

DiVA-Method: Constant Rate Measurement

Title: **Gelatine 3.4% in Water - following rising viscosity**

Remarks:

Prepared 18h before of 1.6075g Gelatine and 45.383g Water (3.4% w/w), solved and stored at $\sim 40^{\circ}\text{C}$.

----- Results for **25,1°C** -----

Viscosity: $\eta_{(100/s)} = 4,34 \pm 0,06 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 4,31 \text{ cSt}$
 Kinetic coefficient: $\kappa_r = -28,59 \cdot 10^{-3}/\text{min}$

Density: $\rho = 1,00638 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$

Report

Hinweis: Dieser Bericht ist mit Kommentierungen versehen. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text. - -- Zunächst eine kurze Beschreibung zum Prinzip der Messung:

• 1. MESSPRINZIP

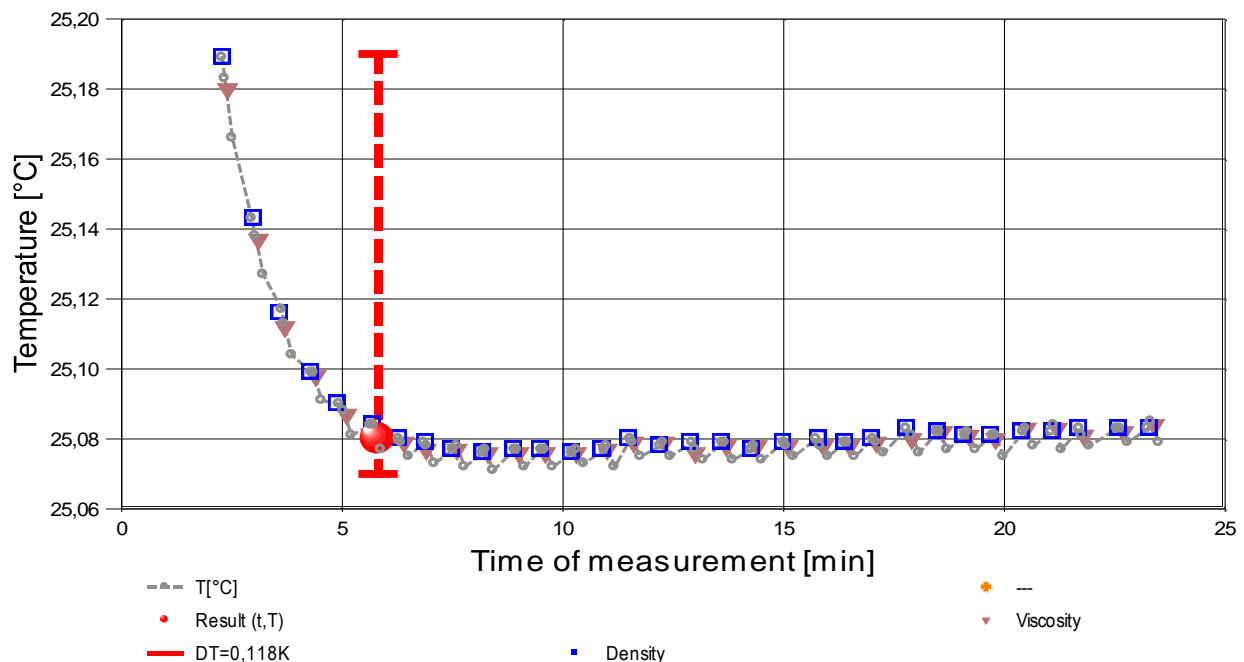
Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen mit einem geraden Kreiszyylinder (=Messkörper), der sich konzentrisch in einer Röhre mit der Probe befindet. Dabei ist der Messkörper über die Aufhängung an einer Wägezelle angeschlossen. Die Röhre ist auf einem Plattform koaxial-konzentrisch zum Messkörper 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. Im Unterschied zu analog funktionierenden Rotationsviskosimetern bzw. Rheometern (mit konzentrischen Zylindern) ist das zur Messung gescherte Fluidvolumen genau festgelegt und betrifft dieses über eine nur sehr kurze und definierte Messzeit. Indem die Messung bei festgelegter Deformation (der Schergeschwindigkeit 100 /s kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich) isotherm, ausgeführt wird, kann ggf. die zeitliche Veränderung der Probe beobachtet werden. 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 soviel 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 -

• 2. ÜBERSICHT

Dichte und Viskosität wurden 32-mal gemessen.

Messdauer 20 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 25,071 bis 25,189°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 32 Messwerte im Messablauf: 2 bis 23 min, Temperatur $\Delta T = 0,104 \text{ K}$

Angabewert: $\eta = 4,339 \pm 0,058 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ (298,23 K)

Streuung: $\pm 0,0142 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ absolute bzw. 3,3‰ relative Standardabweichung

Berechnung: quadratischen Regressionsgleichung, eindeutig zeitabhängig.

Zeit-zusammenhang durch Regression zwischen Minute 2 und 23:

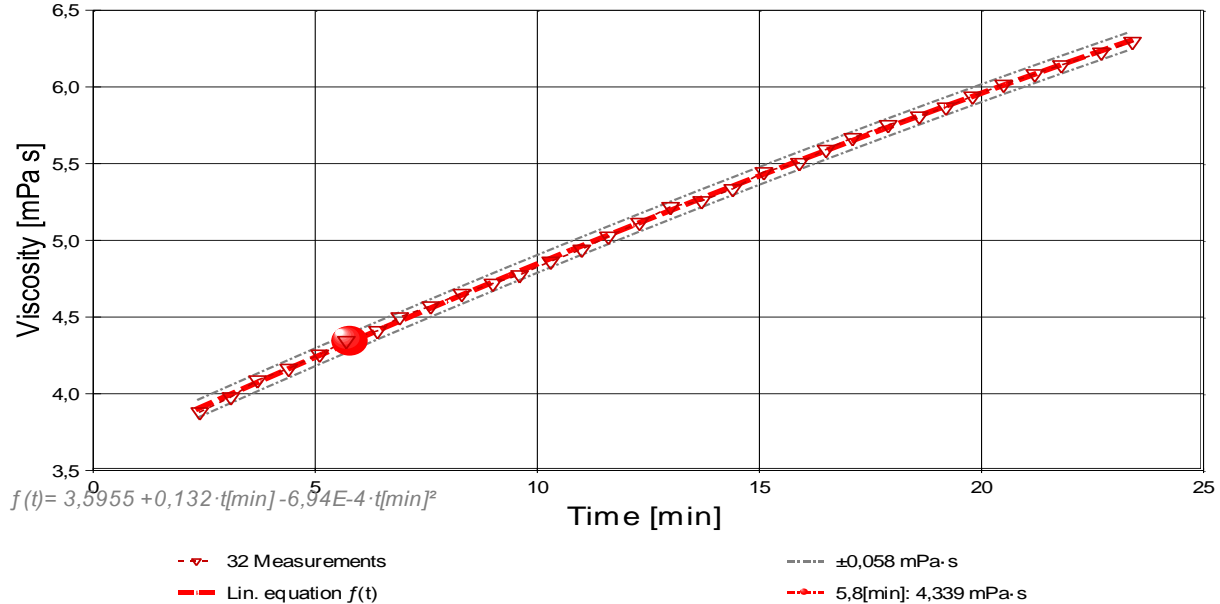
$$\eta(\dot{\gamma}[\text{min}]) = 3,5955 + 0,132 \cdot t - 6,94 \cdot 10^{-4} \cdot t^2 \quad r^2 = 0,99963 \quad s^2 = 2,02 \cdot 10^{-4}$$

>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: $3,6824 + 0,114 \cdot t$ mit $r^2 = 0,9985$ und $s^2 = 7,88 \cdot 10^{-4}$ <<

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

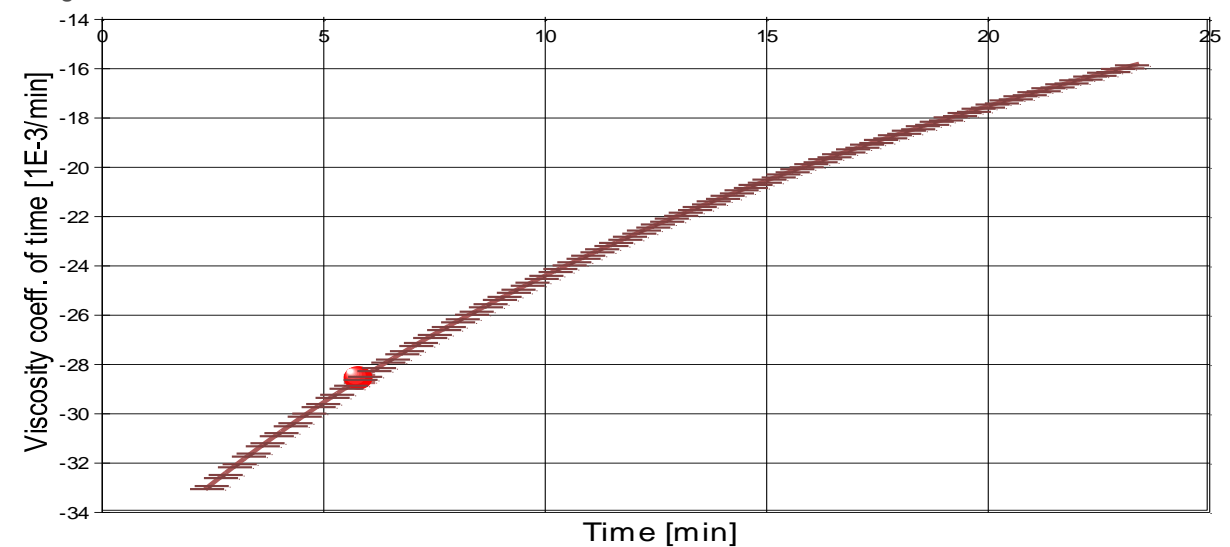
Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der 'ziemlich gut' ist), die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



Im Diagramm 2, "eta-f(t)" sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte im Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

- Diagramm 3 -



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 durch Zehn geteilt wird.

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

$$\tau_{\eta} | [10^{-3} \cdot \text{min}^{-1}] = f(\dot{\gamma}[\text{min}]) = (-132,1 + 1,387 \cdot \dot{\gamma}) / (3,5955 + 0,13210 \cdot \dot{\gamma} - 6,9374 \cdot 10^{-4} \cdot \dot{\gamma}^2)$$

Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,06 \cdot 10^{-3} / \text{K}$ berechnet.

• 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 Information zur Rückverfolgbarkeit der Ergebnisse bieten.

N°	t	T	η	v_z	F_z	τ	$v_{max.}$	$\dot{\gamma}$	Re
1.	2,4	25,180	3,88	3,013	6,7059	0,388	21,7	100,0	6,6
2.	3,1	25,137	3,98	3,013	6,8747	0,398	21,7	100,0	6,4
3.	3,7	25,112	4,089	3,013	7,0657	0,4090	21,66	100,01	6,27
4.	4,4	25,098	4,165	3,013	7,1959	0,4165	21,66	100,01	6,15
5.	5,1	25,087	4,26	3,013	7,3557	0,426	21,7	100,0	6,0
6.	5,7	25,083	4,346	3,013	7,5088	0,4346	21,66	100,01	5,90
7.	6,4	25,079	4,410	3,013	7,6204	0,4411	21,66	100,01	5,81
8.	6,9	25,077	4,500	3,013	7,7757	0,4501	21,66	100,01	5,69
9.	7,6	25,077	4,572	3,013	7,8990	0,4572	21,66	100,01	5,60
10.	8,3	25,076	4,653	3,013	8,0395	0,4653	21,66	100,01	5,51
11.	9,0	25,076	4,72	3,013	8,1540	0,472	21,7	100,0	5,4
12.	9,6	25,076	4,775	3,013	8,2496	0,4775	21,66	100,01	5,37
13.	10,3	25,076	4,863	3,013	8,4032	0,4864	21,66	100,01	5,27
14.	11,0	25,077	4,94	3,013	8,5383	0,494	21,7	100,0	5,2
15.	11,6	25,079	5,027	3,013	8,6853	0,5027	21,66	100,01	5,10
16.	12,3	25,079	5,116	3,013	8,8398	0,5117	21,66	100,01	5,01
17.	13,0	25,076	5,219	3,013	9,0179	0,5220	21,66	100,01	4,91
18.	13,7	25,078	5,257	3,013	9,0835	0,5258	21,66	100,01	4,87
19.	14,4	25,078	5,336	3,013	9,2200	0,5337	21,66	100,01	4,80
20.	15,1	25,078	5,446	3,013	9,4104	0,5447	21,66	100,01	4,70
21.	15,9	25,078	5,506	3,013	9,5134	0,5506	21,66	100,01	4,65
22.	16,5	25,078	5,592	3,013	9,6625	0,5593	21,66	100,01	4,58
23.	17,1	25,079	5,669	3,013	9,7949	0,5669	21,66	100,01	4,52
24.	17,9	25,080	5,753	3,013	9,9408	0,5754	21,66	100,01	4,45
25.	18,6	25,082	5,810	3,013	10,0378	0,5810	21,66	100,01	4,41
26.	19,2	25,081	5,868	3,013	10,1395	0,5869	21,66	100,01	4,37
27.	19,8	25,080	5,940	3,013	10,2625	0,5940	21,66	100,01	4,31
28.	20,5	25,083	6,017	3,013	10,3957	0,6017	21,66	100,01	4,26
29.	21,2	25,083	6,085	3,013	10,5136	0,6085	21,66	100,01	4,21
30.	21,8	25,081	6,144	3,013	10,6149	0,6144	21,66	100,01	4,17
31.	22,7	25,082	6,226	3,013	10,7581	0,6227	21,66	100,01	4,12
32.	23,4	25,084	6,296	3,013	10,8779	0,6296	21,66	100,01	4,07

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], T 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], $\dot{\gamma}$ 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, das ist die 'reinviskose' 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 Druckverlusten durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspaltes (F_ζ), die viskose Reibung (rekursiv) des/der Aufhängungsdrähte/Stäbe des Zylinders im Medium ($F_{h\eta}$) sowie einen konstanten Beitrags F_0 der durch eine vorgegebene Fließgrenze, Benetzungskraft, Konvektion (...) begründet sein muss.

Die Korrektur der stationären Kraft ergibt sich damit aus $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta} - F_0$. Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt (ein F_0 wurde nicht angegeben).

Die Schubspannung τ entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylindermantelfläche ausgeübten Kraft. $v_{max.}$ ist die Maximalgeschwindigkeit des Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Zylinder. Sie ergibt sich aus der Bewegungsgleichung 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, $\dot{\gamma}$ ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

• 3.2. Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.

N°	F_w	σ_{Fw}	$\sigma_{Fw rel}$	F_p	F_{hp}	F_ζ	$F_{h\eta}$	N/n
1.	419,1303	0,0424	0,10‰	412,3967	0,0033	0,0240	0,0003	56/75
2.	419,2950	0,0443	0,11‰	412,3927	0,0033	0,0240	0,0003	55/75
3.	419,4874	0,0413	98ppm	412,3940	0,0033	0,0240	0,0003	51/67
4.	419,6177	0,0436	0,10‰	412,3941	0,0033	0,0240	0,0004	47/64
5.	419,7797	0,0490	0,12‰	412,3963	0,0033	0,0240	0,0004	55/75
6.	419,9329	0,0455	0,11‰	412,3964	0,0033	0,0240	0,0004	55/75
7.	420,0448	0,0485	0,12‰	412,3967	0,0033	0,0240	0,0004	55/75
8.	420,2021	0,0494	0,12‰	412,3987	0,0033	0,0240	0,0004	56/76
9.	420,3228	0,0490	0,12‰	412,3960	0,0033	0,0240	0,0004	55/75
10.	420,4630	0,0473	0,11‰	412,3957	0,0033	0,0240	0,0004	56/75
11.	420,5784	0,0518	0,12‰	412,3966	0,0033	0,0240	0,0004	55/75
12.	420,6725	0,0527	0,13‰	412,3951	0,0033	0,0240	0,0004	46/64
13.	420,8267	0,0526	0,13‰	412,3957	0,0033	0,0240	0,0004	55/75
14.	420,9622	0,0547	0,13‰	412,3961	0,0033	0,0240	0,0004	55/75

15.	421,1085	0,0522	0,12‰	412,3954	0,0033	0,0240	0,0004	56/75
16.	421,2602	0,0485	0,12‰	412,3926	0,0033	0,0240	0,0004	32/75
17.	421,4405	0,0400	95ppm	412,3947	0,0033	0,0240	0,0004	53/75
18.	421,5056	0,0523	0,12‰	412,3943	0,0033	0,0240	0,0004	32/75
19.	421,6485	0,0510	0,12‰	412,4006	0,0033	0,0240	0,0005	32/75
20.	421,8435	0,0375	89ppm	412,4053	0,0033	0,0240	0,0005	60/75
21.	421,9370	0,0419	99ppm	412,3957	0,0033	0,0240	0,0005	53/73
22.	422,0879	0,0327	78ppm	412,3977	0,0033	0,0240	0,0005	66/75
23.	422,2223	0,0315	75ppm	412,3995	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
24.	422,3652	0,0299	71ppm	412,3966	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
25.	422,4643	0,0313	74ppm	412,3987	0,0033	0,0240	0,0005	66/67
26.	422,5699	0,0322	76ppm	412,4026	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
27.	422,6889	0,0345	82ppm	412,3986	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
28.	422,8193	0,0333	79ppm	412,3957	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
29.	422,9372	0,0430	0,10‰	412,3957	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
30.	423,0388	0,0455	0,11‰	412,3960	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
31.	423,1817	0,0450	0,11‰	412,3957	0,0033	0,0240	0,0005	74/75
32.	423,3024	0,0439	0,10‰	412,3966	0,0033	0,0240	0,0005	74/75

Tabellensymbole: F_w Ausgangswert der stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN], σ_{F_w} Standardabweichung innerhalb der Werte aus der die stationäre 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-Korrektion*) [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 Messwertauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet. Neben den statischen Korrekturen ist mit F_z die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-)Kapillarviskosimetern mit dem Faktor ζ der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht: $F_z = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

• 3.3. Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II.

N°	Noise	H _{Start}	L _{cn}	D _{RSP}	Δ _{RSP}	Ø _{zyl.}	L _{zyl.}	Σσ _η	Σσ _{η,rel.}
1.	17,3	2,696	24,716	0,8512	-0,0132	14,2991	43,0801	0,047	1,2%
2.	17,3	2,747	24,572	0,8512	-0,0101	14,2991	43,0801	0,048	1,2%
3.	17,4	2,792	24,436	0,8512	-8,22E-3	14,2991	43,0801	0,048	1,2%
4.	17,3	2,931	24,201	0,8512	-7,19E-3	14,2991	43,0801	0,049	1,2%
5.	18,7	2,651	24,858	0,8512	-6,38E-3	14,2991	43,0801	0,052	1,2%
6.	18,3	2,696	24,533	0,8512	-6,09E-3	14,2991	43,0801	0,052	1,2%
7.	18,7	2,651	24,575	0,8512	-5,80E-3	14,2991	43,0801	0,053	1,2%
8.	19,8	2,651	24,810	0,8512	-5,65E-3	14,2991	43,0801	0,054	1,2%
9.	19,2	2,696	24,623	0,8512	-5,65E-3	14,2991	43,0801	0,055	1,2%
10.	19,7	2,699	24,527	0,8512	-5,58E-3	14,2991	43,0801	0,055	1,2%
11.	20,3	2,696	24,623	0,8512	-5,58E-3	14,2991	43,0801	0,057	1,2%
12.	19,8	2,838	24,340	0,8512	-5,58E-3	14,2991	43,0801	0,057	1,2%
13.	20,5	2,696	24,575	0,8512	-5,58E-3	14,2991	43,0801	0,058	1,2%
14.	21,3	2,699	24,668	0,8512	-5,65E-3	14,2991	43,0801	0,06	1,2%
15.	21,7	2,699	24,716	0,8512	-5,80E-3	14,2991	43,0801	0,059	1,2%
16.	25,4	2,699	24,623	0,8512	-5,80E-3	14,2991	43,0801	0,059	1,2%
17.	21,6	2,654	24,572	0,8512	-5,58E-3	14,2991	43,0801	0,058	1,1%
18.	27,1	2,792	24,623	0,8512	-5,72E-3	14,2991	43,0801	0,061	1,2%
19.	26,7	2,702	24,665	0,8512	-5,72E-3	14,2991	43,0801	0,062	1,2%
20.	22,2	2,696	24,716	0,8512	-5,72E-3	14,2991	43,0801	0,059	1,1%
21.	22,9	2,696	24,816	0,8512	-5,72E-3	14,2991	43,0801	0,061	1,1%
22.	21,5	2,651	24,671	0,8512	-5,72E-3	14,2991	43,0801	0,06	1,1%
23.	20,2	2,696	24,765	0,8512	-5,80E-3	14,2991	43,0801	0,06	1,1%
24.	20,0	2,651	24,671	0,8512	-5,87E-3	14,2991	43,0801	0,061	1,1%
25.	20,6	2,841	24,481	0,8512	-6,02E-3	14,2991	43,0801	0,061	1,0%
26.	21,6	2,699	24,716	0,8512	-5,94E-3	14,2991	43,0801	0,062	1,1%
27.	21,2	2,654	24,716	0,8512	-5,87E-3	14,2991	43,0801	0,063	1,1%
28.	21,6	2,747	24,620	0,8512	-6,09E-3	14,2991	43,0801	0,064	1,1%
29.	21,2	2,648	24,813	0,8512	-6,09E-3	14,2991	43,0801	0,066	1,1%
30.	22,7	2,702	24,762	0,8512	-5,94E-3	14,2991	43,0801	0,068	1,1%
31.	21,1	2,603	24,719	0,8512	-6,02E-3	14,2991	43,0801	0,068	1,1%
32.	21,1	2,654	24,623	0,8512	-6,16E-3	14,2991	43,0801	0,069	1,1%

Tabellensymbole: *Noise* Mittelwert der 'Rauheit' im Messkraftverlauf [µN/mm], *H_{Start}* Positionshöhe der ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], *L_{cn}* 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], *Δ_{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_η* Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und *Σσ_{η,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 ($\Delta F/\Delta s$). Die folgenden Rubriken geben gemessene und berechnete geometrischen 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 bedeutende Beiträge aus den geometrischen Unsicherheiten vermindert!

• 4. DICHTE - MESSUNG

Akquisitionsperiode der 32 Messwerte im Messablauf: 2 bis 23 min, Temperatur $\Delta T=0,113$ K

Ergebniswert: $\rho = 1,00638 \pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$ (298,23 K, 93,86 kPa)

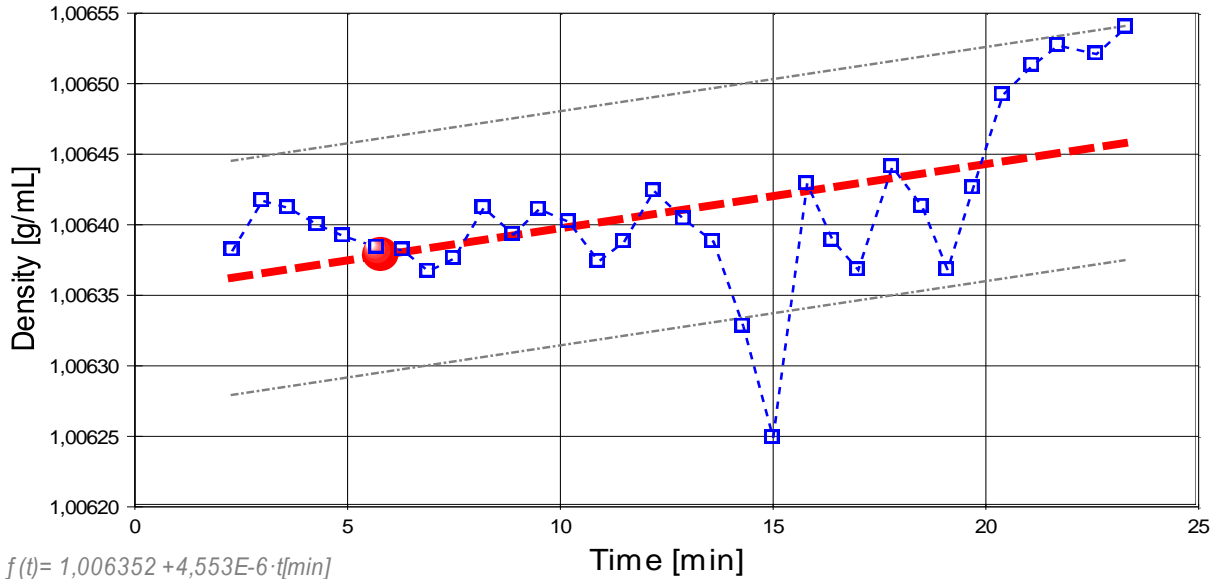
Streuung: $\pm 5,12 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ absolute bzw. 51ppm relative Standardabweichung

Berechnung: lineare Regressionsgleichung, wahrscheinlich zeitabhängig.

Zeit-zusammenhang durch Regression zwischen Minute 2 und 23:
 $\rho (f[\text{min}]) = 1,006352 + 4,553E-6 \cdot t \quad r^2=0,24 \quad s^2=2,62E-9$

Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. - 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 $r^2=0,24$ 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 4 -



$$f(t) = 1,006352 + 4,553E-6 \cdot t[\text{min}]$$

- - - 32 Measurements
- - - lin. equation f(t)
- - - $\pm 0,000083 \text{ g/cm}^3$
- - - 5,8[min]: $1,00638 \text{ g/cm}^3$

Im Diagramm 4, "rho-f(t)", oben, 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	ρ	H	ω	$\Delta_{rel.}$	N	F_A	$F_{korr.}$
1.	2,3	25,189	1,00638	2,048	2,5	0,16‰	3	412,3967	0,0029 ‡
2.	3,0	25,143	1,00642	2,048	4,0	0,36‰	5	412,3927	0,0009 ‡
3.	3,6	25,116	1,00641	2,048	2,3	62ppm	3	412,3940	0,0020 ‡
4.	4,3	25,099	1,00640	2,048	2,2	0,11‰	3	412,3941	0,0014 ‡
5.	4,9	25,090	1,00639	2,048	5,0	100ppm	6	412,3963	0,0031 ‡
6.	5,7	25,084	1,00638	2,048	3,1	0,19‰	4	412,3964	0,0027 ‡
7.	6,3	25,080	1,00638	2,048	2,5	44ppm	3	412,3967	0,0029 ‡
8.	6,9	25,079	1,00637	2,048	3,0	0,31‰	4	412,3987	0,0039 ‡
9.	7,5	25,077	1,00638	2,048	4,2	1,2ppm	5	412,3960	0,0018 ‡
10.	8,2	25,076	1,00641	2,048	2,2	0,13‰	3	412,3957	0,0037 ‡
11.	8,9	25,077	1,00639	2,048	2,2	0,26‰	3	412,3966	0,0034 ‡
12.	9,5	25,077	1,00641	2,048	3,1	34ppm	4	412,3951	0,0030 ‡
13.	10,2	25,076	1,00640	2,048	5,2	40ppm	6	412,3957	0,0031 ‡
14.	10,9	25,077	1,00637	2,048	2,3	0,61‰	3	412,3961	0,0018 ‡
15.	11,5	25,080	1,00639	2,048	2,2	0,45‰	3	412,3954	0,0019 ‡
16.	12,2	25,078	1,00642	2,048	2,5	22ppm	3	412,3926	0,0012 ‡
17.	12,9	25,079	1,00640	2,048	3,1	0,43‰	4	412,3947	0,0022 ‡
18.	13,6	25,079	1,00639	2,048	2,2	0,35‰	3	412,3943	0,0008 ‡
19.	14,3	25,077	1,00633	2,048	2,3	0,43‰	3	412,4006	0,0036 ‡

20.	15,0	25,079	1,00625	2,048	2,2	0,45‰	3	412,4053	0,0036 ‡
21.	15,8	25,080	1,00643	2,048	4,3	42ppm	5	412,3957	0,0046 ‡
22.	16,4	25,079	1,00639	2,048	2,2	0,12‰	3	412,3977	0,0042 ‡
23.	17,0	25,080	1,00637	2,048	3,1	0,17‰	4	412,3995	0,0048 ‡
24.	17,8	25,083	1,00644	2,048	5,9	40ppm	7	412,3966	0,0062 ‡
25.	18,5	25,082	1,00641	2,048	2,5	0,17‰	3	412,3987	0,0066 ‡
26.	19,1	25,081	1,00637	2,048	2,4	0,19‰	3	412,4026	0,0079 ‡
27.	19,7	25,081	1,00643	2,048	3,2	0,18‰	4	412,3986	0,0073 ‡
28.	20,4	25,082	1,00649	2,048	2,2	0,23‰	3	412,3957	0,0084 ‡
29.	21,1	25,082	1,00651	2,048	2,2	0,23‰	3	412,3957	0,0096 ‡
30.	21,7	25,083	1,00653	2,048	2,3	0,12‰	3	412,3960	0,0107 ‡
31.	22,6	25,083	1,00652	2,048	3,3	0,61‰	4	412,3957	0,0101 ‡
32.	23,3	25,083	1,00654	2,048	3,4	0,25‰	4	412,3966	0,0121 ‡

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], T Temperatur [°C], ρ Dichte [g/cm³], H Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], ω Beobachtungsdauer der Auftriebsmessung [s], Δ_{rel} relative Dichteänderung pro Minute in der Beobachtungszeit [g·cm⁻³·min⁻¹], N Anzahl Auftriebsmesswerte, F_A gemessener Roh-Wert der Auftriebskraft [mN], F_{kor} gemessene Referenzkraft mit berechneter Korrektur für die Auftriebskraft der Messkörperaufhängung [mN].

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

• 5. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

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

Auswertungsverfahren: Standard. Konfigurationstyp DiVA-A (N°1).

Messkörperdaten: Messzylindermasse 48,1349 ±0,0003 g, ~volumen 6,054 ±0,0005 cm³, ~durchmesser 14,2991 ±0,001 mm, ~länge 43,08 ±0,001 mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient 53,165·10⁻⁶K⁻¹. Messzylindersuspension: Querschnitt 0,0201 mm², Umfang 0,502 mm, Aufhängungsart: IMETER-Patentverfahren (*drift- und fehlerfreie Dichtemessung*).

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

Bezugstemperatur für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

Kinetische Energie- Korrektur F_{ζ} , Faktor Zeta: $\zeta = 1,33$.

Individuelle Werte: Eine Korrekturkraft (F_{ϕ}) wird nicht verwendet. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 75,9 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 32,8 mm.

Messunsicherheiten des Ergebnisses: Die Unsicherheit der Viskositätsangabe ist als Mittelwert der Messunsicherheiten der Einzelmessungen angegeben (±0,06 mPa·s); die Messunsicherheit der Dichte (±0,000083 g/cm³) 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 σ_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 (s²) 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 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 papierer 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 14968, Datenbank imeterData32) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'modern'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde am Vortag dieser Messung justiert.

IMETER ID23903733: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit¹⁾ 0,2mg, Dichte der Justiermasse¹⁾ 8,000 g/cm³, Luftdichte vgl. Tabelle unten; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec² für die Fallbeschleunigung¹⁾.

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,01[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 60[min] (BN°3, -10/100°C, 4S, FS15, Offset: -0,0361). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01K, die Unsicherheit¹⁾ 0,03K.

Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.0.54, LizenzN° *3037-4759*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

meteorologische Angaben, Luftdichte:

1. 1,9 min: ϕ 52,23%, Temp. 22,63°C, p_a 93,334 kPa, ρ_{air} 1,09324 kg/m³
2. 8,6 min: ϕ 52,26%, Temp. 22,58°C, p_a 93,349 kPa, ρ_{air} 1,09358 kg/m³
3. 15,4 min: ϕ 52,28%, Temp. 22,54°C, p_a 93,353 kPa, ρ_{air} 1,09382 kg/m³
4. 22,1 min: ϕ 52,35%, Temp. 22,52°C, p_a 93,341 kPa, ρ_{air} 1,09375 kg/m³

Obige Zusammenstellung gibt Atmosphären Daten für den Aufstellort wieder; es bedeuten ϕ relative Luftfeuchte(r.H.), Temp. Lufttemperatur und p_a absoluter Luftdruck, ρ_{air} die Luftdichte Die Ablesungen wurden automatisch durch das i-SIF ausgeführt.