IMETER Methode Nr.7 "PUK":
Porosität und Kapillarität

Sintermetall: - Bestimmung von Porosität und Sorptivität

In diesem Anwendungsbeispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (s. unten) die Resultate einer PUK-Messung zwischen einem porösen Eisen/Stahl-Artefakt und dem Lösungsmittel Toluol.

Die Sorptivität ist die Transportgröße, die die Infiltrationsgeschwindigkeit in ein poröses / saugfähiges Material beschreibt. Neben der rein empirischen Infiltrationsrate werden noch weitere Kenngrößen anhand der Flüssigkeitseigenschaften bestimmbar - die Porosität, die Porenzahl, die scheinbare Dichte und der effektive Kapillarradius des Sintermaterials. So wird eine Charakterisierung erreicht.

Im Beispiel wurde eine Probe eines Sintermetallwerkstoffs (Eisen/Stahl, MITEC Automotive AG) gemessen, die optisch kompakt, glatt und glänzend zu beschreiben ist und ohne Mikroskop nicht als Sinterwerkstoff erkennbar wäre. Durch den Ergebnisvergleich der hydrostatischen und Helium-pyknometrischen Dichtemessung mit der scheinbaren Dichte / Porosität aus der Infiltrationsmessung kann das jeweils für das Fluid zugängliche Volumen bestimmt werden. Die dadurch bestimmte kontaktierbare Oberfläche ist bspw. für die heterogene Katalyse bedeutend.

Die Probe wurde vor der Messung in einer Gasflamme leicht geglüht und im Exsikkator konditioniert. Das Diagramm 3.4. zur Sorptivität zeigt, dass ab ca. 4 Minuten die stationäre Infiltration mit einem sehr linearen Verlauf und bei einer sehr, sehr geringen Infiltrationsrate einsetzt (S = 0,12 mm/√min => *um ein Kubikzentimeter Toluol über eine Fläche von einem Quadratzentimeter aufzunehmen, vergehen fünf Tage, für zwei Kubikzentimeter zwanzig Tage*).

Messungen dieser Art können gegenüber Standardlösemitteln, Formulierungen oder gegen zubereitete Fluide ausgeführt werden; Ermittlungen über die Temperaturabhängigkeit, die Abhängigkeit von der Vorbehandlung oder verschiedener Ausgangssituation sind möglich. -- Die Vorbehandlung der Probe bestand darin, dass sie vor der Messung leicht geglüht wurde.

©2018 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 Modellier-sprache, 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.

IMETER V.5.5 rev.71

automatic Report (229A34I16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 07. Feb 18

ID N° 11467 - *Capillarity, Sorptivity, Porosity* - M7 PUK

Sinterteil (Zahnrad-segment)

irregulärer Körper nach hydrostatischer Dichtemessung (Volumen) als regulär kubisch gerechnet. Grundfläche korrekt. Volumen hydrostatisch: 2.30cm³, He-Pyknometrisch: 2.08cm³ => 10% Porosität.

Measurement : **Eisen** (Disc or Sheet) with **Toluol, 25°C**

Contact Angle: $\Theta \equiv$ 0°, Cap. Radius: $\bar{r}_c$ 7,57·10^{-3} µm

$\rho_{Mat.}$ 7,3 g/cm³, ρ_c 7,72 g/cm³, Φ_c 4,75 %, S_{Toluol} 0,1229 mm·min$^{-0.5}$

Report

1. ===== Vorbemerkungen ======

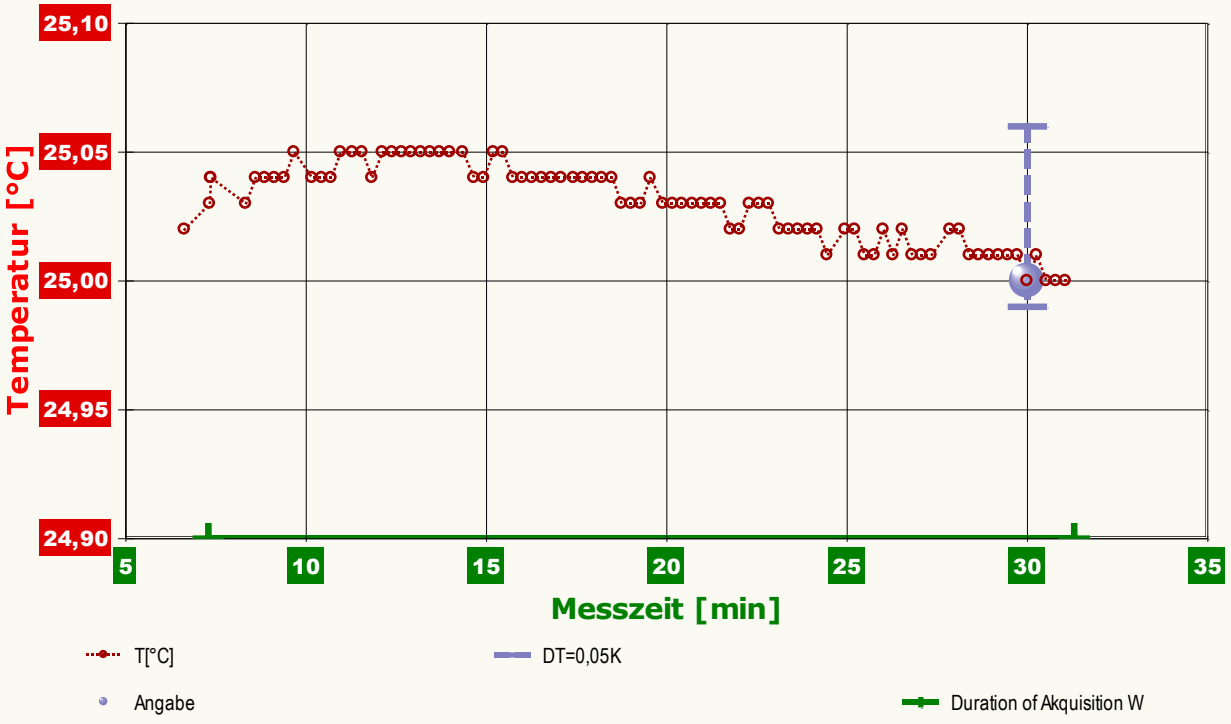
- **Hinweis: Die Aktivierung der Option "ERLÄUTERUNGSTEXTE", die für diese Berichtsausgabe eingestellt ist,** bewirkt, dass der Bericht mit automatischen Kommentaren versehen wird. Die Option "BEARBEITUNGSHINWEISE" erzeugt Ausgaben für den Anwender/Prüfer. Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text.

Prinzip: Ein poröses Material wird mit der Oberfläche einer Flüssigkeit in Kontakt gebracht. Diese wird (ggf.) in die Poren aufgesogen. Ob das Eindringen überhaupt erfolgt, hängt davon ab, ob eine Benetzbarkeit des festen Porenmaterials durch die Messflüssigkeit möglich ist. Je besser der Feststoff benetzbar ist, desto ausgeprägter ist der Drang der Flüssigkeit in die Hohlräume. Die Viskosität (η) des Fluids zusammen mit der Enge der Poren bremsen den Vorgang ab. Die zunehmende Weglänge durch das Feststoffgefüge hemmt die Infiltration ebenfalls. Dies ist weniger eine Wirkung der Dichte, da das Fluid gegen die Schwerkraft, die bei geringerer Benetzbarkeit und großen Poren mitunter eine bedeutende Rolle spielt, aufsteigt. Es ist vielmehr die konstant bleibende Zugkraft an der Fließfront, die die Flüssigkeitssäule der bereits getränkten Poren über eine länger werdende Wegstrecke ziehen muss.
Physikalisch: Die sog. Washburn-Gleichung - auch Steighöhenmethode genannt - liefert eine Beschreibung der Beobachtung: $h = \sqrt{(t \cdot \bar{r}_c \cdot \gamma \cdot \cos\theta / 2\eta)}$. Die Weglänge der Infiltration bzw. die Steighöhe h nach einer Zeit t ist dabei √-proportional zur Dauer (t), dem mittleren Poren- bzw. Kapillarradius $\bar{r}_c$ und der Oberflächenspannung γ der Flüssigkeit. '$\cos\theta$' ist der Kosinus des Kontakt- oder Benetzungswinkels der Flüssigkeit auf dem Feststoff. Wenn dieser Winkel gleich Null ist, d.h. die Benetzung ist total, wird $\cos\theta=1$ also maximal. - Wenn man eine Flüssigkeit findet, die vollständig benetzt ($\cos\theta=1$), kann die verbleibende Unbekannte $\bar{r}_c$ berechnet werden. Dann kann die Messung mit einer anderen Flüssigkeit wiederholt werden, um so den Kontaktwinkel Θ zu bestimmen. Die Oberflächenenergie, die das Benetzungsverhalten des Feststoffs allgemein bestimmt und *Vorhersagbarkeit bedeutet*, kann aus (mindestens drei) θ-Werten nach verschiedenen Theorien bestimmt werden.
Praktisch: Das plattenförmige bzw. kubische Probenstück wird in temperierter Umgebung über der Flüssigkeitsoberfläche an einer Wägeeinrichtung aufgehängt. Dann, ggf. nach einer Temperier/Konditionierphase, bewegt sich die Flüssigkeitsoberfläche nach oben, berührt den Boden der Proben (die Bewegung stoppt) und die Flüssigkeit steigt in der Probe auf. Die Infiltration wird anhand der Gewichtszunahme verfolgt. --- Soweit die Fluideigenschaften genau bestimmt sind, Bedingungen und die Probenpräparation vergleichbar bleiben, liefern PUK-Messungen eine exakte Charakterisierung poröser Materialien. Da viele *gesetzmäßig* zugängliche Kennzahlen berechnet und ausgegeben werden, ist es unvermeidlich, dass für die vorliegende Untersuchung mitunter unpassende Sachlagen dargelegt werden.
Information: Die IMETER M7-Methoden-Dokumentation bietet unter *'https://imeter.de/imeter-methoden/kapillaritaet-kontaktwinkel-sorptivitaet/washburn-gleichung.html'* zusätzliche Informationen zu Verfahren und Berechnungen.

2. ===== Allgemeines ======

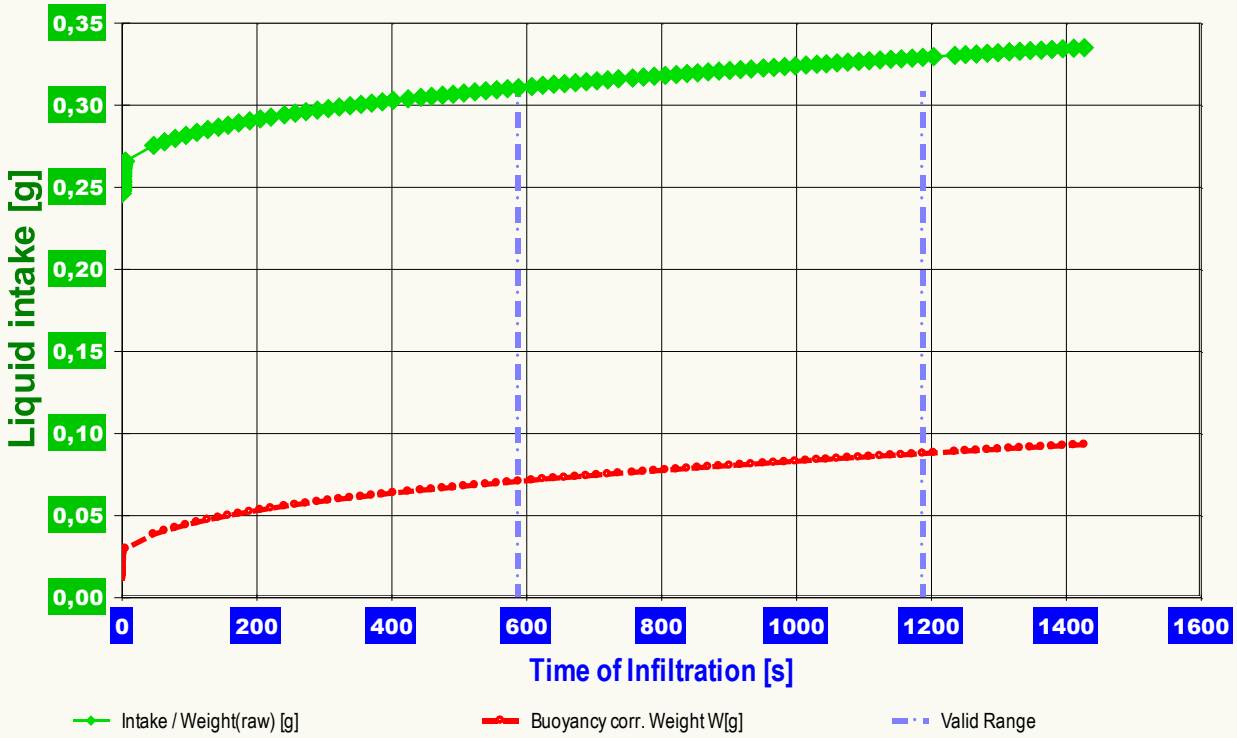
Bestimmung der Sorptivität und der *Materialkonstante K* - gesamte Dauer 30 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 25 bis 25,05°C.

Diagramm 1.2: 'Temperature / Events'



- Im Diagramm "Temperature / Events" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der aufgezeichneten Temperatur gezeigt.

Diagramm 2.2: 'RawData'



- Das Diagramm 'RawData' zeigt die Wägewerte (abzüglich des Startgewichts) als grüne Markierungen im zeitlichen Verlauf relativ zum Kontaktzeitpunkt von Probe und Flüssigkeit. Die rote, gestrichelte Linie stellt die berichtigten Wägewerte *W(t)* dar, die der Flüssigkeitsaufnahme in die Probe entsprechen (Korrektur von Auftriebswirkung und Meniskus). Der Verlauf dieser Kurven sollte bis zu einer Plateau-Phase der eines liegenden Parabelschenkels (Wurzelfunktion) entsprechen. Dies trifft für den 'Regressionsbereich' offenbar nur ausreichend zu. Der für die Auswertung entscheidende Bereich der quasistationären Infiltration (Regressionsbereich, 'Valid Range') ist durch zwei senkrechte Markierungen gekennzeichnet.

Tabelle 1.2 Basisdaten - Zeit/Aufnahmemengen

N°	*t* [s]	*W(t)* [g]	*t* [s]	*W(t)* [g]	*t* [s]	*W(t)* [g]	*t* [s]	*W(t)* [g]	*t* [s]	*W(t)* [g]
1.	0,32	0,0118	1,55	0,0279	240,68	0,0557	**672,14**	**0,0737**	**1092,13**	**0,0855**
2.	0,37	0,0132	1,60	0,0281	256,56	0,0566	**688,10**	**0,0741**	**1107,78**	**0,0859**
3.	0,42	0,0134	1,64	0,0279	272,61	0,0574	**703,99**	**0,0747**	**1123,80**	**0,0863**
4.	0,46	0,0137	1,69	0,0281	289,43	0,0584	**719,93**	**0,0752**	**1139,73**	**0,0867**
5.	0,50	0,0141	1,74	0,0279	305,78	0,0592	**735,96**	**0,0758**	**1155,35**	**0,0870**
6.	0,55	0,0142	1,78	0,0283	321,83	0,0600	**756,94**	**0,0762**	**1171,35**	**0,0873**
7.	0,60	0,0145	1,83	0,0283	338,02	0,0607	**773,03**	**0,0768**	**1187,08**	**0,0878**
8.	0,65	0,0149	1,88	0,0283	354,18	0,0615	**788,93**	**0,0773**	1203,20	0,0882
9.	0,70	0,0155	1,93	0,0281	370,04	0,0622	**805,35**	**0,0777**	1234,58	0,0889
10.	0,74	0,0163	1,98	0,0283	385,72	0,0630	**821,81**	**0,0782**	1250,45	0,0894
11.	0,78	0,0168	2,03	0,0284	401,90	0,0638	**837,62**	**0,0787**	1266,58	0,0896
12.	0,83	0,0178	2,08	0,0284	423,97	0,0646	**853,28**	**0,0792**	1282,70	0,0901
13.	0,88	0,0186	4,63	0,0297	442,85	0,0654	**868,91**	**0,0796**	1298,69	0,0904
14.	0,93	0,0196	4,95	0,0298	458,79	0,0660	**884,87**	**0,0801**	1315,33	0,0909
15.	0,98	0,0211	46,77	0,0386	475,11	0,0666	**900,81**	**0,0805**	1330,99	0,0912
16.	1,03	0,0220	62,75	0,0407	490,83	0,0672	**916,90**	**0,0809**	1346,63	0,0916
17.	1,08	0,0231	78,70	0,0425	506,77	0,0679	**932,62**	**0,0813**	1362,87	0,0918
18.	1,13	0,0241	94,65	0,0443	522,97	0,0685	**950,71**	**0,0818**	1378,56	0,0922
19.	1,17	0,0253	110,81	0,0459	539,21	0,0691	**966,37**	**0,0822**	1394,75	0,0926
20.	1,22	0,0256	126,92	0,0475	555,47	0,0696	**982,26**	**0,0827**	1411,03	0,0929
21.	1,27	0,0262	142,91	0,0487	571,39	0,0703	**998,03**	**0,0830**	1426,83	0,0932
22.	1,32	0,0267	157,11	0,0499	**587,68**	**0,0708**	**1014,08**	**0,0835**		
23.	1,36	0,0272	172,79	0,0511	**607,36**	**0,0715**	**1030,21**	**0,0839**		
24.	1,41	0,0276	189,15	0,0523	**623,56**	**0,0722**	**1044,29**	**0,0842**		
25.	1,46	0,0278	204,78	0,0534	**639,94**	**0,0728**	**1060,00**	**0,0847**		
26.	1,50	0,0279	220,68	0,0544	**655,89**	**0,0731**	**1076,01**	**0,0851**		

- Die Tabelle stellt mit 125 Wertepaaren die Grunddaten der Messung zur Verfügung; Zu jeweiligen Zeitpunkten ***t*** wird die aufgenommene Flüssigkeitsmenge ***W(t)*** angegeben. Die in der Auswertung der Infiltration genauer betrachteten Werte sind in der Tabelle fett gesetzt.

3. ===== Ausgangsdaten ======

Probe: Bezeichnung "*Eisen*", geprüfte Menge W_{Netto} 16,7187 ±0,0003 g, Materialdichte geometrisch bestimmt aus der Körperhöhe 18,8 ±0,1, -breite 11 ±0,1 und -dicke 11 ±0,1 mm; die Reindichte $\rho_{\text{Ref.}}$ der Referenz *'Eisen'* beträgt gemäß Datenbankeintrag 7,9 g/cm^3 bei 25°C.

- Die angeführten geometrischen Angaben werden vom Anwender zur Laufzeit gegeben und können korrigiert werden. Vier Wägungen finden in der Messung statt: (1) Das Leergewicht von Aufhängung / Probenhalter 2,7266 g, (2) das Gesamtgewicht mit der Probe 19,4453 g, (3) der dynamische Gewichtsverlauf der Infiltration zum Endgewicht von 19,7804 g und nach dem Abtrennen von der Flüssigkeitsoberfläche (4) das Gesamtgewicht nach der Messung mit 19,5385 g. Die Masse der Probe beträgt 16,7187 g.

Messflüssigkeit: '*Toluol*' bei 25 °C mit folgenden Eigenschaften:
Viskosität (η) 0,554 mPa·s, Oberflächenspannung (γ) 27,93 mN/m und Dichte ($\Delta\rho$) 0,86096 g/cm^3.

- Angabe der thermophysikalischen Daten von '*Toluol*' nach den folgenden Referenzen: γ(T[°C])= 30.902 -0.1189·T [ID30153.3], η(T[°C])=0.5542·exp(-5.2203+8.964/((T+273.15)/298.15) - 5.834/((T+273.15)/298.15)^2 + 2.089/((T+273.15)/298.15)^3) [ID40171.3] und ρ(T[°C])=0.86690-9.612E-4 · (T - 20) [ID101389.3] , d.h. '$\Delta\rho$, die Flüssigkeitsdichte abzüglich der Luftdichte (1,130 kg/m^3); Die Reindichte von '*Eisen*' wurde dem Eintrag [ID20530.3] entnommen.

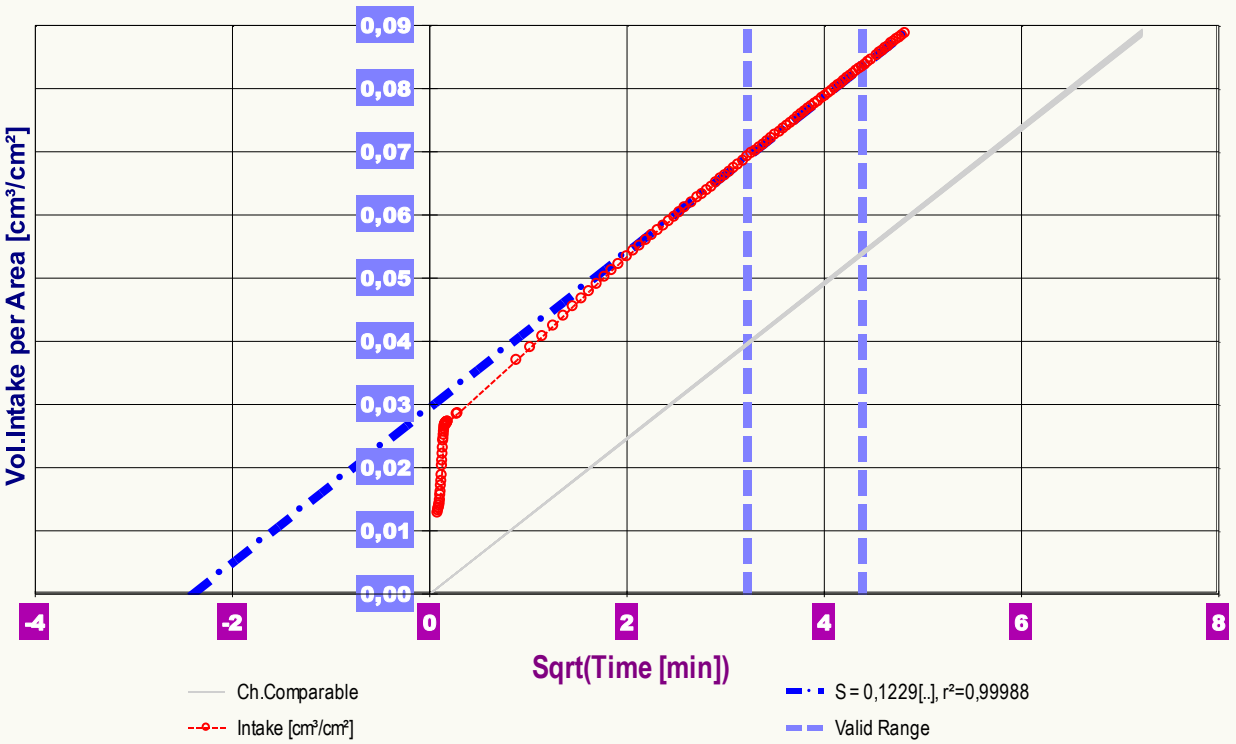
- **Bearbeitungshinweis:** Die physikalischen Daten von '*Toluol*' werden normalerweise automatisch aus den Referenztabellen der System-Datenbank bezogen; sie können im Datenblatt für diese Messung korrigiert werden. Prüfen Sie bitte die Richtigkeit. Falls Werte generell korrigiert werden müssen (oder neue Fluide aufgenommen werden), können Einträge zu Dichte, Viskosität und Oberflächenspannung in der System-Datenbank bearbeitet werden.

4. ===== Dichte, Porosität und Sorptivität ======

Geometrie: Die Materialdichte $\rho_{Mat.}$ zur Messung beträgt 7,3 ±0,1 g/cm^3.
Aus der Referenzdichte: Mit der Reindichte $\rho_{Ref.}$ ergibt sich die Porosität der messfertigen Probe zu $\Phi_{\rho Ref.}$ 7,59 %.
Sorption: In der Messung werden insgesamt 0,0932 ±0,0003 g der Flüssigkeit von der Probe aufgenommen, d.h. pro Gramm '*Eisen*' werden 5,57E-3 g - das sind 6,47E-3 cm^3 - '*Toluol*' absorbiert. Pro Kubikzentimeter ($\rho_{Mat.}$) sind dies 0,041 g gleich 0,0475 cm^3.
Falls alle Poren durch das Fluid gefüllt werden und das Ausgangsvolumen nach der Infiltration unverändert ist, ergibt sich aus den Gewichts-Volumenverhältnissen die offene Porosität zu Φ_c 4,75 %, die Porenziffer e zu 0,0499 und die *scheinbare Dichte* von '*Eisen*' zu ρ_c 7,72 g/cm^3. Die Abweichung zur Referenzdichte beträgt - *2,3%* und deutet auf ein Aufquellen der Probe hin.
Die Sorptivität von '*Eisen*' in Bezug auf '*Toluol*' wird im betrachteten Intervall zu $S_{25,0°C}$ **0,1229 ±0,0008 mm·min$^{-0,5}$** bestimmt.

- Das Probenvolumen zur Messung beträgt 2,27 cm^3. Die Dichte-, Porositäts- und Porenzahlangabe, die aus der Gesamtsorption berechnet wird, nimmt an, dass alle Poren im angegebenen Probenvolumen gefüllt sind. Scheinbare Dichte: ρ_c = Probengewicht / (Bulkvolumen - aufgenommenes Flüssigkeitsvolumen); offene Porosität: Φ_c = (1 - $\rho_{Mat.}$ / ρ_c)·100%; Porenziffer e *(void ratio, rel. Porenraum)* ist das Verhältnis von Hohlraum- zu 'Vollraum'-volumen. **Bearbeitungshinweis:** Eine Korrektur der Steighöhenangabe zu 18,38 mm würde die berechnete scheinbare Dichte mit dem Referenzwert in Einklang bringen. Empfehlung: Messung wiederholen und am Ende die Probenhöhe bestimmen.

Diagramm 3.4: 'Sorbtivity'

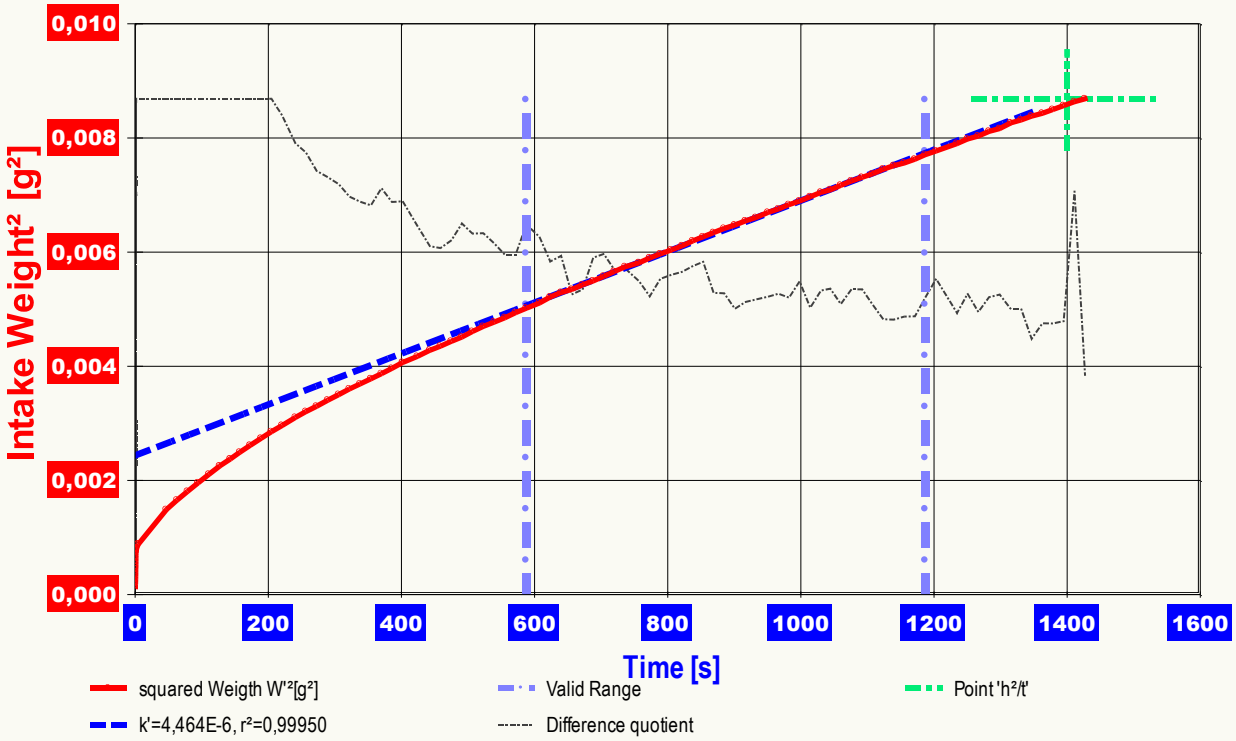


- Das Diagramm 'Sorbtivity' zeigt die Umwertung der Gewichtzunahme in Volumen gegen die Quadratwurzel der Kontaktzeit (rote Kreismarken). Die lineare Regression im ausgewählten Bereich (senkrechte Markierung) liefert mit Kurvensteigung der blau gestrichelten Geraden die Sorptivität S.
Mit ' V = A·S·√ t ' wird die Beziehung zwischen Kontaktfläche A, aufgenommenem Volumen V und der Zeit t hergestellt. So kann mit S (=0,1229 mm·min$^{-0,5}$) die Zeit, um 1 cm³ '*Toluol*' über den Querschnitt 1 cm² in '*Eisen*' aufzunehmen, mit rund fünf Tage angegeben werden ('t = (V / (A·0.1·S))²').

5. ===== Benetzungsgeschwindigkeit, Kapillarität und Steighöhe ======

Die Gewichtszunahme durch Infiltration zwischen zehn Minuten und 20 Minuten nach dem Flüssigkeitskontakt definiert den betrachteten *Regressionsbereich*. Dieser Bereich entspricht der Steighöhe von 14,3 mm bis 17,7 mm bzw. 76% bis 94% der Probenhöhe. Die Flüssigkeitsfront bewegt sich hier im Mittel mit $\bar{v}_l$ = 9,7 µm/s. Sie erreicht gemäß der m^2/t-Regressionsgleichung nach 23 Minuten (1400 s) die Probenoberfläche (18,8 ±0,1 mm).

Diagramm 4.5: 'm²/t-Chart'



- **'m²/t-Chart'** zeigt die Auswerteansicht der Messdaten. Die korrigierten Wägedaten 'm²' sind quadriert gegen die Zeit angetragen (rote Linie). Die Werte zwischen den beiden senkrechten gestrichelten Linien werden für die lineare Regression zur Ermittlung der Kurvensteigung verwendet. Die entsprechende Gerade ist Dunkelblau eingezeichnet. Der Punkt, der durch die grüne Markierung (Kreuz) hervorgehoben ist, wird als Zeitpunkt interpretiert, zu dem die Fließfront die Probenoberfläche gemäß Regression erreicht. Mit dünnem Strich ist der Differenzenquotient der *m²/t*-Werte eingezeichnet. Dieser Ausschnitt soll im Regressionsbereich konstant sein, also waagerecht verlaufen.

Aus der Geschwindigkeit der Infiltration wird die Materialkonstante zu ***K* = 2,420E-20 (±7,13%)** m⁵ bestimmt. Sie kann in Messungen mit anderen Fluiden an dieser Präparation von '*Eisen*' zur Bestimmung von Kontaktwinkeln Θ dienen.

Die Verhältnisse erlauben folgende Berechnungen:

- der effektive Kapillarradius von $\bar{r}_c$ = **7,6 ±0,3 nm**,
- die spezifische *Kapillarenanzahl* n_C von $2{,}57 \cdot 10^{10}$ pro cm²,
- mit '*Toluol*' eine maximale Steighöhe $h_{max.}$ von 0,87 Kilometern, ...

wobei der senkrechte Aufstieg auf 0,83 km (95% von $h_{max.}$) rund ein Jahrmillionen und die waagerechte Ausbreitungszeit 0,11 Jahrmillionen benötigt.

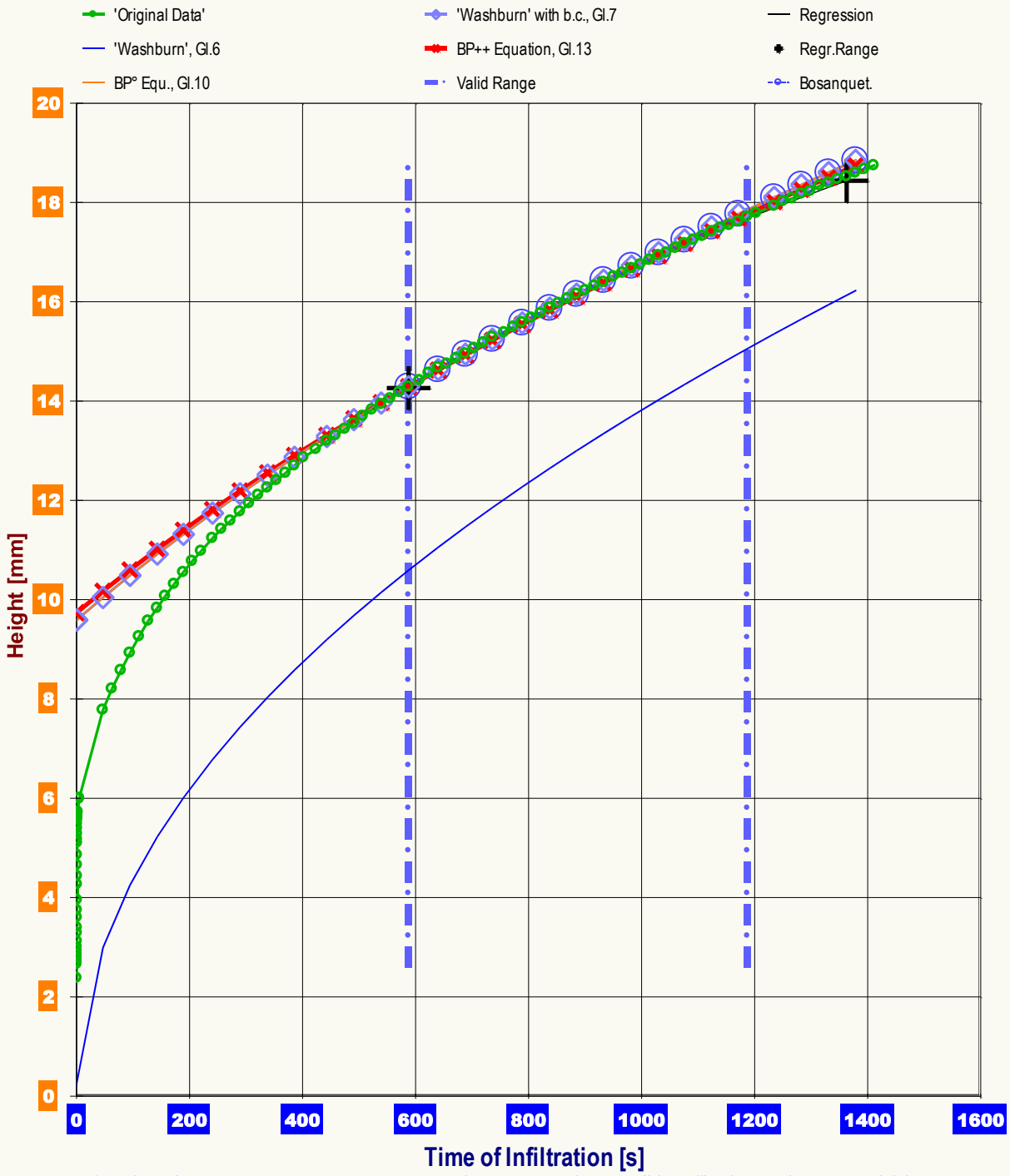
-- Bitte beachten Sie hierzu noch die Ergänzungen/Korrekturen im nächsten Abschnitt. --

- Die eingeräumte Unsicherheit für $\bar{r}_C$ reflektiert die Güte der Regressionsgeraden. -- $h_{max.}$ wird aus $\bar{r}_c$ nach der Jurin-Gleichung berechnet; die Zeitschätzung beruht auf der Gleichung N°13 aus der M7-Methoden-Dokumentation und ist berechnet ohne dynamischen Gegendruck und ohne Randbedingung. Die Infiltrationsdauer für den waagerechten Fluideinzug wurde mit der Washburn-Gleichung bestimmt.

6. ===== Test, Prüfung, Simulationsberechnungen ======

Ergebnisse der Test- und Simulationsberechnungen:

Diagramm 5.6: 'Simulation-Plot2'



Parameters for Wb and BP°: r = 0,007575 µm, Contact angle = 0°. Boundary condition (first beacon) t° = 588s, h(t°) = 14,3mm.
Parameters for 'BP++ Equation': r1 = r2 = 7,385E-3 µm, eta2 =0,0 mPa·s.

- **Simulation, Test und Überprüfung:** Das Diagramm zeigt den auf proportionale Steighöhe umgerechneten Verlauf der Gewichtszunahme anhand der grünen Kreismarken. Die Funktionen werden nach den Gleichungen auf der genannten IMETER Webseite berechnet: entsprechend Gl.6 = Washburn-Gleichung (=dunkelblau), Gl.7 = Wb_{bc}, Washburn-Gleichung mit Randbedingung t°, h° (=hellblau), BP°-Gleichung mit Berücksichtigung der Hydrostatik (orange = Gl.10) und die universelle Gleichung BP++ (rot, mit '×'-Marken = Gl.13), die mit einheitlichen Radien ohne dynamischen Gegendruck bzw. Gleitreibung gerechnet ist. Der Regressionsbereich ('valid range'), der im Diagramm durch die zwei Baken markiert ist (9,8 min bis 20 min, 14,3 bis 17,7 mm), umfasst 38 Wertepaare. Für diesen Bereich sind die Gleichungen angepasst.

Tabelle 2.5 Test und Simulation

Vergleich der '*Toluol*'-Steighöhen im Auswertungsintervall nach verschiedenen Berechnungsmodellen: Die beiden BP-Berechnungen berücksichtigen den hydrostatischen Druck

(*Schwerkraft*). Die BP++ Gleichung rechnet mit gleichen Kapillarradien $r_1 = r_2 = 7{,}3847E\text{-}3$ µm, die sich von $\bar{r}_c$ jedoch unterscheiden. - Für die Parameterermittlung der BP++ Gleichung wurde eine automatische Optimierung(3) durchgeführt.

N°	*t* [s]	*W(t)* [g]	*h(t)* [mm]	Wb [mm]	*Δ1*	Wb_{bc} [mm]	*Δ2*	BP° [mm]	*Δ3*	BP_{++} [mm]	*Δ4*	Bos. [mm]	*Δ5*
1.	587,7	0,0708	14,29	10,59	-3,7	14,29	0	14,29	0	14,29	0	14,29	0
2.	639,9	0,0728	14,68	11,05	-3,62	14,63	-0,04	14,63	-0,04	14,62	-0,05	14,63	-0,04
3.	688,1	0,0741	14,95	11,46	-3,49	14,94	-0,01	14,94	-0,01	14,93	-0,03	14,94	-0,01
4.	736,0	0,0758	15,29	11,85	-3,43	15,25	-0,04	15,25	-0,04	15,22	-0,06	15,25	-0,04
5.	788,9	0,0773	15,58	12,27	-3,31	15,58	-0,01	15,58	-0,01	15,54	-0,04	15,58	-0,01
6.	837,6	0,0787	15,88	12,65	-3,23	15,87	-0,01	15,87	-0,01	15,83	-0,05	15,87	-0,01
7.	884,9	0,0801	16,16	13,00	-3,16	16,15	0	16,15	0	16,11	-0,05	16,15	0
8.	932,6	0,0813	16,40	13,34	-3,05	16,43	0,04	16,43	0,04	16,38	-0,01	16,43	0,04
9.	982,3	0,0827	16,67	13,70	-2,98	16,72	0,04	16,72	0,04	16,66	-0,01	16,72	0,04
10.	1030,2	0,0839	16,93	14,03	-2,91	16,99	0,06	16,99	0,06	16,93	-0,01	16,99	0,06
11.	1076,0	0,0851	17,17	14,33	-2,84	17,25	0,07	17,25	0,07	17,18	0	17,25	0,07
12.	1123,8	0,0863	17,41	14,65	-2,77	17,51	0,09	17,51	0,09	17,43	0,02	17,51	0,09
13.	1171,3	0,0873	17,62	14,96	-2,66	17,77	0,15	17,77	0,15	17,69	0,07	17,77	0,15
				σ_1 = **1,9**		σ_2 = **0,035**		σ_3 = **0,035**		σ_4 = **0,023**		σ_5 = **0,035**	

- **Legende:** *t* Zeitpunkt, *W(t)* Aufnahmemenge, *h(t)* Steighöhe, errechnet aus der Proben- bzw. Endsteighöhe (18,8 ±0,1 mm) und skaliert zur jeweiligen Infiltationsmenge; 'Wb' steht für die Berechnung gemäß der Washburngleichung, der Index 'bc' markiert die Berechungen nach der in der Hauptauswertung bestimmten Gleichung mit Randbedingung (t°). Die jeweils folgenden *Δ*-Spalten geben die absolute Differenz zum empirischen *h(t)*-Wert in Millimetern an. 'BP°' kalkuliert mit dem Ergebnis- Kapillarradius $\bar{r}_c$ wie die Wb-Gleichung, ist jedoch ohne dynamischen Gegendruck gerechnet. Die Spalte 'BP++' liefert die Berechnungsergebnisse der entsprechend parametrierten Universalgleichung. 'Bos.' steht für die 'Bosanquet-Gleichung'. Unten, in der letzten Zeile, wird zur Berechnungsart die Standardabweichung σ_n in Millimetern angegeben; sie wird über die Differenz zwischen berechneten und empirischen Werten *h(t)* ermittelt.

① Aus Porosität Φ_c und Kapillarradien ergibt sich für '*Eisen*' bei der geometrischen Dichte $\rho_{Mat.}$ die volumenspezifische Oberfläche zu $1{,}4 \cdot 10^5$ cm^2/cm^3; massespezifisch sind das 19000 cm^2/g bzw. 1,9 m^2/g. ② Demgegenüber ergibt sich aus den geometrischen Verhältnissen und den formalen Grundlagen die spezifische Oberfläche der '*Eisen*'-Präparation zu 1,8 m^2/g.

- ① Die Berechnung erfolgt nach Gl.16 der Methodendokumentation, mit $r = r_1^2/r_2$; Das Resultat überschätzt regelmäßig den Betrag der Oberfläche bei partikulären Proben oft um eine Größenordnung. Für ② werden Formulierungen aus der Herleitung der modifizierten Washburngleichung angewendet. Die Berechnung erreicht (nur) für kugelförmige Partikel gute Übereinstimmungen. Alternativ, mit $\bar{r}_c$ und der Materialkonstante *K*, ergibt sich die spezifische Oberfläche zu 1,7 m^2/g.

- **Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen:** Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, Zusammenfassungen Eisen, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.
Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: Audit-Trail, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, sensorische Zusatzdaten + IFG-Ereignisse werden nicht angezeigt.

- **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. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 11467, Datenbank imeterData27) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde am Vortag dieser Messung von M. Breitwieser justiert.
IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität)*) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal}*) 8,000 g/cm^3, Luftdichte ρ_a*) 1,12989 kg/m^3; Schwerebeschleunigung *g**) 9,80769 m/sec^2. Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.6, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°148045

*): ***Bearbeitungshinweis:*** *Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten könne* *rch*
den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten wer ***ren***
Sie bitte die Ausgabe der Bearbeitungshinweise bei der Erstellung von Prüfbericht

„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.

Messtechnik - intelligent! nachhaltig! Zusammengefasst!

- *Feststoff- und Flüssigkeitsdichte, Ausdehnungskoeffizienten*
- *Grenz-, Oberflächenspannung und Kontaktwinkel*
- *Viskosität, Rheologie, DiVA, Konsistenz, Textur*
- *Porosität, Sorptivität, Oberflächenenergie u.v.a.*
- *freie und spezifische Automationen*

Auftragsmessungen?
Probieren Sie's einfach einmal!

©2018 IMETER / MSB Breitwieser MessSysteme
Verantwortung: Michael Breitwieser,
Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg
Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489

https://imeter.de