

⇒ Bestimmung der Reindichte (und der Wasseraufnahmemenge) eines textile Flächengebilde aus einem Vliesstoff Laminat auf synthetisch/natürlicher Faserbasis.

IMETER V.5.5 rev.183



automatic Report (B6747CS16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 25. Mai 21

## IDN<sup>o</sup> 17751 - Density of Solids

Executed on Apr 22, 2019, by M. Breitwieser

### VACUTEX 2020

„VACUTEX 2020“ (ohne LOT), Ref. Hr. Andrews, Protex Ltd.

**Result:**  $\rho_{25,1^{\circ}\text{C}} = 1,387 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$   
VACUTEX 2020 measured in 'Wasser'

## Report

- **Messprinzip:** Die Dichtebestimmung beruht auf der Messung von Masse und Volumen. Die Volumenbestimmung erfolgt dabei durch die hydrostatische Methode als Auftriebswägung. Diese basiert darauf, dass ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper um so viel leichter erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt. Die Dichte der Flüssigkeit, hier Wasser, muss sehr genau bekannt sein. Sie ist der Maßstab. Die Bestimmung der Masse erfordert außerdem die Kenntnis des Volumens, damit der Luftauftrieb korrigiert werden kann. In dieser Messung wurde das Volumen acht Mal gemessen. Die Sicherheit der Ergebnisse wird aus der Analyse der Messunsicherheiten der Einflussgrößen hergeleitet. Zu den Faktoren gehören Spezifikationen und Zustand der Instrumentierung, die Bestimmtheit der Flüssigkeitsdichte und die in der Messung beobachtete Stabilität der Kraft- und Temperaturmessung. Angaben dazu finden Sie in jeweiligen Abschnitten dieses Prüfberichts.

### ❖ Ermittelte Probandaten - VACUTEX 2020

- Angaben für  $\vartheta = 25,08 \pm 0,005^{\circ}\text{C}$ , Luftdichte bei der Probenwägung  $\rho_a = 1,11201 \pm 0,0011 \text{ kg/m}^3$  -

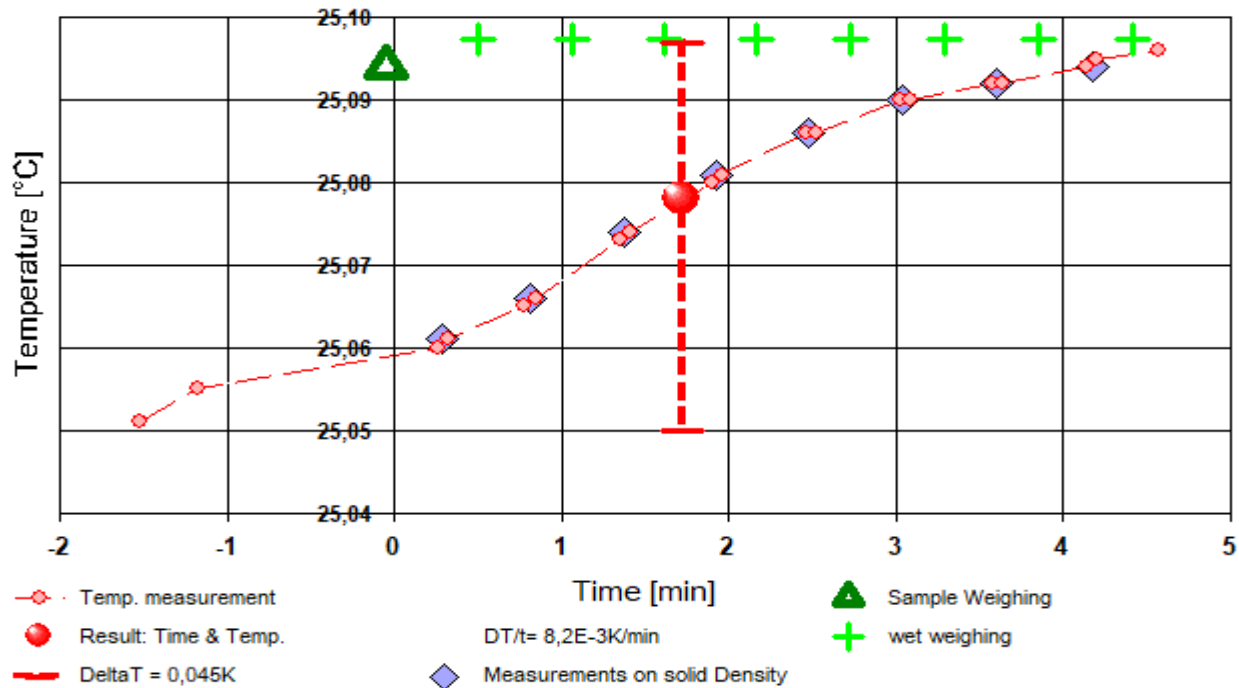
Dichte, spezifische Masse	$\rho$	1,387	$\pm 0,0016$	$\text{g/cm}^3$	1,2‰
Probenvolumen	$V$	0,4434	$\pm 0,00044$	$\text{cm}^3$	0,99‰
Masse der Probe	$m$	0,61503	$\pm 0,00014$	g	0,23‰
Wägewert, Probengewicht	$W$	0,61462	$\pm 0,00014$	g	

- Die Aufstellung gibt Materialeigenschaften zusammen mit individuellen Probandaten aus. Die Messunsicherheiten sind mit dem Erweiterungsfaktor  $k=2$  angegeben (Details dazu finden Sie bitte weiter unten in diesem Prüfbericht). Die Dichte entspricht nur dann einer Reinstoff-spezifischen Maßzahl, wenn in der Messung tatsächlich die Reindichte gemessen werden konnte, andernfalls ist das Ergebnis eine Rohdichte bzw. scheinbare Dichte. Mit dem 'Wägewert' wird der Gewichtswert angegeben, den die Waage unter der angegebenen Luftdichte anzeigt. Der Unterschied von Wägewert und Masse vergrößert sich mit der Luftdichte umso stärker, je mehr die Dichte der Probe von der Dichte des Justiergewichts der Waage abweicht. Die Masse dieser Probe ist also um 0,41 mg größer als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 0,7‰.

### ❖ Acht Dichtemesswerte

Dauer des Messprozesses sechs Minuten; ungleichmäßige Temperaturzunahme von 25,05 auf 25,10°C.

(1) Diagramm 'Temperature & Events' - zur Temperatur im Verlauf der Messung:

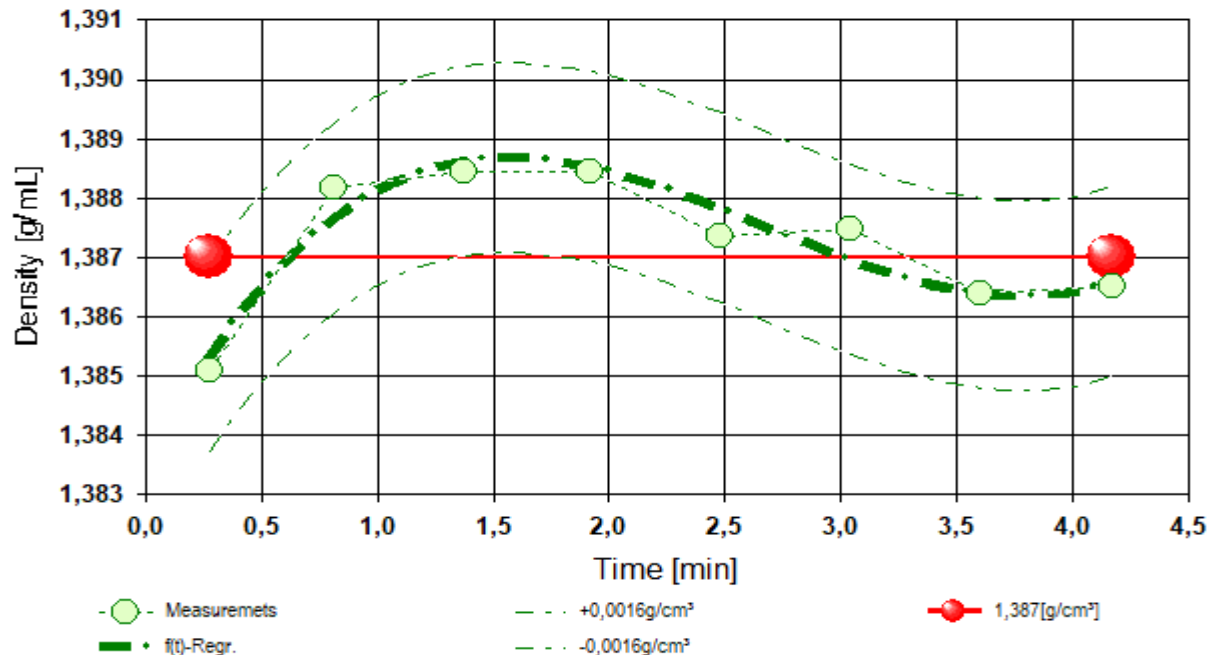


- Im Diagramm "Temperature & Events" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der dabei gemessenen Temperatur gezeigt. Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen die Temperaturmessungen an, die rautenförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung der Dichte- bzw. Auftriebsmesswerte. Ein Dreieck-Symbol am Anfang stellt den Zeitpunkt der Wägung der Probe dar. Zeitpunkt und Temperatur der Ergebnisangabe werden durch eine Kugel markiert. Die Temperaturspanne in der Messung wird durch die senkrechte gestrichelte Bake angezeigt.

Der Bezugszeitpunkt 'Null'( $t'$ ) wurde mit dem ersten Untertauchen der Probe auf 1,7 Minuten nach dem Start des Messprogramms getriggert.

Das ausgegebene Messergebnis der Dichte wurde aus dem Mittelwert der acht Einzelergebnisse gebildet. Die Standardabweichung  $\sigma_e$  beträgt  $1,2 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$  und die Standardabweichung des Mittelwertes  $\sigma_{M_e}$   $4,2 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ . Die empirische Streuung  $\sigma_e$  ist kleiner als die erweiterte Standardmessunsicherheit  $U_e$   $1,6 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$ .

(2) Diagramm 'Density - Time' - Dichtemesswerte in zeitlicher Reihenfolge:



- Im Diagramm "Density - Time" sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Messunsicherheit in Form gestrichelter Linien eingezeichnet. Bei isothermen Bedingungen und längeren Messzyklen können Verläufe beobachtet werden, die die Stabilität der Probe oder der Messbedingungen zur Anzeige bringen.

### (3) Datentabelle - Zusammenstellung der Roh- und Ergebniswerte:

N°	t [min]	ϑ [°C]	ρ <sub>Fl</sub> [g/cm³]	Q <sub>Probe</sub> [g/cm³]	V <sub>Probe</sub> [cm³]	Δt <sub>Akqu.</sub> [s]	ΔT [K]	ΔQ <sub>Probe</sub> [g/cm³]	N
1.	0,2	25,061	0,99703	1,3851	0,44403	3,6	0,001	-8,9E-5	2
2.	0,8	25,066	0,99703	1,3882	0,44304	3,6	0,006	2,2E-5	2
3.	1,3	25,074	0,99703	1,3885	0,44296	3,6	0,004	1,4E-5	2
4.	1,9	25,081	0,99703	1,3885	0,44296	3,6	0,001	1,6E-4	2
5.	2,4	25,086	0,99703	1,3874	0,44331	3,6	-0,004	-1,9E-4	2
6.	3,0	25,090	0,99703	1,3875	0,44327	3,6	0,000	2,8E-5	2
7.	3,5	25,092	0,99702	1,3864	0,44362	3,6	0,002	-4,2E-5	2
8.	4,1	25,094	0,99702	1,3865	0,44358	3,6	0,004	5,2E-5	2

Die Tabelle listet die wesentlichen Daten in zeitlicher Abfolge nummeriert auf. Von links nach rechts: Die Zeitangabe **t** gibt den Zeitpunkt des Dichtemesswertes ab dem Trigger-Ereignis in Minuten an, **ϑ** die Temperatur von Probe und Flüssigkeit in Celsiusgraden und **ρ<sub>Fl</sub>** ist die zugehörige Flüssigkeitsdichte in g/cm³, die den Maßstab der Messung darstellt. Die dazu ermittelte Probendichte **Q<sub>Probe</sub>** ist ebenfalls in der Einheit g/cm³ gegeben. **V** ist das Volumen der Probe bei der Temperatur in cm³, die aus dem Volumenauftrieb gemäß der Flüssigkeitsdichte berechnet ist. Die Auftriebskraft kann sich durch verschiedene Effekte verändern, insbesondere durch Temperaturangleichung (Konvektion, Volumen Anpassung), Quellung, Sorption oder Auflösung. Die Beobachtungsdauer - als Stabilitätskriterium des Messwertes - erstreckt sich über die Zeitspanne **Δt<sub>Akqu.</sub>**, die in Sekunden angegeben ist. Im selben Zeitraum kann sich die Temperatur ändern (Angabe **ΔT** in Temperaturgraden) und auch die Dichte der Probe **ΔQ<sub>Probe</sub>** (wobei die evtl. vorliegende Änderung der Flüssigkeitsdichte hier nicht ausgegeben wird). Temperatur, Dichte und Volumenangaben der ersten Spalten stellen jeweils die Werte am Ende der 'Beobachtungsdauer' dar. **N** gibt die Anzahl der aufgenommenen Messwerte zur Auftriebskraft an. Dichte und Volumen werden um eine Dezimale genauer ausgegeben, um Trends anzuzeigen. Die Δ-Angaben zu Temperatur und Dichte über die registrierte Beobachtungsdauer **Δt<sub>Akqu.</sub>** wird in der Fortpflanzung der Messunsicherheit verwendet - sie helfen auch, eventuelle Störungen beim Messablauf aufzufinden. Ein rel. großer Zeitraum ist bei einem Gleichgewichtsverfahren der Auftriebsbestimmung ein Hinweis auf Probleme, wie Luftbläschen, Wandkontakt oder (meistens) Konvektionsströmungen bzw. Wärmeaustauscheffekte.

### ❖ Zusammenfassung zur Messunsicherheit der Einzelwerte

#### Messunsicherheit der Dichte - aus der Fortpflanzung der Messunsicherheiten der Eingangsgrößen

nach dem Modell:  $Q_{Probe} = (W_2 \cdot \rho_a - W_1 \cdot \rho_{Fl}) / (W_2 - W_1)$  (Gl.1)

i	X <sub>i</sub>	x <sub>i</sub>	u(x <sub>i</sub> )	c <sub>i</sub>		c <sub>i</sub> · u(x <sub>i</sub> ) [g/cm³]	v <sub>i</sub>	
1	W <sub>1</sub>	g	0,614620	7,07 · 10 <sup>-5</sup>	-0,884	1/cm³	-6,25 · 10 <sup>-5</sup>	∞
2	W <sub>2</sub>	g	0,1730	2,10 · 10 <sup>-4</sup>	3,14	1/cm³	6,61 · 10 <sup>-4</sup>	7
3	ρ <sub>a</sub>	g/cm³	0,0011120	1,10 · 10 <sup>-6</sup>	-0,392	---	-4,31 · 10 <sup>-7</sup>	∞
4	ρ <sub>Fl</sub>	g/cm³	0,997028	5,87 · 10 <sup>-5</sup>	1,39	---	8,17 · 10 <sup>-5</sup>	∞
Y	Q <sub>Probe</sub>	g/cm³	1,3872	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		6,69 · 10 <sup>-4</sup>	v <sub>eff</sub> = 7	

Angabe der erweiterten Messunsicherheit **U<sub>Q</sub>** aus der kombinierten Standardmessunsicherheit (**u<sub>Q</sub>** 6,69 · 10<sup>-4</sup> g/cm³) mit dem Erweiterungsfaktor **k<sub>95</sub>** = 2,36. Die Werte der Probendichte von 'VACUTEX 2020' liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall ±1,6 · 10<sup>-3</sup> g/cm³ bzw. im Bereich ±1,1% des Messwertes.

Die verwendeten Symbole entsprechen der Nomenklatur des 'GUM' (JCGM 100:2008). Die aufgeführten Eingangsgrößen werden als normalverteilt behandelt. Es bedeuten **W<sub>1</sub>** das Symbol für die Zufallsvariable **X<sub>1</sub>** des Wägewerts der Probe; ihr Wert beträgt **x<sub>1</sub>** g mit der beigeordneten Standardunsicherheit **u<sub>1</sub>(x)**. Der Sensitivitätskoeffizient **c<sub>1</sub>** wird aus der partiellen Ableitung der Modellgleichung (Gl.1) nach **X<sub>1</sub>** mit der Variablen **x<sub>1</sub>** berechnet. Die Wurzel der summierten Varianzen **u<sub>Q</sub>** liefert die kombinierte Standardmessunsicherheit der Feststoffdichte (**Y** Q<sub>Probe</sub>). **W<sub>2</sub>** steht für die Auftriebswägungen in der Flüssigkeit. Für die Berechnung von **x<sub>2</sub>** wird der Mittelwert der Wägungen eingesetzt. Die Standardunsicherheit **u<sub>2</sub>(x)** wird aus der Messunsicherheit der Waage und Unsicherheit der bei der Auftriebswägung aufgezeichneten Schwankungen der Auftriebskraft bestimmt. Die Anzahl der separaten Auftriebswägungen legt die Angabe der Freiheitsgrade **v<sub>2</sub>** fest (Anzahl - 1 = 7). Die Eingangswerte **x<sub>1</sub>** und **u<sub>1</sub>(x)** für das Probengewicht **W<sub>1</sub>** wurden im Messablauf bestimmt; weitere Einzelheiten sind in den folgenden Abschnitten angegeben. Das Zeichen **ρ<sub>a</sub>** steht für die Luftdichte; ihr zugehöriger Größenwert **x<sub>3</sub>** und **u<sub>3</sub>(x)** wurde zur Messung angegeben. Das Symbol **ρ<sub>Fl</sub>** steht für die Dichte der Messflüssigkeit. Der für **ρ<sub>Fl</sub>** in **x<sub>4</sub>** eingesetzte Wert ist der Mittelwert der Flüssigkeitsdichteangaben, wobei **u<sub>4</sub>(x)** aus der Unsicherheit der Referenzgleichung stammt bzw. empirisch aus zuvor und/oder danach durchgeführten Messungen der Fluidichte übernommen wurde. Die Zahl der effektiven Freiheitsgrade (**v<sub>eff</sub>**) wird nach der Welch-Satterthwaite-Formel berechnet und angegeben. Sie hat dementsprechend Auswirkung auf den Wert des Erweiterungsfaktors **k** zur Intervallangabe der Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95% und 99%. Ergänzung hierzu: Für **k<sub>99</sub>** wird der Faktor 3,50 erhalten; Dichtewerte liegen mit nahe 99%iger Wahrscheinlichkeit im Überdeckungsintervall ±2,3 · 10<sup>-3</sup> g/cm³.

#### Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:

$$m_{Probe} = W_1 \cdot (1 - \rho_a / \rho_{cal}) / (1 - \rho_a / \rho_{Probe}) \quad (Gl.2)$$

i	X <sub>i</sub>	x <sub>i</sub>	u(x <sub>i</sub> )	c <sub>i</sub>		c <sub>i</sub> · u(x <sub>i</sub> ) [g]	v <sub>i</sub>	
1	W <sub>1</sub>	g	0,61462	7,07 · 10 <sup>-5</sup>	1,00	---	7,07 · 10 <sup>-5</sup>	-
2	ρ <sub>a</sub>	g/cm³	0,0011120	1,10 · 10 <sup>-6</sup>	0,367	cm³	4,03 · 10 <sup>-7</sup>	-
3	ρ <sub>cal</sub>	g/cm³	8,000	8 · 10 <sup>-3</sup>	1,07 · 10 <sup>-5</sup>	cm³	8,55 · 10 <sup>-8</sup>	-
4	ρ <sub>Probe</sub>	g/cm³	1,3872	6,69 · 10 <sup>-4</sup>	-3,56 · 10 <sup>-4</sup>	cm³	-2,38 · 10 <sup>-7</sup>	-
Y	m <sub>Probe</sub>	g	0,61503	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		7,07 · 10 <sup>-5</sup>	v <sub>eff</sub> -	

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor **k** = 2. Die Masse der Probe **m<sub>Probe</sub>** wird zu 0,61503 ± 1,4 · 10<sup>-4</sup> g bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 0,23%.

Die Standardmessunsicherheit von **Q<sub>Probe</sub>** ist die kombinierte Standardmessunsicherheit der Dichtemessung im vorigen Abschnitt. Das Symbol **ρ<sub>cal</sub>** steht für die Dichte des Kalibriergewichtes der Waage.

#### Messunsicherheit des Volumens - über das Verhältnis: $V_{Probe} = m_{Probe} / \rho_{Probe}$

$$u(V_{\text{Probe}}) = \sqrt{(u(m_{\text{Probe}}) / \rho_{\text{Probe}})^2 + (-m_{\text{Probe}} \cdot u(\rho_{\text{Probe}}) / \rho_{\text{Probe}}^2)^2} = 0,00022 \text{ cm}^3 \quad (\text{Gl.3})$$

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor  $k = 2$  angegeben, sie beträgt  $0,00044 \text{ cm}^3$  bzw. relativ  $0,99\%$ .

- Die Standardmessunsicherheit der Probenmasse  $u(m_{\text{Probe}})$  ist die kombinierte Standardmessunsicherheit der Massebestimmung im vorigen Abschnitt.

### ❖ Zur Dichte der Messflüssigkeit

Messflüssigkeit 'Wasser': Die Dichtedaten wurden als Funktion der Temperatur aus der Referenzdatenbank entnommen. Die Flüssigkeitsdichte  $\rho_{\text{Fl}}$  wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur  $\vartheta$  berechnet:

$$\rho_{\text{Fl}} = f(\vartheta[\text{°C}]) = (6.5592063\text{E-}05 \cdot \vartheta^5 - 1.1225639\text{E-}02 \cdot \vartheta^4 + 1.0026530 \cdot \vartheta^3 - 90.968893 \cdot \vartheta^2 + 679.48991 \cdot \vartheta + 9998425.9) / 1\text{E}7 \quad (\text{Gl.4})$$

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte  $u(\rho_{\text{Fl}})$  wurden im Datenblatt durch den Prüfer individuell bzw. durch das IMPro zur Messung festgelegt ( $u(\rho_{\text{L,Equ.}}) = 5,00 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ ) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur ( $u(\rho_{\text{L,Temp.}}) = 3,07 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ ) bestimmt und belaufen sich auf  $5,87 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$ .

- Die Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte wird durch die Präzision der Temperaturangabe wesentlich mitbestimmt. Neben der vom System vorgegebenen Messunsicherheit der Temperatur ( $0,005 \text{ K}$ ) wird die während der Messung registrierte Schwankung von  $2,05\text{E-}3 \text{ K}$  berücksichtigt. Zusätzlich wird eine durch den Prüfer (oder das IMPro) explizit gesetzter Temperatur Schwankungsbereich von  $\pm 0,2 \text{ K}$  zur Gesamtunsicherheit verarbeitet.

### ❖ Probenhandhabung und Messtechnik

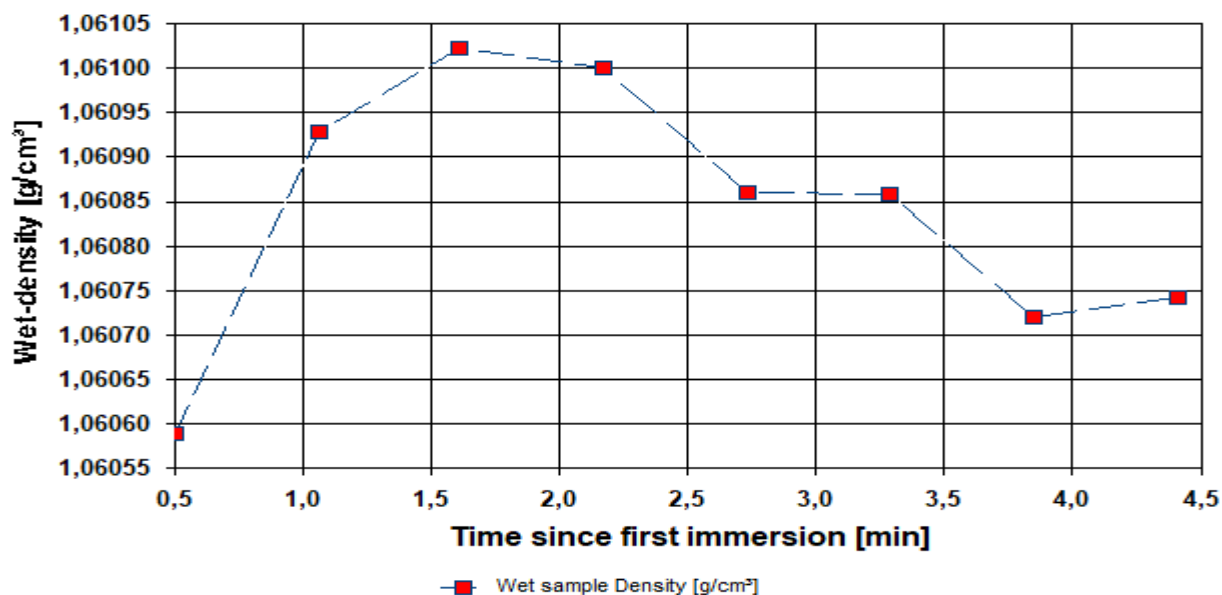
Die Gewichtsbestimmung der Probe zu  $0,61462 \text{ g}$  erfolgte auf dem System am Beginn des Messablaufs; die Messunsicherheit wurde aus den Umständen der Wägung zu  $71 \mu\text{g}$  bestimmt. Der Auftrieb wurde unmittelbar und ohne weitere Befestigungsmittel bestimmt - der Prüfkörper wurde direkt mit der Suspension bzw. Kraftleitung verbunden. Ein Korrekturwert zur Berücksichtigung von Meniskuskraft und Suspensionsauftrieb ist im Datenblatt mit dem Betrag  $-0,676 \text{ mg}$  ausgewiesen. Die Unsicherheit des Korrekturwertes trägt mit  $\pm 0,2 \text{ mg}$  Gewicht zur Unsicherheit des Probenauftriebs bei.

- Jedem messtechnischen Größenwert ist ein Unsicherheitsbetrag zugeordnet. Die Unsicherheitsbeiträge sind voneinander unabhängig und wirken sich über die Fortpflanzung der Messunsicherheit (in  $u(W_1)$  und  $u(W_2)$ ) in der Unsicherheit der Ergebnisse dieser Messung direkt aus. Nachfolgend sind die Unsicherheitsbeiträge aus Zustands- und Eigenschaftsdaten der Waage zusammengefasst - Messunsicherheit des Probengewichts  $u(W_1)$ :  $\Rightarrow$  Unsicherheitsbeiträge der Probenwägung mit Verteilungsfaktoren: Nullpunkt der Anzeige  $u(W\delta_{\text{Zero}}) = 0,10 \text{ mg} / \sqrt{3}$ , registrierte Schwankung bei der Ablesung  $u(W\Delta_w) = 40 \mu\text{g}$ , Linearität der Anzeige  $u(W\delta_{\text{Lin.}}) = 0,56 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ , Justier/Kalibrierreferenz, OIML E2,  $u(W\delta_{\text{mcal.}}) = 2,4 \mu\text{g} / 2$ , Temperaturunterschied bei Wägung und Justierung,  $1 \text{ ppm pro K}$ ,  $u(W\Delta_{\text{Tcal.}}) = 1,8 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ , Zeit seit letzter Justierung,  $50 \mu\text{g/Tag}$ ,  $u(W\Delta_{\text{tcal.}}) = 14 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ . - und entsprechende Messunsicherheitsbeiträge bei der Auftriebswägung als Rückkopplung zu  $u(W_2)$   $\Rightarrow$  Unsicherheitsbeiträge der Auftriebswägung, kurz:  $u(W\delta_{\text{Rep.}}) = 50 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ ,  $u(W\delta_{\text{Zero}}) = 0,10 \text{ mg} / \sqrt{3}$ ,  $u(W\Delta_w) = 21 \mu\text{g} / \sqrt{8}$ ,  $u(W\delta_{\text{Lin.}}) = 0,16 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ ,  $u(W\delta_{\text{mcal.}}) = 8,7 \mu\text{g} / 2$ ,  $u(W\Delta_{\text{Tcal.}}) = 0,52 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ ,  $u(W\Delta_{\text{tcal.}}) = 14 \mu\text{g} / \sqrt{3}$ .

### ❖ Flüssigkeitsaufnahme und Porosität von VACUTEX 2020

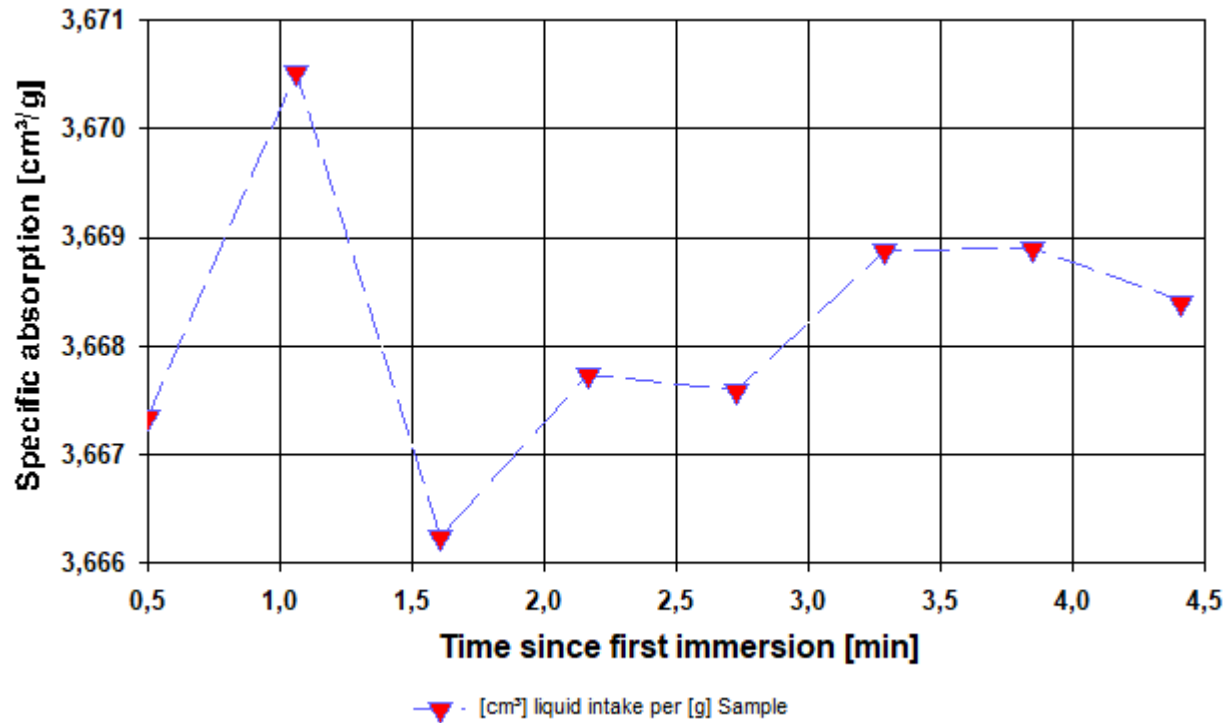
Im Messablauf wurde die Probe nach jeder Auftriebsmessung über die Oberfläche der Flüssigkeit herausgehoben und das Gewicht der zuvor untergetauchten Probe bestimmt. Damit stehen zusätzlich Messdaten zur Charakterisierung der Wechselwirkung zwischen VACUTEX 2020 und Wasser zur Verfügung.

#### (4) Diagramm 'Apparent wet density [g/cm³]' - Dichte der nassen Probe



- Im Diagramm "Apparent wet density [g/cm<sup>3</sup>]" wird der zeitliche Verlauf der Nass-Dichte der mit Wasser getränkten Probe gezeigt. Der jeweilige 'Nass-Dichtewert' wird berechnet als Gesamtgewicht pro Gesamtvolumen, d.h. Gewicht der Probe + Gewicht der Flüssigkeit pro Volumen der Probe + Volumen der Flüssigkeit ( $\psi_{\text{spec.}} = W_t / (V_{\text{Fl}} + V_{\text{Probe}})$ ). Vgl. Tabelle: ' $\psi_{\text{spec.}}$ '.

**(5) Diagramm 'Specific absorption [cm<sup>3</sup>/g]' - spezifische Flüssigkeitsabsorption**



- Das Diagramm "Specific absorption [cm<sup>3</sup>/g]" zeigt die spezifische Flüssigkeitsaufnahme pro Gramm VACUTEX 2020 im zeitlichen Verlauf. Also 'Wieviel Wasser wird pro Gramm VACUTEX 2020 aufgenommen.  $\psi_{\text{spec.}} = V_{\text{Fl}} / W_{\text{Probe}}$  (mit  $W_{\text{Probe}} = 0,614620$  g) Vgl. Tabelle: ' $\psi_{\text{spec.}}$ '.

Die Probe wurde achtmal nach der Auftriebsmessung aus der Flüssigkeit herausgezogen und nass gewogen. Damit können andere Effekte durch den Fluidkontakt bilanziert werden. Die Tabelle gibt in zeitlicher Abfolge in der Spalte  $W_t$  den Wägewert der nassen Probe an und mit  $\Delta W$  die Gewichtsveränderung gegenüber dem Ausgangsgewicht. Diesem Gewichtszuwachs entspricht das Flüssigkeitsvolumen  $V_{\text{Fl}}$ . Die jeweils relative Aufnahmemenge an Flüssigkeit im Bezug auf die am Ende aufgenommene Gesamtmenge gibt die Spalte  $\psi_{\% \text{rel.}}$  wieder. Mit  $\psi_{\text{spec.}}$  wird das spezifische Aufnahmevolumen Flüssigkeit pro Gramm Probe ausgegeben.  $\rho_{\text{wet}}$  ist die Dichte der benetzten Probe. Mit  $\phi_V$  wird die Porosität ausgewiesen, die ggf. durch die Angabe der Reindichte des Probenmaterials berechenbar ist.

N°	t	$W_t$	$\Delta W$	$V_{\text{Fl}}$	$\psi_{\% \text{rel.}}$	$\psi_{\text{spec.}}$	$\rho_{\text{wet}}$	$\phi_V$	$\phi_{\text{res.}}$
	[min]	[g]	[g]	[cm <sup>3</sup> ]	[%]	[cm <sup>3</sup> /g]	[g/cm <sup>3</sup> ]	[%]	
1.	0,5	2,8687	2,2540	2,2607	100	3,667	1,061	0,1	0,0
2.	1,1	2,8706	2,2560	2,2627	100	3,671	1,061	-0,1	0,0
3.	1,6	2,8680	2,2533	2,2601	99,9	3,666	1,061	-0,1	0,0
4.	2,2	2,8689	2,2543	2,2610	100	3,668	1,061	-0,1	0,0
5.	2,7	2,8688	2,2542	2,2609	100	3,668	1,061	-0,1	0,0
6.	3,3	2,8696	2,2550	2,2617	100	3,669	1,061	-0,1	0,0
7.	3,9	2,8696	2,2550	2,2617	100	3,669	1,061	0,0	0,0
8.	4,4	2,8693	2,2547	2,2614	100	3,668	1,061	0,0	0,0

- Temperaturangaben** beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für  $\pm$ (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% normalverteilter 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 17751, Datenbank imeterData35) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'formal-i1'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

## IMPro Execution & Audit-Trail

Data created during execution of the IMPro "SolidDensityTracer, 22.04.19, 69885", type 9/34. Time Period of the Accomplishment: Apr., 22. 2019 between 18:22:27 and 18:28:47, elapsed time: six minutes. IMPro break by user in command line N°228. The complete Report first was presented on Apr., 22.19 at 18:28. Audit-Log: The Original data is unchanged, nevertheless there are entries to the Log, made while the IMPro was executing:

**Adjustment of weighing cell & determination of the Density of the Air:** The Density of the surrounding Air amounts 1,1120 [kg/m<sup>3</sup>] (At 18:22:35), Temperature of the Weighing cell is 27,7 [°C].

Start of this IMPro 18:22:28, - **Backup of individual IMPro configuration, as follows:**

IMPro using 'Drop fetching' (measurement of liquid absorption) - Criteria: MinimumRuntime: 9 [min], MaximumRuntime 15 [min];, Criteria\_StdDev\_toEndIMPro 0,015 [%], Regard\_air\_capture 0 [y/n] \_ExpDetermination\_CorrectionForce -1 [y/n],

CorrectBuoyancyMeasPosition 0 [y/n],

given approx. Sample Volume 0,300 [cm<sup>3</sup>], SurfaceArea of Vessel 14,52 [cm<sup>2</sup>], Position\_insertSample 77mm, Position\_Above\_Surface 92mm, Position\_MeasureDensity 132mm. Up\_StopTime 0,5s, Dive\_StopTime\_after 0s, Dive\_StopTime\_before 10s. used Devices: automatic Thermostat: 0, external Mettler Balance: 0.

Weight of the utils to fix the sample: 15,0297 [g]

Determination of the Correction Force = -0,676 ±0,2[mg], Immersion Depth (Position) 132,0 [mm]

Complete Weight of the utils and Sample: 15,6443 [g]

Time "0" - first immersion of the Sample 1,74 [min] after IMPro Start.

End-Weight of the utils, sample: 17,9381 [g] (loss of material, adhering or absorbed Liquid, ...)

IMPro stopped by user

The Number **17751** refers to the Recordset in the Database '*imeterData35*' where all Informations can be retrieved at any time.

## Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (WZA224) wurde 6,6 Stunden vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert. Die letzte vollständige Prüfung der Positioniervorrichtung von **IMETER** (ID23903734) erfolgte am 27.01.19.

**Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse  $\rho_{cal}$  8,00 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte  $\rho_{air}$  vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung  $g$  9,80769 m/s<sup>2</sup>.

Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,0010 K, Messunsicherheit ±0,005 K,  $R^\circ$  100.0056  $\Omega$ , Kalibrierintervall 30 min (BN°2, -25/152°C, 3S, FS15,8). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.2.54, LizenzN° \*3037-4759\*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

### Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
0,1	36,75	23,49	95,061	1,11201

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