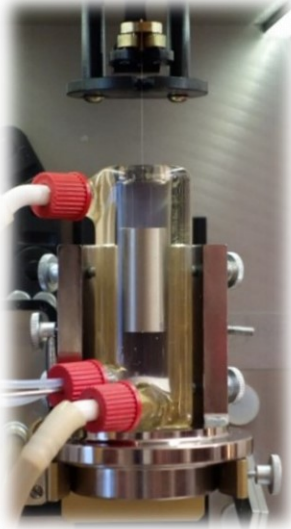


Differenzial-Axio-Rheometer-Funktion / Abhängigkeit der Viskosität von der Scherrate

Fließverhalten von Tensidlösungen



Dieses Beispiel dokumentiert die Messung der Viskosität in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit an dem Haushalts-Spülmittel „Ecover“.

Die Ergebnisse der Messung sind die dynamische und kinematische Viskosität sowie die Dichte der Probe. Das Viskositätsdiagramm im Bericht zeigt die spezifische Anomalie der Substanz, die sich bis zu einer Scherung bis ~5 [1/s] als newtonsch zeigt, um sich dann relativ scharf durch die Scherung zu verflüssigen.

Die Diagramme zur Viskositäts- und Fließkurve führen vor Augen, wodurch sich das seifenartige auszeichnet, dass ab einer gewissen Reibung *Glitschen* auftritt.

Das DiVA-Verfahren hat zahlreiche Vorteile, darunter, dass die Dichte mitgemessen wird, nicht nur eine weitere Kennzahl ist, sondern in Viskositätsmessungen eine intern zur Berechnung notwendige Größe ist; außerdem sichert die Dichte die Probenintegrität und Zusammensetzung!). Die vollständige Auswertung und die Freiheit der Messprogramme erlaubt es, sehr spezifische Effekte aufzudecken.



I-Report (60B87W16312B), IMETER / ©MSB

ID N° 10881 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Geschirrspülmittel (Handelsprodukt)

Produktbezeichnung: "ECOVER"... - direkte Produktmessung.

Results at 24,97°C

Viscosity: $\eta_{(50s^{-1})} = 3274 \pm 43 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 3168 \pm 42 \text{ mm}^2/\text{s}$

2 x 30 shear rates inc. $^{+exp}(0,06 \rightarrow 75) \cdot \text{s}^{-1}$, resolves $K = 5,27 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{0,916}$ and $n = 0,916$ (τ^0 ?)

Density: $\rho = 1,0335 \pm 0,00077 \text{ g/cm}^3$

Report Autogener Prüfbericht mit Erklärungen. Diese sind formatiert wie dieser Text. Nachfolgend eine Erklärung zum Prinzip der Messung:

• 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 0,0604 bis 74,611 /s kommt technisch die Bedeutung von *Oberflächenverlauf* bis etwa *Rühren, stärkerem Mischen* 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-Resultate sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Glaskapillarviskosimeter, Hydrometer, Pyknometer). Referenz M5 DiVA 'https://imeter.de/?view=article&id=73' - **Beispiele & Auftragsmessungen über**

• 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 59-mal gemessen, die Dichte drei-mal. Messdauer 40 Minuten; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum einigermaßen isotherm bei 24,97°C.

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

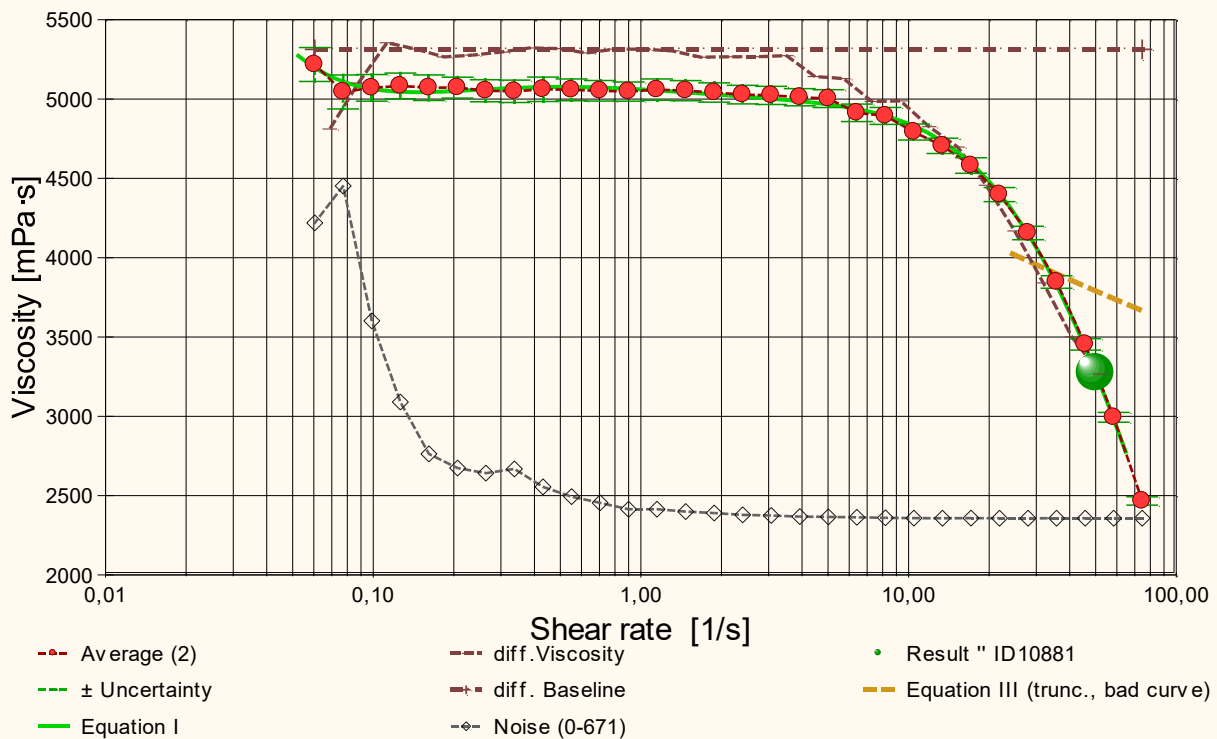
Probentemperatur in Rheometrie-Messung: 24,97 ± 0,01 °C, Zeitbereich: 6,0 bis 33,2 Minuten. Die 59 Viskositätsmesswerte wurden mit 30 unterschiedlichen Scherraten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 0,06037 bis 74,611 s⁻¹ wobei die *scheinbare* Viskosität (η') Werte zwischen 2950 bis 5270 mPa·s erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung 3274 ± 43 mPa·s für $\dot{\gamma}=50$ s⁻¹ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten berechnet:

$$\eta'_{25,0^\circ\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f[\dot{\gamma} [1/\text{s}]] = 5061 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,0084482 - 0,0039909 \cdot \ln(\dot{\gamma}) + 0,0026644 \cdot \ln(\dot{\gamma})^2 - 2,0429 \cdot 10^{-5} \cdot \ln(\dot{\gamma})^3 - 5,4159 \cdot 10^{-4} \cdot \ln(\dot{\gamma})^4)}$$

Gleichung I, $r^2 = 0,99917$, $\sigma \pm 0,0054\%$

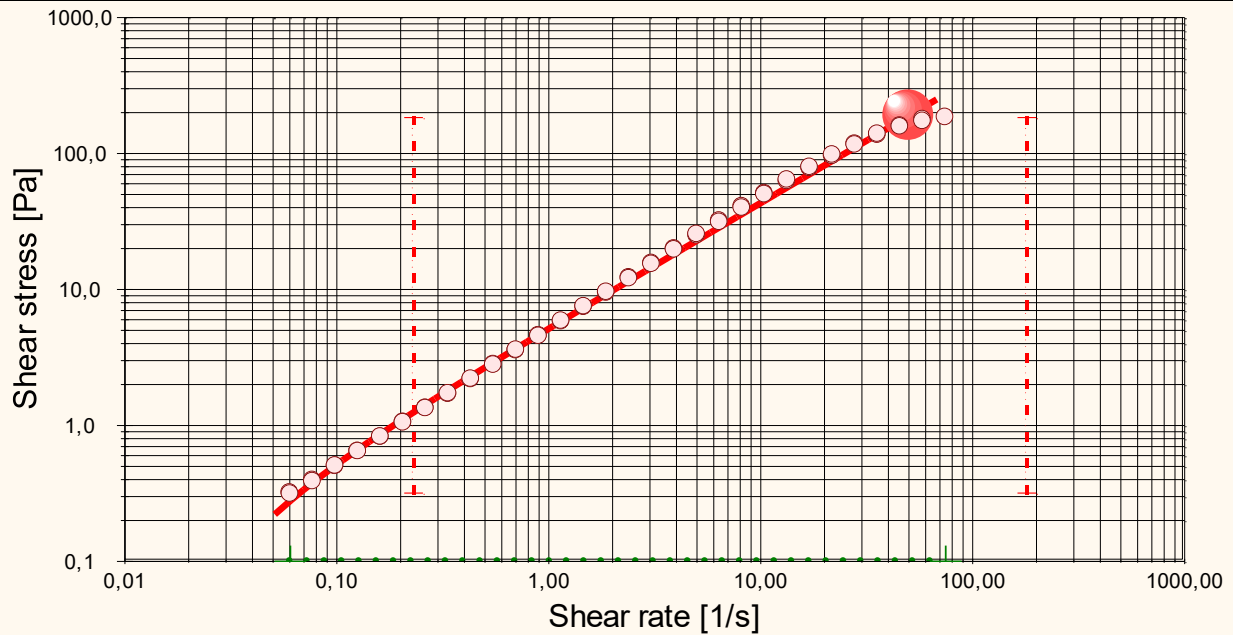
- Es wird von (*scheinbare Viskosität*) gesprochen, da bei nicht-newtonischen Fluiden ein parabelförmiges Strömungsprofil ungewiss ist. - Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird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

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



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Lin-Log", zeigt die Viskositätswerte η' als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ($\pm \sigma$, Tabelle III). Die Ausgangsdaten stammen von einer Messwert-Mittelung über gleiche Scherraten in den zwei durchlaufenen Zyklen. (vgl. *Zeit-Visko-Chart*). Der numerische Differenzenquotient der 30 Scherraten (diff.Viscosity) ist als relative Kurve mit der Basislinie bei $d\eta'/d\ln(\dot{\gamma}) = 0$ eingezeichnet. Der Verlauf zeigt lokal 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)'



- Flow, 25°C, 59 Meas., ID10881
- Point 0,1896 kPa @Rate 50 1/s — 3,791 Pa·s
- min-max (SYS): 0,23/s - 180/s
- ⊕ Tau° = -0,1236 Pa
- PB-CURVED-PLATEAU (OK: Polymer-Adjustment)

- Die dynamische Viskosität ist definiert als das Verhältnis von Schubspannung zu Schergeschwindigkeit ($\eta = \tau / \dot{\gamma}$) und ist für newtonsche Fluide zu allen Verhältnissen von τ und $\dot{\gamma}$ konstant. - Das Diagramm 3, "Fließkurve (log)", zeigt die Lage der einzelnen Messwerte in den Koordinaten von Schergeschwindigkeit und Schubspannung. Der Verlauf markiert die sog. Fließkurve. Zu den Werten ist die Regressionsfunktion (Gleichung II) gemäß eines atypischen Potenzfließgesetzes mit **negativem** τ^0 eingezeichnet.

Die rheologischen Verhältnisse in **Fluid** bei 25°C beschreibt die Gleichung II insgesamt ungenügend:

$$\tau \text{ [Pa]} = -0,1236 + 5,273 \cdot \dot{\gamma}^{0,9158} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,925, \sigma \pm 10\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = -0,1236 \text{ Pa}$), Konsistenz ($K = 5,273 \text{ Pa}$) und Fließindex ($n = 0,9158$) charakterisieren das Fließverhalten der *Fluid*-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus einem angepassten Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Deformation:

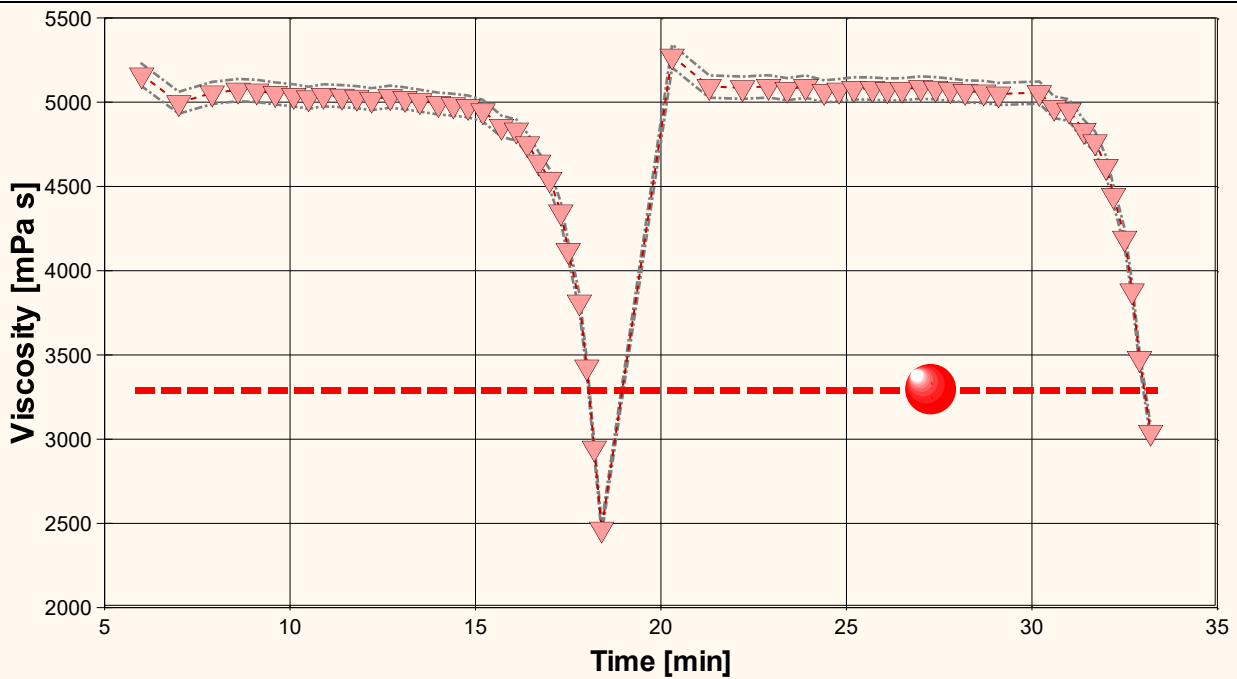
$$\eta' \text{ [Pa·s]} = -0,1236 \cdot \dot{\gamma}^{(-1)} + 5,273 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,08420)} \quad \text{Gleichung III, VK=13% } \sigma_{\text{abs.}} 0,39 \text{ Pa·s}$$

Der Flow-Index n klassifiziert die *Fluid*-Probe: • **dominante Pseudoplastizität**.

- Das System zeigt vernachlässigbare Fließgrenzen; die rheologische Dynamik wird primär durch viskose Dissipation bestimmt.
- **[VORSICHT] Numerisches Artefakt - der berechnete Yield Stress ist negativ.**
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ($\dot{\gamma}$).

- Die Begriffe 'Yield Stress', 'Fließgrenzspannung', 'Fließgrenze' sind synonym, um eine *Rigidität* am quasi ruhenden Fluid zu quantifizieren. - Eine tatsächlich negative Fließgrenze τ^0 würde einen Saugeffekt bzw. negative Viskosität bedeuten. Der Effekt kann bei Messungen auftreten und durch Temperaturgradienten, Konvektion, Sedimentationseffekte, viskoelastische Relaxation etc. verursacht werden oder methodische Schwächen in einer Messung identifizieren. Der Sachverhalte sollte diskutiert bzw. durch eine rheologiekundige Person bewertet werden. Die Nachweisgrenze für Yield Stress oder Null-Viskosität wird mit der IMETER Axio-Rheometrie mutmaßlich um Größenordnungen empfindlicher bestimmt, als es mit *inem* Rotationsrheometer machbar ist.
- <Bitte beachten: die automatisch erzeugten Texte und Gleichungen sind grundsätzlich mit Vorsicht zu betrachten. Verfahren und aufbereitete Ergebnisse erfordern Expertise und fachmenschliche Besprechung.>

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



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

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°10881	t [min]	ϑ [°C]	η' [mPa·s]	v_z [mm/s]	F_z [mN]	τ [Pa]	v_{max} [mm/s]	$\dot{\gamma}$ [s ⁻¹]	Re [Zahl]
1.	6,0	24,98	5160	0,01000	0,9842	0,312	0,0315	0,06048	1,8E-05
2.	7,0	24,98	5000	0,01278	1,2167	0,386	0,0402	0,07723	2,4E-05
3.	7,9	24,98	5060	0,01634	1,5738	0,499	0,0514	0,09874	3,1E-05
4.	8,6	24,98	5070	0,02090	2,0201	0,641	0,0658	0,1263	3,9E-05
5.	9,1	24,98	5070	0,02670	2,5781	0,818	0,0841	0,1614	5,0E-05
6.	9,6	24,98	5050	0,03417	3,2904	1,04	0,108	0,2066	6,4E-05
7.	10,1	24,98	5040	0,04359	4,1874	1,33	0,137	0,2635	8,2E-05
8.	10,5	24,97	5030	0,05572	5,3372	1,69	0,176	0,3368	1,0E-04
9.	10,9	24,98	5040	0,07127	6,8477	2,17	0,224	0,4308	1,3E-04
10.	11,4	24,98	5040	0,09110	8,7429	2,77	0,287	0,5507	1,7E-04
11.	11,8	24,97	5030	0,1164	11,1553	3,54	0,367	0,7035	2,2E-04
12.	12,2	24,97	5020	0,1488	14,2346	4,52	0,469	0,8997	2,8E-04
13.	12,7	24,97	5030	0,1901	18,2372	5,78	0,599	1,149	3,6E-04
14.	13,1	24,98	5020	0,2431	23,2730	7,38	0,766	1,470	4,6E-04
15.	13,5	24,97	5009	0,3108	29,6655	9,409	0,9788	1,8786	5,86E-04
16.	14,0	24,97	4992	0,3972	37,7934	11,99	1,251	2,4011	7,52E-04
17.	14,4	24,97	4985	0,5077	48,2333	15,30	1,599	3,0690	9,62E-04
18.	14,8	24,98	4975	0,6490	61,5307	19,52	2,044	3,9231	0,00123
19.	15,2	24,98	4949	0,8295	78,2435	24,82	2,613	5,0143	0,00158
20.	15,7	24,98	4857	1,060	98,1372	31,13	3,339	6,4092	0,00206
21.	16,1	24,97	4835	1,355	124,8828	39,61	4,268	8,1923	0,00265
22.	16,4	24,97	4753	1,732	156,8996	49,77	5,456	10,471	0,00344
23.	16,7	24,98	4645	2,214	196,0266	62,18	6,974	13,385	0,00450
24.	17,0	24,97	4543	2,830	245,0375	77,72	8,914	17,108	0,00589
25.	17,3	24,97	4349	3,617	299,8033	95,09	11,39	21,867	0,00786
26.	17,5	24,97	4120	4,624	363,0465	115,2	14,56	27,953	0,0106
27.	17,8	24,98	3814	5,911	429,5862	136,3	18,62	35,730	0,0146
28.	18,0	24,97	3428	7,555	493,6068	156,6	23,80	45,670	0,0208
29.	18,2	24,97	2947	9,657	542,2802	172,0	30,41	58,373	0,0310
30.	18,4	24,98	2466	12,34	580,1902	184,0	38,87	74,611	0,0473
31.	20,3	24,98	5270	0,009987	1,0038	0,318	0,0315	0,06037	1,8E-05
32.	21,3	24,97	5090	0,01277	1,2392	0,393	0,0402	0,07717	2,4E-05

33.	22,2	24,97	5090	0,01634	1,5842	0,502	0,0515	0,09879	3,0E-05
34.	22,9	24,97	5090	0,02088	2,0274	0,643	0,0658	0,1262	3,9E-05
35.	23,4	24,97	5080	0,02672	2,5853	0,820	0,0842	0,1615	5,0E-05
36.	23,9	24,97	5090	0,03415	3,3148	1,05	0,108	0,2064	6,3E-05
37.	24,4	24,97	5060	0,04358	4,2065	1,33	0,137	0,2635	8,1E-05
38.	24,8	24,98	5070	0,05573	5,3870	1,71	0,176	0,3369	1,0E-04
39.	25,2	24,97	5080	0,07127	6,9032	2,19	0,224	0,4308	1,3E-04
40.	25,7	24,97	5080	0,09108	8,8193	2,80	0,287	0,5506	1,7E-04
41.	26,1	24,97	5070	0,1164	11,2580	3,57	0,367	0,7036	2,2E-04
42.	26,5	24,97	5077	0,1488	14,3978	4,567	0,4687	0,89953	2,77E-04
43.	27,0	24,97	5090	0,1902	18,4343	5,85	0,599	1,149	3,5E-04
44.	27,4	24,97	5080	0,2431	23,5503	7,47	0,766	1,470	4,5E-04
45.	27,8	24,96	5070	0,3108	30,0513	9,53	0,979	1,879	5,8E-04
46.	28,2	24,97	5064	0,3972	38,3352	12,16	1,251	2,4011	7,42E-04
47.	28,7	24,97	5061	0,5077	48,9701	15,53	1,599	3,0688	9,49E-04
48.	29,1	24,97	5049	0,6489	62,4397	19,80	2,044	3,9226	0,00122
49.	30,2	24,96	5057	0,8295	79,9443	25,36	2,613	5,0144	0,00155
50.	30,6	24,97	4970	1,060	100,4290	31,85	3,339	6,4091	0,00202
51.	31,0	24,97	4953	1,355	127,9150	40,57	4,268	8,1920	0,00259
52.	31,4	24,97	4832	1,732	159,5306	50,60	5,456	10,471	0,00339
53.	31,7	24,97	4765	2,214	201,0879	63,78	6,974	13,386	0,00440
54.	32,0	24,97	4619	2,830	249,1740	79,03	8,914	17,109	0,00580
55.	32,2	24,97	4447	3,618	306,5903	97,25	11,39	21,868	0,00770
56.	32,5	24,97	4193	4,624	369,4694	117,2	14,56	27,952	0,0104
57.	32,7	24,97	3880	5,911	437,1048	138,6	18,62	35,730	0,0144
58.	32,9	24,97	3479	7,555	500,9039	158,9	23,79	45,668	0,0205
59.	33,2	24,97	3041	9,656	559,6113	177,5	30,41	58,372	0,0300
[60.	33,4	24,97	2475	12,34	582,1002	184,6	38,88	74,612	0,0472]*

*[Die Messung N° 60 wurde durch den Prüfer von der mathematischen Betrachtung abgekoppelt.]

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

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte *F_z* angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft (*F_w*) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder (*F_ρ*) und Aufhängung (*F_{hp}*), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes (*F_ζ*), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (*F_η*), die rekursiv bestimmt wird.

Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus $F_z = F_w - F_\rho - F_{hp} - F_\zeta - F_{\eta}$. 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 *γ*, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	<i>F_w</i>	<i>σ_{Fw}</i>	<i>σ_{Fw rel}</i>	<i>F_ρ</i>	<i>F_{hp}</i>	<i>F_ζ</i>	<i>F_η</i>	N/n
-- Alle Werteinträge in [mN] --								
Datenauswahl								
1.	187,1588	0,0181	97 ppm	186,1881	0,0160	3,04E-08	0,00243	46/95
2.	187,3918	0,0209	0,11‰	186,1881	0,0160	4,95E-08	0,00301	45/94
3.	187,7499	0,0170	90 ppm	186,1881	0,0159	8,10E-08	0,00389	37/92
4.	188,1973	0,0223	0,12‰	186,1881	0,0160	1,33E-07	0,00500	43/90
5.	188,7567	0,0286	0,15‰	186,1881	0,0160	2,16E-07	0,00637	41/86
6.	189,4707	0,0197	0,10‰	186,1881	0,0159	3,54E-07	0,00813	33/84
7.	190,3699	0,0385	0,20‰	186,1881	0,0160	5,76E-07	0,0104	39/85
8.	191,5225	0,0444	0,23‰	186,1881	0,0160	9,42E-07	0,0132	30/84
9.	193,0368	0,0748	0,39‰	186,1881	0,0161	1,54E-06	0,0170	40/84
10.	194,9367	0,0789	0,40‰	186,1881	0,0161	2,52E-06	0,0218	41/85
11.	197,3552	0,0826	0,42‰	186,1881	0,0162	4,11E-06	0,0280	41/85
12.	200,4423	0,0958	0,48‰	186,1881	0,0162	6,72E-06	0,0358	38/84
13.	204,4552	0,159	0,78‰	186,1881	0,0164	1,10E-05	0,0463	42/85
14.	209,5042	0,161	0,77‰	186,1881	0,0165	1,79E-05	0,0596	40/84
15.	215,9137	0,1810	0,84‰	186,1881	0,01669	2,93E-05	0,0767	39/84
16.	224,0638	0,2381	0,11%	186,1881	0,01693	4,79E-05	0,0992	41/84
17.	234,5313	0,2401	0,10%	186,1881	0,01695	7,82E-05	0,127	33/84
18.	247,8691	0,2422	0,098%	186,1881	0,01759	1,28E-04	0,168	41/84
19.	264,6334	0,4250	0,16%	186,1881	0,01811	2,09E-04	0,220	40/84
20.	284,5969	0,4720	0,17%	186,1881	0,01908	3,41E-04	0,290	29/83
21.	311,4237	0,5948	0,19%	186,1881	0,01918	5,57E-04	0,371	25/79
22.	343,5490	0,6376	0,19%	186,1881	0,01973	9,10E-04	0,480	16/74
23.	382,8150	0,1328	0,35‰	186,1881	0,02037	0,00149	0,619	6/70

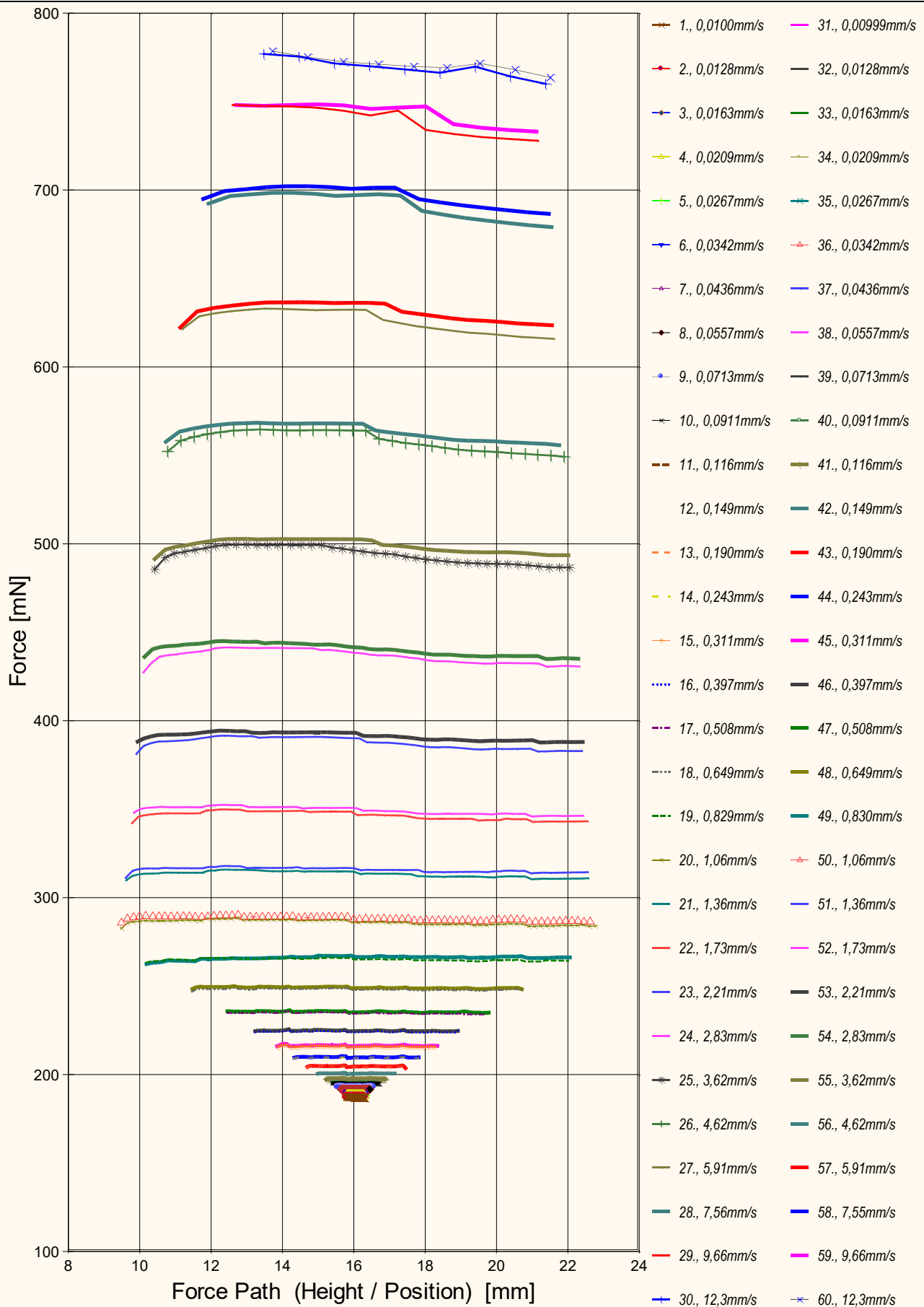
24.	431,9620	0,8251	0,19%	186,1881	0,01984	0,00243	0,754	13/63
25.	486,9292	0,3205	0,66‰	186,1881	0,02052	0,00397	0,954	3/49
26.	550,3762	0,4649	0,84‰	186,1881	0,02052	0,00649	1,16	3/39
27.	617,1263	0,7307	0,12%	186,1881	0,02044	0,0106	1,36	3/31
28.	681,3650	1,341	0,20%	186,1881	0,02055	0,0173	1,57	3/25
29.	730,1965	1,428	0,20%	186,1881	0,02045	0,0283	1,72	3/20
30.	768,1598	1,842	0,24%	186,1881	0,01950	0,0462	1,75	3/17
31.	187,2068	0,0132	70 ppm	186,2164	0,0159	3,03E-08	0,00248	41/86
32.	187,4427	0,0209	0,11‰	186,2164	0,0160	4,95E-08	0,00306	44/94
33.	187,7885	0,0200	0,11‰	186,2164	0,0160	8,11E-08	0,00392	44/92
34.	188,2329	0,0236	0,13‰	186,2164	0,0160	1,32E-07	0,00501	43/90
35.	188,7921	0,0303	0,16‰	186,2164	0,0160	2,17E-07	0,00639	42/87
36.	189,5234	0,0301	0,16‰	186,2164	0,0160	3,54E-07	0,00819	32/84
37.	190,4173	0,0350	0,18‰	186,2164	0,0160	5,77E-07	0,0104	37/85
38.	191,6007	0,0541	0,28‰	186,2164	0,0160	9,43E-07	0,0133	33/85
39.	193,1207	0,0772	0,40‰	186,2164	0,0161	1,54E-06	0,0172	40/84
40.	195,0416	0,0751	0,39‰	186,2164	0,0161	2,52E-06	0,0220	40/84
41.	197,4864	0,0860	0,44‰	186,2164	0,0162	4,12E-06	0,0282	40/84
42.	200,6342	0,08165	0,41‰	186,2164	0,01630	6,73E-06	0,0363	41/85
43.	204,6811	0,146	0,71‰	186,2164	0,0164	1,10E-05	0,0468	42/85
44.	209,8105	0,178	0,85‰	186,2164	0,0165	1,80E-05	0,0603	41/84
45.	216,3289	0,203	0,094%	186,2164	0,0167	2,93E-05	0,0778	38/85
46.	224,6353	0,1828	0,81‰	186,2164	0,01694	4,79E-05	0,101	41/84
47.	235,2989	0,2354	0,10%	186,2164	0,01706	7,83E-05	0,129	36/85
48.	248,8085	0,2121	0,85‰	186,2164	0,01757	1,28E-04	0,170	40/84
49.	266,3676	0,3098	0,12%	186,2164	0,01816	2,09E-04	0,225	40/84
50.	286,9222	0,4312	0,15%	186,2164	0,01900	3,41E-04	0,295	29/82
51.	314,4918	0,3928	0,12%	186,2164	0,01913	5,58E-04	0,379	26/79
52.	346,2306	0,06072	0,18‰	186,2164	0,02036	9,12E-04	0,503	4/73
53.	387,9237	0,09273	0,24‰	186,2164	0,02050	0,00149	0,638	5/68
54.	436,1357	0,6699	0,15%	186,2164	0,01976	0,00243	0,763	14/63
55.	493,7649	0,3154	0,64‰	186,2164	0,02052	0,00398	0,975	3/49
56.	556,8417	0,3507	0,63‰	186,2164	0,02044	0,00650	1,17	3/39
57.	624,6943	0,7028	0,11%	186,2164	0,02042	0,0106	1,38	3/31
58.	688,7094	1,258	0,18%	186,2164	0,02052	0,0173	1,59	3/25
59.	747,3762	1,090	0,15%	186,2164	0,01775	0,0283	1,54	5/20
[60.	770,1799	1,228	0,16%	186,2164	0,02038	0,0463	1,84	3/17]*

*[Die Messung N° 60 wurde durch den Prüfer von der mathematischen Auswertung abgekoppelt.]

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_c Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (*Kinetische Energie-Korrektur*) [mN], F_{η} 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_c die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-)Kapillarviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_c = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

→ 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. Abweichungen oder *Kurven-Störungen* betreffen die Angaben zu *Noise* und Messunsicherheit Σ_σ . Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 2,07 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 18,3 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [µN/mm]	H _{Start} [mm]	L _{Cη} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [µm]	Ø _{Zyl.} [mm]	L _{Zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
1.	567	15,795	0,499	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	118	2,3%
2.	630	15,795	0,500	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	107	2,1%
3.	387	15,795	0,500	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	80	1,6%
4.	229	15,795	0,504	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	80	1,6%
5.	116	15,795	0,502	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	79	1,6%
6.	84,4	15,789	0,512	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	61	1,2%
7.	98,0	15,719	0,658	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	71	1,4%
8.	85,7	15,628	0,834	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	67	1,3%
9.	64,5	15,512	1,066	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	76	1,5%
10.	43,9	15,364	1,377	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	69	1,4%
11.	30,8	15,174	1,754	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	64	1,3%
12.	19,6	14,931	2,235	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	62	1,2%
13.	17,5	14,622	2,882	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	68	1,4%
14.	13,2	14,227	3,647	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	62	1,2%
15.	11,4	13,721	4,656	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	60	1,2%
16.	7,38	13,075	5,967	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	60	1,2%
17.	5,64	12,251	7,588	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	57	1,1%
18.	3,47	11,193	9,729	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	54	1,1%
19.	3,06	9,847	12,406	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	57	1,2%
20.	1,94	9,136	13,952	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	55	1,1%
21.	0,970	9,139	13,837	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	54	1,1%
22.	0,705	9,141	13,931	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	52	1,1%
23.	0,0691	9,163	13,892	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	47	1,0%
24.	0,407	9,153	14,015	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	49	1,1%
25.	0,0545	9,186	13,949	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	44	1,0%
26.	0,0706	9,229	14,053	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	42	1,0%
27.	0,0828	9,210	14,174	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	39	1,0%
28.	0,120	9,354	14,453	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	36	1,1%
29.	0,106	9,408	14,649	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	31	1,1%
30.	0,137	9,454	15,626	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	26	1,1%
31.	627	15,795	0,502	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	96	1,8%
32.	712	15,795	0,499	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	107	2,1%
33.	410	15,795	0,500	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	88	1,7%
34.	240	15,795	0,504	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	82	1,6%
35.	144	15,795	0,506	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	82	1,6%
36.	118	15,789	0,512	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	71	1,4%
37.	84,4	15,719	0,661	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	68	1,3%
38.	114	15,628	0,843	2,005	3,18E-04	11,9900	23,5000	74	1,5%
39.	62,2	15,511	1,071	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	78	1,5%
40.	43,5	15,364	1,365	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	68	1,3%
41.	31,6	15,174	1,748	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	65	1,3%
42.	16,9	14,933	2,254	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	59	1,2%
43.	19,1	14,624	2,882	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	66	1,3%
44.	14,0	14,228	3,658	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	65	1,3%
45.	9,71	13,721	4,712	2,005	6,37E-04	11,9900	23,5000	62	1,2%
46.	6,45	13,077	5,957	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	57	1,1%
47.	5,59	12,249	7,682	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	57	1,1%
48.	3,37	11,193	9,709	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	54	1,1%
49.	2,58	9,847	12,457	2,005	6,37E-04	11,9900	23,5000	55	1,1%
50.	1,98	9,125	13,814	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	55	1,1%
51.	1,05	9,139	13,823	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	53	1,1%
52.	0,0329	9,150	13,799	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	49	1,0%
53.	0,0532	9,152	13,926	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	49	1,0%
54.	0,366	9,181	13,959	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	49	1,1%
55.	0,0516	9,186	13,913	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	45	1,0%
56.	0,0513	9,183	13,960	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	43	1,0%
57.	0,0800	9,210	14,115	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	40	1,0%
58.	0,113	9,241	14,490	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	36	1,0%
59.	0,283	9,408	14,610	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	31	1,0%
[60.	0,101	9,454	15,762	2,005	4,78E-04	11,9900	23,5000	26	1,1%]*

*[Die Messung N° 60 wurde durch den Prüfer von den Ergebnissen ausgenommen.]

Tabellensymbole: *Noise* Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen '*Schergradienten Fluktuation*' im Kurvenzug der Messkraft bestimmt. Der Wert ist über die Geschwindigkeit und Messkörper-mantelfläche normiert [µPa/mm], *H_{Start}* Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], *L_{Cη}* 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], \varnothing_{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.

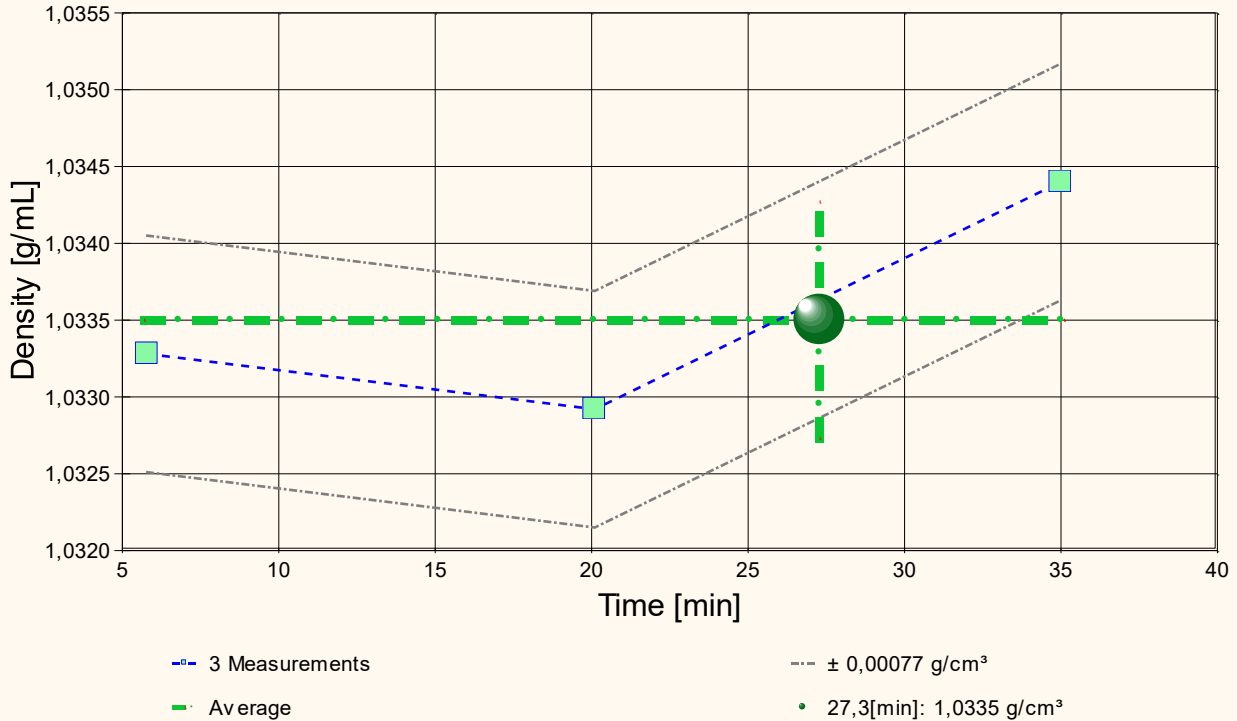
- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Bewegungstrecke dar ($\Delta F/\Delta s$); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise'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

Drei Messwerte; Zeitbereich 6 bis 35 min, Temperatur $\Delta T = 0,01 \text{ K}$ ($\vartheta = 24,98 \pm 0,01^\circ\text{C}$)

Ergebnis: $1,0335 \pm 0,00077 \text{ g/cm}^3$ als Mittelwert. Der Bereich der Messunsicherheit von $\pm 0,00019$ wird überschritten!

- 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	$F_{\text{korr.}}$
IDN°10881	[min]	[°C]	[g/cm³]	[mm]	[s]	[g/cm³]	Werte & Trend	[mN]	[mN], TSymb.
1.	5,8	24,98	1,0333	6,100	2,9	6,0E-04	10	186,188	0,042 ‡
2.	20,1	24,98	1,0329	6,100	3,2	6,8E-04	11	186,216	0,060 ‡
3.	35,0	24,97	1,0344	6,100	2,0	2,7E-04	6	186,204	0,088 ‡

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], $F_{\text{korr.}}$ 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 ($H=0\text{mm}$). Die zu $F_{\text{korr.}}$ 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 **12 /16 DiVA-Std**, b). IdentN° 382, c). Spaltweite 2,005 mm.
d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Axio-Rheometrie. e). Konfigurationstyp DiVA-A ⁽¹⁺⁺⁾.
f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse $21,8282 \pm 0,0002$ g, ~volumen $2,7594 \pm 0,0005$ cm³, ~durchmesser $11,99 \pm 0,002$ mm, ~länge $23,5 \pm 0,01$ mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient $48 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. g). Messzylindersuspension: Querschnitt $0,07069$ mm², Umfang $0,9425$ mm, h). Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).
i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser $16 \pm 0,001$ mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient $30 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$.
j). **Bezugstemperatur:** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C .
k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: $\zeta = 1$.
Individuelle Werte: l). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: $48,7$ mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: $25,2$ mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu $1,3\%$ bestimmt; die ⁿ⁾ Messunsicherheit der Dichte $\pm 0,00077$ 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_η von Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II., und in den jeweiligen Diagrammen eingezeichnet.
Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für \pm (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der Werte.

Programm

Data created during execution of the IMPro "DiVA-A", type 5/0. Messprogramm Abbruch von Benutzer (Zeile 10.)

(the digital twin of process IDN°10881 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured basal raw data)

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZ224-CW) wurde am Vortag dieser Messung von *Labor* justiert.

IMETER ID16405542: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems $0,1$ mg, Messunsicherheit (Linearität) $0,2$ mg, Dichte der Justiermasse $\rho_{\text{cal}} 8,000$ g/cm³, Luftdichte $\rho_{\text{air}} 1,119015$ kg/m³; Schwerebeschleunigung $g 9,80769$ m/s². Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt $0,01$ K, die Unsicherheit $0,03$ K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.6.32, LizenzN° *3037-4759*, W. 5.1-Betriebssystem auf PC Ser.N° unknown! .

Kommentar/Bewertung/Interpretation:

Ein Tensidgemische sind häufig rheologisch sonderbar. Dieses fließt mit zunehmender Scherung newtonisch bis $4/s$ und wird dann auf exponentielle Weise "scher-fluid" (scherverflüssigend). Umgangssprachlich "Das glitscht".

Rheologisch leicht rheopektisches Verhalten indiziert. Die Scherratenwiederholung verläuft auf leicht höherem Viskositätsniveau.

Ein Beispiel dafür, weshalb eine Besprechung von Eigenschaften erforderlich sein kann. -

Report created & printed by IMETER®