

IMETER M7 'PUK':

Porosität und Kapillarität

## Bestimmung von Porosität und Sorptivität an einem Haufwerk aus feinen Glaskugeln

In diesem Anwendungsbeispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (s. unten) die Resultate einer M7-PUK-Messung an Glaspulver. Die sehr feinen Glasperlen wurden in eine Glasröhre gepresst und dem Lösungsmittel Hexan infiltriert.

Die Sorptivität ist die Transportgröße, die die Infiltrationsgeschwindigkeit in ein poröses / saugfähiges Material beschreibt. Neben der rein empirischen Infiltrationsrate werden im Prüfprozess neben Schütt- und Bulkdichte automatisch noch weitere Kenngrößen anhand der Flüssigkeitseigenschaften bestimmbar wie die Porosität, die Porenzahl, die Dichte und der effektive Kapillarradius des Haufwerks. So werden pulverförmige Materialien weitergehend charakterisiert. Messungen dieser Art können gegenüber Standardlösemitteln oder Formulierungen ausgeführt werden; Ermittlungen über die Temperaturabhängigkeit, die Konzentrationsabhängigkeit, die Abhängigkeit von der Probenvorbereitung und -Komprimierung, anderer Vorbehandlungen oder verschiedener Verarbeitungssituationen sind so ganz einfach möglich.

Eine Besonderheit in diesem Beispiel ist im Test- und Simulationsabschnitt (Pkt.6.) mit der Aufspaltung des effektiven Kapillarradius' in zwei alternative Kapillarradien (mittlerer Maximal- und Minimalradius) zu finden. Hier wird durch die Annahme, dass der mittlere Maximalradius der Poren zugleich dem mittleren Partikelradius entspricht, der ja bekannt ist (vgl. Diagramm 5.6, *Simulation-Plot*). Die beiden Radien, die nun größer sind, passen hervorragend zu den Experimentaldaten und geben eine realitätsnahe Schätzung der Steighöhe und Infiltrationsdauer.



©2018 IMETER - MessSysteme  
Tel. (+49)(0) 821/706450

[www.imeter.de](http://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. Variablen 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.5.5 rev.69

automatic Report (B9FA87Q16312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 30. Jan 18

### ID N° 11372 - Capillarity, Sorptivity, Porosity - M7 PUK

#### Glasperlen 40-70µm

gehärtetes Natronglas, kugelform, Härte 6-7, Dichte 2.6g/cm<sup>3</sup>, Smp 1200°C. Analyse SiO<sub>2</sub> 72-73%, Na<sub>2</sub>O 13.5%, CaO 8.2%, MgTiO<sub>4</sub> 3.5-4%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.8-2%, K<sub>2</sub>O 0.2-0.6%.... (T3)

Measurement : **AlkaliGlas** in a Tube with **Hexan, 20°C**

Contact Angle:  $\theta \equiv 0^\circ$ , Cap. Radius:  $\bar{r}_c$  1,33 µm

$\rho_{\text{Bik}}$  1,48 g/cm<sup>3</sup>,  $\rho_c$  2,47 g/cm<sup>3</sup>,  $\Phi_c$  40,2 %,  $S_{\text{Hexan}}$  20,0 mm·min<sup>-0.5</sup>

### 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. - 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 ( $\eta$ ) 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  $\sqrt{t}$ -proportional zur Dauer ( $t$ ), dem mittleren Poren- bzw. Kapillarradius  $\bar{r}_c$  und der Oberflächenspannung  $\gamma$  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  $\theta$  zu bestimmen. Die Oberflächenenergie, die das Benetzungsverhalten des Feststoffs allgemein bestimmt und *Vorhersagbarkeit bedeutet*, kann aus (mindestens drei)  $\theta$ -Werten nach verschiedenen Theorien bestimmt werden.

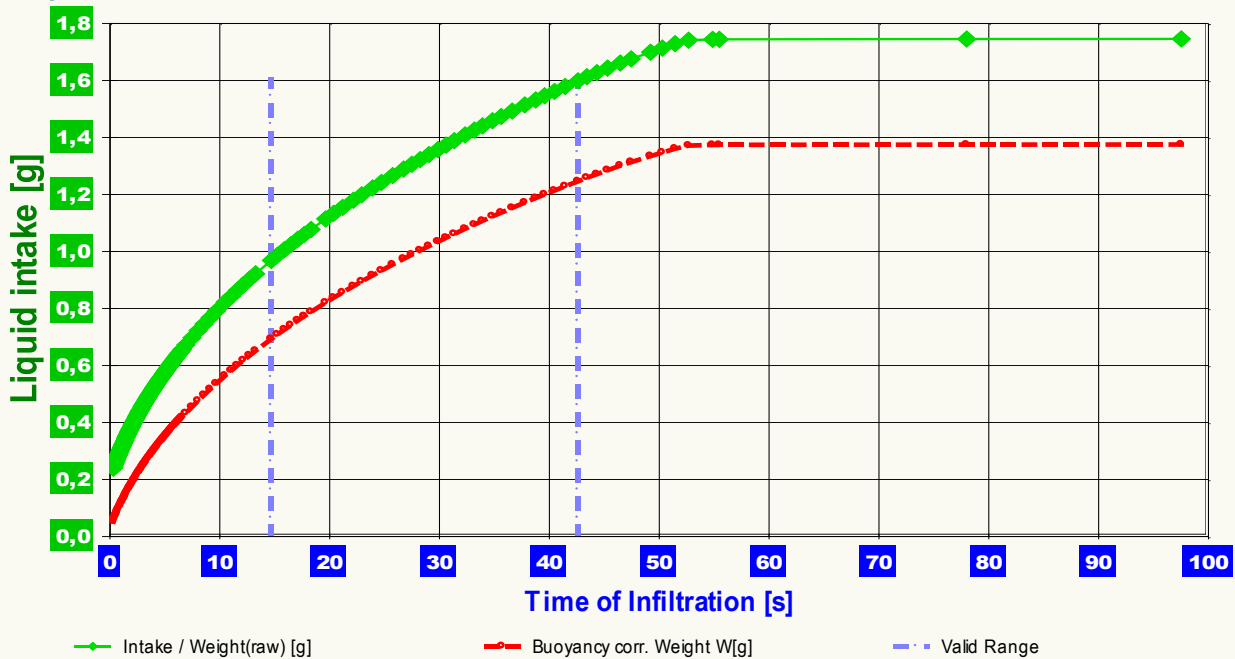
**Praktisch:** In ein zylindrisches Röhrchen wird die Probe als lockeres Pulver eingestreut, eingestampft und mit einem Stempel komprimiert. Schütt- und Stampfdichte werden dabei in Anlehnung an DIN ISO 697 / EN ISO 60 und DIN 53 194 bestimmt. WICHTIG: Vorbereitung und Messung erfolgen unter sehr genau definierten und konstanten Umständen [Röhrchenvolumen, Kompressionsdruck, Dauer, Temperatur]. Nur so können Messungen untereinander verglichen werden! Das Röhrchen 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 des Probenhalters (die Bewegung stoppt) und die Flüssigkeit steigt in der Probe auf. Die Infiltration wird anhand der Gewichtszunahme verfolgt. Damit der Effekt des Probenhalters berücksichtigt werden kann (d.h. welche Menge ggf. eine Filterfritte aufnimmt und welche Zeit dafür benötigt wird), ist mindestens eine Leermessung mit einem gleichen Probenhalter und der selben Flüssigkeit erforderlich. --- 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/kapillariaet-kontaktwinkel-sorptivitaet/washburn-gleichung.html> zusätzliche Informationen zu Verfahren und Berechnungen.

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

Bestimmung der Sorptivität und der *Materialkonstante K* - gesamte Dauer acht Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 19,96 bis 20,04°C.

Diagramm 1.2: 'RawData'



- Das Diagramm 'RawData' zeigt die Wägewerte (abzüglich des Startgewichts) als grüne Markierungen im zeitlichen Verlauf relativ zum Kontaktzeitpunkt von Probenhalter 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	0,0524	2,35	0,2063	4,43	0,3220	6,51	0,4154	<b>29,86</b>	<b>1,0343</b>
2.	0,36	0,0578	2,41	0,2107	4,49	0,3246	6,58	0,4188	<b>30,60</b>	<b>1,0482</b>
3.	0,43	0,0635	2,48	0,2148	4,55	0,3276	6,90	0,4323	<b>31,34</b>	<b>1,0617</b>
4.	0,49	0,0688	2,54	0,2183	4,61	0,3306	7,46	0,4542	<b>32,32</b>	<b>1,0796</b>
5.	0,55	0,0743	2,60	0,2221	4,67	0,3332	8,02	0,4763	<b>33,17</b>	<b>1,0943</b>
6.	0,61	0,0791	2,66	0,2259	4,74	0,3360	8,57	0,4964	<b>33,91</b>	<b>1,1075</b>
7.	0,68	0,0863	2,72	0,2294	4,80	0,3390	9,12	0,5168	<b>34,82</b>	<b>1,1234</b>
8.	0,74	0,0916	2,78	0,2327	4,86	0,3429	9,68	0,5364	<b>35,62</b>	<b>1,1364</b>
9.	0,80	0,0962	2,85	0,2364	4,92	0,3446	10,48	0,5642	<b>36,61</b>	<b>1,1530</b>
10.	0,86	0,1014	2,91	0,2413	4,99	0,3481	11,04	0,5823	<b>37,77</b>	<b>1,1719</b>
11.	0,92	0,1061	2,97	0,2446	5,05	0,3515	11,59	0,6004	<b>38,76</b>	<b>1,1873</b>
12.	0,98	0,1105	3,03	0,2480	5,11	0,3541	12,15	0,6179	<b>39,57</b>	<b>1,2002</b>
13.	1,04	0,1156	3,10	0,2517	5,17	0,3566	12,70	0,6349	<b>40,46</b>	<b>1,2136</b>
14.	1,10	0,1201	3,16	0,2548	5,23	0,3597	13,26	0,6517	<b>41,44</b>	<b>1,2290</b>
15.	1,17	0,1246	3,22	0,2583	5,29	0,3623	<b>14,69</b>	<b>0,6929</b>	<b>42,60</b>	<b>1,2461</b>
16.	1,23	0,1289	3,29	0,2624	5,36	0,3651	<b>15,25</b>	<b>0,7087</b>	43,42	1,2589
17.	1,29	0,1337	3,35	0,2659	5,42	0,3680	<b>15,89</b>	<b>0,7262</b>	44,32	1,2714
18.	1,36	0,1379	3,42	0,2692	5,48	0,3714	<b>16,46</b>	<b>0,7412</b>	45,30	1,2853
19.	1,42	0,1441	3,48	0,2724	5,54	0,3729	<b>17,10</b>	<b>0,7581</b>	46,46	1,3013
20.	1,48	0,1482	3,54	0,2759	5,60	0,3763	<b>17,68</b>	<b>0,7727</b>	47,45	1,3137
21.	1,54	0,1527	3,60	0,2789	5,67	0,3792	<b>18,31</b>	<b>0,7882</b>	49,21	1,3345
22.	1,60	0,1572	3,66	0,2822	5,73	0,3820	<b>19,63</b>	<b>0,8207</b>	50,29	1,3471

23.	1,66	0,1609	3,73	0,2864	5,79	0,3848	<b>20,36</b>	<b>0,8380</b>	51,45	1,3607
24.	1,72	0,1658	3,79	0,2895	5,86	0,3882	<b>21,18</b>	<b>0,8564</b>	52,68	1,3715
25.	1,78	0,1699	3,86	0,2927	5,93	0,3912	<b>22,17</b>	<b>0,8784</b>	54,87	1,3740
26.	1,84	0,1736	3,92	0,2955	5,99	0,3940	<b>22,92</b>	<b>0,8950</b>	55,47	1,3741
27.	1,90	0,1775	3,99	0,3000	6,05	0,3961	<b>23,91</b>	<b>0,9162</b>	77,99	1,3750
28.	1,96	0,1816	4,05	0,3026	6,12	0,3986	<b>24,72</b>	<b>0,9330</b>	97,53	1,3753
29.	2,03	0,1869	4,11	0,3053	6,18	0,4020	<b>25,73</b>	<b>0,9542</b>		
30.	2,09	0,1905	4,17	0,3088	6,24	0,4046	<b>26,74</b>	<b>0,9744</b>		
31.	2,16	0,1945	4,23	0,3119	6,32	0,4077	<b>27,48</b>	<b>0,9891</b>		
32.	2,23	0,1987	4,29	0,3151	6,39	0,4100	<b>28,24</b>	<b>1,0035</b>		
33.	2,29	0,2021	4,36	0,3177	6,45	0,4128	<b>29,04</b>	<b>1,0191</b>		

- Die Tabelle stellt die Grunddaten der Messung zur Verfügung - sie gibt die zum Sekundenzeitpunkt  $t$  aufgenommene Flüssigkeitsmenge  $W(t)$  an. Die in der Auswertung der Infiltration genauer betrachteten Werte sind in der Tabelle fett gesetzt.

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

**Probe:** Bezeichnung "AlkaliGlas", geprüfte Menge  $W_{\text{Netto}}$  7,6865 ± 0,0003 g, Bulkdichte geometrisch bestimmt aus der Füllhöhe 43,33 ± 0,25 mm im Frittenrohr IDN<sup>o</sup>717.

- 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 17,7389 g, (2) das Gesamtgewicht mit der Probe 25,4254 g, (3) der dynamische Gewichtsverlauf der Infiltration zum Endgewicht von 27,1712 g und nach dem Abtrennen von der Flüssigkeitsoberfläche (4) das Gesamtgewicht nach der Messung mit 26,8696 g. Durch die Leerkalibrierung (Leermessung) können die gravimetrischen Effekte des Röhrchens berücksichtigt werden. Abmessungen des Probenröhrchens: Innendurchmesser 12,35 ± 0,15 mm, Innenhöhe 45,64 ± 0,15 mm, Außendurchmesser 15 ± 0,15 mm, Außenhöhe 50,59 ± 0,25 mm; die Peil- bzw. Tauchstabkonstante beträgt 4,83 ± 0,2 mm.

**Messflüssigkeit:** 'Hexan' bei 20 °C mit folgenden Eigenschaften:

Viskosität ( $\eta$ ) 0,317 mPa·s, Oberflächenspannung ( $\gamma$ ) 18,35 mN/m und Dichte ( $\Delta\rho$ ) 0,65876 g/cm<sup>3</sup>.

- Angabe der thermophysikalischen Daten von 'Hexan' nach den folgenden Referenzen:  $\gamma(T[^\circ\text{C}]) = 20.531 - 0.1128 \cdot T + 0.00018 \cdot (T^2)$  [ID30141.1],  $\eta(T[^\circ\text{C}]) = 4.05E-15 \cdot 100E-3 \cdot T + 3.6000E-5 \cdot T^2$  [ID401169.1] und  $\rho(T[^\circ\text{C}]) = 0.677556 - 86.889 \cdot T / 1E5 - 0.074370 \cdot T^2 / 1E5$  [ID101395.3], d.h. ' $\Delta\rho$ ', die Flüssigkeitsdichte abzüglich der Luftdichte (1,112 kg/m<sup>3</sup>).

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

**Geometrie:** Die Bulkdichte  $\rho_{\text{Blk}}$  zur Messung beträgt 1,48 ± 0,04 g/cm<sup>3</sup>, die Schüttdichte  $\rho_{\text{Sch}}$  1,41 ± 0,03 g/cm<sup>3</sup> - woraus sich der Hausner-Faktor  $F_H$  1,05 ± 0,04 ergibt.

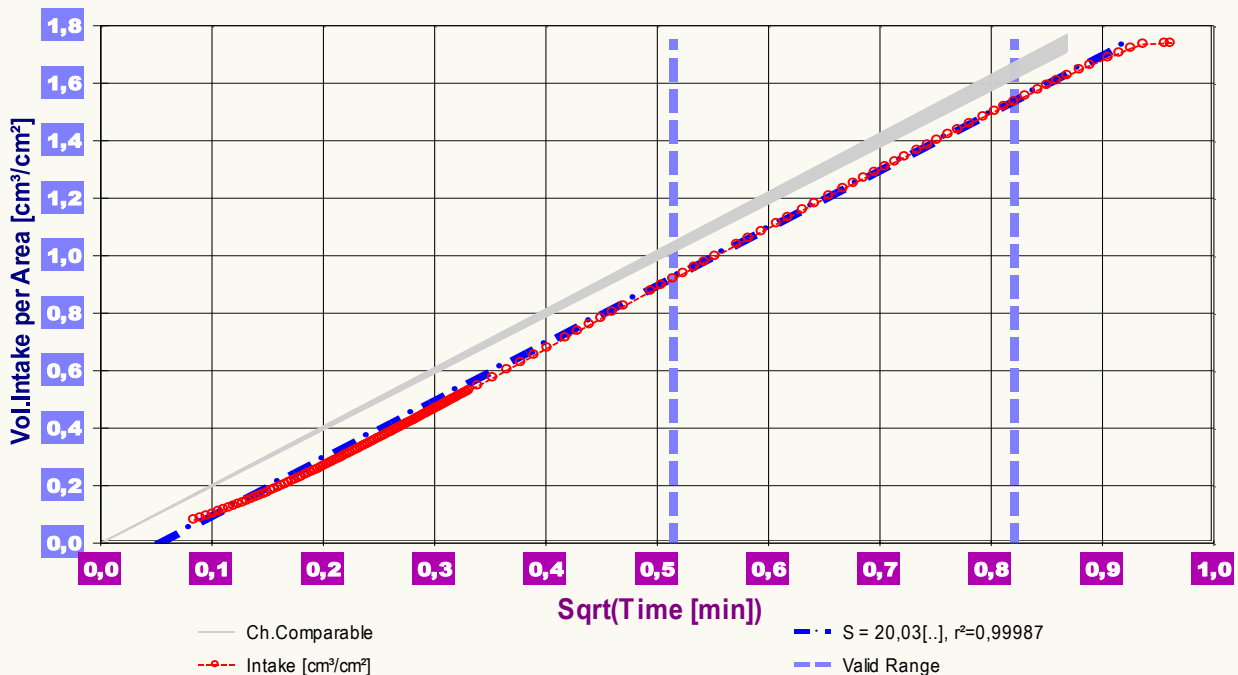
**Sorption:** In der Messung werden insgesamt 1,375 ± 0,004 g der Flüssigkeit von der Probe aufgenommen, d.h. pro Gramm 'AlkaliGlas' werden 0,179 g, das sind 0,271 cm<sup>3</sup>, 'Hexan' absorbiert. Pro Kubikzentimeter ( $\rho_{\text{Blk}}$ ) sind dies 0,265 g gleich 0,402 cm<sup>3</sup>.

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  $\Phi_c$  40,2 %, die Porenziffer  $e$  zu 0,671 und die *scheinbare Dichte* von 'AlkaliGlas' zu  $\rho_c$  2,47 g/cm<sup>3</sup>.

Die Sorptivität von 'AlkaliGlas' in Bezug auf 'Hexan' wird im betrachteten Intervall zu  $S_{20,0^\circ\text{C}}$  **20,0 ± 0,4 mm·min<sup>-0,5</sup>** bestimmt.

- Das Probenvolumen zur Messung beträgt 5,19 cm<sup>3</sup> (Schüttvolumen 5,47 cm<sup>3</sup>). Die Dichte-, Porositäts- und Porenzahlangebe, die aus der Gesamtsorption berechnet wird, nimmt an, dass alle Poren im angegebenen Probenvolumen gefüllt sind. Scheinbare Dichte:  $\rho_c = \text{Probengewicht} / (\text{Bulkvolumen} - \text{aufgenommenes Flüssigkeitsvolumen})$ ; offene Porosität:  $\Phi_c = (1 - \rho_{\text{Blk}} / \rho_c) \cdot 100\%$ ; Porenziffer  $e$  (*void ratio, rel. Porenraum*) ist das Verhältnis von Hohlraum- zu 'Vollraum'-volumen. Wenn eine Referenzdichte angegeben werden könnte, kann diese in Beziehung zu den ermittelten Daten gestellt werden!

Diagramm 2.4: 'Sorbtivity'

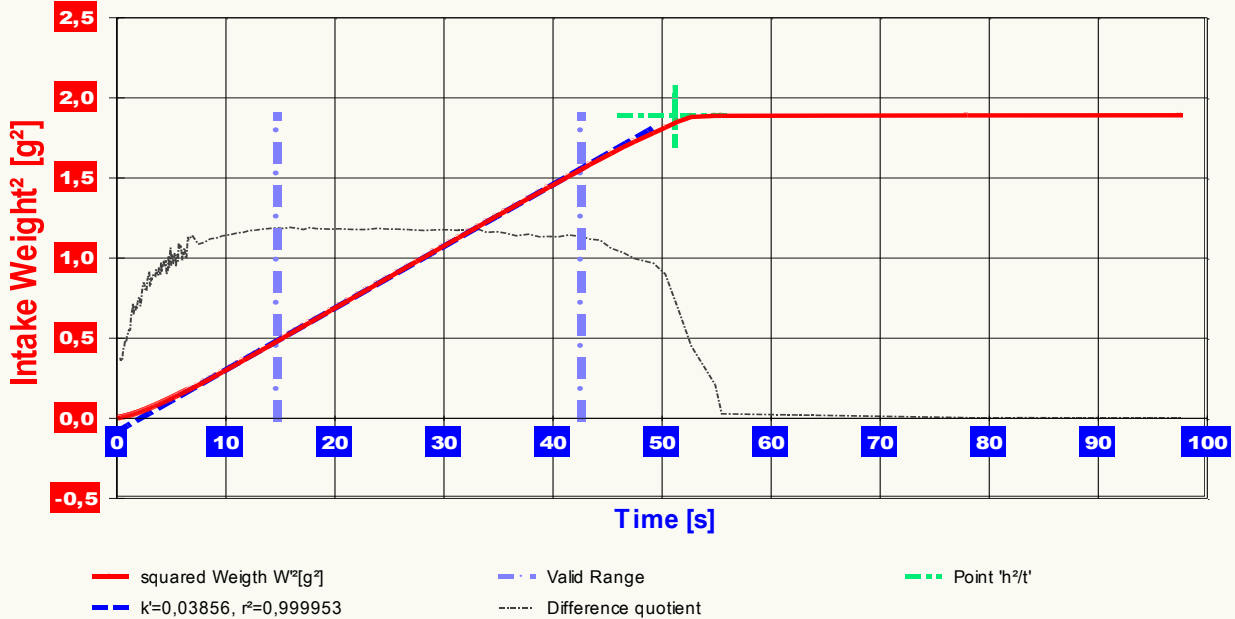


- Das Diagramm 'Sorbtivity' zeigt die Umwertung der Gewichtszunahme in Volumen gegen die Quadratwurzel der Kontaktzeit (rote Kreismarkierungen). Die lineare Regression im ausgewählten Bereich (senkrechte Markierung) liefert mit Kurvensteigung der blau gestrichelten Geraden die Sorptivität  $S$ . Mit  $V = A \cdot S \cdot \sqrt{t}$  wird die Beziehung zwischen Kontaktfläche  $A$ , aufgenommenem Volumen  $V$  und der Zeit  $t$  hergestellt. So kann mit  $S (=20,0 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-0,5})$  die Zeit, um 1 cm<sup>3</sup> 'Hexan' über den Querschnitt 1 cm<sup>2</sup> in 'AlkaliGlas' aufzunehmen, mit rund 15 Sekunden angegeben werden ( $t = (V / (A \cdot 0,1 \cdot S))^2$ ) (... wenn eine Latenzzeit bis zur Ausbildung des stationären Vorgangs, wie hier, von 0,17 sec, unbeachtet bleibt). Das graue, keilförmige Geradenbüschel vom Koordinatenursprung entspricht der Sorptivität, wobei die Breite der Auffächerung die erhaltene Messunsicherheit verdeutlicht, die sowohl durch die Qualität der Regressionsgeraden als auch durch die Unsicherheit der Querschnittsangebe bestimmt wird.

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

Die Gewichtszunahme durch Infiltration zwischen 15 Sekunden und 43 Sekunden nach dem Flüssigkeitskontakt definiert den betrachteten *Regressionsbereich*. Dieser Bereich entspricht der Steighöhe von 21,8 mm bis 39,3 mm bzw. 50% bis 91% der Probenhöhe. Die Flüssigkeitsfront bewegt sich hier im Mittel mit  $\bar{v}_1 = 0,88$  mm/s. Sie erreicht gemäß der  $m^2/t$ -Regressionsgleichung nach 51 Sekunden (51,2 s) die Probenoberfläche (43,33 ± 0,25 mm).

Diagramm 3.5: 'm<sup>2</sup>/t-Chart'



- 'm<sup>2</sup>/t-Chart' zeigt die Auswertansicht der Messdaten. Die korrigierten Wägedaten 'm<sup>2</sup>' 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  $m^2/t$ -Werte eingezeichnet. Dieser Ausschnitt soll im Regressionsbereich konstant sein, also waagrecht verlaufen.

Aus der Geschwindigkeit der Infiltration wird die Materialkonstante zu  $K = 3,110E-16$  (±1,53%) m<sup>5</sup> bestimmt. Sie kann in Messungen mit anderen Fluiden an dieser Präparation von 'AlkaliGlas' zur Bestimmung von Kontaktwinkeln  $\theta$  dienen.

Die Verhältnisse erlauben folgende Berechnungen:

- der effektive Kapillarradius von  $\bar{r}_c = 1,3300 \mu\text{m} \pm 7,0$  nm,
- die spezifische Kapillarenanzahl  $n_C$  von  $7,16 \cdot 10^6$  pro cm<sup>2</sup>, - mit 'Hexan' eine maximale Steighöhe  $h_{\text{max}}$  von 4,3 Metern, ... wobei der senkrechte Aufstieg auf 4,0 m (95% von  $h_{\text{max}}$ ) drei Wochen und die waagerechte Ausbreitungszeit fünf Tage benötigt.

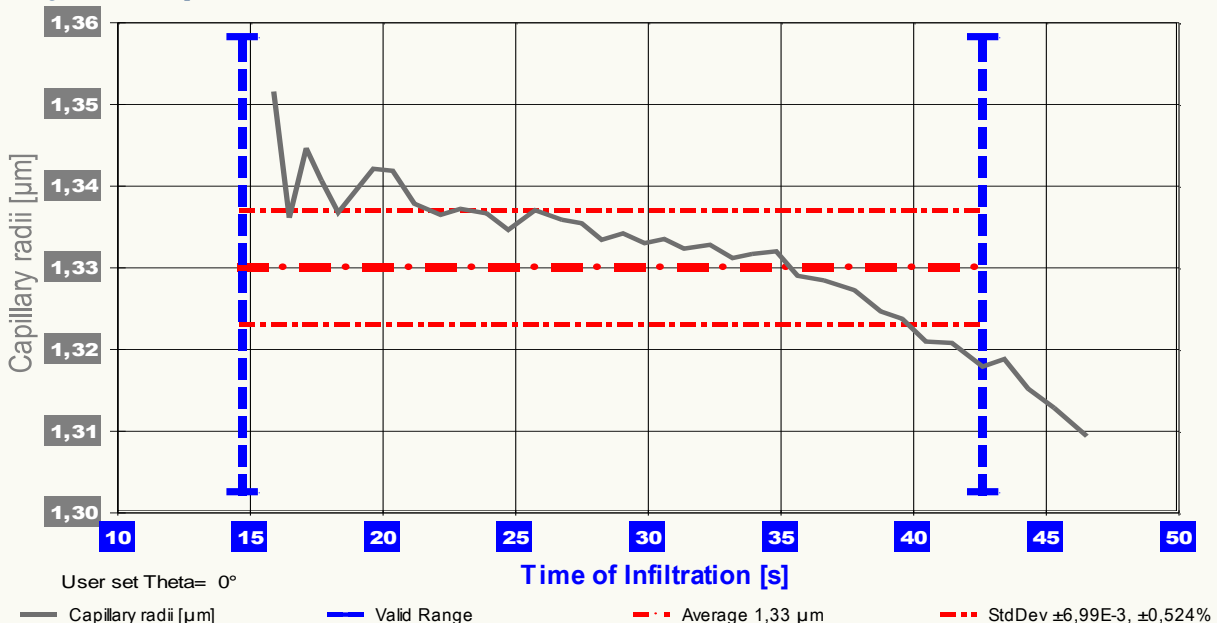
-- Bitte beachten Sie hierzu noch die Ergänzungen/Korrekturen im nächsten Abschnitt. --

- Die eingeräumte Unsicherheit für  $\bar{r}_c$  reflektiert die Güte der Regressionsgeraden. --  $h_{\text{max}}$  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 =====

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

Diagramm 4.6: 'Cap.Radü / Time'

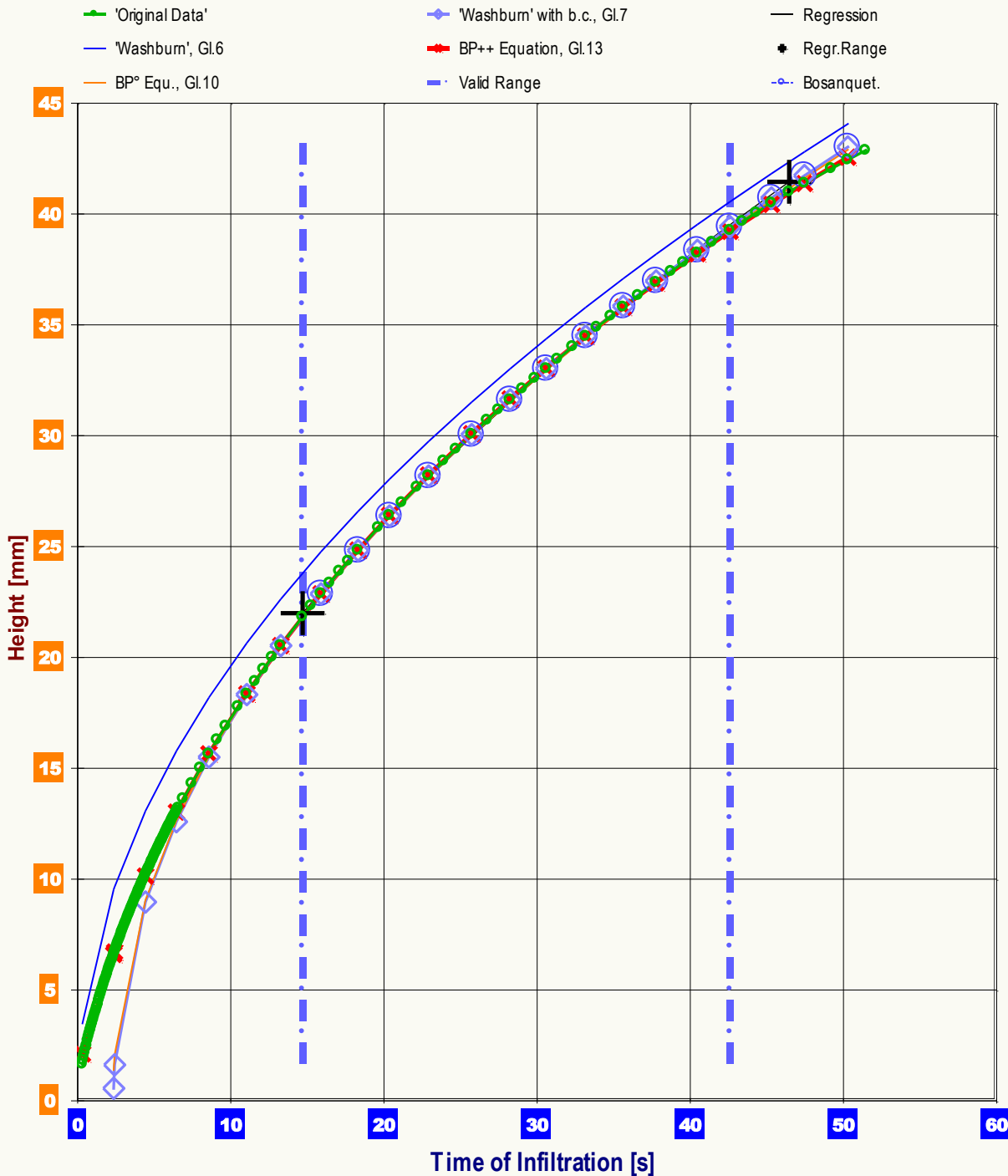


User set Theta= 0°

Capillary radii [µm]      Valid Range      Average 1,33 µm      StdDev ±6,99E-3, ±0,524%

- Die Geradensteigung im "m<sup>2</sup>/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 5.6: 'Simulation-Plot2'



Parameters for Wb and BP°:  $r = 1,334 \mu\text{m}$ , Contact angle =  $0^\circ$ . Boundary condition (first beacon)  $t^\circ = 14,7\text{s}$ ,  $h(t^\circ) = 21,8\text{mm}$ .  
 Parameters for 'BP++ Equation':  $r_1 = 10,66 \mu\text{m}$ ,  $r_2 = 55,00 \mu\text{m}$ ,  $\eta a_2 = 0,07 \text{mPa}\cdot\text{s}$ .

- **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 GL6 = Washburn-Gleichung (=dunkelblau), GL7 =  $W_{b,c}$ , Washburn-Gleichung mit Randbedingung  $t^\circ$ ,  $h^\circ$  (=hellblau), BP°-Gleichung mit Berücksichtigung der Hydrostatik (orange = GL10) und die universelle Gleichung BP++ (rot, mit 'x'-Marken = GL13), die mit unterschiedlichen Radien für Kapillardruck- und Viskositätseffekte und unter Berücksichtigung eines dynamischen Gegendrucks (ggf. auch durch Benetzungswärme oder Gleitreibung als) durch ein Fluid der Viskosität  $\eta a_2 = 0,07 \text{mPa}\cdot\text{s}$  in der Probe gerechnet ist. Der Regressionsbereich ('valid range'), der im Diagramm durch die zwei Baken markiert ist (15 sec bis 43 sec, 21,8 bis 39,3 mm), umfasst 34 Wertepaare. Für diesen Bereich sind die Gleichungen angepasst. Funktionsgraphen die besonders nach links, gegen die Startzeit, mit den empirischen Steighöhen (grün) zur Deckung kommen, bedeuten Extrapolierbarkeit und die Wahrscheinlichkeit, dass eine korrekte Formulierung hier vorliegt.

Tabelle 3.5 Test und Simulation

Vergleich der 'Hexan'-Steighöhen im Auswertungsintervall nach verschiedenen Berechnungsmodellen: Die beiden BP-Berechnungen berücksichtigen den hydrostatischen Druck (*Schwerkraft*). Die BP++ Gleichung rechnet mit mittleren effektiven



Minimal- und Maximalradien,  $r_1= 10,66$  und  $r_2= 55,00 \mu\text{m}$ , zusätzlich wird eine *Verdrängungsinfiltration* eines (Gas-)Mediums der Viskosität  $0,07 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  einkalkuliert. - Für die Parameterermittlung der BP++ Gleichung wurde eine automatische Optimierung<sup>(1)</sup> durchgeführt.

N°	t [s]	W(t) [g]	h(t) [mm]	Wb [mm]	$\Delta 1$	Wb <sub>bc</sub> [mm]	$\Delta 2$	BP° [mm]	$\Delta 3$	BP++ [mm]	$\Delta 4$	Bos. [mm]	$\Delta 5$
1.	15,9	0,7262	22,88	24,77	1,89	22,87	-0,01	22,86	-0,02	22,87	-0,01	22,87	-0,01
2.	18,3	0,7882	24,83	26,59	1,76	24,83	-0,01	24,81	-0,02	24,84	0,01	24,83	-0,01
3.	20,4	0,8380	26,40	28,04	1,64	26,38	-0,02	26,35	-0,05	26,41	0,01	26,38	-0,02
4.	22,9	0,8950	28,20	29,75	1,55	28,18	-0,01	28,15	-0,05	28,23	0,03	28,18	-0,01
5.	25,7	0,9542	30,06	31,52	1,45	30,05	-0,02	30,00	-0,06	30,09	0,03	30,05	-0,02
6.	28,2	1,0035	31,62	33,02	1,4	31,62	0	31,57	-0,05	31,66	0,04	31,62	0
7.	30,6	1,0482	33,02	34,37	1,35	33,03	0	32,97	-0,06	33,05	0,02	33,03	0
8.	33,2	1,0943	34,48	35,79	1,31	34,50	0,02	34,43	-0,05	34,49	0,01	34,50	0,02
9.	35,6	1,1364	35,80	37,09	1,28	35,85	0,04	35,77	-0,04	35,80	-0,01	35,85	0,04
10.	37,8	1,1719	36,92	38,19	1,27	36,98	0,06	36,90	-0,02	36,89	-0,03	36,98	0,06
11.	40,5	1,2136	38,24	39,52	1,29	38,36	0,13	38,27	0,03	38,21	-0,02	38,36	0,13
12.	42,6	1,2461	39,26	40,56	1,3	39,42	0,17	39,32	0,06	39,22	-0,04	39,42	0,17
				$\sigma_1 = \mathbf{0,89}$		$\sigma_2 = \mathbf{0,04}$		$\sigma_3 = \mathbf{0,027}$		$\sigma_4 = \mathbf{0,015}$		$\sigma_5 = \mathbf{0,04}$	

- **Legende:** t Zeitpunkt, W(t) Aufnahmemenge, h(t) Steighöhe, errechnet aus der Proben- bzw. Endsteighöhe (43,33 ±0,25 mm) und skaliert zur jeweiligen Infiltrationsmenge; 'Wb' steht für die Berechnung gemäß der Washburngleichung, der Index 'bc' markiert die Berechnungen nach der in der Hauptauswertung bestimmten Gleichung mit Randbedingung (t°). Die jeweils folgenden  $\Delta$ -Spalten geben die absolute Differenz zum empirischen h(t)-Wert in Millimetern an. 'BP°' kalkuliert mit dem Ergebnis- Kapillarradius  $r_c$  wie die Wb-Gleichung, ist jedoch ohne dynamischen Gegendruck gerechnet. Die Spalte 'BP++' liefert die Berechnungsergebnisse der entsprechend parametrisierten Universalgleichung. 'Bos.' steht für die 'Bosanquet-Gleichung'. Unten, in der letzten Zeile, wird zur Berechnungsart die Standardabweichung  $\sigma_n$  in Millimetern angegeben; sie wird über die Differenz zwischen berechneten und empirischen Werten h(t) ermittelt.

### Berechnungen mit Parametern der BP++-Gleichung:

- Kapillarradius  $r_2$  und Kontaktwinkel  $\theta'$  korrespondieren mit der finalen Steighöhe von rund 10,3 Zentimeter, wobei der Aufstieg zwei Stunden benötigt; um 95% dieser Steighöhe (9,81 Zentimeter) zu erreichen, vergehen elf Minuten. Die 'Hexan'-Meniskusgeschwindigkeit  $\dot{v}$  beträgt hier noch 0,017 mm/s - für die entsprechende horizontale Ausbreitung sind drei Minuten erforderlich.
  - Nach der Infiltrationszeit von 2 s wird die Steighöhe 5,917 mm erreicht; die Momentangeschwindigkeit der Phasengrenze  $\dot{v}$  ist hier 2000  $\mu\text{m/s}$ .
  - Die Steighöhe 5,00 mm wird nach einer Infiltrationsdauer von 1,552 s bei  $\dot{v} = 2100 \mu\text{m/s}$  erreicht.
  - Aus Porosität  $\Phi_c$  und Kapillarradien ergibt sich für 'AlkaliGlas' bei der geometrischen Dichte  $\rho_{\text{BK}}$  die volumenspezifische Oberfläche zu  $6500 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ ; massenspezifisch sind das  $4400 \text{ cm}^2/\text{g}$  bzw.  $0,44 \text{ m}^2/\text{g}$ .
  - Demgegenüber ergibt sich aus den geometrischen Verhältnissen und den formalen Grundlagen die spezifische Oberfläche der 'AlkaliGlas'-Präparation zu  $0,26 \text{ m}^2/\text{g}$ .
- <sup>(4)</sup> 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 <sup>(5)</sup> werden Formulierungen aus der Herleitung der modifizierten Washburngleichung angewendet. Die Berechnung erreicht (nur) für kugelförmige Partikel gute Übereinstimmungen. Alternativ, mit  $r_c$  und der Materialkonstante K, ergibt sich die spezifische Oberfläche zu  $0,4 \text{ m}^2/\text{g}$ .

## 7. ===== MK-IDN°717 'Std.-PlvRöhre 3T' analoge Kalibrierung =====

Tabelle 4.7: Kalibrierdaten des Probenhalters - Berichtigung der Sorptionsmenge

IDN°	MK-IDN°	W <sub>MK-netto</sub>	W <sub>MK-Ges.</sub>	t <sub>Lat.</sub>	W <sub>Lat.</sub>	$\Sigma W_{FL}$	T[°C]
11370	710	9,3199	17,8264	0,7	0,0718	0,0718	20,02
11371	719	9,2638	17,7691	0,4	0,0659	0,0659	19,99
	Diese Messung		17,7389			1,4442	20
	⇒		(-0,0588)			<u>1,3753</u>	(-0,01)

1,3753 ±0,0042 der Flüssigkeit werden in die Probe aufgenommen: Die Kalibrierung von baugleichen Probenröhrchen mit 'Hexan' erlaubt einen Blindwert im Hinblick auf Zeit und Flüssigkeitsaufnahme in der Auswertung der Messung zu berücksichtigen. Zur Fehlerfortpflanzung wird der Unsicherheitsbeitrag 0,0042 g als *Blindwertunsicherheit* des Röhrchens angenommen.

- IDN° ist die Identnummer der Kalibriermessung, MK-IDN° die Probenhalter- Identnummer, W<sub>MK-netto</sub> ist das Gewicht des leeren Probenhalters [g], W<sub>MK-Ges.</sub> das Gesamtgewicht mit der Aufhängung [g], t<sub>Lat.</sub> die Latenzzeit, während der der Probenhalter von 'Hexan' infiltriert wird [s], W<sub>Lat.</sub> ist die zugehörige Flüssigkeitsmenge [g],  $\Sigma W_{FL}$  das Gewicht, das in der Bilanz abgezogen wird, um die Nettoaufnahmemenge zu bestimmen und T die Temperatur zur Messung [°C]. Die unteren beiden Zeilen führen die korrespondierenden Daten dieser Messung auf.

## 8. ===== Meldungen & Hinweise =====

Wenn die Reindichte des Probenmaterials ggf. angegeben werden könnte (d.h. per Referenzeintrag in der Datenbank oder direkt hier gemäß "1.234 / AlkaliGlas" also "Dichtewert in g/cm³ Schrägstrich Probenname" im Datenblatt), kann noch die Porosität mit Bezug auf die 'ideale Dichte' des Probenmaterials berechnet und ausgegeben werden.

- 'Meldungen': Falls Besonderheiten auftreten, die sich mit der Auswertung herausstellen können, werden diese ggf. von der Software detektiert und hier zur Rückkopplung ausgegeben. Evtl. dienen diese Hinweise zur Korrektur der Abläufe und Angaben. Sie können bei der Bewertung und Einordnung der Ergebnisse helfen.
- **Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen:** Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, Zusammenfassungen AlkaliGlas, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen. **Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen:** Audit-Trail, 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 je weils 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 11372, Datenbank imeterData28) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-il'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

## Programm

Data created during execution of the IMPro "M7\_PowderTube", type 7/701. Measuring process performed accordingly.

## Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde 0,2 Stunden vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert.

**IMETER ID23903733: Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität)<sup>\*)</sup> 0,2 mg, Dichte der Justiermasse  $\rho_{cal}$ <sup>\*)</sup> 8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte  $\rho_a$  vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung  $g$ <sup>\*)</sup> 9,80769 m/sec<sup>2</sup>. Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit<sup>\*)</sup> 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.6.36, LizenzN° \*3037-4759\*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

**\*) : Bearbeitungshinweis:** Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden - etwa um individuelle Messunsicherheiten durch den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden im Audit-Log protokolliert und können zurückgenommen werden. - **Deaktivieren Sie bitte die Ausgabe der Bearbeitungshinweise bei der Erstellung von Prüfberichten!**

### Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
0,4	55,29	23,1773	95,036	1,111

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

### Nachträgliche Anmerkung(en):

**Kommentar:** < **Das Diagramm 4.6: 'Cap.Radii / Time' zeigt am Abfall des „Radius“-Verlaufs die Wirkung der zunehmenden hydrostatischen Effekte (die ja bei Washburn nicht berücksichtigt sind). Die Simulationsrechnung mit der parametrisierten Universalgleichung (BP++) liefert sehr gute Übereinstimmungen - besonders auch im Anfangsbereich, wo die anderen Formulierungen versagen. Die Bosanquet-Gleichung bringt nix.** > **Kommentar**

- "Kommentare" sind freie Texte, die der Operator zur Dokumentation der Messung hinzufügt. Hier eingebrachte Eingaben oder Änderungen werden nicht über das "Audit-Log" verwaltet. (Falls eine z.B. rechtlich wichtige Bemerkung mit Zeit und Name verbindlich festgehalten werden sollte, dann sei diese über das 'Bemerkungsfeld' im Datenblatt eingetragen.)



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 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>

