



Einfache Dichtemessung an Toluol zur Kalibrierungsübertragung in der Festkörperdichtemessung (Erzeugung des Maßstabs)

In dieser Messung wird die Dichte von Toluol bestimmt, wie es beispielsweise für eine einfache, schnelle Prüfung typisch ist. Doch diente diese einem übergeordneten Zweck, nämlich der Dichtemessung an einem Festkörper. - Für die Festkörperdichtemessung ist die Dichte der Flüssigkeit das Maß. Und dieses wird hier ermittelt. Die Software sorgt automatisch für die notwendigen Operationen, die dazu führen, dass letztendlich die Volumen-Kalibrierung des Flüssigkeitsdichtemesskörpers auf die Festkörperprobe übertragen wird. (d.h. Dichte und Messunsicherheit dieser Messung werden automatisch übertragen;

Einzelheiten unter:

http://www.imeter.de/interim/6_DichteFK.htm#Beispiele

Nachfolgend, der Bericht zur entsprechenden Messung:

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).*

imeter/MSB, Augsburg am 11.05.06

Fluid Dichte

Titel: 2. Messung (Massbestimmung für Feststoffdichte)

Bemerkung:

Alternierende Flüssigkeits-Festkörper-Dichtemessungen: Verwendung eines Kohlenwasserstoffs (Toluol)

Ergebnis: $\rho_{23,15^\circ\text{C}} = 0,86386\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$

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.

• Vergleichsanalyse zu Toluol (Ref.2)

| | Referenzwert | Messung | Abweichung absolut | relativ | Signifikanz |
|--------|--------------|---------|----------------------------|---------|-------------|
| ρ | 0,86390 | 0,86386 | -0,00004g·cm ⁻³ | 50ppm | 1 |

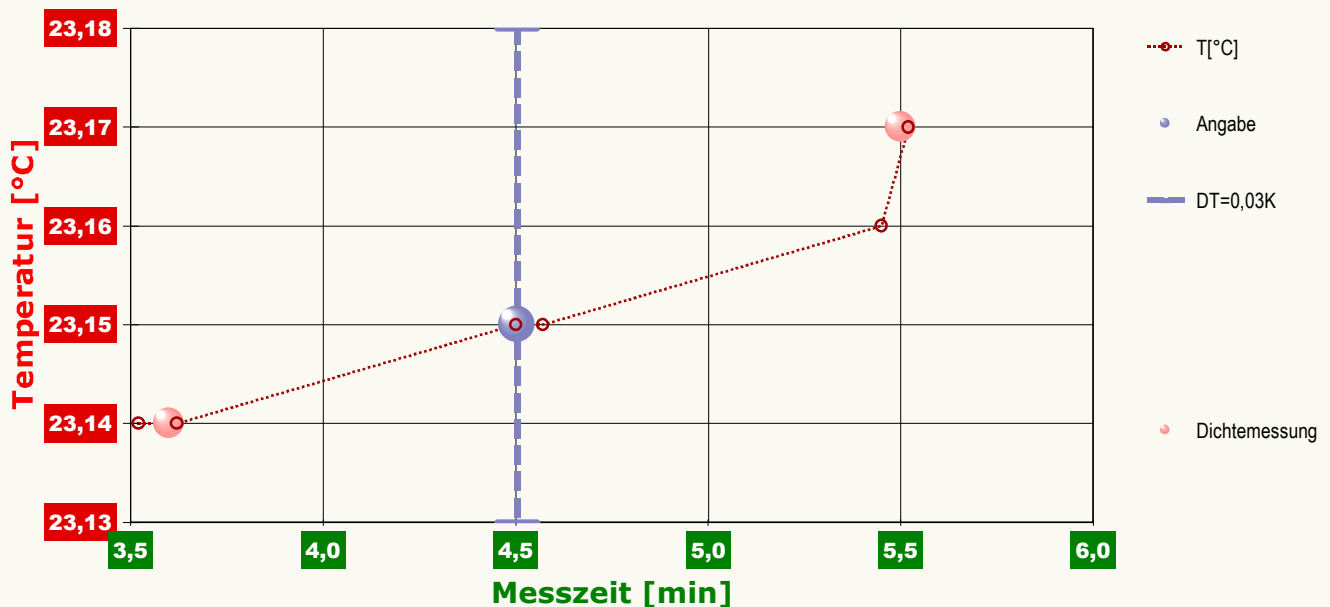
Referenz "Toluol (Ref.2)", Bezugstemperatur = 23,15°C. Die Datenbank liefert mit **Toluol**, 0,86387g·cm⁻³, einen ähnlichen, präzisen, ggf. geeigneteren Wert, der Unterschied zum Messwert beträgt hier absolut 0,00001g·cm⁻³.

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'TOLUOL (REF.2)' 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 ρ steht für die Messgröße; mit "Signifikanz" wird ausgedrückt, um wieviele Male die absolute Unsicherheit größer ist, als der Unterschied von Mess- und Referenzwert.

• Drei Dichtemesswerte

Gesamte Dauer 5,3 Minuten; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 23,15°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 (der Temperaturfühler kann je nach Einsatz die Proben- oder Regeltemperatur oder die Umgebungstemperatur im Messraum dokumentieren), die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmesswerten.

• Ergebnisse

Akquisitionsperiode der 3 Messwerte im Messablauf: 4 bis 5min, Temperatur $\Delta T = 0,03K$ ($T = 23,15 \pm 0,02^\circ C$)

Ergebniswert: $\rho = 0,86386 \pm 0,000037 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (296,3K, 100,0kPa)

Streuung: $\pm 1,53E-6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ absolute bzw. 1,8ppm relative Standardabweichung

Berechnung: lineare Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig

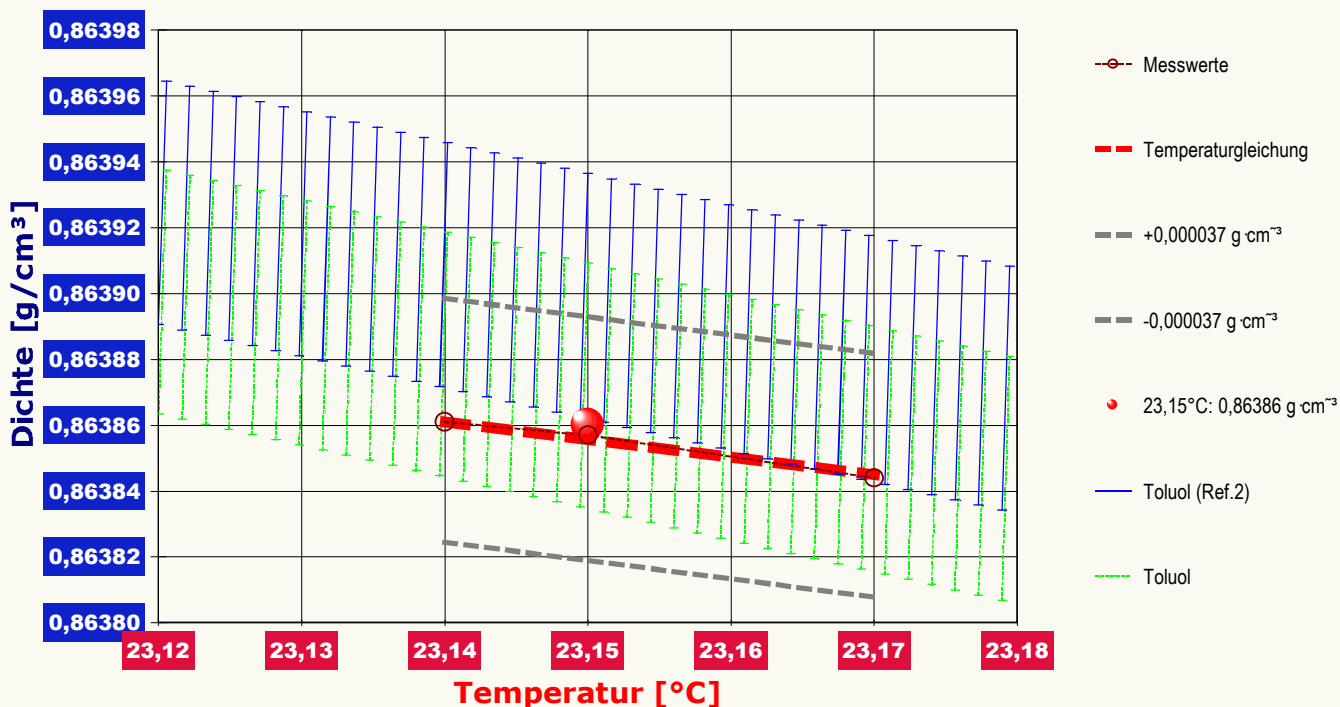
Der Temperaturkoeffizient der Dichte mit $55,6 \pm 15,3 [10^{-5}\cdot\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}]$ entspricht durchschnittlichen Werten gut (etwas über der Mitte), wie auch der Ausdehnungskoeffizient κ mit $60 \pm 16,5 [10^{-5}\cdot\text{K}^{-1}]$, er entspricht einer Dichte-Änderung von 0,64‰ pro Grad.

Temperaturzusammenhang zwischen 23,14 und 23,17 °C:

$$\rho(T) = 0,87673 - 55,601 \cdot T[^\circ C] / 1E5 \quad r^2 = 0,984s^2 = 2,34E-12$$

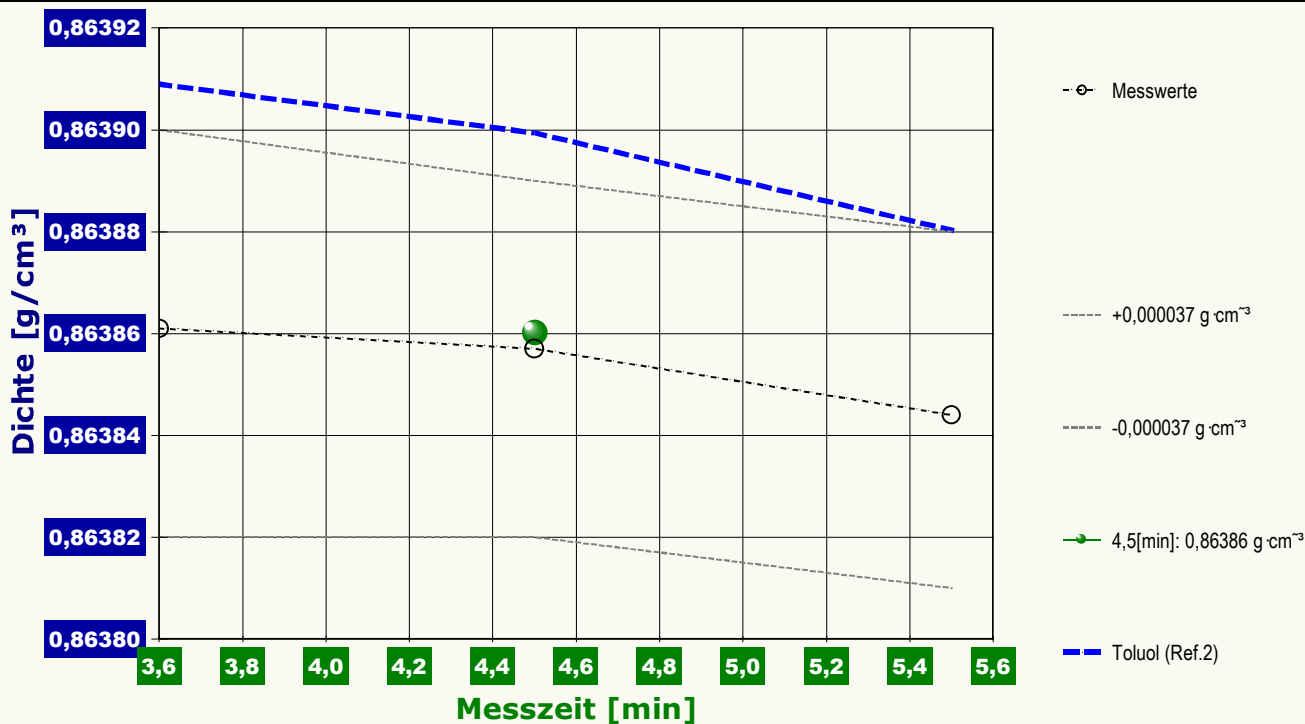
Das Ergebnis ρ der Dichtemessung wird mit der individuell berechneten Messunsicherheit angegeben (Einzelheiten dazu weiter unten) sowie die Temperatur in Kelvin und der anzugebende Druck (bei 50%r.H.) in Kilopascal. Dass die Messunsicherheit kleiner ist, als die Standardabweichung (Streuung), die im Bezug auf die Auswertemethode (lineare Regressionsgleichung) berechnet ist, bestätigt die Korrektheit der Messung. Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Zusammenhänge stellen Vorschläge dar, wobei aus den Daten evtl. auch andere Zusammenhänge gewonnen werden könnten. - Aus der Abwägung der Einflüsse werden formale Zusammenhänge für die Bewertung ermittelt und auch 'Qualitätsangaben' erzeugt. Bei kleinen Temperaturänderungen, die stärker ins Gewicht fallen, als Zeitabhängigkeiten oder Mittelwerte, ist die vorgenommene Interpretation wegen der geringen Anzahl von Messwerten bedingt. Der 'normale Bereich' Temperaturkoeffizient der Dichte reicht etwa von 44 bis 100 $10^{-5}\cdot\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$. BEARBEITUNGSHINWEIS: Die Interpretation des Temperaturkoeffizienten erfolgt, um einen Eindruck von dieser, eher unbekanntem Größe zu geben. Der Vergleich zum 'Normal' wird über Mittelwert (72) und die Standardabweichung (± 28) der in der Referenzdatenbank gespeicherten Flüssigkeitsdaten hergestellt. Die Güte der angegebenen Gleichung wird durch den Korrelationskoeffizienten (r^2 , der 'hinreichend' ist) und die Varianz (s^2) der Messwerte gegen die Gleichung qualifiziert.

Diagramm 'Dichte-Temperaturverlauf':



Das Diagramm, "Dichte-Temperaturverlauf", oben, zeigt die drei Dichtemesswerte als Kreissymbol in Temperaturabhängigkeit an. Es werden Messwerte bzw. der Angabewert mit einem Bereich der Unsicherheit in Form einer gestrichelten Linie eingefasst. Je nach Vorhandensein wird der Verlauf der Regressionsfunktion zu den Messwerten gezeigt, entsprechende Referenzwerte bzw. der Stoff mit der besten Übereinstimmung.

Diagramm 'zeitliche Entwicklung':



Im Diagramm, "zeitliche Entwicklung", oben, sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Unsicherheitsbereich eingezeichnet.

• Datentabelle

Die nachfolgende Aufstellung gibt die Daten zu den Einzelergebnissen an.

| N° | t[min] | T[°C] | ρ [g·cm ⁻³] | $\Delta\rho$ [g·cm ⁻³] | W [g] | ΔW_i [g] | Δt [s] | N |
|----|--------|-------|------------------------------|------------------------------------|---------|------------------|----------------|---|
| 1. | 3,6 | 23,14 | 0,863861 | -0,000003 | 39,1037 | 0,0001 | 3,1 | 4 |
| 2. | 4,5 | 23,15 | 0,863857 | 0,000000 | 39,1038 | - | 2,0 | 3 |
| 3. | 5,5 | 23,17 | 0,863844 | 0,000000 | 39,1042 | - | 2,0 | 3 |

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 ' $\Delta\rho$ ' 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_i ' 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 $\Delta\rho$ Probleme an, etwa, dass ein Wandkontakt auftritt, dass Strömungen wirken oder der Temperaturgradient zu groß ist und sich der Auftrieb spürbar ändert.

• Messkörper

Eingesetzter Messkörper 'MKR0302-69-0', Masse $68,983 \pm 0,0002\text{g}$, Volumen^(25°C) $34,60006 \pm 0,0005\text{cm}^3$, kubischer Ausdehnungskoeffizient $71,4 \cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$, Kompressionsmodul 0GPa <oder nicht gesetzt>. Die Druckangabe, die zur Vervollständigung des Ergebnisses oben angegeben ist, wird aus der Luftdichte bei der Angabetemperatur ermittelt ($\rho_{(r.H.50\%)} = 100\text{kPa}$), ein zusätzlicher Beitrag ergibt sich aus dem hydrostatischen Druck auf den Messkörper, der jedoch nicht berechnet werden kann, da in den Daten keine Eintauchtiefe angegeben ist.

• Messunsicherheit

Die Messauflösung der Wägeeinheit (0,1mg) erlaubt mit dem Messkörper und bei der Fluidichte die maximale Auflösung zu $0,000003\text{g/cm}^3$ (3,5ppm), die für die Messung angegebene Messunsicherheit der Wägung ($\pm 0,5\text{mg}$) bedeutet messkörperbezogen $\pm 1,5 \cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$. Die Fehlerfortpflanzung der Messkörperdaten ergibt eine Unsicherheit von $\pm 1,7 \cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$. Entscheidend ist jedoch die Unsicherheit durch die Temperaturmessung: Bezogen auf die Dichte und Wärmedehnung von Toluol (Ref.2) (Referenzwert) erlaubt die Messauflösung des Temperatursensors (0,01K) die Auflösung der Dichte zu $\pm 9,6 \cdot 10^{-6}\text{g/cm}^3$ anzugeben. Die einschränkend vorgegebene Unsicherheit der Temperaturmessung ($\pm 0,03\text{K}$) bedeutet demnach eine Unsicherheit von $\pm 2,9 \cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$. Insgesamt wird somit die Messunsicherheit der Dichtemessung zu $\pm 3,7 \cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$ bestimmt.

• Technisches Verfahren

Anwendung der Korrekturmethode; Berichtigung der Auftriebsmesswerte durch die Aufhängungs- bzw. Meniskusangabe von 0,5mg im Datenblatt..

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.

• Meldungen

Für die Messung - bzw. den Messkörper - wurde keine Eintauchtiefe angegeben, mit welcher der Beitrag des hydrostatischen Druckes berechnet werden kann. Bitte tragen Sie die Daten ggf. im Messkörperformular oder im Datenblatt nach.

'Meldungen': treten Sonderfälle auf, die sich mit der Auswertung herausstellen, werden diese von der Software detektiert und hier zur Rückkopplung ausgegeben. Die Hinweise dienen zur Abstimmung und Korrektur der Abläufe und Angaben bzw. können bei der Bewertung und Einordnung der Ergebnisse helfen.

• Datenbankvergleiche

| | | |
|----------------------------------|---------------|------|
| 1. Toluol ¹ | 0,86387 | 0,0% |
| 2. Toluol (Ref.2) ¹ | 0,86390 | 0,0% |
| 3. Toluol (Ref.1) ¹ | 0,8640 | 0,0% |
| 4. Toluol (DS2) ¹ | 0,86406 | 0,0% |
| 5. Cyclohexylamin ² | 0,8627 (25°C) | 0,0% |
| 6. m-Xylol ¹ | 0,8624 | 0,0% |
| 7. Ethylbenzol ² | 0,8654 (25°C) | 0,0% |
| 8. Mesitylen ² | 0,8614 (25°C) | 0,0% |
| 9. Isopentyl acetat ² | 0,8666 (25°C) | 0,0% |
| 10. Cumol ² | 0,8597 (25°C) | 0,0% |
| 11. p-Xylol ¹ | 0,8593 | 0,0% |
| 12. Isobutyl acetat ² | 0,8695 (25°C) | 0,0% |
| 13. Piperidin ² | 0,8578 (25°C) | 0,0% |
| 14. Dimethoxymethan ² | 0,8538 (25°C) | 0,0% |



Der automatische Bericht zeigt und interpretiert eine Datenlage – als Folge dessen, was in einer Messung geschieht und 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.

¹: Für 23,15°C berechneter Referenzwert, ²: Tabellierter Referenzwert.
(Auswahl nur aus Referenzdaten, Stand 11.05.06)

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.

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: Datenbankvorschläge anzeigen, Erläuterungstexte, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen.
Beschränkte Informationsausgabe durch regierte Optionen: Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, 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 papiern 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 44, Datenbank imeter Beispiele) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'bauhaus'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

<000000044>

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*

imeter

Weitere Beispiele zur Dichtemessung (Weblink):

http://www.imeter.de/interim/2_DichteFL#Beispiele

Allgemeine Infos über die Dichte (Weblink):

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>