IMETER Methode Nr.8 "Fluiddichte": Mittelwertsmessungen & Dilatation

IMETER - Referenzmessungen

Die Dichte von Dekan zwischen -20 und 80°C und Vergleich mit Literaturangabe

Die Dichte von Dekan (Decan) wurde über eine größere Temperaturspanne hinweg gemessen, um Dichte und Wärmedehnung zu bestimmen. – Das eingesetzte Dekan wurde unverändert aus dem Liefergebinde zur Messung gebracht (Herkunft vgl. Bericht). n-Dekan wurde hier getestet, weil es sich gut eignet als Referenzfluid für die Dichtemessung und als Medium für die Feststoffdichtemessung nach dem hydrostatischen Verfahren. Der Kohlenwasserstoff ist wenig gefährlich (geringe Giftigkeit, höhere Zündtemperatur und Flammpunkt), es ist nicht hygroskopisch, innert, destillierbar, relativ niederviskos, hat einen geringen Dampfdruck, einen weiten flüssigen Bereich (-30 bis +174°C) und es ist eine vergleichsweise preiswerte Chemikalie.
Gute Referenzflüssigkeiten wie Dekan können verwendet werden, um Dichtemessungen insgesamt zu kalibrieren. Durch eine einfachere Messung, wie die, deren Dokumentation unten ausgegeben ist, können Messkörper, Waage und Thermometer zusammen einfach und überaus plausibel geprüft werden. Denn, funktioniert ein Element nicht korrekt, wird dies unweigerlich zu entsprechenden Diskrepanzen im "Abweichungsdiagramm" (5. Diagramm, unten) führen. Sind Waage, Messkörper und Fluid exakt, kann damit die Temperaturmessung justiert werden. Solche vernünftigen Handhabungen vereinfachen und verbilligen die Aufrechterhaltung des allgemeinen IMETER-MessSystems.

Die Messung betreffend sind folgende Umstände zu bemerken, die mit der Qualität der Messung und dem vergleichsweise geringen Aufwand zusammenhängen: (A) Es werden stets unabhängige Messwerte durch die Differenzwägetechnik aufgezeichnet, d.h. wenn an der Aufhängung Flüssigkeit kondensiert (was bei höheren Temperaturen vorkommt), der Nullpunkt der Waage driftet, die „Maschine“ Erschütterungen ausgesetzt ist etc., dann beeinflusst dies die Messung insgesamt nicht! Das ist neben der potentiell größten Genauigkeit bei IMETER einzigartig und generell wichtig. Genauso, wie auch alle Arten der Signaldrift so eliminiert werden. (B) Je Temperaturstufe werden in dieser Messung mehrere Werte aufgezeichnet. Sonstige Störungen, wie Gasblasen oder große Temperaturgradienten, werden sichtbar, indem sich eine merkliche Streuung in der Gruppe zeigt. (C) Mittelwerte (unabhängiger Einzelwerte!) erhöhen die statistische Sicherheit. (D) Die Messunsicherheit wird durch das System selbsttätig eingeschätzt, indem insbesondere auch die Genauigkeit der Temperaturmessung mit der ermittelten Wärmedehnung abgeglichen wird. (E) Es wurde eine technisches Messverfahren ohne systematischen Fehler angewendet (kein Meniskuseffekt, kein Halterungsauftrieb, keine Störung durch Niveauveränderung der Probe, keine Drift). (F) Nur wenige Handgriffe und Angaben in der Software sind notwendig. Sie führen automatisch zu dem folgenden, komplett dokumentierten Ergebnis.

©2017 IMETER - MessSysteme
Tel. (+49)(0) 821/706450

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

In diesem Dokument wird ein automatisch erzeugter IMETER-Prüfbericht vorgestellt. Die Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass alle Variablen einer Messung dargestellt werden sollen. Variabel sind ja nicht nur die Messdaten, sondern auch Umstände, Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Daher verfügt IMETER zum einen über eine Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („*was soll der Fall sein*“), zum anderen über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall* ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben.

IMETER spart sehr viel Arbeitszeit ein, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Darstellung automatisiert ist!

Die Einstellungsvorgaben des Berichts bestimmen dabei Art und Umfang der Informationsdarstellung. Anhand eines vollständigen Berichts wird der Anwender in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.

ID N° 15712 - Fluid Density & Dilatation

Executed on Nov 08, 2016, by M. Breitwieser

Title: **Decan**

Remarks:

Probenherkunft: Sigma-Aldrich Co LLC: 'Decane' ReagentPlus® >=99%, Lot #WXBC1816V.<Flasche frisch geöffnet, direkt in die Messzelle eingefüllt und sofort gemessen>. Refrenzdaten zu Decan aus Landolt-Bönstein Bd.II, Tl.1 (1971), S644.

Sample/Ref.: **Decane (Sigma)**

Result: $\rho_{20°C}$ **= 0,73026 ±0,000056 g/cm³**, $\kappa_{20°C}$ **= 103,3·10⁻⁵K⁻¹**

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:*

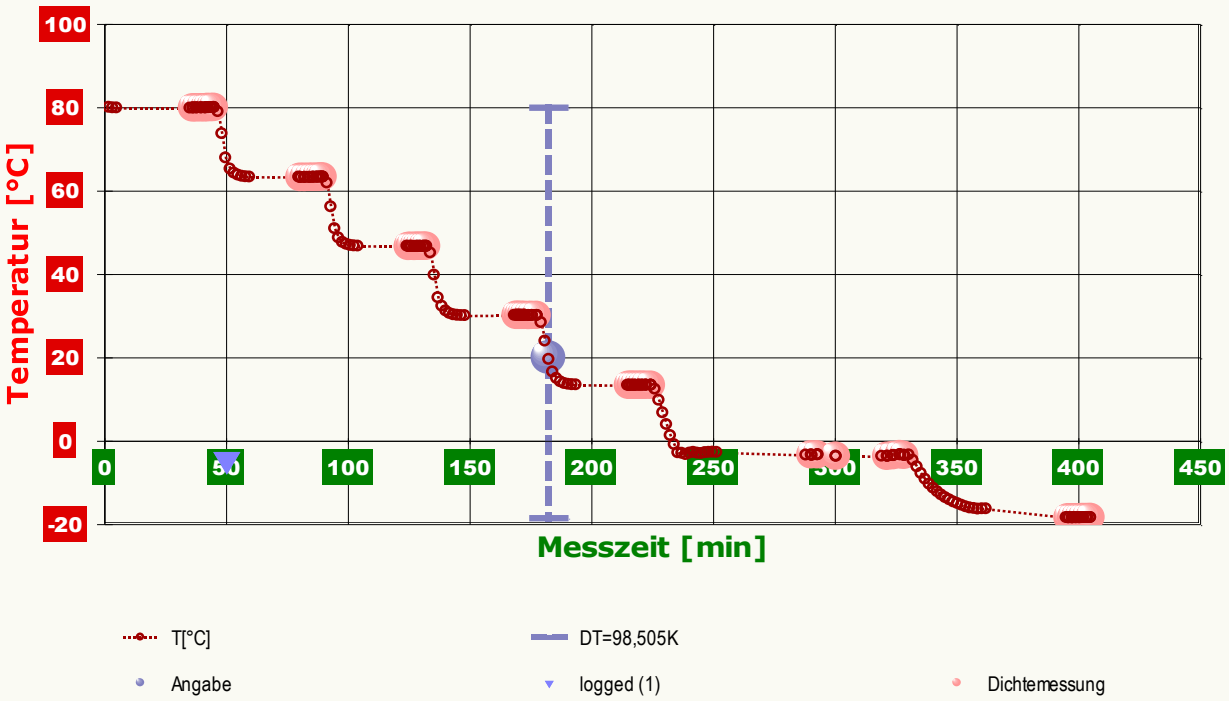
Eigenschaft und Methode

Die Dichte *(spezifische Masse, Massekonzentration)* gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist 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. Darüber hinaus wirkt sich die Mediumdichte (Luftdichte), in der die Wägung erfolgt, auf das Resultat aus. Die Relation von Messauflösung der Sensoren (Kraft, Temperatur), Messkörpermasse und -volumen, des Realisierungsgrades ausreichend ruhiger, isothermer Wägebedingungen sowie jeweilige (Mess-)Unsicherheiten aber auch die Wärmedehnung der Probe selbst bestimmen über die Genauigkeit der Ergebnisse.

49 Dichtemesswerte

Gesamte Dauer sieben Stunden; stufig, zwischen 80,0 und -18,5°C abfallender Temperaturverlauf, sieben Temperaturniveaus; mit sechs Stufen; 16 K Temperaturunterschied je Stufe, mit jeweils sieben Messwerten.

Diagramm 'Temperaturprofil':



50,1' : Spannung für Deckelheizung auf 8V

Die zur Laufzeit der Messung vom Anwender/Prüfer eingegebenen Bemerkungen werden hier wiedergegeben, wobei am Anfang der Zeile der Eintragszeitpunkt als Minutenzahl angegeben ist.

Im Diagramm "Temperaturprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Grafik hat informativen Charakter und dient der Rückkopplung und Zusammenfassung. -- Zur Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmesswerten. Das Dreieck zeigt den Zeitpunkt, zu dem vom Prüfer die oben angegebene Anmerkung in das Protokoll eingetragen wurde.

Ergebnisse

Akquisitionsperiode der 49 Messwerte im Messablauf: 36 bis 405 min, Temperatur ΔT =-98,457 K

Resultat: ρ = **0,73026** *±0,000038 g/cm³* (293,15 K, 93,41 kPa)

Streuung: **5,6·10^{-5}** g/cm³ absolute bzw. **77 ppm** relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, temperaturabhängig.

Temperaturzusammenhang zwischen -18,457 und 80,000 °C:

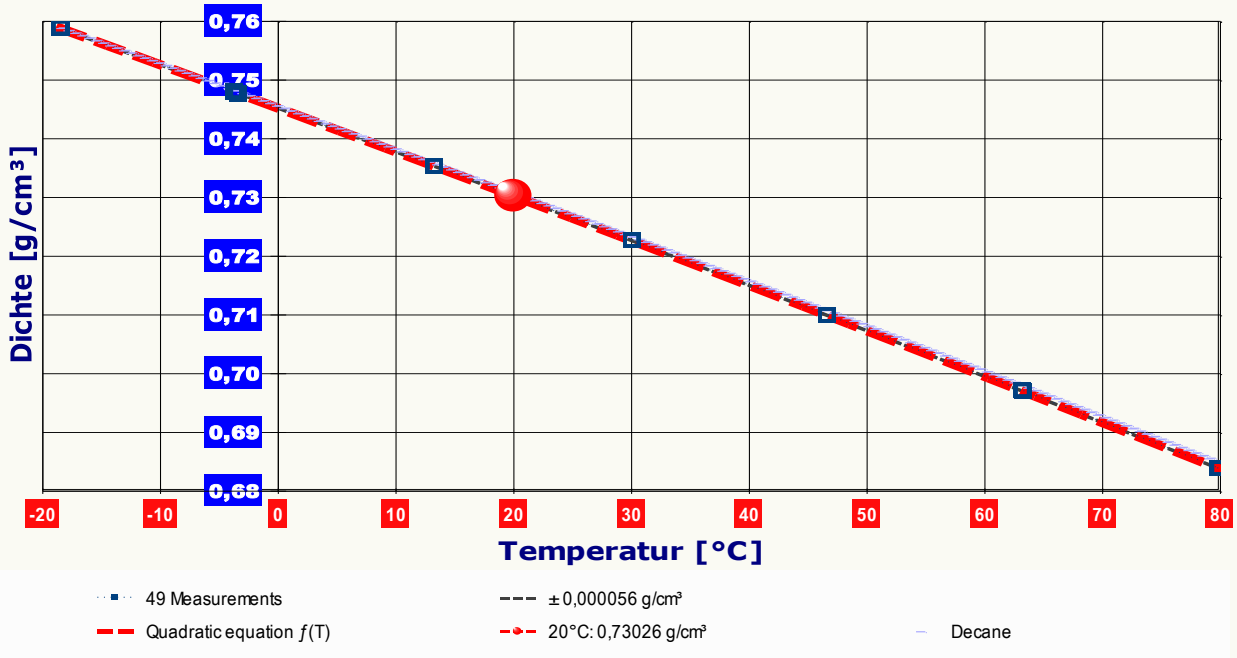
ρ [g/cm³] = $f(\vartheta$[°C]) = 0,745214 -74,091·ϑ/1E5 -0,034414·ϑ^2/1E5 r^2=0,9999952 s^2=3,17E-9

Bearbeitungshinweis: *>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: '0,74516 -76,1943·ϑ/1E5' mit r²=0,99983 und s²=1,07E-7 <<*

Der Ausdehnungskoeffizient mit 103,3 [10^{-5}K^{-1}] entspricht gewöhnlichen Werten sehr gut. Er bedeutet eine Dichte-Änderung von 1,0‰, entsprechend 0,00075 g/cm³ pro Grad bei der Angabetemperatur.

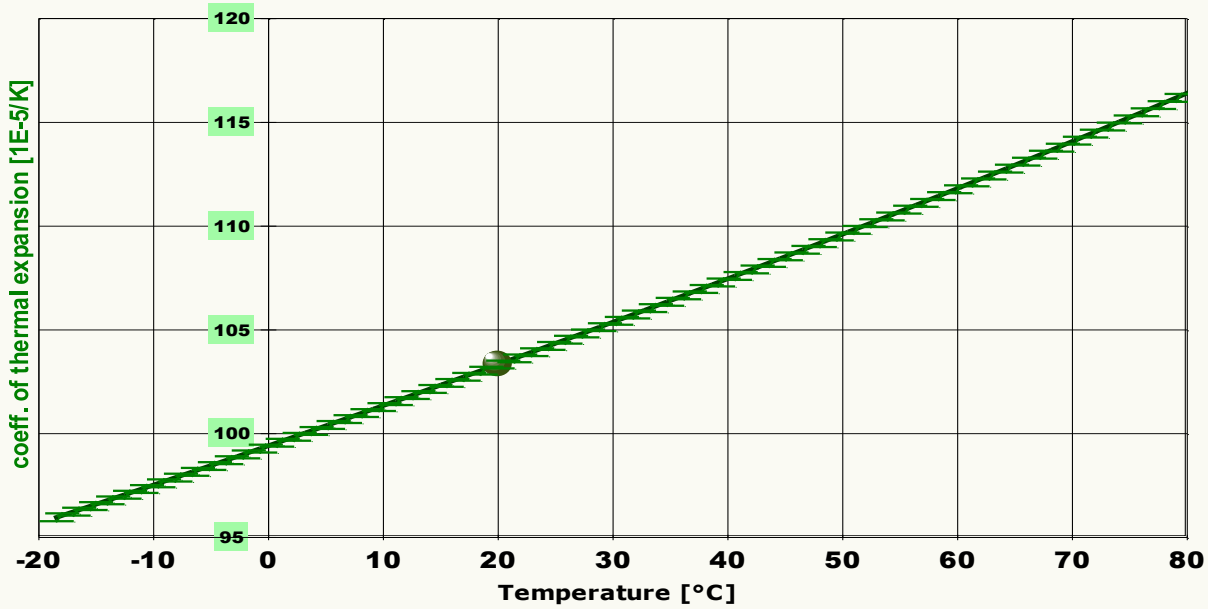
*Die im Vergleich mit dem Wert der Fortpflanzung der Messunsicherheit (±0,000038 g/cm³) relativ große Streuung zeigt **Klärungsbedarf** an - Die aus der Fortpflanzung der Unsicherheiten berechnete kombinierte Messunsicherheit des Ergebnisses, die gepunktet unterstrichen zum Ergebniswert angegeben ist, wird daher durch die Standardmessunsicherheit ersetzt! --- 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 Ausdehnungskoeffizient für Fluide bei 25°C im Bereich zwischen 50 und 150 10^{-5}K^{-1} liegen. Die Interpretation des Temperaturkoeffizienten erfolgt, um einen Eindruck von dieser, eher unbekannten 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 'exzellent' 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 'Dichte/Temperatur':



Das Diagramm "Dichte/Temperatur" zeigt die 49 Dichtemesswerte in Temperaturabhängigkeit an. Die Regressionsfunktion der Messwerte ist eingezeichnet. Auf ihr ist der als Ergebnis ausgewiesene Angabewert für 20°C als Kugelmarke dargestellt sowie, diesen umgebend, der markierte Bereich der Messunsicherheit. Der schraffierter Bereich zeigt den besten Wert aus der Datenbank an: 'Decane' mit $\rho_{20°C}$ = 0,7308 g/cm³. Die Höhe der Schraffur drückt die in der Messung angenommenen Unsicherheit aus.

Diagramm 'Ausdehnungs-Koeffizient':



Das Diagramm, "Ausdehnungs-Koeffizient", zeigt den Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten κ der Decane (Sigma) 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:

$$\kappa \mid [10^{-5}\cdot K^{-1}] = f(\vartheta[°C]) = (74{,}09+0{,}06883 \cdot \vartheta) /(0{,}74521-7{,}4091E\text{-}4\cdot\vartheta-3{,}4414E\text{-}7\cdot\vartheta^2)$$

Die Genauigkeit der Gleichung wird aus der Regressionsfunktion zu $\pm 0{,}2\cdot 10^{-5}$/K übernommen. Bei 20 °C beträgt die relative Zunahme des Koeffizienten 1,9‰ pro Grad.

Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für 'Decane (Sigma)' bei einer bestimmten Temperatur ϑ im gültigen Temperaturbereich zwischen -18,5 und 80,0°C vorherzusagen, kann mit dem bei der Temperatur ϑ° gegebenen Volumen $V0_{\vartheta°}$ das Volumen $V1_{\vartheta}$ bei der Temperatur ϑ über das entsprechende Verhältnis der Dichten berechnet werden:

$$V1_{\vartheta} = V0_{\vartheta°}\cdot(0{,}74521 -7{,}4091\cdot 10^{-4}\cdot\vartheta° -3{,}4414\cdot 10^{-7}\cdot\vartheta°^2) / (0{,}74521 -7{,}4091\cdot 10^{-4}\cdot\vartheta -3{,}4414\cdot 10^{-7}\cdot\vartheta^2)$$

*Gleichung für ein Kalkulationsprogramm: (0,74521 -7,4091E-4*x0 -3,4414E-7*x0^2) / (0,74521 -7,4091E-4*x1 -3,4414E-7*x1^2) - mit x0, x1 in °C. - Wird stattdessen die angegebene Bestimmungsgleichung für κ(ϑ) verwendet ('κ=-1/ρ·(∂ρ/∂T)'), gemäß V1 = V0(1+κΔT) bzw.(besser) V1 = V0·exp(κΔT), dann ist der Wert von κ für die mittlere Temperatur (ϑ°+ϑ)/2 einzusetzen. Allgemein gilt: V1 = V0·exp(∫ κ(ϑ)dT).*

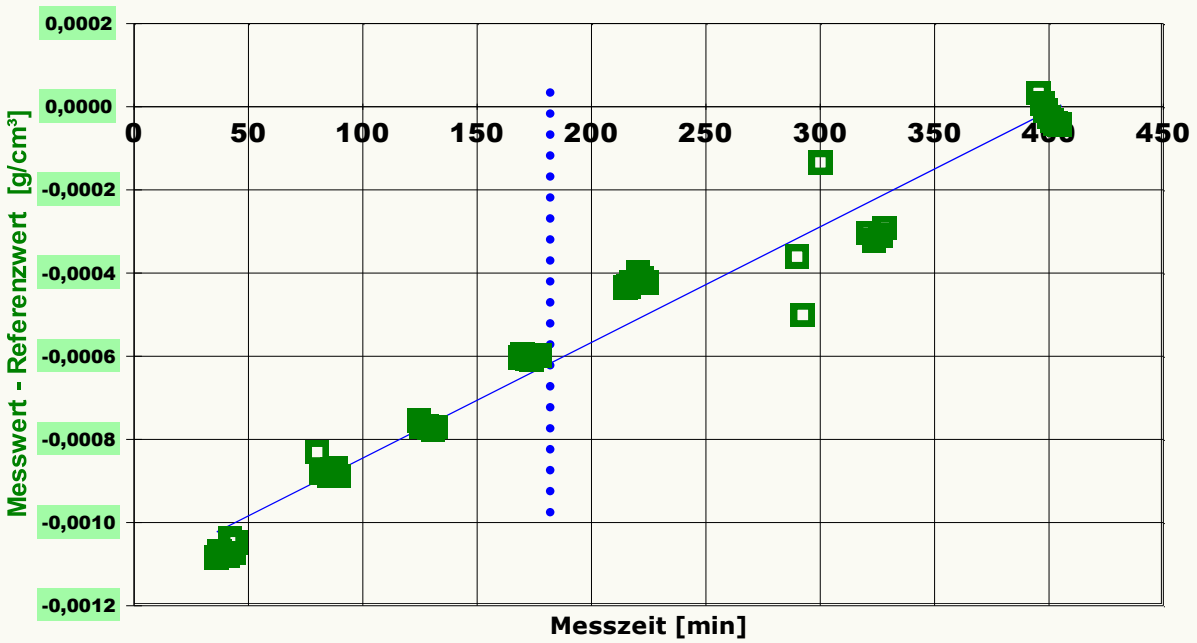
Datentabelle

Die nachfolgende Aufstellung gibt die Daten zu den Einzelergebnissen an.

N°	*t*[min]	*T*[°C]	*ρ*[g/cm³]	Δ*ρ*[g/cm³]	*W* [g]	Δ*W*$_t$[g]	Δ*t*[s]	*N*
1.	36,4	79,865	0,683802	0,000003	90,7856	-0,0003	20,8	14 (75)
2.	37,8	79,894	0,683793	0,000006	90,7865	-0,0006	4,7	4 (75)
3.	39,7	79,898	0,683783	0,000025	90,7876	-0,0025	17,6	12 (76)
4.	41,4	79,895	0,683783	-0,000002	90,7875	0,0002	3,2	3 (76)
5.	42,4	79,955	0,683777	-0,000003	90,7881	0,0003	9,5	7 (76)
6.	43,8	79,942	0,683752	0,000001	90,7906	-0,0001	1,6	2 (75)
7.	44,9	80,000	0,683732	-0,000001	90,7926	0,0001	4,8	4 (76)
8.	80,5	63,217	0,697080	0,000004	89,4575	-0,0004	4,8	4 (75)
9.	82,2	63,213	0,697034	-0,000021	89,46211	0,00208	15,9	11 (76)
10.	84,1	63,225	0,697024	-0,000004	89,46310	0,00042	11,2	8 (77)
11.	85,6	63,247	0,697000	-0,000001	89,4655	0,0001	3,2	3 (76)
12.	87,3	63,259	0,697007	-0,000006	89,4648	0,0006	30,2	20 (76)
13.	88,6	63,289	0,696986	-0,000013	89,4669	0,0014	22,3	15 (76)
14.	89,7	63,314	0,696948	-0,000005	89,4707	0,0005	6,4	5 (76)
15.	125,0	46,646	0,709917	0,000002	88,17378	-0,00016	4,8	4 (76)
16.	125,9	46,668	0,709885	0,000000	88,17696	0,00005	1,6	2 (76)
17.	127,4	46,654	0,709895	0,000008	88,1760	-0,0008	17,4	12 (76)
18.	128,4	46,679	0,709879	0,000008	88,1776	-0,0008	4,8	4 (76)
19.	129,6	46,671	0,709881	0,000002	88,1774	-0,0002	9,6	7 (76)
20.	131,1	46,679	0,709870	-0,000013	88,1785	0,0013	17,5	12 (76)
21.	132,2	46,689	0,709869	-0,000001	88,1787	0,0001	4,8	4 (75)
22.	169,3	30,105	0,722603	0,000000	86,90528	± 0	3,2	3 (76)
23.	170,3	30,101	0,722614	0,000009	86,90423	-0,00088	6,4	5 (76)
24.	171,4	30,092	0,722616	-0,000001	86,9040	0,0001	3,2	3 (76)
25.	172,5	30,097	0,722605	-0,000001	86,90510	0,00011	4,7	4 (75)
26.	174,2	30,079	0,722617	-0,000010	86,90386	0,00105	12,7	9 (76)
27.	175,5	30,086	0,722623	0,000006	86,90325	-0,00062	4,8	4 (77)
28.	177,6	30,090	0,722619	-0,000001	86,90364	0,00007	27,1	18 (76)
29.	215,4	13,320	0,735283	0,000003	85,63746	-0,00026	3,2	3 (76)
30.	216,7	13,323	0,735283	0,000008	85,63751	-0,00076	30,3	20 (77)
31.	217,9	13,317	0,735297	0,000019	85,63613	-0,00191	14,4	10 (77)
32.	219,5	13,333	0,735284	-0,000004	85,6374	0,0004	38,3	25 (76)
33.	220,8	13,338	0,735306	0,000035	85,63518	-0,00348	14,3	10 (76)
34.	222,3	13,350	0,735284	0,000024	85,6374	-0,0024	38,2	25 (75)
35.	224,4	13,343	0,735278	0,000005	85,63803	-0,00048	4,8	4 (76)
36.	290,3	-3,353	0,747578	0,000193	84,4084	-0,0194	38,3	25 (77)
37.	292,8	-3,356	0,747440	-0,000303	84,42225	0,03038	38,3	25 (76)
38.	300,5	-3,669	0,748035	0,000305	84,3627	-0,0305	38,3	25 (76)
39.	321,5	-3,695	0,747884	0,000154	84,37780	-0,01538	36,6	23 (45)
40.	323,9	-3,542	0,747754	0,000127	84,3908	-0,0127	39,9	25 (44)
41.	326,7	-3,310	0,747598	0,000179	84,4064	-0,0179	39,9	25 (45)
42.	328,5	-3,467	0,747730	0,000101	84,39320	-0,01007	36,6	23 (46)
43.	395,9	-18,452	0,758862	0,000001	83,28033	-0,00009	1,7	2 (45)
44.	397,5	-18,457	0,758839	0,000001	83,28265	-0,00010	3,3	3 (45)
45.	399,0	-18,446	0,758815	0,000001	83,28510	-0,00009	1,6	2 (43)
46.	400,4	-18,434	0,758791	0,000002	83,28750	-0,00016	3,3	3 (44)
47.	401,8	-18,422	0,758773	0,000000	83,28932	-0,00005	1,7	2 (44)
48.	403,4	-18,407	0,758756	0,000001	83,29097	-0,00009	1,7	2 (46)
49.	405,0	-18,391	0,758742	0,000000	83,29243	-0,00003	1,6	2 (45)

*In der Tabelle gibt die Spalte '**t**' den Zeitpunkt des Messwertes, '**T**' die Temperatur und '**ρ**' den Dichtewert an. - In der Aufstellung werden auch diagnostische Daten ausgegeben: In der Kolumne '**Δρ**' wird ggf. die Änderung der Dichte während der Akquisitionszeit des Messwertes wiedergegeben; mit '**Δt**' wird die Messdauer der jeweiligen Beobachtung bezeichnet. Mit '**W**' wird der Wäge-Endwert wiedergegeben - in der Dokumentation entspricht er dem Wert 'W2', an welchem für 'W2*' Korrekturen (Meniskus) vorgenommen wurden. Die Rubrik '**ΔW$_t$**' gibt die zuvor eingetretene Änderung des Wägewertes wieder. Mit '**N**' wird die Zahl der dabei aufgezeichneten Wägungsprozeduren angegeben. Die Zahl in Klammern ist die Anzahl der einzelnen Wägewertablesungen in der jeweils zuletzt ausgeführten Wägungsprozedur. Bei 25 der 49 Dichtemessprozeduren unterschritt die Standardabweichung in der Wägewerte-Akquisition den Betrag von 0,10 mg. Daher wurde hier eine zusätzliche Stelle der Kraftmessung ausgewertet. **Bearbeitungshinweis**: Je nach 'Dokumentationszweck' kann die Stabilisier- oder Beobachtungsdauer das Abklingen dynamischer Veränderungen anzeigen (Wärmeaustausch), die Stabilität des Messwertes dokumentieren bzw. auf Störungen hinweisen. Im Normalfall jedoch deutet eine längere Spanne mit entsprechendem **Δρ** Probleme an, etwa, dass ein Wandkontakt auftritt, dass Strömungen wirken oder der Temperaturgradient zu groß ist und sich der Auftrieb spürbar ändert.*

Diagramm 'Residuen':



Reference values for 'Decane' acc. to $f(T[°C])=0.7455-0.7293E-3\cdot T-0.371E-6\cdot T^2$
Deviance as a function: $f(t[min])$ = -1,12E-3 +2,78E-6·[min], r^2= 0,963

Das Chart "Residuen" zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Messwerte zum 'besten Treffer' in der zeitlichen Sequenz der Messung. So können Trends, die bei Temperaturänderung sonst kaum sichtbar werden oder auch Unterschiede in der Wärmedehnung erkannt werden. - Das Diagramm löst den Wertebereich vollständig auf. Dies führt mitunter dazu, dass auch Unterschiede weit unterhalb der Bestimmtheit von Ergebnis- oder Referenzwerten angezeigt werden.

Messkörper

Eingesetzter Messkörper '**Torus100Q03**', Masse 159,2807±0,00015 g, Volumen$^{(25°C)}$ 100,174793±5,3E-3 cm³, kubischer Ausdehnungskoeffizient $2{,}0886\cdot10^{-6}K^{-1}$. Die Druckangabe, die im Ergebnis angegeben ist, wird aus der Luftdichte zum Angabezeitpunkt ermittelt (p_{abs}=93,0545979811701 kPa) und aus dem hydrostatischen Druck (p_H=0,36 kPa), der auf den Messkörper in der mittleren Eintauchtiefe von 50 mm wirkt. Die Kompressibilität des Messkörpers wird nicht gesondert in Betracht gezogen.

Messunsicherheit

Die Messauflösung der Wägeeinheit (0,1 mg) erlaubt mit dem Messkörper und bei der Fluiddichte die maximale Auflösung zu 0,0000013g/cm³ (1,8 ppm). Die für die Messung angegebene Messunsicherheit der Wägung (±0,2 mg) bedeutet messkörperbezogen $\pm2{,}6\cdot10^{-6}$ g/cm³. Die Fehlerfortpflanzung der Messkörperdaten ergibt eine Unsicherheit von $\pm3{,}8\cdot10^{-5}$ g/cm³, die die Unsicherheit der Temperaturmessung übersteigt: Bezogen auf die Dichte und Wärmedehnung von *Decane (Sigma)*, wie in dieser Messung bestimmt, erlaubt die Messauflösung des Temperatursensors (0,001 K) die Auflösung der Dichte zu $\pm7{,}5\cdot10^{-7}$ g/cm³ anzugeben. Die einschränkend vorgegebene Unsicherheit der Temperaturmessung (±0,0051 K) bedeutet demnach eine Unsicherheit von $\pm3{,}8\cdot10^{-6}$g/cm³. Insgesamt wird somit die Messunsicherheit bei 20°C zu **$\pm3{,}8\cdot10^{-5}$ g/cm³** bestimmt.

***Bearbeitungshinweis**: Die Angabe der Messunsicherheit fußt auf den Daten zu den Primärsensoren (Masse/Kraft & Temperatur), die mit dem Erweiterungsfaktor (k=2) angegeben seien. Eine zusätzlich erweiterte Messunsicherheit könnte Zusammenhänge verwischen. Außerdem ist der Realisierungsgrad der idealen Messumstände ein Faktor, der sehr individuell sein kann und sich einer automatischen Evaluierung, die über den Vergleich von Messunsicherheit und Standardmessunsicherheit (Standardabweichung) hinausgeht, entzieht.*

Technisches Verfahren

Die Werte wurden mit der genauen Methode (Meniskuseliminierung, *IMETER-Patentverfahren*) bestimmt, wodurch also die einzelnen Auftriebsmessungen voneinander unabhängig sind und systematische Fehler durch die Messkörperaufhängung/Phasengrenze sowie durch die Eintauchtiefe ausgeschlossen werden. -- Die Absenkung des Messbehälters vor der Auftriebsmessung von 7,329 mm führt mit der Querschnittsfläche der Aufhängung (Ø = 0,00196 mm²) zu einer Korrektur der Auftriebskraft über das Volumen 0,014 mm³ bei jeweiliger Flüssigkeitsdichte.

Anhand des dokumentierten Verfahrens, des Zeit- und Temperaturverlaufs, der Ausgabe der Tabelle, der Messkörperdaten sowie der evaluierten Unsicherheiten (insbesondere derer, die erst durch den Temperaturgang des Messgegenstands offenbar werden) werden in diesem Bericht Informationen ausgegeben, die die Überprüfung der Einzelwerte ermöglichen und weitere Schlussfolgerungen erlauben können.

……

Datenbankvergleiche

--- R E F E R E N Z	g/cm³	A B W E I C H U N G	R E F. I D
1. Decane[1]	0,7308	+0,7‰	ID1404.2
2. Isobutyl amin[2]	0,7296 (25°C)	-0,9‰	ID62.4
3. Triethylamin[2]	0,7245 (25°C)	-0,79%	ID113.4
4. Diisopropylether[2]	0,7207 (25°C)	-1,3%	ID36.8
5. Butylamin[2]	0,7406 (25°C)	+1,4%	ID8.5
6. Propyl amin[2]	0,7139 (25°C)	-2,2%	ID94.1
7. Diethylether[1]	0,7137	-2,3%	ID34.5
8. Mesityloxid[2]	0,7478 (25°C)	+2,4%	ID69.7
9. DKD-2AW[1]	0,7482	+2,5%	ID1263.3
10. Dodekan (Findenegg)[1]	0,74879	+2,5%	ID1373.4
11. Dodekan[1]	0,74887	+2,5%	ID1366.2

12. Super Bleifrei¹	0,75222	+3,0%	ID1396.5
13. Super Bleifrei (11251)¹	0,75222	+3,0%	ID1359.7
14. Oktan¹	0,7026	-3,8%	ID85.2
15. Diethylamin²	0,7017 (25°C)	-3,9%	ID32.7

¹Wert für 20°C berechnet, ²tabellierter Referenzwert. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand, Stand 20.06.17.

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.*

……

Bearbeitungshinweis: *In diesem Bericht werden nicht alle verfügbaren Diagramme ausgegeben. Sie können die Ausgabe der Grafiken durch Aktivierung der entsprechenden "Checkboxen" (unter der Registerkarte "Optionen") bewirken.*

Nicht angezeigte Charts bzw. Auswertungskapitel: *Mit Diagramm 3, "Messwerte - Zeitverlauf", werden Messwerte in zeitlicher Form angezeigt. Bei isothermen Bedingungen und längeren Messzyklen können Verläufe beobachtet werden, die die Stabilität der Probe oder der Messbedingungen zur Anzeige bringen.*

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: *Datenbankvorschläge anzeigen, Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.*

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: *sensorische Zusatzdaten + IFG-Ereignisse werden nicht angezeigt.*

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 ±(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 15712, Datenbank imeterData34) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i1'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

IMPro Execution & Audit-Trail

Data createtd during execution of the IMPro *"Flüssigkeitsdichte, 14.10.16, 79406"*, type 8/50. Time Periode of the Accomplishment: Nov., 08. 2016 between 13:13:09 and 19:58:25, elapsed time: seven hours. IMPro finished as projected. The complete Report first was presented on Nov., 08.16 at 19:58. Original data was changed as reported to Audit-Log:

***** CHANGE(ES) IN DATA SHEET - by user IMETER **** Day/Time: 11.11.2016 00:47:06 *****
Flüssigkeit/Vergleich : from] 'Decane' [to] 'Decane (Sigma)'
****

***** CHANGE(ES) IN DATA SHEET - by user IMETER **** Day/Time: 20.06.2017 11:37:04 *****
[1. Constant9 : from] '100,175192' [to] '100,174793'
[2. Constant11 : from] '2,2008' [to] '2,0886'
****

The Number **15712** refers to the Recordset in the Database ***'imeterData34'*** where all Informations can be retrieved at any time.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde zuletzt um 19:48 während dieser Messung justiert. Die letzte vollständige Prüfung der Positioniervorrichtung von ***IMETER*** (ID23903733) erfolgte am 01.03.16. Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität)$^{*)}$ 0,2 mg, Dichte der Justiermasse $\rho_{cal}{}^{*)}$ 8,000 g/cm³, Luftdichte ρ_a vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung $g^{*)}$ 9,80769 m/sec². Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,0051[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 30[min] (BN°3, -10/150°C, 4S, FS15, Offset: -0,0214). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit$^{*)}$ 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.1.9, LizenzN° *3037-4759*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

$^{*)}$: ***Bearbeitungshinweis:*** *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. -* ***Deaktivieren Sie bitte die Ausgabe der Bearbeitungshinweise bei der Erstellung von Prüfberichten!***

Zwei Justierungen der Wägezelle während der Messung:

1.	Zeit: 32,3	[min]	Korrektur: 0,0012 [g]
2.	Zeit: 394,9	[min]	Korrektur: -0,0006 [g]

Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeterData34.cal' gesondert gespeichert).

meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m³]
31,3	46,33	25,25	94,817	1,1007
79,7	46,95	25,58	94,818	1,09928
124,2	45,35	25,44	94,825	1,10013
168,3	43,51	25,39	94,8349	1,10076
214,8	45,21	25,26	94,855	1,10124

273,7	46,25	25,04	94,920	1,10277
393,9	47,24	24,96	94,983	1,10368

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.

……

Nachträgliche Anmerkung(en):

Kommentar: < ***Referenzdaten der Dichte: Landolt-Börnstein Bd.II, Tl.1 (1971), S644. Angabe für T>0°C bis Kp. (F=-29.6°C, Kp 174.1°C). => Clausius, K.: Z. Phys. Chem. (B) 31 (1936) 459.***
Offenbar sind diese Referenzdaten nicht ganz korrekt.
Sicherstellung dieser Bestimmung: Messkörper- und Temperaturkalibrierung werden durch Messungen an Reinstwasser zwischen 12 und 92°C mit ID15672 und ID15675 am 7.10.2016 (4 Wochen zuvor) dargestellt.
Messung in vollverkapselter, versilberter Messzelle mit temperierbarer Abdeckung. Thermostat-Temperierung suboptimal. Im Ablauf des Verfahrens kleine Störung bei -3°C > **Kommentar**

"Kommentare" sind freie Texte, die der Operator zur Dokumentation der Messung hinzufügt. Hier eingebrachte Eingab[illegible] Änderungen werden nicht über das "Audit-Log" verwaltet. (Falls eine z.B. rechtlich wichtige Bemerkung mit Zeit und Name verbindlich festgehalten werden so[illegible]nn sei diese über das 'Bemerkungsfeld' im Datenblatt eingetragen.)

„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

Jeder, der Messreihen zusammenfasst, forscht, auswertet, QS-Statistiken führt etc., kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen. Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das spart Zeit, Geld und Nerven, gibt Sicherheit und fördert Entdeckungen.

IMETER

Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

- *Feststoff- und Flüssigkeitsdichte, Ausdehungskoeffs.*
- *Grenz-, Oberflächenspannung und ~Energie*
- *Viskosität, Rheologie, Konsistenz, Textur*
- *(Aus-)Härtungszeit, Porosität, Sorptivität u.v.a.*
- *freie und spezifische Automationen*

©2017 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme
Verantwortung: Michael Breitwieser,
Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg
Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489
www.imeter.de

IMETER - Dienstleistungen:
www.imeter.de/adienstleistungen.html

Probieren Sie's einfach!