

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

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

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

IMETER Methode N°20 "Auto-Gillmore-Needle"

Viskosität von **Polyphosphorsäure**

In diesem Beispiel wurde Polyphosphorsäure bei 25°C gemessen.

Die Anwendung der IMETER-Methode N°20 auf *Viskositätsmessungen* zur Materialcharakterisierung für sehr hoch viskose Zustände stellt eine einfach handhabbare Technik zur Verfügung. Für Rheologen mag das hier angewendete Verfahren unbefriedigend sein, da die Strömungsverhältnisse in diesem Aufbau nicht in jeder Hinsicht genau bekannt sind. Demgegenüber stehen die Einfachheit und Schnelligkeit der Messung und nicht zuletzt die Vorteile der metrologischen Fundamente, der Reproduzierbarkeit, der automatischen IMETER-Dokumentation und der Vergleichsmöglichkeiten.

In dieser Messung wurde aus 12 Einzelmessungen eine Standardabweichung bei nahe 1% erhalten. Damit können Polymerisationsgrade des Materials recht gut differenziert werden; und das ist der Zweck der Viskositätsmessung. - Interessant ist dieses Beispiel in der Anwendung der Methode auf korrosives Probenmaterial.



automatic Report (5DE652V16312B), imeter/MSB, Augsburg

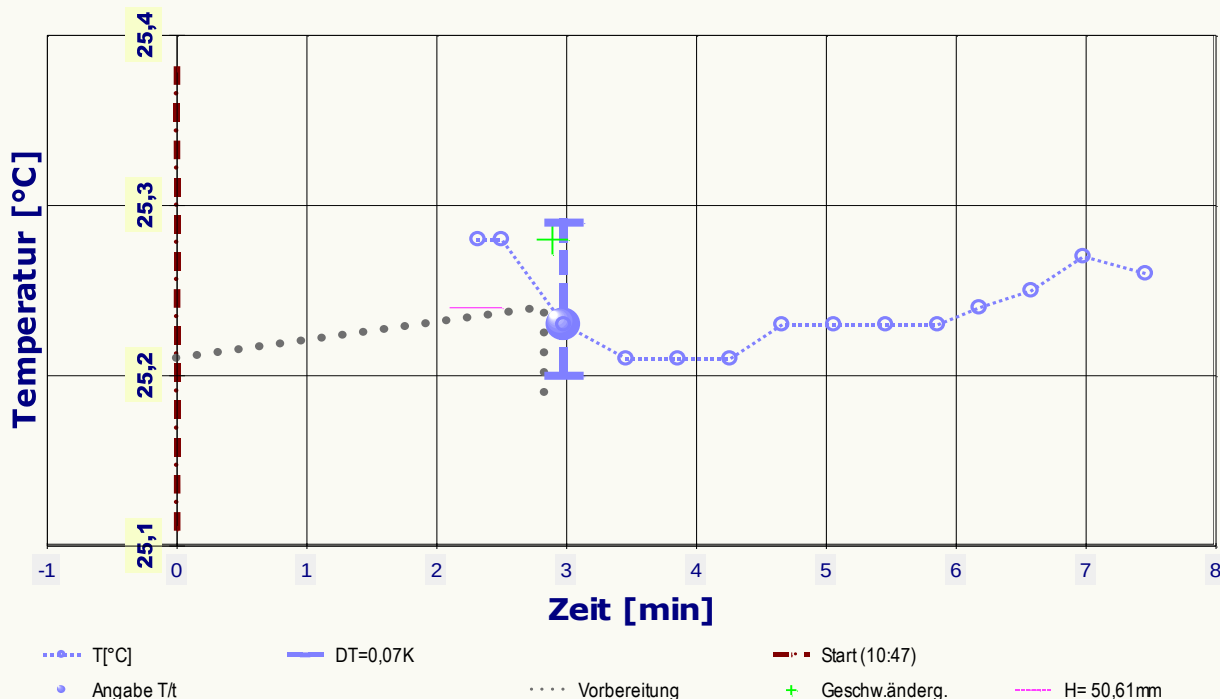
ID N° 268 - Hardness/Viscosity - Mean value

Title: **Polyphosphorsäure (Probe #2)**
Remarks: einfache, schnelle Mittelwertsmessung in einer QS-Aufgabe. -- Zur Messung werden lediglich 0,5mL Probenvolumen benötigt (Tiegel in Temperiergefäß).
Examination: bei 50,0% [r.H.] und 25,23 [°C]
Result: $H_{i20} = 4,25 \cdot 10^{-4}$ [MPa/mm] ($\pm \sigma_{rel.}$ 0,98%)
 $\eta = 74,6$ [Pa·s] ($\pm \sigma_{rel.}$ 0,94%)

Report

• Allgemeines

Auswertung von zwölf Penetrationen - Die gesamte Programmlaufzeit betrug acht Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 25,21 bis 25,28°C. - Gewichtetes Temperaturmittel 25,23°C, relative Luftfeuchte 50,0 [%r.H.].



Im Diagramm "Temperaturprofil-2" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Grafik dient der Rückkopplung über die Vorgänge und zur Zusammenfassung. -- Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an (der Temperaturfühler kann je nach Einsatz die Proben- oder Regeltemperatur oder die Umgebungstemperatur im Messraum dokumentieren). Der Start der Penetrationsmessung wird durch eine Kreuzmarke, oben im Diagramm, angezeigt.

Die Berechnungen verwenden die Messdaten nach Korrekturen, die Zeit/Trägheitseffekte der Kraftmessung und elastische Eigenschaften der Vorrichtung nach Angaben im Datenblatt der Messung (freier Messkörper) berücksichtigen.

Angaben zum Systemaufbau: In den Berechnungen wird die Trägheitskonstante 0,37 [s] und der Elastizitätsfaktor 0,0201 [$\mu\text{m}/\text{mN}$] wirksam; der Methodenname des Auswertungsalgorithmus ist "Mittelwerte - Härte/Konsistenz". Der verwendete Messkörper ("GillmoreNadel 3"), Bezeichnung *Frei angegeben*, hat eine Masse von 212,81 [g] und den Indenterdurchmesser 3 [mm]. Er erzeugt so einen maximalen Flächendruck von 0,295 [MPa]. **Viskositätsangaben:** Die Berechnung der Viskosität erfolgt unter Berechnung von Strömungswiderstand, Wandreibung (mit Probendurchmesser 10[mm]), Probentiefe (7,7[mm]), durch die Berechnung der Quetschströmung sowie der Übergangsströmungen und ohne Kalibrierfaktor.



Im Diagramm "Viskosität-Zeitverlauf" werden die einzelnen Viskositätswerte als Kreismarkierungen in ihrem zeitlichen Verlauf abgebildet; Mittelwert und Standardabweichung werden als Strich und gestrichelter Bereich dargestellt, der Angabewert ist als Kugelmärke eingezeichnet.

• Ergebnisse

Härteangabe $H_{i20(b|v|d)}$: $H_{i20(3|1,00|3,67)} = 4,25E-4$ [MPa/mm]

' $H_{i20(b|v|d)}$ ': der Index "(b|v|d)" steht für Indenterdurchmesser (b[mm]), Geschwindigkeit (v[mm/s]) und Eindringtiefe (d[mm]), wodurch das Ergebnis eindeutig beschrieben und mit anderen Messergebnissen entsprechender Indizierung unbedingt vergleichbar wird.

Zusammenfassung der Kennzahlen zu zwölf Messkurven:

Nachfolgende Angaben sind Mittelwerte, die durch absolute und relative Standardabweichung charakterisiert sind.

Härte	H_{i20}	4,25E-4	$\pm 4,15E-6$	[MPa/mm]	$\pm 0,98\%$
Steigung	Stg.	3,58E-4	$\pm 3,77E-5$	[N/mm ³]	$\pm 11\%$
Arbeit	W	9,18E-4	$\pm 2,34E-5$	[mJ/mm ³]	$\pm 2,5\%$
Leistung	P	2,57E-4	$\pm 7,16E-6$	[mW/mm ³]	$\pm 2,8\%$
Geschw.	v_M	1,00	$\pm 0,00$	[mm/s]	$\pm 0,0\%$
Tiefe	$d_{Fmax.}$	3,67	$\pm 0,0182$	[mm]	$\pm 0,50\%$
Viskosität	η	74,6	$\pm 0,702$	[Pa·s]	$\pm 0,94\%$

Zusammenstellung grundlegender Daten zu den einzelnen Härtemesswerten, Tabelle 1:

N°	t	T	Pkte	sw	$d_{Fmax.}$	v_M	H_{i20}	η
1.	2,9	25,24	70	0,051	3,650	1,000 "	4,23E-4	74,3
2.	3,4	25,21	71	0,050	3,680	1,000 "	4,28E-4	75,3
3.	3,8	25,21	67	0,052	3,620	1,000 "	4,32E-4	75,7
4.	4,2	25,21	71	0,051	3,660	1,000 "	4,28E-4	75,2
5.	4,6	25,23	72	0,050	3,670	1,000 "	4,28E-4	75,3
6.	5,0	25,23	70	0,051	3,665	1,000 "	4,26E-4	74,8
7.	5,4	25,23	71	0,050	3,690	1,000 "	4,24E-4	74,6
8.	5,8	25,23	71	0,051	3,659	1,000 "	4,24E-4	74,4
9.	6,1	25,24	70	0,052	3,680	1,000 "	4,23E-4	74,4
10.	6,5	25,25	66	0,054	3,679	1,000 "	4,20E-4	73,8
11.	6,9	25,27	71	0,050	3,670	1,000 "	4,19E-4	73,7
12.	7,3	25,26	72	0,050	3,669	1,000 "	4,18E-4	73,5

Tabellenerläuterung: Mit **t** [min] wird der relative Zeitpunkt des Härtewertes mit Bezug auf die Startzeit ausgegeben und mit **T** [°C] die Temperatur, **Pkte** gibt die den Kurvenzug beschreibende Anzahl an gültigen Kraft/Weg/Zeit-Messpunkten an, die im mittleren vertikalen Abstand **sw** [mm] gemessen wurden. Die Eindringtiefe der Nadel bei maximaler Kraft wird mit **$d_{Fmax.}$** [mm] angegeben; bei relativ 'harten' Messkurven wird die Tiefe um eine Stelle genauer ausgegeben, um damit interpolierte Tiefenwerte zu kennzeichnen. Die mittlere Eindringgeschwindigkeit wird durch **v_M** [mm/s] angegeben. Es werden Kennzeichnungen den Geschwindigkeitswerten beigeordnet: "" bedeutet eine dynamische Penetration, "." eine (mehr) statische Messweise. Zusätzlich zeigen die Zeichen "°, 1, 2, 3" eine in dieser Reihe zunehmende Ungleichförmigkeit der Geschwindigkeit an. Die Härte wird mit **H_{i20}** [MPa/mm] angegeben - "IMETER-Härte nach Methode 20". Die **H_{i20}** wird aus dem Quotienten der größten Messkraft, die in der Penetrationskurve auftritt, und der dazugehörigen Eindringtiefe **$d_{Fmax.}$** und der Nadelfläche gebildet. Das Verhältnis des letzten Kraftmesswertes zur Eindringgeschwindigkeit **v_M** sowie mit den geometrischen Verhältnissen wird verwendet (gemäß der Angaben im Abschnitt zum Systemaufbau), um die dynamische Viskosität **η** [Pa·s] zu berechnen. -- Viskositätsbereiche zum Vergleich der Größenordnungen: Wasser 0.001, Glycerin 1, Honig 10, Bitumen 10⁸, Glas 10¹⁶ [Pa·s].

Zusätzliche Daten, Tabelle 2:

N°	$d_{max.}$	F_e	F_{max}	%max _F	Stg	N%<0	N%<½Stg	W	P
1.	3,650	10,923	10,923	0,52%	3,24E-4 ° 1	0%	3%	9,50E-4	2,66E-4
2.	3,680	11,141	11,141	0,53%	3,31E-4 ° 1	0%	0%	9,53E-4	2,66E-4
3.	3,620	11,057	11,057	0,53%	3,33E-4 ° 0	0%	0%	9,42E-4	2,67E-4
4.	3,660	11,073	11,073	0,53%	4,21E-4 ° 3	0%	0%	9,35E-4	2,61E-4
5.	3,670	11,113	11,113	0,53%	4,19E-4 ° 3	0%	0%	9,29E-4	2,59E-4
6.	3,665	11,029	11,029	0,53%	3,42E-4 ° 1	0%	1%	9,15E-4	2,57E-4
7.	3,690	11,072	11,072	0,53%	3,45E-4 ° 1	0%	0%	9,12E-4	2,55E-4
8.	3,659	10,958	10,958	0,53%	3,42E-4 ° 0	0%	0%	9,01E-4	2,52E-4
9.	3,680	11,011	11,011	0,53%	4,19E-4 ° 3	0%	4%	9,03E-4	2,50E-4
10.	3,679	10,922	10,922	0,52%	3,50E-4 ° 1	0%	2%	8,96E-4	2,50E-4
11.	3,670	10,881	10,881	0,52%	3,38E-4 ° 1	0%	1%	8,90E-4	2,49E-4
12.	3,669	10,848	10,848	0,52%	3,35E-4 ° 0	0%	0%	8,87E-4	2,48E-4

Tabellenerläuterung: **$d_{max.}$** [mm] bezeichnet den Endwert der Eindringtiefe, also die tiefste Eindringung; an dieser Stelle wird die Kraft **F_e** [mN] gemessen (=> η -Berechnung). **F_{max}** [mN] ist die größte aufgetretene Kraft (=> H_{i20} -Berechnung). **%max_F** zeigt den Nutzanteil des maximal erzeugbaren

Druckes bei **$d_{Fmax.}$** an. Die mittlere Kurvensteigung in der jeweiligen Druck-Penetrations-Kurve wird mit **Stg.** gegeben. Die Größe **Stg.** [MPa/mm] ist ein

H₂₀ analoger Härteausdruck - jedoch als Mittelwert über den Gesamtverlauf mit Individualmerkmalen der Eindringkurven versehen. Als Kennzeichnung für die in **Stg.** beinhaltete Wertestreuung sind die Zeichen " '°,1,2,3,x" in Reihe zunehmender Varianz beige gestellt; 'x' bedeutet einen extrem un stetigen Kraftverlauf bei der Eindringung. Als zusätzliche Merkmale zur Klassifikation jeweiliger Penetrationskurven werden mit **N_{90<0}** und **N_{90<1/2Stg}** zwei weitere Kennzahlen berechnet. Negative Steigungswerte der Druckkurven (z.B. durch Einbrüche, Fließgrenzen, Blasen) werden durch **N_{90<0}** mit dem Prozentsatz dieser Werte ausgewiesen. Die Spalte **N_{90<1/2Stg}** gibt den prozentualen Anteil von Kurvenpunkten mit unterdurchschnittlicher Steigung an. Große Werte z.B. größer 50%, zeigen an, dass einige relativ hohe Steigungswerte auftreten. Mit **W** [J/cm²] und **P** [W/cm²] wird die spezifische Penetrationsarbeit und -leistung angegeben - die bis **d_{Fmax}** berechnet wird.

Berichteinstellungen - aktivierte Ausgabeinstellungen: Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.

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

Wägewerte sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML); **Temperaturangaben** beziehen sich auf die Skala der ITS-90.

Standardabweichungen: Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s²) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) 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 268, Datenbank imeter-Beispiele) 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 by execution of the IMPro "**GelPrüfung_V1**", type 20/62. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt.

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZ224-CW) wurde zuletzt zwei Tage vor dieser Messung von XPMUser justiert.

IMETER ID16405542: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit^{*)} 0,2 mg, Dichte der Justiermasse^{*)} 8,000 g/cm³, Luftdichte^{*)} 1,119015 kg/m³; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec² für die Fallbeschleunigung^{*)}. Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit^{*)} (

5.6.32, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem^{*)}: Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden, um die Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden i

„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, kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen - Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER hier bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das gibt Sicherheit und fördert Entdeckungen.



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

©2016 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!