



- Stabilität -

**Dichtemessung an Wasser
Und der Werteverlauf**

Wie stabil sind Dichte-Messwerte? Ändert sich eine Wasserprobe binnen 45 Minuten?

In diesem Beispiel wurde die Dichte von Wasser bei 24.98 – 25.00°C einige Male gemessen. Es versteht sich ja nicht unbedingt von selbst, dass Dichtewerte in ppm-Auflösung gemessen, stabil bleiben bzw. so gemessen werden können.

Eine wichtige Voraussetzung dafür ist, dass voneinander unabhängige Werte gemessen werden, um jegliche Drifteffekte auszuschließen. - Das Meniskus-eliminierverfahren löscht die kapriziöse Kraft durch die Aufwölbung der Flüssigkeit am Draht der Aufhängung in der Phasengrenze [Meniskus] sowie Effekte durch wechselnde Pegelstände in der Messzelle [Auftrieb der Halterung], außerdem entfernt die Differenzwägung solche Störungen, die durch Änderungen am Lastträger auftreten [z.B. Kondensation, verspritzte Probe etc.] und minimiert Wirkungen der elektronischen Drift des Kraftsensors.

Zwar taucht in der automatischen Auswertung nicht der Mittelwert auf, sondern eine Zeitgleichung (imeter eignet sich gut um dilatometrisch, kinetische Vorgänge zu beobachten), doch ist bei dieser Änderungsgeschwindigkeit kein Unterschied zum Mittelwert festzustellen.

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 Modelliersprache, 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).*

automatischer Bericht (6625E9R16312B), imeter/MSB, Augsburg am 11.05.06

ID N° 42 - Fluid Dichte & Zeit/Stabilität

ausgeführt am Samstag, 20 September 2003, von M.Breitwieser

Titel: **Wasser (Dest. Augsburg. 10.09.03)**
 Bemerkung: Untersuchung für eine gute Mittelwertsmessung.
 Ergebnis: $\rho_{25,00^{\circ}\text{C}} = 0,997043\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, $\tau = 4,7\text{E}-8\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}\cdot\text{min}^{-1}$

Bericht

Die Textangaben im Berichtskopfes, oberhalb, werden aus den Einträgen im 'Titel-' und 'Bemerkungsfeld' des Datenblattes gebildet. Das Hauptresultat wird angegeben - und in der ersten Zeile - der Authentifizierungscode zu Messung und Ergebnis.

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 Wasser

	Referenzwert	Messung	Abweichung absolut	relativ	Signifikanz
ρ	0,997048	0,997043	-0,00005g·cm ⁻³	5ppm	0,5

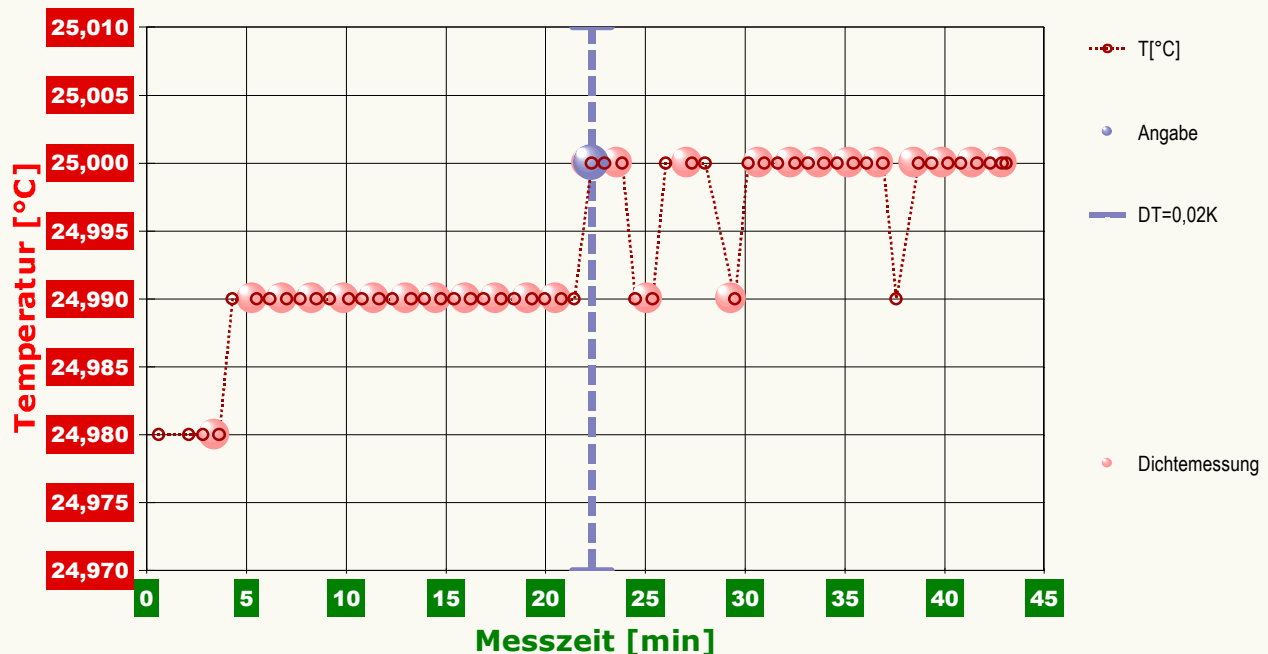
Referenz "Wasser", Bezugstemperatur = 25,00°C. Die Datenbank liefert mit **Wasser, Augsburg, Dest.**, 0,997043g·cm⁻³, einen genau passenden Referenzwert.

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'WASSER' 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.

• 26 Dichtemesswerte

Gesamte Dauer 42,7 Minuten; 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 (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 26 Messwerte im Messablauf: 3 bis 43min, Temperatur $\Delta T = 0,02K$ ($T = 24,99 \pm 0,01^\circ C$)

Resultat: $\rho = 0,997043 \pm 0,0000093 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (298,15K, 103,8kPa)

Streuung: $\pm 1,14E-6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ absolute bzw. 1,1ppm relative Standardabweichung

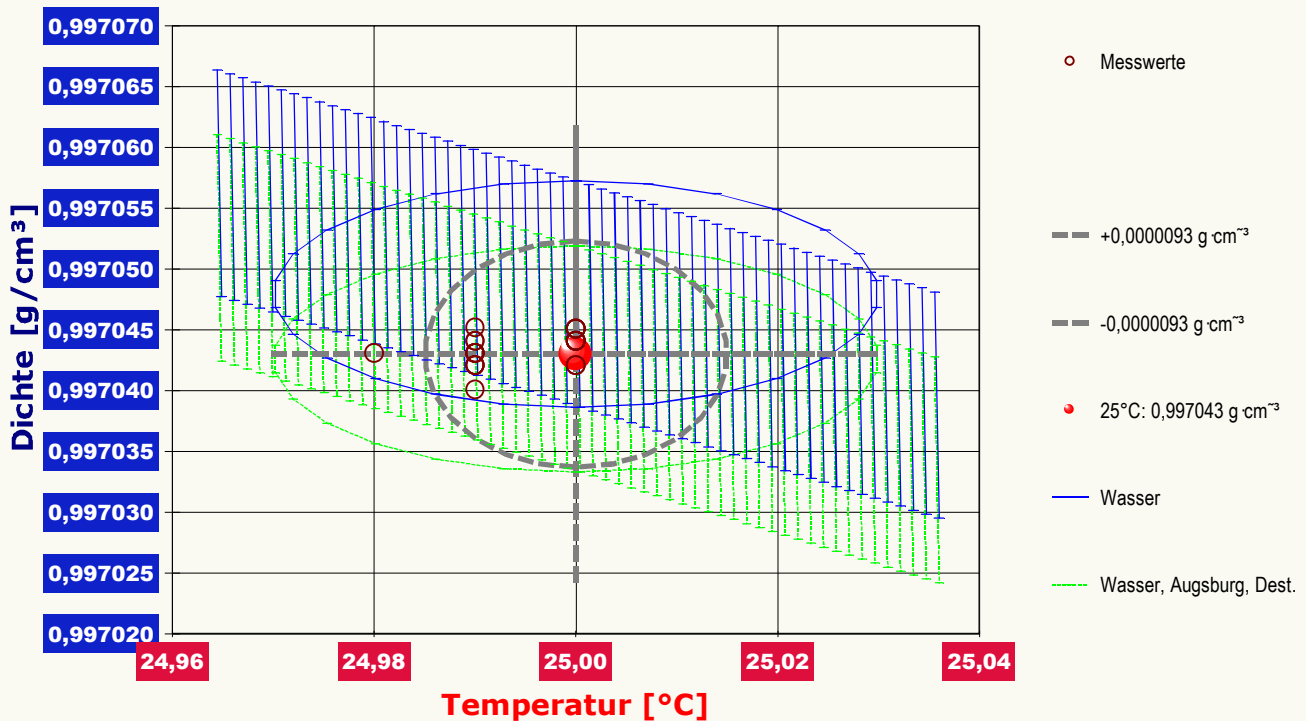
Berechnung: lineare Regressionsgleichung, eher zeitabhängig

Zeit-zusammenhang ('gültig' zwischen 3 und 43min):

$$\rho(t) = 0,9970424 + 4,719E-8 \cdot t[\text{min}] \quad r^2 = 0,21 \quad s^2 = 1,31E-12$$

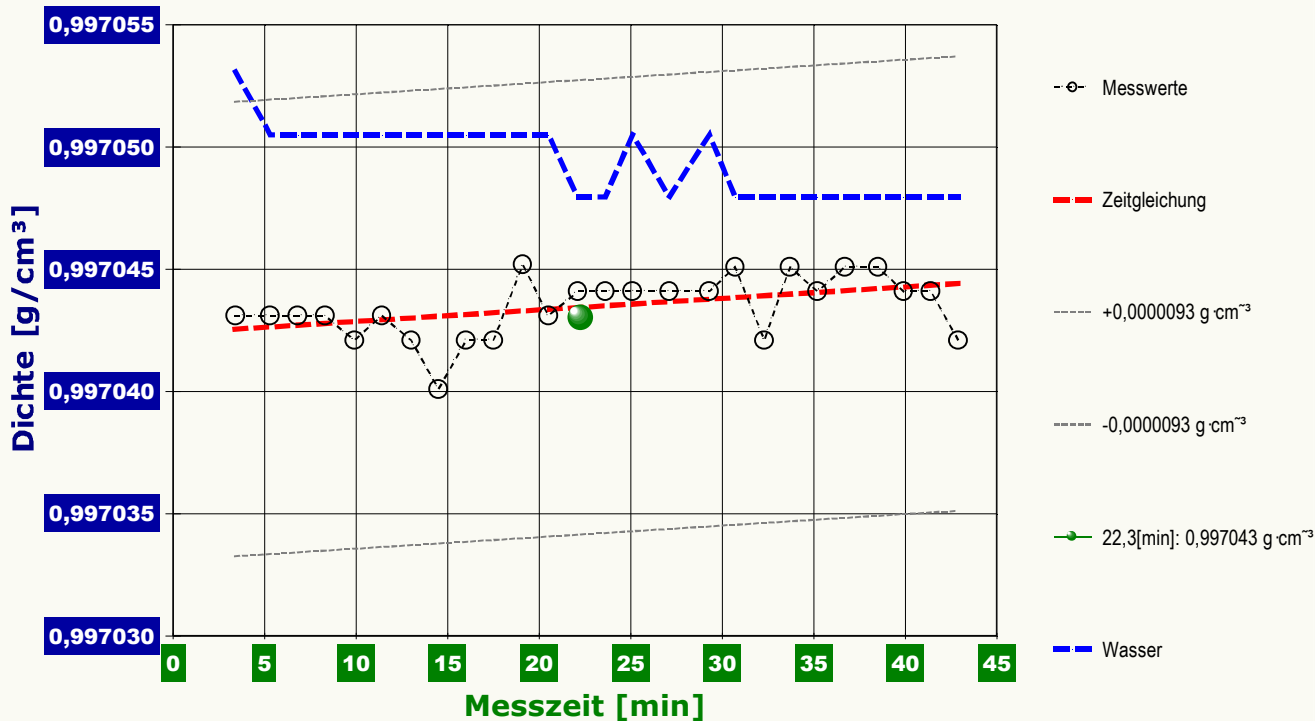
Das Ergebnis ρ der Dichtemessung wird mit der individuell berechneten Messunsicherheit angegeben (Einzelheiten dazu weiter unten) sowie die Temperatur in Kelvin und der anzugebende Druck (bei 50%r.H.) in Kilopascal. Dass die Messunsicherheit kleiner ist, als die Standardabweichung (Streuung), die im 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, die, wie hier, offenbar nicht ganz eindeutig sind. Die Güte der angegebenen Gleichung wird durch den Korrelationskoeffizienten r^2 (wobei '0,21' eine schlechte Korrelation anzeigt) und die Varianz (s^2) der Messwerte gegen die Gleichung qualifiziert.

Diagramm 'Dichte-Temperaturverlauf':



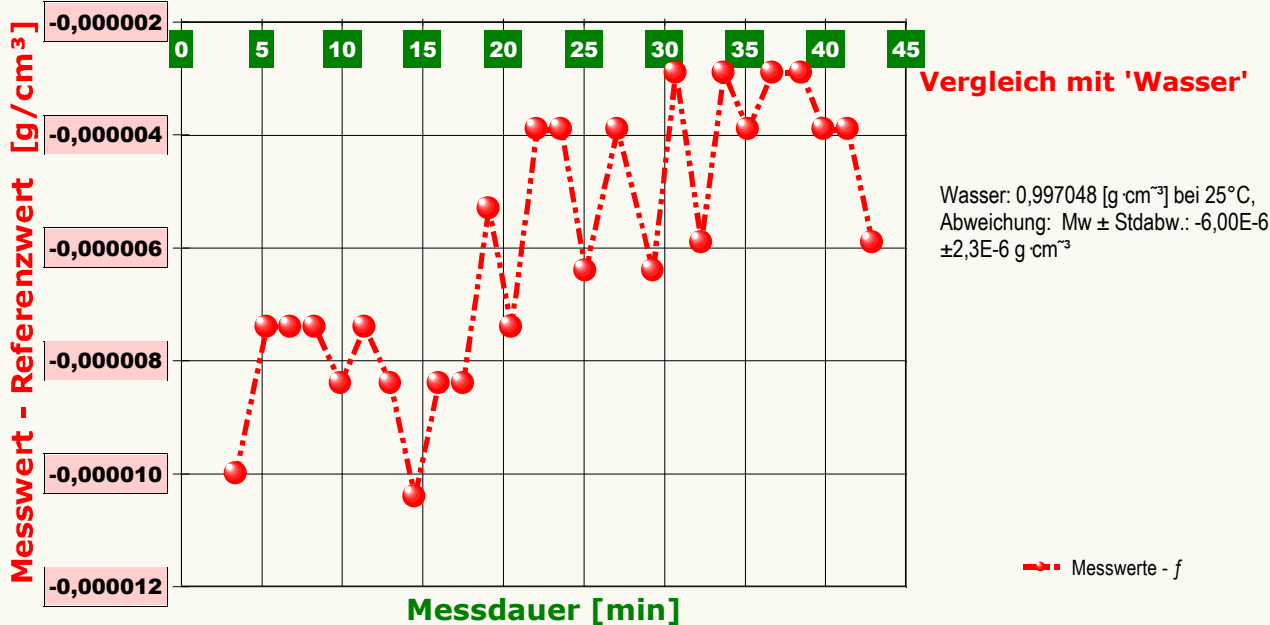
Das Diagramm, "Dichte-Temperaturverlauf", oben, zeigt die 26 Dichtemesswerte als Kreissymbol in Temperaturabhängigkeit an. Es werden Messwerte bzw. der Angabewert mit einem Bereich der Unsicherheit in Form einer gestrichelten Linie eingefasst. Je nach Vorhandensein wird der Verlauf der Regressionsfunktion 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.

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.

•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_t [g]	Δt [s]	N
1.	3,4	24,98	0,9970431	0,0000000	40,1195	-	1,5	2
2.	5,3	24,99	0,9970431	0,0000000	40,1195	-	1,5	2
3.	6,8	24,99	0,9970431	0,0000000	40,1195	-	1,5	2
4.	8,3	24,99	0,9970431	-0,0000010	40,1195	0,0001	1,5	2
5.	9,9	24,99	0,9970421	-0,0000010	40,1196	0,0001	1,5	2
6.	11,4	24,99	0,9970431	0,0000000	40,1195	-	1,5	2

7.	13,0	24,99	0,9970421	0,0000000	40,1196	-	1,6	2
8.	14,5	24,99	0,9970401	0,0000000	40,1198	-	1,5	2
9.	16,0	24,99	0,9970421	0,0000000	40,1196	-	1,5	2
10.	17,5	24,99	0,9970421	0,0000000	40,1196	-	1,5	2
11.	19,1	24,99	0,9970452	0,0000000	40,1193	-	1,5	2
12.	20,5	24,99	0,9970431	-0,0000010	40,1195	0,0001	1,5	2
13.	22,1	25,00	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
14.	23,6	25,00	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
15.	25,1	24,99	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
16.	27,1	25,00	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
17.	29,3	24,99	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
18.	30,7	25,00	0,9970451	0,0000000	40,1193	-	1,5	2
19.	32,3	25,00	0,9970421	0,0000000	40,1196	-	1,5	2
20.	33,7	25,00	0,9970451	0,0000010	40,1193	-0,0001	1,5	2
21.	35,2	25,00	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
22.	36,7	25,00	0,9970451	0,0000000	40,1193	-	1,5	2
23.	38,5	25,00	0,9970451	0,0000000	40,1193	-	1,5	2
24.	39,9	25,00	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,6	2
25.	41,4	25,00	0,9970441	0,0000000	40,1194	-	1,5	2
26.	42,9	25,00	0,9970421	-0,0000010	40,1196	0,0001	1,5	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_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 Δp 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 'Quarz-0703a', Masse 140,9169±0,00015g, Volumen^(25°C) 101,1026±0,00015cm³, kubischer Ausdehnungskoeffizient 1,41·10⁻⁶K⁻¹, Kompressionsmodul 0GPa <oder nicht gesetzt>. Die Druckangabe, die zur Vervollständigung des Ergebnisses oben angegeben ist, wird aus der Luftdichte bei der Angabetemperatur ermittelt (ρ_L (r.H.50%)=103,4kPa) und aus dem hydrostatische Druck (p_H=0,44kPa) 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 0,0000010g/cm³ (1,0ppm), die für die Messung angegebene Messunsicherheit der Wägung (±0,5mg) bedeutet messkörperbezogen ±5,0·10⁻⁶g/cm³. Die Fehlerfortpflanzung der Messkörperdaten ergibt eine Unsicherheit von ±1,8·10⁻⁶g/cm³. Entscheidend ist jedoch die Unsicherheit durch die Temperaturmessung: Bezogen auf die Dichte und Wärmedehnung von Wasser (Referenzwert) erlaubt die Messauflösung des Temperatursensors (0,01K) die Auflösung der Dichte zu ±2,6·10⁻⁶g/cm³ anzugeben. Die einschränkend vorgegebene Unsicherheit der Temperaturmessung (±0,03K) bedeutet demnach eine Unsicherheit von ±7,7·10⁻⁶g/cm³. Insgesamt wird somit die Messunsicherheit der Dichtemessung zu **±9,3·10⁻⁶ g/cm³** 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 3,199mm führt mit der Querschnittsfläche der Aufhängung (Ø = 0,0707mm²) zu einer Korrektur der Auftriebskraft über das Volumen 0,226mm³ 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.

• Datenbankvergleiche

1. Wasser, Augsburg, Dest. ¹	0,997043	0,0%
2. Wasser, SMOW ¹	0,997048	0,0%
3. Wasser ¹	0,997048	0,0%
4. Wasser (40°+) ¹	0,997163	0,0%
5. Morpholin ²	0,9959	0,1%
6. "Diol 1" ¹	1,000603	0,4%
7. TEGO Polyether ¹	1,00500	0,8%
8. Liquor cerebrosppinalis ²	1,007	1,0%
9. Skydrol LD-4 ¹	1,00801	1,1%
10. 2-Nitropropan ²	0,9835	1,4%
11. Pyridin ¹	0,9786	1,8%
12. Methylformiat ²	0,9672	3,0%
13. Tetralin ¹	0,9671	3,0%
14. Rhizinusöl ²	0,961	3,6%

¹: Für 25,00°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 Ausgabeoptionen: Datenbankvorschläge anzeigen, Erläuterungstexte, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: Audit-Trail 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 42, Datenbank imeter-Beispiele) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, 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

Für diese Messung wurde das Messprogramm "**DichtemessungBayTou-2-f**" ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 20.09.03 zwischen 14:21:17 und 15:04:24, Laufzeit 43,1 Minuten. Die Ablaufdokumentation zur Dokumentation aller Programmschritte wurde aufgezeichnet. Ein Protokoll wurde ebenfalls aufgezeichnet. Der Versuch wurde programmgemäß ausgeführt. Das Ergebnis wurde erstmals am 20.09.03 um 15:04 zur Ansicht gebracht

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (BP221S) wurde zuletzt 1,7 Minuten nach dem Beginn dieser Messung von M.Breitwieser bei einem 0,2-Tage Intervall der Prüfmittelüberwachung justiert. Die letzte vollständige Überprüfung/Justierung der Positioniervorrichtung von **imeter** (ID081007074) erfolgte am 22.03.03. **Systemdaten:** Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit*) 0,5mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte*) 1,201kg/m³, Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec² für die Fallbeschleunigung*).

*) 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.

Bericht erstellt von Krüger



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.

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

i meter

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>