,1%
16.	159	14,871	1,602	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	791	1,1%
17.	79,6	14,735	1,875	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	636	1,0%
18.	57,9	14,576	2,196	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	573	1,1%
19.	39,2	14,388	2,570	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	495	1,0%
20.	35,5	14,170	3,009	2,005	0	11,9900	23,5000	441	1,0%
21.	13,2	13,914	3,522	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	384	1,0%
22.	20,5	13,614	4,124	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	353	1,1%
23.	12,3	13,262	4,830	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	302	1,0%
24.	3,28	12,852	5,656	2,005	0	11,9900	23,5000	263	1,0%
25.	12,4	12,370	6,616	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	268	1,2%
26.	17,4	11,807	7,744	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	236	1,2%
27.	7,35	11,146	9,074	2,005	0	11,9900	23,5000	217	1,2%
28.	3,48	10,375	10,630	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	173	1,1%
29.	1,82	9,470	12,445	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	145	1,0%
30.	1,13	8,410	14,578	2,005	0	11,9900	23,5000	127	1,0%
31.	2,45	7,172	17,042	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	121	1,1%
32.	0,106	5,723	19,979	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	99	1,0%
33.	1,72	4,018	23,376	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	113	1,3%
34.	0,128	2,077	27,485	2,005	0	11,9900	23,5000	78	1,0%
35.	1,25	2,079	27,441	2,005	0	11,9900	23,5000	91	1,4%
36.	0,724	2,087	27,244	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	71	1,2%
37.	0,386	2,090	27,486	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	55	1,1%
38.	0,151	2,097	27,419	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	48	1,1%
39.	0,0121	2,121	27,585	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	40	1,0%
40.	0,00811	2,110	27,393	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	36	1,0%
41.	0,00897	2,131	27,468	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	31	1,0%
42.	0,00781	2,138	27,695	2,005	0	11,9900	23,5000	28	1,0%
43.	0,00405	2,153	27,884	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	25	1,0%
44.	0,0109	2,171	27,981	2,005	0	11,9900	23,5000	22	1,0%
45.	0,00649	2,181	28,279	2,005	0	11,9900	23,5000	19	1,00%
46.	0,0125	2,228	28,853	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	17	1,0%
47.	0,0252	2,272	28,700	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	15	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 [μPa/mm], *H_{Start}* Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], *L_{cn}* Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm]. *D_{RSP}* Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], *ΔD_{RSP}* Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [μm], *Ø_{zyl.}* Durchmesser des Messzylinders [mm], *L_{zyl.}* Länge des Messzylinders [mm] . *Σσ* Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und *Σσ_{rel.}* relative Unsicherheit des Viskositätswertes.

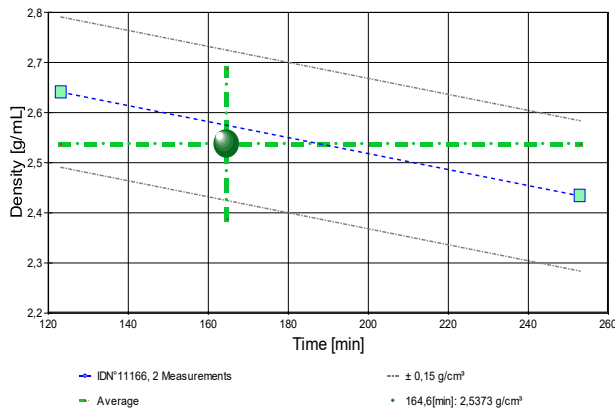
- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Bewegungstrecke dar (ΔF/Δs); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert 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. DICHT-MESSUNG (UNGÜLTIG)

Zwei Messwerte; Zeitbereich 123 bis 253 min, Temperatur ΔT=0,02 K (ϑ=25,01 ±0,01°C)

Ergebnis: 2,5373 ±0,15g/cm³ als Mittelwert. Der Bereich der Messunsicherheit von ±0,00046 wird überschritten!

→ Diagramm 6. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-f(t)²'



- Im Diagramm 6, "rho-f(t)", 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	ϑ	ρ	H	ω	Δρ _ω	N	F _A	F _{korr.}
IDN°11166	[min]	[°C]	[g/cm ³]	[mm]	[s]	[g/cm ³]	Werte & Trend	[mN]	[mN], TSymb.
1.	123,2	25,00	2,6407	5,050	4,1	-0,018	14	142,762	0,124 ‡
2.	252,9	25,02	2,4338	5,050	10,2	-0,040	14	148,271	0,033 ‡
3.	258,9	24,99	2,5403	2,357 ◊	10,2	-0,056	14	145,387	0,032 ‡
4.	260,5	25,02	-0,0895	4,715 ◊	10,2	0,049	14	216,555	0,018 †
5.	262,8	25,03	-0,1112	7,072 ◊	10,2	0,019	14	217,141	0,017 †
6.	264,5	24,97	-0,2967	9,429 ◊	10,2	0,050	14	222,160	0,014 †
7.	267,0	25,01	-0,1122	11,786 ◊	10,2	0,031	14	217,168	0,016 †
8.	271,0	25,00	0,1057	14,143 ◊	10,2	0,012	14	211,273	0,020 †
9.	273,4	25,03	-0,0850	16,501 ◊	10,6	0,013	14	216,431	0,016 †

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], Δρ_ω Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm³], N Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägewertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, F_A Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], F_{korr.} zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauschenden Suspensionslänge [mN].

- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (H=0mm). Die zu F_{korr.} nachgestellten Zeichen "†" oder "‡" symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ("†" für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren, "‡" für absolute Werte mit Drift- und Meniskuseliminierung (Patentverfahren)). "†" steht für 'übertragene Korrekturkraft'

• 5. DICHTEGRAIENT

failed.

• 6. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

a). **Messkörper:** Name **12 /16 DiVA-Std**, b). IdentN° 382, c). Spaltweite 2,005 mm.

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

f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse 21,8282 ± 0,0002 g, ~volumen 2,7594 ± 0,0005 cm³, ~durchmesser 11,99 ± 0,002 mm, ~länge 23,5 ± 0,01 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 48·10⁻⁶K⁻¹. g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,1257 mm², Umfang 1,2571 mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser 16 ± 0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 30·10⁻⁶K⁻¹.

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: ζ = 1.

Individuelle Werte: l). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 54,6 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 31,1 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die relative Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus der Standardmessunsicherheit der Ausgleichsfunktion ermittelt und beträgt 1,3%; die n). Messunsicherheit der Dichte ±0,15 g/cm³ stammt ebenfalls - ausnahmsweise! - von der Standardabweichung der Regressionsfunktion.

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

System control

Insgesamt 3 x falsche Ansteuerungen im Meniskuseliminierverfahren (Position der Auftriebsmessung), bei den Minutenzeiten 123,2 und 252,9 und 258,9 Minuten - die mutmaßlich 'wahre Dichte' ist kleiner als dort gemessen!

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-A1", type 5/0. Measuring process performed accordingly.

(the digital twin of process IDN°11166 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured basal raw data)

Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (WZ224-CW) wurde am Vortag dieser Messung von *Labor* justiert.

IMETER ID16405542: 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} 1,104 kg/m³; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s². Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.6.34, LizenzN° *3037-4759*, W. 6.0- Betriebssystem auf PC Ser.N°609650943 (C,).

.....

Kommentar/Bewertung/Interpretation:

Elne sinnvolle Dichtemessung (nach std.-Verfahren) kam nicht zustande. Die hohe Fließgrenze & Viskoelastizität vereiteln auch die Dichtegradientenmessung. Bei der rel. hohen dynamischen Viskosität fällt der Dichtefehler praktisch nicht ins Gewicht. Die kinematische Viskosität ist jedoch durch eine falsche Dichte betroffen und wertlos.

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

.....