

ID N° 14964 - DiVA-Method: Constant Stress Measurement

Gelatine - Gelation by CS-Observation

"solidification" by - rheo-force-constance - CS 100/s during a period. (1.74g Gelatine + 92.48g Water)

Sample/Ref.: **Gelatine_1.85%**

Results at 25,0°C

Viscosity: $\eta_{(0,0100Pa)} = 7,02 \pm 0,15 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 7,01 \pm 0,15 \text{ mm}^2/\text{s}$

Density: $\rho = 1,00205 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$

Report

• 1. MESSPRINZIP

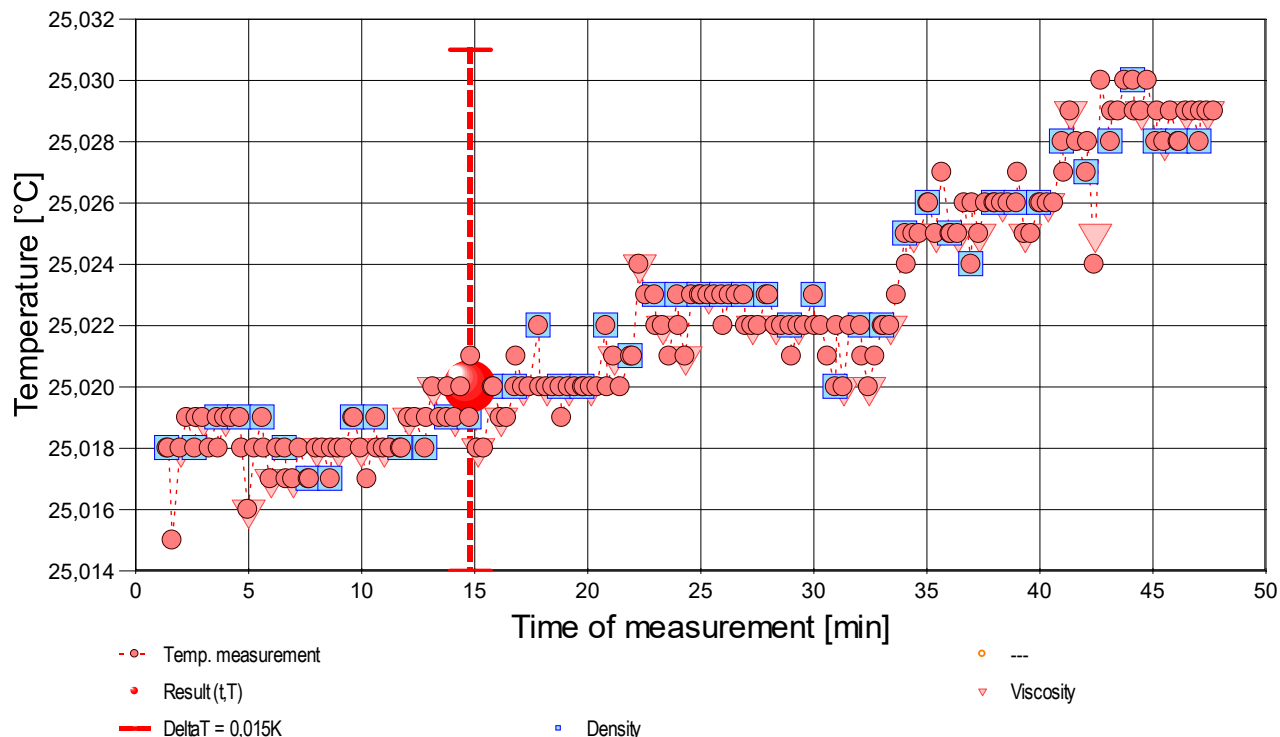
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. 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 festgelegter Schubspannung (0,0100 Pa) 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
 - × Oberflächeneffekte, × Wirbelbildung, × Zentrifugalkräfte, × Lagerreibung oder × 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

Die Viskosität wurde 43-mal gemessen, die Dichte 46-mal. Messdauer 50 Minuten; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 25,02°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

43 Messwerte; Zeitbereich 2 bis 47 min, Temperatur $\Delta T = 0,013 \text{ K}$ ($\vartheta = 25,022 \pm 0,004^\circ\text{C}$)

Angabewert bei 15 min: $\eta_{25,02^\circ\text{C}} = 7,02 \pm 0,15 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ bzw. $\pm 2,1\%$ (298,17 K)

Streuung: $\pm 0,016 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ absolute bzw. 0,23% relative Standardabweichung

Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

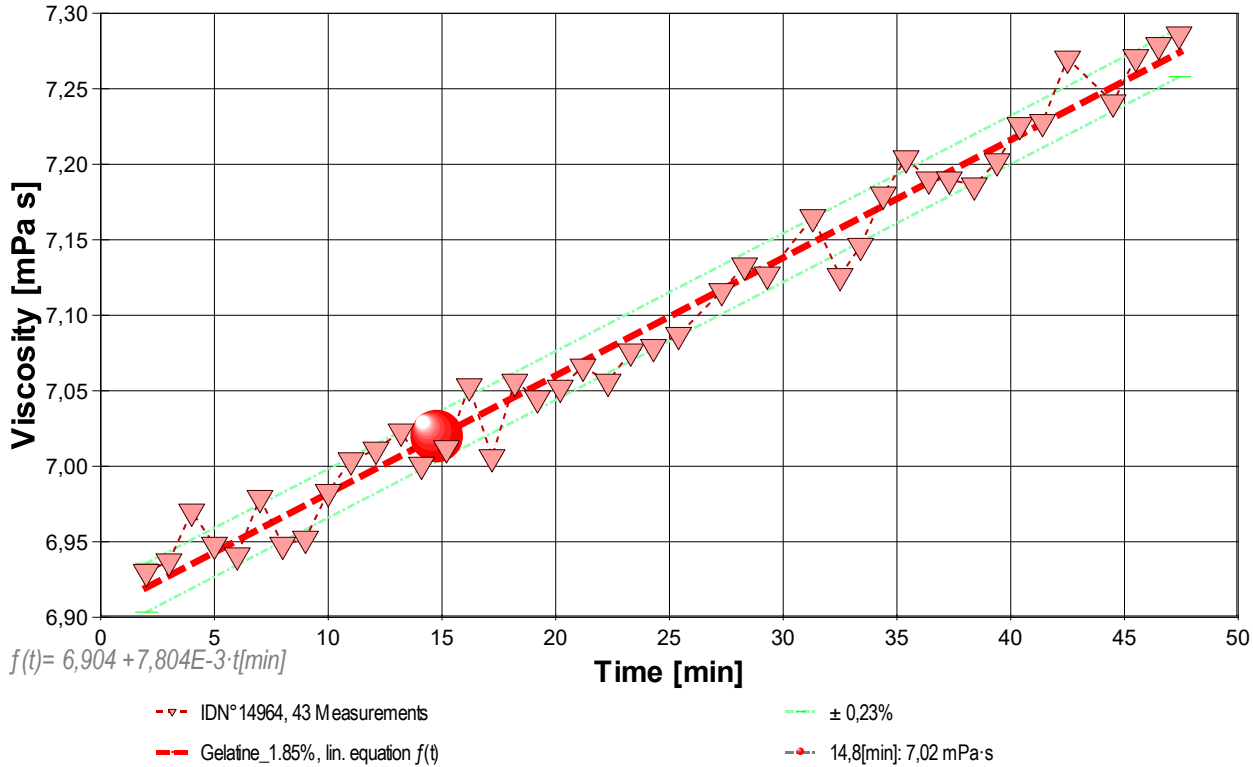
Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 2 und 47:

$\eta(t[\text{min}]) = 6,904 + 7,804\text{E-}3 \cdot t$ mit $r^2 = 0,978$, $s^2 = 2,58\text{E-}4$

Messung bei konstanter Schubspannung (CS): $\tau = 0,0100 \pm 2,2 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$.

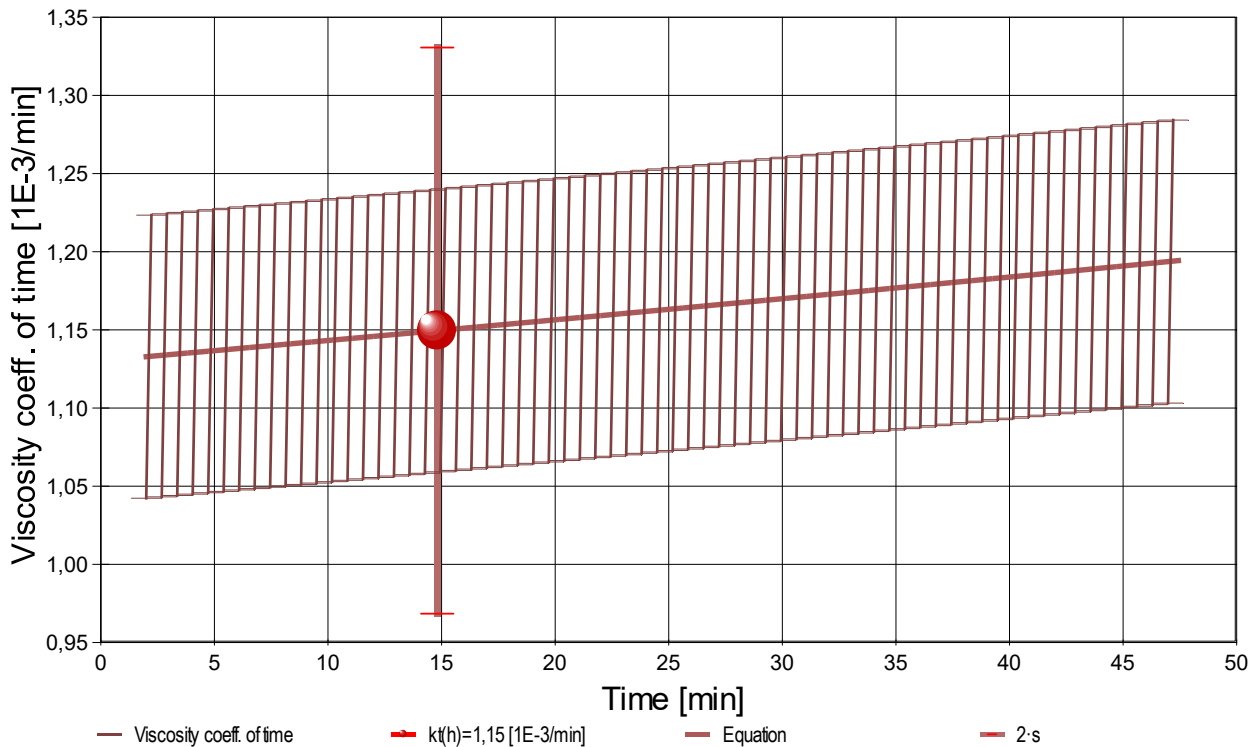
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der hier wohl 'ausreichend' 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.

- Diagramm 3. Zeitkoeffizient der Viskosität - 'kh-f(T,t)'



- Das Diagramm 3, "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 dem Verlauf der Viskositätsmesswerte ergibt sich keine Zeitabhängigkeit des Koeffizienten im durchmessenen Intervall: $\tau_\eta = 1,15 \pm 0,09 [10^{-3} \cdot \text{min}^{-1}]$.

Die Zunahme der Viskosität im Zeitverlauf beträgt konstant 0,12% pro Minute.

- Die Berechnung der Viskosität in der Zeitspanne zum Zeitpunkt t_x kann ausgehend von einem Wert η° bei t° erfolgen: $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\tau_\eta \cdot (t_x - t^\circ))}$. Die für Temperaturkoeffizienten gebräuchliche Formulierung ' $\eta = \eta^\circ \cdot (1 + \tau_\eta \cdot (t_x - t^\circ))$ ' ist evtl. auch verwendbar.

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°14964	t [min]	θ [°C]	η [mPa·s]	v _z [mm/s]	F _z [mN]	τ [Pa]	v _{max} [mm/s]	γ̇ [s ⁻¹]	Re [Zahl]
1.	2,0	25,018	6,93	0,04379	0,1740	0,0101	0,315	1,453	0,054
2.	3,0	25,019	6,94	0,04355	0,1733	0,0100	0,313	1,446	0,053
3.	4,0	25,019	6,97	0,04334	0,1732	0,0100	0,312	1,439	0,053
4.	5,0	25,016	6,95	0,04341	0,1729	0,0100	0,312	1,441	0,053
5.	6,0	25,017	6,94	0,04356	0,1734	0,0100	0,313	1,446	0,053
6.	7,0	25,017	6,98	0,04340	0,1737	0,0101	0,312	1,441	0,053
7.	8,0	25,018	6,95	0,04346	0,1732	0,0100	0,312	1,443	0,053
8.	9,0	25,018	6,95	0,04334	0,1728	0,0100	0,312	1,439	0,053
9.	10,0	25,018	6,98	0,04329	0,1733	0,0100	0,311	1,437	0,052
10.	11,0	25,018	7,00	0,04323	0,1736	0,0100	0,311	1,435	0,052
11.	12,1	25,019	7,01	0,04310	0,1733	0,0100	0,310	1,430	0,052
12.	13,2	25,020	7,02	0,04310	0,1736	0,0100	0,310	1,431	0,052
13.	14,1	25,019	7,00	0,04304	0,1728	0,0100	0,309	1,429	0,052
14.	15,2	25,018	7,01	0,04322	0,1738	0,0101	0,311	1,435	0,052
15.	16,2	25,019	7,05	0,04287	0,1734	0,0100	0,308	1,423	0,051
16.	17,2	25,020	7,01	0,04311	0,1732	0,0100	0,310	1,431	0,052
17.	18,2	25,020	7,06	0,04281	0,1732	0,0100	0,308	1,421	0,051
18.	19,2	25,020	7,04	0,04274	0,1727	0,00999	0,307	1,419	0,051
19.	20,2	25,020	7,05	0,04274	0,1729	0,0100	0,307	1,419	0,051
20.	21,2	25,021	7,07	0,04269	0,1730	0,0100	0,307	1,417	0,051
21.	22,3	25,024	7,06	0,04275	0,1730	0,0100	0,307	1,419	0,051
22.	23,3	25,022	7,08	0,04262	0,1729	0,0100	0,306	1,415	0,051
23.	24,3	25,021	7,08	0,04257	0,1728	0,0100	0,306	1,413	0,051
24.	25,4	25,023	7,09	0,04257	0,1730	0,0100	0,306	1,413	0,051
25.	27,3	25,022	7,12	0,04238	0,1729	0,0100	0,305	1,407	0,050
26.	28,3	25,022	7,13	0,04239	0,1734	0,0100	0,305	1,407	0,050
27.	29,3	25,022	7,13	0,04233	0,1730	0,0100	0,304	1,405	0,050
28.	31,3	25,020	7,16	0,04227	0,1736	0,0101	0,304	1,403	0,050
29.	32,5	25,020	7,13	0,04221	0,1725	0,00998	0,303	1,401	0,050
30.	33,4	25,022	7,15	0,04203	0,1722	0,00997	0,302	1,395	0,050
31.	34,4	25,025	7,18	0,04215	0,1735	0,0100	0,303	1,399	0,050
32.	35,4	25,025	7,20	0,04203	0,1736	0,0101	0,302	1,395	0,049
33.	36,4	25,025	7,19	0,04215	0,1738	0,0101	0,303	1,399	0,050
34.	37,3	25,025	7,19	0,04203	0,1733	0,0100	0,302	1,395	0,049
35.	38,4	25,026	7,19	0,04208	0,1734	0,0100	0,302	1,397	0,050
36.	39,4	25,025	7,20	0,04185	0,1728	0,0100	0,301	1,389	0,049
37.	40,4	25,026	7,23	0,04191	0,1737	0,0101	0,301	1,391	0,049
38.	41,4	25,029	7,23	0,04179	0,1732	0,0100	0,300	1,387	0,049
39.	42,5	25,025	7,27	0,04161	0,1735	0,0100	0,299	1,381	0,048
40.	44,5	25,029	7,24	0,04173	0,1732	0,0100	0,300	1,385	0,049
41.	45,5	25,028	7,27	0,04149	0,1730	0,0100	0,298	1,377	0,048
42.	46,5	25,029	7,28	0,04155	0,1734	0,0100	0,299	1,379	0,048
43.	47,4	25,029	7,29	0,04155	0,1736	0,0100	0,299	1,379	0,048

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], γ̇ 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_{hη}), die rekursiv bestimmt wird.

Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus $F_z = F_w - F_ρ - F_{hp} - F_ζ - F_{hη}$. 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; $v_m = v_z \cdot r_a^2 / (r_a^2 - r_i^2)$), mit r_a Röhrenradius und r_i 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 $d = 2(r_a - r_i)$ berechnet wird. Die Scherrate, Schergeschwindigkeit oder Deformation γ̇, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

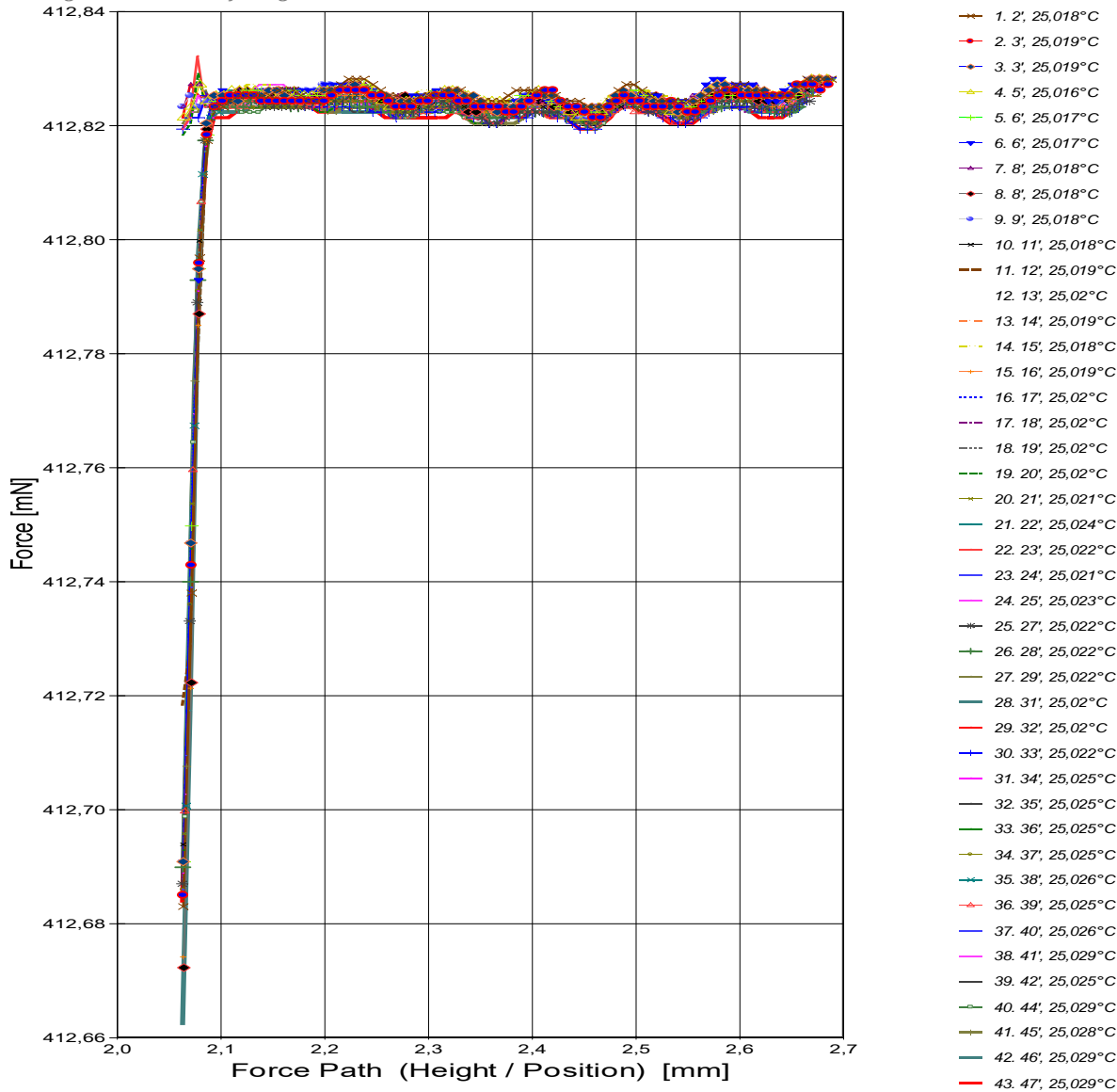
N°	F _w	σF _w	σF _{w rel} -- Alle Werteinträge in [mN] --	F _ρ	F _{hp}	F _ζ	F _{hη}	N/n Datenauswahl
1.	412,8256	0,00134	3,3 ppm	412,6525	9,05E-04	5,21E-06	2,42E-06	40/83
2.	412,8244	0,00154	3,7 ppm	412,6521	9,04E-04	5,15E-06	2,41E-06	40/83
3.	412,8250	0,00150	3,6 ppm	412,6527	9,04E-04	5,10E-06	2,41E-06	40/83
4.	412,8248	0,00176	4,3 ppm	412,6528	9,04E-04	5,12E-06	2,41E-06	40/83
5.	412,8248	0,00137	3,3 ppm	412,6524	9,04E-04	5,15E-06	2,41E-06	40/83
6.	412,8255	0,00166	4,0 ppm	412,6527	9,05E-04	5,12E-06	2,42E-06	40/83
7.	412,8249	0,00147	3,6 ppm	412,6527	9,05E-04	5,13E-06	2,41E-06	39/82
8.	412,8245	0,00147	3,6 ppm	412,6526	9,05E-04	5,10E-06	2,40E-06	40/83
9.	412,8247	0,00148	3,6 ppm	412,6523	9,04E-04	5,09E-06	2,41E-06	40/83
10.	412,8243	0,00150	3,6 ppm	412,6516	9,04E-04	5,07E-06	2,41E-06	40/83
11.	412,8241	0,00125	3,0 ppm	412,6517	9,03E-04	5,04E-06	2,41E-06	40/83
12.	412,8243	0,00136	3,3 ppm	412,6516	9,04E-04	5,05E-06	2,41E-06	36/76
13.	412,8234	0,00136	3,3 ppm	412,6515	9,04E-04	5,03E-06	2,40E-06	40/83
14.	412,8256	0,00131	3,2 ppm	412,6527	9,04E-04	5,07E-06	2,42E-06	40/83
15.	412,8242	0,00128	3,1 ppm	412,6517	9,03E-04	4,99E-06	2,41E-06	40/83
16.	412,8247	0,00130	3,2 ppm	412,6524	9,03E-04	5,05E-06	2,41E-06	36/75
17.	412,8226	0,00111	2,7 ppm	412,6503	9,02E-04	4,98E-06	2,40E-06	40/83
18.	412,8236	0,00112	2,7 ppm	412,6518	9,03E-04	4,96E-06	2,40E-06	39/82
19.	412,8234	0,00143	3,5 ppm	412,6514	9,03E-04	4,96E-06	2,40E-06	40/83
20.	412,8235	0,00128	3,1 ppm	412,6514	9,03E-04	4,95E-06	2,40E-06	40/83
21.	412,8247	0,00133	3,2 ppm	412,6527	9,03E-04	4,96E-06	2,40E-06	40/83
22.	412,8225	0,00149	3,6 ppm	412,6504	9,03E-04	4,93E-06	2,40E-06	40/83
23.	412,8233	0,00145	3,5 ppm	412,6514	9,03E-04	4,92E-06	2,40E-06	40/83

24.	412,8243	0,00131	3,2 ppm	412,6522	9,03E-04	4,92E-06	2,40E-06	40/83
25.	412,8228	0,00115	2,8 ppm	412,6507	9,02E-04	4,88E-06	2,40E-06	40/83
26.	412,8230	0,00101	2,5 ppm	412,6505	9,02E-04	4,88E-06	2,41E-06	40/83
27.	412,8228	0,00137	3,3 ppm	412,6507	9,02E-04	4,87E-06	2,40E-06	39/82
28.	412,8242	0,00125	3,0 ppm	412,6514	9,02E-04	4,85E-06	2,41E-06	40/83
29.	412,8229	0,00131	3,2 ppm	412,6513	9,02E-04	4,84E-06	2,39E-06	40/83
30.	412,8220	0,00119	2,9 ppm	412,6507	9,01E-04	4,80E-06	2,39E-06	40/83
31.	412,8236	0,00137	3,3 ppm	412,6510	9,02E-04	4,82E-06	2,41E-06	40/83
32.	412,8235	0,00125	3,0 ppm	412,6507	9,01E-04	4,80E-06	2,41E-06	40/83
33.	412,8226	0,00123	3,0 ppm	412,6497	9,02E-04	4,82E-06	2,41E-06	40/83
34.	412,8240	0,00125	3,0 ppm	412,6516	9,01E-04	4,80E-06	2,40E-06	40/83
35.	412,8233	0,00109	2,6 ppm	412,6508	9,02E-04	4,81E-06	2,40E-06	36/76
36.	412,8232	0,00113	2,7 ppm	412,6513	9,02E-04	4,76E-06	2,40E-06	36/76
37.	412,8237	0,00123	3,0 ppm	412,6509	9,02E-04	4,77E-06	2,41E-06	36/76
38.	412,8230	0,00112	2,7 ppm	412,6507	9,01E-04	4,74E-06	2,40E-06	36/76
39.	412,8226	0,00107	2,6 ppm	412,6500	9,01E-04	4,70E-06	2,40E-06	39/82
40.	412,8228	0,00132	3,2 ppm	412,6504	9,01E-04	4,73E-06	2,40E-06	36/76
41.	412,8222	0,00116	2,8 ppm	412,6501	9,00E-04	4,68E-06	2,39E-06	36/75
42.	412,8225	0,00102	2,5 ppm	412,6499	9,01E-04	4,69E-06	2,40E-06	40/83
43.	412,8218	0,00119	2,9 ppm	412,6491	9,01E-04	4,69E-06	2,41E-06	40/84

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], $F_{h\eta}$ Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN], N/n Abtastung: Anzahl verwendeter (N) und 'n' 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 Messwerteauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 4, Force_Path, unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit F_z die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarrisosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

- Diagramm 4. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'Force_Path'



- Diagramm 4, "Force_Path", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte. Der Streckenbezug ('Position') gibt den Abstand der Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Daten wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Gesamtkraft (F_w) verwendet. Sofern sich kein ausreichend stationärer Verlauf zum Kurvenende hin ausbildet, können entsprechende Störungen - oder Probeneigenschaften - als Symptom verschiedener Ursachen gedeutet werden: ein Temperaturgefälle liegt vor, die Probe ist vertikal inhomogen, Mehrphasigkeit, Resonanz, Turbulenz (Re), die Probe scherverdünnend, scherverfestigt (bewegzeitabhängig) im Ringspalt. Alle Kurven-Störungen betreffen die Angaben zu Noise und Messunsicherheit $\Sigma\sigma$. Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,75 cm³ wird über die Bewegungstrecke von 10,9 mm komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	'Noise'	H _{Start}	L _{cl}	D _{RSP}	ΔD _{RSP}	Ø _{zyl.}	L _{zyl.}	Σσ	Σσ _{rel.}
	[μPa/mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[μm]	[mm]	[mm]	[mPa·s]	
1.	1,36	2,064	0,625	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,15	2,2%
2.	1,97	2,064	0,622	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
3.	1,60	2,063	0,620	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
4.	1,92	2,064	0,620	0,8512	-0,00118	14,2991	43,0800	0,17	2,4%
5.	1,29	2,064	0,621	0,8512	-0,00125	14,2991	43,0800	0,15	2,2%
6.	1,51	2,063	0,625	0,8512	-0,00125	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
7.	1,16	2,064	0,620	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,15	2,2%
8.	1,46	2,064	0,622	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,15	2,2%
9.	1,61	2,063	0,622	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
10.	1,39	2,063	0,617	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
11.	0,913	2,063	0,615	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
12.	1,50	2,067	0,614	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
13.	1,54	2,064	0,619	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
14.	1,08	2,064	0,620	0,8512	-0,00132	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
15.	1,65	2,063	0,614	0,8512	-0,00140	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
16.	1,43	2,065	0,611	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
17.	1,27	2,063	0,609	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,14	2,0%
18.	1,68	2,064	0,609	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,14	2,0%
19.	1,79	2,063	0,612	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
20.	1,49	2,065	0,612	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
21.	1,55	2,065	0,613	0,8512	-0,00176	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
22.	1,75	2,063	0,613	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
23.	1,94	2,063	0,612	0,8512	-0,00154	14,2991	43,0800	0,16	2,3%
24.	1,82	2,063	0,612	0,8512	-0,00169	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
25.	1,38	2,063	0,605	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
26.	1,03	2,063	0,607	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,14	2,0%
27.	1,64	2,063	0,604	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
28.	1,76	2,064	0,605	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
29.	1,60	2,063	0,606	0,8512	-0,00147	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
30.	1,64	2,063	0,602	0,8512	-0,00162	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
31.	1,77	2,063	0,604	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,16	2,2%
32.	1,70	2,062	0,602	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
33.	1,30	2,064	0,603	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
34.	1,62	2,063	0,603	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
35.	1,63	2,066	0,598	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
36.	1,14	2,065	0,600	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
37.	1,41	2,066	0,597	0,8512	-0,00191	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
38.	1,35	2,066	0,596	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
39.	1,28	2,064	0,594	0,8512	-0,00184	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
40.	1,43	2,066	0,593	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,16	2,2%
41.	1,19	2,067	0,587	0,8512	-0,00206	14,2991	43,0800	0,15	2,1%
42.	1,15	2,063	0,597	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,14	1,9%
43.	1,51	2,063	0,599	0,8512	-0,00213	14,2991	43,0800	0,15	2,1%

Tabellensymbole: **Noise** Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen 'Schergredienten 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_{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 Bewegungstrecke 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. DICHTERESSUNG

46 Messwerte; Zeitbereich 1 bis 47 min, Temperatur ΔT = 0,013 K (ϑ = 25,022 ± 0,004°C)

Resultat bei 15 min: ρ_{25,02°C} = **1,00205 ± 0,000083 g/cm³ bzw. ±83 ppm** (298,17 K, 93,79 kPa)

Streuung: ±7,7·10⁻⁶ g/cm³ absolute bzw. 7,7 ppm relative Standardabweichung

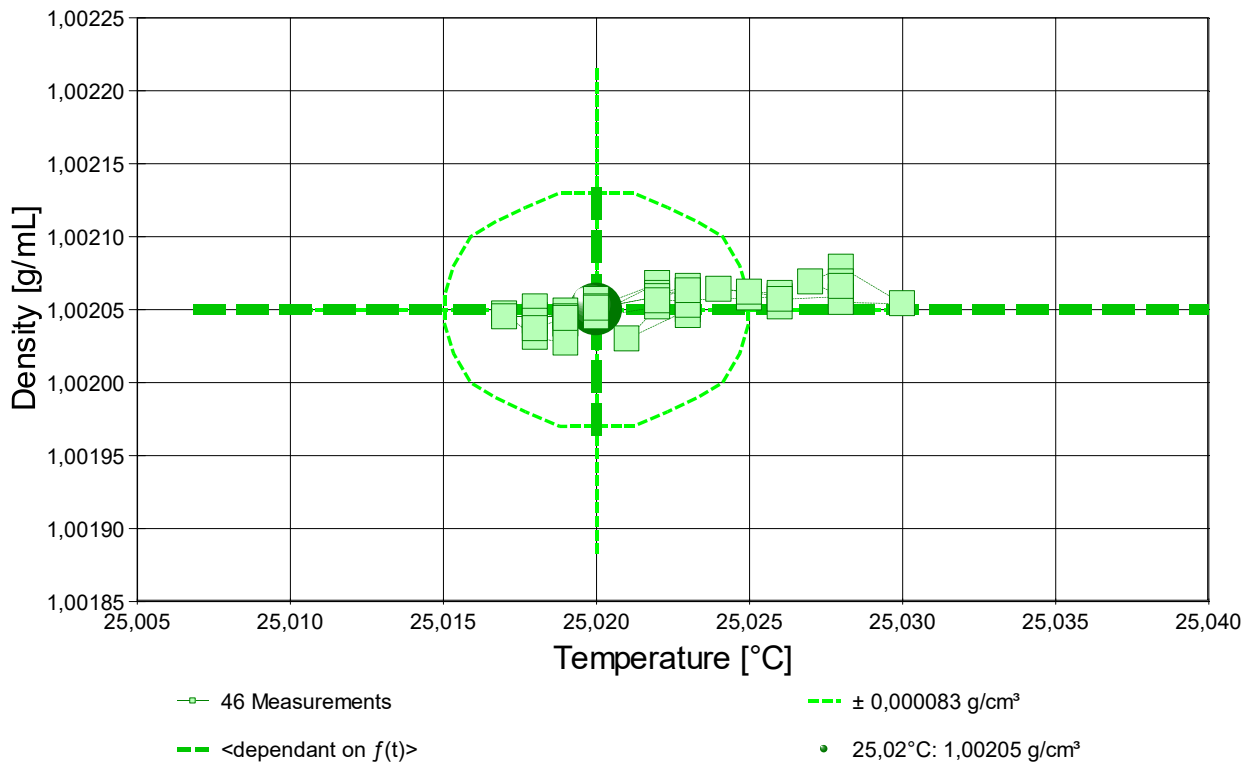
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitgleichung durch Regression zwischen Minute 1 und 47:

$$\rho(t[\text{min}]) = 1,002039 + 5,776E-7 \cdot t \quad \text{mit } r^2 = 0,51, \quad s^2 = 5,86E-11$$

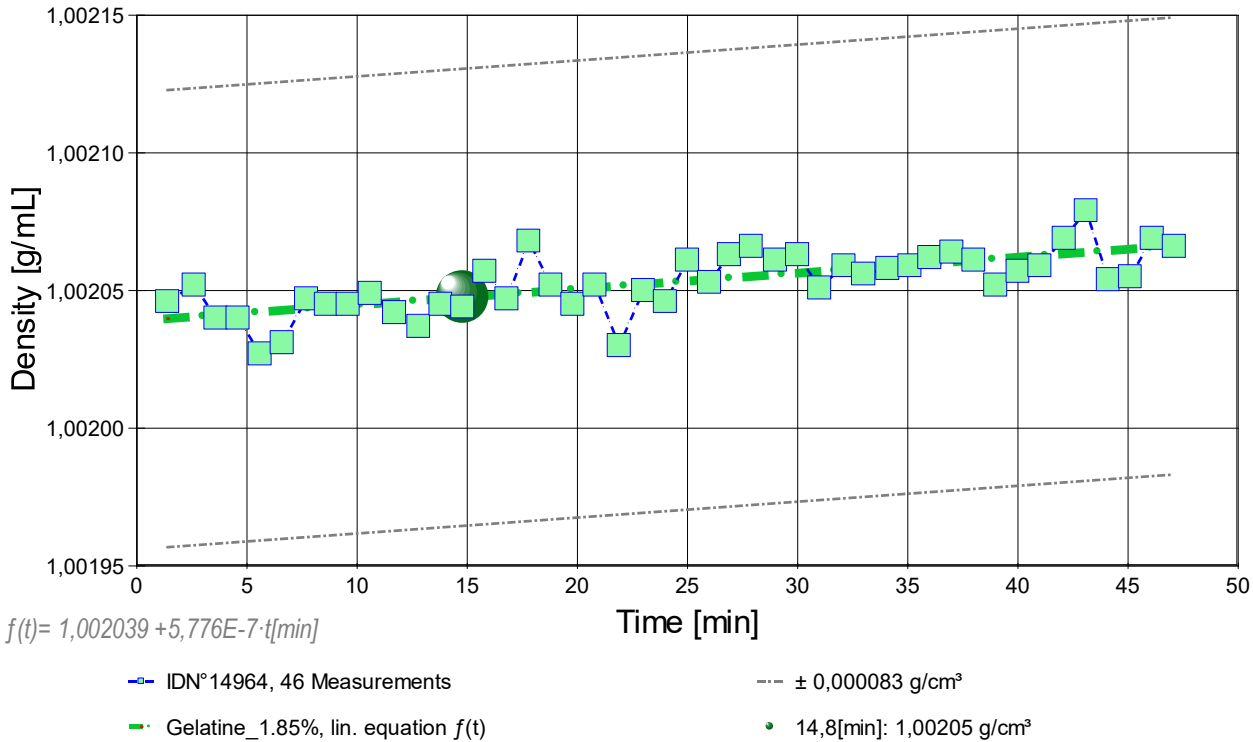
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei 'r²=0,51' eine nicht vorhandene 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 5. Temperaturabhängigkeit der Dichte - 'rho-Temp.'



- Das Diagramm 5, "rho-Temp.", zeigt die 46 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25,02°C für die Gelatine_1.85%-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen.

- Diagramm 6. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-Zeit'



- Im Diagramm 6, "rho-Zeit", 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° IDN°14964	t [min]	θ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	Δρ _ω [g/cm³]	N Werte & Trend	F _A [mN]	F _{kor.} [mN], TSymb.
1.	1,4	25,018	1,00205	2,048	4,2	2,1E-05	4 ₃₀ →	412,6525	0,0011 ‡
2.	2,6	25,018	1,00205	2,048	4,1	1,4E-05	4 ₃₁ →	412,6521	0,0011 ‡
3.	3,6	25,019	1,00204	2,048	3,2	3,8E-06	3 ₂₉ ↓	412,6527	0,0010 ‡
4.	4,6	25,019	1,00204	2,048	4,2	2,2E-06	4 ₃₁ ↔	412,6528	0,0011 ‡
5.	5,6	25,019	1,00203	2,048	4,0	8,8E-06	4 ₃₀ ↗	412,6524	-0,0001 ‡
6.	6,6	25,018	1,00203	2,048	3,3	3,8E-06	3 ₃₁ ↓	412,6527	0,0004 ‡
7.	7,7	25,017	1,00205	2,048	3,2	2,2E-05	3 ₃₀ ↓	412,6527	0,0014 ‡
8.	8,6	25,017	1,00205	2,048	3,3	5,5E-06	3 ₃₁ →	412,6526	0,0012 ‡
9.	9,6	25,019	1,00205	2,048	3,2	-4,7E-06	3 ₃₁ ↗	412,6523	0,0009 ‡
10.	10,6	25,019	1,00205	2,048	3,2	6,8E-06	3 ₃₁ ↔	412,6516	0,0004 ‡
11.	11,7	25,018	1,00204	2,048	3,5	8,6E-06	3 ₃₀ ↑	412,6517	0,0001 ‡
12.	12,8	25,018	1,00204	2,048	3,5	-6,6E-06	3 ₃₀ →	412,6516	-0,0003 ‡
13.	13,8	25,019	1,00205	2,048	3,2	-5,0E-06	3 ₃₀ ↗	412,6515	0,0001 ‡

14.	14,8	25,019	1,00204	2,048	3,2	8,9E-06	3 ₃₁ ↓	412,6527	0,0012 ‡
15.	15,8	25,020	1,00206	2,048	4,2	2,5E-05	4 ₂₉ ⇔	412,6517	0,0010 ‡
16.	16,8	25,020	1,00205	2,048	3,3	5,4E-06	3 ₃₀ ↗	412,6524	0,0011 ‡
17.	17,8	25,022	1,00207	2,048	3,3	6,4E-06	3 ₂₉ ⇔	412,6503	0,0003 ‡
18.	18,8	25,020	1,00205	2,048	5,0	-1,5E-06	5 ₃₀ ⇔	412,6518	0,0008 ‡
19.	19,8	25,020	1,00205	2,048	4,2	5,1E-06	4 ₃₁ ↗	412,6514	0,0000 ‡
20.	20,8	25,022	1,00205	2,048	3,3	-1,2E-05	3 ₂₉ ↗	412,6514	0,0004 ‡
21.	21,9	25,021	1,00203	2,048	5,2	-6,3E-06	5 ₃₁ ↓	412,6527	0,0004 ‡
22.	23,0	25,023	1,00205	2,048	3,2	-1,7E-05	3 ₂₉ ⇔	412,6504	-0,0007 ‡
23.	24,0	25,023	1,00205	2,048	3,3	1,0E-05	3 ₃₀ ↗	412,6514	0,0001 ‡
24.	25,0	25,023	1,00206	2,048	5,3	-6,4E-06	5 ₃₀ ⇔	412,6522	0,0018 ‡
25.	26,0	25,023	1,00205	2,048	3,3	1,1E-07	3 ₂₉ →	412,6516	0,0007 ‡
26.	26,9	25,023	1,00206	2,048	4,0	2,2E-05	4 ₂₉ ↑	412,6507	0,0004 ‡
27.	27,9	25,023	1,00207	2,048	7,0	2,5E-05	7 ₃₁ →	412,6505	0,0004 ‡
28.	29,0	25,022	1,00206	2,048	4,3	6,6E-06	4 ₂₈ ↑	412,6507	0,0003 ‡
29.	30,0	25,023	1,00206	2,048	3,5	6,6E-06	3 ₃₀ ↑	412,6507	0,0004 ‡
30.	31,0	25,020	1,00205	2,048	3,2	1,2E-05	3 ₃₀ ↗	412,6514	0,0004 ‡
31.	32,1	25,022	1,00206	2,048	3,3	8,4E-06	3 ₃₀ ↗	412,6513	0,0008 ‡
32.	33,0	25,022	1,00206	2,048	3,5	1,5E-06	3 ₃₀ ↑	412,6507	0,0000 ‡
33.	34,1	25,025	1,00206	2,048	3,3	1,3E-05	3 ₃₀ →	412,6510	0,0004 ‡
34.	35,1	25,026	1,00206	2,048	3,2	1,5E-06	3 ₃₁ ↑	412,6507	0,0002 ‡
35.	36,0	25,025	1,00206	2,048	3,2	7,9E-06	3 ₃₀ ↑	412,6497	-0,0006 ‡
36.	37,0	25,024	1,00206	2,048	3,2	1,8E-06	3 ₃₁ →	412,6516	0,0014 ‡
37.	38,0	25,026	1,00206	2,048	3,5	-1,8E-06	3 ₃₀ ↗	412,6508	0,0004 ‡
38.	39,0	25,026	1,00205	2,048	3,2	6,8E-06	3 ₃₀ ↗	412,6513	0,0004 ‡
39.	40,0	25,026	1,00206	2,048	5,0	-3,5E-06	5 ₃₀ →	412,6509	0,0003 ‡
40.	41,0	25,028	1,00206	2,048	4,3	-1,8E-07	4 ₃₀ ↑	412,6507	0,0002 ‡
41.	42,1	25,027	1,00207	2,048	4,3	2,8E-05	4 ₃₁ ⇔	412,6500	0,0001 ‡
42.	43,1	25,028	1,00208	2,048	3,4	-8,3E-07	3 ₂₉ ↓	412,6487	-0,0006 ‡
43.	44,1	25,030	1,00205	2,048	3,3	4,8E-06	3 ₂₉ ↗	412,6504	-0,0004 ‡
44.	45,1	25,028	1,00206	2,048	4,3	-8,8E-06	4 ₃₀ ↗	412,6501	-0,0006 ‡
45.	46,1	25,028	1,00207	2,048	3,2	-5,5E-06	3 ₂₉ →	412,6499	0,0000 ‡
46.	47,1	25,028	1,00207	2,048	3,3	1,5E-05	3 ₃₂ ↗	412,6491	-0,0010 ‡

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], *Δρ_ω* Dichteänderung in der Beobachtungszeit [g/cm³], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägewertezahl und Trend angezeigten Symbolen, *F_A* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F_{korr.}* zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauchenden Suspensionslänge [mN].

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

• 5. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

a). **Messkörper:** Name *MK_ESA1a*, *b).* IdentN° 7022, *c).* Spaltweite 0,851 mm.

d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Standard. *e).* Konfigurationstyp DiVA-A (I++).

f). **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 53,2 · 10⁻⁶K⁻¹. *g).* **Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,0201 mm², Umfang 0,502 mm, *h).* Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

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

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: ζ = 1,37.

Individuelle Werte: *l).* Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 74,9 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 31,8 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 2,1% bestimmt; die *n).* Messunsicherheit der Dichte ± 0,000083 g/cm³ stammt von oben genannten Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie von den gegebenen Spezifikationen zur Kraft- und 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_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 ±(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. Automatic self-repetition of the IMPro - the 3. Repetition. IMPro break by user in command line N°671.

(the digital twin of process IDN°14964 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (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^o 3, -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*, W. 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]
1,0	52,54	22,10	93,286	1,0948
11,4	53,04	22,15	93,282	1,09446
21,6	52,77	22,2	93,282	1,09426
31,8	52,38	22,32	93,281	1,09386
41,8	52,26	22,42	93,278	1,09344

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

Kommentar/Bewertung/Interpretation:

50 Minuten Beobachtung der isothermen Gelation. Unter gleichbleibender Schubspannung steigt die Viskosität bei weiterer Gelation. Die Viskositätsänderung steigt linear in der Beobachtungszeit an (+0.1%). - Die Dichte steigt nun ebenfalls geringfügig sogar deutlich entgegen dem driftenden Temperatursinn - es passiert strukturell etwas.

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