

# ID N° 14636 - DiVA-Method: Constant Stress Measurement, $\Delta T$ 5,2K

## CS- Robustness bei Temperaturänderung (Wasser)

Wie reagiert das System auf stärkere Temperaturänderungen? ==> Die Messung zeigt unerwartet kurze Adaptionszeiten trotz komplexerem CS-Verfahren. Für üblichen Präzisionsansprüche und geringe Temperatursprünge sind keine Korrekturen erforderlich.

Sample/Ref.: **Wasser**

Results at **26,8°C**

Viscosity:  $\eta$  (0,0983Pa) = **0,8566 ± 0,0092 mPa·s**,  $\nu$  = 0,8596 ± 0,0092 mm<sup>2</sup>/s

- Temperature coefficient:  $\kappa_\eta$  = **22,6 · 10<sup>-3</sup> /K**

Density:  $\rho$  = **0,99654 ± 0,000083 g/cm<sup>3</sup>**

- Coefficient of thermal expansion:  $\kappa$  = **28 · 10<sup>-5</sup> /K**

## Report

### • 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. Wird die Plattform nach unten bewegt, so fließt das Probenfluid um den stillstehenden Messzylinder durch den ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die genau der Viskosität der Probe entspricht. - Eine Relativgeschwindigkeit zwischen den Zylindern fördert parallel ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist durch die geometrischen Verhältnisse definiert, Geschwindigkeit, Strömung, Kraft folgen exakt dem Navier-Stokes'schen Fundament, so wie das Hagen-Poiseuille'sche Gesetz. M5 DiVA ermöglicht unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten sowie der Strömungskinetik eine sehr genaue Bestimmung der absoluten Viskosität. Gegenüber Rotationsviskosimetern ist bei M5 DiVA die Kohärenz- und Integrität der Messung hervorzuheben (keine Oberflächeneffekte, Wirbelbildung, Zentrifugalkräfte, Lagerreibung und unklare Scher-historien) wodurch sich ein Qualitätsunterschied definiert.

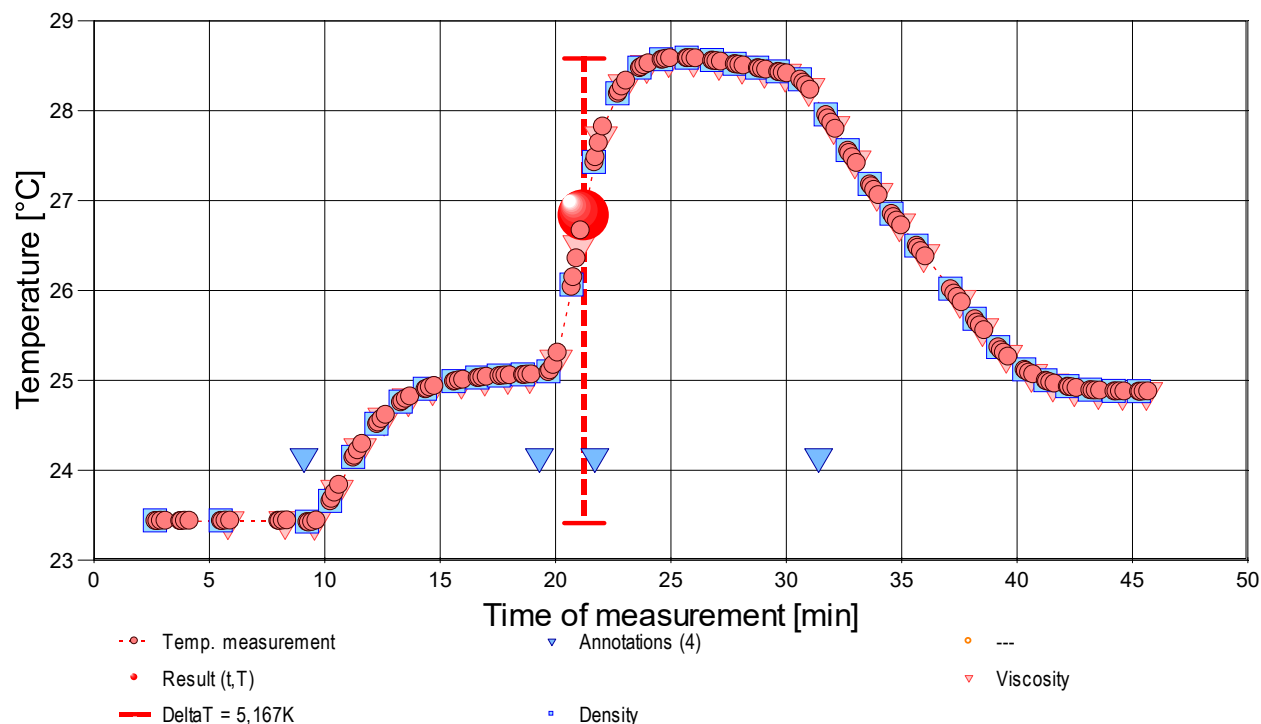
Indem sich, wie in dieser Messung bei festgelegter Schubspannung (0,0983 Pa), die Proben temperatur ändert, werden die Temperaturabhängigkeiten der Viskosität (Temperaturkoeffizient  $\kappa_\eta$ ) und der Dichte (Ausdehnungskoeffizient  $\kappa$ ) bestimmbar und die Arrhenius-Andrade Gleichung wird angewendet, um Aktivierungs- bzw. Platzwechselenergie zu bestimmen.

-- Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte  $\rho$  (spezifische Masse) gibt die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine sehr temperatur- und wenig druckabhängige Stoffkonstante. Die Dichte der untersuchten Flüssigkeit wurde 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 das Messkörpervolumen unter vorliegenden Umständen entscheidend - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung -

- IMETER M5 DiVA-Ergebnisse sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, 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

Dichte und Viskosität wurden 38-mal gemessen. Messdauer 50 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 23,43 bis 28,58°C. - Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'



9,1' : Thermostat ist jetzt eingeschalten!

19,3' : Thermostat auf ~30°

21,7' : Thermostat zurück auf ~25°(leerlauf)

31,4' : Kühlung!

- Mit Diagramm 1. ('t/T-Protokoll') wird eine Übersicht gezeigt, die den Temperaturverlauf in der Messung und eine Zusammenfassung der Vorgänge anzeigt (z.B. 4 Online-Protokollanmerkung(en) während der Messung). -- Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die blauen Quadrate stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von

### • 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

38 Messwerte; Zeitbereich 6 bis 46 min, Temperatur  $\Delta T = 5,152 \text{ K}$

**Ergebniswert:**  $\eta_{26,831^\circ\text{C}} = 0,8566 \pm 0,0094 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  bzw.  $\pm 1,1\%$  (299,98 K)

Streuung:  $\pm 8,9 \cdot 10^{-4} \text{ mPa}\cdot\text{s}$  absolute bzw. 0,10% relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung temperaturabhängig.

Temperaturzusammenhang zwischen 23,427 und 28,579 °C:

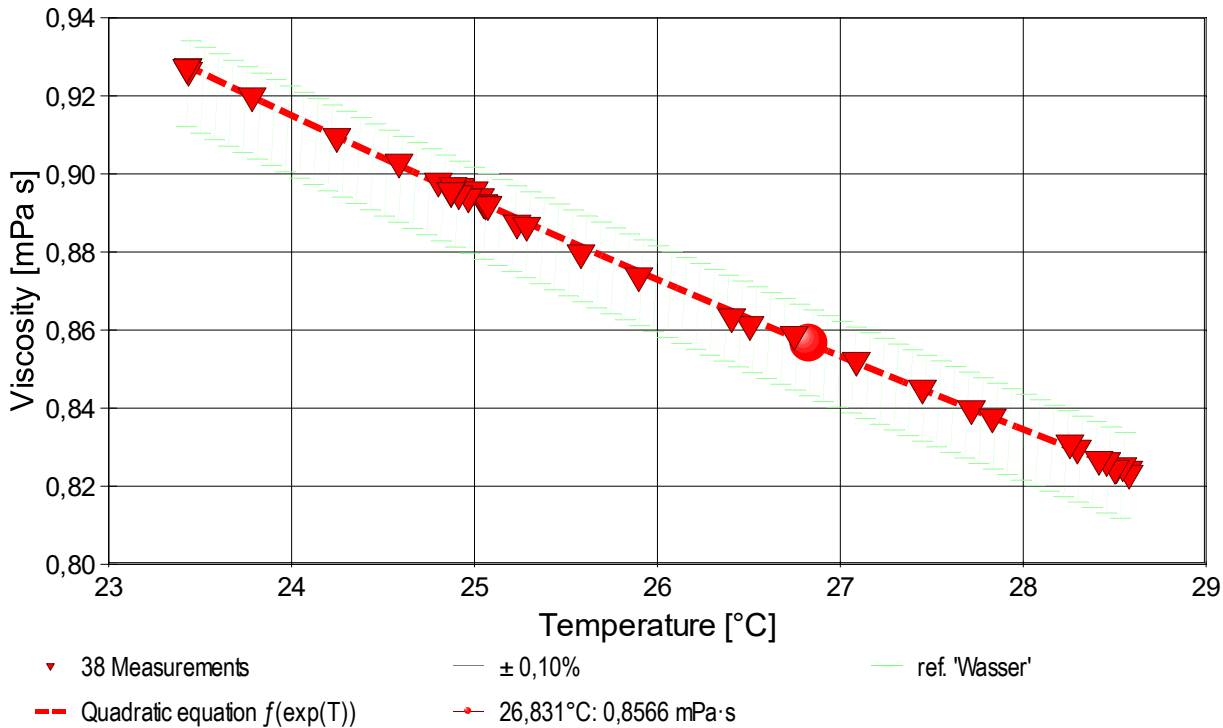
$$\eta [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 1,8893 \cdot e^{(-0,036391 \cdot \vartheta + 2,5749 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2)} \quad \text{mit } r^2 = 0,99933, s^2 = 7,84 \cdot 10^{-7}$$

Messung bei konstanter Schubspannung (CS):  $\tau = 0,0983 \pm 1,9 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ .

Der Temperaturkoeffizient der Viskosität  $\kappa_\eta$  mit  $22,6 [10^{-3} \text{K}^{-1}]$  entspricht normalen Werten sehr gut. Die relative Änderung der Viskosität mit der Temperatur beträgt 2,3%, entsprechend 0,0194 mPa·s pro Grad bei der Angabetemperatur 26,831°C.

- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Ein 'normaler' Temperaturkoeffizient der Viskosität reicht bei 25°C von etwa 5 bis 35  $10^{-3} \text{K}^{-1}$ . Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an ( $r^2$ , der hier wohl 'recht gut' zu nennen ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz ( $s^2$ ) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ( $\sqrt{s^2}$ ) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 2. Temperaturabhängigkeit der Viskosität - 'eta-Temp.'



- Das Diagramm 2, "eta-Temp.", zeigt die 38 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 26,831°C für die Wasser-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 'Wasser-' ist schraffiert in der Breite der Messunsicherheit eingezeichnet.

Die thermodynamische Formulierung gemäß der Arrhenius-Andrade Beziehung lautet für die Wasser-Probe zwischen 23 und 29°C :

$$\eta [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(T[\text{K}]) = 9,2411 \cdot 10^{-4} \cdot e^{2049,6/T} \quad \text{mit } r^2 = 0,99961 \text{ und } s^2 = 9,4 \cdot 10^{-7}$$

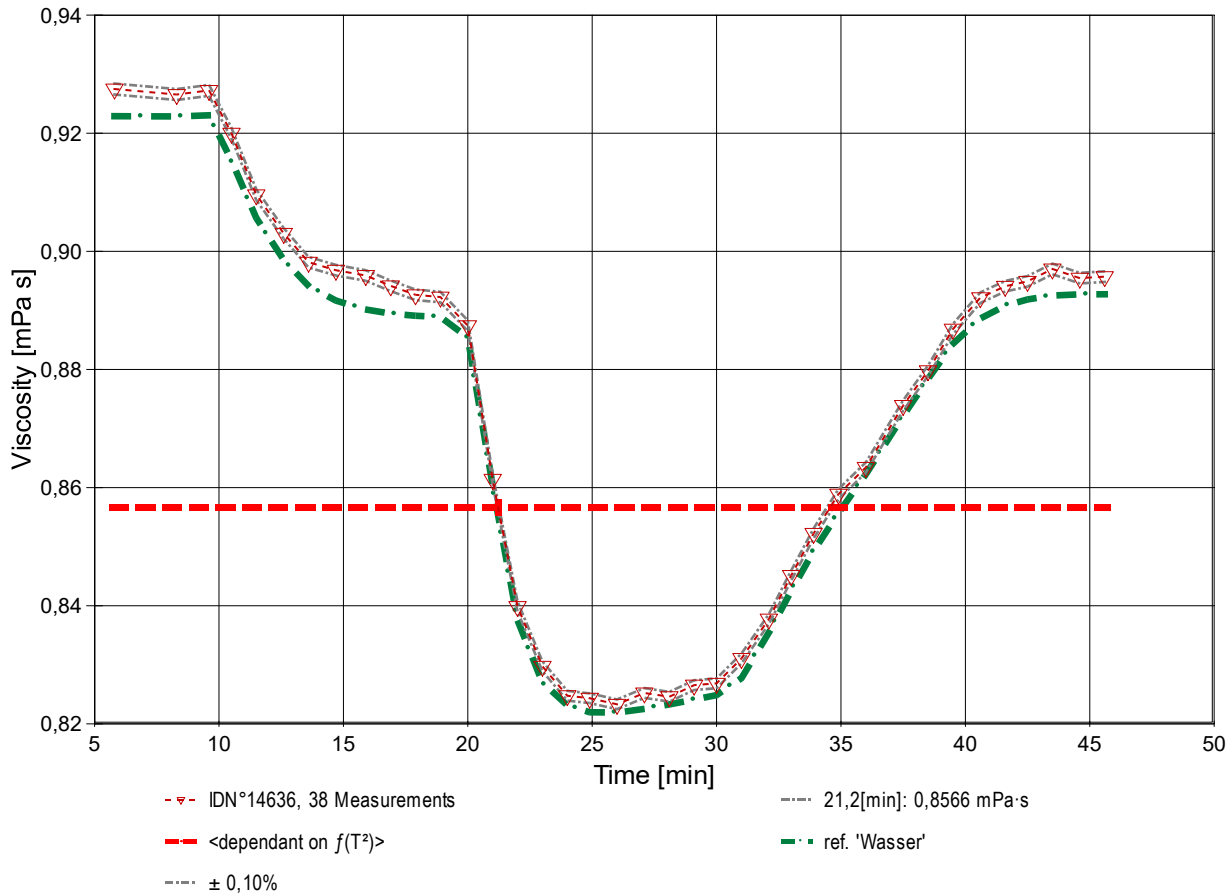
- Die Arrhenius Gleichung der Form " $k = A \cdot e^{-E_a/RT} = \eta$ " gibt in Entsprechung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten  $k$  die Viskosität  $\eta$  an. In der Gleichung bedeuten die beiden Konstanten 'A' Arrheniusfaktor bzw. eine Materialkonstante ( $\ln(A) = -6,9867$ ) sowie 'E<sub>a</sub>' die Aktivierungs- bzw. Platzwechselenergie.  $E_a = 17,041 \text{ kJ/mol}$  ( $R$  ist die allgemeine Gaskonstante). Weil A temperaturabhängig ist, gilt die Gleichung als 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 [ $\text{mm}^2/\text{s}$ ]) ergibt sich nach:

$$\nu [\text{mm}^2/\text{s}] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 1,8893 \cdot e^{(-0,036391 \cdot \vartheta + 2,5749 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2)} / (1,0021 - 1,3106 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta - 2,7984 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

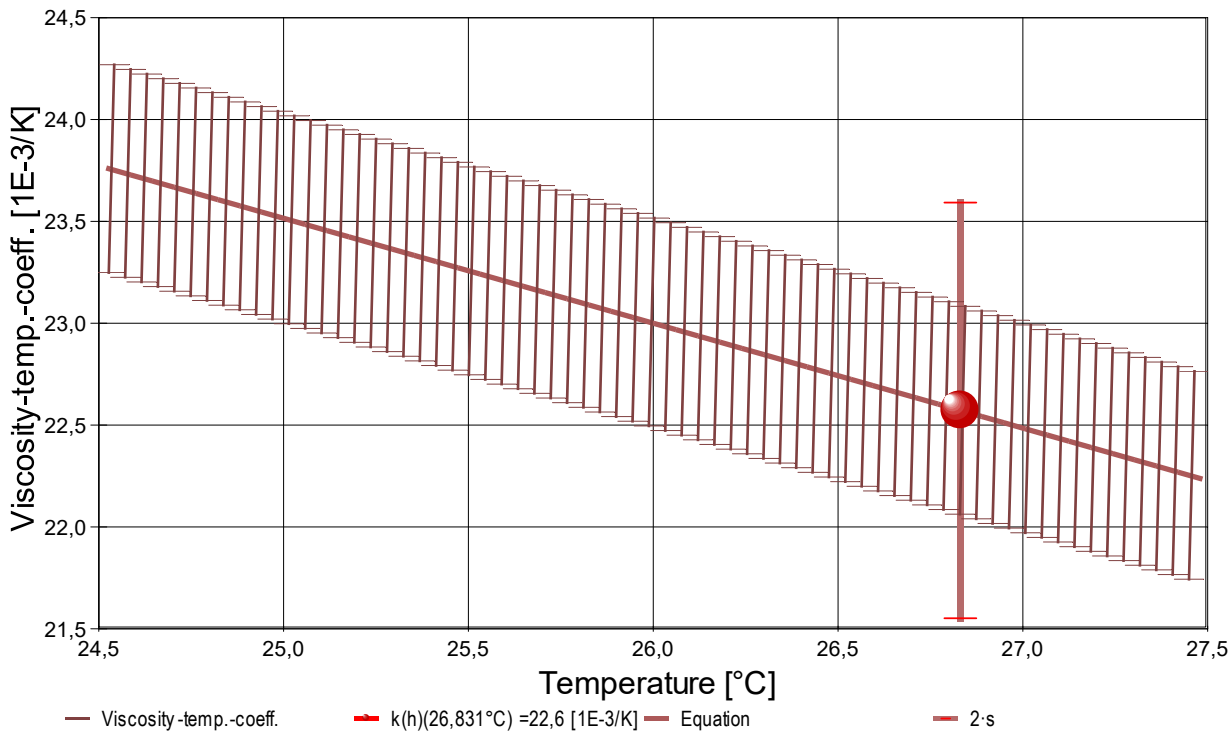
- Die kinematische Viskosität stellt die Zähigkeit eines Fluids inklusive seiner Massenträgheit dar, aus ihr kann ggf. der Viskositätsindex (VI) nach ASTM D2270 berechnet werden. .

- Diagramm 3. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-Zeit'



- Im Diagramm 3, "eta-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet. Referenzwerte werden zum jeweiligen Zeitpunkt temperaturgetreu dargestellt.

- Diagramm 4. Temperaturkoeffizient der Viskosität - 'kh-f(T,t)'



- Das Diagramm 4, "kh-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Viskositäts-Temperaturkoeffizienten  $\kappa_\eta$  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 (in % gegeben) durch Zehn geteilt wird.

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

$$\kappa_\eta \mid [10^{-3} \cdot K^{-1}] = f(\vartheta [^\circ C]) = 36,39 - 0,5150 \cdot \vartheta$$

- Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu  $\pm 0,5 \cdot 10^{-3} / K$  berechnet.

Die Gleichung  $\kappa_\eta$  liefert zur jeweiligen Temperatur die relative Viskositätsänderung der Wasser-Probe.

- Bestimmungsgleichung:  $\kappa_\eta = -1/\eta \cdot (\partial\eta/\partial T)$ . Die Berechnung einer Viskositätsänderung über den Temperaturkoeffizienten  $\kappa_\eta$  nach ' $\eta = \eta^\circ \cdot (1 + \kappa_\eta \Delta T)$ ' bzw. ' $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\kappa_\eta \Delta T)}$ ' ist lediglich über wenige Temperaturgrade mit hinreichender Genauigkeit möglich. Die geeignete Formulierung ergibt sich aus dem über  $\Delta T$  bestimmten Integral ' $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\int \kappa_\eta(\vartheta) dT)}$ ' zur explizit angegebenen Gleichung, also: Die Viskosität  $\eta_\vartheta$  bei der Temperatur  $\vartheta$  kann mit einem bekannten Viskositätswert  $\eta_0$  und zugehöriger Temperatur  $\vartheta_0$  berechnet werden:

$$\eta_\vartheta = \eta_0 \cdot e^{[-0,03639 \cdot (\vartheta - \vartheta_0) + 2,575E-04 \cdot (\vartheta^2 - \vartheta_0^2)]}$$

- Während die Viskositäts-Gleichung die individuelle Viskosität der 'Wasser-Probe' über den durchmessenen Bereich anzugeben erlaubt, kann ggf. für vergleichbare Fluide von einem bekannten Viskositätswert ausgehend, die Viskosität bei einer anderen Temperatur geschätzt werden.

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

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

N°	t	θ	η	v <sub>z</sub>	F <sub>z</sub>	τ	v <sub>max</sub>	γ̇	Re
IDN°14636	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s <sup>-1</sup> ]	[Zahl]
1.	5,8	23,434	0,9275	3,202	1,7024	0,09856	23,01	106,26	29,1
2.	8,3	23,436	0,9266	3,202	1,7007	0,09846	23,01	106,26	29,1
3.	9,6	23,427	0,9272	3,204	1,7030	0,09859	23,03	106,33	29,1
4.	10,5	23,784	0,9200	3,222	1,6989	0,09835	23,15	106,90	29,5
5.	11,5	24,247	0,9096	3,258	1,6989	0,09834	23,41	108,12	30,2
6.	12,6	24,587	0,9030	3,283	1,6997	0,09839	23,59	108,95	30,6
7.	13,6	24,802	0,8982	3,300	1,6995	0,09837	23,72	109,53	31,0
8.	14,7	24,924	0,8968	3,308	1,7009	0,09845	23,77	109,78	31,1
9.	15,9	24,998	0,8959	3,315	1,7032	0,09858	23,83	110,04	31,2
10.	16,9	25,032	0,8942	3,315	1,6999	0,09839	23,83	110,04	31,2
11.	17,9	25,050	0,8926	3,317	1,6980	0,09828	23,84	110,10	31,3
12.	18,9	25,060	0,8923	3,321	1,6992	0,09835	23,87	110,23	31,4
13.	20,0	25,232	0,8874	3,336	1,6979	0,09827	23,98	110,74	31,7
14.	21,0	26,506	0,8614	3,421	1,6904	0,09782	24,59	113,56	33,4
15.	22,0	27,717	0,8399	3,507	1,6902	0,09780	25,21	116,44	35,2
16.	23,0	28,296	0,8297	3,556	1,6938	0,09800	25,57	118,11	36,1
17.	24,0	28,510	0,8248	3,577	1,6938	0,09799	25,72	118,81	36,5
18.	24,9	28,576	0,8243	3,583	1,6956	0,09810	25,76	119,00	36,6
19.	26,0	28,579	0,8233	3,587	1,6953	0,09808	25,79	119,13	36,7
20.	27,1	28,544	0,8252	3,577	1,6947	0,09805	25,72	118,81	36,5
21.	28,1	28,502	0,8246	3,583	1,6961	0,09813	25,76	119,00	36,6
22.	29,1	28,456	0,8266	3,570	1,6938	0,09799	25,66	118,56	36,4
23.	30,0	28,414	0,8269	3,574	1,6962	0,09813	25,69	118,68	36,4
24.	31,0	28,255	0,8311	3,556	1,6965	0,09815	25,57	118,11	36,0
25.	32,1	27,831	0,8377	3,528	1,6961	0,09814	25,36	117,15	35,5
26.	33,0	27,449	0,8451	3,499	1,6970	0,09819	25,15	116,18	34,9
27.	33,9	27,088	0,8522	3,470	1,6970	0,09820	24,95	115,22	34,3
28.	34,9	26,748	0,8589	3,447	1,6988	0,09830	24,78	114,46	33,8
29.	36,0	26,406	0,8634	3,428	1,6981	0,09827	24,64	113,81	33,4
30.	37,5	25,898	0,8739	3,390	1,6992	0,09834	24,37	112,53	32,7
31.	38,5	25,582	0,8798	3,367	1,6989	0,09833	24,20	111,76	32,2
32.	39,5	25,285	0,8868	3,344	1,7007	0,09843	24,03	111,00	31,8
33.	40,6	25,073	0,8921	3,321	1,6990	0,09834	23,87	110,23	31,4
34.	41,6	24,966	0,8941	3,315	1,6997	0,09838	23,83	110,04	31,2
35.	42,5	24,914	0,8949	3,312	1,6993	0,09836	23,80	109,91	31,2
36.	43,5	24,882	0,8970	3,304	1,6994	0,09836	23,75	109,65	31,0
37.	44,6	24,872	0,8955	3,308	1,6984	0,09830	23,77	109,78	31,1
38.	45,6	24,871	0,8957	3,312	1,7008	0,09845	23,80	109,91	31,1

**Tabellensymbole:** t Zeitpunkt [min], θ Temperatur [°C], η Messwert Viskosität [mPa·s], v<sub>z</sub> Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s], F<sub>z</sub> viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN], τ Schubspannung [Pa], v<sub>max</sub> maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s], γ̇ 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<sub>z</sub> 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<sub>w</sub>) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder (F<sub>p</sub>) und Aufhängung (F<sub>hp</sub>), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspalt (F<sub>ζ</sub>), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (F<sub>hm</sub>), die rekursiv bestimmt wird, sowie ein konstanter Beitrag F<sub>θ</sub>, 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<sub>z</sub> = F<sub>w</sub> - F<sub>p</sub> - F<sub>hp</sub> - F<sub>ζ</sub> - F<sub>hm</sub> - F<sub>θ</sub>. Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt, (F<sub>θ</sub> wird in den Konfigurationsangaben aufgeführt).

Die Schubspannung τ entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylindermantelfläche ausgeübten Kraft. v<sub>max</sub> 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<sub>m</sub> = v<sub>z</sub>·ra<sup>2</sup> / (ra<sup>2</sup> - ri<sup>2</sup>), mit ra Röhrenradius und ri Zylinderradius) wird für die Berechnung der Reynoldszahl benötigt. Re = ρ·v<sub>m</sub>·d / η, 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 γ̇, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

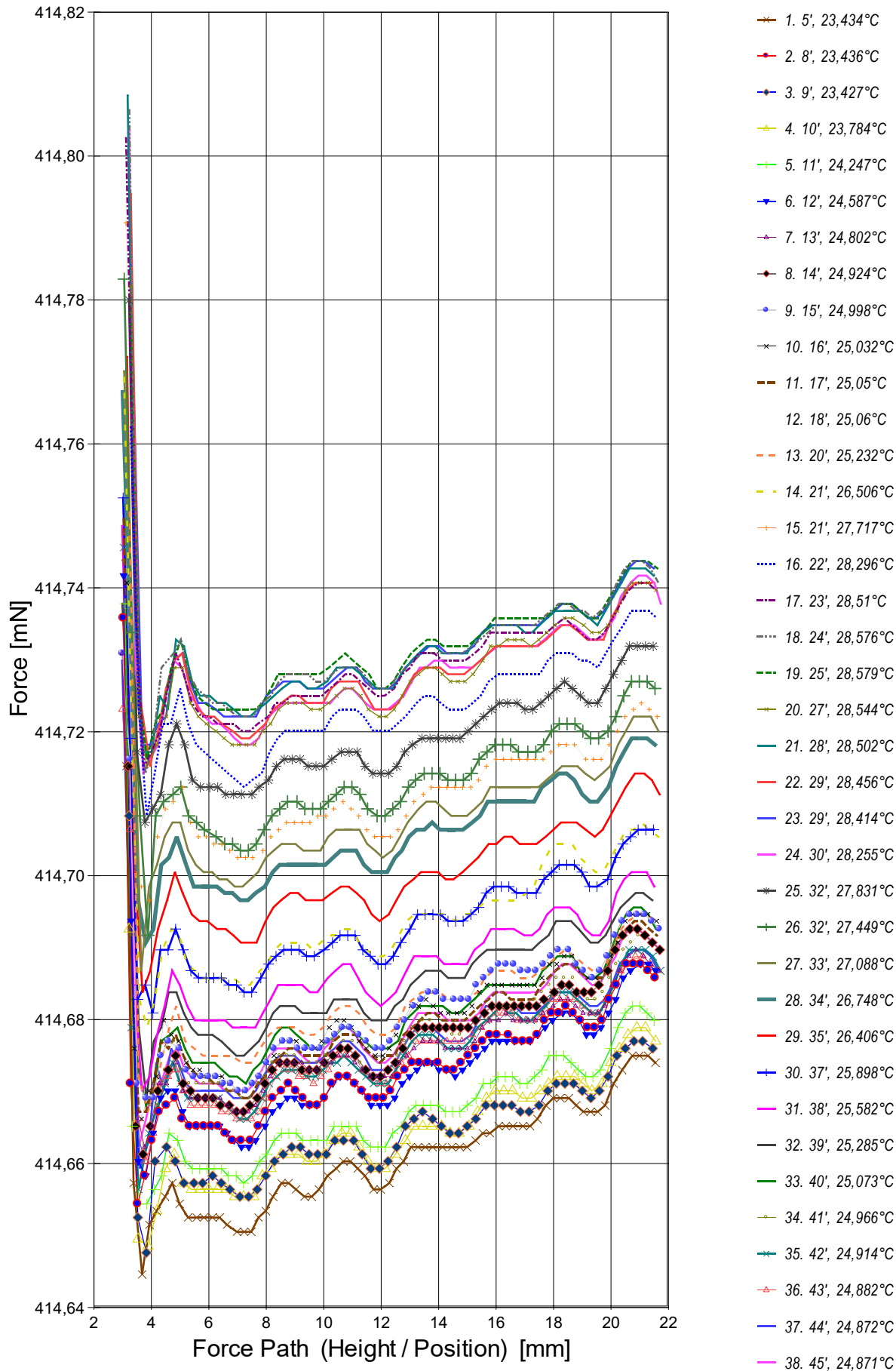
N°	F <sub>w</sub>	σ <sub>Fw</sub>	σ <sub>Fw rel</sub>	F <sub>p</sub>	F <sub>hp</sub>	F <sub>ζ</sub>	F <sub>hm</sub>	N/n
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
1.	414,6662	0,004211	10 ppm	412,9338	0,003807	0,0277	1,00E-04	33/69
2.	414,6786	0,004534	11 ppm	412,9479	0,003811	0,0277	1,00E-04	34/72
3.	414,6691	0,003681	8,9 ppm	412,9361	0,003818	0,0277	1,01E-04	28/60
4.	414,6699	0,004422	11 ppm	412,9407	0,003828	0,0280	1,01E-04	28/60
5.	414,6723	0,004520	11 ppm	412,9425	0,003819	0,0287	1,00E-04	34/72
6.	414,6775	0,004735	11 ppm	412,9464	0,003800	0,0291	9,98E-05	34/71
7.	414,6805	0,004185	10 ppm	412,9493	0,003824	0,0294	1,00E-04	34/72
8.	414,6832	0,004603	11 ppm	412,9504	0,003841	0,0296	1,01E-04	34/71
9.	414,6870	0,004149	10 ppm	412,9518	0,003822	0,0297	1,01E-04	34/71
10.	414,6856	0,004365	11 ppm	412,9537	0,003802	0,0297	9,99E-05	34/71
11.	414,6843	0,004736	11 ppm	412,9543	0,003803	0,0297	9,98E-05	34/71
12.	414,6849	0,004389	11 ppm	412,9536	0,003817	0,0298	1,00E-04	33/70
13.	414,6869	0,003632	8,8 ppm	412,9567	0,003829	0,0301	1,00E-04	28/59
14.	414,6992	0,004675	11 ppm	412,9749	0,003815	0,0316	9,97E-05	33/69
15.	414,7157	0,004148	10 ppm	412,9900	0,003811	0,0332	9,96E-05	32/67

16.	414,7282	0,004375	11 ppm	412,9979	0,003807	0,0342	9,97E-05	31/65
17.	414,7334	0,003209	7,7 ppm	413,0028	0,003820	0,0346	1,00E-04	31/66
18.	414,7354	0,004148	10 ppm	413,0028	0,003842	0,0347	1,01E-04	31/65
19.	414,7358	0,003852	9,3 ppm	413,0034	0,003817	0,0348	1,00E-04	30/64
20.	414,7325	0,004422	11 ppm	413,0009	0,003821	0,0346	1,00E-04	31/65
21.	414,7349	0,003786	9,1 ppm	413,0018	0,003808	0,0347	9,98E-05	31/65
22.	414,7323	0,003824	9,2 ppm	413,0018	0,003820	0,0344	1,00E-04	30/64
23.	414,7353	0,003912	9,4 ppm	413,0023	0,003817	0,0345	1,00E-04	30/64
24.	414,7328	0,004191	10 ppm	412,9998	0,003848	0,0342	1,01E-04	33/70
25.	414,7237	0,004136	10,0 ppm	412,9917	0,003821	0,0336	1,00E-04	31/66
26.	414,7181	0,004386	11 ppm	412,9858	0,003814	0,0331	1,00E-04	32/67
27.	414,7130	0,004294	10 ppm	412,9812	0,003824	0,0325	1,00E-04	32/68
28.	414,7105	0,004340	10 ppm	412,9773	0,003795	0,0321	9,96E-05	33/69
29.	414,7052	0,004426	11 ppm	412,9731	0,003843	0,0318	1,01E-04	31/66
30.	414,6980	0,004325	10 ppm	412,9654	0,003785	0,0311	9,94E-05	33/69
31.	414,6924	0,004231	10 ppm	412,9605	0,003798	0,0306	9,97E-05	33/69
32.	414,6899	0,004001	9,6 ppm	412,9567	0,003782	0,0302	9,94E-05	33/70
33.	414,6858	0,004679	11 ppm	412,9547	0,003811	0,0298	1,00E-04	34/71
34.	414,6830	0,003996	9,6 ppm	412,9513	0,003827	0,0297	1,01E-04	33/70
35.	414,6813	0,004167	10 ppm	412,9501	0,003844	0,0296	1,01E-04	34/72
36.	414,6809	0,003925	9,5 ppm	412,9498	0,003827	0,0295	1,01E-04	33/70
37.	414,6819	0,003742	9,0 ppm	412,9517	0,003836	0,0296	1,01E-04	34/71
38.	414,6845	0,004169	10 ppm	412,9518	0,003839	0,0296	1,01E-04	34/71

**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],  $F_z$  Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (*Kinetische Energie-Korrektion*) [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-) Kapillarviskosimetern mit dem Faktor  $\zeta$  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  $\Sigma_{\sigma}$ . Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,75 cm<sup>3</sup> wird über die Bewegungstrecke von 10,9 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.	6,83E-04	3,126	18,414	0,8513	0,115	14,2987	43,0788	0,0099	1,1%
2.	9,59E-04	3,024	18,514	0,8513	0,115	14,2987	43,0788	0,01	1,1%
3.	8,82E-04	3,226	18,227	0,8513	0,116	14,2987	43,0788	0,0098	1,1%

4.	8,81E-04	3,229	18,325	0,8513	0,0893	14,2988	43,0791	0,0099	1,1%
5.	9,59E-04	3,082	18,427	0,8513	0,0553	14,2989	43,0794	0,0098	1,1%
6.	9,97E-04	3,032	18,522	0,8512	0,0303	14,2990	43,0797	0,0098	1,1%
7.	8,83E-04	2,981	18,668	0,8512	0,0145	14,2990	43,0798	0,0096	1,1%
8.	7,01E-04	3,190	18,507	0,8512	0,00558	14,2991	43,0799	0,0097	1,1%
9.	9,83E-04	2,986	18,699	0,8512	1,47E-04	14,2991	43,0800	0,01	1,1%
10.	9,27E-04	3,142	18,440	0,8512	-0,00235	14,2991	43,0800	0,0096	1,1%
11.	9,27E-04	3,039	18,553	0,8512	-0,00367	14,2991	43,0800	0,01	1,1%
12.	8,67E-04	2,983	18,681	0,8512	-0,00441	14,2991	43,0800	0,0096	1,1%
13.	8,28E-04	3,245	18,350	0,8512	-0,0170	14,2992	43,0802	0,0094	1,1%
14.	8,87E-04	3,050	18,598	0,8511	-0,111	14,2995	43,0812	0,0093	1,1%
15.	7,22E-04	3,110	18,491	0,8510	-0,200	14,2998	43,0821	0,009	1,1%
16.	7,50E-04	3,283	18,312	0,8510	-0,242	14,2999	43,0825	0,0089	1,1%
17.	6,74E-04	3,118	18,445	0,8509	-0,258	14,3000	43,0827	0,0087	1,1%
18.	6,52E-04	3,233	18,418	0,8509	-0,263	14,3000	43,0827	0,0088	1,1%
19.	6,62E-04	3,288	18,326	0,8509	-0,263	14,3000	43,0827	0,0088	1,1%
20.	8,17E-04	3,286	18,277	0,8509	-0,260	14,3000	43,0827	0,0089	1,1%
21.	7,37E-04	3,172	18,310	0,8509	-0,257	14,3000	43,0827	0,0088	1,1%
22.	7,00E-04	3,285	18,127	0,8509	-0,254	14,3000	43,0826	0,0088	1,1%
23.	7,08E-04	3,286	18,200	0,8509	-0,251	14,3000	43,0826	0,0088	1,1%
24.	7,56E-04	3,226	18,504	0,8510	-0,239	14,2999	43,0825	0,0089	1,1%
25.	7,66E-04	3,222	18,245	0,8510	-0,208	14,2998	43,0822	0,009	1,1%
26.	8,26E-04	3,054	18,478	0,8510	-0,180	14,2997	43,0819	0,0091	1,1%
27.	8,17E-04	3,051	18,601	0,8510	-0,153	14,2996	43,0816	0,0091	1,1%
28.	8,70E-04	3,000	18,530	0,8511	-0,128	14,2995	43,0813	0,0092	1,1%
29.	8,33E-04	3,153	18,536	0,8511	-0,103	14,2995	43,0811	0,0093	1,1%
30.	9,27E-04	3,016	18,462	0,8511	-0,0660	14,2993	43,0807	0,0094	1,1%
31.	9,47E-04	2,987	18,519	0,8512	-0,0427	14,2992	43,0804	0,0094	1,1%
32.	8,15E-04	2,988	18,446	0,8512	-0,0209	14,2992	43,0802	0,0094	1,1%
33.	9,60E-04	3,036	18,525	0,8512	-0,00536	14,2991	43,0801	0,0096	1,1%
34.	9,08E-04	3,039	18,490	0,8512	0,00250	14,2991	43,0800	0,0095	1,1%
35.	0,00102	3,035	18,680	0,8512	0,00632	14,2991	43,0799	0,0096	1,1%
36.	7,48E-04	2,985	18,687	0,8512	0,00867	14,2991	43,0799	0,0095	1,1%
37.	8,58E-04	2,982	18,659	0,8512	0,00940	14,2991	43,0799	0,0095	1,1%
38.	8,56E-04	3,035	18,684	0,8512	0,00947	14,2991	43,0799	0,0096	1,1%

**Tabellensymbole:** *Noise* Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen 'Schergredienten 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],  $L_{\text{cy}}$  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 [mPa·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 Wegstrecke dar ( $\Delta F/\Delta s$ ); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. 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

38 Messwerte; Zeitbereich 3 bis 45 min, Temperatur  $\Delta T = 5,161 \text{ K}$

**Ergebniswert:**  $\rho_{26,831^\circ\text{C}} = 0,99654 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$  bzw.  $\pm 83 \text{ ppm}$  (299,98 K, 97,32 kPa)

Streuung:  $\pm 2,6 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$  absolute bzw. 26 ppm relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung temperaturabhängig.

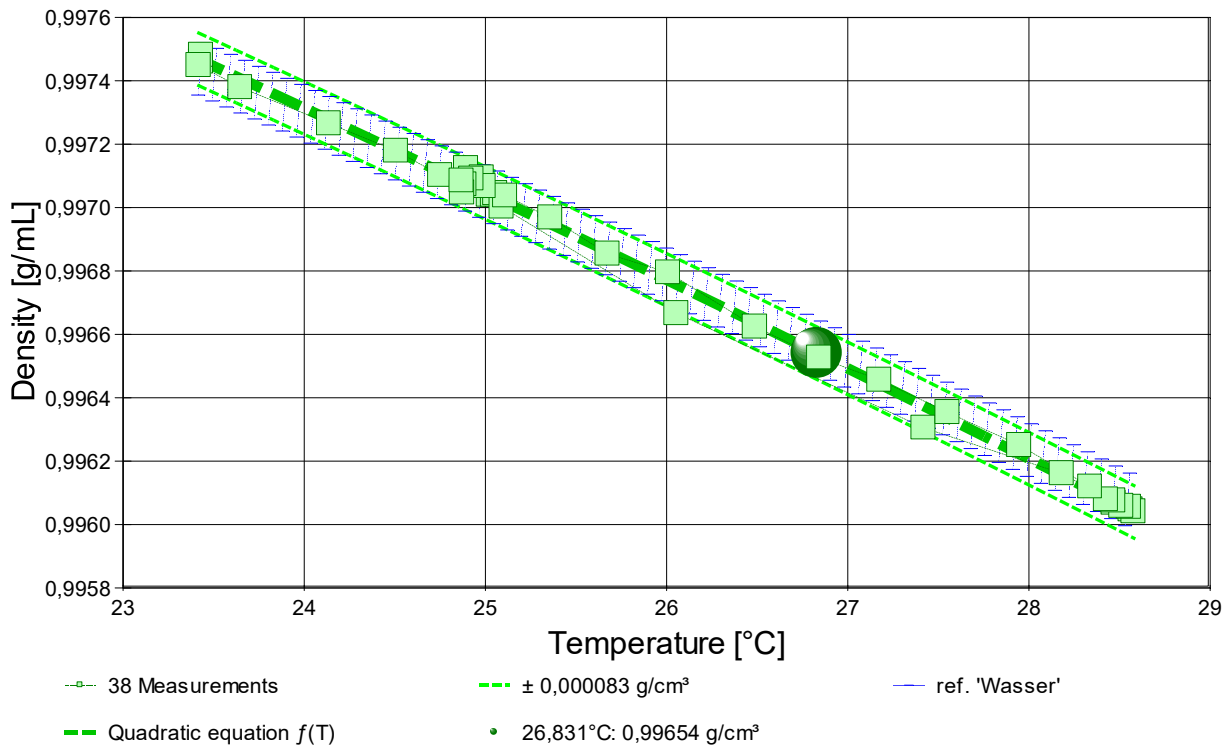
Temperaturgleichung zwischen 23,418 und 28,579 °C:

$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 1,002071 - 13,11 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 - 0,2798 \cdot \vartheta^2 / 1\text{E}5 \quad \text{mit } r^2 = 0,9971, s^2 = 6,94\text{E}-10$$

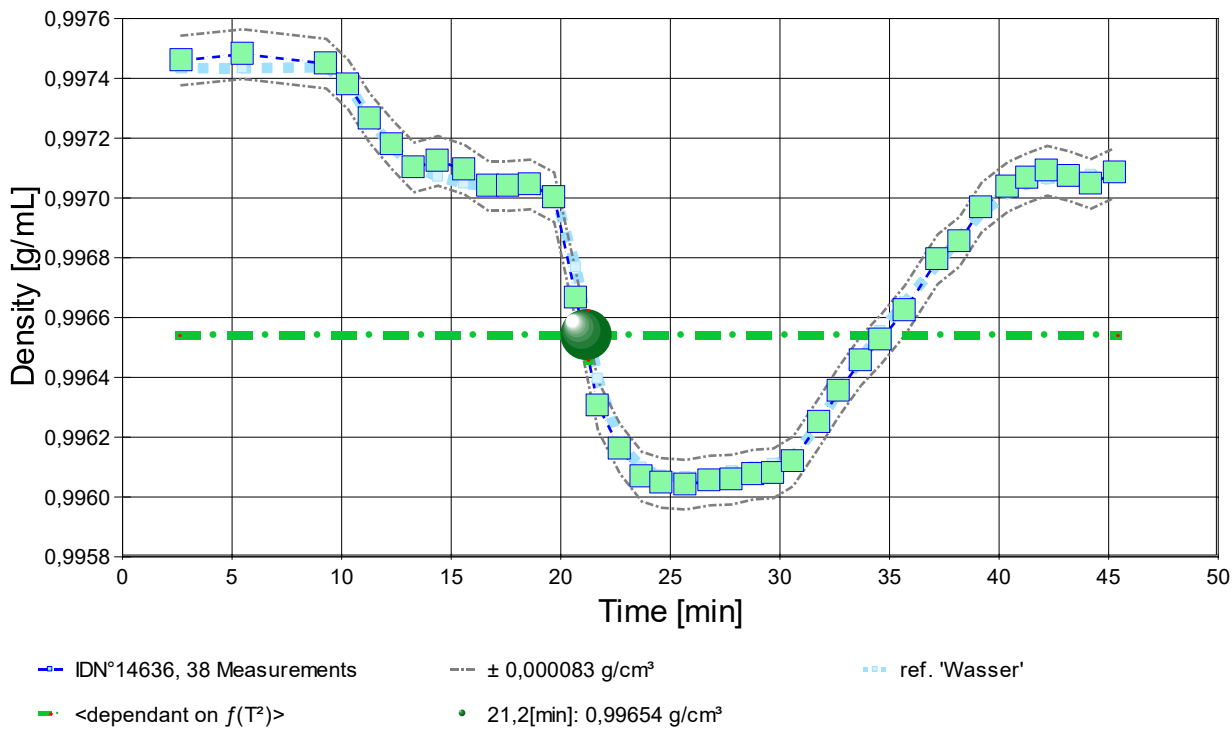
Der Ausdehnungskoeffizient  $\kappa$  mit 28 [ $10^{-5}\text{K}^{-1}$ ] ist viel kleiner als für *Flüssigkeiten normal*. Die relative Änderung der Dichte mit der Temperatur beträgt 0,28‰, das sind 0,00028  $\text{g/cm}^3$  pro Grad bei der Angabetemperatur 26,831°C.

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

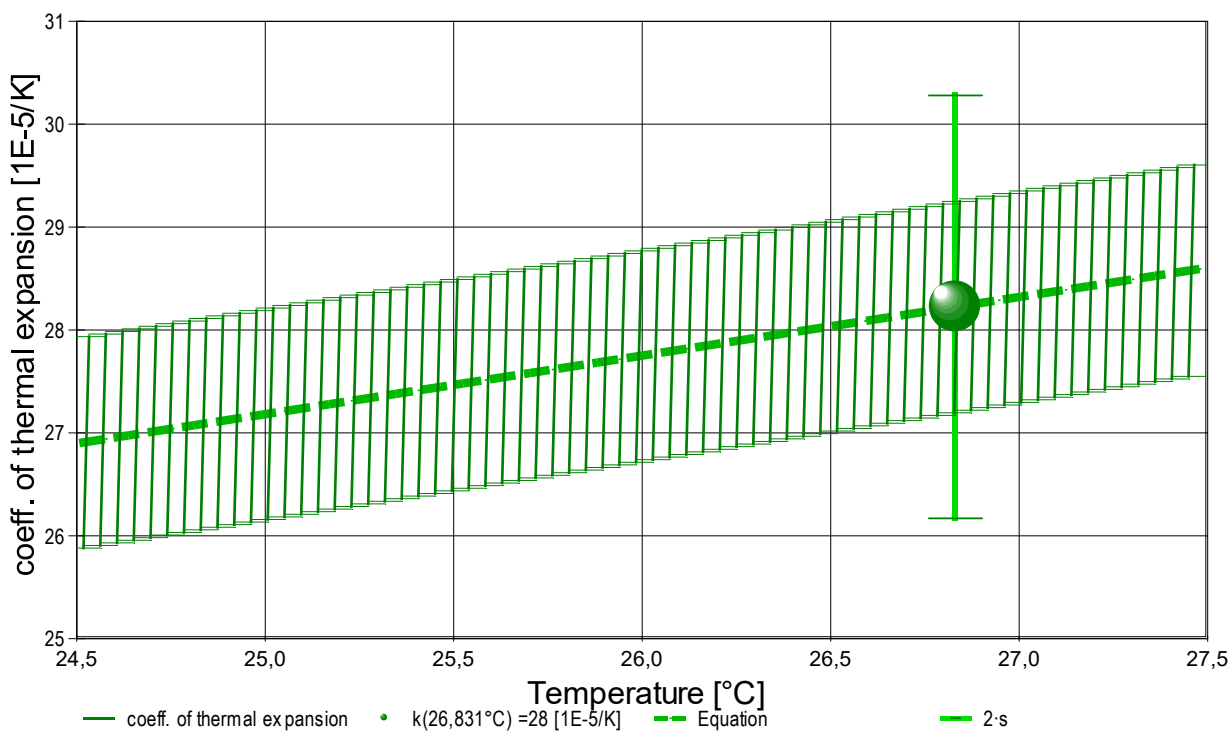
→ Diagramm 6. Temperaturabhängigkeit der Dichte - 'rho-Temp.'



- Diagramm 7. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-f(t)²'



- Diagramm 8: Der Ausdehnungskoeffizient -



- Das Diagramm 8, "k-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten  $\kappa$  der Probe Wasser-Probe entsprechend der unten angegebenen Gleichung 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:

$$\kappa \mid [10^{-5} \cdot K^{-1}] = f(\vartheta [^{\circ}C]) = (13,11 + 0,5597 \cdot \vartheta) / (1,0021 - 1,3106E-04 \cdot \vartheta - 2,7984E-06 \cdot \vartheta^2)$$

Die Präzision der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu  $\pm 1 \cdot 10^{-5} / K$  angenommen. Bei 26,831 °C beträgt die relative Zunahme des Koeffizienten 2,0% pro Grad.

- Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für 'Wasser-Probe' bei einer bestimmten Temperatur  $\vartheta$  im gültigen Temperaturbereich zu berechnen 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 bestimmt werden:

$$V_{1\vartheta} = V_{0\vartheta^{\circ}} \cdot (1,0021 - 1,3106 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^{\circ} - 2,7984 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^{\circ 2}) / (1,0021 - 1,3106 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta - 2,7984 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N <sup>o</sup> IDN*14636	t [min]	$\vartheta$ [°C]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	H [mm]	$\omega$ [s]	$\Delta\rho_{\omega}$ [g/cm <sup>3</sup> ]	N Werte & Trend	F <sub>A</sub> [mN]	F <sub>Korr.</sub> [mN], TSymb.
1.	2,7	23,431	<b>0,99746</b>	2,448	5,5	-2,7E-05	5 <sub>30</sub> ↑	412,936	0,005 ‡
2.	5,5	23,432	<b>0,99748</b>	2,448	3,3	-5,1E-06	3 <sub>31</sub> ↔	412,934	0,004 ‡
[3.	8,0	23,433	<b>0,99722</b>	2,448	2,2	-1,7E-05	3	412,948	0,003 ‡]*
4.	9,3	23,418	<b>0,99745</b>	2,448	3,1	-5,7E-05	4	412,936	0,005 ‡
5.	10,3	23,648	<b>0,99738</b>	2,448	2,2	-1,9E-05	3	412,941	0,006 ‡
6.	11,3	24,137	<b>0,99727</b>	2,448	2,2	-2,4E-05	3	412,943	0,003 ‡
7.	12,3	24,507	<b>0,99718</b>	2,448	2,5	-1,9E-05	3	412,946	0,002 ‡
8.	13,3	24,752	<b>0,99710</b>	2,448	3,3	-1,7E-05	4	412,949	0,002 ‡
9.	14,4	24,895	<b>0,99712</b>	2,448	2,2	-2,0E-05	3	412,950	0,004 ‡
10.	15,6	24,981	<b>0,99710</b>	2,448	3,3	-1,9E-05	4	412,952	0,004 ‡
11.	16,7	25,020	<b>0,99704</b>	2,448	3,1	-1,7E-05	4	412,954	0,003 ‡
12.	17,6	25,043	<b>0,99704</b>	2,448	6,9	-2,7E-05	8	412,954	0,004 ‡
13.	18,6	25,055	<b>0,99704</b>	2,448	2,5	-1,5E-05	3	412,954	0,003 ‡
14.	19,7	25,090	<b>0,99700</b>	2,448	3,1	-2,2E-05	4	412,957	0,004 ‡
15.	20,7	26,056	<b>0,99667</b>	2,448	3,1	-4,7E-05	4	412,975	0,005 ‡
16.	21,7	27,420	<b>0,99630</b>	2,448	2,2	-2,0E-05	3	412,990	0,003 ‡
17.	22,7	28,183	<b>0,99616</b>	2,448	2,2	-2,2E-05	3	412,998	0,005 ‡
18.	23,7	28,469	<b>0,99607</b>	2,448	3,1	-2,2E-05	4	413,003	0,005 ‡
19.	24,6	28,562	<b>0,99605</b>	2,448	3,3	-3,9E-05	4	413,003	0,004 ‡
20.	25,7	28,579	<b>0,99604</b>	2,448	2,2	-4,5E-05	3	413,003	0,005 ‡
21.	26,8	28,553	<b>0,99605</b>	2,448	3,1	-1,2E-05	4	413,001	0,003 ‡
22.	27,8	28,512	<b>0,99606</b>	2,448	3,1	-1,0E-05	4	413,002	0,004 ‡
23.	28,8	28,468	<b>0,99608</b>	2,448	2,2	-1,0E-05	3	413,002	0,005 ‡
24.	29,7	28,427	<b>0,99608</b>	2,448	3,1	-4,5E-05	4	413,002	0,005 ‡
25.	30,6	28,339	<b>0,99612</b>	2,448	6,9	-2,0E-05	8	413,000	0,005 ‡
26.	31,8	27,948	<b>0,99625</b>	2,448	4,0	-3,4E-05	5	412,992	0,003 ‡
27.	32,7	27,551	<b>0,99635</b>	2,448	2,2	-1,7E-05	3	412,986	0,002 ‡
28.	33,7	27,176	<b>0,99646</b>	2,448	2,5	-5,1E-06	3	412,981	0,003 ‡
29.	34,6	26,844	<b>0,99653</b>	2,448	4,4	-2,5E-05	5	412,977	0,002 ‡
30.	35,7	26,489	<b>0,99662</b>	2,448	2,3	-1,5E-05	3	412,973	0,002 ‡
31.	37,2	26,010	<b>0,99680</b>	2,448	7,8	-3,2E-05	9	412,965	0,003 ‡
32.	38,2	25,675	<b>0,99685</b>	2,448	4,3	-4,0E-05	5	412,961	0,001 ‡
33.	39,2	25,359	<b>0,99697</b>	2,448	5,9	-4,2E-05	7	412,957	0,003 ‡
34.	40,4	25,111	<b>0,99704</b>	2,448	2,3	-2,2E-05	3	412,955	0,004 ‡
35.	41,3	24,991	<b>0,99707</b>	2,448	2,4	-3,2E-05	3	412,951	0,002 ‡
36.	42,2	24,924	<b>0,99709</b>	2,448	2,2	-2,7E-05	3	412,950	0,002 ‡
37.	43,2	24,886	<b>0,99707</b>	2,448	4,8	-1,2E-05	6	412,950	0,001 ‡

38.	44,2	24,872	<b>0,99705</b>	2,448	5,0	-4,4E-05	6	412,952	0,001 ‡
39.	45,3	24,869	<b>0,99708</b>	2,448	3,1	-1,3E-05	4	412,952	0,003 ‡

\*[Die Messung N° 3 wurde durch den Prüfer von der mathematischen Auswertung abgekoppelt.]

**Tabellensymbole:** *t* Zeitpunkt [min], *θ* Temperatur [°C], *ρ* Dichte [g/cm<sup>3</sup>], *H* Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], *ω* Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s], *Δρ<sub>ω</sub>* Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm<sup>3</sup>], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägwertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F<sub>A</sub>* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F<sub>korr.</sub>* zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauchenden Suspensionslänge [mN].

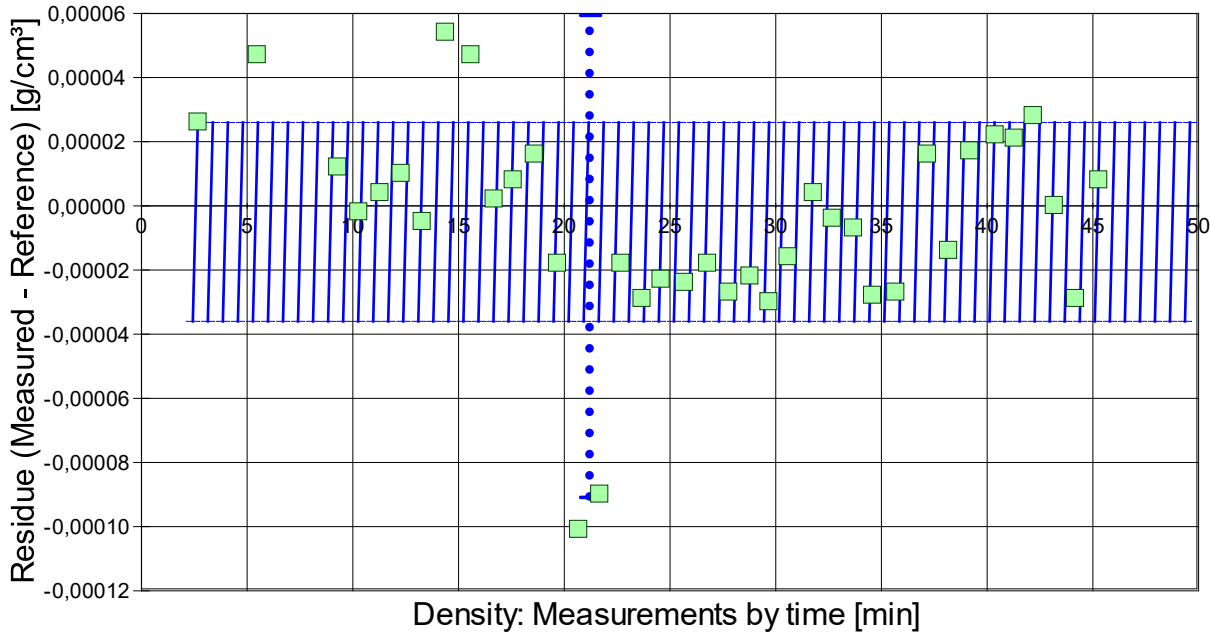
- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (*H*=0mm). Die zu *F<sub>korr.</sub>* nachgestellten Zeichen '°‡' oder '‡' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('°' für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren,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

## • 5. REFERENZ VERGLEICH

Beurteilung von Viskositäts- und Dichtemessungen anhand der Residuen: Die Differenzen zwischen Messwerten und zur jeweiligen Temperatur berechneten Sollwerten des Referenzeintrags *Wasser* wird in den Diagrammen unten dargestellt. Die Abbildung der Differenzwerte entspricht der zeitlichen Abfolge der Messwerte. .

- **VORSICHT** Die Bedeutung des automatischen Vergleichs mit jeweiligen Referenzwerten ist völlig von der Richtigkeit und Präzision der hinterlegten Stoffdaten abhängig. - *Diagramm 8.*

Referenzabweichung der Dichtemesswerte - 'rho-Residuen'

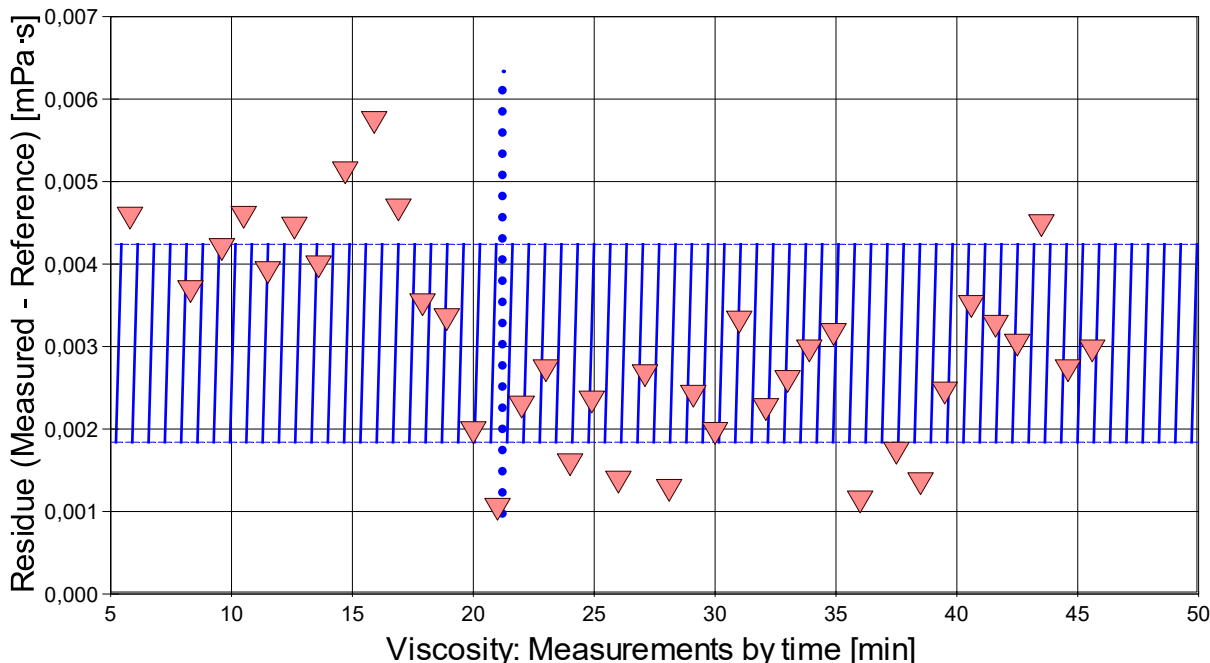


Reference values for 'Wasser' acc. to  $f(T[°C])=(99983.952+ 1695.2577 \cdot T-0.79905127 \cdot T^2-4.6241757E-3 \cdot T^3+1.0584601E-5 \cdot T^4-2.8103006E-8 \cdot T^5) / (1e5+ 1688.7236 \cdot T)$

Mean and Standarddev. of Residuals: -5,00E-06 ±3,1E-05 g/cm<sup>3</sup>, relative: -5,0 ppm at a spread of 31 ppm

- Das Chart N°9, "rho-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 9. Referenzabweichung der Viskositätsmesswerte - 'eta-Residuen'*



Reference values for 'Wasser' acc. to  $f(T[°C])=37.1941 \cdot \text{EXP}(1.35960E+11/(273.15+T)^4-1.44585E+09/(273.15+T)^3+6.04736E+06/(273.15+T)^2-1.02607E+04/(273.15+T))$

Mean and Standarddev. of Residuals: 0,00304 ±0,0012 mPa·s, relative: +0,35% at a spread of 0,14%

- Das Chart N°10, "eta-Residuen", zeigt temperaturkorrigierte 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.

## • 6. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

- a). **Messkörper:** Name *MK\_ESA1a*, b). IdentN° 7022, c). Spaltweite 0,851 mm.  
 d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Standard. e). Konfigurationstyp DiVA-A (I++).  
 f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse 48,1349 ± 0,0003 g, ~volumen 6,054 ± 0,0005 cm<sup>3</sup>, ~durchmesser 14,2991 ± 0,001 mm, ~länge 43,08 ± 0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 53,2·10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>. g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,0201 mm<sup>2</sup>, Umfang 0,502 mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).  
 i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser 16,0015 ± 0,0005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 20·10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>.  
 j). **Bezugstemperatur:** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.  
 k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: ζ = 1,37.  
**Individuelle Werte:** l). Offset-Korrektur:  $F_{\theta} = 0,006$  mN.<sup>m</sup>). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 70,1 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 27,1 mm.

n). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,1% bestimmt; die o). Messunsicherheit der Dichte ± 0,000083 g/cm<sup>3</sup> stammt von oben genannten Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie von den gegebenen Spezifikationen zur Kraft- und Temperaturmessung .

- **Die Messunsicherheit** des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus den folgenden Unsicherheitsquellen bestimmt: 1.: der geometrischen Toleranzangaben zu Messkörperdurchmesser, 2.: zur Länge und 3.: zum Radius des Gefäßes. Individuell aus 4.: der Standardabweichung der Messkraft ( $\sigma_{F1/2}$ ), 5.: der Exzentrizität pauschal zu 0.5% (v.M.), 6.: der Unsicherheit der Kalibrierung zu 0.5% (v.M.), 7.: der Geschwindigkeitsangabe zu 0.1%, 8.: pro Grad Temperaturmessunsicherheit werden 5% (v.M.) angesetzt. - Die Gesamtunsicherheiten einer Messung wird aus der Wurzel der Quadratesumme der Einzelunsicherheiten berechnet; diese sind summarisch zu jeder Einzelmessung angegeben in der Spalte  $\sigma_n$  von Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II., und in den jeweiligen Diagrammen eingezeichnet.  
**Temperaturangaben** beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der Werte.

## Programm

Data created during execution of the IMPro "DiVA-A1", type 5/0. IMPro break by user in command line N°600.

*(the digital twin of process IDN°14636 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)*

## Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde während dieser Messung justiert.

**IMETER ID23903733: Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse  $\rho_{cal}$  8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte  $\rho_{air}$  vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung  $g$  9,80769 m/s<sup>2</sup>. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ± 0,01[K],  $R^{\circ}$  100,0018[Ohm], AutoCal 60[min] (BN° 3, -10/100°C, 4S, FS15, Offset: -0,0361). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.0.52, LizenzN° \*3037-4759\*, W. 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

### Justierung der Wägezelle während der Messung:

at 7,6 min, Adjustment 0 \*\* passed \*\*

*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 'imeterData32.cal' gesondert gespeichert).*

### Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
2,1	59,8	22,96	96,848	1,13227
25,2	59,33	22,94	96,869	1,13266
45,9	59,24	23,04	96,880	1,13237

*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 Luftdichte wird dabei aus den Druck-, Temperatur- und Luftfeuchtwerten berechnet.*

## Kommentar/Bewertung/Interpretation:

**Systemtest - dynamische Response bei rascher Temperaturänderung; Prüfung der Anzeigetragheit für Anwendungen im kontinuierlichen Prozessmonitoring; Test für ungünstige Umstände. - Messung demonstriert eine sehr schnelle Adaptionfähigkeit bei starker Temperaturänderung.**

**Unerwartet sensibel folgen die Kennzahlen der sich ändernden Wassertemperatur**

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