

IMETER Methode Nr.8 "Feststoffdichte & Dilatation "

Messung von Dichte und Ausdehnungskoeffizient an PTFE (Teflon®) zwischen 0 und 40°C in Wasser

Von Teflon ist bekannt, dass bei ca. 19°C ein molekularer Übergang stattfindet (triklin zu hexagonaler Koordination). Es sollte geprüft werden, wie sich dies auch in Dichte und Wärmedehnung auswirkt.

Ein einfach zu handhabendes, aber sehr genaues Verfahren, um auch über lange Fristen hinweg korrekt den Auftrieb zu messen, wird eingesetzt, um die Dichte von PTFE in Temperaturabhängigkeit zu bestimmen. Da durch die Differenzmessungen Driftstörungen weitgehend beseitigt werden und durch die Eliminierung des *Meniskusgewichts* die andere wesentliche Fehlerquelle beseitigt wird, ist die Methode sehr sicher und genau. – In die Probe wurde einfach ein Haken gesteckt. Die Messung wurde in einem Temperiergefäß ausgeführt und läuft nach einem kurzen *Teach-in* vollautomatisch; dabei steuert IMETER im Messprogramm auch den Ministat -Thermostaten.

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 V.5.5 rev.26
automatic Report (730414S16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg

ID N° 12 - Density of Solids & Coefficient of thermal Expansion

Title: **Teflon - Übergang bei 19°C?**

Remarks:

'Aushänge-Aufhängung' des PTFE-Zylinders über einen eingesteckten Haken (mit 63.4mg der Dichte 8g/cm³ berücksichtigt)

Result: $\rho_{17,7^{\circ}\text{C}} = 2,1660 \pm 0,0004 \text{ g/cm}^3$, $\kappa = (1407 \pm 97) \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$
Teflon measured in 'Wasser'

Report

Messprinzip: Die Dichtebestimmung beruht auf der Messung von Masse und Volumen. Die Volumenbestimmung erfolgt dabei durch die hydrostatische Methode als Auftriebswägung. Diese basiert darauf, dass ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper um so viel leichter erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt. Die Dichte der Flüssigkeit, hier Wasser, muss sehr genau bekannt sein. Sie ist der Maßstab. Die Bestimmung der Masse erfordert außerdem die Kenntnis des Volumens, damit der Luftauftrieb korrigiert werden kann. In dieser Messung wurde das Volumen 70 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. Und indem die

Messungen bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt wurden, kann die Abhängigkeit der Materialdichte von der Temperatur und somit der Ausdehnungskoeffizient bestimmt werden. Die Sicherheit der Ergebnisse wird aus der Analyse der Messunsicherheiten der Einflußgrößen hergeleitet. Zu den Faktoren gehören Spezifikationen und Zustand der Instrumentierung, die Bestimmtheit der Flüssigkeitsdichte und die in der Messung beobachtete Stabilität der Kraft- und Temperaturmessung. Angaben dazu finden Sie in jeweiligen Abschnitten dieses Prüfberichts.

• Ermittelte Probendaten - Teflon

- Angaben für $\vartheta = 17,65 \pm 0,03^\circ\text{C}$, Luftdichte bei der Probenwägung $\rho_a = 1,13 \pm 0,001 \text{ kg/m}^3$ -

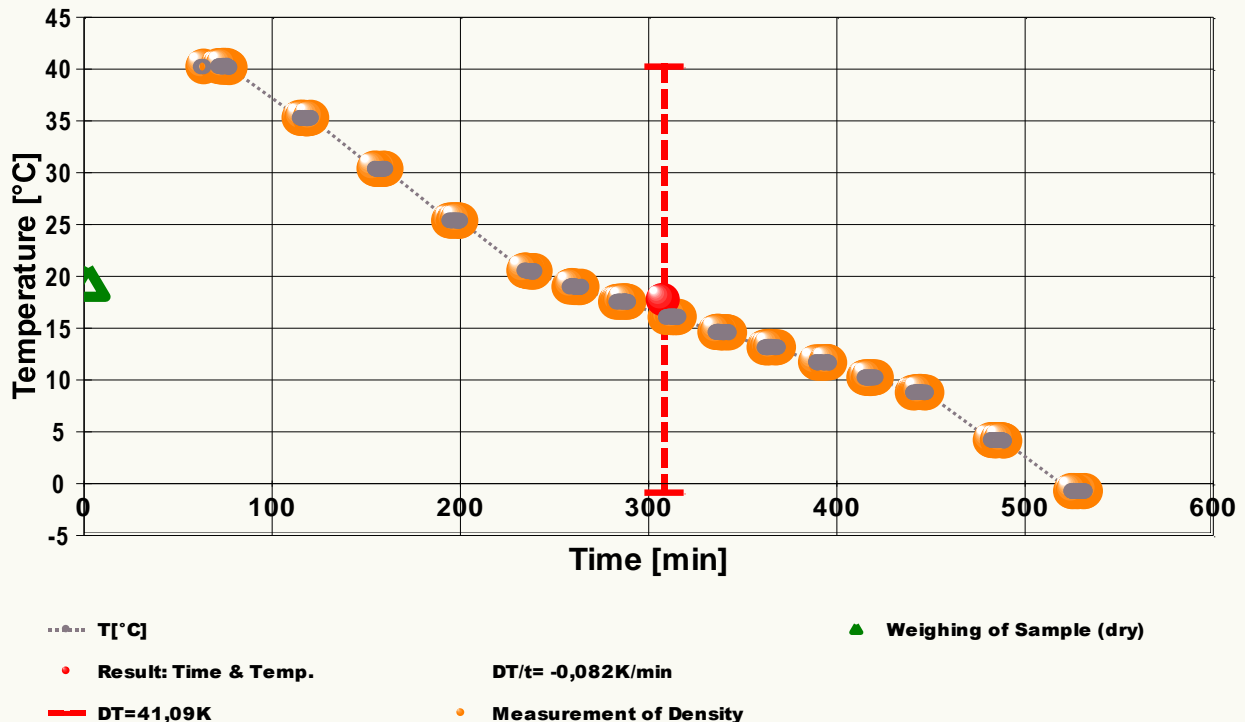
Dichte, spezifische Masse	ρ	2,1660	$\pm 0,00038$	g/cm^3	0,18%
Ausdehnungskoeffizient	κ	1407	± 97	$10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$	6,9%
Probenvolumen	V	42,515	$\pm 0,0075$	cm^3	0,18%
Masse der Probe	m	92,0792	$\pm 0,00021$	g	2,3 ppm
Wägewert, Probengewicht	W	92,0443	$\pm 0,00020$	g	
relative Dichte	ρ_4^{ϑ}	2,1660	---	ρ_{20}^{ϑ}	2,1698
spezifisches Volumen	v_s	0,46168	cm^3/g		
- Weitere Stoff- und Körpermaßeinheiten zu $\rho_a = 1.20 \text{ kg/m}^3$ und $g = 9.81 \text{ m/s}^2$ -					
konventioneller Wägewert	W_k	92,0420	g		
Gewichtskraft	G	902,932	mN	902,624 p	
Wichte, spez. Gewicht	γ	21,248	N/cm^3	21,241 p/cm^3	

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 Ergebnis eine Rohdichte bzw. scheinbare Dichte sowie eine scheinbare Masse. Zur isobaren thermischen Wärmedehnung können drei Kennzahlen für die Messtemperatur $17,65^\circ\text{C}$ angegeben werden: Der Temperaturkoeffizient der Dichte ($\frac{\rho}{\Delta T} = -3050 \text{ mg/gK}$), der angegebene kubische Ausdehnungskoeffizient (κ) und der lineare Ausdehnungskoeffizient mit $\alpha = 469 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$, der nur für isotrope Materialproben angegeben werden darf. 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 34,9 mg größer als der Wägewert angibt; materialbezogen beträgt der Unterschied bei der vorliegenden Luftdichte rund 0,4%. 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 $1,2520 \text{ oz/in}^3$. Im Folgenden erhalten Sie Beschreibungen zu den Einzelheiten der durchgeführten Messung.

• 70 Dichtemesswerte

Gesamtdauer der Aufzeichnungen in der Messung neun Stunden; ungleichmäßige Temperaturabnahme von $40,23$ auf $-0,86^\circ\text{C}$.

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



Im Diagramm "T(t)" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der dabei gemessenen Temperatur gezeigt. Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen die Temperaturmessungen an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmesswerten. Ein Dreieck-Symbol am Anfang stellt den Zeitpunkt der Wägung der Probe dar. Zeitpunkt und Temperatur der Ergebnisangabe werden durch eine Kugel markiert. Die Temperaturspanne in der Messung wird durch die senkrechte gestrichelte Bake angezeigt.

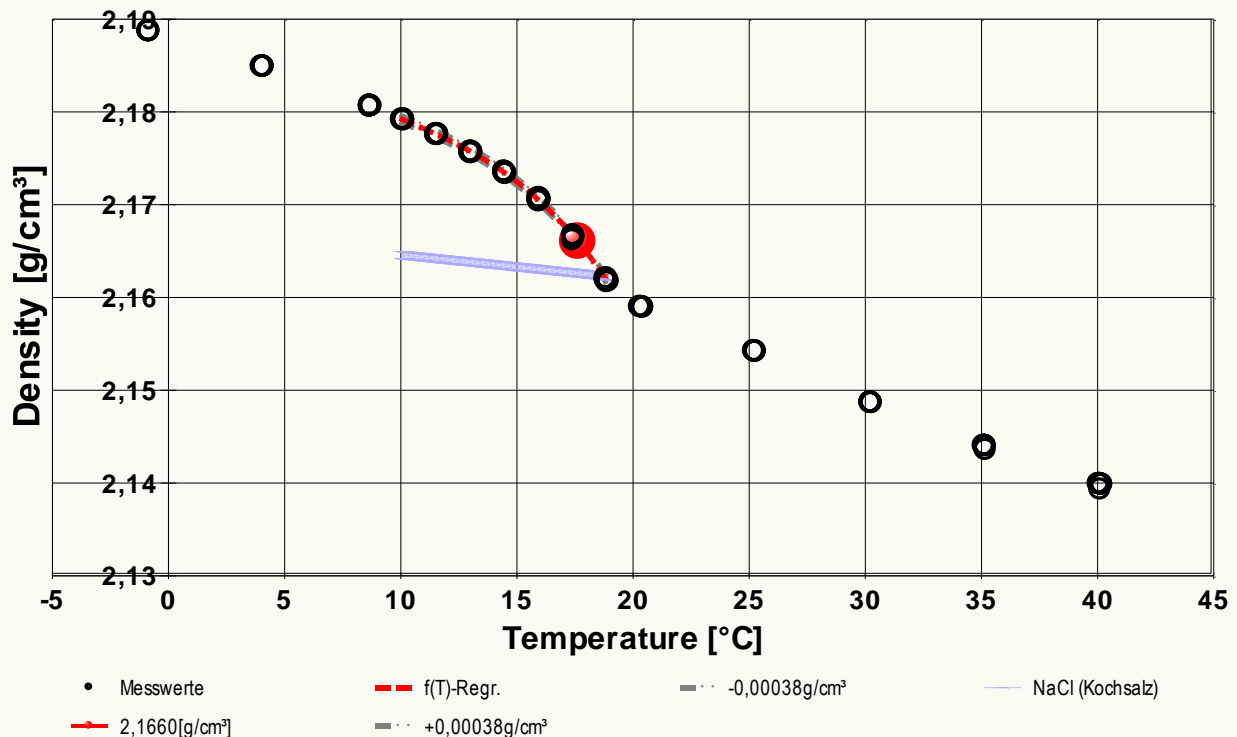
Durch eine vom Prüfer **temporär gesetzte Bereichsbeschränkung** bezieht sich die Datenauswertung nur auf Messwerte, die zwischen 10,1 und 19,0°C gemessen wurden. Zur Untersuchung verbleiben 70 Messwerte zur Dichte.

Das ausgegebene Messergebnis der Dichte wurde aus der Regressionsgleichung über den Temperaturverlauf der 70 Einzelergebnisse, ebenso die Angaben zur Wärmedehnungsmittelt. Grundlage ist die Gleichung:

$$\rho(T) = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 2,19878 - 3,91487 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta + 3,00117 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2 - 1,04069 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3 \quad (\text{Gl.1})$$

Die Bestimmtheit der Gleichung ist, gemäß Korrelationskoeffizient $r^2=0,99945$, *recht gut*. Die Standardabweichung σ_ρ der Gleichung beträgt $1,4 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ und die Standardabweichung des Mittelwertes σ_{M_ρ} $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$. Die empirische Streuung σ_ρ ist erwartungsgetreu kleiner als die erweiterte Standardmessunsicherheit U_ρ $3,8 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$. Die Gleichung kann zur Repräsentation der Wertemenge im Temperaturintervall mit der beigeordneten relativen Unsicherheit U_ρ 0,18‰ verwendet werden.

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



Das Diagramm "rho(T)" zeigt die 70 Dichtemesswerte als Kreissymbole in Temperaturabhängigkeit an. Es werden Messwerte mit dem Bereich der Messunsicherheit in Form einer gestrichelten Linie eingefasst. 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.

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

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

N°	t	ϑ	ρ_{Fl}	ρ_{Probe}	V_{Probe}	$\Delta t_{\text{Akqu.}}$	ΔT	$\Delta \rho_{\text{Probe}}$	N
[min]	[°C]	[g/cm³]	[g/cm³]	[cm³]	[s]	[K]	[g/cm³]		
1.	62,7	40,13	0,992171	2,13929	43,0421	91,2	0,00	6,0E-5	46
2.	72,0	40,17	0,992155	2,13978	43,0322	4,2	0,02	1,1E-5	3
3.	73,1	40,17	0,992155	2,13982	43,0313	4,2	-0,01	-8,4E-6	3
4.	73,8	40,10	0,992182	2,13986	43,0305	4,2	-0,01	1,4E-6	3
5.	74,7	40,21	0,992140	2,13980	43,0317	4,2	-0,01	-1,3E-5	3
6.	75,2	40,11	0,992178	2,13986	43,0305	4,2	-0,03	-2,5E-5	3
7.	76,0	40,15	0,992163	2,13984	43,0309	4,2	-0,02	-1,1E-5	3
8.	76,6	40,20	0,992144	2,13982	43,0313	4,2	-0,03	-3,5E-5	3
9.	77,2	40,11	0,992178	2,13986	43,0306	4,2	0,00	7,5E-15	3
10.	77,8	40,06	0,992198	2,13988	43,0301	4,2	-0,03	-2,0E-5	3
11.	115,3	35,19	0,993971	2,14355	42,9565	3,6	0,00	-1,6E-14	3

12.	116,1	35,15	0,993984	2,14395	42,9484	4,2	0,02	1,5E-5	3
13.	116,7	35,19	0,993971	2,14395	42,9484	4,2	0,01	-2,6E-6	3
14.	117,3	35,17	0,993977	2,14396	42,9482	4,2	-0,01	-7,3E-6	3
15.	117,9	35,18	0,993974	2,14395	42,9483	4,2	-0,02	-5,2E-6	3
16.	118,5	35,14	0,993988	2,14397	42,9479	4,2	0,00	-5,2E-6	3
17.	119,1	35,11	0,993998	2,14398	42,9478	4,2	-0,01	-7,6E-6	3
18.	119,9	35,17	0,993977	2,14396	42,9483	4,2	-0,01	-7,3E-6	3
19.	120,5	35,16	0,993981	2,14396	42,9481	3,6	0,01	2,5E-6	3
20.	121,2	35,19	0,993971	2,14396	42,9483	4,2	0,00	-1,6E-14	3
21.	155,2	30,29	0,995563	2,14859	42,8558	4,2	0,02	1,3E-5	3
22.	155,8	30,24	0,995578	2,14862	42,8550	3,6	0,00	-3,1E-15	3
23.	156,4	30,24	0,995578	2,14862	42,8551	4,2	0,02	1,3E-5	3
24.	157,0	30,27	0,995569	2,14861	42,8552	4,2	0,00	5,3E-15	3
25.	157,5	30,23	0,995582	2,14864	42,8546	4,2	-0,03	-2,0E-5	3
26.	158,4	30,23	0,995582	2,14864	42,8546	4,2	-0,02	-1,3E-5	3
27.	159,0	30,24	0,995578	2,14864	42,8547	4,2	-0,01	-6,5E-6	3
28.	159,6	30,28	0,995566	2,14863	42,8548	4,2	-0,01	-1,2E-5	3
29.	160,2	30,25	0,995575	2,14865	42,8545	4,2	0,01	6,5E-6	3
30.	160,7	30,27	0,995569	2,14864	42,8546	3,6	-0,01	-1,7E-5	3
31.	194,7	25,27	0,996978	2,15414	42,7454	4,2	-0,03	-1,7E-5	3
32.	195,3	25,27	0,996978	2,15413	42,7455	4,2	0,01	5,6E-6	3
33.	195,9	25,26	0,996981	2,15415	42,7451	3,6	0,00	-5,4E-6	3
34.	196,5	25,26	0,996981	2,15416	42,7450	4,2	-0,02	-1,1E-5	3
35.	197,3	25,28	0,996976	2,15414	42,7453	4,2	-0,02	-1,1E-5	3
36.	197,9	25,29	0,996973	2,15414	42,7453	4,2	0,02	6,2E-6	3
37.	198,5	25,25	0,996984	2,15416	42,7449	4,2	0,02	1,1E-5	3
38.	199,3	25,30	0,996971	2,15415	42,7451	4,2	0,01	2,1E-7	3
39.	199,8	25,22	0,996991	2,15418	42,7444	3,6	0,01	3,7E-7	3
40.	200,5	25,27	0,996978	2,15418	42,7446	4,2	0,01	5,6E-6	3
41.	234,7	20,45	0,998112	2,15888	42,6514	4,2	-0,01	-9,6E-6	3
42.	235,3	20,44	0,998115	2,15889	42,6513	4,2	0,00	6,7E-15	3
43.	235,8	20,44	0,998115	2,15890	42,6511	4,2	0,00	-4,9E-6	3
44.	236,4	20,37	0,998129	2,15891	42,6509	4,2	0,01	-5,1E-7	3
45.	237,0	20,39	0,998125	2,15891	42,6508	4,2	0,01	-5,1E-7	3
46.	237,5	20,40	0,998123	2,15892	42,6506	4,2	-0,01	-9,6E-6	3
47.	238,1	20,33	0,998138	2,15894	42,6502	4,2	0,01	-3,5E-7	3
48.	238,8	20,39	0,998125	2,15892	42,6505	4,2	0,01	4,5E-6	3
49.	239,4	20,31	0,998142	2,15896	42,6498	4,2	0,01	4,5E-6	3
50.	240,0	20,40	0,998123	2,15895	42,6501	4,2	-0,01	-9,6E-6	3
51.	258,7	18,88	0,998431	2,16163	42,5971	3,6	-0,02	-8,5E-6	3
52.	259,3	18,93	0,998421	2,16166	42,5966	4,2	0,01	-6,2E-6	3
53.	260,0	18,96	0,998415	2,16171	42,5957	4,2	-0,01	-9,2E-6	3
54.	260,6	18,91	0,998425	2,16176	42,5945	4,2	-0,01	-1,4E-5	3
55.	261,3	18,84	0,998439	2,16183	42,5932	3,6	-0,09	-4,3E-5	3
56.	261,9	18,91	0,998425	2,16185	42,5928	3,6	-0,02	-1,9E-5	3
57.	262,7	18,83	0,998440	2,16193	42,5913	4,2	-0,01	-1,4E-5	3
58.	263,3	18,87	0,998433	2,16196	42,5907	4,2	0,00	-5,1E-6	3
59.	264,1	18,82	0,998442	2,16202	42,5895	4,2	-0,01	-9,2E-6	3
60.	264,8	18,89	0,998429	2,16204	42,5891	4,2	-0,01	-9,4E-6	3
61.	283,5	17,42	0,998703	2,16614	42,5086	4,2	-0,02	-1,2E-5	3
62.	284,4	17,44	0,998699	2,16622	42,5068	4,2	-0,02	-1,3E-5	3
63.	285,1	17,45	0,998698	2,16629	42,5055	4,2	-0,02	-1,3E-5	3
64.	285,9	17,45	0,998698	2,16636	42,5041	4,2	-0,01	-3,9E-6	3
65.	286,5	17,44	0,998699	2,16643	42,5027	4,2	-0,01	-3,9E-6	3
66.	287,3	17,43	0,998701	2,16650	42,5013	4,2	0,00	-5,1E-6	3
67.	287,9	17,49	0,998690	2,16654	42,5007	4,2	-0,02	-1,3E-5	3
68.	288,5	17,47	0,998694	2,16658	42,4998	4,2	0,02	2,6E-6	3
69.	289,1	17,42	0,998703	2,16664	42,4987	4,2	0,01	-1,0E-6	3
70.	289,7	17,43	0,998701	2,16669	42,4977	3,6	-0,01	-3,7E-6	3
71.	309,8	15,95	0,998953	2,17033	42,4265	4,2	-0,01	-8,6E-6	3
72.	310,9	15,98	0,998948	2,17037	42,4256	4,2	-0,02	-1,2E-5	3
73.	311,7	16,02	0,998942	2,17042	42,4247	4,2	0,01	-1,6E-6	3
74.	312,5	15,99	0,998947	2,17048	42,4235	4,2	-0,02	-1,2E-5	3
75.	313,0	15,93	0,998956	2,17052	42,4227	4,2	-0,01	-3,5E-6	3
76.	313,8	16,03	0,998940	2,17055	42,4221	3,6	0,00	-5,1E-6	3
77.	314,5	15,93	0,998956	2,17061	42,4209	4,2	-0,05	-2,3E-5	3
78.	315,2	16,01	0,998943	2,17062	42,4208	4,2	0,00	-5,1E-6	3
79.	315,9	15,93	0,998956	2,17067	42,4198	4,2	0,02	7,0E-6	3
80.	316,5	15,99	0,998947	2,17069	42,4194	4,2	-0,01	-8,6E-6	3
81.	336,3	14,52	0,999173	2,17330	42,3684	4,2	0,01	-1,9E-6	3
82.	336,9	14,51	0,999174	2,17332	42,3681	4,2	0,01	3,3E-6	3
83.	337,5	14,56	0,999167	2,17334	42,3677	3,6	0,01	-2,1E-6	3
84.	338,4	14,47	0,999180	2,17338	42,3668	4,2	-0,02	-1,2E-5	3
85.	339,1	14,49	0,999177	2,17341	42,3662	4,2	-0,02	-1,1E-5	3
86.	339,8	14,48	0,999178	2,17344	42,3658	4,2	-0,01	-8,1E-6	3
87.	340,5	14,46	0,999181	2,17347	42,3651	3,6	-0,01	-8,4E-6	3
88.	341,8	14,51	0,999174	2,17349	42,3647	4,2	0,00	5,1E-6	3
89.	342,4	14,49	0,999177	2,17352	42,3642	4,2	-0,01	-8,2E-6	3
90.	343,2	14,46	0,999181	2,17355	42,3635	4,2	-0,06	-2,4E-5	3

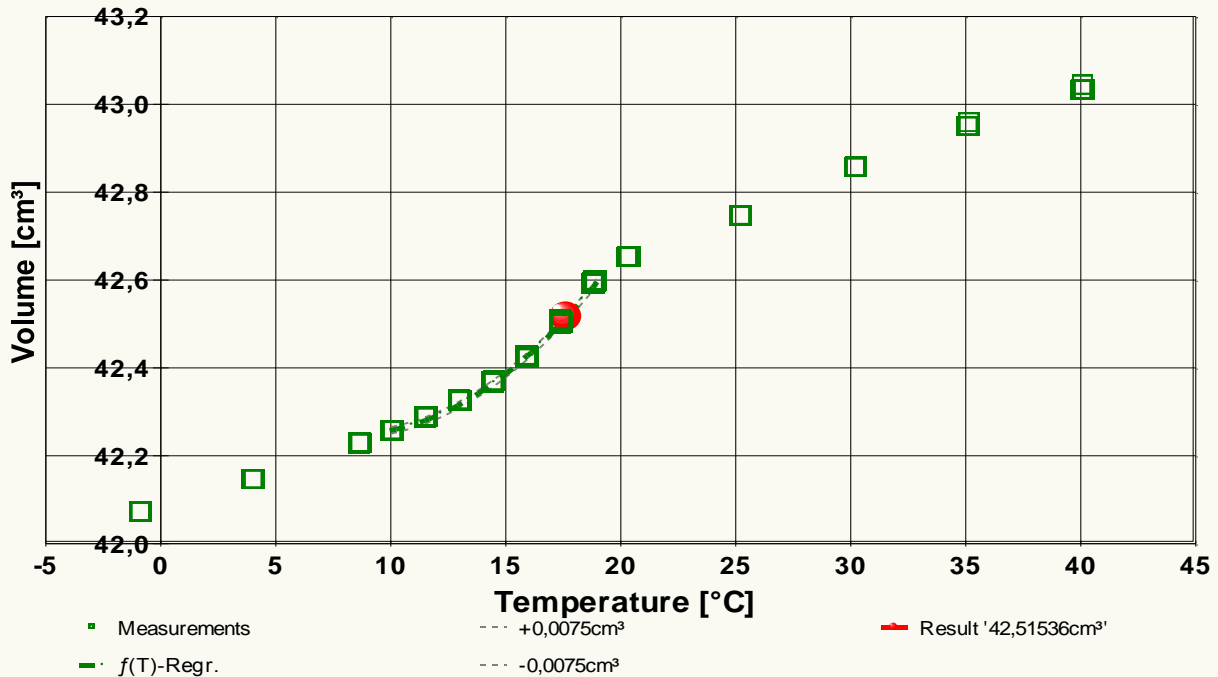
91.	362,3	13,04	0,999374	2,17552	42,3251	4,2	0,01	-2,5E-6	3
92.	363,0	13,05	0,999373	2,17555	42,3247	4,2	-0,01	-2,8E-6	3
93.	363,6	13,00	0,999379	2,17558	42,3240	4,2	-0,02	-5,4E-6	3
94.	364,2	13,09	0,999368	2,17559	42,3239	4,2	-0,01	-8,0E-6	3
95.	365,1	13,03	0,999375	2,17562	42,3233	4,2	0,00	-3,1E-15	3
96.	365,7	13,09	0,999368	2,17562	42,3233	4,2	-0,01	-2,8E-6	3
97.	366,3	13,07	0,999370	2,17564	42,3228	4,2	0,00	-5,0E-6	3
98.	367,4	13,06	0,999372	2,17565	42,3226	3,6	0,00	5,3E-15	3
99.	368,1	13,01	0,999378	2,17568	42,3221	4,2	-0,01	2,5E-6	3
100.	369,3	13,05	0,999373	2,17570	42,3216	4,2	-0,01	-2,8E-6	3
101.	389,7	11,61	0,999543	2,17748	42,2870	4,2	0,00	-5,1E-6	3
102.	390,4	11,53	0,999552	2,17750	42,2867	3,6	-0,01	-7,5E-6	3
103.	391,4	11,58	0,999547	2,17752	42,2864	4,2	-0,01	-2,4E-6	3
104.	392,0	11,60	0,999544	2,17753	42,2862	4,2	0,02	-1,8E-7	3
105.	392,8	11,58	0,999547	2,17755	42,2857	4,2	-0,02	-1,0E-5	3
106.	393,6	11,54	0,999551	2,17757	42,2854	3,6	-0,02	-4,8E-6	3
107.	394,3	11,55	0,999550	2,17757	42,2853	4,2	-0,01	-7,4E-6	3
108.	395,3	11,62	0,999542	2,17756	42,2855	4,2	0,00	-1,3E-15	3
109.	395,9	11,62	0,999542	2,17756	42,2855	3,6	0,01	2,4E-6	3
110.	396,5	11,56	0,999549	2,17758	42,2851	4,2	0,04	9,6E-6	3
111.	415,4	10,13	0,999691	2,17906	42,2564	4,2	0,01	2,0E-6	3
112.	416,0	10,15	0,999689	2,17907	42,2562	4,2	0,01	2,0E-6	3
113.	416,5	10,07	0,999696	2,17909	42,2558	4,2	0,00	5,1E-6	3
114.	417,2	10,12	0,999691	2,17911	42,2554	4,2	0,00	-5,5E-6	3
115.	417,8	10,16	0,999688	2,17912	42,2554	4,2	0,01	2,0E-6	3
116.	418,5	10,06	0,999697	2,17915	42,2548	4,2	-0,04	-7,9E-6	3
117.	419,2	10,14	0,999690	2,17916	42,2546	4,2	-0,02	-9,1E-6	3
118.	420,0	10,12	0,999691	2,17915	42,2547	4,2	0,00	-1,8E-15	3
119.	420,6	10,12	0,999691	2,17916	42,2544	4,2	0,02	3,9E-6	3
120.	421,2	10,14	0,999690	2,17917	42,2543	4,2	0,00	5,1E-6	3
121.	441,1	8,67	0,999807	2,18053	42,2279	3,6	-0,02	-8,2E-6	3
122.	442,1	8,69	0,999806	2,18056	42,2274	4,2	0,00	-5,1E-6	3
123.	442,9	8,70	0,999805	2,18057	42,2272	3,6	-0,02	-3,1E-6	3
124.	443,5	8,71	0,999804	2,18058	42,2271	4,2	0,01	1,5E-6	3
125.	444,1	8,71	0,999804	2,18059	42,2269	4,2	0,00	8,9E-16	3
126.	444,8	8,75	0,999802	2,18059	42,2268	4,2	0,01	-3,6E-6	3
127.	445,5	8,70	0,999805	2,18061	42,2263	4,2	-0,01	-6,8E-6	3
128.	446,4	8,71	0,999804	2,18063	42,2261	4,2	0,03	4,6E-6	3
129.	447,2	8,67	0,999807	2,18064	42,2258	4,2	0,00	1,3E-15	3
130.	448,0	8,69	0,999806	2,18065	42,2256	4,2	0,01	1,5E-6	3
131.	482,5	4,10	0,999975	2,18484	42,1446	4,2	-0,01	-5,4E-6	3
132.	483,2	4,08	0,999975	2,18485	42,1445	4,2	0,02	-5,0E-6	3
133.	484,0	4,07	0,999975	2,18484	42,1446	3,6	0,00	-5,2E-6	3
134.	484,5	4,06	0,999975	2,18485	42,1445	4,2	0,00	-5,0E-6	3
135.	485,1	4,08	0,999975	2,18485	42,1444	4,2	0,00	-5,2E-6	3
136.	485,8	4,06	0,999975	2,18485	42,1444	4,2	0,00	5,2E-6	3
137.	486,3	4,10	0,999975	2,18486	42,1442	4,2	0,01	-1,2E-10	3
138.	488,2	4,10	0,999975	2,18486	42,1442	4,2	0,00	-8,9E-16	3
139.	488,9	4,06	0,999975	2,18486	42,1442	4,2	-0,02	2,5E-10	3
140.	489,5	4,02	0,999975	2,18487	42,1441	3,6	0,01	-1,2E-10	3
141.	525,2	-0,82	0,999781	2,18865	42,0712	3,6	-0,01	1,8E-6	3
142.	525,9	-0,85	0,999778	2,18866	42,0710	4,2	0,01	-1,8E-6	3
143.	526,5	-0,81	0,999782	2,18867	42,0709	3,6	-0,01	-2,9E-6	3
144.	527,1	-0,83	0,999780	2,18867	42,0708	4,2	0,01	-2,0E-6	3
145.	527,7	-0,83	0,999780	2,18868	42,0706	4,2	-0,02	3,5E-6	3
146.	528,4	-0,85	0,999778	2,18869	42,0706	4,2	-0,01	1,8E-6	3
147.	529,5	-0,83	0,999780	2,18867	42,0708	4,2	0,01	-2,0E-6	3
148.	530,4	-0,83	0,999780	2,18867	42,0708	3,6	0,00	4,4E-16	3
149.	531,8	-0,86	0,999777	2,18868	42,0707	4,2	-0,02	3,5E-6	3
150.	532,3	-0,82	0,999781	2,18869	42,0706	3,6	-	-	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 **ρ_F**, die zugehörige Dichte von 'Wasser' 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, Volumenänderung), Quellung oder Auflösung. Die Beobachtungsdauer - als Stabilitätskriterium des Messwertes - erstreckt sich über die Zeitspanne **Δt_{Aktu.}**, die in Sekunden angegeben ist. Im selben Zeitraum kann sich die Temperatur ändern (Angabe **ΔT** in Temperaturgraden) und auch die Dichte der Probe **Δρ_{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_{Aktu.}** 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.

• Temperaturabhängigkeit des Probenvolumens

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



Die Darstellung "abs. Volumen" zeigt die einzelnen Messwerte zum jeweils berechneten Volumen der Probenmenge in Temperaturprojektion. Neben den als Quadrate eingetragenen Volumenwerten ist der Verlauf der Ausgleichsfunktion und der Messunsicherheit des Volumens durch gestrichelte Linien abgebildet. Der im Ergebnis ausgewiesene Ergebniswert zum Volumen ist als Kugel eingetragen.

Der Verlauf der Messwerte zum Körper- bzw. Probenvolumen mit der Temperatur wird durch die folgende Gleichung angepasst:

$$V_T[\text{cm}^3] = f(T[^\circ\text{C}]) = 42,45338 - 0,04969071 \cdot T + 3,014279 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 \quad (\text{Gl.2})$$

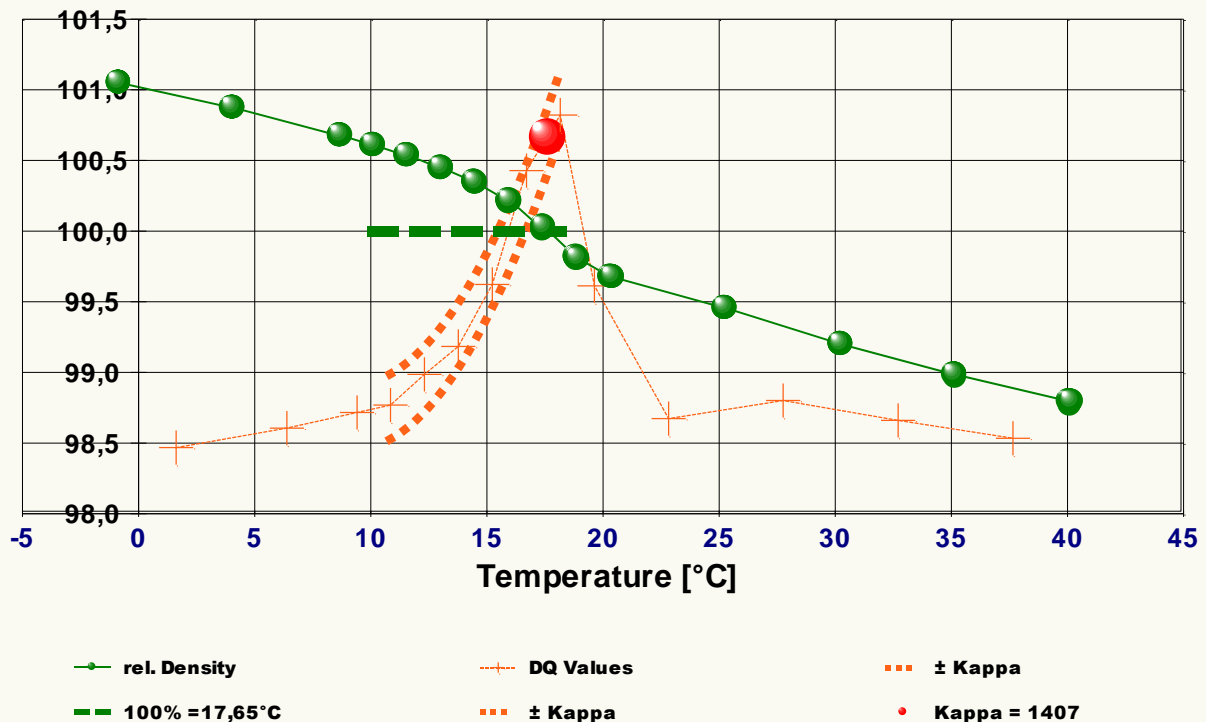
$$r^2 = 0,9984, \sigma_V = 4,53 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3, \sigma_{V_{\text{rel.}}} = 2,1\%, \sigma_{V_M} = 5,5 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^3.$$

Die erweiterte Messunsicherheit für das Probenvolumen beträgt $7,5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3$.

Die Behandlung des Volumens betrifft besonders diejenigen Fälle, in welchen die Volumeneigenschaft bestimmter Artefakte bzw. Prüfkörper in Frage steht. So kann mittels der Temperaturfunktion eine rationale Handhabung dieser individuellen Eigenschaft ermöglicht werden.

• Wärmedehnung - Thermodilatation

(5) Diagramm 'Drho' - die relative Dichteänderung:



Im Diagramm "Drho" wird die im Verlauf eingetretene Dichteänderung in einer normalisierten Anzeige präsentiert. Die kugelförmigen Marken zeigen zu den einzelnen Dichtemesswerten deren relative Abweichung zum '100%-Wert bei 17,65°C, dem Angabewert (2,1660 g/cm³). Zusätzlich werden die ermittelten sieben Ausdehnungskoeffizienten, die aus Differenzenquotienten berechnet sind, abgebildet. Diese sind jedoch ohne Y-Achsenbezug in das Diagramm skaliert.

Die Dichte ändert sich über den gesamten Verlauf um 2,3%. Für eine erste Untersuchung der Wärmedehnung wurden die im Betrachtungsbereich verbleibenden Dichtemesswerte in sieben Temperaturniveaus zusammengefasst. Aus den Dichte- und Temperatur- Differenzenquotienten ($\Delta\rho$, ΔT) wurden jeweilige Ausdehnungskoeffizienten κ_Δ berechnet ($\kappa_\Delta \approx -\Delta\rho / \rho \cdot \Delta T$). Die Maximal- und Minimumwerte in den sechs κ_Δ - Berechnungen betragen:

$$10,8^\circ\text{C} : \quad \kappa_\Delta = 499 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} \quad (\alpha \sim 166)$$

$$18,2^\circ\text{C} : \quad \kappa_\Delta = 1471 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} \quad (\alpha \sim 490)$$

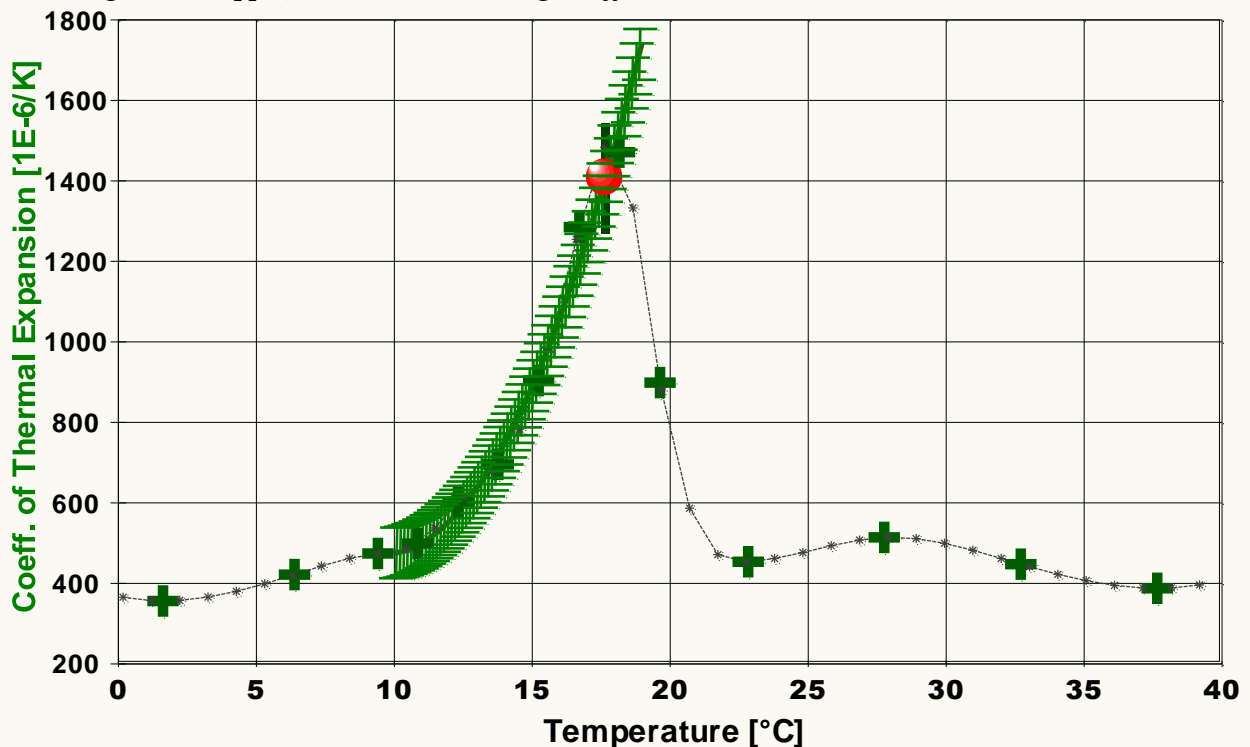
Eine Regression 2. Ordnung über die Einzelwerte erlaubt κ im Intervall als Funktion der Temperatur zu berechnen:

$$\kappa_\Delta \mid [10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}] = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 1564 - 240,6 \cdot \vartheta + 13,09 \cdot \vartheta^2 \quad (\text{Gl.3})$$

$$\text{mit } r^2 = 0,984 \text{ und } \sigma_{\kappa_\Delta} = 55 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}, \sigma_{M \kappa_\Delta} = 22 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$$

Für 17,65°C ergibt sich κ_Δ aus der Gleichung zu $1395 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$. Im Diagramm 'Drho' sind neben der relativen Dichteänderung auch die einzelnen Differenzenquotienten und die Standardabweichung der Gleichung eingezeichnet. Die nachfolgende Behandlung des Ausdehnungskoeffizienten führt die Berechnung jedoch unmittelbar über die Regressionsfunktion zur Temperaturabhängigkeit der Dichte aus. Aus dieser Form wird der Angabewert für κ verwendet - er wird dadurch um 12 Einheiten bzw. 0,8% größer angegeben.

(6) Diagramm 'kappa(T)' - der Ausdehnungskoeffizient:



Das Diagramm 5 "kappa(T)" zeigt den Temperaturverlauf des Ausdehnungskoeffizienten an. Am Abszissenwert kann unmittelbar die relative Volumenänderung des Probenmaterials in 'Mikroliter pro Liter und Grad' bei der jeweiligen Temperatur abgelesen werden. Die Breite des schraffierten Bereichs bildet die erweiterte Messunsicherheit ab. Der Angabewert $\kappa_{17,65}$ ist als kugelförmiges Symbol eingezeichnet. Im Diagramm sind durch die Kreuz-Markierungen auch die per Differenzenquotienten erhaltenen κ_Δ -Werte sowie der diskrete Werte-Verlauf in der Glättung durch Splines (Linie mit kleinen Sternmarkierungen) eingetragen [riG 40,9%].

Aus der kubischen Regressionsgleichung der Dichtemesswerte wird der *thermische isobare und isotherme Raumausdehnungskoeffizienten* κ im Bereich 10,1 bis 19,0°C durch eine Gleichung bestimmt:

$$\kappa \mid [10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}] = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = (3915 - 600,2 \cdot \vartheta + 31,22 \cdot \vartheta^2) / (2,199 - 3,915\text{E-}3 \cdot \vartheta + 3,001\text{E-}4 \cdot \vartheta^2 - 1,041\text{E-}5 \cdot \vartheta^3) \quad (\text{Gl.4})$$

Für 17,65°C ergeben Gleichung und Messunsicherheit den Ergebniswert $\kappa_{17,65} = 1407 \pm 97 \cdot 10^{-6} / \text{K}$.

Der für die Angabe der Messunsicherheit bei anderen Temperaturen anzuwendende Relativwert der erweiterten Messunsicherheit U_κ beträgt 6,9%. Bei 17,65 °C zeigt sich eine relative Zunahme des

Koeffizienten von 17% pro Grad. - Der Ausdehnungskoeffizient des Probenmaterials ist hier im Vergleich zu *normalen Feststoffen absolut übermäßig groß*. Er verläuft mit der Temperatur sogar noch weit übernormal zunehmend.

Um das Volumen bzw. eine Volumenänderung für Teflon bei einer bestimmten Temperatur ϑ im gültigen Temperaturbereich vorherzusagen, kann mit dem bei der Temperatur ϑ° gegebenen Volumen $V_{0\vartheta^\circ}$ das Volumen V_1 bei der Temperatur ϑ über das entsprechende Verhältnis der Dichten berechnet werden:

$$V_1 = V_{0\vartheta^\circ} \cdot (2,1988 - 3,9149 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta^\circ + 3,0012 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^{\circ 2} - 1,0407 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^{\circ 3}) / (2,1988 - 3,9149 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta + 3,0012 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta^2 - 1,0407 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3)$$

Gleichung für ein Kalkulationsprogramm: $(2,1988 - 3,9149E-3 \cdot x_0 + 3,0012E-4 \cdot x_0^2 - 1,0407E-5 \cdot x_0^3) / (2,1988 - 3,9149E-3 \cdot x_1 + 3,0012E-4 \cdot x_1^2 - 1,0407E-5 \cdot x_1^3)$ - mit x_0, x_1 in $^\circ\text{C}$. - Wird stattdessen die angegebene Bestimmungsgleichung für $\kappa(\vartheta)$ verwendet ($\kappa = -1/\rho \cdot (\partial\rho/\partial T)$), gemäß $V_1 = V_0(1 + \kappa\Delta T)$ bzw. (besser) $V_1 = V_0 \cdot \exp(\kappa\Delta T)$, dann ist der Wert von κ für die mittlere Temperatur $(\vartheta^\circ + \vartheta)/2$ einzusetzen. Allgemein gilt: $V_1 = V_0 \cdot \exp(\int \kappa(\vartheta) dT)$.

Die Dimension $10^{-6}/\text{K}$ für κ bedeutet eine Volumenänderung in Mikroliter pro Liter und Temperaturgrad. Falls das Probenmaterial isotrop ist, kann der lineare Ausdehnungskoeffizient (α) im angegebenen Bereich verwendet werden. Mit $\alpha = \kappa / 3$ bedeutet α anschaulich, dass ein 1 m langer Stab pro Temperaturgrad bei $17,65^\circ\text{C}$ seine Länge um $469 \mu\text{m}$ ändert; für eine Dehnung von 1 mm (0.1%) wäre rechnerisch ein ΔT von etwa 2 Grad erforderlich.

• Zusammenfassung zur Messunsicherheit der Einzelwerte

Messunsicherheit der Dichte - aus der Fortpflanzung der Messunsicherheiten der Eingangsgrößen

nach dem Modell: $\rho_{\text{Probe}} = (W_2 \cdot \rho_a - W_1 \cdot \rho_{\text{Fl}}) / (W_2 - W_1)$ (Gl.5)

i	X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i)$ [g/cm ³]	v_i	
1	W_1	g	92,044300	$9,85 \cdot 10^{-5}$	-0,0277	1/cm ³	$-2,73 \cdot 10^{-6}$	∞
2	W_2	g	49,731	$3,75 \cdot 10^{-3}$	0,0513	1/cm ³	$1,92 \cdot 10^{-4}$	69
3	ρ_a	g/cm ³	$11,3 \cdot 10^{-4}$	$1,00 \cdot 10^{-6}$	-1,18	---	$-1,18 \cdot 10^{-6}$	∞
4	ρ_{Fl}	g/cm ³	0,9991223	$5,47 \cdot 10^{-6}$	2,18	---	$1,19 \cdot 10^{-5}$	∞
Y	ρ_{Probe}	g/cm ³	2,1721	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$			$1,92 \cdot 10^{-4}$	$v_{\text{eff}} = 69$

Angabe der erweiterten Messunsicherheit U_ρ aus der kombinierten Standardmessunsicherheit ($u_\rho 1,92 \cdot 10^{-4} \text{ g}/\text{cm}^3$) mit dem Erweiterungsfaktor $k_{95} = 1,99$. Die Werte der Probendichte liegen in der Regel mit einer angenäherten Wahrscheinlichkeit von 95% im Überdeckungsintervall $\pm 3,8 \cdot 10^{-4} \text{ g}/\text{cm}^3$ bzw. im Bereich $\pm 0,18\%$ 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.5) nach X_1 mit der Variablen x_1 berechnet. Die Wurzel der summierten Varianzen u_{c_i} liefert die kombinierte Standardmessunsicherheit der Feststoffdichte ($Y \rho_{\text{Probe}}$). W_2 steht für die Auftriebswägungen in der Flüssigkeit. Für die Berechnung von x_2 wird der Mittelwert der Wägungen eingesetzt. Die Standardunsicherheit $u_2(x)$ wird aus der Messunsicherheit der Waage und Unsicherheit der bei der Auftriebswägung aufgezeichneten Schwankungen der Auftriebskraft bestimmt. Die Anzahl der separaten Auftriebswägungen legt die Angabe der Freiheitsgrade v_2 fest (Anzahl - 1 = 69). Die Eingangswerte x_1 und $u_1(x)$ für das Probengewicht W_1 wurden im Messablauf bestimmt; weitere Einzelheiten sind in den folgenden Abschnitten angegeben. Das Zeichen ρ_a steht für die Luftdichte; ihr zugehöriger Größenwert x_3 und $u_3(x)$ wurde zur 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 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 k_{99} wird der Faktor 2,65 erhalten; Dichtewerte liegen mit nahe 99%iger Wahrscheinlichkeit im Überdeckungsintervall $\pm 5,1 \cdot 10^{-4} \text{ g}/\text{cm}^3$.

Messunsicherheit der Masse - gemäß der Grundgleichung:

$$m_{\text{Probe}} = W_1 \cdot (1 - \rho_a / \rho_{\text{cal}}) / (1 - \rho_a / \rho_{\text{Probe}}) \quad (\text{Gl.6})$$

i	X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i		$c_i \cdot u(x_i) [g]$	v_i	
1	W_1	g	92,04430	$9,85 \cdot 10^{-5}$	1,00	---	$9,86 \cdot 10^{-5}$	-
2	ρ_a	g/cm ³	$11,3 \cdot 10^{-4}$	$1,00 \cdot 10^{-6}$	30,9	cm ³	$3,09 \cdot 10^{-5}$	-
3	ρ_{cal}	g/cm ³	8,000	$8 \cdot 10^{-3}$	$1,63 \cdot 10^{-3}$	cm ³	$1,30 \cdot 10^{-5}$	-
4	ρ_{Probe}	g/cm ³	2,1721	$1,92 \cdot 10^{-4}$	-0,0221	cm ³	$-4,25 \cdot 10^{-6}$	-
Y	m_{Probe}	g	92,0792	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$			$1,04 \cdot 10^{-4}$	v_{eff} -

Angabe der erweiterten Messunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$. Die Masse der Probe m_{Probe} wird zu $92,0792 \pm 2,1 \cdot 10^{-4} \text{ g}$ bestimmt. Die relative Messunsicherheit beträgt 2,3 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:

$$V_{\text{Probe}} = m_{\text{Probe}} / \rho_{\text{Probe}} \quad u(V_{\text{Probe}}) = \sqrt{(u(m_{\text{Probe}}) / \rho_{\text{Probe}})^2 + (m_{\text{Probe}} \cdot u(\rho_{\text{Probe}}) / \rho_{\text{Probe}}^2)} = 0,0038 \text{ cm}^3 \quad (\text{Gl.7})$$

Die erweiterte Messunsicherheit des Probenvolumens wird mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ angegeben, sie beträgt $0,0075 \text{ cm}^3$ bzw. relativ 0,18‰.

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

Messunsicherheit des kubischen Ausdehnungskoeffizienten - nach dem linearen Modell:

$$\kappa_{\text{Probe}} = -2 \cdot (\varrho_1 - \varrho_2) / ((\vartheta_1 - \vartheta_2) \cdot (\varrho_1 + \varrho_2)) \quad (\text{Gl.8})$$

i	X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$c_i \cdot u(x_i) [K^{-1}]$	v_i		
1	ϱ_1	g/cm ³	2,17918	$4,28 \cdot 10^{-4}$	-0,0516	cm ³ /g · K	$-2,21 \cdot 10^{-5}$	-
2	ϱ_2	g/cm ³	2,16151	$4,25 \cdot 10^{-4}$	0,052	cm ³ /g · K	$2,21 \cdot 10^{-5}$	-
3	ϑ_1	°C	10,06	0,03	$-1,03 \cdot 10^{-4}$	1/K ²	$-3,08 \cdot 10^{-6}$	-
4	ϑ_2	°C	18,96	0,0326	$1,03 \cdot 10^{-4}$	1/K ²	$3,35 \cdot 10^{-6}$	-
Y_{KProbe}		K ⁻¹	$9,14 \cdot 10^{-4}$	$u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$		$3,16 \cdot 10^{-5}$	v_{eff}	-

Die erweiterte Messunsicherheit (k=2) des Ausdehnungskoeffizienten U_{κ} beträgt $63 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei der Temperatur 14,51°C. Die Messunsicherheit von κ ist zwischen 10 und 19°C über die relative Messunsicherheit von 6,9% weiterzugeben.

Die Symbole ϱ_1 und ϱ_2 stehen für die Probendichtewerte die zu den Temperaturen ϑ_1 und ϑ_2 gehören. Der nicht-lineare Verlauf der Dichte kann jedoch dazu führen, dass die tatsächliche Messunsicherheit für ein 95%-Niveau größer anzugeben ist.

• Zur Dichte der Messflüssigkeit

Messflüssigkeit 'Wasser': Die Dichtedaten wurden als Funktion der Temperatur aus der Referenzdatenbank entnommen. Die Flüssigkeitsdichte ρ_{Fl} wurde gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur jeweiligen Temperatur ϑ berechnet:

$$\rho_{\text{Fl}} = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = (6.5592063\text{E-}05 \cdot \vartheta^5 - 1.1225639\text{E-}02 \cdot \vartheta^4 + 1.0026530 \cdot \vartheta^3 - 90.968893 \cdot \vartheta^2 + 679.48991 \cdot \vartheta + 9998425.9) / 1\text{E}7 \quad (\text{Gl.9})$$

Beiträge zur Unsicherheit der Flüssigkeitsdichte $u(\rho_{\text{Fl}})$ wurden ebenfalls aus den Referenzdaten bezogen ($u(\rho_{\text{L, Equ.}}) = 2,89 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$) sowie aus der Messunsicherheit der Temperatur ($u(\rho_{\text{L, Temp.}}) = 4,65 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$) bestimmt und belaufen sich damit auf $5,47 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$.

BEARBEITUNGSHINWEISE: Beachten Sie bitte, dass die Messunsicherheit der Flüssigkeitsdichte vom System *automatisch* eingesetzt wurde. Geben Sie ggf. den realistischen Zahlenwert im Datenblatt an. 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 (0,0145 K) berücksichtigt.

• Probenhandhabung und Messtechnik

Die Gewichtsbestimmung der Probe zu 92,0443 g erfolgte auf dem System am Beginn des Messablaufs; die Messunsicherheit wurde aus den Umständen der Wägung zu 84,9 µg bestimmt. Einsatz einer variablen Prüfkörperaufhängung. Für die Probenbefestigung werden $0,0634 \pm 0,00005 \text{ g}$ Gewicht berücksichtigt. Zur Auftriebskorrektur durch das Volumen des Probenhalters werden seine Dichte $8 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$ und sein kubischer Ausdehnungskoeffizient $30 \pm 0,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ mit der Bezugstemperatur 25°C herangezogen. Für die angewendete IMETER-Patentmethode (Meniskus- und Drifteliminiervorgang) wurde der Aufhängungsquerschnitt mit 0,0707 mm² angegeben. Über den Niveau-Unterschied von durchweg 5 mm zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von 0,35 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 setzen Sie für die Gewichtsbestimmung im IMPRO die I-Weighing-Funktion ein - diese würde genauere Informationen zur Probenwägung und Messunsicherheit liefern. Beiträge zur Messunsicherheit des Probengewichts $u(W_1)$ aus dem Zustand und den Eigenschaften der Waage \Rightarrow Unsicherheitsbeiträge der Probenwägung mit Verteilungsfaktoren: Reproduzierbarkeit $u(W_{\text{Rep}}) = 50 \text{ µg} / \sqrt{3}$, Nullpunkt der Anzeige $u(W_{\text{Zero}}) = 0,10 \text{ mg} / \sqrt{3}$, Linearität der Anzeige $u(W_{\text{Lin}}) = 84 \text{ µg} / \sqrt{3}$, Justier/Kalibrierreferenz, OIML E2, $u(W_{\text{mcal}}) = 16 \text{ ng} / 2$, Temperaturunterschied bei Wägung und Justierung, 1 ppm pro K, $u(W_{\text{TCal}}) = 46 \text{ µg} / \sqrt{3}$, Zeit seit letzter Justierung, 50 µg/Tag, $u(W_{\text{TCal}}) = 0,76 \text{ µg} / \sqrt{3}$. - und entsprechende Messunsicherheitsbeiträge bei der Auftriebswägung als Rückkopplung zu $u(W_2) \Rightarrow$ Unsicherheitsbeiträge der Auftriebswägung, kurz: $u(W_{\text{Rep}}) = 50 \text{ µg} / \sqrt{3}$, $u(W_{\text{Zero}}) = 0,10 \text{ mg} / \sqrt{3}$, $u(W_{\text{Lin}}) = 57 \text{ µg} / \sqrt{70}$, $u(W_{\text{Lin}}) = 45 \text{ µg} / \sqrt{3}$, $u(W_{\text{mcal}}) = 30 \text{ ng} / 2$, $u(W_{\text{TCal}}) = 25 \text{ µg} / \sqrt{3}$, $u(W_{\text{TCal}}) = 0,76 \text{ µg} / \sqrt{3}$.

Die Tabelle unten zeigt die besten Treffer in der Datenbank und deren prozentuale Abweichung zum Dichtemesswert. Einige der Referenzeinträge sind mit Zusatzinformationen versehen. Bei Mineralien werden oft die Mohs-Härte 'MH', Strichfarbe 'SF', metallischer/nichtmetallischer Glanz 'mG/nmG' und andere Angaben ausgegeben. **Bearbeitungshinweis:** Weitere Informationen finden Sie im jeweiligen Datenbankeintrag. Sie können Referenzdaten entsprechend aktualisieren oder erweitern, um Messergebnisse mit dienlichen Informationen zur 'Ähnlichkeit' von Dichtedaten anzureichern.

• Vergleichstabelle

--- REFERENZ ---	g/cm ³	ABWEICHUNG	INFO
1. NaCl (Kochsalz) ¹	2,163	-1,6‰	Wikipedia NaCl bei 25°C, Ausdehnungskoeff. Kuchling
2. PTFE, Teflon ²	2,17	+1,8‰	
3. Heulandit ²	2,17	+1,8‰	theo., p:2.2-2.3, SF weiss, nmG, MH 3.5-4
4. FEP/PFA ²	2,15	-0,74‰	

5. Desmin ²	2,15	-0,74%	Stilbit, Blätterzeolith, 2.1 - 2.2, SF weiss, nmG, MH 3...
6. Glas, Quarz ¹	2,2	+1,6%	
7. Quarzglas ¹	2,20	+1,6%	fused silica, Kieselglas
8. Chabazit ²	2,1	-3,0%	SF weiss, nmG, MH 4-5
9. Natriumglutamat ²	2,1	-3,0%	wiki (es)

¹Wert für 17,65°C berechnet, ²tabellierter Referenzwert. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand

Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben. **Bearbeitungshinweis:** Herkunft bzw. Richtigkeit der jeweiligen Referenzdaten sowie ggf. Zusatzinformationen können über den Vermerk zur Substanz in der Referenzdatenbank geprüft/geändert werden.

In diesem Bericht werden nicht alle verfügbaren Diagramme ausgegeben. Sie können die Ausgabe der Grafiken durch Aktivierung der entsprechenden "Checkboxes" (unter der Registerkarte "Optionen") bewirken.

Nicht angezeigte Charts bzw. Auswertungskapitel: Mit Diagramm 3 "roh(t)" werden Messwerte in zeitlicher Form angezeigt. Mit dem Diagramm 6 "Messwerteabweichung" können Residuen der einzelnen Messwerte zu Referenzwerten angezeigt werden.

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: Datenbankvorschläge anzeigen, 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: 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 Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 12, Datenbank imeter-Beispiele) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'formal-i1'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Programm

Data created during execution of the IMPro "Ausdehnungskoeff40bis0", type 9/134. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 0,4 Stunden vor dieser Messung von imeter justiert.

IMETER ID16405542: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität)^{*)} 0,4 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} ^{*)} 8,000 g/cm³, Luftdichte ρ_a ^{*)} 1,13 kg/m³; Schwerebeschleunigung g^{*)} 9,80769 m/sec². Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit^{*)} 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 4.1.25, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, BOOT).

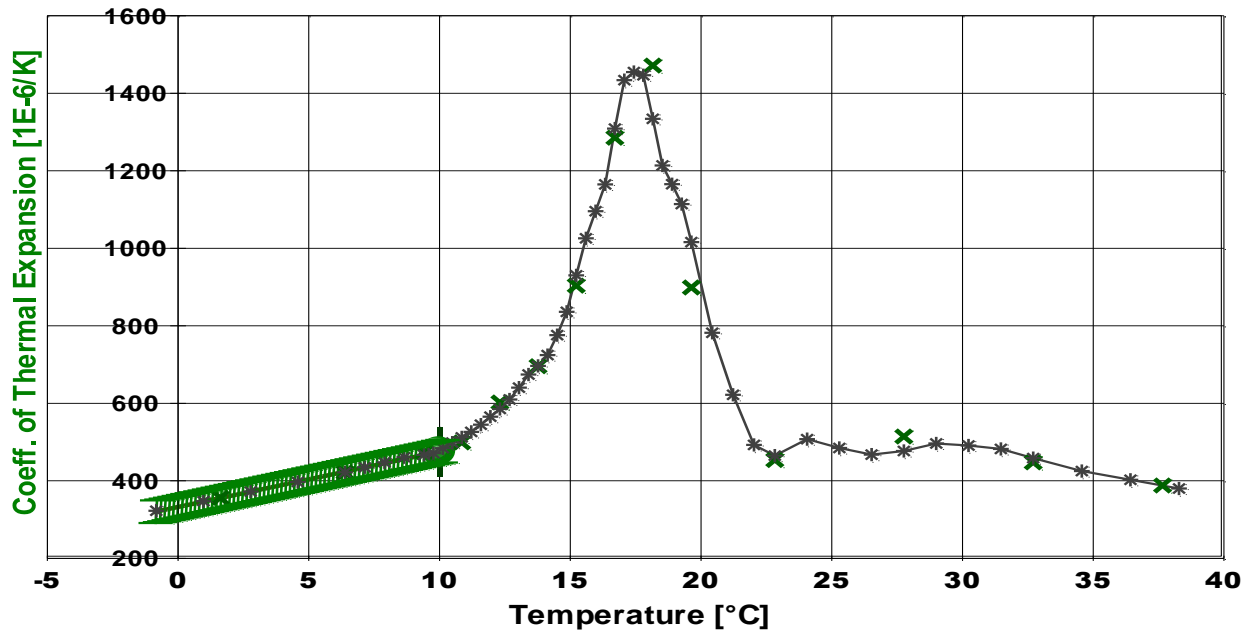
^{*)}: **Bearbeitungshinweis:** Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst - etwa um individuelle Messunsicherheiten durch den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen können zurückgenommen werden. - Deaktivieren Sie doch bitte die Bearbeitungshinweise.

„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.

Im Folgenden werden Auswertungen mit dem Fokus auf das Verhalten des Ausdehnungskoeffizienten in den anderen etwa gleichförmigen Bereichen gezeigt. Dazu wurde das Diagramm (6) und die jeweilige Interpretation entsprechend obiger Darstellung jeweils ausgegeben.

Triklines Gitter ($T < 19^\circ\text{C}$)



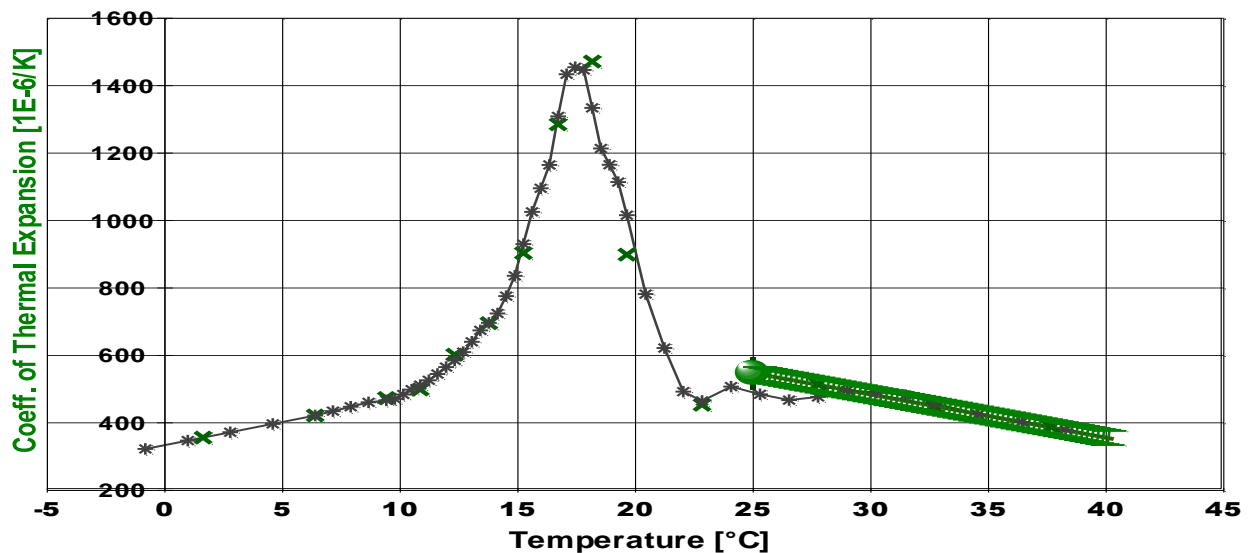
Aus der quadratischen Regressionsgleichung der Dichtemesswerte wird der *thermische isobare und isotherme Raumausdehnungskoeffizienten* κ im Bereich -1 bis 10°C durch eine Gleichung bestimmt:

$$\kappa \text{ [} 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1} \text{]} = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = (727,4 + 30,88 \cdot \vartheta) / (2,188 - 7,274 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta - 1,544 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^2) \quad (\text{Gl.4})$$

Für 10°C ergeben Gleichung und Messunsicherheit den Ergebniswert $\kappa_{10} = 475 \pm 35 \cdot 10^{-6}/\text{K}$.

Der für die Angabe der Messunsicherheit bei anderen Temperaturen anzuwendende Relativwert der erweiterten Messunsicherheit beträgt 7,3%. Bei 10°C zeigt sich eine relative Zunahme des Koeffizienten von 3,0% pro Grad.

Hexagonale Gitter ($T > 25^\circ\text{C}$)



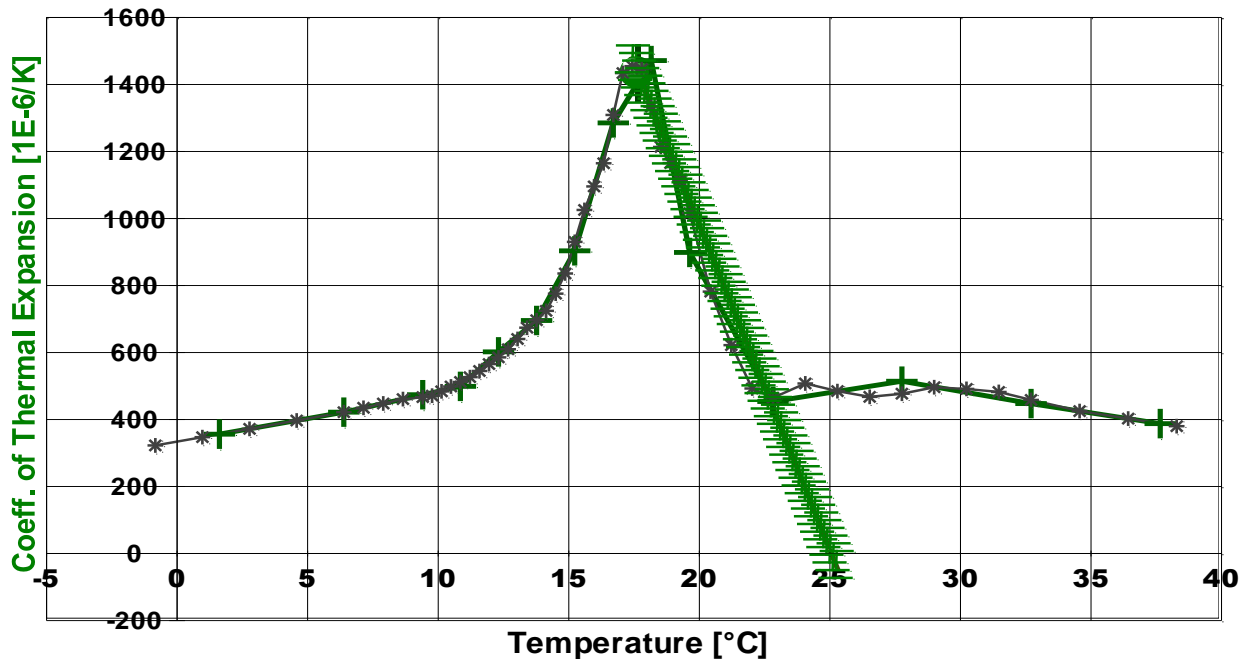
Aus der quadratischen Regressionsgleichung der Dichtemesswerte wird der *thermische isobare und isotherme Raumausdehnungskoeffizienten* κ im Bereich 25 bis 40°C durch eine Gleichung bestimmt:

$$\kappa \text{ [} 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1} \text{]} = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = (1876 - 27,85 \cdot \vartheta) / (2,193 - 1,876 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta + 1,393 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^2) \quad (\text{Gl.3})$$

Für 25°C ergeben Gleichung und Messunsicherheit den Ergebniswert $\kappa_{25} = 547 \pm 25 \cdot 10^{-6}/\text{K}$.

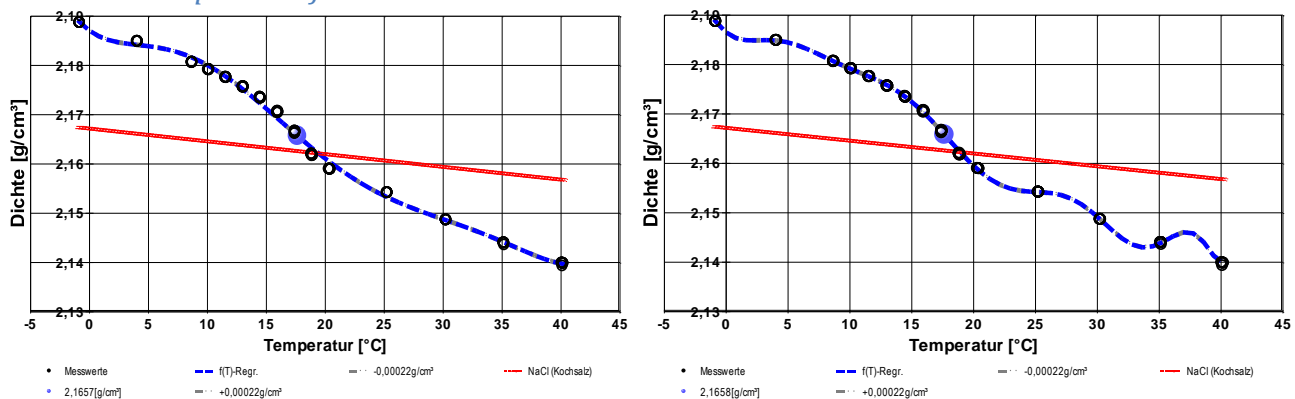
Der für die Angabe der Messunsicherheit bei anderen Temperaturen anzuwendende Relativwert der erweiterten Messunsicherheit beträgt 4,7%. Bei 25°C zeigt sich eine relative Abnahme des Koeffizienten von 2,3% pro Grad.

Umwandlungsbereich zu hexagonal (17 bis 25°C)



Bereich 17,4 bis 25,3°C: $\kappa \mid [10^{-6} \cdot K^{-1}] = f(\vartheta[^\circ C]) = (10500 - 419,1 \cdot \vartheta) / (2,286 - 0,0105 \cdot \vartheta + 2,096E-4 \cdot \vartheta^2)$
 Für 17,65°C ergeben Gleichung und Messunsicherheit den Ergebniswert $\kappa_{17,65} = 1433 \pm 80 \cdot 10^{-6}/K$.

Dichte-Temperaturfunktion



Die Dichtewerte dieser Messung in einer Funktion geeignet zu repräsentieren, gelingt selbst mit einer Regression 12. Ordnung nicht. -- Für die Rohstoffaufbereitung sind Dichte-Temperaturverläufe hilfreich. Hätte man beispielsweise NaCl von Teflonpulver abzutrennen, dann sollte die Temperatur weit ab von 19°C gewählt werden. Wollte man es hingegen perfekt mischen, dann gelingt das wohl am besten bei 19°C.



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/adienstleistungen.html

Probieren Sie's einfach!