

ID N° 14967 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Gelatine-Lösung rheologisch (rheo-random)

rheologische Messung einer Gelatinelösung (1.7442g Gelatine + 92.48g Wasser) in einer Abfolge jeweils zufallsbestimmter Schergeschwindigkeiten, um damit zeit/scher-geschichtliche Effekte zu nivellieren oder erkennbar herauszustellen.

Sample/Ref.: **Gelatine 1,85%** / Wasser

Results at **25,03°C**

Viscosity: $\eta_{(100,0s^{-1})} = 8,46 \pm 0,69 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 8,44 \pm 0,69 \text{ mm}^2/\text{s}$

54 randomized shear rates (0,036 \leftrightarrow 820) $\cdot\text{s}^{-1}$, resolves $K = 9,017 \text{ mPa}\cdot\text{s}^{0,9775}$ and $n = 0,9775$ (τ^0 ?)

Density: $\rho = 1,00213 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$

Report

• 1. MESSPRINZIP

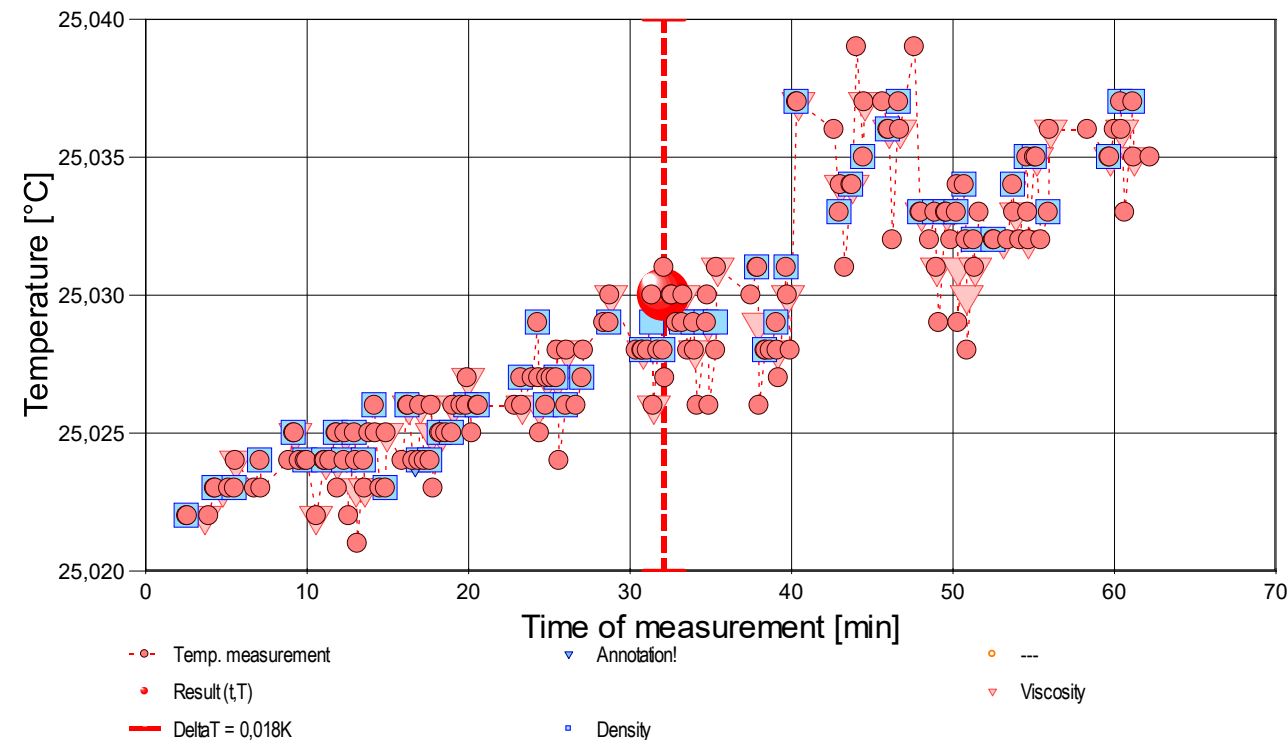
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. 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 gehorchen wie das Hagen-Poiseuille'sche Gesetz der Navier-Stokes-Gleichung. M5 DiVA ermöglicht unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten sowie der Strömungskinetik die sehr präzise Bestimmung der Viskosität (η). Durch Variationen der Relativgeschwindigkeit, liefert die Messung rheologische Eigenschaften - die Viskosität in Abhängigkeit vom Schergradienten ($\dot{\gamma}$). Dem hier durchgemessenen Bereich 0,0357 s^{-1} bis 824,43 s^{-1} kommt technisch die Bedeutung von Oberflächenverlauf bis etwa kräftigem Pumpen, Rakeln zu. -- Auf den Messkörper wirken stets durch die Dichte des Probenfluids bedingte Auftriebskräfte. Die Dichte ρ gibt als spezifische Masse die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine besonders temperaturabhängige Stoffkonstante und wird simultan 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 den jeweils vorliegenden Bedingungen entscheidend.

- Verglichen mit etablierten Rotationsrheometer-Techniken bietet M5 DiVA überhaupt Kohärenz, Integrität und Haltbarkeit, eine deterministische Mess-Technik ohne \times Oberflächeneffekte, \times Wirbelbildung, \times Zentrifugalkräfte, \times Lagerreibung oder \times unklare Scher-historien und dazu absolut maximale Ressourceneffizienz. IMETER M5 DiVA-Resultate sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, Pyknometer). Vgl. 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 54-mal gemessen, die Dichte 59-mal. Messdauer eine Stunde; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum mäßig isotherm bei 25,03°C.

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



16,7' : Bei Überlagerung von Zeiteffekten ist ein randomisiertes Messen über die Schergeschwindigkeitsbereich hinweg sinnvoll. Größere Streuung aber näher an der Wahrheit!

- Mit Diagramm 1. ('t/T-Protokoll') wird eine Übersicht gezeigt, die den Temperaturverlauf in der Messung und eine Zusammenfassung der Vorgänge anzeigt (z.B. 1 Online-Protokollanmerkung(en) während der Messung). -- Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die blauen Quadrate stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Dichtemessungen, rote Winkel für Viskositätsmessungen. Das Dreieck zeigt den Zeitpunkt, zu dem vom Prüfer die oben angegebene Anmerkung in das Protokoll eingetragen wurde.

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

Temperatur **Gelatine 1,85%-Probe** in Rheometrie-Messung: $25,029 \pm 0,004 \text{ °C}$, Zeitbereich: 3,7 bis 61,2 Minuten. Die 54

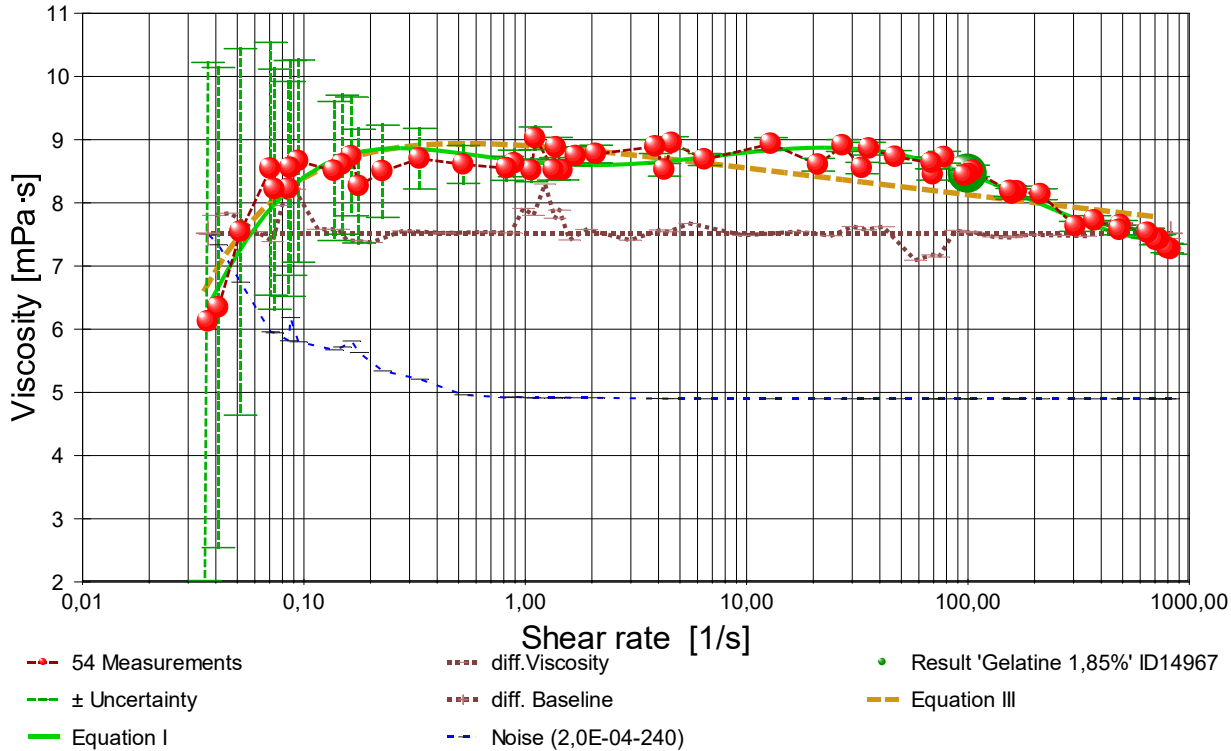
Viskositätsmessungen wurden mit ebenso vielen **randomisierten** Schergeschwindigkeiten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 0,0357 bis 824,43 s⁻¹ wobei die *scheinbare* Viskosität (η') Werte zwischen 6,12 bis 9,02 mPa·s erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung 8,460 ± 0,69 mPa·s für $\dot{\gamma}$ =100,0 s⁻¹ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

$$\eta'_{25,0^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 8,6552 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,017824 + 0,0099615 \cdot \ln(\dot{\gamma}) + 0,0042412 \cdot \ln(\dot{\gamma})^2 - 0,0021074 \cdot \ln(\dot{\gamma})^3 + 1,8423 \cdot 10^{-4} \cdot \ln(\dot{\gamma})^4)}$$

Gleichung I, $r^2 = 0,903$, $\sigma \pm 0,026\%$

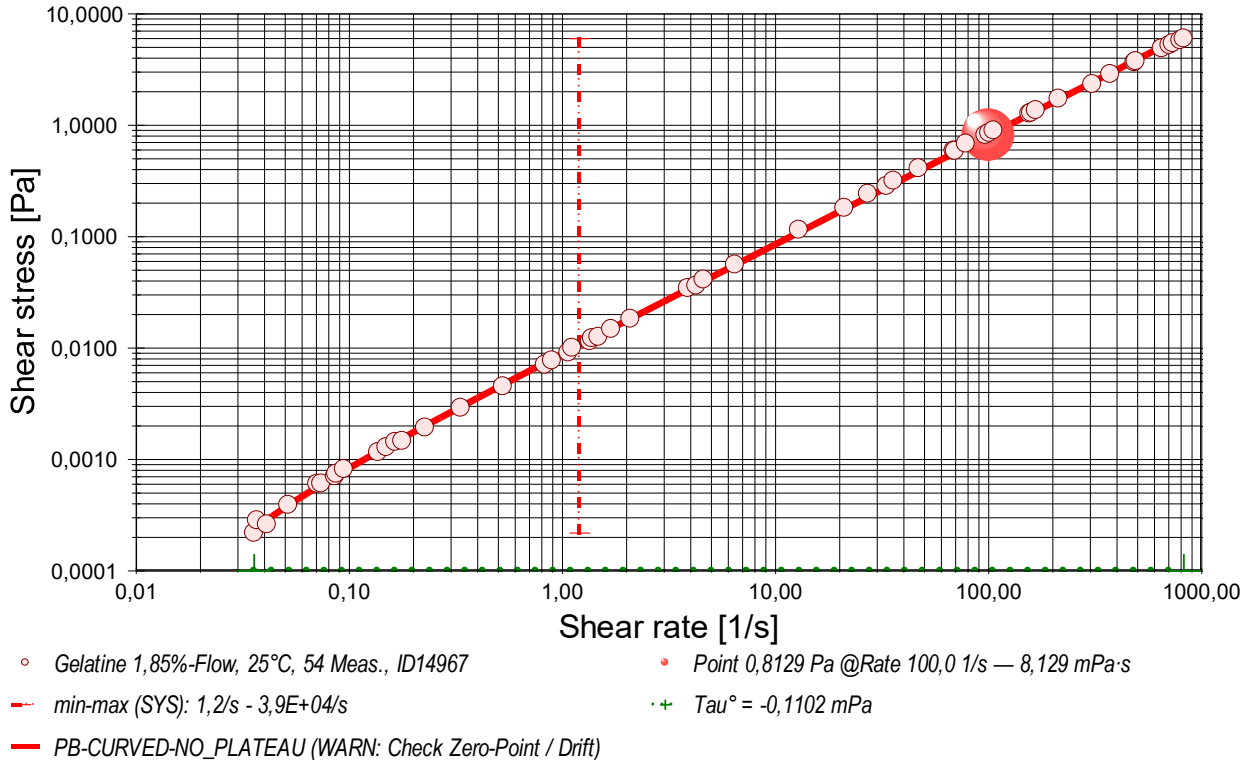
- Es wird von ("scheinbare Viskosität" gesprochen, da bei nicht-newtonischen Fluiden ein parabelförmiges Strömungsprofil ungewiss ist. - Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren quadratischen relativen Fehler. Diese Messunsicherheit wird als relative Standardabweichung " $\sigma \pm U\%$ " der Regressionsgleichung ausgewiesen.

- Diagramm 1. Viskosität in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit - 'Viskositätskurve-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 54 Scherraten (diff.Viscosity) ist als relative Kurve mit zugehöriger Baseline mit $d\eta'/d\ln(\dot{\gamma}) = 0$ eingezeichnet. Der Verlauf der Viskositätsänderung bietet mitunter exakt lokalisierbare rheologische Qualitäten: ein Kurvenverlauf über der Nullbezugslinie ("diff.Baseline") bedeutet Dilatanz, unter Null liegt Strukturviskosität vor, eine Differenziallage, auf oder dicht an der Null-Linie, drückt newtonische Proportionalität aus. Mit rautenförmigen Marken wird 'Noise' (als strukturell-dissipatives Merkmal der Schergradienten Fluktuation) angezeigt. Die zwei Regressionsgraphen nach Gleichung I und Gleichung III zeigen im Diagramm die mathematischen Näherungen an die Messwerte.

- Diagramm 2. Verhältnis von Schubspannung und Schergeschwindigkeit - 'Fliesskurve (log)'



- Die dynamische Viskosität ist definiert als das Verhältnis von Schubspannung zu Schergeschwindigkeit ($\eta = \tau / \dot{\gamma}$) und ist für newtonische Fluide zu allen Verhältnisse von 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 eines atypischen Potenz-Fließgesetzes mit **negativem** τ^0 eingezeichnet.

Die rheologischen Eigenschaften der Gelatine 1,85%-Probe bei 25°C beschreiben die Gleichung II in etwa folgendermaßen gut:

$$\tau \text{ [Pa]} = -0,0001102 + 0,009017 \cdot \dot{\gamma}^{0,9775} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,9966, \sigma \pm 4,4\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = -0,1102 \text{ mPa}$), Konsistenz ($K = 9,017 \text{ mPa}$) und Fließindex ($n = 0,9775$) charakterisieren das Fließverhalten der Gelatine 1,85%-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus einem angepassten Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Schergeschwindigkeit:

$$\eta' \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = -0,1102 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 9,017 \cdot \dot{\gamma}^{-0,0225} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = 0,69, \text{VK} = 7,6\%, \sigma \pm 4,4\%$$

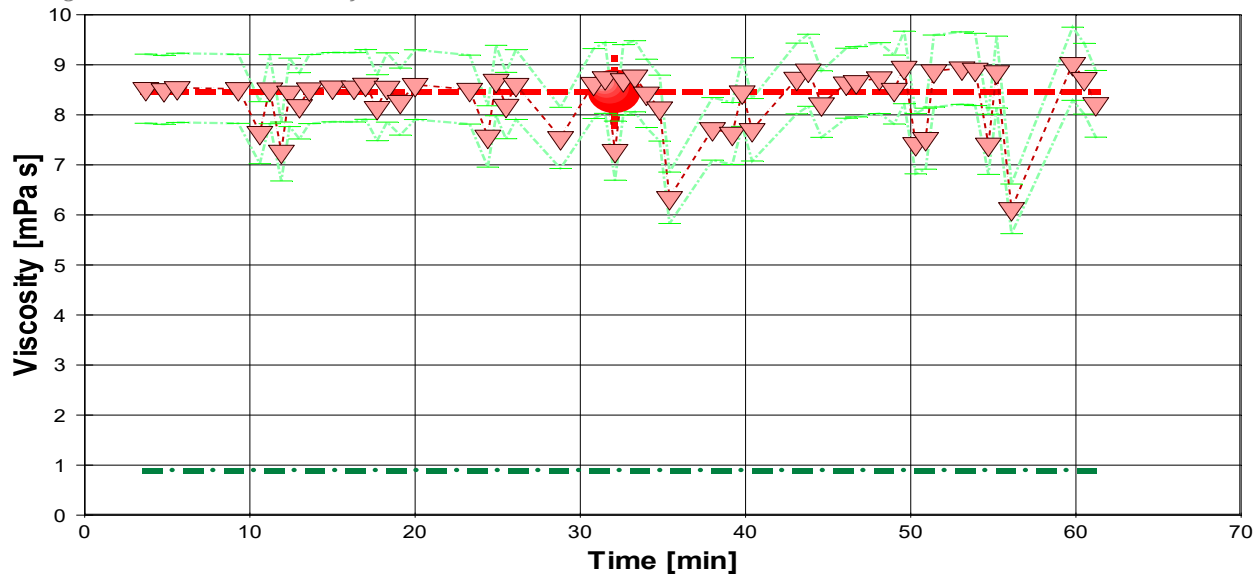
Daraus eine Kurzdiagnose zur Gelatine 1,85%-Probe: • **Newtonsche Idealdynamik (Grenzwert).**

- Das System zeigt vernachlässigbare Fließgrenzen; die rheologische Dynamik wird primär durch viskose Dissipation bestimmt.
- **[VORSICHT] Numerisches Artefakt - der berechnete Yield Stress ist negativ.**
- 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. - Eine tatsächlich negative Fließgrenze τ^0 würde einen Saugeffekt bzw. negative Viskosität bedeuten. Der Effekt kann bei Messungen auftreten und durch Temperaturgradienten, Konvektion, Sedimentationseffekte, viskoelastische Relaxation etc. verursacht werden oder methodische Schwächen in einer Messung identifizieren. Der Sachverhalte sollte diskutiert bzw. durch eine rheologiekundige Person bewertet werden. Die Nachweisgrenze für Yield Stress oder Null-Viskosität wird mit der IMETER Axio-Rheometrie empfindlicher bestimmt, als es mit *einem* Rotationsrheometer machbar ist.

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

- Diagramm 4. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-Zeit'



- - - IDN° 14967, 54 Measurements, randomized shear rates ± 8,1% - - - ref. 'Wasser'
 - - - Average - - - 32,1[min]: 8,46 mPa·s

- Im Diagramm 4, "eta-Zeit", 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}	γ̇	Re
IDN°14967	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s ⁻¹]	[Zahl]
1.	3,7	25,022	8,523	0,1283	0,6270	0,03629	0,9221	4,2581	0,127
2.	4,8	25,023	8,50	0,006837	0,0333	0,00193	0,0491	0,2269	0,0068
3.	5,6	25,024	8,5	0,002131	0,0104×	6,0E-04	0,015	0,0707	0,002
4.	9,3	25,025	8,52	0,04056	0,1982	0,0115	0,292	1,346	0,040
5.	10,6	25,022	7,644	14,76	64,7032	3,745	106,1	489,93	16,4
6.	11,2	25,024	8,51	0,04448	0,2172	0,0126	0,320	1,476	0,044
7.	11,9	25,024	7,268	24,84	103,5202	5,992	178,5	824,43	28,9
8.	12,4	25,025	8,450	2,095	10,1500	0,5875	15,06	69,528	2,10
9.	13,0	25,023	8,181	5,024	23,5662	1,364	36,11	166,74	5,20
10.	13,6	25,023	8,51	0,03216	0,1570	0,00909	0,231	1,067	0,032
11.	15,0	25,025	8,6	0,002618	0,0128×	7,4E-04	0,019	0,0869	0,003
12.	16,3	25,026	8,551	1,001	4,9107	0,2842	7,198	33,240	0,992
13.	17,0	25,026	8,61	0,01584	0,0782	0,00453	0,114	0,5259	0,016
14.	17,7	25,025	8,143	4,775	22,2959	1,291	34,32	158,49	4,97
15.	18,3	25,025	8,55	0,02492	0,1221	0,00707	0,179	0,8270	0,025
16.	19,1	25,026	8,27	0,005340	0,0253	0,00146	0,0384	0,1772	0,0055
17.	20,0	25,027	8,603	0,6342	3,1286	0,1811	4,558	21,049	0,624
18.	23,3	25,026	8,5	0,004113	0,0201×	0,0012	0,030	0,137	0,004
19.	24,4	25,026	7,569	14,59	63,3068	3,664	104,8	484,09	16,3
20.	24,9	25,027	8,686	0,1947	0,9696	0,05612	1,399	6,4607	0,190
21.	25,5	25,027	8,186	4,679	21,9657	1,271	33,63	155,31	4,84
22.	26,1	25,028	8,6	0,004500	0,0222×	0,0013	0,032	0,149	0,004
23.	28,8	25,030	7,5	0,001558	0,0067×	3,9E-04	0,011	0,0517	0,002
24.	30,8	25,028	8,62	0,02695	0,1333	0,00771	0,194	0,8944	0,026

25.	31,5	25,026	8,74	0,05105	0,2558	0,0148	0,367	1,694	0,049
26.	32,1	25,030	7,285	23,94	99,9932	5,788	172,0	794,46	27,8
27.	32,6	25,030	8,70	0,01005	0,0501	0,00290	0,0722	0,3335	0,0098
28.	33,3	25,030	8,77	0,06289	0,3164	0,0183	0,452	2,087	0,061
29.	34,0	25,028	8,430	2,916	14,0936	0,8158	20,95	96,768	2,93
30.	34,8	25,029	8,135	6,420	29,9500	1,734	46,14	213,09	6,68
31.	35,4	25,031	6,3	0,001237	0,0045x	2,6E-04	0,0089	0,0411	0,002
32.	38,0	25,029	7,720	11,23	49,7264	2,878	80,74	372,85	12,3
33.	39,2	25,028	7,628	9,244	40,4324	2,340	66,44	306,81	10,3
34.	39,8	25,030	8,455	3,034	14,7108	0,8515	21,81	100,70	3,04
35.	40,4	25,037	7,7	0,001110	0,0049x	2,8E-04	0,0080	0,0369	0,001
36.	43,1	25,034	8,727	1,416	7,0846	0,4101	10,17	46,987	1,37
37.	43,8	25,034	8,89	0,1169	0,5959	0,0345	0,840	3,879	0,11
38.	44,6	25,037	8,2	0,002225	0,0105x	6,1E-04	0,016	0,0738	0,002
39.	46,1	25,036	8,632	2,066	10,2275	0,5920	14,85	68,576	2,03
40.	46,7	25,036	8,7	0,002843	0,0141x	8,2E-04	0,020	0,0944	0,003
41.	48,1	25,033	8,74	0,004951	0,0248	0,00144	0,0356	0,1643	0,0048
42.	49,0	25,031	8,506	3,180	15,5088	0,8977	22,85	105,53	3,17
43.	49,6	25,033	8,947	0,1386	0,7109	0,04115	0,9960	4,5994	0,131
44.	50,3	25,031	7,423	22,07	93,9428	5,437	158,6	732,49	25,2
45.	50,9	25,030	7,524	19,57	84,4592	4,889	140,7	649,69	22,0
46.	51,4	25,031	8,88	0,04149	0,2112	0,0122	0,298	1,377	0,040
47.	53,1	25,032	8,934	0,3881	1,9882	0,1151	2,789	12,882	0,368
48.	53,9	25,033	8,908	0,8188	4,1826	0,2421	5,885	27,176	0,778
49.	54,7	25,032	7,411	21,29	90,4666	5,236	153,0	706,58	24,3
50.	55,2	25,035	8,857	1,079	5,4802	0,3172	7,755	35,812	1,03
51.	56,1	25,036	6,1	0,001077	0,0038x	2,2E-04	0,0077	0,0357	0,001
52.	59,8	25,035	9,02	0,03348	0,1732	0,0100	0,241	1,111	0,031
53.	60,5	25,036	8,722	2,359	11,7974	0,6828	16,95	78,290	2,29
54.	61,2	25,035	8,2	0,002580	0,0122x	7,0E-04	0,019	0,0856	0,003

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

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte *F_z* angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft (*F_w*) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder (*F_p*) und Aufhängung (*F_{hp}*), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes (*F_ζ*), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (*F_{hη}*), die rekursiv bestimmt wird. Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta}$. Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt. 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 *ra* Röhrenradius und *ri* Zylinderradius) wird für die Berechnung der Reynoldszahl benötigt. $Re = \rho \cdot v_m \cdot d / \eta$, mit der charakteristischen Länge *d*, die (wie bei Rohrströmungen) für den Ringspalt aus dem hydrodynamischen Radius mit $d = 2(r a - r_i)$ 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.

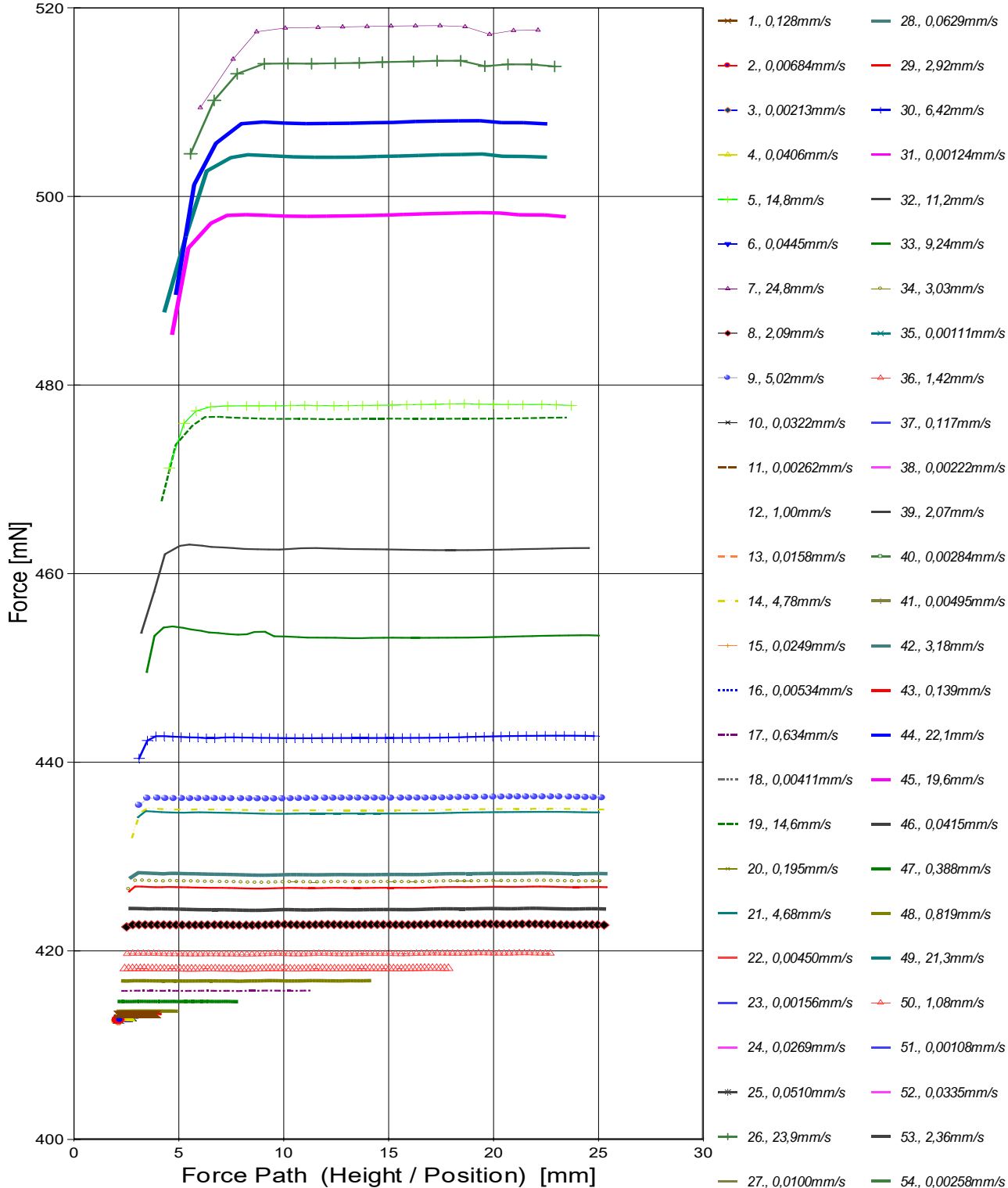
N°	<i>F_w</i>	<i>σ_{Fw}</i>	<i>σ_{Fw rel}</i>	<i>F_p</i>	<i>F_{hp}</i>	<i>F_ζ</i>	<i>F_{hη}</i>	<i>N/n</i>
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
1.	413,2678	0,001646	4,0 ppm	412,6418	0,001091	4,47E-05	1,05E-05	39/82
2.	412,6763	8,83E-04	2,1 ppm	412,6438	8,31E-04	1,27E-07	4,26E-07	43/90
3.	412,6544	5,1E-04	1,2 ppm	412,6448	8,3E-04	1,23E-08	1,33E-07	46/95
4.	412,8435	0,00109	2,6 ppm	412,6462	8,98E-04	4,47E-06	2,74E-06	39/82
5.	477,9414	0,03939	82 ppm	412,6464	0,004173	0,592	0,00415	12/28
6.	412,8631	0,00127	3,1 ppm	412,6468	9,07E-04	5,37E-06	3,03E-06	40/83
7.	517,8439	0,3725	0,72‰	412,6455	0,003967	1,68	0,00632	6/14
8.	422,8042	0,02763	65 ppm	412,6458	0,004270	0,0119	6,66E-04	37/77
9.	436,2758	0,05289	0,12‰	412,6438	0,004306	0,0685	0,00156	26/56
10.	412,8003	9,16E-04	2,2 ppm	412,6441	8,80E-04	2,81E-06	2,12E-06	40/83
11.	412,6535	6,2E-04	1,5 ppm	412,6415	8,3E-04	1,86E-08	1,64E-07	45/94
12.	417,5544	0,01227	29 ppm	412,6437	0,003000	0,00272	2,27E-04	40/83
13.	412,7186	6,15E-04	1,5 ppm	412,6412	8,44E-04	6,82E-07	1,02E-06	40/83
14.	434,9969	0,06245	0,14‰	412,6419	0,004298	0,0619	0,00147	28/60
15.	412,7631	5,27E-04	1,3 ppm	412,6419	8,64E-04	1,69E-06	1,62E-06	39/82
16.	412,6654	7,67E-04	1,9 ppm	412,6409	8,31E-04	7,74E-08	3,24E-07	44/92
17.	415,7680	0,01365	33 ppm	412,6404	0,002212	0,00109	1,06E-04	36/76
18.	412,6607	6,5E-04	1,6 ppm	412,6415	8,3E-04	4,59E-08	2,56E-07	44/91
19.	476,5256	0,02679	56 ppm	412,6411	0,004878	0,578	0,00475	3/28
20.	413,6094	0,002110	5,1 ppm	412,6409	0,001235	1,03E-04	1,84E-05	40/83
21.	434,6627	0,06780	0,16‰	412,6404	0,004274	0,0595	0,00144	28/60
22.	412,6606	7,7E-04	1,9 ppm	412,6392	8,3E-04	5,50E-08	2,84E-07	43/90
23.	412,6456	6,1E-04	1,5 ppm	412,6397	8,3E-04	6,59E-09	8,61E-08	46/95
24.	412,7743	0,00102	2,5 ppm	412,6419	8,68E-04	1,97E-06	1,78E-06	36/75
25.	412,8957	0,00162	3,9 ppm	412,6408	9,21E-04	7,08E-06	3,62E-06	40/83
26.	514,1917	0,2311	0,45‰	412,6402	0,003900	1,56	0,00600	6/16
27.	412,6892	7,42E-04	1,8 ppm	412,6399	8,31E-04	2,74E-07	6,40E-07	40/83
28.	412,9544	0,00186	4,5 ppm	412,6389	9,47E-04	1,07E-05	4,61E-06	40/83
29.	426,7529	0,04557	0,11‰	412,6396	0,004291	0,0231	9,30E-04	35/73
30.	442,6986	0,09784	0,22‰	412,6389	0,004238	0,112	0,00195	24/52
31.	412,6426	7,2E-04	1,7 ppm	412,6389	8,3E-04	4,16E-09	5,75E-08	46/96
32.	462,7052	0,01158	25 ppm	412,6373	0,005129	0,343	0,00392	3/39
33.	453,3008	0,1013	0,22‰	412,6380	0,004328	0,232	0,00269	22/49
34.	427,3702	0,04688	0,11‰	412,6377	0,004263	0,0250	9,64E-04	32/68
35.	412,6407	5,3E-04	1,3 ppm	412,6366	8,3E-04	3,35E-09	6,27E-08	46/96
36.	419,7239	0,02983	71 ppm	412,6374	0,003897	0,00544	4,25E-04	40/83
37.	413,2332	0,00212	5,1 ppm	412,6384	0,00106	3,71E-05	9,76E-06	40/83
38.	412,6466	4,6E-04	1,1 ppm	412,6370	8,3E-04	1,34E-08	1,34E-07	45/93
39.	422,8739	0,03530	83 ppm	412,6385	0,004308	0,0116	6,78E-04	37/78
40.	412,6503	5,9E-04	1,4 ppm	412,6370	8,3E-04	2,20E-08	1,80E-07	45/93

41.	412,6623	7,04E-04	1,7 ppm	412,6384	8,31E-04	6,66E-08	3,17E-07	43/89
42.	428,1739	0,05171	0,12‰	412,6409	0,004294	0,0275	0,00102	36/75
43.	413,3542	0,001919	4,6 ppm	412,6443	0,001113	5,22E-05	1,22E-05	40/83
44.	507,9102	0,09321	0,18‰	412,6428	0,003922	1,32	0,00567	8/18
45.	498,1437	0,1013	0,20‰	412,6425	0,004079	1,04	0,00530	9/21
46.	412,8532	0,00106	2,6 ppm	412,6429	9,01E-04	4,68E-06	2,93E-06	39/82
47.	414,6286	0,006069	15 ppm	412,6416	0,001658	4,09E-04	5,07E-05	40/83
48.	416,8229	0,01120	27 ppm	412,6409	0,002602	0,00182	1,67E-04	40/83
49.	504,3401	0,1018	0,20‰	412,6409	0,003951	1,23	0,00550	8/19
50.	418,1206	0,02008	48 ppm	412,6402	0,003167	0,00316	2,67E-04	40/83
51.	412,6429	5,6E-04	1,4 ppm	412,6399	8,3E-04	3,15E-09	4,83E-08	46/96
52.	412,8093	0,00102	2,5 ppm	412,6370	8,83E-04	3,04E-06	2,35E-06	36/76
53.	424,4454	0,04123	97 ppm	412,6365	0,004295	0,0151	7,79E-04	36/76
54.	412,6472	5,5E-04	1,3 ppm	412,6359	8,3E-04	1,81E-08	1,55E-07	46/95

Tabellensymbole: F_w Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{Fw} Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN], σ_{Fwrel} relative Standardabweichung[-], F_p Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN], F_{hp} Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN], F_z Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (Kinetische Energie-Korrektur) [mN], $F_{h\eta}$ Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN], N/n Abtastung: Anzahl verwendeter (N) und '/' Anzahl vorhandener Kraftmesswerte (n) zur Bildung von F_w .

- In der Tabelle 2 sind die Mess- und Zwischenergebnisse zur Bilanzierung der Kräfte zusammengestellt. Die dabei in Betracht gezogene Messwerteauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 5, Force_Path, unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit F_z die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarkviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

-> Diagramm 5. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'Force_Path'



- Diagramm 5, "Force_Path", zeigt die bei Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte (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.	0,411	2,095	1,830	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,1	1,2%
2.	40,6	2,050	0,144	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,73	8,6%
3.	97,2	2,050	0,145	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	2	23%
4.	1,26	2,062	0,578	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,16	1,9%
5.	0,00221	4,538	19,160	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,077	1,0%
6.	1,94	2,063	0,638	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,15	1,8%
7.	0,00978	6,022	16,096	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,078	1,1%
8.	0,0162	2,511	22,752	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,089	1,1%
9.	0,00438	3,110	22,054	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,084	1,0%
10.	1,67	2,060	0,460	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,18	2,1%
11.	118	2,050	0,145	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	1,7	20%
12.	0,0350	2,412	14,318	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,09	1,1%
13.	5,81	2,054	0,228	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,3	3,5%
14.	0,00471	2,775	22,462	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,085	1,0%
15.	1,89	2,057	0,354	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,19	2,2%
16.	67,2	2,051	0,145	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,9	11%
17.	0,0514	2,311	9,096	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,1	1,2%
18.	71,0	2,050	0,146	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	1,1	13%
19.	3,87E-04	4,187	19,253	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,076	1,0%
20.	0,126	2,114	2,786	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,095	1,1%
21.	0,00494	3,056	21,942	0,8512	-0,00198	14,2991	43,0800	0,086	1,1%
22.	75,2	2,051	0,145	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	1,1	13%
23.	169	2,050	0,145	0,8512	-0,00220	14,2991	43,0800	2,9	38%
24.	2,82	2,059	0,382	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,21	2,4%
25.	1,52	2,065	0,735	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,15	1,7%
26.	0,00676	5,556	17,354	0,8512	-0,00220	14,2991	43,0800	0,075	1,0%
27.	28,6	2,051	0,144	0,8512	-0,00220	14,2991	43,0800	0,48	5,5%
28.	1,54	2,071	0,903	0,8512	-0,00220	14,2991	43,0800	0,14	1,6%
29.	0,00928	2,635	22,732	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,089	1,1%
30.	0,00413	3,104	21,668	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,086	1,1%
31.	224	2,051	0,145	0,8512	-0,00228	14,2991	43,0800	3,8	60%
32.	1,95E-04	3,213	21,310	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,078	1,0%
33.	0,00311	3,472	21,520	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,079	1,0%
34.	0,00852	2,608	22,471	0,8512	-0,00220	14,2991	43,0800	0,09	1,1%
35.	92,6	2,051	0,145	0,8512	-0,00272	14,2991	43,0800	3,9	51%
36.	0,0235	2,535	20,175	0,8512	-0,00250	14,2991	43,0800	0,1	1,1%
37.	0,507	2,088	1,677	0,8512	-0,00250	14,2991	43,0800	0,11	1,2%
38.	95,8	2,050	0,145	0,8512	-0,00272	14,2991	43,0800	1,9	23%
39.	0,0165	2,537	22,858	0,8512	-0,00264	14,2991	43,0800	0,092	1,1%
40.	82,8	2,050	0,145	0,8512	-0,00264	14,2991	43,0800	1,6	18%
41.	83,9	2,051	0,144	0,8512	-0,00242	14,2991	43,0800	0,94	11%
42.	0,00817	2,723	22,603	0,8512	-0,00228	14,2991	43,0800	0,091	1,1%
43.	0,293	2,100	1,983	0,8512	-0,00242	14,2991	43,0800	0,1	1,1%
44.	0,00270	4,870	17,589	0,8512	-0,00228	14,2991	43,0800	0,075	1,0%
45.	0,00324	4,689	18,655	0,8512	-0,00220	14,2991	43,0800	0,076	1,0%
46.	1,48	2,062	0,598	0,8512	-0,00228	14,2991	43,0800	0,16	1,8%
47.	0,0709	2,179	5,543	0,8512	-0,00235	14,2991	43,0800	0,1	1,1%
48.	0,0369	2,348	11,719	0,8512	-0,00242	14,2991	43,0800	0,094	1,1%
49.	0,00318	4,327	18,117	0,8512	-0,00235	14,2991	43,0800	0,075	1,0%
50.	0,0282	2,419	15,426	0,8512	-0,00257	14,2991	43,0800	0,1	1,1%
51.	239	2,051	0,146	0,8512	-0,00264	14,2991	43,0800	4,1	67%
52.	1,29	2,062	0,479	0,8512	-0,00257	14,2991	43,0800	0,18	2,0%
53.	0,0142	2,701	22,557	0,8512	-0,00264	14,2991	43,0800	0,093	1,1%
54.	84,2	2,050	0,145	0,8512	-0,00257	14,2991	43,0800	1,7	21%

Tabellensymbole: *Noise* Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen 'Schergradienten Fluktuation' im Kurvenzug der Messkraft bestimmt. Der Wert ist über die Geschwindigkeit und Messkörper-mantelfläche normiert [μPa/mm], *H_{Start}* Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], *L_{cl}* Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm], *D_{RSP}* Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], *ΔD_{RSP}* Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [μm], *Ø_{zyl.}* Durchmesser des Messzylinders [mm], *L_{zyl.}* Länge des Messzylinders [mm] . *Σσ* Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und *Σσ_{rel.}* relative Unsicherheit des Viskositätswertes.

- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Bewegungstrecke dar (ΔF/Δs); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. Als oszillierende Mikrobeschleunigungen mit Extremwerten bei bestimmten Scherraten (und Proben) kann der Resonanzeffekt auf Inhomogenitäten in der Probe hindeuten. Die folgenden Rubriken geben gemessene und berechnete geometrische Gegebenheiten der jeweiligen Messung wieder. Die individuellen Gesamtfehlersummen werden in den beiden letzten Spalten ausgegeben; bei idealer Kalibrierung und konformem Aufbau ist der tatsächlich einzuräumende Gesamtfehler um die bedeutenden Beiträge aus den geometrischen Unsicherheiten vermindert!

• 4. DICHT E - MESSUNG

59 Messwerte; Zeitbereich 3 bis 61 min, Temperatur ΔT=0,015 K (ϑ=25,029 ±0,004°C)

Ergebniswert bei 32 min: ρ_{25,03°C} = 1,00213 ±0,000083 g/cm³ bzw. ±83 ppm (298,18 K, 93,82 kPa)

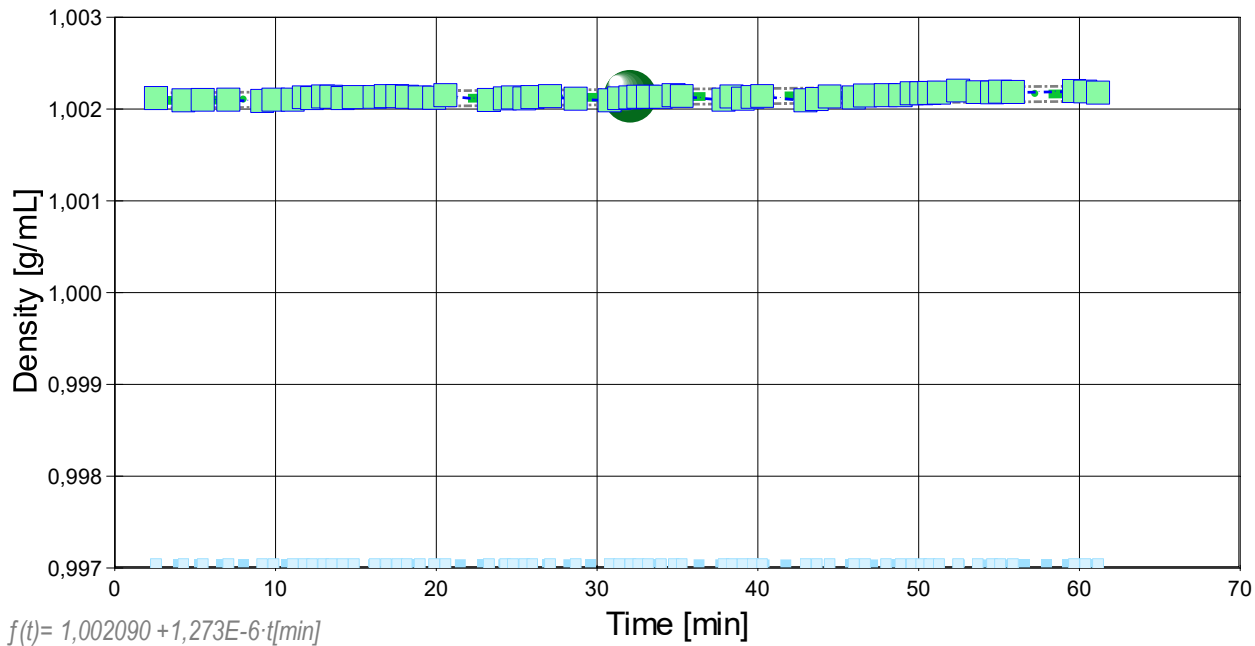
Streuung: ±2,0·10⁻⁵ g/cm³ absolute bzw. 20 ppm relative Standardabweichung

Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 3 und 61:
 $\rho(t[\text{min}]) = 1,002090 + 1,273E-6 \cdot t$ mit $r^2=0,53$, $s^2=3,95E-10$

- 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 ' $r^2=0,53$ ' 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. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-Zeit'



$f(t) = 1,002090 + 1,273E-6 \cdot t[\text{min}]$
 IDN° 14967, 59 Measurements $\pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$ ref. 'Wasser'
 Gelatine 1,85%/Wasser, lin. equation $f(t)$ 32,1[min]: 1,00213 g/cm^3

- Im Diagramm 6, "rho-Zeit", 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° IDN°14967	t [min]	ϑ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	$\Delta\rho_\omega$ [g/cm³]	N Werte & Trend	F _A [mN]	F _{korr.} [mN], TSymb.
1.	2,6	25,022	1,00211	2,048	3,3	-3,3E-05	3 ₂₉ ←	412,6418	-0,0055 ‡
2.	4,3	25,023	1,00209	2,048	4,1	-1,8E-05	4 ₃₀ ↓	412,6438	-0,0049 ‡
3.	5,5	25,023	1,00209	2,048	3,4	-4,4E-07	3 ₃₀ ↓	412,6448	-0,0036 ‡
4.	7,1	25,024	1,00210	2,048	3,2	1,7E-05	3 ₃₁ ↑	412,6458	-0,0025 ‡
5.	9,2	25,025	1,00208	2,048	3,3	-6,7E-06	3 ₃₀ ⇔	412,6462	-0,0029 ‡
6.	9,9	25,024	1,00210	2,048	6,0	-1,0E-05	6 ₃₁ ↗	412,6464	-0,0019 ‡
7.	11,1	25,024	1,00210	2,048	4,0	2,1E-07	4 ₃₀ ↓	412,6468	-0,0015 ‡
8.	11,8	25,025	1,00212	2,048	3,3	8,2E-06	3 ₃₀ ↗	412,6455	-0,0013 ‡
9.	12,3	25,024	1,00211	2,048	3,2	-8,5E-06	3 ₂₉ ↑	412,6458	-0,0015 ‡
10.	13,0	25,025	1,00213	2,048	4,3	-2,4E-05	4 ₃₀ ⇔	412,6438	-0,0023 ‡
11.	13,5	25,024	1,00213	2,048	3,3	-1,4E-05	3 ₃₀ ⇔	412,6441	-0,0023 ‡
12.	14,2	25,026	1,00211	2,048	3,2	-2,5E-06	3 ₃₁ →	412,6437	-0,0035 ‡
13.	14,9	25,023	1,00212	2,048	3,3	6,9E-06	3 ₃₁ ↗	412,6415	-0,0052 ‡
14.	16,2	25,026	1,00213	2,048	3,5	3,5E-05	3 ₃₀ →	412,6437	-0,0028 ‡
15.	16,9	25,024	1,00213	2,048	3,2	4,8E-08	3 ₃₁ ↗	412,6412	-0,0049 ‡
16.	17,6	25,024	1,00213	2,048	4,1	2,0E-05	4 ₃₁ ↑	412,6419	-0,0042 ‡
17.	18,2	25,025	1,00213	2,048	6,0	-2,2E-05	6 ₃₀ ↑	412,6419	-0,0045 ‡
18.	19,0	25,025	1,00212	2,048	4,3	3,3E-06	4 ₂₉ ↑	412,6409	-0,0060 ‡
19.	19,9	25,026	1,00212	2,048	4,1	3,2E-06	4 ₃₀ ⇔	412,6404	-0,0066 ‡
20.	20,6	25,026	1,00215	2,048	3,3	-5,7E-06	3 ₂₉ ↓	412,6389	-0,0065 ‡
21.	23,3	25,027	1,00209	2,048	3,2	1,8E-06	3 ₃₀ ⇔	412,6415	-0,0070 ‡
22.	24,3	25,029	1,00211	2,048	3,3	8,4E-06	3 ₂₉ ↗	412,6411	-0,0065 ‡
23.	24,8	25,026	1,00212	2,048	3,2	-5,1E-06	3 ₃₁ ↑	412,6409	-0,0061 ‡
24.	25,5	25,027	1,00211	2,048	3,2	3,2E-06	3 ₃₀ ⇔	412,6404	-0,0071 ‡
25.	26,0	25,026	1,00212	2,048	3,2	6,1E-06	3 ₃₁ ⇔	412,6392	-0,0074 ‡
26.	27,1	25,027	1,00213	2,048	5,3	-1,1E-06	5 ₃₀ ↗	412,6377	-0,0084 ‡
27.	28,7	25,029	1,00211	2,048	3,3	1,8E-05	3 ₃₁ ↗	412,6397	-0,0079 ‡
28.	30,8	25,028	1,00209	2,048	3,2	1,5E-05	3 ₃₀ ↑	412,6419	-0,0067 ‡
29.	31,4	25,029	1,00211	2,048	4,3	-8,1E-08	4 ₂₉ →	412,6408	-0,0066 ‡
30.	32,1	25,028	1,00212	2,048	3,5	1,5E-05	3 ₂₉ ⇔	412,6402	-0,0067 ‡
31.	32,6	25,030	1,00213	2,048	3,2	-1,4E-05	3 ₃₁ ↑	412,6399	-0,0065 ‡
32.	33,2	25,029	1,00213	2,048	4,0	2,0E-05	4 ₃₀ ↑	412,6389	-0,0074 ‡
33.	34,0	25,029	1,00213	2,048	3,3	4,6E-06	3 ₃₁ ↗	412,6396	-0,0067 ‡
34.	34,8	25,029	1,00215	2,048	3,2	-2,4E-05	3 ₃₀ ↑	412,6389	-0,0065 ‡
35.	35,3	25,029	1,00214	2,048	3,2	7,7E-06	3 ₃₀ ↓	412,6389	-0,0069 ‡
36.	37,9	25,031	1,00210	2,048	3,3	2,7E-05	3 ₃₀ ↗	412,6373	-0,0111 ‡
37.	38,4	25,028	1,00213	2,048	3,5	1,5E-05	3 ₃₁ ↗	412,6365	-0,0098 ‡
38.	39,1	25,029	1,00211	2,048	3,2	2,3E-05	3 ₃₀ ↓	412,6380	-0,0097 ‡
39.	39,7	25,031	1,00213	2,048	4,1	2,8E-05	4 ₃₃ ↗	412,6377	-0,0089 ‡
40.	40,3	25,037	1,00214	2,048	3,2	-9,9E-06	3 ₃₁ ⇔	412,6366	-0,0093 ‡

41.	43,0	25,033	1,00209	2,048	3,3	2,6E-05	3 ₃₂ ↗	412,6374	-0,0114 ‡
42.	43,7	25,034	1,00210	2,048	4,3	9,2E-06	4 ₃₀ ↗	412,6384	-0,0096 ‡
43.	44,5	25,035	1,00213	2,048	3,2	7,1E-06	3 ₃₁ ↓	412,6370	-0,0092 ‡
44.	46,0	25,036	1,00212	2,048	3,2	3,1E-05	3 ₃₁ ↗	412,6385	-0,0084 ‡
45.	46,7	25,037	1,00214	2,048	3,5	7,1E-06	3 ₃₁ ↑	412,6370	-0,0086 ‡
46.	48,0	25,033	1,00215	2,048	3,3	3,3E-05	3 ₃₀ ↗	412,6384	-0,0070 ‡
47.	48,9	25,033	1,00215	2,048	5,2	2,5E-05	5 ₂₉ ↑	412,6409	-0,0045 ‡
48.	49,6	25,033	1,00217	2,048	3,5	3,1E-05	3 ₂₉ ↗	412,6443	0,0001 ‡
49.	50,2	25,033	1,00217	2,048	3,2	7,3E-06	3 ₃₀ ⇔	412,6428	-0,0014 ‡
50.	50,7	25,034	1,00217	2,048	7,0	4,7E-07	7 ₃₀ ↗	412,6425	-0,0015 ‡
51.	51,3	25,032	1,00217	2,048	3,2	9,0E-06	3 ₂₉ ↑	412,6429	-0,0010 ‡
52.	52,5	25,032	1,00220	2,048	3,5	8,6E-06	3 ₃₀ ↗	412,6416	-0,0008 ‡
53.	53,7	25,034	1,00218	2,048	3,3	3,3E-06	3 ₃₁ ↑	412,6409	-0,0025 ‡
54.	54,6	25,035	1,00217	2,048	3,2	8,4E-06	3 ₃₀ ↑	412,6409	-0,0027 ‡
55.	55,1	25,035	1,00218	2,048	6,9	-3,1E-05	7 ₃₁ ⇔	412,6402	-0,0028 ‡
56.	55,9	25,033	1,00218	2,048	4,3	3,0E-06	4 ₂₉ ↑	412,6399	-0,0034 ‡
57.	59,7	25,035	1,00219	2,048	3,5	2,0E-06	3 ₃₀ ↓	412,6370	-0,0057 ‡
58.	60,4	25,037	1,00219	2,048	3,3	-6,6E-06	3 ₃₀ ↗	412,6365	-0,0065 ‡
59.	61,2	25,037	1,00217	2,048	3,3	1,5E-05	3 ₃₁ ↗	412,6359	-0,0078 ‡

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 Wägewertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F_A* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F_{korr.}* zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauchenden Suspensionslänge [mN].

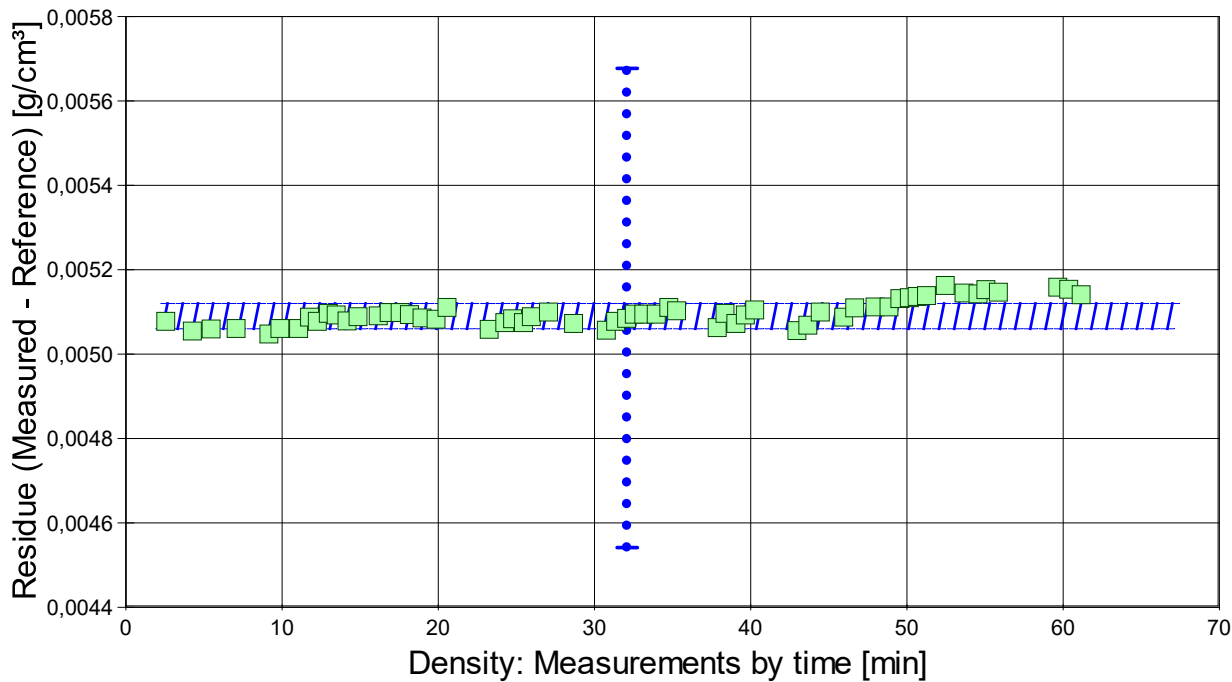
- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (*H*=0mm). Die zu *F_{korr.}* nachgestellten Zeichen '°†' oder '‡' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('°' für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren, '‡' für 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 *Gelatine 1,85%* 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 6.*

Referenzabweichung der Dichtemesswerte - 'rho-Residuen'

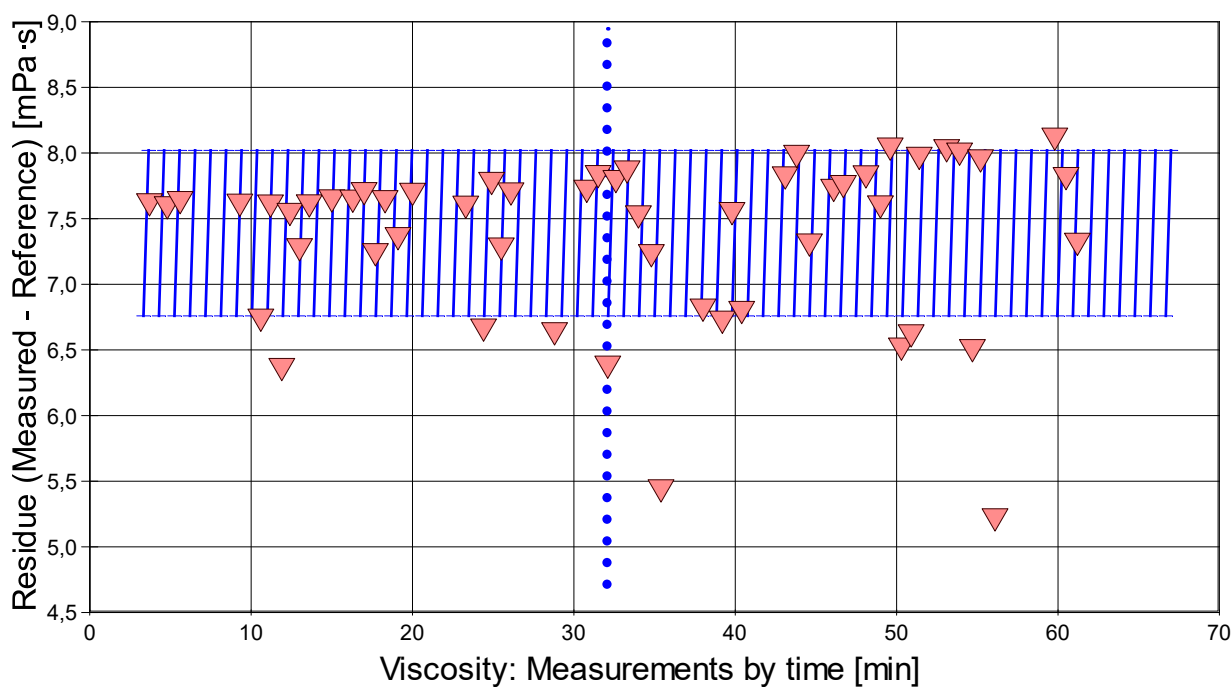


Reference values for 'Wasser' acc. to $f(T[°C])=(99983.952+1695.2577 \cdot T-0.79905127 \cdot T^2-4.6241757E-3 \cdot T^3+1.0584601E-5 \cdot T^4-2.8103006E-8 \cdot T^5)/(1e5+1688.7236 \cdot T)$

Mean and Standarddev. of Residuals: 0,00509 ±3,0E-05 g/cm³, relative: +0,51% at a spread of 30 ppm

- Das Chart N°7, "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 7. Referenzabweichung der Viskositätsmesswerte - 'eta-Residuen'*



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

Mean and Standarddev. of Residuals: $7,39 \pm 0,63 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, relative: +87% at a spread of 7,4%

- Das Chart N°8, "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). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: $69,5 \text{ mm}$, max. Bewegungstrecke in der Phase: $26,4 \text{ mm}$.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die relative Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus der Standardmessunsicherheit der Ausgleichsfunktion ermittelt und beträgt 8,2%; die n). Messunsicherheit der Dichte $\pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$ 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 break by user in command line N°1001.

(the digital twin of process IDN°14967 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde am Vortag dieser Messung von *Labor* justiert.

IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems $0,1 \text{ mg}$, Messunsicherheit (Linearität) $0,2 \text{ mg}$, 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 $0,001[\text{K}]$, Messunsicherheit $\pm 0,01[\text{K}]$, $R^\circ 100,0018[\text{Ohm}]$, AutoCal $60[\text{min}]$ (BN° 3, -10/100°C, 4S, FS15, Offset: $-0,0361$). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt $0,01 \text{ K}$, die Unsicherheit $0,03 \text{ K}$. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.0.54, LizenzN° *3037-4759*, W. 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

<u>Time [min]</u>	<u>ϕ [%]</u>	<u>T_a [°C]</u>	<u>p_a [kPa]</u>	<u>ρ_{air} [kg/m³]</u>
1,9	51,78	22,43	93,365	1,09447

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphären Daten 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:

Die 1.85%ige Gelatinelösung ist effektiv newtonisch. Bei kleinen Scherraten fällt die Viskosität allerdings ab (Low shear thickening). Für Scherung ab Null, wirkt die Lösung zuerst dilatant.

Die Anwendung der Methode "DiVA M5 random rates" (zufällige Schergeschwindigkeiten) zeigt damit ein unerwartetes Verhalten auf, da die Messung einer monoton fallenden Geschwindigkeitensequenz eine normale Fließgrenze indiziert, die sich in dieser Messung jedoch als Negativwert berechnet. Dieser 'Fehler' kann Ergebnis des Globaltrends in der Messung sein, da weiterhin eine zeitliche Verfestigung abläuft (Perkolation würde Fließgrenze bedeuten und die Dichtemessung würde unpräzise). -- Die Messung stammt aus einer Beobachtungssequenz unter Anwendung verschiedener M5-Techniken an einsteifender Gelatinelösung als Modellfall. Zur Anschaulichkeit im Eigenschaftsvergleich wird 'Wasser' als Referenz im Report mitgeführt.

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