



Studie

Fest- und Flüssigkeitsdichte und Dilatation Eis und Wasser gemessen in Toluol

Da durch die Differenzmessungen sämtliche Driftstörungen beseitigt werden und durch die Eliminierung des *Meniskusgewichts* die andere wesentliche Quelle systematischer Fehler aufgehoben ist, erlaubt die Methode sehr sicher und langzeitgenau, Dichte und Wärmedehnung zu bestimmen. Zusätzlich finden im Messablauf Justierungen der Wägezelle statt.

Zur Messung wurde gasfreies Wasser in eine Schale gegeben (die leere Schale ist ein Körper mit kalibrierter Dichte und Wärmedehnung) und in der Messzelle unter Toluol gefroren. Die Messung wurde in einem Temperiergefäß ausgeführt. Das Toluol wurde in den Temperierphasen mit dem integrierten Rührwerk umgewälzt. Natürlich, die Messung läuft vollautomatisch; dabei steuert *imeter* auch einen Ministat -Thermostaten (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg - www.huber-online.com) - für die exakte Temperierung.

Die Auswertung wurde in diesem Bericht auf den „einfachen Bereich“ beschränkt. Am Ende finden sich Detailillustrationen über weitere Teile der Messspanne.

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 (99C823Q16312B), imeter/MSB, Augsburg am 24.04.06

ID N° 7256 - Feststoffdichte & Dilatation

ausgeführt am Donnerstag, 13 April 2006, von imeter

Titel: Eis, Dichte und Dilatation
Bemerkung: Probe - entgastes Wasser - unter Toluol gefroren.
Ergebnis: $\rho^{-8,00^{\circ}\text{C}} = 0,9132\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, $\kappa = 100,5\cdot 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$
Wasser-Eis, gemessen in Toluol (Ref.1), mit linksseitiger 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.

Kommentar: < Alu-Becher erscheint nach der Messung, innen, um die Füllstandhöhe der Wasserprobe, etwas angegriffen (Verfärbung). Nach dem Aufschmelzen war zu erkennen, dass feine Bläschen aufstiegen. Bis die Probe endlich aufgeschmolzen war - sah das Toluol etwas trübe aus (Dichtewerte bei 6-8°C sind auch nicht so toll). Gleichwohl, die nachfolgende Messung der Dichte des Toluol zeigte zwar keine besondere Abweichung. > **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 - quasi notariell - festgehalten werden soll, dann sollte diese über das 'Bemerkungsfeld' im Datenblatt eingetragen werden.)

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.

In folgender Zusammenstellung werden die Ergebnismerte 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, Volumen und Koeffizienten sind für $-8,00^{\circ}\text{C}$ angegeben.)

Dichte	$\rho = 0,9132$	$\pm 0,0003$	g/cm^3	0,4‰
Temperaturkoef. $^{-\Delta\rho/\Delta T}$	$k = 91,75$	$\pm 22,54$	$\text{g}/\text{m}^3\cdot\text{K}^{-1}$	20%
Ausdehnungskoeff.	$\kappa = 100,5$	$(\alpha = 33,5)$	$10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$	
Volumen	$V = 16,548$	$\pm 0,002$	cm^3	0,1‰
Masse	$m = 15,1113$	$\pm 0,0002$	g	10ppm
Wägewert	$W = 15,0946$	$\pm 0,0002$	g	

Die Aufstellung gibt Materialeigenschaften zusammen mit individuellen Probendaten aus. Zur isobaren thermischen Wärmedehnung werden drei Kennzahlen angegeben: Der Temperaturkoeffizient der Dichte ($^{-\Delta\rho/\Delta T}$), der kubische Ausdehnungskoeffizient (κ) und, in Klammern, der lineare Ausdehnungskoeffizient (α), da er nur bei isotropen Stoffen aus der Volumenänderung angegeben werden kann. In die Berechnungen fließen ein, die Angabe zur Luftdichte $\rho_{\text{Luft}}=1,2\text{kg}/\text{m}^3$, zur Fallbeschleunigung $g=9,80769\text{m}/\text{s}^2$ sowie zur Temperatur $T=-8^{\circ}\text{C}$. 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 $8,000\text{g}/\text{cm}^3$ 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.

Die Masse der Probe ist um 16,7mg größer als der Wägewert; materialbezogen beträgt der Unterschied 1‰.

Die Dichtangabe wurde aus dem Temperaturverlauf der Einzelergebnisse ermittelt, ebenso die Angaben zur Wärmedehnung. Die Standardabweichung der Schätzung im Bezug auf die Messwerte beträgt absolut $7,30\cdot 10^{-5}\text{g}/\text{cm}^3$, Grundlage ist die Regressionsgleichung:

$$\rho(T) = f(\zeta[^{\circ}\text{C}]) = 0,91234 - 1,179\text{E-}4\cdot\zeta - 1,87\text{E-}6\cdot\zeta^2$$

Die Qualität der Schätzung, gemäß Korrelationskoeffizient, $r^2=0,984$, ist *hinreichend*. Da die Streuung kleiner ist, als die Fehlerschätzung, kann von einer formalen Richtigkeit der Messung ausgegangen werden. Die Temperaturkoeffizienten sind im Verlauf nicht konstant.

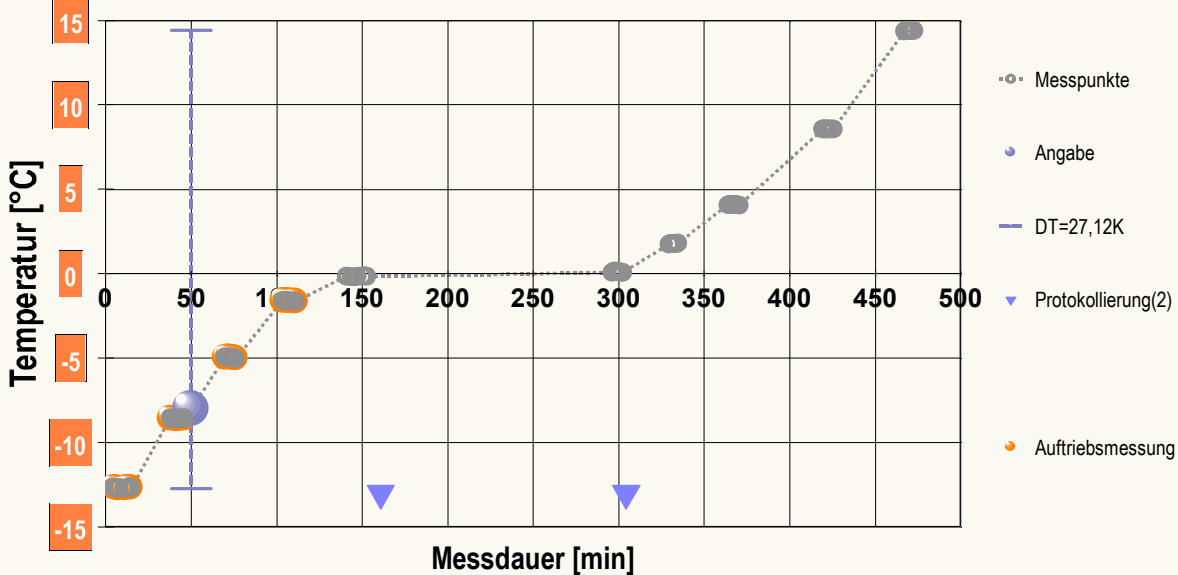
Der Temperaturkoeffizient wurde aus einer Regression über die Differenzenquotienten ermittelt. Einzelheiten dazu folgen am Ende des Berichts.

• 50 Dichtemesswerte

[135] **Option Zeitbereich-Angabe:** Auswertung und Diagramm Daten werden durch eine gesetzte Zeitbereichsbeschränkung auf Messwerte zwischen 5,17 und 111,14 Minuten beschränkt. Zur Untersuchung verbleiben 20 Dichtewerte.

Gesamtdauer 7,9 Stunden; stufig ansteigender Temperaturverlauf der Messwerte, vier Temperierstufen; 3,7K Temperaturunterschied je Niveau und mit jeweils fünf Messwerten besetzt.

Diagramm 'Temperaturverlauf und Ereignisse'



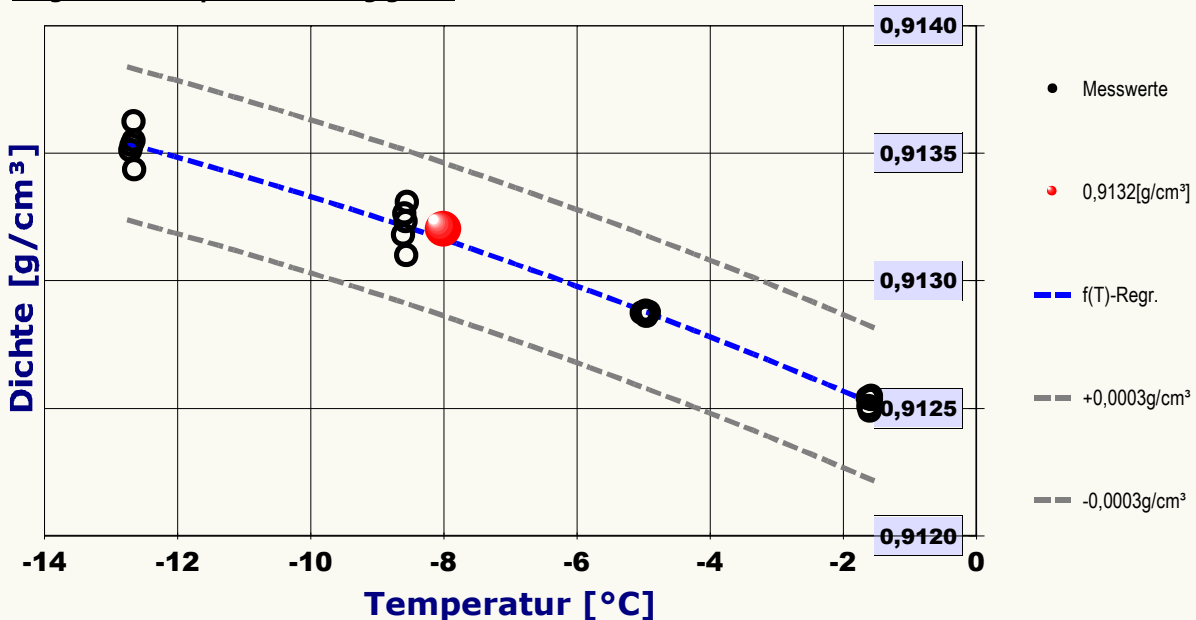
160,8' : Oberfläche des Eises ist kristallin und sehr stark aufgeworfen. Im Toluol schweben Partikelchen - ggf. kleinste Wassertröpfchen, womöglich aus Kondensation von Luftfeuchte in der Messzelle.

304,3' : Das Schmelzen des Eises war sehr zäh ... Merkwürdigerweise stiegen beim auftauen Blächen auf!

Die zur Laufzeit der Messung vom Anwender eingegebenen Bemerkungen werden hier wiedergegeben, wobei am Anfang der Zeile der Eintragszeitpunkt als Minutenzahl angegeben ist.

Im Diagramm "Temperaturverlauf und Ereignisse" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der dabei gemessenen Temperatur gezeigt. Die Grafik hat zuerst informativen Charakter - sie dient der Rückkopplung und Übersicht. -- Zur Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen die Temperaturmessungen an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmessungen. Anzeige von Zeitpunkt und Temperatur der Ergebnisangabe durch eine Kugel sowie die aufgetretene Temperaturspanne durch den senkrechten Strich. Die Dreiecke (Spitze nach unten) zeigen jene Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer die oben angegebenen Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

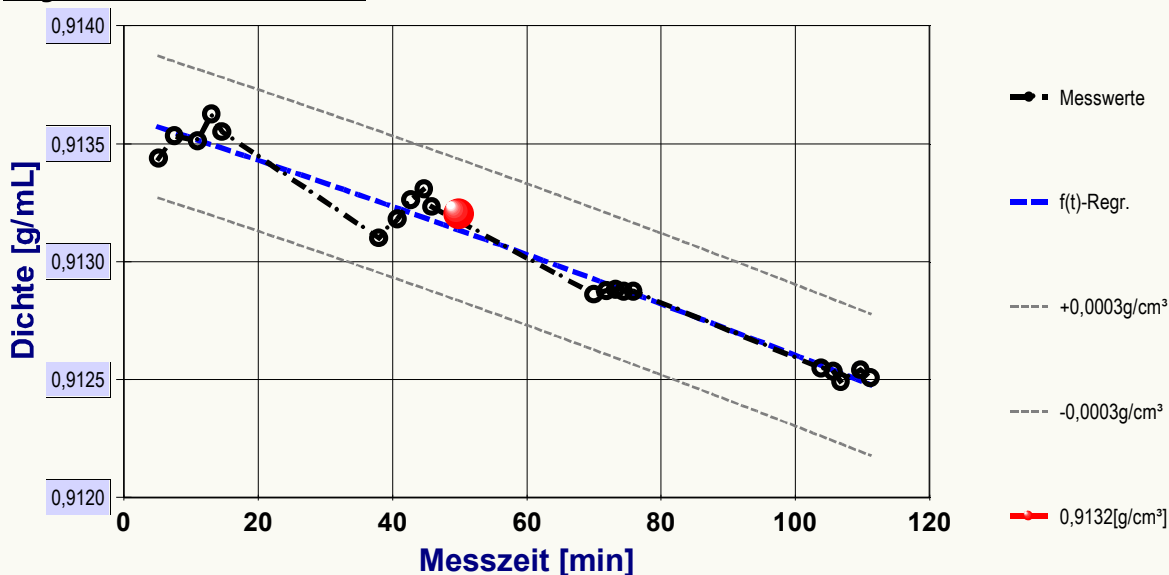
Diagramm 'Temperaturabhängigkeit'



Das Diagramm, "Temperaturabhängigkeit", oben, zeigt die 50 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 'Dichte-Zeitverlauf'



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

Tabelle der Detaildaten:

Die Tabelle zeigt auch diejenigen Daten, die durch die Auswertoption [135] temporär von der automatischen Bewertung ausgenommen sind.

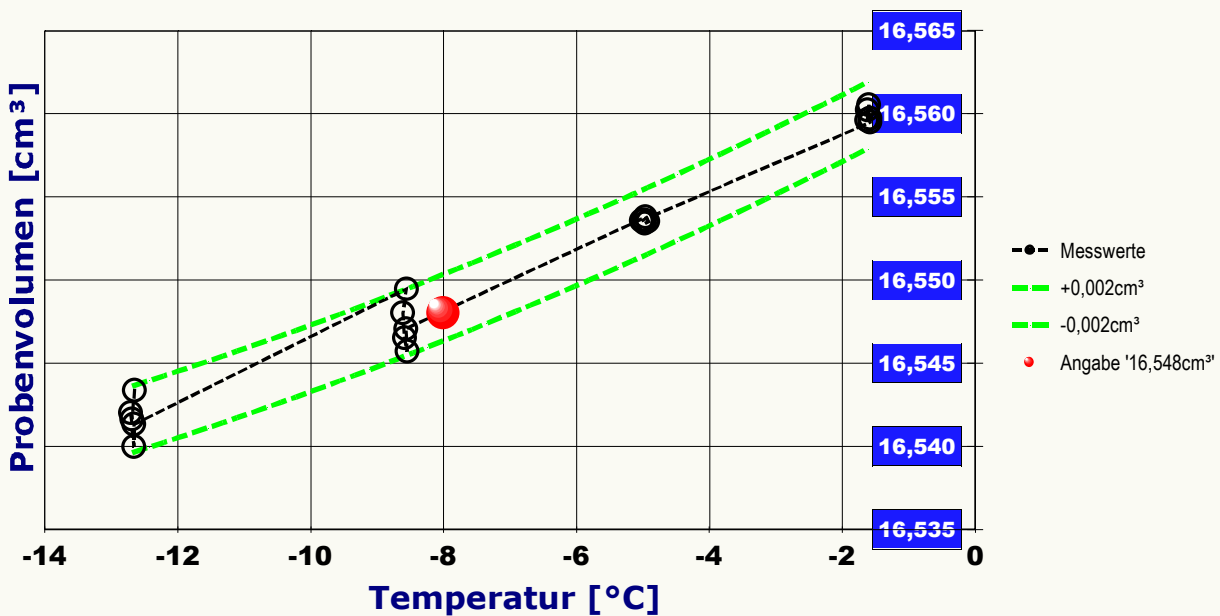
N°	Zeit	T	ρFI	ρProbe	V _{Probe}	Δt _{Akqu.}	ΔT	Δρ _{Probe}	N
1.	5,2	-12,65	0,89651	0,91344	16,5434	0,6	0,00	6,2E-6	2
2.	7,5	-12,69	0,89655	0,91353	16,5416	1,8	0,00	-6,3E-6	3
3.	11,0	-12,71	0,89657	0,91351	16,5420	1,2	-	-	2
4.	13,0	-12,66	0,89652	0,91362	16,5400	1,2	-	-	2
5.	14,6	-12,66	0,89652	0,91355	16,5413	2,4	-0,01	-2,1E-5	3
6.	38,0	-8,56	0,89286	0,91310	16,5495	1,2	-	-	2
7.	40,7	-8,61	0,89290	0,91318	16,5480	5,4	0,00	-1,2E-5	6
8.	42,7	-8,59	0,89289	0,91326	16,5465	2,4	0,00	6,4E-6	3
9.	44,7	-8,55	0,89285	0,91331	16,5457	1,8	-	-	3
10.	45,8	-8,57	0,89287	0,91323	16,5471	1,8	-0,01	-8,2E-6	3
11.	70,0	-4,96	0,88963	0,91286	16,5538	2,4	-0,01	-8,3E-6	3
12.	71,8	-4,92	0,88960	0,91288	16,5535	1,8	0,00	-5,7E-6	3
13.	73,2	-4,97	0,88964	0,91288	16,5534	3,6	-	-	4
14.	74,4	-4,98	0,88965	0,91287	16,5536	1,2	-	-	2
15.	75,8	-5,02	0,88969	0,91287	16,5536	1,2	-	-	2
16.	103,8	-1,58	0,88659	0,91255	16,5595	1,2	0,00	6,3E-6	2
17.	105,6	-1,58	0,88659	0,91254	16,5597	1,2	-	-	2
18.	106,7	-1,60	0,88661	0,91249	16,5605	2,4	0,00	6,3E-6	3
19.	109,6	-1,63	0,88664	0,91254	16,5596	8,4	0,00	-1,9E-5	9
20.	111,1	-1,62	0,88663	0,91251	16,5602	1,8	0,00	6,3E-6	3
21.	141,2	-0,16	0,88532	0,91148	16,5789	1,2	-	-	2
22.	144,2	-0,19	0,88534	0,91138	16,5806	1,2	-	-	2
23.	147,0	-0,15	0,88531	0,91144	16,5797	1,2	-	-	2
24.	151,2	-0,11	0,88527	0,91125	16,5830	1,2	-	-	2
25.	152,7	-0,15	0,88531	0,91126	16,5828	1,2	-	-	2
26.	296,9	0,12	0,88506	0,99963	15,1169	1,2	-	-	2
27.	298,2	0,13	0,88505	0,99975	15,1151	1,2	0,01	1,7E-5	2
28.	299,5	0,12	0,88506	0,99971	15,1158	4,2	0,00	-7,6E-6	5
29.	300,8	0,10	0,88508	0,99969	15,1161	4,2	0,00	-6,9E-6	5
30.	302,2	0,08	0,88510	0,99966	15,1165	1,2	-	-	2
31.	329,7	1,78	0,88357	0,99986	15,1134	2,4	0,01	9,9E-6	3
32.	331,0	1,78	0,88357	0,99980	15,1143	2,4	0,00	7,6E-6	3
33.	332,2	1,78	0,88357	0,99988	15,1132	2,4	0,00	-7,6E-6	3
34.	333,3	1,78	0,88357	0,99992	15,1125	3,0	0,00	1,5E-5	4
35.	334,4	1,81	0,88354	0,99993	15,1124	1,8	0,01	2,4E-5	3
36.	364,1	4,09	0,88148	0,99991	15,1127	2,4	0,00	-7,7E-6	3
37.	365,5	4,08	0,88149	0,99990	15,1129	1,8	0,00	-7,7E-6	3
38.	366,9	4,09	0,88148	0,99994	15,1122	1,2	-	-	2
39.	368,3	4,10	0,88147	0,99986	15,1135	0,6	-	-	2
40.	370,2	4,06	0,88151	0,99993	15,1124	2,4	0,00	7,6E-6	3
41.	419,6	8,55	0,87744	0,99989	15,1130	5,4	-	-	6
42.	420,8	8,56	0,87743	0,99986	15,1134	1,2	0,00	-6,9E-6	2

43.	421,9	8,55	0,87744	0,99989	15,1130	0,6	-	-	2
44.	423,0	8,55	0,87744	0,99991	15,1127	6,0	0,00	-1,5E-5	7
45.	425,4	8,56	0,87743	0,99992	15,1125	1,2	0,00	7,7E-6	2
46.	467,4	14,37	0,87215	0,99939	15,1205	5,4	-	-	6
47.	468,7	14,38	0,87214	0,99941	15,1202	1,8	0,00	-7,7E-6	3
48.	470,1	14,38	0,87214	0,99934	15,1214	2,4	-	-	3
49.	471,6	14,40	0,87212	0,99937	15,1209	1,2	-	-	2
50.	472,7	14,40	0,87212	0,99939	15,1205	1,8	0,00	7,6E-6	3

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/cm^3 , die den Massstab der Messung darstellt. Die dazu ermittelte Probedichte ρ_{Probe} , ist ebenfalls in der Einheit g/cm^3 gegeben. V ist das Volumen der Probe bei der Temperatur in cm^3 , 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.

Diagramm 'absolutes Volumen'



Die Darstellung, "absolutes Volumen", oben, zeigt die Entwicklung des Probenvolumens im Verlauf der Messung. Neben den als Kreise eingetragenen Werten, ist die Unsicherheit des Volumens durch gestrichelte Linien abgebildet. Der angegebene Volumenwert ist als Kugel eingetragen.

• Thermische Volumenentwicklung

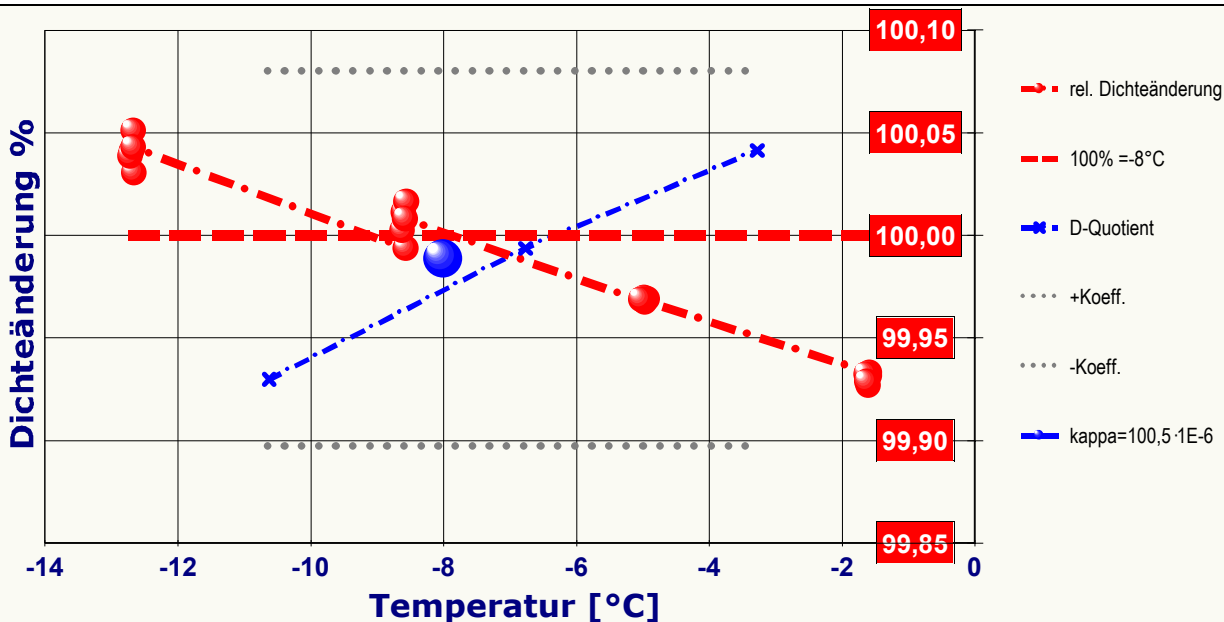
Die Entwicklung des Probenvolumens mit der Temperatur wird durch die folgende Gleichung beschrieben:

$$V_T [cm^3] = f(\zeta [°C]) = 16,563 + 0,002139 \cdot \zeta + 3,41E-5 \cdot \zeta^2$$

Die Korrelation ist, wie bei der Dichte, hinreichend ($r^2 = 0,984$), die Standardabweichung der Gleichung gegen die Messwerte beträgt absolut $9,28E-04 cm^3$ und relativ 56ppm. In diesem Fall wurde die unerwartet große Streuung dazu verwendet, die Unsicherheit der Volumenangabe über diese Standardabweichung ($k=2$) festzulegen. (vgl. Diagramm *absolutes Volumen*.)

Die Fehlerangabe des Volumens wird sonst, analytisch, aus der Fehlerfortpflanzung ermittelt. Auf jedenfall besteht hier **Klärungsbedarf!** BEARBEITUNGSHINWEIS: Die Behandlung des Volumens betrifft diejenigen Fälle, in welchen die Volumeneigenschaft bestimmter Prüfkörper in Frage steht. So kann mittels der Temperaturfunktion eine rationale Handhabung dieser individuellen Eigenschaft ermöglicht werden. -- Die Funktionsgleichung wird im Bewertungsschema nicht verwendet; allein die Standardabweichung dient zur Überprüfung und allfälligen Korrektur der Unsicherheitsannahme des Volumens. -- Die Dichtewerte werden jedenfalls aus den originären Volumendaten bestimmt.

Diagramm 'relative Dichteänderung'



Mit "relative Dichteänderung", das oberhalb gezeigt ist, wird die im Verlauf eingetretene Dichte-änderung in einer normalisierten Anzeige präsentiert. Neben der relativen Entwicklung der Dichte im Bezug auf den Angabewert wird das daraus hervorgehende Differential gezeigt. Gegenüber der ebenfalls abgebildeten Unsicherheit des Ausdehnungskoeffizienten zeigt der Verlauf ggf. nicht-lineare Verhaltensweisen unmittelbar. Die Skala ist ggf. sehr vergrößert, so dass an den im folgenden Text ausgegebenen Extremwerten, geprüft werden muss, ob tatsächlich eine bedeutende Änderung im Temperaturverlauf vorliegt.

• Thermodilatation

Für die Analyse wurden die Einzelwerte in jeweiligen Temperaturniveaus zu insgesamt vier Gruppen zusammengefasst. Aus den daraus erhaltenen drei Differenzenquotienten ($^{-\Delta P / \Delta T}$), die mit dem Differential aus der Temperaturgleichung geglättet sind, wird, da keine taugliche Abhängigkeit festzustellen ist, der Mittelwert verwendet.

-- Im Diagramm 'relative Dichteänderung' sind die Differenzenwerte, skaliert über die relative Dichteänderung, eingezeichnet und mit dem Fehlerbereich umfasst. Dieser Bereich ist über die Unsicherheit des Temperaturkoeffizienten bestimmt ($\pm 22,54 \text{g/m}^3 \cdot \text{K}^{-1}$), die selbst aus der Standardabweichung der Differenziale ermittelt und gesetzt wurde ($k=2$). -- Die Extremwerte der Temperaturkoeffizienten, wie in 'relative Dichteänderung' eingetragen, reichen von $77 \text{g/m}^3 \cdot \text{K}^{-1}$ bei $-10,6^\circ\text{C}$ bis $104 \text{g/m}^3 \cdot \text{K}^{-1}$ bei $-3,3^\circ\text{C}$. Die Maximal- und Minimumwerte des kubischen thermischen und isobaren Ausdehnungskoeffizienten (κ) betragen:

$$\begin{aligned} -10,6^\circ\text{C} &: \quad \kappa = 84,28 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} & (\alpha \sim 28,09) \\ -3,3^\circ\text{C} &: \quad \kappa = 113,8 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} & (\alpha \sim 37,9) \end{aligned}$$

Mittelwert \pm Standardabweichung von κ über den Temperaturbereich der 3 Werte:

$$-10,6 \text{ bis } -3,3^\circ\text{C} : \quad \kappa = (100,5 \pm 12,3) \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} \quad \alpha = (33,5 \pm 4,11) \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}.$$

Nur dann, wenn die Probe nicht anisotrop ist, kann der lineare thermische und isobare Ausdehnungskoeffizient (α) im benannten Bereich angenommen werden.

Anschaulich bedeutet α , dass sich ein Stab von einem Meter Länge pro Grad um $33,5 \mu\text{m}$ ausdehnt; für eine Dehnung um 1mm wäre ein ΔT von $29,9$ Grad erforderlich.

• Auswertungshinweise

Messflüssigkeit 'Toluol (Ref.1)', experimentell nachher bestimmt in Messung **N°7257**. 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 aus der Messunsicherheit der zugehörigen Flüssigkeitsdichtebestimmung übernommen. Die Flüssigkeitsdichte, $\rho_{\text{Fl.}}$, wurde demnach gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur Temperatur berechnet:

$$\rho_{\text{Fl.}} = f(\zeta[^\circ\text{C}]) = 0,8669 - 0,9159 \text{E-}3 \cdot (\zeta - 20) - 0,368 \text{E-}6 \cdot (\zeta - 20)^2 + 0,0001, \text{ Unsicherheit } \pm 0,00004 \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}.$$

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 der Prüfkörperaufnahme 'Aluschale [8.23.1]' (N°340). Diese wird mit $29,632 \text{g}$ 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 Niveauunterschied von durchweg $8,561 \text{mm}$ zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von $0,27 \text{mm}^3$ (\sim Mikroliter), um den der Volumenauftrieb korrigiert wird. Das Gewicht von Prüfkörper und Halterung (gesamt $44,7186 \text{g}$) wurde im Datenblatt angegeben.

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.

• Meldungen

Das Programm versucht die vorhandenen Daten der zeitlich umliegend gemessenen Flüssigkeit, Toluol (Ref.1), automatisch zur Berechnung zu verwenden. Die Funktion wird eingesetzt - aber: Der Temperaturunterschied bei Messung der Flüssigkeitsdichte in N°7257 mit 14,4°C ist, gegen aktuell -8°C, eigentlich zu groß. Vorsicht! (Übliches Sicherheitslimit: 1,5 K).

'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.

Berichteinstellungen - aktivierte Ausgabeinstellungen: Erläuterungstexte, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: Datenbankvorschläge anzeigen, Vergleichsanalyse, alternative Einheiten, Zusatzinformationen 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 Ausgabeoptionen oder durch manuelle Veränderung der Vorlage auf das Wesentlich eingekürzt und ausgedruckt werden. Das ganze 'File' inklusive der "Grund-Rohdaten" ist stets über die ID (hier Nummer 7256, Datenbank imeterData14) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i1'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Programmausführung & Audit-Trail

Für diese Messung wurde das Messprogramm **"FK_Dichte_Ausdehnungskoeff"** ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 13.04.06 zwischen 11:41:59 und 19:35:04, Laufzeit 473,1 Minuten. Eine Ablaufdokumentation wurde nicht aufgezeichnet. Auf ein zusätzliches Protokoll wurde auch verzichtet. Messprogramm: **Abbruch** von Benutzer (Zeile 126.) Das Ergebnis wurde erstmals am 13.04.06 um 19:35 zur Ansicht gebracht Die Originaldaten sind unverändert. Unter der Eintragsnummer 7256 ist der Datensatz in der Datenbank **'imeterData14'** vorhanden.

Prüfmittel

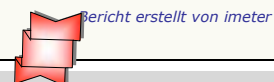
Die Kraftmesseinrichtung (WZ224-CW) wurde zuletzt um 19:28, während dieser Messung von imeter bei einem 1-Tage Intervall der Prüfmittelüberwachung justiert. Die letzte vollständige Überprüfung/Justierung der Positioniervorrichtung von **imeter** (ID16405542) erfolgte am 06.01.05. **Systemdaten:** Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit*) 0,2mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte*) 1,2kg/m³, Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec² für die Fallbeschleunigung*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01K, die Unsicherheit*) 0,03K. Akquisitions-Softwareversion imeter 4.1.110, 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 und erneut berechnet werden.*

automatische In-Process-Justierungen:

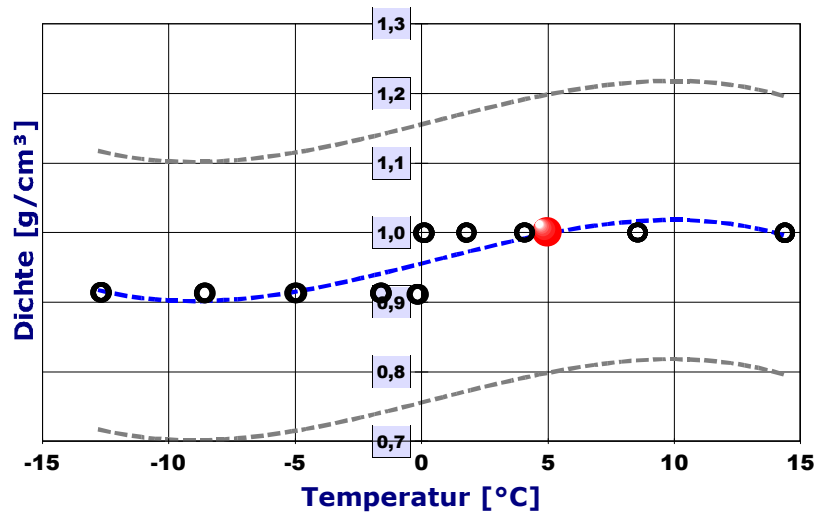
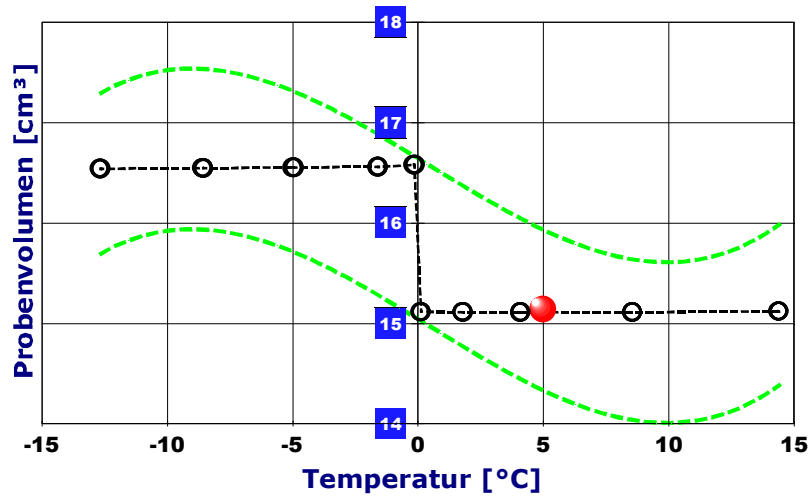
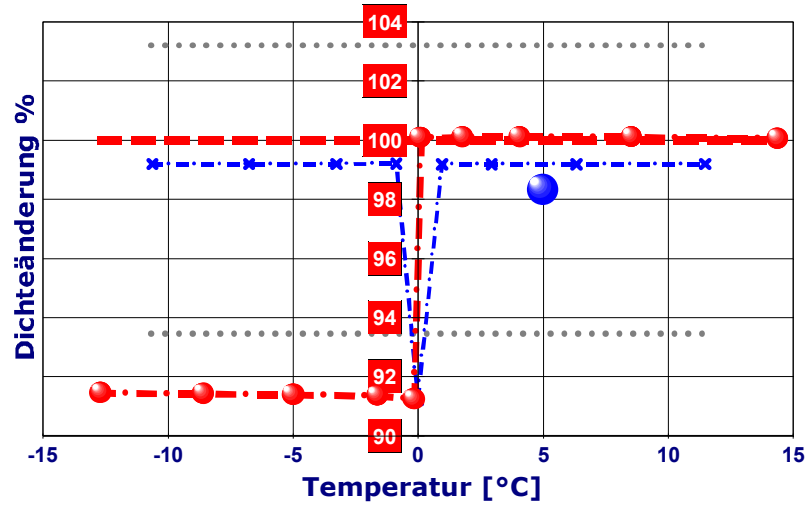
1.	Zeit: 1,0	[min]	Korrektur: -0,0001	[g]
2.	Zeit: 35,3	[min]	Korrektur: -0,0004	[g]
3.	Zeit: 68,4	[min]	Korrektur: -0,0003	[g]
4.	Zeit: 101,9	[min]	Korrektur: -0,0004	[g]
5.	Zeit: 139,3	[min]	Korrektur: -0,0001	[g]
6.	Zeit: 294,8	[min]	Korrektur: -0,0012	[g]
7.	Zeit: 328,9	[min]	Korrektur: -0,0003	[g]
8.	Zeit: 363,3	[min]	Korrektur: -0,0001	[g]
9.	Zeit: 418,2	[min]	Korrektur: 0,0000	[g]
10.	Zeit: 466,4	[min]	Korrektur: 0,0002	[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).



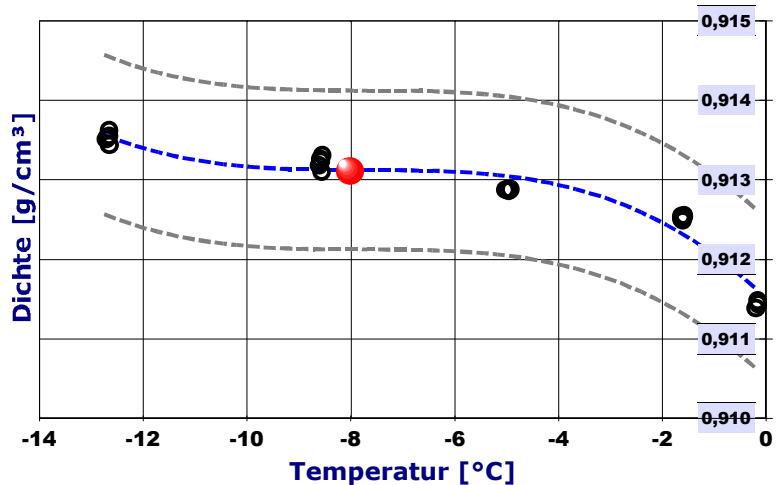
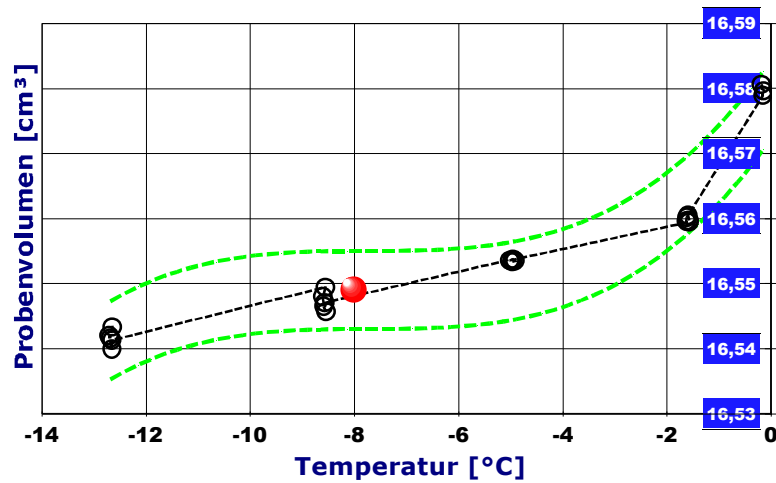
„Der automatische Bericht zeigt eine Datenlage und interpretiert diese. Die „Datenlage“ ist die Folge dessen, was in einer Messung getan wurde bzw. wird und wie die Probe und Umstände interagieren. – Die Messung ist ein Vorgang dessen Ablauf und Randbedingungen in einem Skript formuliert sind. Mehr als zu wissen, was man erzielen will, braucht man kaum. Man entwerfe Regeln und sehe, wie die Materie reagiert! Die Sprache und die Techniken stehen bereit für genaueste, rückführbare, wohldokumentierte und wiederholbare Eigenschaftserfahrungen. -- Diagramme und auch der Bericht entstehen während der Messung in Echtzeit.

Diagramme bei unbeschränkter Auswertung:



... den Gesamten Bereich, über den Phasenwechsel hinweg zu behandeln, führt mit der Automatik zu nichts. Der empirische Fehler wird zu groß. Bemerkenswert ist jedoch, wie auf der folgenden Seite abgebildet, ...

... dass vor dem Schmelzen des Eises, bei $-0.1 - -0.2^{\circ}\text{C}$, die Dichte erst noch einmal abfällt (d.h. das Volumen vergrößert sich vor dem Tauen überproportional).



Qualität der Messung: Die Messwerte, die zum flüssigen Wasser erhalten wurden, sind nicht von besonders hervorragender Qualität (vgl. Messwertetabelle, ab Minute 300), aber gut genug, um keinen Verdacht auf Fehler zu nähren (Löslichkeit Toluol/Wasser, Kondensation oder Mengenverlust an Probe); Die Dichte des Toluols wurde außerdem nach der Messung verifiziert. Insofern dürfte das Ergebnis quantitativ schon so sein, wie es sich ergab. (Bei Wiederholung sollte mehr Zeit zum Temperieren genommen werden, mehr Probe für eine bessere Messauflösung und möglichst eine unlöslichere Flüssigkeit)

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>