

Messung der *Feststoffdichte* Reinheits- und Gehaltsbestimmung an Gold

Der Maßstab bei der Festkörperdichtemessung ist die Dichte der Flüssigkeit, um damit die exakt gemessene Auftriebskraft auf das Probenvolumen zurückzuführen. In diesem Beispiel wird die Messung von kompakten Körpern (Goldbarren) beschrieben. Zur Erhöhung der Sicherheit wird das alternierende Messverfahren für die Gewährleistung des Maßstabs und die Technik der Meniskuseliminierung für sicherste Messwerte eingesetzt. Die Reinheits- bzw. Gehaltsbestimmung wird in Bezug auf Beimengung von Silber berechnet.

Als Flüssigkeit wurde Chloroform (technische Qualität) eingesetzt. Es benetzt gut und die relativ hohe Dichte verbessert die Messauflösung. Praktisch wurde so vorgegangen: Eine *Schale*, in die später der Barren gelegt wird, wird leer in die Messflüssigkeit eingesetzt und zwar zur Dichtemessung¹ der Flüssigkeit. Dann wird in den Behälter das gewogene Metallstück eingesetzt, dessen Gewicht vom Anwender im Datenformular angegeben wird. Die Schale wird in die Messzelle eingesetzt und wie zuvor wird nach Temperaturangleichung automatisch die Dichte des Barrens bestimmt. Das Verfahren ist wenig aufwendig, denn die Handgriffe und Eingaben sind einfach; Daten suchen oder rechnen braucht der Anwender nicht und jedweder Fehler fällt unvermeidlich auf - sei er systematischer Natur² oder zufälligen Charakters³. Die Messung ist technisch bedingt sehr genau, weil durch die Differenzwägung im Messablauf Driftstörungen beseitigt werden und durch die Eliminierung des *Meniskusgewichts* auch die andere wesentliche Fehlerquelle entfällt. Zudem wird die Flüssigkeitsdichte garantiert. So ist die Methode sicher, robust und genau. Die Messungen wurden in einem Temperiergefäß mit Deckel ausgeführt (Messzelle) und die Flüssigkeit dabei mit dem integrierten Magnetrührwerk umgewälzt, um im Fluid eine einheitliche Temperatur zu gewährleisten. Temperaturangleichung abwarten, Probe heben und senken, *Meniskus auslöschen*, gerechte Werte messen, ein paar Mal wiederholen, schließlich das Ergebnis ausgeben:



©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. Variablen 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.



IMETER V.5.5 rev.26

automatic Report (97452FS16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg

ID N° 7218 - Density of Solids & Purity

Title: **"Gold" - ein kleiner Goldbarren**
Remarks: Standardtestprogramm
Result: $\rho_{25,0^{\circ}\text{C}} = 19,276 \pm 0,003 \text{ g/cm}^3$,
Purity $c_{\text{Gold}} / \text{Silber} = 99,96\% \text{ m/m}$
measured in '*Chloroform*' (calibration transfer)

¹ Die „Schale“ war *Probe* in einer sorgfältigen Festkörperdichte- und Dilatationsmessung und wurde dadurch ein valider Dichtemesskörper für Flüssigkeiten. Es hätte natürlich auch ein *normaler* Dichtemesskörper verwendet werden können – aber, wozu der Aufwand!

² Z.B. die Flüssigkeit verändert sich → eine Dichtestufe erscheint über die Vor- und Nachbestimmte Flüssigkeitsdichte.

³ Z.B. Gasbläschen → es ergibt sich bei drei Werten schon ein unnatürlicher Trend bzw. eine starke Streuung. (Normalerweise liefern Dichtemessgeräte keine Mittelwerte oder Verläufe, das ist auch ein wichtiger Punkt der Sicherheit).

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 Chloroform, 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 drei Mal durch voneinander unabhängige Auftriebswägungen bestimmt. Die verwendete Meniskus-Eliminier-Technik zeichnet sich durch das Fehlen (bekannter) systematischer Fehler aus und ermöglicht die überhaupt genaueste Dichtemessung an realen Körpern. Die Sicherheit der Ergebnisse wird aus der Analyse der Messunsicherheiten der Einflußgrößen hergeleitet. Zu den Faktoren gehören Spezifikationen und Zustand der Instrumentierung, die Bestimmtheit der Flüssigkeitsdichte und die in der Messung beobachtete Stabilität der Kraft- und Temperaturmessung. Angaben dazu finden Sie in jeweiligen Abschnitten dieses Prüfberichts.

• Ermittelte Probandaten - Gold

- Angaben für $\vartheta = 25,01 \pm 0,03^\circ\text{C}$, Luftdichte bei der Probenwägung $\rho_a = 1,112 \pm 0,0011 \text{ kg/m}^3$ -

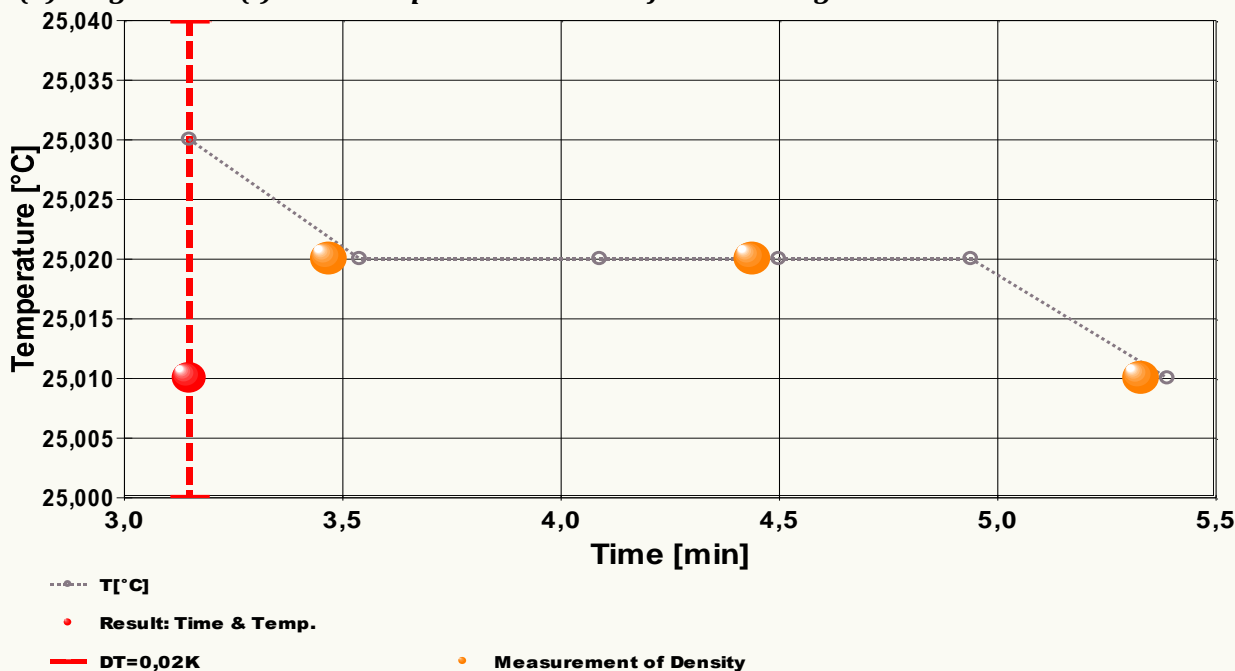
Dichte, spezifische Masse	ρ	19,276	$\pm 0,0027$	g/cm³	0,14‰
Probenvolumen	V	2,5942	$\pm 0,00038$	cm ³	0,15‰
Masse der Probe	m	50	$\pm 0,00043$	g	8,6 ppm
Wägewert, Probengewicht	W	50,0041	$\pm 0,00042$	g	
Gehalt, Reinheit	c_m	99,96	% m/m entspricht 49,9814 g reinem Gold		
relative Dichte	ρ_4^ϑ	19,276	---	ρ_{20}^ϑ	19,311
spezifisches Volumen	v_s	0,051878	cm ³ /g		
- Weitere Stoff- und Körpermaßenheiten zu $\rho_a = 1.20 \text{ kg/m}^3$ und $g = 9.81 \text{ m/s}^2$ -					
konventioneller Wägewert	W_k	50,0044	g		
Gewichtskraft	G	490,543	mN		490,376 p
Wichte, spez. Gewicht	γ	189,10	N/cm ³		189,03 p/cm ³

Die Aufstellung gibt Materialeigenschaften zusammen mit individuellen Probandaten aus. Die Messunsicherheiten sind mit dem Erweiterungsfaktor $k=2$ angegeben (Details dazu finden Sie bitte weiter unten in diesem Prüfbericht). Die Dichte entspricht nur dann einer Reinstoff-spezifischen Masse, wenn in der Messung tatsächlich die Reindichte gemessen werden konnte, andernfalls ist das Ergebnis eine Rohdichte bzw. scheinbare Dichte sowie eine scheinbare Masse. 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 4,1 mg kleiner als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 80 ppm. Zur Bewertung von Gehalt bzw. Reinheit finden Sie Angaben am Ende des Berichts. 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 11,142 oz/in³. Im Folgenden erhalten Sie Beschreibungen zu den Einzelheiten der durchgeführten Messung.

• Drei Dichtemesswerte

Gesamtdauer der Aufzeichnungen in der Messung fünf Minuten; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 25,01°C.

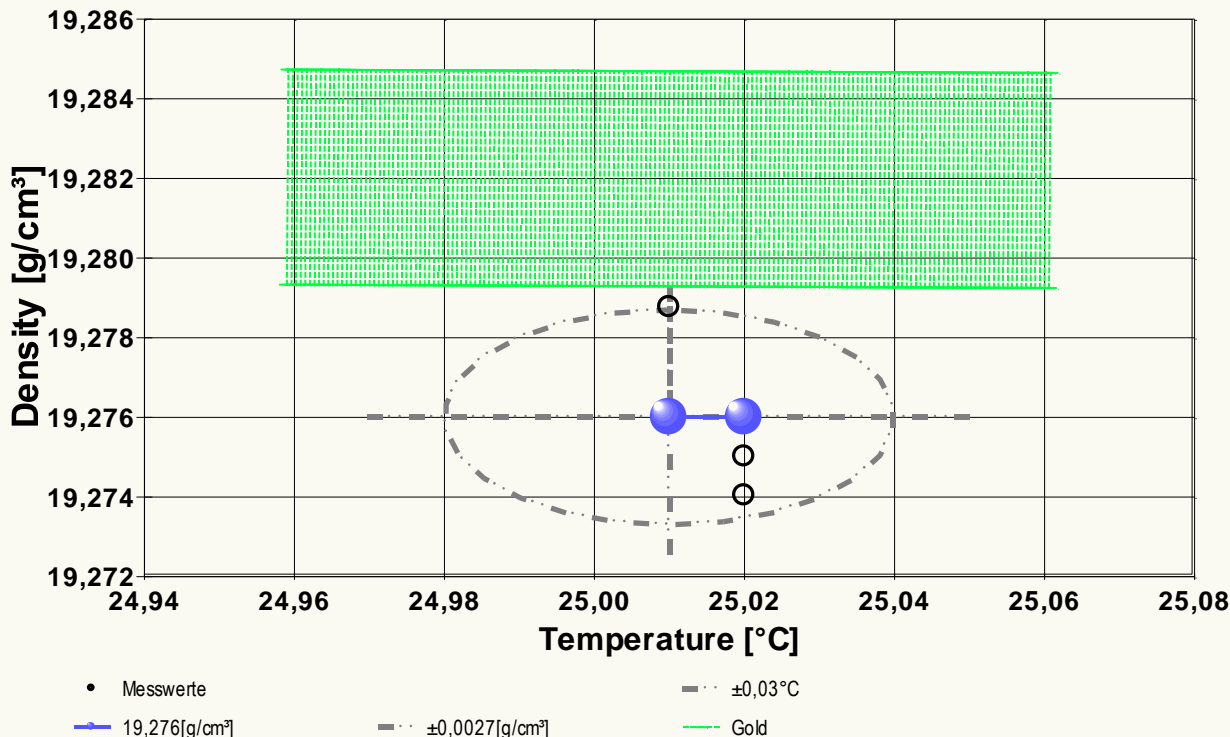
(1) Diagramm 'T(t)' - zur Temperatur im Verlauf der Messung:



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 Auftriebsmessungen. Zeitpunkt und Temperatur der Ergebnisangabe werden durch eine Kugel markiert. Die Temperaturspanne in der Messung wird durch die senkrechte gestrichelte Bake angezeigt.

Das ausgegebene Messergebnis der Dichte wurde aus dem Mittelwert der drei Einzelergebnisse gebildet. Die Standardabweichung σ_ρ beträgt $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$ und die Standardabweichung des Mittelwertes σ_{M_ρ} $1,4 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$. Die empirische Streuung σ_ρ ist kleiner als die erweiterte Standardmessunsicherheit U_ρ $2,7 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$.

(2) Diagramm 'rho(T)' - Dichtemesswerte in Abhängigkeit von der Temperatur:



Das Diagramm "rho(T)" zeigt die drei Dichtemesswerte als Kreissymbole in Temperaturabhängigkeit an. Es werden Messwerte mit dem Bereich der Messunsicherheit in Form einer gestrichelten Linie eingfasst. Der Verlauf der Referenzfunktion zum besten Vergleichswert bzw. der Stoff mit der besten Übereinstimmung nach Datenbankeintrag ist als schraffierter Bereich in Breite der Unsicherheit eingezeichnet.

Im Diagramm zur Temperaturabhängigkeit ist der Werteverlauf von "Gold" entsprechend der Referenzdaten eingezeichnet. Die für den Prüfkörper berechnete Messunsicherheit wird durch die Breite der Schraffur für den Referenzverlauf als Dichtebereich ausgewiesen (die vorhandene Unsicherheit der Referenzangabe wird im Diagramm nicht dargestellt).

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

N°	t	ϑ	ρ _{Fl}	Q _{Probe}	V _{Probe}	Δt _{Akqu.}	ΔT	ΔQ _{Probe} N
[min]	[°C]	[g/cm³]	[g/cm³]	[cm³]	[s]	[K]	[g/cm³]	
1.	3,4	25,02	1,46820	19,2750	2,59403	2,4	0,00	-9,8E-4 3
2.	4,4	25,02	1,46820	19,2740	2,59417	1,2	0,00	2,2E-9 2
3.	5,3	25,01	1,46822	19,2788	2,59353	1,2	0,00	1,1E-9 2

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 **ρ_{Fl}**, die zugehörige Dichte von " " in g/cm³, die den Maßstab der Messung darstellt. Die dazu ermittelte Probedichte **Q_{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, Volumen Anpassung), Quellung 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 **ΔQ_{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.

Bearbeitungshinweis: Die Tabelle kann zur Weiterbearbeitung per "paste und copy" sehr einfach z.B. nach Excel transferiert werden. Ebenso die Daten, die in ungekürzter Präzision hinter den Diagrammen stehen. Sie können aus dem Diagrammfenster geordnet und als Zahlenwerte (und/oder als Bild) einfügbar in die Zwischenablage übernommen werden.

• **Zusammenfassung zur Messunsicherheit der Einzelwerte**

Messunsicherheit der Dichte - aus der Fortpflanzung der Messunsicherheiten der Eingangsgrößen
 nach dem Modell: $q_{Probe} = (W_2 \cdot \rho_a - W_1 \cdot \rho_{Fl}) / (W_2 - W_1)$ (Gl.1)

i	X _i	x _i	u(x _i)	c _i		c _i ·u(x _i) [g/cm ³]	v _i	
1	W ₁	g	50,00410	2,14·10 ⁻⁴	-4,68	1/cm ³	-1,00·10 ⁻³	∞
2	W ₂	g	46,1981	1,08·10 ⁻⁴	5,06	1/cm ³	5,48·10 ⁻⁴	2
3	ρ _a	g/cm ³	0,0011120	1,10·10 ⁻⁶	-12,1	---	-1,34·10 ⁻⁵	∞
4	ρ _{Fl}	g/cm ³	1,468208	4,98·10 ⁻⁵	13,1	---	6,55·10 ⁻⁴	5
Y	q _{Probe}	g/cm ³	19,276	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		1,32·10 ⁻³	v _{eff} = 36	

Angabe der erweiterten Messunsicherheit U_q aus der kombinierten Standardmessunsicherheit (u_q 1,32·10⁻³ g/cm³) mit dem Erweiterungsfaktor k₉₅ = 2,03. Die Werte der Probendichte liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall ±2,7·10⁻³ g/cm³ bzw. im Bereich ±0,14‰ des Messwertes.

Die verwendeten Symbole entsprechen der Nomenklatur des 'GUM' (JCGM 100:2008). Die aufgeführten Eingangsgrößen werden als normalverteilt behandelt. Es bedeuten W₁ das Symbol für die Zufallsvariable X₁ des Wägewerts der Probe; ihr Wert beträgt x₁ g mit der beigeordneten Standardunsicherheit u₁(x). Der Sensitivitätskoeffizient c₁ wird aus der partiellen Ableitung der Modellgleichung (Gl.1) nach X₁ mit der Variablen x₁ berechnet. Die Wurzel der summierten Varianzen u_c liefert die kombinierte Standardmessunsicherheit der Feststoffdichte (Y q_{Probe}). W₂ steht für die Auftriebswägungen in der Flüssigkeit. Für die Berechnung von x₂ wird der Mittelwert der Wägungen eingesetzt. Die Standardunsicherheit u₂(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 v₂ fest (Anzahl - 1 = 2). Die Eingangswerte x₁ und u₁(x) für das Probengewicht W₂ wurden separat (ggf. extern) bestimmt; weitere Einzelheiten sind in den folgenden Abschnitten angegeben. Das Zeichen ρ_a steht für die Luftdichte; ihr zugehöriger Größenwert x₃ und u₃(x) wurde zur Messung angegeben. Das Symbol ρ_{Fl} steht für die Dichte der Messflüssigkeit. Der für ρ_{Fl} in x₄ eingesetzte Wert ist der Mittelwert der Flüssigkeitsdichteangaben, wobei u₄(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 k₉₉ wird der Faktor 2,72 erhalten; Dichtewerte liegen mit nahe 99%iger Wahrscheinlichkeit im Überdeckungsintervall ±3,6·10⁻³ g/cm³.

Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:

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

i	X _i	x _i	u(x _i)	c _i		c _i ·u(x _i) [g]	v _i	
1	W ₁	g	50,0041	2,14·10 ⁻⁴	1,00	---	2,14·10 ⁻⁴	-
2	ρ _a	g/cm ³	0,0011120	1,10·10 ⁻⁶	-3,66	cm ³	-4,02·10 ⁻⁶	-
3	ρ _{cal}	g/cm ³	8,000	8·10 ⁻³	8,69·10 ⁻⁴	cm ³	6,95·10 ⁻⁶	-
4	ρ _{Probe}	g/cm ³	19,276	1,32·10 ⁻³	-1,50·10 ⁻⁴	cm ³	-1,97·10 ⁻⁷	-
Y	m _{Probe}	g	50,0000	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		2,14·10 ⁻⁴	v _{eff} = -	

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor k = 2. Die Masse der Probe m_{Probe} wird zu 50,0000 ±4,3·10⁻⁴ g bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 8,6 ppm.

Die Standardmessunsicherheit von q_{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} / ρ_{Probe}

$$u(V_{Probe}) = \sqrt{(u(m_{Probe}) / \rho_{Probe})^2 + (-m_{Probe} \cdot u(\rho_{Probe}) / \rho_{Probe}^2)^2} = 0,00019 \text{ cm}^3 \quad (Gl.3)$$

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor k = 2 angegeben, sie beträgt 0,00038 cm³ bzw. relativ 0,15‰.

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

• **Zur Dichte der Messflüssigkeit**

Messflüssigkeit 'Chloroform': experimentell vor- und nachbestimmt in Messung IDN°7217 und 7221. Durch die so erfolgte Übertragung, sind die hier gemessenen Werte der Probendichte an das Dichtemessnormal Ref.N°339 von der Flüssigkeitsdichtebestimmung angeschlossen. Die Flüssigkeitsdichte ρ_{Fl} wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur ϑ berechnet:

$$\rho_{Fl} = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = (1.4800 - 1.892\text{E-}3 \cdot (\vartheta - 25)) - 0,01176 \quad (Gl.4)$$

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte u(ρ_{Fl}) wurden aus 6 Einzelmesswerten der Flüssigkeitsdichte bezogen (u(ρ_{L,Equ.}) = 3,76·10⁻⁵ g/cm³) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur (u(ρ_{L,Temp.}) = 3,28·10⁻⁵ g/cm³) bestimmt und belaufen sich damit auf 4,98·10⁻⁵ 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 Umgebungsbedingungen. 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 (0,03 K) wird die während der Messung registrierte Schwankung (0,00 K) berücksichtigt.

• **Probenhandhabung und Messtechnik**

Das Gewicht von Prüfkörper und Halterung (gesamt 79,6281 g) extern bestimmt. Einsatz der Prüfkörperaufnahme 'AluW [8.23.1]' (RefN°340). Diese wird mit 29,6314 ±0,0002 g Masse berücksichtigt. Zur Auftriebskorrektur durch das Volumen des Probenhalters werden seine Dichte 2,85654 ±0,0001 g/cm³ und sein kubischer Ausdehnungskoeffizient 63 ±1·10⁻⁶K⁻¹ mit der Bezugstemperatur 25°C herangezogen. Für die angewendete IMETER-Patentmethode (Meniskus- und Drifteliminierverfahren) wurde der Aufhängungsquerschnitt mit 0,0314 mm² angegeben. Über den Niveau-Unterschied von durchweg 9,4 mm zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von 0,3 mm³, um den der Volumenauftrieb korrigiert wird.

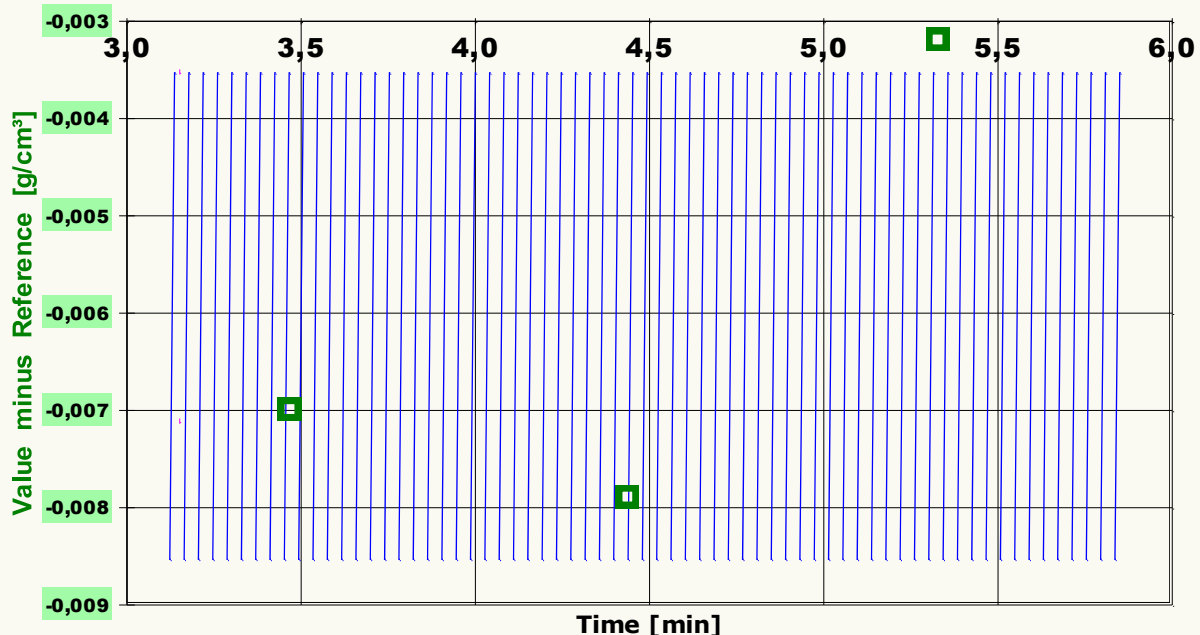
Jedem messtechnischen Größenwert ist ein Unsicherheitsbetrag zugeordnet. Die Unsicherheitsbeiträge sind von einander unabhängig und wirken sich über die Fortpflanzung der Messunsicherheit (in u(W₁) und u(W₂)) in der Unsicherheit der Ergebnisse dieser Messung direkt aus. Der Unsicherheit aus dem Prüfmittel Waage - **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. Beiträge zur Messunsicherheit des Probengewichts u(W₁) aus dem Zustand und den Eigenschaften der Waage ⇒ Unsicherheitsbeiträge der Probenwägung mit Verteilungsfaktoren: Reproduzierbarkeit u(Wδ_{rep})=50 µg / √3, Nullpunkt der Anzeige u(Wδ_{zero})=0,10 mg / √3, Linearität der Anzeige u(Wδ_{lin})=72 µg / √3, Justier/Kalibrierreferenz, OIML E2, u(Wδ_{mcal})=19 ng / 2, Zeit seit letzter Justierung, 50 µg/Tag, u(WΔ_{tccl})=35 ng / √3. - und entsprechende Messunsicherheitsbeiträge bei der Auftriebswägung als Rückkopplung zu u(W₂) ⇒ Unsicherheitsbeiträge der Auftriebswägung, kurz: u(Wδ_{rep})=50 µg / √3, u(Wδ_{zero})=0,10 mg / √3, u(WΔ_w)=0,11 mg / √3, u(Wδ_{lin})=42 µg / √3, u(Wδ_{mcal})=32 ng / 2, u(WΔ_{tccl})=23 µg / √3, u(WΔ_{tccl})=35 ng / √3.

• **Referenzvergleich mit "Gold" für 25,01°C**

	Referenz	Messung	Δ absolut	Δ relativ	Δ / u
ρ	19,282	19,276	-0,006 g/cm ³	0,3‰	2

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'GOLD' gefunden wurden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol ρ steht für die Messgröße; die Zahl zu "Δ u" gibt an, um welchen Faktor die absolute Differenz von Mess- und Referenzwert größer ist als die angenommene Messunsicherheit.

(4) Diagramm 'Messwerteabweichung' - Darstellung der berechneten Residuen:



Reference values for 'Gold' ac. c. to $f(T[°C])=19.282-8.272E-4 \cdot (T - 25)$

Mean and Standarddev. of Residuals: $-6,03E-3 \pm 2,5E-3$ g/cm³, relative: -0,31‰ at a spread of 0,13%

Im Diagramm "Messwerteabweichung" wird die (temperaturkompensierte) Abweichung der einzelnen Messwerte zum Referenzwert in zeitlicher Reihe angezeigt. Bei einem gesetzmäßigen Verlauf dieser Residuen wird eine entsprechende lineare oder quadratische Regressionsgleichung ausgegeben.

Im Diagramm wird der Vergleich mit den Daten der gleichnamigen Referenz angezeigt. Der Unterschied zum Referenzwert kann rechnerisch auf einen bestimmte Menge **Silber** zurückgeführt werden.

• Berechnete Zusammensetzung - binäre Mischung

		% m/m	% v/v	absolut [g]
Gold	:	99,96	99,93	49,9814
Silber	:	0,04	0,07	0,0186

Die Bestimmung des Mischungsverhältnisses basiert auf vorliegenden Datenbankeinträgen:

Gold, ID20216.3: $\rho_1 = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 19.282 - 8.272\text{E-}4 \cdot (\vartheta - 25)$

Präzision: drei gültige Nachkommastellen. Referenz: *M 7900. Ts 1064. wLF 0,71. k 14,2. sW 0,031. eLF 45,7. RkT 3,98*.

Silber, ID20549.3: $\rho_2 = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 10.49 - 6.199\text{E-}4 \cdot (\vartheta - 20)$

Präzision: zwei gültige Dezimalen. Referenz: *M 8160. Ts 960. wLF 1. k 19,7. sW 0,056. RkT 4,1*.

$\phi_{1/2}$ - Mischungskoeffizient: keiner, es wird ideales Mischungsverhalten angenommen.

Die Berechnung der Reinheit bzw. des Gehalts beruht auf der Beziehung: $\rho_{\text{Ges}} = (m_1 + m_2) / (V_1 + V_2)$. Dabei ist ρ_{Ges} der hier gemessene Dichtewert, dessen Verhältnis in der Summe der Massen ($m_1 + m_2$) und der Volumen (jeweils $V = m/\rho$) analysiert wird. Für ρ_1 wird die Dichte der Referenz 'Gold' eingesetzt. Der $\phi_{1/2}$ - Koeffizient, der bei relativ hoher Reinheit von "1" kaum verschieden ist und aus ermittelten Dichtewerten der Komponentenmischung dargestellt wird (er ist konzentrationsabhängig), ist der Zahlenwert, der mit ρ_1 multipliziert wird. Er drückt den Schwund ($\phi_{1/2} > 1$) oder die Expansion ($\phi_{1/2} < 1$) durch die Wirkung der Mischung auf die Gesamtdichte aus. Der Wert '1' ist, wie angegeben, für Konglomerate, Lunker, ideale Mischungen sowie in der Regel bei geringfügigen Beimengungen annehmbar. **Bearbeitungshinweis:** Bitte beachten Sie, dass Referenzdaten und ggf. der Mischungskoeffizient exakt und korrekt für diese Stoffe zutreffen müssen. Sie können Richtigkeit oder zumindest die Plausibilität z.B. durch Standardadditionsverfahren oder andere Analysen der Zusammensetzung überprüfen.

• Meldungen

Die Flüssigkeitsdichte weist einen relativen Unterschied von 0,8% zum Referenzwert für "Chloroform" auf.

'Meldungen': Falls Besonderheiten auftreten, die sich mit der Auswertung herausstellen können, werden diese ggf. von der Software detektiert und hier zur Rückkopplung ausgegeben. Evtl. dienen diese Hinweise zur Korrektur der Abläufe und Angaben. Sie können bei der Bewertung und Einordnung der Ergebnisse helfen.

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 "roh(t)" werden Messwerte in zeitlicher Form angezeigt.

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, alternative Einheiten, Zusatzinformationen, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: Datenbankvorschläge anzeigen, Audit-Trail, 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 \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 Ausgaboptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 7218, Datenbank imeterData14) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Programm

Data created during execution of the IMPro "Gefäß_Meniskuselimin", type 9/136. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZ224-CW) wurde zuletzt 20 Sekunden nachdem Beginn dieser Messung von imeter justiert.

IMETER ID16405542: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität)* 0,2 mg, Dichte der Justiermasse $\rho_{\text{Justier}} = 8.000 \text{ kg/m}^3$, Luftdichte $\rho_{\text{Luft}} = 1.117 \text{ kg/m}^3$, Schwerebeschleunigung g^* 9,80769 m/sec². Die Messunsicherheit K , die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Software IMETER 1.0. Betriebssystem Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1434316

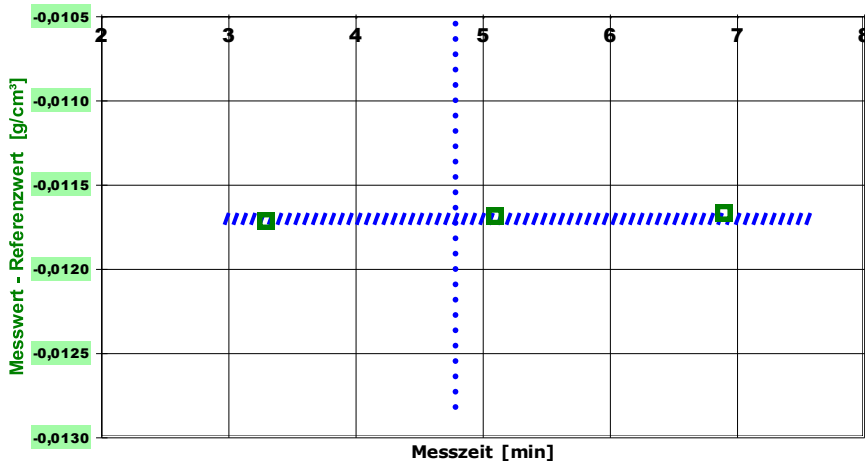
*) **Bearbeitungshinweis:** Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nur durch Änderungen an den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden nicht berücksichtigt. Sie doch bitte die Bearbeitungshinweise für Kundenberichte!

„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.“

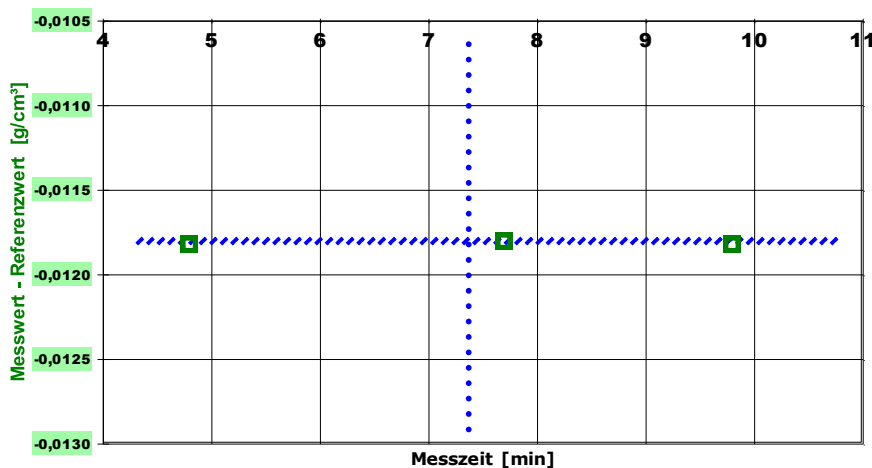
Jeder, der Messreihen zusammenfasst, forscht, auswertet, QS-Statistiken führt etc., kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen. Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das spart Zeit, Geld und Nerven,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

Die folgenden Diagramme stammen von der Flüssigkeitsdichtemessung, mit der der Maßstab vor und nach dieser Messung sichergestellt wird.

Die Residuen zeigen zu den einzelnen Flüssigkeitsdichtemesswerten den Unterschied zu reinem Chloroform.



Reference values for 'Chloroform' acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=1.4800-1.892\text{E-}3\cdot(T-25)$
 Deviance as a function: $f(t[\text{min}]) = -0,0118 + 1,33\text{E-}5\cdot[\text{min}]$, $r \approx 0,9908$



Reference values for 'Chloroform' acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=1.4800-1.892\text{E-}3\cdot(T-25)$
 Mean and Standard dev. of Residuals: $-0,0118 \pm 1,0\text{E-}5 \text{ g/cm}^3$, relative: $-0,80\%$ at a spread of 6,8 ppm



Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

- ◆ Feststoff- und Flüssigkeitsdichte, Ausdehnungskoeffs.
- ◆ 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/dienstleistungen.html

Probieren Sie's einfach!