

ID N° 14783 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Toluene rheo

Sigma Aldrich Chromasolv for HPLC 99.9%, Lot# SZBB192BV

Sample/Ref.: **Toluol** • *ideal Newtonian*

Results at **25,03°C**

Viscosity: $\eta_{(100,0s^{-1})} = 0,548 \pm 0,022 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 0,635 \pm 0,026 \text{ mm}^2/\text{s}$

1,9 x 39 shear rates $\text{dec.}^{-\text{exp}(830 \rightarrow 1,2)} \cdot \text{s}^{-1}$, resolves $K = 0,5458 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ and $n = 1,000$ with $\tau^0 = 0,03675 \text{ mPa}$,

Density: $\rho = 0,86214 \pm 0,000072 \text{ g/cm}^3$

Report

• 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. Wird die Plattform nach unten bewegt, so fließt das Probenfluid um den stillstehenden Messzylinder durch den ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die genau der Viskosität der Probe entspricht. - Eine Relativgeschwindigkeit zwischen den Zylindern fördert parallel ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist durch die geometrischen Verhältnisse definiert, Geschwindigkeit, Strömung, Kraft 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. Für nicht so normale Flüssigkeiten wird Viskosität 'scheinbare Viskosität' genannt. Gegenüber Rotationsviskosimetern ist bei M5 DiVA die Kohärenz- und Itegrität der Messung hervorzuheben (keine Oberflächeneffekte, Wirbelbildung, Zentrifugalkräfte, Lagerreibung und unklare Scher-historien) wodurch sich ein Qualitätsunterschied definiert.

Über die Variation der Strömungsgeschwindigkeit wird die Rheometerfunktion angesprochen - d.h. die Messung der 'Viskosität' in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit. Dem hier durchmessenen Bereich 1,17 bis 829,51 /s kommt technisch die Bedeutung von *Ausgießen, Verlaufen* bis etwa *kräftigem Pumpen, Rakeln* zu. -- Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte ρ (*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-Resultate 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'**

• 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 76-mal gemessen, die Dichte 80-mal. Messdauer eine Stunde; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum ziemlich grob isotherm bei 25,03°C. .

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

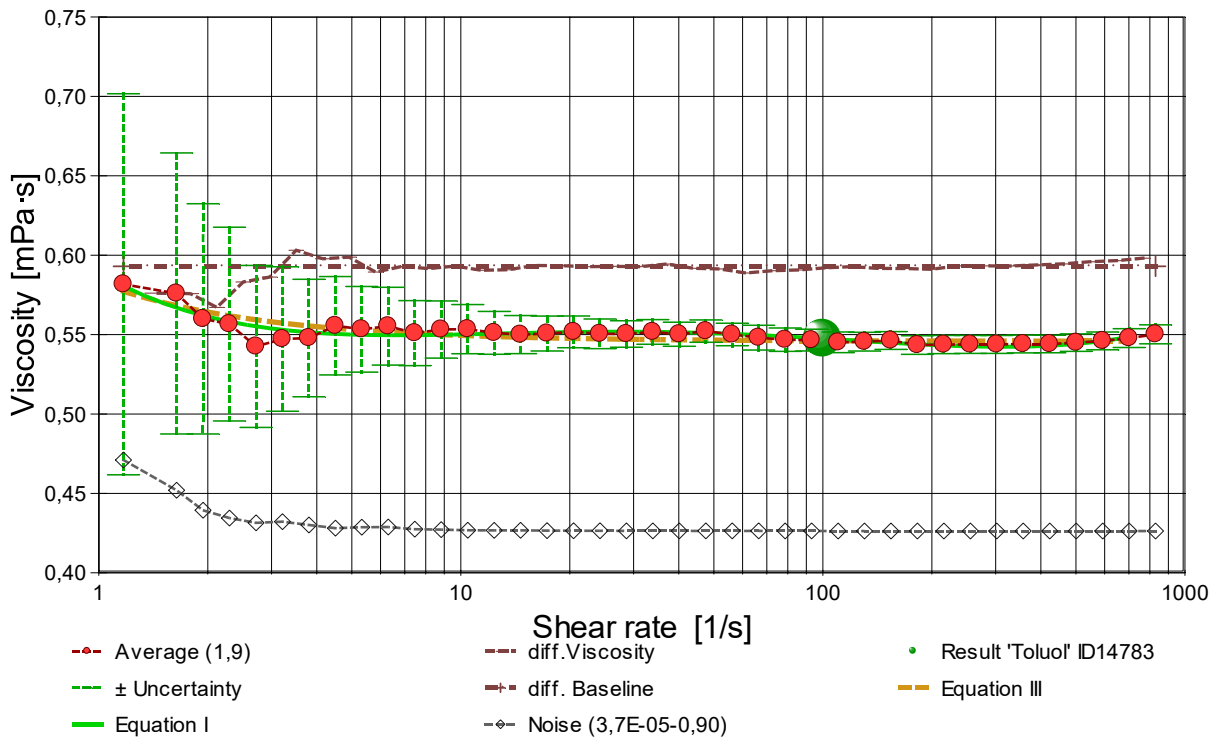
Temperatur **Toluol-Probe** in Rheometrie-Messung: $25,021 \pm 0,008 \text{ °C}$, Zeitbereich: 2,1 bis 62,4 Minuten. Die 76 Viskositätsmesswerte wurden mit 39 unterschiedlichen Schergeschwindigkeiten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 1,17 bis 829,51 s^{-1} wobei die Viskosität (η) Werte zwischen 0,533 bis 0,583 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung $0,5475 \pm 0,022 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ für $\dot{\gamma} = 100,0 \text{ s}^{-1}$ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten kalkuliert:

$$\eta_{25,0^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f[\dot{\gamma} [1/\text{s}]] = 0,58902 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,099666 + 0,049851 \cdot \ln(\dot{\gamma}) - 0,010032 \cdot \ln(\dot{\gamma})^2 + 6,8555 \cdot 10^{-4} \cdot \ln(\dot{\gamma})^3)}$$

Gleichung 1, $r^2 = 0,81$, $\sigma \pm 0,0063\%$

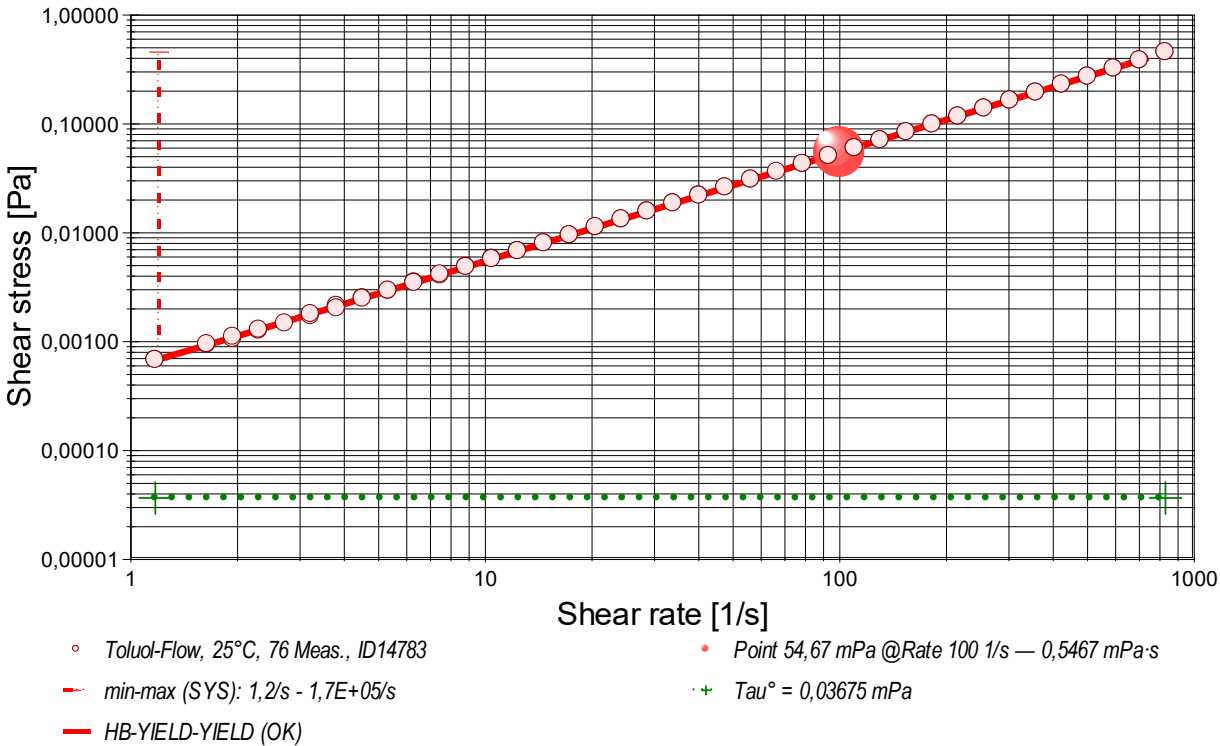
- Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren 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 η 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 zwei durchlaufenen Zyklen. (vgl. Zeit-Visko-Chart). Der numerische Differenzenquotient der 39 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 Nullbezuglinie ('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 (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 τ und $\dot{\gamma}$ konstant. - Das Diagramm 3, "Fließkurve (log)", zeigt die Lage der einzelnen Messwerte in den Koordinaten von Schergeschwindigkeit und Schubspannung. Der Verlauf markiert die sog. Fließkurve. Zu den Werten ist die Regressionsfunktion (Gleichung II) gemäß Herschel & Buckley (HB) eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in Toluol bei 25°C beschreibt die Gleichung II insgesamt hervorragend:

$$\tau \text{ [Pa]} = 0,00003675 + 5,458 \cdot 10^{-4} \cdot \dot{\gamma}^1 \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,999962, \sigma \pm 1,1\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = 0,03675 \text{ mPa}$), Konsistenz ($K = 0,5458 \text{ mPa}$) und Fließindex ($n = 1,000$) charakterisieren das Fließverhalten der Toluol-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus dem geläufigen Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \ddot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Schergeschwindigkeit:

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = 0,03675 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 0,5458 \quad \text{Gleichung III, } r^2 = \sim 0, \text{VK} = 1,6\%, \sigma \pm 9,0\text{E-}06\%$$

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

• Geringe strukturelle Kohäsion detektiert. Die Fließgrenze fungiert als initiale Barriere, gefolgt von rascher viskoser Relaxation.

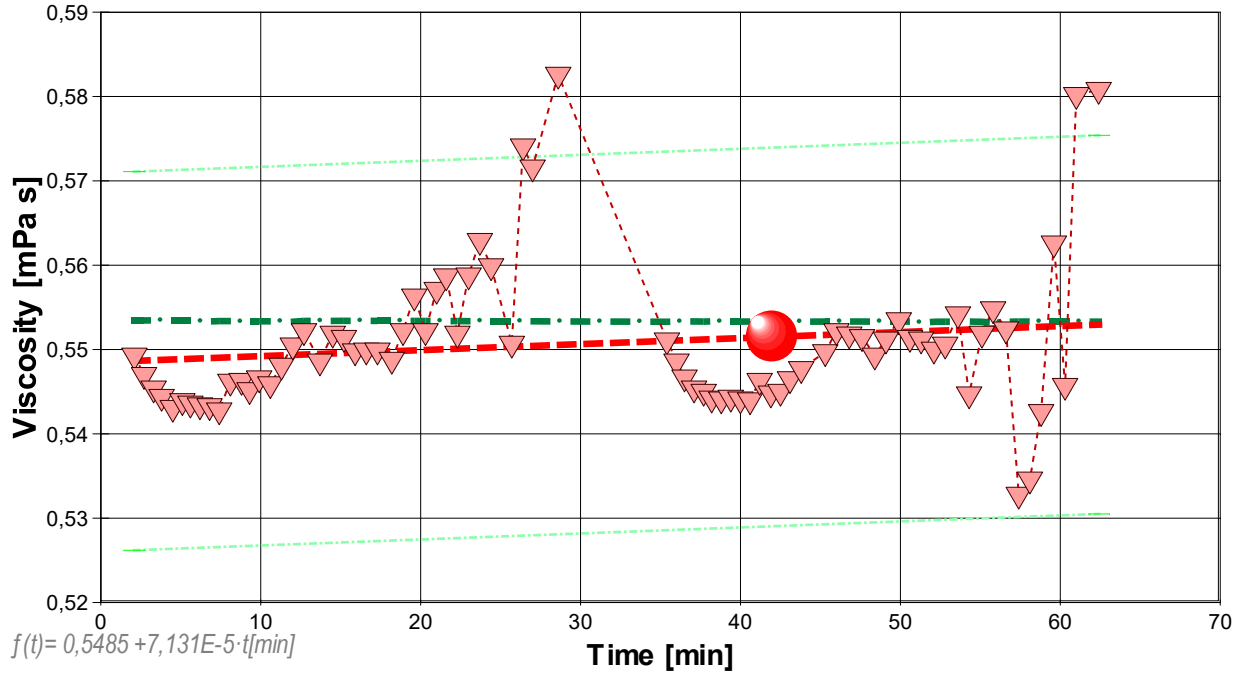
- Der Yield Stress ist konsistent mit der strukturellen Viskosität der Probe.
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ($\dot{\gamma}$).

- Die Begriffe 'Yield Stress', 'Fließgrenzspannung', 'Fließgrenze' sind synonym, um eine *Rigidität* am quasi ruhenden Fluid zu quantifizieren. Der ausgewiesene Wert von $\tau^0 = 0,03675$ mPa befindet sich unterhalb gewöhnlicher Anzeigemöglichkeit; es fehlen Vergleichsdaten.

'M5 DiVA - DifferentialViscous-Axio-rheometry. M5 DiVA means real-flow-Rheometry.

- <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)'



- ▽ - IDN°14783, 76 Measurements, 1,9 cycles, dec. ± 4,1%

- - - ref. 'Toluol'

- - - Toluol, lin. equation f(t)

- - - 42,0[min]: 0,5475 mPa s

- 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. Referenzwerte werden zum jeweiligen Zeitpunkt temperaturgetreu dargestellt.

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°14783	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.	2,1	25,005	0,5493	24,99	7,8726	0,4557	179,6	829,51	331
2.	2,7	25,004	0,5470	21,14	6,6289	0,3837	151,9	701,50	282
3.	3,3	25,003	0,5454	17,86	5,5856	0,3233	128,4	592,79	239
4.	3,8	25,005	0,5444	15,09	4,7108	0,2727	108,5	500,86	202
5.	4,5	25,004	0,5431	12,76	3,9728	0,2300	91,68	423,39	171
6.	5,1	25,004	0,5439	10,77	3,3606	0,1945	77,44	357,61	144
7.	5,6	25,004	0,5436	9,106	2,8383	0,1643	65,45	302,24	122
8.	6,2	25,021	0,5434	7,698	2,3986	0,1388	55,33	255,51	103
9.	6,8	25,023	0,5433	6,504	2,0266	0,1173	46,75	215,89	87,2
10.	7,4	25,016	0,5428	5,498	1,7114	0,09906	39,52	182,49	73,8
11.	8,1	25,017	0,5462	4,645	1,4549	0,08421	33,38	154,17	62,0
12.	8,8	25,027	0,5463	3,926	1,2297	0,07118	28,21	130,29	52,4
13.	9,3	25,019	0,545	3,319	1,0377	0,0601	23,9	110,2	44
14.	9,9	25,020	0,547	2,805	0,8790	0,0509	20,2	93,09	37
15.	10,6	25,021	0,546	2,370	0,7420	0,0429	17,0	78,67	32
16.	11,3	25,021	0,548	2,003	0,6295	0,0364	14,4	66,48	27
17.	12,0	25,029	0,550	1,693	0,5345	0,0309	12,2	56,19	22
18.	12,7	25,014	0,552	1,431	0,4531	0,0262	10,3	47,50	19
19.	13,7	25,013	0,549	1,209	0,3803	0,0220	8,69	40,13	16
20.	14,5	25,013	0,552	1,022	0,3233	0,0187	7,34	33,91	13
21.	15,2	25,012	0,551	0,8638	0,2731	0,0158	6,21	28,67	11
22.	15,9	25,013	0,550	0,7298	0,2301	0,0133	5,25	24,22	9,7
23.	16,6	25,011	0,550	0,6170	0,1946	0,0113	4,43	20,48	8,2
24.	17,3	25,013	0,550	0,5213	0,1644	0,00952	3,75	17,30	6,9
25.	18,2	25,013	0,549	0,4405	0,1386	0,00802	3,17	14,62	5,8
26.	18,9	25,015	0,552	0,3723	0,1179	0,00682	2,68	12,36	4,9
27.	19,6	25,014	0,556	0,3147	0,1004	0,00581	2,26	10,45	4,1
28.	20,3	25,015	0,552	0,2659	0,0842	0,00487	1,91	8,826	3,5
29.	21,0	25,017	0,557	0,2248	0,0718	0,00416	1,62	7,461	2,9
30.	21,6	25,015	0,559	0,1899	0,0608	0,00352	1,36	6,302	2,5
31.	22,3	25,017	0,552	0,1605	0,0508	0,00294	1,15	5,326	2,1
32.	23,0	25,018	0,559	0,1357	0,0435	0,00252	0,975	4,504	1,8
33.	23,7	25,017	0,563	0,1147	0,0370	0,00214	0,824	3,806	1,5

34.	24,4	25,019	0,560	0,09691	0,0311	0,00180	0,696	3,216	1,3
[35.	25,0	25,018	0,544	0,08190	0,0255	0,00148	0,589	2,718	1,1]*
36.	25,7	25,020	0,551	0,06916	0,0218	0,00126	0,497	2,296	0,92
37.	26,4	25,019	0,574	0,05847	0,0192	0,00111	0,420	1,941	0,74
38.	27,0	25,019	0,57	0,04941	0,0162x	9,4E-04	0,36	1,64	0,6
[39.	27,9	25,021	0,54	0,04176	0,0128x	7,4E-04	0,30	1,39	0,6]*
40.	28,6	25,023	0,58	0,03530	0,0118x	6,8E-04	0,25	1,17	0,4
41.	35,4	25,028	0,5511	24,99	7,8973	0,4571	179,6	829,51	330
42.	36,0	25,025	0,5486	21,14	6,6490	0,3849	151,9	701,50	281
43.	36,5	25,024	0,5467	17,86	5,5991	0,3241	128,4	592,80	238
44.	37,1	25,023	0,5454	15,09	4,7197	0,2732	108,5	500,85	202
45.	37,7	25,025	0,5450	12,76	3,9867	0,2308	91,68	423,39	171
46.	38,2	25,021	0,5442	10,77	3,3623	0,1946	77,44	357,61	144
47.	38,8	25,024	0,5441	9,106	2,8409	0,1644	65,45	302,24	122
48.	39,4	25,025	0,5443	7,698	2,4026	0,1391	55,33	255,51	103
49.	40,0	25,026	0,5441	6,504	2,0295	0,1175	46,75	215,89	87,1
50.	40,6	25,024	0,5440	5,498	1,7151	0,09927	39,52	182,49	73,6
51.	41,2	25,026	0,5463	4,645	1,4550	0,08422	33,38	154,17	61,9
52.	41,9	25,026	0,5448	3,926	1,2263	0,07098	28,21	130,29	52,5
53.	42,5	25,025	0,5450	3,319	1,0374	0,06004	23,86	110,17	44,4
54.	43,1	25,027	0,546	2,805	0,8788	0,0509	20,2	93,09	37
55.	43,8	25,027	0,548	2,370	0,7444	0,0431	17,0	78,67	32
56.	45,3	25,025	0,550	1,693	0,5337	0,0309	12,2	56,19	22
57.	46,0	25,026	0,552	1,431	0,4531	0,0262	10,3	47,50	19
58.	46,8	25,024	0,552	1,209	0,3826	0,0221	8,69	40,13	16
59.	47,6	25,024	0,551	1,022	0,3230	0,0187	7,34	33,91	13
60.	48,4	25,026	0,549	0,8638	0,2721	0,0157	6,21	28,67	11
61.	49,1	25,023	0,551	0,7298	0,2307	0,0134	5,25	24,22	9,6
62.	49,9	25,022	0,554	0,6170	0,1958	0,0113	4,43	20,48	8,1
63.	50,6	25,025	0,551	0,5213	0,1648	0,00954	3,75	17,30	6,9
64.	51,3	25,045	0,551	0,4405	0,1392	0,00806	3,17	14,62	5,8
65.	52,1	25,029	0,550	0,3723	0,1174	0,00680	2,68	12,36	4,9
66.	52,8	25,027	0,551	0,3147	0,0994	0,00575	2,26	10,45	4,2
67.	53,6	25,028	0,554	0,2659	0,0845	0,00489	1,91	8,826	3,5
68.	54,3	25,026	0,545	0,2248	0,0702	0,00406	1,62	7,461	3,0
69.	55,1	25,029	0,552	0,1899	0,0601	0,00348	1,36	6,302	2,5
70.	55,8	25,046	0,555	0,1605	0,0510	0,00295	1,15	5,326	2,1
71.	56,6	25,028	0,552	0,1357	0,0430	0,00249	0,975	4,504	1,8
72.	57,4	25,025	0,533	0,1147	0,0350	0,00203	0,824	3,806	1,6
73.	58,1	25,024	0,535	0,09690	0,0297	0,00172	0,696	3,216	1,3
74.	58,8	25,025	0,543	0,08190	0,0255	0,00147	0,589	2,718	1,1
75.	59,6	25,025	0,563	0,06917	0,0223	0,00129	0,497	2,296	0,90
76.	60,3	25,026	0,55	0,05847	0,0183x	0,0011	0,42	1,94	0,8
77.	61,0	25,025	0,58	0,04942	0,0164x	9,5E-04	0,36	1,64	0,6
[78.	61,7	25,026	0,59	0,04176	0,0141x	8,2E-04	0,30	1,39	0,5]*
79.	62,4	25,027	0,58	0,03530	0,0118x	6,8E-04	0,25	1,17	0,4

*[Angaben der Messung N° 35, 39, 78 wurden durch den Prüfer von den Ergebnissen ausgenommen.]

Tabellensymbole: *t* Zeitpunkt [min], *θ* Temperatur [°C], *η* Messwert Viskosität [mPa·s], *v_z* Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s], *F_z* viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN], *τ* Schubspannung [Pa], *v_{max}* maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s], *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_{hη}*), 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, sowie ein konstanter Beitrag *F_θ*, der die *Meniskus-Kraft* ausgleicht - d.h. die sehr kleine dynamische Zusatzkraft durch die Benetzungsdynamik der Phasengrenze zwischen Suspension (Messkörperrückführung) und Probenoberfläche.
Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus $F_z = F_w - F_p - F_{h\eta} - F_\zeta - F_{h\eta} - F_\theta$. Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt, (*F_θ* wird in den Konfigurationsangaben aufgeführt). Das Zeichen "x" kennzeichnet solche *F_z*-Werte, die eine (zu) große Standardabweichung aufweisen ($\sigma > 1\%$) und evtl. fehlerbehaftet sind.
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>σF_w</i>	<i>σF_{w rel}</i> -- Alle Werteinträge in [mN] --	<i>F_p</i>	<i>F_{hρ}</i>	<i>F_ζ</i>	<i>F_{hη}</i>	<i>N/n</i> Datenauswahl
1.	430,2912	0,03208	75 ppm	420,9602	0,003976	1,46	5,60E-04	8/19
2.	428,6333	0,01851	43 ppm	420,9618	0,004066	1,04	4,82E-04	9/22
3.	427,2919	0,007842	18 ppm	420,9622	0,003986	0,745	3,98E-04	12/27
4.	426,2034	0,002458	5,8 ppm	420,9618	0,003997	0,532	3,37E-04	14/32
5.	425,3144	0,002043	4,8 ppm	420,9629	0,004085	0,380	2,90E-04	17/38
6.	424,5929	0,003748	8,8 ppm	420,9625	0,004062	0,271	2,44E-04	16/35
7.	423,9932	0,004022	9,5 ppm	420,9628	0,004098	0,194	2,08E-04	19/42
8.	423,4981	0,004799	11 ppm	420,9627	0,004129	0,138	1,77E-04	23/49
9.	423,0861	0,003904	9,2 ppm	420,9623	0,004115	0,0989	1,49E-04	27/57
10.	422,7422	0,004791	11 ppm	420,9619	0,004161	0,0706	1,27E-04	27/58
11.	422,4660	4,425E-04	1,0 ppm	420,9623	0,004061	0,0504	1,06E-04	4/69
12.	422,2266	7,121E-04	1,7 ppm	420,9624	0,003963	0,0360	8,71E-05	9/69
13.	422,0219	0,00504	12 ppm	420,9603	0,00415	0,0257	7,70E-05	42/88
14.	421,8560	0,00476	11 ppm	420,9605	0,00415	0,0184	6,52E-05	43/89
15.	421,7149	0,00536	13 ppm	420,9616	0,00418	0,0131	5,55E-05	44/92
16.	421,5988	0,00434	10 ppm	420,9617	0,00414	0,00937	4,66E-05	45/93
17.	421,4999	0,00244	5,8 ppm	420,9604	0,00394	0,00670	3,77E-05	45/93
18.	421,4179	0,00165	3,9 ppm	420,9612	0,00345	0,00478	2,79E-05	41/86
19.	421,3465	0,00170	4,0 ppm	420,9635	0,00306	0,00342	2,08E-05	41/86

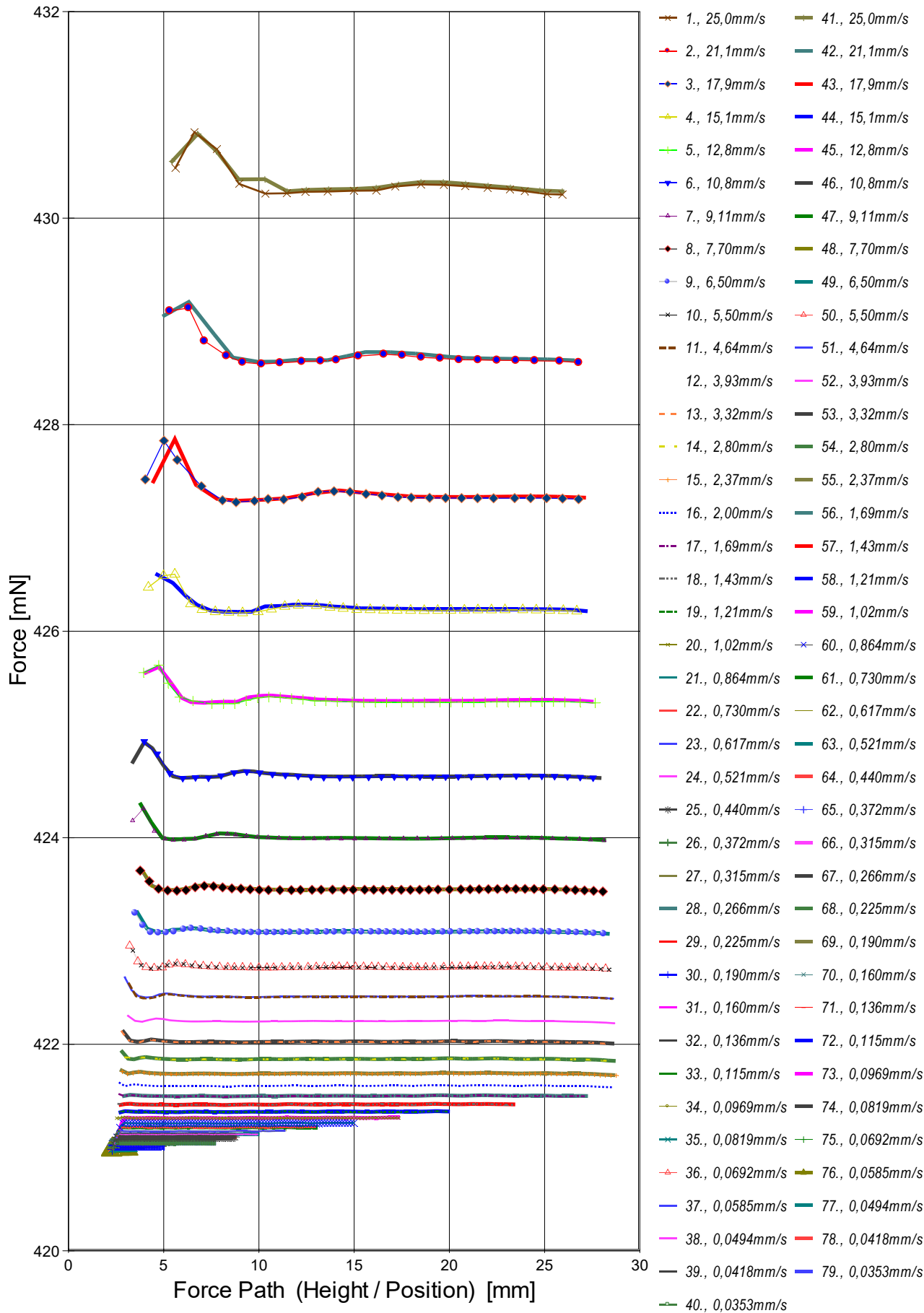
20.	421,2866	0,00116	2,7 ppm	420,9613	0,00270	0,00244	1,56E-05	45/93
21.	421,2364	0,00123	2,9 ppm	420,9616	0,00239	0,00174	1,17E-05	45/93
22.	421,1938	0,00122	2,9 ppm	420,9623	0,00213	0,00124	8,78E-06	45/93
23.	421,1591	0,00110	2,6 ppm	420,9633	0,00193	8,89E-04	6,71E-06	45/93
24.	421,1275	9,16E-04	2,2 ppm	420,9619	0,00175	6,35E-04	5,13E-06	40/83
25.	421,1023	6,76E-04	1,6 ppm	420,9625	0,00160	4,53E-04	3,95E-06	40/83
26.	421,0803	8,11E-04	1,9 ppm	420,9613	0,00146	3,24E-04	3,09E-06	45/93
27.	421,0628	6,98E-04	1,7 ppm	420,9613	0,00136	2,31E-04	2,44E-06	45/93
28.	421,0473	6,77E-04	1,6 ppm	420,9619	0,00126	1,65E-04	1,90E-06	45/93
29.	421,0340	4,49E-04	1,1 ppm	420,9610	0,00119	1,18E-04	1,52E-06	45/93
30.	421,0238	7,00E-04	1,7 ppm	420,9617	0,00112	8,42E-05	1,22E-06	45/93
31.	421,0143	5,07E-04	1,2 ppm	420,9622	0,00107	6,02E-05	9,70E-07	40/83
32.	421,0068	3,06E-04	0,73 ppm	420,9620	0,00102	4,30E-05	7,92E-07	40/83
33.	421,0004	4,39E-04	1,0 ppm	420,9620	9,80E-04	3,07E-05	6,49E-07	40/83
34.	420,9955	5,06E-04	1,2 ppm	420,9630	9,46E-04	2,19E-05	5,26E-07	40/83
[35.	420,9902	3,92E-04	0,93 ppm	420,9633	9,20E-04	1,57E-05	4,20E-07	36/76]*
36.	420,9861	4,15E-04	0,99 ppm	420,9629	8,95E-04	1,12E-05	3,49E-07	36/76
37.	420,9834	3,92E-04	0,93 ppm	420,9627	8,74E-04	7,99E-06	3,01E-07	40/83
38.	420,9799	6,4E-04	1,5 ppm	420,9623	8,6E-04	5,71E-06	2,48E-07	40/83
[39.	420,9778	4,9E-04	1,2 ppm	420,9635	8,4E-04	4,07E-06	1,93E-07	40/83]*
40.	420,9765	3,9E-04	0,93 ppm	420,9633	8,3E-04	2,91E-06	1,75E-07	40/83
41.	430,3191	0,02943	68 ppm	420,9634	0,003959	1,46	5,59E-04	7/18
42.	428,6549	0,02635	61 ppm	420,9633	0,003954	1,04	4,70E-04	8/19
43.	427,3045	0,007330	17 ppm	420,9613	0,003987	0,745	3,99E-04	8/19
44.	426,2136	0,002634	6,2 ppm	420,9633	0,004048	0,532	3,42E-04	14/32
45.	425,3287	0,004115	9,7 ppm	420,9632	0,004034	0,380	2,87E-04	18/39
46.	424,5955	0,004089	9,6 ppm	420,9636	0,004062	0,271	2,44E-04	22/47
47.	423,9952	0,005367	13 ppm	420,9622	0,004122	0,194	2,09E-04	19/41
48.	423,5016	0,002481	5,9 ppm	420,9622	0,004057	0,138	1,74E-04	22/47
49.	423,0890	0,004596	11 ppm	420,9624	0,004184	0,0989	1,52E-04	27/58
50.	422,7467	0,004415	10 ppm	420,9627	0,004118	0,0706	1,26E-04	28/60
51.	422,4669	5,035E-04	1,2 ppm	420,9631	0,003950	0,0504	1,03E-04	4/70
52.	422,2237	0,004772	11 ppm	420,9632	0,004161	0,0360	9,12E-05	32/68
53.	422,0250	0,004238	10 ppm	420,9637	0,004143	0,0257	7,68E-05	34/71
54.	421,8579	0,00446	11 ppm	420,9625	0,00416	0,0184	6,54E-05	40/84
55.	421,7180	0,00398	9,4 ppm	420,9623	0,00415	0,0131	5,53E-05	37/77
56.	421,5022	0,00219	5,2 ppm	420,9635	0,00398	0,00670	3,80E-05	36/76
57.	421,4194	0,00157	3,7 ppm	420,9627	0,00348	0,00478	2,82E-05	40/83
58.	421,3477	0,00165	3,9 ppm	420,9625	0,00305	0,00342	2,08E-05	36/76
59.	421,2879	0,00122	2,9 ppm	420,9628	0,00270	0,00244	1,56E-05	40/83
60.	421,2367	0,00103	2,4 ppm	420,9630	0,00240	0,00174	1,17E-05	40/83
61.	421,1950	0,00118	2,8 ppm	420,9629	0,00214	0,00124	8,83E-06	40/83
62.	421,1592	0,00102	2,4 ppm	420,9622	0,00193	8,89E-04	6,74E-06	45/93
63.	421,1282	9,07E-04	2,2 ppm	420,9622	0,00175	6,35E-04	5,15E-06	45/93
64.	421,1036	6,60E-04	1,6 ppm	420,9633	0,00160	4,53E-04	3,97E-06	45/93
65.	421,0830	5,95E-04	1,4 ppm	420,9645	0,00147	3,24E-04	3,08E-06	40/83
66.	421,0639	4,65E-04	1,1 ppm	420,9634	0,00136	2,31E-04	2,41E-06	40/83
67.	421,0489	6,99E-04	1,7 ppm	420,9632	0,00127	1,65E-04	1,91E-06	40/83
68.	421,0357	6,29E-04	1,5 ppm	420,9643	0,00119	1,18E-04	1,49E-06	36/76
69.	421,0240	5,61E-04	1,3 ppm	420,9627	0,00113	8,42E-05	1,21E-06	38/79
70.	421,0160	4,67E-04	1,1 ppm	420,9637	0,00107	6,02E-05	9,74E-07	40/83
71.	421,0085	4,66E-04	1,1 ppm	420,9642	0,00102	4,30E-05	7,84E-07	39/82
72.	421,0018	4,13E-04	0,98 ppm	420,9655	9,79E-04	3,07E-05	6,13E-07	39/81
73.	420,9950	5,67E-04	1,3 ppm	420,9640	9,47E-04	2,19E-05	5,03E-07	40/83
74.	420,9910	3,99E-04	0,95 ppm	420,9642	9,18E-04	1,57E-05	4,18E-07	40/83
75.	420,9864	4,99E-04	1,2 ppm	420,9627	8,96E-04	1,12E-05	3,57E-07	36/76
76.	420,9834	5,3E-04	1,3 ppm	420,9637	8,8E-04	7,99E-06	2,86E-07	40/83
77.	420,9819	4,4E-04	1,0 ppm	420,9641	8,6E-04	5,71E-06	2,52E-07	39/82
[78.	420,9794	3,2E-04	0,76 ppm	420,9638	8,4E-04	4,07E-06	2,13E-07	40/83]*
79.	420,9762	4,0E-04	0,95 ppm	420,9630	8,3E-04	2,91E-06	1,75E-07	40/83

*[Beiträge der Messung N° 35, 39, 78 wurden durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

Tabellensymbole: F_w Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{Fw} Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN], $\sigma_{Fw\ rel}$ relative Standardabweichung [-], F_p Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN], F_{hp} Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN], F_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 Messwertauswahl 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-) Kapillarkosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

-> 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. Sofern sich kein ausreichend stationärer Verlauf zum Kurvenende hin ausbildet, können entsprechende Störungen - oder Probeneigenschaften - als Symptom verschiedener Ursachen gedeutet werden: ein Temperaturgefälle liegt vor, die Probe ist vertikal inhomogen, Mehrphasigkeit, Resonanz, Turbulenz (Re), die Probe scherverdünn, scherverfestigt (bewegzeitabhängig) im Ringspalt. Alle Kurven-Störungen betreffen die Angaben zu Noise und Messunsicherheit Σ_σ . Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,75 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 10,9 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.	5,25E-04	5,611	20,319	0,8512	-3,67E-04	14,2991	43,0800	0,006	1,1%
2.	3,06E-04	5,324	21,474	0,8512	-2,94E-04	14,2991	43,0800	0,0058	1,1%

3.	1,83E-04	4,031	22,754	0,8512	-2,20E-04	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
4.	1,22E-04	4,192	22,500	0,8512	-3,67E-04	14,2991	43,0800	0,0055	1,0%
5.	6,90E-05	3,946	23,714	0,8512	-2,94E-04	14,2991	43,0800	0,0055	1,0%
6.	1,95E-04	3,976	23,575	0,8512	-2,94E-04	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
7.	2,17E-04	3,367	24,760	0,8512	-2,94E-04	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
8.	3,17E-04	3,765	24,296	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,0057	1,0%
9.	3,74E-04	3,514	24,600	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,0057	1,0%
10.	4,88E-04	3,381	25,000	0,8512	-0,00118	14,2991	43,0800	0,0059	1,1%
11.	3,20E-05	3,176	25,334	0,8512	-0,00125	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
12.	2,00E-04	2,825	25,819	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
13.	8,55E-04	2,799	25,734	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,0066	1,2%
14.	0,00139	2,985	25,600	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,0069	1,3%
15.	0,00167	2,823	25,943	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,0077	1,4%
16.	0,00205	2,691	25,931	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,0078	1,4%
17.	0,00220	2,674	24,387	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,0072	1,3%
18.	0,00184	2,618	20,696	0,8512	-0,00103	14,2991	43,0800	0,0071	1,3%
19.	0,00204	2,713	17,273	0,8512	-9,55E-04	14,2991	43,0800	0,0076	1,4%
20.	0,00205	2,534	14,791	0,8512	-9,55E-04	14,2991	43,0800	0,0077	1,4%
21.	0,00269	2,461	12,497	0,8512	-8,81E-04	14,2991	43,0800	0,0085	1,5%
22.	0,00381	2,435	10,496	0,8512	-9,55E-04	14,2991	43,0800	0,0094	1,7%
23.	0,00383	2,416	8,920	0,8512	-8,08E-04	14,2991	43,0800	0,01	1,8%
24.	0,00798	2,429	7,469	0,8512	-9,55E-04	14,2991	43,0800	0,011	2,0%
25.	0,00756	2,400	6,325	0,8512	-9,55E-04	14,2991	43,0800	0,012	2,2%
26.	0,00836	2,346	5,363	0,8512	-0,00110	14,2991	43,0800	0,014	2,5%
27.	0,0128	2,337	4,543	0,8512	-0,00103	14,2991	43,0800	0,016	2,9%
28.	0,0138	2,322	3,831	0,8512	-0,00110	14,2991	43,0800	0,018	3,3%
29.	0,0186	2,303	3,248	0,8512	-0,00125	14,2991	43,0800	0,02	3,6%
30.	0,0777	2,298	2,737	0,8512	-0,00110	14,2991	43,0800	0,025	4,5%
31.	0,0573	2,304	2,311	0,8512	-0,00125	14,2991	43,0800	0,027	4,9%
32.	0,0328	2,295	1,942	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,03	5,4%
33.	0,0893	2,284	1,646	0,8512	-0,00125	14,2991	43,0800	0,037	6,6%
34.	0,119	2,281	1,389	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,045	8,0%
[35.	0,109	2,281	1,172	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,05	9,2%]*
36.	0,174	2,277	0,987	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,06	11%
37.	0,170	2,266	0,841	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,07	12%
38.	0,604	2,265	0,712	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,092	16%
[39.	0,759	2,262	0,600	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,1	19%]*
40.	0,918	2,261	0,506	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,12	21%
41.	4,94E-04	5,436	20,494	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,006	1,1%
42.	3,27E-04	5,028	21,453	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,006	1,1%
43.	1,71E-04	4,460	22,611	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
44.	8,13E-05	4,660	22,500	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,0055	1,0%
45.	1,39E-04	4,061	23,408	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,0055	1,0%
46.	2,45E-04	3,383	24,501	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
47.	3,12E-04	3,794	24,332	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,0057	1,0%
48.	2,15E-04	3,881	23,703	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
49.	3,93E-04	3,618	24,697	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,0058	1,1%
50.	4,16E-04	3,211	24,995	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,0058	1,1%
51.	4,12E-05	2,958	25,621	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,0056	1,0%
52.	5,97E-04	3,127	25,517	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,0062	1,1%
53.	9,56E-04	2,886	25,674	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,0064	1,2%
54.	0,00134	2,820	25,810	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,0068	1,2%
55.	0,00144	2,792	25,815	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,007	1,3%
56.	0,00169	2,916	24,258	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,007	1,3%
57.	0,00184	2,741	20,615	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,007	1,3%
58.	0,00226	2,732	17,192	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,0076	1,4%
59.	0,00290	2,619	14,669	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,0078	1,4%
60.	0,00246	2,561	12,417	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,0082	1,5%
61.	0,00352	2,509	10,458	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,0093	1,7%
62.	0,00489	2,419	8,891	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,01	1,8%
63.	0,00381	2,397	7,531	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,011	2,0%
64.	0,0106	2,357	6,376	0,8512	-0,00331	14,2991	43,0800	0,012	2,2%
65.	0,00924	2,387	5,329	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,013	2,4%
66.	0,00735	2,359	4,504	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,015	2,7%
67.	0,0233	2,340	3,823	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,018	3,2%
68.	0,0287	2,339	3,207	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,021	3,9%
69.	0,0243	2,321	2,721	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,024	4,3%
70.	0,0403	2,304	2,309	0,8512	-0,00338	14,2991	43,0800	0,027	4,9%
71.	0,0402	2,299	1,932	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,032	5,8%
72.	0,0651	2,287	1,632	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,037	6,9%
73.	0,119	2,281	1,393	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,046	8,6%
74.	0,104	2,277	1,167	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,051	9,4%
75.	0,156	2,276	0,992	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,062	11%
76.	0,356	2,267	0,843	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,075	14%
77.	0,427	2,265	0,707	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,085	15%
[78.	0,333	2,263	0,599	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,1	17%]*
79.	0,878	2,261	0,509	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,12	21%

*[Beiträge der Messung N° 35, 39, 78 wurden durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

Tabellensymbole: *Noise* Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen '*Schergradienten Fluktuation*' im Kurvenzug der Messkraft bestimmt. Der Wert ist über die Geschwindigkeit und Messkörper-mantelfläche normiert [$\mu\text{Pa}/\text{mm}$], H_{Start} Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], L_{CP} Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm], D_{RSP} Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], ΔD_{RSP} Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [μm], θ_{Zyl} Durchmesser des Messzylinders [mm], L_{Zyl} Länge des Messzylinders [mm] . $\Sigma\sigma$ Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [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. 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

• 4. DICHTE - MESSUNG

80 Messwerte; Zeitbereich 2 bis 62 min, Temperatur $\Delta T = 0,040$ K ($\vartheta = 25,021 \pm 0,008^\circ\text{C}$)

Ergebniswert bei 42 min: $\rho_{25,03^\circ\text{C}} = 0,86214 \pm 0,000072$ g/cm³ bzw. ± 84 ppm (298,18 K, 97,67 kPa)

Streuung: $\pm 1,2 \cdot 10^{-5}$ g/cm³ absolute bzw. 14 ppm relative Standardabweichung

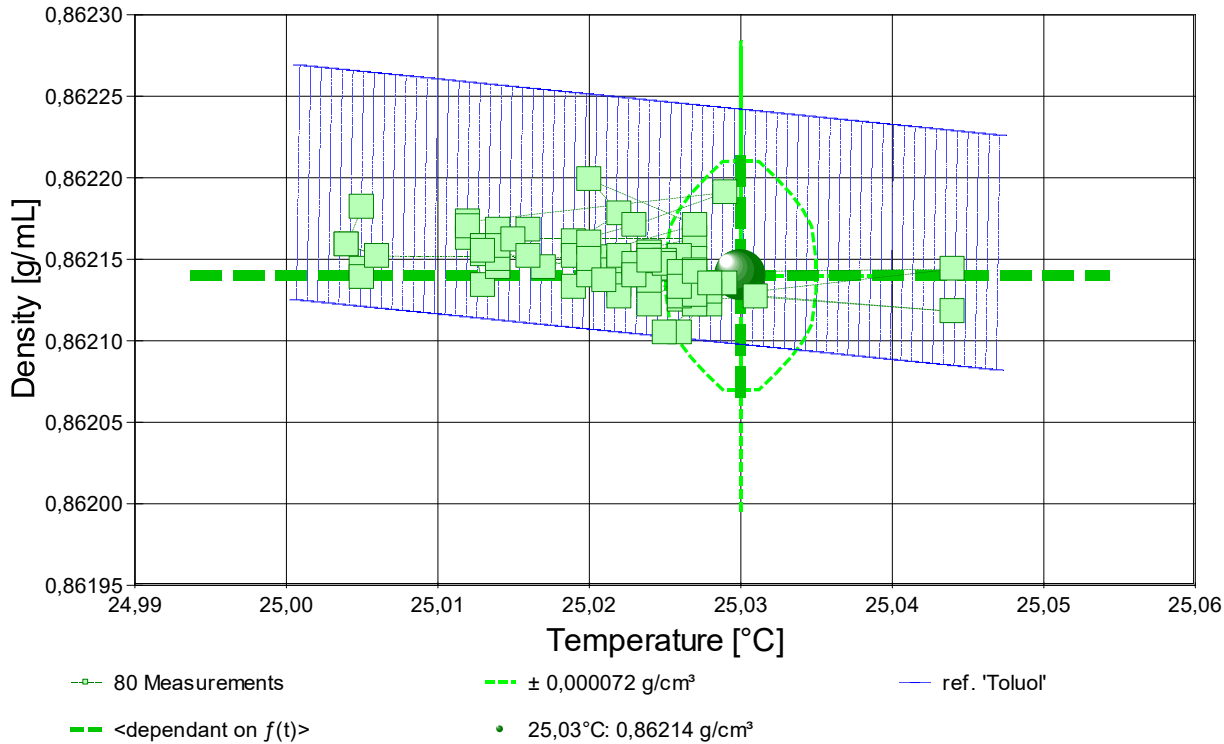
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitabhängigkeit durch Regression zwischen Minute 2 und 62:

$$\rho(t[\text{min}]) = 0,862167 - 6,575E-7 \cdot t \quad \text{mit } r^2 = 0,51, \quad s^2 = 1,47E-10$$

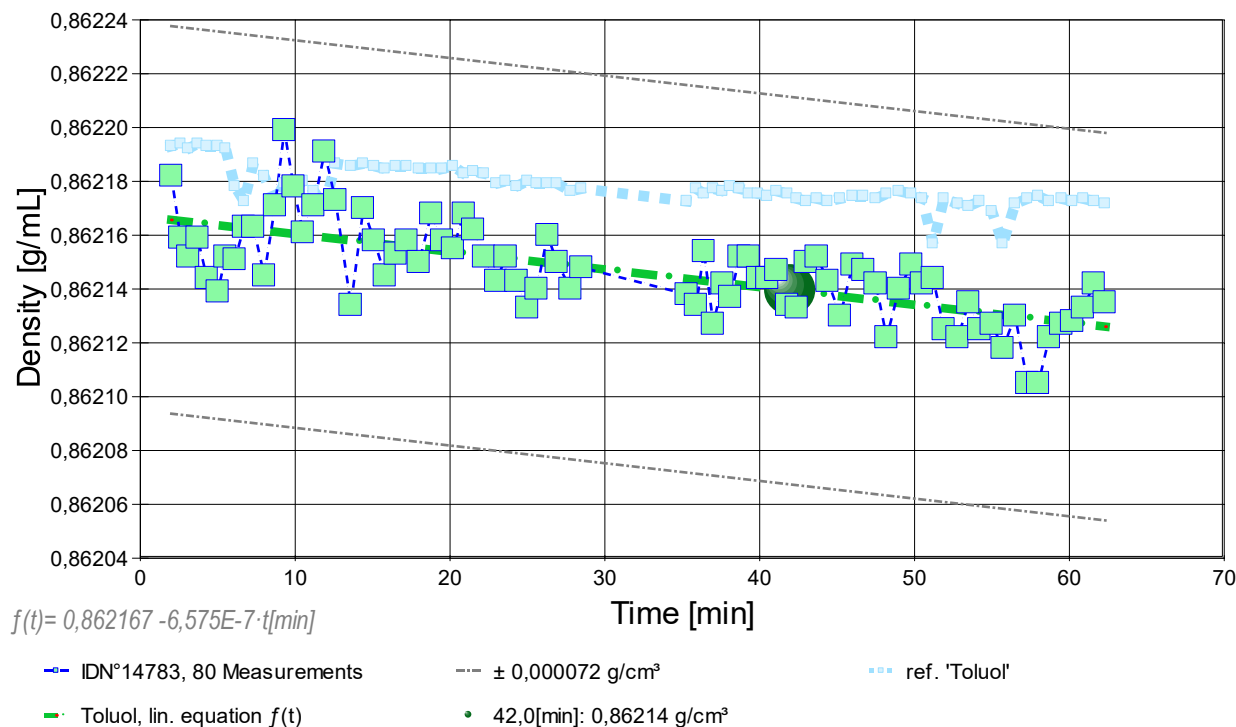
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei ' $r^2=0,51$ ' eine nicht vorhandene Korrelation anzeigt). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

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



- Das Diagramm 6, "rho-Temp.", zeigt die 80 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25,03°C für die Toluol-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. In Markierungsbreite der Messunsicherheit ist die Referenzfunktion von 'Toluol-' aus der Datenbank abgebildet.

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



- Im Diagramm 7, "rho-f(t)", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Die Darstellung zeigt die Dichtewerte entsprechend der chronologischen Abfolge der

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N°	t	ϑ	ρ	H	ω	$\Delta\rho_\omega$	N	F _A	F _{korr.}
IDN°14783	[min]	[°C]	[g/cm ³]	[mm]	[s]	[g/cm ³]	Werte & Trend	[mN]	[mN], TSymb.
1.	2,0	25,005	0,86218	2,248	3,4	-2,7E-05	3 ₃₀ ↗	420,960	0,001 ‡
2.	2,6	25,004	0,86216	2,248	4,0	-2,3E-05	4 ₃₀ ↗	420,962	0,001 ‡
3.	3,1	25,006	0,86215	2,248	7,0	-2,9E-05	7 ₂₉ ↗	420,962	0,001 ‡
4.	3,7	25,004	0,86216	2,248	3,2	-5,8E-06	3 ₃₀ ↗	420,962	0,001 ‡
5.	4,3	25,005	0,86214	2,248	10,6	-4,1E-05	11 ₃₀ →	420,963	0,001 ‡
6.	5,0	25,005	0,86214	2,248	4,3	-9,0E-06	4 ₂₈ ↗	420,963	0,001 ‡
7.	5,5	25,006	0,86215	2,248	5,2	-2,9E-05	5 ₃₁ ↗	420,963	0,002 ‡
8.	6,1	25,021	0,86215	2,248	3,3	-4,8E-05	3 ₃₁ ←	420,963	0,002 ‡
9.	6,7	25,027	0,86216	2,248	4,1	-7,3E-06	4 ₃₀ ↗	420,962	0,002 ‡
10.	7,3	25,012	0,86216	2,248	4,1	-1,9E-05	4 ₃₂ ←	420,962	0,002 ‡
11.	8,0	25,017	0,86214	2,248	7,9	-5,3E-05	8 ₃₁ ↗	420,962	0,001 ‡
12.	8,7	25,027	0,86217	2,248	4,1	-9,0E-06	4 ₃₀ ⇔	420,962	0,003 ‡
13.	9,3	25,020	0,86220	2,248	3,1	-2,3E-05	3 ₅₁ ↗	420,960	0,002 ‡
14.	9,9	25,022	0,86218	2,248	3,1	-9,6E-06	3 ₅₁ →	420,960	0,001 ‡
15.	10,5	25,019	0,86216	2,248	4,7	-1,4E-05	5 ₅₁ ↗	420,962	0,001 ‡
16.	11,2	25,023	0,86217	2,248	4,9	-3,1E-05	5 ₄₉ →	420,962	0,002 ‡
17.	11,9	25,029	0,86219	2,248	3,1	-1,8E-05	3 ₄₉ ↗	420,960	0,002 ‡
18.	12,6	25,012	0,86217	2,248	3,9	7,0E-07	4 ₅₂ ↗	420,961	0,001 ‡
19.	13,6	25,013	0,86213	2,248	4,4	-1,9E-05	4 ₃₀ →	420,964	0,001 ‡
20.	14,4	25,012	0,86217	2,248	4,2	-1,4E-05	4 ₅₁ ↗	420,961	0,001 ‡
21.	15,1	25,013	0,86216	2,248	3,9	9,3E-06	4 ₅₀ ↗	420,962	0,001 ‡
22.	15,8	25,014	0,86215	2,248	4,1	-1,9E-05	4 ₄₉ ↗	420,962	0,001 ‡
23.	16,5	25,013	0,86215	2,248	4,9	-3,4E-05	5 ₅₀ ↗	420,963	0,002 ‡
24.	17,2	25,013	0,86216	2,248	3,3	-2,6E-05	3 ₃₁ ↗	420,962	0,001 ‡
25.	18,0	25,014	0,86215	2,248	6,1	-5,3E-05	6 ₃₀ →	420,963	0,001 ‡
26.	18,8	25,014	0,86217	2,248	4,1	-1,4E-05	4 ₄₉ ↗	420,961	0,001 ‡
27.	19,5	25,014	0,86216	2,248	3,1	-1,4E-05	3 ₅₀ ⇔	420,961	0,001 ‡
28.	20,2	25,013	0,86216	2,248	4,1	-1,1E-05	4 ₅₀ ↗	420,962	0,001 ‡
29.	20,9	25,016	0,86217	2,248	3,1	-9,5E-06	3 ₄₉ ↗	420,961	0,001 ‡
30.	21,5	25,015	0,86216	2,248	3,1	-7,5E-06	3 ₅₀ ↗	420,962	0,001 ‡
31.	22,2	25,016	0,86215	2,248	5,0	-3,1E-05	5 ₃₀ ↗	420,962	0,001 ‡
32.	23,0	25,020	0,86214	2,248	3,3	-5,7E-06	3 ₃₀ ↗	420,962	0,001 ‡
33.	23,6	25,019	0,86215	2,248	3,2	-7,0E-07	3 ₃₀ ⇔	420,962	0,001 ‡
34.	24,3	25,021	0,86214	2,248	3,5	-1,7E-05	3 ₃₁ →	420,963	0,002 ‡
35.	25,0	25,019	0,86213	2,248	4,0	-2,2E-05	4 ₃₁ ↗	420,963	0,001 ‡
36.	25,6	25,020	0,86214	2,248	3,5	-1,6E-05	3 ₃₁ →	420,963	0,001 ‡
37.	26,3	25,020	0,86216	2,248	3,3	-1,4E-05	3 ₃₁ ↑	420,963	0,002 ‡
38.	26,9	25,020	0,86215	2,248	3,2	-1,9E-05	3 ₃₀ ↗	420,962	0,001 ‡
39.	27,8	25,023	0,86214	2,248	4,1	-1,7E-05	4 ₂₉ ↗	420,964	0,002 ‡
40.	28,5	25,022	0,86215	2,248	4,1	-3,1E-05	4 ₃₂ ↗	420,963	0,002 ‡
41.	35,3	25,027	0,86214	2,248	5,2	-1,9E-05	5 ₃₀ ↗	420,963	0,002 ‡
42.	35,9	25,022	0,86213	2,248	3,4	-3,4E-05	4	420,963	0,001 ‡
43.	36,4	25,024	0,86215	2,248	2,5	-8,4E-06	3	420,961	0,000 ‡
44.	37,0	25,022	0,86213	2,248	2,2	-2,4E-05	3	420,963	0,001 ‡
45.	37,6	25,023	0,86214	2,248	3,3	-1,5E-05	4	420,963	0,002 ‡
46.	38,1	25,021	0,86214	2,248	4,4	-5,4E-05	5	420,964	0,002 ‡
47.	38,7	25,022	0,86215	2,248	3,1	-3,0E-05	4	420,962	0,001 ‡
48.	39,3	25,024	0,86215	2,248	2,2	-1,3E-05	3	420,962	0,001 ‡
49.	39,9	25,024	0,86214	2,248	2,5	-3,4E-05	3	420,962	0,001 ‡
50.	40,5	25,025	0,86214	2,248	2,2	-5,1E-06	3	420,963	0,001 ‡
51.	41,1	25,023	0,86215	2,248	4,3	-4,5E-05	5	420,963	0,002 ‡
52.	41,8	25,024	0,86213	2,248	2,2	-1,3E-05	3	420,963	0,001 ‡
53.	42,4	25,026	0,86213	2,248	2,3	-2,2E-05	3	420,964	0,002 ‡
54.	43,0	25,027	0,86215	2,248	2,2	-3,5E-05	3	420,963	0,001 ‡
55.	43,7	25,026	0,86215	2,248	2,3	1,7E-06	3	420,962	0,001 ‡
56.	44,4	25,027	0,86214	2,248	2,2	-2,2E-05	3	420,964	0,002 ‡
57.	45,2	25,026	0,86213	2,248	4,0	-1,9E-05	5	420,964	0,001 ‡
58.	46,0	25,025	0,86215	2,248	2,3	-3,9E-05	3	420,963	0,002 ‡
59.	46,7	25,025	0,86215	2,248	2,3	-1,9E-05	3	420,963	0,001 ‡
60.	47,5	25,026	0,86214	2,248	2,2	-6,7E-06	3	420,963	0,001 ‡
61.	48,2	25,024	0,86212	2,248	6,2	-1,7E-05	7	420,963	0,000 ‡
62.	49,0	25,023	0,86214	2,248	2,2	-1,3E-05	3	420,963	0,001 ‡
63.	49,8	25,024	0,86215	2,248	2,3	-1,7E-05	3	420,962	0,001 ‡
64.	50,5	25,026	0,86214	2,248	2,9	-1,7E-06	4	420,962	0,001 ‡
65.	51,2	25,044	0,86214	2,248	3,7	-2,0E-05	5	420,963	0,002 ‡
66.	51,9	25,026	0,86212	2,248	5,8	-3,7E-05	7	420,965	0,002 ‡
67.	52,8	25,028	0,86212	2,248	2,2	-1,9E-05	3	420,963	0,001 ‡
68.	53,5	25,029	0,86214	2,248	3,1	-1,5E-05	4	420,963	0,001 ‡
69.	54,2	25,027	0,86212	2,248	2,5	-1,7E-05	3	420,964	0,002 ‡
70.	55,0	25,031	0,86213	2,248	3,5	-1,7E-05	4	420,963	0,000 ‡
71.	55,7	25,044	0,86212	2,248	3,1	0	4	420,964	0,001 ‡
72.	56,5	25,028	0,86213	2,248	4,3	-2,5E-05	5	420,964	0,002 ‡
73.	57,3	25,026	0,86210	2,248	5,2	-1,5E-05	6	420,966	0,002 ‡
74.	58,0	25,025	0,86211	2,248	2,2	-1,9E-05	3	420,964	0,000 ‡
75.	58,7	25,027	0,86212	2,248	2,3	-5,1E-06	3	420,964	0,001 ‡
76.	59,5	25,026	0,86213	2,248	2,2	-1,3E-05	3	420,963	0,000 ‡
77.	60,2	25,027	0,86213	2,248	2,3	1,7E-06	3	420,964	0,001 ‡
78.	60,9	25,026	0,86213	2,248	2,6	-5,1E-06	3	420,964	0,002 ‡
79.	61,6	25,027	0,86214	2,248	2,2	-2,5E-05	3	420,964	0,002 ‡
80.	62,3	25,028	0,86214	2,248	3,0	-2,9E-05	4	420,963	0,001 ‡

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], ϑ Temperatur [°C], ρ Dichte [g/cm³], H Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], ω Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s], $\Delta\rho_\omega$ Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm³], N Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägwertezahl und Trend angezeigten Symbolen, F_A Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], F_{kor} zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauchenden Suspensionslänge [mN].

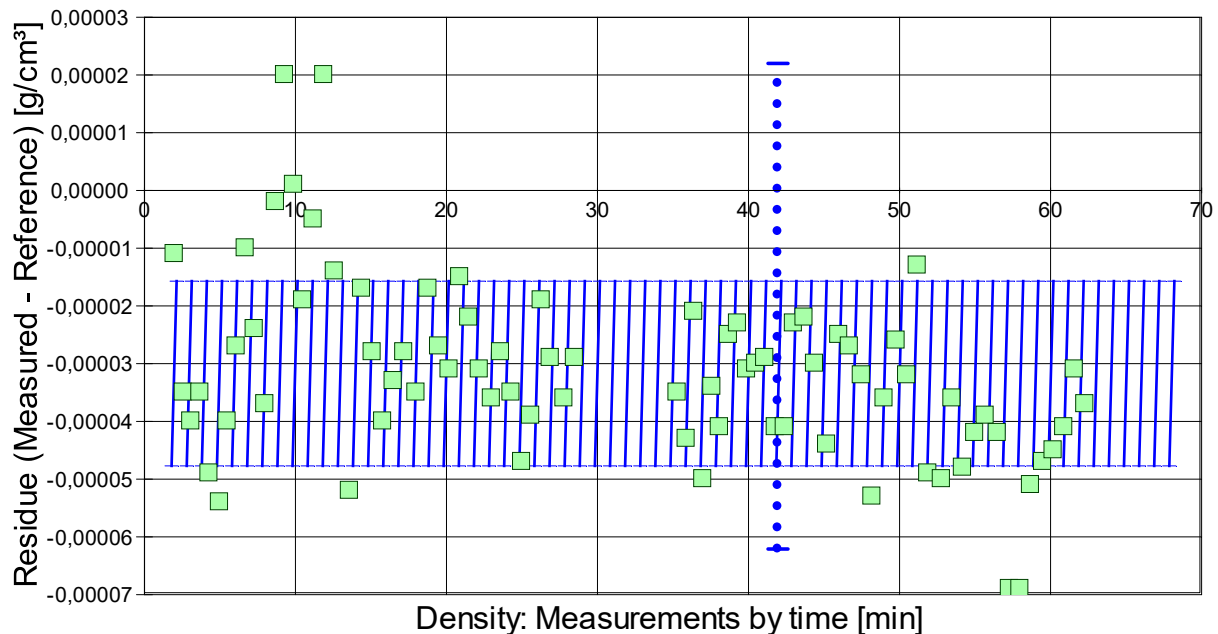
- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht ($H=0$ mm). Die zu F_{kor} nachgestellten Zeichen '°†' oder '‡' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('°' für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren, '‡' für absolute 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 *Toluol* 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 7.*

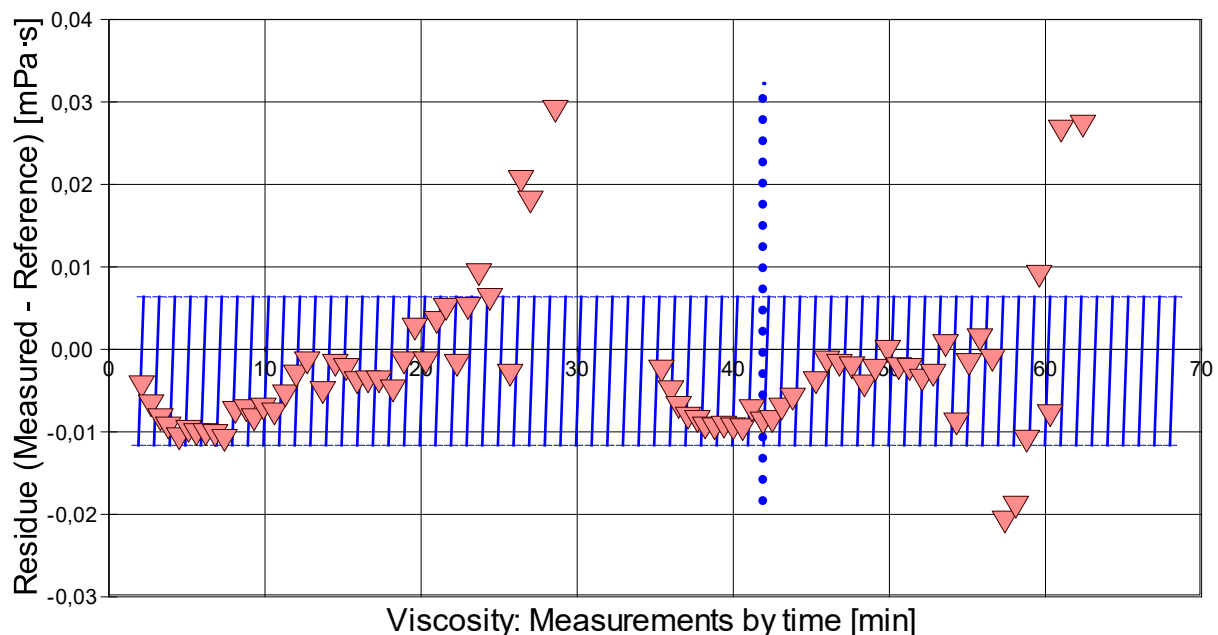
Referenzabweichung der Dichtemesswerte - 'rho-Residuen'



Reference values for 'Toluol' acc. to $f(T[°C])=1.18621-1.47573E-3 \cdot (T+273.15)+2.08566E-6 \cdot (T+273.15)^2 - 2.61945E-9 \cdot (T+273.15)^3$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-3,17E-05 \pm 1,6E-05$ g/cm³, relative: -37 ppm at a spread of 19 ppm

- Das Chart N°8, "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 8. Referenzabweichung der Viskositätsmesswerte - 'eta-Residuen'*



Reference values for 'Toluol' acc. to $f(T[°C])=0.5542 \cdot \exp(-5.2203+8.964/((T+273.15)/298.15)) - 5.834/(((T+273.15)/298.15)^2 + 2.089/(((T+273.15)/298.15)^3)$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-0,00263 \pm 0,0090$ mPa·s, relative: -0,48% at a spread of 1,6%

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

• 6. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

a). **Messkörper:** Name *MK_ESA1a*, b). IdentN° 7022, c). Spaltweite 0,851 mm.

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

f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse $48,1349 \pm 0,0003$ g, ~volumen $6,054 \pm 0,0005$ cm³, ~durchmesser $14,2991 \pm 0,001$ mm, ~länge $43,08 \pm 0,001$ mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient $53,2 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt $0,0201$ mm², Umfang $0,502$ mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser $16,0015 \pm 0,0005$ mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient $20 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$.

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: $\zeta = 1,37$.

Individuelle Werte: l). Offset-Korrektur: $F_\theta = 0,00225$ mN.^{m)} Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: $75,0$ mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: $32,0$ mm.

n). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu $4,0\%$ bestimmt; die o). Messunsicherheit der Dichte $\pm 0,000072$ g/cm³ 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 σ_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 \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-A1", type 5/0. IMPro break by user in command line N°628.

(the digital twin of process IDN°14783 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (WZA224) wurde $1,2$ Stunden vor dieser Messung von *Labor* justiert.

IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems $0,1$ mg, Messunsicherheit (Linearität) $0,2$ mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} $8,000$ g/cm³, Luftdichte ρ_{air} vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g $9,80769$ m/s². Pt100-Temperaturmessung: Auflösung $0,001$ [K], Messunsicherheit $\pm 0,01$ [K], R° $100,0018$ [Ohm], AutoCal 60 [min] (BN° 3 , $-10/100^\circ\text{C}$, 4S , FS15, Offset: $-0,0361$). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt $0,01$ K, die Unsicherheit $0,03$ K. Akquisitions-Softwareversion IMETER $7.0.53$, LizenzN° * $3037-4759^*$, W. 6.2 - Betriebssystem auf PC Ser.N° 6995684 (C, SSD).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
1,6	55,74	23,34	97,236	1,13573
34,1	54,75	23,23	97,230	1,13625

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphärendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten ϕ relative Luftfeuchte (r.H.), T_a Lufttemperatur und p_a absoluter Luftdruck, ρ_{air} die Luftdichte; Die Luftdichte wird dabei aus den Druck-, Temperatur- und Luftfeuchtwerten berechnet.

Kommentar/Bewertung/Interpretation:

Toluol ist im gemessenen Bereich perfekt Newtonsch. Unpräzise Messwerte mit großer Streuung wurden in der Auswertung belassen, um die technischen Grenzen zu betrachten; die Kennzahlbestimmung ist ja nicht das Thema - Toluol ist ja bekannt.

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