

Zeiteffekte in Viskosität und Dichte Zur Messung biologischer Aktivität über Stoffwechselprodukte

Gärung von Zuckerwasser

Weil die Messung bei günstiger Gärtemperatur schnell verläuft, viel CO₂ entwickelt und somit wegen Blasen am Messkörper schlecht zu handhaben ist, wurde die Messung als "Fermenter-Monitoring" aufgebaut. Der Probe (100mL Zuckerwasser) wurde zum angegebenen Zeitpunkt die Hefemenge zugegeben. Diese wurde per Magnetrührer im auf 30°C temperierten Reaktor rasch in der Zuckerlösung dispergiert und sofort - als Anfangswert - in die Messzelle gepumpt, gekühlt und gemessen. Nach jeder Messung wird die Probe zurückbefördert und sofort neue Probe gezogen (die protokollierte Temperatur zeigt deshalb ein Zickzackverlauf). - Die gekühlte Lösung scheidet keine Gasblasen ab, die sonst eine Dichtemessung vereitelt. So konnte die Geschwindigkeit des Gärprozesses - Dichteabnahme durch die Verstoffwechslung von Zucker in Ethanol - gut gemessen werden.

Der "Zeitvolumenkoeffizient" (als kinetische Konstante der Umsetzung) beträgt hier mit der Hefekonzentration von 33mg/mL 5.6 [1E-5/min]. In einer Vergleichsmessung mit geringerer Hefekonzentration von 25mg/mL wurde der Koeffizient zu 4.3 [1E-5/min] ermittelt.



IMETER V.5.6 rev.25

I-Report (647FFEJ16312B), IMETER / ©MSB

ID N° 13100 - M5 DiVA, Constant Rate Measurement

Vergärung Zuckerwasser (3,3g Hefe)

100mL Zuckerwasser (0.0522 g/mL bei 20°C, Dichte bei 0°C 1.203g/cm³) in 'Reaktor' bei 30°C. Probe wird zur Messung per Pumpe in die Messzelle gefördert und auf 0°C temperiert und gemessen. Zugabezeitpunkt der abgemessenen Menge Hefe vgl. Onlineprotokoll!

Results at **0,0°C**

Viscosity: $\eta_{(497s^{-1})} = 2,252 \pm 0,023 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 2,214 \pm 0,023 \text{ mm}^2/\text{s}$

Density: $\rho = 1,01706 \pm 0,00041 \text{ g/cm}^3$

- Kinetic ρ -coefficient: $\tau = -5,5 \cdot 10^{-5} / \text{min}$

Report

• 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. Wird die Plattform nach unten bewegt, so fließt das Probenfluid um den stillstehenden Messzylinder durch den ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die genau der Viskosität der Probe entspricht. - Eine Relativgeschwindigkeit zwischen den Zylindern fördert parallel ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist durch die geometrischen Verhältnisse definiert, Geschwindigkeit, Strömung, Kraft gehorchen wie das Hagen-Poiseuille'sche Gesetz der Navier-Stokes-Gleichung. M5 DiVA ermöglicht unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten sowie der Strömungskinetik die sehr präzise Bestimmung der Viskosität (η). Indem die Messung bei

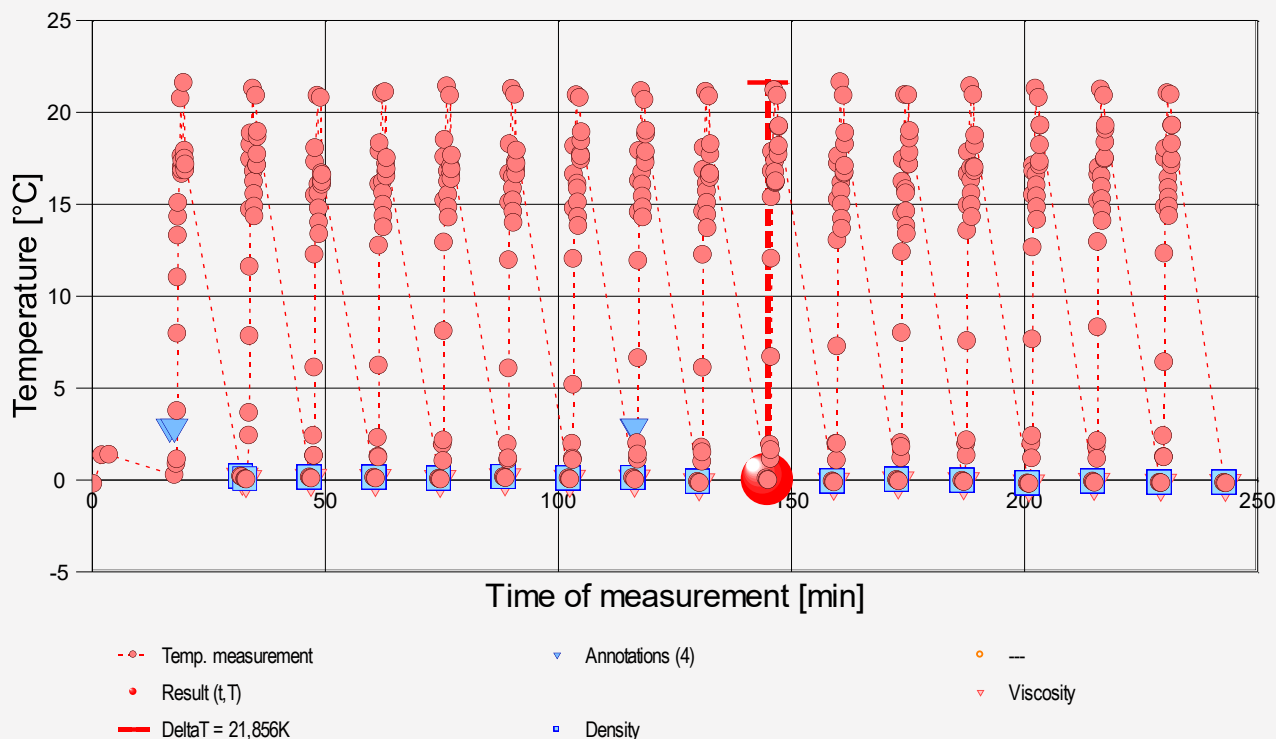
gleichbleibender Deformation (der Schergeschwindigkeit 497 s^{-1} kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich) isotherm, ausgeführt wird, kann ggf. eine zeitliche Veränderung der Probeneigenschaften beobachtet werden.

-- Auf den Messkörper wirken stets durch die *Dichte* des Probenfluids bedingte Auftriebskräfte. Die Dichte ρ gibt als *spezifische Masse* die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine besonders temperaturabhängige Stoffkonstante und wird simultan mittels Auftriebswägung am ruhenden Zylinder-Messkörper bestimmt: Diese *hydrostatische Wägung* basiert darauf, dass "ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) um den Betrag *leichter* erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft des Messkörpers die Dichte exakt berechnet werden kann, ist das Messkörpervolumen unter den jeweils vorliegenden Bedingungen entscheidend.

- Verglichen mit etablierten Rotationsviskosimeter-Techniken bietet M5 DiVA überhaupt Kohärenz, Integrität und Haltbarkeit, eine deterministische MessTechnik ohne \times Oberflächeneffekte, \times Wirbelbildung, \times Zentrifugalkräfte, \times Lagerreibung oder \times unklare Scher-historien und dazu absolut maximale Ressourceneffizienz. IMETER M5 DiVA-Resultate sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, Pyknometer). Vgl. Referenz M5 DiVA 'https://imeter.de/?view=article&id=73' - **Beispiele & Auftragsmessungen über 'www.imeter.de/?view=article&id=58'**

• 2. ÜBERSICHT

Dichte und Viskosität wurden 17-mal gemessen. Messdauer vier Stunden; Temperaturänderung im Bereich von $-0,23$ bis $21,62^\circ\text{C}$. - *Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'*



- 16,6' : "Jetzt": Zugabe 3,3346 g Hefe in den Reaktor. Dispergierung per Rührwerk
- 17,6' : Hefe jetzt klumpenfrei u. homogen verteilt!
- 116,1' : Vorlage schäumt!
- 116,3' : ein Teil der Hefe ist im Schaum

- Mit Diagramm 1. ('t/T-Protokoll') wird eine Übersicht gezeigt, die den Temperaturverlauf in der Messung und eine Zusammenfassung der Vorgänge anzeigt (z.B. 4 Online-Protokollanmerkungen) während der Messung). -- Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die blauen Quadrate stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Dichtemessungen, rote Winkel für Viskositätsmessungen. Die Dreiecke zeigen jene Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer die oben angegebenen Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

• 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

17 Messwerte; Zeitbereich 32 bis 243 min, Temperatur $\Delta T = 0,365 \text{ K}$

Ergebniswert bei 140 min: $\eta_{0,013^\circ\text{C}} = 2,252 \pm 0,023 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bzw. $\pm 1,0\%$ (273,16 K)

Streuung: $\pm 0,0079 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ absolute bzw. 0,35% relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung zeitabhängig.

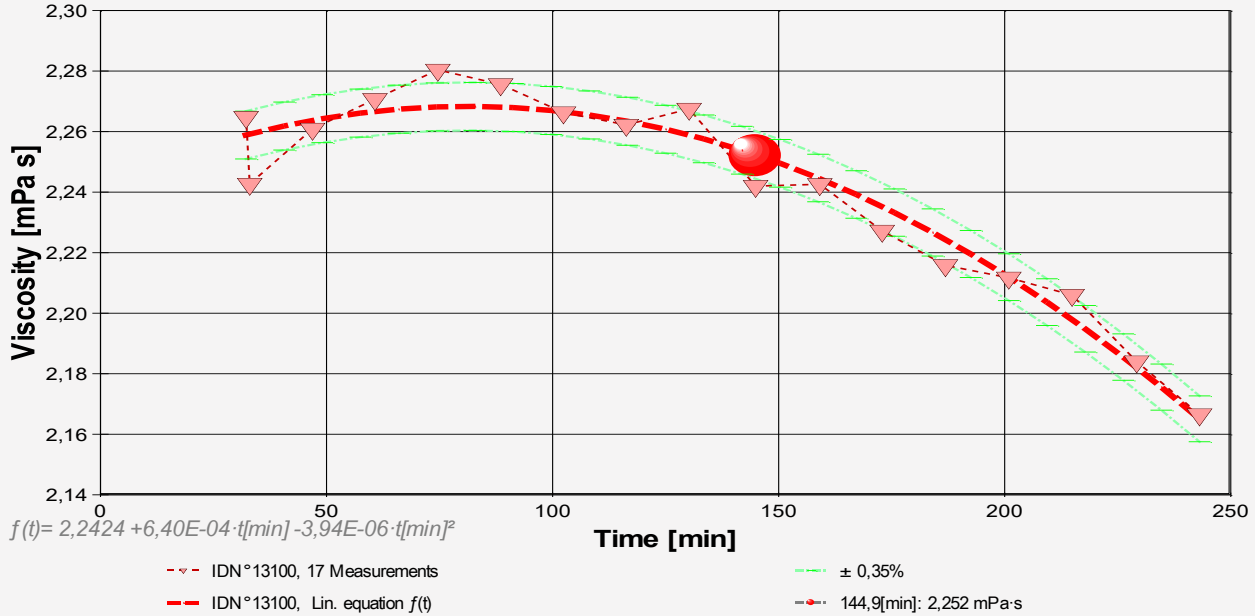
Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 32 und 243:

$$\eta(t[\text{min}]) = 2,2424 + 6,40\text{E-}04 \cdot t - 3,94\text{E-}06 \cdot t^2 \quad \text{mit } r^2 = 0,949, s^2 = 6,20\text{E-}5$$

Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR): $\gamma = 497 \pm 0,23 \text{ s}^{-1}$.

- 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 'unbefriedigend' 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. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-Zeit'



- Im Diagramm 2, "eta-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

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

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

N°	t	θ	η	v _z	F _z	τ	v _{max}	γ	Re
IDN°13100	[min]	[°C]	[mPa·s]	[mm/s]	[mN]	[Pa]	[mm/s]	[s ⁻¹]	[Zahl]
1.	32,2	0,148	2,265	12,25	20,9116	1,125	97,16	496,85	46,5
2.	33,0	0,024	2,243	12,25	20,7069	1,114	97,16	496,84	47,0
3.	46,9	0,089	2,261	12,25	20,8756	1,123	97,16	496,85	46,6
4.	60,7	0,082	2,271	12,25	20,9655	1,128	97,16	496,84	46,4
5.	74,6	0,029	2,280	12,25	21,0553	1,133	97,16	496,84	46,1
6.	88,5	0,116	2,276	12,25	21,0109	1,131	97,16	496,85	46,2
7.	102,4	0,039	2,266	12,25	20,9251	1,126	97,16	496,84	46,3
8.	116,3	0,046	2,262	12,25	20,8872	1,124	97,16	496,84	46,4
9.	130,2	-0,153	2,267	12,25	20,9337	1,127	97,15	496,82	46,2
10.	144,9	0,013	2,242	12,25	20,7004	1,114	97,16	496,83	46,7
11.	159,1	-0,120	2,243	12,25	20,7045	1,114	97,15	496,82	46,6
12.	172,9	-0,052	2,227	12,24	20,5485	1,106	97,09	496,49	46,9
13.	186,9	-0,093	2,216	12,24	20,4368	1,100	97,06	496,32	47,1
14.	200,9	-0,217	2,212	12,25	20,4251	1,099	97,19	496,97	47,2
15.	214,9	-0,131	2,206	12,25	20,3668	1,096	97,15	496,82	47,3
16.	229,2	-0,178	2,184	12,23	20,1355	1,084	97,02	496,14	47,7
17.	243,1	-0,189	2,166	12,25	20,0082	1,077	97,19	496,99	48,1

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 Ringspalt (F_z), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium (F_m), die rekursiv bestimmt wird. Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_z - F_m. 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·ra²/(ra²-ri²), mit ra Röhrenradius und ri Zylinderradius) wird für die Berechnung der Reynoldszahl benötigt. Re = ρ·v_m·d / η, 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.

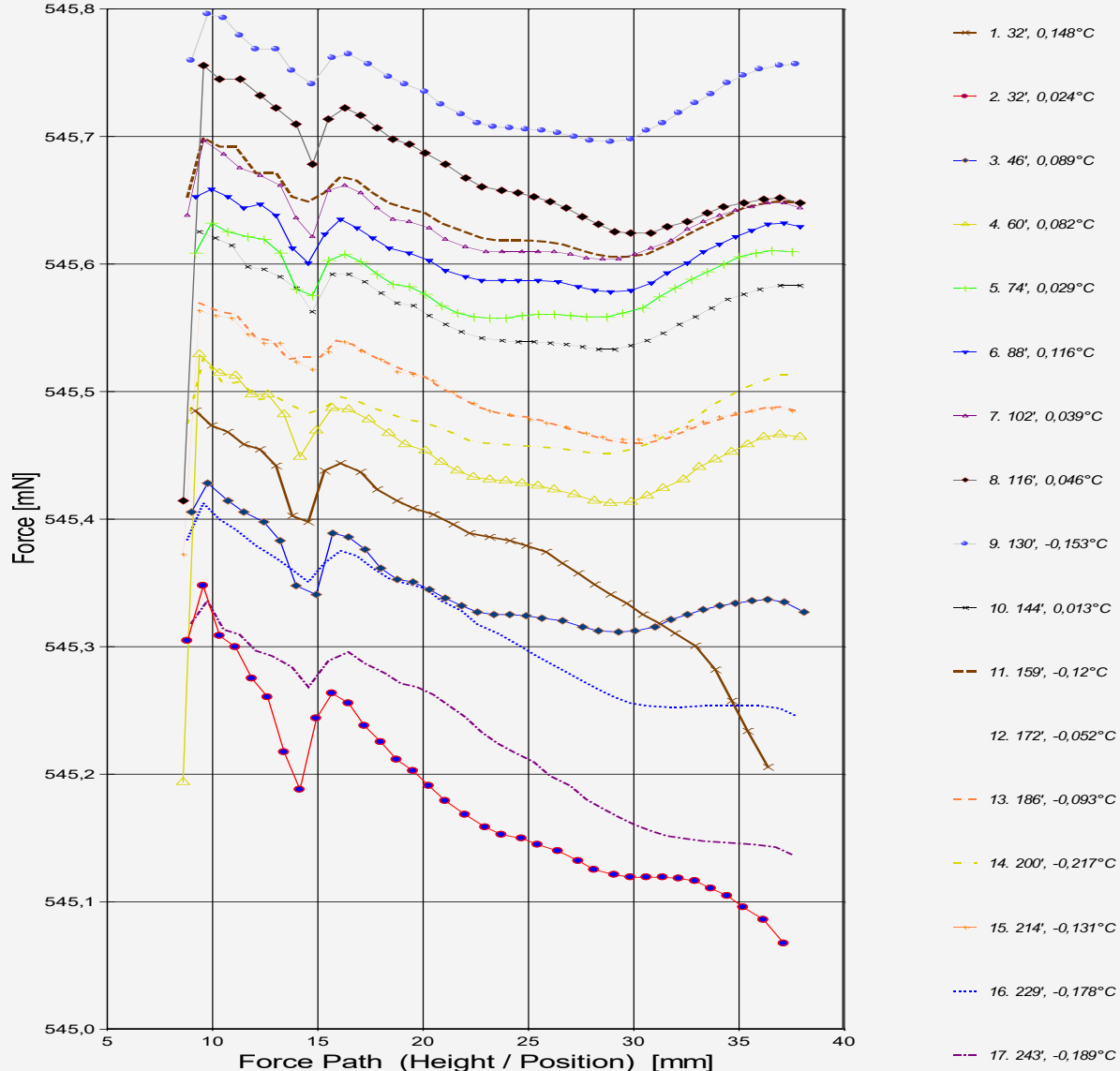
N°	F _w	σ _{Fw}	σ _{Fw rel}	F _p	F _{hp}	F _z	F _m	N/n
			-- Alle Werteinträge in [mN] --					Datenauswahl
1.	545,3447	0,04926	90 ppm	523,9283	0,007521	0,511	0,00174	20/44

2.	545,1359	0,03089	57 ppm	523,9242	0,007603	0,511	0,00174	21/46
3.	545,3262	0,009321	17 ppm	523,9461	0,007785	0,510	0,00180	22/47
4.	545,4635	0,003365	6,2 ppm	523,9951	0,009448	0,510	0,00219	4/46
5.	545,6086	0,002110	3,9 ppm	524,0508	0,009362	0,510	0,00218	4/47
6.	545,6297	0,002573	4,7 ppm	524,1169	0,009453	0,509	0,00220	4/46
7.	545,6204	0,01540	28 ppm	524,1926	0,007754	0,509	0,00180	22/47
8.	545,6473	0,01713	31 ppm	524,2578	0,007706	0,508	0,00179	21/45
9.	545,7551	0,002048	3,8 ppm	524,3210	0,009443	0,508	0,00220	3/46
10.	545,5807	0,003239	5,9 ppm	524,3802	0,009376	0,507	0,00216	4/47
11.	545,6472	0,002338	4,3 ppm	524,4431	0,009346	0,507	0,00215	4/47
12.	545,5414	0,003069	5,6 ppm	524,4944	0,009359	0,506	0,00214	4/46
13.	545,4771	0,01181	22 ppm	524,5413	0,007754	0,505	0,00177	21/45
14.	545,5096	0,005133	9,4 ppm	524,5856	0,009347	0,506	0,00213	4/47
15.	545,4800	0,01428	26 ppm	524,6136	0,007567	0,506	0,00172	21/45
16.	545,2800	0,03148	58 ppm	524,6465	0,007663	0,504	0,00172	21/46
17.	545,1857	0,04008	74 ppm	524,6779	0,007680	0,506	0,00172	21/46

Tabellensymbole: F_w Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{Fw} Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN], $\sigma_{Fw\ rel}$ relative Standardabweichung[-], F_p Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN], F_{hp} Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN], F_ζ Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (Kinetische Energie-Korrektion) [mN], $F_{h\eta}$ Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN], N/n Abstimmung: 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 Druckstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 3, Force_Path, unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit F_ζ die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-)Kapillarviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_\zeta = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_1^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

- Diagramm 3. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'Force_Path'



- Diagramm 3, "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 $\Sigma\sigma$. Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,52 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 9,2 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise' [µPa/mm]	H _{Start} [mm]	L _{ch} [mm]	D _{RSP} [mm]	ΔD _{RSP} [µm]	Ø _{zyl.} [mm]	L _{zyl.} [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ _{rel.}
1.	9,35E-04	4,913	35,133	0,7699	2,42	14,4641	41,2332	0,023	1,0%
2.	5,79E-04	4,913	35,893	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
3.	3,03E-04	4,925	36,836	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
4.	4,81E-05	4,901	36,664	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
5.	2,79E-05	4,913	36,285	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
6.	4,42E-05	5,011	36,566	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
7.	3,38E-04	4,925	36,640	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
8.	4,45E-04	4,925	36,652	0,7699	2,43	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
9.	1,76E-05	5,023	36,346	0,7700	2,45	14,4640	41,2330	0,023	1,0%
10.	3,09E-05	5,011	36,554	0,7699	2,44	14,4641	41,2331	0,023	1,0%
11.	2,44E-05	4,913	36,456	0,7699	2,45	14,4640	41,2330	0,023	1,0%
12.	4,09E-05	5,011	36,358	0,7699	2,44	14,4640	41,2330	0,022	0,99%
13.	3,70E-04	5,023	36,346	0,7699	2,45	14,4640	41,2330	0,022	0,99%
14.	4,71E-05	4,925	36,640	0,7700	2,46	14,4640	41,2329	0,022	0,99%
15.	3,64E-04	4,925	36,260	0,7700	2,45	14,4640	41,2330	0,022	1,00%
16.	4,92E-04	4,913	36,456	0,7700	2,45	14,4640	41,2329	0,022	1,0%
17.	6,25E-04	4,925	36,273	0,7700	2,46	14,4640	41,2329	0,022	1,0%

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_{ch}* 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 Bewegungstrecke dar ($\Delta F/\Delta s$); 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. DICHTE - MESSUNG

17 Messwerte; Zeitbereich 32 bis 243 min, Temperatur $\Delta T = 0,368$ K

Ergebniswert bei 140 min: $\rho_{0,013^\circ\text{C}} = 1,01706 \pm 4,1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 0,40\%$ (273,16 K, 96,15 kPa)

Streuung: $4,1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. $0,40\%$ relative Standardabweichung

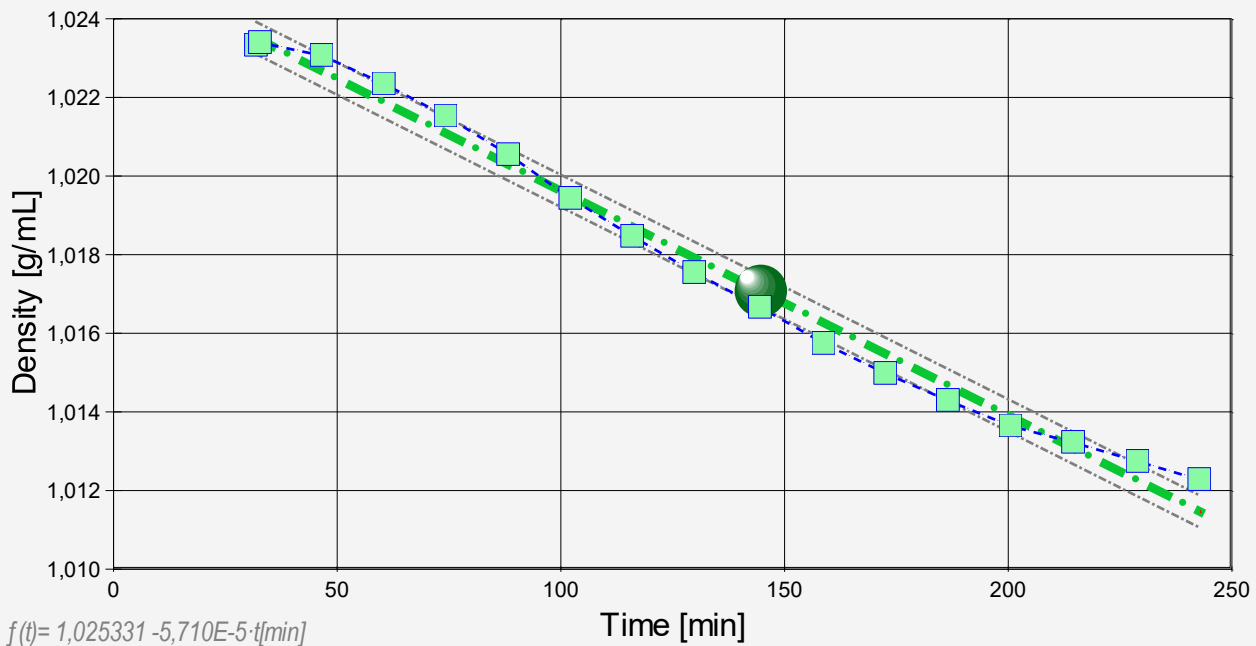
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 32 und 243:

$$\rho (t[\text{min}]) = 1,025331 - 5,710 \cdot 10^{-5} \cdot t \quad \text{mit } r^2 = 0,990, s^2 = 1,67 \cdot 10^{-7}$$

- Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit von $\pm 3,9 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ relativ große Standardabweichung zwischen Gleichung und Messwerten ($\pm 4,1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$) führt dazu, dass die aus der Fortpflanzung der Unsicherheiten berechnete kombinierte Messunsicherheit des Ergebnisses, die gepunktet unterstrichen zum Ergebniswert angegeben ist, durch die Standardmessunsicherheit ersetzt wurde. --- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der hier wohl 'mäßig' 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.

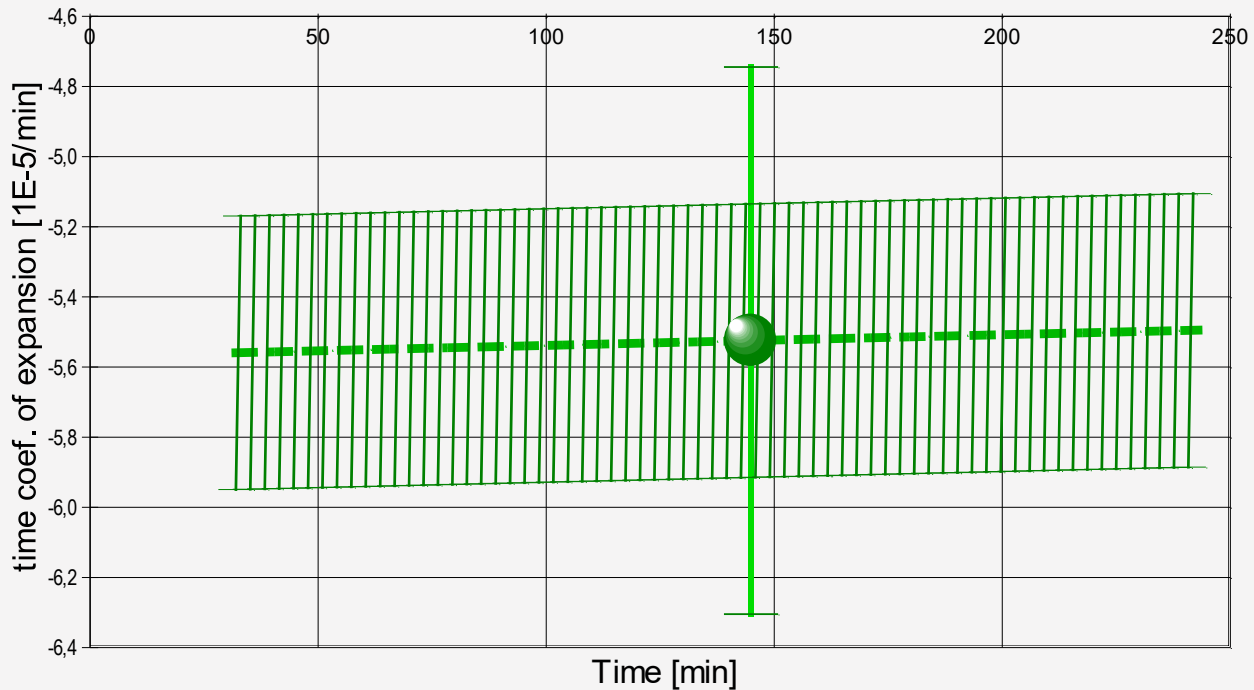
- Diagramm 4. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-Zeit'



- IDN°13100, 17 Measurements
 - lin. equation $f(t)$
 - $\pm 0,00041 \text{ g/cm}^3$
 - 144,9[min]: 1,01706 g/cm^3

- Im Diagramm 4, "rho-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

- Diagramm 5: Der zeitliche Expansionskoeffizient -



- time coef. of expansion
 - $k_t = -5,5 [1E-5/\text{min}]$
 - Equation
 - 2-s

- Das Diagramm 5, "k-f(T,t)", zeigt den Verlauf des zeitlichen-Raumausdehnungs-koeffizienten τ der Probe Fluid-Probe entsprechend der unten angegebenen Gleichung an. Die Breite entspricht dem hier angenommenen Fehler. Der Angabewert ist als kugelförmiges Symbol eingezeichnet.

Aus der linearen Regressionsgleichung des Dichteverlaufs kann für den zeitlichen-Raumausdehnungs-koeffizienten eine Gleichung angegeben werden:

$$\tau_\rho [10^{-5} \cdot \text{min}^{-1}] = f(t[\text{min}]) = 1E5 / (-17956 - t)$$

Die Präzision der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,4 \cdot 10^{-5} / \text{K}$ angenommen. Die relative Zunahme des Koeffizienten beträgt im Bereich der Messung konstant 55 ppm pro Minute.

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

N° IDN°13100	t [min]	θ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	Δρ _ω [g/cm³]	N Werte & Trend	F _A [mN]	F _{Korr.} [mN], TSymb.
1.	32,0	0,172	1,02332	4,549	0,0	0	1	523,928	-
2.	32,9	0,028	1,02339	4,549	0,0	0	1	523,924	-
3.	46,7	0,120	1,02306	4,549	0,0	0	1	523,946	-
4.	60,6	0,108	1,02234	4,549	0,0	0	1	523,995	-
5.	74,4	0,050	1,02152	4,549	0,0	0	1	524,051	-
6.	88,4	0,144	1,02054	4,549	0,0	0	1	524,117	-
7.	102,3	0,071	1,01942	4,549	0,0	0	1	524,193	-
8.	116,1	0,090	1,01846	4,549	0,0	0	1	524,258	-
9.	130,0	-0,117	1,01754	4,549	0,0	0	1	524,321	-
10.	144,7	0,068	1,01665	4,549	0,0	0	1	524,380	-
11.	158,9	-0,091	1,01573	4,549	0,0	0	1	524,443	-
12.	172,7	-0,011	1,01497	4,549	0,0	0	1	524,494	-
13.	186,7	-0,059	1,01428	4,549	0,0	0	1	524,541	-
14.	200,7	-0,196	1,01363	4,549	0,0	0	1	524,586	-
15.	214,7	-0,101	1,01322	4,549	0,0	0	1	524,614	-
16.	229,1	-0,164	1,01273	4,549	0,0	0	1	524,647	-
17.	242,9	-0,165	1,01227	4,549	0,0	0	1	524,678	-

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* Standardabweichung der Dichtewerte in der Beobachtungszeit [g/cm³], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägewertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F_A* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F_{Korr.}* konstante Korrekturkraft [mN].

- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (*H*=0mm).

• 5. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

a). **Messkörper:** Name *IStahl14.5/PA*, b). IdentN° 7014, c). Spaltweite 0,767 mm.

d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Standard. e). Konfigurationstyp DiVA-B ^(II+).

f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse 54,1632 ± 0,0002 g, ~volumen 6,912689 ± 2,6E-4 cm³, ~durchmesser 14,47 ± 0,01 mm, ~länge 41,25 ± 0,01 mm.

kub. Ausdehnungskoeff. κ [10⁻⁶K⁻¹] = f(θ[°C]) = 50,873 - 0,18583 · θ + 3,8490 · 10⁻³ · θ² - 1,9601 · 10⁻⁵ · θ³

Nicht tauchendes Gewicht am Messzylinder (Lasträger, Haltekonus) 6,3156 g. g).

Messzylindersuspension: Querschnitt 0,021 mm², Umfang 0,515 mm, h). Aufhängungsart: fixierte Verbindung.

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser 16,005 ± 0,005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 8 · 10⁻⁶K⁻¹.

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: ζ = 1,358.

Individuelle Werte: l). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 83,0 mm, max. Bewegstrecke in der Phase: 41,8 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,0% bestimmt; die n). Messunsicherheit der Dichte ± 0,00041 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 (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_r 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-B-HEFE", type 5/0. Benutzerabbruch in Zeile N°738.)

(the digital twin of process IDN°13100 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) 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 10[min] (BN^o3, -10/100°C, 7S, FS15, Offset: -0,005). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 6.1.40, LizenzN^o *3037-4759*, W. 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N^o1480456102 (H, DIE PLATTE#).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
26,0	48,54	23,81	95,536	1,11472
46,5	48,26	23,81	95,551	1,11492
60,4	48,5	23,819	95,566	1,11505
74,2	47,81	23,77	95,57	1,11535
88,2	48,57	23,82	95,570	1,11509
102,1	48,11	23,87	95,570	1,11494
115,8	48,5	23,88	95,57	1,11484
129,8	48,41	23,89	95,57	1,11483
144,6	48,46	23,89	95,571	1,11482
158,7	48,12	23,93	95,568	1,11466
172,6	48,03	23,94	95,583	1,11479
186,6	48,07	23,97	95,60	1,11483
200,5	48,19	24,00	95,604	1,1148
214,4	48,13	23,98	95,599	1,11483
228,8	47,97	23,99	95,61	1,11488
242,7	47,7	23,993	95,615	1,11501

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

Kommentar/Bewertung/Interpretation:

Weil die Messung bei günstiger Gärtemperatur schnell verläuft, viel CO2 entwickelt und somit wegen Blasen am Messkörper schlecht zu handhaben ist - wurde die Messung als "Fermenter-Monitoring" aufgebaut. Der Probe (100mL Zuckerwasser) wurde zum angegebenen Zeitpunkt die Hefemenge zugegeben. Diese wurde per Magnetrührer im auf 30°C temperierten Reaktor rasch in der Zuckerlösung dispergiert und sofort - als Anfangswert - in die Messzelle gepumpt, gekühlt und gemessen. Nach jeder Messung wird die Probe zurückbefördert und sofort neue Probe gezogen. - Die gekühlte Lösung hat keine CO2-Übersättigung mehr und scheidet keine Gasblasen ab - dadurch konnte die Geschwindigkeit des Gärprozesses - Dichteabnahme durch die Verstoffwechslung von Zucker in Ethanol - gut gemessen werden.

Der "Zeitvolumenkoeffizient" (als kinetische Konstante der Umsetzung) beträgt hier mit der Hefekonzentration von 33mg/mL 5.6 [1E-5/min]. In einer Vergleichsmessung mit geringerer Hefekonzentration von 25mg/mL wurde der Koeffizient zu 4.3 [1E-5/min] ermittelt.

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