

Beispiel eines Prüfberichts zur Messung der Roh- und Reindichte, der Flüssigkeitsaufnahme und Porosität sowie der Dichte einer nassen Probe



IMETER V.5.5 rev.59

automatic Report (55D61CU16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 10. Nov 17

ID N° 360 - Density of Solids - Dependency on Time

Executed on Sep 27, 2017, by M. Breitwieser

Title: **Ziegel, mäßig gebrannter Ton - gegen dest. Wasser**

Remarks:

Messung der Roh- und Rein- Dichte, der Flüssigkeitsaufnahme und Porosität sowie der Dichte der nassen Probe - am homogenen Keramikstück mit ungestörter Oberfläche. Kubische Probenform, Dicke 8mm. Probe wird per 0.1mm-W-Drahtschlinge gehalten.

Result: **$\rho_{25,0^{\circ}\text{C}} = 2,112 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$**
Terrakotta (P1) 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 25 Mal gemessen. Und indem das Probenvolumen bei gleichbleibender Temperatur mehrfach bestimmt wurde, können zeitliche Effekte beobachtet werden. 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 Probendaten - Terrakotta (P1)

- Angaben für $\vartheta = 24,96 \pm 0,005^{\circ}\text{C}$, Luftdichte bei der Probenwägung $\rho_a = 1,12923 \pm 0,0011 \text{ kg/m}^3$ -

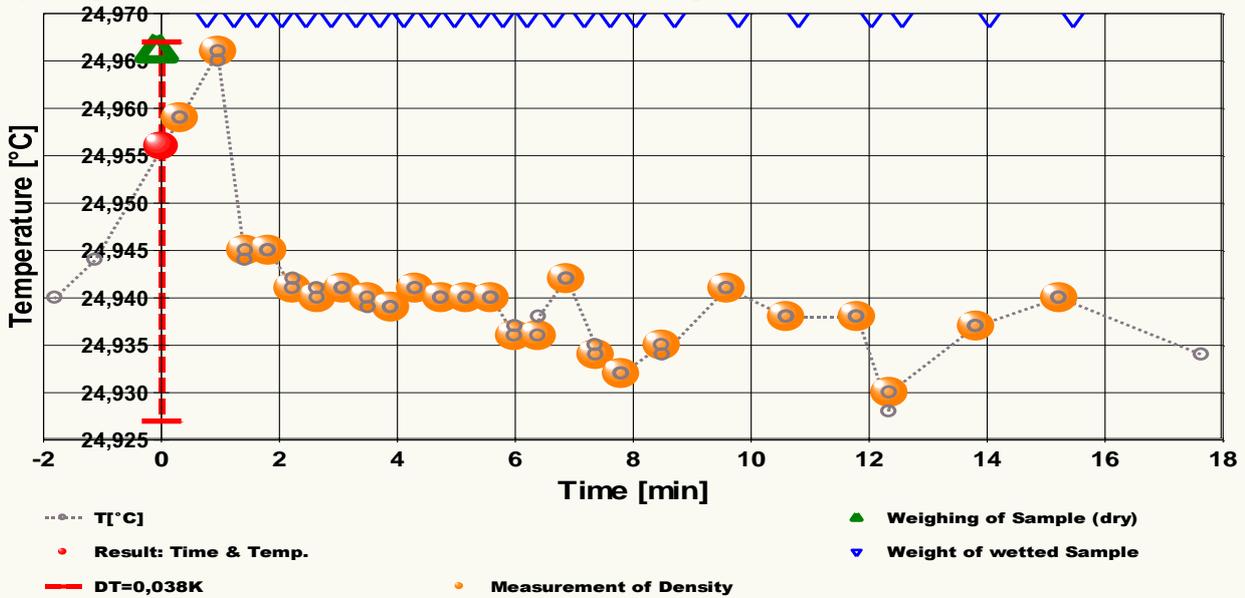
Dichte bzw. Rohdichte*	ρ	2,1119	$\pm 0,0020$	g/cm^3	0,95‰
Probenvolumen*	V	1,881	$\pm 0,0013$	cm^3	0,67‰
scheinbare Masse	m	3,9909	$\pm 0,00027$	g	67 ppm
Wägewert, Probengewicht	W	3,98956	$\pm 0,00026$	g	
relative Dichte	ρ_4^{ϑ}	2,1119	---	ρ_{20}^{ϑ}	2,1157
spezifisches Volumen	v_s	0,47351	cm^3/g		
- Weitere Stoff- und Körpermaßeinheiten zu $\rho_a = 1.20 \text{ kg/m}^3$ und $g = 9.81 \text{ m/s}^2$ -					
konventioneller Wägewert	W_k	3,98923	g		
Gewichtskraft	G	39,1344	mN	39,1210 p	
Wichte, spez. Gewicht	γ	20,718	N/cm^3	20,711 p/cm^3	

Die Aufstellung gibt Materialeigenschaften zusammen mit individuellen Probendaten aus. *Die Unsicherheit für Dichte und Volumen ist durch die jeweilige Standardmessunsicherheit angegeben, im Übrigen gilt der Erweiterungsfaktor $k=2$ für die erweiterte Standardmessunsicherheit (Details dazu finden Sie bitte weiter unten in diesem Prüfbericht). Die (Roh-)Dichte ist näherungsweise für den unbenetzten Zustand berechnet. Die Angabe der Masse als 'scheinbare Masse' drückt die Problematik aus, die sich hier aus ungefüllten neben unzugänglichen Hohlräumen im Probenmaterial ergibt. 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 1,3 mg größer als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 0,3‰. Für die Angabe des 'konventionellen Wägewertes', der 'Gewichtskraft' und der 'Wichte' $\gamma = \rho \cdot g / 9.80665$ ('Pond': $1 \text{ p} = 9.80665 \text{ mN}$) wurde die Probenmasse mit der Standardluftdichte und -fallbeschleunigung umgerechnet. Das spezifische Volumen ist die reziproke Dichte ('wie viele Milliliter ergeben ein Gramm (Masse)'). Die Dichte in der Einheit 'Unces per cubic Inch' (Unzen pro Kubikzoll) beträgt 1,2207 oz/in³. Im Folgenden erhalten Sie Beschreibungen zu den Einzelheiten der durchgeführten Messung.

❖ 25 Dichtemesswerte

Gesamtdauer der Aufzeichnungen in der Messung 20 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 24,93 bis 24,97°C.

(1) Diagramm 'T(t)' - zur Temperatur im Verlauf der Messung:



Im Diagramm "T(t)" 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 kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmesswerten. 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.

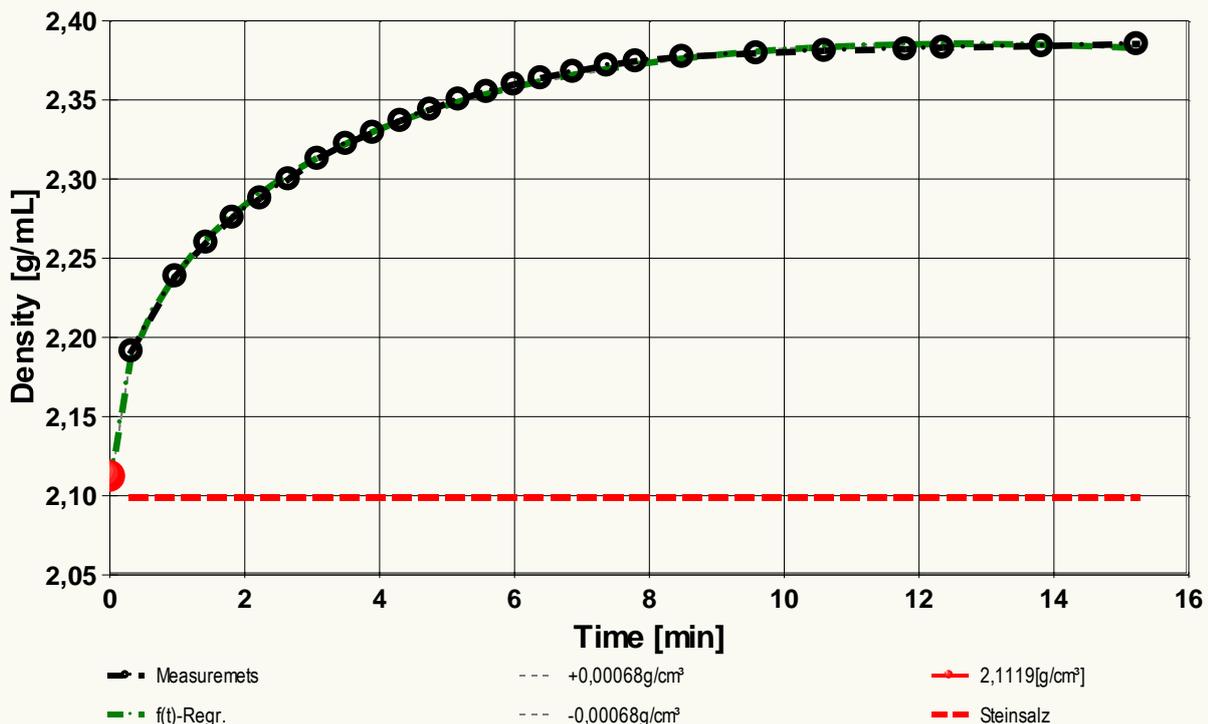
Der Bezugszeitpunkt 'Null'(t⁰) wurde durch das erste Untertauchen der Probe auf 2,0 Minuten nach dem Start des IMPros getriggert.

Das ausgegebene Messergebnis der Dichte wurde aus der Regressionsgleichung über den zeitlichen Verlauf der 25 Einzelergebnisse durch Extrapolation zum Zeitpunkt 0,1 Sekunden erhalten. Grundlage ist die Gleichung:

$$\rho(t) = f(t[\text{min}]) = 2,1055 + 0,15722 \cdot \sqrt{t} - 0,022079 \cdot t \quad (\text{Gl.1})$$

Die Bestimmtheit der Gleichung ist, gemäß Korrelationskoeffizient $r^2=0,9985$, *brauchbar*. Die Standardabweichung σ_e der Gleichung beträgt $2,0 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$ und die Standardabweichung des Mittelwertes $\sigma_{M_e} 4,0 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$. **Vorsicht!** Die im Vergleich zur erweiterten Messunsicherheit ($U_{0,95\%} = 6,8 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$) große empirische Standardabweichung σ_e zeigt eine hohe Wahrscheinlichkeit dafür an, dass unbekannte Einflüsse in der Messung auftraten oder Unsicherheitsangaben in der Fortpflanzung der Messunsicherheiten einer oder mehrerer Eingangsgrößen mit zu kleinem Wert angesetzt sind. Zur Angabe der Messunsicherheit der Dichte wurde im Ergebnis der Wert von σ_e eingesetzt.

(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 Unsicherheitsbereich in Form gestrichelter Linien eingezeichnet. Bei isothermen Bedingungen und längeren Messzyklen können Verläufe beobachtet werden, die die Stabilität der Probe oder ggf. ein 'Wurzel-Zeitgesetz' zur Sorptionsgeschwindigkeit zeigen.

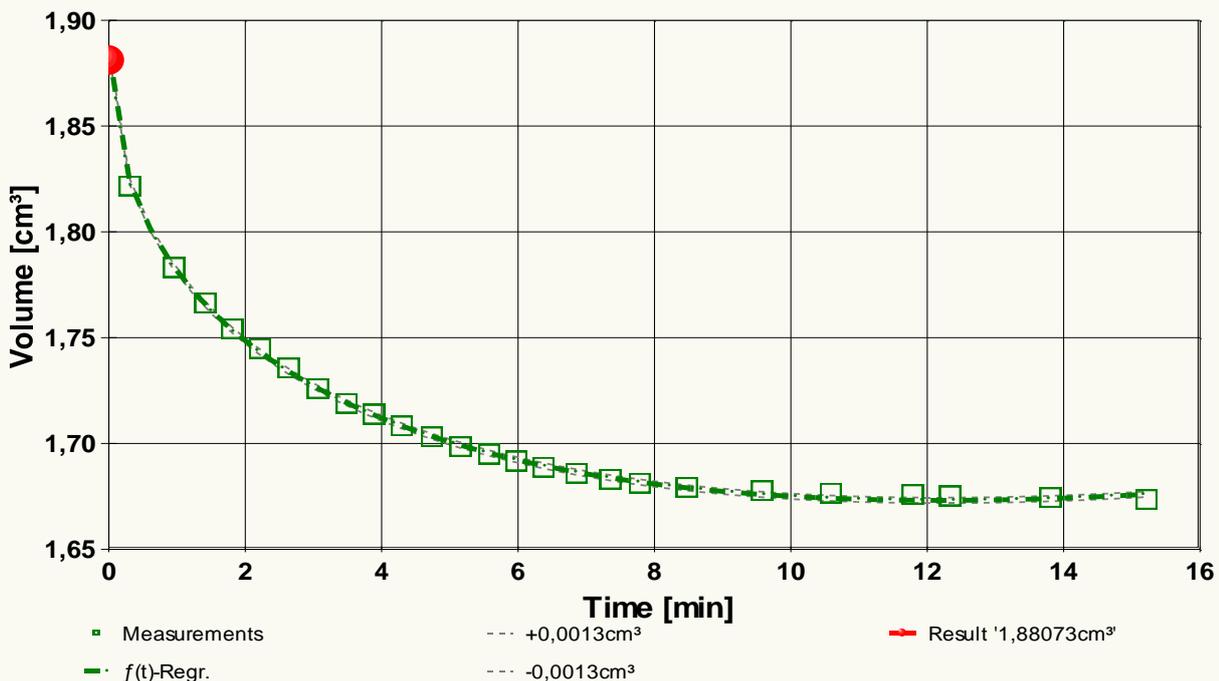
(3) Datentabelle - Zusammenstellung der Roh- und Ergebniswerte:

N°	t [min]	θ [°C]	ρ _{Fl} [g/cm ³]	ρ _{Probe} [g/cm ³]	V _{Probe} [cm ³]	Δt _{Akqu.} [s]	ΔT [K]	Δρ _{Probe} [g/cm ³]	N
1.	0,3	24,959	0,99706	2,19124	1,8213	0,0	-0,001	-7,4E-4	2
2.	1,0	24,966	0,99706	2,23866	1,7827	0,6	-0,004	-1,5E-5	2
3.	1,4	24,945	0,99706	2,25989	1,7660	0,6	0,005	2,3E-4	2
4.	1,8	24,945	0,99706	2,27567	1,7537	0,6	-0,005	1,4E-4	2
5.	2,2	24,941	0,99706	2,28782	1,7444	0,0	0,001	-7,9E-5	2
6.	2,6	24,940	0,99706	2,29990	1,7353	0,6	0,000	-5,9E-4	2
7.	3,1	24,941	0,99706	2,31285	1,7255	0,6	0,001	-2,2E-4	2
8.	3,5	24,940	0,99706	2,32228	1,7185	0,0	0,000	-8,1E-5	2
9.	3,9	24,939	0,99706	2,32924	1,7134	0,6	-0,001	3,0E-4	2
10.	4,3	24,941	0,99706	2,33679	1,7079	0,6	0,001	-4,0E-4	2
11.	4,7	24,940	0,99706	2,34386	1,7027	0,6	0,000	3,3E-4	2
12.	5,2	24,940	0,99706	2,35027	1,6981	0,0	0,000	5,6E-5	2
13.	5,6	24,940	0,99706	2,35517	1,6945	0,6	0,000	3,1E-4	2
14.	6,0	24,936	0,99706	2,35977	1,6912	0,0	-0,004	3,1E-4	2
15.	6,4	24,936	0,99706	2,36372	1,6884	0,0	-0,004	4,9E-4	2
16.	6,9	24,942	0,99706	2,36779	1,6855	0,0	0,002	5,5E-4	2
17.	7,4	24,934	0,99707	2,37176	1,6827	0,6	-0,006	5,2E-4	2
18.	7,8	24,932	0,99707	2,37442	1,6808	0,0	0,002	7,0E-4	2
19.	8,5	24,935	0,99707	2,37719	1,6788	0,0	0,005	2,6E-4	2
20.	9,6	24,941	0,99706	2,37946	1,6772	0,6	0,001	1,9E-4	2
21.	10,6	24,938	0,99706	2,38103	1,6761	0,0	-0,002	3,8E-4	2
22.	11,8	24,938	0,99706	2,38197	1,6755	0,6	-0,002	6,0E-4	2
23.	12,3	24,930	0,99707	2,38299	1,6748	0,6	0,000	3,1E-4	2
24.	13,8	24,937	0,99706	2,38399	1,6741	0,6	-0,003	3,0E-4	2
25.	15,2	24,940	0,99706	2,38530	1,6731	0,6	-	-	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 Start des Messprogramms in Minuten an, θ die Temperatur von Probe und Flüssigkeit in Celsiusgraden und ρ_{Fl} ist die zugehörige Flüssigkeitsdichte in g/cm³, die den Maßstab der Messung darstellt. Die dazu ermittelte Probendichte ρ_{Probe} 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_{Akqu.}, die in Sekunden angegeben ist. Im selben Zeitraum kann sich die Temperatur ändern (Angabe ΔT in Temperaturgraden) und auch die Dichte der Probe Δρ_{Probe} (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_{Akqu.} 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.

❖ Chronologische Entwicklung des Probenvolumens

(4) Diagramm 'abs. Volumen' - Volumen der Probe im Zeitverlauf:



Die Darstellung "abs. Volumen" zeigt die einzelnen Messwerte zum jeweils berechneten Volumen der Probenmenge im Zeitverlauf. Neben den als Quadrate eingetragenen Volumenwerten ist der Verlauf der Ausgleichsfunktion und der Messunsicherheit des Volumens durch gestrichelte Linien abgebildet. Der im Ergebnis ausgewiesene Ergebniswert zum Volumen ist als Kugel eingetragen.

Der Verlauf der Messwerte zum Körper- bzw. Probenvolumen mit der Messzeit wird durch die folgende Gleichung angepasst:

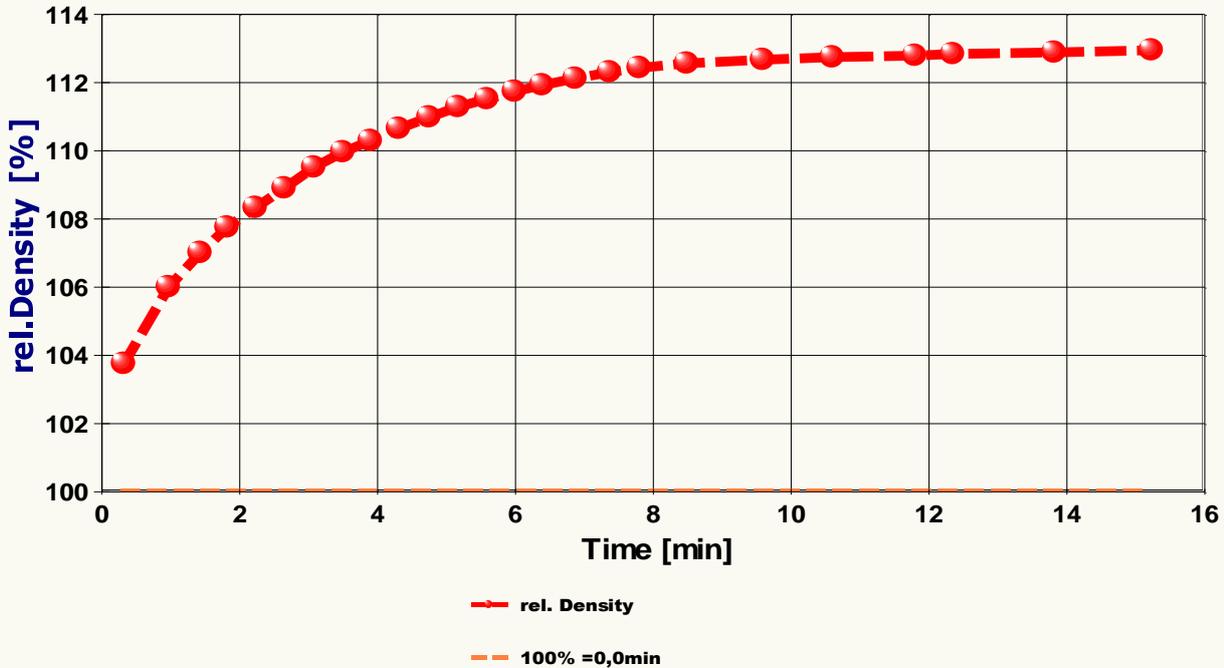
$$V_i[\text{cm}^3] = f(t[\text{min}]) = 1,88567 - 0,121665 \cdot \sqrt{t} + 0,0174102 \cdot t \quad (\text{Gl.2})$$

$$r^2 = 0,99902, \sigma_V = 1,25 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3, \sigma_{V\text{rel.}} = 0,59\%, \sigma_{VM} = 2,6 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^3.$$

Die erweiterte Messunsicherheit für das Probenvolumen beträgt $5,1 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^3$ und unterschätzt die empirische Streuung! Als Messunsicherheit wird daher σ_V eingesetzt.

Die Behandlung des Volumens betrifft besonders diejenigen Fälle, in welchen die Volumeneigenschaft bestimmter Artefakte bzw. Prüfkörper in Frage steht. So kann mittels der Messzeitfunktion eine rationale Handhabung dieser individuellen Eigenschaft ermöglicht werden.

(5) Diagramm 'relative Dichteänderung (N)' - die relative Dichteänderung:



Im Diagramm "relative Dichteänderung (N)" wird die im Verlauf eingetretene Dichteänderung in einer normalisierten Anzeige präsentiert. Die kugelförmigen Marken zeigen zu den einzelnen Dichtemesswerten deren relative Abweichung zum '100%-Wert bei 0,0 min, dem Angabewert (2,1119 g/cm³).

❖ Zusammenfassung zur Messunsicherheit der Einzelwerte

Vorsicht! Der Ergebnis-Dichtewert wurde durch Extrapolation bestimmt. Die Unsicherheit ist nicht automatisch einschätzbar.

Messunsicherheit der Dichte - aus der Fortpflanzung der Messunsicherheiten der Eingangsgrößen

nach dem Modell: $\rho_{\text{Probe}} = (W_2 \cdot \rho_a - W_1 \cdot \rho_{\text{Fl}}) / (W_2 - W_1)$ (Gl.3)

i	X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i)$ [g/cm³]	v_i	
1	W_1	g	3,98956	$1,33 \cdot 10^{-4}$	-0,786	$1/\text{cm}^3$	$-1,05 \cdot 10^{-4}$	∞
2	W_2	g	2,2874	$2,12 \cdot 10^{-4}$	1,37	$1/\text{cm}^3$	$2,91 \cdot 10^{-4}$	24
3	ρ_a	g/cm³	0,0011292	$1,10 \cdot 10^{-6}$	-1,34	---	$-1,48 \cdot 10^{-6}$	∞
4	ρ_{Fl}	g/cm³	0,997063	$5,86 \cdot 10^{-5}$	2,34	---	$1,37 \cdot 10^{-4}$	∞
Y	ρ_{Probe}	g/cm³	2,3354	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		$3,38 \cdot 10^{-4}$	$v_{\text{eff}} = 43$	

Angabe der erweiterten Messunsicherheit U_ρ aus der kombinierten Standardmessunsicherheit ($u_\rho 3,38 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$) mit dem Erweiterungsfaktor $k_{95} = 2,02$. Die Werte der Probendichte liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall $\pm 6,8 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ bzw. im Bereich $\pm 0,29\%$ des Messwertes.

Die verwendeten Symbole entsprechen der Nomenklatur des 'GUM' (JCGM 100:2008). Die aufgeführten Eingangsgrößen werden als normalverteilt behandelt. Es bedeuten W_1 das Symbol für die Zufallsvariable X_1 , des Wägewerts der Probe; ihr Wert beträgt x_1 g mit der beigeordneten Standardunsicherheit $u_1(x_1)$. Der Sensitivitätskoeffizient c_1 wird aus der partiellen Ableitung der Modellgleichung (Gl.3) nach X_1 mit der Variablen x_1 berechnet. Die Wurzel der summierten Varianzen u_c liefert die kombinierte Standardmessunsicherheit der Feststoffdichte (Y_{Probe}). W_2 steht für die Auftriebswägungen in der Flüssigkeit. Für die Berechnung von x_2 wird der Mittelwert der Wägungen eingesetzt. Die Standardunsicherheit $u_2(x)$ 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_2 fest (Anzahl - 1 = 24). Die Eingangswerte x_1 und $u_1(x)$ für das Probengewicht W_1 wurden im Messablauf bestimmt; weitere Einzelheiten sind in den folgenden Abschnitten angegeben. Das Zeichen ρ_a steht für die Luftdichte; ihr zugehöriger Größenwert x_3 und $u_3(x)$ wurde zur Messung angegeben. Das Symbol ρ_{Fl} steht für die Dichte der Messflüssigkeit. Der für ρ_{Fl} in x_4 eingesetzte Wert ist der Mittelwert der Flüssigkeitsdichteangaben, wobei $u_4(x)$ 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_{eff}) 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_{99} wird der Faktor 2,70 erhalten; Dichtewerte liegen mit nahe 99%iger Wahrscheinlichkeit im Überdeckungsintervall $\pm 9,1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$.

Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:

$$m_{\text{Probe}} = W_1 \cdot (1 - \rho_a / \rho_{\text{cal}}) / (1 - \rho_a / \rho_{\text{Probe}}) \quad (\text{Gl.4})$$

<i>i</i>	<i>X_i</i>	<i>x_i</i>	<i>u(x_i)</i>	<i>c_i</i>		<i>c_i · u(x_i) [g]</i>	<i>v_i</i>	
1	<i>W₁</i>	g	3,9896	$1,33 \cdot 10^{-4}$	1,00	---	$1,33 \cdot 10^{-4}$	-
2	ρ_a	g/cm ³	0,0011292	$1,10 \cdot 10^{-6}$	1,21	cm ³	$1,33 \cdot 10^{-6}$	-
3	ρ_{cal}	g/cm ³	8,000	$8 \cdot 10^{-3}$	$7,04 \cdot 10^{-5}$	cm ³	$5,63 \cdot 10^{-7}$	-
4	ρ_{Probe}	g/cm ³	2,3354	$3,38 \cdot 10^{-4}$	$-8,27 \cdot 10^{-4}$	cm ³	$-2,80 \cdot 10^{-7}$	-
Y	<i>m_{Probe}</i>	g	3,9909	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		$1,33 \cdot 10^{-4}$	<i>v_{eff}</i>	-

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$. Die Masse der Probe m_{Probe} wird zu 3,9909 $\pm 2,7 \cdot 10^{-4}$ g bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 67 ppm.

Die Standardmessunsicherheit von ρ_{Probe} ist die kombinierte Standardmessunsicherheit der Dichtemessung im vorigen Abschnitt. Das Symbol ρ_{cal} steht für die Dichte des Kalibriergewichtes der Waage.

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

$$u(V_{\text{Probe}}) = \sqrt{(u(m_{\text{Probe}}) / \rho_{\text{Probe}})^2 + (-m_{\text{Probe}} \cdot u(\rho_{\text{Probe}}) / \rho_{\text{Probe}}^2)^2} = 0,00025 \text{ cm}^3 \quad (\text{Gl.5})$$

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ angegeben, sie beträgt 0,00051 cm³ bzw. relativ 0,3‰.

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 ρ_{Fl} wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur ϑ berechnet:

$$\rho_{\text{Fl}} = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = (6.5592063\text{E-}05 \cdot \vartheta^5 - 1.1225639\text{E-}02 \cdot \vartheta^4 + 1.0026530 \cdot \vartheta^3 - 90.968893 \cdot \vartheta^2 + 679.48991 \cdot \vartheta + 9998425.9) / 1\text{E}7 \quad (\text{Gl.6})$$

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte $u(\rho_{\text{Fl}})$ wurden vom Prüfer individuell zur Messung festgelegt ($u(\rho_{\text{L,Equ.}}) = 5,00 \cdot 10^{-5}$ g/cm³) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur ($u(\rho_{\text{L,Temp.}}) = 3,06 \cdot 10^{-5}$ g/cm³) bestimmt und belaufen sich damit auf $5,86 \cdot 10^{-5}$ g/cm³.

Die Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte wird durch die Präzision der Temperaturangabe wesentlich mitbestimmt. Neben der vom System vorgegebenen Messunsicherheit der Temperatur (0,0051 K) wird die während der Messung registrierte Schwankung von (1,94E-3 K) berücksichtigt. Zusätzlich wird eine durch den Prüfer (oder das IMPRO) explizit gesetzter Temperatur Schwankungsbereich von $\pm 0,2$ K zur Gesamtunsicherheit verarbeitet.

❖ Probenhandhabung und Messtechnik

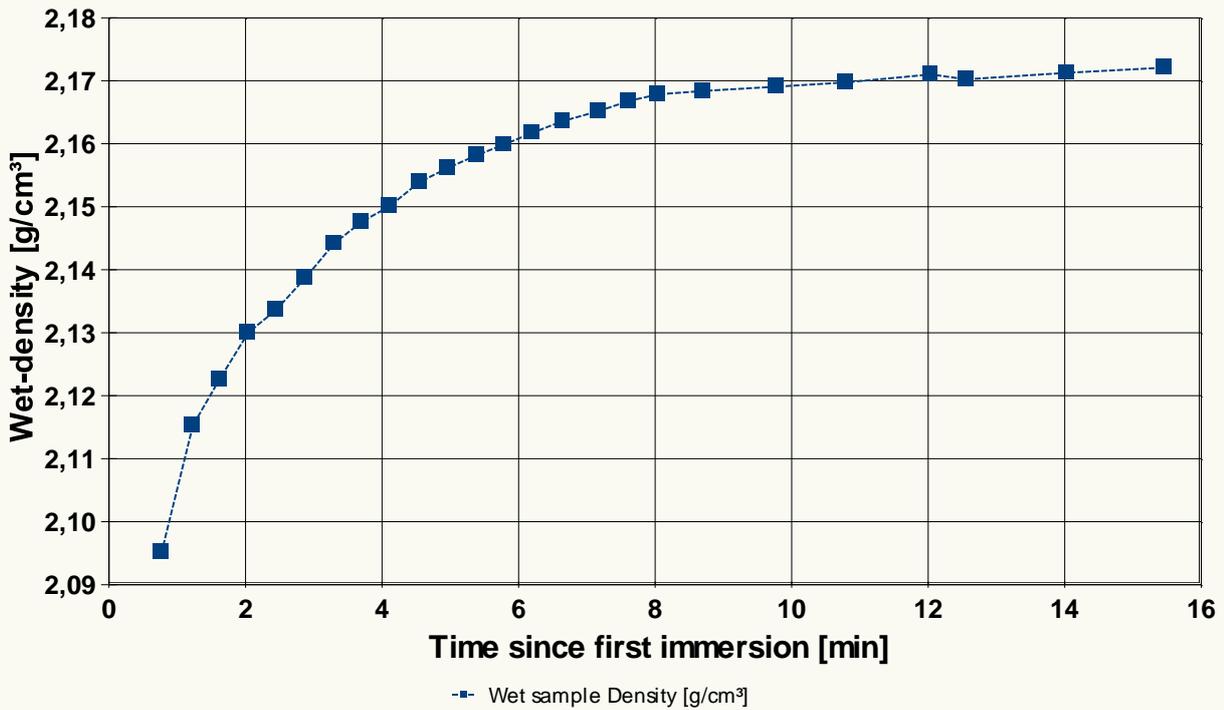
Die Gewichtsbestimmung der Probe zu 3,98956 g erfolgte auf dem System am Beginn des Messablaufs; die Messunsicherheit wurde aus den Umständen der Wägung zu 0,133 mg bestimmt. Der Auftrieb der Probe wurde unmittelbar und ohne weitere Hilfsmittel bestimmt - der Prüfkörper wurde direkt mit der Kraftleitung verbunden. Ein Korrekturwert zur Berücksichtigung von Meniskuskraft und Suspensionsauftrieb ist im Datenblatt mit dem Betrag 0,3 mg ausgewiesen. Die Unsicherheit des Korrekturwertes trägt mit $\pm 0,2$ 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 $u(W\Delta_W) = 0,12 \text{ mg}$, Linearität der Anzeige $u(W\delta_{\text{Lin.}}) = 3,6 \mu\text{g} / \sqrt{3}$, Justier/Kalibrierreferenz, OIML E2, $u(W\delta_{\text{mcal}}) = 0,38 \mu\text{g} / 2$, Temperaturunterschied bei Wägung und Justierung, 1 ppm pro K, $u(W\Delta_{\text{Tcal}}) = 2 \mu\text{g} / \sqrt{3}$, Zeit seit letzter Justierung, 50 $\mu\text{g}/\text{Tag}$, $u(W\Delta_{\text{Tcal}}) = 0,87 \mu\text{g} / \sqrt{3}$. - und entsprechende Messunsicherheitsbeiträge bei der Auftriebswägung als Rückkopplung zu $u(W_2) \Rightarrow$ Unsicherheitsbeiträge der Auftriebswägung, kurz: $u(W\delta_{\text{Rep.}}) = 50 \mu\text{g} / \sqrt{3}$, $u(W\delta_{\text{Zero}}) = 0,10 \text{ mg} / \sqrt{3}$, $u(W\Delta_W) = 0,16 \text{ mg} / \sqrt{25}$, $u(W\delta_{\text{Lin.}}) = 2,1 \mu\text{g} / \sqrt{3}$, $u(W\delta_{\text{mcal}}) = 0,66 \mu\text{g} / 2$, $u(W\Delta_{\text{Tcal}}) = 1,1 \mu\text{g} / \sqrt{3}$, $u(W\Delta_{\text{Tcal}}) = 0,87 \mu\text{g} / \sqrt{3}$.

❖ Flüssigkeitsaufnahme und Porosität von Terrakotta (P1)

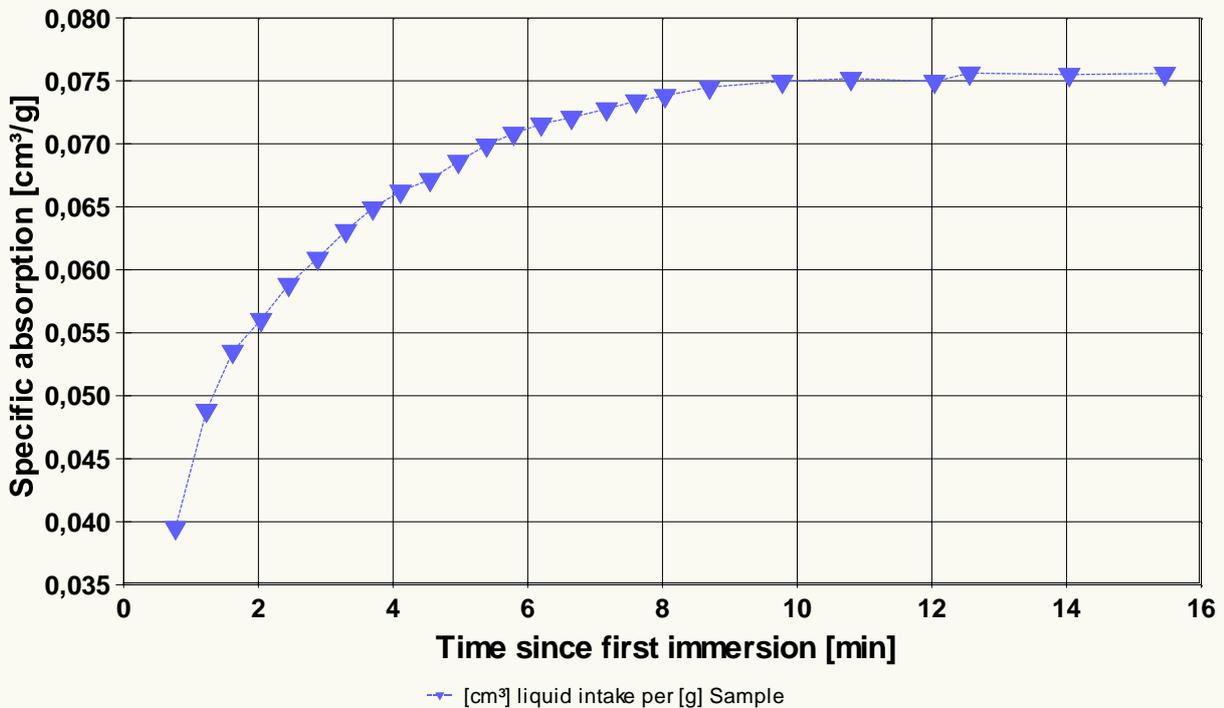
Im Messablauf wurde die Probe nach jeder Auftriebsmessung über die Oberfläche der Flüssigkeit herausgehoben und das Gewicht der zuvor untergetauchten Probe bestimmt. Damit stehen zusätzlich Messdaten zur Charakterisierung der Wechselwirkung zwischen **Terrakotta (P1)** und **Wasser** zur Verfügung.

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



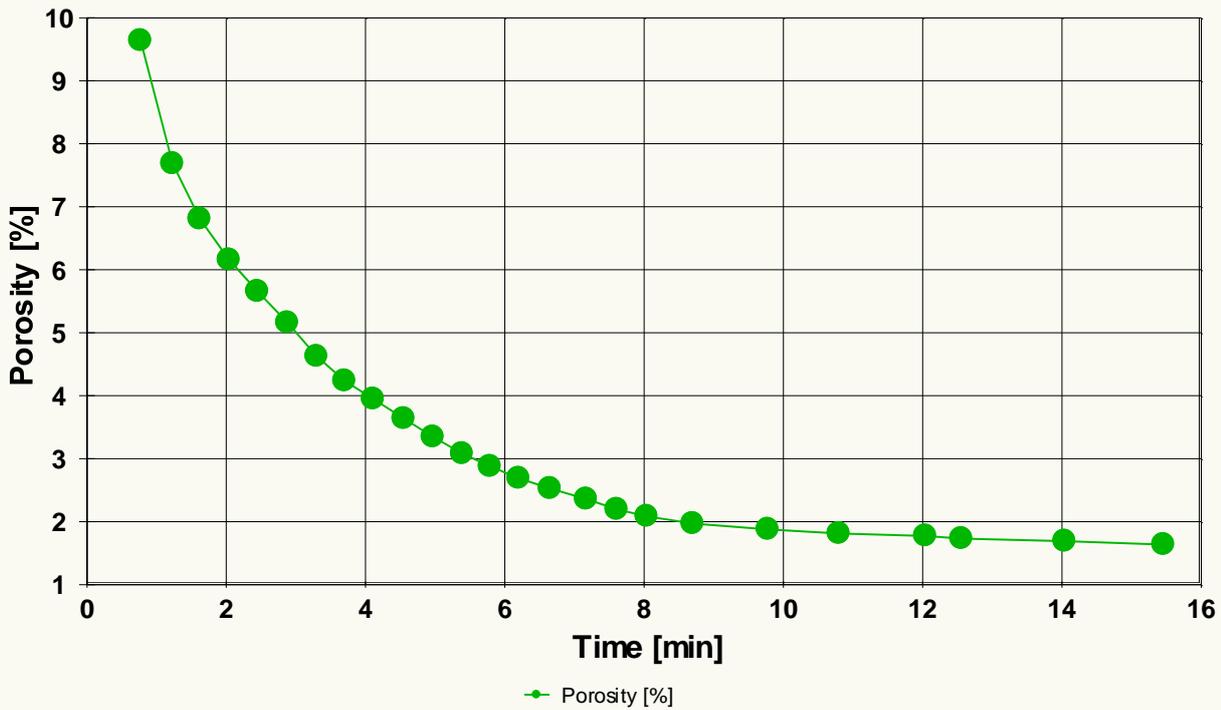
Im Diagramm "Apparent wet density [g/cm³]" wird der zeitliche Verlauf der Nass-Dichte der mit Wasser getränkten Probe gezeigt. Der jeweilige 'Nass-Dichtewert' wird berechnet als Gesamtgewicht pro Gesamtvolumen, d.h. Gewicht der Probe + Gewicht der Flüssigkeit pro Volumen der Probe + Volumen der Flüssigkeit ($\Psi_{\text{spec.}} = W_t / (V_{\text{Fl}} + V_{\text{Probe}})$). Vgl. Tabelle: ' $\Psi_{\text{spec.}}$ '.

(7) Diagramm 'Specific absorption [cm³/g]' - spezifische Flüssigkeitsabsorption



Das Diagramm "Specific absorption [cm³/g]" zeigt die spezifische Flüssigkeitsaufnahme pro Gramm Terrakotta (P1) im zeitlichen Verlauf. Also 'Wieviel Wasser wird pro Gramm Terrakotta (P1) aufgenommen. $\Psi_{\text{spec.}} = V_{\text{Fl}} / W_{\text{Probe}}$ (mit $W_{\text{Probe}} = 3,98956 \text{ g}$) Vgl. Tabelle: ' $\Psi_{\text{spec.}}$ '.

(8) Diagramm 'Porosity [%]' - Porosität



Mit dem Diagramm "Porosity [%]" wird der Verlauf der Porosität dargestellt. Sie drückt das relative Verhältnis von Hohraumvolumen V_{Hohl} zum Probengesamtvolumen V_{Gesamt} aus. Die Berechnung erfolgt gemäß $\Phi_V = 100\% \cdot (V_{\text{Hohl}} / V_{\text{Gesamt}}) = 100\% \cdot (1 - \rho_{\text{Probe}} / \rho^0)$. Mit ρ_{Probe} dem jeweiligen Dichtewert aus der Auftriebsmessung und ρ^0 , dem Dichtewert des reinen, porenfreien Probenmaterials ('Reindichte'). Vgl. Tabelle: ' Φ_V '.

Die Probe wurde 25mal aus der Flüssigkeit herausgezogen und gewogen. Damit können Gewichtsveränderungen gegenüber dem Startgewicht ausgewiesen werden. Die Tabelle gibt in zeitlicher Abfolge in der Spalte W_t den Wägewert der nassen Probe an und mit ΔW die Gewichtsveränderung gegenüber dem Ausgangsgewicht. Diesem Gewichtszuwachs entspricht das Flüssigkeitsvolumen V_{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. ρ_{wet} ist die Dichte der benetzten Probe. Mit Φ_V wird die Porosität ausgewiesen, die durch die Angabe der Reindichte des Probenmaterials (**2,425 g/cm³**) berechenbar ist.

N°	t	W_t	ΔW	V_{Fl}	$\Psi_{\% \text{rel.}}$	$\Psi_{\text{spec.}}$	ρ_{wet}	Φ_V
	[min]	[g]	[g]	[cm ³]	[%]	[cm ³ /g]	[g/cm ³]	[%]
1.	0,8	4,1473	0,1577	0,1582	52,3	0,03953	2,095	9,6
2.	1,2	4,1844	0,1948	0,1954	64,6	0,04884	2,115	7,7
3.	1,6	4,2031	0,2135	0,2142	70,8	0,05352	2,123	6,8
4.	2,0	4,2132	0,2236	0,2243	74,2	0,05605	2,130	6,2
5.	2,5	4,2243	0,2347	0,2354	77,8	0,05884	2,134	5,7
6.	2,9	4,2326	0,2430	0,2437	80,6	0,06091	2,139	5,2
7.	3,3	4,2413	0,2518	0,2525	83,5	0,0631	2,144	4,6
8.	3,7	4,2485	0,2590	0,2597	85,9	0,06491	2,148	4,2
9.	4,1	4,2538	0,2643	0,2650	87,6	0,06624	2,150	3,9
10.	4,6	4,2575	0,2680	0,2688	88,9	0,06717	2,154	3,6
11.	5,0	4,2633	0,2737	0,2745	90,8	0,0686	2,156	3,3
12.	5,4	4,2684	0,2789	0,2797	92,5	0,0699	2,158	3,1
13.	5,8	4,2721	0,2826	0,2834	93,7	0,07083	2,160	2,9
14.	6,2	4,2751	0,2855	0,2864	94,7	0,07157	2,162	2,7
15.	6,7	4,2772	0,2876	0,2885	95,4	0,07209	2,164	2,5
16.	7,2	4,2799	0,2903	0,2912	96,3	0,07277	2,165	2,4
17.	7,6	4,2824	0,2928	0,2937	97,1	0,0734	2,167	2,2
18.	8,0	4,2841	0,2945	0,2954	97,7	0,07383	2,168	2,1
19.	8,7	4,2868	0,2972	0,2981	98,6	0,0745	2,168	2,0
20.	9,8	4,2886	0,2990	0,2999	99,2	0,07496	2,169	1,9
21.	10,8	4,2895	0,2999	0,3008	99,5	0,07518	2,170	1,8
22.	12,0	4,2886	0,2990	0,2999	99,2	0,07496	2,171	1,8
23.	12,6	4,2912	0,3017	0,3026	100	0,07561	2,170	1,7
24.	14,0	4,2908	0,3012	0,3021	99,9	0,0755	2,171	1,7
25.	15,5	4,2911	0,3015	0,3024	100	0,07558	2,172	1,6

Die Tabelle unten zeigt die besten Treffer in der Datenbank und deren prozentuale Abweichung zum Dichtemesswert. Einige der Referenzeinträge sind mit Zusatzinformationen versehen. Bei Mineralien werden oft die Mohs-Härte 'MH', Strichfarbe 'SF', metallischer/nichtmetallischer Glanz 'mG/nmG' und andere Angaben ausgegeben. .

Vergleichstabelle

--- REFERENZ -----	g/cm ³ -----	ABWEICHUNG -----	INFO -----
1. Kainit ²	2,1	-0,56%	KMgCl SO ₄ , monoklin, SF weiss, nmG, MH 2-3
2. Natriumglutamat ²	2,1	-0,56%	wiki (es)
3. Steinsalz ¹	2,1	-0,62%	SF weiss, nmG, MH 1-2
4. NaCl (imeter) ¹	2,0890	-1,1%	Nach Messung 7190-7192, unreine Probensubstanz
5. FEP/PFA ²	2,15	+1,8%	
6. Desmin ²	2,15	+1,8%	Stilbit, Blätterzeolith, 2.1 - 2.2, SF weiss, nmG, MH 3...
7. Schwefel ²	2,07	-2,0%	SF gelb bis braun, nmG, MH 1-2
8. Schwefel, orthorhombisch ²	2,067 (25°C)	-2,1%	
9. NaCl (Kochsalz) ¹	2,161	+2,3%	Wikipedia NaCl bei 25°C, Ausdehnungskoeff. Kuchling
10. Heulandit ²	2,17	+2,8%	theo., p:2.2-2.3, SF weiss, nmG, MH 3.5-4

¹Wert für 24,956°C berechnet, ²tabellierter Referenzwert. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand, Stand 11.11.17.

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.

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 360, Datenbank imeter-Beispiele) 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 created during execution of the IMPro "Solid & Absorbing-II, 26,09,17, 63912", type 9/34. Time Period of the Accomplishment: Sep., 27. 2017 between 09:48:15 and 10:08:21, elapsed time: 20 minutes. IMPro break by user in command line N°161. The complete Report first was presented on Nov., 11.17 at 11:43. 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 1,1292 [kg/m³] (At 09:48:27), Temperature of the Weighing cell is 23 [°C]. The state of the weighing cell was validated 0 hours ago at a cell temperature of 22,5°C.

Start of this IMPro 09:48:15, - **Backup of individual IMPro configuration, as follows:**

IMPro using 'Drop fetching' (measurement of liquid absorption) - Criteria: MinimumRuntime: 5 [min], MaximumRuntime 10000 [min].; Criterion_StdDev_to_End_IMPro 0,025 [%], Position_insertSample 76mm, Position_Above_Surface 80mm, Position_MeasureDensity 125mm. Up_StopTime 0s, Dive_StopTime_after 0s, Max_Dive_StopTime_before 180s. used Devices: automatic Thermostat: 0, external Mettler Balance: 0.

Weight of the utils to fix the sample: 15,07 [g]

Determination of the Correction Force = 0,30 \pm 0,2[mg], Complete Weight of the utils and Sample: 19,05956 [g], Time "0" - first immersion of the Sample 2,02 [min] after IMPro Start.

End-Weight of the utils, sample: 19,3832 [g] (loss of material, adhering or absorbed Liquid, ...)

IMPro stopped by user

KOPIERT AUS DER DATENBANK imeterData34, N° 16645 von IMETER, Am 10.11.17 um 11:39

The Number **360** refers to the Recordset in the Database '*imeter-Beispiele*' where all Informations can be retrieved at any time.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde 0,4 Stunden vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert. Die letzte vollständige Prüfung der Positioniervorrichtung von **IMETER** (ID23903733) erfolgte am 19.05.16. **Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,00 g/cm³, Luftdichte ρ_a vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/sec². Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit \pm 0,0051[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 30[min] (BN°2, -25/150°C, 4S, FS15, Offset: -0,0226). Die

Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.1.32, LizenzN° *3037-4759*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m ³]
0,2	62,511	22,22	96,347	1,12923

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: < Bei den Messungen zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit der Änderungsgeschwindigkeiten vom Oberflächen-Volumenverhältnis der Probe. Eine bessere Schätzung der Rohdichte könnte durch Verwendung von Glycerin, Dodekan, Tetradekan oder eines anderen höherviskosen Fluids erreicht werden. Die Rohdichte ist bei 2.1 g/cm³ - insofern würde dieses Material z.B. in einem Windsichter oder Zyklon von Steinsalz nicht gut abtrennbar sein. Die Bestimmung der Porenradien aus der Sorptionsgeschwindigkeit gemäß Washburn-Gleichung (bzw. IMETER M7) bedürfte der Kenntnis der genauen Oberfläche. > **Kommentar**

"Kommentare" sind freie Texte, die der Operator zur Dokumentation der Messung hinzufügt.

Report created by IMETER



„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.



Messtechnik - intelligent! nachhaltig! Zusammengefasst!

- ◆ [Feststoff- und Flüssigkeitsdichte](#), [Ausdehnungskoeffizienten](#)
- ◆ [Grenz-, Oberflächenspannung](#) und [Kontaktwinkel](#)
- ◆ [Viskosität](#), [Rheologie](#), [DiVA](#), [Konsistenz](#), [Textur](#)
- ◆ [Porosität](#), [Sorptivität](#), [Oberflächenenergie](#) 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](#)
Probieren Sie's einfach einmal!

