

ID N° 23824 - DiVA-Method: Rheological Measurement

frische Rohmilch

Milch von bestimmten Kühen (Bobingen) und Messung nach ~1/2 Tag in der Kühlung.

Sample/Ref.: **Rohmilch** • ideal Newtonian (nearly perfect) with Yield Stress

Results at **19,98°C**

Viscosity: $\eta(100,0s^{-1}) = 1,989 \pm 0,040 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 1,931 \pm 0,039 \text{ mm}^2/\text{s}$

11 shear rates $\text{dec.}^{-\text{exp}(290 \rightarrow 6,1)} \cdot \text{s}^{-1}$, resolves $K = 2,012 \text{ mPa}\cdot\text{s}^{0,9979}$ and $n = 0,9979$ with $\tau^0 = 1,204 \text{ mPa}$,

Density: $\rho = 1,03015 \pm 0,000074 \text{ g}/\text{cm}^3$

Report

• 1. MESSPRINZIP

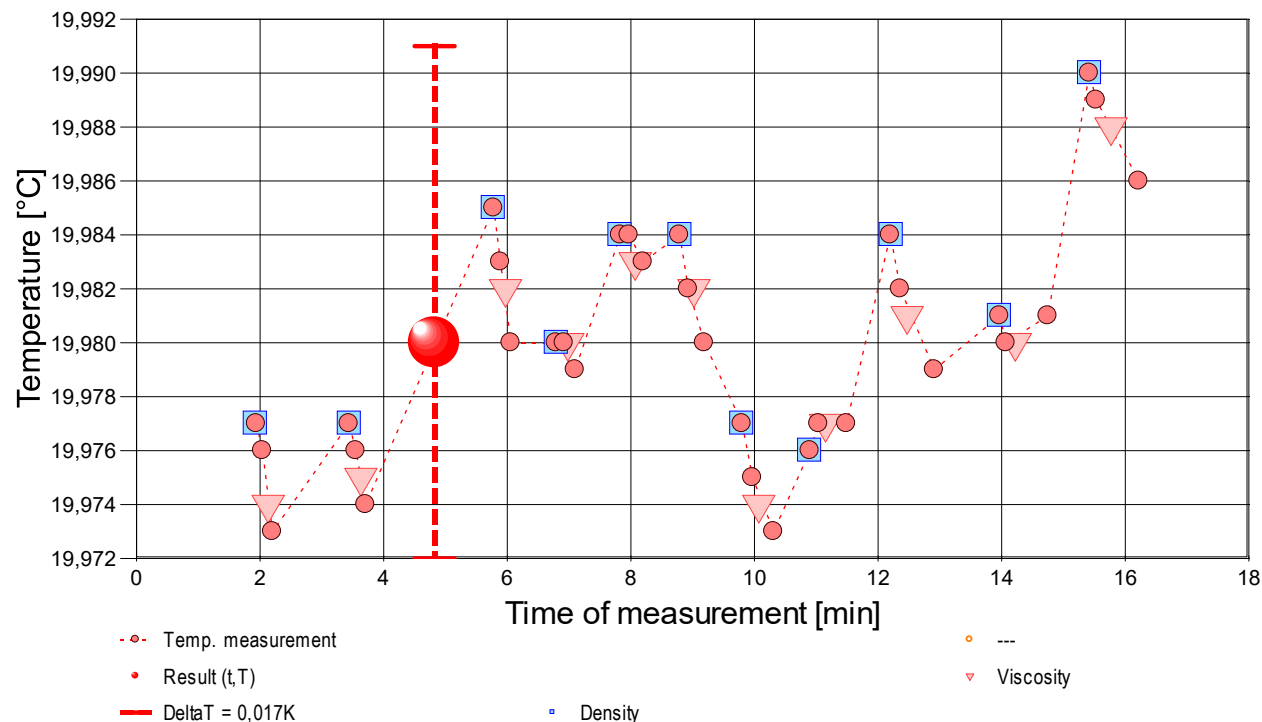
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. 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 folgen exakt dem Navier-Stokes'schen Fundament, so wie das Hagen-Poiseuille'sche Gesetz. M5 DiVA ermöglicht unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten sowie der Strömungskinetik eine sehr genaue Bestimmung der absoluten Viskosität. Für nicht so normale Flüssigkeiten wird Viskosität 'scheinbare Viskosität' genannt. Gegenüber Rotationsviskosimetern ist bei M5 DiVA die Kohärenz- und Integrität der Messung hervorzuheben (keine Oberflächeneffekte, Wirbelbildung, Zentrifugalkräfte, Lagerreibung und unklare Scher-historien) wodurch sich ein Qualitätsunterschied definiert.

Über die Variation der Strömungsgeschwindigkeit wird die Rheometerfunktion angesprochen - d.h. die Messung der 'Viskosität' in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit. Dem hier durchmessenen Bereich 6,12 bis 293,1 /s kommt technisch die Bedeutung von *Ausgießen, Verlaufen* bis etwa *leichtem Pumpen, Auftragen* zu. - Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte ρ (spezifische Masse) gibt die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine sehr temperatur- und wenig druckabhängige Stoffkonstante. Die Dichte der untersuchten Flüssigkeit wurde simultan (sequenziell) mittels Auftriebsswägung 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 vorliegenden Umständen entscheidend - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung -

- IMETER M5 DiVA-Ergebnisse sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, Pyknometer). 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 elf-mal gemessen. Messdauer 16 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 19,973 bis 19,99°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

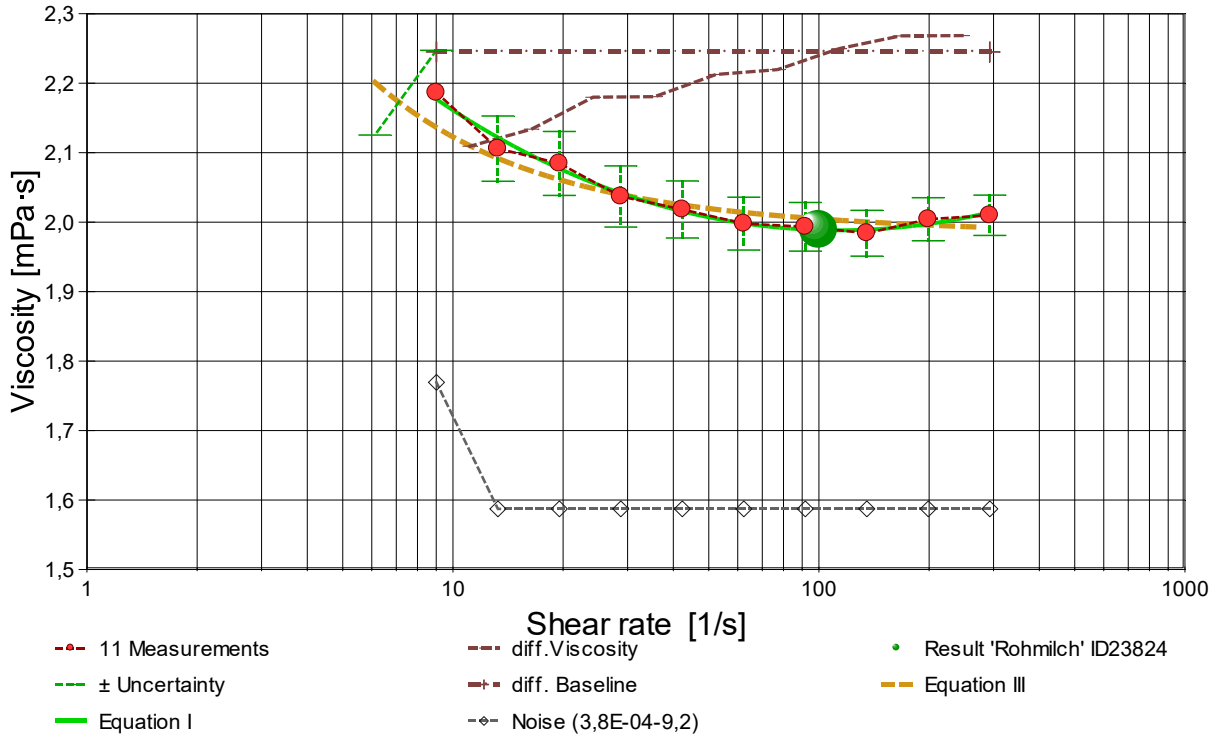
Temperatur **Rohmilch-Probe** in Rheometrie-Messung: $19,980 \pm 0,004 \text{ °C}$, Zeitbereich: 2,1 bis 15,8 Minuten. Die 11 Viskositätsmesswerte wurden mit ebenso vielen unterschiedlichen Schergeschwindigkeiten ($\dot{\gamma}$) ermittelt und analysieren den Bereich zwischen 6,121 bis $293,1 \text{ s}^{-1}$ wobei die Viskosität (η) Werte zwischen 1,98 bis 2,19 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ erreicht. Die Ergebnisangabe der Messung $1,989 \pm 0,040 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ für $\dot{\gamma} = 100,0 \text{ s}^{-1}$ wurde aus einer Regressionsgleichung zu den Messwerten kalkuliert:

$$\eta_{20,0^{\circ}\text{C}} [\text{mPa}\cdot\text{s}] = f(\dot{\gamma} [1/\text{s}]) = 2,7302 \cdot \dot{\gamma}^{(-0,13421 + 0,014199 \cdot \ln(\dot{\gamma}))}$$

Gleichung I, $r^2 = 0,986$, $\sigma \pm 0,0039\%$

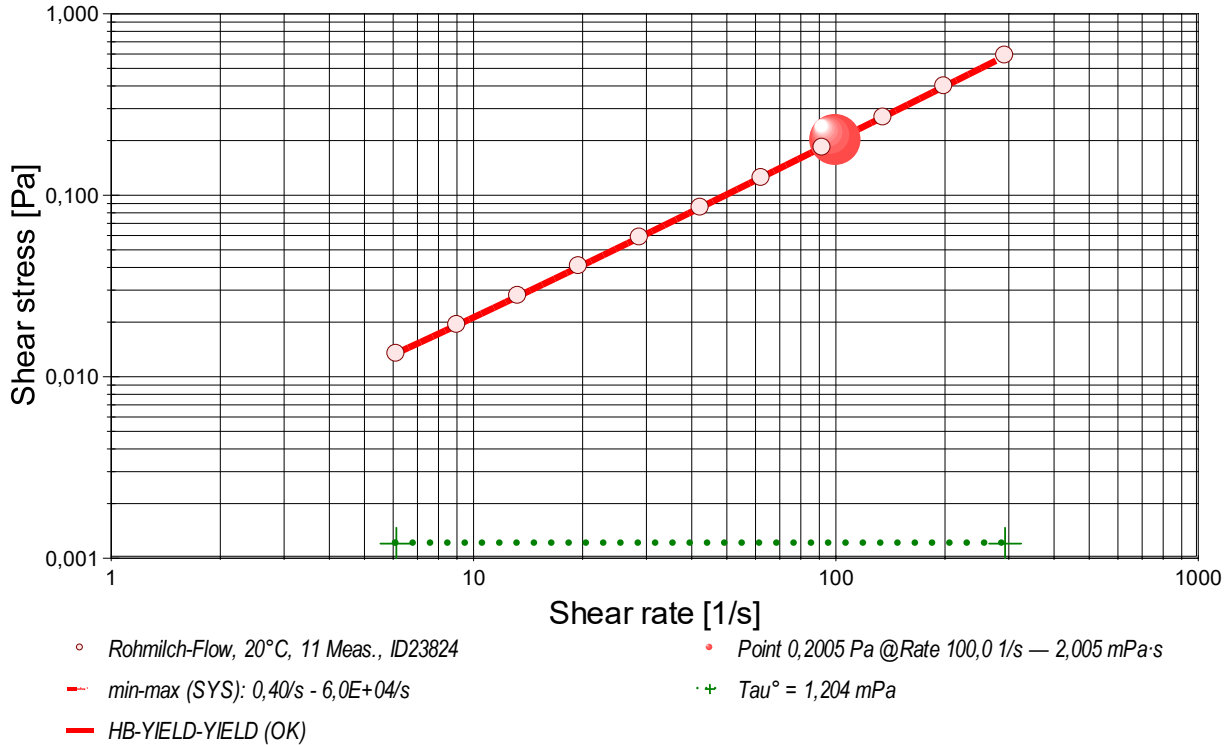
- Die Regressionsgleichung kombiniert die Menge der Messwerte. Zur Qualitätsbeurteilung, wie gut die Messwerte durch die Regressionsgleichung abgebildet werden, wird der Standardfehler als Gauß'sche Unsicherheit d.h. als *RMSPE (Root Mean Square Percentage Error)* bestimmt, der Wurzel aus dem mittleren quadratischen relativen Fehler. Diese Messunsicherheit wird als relative Standardabweichung " $\sigma \pm U\%$ " der Regressionsgleichung ausgewiesen.

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



- Das Diagramm 2, "Viskositätskurve-Lin-Log", zeigt die Viskositätswerte η als rote, kugelförmige Markierungen. Senkrechte, grün gezeichnete Linien markieren zugehörige Werte der Messunsicherheit ($\pm \sigma$, Tabelle III). Der numerische Differenzenquotient der elf Scherraten (diff.Viscosity) ist als relative Kurve mit zugehöriger Basislinie mit $d\eta/d\ln(\dot{\gamma}) = 0$ eingezeichnet. Der Verlauf der Viskositätsänderung bietet mitunter exakt lokalisierbare rheologische Qualitäten: ein Kurvenverlauf über der Nullbezugslinie ("diff.Baseline") bedeutet Dilatanz, unter Null liegt Strukturviskosität vor, eine Differenziallage, auf oder dicht an der Null-Linie, drückt newtonische Proportionalität aus. Mit rauteförmigen Marken wird 'Noise' (als strukturell-dissipatives Merkmal der Schergradienten Fluktuation) angezeigt. Die zwei Regressionsgraphen nach Gleichung I und Gleichung III zeigen im Diagramm die mathematischen Näherungen an die Messwerte.

- Diagramm 2. Verhältnis von Schubspannung und Schergeschwindigkeit - 'Fließkurve (log)'



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

Die rheologischen Verhältnisse in Rohmilch bei 20°C beschreibt die Gleichung II insgesamt sehr gut:

$$\tau [\text{Pa}] = 0,001204 + 0,002012 \cdot \dot{\gamma}^{0,9979} \quad \text{Gleichung II, } r^2 = 0,99989, \sigma \pm 0,67\%$$

Fließgrenze ($\tau^0 = 1,204 \text{ mPa}$), Konsistenz ($K = 2,012 \text{ mPa}$) und Fließindex ($n = 0,9979$) charakterisieren das Fließverhalten der Rohmilch-Probe; die Kennzahlen ergeben sich aus dem geläufigen Potenzgesetz. Die Ableitung von Gl.II nach der Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} \rightarrow \ddot{\gamma}$) ergibt die Gleichung III zur Beschreibung der Viskosität als Funktion der Deformation:

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = 1,204 \cdot \dot{\gamma}^{-1} + 2,012 \cdot \dot{\gamma}^{-0,0021}$$

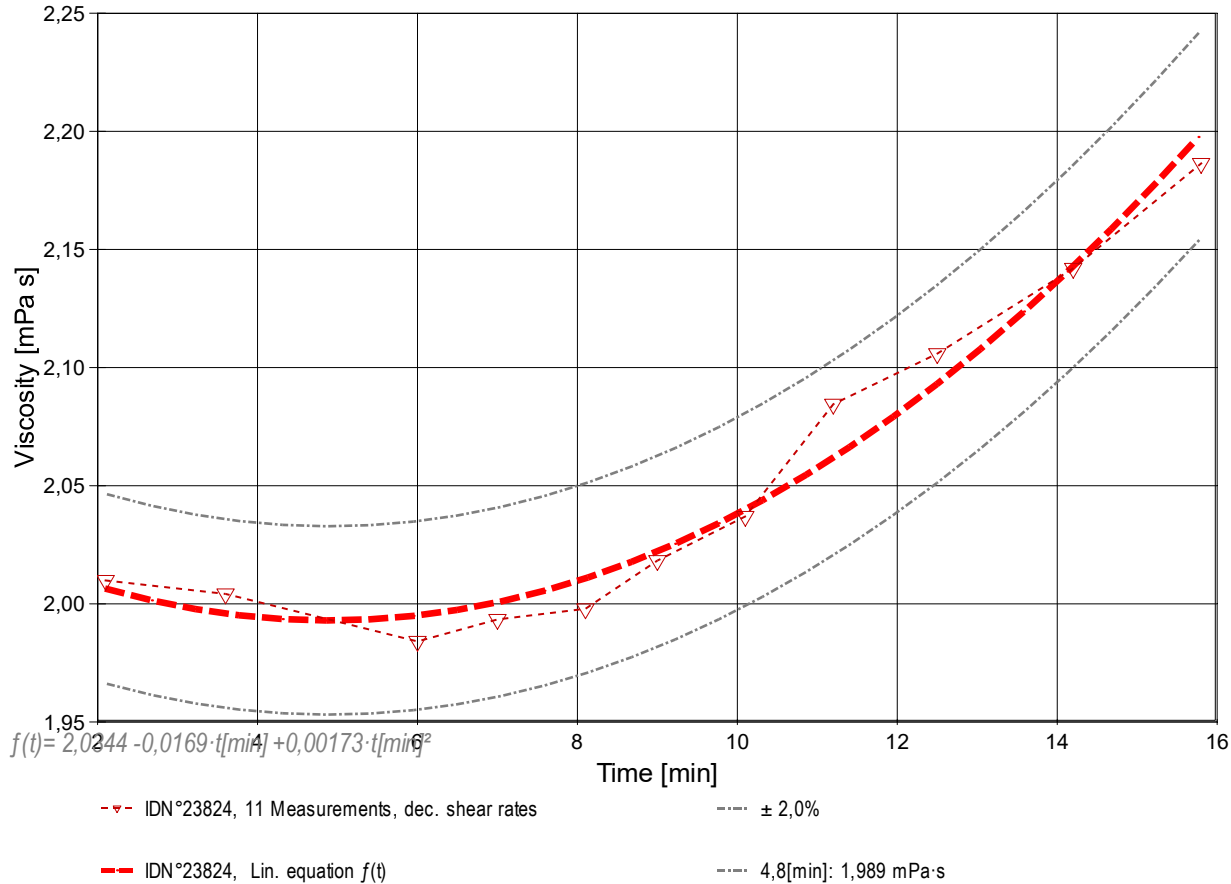
Gleichung III, $r^2=0,955$, $VK=3,3\%$, $\sigma \pm 0,67\%$

Daraus eine Kurzdiagnose zur Rohmilch-Probe: • **Newton'sche Idealdynamik**.

- Intermediäres Verhalten: Yield-Stress und Konsistenzfaktor stehen in einem kompetitiven Gleichgewicht (Bingham-Charakteristik).
- Der Yield Stress ist konsistent mit der strukturellen Viskosität der Probe.
- Der Verlauf des $\tau/\dot{\gamma}$ -Differenzials im Viskositätsdiagramm ermöglicht die Beurteilung spezifischer Flußmodifikatoren anhand des Verlaufs der *differenziellen Viskosität* ($\dot{\gamma}$).

- Die Begriffe 'Yield Stress', 'Fließgrenzspannung', 'Fließgrenze' sind synonym, um eine *Rigidität* am quasi ruhenden Fluid zu quantifizieren. Der ausgewiesene Wert von $\tau^0 = 1,204 \text{ mPa}$ befindet sich unterhalb gewöhnlicher Anzeigemöglichkeit; es fehlen Vergleichsdaten.
- <Bitte beachten: die automatisch erzeugten Texte und Gleichungen sind grundsätzlich mit Vorsicht zu betrachten. So könnte hier zu klären sein, ob tatsächlich ein newton'sches Verhalten anzunehmen ist. Verfahren und aufbereitete Ergebnisse erfordern Expertise und fachmenschliche Besprechung.>

- Diagramm 4. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-Zeit'



- Im Diagramm 4, "eta-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. - Die Darstellung zeigt die Viskositätswerte entsprechend der Chronologie der angewendeten Scherraten.

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

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

| N° | t | θ | η | v _z | F _z | τ | v _{max} | γ̇ | Re |
|-----------|-------|--------|---------|----------------|----------------|--------|------------------|--------------------|--------|
| IDN°23824 | [min] | [°C] | [mPa·s] | [mm/s] | [mN] | [Pa] | [mm/s] | [s ⁻¹] | [Zahl] |
| 1. | 2,1 | 19,974 | 2,01 | 27,00 | 5,0903 | 0,589 | 113 | 293,1 | 120 |
| 2. | 3,6 | 19,975 | 2,00 | 18,34 | 3,4473 | 0,399 | 76,5 | 199,0 | 83 |
| 3. | 6,0 | 19,982 | 1,98 | 12,46 | 2,3188 | 0,268 | 52,0 | 135,2 | 57 |
| 4. | 7,0 | 19,980 | 1,99 | 8,456 | 1,5812 | 0,183 | 35,3 | 91,79 | 39 |
| 5. | 8,1 | 19,983 | 2,00 | 5,743 | 1,0764 | 0,125 | 24,0 | 62,34 | 26 |
| 6. | 9,0 | 19,982 | 2,02 | 3,901 | 0,7386 | 0,0855 | 16,3 | 42,35 | 18 |
| 7. | 10,1 | 19,974 | 2,04 | 2,650 | 0,5063 | 0,0586 | 11,1 | 28,76 | 12 |
| 8. | 11,2 | 19,977 | 2,08 | 1,799 | 0,3518 | 0,0407 | 7,50 | 19,53 | 7,8 |
| 9. | 12,5 | 19,981 | 2,11 | 1,223 | 0,2415 | 0,0279 | 5,10 | 13,27 | 5,3 |
| 10. | 14,2 | 19,980 | 2,14 | 0,8303 | 0,1668 | 0,0193 | 3,46 | 9,013 | 3,5 |
| 11. | 15,8 | 19,988 | 2,19 | 0,5639 | 0,1157 | 0,0134 | 2,35 | 6,121 | 2,3 |

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_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 reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich 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 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 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 $d = 2(r a - r_i)$ berechnet wird. Die Scherrate, Schergeschwindigkeit oder Deformation $\dot{\gamma}$, die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

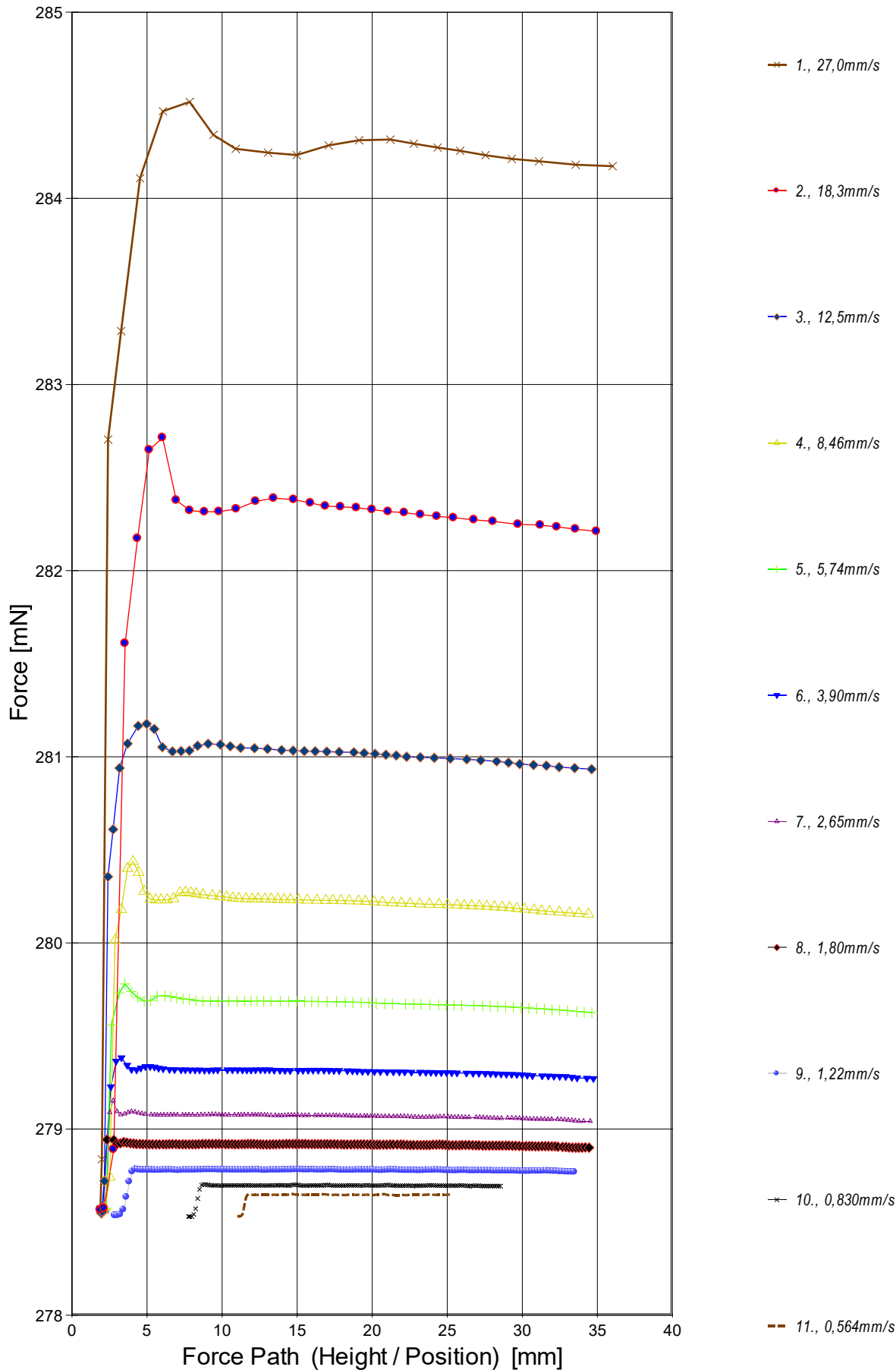
Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

| N° | F_w | σ_{Fw} | $\sigma_{Fw\ rel}$ -- Alle Werteinträge in [mN] -- | F_p | F_{hp} | F_ζ | $F_{h\eta}$ | N/n Datenauswahl |
|-----|----------|---------------|---|----------|----------|-----------|-------------|---------------------|
| 1. | 284,2527 | 0,0497 | 0,17‰ | 278,5688 | 0,00284 | 0,594 | 0,00215 | 9/22 |
| 2. | 282,2859 | 0,0391 | 0,14‰ | 278,5658 | 0,00277 | 0,274 | 0,00142 | 14/32 |
| 3. | 280,9908 | 0,0289 | 0,10‰ | 278,5472 | 0,00266 | 0,127 | 9,15E-04 | 21/46 |
| 4. | 280,2014 | 0,0213 | 76 ppm | 278,5639 | 0,00268 | 0,0583 | 6,29E-04 | 32/68 |
| 5. | 279,6619 | 0,0156 | 56 ppm | 278,5609 | 0,00278 | 0,0269 | 4,44E-04 | 31/66 |
| 6. | 279,2987 | 0,0110 | 40 ppm | 278,5502 | 0,00278 | 0,0124 | 3,05E-04 | 43/90 |
| 7. | 279,0616 | 0,00766 | 27 ppm | 278,5521 | 0,00280 | 0,00572 | 2,11E-04 | 65/134 |
| 8. | 278,9118 | 0,00493 | 18 ppm | 278,5600 | 0,00282 | 0,00264 | 1,47E-04 | 73/150 |
| 9. | 278,7763 | 0,00279 | 10,0 ppm | 278,5361 | 0,00265 | 0,00122 | 9,52E-05 | 78/159 |
| 10. | 278,6961 | 0,00123 | 4,4 ppm | 278,5304 | 0,00180 | 5,62E-04 | 4,45E-05 | 78/159 |
| 11. | 278,6466 | 0,00106 | 3,8 ppm | 278,5319 | 0,00123 | 2,59E-04 | 2,11E-05 | 78/160 |

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-Korrektur*) [mN], $F_{h\eta}$ Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN], N/n Abtastung: Anzahl verwendeter (N) und '/' Anzahl vorhandener Kraftmesswerte (n) zur Bildung von F_w .

- In der Tabelle 2 sind die Mess- und Zwischenergebnisse zur Bilanzierung der Kräfte zusammengestellt. Die dabei in Betracht gezogene Messwerteauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 5, Force_Path, unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit F_ζ die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_\zeta = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

→ **Diagramm 5. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'Force_Path'**



- Diagramm 5, "Force_Path", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte Der Streckenbezug ('Position') gibt den Abstand der Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Daten wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Gesamtkraft (F_w) verwendet. 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 scherverdünn, scherverfestigt (bewegzeitabhängig) im Ringspalt. Alle Kurven-Störungen betreffen die Angaben zu Noise und Messunsicherheit $\Sigma\sigma$. Das Gesamtvolumen im Ringspalt von $2,92 \text{ cm}^3$ wird über die Bewegungstrecke von $22,0 \text{ mm}$ komplett ausgetauscht.

Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

| N° | 'Noise' [μPa/mm] | H _{start} [mm] | L _{cn} [mm] | D _{RSP} [mm] | ΔD _{RSP} [μm] | Ø _{zyl.} [mm] | L _{zyl.} [mm] | Σσ [mPa·s] | Σσ _{rel.} |
|----|---------------------|----------------------------|-------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------|--------------------|
| 1. | 3,78E-04 | 1,892 | 34,123 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,029 | 1,4% |
| 2. | 4,44E-04 | 1,892 | 33,055 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,031 | 1,5% |

| | | | | | | | | | |
|-----|----------|--------|--------|-------|-------|---------|---------|-------|------|
| 3. | 4,70E-04 | 1,968 | 32,646 | 1,492 | 0,407 | 13,0169 | 42,9985 | 0,033 | 1,7% |
| 4. | 5,33E-04 | 1,968 | 32,439 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,035 | 1,8% |
| 5. | 6,50E-04 | 1,968 | 32,666 | 1,492 | 0,407 | 13,0169 | 42,9985 | 0,038 | 1,9% |
| 6. | 7,20E-04 | 1,968 | 32,769 | 1,492 | 0,407 | 13,0169 | 42,9985 | 0,041 | 2,0% |
| 7. | 0,00103 | 1,968 | 32,557 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,044 | 2,2% |
| 8. | 0,00123 | 1,968 | 32,481 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,046 | 2,2% |
| 9. | 0,00189 | 2,867 | 30,617 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,047 | 2,2% |
| 10. | 0,00414 | 7,769 | 20,770 | 1,492 | 0,408 | 13,0169 | 42,9985 | 0,046 | 2,1% |
| 11. | 0,00917 | 11,099 | 14,135 | 1,492 | 0,407 | 13,0169 | 42,9985 | 0,061 | 2,8% |

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 [$\mu\text{Pa}/\text{mm}$], H_{Start} Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], L_{cp} 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], θ_{zyl} Durchmesser des Messzylinders [mm], L_{zyl} Länge des Messzylinders [mm] . $\Sigma\sigma$ Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und $\Sigma\sigma_{\text{rel}}$ relative Unsicherheit des Viskositätswertes.

- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Bewegungstrecke dar ($\Delta F/\Delta s$); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. Als oszillierende Mikrobeschleunigungen mit Extremwerten bei bestimmten Scherraten (und Proben) kann der Resonanzeffekt auf Inhomogenitäten in der Probe hindeuten. Die folgenden Rubriken geben gemessene und berechnete geometrische Gegebenheiten der jeweiligen Messung wieder. Die individuellen Gesamtfehlersummen werden in den beiden letzten Spalten ausgegeben; bei idealer Kalibrierung und konformem Aufbau ist der tatsächlich einzuräumende Gesamtfehler um die bedeutenden Beiträge aus den geometrischen Unsicherheiten vermindert!

• 4. DICHTE-MESSUNG

Elf Messwerte; Zeitbereich 2 bis 15 min, Temperatur $\Delta T = 0,014 \text{ K}$

Angabewert bei 4,8 min: $\rho_{19,98^\circ\text{C}} = 1,03015 \pm 7,4 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ bzw. $\pm 72 \text{ ppm}$ (293,13 K, 96,19 kPa)

Streuung: $7,4 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. **72 ppm** relative Standardabweichung

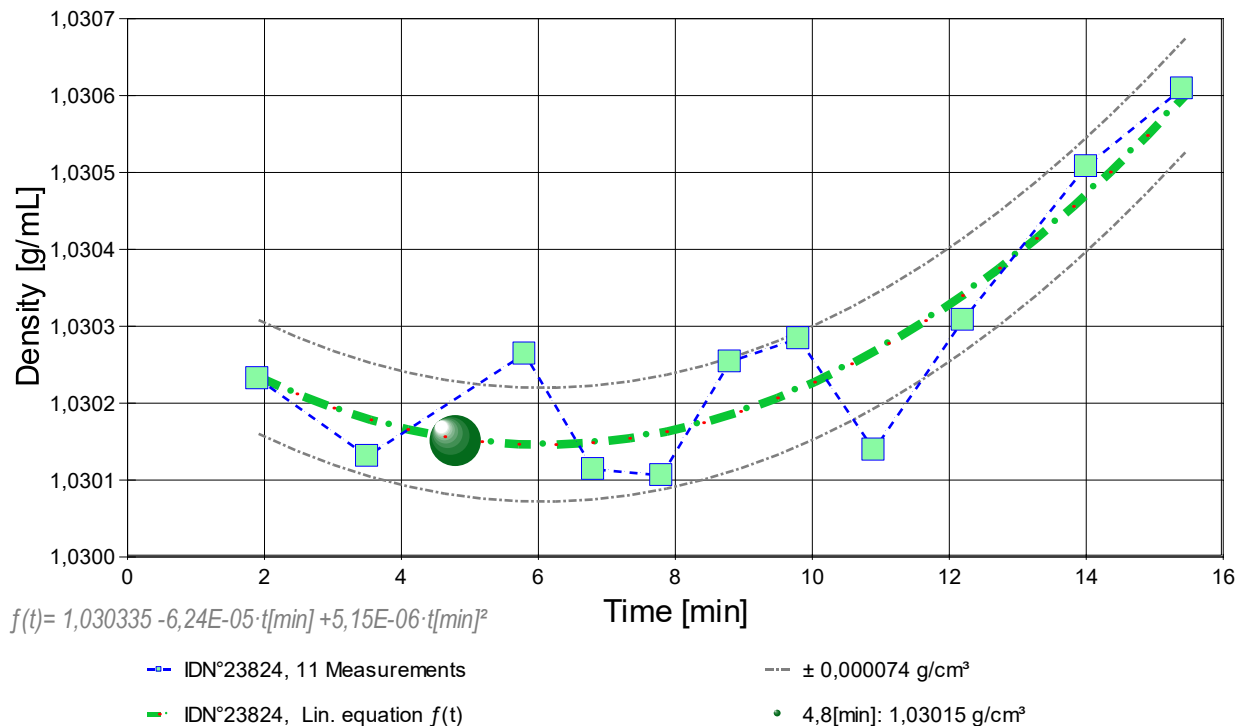
Berechnung: quadratische Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitzusammenhang durch Regression zwischen Minute 2 und 15:

$$\rho(t[\text{min}]) = 1,030335 - 6,24\text{E-}05 \cdot t + 5,15\text{E-}06 \cdot t^2 \quad \text{mit } r^2 = 0,81, s^2 = 5,44\text{E-}9$$

- Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit von $\pm 5,2\text{E-}5 \text{ g/cm}^3$ relativ große Standardabweichung zwischen Gleichung und Messwerten ($\pm 7,4\text{E-}5 \text{ g/cm}^3$) 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 'bedeutungslos' 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 6. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-f(t)²'



- Im Diagramm 6, "rho-f(t)²", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Die Darstellung zeigt die Dichtewerte entsprechend der chronologischen Abfolge der Visko-Scherraten

Tabelle 4: Daten der Dichtemessung

| N° | t | θ | ρ | H | ω | $\Delta\rho_\omega$ | N | F_A | $F_{\text{Korr.}}$ |
|-----------|-------|----------|----------------|---------|----------|---------------------|-------------------|----------|--------------------|
| IDN°23824 | [min] | [°C] | [g/cm³] | [mm] | [s] | [g/cm³] | Werte & Trend | [mN] | [mN], TSymb. |
| 1. | 1,9 | 19,977 | 1,03023 | 1,888 | 6,6 | 5,4E-05 | 3 ₇₉ ⇌ | 278,5570 | 0,0056 ‡ |
| 2. | 3,5 | 19,977 | 1,03013 | 1,888 | 6,5 | 1,2E-05 | 3 ₈₂ → | 278,5616 | 0,0062 ‡ |
| 3. | 5,8 | 19,985 | 1,03026 | 2,008 ↖ | 6,5 | -2,4E-07 | 3 ₇₉ ⇌ | 278,5442 | -0,0060 ‡ |
| 4. | 6,8 | 19,980 | 1,03011 | 2,008 | 7,3 | 4,4E-05 | 4 ₈₂ → | 278,5620 | 0,0059 ‡ |
| 5. | 7,8 | 19,984 | 1,03011 | 2,008 | 8,3 | 4,7E-05 | 5 ₇₉ → | 278,5611 | 0,0046 ‡ |
| 6. | 8,8 | 19,984 | 1,03025 | 2,008 | 8,2 | 1,5E-05 | 5 ₈₃ ↗ | 278,5508 | 0,0002 ‡ |
| 7. | 9,8 | 19,977 | 1,03028 | 2,008 | 10,4 | 2,9E-05 | 3 ₈₂ ⇌ | 278,5534 | 0,0041 ‡ |

| | | | | | | | | | |
|-----|------|--------|----------------|-------|-----|---------|-------------------|----------|-----------|
| 8. | 10,9 | 19,976 | 1,03014 | 2,008 | 8,0 | 2,2E-06 | 5 ₈₂ ⇌ | 278,5612 | 0,0061 ‡ |
| 9. | 12,2 | 19,984 | 1,03031 | 2,008 | 9,0 | 5,4E-05 | 6 ₈₁ ⇌ | 278,5355 | -0,0129 ‡ |
| 10. | 14,0 | 19,981 | 1,03051 | 2,008 | 6,4 | 2,4E-05 | 3 ₈₀ ↗ | 278,5286 | -0,0118 ‡ |
| 11. | 15,4 | 19,990 | 1,03061 | 2,008 | 5,0 | 4,4E-05 | 3 ₄₀ ← | 278,5307 | -0,0057 ‡ |

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 Wägwertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F_A* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F_{korrr.}* zuvor gemessene Referenzkraft - d.h. bei abgetrenntem Messkörper mit berechneter Korrektur der Auftriebskraft der austauschenden Suspensionslänge [mN].

- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (*H*=0mm). Die zu *F_{korrr.}* 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 *BayStII_13.0/PA2*, *b).* IdentN° 7091, *c).* Spaltweite 1,491 mm.

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

f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse 32,5798 ± 0,00025 g, ~volumen 4,060751 ± 0,0002 cm³, ~durchmesser 13,018 ± 0,001 mm, ~länge 43,002 ± 0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 48,735·10⁻⁶K⁻¹. *g).*

Messzylindersuspension: Querschnitt 0,0115 mm², Umfang 0,38 mm, *h).* Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser 16,0005 ± 0,005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 9,2·10⁻⁶K⁻¹.

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

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta: ζ = 1,36.

Individuelle Werte: *l).* Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 80,2 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 37,2 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 2,0% bestimmt; die *n).* Messunsicherheit der Dichte ±0,000074 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_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. Automatic self-repetition of the IMPro - the 1. Repetition. IMPro break by user in command line N°1079.

(the digital twin of process IDN°23824 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured basal raw data)

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde 1,9 Stunden vor 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}* 8,00 g/cm³, Luftdichte *ρ_{air}* vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung *g* 9,80769 m/s².

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001 K, Messunsicherheit ±0,01 K, *R*⁰ 100.0056 Ω, Kalibrierintervall 30 min (BN°1, -41/200°C, 3S, FS15,8, Korrekturfunktion: -0,0027 + 0,997591·θ + 2,20165E-05·θ² - 4,78431E-08·θ³).

Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.4.27, LizenzN° *3037-4759*, W. 6.2,9200- Betriebssystem auf PC Ser.N° 6995684 (C, SSD).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

| Time [min] | φ [%] | T _a [°C] | p _a [kPa] | ρ _{air} [kg/m ³] |
|------------|-------|---------------------|----------------------|---------------------------------------|
| 1,4 | 60,74 | 19,5 | 95,62 | 1,13242 |

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:

Eine schnelle Messung frischer Rohmilch vom Biobauernhof als Übersichtsmessung (10 - 300 /s). "Milch" ist als Fluid rheologisch bemerkenswert vielfältig - wenn man genau hinschauen möchte - wenn nicht, ist sie ziemlich gut newtonsch.

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