IMETER M7 'PUK'

Washburn-Methodentest

M. Breitwieser, 2/2018

©2018 IMETER - MessSysteme

Tel. (+49)(0) 821/706450

www.imeter.de

IMETER

Zur Überprüfung der Washburngleichung und der betroffenen IMETER M7 Auswertungen wurden Testmessungen mit Einzelkapillaren durchgeführt.
Da sich die Washburngleichung grundsätzlich aus dem Aufstiegsverhalten von Flüssigkeiten in Kapillaren herleitet, sollte genau dieser Fall am Modellversuch mittels einzel-Kapillar- Messungen untersucht werden.
Insbesondere die Frage, ob die Washburngleichung die Infiltration in eine einzelne Kapillare beschreiben kann, obwohl hierbei die hydrostatische Kraft zwangsläufig ein sehr wichtiger Faktor wird? Wie sieht das mit der berechneten Kapillarenzahl aus? Kann die BP-Gleichung die Hydrostatik richtig berücksichtigen?

Report 1: Test der **Eignung der BP-Gleichung**. Die BP-Gleichung *simuliert* recht gut den Steighöhen-Werteverlauf. Auf Basis der Kapillarrohrlänge und der Viskosität von Luft führt die automatische Parameterermittlung zum richtigen Kapillarradius 0.25 mm. Unter dem vorgegebenen Kontaktwinkel führt jedoch die Standardauswertung zur Unterschätzung des Kapillarradius' und zur Überschätzung der Kapillarenzahl.
Report 2: Test der **Eignung der Standardauswertung**. Durch Anpassung des Kontaktwinkels wird tatsächlich ein realistischer Kapillarradius geliefert und die Kapillarenzahl wird dabei korrekt zu 1,00 berechnet. Es wird bei der Washburngleichung die Wirkung der Schwerkraft auf einen entsprechend höheren Kontaktwinkel umgemünzt und eine geringere Steighöhe vorhergesagt. (ab S.6)
Report 3: Test unter Verwendung von **Glaskapillaren**. Als Korrektiv der Aussagen konnte zusätzlich die hier visuell beobachtete Steighöhe herangezogen werden. (ab S.8)

Die Ergebnisse versichern uns über die korrekte Behandlung der Messdaten und Auswertungen. Es zeigt sich, dass die Methoden unter den Umständen der IMETER V6-Instumentierung sogar bei überaus kleinen Messkräften anwendbar sind. Hauptproblem der gravimetrischen *Steighöhenmessung* ist jedoch der Außenmeniskus an der Kapillare und die Geschwindigkeit seiner Auswirkung.

Report 1 – Eignung der BP-Gleichung

IMETER

IMETER V.5.5 rev.70
automatic Report (38C060L16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 05. Feb 18

ID N° 16961 - *Capillary Action, Rise and Speed* - M7 PUK

Wasser – 0.5mm Messingkapillare
Oberflächenspannung vor dieser Messung per Ringmethode bestimmt/sichergestellt. Kapillarröhrchen (Messing, Außendurchmesser 0.68 mm, Innendurchmesser ~ 0.50 mm, Höhe 79.8 mm) kurz vor Messung durchgeglüht. Ausführung des Tests im hohen Temperiergefäß.
Measurement : **Messing Kanüle** as Capillary with **Wasser, 25°C**
Cap. Radius: $\bar{r}_c$ 78,1 µm

Report

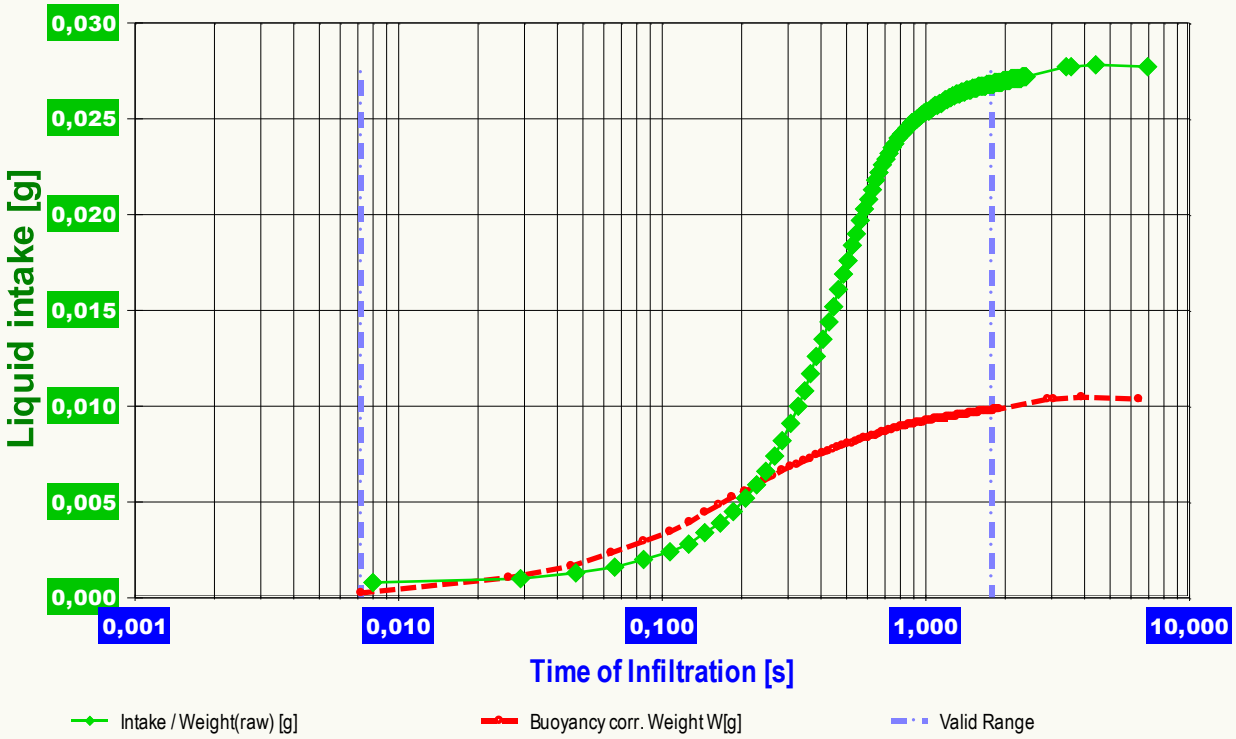
1. ===== Vorbemerkungen ======

- **Hinweis: Die automatische Berichts-Erzeugung ist für diesen „Off-Label-Use" nur unvollständig angepasst**
  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 ======

Messung kapillaren Steiggeschwindigkeit/Steighöhe - gesamte Dauer drei Minuten; Temperaturabnahme von 24,95 auf 24,94°C.

Diagramm 1.2: '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 offenbar zumindest im 'Regressionsbereich' nicht so ganz 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.	-0,49	-0,0165	**0,03**	**0,0011**	**0,54**	**0,0082**	**1,06**	**0,0093**	**1,58**	**0,0097**
2.	-0,47	-0,0163	**0,05**	**0,0017**	**0,56**	**0,0083**	**1,08**	**0,0094**	**1,60**	**0,0098**
3.	-0,45	-0,0160	**0,06**	**0,0024**	**0,58**	**0,0084**	**1,10**	**0,0094**	**1,62**	**0,0098**
4.	-0,43	-0,0157	**0,09**	**0,0030**	**0,61**	**0,0084**	**1,12**	**0,0094**	**1,64**	**0,0098**
5.	-0,41	-0,0153	**0,11**	**0,0035**	**0,63**	**0,0085**	**1,14**	**0,0094**	**1,66**	**0,0098**
6.	-0,39	-0,0149	**0,13**	**0,0040**	**0,65**	**0,0085**	**1,16**	**0,0094**	**1,68**	**0,0098**
7.	-0,37	-0,0145	**0,15**	**0,0045**	**0,67**	**0,0086**	**1,18**	**0,0094**	**1,70**	**0,0098**
8.	-0,35	-0,0139	**0,16**	**0,0049**	**0,68**	**0,0087**	**1,20**	**0,0095**	**1,72**	**0,0098**
9.	-0,33	-0,0134	**0,18**	**0,0053**	**0,70**	**0,0087**	**1,22**	**0,0095**	**1,74**	**0,0098**
10.	-0,31	-0,0128	**0,21**	**0,0056**	**0,73**	**0,0088**	**1,24**	**0,0095**	**1,76**	**0,0098**
11.	-0,29	-0,0121	**0,23**	**0,0059**	**0,74**	**0,0088**	**1,26**	**0,0095**	**1,78**	**0,0098**
12.	-0,27	-0,0114	**0,25**	**0,0062**	**0,76**	**0,0089**	**1,28**	**0,0095**	1,80	0,0098
13.	-0,25	-0,0107	**0,26**	**0,0064**	**0,78**	**0,0089**	**1,30**	**0,0095**	1,82	0,0099
14.	-0,23	-0,0099	**0,29**	**0,0067**	**0,80**	**0,0090**	**1,32**	**0,0096**	1,84	0,0099
15.	-0,21	-0,0091	**0,31**	**0,0069**	**0,82**	**0,0090**	**1,34**	**0,0096**	1,86	0,0099
16.	-0,19	-0,0082	**0,33**	**0,0070**	**0,84**	**0,0090**	**1,36**	**0,0096**	1,88	0,0099
17.	-0,17	-0,0073	**0,35**	**0,0072**	**0,86**	**0,0091**	**1,38**	**0,0096**	1,90	0,0099
18.	-0,15	-0,0065	**0,37**	**0,0073**	**0,88**	**0,0091**	**1,40**	**0,0096**	2,91	0,0104
19.	-0,13	-0,0056	**0,38**	**0,0075**	**0,90**	**0,0091**	**1,42**	**0,0096**	3,06	0,0104
20.	-0,12	-0,0047	**0,41**	**0,0076**	**0,92**	**0,0092**	**1,44**	**0,0096**	3,91	0,0105
21.	-0,09	-0,0038	**0,43**	**0,0077**	**0,94**	**0,0092**	**1,46**	**0,0097**	6,44	0,0104
22.	-0,07	-0,0029	**0,45**	**0,0078**	**0,96**	**0,0092**	**1,48**	**0,0097**		
23.	-0,05	-0,0021	**0,46**	**0,0079**	**0,98**	**0,0092**	**1,50**	**0,0097**		
24.	-0,03	-0,0012	**0,48**	**0,0080**	**1,00**	**0,0093**	**1,52**	**0,0097**		
25.	-0,01	-0,0004	**0,51**	**0,0081**	**1,02**	**0,0093**	**1,54**	**0,0097**		
26.	**0,01**	**0,0003**	**0,53**	**0,0081**	**1,04**	**0,0093**	**1,56**	**0,0097**		

- 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.Der Zeitpunkt '0' markiert den Start der Infiltration. Die zu

Tabellenbeginn mit negativer Zeit ausgezeichnete Spanne von 0,5 s wird erforderlich, umrechnerisch die außen an der Kapillare befindliche Fluidmenge 'abzurechnen' (solange kein Zeitgesetz für die Geschwindigkeit des Außen-aufsteigens verwendet wird).

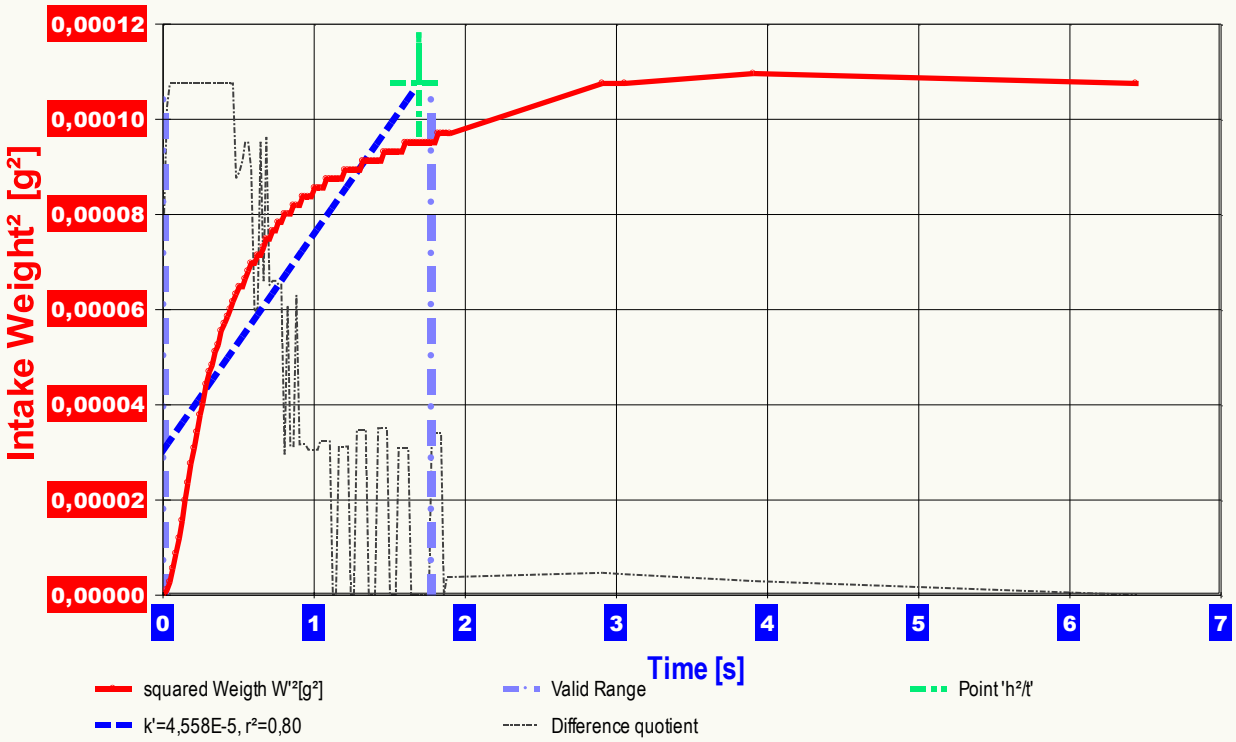
Messflüssigkeit: '*Wasser*' bei 24,94 °C mit folgenden Eigenschaften:
Viskosität (η) 0,8913 mPa·s, Oberflächenspannung (γ) 72,00 mN/m und Dichte ($\Delta\rho$) 0,995952 g/cm³.

- Angabe der thermophysikalischen Daten von '*Wasser*' nach den folgenden Referenzen: γ(T[°C])=75.65-0.138·T-3.489E-4·T²+5.507E-7·T³ [ID306.1], η(T[°C])=37.1941· EXP(1.35960E+11/(273.15+T)^4 - 1.44585E+09/(273.15+T)³ + 6.04736E+06/(273.15+T)² - 1.02607E+04/(273.15+T)) [ID401174.3] und ρ(T[°C])=(6.5592063E-05·T^5 - 1.1225639E-02·T^4+1.0026530·T³-90.968893·T² + 679.48991·T + 9998425.9)/1E7 [ID10136.3] , d.h. '$\Delta\rho$, die Flüssigkeitsdichte abzüglich der Luftdichte (1,111 kg/m³).

3. ===== Benetzungsgeschwindigkeit, Kapillarität und Steighöhe ======

Die Gewichtszunahme durch Infiltration zwischen 0,0 Sekunden und zwei Sekunden nach dem Flüssigkeitskontakt definiert den betrachteten *Regressionsbereich*. Dieser Bereich entspricht der Steighöhe von 1,41 mm bis 54,6 mm bzw. 2,4% bis 94% der Probenhöhe. Die Flüssigkeitsfront bewegt sich hier im Mittel mit $\bar{v}_l$ = 2,5 cm/s. Sie erreicht gemäß der *m²/t*-Regressionsgleichung nach zwei Sekunden (1,69 s) die Probenoberfläche (58,0 mm).

Diagramm 2.3: '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 unter dem **vorgegebenen Kontaktwinkel Θ von 15,86°** zu **K = 1,198E-19 (±1,03-fach)** m^5 bestimmt. Sie kann in Messungen mit anderen Fluiden an dieser Präparation von '*Messing Kanüle*' zur Bestätigung der Kapillarradien, weiterer Kontaktwinkel und der Bestimmung der Oberflächenenergie dienen.
Die Verhältnisse erlauben - unter Vorbehalt - folgende Berechnungen:

- der effektive Kapillarradius von $\bar{r}_c$ = **0,078 ±0,027 mm**,
- die spezifische *Kapillarenanzahl* n_C von 6,42 und
- mit '*Wasser*' eine maximale Steighöhe $h_{max.}$ von 18 Zentimetern, ...

wobei der senkrechte Aufstieg auf 17 cm (95% von $h_{max.}$) rund 44 Sekunden und die waagerechte Ausbreitungszeit zehn Sekunden dauert.

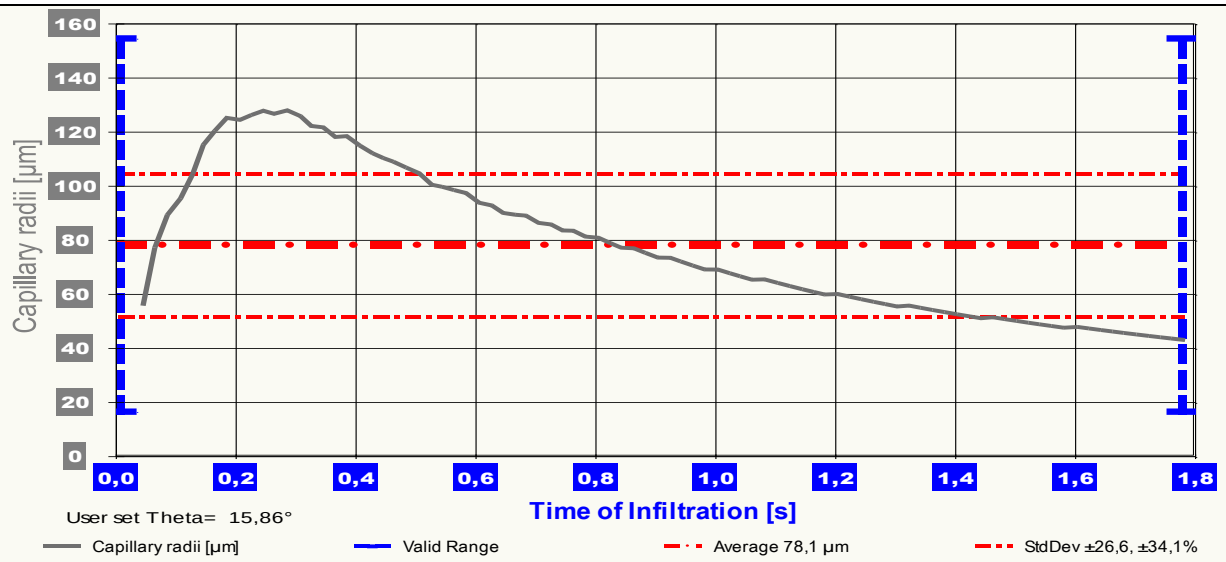
Hinweis: Die Probe zeigt nicht unbedingt das typische Verhalten, das der Washburn-Beziehung gehorcht. Darum Vorsicht! Die Ergebnisangaben Θ,$\bar{r}_c$, n_C, $h_{max.}$ und $t_{fin.}$ könnten auf falschen Voraussetzungen beruhen!
-- Bitte beachten Sie hierzu noch die Ergänzungen/Korrekturen im nächsten 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.

4. ===== Test, Prüfung, Simulationsberechnungen ======

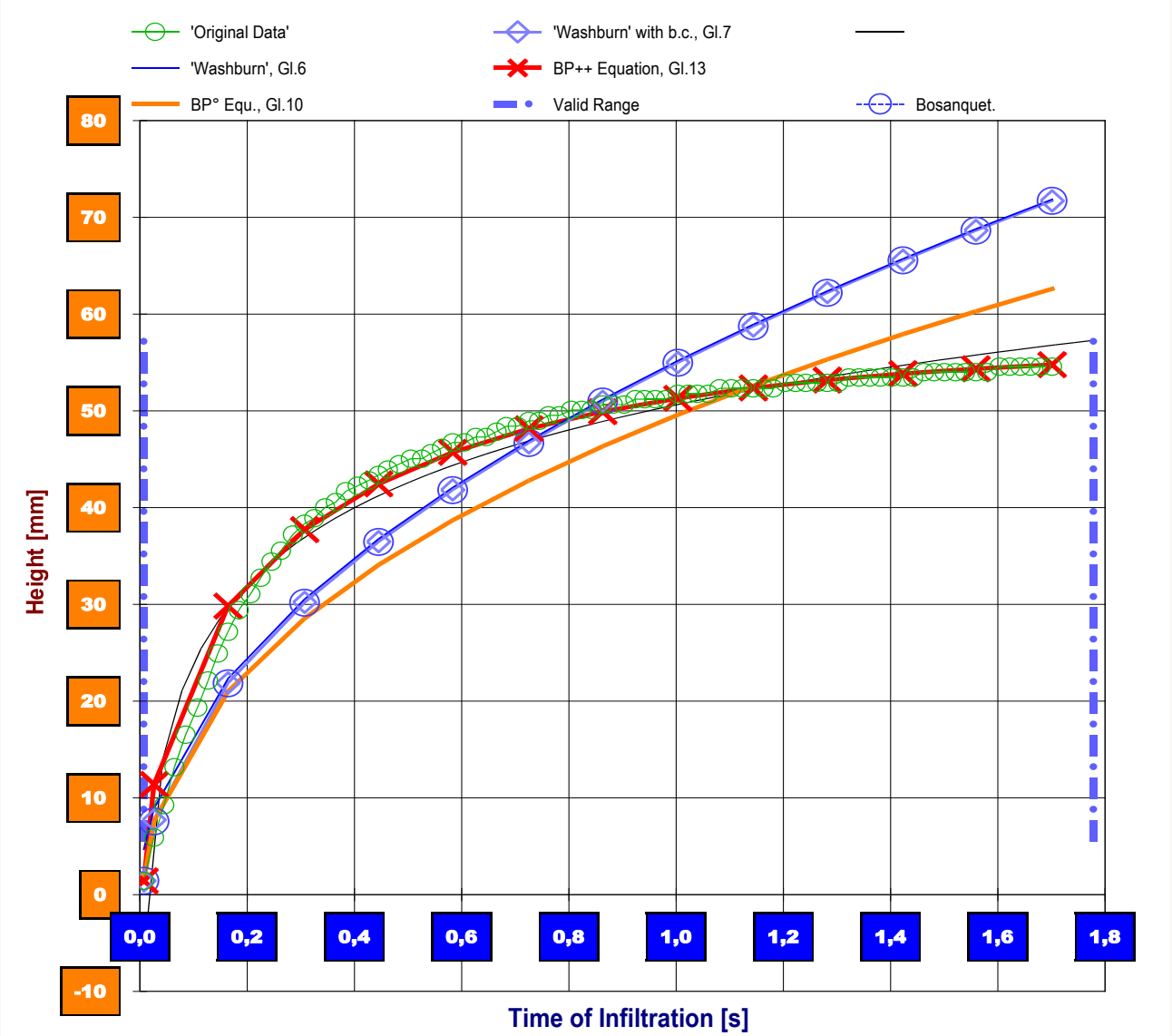
Das folgendes Diagramm zeigt den Zusammenhang des Resultats mit der Infitrationsgeschwindigkeit im betrachteten Zeitbereich. Weiter unten werden die Ergebnisse der Test- und Simulationsberechnungen besprochen.

Diagramm 3.4: 'Cap.Radii / Time'



- Die Geradensteigung im "m²/t-Plot", d.h. die Geschwindigkeit der Infiltration - ist über die Flüssigkeitseigenschaften und die Porosität mit dem effektiven Kapillarradius verknüpft. Für die diskreten Steigungswerte ist der korrespondierende Kapillarradius eingezeichnet. Für den ausgewählten Zeitbereich wird angezeigt, wie der Angabewert und die Unsicherheitsangabe ermittelt wird, nämlich aus der Standardabweichung der hier zugeordneten Kapillarradien.

Diagramm 4.4: 'Simulation-Plot2'



Parameters for Wb and BP°: r = 78,11 µm, Contact angle = 15,86°. Boundary condition (first beacon) t° = 7,22E-3s, h(t°) = 1,41mm.
Parameters for 'BP++ Equation': r1 = r2 = 251,2 µm, Contact angle = 15,86°, eta2 =0,02 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 und unter Berücksichtigung eines dynamischen Gegendrucks (ggf. auch durch Benetzungswärme oder Gleitreibung als) durch ein Fluid der Viskosität 'eta2'= 0,02 mPa·s in der Probe gerechnet ist. Der Regressionsbereich ('valid range'), der im Diagramm durch die zwei Baken markiert ist (0,0 sec bis 1,8 sec, 1,41 bis 54,6 mm), umfasst 90 Wertepaare. Für diesen Bereich sind die Gleichungen angepasst.

Tabelle 2.3 Test und Simulation

Vergleich der '*Wasser*'-Steighöhen im Auswertungsintervall nach verschiedenen Berechnungsmodellen: Die beiden BP-Berechnungen berücksichtigen den hydrostatischen Druck (*Schwerkraft*). Die BP++ Gleichung rechnet mit gleichen Kapillarradien $r_1 = r_2 = 251{,}19$ µm, die sich von $\bar{r}_c$ jedoch unterscheiden, zusätzlich wird eine *Verdrängungsinfiltration* eines (Gas-)Mediums der Viskosität 0,02 mPa·s einkalkuliert.

N°	*t* [s]	*W(t)* [g]	*h(t)* [mm]	Wb [mm]	*Δ*1	Wb_{bc} [mm]	*Δ*2	BP° [mm]	*Δ*3	BP_{++} [mm]	*Δ*4	Bos. [mm]	*Δ*5
1.	0,01	0,0003	1,41	4,68	3,27	1,41	0	1,41	0	1,41	0	1,41	0
2.	0,03	0,0011	5,89	8,92	3,03	7,72	1,84	7,61	1,73	11,39	5,5	7,55	1,67
3.	0,16	0,0049	27,15	22,32	-4,82	21,87	-5,27	21,00	-6,14	29,80	2,66	21,81	-5,33
4.	0,31	0,0069	38,34	30,53	-7,8	30,21	-8,13	28,55	-9,78	37,73	-0,61	30,16	-8,17
5.	0,45	0,0078	43,37	36,76	-6,61	36,49	-6,89	34,08	-9,29	42,45	-0,93	36,45	-6,92
6.	0,58	0,0084	46,73	42,07	-4,66	41,83	-4,9	38,68	-8,04	45,71	-1,02	41,80	-4,93
7.	0,73	0,0088	48,97	46,91	-2,05	46,70	-2,26	42,79	-6,18	48,15	-0,82	46,67	-2,29
8.	0,86	0,0091	50,64	51,18	0,54	50,99	0,34	46,33	-4,31	49,92	-0,73	50,96	0,32
9.	1,00	0,0093	51,76	55,18	3,41	55,00	3,23	49,59	-2,17	51,29	-0,47	54,97	3,21
10.	1,14	0,0094	52,32	58,93	6,6	58,76	6,44	52,60	0,27	52,36	0,04	58,74	6,41
11.	1,28	0,0095	52,88	62,38	9,5	62,22	9,34	55,32	2,44	53,18	0,3	62,20	9,32
12.	1,42	0,0096	53,44	65,72	12,28	65,57	12,13	57,92	4,48	53,84	0,4	65,55	12,11
13.	1,56	0,0097	54,00	68,79	14,79	68,64	14,64	60,28	6,28	54,35	0,35	68,63	14,62
14.	1,70	0,0098	54,56	71,85	17,29	71,71	17,15	62,60	8,04	54,77	0,21	71,70	17,14
				σ_1 = **3,3**		σ_2 = **3,3**		σ_3 = **2,3**		σ_4 = **0,68**		σ_5 = **3,3**	

- **Legende:** *t* Zeitpunkt, *W(t)* Aufnahmemenge, *h(t)* Steighöhe, errechnet aus der Proben- bzw. Endsteighöhe (58,02951 ±0 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.

Berechnungen mit Parametern der BP++-Gleichung:

① Kapillarradius r_2 und Kontaktwinkel Θ' korrespondieren mit der finalen Steighöhe von rund 5,65 Zentimeter, wobei der Aufstieg zwölf Sekunden benötigt; um 95% dieser Steighöhe (5,36 Zentimeter) zu erreichen, vergehen eine Sekunde. Die '*Wasser*'-Meniskusgeschwindigkeit $\dot{v}$ beträgt hier noch 4,5 mm/s - für die entsprechende horizontale Ausbreitung sind 0,295 Sekunden bzw. 0,327 Sekunden erforderlich.

② Nach der Infiltrationszeit von 0,1 s wird die Steighöhe 24,00 mm erreicht; die Momentangeschwindigkeit der Phasengrenze $\dot{v}$ ist hier 11 cm/s.

③ Die Steighöhe 10,0 mm wird nach einer Infiltrationsdauer von 0,022 s bei $\dot{v}$ = 35 cm/s erreicht. Unter den Umständen dieser Messung beträgt die Aufstiegszeit ab Kontakt (unter Berücksichtigung der ermittelten Latenzzeit 0,5 s) folglich insgesamt 0,52 s.

Prüfmittel

Die Wägeeinheit (WZA224) wurde 0,1 Stunden vor dieser Messung justiert.

IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität)*) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal}*) 8,00 g/cm³, Luftdichte ρ_a*) 1,11071 kg/m³; Schwerebeschleunigung g*) 9,80765 m/sec². Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,0051[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 30[min] (BN°2, -25/150°C, 4S, FS15, Offset: -0,0226). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.1.38, LizenzN° *3037-4759*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

Report created by IMETER

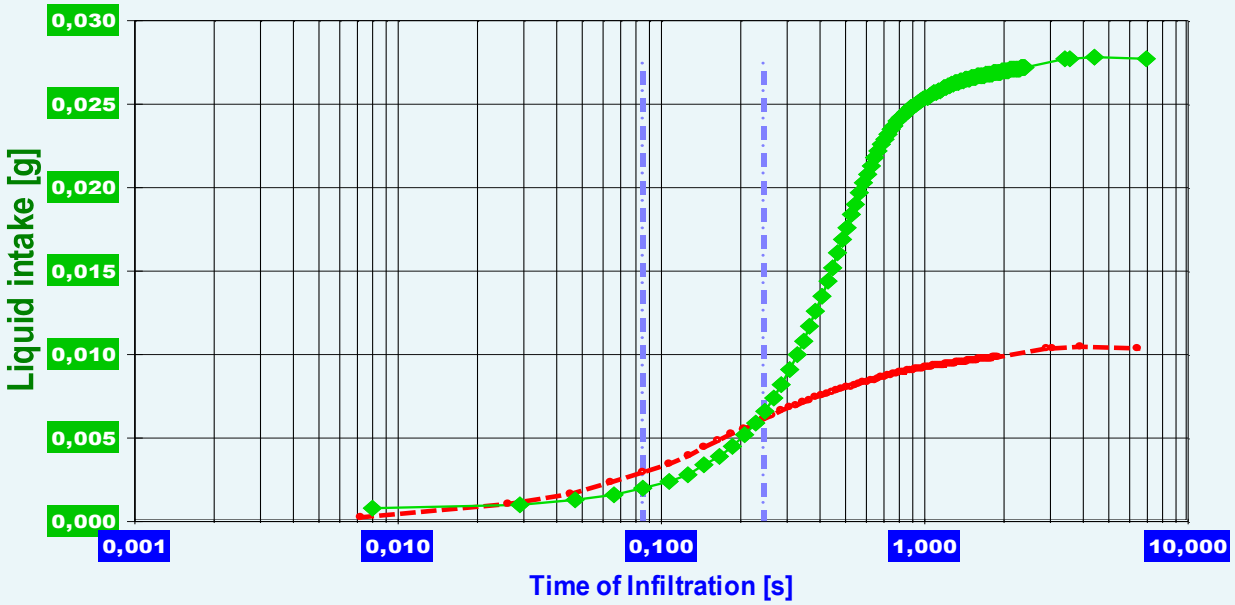
Report 2 – Prüfung der „Standardauswertung“

Die gleiche Messung; Hier Anpassung des Kontaktwinkels der Washburngleichung bis die „Kapillarzahl 1,00“ berechnet wird Der Kontaktwinkel ergibt sich zwar viel zu groß, der Kapillarradius ist realistisch. (wiederholte Berichtselemente wurden entfernt).

ID N° 16961

Wasser - 0.5mm Messingkapillare

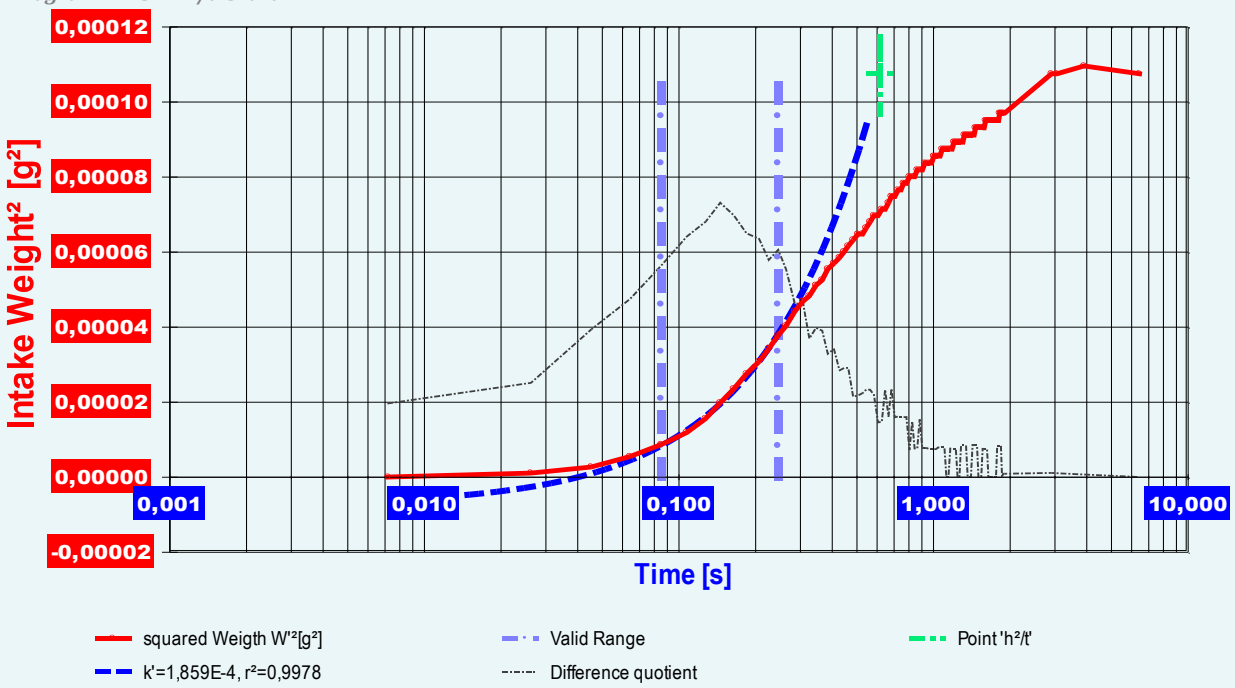
Diagramm 1.2: 'RawData'



3. ===== Benetzungsgeschwindigkeit, Kapillarität und Steighöhe ======

Die Gewichtszunahme durch Infiltration zwischen 0,1 und 0,2 Sekunden nach dem Flüssigkeitskontakt definiert den betrachteten *Regressionsbereich*. Dieser Bereich entspricht der Steighöhe von 16,5 mm bis 34,4 mm bzw. 28% bis 59% der Probenhöhe. Die Flüssigkeitsfront bewegt sich hier im Mittel mit $\bar{v}_l$ = 10 cm/s. Sie erreicht gemäß der m^2/t-Regressionsgleichung nach einer Sekunde (0,62 s) die Oberfläche (58,0 mm).

Diagramm 2.3: 'm^2/t-Chart'

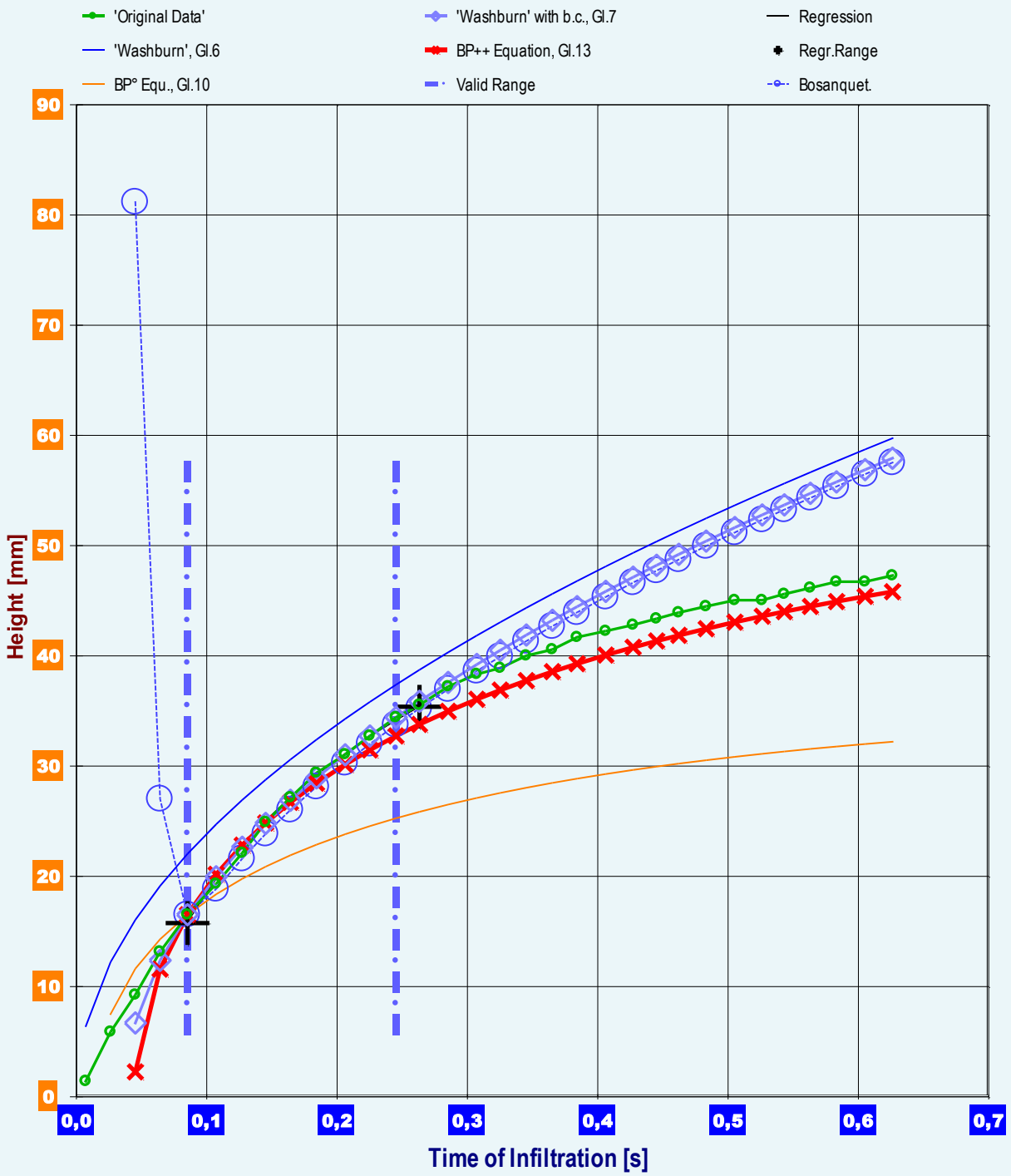


Aus der Geschwindigkeit der Infiltration wird die Materialkonstante unter dem **vorgegebenen Kontaktwinkel Θ von 54°** zu K **= 7,999E-19 (±8,03%)** m^5 bestimmt. Sie kann in Messungen mit anderen Fluiden an dieser Präparation von '*Messing Kanüle*' zur Bestätigung der Kapillarradien, weiterer Kontaktwinkel und der Bestimmung der Oberflächenenergie dienen.
Die Verhältnisse erlauben - unter Vorbehalt - folgende Berechnungen:

- der effektive Kapillarradius von $\bar{r}_c$ = **0,24 ±10,0E-3 mm**,
- die spezifische *Kapillarenanzahl* n_C von 1,00 und
- mit '*Wasser*' eine maximale Steighöhe $h_{max.}$ von 3,6 Zentimetern, ...

wobei der senkrechte Aufstieg auf 3,4 cm (95% von $h_{max.}$) rund ein Sekunde und die waagerechte Ausbreitungszeit 0,21 Sekunden benötigt.

Diagramm 4.4: 'Simulation-Plot2'



Parameters for Wb and BP°: r = 240,1 µm, Contact angle = 54,00°. Boundary condition (first beacon) t° = 0,0852s, h(t°) = 16,5mm.
Parameters for 'BP++ Equation': r1 = r2 = 251,2 µm, Contact angle = 15,86°, eta2 =0,02 mPa·s.

Report 3 – Oktanol/Glaskapillare

Prüfung mit Oktanol und einer Glaskapillare. Der Kapillarradius bei dem durch Anpassung des Kontaktwinkels (74,25°) die Kapillarzahl 1 erhalten wird (250,4 µm), wurde in der Simulation eingegeben. Dann wurde der zur BP++-Gleichung optimal passende Kontaktwinkel zu 47,14° bestimmt.

IMETER

IMETER V.5.5 rev.70

automatic Report (18F415N16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 05. Feb 18

ID N° 16943 - *Capillary Action, Rise and Speed* - M7 PUK

1-Octanol - Glaskapillare

Probe in Wägegläschen vorgelegt - Temperatur ungenau. Einsatz einer 10µL Einmalkapillarpipette (HEM minicap). Nach der Messung erfolgte die Bestimmung der Steighöhe zu 18,7 mm.

Measurement : **1-Oktanol** as Capillary with **1-Oktanol, 25°C**
Cap. Radius: $\bar{r}_c$ 250 µm

Report

1. ===== Allgemeines ======

Messung der kapillaren Steiggeschwindigkeit/Steighöhe - gesamte Dauer fünf Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 24,99 bis 25,08°C.

Diagramm 1.0: 'RawData'

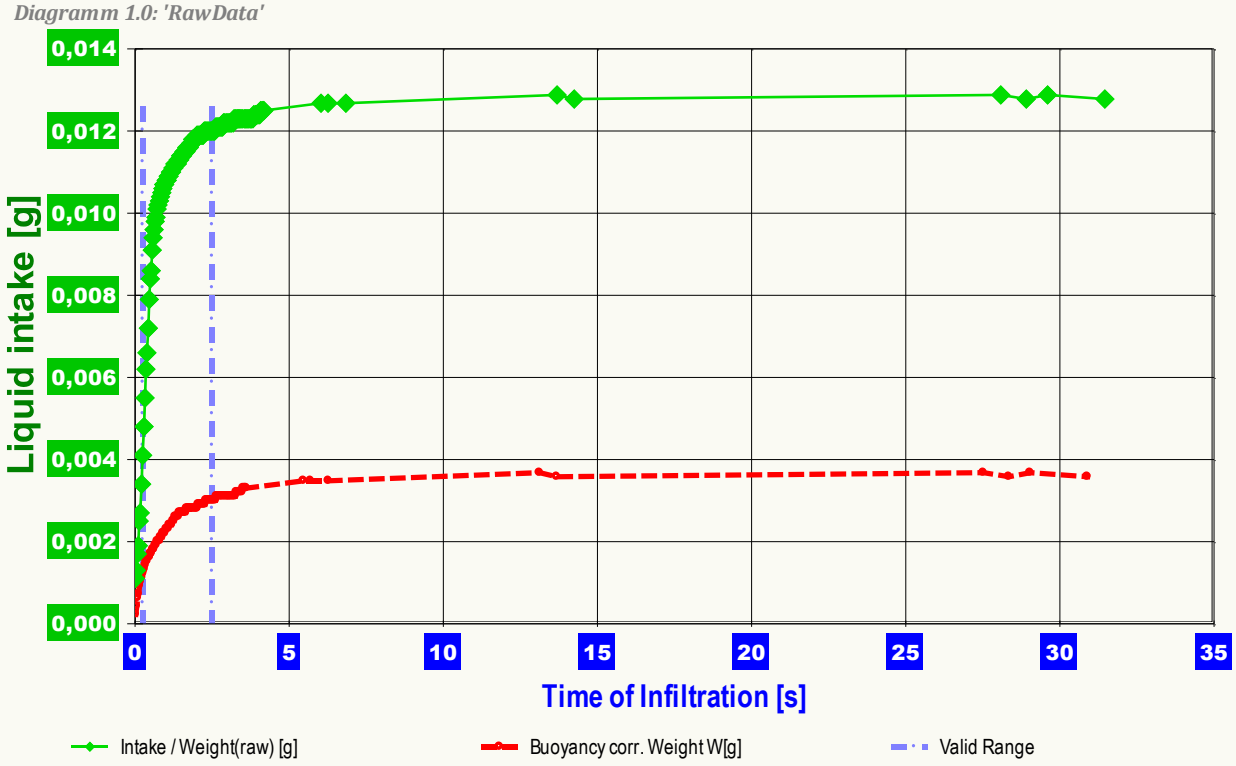


Tabelle 1.0 Basisdaten - Zeit/Aufnahmemengen

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.	-0,55	-0,0080	**0,37**	**0,0015**	**1,34**	**0,0026**	**2,24**	**0,0029**	3,18	0,0031
2.	-0,52	-0,0078	**0,40**	**0,0015**	**1,38**	**0,0026**	**2,27**	**0,0029**	3,21	0,0031
3.	-0,49	-0,0074	**0,45**	**0,0016**	**1,42**	**0,0026**	**2,31**	**0,0030**	3,26	0,0031
4.	-0,46	-0,0072	**0,48**	**0,0016**	**1,45**	**0,0027**	**2,34**	**0,0030**	3,29	0,0032
5.	-0,43	-0,0066	**0,51**	**0,0017**	**1,48**	**0,0027**	**2,38**	**0,0030**	3,34	0,0032
6.	-0,40	-0,0064	**0,54**	**0,0017**	**1,51**	**0,0027**	**2,42**	**0,0030**	3,37	0,0032
7.	-0,35	-0,0057	**0,59**	**0,0018**	**1,54**	**0,0027**	**2,45**	**0,0030**	3,40	0,0032
8.	-0,32	-0,0050	**0,62**	**0,0018**	**1,59**	**0,0027**	**2,48**	**0,0030**	3,43	0,0032

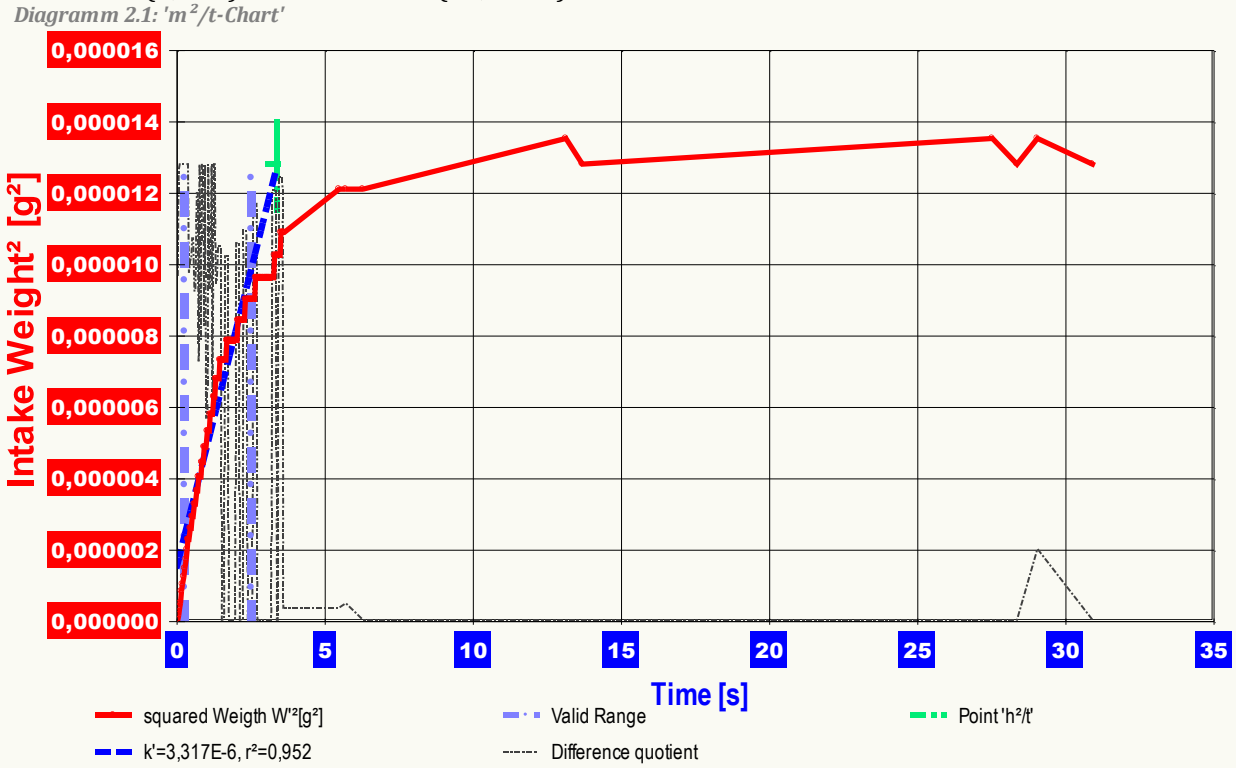
9.	-0,27	-0,0043	**0,66**	**0,0019**	**1,62**	**0,0027**	**2,51**	**0,0030**	3,48	0,0032
10.	-0,24	-0,0036	**0,70**	**0,0019**	**1,65**	**0,0027**	2,54	0,0030	3,51	0,0033
11.	-0,21	-0,0029	**0,73**	**0,0020**	**1,68**	**0,0028**	2,57	0,0030	3,56	0,0033
12.	-0,18	-0,0025	**0,76**	**0,0020**	**1,71**	**0,0028**	2,62	0,0030	3,59	0,0033
13.	-0,13	-0,0020	**0,81**	**0,0020**	**1,74**	**0,0028**	2,65	0,0031	3,62	0,0033
14.	-0,10	-0,0013	**0,84**	**0,0021**	**1,77**	**0,0028**	2,68	0,0031	5,47	0,0035
15.	-0,07	-0,0008	**0,88**	**0,0021**	**1,81**	**0,0028**	2,71	0,0031	5,70	0,0035
16.	-0,04	-0,0006	**0,92**	**0,0022**	**1,84**	**0,0028**	2,76	0,0031	6,27	0,0035
17.	-0,01	-0,0001	**0,95**	**0,0022**	**1,88**	**0,0028**	2,79	0,0031	13,13	0,0037
18.	0,02	0,0002	**0,98**	**0,0022**	**1,92**	**0,0028**	2,82	0,0031	13,68	0,0036
19.	0,06	0,0004	**1,02**	**0,0023**	**1,96**	**0,0028**	2,85	0,0031	27,52	0,0037
20.	0,09	0,0006	**1,06**	**0,0023**	**1,99**	**0,0028**	2,90	0,0031	28,35	0,0036
21.	0,12	0,0007	**1,09**	**0,0023**	**2,02**	**0,0028**	2,93	0,0031	29,04	0,0037
22.	0,15	0,0009	**1,12**	**0,0024**	**2,06**	**0,0029**	2,98	0,0031	30,90	0,0036
23.	0,18	0,0010	**1,16**	**0,0024**	**2,09**	**0,0029**	3,01	0,0031		
24.	0,23	0,0011	**1,20**	**0,0024**	**2,12**	**0,0029**	3,04	0,0031		
25.	**0,26**	**0,0012**	**1,24**	**0,0025**	**2,15**	**0,0029**	3,07	0,0031		
26.	**0,31**	**0,0013**	**1,27**	**0,0025**	**2,18**	**0,0029**	3,10	0,0031		
27.	**0,34**	**0,0014**	**1,31**	**0,0026**	**2,21**	**0,0029**	3,13	0,0031		

Messflüssigkeit: '*1-Oktanol*' bei 25,09 °C mit folgenden Eigenschaften:
Viskosität (η) 7,3 mPa·s, Oberflächenspannung (γ) 27,10 mN/m und Dichte ($\Delta\rho$) 0,82063 g/cm³.

2. ===== Benetzungsgeschwindigkeit, Kapillarität und Steighöhe ======

Die Gewichtszunahme durch Infiltration zwischen 0,3 Sekunden und zwei Sekunden nach dem Flüssigkeitskontakt definiert den betrachteten *Regressionsbereich*. Dieser Bereich entspricht der Steighöhe von 6,42 mm bis 15,8 mm bzw. 34% bis 84% der Probenhöhe. Die Flüssigkeitsfront bewegt sich hier im Mittel mit $\bar{v}_l$ = 4,9 mm/s. Sie erreicht gemäß der m^2/t-Regressionsgleichung nach drei Sekunden (3,39 s) die Oberfläche (18,8 mm).

Diagramm 2.1: 'm²/t-Chart'



Aus der Geschwindigkeit der Infiltration wird die Materialkonstante unter dem **vorgegebenen Kontaktwinkel Θ von 74,25°** zu **K = 9,905E-19 (±70,6%)** m⁵ bestimmt. Sie kann in Messungen mit anderen Fluiden an dieser Präparation von '*1-Oktanol*' zur Bestätigung der Kapillarradien, weiterer Kontaktwinkel und der Bestimmung der Oberflächenenergie dienen.
Die Verhältnisse erlauben - unter Vorbehalt - folgende Berechnungen:

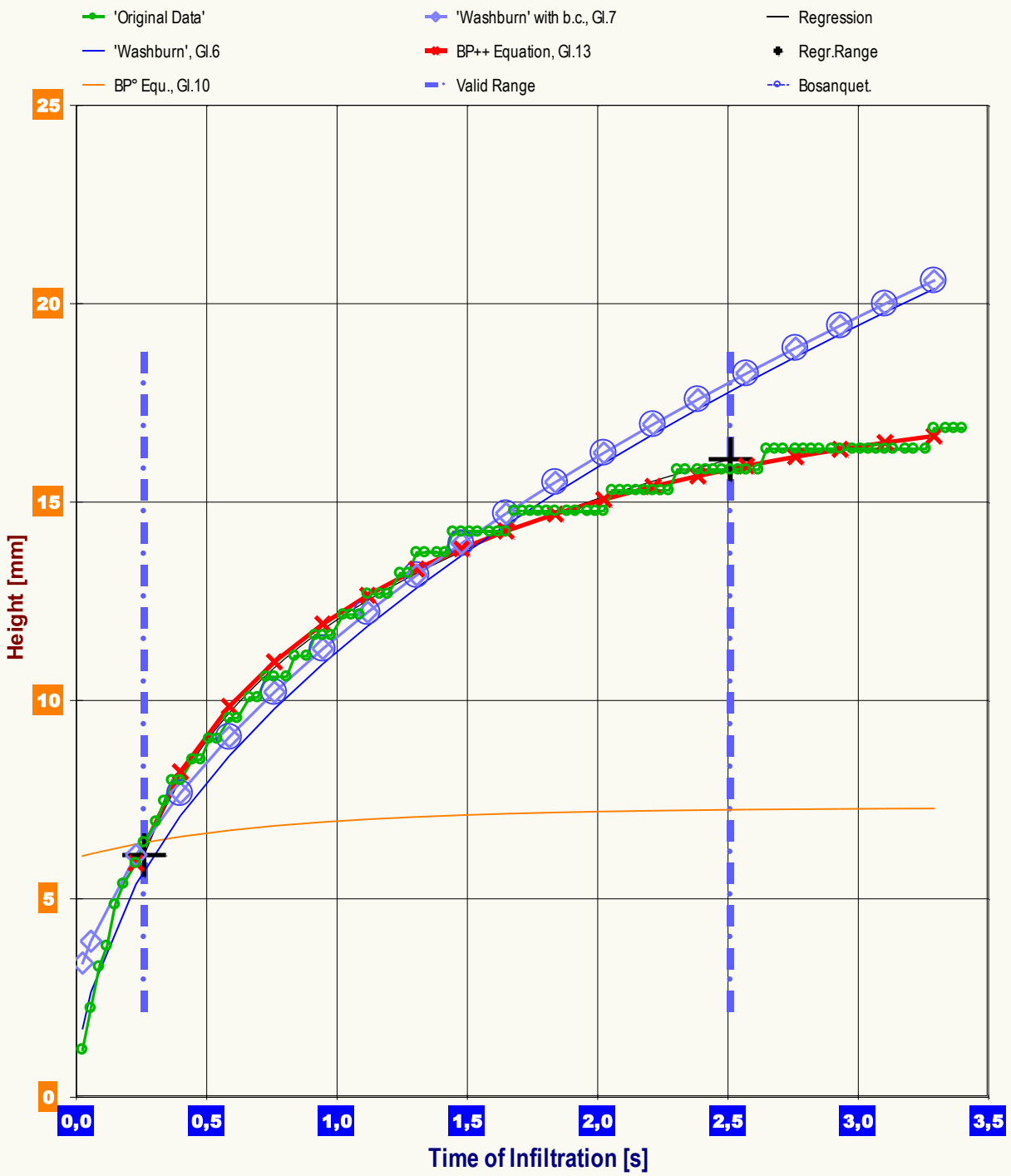
- der effektive Kapillarradius von $\bar{r}_c$ = **0,25 ±0,046 mm**,
- die spezifische *Kapillarenanzahl* n_C von 1,00 und
- mit '*1-Oktanol*' eine maximale Steighöhe $h_{max.}$ von 7,3 Millimetern, ...

wobei der senkrechte Aufstieg auf 6,9 mm (95% von $h_{max.}$) rund ein Sekunde und die waagerechte Ausbreitungszeit 0,38 Sekunden beträgt.

3. ===== Test, Prüfung, Simulationsberechnungen ======

Ergebnisse der Test- und Simulationsberechnungen:

Diagramm 3.2: 'Simulation-Plot2'



Parameters for Wb and BP°: r = 250,4 µm, Contact angle = 74,25°. Boundary condition (first beacon) t° = 0,26s, h(t°) = 6,42mm.
Parameters for 'BP++ Equation': r1 = r2 = 250,4 µm, Contact angle = 47,14°, eta2 =0,017 mPa·s.

Tabelle 2.1 Test und Simulation

Vergleich der '*1-Oktanol*'-Steighöhen im Auswertungsintervall nach verschiedenen Berechnungsmodellen: Die beiden BP-Berechnungen berücksichtigen den hydrostatischen Druck (*Schwerkraft*). Die BP++ Gleichung rechnet mit dem Kontaktwinkel Θ'=47,14°, mit gleichen Kapillarradien r_1= r_2= 250,40 µm, die sich von $\bar{r}_c$ jedoch unterscheiden, zusätzlich wird eine *Verdrängungsinfiltration* eines (Gas-)Mediums der Viskosität 0,017 mPa·s einkalkuliert, obwohl zur Messung kein seitlich abgeschlossener Probenhalter (Frittenröhrchen) eingesetzt wurde. - Für die

Parameterermittlung der BP++ Gleichung wurde eine automatische Optimierung[7] 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.	0,40	0,0015	7,99	7,09	-0,89	7,66	-0,32	6,57	-1,42	8,20	0,21	7,66	-0,33
2.	0,59	0,0018	9,55	8,60	-0,95	9,08	-0,47	6,73	-2,83	9,85	0,3	9,07	-0,48
3.	0,76	0,0020	10,60	9,79	-0,81	10,21	-0,38	6,84	-3,76	10,97	0,38	10,21	-0,39
4.	0,95	0,0022	11,64	10,92	-0,72	11,30	-0,34	6,94	-4,7	11,93	0,29	11,30	-0,34
5.	1,12	0,0024	12,68	11,87	-0,81	12,23	-0,46	7,01	-5,68	12,65	-0,03	12,22	-0,46
6.	1,31	0,0026	13,73	12,83	-0,89	13,16	-0,57	7,07	-6,66	13,31	-0,42	13,16	-0,57
7.	1,48	0,0027	14,25	13,65	-0,6	13,96	-0,29	7,11	-7,14	13,83	-0,42	13,96	-0,3
8.	1,65	0,0027	14,25	14,42	0,17	14,71	0,46	7,15	-7,11	14,27	0,02	14,71	0,46
9.	1,84	0,0028	14,77	15,23	0,45	15,50	0,73	7,18	-7,6	14,70	-0,07	15,50	0,72
10.	2,02	0,0028	14,77	15,98	1,21	16,24	1,47	7,20	-7,57	15,07	0,29	16,24	1,46
11.	2,21	0,0029	15,30	16,71	1,41	16,96	1,66	7,22	-8,07	15,39	0,1	16,96	1,66
12.	2,38	0,0030	15,82	17,35	1,53	17,59	1,77	7,24	-8,58	15,66	-0,16	17,58	1,77
				σ_1 = 0,41		σ_2 = 0,39		σ_3 = 2,7		σ_4 = 0,11		σ_5 = 0,39	

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde am Vortag dieser Messung justiert.
IMETER ID23903733: Technische Daten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,00 g/cm^3, Luftdichte ρ_a 1,1163 kg/m^3; Schwerebeschleunigung *g* 9,80765 m/sec^2. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,0051[K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 30[min] (BN°2, -25/150°C, 4S, FS15, Offset: -0,0226). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.1.38, LizenzN° *3037-4759*, Windows 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

Report created by IMETER

Haben Sie Fragen?

IMETER

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