

Beispiel einer IMETER M5-DiVA-Messung - zeitliche Vorgangsanalyse „Verfestigung, Erstarrung“
Beobachtung von Dichte und Viskosität einer Gelatinelösung beim Verfestigen (www.imeter.de)



IMETER V.5.6 rev.17

automatic Report (B52122Q16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 26. Jan 26

ID N° 14968 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement

Gelatine- Water 'Solidification'

Prepared 18h before of 1.6075g Gelatine and 45.383g Water (3.4% w/w), solved and stored at ~40°C.
Cooling to 25°C and measurement.

----- Results at 25,1°C -----

Viscosity: $\eta_{(100/s)} = 5,976 \pm 0,07 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 5,938 \pm 0,07 \text{ cSt}$

- Kinetic coefficient: $\kappa_{\tau} = 18,1 \cdot 10^{-3} / \text{min}$

Density: $\rho = 1,00645 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$

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 zylindrischen Körper, der sich konzentrisch in einem Rohr zusammen mit der flüssigen Probe befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit der Wägezelle verbunden. Das Rohr ist durch die Plattform vertikal positionierbar. Wird die Plattform bewegt, so fließt Probe durch den ringförmigen Spalt zwischen Messkörper und Röhre. Dadurch wirkt auf den Messkörper eine zusätzliche Kraft, die durch die Zähigkeit des Probenfluids hervorgerufen wird. - Über die Bewegungsgeschwindigkeit 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-Poiseuille'schen Gesetzes für Ringspalte und erlauben unter Berücksichtigung von Aufhängung, Auftriebseffekten und der Strömungskinetik eine ungewöhnlich exakte Bestimmung der absoluten Viskosität normaler Fluide. Indem die Viskositätsmessung bei gleichbleibender Deformation (der Schergeschwindigkeit 100 /s kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich), wie in dieser Messung, 28-Mal wiederholt ausgeführt wird, gibt die Standardabweichung der Viskosität (und der Dichte) die Wiederholpräzision an. 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 -

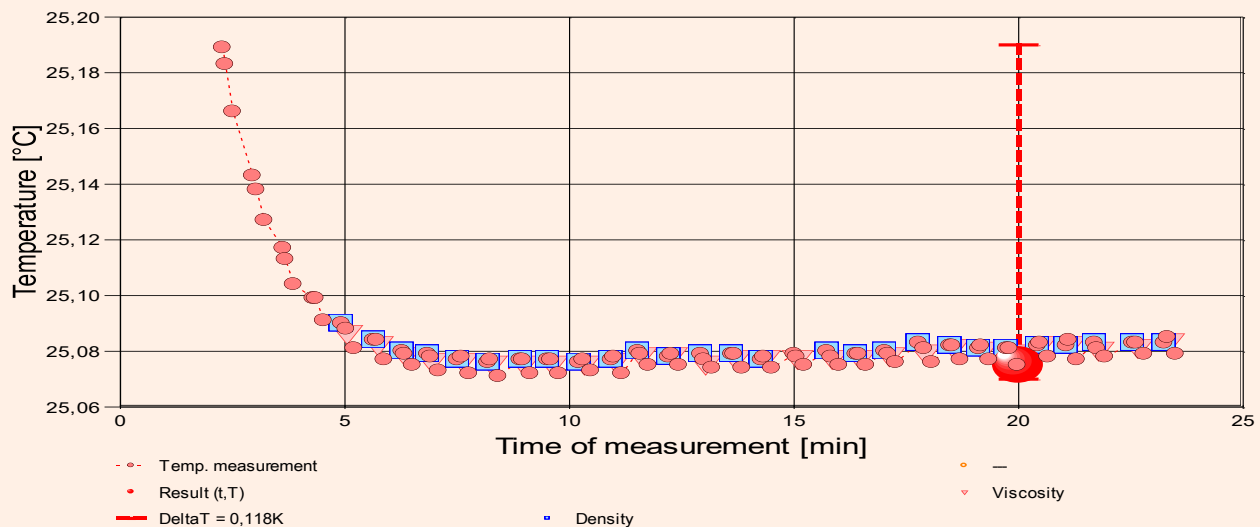
IMETER M5 DiVA-Resultate sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Glaskapillarviskosimeter, Hydrometer, Pyknometer). Referenz M5 DiVA 'https://imeter.de/?view=article&id=73'

• 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 28-mal gemessen, die Dichte 27-mal.

Messdauer 20 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 25,07 bis 25,19°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

28 Messwerte; Zeitbereich 5 bis 23 min, Temperatur $\Delta T = 0,011$ K

Angabewert bei 20 min: $\eta_{25,075^\circ\text{C}} = 5,976 \pm 0,072 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bzw. $\pm 1,2\%$ (298,23 K)

Streuung: $\pm 0,018 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ absolute bzw. 0,3% relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig zeitabhängig.

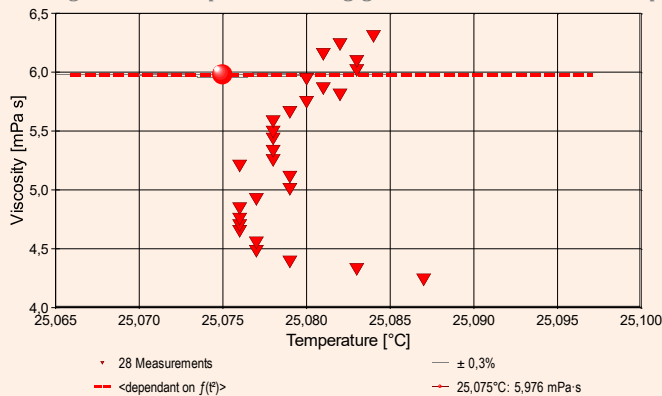
Zeitgleichung durch Regression zwischen Minute 5 und 23:

$$\eta(t[\text{min}]) = 3,6187 + 0,127 \cdot t - 4,82\text{E-}4 \cdot t^2 \quad \text{mit } r^2 = 0,99946, s^2 = 3,22\text{E-}4$$

Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR): $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$.

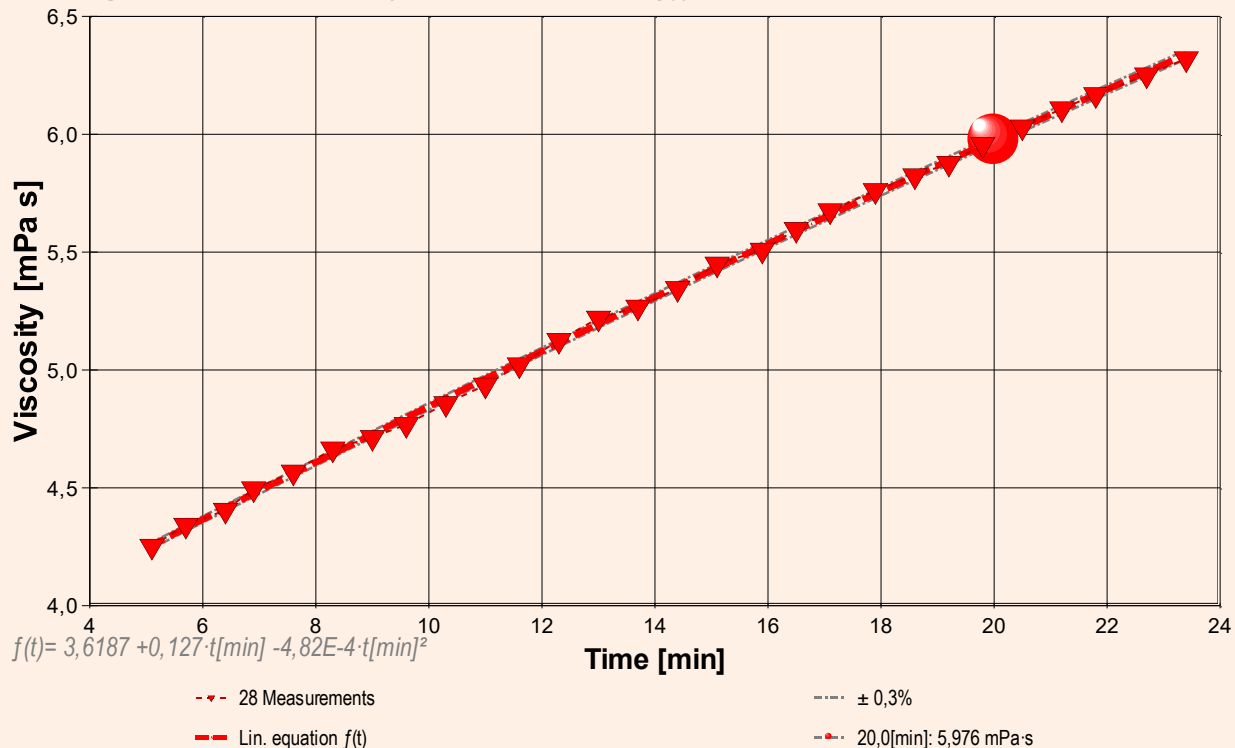
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der hier wohl 'recht gut' zu nennen ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 2. Temperaturabhängigkeit der Viskosität - 'eta-Temp.'



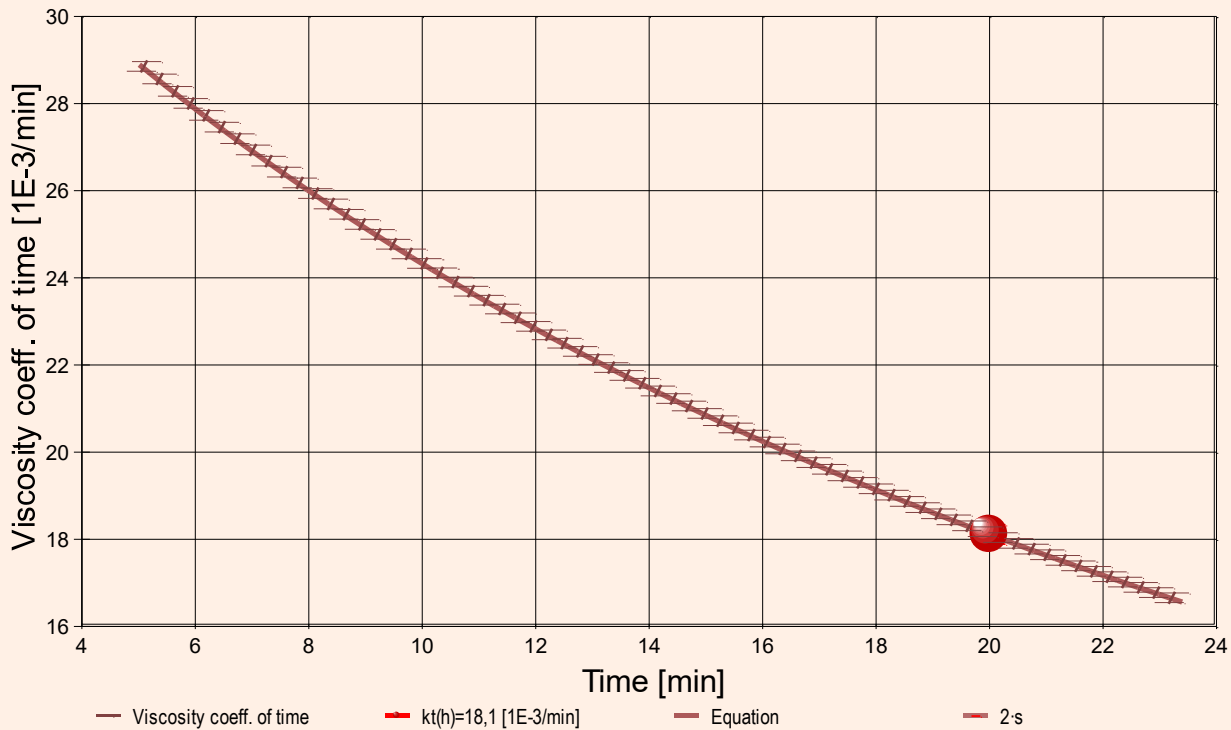
- Das Diagramm 2, "eta-Temp.", zeigt die 28 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25,075°C für die Noname-Probe ist als Kugelmarke abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird zwischen den beiden feinen Linien ausgewiesen.

- Diagramm 3. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-f(t)'



- Im Diagramm 3, "eta-f(t)", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

- Diagramm 4. Zeitkoeffizient der Viskosität - 'kh-f(T,t)'



- Das Diagramm 4, "kh-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Viskositäts-Zeitkoeffizienten τ_η aus der Ableitung der Viskositätsgleichung an. Die Breite der Linie entspricht der angesetzten Präzision. Der Angabewert ist separat eingezeichnet. Aus dem Diagramm ist die relative Änderung der Viskosität in Prozent einfach zu entnehmen, indem der jeweilige Ordinatenwert (in % gegeben) durch Zehn geteilt wird.

Aus der quadratischen Regressionsgleichung der Viskositätsmesswerte ergibt sich für die Zeitabhängigkeit des Koeffizienten die folgende Gleichung:

$$\tau_\eta \mid [10^{-3} \cdot \text{min}^{-1}] = f(t[\text{min}]) = (127,5 - 0,9637 \cdot t) / (3,6187 + 0,12749 \cdot t - 4,8186E-4 \cdot t^2)$$

- Die Bestimmtheit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,1 \cdot 10^{-3} / K$ berechnet.

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

Die gegebenen Zusammenhänge basieren auf Ableitungen aus den erfassten Messdaten - Tabelle 1 zeigt die wesentlichen Daten zur Viskositätsmessung. Weiter unten folgen die Tabellen 2 und 3, wodurch eine vollständige Datenkollektion zu Rückverfolgbarkeit, Diagnose und Überprüfung der Berechnungen in diesem Report vorliegt.

N°	t [min]	θ [°C]	η [mPa·s]	v _z [mm/s]	F _z [mN]	τ [Pa]	v _{max} [mm/s]	γ' [s ⁻¹]	Re [Zahl]
[1.	2,4	25,180	3,878	3,013	6,7007	0,3878	21,66	100,01	6,61]*
[2.	3,1	25,137	3,975	3,013	6,8682	0,3975	21,66	100,01	6,45]*
[3.	3,7	25,112	4,101	3,013	7,0855	0,4101	21,66	100,01	6,25]*
[4.	4,4	25,098	4,160	3,013	7,1884	0,4161	21,66	100,01	6,16]*
5.	5,1	25,087	4,253	3,013	7,3478	0,4253	21,66	100,01	6,03
6.	5,7	25,083	4,342	3,013	7,5014	0,4342	21,66	100,01	5,90
7.	6,4	25,079	4,405	3,013	7,6114	0,4406	21,66	100,01	5,82
8.	6,9	25,077	4,496	3,013	7,7679	0,4496	21,66	100,01	5,70
9.	7,6	25,077	4,567	3,013	7,8909	0,4567	21,66	100,01	5,61
10.	8,3	25,076	4,665	3,013	8,0605	0,4665	21,66	100,01	5,49
11.	9,0	25,076	4,714	3,013	8,1449	0,4714	21,66	100,01	5,44
12.	9,6	25,076	4,769	3,013	8,2395	0,4769	21,66	100,01	5,37
13.	10,3	25,076	4,858	3,013	8,3931	0,4858	21,66	100,01	5,27
14.	11,0	25,077	4,936	3,013	8,5285	0,4936	21,66	100,01	5,19
15.	11,6	25,079	5,022	3,013	8,6768	0,5022	21,66	100,01	5,10
16.	12,3	25,079	5,126	3,013	8,8562	0,5126	21,66	100,01	5,00
17.	13,0	25,076	5,220	3,013	9,0192	0,522	21,66	100,01	4,91
18.	13,7	25,078	5,267	3,013	9,1005	0,5267	21,66	100,01	4,86
19.	14,4	25,078	5,346	3,013	9,2365	0,5346	21,66	100,01	4,79
20.	15,1	25,078	5,450	3,013	9,4157	0,545	21,66	100,01	4,70

21.	15,9	25,078	5,509	3,013	9,5179	0,5509	21,66	100,01	4,65
22.	16,5	25,078	5,597	3,013	9,6702	0,5597	21,66	100,01	4,58
23.	17,1	25,079	5,676	3,013	9,8066	0,5676	21,66	100,01	4,51
24.	17,9	25,080	5,761	3,013	9,9545	0,5762	21,66	100,01	4,45
25.	18,6	25,082	5,824	3,013	10,0628	0,5824	21,66	100,01	4,40
26.	19,2	25,081	5,877	3,013	10,1548	0,5878	21,66	100,01	4,36
27.	19,8	25,080	5,957	3,013	10,2921	0,5957	21,66	100,01	4,30
28.	20,5	25,083	6,031	3,013	10,4206	0,6031	21,66	100,01	4,25
29.	21,2	25,083	6,108	3,013	10,5540	0,6109	21,66	100,01	4,20
30.	21,8	25,081	6,168	3,013	10,6577	0,6169	21,66	100,01	4,15
31.	22,7	25,082	6,252	3,013	10,8023	0,6252	21,66	100,01	4,10
32.	23,4	25,084	6,320	3,013	10,9206	0,6321	21,66	100,01	4,05

*[Die Werte der Zeilen N° 1, 2, 3, 4 wurden durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], θ 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], 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_p) und Aufhängung (F_{hp}), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes (F_z), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (F_{hm}), die rekursiv bestimmt wird. Die viskositätsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich damit aus $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_z - F_{hm}$. 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 des Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Zylinder. 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°	F_w	σ_{Fw}	$\sigma_{Fw rel}$	F_p	F_{hp}	F_z	F_{hm}	N/n
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
[1.	419,1170	0,0367	88 ppm	412,3967	0,0046	0,0240	0,0002	36/75]*
[2.	419,2805	0,0370	88 ppm	412,3927	0,0046	0,0240	0,0002	36/75]*
[3.	419,4997	0,0050	12 ppm	412,3940	0,0041	0,0240	0,0001	4/67]*
[4.	419,6021	0,0340	81 ppm	412,3941	0,0046	0,0240	0,0002	30/64]*
5.	419,7637	0,0411	98 ppm	412,3963	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
6.	419,9174	0,0373	89 ppm	412,3964	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
7.	420,0278	0,0392	93 ppm	412,3967	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
8.	420,1862	0,0422	100 ppm	412,3987	0,0046	0,0240	0,0002	36/76
9.	420,3066	0,0409	97 ppm	412,3960	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
10.	420,4763	0,0069	16 ppm	412,3957	0,0041	0,0240	0,0002	4/75
11.	420,5611	0,0429	100 ppm	412,3966	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
12.	420,6542	0,0415	99 ppm	412,3951	0,0046	0,0240	0,0002	30/64
13.	420,8085	0,0427	100 ppm	412,3957	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
14.	420,9443	0,0459	110 ppm	412,3961	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
15.	421,0919	0,0448	110 ppm	412,3954	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
16.	421,2684	0,0391	93 ppm	412,3926	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
17.	421,4336	0,0360	85 ppm	412,3947	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
18.	421,5144	0,0421	100 ppm	412,3943	0,0046	0,0240	0,0002	36/75
19.	421,6568	0,0408	97 ppm	412,4006	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
20.	421,8407	0,0378	90 ppm	412,4053	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
21.	421,9333	0,0400	95 ppm	412,3957	0,0046	0,0240	0,0003	35/73
22.	422,0876	0,0343	81 ppm	412,3977	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
23.	422,2259	0,0349	83 ppm	412,3995	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
24.	422,3707	0,0327	78 ppm	412,3966	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
25.	422,4811	0,0300	71 ppm	412,3987	0,0046	0,0240	0,0003	32/67
26.	422,5771	0,0347	82 ppm	412,4026	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
27.	422,7104	0,0321	76 ppm	412,3986	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
28.	422,8360	0,0341	81 ppm	412,3957	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
29.	422,9694	0,0354	84 ppm	412,3957	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
30.	423,0734	0,0370	88 ppm	412,3960	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
31.	423,2177	0,0337	80 ppm	412,3957	0,0046	0,0240	0,0003	36/75
32.	423,3369	0,0345	82 ppm	412,3966	0,0046	0,0240	0,0003	36/75

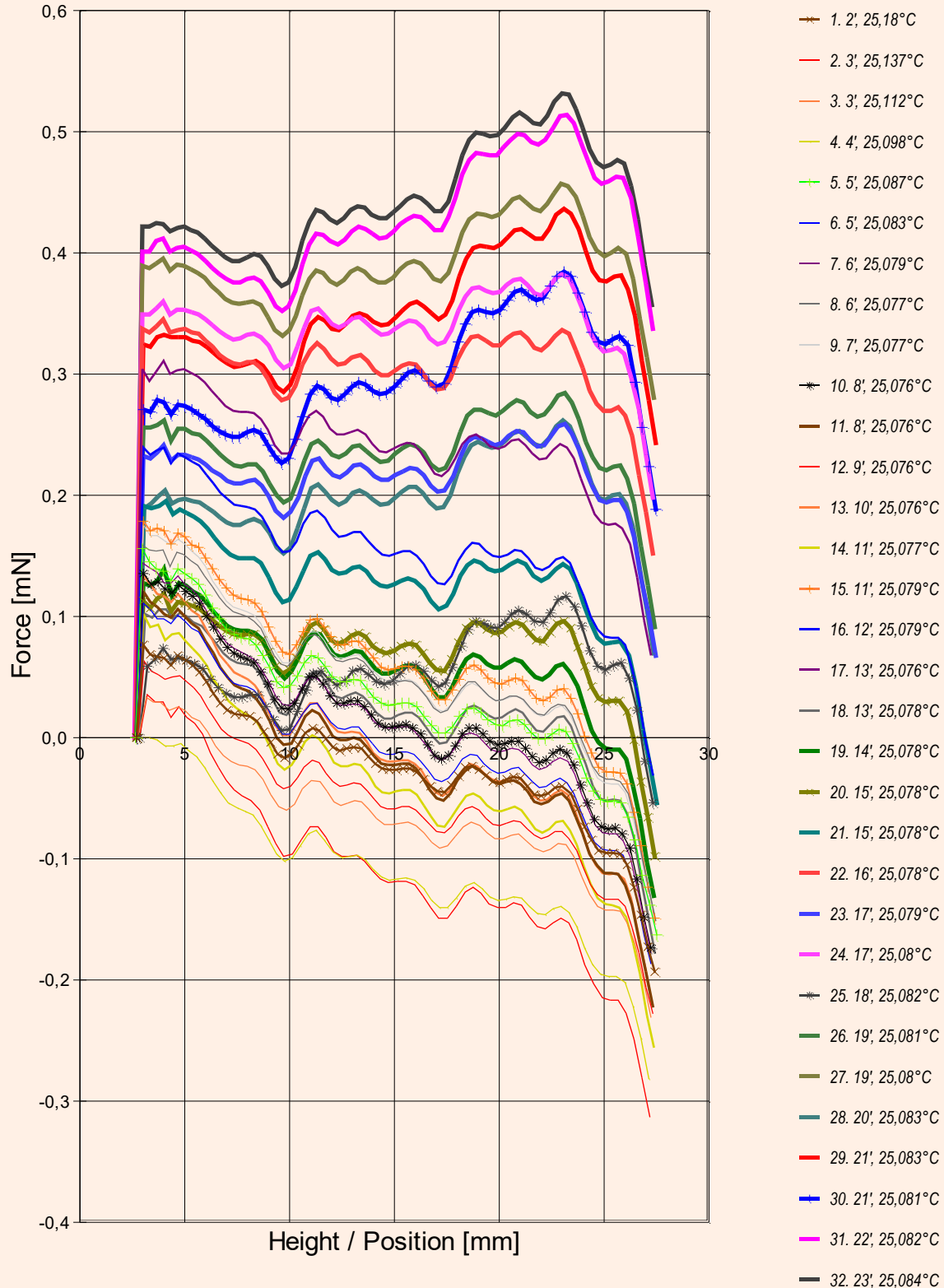
*[Die Daten der Zeilen N° 1, 2, 3, 4 wurden durch den Prüfer von den Ergebnissen ausgenommen.]

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_z Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (Kinetische Energie-Korrektur) [mN], F_{hm} Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN], N/n Abstufung: 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, eta-Raw (M), unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit F_k die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-)Kapillarrisosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_k = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_1^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

- Diagramm 5. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'eta-Raw (M)'



- Diagramm 5, "eta-Raw (M)", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte nach Korrektur durch den Messzylinderauftrieb. 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 Kraft (F_s) verwendet. Sofern ein instationärer (d.h. ein nicht waagerechter) Verlauf angezeigt wird, kann diese Abweichung von der Idealform als Symptom folgender Ursachen gedeutet werden: es liegt ein Temperaturgefälle vor, die Probe ist vertikal inhomogen (geschichtet), mehrphasig, ... oder die Probe scherverflüssigt / -verfestigt bewegzeitabhängig im Ringspalt. Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,75 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 10,9 mm komplett ausgetauscht. - Ein waagerechter Verlauf im rechten Kurventeil kennzeichnet eine valide Viskositätsmessung.

Tabelle 3: Detailedaten zur Viskositätsmessung II.

N°	Noise [µN/mm]	H _{Start} [mm]	L _{Cl} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [µm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
[1.	18,0	2,696	24,716	0,8512	-0,0132	14,2991	43,0801	0,045	1,2%]*
[2.	17,7	2,747	24,572	0,8512	-0,0101	14,2991	43,0801	0,046	1,2%]*
[3.	3,45	2,792	24,436	0,8512	-0,00822	14,2991	43,0801	0,041	1,0%]*
[4.	16,7	2,931	24,201	0,8512	-0,00719	14,2991	43,0801	0,047	1,1%]*
5.	19,4	2,651	24,858	0,8512	-0,00638	14,2991	43,0801	0,05	1,2%
6.	18,6	2,696	24,533	0,8512	-0,00609	14,2991	43,0801	0,049	1,1%
7.	19,2	2,651	24,575	0,8512	-0,0058	14,2991	43,0801	0,05	1,1%
8.	20,8	2,651	24,810	0,8512	-0,00565	14,2991	43,0801	0,052	1,2%
9.	20,0	2,696	24,623	0,8512	-0,00565	14,2991	43,0801	0,052	1,1%
10.	3,70	2,699	24,527	0,8512	-0,00558	14,2991	43,0801	0,047	1,0%
11.	21,1	2,696	24,623	0,8512	-0,00558	14,2991	43,0801	0,054	1,1%
12.	20,6	2,838	24,340	0,8512	-0,00558	14,2991	43,0801	0,054	1,1%
13.	21,0	2,696	24,575	0,8512	-0,00558	14,2991	43,0801	0,055	1,1%
14.	22,5	2,699	24,668	0,8512	-0,00565	14,2991	43,0801	0,057	1,2%
15.	22,4	2,699	24,716	0,8512	-0,0058	14,2991	43,0801	0,057	1,1%
16.	21,9	2,699	24,623	0,8512	-0,0058	14,2991	43,0801	0,057	1,1%
17.	21,7	2,654	24,572	0,8512	-0,00558	14,2991	43,0801	0,057	1,1%
18.	22,8	2,792	24,623	0,8512	-0,00572	14,2991	43,0801	0,059	1,1%
19.	22,9	2,702	24,665	0,8512	-0,00572	14,2991	43,0801	0,059	1,1%
20.	23,2	2,696	24,716	0,8512	-0,00572	14,2991	43,0801	0,059	1,1%
21.	23,9	2,696	24,816	0,8512	-0,00572	14,2991	43,0801	0,061	1,1%
22.	23,0	2,651	24,671	0,8512	-0,00572	14,2991	43,0801	0,06	1,1%
23.	22,9	2,696	24,765	0,8512	-0,0058	14,2991	43,0801	0,061	1,1%
24.	22,7	2,651	24,671	0,8512	-0,00587	14,2991	43,0801	0,061	1,1%
25.	23,2	2,841	24,481	0,8512	-0,00602	14,2991	43,0801	0,061	1,0%
26.	24,4	2,699	24,716	0,8512	-0,00594	14,2991	43,0801	0,063	1,1%
27.	24,3	2,654	24,716	0,8512	-0,00587	14,2991	43,0801	0,063	1,1%
28.	24,6	2,747	24,620	0,8512	-0,00609	14,2991	43,0801	0,064	1,1%
29.	25,0	2,648	24,813	0,8512	-0,00609	14,2991	43,0801	0,065	1,1%
30.	26,2	2,702	24,762	0,8512	-0,00594	14,2991	43,0801	0,066	1,1%
31.	23,4	2,603	24,719	0,8512	-0,00602	14,2991	43,0801	0,066	1,1%
32.	24,9	2,654	24,623	0,8512	-0,00616	14,2991	43,0801	0,067	1,1%

*[Die Daten der Zeilen N° 1, 2, 3, 4 wurden durch den Prüfer von der mathematischen Auswertung abgekoppelt.]

Tabellensymbole: **Noise** Mittelwert der höherfrequenten Lastschwankungen 'Rauheit' im Kurvenzug der Messkraft [µN/mm], **H_{Start}** Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], **L_{Cl}** 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], **Ø_{zyl.}** Durchmesser des Messzylinders [mm], **L_{zyl.}** Länge des Messzylinders [mm]. **Σσ** Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und **Σσ_{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 Bewegung dar (ΔF/Δs); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. 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. DICHT E - MESSUNG

27 Messwerte; Zeitbereich 5 bis 23 min, Temperatur ΔT = 0,014 K

Ergebniswert bei 20 min: $\rho_{25,075^\circ\text{C}} = 1,00645 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 82 \text{ ppm}$ (298,23 K, 93,86 kPa)

Streuung: $\pm 4,0 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. 40 ppm relative Standardabweichung

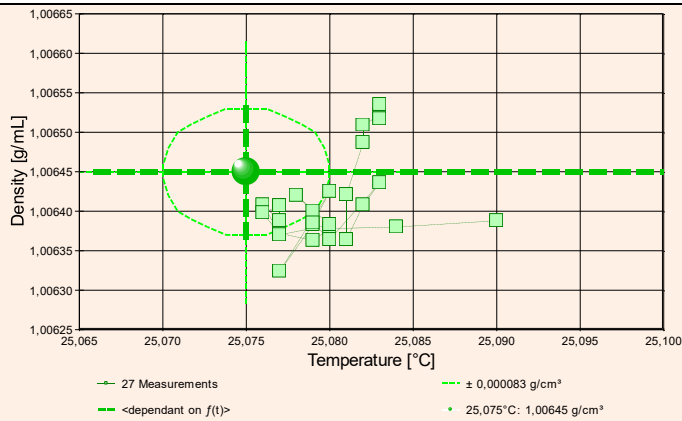
Berechnung: lineare Regressionsgleichung, wahrscheinlich zeitabhängig.

Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 5 und 23:

$$\rho(t[\text{min}]) = 1,006321 + 6,562\text{E-}6 \cdot t \quad \text{mit } r^2 = 0,46, \quad s^2 = 1,63\text{E-}9$$

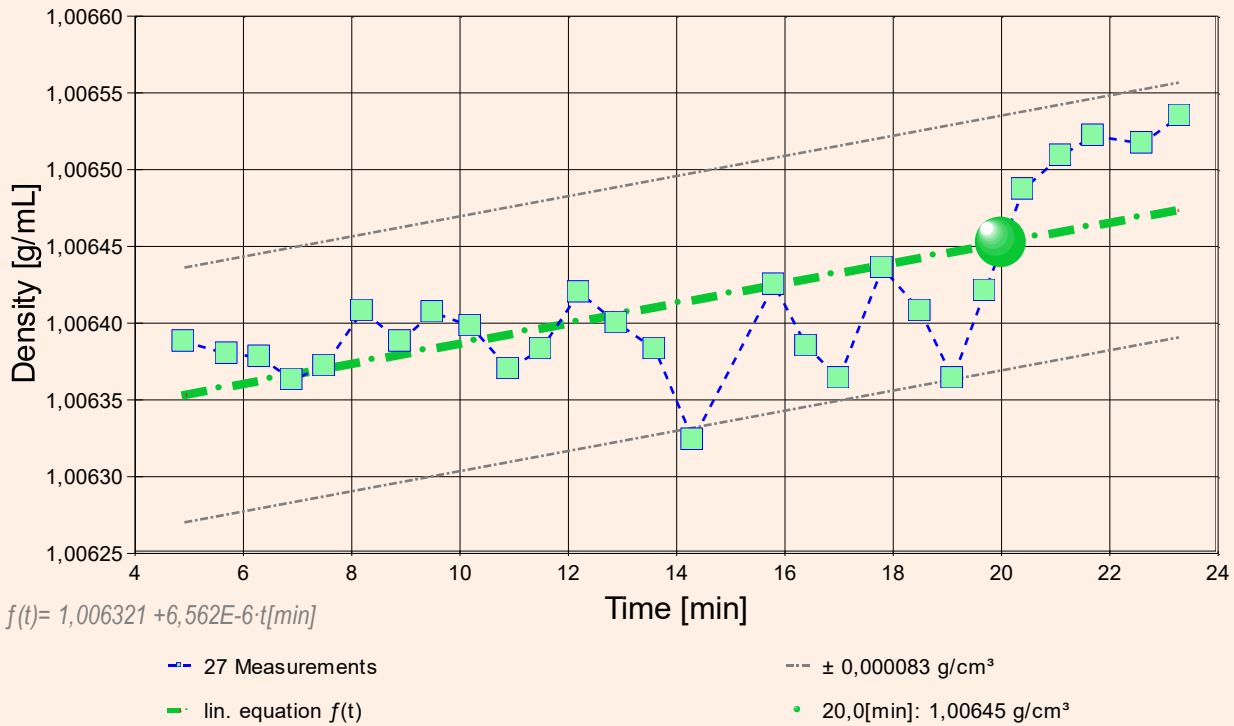
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei 'r²=0,46' eine nicht vorhandene Korrelation anzeigt). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s²) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung (√s²) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

→ Diagramm 6. Temperaturabhängigkeit der Dichte - 'rho-Temp.'



- Das Diagramm 6, "rho-Temp.," zeigt die 27 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25,075°C für die Noname-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. .

- Diagramm 7. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-f(t)²'



- Im Diagramm 7, "rho-f(t)²", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N°	t [min]	θ [°C]	ρ [g/cm ³]	H [mm]	ω [s]	Δρ _ω [g/cm ³]	N Werte & Trend	F _A [mN]	F _{korr.} [mN], TSymb.
[1.	2,3	25,189	1,00637	2,048	3,5	-6,6E-6	3 ₃₀ ↑	412,3967	0,0029 †]*
[2.	3,0	25,143	1,00641	2,048	5,0	2,4E-5	5 ₃₁ □	412,3927	0,0009 †]*
[3.	3,6	25,116	1,00641	2,048	3,3	-2,4E-6	3 ₂₉ □	412,3940	0,0020 †]*
[4.	4,3	25,099	1,00640	2,048	3,2	-4,1E-6	3 ₃₁ □	412,3941	0,0014 †]*
5.	4,9	25,090	1,00639	2,048	6,0	-8,4E-6	6 ₂₈ ←	412,3963	0,0031 †
6.	5,7	25,084	1,00638	2,048	4,1	-1,0E-5	4 ₃₀ ↗	412,3964	0,0027 †
7.	6,3	25,080	1,00638	2,048	3,5	1,8E-6	3 ₂₉ ↓	412,3967	0,0029 †
8.	6,9	25,079	1,00636	2,048	4,1	-1,6E-5	4 ₃₀ ↑	412,3987	0,0039 †
9.	7,5	25,077	1,00637	2,048	5,2	-8,2E-8	5 ₃₀ ⇔	412,3960	0,0018 †
10.	8,2	25,076	1,00641	2,048	3,2	4,9E-6	3 ₃₀ ↓	412,3957	0,0037 †
11.	8,9	25,077	1,00639	2,048	3,3	-10,0E-6	3 ₃₁ ⇔	412,3966	0,0034 †
12.	9,5	25,077	1,00641	2,048	4,1	-2,1E-6	4 ₂₉ ⇔	412,3951	0,0030 †
13.	10,2	25,076	1,00640	2,048	6,2	3,2E-6	6 ₂₉ ↓	412,3957	0,0031 †
14.	10,9	25,077	1,00637	2,048	3,3	-2,4E-5	3 ₃₀ ↗	412,3961	0,0018 †

15.	11,5	25,080	1,00638	2,048	3,2	-1,7E-5	3 ₂₉ ⇔	412,3954	0,0019 ‡
16.	12,2	25,078	1,00642	2,048	3,5	-1,2E-6	3 ₂₉ →	412,3926	0,0012 ‡
17.	12,9	25,079	1,00640	2,048	4,1	-2,2E-5	4 ₃₀ ↓	412,3947	0,0022 ‡
18.	13,6	25,079	1,00638	2,048	3,2	1,3E-5	3 ₃₀ ⇔	412,3943	0,0008 ‡
19.	14,3	25,077	1,00632	2,048	3,3	-1,7E-5	3 ₃₀ ↑	412,4006	0,0036 ‡
[20.	15,0	25,079	1,00624	2,048	3,2	-1,7E-5	3 ₂₉ →	412,4053	0,0036 ‡]*
21.	15,8	25,080	1,00642	2,048	5,4	-3,5E-6	5 ₂₈ ↓	412,3957	0,0046 ‡
22.	16,4	25,079	1,00639	2,048	3,2	3,8E-6	3 ₃₀ ↓	412,3977	0,0042 ‡
23.	17,0	25,080	1,00636	2,048	4,1	-9,0E-6	4 ₂₉ ⇔	412,3995	0,0048 ‡
24.	17,8	25,083	1,00644	2,048	6,9	3,5E-6	7 ₃₀ →	412,3966	0,0062 ‡
25.	18,5	25,082	1,00641	2,048	3,5	-7,6E-6	3 ₂₉ ↑	412,3987	0,0066 ‡
26.	19,1	25,081	1,00636	2,048	3,4	7,1E-6	3 ₂₈ ↑	412,4026	0,0079 ‡
27.	19,7	25,081	1,00642	2,048	4,2	9,2E-6	4 ₂₉ →	412,3986	0,0073 ‡
28.	20,4	25,082	1,00649	2,048	3,2	8,2E-6	3 ₃₀ ↓	412,3957	0,0084 ‡
29.	21,1	25,082	1,00651	2,048	3,3	8,2E-6	3 ₃₁ ↓	412,3957	0,0096 ‡
30.	21,7	25,083	1,00652	2,048	3,3	-5,1E-6	3 ₂₉ →	412,3960	0,0107 ‡
31.	22,6	25,083	1,00652	2,048	4,3	-3,4E-5	4 ₃₀ ↓	412,3957	0,0101 ‡
32.	23,3	25,083	1,00654	2,048	4,5	-1,5E-5	4 ₃₀ ⇔	412,3966	0,0121 ‡

*[Die Werte der Zeilen N° 1, 2, 3, 4, 20 wurden durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

Tabellensymbole: *t* Zeitpunkt [min], *θ* Temperatur [°C], *ρ* Dichte [g/cm³], *H* Positionshöhe der Messkörperunterkannte über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], *ω* Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s], *Δρ_ω* Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm³], *N* Anzahl Auftriebsmessungen ggf. mit Wägewertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F_A* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F_{kor.}* 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*=0mm). Die zu *F_{kor.}* 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

Messkörper: Name *MK_ESA1a*, IDN° 7022, Spaltweite 0,851 mm.

Auswertungsverfahren: Standard. Konfigurationstyp DiVA-A^{r°rl.}

Messkörperdaten: Messzylindermasse 48,1349 ±0,0003 g, ~volumen 6,054 ±0,0005 cm³,

~durchmesser 14,2991 ±0,001 mm, ~länge 43,08 ±0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient

53,165·10⁻⁶K⁻¹. Messzylindersuspension: Querschnitt 0,0201 mm², Umfang 0,502 mm, Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

Behälter/Röhre: Durchmesser 16,0015 ±0,0005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 20·10⁻⁶K⁻¹.

Bezugstemperatur: für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

Kinetische Energie: Faktor Zeta: ζ = 1,33.

Individuelle Werte: Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 75,9 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 32,8 mm.

Messunsicherheiten des Ergebnisses: Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,2% bestimmt; die Messunsicherheit der Dichte (±0,000083 g/cm³) stammt von Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie der Kraft- und der Temperaturmessung.

- Die **Messunsicherheit** des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus den folgenden Unsicherheitsquellen bestimmt: 1.: der geometrischen Toleranzangaben zu Messkörperdurchmesser, 2.: zur Länge und 3.: zum Radius des Gefäßes. Individuell aus 4.: der Standardabweichung der Messkraft (σ_{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 break by user in command line N°660.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde am Vortag 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} 8,000 g/cm³, Luftdichte ρ_{air} vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s². Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit $\pm 0,01$ [K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 60[min] (BN^o3, -10/100°C, 4S, FS15, Offset: -0,0361). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.0.54, LizenzN^o *3037-4759*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N^o6995684 (C, SSD).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
1,9	52,23	22,63	93,334	1,09324
8,6	52,26	22,58	93,349	1,09358
15,4	52,28	22,54	93,353	1,09382
22,1	52,35	22,52	93,341	1,09375

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.

Report created & printed by IMETER®



intelligenter messen.

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

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