Messung der *Feststoffdichte*

an Pulvern, Granulaten, Pasten oder Flüssigkeiten
… und porösen Feststoffen

Dichtemessung poröser Festkörper am Beispiel eines Sintermetallteils

Die Dichtemessung bei porösen Stoffen ist eine besondere Aufgabe, die mit IMETER auf verschiedene Art gelöst werden kann. In diesem Anwendungsbeispiel wird die Dichte eines Sintermetallkörpers nach der hydrostatischen Methode gemessen. Die so gemessene *Dichte* des Körpers gibt Hinweise darüber, ob das verpresste und gesinterte Eisenpulver im Bauteil homogen verteilt ist bzw. welche Porosität vorliegt. Eine weitere Kenngröße, die dabei zusätzlich ermittelt werden kann, kann über die Qualität der Aggregation der Partikel im Bauteil Rückschlüsse erlauben. Die Methode ist entsprechend auch für 3D-Druckteile und Keramiken anwendbar.

Wie geht das also, die Dichte eines Körpers durch die Volumen-Auftriebsmethode messen, wobei sich doch der Auftrieb durch das Eindringen der Flüssigkeit ändert?

Der Auftrieb wird mehrfach bestimmt. Es ergibt sich mit dem Eindringen der Flüssigkeit ein zeitlicher Verlauf, der sich gesetzmäßig verhält und den Zeitpunkt 0 durch Extrapolation zu berechnen ermöglicht. Die Veränderung des Auftriebs bildet das Zeitgesetz der Flüssigkeitssorption in poröse Materialien ab (Washburn-Methode) und ermöglicht dadurch sogar Aussagen über die Kapillarstruktur des Probenmaterials. Der Nachfolgend wiedergegebene, vollständige Prüfbericht, dokumentiert die hydrostatische Dichtemessung an dem relativ kleinen Prüfkörper, erklärt die Ermittlung und begründet die Genauigkeit der Ergebnisse.

©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 Modellierspracheum 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.

IMETER V.5.5 rev.26
automatic Report (BF22DCQ16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, date 01 27.17

ID N° 15961 - Density of Solids - Dependency on Time

Executed on Dez 19, 2016, by M. Breitwieser

Title: **Sintermetall, Zahnrad (ferromagnetisch)**

Remarks:
Werkstück per Magnethalter aufgehängt - ohne Meniskuseliminiertechnik. Vor jedem Dichtemesswert wird die Probe herausgezogen und wieder untergetaucht - so werden alle Blasen von der Oberfl. entfernt (Exakt gleiche Tauchtiefe und rec. Kontaktw. an Susp.).

Result: $\varrho_{25,0°C}$ **= 6,293 ±0,002 g/cm³**
Sample measured in '*Wasser*' (calibration transfer)

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 19 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 - Sintermetall, Zahnrad (ferromagnetisch)

- Angaben für ϑ = 25,00 ±0,005°C, Luftdichte bei der Probenwägung ρ_a = 1,12448 ±0,0011 kg/m³ -

Dichte *bzw. Rohdichte*	ϱ	**6,2929**	**± 0,0023**	**g/cm³**	**0,37‰**
Probenvolumen	V	**2,6565**	**± 0,00098**	**cm³**	**0,37‰**
scheinbare Masse	m	**16,71683**	**± 0,00016**	**g**	**9,7 ppm**
Wägewert, Probengewicht	W	**16,7162**	**± 0,00016**	**g**	
relative Dichte	ϱ_4^{ϑ}	**6,2930**	**---**	ϱ_{20}^{ϑ} 6,3042	
spezifisches Volumen	v_s	**0,15891**	**cm³/g**		

- Weitere Stoff- und Körpermaßeinheiten zu ρ_a = 1.20 kg/m³ und g = 9.81 m/s² -

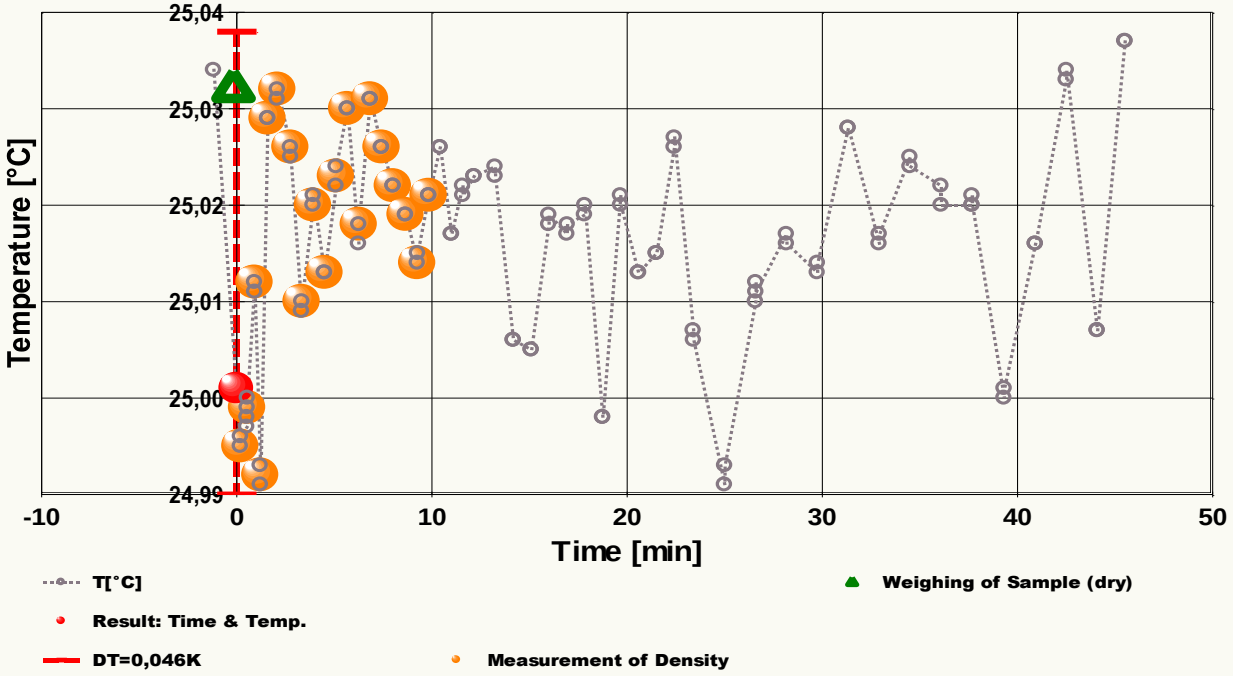
konventioneller Wägewert	W_k	**16,7162**	**g**	
Gewichtskraft	G	**163,985**	**mN**	163,929 p
Wichte, spez. Gewicht	γ	**61,733**	**N/cm³**	61,712 p/cm³

Die Aufstellung gibt Materialeigenschaften zusammen mit individuellen Probendaten aus. Die Messunsicherheiten sind mit dem Erweiterungsfaktor k=2 angegeben (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 0,6 mg größer als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 40 ppm. Für die Angabe des 'konventionellen Wägewertes', der 'Gewichtskraft' und der 'Wichte' γ = ϱ·g/9.80665 ('Pond': 1 p = 9.80665 mN) wurde die Probenmasse mit der Standardluftdichte und -fallbeschleunigung umgerechnet. Die dimensionslose 'relative Dichte' (=Dichtezahl) ist bezogen auf Wasser bei 4°C (ρ =0.999975 g/cm³) und 20°C (ρ =0.998207 g/cm³). Sie ist als verlässliche Vergleichsgrößenangabe zu älteren Quellen hilfreich. 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 3,6375 oz/in³. Im Folgenden erhalten Sie Beschreibungen zu den Einzelheiten der durchgeführten Messung.

• 19 Dichtemesswerte

Gesamtdauer der Aufzeichnungen in der Messung 50 Minuten; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum nicht immer isotherm bei 25,001°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.

[Auswertungsoption 135 - Time range selection] Auswertung und Diagrammdaten werden durch eine vom Prüfer **temporär gesetzte Zeitbereichsbeschränkung** auf Resultate zwischen 0,2 und 9,86 Minuten beschränkt.

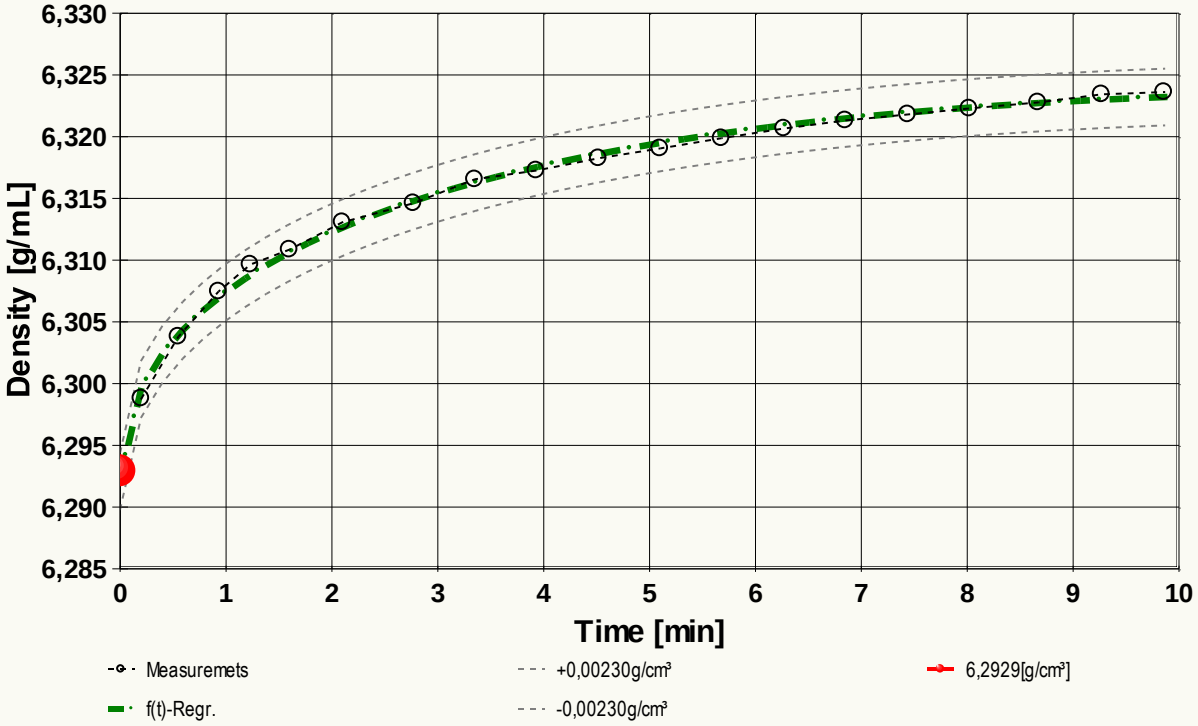
Der Bezugszeitpunkt 'Null'(t°) wurde durch das erste Untertauchen der Probe auf 2,3 Minuten nach Start der Messung getriggert.

Das ausgegebene Messergebnis der Dichte wurde aus der Regressionsgleichung über den zeitlichen Verlauf der 19 Einzelergebnisse durch Extrapolation zum Zeitpunkt 0,1 Sekunden erhalten. Grundlage ist die Gleichung:

$$\varrho(t) = f(t[\text{min}]) = 6{,}2921 + 0{,}017792 \cdot \sqrt{t} - 2{,}5153 \cdot 10^{-3} \cdot t \qquad \text{(Gl.1)}$$

Die Bestimmtheit der Gleichung ist, gemäß Korrelationskoeffizient r^2=0,9967, *einigermaßen gut*. Die Standardabweichung σ_ϱ der Gleichung beträgt $4{,}2 \cdot 10^{-4}$ g/cm³ und die Standardabweichung des Mittelwertes $\sigma_{M\varrho}$ $9{,}6 \cdot 10^{-5}$ g/cm³. Die empirische Streuung σ_ϱ ist erwartungsgetreu kleiner als die erweiterte Standardmessunsicherheit U_ϱ $1{,}2 \cdot 10^{-3}$ g/cm³.
Zusatz: über den Zeitpunkt $t°$ des ersten Flüssigkeitskontaktes liegt die Unsicherheitsangabe $u(t°)$=3,3 Sekunden vor. Sie führt nach Verschiebungen der Abszissenwerte und analogen Ausgleichsrechnungen zu den Intervallgrenzen 6,2918 ≦ $\varrho_{(0,1\ s)}$ ≧ 6,2940 und damit zur Unsicherheit 0,0011 g/cm³ (0,18‰), die in vollem Umfang der kombinierten Messunsicherheit für die Ergebnisangabe zugeschlagen wurde.
Um saugfähige Stoffe vergleichen zu können, bedarf die Kontaktzeit von Probe und Fluid dieser besonderen Behandlung und der Beachtung einer zusätzlichen Einflussgröße zur Messunsicherheit. ***Bearbeitungshinweis:*** *Die Unsicherheitsangabe u(t°) wird als Sonderfall unter 5%iger Irrtumswahrscheinlichkeit angegeben und kann damit unmittelbar zur erweiterten Standardmessunsicherheit addiert werden. Das 'Wurzel-Zeitgesetz' der Regressionsgleichung entspricht Sorptionsprozessen und kann weitere Informationen über die Struktur der Probensubstanz zugänglich machen.*

(2) Diagramm 'roh(t)' - Dichtemesswerte in zeitlicher Reihenfolge:



Im Diagramm "roh(t)" 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:

Die Tabelle zeigt auch die Daten, die temporär von der automatischen Bewertung ausgenommen sind.

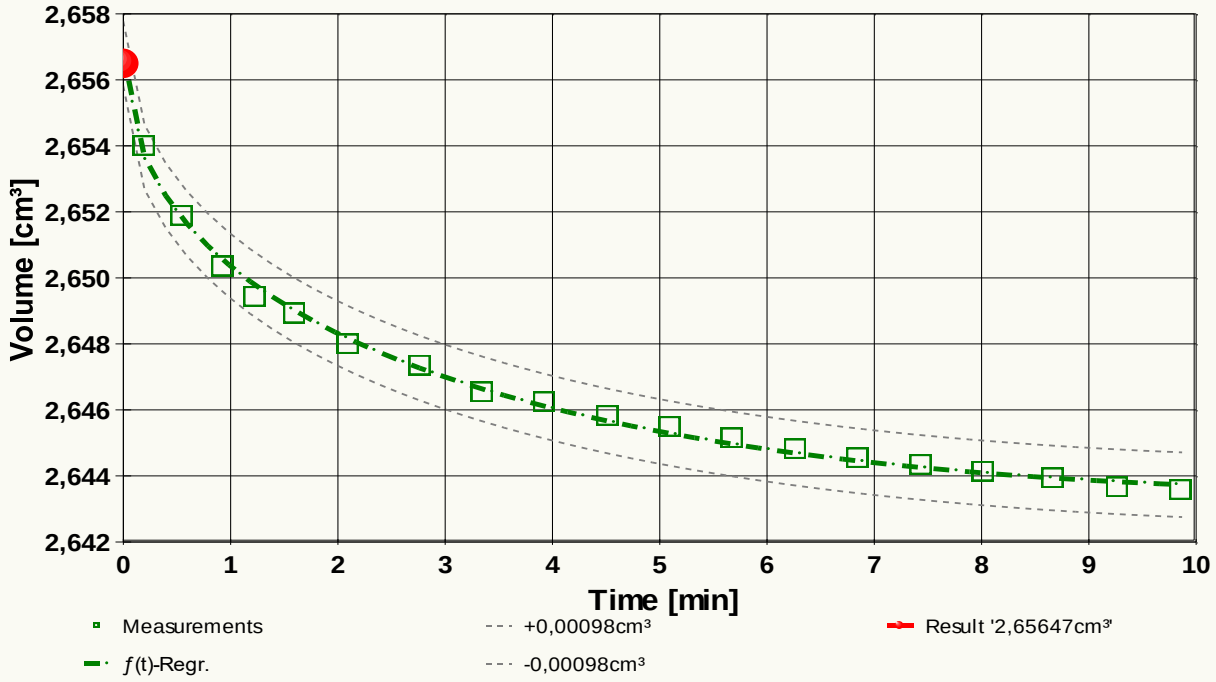
N°	t [min]	ϑ [°C]	ρ_{Fl} [g/cm³]	ϱ_{Probe} [g/cm³]	V_{Probe} [cm³]	$\Delta t_{Akqu.}$ [s]	ΔT [K]	$\Delta\varrho_{Probe}$ [g/cm³]	N
1.	0,2	24,995	0,99737	6,29878	2,65398	0,6	-0,005	2,6E-4	2
2.	0,5	24,999	0,99737	6,30380	2,65187	1,8	-0,001	2,7E-3	4
3.	0,9	25,012	0,99737	6,30746	2,65033	0,6	0,002	4,8E-4	2
4.	1,2	24,992	0,99737	6,30964	2,64941	0,6	0,002	4,1E-4	2
5.	1,6	25,029	0,99736	6,31085	2,64891	0,6	-0,001	8,8E-4	2
6.	2,1	25,032	0,99736	6,31307	2,64798	0,6	0,002	9,6E-5	2
7.	2,8	25,026	0,99736	6,31461	2,64733	0,6	-0,004	2,1E-4	2
8.	3,3	25,010	0,99737	6,31655	2,64652	0,6	0,000	-4,8E-4	2
9.	3,9	25,020	0,99736	6,31725	2,64622	0,6	0,000	-4,8E-4	2
10.	4,5	25,013	0,99737	6,31825	2,64581	0,6	0,003	2,2E-4	2
11.	5,1	25,023	0,99736	6,31905	2,64547	0,6	0,003	1,7E-4	2
12.	5,7	25,030	0,99736	6,31987	2,64513	0,6	0,000	-1,2E-4	2
13.	6,3	25,018	0,99736	6,32066	2,64480	0,6	-0,002	1,9E-4	2

14.	6,8	25,031	0,99736	6,32131	2,64452	0,6	-	-	2
15.	7,4	25,026	0,99736	6,32180	2,64432	0,6	-0,004	9,0E-5	2
16.	8,0	25,022	0,99736	6,32228	2,64412	0,6	0,002	2,0E-4	2
17.	8,7	25,019	0,99736	6,32277	2,64391	0,6	-	-	2
18.	9,3	25,014	0,99736	6,32342	2,64364	0,6	0,004	-1,6E-4	2
19.	9,9	25,021	0,99736	6,32361	2,64356	0,6	0,001	-1,2E-4	2
20.	10,4	25,026	0,99736	6,32374	2,64351	0,6	-0,004	2,1E-4	2
21.	11,0	25,017	0,99736	6,32443	2,64322	0,6	-0,003	-6,3E-6	2
22.	11,6	25,021	0,99736	6,32445	2,64321	0,6	0,001	2,4E-5	2
23.	12,2	25,023	0,99736	6,32449	2,64319	0,6	0,003	4,4E-4	2
24.	13,2	25,023	0,99736	6,32516	2,64291	1,2	0,003	6,3E-6	2
25.	14,2	25,006	0,99737	6,32519	2,64290	0,6	-0,004	2,3E-4	2
26.	15,1	25,005	0,99737	6,32580	2,64265	1,2	-0,005	1,1E-4	2
27.	16,0	25,019	0,99736	6,32603	2,64255	0,6	-0,001	3,1E-4	2
28.	16,9	25,017	0,99736	6,32734	2,64201	0,6	-0,003	-6,4E-6	2
29.	17,8	25,020	0,99736	6,32757	2,64191	0,6	0,000	2,4E-4	2
30.	18,8	24,998	0,99737	6,32811	2,64168	0,6	-0,002	3,8E-4	2
31.	19,7	25,020	0,99736	6,32853	2,64151	1,2	-	-	2
32.	20,6	25,013	0,99737	6,32903	2,64130	0,6	0,003	2,4E-4	2
33.	21,5	25,015	0,99736	6,32926	2,64120	0,6	0,005	4,2E-4	2
34.	22,4	25,026	0,99736	6,32972	2,64101	0,6	-0,004	2,3E-4	2
35.	23,4	25,007	0,99737	6,33019	2,64082	0,6	-0,003	4,2E-5	2
36.	25,0	24,992	0,99737	6,33098	2,64048	0,6	0,002	6,4E-6	2
37.	26,6	25,012	0,99737	6,33143	2,64030	1,2	0,002	1,7E-4	3
38.	28,2	25,017	0,99736	6,33215	2,64000	0,6	-0,003	1,6E-4	2
39.	29,8	25,014	0,99736	6,33294	2,63967	0,6	0,004	1,7E-4	2
40.	31,3	25,028	0,99736	6,33357	2,63940	0,6	-0,002	1,9E-4	2
41.	32,9	25,017	0,99736	6,33432	2,63910	0,6	-0,003	-6,4E-6	2
42.	34,5	25,024	0,99736	6,33495	2,63883	0,6	0,004	1,7E-4	2
43.	36,1	25,021	0,99736	6,33590	2,63844	0,6	0,001	-1,2E-4	2
44.	37,7	25,020	0,99736	6,33657	2,63815	1,8	0,000	3,9E-4	3
45.	39,3	25,001	0,99737	6,33757	2,63774	0,6	0,001	1,4E-4	2
46.	40,9	25,016	0,99736	6,33882	2,63722	0,6	-0,004	6,6E-5	2
47.	42,5	25,033	0,99736	6,34007	2,63670	0,6	0,003	5,5E-5	2
48.	44,1	25,007	0,99737	6,34156	2,63608	0,6	-0,003	6,6E-5	2
49.	45,5	25,037	0,99736	6,34320	2,63540	-	-	-	1

*Die Tabelle listet die wesentlichen Daten in zeitlicher Abfolge nummeriert auf. Von links nach rechts: **Zeit** gibt den Zeitpunkt des Messwertes ab Beginn des Ablaufs in Minuten an, **ϑ** die Temperatur in Celsiusgraden und $\rho_{Fl.}$ die zugehörige Dichte von '' 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 Auftrieb gemäß der Flüssigkeitsdichte berechnet ist. Die Auftriebskraft kann sich durch verschiedene Effekte verändern, insbesondere durch Temperaturangleichung (Konvektion, Volumenanpassung), Quellung oder Auflösung. Die Beobachtungsdauer - als Stabilitätskriterium des Messwertes - erstreckt sich über die Zeitspanne $\Delta t_{Akqu.}$, die in Sekunden angegeben ist. Im selben Zeitraum kann sich die Temperatur ändern (Angabe **ΔT** in Temperaturgraden) und auch die Dichte der Probe $\Delta\varrho_{Probe}$ (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 $\Delta t_{Akqu.}$ 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:

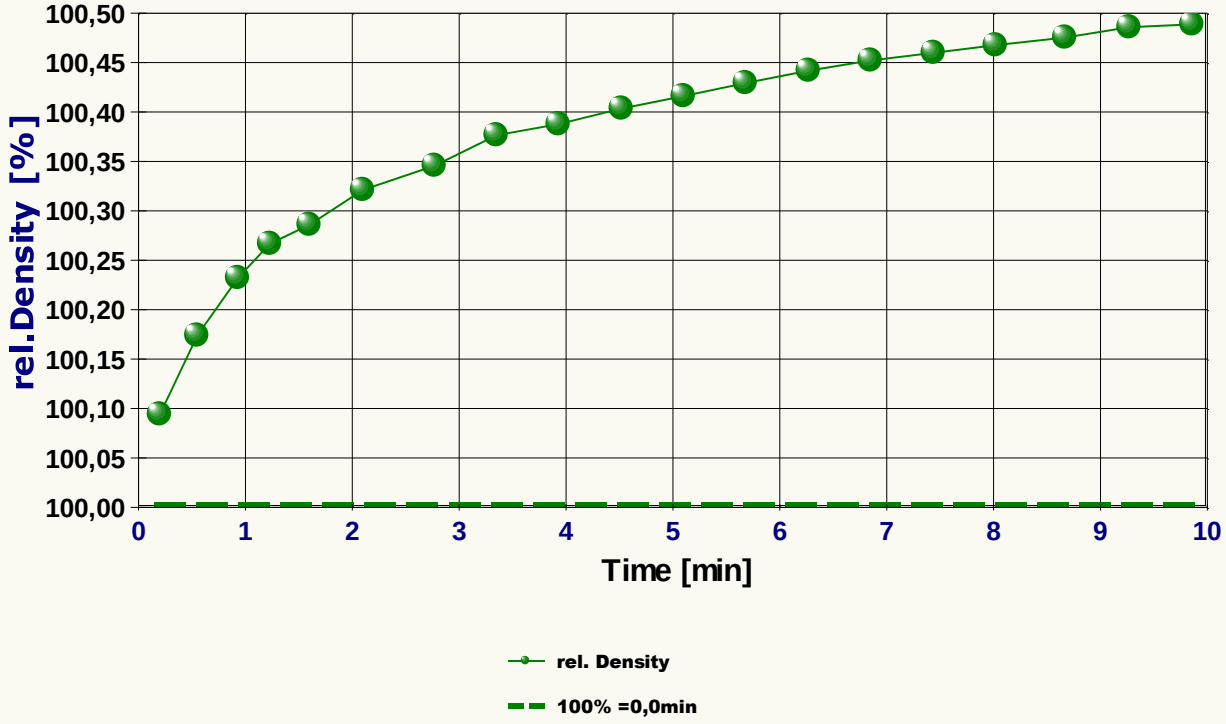
$$V_t[cm^3] = f(t[min]) = 2{,}65677 - 7{,}48164\cdot10^{-3}\cdot\sqrt{t} + 1{,}06016\cdot10^{-3}\cdot t \quad \text{(Gl.2)}$$

r^2= 0,9966, σ_V = 1,79·10^{-4} cm³, $\sigma_{Vrel.}$ = 28 ppm, σ_{VM} = 4,2·10^{-5} cm³.

Die erweiterte Messunsicherheit für das Probenvolumen beträgt 5,0·10^{-4} cm³, sie wird durch die Unsicherheit der Bezugszeit *u(t°)* des Ergebniswertes zu 0,00098 cm³ erweitert.

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 'Drho' - die relative Dichteänderung:



Im Diagramm "Drho" wird die im Verlauf eingetretene Dichteänderung in einer normalisierten Anzeige präsentiert. Die kugelförmigen Marken zeigen zu den einzelnen Dichtemesswerte deren relative Abweichung zum '100%'-Wert bei 0,0 min, dem Angabewert (6,2929 g/cm³).

• Zusammenfassung zur Messunsicherheit der Einzelwerte

Messunsicherheit der Dichte - aus der Fortpflanzung der Messunsicherheiten der Eingangsgrößen
nach dem Modell: $\varrho_{Probe} = (W_2\cdot\rho_a - W_1\cdot\rho_{Fl}) / (W_2 - W_1)$ (Gl.3)

i	X_i		x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i\cdot u(x_i)$ [g/cm³]	ν_i
1	W_1	g	16,716200	8,06·10^{-5}	-2,02	1/cm³	-1,63·10^{-4}	∞
2	W_2	g	14,0791	2,18·10^{-4}	2,39	1/cm³	5,23·10^{-4}	18
3	ρ_a	g/cm³	0,0011245	1,10·10^{-6}	-5,34	---	-5,87·10^{-6}	∞
4	ρ_{Fl}	g/cm³	0,997363	1,74·10^{-5}	6,34	---	1,10·10^{-4}	9
Y	ϱ_{Probe}	g/cm³	6,3161		$u(y)=\sqrt{(\sum(c_i\cdot u(x_i))^2)}$ =		5,59·10^{-4}	ν_{eff} = 23

Angabe der erweiterten Messunsicherheit U_ϱ aus der kombinierten Standardmessunsicherheit (u_ϱ 5,59·10^{-4} g/cm³) mit dem Erweiterungsfaktor k_{95} = 2,07. Die Werte der Probendichte liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall ±1,2·10^{-3} g/cm³ bzw. im Bereich ±0,18‰ des Messwertes.

(Die Unsicherheit des Ergebnisses wird durch *u*(t°) um den Betrag 0,0011 g/cm³ vergrößert)

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 $u_1(x)$. 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_{ci} liefert die kombinierte Standardmessunsicherheit der Feststoffdichte (Y ϱ_{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 = 18). 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 $u_3(x)$ wurdezur 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 Fluiddichte übernommen wurde. Die Zahl der effektiven Freiheitsgrade (ν_{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 2,81 erhalten; Dichtewerte liegen mit nahe 99%iger Wahrscheinlichkeit im Überdeckungsintervall ±1,6·10^{-3} g/cm³.

Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:

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

i	X_i		x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i)$ [g]		ν_i
1	W_1	g	16,71620	8,06·10^{-5}	1,00	---	8,06·10^{-5}		-
2	ρ_a	g/cm³	0,0011245	1,10·10^{-6}	0,557	cm³	6,13·10^{-7}		-
3	ϱ_{cal}	g/cm³	8,000	8·10^{-3}	2,94·10^{-4}	cm³	2,35·10^{-6}		-
4	ϱ_{Probe}	g/cm³	6,3161	5,59·10^{-4}	-4,71·10^{-4}	cm³	-2,63·10^{-7}		-
Y	m_{Probe}	g	16,71683		$u(y)=\sqrt{(\sum(c_i \cdot u(x_i))^2)}$ =		8,07·10^{-5}	ν_{eff}	-

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor k = 2. Die Masse der Probe m_{Probe} wird zu 16,71683 ±1,6·10^{-4} g bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 9,7 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: $V_{Probe} = m_{Probe} / \varrho_{Probe}$

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

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor k = 2 angegeben, sie beträgt 0,00050 cm³ bzw. relativ 0,19‰.

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

• Zur Dichte der Messflüssigkeit

Messflüssigkeit '*Wasser*': experimentell vor- und nachbestimmt in Messung **IDN°15960 und 15962**. Durch die so erfolgte Übertragung, sind die hier gemessenen Werte der Probendichte an das Dichtemessnormal Ref.N°35 von der Flüssigkeitsdichtebestimmung angeschlossen. Die Flüssigkeitsdichte $\rho_{Fl.}$ wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur ϑ berechnet:

$\rho_{Fl.} = f(\vartheta[°C])$=((6.5592063E-05·$\vartheta^5$ - 1.1225639E-02·ϑ^4+1.0026530·ϑ^3-90.968893·ϑ^2 + 679.48991·ϑ + 9998425.9)/1E7) +0,00032 (Gl.6)

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte $u(\rho_{Fl})$ wurden aus 10 Einzelmesswerten der Flüssigkeitsdichte bezogen ($u(\rho_{L.Equ.})$= 7,27·10^{-6} g/cm³) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur ($u(\rho_{L.Temp.})$= 1,58·10^{-5} g/cm³) bestimmt und belaufen sich damit auf 1,74·10^{-5} g/cm³.

Die Übertragung der Kalibrierung ermöglicht durch den exakt ausgemessenen Flüssigkeitsdichtemesskörper ein maximales Sicherheitsniveau des Maßstabs zu erreichen - die Flüssigkeit ist beliebig. Probenmessungen und die Bestimmung der Messflüssigkeitsdichte erfolgen (normalerweise) im gleichen Flüssigkeitsgefäß und zeitnah unter vergleichbaren Umgebungsbedindungen. Die Bestimmungsgleichung der Originalflüssigkeit wird wiedergegeben, dabei wird über die angehängte Konstante der 'Offset' zwischen Soll- und Istwert herausgestellt. BEARBEITUNGSHINWEISE: 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 (1,49E-3 K) berücksichtigt. Zusätzlich wird eine durch den Prüfer (oder das IMPro) explizit gesetzter Temperatur Schwankungsbereich von ±0,1 K zur Gesamtunsicherheit verarbeitet.

• Probenhandhabung und Messtechnik

Die Gewichtsbestimmung der Probe zu 16,7162 g erfolgte auf dem System am Beginn des Messablaufs; die Messunsicherheit wurde aus den Umständen der Wägung zu 80,6 µg bestimmt. Der Auftrieb der Probe wurde unmittelbar und ohne weitere Hilfsmittel wie Behälter oder Probenträger gemessen - der Prüfkörper wurde direkt mit einer Suspension verbunden. Ein Korrekturwert zur Berücksichtigung von Meniskuskraft und Suspensionsauftrieb ist im Datenblatt mit dem Betrag 0,1448 g ausgewiesen. Die Unsicherheit der Korrekturwertes trägt mit ±0,2 mg Gewicht zur Unsicherheit des Probenauftriebs bei.

*Jedem messtechnischen Größenwert ist ein Unsicherheitsbetrag zugeordnet. Die Unsicherheitsbeiträge sind von einander 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. **Bearbeitungshinweis:** Da verschiedene Handhabungen, Arbeitsmodi, Probenhalterungen sowie unterschiedliche Quellen und Ausprägungen von Messunsicherheiten auftreten, ist die Rückkopplung über Abläufe und eingesetzte Technik für die Prüfung und Programmentwicklung unabdingbar. Das Wägresultat wurde aus 38 Gewichtsablesungen über 0,76 s gemittelt, die dabei registrierte Schwankung liefert den Unsicherheitsbeitrag 0,00008 g zur kombinierten Messunsicherheit zu $u(W_1)$. Die Unsicherheit der Meniskus- bzw. Suspensionsauftriebskorrektur ist als Standardabweichung der Variationsbreite bzw. Schwankung zu beziffern (Alle Unsicherheiten sind normalerweise auf dem 'Wahrscheinlichkeitsniveau' der einfachen Standardabweichung anzugeben!). Nachfolgend sind die Unsicherheitsbeiträge aus Zustandstands- und Eigenschaftsdaten der Waage zusammengefaßt - Messunsicherheit des Probengewichts $u(W_1)$: ⇒ Unsicherheitsbeiträge der Probenwägung mit Verteilungsfaktoren: registrierte Schwankung bei der Ablesung $u(W\Delta_W)$=**80 µg**, Linearität der Anzeige $u(W\delta_{Lin.})$=15 µg / √3, Justier/Kalibrierreferenz, OIML E2, $u(W\delta_{mcal.})$=90 ng / 2, Temperaturunterschied bei Wägung und Justierung, 1 ppm pro K, $u(W\Delta_{Tcal})$=8,4 µg / √3, Zeit seit letzter Justierung, 50 µg/Tag, $u(W\Delta_{tcal.})$=35 ng / √3. - und entsprechende Messunsicherheitsbeiträge bei der Auftriebswägung als Rückkopplung zu $u(W_2)$ ⇒ Unsicherheitsbeiträge der Auftriebswägung , kurz: $u(W\delta_{Rep.})$=50 µg / √3, $u(W\delta_{Zero})$=0,10 mg / √3, $u(W\Delta_W)$=**0,25 mg** / √19, $u(W\delta_{Lin.})$=13 µg / √3, $u(W\delta_{mcal.})$=0,11 µg / 2, $u(W\Delta_{Tcal})$=7 µg / √3, $u(W\Delta_{tcal.})$=35 ng / √3.*

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. Bei Metallen und Legierungen werden ggf. kurze Zusatzinformationen mitgeliefert, wie 'M' = E-Modul [kp/mm²], 'Ts' Schmelztemperatur [°C], 'wLF' Wärmeleitfähigkeit [cal/cm s K], 'k' linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient [1E-6/K], 'sW' spezifische Wärme [cal/K g

], 'eLF' elektrische Leitfähigkeit [m/Ohm mm²], 'RkT' Temperaturkoeff. des elektrischen Widerstands [1/K]. ***Bearbeitungshinweis:*** *Weitere Informationen finden Sie im jeweiligen Datenbankeintrag. Sie können Referenzdaten entsprechend aktualisieren oder erweitern, um Messergebnisse mit dienlichen Informationen zur 'Ähnlichkeit' von Dichtedaten anzureichern.*

•Vergleichstabelle

--- R E F E R E N Z ----------	g/cm³ ---------	A B W E I C H U N G ----------	I N F O ----------
1. Kobaltglanz²	6,33	+0,59%	CoAsS. MG, SF grau-schwarz, mG, MH 5.5
2. Tellur, analytisch²	6,232 (25°C)	-0,97%	MH 2.25
3. Anglesit²	6,36	+1,1%	PbSO4. Bleivitriol, SF weiss, nmG, MH 2,5-3
4. Descloizit²	6,15	-2,3%	6.1 - 6.2. SF gelb bis braun, nmG, MH 3-3.5.
5. Cuprit²	6,14	-2,4%	Cu2O. SF braunrot, nmG, MH 3.5 - 4.
6. Tenorit²	6,45	+2,5%	CuO. SF grau-schwarz, nmG, MH 3.5
7. Arsenkies²	6,12	-2,7%	6.07 - 6.18. FeAsS. SF grau-schwarz, mG, MH 5,5 -6,5
8. Vanadium¹	6,1	-3,1%	*M 15000. Ts 1735. wLF -. k 8,5. sW 0,12. eLF 3,84. RkT…
9. Scheelit²	6,09	-3,2%	6.10. CaWO4. SF weiss, nmG, MH 4.5-5
10. Zirkonium¹	6,5	+3,3%	Zr. *M 6970. Ts 1850. wLF -. k 10. sW 0,066. eLF 2,44. …
11. Cerussit²	6,5	+3,3%	SF weiss, nmG, MH 3-4
12. Weißbleierz²	6,655	+5,8%	PbCO3. SF grau-schwarz, nmG, MH 3 - 3.5
13. Antimon¹	6,68	+6,1%	*M 7900. Ts 630. wLF 0,045. k 10,5. sW 0,049. eLF 2,56.…
14. Bournonit²	5,8	-7,8%	SF grau-schwarz, mG, MH 1,5 - 4
15. Dunkles Rotgültig²	5,8	-7,8%	SF rot, mG, MH 2 - 6,5

¹Wert für 25,001°C berechnet, ²tabellierter Referenzwert. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand, Stand 28.01.17.

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.*

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: *Diagramm 2 "rho(T)", würde die 19 Dichtemesswerte in Temperaturabhängigkeit anzeigen. Je nach den gewählten Messumständen bzw. Einstellungen können Temperaturabhängigkeit mit Referenzvergleichen abgebildet sein.*

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: *Datenbankvorschläge anzeigen, Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, alternative Einheiten, Zusatzinformationen, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen, sensorische Zusatzdaten + IFG-Ereignisse.*

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: *Vergleichsanalyse 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 15961, Datenbank imeterData34) 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 createtd during execution of the IMPro *"Lance_Method1, 19,12,16, 28051"*, type 9/135. Time Periode of the Accomplishment: Dez., 19. 2016 between 18:05:51 and 18:53:48, elapsed time: 50 minutes. IMPro break by user in command line N°115. The complete Report first was presented on Dez., 19.16 at 20:07. Original data was changed as reported to Audit-Log:

Start: 18:05:52
Control_Bublefree: 0, Predefined_Positions -1, Control_by_Gestures: -1, Prewettings: 2 [x]. Position_InsetProbe 17mm, Position_MeasureDensity 72mm. Up_StopTime 1s, Dive_StopTime_after 10s, Dive_StopTime_before 10s.

=> ***Adjustment of weighing cell & determination of the Density of the Air:***
@AirDensity_and_CalStateOfWCell@ The Density of Air amounts to @DensityOfTheAir #kg/m³#-5@ (At @TIME@).
The Density of Air amounts to 1,1245 [kg/m³] (At 18:05:58).
The Temperature of the Weighing cell amounts to 25,9 [°C]. Weighing cell was automatically adjusted within DiVA-Measurement at 18:06:58.Weight of the utils to fix the sample: 3,04 [g]
Zeitpunkt "0" des 1. Untertauchens: 2,19 [min]
End-Weight of the utils, sample and adhering Liquid: 20,0227 [g]

****
*** KOPIERT AUS DER DATENBANK imeterData34, N° 15925** von IMETER, Am 27.01.17 um 10:17*
****

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde zuletzt neun Sekunden nachdem Beginn dieser Messung 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}*) 8,000 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 7.1.10, 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 doch bitte die Bearbeitungshinweise für Kundenberichte!*

eine Justierung der Wägezelle während der Messung:

Zeit: 1,1 [min] Korrektur: -0,0001 [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]
0,1	46,515	23,77	96,33	1,12448

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: < ***Verschiedene Dichtemessungen wurden an dieser relativ kleinvolumigen Probe bereits durchgeführt. – Die selbe Probe wurde gaspyknomaterisch zu 8.0263 g/cm³ (ID10538) und hydrostatisch in Wasser nach 'einiger Tauchzeit' zu 6.910 (ID10539) und nach mehr als einem Tag der Lagerung in Wasser zu 7.276 g/cm³ (ID10540) bestimmt. Wechselnde Werte also. Darum ist der extrapolierte Zeitpunkt '0' ist für Dichte und Porositätsmessungen ein geeigneter Ausgangspunkt zur Materialcharakterisierung.***

Die Dynamik der Dichteänderung zeigt einen für Infiltrationsvorgänge typischen Zeit-Verlauf. Dies entspricht dem Soprptionsgesetz ('Washburn-Gleichung') mit dem klassischen Wurzel-Zeitgesetz (IMETER Methode N°4 "PUK"). Technik und Messdaten können also prinzipiell auch zu Bestimmungen von Porosität, Sorptionsgeschwindigkeiten, Infiltrationsraten, Steighöhen, Kaplillarradien, Kontaktwinkel, Oberflächenenergien verwendet werden. > **Kommentar**

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

.....

Report created by IMETER

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!