

Gebrauchsanleitung	Verdünnungssoftware 370 VZ 5860
Operating Instructions	Dilution software 370
Mode d'emploi	Viscosimétrie de dilution 370

Inhaltsverzeichnis

1.	Eigenschaften der Software	5
2.	Warn-und Sicherheitshinweise	5
3.	Installation	5
3.1.	Systemvoraussetzungen	5
3.2.	Installation der Software.....	5
3.3.	Anschließen der Messgeräte	5
3.4.	Überlaufsensor	6
3.5.	Einstellungen an den Geräten	6
3.6.	Sprache einstellen	6
4.	Benutzerebenen	6
4.1.	Anlage 1 und 2.....	6
4.2.	Benutzerebenen	6
4.2.1.	Benutzerebene 1	7
4.2.2.	Benutzerebene 2	7
4.2.3.	Benutzerebene 3	7
4.2.4.	Passwort für Benutzerebenen vergeben	7
5.	Methoden	7
5.1.	Allgemeine Angaben	8
5.1.1.	Methodenname	8
5.1.2.	Probenbezeichnung.....	8
5.1.3.	Bemerkung	8
5.1.4.	Benutzername	9
5.1.5.	Kontrollfeld	9
5.1.6.	Kommandotasten	9
5.2.	Parameter für die ViscoPump.....	9
5.2.1.	Anzahl der Messungen	9
5.2.2.	Vortemperierzeit	9
5.2.3.	Rampe.....	10
5.2.4.	ÜberN1 Faktor	10
5.2.5.	Wartezeit nach Messung	10
5.2.6.	Max. Pumpleistung %	10
5.2.7.	Lösezeit	10
5.2.8.	AVS Mode	10
5.2.9.	Sensor.....	11
5.3.	Parameter für die Bürette	11

5.3.1.	Dosiergeschwindigkeit.....	11
5.3.2.	Füllzeit.....	11
5.3.3.	Füllen einer leeren Bürette.....	11
5.3.4.	Einzelvolumen dosieren.....	11
5.4.	Ablaufsteuerung	11
5.4.1.	Verdünnungsschritte	11
5.4.2.	t_0 Messung	12
5.4.3.	Absolutmessung.....	12
5.5.	Parameter der Auswertung.....	12
6.	Ablauf einer Messung	12
6.1.	Starten einer Messung.....	12
6.2.	Stoppen einer Messung	12
6.3.	Beschreibung der Messung.....	12
6.4.	Ausreißertest	13
6.5.	Hagenbach Couette Korrektur.....	13
6.6.	Dichtekorrektur	13
6.7.	Laufzeitmessung t_0	14
6.8.	Messung der absoluten Viskosität.....	14
6.9.	Einpunktmessung	14
6.10.	Absaugen der Probe nach einer Messreihe	15
7.	Auswertung	15
7.1.	Laufzeitabelle.....	15
7.2.	Berechnung der Mittelwerte	15
7.3.	Relative Viskosität	15
7.4.	Spezifische Viskosität	15
7.5.	Reduzierte Viskosität.....	15
7.6.	Inhärente Viskosität.....	15
7.7.	Bestimmung der Molmasse	15
7.8.	Nachberechnung.....	16
8.	Diagramm	17
9.	Ausdruck	17
9.1.	Methodenausdruck.....	18
9.2.	Datenausdruck	18
10.	Datenspeicherung	18
10.1.	Methodenspeicherung	18
10.2.	Datenspeicherung.....	18
10.3.	PDF Datei	19

1. Eigenschaften der Software

Die vorliegende Software dient zur automatischen Bestimmung der Grenzviskositätszahl von Polymeren und anderen Stoffen.

Im Einzelnen sind folgende Merkmale im Programm implementiert:

- Automatische Steuerung des gesamten Ablaufs
- Parallele Messung zweier Proben möglich
- Parametrierung der Büretten
- Parametrierung der Viskositätsmessgeräte
- Ausreissertest für die Laufzeiten des Viskosimeters
- Hagenbach Cuette Korrektur
- Berechnung der Grenzviskositätszahl von intrinsischer und inhärenter Viskosität
- Graphische Darstellung der Ergebnisse
- Ergebnisausdruck mit Graphik
- Speicherung der Parameter
- Speicherung der Messwerte
- Speicherung der Ergebnisse als PDF Datei
- Einlesen und bearbeiten von gespeicherten Messdaten
- Messung der Laufzeit t_0 (Lösemittel)
- Bestimmung der absoluten Viskosität (bei bekannter Viskosimeterkonstante)

2. Warn-und Sicherheitshinweise

Die Verdünnungssoftware VZ 5860 darf aus sicherheitstechnischen und funktionellen Gründen grundsätzlich nur von autorisierten Personen bedient werden.

Aus Sicherheitsgründen darf das Gerät ausschließlich nur für die in dieser Gebrauchsanleitung beschriebenen Zwecke eingesetzt werden.

Bitte beachten Sie die entsprechenden Gebrauchsanleitungen für die anzuschließenden Geräte.

3. Installation

3.1. Systemvoraussetzungen

Die Software läuft auf allen Rechnern mit dem Microsoft Betriebssystemen XP und Vista. Zusätzlich muss Framework 2.0 oder höher auf dem Rechner installiert sein. Eine Version von Framework ist auf der CD vorhanden. Ein 17" Monitor wird empfohlen, damit die gesamte Oberfläche auf dem Bildschirm dargestellt werden kann.

3.2. Installation der Software

3.3. Anschließen der Messgeräte

Die Messgeräte werden an eine freie RS232 Schnittstelle angeschlossen. Bei fehlender Schnittstelle kann ein geeigneter USB/RS232 Adapter verwendet werden. Als erstes Gerät wird das AVS 370 am RS 232 Ausgang 1 mit dem Rechner verbunden. An den RS232 Ausgang 2 wird die erste Bürette angeschlossen (hier RS 232 1 verwenden). Die 2. Bürette wird an der ersten Bürette angeschlossen.

Die Geräte werden automatisch zugeordnet. Die linke ViscoPump im AVS 370 arbeitet mit der am AVS 370 direkt angeschlossenen Bürette. Die rechte ViscoPump arbeitet mit der an der ersten Bürette angeschlossenen Bürette. Dies ist bei der Verschlauchung zu berücksichtigen und wichtig.

3.4.Überlaufsensor

Der Überlaufsensor wird laut Gebrauchsanleitung an die ViscoPump angeschlossen. Der Sensor muss dann in der Software Dilution V5 aktiviert werden. Beim Ansprechen des Sensors wird die laufende Messung gestoppt und eine Meldung erscheint in der Oberfläche der Software.

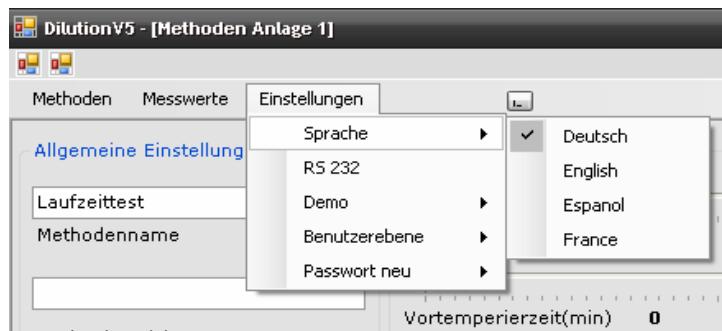
3.5.Einstellungen an den Geräten

An der / den ViscoPump(en) werden keine Einstellungen notwendig. Bei den Büretten sind in der Regel auch keine Änderungen an der Grundeinstellung der Schnittstelle erforderlich. Sollte die Einstellung der Büretten nicht stimmen müssen diese auf:

4800 baud,
7bit,
no parity und
2 Stoppbits
eingestellt werden. Die Adresse der Geräte wird automatisch vom Programm zugeordnet.

3.6.Sprache einstellen

Die Sprache kann über das Menü **Einstellen** → **Sprache** geändert werden.



4. Benutzerebenen

4.1.Anlage 1 und 2

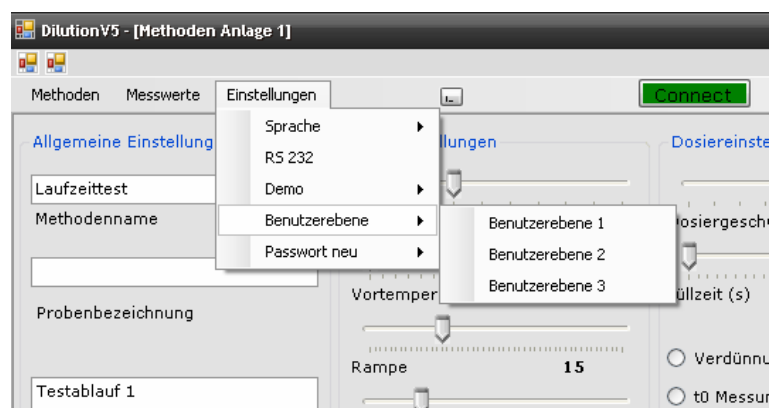
Die Programmoberfläche ist aufgeteilt in Methoden, Messwerte und Diagramm. Diese drei Teile sind jeweils zweifach vorhanden, je eine für die Anlage 1 und eine für die Anlage 2.

4.2.Benutzerebenen

Der Zugriff auf die Methoden ist über Benutzerebenen geregelt.

Nach dem Starten des Programms ist die Benutzerebene 1 aktiv.

Nach Neuinstallation hat nur die Benutzerebene 3 ein voreingestelltes Passwort. Die Benutzerebene 2 kann nach klicken auf Ok ohne Passworтеingabe erreicht werden.



4.2.1. Benutzerebene 1

Dies ist die niedrigste Stufe, bei der nur die Start und Stopptasten, das Laden von Methoden und die Eingabe folgender Informationen erlaubt ist.

- T₀ Laufzeit
- Startkonzentration
- Benutzername
- Probenbezeichnung

4.2.2. Benutzerebene 2

Die Benutzerebene 2 ist zu erreichen über das Menü:

Einstellungen → Benutzerebene → Benutzerebene 2

Nach dem Anklicken des Eintrages erscheint eine Abfrage nach dem Passwort für Benutzerebene 2. Wenn kein neues Passwort vergeben wurde, einfach mit ok (Ohne Eingabe) bestätigen.

4.2.3. Benutzerebene 3

Die Benutzerebene 3 ist zu erreichen über das Menü:

Einstellungen → Benutzerebene → Benutzerebene 3

Nach dem Anklicken des Eintrages erscheint eine Abfrage nach dem Passwort für Benutzerebene 3. Es existiert ein voreingestelltes Passwort, das für die erste Anmeldung verwendet werden muss. Das Passwort lautet: SchottInst .

In diesem Level können die Passwörter für Benutzerebene 2 und 3 vergeben werden.

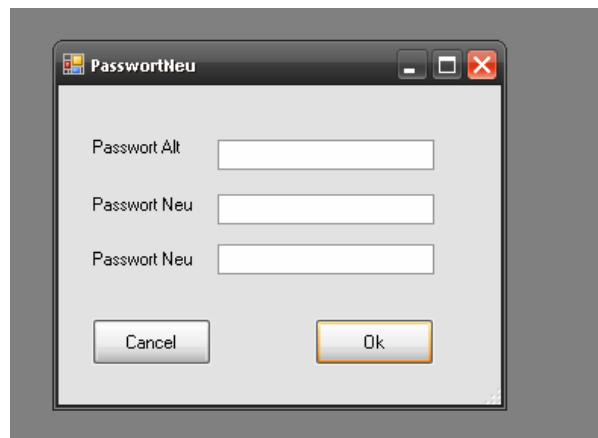
4.2.4. Passwort für Benutzerebenen vergeben

Dazu öffnet man das Menü

**Einstellungen → Passwort Neu
→ Benutzerebene 2 oder 3**

Im geöffneten Menü ist das Alte und zweimal das neue Passwort einzugeben. Es können verschiedene Passwörter für die Benutzerebenen eingetragen werden. Beim erstmaligen Ändern des Passwortes für die Ebene 2 ist das alte Passwort ein leeres Feld. Wenn die Änderung gültig ist, wird dies in einem Mitteilungsfeld angezeigt.

Das oben genannte Passwort **SchottInst** ist nach Vergabe eines neuen Passwortes nicht mehr gültig. Es gibt kein „verstecktes Systempasswort“.



5. Methoden

Die Zusammenstellung von Parametern für die AVS Geräte, die Büretten und die Auswertung wird mit dem Begriff Methode bezeichnet.

Die Beschreibung ist für eine Anlage angefertigt. Es muss darauf geachtet werden, dass die richtige Anlagenoberfläche angezeigt wird. Die Nummer der Anlage wird in der linken oberen Programmleiste angezeigt.

Für jede Anlage kann eine eigene Methode geschrieben werden. Die beiden Anlagen

arbeiten unabhängig voneinander.

The screenshot shows the 'DilutionV5 - [Methoden Anlage 1]' window. It is divided into several sections:

- Allgemeine Einstellungen:** Includes fields for 'Methodenname' (Test1), 'Probenbezeichnung', 'Bemerkung' (Roland), and 'Benutzername'. Buttons for 'Speichern', 'Laden', 'Drucken', and 'Start' are at the bottom.
- AVS Einstellungen:** Includes sliders and input fields for 'Anzahl Messungen' (6), 'Vortemperierzeit(min)' (1), 'Rampe' (25), 'Über N1 Faktor' (1,2), 'Wartezeit nach Messung' (1,2), 'max. Pumpleistung %' (55), and 'Lösezeit (min)' (1). It also has an 'AVS Mode' section with 'Saugend' selected and 'Drückend' as an option, along with 'Absaugzeit s' (10) and 'Sensor ein' checkbox.
- Dosiereinstellungen:** Includes 'Dosiergeschw. [ml/min]' (50), 'Füllzeit (s)' (30), and radio buttons for 't0 Messung', 'Abs.Viskos.', 'Einpunktmessung', and 'Verdünnungen' (selected). A table for 'Eingabe (ml)' lists 'Start Volumen' (10), 'Volumen 1' (20), 'Volumen 2' (5), 'Volumen 3' (5), 'Volumen 4' (5), 'Volumen 5' (5), and 'Gesamt Volumen' (0). Buttons for 'Dosieren', 'Füllen', and 'Direkt Volumen (ml)' are at the bottom.
- Auswertung:** Includes input fields for 't0 Laufzeit (s)' (1), 'Startkonzentration' (1), 'Einheit' (g/l), 'Messtemperatur °C' (25), 'Korrekturfaktor D' (DI, 1), 'Hagenbach Korrektion ein' (checked), 'Viskosimetertyp' (0c), 'Aussreissertest ein' (checked), 'Delta %' (1), 'Alphawert' (0), 'K-Wert' (0), 'Steigung Inhaerent' (1), 'Steigung Intrinsic' (1), 'Speichern ein' (checked), 'Drucken sofort' (checked), 'Diagramm drucken' (checked), and 'PDF erzeugen' (checked).

5-1Methodenoberfläche

5.1.Allgemeine Angaben

Die allgemeinen Angaben dienen hauptsächlich der Dokumentation. Alle Angaben sind optional und werden nicht geprüft.

5.1.1.Methodenname

Der Methodenname wird beim Laden einer vorhandenen Methode angezeigt, oder beim Erstellen einer neuen Methode vergeben. Der Methodenname sollte die Arbeitsweise beschreiben.

5.1.2.Probenbezeichnung

Die Probenbezeichnung ist eine individuelle Eingabe für jede Probe und sollte vor jedem Starten einer Methode eingetragen werden. Die Probenbezeichnung wird zur Dokumentation und zur Erzeugung des PDF Namens benötigt.

5.1.3.Bemerkung

Im Textfeld Bemerkung können zusätzliche Informationen für diese Probe eingetragen werden. Die Angaben werden in der Datenbank gespeichert und mit ausgedruckt.

This close-up shows the 'Allgemeine Einstellungen' section with the following fields:

- Laufzeittest:** A text field containing 'Laufzeittest'.
- Methodenname:** A text field.
- Probenbezeichnung:** A text field.
- Testablauf 1:** A text field containing 'Testablauf 1'.
- Bemerkung:** A text field.
- Benutzername:** A text field.

5.1.4. Benutzername

Der Benutzername dokumentiert wer die Methode verwendet hat und wird gespeichert und ausgedruckt.

5.1.5. Kontrollfeld

Unter dem Benutzername befindet sich ein Textfeld ohne Bezeichnung. Dieses Feld wird nur in der Anlage 1 durch das Programm verwendet. Alle Antworten der Befehle werden in dem Textfeld der Anlage 1 mitgeschrieben und dienen der Kontrolle. Nach einem „Connect“ stehen hier Texte. Sollte nichts darin stehen, so ist keine richtige Verbindung mit den Geräten aufgebaut worden. Trotzdem kann der Button Connect grün sein.

5.1.6. Kommandotasten

Es gibt in diesem Teil der Methodenoberfläche 4 Steuertasten:

Speichern: Eine neu erstellte Methode kann damit gespeichert werden. Der Eintrag erfolgt in der Datenbank und nicht einzeln in einer Datei.

Laden: Eine Liste der vorhandenen Methoden wird angezeigt. Die gewünschte Methode wird angeklickt und mit dem in der gezeigt Oberfläche „Methode Laden“ mit der Taste load geladen.

Drucken: Ein Ausdruck aller Methodenparameter wird erzeugt.

Starten: Die Messung mit der oben angegebenen Anlage wird gestartet.

5.2. Parameter für die ViscoPump

Die Arbeitsweise der ViscoPump kann mit Hilfe der Parameter stark beeinflusst werden. Die Einstellungen müssen sorgfältig gewählt werden um nicht ein Scheitern der Messung zu riskieren. Gleichwohl können mit den Einstellung optimale Bedingungen für den Messablauf geschaffen werden.

Die Schieberegler lassen sich mit der Maus bedienen. Dazu klickt man den Regler mit der Maus an und schiebt dann mit gedrückter linker Maustaste nach links oder rechts. Ein kurzes Anklicken des Reglers rechts oder links vom Regler lässt diesen um eine Einheit nach rechts oder links springen.

Die Taste „Default“ setzt alle Schieberegler, außer Anzahl Messungen und Vortemperierzeit auf die Normalwerte zurück.

5.2.1. Anzahl der Messungen

Die Anzahl der Messungen kann mit dem Schieberegler zwischen 1 und 10 eingestellt werden. Die Einstellung gilt für jede Messreihe. Die empfohlene Einstellung sind 3 Messungen.
Defaultwert: 3
Bereich: 1 bis 10

5.2.2. Vortemperierzeit

Die Vortemperierzeit läuft vor jeder Messreihe ab und gewährleistet, dass die Probe im Viskosimeter genügend Zeit zum Angleichen der Temperatur hat. Die Einstellung erfolgt auch mit einem Schieberegler im Bereich von 0 min bis 20 min. Ein guter Wert ist 3min.

The screenshot shows the 'AVS Einstellungen' window with the following settings:

- Anzahl Messungen: 4
- Vortemperierzeit(min): 0
- Rampe: 15
- Über N1 Faktor: 1
- Wartezeit nach Messung: 0,9
- max. Pumpleistung %: 30
- Lösezeit (min): 1

At the bottom, there is a section for 'AVS Mode' with two radio buttons: 'Saugend' (selected) and 'Drückend'. To the right of these is a checkbox labeled 'Sensor ein' which is checked.

Defaultwert: 1min

Bereich: 0 bis 20 min

5.2.3.Rampe

Der Wert der Rampe beeinflusst das Verhalten der ViscoPump beim Hochpumpen der Probe im Viskosimeter. Wird der Wert erhöht, so erhöht sich die Pumpleistung schneller. Es kann bei einem zu hohen Wert dazu führen, dass die Probe im Viskosimeter anfängt zu spritzen und Messungen ungültig und unmöglich werden. Ein richtig eingestellter Wert kann die Messzeit verkürzen.

Defaultwert ist 15.

Wertebereich 1 bis 50

5.2.4.ÜberN1 Faktor

Das Hochpumpen der Probe im Viskosimeter erfolgt so, dass die Probe über der oberen Messmarke steht, wenn auf die Messung umgeschaltet wird. Manchmal genügt die Höhe über der oberen Messmarke nicht oder ist zu hoch. Mit der Einstellung über N1 pumpen kann Einfluss auf diese Höhe genommen werden.

Defaultwert: 1,0

Bereich 0,5 bis 3.0

5.2.5.Wartezeit nach Messung

Nachdem die Probe die untere Messmarke durchlaufen hat, muss solange gewartet werden bis die Kapillare leergelaufen ist. Erst dann kann eine neue Messung gestartet werden. Die Wartezeit nach erfolgter Messung ist von der Laufzeit der Lösung abhängig. Mit dem Parameter kann die Wartezeit verlängert oder verkürzt werden. Es handelt sich hier um einen Faktor.

Defaultwert: 1,0

Bereich:0,5 bis 5,0

5.2.6.Max. Pumpleistung %

Während des Hochpumpens wird die Pumpleistung kontinuierlich bis zur maximalen Leistung erhöht. Bei langen Laufzeiten kann es erforderlich sein, die max. Pumpleistung zu erhöhen.

Defaultwert: 30%

Bereich: 10 – 100 %

5.2.7.Lösezeit

Die Lösezeit läuft nach dem Zudosieren des Lösemittels zur Verringerung der Konzentration der Probe ab. Sie ist auf die Eigenschaften der Probe einzustellen.

Defaultwert: 1 min

Bereich: 0 bis 100 min.

5.2.8.AVS Mode

Das Hochpumpen der Probe kann saugend oder drückend erfolgen.

Je nach verwendeter Schlauchgarnitur ist die richtige Einstellung zu wählen. Bei falscher Einstellung kann Flüssigkeit austreten!

Wird die rote Kappe auf die Kapillare gesteckt ist „saugend“ anzuwählen.

Bei Verwenden der roten Kappe auf dem Befüllschenkel des Viskosimeters ist drückend die richtige Arbeitsweise.

Default: saugend

5.2.9.Sensor

An jeder ViscoPump kann ein Überlaufsensor angeschlossen werden. Zusätzlich muss der Sensor noch für die Messung eingeschaltet werden. Wenn beim Hochpumpen ein Überlaufen von Flüssigkeit erfolgen sollte, so wird der Messvorgang unterbrochen und eine Meldung erscheint auf der Methodenoberfläche der entsprechenden Anlage.

Defaultwert: aus

5.3.Parameter für die Bürette

5.3.1.Dosiergeschwindigkeit

Die Dosiergeschwindigkeit lässt sich mit einem Schieberegler einstellen. Bei Lösungsmitteln mit höherer Viskosität ist es ratsam die Dosiergeschwindigkeit zu reduzieren.

Defaultwert: 20 ml/min

Bereich: 1 bis 100 ml/min

5.3.2.Füllzeit

Die Verlängerung der Füllzeit hilft zum Beispiel Dampfblasen im Lösungsmittel zu vermeiden.

Defaultwert: 30s

Einstellbereich: 300s

5.3.3.Füllen einer leeren Bürette

Diese Funktion kann mit der in der Bürette eingebauten Spülenfunktion ausgeführt werden, oder man gibt ein Volumen welches 1,5 mal größer als das Zylindervolumen ist, in das Feld „**Direktvolumen**“ ein und drückt den Button „Dosieren“. Nach dem Dosieren kann der Kolben mit dem Befehl Füllen wieder auf die Ausgangsstellung gebracht werden.

Die „Füllen“ Funktion dient nur dazu, den Kolben der Bürette auf den untersten Punkt zu stellen. Dabei wird das zuvor dosierte Volumen wieder angesaugt.

5.3.4.Einzelvolumen dosieren

Gewünschtes Volumen in das Feld „Direktvolumen“ eingeben und Dosierenbutton drücken. Anschließend den Füllbefehl über den Füllenbutton ausgeben.

5.4.Ablaufsteuerung

Eine Messung der Verdünnungviskosimetrie läuft immer nach folgendem Schema ab:
 Laufzeitmessung der Startkonzentration,
 Verdünnen der Probe
 Warten bis die neue Konzentration eingestellt ist,
 Laufzeitmessung der verdünnten Probe,
 weitere Verdünnungs- und Laufzeitmessungen.

5.4.1.Verdünnungsschritte

Zuerst wird durch anklicken des Optionsfeldes „**Verdünnungen**“ die Messmethode angewählt. Danach stellt man über das daneben liegende Schaltfeld die Anzahl der Verdünnungen ein. Je nach gewählter Anzahl Verdünnungen werden die entsprechenden Volumenfelder freigeschaltet.

Für jeden Verdünnungsschritt kann ein Volumenwert eingetragen

werden. Das Gesamtvolumen berechnet sich aus dem Startvolumen und den Volumen

der Verdünnungsschritte.

Übersteigt das Gesamtvolumen 75 ml, so wird das Summenfeld rot.

5.4.2. t_0 Messung

Die t_0 Messung dient dazu die Laufzeit des reinen Lösungsmittels zu bestimmen. Es werden Laufzeitmessungen mit den eingestellten Parametern durchgeführt. Die Laufzeit t_0 des Lösungsmittels wird automatisch in das t_0 Feld übertragen.

Ausreissertest und Hagenbach Korrektur können auch hier eingesetzt werden.

5.4.3. Absolutmessung

Die Messung der absoluten Viskosität kann ausgeführt werden, wenn die entsprechende Konstante des Viskosimeters in das Feld **Konstante** eingetragen wurde. Der Ablauf der Messung entspricht der t_0 Messung.

5.5. Parameter der Auswertung

Die wichtigsten Werte sind die t_0 Laufzeit und die Startkonzentration. Außerdem benötigt man noch die entsprechende Einheit der Konzentration.

Für die Berechnung der Molmassen sind K Wert und Alpha Wert erforderlich.

Dies sind Stoff und Lösemittel abhängige Größen.

6. Ablauf einer Messung

6.1. Starten einer Messung

Eine Messreihe wird durch Drücken des Startbuttons auf der Methodenoberfläche der jeweiligen Anlage gestartet.

6.2. Stoppen einer Messung

Die Stoppbuttons sind im oberen Bereich des Hauptfensters angebracht, um zu jeder Situation die Messung stoppen zu können. Die Messung ist dann beendet und muss erneut gestartet werden.

6.3. Beschreibung der Messung

Zu Beginn einer Verdünnungsmessreihe werden alle Parameter an die ViscoPump und die entsprechende Bürette gesendet. Dann beginnt die erste Laufzeitmessreihe mit der Vortemperierzeit. Bei Zeiteinstellungen über 1 min wird die Lösung im Viskosimeter hoch gepumpt und wie eine Messung ablaufen lassen. Eine Zeit wird dabei nicht ermittelt.

Nach Ablauf der Vortemperierzeit erfolgen die festgelegten Laufzeitmessungen.

Eventuelle Nachmessungen bei Verwenden des Ausreissertests sind möglich. Die Messwerte werden sofort in die Laufzeitabelle eingetragen.

Nach Ablauf der ersten Messreihe erfolgt die Zugabe der ersten Verdünnung gemäß Methodeneinstellung. Nachdem alles Lösemittel dosiert ist läuft die Wartezeit „Lösezeit“ ab. Danach erfolgt die zweite Laufzeitmessung beginnend wieder mit der Vortemperierzeit.

6.4. Ausreißertest

Bei den Laufzeitmessungen mit gelösten Polymeren treten immer wieder verschiedene Störungen auf, die zu falschen Messwerten führen können. Die Ursache der Störungen sind vielfältig und reichen von Feststoffteilchen in der Lösung über Luftblasen im Bad und/oder in der Kapillare bis zu Temperaturschwankungen im Thermostaten. Alle Einflüsse können zu falschen Messungen führen.

Das Ausreißertestprogramm überprüft nach Beenden der voreingestellten Anzahl

Messungen die Abweichung der einzelnen

Messwerte vom gemeinsamen Mittelwert. Die zulässige Toleranz ist im Feld Delta%

eingetragen. Je kleiner die eingetragene Toleranz ist, desto häufiger kann es zu " Ausreißern " kommen, die vielleicht keine sind. Echte Ausreißer haben oft erhebliche Abweichungen von mehreren % vom gemeinsamen Mittelwert. Einstellungen von Delta % = 0,5 bis 2 sind hier empfehlenswert.

Das Programm versucht, durch zusätzliche Messungen den oder die Ausreißer zu erkennen und zu eliminieren. Wenn eine zusätzliche Messung durchgeführt wurde, werden immer alle Messungen in die neue Berechnung der Ausreißer mit einbezogen. Die Ausreißer werden rot unterlegt dargestellt und werden nicht bei der Berechnung berücksichtigt. Eine gelbe Markierung bedeutet eine zu große Abweichung vom Mittelwert und es muss eine zusätzliche Messung erfolgen. Die Basis ist immer die eingestellten Anzahl Messungen.

Bei Auftreten von vielen Ausreißern ist es fraglich, ob die Messreihe das gewünschte Ergebnis geliefert hat. In den meisten Fällen sind Feststoffe in der eingefüllten Lösung die Ursache.

M. Nr.	M1 [s]	M2 [s]	M3 [s]	M4 [s]	M5 [s]	M6 [s]
1	469,21	308,35	243,84	186,19	0,00	0,00
2	469,42	307,80	243,50	188,08	0,00	0,00
3	469,19	307,69	243,41	187,38	0,00	0,00
4	0,00	0,00	0,00	186,28	0,00	0,00
5	0,00	0,00	0,00	185,59	0,00	0,00
6	0,00	0,00	0,00	185,58	0,00	0,00
7	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
9	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
MW	469,27	307,95	243,58	185,91	0,00	0,00
* korr. MW	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

6.5. Hagenbach Couette Korrektur

Beim Messen der Laufzeit einer Flüssigkeit durch eine Kapillare treten physikalische Effekte auf, die zu einer Veränderung der Laufzeit führen. Je kürzer die Laufzeiten sind, desto größer ist der Fehler bei der Messung. Die ermittelten Laufzeiten sind zu hoch. Mit Hilfe der Korrektur werden die Laufzeiten automatisch korrigiert. Dazu muss der richtige Viskosimetertyp in der Auswahlbox eingetragen werden. Hierzu wird mit der Maus auf den kleinen Pfeil in der rechten Ecke der Viskosimetertyp - Anzeige geklickt und im geöffneten Feld die auf dem Viskosimeter aufgedruckte Bezeichnung ausgewählt.

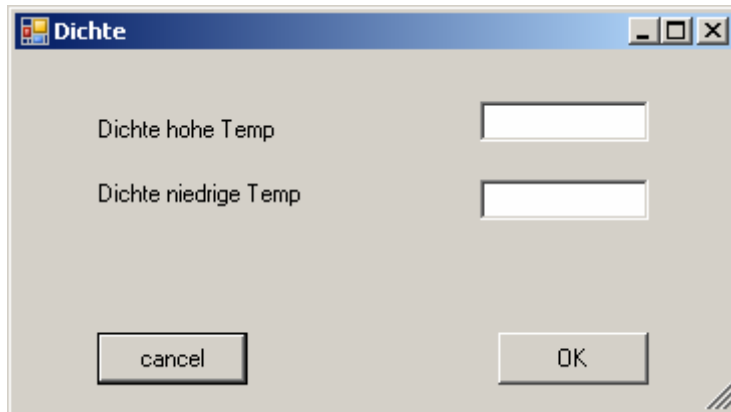
Die Berechnung der Korrektur wird mit dem Kontrollkästchen ein und ausgeschaltet.

ACHTUNG: Bei sehr kurzen Laufzeiten (< 20 s) kann eine negative Laufzeit aus der Korrekturrechnung erfolgen. Dies führt zu Problemen bei der Berechnung der Grenzviskositätszahl.

6.6. Dichtekorrektur

Bei großen Temperaturunterschieden zwischen dem Lösungsmittel und der Badtemperatur ist es erforderlich die Dichte des Lösungsmittels bei der Messtemperatur

und der Raumtemperatur einzugeben. Hierzu öffnen man im Methodenfenster mit der Taste „DI“ folgendes Dialogfenster:



6.7.Laufzeitmessung t_0

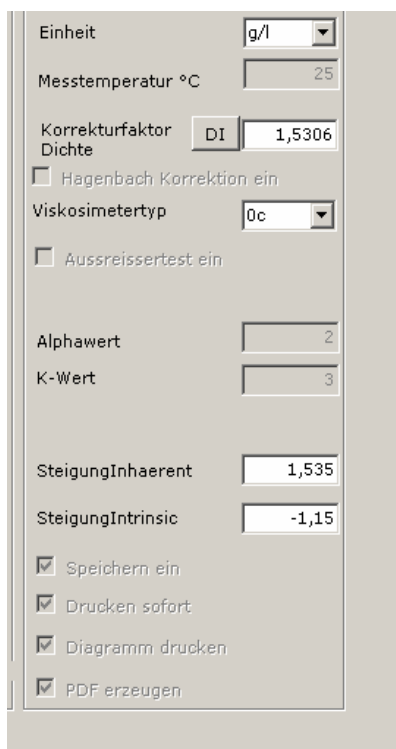
Die Messmethode t_0 wird angewählt oder eine t_0 Laufzeitmethode wird geladen. Dann wird die Messung per Startbutton gestartet.

6.8.Messung der absoluten Viskosität

Die Messmethode absolute Viskosität anwählen und Ablauf starten. Die Auswertung ist nur dann möglich, wenn die genaue Konstante der Kapillare bekannt ist und in das Feld Konstante eingegeben wurde.

6.9.Einpunktmessung

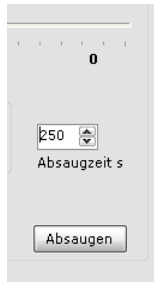
. Wenn viele Proben einer Charge oder Zusammensetzung gemessen werden sollen, dann kann man das Verfahren verkürzen. Es besteht die Möglichkeit die Steigungswerte einer vorangegangenen Verdünnungsreihe in das Methodenfenster einzutragen. Die Werte findet man im Auswertefenster angezeigt. Die Einpunktmessung wird über die Option Einpunktmessung eingeschaltet und wie gewohnt gestartet.



Nach erfolgter Messung ohne Verdünnungsschritt wird eine Graphik erstellt und die Auswertung ausgedruckt. Die Einzelmessung hat gegenüber der Verdünnungsreihe eine eingeschränkte Genauigkeit.

6.10. Absaugen der Probe nach einer Messreihe

Eine extern angeschlossene Absaugpumpe kann über die Taste „Absaugen“ eingeschaltet werden. Die Pumpe arbeitet dann eine einstellbare Zeit und schaltet sich automatisch ab. Die Absaugzeit lässt sich mit Hilfe des Eingabefeldes und den Auf und Abtasten in 10 s Schritten einstellen. Während die Absaugpumpe arbeitet wird die Restzeit neben der Eingabe angezeigt.



7. Auswertung

7.1. Laufzeittabelle

Alle Messwerte werden in die Laufzeitentabelle eingetragen. Die Spalten enthalten die Laufzeiten einer Konzentration. Unterhalb der Tabelle befinden sich die Mittelwerte und die Korrigierten Mittelwerte, wenn mit Hagenbach- Couette-Korrektion gemessen wird.

7.2. Berechnung der Mittelwerte

Die Mittelwerte werden als arithmetische Mittelwerte berechnet. Ausreisser werden dabei ignoriert.

7.3. Relative Viskosität

$$V_{rel} = \frac{\text{Mittelwert}}{t_0}$$

7.4. Spezifische Viskosität

$$V_{spez} = \frac{\text{Mittelwert}}{t_0} - 1$$

7.5. Reduzierte Viskosität

$$V_{red} = \frac{V_{spez}}{\text{Konzentration}} \text{ berechnet.}$$

7.6. Inhärente Viskosität

$$V_{inh} = \frac{\ln(V_{rel})}{\text{Konzentration}}$$

7.7. Bestimmung der Molmasse

$$M = \exp\left(\frac{\ln\left(\frac{\text{GrenzVisk}}{K}\right)}{\text{Alpha}}\right)$$

7.8.Nachberechnung

Sollte sich herausstellen, dass nach einer erfolgten Messreihe die Startkonzentration und/oder die t0 Laufzeit falsch eingegeben wurde, so kann man nachträglich die Werte ändern und die Messung neu berechnen lassen. Voraussetzung ist die Speicherung der Methode und der Messwerte.

Damit man eine Nachberechnung durchführen kann ist es erforderlich in die Benutzerebene 3 zu wechseln. (Siehe entsprechendes Kapitel).

Nach dem Wechsel der Benutzerebene wird im Menü „Messwerte“ auf die Anlage 1 oder Anlage 2 geschaltet. In der Oberfläche der „Anlage 1“ bzw. „Anlage 2“ erscheint zusätzlich die unten abgebildeten Eingabefelder und die Steuerungsbuttons.

Zusätzliche Eingabefelder und Schaltflächen.

Im ersten Schritt wird der Button „Laden“ gedrückt. Es erscheint ein Fenster mit den abgespeicherten Werten. Durch anklicken wird der Datensatz ausgewählt und mit dem Kommando „Laden“ in die Tabellen der Messwerte Anzeige übertragen. Die verwendeten Methodendaten werden im Hintergrund aus der Methodendatenbank mit eingelesen, aber nicht in der Methodenoberfläche angezeigt.

Probenbezeichnung	Startkonzentration	ID	M10	M11	M12	M13	M14	M15	M16	M
	2,5	29	469,21	469,42	469,19	0	0	0	0	0
	2,5	30	469,21	469,42	469,19	0	0	0	0	0
	2,5	33	469,21	469,42	469,19	0	0	0	0	0
	2,5	35	469,21	469,42	469,19	0	0	0	0	0
Alkohol	1,3	36	62,59	62,61	62,65	0	0	0	0	0
Alkohol	1,3	37	62,59	62,61	62,65	0	0	0	0	0
Alkohol	1,3	38	62,59	62,61	62,65	0	0	0	0	0
	2	84	65,13	65,19	65,2	0	0	0	0	0
	20	86	1	1	1	0	0	0	0	0
	1,3	89	96,24	96,14	96,14	0	0	0	0	0
	1,3	92	94,63	94,69	94,48	0	0	0	0	0
	1,3	94	92,68	92,69	93,38	0	0	0	0	0
	2	95	64,45	64,46	64,42	0	0	0	0	0
	2	96	64,45	64,46	64,42	0	0	0	0	0
	2,5	97	469,21	469,42	469,19	0	0	0	0	0

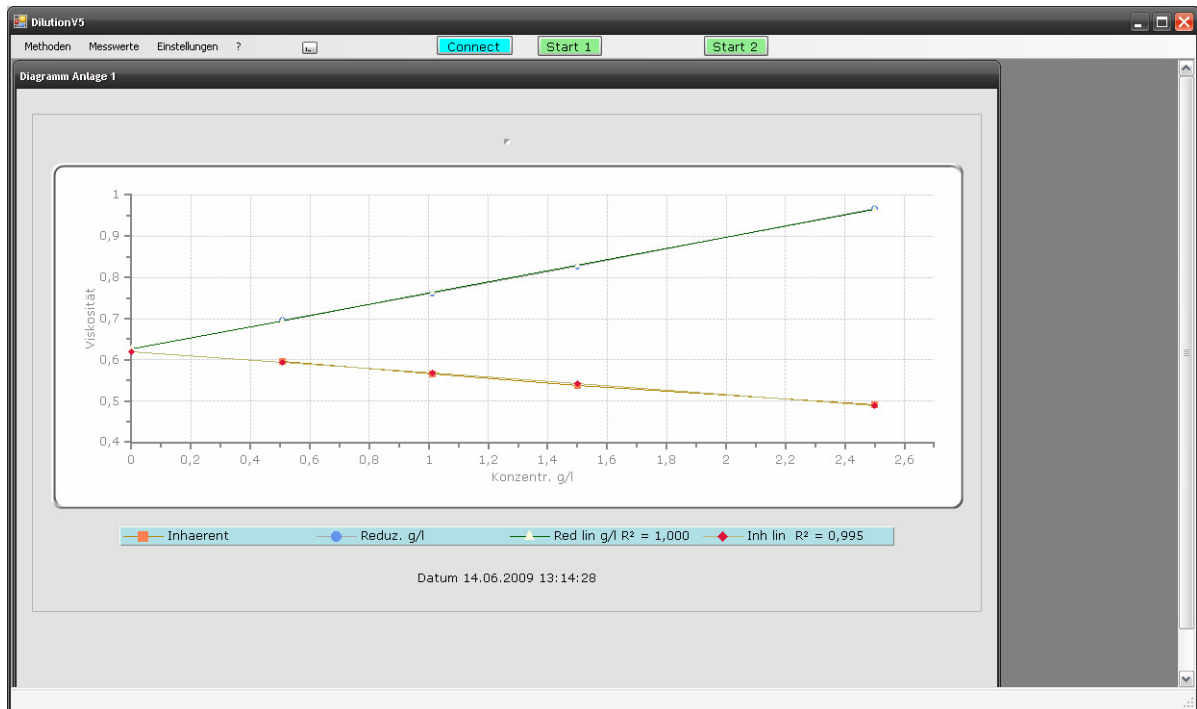
Messwertloader um Datensätze auszuwählen.

Wenn der Datensatz geladen ist, kann man neue Werte für die t0 Laufzeit oder die Startkonzentration eingeben. Ein Druck auf „Cal. New“ berechnet die Software die neuen

Ergebnisse. Diese können dann ausgedruckt werden. Auch das Diagramm wird neu erstellt. Auf Wunsch wird eine PDF Datei mit den neuen Ergebnissen erzeugt. Die gespeicherten Daten werden nicht geändert.

8. Diagramm

Das Diagramm zeigt die Viskositätszahlen gegen die Konzentration aufgetragen. Die beiden berechneten Geraden sollten sich bei Konzentration 0 treffen. Der Wert entspricht dann der Grenzviskosität.



Diagramm

Für die berechneten Geraden wird das Bestimmtheitsmaß R^2 angegeben. Der Wert kann Werte von 0 (keine Übereinstimmung) bis 1 (optimale Übereinstimmung) annehmen. Schlechte Übereinstimmung der Regression kann auf einen Abbau der Polymere während der Messung hinweisen.

9. Ausdruck

Die Erzeugung von Ausdrucken kann in den Methoden eingestellt werden. Durch anklicken werden die Optionen entsprechend ein und ausgeschaltet. Drucken sofort bedeutet, dass der Ausdruck der Ergebnisse sofort beginnt. Andernfalls wird eine Druckervorschau angezeigt. Es wird empfohlen die Drucken sofort Option beim Zweianlagenbetrieb einzuschalten.

The screenshot shows the 'Ausdruck' (Print) settings dialog box. It contains four checkboxes: 'Speichern ein' (Save), 'Drucken sofort' (Print immediately), 'Diagramm drucken' (Print diagram), and 'PDF erzeugen' (Generate PDF). The 'Diagramm drucken' and 'PDF erzeugen' options are checked. The 'Speichern ein' and 'Drucken sofort' options are unchecked. The label '(ml)' is visible on the left side of the dialog box.

9.1. Methodenausdruck

Der Methodenausdruck erfolgt nach betätigen der Drucken Taste im Methodenfenster. Alle Einstellungen und Parameter werden aufgelistet und gedruckt. Es wird eine Seite gedruckt.

9.2. Datenausdruck

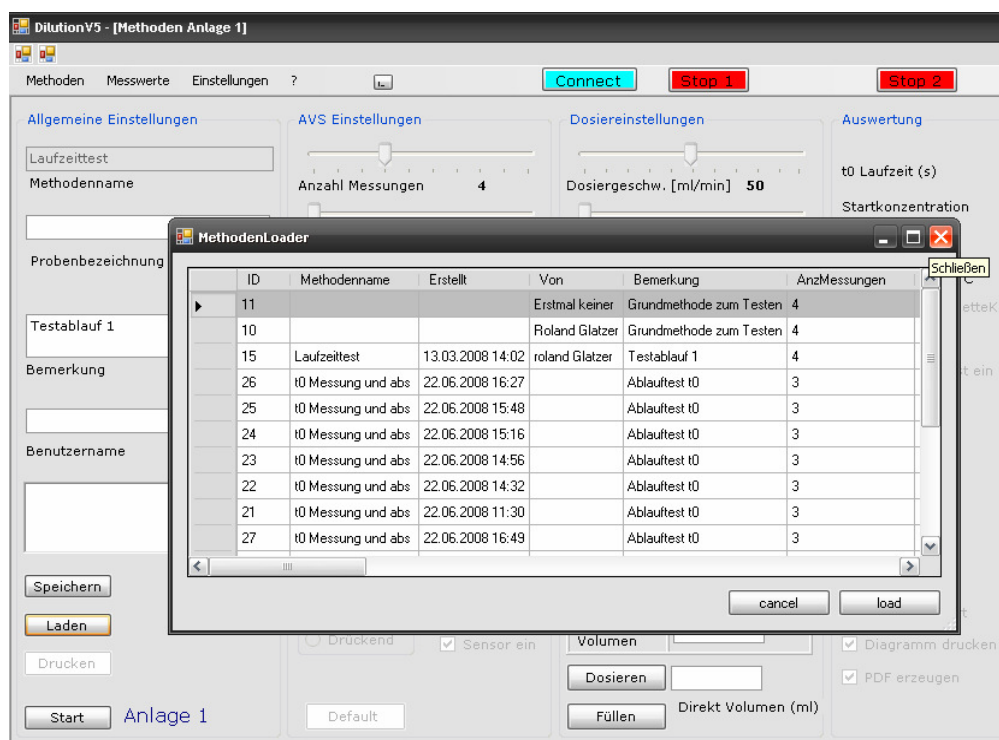
Der Daten und Ergebnisausdruck erfolgt direkt nach der Messung.

10. Datenspeicherung

10.1. Methodenspeicherung

Die Einstellungen im Methodenbereich werden beim Beenden des Programms gespeichert und beim Starten des Programms automatisch geladen. Bei verschiedenen Methoden für Anlage 1 und Anlage 2 werden diese wieder richtig zugeordnet. Wenn Einstellungen geändert werden und das Programm wird beendet, so werden die alten Daten überschrieben.

Methodeneinstellungen können jedoch auch über die Taste Speichern in eine Datenbank geschrieben werden. Diese Methoden können dann mit Laden wieder in die Oberfläche eingelesen werden.



Es erscheint die gezeigte Oberfläche. Die gewünschte Methode wird mit der Maus markiert und durch betätigen der Taste load eingelesen.

Durch doppelklicken auf die Spaltennamen wird die Tabelle entsprechend sortiert.

10.2. Datenspeicherung

Die Datenspeicherung erfolgt in der gleichen Datenbankdatei wie die Methoden auch. So wird erreicht, dass die Daten mit den Methoden in Verbindung gebracht werden können.

10.3. PDF Datei

Der Ausdruck der Ergebnisse einschließlich des Diagramms wird in PDF umgewandelt und gespeichert. Der Dateiname wird automatisch aus dem Probennamen und Datum/Uhrzeit automatisch erzeugt. Die PDF Datei lässt sich über ein Leseprogramm wie den Acrobat Reader darstellen und auch drucken. Eine Änderung der PDF Datei ist nicht mehr möglich.

Bescheinigung des Herstellers

Wir bestätigen, dass das oben genannte Produkt gemäß DIN EN ISO 9001, Absatz 8.2.4 "Überwachung und Messung des Produkts" geprüft wurde und dass die festgelegten Qualitätsanforderungen an das Produkt erfüllt werden.

Supplier's Certificate

We certify that the equipment was verified according DIN EN ISO 9001, part 8.2.4 "Monitoring and measurement of product" and that the specified requirements for the product are met.

Certificat du fournisseur

Nous certifions que le produit a été vérifié selon DIN EN ISO 9001, partie 8.2.4 "Surveillance et mesure du produit" et que les exigences spécifiées pour le produit sont respectées.

SI Analytics GmbH
Postfach 2443

Hattenbergstraße 10
55122 Mainz

Telefon (06131) 66-5111
Telefax (06131) 66-5001
E-Mail: support@si-analytics.com
www.si-analytics.com

SI Analytics

