

ID N° 23926 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Kaliseife 10% in Wasser (Kaliumstearat)

Bei 32,5°C ist die Lösung leicht trübe und 'perlmutterartig - wolkig' (klare Lösung ab 35°C). Verdacht, dass die Messkurve bei 12/s eine Resonanz mit der Mikrokristallphase trifft. Messkurven bei höheren Raten zeigen thixotropes (Kurzzeit-) Verhalten.

Sample/Ref.: **Kaliumstearat(10%)** • pronounced shear thinning

Results at 32,49°C

Viscosity: $\eta_{(10,00s^{-1})} = 276 \pm 11 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 276 \pm 11 \text{ mm}^2/\text{s}$

25 shear rates $\text{dec.}^{\text{exp}}(293 \rightarrow 0,00544) \cdot \text{s}^{-1}$, resolves $\tau^0 = 28,4 \text{ mPa}$, $K = 0,572 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{0,69}$ and $n = 0,686$

Density: $\rho = 1,00091 \pm 0,00077 \text{ g/cm}^3$

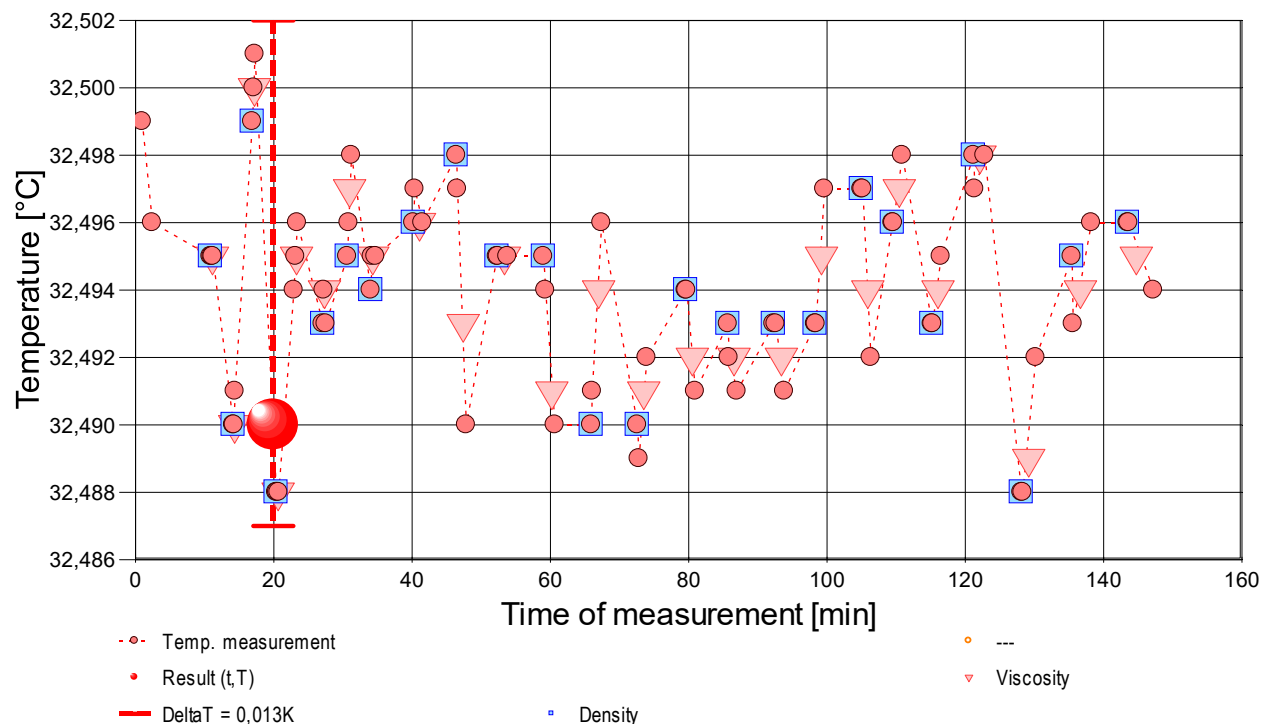
• 1. MESSPRINZIP

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 exakt ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die von der Viskosität erzeugt wird. - Eine genaue Bewegungsgeschwindigkeit fördert ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist definiert, Strömung, Kraft, Geschwindigkeit und geometrische Verhältnisse folgen Navier-Stokes sowie einer analogen Form des Hagen-Poiseuille'schen Gesetzes und erlauben unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten und der Strömungskinetik eine ungewöhnlich genaue Bestimmung der absoluten Viskosität Newtonscher Fluide. Für nicht so normale Flüssigkeiten wird Viskosität 'scheinbare Viskosität' genannt. Über die Variation der Bewegungsgeschwindigkeit ist die Rheometerfunktion angesprochen - d.h. die Messung der 'Viskosität' in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit. Dem hier durchmessenen Bereich 0,00544 bis 293,47 /s kommt technisch die Bedeutung von Verlaufen bis etwa leichtem Pumpen, Auftragen zu. -- Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte ρ (spezifische Masse, Massekonzentration) gibt die Stoffmenge an, die in einem bestimmten Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine temperatur- und druckabhängige Stoffkonstante. Die Dichte der untersuchten Flüssigkeit wurde hier 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 die Bestimmtheit des Messkörpervolumens 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 (Glaskapillarrisviskosimeter, Hydrometer, Pyknometer). Referenz M5 DiVA <https://imeter.de/?view=article&id=73> - Beispiele & Auftragsmessungen über [www.imeter.de/?view=article&id=58](https://imeter.de/?view=article&id=58)

• 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 25-mal gemessen, die Dichte 24-mal. Messdauer zwei Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum einigermassen isotherm bei 32,49°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

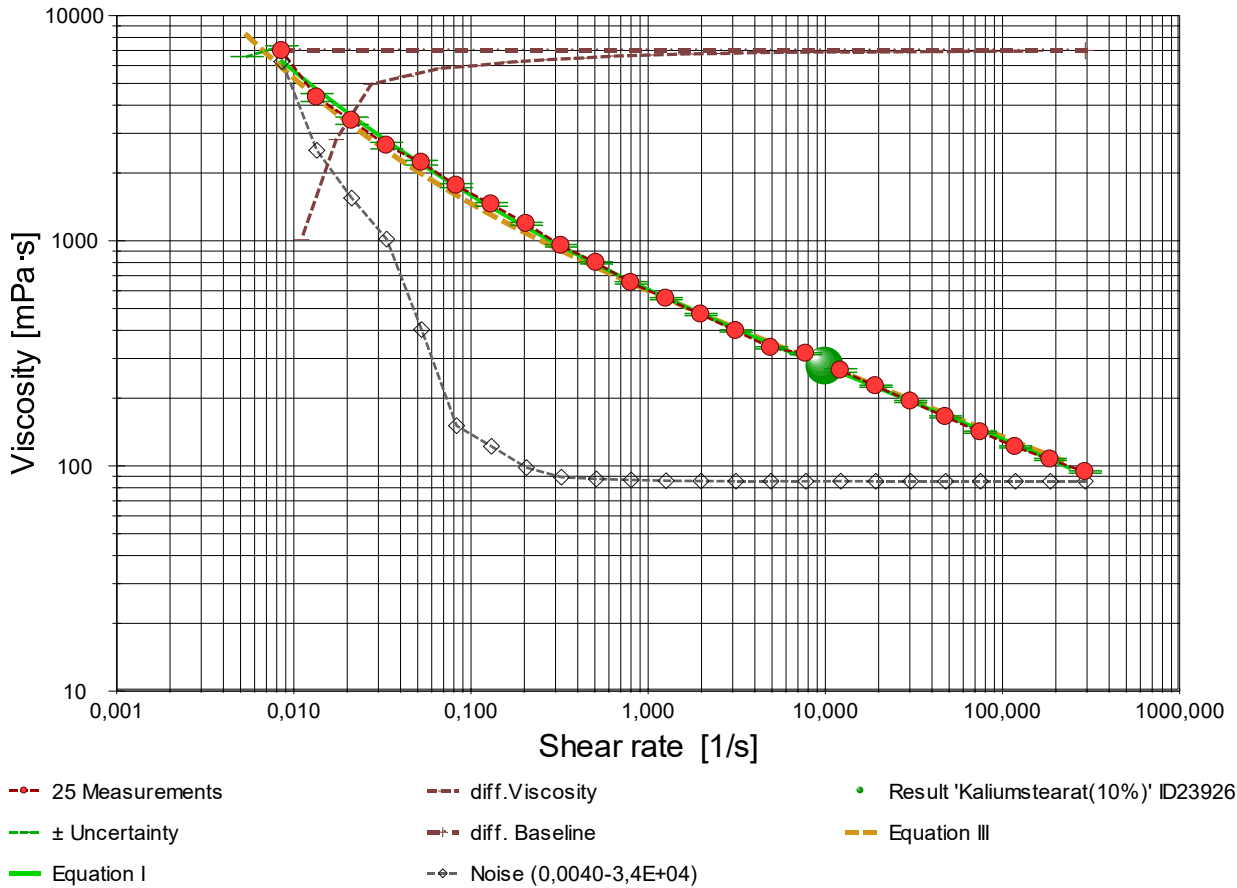
Temperatur Kaliumstearat(10%)-Probe in Rheometrie-Messung: $32,494 \pm 0,003 \text{ °C}$, Zeitbereich: 11,1 bis 144,7 Minuten. Die 25 Viskositätsmesswerte wurden mit ebenso vielen unterschiedlichen Scherraten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 0,005438 bis 293,47 s^{-1} wobei die scheinbare Viskosität (η') Werte zwischen 107 bis 6960 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung $276,3 \pm 5,2 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ für $\dot{\gamma} = 10,00 \text{ s}^{-1}$ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

$$\eta'_{32,5^{\circ}\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 607,23 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,37086 + 0,016641 \cdot \ln(\dot{\gamma}) - 0,0017765 \cdot \ln(\dot{\gamma})^2)}$$

$$\text{Gleichung I, } r^2 = 0,99907, \sigma \pm 0,040\%$$

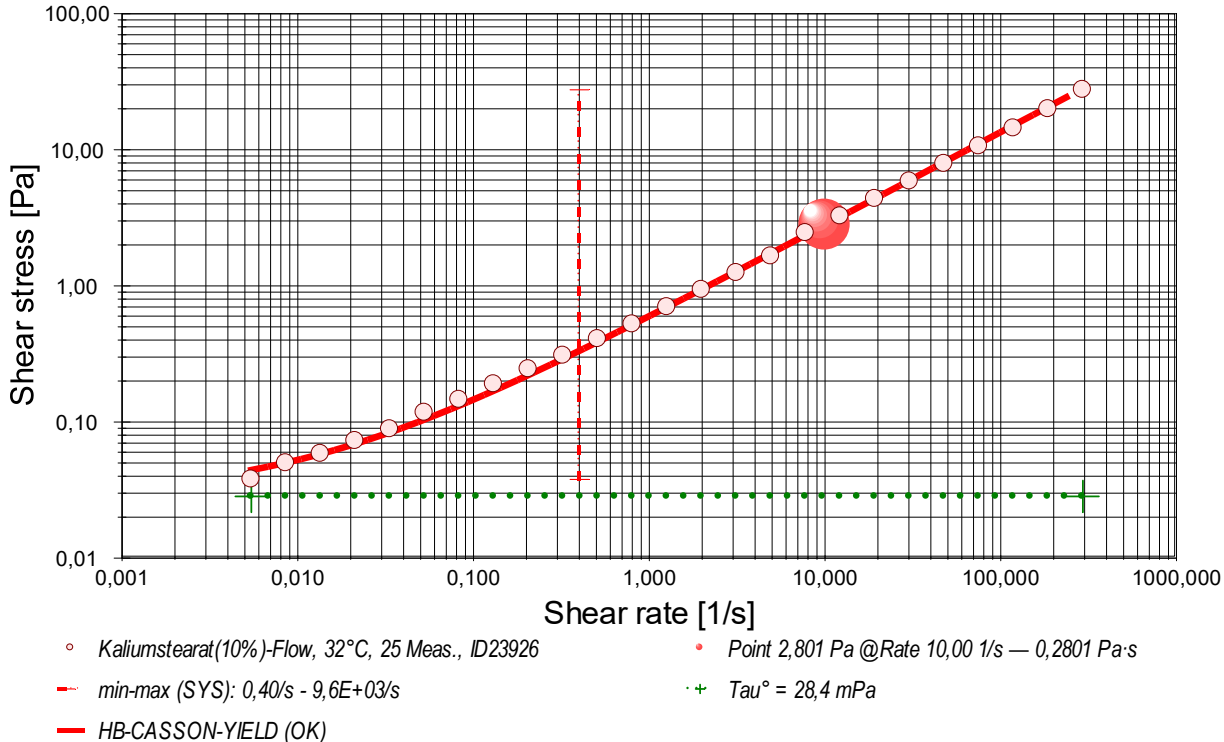
- Es wird von ("scheinbare Viskosität" gesprochen, da bei nicht-newtonischen Fluiden ein parabelförmiges Strömungsprofil ungewiss ist. - Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSE (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-Log-Log'



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Log-Log", zeigt die Viskositätswerte η' als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ($\pm \sigma$, Tabelle III). Der numerische Differenzenquotient der 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 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 Schergredienten Fluktuation) angezeigt. Die zwei Regressionsgraphen nach Gleichung I und Gleichung III zeigen im Diagramm die mathematischen Näherungen an die Messwerte.

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



- Die dynamische Viskosität ist definiert als das Verhältnis von Schubspannung zu Schergeschwindigkeit ($\eta = \tau / \dot{\gamma}$) und ist für newtonsche Fluide zu allen Verhältnisse von τ und $\dot{\gamma}$ konstant. - Das Diagramm 3, "Fliesskurve (log)", zeigt die Lage der einzelnen Messwerte in den Koordinaten von Schergeschwindigkeit und Schubspannung. Der Verlauf markiert die sog. Fließkurve. Zu den Werten ist die Regressionsfunktion (Gleichung II) gemäß Herschel & Buckley (HB) eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in **Kaliumstearat(10%)** bei 32°C beschreibt die Gleichung II insgesamt brauchbar:

$$\tau \text{ [Pa]} = 0,0284 + 0,572 \cdot \dot{\gamma}^{0,686} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,9984, \sigma \pm 6,1\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = 28,4 \text{ mPa}$), Konsistenz ($K = 0,572 \text{ Pa}$) und Fließindex ($n = 0,686$) charakterisieren das Fließverhalten der Kaliumstearat(10%)-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 Deformation:

$$\eta' \text{ [Pa}\cdot\text{s]} = 0,0284 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 0,572 \cdot \dot{\gamma}^{-0,314} \quad \text{Gleichung III, } r^2 = 0,981, \sigma \pm 6,1\%$$

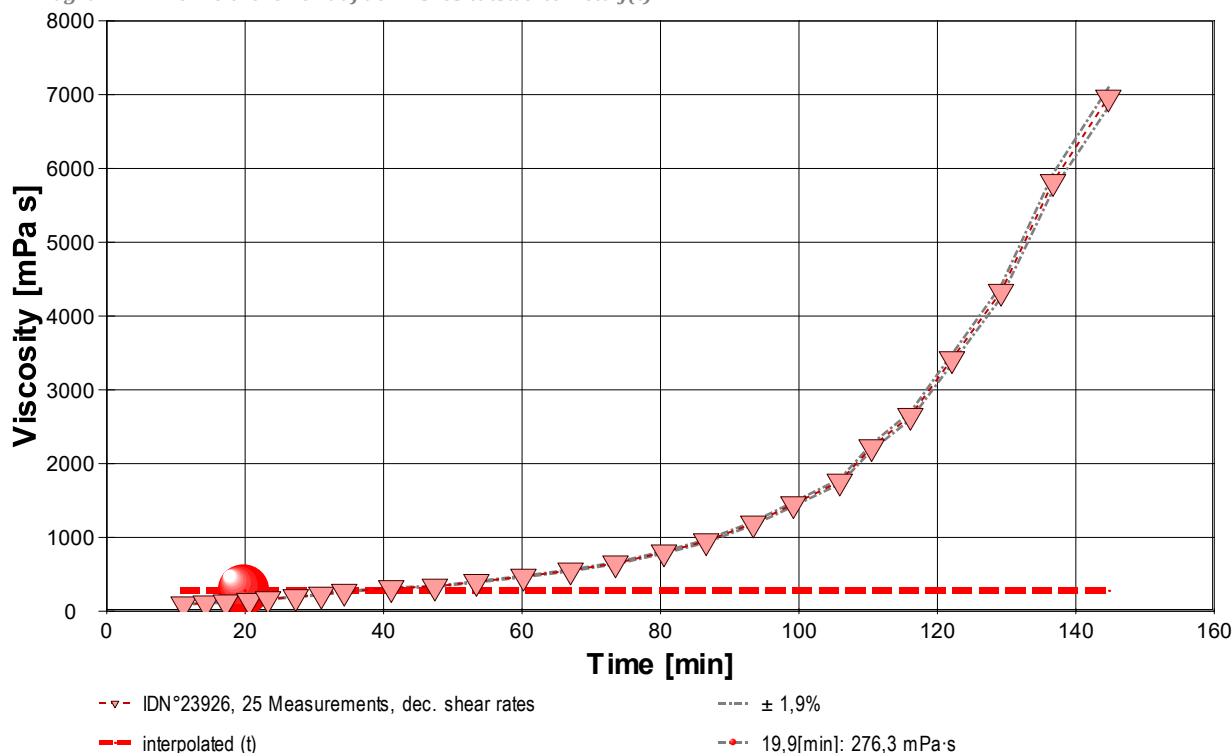
Daraus eine Kurzdiagnose zur Kaliumstearat(10%)-Probe: • **dominante Pseudoplastizität.**

- Geringe strukturelle Kohäsion detektiert. Die Fließgrenze fungiert als initiale Barriere, gefolgt von rascher viskoser Relaxation.
- Der Yield Stress ist konsistent mit der strukturellen Viskosität der Probe.
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ($\dot{\gamma}$).

- Die Begriffe 'Yield Stress', 'Fließgrenzspannung', 'Fließgrenze' sind synonym, um eine *Rigidität* am quasi ruhenden Fluid zu quantifizieren.

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

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



- Im Diagramm 4, "eta-f(t)", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. - Die Darstellung zeigt die Viskositätswerte entsprechend der Chronologie der angewendeten Scherraten.

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

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

N°	t	θ	η'	v _z	F _z	τ	v _{max}	γ̇	Re
IDN°23926	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s ⁻¹]	[Zahl]
1.	11,1	32,495	94,01	27,00	238,7126	27,59	112,7	293,47	2,54
2.	14,3	32,490	106,8	17,14	172,2077	19,90	71,54	186,33	1,42
3.	17,2	32,500	121,5	10,89	124,4118	14,38	45,44	118,37	0,791
4.	20,6	32,488	141,2	6,914	91,8392	10,61	28,85	75,157	0,432
5.	23,3	32,495	165,1	4,392	68,1927	7,882	18,33	47,748	0,235
6.	27,3	32,494	193,4	2,789	50,7279	5,863	11,64	30,321	0,127
7.	31,0	32,497	226,2	1,772	37,6806	4,355	7,393	19,257	0,0691
8.	34,3	32,495	265	1,125	28,0811	3,25	4,69	12,23	0,037
9.	41,1	32,496	315,2	0,7145	21,1812	2,448	2,982	7,7674	0,0200
10.	47,4	32,493	334,8	0,4536	14,2839	1,651	1,893	4,9313	0,0120
11.	53,4	32,495	397,7	0,2882	10,7791	1,246	1,203	3,1325	0,00640
12.	60,2	32,491	470,5	0,1829	8,0951	0,9356	0,7635	1,9887	0,00344
13.	67,0	32,494	553,4	0,1162	6,0491	0,6991	0,4850	1,2634	0,00186
14.	73,5	32,491	650,5	0,07377	4,5135	0,5217	0,3079	0,80196	0,00100
15.	80,5	32,492	798,4	0,04687	3,5193	0,4068	0,1956	0,50951	5,19E-04
16.	86,6	32,492	950	0,02976	2,6595	0,307	0,124	0,3235	2,8E-04
17.	93,4	32,492	1190	0,01889	2,1138	0,244	0,0788	0,2054	1,4E-04
18.	99,2	32,495	1450	0,01200	1,6383	0,189	0,0501	0,1305	7,3E-05
19.	105,9	32,494	1760	0,007622	1,2606	0,146	0,0318	0,08286	3,8E-05
20.	110,5	32,497	2220	0,004839	1,0121	0,117	0,0202	0,05260	1,9E-05
21.	116,1	32,494	2650	0,003073	0,7655	0,0885	0,0128	0,03341	1,0E-05

22.	122,1	32,498	3420	0,001952	0,6274	0,0725	0,00815	0,02122	5,0E-06
23.	129,2	32,489	4330	0,001240	0,5049	0,0584	0,00517	0,01348	2,5E-06
24.	136,7	32,494	5820	7,875E-04	0,4309	0,0498	0,00329	0,008560	1,2E-06
25.	144,7	32,495	6960	5,002E-04	0,3275	0,0379	0,00209	0,005438	6,3E-07

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

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte F_z angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft (F_w) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder (F_p) und Aufhängung (F_{hp}), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspalt (F_ζ), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium ($F_{h\eta}$), die rekursiv bestimmt wird. Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta}$. Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt. Die Schubspannung τ entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylindermantelfläche ausgeübten Kraft. v_{max} ist die Maximalgeschwindigkeit eines Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Messzylinder. Sie ergibt sich aus der Bewegungsgeschwindigkeit und dem geometrischen Aufbau. Die mittlere Geschwindigkeit (nicht in der Tabelle ausgegeben; $v_m = v_z \cdot ra^2 / (ra^2 - ri^2)$, 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.

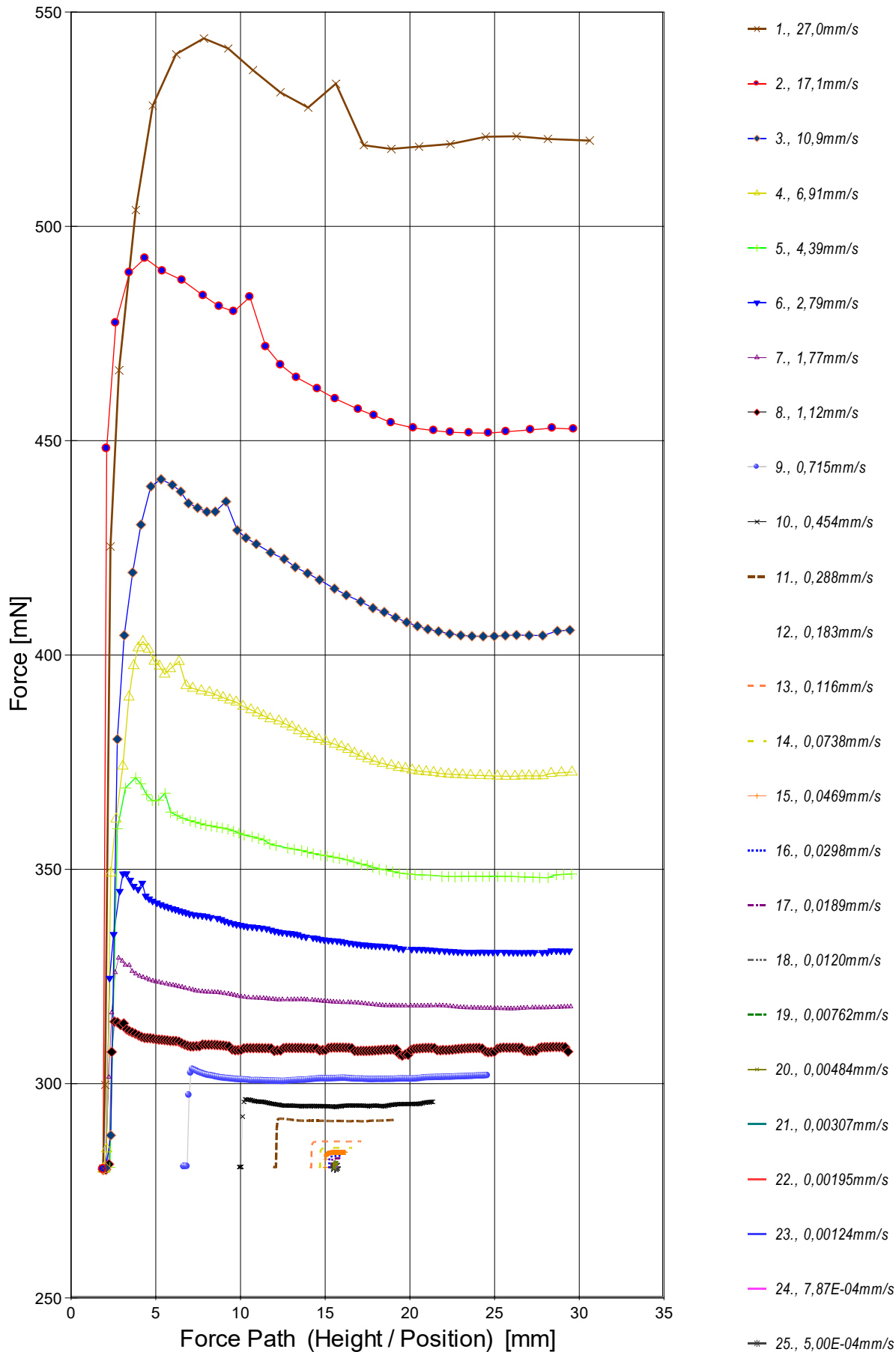
Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	F_w	σ_{Fw}	$\sigma_{Fw\ rel}$ -- Alle Werteinträge in [mN] --	F_p	F_{hp}	F_ζ	$F_{h\eta}$	N/n Datenauswahl
1.	519,5902	1,176	0,23%	280,2155	0,002353	0,579	0,0855	7/21
2.	452,5641	0,3552	0,78‰	280,0500	0,002909	0,233	0,0764	4/28
3.	404,6574	0,3722	0,092%	280,1037	0,002666	0,0940	0,0506	10/46
4.	371,9488	0,2511	0,68‰	280,0370	0,002675	0,0379	0,0375	15/69
5.	348,3357	0,1852	0,53‰	280,1027	0,002662	0,0153	0,0277	18/71
6.	330,7000	0,1290	0,39‰	279,9478	0,002706	0,00617	0,0209	25/111
7.	317,6772	0,1193	0,38‰	279,9811	0,002747	0,00249	0,0158	31/139
8.	308,0129	0,444	0,14%	279,9232	0,00231	0,00100	0,00989	79/159
9.	301,7970	0,04321	0,14‰	280,6109	0,002010	4,05E-04	0,00648	3/159
10.	294,8419	0,06653	0,23‰	280,5568	8,276E-04	1,63E-04	0,00180	43/158
11.	291,2910	0,04808	0,17‰	280,5115	5,595E-04	6,59E-05	9,18E-04	59/159
12.	288,6058	0,03062	0,11‰	280,5105	3,862E-04	2,66E-05	4,76E-04	78/159
13.	286,5134	0,01748	61 ppm	280,4643	2,472E-04	1,07E-05	2,28E-04	78/160
14.	285,0351	0,02551	90 ppm	280,5216	1,571E-04	4,32E-06	1,08E-04	78/160
15.	283,9771	0,01152	41 ppm	280,4578	9,895E-05	1,74E-06	5,30E-05	78/159
16.	283,1556	0,0169	60 ppm	280,4962	6,21E-05	7,03E-07	2,51E-05	73/160
17.	282,5714	0,0183	65 ppm	280,4577	4,01E-05	2,83E-07	1,29E-05	78/159
18.	282,0342	0,0241	86 ppm	280,3959	2,53E-05	1,14E-07	6,31E-06	78/159
19.	281,6884	0,0213	76 ppm	280,4278	1,61E-05	4,61E-08	3,09E-06	78/159
20.	281,3710	0,0199	71 ppm	280,3590	1,03E-05	1,86E-08	1,59E-06	78/160
21.	281,1243	0,0224	80 ppm	280,3588	6,51E-06	7,49E-09	7,60E-07	64/131
22.	280,9618	0,0207	74 ppm	280,3344	6,33E-06	3,02E-09	6,06E-07	65/134
23.	280,8109	0,0178	63 ppm	280,3059	6,29E-06	1,22E-09	4,84E-07	68/140
24.	280,6762	0,0206	73 ppm	280,2453	6,24E-06	4,92E-10	4,10E-07	70/143
25.	280,5923	0,0157	56 ppm	280,2647	6,24E-06	1,98E-10	3,11E-07	72/147

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

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

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



- Diagramm 5, "Force_Path", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte Der Streckenbezug ('Position') gibt den Abstand der Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Daten wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Gesamtkraft (F_w) verwendet. Sofern sich kein ausreichend stationärer Verlauf zum Kurvenende hin ausbildet, können entsprechende Störungen - als Symptom verschiedener Ursachen gedeutet werden: ein Temperaturgefälle liegt vor, die Probe ist vertikal inhomogen, Mehrphasigkeit, Resonanz, Turbulenz (Re), die Probe scherverdünn, scherverfestigt (bewegzeitabhängig) im Ringspalt. Alle Kurven-Störungen betreffen die Angaben zu Noise und Messunsicherheit Σ_{σ} . Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 2,92 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 22,0 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [μPa/mm]	HStart [mm]	L _{cl} [mm]	DRSP [mm]	ΔDRSP [μm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
1.	0,0113	1,888	28,724	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	1,1	1,2%
2.	0,00398	1,888	27,785	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	1,1	1,0%
3.	0,0138	1,888	27,559	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	1,3	1,1%
4.	0,0142	1,888	27,678	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	1,5	1,1%

5.	0,0229	1,888	27,659	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	1,7	1,0%
6.	0,0233	1,888	27,517	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	2	1,0%
7.	0,0346	1,888	27,608	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	2,4	1,1%
8.	0,757	1,888	27,454	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	5	1,9%
9.	0,0154	6,671	17,909	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	3,2	1,0%
10.	0,661	9,929	11,417	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	3,7	1,1%
11.	0,624	11,999	7,228	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	4,4	1,1%
12.	1,23	13,313	4,576	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	5,1	1,1%
13.	2,88	14,148	2,919	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	5,8	1,0%
14.	6,82	14,678	1,855	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	7,6	1,2%
15.	11,7	15,014	1,174	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	8,6	1,1%
16.	20,6	15,228	0,748	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	12	1,3%
17.	71,2	15,364	0,475	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	17	1,4%
18.	203	15,450	0,300	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	27	1,9%
19.	363	15,505	0,191	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	37	2,1%
20.	1760	15,540	0,122	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	53	2,4%
21.	5160	15,562	0,077	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	88	3,3%
22.	8090	15,563	0,075	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	128	3,7%
23.	1,35E+04	15,563	0,074	1,491	-0,608	13,0196	43,0072	175	4,0%
24.	1,86E+04	15,563	0,074	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	310	5,3%
25.	3,42E+04	15,563	0,074	1,491	-0,609	13,0196	43,0072	381	5,5%

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

24 Messwerte; Zeitbereich 11 bis 144 min, Temperatur $\Delta T=0,011\text{ K}$ ($\vartheta=32,494 \pm 0,003^\circ\text{C}$)

Resultat bei 20 min: $\rho_{32,49^\circ\text{C}} = 1,00091 \pm 7,7 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 0,77\text{‰}$ (305,64 K, 95,92 kPa)

Streuung: $7,7 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. $0,77\text{‰}$ relative Standardabweichung

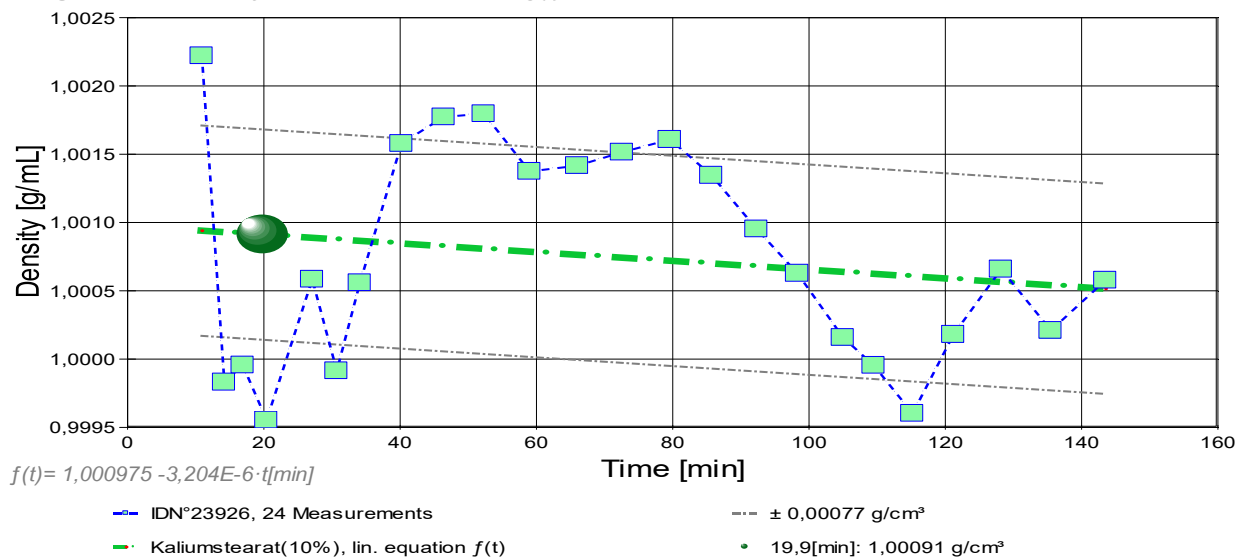
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitgleichung durch Regression zwischen Minute 11 und 144:

$$\rho(t[\text{min}]) = 1,000975 - 3,204\text{E-}6 \cdot t \quad \text{mit } r^2=0,03, s^2=5,99\text{E-}7$$

- Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit von $\pm 5,0\text{E-}5 \text{ g/cm}^3$ relativ große Standardabweichung zwischen Gleichung und Messwerten ($\pm 7,7\text{E-}4 \text{ g/cm}^3$) führt dazu, dass die aus der Fortpflanzung der Unsicherheiten berechnete kombinierte Messunsicherheit des Ergebnisses, die gepunktet unterstrichen zum Ergebniswert angegeben ist, durch die Standardmessunsicherheit ersetzt wurde. --- 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 ' $r^2=0,03$ ' 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)²'



- Im Diagramm 6, "rho-f(t)²", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Die Darstellung zeigt die Dichtewerte entsprechend der chronologischen Abfolge der Visko-Scherraten

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N°	t	ϑ	ρ	H	ω	$\Delta\rho_\omega$	N	F _A	F _{Korr.}
IDN°23926	[min]	[°C]	[g/cm³]	[mm]	[s]	[g/cm³]	Werte & Trend	[mN]	[mN], T _{Sym} .
1.	10,9	32,495	1,00222	1,888	9,9	2,3E-04	7 ₇₉ ↗	279,9498	0,3077 ‡
2.	14,2	32,490	0,99983	1,888	6,3	-3,2E-05	3 ₈₀ ↘	280,0538	0,3164 ‡
3.	16,9	32,499	0,99996	1,888	11,9	3,2E-04	9 ₈₅ ↗	280,0343	0,3019 ‡
4.	20,4	32,488	0,99955	1,888	8,9	2,4E-04	6 ₇₇ ↗	280,0220	0,2735 ‡
[5.	22,9	32,494	0,99735	1,888	15,3	9,0E-04	13 ₇₉	280,1155	0,2793 ‡]*

6.	27,1	32,493	1,00058	1,888	8,1	1,1E-04	5 ₇₈ ↗	279,9518	0,2444 ‡
7.	30,7	32,495	0,99991	1,888	11,5	1,5E-04	9 ₇₇ ↗	279,9848	0,2508 ‡
8.	34,1	32,494	1,00056	1,888	9,0	2,3E-04	6 ₇₈ ↗	279,9297	0,2214 ‡
9.	40,2	32,496	1,00158	1,888	11,1	9,3E-05	8 ₇₈ →	279,8745	0,2067 ‡
10.	46,4	32,498	1,00177	1,888	8,2	2,7E-04	5 ₈₀ ↗	279,8391	0,1791 ‡
11.	52,3	32,495	1,00180	1,888	8,2	3,7E-05	5 ₇₈ →	279,8418	0,1828 ‡
12.	59,0	32,495	1,00137	1,888	17,3	1,4E-04	15 ₈₀ ⇔	279,8776	0,2017 ‡
13.	66,0	32,490	1,00142	1,888	7,1	-5,7E-05	4 ₈₃ →	279,8601	0,1858 ‡
14.	72,6	32,490	1,00151	1,888	12,7	1,8E-04	10 ₇₉ ↑	279,8585	0,1882 ‡
15.	79,6	32,494	1,00161	1,888	7,2	3,9E-05	4 ₈₁ ⇔	279,8389	0,1723 ‡
16.	85,7	32,493	1,00134	1,888	8,2	1,0E-04	5 ₇₆ ←	279,8760	0,1989 ‡
17.	92,3	32,493	1,00095	1,888	17,7	2,0E-04	16 ₈₃ ⇔	279,8998	0,2071 ‡
18.	98,3	32,493	1,00063	1,888	6,3	7,1E-05	3 ₈₁ ↗	279,8747	0,1691 ‡
19.	105,0	32,497	1,00016	1,888	10,0	7,6E-05	7 ₈₁ ↗	279,9207	0,1963 ‡
20.	109,5	32,496	0,99995	1,888	7,4	6,9E-05	4 ₈₀ ↗	279,9249	0,1924 ‡
21.	115,2	32,493	0,99960	1,888	6,3	5,6E-05	3 ₇₈ ↗	279,9342	0,1877 ‡
22.	121,2	32,498	1,00018	1,888	8,9	1,1E-04	6 ₈₁ ⇔	279,9103	0,1868 ‡
23.	128,2	32,488	1,00066	1,888	10,8	1,1E-04	8 ₇₈ ↗	279,8907	0,1862 ‡
24.	135,5	32,495	1,00021	1,888	9,4	4,9E-05	6 ₇₉ →	279,8856	0,1633 ‡
25.	143,5	32,496	1,00058	1,888	6,7	4,9E-05	5 ₄₀ →	279,8952	0,1875 ‡

*[Die Messung N° 5 wurde durch den Prüfer von den Ergebnissen ausgenommen.]

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

- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht ($H=0$ mm). Die zu $F_{korr.}$ nachgestellten Zeichen '°†' oder '‡' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('°' für Dichtemesswerte nach klassischem Verfahren, '‡' für absolute Werte mit Drift- und Meniskuseliminierung (Patentverfahren)). '†' steht für 'übertragene Korrekturkraft')

• 5. 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 ± 0,00025 g, ~volumen 4,060751 ± 0,0002 cm³, ~durchmesser 13,018 ± 0,001 mm, ~länge 43,002 ± 0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 48,735·10⁻⁶K⁻¹. g).

Messzylindersuspension: Querschnitt 0,0115 mm², Umfang 0,38 mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (drift- und fehlerfreie Dichtemessung).

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser 16,0005 ± 0,005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 9,2·10⁻⁶K⁻¹.

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: $\zeta = 1,36$.

Individuelle Werte: l). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 73,6 mm, max. Bewegstrecke in der Phase: 30,6 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die relative Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde als Mittelwert der relativen Messunsicherheit der Einzelmessungen ermittelt und beträgt 1,9%; die n). Messunsicherheit der Dichte ± 0,00077 g/cm³ stammt von der Varianz der Regressionsfunktion.

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

Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(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°23926 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured basal raw data)

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde 0,1 Stunden vor dieser Messung von *Labor* justiert.

IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,00 g/cm³, Luftdichte ρ_{air} vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s².

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001 K, Messunsicherheit ±0,01 K, R° 100.0056 Ω , Kalibrierintervall 30 min (BN°1, -41/200°C, 3S, FS15,8, Korrekturfunktion: -0,0027 + 0,997591· ϑ + 2,20165E-05· ϑ^2 - 4,78431E-08· ϑ^3). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.4.29, LizenzN° *3037-4759*, W. 6.2,9200- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
7,4	56,6	21,71	95,43	1,12129

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

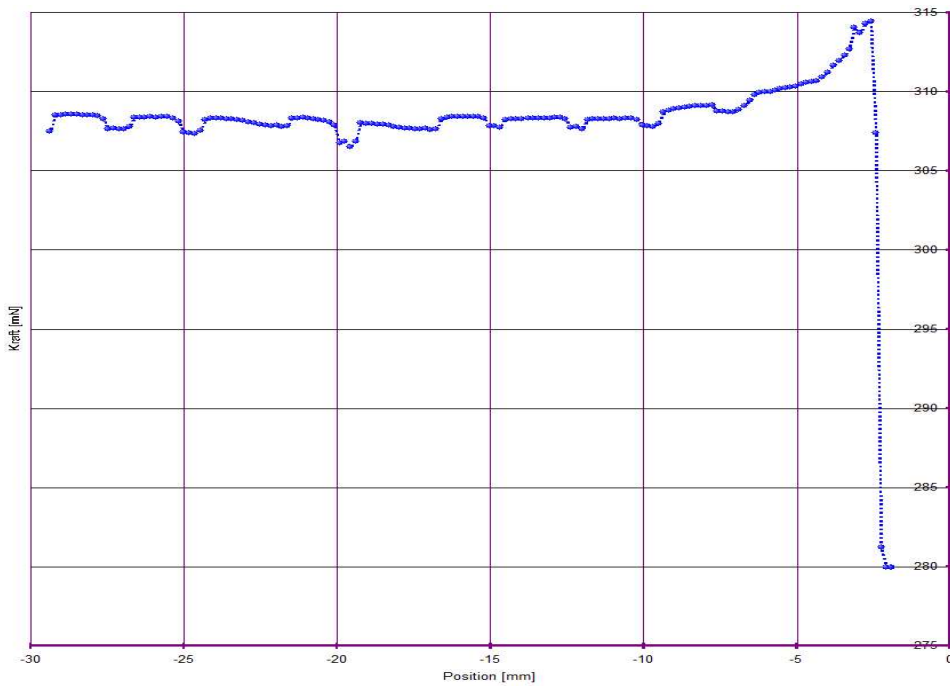
Kommentar/Bewertung/Interpretation:

Messkurve/Messwert 8 - mit Resonanz oder "μ-Brüchigkeit" (3.25 Pa, 12.23/s). Die Präzision der Dichtemessung wird durch den Yield Stress herabgesetzt.

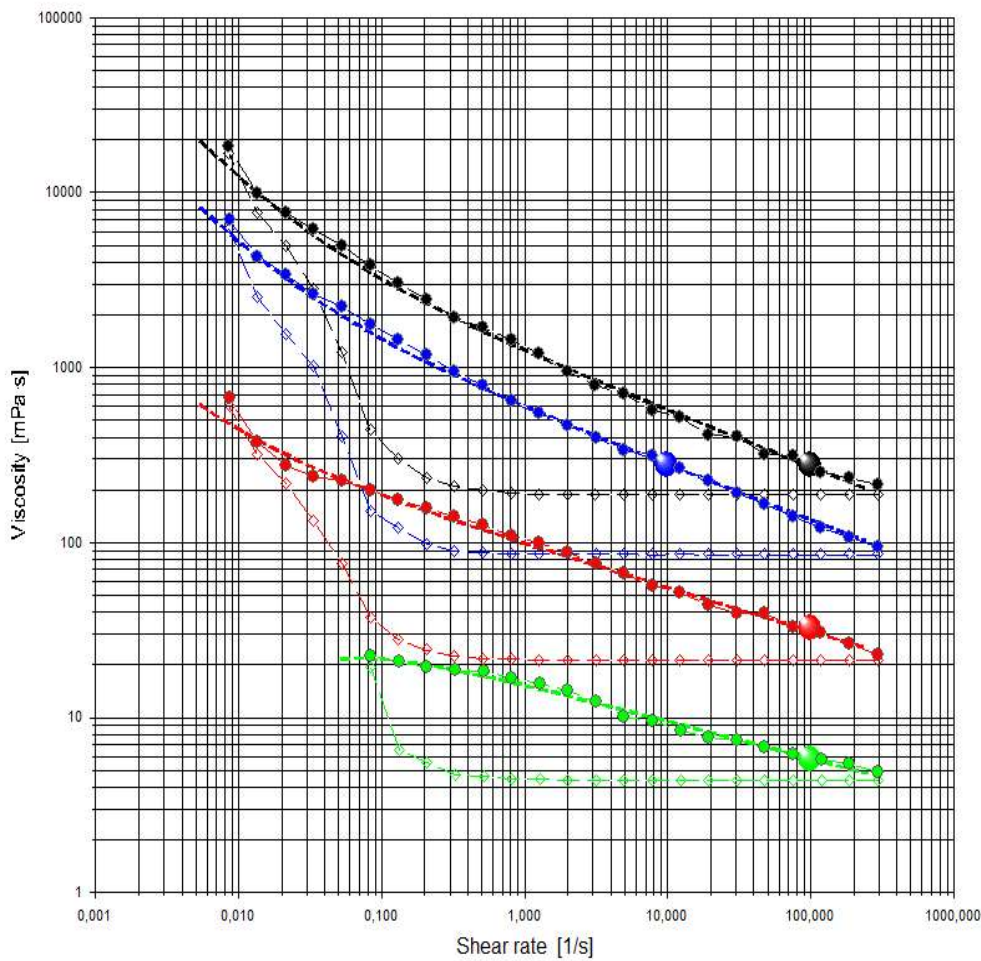
"Nachtägliche Anmerkungen" sind Anmerkungen, die nach Abschluss des Messablaufs angefügt wurden.

Report created & printed by IMETER®

Messkurve mit Verdacht "Struktur-Resonanz"



Rheogramme der selben Probe bei 25°, 32°, 37° und 40°C



Kurven zeigen: Messwerte (Kreis), Kurven des rheo.-Models, Referenzwertangaben (Kugel) und den Verlauf von "Noise" (Rauten).