IMETER Methode Nr.8 "Feststoffdichte & Dilatation "

Messung der *Feststoffdichte*

an Pulvern, Granulaten, Pasten oder Flüssigkeiten

Am Beispiel Honig

©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 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.

Der Maßstab bei der hydrostatischen Festkörperdichtemessung ist die Dichte der Messflüssigkeit, um damit die exakt gemessene Auftriebskraft auf das Probenvolumen zurückzuführen. In diesem Beispiel wird die Messung an einer anderen Flüssigkeit (Honig) beschrieben. Zur Erhöhung der Sicherheit wird das alternierende Messverfahren für die Gewährleistung des Maßstabs und die Meniskuseliminierung für sicherste Messwerte eingesetzt. Ein Problem bei der hydrostatischen Messung waren bisher pastöse und feinteilige Stoffe. Statt Pyknometer einzusetzen, kann die IMETER-Dichtemessung sehr komfortabel angewendet werden.

Ein anderes Problem ist, wenn der Prüfstoff in der praktischen Standardflüssigkeit „Wasser" angegriffen oder gelöst wird. In diesem Fall kann entsprechend ein anderes Messfluid gewählt werden. Nur gibt es kaum Flüssigkeiten, deren Dichten über Temperaturbereiche im ppm-Maßstab glaubwürdig ermittelt sind. Aber auch dieses Problem wird gelöst.
Als Flüssigkeit wurde Chloroform (technische Qualität) eingesetzt. Es löst den Honig nicht und die relativ hohe Dichte verbessert die Messauflösung. Praktisch wurde so vorgegangen: Eine *Schale*, in die hernach der Honig gegeben wird, wird leer in die Messflüssigkeit eingesetzt und zwar zur Dichtemessung[1] der Flüssigkeit selbst. Dann wird in den Behälter eine Menge an Honig genau eingewogen; das Gewicht wird im Datenformular angegeben, die Schale in die Messzelle eingesetzt und wie zuvor automatisch nach Temperaturangleichung, nun die Dichte des Honigs 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 oder es wird die nächste Probe untersucht.[3] Dieses Verfahren ist wenig aufwendig, denn die Handgriffe und Eingaben sind einfach.
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.
Diese 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-Thermostat (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:

IMETER V.5.5 rev.26

automatic Report (89F791J16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg

ID N° 7200 - Density of Solids

Title: **Honig**
Remarks: (Bienenhonig)
Result: $\varrho_{25,0°C}$ **= 1,4235 ±0,0001 g/cm³**
Honig 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*

[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 Fest/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.

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 14 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 - Honig

- Angaben für ϑ = 24,98 ±0,03°C, Luftdichte bei der Probenwägung ρ_a = 1,112 ±0,0011 kg/m³ -

Dichte, spezifische Masse	ϱ	**1,42352**	**± 0,00013**	**g/cm³**	**91 ppm**
Probenvolumen	V	**12,6799**	**± 0,00087**	**cm³**	**69 ppm**
Masse der Probe	m	**18,05**	**± 0,00045**	**g**	**25 ppm**
Wägewert, Probengewicht	W	**18,0384**	**± 0,00044**	**g**	
relative Dichte	ϱ_4^ϑ	**1,42356**	**---**	ϱ_{20}^ϑ 1,42608	
spezifisches Volumen	v_s	**0,702484**	**cm³/g**		

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

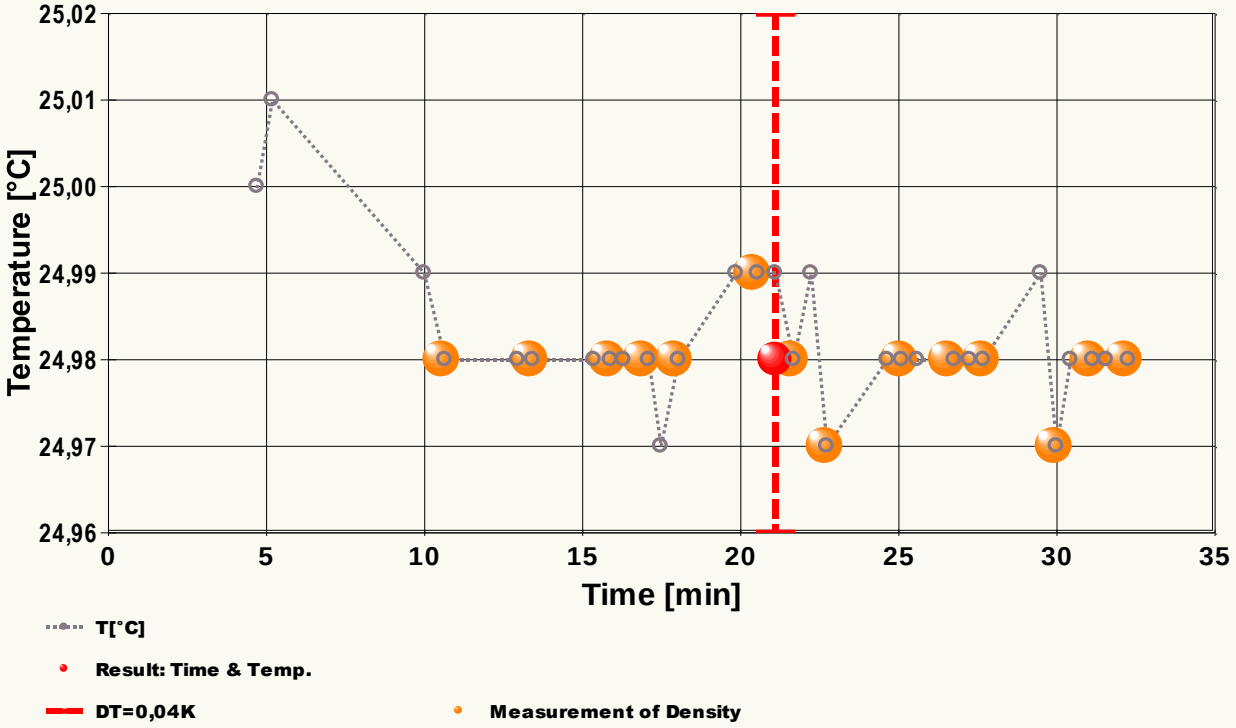
konventioneller Wägewert	W_k	**18,0375**	**g**	
Gewichtskraft	G	**176,948**	**mN**	176,887 p
Wichte, spez. Gewicht	γ	**13,9647**	**N/cm³**	13,9600 p/cm³

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 11,6 mg größer als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 0,6‰. 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 0,822849 oz/in³. Im Folgenden erhalten Sie Beschreibungen zu den Einzelheiten der durchgeführten Messung.

• 14 Dichtemesswerte

Gesamtdauer der Aufzeichnungen in der Messung 30 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 24,97 bis 25,01°C.

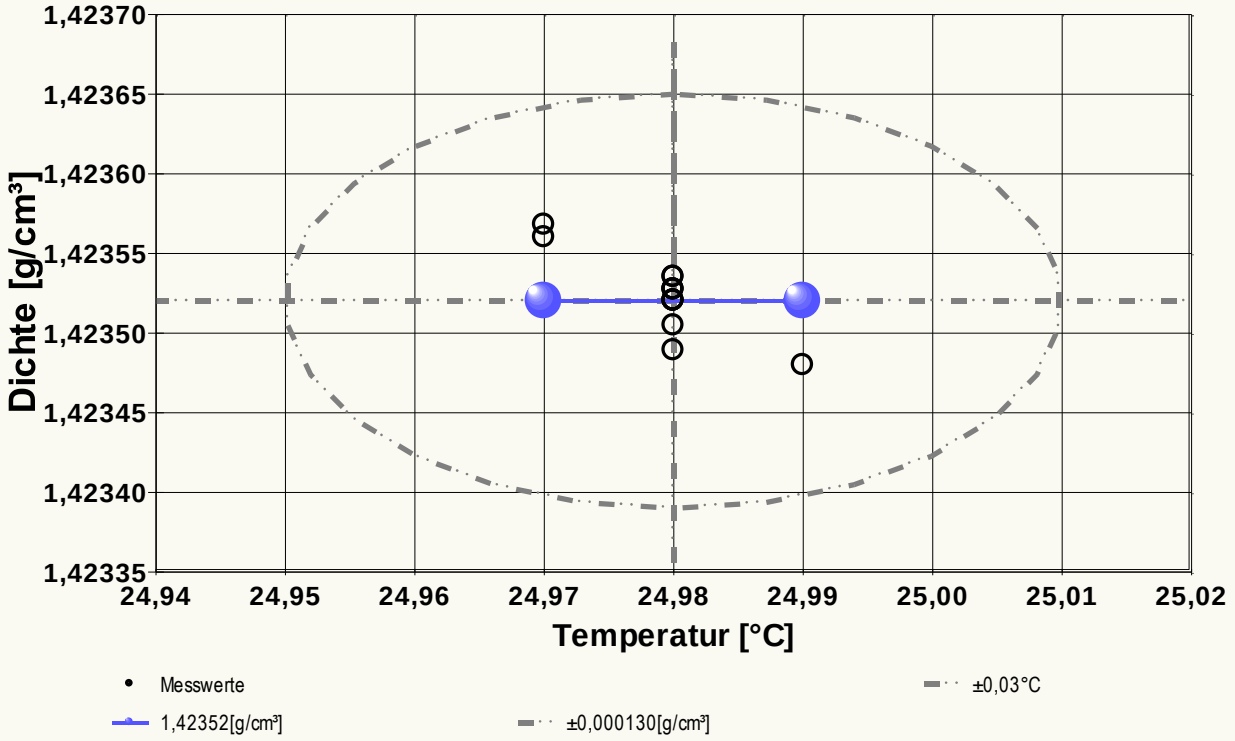
(1) Diagramm 'T(t)' - zur Temperatur im Verlauf der Messung:



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 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 14 Einzelergebnisse gebildet. Die Standardabweichung σ_ϱ beträgt 2,3·10^{-5} g/cm^3 und die Standardabweichung des Mittelwertes $\sigma_{M\varrho}$ 6,1·10^{-6} g/cm^3. Die empirische Streuung σ_ϱ ist viel kleiner als die erweiterte Standardmessunsicherheit U_ϱ 1,3·10^{-4} g/cm^3.

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



Das Diagramm "rho(T)" zeigt die 14 Dichtemesswerte als Kreissymbole in Temperaturabhängigkeit an. Es werden Messwerte mit dem Bereich der Messunsicherheit in Form einer gestrichelten Linie eingefasst.

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

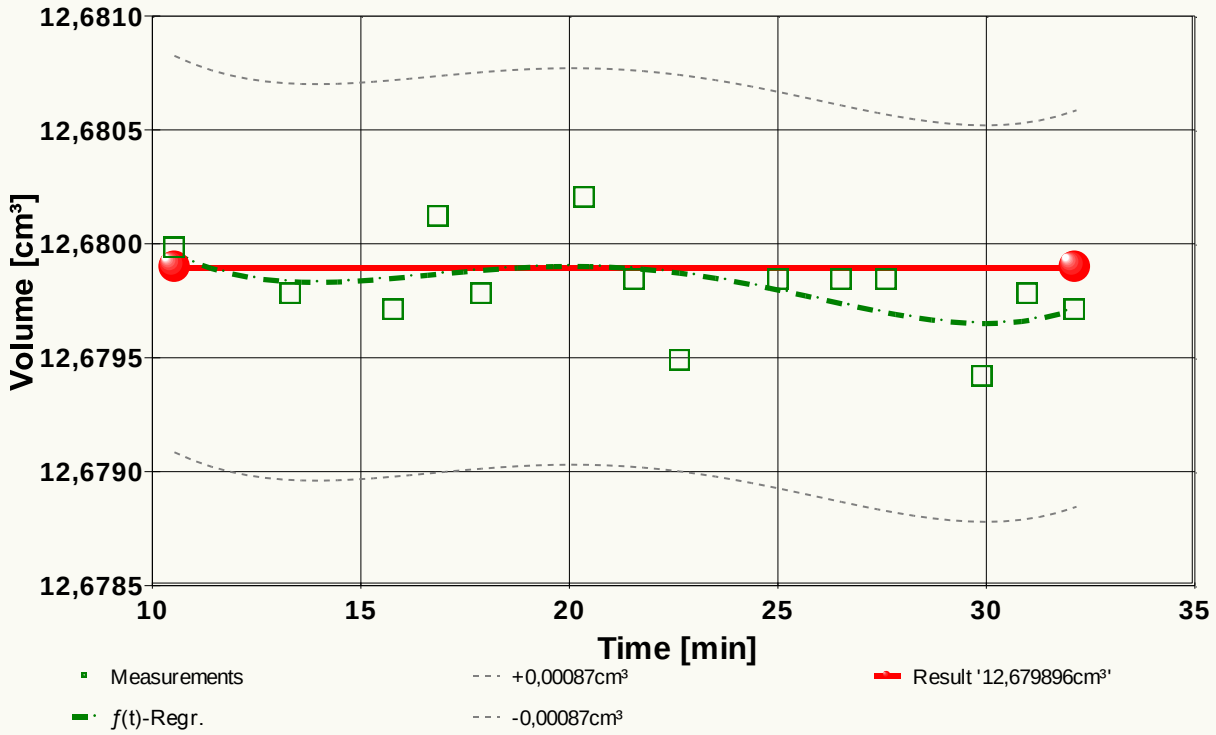
N° [min]	t [°C]	ϑ [g/cm^3]	ρ_{Fl} [g/cm^3]	ϱ_{Probe} [cm^3]	V_{Probe} [s]	$\Delta t_{Akqu.}$ [K]	ΔT [g/cm^3]	$\Delta\varrho_{Probe}$	N
1.	10,5	24,98	1,46803	1,423505	12,67998	0,6	0,00	-3,4E-11	2
2.	13,3	24,98	1,46803	1,423527	12,67978	1,2	0,00	-3,4E-11	2
3.	15,8	24,98	1,46803	1,423535	12,67971	1,2	0,00	-3,4E-11	2
4.	16,9	24,98	1,46803	1,423489	12,68012	1,2	0,00	-3,4E-11	2
5.	17,9	24,98	1,46803	1,423527	12,67978	0,6	0,00	-3,4E-11	2
6.	20,4	24,99	1,46801	1,423480	12,68020	1,2	0,00	-1,7E-11	2
7.	21,6	24,98	1,46803	1,423520	12,67984	1,2	0,00	-3,4E-11	2
8.	22,7	24,97	1,46805	1,423560	12,67949	1,2	0,00	-5,0E-11	2
9.	25,0	24,98	1,46803	1,423520	12,67984	1,2	0,00	-3,4E-11	2
10.	26,5	24,98	1,46803	1,423520	12,67984	3,0	0,00	-7,7E-6	4
11.	27,6	24,98	1,46803	1,423520	12,67984	2,4	0,00	7,0E-6	3
12.	29,9	24,97	1,46805	1,423568	12,67942	1,2	0,00	-5,0E-11	2
13.	31,0	24,98	1,46803	1,423527	12,67978	1,2	0,00	-3,4E-11	2
14.	32,1	24,98	1,46803	1,423535	12,67971	1,8	0,00	-3,4E-11	3

*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.*

***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.*

- **Chronologische Entwicklung des Probenvolumens**

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



Die Darstellung "abs. Volumen" zeigt die einzelnen Messwerte zum jeweils berechneten Volumen der Probenmenge . 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.

Mittelwert und Standardabweichung der einzelnen Messwerte zu Körper- bzw. Probenvolumen ergeben:

$\sigma_V = 2{,}10 \cdot 10^{-4}$ cm^3, $\sigma_{Vrel.} = 0{,}15‰$, $\sigma_{VM} = 5{,}8 \cdot 10^{-5}$ cm^3.

Die erweiterte Messunsicherheit für das Probenvolumen beträgt $8{,}7 \cdot 10^{-4}$ cm^3 - den vierfachen Wert von σ_V.

- **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	18,03840	$2{,}24 \cdot 10^{-4}$	$2{,}39 \cdot 10^{-3}$	1/cm^3	$5{,}35 \cdot 10^{-7}$	∞
2	W_2	g	-0,56440	$8{,}31 \cdot 10^{-5}$	0,0765	1/cm^3	$6{,}35 \cdot 10^{-6}$	13
3	ρ_a	g/cm^3	0,0011120	$1{,}10 \cdot 10^{-6}$	0,0303	---	$3{,}34 \cdot 10^{-8}$	∞
4	ρ_{Fl}	g/cm^3	1,468029	$4{,}98 \cdot 10^{-5}$	0,97	---	$4{,}83 \cdot 10^{-5}$	5
Y	ϱ_{Probe}	g/cm^3	1,42352		$u(y)=\sqrt{(\sum(c_i \cdot u(x_i))^2)}$ =		$4{,}87 \cdot 10^{-5}$ ν_{eff}	= 5

Angabe der erweiterten Messunsicherheit U_ϱ aus der kombinierten Standardmessunsicherheit (u_ϱ $4{,}87 \cdot 10^{-5}$ g/cm^3) mit dem Erweiterungsfaktor k_{95} = 2,57. Die Werte der Probendichte liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall $\pm 1{,}3 \cdot 10^{-4}$ g/cm^3 bzw. im Bereich ±88 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 = 13). 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 $\pm 2{,}0 \cdot 10^{-4}$ g/cm³.

Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:

$$m_{Probe} = W_1 \cdot (1 - \rho_a/\varrho_{cal}) / (1 - \rho_a/\varrho_{Probe}) \qquad \text{(Gl.2)}$$

i	X_i		x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i)$ [g]		ν_i
1	W_1	g	18,0384	$2{,}24 \cdot 10^{-4}$	1,00	---	$2{,}24 \cdot 10^{-4}$		-
2	ρ_a	g/cm³	0,0011120	$1{,}10 \cdot 10^{-6}$	10,4	cm³	$1{,}15 \cdot 10^{-5}$		-
3	ϱ_{cal}	g/cm³	8,000	$8 \cdot 10^{-3}$	$3{,}14 \cdot 10^{-4}$	cm³	$2{,}51 \cdot 10^{-6}$		-
4	ϱ_{Probe}	g/cm³	1,42352	$4{,}87 \cdot 10^{-5}$	$-9{,}91 \cdot 10^{-3}$	cm³	$-4{,}83 \cdot 10^{-7}$		-
Y	m_{Probe}	g	18,0500		$u(y)=\sqrt{(\sum(c_i \cdot u(x_i))^2)}=$		$2{,}24 \cdot 10^{-4}$	ν_{eff}	-

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor k = 2. Die Masse der Probe m_{Probe} wird zu 18,0500 ±4,5·10⁻⁴ g bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 25 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: $V_{Probe} = m_{Probe} / \varrho_{Probe}$

$$u(V_{Probe}) = \sqrt{\left(u(m_{Probe}) / \varrho_{Probe})^2 + (-m_{Probe} \cdot u(\varrho_{Probe}))/\varrho_{Probe}^2\right)} = 0{,}00044 \text{ cm}^3 \quad \text{(Gl.3)}$$

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor k = 2 angegeben, sie beträgt 0,00087 cm³ bzw. relativ 69 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°7199 und 7201**. Durch die so erfolgte Übertragung, sind die hier gemessenen Werte der Probendichte an das Dichtemessnormal Ref.N°339 von der Flüssigkeitsdichtebestimmung angeschlossen. Die Flüssigkeitsdichte $\rho_{Fl.}$ wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur ϑ berechnet:

$$\rho_{Fl.} = f(\vartheta[°C]) = (1.4800 - 1.892E\text{-}3 \cdot (\vartheta - 25)) - 0{,}01201 \qquad \text{(Gl.4)}$$

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte $u(\rho_{Fl})$ wurden aus 6 Einzelmesswerten der Flüssigkeitsdichte bezogen ($u(\rho_{L.Equ.})$= 3,76·10⁻⁵ g/cm³) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur ($u(\rho_{L.Temp.})$= 3,28·10⁻⁵ g/cm³) bestimmt und belaufen sich damit auf 4,98·10⁻⁵ g/cm³. $u(\rho_{Fl})$ steuert mit einem Beitrag von 98% 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. 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 47,6624 ±0,0001 g) wurde im Datenblatt angegeben. 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 11,4 mm zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von 0,36 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 $u(W_1)$ und $u(W_2)$) 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. Bitte geben Sie im Datenblatt die Messunsicherheit der Gewichtsbestimmung zur Probeneinwaage explizit an (47,6624 ±0,0001 ±? g). 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, $u(W\Delta_W)$=35 µg / √14, $u(W\delta_{Lin.})$=-0,51 µg / √3, $u(W\delta_{mcal.})$=-2,7 µg / 2, $u(W\Delta_{Tcal})$=-0,28 µg / √3, $u(W\Delta_{tcal.})$=35 ng / √3.*

• 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.

***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 7200, 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 9/34. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde zuletzt 30 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 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, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

*): ***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!*

.....

Nachträgliche Anmerkung(en):

Kommentar: < ***Intelligente und präzise Auswertung der Daten. Das Analyseprogramm merkt, dass die gemessenen Messdaten nicht ganz in den Vorhersagebereich aus der Berechnung der Messunsicherheit passen - und korrigiert dieses Problem. Und gibt darüber auch genaue Auskunft.*** > **Kommentar**

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

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!