

Metrologische Anforderungen an eine Methode zur Messung kleiner Flussraten

- Metrologie – was ist das?
- Gravimetrische Apparatur zur Messung kleiner Flussraten
- Mögliche Ursachen für Messunsicherheiten

Metrologie – was ist das?

Metrologie ist die Lehre vom Messen

Metrologie – was ist das?

Metrologie ist die Lehre vom Messen

Messen ≡ Vergleichen
Messgerät ≡ Vergleichsmaßstab

Metrologie – was ist das?

Metrologie ist die Lehre vom Messen

Messen ≡ Vergleichen
Messgerät ≡ Vergleichsmaßstab

Mit was wird verglichen?

Mit einem vorgegebenen Maß:

- z.B. mit der Erdrotation (Zeit)
- mit einem speziell gefertigten Hohlkörper (Volumen)
- dem Daumen Heinrichs VIII. (Länge)
- der Temperatur eines Temperaturfixpunktes
- einem Quantenmaß

Metrologie – was ist das?

Metrologie ist die Lehre vom Messen

Messen \equiv Vergleichen
Messgerät \equiv Vergleichsmaßstab

Mit was wird verglichen?

Mit einem vorgegebenen Maß:

z.B. mit der Erdrotation (Zeit)
mit einem speziell gefertigten Hohlkörper (Volumen)
dem Daumen Heinrichs VIII. (Länge)
der Temperatur eines Temperaturfixpunktes
einem Quantenmaß

► „Urmaß“

Metrologie – was ist das?

► Urmaß

Anforderungen an solche Urmaße:

Möglichkeit des Vergleichs

Günstiger Messbereich

Stabilität oder Reproduzierbarkeit

Historisch bedingt wurden in verschiedenen Regionen verschiedene Urmaße entwickelt.

Ideal: **Ein** international gültiges Urmaß.

Metrologie – was ist das?

Internationale Vereinheitlichungen unter dem Dach des
Comité international des poids et mesures (CIPM)
mit dem
Bureau international des poids et mesures (BIPM)
in Sèvres bei Paris

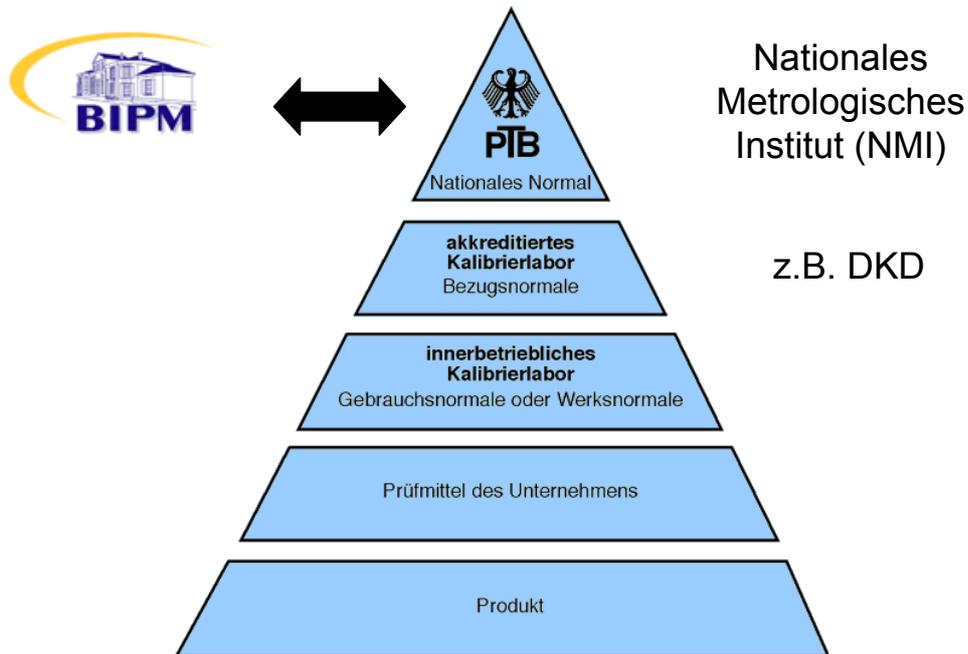


Metrologie – was ist das?

Internationale Vereinheitlichungen unter dem Dach des



Metrologie – was ist das?



Metrologie – was ist das?

Vergleiche mit anderen (übergeordneten) Normalen sind **Kalibrierungen**.
Durch die Kalibrierung findet eine **Rückführung** auf das Vergleichsnormal statt.

Eine Kalibrierung liefert eine quantitative Aussage darüber, wie weit der Messwert eines Gerätes vom Nennwert oder vom Wert des Vergleichsnormals abweicht.

Eine **Eichung** ist eine qualitative Prüfung eines Gerätes auf Übereinstimmung mit bestehenden Vorschriften (darunter auch die Messgenauigkeit) durch **Landesbehörden** (sie kann durch eine Kalibrierung ergänzt werden).

Metrologie – was ist das?

Wie genau sind denn eigentlich **Kalibrierungen**?

Ein Kalibrierergebnis ist erst dann aussagekräftig, wenn zum Messwert auch eine **Messunsicherheit** angegeben wird.

Standard-PTB-Formulierung:

Angegeben ist die erweiterte **Messunsicherheit**, die sich aus der Standardmessunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ ergibt. Sie wurde gemäß dem „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ (ISO, 1995) ermittelt. **Der Wert der Messgröße liegt im Regelfall mit einer Wahrscheinlichkeit von annähernd 95 % im zugeordneten Werteintervall.**

Metrologie – was ist das?

Jede Messung ist prinzipiell mit einer Messunsicherheit behaftet.

Ursachen können u.a. Rauschen, Fluktuationen (z.B. Temperaturfluktuationen), Störungen sein.

Zur Messunsicherheit kann auch die Unkenntnis einzelner Einflussgrößen zählen (z.B. sind Temperatur oder Druck nicht bekannt).

Ziel der Metrologie ist es, die Messunsicherheiten zu verringern und quantitativ zu beschreiben.

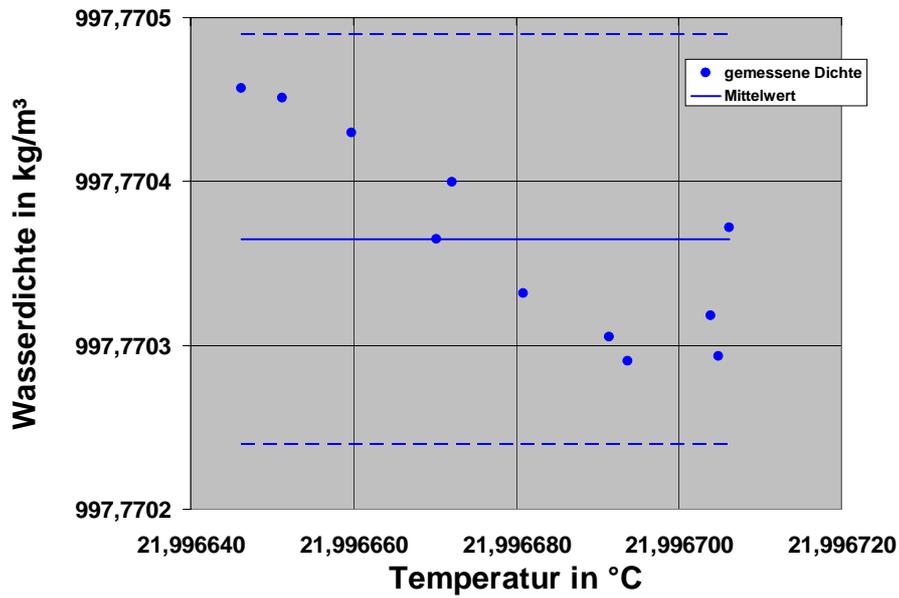
Die Zusammenfassung einzelner Unsicherheitsbeiträge zu einer Gesamtunsicherheit wird im GUM („Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“, ISO, 1995) ausführlich behandelt.

(Schlagwort aus klassischer Zeit: Gaußsches Fehlerfortpflanzungsgesetz)

Metrologie – was ist das?

Beispiel: Messung der Dichte von Wasser

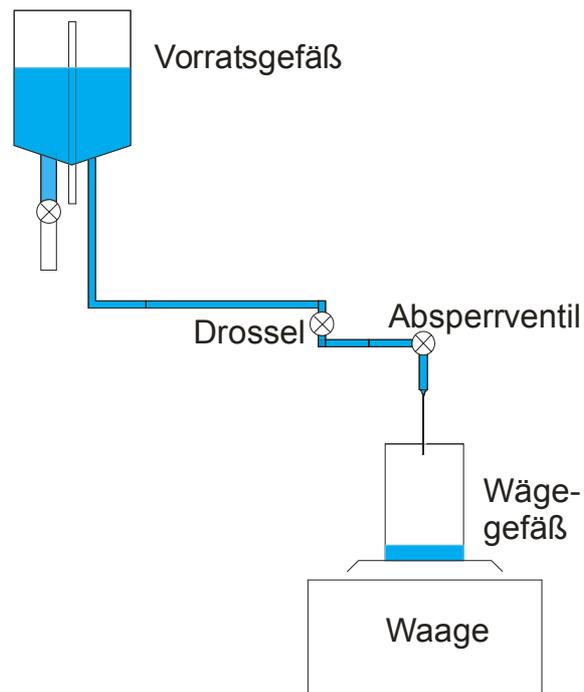
Wasserdichte bei Normaldruck



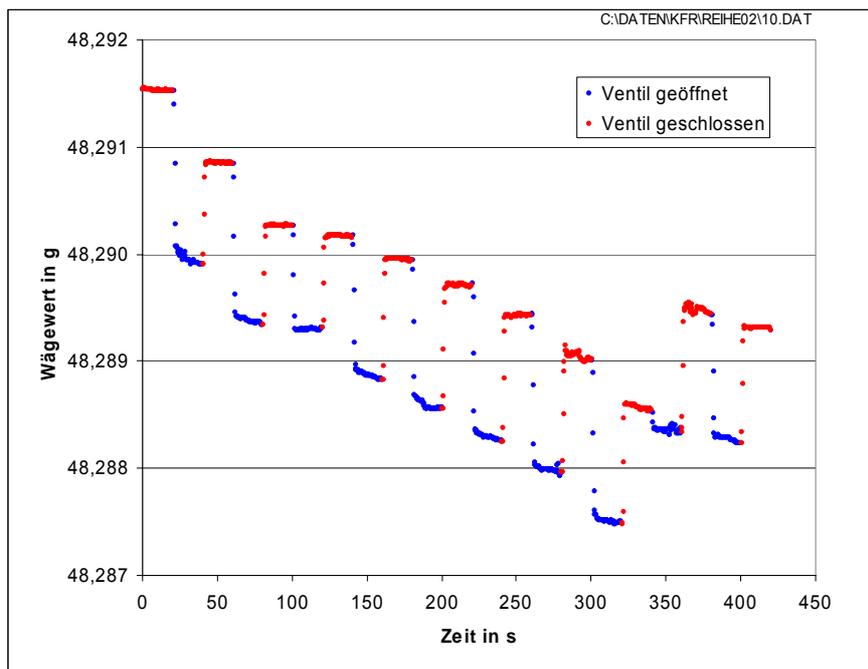
Gravimetrische Messung kleiner Flussraten

Gravimetrische Messung kleiner Flussraten

Schematischer Messaufbau

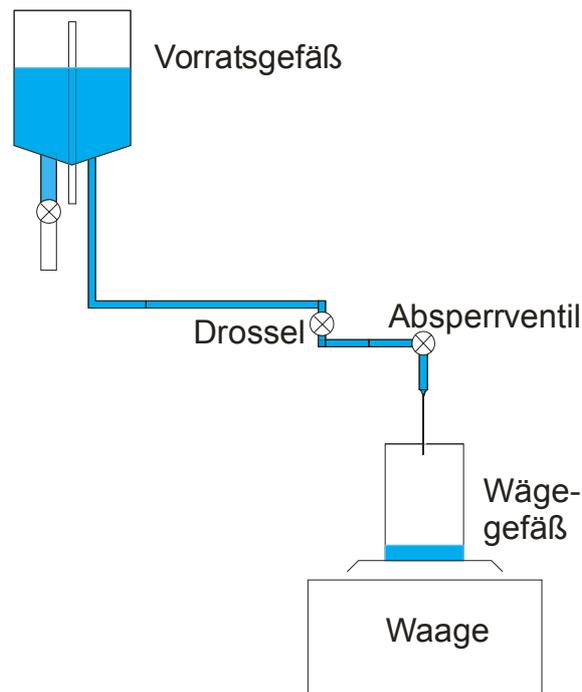


Pumpwirkung eines Ventils



Gravimetrische Messung kleiner Flussraten

Schematischer Messaufbau



Unterschiedliche Tropfen an der Auslasskapillare



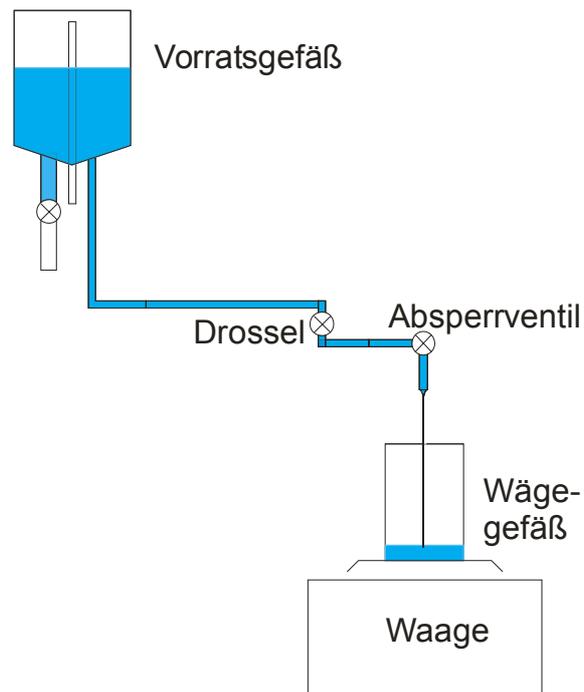
Wasser-Tropfen
große

Nonan-Tropfen
kleine

Oberflächenspannung

Gravimetrische Messung kleiner Flussraten

Schematischer Messaufbau



Die dynamische Messung

Die dynamische Messung

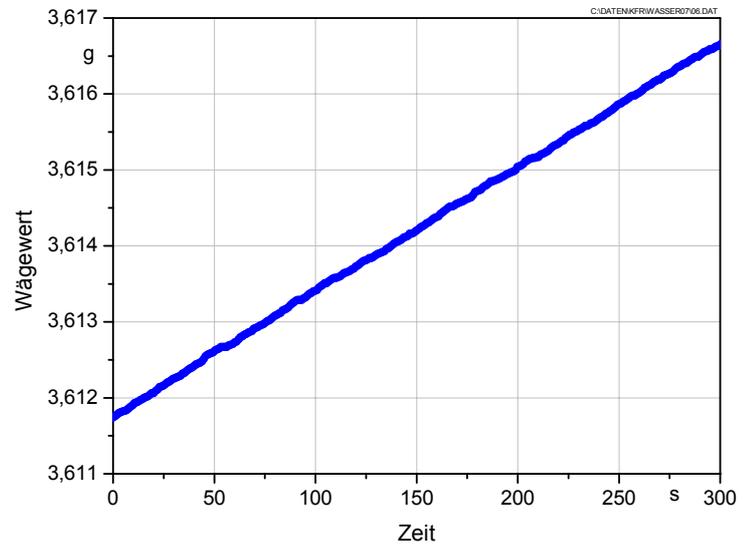
Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die
Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit



Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit

Zusätzliche Kraft auf die Waage

$$F = \frac{d(mv)}{dt} \approx \frac{dm}{dt} v$$

m Masse, v Geschwindigkeit der Flüssigkeit, t Zeit

„Zusatzmasse“ bei einer Flussrate von 100 µl/min: 0,5 µg ≡ 0,5 nl
Fließgeschwindigkeit 10 m/h!

Bei dynamischer Messung in erster Näherung konstant und durch Differenzbildung eliminiert.

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr

vergrößert die Waagenanzeige um die Masse der verdrängten Flüssigkeit

$$\Delta m = \rho_{\text{Fl}} V$$

berechenbar, „Zusatzmasse“: 1 mg pro mm Eintauchtiefe \equiv 1 $\mu\text{l}/\text{mm}$

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

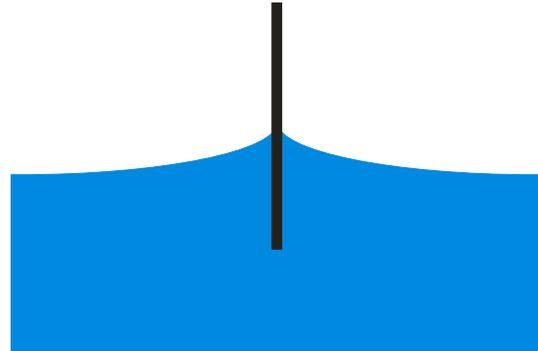
- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus

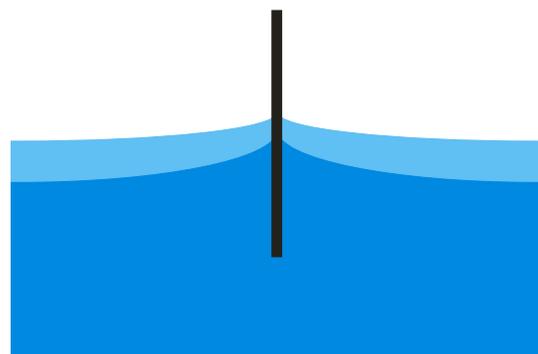
Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus
im Idealfall konstant, **aber:**



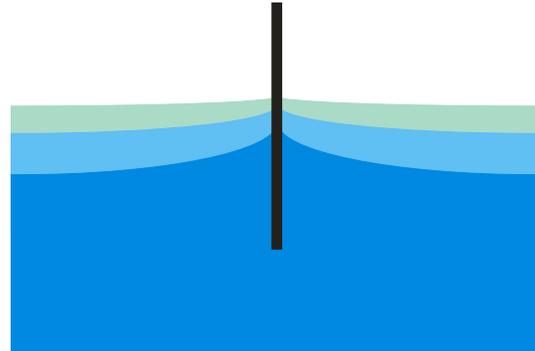
Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus
im Idealfall konstant, **aber:**



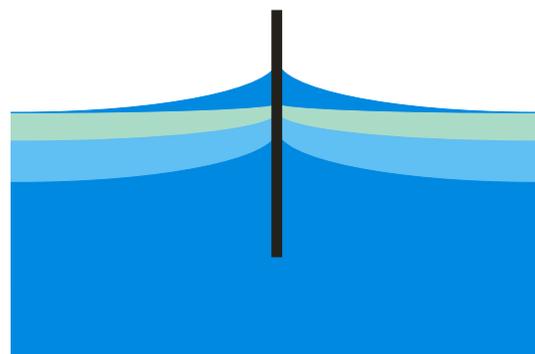
Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus
im Idealfall konstant, **aber:**



Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus
im Idealfall konstant, **aber:**



Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus
Abweichungen durch unvollständige Ausbildung des Meniskus
Masse des Meniskus bei 1 mm Rohrdurchmesser: 20 mg $\equiv 20 \mu\text{l}$

Kräfte, die beim Einströmen von Flüssigkeit auf die Waage wirken

- Masse der Flüssigkeit
- Impuls der strömenden Flüssigkeit
vernachlässigbar
- eintauchendes Rohr
berechenbar
- Meniskus
Abweichungen durch unvollständige Ausbildung des Meniskus
Masse des Meniskus bei 1 mm Rohrdurchmesser: 20 mg



Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

$$\dot{m}(t) = \dot{m}_0 \left(1 - \frac{\Delta h_v(t) + \Delta h_w(t)}{h_a} \right)$$

Δh_v Höhenänderung im Vorratsgefäß, Δh_w Höhenänderung im Wägegefäß
 h_a Anfangshöhenunterschied zwischen den Flüssigkeitsniveaus im Vorratsgefäß und im Wägegefäß

Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

$$\dot{m}(t) = \dot{m}_0 \left(1 - \frac{\Delta h_v(t) + \Delta h_w(t)}{h_a} \right) = \dot{m}_0 (1 - c \Delta m_c(t))$$

Δh_v Höhenänderung im Vorratsgefäß, Δh_w Höhenänderung im Wägegefäß
 h_a Anfangshöhenunterschied zwischen den Flüssigkeitsniveaus im Vorratsgefäß und im Wägegefäß
 $c = f(\text{Gefäßquerschnitte, Anfangshöhenunterschied, Flüssigkeitsdichte})$

Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

$$\dot{m}(t) = \dot{m}_0 (1 - c \Delta m_c(t))$$

Näherung für die Korrektur: $\Delta m_c(t) = \dot{m}_0 t$

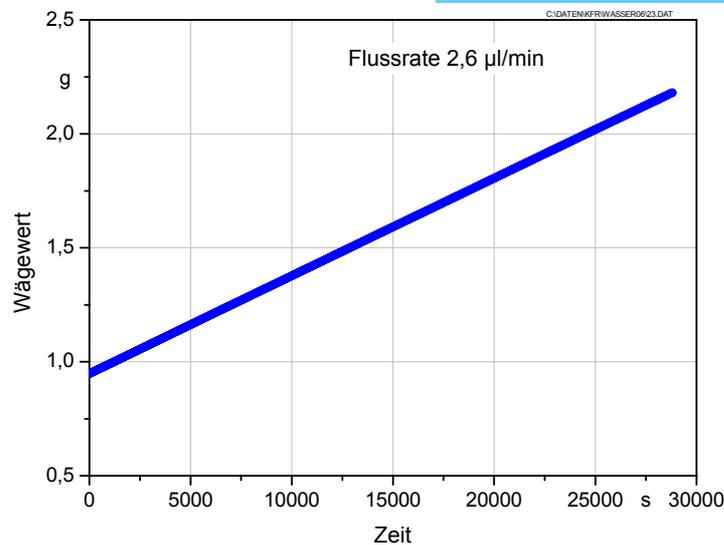
$$\Delta m(t_1) = \int_0^{t_1} \dot{m}(t) dt = \int_0^{t_1} \dot{m}_0 (1 - c \dot{m}_0 t) dt = \dot{m}_0 t_1 - \frac{1}{2} \dot{m}_0^2 c t_1^2$$

$$\Delta m(t) = at - bt^2$$

Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

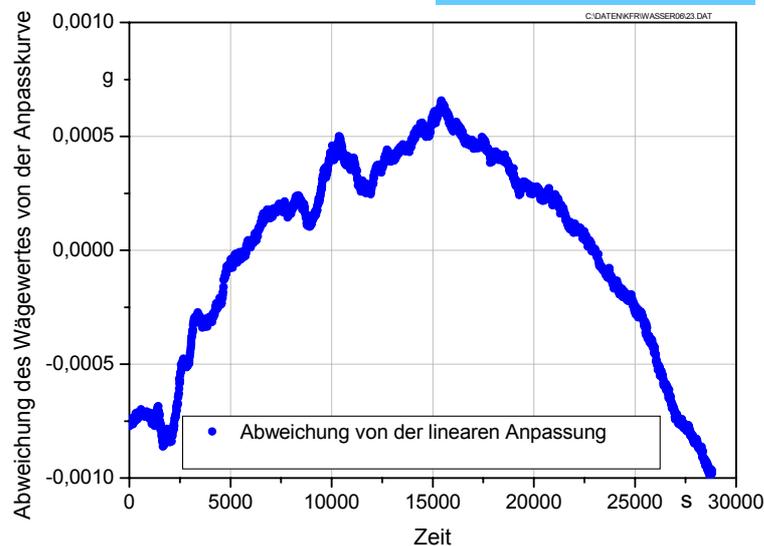
$$\Delta m(t) = at - bt^2$$



Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

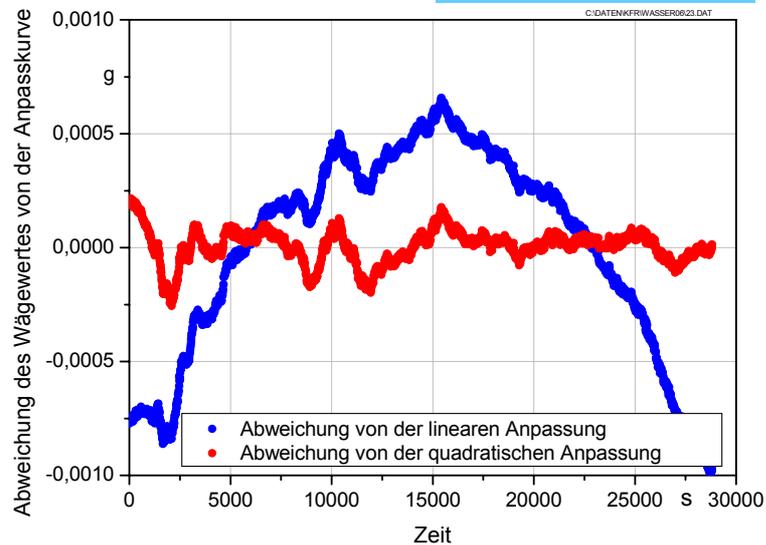
$$\Delta m(t) = at - bt^2$$



Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe

$$\Delta m(t) = at - bt^2$$



Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe
berechenbar

Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe
berechenbar
- Verdunstung

Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

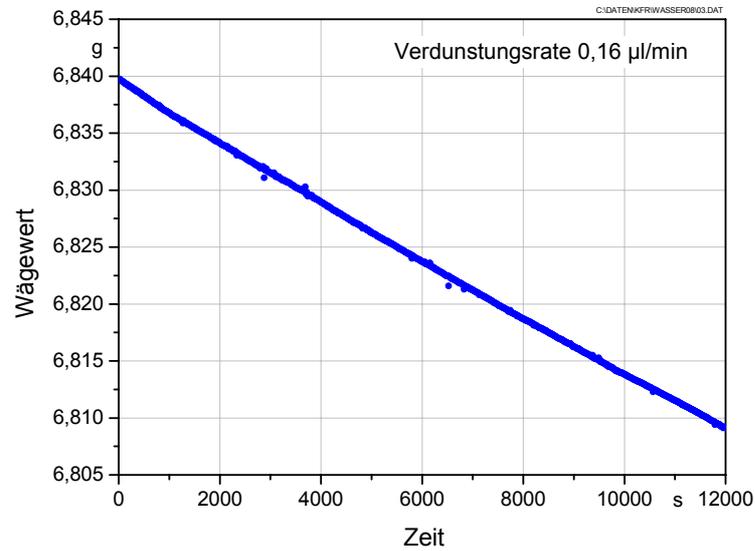
- nicht konstante Fallhöhe
berechenbar
- Verdunstung

wird beeinflusst durch

Größe der freien Oberfläche der Flüssigkeit
relative Luftfeuchte der Umgebungsluft
Konvektion
Temperatur
Wärmezufuhr in das Flüssigkeitsvolumen
Höhe der Säule gesättigter Luft über dem Flüssigkeitsspiegel

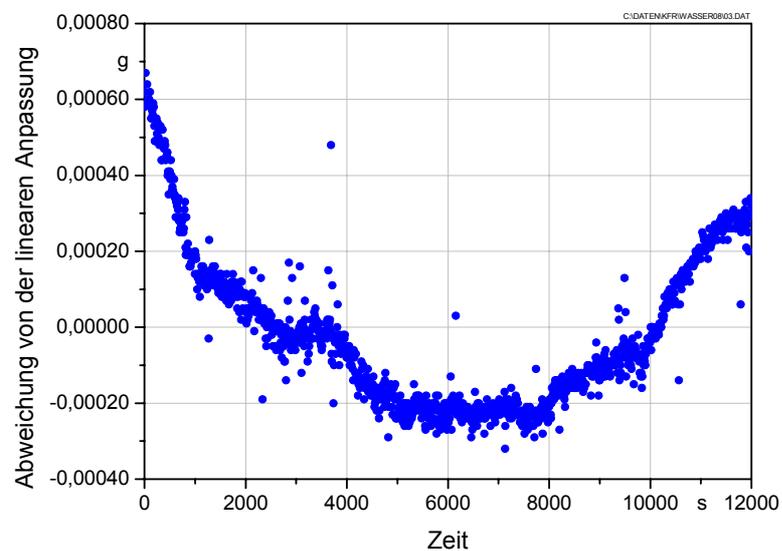
Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- Verdunstung



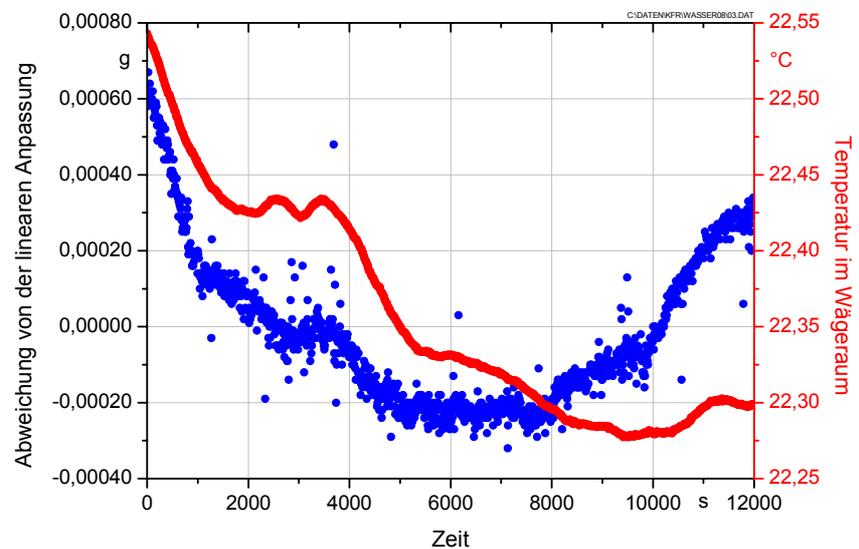
Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- Verdunstung



Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- Verdunstung



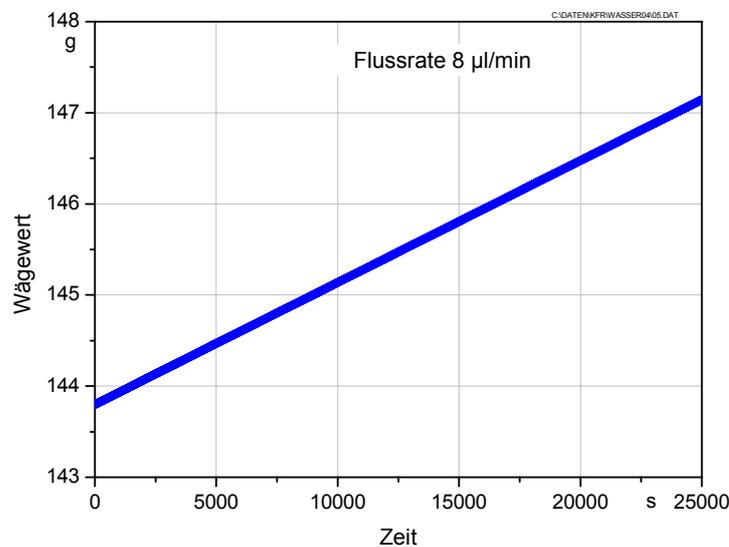
Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe
berechenbar
- Verdunstung
Verdunstungsrate minimieren (Raten von 10 nl/min sind erreichbar),
konstant halten
und
experimentell bestimmen

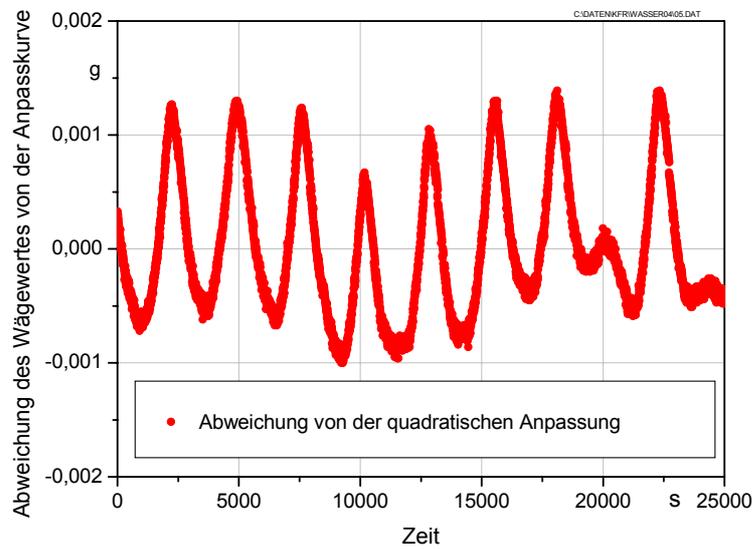
Weitere Effekte, die berücksichtigt werden müssen

- nicht konstante Fallhöhe
berechenbar
- Verdunstung
Verdunstungsrate minimieren (Raten von 10 nl/min sind erreichbar),
konstant halten
und
experimentell bestimmen
- Einfluss der Umgebung

Einfluss der Umgebung am Beispiel Klimaanlage

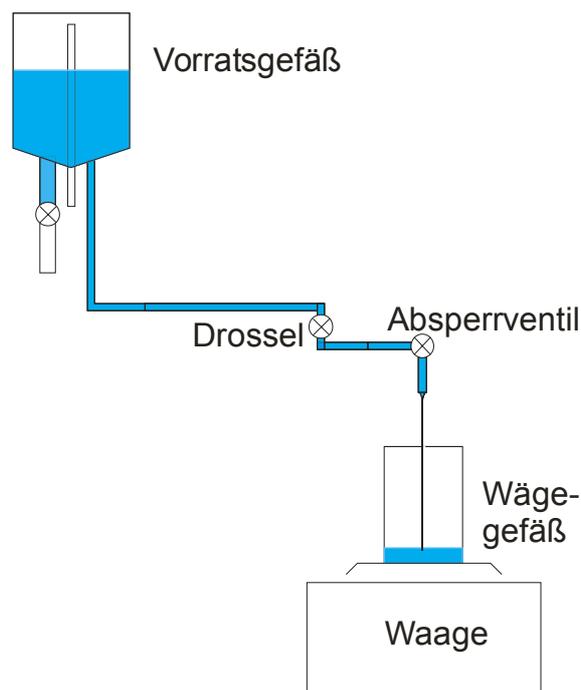


Einfluss der Umgebung am Beispiel Klimaanlage

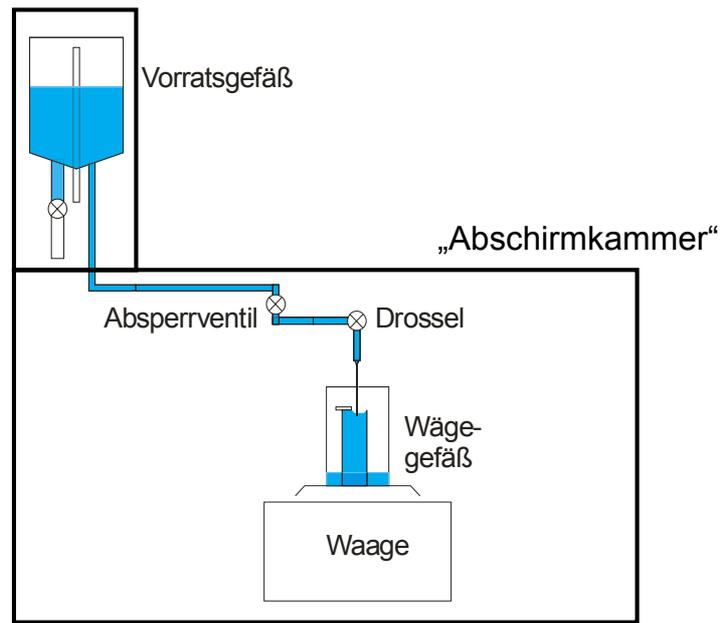


Gravimetrische Messung kleiner Flussraten

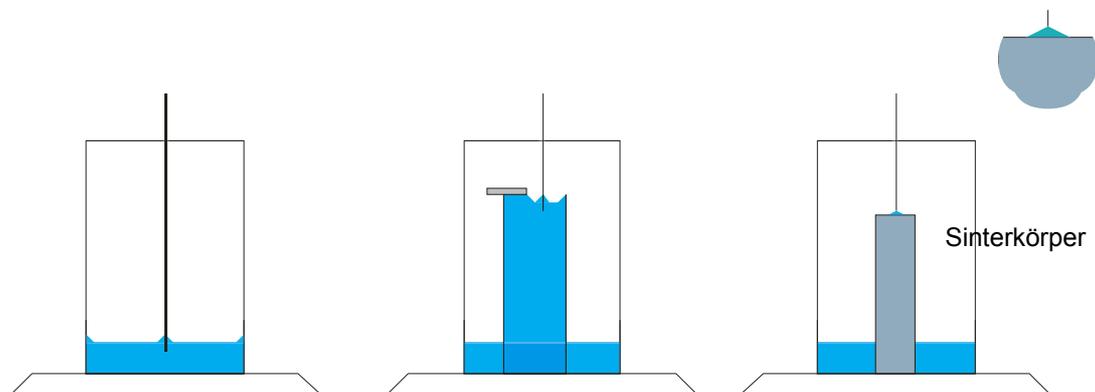
Schematischer Messaufbau



Schematischer Messaufbau



Meniskuseffekte verringern durch Modifizierung des Wägegefäßes



Fazit

- Ziel dieser Voruntersuchungen war es, mögliche Quellen für Messunsicherheiten aufzuzeigen.
- Zahlreiche solcher Quellen für Messunsicherheiten konnten erkannt werden
- Einige dieser Quellen lassen sich durch konstruktive Maßnahmen beseitigen oder verringern, andere können durch eine Erweiterung des mathematischen Modells erfasst werden.
- Aufgrund der Voruntersuchungen lässt sich abschätzen, dass die Gesamtmessunsicherheit der Apparatur im Bereich $\mu\text{l}/\text{min}$ etwa 0,1% oder weniger betragen wird.