

# ID N° 23630 - DiVA-Method: Rheological Measurement

## Kirschgummi (Gummifluss), 4%ige Lösung

*kompaktes Probenstück eines Baumes. Bernsteinfarben, ohne Einschlüsse, klar, rein. Material in Wasser langsam löslich (1-2 Tage); Ansatz: 2.08g in 48.18g dest. Wasser = 4.1 Gew%. - 3xViskomessungen bei gleicher Rate wiederholt z. Test 'Kurzzeiteffekte'.*

Sample/Ref.: **Kirschgummi\_4%** • *ideal Newtonian (nearly perfect) - with Yield Stress*

Results at **25,00°C**

**Viscosity:**  $\eta_{(100,0s^{-1})} = 4,53 \pm 0,38 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $\nu = 4,48 \pm 0,38 \text{ mm}^2/\text{s}$

**25(3x) shear rates**  $\text{dec.}^{-\text{exp}(290 \rightarrow 0,013)} \cdot \text{s}^{-1}$ , resolves  $K = 4,69 \text{ mPa}\cdot\text{s}^{0,979}$  and  $n = 0,979$  with  $\tau^0 = 0,175 \text{ mPa}$ ,

**Density:**  $\rho = 1,01189 \pm 0,000051 \text{ g/cm}^3$

## Report

### • 1. MESSPRINZIP

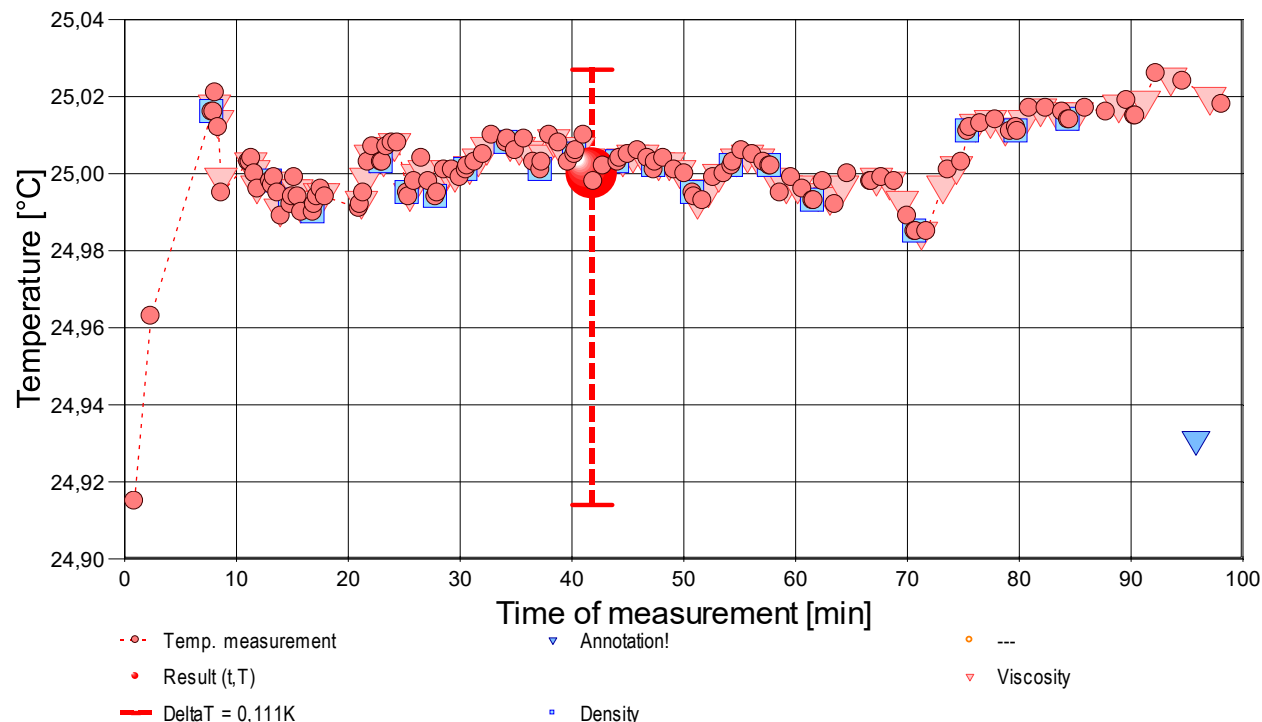
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. 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 0,0131 bis 293,23 /s kommt technisch die Bedeutung von *Oberflächenverlauf* bis etwa *leichtem Pumpen, Auftragen* 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 74-mal gemessen, die Dichte 21-mal. Messdauer zwei Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum ziemlich grob isotherm bei 25,0°C. - *Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'*



95,8' : *evtl. deutlich längere Pause vor Visko bei minimal-Scherrate! vgl. Kurve*

- 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 **Kirschgummi\_4%-Probe** in Rheometrie-Messung:  $25,003 \pm 0,008 \text{ °C}$ , Zeitbereich: 8,0 bis 97,1 Minuten. Die 74 Viskositätsmesswerte wurden mit 25 unterschiedlichen Scherraten ( $\dot{\gamma}$ ) ermittelt und analysieren den Bereich

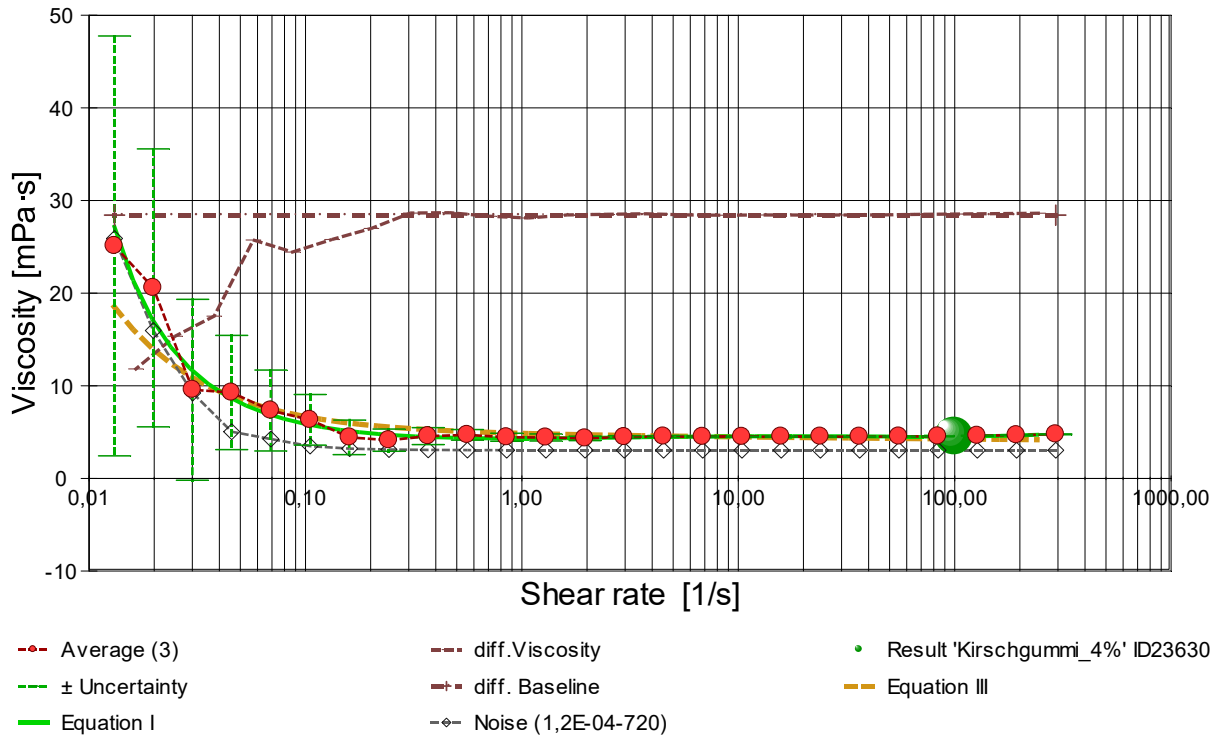
zwischen 0,0131 bis 293,23 s<sup>-1</sup> wobei die **scheinbare Viskosität ( $\eta'$ )** Werte zwischen 3,8 bis 29,2 mPa·s erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung 4,529 ±0,38 mPa·s für  $\dot{\gamma}$ =100,0 s<sup>-1</sup> wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten kalkuliert:

$$\eta'_{25,0^{\circ}\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 4,3176 \cdot \dot{\gamma}^{(0,0036693 + 0,027612 \cdot \ln(\dot{\gamma}) - 0,011201 \cdot \ln(\dot{\gamma})^2 + 0,0011989 \cdot \ln(\dot{\gamma})^3)}$$

Gleichung I,  $r^2 = 0,974$ ,  $\sigma \pm 0,085\%$

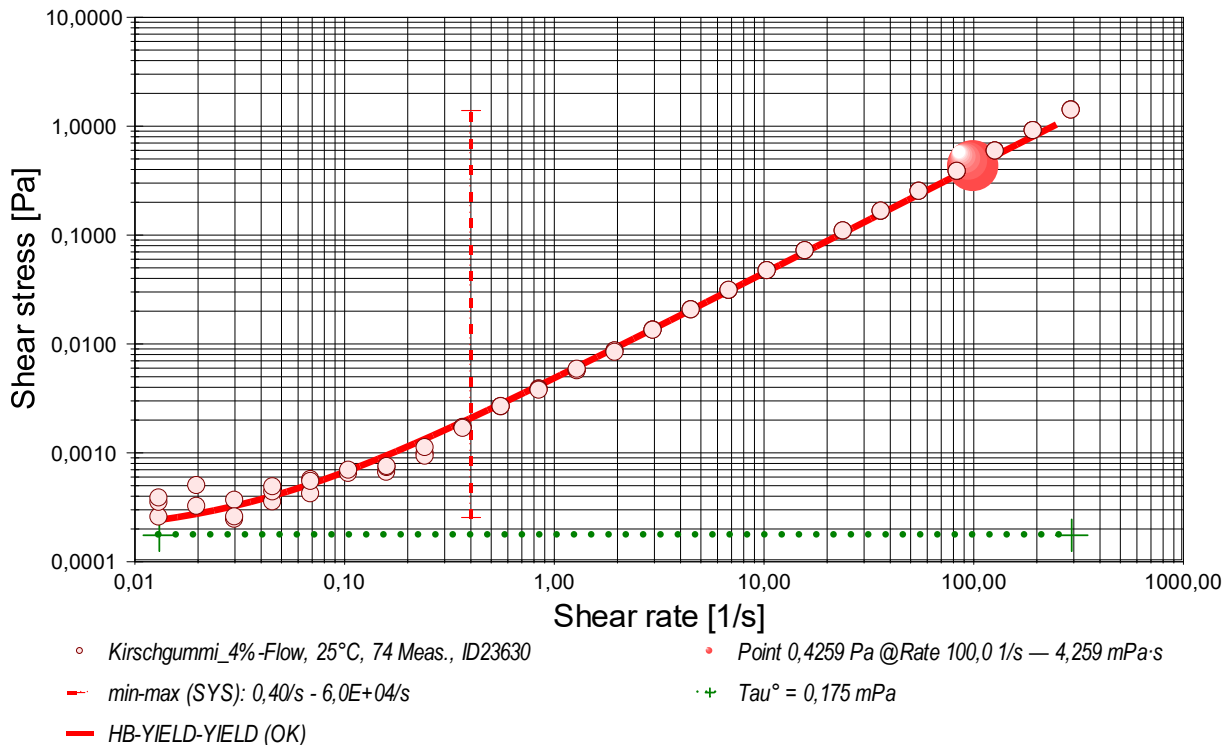
- Es wird von ("scheinbare Viskosität" gesprochen, da bei nicht-newtonischen Fluiden ein parabelförmiges Strömungsprofil ungewiss ist. - Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird 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  $\eta'$  als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ( $\pm \Delta\sigma$ , 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 25 Scherraten (diff.Viscosity) ist als relative Kurve mit zugehöriger Basislinie mit  $d\eta'/d\ln(\dot{\gamma}) = 0$  eingezeichnet. Der Verlauf der Viskositätsänderung bietet unter 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  $\tau$  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 Herschel & Buckley (HB) eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in **Kirschgummi\_4%** bei 25°C beschreibt die Gleichung II insgesamt hinreichend:

$$\tau [\text{Pa}] = 0,000175 + 0,00469 \cdot \dot{\gamma}^{0,979} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,985, \sigma \pm 16\%$$

Fließgrenze ( $\tau^0 = 0,175$  mPa), Konsistenz ( $K = 4,69$  mPa) und Fließindex ( $n = 0,979$ ) charakterisieren das Fließverhalten der Kirschgummi\_4%-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:

$$\eta' \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = 0,175 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 4,69 \cdot \dot{\gamma}^{-0,021} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = 0,81, \text{VK} = 79\%, \sigma \pm 16\%$$

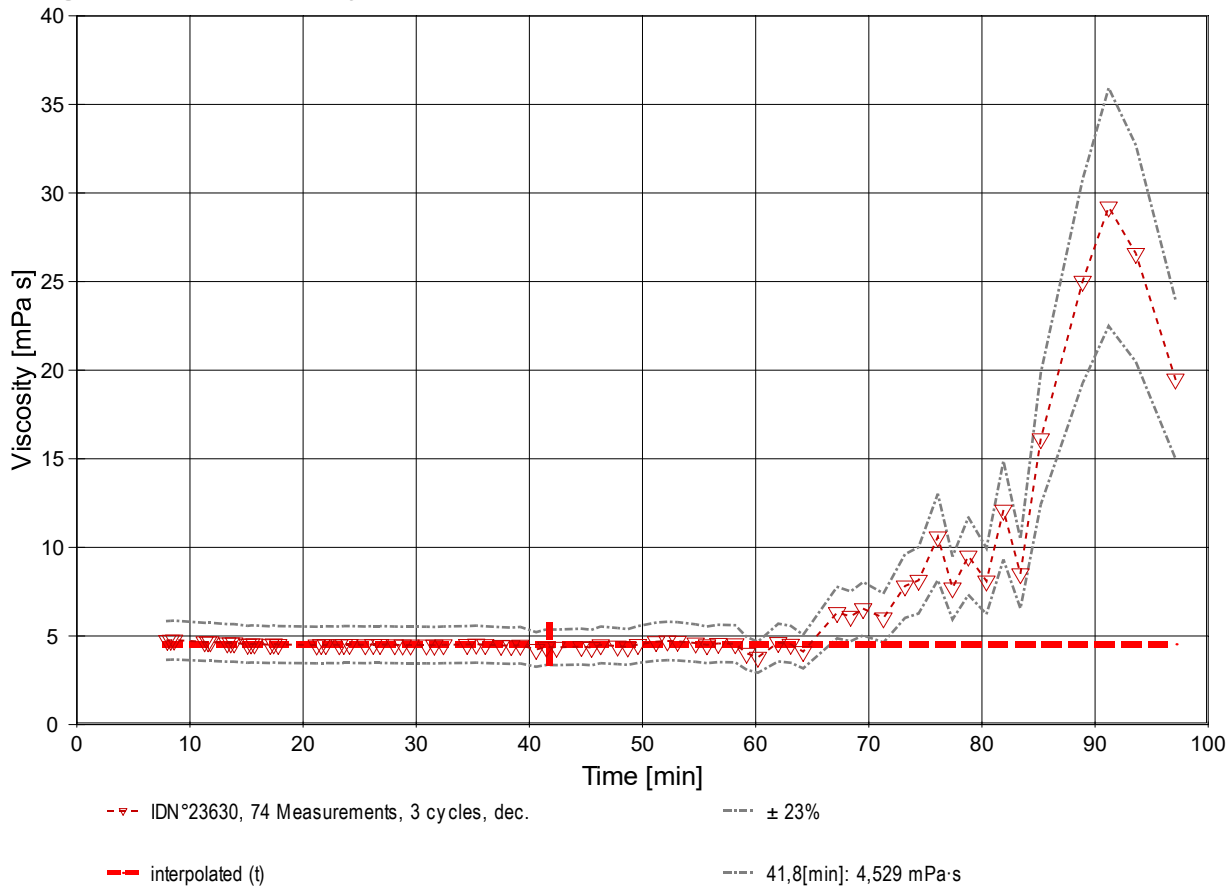
Daraus eine Kurzdiagnose zur Kirschgummi\_4%-Probe: • **Newtonsche Idealdynamik (Grenzwert).**

- 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* ( $\dot{\eta}$ ).

- Die Begriffe 'Yield Stress', 'Fließgrenzspannung', 'Fließgrenze' sind synonym, um eine *Rigidität* am quasi ruhenden Fluid zu quantifizieren. Der ausgewiesene Wert von  $\tau^0 = 0,175$  mPa befindet sich unterhalb gewöhnlicher Anzeigemöglichkeit; es fehlen Vergleichsdaten.

- <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.

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

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

N° IDN°23630	t [min]	θ [°C]	η' [mPa·s]	v <sub>z</sub> [mm/s]	F <sub>z</sub> [mN]	τ [Pa]	v <sub>max</sub> [mm/s]	γ̇ [s <sup>-1</sup> ]	Re [Zahl]
1.	8,0	25,018	4,752	27,00	12,0463	1,393	112,6	293,23	50,7
2.	8,3	25,014	4,764	27,00	12,0780	1,397	112,6	293,23	50,6
3.	8,6	24,999	4,768	27,00	12,0886	1,398	112,6	293,23	50,5
4.	11,3	25,003	4,665	17,78	7,7909	0,9011	74,19	193,16	34,0
5.	11,6	25,001	4,674	17,78	7,8052	0,9028	74,19	193,16	34,0
6.	11,8	24,997	4,673	17,78	7,8046	0,9027	74,19	193,16	34,0
7.	13,3	24,998	4,606	11,72	5,0675	0,5861	48,88	127,25	22,7
8.	13,6	24,996	4,607	11,72	5,0692	0,5863	48,88	127,25	22,7
9.	13,9	24,991	4,608	11,72	5,0696	0,5864	48,88	127,25	22,7
10.	15,1	24,996	4,525	7,717	3,2796	0,3793	32,19	83,822	15,2
11.	15,4	24,996	4,546	7,717	3,2947	0,3811	32,19	83,822	15,2
12.	15,7	24,992	4,545	7,717	3,2939	0,3810	32,19	83,822	15,2
13.	17,1	24,993	4,514	5,085	2,1554	0,2493	21,21	55,230	10,1
14.	17,4	24,995	4,547	5,085	2,1712	0,2511	21,21	55,230	9,98
15.	17,8	24,995	4,523	5,085	2,1600	0,2498	21,21	55,230	10,0
16.	21,2	24,993	4,491	3,350	1,4129	0,1634	13,97	36,384	6,66

17.	21,6	24,999	4,512	3,350	1,4193	0,1642	13,97	36,384	6,63
18.	22,0	25,005	4,514	3,350	1,4199	0,1642	13,97	36,384	6,63
19.	23,2	25,004	4,50	2,206	0,9320	0,108	9,20	23,96	4,4
20.	23,6	25,007	4,52	2,206	0,9367	0,108	9,20	23,96	4,4
21.	24,1	25,008	4,52	2,206	0,9357	0,108	9,20	23,96	4,4
22.	25,5	24,995	4,50	1,454	0,6141	0,0710	6,07	15,79	2,9
23.	26,2	25,000	4,52	1,454	0,6166	0,0713	6,07	15,79	2,9
24.	26,8	25,001	4,52	1,454	0,6165	0,0713	6,07	15,79	2,9
25.	28,1	24,997	4,50	0,9575	0,4045	0,0468	3,99	10,40	1,9
26.	28,8	25,001	4,49	0,9575	0,4041	0,0467	3,99	10,40	1,9
27.	29,5	25,000	4,49	0,9575	0,4041	0,0467	3,99	10,40	1,9
28.	30,9	25,002	4,49	0,6308	0,2662	0,0308	2,63	6,852	1,3
29.	31,6	25,004	4,48	0,6308	0,2657	0,0307	2,63	6,852	1,3
30.	32,4	25,007	4,50	0,6308	0,2667	0,0309	2,63	6,852	1,3
31.	34,5	25,008	4,52	0,4156	0,1764	0,0204	1,73	4,514	0,82
32.	35,3	25,007	4,54	0,4156	0,1773	0,0205	1,73	4,514	0,82
33.	36,1	25,006	4,51	0,4156	0,1759	0,0203	1,73	4,514	0,82
34.	37,5	25,005	4,47	0,2738	0,1150	0,0133	1,14	2,974	0,55
35.	38,4	25,009	4,45	0,2738	0,1145	0,0132	1,14	2,974	0,55
36.	39,2	25,006	4,48	0,2738	0,1151	0,0133	1,14	2,974	0,55
37.	40,6	25,007	4,24	0,1803	0,0717	0,00830	0,752	1,958	0,38
38.	41,5	25,004	4,37	0,1803	0,0740	0,00856	0,752	1,958	0,37
39.	42,4	25,000	4,36	0,1803	0,0738	0,00854	0,752	1,958	0,37
40.	44,6	25,004	4,40	0,1188	0,0491	0,00568	0,496	1,290	0,24
41.	45,5	25,005	4,35	0,1188	0,0485	0,00561	0,496	1,290	0,24
42.	46,3	25,005	4,50	0,1188	0,0502	0,00581	0,496	1,290	0,24
43.	47,8	25,003	4,43	0,07826	0,0326	0,00377	0,326	0,8500	0,16
44.	48,7	25,003	4,38	0,07826	0,0322	0,00373	0,326	0,8500	0,16
45.	49,6	25,001	4,52	0,07826	0,0332	0,00384	0,326	0,8500	0,15
46.	51,2	24,993	4,68	0,05156	0,0226	0,00262	0,215	0,5601	0,098
47.	52,2	24,996	4,7	0,05156	0,0229x	0,0026	0,22	0,560	0,10
48.	53,1	25,000	4,70	0,05156	0,0228	0,00263	0,215	0,5601	0,098
49.	54,7	25,004	4,6	0,03396	0,0147x	0,0017	0,14	0,369	0,07
50.	55,7	25,005	4,5	0,03396	0,0144x	0,0017	0,14	0,369	0,07
51.	56,7	25,004	4,6	0,03396	0,0146x	0,0017	0,14	0,369	0,07
52.	58,2	24,999	4,6	0,02237	0,0096x	0,0011	0,093	0,243	0,04
53.	59,2	24,997	4,0	0,02237	0,0085x	9,8E-04	0,093	0,243	0,05
54.	60,2	24,997	3,8	0,02237	0,0080x	9,2E-04	0,093	0,243	0,05
55.	62,0	24,995	4,6	0,01474	0,0064x	7,4E-04	0,061	0,160	0,03
56.	63,1	24,994	4,5	0,01474	0,0063x	7,3E-04	0,061	0,160	0,03
57.	64,2	24,997	4,1	0,01468	0,0057x	6,6E-04	0,061	0,159	0,03
58.	67,2	24,999	6,3	0,009661	0,0057x	6,6E-04	0,040	0,105	0,01
59.	68,4	24,998	6,1	0,009667	0,0055x	6,4E-04	0,040	0,105	0,01
60.	69,5	24,993	6,5	0,009669	0,0059x	6,9E-04	0,040	0,105	0,01
61.	71,3	24,985	6,0	0,006365	0,0036x	4,2E-04	0,027	0,0691	0,009
62.	73,2	24,997	7,8	0,006372	0,0047x	5,4E-04	0,027	0,0692	0,007
63.	74,4	25,002	8,1	0,006371	0,0049x	5,6E-04	0,027	0,0692	0,007
64.	76,1	25,013	11	0,004203	0,0042x	4,8E-04	0,018	0,0456	0,004
65.	77,4	25,014	7,7	0,004197	0,0030x	3,5E-04	0,018	0,0456	0,005
66.	78,8	25,012	9,5	0,004201	0,0038x	4,3E-04	0,018	0,0456	0,004
67.	80,4	25,014	8,1	0,002763	0,0021x	2,4E-04	0,012	0,0300	0,003
68.	81,9	25,017	12	0,002766	0,0031x	3,6E-04	0,012	0,0300	0,002
69.	83,4	25,016	8,5	0,002767	0,0022x	2,6E-04	0,012	0,0301	0,003
70.	85,2	25,016	16	0,001825	0,0028x	3,2E-04	0,0076	0,0198	0,001
71.	88,9	25,018	25	0,001825	0,0043x	5,0E-04	0,0076	0,0198	7,E-04
72.	91,2	25,019	29	0,001204	0,0033x	3,8E-04	0,0050	0,0131	4,E-04
73.	93,6	25,025	27	0,001204	0,0030x	3,5E-04	0,0050	0,0131	4,E-04
74.	97,1	25,020	19	0,001204	0,0022x	2,5E-04	0,0050	0,0131	6,E-04

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $\theta$  Temperatur [°C],  $\eta'$  Messwert *scheinbare* 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 Ringspalt ( $F_\zeta$ ), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium ( $F_{hh}$ ), die rekursiv bestimmt wird, sowie ein konstanter Beitrag  $F_\theta$ , der die *Meniskus-Kraft* ausgleicht - d.h. die sehr kleine dynamische Zusatzkraft durch die Benetzungsdynamik der Phasengrenze zwischen Suspension (Messkörperaufhängung) und Probenoberfläche. Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus  $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{hh} - F_\theta$ . 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;  $v_m = v_z \cdot ra^2 / (ra^2 - ri^2)$ ), 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  $d = 2(ra-ri)$  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.**

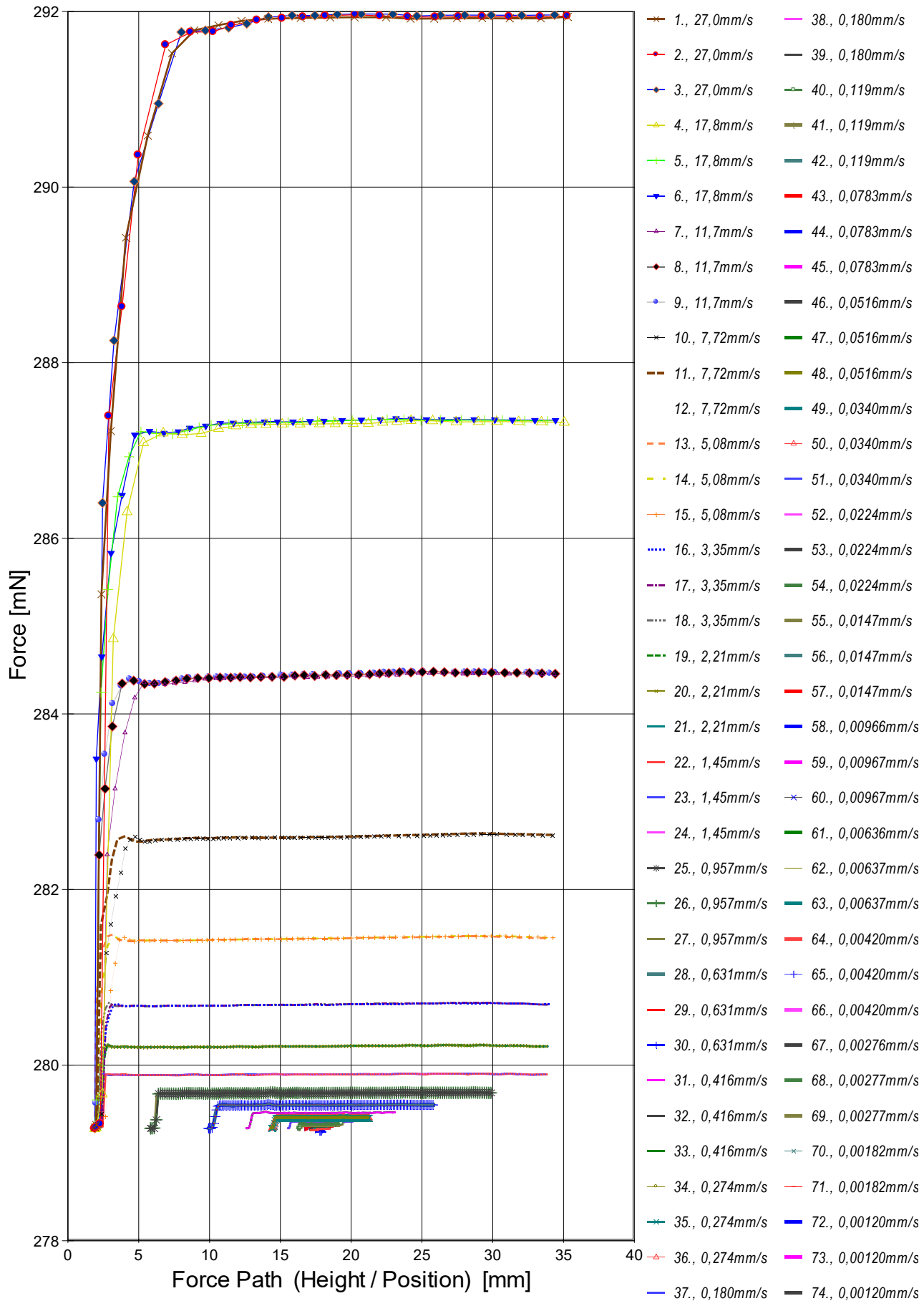
N°	$F_w$	$\sigma_{Fw}$	$\sigma_{Fw\ rel}$	$F_p$	$F_{hp}$	$F_\zeta$	$F_{hh}$	N/n
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
1.	291,9252	0,006469	22 ppm	279,2906	0,002747	0,584	0,00500	9/22
2.	291,9441	0,008414	29 ppm	279,2779	0,002636	0,584	0,00481	10/23
3.	291,9605	0,007800	27 ppm	279,2838	0,002608	0,584	0,00476	9/22
4.	287,3218	0,01267	44 ppm	279,2749	0,002704	0,253	0,00318	13/29
5.	287,3419	0,01006	35 ppm	279,2808	0,002511	0,253	0,00296	14/31
6.	287,3492	0,008504	30 ppm	279,2887	0,002641	0,253	0,00311	14/32
7.	284,4606	0,003186	11 ppm	279,2818	0,002828	0,110	0,00216	8/47
8.	284,4624	0,01398	49 ppm	279,2818	0,002687	0,110	0,00206	21/45

9.	284,4687	0,01151	40 ppm	279,2877	0,002629	0,110	0,00201	23/49
10.	282,6088	0,01349	48 ppm	279,2808	0,002609	0,0477	0,00129	34/71
11.	282,6200	0,01373	49 ppm	279,2769	0,002664	0,0477	0,00132	32/68
12.	282,6202	0,01367	48 ppm	279,2779	0,002657	0,0477	0,00132	31/66
13.	281,4648	4,905E-04	1,7 ppm	279,2887	0,002999	0,0207	9,76E-04	4/74
14.	281,4697	4,005E-04	1,4 ppm	279,2779	0,003038	0,0207	9,96E-04	6/71
15.	281,4579	0,01016	36 ppm	279,2769	0,002653	0,0207	8,65E-04	35/73
16.	280,6977	0,006088	22 ppm	279,2759	0,002688	0,00899	5,73E-04	54/112
17.	280,7002	0,006718	24 ppm	279,2720	0,002676	0,00899	5,73E-04	53/109
18.	280,7008	0,006166	22 ppm	279,2720	0,002679	0,00899	5,74E-04	52/107
19.	280,2203	0,00433	15 ppm	279,2848	0,00272	0,00390	3,82E-04	69/142
20.	280,2211	0,00446	16 ppm	279,2808	0,00271	0,00390	3,83E-04	67/138
21.	280,2211	0,00434	15 ppm	279,2818	0,00272	0,00390	3,84E-04	70/143
22.	279,8982	0,00298	11 ppm	279,2828	0,00273	0,00169	2,53E-04	76/156
23.	279,8987	0,00318	11 ppm	279,2808	0,00270	0,00169	2,51E-04	76/155
24.	279,8986	0,00287	10 ppm	279,2808	0,00270	0,00169	2,52E-04	76/155
25.	279,6852	0,00204	7,3 ppm	279,2798	0,00205	7,35E-04	1,25E-04	77/158
26.	279,6854	0,00171	6,1 ppm	279,2805	0,00205	7,35E-04	1,25E-04	78/159
27.	279,6858	0,00205	7,3 ppm	279,2808	0,00205	7,35E-04	1,25E-04	78/160
28.	279,5478	0,00179	6,4 ppm	279,2806	0,00135	3,19E-04	5,43E-05	78/160
29.	279,5470	0,00168	6,0 ppm	279,2803	0,00135	3,19E-04	5,40E-05	78/159
30.	279,5474	0,00169	6,1 ppm	279,2797	0,00135	3,19E-04	5,44E-05	79/161
31.	279,4575	0,00173	6,2 ppm	279,2798	8,89E-04	1,38E-04	2,37E-05	78/160
32.	279,4578	0,00174	6,2 ppm	279,2793	8,92E-04	1,38E-04	2,39E-05	78/160
33.	279,4580	0,00187	6,7 ppm	279,2808	8,91E-04	1,38E-04	2,37E-05	78/160
34.	279,3954	0,00161	5,8 ppm	279,2789	5,85E-04	6,01E-05	1,02E-05	78/159
35.	279,3953	0,00156	5,6 ppm	279,2794	5,88E-04	6,01E-05	1,02E-05	78/160
36.	279,3954	0,00172	6,2 ppm	279,2789	5,89E-04	6,01E-05	1,02E-05	78/160
37.	279,3564	0,00197	7,1 ppm	279,2831	3,85E-04	2,61E-05	4,17E-06	78/160
38.	279,3565	0,00201	7,2 ppm	279,2808	3,87E-04	2,61E-05	4,32E-06	78/160
39.	279,3567	0,00201	7,2 ppm	279,2812	3,85E-04	2,61E-05	4,29E-06	78/159
40.	279,3327	0,00212	7,6 ppm	279,2818	2,55E-04	1,13E-05	1,89E-06	78/160
41.	279,3329	0,00236	8,4 ppm	279,2826	2,55E-04	1,13E-05	1,86E-06	78/160
42.	279,3328	0,00222	7,9 ppm	279,2808	2,53E-04	1,13E-05	1,92E-06	78/159
43.	279,3142	0,00103	3,7 ppm	279,2798	1,68E-04	4,91E-06	8,25E-07	78/159
44.	279,3139	0,00111	4,0 ppm	279,2798	1,68E-04	4,91E-06	8,14E-07	78/159
45.	279,3139	0,00139	5,0 ppm	279,2789	1,67E-04	4,91E-06	8,37E-07	78/159
46.	279,3026	6,45E-04	2,3 ppm	279,2781	1,11E-04	2,13E-06	3,78E-07	78/160
47.	279,3026	9,2E-04	3,3 ppm	279,2779	1,1E-04	2,13E-06	3,81E-07	78/159
48.	279,3025	8,62E-04	3,1 ppm	279,2779	1,11E-04	2,13E-06	3,80E-07	78/160
49.	279,2953	0,0010	3,7 ppm	279,2787	7,3E-05	9,24E-07	1,61E-07	79/161
50.	279,2952	0,0010	3,6 ppm	279,2789	7,3E-05	9,24E-07	1,58E-07	78/159
51.	279,2954	8,6E-04	3,1 ppm	279,2789	7,3E-05	9,24E-07	1,61E-07	78/160
52.	279,2884	5,3E-04	1,9 ppm	279,2769	4,8E-05	4,01E-07	6,95E-08	78/159
53.	279,2883	5,3E-04	1,9 ppm	279,2779	4,8E-05	4,01E-07	6,14E-08	78/160
54.	279,2883	6,3E-04	2,3 ppm	279,2784	4,8E-05	4,01E-07	5,80E-08	78/160
55.	279,2842	6,5E-04	2,3 ppm	279,2758	3,2E-05	1,74E-07	3,06E-08	78/160
56.	279,2842	5,4E-04	1,9 ppm	279,2759	1,6E-05	1,74E-07	1,55E-08	41/85
57.	279,2844	7,2E-04	2,6 ppm	279,2767	3,1E-05	1,73E-07	2,70E-08	77/158
58.	279,2768	4,2E-04	1,5 ppm	279,2713	0,0023	7,48E-08	1,95E-06	78/159
59.	279,2763	6,0E-04	2,1 ppm	279,2710	0,0023	7,49E-08	1,89E-06	77/157
60.	279,2767	5,6E-04	2,0 ppm	279,2710	0,0023	7,49E-08	2,02E-06	78/159
61.	279,2783	7,1E-04	2,6 ppm	279,2749	0,0023	3,25E-08	1,23E-06	78/160
62.	279,2784	6,1E-04	2,2 ppm	279,2740	0,0023	3,25E-08	1,59E-06	78/160
63.	279,2786	6,3E-04	2,3 ppm	279,2740	0,0023	3,25E-08	1,66E-06	78/159
64.	279,2759	2,2E-04	0,80 ppm	279,2720	0,0023	1,42E-08	1,42E-06	78/160
65.	279,2751	5,9E-04	2,1 ppm	279,2723	0,0023	1,41E-08	1,03E-06	78/160
66.	279,2755	5,8E-04	2,1 ppm	279,2720	0,0023	1,41E-08	1,28E-06	77/158
67.	279,2729	5,9E-04	2,1 ppm	279,2710	0,0023	6,12E-09	7,15E-07	63/129
68.	279,2729	6,6E-04	2,4 ppm	279,2700	0,0023	6,13E-09	1,07E-06	56/129
69.	279,2730	5,0E-04	1,8 ppm	279,2710	0,0023	6,14E-09	7,52E-07	63/129
70.	279,2706	6,5E-04	2,3 ppm	279,2681	0,0023	2,67E-09	9,40E-07	66/136
71.	279,2703	6,0E-04	2,2 ppm	279,2681	0,0041	2,67E-09	2,64E-06	66/136
72.	279,2756	6,1E-04	2,2 ppm	279,2726	0,0023	1,16E-09	1,12E-06	66/140
73.	279,2755	6,4E-04	2,3 ppm	279,2728	0,0023	1,16E-09	1,02E-06	68/140
74.	279,2751	5,4E-04	1,9 ppm	279,2732	0,0023	1,16E-09	7,50E-07	68/140

**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],  $F_{\eta}$  Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Druckpension [mN],  $N/n$  Abtastung: Anzahl verwendeter (N) und '/' Anzahl vorhandener Kraftmesswerte (n) zur Bildung von  $F_w$ .

- In der Tabelle 2 sind die Mess- und Zwischenergebnisse zur Bilanzierung der Kräfte zusammengestellt. Die dabei in Betracht gezogene Messwertauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 5, Force\_Path, unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit  $F_z$  die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarkviskosimetern 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 2,92 cm<sup>3</sup> wird über die Bewegungstrecke von 22,0 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [μPa/mm]	H <sub>start</sub> [mm]	L <sub>cn</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]	Σ <sub>σ<sub>rel</sub></sub>
1.	7,65E-05	1,888	33,399	1,491	-0,00146	13,0180	43,0020	0,048	1,0%
2.	1,44E-04	1,888	33,373	1,491	-0,00114	13,0180	43,0020	0,048	1,0%

3.	1,49E-04	1,888	32,482	1,491	8,12E-05	13,0180	43,0020	0,048	1,0%
4.	2,49E-04	1,904	33,154	1,491	-2,44E-04	13,0180	43,0020	0,048	1,0%
5.	1,87E-04	1,904	31,974	1,491	-8,12E-05	13,0180	43,0020	0,048	1,0%
6.	2,10E-04	1,904	32,532	1,491	2,44E-04	13,0180	43,0020	0,047	1,0%
7.	1,82E-04	1,904	32,433	1,491	1,62E-04	13,0180	43,0020	0,047	1,0%
8.	5,27E-04	1,904	32,510	1,491	3,25E-04	13,0180	43,0020	0,049	1,1%
9.	4,39E-04	1,904	32,125	1,491	7,31E-04	13,0180	43,0020	0,048	1,0%
10.	4,35E-04	1,904	32,321	1,491	3,25E-04	13,0180	43,0020	0,05	1,1%
11.	5,05E-04	1,904	32,427	1,491	3,25E-04	13,0180	43,0020	0,051	1,1%
12.	5,35E-04	1,904	31,898	1,491	6,50E-04	13,0180	43,0020	0,051	1,1%
13.	1,89E-05	1,904	31,857	1,491	5,68E-04	13,0180	43,0020	0,046	1,0%
14.	1,87E-05	1,904	32,107	1,491	4,06E-04	13,0180	43,0020	0,046	1,0%
15.	6,36E-04	1,904	32,349	1,491	4,06E-04	13,0180	43,0020	0,052	1,1%
16.	9,09E-04	1,940	32,139	1,491	5,68E-04	13,0180	43,0020	0,052	1,2%
17.	0,00101	1,940	31,972	1,491	8,12E-05	13,0180	43,0020	0,053	1,2%
18.	0,00106	1,940	31,856	1,491	-4,06E-04	13,0180	43,0020	0,052	1,2%
19.	0,00174	1,940	31,873	1,491	-3,25E-04	13,0180	43,0020	0,055	1,2%
20.	0,00189	1,940	31,839	1,491	-5,68E-04	13,0180	43,0020	0,055	1,2%
21.	0,00167	1,940	31,925	1,491	-6,50E-04	13,0180	43,0020	0,055	1,2%
22.	0,00255	1,940	31,865	1,491	4,06E-04	13,0180	43,0020	0,058	1,3%
23.	0,00244	1,940	31,760	1,491	0	13,0180	43,0020	0,059	1,3%
24.	0,00205	1,940	31,774	1,491	-8,12E-05	13,0180	43,0020	0,058	1,3%
25.	0,00395	5,843	24,063	1,491	2,44E-04	13,0180	43,0020	0,063	1,4%
26.	0,00291	5,843	24,026	1,491	-8,12E-05	13,0180	43,0020	0,061	1,4%
27.	0,00320	5,843	24,027	1,491	0	13,0180	43,0020	0,064	1,4%
28.	0,00720	9,928	15,838	1,491	-1,62E-04	13,0180	43,0020	0,078	1,7%
29.	0,00645	9,928	15,807	1,491	-3,25E-04	13,0180	43,0020	0,076	1,7%
30.	0,00574	9,928	15,859	1,491	-5,68E-04	13,0180	43,0020	0,077	1,7%
31.	0,0153	12,619	10,433	1,491	-6,50E-04	13,0180	43,0020	0,1	2,2%
32.	0,0191	12,619	10,456	1,491	-5,68E-04	13,0180	43,0020	0,11	2,4%
33.	0,0158	12,619	10,445	1,491	-4,87E-04	13,0180	43,0020	0,11	2,4%
34.	0,0347	14,392	6,862	1,491	-4,06E-04	13,0180	43,0020	0,15	3,4%
35.	0,0349	14,392	6,875	1,491	-7,31E-04	13,0180	43,0020	0,14	3,1%
36.	0,0374	14,392	6,881	1,491	-4,87E-04	13,0180	43,0020	0,15	3,4%
37.	0,0770	15,560	4,514	1,491	-5,68E-04	13,0180	43,0020	0,24	5,7%
38.	0,102	15,560	4,528	1,491	-3,25E-04	13,0180	43,0020	0,24	5,5%
39.	0,0846	15,560	4,519	1,491	0	13,0180	43,0020	0,24	5,5%
40.	0,183	16,329	2,987	1,491	-3,25E-04	13,0180	43,0020	0,37	8,4%
41.	0,184	16,329	2,978	1,491	-4,06E-04	13,0180	43,0020	0,39	9,0%
42.	0,133	16,329	2,974	1,491	-4,06E-04	13,0180	43,0020	0,38	8,4%
43.	0,230	16,836	1,968	1,491	-2,44E-04	13,0180	43,0020	0,41	9,3%
44.	0,346	16,836	1,962	1,491	-2,44E-04	13,0180	43,0020	0,42	9,6%
45.	0,319	16,836	1,963	1,491	-8,12E-05	13,0180	43,0020	0,46	10%
46.	0,338	17,170	1,297	1,491	5,68E-04	13,0180	43,0020	0,54	12%
47.	0,573	17,170	1,294	1,491	3,25E-04	13,0180	43,0020	0,6	13%
48.	0,806	17,170	1,298	1,491	0	13,0180	43,0020	0,58	12%
49.	1,16	17,389	0,854	1,491	-3,25E-04	13,0180	43,0020	0,94	20%
50.	1,37	17,389	0,853	1,491	-4,06E-04	13,0180	43,0020	0,93	21%
51.	1,09	17,389	0,854	1,491	-3,25E-04	13,0180	43,0020	0,88	19%
52.	2,51	17,534	0,561	1,491	8,12E-05	13,0180	43,0020	1,2	26%
53.	2,15	17,534	0,564	1,491	2,44E-04	13,0180	43,0020	1,2	30%
54.	2,54	17,534	0,562	1,491	2,44E-04	13,0180	43,0020	1,2	32%
55.	4,36	17,630	0,369	1,491	4,06E-04	13,0180	43,0020	1,9	41%
56.	6,15	17,630	0,194	1,491	4,87E-04	13,0180	43,0020	1,8	40%
57.	6,14	17,630	0,369	1,491	2,44E-04	13,0180	43,0020	1,9	46%
58.	8,59	17,717	0,244	1,491	8,12E-05	13,0180	43,0020	2,6	41%
59.	18,7	17,717	0,243	1,491	1,62E-04	13,0180	43,0020	2,8	46%
60.	15,1	17,717	0,243	1,491	5,68E-04	13,0180	43,0020	2,8	43%
61.	45,6	17,758	0,161	1,491	0,00122	13,0180	43,0020	4,5	75%
62.	35,5	17,758	0,161	1,491	2,44E-04	13,0180	43,0020	4,3	55%
63.	33,1	17,758	0,161	1,491	-1,62E-04	13,0180	43,0020	4,3	53%
64.	19,4	17,785	0,106	1,491	-0,00106	13,0180	43,0020	5,5	52%
65.	91,1	17,785	0,106	1,491	-0,00114	13,0180	43,0020	6,5	84%
66.	78,1	17,785	0,106	1,491	-9,74E-04	13,0180	43,0020	6,5	68%
67.	162	17,801	0,075	1,491	-0,00114	13,0180	43,0020	9,8	1,2-fach
68.	257	17,801	0,075	1,491	-0,00138	13,0180	43,0020	10	83%
69.	163	17,801	0,075	1,491	-0,00130	13,0180	43,0020	9,5	1,1-fach
70.	466	17,801	0,075	1,491	-0,00130	13,0180	43,0020	15	93%
71.	346	17,801	0,075	1,491	-0,00146	13,0180	43,0020	15	60%
72.	679	17,801	0,074	1,491	-0,00154	13,0180	43,0020	23	79%
73.	768	17,801	0,074	1,491	-0,00203	13,0180	43,0020	23	86%
74.	709	17,801	0,074	1,491	-0,00162	13,0180	43,0020	22	1,1-fach

**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],  $L_{\text{Cyl}}$  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 [ $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ] 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. DICHTHE-MESSUNG

21 Messwerte; Zeitbereich 8 bis 84 min, Temperatur  $\Delta T = 0,031 \text{ K}$  ( $\vartheta = 25,001 \pm 0,008^\circ\text{C}$ )

**Resultat** bei 42 min:  $\rho_{25^\circ\text{C}} = 1,01189 \pm 0,000051 \text{ g/cm}^3$  bzw.  $\pm 50 \text{ ppm}$  (298,15 K, 96,62 kPa)

Streuung:  $\pm 1,9 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$  absolute bzw. 19 ppm relative Standardabweichung

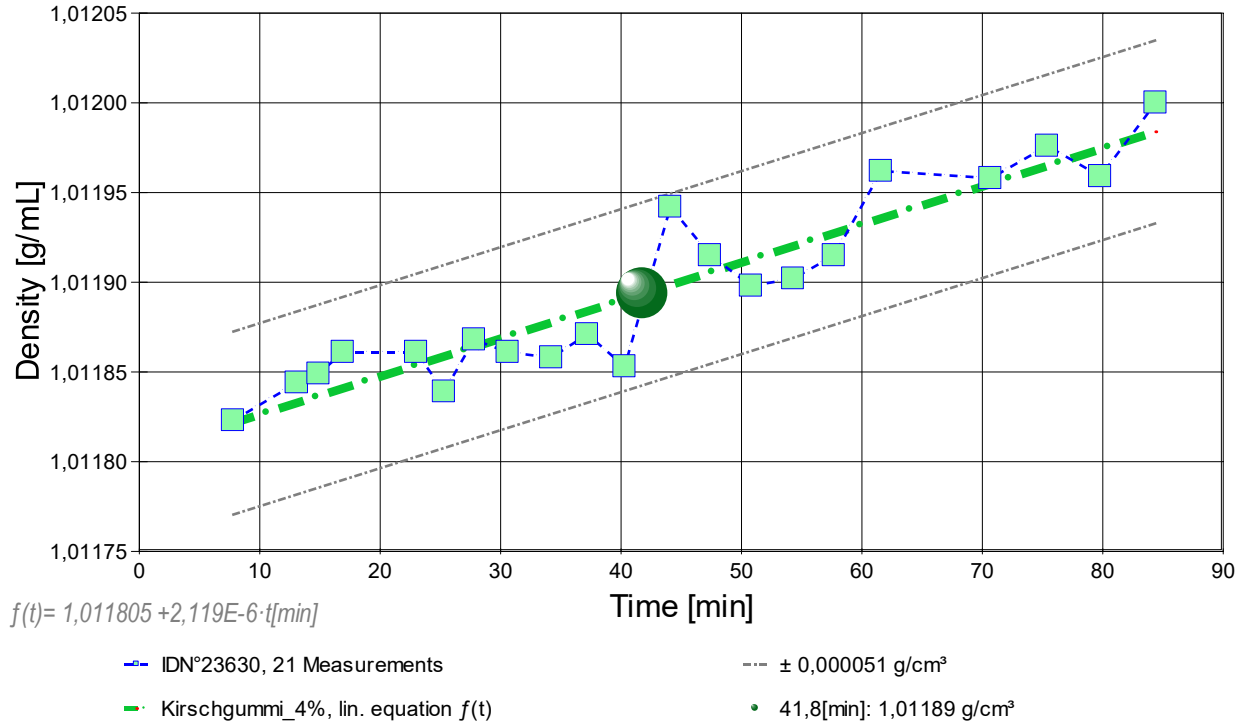
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitabhängigkeit durch Regression zwischen Minute 8 und 84:

$$\rho(t[\text{min}]) = 1,011805 + 2,119\text{E-}6 \cdot t \text{ mit } r^2 = 0,87, s^2 = 3,59\text{E-}10$$

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

-> Diagramm 6. 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	$\vartheta$	$\rho$	H	$\omega$	$\Delta\rho_\omega$	N	F <sub>A</sub>	F <sub>korrr.</sub>
IDN°23630	[min]	[°C]	[g/cm³]	[mm]	[s]	[g/cm³]	Werte & Trend	[mN]	[mN], TSymb.
1.	7,8	25,016	<b>1,01182</b>	1,888	9,3	3,7E-05	6 <sub>80</sub> ↗	279,2794	0,0049 ‡
[2.	11,1	25,003	<b>1,01198</b>	1,888	8,2	9,6E-06	5 <sub>82</sub>	279,2748	0,0066 ‡]*
3.	13,1	24,998	<b>1,01184</b>	1,888	10,0	1,2E-05	7 <sub>79</sub> →	279,2805	0,0069 ‡
4.	14,9	24,993	<b>1,01185</b>	1,888	8,2	-2,4E-07	5 <sub>79</sub> →	279,2802	0,0068 ‡
5.	16,9	24,990	<b>1,01186</b>	1,888	6,4	4,2E-05	3 <sub>80</sub> ↗	279,2802	0,0072 ‡
[6.	21,0	24,991	<b>1,01202</b>	1,888	6,4	3,9E-05	3 <sub>79</sub>	279,2734	0,0066 ‡]*
7.	23,0	25,003	<b>1,01186</b>	1,888	6,3	9,6E-06	3 <sub>80</sub> →	279,2820	0,0090 ‡
8.	25,3	24,995	<b>1,01184</b>	1,888	6,4	9,6E-06	3 <sub>80</sub> ⇔	279,2802	0,0063 ‡
9.	27,8	24,994	<b>1,01187</b>	1,888	9,1	6,6E-05	6 <sub>80</sub> →	279,2792	0,0065 ‡
10.	30,6	25,001	<b>1,01186</b>	1,888	6,5	3,4E-05	3 <sub>79</sub> ↗	279,2797	0,0067 ‡
11.	34,2	25,008	<b>1,01186</b>	1,888	6,3	1,9E-05	3 <sub>80</sub> ↗	279,2801	0,0070 ‡
12.	37,2	25,001	<b>1,01187</b>	1,888	6,4	2,9E-05	3 <sub>83</sub> ⇔	279,2799	0,0073 ‡
13.	40,3	25,005	<b>1,01185</b>	1,888	6,3	2,2E-05	3 <sub>85</sub> →	279,2802	0,0069 ‡
14.	44,1	25,003	<b>1,01194</b>	1,888	9,8	5,6E-05	7 <sub>82</sub> →	279,2779	0,0081 ‡
15.	47,4	25,002	<b>1,01191</b>	1,888	6,3	1,5E-05	3 <sub>80</sub> ↗	279,2792	0,0083 ‡
16.	50,8	24,995	<b>1,01190</b>	1,888	6,4	1,2E-05	3 <sub>81</sub> ↗	279,2785	0,0070 ‡
17.	54,3	25,002	<b>1,01190</b>	1,888	7,4	3,2E-05	4 <sub>81</sub> ↗	279,2787	0,0074 ‡
18.	57,7	25,002	<b>1,01191</b>	1,888	7,5	4,2E-05	4 <sub>79</sub> →	279,2775	0,0067 ‡
19.	61,6	24,993	<b>1,01196</b>	1,888	6,5	3,2E-05	3 <sub>77</sub> →	279,2761	0,0072 ‡
[20.	66,7	24,998	<b>1,01207</b>	1,888	6,3	4,7E-06	3 <sub>81</sub>	279,2705	0,0057 ‡]*
21.	70,7	24,985	<b>1,01196</b>	1,888	6,5	2,7E-05	3 <sub>80</sub> ↗	279,2742	0,0050 ‡
22.	75,4	25,011	<b>1,01198</b>	1,888	11,7	5,9E-05	9 <sub>82</sub> →	279,2715	0,0031 ‡
23.	79,8	25,011	<b>1,01196</b>	1,888	6,4	2,2E-06	3 <sub>80</sub> →	279,2708	0,0018 ‡
24.	84,4	25,014	<b>1,01200</b>	1,888	7,5	1,2E-05	4 <sub>80</sub> ↗	279,2665	-0,0009 ‡
25.	87,1	25,017	<b>1,01191</b>	17,875↖	3,0	1,2E-05	1 <sub>80</sub> ↗	279,2710	-
26.	90,3	25,015	<b>1,01197</b>	1,888↖	5,0	3,7E-05	3 <sub>41</sub> ↗	279,2724	0,0039 ‡

\*[Beiträge der Messung N° 2, 6, 20 wurden durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

**Tabellensymbole:** t Zeitpunkt [min],  $\vartheta$  Temperatur [°C],  $\rho$  Dichte [g/cm³], H Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm],  $\omega$  Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s],  $\Delta\rho_\omega$  Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm³], N Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägwertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, F<sub>A</sub> Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], F<sub>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. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

- a). **Messkörper:** Name *BayStII\_13.0/PA2*, b). IdentN° 7091, c). Spaltweite 1,491 mm.  
d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Axio-Rheometrie. e). Konfigurationstyp DiVA-A (I++).  
f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse  $32,5798 \pm 0,00025$  g, ~volumen  $4,060751 \pm 0,0002$  cm<sup>3</sup>, ~durchmesser  $13,018 \pm 0,001$  mm, ~länge  $43,002 \pm 0,001$  mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $48,735 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ . g).  
**Messzylindersuspension:** Querschnitt  $0,0115$  mm<sup>2</sup>, Umfang  $0,38$  mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (drift- und fehlerfreie Dichtemessung).  
i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser  $16,0005 \pm 0,005$  mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $9,2 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ .  
j). **Bezugstemperatur:** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten  $25^\circ\text{C}$ .  
k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta:  $\zeta = 1,36$ .  
**Individuelle Werte:** l). Offset-Korrektur:  $F_\theta = 0,002$  mN.m). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage:  $80,2$  mm, max. Bewegungstrecke in der Phase:  $37,2$  mm.

n). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu  $8,4\%$  bestimmt; die o). Messunsicherheit der Dichte  $\pm 0,000051$  g/cm<sup>3</sup> stammt von obig genannten Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie aus Angaben zur Kraft- und der 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°23630 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured basal 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  $\rho_{\text{cal}} 8,00$  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,  $R^\circ 100.0056$   $\Omega$ , Kalibrierintervall  $30$  min (BN°1,  $-41/200^\circ\text{C}$ , 3S, FS15,8, Korrekturfunktion:  $-0,0016 + 0,997591 \cdot \vartheta + 2,20165 \text{E-}05 \cdot \vartheta^2 - 4,78431 \text{E-}08 \cdot \vartheta^3$ ). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt  $0,01$  K, die Unsicherheit  $0,03$  K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.4.22, LizenzN° \*3037-4759\*, W. 6.2,9200- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

**Justierung der Wägezelle während der Messung:**

at  $6,8$  min, Adjustment  $-0,0003$  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 'imeterData40.cal' gesondert gespeichert).

**Meteorologische Angaben, Luftdichte:**

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [ $^\circ\text{C}$ ]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{\text{air}}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
5,6	45,967	22,4	96,133	1,12785

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,  $\rho_{\text{air}}$  die Luftdichte; Die Luftdichte wird dabei aus den Druck-, Temperatur- und Luftfeuchtwerten berechnet.

## Kommentar/Bewertung/Interpretation:

**Deutliche Scherverdünnung unterhalb  $0,1$ /s. Dies und eine deutlich höhere Viskosität bei  $4\%$ iger Lösung als im Vergleich mit einer  $4\%$ igen Gummi Arabicum Lösung. - Die Musik spielt bei kleinen Scherraten unter  $0,1$  /s, wo mutmaßlich eine biologische Funktion, der Barriere gegen Infektion durch hoher Eindringwiderstand bei quasi Null-Viskosität wirksam wird. Keine Anzeichen für Memoryeffekte bei höheren Raten: die kurz-Wiederholmessungen bei gleicher Scherung verlaufen deckungsgleich (Diagramm "Force-Path").**

**Das Ausgangsmaterial stammte von einem Kirschbaum, dessen Stamm an mehreren Stellen diesen Gummi (oft auch als 'Harz' bezeichnet) exudierte. - Wikipedia: "Gummifluss (auch bekannt als Gummosis oder Gumbose) ist eine Krankheit an Laubbäumen, bevorzugt Steinobstbäumen der Gattung Prunus (Kirsche, Marille, Pflaume etc.)."**

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