

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 50788/2019
(22) Anmeldetag: 10.09.2019
(43) Veröffentlicht am: 15.03.2021

(51) Int. Cl.: **G01N 9/00** (2006.01)
G01N 9/36 (2006.01)
G01F 1/20 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
WO 2007149838 A2
AT 516281 A4
EP 3006916 A1

(71) Patentanmelder:
eralytics GmbH
1210 Wien (AT)

(72) Erfinder:
Christensson Niklas
1220 Wien (AT)

(74) Vertreter:
Schwarz & Partner Patentanwälte OG
1010 Wien (AT)

(54) **VERFAHREN ZUM ERMITTELN EINES DURCH EINEN FÜLLFEHLER BEDINGTEN MESSFEHLERS**

(57) Bei einem Verfahren zum Ermitteln eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, bedingten Messfehlers (ρ_{fehler}) bei der Dichtemessung einer Flüssigkeit mit einem Dichtemessgerät (1), welches einen die zu messende Flüssigkeit beinhaltenden Biegeschwinger (2) aufweist, wobei in einem Messvorgang eine Periodendauer einer durch eine Anregeeinheit (3) angeregten Schwingung des Biegeschwingers (2) mit einer Messeinrichtung (4) gemessen und daraus die Dichte ($\rho_{Flüssigkeit}$) der Flüssigkeit mit einer Auswerteeinheit (5) ermittelt wird weist das Verfahren die folgenden weiteren Schritte auf:

Ermittlung einer ersten druckabhängigen Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei einem ersten Messvorgang über ein Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei einem zweiten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem zweiten Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ_{fehler});

Ermittlung des Messfehlers (ρ) aus der Gleichung

$$\Delta\rho(P) = (P - P_0) \cdot \left(\frac{\rho_{fehler}}{P} + \frac{\rho_{Flüssigkeit}}{E} \right)$$

, wobei zur Lösung der Gleichung entweder eine von der gemessenen Flüssigkeit abhängige Kompressibilität (E) ausgewählt oder zumindest eine weitere Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der

bei dem ersten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit dem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei zumindest einem weiteren Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit zumindest einem weiteren Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ) ermittelt wird.

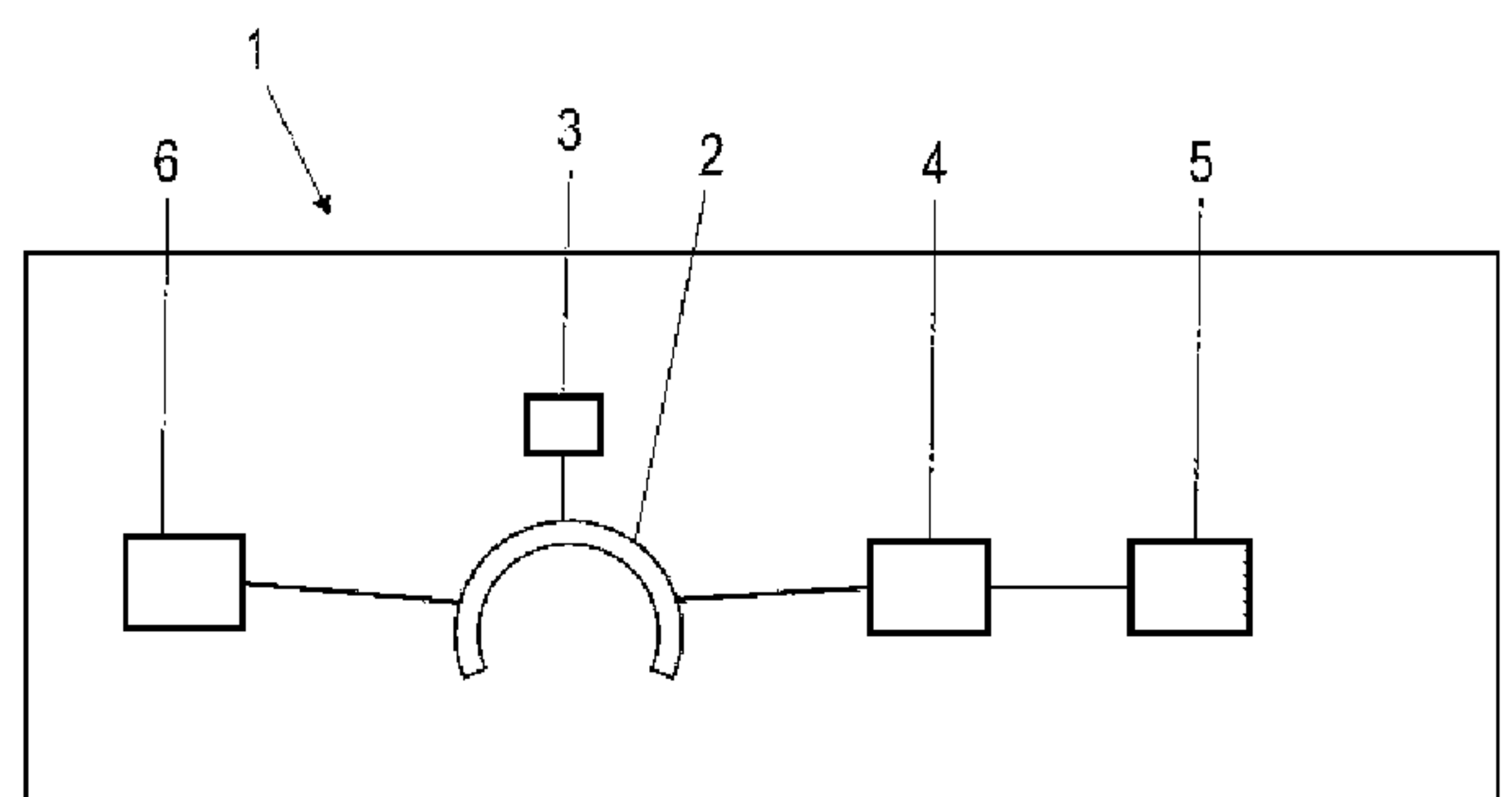


Fig. 1

Zusammenfassung:

Bei einem Verfahren zum Ermitteln eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, bedingten Messfehlers (ρ_{fehler}) bei der Dichtemessung einer Flüssigkeit mit einem Dichtemessgerät (1), welches einen die zu messende Flüssigkeit beinhaltenden Biegeschwinger (2) aufweist, wobei in einem Messvorgang eine Periodendauer einer durch eine Anregeeinheit (3) angeregten Schwingung des Biegeschwingers (2) mit einer Messeinrichtung (4) gemessen und daraus die Dichte (ρ) der Flüssigkeit mit einer Auswerteeinheit (5) ermittelt wird weist das Verfahren die folgenden weiteren Schritte auf:

Ermittlung einer ersten druckabhängigen Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei einem ersten Messvorgang über ein Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei einem zweiten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem zweiten Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ);

Ermittlung des Messfehlers (ρ) aus der Gleichung

$$\Delta\rho(P) = (P - P_0) \cdot \left(\frac{\rho_{fehler}}{P} + \frac{1}{E} \right)$$

, wobei zur Lösung der Gleichung entweder eine von der gemessenen Flüssigkeit abhängige Kompressibilität (E) ausgewählt oder zumindest eine weitere Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei dem ersten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit dem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei zumindest einem weiteren Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit zumindest einem weiteren Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ) ermittelt wird.

(Figur 1)

25344-AT

VERFAHREN ZUM ERMITTELN EINES DURCH EINEN FÜLLFEHLER BEDINGTEN MESSFEHLERS

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Ermitteln eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, insbesondere Luftblasen, bedingten Messfehlers bei der Dichtemessung einer Flüssigkeit mit einem Dichtemessgerät, welches einen die zu messende Flüssigkeit beinhaltenden Biegeschwinger aufweist, wobei in einem Messvorgang eine Periodendauer einer durch eine Anregeeinheit angeregten Schwingung des Biegeschwingers mit einer Messeinrichtung gemessen und daraus die Dichte der Flüssigkeit mit einer Auswerteeinheit ermittelt wird.

Die Dichtebestimmung von Flüssigkeiten unter Verwendung eines Biegeschwingers ist eine seit langem bekannte und weitverbreitete Methode zur Messung der Dichte von Flüssigkeiten. Hierbei wird ein Biegeschwinger, der beispielsweise als U-förmiges Rohr ausgeführt sein kann, mit der zu messenden Flüssigkeit gefüllt, und beispielsweise piezoelektrisch oder magnetisch mit einer Eigenfrequenz des Biegeschwingers zu einer Eigenschwingung angeregt. Durch die im Biegeschwinger enthaltene Flüssigkeit ändert sich im Vergleich zum leeren Biegeschwinger die Masse und somit in weiterer Folge die Eigenfrequenz des Biegeschwingers. In weiterer Folge kann durch die Messung der Eigenfrequenz des die Flüssigkeit beinhaltenden Biegeschwingers, beispielsweise mit einem Frequenzzähler, auf die Dichte der Flüssigkeit geschlossen werden, wobei die Dichte der Flüssigkeit indirekt proportional zum Quadrat der gemessenen Frequenz ist.

Bei einer derartigen Dichtemessung können Füllfehler, beispielsweise in der Flüssigkeit vorhandene Gasblasen und insbesondere Luftblasen, zur Verfälschung der Messresultate führen. Dies ist vor allem deswegen nachteilig, da Dichtemessungen, insbesondere bei hohen Anforderungen an die Messgenauigkeit, viel Messzeit in Anspruch nehmen können und jede fehlerbehaftete Messung bei einer langen Messdauer entsprechend hohe zusätzliche Kosten verursacht. Die lange Messzeit ist insbesondere dadurch notwendig, da die zu messende Flüssigkeit in dem Biegeschwinger auf eine Zieltemperatur aufgeheizt oder abgekühlt werden muss, um wiederholbare Messbedingungen zu erlangen.

Um derartige Gasblasen in der Flüssigkeit zu erkennen und dadurch fehlerbehaftete Messungen zu vermeiden, sind mehrere Arten der Gasblasenerkennung bekannt.

Eine Möglichkeit der Füllfehlererkennung besteht darin, dass eine optische Untersuchung des Biegeschwingers während der Dichtemessung durchgeführt wird, wobei der Biegeschwinger von oben fotografiert und mit einem Referenzfoto pixelweise verglichen wird. Dieses Verfahren ist nur für transparente Flüssigkeiten und Biegeschwinger und nicht für intransparente Flüssigkeiten wie Rohöl oder Fruchtsäfte geeignet. Generell sind optische Untersuchungsverfahren zur Blasendetektion im Biegeschwinger nur bedingt geeignet, da zumindest Abschnitte des Biegeschwingers, beispielsweise durch eine Beschichtung mit Gold oder einem anderen Metall, intransparent sein können. Darüber hinaus stellt auch die Biegung des Biegeschwingers eine weitere Hürde für die optische Untersuchung dar. Eine Möglichkeit der Füllfehlererkennung für intransparente Flüssigkeiten und Biegeschwinger besteht in der Durchführung von Wiederholungsmessungen, wobei zu diesem Zweck der Biegeschwinger mehrmals mit der zu messenden Flüssigkeit gefüllt wird, die Wiederholbarkeit der Dichtemessung überprüft wird und bei einem entsprechend niedrigen Grad der Wiederholbarkeit ein Vorhandensein von Gasblasen in der Flüssigkeit angenommen wird. Auch diese Methode weist mehrere Nachteile auf, da neben der aufwändigen, für die Methode notwendige Wiederbefüllung des Biegeschwingers auch die notwendige Messdauer zumindest verdoppelt wird.

Ein weiteres Verfahren zur qualitativen Erkennung von Gasblasen in Flüssigkeiten ist aus dem Dokument AT 505937 A4 bekannt. Das offenbarte Verfahren bestimmt die Dichte einer Flüssigkeit durch Messungen der Frequenzen einer Grund- und Obertonschwingung sowie die Messung eines Schwingungsdämpfungswertes, um ein Vorhandensein von Gasblasen in der Flüssigkeit zu erkennen. In dem Verfahren wird anhand einer blasen- und inhomogenitätenfreien Probe die funktionale Abhängigkeit der Frequenzdifferenzen von den Schwingungsdämpfungsdifferenzen ermittelt und auf Basis dieser Funktion sowie eines die Funktion einhüllenden vorgegebenen Toleranzbereiches entschieden, ob ein gemessener Dichtewert einen validen Messwert darstellt oder ob die Messung durch die Anwesenheit einer Luftblase verfälscht und der Messwert somit nicht valide ist. Der Nachteil dieses Verfahrens besteht darin, dass kleine, homogen in der Flüssigkeit verteilte Bläschen in einer hochviskosen Probe nur sehr schlecht detektiert werden können, da die Probe in diesem Fall in beiden Schwingungsmoden als ein homogener Stoff erscheint.

Sämtliche bisher erwähnten Verfahren können lediglich eine qualitative Erkennung von Gasblasen in der Flüssigkeit durchführen, d.h. es kann lediglich eine Aussage darüber gemacht werden, ob mit einer gewissen vorgegebenen Wahrscheinlichkeit Gasblasen in der Flüssigkeit anwesend sind oder nicht. Keines der Verfahren kann eine quantitative Aussage über die Größe des aus der Anwesenheit der Gasblasen resultierenden Messfehlers treffen, wodurch es auch bisher nicht möglich war anzugeben, mit welchem Messfehler eine als valide geltende Dichtemessung behaftet ist.

Die Aufgabe der Erfindung besteht daher darin, ein Verfahren bereitzustellen, das die Nachteile des Stands der Technik vermeidet.

Diese Aufgabe wird durch Bereitstellen eines Verfahrens zum Ermitteln eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, bedingten Messfehlers mit den Merkmalen von Anspruch 1 gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist durch die folgenden Schritte gekennzeichnet:
Ermittlung einer ersten druckabhängigen Dichtedifferenz $\Delta\rho(P)$ durch Subtraktion der bei einem ersten Messvorgang über ein Druckbeaufschlagungsmittel mit einem ersten Druck P_0 beaufschlagten Flüssigkeit und der bei einem zweiten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel mit einem zweiten Druck P beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte ρ ; Ermittlung des Messfehlers ρ_{fehler} aus der Gleichung

$$\Delta\rho(P) = (P - P_0) \cdot \left(\frac{\rho_{fehler}}{P} + \frac{1}{E} \right)$$

, wobei zur Lösung der Gleichung entweder eine von der gemessenen Flüssigkeit abhängige Kompressibilität E ausgewählt oder zumindest eine weitere Dichtedifferenz $\Delta\rho(P)$ durch Subtraktion der bei dem ersten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel mit dem ersten Druck P_0 beaufschlagten Flüssigkeit und der bei zumindest einem weiteren Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel mit zumindest einem weiteren Druck P beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte ρ ermittelt wird.

Hierdurch ist der Vorteil erhalten, dass im Gegensatz zu bisherigen Verfahren zur Detektion von Gasblasen bei der Dichtemessung von Flüssigkeiten keine qualitative Füllfehlererkennung, die keinerlei Aufschluss über die Größe und Menge der Gasblasen sowie den Einfluß des Füllfehlers auf die Ergebnisse der Dichtemessung gibt, sondern eine quantitative Füllfehlererkennung durchgeführt wird, welche auf dem aus dem Füllfehler resultierenden Messfehler ρ_{fehler} basiert.

Des Weiteren kann der Einfluss des Messfehlers ρ_{fehler} auf die Messung in vorteilhafter Art und Weise berücksichtigt werden, und zwar unabhängig davon, ob bei der Messung ein Füllfehler vorliegt oder nicht.

Das zugrundeliegende mathematische Modell für die Berechnung des Messfehlers ρ_{fehler} beschreibt eine komprimierbare Flüssigkeit, welche in ihrem Inneren oder an ihrer Oberfläche eine Blase oder mehrere Blasen eines idealen Gases aufweist. Die Messfehlerermittlung kann sowohl grob als auch fein erfolgen. Die grobe Messfehlerermittlung zur Abschätzung des Messfehlers ρ_{fehler} wird dabei unter Annahme einer für die zu messende Flüssigkeit als bekannt vorausgesetzten Kompressibilität E aus der

Dichtemessung bei dem ersten Druck P_0 sowie nur einem weiteren Druck P durchgeführt. Hierbei wird vorausgesetzt, dass die Kompressibilität E der zu messenden Flüssigkeit bekannt ist. Die feine Messfehlerermittlung erfolgt aus der Dichtemessung bei dem ersten Druck P_0 , dem zweiten Druck P und zumindest einem weiteren Druck P , wobei die Kompressibilität E in diesem Fall beim Lösen des Gleichungssystems substituiert wird und deshalb nicht bestimmt werden muss. Somit kann die feine Messfehlerermittlung auch bei Flüssigkeiten, deren Kompressibilität E unbekannt ist, durchgeführt werden.

Insbesondere kann in einem ersten Schritt eine erste, grobe Messung eine Abschätzung des Messfehlers ρ_{fehler} liefern und in weitere Folge in einem zweiten Schritt der exakte Wert des Messfehlers ρ_{fehler} durch Messung bei zumindest zwei weiteren Drücken P ermittelt werden, wobei mit steigender Anzahl von Dichtemessungen die Genauigkeit der Messfehlerermittlung weiter zunimmt, wobei die für die Messfehlerbestimmung erforderliche Messzeit mit steigender Anzahl von Dichtemessungen ebenfalls zunimmt. Eine Messfehlerbestimmung mit insgesamt drei Druckmessungen hat sich in diesem Zusammenhang als guter Kompromiss zwischen guter Messgenauigkeit und praktikabler Messdauer erwiesen.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens wird der Füllfehler detektiert, wenn ein vorab festgelegter Grenzwert des Messfehlers ρ_{fehler} durch den ermittelten Messfehler ρ_{fehler} überschritten wird. Somit kann vorteilhafterweise nach dem Durchführen einer groben Messfehlerermittlung bei Überschreiten des Grenzwertes des Messfehlers ρ_{fehler} die Messung abgebrochen werden und von einer weiteren feinen Messfehlerermittlung abgesehen werden, wodurch effektiv Messzeit eingespart wird. Des Weiteren kann vorteilhafterweise vom Benutzer durch Festlegen eines individuellen Grenzwertes ein für ihn akzeptabler Messfehler ρ_{fehler} definiert werden.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens zum Ermitteln eines Messfehlers wird die Ermittlung des Messfehlers während der Anpassung einer Messtemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger an eine für die Durchführung der Messung festgelegten Zieltemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger durchgeführt. Hierdurch ist der Vorteil erhalten, dass die Messfehlerermittlung keine zusätzliche Messzeit bei der Dichtemessung der Flüssigkeit erfordert, da sie während der ohnehin vorzunehmenden Temperierung der zu messenden Flüssigkeit durchgeführt wird. Besonders vorteilhaft ist es, wenn die Temperatur oder die Temperaturen der Flüssigkeit bei der Ermittlung des Messfehlers während der Anpassung der Messtemperatur gespeichert werden, dann kann der Einfluss der Temperatur auf die Dichte anhand von

Dichtekennwerten bei unterschiedlichen Temperaturen der Flüssigkeit mit berücksichtigt und so die Genauigkeit verbessert werden.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform des Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers sieht vor, dass die Zieltemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger zwischen 10°C und 90°C, bevorzugt zwischen 14°C und 20°C, insbesondere bevorzugt zwischen 15°C und 16°C, beträgt.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens zum Ermitteln eines Messfehlers wird vor jeder Dichtemessung eine Referenzdruckdichtemessung bei einem Referenzdruck, insbesondere bei Umgebungsdruck, durchgeführt und ein Maß für die Schwankung der bei dem Referenzdruck ermittelten Referenzdruckdichte ermittelt, wobei bei Überschreiten eines Grenzwertes der Schwankung die Messung abgebrochen wird und die ermittelten Dichten verworfen werden.

Somit ist der Vorteil erhalten, dass festgestellt wird, ob während der Messfehlerbestimmung Dichteschwankungen auftreten, welche sich in der Reproduzierbarkeit der Dichtemessung bei dem Referenzwert widerspiegeln. Solche Dichteschwankungen können beispielsweise durch Variation eines Umgebungsparameters der Messung, insbesondere durch Temperaturänderungen während der Temperierung der zu messenden Flüssigkeit, verursacht werden. Ist die Schwankung der Messwerte größer als durch ein Maß für die Schwankung vorab festgelegt, erfolgt somit ein vorzeitiger Abbruch der Messung, was wiederum zu einem Einsparen von Messzeit führt.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform des Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers sieht vor, dass der zur Ermittlung des Messfehlers herangezogenen Druck zwischen 100 kPa und 200 kPa, bevorzugt zwischen 101 kPa und 150 kPa, beträgt.

Somit wird die Messfehlerermittlung bevorzugt in einem Druckbereich, der zwischen dem einfachen und eineinhalbfachen Atmosphärendruck auf Meeresniveau liegt, durchgeführt, was für die meisten zu messenden Flüssigkeiten optimale Resultate hervorbringt.

Die vorliegende Erfindung wird nun anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die Figuren näher erläutert.

Figur 1 zeigt eine schematische Darstellung der wesentlichen Komponenten eines Dichtemessgerätes gemäß Anspruch 1 zur Ermittlung eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, bedingten Messfehlers.

Figur 2 zeigt ein Diagramm, in welchem der zeitliche Verlauf der Dichtemessungen von vier Proben einer ersten intransparenten Flüssigkeit, welche mit acht unterschiedlichen Drücken beaufschlagt wurden, dargestellt ist.

Figur 3a zeigt ein Diagramm der aus der Messung der ersten Flüssigkeit ermittelten Dichtedifferenzen in Abhängigkeit von dem beaufschlagten Druck.

Figur 3b zeigt den aus den Dichtedifferenzen ermittelte Messfehler ρ_{fehler} für alle Messreihen gemäß Figur 3a in einer Tabelle.

Figur 4a zeigt ein Diagramm der aus der Messung einer zweiten, transparenten Flüssigkeit ermittelten Dichtedifferenzen in Abhängigkeit von dem beaufschlagten Druck.

Figur 4b zeigt den aus den Dichtedifferenzen ermittelten Messfehler ρ_{fehler} für alle Messreihen gemäß Figur 4a in einer Tabelle.

In Figur 1 sind die Komponenten eines Dichtemessgerätes 1 dargestellt. Das Dichtemessgerät 1 umfasst einen Biegeschwinger 2, welcher mit der zu messenden Flüssigkeit gefüllt werden kann und mit einer Anregeeinheit 3 verbunden ist, welche dazu geeignet ist den Biegeschwinger 2 zu Eigenschwingungen anzuregen. Der Biegeschwinger 2 ist des Weiteren mit einer Messeinrichtung 4 verbunden, welche dazu geeignet ist die Eigenfrequenzen des Biegeschwingers 2 zu ermitteln. Der Biegeschwinger 2 ist des Weiteren mit einem Druckbeaufschlagungsmittel 6 verbunden, durch welches die Flüssigkeit im Biegeschwinger 2 mit einem Druck beaufschlagt werden kann. Die Messeinrichtung 4 ist mit einer Auswerteeinheit 5 verbunden, welche dazu geeignet ist die gemessenen Frequenzen in entsprechende Dichtewerte der Flüssigkeit umzuwandeln.

In Figur 2 sind in einem Diagramm 7, als Beispiel für die Messung einer intransparenten Flüssigkeit, Messreihen der Dichte ρ für vier Proben eines Schmieröls dargestellt, welche einen unterschiedlich großen Füllfehler in Form von unterschiedlich großen Gasblasen variabler Anzahl aufweisen und mit verschiedenen Drücken beaufschlagt werden.

Eine Messreihe 8 weist keine beobachtbaren Gasblasen auf und ist daher de facto als füllfehlerfrei zu betrachten. Eine Messreihe 9 weist einen kleinen Füllfehler in Form einiger kleiner Gasblasen auf, eine Messreihe 10 einen größeren Füllfehler als Messreihe 9 und eine Messreihe 11 weist den größten Füllfehler in Form einiger großer Gasblasen auf.

In der gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens durchgeführten Messung wird jede Probe nun vor der Dichtemessung mit acht verschiedenen Drücken P beaufschlagt, wobei der größte Druck P zuerst beaufschlagt wird, die nachfolgenden Drücke P sukzessive reduziert werden und der kleinste Druck P zuletzt beaufschlagt wird. Des Weiteren wird vor jeder Dichtemessung bei einem beaufschlagten Druck eine Referenzdruckdichtemessung 12 bei einem Referenzdruck, welcher bei der in Figur 2 dargestellten Messung bei

Atmosphärendruck festgelegt wurde, durchgeführt. Wie für eine kompressible Flüssigkeit zu erwarten ist, weist die Messung bei dem größten Druck den höchsten Dichtewert und die Messung bei Atmosphärendruck den kleinsten Dichtewert auf. Darüber hinaus ist Figur 2 zu entnehmen, dass die Schwankung der Referenzdruckdichtemessungen 12 für alle Messreihen 8 bis 11 sehr niedrig ist, wie aus der guten Reproduzierbarkeit der Referenzdruckdichtemessungen 12 ersichtlich ist.

In einer Figur 3a ist in einem Diagramm 13 der Verlauf der druckabhängigen Dichtedifferenzen $\Delta\rho(P)$ für die vier Proben des Schmieröls aus Figur 2, welche aus den Referenzdruckdichtemessungen und den druckbeaufschlagten Dichtemessungen des Schmieröls ermittelt wurden, in Abhängigkeit von dem beaufschlagten Druck abgebildet. Aus den durch Kurvenanpassung der jeweiligen Messpunkte gemäß der oben genannten Gleichung ermittelten Kurven erkennt man, dass eine Kurve 14, welche aus den Messwerten der quasi blasenfreien Messreihe 8 generiert wurde, die geringste Steigung und somit die geringste druckabhängige Dichteänderung $\Delta\rho(P)$ aufweist. Eine Kurve 17 hingegen, welche aus den Messwerten der Messreihe 11 mit dem stärksten Füllfehler generiert wurde, weist die größte Steigung sowie die größte druckabhängige Dichteänderung $\Delta\rho(P)$ auf. Generell nimmt der Grad der Steigung der Kurve mit der Stärke des Füllfehlers zu, wie auch Kurven 15 und 16, welche aus den Messwerten der Messreihen 9 und 10 ermittelt wurden, entnommen werden kann.

In einer Figur 3b sind in einer Tabelle 18 die aus den Dichtedifferenzen der jeweiligen Messreihen 8, 9, 10 und 11 ermittelten Messfehler ρ_{fehler} angegeben, wobei die Messreihe 8 den geringsten Messfehler ρ_{fehler} von $0,000021 \text{ g/cm}^3$ aufweist. Bei einem üblichen Grenzwert des Messfehlers ρ_{fehler} von $0,0001 \text{ g/cm}^3$ würde dies bedeuten, dass für die Probe korrekterweise kein Füllfehler detektiert wird, jedoch der ermittelte, quantitative Messfehler für die weitere Auswertung von Messdaten dieser Probe herangezogen werden kann und somit für die Interpretation der Daten von Bedeutung ist. Bei den Messreihen 9, 10 und 11 hingegen wird durch die quantitative Füllfehlererkennung korrekterweise ein durch die Anwesenheit von Gasblasen in der Probe verursachter Füllfehler detektiert, wodurch in weiterer Folge von einer weiteren zeitintensiven Messung dieser Proben abgesehen und dadurch wertvolle Messzeit eingespart werden kann. Der Figur 3b ist gemäß der quantitativen Natur des Verfahrens darüber hinaus zu entnehmen, dass mit ansteigendem Füllfehler der gemessenen Probe auch der Messfehler ρ_{fehler} zunimmt. Zur unabhängigen Überprüfung des Messfehleranstiegs in Abhängigkeit von der Größe des Füllfehlers und somit der quantitativen Natur des Verfahrens kann die Dichtedifferenz zwischen einer der Referenzdruckdichtemessungen 12 der füllfehlerfreien Messreihe 8 und

jeweils einer der Referenzdruckmessungen 12 der füllfehlerbehafteten Messreihen 9, 10, 11 herangezogen werden. Die Dichtedifferenz zwischen der Referenzdruckdichtemessung 12 der füllfehlerfreien Messreihe 8 und der mit einem kleinen Füllfehler behafteten Messreihe 9 beträgt $1,6 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$, die Dichtedifferenz zwischen der Referenzdruckdichtemessung 12 der Messreihe 8 und der Referenzdruckdichtemessung 12 der mit einem größeren Füllfehler als Messreihe 9 behafteten Messreihe 10 beträgt $6,4 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$. Die Dichtedifferenz zwischen der Referenzdruckdichtemessung 12 der Messreihe 8 und der mit dem größten Füllfehler behafteten Messreihe 11 beträgt $11,2 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$.

Somit ist aus diesen ermittelten Dichtedifferenzen klar ersichtlich, dass mit ansteigendem Füllfehler der gemessenen Probe auch die Dichtedifferenz zwischen den Referenzdruckmessungen 12 der quasi füllfehlerfreien Messreihe und den Referenzdruckmessungen 12 der füllfehlerbehafteten Messreihen 9,10,11 in Abhängigkeit von der Größe des Füllfehlers zunimmt, was die quantitative Natur des Verfahrens zusätzlich untermauert.

In einer Figur 4a ist in einem Diagramm 19 als Beispiel für die Messung einer transparenten Flüssigkeit der Verlauf der druckabhängigen Dichtedifferenzen $\Delta\rho(P)$ für drei Proben eines Basisöls, welche aus Referenzdruckdichtemessungen und druckbeaufschlagten Dichtemessungen eines Basisöls ermittelt wurden, in Abhängigkeit von dem beaufschlagten Druck abgebildet. Auch hier erkennt man aus den durch Kurvenanpassung der jeweiligen Messpunkte ermittelten Kurven, dass eine Kurve 20, welche aus den Messwerten einer quasi füllfehlerfreien Probe generiert wurde, die geringste Steigung und somit die geringste druckabhängige Dichteänderung $\Delta\rho(P)$ aufweist. Eine Kurve 22, welche aus den Messwerten der Probe mit dem stärksten Füllfehler generiert wurde, weist auch hier die größte Steigung sowie die größte druckabhängige Dichteänderung $\Delta\rho(P)$ auf und eine Kurve 21 liegt zwischen Kurven 20 und 22.

In einer Figur 4b ist in einer Tabelle 23 den aus den Dichtedifferenzen der jeweiligen Messreihen beziehungsweise Kurven ermittelten Messfehler ρ_{fehler} , wobei die Messreihe der Kurve 20 den geringsten Messfehler ρ_{fehler} aufweist, weshalb im Gegensatz zu den Messreihen der Kurven 21 und 22 eine gute Füllung des Biegeschwingers 2 mit Basisöl und somit kein Füllfehler erkannt wird. Es sei erwähnt, dass natürlich auch die Messreihen der Kurven 21 und gegebenenfalls 22 als ausreichend erkannt werden können, dies hängt von dem vorab eingestellten akzeptablen Grenzwert des Messfehlers ρ_{fehler} ab.

Das hier beschriebene Verfahren zur Dichtebestimmung ist nicht auf die angegebene Formel beschränkt und kann unter Verwendung eines ähnlichen mathematischen Modells, beispielsweise durch die Ergänzung des hier verwendeten Modells zur Beschreibung des

idealen Gases mit einem Korrekturterm zur Annäherung an das Verhalten eines reales Gases oder mit einem Korrekturterm für die Kompressibilität des Biegeschwingers bei hohen Drücken oder mit einer anderen ähnlichen Modifikation, ebenfalls angewendet werden.

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Ermitteln eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, bedingten Messfehlers (ρ_{fehler}) bei der Dichtemessung einer Flüssigkeit mit einem Dichtemessgerät (1), welches einen die zu messende Flüssigkeit beinhaltenden Biegeschwinger (2) aufweist, wobei in einem Messvorgang eine Periodendauer einer durch eine Anregeeinheit (3) angeregten Schwingung des Biegeschwingers (2) mit einer Messeinrichtung (4) gemessen und daraus die Dichte (ρ) der Flüssigkeit mit einer Auswerteeinheit (5) ermittelt wird und wobei das Verfahren durch die folgenden weiteren Schritte gekennzeichnet ist:

Ermittlung einer ersten druckabhängigen Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei einem ersten Messvorgang über ein Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei einem zweiten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem zweiten Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ);

Ermittlung des Messfehlers (ρ_{fehler}) aus der Gleichung

$$\Delta\rho(P) = (P - P_0) \cdot \left(\frac{\rho_{fehler}}{P} + \frac{1}{E} \right)$$

, wobei zur Lösung der Gleichung entweder eine von der gemessenen Flüssigkeit abhängige Kompressibilität (E) ausgewählt oder zumindest eine weitere Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei dem ersten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit dem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei zumindest einem weiteren Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit zumindest einem weiteren Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ) ermittelt wird.

2. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Füllfehler detektiert wird, wenn ein vorab festgelegter Grenzwert des Messfehlers (ρ_{fehler}) durch den ermittelten Messfehler (ρ_{fehler}) überschritten wird.

3. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Ermittlung des Messfehlers (ρ_{fehler}) während der Anpassung einer Messtemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger (2) an eine für die Durchführung der Messung festgelegten Zieltemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger (2) durchgeführt wird.

4. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zieltemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger (2) zwischen

10°C und 90°C, bevorzugt zwischen 14°C und 20°C, insbesondere bevorzugt zwischen 15°C und 16°C, beträgt.

5. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass vor jeder Dichtemessung eine Messung einer Referenzdruckdichte (12) bei einem Referenzdruck, insbesondere bei Umgebungsdruck, durchgeführt und ein Maß für die Schwankung der bei dem Referenzdruck ermittelten Referenzdruckdichte (12) ermittelt wird, wobei bei Überschreiten eines Grenzwertes der Schwankung die Messung abgebrochen wird und die ermittelten Dichten verworfen werden.

6. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der zur Ermittlung des Messfehlers (ρ_{fehler}) herangezogenen Druck zwischen 100 kPa und 200 kPa, bevorzugt zwischen 101 kPa und 150 kPa, beträgt.

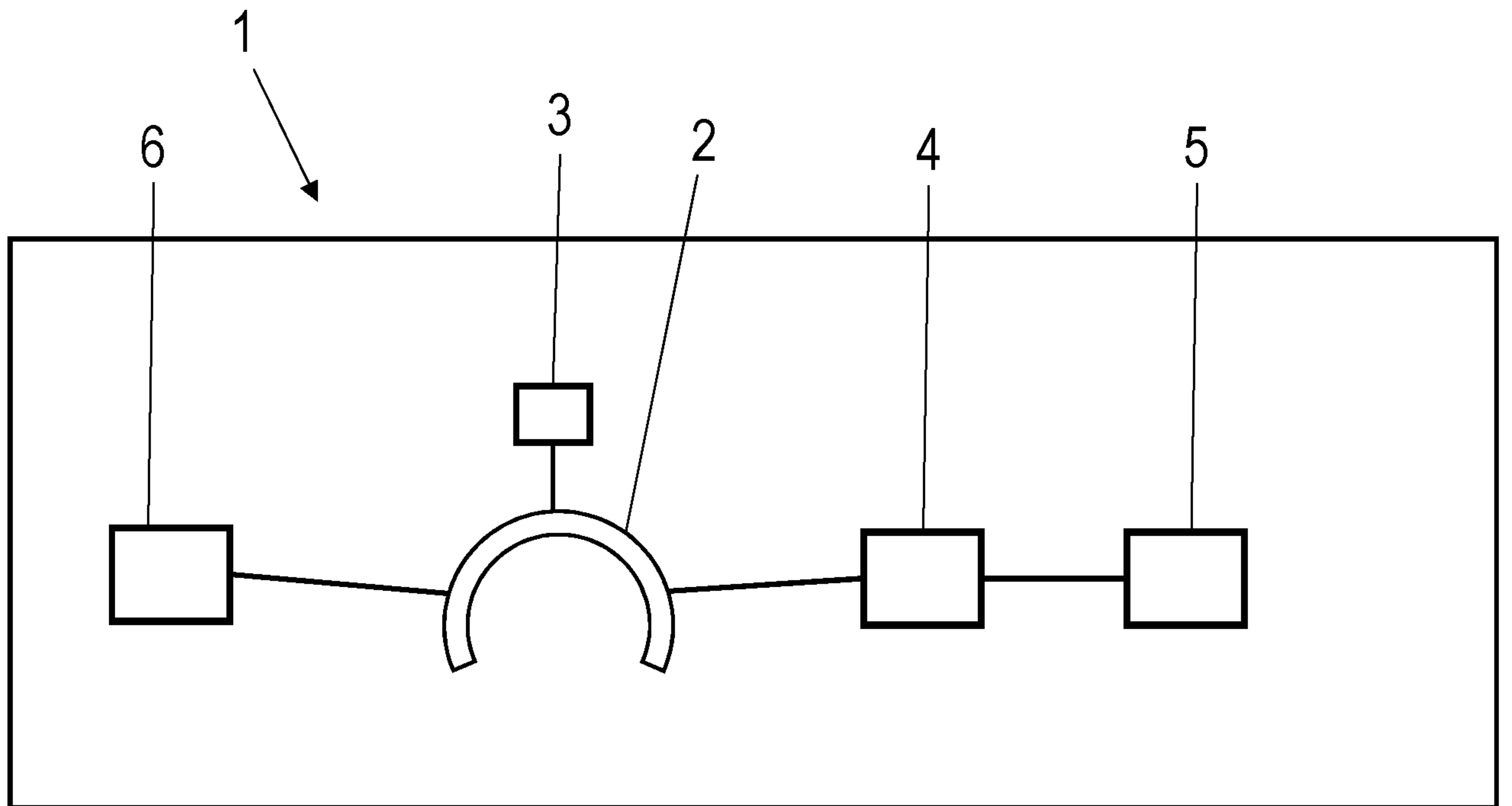


Fig. 1

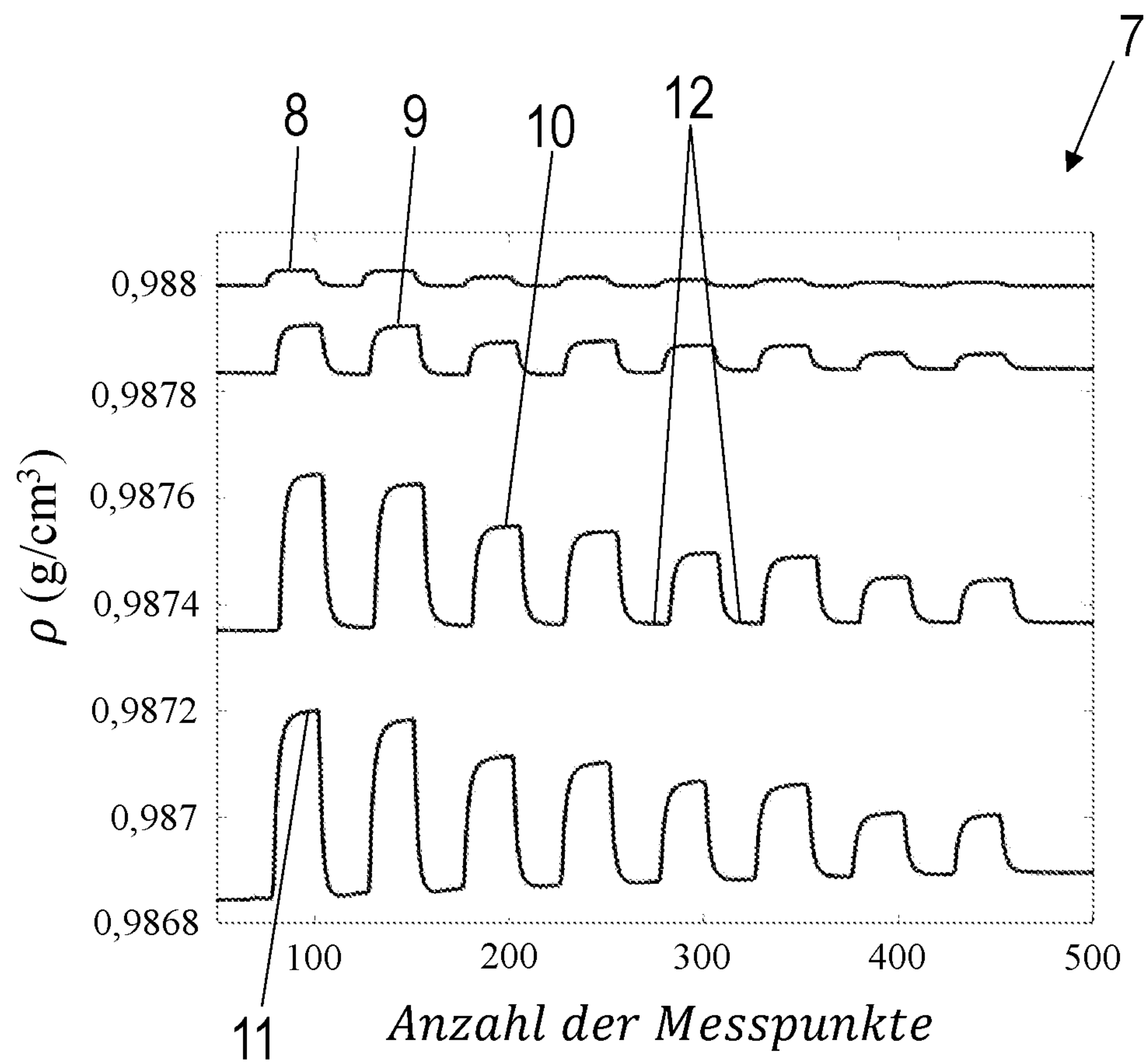


Fig. 2

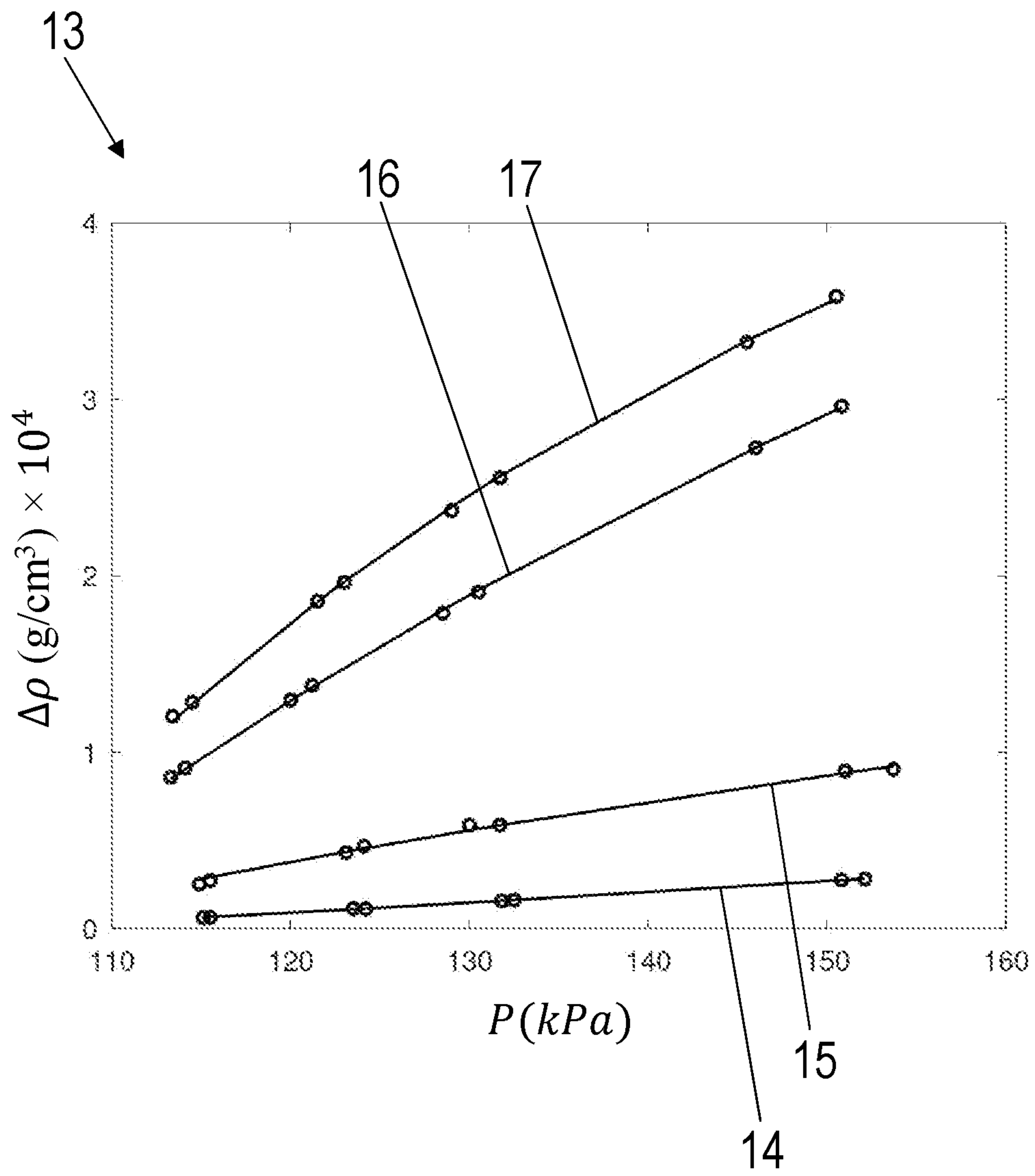


Fig. 3a

18

Kurve der Messreihe	ρ_{fehler}
14	2.1E-5
15	2.2E-4
16	5.4E-4
17	11.3E-4

Fig. 3b

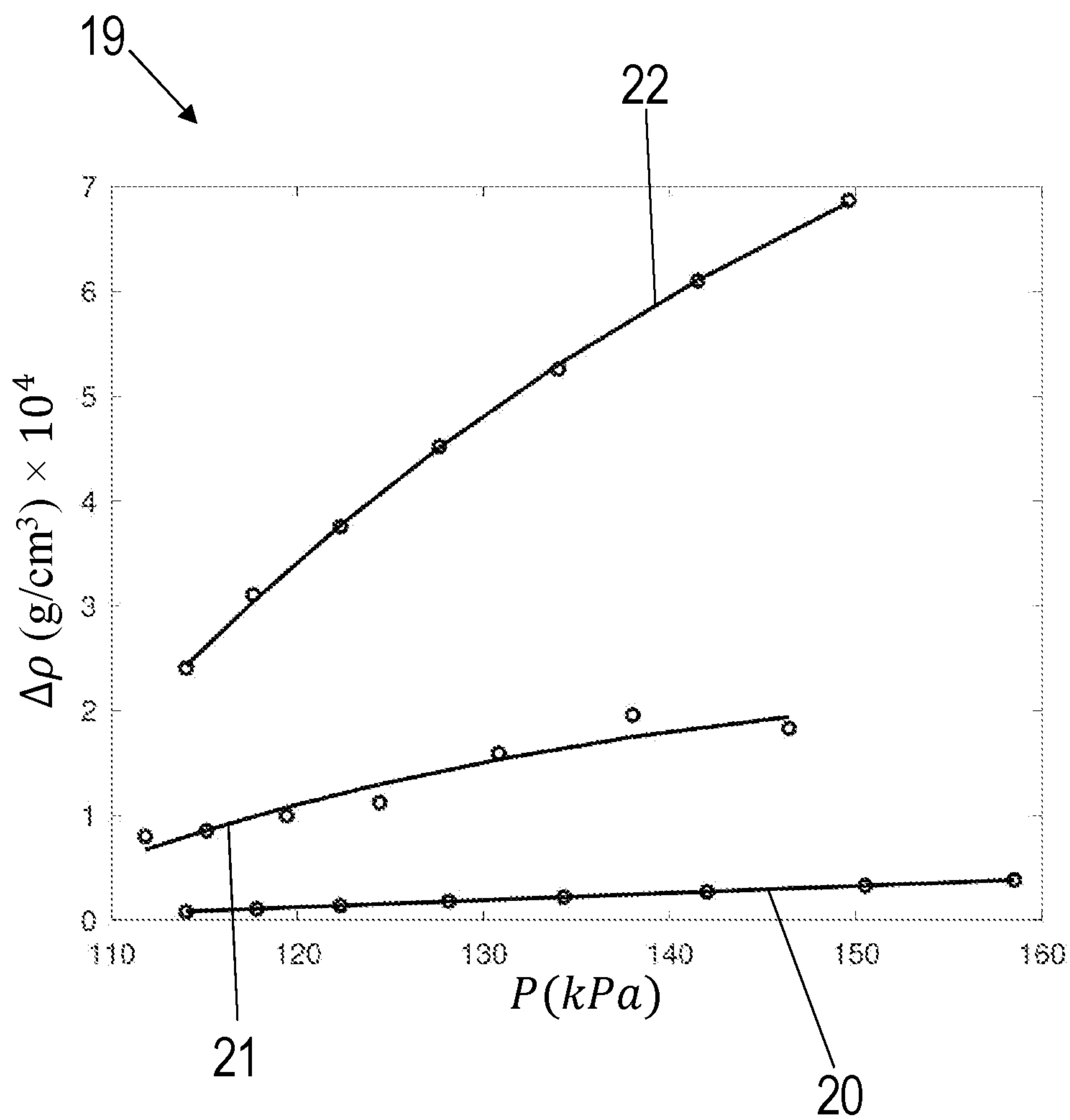


Fig. 4a

23

Kurve der Messreihe	ρ_{fehler}
20	3E-6
21	12E-4
22	28E-4

Fig. 4b

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC:

G01N 9/00 (2006.01); G01N 9/36 (2006.01); G01F 1/20 (2006.01)

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß CPC:

G01N 9/002 (2013.01); G01N 9/36 (2016.05); G01F 1/20 (2013.01)

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation):

G01N, G01F

Konsultierte Online-Datenbank:

EPODOC, WPIAP

Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 10.09.2019 eingereichten Ansprüchen 1-6 erstellt.

Kategorie ^{*)}	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	WO 2007149838 A2 (RUDOLPH RES ANALYTICAL INC [US]) 27. Dezember 2007 (27.12.2007) Zusammenfassung; Fig. 2.	1-6
A	AT 516281 A4 (ANTON PAAR GMBH [AT]) 15. April 2016 (15.04.2016) Zusammenfassung; Absätze [0012-]-[0022].	1-6
A	EP 3006916 A1 (ANTON PAAR GMBH [AT]) 13. April 2016 (13.04.2016) Zusammenfassung; Absätze [0030], [0043]-[0046]].	1-6

Datum der Beendigung der Recherche:

17.08.2020

Seite 1 von 1

Prüfer(in):

SEYRINGER Christian

*) Kategorien der angeführten Dokumente:

- X** Veröffentlichung **von besonderer Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.
- Y** Veröffentlichung **von Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese **Verbindung für einen Fachmann naheliegend** ist.

- A** Veröffentlichung, die den allgemeinen **Stand der Technik** definiert.
- P** Dokument, das von **Bedeutung** ist (Kategorien **X** oder **Y**), jedoch **nach dem Prioritätstag** der Anmeldung veröffentlicht wurde.
- E** Dokument, das **von besonderer Bedeutung** ist (Kategorie **X**), aus dem ein „**älteres Recht**“ hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen).
- &** Veröffentlichung, die Mitglied der selben **Patentfamilie** ist.

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Ermitteln eines durch einen Füllfehler, insbesondere die Anwesenheit von Gasblasen, bedingten Messfehlers (ρ_{fehler}) bei der Dichtemessung einer Flüssigkeit mit einem Dichtemessgerät (1), welches einen die zu messende Flüssigkeit beinhaltenden Biegeschwinger (2) aufweist, wobei in einem Messvorgang eine Periodendauer einer durch eine Anregeeinheit (3) angeregten Schwingung des Biegeschwingers (2) mit einer Messeinrichtung (4) gemessen und daraus die Dichte ($\rho_{Flüssigkeit}$) der Flüssigkeit mit einer Auswerteeinheit (5) ermittelt wird und wobei das Verfahren durch die folgenden weiteren Schritte gekennzeichnet ist:

Ermittlung einer ersten druckabhängigen Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei einem ersten Messvorgang über ein Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei einem zweiten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit einem zweiten Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ);

Ermittlung des Messfehlers (ρ_{fehler}) aus der Gleichung

$$\Delta\rho(P) = (P - P_0) \cdot \left(\frac{\rho_{fehler}}{P} + \frac{\rho_{Flüssigkeit}}{E} \right)$$

, wobei zur Lösung der Gleichung entweder eine von der gemessenen Flüssigkeit abhängige Kompressibilität (E) ausgewählt oder zumindest eine weitere Dichtedifferenz ($\Delta\rho(P)$) durch Subtraktion der bei dem ersten Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit dem ersten Druck (P_0) beaufschlagten Flüssigkeit und der bei zumindest einem weiteren Messvorgang über das Druckbeaufschlagungsmittel (6) mit zumindest einem weiteren Druck (P) beaufschlagten Flüssigkeit ermittelten Dichte (ρ) ermittelt wird.

2. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Füllfehler detektiert wird, wenn ein vorab festgelegter Grenzwert des Messfehlers (ρ_{fehler}) durch den ermittelten Messfehler (ρ_{fehler}) überschritten wird.

3. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Ermittlung des Messfehlers (ρ_{fehler}) während der Anpassung einer Messtemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger (2) an eine für die Durchführung der Messung festgelegten Zieltemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger (2) durchgeführt wird.

4. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zieltemperatur der Flüssigkeit im Biegeschwinger (2) zwischen

10°C und 90°C, bevorzugt zwischen 14°C und 20°C, insbesondere bevorzugt zwischen 15°C und 16°C, beträgt.

5. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass vor jeder Dichtemessung eine Messung einer Referenzdruckdichte (12) bei einem Referenzdruck, insbesondere bei Umgebungsdruck, durchgeführt und ein Maß für die Schwankung der bei dem Referenzdruck ermittelten Referenzdruckdichte (12) ermittelt wird, wobei bei Überschreiten eines Grenzwertes der Schwankung die Messung abgebrochen wird und die ermittelten Dichten verworfen werden.

6. Verfahren zum Ermitteln eines Messfehlers (ρ_{fehler}) gemäß Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der zur Ermittlung des Messfehlers (ρ_{fehler}) herangezogenen Druck zwischen 100 kPa und 200 kPa, bevorzugt zwischen 101 kPa und 150 kPa, beträgt.