

Feststoffdichte: - Übertragung der Kalibrierung - Messung einer Glasprobe

In diesem Beispiel wird ein etwas aufwendigeres, doch sehr sicheres Verfahren angewendet: Vor und nach der Probenmessung wird die Dichte der Flüssigkeit bestimmt. So wird der Maßstab (=die Flüssigkeitsdichte) neu bestimmt und Veränderungen, etwa bei hygroskopischen Messflüssigkeiten, durch Wasseraufnahme, oder durch Verunreinigung (z.B. Ziehöl), stören praktisch nicht. Beispielsweise kann auch mit Flüssigkeitsgemischen gemessen werden, deren Ausdehnungskoeffizient aber bekannt sein sollte. Die Flüssigkeit nimmt in diesem Verfahren (nur) die Überträgerfunktion ein, nämlich als *Transfermedium* der Volumen-Kalibrierung eines Flüssigkeitsdichte-Messkörpers auf den Probekörper.

Zuerst wurde jedoch noch die Kraft, die auf die Aufhängung in Kontakt mit der Messflüssigkeit in der Mess-Eintauchtiefe wirkt, bestimmt werden (0.5mg). Daran wurden die Probekörper (Glasstücke) mit Kupferdraht umwickelt angehängt. In der assistierten Messung wurde das Gewicht an Luft und dann, nach einer Zeit der Temperaturangleichung, in der Flüssigkeit bestimmt.

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 sind.

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 (96449FV16312B), imeter/MSB, Augsburg am 06

ID N° 45 - Feststoffdichte

ausgeführt am Montag, 04 März 2002, von Entw.Labor

Titel: Borosilikatglas

Bemerkung:

Probe aus einigen Glasstücken, die zur Messung mit Cu-Draht umwickelt wurden. Das kleine Volumen bedeutet eine schnellere Temperierung, doch eine geringere Auflösung.

Ergebnis: $\rho^{23,40^\circ \text{C}} = 2,2215 \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$

gemessen in Toluol (DS2), mit beidseitiger Kalibrierungsübertragung

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.

Zum angewandten Messprinzip: Die hydrostatische Methode beruht darauf, dass ein Körper, der in einer Flüssigkeit untergetaucht wird, um genau den Betrag leichter erscheint, der seinem Volumenäquivalent als 'Flüssigkeitsgewicht' entspricht. Über die Dichte der Flüssigkeit, die für die Auftriebskraft verantwortlich ist, wird so das Volumen des Körpers bestimmt. Die Masse wird aus der Wägung ermittelt und das Verhältnis von Masse und Volumen ergibt die Dichte.

• Vergleichsanalyse zu Glas, Duranglas 50

	Referenzwert	Messung	Abweichung absolut	relativ	Signifikanz
ρ	2,23	2,22	-0,01g·cm ⁻³	4‰	14

Referenz "Glas, Duranglas 50", Bezugstemperatur = 23,40° C. Zum Datenvergleich wurde das genauere Messergebnis auf die Präzision der Referenzangabe um zwei Stellen gekappt.

Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'GLAS, DURANGLAS 50' 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 Messunsicherheit größer ist, als der Unterschied von Mess- und Referenzwert.

In folgender Zusammenstellung werden die Ergebniswerte der Messung präsentiert. Die den Zahlenwerten beigeordnete Messunsicherheit ist ohne Erweiterungsfaktor ($k=1$) als Absolutwert und als relative Unsicherheit gegeben. Die Unsicherheit der Ergebnisse wird aus den Angaben über die Dichte des Messfluids, der Unsicherheit der Fluidichte, der Messunsicherheit der Kraft(und Temperatur-)messung sowie dem ermittelten Ergebnis (Masse und Volumen der Probe) - auch im Hinblick auf angebbare Präzision - berechnet (Gauss).

• Ermittelte Probendaten

Dichte	$\rho = 2,2215$	$\pm 0,0007$	g/cm^3	0,3‰
Volumen	$V = 3,4298$	$\pm 0,0008$	cm^3	0,2‰
Masse	$m = 7,6194$	$\pm 0,0005$	g	70ppm
Wägewert	$W = 7,6164$	$\pm 0,0005$	g	

- alternative Größen, nicht SI-Einheiten -

Gewicht	$G = 74,688$	mN	7,6161p
Wichte	$\gamma = 2,2218$	p/cm^3	21,788mN/cm ³
relative Dichte	$\rho_w = 2,2216$	$\rho_4^{23,40}$	
spez. Volumen	$v_s = 0,45015$	cm^3/g	
Volumen	$V_L = 3,4299$	mL	

In die Berechnungen fließen ein, die Angabe zur Luftdichte $\rho_{\text{Luft}}=1,2\text{kg/m}^3$, zur Fallbeschleunigung $g=9,80769\text{m/s}^2$ sowie zur Temperatur $T=23,4^\circ\text{C}$. Die Temperaturangabe ist über die Wirkung auf die Dichte des Messfluids für die Ergebnisberechnung von doppelter Wichtigkeit. Mit 'Wägewert' wird der Wert angegeben, den eine Waage zeigt, die mit einem Massestück von $8,000\text{g/cm}^3$ justiert ist. Der Unterschied von Wägewert und Masse wird mit der Luftdichte umso größer, je mehr die Dichte des Justiergewichts der Waage von der Probendichte abweicht. Das 'Gewicht' wird als wirkende Gewichtskraft, korrigiert um den Luftauftrieb des Volumens angegeben ($G = m \cdot g - V \cdot \rho \cdot g$). Im Angabewert 'Wichte' (spezifisches Gewicht) geht über die Gewichtskraft die lokale Erdanziehung ein; der Wert ist berechnet nach $\gamma = \rho \cdot g / 9,80665$ ('Pond': $1\text{p} = 9,80665\text{mN}$). Die dimensionslose 'relative Dichte' (=Dichtezahl) ist bezogen auf Wasser bei 4°C ($\rho = 0,999975\text{g/cm}^3$) und ist als Vergleichsgrößenangabe zu älteren Quellen hilfreich, denn die Wasserdichte bei 4°C ist ein relativ verlässlicher Bezug. Der Wert entspricht (normalerweise) der 'specific gravity'. Die Dichte von Wasser zwischen $3,9^\circ\text{C}$ und $4,1^\circ\text{C}$ unterscheidet sich kaum, so dass auch die historisch erfolgten ITS-Anpassungen beim Abgleichen kaum ins Gewicht fallen. Das spezifische Volumen ist die reziproke Dichte ('wieviel mL davon ergeben ein Gramm'). Zur Vollständigkeit wird das Volumen in der alten Hohlmaß-Einheit 'Liter' bzw. Milliliter nach alter Definition mitangegeben (Bezug auf das Volumen von 1kg Wasser bei 4°C).

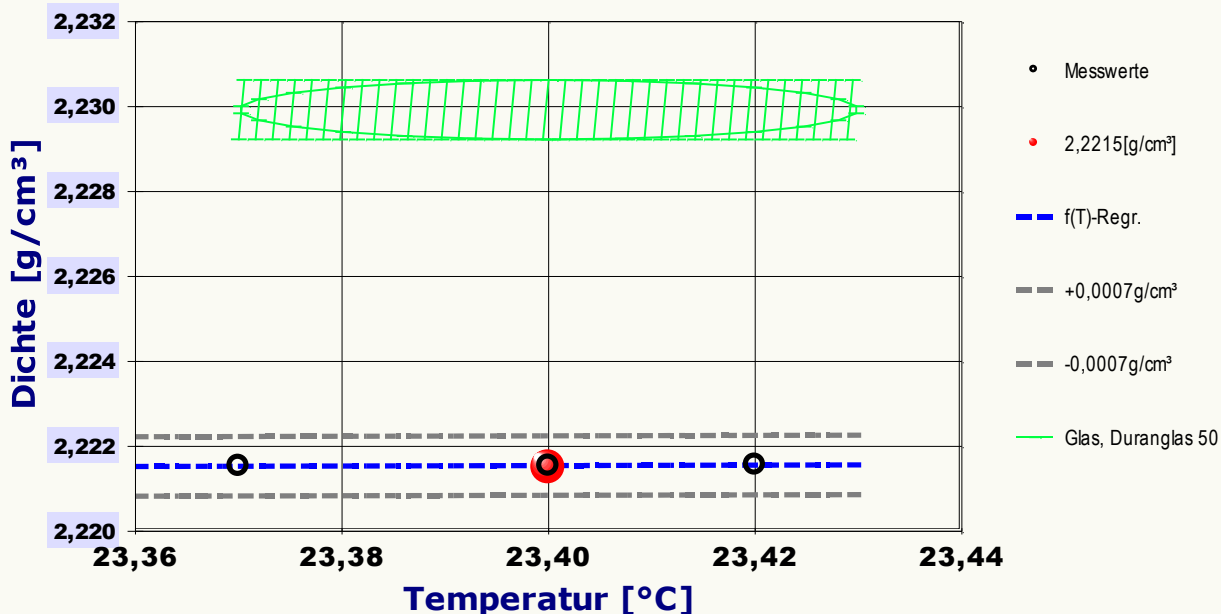
Die Masse der Probe ist um $3,0\text{mg}$ größer als der Wägewert; materialbezogen beträgt der Unterschied $0,4\%$.

Die Dichtangabe wurde aus dem Mittelwert der Einzelergebnisse ermittelt. Die Standardabweichung beträgt absolut $1,3 \cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$. Da die Streuung sehr viel kleiner ist, als die Fehlerschätzung, kann von einer formalen Richtigkeit der Messung ausgegangen werden.

• Drei Dichtemesswerte

gesamte Dauer 12,8 Minuten, Angabetemperatur ist $23,40^\circ\text{C}$. Es lag eine logarithmisch lineare Temperaturzunahme von $23,37$ auf $23,42^\circ\text{C}$ vor.

Diagramm 'Temperaturabhängigkeit'



Das Diagramm, "Temperaturabhängigkeit", 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.

Im Diagramm zur Temperaturabhängigkeit ist der Werteverlauf von "Glas, Duranglas 50" entsprechend der Referenzdaten eingezeichnet. Die für den Prüfkörper berechnete Messunsicherheit wird durch die Breite der Schraffur für den Referenzverlauf als Dichtebereich ausgewiesen. (Die vorhandene Unsicherheit der Referenzangabe wird im Diagramm nicht dargestellt.)

Tabelle der Detaildaten:

N°	Zeit	T	ρ_{Fl}	ρ_{Probe}	V_{Probe}	$\Delta t_{Akqu.}$	ΔT	$\Delta \rho_{Probe}$	N
1.	10,6	23,37	0,86358	2,22154	3,42978	3,0	-	-	4
2.	11,7	23,40	0,86355	2,22154	3,42977	3,0	-	-	4
3.	12,7	23,42	0,86353	2,22156	3,42973	3,6	-	-	4

Die Tabelle listet die wesentlichen Daten in der Akquisitions-Reihenfolge nummeriert auf. Von links nach rechts: **Zeit** gibt den Zeitpunkt des Messwertes ab Beginn des Ablaufs in Minuten an, **T** die Temperatur in Celsiusgraden und ρ_{Fl} die zugehörige Dichte von ' ' in g/cm³, die den Massstab der Messung darstellt. Die dazu ermittelte Probendichte ρ_{Probe} , ist ebenfalls in der Einheit g/cm³ gegeben. **V** ist das Volumen der Probe bei der Temperatur in cm³, die aus dem Auftrieb gemäß der Flüssigkeitsdichte berechnet ist. Die Auftriebskraft kann sich durch verschiedene Effekte verändern, insbesondere durch Temperaturangleichung (Konvektion, Volumen Anpassung) oder Quellung, Auflösung. Die Verfolgung - als Stabilitätskriterium des Messwertes - wird über die Zeitdauer $\Delta t_{Akqu.}$, die in Sekunden angegeben ist. Im selben Zeitraum kann sich die Temperatur ändern (Angabe ΔT in Temperaturgraden) und auch die Dichte der Probe $\Delta \rho_{Probe}$ (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, Dichte über die registrierte Beobachtungsdauer $\Delta t_{Akqu.}$ helfen eventuelle Störungen beim Messablauf zu finden. Ein rel. großer Zeitraum ist bei einem Gleichgewichtsverfahren der Auftriebsbestimmung ein Hinweis auf Probleme, z.B. Wandkontakt, Quellung, Auflösung oder Wärmeaustauscheffekte und kann im anderen Fall die Stabilität der Wägung anzeigen.

BEARBEITUNGSHINWEIS: Die Tabelle kann per "Paste und Copy" sehr einfach z.B. nach Excel transferiert um ggf. dort weiterbearbeitet zu 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.

• Auswertungshinweise

Messflüssigkeit 'Toluol (DS2)', experimentell vor- und nachbestimmt in Messung **N° 44 und 46**. Die Übertragung der Kalibrierung des Flüssigkeitsdichtemesskörpers (ID112) durch das alternierende Messverfahren - bindet die angegebene Dichte automatisch an die Dichte des Messkörpers an. Die Unsicherheit des Zahlenwertes der Flüssigkeitsdichte wurde aus der Messunsicherheit der zugehörigen Flüssigkeitsdichtebestimmung übernommen. Die Flüssigkeitsdichte, ρ_{Fl} , wurde demnach gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur Temperatur berechnet:

$$\rho_{Fl} = f(\zeta [^{\circ}C]) = 0.88588 - 9.4240E-4 \cdot \zeta - 0.00028, \text{ Unsicherheit } \pm 0.00004 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}.$$

Die Übertragung der Kalibrierung ermöglicht mit einem korrekt ausgemessenen Flüssigkeitsdichtemesskörper ein maximales Sicherheitsniveau des Maßstabs zu erreichen. Die Bestimmungsgleichung der Originalflüssigkeit wird wiedergegeben und durch die angehängte Konstante die Abweichung in der Bestimmung angezeigt. Abweichungen sind 'normal' - vor Allem geht es jedoch darum, die Wärmedehnung der Messflüssigkeit zu bekommen, um aus Temperaturunterschieden keine Unsicherheit zu erzeugen.

• Technik

Einsatz einer variablen Prüfkörperaufhängung. Zur Probenbefestigung wurden 0,1949g in der Messung untertauchendes Befestigungsmaterial mit der Dichte 8,894g·cm⁻³ bei 25° C - mit dem kubischen Ausdehnungskoeffizienten 48·10⁻⁶K⁻¹ - berücksichtigt. Die im Datenblatt angegebene Korrektur für die Aufhängung (Meniskusgewicht + Auftrieb) beträgt 0,5mg.

Es wird eine Anzahl verschiedener Prüfkörperbefestigungen und Arbeitsmodi sowie Kombinationen daraus zur Messung angeboten. Aus diesem Grund ist die Angabe zur Rückkopplung über die eingesetzte Technik notwendig.

Die Tabelle unten zeigt die besten Hits 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' u.a. Angaben ausgegeben. Es steht Ihnen frei die Referenzdaten entsprechend zu erweitern oder zu verändern, sodass Zusatzinformationen hier ausgegeben werden.

• Datenbankvergleiche

1. Glas, Duranglas 50 ¹	2,23	0,4%	
2. Desmin ²	2,2	1,0%	SF weiss, nmG, MH 3-4
3. Heulandit ²	2,2	1,0%	SF weiss, nmG, MH 3-4
4. Analcim ²	2,2	1,0%	SF weiss, nmG, MH 5-6
5. Glas, Quarz ¹	2,2	1,0%	
6. Graphit ¹	2,267	2,1%	SF grau-schwarz, mG, MH 1
7. PTFE, Teflon ²	2,17	2,3%	
8. Kochsalz ¹	2,17	2,4%	

9. FEP/PFA ²	2,15	3,2%	
10. Gips ¹	2,3	3,5%	SF weiss, nmG, MH 1-2
11. Nattrolith, Skolezit ²	2,3	3,5%	SF weiss, nmG, MH 5-6
12. Apophyllit ²	2,3	3,5%	SF weiss, nmG, MH 4-5
13. Glas, Suprax ¹	2,31	4,0%	
14. Chabasit ²	2,1	5,5%	SF weiss, nmG, MH 4-5

1: Für 23,40°C berechneter Referenzwert, 2: Tabellierter Referenzwert.

(Auswahl aus allen Daten, Stand 24.04.06)

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 "Checkboxes" (unter der Registerkarte "Optionen") bewirken.

Nicht angezeigte Charts: Das Diagramm 1 "Temperaturverlauf und Ereignisse" zeigt eine Übersicht zum Verlauf der Messung, insbesondere auch, die Temperaturentwicklung und Ereignisse (z.B. 1 Protokollanmerkung(en)) bei der Messung. Mit Diagramm 3, "Dichte-Zeitverlauf", 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 "Glas, Duranglas 50" wird parallel zu den Messwerten angezeigt.

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 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 (Falsifizierbarkeit). Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Kontrollierbarkeit und Haltbarkeit der Resultate und abgeleiteter Aussagen. 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 den Daten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Gleichwohl, bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage, können Prüfberichte durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeeoptionen oder durch manuelle Veränderung der Vorlage auf das Wesentliche eingekürzt und ausgedruckt werden. Das ganze 'File' inklusive der "Grund-Rohdaten" ist stets über die ID (hier Nummer 45, Datenbank imeter Beispiele) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'modern'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Programm

Für diese Messung wurde das Messprogramm "DichteFKStd" ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 04.03.02 zwischen 10:41:49 und 10:54:39, Laufzeit 12,8 Minuten. Eine Ablaufdokumentation wurde nicht aufgezeichnet. Auf ein zusätzliches Protokoll wurde auch verzichtet. Der Versuch wurde programmgemäß ausgeführt. Das Ergebnis wurde erstmals am 06.03.02 um 12:49 zur Ansicht gebracht

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (BP221S) wurde 10,7 Stunden vor dieser Messung von Michael Breitwieser bei einem 1-Tage Intervall der Prüfmittelüberwachung justiert. Die letzte vollständige Überprüfung/Justierung der Positioniervorrichtung von **imeter** (ID081007074) erfolgte am 21.10.01. Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit*) 0,5mg, Dichte der Justiermasse*) 8 g/cm³, Luftdichte*) 1,20kg/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 und erneut berechnet werden.



Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst
- und trotzdem ein besseres Messgerät für

- ◆ Feststoff- und Flüssigkeitsdichte
- ◆ Grenz- und Oberflächenspannung
- ◆ Viskosität, Konsistenz, Textur
- ◆ Härte, Festigkeit, u.v.a.
- ◆ spezifische Automationen

Kreative Freiräume
einfache Handhabung
Beste Technik

©2011 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme

Verantwortung: Michael Breitwieser,

Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg

Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489

www.imeter.de

Wir setzen IMETER auch für Dienstleistungen ein:

www.imeter.de/adienstleistungen.html

Probieren Sie es einfach aus!