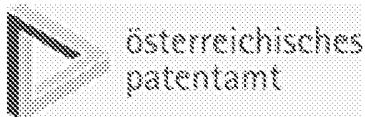


(19)



(10)

AT 515552 B1 2015-10-15

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 50378/2014
(22) Anmeldetag: 28.05.2014
(45) Veröffentlicht am: 15.10.2015

(51) Int. Cl.: G01N 11/16 (2006.01)
G01N 9/00 (2006.01)
G01N 29/036 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
WO 2006104485 A1
US 2012073368 A1
AT 505937 A4

(73) Patentinhaber:
ANTON PAAR GMBH
8054 GRAZ-STRASSGANG (AT)

(72) Erfinder:
Umfer Christof Dipl.Ing.
8041 Graz (AT)

(74) Vertreter:
WILDHACK & JELLINEK PATENTANWÄLTE
1030 Wien (AT)

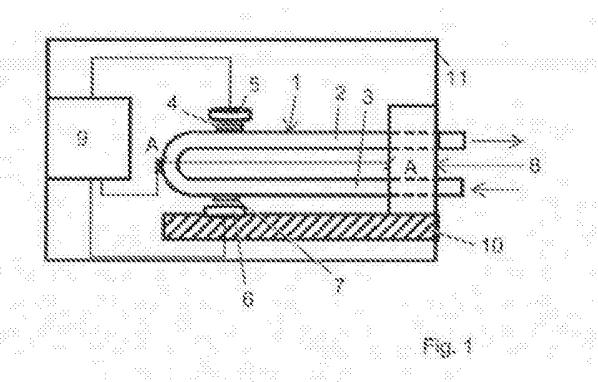
(54) Verfahren und Vorrichtung zur Ermittlung eines Dichtewertes

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Ermittlung eines korrigierten Wertes für die viskositätsabhängige Dichte eines zu untersuchenden Fluids mit einem Biegeschwinger, wobei

- eine erste Justiertabelle betreffend den Zusammenhang zwischen der Dichte von Standardfluiden und der Periodendauer des Biegeschwingers für eine resonante Eigenschwingung, bevorzugt die Grundschwingung, bereitgestellt wird, und
- der Biegeschwinger zu dieser resonanten Eigenschwingung angeregt wird und bei dieser Eigenschwingung die Periodendauer des Biegeschwingers für das zu untersuchende Fluid und über die Periodendauer aus der Justiertabelle der zugeordnete Dichtewert für das zu untersuchende Fluid ermittelt wird.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass - für die Ermittlung eines Dämpfungsparameters oder Viskositätswertes des zu untersuchenden Fluids der Biegeschwinger zur resonanten Schwingung auf der zweiten oder einer höheren Oberschwingung angeregt und bei dieser resonanten Schwingung der Dämpfungsparameter des Biegeschwingers für das zu untersuchende Fluid oder der diesem Dämpfungsparameter in einer zweiten, bereitgestellten Justiertabelle zugeordnete Viskositätswert für das zu untersuchende Fluid ermittelt wird, und

- mit dem gemessenen Dämpfungsparameter oder dem erhaltenen Viskositätswert eine Korrektur hinsichtlich der Viskosität des bei der Vermessung des zu untersuchenden Fluids bei der resonanten Eigenschwingung erhaltenen Dichtewertes vorgenommen wird.



Beschreibung

- [0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß dem Oberanspruch des Patentanspruches 1.
- [0002]** Die Messung der Dichte von fluiden Medien mit einem Biegeschwinger beruht auf der Tatsache, dass die Schwingung eines mit einer zu untersuchenden Probe gefüllten Hohlkörpers von der Füllung des Hohlkörpers, insbesondere von der Masse bzw., wenn das Volumen konstant ist, von der Dichte des eingefüllten Mediums abhängt.
- [0003]** Die WO 2006104485 A1 zeigt ein Coriolis-Durchflussmessgerät. Dabei wird das Dämpfungsverhalten einer beliebigen Schwingung, beispielsweise der Grundschwingung, im Out-of-plane Mode für die Ermittlung der Viskosität der untersuchten Flüssigkeit verwendet. Es wird keine Aussage über einen nicht eindeutigen Zusammenhang zwischen Dämpfung und Viskosität gemacht. Weder wird eine bevorzugte Mode speziell höherer Ordnung angegeben, noch vorgeschlagen, eine höhere Ordnung durch Bestimmung der Lage zur veränderten Grundfrequenz rascher wieder auffindbar zu machen.
- [0004]** Die US 2012073368 A1 zeigt einen Biegeschwinger, der mit einer Erregerverstärkerschaltung mit einer Eigenfrequenz den Schwinger zur immer gleichen Amplitude anregt. Um dabei die immer gleiche Amplitude des Schwingers zu erhalten, muss die Pulsweite der Anregung je nach Dämpfung und damit je nach Viskosität der zu untersuchenden Probe variiert werden. Daraus wird dann ein Korrekturfaktor für die Viskosität ermittelt. Hier wird nur eine Eigenschwingung angeregt und die Pulsweite für die Ermittlung des Korrekturfaktors verwendet.
- [0005]** Die AT 505937 A4 beschreibt die an sich bekannte Viskositätskorrektur aus einer Oberschwingung und entwickelt aus den Messwerten für die Dichte und die Dämpfung eine Kontrolle bezüglich blasenfreier Befüllung des Schwingers. Hier wird der Effekt verwendet, dass die ermittelten Dichtewerte und Dämpfungswerte bei Anregung zweier Schwingungen bei gleichbleibender, konstanter Viskosität der untersuchten Probe nur innerhalb enger Grenzen voneinander abweichen dürfen. Liegen die Messwerte außerhalb dieses Gültigkeitsbereiches, wird auf das Vorliegen von Blasen und / oder Inhomogenitäten in der Probe geschlossen, die eine scheinbare Viskosität verursachen, die für die unterschiedlichen Anregungsfrequenzen aufgrund ihrer Inhomogenität unterschiedliche Auswirkungen hat.
- [0006]** Ein Messgerät enthält als schwingfähiges Gebilde einen Biegeschwinger, der von einem hohlen, U-förmig gebogenen, gläsernen oder metallischen Rohr gebildet ist. Dieses Rohr wird auf elektronischem Weg zu einer Schwingung bzw. Resonanzschwingung angeregt.
- [0007]** Die beiden Schenkel des U-Rohrs bilden die Federelemente des Biegeschwingers. Die Eigenfrequenz des U-förmigen Swingerrohrs wird nur von jenem Teil der Probe beeinflusst, welcher an der Schwingung tatsächlich teilnimmt. Das an der Schwingung teilnehmende Volumen ist durch die ruhenden Schwingknoten an den beiden Einspannstellen des Rohres begrenzt. Ist der Swinger mindestens bis zu den Einspannstellen mit der Probe gefüllt, nimmt immer dasselbe, genau definierte Volumen an der Schwingung teil und die Masse der Probe kann daher proportional zu ihrer Dichte angenommen werden. Eine Überfüllung des Schwingers über die Einspannstellen hinaus ist für die Messung belanglos. Aus diesem Grund können mit dem Swinger auch Dichten von Medien gemessen werden, die den Swinger bzw. das Rohr durchströmen.
- [0008]** Bei einem „Y-Schwinger“, so wie in Fig. 1 schematisch dargestellt, schwingt das U-förmig gebogene Rohr 1 senkrecht zu der Ebene, die durch die beiden Schenkel 2, 3 des Rohres 1 aufgespannt wird. Prinzipiell sind auch Schwingungsmoden anregbar, bei denen die Schenkel 2, 3 des gebogenen Rohres 1 in dieser Ebene gegeneinander schwingen. Für den Swinger sind bestimmte Resonanzfrequenzen vorhanden, in denen der Swinger bzw. das Rohr schwingen.
- [0009]** Neben Apparatekonstanten, z.B. Material und Abmessungen des Schwingers, bestimmt die Dichte des zu untersuchenden Fluids die spezifischen Frequenzen, in denen das U-Rohr in Resonanz schwingt. Verwendet man also immer dasselbe Rohr, insbesondere Glasrohr oder

Metallrohr, so variieren die Eigenschaften des Schwingers mit der Dichte der Flüssigkeit. Die Resonanz-Frequenzen werden im Hinblick auf die Anregung und Abnahme der Schwingungen ausgewertet und aus der Periodendauer wird die Dichte des eingefüllten Fluiden bestimmt. Der Schwingen wird mit Fluiden bekannter Dichte kalibriert bzw. justiert, sodass die Messwerte direkt auswertbar werden. Derartige Dichteschwinger bzw. Biegeschwinger sind in unterschiedlichen Ausführungsformen hinsichtlich Anregung und Abnahme der Schwingung, z.B. mit Magnetspulen und Magneten, piezoelektrischen Elementen usw., bekannt.

[0010] Bei dem in Fig. 1 im Prinzip dargestellten, bekannten Biegeschwinger wird die Schwingung direkt am Rohr 1 bzw. am Schwingen erzeugt, und zwar durch einen an einem Schenkel 2 angebrachten Magnet 4, der mit einer ihm gegenüber liegenden Spule 5 wechselwirkt. Eine zweite Kombination von Spule 6 und Magnet 7 ist für die Abnahme bzw. Detektion der ausgebildeten Schwingung der dem anderen Schenkel 3 des U-förmig gebogenen Rohres 1 angeordnet.

[0011] Die eingesetzten Elemente werden so angebracht, dass sie nicht in einem Knotenpunkt der untersuchten Eigenschwingungen des Rohres 1 bzw. Schwingens liegen, können aber auch beispielsweise nahe der Einspannstelle 8 der Schenkel 2, 3 oder auch örtlich getrennt an unterschiedlichen Längspositionen des Schwingens liegen.

[0012] Die Anregung des Schwingens zu Schwingungen erfolgt mittels eines, bevorzugt digitalen, Erregerverstärkers einer Steuer - und Auswerteelektronik 9, der in einem Regelkreis mit dem Abnahmesignal z.B. auf die maximale Amplitude und damit auf die Eigenschwingung des Biegeschwingers regelt. Die Steuer - und Auswerteelektronik 9 misst die jeweiligen Schwingungsparameter, nämlich Periodendauer P, Amplitude und/oder Frequenz und/oder Phasenwinkel zwischen Anregungs- und Abnahmesignal und/oder einen anderen, für die Güte des Schwingens bzw. für die Dämpfung des Systems repräsentativen Schwingungsparameter. Auch die Signalauswertung erfolgt in der Auswerteelektronik, die auch die erforderlichen Justier- bzw. Kalibrierabellen enthält und die erforderlichen Rahmenschritte vornimmt.

[0013] Die Auslenkungen, die ein derartiger Schwingen, im einfachsten Modell repräsentiert durch einen Stab, aus der Ebene, die durch die beiden Schenkel 2, 3 gebildet wird, erfahren kann, sind in Fig. 2 schematisch dargestellt. Die Grundwelle O entspricht der Auslenkung des U-förmig gebogenen Endes des Rohres 1 bzw. schwingenden Stabs aus der Ebene. Die erste Oberwelle I zeigt zusätzlich zum Einspannpunkt einen Schwingungsknoten ungefähr bei 2/3 der Gesamtlänge des Schwingens. Die zweite und dritte Oberwelle II, III besitzen zwei bzw. drei Schwingungsknoten in der Ebene. Fig. 2 zeigt somit die Schwingungsmoden eines Y-Schwingens bei Auslenkung senkrecht zur Ebene, die durch die beiden Schenkel 2, 3 des Schwingens bestimmt wird. Die x-Achsen entsprechen jeweils der Linie AA in der Zeichenebene, die durch die beiden Schenkel 2, 3 bestimmt ist, die Auslenkung erfolgt senkrecht dazu in y-Richtung.

[0014] Die Vorteile der Biegeschwinger-Methode sind gegenüber anderen Messmethoden zur Ermittlung des spezifischen Gewichts bzw. der Dichte vielfältig. Neben geringen Probenmengen können die Schwingen mittels Heizelementen 10 und Isolierungen 11 extrem genau temperiert werden. Die Justierung bzw. Kalibrierung der Schwingen und deren Überprüfung kann einfach z.B. mit Wasser und/oder Dichtestandards bzw. Standardfluiden erfolgen.

[0015] Da die Dichte zumeist stark temperaturabhängig ist, werden die zu untersuchenden Proben vorzugsweise direkt im Schwingen mit einem eingebauten Thermostat temperiert.

[0016] Bei einer angenommenen bzw. vorgegebenen, konstant gehaltenen Temperatur wird zur Berechnung der Dichte aus der Schwingungsdauer ein Hohlkörper der Masse m betrachtet, der elastisch an einer Feder mit der Federrate R aufgehängt ist. Sein Volumen V sei mit einem Fluid der Dichte ρ gefüllt.

[0017] Für die Periodendauer P dieses Systems in der Grundschiung gilt:

$$P = 2\pi \sqrt{\frac{(m + \rho V)}{R}}$$

[0018] Daraus ergibt sich durch Umformen für die Dichte:

$$\rho = P^2 \frac{R}{4\pi^2 V} - \frac{m}{V} = A P^2 - B$$

[0019] mit den Justier- bzw. Kalibrierkonstanten A und B. Diese enthalten die Federrate R des Schwingers, dessen Leermasse und das Volumen des Fluids, welches an der Schwingung teilnimmt. A und B sind also Apparatekonstanten bzw. Justierwerte eines individuellen Schwingers. Sie können aus zwei Messungen der Schwingungsdauer des Schwingers, gefüllt mit Fluiden bekannter unterschiedlicher Dichte (im Normalfall Luft und Wasser oder spezielle Kalibrierstandards) ermittelt werden. Die Konstanten A und B sind allerdings viskositätsabhängig.

[0020] Die für den Swinger charakteristischen Frequenzen hängen vom Material des Schwingers und von der Geometrie des Schwingers ab, insbesondere vom Durchmesser des U-Rohres 1, der Länge der Schenkel 2, 3, dem Biegeradius und damit auch dem Abstand der beiden Schenkel 2, 3 zueinander.

[0021] Ein realer Metall-Schwinger besitzt beispielsweise eine Länge von 10 cm bei einem Abstand zwischen den Schenkeln von 1 cm und einem Durchmesser des Rohres von 3 mm für eine Hochdruck- und Hochtemperaturanwendung. Damit ergeben sich als Frequenz der Grundschwingung etwa 400 Hz.

[0022] Die Dichtemessung mit einem Biegenschwinger wird relativ stark von der Viskosität η des zu messenden Fluids beeinflusst. Der dadurch bedingte Fehler beträgt bei bekannten Schwiegern, z.B. einem Metallschwinger mit Eigenfrequenzen der Grundwelle im Bereich von 400 Hz, bis zu 0.0015 g/cm^3 , was bei einer angestrebten Genauigkeit von 0.001 g/cm^3 ein massives Problem darstellt. Es gibt unterschiedliche Verfahren, die über Zusatzinformationen aus der Schwingungsmessung in der ersten Oberwelle eine Viskositätskorrektur errechnen. Diese Verfahren sind jedoch nicht immer anwendbar, insbesondere wenn aus technischen Gründen die erste Oberschwingung schlecht erregbar ist oder die Erregerspule in einem Schwingungsknoten liegt. Des Weiteren haben diese Verfahren den Nachteil, dass das aus der ersten Oberschwingung gewonnene Signal schon im interessierenden Viskositätsbereich zweideutig ist, da der Zusammenhang zwischen dem Oberwellensignal und der Viskosität einen stark gekrümmten Verlauf hat und ein Maximum durchläuft um danach wieder abzufallen.

[0023] Figur 3 ist der prinzipielle Zusammenhang zwischen der Dämpfung $D\eta$ des Schwingers und der Viskosität η des zu vermessenen Fluids zu entnehmen. Typische Dämpfungskurven I, II steigen für kleine Viskositäten stark an, durchlaufen ein Maximum und nehmen dann zu größeren Viskositäten hin wieder ab. Dabei gilt, dass die Dämpfung umso größer wird, je höher die Anregungsfrequenz der Eigenschwingung ist.

[0024] Dieser Zusammenhang wird z.B. in der AT 409551 zur Viskositätskorrektur verwendet. Dabei wird anhand der Dämpfung in der ersten Oberschwingung entschieden, in welchem Bereich der ermittelten Kurve der Grundschwingung die Viskosität liegen muss und daraus wird das Korrekturmödell bestimmt. Man ermittelt also aus dem Dämpfungsverhalten zweier Schwingungen, d.h. der Schwingung 0-ter Ordnung, also der Grundschwingung, und der der ersten Oberschwingung eine Korrektur und berechnet mit der gewonnenen Viskosität mit zwei unterschiedlichen Funktionen, - nach der Feststellung aus der Dämpfung höherer Ordnung, in welchem Bereich der Kurve man sich befindet - die Korrektur des Dichtewertes. Es wird dabei vorgeschlagen, aus Gründen der Genauigkeit die Grundschwingung für die Korrektur zu verwenden.

[0025] Betrachtet man das Dämpfungsverhalten des Schwingers, so durchläuft die Dämpfungscurve beim Übergang zu höheren Viskositäten ein Maximum, um dann wieder abzusinken. Für höhere Schwingungsordnungen verschiebt sich dieses Maximum gegen höhere Viskositäten.

[0026] Die unterschiedlichen Schwingungsparameter haben natürlich auch Einfluss auf die Dichtemessung. In der obigen Gleichung zur Bestimmung der Dichte aus der Periodendauer entspricht die unterschiedliche Dämpfung aufgrund unterschiedlicher Viskositäten einer geän-

derten Federkonstante R. Für den relativen Dichtefehler $\Delta\rho/\rho$ als Funktion der Viskosität ergibt sich der in Fig. 4 dargestellte Zusammenhang. Im Bereich niedriger Viskositäten nimmt der relative Fehler der Dichte $\Delta\rho/\rho$ zu höheren Viskositäten η hin zu und geht dann im Bereich von etwa 700 mPas in einen Sättigungswert über, ab diesen Viskositätswerten bleibt der Dichtefehler annähernd konstant.

[0027] Um die Nachteile der bekannten Messverfahren zu vermeiden, insbesondere den erforderlichen Aufwand für Korrekturverfahren zu verringern und die Genauigkeit der erhaltenen Messwerte zu erhöhen, wird erfindungsgemäß die Vorgangsweise gemäß dem Kennzeichen des Anspruches 1 vorgeschlagen und eine Schwingungsmodus höherer Ordnung zur Dichtekorrektur herangezogen, die über den interessierenden Bereich einen eindeutigen Kurvenverlauf zeigt. Es ist somit vorgesehen, dass für die Ermittlung eines Dämpfungsparameters oder Viskositätswertes des zu untersuchenden Fluids der Biegeschwinger zur resonanten Schwingung auf der zweiten oder einer höheren Oberschwingung angeregt und bei dieser resonanten Schwingung der Dämpfungsparameter des Biegeschwingers für das zu untersuchende Fluid oder der diesem Dämpfungsparameter in einer zweiten, bereitgestellten Justiertabelle zugeordnete Viskositätswert für das zu untersuchende Fluid ermittelt wird und mit dem gemessenen Dämpfungsparameter oder dem erhaltenen Viskositätswert eine Korrektur hinsichtlich der Viskosität des bei der Vermessung des zu untersuchenden Fluids bei der resonanten Eigenschwingung erhaltenen Dichtewertes vorgenommen wird.

[0028] Zur Korrektur des viskositätsbedingten Dichtefehlers $\Delta\rho/\rho$ wird also die Messung von Dämpfungsparametern der zweiten Oberschwingung oder einer Schwingung noch höherer Ordnung herangezogen. Die Messung eines zweiten Gütefaktors und/oder die Ermittlung zweier Korrekturfunktionen ist damit nicht mehr nötig.

[0029] Der wesentliche Vorteil der Erfindung liegt darin, dass der Bereich der Zweideutigkeit aufgrund hoher Scherraten bei der schnellen Schwingung bereits in der zweiten Oberwelle zu hohen Viskositäten hin verschoben ist und es somit möglich ist, bis zu Viskositätswerten von ca. 30.000 mPas eine einzige zur Korrektur nutzbare Viskositätsinformation zu erhalten. Damit entfällt eine Untersuchung von zwei oder mehr Oberschwingungen und die Auswertung und Korrektur kann rascher erfolgen.

[0030] Diese möglichen höheren Moden werden im realen Schwinger beispielsweise durch die Präsenz der Magnete sehr häufig Mischformen sein, zumeist enthalten die tatsächlichen Schwingungen neben der Auslenkung in y-Richtung auch andere Schwingungsanteile. Simuliert man die Querschnitte und Massen mit einem Schwinger, so kann man die Schwingungsmoden mit ausreichender Genauigkeit identifizieren.

[0031] Für das erfindungsgemäße Verfahren reicht das sichere Auffinden einer bestimmten Schwingungsmodus aus, die im interessierenden Viskositätsbereich eindeutig ist. Im einfachsten Fall kann dies über einen Frequenzscan über den Bereich der höheren Frequenzen erfolgen.

[0032] Untersucht man einen Biegeschwinger in seinem Frequenzverhalten über einen weiten Frequenzbereich hinsichtlich seiner Schwingungsamplituden, so erhält man typischerweise einen in Fig. 5 dargestellten Verlauf der Auslenkungsamplituden in den unterschiedlichen Schwingungsmoden. Fig. 5 zeigt einen Frequenzscan eines in Fig. 1 beschriebenen Schwingers der Anmelderin im Bereich von 0 bis 10 kHz. Im Bereich um 400 Hz liegt die für die Dichtemessung mit maximaler Amplitude verwendete Grundschwingung. Es folgen weitere rezonante Frequenzen mit gut messbaren Amplituden, die einer Auslenkung des Schwingers aus der Ebene entsprechen und Mischanregungen. Speziell gekennzeichnet ist in dieser Figur die Amplitude der zur Viskositätskorrektur verwendeten zweiten Oberschwingung bei etwa 8150 Hz. Zwischen der Grundschwingung und dieser zweiten Oberschwingung liegen verschiedene Schwingungsmoden der ersten und zweiten Oberschwingung bzw. weitere Resonanzamplituden. Diese entsprechen zusätzlichen Schwingungsmoden, die im realen fluidgefüllten Biegeschwinger in Resonanz senkrecht zur Ebene durch die Schenkel auftreten können.

[0033] Für das erfindungsgemäße Verfahren wird eine dieser höheren Schwingungsmoden,

bevorzugt eine Mode der zweiten Oberschwingung mit gut messbarer Amplitude gewählt, und hinsichtlich ihres Dämpfungsverhaltens untersucht. Die Abhängigkeit dieses Parameters von der Viskosität wird mit Fluiden unterschiedlicher Viskosität gemessen und in einer Justier- bzw. Kalibriertabelle/Justier- bzw. Kalibrierfunktion hinterlegt. Bei der tatsächlichen Messung an einem zu untersuchenden Fluid wird die Viskosität des gefüllten Fluids aus dieser Justier- bzw. Kalibriertabelle bestimmt und zur Korrektur des Dichtemesswertes herangezogen.

[0034] Im Frequenzbereich der hier verwendeten Mode der zweiten Oberschwingung wird erfindungsgemäß ein für die Dämpfung des Schwingers charakteristischer Parameter untersucht. Neben der Amplitude dieser Schwingung ist dies beispielsweise der Phasenwinkel δ zwischen der Anregung und der erregten Schwingung.

[0035] Besonders vorteilhaft für die Ermittlung der Viskosität ist es, wenn als Dämpfungsparameter die Amplitude der Schwingung und/oder der Phasenwinkel zwischen der Anregung und Abnahme der Schwingung gemessen und ausgewertet werden. Fig. 6 zeigt den Zusammenhang zwischen der Amplitude des Schwingers und dem Phasenwinkel δ zwischen der Anregung des Schwingers und der Abnahme des Signals aufgetragen über die Frequenz der Anregung für zwei unterschiedliche Viskosität besitzende Fluide. Fig. 6 zeigt oben den Signalverlauf für niedrigviskose Proben und unten für hochviskose Proben mit starker Dämpfung. Die Messung der Signale erfolgt durch einen Frequenzscan über den in Frage kommenden Bereich in ausreichend kleinen Schritten. Der für die Dämpfung maßgebliche Parameter wird hier durch Ermittlung der Steigung des Phasensignals am Ort der Abnahmespule ermittelt. Durch Messung der Phasenwinkel für unterschiedliche Frequenzen wird die Steigung des Phasensignals rund um die Lage des Amplitudenpeaks gemessen.

[0036] Trägt man die für die einzelnen Frequenzen jeweils ermittelten Steigungswerte k gegen die Viskosität auf, so erhält man den in Fig. 7 dargestellten Zusammenhang, wobei der Phasenwinkel als Funktion von $10\log$ (Viskosität) dargestellt ist. Im Bereich höherer Viskositäten, hier zwischen 5000 mPas und ca. 30.000 mPas, ist die Funktion zwar nicht mehr eindeutig, aber trotzdem uneingeschränkt zur Korrektur verwendbar, da der Viskositätsfehler der Dichtemessung bei hohen Viskositäten einen konstanten Wert annimmt, wie aus Fig. 4 ersichtlich ist.

[0037] Alternativ ist es möglich, dass als Dämpfungsparameter das Abklingverhalten des Schwingers herangezogen wird. Dazu wird die Erregung der erzwungenen Schwingung mit dem Erregerverstärker kurz unterbrochen und beispielsweise die Amplitude des Schwingers bis zu ihrem Abfall auf einen bestimmten Prozentsatz der ursprünglichen maximalen Amplitude untersucht.

[0038] Für eine optimale Korrektur der Dichtemessung benötigt man insbesondere im Bereich bis 500 mPas eine möglichst genaue Information über den Wert der Viskosität. Im Bereich über 1000 mPas genügt die Information, dass die Viskosität größer als 1000 mPas ist. Im Bereich bis 5000 mPas könnte der mit der Dämpfung der zweiten Oberwelle ermittelte Wert für die dynamische Viskosität aus der zuvor hinterlegten Justiertabelle auch zur Anzeige gebracht werden, wenngleich die damit erreichte Genauigkeit nicht vergleichbar ist mit der eines Viskosimeters.

[0039] Da für die Korrektur der Dichtemessung auf 10^{-4} g/cm³ die Ermittlung der tatsächlichen Viskosität auf 5% Messfehler genügt, kann die Ermittlung des Dämpfungsparameters und/oder Viskositätswertes bereits vor Erreichen der tatsächlichen Messtemperatur durchgeführt werden. Um das sichere Erreichen stabiler Temperaturverhältnisse im Swinger sicherzustellen, erfolgen beispielsweise für die Dichtebestimmungen mehrere Messungen der Periodendauer der für die Dichtebestimmung verwendeten Eigenschwingung, die innerhalb einer Genauigkeitsklasse reproduzierbar sein müssen und erst bei Unterschreitung einer vorgegebenen Schranke angezeigt werden. Die Dichtemessung kann also mehrfach durchgeführt und die erhaltenen Werte können verglichen bzw. gemittelt werden. Um die Messung zu beschleunigen, ist es möglich, die Bestimmung des Dämpfungsparameters und / oder Viskositätswertes durchzuführen, wenn die Messgenauigkeit und/oder ein vorgegebenes Kriterium für die Dichte annähernd erreicht ist. Die gewünschte Oberschwingung wird vorab angeregt und die Viskosität bestimmt, damit wird Messzeit eingespart.

[0040] Der Fehler der Dichtemessung mit dem Biegeschwinger ist viskositätsabhängig und kann durch eine Vermessung von Justier- bzw. Kalibrierstandards ermittelt werden. Für die Korrektur des Fehlers ergeben sich erfindungsgemäß mehrere Durchführungsmöglichkeiten:

[0041] In der einfachsten Variante wird mit mehreren Viskositätsstandards durch Messung des Dämpfungsparameters eine Kalibrieretabelle erstellt, die einzelnen Dämpfungsparametern Viskositätswerte zuordnet und diese werden für die Dichtekorrektur herangezogen. Es ist dabei vorteilhaft, wenn der Biegeschwinger bei der zweiten oder einer höheren Oberschwingung zur Resonanz angeregt wird und eine weitere Justiertabelle angelegt wird, in der der Zusammenhang zwischen der für die Viskosität und dem sich bei dieser Oberschwingung ergebenden Messfehler $\Delta(p)$ der Dichte für eine Anzahl von Standardfluiden festgelegt und bereitgestellt wird und der der jeweiligen gemessenen Viskosität in der weiteren Justiertabelle zugeordnete Messfehler $\Delta(p)$ zur Korrektur des bei der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, für das zu untersuchende Fluid ermittelten Dichtewertes herangezogen wird.

[0042] Dabei wird in der weiteren Justier- bzw. Kalibriertabelle für jeden Viskositätswert die entsprechende Korrektur des Dichtewertes $\Delta p/p$ bzw. ein Dichtefehler Δp zur Verfügung gestellt.

[0043] In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung kann der Verlauf des viskositätsabhängigen Dichtefehlers gemäß Fig. 4 durch eine vorgegebene Funktion beschrieben werden. Fig. 8 zeigt eine derartige Näherung des Dichtefehlers durch die Funktion

$$y = a - bc^x$$

[0044] Diese Funktion hat den Vorteil, dass ihre drei Parameter den Verlauf für den vorgesehnen Zweck sehr anschaulich beschreiben:

[0045] Der Parameter a beschreibt die Höhe des asymptotischen Grenzwertes, gegen den die Funktion läuft.

[0046] Der Parameter b definiert den Nulldurchgang; bei $b = a$ geht die Funktion durch den Nullpunkt.

[0047] Der Parameter c beschreibt den Verlauf zwischen dem Nullpunkt und dem Grenzwert.

[0048] Ein weiterer Vorteil liegt darin, dass der gesamte Viskositätsbereich mit einer einzigen Funktion beschrieben werden kann und daher die eingangs beschriebene Unstetigkeit der Korrekturfunktion wegfällt. In der Fig. 8 ist der Zusammenhang des Dichtefehlers und der Viskosität für einen Schwinger mit den ermittelten Größen $a = 0,0015$, $b = 0,0015$ und $c = 0.99$ dargestellt.

[0049] Hat man also aus der Messung eines Dämpfungsparameters, z.B. des Phasenwinkels, der zweiten Oberwelle die Viskosität ermittelt, so kann man über die Dichtekorrekturfunktion den Messfehler ermitteln, um den man den Messwert für eine richtige Messwertanzeige korrigieren muss. Erfindungsgemäß ist somit vorgesehen, dass dazu der Zusammenhang zwischen dem für die Oberschwingung ermittelten Viskositätswert und dem Dichtefehler $\Delta(p)$, insbesondere dem auf den bei der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, ermittelten Dichtewert normierten Dichtefehler, mit einer Funktion angenähert wird, welche als Zusammenhang zwischen dem Messwert der Viskosität und dem Dichtefehler $\Delta(p)$ bei der zweiten oder höheren Oberschwingung angesehen und in die weitere Justiertabelle eingetragen wird.

[0050] Alternativ sind natürlich auch andere Funktionen möglich, die das messbare Verhalten genauer modellieren. Die oben beschriebene Funktion modelliert zwar über weite Bereiche die Kurve der relativen Viskositätsabweichung für die vierte Dezimalstelle hinreichend genau. Dem Fachmann ist klar, dass der tatsächliche Kurvenverlauf aus Bereichen unterschiedlicher Steigung und Übergang in die Sättigung genauer mittels komplexerer Funktionen modellierbar ist.

[0051] Es kann ferner vorgesehen sein, dass der Zusammenhang zwischen dem für die Oberschwingung ermittelten Viskositätswert und dem Dichtefehler $\Delta(p)$, insbesondere zu dem bei der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, ermittelten Dichtewert direkt in die

erste Justiertabelle eingetragen und für die Erstellung des Zusammenhangs zwischen Dichte und Periodendauer angewandt bzw. zur Verfügung gestellt wird und die viskositätsabhängigen Justierwerte A(η) und B(η) für die Berechnung einer korrigierten Dichte viskositätsabhängig erstellt und in der ersten Justiertabelle zur Verfügung gestellt werden. Damit kann die Viskositätsabhängigkeit der Federkonstante R, die den Schwinger in Gleichung repräsentiert, direkt über die Justier- bzw. Kalibrierparameter A und B zur Dichtebestimmung berücksichtigt werden. Bei dieser erfindungsgemäßen Vorgangsweise erfolgt vorteilhafterweise vorab eine

[0052] - Messung der Justierfunktionen A(η), B(η) für die Dichtebestimmung des zu untersuchenden Fluids mit dem Biegeschwinger mit Kalibrierfluiden, das sind Dichtestandard bzw. Fluide unterschiedlicher Viskosität, und die

[0053] Erstellung einer Justier- bzw. Kalibriertabelle mit Viskositätsstandards zur Bestimmung des Zusammenhangs der Viskosität und der Dämpfung $D = D(\eta)$ für die zweite oder eine höhere Oberschwingung.

[0054] Berechnet man für den ungefüllten Biegeschwinger mit dem Modell eines Glasstabes die Lage der Frequenzen der Oberwellen, so ergeben sich beim Y-Schwinger/Stabmodell folgende Frequenzverhältnisse:

$$\omega_3/\omega_0 = 34.39, \omega_2/\omega_0 = 17,56, \omega_1/\omega_0 = 6,27$$

[0055] Diese Werte gelten für eine einfache Modellrechnung mit einer Erregung am Einspannpunkt und einem Stab ohne Störmasse.

[0056] Im realen Schwinger verschieben Störmassen wie die für die Anregung und Messung aufgeklebten Magnete und die im Metallschwinger mit dickerer Wandstärke herrschenden Massen diese Verhältnisse, die jeweiligen Moden sind daher stark vom verwendeten Schwinger abhängig.

[0057] Diese tatsächliche Lage müsste allerdings für jedes Schwingungssystem separat untersucht werden.

[0058] Allerdings ändern sich für unterschiedliche Füllungen diese Verhältnisse nicht wesentlich, man kann also aus Periodendauer der Grundwelle die Lage der Oberwellen aus dem einmal bestimmten bzw. gemessenen Verhältnis ableiten.

[0059] In Fig. 6 ist die geringe Verschiebung der Maxima der Amplituden zu sehen. Besonders für hohe Viskositäten ist die Lage des Maximas nur mehr schwer aufzufinden. Legt man der Messung dieses Verhältnis V, d.h. ein Verhältnis zwischen der Frequenz der Grundschwingung und der Frequenz der zweiten Oberschwingung, zugrunde, dann kann die jeweilige separate Bestimmung der Lage der zweiten Oberschwingung durch einen Frequenzscan entfallen und die Messung bei Auswertung der Bestimmung wird beschleunigt. Es ist somit vorteilhaft, wenn zur Bestimmung der Lage der zweiten oder der höheren Oberschwingung der Abstand der Frequenzen zwischen der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, und der jeweiligen Oberschwingung bestimmt und zur Anregung der Oberschwingung herangezogen wird und gegebenenfalls dazu ein Faktor bzw. Verhältnis V bestimmt wird, der bzw. das die Lage der Oberschwingung als Vielfaches der Frequenz der Eigenschwingung angibt.

[0060] Zur technischen Realisierung des Verfahrens können nahezu alle Biegeschwinger herkömmlicher Bauart, insbesondere auch für den Einsatz in Umgebungsbedingungen mit hohen Drücken und Temperaturen geeignete Metallschwinger der Anmelderin eingesetzt werden.

[0061] Aufgrund der Abnahme der Schwingungsamplituden für Oberschwingungen sind der praktischen Verwendung höherer Ordnungen als der zweiten Ordnung gewisse Grenzen gesetzt. Die Anregung der zweiten und einer höheren Oberschwingung erfolgt mit der Steuerelektronik der Steuer- bzw. Auswerteinheit, der die Messwerte zugeführt sind und die die Schwingungen einregelt oder alternativ durch einen Frequenzscan.

[0062] Aufgrund der nur mehr relativ kleinen Amplituden im Bereich der zweiten und höheren Oberschwingung und der in schwierigen Umgebungen bestimmender werdenden Störmoden ist

mitunter die zweite Oberwelle über einen Frequenzscan nicht ganz einfach zu bestimmen und zu erkennen. Dies trifft vor allem im Falle hoher Viskositäten mit hoher Dämpfung der Amplitude zu. Höhere Schwingungsmoden werden im Regelfall über einen Frequenzscan im realen Messumfeld nicht mehr rasch direkt ansprechbar sein.

[0063] Um hier die Genauigkeit der Messung zu steigern und die Messung zu beschleunigen wird der Abstand zwischen der Eigenfrequenz der Grundwelle und der interessierenden Oberschwingung im Zuge der Kalibrierung erfasst und der Faktor V bestimmt, der die Lage der interessierenden Oberschwingung als Vielfaches der Grundwellenfrequenz vorgibt. Bei der tatsächlichen Messung wird dann gezielt nur mehr der Dämpfungsparameter, z.B. der Phasenwinkel zwischen der Anregung und dem Abnahmesignal bei der erwarteten bzw. vorgegebenen Frequenz der Oberschwingung, bestimmt und aus diesen Messwerten direkt die Viskosität aus der zweiten Kalibriertabelle ausgelesen.

[0064] Ferner wird in einer weiteren Kalibriertabelle für jeden Viskositätswert die entsprechende Korrektur des Dichtewertes $\Delta\rho/\rho$ bzw. ein Dichte Fehler $\Delta\rho$ zur Verfügung gestellt.

[0065] Die erfindungsgemäße Vorgangsweise sieht für die Praxis vor:

[0066] Messung der Periode der Grundschwingung des mit dem zu untersuchenden Fluid gefüllten Schwingers,

[0067] - Anregung der zweiten Oberwelle,

[0068] - Messung eines für die Dämpfung charakteristischen Parameters D, vorzugsweise der Güte oder der Amplitude der Oberschwingung oder des Phasenwinkels δ der Oberschwingung,

[0069] - Ermittlung der Viskosität aus der zweiten Justier- bzw. Kalibriertabelle für den ermittelten Dämpfungsparameter $D = D(\eta)$

[0070] - Berechnung der viskositätskorrigierten Dichte ρ direkt aus der gemessenen Periodendauer der Grundschwingung direkt mit dem zum ermittelten Viskositätswert passenden Funktionswerten $A(\eta)$, $B(\eta)$, und Ausgabe der Dichte und der Anzeige der Viskosität für $\eta \leq 5000$ mPas

[0071] Bei der Durchführung eines Frequenzscans wird vorteilhafterweise die Periodendauer in der Grundwelle gemessen und die Lage der zweiten Oberwelle festgelegt.

[0072] Der Swinger wird mit dem zu untersuchenden Fluid gefüllt, gegebenenfalls wird eine konstante Temperatur T_{mess} eingeregelt und gemessen, und dann wird der Swinger zur Schwingung angeregt.

[0073] Der Scan startet mit einer Startfrequenz von z.B. 100Hz, bevorzugt aber bei einer höheren Startfrequenz von z.B. 8000 Hz und das Scannen erfolgt über den Scanbereich z.B. bis 9kHz als Endfrequenz mit einer wählbaren Schrittweite von z.B. einigen Herz. Dabei werden die Frequenz bzw. die Periodendauer der Schwingung und die Amplitude des Phasenwinkelsignals jeweils abgefragt und gegebenenfalls mit der Temperatur und der Frequenz gespeichert, wobei insbesondere gilt:

$$\text{Frequenz Grundschwingung[Hz]} = \frac{10^6}{P[\mu\text{s}]}, \text{ wobei } P \text{ die Periodendauer ist}$$

[0074] Ein Messprogramm kann die tatsächliche Lage der einzelnen Peaks der Amplitude mittels einer rollierenden Steigungsberechnung ermitteln. Am Ort des Amplitudenmaximums wird die Steigung des Phasenwinkelsignals ermittelt, diese kann als Maß für die Dämpfung verwendet werden. Die Lage der zweiten Oberschwingung kann als Faktor bzw. als Vielfaches V der Grundschwingung ausgedrückt bzw. ermittelt werden. Dazu wird beispielsweise der leere Swinger bzw. der mit Luft gefüllte Swinger bei der bevorzugten Messtemperatur (z.B. 20 Grad C) sowohl in der resonanten Grundschwingung als auch in der zweiten Oberschwingung angeregt.

[0075] Daraus wird dann der Faktor V bestimmt:

$$V = \frac{\text{Frequenzlage des Phasenwinkelpeaks}}{\text{Freqzzenz der Grundschwingung}} = \text{const.}$$

[0076] Zur Erhöhung der Genauigkeit kann gegebenenfalls der Faktor $V = V(\rho, T)$ ermittelt werden. Durch die Aufnahme einer Kalibrierfunktion bzw. Anlegen einer Tabelle mittels unterschiedlicher Messfluide oder Standardfluiden bei unterschiedlichen Temperaturen kann dieser Faktor $V = (\rho T)$ in einer Justier- bzw. Kalibriertabelle oder Justierfunktion bereitgestellt werden. Dazu ist erfindungsgemäß vorgesehen, dass zur Bestimmung der Lage der zweiten oder der höheren Oberschwingung der Abstand der Frequenzen zwischen der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, und der jeweiligen Oberschwingung anhand von Standards als eine von der Dichte und der Temperatur abhängige Funktion V bestimmt wird und mit den Standards eine Justiertabelle und/oder Justierfunktion erstellt und bereitgestellt und zur Anregung der Oberschwingung herangezogen wird.

[0077] Zur Viskositätsjustierung kann mit unterschiedlichen Justierstandards bzw. -fluiden, insbesondere zumindest drei Fluiden mit unterschiedlichen Viskositäten, die Grundschwingung mit der Verstärkerelektronik eingeregelt werden. Die Periodendauer bzw. Frequenz werden gemessen. Mit einer Startfrequenz = Frequenz Grundschwingung * $V - \Delta V$ und einer Schrittweite von bevorzugt 0,5 Hz wird die zweite Oberschwingung angeregt, wobei jeweils das Phasen und/oder Amplitudensignal ermittelt wird.

[0078] Aus den Wertepaaren (X,Y), wobei X die Winkelamplitude und Y = log10 die Viskosität darstellt, der drei Fluide wird beispielsweise eine lineare Regression gerechnet. Als Ergebnis erhält man eine Justiergerade mit Steigung b und Achsenabschnitt a, die den Zusammenhang zwischen den gemessenen Winkel auf der X-Achse und der Viskosität auf der y-Achse beschreibt:

$$b = \frac{n \sum xy - (\sum x)(\sum y)}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad \text{mit } x: \text{Mittelwert aller } x\text{-Werte und } Y: \text{Mittelwert aller } y\text{-Werte}$$

Berechnung des Achsenabschnitts a: $a = Y - bX$

[0079] Damit erhält man die Justierkonstanten $a(\eta)$, $b(\eta)$ der Viskositätsjustierung.

[0080] Um keine Messzeit zu verlieren, erfolgt die Viskositätsmessung während des Temperaturangleichs, was bei geeigneter Wahl der Spezifikation der Dichtemessgenauigkeit möglich ist.

[0081] Vorteil: durch die Verwendung der hochfrequenten zweiten Oberwelle ist das der funktionelle Zusammenhang zwischen Phasensignal und Viskosität über einen weiten Bereich, insbesondere für Newton'sche Flüssigkeiten, eindeutig.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Ermittlung eines korrigierten Wertes für die viskositätsabhängige Dichte eines zu untersuchenden Fluids mit einem Biegeschwinger, wobei
 - eine erste Justiertabelle betreffend den Zusammenhang zwischen der Dichte von Standardfluiden und der Periodendauer des Biegeschwingers für eine rezonante Eigenschwingung, bevorzugt die Grundschwingung, bereitgestellt wird, und
 - der Biegeschwinger zu dieser rezonanten Eigenschwingung angeregt wird und bei dieser Eigenschwingung die Periodendauer des Biegeschwingers für das zu untersuchende Fluid und über die Periodendauer aus der Justiertabelle der zugeordnete Dichtewert für das zu untersuchende Fluid ermittelt wird,
dadurch gekennzeichnet, dass
 - für die Ermittlung eines Dämpfungsparameters oder Viskositätswertes des zu untersuchenden Fluids der Biegeschwinger zur rezonanten Schwingung auf der zweiten oder einer höheren Oberschwingung angeregt und bei dieser rezonanten Schwingung der Dämpfungsparameter des Biegeschwingers für das zu untersuchende Fluid oder der diesem Dämpfungsparameter in einer zweiten, bereitgestellten Justiertabelle zugeordnete Viskositätswert für das zu untersuchende Fluid ermittelt wird, und
 - mit dem gemessenen Dämpfungsparameter oder dem erhaltenen Viskositätswert eine Korrektur hinsichtlich der Viskosität des bei der Vermessung des zu untersuchenden Fluids bei der rezonanten Eigenschwingung erhaltenen Dichtewertes vorgenommen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Biegeschwinger bei der zweiten oder einer höheren Oberschwingung zur Resonanz angeregt wird und eine weitere Justiertabelle angelegt wird, in der der Zusammenhang zwischen der für die Viskosität und dem sich bei dieser Oberschwingung ergebenden Messfehler $\Delta(p)$ der Dichte für eine Anzahl von Standardfluiden festgelegt und bereitgestellt wird und der der jeweiligen gemessenen Viskosität in der weiteren Justiertabelle zugeordnete Messfehler $\Delta(p)$ zur Korrektur des bei der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, für das zu untersuchende Fluid ermittelten Dichtewertes herangezogen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Bestimmung der Lage der zweiten oder der höheren Oberschwingung der Abstand der Frequenzen zwischen der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, und der jeweiligen Oberschwingung bestimmt und zur Anregung der Oberschwingung herangezogen wird und gegebenenfalls dazu ein Faktor bzw. Verhältnis V bestimmt wird, der bzw. das die Lage der Oberschwingung als Vielfaches der Frequenz der Eigenschwingung angibt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Zusammenhang zwischen dem für die Oberschwingung ermittelten Viskositätswert und dem Dichtefehler $\Delta(p)$, insbesondere dem auf den bei der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, ermittelten Dichtewert normierten Dichtefehler, mit einer Funktion angenähert wird, welche als Zusammenhang zwischen dem Messwert der Viskosität und dem Dichtefehler $\Delta(p)$ bei der zweiten oder höheren Oberschwingung angesehen und in die weitere Justiertabelle eingetragen wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Bestimmung der Lage der zweiten oder der höheren Oberschwingung der Abstand der Frequenzen zwischen der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, und der jeweiligen Oberschwingung anhand von Standards als eine von der Dichte und der Temperatur abhängige Funktion V bestimmt wird und mit den Standards eine Justiertabelle und/oder Justierfunktion erstellt und bereitgestellt und zur Anregung der Oberschwingung herangezogen wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Zusammenhang zwischen dem für die Oberschwingung ermittelten Viskositätswert und dem Dichtefehler $\Delta(\rho)$, insbesondere zu dem bei der Eigenschwingung, insbesondere Grundschwingung, ermittelten Dichtewert direkt in die erste Justiertabelle eingetragen und für die Erstellung des Zusammenhangs zwischen Dichte und Periodendauer angewandt bzw. zur Verfügung gestellt wird und die viskositätsabhängigen Justierwerte A(η) und B(η) für die Berechnung einer korrigierten Dichte viskositätsabhängig erstellt und in der ersten Justiertabelle zur Verfügung gestellt werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Dämpfungsparameter die Amplitude der Schwingung und/oder der Phasenwinkel zwischen der Anregung und Abnahme der Schwingung gemessen und ausgewertet werden.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Dämpfungsparameter das Abklingverhalten des Schwingers herangezogen wird.

Hierzu 5 Blatt Zeichnungen

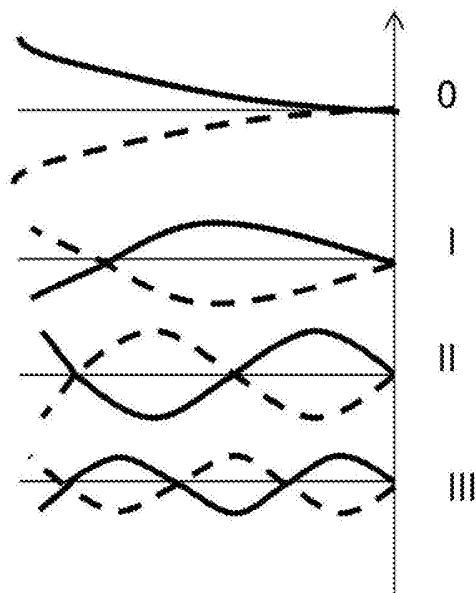
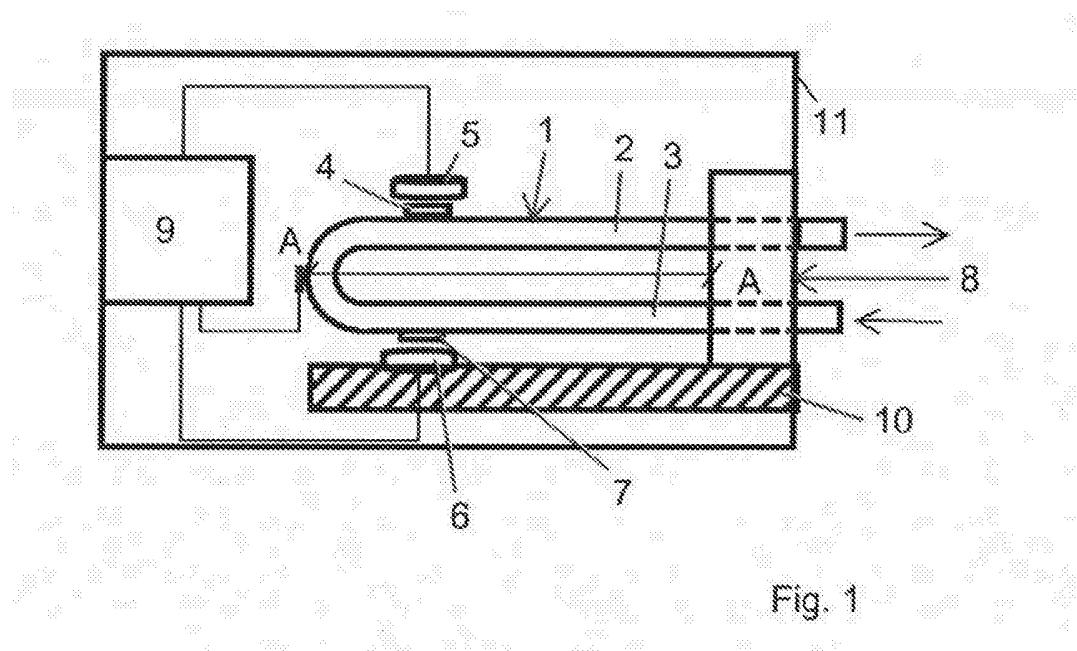


Figure 2

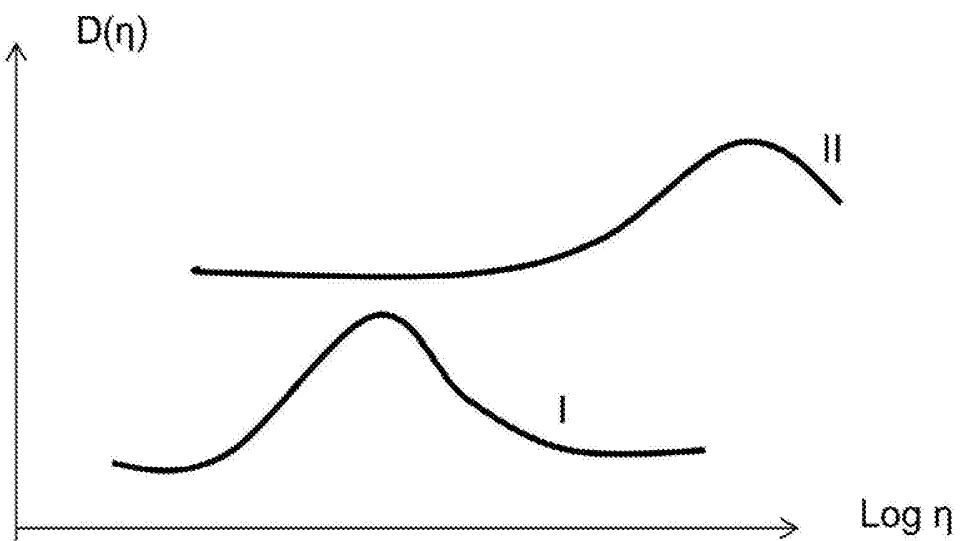


Figure 3

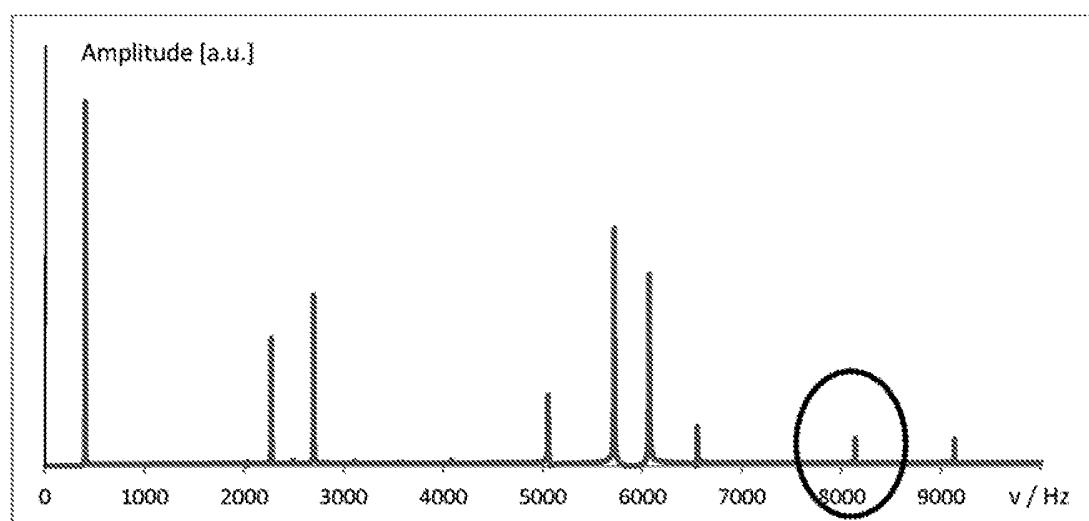


Fig 5

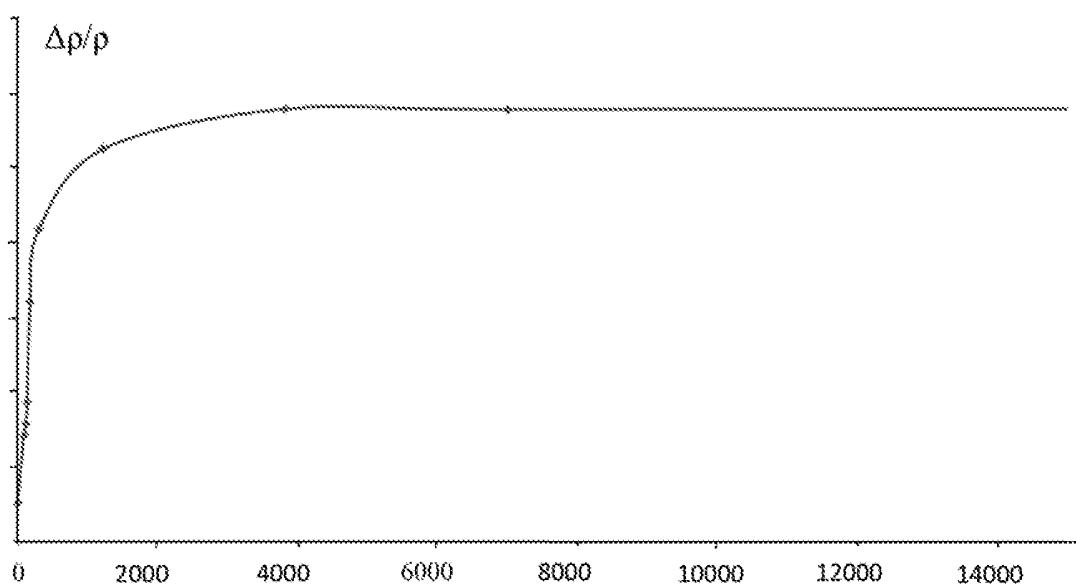


Fig 4

η / mPas

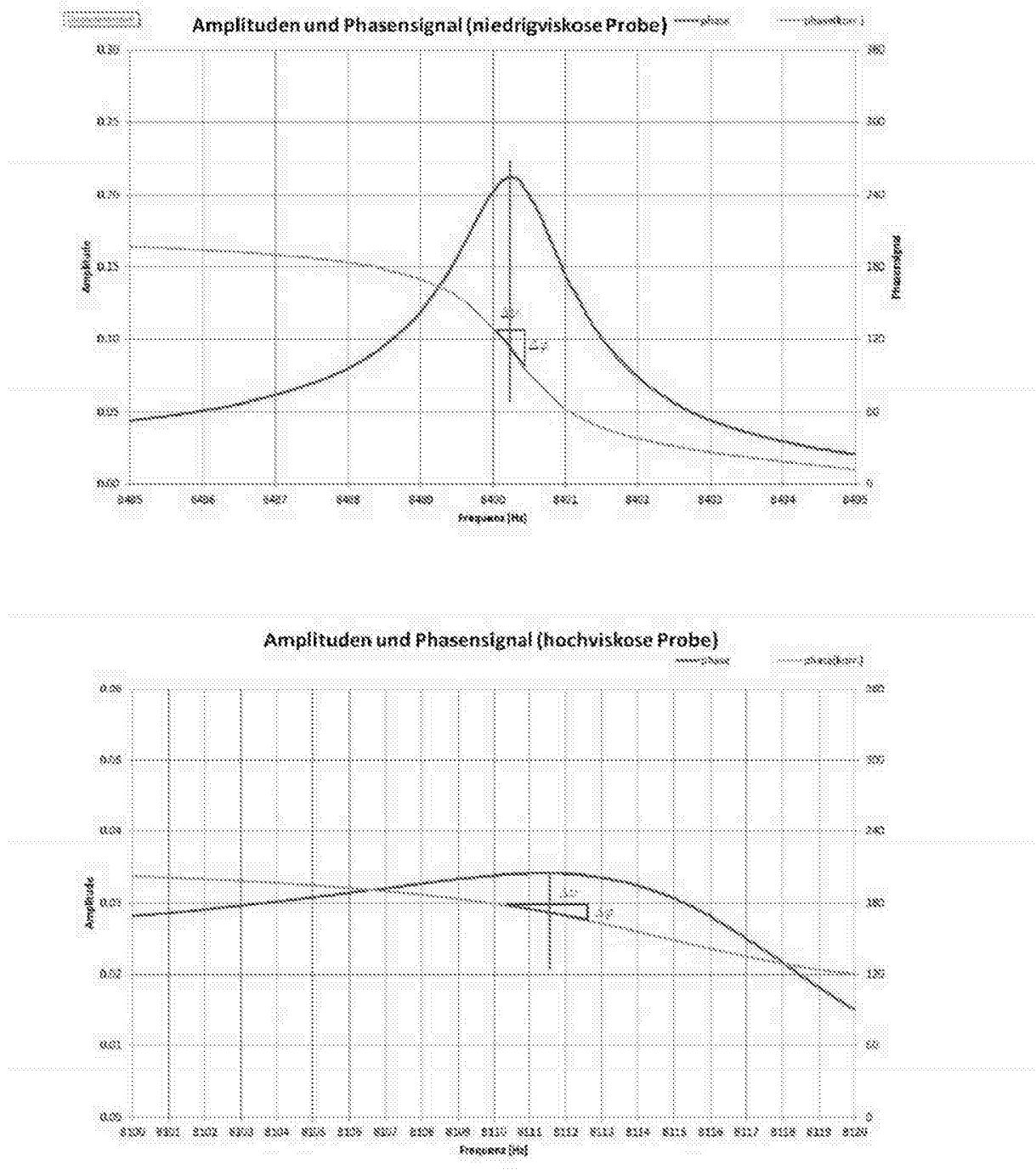


Fig. 6

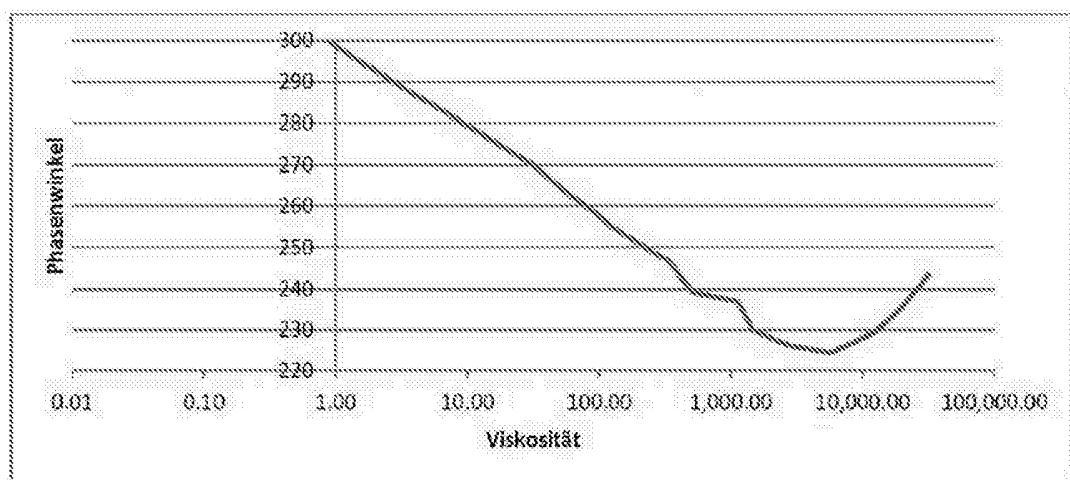


Figure 7

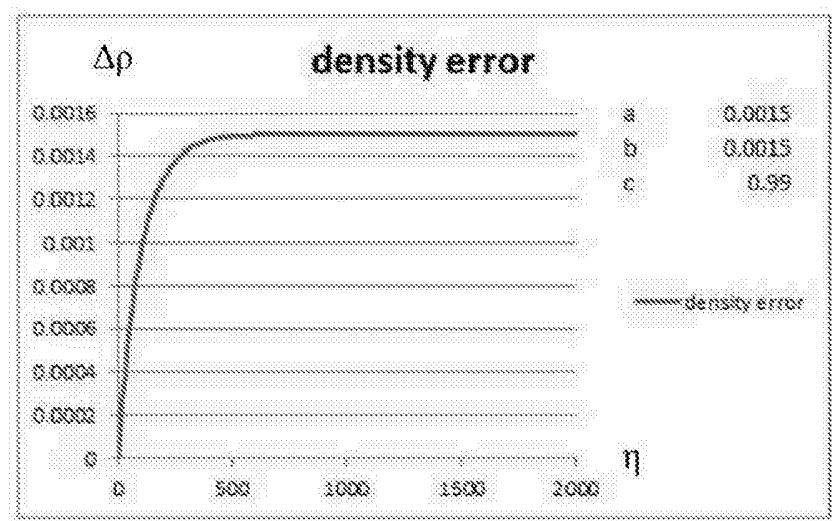


Figure 8