

- Dichtemessung – Konzentrationsabhängig -

## Die Dichteänderung von Cyclohexan mit der Zudosierung von Hexan

Einfache Bestimmung einer Kalibrierung

Die Dichte von *Cyclohexan* wird z.B. durch zudosiertes *Hexan* verändert. Die Dichteänderung kann mit der Dosiermenge verknüpft werden. In diesem Fall vergrößert sich das Volumen durch die Mischung.

Solche Messungen sind mit imeter, dem hochintegrierten MessSystem vergleichsweise einfach; es wird (in diesem Beispiel) so vorgegangen: In ein trockenes Temperiergefäß (Messzelle) wird eine durch auswiegen genau bestimmte Menge *Cyclohexan* gegeben, der Messkörper wird eingesetzt und das Gefäß mit dem Zellendeckel verschlossen. Die Vorlage wird in das imeter gestellt und temperiert dort. Sobald 25°C erreicht sind, beginnt die Messung. Das Messprogramm ist so organisiert, dass zuerst die Dichte des vorgelegten Stoffes bestimmt wird. Sobald imeter dies getan hat, erscheint ein Dialog (mit akustischem Signal) und der Prüfer wird aufgefordert anzugeben, welche Menge an *Cyclohexan* vorgelegt ist. Danach erscheint ein weiterer Assistenzdialog, der zur Zugabe auffordert und sogleich abfragt, welche Menge an *Hexan* zugegeben wurde. – Die anfangs kleinen Mengen wurden hier mit einer µL-Spritze (die ausgewogen wird) zugegeben, der Deckel wird dazu kurz angehoben. Das Messprogramm sorgt mittels des Rührers für eine gute Durchmischung und stellt sicher, dass die Temperatur im gewählten Rahmen bleibt. Dann wird die Dichte der Lösung einige Male gemessen. Wieder erscheint ein Dialog und ruft den Prüfer zur Zugabe einer weiteren Menge herbei (natürlich kann auch automatisch dosiert werden ...). Dieser Verfahrensteil läuft fort, bis der Anwender den Ablauf beendet. Die Ergebnisse werden in Echtzeit in Form der Diagramme ausgegeben, so dass der Prüfer über Konzentration und Wirkung unmittelbar Rückkopplung erhält.

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 (können bzw. müssen). Variabel sind nicht nur die Messdaten - sondern auch Umstände und Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Dazu passend verfügt **imeter** einerseits über eine Modellersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („was soll der Fall sein“) und andererseits über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall* ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben. - **imeter** befreit sehr viel kostbare Arbeitszeit, indem nicht nur das Messen/Steuern/Regeln sondern auch die beurteilungsreife Darstellung automatisiert ist.

*Die Formatierungsvorgaben des Berichts bestimmen Art und Umfang der Informationsdarstellung. - Anhand eines vollständigen Berichts wird der Anwender (der Kunde oder wir) in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.*

*Der imeter-Prüfbericht auf den folgenden Seiten enthält also Elemente, wie automatische Erläuterungen, auf deren Ausgabe man in der Routine natürlich verzichtet (und die leider wortreich den Fluss der Informationen bzw. das Layout beeinträchtigen).*

*Für die Grundqualität von imeter zur Dichtemessung sei auf die folgenden Umstände hingewiesen: (A) Es werden unabhängige Messwerte aufgezeichnet (B) Mittelwerte erhöhen daneben auch die statistische Sicherheit. (C) Die Messunsicherheit wird selbsttätig eingeschätzt, indem insbesondere die Genauigkeit der Temperaturmessung mit der Wärmedehnung von Cyclohexan bei 25°C abgeglichen wird. (D) Die Wägezelle wurde in der Messung automatisch justiert. (E) Es wurde ein technisches Messverfahren ohne systematischen Fehler angewendet (kein Meniskuseffekt, kein Halterungsauftrieb, keine Störung durch Niveauveränderung der Probe, keine Drift). (F) Nur wenige Handgriffe des Anwenders und Angaben in der Software waren notwendig und führten zu einem komplett dokumentierten Ergebnis. (G) So genau und einfach, wie in diesem Beispiel können „Konzentrationen“ weder hergestellt noch gar gemessen werden. (H) Viele komplexe Berechnungen werden von der Software automatisch ausgeführt und zu kompakten Ergebnissen, wie unmittelbar verwendbaren Kalibriergleichungen und anschaulichen Diagrammen, aufbereitet.*

## Fluid Dichte bei Konzentrationsänderung

**Titel:** Hexan / Cyclohexan

**Bemerkung:**

**Ergebnis:**  $\rho_{25,00^{\circ}\text{C}} = 0,77391\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$  ( $\rho^{\circ}$  Cyclohexan (99.9+%))  
 $\rho_{\text{Bereich}}: 0,77386 - 0,72629\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$   
**38 Dichtemessungen über 7 Konzentrationsstufen**  
 $c_{\text{Bereich}}: 0,26\% - 35\% \text{ Hexan (99+%, Aldrich) } [\text{m}/\text{m}]$

### Bericht

**Hinweis:** Die Aktivierung der Option "ERLÄUTERUNGSTEXTE", die für diese Berichtsausgabe eingestellt ist, bewirkt, dass der Bericht selbst und erklärungsbedürftige Elemente darin mit Erläuterungen versehen werden, Bearbeitungshinweise für den Anwender werden zusätzlich ausgegeben, außerdem wird auf ggf. unterdrückte Informationen hingewiesen. Die zugehörigen Erklärungen sind formatiert wie dieser Text.

#### • Bestimmung der Konzentrationsabhängigkeit

##### Dosis und Wirkung:

Bestimmt für Hexan (99+%, Aldrich) in Cyclohexan (99.9+%) im Konzentrationsbereich  $c=0,0261$  bis  $35,3\%$ . Es liegt eine *exzellente* quadratische Beziehung zwischen Konzentration und Dichte vor:

$$\text{(Gleichung I)} \quad \rho [\text{g}/\text{cm}^3] = f(c_{[\%]}) = 0,7739435 - 1,44190\text{E-}3 \cdot (c) + 2,5969\text{E-}6 \cdot (c)^2$$

Korrelationskoeffizient:  $r^2=0,9999945$ , Standardabweichung:  $s = \pm 4,8 \cdot 10^{-5} \text{ g}/\text{cm}^3$ .

Die Dichtemessung kann für dieses System zwischen  $\rho = 0,77386$  bis  $0,72629\text{g}/\text{cm}^3$  zur Bestimmung der Konzentration mittels der Gleichung II *ebenso* angewendet werden:

$$\text{(Gleichung II)} \quad c [\%] = f(\rho_{[\text{g}/\text{cm}^3]}) = 1147,235 - 2272,738 \cdot \rho + 1021,284 \cdot \rho^2$$

Korrelationskoeffizient:  $r^2=0,9999947$ , Standardabweichung:  $s = \pm 0,035 \%$ .

Die zu den Gleichungen angegebene 'Standardabweichung',  $s$ , ist die Standardabweichung (der Grundgesamtheit) der Werte gegen die Regressionsgleichung. Die Terme können zu Berechnungen jedoch nur im angegebenen Konzentrationsbereich und bei der Temperatur verwendet werden. **Bearbeitungshinweis:** In ausgesuchten Fällen sind die in der Gleichung angegebenen Dezimalen ungenügend: der vollständige präzisierte Ausdruck, ohne Rücksicht auf sinnvolle oder gültige Stellen, lautet:  $0,773943457946993 - 1,44189570204021\text{E-}03 \cdot (c) + 2,59687134407861\text{E-}06 \cdot (c)^2$  sowie  $1147,23532841146 - 2272,73845706402 \cdot \rho + 1021,28376041564 \cdot \rho^2$ .

- Zusammenfassung von Randbedingungen und Operationen während der Messung -

**Vorlage:** Cyclohexan (99.9+%), Masse  $51,7 \pm 0,1\text{g}$ , angegeben wurde der Wägewert  $51,6\text{g}$ , Volumen  $66,8\text{cm}^3$ , Dichte  $0,77391\text{g}/\text{cm}^3$  - sie wurde über den Datenbankeintrag 'Cyclohexan' zur Temperatur ermittelt.

**Zudosierung:** Hexan (99+%, Aldrich), 6 Zugaben.

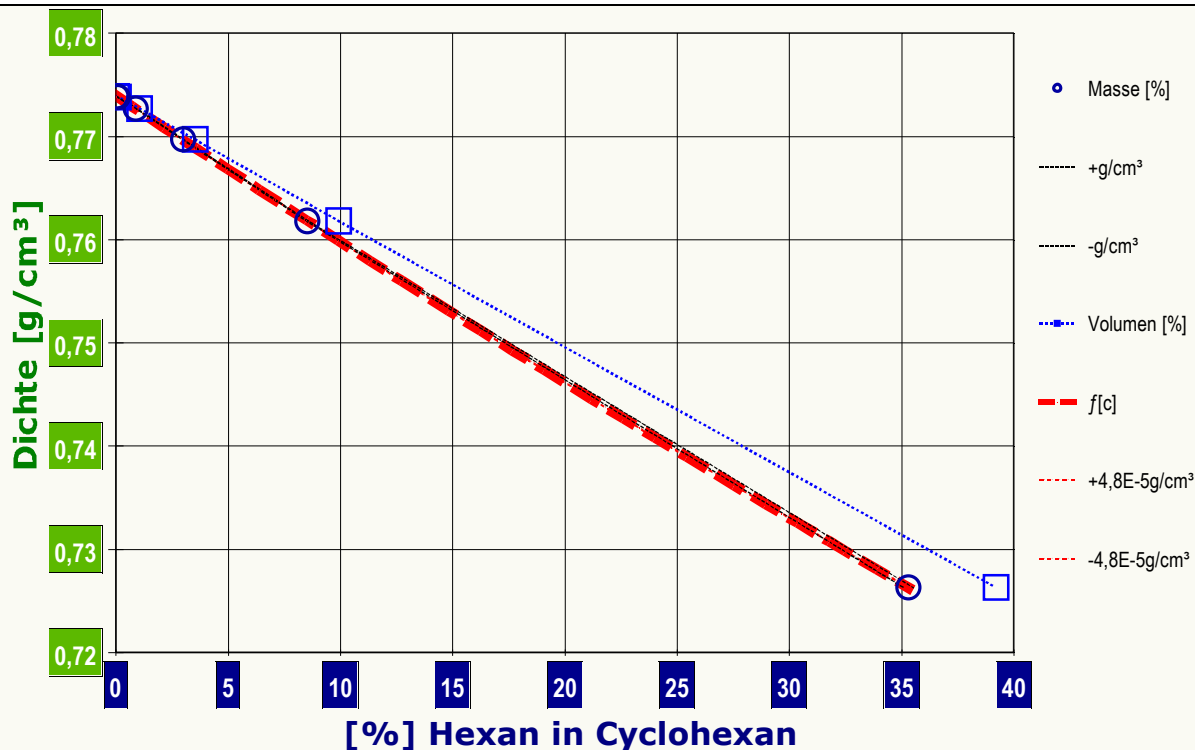
Wirkstoffkonzentration  $655,37 \pm 0,010\text{mg}/\text{cm}^3$ , Dichte  $0,65537\text{g}/\text{cm}^3$ , aus dem Datenbankeintrag für 'Hexan' ermittelt. Die Unsicherheit zur Konzentration ist explizit angegeben. Temperaturangabe der Dosierung als Festwert  $25,00^{\circ}\text{C}$ . Als gravimetrische Zugabe und Kennzeichnung als Reinstoff, dadurch ist die Dosierkonzentration äquivalent zur Dichte; manuell ausgeführte Operationen/Dosierungen.

**Entnahmen:** 1 Entnahmen als Wägewert, manuell ausgeführt.

**Mengenbilanz:** Gesamte Entnahmemenge  $21,61\text{g}$ ,  $28,36\text{cm}^3$ , zugefügte Menge  $19,26\text{g}$ ,  $29,39\text{cm}^3$ , finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage  $49,35\text{g}$  bzw.  $67,83 \pm 0,49\text{cm}^3$  (aus addierten Volumina), tatsächliches Endvolumen  $67,94\text{cm}^3$  (Mischungseffekt d.h. - Volumendefekt  $0,11\text{cm}^3 = 1,6\%$ ), am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge:  $17,42\text{g}$ .

Die Zusammenfassung, oberhalb, stellt Vorgaben und das Ergebnis der Messung knapp dar. Einzelheiten zu den Vorgängen können ggf. mittels der unten ausgegebenen tabellarischen Darstellungen entschlüsselt werden. Wesentliche, ergebnisrelevante Angaben und die Variablen des Vorgehens sowie der Daten werden wiedergegeben. Volumen und Gewichtsangaben werden stets in Massen umgerechnet. - Die Gleichungen zu Dosis und Wirkung fassen die Verhältnisse kompakt zusammen und erlauben die Dichte über die Konzentration einzustellen und die Konzentration über die Dichte zu ermitteln. Die Qualitätsaussage "exzellente" wird aus der Textübersetzung des Korrelationskoeffizienten "0,9999945" erzeugt.

**Bearbeitungshinweise:** Da zahllose Kombinationen von gravimetrischen, volumetrischen bzw. automatischen und manuellen Operationen mit wechselnden Konzentrationen und mit oder ohne thermische Eventualitäten aufgetreten sein können, ergeben sich vielfältige logische Abhängigkeiten, die ggf. bei einfachen Verfahren nicht in passender Klarheit ausgedrückt sind. Die Überprüfung der möglichst exakten Isothermie für diese Art der Messung - sowie das, dem Prüfstoff gerechte Verfahren (z.B. Wartezeiten bei sehr geringen Konzentrationen) wird nicht von der Software bewertet. Eine durchgängig konsistente Formatierung der Zahlenwerte - d.h. die Ausgabe ausschließlich gültiger Stellen, wird nicht in allen Fällen durch die Algorithmen geleistet; Referenzwerte aus der Datenbank werden beispielsweise mit allen dort angegebenen Stellen aufgeführt. Eine Nachbearbeitung durch den Anwender ist hier evtl. notwendig, wenn der Bericht an externe Stellen weitergegeben werden soll.



Das Diagramm **Konzentrationsverlauf** fasst das Ergebnis der Messung durch die Abbildung der Dichte gegen die Konzentration zusammen. Die Kreismarken stellen die jeweiligen (Mittel-)Werte der Dichte dar; umgebende, feine Linien bilden den Bereich der Unsicherheit ab. Die Kreismarken beziehen sich auf Masse% (m/m), die Quadrate auf Volumen% (V/V). Als fette, gestrichelte Linie ist der Werteverlauf der Gleichung I eingezeichnet sowie deren Standardabweichung durch gepunktete Linien. (Die Fehlerbereiche dürften jedoch durch die Skala bedingt, kaum sichtbar sein.)

Die folgende Tabelle präsentiert die Zusammenstellung der zugrunde liegenden Zahlenwerte sowie die Datenbasis der Grafik. Die erste Datenzeile der Tabelle enthält die für die Sicherung des korrekten Ausgangswertes der Dichte wichtige Angabe,  $\rho^0 = 0,77391\text{g/cm}^3$ , die im Mittel für 6,7 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde.

N°	$\Delta m[\text{g}]$	$\pm\%$	$t_{\Delta c}$	$\Delta t_p$ [min]	$\bar{\rho}$	c [mg/cm³] $\pm\%$		c (m/m, V/V)
1.	---	---	---	-6,7 (8)	0,77391	0	0	<66,8cm³>
2.	0,0135	1,5%	16,3	12,0 (5)	0,77386	0,202	1,5%	0,26‰, 0,31‰
3.	0,0334	0,60%	32,6	9,5 (5)	0,77378	0,701	0,63%	0,91‰, 1,1‰
4.	0,4187	2,4%	45,6	8,4 (5)	0,77271	6,90	0,82%	0,89‰, 1,1‰
5.	1,1350	0,18‰	57,4	9,0 (5)	0,76969	23,12	3,3‰	3,0‰, 3,5‰
6.	3,2237	0,31‰	71,0	12,3 (5)	0,76179	65,1	2,4‰	8,5‰, 9,9‰
7.	-21,6145	0,46‰	87,8	---	---	65,1	2,4‰	<45,8cm³>
8.	14,4361	0,35‰	89,3	12,6 (5)	0,72629	257	0,51%	35‰, 39‰

Die Spalten der Tabelle zeigen von links nach rechts die folgenden Inhalte: Die Zeilennummer (1. N°), die jeweilige Dosier- bzw. Entnahmemenge (negativ) als Masse (2.  $\Delta m$ ), die zugehörige relative Unsicherheit (3.  $\pm\%$ ), die aus der ursprünglich angegebenen absoluten Unsicherheit berechnet ist, dann die Zeitpunktmittel (4.  $t_{\Delta c}$ ) des Vorgangs im Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte zeigt die Dauer zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an (5.  $\Delta t_p$ ) und den gemessenen (Mittel-)Wert der Dichte in der folgenden Spalte (6.  $\bar{\rho}$ ); weiter, die ideale Konzentration (7. c); 'ideal' bedeutet, die Konzentration die sich aus den Massen und Volumina (per Dichten der Datenvorgaben) ergibt. Die Stellenzahl ist formatiert nach der beigeordneten relativen Unsicherheit (8.  $\pm\%$ ), die aus der Fehlerfortpflanzung der individuellen Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben angegeben wurden, ermittelt ist [die Konzentrationsunsicherheit nimmt mit relativ großen Dosierungen ab - relativ zum Fehler]. Falls verschiedene Konzentrationen dosiert wurden oder gravimetrische- oder volumetrische Operationen gemischt auftreten, wird der jeweilige Konzentrationsindex angegeben und/bzw. 'm' für Masse-, 'w' für Gewicht- und 'v' für Volumen- Operationen. Manuelle Operationen sind mit einem Hochkomma (') gekennzeichnet. Gewichts- bzw. Wägewerte ('w') werden über Flüssigkeits-, Luft- und Kalibriergewichtdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt zur Orientierung die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis (m/m) und im Volumenverhältnis (V/V) an.

**Besonderheiten:** Spalte 5,  $\Delta t_p$ , dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern wieviele Messungen dazu stattfanden. -  $\bar{\rho}$  gibt Mittelwerte an (Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im Abschnitt, der sich den Einzeldaten widmet). Sofern danach, in der Dosierphase, mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden Mittelwerte in dieser Art angegeben.

**Bearbeitungshinweis:** Die Art der Zeitangabe ist so gestaltet, damit es einfach wird, ablesen zu können, ob eine 'korrekte' Zeitspanne zwischen Dosierung und Messung eingehalten ist. Aus den Datentabellen können Informationen gewonnen werden, die nicht im Schema ausgewertet werden; evtl. unter Berücksichtigung der Gefäßoberfläche - 18,44cm² - die  $\Gamma$ -Funktion etc.. Die Zahlenkolonnen in den Tabellen sind durch TAB-Zeichen separiert; so können Sie die Tabellen einfach über die Zwischenablage kopieren und z.B. in Excel einfügen und dort Weiterbearbeiten. Die nicht- tabellierten Daten in den Diagrammen können Sie über den Grafik-Editor in die Zwischenablage kopieren, wobei die jeweiligen Spaltenentitel ebenfalls enthalten sind. -- Bitte bei genauer Untersuchung der Ergebnisse zu beachten: Als 'Gewicht' gegebene Vorlage-, Dosier- oder Entnahmemengen werden bei der Bilanzierung durchweg in 'Wahre-Massen' umgerechnet --

### • Reale Konzentration, ideale Dichte und Mischungskoeffizient

Die Tabelle gibt Konzentrationen, Dichtewerte und Abweichung zum gemessenen Wert sowie *Mischungskoeffizienten* zu den bestimmten Konzentrationsstufen an.

N°	t	C <sub>real</sub>	<sup>m</sup> /m [%]	$\bar{\rho}$	$\rho_{ideal}$	$\Delta\rho_{rel.}$	$\phi_{1/2}$ -Koeff.
1.	10	---	---	0,77391	0,7739	---	1,000000
2.	28	0,205	0,0261	0,77386	0,77392	-70ppm	0,9999974
3.	42	0,709	0,0906	0,77378	0,77383	-53ppm	1,000014
4.	54	6,98	0,893	0,77271	0,77270	8,0ppm	1,000075
5.	66	23,37	3,003	0,76969	0,76977	-0,10‰	0,9999602
6.	83	65,70	8,535	0,76179	0,76218	-0,51‰	0,9995006
7.	102	259,3	35,29	0,72629	0,72749	-1,7‰	0,9973478

In der Tabelle wird in Spalte 2 mit 't' der mittlere Minutenzeitpunkt der Bestimmung (als Orientierungshilfe) nochmals angeführt. Die tatsächlich anzugebende Konzentration, C<sub>real</sub> aus dosierter Menge und ermittelten Dichtewerten in der Einheit mg/cm<sup>3</sup>, zudem die Massekonzentration <sup>m</sup>/m in Prozentteilen. Die Einheit der Dichteangaben ( $\rho$ ) ist 'g/cm<sup>3</sup>'. Mit  $\rho_{ideal}$  (5.) wird der Dichtewert angeführt, der sich aus den Datenvorgaben ergibt, wenn keine Volumenbeeinflussung durch einen Mischungseffekt auftritt. In der 6. Spalte,  $\Delta\rho$ , wird der relative Unterschied zwischen idealer und realer Dichte angegeben. Der Mischungskoeffizient,  $\phi_{1/2}$ , in der 8. Spalte gelistet, hat keine physikalische Dimension. Er ist spezifisch für die Stoffkombination und bezieht sich auf Vorgabe- bzw. Datenbankangaben zu den Dichten der Komponenten. Da auf den Datenbankangaben bei diesbezüglichen Konzentrationsmessungen die Gehaltsberechnungen beruhen.

Der Mischungskoeffizient,  $\phi_{1/2}$ , ist zur Konzentrationsbestimmung bei entsprechenden Dichtemessungen anzuwenden. Er ist eine Funktion der jeweiligen Dichte und kann durch Einsetzen des Dichtewertes  $\rho'$  in der folgenden Gleichung erhalten werden

$$\phi_{1/2} = 40,4032 - 157,288 \cdot \rho' + 209,13 \cdot \rho'^2 - 92,6215 \cdot \rho'^3 \quad (r^2=0,99941, s = 3,0 \cdot 10^{-5}).$$

**Bearbeitungshinweis:** Es ist hier von besonderer Wichtigkeit, dass zur Messung exakte Isothermie herrscht. Jegliche Stoffbewegungen und Unsicherheit muss im Messprogrammdialog genau angegeben sein. Ggf. können die Präzision der Referenzdaten (auch des Messkörpers) nachträglich genau ermittelt und korrigiert werden.

### • Vergleich des Anfangswertes ( $\rho^\circ$ )

	Referenzwert	Messung	Abweichung absolut	relativ	Signifikanz
$\rho$	0,7739	0,7739	$\pm 0,0000 \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	---	@

Referenz "Cyclohexan", Bezugstemperatur = 25,00°C. Zum Datenvergleich wurde das genauere Messergebnis auf die Präzision der Referenzangabe um eine Stelle gekappt.

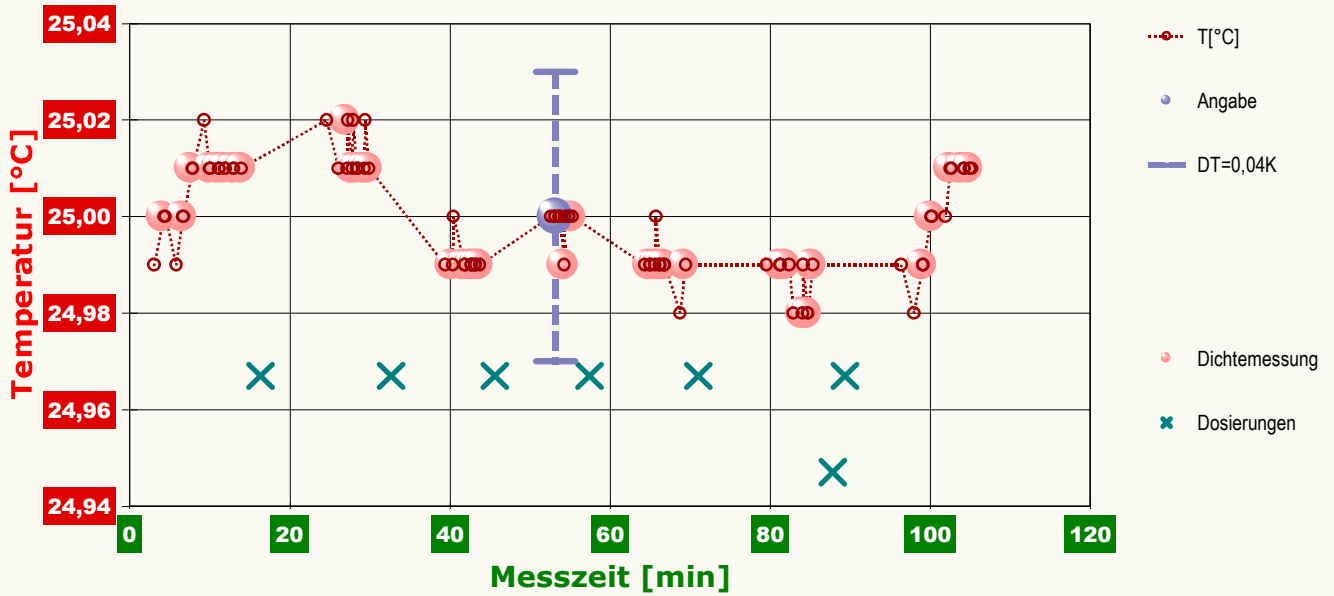
Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'CYCLOHEXAN' gefunden werden, stellt die Werteübereinstimmung unabhängig von der Temperatur dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenwert Minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol  $\rho$  steht für die Messgröße; mit "Signifikanz" wird ausgedrückt, um wieviele Male die absolute Unsicherheit größer ist, als der Unterschied von Mess- und Referenzwert. Das Zeichen "@" bringt zum Ausdruck, dass bei der jeweiligen Größe kein signifikanter Unterschied von Mess- und Referenzwert auftritt.

### • Einzelheiten zur Dichtemessung

#### • 38 Dichtemesswerte

Gesamte Dauer 1,7 Stunden; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum mäßig isotherm bei 25°C.

#### **Diagramm 'Temperaturprofil':**



Im Diagramm "Temperaturprofil", oben, wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Grafik hat informativen Charakter - sie dient der Rückkopplung und Zusammenfassung. -- Zur Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmesswerten. Die x-Kreuze referieren die Zeitpunkte von Mengenbewegungen (Dosierungen und/oder Entnahmen) und je nach Methode zugleich die zur Operation gehörende Temperaturablesung (-> Volumen/Konzentrationsbezug):

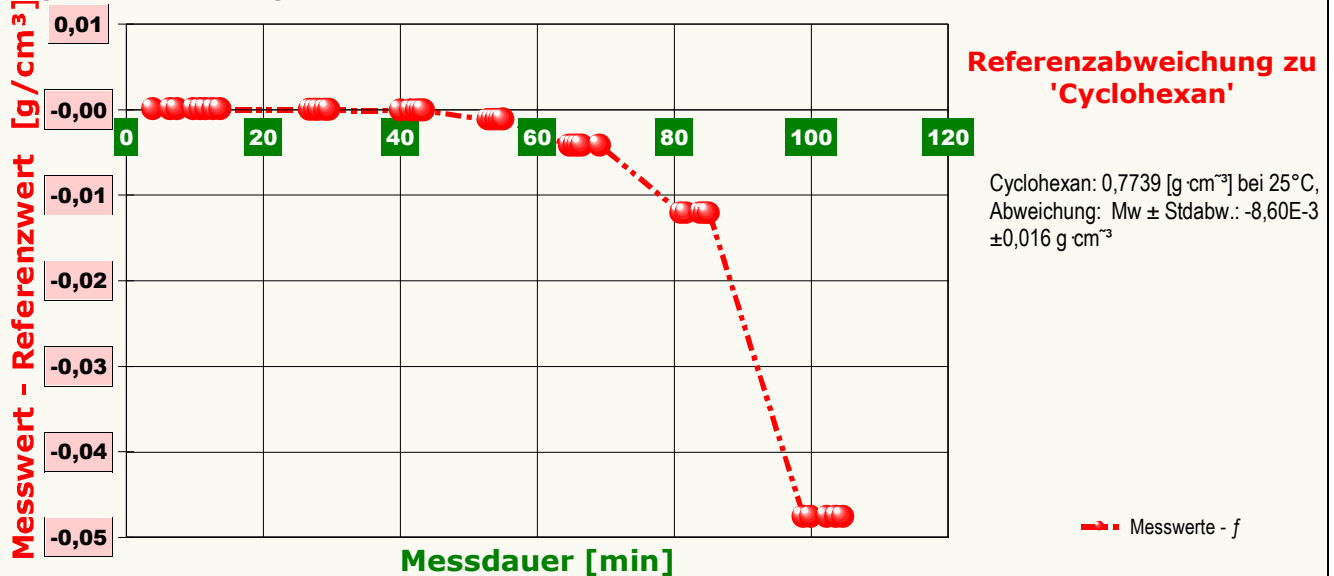
#### •Datentabelle

Die nachfolgende Aufstellung gibt die Daten zu den Einzelergebnissen an.

N°	t[min]	T[°C]	$\rho$ [g·cm <sup>-3</sup> ]	$\Delta\rho$ [g·cm <sup>-3</sup> ]	W [g]	$\Delta W_t$ [g]	$\Delta t$ [s]	N
1.	4,0	25,00	0,773918	-0,000002	62,6813	0,0002	7,4	8
2.	6,5	25,00	0,773922	-0,000001	62,6809	0,0001	2,1	3
3.	7,5	25,01	0,773909	0,000000	62,6822	-	1,1	2
4.	9,9	25,01	0,773904	0,000000	62,6827	-	1,1	2
5.	10,9	25,01	0,773904	-0,000001	62,6827	0,0001	2,1	3
6.	11,7	25,01	0,773906	-0,000001	62,6825	0,0001	2,1	3
7.	12,8	25,01	0,773905	0,000000	62,6826	-	1,1	2
8.	13,8	25,01	0,773910	0,000000	62,6821	-	1,1	2
9.	26,9	25,02	0,773859	-0,000001	62,6872	0,0001	15,8	16
10.	27,6	25,01	0,773861	-0,000001	62,6870	0,0001	2,1	3
11.	28,2	25,01	0,773863	0,000000	62,6868	-	1,1	2
12.	29,1	25,01	0,773860	0,000000	62,6871	-	2,1	3
13.	29,7	25,01	0,773864	0,000000	62,6867	-	1,1	2
14.	40,1	24,99	0,773783	0,000000	62,6949	-	1,1	2
15.	41,6	24,99	0,773786	0,000000	62,6946	-	1,1	2
16.	42,5	24,99	0,773784	0,000000	62,6948	-	2,1	3
17.	43,0	24,99	0,773785	-0,000002	62,6947	0,0002	3,2	4
18.	43,5	24,99	0,773784	0,000000	62,6948	-	1,1	2
19.	52,9	25,00	0,772709	-0,000001	62,8035	0,0001	1,1	2
20.	53,5	25,00	0,772710	0,000000	62,8034	-	1,1	2
21.	54,1	24,99	0,772710	0,000000	62,8034	-	1,1	2
22.	54,6	25,00	0,772711	0,000000	62,8033	-	1,1	2
23.	55,1	25,00	0,772712	0,000000	62,8032	-	1,1	2
24.	64,8	24,99	0,769691	0,000001	63,1087	-0,0001	10,5	11
25.	65,5	24,99	0,769690	0,000000	63,1088	-	1,1	2
26.	66,0	24,99	0,769690	0,000000	63,1088	-	1,1	2
27.	66,6	24,99	0,769689	0,000000	63,1089	-	1,1	2
28.	69,2	24,99	0,769690	0,000000	63,1088	-	1,1	2
29.	81,1	24,99	0,761797	0,000000	63,9069	-	1,1	2
30.	81,8	24,99	0,761796	-0,000001	63,9070	0,0001	3,2	4
31.	83,9	24,98	0,761790	0,000000	63,9076	-	1,1	2
32.	84,5	24,98	0,761790	-0,000001	63,9076	0,0001	1,1	2
33.	85,1	24,99	0,761790	0,000000	63,9076	-	1,1	2
34.	98,9	24,99	0,726287	0,000000	67,4976	-	1,1	2
35.	100,0	25,00	0,726290	0,000000	67,4973	-	1,1	2
36.	102,4	25,01	0,726289	0,000000	67,4974	-	1,1	2
37.	103,7	25,01	0,726294	0,000000	67,4969	-	1,1	2
38.	104,7	25,01	0,726290	0,000000	67,4973	-	1,1	2

In der Tabelle gibt die Spalte 't' den Zeitpunkt des Messwertes, 'T', die Temperatur und 'p' den Dichtewert an. - In der Aufstellung werden auch diagnostische Daten ausgegeben: In der Kolonne 'Δp' wird ggf. die Änderung der Dichte während der Akquisitionszeit des Messwertes wiedergegeben; mit 'Δt' wird die Messdauer der jeweiligen Beobachtung bezeichnet. Mit 'W' wird der Wäge-Endwert wiedergegeben - in der Dokumentation entspricht er dem Wert 'W2' an welchem für 'W2' Korrekturen (Meniskus) vorgenommen werden. Die Rubrik 'ΔW<sub>i</sub>' gibt die zuvor eingetretene Änderung des Wägewertes wieder. Mit 'N' wird die Zahl der dabei aufgezeichneten Wägewerte angegeben. BEARBEITUNGSHINWEIS: Je nach 'Dokumentationszweck' kann die Stabilisier- oder Beobachtungsdauer, das Abklingen dynamischer Veränderungen anzeigen (Wärmeaustausch), die Stabilität des Messwertes dokumentieren, bzw. Störungen anzeigen. Im Normalfall, jedoch, deutet eine längere Spanne mit entsprechendem Δp Probleme an, etwa, dass ein Wandkontakt auftritt, dass Strömungen wirken oder der Temperaturgradient zu groß ist und sich der Auftrieb spürbar ändert.

**Diagramm 'Abweichung der Einzelwerte':**



Das Chart, "Abweichung der Einzelwerte", zeigt die temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Messwerte zum Referenzwert in der zeitlichen Sequenz der Messung. - Das Diagramm löst den Wertebereich vollständig auf, dies führt mitunter dazu, dass auch Unterschiede weit unterhalb der Bestimmtheit von Ergebnis- oder Referenzwerten angezeigt werden. Die urteilende Betrachtung mag dabei die Y-Skalierung in Relation zur Messunsicherheit in die Erwägung miteinbeziehen.

#### • Messkörper

Eingesetzter Messkörper 'Quarz-0703a', Masse 140,9169±0,00015g, Volumen<sup>(25°C)</sup> 101,1026±0,00015cm<sup>3</sup>, kubischer Ausdehnungskoeffizient 1,41·10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>, Kompressionsmodul 0GPa <oder nicht gesetzt>. Die Druckangabe, die zur Vervollständigung des Ergebnisses oben angegeben ist, wird aus der Luftdichte bei der Angabetemperatur ermittelt (p<sub>L (r.H.50%)</sub>=100kPa) und aus dem hydrostatische Druck (p<sub>H</sub>=0,34kPa) der auf den Messkörper in der Eintauchtiefe von 45mm im Mittel wirkt.

#### • Messunsicherheit

Die Messauflösung der Wägeeinheit (0,1mg) erlaubt mit dem Messkörper und bei der Fluidichte die maximale Auflösung zu 0,000001g/cm<sup>3</sup> (1,3ppm), die für die Messung angegebene Messunsicherheit der Wägung (±0,2mg) bedeutet messkörperbezogen ±2,0·10<sup>-6</sup>g/cm<sup>3</sup>. Die Fehlerfortpflanzung der Messkörperdaten ergibt eine Unsicherheit von ±2,0·10<sup>-6</sup>g/cm<sup>3</sup>. Entscheidend ist jedoch die Unsicherheit durch die Temperaturmessung: Bezogen auf die Dichte und Wärmedehnung von Cyclohexan (Referenzwert) erlaubt die Messauflösung des Temperatursensors (0,01K) die Auflösung der Dichte zu ±9,0·10<sup>-6</sup>g/cm<sup>3</sup> anzugeben. Die einschränkend vorgegebene Unsicherheit der Temperaturmessung (±0,03K) bedeutet demnach eine Unsicherheit von ±2,7·10<sup>-5</sup>g/cm<sup>3</sup>. Insgesamt wird somit die Messunsicherheit der Dichtemessung zu **±2,7·10<sup>-5</sup> g/cm<sup>3</sup>** bestimmt.

#### • Technisches Verfahren

Die Werte wurden mit der genauen Methode (Meniskuseliminierung, imeter-Patentverfahren) bestimmt, wodurch also die einzelnen Auftriebsmessungen voneinander unabhängig sind und systematische Fehler durch die Messkörperaufhängung/Phasengrenze sowie durch die Eintauchtiefe ausgeschlossen werden. -- Die Absenkung des Messbehälters vor der Auftriebsmessung von 3,147mm führt mit der Querschnittsfläche der Aufhängung (Ø = 0,0314mm<sup>2</sup>) zu einer Korrektur der Auftriebskraft über das Volumen 0,099mm<sup>3</sup> bei jeweiliger Flüssigkeitsdichte.

Anhand des dokumentierten Verfahrens, des Temperaturgangs, der Ausgabe der Tabelle, der Messkörperdaten sowie der evaluierten Unsicherheiten (insbesondere derer, die erst durch den Temperaturgang des Messgegenstand offenbar werden) werden in diesem Bericht Informationen ausgegeben, die die Überprüfung der Einzelwerte und Schlussfolgerungen ermöglichen. Ergebnisse in prinzipiell höherer Qualität zu erhalten, ist schlicht undenkbar.

### • Datenbankvergleich zum Anfangswert ( $\rho^{\circ}$ )

1. Cyclohexan <sup>1</sup>	0,7739	0,0%
2. Tributyl amin <sup>2</sup>	0,7748	0,1%
3. Ethyl cyanid <sup>2</sup>	0,7773	0,4%
4. DKD1 <sup>1</sup>	0,77766	0,5%
5. Acetonitril <sup>2</sup>	0,7793	0,7%
6. 2-Propanol <sup>1</sup>	0,78110	0,9%
7. tert.-Butanol <sup>2</sup>	0,7812	0,9%
8. Methylcyclohexan <sup>2</sup>	0,766	1,0%
9. Dibutylamin <sup>2</sup>	0,7571	2,2%
10. Mesityloxid <sup>2</sup>	0,7478	3,4%
11. DKD-2AW <sup>1</sup>	0,7445	3,8%
12. Butylamin <sup>2</sup>	0,7406	4,3%
13. Isobutyl amin <sup>2</sup>	0,7296	5,7%
14. Triethylamin <sup>2</sup>	0,7245	6,4%

<sup>1</sup>: Für 25,00°C berechneter Referenzwert, <sup>2</sup>: Tabellierter Referenzwert.  
(Auswahl nur aus Referenzdaten, Stand 30.05.06)

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: Die Herkunft bzw. Richtigkeit der jeweiligen Referenzdaten sowie ggf. Zusatzinformationen kann über den Vermerk zur Substanz in der Referenzdatenbank geprüft werden.

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

**Nicht angezeigte Charts:** Diagramm 2, "Dichte-Temperaturverlauf", zeigt die 38 Dichtemesswerte in Temperaturabhängigkeit an. Je nach den gewählten Messumständen bzw. Einstellungen können Temperaturabhängigkeit mit Referenzvergleichen abgebildet werden. Mit Diagramm 3, "zeitliche Entwicklung", werden Messwerte in zeitlicher Form angezeigt. 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 "Cyclohexan" wird parallel zu den Messwerten angezeigt.

**Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen:** Datenbankvorschläge anzeigen, Erläuterungstexte, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Berichtseinstellungen.

**Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen:** Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Authentifizierungen werden nicht angezeigt.

**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 und so verifizierbar 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 7289, Datenbank imeterData14) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'formal-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

### Audit-Trail

Die Originaldaten sind unverändert.

Unter dem Eintrag 7289 ist der Datensatz in der Datenbank '**imeterData14**' wiederauffindbar.

### Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZ224-CW) wurde zuletzt um 23:11, während dieser Messung von imeter bei einem 1-Tage Intervall der Prüfmittelüberwachung justiert. Die letzte vollständige Überprüfung/Justierung der Positioniervorrichtung von **imeter** (ID16405542) erfolgte am 06.01.05. **Systemdaten:** Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit\*) 0,2mg, Dichte der Justiermasse\*) 8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte\*) 1,2kg/m<sup>3</sup>, Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec<sup>2</sup> für die Fallbeschleunigung\*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01K, die Unsicherheit\*) 0,03K. Akquisitions-Softwareversion imeter 4.1.111, LizenzN° \*3037-4759\*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

\*) Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden - etwa um individuelle Messunsicherheiten der Fühler wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden im Audit-Log protokolliert und können zurückgenommen werden.

#### automatische In-Process-Justierungen:

1.	Zeit: 1,2	[min]	Korrektur: -0,0016	[g]
2.	Zeit: 78,5	[min]	Korrektur: -0,0005	[g]

Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeterData14.cal' gesondert gespeichert).

**Kommentar:** < Expansion durch Mischung! - Dosierung Nr.4. (d.h. 3.Dosierung) leider mit größerem enzuräumenden Fehler (bei Auswägen nach der Dosierung war Lösungsmittel hinter dem Spritzkolben bemerkt worden - der beim Hantieren zum wiegen auf die Hand lief). Die Angabe ist offenbar auch falsch gewesen, da in diesem Fall ein "zu großer" und nicht in den Trend passender Mischungskoeffizient erscheint. > **Kommentar**

*Per "Kommentar" können Dokumentationen frei mit beschreibenden Texten versehen werden. Hier eingebrachte Eingaben oder Änderungen werden nicht über das "Audit-Log" verwaltet. (Falls eine z.B. rechtlich wichtige Bemerkung mit Zeit und Name rechtlich verbindlich festgehalten werden sollte, dann sei diese über das 'Bemerkungsfeld' im Datenblatt eingetragen.)*

<0000007289>



PS: An die Stelle der Messzelle als Vorlage kann ein Rührkessel treten und Anstelle des Zwecks, der Ermittlung der Konzentrationsabhängigkeit (Dichtekalibrierung), die Herstellung eines wohldefinierten Produkts. – Derartige Anwendungen sind übrigens mit anderen Dichtemessverfahren technisch kaum realisierbar, außer mit der magnetischen Flotation, da die parallele Veränderung von Oberflächenspannung und Viskosität für anders instrumentierte Verfahren zumindest problematisch wird.

*Der automatische Bericht zeigt und interpretiert eine Datenlage – als Folge dessen, was in einer Messung geschieht und offenbart, wie Probe und Umstände interagieren. – Die Messung ist ein Vorgang dessen Ablauf und Randbedingungen in einem Messprogramm formuliert sind. Ein Unterschied zum klassischen Messen besteht darin, dass es nicht um Messwerte geht, sondern, was Messwerte zeigen sollen. (z.B. Identität, Ähnlichkeit, Reinheit, Temperatur-, Zeit-, Konzentrationseinflüsse...) Darum ging es immer schon; nur jetzt tut dies - imeter - ein Automat. Dass die Messtechnik extrem genau und unbeschränkt ist, hilft, – und auch die Ergebnisanzeige in Echtzeit.*

### **imeter**

*intelligent, integriert,  
automatisiert -  
physikalische Messtechnik  
verfeinert, kombiniert und  
zusammengefasst -  
ein besseres Messgerät für*

- ◆ Flüssigkeitsdichte
- ◆ Festkörperdichte
- ◆ Oberflächenspannung
- ◆ Viskosität
- ◆ Sedimentation
- ◆ Konsistenz u.A.

*Kreative Freiräume  
einfache Handhabung  
Überlegene Technik*



Weitere Beispiele zur Dichtemessung (Weblink):

[http://www.imeter.de/interim/2\\_DichteFL#Beispiele](http://www.imeter.de/interim/2_DichteFL#Beispiele)

Allgemeine Infos über die Dichte (Weblink):

[http://www.imeter.de/interim/2\\_DichteFL\\_A.htm](http://www.imeter.de/interim/2_DichteFL_A.htm)

Übersicht zu **imeter** (PDF-Dokument):

<http://www.imeter.de/download/imeter-kompakt.pdf>

*Wir setzen **imeter** auch gerne für Messungen & Auftragsuntersuchungen ein. Warum probieren Sie es nicht einfach aus?*

©2006 imeter/MSB Breitwieser MessSysteme

Verantwortung: Michael Breitwieser,

Morellstrasse 6, D-86159 Augsburg

Tel. (+49)0821/706450, Fax 0821/7473489

<http://www.imeter.de>