IMETER Methode Nr.1 "Ringmethode":
Messung der Temperaturabhängigkeit

Messung der Oberflächenspannung von Dodekan 20 bis 140°C

In diesem Anwendungsbeispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (unten) die Messung der Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung von Dodekan.

Es ist üblich, zur Messung unbekannter Materie im selben Verfahren ein bekanntes Material mit zu messen. Referenzmaterialien mit kalkulierbarem Verhalten erlauben Extrapolationen in nicht ausgelotete Messbereiche. So sollte n-Dodekan, als einfacher Kohlenwasserstoff sich gut dafür eignen, die Messung der Oberflächenspannung bei höheren Temperaturen an unbekannten Fluiden in diesem Sinn zu begleiten. n-Dodekan wurde also getestet, weil es sich gut als Referenzfluid für höhere Temperaturen eignen könnte. Der Kohlenwasserstoff ist wenig gefährlich (geringe Giftigkeit, höhere Zündtemperatur und Flammpunkt), es ist nicht hygroskopisch, innert, destillierbar, relativ niederviskos, hat einen geringen Dampfdruck, einen weiten flüssigen Bereich (-10 bis +215°C) und es ist eine vergleichsweise billige Chemikalie. Referenzflüssigkeiten werden gerne verwendet, um ein MessSystem insgesamt zu prüfen. Einfach durch Messung, können die Korrektheit von Messkörper, Waage und Thermometer zusammen überaus plausibel geprüft werden. Denn, funktioniert ein Element nicht korrekt, wird dies unweigerlich zu entsprechenden Diskrepanzen im "*Abweichungsdiagramm*" (das letzte Diagramm, unten) führen. Vorausgesetzt, natürlich, die Referenzdaten sind korrekt und der Stoff liegt in entsprechend hoher Reinheit vor.

©2016 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.

IMETER V.5.0 rev.47

automatic Report (40A5F3S16312B), imeter/MSB, Augsburg

ID N° 274 - Surface Tension / ΔT

Title: **n-Dodekan (z. Ref.)**
Remarks: Probensubstanz: 'Dodecane' Sigma-Aldrich, ReagentPlus (R), >99%, Pcode 101113820, Lot#MKBF7504V <Dichte & Ausdehnungskoeffizient wurden an dieser Probe ebenfalls bestimmt> WIKI-De: Dichte 0,75 g/cm³, Siedepunkt 216°C, M 170,34 g/mol, CAS 112-40-3
Flüssigkeit/Vergleich: **'Dodekan'**
Result: **$\gamma_{25°C}$ = 24,76 ±0,12 mN/m, κ_V 35,8·10^{-4}K^{-1}**

Report

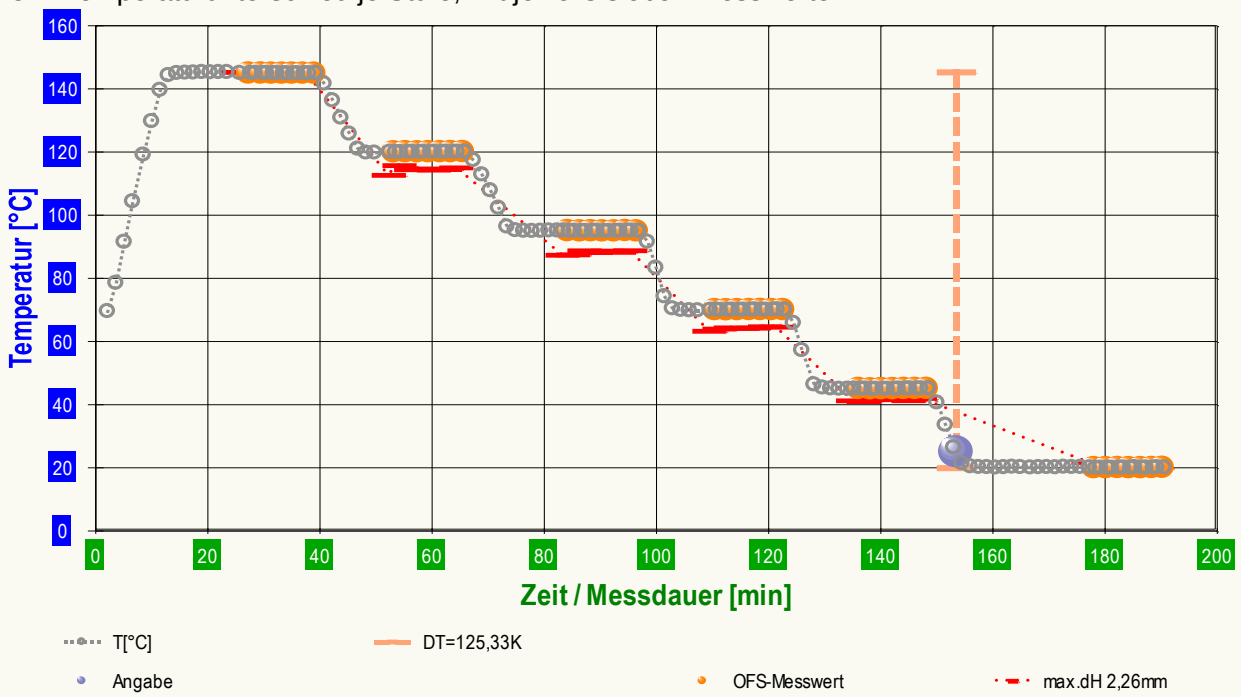
Hinweis: *Dieser Bericht ist mit Kommentierungen versehen. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text.*

• 1. ===== Vorbemerkungen ======

Eigenschaft und Methode: Die *Oberflächenspannung* ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die zwischenmolekulare 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 zwischen Probe und *Luft* bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert werden auf den Wert der Maximalkraft Korrekturfaktoren angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, benannt nach ihren Entwicklern. Zu bevorzugen ist die Berechnung nach *Young-Laplace-Petzoldt* oder ggf. noch nach *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 ein Kalibrierfaktor durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit (i.d.R. Wasser) eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben. Dieser Bericht hat die Aufgabe *sämtliche* Informationen zur Verfügung zu stellen; die automatischen Interpretationen können jedoch ggf. mit atypischen Daten fehlerhafte Zusammenfassungen ergeben; daher stellen die in Tabellen niedergelegten Informationen das eigentliche und grundlegende Ergebnis dar.
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 42 Mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs drei Stunden; stufig, zwischen 145,0 und 19,9°C abfallender Temperaturverlauf, sechs Temperaturniveaus; mit fünf Stufen; 25 K Temperaturunterschied je Stufe, mit jeweils sieben Messwerten.



Im Diagramm "Temperatur- u. Ereignisprofil" 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 kugelförmige Markierung gibt den Zeit/Temperatur-Angabewert der Messung an. Waagerechte Striche geben den relativen Verlauf des Flüssigkeitspegels (Niveauhöhe) im Messgefäß an. Dieser wurde durch jeweilige Bezugshöhenbestimmungen 42 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied beträgt 2,258 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht (bei speziell darauf eingerichteten Messprogrammen) über diese Rückkopplung von Niveauveränderungen z.B. Dosierungen, Verdunstung, Absorption und bei Temperaturänderung (ggf. überlagert) die Wärmeausdehnung der Probe anzuzeigen.

• 3. ===== Ergebniszusammenfassung ======

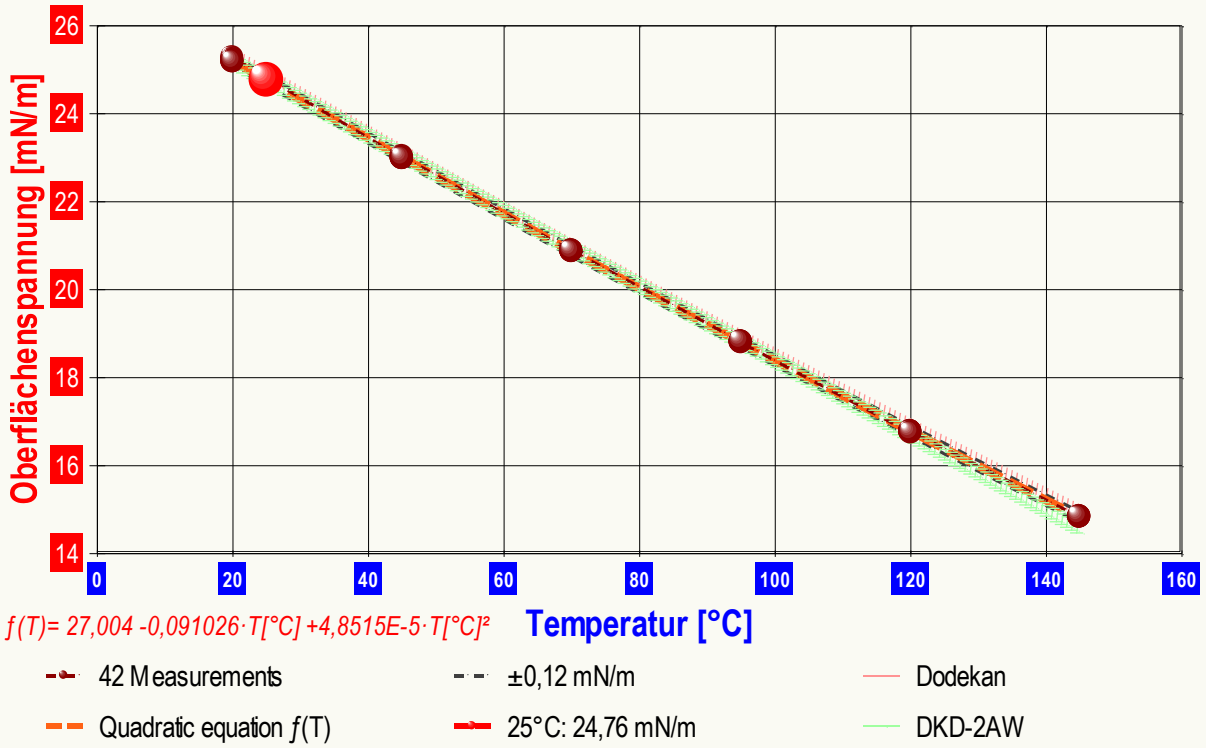
Akquisitionsperiode der 42 Messwerte im Messablauf: 27 bis 190 min, Temperatur ΔT =-125,01 K
Ergebniswert: γ = **24,76 ±0,12 mN/m** (298,15 K)
Streuung: ±0,0184 mN/m absolute bzw. 0,74‰ relative Standardabweichung
Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.
Temperaturgleichung zwischen 19,94 und 144,95 °C:

γ [mN/m] = $f(\vartheta$[°C]) = 27,004 -0,091026·ϑ +4,8515E-5·ϑ^2 r^2=0,999974 s^2=3,37E-4

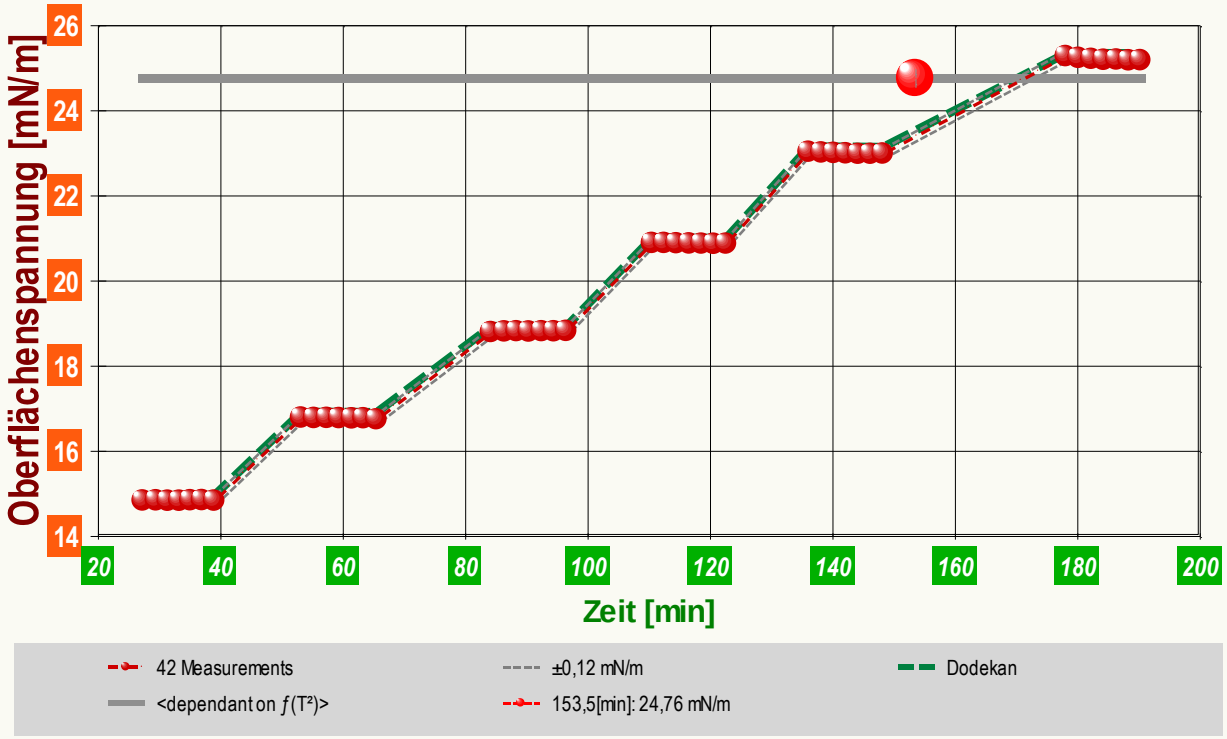
>> alternativ, die lineare, eher extrapolierbare Gleichung: '26,76 -0,083·ϑ' mit r^2=0,99952 und s^2=6,17E-3 <<
Oberflächenentropie: $S^S_{T[°C]}$ *[mJ·m^{-2}·K^{-1}] = 0,091-9,70·10^{-5}·(ϑ+273,15)*
Totale Oberflächenenergie: $E^S_{25°C}$ *= 43,24 mJ·m^{-2}*

Der Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung mit 35,8 [$10^{-4}K^{-1}$] entspricht konventionellen Werten gut. Die relative Änderung der Oberflächenspannung mit der Temperatur beträgt 3,6‰, das sind 0,09 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. Üblicherweise kann der Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung für Fluide bei 25°C im Bereich zwischen 18 und 57 $10^{-4}K^{-1}$ liegen. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2, der 'hervorragend' ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) muss deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.



Das Diagramm "TemperaturProjektion" zeigt die einzelnen Messwerte der Oberflächenspannung als Kreissymbole in Abhängigkeit von der Temperatur an. Um den Angabewert ($\gamma_{25°C}$= 24,76 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 'Dodekan' in der Breite der angenommenen Messunsicherheit eingezeichnet. In gleicher Weise ist 'DKD-2AW' eingezeichnet, das gemäß Datenbank eine bessere Übereinstimmung mit dem Angabewert aufweist.



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

Neben Lamellenhöhe und Alter der Flüssigkeitslamelle im Parabelmaximum listet die Tabelle zu jedem Messwert Zeitpunkt, Temperatur, Oberflächenspannung und die Dichtedifferenz der Phasen auf:

N°	t [min]	T[°C]	γ[mN/m]	H[mm]	$\tau_{rel.}$[s]	$\Delta\rho$[g/cm³]
1.	27,3	144,95	14,84	2,43	79,1	0,6546
2.	29,5	144,94	14,84	2,45	45,1	0,6547
3.	31,4	144,90	14,83	2,46	42,4	0,6547
4.	33,3	144,89	14,83	2,45	42,7	0,6547
5.	35,1	144,87	14,84	2,43	41,7	0,6547
6.	37,0	144,89	14,84	2,44	43,4	0,6547
7.	39,0	144,90	14,83	2,40	43,0	0,6547
8.	53,2	119,95	16,78	2,56	28,2	0,6736
9.	55,3	119,99	16,77	2,52	44,0	0,6736
10.	57,4	119,96	16,78	2,54	45,9	0,6736
11.	59,4	119,98	16,77	2,53	44,8	0,6736
12.	61,5	119,98	16,77	2,53	45,3	0,6736
13.	63,4	120,02	16,77	2,53	43,4	0,6736
14.	65,5	120,05	16,74	2,52	46,0	0,6736
15.	84,2	95,00	18,79	2,65	31,6	0,6924
16.	86,4	94,94	18,81	2,64	46,5	0,6925
17.	88,4	94,97	18,81	2,63	47,7	0,6924
18.	90,4	94,95	18,81	2,64	46,5	0,6925
19.	92,5	94,93	18,81	2,63	48,1	0,6925
20.	94,5	95,03	18,81	2,64	47,8	0,6924
21.	96,5	94,96	18,82	2,64	45,4	0,6925
22.	110,5	69,96	20,89	2,75	36,4	0,7111
23.	112,5	69,93	20,89	2,75	48,9	0,7111
24.	114,5	69,96	20,88	2,73	50,2	0,7111
25.	116,6	69,99	20,88	2,74	50,8	0,7111
26.	118,6	70,02	20,87	2,74	48,7	0,7110
27.	120,6	69,99	20,87	2,73	46,4	0,7111
28.	122,6	70,00	20,87	2,74	48,8	0,7111
29.	136,1	44,99	23,03	2,82	38,2	0,7295
30.	138,2	44,91	23,01	2,85	51,0	0,7296
31.	140,2	44,94	23,00	2,83	50,9	0,7295
32.	142,2	44,94	22,99	2,82	51,1	0,7295
33.	144,2	44,99	22,98	2,83	49,5	0,7295
34.	146,2	45,03	22,98	2,83	49,9	0,7295
35.	148,2	45,04	22,99	2,82	50,7	0,7295
36.	178,1	19,96	25,28	2,89	38,2	0,7478
37.	180,2	19,95	25,23	2,90	49,8	0,7478
38.	182,3	19,99	25,21	2,92	51,9	0,7478
39.	184,3	19,94	25,19	2,90	50,3	0,7478
40.	186,4	19,96	25,20	2,92	52,0	0,7478
41.	188,4	19,98	25,18	2,91	51,1	0,7478
42.	190,3	20,05	25,18	2,93	50,9	0,7477

*In der Tabelle wird mit **t** der Zeitpunkt mit zugehöriger Temperatur **T** für die gemessene Oberflächenspannung **γ** angegeben sowie mit **H** die Höhe der Flüssigkeitslamelle, mit $\tau_{rel.}$ das Alter der Flüssigkeitslamelle beim Messwert der Maximalkraft und mit **Δρ** der Wert der Dichte abzüglich der Luftdichte (ggf. zur Temperatur).*

• 4. ===== Auswertungsverfahren & Messkörper ======

Berechnung: Harkins & Jordan (Originaltabellen).
Messring: Ring N°2, mittlerer Ringradius R =9,545 mm, Drahtradius r =0,185 mm, Korrekturfaktor 1,0045. linearer Ausdehnungskoeffizient α =8,9·10^{-6}K^{-1}, Innendurchmesser des Messgefäßes D =43 mm.
Zur Probensubstanz: Dichte ρ =0,74523 g/cm³ (bei 25°C); die Dichtedifferenz $\Delta\rho$ wird zur jeweiligen Temperatur mit der Referenzfunktion berechnet.

*Die geometrischen Angaben zum Messkörper beziehen sich auf 25°C; nur die wiedergegebenen Messkörperdaten werden in der Berechnung eingesetzt. Für einen Wertevergleich zu Resultaten der einfacheren Behelfsrechnungen (z.B. Zuidema & Waters) kann der entsprechende Algorithmus eingestellt werden. Von der Flüssigkeitsdichte wird stets die zur Messung angegebene Dichte der Luft abgezogen. Die Berechnung der jeweiligen Dichte ρ erfolgte aus den vorhandenen Referenzdaten (Dodekan) automatisch. Für die Dichte wird die Gleichung '**ρ** [g/cm³]= 0.763343 -72.078·[°C]/1E5 - 0.014806·[°C]^2/1E5' verwendet..*

Die Tabelle unten gibt zusätzliche Daten zur Berechnung und Klassifikation der einzelnen Messwerte an.

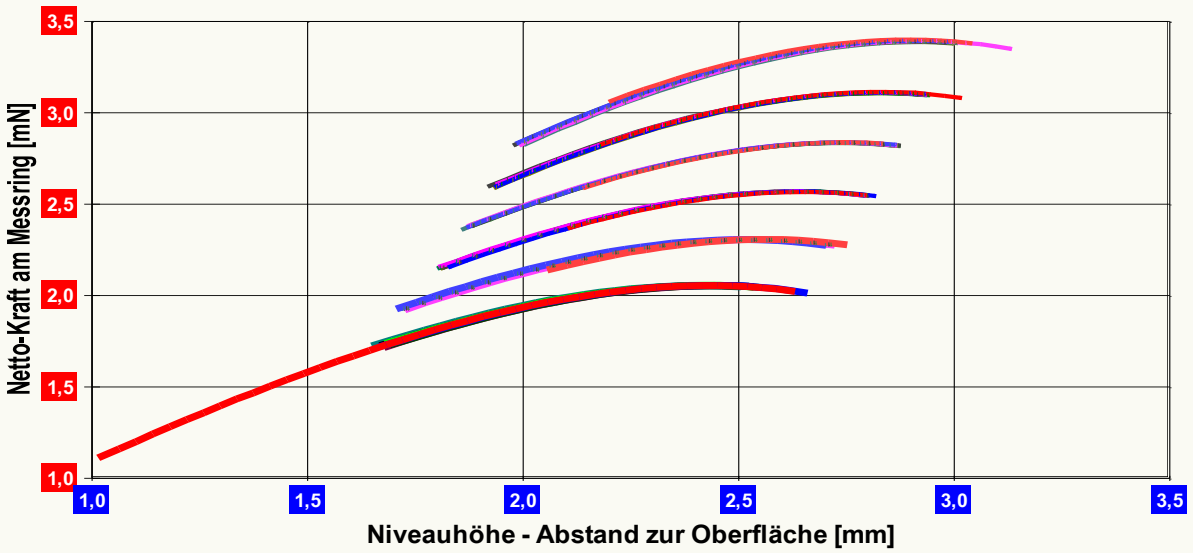
N°	$F_{max.}$[mN]	$F_{bz.}$[mN]	f_k	v_z[mm·s^{-1}]	⊗[mm]	$t_{\otimes}$[s]	ΩK
1.	2,0910	0,0363	0,8632 h	0,0168	-	-	¹pS
2.	2,0982	0,0432	0,8632 h	0,017	-	-	¹pS
3.	2,1018	0,0481	0,8631 h	0,0173	-	-	¹pS
4.	2,1058	0,0520	0,8631 h	0,018	-	-	¹pS
5.	2,1103	0,0549	0,8632 h	0,0176	-	-	¹pS

6.	2,1145	0,0588	0,8632 h	0,0169	-	-	¹pS
7.	2,1188	0,0647	0,8631 h	0,0171	-	-	¹pS
8.	2,4314	0,1236	0,8691 h	0,0174	-	-	¹pS
9.	2,4311	0,1246	0,8691 h	0,0175	-	-	¹pS
10.	2,4294	0,1226	0,8691 h	0,0167	-	-	¹pS
11.	2,4287	0,1226	0,8691 h	0,0171	-	-	¹pS
12.	2,4271	0,1216	0,8691 h	0,0177	-	-	¹pS
13.	2,4245	0,1187	0,8691 h	0,0177	-	-	¹pS
14.	2,4202	0,1177	0,8690 h	0,0167	-	-	¹pS
15.	2,7177	0,1510	0,8748 h	0,0177	-	-	¹pS
16.	2,7196	0,1510	0,8749 h	0,0173	-	-	¹pS
17.	2,7192	0,1501	0,8749 h	0,0168	-	-	¹pS
18.	2,7185	0,1501	0,8749 h	0,0173	-	-	¹pS
19.	2,7201	0,1510	0,8749 h	0,0174	-	-	¹pS
20.	2,7190	0,1501	0,8749 h	0,0168	-	-	¹pS
21.	2,7212	0,1510	0,8749 h	0,0177	-	-	¹pS
22.	3,0015	0,1638	0,8793 h	0,0163	-	-	¹pS
23.	3,0032	0,1657	0,8793 h	0,0171	-	-	¹pS
24.	3,0034	0,1667	0,8793 h	0,0167	-	-	¹pS
25.	3,0040	0,1677	0,8793 h	0,0165	-	-	¹pS
26.	3,0041	0,1687	0,8792 h	0,0172	-	-	¹pS
27.	3,0037	0,1687	0,8792 h	0,0173	-	-	¹pS
28.	3,0030	0,1677	0,8792 h	0,0172	-	-	¹pS
29.	3,2769	0,1628	0,8832 h	0,0164	-	-	¹pS
30.	3,2738	0,1618	0,8831 h	0,0171	-	-	¹pS
31.	3,2715	0,1608	0,8831 h	0,0165	-	-	¹pS
32.	3,2704	0,1608	0,8831 h	0,0171	-	-	¹pS
33.	3,2678	0,1599	0,8831 h	0,0169	-	-	¹pS
34.	3,2669	0,1589	0,8831 h	0,0175	-	-	¹pS
35.	3,2666	0,1579	0,8831 h	0,0165	-	-	¹pS
36.	3,5544	0,1540	0,8876 h	0,0173	-	-	¹pS
37.	3,5489	0,1540	0,8875 h	0,0175	-	-	¹pS
38.	3,5461	0,1540	0,8875 h	0,0175	-	-	¹pS
39.	3,5423	0,1530	0,8874 h	0,0174	-	-	¹pS
40.	3,5421	0,1520	0,8874 h	0,0168	-	-	¹pS
41.	3,5406	0,1530	0,8874 h	0,0171	-	-	¹pS
42.	3,5391	0,1510	0,8874 h	0,0172	-	-	¹pS

*Zur Tabelle: **$F_{max.}$** gibt den der Berechnung zu Grunde liegenden, korrigierten Messwert der Maximalkraft an. Der Bezugswert **F_{bz}** wird ebenfalls angegeben und (ggf.) berechnet, indem der Bezugskraft-Messwert zeitlich vor der Messkurve um die Auftriebskraft und die Kontaktwinkel an den Haltestäben korrigiert wird. Der Korrekturfaktor **f_k**, mit welchem aus der Nettokraft die Oberflächenspannung berechnet wird, kann nach verschiedenen Algorithmen gebildet werden. Die Herkunft des Faktors **f_k** wird durch angehängte Zeichen markiert: **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 Petzoldt'schen IMETER-Iterationsalgorithmus, die korrekteste Berechung, 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 **⊗** die Bruchhöhe und **$t_{⊗}$** dafür den relativen Zeitpunkt an.*

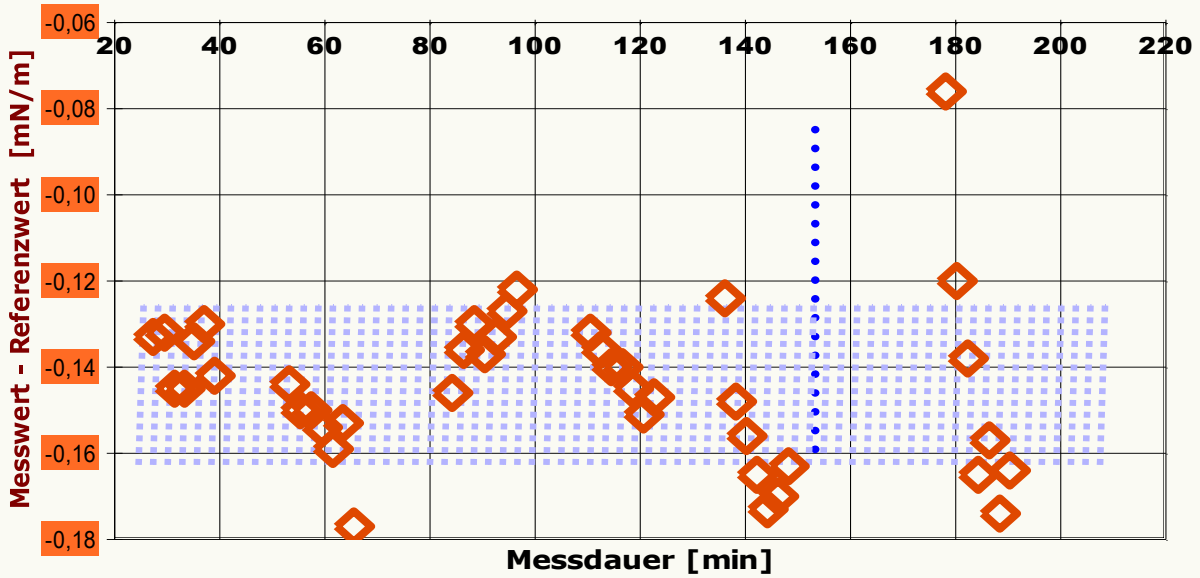
*Die Angabe **ΩK** ist das Klassifizierungskennzeichen der Messkurve: '¹' steht für eine Messkurve mit wenigen Sekunden zuvor frisch ermittelter Bezugskraft; bei '²' wurde die Bezugskraft übernommen; '³' bedeutet ohne Bezugskraft (tariert); 'k' bezeichnet vollständige Kurvenzüge, 'p' Teilkurven, 's' 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 Kommentierfunktion (auch nach der Messung) dem Bericht beigefügt sein.*



Im Diagramm "Messkurve(n)" werden die zu Grunde liegenden Messwerte als 'Messkraft' gegen 'Oberflächenabstand' dargestellt. Für die 42 Messkurven wird der korrigierte Sachverhalt bezüglich Kraft und Abstand von Ring und Flüssigkeitsoberfläche abgebildet. Qualität und Korrektheit zeichnen sich anhand glatter Kurvenzüge ab.

• 5. ===== Referenzdatenvergleich ======



Reference values for 'Dodekan' acc. to $f(T[°C])=27.15-0.091\cdot T+4.81E-5\cdot T^2$
Mean and Standarddev. of Residuals: -0,144 ±0,018 mN/m, relative: -0,58% at a spread of 0,73‰

Das Chart "Residuen" 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.

• Datenbankvergleich zu "*Dodekan*" für 25°C

	Referenz	Messung	Δ absolut	Δ relativ	Δ / u
γ	24,91	24,76	-0,15 mN/m	0,6%	**1**
$-{}^{\Delta\gamma}/_{\Delta T}$	0,09	0,09	±0,00 mN/m·K^{-1}	---	@

Die Datenbank liefert für γ mit ***DKD-2AW***, 24,75 mN/m, einen ähnlichen, präzisen, Vergleichswert. Der Unterschied zum Messwert beträgt absolut 0,01 mN/m.

*Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'DODEKAN' gefunden werden, 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 zwischen Mess- und Referenzwert auftritt.*

--- R E F E R E N Z ----------	mN/m ---------- A B W E I C H U N G -------	R E F. I D ----------
1. DKD-2AW[1]	24,75	-0,81‰	ID1013.7
2. 3-Pentanon[1]	24,74	-0,81‰	ID100.7
3. Methyl acetat[1]	24,73	-1,2‰	ID52.6
4. Pentylamin[1]	24,69	-2,8‰	ID113.0
5. Cyclohexan[1]	24,65	-4,4‰	ID130.4
6. Butyl acetat[1]	24,88	+4,8‰	ID135.8
7. **Dodekan**[1]	24,91	+0,61%	ID1064.7
8. 1-Butanol[1]	24,93	+0,69%	ID81.3
9. DKD1[1]	25,05	+1,2%	ID782.9
10. Ethylcyclohexan[1]	25,15	+1,6%	ID178.8

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) [1]Referenzwert für 25°C berechnet.

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.

Wägewerte *sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML);* ***Temperaturangaben*** *beziehen sich auf die Skala der ITS-90.* ***Standardabweichungen:*** *Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s²) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) 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 274, Datenbank imeter-Beispiele) 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.*

Programm

Data createtd by execution of the IMPro ***"OFS_UnivA1"***, type 1/28. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt.

Prüfmittel

Die Kraftmesseinrichtung (WZA224) wurde zuletzt zwei Minuten nach dem Beginn dieser Messung justiert.
IMETER ID23903733: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit*) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte vgl. Tabelle unten; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec² für die Fallbeschleunigung*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.6.39, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

eine Justierung der Wägezelle während der Messung:

Zeit: 2,1 [min] Korrektur: 0,0025 [g]

Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeter-Beispiele.cal' gesondert gespeichert).

meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	ϕ [%]	T_a [°C]	p_a [kPa]	ρ_{air} [kg/m³]
1,2	47,99	25,01	95,609	1,1107

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphärendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten ϕ relative Luftfeuchte (r.H.), T_a Lufttemperatur und p_a absoluter Luftdruck, ρ_{air} die Luftdichte Die Ablesungen wurden automatisch durch das i-SIF ausgeführt.

Nachträgliche Anmerkung(en):

Kommentar: < *Zweck der Messung: Qualitative Prüfung über den Temperaturbereich der Untersuchung. Eine gewisse Abweichung vom Literaturwert ist gemäß der 'Reinheit von 99%' zu erwarten.*
Für Dodekan (20°C) werden in der Literatur 25,35 mN/m angegeben (hier: 25.20 mN/m).*

z.B.: Oss, C., J., van, "Interfacial Forces in Aqueus Media", 2nd. Ed., Taylor & Francis CRC, Boca Raton (2007), p.213.* > **Kommentar

"Kommentare" sind freie Texte, die der Operator zur Dokumentation der Messung hinzufügt.

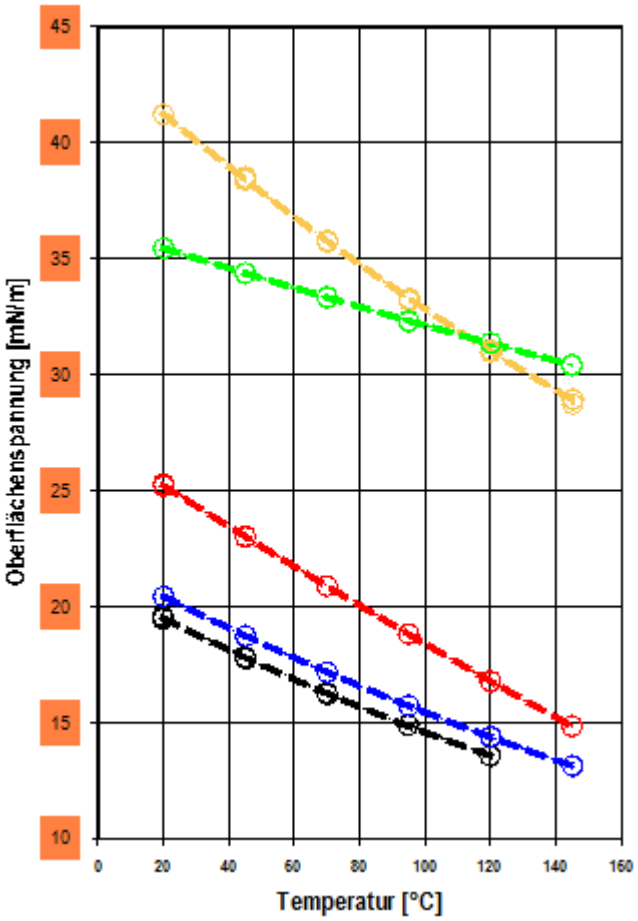
"

„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.

Zwischen Ergebnis- und dem verwendeten Referenzwert gibt es eine stabile Abweichung von 0,15 mN/m ±0,02 mN/m, die über die gesamte Temperaturspanne vorliegt.

Das Dokument präsentiert insgesamt eine recht gute Messung. Es zeigt, dass die Temperierung ggf. etwas präziser hätte ausfallen können - und, dass dieses nicht hochreine Dodekan als Referenzmaterial nur begrenzt geeignet ist. - Abgesehen davon müssen Referenzdaten speziell dann bezweifelt werden, wenn zu einem Stoff unterschiedliche Angaben kursieren. Um genauere Aussagen treffen zu können, hätte die Probe gereinigt werden müssen. Andere Lösemittel, wie Pentan, Hexan, Dimethylformamid (eines Herstellers, einer Partie(?)) zeigten genaue Übereinstimmungen mit *Referenzdaten*.



Diagrammvergleich zu verschiedenen Fluiden zwischen 20 und 140°C: Dibenzyltoluol (ocker), ionischen Flüssigkeit (grün), Dodekan (rot), Polydimethylsiloxan (blau) und ein Perfluoralkylether** (schwarz).*

** 1-Methyl-1-propylpyrrolidinium bis(trifluoromethylsulfonyl)imide,*
*** Krytox (R) XHT1000 (DuPont)*
(Reproduktion mit freundlicher Genehmigung, M. Götz, Karlsruher Instituts für Technologie (KIT))

IMETER

Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

- *Feststoff- und Flüssigkeitsdichte, Ausdehungskoeffs.*
- *Grenz-, Oberflächenspannung und ~Energie*
- *Viskosität, Rheologie, Konsistenz, Textur*
- *(Aus-)Härtungszeit, Porosität, Sorptivität u.v.a.*
- *freie und spezifische Automationen*

©2016 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

Probieren Sie's einfach!