

# Dichte

Die Dichte  $\rho$  ist der Quotient aus Masse  $m$  und Volumen  $V$  einer Substanz (Massendichte). Da die Dichte von der Temperatur abhängt, muss diese immer mit angegeben werden.

Die relative Dichte ist das Verhältnis der Dichte  $\rho$  einer Substanz zur Referenzdichte  $\rho_0$  einer Bezugssubstanz unter Bedingungen, die für beide Substanzen separat angegeben werden müssen.

$$\rho = \frac{m}{V} \text{ [kg/m}^3\text{] oder [g/cm}^3\text{]}$$

$$d = \frac{\rho}{\rho_0}$$

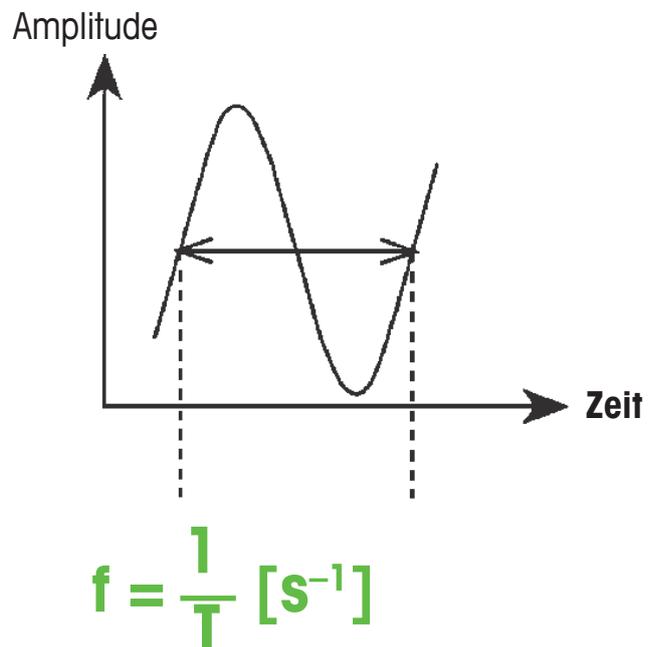
**Hinweis** Die Geräte DE40, DE45 und DE51 berechnen die relative Dichte: Als Bezugsdichte steht die Dichte von Wasser bei 4 °C ( $d_4^1$ ) oder bei Messtemperatur ( $d_t^t$ ) zur Verfügung. Zu diesem Zweck ist die Dichte von Reinstwasser in Abhängigkeit von der Temperatur in den Geräten gespeichert.



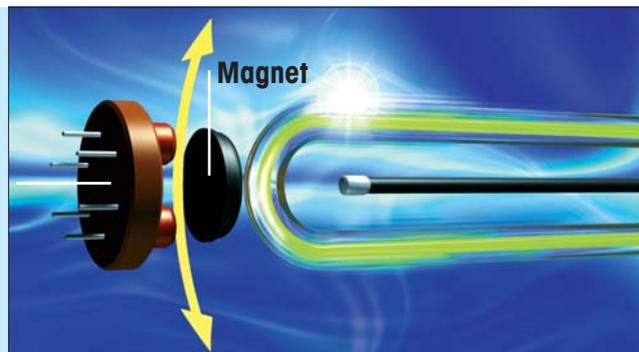
# Messprinzip

Die Dichtemessung in den METTLER TOLEDO Geräten DE40, DE45 und DE51 basiert auf der elektromagnetisch induzierten Schwingung eines U-förmigen Rohres aus Glas. Ein Magnet ist am U-förmigen Rohr befestigt und ein so genannter Transmitter induziert die Schwingung. Die Schwingungsperiode wird mit einem Sensor gemessen. Die vollständige Vor- und Rückbewegung einer Vibration wird Periode genannt, ihre Dauer ist die Schwingungsperiode T.

Die Anzahl Perioden pro Sekunde ist die Frequenz f. Jedes Glasrohr schwingt mit einer so genannten Eigenfrequenz. Diese ändert sich, wenn das Rohr mit einem Gas oder einer Flüssigkeit gefüllt wird. Die Frequenz ist eine Funktion der Masse. Nimmt die Masse zu, sinkt die Frequenz, d.h., die Schwingungsperiode T wird länger.



Schwingungsanreger/  
Schwingungsmesser



Messrohr mit definierter  
Volumenkapazität

Die Schwingungsperiode T erhält man aus der Gleichung

$$T = 2\pi \sqrt{\frac{\rho V_c + m_c}{K}}$$

$\rho$  = Dichte der Probe in der Messzelle [g/cm<sup>3</sup>]  
 $V_c$  = Volumen der Probe (Kapazität der Messzelle) [cm<sup>3</sup>]  
 $m_c$  = Masse der Messzelle [g]  
 $K$  = Messzellen-Konstante [g/s<sup>2</sup>]

Daraus folgt

$$\rho = \frac{K}{4\pi^2 V_c} T^2 - \frac{m_c}{V_c}$$

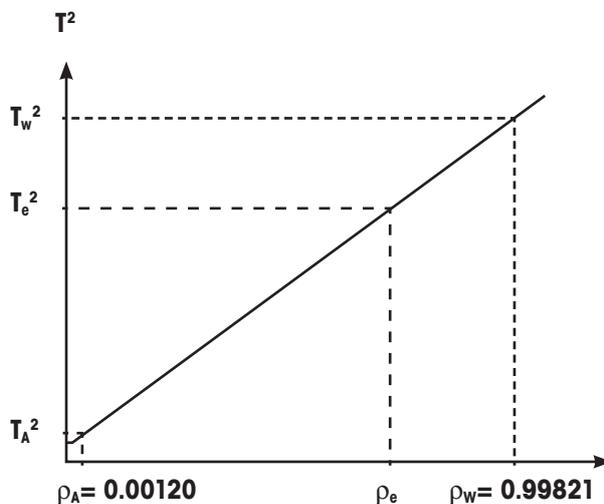
Die Dichte und die Schwingungsperiode  $T$  stehen wie folgt in Beziehung zueinander:

$$\rho = A T^2 + B$$

(siehe Darstellung)

A und B sind Konstanten, die von der Elastizität, Struktur und Masse der Messzelle abhängig sind. Da sie von Zelle zu Zelle variieren, müssen sie anhand einer Messung bestimmt werden. Wir sprechen von einer Faktorbestimmung oder Kalibrierung des Gerätes. Der Faktor der Messzelle wird berechnet, indem die Schwingungsperiode  $T$  von zwei Standardsubstanzen (üblicherweise Luft und Wasser) mit bekannter Dichte gemessen wird:

$$F = \frac{K}{4\pi^2 V_c} = \frac{\rho_A - \rho_W}{T_A^2 - T_W^2}$$



Digitale Instrumente zur Dichtebestimmung und rückführbare Dichtestandards gibt's ab Seite 400.



- $\rho_A$  = Dichte von Luft [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]
- $\rho_W$  = Dichte von Wasser [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]
- $T_A$  = Schwingungsperiode der Luftmessung [s]
- $T_W$  = Schwingungsperiode der Wassermessung [s]

Die unbekannte Dichte einer Substanz  $\rho_s$  wird nach der Faktorbestimmung durch die Messung ihrer Schwingungsperiode mit folgender Formel berechnet:

$$F (T_A^2 - T_S^2) = (\rho_A - \rho_S)$$

Aufgelöst für  $\rho_s$  ergibt:

$$\rho_S = \rho_A - F (T_A^2 - T_S^2)$$

**Achtung** Der Faktor ist temperaturabhängig. Mit der Temperatur ändert sich das Volumen der Messzelle und damit ihre Schwingungsperiode. Deshalb muss der Faktor der Zelle für die Temperatur, bei der Sie Ihre Proben messen, bestimmt werden.

Die hier beschriebene Schwingungsperiode  $T$  wird benötigt, um den Faktor der Messzelle und daraus die Dichte der unbekannt Probe zu berechnen. Diese Schwingungsperiode wird am Gerät jedoch nicht angezeigt. Die DE40/DE45/DE51-Dichtemessgeräte zeigen nur den so genannten  $T$ -Wert an, der direkt von der Schwingungsperiode  $T$  abhängt.

Der  $T$ -Wert ist also lediglich ein Hilfswert, welcher die größtmögliche Anzeigekapazität des Gerätes ausnützt und dazu nur ganze Zahlen ohne Nachkommastellen verwendet.

## Aufbau der Messzelle und Temperaturregelung

Für eine korrekte Bestimmung der Dichte muss eine sehr genaue Messung und Regelung der Temperatur gewährleistet sein.

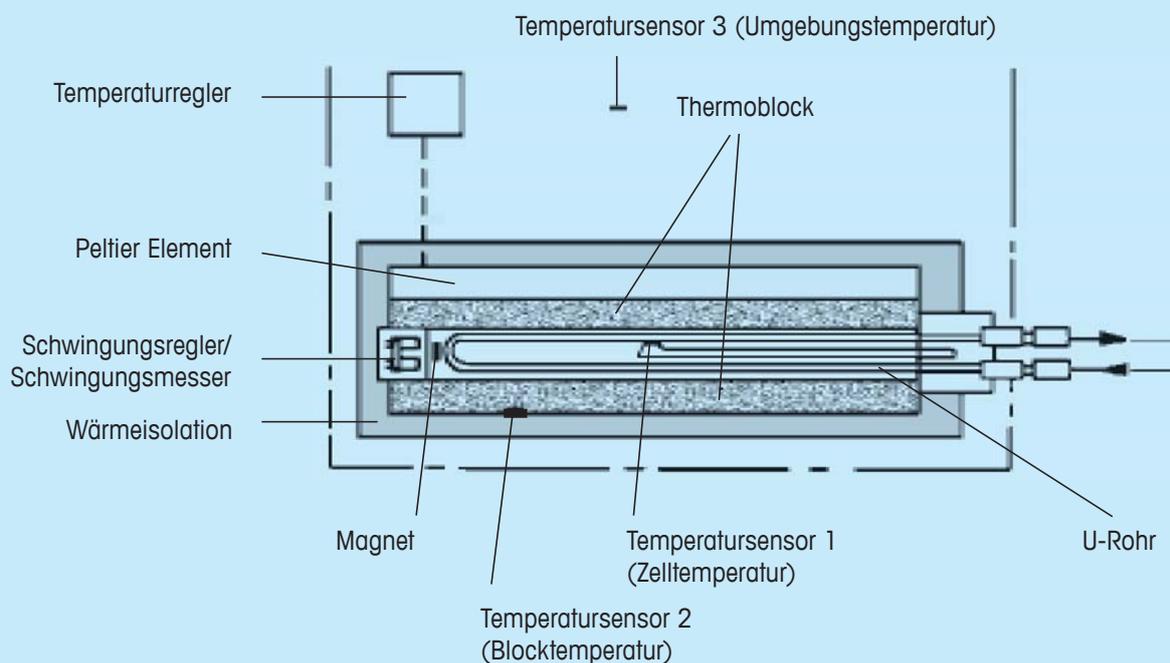
Da die Temperatur der Probe nicht direkt im U-förmigen Rohr gemessen werden kann, ohne die Messung der Schwingung zu verfälschen, wird das Problem anders gelöst. Die Temperatur wird an drei verschiedenen Stellen gemessen:

Temperatur 1: Sensor in der Messzelle, direkt über der Oberfläche des U-Rohrs. Diese Temperatur wird als Zustandsmeldung angezeigt (Zelltemperatur).

Temperatur 2: Temperatur des Thermoblocks (Blocktemperatur). Sie wird nicht angezeigt.

Temperatur 3: Referenztemperatur, gemessen im Inneren des Gerätes (Umgebungstemperatur). Sie wird nicht angezeigt.

**Diese drei Temperaturen werden dazu verwendet, das Thermo-Modul zu steuern (Peltier-Element), das den Thermoblock heizt oder kühlt.**

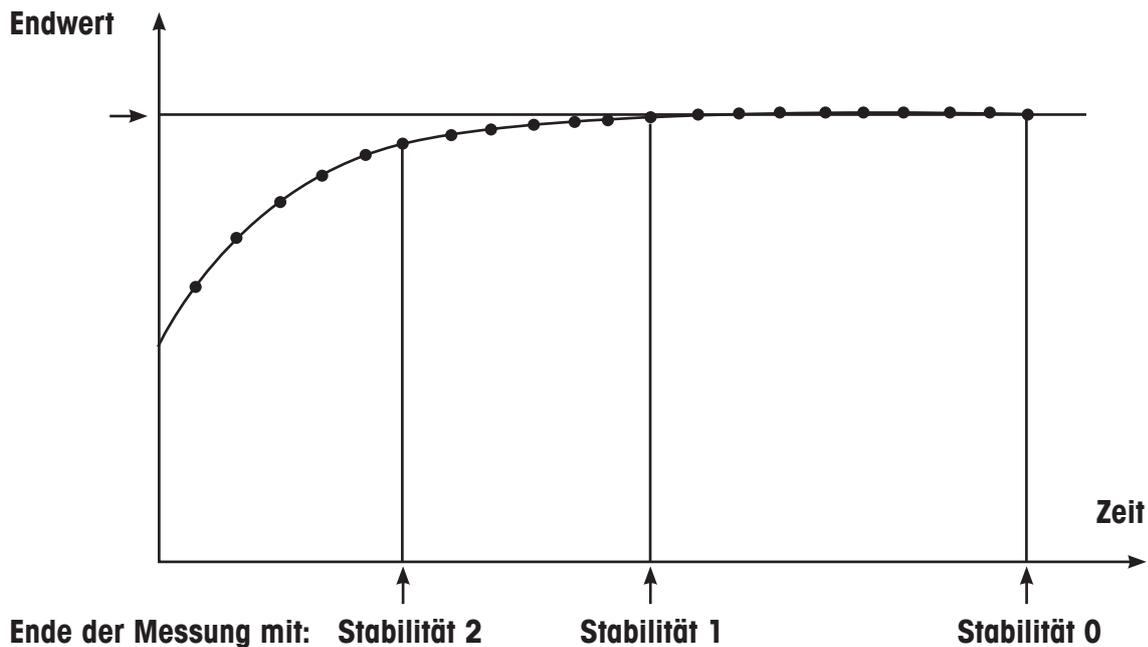


Während einer Messung muss die Temperatur der Probe reguliert werden (aufheizen oder abkühlen), um der gewählten Messtemperatur genau zu entsprechen. Die Dichte der Probe ändert sich während des Aufheizens oder Abkühlens (die Dichte ist temperaturabhängig!). Genauso verhält es sich mit der Resonanzfrequenz des U-Rohres. Die Probentemperatur entspricht genau der gewählten Temperatur (und damit der Zelltemperatur, Sensor 1), sobald sich die Schwingungsfrequenz stabilisiert. Es dauert allerdings eine gewisse Zeit, bis dieses thermische Gleichgewicht erreicht ist. Um diese Zeit bis zum thermischen Gleichgewicht zu verkürzen, erlauben die DE40-, DE45- und DE51-Geräte, so genannte Stabilitätskriterien auszuwählen. Mit dieser Funktion kann die benötigte Zeit für eine Messung verkürzt werden, ohne allzu viel an Genauigkeit zu verlieren:

**Stabilität 0:** Die Stabilität des Signals (T-Wert) wird abgewartet:  $\Delta T_{\text{val}} \leq 4$  während 77 Sek. bei den DE45/DE51-, und  $\Delta T_{\text{val}} \leq 1$  während 49 Sek. beim DE40. Die Dichte wird mit einer Genauigkeit von  $\pm 1 \cdot 10^{-5}$  (DE40:  $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ ) gemessen.

**Stabilität 1:** Der endgültige T-Wert wird mit einem patentierten Algorithmus aus dem Verlauf der Steigung ( $\Delta T_{\text{val}}/\Delta \text{temp.}$ ) extrapoliert. Daraus wird die Dichte berechnet. Dadurch wird die Messzeit um etwa die Hälfte reduziert, wobei das Ergebnis (d.h. die Dichte) meist gleich ist wie mit Stabilität 0 erhaltene Messwerte.

**Stabilität 2:** Der endgültige T-Wert wird mit einem patentierten Algorithmus aus dem Verlauf der Steigung ( $\Delta T_{\text{val}}/\Delta \text{temp.}$ ) extrapoliert, wobei eine etwas höhere Unsicherheit in Kauf genommen wird. Daraus wird die Dichte berechnet. Dadurch wird die Messzeit nochmals um etwa die Hälfte reduziert, wobei die Resultate um  $\pm 1$  oder 2 auf der letzten Nachkommastelle vom wahren Wert (gemessen mit Stabilität 0) abweichen können.

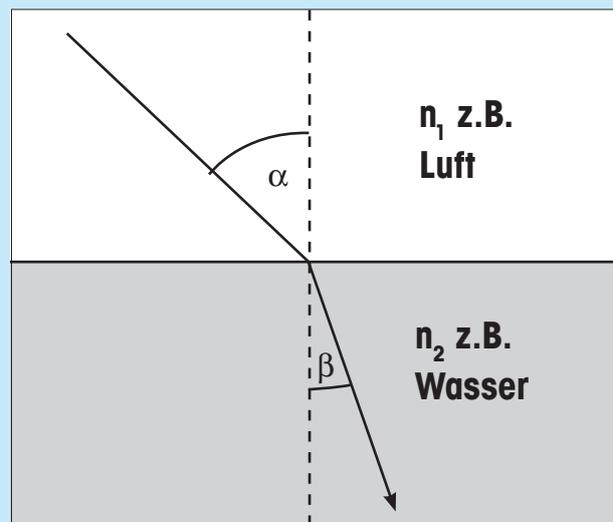


# Brechzahl

Die Brechzahl  $n$  (früher auch Brechungsindex genannt) einer Substanz ist das Verhältnis der Geschwindigkeit eines Lichtstrahls im Vakuum zu seiner Geschwindigkeit in der Substanz (dimensionslos).

Trifft ein Lichtstrahl in einem bestimmten Winkel aus einem optisch weniger dichten in ein optisch dichteres Medium (z.B. von Luft in Wasser), ändert er seine Richtung; bei senkrechtem Eintritt findet keine Richtungsänderung statt. Nach dem Gesetz von Snellius ist das Verhältnis der Brechzahlen beider Medien proportional zum Verhältnis von Brechungs- und Einfallswinkel des Lichtstrahls:

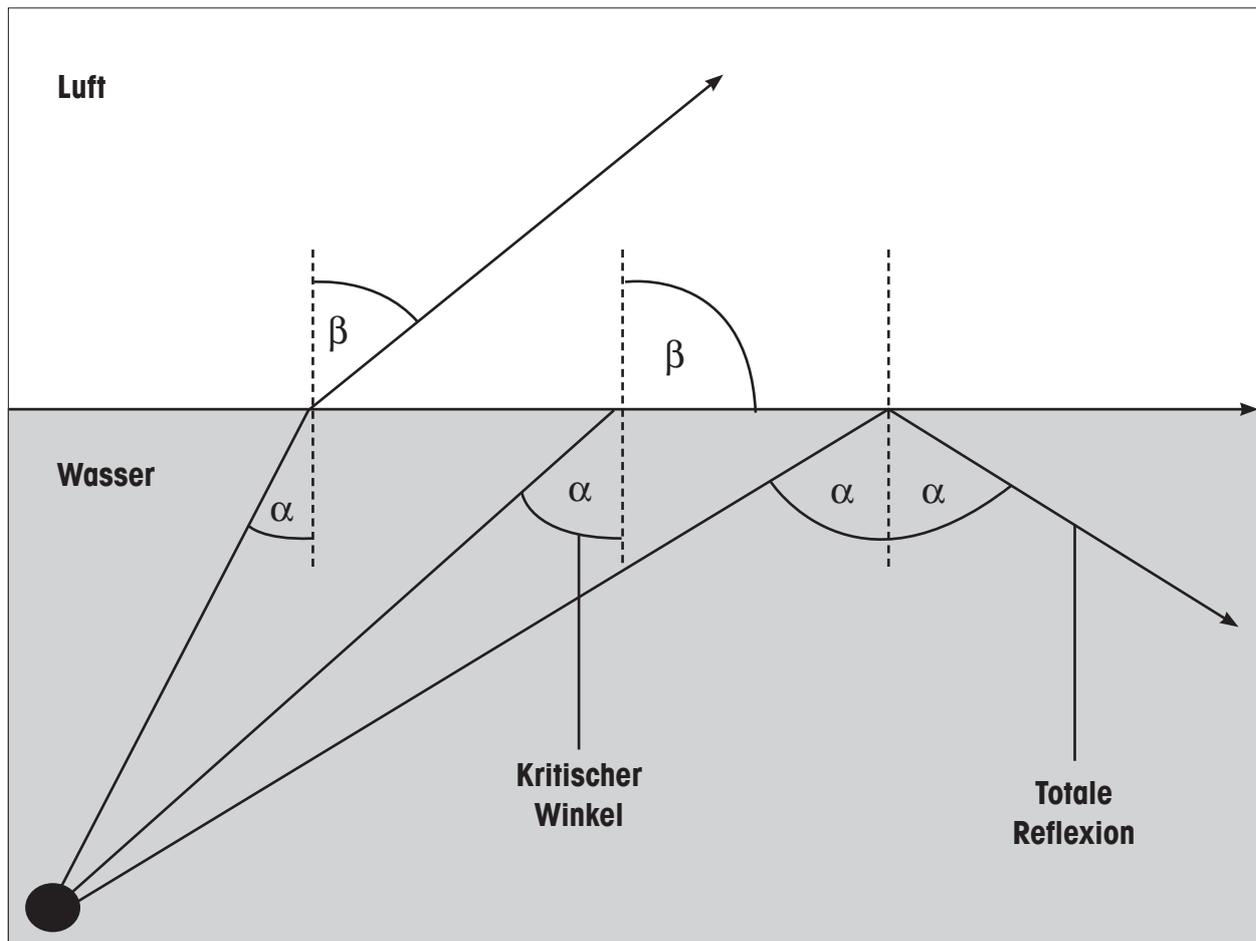
$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{\sin \beta}{\sin \alpha}$$



Digitale Instrumente zur Bestimmung des Brechungsindex gibt's ab Seite 400.

# Nachschlag

Dichte  
Refraktometer



Wenn ein Lichtstrahl aus einem optisch dichteren in ein optisch weniger dichtes Medium tritt, ändert er ebenfalls seine Richtung. Wird der Einfallswinkel  $\alpha$  vergrößert, so erreicht er einen Grenzwert, bei dem der Lichtstrahl nicht mehr in das optisch weniger dichte Medium übertritt (Brechungswinkel  $\beta = 90^\circ$ ). Beim Überschreiten dieses «Grenzwinkels» tritt Totalreflexion ein. Aus dem Grenzwinkel  $\alpha$  wird die Brechzahl berechnet:

$$\beta = 90^\circ \rightarrow \sin \beta = 1$$

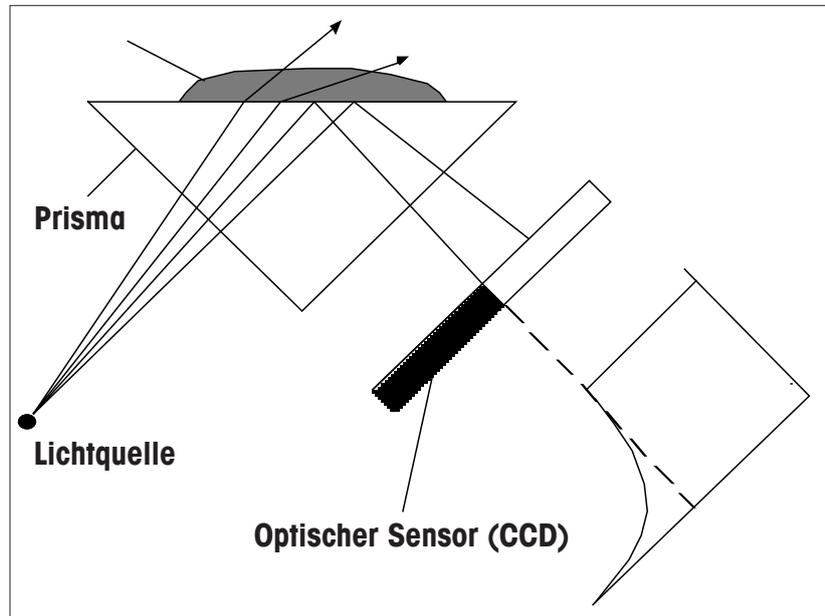
Da die Brechung von der Wellenlänge des einfallenden Lichts abhängt, wird die Brechzahl  $n$  standardmäßig bei der D-Linie von Natrium (Wellenlänge 589.3 nm) gemessen und mit  $n_D$  bezeichnet.

Die Brechzahl hängt nicht nur von der Wellenlänge des Lichts, sondern auch von der Temperatur der gemessenen Probe ab. Die Standardtemperatur ist  $20^\circ\text{C}$ . Wenn bei einer anderen Temperatur, z.B. bei  $25^\circ\text{C}$  gemessen wird, muss diese angegeben werden:  $n_D^{25}$ .

# Messprinzip

Das Licht, das von der Lichtquelle ausgestrahlt wird, dringt durch das Prisma und trifft auf die Probe. Dabei wird es teilweise gebrochen (Einfallswinkel  $<$  Grenzwinkel) und teilweise reflektiert (Einfallswinkel  $>$  Grenzwinkel).

Das reflektierte Licht wird mithilfe eines optischen Sensors (CCD) erfasst. Die Grenze zwischen dunklem und hellem Bereich ergibt den Grenzwinkel, der zur Berechnung der Brechzahl benötigt wird.



# Aufbau der Messzelle

Als Lichtquelle dient eine Leuchtdiode (LED), deren Strahl einen Polarisationsfilter, einen Interferenzfilter (589.3 nm) und verschiedene Linsen durchquert, bevor er durch das Saphirprisma auf die Probe trifft. Das reflektierte Licht

(Einfallswinkel  $>$  Grenzwinkel) wird über eine Linse zum optischen Sensor geleitet, der den Grenzwinkel erfasst. Die Temperatur im Grenzbereich Prisma/Probe wird mit einem eingebauten Sensor erfasst.

