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

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

Messung der *Feststoffdichte*

an Pulvern, Granulaten, Pasten oder Flüssigkeiten

Dichte von Seesand (Ostsee)

Der Maßstab bei der hydrostatischen Festkörperdichtemessung ist die Dichte der Flüssigkeit, um damit die exakt gemessene Auftriebskraft auf das Probenvolumen zurückzuführen. In diesem Beispiel wird die Messung eines feinteiligen Stoffes, nämlich Sand, beschrieben. Zur Erhöhung der Messsicherheit wird das alternierende Messverfahren für die Gewährleistung des Maßstabs und die Meniskuseliminierung für sicherste Messwerte eingesetzt. Die Reinheits- bzw. Gehaltsbestimmung wird im Bezug auf Beimengung zu Quarz berechnet.

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 Modellier-sprache, 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.

Während für die Messung hochviskoser, pastöser und feinteiliger Stoffe traditionell Pyknometer zum Einsatz kommen, kann hier sehr vorteilhaft die IMETER-Dichtemessung zur Anwendung kommen.

Als Flüssigkeit wurde Chloroform (technische Qualität) eingesetzt. Es benetzt gut und man darf annehmen, dass alle Luft aus der Probenmatrix ausgetrieben wird. Außerdem verbessert die relativ hohe Dichte die Messauflösung. Praktisch wurde so vorgegangen: Eine *Schale*, in die hernach das Pulver gegeben wird, wurde zur Dichtemessung der Flüssigkeit leer in die Messflüssigkeit eingesetzt.[1] Dann wurde in den Behälter eine Menge Sand genau eingewogen; das Gewicht wird im Datenformular angegeben, die Schale in die Messzelle eingesetzt und wie zuvor automatisch nach Temperaturangleichung nun die Dichte der Probe bestimmt. Im Ergebnis wird die Schale, d.h. Masse und Volumen des vormaligen *Messkörpers* eliminiert.[2] Später kann die (leere, saubere) Schale wieder als Dichtemesskörper verwendet werden, um die Flüssigkeit zu messen. Und/oder es kann die nächste Probe untersucht werden.[3] Dies klingt vielleicht aufwendig, ist es aber nicht, denn die Handgriffe und Eingaben sind einfach:

Daten suchen oder rechnen braucht man nicht und jedweder Fehler fällt sofort auf - sei er nun systematischer Natur[4] oder von zufälligem Charakter.[5] Und wenn eventuell das Gewicht der Probe per Tippfehler falsch angegeben wurde, kann dies jederzeit (auch während der Messung) korrigiert werden – oder es wird ein Messablauf (Messprogramm) gewählt, innerhalb dem das Probengewicht gleich mitbestimmt wird.

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). Die Flüssigkeit wurde dabei mit dem integrierten Magnetrührwerk umgewälzt, um im Fluid eine einheitliche Temperatur zu gewährleisten. Dabei diente ein Ministat-Thermostaten (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg) zur exakten Temperierung. Die Messungen liefen vollautomatisch bis zur Berichtsausgabe durch: Temperaturangleichung abwarten, umrühren, Probe heben und senken, *Meniskus auslöschen*, gerechte Werte messen, ein paar Mal wiederholen, schließlich das Ergebnis ausgeben:

[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] Nach analogem Schema der Eliminierung ist auch die Porosität, z.B. durch Ummantelung mit Wachs, als Messgröße zugänglich.
[3] Es muss nicht streng abgewechselt werden zwischen Fes/-Flüssigkeitsdichte. Bei bekannten Probenarten genügt es, zwischendurch die Flüssigkeitsdichte zu bestimmen. Die IMETER-Datenauswertung sucht sich passende Daten selbst zusammen. Und es stört auch nicht, nicht einmal als systematischer Fehler, wenn sich die Temperatur dabei geändert hat.
[4] Z.B. die Flüssigkeit verändert sich → eine Dichtestufe erscheint über die Vor- und Nachbestimmte Flüssigkeitsdichte.
[5] Zz.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).

ID N° 7198 - Density of Solids & Purity

Title: **Ostseesand, Usedom, Ückeritz**
Remarks: normal lufttrockener Sand
Result: **$\varrho_{25,0°C}$ = 2,5635 ±0,0002 g/cm³,**
Purity $c_{Quarz\ /\ Wasser}$ = 97,963% $^m/_m$
measured in '*Chloroform*' (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 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 fünf 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 Probendaten - Quarz

- Angaben für ϑ = 25,02 ±0,03°C, Luftdichte bei der Probenwägung ρ_a = 1,112 ±0,0011 kg/m³ -

Dichte, spezifische Masse	ϱ	**2,56345**	**± 0,00023**	**g/cm³**	**90 ppm**
Probenvolumen	V	8,7449	± 0,00062	cm³	71 ppm
Masse der Probe	m	22,416	± 0,00042	g	19 ppm
Wägewert, Probengewicht	W	22,4094	± 0,00042	g	
Gehalt, Reinheit	c_m	97,963	% $^m/_m$	entspricht 21,9595 g reinem Quarz	

relative Dichte	ϱ_4^ϑ	**2,56351**	**---**	ϱ_{20}^ϑ 2,56805
spezifisches Volumen	v_s	**0,390099**	**cm³/g**	

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

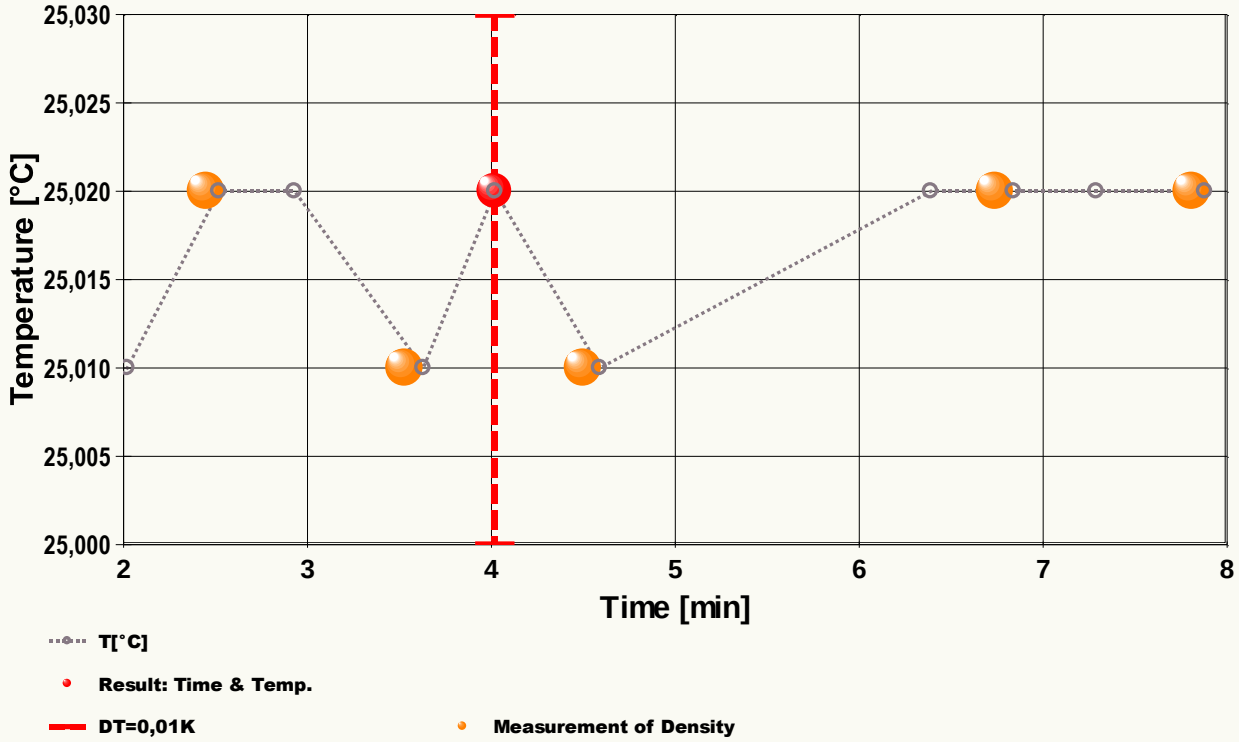
konventioneller Wägewert	W_k	**22,4089**	**g**	
Gewichtskraft	G	**219,831**	**mN**	219,756 p
Wichte, spez. Gewicht	γ	**25,1474**	**N/cm³**	25,1389 p/cm³

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 Dichte entspricht nur dann einer Reinstoff-spezifischen Masse, wenn in der Messung tatsächlich die Reindichte gemessen werden konnte, andernfalls ist das Ergbnis 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 6,6 mg größer als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 0,3‰. Zur Bewertung von Gehalt bzw. Reinheit finden Sie Angaben am Ende des Berichts. 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 1,48177 oz/in³. Im Folgenden erhalten Sie Beschreibungen zu den Einzelheiten der durchgeführten Messung.

• Fünf Dichtemesswerte

Gesamtdauer der Aufzeichnungen in der Messung acht Minuten; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum beinahe isotherm bei 25,02°C.

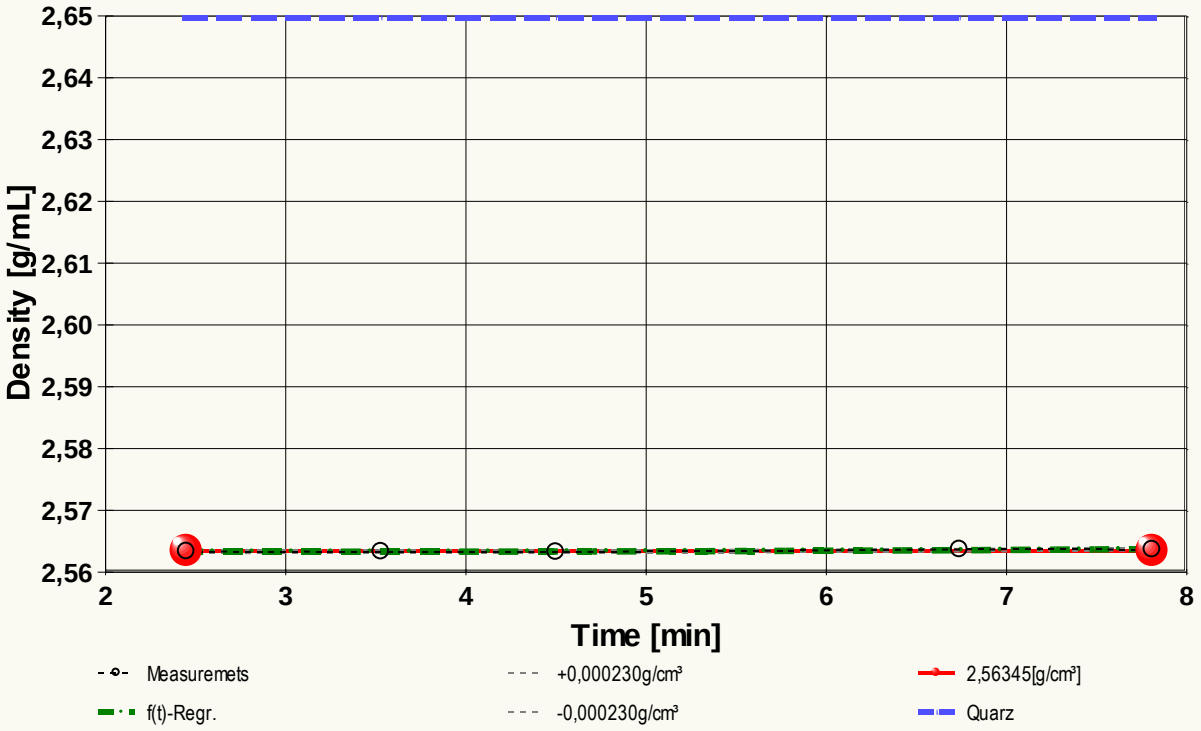
(1) Diagramm 'T(t)' - zur Temperatur im Verlauf der Messung:



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. 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 fünf Einzelergebnisse gebildet. Die Standardabweichung σ_ϱ beträgt $2{,}0 \cdot 10^{-4}$ g/cm^3 und die Standardabweichung des Mittelwertes $\sigma_{M\varrho}$ $8{,}9 \cdot 10^{-5}$ g/cm^3. Die empirische Streuung σ_ϱ ist kleiner als die erweiterte Standardmessunsicherheit U_ϱ $2{,}3 \cdot 10^{-4}$ g/cm^3.

(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 der Messbedingungen zur Anzeige bringen. Der temperaturkompensierte Verlauf der Referenz zu "Quarz" wird parallel zu den Messwerten angezeigt.

Im Diagramm zum zeitlichen Werteverlauf sind entsprechende Werte von *'Quarz'* temperaturkompensiert nach Referenzdaten eingezeichnet.

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

N° [min]	t [°C]	ϑ [g/cm³]	ρ_{Fl} [g/cm³]	ϱ_{Probe} [cm³]	V_{Probe} [s]	$\Delta t_{Akqu.}$ [K]	ΔT [g/cm³]	$\Delta\varrho_{Probe}$	N
1.	2,4	25,02	1,46793	2,563337	8,74486	1,2	0,00	8,8E-11	2
2.	3,5	25,01	1,46795	2,563308	8,74496	0,6	0,00	4,4E-11	2
3.	4,5	25,01	1,46795	2,563249	8,74516	1,2	0,00	4,4E-11	2
4.	6,7	25,02	1,46793	2,563677	8,74370	1,2	0,00	8,8E-11	2
5.	7,8	25,02	1,46793	2,563657	8,74377	0,6	0,00	8,8E-11	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 **$\rho_{Fl.}$** 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.*

• 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.1)

i	X_i		x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i)$ [g/cm³]	ν_i
1	W_1	g	22,40940	$2{,}12 \cdot 10^{-4}$	-0,0854	1/cm³	$-1{,}81 \cdot 10^{-5}$	∞
2	W_2	g	9,58097	$8{,}27 \cdot 10^{-5}$	0,20	1/cm³	$1{,}65 \cdot 10^{-5}$	4
3	ρ_a	g/cm³	0,0011120	$1{,}10 \cdot 10^{-6}$	-0,747	---	$-8{,}22 \cdot 10^{-7}$	∞
4	ρ_{Fl}	g/cm³	1,467940	$4{,}98 \cdot 10^{-5}$	1,75	---	$8{,}71 \cdot 10^{-5}$	5
Y	ϱ_{Probe}	g/cm³	2,563447		$u(y)=\sqrt{(\sum(c_i \cdot u(x_i))^2)}$ =		$9{,}05 \cdot 10^{-5}$	ν_{eff} = 5

Angabe der erweiterten Messunsicherheit U_ϱ aus der kombinierten Standardmessunsicherheit (u_ϱ $9{,}05 \cdot 10^{-5}$ g/cm³) mit dem Erweiterungsfaktor k_{95} = 2,57. Die Werte der Probendichte liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall $\pm 2{,}3 \cdot 10^{-4}$ g/cm³ bzw. im Bereich ±91 ppm 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 $u_1(x)$. Der Sensitivitätskoeffizient c_1 wird aus der partiellen Ableitung der Modellgleichung (Gl.1) nach X_1 mit der Variablen x_1 berechnet. Die Wurzel der summierten Varianzen $u_i c_i$ 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 ν_2 fest (Anzahl - 1 = 4). Die Eingangswerte x_1 und $u_1(x)$ für das Probengewicht W_1 wurden separat (ggf. extern) 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 4,03 erhalten; Dichtewerte liegen mit nahe 99%iger Wahrscheinlichkeit im Überdeckungsintervall $\pm 3{,}6 \cdot 10^{-4}$ g/cm³.

Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:
$m_{Probe} = W_1 \cdot (1 - \rho_a/\varrho_{cal}) / (1 - \rho_a/\varrho_{Probe})$ (Gl.2)

i	X_i		x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i)$ [g]	ν_i
1	W_1	g	22,4094	$2{,}12 \cdot 10^{-4}$	1,00	---	$2{,}12 \cdot 10^{-4}$	-
2	ρ_a	g/cm³	0,0011120	$1{,}10 \cdot 10^{-6}$	5,95	cm³	$6{,}54 \cdot 10^{-6}$	-
3	ϱ_{cal}	g/cm³	8,000	$8 \cdot 10^{-3}$	$3{,}90 \cdot 10^{-4}$	cm³	$3{,}12 \cdot 10^{-6}$	-
4	ϱ_{Probe}	g/cm³	2,563447	$9{,}05 \cdot 10^{-5}$	$-3{,}79 \cdot 10^{-3}$	cm³	$-3{,}43 \cdot 10^{-7}$	-
Y	m_{Probe}	g	22,4160		$u(y)=\sqrt{(\sum(c_i \cdot u(x_i))^2)}$ =		$2{,}12 \cdot 10^{-4}$	ν_{eff} -

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor k = 2. Die Masse der Probe m_{Probe} wird zu 22,4160 $\pm 4{,}2 \cdot 10^{-4}$ g bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 19 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: $V_{Probe} = m_{Probe} / \varrho_{Probe}$

$$u(V_{Probe}) = \sqrt{\left(u(m_{Probe}) / \varrho_{Probe})^2 + (-m_{Probe} \cdot u(\varrho_{Probe}))/\varrho_{Probe}^2\right)} = 0{,}00031 \text{ cm}^3 \quad \text{(Gl.3)}$$

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor k = 2 angegeben, sie beträgt 0,00062 cm^3 bzw. relativ 71 ppm.

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°7197 und 7199**. Durch die so erfolgte Übertragung, sind die hier gemessenen Werte der Probendichte an das Dichtemessnormal Ref.N°339 von der Flüssigkeitsdichtebestimmung angeschlossen. Die Flüssigkeitsdichte $\boldsymbol{\rho}_{Fl.}$ wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur ϑ berechnet:

$\boldsymbol{\rho}_{Fl.} = f(\boldsymbol{\vartheta}[°C])=(1.4800-1.892E-3\cdot(\vartheta -25)) -0,01203$ (Gl.4)

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte $u(\rho_{Fl})$ wurden aus 6 Einzelmesswerten der Flüssigkeitsdichte bezogen ($u(\rho_{L.Equ.})$= $3,76\cdot10^{-5}$ g/cm^3) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur ($u(\rho_{L.Temp.})$= $3,28\cdot10^{-5}$ g/cm^3) bestimmt und belaufen sich damit auf $4,98\cdot10^{-5}$ g/cm^3. $u(\rho_{Fl})$ steuert mit einem Beitrag von 93% den bei Weitem größten Anteil zur Gesamtmessunsicherheit der Probendichte bei.

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.

• Probenhandhabung und Messtechnik

Das Gewicht von Prüfkörper und Halterung (gesamt 52,0334 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/cm^3 und sein kubischer Ausdehnungskoeffizient 63 $\pm1\cdot10^{-6}K^{-1}$ mit der Bezugstemperatur 25°C herangezogen. Für die angewendete IMETER-Patentmethode (Meniskus- und Drifteliminierverfahren) wurde der Aufhängungsquerschnitt mit 0,0314 mm^2 angegeben. Über den Niveau-Unterschied von durchweg 9,5 mm zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von 0,3 mm^3, 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 $u(W_1)$ und $u(W_2)$) in der Unsicherheit der Ergebnisse dieser Messung direkt aus. Der Unsicherheit aus dem Prüfmittel Waage - Beiträge zur Messunsicherheit des Probengewichts $u(W_1)$ aus dem Zustand und den Eigenschaften der Waage ⇒ Unsicherheitsbeiträge der Probenwägung mit Verteilungsfaktoren: Reproduzierbarkeit $u(W\delta_{Rep.})$=50 µg / √3, Nullpunkt der Anzeige $u(W\delta_{Zero})$=**0,10 mg** / √3, Linearität der Anzeige $u(W\delta_{Lin.})$=47 µg / √3, Justier/Kalibrierreferenz, OIML E2, $u(W\delta_{mcal.})$=29 ng / 2, Zeit seit letzter Justierung, 50 µg/Tag, $u(W\Delta_{tcal.})$=3,2 µg / √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, $u(W\delta_{Lin.})$=8,7 µg / √3, $u(W\delta_{mcal.})$=0,16 µg / 2, $u(W\Delta_{Tcal})$=4,8 µg / √3, $u(W\Delta_{tcal.})$=3,2 µg / √3.*

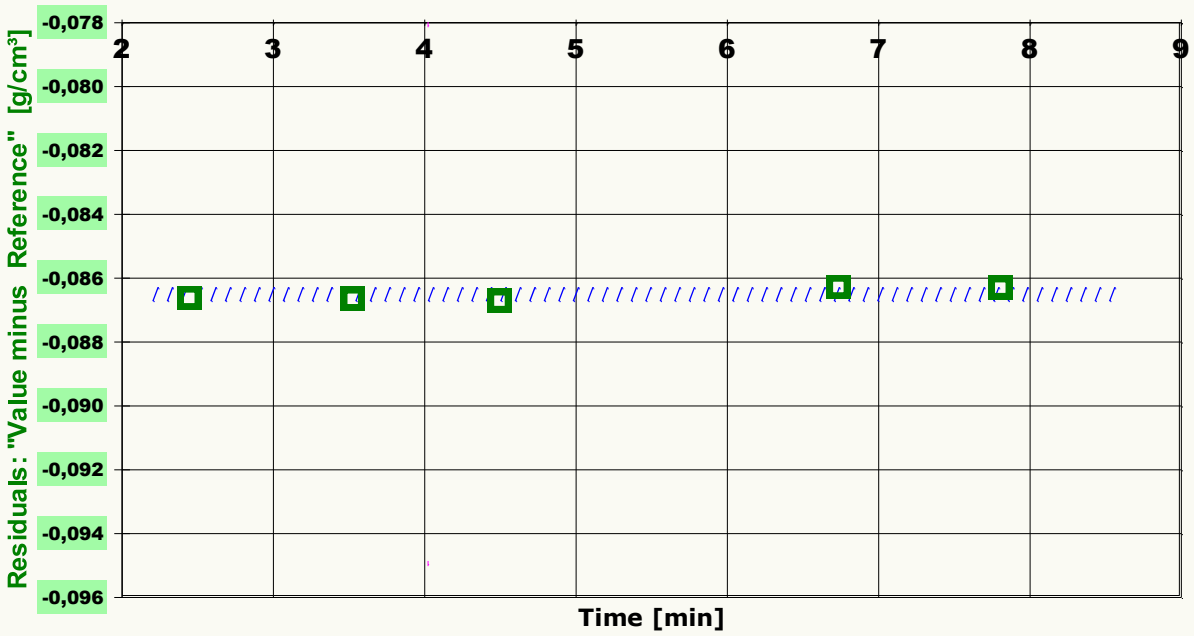
• Referenzvergleich mit "*Quarz*" für 25,02°C

	Referenz	Messung	Δ absolut	Δ relativ	Δ / u
ρ	2,65	2,56	-0,09 g/cm³	3%	**391**

Zum Vergleich der Werte wurde das Messergebnis auf die Präzision der Referenzangabe gerundet.

*Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'QUARZ' 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 'Quarz' acc. to f(T[°C])=2.65-3.577E-6 · (T - 20)
Mean and Standarddev. of Residuals: -0,0865 ±2,0E-4 g/cm³, relative: -3,4% at a spread of 78 ppm

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 ***Wasser*** zurückgeführt werden.

• Berechnete Zusammensetzung - binäre Mischung

		% m/m	% V/V	absolut [g]
Quarz	:	**97,963**	**94,764**	21,9595
Wasser	:	**2,037**	**5,236**	0,4565

Die Bestimmung des Mischungsverhältnisses basiert auf vorliegenden Datenbankeinträgen:
Quarz, *ID2074.3*: $\rho_1 = f(\vartheta[°C]) = 2.65-3.577E-6 \cdot (\vartheta - 20)$
Präzision: zwei gültige Nachkommastellen. Referenz: *'SiO2, a-Quarz, SF weiss, MH 7'*.
Wasser, *ID10136.3*:

$$\rho_2 = f(\vartheta[°C]) = (6.5592063E-05 \cdot \vartheta^5 - 1.1225639E-02 \cdot \vartheta^4 + 1.0026530 \cdot \vartheta^3 - 90.968893 \cdot \vartheta^2 + 679.48991 \cdot \vartheta + 9998425.9)/1E7$$

Präzision: sechs gültige Dezimalen. Referenz: *'Handbook of Chemistry and Physics, 75th Edition, Lide, D.R. (Ed), CRC Press: - r.equ.. 0 to 40°C'*.
$\phi_{1/2}$ - Mischungskoeffizient: keiner, es wird ideales Mischungsverhalten angenommen.

Die Berechnung der Reinheit bzw. des Gehalts beruht auf der Beziehung: $\rho_{Ges} = (m_1+m_2) / (m_1/\rho_1 + m_2/\rho_2)$. 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 'Quarz' 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 $\rho 1$ 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. Bei höheren Anteilen der Verunreinigung (Wasser) kann sich ein nicht ermittelter $\phi_{1/2}$ - Koeffizient verstärkt auswirken!

• Meldungen

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

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 7198, 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 createtd during execution of the IMPro *"Gefäß_Meniskuselimin"*, type 9/136. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 1,5 Stunden vor dieser Messung von imeter justiert.
IMETER ID16405542: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,000 g/cm^3, Luftdichte ρ_a 1,112 kg/m^3; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/sec^2. Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 4.1.108, Li[illegible]N° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

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.

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!