



IMETER V.5.0 rev.46

automatic Report (3AA3BBT16312B), imeter/MSB, Augsburg

ID N° 13086 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement, ΔT 19,8K

Title: **Wasser 10,1°C - 29,9°C**
Remarks: ~luftgesättigt - Probe aus voriger Messung.
Sample/Ref.: **Wasser**

----- Results for 20,0°C -----

Viscosity: $\eta_{(499/s)} = 1,00 \pm 0,01 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, $\nu = 1,00 \text{ cSt}$
Temperature coefficient: $\kappa_{\eta} = 24,8 \cdot 10^{-3}/\text{K}$
Density: $\rho = 0,99817 \pm 0,000038 \text{ g/cm}^3$
Coefficient of thermal expansion: $\kappa = 20,1 \cdot 10^{-5}/\text{K}$

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, wie in dieser Messung bei festgelegter Deformation (der Schergeschwindigkeit 499 /s kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich), die Proben temperatur verändert wird, können Temperaturkoeffizienten der Viskosität, der Ausdehnungskoeffizient und entsprechende Regressionsfunktionen bestimmt werden, die die Interpolation der thermischen Eigenschaften ermöglichen (weitere Auswertungen erlauben evtl. die Bestimmung des Viskositätsindex und der Platzwechselenergie).

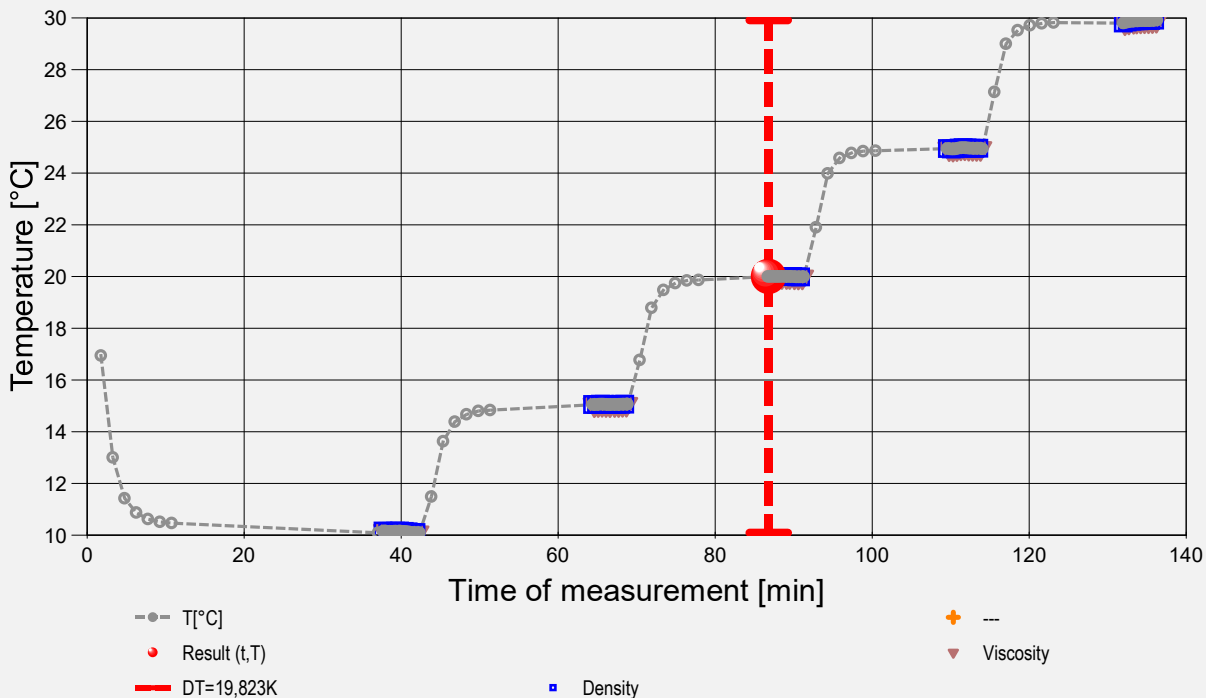
Bei Stillstand wirkt auf den Messkörper die Auftriebskraft. - Die Dichte (*spezifische Masse, Massekonzentration*) gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist ebenfalls eine temperaturabhängige Stoffkonstante. Die Dichte wird in diesem Verfahren nach der Auftriebsmethode (hydrostatische Wägung) 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 45 mal gemessen.

Messdauer zwei Stunden; stufig, zwischen 10,1 und 29,9°C ansteigender Temperaturverlauf, fünf Temperaturniveaus; mit vier Stufen; 4,9 K Temperaturunterschied je Stufe, mit jeweils neun Viskositätsmesswerten.

▭ 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 45 Messwerte im Messablauf: 38 bis 136 min, Temperatur $\Delta T = +19,820$ K

Ergebniswert: $\eta = 1,002 \pm 0,011$ mPa·s (293,15 K)

Streuung: $\pm 1,22 \cdot 10^{-3}$ mPa·s absolute bzw. 1,2‰ relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

Temperaturabhängigkeit zwischen 10,093 und 29,913 °C:

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = f(\vartheta \text{ [}^\circ\text{C]}) = 1,774 \cdot e^{(-0,0323781 \cdot \vartheta + 1,90230E-4 \cdot \vartheta^2)} \quad r^2=0,999956 \quad s^2=1,49E-6$$

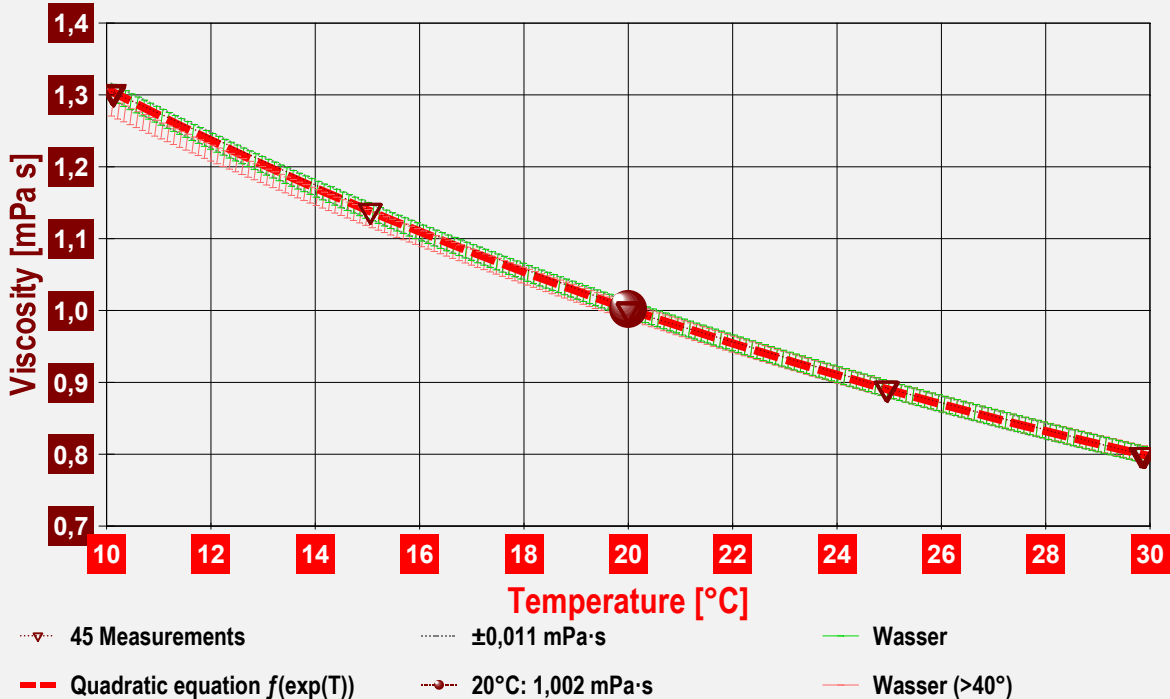
>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: $'1,660 \cdot \exp(-24,767 \cdot \vartheta / 1000)'$ mit $r^2=0,9980$ und $s^2=6,90E-5$ <<

Messung bei konstanter Schergeschwindigkeit (CR), $\gamma^* = 499 \pm 0,90$ s⁻¹.

Der Temperaturkoeffizient der Viskosität mit $24,8$ [10^{-3}K^{-1}] entspricht konventionellen Werten gut. Die relative Änderung der Viskosität mit der Temperatur beträgt 2,5%, entsprechend 0,025 mPa·s pro Grad bei der Angabetemperatur.

Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Üblicherweise kann der Temperaturkoeffizient der Viskosität für Fluide bei 25°C im Bereich zwischen 5 und 35 10^3K^{-1} liegen. Die Interpretation des Temperaturkoeffizienten erfolgt, um einen Eindruck von dieser, eher unbekanntem Größe zu liefern. Der Vergleich zum fiktiven 'Normalwert' wird über Mittelwert (20) und die Standardabweichung (± 15) der in der Referenzdatenbank gespeicherten Flüssigkeitsdaten hergestellt. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der 'hervorragend' 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 -



Das Diagramm 2, "eta-f(T)2", zeigt die 45 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 20°C für die Wasser-Probe ist als Kugelmarke abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird zwischen den beiden feinen Linien ausgewiesen. Der Verlauf der Regressionsfunktion ist als dicke, gestrichelte Linie gezeichnet und in der Breite der Messunsicherheit, der Verlauf der Referenzfunktion von 'Wasser-' (aus der Datenbank) und zum Vergleich der Wertebereich der ähnlich viskosen Substanz 'Wasser (>40°)'.

Die thermodynamische Formulierung gemäß der Arrhenius-Andrade Beziehung lautet für die Wasser-Probe zwischen 10 und 30°C :

$$\eta \text{ [mPa}\cdot\text{s]} = f(T[\text{K}]) = 7,1003 \cdot 10^{-4} \cdot e^{2127,5/T} \quad \text{mit } r^2=0,99967 \text{ und } s^2=0,000023$$

Zur Verwendung der Gleichung in Kalkulationsprogrammen: $0,00071003 * \text{EXP}(2127,5/(x+273.15))$ mit x in °C; Standardabweichung: $\sqrt{s^2}=4,8 \cdot 10^{-3}$ mPa·s.

Die Arrhenius Gleichung der Form " $k = A \cdot e^{-E_a/RT} = \eta$ " gibt in Entsprechung der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten k die Viskosität η an. In der Gleichung bedeuten die beiden Konstanten 'A' Arrheniusfaktor bzw. eine Materialkonstante ($\ln(A)=-7,2502$) sowie ' E_a ' die Aktivierungs- bzw. Platzwechselenergie. $E_a=-255,88$ J/mol (R ist die allgemeine Gaskonstante). Weil A temperaturabhängig ist, ist die Gleichung wenig extrapolierbar.

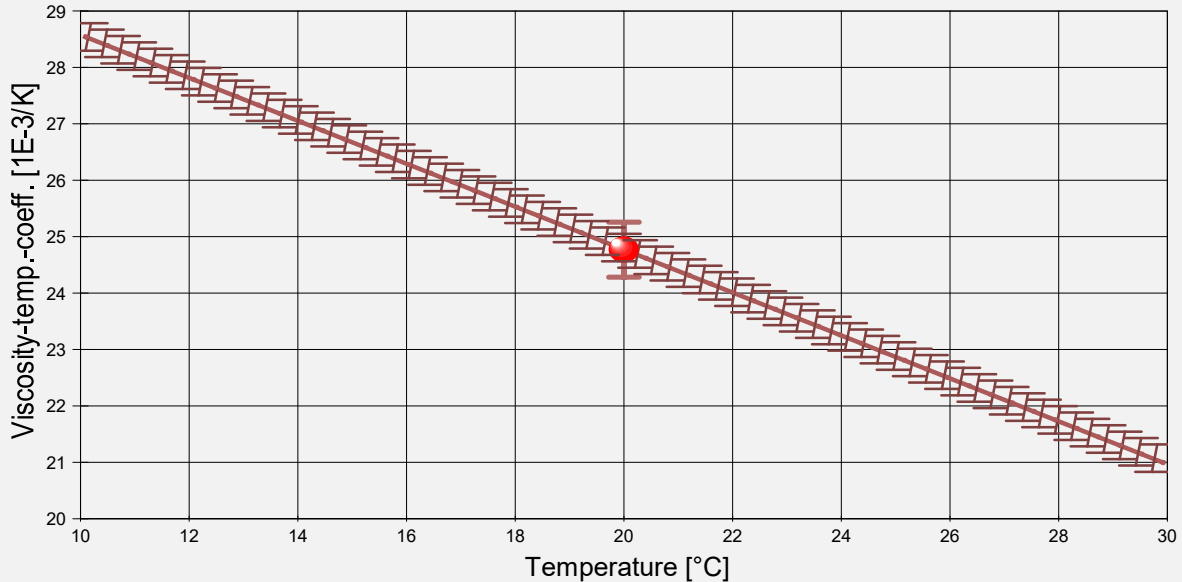
Mit der ebenfalls in Temperaturabhängigkeit gemessenen Dichte (ρ) kann die kinematische Viskosität (ν) gemäß $\nu = \eta / \rho$ als Funktion der Temperatur angegeben werden. Ein Berechnungsterm für ν in der Einheit Centistokes (cSt [mm²/s]) ergibt sich nach:

$$\nu \text{ [mm}^2\text{/s]} = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 1,7744 \cdot e^{(-0,032378 \cdot \vartheta + 1,9023 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2)} / (1,0002 + 6,8780 \cdot 10^{-7} \cdot \vartheta - 5,0471 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

Die kinematische Viskosität stellt die Zähigkeit eines Fluids inklusive seiner Massenträgheit dar, aus ihr kann ggf. der Viskositätsindex (VI) nach ASTM D2270 berechnet werden.

Zur Verwendung der Gleichung in Kalkulationsprogrammen: $(1,7744 * \text{exp}(-0,032378 * x + 1,9023E-4 * x^2)) / (1,0002 + 6,8780E-7 * x - 5,0471E-6 * x^2)$.

▮ **Diagramm 3 -**



Das Diagramm 3, "kh-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Viskositäts-Temperaturkoeffizienten κ_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 Temperaturabhängigkeit des Koeffizienten die folgende Gleichung:

$$\kappa_\eta \text{ [} 10^{-3} \cdot \text{K}^{-1}\text{]} = f(\vartheta[\text{°C}]) = 32,38 - 0,3805 \cdot \vartheta$$

Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,2 \cdot 10^{-3}/\text{K}$ berechnet.

Die Gleichung für κ_η liefert zur jeweiligen Temperatur die zugehörige Viskositätsänderung.

Bestimmungsgleichung: $\kappa_\eta = -1/\eta \cdot (\partial\eta/\partial T)$. Die Berechnung einer Viskositätsänderung über den Temperaturkoeffizienten κ_η nach ' $\eta = \eta^\circ \cdot (1 + \kappa_\eta \Delta T)$ ' bzw. ' $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\kappa_\eta \Delta T)}$ ' ist lediglich über wenige Temperaturgrade mit hinreichender Genauigkeit möglich. Die geeignete Formulierung ergibt sich aus dem über ΔT bestimmten Integral ' $\eta = \eta^\circ \cdot e^{(\int \kappa_\eta dT)}$ ' zur explizit angegebenen Gleichung, also:

Die Viskosität bei der Temperatur ϑ kann mit einem bekannten Viskositätswert bei ϑ_0 berechnet werden nach:

$$\eta_\vartheta = \eta_{\vartheta_0} \cdot e^{[-0,03238 \cdot (\vartheta - \vartheta_0) + 1,902E-4 \cdot (\vartheta^2 - \vartheta_0^2)]}$$

Während die Viskositäts-Temperatur-Gleichung die individuelle Viskosität der 'Wasser-Probe' über den durchmessenen Bereich anzugeben erlaubt, kann ggf. mit den Koeffizientengleichungen für vergleichbare Fluide, von einem bekannten Viskositätswert ausgehend, die Viskosität bei einer anderen Temperatur geschätzt werden. - Oft unterscheiden sich (z.B.) Produktchargen in 'Offset'-Werten, doch nicht immer so sehr im Temperaturverlauf der 'viskosen Natur'.

• 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.

N° t	T	η .	v_z	F_z .	τ	v_{\max} .	$\dot{\gamma}$	Re
1. 37,9	10,157	1,305	12,250	12,1016	0,6501	97,28	498,13	78,9
2. 38,5	10,135	1,302	12,250	12,0702	0,6484	97,28	498,12	79,1
3. 39,0	10,138	1,302	12,250	12,0697	0,6484	97,28	498,12	79,1
4. 39,5	10,144	1,302	12,250	12,0718	0,6485	97,28	498,12	79,1
5. 40,0	10,148	1,303	12,250	12,0775	0,6488	97,28	498,13	79,0
6. 40,6	10,132	1,303	12,250	12,0812	0,6490	97,28	498,12	79,0
7. 41,1	10,112	1,304	12,250	12,0936	0,6497	97,28	498,11	78,9
8. 41,6	10,096	1,304	12,250	12,0952	0,6498	97,28	498,12	78,9
9. 42,1	10,093	1,305	12,250	12,0966	0,6498	97,28	498,12	78,9
10. 64,6	15,046	1,140	12,250	10,5918	0,5685	97,34	498,76	90,3

11.	65,1	15,052	1,138	12,250	10,5773	0,5677	97,34	498,76	90,4
12.	65,6	15,060	1,138	12,250	10,5792	0,5678	97,34	498,77	90,4
13.	66,1	15,052	1,139	12,250	10,5857	0,5682	97,34	498,77	90,3
14.	66,6	15,044	1,139	12,250	10,5829	0,5680	97,34	498,77	90,3
15.	67,2	15,050	1,139	12,250	10,5863	0,5682	97,34	498,77	90,3
16.	67,7	15,052	1,139	12,250	10,5842	0,5681	97,34	498,77	90,3
17.	68,2	15,058	1,139	12,250	10,5813	0,5680	97,34	498,77	90,3
18.	68,7	15,062	1,139	12,250	10,5805	0,5679	97,34	498,77	90,4
19.	86,9	20,001	1,003	12,250	9,3373	0,5008	97,40	499,39	103
20.	87,4	20,004	1,002	12,250	9,3297	0,5004	97,41	499,40	103
21.	88,0	20,002	1,001	12,250	9,3190	0,4998	97,41	499,40	103
22.	88,5	20,002	1,000	12,250	9,3143	0,4995	97,40	499,39	103
23.	89,1	20,002	0,9997	12,250	9,3088	0,4992	97,41	499,40	103
24.	89,5	20,001	0,9997	12,250	9,3089	0,4992	97,41	499,40	103
25.	90,1	19,992	1,000	12,250	9,3122	0,4994	97,41	499,40	103
26.	90,6	19,985	1,000	12,250	9,3153	0,4996	97,40	499,39	103
27.	91,1	19,987	0,9999	12,250	9,3104	0,4993	97,40	499,39	103
28.	109,8	24,946	0,8924	12,250	8,3271	0,4462	97,47	500,02	115
29.	110,3	24,929	0,8919	12,250	8,3221	0,4460	97,47	500,02	115
30.	110,8	24,949	0,8914	12,250	8,3175	0,4457	97,47	500,02	115
31.	111,3	24,977	0,8910	12,250	8,3139	0,4455	97,47	500,02	115
32.	111,8	24,980	0,8909	12,250	8,3134	0,4455	97,47	500,02	115
33.	112,3	24,964	0,8909	12,250	8,3135	0,4455	97,47	500,03	115
34.	112,8	24,956	0,8913	12,250	8,3163	0,4456	97,47	500,02	115
35.	113,3	24,955	0,8910	12,250	8,3143	0,4455	97,47	500,02	115
36.	113,8	24,954	0,8914	12,250	8,3173	0,4457	97,47	500,02	115
37.	132,2	29,815	0,7995	12,250	7,4757	0,4003	97,52	500,63	128
38.	132,7	29,848	0,7992	12,250	7,4725	0,4001	97,52	500,63	128
39.	133,3	29,871	0,7989	12,250	7,4700	0,4000	97,52	500,63	128
40.	133,7	29,882	0,7990	12,250	7,4704	0,4000	97,52	500,63	128
41.	134,2	29,887	0,7990	12,250	7,4706	0,4000	97,53	500,64	128
42.	134,7	29,891	0,7988	12,250	7,4690	0,3999	97,53	500,64	128
43.	135,2	29,892	0,7988	12,250	7,4690	0,3999	97,53	500,64	128
44.	135,7	29,900	0,7987	12,250	7,4683	0,3999	97,53	500,64	128
45.	136,2	29,913	0,7990	12,250	7,4711	0,4000	97,52	500,64	128

Tabellensymbole: t Zeitpunkt [min], T Temperatur [$^{\circ}$ 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; 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_{ϕ} , der durch eine vorgegebene Fließgrenze, Benetzungskraft, Konvektion (...) begründet sein muss.

Die Korrektur der stationären Kraft ergibt sich damit aus $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_z - F_{hn} - F_{\phi}$. Die Korrekturen können in einem erweiterten Berichtsformat (zuschaltbar) in allen Einzelheiten ausgegeben werden.

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

• 4. DICHTE - MESSUNG

Akquisitionsperiode der 45 Messwerte im Messablauf: 38 bis 136 min, Temperatur $\Delta T = +19,815$ K

Resultat: $\rho = 0,99817 \pm 0,000038$ g/cm³ (293,15 K, 95,94 kPa)

Streuung: $\pm 2,22 \cdot 10^{-5}$ g/cm³ absolute bzw. 22ppm relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung.

Temperaturabhängigkeit zwischen 10,095 und 29,910 $^{\circ}$ C:

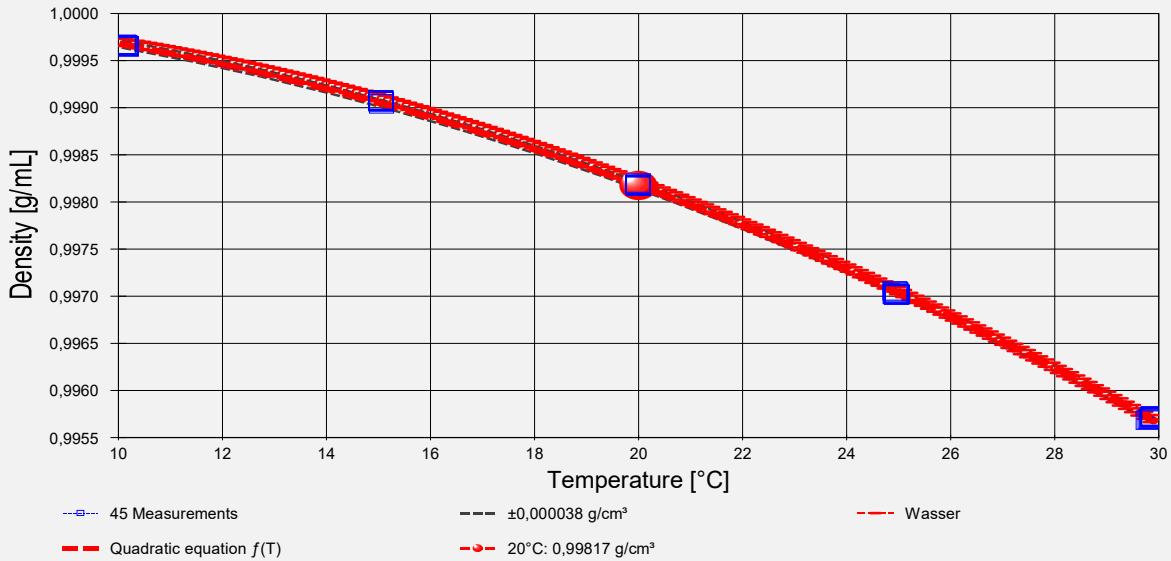
$$\rho \text{ [g/cm}^3\text{]} = f(\vartheta\text{[}^{\circ}\text{C]}) = 1,000179 + 0,06878 \cdot \vartheta / 1E5 - 0,50471 \cdot \vartheta^2 / 1E \quad r^2 = 0,99977 \quad s^2 = 4,93E-10$$

>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: '1,00195 - 20,124 · $\vartheta / 1E5$ ' mit $r^2 = 0,979$ und $s^2 = 4,37E-8$ <<

Der Ausdehnungskoeffizient mit $20,1$ [$10^{-5}K^{-1}$] ist deutlich kleiner als für *Flüssigkeiten normal*. Er entspricht der Dichte-Änderung von 0,20‰, entsprechend $0,00020$ g/cm³ pro Grad bei der Angabetemperatur.

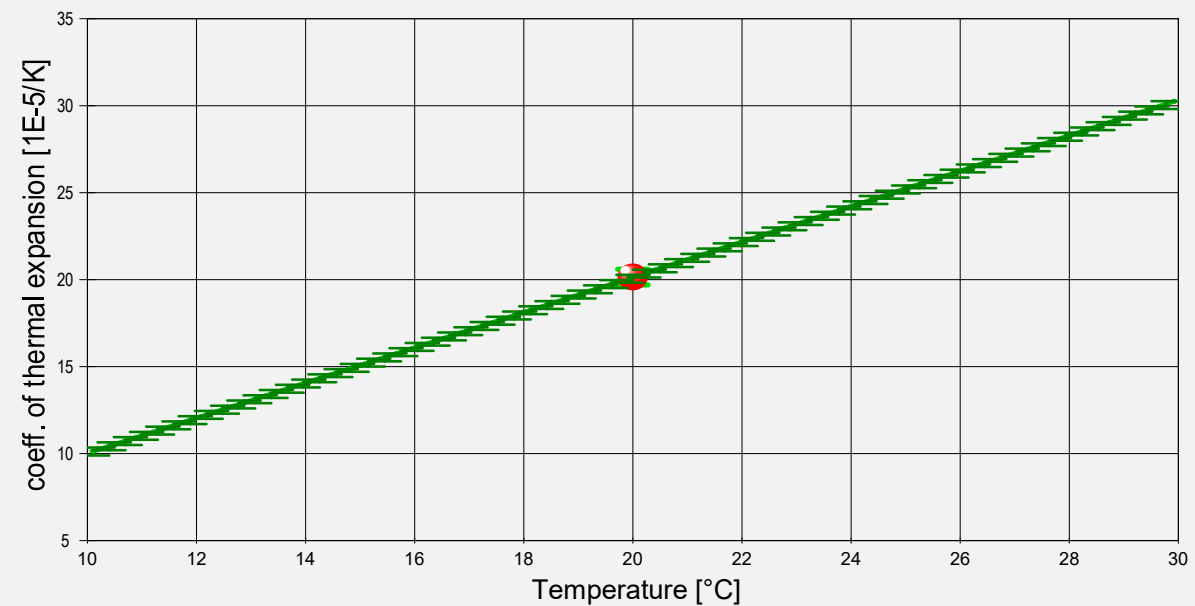
Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. - Aus der Abwägung der Einflüsse werden formale Zusammenhänge für die Bewertung ermittelt und auch 'Qualitätsangaben' 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). Ein 'normaler' Ausdehnungskoeffizient reicht bei 25°C von etwa 50 bis 150 $10^{-5}K^{-1}$. Die Interpretation des Temperaturkoeffizienten erfolgt, um einen Eindruck von dieser, eher unbekanntem Größe zu liefern. Die Qualifizierung im Verhältnis zum 'Normalwert' wird über Mittelwert (100) und die Standardabweichung (± 50) der in der Referenzdatenbank gespeicherten Flüssigkeitsdaten hergestellt. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der 'sehr 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 4 -



Das Diagramm 4, "rho-f(T)", zeigt die 45 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 20°C für die Wasser-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-' aus der Datenbank abgebildet.

▬ Diagramm 5 -



Das Diagramm 5, "k-f(T,t)", zeigt den Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten κ der Wasser-Probe aus der Ableitung der Dichte-Verlaufsgleichung an. Die Breite entspricht dem hier angenommenen Fehler. Der Angabewert ist als kugelförmiges Symbol eingezeichnet.

Aus der quadratischen Regressionsgleichung des Dichteverlaufs kann für den Raumausdehnungskoeffizienten eine Gleichung angegeben werden:

$$\kappa \text{ [} 10^{-5} \cdot \text{K}^{-1}\text{]} = f(\vartheta[\text{°C}]) = (-0,06878 + 1,009 \cdot \vartheta) / (1,0002 + 6,8780 \cdot 10^{-7} \cdot \vartheta - 5,0471 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0,2 \cdot 10^{-5} / \text{K}$ übernommen. Bei 20 °C beträgt die relative Zunahme des Koeffizienten 5,0% pro Grad.

Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für 'Wasser-Probe' bei einer bestimmten Temperatur ϑ im gültigen Temperaturbereich zwischen 10,1 und 29,9°C vorherzusagen, kann mit dem bei der Temperatur ϑ gegebenen Volumen $V_{0\vartheta}$ das Volumen $V_{1\vartheta}$ bei der Temperatur ϑ über das entsprechende Verhältnis der Dichten berechnet werden:

$$V_{1\vartheta} = V_{0\vartheta} \cdot (1,0002 + 6,8780 \cdot 10^{-7} \cdot \vartheta - 5,0471 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2) / (1,0002 + 6,8780 \cdot 10^{-7} \cdot \vartheta - 5,0471 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^2)$$

Gleichung für ein Kalkulationsprogramm: $(1,0002 + 6,8780 \cdot 10^{-7} \cdot x_0 - 5,0471 \cdot 10^{-6} \cdot x_0^2) / (1,0002 + 6,8780 \cdot 10^{-7} \cdot x_1 - 5,0471 \cdot 10^{-6} \cdot x_1^2)$ - mit x_0, x_1 in °C. - Wird stattdessen die angegebene Bestimmungsgleichung für $\kappa(\vartheta)$ verwendet ($\kappa = -1/\rho \cdot (\partial\rho/\partial T)$), gemäß $V_1 = V_0(1 + \kappa\Delta T)$ bzw. (besser) $V_1 = V_0 \cdot \exp(\int \kappa(\vartheta)dT)$, dann ist der Wert von κ für die mittlere Temperatur $(\vartheta^0 + \vartheta^1)/2$ einzusetzen. Korrekt ist $V_1 = V_0 \cdot \exp(\int \kappa(\vartheta)dT)$.

• 4.1. Tabelle 2, Dichtemessung

N°	t	T	ρ	H	ω	$\Delta_{rel.}$	N	F_A	$F_{korr.}$
1.	37,7	10,157	0,99964	4,549	0,0	---	---	1	525,531 0,000 °
2.	38,3	10,141	0,99965	4,549	0,0	---	---	1	525,530 0,000 °
3.	38,8	10,143	0,99965	4,549	0,0	---	---	1	525,530 0,000 °
4.	39,3	10,148	0,99965	4,549	0,0	---	---	1	525,530 0,000 °
5.	39,8	10,156	0,99966	4,549	0,0	---	---	1	525,530 0,000 °
6.	40,4	10,140	0,99966	4,549	0,0	---	---	1	525,530 0,000 °
7.	40,9	10,124	0,99967	4,549	0,0	---	---	1	525,529 0,000 °
8.	41,4	10,101	0,99967	4,549	0,0	---	---	1	525,529 0,000 °
9.	41,9	10,095	0,99967	4,549	0,0	---	---	1	525,529 0,000 °
10.	64,4	15,044	0,99908	4,549	0,0	---	---	1	525,552 0,000 °
11.	64,9	15,047	0,99908	4,549	0,0	---	---	1	525,552 0,000 °
12.	65,4	15,061	0,99904	4,549	0,0	---	---	1	525,554 0,000 °
13.	65,9	15,057	0,99906	4,549	0,0	---	---	1	525,553 0,000 °
14.	66,4	15,045	0,99906	4,549	0,0	---	---	1	525,553 0,000 °
15.	67,0	15,048	0,99906	4,549	0,0	---	---	1	525,553 0,000 °
16.	67,5	15,048	0,99908	4,549	0,0	---	---	1	525,552 0,000 °
17.	68,0	15,056	0,99906	4,549	0,0	---	---	1	525,553 0,000 °
18.	68,5	15,060	0,99907	4,549	0,0	---	---	1	525,553 0,000 °
19.	86,8	19,999	0,99820	4,549	0,0	---	---	1	525,595 0,000 °
20.	87,2	20,001	0,99818	4,549	0,0	---	---	1	525,596 0,000 °
21.	87,8	19,998	0,99817	4,549	0,0	---	---	1	525,597 0,000 °
22.	88,3	20,000	0,99819	4,549	0,0	---	---	1	525,596 0,000 °
23.	88,9	20,000	0,99817	4,549	0,0	---	---	1	525,597 0,000 °
24.	89,4	20,000	0,99818	4,549	0,0	---	---	1	525,596 0,000 °
25.	89,9	19,995	0,99818	4,549	0,0	---	---	1	525,596 0,000 °
26.	90,4	19,983	0,99818	4,549	0,0	---	---	1	525,596 0,000 °
27.	90,9	19,983	0,99819	4,549	0,0	---	---	1	525,596 0,000 °
28.	109,6	24,947	0,99704	4,549	0,0	---	---	1	525,657 0,000 °
29.	110,1	24,928	0,99706	4,549	0,0	---	---	1	525,656 0,000 °
30.	110,6	24,934	0,99702	4,549	0,0	---	---	1	525,659 0,000 °
31.	111,1	24,967	0,99702	4,549	0,0	---	---	1	525,658 0,000 °
32.	111,6	24,979	0,99701	4,549	0,0	---	---	1	525,659 0,000 °
33.	112,1	24,968	0,99702	4,549	0,0	---	---	1	525,658 0,000 °
34.	112,6	24,958	0,99701	4,549	0,0	---	---	1	525,659 0,000 °
35.	113,1	24,951	0,99703	4,549	0,0	---	---	1	525,658 0,000 °
36.	113,6	24,958	0,99702	4,549	0,0	---	---	1	525,659 0,000 °
37.	132,0	29,799	0,99568	4,549	0,0	---	---	1	525,733 0,000 °
38.	132,5	29,836	0,99570	4,549	0,0	---	---	1	525,732 0,000 °
39.	133,1	29,866	0,99569	4,549	0,0	---	---	1	525,732 0,000 °
40.	133,5	29,880	0,99571	4,549	0,0	---	---	1	525,731 0,000 °
41.	134,0	29,884	0,99572	4,549	0,0	---	---	1	525,730 0,000 °
42.	134,6	29,892	0,99571	4,549	0,0	---	---	1	525,731 0,000 °
43.	135,1	29,893	0,99571	4,549	0,0	---	---	1	525,731 0,000 °
44.	135,5	29,899	0,99573	4,549	0,0	---	---	1	525,730 0,000 °
45.	136,0	29,910	0,99572	4,549	0,0	---	---	1	525,731 0,000 °

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], $\Delta_{rel.}$ relative Dichteänderung pro Minute in der Beobachtungszeit [g·cm⁻³·min⁻¹], N Anzahl Auftriebsmesswerte, F_A gemessener Roh-Wert der Auftriebskraft [mN], $F_{korr.}$ 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)

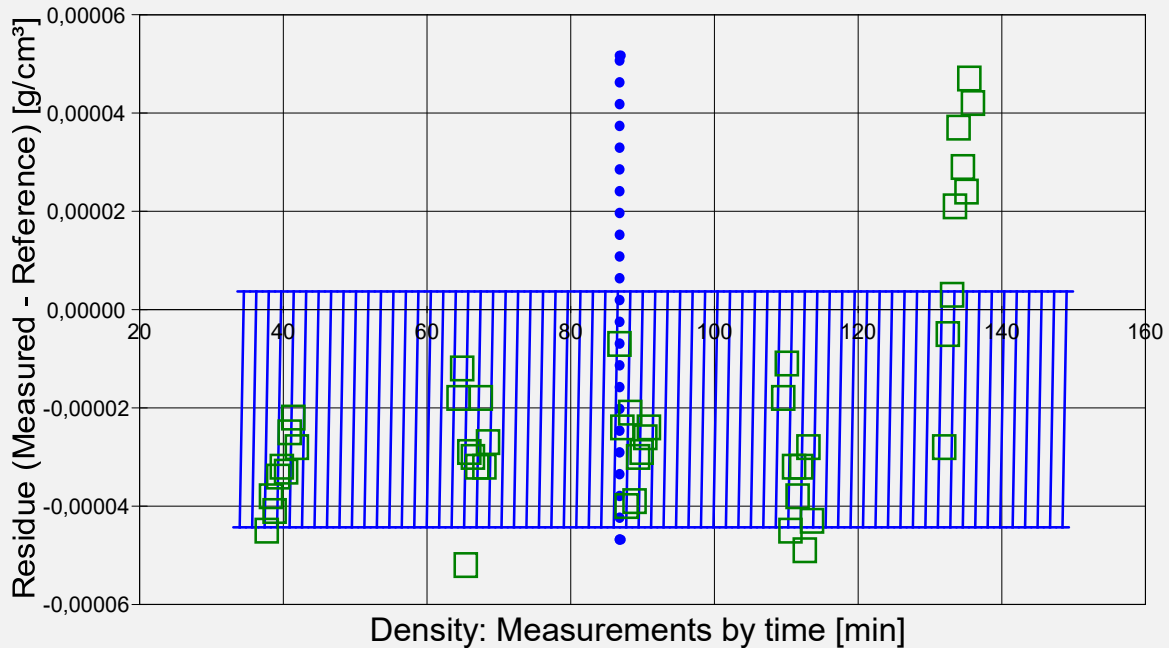
Bearbeitungshinweise: Der Roh-Wert der Auftriebskraft F_A [mN] ist in der Original-Messwertetabelle der Dokumentation angegeben (Die Rohdatentabelle enthält auch die anderen Werte, die der automatischen Interpretation zugrunde liegen).

• 5. REFERENZ VERGLEICH

Beurteilung von Viskositäts- und Dichtemessungen anhand der Residuen: Die Differenzen zwischen Mess- und Sollwerten zum Referenzeintrag *Wasser* 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 6 -

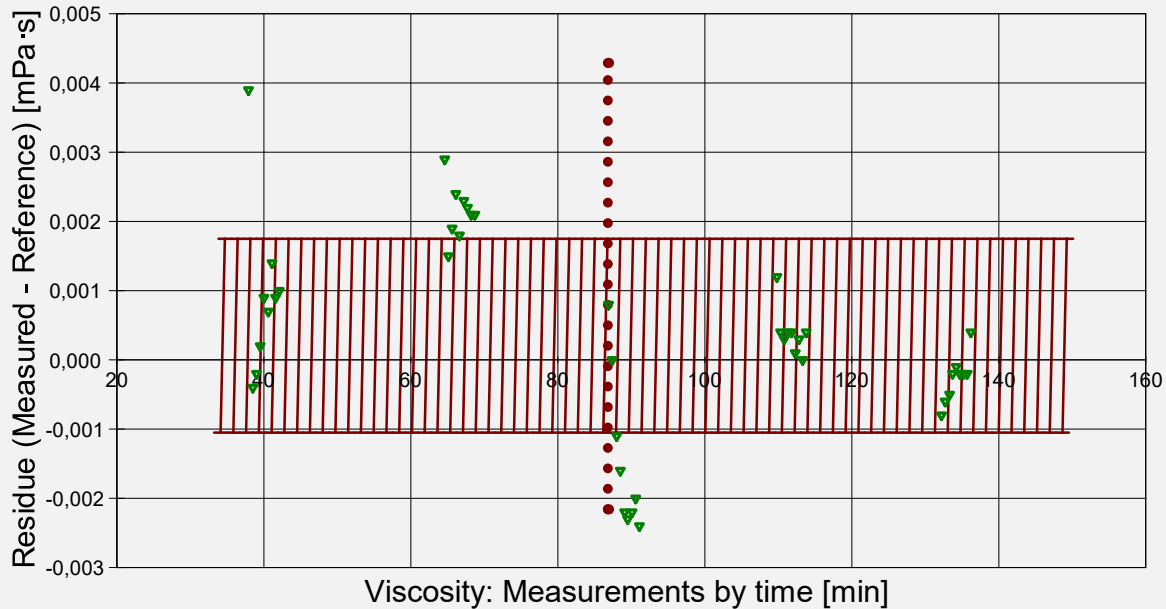


Reference values for 'Wasser' acc. to $f(T[^\circ\text{C}]) = (6.5592063\text{E-}05 \cdot T^5 - 1.1225639\text{E-}02 \cdot T^4 + 1.0026530 \cdot T^3 - 90.968893 \cdot T^2 + 679.48991 \cdot T + 9998425.9) / 1\text{E}7$

Mean and Standarddev. of Residuals: $-2,03\text{E-}5 \pm 2,4\text{E-}5$ g/cm³, relative: -20ppm at a spread of 24ppm

Das Chart N°6, "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 7 -**



Reference values for 'Wasser' acc. to $f(T[°C])=37.1941 \cdot \text{EXP}(1.35960\text{E}+11/(273.15+T)^4 - 1.44585\text{E}+09/(273.15+T)^3 + 6.04736\text{E}+06/(273.15+T)^2 - 1.02607\text{E}+04/(273.15+T))$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $3,49\text{E}-4 \pm 1,4\text{E}-3$ mPa·s, relative: +0,35‰ at a spread of 1,4‰

Das Chart N°7, "h-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Viskositätsmesswerte zum jeweiligen Wert des 'besten Treffers' 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 bei 20°C**

	Referenz	Messung	Δ absolut	Δ relativ	Δ / u
ρ	0,99821	0,99817	-0,00004 g/cm ³	40ppm	1
	$-\Delta\rho/\Delta T$	0,00021	0,00020	-0,00001 g/cm ³ ·K ⁻¹	5%
η	1,002	1,000	-0,002 mPa·s	2‰	@
	$-\Delta\eta/\Delta T$	0,025	0,025	±0,000 mPa·s·K ⁻¹	---

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'WASSER' gefunden werden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol η steht für die Messgröße, $-\Delta\eta/\Delta T$ für die absolute Änderung bei einem Grad Temperaturabnahme (bei 20°C); die Zahl zu "Δ 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.

• **5.2 Referenzwerte zu Dichte und Viskosität**

---	DICHTE -- REFERENZEN	(g/cm ³)	ABWEICHUNG	REF. ID
1.	Wasser ¹	0,998206	+40ppm	ID136.1
2.	Wasser, SMOW ¹	0,998207	+40ppm	ID1392.2
3.	Water, SMOW ¹	0,998207	+40ppm	ID1254.3
4.	Wasser Bayreuth ¹	0,99724	-0,93‰	ID1397.6
5.	Liquor cerebrospinalis ²	1,007 (25°C)	+0,88%	ID1278.5
6.	TEGO Polyether ¹	1,00922	+1,1%	ID1009.4
7.	Skydrol LD-4 ¹	1,01235	+1,4%	ID940.0
8.	Ethanolamin ²	1,0136 (25°C)	+1,5%	ID45.3

--- V I S K O S I T Ä T ----- (mPa·s) -----	A B W E I C H U N G -----	R E F. I D -----
1. Wasser (>40°) ¹	0,9987	---
2. Wasser ¹	1,0020	---
3. Pyridin ¹	0,959	-4,0%
4. Hydrazin ¹	0,942	-6,0%
5. Essigsäureanhydrid ¹	0,909	-9,0%
6. Tetrachlorethylen ¹	0,891	-11%
7. Dekane ¹	0,890	-11%
8. p-Chlortoluol ¹	0,884	-12%

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) ¹Referenzwert für 20°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 cm³, ~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) 6,3189 g. Messzylindersuspension: Querschnitt 0,021 mm², 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_ζ , Faktor Zeta: $\zeta = 1,358$.

Individuelle Werte: Eine Korrekturkraft (F_Θ) wird nicht verwendet. Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 86,3 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 45,0 mm.

Messunsicherheiten des Ergebnisses: Die Unsicherheit der Viskositätsangabe ist als Mittelwert der Messunsicherheiten der Einzelmessungen angegeben (±0,01 mPa·s); die Messunsicherheit der Dichte (±0,000038 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 (σ_{F12}), 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.

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 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 13086, 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. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt.

Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (WZ224-CW) wurde 0,2 Stunden vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert.

IMETER ID23903733: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit^{*)} 0,2 mg, Dichte der Justiermasse^{*)} 8,000 g/cm³, Luftdichte vgl. Tabelle unten; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec² für die Fallbeschleunigung^{*)}. 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^{*)} 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 6.1.40, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

^{*)}: 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]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
0,2	43,04	21,76	95,378	1,12202
64,1	41,91	23,23	95,335	1,11562
86,5	41,52	23,327	95,339	1,1153
109,3	41,06	23,3	95,33	1,1152
131,7	41,58	23,43	95,323	1,11468

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 Ablesungen wurden automatisch durch das i-SIF ausgeführt.
