IMETER M1 "Ringmethode": Permanentmessungen

Messung der

Oberflächenspannung - Zeit- und temperaturunabhängige

Verfahren für

Prozessmessungen und Inline/Online Monitorings

Die Struktur der IMETER-Steuerungs- und Auswertesoftware erlaubt mehr oder weniger alle denkbaren Umstände von Messaufgaben auf ziemlich kurzem Wege zur Anwendung zu bringen. Dazu gehört, dass Messprogramme sich selbst beenden, neu starten und die Daten entsprechend in den Reports fortschreiben. Damit kann sich z.B. ein Prozessmonitoring oder eine dokumentierte Regelung unbegrenzt fortsetzen. Zugehörig zur Messung der Oberflächenspannung sind die IMETER-spezifischen Techniken der temperatur- und viskositätsunabhängigen und dauernd hochexakten Messung (Gleichgewichtsmessung und Differenzwägung) sowie der In-Process-Justierung (automatische Justierung des Kraftmessers). So kann ein Monitoring unbegrenzt und gleichbleibend exakt fortgesetzt werden. Im Beispiel wird die Oberflächenspannung einer Toluolprobe ständig über je eine Stunde hinweg gemessen und ein Report erzeugt, wie unten ausgegeben. Der Ministat-Thermostat (Fa. Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg) wird dabei vom Messprogramm gesteuert, um einen ständig auf- und abnehmenden Temperaturverlauf zu erzeugen. Die Probe befindet sich in einem doppelwandigen Temperiergefäß. Die jeweilige Ermittlung der Oberflächenlage (der Verlauf dazu ist im ersten Diagramm ausgegeben) gibt eine Rückkopplung über die Wärmedehnung. Trotz der rauen Temperierung zeigen die Messwerte eine gute Übereinstimmung mit dem Erwartungswert von Toluol. Der sich dabei ergebende Temperaturkoeffizient ist eine zusätzliche Eigenschaft, die hier anzeigt, dass ein etwas besser zum Angabewert passendes Oktadecan dann doch Temperaturkoeffizienten hat (zweites Diagramm).



©2024 IMETER - MessSysteme Tel. (+49)(0) 821/706450

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

In diesem Dokument wird ein automatisch erzeugter IMETER-Prüfbericht vorgestellt. Die Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass alle Variablen einer Messung dargestellt werden sollen. Variabel 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 sehr viel Arbeitszeit ein, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Darstellung automatisiert ist!

Die Einstellungsvorgaben des Berichts bestimmen dabei Art und Umfang der Informationsdarstellung. Anhand eines vollständigen Berichts wird der Anwender in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.



automatic Report (396478N16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 02. Jun 24

ID N° 180 - Surface Tension / ΔT

ARA-Dauerlauf (Toluene) (A7) Flüssigkeit/Vergleich: 'Toluol'

Result: $\gamma_{25^{\circ}C} = 27,89 \pm 0,11 \text{ mN/m}, \kappa_{v} 43 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$

Report

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

• 1. Eigenschaft und Methode

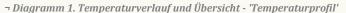
Die Oberflächenspannung γ ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die zwischenmolekularen Anziehungskräfte ausdrückt. Die Einheit 'mN/m' (Kraft pro Länge bzw. 'mJ/m²', Arbeit pro Fläche) bedeutet eine reversible Energiemenge, die aufzuwenden ist, um 1 m² neue Oberfläche 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 Drahtring 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

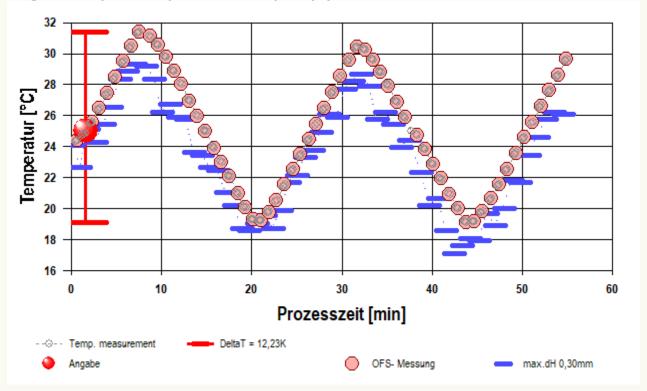
Flüssigkeitsgewicht - mithin die Dichtedifferenz $\Delta \rho$ zwischen Probe und Luft bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert wird auf den Wert der Maximalkraft ein Korrekturfaktor f_k angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, 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_G durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben.

Angewandtes Verfahren und Ergebnisberechnung: ausdauernde Messungen bei Temperaturänderung; Ergebniswert und Temperaturabhängigkeit wurden aus dem Verlauf der Einzelwerte per Regression ermittelt. Die Änderung der Oberflächenspannung in Temperaturabhängigkeit erlaubt bei genügend großem Temperaturintervall die sichre Angabe einer Temperaturfunktion sowie der Oberflächenentropie und der totalen Oberflächenenergie.

• 2. Übersicht, Temperatur

Die Oberflächenspannung wurde 61-mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs 60 Minuten; stufig, zwischen 19,1 und 31,4°C, überwiegend ansteigender Temperaturverlauf mit wechselnden Temperierstufen.





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 Bedeutung der eingezeichneten Symbole: 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 61 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied (max.M) beträgt 0,301 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen z.B. durch Dosierungen, Verdunstung, Absorption und besonders durch die Temperaturänderung eine Volumenausdehnung der Probe anzuzeigen.

• 3. Ergebniszusammenfassung

61 Messwerte; Zeitbereich 1 bis 55 min, Temperatur ΔT =-12,23 K

Angabewert: $\gamma_{25^{\circ}C} = 27.89 \pm 0.11 \text{ mN/m}$ (298,15 K)

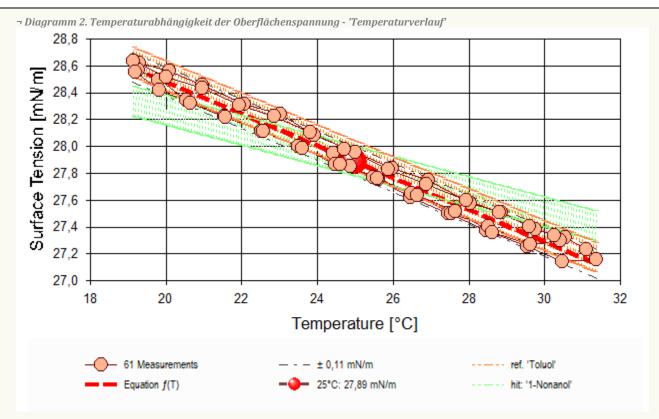
Streuung: ±0,071 mN/m absolute bzw. 2,5% relative Standardabweichung Berechnung: lineare Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

Temperaturabhängigkeit zwischen 19,14 und 31,37 °C:

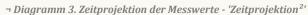
 γ [mN/m] = f(ϑ [°C]) = 30,86 -0,119 $\cdot \vartheta$ mit r^2 = 0,974, s^2 = 5,02E-3

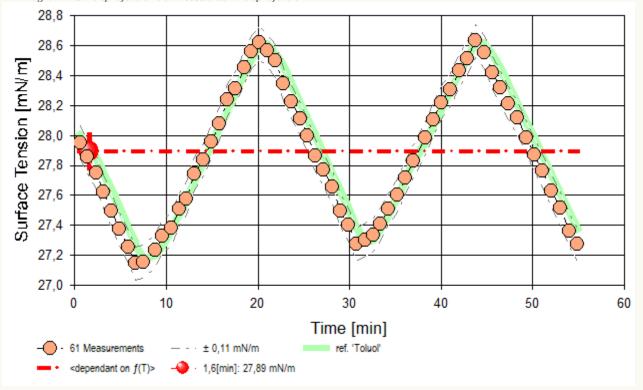
Der Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung κ_{γ} mit 43 [10^{-4} K⁻¹] entspricht gewöhnlichen Werten sehr gut. Er bedeutet eine Oberflächenspannungs-Änderung von 4,3‰, entsprechend 0,12 mN/m pro Grad bei der Angabetemperatur.

Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Ein 'normaler' Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung reicht bei 25°C von etwa 18 bis 57 10-4K·1. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r², der hier wohl 'ausreichend' zu nennen ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s²) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung (√s²) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.



Das Diagramm "Temperaturverlauf" zeigt die einzelnen Messwerte der Oberflächenspannung als Kreissymbole in Abhängigkeit von der Temperatur an. Um den Angabewert (y25°C= 27,89 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 'Toluol' in der Breite der angenommenen Messunsicherheit eingezeichnet. In gleicher Weise ist '1-Nonanol' eingezeichnet, das gemäß Datenbank eine bessere Übereinstimmung mit dem Angabewert aufweist.





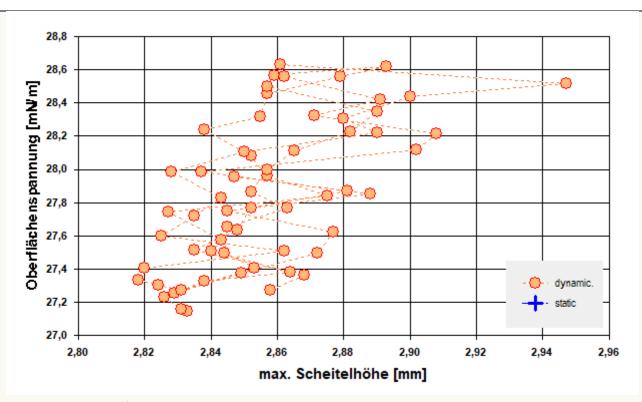
 Im Diagramm "Zeitprojektion²" sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in der zeitlichen Reihenfolge eingetragen. Um die Messwerte ist der Bereich der Messunsicherheit eingezeichnet. Der ausgewiesene Angabewert ist als dickere, gestrichelte, waagerechte Linie eingezeichnet. Als gestrichelte Linie werden Datenbank-Referenzwerte von 'Toluol' temperaturkompensiert eingezeichnet.

Tabelle 1: Protokoll der Mess- und Ergebnisdaten

N°	t [min]	∂ [°C]	n Pos -	∆Z [mm]	H Fmax [mm]	$W_{(Fmax)}$ [mg]	γ [mN/m]	τ rel. [s]	$oldsymbol{\Delta ho}_{ m [g/cm^3]}$
1.	0,6	24,41	62	1,388	2,85	384,62	27,95	4,7	0,8615
2.	1,4	24,86	76	1,376	2,89	383,37	27,85	4,8	0,8611
3.	2,3	25,60	76	1,388	2,85	382,05	27,75	4,6	0,8604
4.	3,1	26,46	75	1,375	2,88	380,39	27,62	4,8	0,8596
5.	4,0	27,46	75	1,374	2,87	378,76	27,50	4,8	0,8587
6.	4,9	28,46	76	1,390	2,85	377,18	27,38	4,7	0,8578
7.	5,8	29,53	75	1,376	2,83	375,64	27,26	4,6	0,8568
8.	6,6	30,47	76	1,377	2,83	374,21	27,15	4,6	0,8559
9.	7,5	31,37	105	1,374	2,83	374,32	27,16	4,6	0,8551
10.	8,8	31,11	105	1,377	2,83	375,30	27,23	4,5	0,8553
11.	9,6	30,55	106	1,386	2,84	376,49	27,33	4,6	0,8558
12.	10,5	29,76	106	1,388	2,86	377,20	27,38	4,7	0,8566
13.	11,4		106			378,85			0,8574
		28,86		1,386	2,84		27,51	4,6	
14.	12,2	28,04	106	1,388	2,84	379,75	27,58	4,6	0,8582
15.	13,1	26,94	106	1,390	2,83	381,91	27,74	4,5	0,8592
16.	14,0	25,97	105	1,373	2,88	383,12	27,84	4,7	0,8601
17.	14,9	24,99	106	1,388	2,86	384,70	27,96	4,7	0,8610
18.	15,8	23,93	106	1,388	2,85	386,28	28,08	4,6	0,8620
19.	16,7	23,02	106	1,386	2,84	388,31	28,24	4,5	0,8628
20.	17,5	22,07	106	1,386	2,86	389,30	28,32	4,7	0,8637
21.	18,5	20,96	106	1,386	2,86	391,11	28,46	4,7	0,8648
22.	19,3	20,08	105	1,375	2,88	392,43	28,56	4,7	0,8656
23.	20,2	19,30	105	1,374	2,89	393,22	28,62	4,8	0,8663
24.	21,0	19,27	106	1,388	2,86	392,57	28,57	4,6	0,8663
25.	21,9	19,79	105	1,379	2,86	391,67	28,50	4,6	0,8658
26.	22,8	20,55	106	1,388	2,89	389,72	28,35	4,8	0,8651
27.	23,7	21,54	106	1,386	2,88	388,21	28,23	4,7	0,8642
28.	24,6	22,52	106	1,388	2,87	386,68	28,11	4,7	0,8633
29.	25,4	23,50	106	1,388	2,86	385,24	28,00	4,7	0,8624
30.	26,3	24,47	105	1,375	2,85	383,50	27,86	4,7	0,8615
31.	27,2	25,48	105	1,377	2,86	382,29	27,77	4,7	0,8606
32.	28,1	26,47	105	1,379	2,85	380,77	27,65	4,6	0,8596
33.	29,0	27,54	105	1,377	2,84	378,78	27,50	4,6	0,8586
34.	29,9	28,52	105	1,382	2,85	377,54	27,40	4,7	0,8577
35.	30,8	29,61	106	1,388	2,83	375,84	27,27	4,5	0,8567
36.	31,7	30,42	105	1,379	2,82	376,21	27,30	4,5	0,8559
37.	32,6	30,25	106	1,388	2,82	376,64	27,34	4,5	0,8561
38.	33,4	29,59	105	1,377	2,82	377,54	27,41	4,5	0,8567
39.						377,34			0,8574
40.	34,3 35,2	28,81	106 105	1,386 1,377	2,86	380,07	27,51 27,60	4,7 4,5	0,8583
		27,93 26,87	105		2,83	381,58	27,60		0,8593
41.	36,1			1,388	2,84	•	27,72	4,5	
42.	37,0	25,87	106	1,388	2,84	383,01	27,83	4,6	0,8602
43.	38,3	24,72	105	1,379	2,83	385,00	27,98	4,5	0,8613
44.	39,2	23,81	105	1,374	2,85	386,62	28,11	4,6	0,8621
45.	40,1	22,85	106	1,386	2,89	388,10	28,22	4,8	0,8630
46.	41,0	21,93	106	1,388	2,88	389,17	28,31	4,8	0,8639
47.	42,0	20,95	105	1,374	2,90	390,86	28,44	4,8	0,8648
48.	42,9	20,01	106	1,388	2,95	391,91	28,52	5,0	0,8656
49.	43,8	19,14	106	1,388	2,86	393,40	28,63	4,8	0,8664
50.	44,7	19,20	105	1,373	2,86	392,44	28,56	4,7	0,8664
51.	45,6	19,82	106	1,388	2,89	390,66	28,42	5,0	0,8658
52.	46,5	20,65	106	1,388	2,87	389,40	28,32	4,7	0,8650
53.	47,4	21,57	105	1,377	2,91	388,04	28,22	4,9	0,8642
54.	48,3	22,56	106	1,388	2,90	386,76	28,12	4,9	0,8633
55.	49,3	23,60	105	1,382	2,84	385,05	27,98	4,5	0,8623
56.	50,2	24,60	105	1,377	2,88	383,56	27,87	4,7	0,8614
57.	51,1	25,58	105	1,377	2,85	382,22	27,77	4,7	0,8605
58.	52,1	26,64	106	1,388	2,85	380,50	27,63	4,6	0,8595
59.	53,0	27,63	106	1,386	2,84	378,96	27,51	4,6	0,8585
60.	54,0	28,62	106	1,386	2,87	377,02	27,36	4,7	0,8576
00.	57,0	20,02	106	1,388	2,86	375,84	27,27	4,7	0,8567

In der Tabelle gibt \mathbf{t} den Zeitpunkt des Messwertes und $\boldsymbol{\vartheta}$ die zugehörige Temperatur an. \mathbf{n}_{Pos} steht für die Anzahl der Kraft/Positionswerte der Messkurvenabtastung über die Strecke $\Delta \mathbf{Z}$. Die Spalte \mathbf{H}_{Fmax} gibt die Lamellenhöhe im Parabelscheitel der Messkurve über dem Flüssigkeits-Nullniveau an. An dieser Stelle beträgt das Gewicht der Lamelle $\mathbf{W}_{(Fmax)}$ und dieses entspricht der so gemessenen Oberflächenspannung γ . Die Zeitspanne $\mathbf{\tau}_{rel.}$ 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 Toluol abzüglich der Luftdichte) bei der Temperatur

 $[\]lnot \textit{Diagramm 4. Lamellenh\"{o}he in Abh\"{a}ngigkeit von der \textit{Oberfl\"{a}chenspannung - 'Lamellenh\"{o}hen''}$



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 (=0,185 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 α =8,9·10⁻⁶K⁻¹. Anwendung des geometrischen Korrekturfaktors f_G = 1,003; Innendurchmesser des Messgefäßes Ø =43,0 mm.

Probensubstanz: *Toluol*, Dichte ρ =0,862198 g/cm³ (bei 25°C); die Dichtedifferenz $\Delta \rho$ wird zur jeweiligen Temperatur mit der Referenzfunktion berechnet.

- 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 *Toluol* automatisch. Hierzu wird die Gleichung ' $\Delta \rho$ [g/cm³] = f(θ [°C]) = 1.18621-1.47573E-3·(θ +273.15)+2.08566E-6·(θ +273.15)² - 2.61945E-9·(θ +273.15)³ - ρ_a ' verwendet.

Tabelle 2: Zu Berechnung und Klassifikation der einzelnen Messwerte

N°	F _{max} . [mN]	F bz. [mN]	<i>f</i> k	V z [mm·s ⁻¹]	X [mm]	t x [s]	ΩK
1.	83,8888	80,1146	0,8852 h	0,203	-	-	¹pD
2.	83,8794	80,1175	0,885 h	0,203	-	-	¹pD
3.	83,8685	80,1195	0,8848 h	0,203	-	-	¹pD
4.	83,8551	80,1224	0,8846 h	0,203	-	-	¹pD
5.	83,8430	80,1263	0,8843 h	0,203	-	-	¹pD
6.	83,8266	80,1254	0,8841 h	0,203	-	-	¹pD
7.	83,8105	80,1244	0,8838 h	0,203	-	-	¹pD
8.	83,7944	80,1224	0,8836 h	0,203	-	-	¹pD
9.	83,7945	80,1214	0,8837 h	0,203	-	-	¹pD
10.	83,8002	80,1175	0,8839 h	0,203	3,169	6,3	¹pD
11.	83,8119	80,1175	0,8841 h	0,203	3,173	6,3	¹pD
12.	83,8238	80,1224	0,8842 h	0,203	3,190	6,4	¹pD
13.	83,8361	80,1185	0,8844 h	0,203	3,188	6,3	¹pD
14.	83,8468	80,1204	0,8846 h	0,203	3,199	6,4	¹pD
15.	83,8622	80,1146	0,8849 h	0,203	3,177	6,3	¹pD
16.	83,8750	80,1155	0,8851 h	0,203	3,228	6,5	¹pD

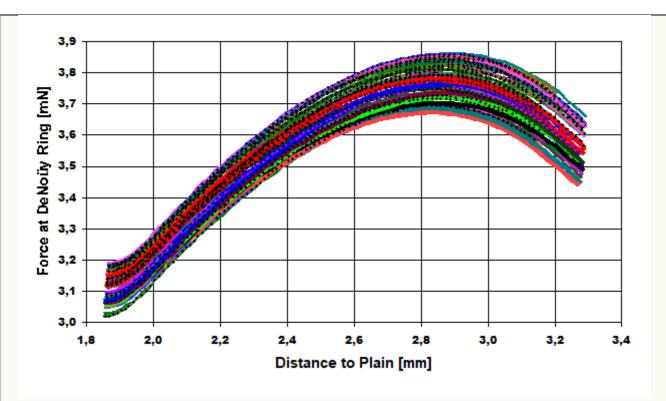
17.	83,8886	80,1136	0,8853 h	0,203	3,202	6,4	¹pD
18.	83,9041	80,1136	0,8855 h	0,203	3,193	6,4	¹pD
19.	83,9181	80,1077	0,8858 h	0,203	3,195	6,3	¹pD
20.	83,9307	80,1106	0,8859 h	0,203	3,196	6,3	¹pD
21.	83,9476	80,1097	0,8862 h	0,203	3,222	6,5	¹pD
22.	83,9575	80,1067	0,8864 h	0,203	3,235	6,6	¹pD
23.	83,9653	80,1067	0,8865 h	0,203	-	-	¹pD
24.	83,9589	80,1067	0,8863 h	0,203	-	-	¹pD
25.	83,9511	80,1077	0,8862 h	0,203	-	-	¹pD
26.	83,9329	80,1087	0,8859 h	0,203	-	-	¹pD
27.	83,8926	80,0832	0,8857 h	0,203	-	-	¹pD
28.	83,8805	80,0861	0,8855 h	0,203	-	-	¹pD
29.	83,8684	80,0881	0,8853 h	0,203	-	-	¹pD
30.	83,8562	80,0930	0,885 h	0,203	-	-	¹pD
31.	83,8453	80,0940	0,8849 h	0,203	-	-	¹pD
32.	83,8323	80,0959	0,8846 h	0,203	-	-	¹pD
33.	83,8187	80,1018	0,8843 h	0,203	-	-	¹pD
34.	83,8065	80,1018	0,8841 h	0,203	-	-	¹pD
35.	83,7908	80,1028	0,8839 h	0,203	-	-	¹pD
36.	83,7945	80,1028	0,884 h	0,203	-	-	¹pD
37.	83,8006	80,1047	0,8841 h	0,203	3,147	6,1	¹pD
38.	83,8104	80,1057	0,8842 h	0,203	3,163	6,2	¹pD
39.	83,8235	80,1057	0,8844 h	0,203	3,202	6,4	¹pD
40.	83,8352	80,1057	0,8846 h	0,203	3,175	6,3	¹pD
41.	83,8482	80,1038	0,8848 h	0,203	3,190	6,4	¹pD
42.	83,8612	80,1028	0,885 h	0,203	3,191	6,4	¹pD
43.	83,8787	80,1008	0,8853 h	0,203	3,165	6,2	¹pD
44.	83,8907	80,0969	0,8856 h	0,203	3,205	6,4	¹pD
45.	83,9013	80,0930	0,8858 h	0,203	3,236	6,5	¹pD
46.	83,9118	80,0930	0,8859 h	0,203	3,213	6,4	¹ pD
47.	83,9264	80,0910	0,8861 h	0,203	3,237	6,5	¹ pD
48.	83,9338	80,0881	0,8863 h	0,203	3,240	6,6	¹ pD
49.	83,9465	80,0861	0,8865 h	0,203	-	-	¹ pD
50.	83,9380	80,0871	0,8863 h	0,203	-	-	¹ pD
51.	83,9226	80,0891	0,886 h	0,203	-	-	¹ pD
52.	83,9131	80,0920	0,8858 h	0,203	-	-	¹ pD
53.	83,9008	80,0930	0,8857 h	0,203	-	-	¹ pD
54. 55.	83,8892	80,0940	0,8855 h	0,203	-	-	¹pD ¹pD
55. 56.	83,8782	80,0998	0,8852 h	0,203 0,203	-	-	−pD ¹pD
56. 57.	83,8685	80,1047 80,1067	0,885 h 0,8848 h	0,203	-	-	⁻pD ¹pD
57. 58.	83,8573		,		-	-	⁻pD ¹pD
58. 59.	83,8444 83,8333	80,1106 80,1146	0,8846 h 0,8844 h	0,203 0,203	-	-	⁻pD ¹pD
59. 60.	83,8333	80,1146	0,8844 n 0,884 h	0,203	-	-	⁻pD ¹pD
61.	83,8065	80,1195	0,8839 h	0,203	Ţ		טק ¹ pD
01.	03,0003	00,1103	0,003711	0,203	-	-	pυ

F_{max} gibt den korrigierten Messwert der Maximalkraft an; dessen Kraftbezugswert wird mit F_{bz} ausgegeben {Berechnung: γ = f_G·f_b·(F_{max}·F_{bz})/(4π·R)}. Der Faktor f_k·er berücksichtigt die Ringgeometrie und Dichteverhältnisse - 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 Lösungsalgorithmus der die zugrundeliegenden Differenzialgleichung adressiert sowie w für die unkorrigierte 'F/2U'-Berechnung des Näherungswertes. Mit vz wird die Abzugsgeschwindigkeit angegeben, also die Geschwindigkeit, mit der Ring und Flüssigkeitsoberfläche zur Kesung auseinander bewegt wurden. Falls während des Lamellenauszugs ein Bruch der Flüssigkeitslamelle auftrat, gibt X die Bruchhöhe und tx 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 '×' 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 beigefügt sein.

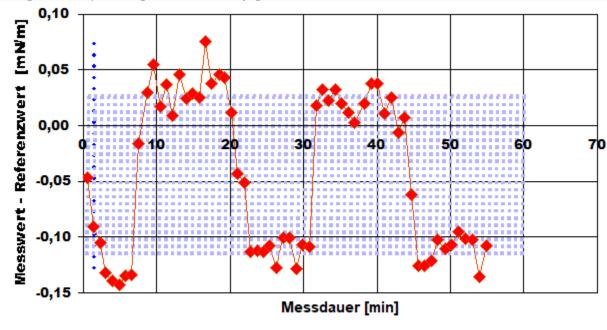
¬ Diagramm 5. Messkurven - Grundlage der Bestimmung der Oberflächenspannung - 'Measuring Curves²'



 Im Diagramm "Measuring Curves²" werden die zu Grunde liegenden Messwerte als 'Messkraft' gegen 'Oberflächenabstand' dargestellt. Für die 61 Messkurven wird der korrigierte Sachverhalt bezüglich Kraft und Abstand von Ring und Flüssigkeitsoberfläche abgebildet. Qualität und Korrektheit zeichnen sich anhand glatter Kurvenzüge im Bereich des Kraftmaximums aus.

• 5. Referenzdatenvergleich

¬ Diagramm 6. IST/SOLL-Vergleich in zeitlicher Abfolge der Messwerte - 'DeltaChart'



Reference values for 'Toluol' acc. to $f(T[^{\circ}C])=30.902$ -0.1189·T Mean and Standarddev. of Residuals: -0,0442 \pm 0,071 mN/m, relative: -1,6% at a spread of 2,5%

Das Chart "DeltaChart" zeigt die temperaturkompensierten Abweichungen der einzelnen Messwerte zum Referenz- bzw. Erwartungswert in zeitlicher Sequenz.
 In Diagrammen wird der Datenbereich entsprechend vergrößert dargestellt, was mitunter gute Messungen nicht so aussehen lässt. Weiterhin ist die tatsächliche Korrektheit der Referenz sowie die Relation der Abweichung im Verhältnis zur Messunsicherheit in Betracht zu ziehen.

• 6. Referenzvergleich mit Toluol bei 25°C

	Referenz	Messung	Δabsolut	Δ relativ	Δ / u
γ $-^{\Delta\gamma}/_{\Delta T}$	27,93 0,12	27,89 0,12	-0,04 mN/m ±0,00 mN/m·K ⁻¹	1%0	@ @

Die Datenbank liefert für γ mit 1-Nonanol, 27,89 mN/m, einen exakten Datenbankeintrag.- Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'TOLUOL' gefunden wurden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol γ steht für die Messgröße, - $^{\Delta\gamma}/_{\Delta T}$ für die absolute Änderung bei einem Grad Temperaturabnahme (bei 25°C); die Zahl zu " Δ u" gibt ggf. an, um welchen Faktor die absolute Differenz von Mess- und Referenzwert größer ist als die angenommene Messunsicherheit. Das Zeichen "@" bringt zum Ausdruck, dass bei der Messgröße kein signifikanter Unterschied

• 7. Datenbankvergleich zum Ergebniswert

zwischen Mess- und Referenzwert auftritt.

R E F E R E N Z	mN/m A	BWEICHUNGREF. I	D
1. 1-Nonanol ¹	27,89		ID190.4
2. Octadekan ¹	27,87	-0,72%0	ID201.1
3. Toluol ¹	27,93	+1,4%0	ID153.7
4. Phosphor trichlorid ¹	27,98	+3,2%0	ID4.4
5. p-Xylol ¹	28,01	+4,3%0	ID174.7
6. Önanthsäure ¹	27,76	-4,7%0	ID165.5
7. Cumen ¹	27,69	-0,72%	ID185.7
8. Benzol ¹	28,22	+1,2%	ID122.0
9. Mesitylen ¹	27,55	-1,2%	ID187.2
10. 1-jodbutan ¹	28,24	+1,3%	ID79.1
11. 1,2 Dichlorpropan ¹	28,32	+1,5%	ID48.1
12. Hexannitril ¹	27,37	-1,9%	ID129.3
13. Genapol C070 ¹	30,25	+8,5%	ID1067.1

¹Wert für 25,0°C berechnet. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben.

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 ±(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 "ARA-ARA-Dauerlauf", type 1/28. Automatic self-repetition of the IMPro - the 7. Repetition. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZ224-CW) wurde 5,7 Stunden vor 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} 1,2 kg/m³; Schwerebeschleunigung g 9,81279 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).

• 8. Kommentar/Bewertung/Interpretation

"Auto-Repeat"-Messung - d.h. der Ablauf wiederholt sich ununterbrochen von selbst. Der Huber Ministat

wird jeweils zwischen 20 und 30°C Grad-schrittweise hin-und-her gesteuert und es entsteht ein Zick-Zack der Temperatur und Oberflächenspannung. Bemerkenswert ist: 1. Beim Aufheizen verläuft die gmessene OFS ziemlich genau auf dem jeweiligen Referenzwert (vgl. Diagramm Referenzvergleich) 2. Beim Abkühlen reisst die Flüssigkeitslamelle regelmäßig ab. 3. Die mit der Temperatur einhergehende Änderung der Dichte - des Volumens - wird auch noch sehr exakt in der Oberflächen-Niveaulage wiedergefunden (vgl. Diagramm 1).

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

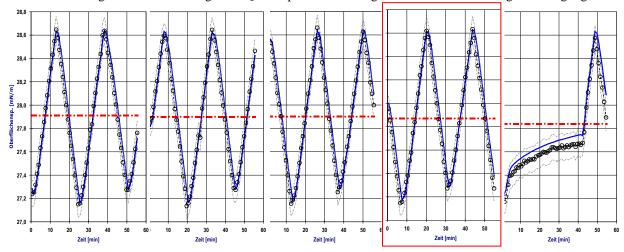
Report created by M. Breitwieser



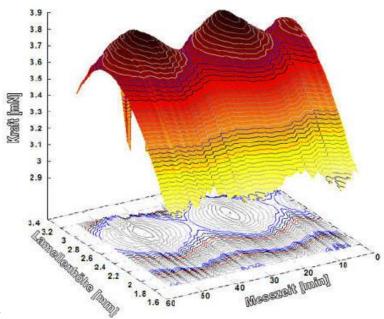
"Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

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

Messungen können ausdauernd fortlaufen ohne einen Eingriff zu erfordern, ohne Drift und unbeeindruckt durch Temperaturund Viskositätsänderungen. Prozessmessung ohne Querempfindlichkeit sogar unter ziemlich unruhigen Bedingungen!



Die abgebildete Sequenz von fünf Dichte-Zeit-Diagrammen (die rot umrandete ist stammt von dieser Messung) zeigt die Stückelung des *Prozessmonitorings* in Stundenintervallen. -- IMETER antizipiert durch seinen in jeder Hinsicht modularen Aufbau, Anwendungen, an die erst noch gedacht werden mag. Naheliegendes, wie der Einsatz der Pumpensteuerung / Ventilschaltung erlaubt mit IMETER eine Prozessanalytik unerhört einfach zu instrumentieren. Etwa zum Monitoring von Bioprozessen (Brauereien, Fermenter), Umsetzungen in Rührkesseln in Technikumsanlagen oder des Zustands eines galvanischer Bäder, allgemein von Prozessflüssigkeiten, Wässern, Bohrölen, Flotationsfluiden, Textilflotten etc..



Das "3D-Diagramm" ist eine Visualisierung per Gnu-Plot mit den Daten dieser Messung. Die Spitzen entsprechen jeweils der höchsten Tension in den Temperaturminima.

Schon die allgemein verfügbaren KIs dürften mit IMETER-Messdaten möglicherweise unerwartete Erkenntnisse liefern.