



Messung der *Feststoffdichte* an Pulvern, Granulaten, Pasten oder Flüssigkeiten

Am Beispiel Honig

Der Maßstab bei der hydrostatischen Festkörperdichtemessung ist die Dichte der Messflüssigkeit, um damit die exakt gemessene Auftriebskraft auf das Probenvolumen zurückzuführen. In diesem Beispiel wird die Messung an einer anderen Flüssigkeit (Honig) beschreiben. Zur Erhöhung der Sicherheit wird das alternierende Messverfahren für die Gewährleistung des Maßstabs und die Meniskuseliminierung für sicherste Messwerte eingesetzt. Ein Problem bei der hydrostatischen Messung waren bisher pastöse und feinteilige Stoffe. Statt Pyknometer einzusetzen, kann die imeter Dichtemessung sehr komfortabel angewendet werden.

Ein Problem ist, wenn der Prüfstoff in der praktischen Standardflüssigkeit „Wasser“ angegriffen oder gelöst wird. In diesem Fall kann entsprechend ein Lösemittel als Messfluid gewählt werden. Nur gibt es kaum Flüssigkeiten deren Dichten über Temperaturbereiche im ppm-Maßstab glaubwürdig ermittelt sind. Auch dieses Problem wird gelöst.

Als Flüssigkeit wurde Chloroform (technische Qualität) eingesetzt. Es löst den Honig nicht und die relativ hohe Dichte verbessert die Messauflösung. Praktisch wurde so vorgegangen: Eine *Schale*, in die hernach der Honig gegeben wird, wird leer in die Messflüssigkeit eingesetzt und zwar zur Dichtemessung¹ der Flüssigkeit selbst. Dann wird in den Behälter eine Menge an Honig genau eingewogen; das Gewicht wird im Datenformular angegeben, die Schale in die Messzelle eingesetzt und wie zuvor automatisch nach Temperaturangleichung, nun die Dichte des Honigs bestimmt. Im Ergebnis wird die Schale, d.h. Masse und Volumen des vormaligen *Messkörpers* eliminiert². Später kann die (leere, saubere) Schale wieder als Dichtemesskörper verwendet werden oder es wird die nächste Probe untersucht³. Dieses Verfahren ist wenig aufwendig, denn die Handgriffe und Eingaben sind einfach, kaum der Rede wert; Daten suchen oder rechnen braucht man nicht und jedweder Fehler fällt sofort auf - sei er systematischer Natur⁴ oder von zufälligem Charakter⁵. Und wenn eventuell das Gewicht der Probe per Tippfehler falsch angegeben wurde, kann dies jederzeit (auch während der Messung) korrigiert werden – oder es wird ein Messablauf (Messprogramm) gewählt, innerhalb dem das Probengewicht gleich mit-bestimmt wird. Die Messung ist technisch bedingt sehr genau: Weil durch die Differenzwägung im Messablauf Driftstörungen beseitigt werden und durch die Eliminierung des Meniskusgewichts auch die andere wesentliche Fehlerquelle entfällt, zudem wird die Flüssigkeitsdichte garantiert. So ist die Methode sicher, robust und genau.

¹ Die „Schale“ war *Probe* in einer sorgfältigen Festkörperdichte- und Dilatationsmessung und wurde dadurch ein valider Dichtemesskörper für Flüssigkeiten. Es hätte natürlich auch ein normaler Dichtemesskörper verwendet werden können – aber, wozu der Aufwand!

² Nach analogem Schema der Eliminierung ist auch die Porosität, z.B. durch Ummantelung mit Wachs, als Messgröße zugänglich

³ Es muss nicht streng abgewechselt werden zwischen Fest/Flüssigkeitsdichte. Bei bekannten Probenarten genügt es, zwischendurch die Flüssigkeitsdichte zu bestimmen. Die imeter-Datenauswertung sucht sich passende Daten selbst zusammen. Und es stört auch nicht, nicht einmal als systematischer Fehler, wenn sich die Temperatur dabei geändert hat.

⁴ z.B. die Flüssigkeit verändert sich → eine Dichtestufe erscheint über die Vor- und Nachbestimmte Flüssigkeitsdichte.

⁵ z.B. Gasbläschen → es ergibt sich bei drei Werten schon ein unnatürlicher Trend bzw. eine starke Streuung. (Normalerweise liefern Dichtemessgeräte keine Mittelwerte oder Verläufe, das ist auch ein wichtiger Punkt der Sicherheit).

©2006 imeter/MSB Breitwieser
MessSysteme
Tel. (+49)(0)821/706450

<http://www.imeter.de>

imeter Anwendungen

Diesem Anwendungsbeispiel ist der zur Messung automatisch erzeugte *imeter*-Prüfbericht beigelegt. Die relative Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass die Variablen einer Messung dargestellt werden sollen und müssen (GxP). Variabel sind nicht nur die Messdaten selbst und deren Umstände sowie die Eigenschaften der Normale, sondern auch Abläufe und Handhabungen. Dazu 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 kostbare Arbeitszeit, indem es nicht nur das Messen/Steuern/Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Darstellung und Dokumentation weitgehend automatisiert.

Die Formatierungsvorgaben des Berichts bestimmen Art und Umfang der Informationsdarstellung. – Der Anwender (der Kunde oder wir) können jederzeit in die Lage versetzt werden, die Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.

Der imeter-Prüfbericht auf den folgenden Seiten enthält keine Erläuterungen (Prüfmittelüberwachung, alternative Einheiten u.a.) Bitte finden Sie Erläuterungen und zuschaltbare Features in einigen anderen, der in dieser Reihe gezeigten Beispiele.

Diese Messungen wurden in einem Temperiergefäß mit Deckel ausgeführt (Messzelle), die Flüssigkeit wird dabei mit dem integrierten Magnetrührwerk umgewälzt, um im Fluid eine einheitliche Temperatur zu gewährleisten. Dabei dient ein Ministat -Thermostaten (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg - www.huber-online.com) zur exakten Temperierung.

Messungen laufen selbstverständlich vollautomatisch bis zur Berichtsabgabe durch.
 ... Temperaturangleichung abwarten, umrühren, Probe heben und senken, *Meniskus auslöschen*, gerechte Werte messen, ein paar Mal wiederholen, schließlich das Ergebnis ausgeben:



imeter/MSB, Augsburg am 25.04.06

Feststoffdichte

Titel: **Honig**
 Ergebnis: $\rho^{24,98^{\circ}\text{C}} = 1,4235\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
 Honig, gemessen in Chloroform (Kalibrierungsübertragung)

Bericht

- **Ermittelte Probandaten**
 (Dichte, Volumen und Koeffizienten sind für 24,98°C angegeben.)

Dichte	$\rho = 1,4235$	$\pm 0,0002$	g/cm³	0,1‰
Volumen	$V = 12,6809$	$\pm 0,0005$	cm³	40ppm
Masse	$m = 18,0509$	$\pm 0,0002$	g	10ppm
Wägewert	$W = 18,0384$	$\pm 0,0002$	g	

Die Masse der Probe ist um 12,5mg größer als der Wägewert; materialbezogen beträgt der Unterschied 0,7‰. Die Dichtangabe wurde aus dem Mittelwert der Einzelergebnisse ermittelt. Die Standardabweichung beträgt absolut $2,3\cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$. Da die Streuung viel kleiner ist, als die Fehlerschätzung, kann von einer formalen Richtigkeit der Messung ausgegangen werden.

- **14 Dichtemesswerte**
 gesamte Dauer 32,1 Minuten, Angabetemperatur ist 24,98°C. Es lag eine unstetige, Temperaturabnahme von 25,01 auf 24,97°C vor.

Diagramm 'Temperaturverlauf und Ereignisse'

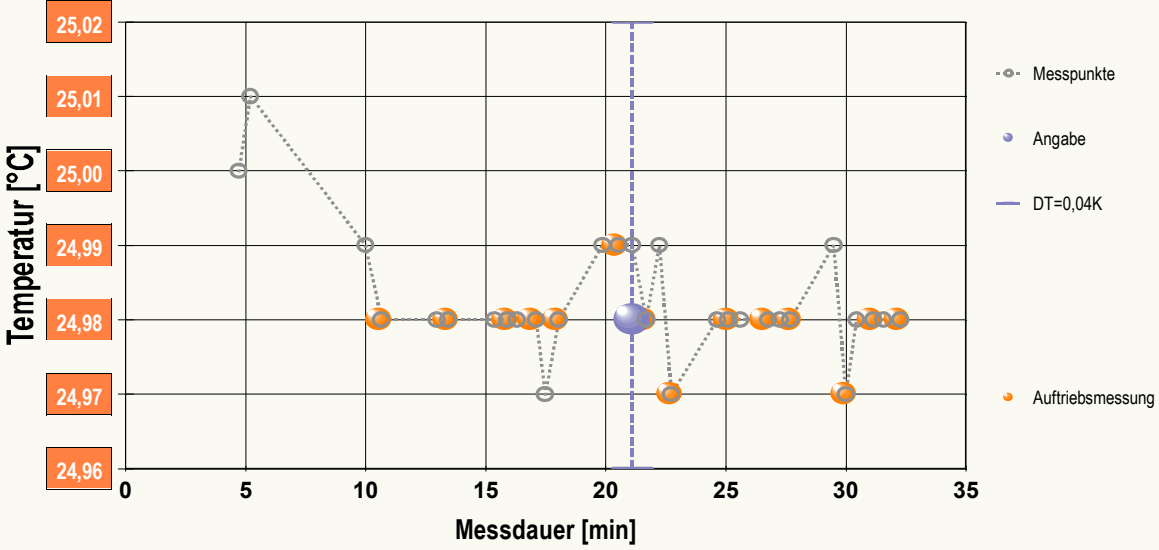


Diagramm 'Temperaturabhängigkeit'

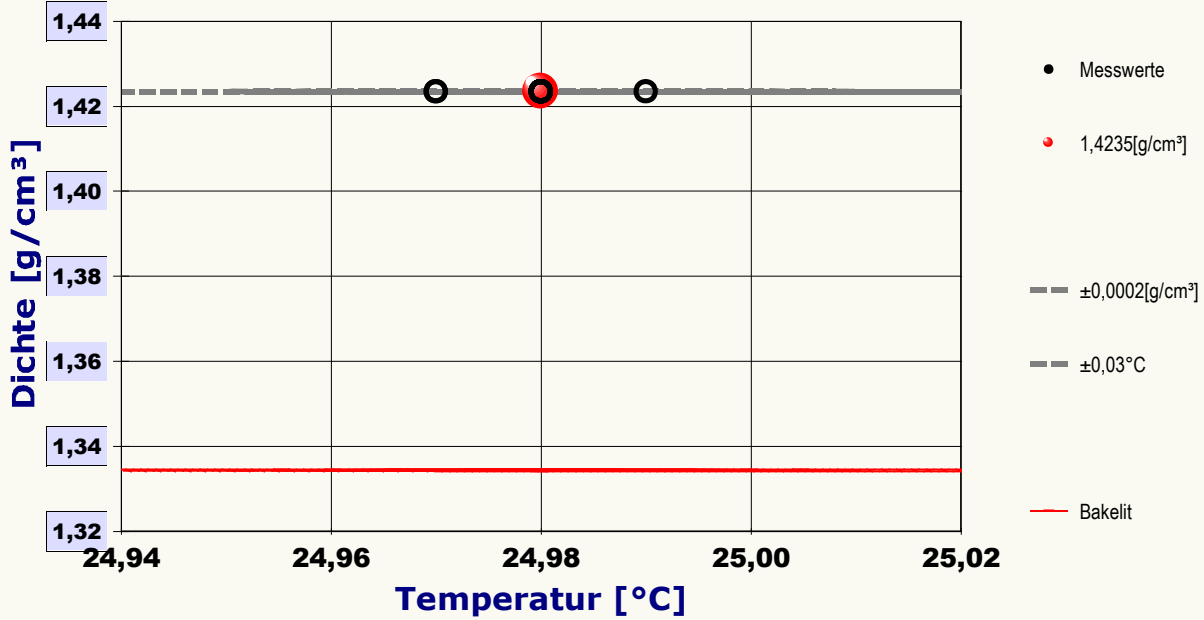
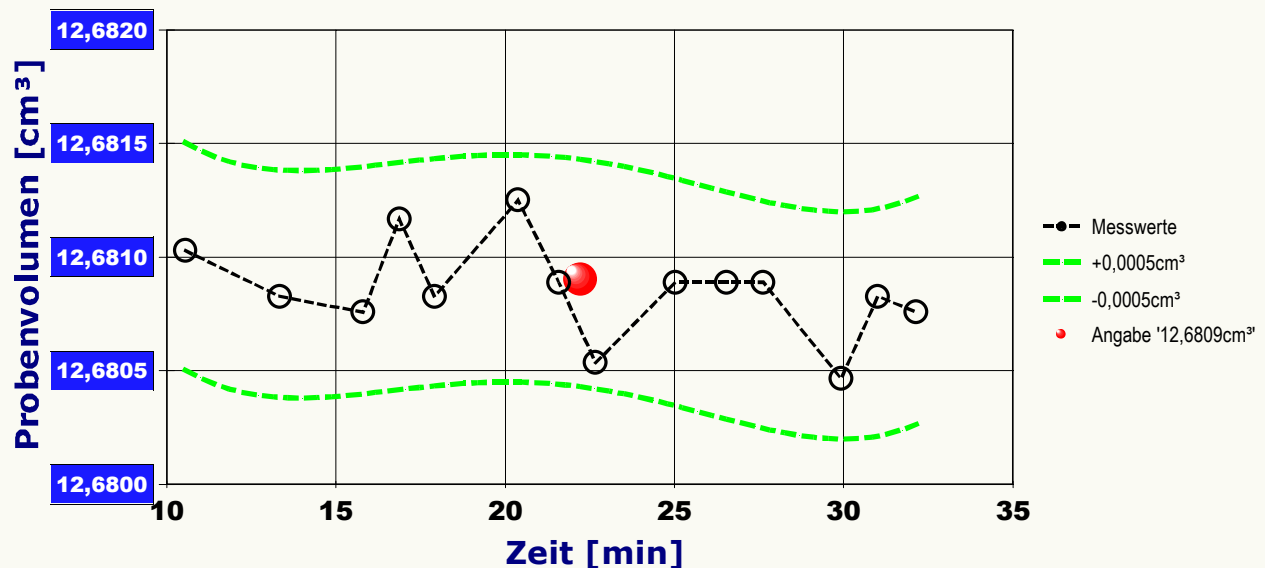


Tabelle der Detaildaten:

N°	Zeit	T	ρ_{PI}	ρ_{Probe}	V_{Probe}	$\Delta t_{Akqu.}$	ΔT	$\Delta \rho_{Probe}$	N
1.	10,5	24,98	1,46792	1,42346	12,68103	0,6	-	-	2
2.	13,3	24,98	1,46792	1,42348	12,68083	1,2	-	-	2
3.	15,8	24,98	1,46792	1,42349	12,68076	1,2	-	-	2
4.	16,9	24,98	1,46792	1,42344	12,68117	1,2	-	-	2
5.	17,9	24,98	1,46792	1,42348	12,68083	0,6	-	-	2
6.	20,4	24,99	1,46790	1,42343	12,68125	1,2	-	-	2
7.	21,6	24,98	1,46792	1,42347	12,68089	1,2	-	-	2
8.	22,7	24,97	1,46794	1,42351	12,68054	1,2	-	-	2
9.	25,0	24,98	1,46792	1,42347	12,68089	1,2	-	-	2
10.	26,5	24,98	1,46792	1,42347	12,68089	3,0	0,00	-7,7E-6	4
11.	27,6	24,98	1,46792	1,42347	12,68089	2,4	0,00	7,1E-6	3
12.	29,9	24,97	1,46794	1,42352	12,68047	1,2	-	-	2
13.	31,0	24,98	1,46792	1,42348	12,68083	1,2	-	-	2
14.	32,1	24,98	1,46792	1,42349	12,68076	1,8	-	-	3

Diagramm 'absolutes Volumen'



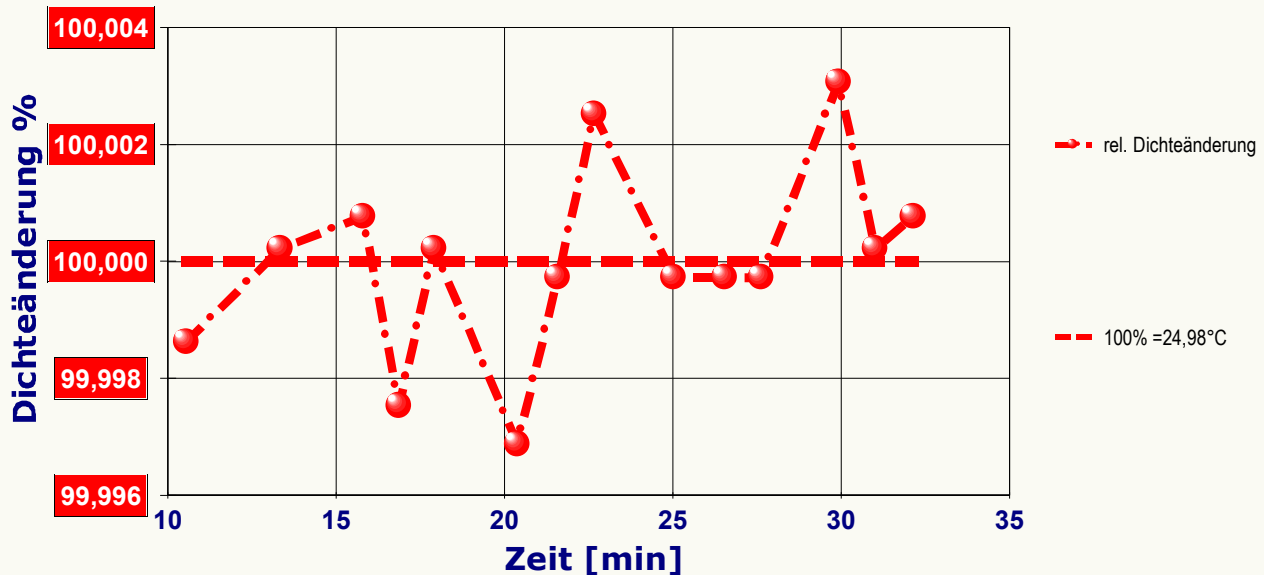
• Chronologische Volumenentwicklung

Die Entwicklung des Probenvolumens mit der Messzeit wird durch die folgende Gleichung beschrieben:

$$V_{[cm^3]} = f(t[\text{min}]) = 12,6863 - 0,0011712 \cdot t + 9,076E-5 \cdot t^2 - 2,98E-6 \cdot t^3 + 3,5E-8 \cdot t^4$$

Die Korrelation ist, wie bei der Dichte, nicht feststellbar ($r^2 = 0,22$), die Standardabweichung der Gleichung gegen die Messwerte beträgt absolut $2,10E-04 \text{ cm}^3$ und relativ 17ppm. So ist die Streuung über den gesamten Bereich, trotz der schlechten Korrelation, kleiner, als der eingeräumte Volumenfehler. (vgl. Diagramm *absolutes Volumen*.)

Diagramm 'relative Dichteänderung'



• Auswertungshinweise

Messflüssigkeit 'Chloroform', experimentell vor- und nachbestimmt in Messung **N°7199 und 7201**. Die Übertragung der Kalibrierung des Flüssigkeitsdichtemesskörpers (ID339) durch das alternierende Messverfahren - bindet die angegebene Dichte automatisch an die Dichte des Messkörpers an. Die Unsicherheit des Zahlenwertes der Flüssigkeitsdichte wurde individuell zur Messung angegeben. Die Flüssigkeitsdichte, $\rho_{\text{Fl.}}$, wurde demnach gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur Temperatur berechnet:

$$\rho_{\text{Fl.}} = f(\zeta[^\circ\text{C}]) = (1,4800 - 1,892E-3 \cdot (\zeta - 25)) - 0,01212$$

Unsicherheit $\pm 0,00005 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$.

Die Übertragung der Kalibrierung ermöglicht mit einem korrekt ausgemessenen Flüssigkeitsdichtemesskörper, ein maximales Sicherheitsniveau des Maßstabs zu erreichen.

• Technik

Einsatz der Prüfkörperaufnahme 'Aluschale [8.23.1]' (ID340). Diese wird mit 29,632g in der Messung untertauchendes Befestigungsmaterial mit der Dichte $2,8561 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ bei 25°C - mit dem kubischen Ausdehnungskoeffizienten $62 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ - berücksichtigt. In der angewandten Patentmethode, dem Meniskuseliminierverfahren, wurde der Aufhängungsquerschnitt mit $0,0314 \text{ mm}^2$ angegeben. Über den Niveau-Unterschied von durchweg 11,383mm zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von $0,36 \text{ mm}^3$ (\sim Mikroliter), um den der Volumenauftrieb korrigiert wird. Das Gewicht von Prüfkörper und Halterung (gesamt 47,6624g) wurde im Datenblatt angegeben.

• Meldungen

1. Für die Messunsicherheit der Flüssigkeitsdichte wurde die Datenblattvorgabe angesetzt. (Die Angabe aus der Messung N°7199 und 7201 wäre $0,00006 \text{ g/cm}^3$).
2. Vorsicht! Die Flüssigkeitsdichte weist einen relativen Unterschied von 0,8% zur erwarteten Dichte auf. Dadurch kann der Ausdehnungskoeffizient beeinflusst sein und der Messfehler ist ggf. größer als angegeben.

• Datenbankvergleiche

1. POM ²	1,42	0,2%	
2. PVC, hart ²	1,35	5,2%	
3. Bakelit ¹	1,334	6,3%	
4. Pertinax ¹	1,3	8,7%	a10-30 FRAGLICH!!!
5. Zucker ²	1,59	11,7%	
6. Carnallit ²	1,6	12,4%	SF weiss, nmG, MH 1-2
7. NR ²	1,2	15,7%	

8. PC ²	1,2	15,7%	
9. Polymethylmetacrylat PMMA, Plexi ¹	1,18	17,2%	a70-100
10. ECTFE, ETFE ²	1,7	19,4%	
11. Polyamid (Nylon) ¹	1,13	20,8%	a100-140
12. Magnesium ¹	1,74	22,2%	
13. Magnesium ¹	1,74	22,2%	*M 4515. Ts 650. wLF 0,38. k 24,5. sW 0,25. eLF 2,2

¹: Für 24,98°C berechneter Referenzwert, ²: Tabellierter Referenzwert.
(Auswahl nur aus Referenzdaten, Stand 25.04.06)

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: 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.

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: Datenbankvorschläge anzeigen, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, formatierte Tabellen, Berichtseinstellungen.

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: Erläuterungstexte, alternative Einheiten, Zusatzinformationen, Bearbeitungshinweise, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Authentifizierungen werden nicht angezeigt.

<000007200>



(Der Honig hätte auch als Flüssigkeit gemessen werden können. Aber eine Schale ist viel leichter zu handhaben und zu reinigen. Wenn auch das temperieren in der Schale etwas länger dauern mag. - Aber das ist ja Maschinen- und nicht Menschenzeit.)

„Der automatische Bericht zeigt also eine Datenlage und interpretiert diese. Die „Datenlage“ ist die Folge dessen, was in einer Messung geschah bzw. geschieht und wie die „Probe und Umstände interagieren“. – Die Messung ist ein Vorgang dessen Ablauf und Randbedingungen in einem Skript formuliert sind. Mehr als zu wissen, was man erzielen will, braucht man nicht: „Man entwerfe Regeln und sehe, wie die Materie reagiert!“ -- Diagramme (und sogar der Bericht) entstehen während der Messung natürlich in Echtzeit. ...Die Sprache und die Technik steht mit imeter bereit für genaueste, rückführbare, wohldokumentierte und wiederholbare Eigenschafts- Erfahrungen.

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/6_DichteFK.htm#Beispiele

Allgemeine Infos zum Thema Dichte & Messung (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>