

Messung der Oberflächenspannung von Dodekan 20 bis 140°C

Anwendungsbeispiel zur Messung der Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung von n-Dodekan.

n-Dodekan wurde getestet, weil es sich als Referenzfluid für höhere Temperaturen eignet. Der Kohlenwasserstoff ist wenig gefährlich (geringe Giftigkeit, höhere Zündtemperatur und Flammpunkt), es ist nicht hygroskopisch, inert, destillierbar, relativ niederviskos, hat einen geringen Dampfdruck, einen weiten flüssigen Bereich (-10 bis +215°C) und ist eine vergleichsweise billige Chemikalie.

Referenzflüssigkeiten werden bei IMETER regelmäßig verwendet, um das MessSystem insgesamt zu überprüfen. Einfach durch Messung, können Korrektheit von Messkörper, Wägezelle und Temperaturmessung zusammen 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 entsprechender Reinheit vor.



©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 beurteilt zu überprüfen.



IMETER V.5.5 rev.230

automatic Report (7951F3Q16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 17. Jun 24

ID N° 274 - Surface Tension / ΔT

n-Dodekan (z. Ref.)

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: $\gamma_{25^\circ\text{C}} = 24,76 \pm 0,12 \text{ mN/m}$, $\kappa_\gamma 35,8 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$

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 Draht ring 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

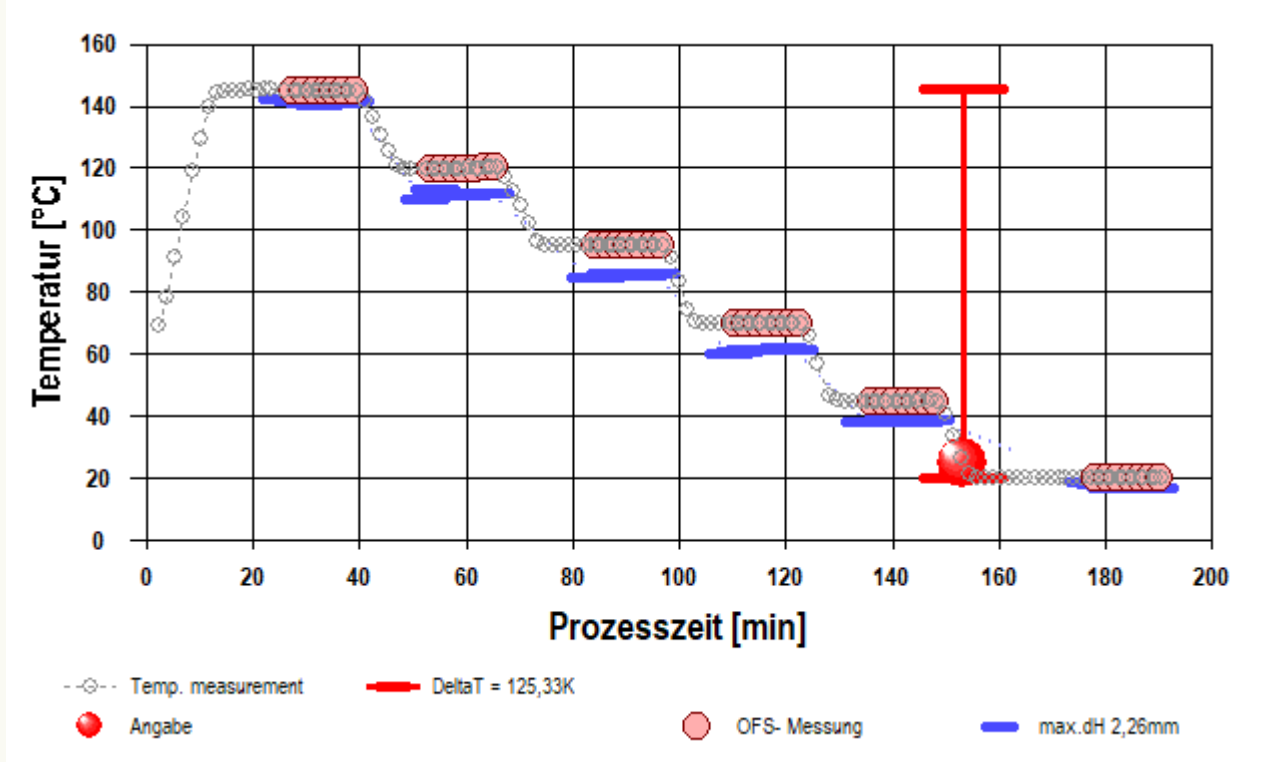
Unvollkommenheit der Ringgeometrie beruhen - wird ggf. ein Kalibrierfaktor f_G durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben.

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 sichere 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, überwiegend fallender Temperaturverlauf mit wechselnden Temperierstufen.

→ Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 'Temperaturprofil'



- Im Diagramm "Temperaturprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Zeitachse beginnt mit dem Startzeitpunkt dieser Messung. -- Die Kreismarkierungen zeigen die einzelnen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung jeweiliger Messwerte der Oberflächenspannung. Eine größere kugelförmige Markierung gibt den Zeit/Temperatur-Angabewert in der Dokumentation des gesamten Messprozesses an. Waagerechte rote Striche geben den relativen Verlauf des Flüssigkeitspegels (Niveauhöhe) im Messgefäß an. Dieser wurde durch jeweilige Bezugshöhenbestimmungen 42 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied (max.dH) beträgt 2,258 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen z.B. durch Dosierungen, Verdunstung, Absorption und besonders durch die Temperaturänderung eine Volumenausdehnung der Probe anzuzeigen.

• 3. Ergebniszusammenfassung

42 Messwerte; Zeitbereich 27 bis 190 min, Temperatur $\Delta T = -125,01$ K

Angabewert: $\gamma_{25^\circ\text{C}} = 24,76 \pm 0,12$ mN/m (298,15 K)

Streuung: $\pm 0,018$ mN/m absolute bzw. 0,73‰ relative Standardabweichung

Berechnung: quadratische Regressionsgleichung, eindeutig temperaturabhängig.

Temperaturzusammenhang zwischen 19,94 und 144,95 °C:

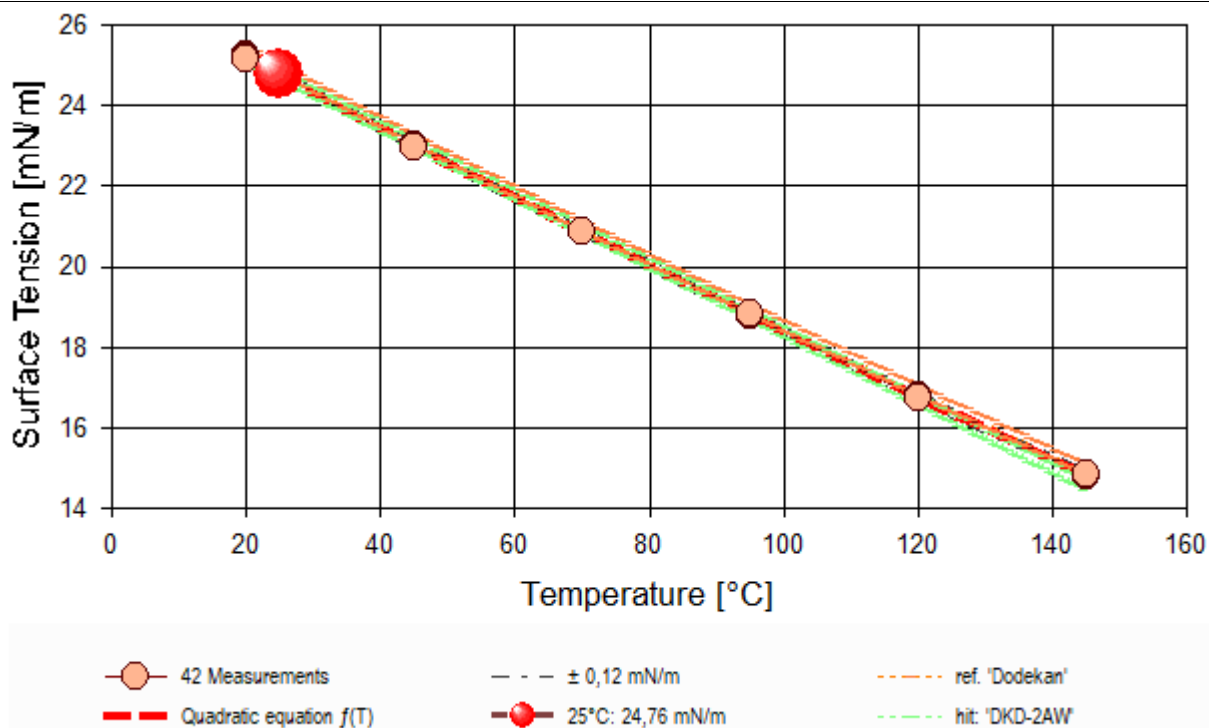
$$\gamma [\text{mN/m}] = f(\vartheta [^\circ\text{C}]) = 27,004 - 0,091026 \cdot \vartheta + 4,8515 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^2 \quad \text{mit } r^2 = 0,999974, \quad s^2 = 3,37 \cdot 10^{-4}$$

$$\text{Oberflächenentropie: } S_{\text{TC}} [\text{mJ} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}] = -27,0 + 0,091 \cdot (\vartheta + 273,15), \text{ Totale Oberflächenenergie: } E_{25^\circ\text{C}} = 65,01 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$$

Der Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung κ_γ mit $35,8 [10^{-4} \text{K}^{-1}]$ entspricht normalen Werten gut. Die relative Änderung der Oberflächenspannung mit der Temperatur beträgt 3,6‰, entsprechend 0,09 mN/m pro Grad bei der Angabetemperatur.

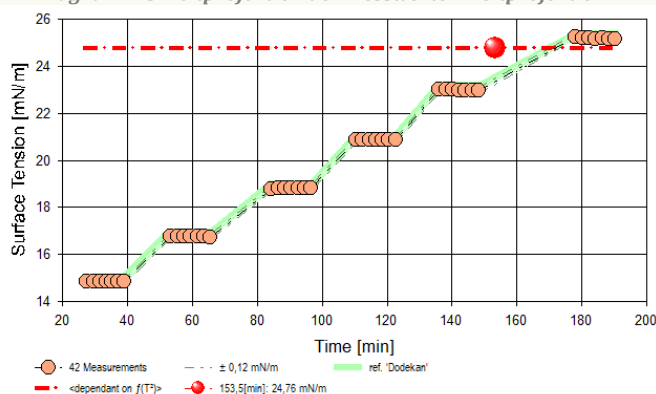
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Ein 'normaler' Temperaturkoeffizient der Oberflächenspannung reicht bei 25°C von etwa 18 bis $57 \cdot 10^{-4} \text{K}^{-1}$. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (r^2 , der hier wohl 'hervorragend' zu nennen ist). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz (s^2) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ($\sqrt{s^2}$) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

→ Diagramm 2. Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung - 'Temperaturverlauf'



- Das Diagramm "Temperaturverlauf" zeigt die einzelnen Messwerte der Oberflächenspannung als Kreissymbole in Abhängigkeit von der Temperatur an. Um den Angabewert ($\gamma_{25^\circ\text{C}} = 24,76 \text{ mN/m}$) ist der Bereich der Messunsicherheit als dünn gestrichelte, parallele Doppellinie dargestellt. Der Verlauf einer Regressionsfunktion zu den Messwerten ist als dickere, gestrichelte Linie eingezeichnet. Als fein schraffierter Bereich ist der Datenbank-Referenzwert von '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.

- Diagramm 3. Zeitprojektion der Messwerte - 'Zeitprojektion²'



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

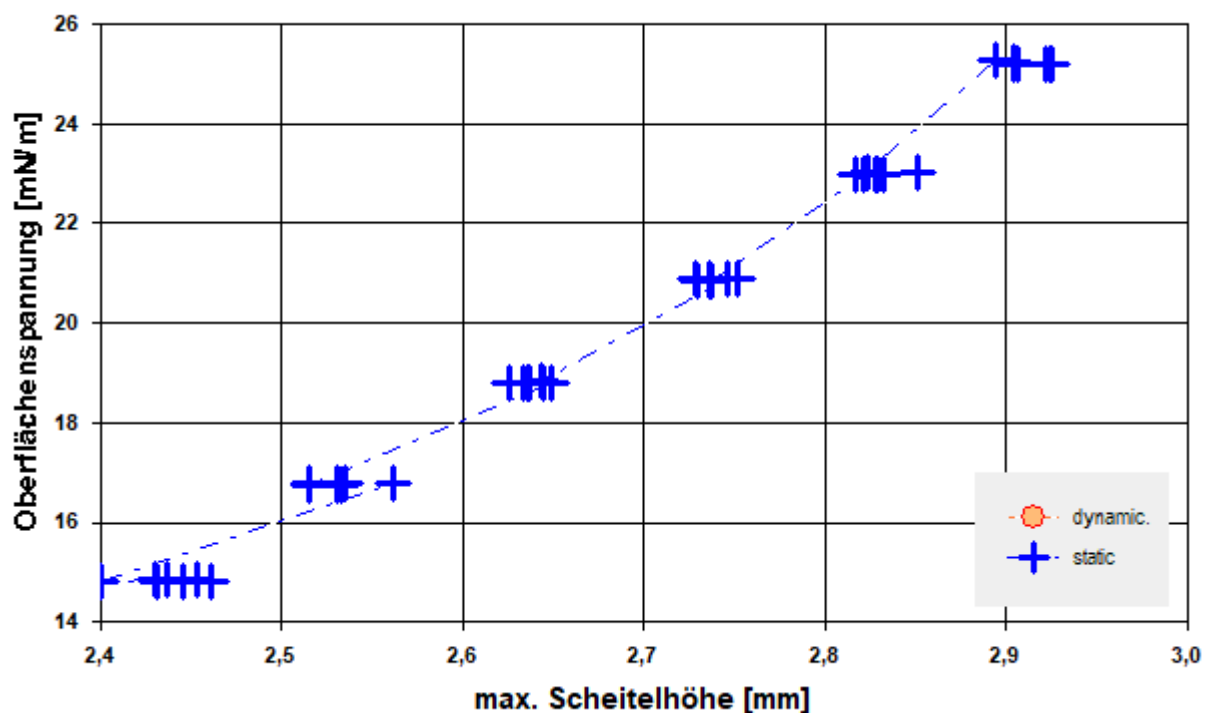
Tabelle 1: Protokoll der Mess- und Ergebnisdaten

N°	t [min]	ϑ [°C]	nPos	ΔZ [mm]	H _{Fmax} [mm]	W(F _{max}) [mg]	γ [mN/m]	$\tau_{\text{rel.}}$ [s]	$\Delta\rho$ [g/cm ³]
1.	27,3	144,95	44	1,501	2,43	209,50	14,84	79,1	0,6546
2.	29,5	144,94	28	0,943	2,45	209,53	14,84	45,1	0,6547
3.	31,4	144,90	24	0,803	2,46	209,40	14,83	42,4	0,6547
4.	33,3	144,89	24	0,804	2,45	209,41	14,83	42,7	0,6547
5.	35,1	144,87	24	0,803	2,43	209,57	14,84	41,7	0,6547
6.	37,0	144,89	24	0,803	2,44	209,60	14,84	43,4	0,6547
7.	39,0	144,90	24	0,803	2,40	209,44	14,83	43,0	0,6547
8.	53,2	119,95	20	0,663	2,56	235,31	16,78	28,2	0,6736
9.	55,3	119,99	28	0,943	2,52	235,17	16,77	44,0	0,6736
10.	57,4	119,96	28	0,943	2,54	235,20	16,78	45,9	0,6736
11.	59,4	119,98	28	0,943	2,53	235,13	16,77	44,8	0,6736
12.	61,5	119,98	28	0,943	2,53	235,07	16,77	45,3	0,6736
13.	63,4	120,02	28	0,942	2,53	235,10	16,77	43,4	0,6736
14.	65,5	120,05	28	0,942	2,52	234,76	16,74	46,0	0,6736
15.	84,2	95,00	20	0,664	2,65	261,70	18,79	31,6	0,6924
16.	86,4	94,94	28	0,943	2,64	261,90	18,81	46,5	0,6925

17.	88,4	94,97	28	0,942	2,63	261,95	18,81	47,7	0,6924
18.	90,4	94,95	28	0,943	2,64	261,88	18,81	46,5	0,6925
19.	92,5	94,93	28	0,942	2,63	261,95	18,81	48,1	0,6925
20.	94,5	95,03	28	0,943	2,64	261,93	18,81	47,8	0,6924
21.	96,5	94,96	28	0,942	2,64	262,06	18,82	45,5	0,6925
22.	110,5	69,96	20	0,663	2,75	289,33	20,89	36,4	0,7111
23.	112,5	69,93	28	0,943	2,75	289,31	20,89	48,9	0,7111
24.	114,5	69,96	28	0,943	2,73	289,23	20,88	50,2	0,7111
25.	116,6	69,99	28	0,942	2,74	289,19	20,88	50,8	0,7111
26.	118,6	70,02	28	0,942	2,74	289,10	20,87	48,7	0,7110
27.	120,6	69,99	28	0,943	2,73	289,06	20,87	46,4	0,7111
28.	122,6	70,00	28	0,943	2,74	289,09	20,87	48,8	0,7111
29.	136,1	44,99	24	0,803	2,82	317,52	23,03	38,2	0,7295
30.	138,2	44,91	28	0,943	2,85	317,30	23,01	51,0	0,7296
31.	140,2	44,94	28	0,943	2,83	317,17	23,00	50,9	0,7295
32.	142,2	44,94	28	0,943	2,82	317,06	22,99	51,1	0,7295
33.	144,2	44,99	28	0,942	2,83	316,88	22,98	49,5	0,7295
34.	146,2	45,03	28	0,943	2,83	316,89	22,98	49,9	0,7295
35.	148,2	45,04	28	0,943	2,82	316,97	22,99	50,7	0,7295
36.	178,1	19,96	24	0,803	2,89	346,71	25,28	38,2	0,7478
37.	180,2	19,95	28	0,943	2,90	346,15	25,23	49,9	0,7478
38.	182,3	19,99	32	1,082	2,92	345,86	25,21	51,9	0,7478
39.	184,3	19,94	28	0,942	2,90	345,58	25,19	50,3	0,7478
40.	186,4	19,96	28	0,943	2,92	345,66	25,20	52,0	0,7478
41.	188,4	19,98	28	0,943	2,91	345,40	25,18	51,1	0,7478
42.	190,3	20,05	28	0,943	2,93	345,45	25,18	50,9	0,7477

In der Tabelle gibt t den Zeitpunkt des Messwertes und ϑ die zugehörige Temperatur an. n_{pos} steht für die Anzahl der Kraft/Positions- oder Messkurvenabtastung über die Strecke ΔZ . Die Spalte H_{fmax} gibt die Lamellenhöhe im Parabelscheitel der Messkurve über dem Flüssigkeits-Nullniveau an. An dieser Stelle beträgt das Gewicht der Lamelle W_{fmax} und dieses entspricht der so gemessenen Oberflächenspannung γ . Die Zeitspanne τ_{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 Dodekan abzüglich der Luftdichte) bei der Temperatur angegeben.

- Diagramm 4. Lamellenhöhe in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung - 'Lamellenhöhen²'



- Das Chart "Lamellenhöhen²" stellt die Oberflächenspannung in einen Zusammenhang mit der 'Lamellenhöhe' im Punkt der maximalen Kraft bzw. Spannung. Die Abhängigkeit ist in der Regel proportional; die Lamellenhöhe wird teilweise von der Gefäßoberfläche beeinflusst. Größere Streuungen im Werteverlauf zeigen eine unruhige Umgebung oder ungeeignete Ermittlungseinstellungen der Grenzflächenlage an (Nullniveau-Bestimmung); systematische Änderungen deuten je nach Umständen auf Effekte von Messgeschwindigkeitsvariationen oder auch die Bildung einer 'Oberflächenhaut' hin. - Beim Bestimmungsverfahren zur Pegelposition der Phasengrenze durch das Tastverfahren von unten (aus der Phase), wird die Höhe 0 (Nullniveau) durch den Kontakt der Ringoberseite mit der Phasengrenze definiert. Deshalb ist die Ringdrahtdicke ($\approx 0,185$ mm) bei diesen absoluten Niveau-Höhen in Betracht zu ziehen.

• 4. Auswertungsverfahren & Messkörper

Berechnung: 'Harkins & Jordan' - Originaltabellen.

Messring: Ring N°2, mittlerer Ringradius $R = 9,545$ mm, Drahtradius $r = 0,185$ mm, linearer

Ausdehnungskoeffizient $\alpha = 8,9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Anwendung des geometrischen Korrekturfaktors $f_G = 1,0045$; Innendurchmesser des Messgefäßes $\varnothing = 43,0 \text{ mm}$.

Probensubstanz: Dodekan, Dichte $\rho = 0,74523 \text{ g/cm}^3$ (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 Dodekan automatisch. Hierzu wird die Gleichung ' $\Delta\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = 0.763343 - 72.078 \cdot \vartheta / 1\text{E}5 - 0.014806 \cdot \vartheta^2 / 1\text{E}5 - \rho_a$ ' verwendet.

Tabelle 2: Zu Berechnung und Klassifikation der einzelnen Messwerte

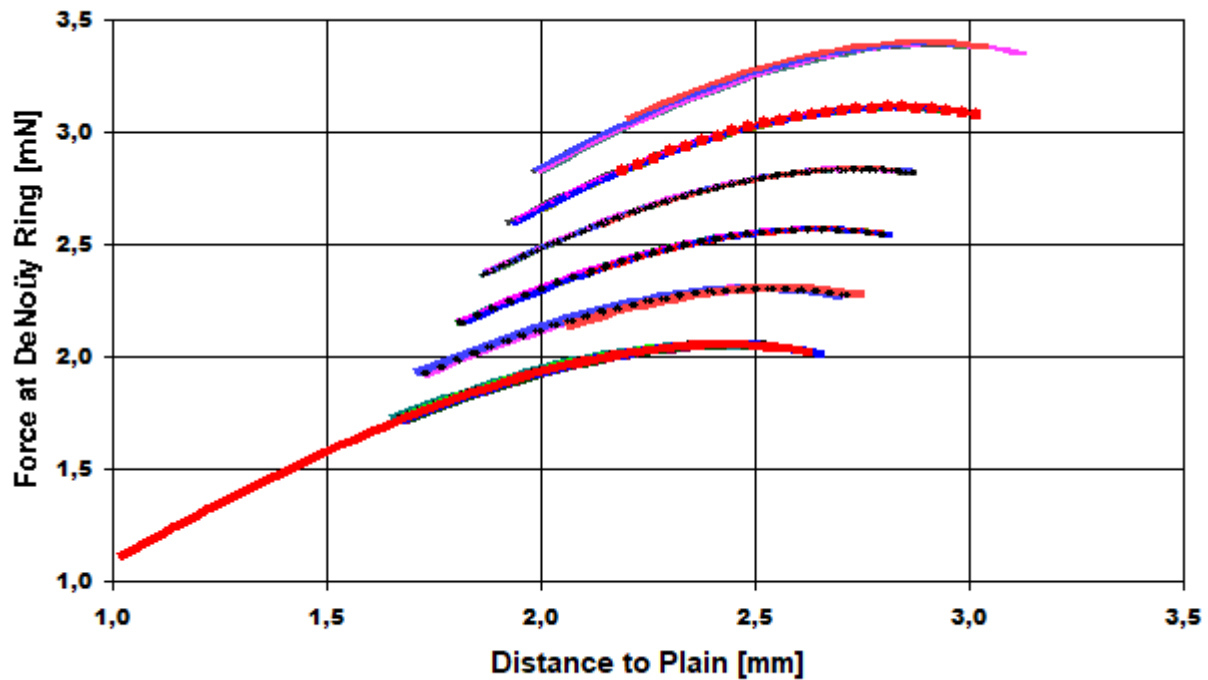
N°	$F_{\text{max.}}$ [mN]	$F_{\text{bz.}}$ [mN]	f_k -	v_z [mm·s ⁻¹]	X [mm]	t_x [s]	ΩK -
1.	2,0910	0,0363	0,8632 h	0,0168	-	-	¹ pS
2.	2,0982	0,0432	0,8632 h	0,017	-	-	¹ pS
3.	2,1018	0,0481	0,8631 h	0,0173	-	-	¹ pS
4.	2,1058	0,0520	0,8631 h	0,018	-	-	¹ pS
5.	2,1103	0,0549	0,8632 h	0,0176	-	-	¹ pS
6.	2,1145	0,0588	0,8632 h	0,0169	-	-	¹ pS
7.	2,1188	0,0647	0,8631 h	0,0171	-	-	¹ pS
8.	2,4314	0,1236	0,8691 h	0,0174	-	-	¹ pS
9.	2,4311	0,1246	0,8691 h	0,0175	-	-	¹ pS
10.	2,4294	0,1226	0,8691 h	0,0167	-	-	¹ pS
11.	2,4287	0,1226	0,8691 h	0,0171	-	-	¹ pS
12.	2,4271	0,1216	0,8691 h	0,0177	-	-	¹ pS
13.	2,4245	0,1187	0,8691 h	0,0177	-	-	¹ pS
14.	2,4202	0,1177	0,869 h	0,0167	-	-	¹ pS
15.	2,7177	0,1510	0,8748 h	0,0177	-	-	¹ pS
16.	2,7196	0,1510	0,8749 h	0,0173	-	-	¹ pS
17.	2,7192	0,1501	0,8749 h	0,0168	-	-	¹ pS
18.	2,7185	0,1501	0,8749 h	0,0173	-	-	¹ pS
19.	2,7201	0,1510	0,8749 h	0,0174	-	-	¹ pS
20.	2,7190	0,1501	0,8749 h	0,0168	-	-	¹ pS
21.	2,7212	0,1510	0,8749 h	0,0177	-	-	¹ pS
22.	3,0015	0,1638	0,8793 h	0,0163	-	-	¹ pS
23.	3,0032	0,1657	0,8793 h	0,0171	-	-	¹ pS
24.	3,0034	0,1667	0,8793 h	0,0167	-	-	¹ pS
25.	3,0040	0,1677	0,8793 h	0,0165	-	-	¹ pS
26.	3,0041	0,1687	0,8792 h	0,0172	-	-	¹ pS
27.	3,0037	0,1687	0,8792 h	0,0173	-	-	¹ pS
28.	3,0030	0,1677	0,8792 h	0,0172	-	-	¹ pS
29.	3,2769	0,1628	0,8832 h	0,0164	-	-	¹ pS
30.	3,2738	0,1618	0,8831 h	0,0171	-	-	¹ pS
31.	3,2715	0,1608	0,8831 h	0,0165	-	-	¹ pS
32.	3,2704	0,1608	0,8831 h	0,0171	-	-	¹ pS
33.	3,2678	0,1599	0,8831 h	0,0169	-	-	¹ pS
34.	3,2669	0,1589	0,8831 h	0,0175	-	-	¹ pS
35.	3,2666	0,1579	0,8831 h	0,0165	-	-	¹ pS
36.	3,5544	0,1540	0,8876 h	0,0173	-	-	¹ pS
37.	3,5489	0,1540	0,8875 h	0,0175	-	-	¹ pS
38.	3,5461	0,1540	0,8875 h	0,0175	-	-	¹ pS
39.	3,5423	0,1530	0,8874 h	0,0174	-	-	¹ pS
40.	3,5421	0,1520	0,8874 h	0,0168	-	-	¹ pS
41.	3,5406	0,1530	0,8874 h	0,0171	-	-	¹ pS
42.	3,5391	0,1510	0,8874 h	0,0172	-	-	¹ pS

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

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

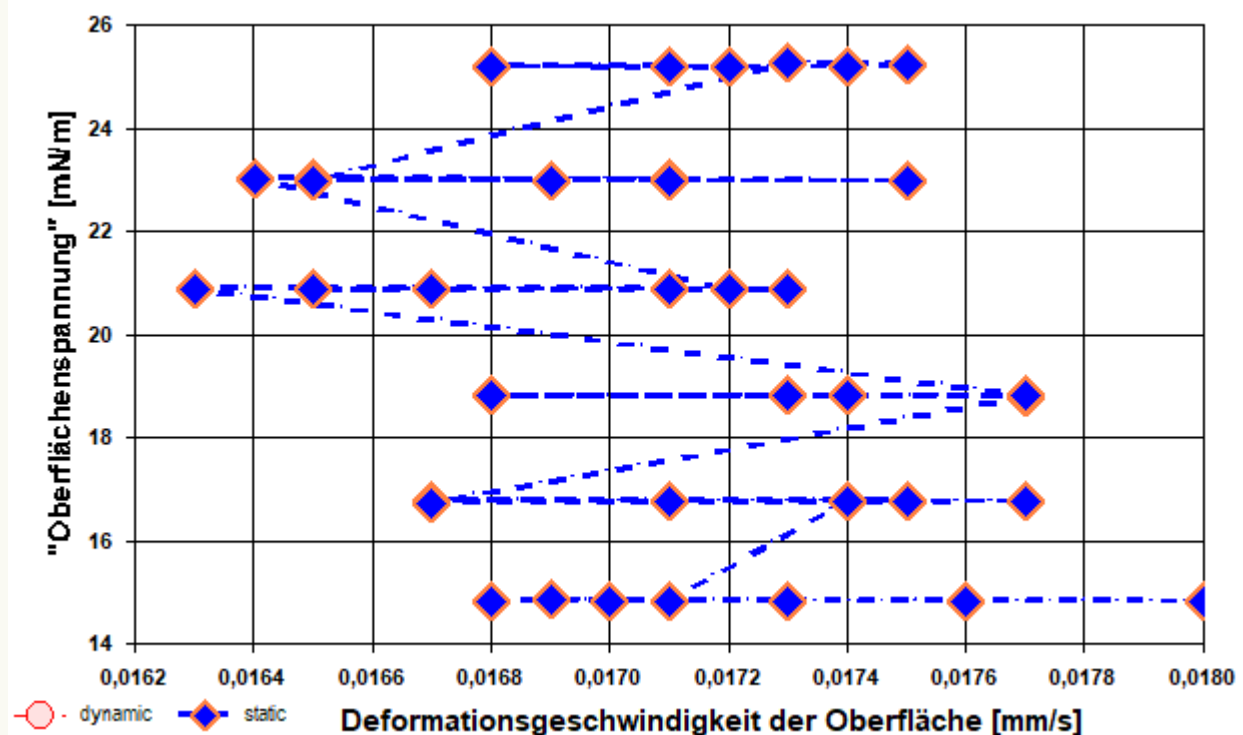
DIN 53914 - zur Bestimmung der Oberflächenspannung - fordert für den Prüfbericht den Hinweis auf die Norm und einen Teil der hier gegebenen Angaben. Mit dem Hinweis auf den durchgängigen Einsatz des **Absolutverfahrens** gilt auch Konformität mit ASTM D 1331 und ISO 6889. Zusätzliche Angaben zu Art,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

- Diagramm 5. Messkurven - Grundlage der Bestimmung der Oberflächenspannung - 'Measuring Curves'²



- Im Diagramm "Measuring Curves²" 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 im Bereich des Kraftmaximums aus.

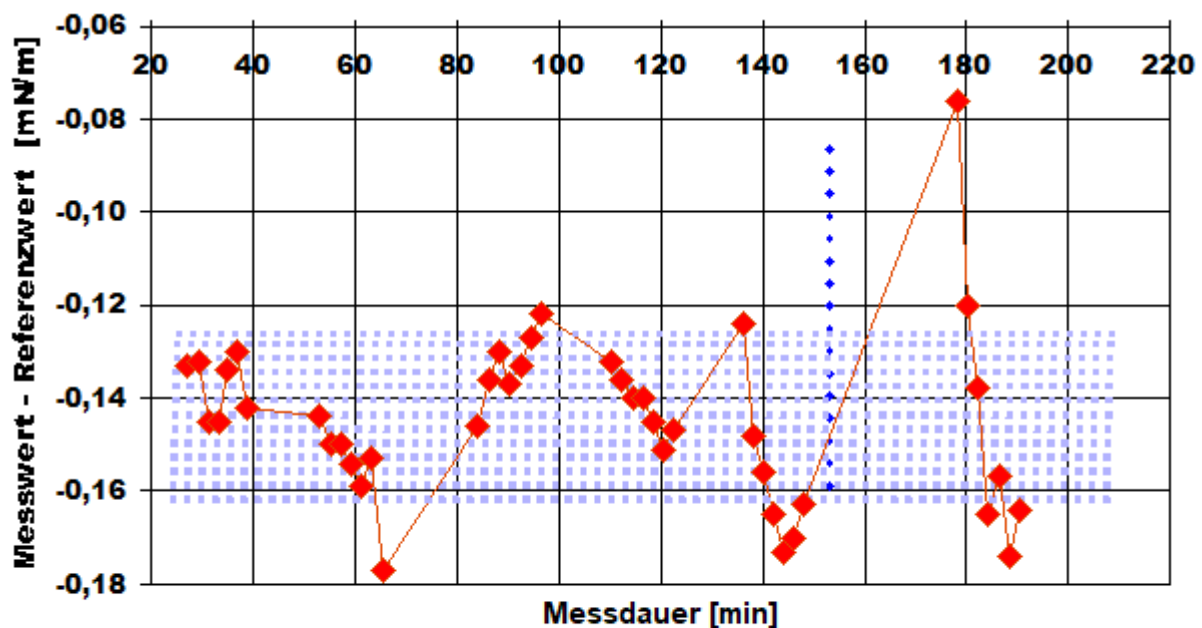
→ Diagramm 6. Z-Geschwindigkeit beim Lamellenauszug - 'Geschwindigkeitsdiagramm¹'



- Das Chart "Geschwindigkeitsdiagramm¹" zeigt die Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Auszugsgeschwindigkeit an. Dynamisch bzw. statisch bestimmte Messwerte werden separiert dargestellt. Bei (quasi-)statischen Lamellenauszügen wird die angegebene Geschwindigkeit über die Messpositionen gemittelt; Geschwindigkeiten bei dynamischer Messung werden als unkorrigierte Verfahrgeschwindigkeiten der Plattform angegeben.

• 5. Referenzdatenvergleich

→ Diagramm 7. IST/SOLL-Vergleich in zeitlicher Abfolge der Messwerte - 'DeltaChart'



Reference values for 'Dodekan' acc. to $f(T[^\circ\text{C}]) = 27.15 - 0.091 \cdot T + 4.81 \cdot 10^{-5} \cdot T^2$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-0.144 \pm 0.018 \text{ mN/m}$, relative: -0.58% at a spread of 0.73%

- 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 Dodekan bei 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	$\pm 0,00 \text{ mN/m} \cdot \text{K}^{-1}$	---	@

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 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 " Δu " 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.

• 7. Datenbankvergleich zum Ergebniswert

--- REFERENZ	mN/m	ABWEICHUNG	REF. ID
1. DKD-2AW ¹	24,75	-0,81‰	ID1013.8
2. 3-Pentanon ¹	24,74	-0,81‰	ID100.1
3. Methyl acetat ¹	24,73	-1,2‰	ID52.9
4. Pentylamin ¹	24,69	-2,8‰	ID113.6
5. Cyclohexan ¹	24,65	-4,4‰	ID130.5
6. Butyl acetat ¹	24,88	+4,8‰	ID135.8
7. Dodekan ¹	24,91	+0,61%	ID1064.5
8. Methyl butanoat ¹	24,61	-0,61%	ID106.2
9. 1-Butanol ¹	24,93	+0,69%	ID81.8
10. DKD1 ¹	25,05	+1,2%	ID782.1
11. Ethylcyclohexan ¹	25,15	+1,6%	ID178.4
12. Pentyl acetat ¹	25,18	+1,7%	ID164.7
13. 1,1,1 Trichloroethan ¹	25,18	+1,7%	ID24.2

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 $\pm$ (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% normalverteilter Werte.

Form und Informationsfülle des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand.

Programm

Data created during execution of the IMPro "OFS_UnivA1", type 1/28. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde während dieser Messung justiert.

IMETER ID23903733: 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} vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s². 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#).

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/m ³]
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 Luftdichte wird dabei aus den Druck-, Temperatur- und Luftfeuchtwerten berechnet.

• 9. Kommentar/Bewertung/Interpretation

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 Aqueous Media", 2nd. Ed., Taylor & Francis CRC, Boca Raton (2007), p.213.**

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



Report created by IMETER

„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel oder per KI-Assistenz 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 Referenzdaten ergibt sich eine stabile Abweichung von $-0,15 \text{ mN/m} \pm 0,02 \text{ mN/m}$, die über die gesamte Temperaturspanne vorliegt.

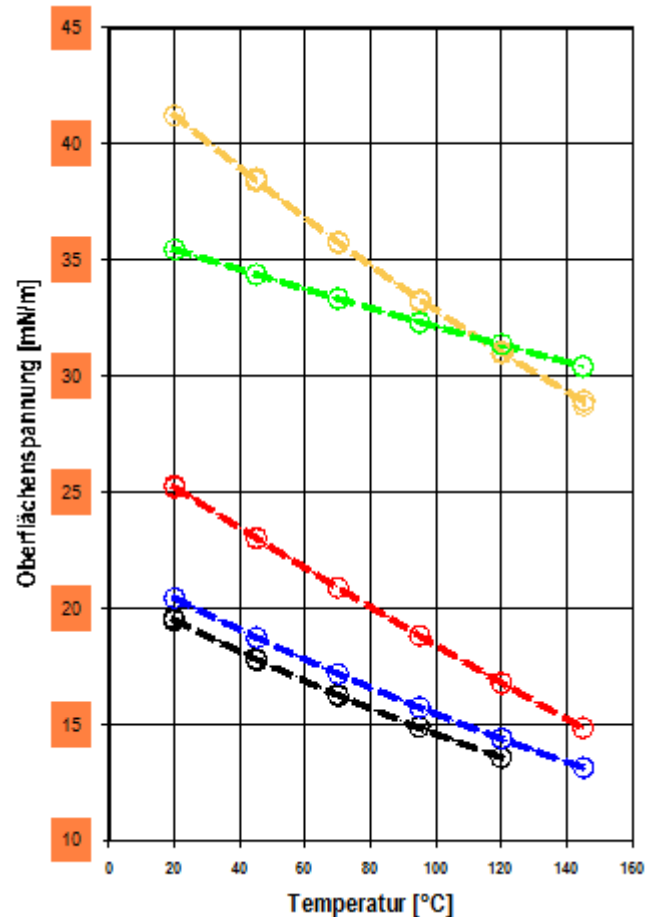
Das Dokument präsentiert insgesamt eine relativ gute Messung. Die Temperierung hätte ggf. etwas präziser ausfallen können.

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))



Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

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

©2024 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme

Verantwortung: Michael Breitwieser,

Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg

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

www.imeter.de

IMETER - Dienstleistungen:

www.imeter.de/adienstleistungen.html