



IMETER V.5.0 rev.46

automatic Report (4B9B68P16312B), imeter/MSB, Augsburg

## ID N° 13060 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement

Title: **Wasser - bei 75°C**

Remarks: frisches Wasser

Sample/Ref.: **Wasser (>40°)**

----- Results for 75,1°C -----

Viscosity:  $\eta_{(507/s)} = 0,378 \pm 0,005 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $\nu = 0,388 \text{ cSt}$

Density:  $\rho = 0,97483 \pm 0,000037 \text{ g/cm}^3$

## Report

Hinweis: Die Aktivierung der Option "ERLÄUTERUNGSTEXTE", die für diese Berichtsausgabe eingestellt ist, bewirkt, dass der Bericht mit automatischen Kommentaren versehen wird. Die Option "BEARBEITUNGSHINWEISE" erzeugt Ausgaben für den Anwender/Prüfer, die auch auf nicht ausgegebene Informationen hinweisen. Deaktivieren Sie bitte diesen Schalter bei Erstellung von Kundenberichten. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text. Nachfolgend wird eine kurze Erklärung zum Prinzip der Messung gegeben:

### • 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen mit einem geraden Kreiszyylinder (=Messkörper), der sich konzentrisch in einer Röhre mit der Probe befindet. Dabei ist der Messkörper über die Aufhängung an einer Wägezelle angeschlossen. Die Röhre ist auf einer Plattform koaxial-konzentrisch zum Messkörper ausgerichtet. Wird die Plattform - also die Röhre - bewegt, so fließt Probe durch den ringförmigen Spalt zwischen Messkörper und Röhre. Dadurch wirkt auf den Messkörper eine zusätzliche Kraft, die durch Strömung und Zähigkeit der Probe hervorgerufen wird. - Über die 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 Berechnung der absoluten Viskosität für Newtonsche Fluide. Indem die Viskositätsmessung bei festgelegter Deformation (der Schergeschwindigkeit 507 /s kommt etwa die Bedeutung von *Pumpen, starkem Rühren* gleich), wie in dieser Messung, zwölf-Mal wiederholt ausgeführt wird, gibt die Standardabweichung der Viskosität (und der Dichte) die Wiederholpräzision an.

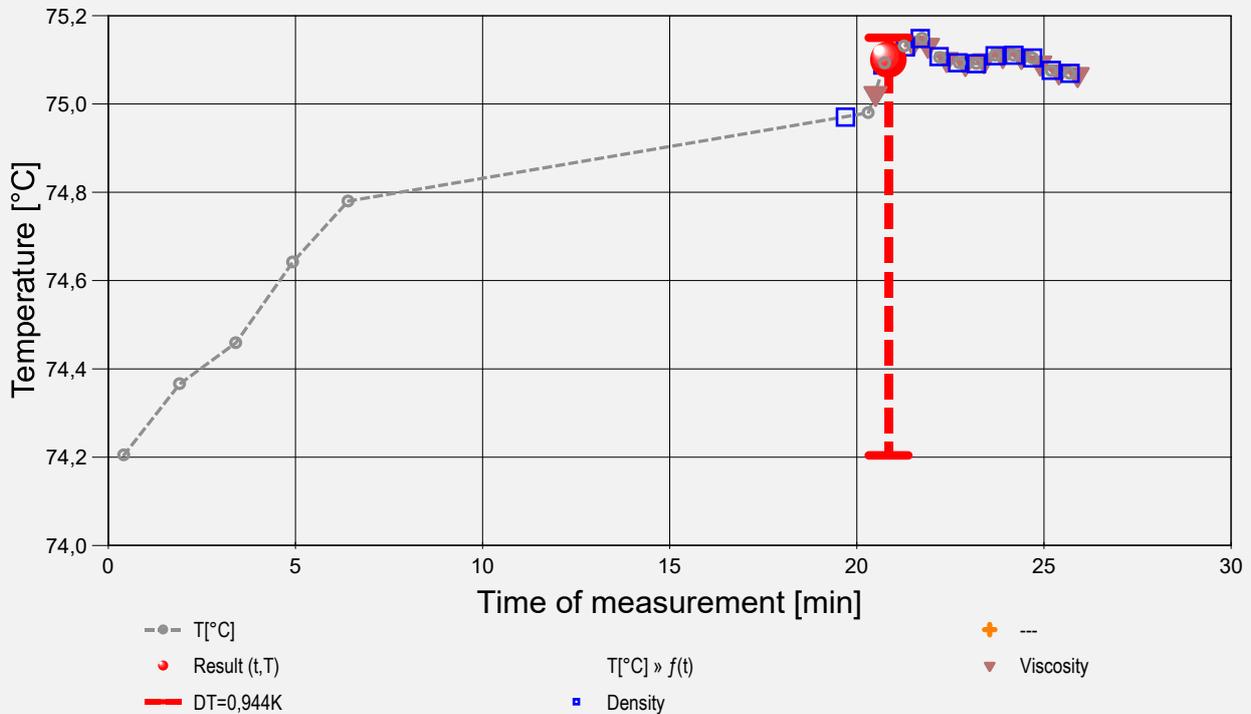
Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte (*spezifische Masse, Massekonzentration*) gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist ebenfalls eine temperaturabhängige Stoffkonstante. Die Dichte wird in diesem Verfahren nach der Auftriebsmethode (hydrostatische Wägung) bestimmt: "Ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) erscheint um so viel leichter, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft der Dichtewert definitiv berechnet werden kann, ist die Bestimmtheit des von Temperatur und Druck abhängenden Messkörpervolumens evident - entsprechendes gilt hinsichtlich der geometrischen Verhältnisse und der Geschwindigkeit für die Viskositätsmessung - \* DiVA-Messungen sind rein metrologisch. Als Erfinder und Hersteller dieser neuen Methode versichert IMETER, dass Ergebnisse der DiVA-Messungen prinzipiell keine signifikanten Abweichungen zu Ergebnissen aus anerkannten Referenzverfahren aufweisen (Glaskapillarviskosimeter, Pyknometer). \*

## • 2. ÜBERSICHT

Dichte und Viskosität wurden zwölf mal gemessen.

Messdauer 30 Minuten; ungleichmäßig-potenzielle Temperaturzunahme von 74,205 auf 75,149°C.

### ▸ Diagramm 1 -



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

Akquisitionsperiode der 12 Messwerte im Messablauf: 20 bis 26 min, Temperatur  $\Delta T = +0,114$  K

Ergebniswert:  $\eta = 0,3784 \pm 0,0047$  mPa·s (348,25 K)

Streuung:  $\pm 1,78 \cdot 10^{-4}$  mPa·s absolute bzw. 0,47‰ relative Standardabweichung

Berechnung: lineare Regressionsgleichung, wahrscheinlich temperaturabhängig.

Temperaturgleichung zwischen 75,024 und 75,138 °C:

$$\eta \text{ [mPa·s]} = f(\vartheta \text{ [°C]}) = 0,8186 - 0,00586 \cdot \vartheta \quad r^2=0,50 \quad s^2=3,18E-8$$

Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR),  $\dot{\gamma} = 507$  s<sup>-1</sup>.

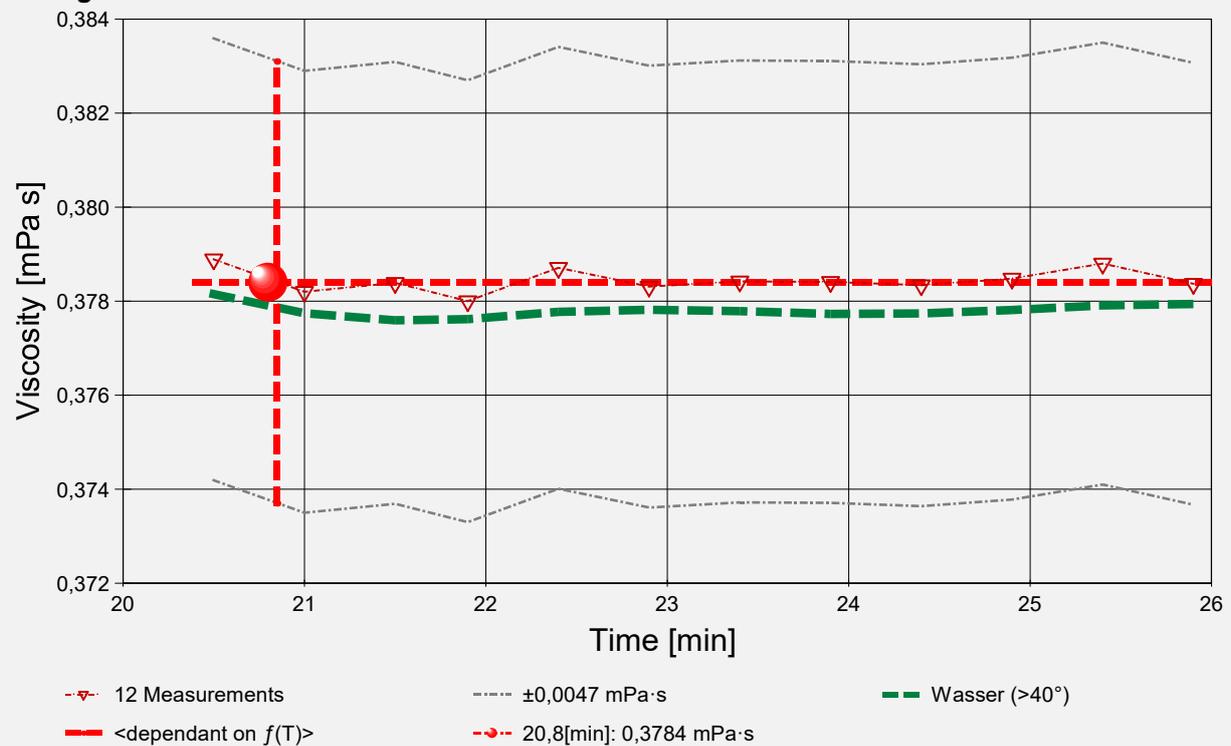
Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. - Aus der Abwägung der Einflüsse werden formale Zusammenhänge für die Bewertung ermittelt und auch 'Qualitätsangaben' erzeugt, die, wie hier, offenbar nicht ganz eindeutig sind (eine Messzeitabhängigkeit kann immer Temperatureinflüsse überlagern - Ergebnisse werden eindeutiger, wenn im Messablauf stärker unregelmäßige Temperaturänderungen eingestellt werden). Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei 'r<sup>2</sup>=0,50' eine nicht vorhandene Korrelation anzeigt). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s<sup>2</sup>) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ( $\sqrt{s^2}$ ) muss deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

▭ Diagramm 2 -



Das Diagramm 2, "eta-f(T)2", zeigt die zwölf Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 75,1°C für die Wasser (>40°)-Probe ist als Kugelmarke abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird zwischen den den beiden feinen Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke, gestrichelte Linie gezeichnet und die hinterlegte Referenzfunktion zu 'Wasser (>40°)' ist schraffiert in der Breite der Messunsicherheit eingezeichnet.

▭ Diagramm 3 -



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. Referenzwerte werden temperaturgetreu bei der jeweiligen Zeit dargestellt.

### • 3.1. Tabelle 1, Daten der Viskositätsmessung

Die gegebenen Zusammenhänge beruhen auf Ableitungen der ermittelten Messdaten - Tabelle 1 stellt dazu Eingangs- und Ergebnisdaten zur Verfügung. Weiter unten folgen die Tabellen 2 und 3, die ausführliche Informationen zur Rückverfolgbarkeit der Ergebnisse bieten.

N°	t	T	$\eta$	$v_z$	$F_z$	$\tau$	$v_{max}$	$\dot{\gamma}$	Re
1.	20,5	75,024	0,379	12,250	3,6136	0,192	98,1	506,7	260
2.	21,0	75,107	0,378	12,250	3,6072	0,192	98,1	506,7	270
3.	21,5	75,138	0,378	12,250	3,6091	0,192	98,1	506,7	270
4.	21,9	75,133	0,378	12,250	3,6053	0,192	98,1	506,7	270
5.	22,4	75,101	0,379	12,250	3,6121	0,192	98,1	506,7	260
6.	22,9	75,092	0,378	12,250	3,6082	0,192	98,1	506,7	270
7.	23,4	75,098	0,378	12,250	3,6092	0,192	98,1	506,7	270
8.	23,9	75,110	0,378	12,250	3,6091	0,192	98,1	506,7	270
9.	24,4	75,108	0,378	12,250	3,6085	0,192	98,1	506,7	270
10.	24,9	75,093	0,378	12,250	3,6098	0,192	98,1	506,7	270
11.	25,4	75,073	0,379	12,250	3,6128	0,192	98,1	506,7	260
12.	25,9	75,067	0,378	12,250	3,6087	0,192	98,1	506,7	270

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $T$  Temperatur [°C],  $\eta$  Messwert Viskosität [mPa·s],  $v_z$  Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s],  $F_z$  viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN],  $\tau$  Schubspannung [Pa],  $v_{max}$  maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s],  $\dot{\gamma}$  Schergeschwindigkeit [s<sup>-1</sup>],  $Re$  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 (rekursiv) des/der Aufhängungsdrähte/Stäbe des Zylinders im Medium ( $F_{hn}$ ) sowie ein konstanter Beitrag  $F_\theta$ , der durch eine vorgegebene Fließgrenze, Benetzungskraft, Konvektion (...) begründet sein muss.*

*Die Korrektur der stationären Kraft ergibt sich damit aus  $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_z - F_{hn} - F_\theta$ . Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt (ein  $F_\theta$  wurde nicht angegeben).*

*Die Schubspannung  $\tau$  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  $\dot{\gamma}$ , die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.*

### • 3.2. Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	$F_w$	$\sigma_{F_w}$	$\sigma_{F_w rel}$	$F_p$	$F_{hp}$	$F_z$	$F_{hn}$	N/n
1.	531,1624	0,0227	43ppm	527,0470	0,0047	0,4969	0,0001	46/61
2.	531,1534	0,0256	48ppm	527,0444	0,0047	0,4969	0,0001	46/61
3.	531,1596	0,0243	46ppm	527,0489	0,0047	0,4969	0,0001	47/61
4.	531,1570	0,0235	44ppm	527,0499	0,0047	0,4969	0,0001	44/61
5.	531,1608	0,0229	43ppm	527,0470	0,0047	0,4969	0,0001	44/61
6.	531,1584	0,0246	46ppm	527,0485	0,0047	0,4969	0,0001	47/61
7.	531,1608	0,0240	45ppm	527,0499	0,0047	0,4969	0,0001	46/60
8.	531,1601	0,0242	46ppm	527,0493	0,0047	0,4969	0,0001	44/61
9.	531,1592	0,0245	46ppm	527,0490	0,0047	0,4969	0,0001	44/61
10.	531,1595	0,0241	45ppm	527,0480	0,0047	0,4969	0,0001	47/61
11.	531,1617	0,0241	45ppm	527,0472	0,0047	0,4969	0,0001	46/60
12.	531,1577	0,0248	47ppm	527,0472	0,0047	0,4969	0,0001	47/61

**Tabellensymbole:**  $F_w$  Ausgangswert der stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN],  $\sigma_{F_w}$  Standardabweichung innerhalb der Werte aus der die stationären Kraft gemittelt wird [mN],  $\sigma_{F_w rel}$  relative Standardabweichung der vorgenannten Kraftwerte [mN],  $F_p$  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],  $F_{hn}$  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 Messwertauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 4, hRawData3, 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-)Kapillarviskosimetern mit dem Faktor  $\zeta$  der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht:  $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$*

▸ Diagramm 4 -

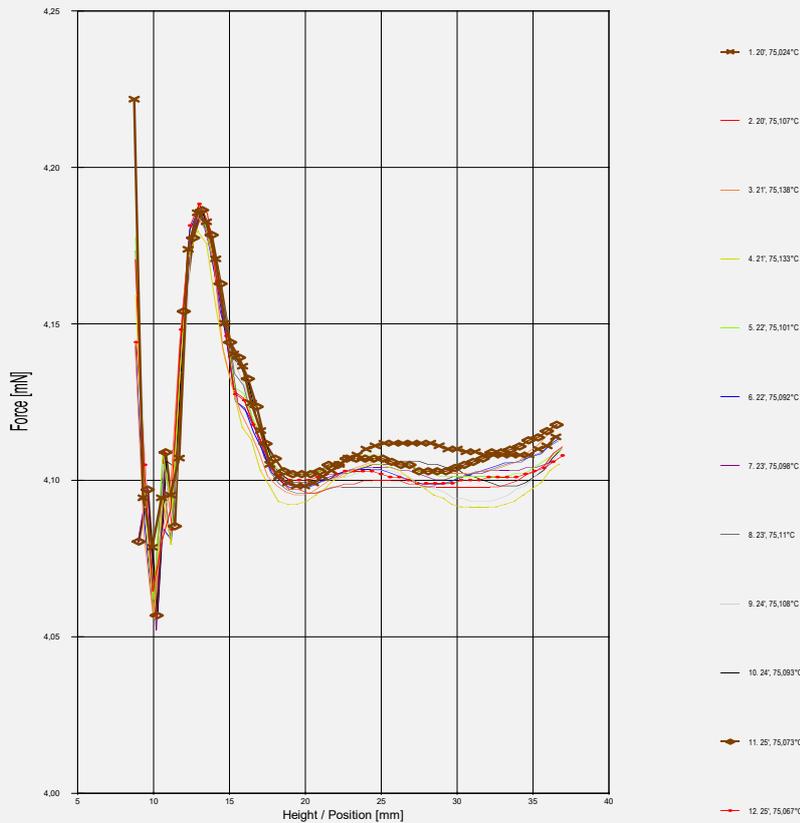


Diagramm 4, "hRawData3", zeigt die bei zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte nach Korrektur durch den Messzylinderauftrieb. Der Streckenbezug ("Position") gibt den Abstand der Messkörperbasis zum Gefäßboden an. Von den abgebildeten Daten wird nicht die ganze Kurve, sondern eine zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Kraft verwendet. Sofern ein instationärer (d.h. ein nicht waagerechter) Verlauf angezeigt wird, kann diese Abweichung von der Idealform auch folgende Ursachen haben: Röhre und Messzylinder sind nicht koaxial-konzentrisch, die Probe ist vertikal geschichtet inhomogen oder es liegt eine rheologische Anomalie vor. Ein exakt waagerechter Verlauf im rechten Kurventeil bedeutet i.d.R. eine valide Messung.

### • 3.3. Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	Noise	H <sub>Start</sub>	L <sub>cη</sub>	D <sub>RSP</sub>	Δ <sub>RSP</sub>	Ø <sub>zyl.</sub>	L <sub>zyl.</sub>	Σσ	Σσ <sub>rel.</sub>
1.	8,15	4,754	35,415	0,7625	-5,01	14,4821	41,2846	0,0046	1,2%
2.	8,72	4,766	35,844	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0048	1,3%
3.	10,2	4,766	35,378	0,7625	-5,02	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
4.	8,94	4,778	35,599	0,7625	-5,02	14,4822	41,2847	0,0046	1,2%
5.	8,01	4,766	35,807	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0046	1,2%
6.	10,2	4,754	35,635	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
7.	10,6	4,766	35,378	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
8.	8,20	4,754	35,586	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
9.	8,56	4,778	35,770	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
10.	10,3	4,766	35,782	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
11.	12,1	4,803	35,427	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%
12.	12,2	4,729	35,905	0,7625	-5,01	14,4822	41,2847	0,0047	1,2%

**Tabellensymbole:** **Noise** Mittelwert der 'Rauheit' im Messkraftverlauf [µN/mm], **H<sub>Start</sub>** Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], **L<sub>cη</sub>** Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm]. **D<sub>RSP</sub>** Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], **Δ<sub>RSP</sub>** Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [µm], **Ø<sub>zyl.</sub>** Durchmesser des Messzylinders [mm], **L<sub>zyl.</sub>** Länge des Messzylinders [mm]. **Σσ<sub>η</sub>** Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und **Σσ<sub>η,rel.</sub>** relative Unsicherheit des Viskositätsmesswertes.

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). 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

Akquisitionsperiode der 12 Messwerte im Messablauf: 20 bis 26 min, Temperatur  $\Delta T = +0,178$  K

Ergebniswert:  $\rho = 0,97483 \pm 0,000037 \text{ g/cm}^3$  (348,25 K, 96,93 kPa)

Streuung:  $\pm 2,08 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$  absolute bzw. 21ppm relative Standardabweichung

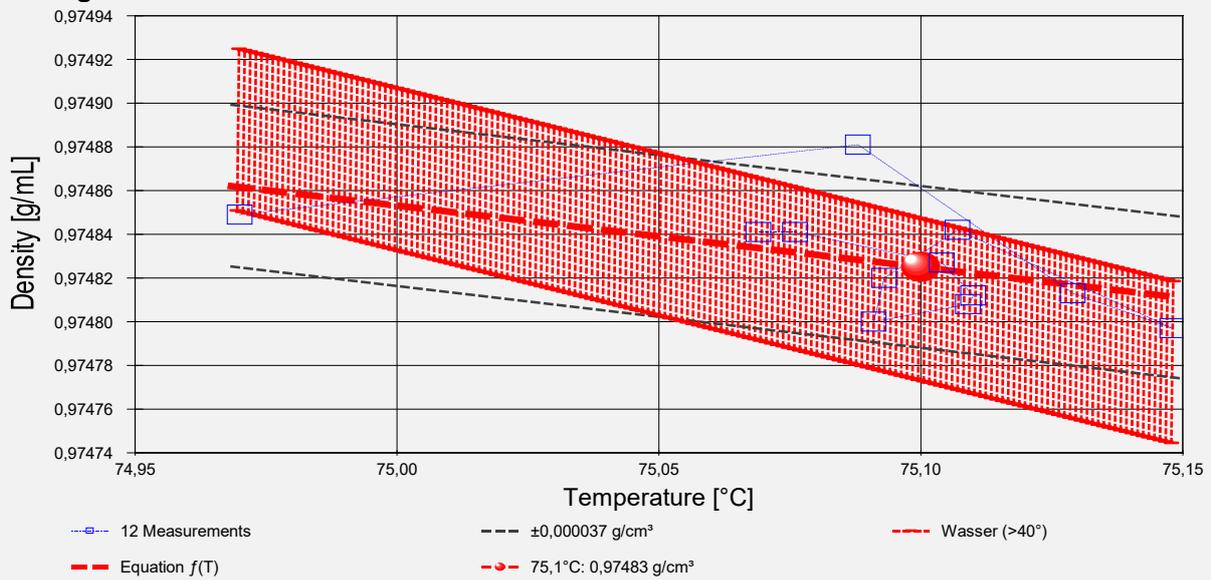
Berechnung: lineare Regressionsgleichung, eher temperaturabhängig.

Temperaturzusammenhang zwischen 74,970 und 75,148 °C:

$$\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 0,99604 - 28,25 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 \quad r^2=0,26 \quad s^2=4,33\text{E}-10$$

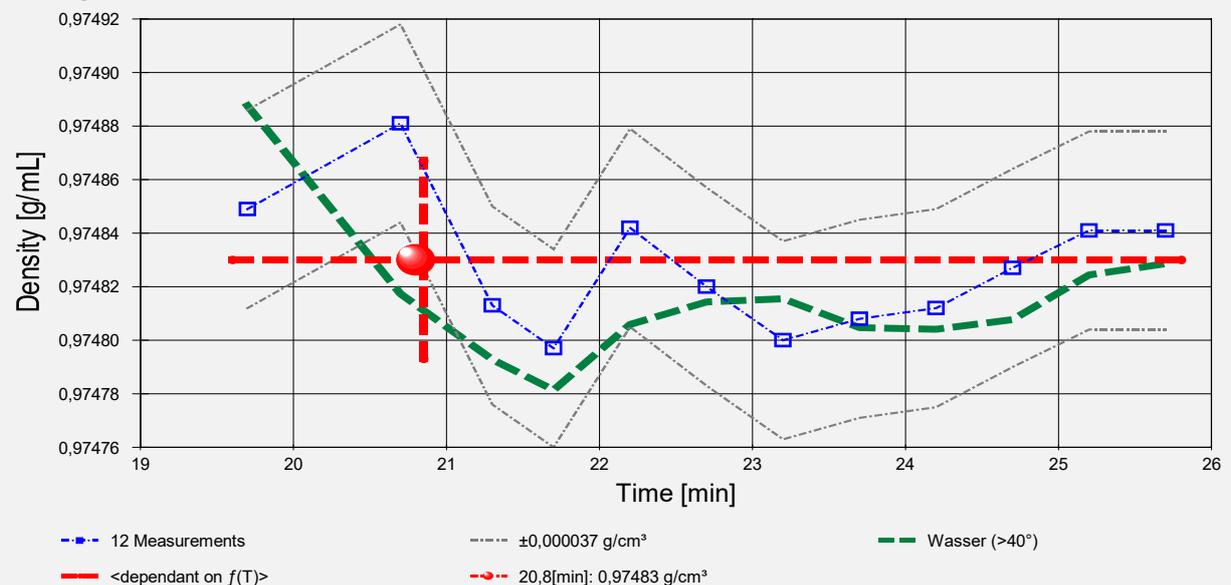
Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. - Aus der Abwägung der Einflüsse werden formale Zusammenhänge für die Bewertung ermittelt und auch 'Qualitätsangaben' erzeugt, die, wie hier, offenbar nicht ganz eindeutig sind (eine Messzeitabhängigkeit kann immer Temperatureinflüsse überlagern - Ergebnisse werden eindeutiger, wenn im Messablauf stärker unregelmäßige Temperaturänderungen eingestellt werden). Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei ' $r^2=0,26$ ' eine schlechte Korrelation anzeigt). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz ( $s^2$ ) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ( $\sqrt{s^2}$ ) muss deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

▮ Diagramm 5 -



Das Diagramm 5, "rho-f(T)", zeigt die zwölf Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 75,1°C für die Wasser (>40°)-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke Linie gezeichnet. In Markierungsbreite der Messunsicherheit ist die Referenzfunktion von 'Wasser (>40°)' aus der Datenbank abgebildet.

▮ Diagramm 6 -



Im Diagramm 6, "rho-f(t)", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Unsicherheitsbereich eingezeichnet.

#### • 4.1. Tabelle 4, Dichtemessung

N°	t	T	$\rho$	H	$\omega$	$\Delta_{rel.}$	N	$F_A$	$F_{korr.}$
1.	19,7		74,970	0,97485	4,549	0,0	---	1	527,047 0,000 °
2.	20,7		75,088	0,97488	4,549	0,0	---	1	527,044 0,000 °
3.	21,3		75,129	0,97481	4,549	0,0	---	1	527,049 0,000 °
4.	21,7		75,148	0,97480	4,549	0,0	---	1	527,050 0,000 °
5.	22,2		75,107	0,97484	4,549	0,0	---	1	527,047 0,000 °
6.	22,7		75,093	0,97482	4,549	0,0	---	1	527,049 0,000 °
7.	23,2		75,091	0,97480	4,549	0,0	---	1	527,050 0,000 °
8.	23,7		75,109	0,97481	4,549	0,0	---	1	527,049 0,000 °
9.	24,2		75,110	0,97481	4,549	0,0	---	1	527,049 0,000 °
10.	24,7		75,104	0,97483	4,549	0,0	---	1	527,048 0,000 °
11.	25,2		75,076	0,97484	4,549	0,0	---	1	527,047 0,000 °
12.	25,7		75,069	0,97484	4,549	0,0	---	1	527,047 0,000 °

**Tabellensymbole:** *t* Zeitpunkt [min], *T* Temperatur [°C],  $\rho$  Dichte [g/cm<sup>3</sup>], *H* Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm],  $\omega$  Beobachtungsdauer der Auftriebsmessung [s],  $\Delta_{rel.}$  relative Dichteänderung pro Minute in der Beobachtungszeit [g·cm<sup>-3</sup>·min<sup>-1</sup>], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte,  $F_A$  gemessener Roh-Wert der Auftriebskraft [mN],  $F_{korr.}$  konstante Korrekturkraft [mN].

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

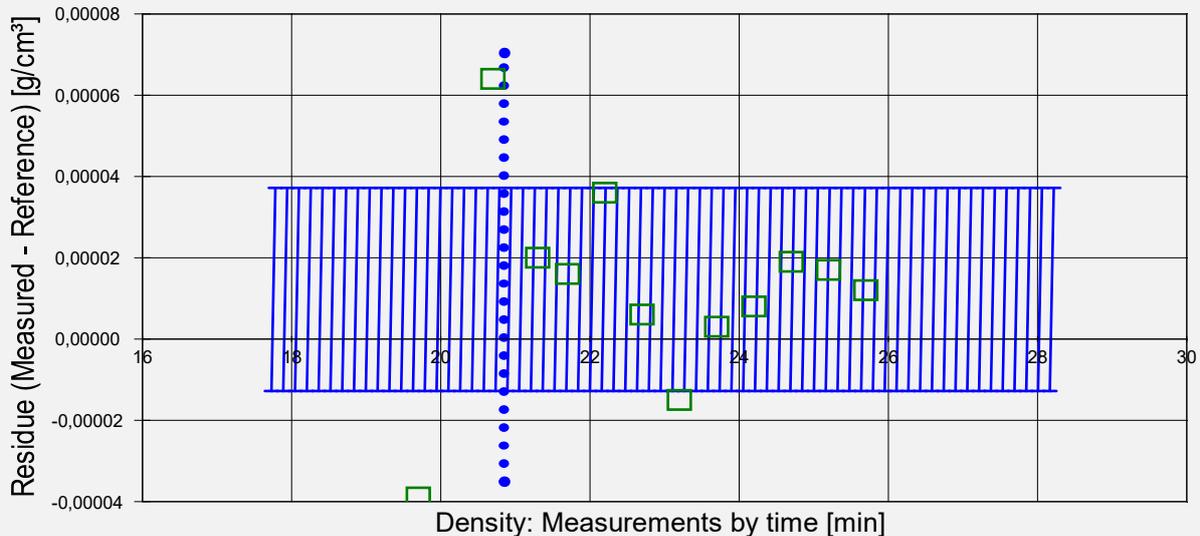
**Bearbeitungshinweise:** Der Roh-Wert der Auftriebskraft  $F_A$  [mN] ist in der Original-Messwertetabelle der Dokumentation angegeben (Die Rohdatentabelle enthält auch die anderen Werte, die der automatischen Interpretation zugrunde liegen).

#### • 5. REFERENZ VERGLEICH

Beurteilung von Viskositäts- und Dichtemessungen anhand der Residuen: Die Differenzen zwischen Mess- und Sollwerten zum Referenzeintrag *Wasser (>40°)* wird in den Diagrammen unten dargestellt. Die temperaturunabhängige Abbildung der Differenzwerte entspricht der zeitlichen Abfolge der Messwerte. Unterhalb zeigt eine tabellarische Aufstellung den Zahlenvergleich zum angegebenen Ergebnis; dieser folgt eine Liste mit Stoffnamen aus der Datenbank mit vergleichbaren Werten.

**VORSICHT** Die Bedeutung des automatischen Vergleichs mit jeweiligen Referenzwerten ist extrem von der Richtigkeit und Präzision der hinterlegten Stoffdaten abhängig. **Bearbeitungshinweis:** Überprüfen Sie bei wichtigen Aussagen die Richtigkeit der Referenzdaten; korrigieren Sie ggf. den Eintrag über das Referenzdatenformular.

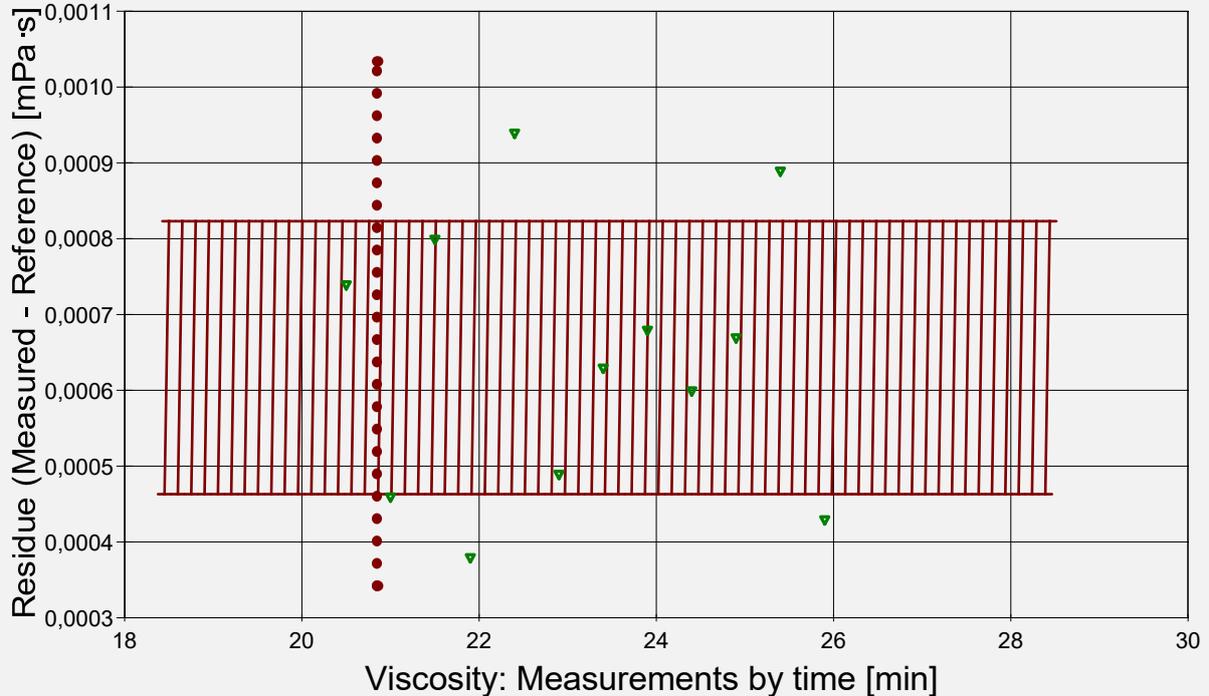
#### ▮ Diagramm 7 -



Reference values for 'Wasser (>40°)' acc. to  $f(T[°C])=7.5641E-13 \cdot T^5 - 3.1538E-10 \cdot T^4 + 5.7193E-08 \cdot T^3 - 8.0339E-06 \cdot T^2 + 5.6346E-05 \cdot T + 9.9989E-01$   
 Mean and Standarddev. of Residuals: 1,22E-5 ±2,5E-5 g/cm<sup>3</sup>, relative: +13ppm at a spread of 26ppm

Das Chart N°7, "r-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Dichtemesswerte zum jeweiligen Wert des Referenzwertes in der zeitlichen Sequenz der Messung. In der Diagrammunterschrift ist die Berechnungsfunktion der Referenzwerte angegeben sowie das mittlere Residuum und die Standardabweichung der Residuen, die im Diagramm schraffiert eingezeichnet ist.

### ▮ Diagramm 8 -



Reference values for 'Wasser (>40°)' acc. to  $f(T[°C])=EXP(-4.68162E-7 \cdot T^3 + 1.65094E-4 \cdot T^2 - 2.98125E-2 \cdot T + 0.532636)$   
 Mean and Standarddev. of Residuals:  $6,43E-4 \pm 1,8E-4$  mPa·s, relative: +1,7‰ at a spread of 0,48‰

Das Chart N°8, "h-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Viskositätsmesswerte zum jeweiligen Wert des Referenzwertes in der zeitlichen Sequenz der Messung. In der Diagrammunterschrift ist die Berechnungsfunktion der Referenzwerte angegeben sowie das mittlere Residuum und die Standardabweichung der Residuen, die im Diagramm schraffiert eingezeichnet ist.

### • 5.1 Vergleich mit Wasser (>40°) bei 75,1°C

	Referenz	Messung	$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$\Delta / u$
$\rho$	0,97481	0,97483	+0,00002 g/cm <sup>3</sup>	20ppm	<b>0,5</b>
	$-\Delta\rho/\Delta T$	0,0006	0,0003	-0,0003 g/cm <sup>3</sup> ·K <sup>-1</sup>	50%
$\eta$	0,3778	0,3780	+0,0002 mPa·s	0,5‰	@
	$-\Delta\eta/\Delta T$	0,0049	0,0059	+0,0010 mPa·s·K <sup>-1</sup>	20%

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'WASSER (>40°)' gefunden werden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol  $\eta$  steht für die Messgröße,  $-\Delta\eta/\Delta T$  für die absolute Änderung bei einem Grad Temperaturabnahme (bei 75,1°C); die Zahl zu " $\Delta u$ " gibt ggf. an, um welchen Faktor die absolute Differenz von Mess- und Referenzwert größer ist als die angenommene Messunsicherheit. Das Zeichen "@" bringt zum Ausdruck, dass bei der Messgröße kein signifikanter Unterschied zwischen Mess- und Referenzwert auftritt. Die Aussagekraft von " $\Delta u$ " hängt stark davon ab, ob ein hinreichend großes Temperaturintervall durchmessen wird - was hier evtl. nicht der Fall ist.

### • 5.2 Referenzwerte zu Dichte und Viskosität

--- DICHTE --- REFERENZEN -----	(g/cm <sup>3</sup> ) -----	ABWEICHUNG -----	REF. ID -----
1. Wasser (>40°) <sup>1</sup>	0,97481	-21ppm	ID1274.2
2. Methylformiat <sup>2</sup>	0,9672 (25°C)	-0,78%	ID74.9
3. 2-Nitropropan <sup>2</sup>	0,9835 (25°C)	+0,89%	ID84.7
4. Rhizinusöl <sup>2</sup>	0,961	-1,4%	ID141.6
5. Morpholin <sup>2</sup>	0,9959 (25°C)	+2,2%	ID80.8
6. Genapol C070 <sup>1</sup>	0,94044	-3,5%	ID1385.8
7. Tetralin <sup>1</sup>	0,9293	-4,7%	ID104.3
8. Pyridin <sup>1</sup>	0,9237	-5,2%	ID96.1

--- V I S K O S I T Ä T -----	(mPa·s)	----- A B W E I C H U N G -----	REF. ID
1. Wasser (>40°) <sup>1</sup>	0,3778	---	ID1133.1
2. Wasser <sup>1</sup>	0,3777	---	ID5.5
3. Trichlorethylen <sup>1</sup>	0,377	-2,6‰	ID24.0
4. Ethylbenzol <sup>1</sup>	0,381	+0,79%	ID195.8
5. Butyl acetat <sup>1</sup>	0,385	+1,9%	ID152.3
6. Mesityloxid <sup>1</sup>	0,390	+3,2%	ID111.3
7. Nitromethan <sup>1</sup>	0,391	+3,4%	ID19.9
8. 1-brombutan <sup>1</sup>	0,493	+30%	ID91.1

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) <sup>1</sup>Referenzwert für 75,1°C berechnet.

*Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben. **Bearbeitungshinweis:** Herkunft bzw. Richtigkeit der jeweiligen Referenzdaten sowie ggf. Zusatzinformationen können über den Vermerk zur Substanz in der Referenzdatenbank geprüft/geändert werden.*

## • 6. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

**Messkörper:** Name *IStahl14.5/PA*, IDN° 7014, Spaltweite 0,767 mm.

**Auswertungsverfahren:** Standard. Konfigurationstyp DiVA-B (N°2).

**Messkörperdaten:** Messzylindermasse 54,1632 ±0,0002 g, ~volumen 6,912689 ±2,6E-4 cm<sup>3</sup>, ~durchmesser 14,47 ±0,01 mm, ~länge 41,25 ±0,01 mm.

kub. Ausdehnungskoeff.  $\kappa$  [ $10^{-6}K^{-1}$ ] =  $f(\vartheta[^\circ C]) = 50,873 - 0,18583 \cdot \vartheta + 3,8490 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta^2 - 1,9601 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3$

Nicht tauchendes Gewicht am Messzylinder (Lastträger, Haltekonus) 6,3240 g.

**Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,021 mm<sup>2</sup>, Umfang 0,515 mm, Aufhängungsart: fixierte Verbindung.

**Behälter/Röhre:** Durchmesser 16,005 ±0,005 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $8 \cdot 10^{-6}K^{-1}$ .

**Bezugstemperatur** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

**Kinetische Energie-** Korrektur  $F_\zeta$ , Faktor Zeta:  $\zeta = 1,358$ .

**Individuelle Werte:** Eine Korrekturkraft ( $F_\theta$ ) wird nicht verwendet. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 81,9 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 40,6 mm.

**Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe ist als Mittelwert der Messunsicherheiten der Einzelmessungen angegeben (±0,005 mPa·s); die Messunsicherheit der Dichte (±0,000037 g/cm<sup>3</sup>) stammt von den Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse, der Massebestimmung und der Temperatur.

*Die Messunsicherheit des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus folgenden Unsicherheitsquellen bestimmt: 1.: der geometrischen Toleranzangaben zu Messkörperdurchmesser, 2.: zur Länge und 3.: zum Radius des Gefäßes. Individuell aus 4.: der Standardabweichung der Messkraft ( $\sigma_{F1/2}$ ), 5.: der Exzentrizität pauschal zu 0.5% (v.M.), 6.: der Unsicherheit der Kalibrierung zu 0.5% (v.M.), 7.: der Geschwindigkeitsangabe zu 0.1% , 8.: pro Grad Temperaturmessunsicherheit werden 5% (v.M.) angesetzt. - Die Gesamtunsicherheiten einer Messung wird als Wurzel der Quadratsumme der Einzelfehler berechnet; diese sind summarisch angegeben in der Spalte  $\sigma_n$  von 3.2. Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I. und in den jeweiligen Diagrammen eingezeichnet.*

*Wägewerte sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML); Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. Standardabweichungen: Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s<sup>2</sup>) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) Werte.*

*Form und Informationsfülle des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 13060, Datenbank imeterData29) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

## Programm

Data created by execution of the IMPro "**DiVA-B-Probenwechsel**", type 5/0. Benutzerabbruch in Zeile N°465.)

## Prüfmittel

Die Wägeinheit (WZ224-CW) wurde zuletzt acht Tage vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert.

**IMETER ID23903733: Systemdaten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit<sup>\*)</sup> 0,2 mg, Dichte der Justiermasse<sup>\*)</sup> 8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte vgl. Tabelle unten; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec<sup>2</sup> für die Fallbeschleunigung<sup>\*)</sup>. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,01[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 10[min] (BN°3, -10/100°C, 7S, FS15, Offset: -0,005). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit<sup>\*)</sup> 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 6.1.40, LizenzN° \*3037-4759\*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

<sup>\*)</sup>: Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden - etwa um individuelle Messunsicherheiten durch den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden im Audit-Log protokolliert und können zurückgenommen werden.

### meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
26,4	44,1	22,19	96,384	1,13198

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphärendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten  $\phi$  relative Luftfeuchte (r.H.),  $T_a$  Lufttemperatur und  $p_a$  absoluter Luftdruck,  $\rho_{air}$  die Luftdichte Die Ablesungen wurden automatisch durch das i-SIF ausgeführt.