

# ID N° 11202 - DiVA-Method: Rheological Measurement

## PEG400 (Polyethylenglycol) rheo+Gradient

Literaturangaben: PEG400, M=380-420, Dichte: 1.128 g/cm<sup>3</sup>, kinematische Viskosität: 90.0 mm<sup>2</sup>/s ( $\eta = 101.5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ), 25°C.

Sample/Ref.: **PEG400** • ideal Newtonian (nearly perfect)

Results at 25,00°C

Viscosity:  $\eta_{(50\text{s}^{-1})} = 95,5 \pm 1,1 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $\nu = 85,1 \pm 1,6 \text{ mm}^2/\text{s}$

3 x 35 shear rates inc.  $\cdot \exp(1,14 \rightarrow 90,7) \cdot \text{s}^{-1}$ , resolves  $K = 96,29 \text{ mPa}\cdot\text{s}^{1,00}$  and  $n = 0,9981$

Density:  $\rho = 1,1224 \pm 0,0002 \text{ g/cm}^3$

Vertical gradient of density: 0,007%

## Report

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

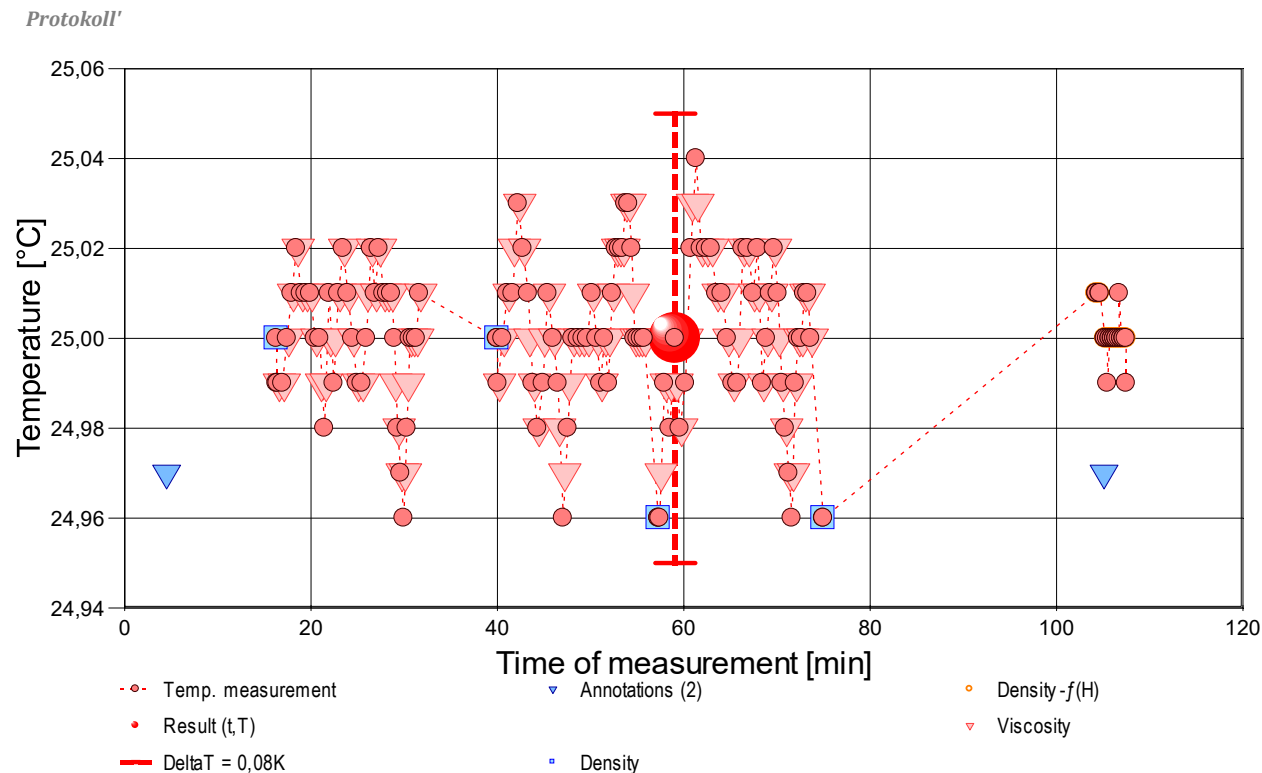
### • 1. MESSPRINZIP

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 1,14 bis 90,674 /s kommt technisch die Bedeutung von Ausgießen, Verlaufen bis etwa Rühren, stärkerem Mischen zu. -- Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte  $\rho$  (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-Ergebnisse sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Glaskapillarrisviskosimeter, Hydrometer, Pyknometer). Referenz M5 DiVA <https://imeter.de/?view=article&id=73>

### • 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 105-mal gemessen, die Dichte vier-mal sowie ein Dichtegradient. Messdauer zwei Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 25°C. - Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'



4,5' : OK - Blasenfrei!

105,1' : längere Zeit pausiert - ohne Umwälzung - Dichtegradient?

- 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 und orangefarbene Kreuze für Auftriebsmessungen für die Bestimmung von Dichtegradienten. Die Dreiecke zeigen jene Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer die oben angegebenen Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

### • 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

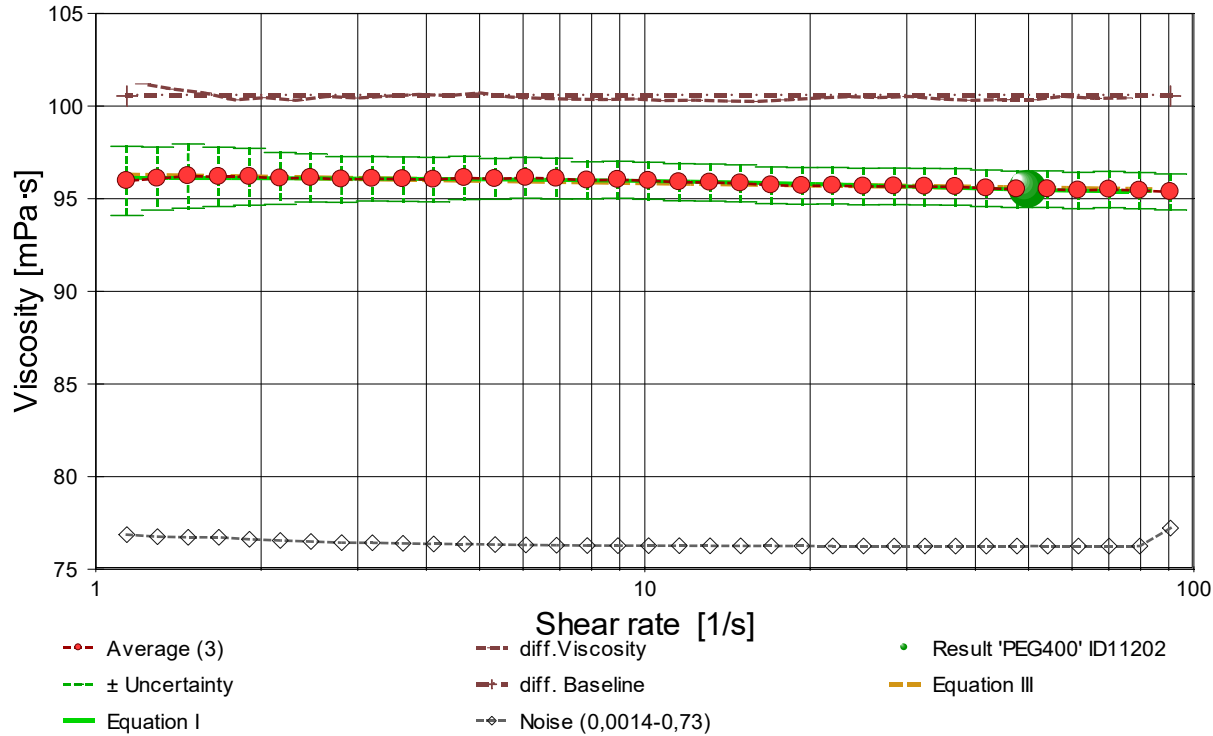
Temperatur PEG400-Probe in Rheometrie-Messung: 25,00 ± 0,01 °C, Zeitbereich: 16,6 bis 73,8 Minuten. Die 105 Viskositätsmesswerte wurden mit 35 unterschiedlichen Scherraten ( $\dot{\gamma}$ ) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 1,138 bis 90,674 s<sup>-1</sup> wobei die Viskosität ( $\eta$ ) Werte zwischen 95,3 bis 96,4 mPa·s erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung 95,48 ± 1,1 mPa·s für  $\dot{\gamma}=50$  s<sup>-1</sup> wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten bestimmt:

$$\eta_{25,0^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 96,147 \cdot e^{(-2,1147 \cdot 10^{-4} \cdot \dot{\gamma} + 1,4574 \cdot 10^{-6} \cdot \dot{\gamma}^2)}$$

Gleichung I,  $r^2 = 0,939$ ,  $\sigma \pm 6,8\text{E-}04\%$

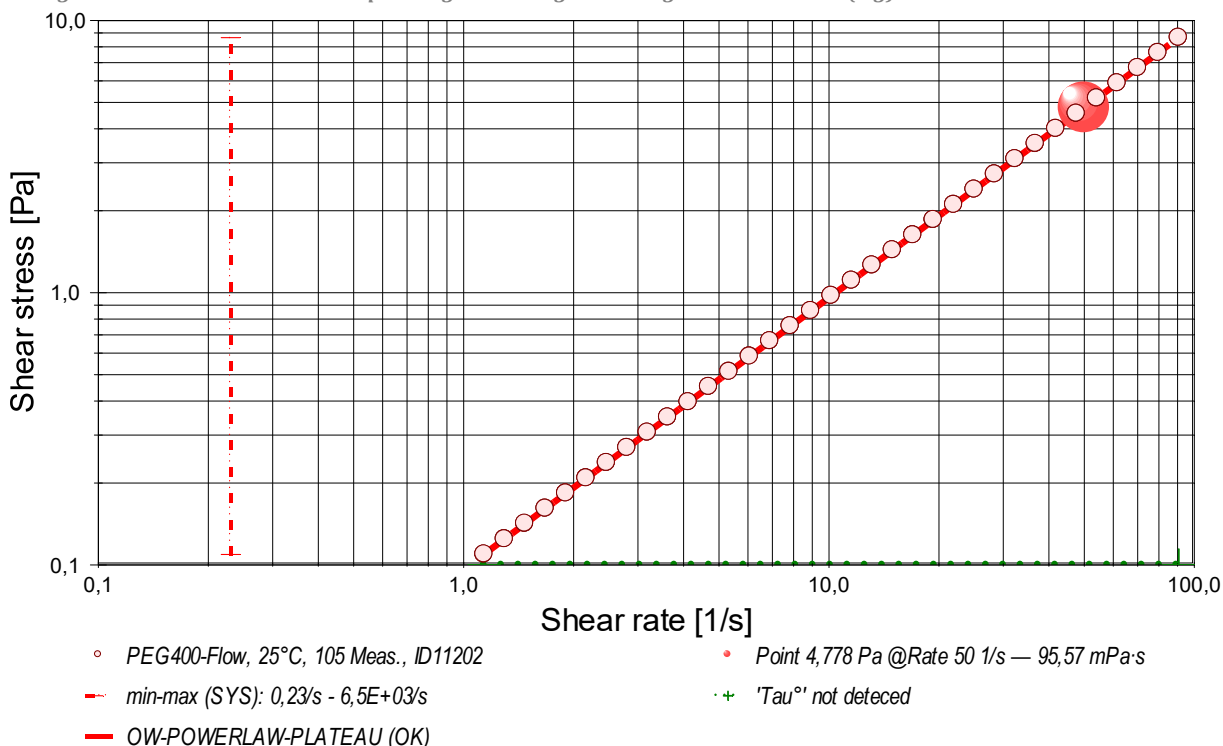
- Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren quadratischen relativen Fehler. Diese Messunsicherheit wird als relative Standardabweichung " $\sigma \pm U\%$ " der Regressionsgleichung ausgewiesen.

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



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Lin-Log", zeigt die Viskositätswerte  $\eta$  als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ( $\pm \sigma$ , Tabelle III). Die Ausgangsdaten stammen von einer Messwert-Mittelung über gleiche Scherraten in den drei durchlaufenen Zyklen. (vgl. *Zeit-Visko-Chart*). Der numerische Differenzenquotient der 35 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)'



- 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  $\tau$  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 PEG400 bei 25°C beschreibt die Gleichung II insgesamt exzellent:

$$\tau \text{ [Pa]} = 0,09629 \cdot \dot{\gamma}^{0,9981} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,9999985, \sigma \pm 0,12\%$$

Konsistenz ( $K = 96,29 \text{ mPa}$ ) und Fließindex ( $n = 0,9981$ ) charakterisieren das Fließverhalten der PEG400-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus dem klassischen 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 Schergeschwindigkeit:

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = 96,29 \cdot \dot{\gamma}^{-0,0019} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = \sim 0, \text{VK} = 0,28\%, \sigma_{\text{abs.}} \pm 0,27 \text{ mPa}\cdot\text{s}$$

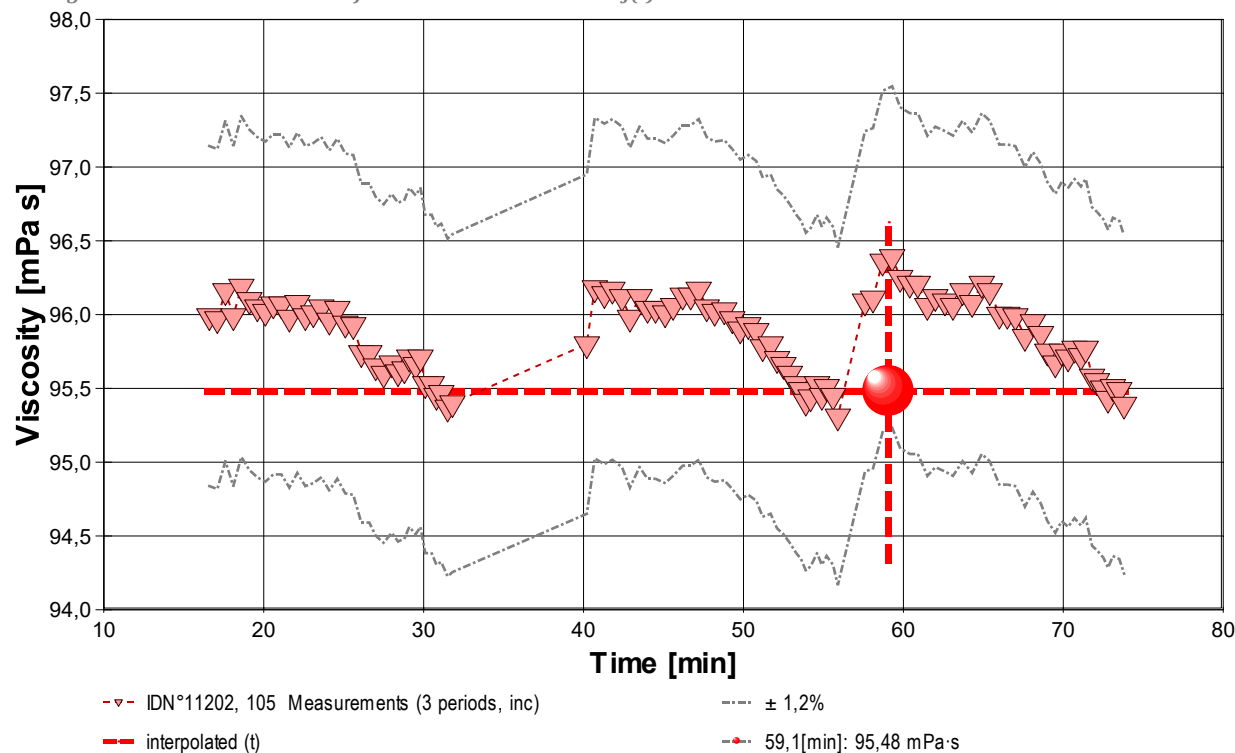
Der Flow-Index  $n$  klassifiziert die PEG400-Probe: • **Newtonsche Idealdynamik**.

- 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* ( $\dot{\gamma}$ ).

<sup>1</sup>M5 DiVA - DifferentialViscosity-Axio-rheometry. M5 DiVA means real-flow-Rheometry.

- <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-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°11202	t [min]	θ [°C]	η [mPa·s]	v <sub>z</sub> [mm/s]	F <sub>z</sub> [mN]	τ [Pa]	v <sub>max</sub> [mm/s]	γ̇ [s <sup>-1</sup> ]	Re [Zahl]
1.	16,6	24,99	96,0	0,1883	0,3444	0,109	0,593	1,138	0,020
2.	17,1	24,99	96,0	0,2142	0,3918	0,124	0,675	1,295	0,023
3.	17,6	25,00	96,2	0,2436	0,4464	0,142	0,767	1,473	0,026
4.	18,1	25,01	96,0	0,2771	0,5070	0,161	0,873	1,675	0,030
5.	18,6	25,02	96,2	0,3152	0,5778	0,183	0,993	1,905	0,034
6.	19,1	25,01	96,1	0,3585	0,6566	0,208	1,13	2,167	0,038
7.	19,6	25,01	96,0	0,4078	0,7464	0,237	1,28	2,465	0,044
8.	20,1	25,01	96,0	0,4638	0,8487	0,269	1,46	2,804	0,050
9.	20,6	25,00	96,1	0,5275	0,9658	0,306	1,66	3,189	0,056
10.	21,1	24,99	96,1	0,6000	1,0985	0,348	1,89	3,627	0,064
11.	21,6	24,99	96,0	0,6824	1,2483	0,396	2,15	4,125	0,073
12.	22,1	25,00	96,1	0,7762	1,4214	0,451	2,44	4,692	0,083
13.	22,6	25,00	95,99	0,8829	1,6152	0,5123	2,781	5,3370	0,0944
14.	23,1	25,01	96,01	1,004	1,8375	0,5828	3,163	6,0707	0,107
15.	23,6	25,02	96,05	1,142	2,0908	0,6632	3,597	6,9046	0,122
16.	24,1	25,01	95,96	1,299	2,3758	0,7536	4,092	7,8533	0,139
17.	24,6	25,00	96,04	1,478	2,7046	0,8579	4,654	8,9326	0,158

18.	25,1	24,99	95,94	1,681	3,0731	0,9747	5,294	10,160	0,180
19.	25,6	24,99	95,93	1,912	3,4948	1,108	6,021	11,556	0,205
20.	26,1	25,01	95,74	2,174	3,9675	1,258	6,848	13,144	0,233
21.	26,6	25,02	95,74	2,473	4,5124	1,431	7,789	14,950	0,265
22.	27,0	25,01	95,65	2,813	5,1278	1,626	8,860	17,004	0,302
23.	27,5	25,02	95,60	3,199	5,8296	1,849	10,08	19,341	0,344
24.	28,0	25,01	95,67	3,639	6,6350	2,105	11,46	21,999	0,391
25.	28,4	25,01	95,61	4,139	7,5424	2,392	13,04	25,022	0,444
26.	28,8	25,01	95,63	4,708	8,5805	2,722	14,83	28,460	0,505
27.	29,1	24,99	95,71	5,355	9,7673	3,098	16,87	32,370	0,574
28.	29,5	24,98	95,66	6,091	11,1041	3,522	19,18	36,818	0,654
29.	29,8	24,97	95,71	6,928	12,6361	4,008	21,82	41,876	0,743
30.	30,1	24,97	95,53	7,879	14,3459	4,550	24,82	47,630	0,847
31.	30,5	24,99	95,53	8,962	16,3165	5,175	28,23	54,177	0,963
32.	30,8	25,00	95,45	10,19	18,5438	5,882	32,11	61,622	1,10
33.	31,1	25,00	95,47	11,59	21,0967	6,692	36,52	70,089	1,25
34.	31,5	25,00	95,37	13,19	23,9708	7,603	41,54	79,721	1,42
35.	31,8	25,01	95,40	15,00	27,2710	8,650	47,24	90,674	1,61
36.	40,2	24,99	95,8	0,1883	0,3438	0,109	0,593	1,138	0,020
37.	40,7	25,00	96,2	0,2142	0,3926	0,125	0,675	1,295	0,023
38.	41,3	25,01	96,1	0,2436	0,4463	0,142	0,767	1,472	0,026
39.	41,8	25,02	96,2	0,2772	0,5080	0,161	0,873	1,675	0,030
40.	42,4	25,03	96,1	0,3152	0,5774	0,183	0,993	1,905	0,034
41.	42,9	25,02	96,0	0,3585	0,6558	0,208	1,13	2,167	0,038
42.	43,5	25,00	96,1	0,4077	0,7469	0,237	1,28	2,465	0,044
43.	44,0	24,99	96,0	0,4637	0,8488	0,269	1,46	2,803	0,050
44.	44,5	24,98	96,0	0,5275	0,9655	0,306	1,66	3,189	0,056
45.	45,1	25,00	96,0	0,6000	1,0978	0,348	1,89	3,627	0,064
46.	45,6	25,01	96,1	0,6824	1,2493	0,396	2,15	4,125	0,073
47.	46,2	25,00	96,13	0,7762	1,4221	0,4511	2,445	4,6924	0,0829
48.	46,7	24,98	96,13	0,8829	1,6175	0,5130	2,781	5,3368	0,0943
49.	47,2	24,97	96,17	1,004	1,8407	0,5838	3,163	6,0706	0,107
50.	47,7	24,99	96,05	1,142	2,0908	0,6632	3,597	6,9045	0,122
51.	48,2	25,00	96,02	1,299	2,3774	0,7541	4,092	7,8532	0,139
52.	48,8	25,00	96,03	1,478	2,7043	0,8578	4,654	8,9323	0,158
53.	49,3	25,00	95,97	1,681	3,0743	0,9751	5,294	10,160	0,180
54.	49,8	25,00	95,90	1,912	3,4939	1,108	6,021	11,556	0,205
55.	50,3	25,01	95,93	2,174	3,9753	1,261	6,848	13,144	0,233
56.	50,8	25,00	95,89	2,473	4,5196	1,434	7,789	14,950	0,265
57.	51,2	24,99	95,78	2,813	5,1347	1,629	8,859	17,004	0,301
58.	51,7	25,00	95,80	3,199	5,8418	1,853	10,08	19,341	0,343
59.	52,1	25,00	95,70	3,639	6,6372	2,105	11,46	21,998	0,390
60.	52,5	25,01	95,66	4,139	7,5460	2,393	13,04	25,022	0,444
61.	52,9	25,02	95,60	4,708	8,5778	2,721	14,83	28,459	0,506
62.	53,3	25,02	95,53	5,355	9,7492	3,092	16,87	32,370	0,575
63.	53,6	25,02	95,49	6,091	11,0848	3,516	19,18	36,818	0,655
64.	53,9	25,03	95,41	6,928	12,5960	3,995	21,82	41,876	0,745
65.	54,2	25,03	95,44	7,879	14,3321	4,546	24,82	47,630	0,847
66.	54,6	25,01	95,53	8,962	16,3173	5,176	28,23	54,178	0,963
67.	54,9	25,00	95,45	10,19	18,5435	5,882	32,11	61,622	1,10
68.	55,2	25,00	95,51	11,59	21,1057	6,694	36,52	70,090	1,25
69.	55,6	25,00	95,45	13,19	23,9894	7,609	41,54	79,721	1,42
70.	55,9	25,00	95,31	15,00	27,2472	8,642	47,24	90,674	1,62
71.	57,6	24,97	96,1	0,1884	0,3450	0,109	0,593	1,139	0,020
72.	58,1	24,99	96,1	0,2142	0,3923	0,124	0,675	1,295	0,023
73.	58,7	24,99	96,4	0,2436	0,4474	0,142	0,767	1,473	0,026
74.	59,3	24,99	96,4	0,2771	0,5090	0,161	0,873	1,675	0,030
75.	59,8	24,98	96,3	0,3152	0,5782	0,183	0,993	1,905	0,034
76.	60,4	25,00	96,2	0,3585	0,6573	0,208	1,13	2,167	0,038
77.	60,9	25,03	96,2	0,4078	0,7477	0,237	1,28	2,465	0,044
78.	61,5	25,03	96,1	0,4638	0,8491	0,269	1,46	2,803	0,050
79.	62,0	25,02	96,1	0,5275	0,9664	0,307	1,66	3,189	0,056
80.	62,6	25,02	96,1	0,6000	1,0988	0,349	1,89	3,627	0,064
81.	63,1	25,02	96,1	0,6825	1,2494	0,396	2,15	4,125	0,073
82.	63,7	25,01	96,2	0,7763	1,4226	0,451	2,44	4,692	0,083
83.	64,3	25,01	96,08	0,8829	1,6166	0,5128	2,781	5,3368	0,0943
84.	64,9	25,00	96,21	1,004	1,8413	0,5840	3,163	6,0707	0,107
85.	65,4	24,99	96,16	1,142	2,0933	0,6640	3,598	6,9049	0,122
86.	66,0	25,00	96,00	1,299	2,3769	0,7539	4,092	7,8535	0,139
87.	66,5	25,02	96,00	1,478	2,7037	0,8576	4,654	8,9326	0,158
88.	67,0	25,02	95,99	1,681	3,0747	0,9753	5,293	10,160	0,180
89.	67,6	25,01	95,85	1,912	3,4921	1,108	6,021	11,556	0,205
90.	68,1	25,01	95,95	2,174	3,9760	1,261	6,848	13,144	0,233
91.	68,6	24,99	95,87	2,473	4,5186	1,433	7,789	14,950	0,265
92.	69,0	25,00	95,75	2,813	5,1331	1,628	8,860	17,004	0,302
93.	69,5	25,01	95,67	3,199	5,8335	1,850	10,08	19,340	0,343
94.	69,9	25,02	95,75	3,639	6,6408	2,106	11,46	21,998	0,390
95.	70,3	25,00	95,71	4,139	7,5502	2,395	13,04	25,021	0,444
96.	70,7	24,99	95,77	4,708	8,5932	2,726	14,83	28,459	0,505
97.	71,1	24,98	95,72	5,355	9,7687	3,098	16,87	32,370	0,574
98.	71,4	24,97	95,77	6,091	11,1165	3,526	19,18	36,819	0,653
99.	71,8	24,97	95,58	6,928	12,6197	4,003	21,82	41,879	0,744
100.	72,1	24,99	95,55	7,880	14,3491	4,551	24,82	47,632	0,847
101.	72,5	25,00	95,50	8,962	16,3116	5,174	28,23	54,177	0,963
102.	72,8	25,00	95,43	10,19	18,5401	5,881	32,11	61,621	1,10
103.	73,1	25,01	95,51	11,59	21,1035	6,694	36,52	70,087	1,25
104.	73,5	25,01	95,49	13,19	24,0012	7,613	41,54	79,720	1,42
105.	73,8	25,00	95,39	15,00	27,2706	8,650	47,24	90,674	1,61

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $\vartheta$  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 '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 ( $F_\rho$ ) und Aufhängung ( $F_{hp}$ ), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes ( $F_\zeta$ ), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium ( $F_{hh}$ ), die rekursiv bestimmt wird, sowie ein konstanter Beitrag  $F_\theta$ , der die *Meniskus-Kraft* ausgleicht - d.i. die sehr kleine dynamische Zusatzkraft durch die Benetzungsdynamik der Phasengrenze zwischen Suspension (Messkörperaufhängung) und Probenoberfläche.

Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus  $F_z = F_w - F_\rho - F_{hp} - F_\zeta - F_{hh} - F_\theta$ . Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt, ( $F_\theta$  wird in den Konfigurationsangaben aufgeführt).

Die Schubspannung  $\tau$  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 Bewegungsgleichung 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.

**Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.**

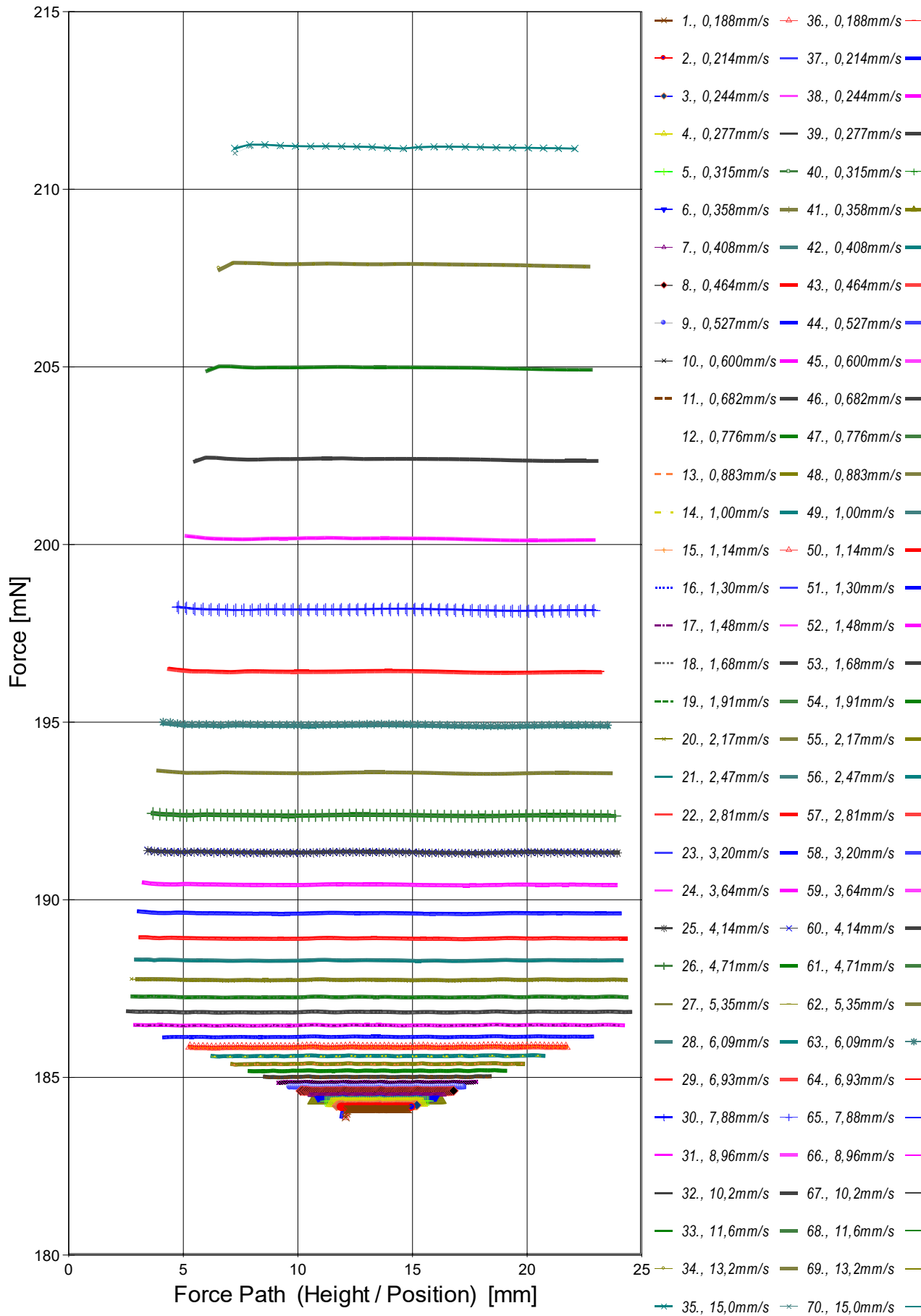
N°	$F_w$	$\sigma_{Fw}$	$\sigma_{Fw\ rel}$ -- Alle Werteinträge in [mN] --	$F_\rho$	$F_{hp}$	$F_\zeta$	$F_{hh}$	N/n Datenauswahl
1.	184,1059	0,00387	21 ppm	183,7431	0,0275	1,17E-05	8,13E-04	44/92
2.	184,1532	0,00380	21 ppm	183,7431	0,0276	1,51E-05	9,30E-04	44/92
3.	184,2079	0,00497	27 ppm	183,7431	0,0278	1,96E-05	0,00107	44/92
4.	184,2684	0,00496	27 ppm	183,7431	0,0280	2,53E-05	0,00122	44/92
5.	184,3391	0,00514	28 ppm	183,7431	0,0282	3,27E-05	0,00140	44/92
6.	184,4179	0,00489	27 ppm	183,7431	0,0284	4,24E-05	0,00160	44/92
7.	184,5078	0,00516	28 ppm	183,7431	0,0287	5,48E-05	0,00184	44/92
8.	184,6100	0,00527	29 ppm	183,7431	0,0290	7,09E-05	0,00211	44/92
9.	184,7271	0,00559	30 ppm	183,7431	0,0293	9,17E-05	0,00243	44/92
10.	184,8598	0,00561	30 ppm	183,7431	0,0297	1,19E-04	0,00281	44/92
11.	185,0096	0,00601	32 ppm	183,7431	0,0302	1,54E-04	0,00324	44/92
12.	185,1828	0,00756	41 ppm	183,7431	0,0307	1,99E-04	0,00375	44/92
13.	185,3766	0,006685	36 ppm	183,7431	0,03129	2,57E-04	0,00434	44/92
14.	185,5991	0,007590	41 ppm	183,7431	0,03193	3,32E-04	0,00504	44/92
15.	185,8525	0,007640	41 ppm	183,7431	0,03271	4,30E-04	0,00588	44/92
16.	186,1378	0,007309	39 ppm	183,7431	0,03356	5,56E-04	0,00685	44/92
17.	186,4669	0,007171	38 ppm	183,7431	0,03454	7,20E-04	0,00803	44/92
18.	186,8365	0,006830	37 ppm	183,7431	0,03485	9,31E-04	0,00921	44/92
19.	187,2598	0,007365	39 ppm	183,7431	0,03478	0,00120	0,0105	43/90
20.	187,7342	0,007272	39 ppm	183,7431	0,03477	0,00156	0,0119	43/89
21.	188,2814	0,007038	37 ppm	183,7431	0,03465	0,00202	0,0134	42/87
22.	188,8991	0,006985	37 ppm	183,7431	0,03471	0,00261	0,0153	41/85
23.	189,6036	0,007763	41 ppm	183,7431	0,03493	0,00337	0,0175	40/84
24.	190,4125	0,008079	42 ppm	183,7431	0,03490	0,00437	0,0199	38/80
25.	191,3239	0,009396	49 ppm	183,7431	0,03499	0,00565	0,0227	39/81
26.	192,3667	0,01234	64 ppm	183,7431	0,03505	0,00731	0,0259	38/79
27.	193,5592	0,01462	76 ppm	183,7431	0,03516	0,00945	0,0295	36/76
28.	194,9028	0,01637	84 ppm	183,7431	0,03529	0,0122	0,0337	35/74
29.	196,4431	0,01897	97 ppm	183,7431	0,03524	0,0158	0,0383	33/70
30.	198,1627	0,01938	98 ppm	183,7431	0,03518	0,0205	0,0434	31/66
31.	200,1453	0,02504	0,13‰	183,7431	0,03546	0,0265	0,0498	28/59
32.	202,3876	0,02611	0,13‰	183,7431	0,03599	0,0343	0,0574	25/53
33.	204,9585	0,02569	0,13‰	183,7431	0,03615	0,0443	0,0656	22/47
34.	207,8551	0,02224	0,11‰	183,7431	0,03666	0,0573	0,0756	19/42
35.	211,1823	0,02060	98 ppm	183,7431	0,03650	0,0742	0,0856	17/37
36.	184,1083	0,00355	19 ppm	183,7461	0,0275	1,17E-05	8,11E-04	44/92
37.	184,1570	0,00371	20 ppm	183,7461	0,0276	1,51E-05	9,32E-04	44/92
38.	184,2107	0,00441	24 ppm	183,7461	0,0278	1,96E-05	0,00107	44/92
39.	184,2723	0,00492	27 ppm	183,7461	0,0280	2,53E-05	0,00122	44/92
40.	184,3418	0,00487	26 ppm	183,7461	0,0282	3,28E-05	0,00140	44/92
41.	184,4201	0,00488	26 ppm	183,7461	0,0284	4,24E-05	0,00160	44/92
42.	184,5112	0,00499	27 ppm	183,7461	0,0287	5,48E-05	0,00184	44/92
43.	184,6131	0,00488	26 ppm	183,7461	0,0290	7,09E-05	0,00211	44/92
44.	184,7298	0,00552	30 ppm	183,7461	0,0293	9,17E-05	0,00243	44/92
45.	184,8621	0,00505	27 ppm	183,7461	0,0297	1,19E-04	0,00280	44/92
46.	185,0136	0,00629	34 ppm	183,7461	0,0302	1,53E-04	0,00324	44/92
47.	185,1865	0,006758	36 ppm	183,7461	0,03069	1,99E-04	0,00375	44/92
48.	185,3819	0,007170	39 ppm	183,7461	0,03126	2,57E-04	0,00435	44/92
49.	185,6052	0,008012	43 ppm	183,7461	0,03195	3,32E-04	0,00505	44/92
50.	185,8555	0,007529	41 ppm	183,7461	0,03269	4,30E-04	0,00588	44/92
51.	186,1424	0,006602	35 ppm	183,7461	0,03356	5,56E-04	0,00686	44/92
52.	186,4696	0,007261	39 ppm	183,7461	0,03455	7,20E-04	0,00803	44/92
53.	186,8407	0,007775	42 ppm	183,7461	0,03485	9,31E-04	0,00921	44/92
54.	187,2618	0,007927	42 ppm	183,7461	0,03480	0,00120	0,0105	43/90
55.	187,7450	0,007770	41 ppm	183,7461	0,03476	0,00156	0,0119	43/89
56.	188,2915	0,007443	40 ppm	183,7461	0,03467	0,00202	0,0135	42/87
57.	188,9089	0,007598	40 ppm	183,7461	0,03504	0,00261	0,0155	41/86
58.	189,6189	0,008695	46 ppm	183,7461	0,03489	0,00337	0,0175	40/84
59.	190,4177	0,008470	44 ppm	183,7461	0,03483	0,00437	0,0199	38/80
60.	191,3305	0,01008	53 ppm	183,7461	0,03481	0,00565	0,0226	38/80
61.	192,3670	0,01118	58 ppm	183,7461	0,03504	0,00731	0,0258	38/79
62.	193,5441	0,01319	68 ppm	183,7461	0,03518	0,00945	0,0295	36/76
63.	194,8865	0,01623	83 ppm	183,7461	0,03531	0,0122	0,0337	35/74
64.	196,4058	0,01689	86 ppm	183,7461	0,03516	0,0158	0,0381	33/70
65.	198,1519	0,02041	0,10‰	183,7461	0,03526	0,0205	0,0434	31/66
66.	200,1492	0,02612	0,13‰	183,7461	0,03545	0,0265	0,0497	28/59

67.	202,3903	0,02551	0,13‰	183,7461	0,03598	0,0343	0,0574	25/53
68.	204,9705	0,02572	0,13‰	183,7461	0,03616	0,0443	0,0656	22/47
69.	207,8769	0,02279	0,11‰	183,7461	0,03680	0,0573	0,0759	19/42
70.	211,1616	0,01904	90 ppm	183,7461	0,03655	0,0742	0,0856	17/37
71.	184,1123	0,00396	22 ppm	183,7490	0,0275	1,17E-05	8,14E-04	44/92
72.	184,1596	0,00380	21 ppm	183,7490	0,0276	1,51E-05	9,31E-04	44/92
73.	184,2147	0,00442	24 ppm	183,7490	0,0278	1,96E-05	0,00107	44/92
74.	184,2763	0,00479	26 ppm	183,7490	0,0280	2,53E-05	0,00122	44/92
75.	184,3454	0,00541	29 ppm	183,7490	0,0282	3,27E-05	0,00140	44/92
76.	184,4246	0,00505	27 ppm	183,7490	0,0284	4,24E-05	0,00160	44/92
77.	184,5149	0,00511	28 ppm	183,7490	0,0287	5,48E-05	0,00184	44/92
78.	184,6163	0,00481	26 ppm	183,7490	0,0290	7,09E-05	0,00211	44/92
79.	184,7336	0,00516	28 ppm	183,7490	0,0293	9,17E-05	0,00244	44/92
80.	184,8660	0,00509	28 ppm	183,7490	0,0297	1,19E-04	0,00281	44/92
81.	185,0166	0,00634	34 ppm	183,7490	0,0302	1,54E-04	0,00324	44/92
82.	185,1898	0,00716	39 ppm	183,7490	0,0307	1,99E-04	0,00375	44/92
83.	185,3840	0,007022	38 ppm	183,7490	0,03128	2,57E-04	0,00435	44/92
84.	185,6088	0,007881	42 ppm	183,7490	0,03194	3,32E-04	0,00506	44/92
85.	185,8609	0,007720	42 ppm	183,7490	0,03269	4,30E-04	0,00588	44/92
86.	186,1448	0,006759	36 ppm	183,7490	0,03355	5,56E-04	0,00686	44/92
87.	186,4718	0,007439	40 ppm	183,7490	0,03458	7,20E-04	0,00804	44/92
88.	186,8440	0,007016	38 ppm	183,7490	0,03489	9,31E-04	0,00922	44/92
89.	187,2630	0,007799	42 ppm	183,7490	0,03479	0,00120	0,0104	43/90
90.	187,7487	0,007642	41 ppm	183,7490	0,03473	0,00156	0,0119	43/89
91.	188,2934	0,007861	42 ppm	183,7490	0,03464	0,00202	0,0135	42/87
92.	188,9101	0,008028	42 ppm	183,7490	0,03506	0,00261	0,0155	41/86
93.	189,6135	0,007818	41 ppm	183,7490	0,03489	0,00337	0,0175	40/84
94.	190,4242	0,008747	46 ppm	183,7490	0,03484	0,00437	0,0199	38/80
95.	191,3375	0,01096	57 ppm	183,7490	0,03501	0,00565	0,0227	39/81
96.	192,3854	0,01162	60 ppm	183,7490	0,03489	0,00731	0,0258	37/78
97.	193,5665	0,01400	72 ppm	183,7490	0,03524	0,00945	0,0296	36/76
98.	194,9212	0,01712	88 ppm	183,7490	0,03529	0,0122	0,0337	35/74
99.	196,4326	0,01778	90 ppm	183,7490	0,03534	0,0158	0,0383	33/70
100.	198,1718	0,01909	96 ppm	183,7490	0,03529	0,0205	0,0435	31/66
101.	200,1463	0,02208	0,11‰	183,7490	0,03531	0,0265	0,0495	27/58
102.	202,3898	0,02657	0,13‰	183,7490	0,03598	0,0343	0,0574	25/53
103.	204,9713	0,02741	0,13‰	183,7490	0,03621	0,0443	0,0657	22/47
104.	207,8918	0,02288	0,11‰	183,7490	0,03686	0,0573	0,0761	19/42
105.	211,1878	0,02056	97 ppm	183,7490	0,03644	0,0742	0,0854	17/37

**Tabellensymbole:**  $F_w$  Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN],  $\sigma_{F_w}$  Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN],  $\sigma_{F_w rel}$  relative Standardabweichung[-],  $F_p$  Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN],  $F_{hp}$  Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN],  $F_\zeta$  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  $F_\zeta$  die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarviskosimetern mit dem Faktor  $\zeta$  der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht:  $F_\zeta = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

→ 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 2,07 cm<sup>3</sup> wird über die Bewegungstrecke von 18,3 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [μPa/mm]	H <sub>start</sub> [mm]	L <sub>cl</sub> [mm]	D <sub>RSP</sub> [mm]	ΔD <sub>RSP</sub> [μm]	Ø <sub>zyl.</sub> [mm]	L <sub>zyl.</sub> [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ <sub>rel.</sub>
1.	0,481	12,017	2,832	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,9	2,0%
2.	0,384	11,823	3,221	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,7	1,8%
3.	0,353	11,603	3,660	2,005	0	11,9900	23,5000	1,8	1,9%

4.	0,338	11,352	4,169	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,6	1,7%
5.	0,267	11,067	4,733	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,5	1,6%
6.	0,214	10,745	5,386	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,4	1,5%
7.	0,185	10,374	6,128	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,3	1,4%
8.	0,153	9,955	6,971	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,3	1,4%
9.	0,135	9,477	7,925	2,005	0	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
10.	0,115	8,936	9,008	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
11.	0,0875	8,318	10,270	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,3%
12.	0,0917	7,618	11,663	2,005	0	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
13.	0,0625	6,817	13,276	2,005	0	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
14.	0,0492	5,909	15,087	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
15.	0,0367	4,878	17,180	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
16.	0,0271	3,699	19,529	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
17.	0,0197	2,365	22,210	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
18.	0,0189	2,078	22,885	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
19.	0,0165	2,078	22,819	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
20.	0,0125	2,086	22,874	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
21.	0,00926	2,085	22,765	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
22.	0,00614	2,092	22,816	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
23.	0,00497	2,103	22,905	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
24.	0,00353	2,100	22,887	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
25.	0,00310	2,106	23,060	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
26.	0,00368	2,119	23,126	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
27.	0,00314	2,128	23,096	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
28.	0,00288	2,145	23,163	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
29.	0,00258	2,145	23,131	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
30.	0,00221	2,166	23,047	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
31.	0,00208	2,217	23,392	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
32.	0,00157	2,179	23,864	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
33.	0,00148	2,232	24,001	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
34.	0,00157	2,230	24,253	2,005	0	11,9900	23,5000	0,97	1,0%
35.	0,00217	2,255	24,315	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,97	1,0%
36.	0,455	12,017	2,827	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,8	1,9%
37.	0,346	11,824	3,219	2,005	0	11,9900	23,5000	1,7	1,8%
38.	0,361	11,603	3,659	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,7	1,8%
39.	0,355	11,352	4,167	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,6	1,7%
40.	0,260	11,067	4,738	2,005	-4,78E-04	11,9900	23,5000	1,5	1,6%
41.	0,218	10,743	5,385	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,4	1,5%
42.	0,176	10,374	6,130	2,005	0	11,9900	23,5000	1,3	1,4%
43.	0,132	9,956	6,972	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
44.	0,139	9,477	7,924	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
45.	0,107	8,937	9,011	2,005	0	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
46.	0,0897	8,318	10,253	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
47.	0,0831	7,617	11,660	2,005	0	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
48.	0,0627	6,818	13,257	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
49.	0,0498	5,908	15,107	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
50.	0,0368	4,877	17,158	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
51.	0,0229	3,702	19,521	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
52.	0,0214	2,367	22,218	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
53.	0,0190	2,078	22,892	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
54.	0,0160	2,076	22,835	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
55.	0,0123	2,084	22,872	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
56.	0,00895	2,087	22,783	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
57.	0,00660	2,089	23,032	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
58.	0,00482	2,097	22,902	2,005	0	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
59.	0,00348	2,100	22,839	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
60.	0,00338	2,106	22,791	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
61.	0,00299	2,114	23,102	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
62.	0,00275	2,123	23,085	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
63.	0,00297	2,133	23,212	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
64.	0,00252	2,138	23,131	2,005	-4,78E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
65.	0,00223	2,158	23,118	2,005	-4,78E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
66.	0,00204	2,181	23,410	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
67.	0,00171	2,179	23,905	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
68.	0,00139	2,220	24,036	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
69.	0,00146	2,230	24,398	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
70.	0,00206	2,270	24,315	2,005	0	11,9900	23,5000	0,97	1,0%
71.	0,462	12,017	2,832	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	1,9	2,0%
72.	0,420	11,823	3,219	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,7	1,8%
73.	0,361	11,603	3,656	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,7	1,8%
74.	0,379	11,352	4,163	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,6	1,7%
75.	0,305	11,068	4,734	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	1,6	1,7%
76.	0,256	10,744	5,386	2,005	0	11,9900	23,5000	1,4	1,5%
77.	0,199	10,374	6,131	2,005	-4,78E-04	11,9900	23,5000	1,3	1,4%
78.	0,138	9,955	6,969	2,005	-4,78E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
79.	0,129	9,477	7,935	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
80.	0,111	8,935	9,020	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
81.	0,0859	8,318	10,258	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
82.	0,0847	7,615	11,657	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,2	1,2%
83.	0,0633	6,819	13,272	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
84.	0,0465	5,911	15,086	2,005	0	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
85.	0,0342	4,874	17,166	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1,1	1,1%
86.	0,0226	3,700	19,523	2,005	0	11,9900	23,5000	1	1,0%
87.	0,0193	2,365	22,260	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
88.	0,0181	2,077	22,928	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
89.	0,0160	2,076	22,833	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
90.	0,0118	2,077	22,857	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%
91.	0,00917	2,087	22,763	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	1	1,0%

92.	0,00687	2,097	23,041	2,005	0	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
93.	0,00490	2,097	22,892	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
94.	0,00376	2,104	22,839	2,005	-3,18E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
95.	0,00373	2,111	23,072	2,005	0	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
96.	0,00287	2,119	22,871	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
97.	0,00310	2,128	23,128	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
98.	0,00313	2,139	23,194	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	0,99	1,0%
99.	0,00271	2,158	23,257	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
100.	0,00226	2,158	23,166	2,005	1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
101.	0,00174	2,172	23,123	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
102.	0,00170	2,220	23,813	2,005	0	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
103.	0,00145	2,255	24,012	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
104.	0,00155	2,230	24,424	2,005	-1,59E-04	11,9900	23,5000	0,98	1,0%
105.	0,00219	2,300	24,180	2,005	0	11,9900	23,5000	0,97	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 [ $\mu\text{Pa}/\text{mm}$ ],  $H_{\text{Start}}$  Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm],  $L_{\text{sp}}$  Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm],  $D_{\text{RSP}}$  Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm],  $\Delta D_{\text{RSP}}$  Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [ $\mu\text{m}$ ],  $\theta_{\text{zyl}}$  Durchmesser des Messzylinders [mm],  $L_{\text{zyl}}$  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!

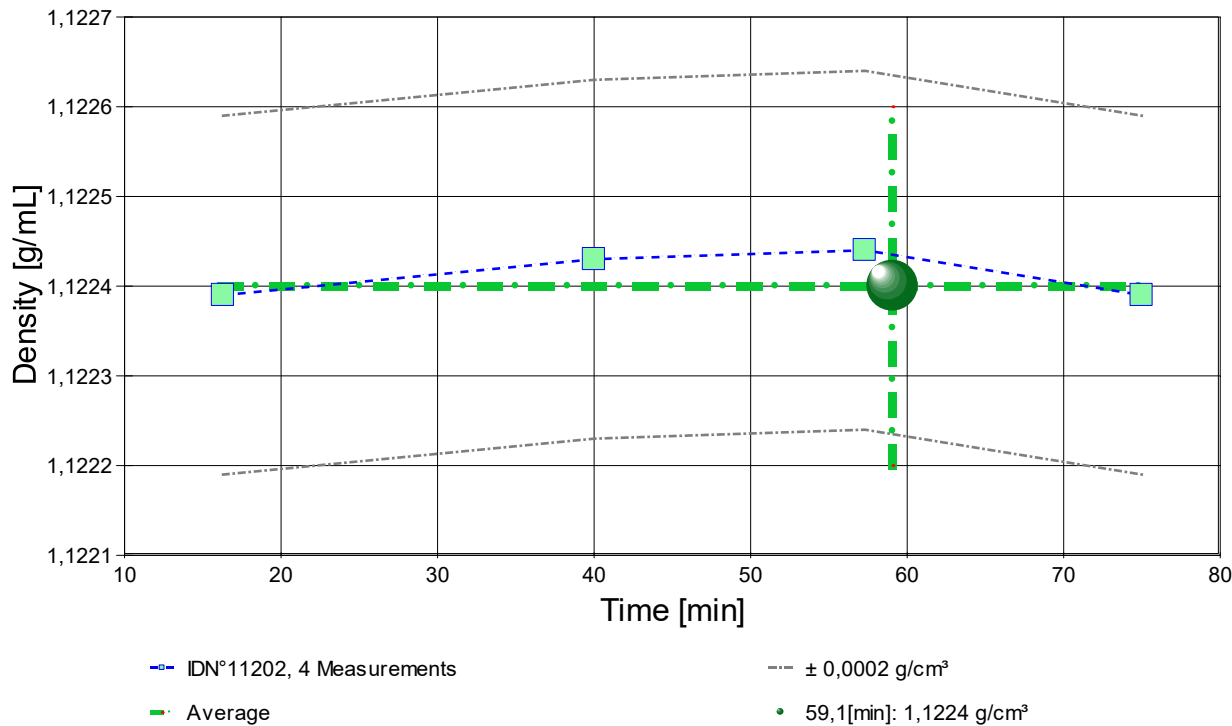
## • 4. DICHTE-MESSUNG

Vier Messwerte; Zeitbereich 16 bis 75 min, Temperatur  $\Delta T = 0,04 \text{ K}$  ( $\vartheta = 24,98 \pm 0,02^\circ\text{C}$ )

**Ergebnis:  $1,1224 \pm 0,0002 \text{ g/cm}^3$**  als Mittelwert

Die Standardabweichung ' $\pm 0,000025 \text{ g/cm}^3$ ' ist deutlich geringer als der angegebene Fehlerbereich ( $\pm 0,0002 \text{ g/cm}^3$ ).

- Diagramm 6. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - ' $\rho\text{-f}(t)^2$ '



- Im Diagramm 6, " $\rho\text{-f}(t)^2$ ", 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]	$\vartheta$ [°C]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	H [mm]	$\omega$ [s]	$\Delta\rho_\omega$ [g/cm <sup>3</sup> ]	N	$F_A$ [mN]	$F_{\text{korr.}}$ [mN], TSymb.
IDN°11202							Werte & Trend		
1.	16,3	25,00	<b>1,1224</b>	5,050	1,0	0	4	183,743	0,009 ‡
2.	40,0	25,00	<b>1,1224</b>	5,050	0,8	0	3	183,746	0,013 ‡
3.	57,3	24,96	<b>1,1224</b>	5,050	0,8	0	3	183,749	0,016 ‡
4.	75,0	24,96	<b>1,1224</b>	5,050	0,8	0	3	183,753	0,019 ‡
5.	104,3	25,01	<b>1,1223</b>	1,983 ◊	0,8	-3,7E-05	3	183,756	0,020 ‡
6.	104,7	25,01	<b>1,1224</b>	3,967 ◊	0,8	2,2E-05	3	183,757	0,022 †
7.	105,2	25,00	<b>1,1223</b>	5,951 ◊	0,8	0	3	183,761	0,025 †
8.	105,5	25,00	<b>1,1223</b>	7,934 ◊	0,8	3,7E-06	3	183,765	0,028 †
9.	105,7	25,00	<b>1,1223</b>	9,918 ◊	0,8	0	3	183,767	0,031 †
10.	106,0	25,00	<b>1,1223</b>	11,901 ◊	1,2	0	5	183,771	0,034 †
11.	106,2	25,00	<b>1,1223</b>	13,885 ◊	0,8	0	3	183,774	0,037 †
12.	106,5	25,00	<b>1,1222</b>	15,869 ◊	0,8	0	3	183,778	0,039 †
13.	106,7	25,00	<b>1,1222</b>	17,852 ◊	0,8	0	3	183,780	0,042 †

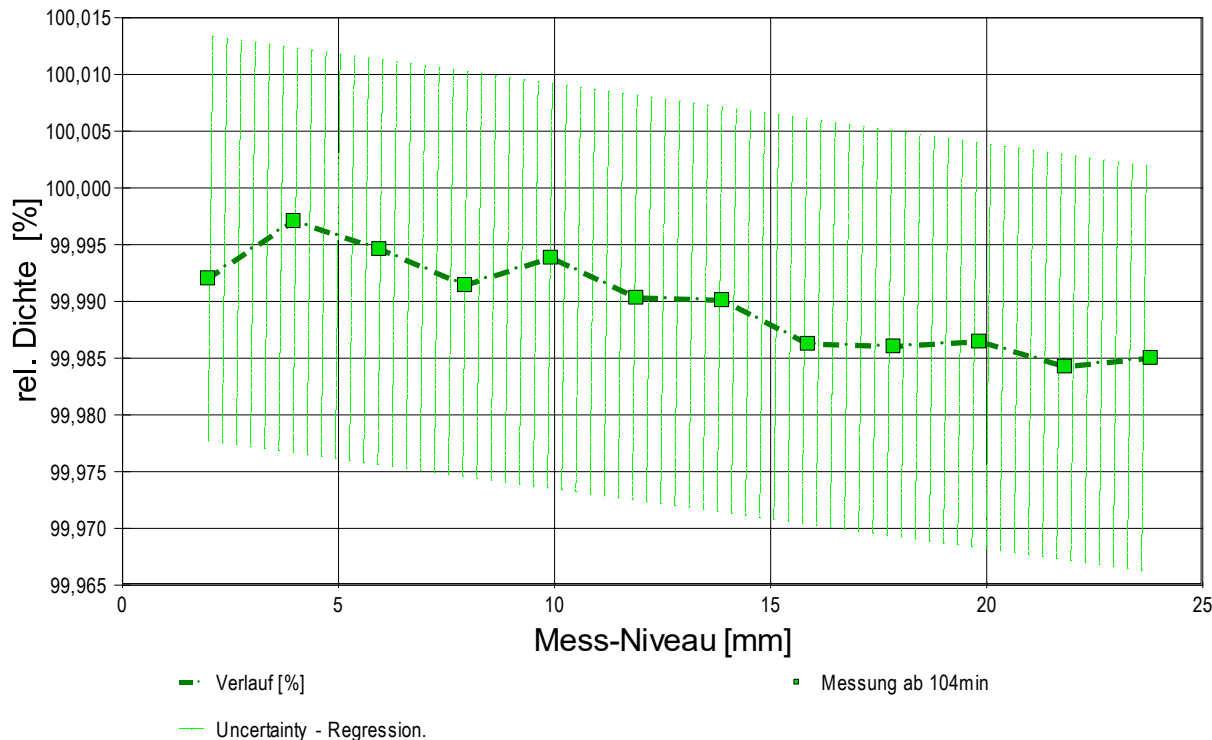
14.	107,0	25,00	1,1222	19,836	0,8	1,1E-05	3	183,783	0,045 †
15.	107,2	25,00	1,1222	21,819	0,8	-4,8E-05	3	183,787	0,048 †
16.	107,5	25,00	1,1222	23,803	0,8	0	3	183,789	0,051 †

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $\vartheta$  Temperatur [°C],  $\rho$  Dichte [g/cm<sup>3</sup>],  $H$  Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm],  $\omega$  Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s],  $\Delta\rho_\omega$  Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm<sup>3</sup>],  $N$  Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägwertezahl und Trend anzeigenden Symbolen,  $F_A$  Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN],  $F_{\text{korrr}}$  zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauchenden Suspensionslänge [mN].

- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht ( $H=0$ mm). Die zu  $F_{\text{korrr}}$  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. DICHTEGRADIENT

- Diagramm 6. Der vertikaler Dichtegradient - 'rho-f(H)2'



- Das Diagramm 7, "rho-f(H)2", zeigt die relative Dichte in Abhängigkeit von der vertikalen Position an - den Dichtegradienten.

Eine Messung in zwölf Positionen im Zeitraum zwischen 104,3 bis 107,5 Minuten. Niveaubereich der Untersuchung von 1,983 bis 23,803 mm über dem Gefäßboden.

Dem Bezugswert "100%" entsprechen 1,12230 g/cm<sup>3</sup>. Die ermittelte Abnahme der vertikalen Dichte beträgt max. 0,007%, bzw.  $-1,1 \cdot 10^{-6}$  g/cm<sup>3</sup> als Absolutwert - über die Auslenkung von 21,82 mm. Zur Repräsentation der relativen Dichteänderung kann die Regressionsgleichung dienen:

$$\rho_{\text{rel.}}[\%] = f(H[\text{mm}]) = 99,997 \cdot e^{(-5,2838E-06 \cdot H)} \quad r^2 = -0,904$$

- Der sehr geringe Dichtegradient kann darauf beruhen, dass weiter oben die Dichte infolge einer leicht höheren Temperatur erniedrigt ist bzw. die hydrostatisch bedingte Kompressibilität des Fluids einwirkt.

## • 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 cm<sup>3</sup>, ~durchmesser 11,99 ± 0,002 mm, ~länge 23,5 ± 0,01 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 48 · 10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>. g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,13000 mm<sup>2</sup>, Umfang 1,26000 mm, h). **Aufhängungsart:** IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

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

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta:  $\zeta = 1,00$ .

**Individuelle Werte:** l). Offset-Korrektur:  $F_\theta = 0,045$  mN. m). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 50,2 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 26,7 mm.

n). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,2% bestimmt; die o). Messunsicherheit der Dichte ± 0,0002 g/cm<sup>3</sup> stammt von obig genannten Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie aus Angaben zur Kraft- und der Temperaturmessung.

- Die **Messunsicherheiten** 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  $\sigma_y$  von Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung

## **System control**

Insgesamt 5 x falsche Ansteuerungen im Meniskuseliminierverfahren (Position der Auftriebsmessung), bei den Minutenzeiten 16,3 und 40,0 und 57,3 und 75,0 und 104,3 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  $\pm$ (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der Werte.

---

## **Programm**

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

(the digital twin of process IDN°11202 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured basal raw data)

---

## **Prüfmittel**

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 0,7 Stunden vor dieser Messung von *Labor* justiert.

**IMETER ID16405542: Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse  $\rho_{\text{cal}}$  8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte  $\rho_{\text{air}}$  1,104 kg/m<sup>3</sup>; Schwerebeschleunigung  $g$  9,80769 m/s<sup>2</sup>. 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:**

**PEG ist eine newtonsche Flüssigkeit. Das System zeigt hohe Stabilität über den Scherratenbereich; jedoch eine sehr geringe (unmerkliche), doch reproduzierende Scherverdünnung zeigt sich in der Zeitsequenz der drei Durchgänge. Ein Dichtegradient liegt selbstverständlich nicht vor. Eine leichte Tendenz durch einen Temperaturgradient und/oder durch die Messkörper-Suspension wird angedeutet. - Eine Dichtemessung ist bei derartigen Refrenzen von entscheidender Bedeutung und unerlässlich, da durch eine Wasseraufnahme parallel Dichte und Viskosität empfindlich geändert, d.h. reduziert werden.**

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