

Dokumentation einer IMETER-Messung. Die Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass alle Variablen einer Messung dargestellt werden sollen. Variablen sind ja nicht nur die Messdaten, sondern auch Umstände, Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Daher verfügt IMETER zum einen über eine Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („was soll der Fall sein“), zum anderen über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, was der Fall ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben.

IMETER spart Arbeitszeit und Energie, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Ergebnisdarstellung automatisiert ist!

Anhand eines vollständigen Reports wird der Anwender oder Kunde in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung genau zu überprüfen.

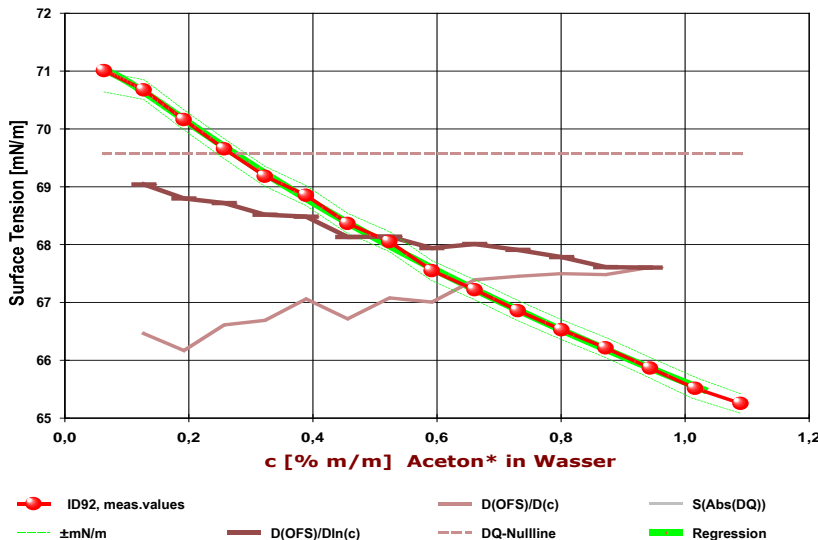
IMETER ist für die Zusammenarbeit mit ML-KI-Tools zur Analyse komplexerer Datenlagen prädestiniert. Durch den Einsatz von Zufalls-Reihenfolgen und variierenden Stellgrößen (z.B. Geschwindigkeit, Pausenzeiten ...) können aus unübersichtlichen Zusammenhängen, Stoffeigenschaften mit relativ wenigen Messungen abgeleitet werden. – Oder, denkbar, man lässt sich das IMPro (=Messprogramm) durch eine KI vorschlagen?

IMETER intelligenter messen!



IMETER Methode Nr.1 "Ringmethode/ Δc ":

Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung



Änderung der Oberflächenspannung von Wasser durch Aceton (0 bis 1%)

- Wie ändert sich die OFS von Wasser durch Zugabe von etwas Aceton?
- Wie hängt die OFS mit der Konzentration bis 1% zusammen?

Die Messung der Oberflächenspannung wird hier in einem leistungsfähigen Verfahren zur Bestimmung der Konzentrationsabhängigkeit vorgestellt. Die Methode kann beispielsweise für die Praxis der Formulierungsentwicklung – besonders im Kampf gegen das "viel hilft viel" bei der Additivierung – eingesetzt werden. Das Beispiel zeigt am einfachen System Wasser-Aceton, wie die automatisierte Prozessmessung sich dokumentiert.

Messumstände: Ringmethode, Messung in einem doppelwandigen Temperiergefäß; IMETER steuert im IMPro (Messprogramm) einen Ministat-Thermostaten von Huber (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg), das Magnetrührwerk sowie zwei genau arbeitende Schlauchpumpen (für die automatische Dosierung und Entnahme). In der vollautomatischen Messung wird eine Menge reinen Wassers vorgelegt und verdünntes Lösemittel dosiert. Die jeweilige Ermittlung der Oberflächenspannung, die Messung, Temperaturregelung, Dosierung, Entnahme etc. – alles automatisch bis hin zur sofortigen Ergebnisdarstellung.

ID N° 92 - Surface Tension / Δc

bis 1% Aceton

Es werden 54,11g dest. Wasser in der Messzelle vorgelegt. Eine wässrige Acetonlösung (~50%ig) mit der Dichte 0,9332 g/cm³ wird aus einem 50mL Mess-Kolben bei 20°C per Schlauchpumpe 1 dosiert. Die Pumpe 2 entfernt vor jeder Dosierung Probe aus dem Gefäß

Messung: **Konzentrationsabhängigkeit von Aceton* in 'Wasser'**
 Result: **Range Δc 0,0633 to 1,09% m/m**
mit Δy 71,01 bis 65,25 mN/m für 25,01°C

Report

Automatisch generierter Bericht mit Erklärungen. Diese sind formatiert wie dieser Text.

1. Eigenschaft und Methode

Die **Oberflächenspannung** γ ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die zwischenmolekularen Anziehungskräfte ausdrückt. Die Einheit 'mN/m' (Kraft pro Länge bzw. 'mj/m²', Arbeit pro Fläche) bedeutet eine reversible Energiemenge, die aufzuwenden ist, um 1 m² neue Oberfläche zu schaffen bzw. die freigesetzt wird, wenn Oberfläche (z.B. durch Vereinigung von Tröpfchen) verschwindet. Das Augenscheinliche der Eigenschaft Oberflächenspannung besteht in der mehr oder weniger leichten Verformbarkeit der flüssigen Oberfläche. Die hier zur Messung angewandte **Ringmethode** beruht auf Kraftmessung bei **Deformation der Oberfläche**: Ein waagerechter Drahting wird in die Flüssigkeit getaucht und herausgehoben. Beim Herausziehen wächst die Zugkraft durch die angehobene Flüssigkeitsmenge und nimmt einen parabelförmigen Verlauf an. Entscheidend ist die im Parabelscheitel vorliegende Maximalkraft. Sie entspricht im Verhältnis zum Ringumfang der Oberflächenspannung. Als Gegenkraft wirkt unter der Fallbeschleunigung das gehobene Flüssigkeitsgewicht - mithin die Dichtedifferenz $\Delta\rho$ zwischen Probe und Luft bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert wird auf den Wert der Maximalkraft ein Korrekturfaktor f_c angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, benannt nach ihren Entwicklern. Zu bevorzugen ist die Berechnung nach **Young-Laplace-Petzoldt** oder **Harkins & Jordan**, d.h. die Verwendung der klassischen Korrekturtabellen - auf der auch andere Algorithmen beruhen. Weiterhin zur Berechnung - um kleine Abweichungen zu korrigieren, die auf der Unvollkommenheit der Ringgeometrie beruhen - wird ggf. ein Kalibrierfaktor f_k durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben.

Angewandtes Verfahren und Ergebnisberechnung: Während einer vielfach wiederholten Messung wird "ein Stoff" zudosiert. Die Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Konzentration des Stoffes stellt das Dosis-Wirkungsverhältnis dar. Das Resultat der Messung ergibt in Umkehrung (normalerweise) auch die Zuordnung einer Oberflächenspannung zu einem Konzentrationswert.

2. Bestimmung der CMC

Formulierung des Zusammenhangs von Dosis und Wirkung:

Bestimmt für Aceton* in Wasser (Dest) bei der Temperatur 25,01 ± 0,02°C, im Konzentrationsbereich c=0,0633 bis 1,09% m/m. --- Mit der Gleichung I liegt eine *ziemlich gute* polynomisch-logarithmische Beziehung zwischen Oberflächenspannung und Konzentration vor:

$$\gamma \text{ [mN/m]} = f(c[\% \text{ m/m}]) = 65,618 - 4,3063 \cdot \ln(c) - 1,0717 \cdot \ln(c)^2 - 0,079813 \cdot \ln(c)^3$$

(mit $r^2 = 0,99966$ und $s = \pm 0,037 \text{ mN/m}$)

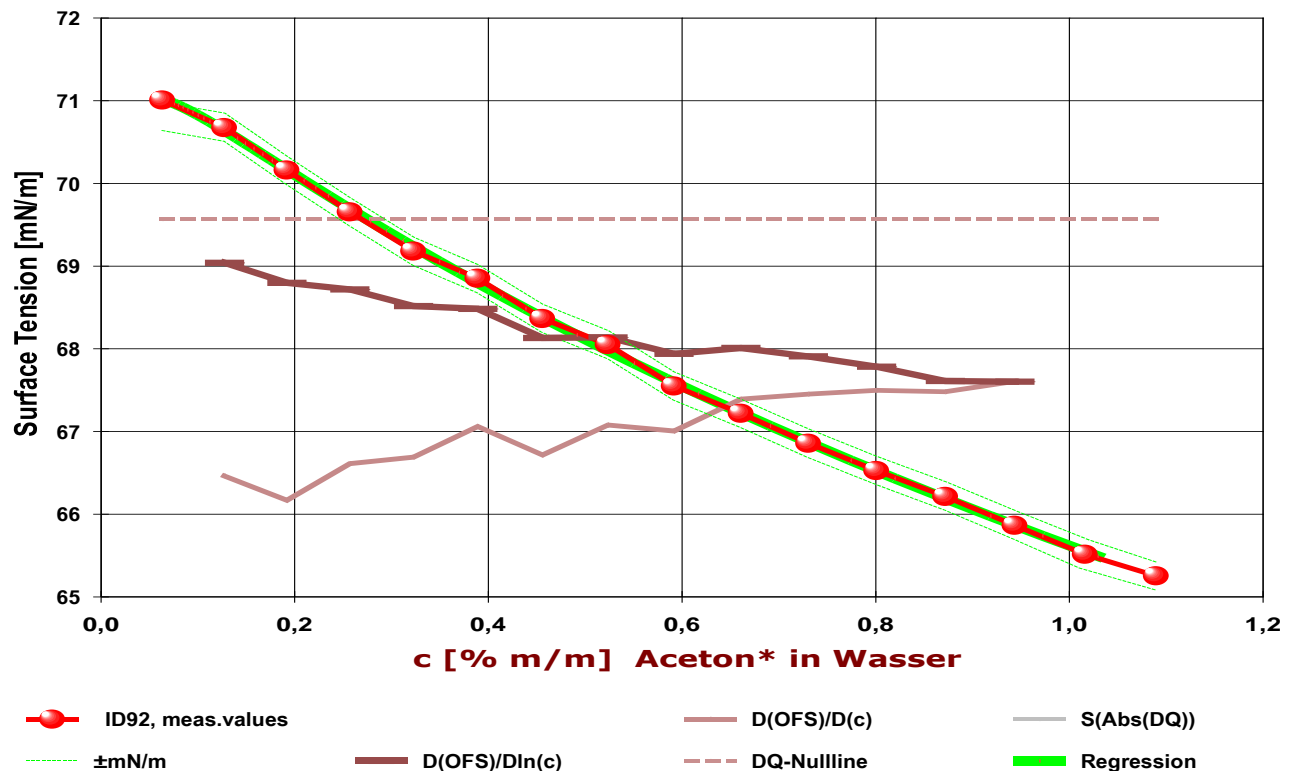
Die Oberflächenspannungsmessung kann für dieses System zwischen $\gamma = 71,01$ bis $65,25 \text{ mN/m}$ zur Bestimmung der Konzentration mittels der Gleichung II *recht gut* angewendet werden:

$$c [\%] = f(\gamma[\text{mN/m}]) = e^{(71,546 - 7,7169 \cdot \gamma + 1,7840 \cdot \gamma^2)}$$

(mit $r^2 = 0,99949$ und $s = \pm 0,044 \text{ \% m/m}$)

- Die zu den Gleichungen angegebene Standardabweichung s wird als Standardabweichung (der Grundgesamtheit) der Messwerte gegenüber der Regressionsgleichung angegeben; der Korrelationskoeffizient r^2 gibt die Qualität der Abhängigkeit von Konzentration und Messwerten wider. Die Terme können zu Berechnungen im angegebenen Konzentrationsbereich und bei der Temperatur verwendet werden. .

- Diagramm 1. Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung - 'CMC-ChartA'



Das Diagramm **CMC-ChartA** fasst das Ergebnis der Messung durch die Abbildung der Oberflächenspannung gegen die Konzentration zusammen. Die Kreismarken stellen die jeweiligen (Mittel-)Werte der Oberflächenspannung dar; die umgebenden feinen Linien bilden den Bereich der Messunsicherheit ab.

Die beiden dünnen Linien markieren bzgl. der Konzentrationsänderung geglättete, lineare bzw. logarithmische Differenzenquotienten (zur verstärkten Anzeige von 'Störungen'); die waagerechte Linie stellt den Nullbezug der Differenzenquotienten dar. Die Regressionsfunktion - das ist die angegebene Gleichung I - ist als gestrichelte Linie eingezeichnet.

- Mengenbilanz, Zusammenfassung des Dosierverfahrens -

Vorlage: Wasser (Dest), Masse 54,10±0,05 g, angegebener Wägewert 54,05 g, Volumen 54,26 cm³, Dichte 0,997041 g/cm³. Die Dichte bei 25,01°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.

Zudosierung: Aceton*, 17 Zugaben.

Wirkstoffkonzentration 386 ±0,26 g/L, Dichte 0,9332 g/cm³ als Festwert angegeben. Die Unsicherheit zur Konzentration ist explizit angegeben. Temperaturangaben zur Dosierung als Festwert 20°C. Als volumetrische Zugabe, automatische Dosierungen.

Entnahmen: 17 Entnahmen als Volumen, automatisch ausgeführt.

Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen 10,35 g (10,39 cm³), zugefügte Mengen 1,31 g (1,40 cm³), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage 45,06 g bzw. 45,27 ±0,29 cm³, am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: 490,88 mg.

Angenommene Dichteabnahme durch die Dosierung, insgesamt 0,0017 g/cm³ (1,7‰).

Die Zusammenfassungen (oben) stellen Ergebnisse und Umstände der Messung zusammen. Einzelheiten zu den Vorgängen sind in den unten ausgegebenen Tabellen aufgelistet. Darin sind die Dosier- und Entnahmevergänge, Intervalle sowie zugehörige Messwerte und Konzentrationen in zeitlicher Sequenz wiedergegeben. - Alle Volumen- und Gewichtsangaben werden über die jeweilige Dichte stets in Masse umgerechnet. - Die Gleichungen zu Dosis und Wirkung fassen die Verhältnisse kompakt zusammen und erlauben, die Oberflächenspannung über die Konzentration einzustellen und die Konzentration über die Oberflächenspannung zu ermitteln. Die Qualitätsaussage "ziemlich gut" wird aus der Textübersetzung des Korrelationskoeffizienten "0,99966" erzeugt.

Abfolge der Dosiervorgänge, beigemessener γ -Werte, zeitliche Bezüge, jeweils vorliegende Konzentrationen sowie (Mess-)Unsicherheiten.

Tabelle 1: Dosierung und Wirkung

- Die erste Datenzeile der Tabelle enthält mit "-3,4 (5)" und " γ ° 72,01mN/m" die Angabe über den Ausgangswert der Oberflächenspannung. Die Einträge bedeuten, dass der Ausgangswert der Mittelwert aus fünf Einzelmessungen ist und im Mittel 3,4 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde. Die Zeile 2. bedeutet den Vorgang einer Entnahme; 0,6475 Gramm der Lösung (rel. Unsicherheit 3,1‰) wurden 23,3 Minuten nach Start der Messung entfernt usw.. - Art und Zustandekommen der γ -Messwerte wird in den weiter unten folgenden Tabellen ausgeführt.

N°	Δm [g]	U_m [%]	$t_{\Delta c}$ [min]	Δt_γ [min]	$\bar{\gamma}$ mN/m	c [g/L]	U_c [%]	(m/m, V/V) [cm ³ ,%]
1.	---	---	---	-3,4 (5)	72,01	0	0	<54,26 cm ³ >
2.	-0,6475	3,1‰	23,3	---	---	0	0 ↗	<53,61 cm ³ >
3.	0,0819	3,2‰	23,6	2,1 (2)	71,01	0,631	4,0‰	0,63‰, 0,68‰
4.	-0,6474	3,1‰	26,2	---	---	0,631	4,0‰ ↗	<53,05 cm ³ >
5.	0,0819	3,2‰	26,5	1,7	70,68	1,268	2,8‰	1,3‰, 1,4‰
6.	-0,6473	3,1‰	28,3	---	---	1,268	2,8‰ ↗	<52,49 cm ³ >
7.	0,0819	3,2‰	28,5	2,1	70,16	1,910	2,3‰	1,9‰, 2,0‰
8.	-0,6473	3,1‰	30,8	---	---	1,910	2,3‰ ↗	<51,93 cm ³ >
9.	0,0819	3,2‰	31,0	1,5	69,66	2,559	2,0‰	2,6‰, 2,7‰
10.	-0,6472	3,1‰	32,7	---	---	2,559	2,0‰ ↗	<51,36 cm ³ >
11.	0,0819	3,2‰	33,0	1,5	69,18	3,213	1,8‰	3,2‰, 3,4‰
12.	-0,6471	3,1‰	34,6	---	---	3,213	1,8‰ ↗	<50,80 cm ³ >
13.	0,0819	3,2‰	34,9	1,4	68,85	3,873	1,7‰	3,9‰, 4,2‰
14.	-0,6471	3,1‰	36,4	---	---	3,873	1,7‰ ↗	<50,24 cm ³ >
15.	0,0819	3,2‰	36,7	1,4	68,37	4,540	1,5‰	4,6‰, 4,9‰
16.	-0,6470	3,1‰	38,3	---	---	4,540	1,5‰ ↗	<49,68 cm ³ >
17.	0,0819	3,2‰	38,6	1,4	68,05	5,213	1,4‰	0,52‰, 0,56‰
18.	-0,6469	3,1‰	40,1	---	---	5,213	1,4‰ ↗	<49,12 cm ³ >
19.	0,0819	3,2‰	40,4	1,4	67,55	5,893	1,4‰	0,59‰, 0,63‰
20.	-0,6469	3,1‰	42,0	---	---	5,893	1,4‰ ↗	<48,56 cm ³ >
21.	0,0819	3,2‰	42,3	1,4	67,22	6,579	1,3‰	0,66‰, 0,7‰
22.	-0,6468	3,1‰	43,8	---	---	6,579	1,3‰ ↗	<47,99 cm ³ >
23.	0,0819	3,2‰	44,1	1,4	66,86	7,271	1,2‰	0,73‰, 0,78‰
24.	-0,6467	3,1‰	45,7	---	---	7,271	1,2‰ ↗	<47,43 cm ³ >
25.	0,0819	3,2‰	45,9	1,4	66,53	7,971	1,2‰	0,8‰, 0,85‰
26.	-0,6466	3,1‰	47,5	---	---	7,971	1,2‰ ↗	<46,87 cm ³ >
27.	0,0819	3,2‰	47,8	2,1	66,22	8,68	1,2‰	0,87‰, 0,93‰
28.	-0,6466	3,1‰	50,1	---	---	8,68	1,2‰ ↗	<46,31 cm ³ >
29.	0,0819	3,2‰	50,4	1,5	65,87	9,39	1,1‰	0,94‰, 1,0‰
30.	-0,6465	3,1‰	52,1	---	---	9,39	1,1‰ ↗	<45,75 cm ³ >
31.	0,0819	3,2‰	52,3	1,4	65,52	10,11	1,1‰	1,0‰, 1,1‰
32.	-0,6464	3,1‰	53,9	---	---	10,11	1,1‰ ↗	<45,19 cm ³ >
33.	0,0819	3,2‰	54,2	1,4	65,25	10,84	1,1‰	1,1‰, 1,2‰

Die Spalten der Tabelle zeigen von links nach rechts die folgenden Inhalte: (1. N°) ist die Zeilennummer, (2. Δm) die jeweilige Dosier- oder Entnahmemasse in Gramm, (3. U_m %) die zugehörige relative Massenunsicherheit, die aus der ursprünglich angegebenen absoluten Unsicherheit berechnet ist. (4. $t_{\Delta c}$) ist die

Zeitpunktmittle in Minuten der Konzentrationsänderung in Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte (5. Δt_r) gibt die Dauer in Minuten zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an. In der Spalte (6. \bar{y}) wird der gemessene (Mittel-)Wert der Oberflächenspannung in der Einheit [mN/m] angegeben. Mit (7. c) wird die Konzentration so angegeben wie sie sich direkt aus den Massen, Volumen und Dichten ergibt (ideale Mischung). Die Stellenzahl ist formatiert nach der beigeordneten relativen Unsicherheit ($\beta \cdot \pm\%$), die aus der Fehlerfortpflanzung der individuellen Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben angegeben wurden, ermittelt ist. Die Konzentrationsunsicherheit nimmt i.d.R. bei relativ hohen Dosierungen ab. Falls verschiedene Konzentrationen dosiert wurden oder gravimetrische und volumetrische Operationen gemischt auftreten, wird der jeweilige Konzentrationsindex angegeben und mit 'm' für Masse-, 'w' für Gewicht- und 'v' für Volumen-Operationen gekennzeichnet. Gewichts- bzw. Wägewerte ('w') werden über Flüssigkeits-, Luft- und Kalibriergewichtsdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt zur Orientierung die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis (m/m) und Volumenverhältnis (V/V) an.

Besonderheiten: Spalte 5 Δt_r , dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern, wieviele Messungen dazu stattfanden. - \bar{y} gibt ggf. Mittelwerte an. Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im Abschnitt weiter unten, der sich die Einzelmessdaten auseinandersetzt. Sofern in der Dosierphase mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden Mittelwerte in dieser Art angegeben.

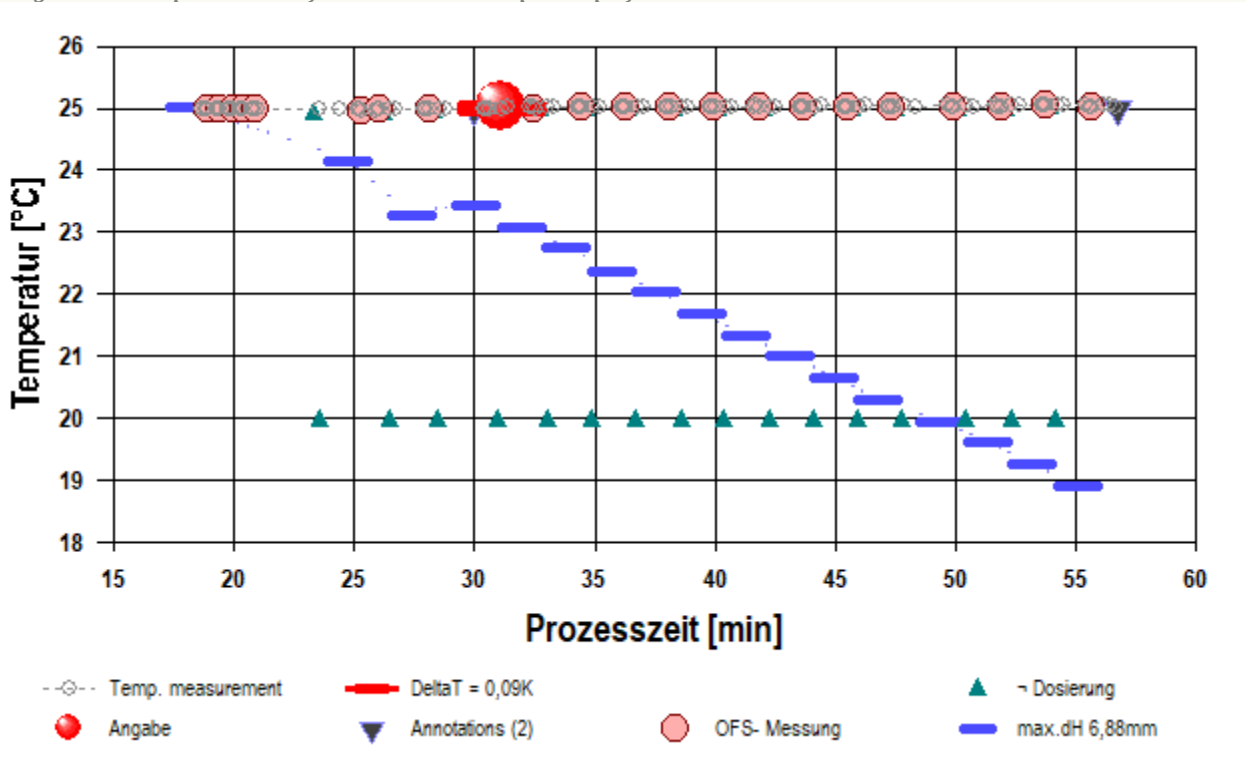
-- Bitte bei genauer Untersuchung der Ergebnisse zu beachten: Als 'Gewicht' gegebene Vorlage-, Dosier- oder Entnahmemengen werden bei der Bilanzierung durchweg in 'Wahre-Massen' (OIML) umgerechnet.

--- Einzelheiten über die Messungen der Oberflächenspannung ---

• 3. Übersicht, Temperatur

Die Oberflächenspannung wurde 22-mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs 60 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 24,96 bis 25,05°C.

→ Diagramm 3. Temperaturverlauf und Übersicht - 'Temperaturprofil'

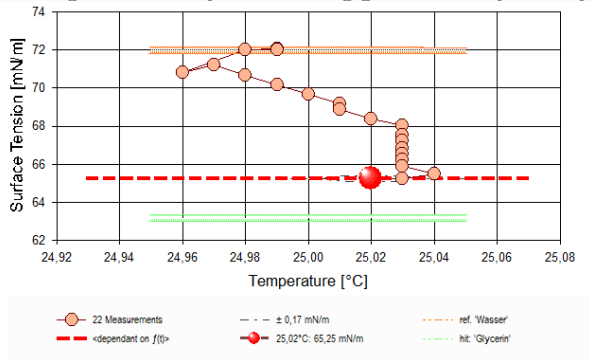


30,0' : Störung 2.Konz.-wert, d'rangerumpelt bei Beobachtung - womögl. Nullniveau-Fehlbestimmung.

56,7' : Abbruch - dr Dosierschlauch ist abgegangen- Daten der Messung OK.

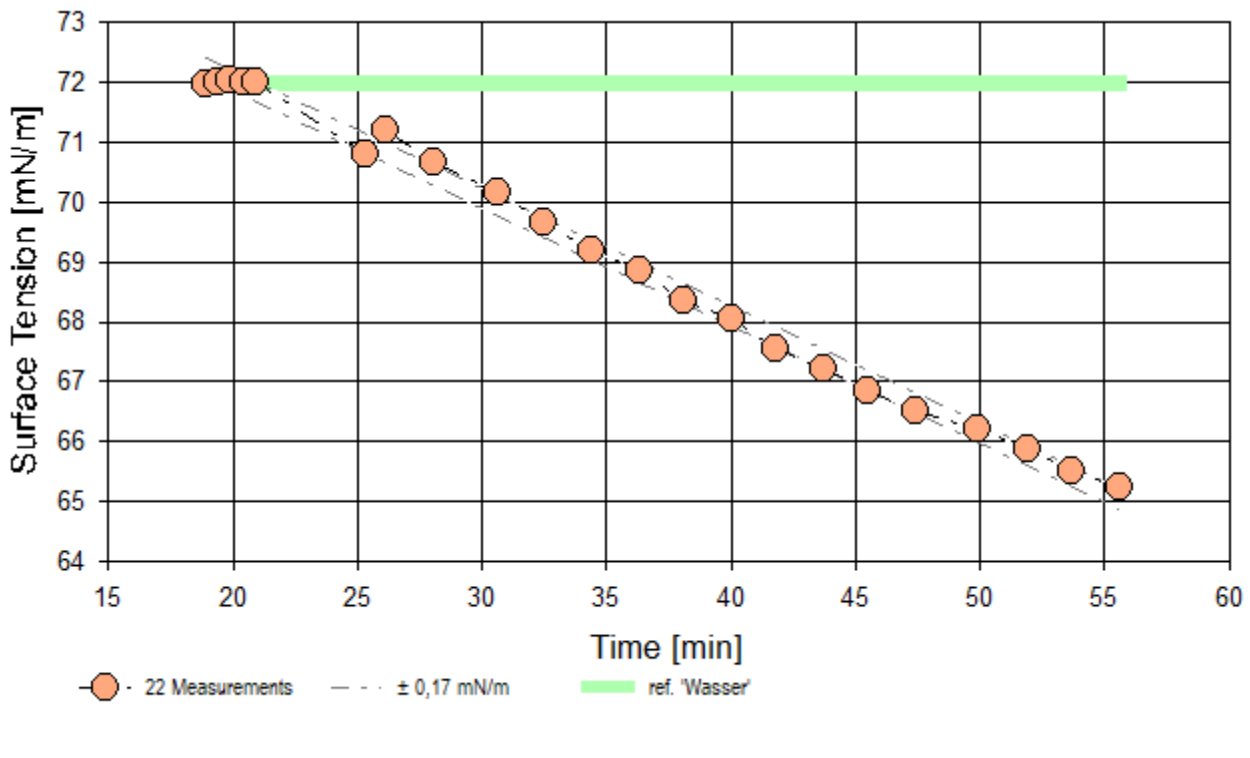
- Die zur Laufzeit der Messung vom Prüfer eingegebenen Bemerkungen werden hier wiedergegeben, wobei am Anfang der Zeile der Eintragszeitpunkt als Minutenzahl angegeben ist.
- Im Diagramm "Temperaturprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Zeitachse beginnt mit dem Startzeitpunkt dieser Messung. -- Die Kreismarkierungen zeigen die einzelnen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung jeweiliger Messwerte der Oberflächenspannung. Eine größere kugelförmige Markierung gibt den Zeit/Temperatur-Angabewert in der Dokumentation des gesamten Messprozesses an. Waagerechte rote Striche geben den relativen Verlauf des Flüssigkeitspegels (Niveauhöhe) im Messgefäß an. Dieser wurde durch jeweilige Bezugshöhenbestimmungen 17 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied (max.dH) beträgt 6,881 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen z.B. durch Dosierungen, Verdunstung, Absorption, Temperaturänderungen und/oder Änderungen des Kontaktwinkels zur Gefäßwand anzuzeigen. - Die '+'-Zeichen markieren jeweilige Dosier- und Entnahme-Zeitpunkte mit relativer Temperatur des dosierten Stoffes. Die Dreiecke zeigen Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer jeweilige Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

→ Diagramm 4. Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung - 'Temperaturverlauf'



- Das Diagramm "Temperaturverlauf" zeigt die einzelnen Messwerte der Oberflächenspannung als Kreissymbole in Abhängigkeit von der Temperatur an. Um den Angabewert ($\gamma_{25,01^\circ\text{C}} = 65,25 \text{ mN/m}$) ist der Bereich der Messunsicherheit als dünn gestrichelte, parallele Doppellinie dargestellt. Der Verlauf einer Regressionsfunktion zu den Messwerten ist als dickere, gestrichelte Linie eingezeichnet. Als fein schraffierter Bereich ist der Datenbank-Referenzwert von 'Wasser' in der Breite der angenommenen Messunsicherheit eingezeichnet. In gleicher Weise ist 'Glycerin' eingezeichnet, das gemäß Datenbank eine bessere Übereinstimmung mit dem Angabewert aufweist.

→ Diagramm 5. Zeitprojektion der Messwerte - 'Zeitprojektion²'



- Im Diagramm "Zeitprojektion²" sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in der zeitlichen Reihenfolge eingetragen. Um die Messwerte ist der Bereich der Messunsicherheit eingezeichnet.

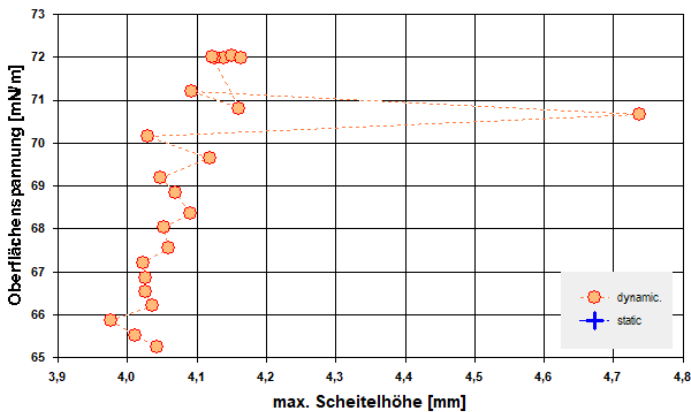
Tabelle 2: Protokoll der Mess- und Ergebnisdaten

N°	t [min]	ϑ [°C]	nPos	ΔZ [mm]	H _{Fmax} [mm]	W(F _{max}) [mg]	γ [mN/m]	τ_{rel} [s]	$\Delta\rho$ [g/cm ³]
1.	18,9	24,98	44	0,970	4,14	938,91	71,99	3,7	0,9959
2.	19,4	24,98	53	0,979	4,13	938,95	71,99	3,5	0,9959
3.	19,9	24,99	53	0,973	4,15	939,58	72,04	3,7	0,9959
4.	20,4	24,99	53	0,982	4,16	938,95	71,99	3,7	0,9959
5.	20,9	24,98	55	0,994	4,12	939,16	72,01	3,5	0,9959
6.	25,3	24,96	53	0,981	4,16	924,90	70,81	4,8	0,9958
7.	26,1	24,97	53	0,977	4,09	929,58	71,21	4,4	0,9958
8.	28,1	24,98	53	0,992	4,74	923,27	70,68	4,5	0,9957
9.	30,6	24,99	77	0,976	4,03	917,04	70,16	4,5	0,9956
10.	32,5	25,00	77	0,979	4,12	910,74	69,66	3,5	0,9955
11.	34,4	25,01	77	0,976	4,05	904,88	69,18	3,3	0,9954
12.	36,3	25,01	77	0,982	4,07	900,78	68,85	4,4	0,9953
13.	38,1	25,02	77	0,979	4,09	894,95	68,37	3,5	0,9952
14.	40,0	25,03	77	0,979	4,05	891,17	68,05	4,3	0,9951
15.	41,8	25,03	77	0,982	4,06	885,21	67,55	4,4	0,9950

16.	43,7	25,03	77	0,976	4,02	881,24	67,22	4,2	0,9949
17.	45,5	25,03	77	0,979	4,03	876,76	66,86	4,3	0,9947
18.	47,4	25,03	77	0,976	4,03	872,65	66,53	4,3	0,9946
19.	49,9	25,03	77	0,979	4,04	868,77	66,22	4,3	0,9945
20.	51,9	25,03	77	0,979	3,98	864,43	65,87	4,1	0,9944
21.	53,7	25,04	77	0,979	4,01	860,16	65,52	3,2	0,9943
22.	55,6	25,03	77	0,979	4,04	857,00	65,25	3,4	0,9942

In der Tabelle gibt t den Zeitpunkt des Messwertes und θ die zugehörige Temperatur an. n_{Pos} steht für die Anzahl der Kraft/Positionswerte der Messkurvenabtastung über die Strecke ΔZ . Die Spalte H_{Fmax} gibt die Lamellenhöhe im Parabelsattel der Messkurve über dem Flüssigkeits-Nullniveau an. An dieser Stelle beträgt das Gewicht der Lamelle $W_{(Fmax)}$ und dieses entspricht der so gemessenen Oberflächenspannung γ . Die Zeitspanne $\tau_{rel.}$ gibt die Dauer beim Auszug der Lamelle bis zum Erreichen der Maximalkraft an. In der Spalte $\Delta\rho$ ist die Dichtedifferenz (d.h. der Dichte von Wasser abzüglich der Luftdichte) bei der Temperatur angegeben.

- Diagramm 6. Lamellenhöhe in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung - 'Lamellenhöhen²'



- Das Chart "Lamellenhöhen²" stellt die Oberflächenspannung in einen Zusammenhang mit der 'Lamellenhöhe' im Punkt der maximalen Kraft bzw. Spannung. Die Abhängigkeit ist in der Regel proportional; die Lamellenhöhe wird teilweise von der Gefäßoberfläche beeinflusst. Größere Streuungen im Werteverlauf zeigen eine unruhige Umgebung oder ungeeignete Ermittlungseinstellungen der Grenzflächenlage an (Nullniveau-Bestimmung); systematische Änderungen deuten je nach Umständen auf Effekte von Messgeschwindigkeitsvariationen oder auch die Bildung einer 'Oberflächenhaut' hin. - Beim Bestimmungsverfahren zur Pegelposition der Phasengrenze durch das *Tastverfahren von unten* (aus der Phase), wird die Höhe 0 (Nullniveau) durch den Kontakt der Ringoberseite mit der Phasengrenze definiert. Deshalb ist die Ringdrahtdicke (=0,37 mm) bei diesen absoluten Niveau-Höhen in Betracht zu ziehen.

• 4. Auswertungsverfahren & Messkörper

Berechnung: 'Harkins & Jordan' - Originaltabellen.

Messring: Ring N°1, mittlerer Ringradius $R = 9,54$ mm, Drahtradius $r = 0,185$ mm, linearer Ausdehnungskoeffizient $\alpha = 8,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$. Anwendung des geometrischen Korrekturfaktors $f_G = 0,9991$; Innendurchmesser des Messgefäßes $\varnothing = 43,0$ mm.

Vorlagensubstanz: Wasser, Dichte $\rho = 0,997038$ g/cm³ (bei 25,01°C); die Dichtedifferenz $\Delta\rho$ wird zur jeweiligen Temperatur mit der Referenzfunktion berechnet, wobei das Mischungsverhältnis der Komponenten und die sich daraus ergebende Dichte - idealer Mischungen - ebenfalls berücksichtigt ist.

- Die geometrischen Angaben zum Messring beziehen sich auf die Bezugstemperatur 25°C. Von der Flüssigkeitsdichte wird stets die zur Messung vorliegende Luftdichte ρ_a abgezogen. Die Berechnung der Dichte ρ zur jeweils vorliegenden Temperatur erfolgt mittels vorhandener Referenzdaten zu Wasser automatisch. Hierzu wird die Gleichung ' $\Delta\rho$ [g/cm³] = $f(\theta[^\circ C]) = (99983,952 + 1695,2577 \cdot \theta - 0,79905127 \cdot \theta^2 - 4,6241757E-3 \cdot \theta^3 + 1,0584601E-5 \cdot \theta^4 - 2,8103006E-8 \cdot \theta^5) / (1e5 + 1688,7236 \cdot \theta) - \rho_a$ ' verwendet. Die Dichteänderung mit der Dosierung wird auf der Basis idealer Mischungen berechnet. Sollte mit den Dosierschritten die automatische Dichteberechnung der Mischung nicht erfolgen, sind die Zugaben als 'unlöslicher Stoff' zu kennzeichnen.

Tabelle 3: Zu Berechnung und Klassifikation der einzelnen Messwerte

N°	F_{max} [mN]	F_{bz} [mN]	f_k -	v_z [mm·s ⁻¹]	X [mm]	t_x [s]	ΩK -
1.	9,1506	-0,0579	0,938 h	0,203	-	-	1pD
2.	9,1510	-0,0579	0,938 h	0,203	-	-	1pD
3.	9,1543	-0,0608	0,9381 h	0,203	-	-	1pD
4.	9,1520	-0,0569	0,938 h	0,203	-	-	1pD
5.	9,1561	-0,0549	0,9381 h	0,203	-	-	1pD
6.	9,0230	-0,0481	0,9367 h	0,203	-	-	1pD×
7.	9,0699	-0,0471	0,9372 h	0,203	-	-	1pD
8.	9,0129	-0,0422	0,9366 h	0,203	-	-	1pD
9.	8,9538	-0,0402	0,9361 h	0,203	-	-	1pD
10.	8,8950	-0,0373	0,9357 h	0,203	-	-	1pD
11.	8,8395	-0,0353	0,9354 h	0,203	-	-	1pD
12.	8,8042	-0,0304	0,9352 h	0,203	-	-	1pD
13.	8,7470	-0,0304	0,9346 h	0,203	-	-	1pD
14.	8,7148	-0,0255	0,9342 h	0,203	-	-	1pD
15.	8,6584	-0,0235	0,9336 h	0,203	-	-	1pD

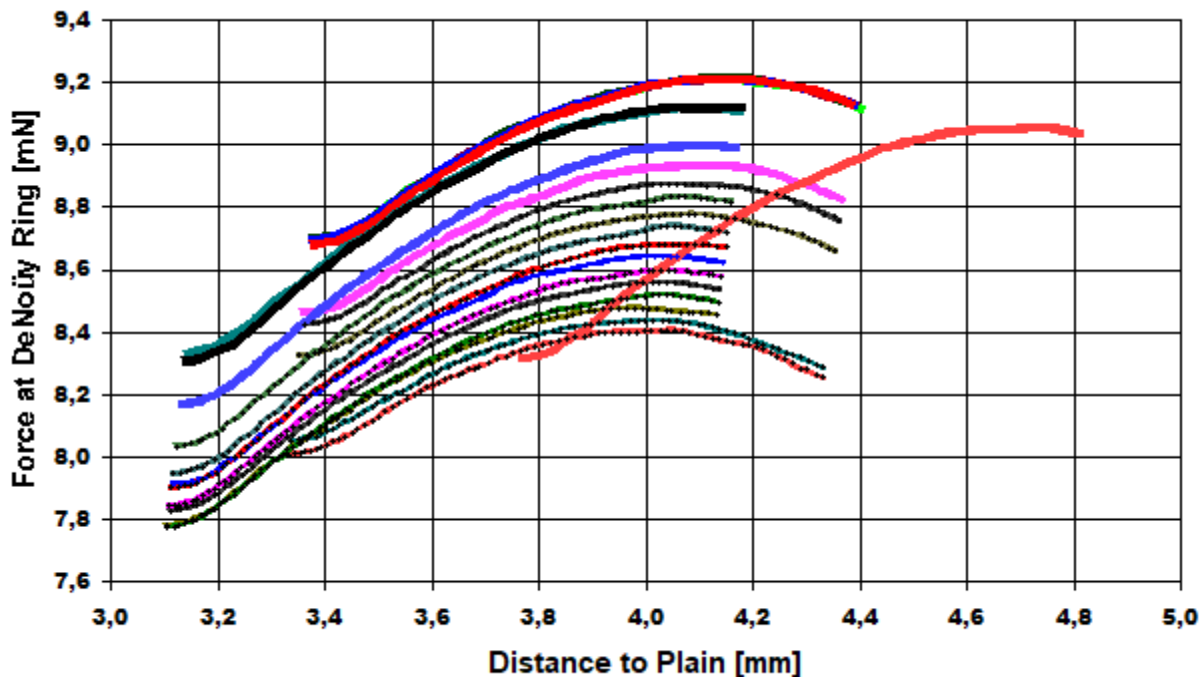
16.	8,6233	-0,0196	0,9332 h	0,203	-	-	¹ pD
17.	8,5813	-0,0177	0,933 h	0,203	-	-	¹ pD
18.	8,5440	-0,0147	0,9327 h	0,203	-	-	¹ pD
19.	8,5079	-0,0127	0,9325 h	0,203	-	-	¹ pD
20.	8,4693	-0,0088	0,9322 h	0,203	-	-	¹ pD
21.	8,4293	-0,0069	0,9318 h	0,203	-	-	¹ pD
22.	8,4003	-0,0049	0,9316 h	0,203	-	-	¹ pD

F_{max} gibt den korrigierten Messwert der Maximalkraft an; dessen Kraftbezugswert wird mit F_{bz} ausgegeben (Berechnung: $\gamma = f_c f_k (F_{max} - F_{bz}) / (4\pi R)$). Der Faktor f_k , der die Ringgeometrie und Dichteverhältnisse berücksichtigt, kann nach verschiedenen Rechenverfahren bestimmt werden, die jeweils in technischen Normen vorgeschrieben sein können. Um die Herkunft des Faktors f_k kenntlich zu machen, wird ein angehängtes Zeichen zugefügt: 'h' steht für (interpolierte) Werte aus den original Harkins und Jordan Tabellen ('+' zeigt nicht interpolierbare Randlagen in der Tabelle an), 'f' steht für die Tabellen nach Fox und Chrisman, 'z' für Zuidema und Waters, 'p' steht für den IMETER/Petzoldt'schen Lösungsverfahren, der die zugrundeliegenden Differenzialgleichung adressiert sowie 'w' für die unkorrigierte 'F/2U'-Berechnung des Näherungswertes. Mit v_z wird die Abzugsgeschwindigkeit angegeben, also die Geschwindigkeit, mit der Ring und Flüssigkeitsoberfläche zur Messung auseinander bewegt wurden. Falls während des Lamellenauszugs ein Bruch der Flüssigkeitslamelle auftrat, gibt 'X' die Bruchhöhe und t_x dafür den relativen Zeitpunkt an.

Die Angabe ΩK ist das Klassifizierungskennzeichen der Messkurve: ¹' steht für eine Messkurve mit wenigen Sekunden zuvor frisch ermittelter Bezugskraft; bei ²' wurde die Bezugskraft übernommen; ³' bedeutet ohne Bezugskraft (tariert); 'k' bezeichnet vollständige Kurvenzüge, 'p' Teilkurven, 's' Einzelpunkt, 'r' Sonderformen; 'D' steht für dynamische Messkurven, 'S' für statische Mehrpunkt- oder 'M' Einzelpunktmessungen. Ein 'x' wird angehängt, wenn der Messwert unsicher ist und aus nicht-idealen Messkurven ermittelt wurde, z.B. bei verzerrter Parabelform.

DIN 53914 - zur Bestimmung der Oberflächenspannung - fordert für den Prüfbericht den Hinweis auf die Norm und einen Teil der hier gegebenen Angaben. Mit dem Hinweis auf den durchgängigen Einsatz des **Absolutverfahrens** gilt auch Konformität mit ASTM D 1331 und ISO 6889. Zusätzliche Angaben zu Art, Zubereitung und Alter der Probe sollten - für einen normgerechten Prüfbericht - über das Bemerkungsfeld des Datenblattes oder über die Kommentarfunktion (auch nach der Messung) dem Bericht beigelegt sein.

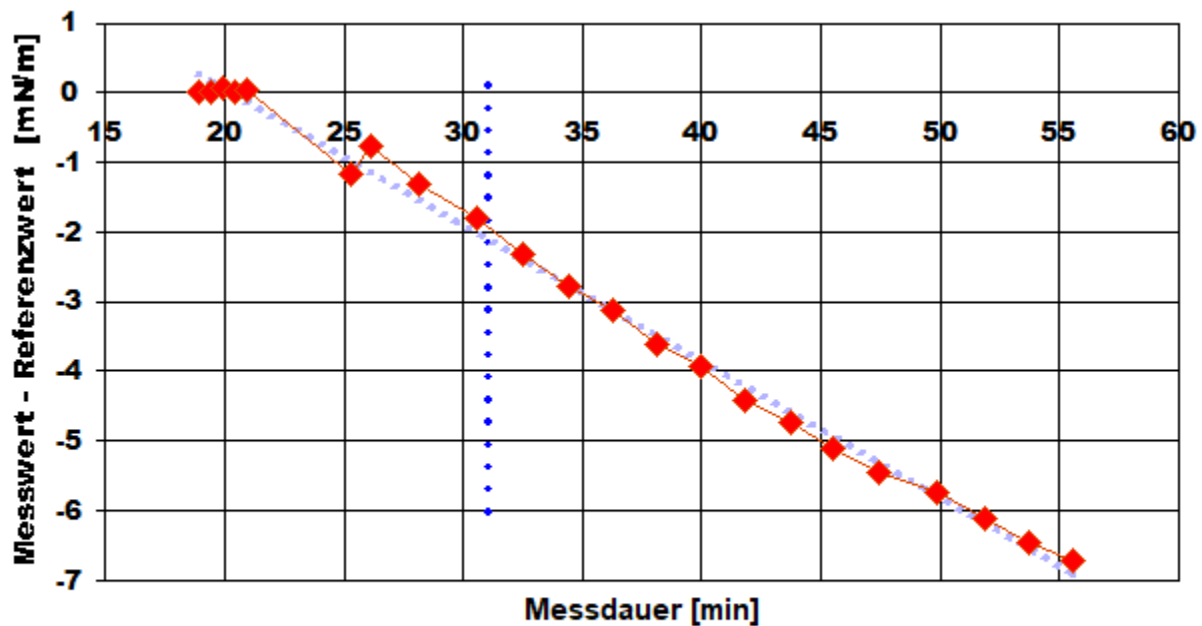
- Diagramm 7. Messkurven - Grundlage der Bestimmung der Oberflächenspannung - 'Measuring Curves'²



- Im Diagramm "Measuring Curves²" werden die zu Grunde liegenden einzelnen Kraftmesswerte als 'Messkraft' gegen 'Lamellenhöhe' für alle Messpunkte der 22 Messkurven dargestellt. Eine Messkurve beschreibt einen Oberflächenspannungswert. Die Lamellenhöhe ist der über Kraft, Dichte und Gefäßoberfläche korrigierte Abstand der Ebene der Ringoberseite zum Nullniveau der Flüssigkeitsoberfläche. Qualität und Korrektheit einer Messung zeichnen sich durch glatte, konvexe Kurvenzüge im Bereich der Kraftmaxima aus.

• 5. Referenzdatenvergleich

- Diagramm 8. IST/SOLL-Vergleich in zeitlicher Abfolge der Messwerte - 'DeltaChart'



Reference values for 'Wasser' acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=235.8 \cdot (1-(T+273.15)/647.096)^{1.256} \cdot (1-0.625 \cdot (1-(T+273.15)/647.096))$
Deviance as a function: $f(t[\text{min}]) = 3,96 - 0,196 \cdot [\text{min}]$, $r^2 = 0,9951$

• 6. Meldungen & Hinweise

1. Zur Volumenberechnung der Vorlagemenge wurde die Angabetemperatur 25,01°C anstelle der beigemessenen 24,98°C verwendet. Bitte beachten Sie: Messungen dieser Art sollten möglichst exakt isotherm verlaufen.
2. Nach dem letzten Messwert wurde eine weitere Mengenänderung registriert, deren Effekt(e) nicht gemessen wurden.

Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für \pm (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% normalverteilter Werte.

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, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand.

Programm

Data created during execution of the IMPro "Konz_0-15%-Wasser2", type 1/55. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde zuletzt eine Minute nach Beginn dieser Messung von imeter justiert.

IMETER ID16405542: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,000 g/cm³, Luftdichte ρ_{air} 1,12 kg/m³; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s². Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 4.1.103, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

• 7. Kommentar/Bewertung/Interpretation

Niveaufehler (Antastung bei 3. Messkurve) ohne Effekt.

Bei kleinen Konzentrationsbereichen genügt in der Regel eine nicht-logarithmische Regression zur Repräsentation der Wertemenge. Im Übrigen zeigt der Verlauf der Differenzenquotienten, dass hier weder ein einfaches Konzentrations-lineares noch -logarithmisches Gesetz vorliegt.

Dokument einer historischen Messung neu ausgewertet.

"Nachtägliche Anmerkungen" sind Bemerkungen eines Anwenders, die nach Abschluss zur Dokumentation hinzugefügt wurden.

.....

Report created by IMETER

„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

Jeder, der Messreihen zusammenfasst, forscht, auswertet, QS-Statistiken führt etc., kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen. Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das spart Zeit, Geld und Nerven, gibt Sicherheit und fördert Entdeckungen.



Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

- ◆ [Feststoff- und Flüssigkeitsdichte](#), Ausdehnungskoeffs.
- ◆ [Grenz-, Oberflächenspannung und ~Energie](#)
- ◆ [Viskosität, Rheologie, Konsistenz, Textur](#)
- ◆ [\(Aus-\)Härtungszeit, Porosität, Sorptivität](#) u.v.a.
- ◆ [freie und spezifische Automationen](#)

©2024 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme

Verantwortung: Michael Breitwieser,

Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg

Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489

www.imeter.de



IMETER - Dienstleistungen:

www.imeter.de/adienstleistungen.html