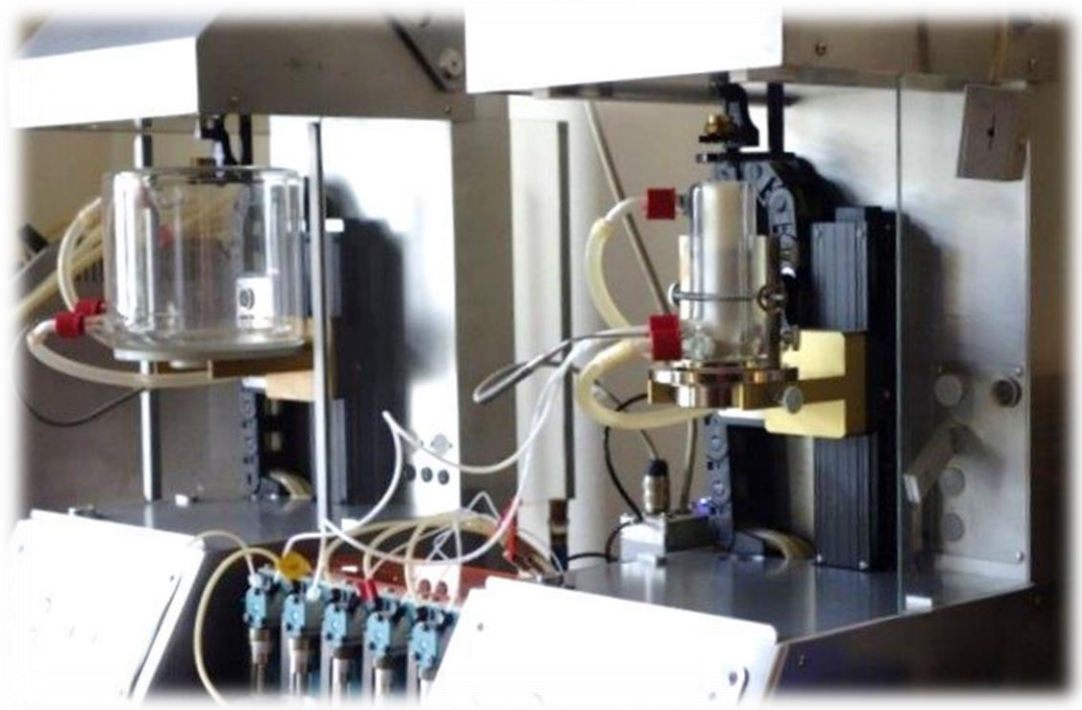
Rheometer-Funktion / Abhängigkeit der Viskosität von der Schergeschwindigkeit

Fließverhalten von Buttermilch



Dieses Beispiel dokumentiert die Messung der scheinbaren Viskosität in Abhängigkeit von der Scherrate an „Buttermilch mit Butterflocken".

Ergebnisse der Messung sind dynamische und kinematische Viskosität, die Fließgrenze, die Dichte und Dichtegradienten der Probe.

Zeitverlauf der wiederholten Scherratensequenz von Viskosität und Dichte zeigen Veränderungen der Probe.

IMETER V.5.5 rev.32

automatic Report (6210D9L16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg

ID N° 11144 - DiVA-Method: Rheological Measurement

Title: **Buttermilch mit Butterflocken**

Remarks:

Buttermilch: Ist eine solche Probe messbar? Verändert sie sich bei der Messung? Wie wirken sich die Butterflocken aus? Fließgrenze? Mögliche Aussage zur Stabilität durch die Bestimmung des Dichtegradienten am Ende der Messung.

-------- Results for **24,99°C** ----------

Viscosity: $\eta_{(18,2/s)}$ = 220 ±u mPa·s, ν = 240 cSt

Flow behavior index 0,3868 (35 shear rates: 0,502 - 90,7/s)

Density: ρ = 0,92070 ±0,0008 g/cm^3

Kinetic coefficient: τ = -41 ·10^{-5}/min

Vertical gradient of density: 3,5%

Report

Hinweis: *Dieser Bericht ist mit Kommentierungen versehen. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text. Nachfolgend wird eine kurze Erklärung zum Prinzip der Messung gegeben:*

1. MESSPRINZIP

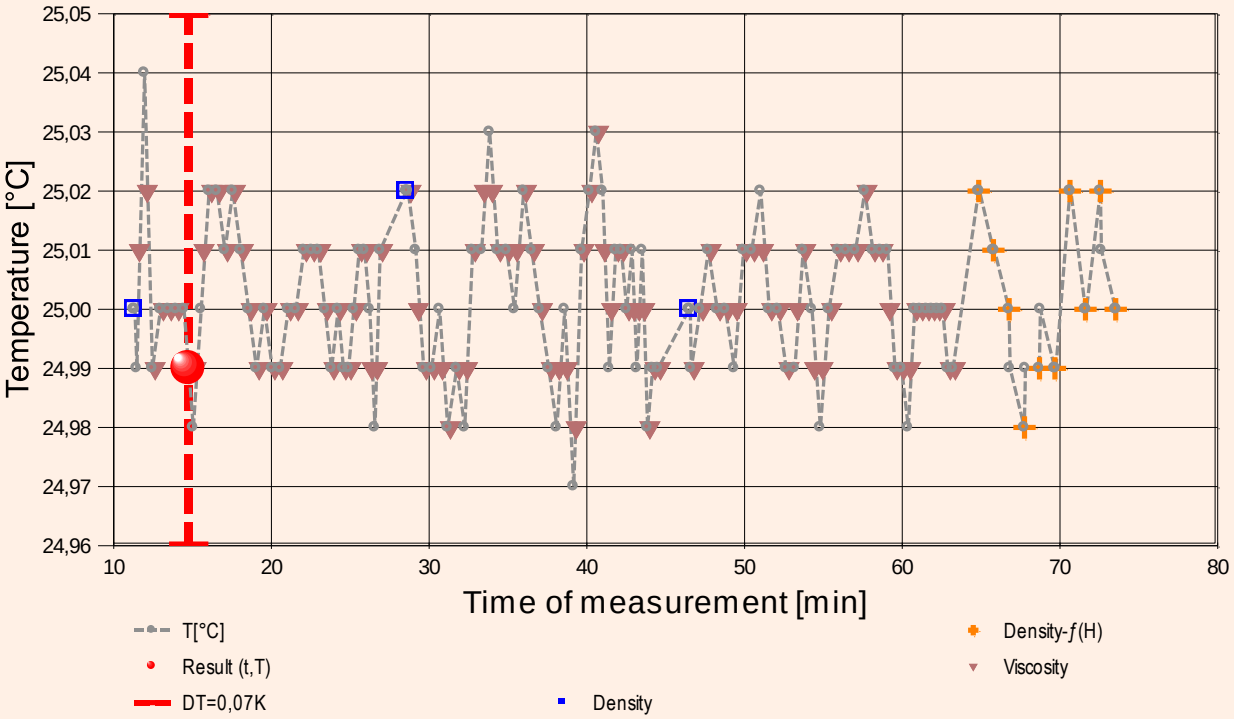
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen mit einem geraden Kreiszylinder (=Messkörper), der sich konzentrisch in einer Röhre mit der Probe befindet. Dabei ist der Messkörper über die Aufhängung an einer Wägezelle angeschlossen. Die *Röhre* ist auf einer Plattform koaxial-konzentrisch zum Messkörper ausgerichtet. Wird die Plattform - also die Röhre - bewegt, so fließt Probe durch den ringförmigen Spalt zwischen Messkörper und Röhre. Dadurch wirkt auf den Messkörper eine zusätzliche Kraft, die durch Strömung und Zähigkeit der Probe hervorgerufen wird. - Über die Beweggeschwindigkeit ergibt sich aus der Geometrie von Röhre und Messzylinder eine entsprechende Zwangsströmung durch den Ringspalt. Strömung, Kraft, Geschwindigkeit und geometrische Verhältnisse gehorchen der analogen

Form des Hagen-Poieseuille'schen Gesetzes für Ringspalte und erlauben unter Berücksichtigung von Aufhängung, Auftriebseffekten und der Strömungskinetik eine ungewöhnlich exakte Berechnung der absoluten Viskosität für Newtonsche Fluide. Für nicht-Newtonschen Flüssigkeiten wird unter gleicher Berechnung die sog. *scheinbare Viskosität* erhalten. Über die Variation der Beweggeschwindigkeit ist die Rheometerfunktion angesprochen - d.h. die Messung der 'Viskosität' in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit. Dem hier durchmessenen Bereich 0,502 bis 90,674 /s kommt technisch die Bedeutung von *Oberflächenverlauf* bis etwa *Rühren, stärkerem Mischen* zu.
Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte *(spezifische Masse, Massekonzentration)* gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist ebenfalls eine temperaturabhängige Stoffkonstante. Die Dichte wird in diesem Verfahren nach der Auftriebsmethode (hydrostatische Wägung) bestimmt: *"Ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) erscheint um so viel leichter, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt."* Damit aus der Auftriebskraft der Dichtewert definitiv berechnet werden kann, ist die Bestimmtheit des von Temperatur und Druck abhängenden Messkörpervolumens evident - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung -
Wird der vertikale Ort der Dichtemessung verändert - d.h. der Messkörper in verschiedene Höhen in der Röhre zur Messung der Dichte bewegt, kann die vertikale Dichteänderung - d.h. der Dichtegradient - gemessen werden.
* DiVA-Messungen sind rein metrologisch. Die Ergebnisse sind rückführbar. Die im nachfolgenden Bericht aufgeschlüsselten Mess- und Normaldaten beschreiben das Zustandekommen der Resultate sehr weitgehend. Ergebnisse der DiVA-Messungen zeigen keine prinzipiellen Abweichungen zu Resultaten, die durch den Einsatz klassischer Referenzverfahren wie Glaskapillarviskosimeter oder Pyknometer gewonnen werden können. *

2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 105 mal gemessen, die Dichte drei mal sowie ein Dichtegradient.
Messdauer eine Stunde; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum nicht immer isotherm bei 24,99°C.

¬ Diagramm 1: Die Temperatur im Verlauf der Messung -



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 und orange Kreuze für Auftriebsmessungen für die Bestimmung von Dichtegradienten. sowie ein Dichtegradient.

3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

Temperaturangabe der rheologischen Messung: 25,00 ±0,01 °C, Zeitbereich: 11,6 bis 63,4 Minuten.
Die 105 *Viskositätsmesswerte* wurden mit 35 unterschiedlichen Scherraten ($\gamma^{\bullet}$) ermittelt. Diese überdecken den Bereich von 0,5023 bis 90,674 s^{-1} wobei die *scheinbare* Viskosität (η') Werte zwischen 79,2 bis 2430 mPa·s erreicht.
Die Ergebnisangabe der Messung (223,5 ±1500 mPa·s) ist für $\gamma^{\bullet}$=18,2 s^{-1} angegeben; sie wird aus der folgenden Regressionsgleichung bestimmt:

$$\eta'_{25°C}\,[\text{mPa·s}] = f(\gamma^{\bullet}[1/s]) = 1231{,}0 \cdot \gamma^{\bullet\,(-0{,}66197 + 0{,}15153\cdot\ln(\gamma^{\bullet}) - 0{,}066608\cdot\ln(\gamma^{\bullet})^2 + 7{,}9864\cdot10^{-3}\cdot\ln(\gamma^{\bullet})^3)}$$

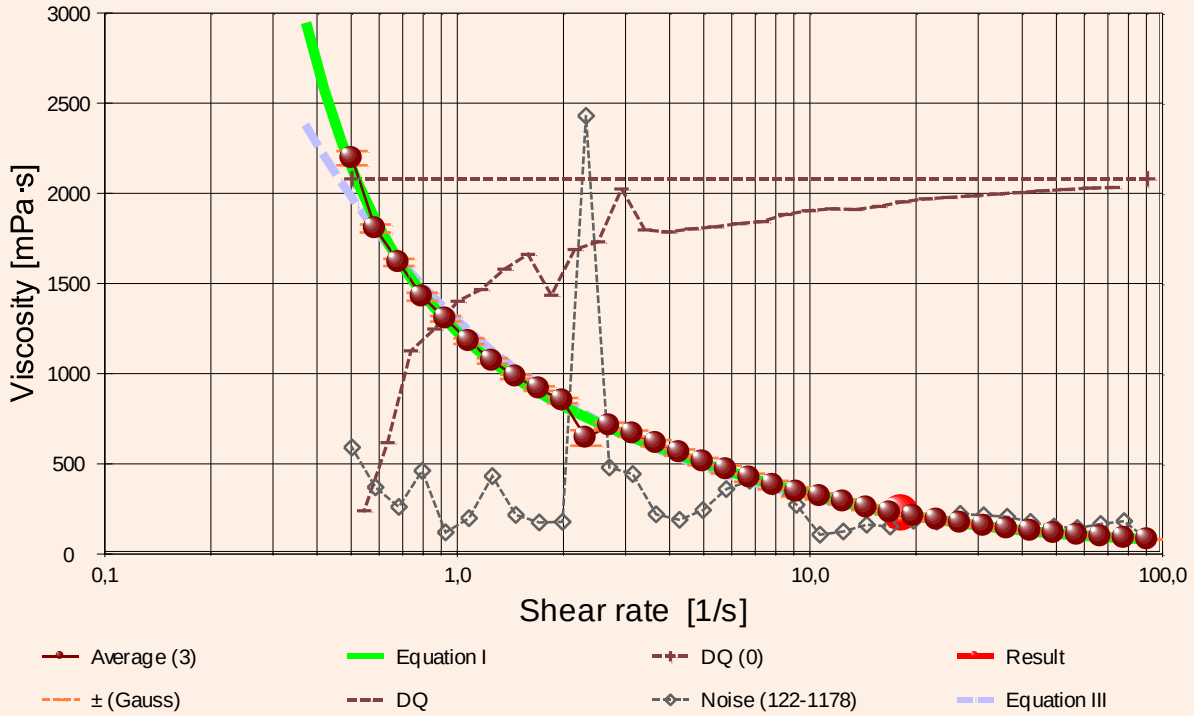
Gleichung I, r^2= 0,9988, $s_{rel.}$= ±3,64%

*Die Regressionsgleichung steht für die Abbildung der Wertemenge. Der Ausdruck η(x) = 1231,0*γ˙ ^(-0,66197 +0,15153*log(γ˙) -0,066608*log(γ˙)^2 +7,9864E-3*log(γ˙)^3) kann z.B. hier heraus kopiert und z.B. in Excel eingefügt werden, um diese "Eigenschaft" (in den Grenzen der Scherraten) für Simulationen oder Diagramme zu verwenden. Wegen mitunter sehr großen Spannen der Viskositätswerte wird hier zur Qualitätsangabe der Regressionsgleichung die mittlere relative Standardabweichung der Messwerte zur Regressionsgleichung verwendet: $s_{rel.}$=100%·√s² / x (Wurzel der Varianz durch Mittelwert mal 100%) = 3,64%. Für den Angabewert entspricht diese Streuung ±8,1 mPa·s. Aus der Gleichung wird der Gradient, d.h. die Änderung der Viskosität mit einer Änderung der Schergeschwindigkeit um eine Einheit für den Ergebniswert angegeben. Er beträgt in Richtung zunehmender Deformation absolut -8,1 mPa s² bzw. relativ, wie angegeben, -3,6%.*

Der mittlere relative Fehler aus der Gauss'schen Fehlerfortpflanzung der geometrischen und sensorischen Unsicherheiten bzgl. Zylinder, Röhre, Geschwindigkeit und der jeweils gemessenen Kräfte beträgt 650 % und für den Angabewert damit 1500 mPa·s.

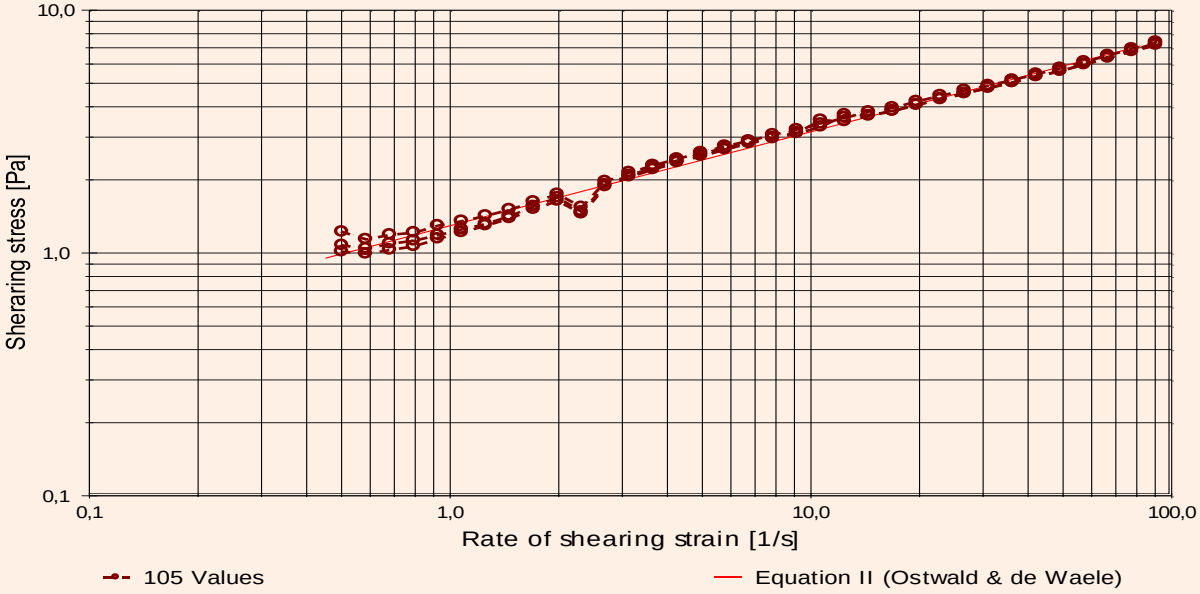
Zum Angabewert bei 18,2 s^{-1} beträgt der relative Gradient -3,6%. Hier liegt Strukturviskosität vor. Neben dem Fließindex wird dieser Umstand auch durch den Mittelwert der numerisch berechneten Differenzenquotienten von η' und $\gamma^{\bullet}$ bestätigt: $\Delta\eta'/\Delta\mathrm{Ln}(\gamma^{\bullet})$ = -407.

¬ Diagramm 2: Viskosität in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit -



Das Diagramm 2, "Visko-kurve", zeigt die Viskositätswerte als kugelförmige Markierungen. Senkrechte gestrichelte Linien markieren den sie umgebenden Bereich der Fehlerfortpflanzung ('± (Gauss)'). Der numerische Differenzenquotient ('DQ'), der die Änderung der η'-Kurvensteigung mit der Schergeschwindigkeit zum Ausdruck bringt, ist mit Linien eingezeichnet und der Nullbezug ('DQ (0)') in in gleicher Markierungsart gezeichnet <ohne Ordinatenbezug skaliert>. Der Wertebereich umfasst -2550 bis 444 Einheiten. Mit rautenförmigen Marken wird eine verborgene Qualität der Messwerte dargestellt: 'Noise' bzw. "Rauigkeit". Sie ergibt sich aus den absoluten Differenzenqutotienten der einem Viskositätswert zu Grunde liegenden einzelnen Kraftmesswerte in der (stationären) Messkurve. Je größer dieser Wert ist, desto deutlicher sind Sprünge in der Messkraft aufgetreten. Hier betragen die Extremwerte (ordinal skaliert) 122 und 1180µN/m (auch µJ/m² - in der Dimension einer Flächenenergie). Spitzenwerte zeigen somit eine Deformation an, bei der die Probe besonders "körnig" wirkt. -- Die zwei Regressionsgraphen nach Gleichung I und Gleichung III zeigen im Diagramm die mathematischen Näherungen an die Messwerte.

¬ Diagramm 3: Verhältnis von Schubspannung und Schergeschwindigkeit -



Die dynamische Viskosität ist definiert als das Verhältnis von Schubspannung zu Schergeschwindigkeit "η = τ / γ"; sie ist für newtonsche Fluide für alle Verhältnisse von τ und γ konstant. - Das Diagramm 3,"Fliesskurve", 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 dem Potenzgesetz bzw. dem Fließgesetz nach W. Ostwald und de Waele in 'Fehlerbreite' eingezeichnet.

Konsistenz (1300 mPa·s) und *Fließindex* (0,3868) ergeben sich aus dem Ostwald & de Waele Fließgesetz *konventionell* aus der Gleichung von Schubspannung (τ) und Scherung (γ):

τ [Pa] = 1,295 · $\gamma^{\bullet\,(0,3868)}$ Gleichung II, r^2= 0,9954

Es ergibt sich daraus die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Scherung:

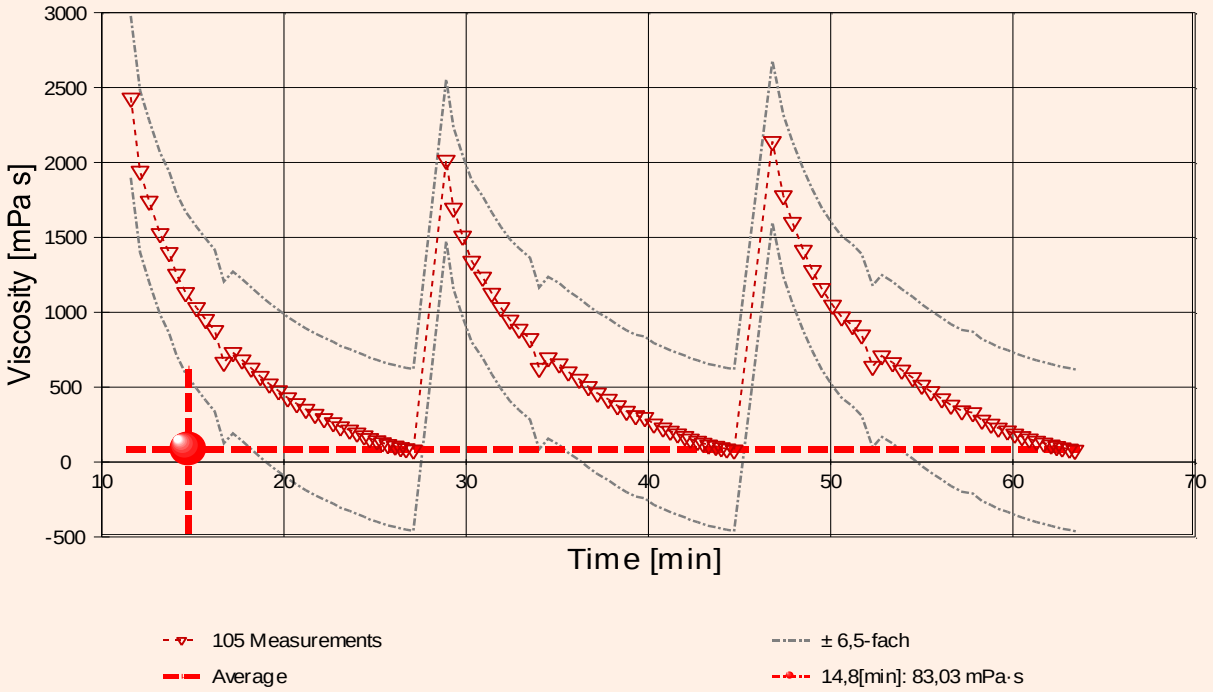
η' [mPa·s] = 1295 · $\gamma^{\bullet\,(-0,6132)}$ Gleichung III, $s_{rel.}$= ±5,92%

Aus dem Achsenabschnitt der Fließkurve kann die Fließgrenze zu 0,99 Pa angegeben werden.

Die Fließgrenze bedeutet anschaulich, dass eine ruhende Last von ~ 0,1 kg, die auf eine Fläche von 1 m² der Probe wirkt, darin nicht versinken würde.

<Bitte beachten: die automatisch erzeugten Texte und Gleichungen sind grundsätzlich mit Vorsicht zu betrachten. Die hier aufbereiteten Messdaten sind von einem Fachmann zu sichten und zu kommentieren.>

¬ Diagramm 4: Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte -



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. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

3.1. Tabelle 1, Daten der Viskositätsmessung

Die gegebenen Zusammenhänge beruhen auf Ableitungen der ermittelten Messdaten - Tabelle 1 stellt dazu Eingangs- und Ergebnisdaten zur Verfügung.

N°	t	T	η.	v_z	F_z.	τ	$v_{max.}$	$\gamma^{\bullet}$	Re
1.	11,6	25,01	2430	0,0831	3,8492	1,22	0,262	0,5025	2,9E-4
2.	12,1	25,02	1942	0,0969	3,5848	1,137	0,3051	0,58551	4,20E-4
3.	12,6	24,99	1740	0,113	3,7469	1,19	0,356	0,6823	5,5E-4
4.	13,2	25,00	1530	0,131	3,8221	1,21	0,414	0,7947	7,3E-4
5.	13,7	25,00	1399	0,153	4,0860	1,296	0,4825	0,92612	9,22E-4
6.	14,1	25,00	1250	0,179	4,2655	1,35	0,562	1,079	1,2E-3
7.	14,6	24,99	1130	0,208	4,4848	1,42	0,655	1,257	1,5E-3
8.	15,2	24,99	1030	0,242	4,7598	1,51	0,763	1,465	2,0E-3
9.	15,7	25,01	952	0,282	5,1184	1,62	0,889	1,706	2,5E-3
10.	16,2	25,02	878	0,329	5,5054	1,75	1,04	1,988	3,2E-3
11.	16,7	25,02	666	0,383	4,8634	1,54	1,21	2,316	4,9E-3
12.	17,2	25,01	731	0,446	6,2160	1,97	1,41	2,699	5,2E-3
13.	17,7	25,02	682	0,520	6,7629	2,15	1,64	3,144	6,4E-3
14.	18,2	25,01	627	0,606	7,2363	2,30	1,91	3,663	8,2E-3
15.	18,7	25,00	572	0,706	7,7012	2,44	2,22	4,268	0,01
16.	19,2	24,99	521	0,823	8,1640	2,59	2,59	4,973	0,013
17.	19,7	25,00	476	0,958	8,6934	2,76	3,02	5,794	0,017
18.	20,2	24,99	429	1,117	9,1330	2,90	3,52	6,750	0,022
19.	20,7	24,99	390	1,301	9,6764	3,07	4,10	7,865	0,028
20.	21,2	25,00	352	1,516	10,1614	3,22	4,77	9,163	0,036

21.	21,7	25,00	319	1,766	10,7207	3,40	5,56	10,68	0,047
22.	22,2	25,01	290	2,058	11,3763	3,61	6,48	12,44	0,06
23.	22,7	25,01	263	2,397	12,0211	3,81	7,55	14,49	0,077
24.	23,1	25,01	235	2,793	12,4975	3,96	8,80	16,88	0,1
25.	23,6	25,00	214	3,254	13,2585	4,21	10,2	19,67	0,13
26.	24,0	24,99	194	3,792	14,0227	4,45	11,9	22,92	0,17
27.	24,4	25,00	175	4,418	14,7470	4,68	13,9	26,70	0,21
28.	24,7	24,99	157	5,147	15,4452	4,90	16,2	31,11	0,28
29.	25,1	24,99	142	5,997	16,2627	5,16	18,9	36,25	0,36
30.	25,4	25,00	129	6,987	17,1907	5,45	22,0	42,23	0,46
31.	25,7	25,01	117	8,140	18,1682	5,76	25,6	49,21	0,59
32.	26,1	25,01	107	9,484	19,3159	6,13	29,9	57,33	0,75
33.	26,4	24,99	97,5	11,050	20,5263	6,51	34,8	66,80	0,96
34.	26,7	24,99	89,2	12,874	21,8785	6,94	40,5	77,82	1,2
35.	27,1	25,01	81,48	15,000	23,2941	7,389	47,24	90,674	1,56
36.	28,9	25,02	2010	0,0831	3,1906	1,01	0,262	0,5023	3,5E-4
37.	29,3	25,00	1695	0,0968	3,1280	0,9922	0,3049	0,58523	4,87E-4
38.	29,8	24,99	1509	0,113	3,2454	1,029	0,3554	0,68207	6,38E-4
39.	30,3	24,99	1340	0,131	3,3597	1,07	0,414	0,7947	8,4E-4
40.	30,9	24,99	1240	0,153	3,6065	1,14	0,482	0,926	1,1E-3
41.	31,4	24,98	1130	0,178	3,8313	1,22	0,562	1,079	1,4E-3
42.	31,9	24,99	1030	0,208	4,0865	1,30	0,655	1,257	1,7E-3
43.	32,4	24,99	947	0,242	4,3731	1,39	0,763	1,465	2,2E-3
44.	32,9	25,01	887	0,282	4,7730	1,51	0,889	1,707	2,7E-3
45.	33,5	25,02	824	0,329	5,1635	1,64	1,04	1,988	3,4E-3
46.	34,0	25,02	626	0,383	4,5728	1,45	1,21	2,316	5,2E-3
47.	34,5	25,01	696	0,446	5,9186	1,88	1,41	2,698	5,5E-3
48.	35,1	25,01	655	0,520	6,4961	2,06	1,64	3,144	6,8E-3
49.	35,6	25,01	602	0,606	6,9513	2,20	1,91	3,663	8,6E-3
50.	36,2	25,02	553	0,706	7,4433	2,36	2,22	4,268	0,011
51.	36,7	25,01	504	0,823	7,8990	2,51	2,59	4,973	0,014
52.	37,2	25,00	460	0,958	8,4039	2,67	3,02	5,793	0,018
53.	37,8	24,99	419	1,117	8,9179	2,83	3,52	6,750	0,023
54.	38,3	24,99	376	1,301	9,3314	2,96	4,10	7,865	0,03
55.	38,8	24,99	339	1,516	9,7900	3,11	4,77	9,163	0,038
56.	39,3	24,98	310	1,766	10,4289	3,31	5,56	10,68	0,049
57.	39,8	25,01	298	2,058	11,7006	3,71	6,48	12,44	0,059
58.	40,3	25,02	254	2,397	11,6190	3,69	7,55	14,49	0,08
59.	40,8	25,03	228	2,793	12,1390	3,85	8,80	16,88	0,1
60.	41,2	25,01	206	3,254	12,7990	4,06	10,3	19,67	0,13
61.	41,6	25,00	188	3,792	13,6149	4,32	11,9	22,92	0,17
62.	42,0	25,01	171	4,418	14,3563	4,55	13,9	26,70	0,22
63.	42,3	25,01	153	5,147	15,0441	4,77	16,2	31,11	0,29
64.	42,7	25,00	139	5,997	15,8708	5,03	18,9	36,25	0,37
65.	43,0	25,00	126	6,987	16,7908	5,33	22,0	42,24	0,47
66.	43,3	25,00	114	8,140	17,6955	5,61	25,6	49,21	0,61
67.	43,7	25,00	105	9,484	18,9169	6,00	29,9	57,33	0,77
68.	44,0	24,98	96,2	11,050	20,2527	6,42	34,8	66,80	0,98
69.	44,3	24,99	88,1	12,874	21,6275	6,86	40,5	77,82	1,2
70.	44,7	24,99	80,6	15,000	23,0397	7,31	47,2	90,67	1,6
71.	46,8	24,99	2140	0,0831	3,3900	1,08	0,262	0,5024	3,3E-4
72.	47,4	25,00	1780	0,0969	3,2833	1,04	0,305	0,5856	4,6E-4
73.	47,9	25,01	1600	0,113	3,4419	1,09	0,355	0,6822	6,0E-4
74.	48,5	25,00	1410	0,131	3,5419	1,12	0,414	0,7947	7,9E-4
75.	49,0	25,00	1279	0,153	3,7336	1,184	0,4825	0,92603	1,02E-3
76.	49,5	25,00	1160	0,179	3,9439	1,25	0,562	1,079	1,3E-3
77.	50,1	25,01	1050	0,208	4,1529	1,32	0,655	1,257	1,7E-3
78.	50,6	25,01	969	0,242	4,4750	1,42	0,763	1,464	2,1E-3
79.	51,2	25,01	912	0,282	4,9075	1,56	0,889	1,706	2,6E-3
80.	51,7	25,00	849	0,329	5,3226	1,69	1,04	1,988	3,3E-3
81.	52,3	25,00	639	0,383	4,6646	1,48	1,21	2,316	5,1E-3
82.	52,8	24,99	709	0,446	6,0286	1,91	1,41	2,699	5,4E-3
83.	53,4	25,00	664	0,520	6,5834	2,09	1,64	3,144	6,7E-3
84.	53,9	25,01	614	0,606	7,0965	2,25	1,91	3,663	8,4E-3
85.	54,5	24,99	563	0,706	7,5787	2,40	2,22	4,268	0,011
86.	55,0	24,99	513	0,823	8,0385	2,55	2,59	4,973	0,014
87.	55,5	25,00	470	0,958	8,5846	2,72	3,02	5,794	0,017
88.	56,1	25,01	422	1,117	8,9709	2,85	3,52	6,750	0,023
89.	56,6	25,01	380	1,301	9,4175	2,99	4,10	7,865	0,029
90.	57,2	25,01	342	1,516	9,8756	3,13	4,77	9,163	0,038
91.	57,8	25,02	330	1,766	11,1172	3,53	5,56	10,68	0,046
92.	58,3	25,01	280	2,058	10,9721	3,48	6,48	12,44	0,063
93.	58,8	25,01	253	2,397	11,5717	3,67	7,55	14,49	0,081
94.	59,2	25,00	227	2,793	12,1084	3,84	8,80	16,89	0,1
95.	59,7	24,99	208	3,254	12,8798	4,09	10,3	19,67	0,13
96.	60,1	24,99	187	3,792	13,5096	4,29	11,9	22,92	0,17
97.	60,5	24,99	170	4,418	14,2795	4,53	13,9	26,70	0,22

98.	60,9	25,00	154	5,147	15,1429	4,80	16,2	31,11	0,28
99.	61,3	25,00	139	5,997	15,8998	5,04	18,9	36,25	0,37
100.	61,7	25,00	127	6,987	16,8963	5,36	22,0	42,23	0,47
101.	62,1	25,00	114	8,140	17,6985	5,61	25,6	49,21	0,61
102.	62,4	25,00	104	9,484	18,8025	5,96	29,9	57,33	0,78
103.	62,7	25,00	95,1	11,050	20,0300	6,35	34,8	66,80	0,99
104.	63,1	24,99	86,82	12,874	21,3018	6,757	40,55	77,823	1,27
105.	63,4	24,99	79,24	15,000	22,6538	7,185	47,24	90,674	1,62

Tabellensymbole: ***t*** Zeitpunkt [min], ***T*** Temperatur [°C], ***η*** Messwert 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_ρ) und Aufhängung ($F_{h\rho}$), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes (F_ζ), die viskose Reibung (rekursiv) des/der Aufhängungsdrähte/Stäbe des Zylinders im Medium ($F_{h\eta}$) sowie ein konstanter Beitrag F_Θ, der durch eine vorgegebene Fließgrenze, Benetzungskraft, Konvektion (...) begründet sein muss .

Die Korrektur der stationären Kraft ergibt sich damit aus $F_z = F_w - F_\rho - F_{h\rho} - F_\zeta - F_{h\eta} - F_\Theta$. Die Korrekturen können in einem erweiterten Berichtsformat (zuschaltbar) in allen Einzelheiten ausgegeben werden.

Die Schubspannung τ entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylindermantelfläche ausgeübten Kraft. $v_{max.}$ ist die Maximalgeschwindigkeit des Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Zylinder. Sie ergibt sich aus der Beweggeschwindigkeit 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.

4. DICHTE-MESSUNG

Akquisitionsperiode der 3 Messwerte im Messablauf: 11 bis 46 min, Temperatur ΔT =0,02 K (T=25,01 ±0,01°C)

Ergebniswert: ρ = **0,9207** *±0,00017 g/cm³* (298,14 K)

Streuung: **7,8·10⁻⁴** g/cm³ absolute bzw. **0,85‰** relative Standardabweichung

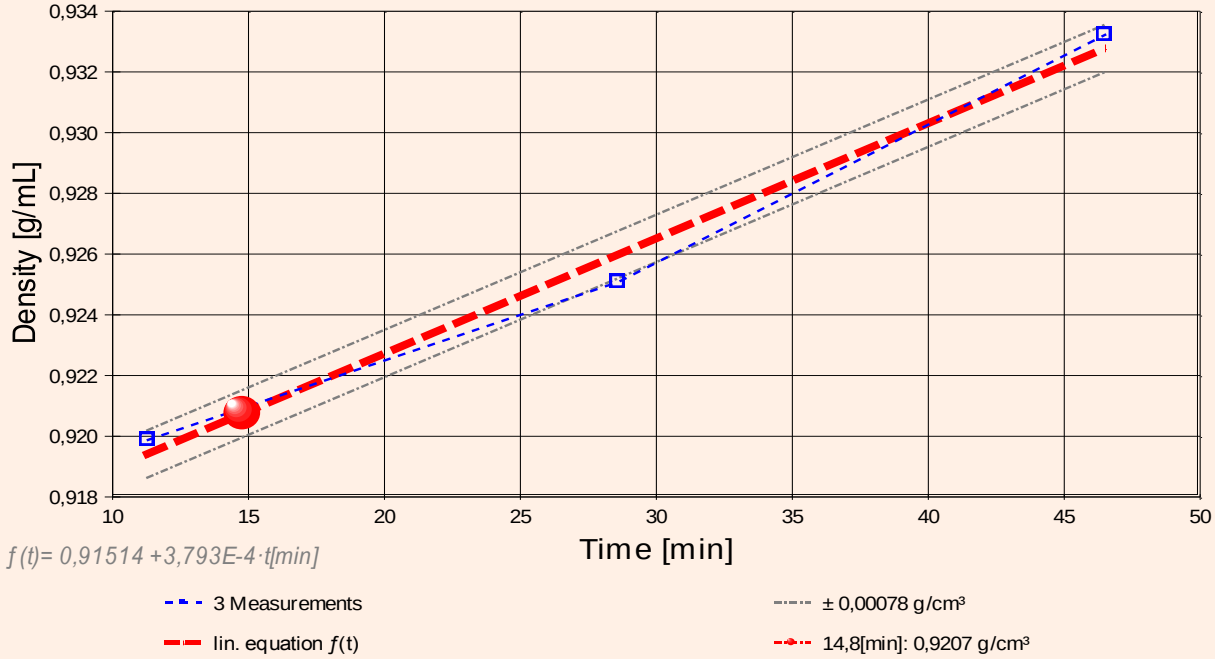
Berechnung: lineare Regressionsgleichung, eindeutig zeitabhängig.

Zeitabhängigkeit durch Regression zwischen Minute 11 und 46:

ρ (t[min]) =0,91514 +3,793E-4·t r^2=0,987s^2=6,02E-7

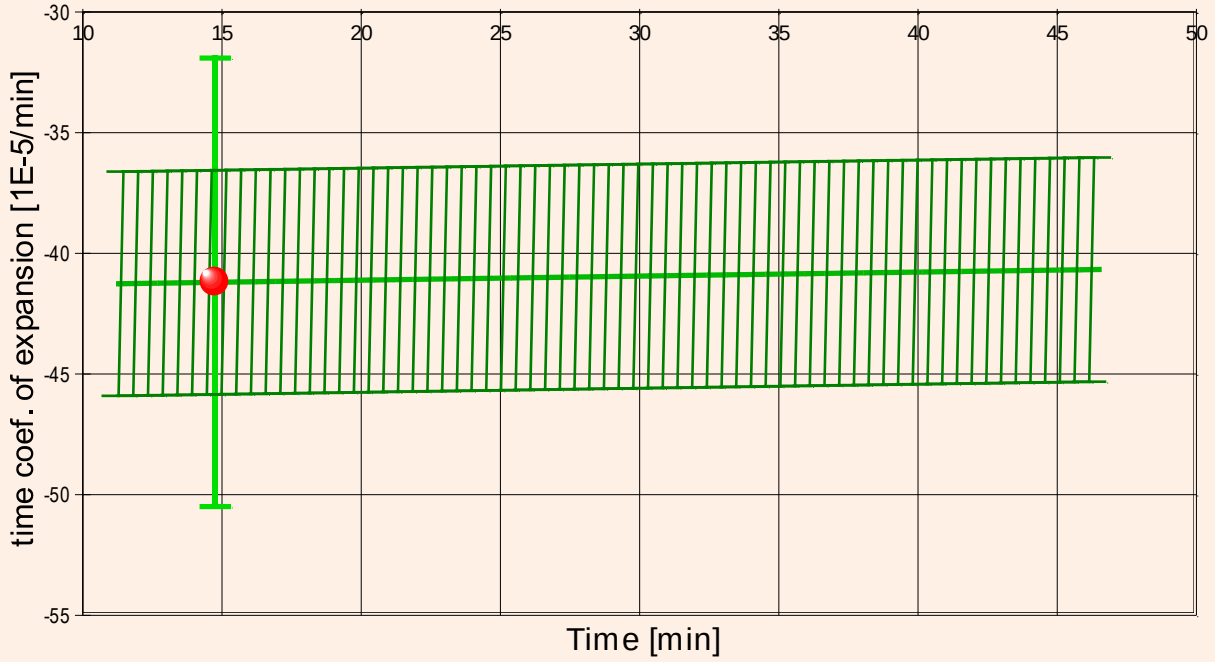
*Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit (±0,00017 g/cm³) relativ große Streuung zeigt **Klärungsbedarf** an - Die aus der Fortpflanzung der Unsicherheiten berechnete kombinierte Messunsicherheit des Ergebnisses, die gepunktet unterstrichen zum Ergebniswert angegeben ist, wird daher durch die Standardmessunsicherheit ersetzt! --- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. - Aus der Abwägung der Einflüsse werden formale Zusammenhänge für die Bewertung ermittelt und auch 'Qualitätsangaben' erzeugt Bei kurzen Zeitspannen, die stärker ins Gewicht fallen als Temperaturabhängigkeiten oder Mittelwerte, ist die vorgenommene Interpretation wegen der geringen Anzahl von Messwerten gewagt. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2, der 'mäßig' ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung (Vs^2) muss deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.*

¬ *Diagramm 5: Der Zeitverlauf der Dichtemesswerte* -



Im Diagramm 5, "rho-f(t)" , sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Unsicherheitsbereich eingezeichnet.

¬ ***Diagramm 6: Der Zeit-Volumenkoeffizient -***



Das Diagramm 6, "k-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Zeitkoeffizienten τ der Noname-Probe aus der Ableitung der Dichte-Verlaufsgleichung an. Die Breite entspricht dem hier angenommenen Fehler. Der Angabewert ist als kugelförmiges Symbol eingezeichnet.

Aus der linearen Regressionsgleichung des Dichteverlaufs kann für den Zeitkoeffizienten eine Gleichung angegeben werden:

$\tau \mid [10^{-5} \cdot min^{-1}] = f(t[\text{min}]) = 1E5 / (-2412{,}4 - t)$

Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 5 \cdot 10^{-5}$/K übernommen. Die relative Zunahme des Koeffizienten beträgt im Bereich der Messung konstant 0,41‰ pro Minute..

4.1. Tabelle 2, Dichtemessung

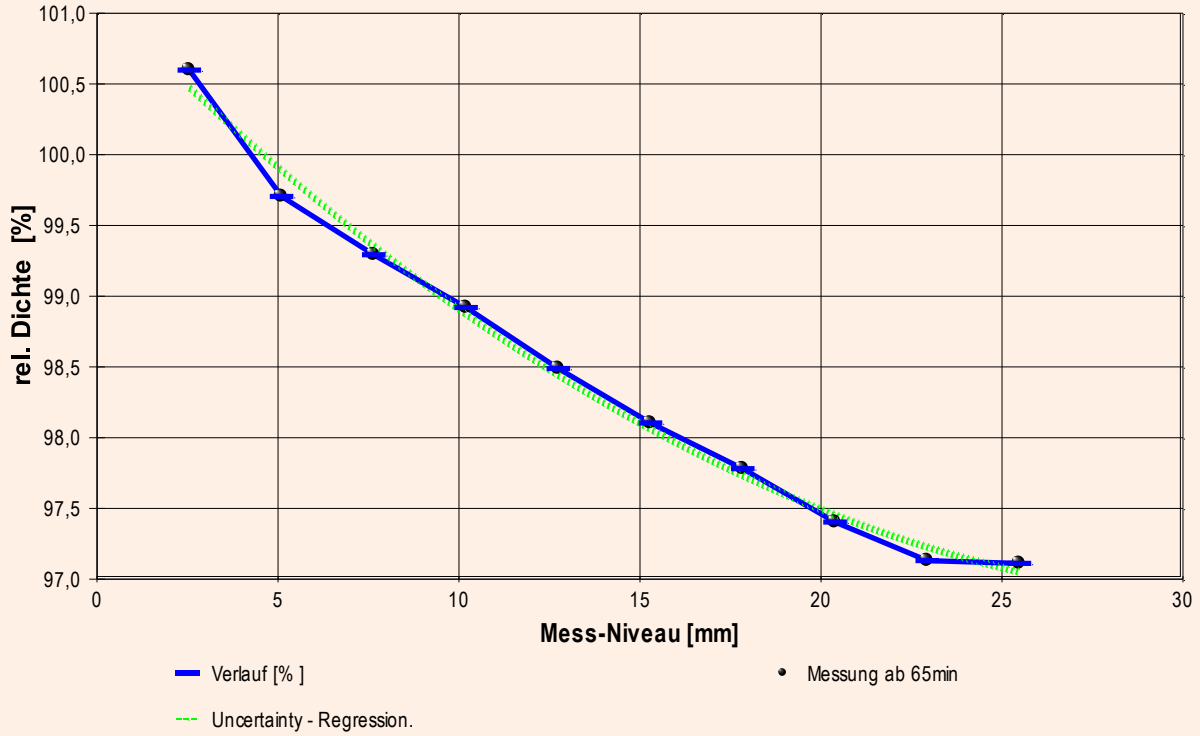
N°	t	T	ρ	H	ω	$\Delta_{rel.}$	N	F_A	$F_{korr.}$
1.	11,3	25,00	0,9199	5,650	3,5	2,1%	14	189,228	0,012 ‡
2.	28,6	25,02	0,9251	5,650	3,5	2,9%	14	189,090	0,016 ‡
3.	46,5	25,00	0,9332	5,650	3,7	1,9%	14	188,870	0,015 ‡
4.	64,9	25,02	0,9388	2,548	3,5	2,2%	14	188,715	0,012 ‡ ◊
5.	65,8	25,01	0,9305	5,097	3,4	1,7%	14	188,943	0,015 † ◊
6.	66,8	25,00	0,9266	7,645	3,7	1,9%	14	189,050	0,017 † ◊
7.	67,8	24,98	0,9231	10,194	3,5	2,5%	14	189,147	0,020 † ◊
8.	68,7	24,99	0,9191	12,742	3,3	1,8%	13	189,259	0,023 † ◊
9.	69,7	24,99	0,9155	15,290	3,5	2,4%	14	189,359	0,026 † ◊
10.	70,6	25,02	0,9125	17,839	3,5	2,3%	14	189,443	0,029 † ◊
11.	71,6	25,00	0,9090	20,387	3,5	3,0%	14	189,541	0,031 † ◊
12.	72,6	25,02	0,9064	22,936	3,5	1,9%	14	189,613	0,034 † ◊
13.	73,5	25,00	0,9063	25,484	3,5	1,9%	14	189,621	0,037 † ◊

Tabellensymbole: ***t*** Zeitpunkt [min], ***T*** Temperatur [°C], ***ρ*** Dichte [g/cm³], ***H*** Positionshöhe der Messkörperunterkannte über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], ***ω*** Beobachtungsdauer der Auftriebsmessung [s], $\Delta_{rel.}$ relative Dichteänderung pro Minute in der Beobachtungszeit [g·cm⁻³·min⁻¹], ***N*** Anzahl Auftriebsmesswerte, F_A gemessener Roh-Wert der Auftriebskraft [mN], $F_{korr.}$ gemessene Referenzkraft mit berechneter Korrektur für die Auftriebskraft der Messkörperaufhängung [mN].

Die 'Nullhöhe' ist i.d.R. der Gefäßboden, falls nicht ein Podest für den Messkörper in der Röhre eingesetzt wurde. Die zu $F_{korr.}$ nachgestellten Zeichen '°† oder ‡' symbolisieren die jeweils angewandten Mess- und Korrekturverfahren ('°' für Dichtemesswerte ohne Meniskuseliminierverfahren, '‡' für Werte mit unmittelbarer und '†' für solche mit in Folgemessungen übernommener Eliminierung')

5. DICHTEGRADIENT

¬ Diagramm 7: Der vertikaler Dichtegradient -



Das Diagramm 7, "rho-f(H)2", zeigt die relative Dichte in Abhängigkeit von der vertikalen Position an - den Dichtegradienten.

Eine Messung in zehn Positionen im Zeitraum zwischen 64,9 bis 73,5 Minuten. Niveaubereich der Untersuchung von 2,548 bis 25,484 mm über dem Gefäßboden.
Dem Bezugswert *"100%"* entsprechen 0,938804 g/cm^3. Die ermittelte Abnahme der vertikalen Dichte beträgt max. 3,5%, bzw. -1,7·10^{-4} g/cm^3 als Absolutwert - über die Auslenkung von 22,936 mm. Zur Repräsentation der relativen Dichteänderung kann die Regressionsgleichung dienen:

$$\rho_{\text{rel.}}[\%] = f(H[\text{mm}]) = 101{,}11 - 0{,}2595 \cdot H + 3{,}9419 \cdot 10^{-3} \cdot H^2 \qquad r^2 = 0{,}9937$$

6. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

Messkörper: Name ***12 /16 DiVA-Std***, IDN° 382, Spaltweite 2,005 mm.
Auswertungsverfahren: Standard. Konfigurationstyp DiVA-A (N°1).
Messkörperdaten: Messzylindermasse 21,8282 ±0,0002 g, ~volumen 2,7594 ±0,0005 cm^3, ~durchmesser 11,99 ±0,002 mm, ~länge 23,5 ±0,01 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 48·10^{-6}K^{-1}.
Messzylinder**suspension**: Querschnitt 0,12570 mm^2, Umfang 1,2571 mm, Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).
Behälter/Röhre: Durchmesser 16 ±0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 30·10^{-6}K^{-1}.
Bezugstemperatur für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.
Kinetische Energie- Korrektur (Faktor Zeta): $\zeta = 1$.
Individuelle Werte: Eine Korrekturkraft (F_θ) wird nicht verwendet. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 52,0 mm, max. Bewegstrecke in der Phase: 28,5 mm.

***Messunsicherheiten des Ergebnisses*:** Die relative Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus der Standardmessunsicherheit ermittelt, sie beträgt im Mittel 1500-fach; die Messunsicherheit der Dichte (±0,00078 g/cm^3) stammt ebenfalls - ausnahmsweise! - von der Standardabweichung der Regressionsfunktion.

Die Messunsicherheit *des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus 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 als Wurzel der Quadratsumme der Einzelfehler berechnet;.

***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% normalverteilter Werte.*

***Form und Informationsfülle** des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 11144, Datenbank imeterData26) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

Programm

Data createtd during execution of the IMPro *"DiVA-A1"*, type 5/0. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 1,1 Stunden vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert. ***IMETER ID16405542***: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,000 g/cm^3, Luftdichte ρ_a 1,104 kg/m^3; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/sec^2. Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.6.34, LizenzN° *[illegible]-4759*, Windows 6.0- Betriebssystem auf PC Ser.N°609650943 (C,).

Report created by IMETER

„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

Jeder, der Messreihen zusammenfasst, forscht, auswertet, QS-Statistiken führt etc., kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen. Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das spart Zeit, Geld und Nerven, gibt Sicherheit und fördert Entdeckungen.

IMETER

Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

- *Feststoff- und Flüssigkeitsdichte, Ausdehungskoeffs.*
- *Grenz-, Oberflächenspannung und ~Energie*
- *Viskosität, Rheologie, Konsistenz, Textur*
- *(Aus-)Härtungszeit, Porosität, Sorptivität u.v.a.*
- *freie und spezifische Automationen*

©2017 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme
Verantwortung: Michael Breitwieser,
Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg
Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489
www.imeter.de

IMETER - Dienstleistungen:
www.imeter.de/adienstleistungen.html

Probieren Sie's einfach!