

ID N° 14919 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Dodecan, rheo-random

Dodecane (Sigma-Aldrich, ReagentPlus 99+% <from a previously opened Bottle>)

Sample/Ref.: **Dodekan** • *ideal Newtonian (reference point)*

Results at **25,00°C**

Viscosity: $\eta_{(100,0s^{-1})} = 1,32 \pm 0,20 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 1,77 \pm 0,27 \text{ mm}^2/\text{s}$

64 randomized shear rates $(0,19 \leftrightarrow 830) \cdot \text{s}^{-1}$, resolves $K = 1,36 \text{ mPa}\cdot\text{s}^{0,9934}$ and $n = 0,9934$ with $\tau^0 = 4,98 \mu\text{Pa}$,

Density: $\rho = 0,74525 \pm 0,000062 \text{ g}/\text{cm}^3$

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 Integrität der Messung hervorzuheben (keine Oberflächeneffekte, Wirbelbildung, Zentrifugalkräfte, Lagerreibung und unklare Scher-historien) wodurch sich ein Qualitätsunterschied definiert.

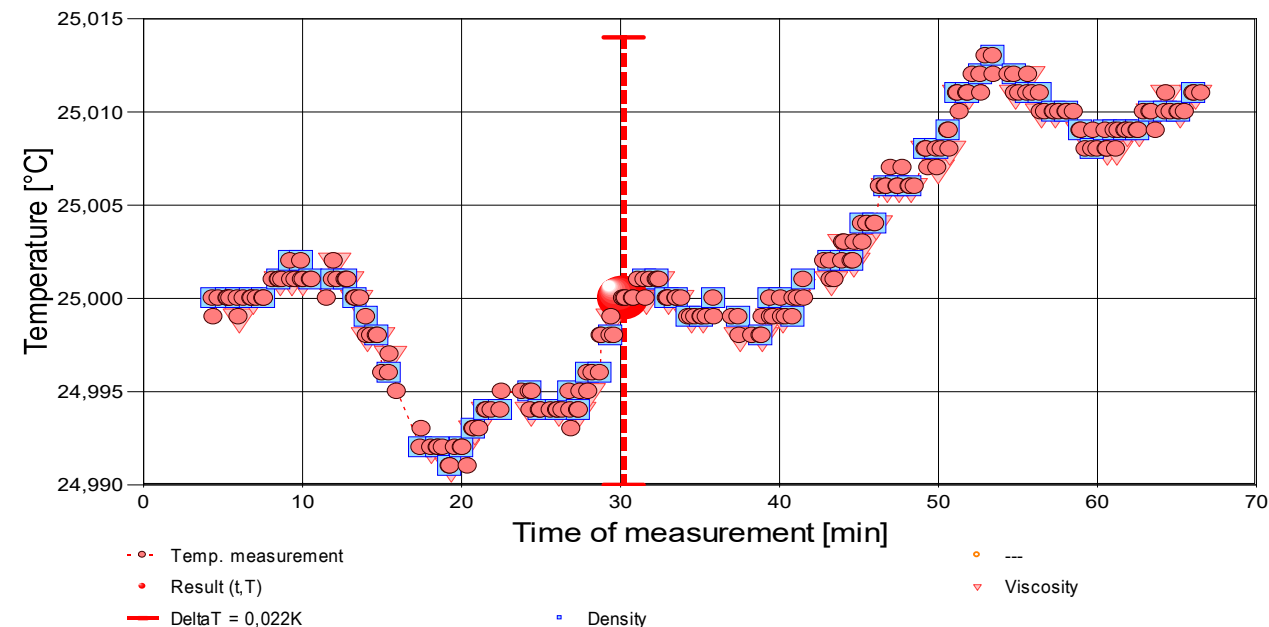
Über die Variation der Strömungsgeschwindigkeit wird die Rheometerfunktion angesprochen - d.h. die Messung der 'Viskosität' in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit. Dem hier durchmessenen Bereich $0,191$ bis $829,51 \text{ /s}$ kommt technisch die Bedeutung von *Oberflächenverlauf* bis etwa *kräftigem 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 64-mal gemessen, die Dichte 75-mal. Messdauer eine Stunde; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 25°C.

- *Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'*



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

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

Temperatur **Dodekan-Probe** in Rheometrie-Messung: $25,002 \pm 0,006 \text{ °C}$, Zeitbereich: 5,4 bis 66,2 Minuten. Die 64 Viskositätsmesswerte wurden mit ebenso vielen **randomisierten** Scherraten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen $0,191$ bis $829,51 \text{ s}^{-1}$ wobei die Viskosität (η) Werte zwischen $1,29$ bis $1,5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung $1,320 \pm 0,20 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ für $\dot{\gamma} = 100,0 \text{ s}^{-1}$ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

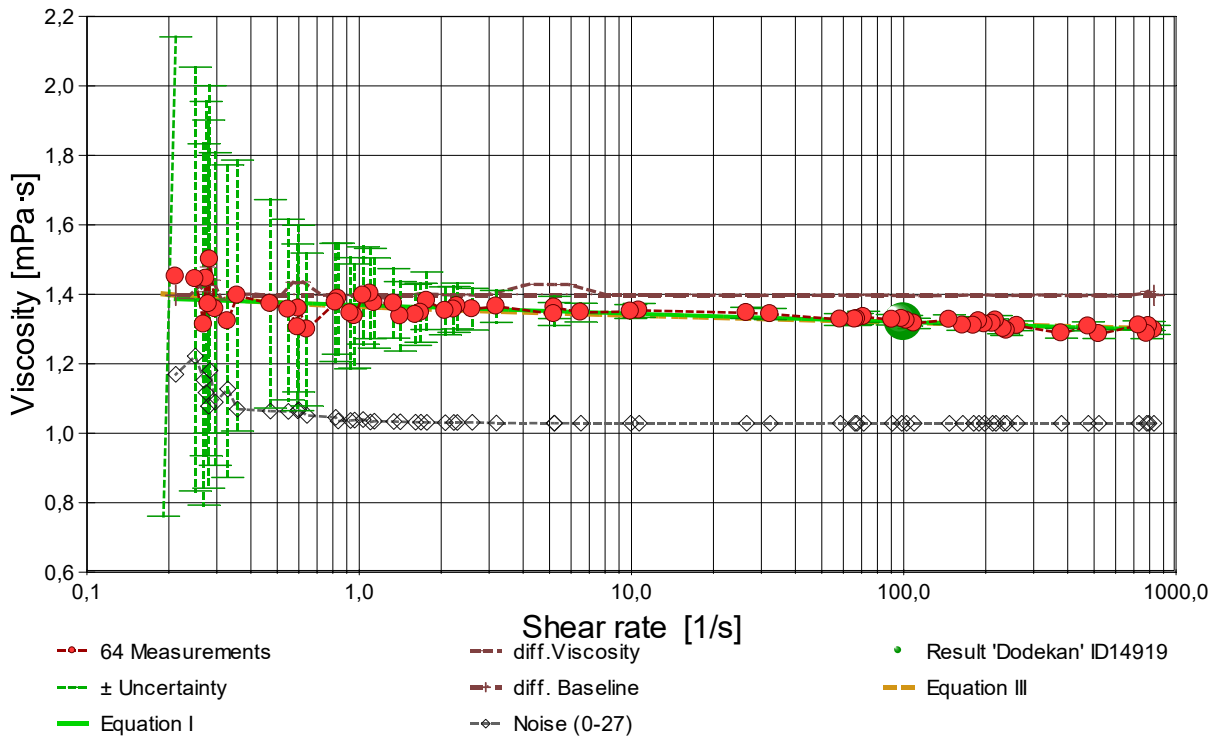
$$\eta_{25,0^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 1,3691 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,0078965)}$$

$$\text{Gleichung I, } r^2 = 0,51, \sigma \pm 0,021\%$$

- Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. (sie hat 'zufällig' die gleiche Form, wie das empirische Ostwald/de Waale - Potenzgesetz, vgl. Gleichung III) Zur

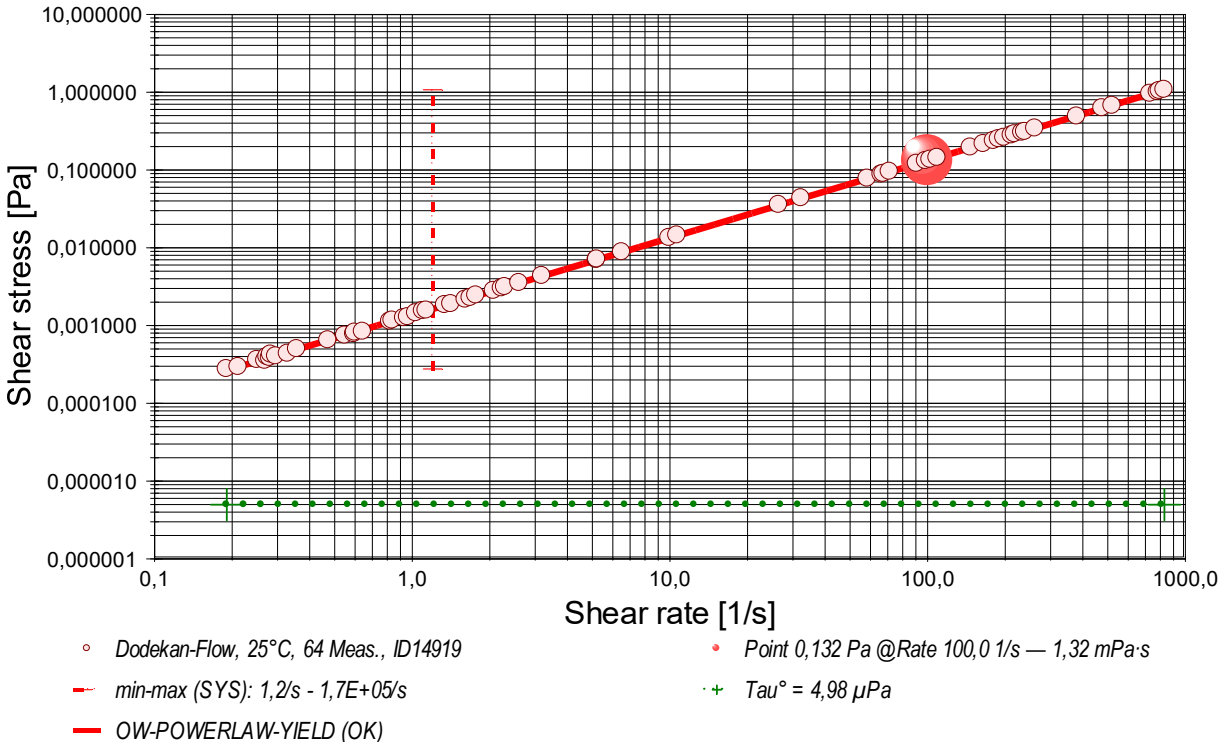
Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren quadratischen relativen Fehler. Diese Messunsicherheit wird als 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). Der numerische Differenzenquotient der 64 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 newtonsche 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 **Dodekan** bei 25°C beschreibt die Gleichung II insgesamt hervorragend:

$$\tau \text{ [Pa]} = 0,00000498 + 0,00136 \cdot \dot{\gamma}^{0,9934} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,999909, \sigma \pm 2,1\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = 4,98 \mu\text{Pa}$), Konsistenz ($K = 1,36 \text{ mPa}$) und Fließindex ($n = 0,9934$) charakterisieren das Fließverhalten der Dodekan-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus dem geläufigen Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Schergeschwindigkeit:

$$\eta \text{ [mPa·s]} = 0,00498 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 1,36 \cdot \dot{\gamma}^{-0,0066} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = 0,53, \text{VK}=3,1\%, \sigma \pm 2,1\%$$

Daraus eine Kurzdiagnose zur Dodekan-Probe: • **Newtonsche Homogenität.**

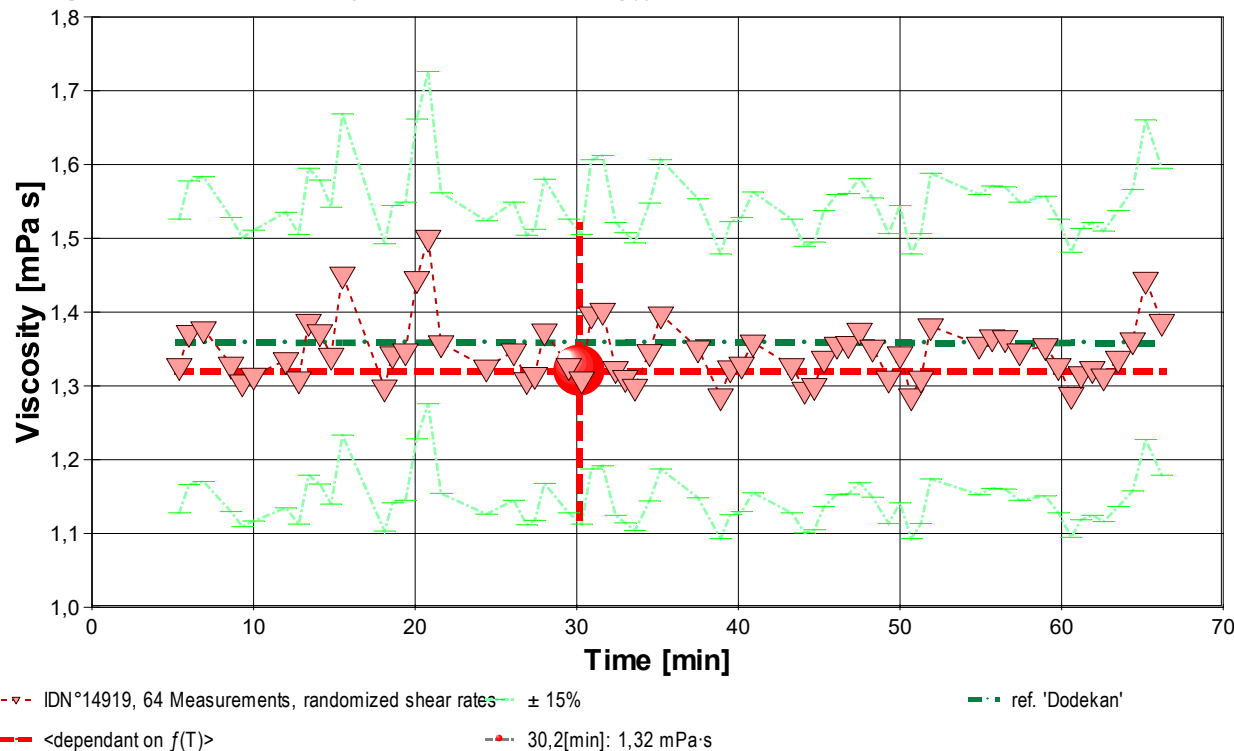
- Geringe strukturelle Kohäsion detektiert. Die Fließgrenze fungiert als initiale Barriere, gefolgt von rascher viskoser Relaxation.
- Der Yield Stress ist konsistent mit der strukturellen Viskosität der Probe.
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die 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 $\tau^0 = 4,98 \mu\text{Pa}$ befindet sich unterhalb gewöhnlicher Anzeigemöglichkeit; es fehlen Vergleichsdaten.

'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. Verfahren und aufbereitete Ergebnisse erfordern Expertise und fachmenschliche Besprechung.>

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



- Im Diagramm 4, " η -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°	t	ϑ	η	v_z	F_z	τ	v_{max}	$\dot{\gamma}$	Re
IDN°14919	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s ⁻¹]	[Zahl]
[1.	4,5	24,999	1,6	0,008555	0,0077x	4,5E-04	0,061	0,284	0,03]*
2.	5,4	25,000	1,327	4,431	3,3714	0,1951	31,84	147,06	21,0
3.	6,0	24,999	1,4	0,008436	0,0066x	3,8E-04	0,061	0,280	0,04
4.	6,9	25,000	1,38	0,02471	0,0195	0,00113	0,178	0,8200	0,11
[5.	7,6	25,000	1,6	0,004844	0,0045x	2,6E-04	0,035	0,161	0,02]*
6.	8,6	25,001	1,329	2,965	2,2605	0,1308	21,31	98,418	14,0
7.	9,3	25,001	1,3	0,01793	0,0134x	7,8E-04	0,13	0,595	0,09
8.	10,0	25,001	1,314	5,973	4,4994	0,2604	42,93	198,23	28,6
9.	12,0	25,002	1,335	2,146	1,6432	0,09511	15,43	71,242	10,1
10.	12,8	25,001	1,309	23,97	17,9881	1,041	172,3	795,48	115
11.	13,4	25,000	1,39	0,02523	0,0201	0,00116	0,181	0,8373	0,11
12.	14,1	24,998	1,4	0,01422	0,0112x	6,5E-04	0,10	0,472	0,07
13.	14,8	24,998	1,34	0,04852	0,0373	0,00216	0,349	1,610	0,23
14.	15,5	24,997	1,5	0,005744	0,0048x	2,8E-04	0,041	0,191	0,02
15.	18,1	24,992	1,298	24,99	18,5967	1,076	179,6	829,51	121
16.	18,6	24,992	1,34	0,1566	0,1207	0,00698	1,13	5,199	0,73
17.	19,4	24,991	1,35	0,05075	0,0392	0,00227	0,365	1,685	0,24
18.	20,1	24,992	1,4	0,008251	0,0068x	4,0E-04	0,059	0,274	0,04
19.	20,8	24,993	1,5	0,008524	0,0073x	4,2E-04	0,061	0,283	0,04
20.	21,6	24,994	1,4	0,008926	0,0069x	4,0E-04	0,064	0,296	0,04
21.	24,4	24,994	1,325	6,570	4,9908	0,2889	47,22	218,04	31,2
22.	26,1	24,994	1,35	0,1964	0,1518	0,00879	1,41	6,520	0,92
23.	26,9	24,994	1,308	14,36	10,7657	0,6231	103,2	476,47	69,1
24.	27,4	24,994	1,315	6,390	4,8197	0,2790	45,92	212,08	30,6
25.	28,0	24,995	1,37	0,04039	0,0318	0,00184	0,290	1,340	0,19
26.	29,5	24,999	1,327	2,736	2,0813	0,1205	19,66	90,799	13,0
27.	30,3	25,000	1,309	7,874	5,9122	0,3422	56,59	261,35	37,9
28.	30,9	25,000	1,40	0,03114	0,0249	0,00144	0,224	1,034	0,14
29.	31,6	25,000	1,40	0,03312	0,0266	0,00154	0,238	1,099	0,15

30.	32,4	25,001	1,323	5,693	4,3179	0,2499	40,92	188,96	27,1
31.	33,0	25,000	1,311	22,02	16,5524	0,9581	158,3	730,96	106
32.	33,6	25,000	1,3	0,01937	0,0144x	8,3E-04	0,14	0,643	0,09
33.	34,5	24,999	1,35	0,02799	0,0216	0,00125	0,201	0,9291	0,13
34.	35,2	24,999	1,4	0,01077	0,0086x	5,0E-04	0,077	0,357	0,05
[35.	36,0	24,999	1,8	0,002290	0,0023x	1,4E-04	0,016	0,0760	0,008]*
36.	37,5	24,998	1,35	0,2996	0,2320	0,0134	2,15	9,945	1,4
37.	38,9	24,998	1,286	15,70	11,5767	0,6701	112,9	521,17	76,9
38.	39,5	24,999	1,324	3,088	2,3445	0,1357	22,19	102,48	14,7
39.	40,2	24,999	1,329	2,030	1,5467	0,08953	14,59	67,369	9,62
40.	40,9	25,000	1,4	0,01804	0,0141x	8,1E-04	0,13	0,599	0,08
41.	43,3	25,001	1,33	1,995	1,5188	0,0879	14,3	66,23	9,5
42.	44,1	25,003	1,295	7,197	5,3458	0,3094	51,73	238,87	35,0
43.	44,7	25,002	1,300	7,009	5,2268	0,3025	50,38	232,65	33,9
44.	45,3	25,003	1,34	0,04266	0,0327	0,00189	0,307	1,416	0,20
45.	46,1	25,004	1,36	0,06707	0,0522	0,00302	0,482	2,226	0,31
46.	46,8	25,006	1,36	0,07838	0,0610	0,00353	0,563	2,601	0,36
47.	47,5	25,006	1,37	0,03423	0,0270	0,00156	0,246	1,136	0,16
48.	48,3	25,006	1,35	0,06241	0,0484	0,00280	0,449	2,071	0,29
49.	49,3	25,008	1,310	4,966	3,7314	0,2160	35,69	164,84	23,9
50.	50,0	25,007	1,343	0,9747	0,7508	0,04346	7,005	32,351	4,57
51.	50,7	25,008	1,286	23,55	17,3735	1,006	169,3	781,76	115
52.	51,3	25,011	1,310	5,445	4,0890	0,2367	39,13	180,71	26,2
53.	51,9	25,011	1,38	0,05339	0,0423	0,00245	0,384	1,772	0,24
[54.	53,5	25,012	1,6	0,002741	0,0025x	1,5E-04	0,020	0,0910	0,01]*
55.	54,9	25,011	1,4	0,01653	0,0129x	7,4E-04	0,12	0,549	0,08
56.	55,7	25,012	1,37	0,06905	0,0541	0,00313	0,496	2,292	0,32
57.	56,5	25,010	1,37	0,09614	0,0753	0,00436	0,691	3,191	0,44
58.	57,4	25,010	1,347	0,7982	0,6164	0,03568	5,737	26,494	3,73
[59.	58,2	25,010	1,5	0,006370	0,0054x	3,1E-04	0,046	0,211	0,03]*
60.	59,0	25,009	1,35	0,3216	0,2497	0,0145	2,31	10,68	1,5
61.	59,8	25,009	1,33	1,763	1,3419	0,0777	12,7	58,51	8,4
62.	60,6	25,008	1,288	11,44	8,4480	0,4890	82,22	379,70	55,9
63.	61,2	25,008	1,316	3,289	2,4820	0,1437	23,64	109,15	15,7
64.	61,9	25,009	1,3	0,009915	0,0075x	4,4E-04	0,071	0,329	0,05
65.	62,6	25,009	1,3	0,008097	0,0061x	3,5E-04	0,058	0,269	0,04
66.	63,5	25,010	1,34	0,02898	0,0222	0,00129	0,208	0,9619	0,14
67.	64,4	25,011	1,36	0,1571	0,1227	0,00710	1,13	5,215	0,73
68.	65,2	25,010	1,4	0,007539	0,0062x	3,6E-04	0,054	0,250	0,03
69.	66,2	25,011	1,4	0,006382	0,0051x	2,9E-04	0,046	0,212	0,03

*[Angaben der Messung N° 1, 5, 35, 54, 59 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_{hp}*), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspalt (*F_ζ*), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (*F_{hη}*), die rekursiv bestimmt wird, sowie ein konstanter Beitrag *F_θ*, 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 $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta} - F_\theta$. 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_a* 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 $\dot{\gamma}$, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	<i>F_w</i>	<i>σ_{Fw}</i>	<i>σ_{Fw rel}</i>	<i>F_p</i>	<i>F_{hp}</i>	<i>F_ζ</i>	<i>F_{hη}</i>	<i>N/n</i>
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
[1.	427,9114	5,0E-04	1,2 ppm	427,9033	6,8E-04	1,48E-07	1,08E-07	45/94]*
2.	431,3131	0,01042	24 ppm	427,9043	0,003470	0,0397	2,42E-04	41/86
3.	427,9116	6,1E-04	1,4 ppm	427,9046	6,8E-04	1,44E-07	9,29E-08	45/94
4.	427,9240	4,94E-04	1,2 ppm	427,9042	7,01E-04	1,23E-06	2,83E-07	45/93
[5.	427,9070	4,6E-04	1,1 ppm	427,9022	6,8E-04	4,74E-08	6,30E-08	46/95]*
6.	430,1806	0,01010	23 ppm	427,9046	0,003496	0,0178	1,63E-04	43/90
7.	427,9179	4,9E-04	1,1 ppm	427,9042	6,9E-04	6,50E-07	1,91E-07	45/93
8.	432,4721	0,01218	28 ppm	427,9027	0,003454	0,0721	3,21E-04	39/82
9.	429,5544	0,008482	20 ppm	427,9043	0,003483	0,00931	1,18E-04	44/91
10.	447,0500	0,02504	56 ppm	427,9027	0,003322	1,16	0,00124	13/30
11.	427,9241	2,90E-04	0,68 ppm	427,9037	7,01E-04	1,29E-06	2,91E-07	45/93
12.	427,9146	5,2E-04	1,2 ppm	427,9031	6,8E-04	4,09E-07	1,58E-07	45/93
13.	427,9424	4,62E-04	1,1 ppm	427,9048	7,39E-04	4,75E-06	5,70E-07	45/93
14.	427,9094	3,2E-04	0,75 ppm	427,9043	6,8E-04	6,66E-08	6,69E-08	46/95
15.	447,7612	0,03175	71 ppm	427,9038	0,003303	1,26	0,00127	12/28
16.	428,0253	6,94E-04	1,6 ppm	427,9045	9,16E-04	4,96E-05	2,29E-06	45/93
17.	427,9433	4,94E-04	1,2 ppm	427,9038	7,43E-04	5,20E-06	6,02E-07	45/93
18.	427,9114	4,3E-04	1,0 ppm	427,9042	6,8E-04	1,38E-07	9,57E-08	45/93
19.	427,9112	4,7E-04	1,1 ppm	427,9035	6,8E-04	1,47E-07	1,03E-07	45/94
20.	427,9105	3,4E-04	0,79 ppm	427,9032	6,8E-04	1,61E-07	9,73E-08	45/94
21.	432,9793	0,01015	23 ppm	427,9034	0,003439	0,0872	3,55E-04	38/79
22.	428,0561	6,92E-04	1,6 ppm	427,9042	9,82E-04	7,80E-05	3,08E-06	45/93
23.	439,0840	0,01460	33 ppm	427,9036	0,003416	0,416	7,61E-04	25/54
24.	432,8035	0,01437	33 ppm	427,9034	0,003475	0,0825	3,46E-04	38/80
25.	427,9369	4,42E-04	1,0 ppm	427,9048	7,26E-04	3,29E-06	4,78E-07	44/92

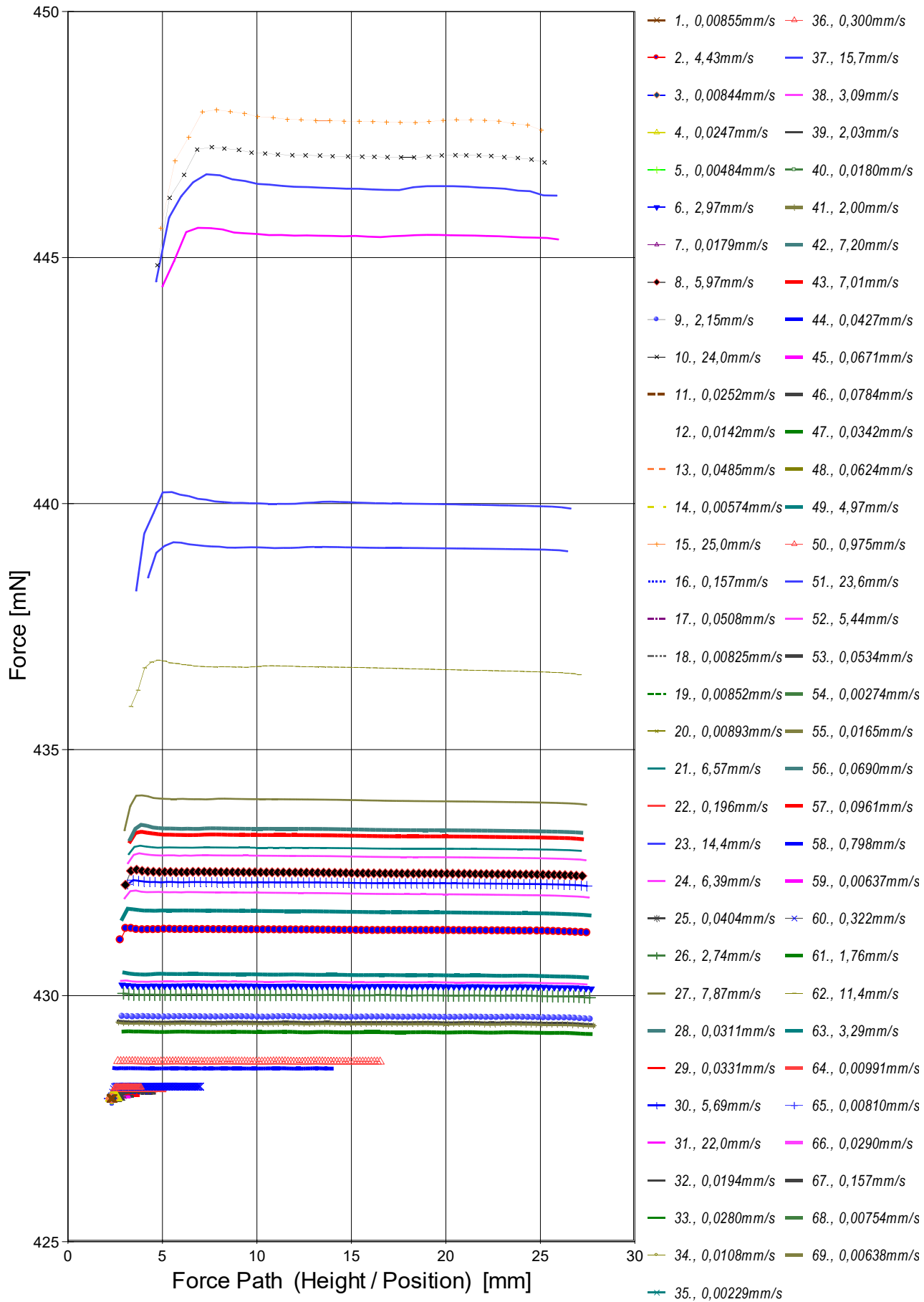
26.	429,9986	0,009598	22 ppm	427,9045	0,003490	0,0151	1,50E-04	43/90
27.	433,9410	0,01865	43 ppm	427,9056	0,003458	0,125	4,23E-04	38/79
28.	427,9291	5,24E-04	1,2 ppm	427,9038	7,11E-04	1,96E-06	3,67E-07	45/93
29.	427,9305	5,35E-04	1,3 ppm	427,9036	7,15E-04	2,22E-06	3,94E-07	45/93
30.	432,2857	8,810E-06	0,020 ppm	427,9040	0,002932	0,0655	2,62E-04	6/82
31.	445,4350	0,02029	46 ppm	427,9041	0,003407	0,980	0,00117	15/34
32.	427,9185	4,3E-04	1,00 ppm	427,9037	6,9E-04	7,58E-07	2,06E-07	45/93
33.	427,9262	5,66E-04	1,3 ppm	427,9043	7,06E-04	1,58E-06	3,15E-07	45/93
34.	427,9133	4,7E-04	1,1 ppm	427,9043	6,8E-04	2,34E-07	1,21E-07	44/92
[35.	427,9059	5,8E-04	1,3 ppm	427,9032	6,8E-04	1,06E-08	3,27E-08	47/97]*
36.	428,1370	6,59E-04	1,5 ppm	427,9046	8,44E-04	1,81E-04	4,05E-06	15/34
37.	439,9767	0,02433	55 ppm	427,9035	0,003410	0,498	8,16E-04	23/50
38.	430,2647	0,009789	23 ppm	427,9032	0,003458	0,0193	1,68E-04	43/89
39.	429,4565	0,009176	21 ppm	427,9038	0,003482	0,00832	1,11E-04	45/93
40.	427,9190	5,3E-04	1,2 ppm	427,9046	6,9E-04	6,57E-07	2,01E-07	45/93
41.	429,4278	0,00960	22 ppm	427,9033	0,00349	0,00804	1,10E-04	45/93
42.	433,3528	0,01371	32 ppm	427,9044	0,003454	0,105	3,82E-04	37/78
43.	433,2272	0,01384	32 ppm	427,9031	0,003444	0,0992	3,72E-04	38/79
44.	427,9376	4,88E-04	1,1 ppm	427,9046	7,30E-04	3,67E-06	4,93E-07	45/93
45.	427,9560	5,06E-04	1,2 ppm	427,9036	7,70E-04	9,09E-06	8,31E-07	45/93
46.	427,9654	6,77E-04	1,6 ppm	427,9042	7,88E-04	1,24E-05	9,95E-07	45/93
47.	427,9306	4,94E-04	1,2 ppm	427,9033	7,16E-04	2,37E-06	4,00E-07	45/93
48.	427,9522	4,62E-04	1,1 ppm	427,9035	7,62E-04	7,87E-06	7,63E-07	45/93
49.	431,6823	0,01447	34 ppm	427,9032	0,003482	0,0498	2,69E-04	41/85
50.	428,6557	0,002320	5,4 ppm	427,9042	0,002252	0,00192	3,50E-05	44/92
51.	446,3971	0,05200	0,12‰	427,9041	0,003360	1,12	0,00121	14/32
52.	432,0507	0,01591	37 ppm	427,9040	0,003487	0,0599	2,95E-04	40/84
53.	427,9461	5,48E-04	1,3 ppm	427,9035	7,47E-04	5,76E-06	6,54E-07	44/92
[54.	427,9070	4,6E-04	1,1 ppm	427,9041	6,8E-04	1,52E-08	3,56E-08	47/97]*
55.	427,9177	4,9E-04	1,2 ppm	427,9045	6,9E-04	5,52E-07	1,83E-07	45/93
56.	427,9577	5,94E-04	1,4 ppm	427,9033	7,73E-04	9,63E-06	8,65E-07	45/93
57.	427,9788	4,61E-04	1,1 ppm	427,9033	8,17E-04	1,87E-05	1,27E-06	45/93
58.	428,5203	0,001958	4,6 ppm	427,9036	0,001958	0,00129	2,50E-05	45/93
[59.	427,9102	4,8E-04	1,1 ppm	427,9044	6,8E-04	8,20E-08	7,59E-08	46/95]*
60.	428,1533	7,39E-04	1,7 ppm	427,9036	0,00119	2,09E-04	6,13E-06	45/93
61.	429,2507	0,00820	19 ppm	427,9049	0,00349	0,00628	9,70E-05	44/92
62.	436,6143	0,03331	76 ppm	427,9037	0,003438	0,264	6,01E-04	34/71
63.	430,4069	0,01101	26 ppm	427,9053	0,003477	0,0218	1,78E-04	42/88
64.	427,9127	6,1E-04	1,4 ppm	427,9048	6,8E-04	1,99E-07	1,05E-07	45/93
65.	427,9116	4,3E-04	1,0 ppm	427,9052	6,8E-04	1,32E-07	8,54E-08	45/94
66.	427,9277	5,03E-04	1,2 ppm	427,9052	7,08E-04	1,70E-06	3,25E-07	45/93
67.	428,0266	6,08E-04	1,4 ppm	427,9037	9,17E-04	4,99E-05	2,33E-06	44/92
68.	427,9095	6,9E-04	1,6 ppm	427,9029	6,8E-04	1,15E-07	8,74E-08	45/94
69.	427,9099	6,9E-04	1,6 ppm	427,9045	6,8E-04	8,23E-08	7,11E-08	46/95

*[Angaben der Messung N° 1, 5, 35, 54, 59 wurden durch den Prüfer von den Ergebnissen ausgenommen.]

Tabellensymbole: F_w Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{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_ζ 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_ζ die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_\zeta = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

-> 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. 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 $\Sigma\sigma$. 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 _{cl} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [μm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
[1.	17,0	2,251	0,145	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,5	32%]*
2.	8,38E-04	2,776	24,692	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,014	1,1%

3.	6,93	2,251	0,144	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,53	39%
4.	2,39	2,254	0,358	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,17	12%
[5.	38,4	2,251	0,144	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,87	54%]*
6.	0,00186	2,865	24,822	0,8512	-7,34E-05	14,2991	43,0800	0,015	1,1%
7.	5,05	2,253	0,260	0,8512	-7,34E-05	14,2991	43,0800	0,24	18%
8.	7,37E-04	3,040	24,177	0,8512	-7,34E-05	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
9.	0,00280	2,879	24,772	0,8512	-1,47E-04	14,2991	43,0800	0,016	1,2%
10.	6,71E-04	4,728	20,492	0,8512	-7,34E-05	14,2991	43,0800	0,013	0,99%
11.	0,929	2,254	0,363	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,16	12%
12.	4,93	2,251	0,205	0,8512	1,47E-04	14,2991	43,0800	0,3	22%
13.	0,459	2,260	0,699	0,8512	1,47E-04	14,2991	43,0800	0,088	6,6%
14.	19,7	2,250	0,145	0,8512	2,20E-04	14,2991	43,0800	0,69	48%
15.	8,44E-04	4,911	20,144	0,8512	5,88E-04	14,2991	43,0800	0,013	1,0%
16.	0,0579	2,291	2,262	0,8512	5,88E-04	14,2991	43,0800	0,033	2,5%
17.	0,446	2,261	0,731	0,8512	6,61E-04	14,2991	43,0800	0,085	6,3%
18.	12,4	2,251	0,144	0,8512	5,88E-04	14,2991	43,0800	0,51	35%
19.	21,3	2,251	0,145	0,8512	5,14E-04	14,2991	43,0800	0,5	33%
20.	8,53	2,251	0,145	0,8512	4,41E-04	14,2991	43,0800	0,45	33%
21.	5,97E-04	3,219	23,913	0,8512	4,41E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
22.	0,0223	2,299	2,849	0,8512	4,41E-04	14,2991	43,0800	0,027	2,0%
23.	3,59E-04	4,243	22,165	0,8512	4,41E-04	14,2991	43,0800	0,013	0,99%
24.	7,95E-04	3,174	24,204	0,8512	4,41E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
25.	0,727	2,259	0,581	0,8512	3,67E-04	14,2991	43,0800	0,1	7,3%
26.	0,00205	2,936	24,673	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,015	1,1%
27.	8,42E-04	2,994	24,418	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
28.	1,53	2,257	0,450	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,14	10%
29.	0,527	2,257	0,479	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,13	9,3%
30.	0	3,152	24,305	0,8512	-7,34E-05	14,2991	43,0800	0,013	0,98%
31.	5,32E-04	5,001	20,922	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,013	0,99%
32.	3,18	2,253	0,279	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,22	17%
33.	1,15	2,255	0,404	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,16	12%
34.	5,73	2,251	0,155	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,39	28%
[35.	143	2,250	0,146	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	1,9	1,1-fach]*
36.	0,0198	2,329	1,539	0,8512	1,47E-04	14,2991	43,0800	0,02	1,5%
37.	5,50E-04	3,613	22,973	0,8512	1,47E-04	14,2991	43,0800	0,013	1,0%
38.	0,00153	2,808	24,634	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,015	1,1%
39.	0,00322	2,639	25,080	0,8512	7,34E-05	14,2991	43,0800	0,016	1,2%
40.	5,46	2,253	0,260	0,8512	0	14,2991	43,0800	0,24	18%
41.	0,00339	2,671	25,143	0,8512	-7,34E-05	14,2991	43,0800	0,017	1,3%
42.	6,88E-04	3,283	23,880	0,8512	-2,20E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
43.	7,21E-04	3,285	23,916	0,8512	-1,47E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
44.	0,633	2,259	0,615	0,8512	-2,20E-04	14,2991	43,0800	0,1	7,5%
45.	0,359	2,267	0,968	0,8512	-2,94E-04	14,2991	43,0800	0,066	4,9%
46.	0,383	2,269	1,133	0,8512	-4,41E-04	14,2991	43,0800	0,06	4,4%
47.	0,856	2,257	0,493	0,8512	-4,41E-04	14,2991	43,0800	0,13	9,5%
48.	0,242	2,266	0,897	0,8512	-4,41E-04	14,2991	43,0800	0,069	5,1%
49.	0,00101	2,869	24,732	0,8512	-5,88E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
50.	0,00548	2,640	13,879	0,8512	-5,14E-04	14,2991	43,0800	0,016	1,2%
51.	0,00124	4,666	21,175	0,8512	-5,88E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
52.	0,00102	2,997	24,550	0,8512	-8,08E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
53.	0,366	2,261	0,767	0,8512	-8,08E-04	14,2991	43,0800	0,083	6,0%
[54.	102	2,250	0,146	0,8512	-8,81E-04	14,2991	43,0800	1,5	93%]*
55.	4,78	2,253	0,239	0,8512	-8,08E-04	14,2991	43,0800	0,26	19%
56.	0,350	2,267	1,000	0,8512	-8,81E-04	14,2991	43,0800	0,066	4,8%
57.	0,128	2,273	1,388	0,8512	-7,34E-04	14,2991	43,0800	0,046	3,4%
58.	0,00655	2,448	11,511	0,8512	-7,34E-04	14,2991	43,0800	0,016	1,2%
[59.	30,2	2,250	0,145	0,8512	-7,34E-04	14,2991	43,0800	0,67	45%]*
60.	0,00831	2,334	4,666	0,8512	-6,61E-04	14,2991	43,0800	0,02	1,5%
61.	0,00393	2,938	24,723	0,8512	-6,61E-04	14,2991	43,0800	0,017	1,3%
62.	9,69E-04	3,330	23,727	0,8512	-5,88E-04	14,2991	43,0800	0,014	1,1%
63.	0,00151	2,981	24,483	0,8512	-5,88E-04	14,2991	43,0800	0,015	1,1%
64.	13,8	2,251	0,144	0,8512	-6,61E-04	14,2991	43,0800	0,45	34%
65.	17,3	2,251	0,145	0,8512	-6,61E-04	14,2991	43,0800	0,52	40%
66.	1,30	2,255	0,420	0,8512	-7,34E-04	14,2991	43,0800	0,15	11%
67.	0,0360	2,292	2,256	0,8512	-8,08E-04	14,2991	43,0800	0,032	2,3%
68.	27,1	2,251	0,144	0,8512	-7,34E-04	14,2991	43,0800	0,61	42%
69.	40,8	2,250	0,145	0,8512	-8,08E-04	14,2991	43,0800	0,72	52%

*[Beiträge der Messung N° 1, 5, 35, 54, 59 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_{cy} 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 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. DICHT E-MESSUNG

75 Messwerte; Zeitbereich 4 bis 66 min, Temperatur $\Delta T = 0,022 \text{ K}$ ($\vartheta = 25,002 \pm 0,006^\circ\text{C}$)

Ergebniswert: $\rho_{25^\circ\text{C}} = 0,74525 \pm 0,000062 \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 83 \text{ ppm}$ (298,15 K, 96,90 kPa)

Streuung: $\pm 1,0 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. 13 ppm relative Standardabweichung

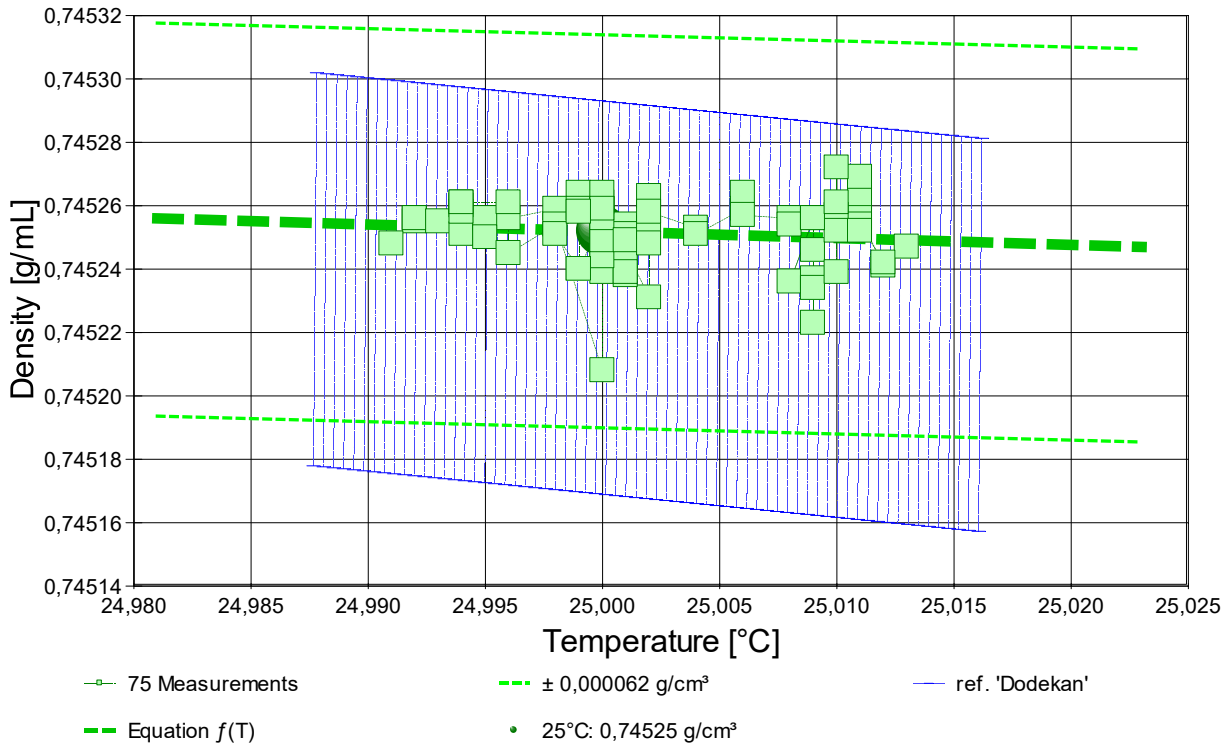
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Temperaturfunktion zwischen 24,991 und 25,013 °C:

$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,75011 - 19,429 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 \quad \text{mit } r^2=0,01, \quad s^2=1,08\text{E}-10$$

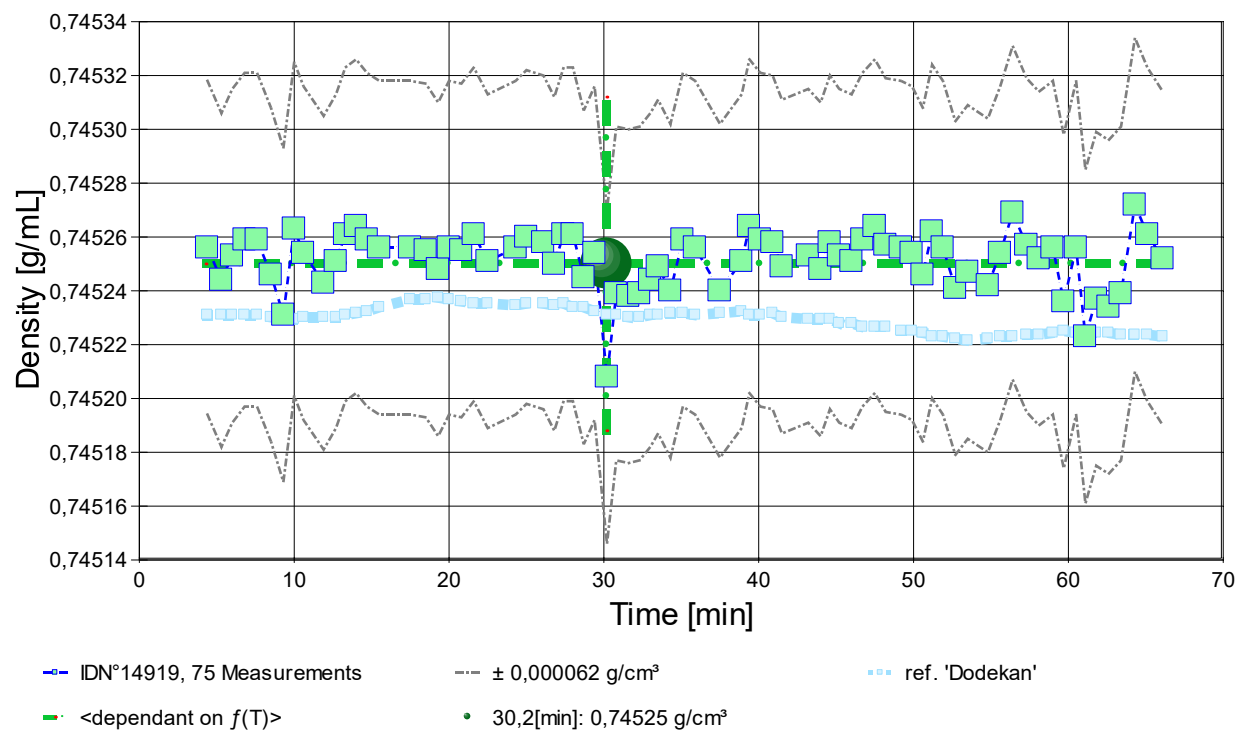
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei ' $r^2=0,01$ ' eine schlechte 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 75 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25°C für die Dodekan-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke Linie gezeichnet. In Markierungsbreite der Messunsicherheit ist die Referenzfunktion von 'Dodekan-' aus der Datenbank abgebildet.

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



- Im Diagramm 7, "rho-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]	ϑ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	$\Delta\rho_\omega$ [g/cm³]	N	F _A [mN]	F _{kor.} [mN], TSymb.
IDN°14919							Werte & Trend		
1.	4,4	25,000	0,74526	2,248	3,1	4,4E-06	3 ₄₉ ↗	427,9033	0,0007 ‡
2.	5,3	25,000	0,74524	2,248	3,9	4,8E-06	4 ₅₁ ↗	427,9043	0,0010 ‡

3.	6,0	25,000	0,74525	2,248	3,1	1,3E-05	3 ₅₁ ↓	427,9046	0,0018 ‡
4.	6,8	25,000	0,74526	2,248	4,7	-3,1E-07	5 ₄₉ ↗	427,9042	0,0018 ‡
5.	7,6	25,000	0,74526	2,248	3,3	-4,4E-06	3 ₅₀ ↗	427,9022	-0,0003 ‡
6.	8,5	25,001	0,74525	2,248	3,4	-2,0E-05	3 ₅₀ ↓	427,9046	0,0014 ‡
7.	9,3	25,002	0,74523	2,248	3,3	-1,4E-05	3 ₄₉ ↗	427,9042	0,0001 ‡
8.	10,0	25,002	0,74526	2,248	3,1	2,6E-06	3 ₅₀ ↗	427,9027	0,0005 ‡
9.	10,6	25,001	0,74525	2,248	4,1	1,3E-05	4 ₅₀ ↗	427,9041	0,0014 ‡
10.	11,9	25,001	0,74524	2,248	3,3	-7,0E-06	3 ₄₉ ↗	427,9043	0,0009 ‡
11.	12,7	25,001	0,74525	2,248	4,7	2,6E-06	5 ₅₀ ↗	427,9027	-0,0002 ‡
12.	13,3	25,000	0,74526	2,248	4,1	2,9E-06	4 ₅₁ →	427,9037	0,0014 ‡
13.	14,0	24,999	0,74526	2,248	3,1	1,3E-05	3 ₅₂ ↗	427,9031	0,0010 ‡
14.	14,7	24,998	0,74526	2,248	4,1	1,6E-06	4 ₅₀ ↗	427,9048	0,0023 ‡
15.	15,5	24,996	0,74526	2,248	3,1	9,8E-06	3 ₅₀ ↗	427,9043	0,0017 ‡
16.	17,5	24,992	0,74526	2,248	4,1	1,5E-05	4 ₅₁ ↔	427,9038	0,0012 ‡
17.	18,5	24,992	0,74525	2,248	3,1	-1,9E-06	3 ₅₂ →	427,9045	0,0018 ‡
18.	19,3	24,991	0,74525	2,248	3,1	-2,1E-06	3 ₄₉ ↔	427,9038	0,0007 ‡
19.	20,0	24,992	0,74526	2,248	3,1	-2,0E-06	3 ₅₀ ↗	427,9042	0,0016 ‡
20.	20,8	24,993	0,74525	2,248	3,1	-7,3E-06	3 ₅₁ ↔	427,9035	0,0008 ‡
21.	21,6	24,994	0,74526	2,248	4,9	2,3E-05	5 ₄₈ ↗	427,9032	0,0009 ‡
22.	22,5	24,994	0,74525	2,248	4,9	2,8E-06	5 ₅₁ ↓	427,9034	0,0005 ‡
23.	24,3	24,995	0,74526	2,248	3,3	2,8E-06	3 ₅₀ →	427,9034	0,0008 ‡
24.	25,0	24,994	0,74526	2,248	3,9	1,3E-05	4 ₅₀ ↔	427,9030	0,0006 ‡
25.	26,1	24,994	0,74526	2,248	4,1	1,5E-05	4 ₅₀ ↗	427,9042	0,0017 ‡
26.	26,8	24,995	0,74525	2,248	3,1	2,3E-05	3 ₅₀ →	427,9036	0,0006 ‡
27.	27,4	24,994	0,74526	2,248	3,1	4,5E-06	3 ₅₀ →	427,9034	0,0011 ‡
28.	28,0	24,996	0,74526	2,248	3,1	1,2E-05	3 ₅₀ →	427,9048	0,0024 ‡
29.	28,7	24,996	0,74524	2,248	3,3	-6,2E-06	3 ₅₁ →	427,9068	0,0034 ‡
30.	29,4	24,998	0,74525	2,248	3,1	-2,2E-07	3 ₅₁ →	427,9045	0,0018 ‡
31.	30,2	25,000	0,74521	2,248	6,5	-1,8E-05	7 ₄₉ ↔	427,9056	0,0001 ‡
32.	30,8	25,000	0,74524	2,248	3,3	1,3E-05	3 ₄₉ ↗	427,9038	0,0002 ‡
33.	31,6	25,001	0,74524	2,248	4,7	-1,7E-05	5 ₄₉ ↑	427,9036	-0,0001 ‡
34.	32,3	25,001	0,74524	2,248	4,1	9,7E-06	4 ₅₁ ↔	427,9040	0,0004 ‡
35.	33,0	25,000	0,74524	2,248	4,1	-8,8E-06	4 ₅₁ ↗	427,9041	0,0008 ‡
36.	33,5	25,000	0,74525	2,248	3,1	1,5E-05	3 ₄₉ ↔	427,9037	0,0007 ‡
37.	34,3	24,999	0,74524	2,248	10,6	-1,2E-05	12 ₅₁ ↗	427,9043	0,0007 ‡
38.	35,1	24,999	0,74526	2,248	3,1	4,8E-06	3 ₅₀ ↗	427,9043	0,0018 ‡
39.	35,9	25,000	0,74526	2,248	3,1	6,1E-06	3 ₅₀ ↗	427,9032	0,0006 ‡
40.	37,5	24,999	0,74524	2,248	4,1	-1,8E-07	4 ₅₁ →	427,9046	0,0010 ‡
41.	38,9	24,998	0,74525	2,248	3,9	1,1E-06	4 ₅₀ →	427,9035	0,0006 ‡
42.	39,4	25,000	0,74526	2,248	3,1	6,1E-06	3 ₄₉ ↗	427,9032	0,0011 ‡
43.	40,1	25,000	0,74526	2,248	4,7	1,3E-05	5 ₅₁ ↔	427,9038	0,0014 ‡
44.	40,9	24,999	0,74526	2,248	3,1	-1,8E-07	3 ₅₀ ↔	427,9046	0,0020 ‡
45.	41,5	25,001	0,74525	2,248	3,3	1,2E-06	3 ₅₀ ↓	427,9036	0,0006 ‡
46.	43,2	25,002	0,74525	2,248	3,1	6,1E-06	3 ₅₁ ↗	427,9033	0,0005 ‡
47.	44,0	25,002	0,74525	2,248	3,9	4,8E-06	4 ₅₀ →	427,9044	0,0013 ‡
48.	44,6	25,002	0,74526	2,248	5,9	2,6E-05	6 ₅₀ ↗	427,9031	0,0006 ‡
49.	45,2	25,004	0,74525	2,248	3,1	1,5E-06	3 ₄₉ ↑	427,9046	0,0018 ‡
50.	46,0	25,004	0,74525	2,248	3,1	1,2E-06	3 ₅₀ ↑	427,9036	0,0007 ‡
51.	46,7	25,006	0,74526	2,248	3,3	8,1E-06	3 ₄₉ ↗	427,9042	0,0018 ‡
52.	47,5	25,006	0,74526	2,248	3,1	7,8E-06	3 ₅₀ ↗	427,9033	0,0012 ‡
53.	48,2	25,006	0,74526	2,248	3,1	4,5E-06	3 ₅₀ →	427,9035	0,0010 ‡
54.	49,2	25,008	0,74526	2,248	4,2	1,5E-05	4 ₅₀ ↔	427,9032	0,0006 ‡
55.	49,9	25,008	0,74525	2,248	3,1	1,3E-05	3 ₅₁ ↗	427,9042	0,0015 ‡
56.	50,6	25,009	0,74525	2,248	3,1	-2,0E-06	3 ₅₁ ↗	427,9041	0,0009 ‡
57.	51,2	25,011	0,74526	2,248	4,1	4,7E-06	4 ₄₉ ↔	427,9040	0,0018 ‡
58.	51,9	25,011	0,74526	2,248	3,9	1,1E-06	4 ₅₁ →	427,9035	0,0009 ‡
59.	52,7	25,012	0,74524	2,248	3,1	5,1E-06	3 ₅₀ ↗	427,9053	0,0018 ‡
60.	53,5	25,013	0,74525	2,248	3,1	8,1E-06	3 ₅₁ ↗	427,9041	0,0010 ‡
61.	54,8	25,012	0,74524	2,248	3,3	1,5E-06	3 ₅₀ ↗	427,9045	0,0011 ‡
62.	55,6	25,011	0,74525	2,248	4,0	9,5E-06	4 ₅₁ ↗	427,9033	0,0006 ‡
63.	56,4	25,011	0,74527	2,248	3,1	-7,3E-06	3 ₄₉ ↗	427,9033	0,0015 ‡
64.	57,3	25,010	0,74526	2,248	3,1	2,1E-05	3 ₅₀ ↑	427,9036	0,0011 ‡
65.	58,1	25,010	0,74525	2,248	3,1	2,5E-05	3 ₅₀ →	427,9044	0,0016 ‡
66.	59,0	25,009	0,74526	2,248	3,1	4,5E-06	3 ₅₁ ↑	427,9036	0,0010 ‡
67.	59,7	25,008	0,74524	2,248	3,9	-1,4E-05	4 ₅₀ ↗	427,9049	0,0011 ‡
68.	60,5	25,009	0,74526	2,248	3,9	6,3E-06	4 ₅₀ →	427,9037	0,0011 ‡
69.	61,1	25,009	0,74522	2,248	5,9	-2,0E-05	6 ₄₉ ↗	427,9053	0,0007 ‡
70.	61,8	25,009	0,74524	2,248	3,8	-1,2E-05	4 ₄₉ ↗	427,9048	0,0011 ‡
71.	62,6	25,009	0,74523	2,248	3,1	-1,9E-05	3 ₄₉ ↗	427,9052	0,0013 ‡
72.	63,4	25,010	0,74524	2,248	3,9	-1,7E-06	4 ₅₀ ↗	427,9052	0,0016 ‡
73.	64,3	25,010	0,74527	2,248	3,9	7,9E-06	4 ₅₀ →	427,9037	0,0020 ‡
74.	65,1	25,010	0,74526	2,248	3,3	4,3E-06	3 ₅₀ ↔	427,9029	0,0006 ‡
75.	66,1	25,011	0,74525	2,248	4,7	-5,1E-06	5 ₄₉ ↗	427,9045	0,0017 ‡

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], *Δρ_ω* Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm³], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägwertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F_A* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F_{korr.}* zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der 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_{korr.}* nachgestellten Zeichen '↑' oder '‡' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('↑' für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren, '‡' für absolute Werte mit Drift- und Meniskuseliminierung (Patentverfahren)). '†' steht für übertragene Korrekturkraft)

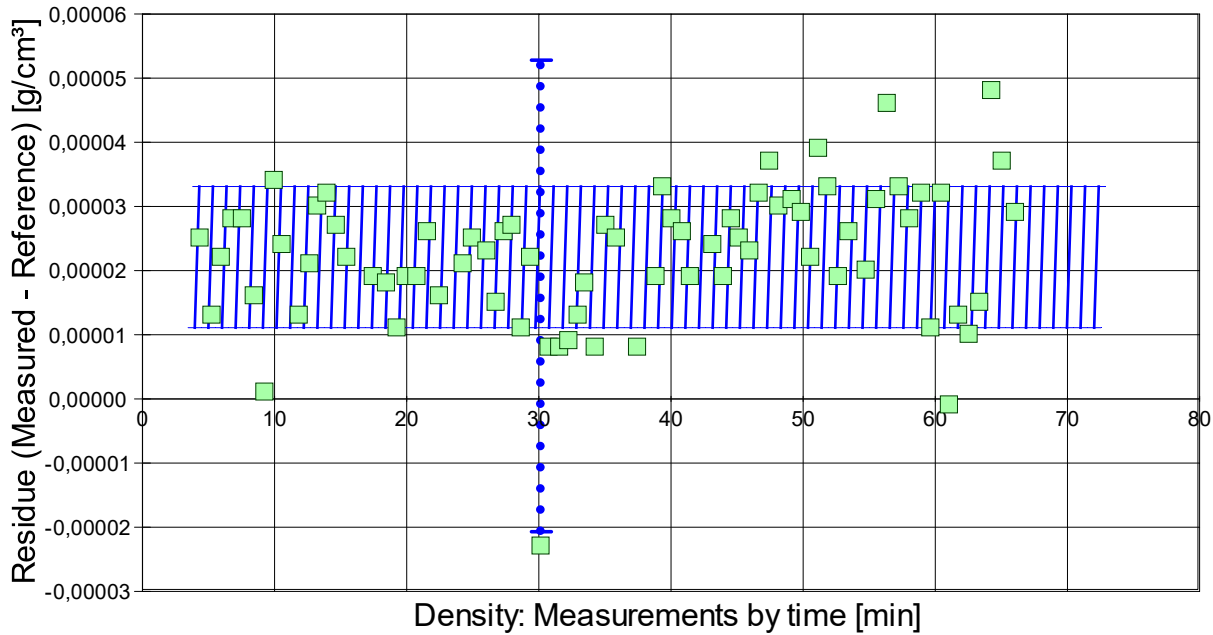
• 5. REFERENZ VERGLEICH

Beurteilung von Viskositäts- und Dichtemessungen anhand der Residuen: Die Differenzen zwischen Messwerten und zur jeweiligen Temperatur berechneten Sollwerten des Referenzeintrags *Dodekan* wird in den Diagrammen unten

dargestellt. Die Abbildung der Dichtewerte 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.*

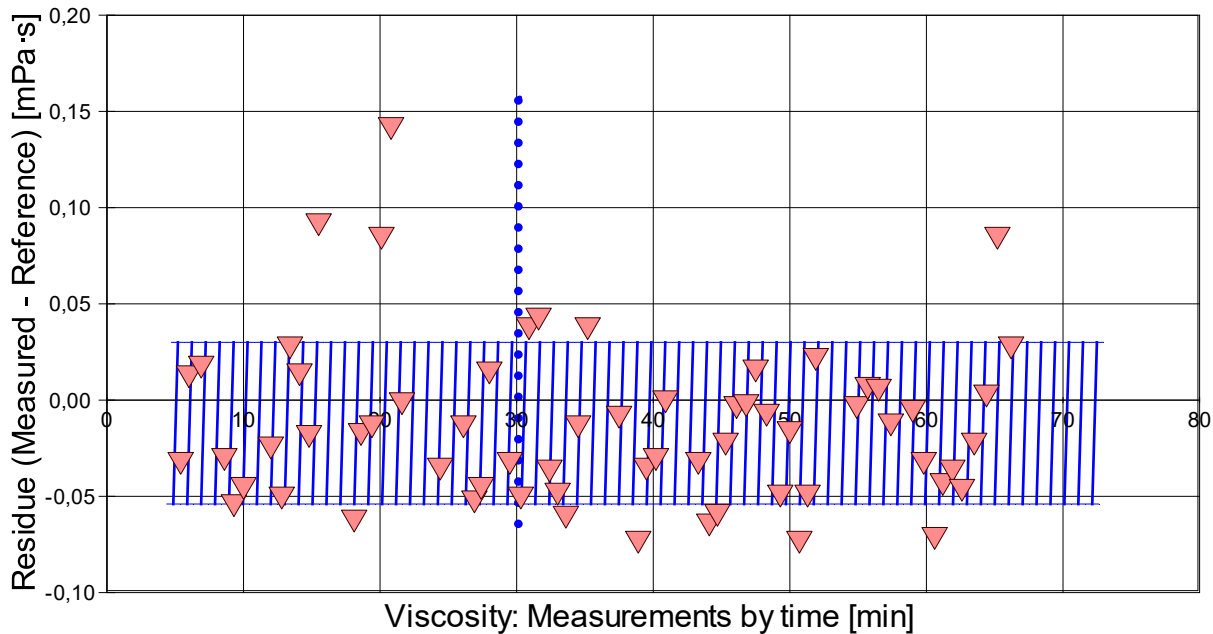
Referenzabweichung der Dichtemesswerte - 'rho-Residuen'



Reference values for 'Dodekan' acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=0.763343 - 72.078 \cdot T/1\text{E}5 - 0.014806 \cdot T^2/1\text{E}5$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $2,21\text{E}-05 \pm 1,1\text{E}-05 \text{ g/cm}^3$, relative: +30 ppm at a spread of 15 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 'Dodekan' acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=1.3585 \cdot \text{EXP}(-7.8074+16.0114/((T+273.15)/298.15)) - 13.8627/((T+273.15)/298.15) + 5.6586/((T+273.15)/298.15)^3$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-0,0120 \pm 0,042 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, relative: -0,91% at a spread of 3,2%

- 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 $48,1349 \pm 0,0003 \text{ g}$, ~volumen $6,054 \pm 0,0005 \text{ cm}^3$, ~durchmesser $14,2991 \pm 0,001 \text{ mm}$, ~länge $43,08 \pm 0,001 \text{ mm}$, ~kub. Ausdehnungskoeffizient $53,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt $0,0201 \text{ mm}^2$, Umfang $0,502 \text{ mm}$, h). **Aufhängungsart:** IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser $16,0015 \pm 0,0005 \text{ mm}$, ~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: $F_{\theta} = 0,001 \text{ mN}\cdot\text{m}$. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 75,1 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 32,0 mm.

n). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die relative Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus der Standardmessunsicherheit der Ausgleichsfunktion ermittelt und beträgt 15%; die ^{o)} Messunsicherheit der Dichte $\pm 0,000062 \text{ g/cm}^3$ 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_{η} 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 finished as projected.

(the digital twin of process IDN°14919 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZA224) wurde während dieser Messung justiert.

IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse $\rho_{\text{cal}} 8,000 \text{ g/cm}^3$, Luftdichte ρ_{air} vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung $g 9,80769 \text{ m/s}^2$.

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit $\pm 0,01$ [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 7.0.54, LizenzN° *3037-4759*, W. 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

Justierung der Wägezelle während der Messung:

at 3,8 min, Adjustment 0,0001 g

Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeterData32.cal' gesondert gespeichert).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
2,6	52,737	21,99	96,523	1,13342

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:

Rheo-Random-Messung. Dodekan gibt sich wesentlich Newtonisch mit Tendenz zur Scherverdünnung (Womöglich bereits beginnende Strukturviskosität bei 12 C-Atomen).

Weiterhin bemerkenswert - Die Zufalls-Scherraten legen den Verdacht nahe, dass temporale Scherzeit-Effekte vorliegen. - Als newtonsches Referenz-fluid nach diesem Test eher nicht zu empfehlen, oder an spezifiziert reinem n-Dodekan nochmals prüfen.