

# Messfehler

*– Ursachen und Bewertung –*

PD Dr.-Ing. habil. Frank Babick

PVT-Seminar, 20. Januar 2021

# Ziel einer Messung

# Warum wir messen (1)

- **Überwachung**
  - kontinuierlich mit definierter Zeitauflösung
  - Wiederholungsmessung nicht möglich
- **Charakterisierung eines Stoffsystems**
  - Messung für mehrere repräsentative Proben des Stoffsystems
  - Wiederholungsmessung notwendig
  - Angabe von Messwert und Messunsicherheit (Präzision)
- **Validierung einer Messtechnik**
  - Messung an Referenzmaterialien
  - jeweils mehrere repräsentativen Proben und Wiederholungsmessungen
  - Quantifizierung der Messunsicherheit (Richtigkeit und Präzision) für gesamten Messbereich und sinnvollen Anwendungsbereich

# Warum wir messen (2)

- **statistisch-empirische Modellentwicklung**
  - suche nach relevanten Einflussgrößen
  - statistische Modellbildung durch gezielte Variation relevanter Einflussgrößen
- **Modellprüfung**
  - Vergleich von Modellvorhersagen mit experimentellen Daten
  - gezielte Variation der Modellparameter
  - Bewertung der Abweichung unter Berücksichtigung der Datenstreuung
- **Ermittlung von Modell-/Stoffparametern**
  - Quantifizierung definierter Modell-/Stoffparameter
  - Beispielprozess oder unabhängige Analysen (→ Charakterisierung)

# Ziel einer Messung

*- Ermittlung von Modellparametern -*

# Beispiel „Handfilterversuch“

- Modell

- allgemeine Filtergleichung: 
$$\Delta p = \left( r_K \cdot K_S \cdot \frac{V_F}{A} + R_M \right) \cdot \eta_F \cdot \frac{1}{A} \cdot \frac{dV_F}{dt}$$
- unbekannte, materialspezifische Parameter:  $r_K, R_M$

- Testversuch

- Filtration in kleiner Filterzelle bei konstantem Druck

- Analyse (Filtergerade) 
$$\frac{t}{V_F} = \frac{r_K \cdot K_S \cdot \eta_F}{2 \cdot A^2 \cdot \Delta p} \cdot V_F + \frac{R_M \cdot \eta_F}{A \cdot \Delta p}$$

- Überlegungen zur Anwendbarkeit des Modells

- liegen Messpunkte tatsächlich auf einer Geraden
- sind  $r_K, R_M$  unabhängig von  $\Delta p$

# Ziel einer Messung

## - *Charakterisierung von Stoffsystemen* -

# Bestimmung der volumenspezif. Oberfläche

- Messprinzip und Modell:

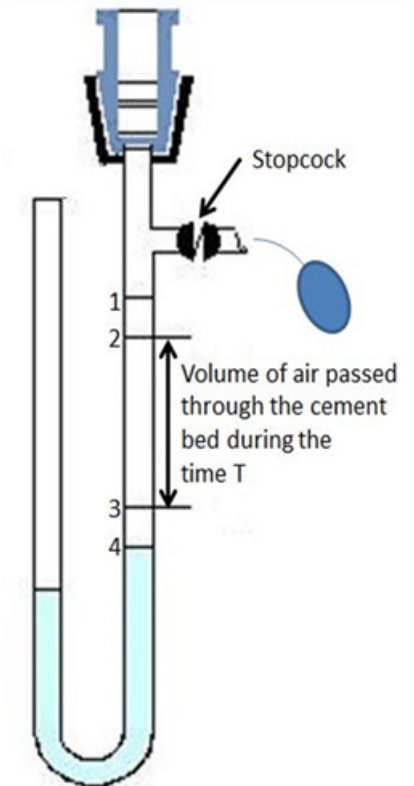
- Durchströmung der Pulverprobe bei def. Druckdifferenz

- Carman-Kozeny-Gleichung 
$$\frac{\Delta p}{h_{\text{Sch}}} = K' \cdot \frac{(1-\varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \cdot S_V^2 \cdot \eta_F \cdot v_F$$

- Messmethode

- definierter Verdichtung der Pulverprobe
- Ansaugen von Luft durch Pulver durch Nutzung einer hydrostatischen Druckdifferenz
- Messung am Referenzmaterial → Gerätekonstanten  $C_{\text{Gerät}}$
- Messung an Pulverprobe → Zeit zum Ansaugen eines definierte Volumens

- Analyse der Messdaten 
$$S_V = C_{\text{Gerät},\Delta V} \cdot \frac{\varepsilon^{1.5}}{1-\varepsilon} \sqrt{\frac{t_{\Delta V}}{\eta_F}}$$



# Messgenauigkeit

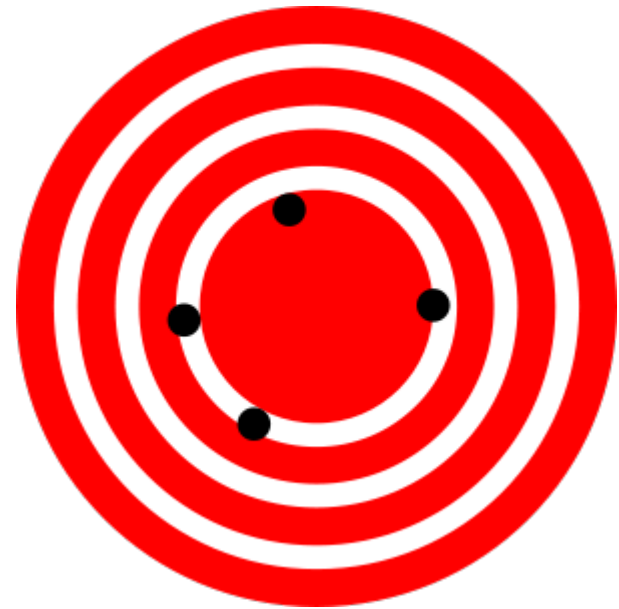
# Genauigkeit einer Messung

- Fragen:
  - ¿wie groß ist die Abweichung des Messwertes vom WAHREN Wert?  
→ **Messgenauigkeit**
  - ¿wie sehr streuen die Messwerte bei wiederholten Messungen an einer gegebenen Probe?  
→ **Wiederholbarkeit** (Wiederholpräzision)
  - ¿wie sehr streuen die Messwerte bei unabhängigen Messungen an verschiedenen Proben eines Stoffsystems?  
→ **Reproduzierbarkeit**
  - ¿wie groß ist Abweichung des gemittelten Messwertes von wiederholten Messungen vom WAHREN Wert?  
→ **Richtigkeit**

# Genauigkeit = Präzision + Richtigkeit



hohe Präzision



gute Richtigkeit

# Grundbegriffe zur Fehlerrechnung

- wahrer Wert  $x_{\text{true}}$
- richtiger Wert für eine Referenzprobe:  
(bei Kalibrierung/Geräteprüfung)  $x_{\text{right}}$
- Messwert:  $x_{\text{meas}}$
- absolute Messabweichung:  $F = x_{\text{meas}} - x_{\text{true}}$
- relative Messabweichung:  $f = x_{\text{meas}} / x_{\text{true}} - 1$
- Art einer Messabweichung:
  - systematisch → unrichtige Messung
  - zufällig → unsichere/unpräzise Messung
- Fehlergrenzen:
  - kennzeichnen den garantierten Bereich für den richtigen Wert der Messgröße

# Quantifizierung der Messunsicherheit

- Mittelwert für  $N$  Messwerte  $x_k$ :
$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N x_k$$
- Stichprobenstreuung
$$s^2 = \frac{1}{N-1} \sum_{k=1}^N (x_k - \bar{x})^2$$
- Standardabweichung durch WH:
$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{k=1}^N (x_k - \bar{x})^2}$$
- Messunsicherheit bzgl. Präzision
$$u_{\text{prec}} = \sqrt{\frac{s}{N}} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{k=1}^N (x_k - \bar{x})^2}$$
- Vertrauensbereich für richtigen Wert:
$$\bar{x} - k \cdot u_{\text{prec}} \leq x_{\text{right}} \leq \bar{x} + k \cdot u_{\text{prec}}$$

$k \cdot u_{\text{prec}}$  : erweiterte Messunsicherheit

  - für große  $N$  gilt bei  $k=1$  eine Konfidenz von 68,3% und bei  $k=2$  eine von 95,4%
  - bei kleinen  $N$  ist  $k$  das Quantil  $t_{N-1}$  der  $t$ -Student-Verteilung  
(z.B. 95% Konfidenz:  $N=3 \rightarrow k=4,3$ ;  $N=5 \rightarrow k=2,8$ ;  $N=10 \rightarrow k=2,3$ ;  $N=20 \rightarrow k=2,1$ )

# Quantifizierung der Messunsicherheit

(für  $p \times N$  Wiederholungsmessungen)

- je  $N$  Messungen in  $p$  Versuchen (bzw.  $N$  Messungen an  $p$  Tagen oder  $p$  Proben)

- Versuchs- und Gesamtmittelwerte:

$$\bar{x}_i = \frac{1}{N} \sum_j x_{i,j} \qquad \bar{x} = \frac{1}{p \cdot N} \sum \sum x_{i,j}$$

- Streuung bzgl. Wiederholbarkeit:

$$s_{\text{repeat}}^2 = \frac{1}{p(N-1)} \sum \sum (x_{i,j} - \bar{x}_i)^2$$

- Laborpräzision:  
(engl.: *intermediate precision*)

$$s_{\text{ip}}^2 = \frac{1}{p \cdot N} \sum \sum (x_{i,j} - \bar{x}_i)^2 + \frac{1}{p-1} \sum (\bar{x}_i - \bar{x})^2$$

- Variation zw. den Versuchen:

$$s_{\text{btw}}^2 = s_{\text{ip}}^2 - s_{\text{repeat}}^2$$

- (Gesamt-)Unsicherheit:

$$u_{\text{tot}}^2 = \frac{s_{\text{repeat}}^2}{p \cdot N} + \frac{s_{\text{btw}}^2}{p} + \dots$$

- für kleine  $p$  kann  $s_{\text{btw}}$  oft nur abgeschätzt werden (nicht gezeigt)
- die Unsicherheit kann außerdem um bekannte Beiträge zu systematischen Abweichungen etc. ergänzt werden (→ Gesamtunsicherheit)

# Fehlerfortpflanzung

- eine Größe  $y$  wird aus  $n$  Größen  $x_j$  berechnet

- Fehlergrenzen von  $y$   
aus den Fehlergrenzen in  $x_j$ :

$$\Delta y = \sum \left| \frac{\partial y}{\partial x_j} \right| \cdot \Delta x_j$$

- Unsicherheit in  $y$  (bzgl. Präzision)  
aus den Unsicherheiten in  $x_j$ :

$$u_y^2 = \sum \left( \frac{\partial y}{\partial x_j} \cdot u_{x_j} \right)^2$$

- oft werden zur Berechnung von  $y$  Messwerte und Stoffdaten benötigt; dann können nur die Fehlergrenzen von  $y$  abgeschätzt werden

- Lösung für Summe:

$$y = \sum a_j \cdot x_j \quad \Delta y = \sum |a_j| \cdot \Delta x_j$$

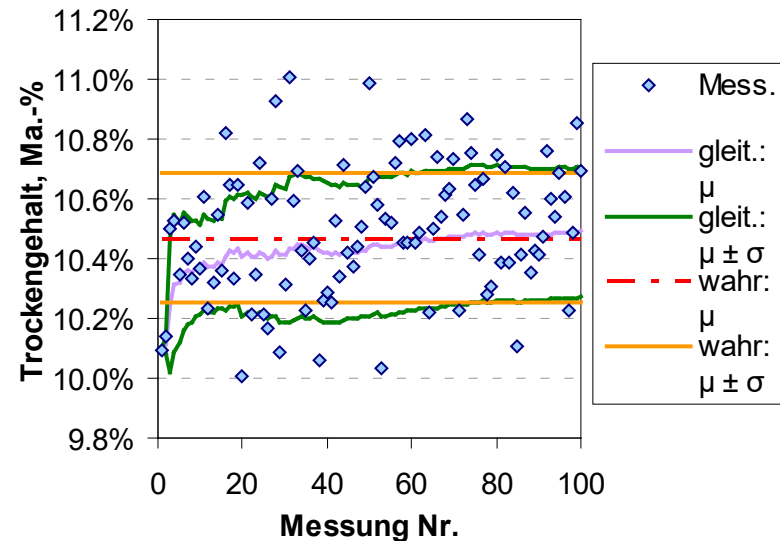
- Lösung für Potenzprodukt:

$$y = \prod x_j^{n_j} \quad \left| \frac{\Delta y}{y} \right| = \sum |n_j| \cdot \left| \frac{\Delta x_j}{x_j} \right|$$

# Wie viele Wiederholungsversuche benötigen wir für eine statistische Analyse?

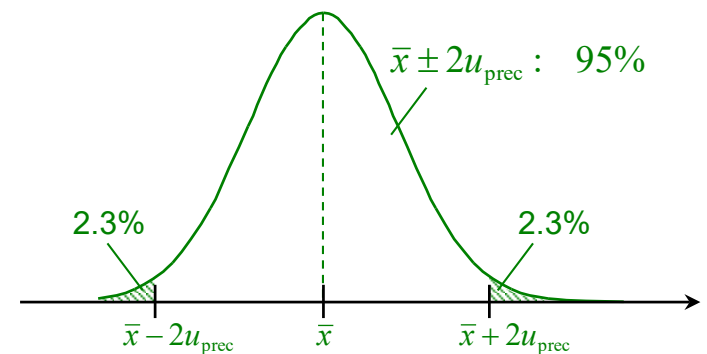
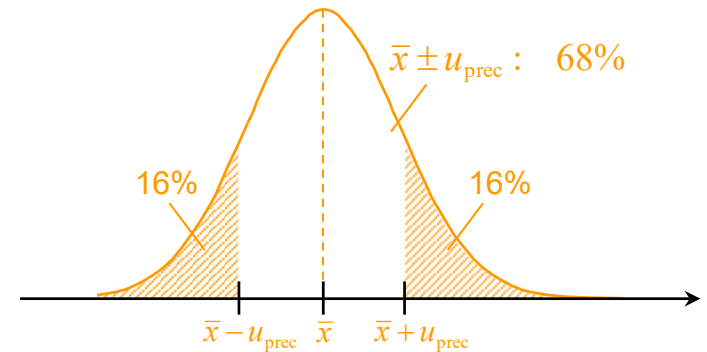
- Analytisches Problem
  - Stoffsystem: Farbpaste
  - Zielgröße: Feststoffgehalt in Ma.-%
  - Messtechnik: Thermowaage
- Messergebnisse:
  - 1. Messung: 10.09 Ma.-%
  - 2. Messung: 10.14 Ma.-%
  - 3. Messung: 10.50 Ma.-%  
→ **Identifiziere den Ausreißer!**
  - 4. Messung: 10.53 Ma.-%
  - 5. Messung: 10.35 Ma.-%  
→ **Identifiziere den Ausreißer noch einmal!**

z.B. Trockengehalt von Farbpasten



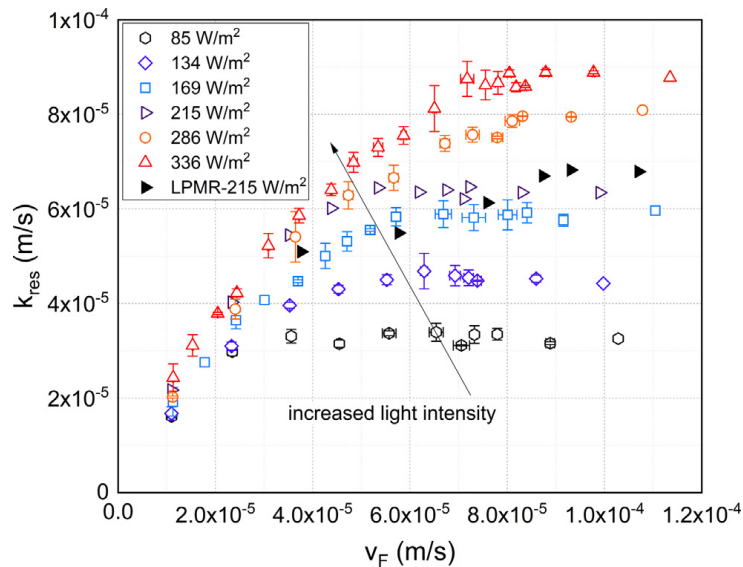
# Aussagekraft der Messunsicherheit

- zufällige Streuung der Messdaten wiederholter Messungen ist mittels Normalverteilung beschreibbar
- deshalb wissen wir, dass eine Angabe  
Mittelwert  $\pm$  Standardabweichung  
nur 68% der gestreuten Daten umfasst
- während eine Angabe  
Mittelwert  $\pm 2 \times$  Standardabweichung  
bereits 95% der gestreuten Daten umfasst

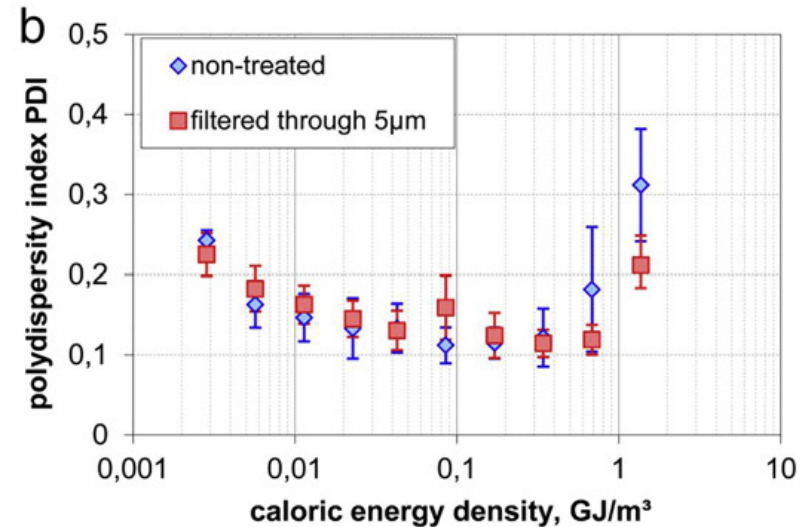


# Darstellung von Messunsicherheiten: Fehlerbalken

Phan et al., *Chem. Eng. Sci.*, 191:332-42, **2018**



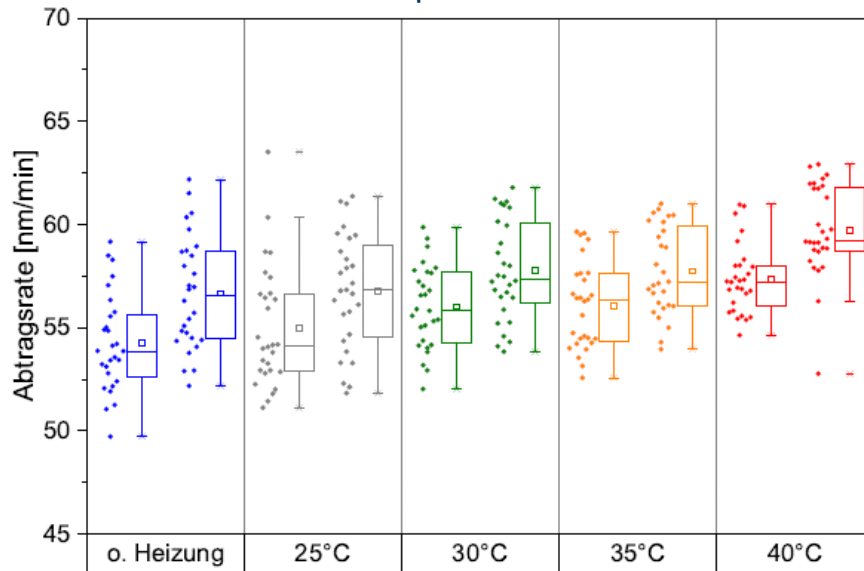
Retamal Marín et al., *Powder Technol.*, 318:451, **2017**



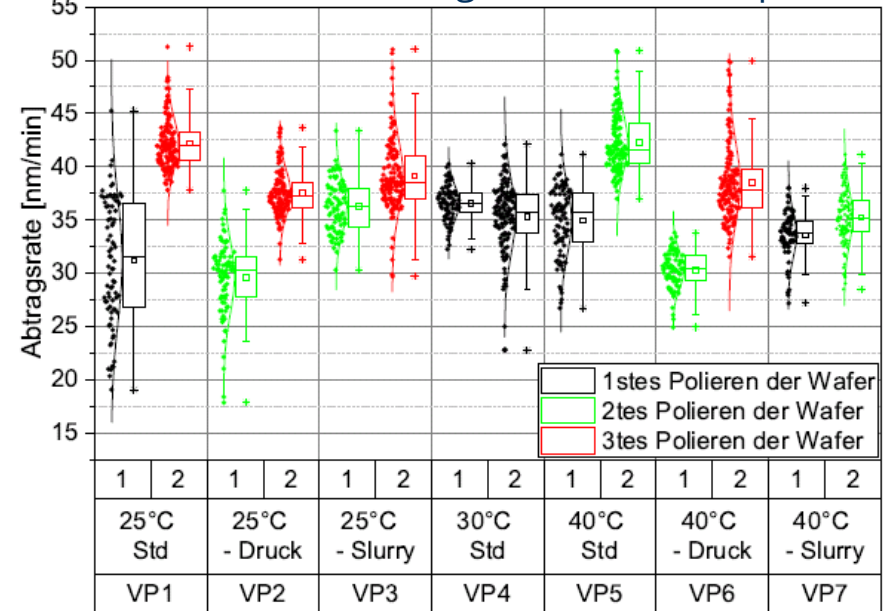
- Fehlerbalken entlang Abszisse und/oder Ordinate
- Länge stets angeben, z.B.
  - 1-fache Standardabweichung der Wiederholpräzision (68% Konfidenz)
  - 2-fache Standardabweichung der gesamten Messunsicherheit (95% Konfidenz)

# Darstellung von Messunsicherheiten: Box-plot etc.

Streudaten und Box-plot



Streudaten, Verteilungskurve und Box-plot



- aus: J. Naue, Diplomarbeit, TU Dresden, 2016.
- *box-plot* = Abbildung der Quantile
  - Linienbegrenzung: (Abschätzung von) minimaler und maximaler Wert
  - Box: 25%, 50% und 75%-Quantil, außerdem Mittelwert

# Diskussion zur Messunsicherheit

- Ursache für Streuung der Messwerte bei wiederholten Messungen
  - zufällige Schwankung des Probenzustandes (Konzentration, Temperatur)
  - elektrisches Signalrauschen (insbesondere bei schwachen Messsignalen)
- Ursache für Datenstreuung zwischen reproduzierten Messungen
  - Probenzustand nicht vollständig reproduziert
    - ← Probenahme und Probenzubereitung
    - ← abweichende Prozessbedingungen (Druck, Drehzahl, ...)
  - spezifische Arbeitsweisen der jeweiligen Labore / Laboranten
    - ← Vorschriften zur Messung & Auswertung nicht ausreichend detailliert
- Ursache für systematischen Abweichungen vom WAHREN Wert
  - „Dejustage“ des Messgerätes (Verschmutzung, elektronischer Drift, ...)
  - falsche Vorgaben zur Datenanalyse (z.B. falsche Stoffparameter)



***Vielen Dank für Eure Aufmerksamkeit!***