

# ID N° 15546 - DiVA-Method: Rheological Measurement

**Wasser, rheologisch bei 40°C**

Ziemlich perfekt newtonisch und ohne "Yield Stress".

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

Results at **40,00°C**

**Viscosity:**  $\eta_{(100,0s^{-1})} = 0,65 \pm 0,12 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $\nu = 0,66 \pm 0,12 \text{ mm}^2/\text{s}$

**3 x 22 shear rates**  $\text{dec.}^{-\text{exp}(810 \rightarrow 0,4)} \cdot \text{s}^{-1}$ , resolves  $K=0,6462 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  and  $n=1,000$

**Density:**  $\rho = 0,99221 \pm 0,000046 \text{ g/cm}^3$

## Report

### • 1. MESSPRINZIP

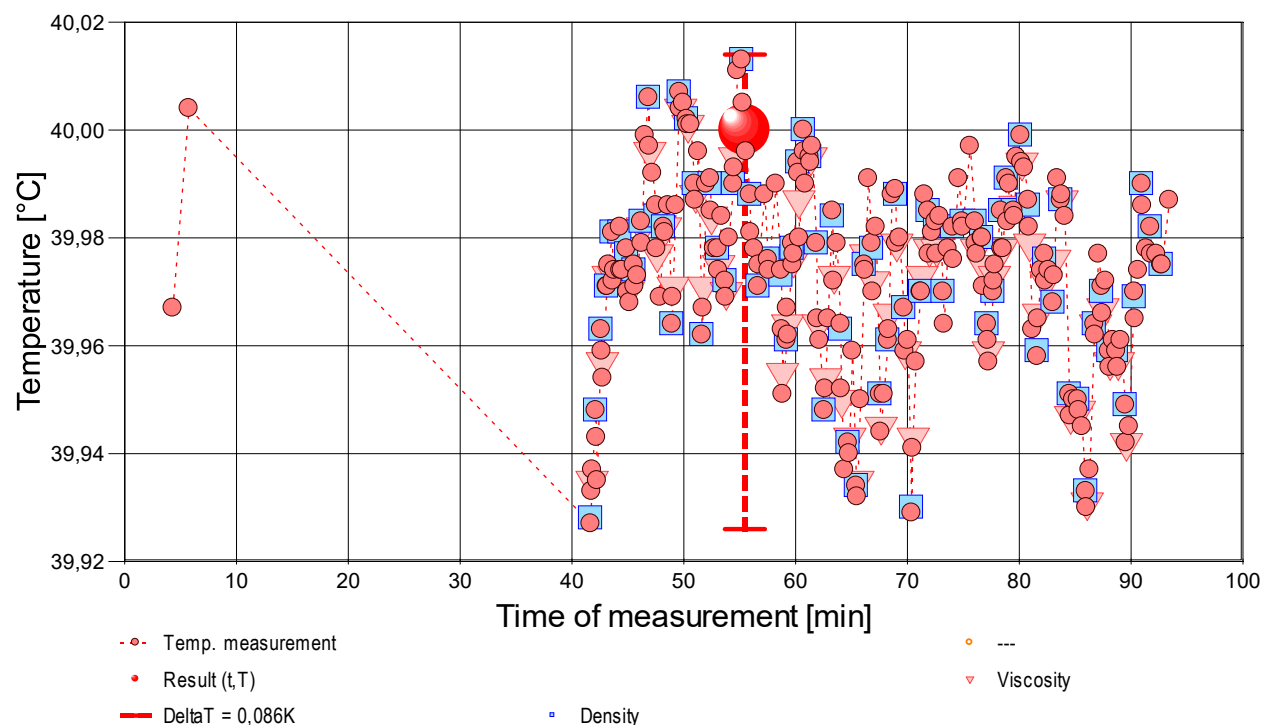
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. 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 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 0,397 bis 814,73 /s kommt technisch die Bedeutung von *Oberflächenverlauf* bis etwa *kräftigem Pumpen, Rakeln* zu. -- Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte  $\rho$  (*spezifische Masse*) gibt die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine sehr temperatur- und wenig druckabhängige Stoffkonstante. Die Dichte der untersuchten Flüssigkeit wurde simultan (sequenziell) mittels Auftriebswägung am ruhenden Zylinder-Messkörper bestimmt: Diese *hydrostatische Wägung* basiert darauf, dass "ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) um den Betrag leichter erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft des Messkörpers die Dichte exakt berechnet werden kann, ist das Messkörpervolumen unter vorliegenden Umständen entscheidend - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung -

- IMETER M5 DiVA-Ergebnisse sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, Pyknometer). Referenz M5 DiVA 'https://imeter.de/?view=article&id=73' - **Beispiele & Auftragsmessungen über 'www.imeter.de/?view=article&id=58'**

### • 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 62-mal gemessen, die Dichte 75-mal. Messdauer zwei Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum ziemlich grob isotherm bei 40,00°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

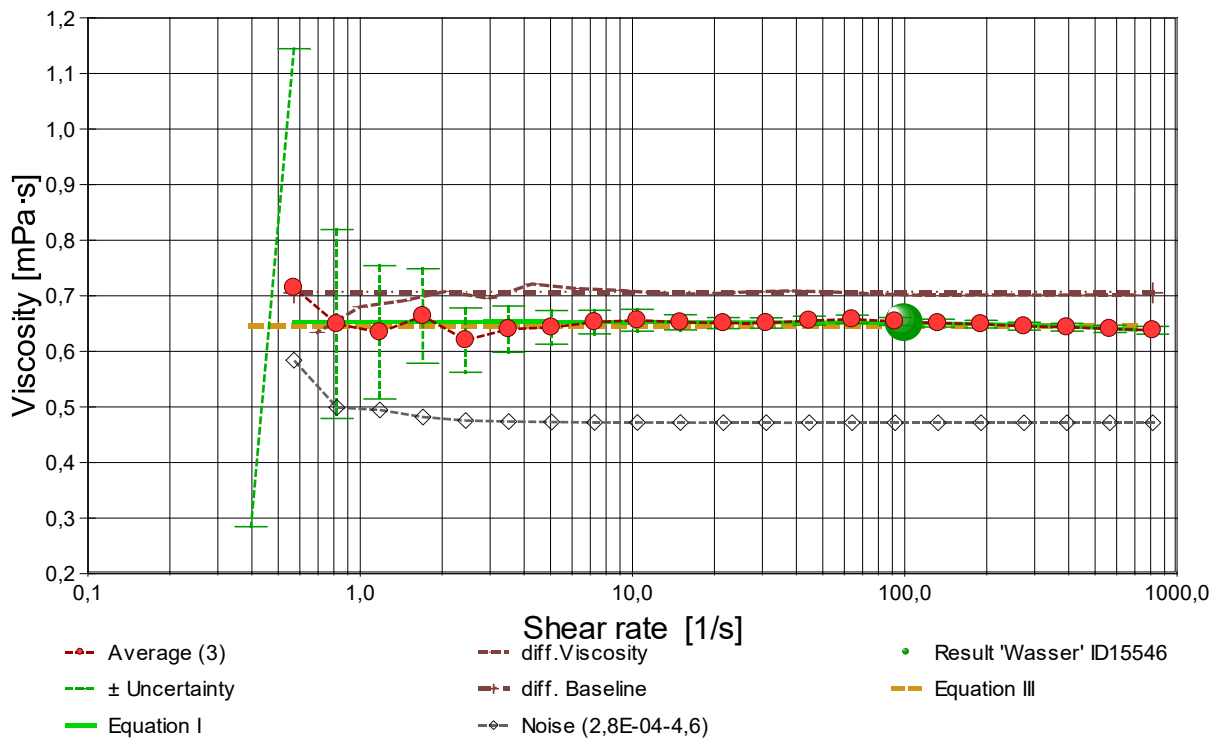
Temperatur **Wasser-Probe** in Rheometrie-Messung:  $39,970 \pm 0,017 \text{ °C}$ , Zeitbereich: 41,8 bis 89,6 Minuten. Die 62 Viskositätsmesswerte wurden mit 22 unterschiedlichen Scherraten ( $\dot{\gamma}$ ) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 0,397 bis 814,73  $\text{s}^{-1}$  wobei die Viskosität ( $\eta$ ) Werte zwischen 0,589 bis 0,715  $\text{mPa}\cdot\text{s}$  erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung  $0,6509 \pm 0,12 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  für  $\dot{\gamma}=100,0 \text{ s}^{-1}$  wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

$$\eta_{40,0^{\circ}\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 0,65295 \cdot e^{(-3,1087 \cdot 10^{-5} \cdot \dot{\gamma})}$$

Gleichung I,  $r^2 = 0,07$ ,  $\sigma \pm 0,025\%$

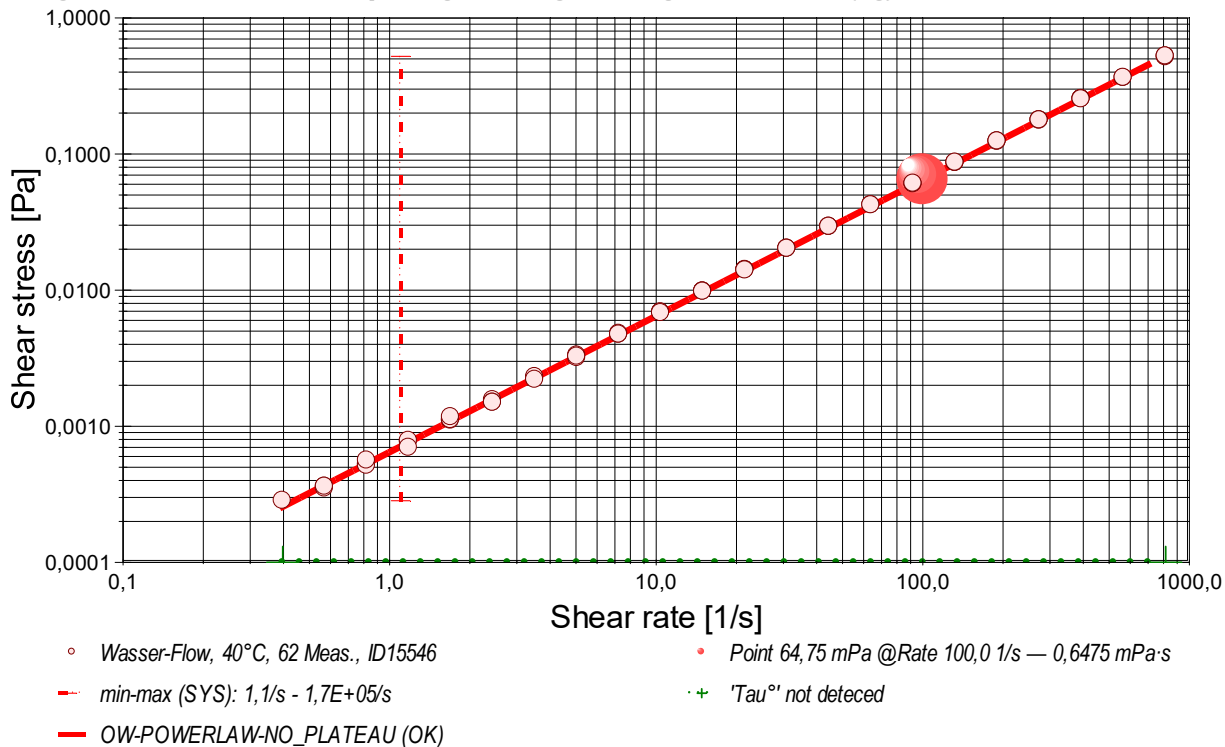
- Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren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

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



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Lin-Log", zeigt die Viskositätswerte  $\eta$  als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ( $\pm \sigma$ , Tabelle III). Die Ausgangsdaten stammen von einer Messwert-Mittelung über gleiche Scherraten in den drei durchlaufenen Zyklen. (vgl. *Zeit-Visko-Chart*). Der numerische Differenzenquotient der 22 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 newtonsche Fluide zu allen Verhältnisse von  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  konstant. - Das Diagramm 3, "Fließkurve (log)", zeigt die Lage der einzelnen Messwerte in den Koordinaten von Schergeschwindigkeit und Schubspannung. Der Verlauf markiert die sog. Fließkurve. Zu den Werten ist die Regressionsfunktion (Gleichung II) gemäß Potenz-Fließgesetz nach W. Ostwald und de Waele. eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in **Wasser** bei 40°C beschreibt die Gleichung II insgesamt sehr gut:

$$\tau [\text{Pa}] = 6,462 \cdot 10^{-4} \cdot \dot{\gamma}^1 \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,9998, \sigma \pm 2,7\%$$

*Konsistenz* ( $K = 0,6462 \text{ mPa}$ ) und *Fließindex* ( $n = 1,000$ ) charakterisieren das Fließverhalten der Wasser-Probe;  $K$  ergibt sich aus dem klassischen Potenzgesetz. Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Schergeschwindigkeit - ist eine Konstante:

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = 0,6462$$

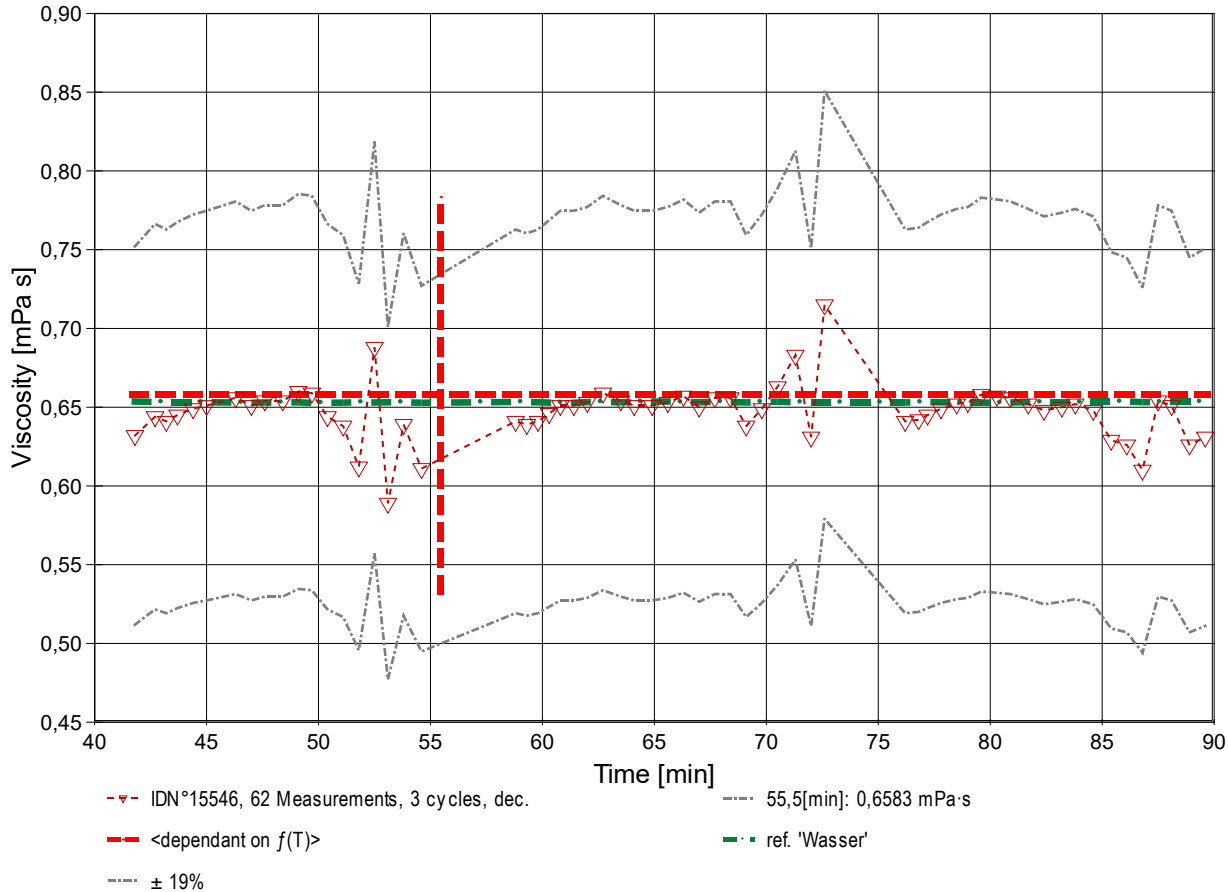
Gleichung III, VK=2,7%,  $\sigma \pm 2,7\%$

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

- Das System zeigt vernachlässigbare Fließgrenzen; die rheologische Dynamik wird primär durch viskose Dissipation bestimmt.
- Das System verhält sich idealviskos; eine strukturelle Fließgrenze ist messtechnisch nicht nachweisbar (Newton-Limit).
- Der Verlauf des  $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ( $\dot{\gamma}$ ).

- <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-Zeit'



- 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 <sub>z</sub>	F <sub>z</sub>	τ	v <sub>max</sub>	γ̇	Re
IDN°15546	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s <sup>-1</sup> ]	[Zahl]
1.	41,8	39,935	0,6315	24,99	8,8428	0,5145	178,0	814,72	332
2.	42,7	39,957	0,6442	12,09	4,3636	0,2539	86,13	394,14	157
3.	43,2	39,973	0,6414	8,410	3,0220	0,1758	59,91	274,15	110
4.	43,7	39,973	0,6446	5,850	2,1127	0,1229	41,68	190,71	76,1
5.	44,4	39,974	0,6486	4,067	1,4780	0,08599	28,97	132,59	52,6
6.	45,0	39,970	0,6506	2,829	1,0314	0,06001	20,16	92,236	36,5
7.	46,3	39,982	0,656	1,368	0,5026	0,0292	9,74	44,59	17
8.	47,0	39,996	0,651	0,9513	0,3467	0,0202	6,78	31,01	12
9.	47,6	39,977	0,654	0,6619	0,2426	0,0141	4,72	21,58	8,5
10.	48,4	39,982	0,654	0,4601	0,1686	0,00981	3,28	15,00	5,9
11.	49,1	39,971	0,660	0,3200	0,1183	0,00688	2,28	10,43	4,1
12.	49,7	40,004	0,659	0,2226	0,0822	0,00478	1,59	7,258	2,8
13.	50,4	40,001	0,644	0,1548	0,0559	0,00325	1,10	5,048	2,0
14.	51,1	39,988	0,638	0,1077	0,0385	0,00224	0,767	3,510	1,4
15.	51,8	39,971	0,612	0,07485	0,0257	0,00149	0,533	2,440	1,0
16.	52,5	39,984	0,688	0,05208	0,0201	0,00117	0,371	1,698	0,64
17.	53,1	39,975	0,59	0,03620	0,0120x	7,0E-04	0,26	1,18	0,5
18.	53,8	39,970	0,64	0,02518	0,0090x	5,2E-04	0,18	0,821	0,3
19.	54,6	39,995	0,61	0,01751	0,0060x	3,5E-04	0,12	0,571	0,2
[20.	55,3	40,004	0,55	0,01218	0,0037x	2,2E-04	0,087	0,397	0,2]*
[21.	56,0	39,981	0,47	0,008475	0,0022x	1,3E-04	0,060	0,276	0,2]*
[22.	57,7	39,975	0,70	0,004099	0,0016x	9,4E-05	0,029	0,134	0,05]*

23.	58,8	39,955	0,6413	24,99	8,9799	0,5225	178,0	814,72	327
24.	59,3	39,964	0,6393	17,39	6,2270	0,3623	123,9	566,76	228
25.	59,8	39,976	0,6412	12,09	4,3437	0,2527	86,13	394,14	158
26.	60,3	39,987	0,6456	8,410	3,0422	0,1770	59,91	274,15	109
27.	60,8	39,994	0,6507	5,850	2,1328	0,1241	41,68	190,71	75,4
28.	61,4	39,995	0,6511	4,067	1,4837	0,08633	28,97	132,59	52,4
29.	62,0	39,964	0,6535	2,829	1,0359	0,06028	20,16	92,236	36,3
30.	62,7	39,954	0,6585	1,967	0,7256	0,04222	14,01	64,110	25,1
31.	63,5	39,973	0,654	1,368	0,5011	0,0292	9,74	44,59	18
32.	64,1	39,950	0,651	0,9513	0,3470	0,0202	6,78	31,01	12
33.	64,9	39,943	0,651	0,6619	0,2414	0,0140	4,72	21,58	8,5
34.	65,6	39,935	0,653	0,4601	0,1683	0,00979	3,28	15,00	5,9
35.	66,3	39,977	0,657	0,3200	0,1177	0,00685	2,28	10,43	4,1
36.	67,0	39,972	0,650	0,2226	0,0811	0,00472	1,59	7,258	2,9
37.	67,7	39,945	0,656	0,1548	0,0569	0,00331	1,10	5,048	2,0
38.	68,4	39,966	0,656	0,1077	0,0396	0,00230	0,767	3,510	1,4
39.	69,1	39,979	0,638	0,07485	0,0268	0,00156	0,533	2,440	0,98
40.	69,8	39,959	0,65	0,05207	0,0189x	0,0011	0,37	1,70	0,7
41.	70,5	39,943	0,66	0,03620	0,0134x	7,8E-04	0,26	1,18	0,5
42.	71,3	39,973	0,68	0,02519	0,0096x	5,6E-04	0,18	0,821	0,3
43.	72,0	39,978	0,63	0,01751	0,0062x	3,6E-04	0,12	0,571	0,2
44.	72,6	39,978	0,71	0,01219	0,0049x	2,8E-04	0,087	0,397	0,1
[45.	73,3	39,966	0,82	0,008476	0,0039x	2,3E-04	0,060	0,276	0,09]*
[46.	74,2	39,977	0,88	0,005892	0,0029x	1,7E-04	0,042	0,192	0,06]*
[47.	75,0	39,983	1,1	0,004098	0,0026x	1,5E-04	0,029	0,134	0,03]*
48.	76,2	39,978	0,6411	24,99	8,9774	0,5223	178,0	814,73	327
49.	76,8	39,975	0,6418	17,39	6,2513	0,3637	123,9	566,77	227
50.	77,2	39,959	0,6449	12,09	4,3686	0,2542	86,13	394,14	157
51.	77,8	39,973	0,6487	8,410	3,0564	0,1778	59,91	274,15	109
52.	78,5	39,978	0,6519	5,850	2,1367	0,1243	41,68	190,71	75,3
53.	79,0	39,985	0,6530	4,067	1,4881	0,08658	28,97	132,59	52,2
54.	79,6	39,986	0,6575	2,829	1,0423	0,06065	20,16	92,237	36,1
55.	80,3	39,994	0,6571	1,967	0,7240	0,04213	14,01	64,111	25,1
56.	80,9	39,979	0,656	1,368	0,5030	0,0293	9,74	44,59	17
57.	81,7	39,966	0,652	0,9513	0,3473	0,0202	6,78	31,01	12
58.	82,4	39,972	0,648	0,6619	0,2402	0,0140	4,72	21,58	8,6
59.	83,2	39,976	0,650	0,4601	0,1676	0,00975	3,28	15,00	5,9
60.	83,8	39,987	0,652	0,3200	0,1168	0,00680	2,28	10,43	4,1
61.	84,6	39,947	0,648	0,2226	0,0809	0,00471	1,59	7,258	2,9
62.	85,4	39,948	0,629	0,1548	0,0546	0,00318	1,10	5,048	2,1
63.	86,1	39,931	0,626	0,1077	0,0378	0,00220	0,767	3,510	1,4
64.	86,8	39,964	0,610	0,07485	0,0256	0,00149	0,533	2,440	1,0
65.	87,5	39,967	0,65	0,05207	0,0191x	0,0011	0,37	1,70	0,7
66.	88,1	39,957	0,65	0,03620	0,0132x	7,7E-04	0,26	1,18	0,5
67.	88,9	39,957	0,63	0,02519	0,0088x	5,1E-04	0,18	0,821	0,3
68.	89,6	39,942	0,63	0,01751	0,0062x	3,6E-04	0,12	0,571	0,2
[69.	90,4	39,966	0,67	0,01218	0,0046x	2,7E-04	0,087	0,397	0,2]*
[70.	91,1	39,985	0,64	0,008475	0,0030x	1,8E-04	0,060	0,276	0,1]*

\*[Beiträge der Messung N° 20, 21, 22, 45, 46, 47, 69, 70 wurden durch den Prüfer von der mathematischen Auswertung abgekoppelt.]

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $\vartheta$  Temperatur [°C],  $\eta$  Messwert Viskosität [mPa·s],  $v_z$  Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s],  $F_z$  viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN],  $\tau$  Schubspannung [Pa],  $v_{max}$  maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s],  $\dot{\gamma}$  Schergeschwindigkeit [s<sup>-1</sup>],  $Re$  Reynoldszahl.

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte  $F_z$  angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft ( $F_w$ ) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder ( $F_p$ ) und Aufhängung ( $F_{hp}$ ), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes ( $F_r$ ), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium ( $F_{h\eta}$ ), die rekursiv bestimmt wird, sowie ein konstanter Beitrag  $F_{\theta}$ , der die *Meniskus-Kraft* ausgleicht - d.i. die sehr kleine dynamische Zusatzkraft durch die Benetzungsdynamik der Phasengrenze zwischen Suspension (Messkörperaufhängung) und Probenoberfläche. Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus  $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_r - F_{h\eta} - F_{\theta}$ . Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt, ( $F_{\theta}$  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  $\tau$  entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylindermantelfläche ausgeübten Kraft.  $v_{max}$  ist die Maximalgeschwindigkeit eines Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Messzylinder. Sie ergibt sich aus der 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°	$F_w$	$\sigma_{Fw}$	$\sigma_{Fw\ rel}$ -- Alle Werteinträge in [mN] --	$F_p$	$F_{hp}$	$F_r$	$F_{h\eta}$	N/n Datenauswahl
1.	428,9951	0,04075	95 ppm	417,9984	2,486E-04	2,15	4,03E-04	11/25
2.	422,8651	0,006078	14 ppm	417,9969	2,595E-04	0,504	2,08E-04	28/59
3.	421,2628	0,005127	12 ppm	417,9962	2,636E-04	0,244	1,46E-04	35/73
4.	420,2287	0,003775	9,0 ppm	417,9973	2,638E-04	0,118	1,02E-04	37/78
5.	419,5323	0,002686	6,4 ppm	417,9966	2,674E-04	0,0570	7,25E-05	41/86
6.	419,0570	0,001957	4,7 ppm	417,9973	2,659E-04	0,0276	5,03E-05	43/89
7.	418,5076	0,00154	3,7 ppm	417,9979	2,37E-04	0,00645	2,18E-05	45/93
8.	418,3485	0,00157	3,8 ppm	417,9979	1,80E-04	0,00312	1,15E-05	44/92
9.	418,2422	8,35E-04	2,0 ppm	417,9974	1,41E-04	0,00151	6,25E-06	45/93
10.	418,1682	0,00107	2,6 ppm	417,9981	1,12E-04	7,30E-04	3,48E-06	44/91
11.	418,1177	0,00147	3,5 ppm	417,9983	9,38E-05	3,53E-04	2,03E-06	45/93
12.	418,0811	6,23E-04	1,5 ppm	417,9979	8,07E-05	1,71E-04	1,22E-06	44/92
13.	418,0560	6,85E-04	1,6 ppm	417,9992	7,13E-05	8,26E-05	7,31E-07	44/92
14.	418,0386	4,61E-04	1,1 ppm	417,9992	6,48E-05	4,00E-05	4,57E-07	44/91
15.	418,0254	2,57E-04	0,61 ppm	417,9988	6,04E-05	1,93E-05	2,84E-07	44/92
16.	418,0186	3,93E-04	0,94 ppm	417,9977	5,73E-05	9,35E-06	2,11E-07	44/91
17.	418,0116	5,2E-04	1,2 ppm	417,9988	5,5E-05	4,52E-06	1,21E-07	44/92

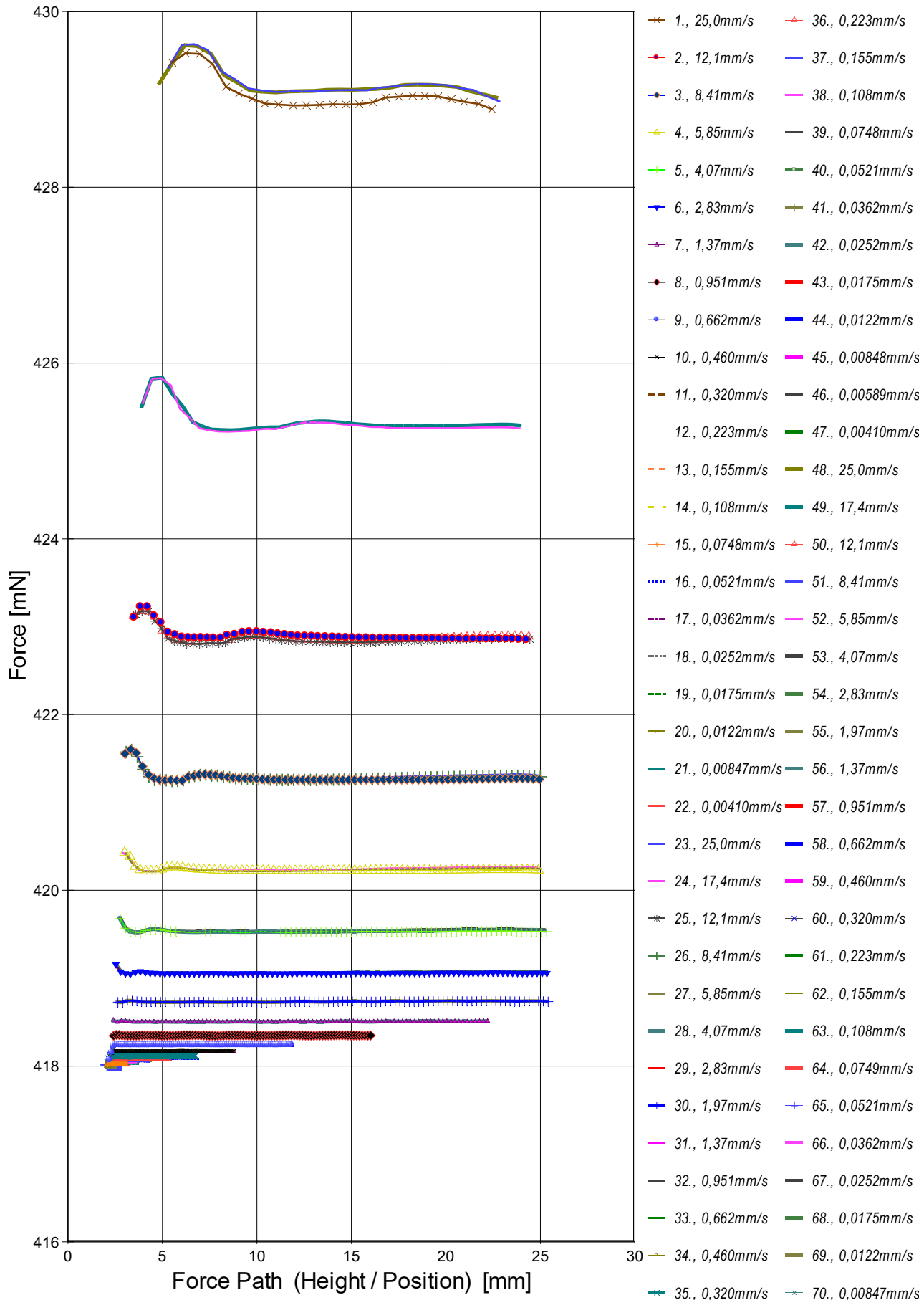
18.	418,0077	3,5E-04	0,83 ppm	417,9979	5,4E-05	2,19E-06	8,87E-08	44/92
19.	418,0051	5,0E-04	1,2 ppm	417,9983	5,3E-05	1,06E-06	5,78E-08	45/93
[20.	418,0026	3,7E-04	0,88 ppm	417,9981	5,2E-05	5,12E-07	3,54E-08	44/92]*
[21.	418,0010	4,7E-04	1,1 ppm	417,9980	5,2E-05	2,48E-07	2,09E-08	45/93]*
[22.	417,9990	5,1E-04	1,2 ppm	417,9966	5,2E-05	5,79E-08	1,53E-08	46/95]*
23.	429,1304	0,04128	96 ppm	417,9965	2,535E-04	2,15	4,17E-04	11/26
24.	425,2686	0,01279	30 ppm	417,9988	2,575E-04	1,04	2,94E-04	18/40
25.	422,8452	0,01740	41 ppm	417,9968	2,624E-04	0,504	2,09E-04	29/62
26.	421,2846	0,01429	34 ppm	417,9979	2,644E-04	0,244	1,47E-04	35/73
27.	420,2487	0,002119	5,0 ppm	417,9973	3,263E-04	0,118	1,28E-04	4/78
28.	419,5400	0,004802	11 ppm	417,9985	2,655E-04	0,0570	7,22E-05	41/85
29.	419,0627	0,003055	7,3 ppm	417,9985	2,647E-04	0,0276	5,03E-05	43/89
30.	418,7367	0,001893	4,5 ppm	417,9972	2,670E-04	0,0133	3,55E-05	44/91
31.	418,5070	0,00148	3,5 ppm	417,9987	2,37E-04	0,00645	2,18E-05	44/92
32.	418,3470	0,00183	4,4 ppm	417,9962	1,81E-04	0,00312	1,15E-05	44/92
33.	418,2415	6,25E-04	1,5 ppm	417,9979	1,40E-04	0,00151	6,21E-06	44/92
34.	418,1676	0,00119	2,8 ppm	417,9979	1,13E-04	7,30E-04	3,49E-06	44/92
35.	418,1170	0,00139	3,3 ppm	417,9982	9,38E-05	3,53E-04	2,02E-06	44/92
36.	418,0809	6,13E-04	1,5 ppm	417,9988	8,06E-05	1,71E-04	1,20E-06	44/92
37.	418,0537	6,22E-04	1,5 ppm	417,9959	7,13E-05	8,26E-05	7,44E-07	45/93
38.	418,0383	4,85E-04	1,2 ppm	417,9979	6,48E-05	4,00E-05	4,70E-07	44/91
39.	418,0250	5,17E-04	1,2 ppm	417,9974	6,04E-05	1,93E-05	2,97E-07	44/92
40.	418,0165	5,2E-04	1,3 ppm	417,9967	5,7E-05	9,34E-06	1,99E-07	44/92
41.	418,0110	5,0E-04	1,2 ppm	417,9967	5,5E-05	4,52E-06	1,36E-07	44/92
42.	418,0088	5,2E-04	1,2 ppm	417,9984	5,4E-05	2,19E-06	9,48E-08	44/92
43.	418,0062	5,1E-04	1,2 ppm	417,9991	5,3E-05	1,06E-06	5,97E-08	45/93
44.	418,0036	9,7E-04	2,3 ppm	417,9979	5,2E-05	5,12E-07	4,64E-08	45/93
[45.	418,0014	0,0012	2,9 ppm	417,9967	5,2E-05	2,48E-07	3,66E-08	45/93]*
[46.	418,0010	0,0010	2,5 ppm	417,9973	5,2E-05	1,20E-07	2,76E-08	46/95]*
[47.	418,0014	0,0013	3,2 ppm	417,9980	5,2E-05	5,79E-08	2,44E-08	46/95]*
48.	429,1283	0,03350	78 ppm	417,9969	2,480E-04	2,15	4,08E-04	12/27
49.	425,2920	0,01080	25 ppm	417,9979	2,585E-04	1,04	2,96E-04	18/40
50.	422,8702	0,02134	50 ppm	417,9969	2,609E-04	0,504	2,09E-04	28/60
51.	421,2988	0,01584	38 ppm	417,9979	2,640E-04	0,244	1,48E-04	35/73
52.	420,2542	0,009451	22 ppm	417,9988	2,632E-04	0,118	1,03E-04	38/80
53.	419,5453	0,006023	14 ppm	417,9995	2,657E-04	0,0570	7,25E-05	40/84
54.	419,0704	9,008E-04	2,1 ppm	417,9998	3,002E-04	0,0276	5,74E-05	5/89
55.	418,7372	0,001850	4,4 ppm	417,9992	2,665E-04	0,0133	3,54E-05	44/91
56.	418,5075	0,00176	4,2 ppm	417,9974	2,36E-04	0,00645	2,18E-05	45/93
57.	418,3490	0,00146	3,5 ppm	417,9979	1,80E-04	0,00312	1,15E-05	44/92
58.	418,2407	8,31E-04	2,0 ppm	417,9982	1,41E-04	0,00151	6,19E-06	45/93
59.	418,1676	0,00117	2,8 ppm	417,9985	1,13E-04	7,30E-04	3,46E-06	44/91
60.	418,1169	0,00128	3,1 ppm	417,9989	9,37E-05	3,53E-04	2,01E-06	44/92
61.	418,0797	4,47E-04	1,1 ppm	417,9979	8,06E-05	1,71E-04	1,20E-06	44/92
62.	418,0549	5,23E-04	1,3 ppm	417,9994	7,13E-05	8,26E-05	7,13E-07	44/92
63.	418,0363	6,09E-04	1,5 ppm	417,9977	6,50E-05	4,00E-05	4,50E-07	44/92
64.	418,0260	6,38E-04	1,5 ppm	417,9995	6,04E-05	1,93E-05	2,84E-07	45/93
65.	418,0178	6,4E-04	1,5 ppm	417,9979	5,7E-05	9,35E-06	2,01E-07	44/92
66.	418,0113	5,4E-04	1,3 ppm	417,9973	5,5E-05	4,52E-06	1,33E-07	44/92
67.	418,0070	4,7E-04	1,1 ppm	417,9974	5,4E-05	2,19E-06	8,68E-08	44/92
68.	418,0039	4,3E-04	1,0 ppm	417,9969	5,3E-05	1,06E-06	5,97E-08	44/92
[69.	418,0028	6,8E-04	1,6 ppm	417,9974	5,2E-05	5,11E-07	4,37E-08	45/93]*
[70.	418,0017	4,1E-04	0,97 ppm	417,9979	5,2E-05	2,48E-07	2,87E-08	45/93]*

\*[Angaben der Messung N° 20, 21, 22, 45, 46, 47, 69, 70 wurden durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

**Tabellensymbole:**  $F_w$  Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN],  $\sigma_{Fw}$  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 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-) Kapillarkosimetern mit dem Faktor  $\zeta$  der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht:  $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

-> Diagramm 5. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'Force\_Path'



- Diagramm 5, "Force\_Path", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte. Der Streckenbezug ("Position") gibt den Abstand der Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Daten wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Gesamtkraft ( $F_w$ ) verwendet. 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 1,77 cm<sup>3</sup> wird über die Bewegungstrecke von 11,1 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [μPa/mm]	H <sub>start</sub> [mm]	L <sub>cl</sub> [mm]	D <sub>RSP</sub> [mm]	ΔD <sub>RSP</sub> [μm]	Ø <sub>zyl.</sub> [mm]	L <sub>zyl.</sub> [mm]	Σ <sub>σ</sub> [mPa·s]	Σσ <sub>rel.</sub>
1.	0,00105	5,518	16,920	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,007	1,1%
2.	2,04E-04	3,505	20,760	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0066	1,0%

3.	2,72E-04	3,014	21,933	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0066	1,0%
4.	2,47E-04	2,996	21,897	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0067	1,0%
5.	5,54E-04	2,767	22,565	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0068	1,0%
6.	9,66E-04	2,533	22,814	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,007	1,1%
7.	0,00207	2,399	19,808	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,008	1,2%
8.	0,00305	2,418	13,598	0,8589	-1,36	14,2835	43,3105	0,0093	1,4%
9.	0,00346	2,217	9,607	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,01	1,5%
10.	0,00843	2,230	6,531	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,013	2,0%
11.	0,0181	2,132	4,630	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,02	3,0%
12.	0,0362	2,137	3,187	0,8589	-1,36	14,2835	43,3106	0,022	3,3%
13.	0,0497	2,089	2,231	0,8589	-1,36	14,2835	43,3106	0,031	4,8%
14.	0,0816	2,091	1,532	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,041	6,4%
15.	0,0531	2,068	1,079	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,053	8,7%
16.	0,220	2,068	0,741	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,081	12%
17.	1,28	2,057	0,520	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,12	20%
18.	0,879	2,054	0,365	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,16	25%
19.	2,42	2,052	0,253	0,8589	-1,36	14,2835	43,3105	0,25	41%
[20.	3,83	2,051	0,176	0,8589	-1,36	14,2835	43,3106	0,34	62%]*
[21.	10,3	2,051	0,144	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,51	1,1-fach]*
[22.	54,7	2,051	0,144	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	1,1	1,6-fach]*
23.	0,00114	5,318	17,495	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0072	1,1%
24.	3,55E-04	3,962	19,924	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0066	1,0%
25.	4,76E-04	3,590	20,856	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0071	1,1%
26.	5,77E-04	3,082	21,916	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0074	1,1%
27.	8,31E-05	3,067	21,915	0,8589	-1,36	14,2835	43,3105	0,0067	1,0%
28.	4,10E-04	2,726	22,516	0,8589	-1,36	14,2835	43,3105	0,0072	1,1%
29.	8,67E-04	2,545	22,667	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0073	1,1%
30.	0,00161	2,643	22,768	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0075	1,1%
31.	0,00192	2,417	19,760	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,008	1,2%
32.	0,00320	2,414	13,654	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0097	1,5%
33.	0,00286	2,221	9,529	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,01	1,5%
34.	0,0132	2,226	6,592	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,014	2,1%
35.	0,0217	2,134	4,605	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,02	3,0%
36.	0,0205	2,134	3,180	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,022	3,4%
37.	0,0633	2,089	2,242	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,031	4,7%
38.	0,0840	2,090	1,530	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,041	6,3%
39.	0,171	2,068	1,079	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,059	9,2%
40.	0,329	2,068	0,744	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,085	13%
41.	0,906	2,057	0,521	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,12	18%
42.	1,63	2,054	0,362	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,18	26%
43.	4,75	2,052	0,254	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,25	40%
44.	4,64	2,051	0,177	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,43	60%
[45.	21,0	2,051	0,144	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,67	82%]*
[46.	34,9	2,050	0,145	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,91	1,0-fach]*
[47.	59,7	2,051	0,144	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	1,4	1,2-fach]*
48.	8,52E-04	4,844	17,820	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0069	1,1%
49.	3,96E-04	3,909	19,994	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0066	1,0%
50.	5,29E-04	3,457	20,929	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0073	1,1%
51.	5,82E-04	3,031	21,891	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0075	1,2%
52.	5,23E-04	2,909	21,909	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0074	1,1%
53.	5,27E-04	2,767	22,410	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0074	1,1%
54.	8,32E-05	2,536	22,743	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0069	1,0%
55.	0,00165	2,617	22,754	0,8589	-1,36	14,2835	43,3105	0,0075	1,1%
56.	0,00223	2,393	19,752	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0082	1,2%
57.	0,00372	2,412	13,606	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,0092	1,4%
58.	0,00382	2,221	9,596	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,01	1,5%
59.	0,0132	2,226	6,561	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,014	2,2%
60.	0,0183	2,133	4,602	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,019	2,9%
61.	0,0107	2,135	3,175	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,02	3,1%
62.	0,0495	2,089	2,229	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,029	4,6%
63.	0,104	2,091	1,542	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,043	6,9%
64.	0,261	2,067	1,085	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,062	10%
65.	0,724	2,069	0,744	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,089	14%
66.	0,657	2,058	0,523	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,12	18%
67.	0,902	2,054	0,362	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,17	27%
68.	1,46	2,052	0,252	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,24	38%
[69.	5,91	2,051	0,176	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,39	58%]*
[70.	11,8	2,051	0,144	0,8589	-1,35	14,2835	43,3105	0,5	78%]*

\*[Beiträge der Messung N° 20, 21, 22, 45, 46, 47, 69, 70 wurden durch den Prüfer von der mathematischen Auswertung abgekoppelt.]

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

- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Wegstrecke dar ( $\Delta F/\Delta s$ ); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. 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. DICHTER-MESSUNG

75 Messwerte; Zeitbereich 42 bis 93 min, Temperatur  $\Delta T = 0,085 \text{ K}$  ( $\vartheta = 39,974 \pm 0,018^\circ\text{C}$ )

Ergebniswert bei 55 min:  $\rho_{40^\circ\text{C}} = 0,99221 \pm 0,000046 \text{ g/cm}^3$  bzw.  $\pm 46 \text{ ppm}$  (313,15 K, 96,30 kPa)

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

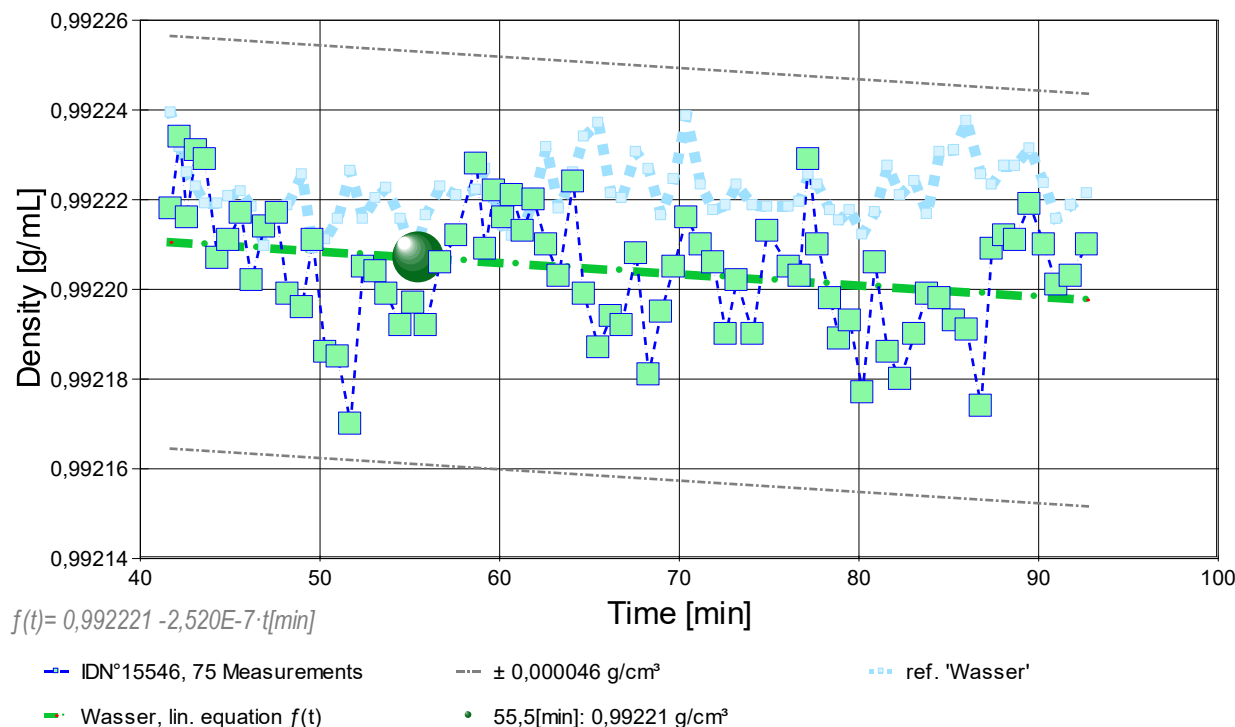
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 42 und 93:

$$\rho(t[\text{min}]) = 0,992221 - 2,520\text{E-}7 \cdot t \quad \text{mit } r^2=0,08, s^2=1,74\text{E-}10$$

- 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  $r^2=0,08$  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. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-f(t)'



- Im Diagramm 6, "rho-f(t)", 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	θ	ρ	H	ω	Δρ <sub>ω</sub>	N	F <sub>A</sub>	F <sub>korr.</sub>
IDN°15546	[min]	[°C]	[g/cm <sup>3</sup> ]	[mm]	[s]	[g/cm <sup>3</sup> ]	Werte & Trend	[mN]	[mN], TSymb.
1.	41,7	39,928	<b>0,99222</b>	2,048	4,7	-1,1E-05	5 <sub>52</sub> ⇌	417,9984	0,0023 ‡
2.	42,2	39,948	<b>0,99223</b>	2,048	3,3	-6,3E-06	3 <sub>50</sub> →	417,9971	0,0020 ‡
3.	42,6	39,963	<b>0,99222</b>	2,048	3,1	-1,6E-05	3 <sub>51</sub> ↑	417,9969	0,0009 ‡
4.	43,1	39,971	<b>0,99223</b>	2,048	3,9	-6,8E-06	4 <sub>51</sub> ↗	417,9962	0,0011 ‡
5.	43,6	39,981	<b>0,99223</b>	2,048	3,3	7,3E-06	3 <sub>51</sub> ↗	417,9973	0,0020 ‡
6.	44,3	39,981	<b>0,99221</b>	2,048	3,1	5,0E-06	3 <sub>49</sub> ←	417,9966	0,0001 ‡
7.	44,9	39,977	<b>0,99221</b>	2,048	4,9	1,0E-05	5 <sub>50</sub> ↗	417,9973	0,0010 ‡
8.	45,6	39,974	<b>0,99222</b>	2,048	3,1	5,5E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9976	0,0017 ‡
9.	46,2	39,983	<b>0,99220</b>	2,048	3,1	-1,6E-05	3 <sub>50</sub> ↑	417,9979	0,0011 ‡
10.	46,9	40,006	<b>0,99221</b>	2,048	3,1	5,2E-07	3 <sub>51</sub> ↑	417,9979	0,0019 ‡
11.	47,6	39,984	<b>0,99222</b>	2,048	3,1	8,8E-06	3 <sub>51</sub> ↗	417,9974	0,0015 ‡
12.	48,2	39,982	<b>0,99220</b>	2,048	6,4	1,4E-05	7 <sub>50</sub> →	417,9981	0,0011 ‡
13.	49,0	39,964	<b>0,99220</b>	2,048	3,1	-4,5E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9983	0,0011 ‡
14.	49,6	40,007	<b>0,99221</b>	2,048	3,1	2,3E-05	3 <sub>50</sub> ↑	417,9979	0,0017 ‡
15.	50,3	40,002	<b>0,99219</b>	2,048	3,3	-5,0E-07	3 <sub>51</sub> ↗	417,9992	0,0016 ‡
16.	51,0	39,990	<b>0,99219</b>	2,048	3,1	1,6E-05	3 <sub>50</sub> →	417,9992	0,0015 ‡
17.	51,7	39,962	<b>0,99217</b>	2,048	5,4	-1,1E-05	6 <sub>51</sub> ↓	417,9988	0,0001 ‡
18.	52,4	39,990	<b>0,99220</b>	2,048	3,1	2,6E-05	3 <sub>50</sub> ↗	417,9977	0,0011 ‡
19.	53,1	39,978	<b>0,99220</b>	2,048	3,1	6,1E-06	3 <sub>51</sub> ↑	417,9988	0,0021 ‡
20.	53,7	39,972	<b>0,99220</b>	2,048	3,1	5,7E-06	3 <sub>50</sub> ⇌	417,9979	0,0009 ‡
21.	54,5	39,990	<b>0,99219</b>	2,048	3,1	-9,4E-07	3 <sub>52</sub> ↗	417,9983	0,0009 ‡
22.	55,2	40,013	<b>0,99220</b>	2,048	4,9	2,4E-06	5 <sub>51</sub> →	417,9981	0,0011 ‡
23.	55,9	39,988	<b>0,99219</b>	2,048	3,3	4,0E-06	3 <sub>50</sub> →	417,9980	0,0006 ‡
24.	56,7	39,971	<b>0,99221</b>	2,048	3,1	-1,3E-06	3 <sub>50</sub> →	417,9977	0,0011 ‡
25.	57,6	39,976	<b>0,99221</b>	2,048	3,1	-8,3E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9966	0,0004 ‡
26.	58,7	39,973	<b>0,99223</b>	2,048	3,9	1,2E-05	4 <sub>51</sub> ↗	417,9965	0,0013 ‡
27.	59,2	39,961	<b>0,99221</b>	2,048	3,1	-7,2E-06	3 <sub>50</sub> →	417,9988	0,0024 ‡
28.	59,7	39,978	<b>0,99222</b>	2,048	3,2	6,9E-06	3 <sub>52</sub> →	417,9968	0,0012 ‡
29.	60,2	39,994	<b>0,99222</b>	2,048	3,1	2,1E-05	3 <sub>50</sub> ↑	417,9979	0,0019 ‡
30.	60,7	40,000	<b>0,99222</b>	2,048	3,1	3,1E-05	3 <sub>51</sub> ↗	417,9973	0,0017 ‡
31.	61,3	39,995	<b>0,99221</b>	2,048	3,9	1,1E-05	4 <sub>50</sub> ↗	417,9985	0,0024 ‡
32.	61,9	39,979	<b>0,99222</b>	2,048	5,5	2,8E-05	6 <sub>51</sub> ↗	417,9985	0,0027 ‡
33.	62,6	39,948	<b>0,99221</b>	2,048	5,4	1,6E-05	6 <sub>51</sub> ↗	417,9972	0,0008 ‡
34.	63,3	39,984	<b>0,99220</b>	2,048	6,6	-2,6E-05	7 <sub>51</sub> →	417,9987	0,0020 ‡
35.	64,1	39,963	<b>0,99222</b>	2,048	3,1	-1,8E-07	3 <sub>51</sub> ⇌	417,9962	0,0007 ‡
36.	64,7	39,942	<b>0,99220</b>	2,048	5,7	-2,8E-05	6 <sub>51</sub> ⇌	417,9979	0,0008 ‡
37.	65,5	39,934	<b>0,99219</b>	2,048	3,9	-1,1E-05	4 <sub>50</sub> ↗	417,9979	0,0001 ‡
38.	66,2	39,975	<b>0,99219</b>	2,048	3,1	1,6E-05	3 <sub>51</sub> →	417,9982	0,0009 ‡

39.	66,8	39,978	0,99218	2,048	4,9	2,1E-05	5 <sub>50</sub> ↑	417,9988	0,0015 ‡
40.	67,6	39,951	0,99221	2,048	3,1	4,8E-06	3 <sub>50</sub> ↑	417,9959	-0,0006 ‡
41.	68,3	39,961	0,99218	2,048	3,1	4,1E-06	3 <sub>51</sub> ↑	417,9979	-0,0002 ‡
42.	69,0	39,988	0,99219	2,048	3,1	2,9E-05	3 <sub>52</sub> ↗	417,9974	0,0002 ‡
43.	69,7	39,967	0,99221	2,048	4,1	-4,8E-06	4 <sub>51</sub> ↗	417,9967	0,0001 ‡
44.	70,4	39,930	0,99222	2,048	4,9	1,2E-05	5 <sub>51</sub> →	417,9967	0,0006 ‡
45.	71,2	39,970	0,99221	2,048	3,1	-1,1E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9984	0,0020 ‡
46.	71,9	39,985	0,99221	2,048	3,1	9,4E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9991	0,0026 ‡
47.	72,6	39,982	0,99219	2,048	4,1	-1,6E-05	4 <sub>50</sub> ↑	417,9979	0,0004 ‡
48.	73,2	39,970	0,99220	2,048	4,9	7,0E-06	5 <sub>51</sub> ⇔	417,9967	-0,0001 ‡
49.	74,1	39,982	0,99219	2,048	3,3	-2,9E-06	3 <sub>51</sub> ↘	417,9973	-0,0002 ‡
50.	74,9	39,983	0,99221	2,048	3,1	4,1E-07	3 <sub>49</sub> ←	417,9980	0,0019 ‡
51.	76,1	39,983	0,99220	2,048	3,9	3,7E-06	4 <sub>51</sub> ↑	417,9969	0,0003 ‡
52.	76,7	39,980	0,99220	2,048	3,1	-4,6E-06	3 <sub>51</sub> ↑	417,9979	0,0012 ‡
53.	77,2	39,964	0,99223	2,048	3,3	-4,5E-06	3 <sub>50</sub> ↑	417,9969	0,0017 ‡
54.	77,7	39,970	0,99221	2,048	3,3	2,1E-06	3 <sub>50</sub> ↑	417,9979	0,0016 ‡
55.	78,4	39,985	0,99220	2,048	3,1	-4,2E-06	3 <sub>50</sub> ⇔	417,9988	0,0019 ‡
56.	78,9	39,991	0,99219	2,048	4,7	-1,6E-05	5 <sub>49</sub> ↗	417,9995	0,0020 ‡
57.	79,5	39,985	0,99219	2,048	4,7	-2,1E-05	5 <sub>50</sub> ↓	417,9998	0,0025 ‡
58.	80,2	39,999	0,99218	2,048	3,9	-1,1E-05	4 <sub>50</sub> ↗	417,9992	0,0011 ‡
59.	80,9	39,986	0,99221	2,048	3,3	3,2E-05	3 <sub>51</sub> ↗	417,9974	0,0009 ‡
60.	81,6	39,959	0,99219	2,048	3,1	2,4E-05	3 <sub>50</sub> ↑	417,9979	0,0001 ‡
61.	82,3	39,976	0,99218	2,048	3,1	1,1E-05	3 <sub>51</sub> ⇔	417,9982	0,0001 ‡
62.	83,1	39,968	0,99219	2,048	4,8	6,0E-06	5 <sub>50</sub> ↗	417,9985	0,0010 ‡
63.	83,8	39,987	0,99220	2,048	3,3	1,4E-05	3 <sub>51</sub> →	417,9989	0,0020 ‡
64.	84,5	39,951	0,99220	2,048	3,9	5,2E-07	4 <sub>51</sub> ↑	417,9979	0,0008 ‡
65.	85,3	39,950	0,99219	2,048	4,9	6,0E-06	5 <sub>51</sub> ↗	417,9994	0,0020 ‡
66.	86,0	39,933	0,99219	2,048	3,1	3,8E-06	3 <sub>51</sub> ↗	417,9977	0,0001 ‡
67.	86,8	39,964	0,99217	2,048	3,3	4,3E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9995	0,0011 ‡
68.	87,4	39,970	0,99221	2,048	3,1	5,2E-07	3 <sub>51</sub> ↑	417,9979	0,0015 ‡
69.	88,1	39,959	0,99221	2,048	3,3	1,0E-05	3 <sub>51</sub> ↑	417,9973	0,0011 ‡
70.	88,7	39,959	0,99221	2,048	5,7	-8,2E-06	6 <sub>51</sub> ↗	417,9974	0,0011 ‡
71.	89,5	39,949	0,99222	2,048	3,1	-1,6E-05	3 <sub>51</sub> ↑	417,9969	0,0011 ‡
72.	90,3	39,969	0,99221	2,048	3,1	-8,2E-06	3 <sub>50</sub> →	417,9974	0,0011 ‡
73.	91,0	39,990	0,99220	2,048	3,4	5,2E-07	3 <sub>52</sub> ↑	417,9979	0,0011 ‡
74.	91,8	39,982	0,99220	2,048	3,9	3,8E-06	4 <sub>50</sub> →	417,9977	0,0010 ‡
75.	92,7	39,975	0,99221	2,048	3,1	-1,5E-06	3 <sub>50</sub> ↗	417,9980	0,0017 ‡

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

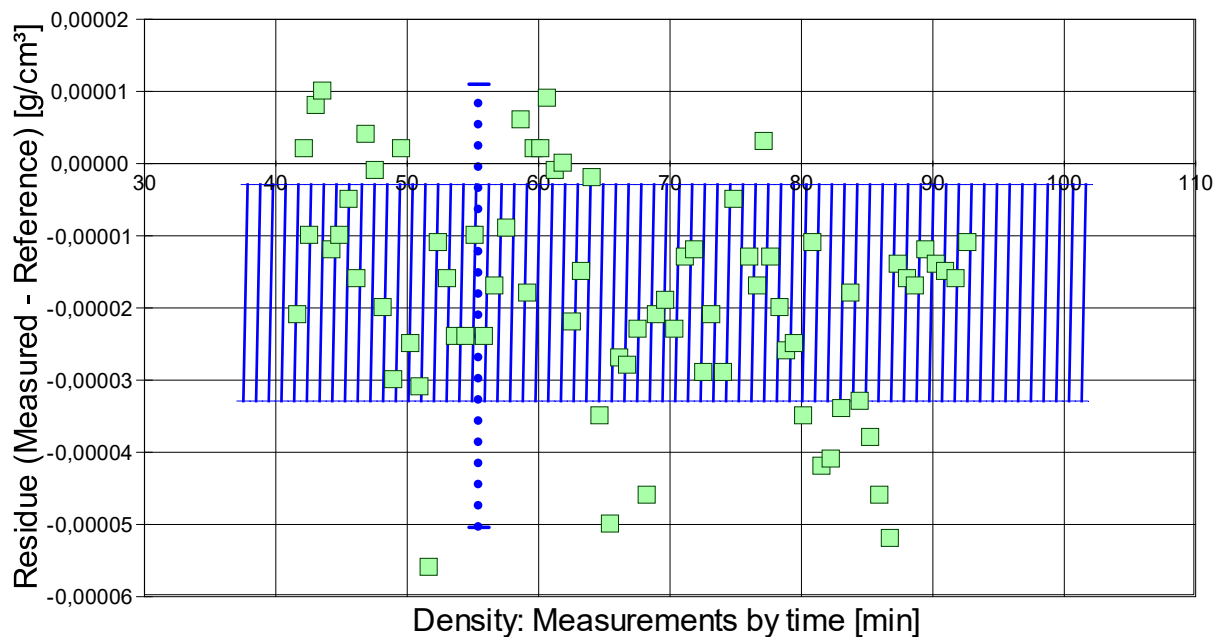
- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (*H*=0mm). Die zu *F<sub>korrr.</sub>* nachgestellten Zeichen "°" oder "‡" symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ("°" für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren,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

## • 5. REFERENZ VERGLEICH

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

- **VORSICHT** Die Bedeutung des automatischen Vergleichs mit jeweiligen Referenzwerten ist völlig von der Richtigkeit und Präzision der hinterlegten Stoffdaten abhängig. - *Diagramm 6.*

Referenzabweichung der Dichtemesswerte - 'rho-Residuen'

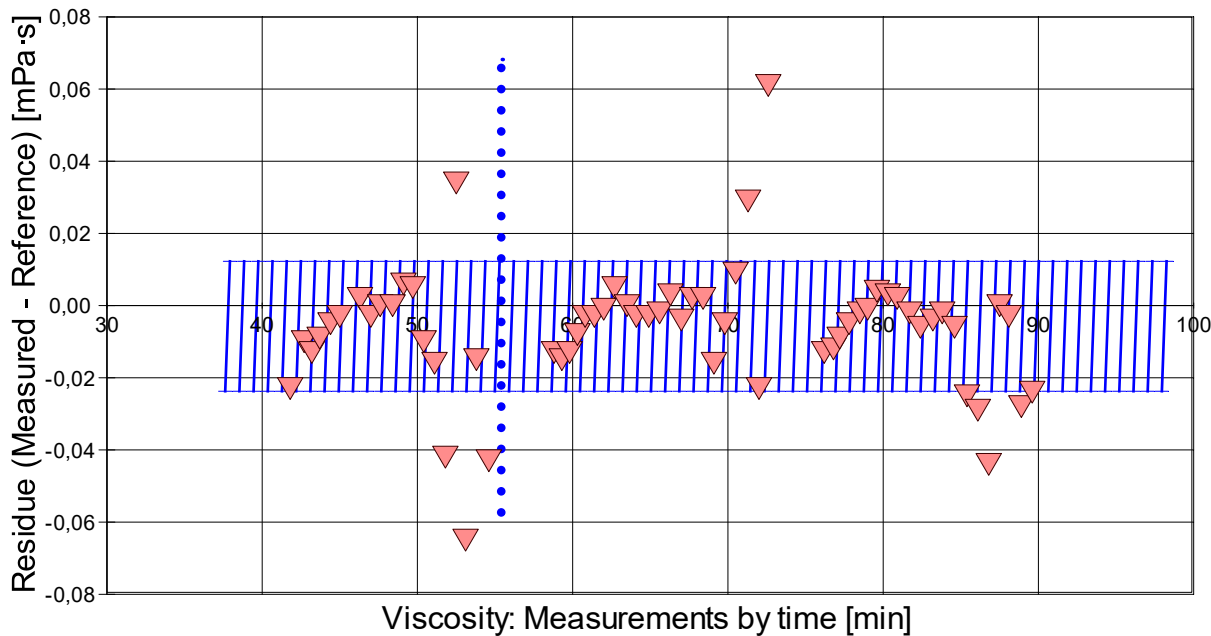


Reference values for 'Wasser' acc. to  $f(T[°C])=(99983.952+ 1695.2577 \cdot T -0.79905127 \cdot T^2 -4.6241757E-3 \cdot T^3 +1.0584601E-5 \cdot T^4 -2.8103006E-8 \cdot T^5) / (1e5+ 1688.7236 \cdot T)$

Mean and Standarddev. of Residuals:  $-1,79E-05 \pm 1,5E-05$  g/cm<sup>3</sup>, relative: -18 ppm at a spread of 15 ppm

- Das Chart N°7, "rho-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Dichtemesswerte zum jeweiligen Wert des Referenzwertes in der zeitlichen Sequenz der

→ Diagramm 7. Referenzabweichung der Viskositätsmesswerte - 'eta-Residuen'



Reference values for 'Wasser' acc. to  $f(T[°C])=37.1941 \cdot \text{EXP}(1.35960\text{E}+11/(273.15+T)^4 - 1.44585\text{E}+09/(273.15+T)^3 + 6.04736\text{E}+06/(273.15+T)^2 - 1.02607\text{E}+04/(273.15+T))$   
Mean and Standarddev. of Residuals:  $-0,00573 \pm 0,018$  mPa·s, relative:  $-0,88\%$  at a spread of  $2,8\%$

- 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 *IStahl\*II\*14.3/43-W*, b). IdentN° 7040, c). Spaltweite 0,860 mm.

d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Axio-Rheometrie. e). Konfigurationstyp DiVA-A<sup>(I++)</sup>.

f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse  $48,6306 \pm 0,0002$  g, ~volumen  $6,0601 \pm 2,8\text{E}-4$  cm<sup>3</sup>, ~durchmesser  $14,28 \pm 0,005$  mm, ~länge  $43,3 \pm 0,005$  mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $48,735 \cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$ . g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt  $0,00126$  mm<sup>2</sup>, Umfang  $0,126$  mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser  $16,0005 \pm 0,005$  mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $9,6 \cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$ .

j). **Bezugstemperatur:** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten  $25^\circ\text{C}$ .

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta:  $\zeta = 1,79$ .

**Individuelle Werte:** l). Offset-Korrektur:  $F_\theta = 0,0009$  mN. m). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage:  $71,0$  mm, max. Bewegungstrecke in der Phase:  $27,7$  mm.

n). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu  $18\%$  bestimmt; die o). Messunsicherheit der Dichte  $\pm 0,000046$  g/cm<sup>3</sup> stammt von oben genannten Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie von den gegebenen Spezifikationen zur Kraft- und Temperaturmessung.

- **Die Messunsicherheit** des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus den folgenden Unsicherheitsquellen bestimmt: 1.: der geometrischen Toleranzangaben zu Messkörperdurchmesser, 2.: zur Länge und 3.: zum Radius des Gefäßes. Individuell aus 4.: der Standardabweichung der Messkraft ( $\sigma_{F1/2}$ ), 5.: der Exzentrizität pauschal zu  $0,5\%$  (v.M.), 6.: der Unsicherheit der Kalibrierung zu  $0,5\%$  (v.M.), 7.: der Geschwindigkeitsangabe zu  $0,1\%$ , 8.: pro Grad Temperaturmessunsicherheit werden  $5\%$  (v.M.) angesetzt. - Die Gesamtunsicherheiten einer Messung wird aus der Wurzel der Quadratesumme der Einzelunsicherheiten berechnet; diese sind summarisch zu jeder Einzelmessung angegeben in der Spalte  $\sigma_n$  von Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II., und in den jeweiligen Diagrammen eingezeichnet.

**Temperaturangaben** beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für  $\pm$ (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°15546 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

## Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde 2,7 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  $\rho_{\text{cal}} 8,000$  g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte  $\rho_{\text{air}}$  vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung  $g 9,80769$  m/s<sup>2</sup>. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung  $0,001$ [K], Messunsicherheit  $\pm 0,01$ [K], R°  $100,0018$ [Ohm], AutoCal  $60$ [min] (BN° 3,  $-10/150^\circ\text{C}$ , 4S, FS15, Offset:  $-0,0214$ ). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt  $0,01$  K, die Unsicherheit  $0,03$  K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.1.10, LizenzN° \*3037-4759\*, W. 6.2- Betriebssystem auf

**Meteorologische Angaben, Luftdichte:**

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
41,3	50,79	25,0	95,835	1,1129
58,4	50,13	25,25	95,838	1,11207
75,8	49,71	25,4	95,857	1,1117

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

.....

**Kommentar/Bewertung/Interpretation:**

**Überprüfungen des Messbereichs mit Wasser als newtonsches Fluid.**

**Wiederholungen bei gleicher Scherung verlaufen im gleichen Force-Path-'Path' (Diagramm 5), anders jedoch bei der höchsten Rate 814.72/s, hier wird die Reynoldszahl unruhig, 332 bzw 327 Re. Ein Verdachtsfall oder Indiz für eine im System gerade beginnende Turbulenz um 330 Re.**

**Messung diente zur Feinabstimmung des Zeta-Parameters bei sehr dünner Suspension und an einem sicher Newtonschen Fluid. Messung nach ausführliche Temperierung gestartet. Bei kleinen Scherraten (< 10/s) ist die viskose Kraft für das Setup relativ zum SNR ungünstig; die Messunsicherheit als durchschnittliche Unsicherheit aller Messkurven auszugeben überbetont die Unsicherheit bei kleinen Kräften d.h. Raten. Messungen bei eigentlich zu kleinen Raten => geringe Messkraft und Annäherung an Messtechnische Auflösungsgrenze der Kraftmessung bedingt einen relativ großen 'Gesamtfehler' der Messung. Die sehr geringe isotherme Dichteänderung kann mit der Löslichkeit von Luft in Wasser zusammenhängen.**

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