IMETER Methode Nr.1 "Ringmethode/CMC":
Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung

Bestimmung der CMC von Natrium-Laurylsulfat (Na-Dodecylsulfat, SDS 99%+); Nutzung zusätzlicher Signalträger

In diesem Anwendungsbeispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (unten) eine auf Forschungsfragen ausgerichtete CMC-Messung, d.h. parallel zur Messung der Oberflächenspannung wurden zusätzliche Datenquellen und Sensoren eingebunden, die auf eine Änderung der Konzentration reagieren können, um weitere Eigenschaften an **99%**igem SDS zu messen und vergleichbar zu machen.
Das IMETER-Framework wurde durch separate Geräte erweitert, die über die Datenschnittstellen vom Messprogramm bedient werden. Das Messprogramm, über welches das IMETER-Framework gesteuert wird, bediente externe Messgeräte zur Messung der Luftfeuchte über der Lösung, der elektrischen Leitfähigkeit und des pH-Wertes. Außerdem wurden *neue, innere Möglichkeiten* der Methode N°1 genutzt: die Veränderung der Gleichgewichts-Messgeschwindigkeit, die Änderung des Kontaktwinkels an den Ringstreben und der Verlauf des Oberflächenniveaus (...).
Als Ergebnis können neben den offensichtlichen Resultaten dem Bericht daher noch eine Reihe weiterer Aussagen entnommen werden: z.B. dass der Vorwärts-Kontaktwinkel gegen Platin bereits mit der ersten Dosierung – also noch bevor die Oberflächenspannung merklich abfällt – von etwa 30° gegenüber reinem Wasser auf 46° ansteigt und mit dem Erreichen der CMC auf 14° abfällt. Die Gleichgewichts-geschwindigkeit – ein Maß für die *Grenzflächenfluidität* – fällt mit der Dosis zunächst ab und erreicht nach der CMC wieder Werte, wie beim zuerst gemessenen, reinen Wasser.

©2016 IMETER - MessSysteme
Tel. (+49)(0) 821/706450

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

In diesem Dokument wird ein automatisch erzeugter IMETER-Prüfbericht vorgestellt. Die Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass alle Variablen einer Messung dargestellt werden sollen. Variabel sind ja nicht nur die Messdaten, sondern auch Umstände, Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Daher verfügt IMETER zum einen über eine Modellier-sprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („*was soll der Fall sein*"), zum anderen über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall* ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben.

IMETER spart sehr viel Arbeitszeit ein, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Darstellung automatisiert ist!

Die Einstellungsvorgaben des Berichts bestimmen dabei Art und Umfang der Informationsdarstellung. Anhand eines vollständigen Berichts wird der Anwender in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.

IMETER V.5.0 rev.48

automatic Report (6372A8L16312B), imeter/MSB, Augsburg

ID N° 9217 - Surface Tension / CMC

Title:	**SDS99%+ - Std.-Vergleichsmessung**
Remarks:	- beobachtung der 0.5%igen Lösung - LF-> Endwert!
Determination:	**CMC-Measurement in 'Wasser'**
Result:	**$CMC_{25,02°C}$ = 2,16 g/L, γ_{CMC} = 29,7 mN/m**

Report

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/Prüfer, die auch auf nicht ausgegebene Informationen hinweisen. Deaktivieren Sie bitte diesen Schalter bei Erstellung von Kundenberichten. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text.*

• 1. ===== Vorbemerkungen ======

Eigenschaft und Methode: Die *Oberflächenspannung* ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die 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 Drahtring wird in die Flüssigkeit getaucht und herausgehoben. Beim Herausziehen wächst die Zugkraft durch die angehobene Flüssigkeitsmenge und nimmt einen parabelförmigen Verlauf an. Entscheidend ist die im Parabelscheitel vorliegende Maximalkraft. Sie entspricht im Verhältnis zum Ringumfang der Oberflächenspannung. Als Gegenkraft wirkt unter der Fallbeschleunigung das gehobene Flüssigkeitsgewicht - mithin die Dichtedifferenz zwischen Probe und *Luft* bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert werden auf den Wert der Maximalkraft Korrekturfaktoren angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, benannt nach ihren Entwicklern. Zu bevorzugen ist die Berechnung nach *Young-Laplace-Petzoldt* oder ggf. noch nach *Harkins & Jordan*, d.h. die Verwendung der klassischen Korrekturtabellen - auf der auch andere Algorithmen beruhen. Weiterhin zur Berechnung - um kleine Abweichungen zu korrigieren, die auf der Unvollkommenheit der Ringgeometrie beruhen - wird ein Kalibrierfaktor durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit (i.d.R. Wasser) eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben. Dieser Bericht hat die Aufgabe *sämtliche* Informationen zur Verfügung zu stellen; die automatischen Interpretationen können jedoch ggf. mit atypischen Daten fehlerhafte Zusammenfassungen ergeben; daher stellen die in Tabellen niedergelegten Informationen das eigentliche und grundlegende Ergebnis dar.
Angewandtes Verfahren und Ergebnisberechnung: Im Messgefäß wird ein Lösemittel (Wasser) vorgelegt und die grenzflächenaktive Substanz (Tensid) oder eine Präparation wird zugefügt. Dabei wird ständig die Oberflächenspannung gemessen, die mit steigender Konzentration abfällt. - Die Messung ermittelt aus der Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Dosis eine bestimmte kritische Konzentration, die 'CMC' (*kritische Mizellenkonzentration*), bei der unstetige Änderungen der physikalischen Eigenschaften der Lösung die Änderung im Lösungsregiment anzeigen. Bei der CMC ist die molekulare Löslichkeitsgrenze erreicht und es bilden sich ab dieser Konzentration kugelförmige, kolloidale Binnenstrukturen in der Lösung, sog. Mizellen. Bei weiterer Konzentrationserhöhung verbleibt der Wert der Oberflächenspannung in der Regel bis zum mehrfachen der CMC auf vergleichbarem Niveau. Der CMC-Wert gilt als wichtigste Kennzahl eines Tensids. Er charakterisiert Wirkung bzw. Reinheit und gilt als *Konzentrationseinheit* für das Tensid oder die Zubereitung. Der Wert ist jedoch individuell vom Lösemittel abhängig, in dem die Bestimmung erfolgt.

Bearbeitungshinweis: *Da Freiheitsgrade zur Ausführung von Messungen überaus zahlreich sind, werden diese in der Regel genutzt, um die Abläufe auf Fragestellungen hin zu optimieren. Art, Präzision und Interpretierbarkeit der Ergebnisse werden durch die vielfältigen Bedingungen und Handhabungen des Messablaufs bestimmt. Diese sind im Messprogramm 'CMC-Methode-VP9100a, 28,10,09, 50875' aufgelistet und können - neben der hier erfolgenden, automatischen Datendeduktion - weiteren Aufschluss bieten.*

• 2. ===== Bestimmung der CMC =====

Die CMC, 2,16 g/L bei der Temperatur 25,02 ±0,02°C, wurde automatisch über den Differenzenquotient Δγ/Δln(c) ermittelt. Aus seinem Werteverlauf wurde die CMC durch den Oberflächenspannungs-Wendepunkt (*Maximalwert* von dγ/dln(c)) bestimmt.

Charakteristische Werte von Oberflächenspannung und Konzentration:

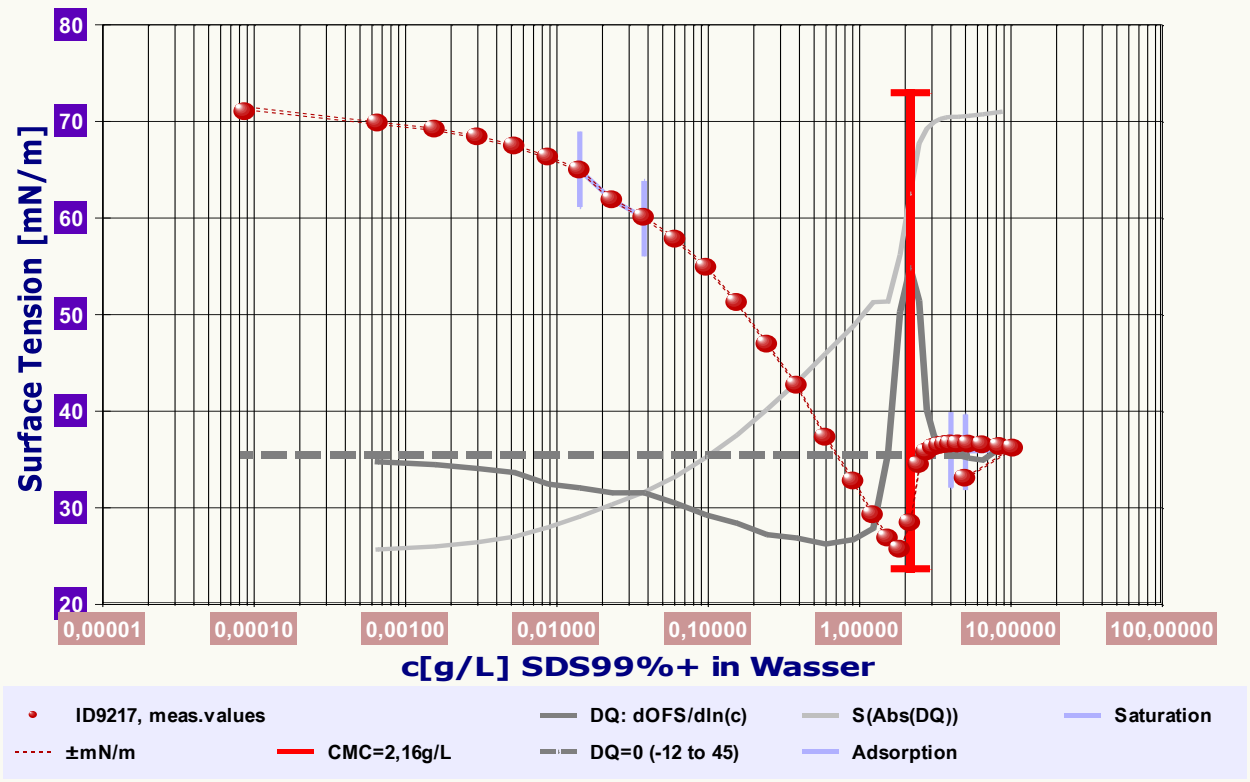
- CMC	: 29,7 mN/m	2,16 g/L	1,0	× CMC
- $C_{Max.}$	: 36,15 mN/m	10,4 g/L	4,80	× CMC
- $\gamma_{min.}$	: 25,69 mN/m	1,85 g/L	0,858	× CMC

<u>Bewegungen, Stoffmengen & Konzentrationen</u>
Vorlage: <u>dest. Wasser</u>, angegebenes Volumen 50±0,005 cm³, Masse 49,852 g, Dichte 0,997043 g/cm³. Die Dichte bei 25,02°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.
Zudosierung: <u>SDS99%+</u>, 32 Zugaben, in vier verschiedenen Konzentrationen.
Dosierlösungen: Wirkstoff-Konzentrationen (c_a bis c_d), Konzentrationsunsicherheiten ($\pm u_{rel.}$) und Dichteangaben (ρ) :

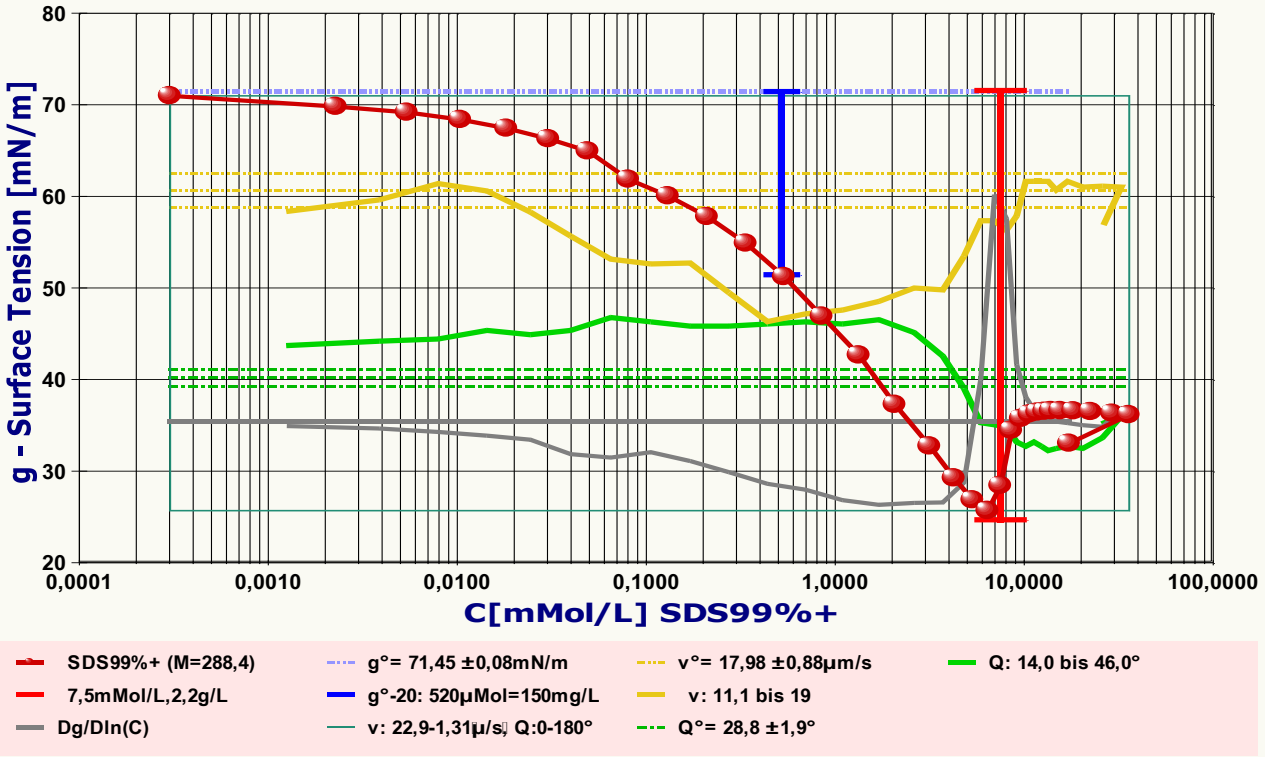
(a)	c_a=0,0872 g/L	$u_{rel.}$±0,11%	ρ=0,997 g/cm³
(b)	c_b=2,85 g/L	$u_{rel.}$±0,11%	ρ=0,9974 g/cm³
(c)	c_c=100,521 g/L	$u_{rel.}$±0,099%	ρ=1,011 g/cm³
(d)	c_d=0 (ohne) g/L	$u_{rel.}$±0,0%	ρ=0,997 g/cm³

Mit Buchstaben-Kennzeichnung '(a) bis (d)' der Konzentration entsprechend in der ***Haupttabelle*** weiter unten. Temperaturangaben zur Dosierung im Mittel der Ablesungen 24,97±0,02°C. Als volumetrische Zugabe, automatische Dosierungen.
Entnahmen: 32 Entnahmen als Volumen, automatisch ausgeführt.
Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen 50,74 g (50,85 cm³), zugefügte Mengen 50,70 g (50,78 cm³), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage 49,81 g bzw. 49,92 ±0,48 cm³, am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: 249,76 mg.
Konzentrationsbereich der Messung: <u>0,0000872 bis 10,4 g/L</u>,
Endkonzentration: 5,00 ±0,02 g/L (= 2,32 × CMC). Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt 0,0007 g/cm³ (0,65‰).

Die Zusammenfassungen (oben) stellen Ergebnisse und Umstände der Messung komprimiert zusammen. Einzelheiten zu den Vorgängen sind in den unten ausgegebenen Tabellen aufgelistet. Darin sind die Dosier- und Entnahmevorgänge, Intervalle sowie zugehörige Messwerte und Konzentrationen in zeitlicher Sequenz wiedergegeben. - Alle Volumen- und Gewichtsangaben werden über die jeweilige Dichte stets in Masse umgerechnet. - Der CMC-Wert wird durch Interpolation über die Werte oder deren Differenzenquotienten ermittelt; er fällt eher selten mit dem Minimalwert der Oberflächenspannung zusammen. Ein Unterschied von CMC und der Konzentration bei $\gamma_{min.}$ ist korrekt. Die alternative CMC-Bestimmung verwendet den Nulldurchgang von ΔΓ/Δc. In Ausnahmefällen - und wenn lediglich wenige Messwerte vorliegen - wird noch die traditionelle (bei nicht 100% reinen Tensiden sehr unsichere) Extrapolationsmethode angewandt.



*Das Diagramm **CMC-Chart** fasst das Ergebnis der Messung durch die Abbildung der Oberflächenspannung gegen die Konzentration zusammen. Die Kreismarken stellen die jeweiligen (Mittel-)Werte der Oberflächenspannung dar; die umgebenden feinen Linien bilden den Bereich der Messunsicherheit ab. Die dickere Linie markiert den relativen Verlauf des Differenzenquotienten; die waagerechte Linie stellt den Nullbezug der Differenzenquotienten dar; die ansteigende Linie bildet die Summenfunktion von Γ ab. Der senkrechte Balken markiert die CMC. Die beiden am Anfang und Ende mit senkrechten Strichen eingezeichneten Geraden zeigen den Verlauf der Adsorptions- bzw. Sättigungsbereiche, deren Gleichungen und Konzentrationsspannweiten angegeben werden können.*



*Das Diagramm **CMC-Plot / Molar2** stellt neben dem Verlauf der Oberflächenspannung und des Differenzenquotienten noch die Gleichgewichts-geschwindigkeit ('v') und den Kontaktwinkel ('Q') mit Bezug auf die molare Konzentration dar. Der Anfangswert der Oberflächenspannung ist als waagerechte, gestichelte Linie (blau) eingezeichnet (g°); In der Legende des Diagramms sind die entsprechenden Eckwerte ausgegeben - die Skalierung von v und Q ist nicht auf die Y-Achse zu beziehen. der Ausgangswert von v und Q vor der Dosierung ist jeweils in Form dreier waagerechter Linien gezeichnet (v°, Q°). Diese geben Mittelwert und Standardabweichung aus der Bestimmung vor dem Dosierbeginn an - der Verlauf des dick gezeichneten Graphen in gleicher Farbe stellt die Entwicklung der Größe im Konzentrationsverlauf dar. Neben der Indikation der CMC als senkrechter Strich, zeigt die blaue Bake die 'Effizienz' an (g°-20). Das ist diejenige Tensidkonzentration, die den Ausgangswert um 20 Einheiten reduziert ('Rosen's Efficiency').*

Die **Haupttabelle** schlüsselt die Dosiervorgänge, *γ*-Messwerte und vorliegende Konzentrationen in der zeitlichen Abfolge auf:

Die erste Datenzeile der Tabelle enthält mit "-5,8 (5)" und "γ° 71,45 mN/m" die Angabe über den Ausgangswert der Oberflächenspannung. Die Einträge bedeuten, dass der Ausgangswert der Mittelwert aus fünf Einzelmessungen ist und im Mittel 5,8 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde. Die Zeile 2. bedeutet den Vorgang einer Entnahme; 0,0499 Gramm der Lösung (rel. Unsicherheit 6,0%) wurden 38,6 Minuten nach Start der Messung entfernt usw. Art und Zustandekommen der γ-Messwerte wird in den weiter unten folgenden Tabellen detailliert beschrieben.

N°	Δm	u_m%	$t_{\Delta c}$	Δt_γ	$\bar{\gamma}$	c	u_c%	m/m	.
1.	---	---	---	-5,8 (5)	71,45	0	0	<50,00 cm³>	
2.	-0,0499	6,0%	38,6	---	---	0	0 ¬	<49,95 cm³>	
3.	0,0498	6,0%	38,7	6,7 (4)	70,98	0,000087	5,7%	87ppb	
4.	-0,3267	0,94%	51,9	---	---	0,000087	5,7% ¬	<49,67 cm³>	
5.	0,3267	0,95%	52,0	2,6	69,81	0,000658	0,94%	0,66ppm	
6.	-0,5227	0,59%	55,9	---	---	0,000658	0,94% ¬	<49,48 cm³>	
7.	0,5227	0,61%	56,0	2,6	69,18	0,001566	4,4‰	1,6ppm	
8.	-0,8364	3,8‰	59,9	---	---	0,001566	4,4‰ ¬	<49,16 cm³>	
9.	0,8363	4,0‰	60,0	2,5	68,38	0,003002	2,4‰	3,0ppm	
10.	-1,3382	2,4‰	63,7	---	---	0,003002	2,4‰ ¬	<48,66 cm³>	
11.	1,3382	2,6‰	63,8	2,9	67,43	0,005262	1,6‰	5,3ppm	
12.	-2,1411	1,6‰	67,8	---	---	0,005262	1,6‰ ¬	<47,85 cm³>	
13.	2,1410	1,8‰	67,9	2,8	66,28	0,00878	1,4‰	8,8ppm	
14.	-3,4258	1,1‰	72,0	---	---	0,00878	1,4‰ ¬	<46,56 cm³>	
15.	3,4257	1,3‰	72,1	2,8	64,94	0,01417	1,7‰	14ppm	
16.	-0,1595	1,9%	76,4	---	---	0,01417	1,7‰ ¬	<49,84 cm³>	
17.	0,1595	1,9%	76,5	2,7	61,86	0,0232	0,64% (b)	23ppm	
18.	-0,2552	1,2%	80,5	---	---	0,0232	0,64% ¬	<49,74 cm³>	
19.	0,2552	1,2%	80,6	2,9	60,05	0,0377	0,53% (b)	38ppm	
20.	-0,4084	0,75%	84,9	---	---	0,0377	0,53% ¬	<49,59 cm³>	
21.	0,4084	0,77%	84,9	2,9	57,78	0,0607	3,8‰ (b)	61ppm	
22.	-0,6534	4,8‰	89,4	---	---	0,0607	3,8‰ ¬	<49,34 cm³>	
23.	0,6534	5,0‰	89,4	3,1	54,87	0,0973	2,6‰ (b)	98ppm	
24.	-1,0455	3,1‰	93,9	---	---	0,0973	2,6‰ ¬	<48,95 cm³>	
25.	1,0454	3,3‰	94,0	3,0	51,22	0,1550	1,8‰ (b)	0,16‰	
26.	-1,6728	2,0‰	98,4	---	---	0,1550	1,8‰ ¬	<48,32 cm³>	
27.	1,6727	2,2‰	98,5	3,1	46,91	0,2454	1,6‰ (b)	0,25‰	
28.	-2,6765	1,3‰	103,0	---	---	0,2454	1,6‰ ¬	<47,31 cm³>	
29.	2,6763	1,5‰	103,1	3,0	42,66	0,3852	1,7‰ (b)	0,39‰	
30.	-4,2824	0,90‰	107,5	---	---	0,3852	1,7‰ ¬	<45,70 cm³>	
31.	4,2821	1,1‰	107,6	2,8	37,28	0,597	2,0‰ (b)	0,60‰	
32.	-0,1595	1,9%	111,9	---	---	0,597	2,0‰ ¬	<49,84 cm³>	
33.	0,1595	1,9%	112,0	2,7	32,74	0,912	0,58% (c)	0,91‰	
34.	-0,1595	1,9%	116,1	---	---	0,912	0,58% ¬	<49,83 cm³>	
35.	0,1595	1,9%	116,2	2,9	29,25	1,227	0,60% (c)	1,2‰	
36.	-0,1596	1,9%	120,4	---	---	1,227	0,60% ¬	<49,83 cm³>	
37.	0,1595	1,9%	120,5	2,7	26,85	1,5400	0,59% (c)	1,5‰	
38.	-0,1596	1,9%	124,8	---	---	1,5400	0,59% ¬	<49,83 cm³>	
39.	0,1595	1,9%	124,8	2,9	25,69	1,85	0,56% (c)	1,9‰	
40.	-0,1596	1,9%	129,3	---	---	1,85	0,56% ¬	<49,83 cm³>	
41.	0,1595	1,9%	129,3	2,8	28,43	2,16	0,54% (c)	2,2‰	
42.	-0,1596	1,9%	133,7	---	---	2,16	0,54% ¬	<49,82 cm³>	
43.	0,1595	1,9%	133,7	8,4 (5)	34,45	2,47	0,51% (c)	2,5‰	
44.	-0,1596	1,9%	149,2	---	---	2,47	0,51% ¬	<49,82 cm³>	
45.	0,1595	1,9%	149,2	2,7	35,75	2,78	4,9‰ (c)	2,8‰	
46.	-0,1596	1,9%	153,3	---	---	2,78	4,9‰ ¬	<49,82 cm³>	
47.	0,1595	1,9%	153,4	2,7	36,23	3,09	4,8‰ (c)	3,1‰	
48.	-0,1596	1,9%	157,5	---	---	3,09	4,8‰ ¬	<49,82 cm³>	
49.	0,1595	1,9%	157,6	2,8	36,43	3,40	4,6‰ (c)	3,4‰	
50.	-0,1596	1,9%	161,7	---	---	3,40	4,6‰ ¬	<49,82 cm³>	
51.	0,1595	1,9%	161,8	2,7	36,53	3,71	4,4‰ (c)	3,7‰	
52.	-0,1596	1,9%	166,0	---	---	3,71	4,4‰ ¬	<49,81 cm³>	
53.	0,1595	1,9%	166,1	2,7	36,58	4,01	4,3‰ (c)	4,0‰	
54.	-0,2554	1,2%	170,2	---	---	4,01	4,3‰ ¬	<49,72 cm³>	
55.	0,2552	1,2%	170,2	3,0	36,58	4,50	4,0‰ (c)	4,5‰	
56.	-0,4086	0,75%	174,7	---	---	4,50	4,0‰ ¬	<49,56 cm³>	
57.	0,4084	0,77%	174,7	2,8	36,57	5,28	3,5‰ (c)	0,53%	
58.	-0,6539	4,8‰	178,9	---	---	5,28	3,5‰ ¬	<49,31 cm³>	
59.	0,6534	5,0‰	178,9	3,0	36,49	6,51	3,0‰ (c)	0,65%	
60.	-1,0464	3,1‰	184,1	---	---	6,51	3,0‰ ¬	<48,90 cm³>	
61.	1,0454	3,3‰	184,2	2,8	36,32	8,46	2,5‰ (c)	0,85%	
62.	-1,0467	3,1‰	189,1	---	---	8,46	2,5‰ ¬	<48,89 cm³>	
63.	1,0454	3,3‰	189,2	2,8	36,15	10,36	2,3‰ (c)	1,0%	
64.	-25,7813	0,24‰	194,9	---	---	10,36	2,3‰ ¬	<24,10 cm³>	
65.	25,7434	0,24‰	195,7	11,0 (5)	33,04	5,00	4,7‰ (d)	0,50%	

Die Spalten der Tabelle zeigen von links nach rechts die folgenden Inhalte: (1. N°) ist die Zeilennummer, (2. Δm) die jeweilige Dosier- oder Entnahmemasse in Gramm, (3. u_m%) die zugehörige relative Massenunsicherheit, die aus der ursprünglich angegebenen absoluten Unsicherheit berechnet ist. (4. $t_{\Delta c}$) ist die Zeitpunktsmitte in Minuten der Konzentrationsänderung in Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte (5. Δt_γ) gibt

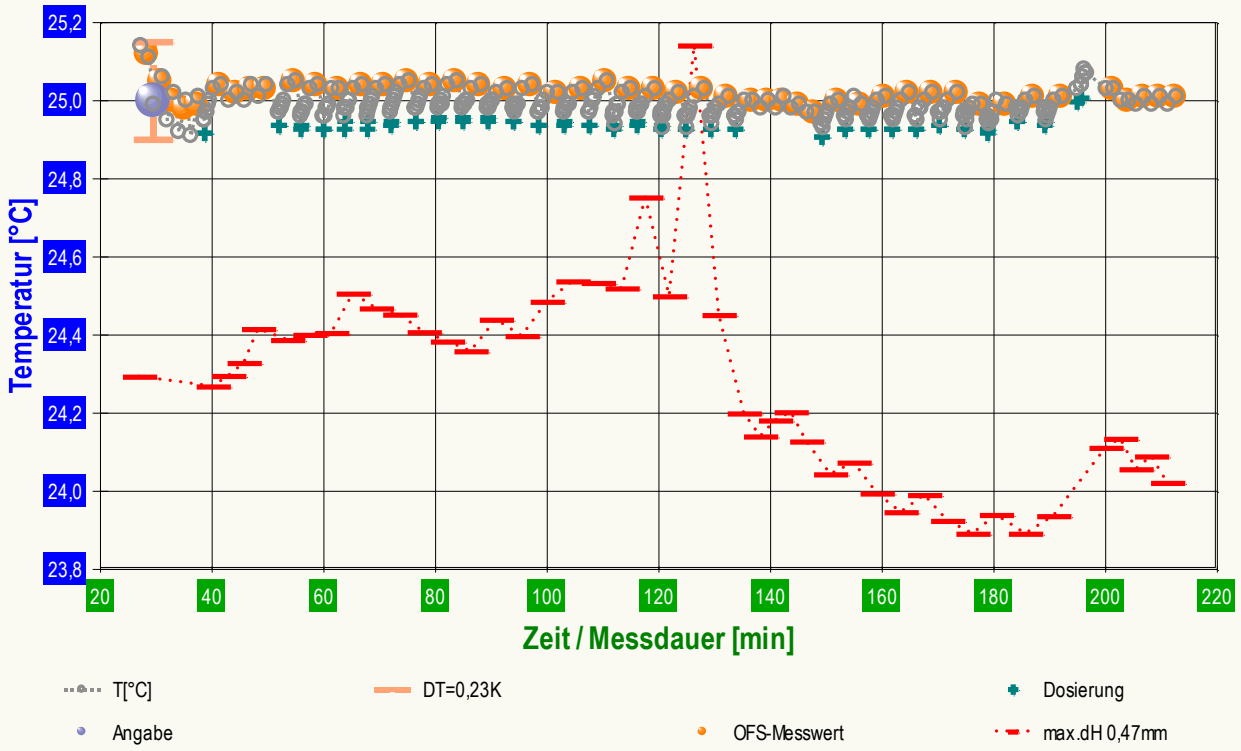
die Dauer in Minuten zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an. In der Spalte (6.`γ) wird der gemessene (Mittel-)Wert der Oberflächenspannung in der Einheit [mN/m] angegeben; weiter, die ideale Konzentration (7. c); 'ideal' meint die Konzentration, die sich aus den Massen und Volumina (per Dichten der Datenvorgaben) ergibt. Die Stellenzahl ist formatiert nach der beigeordneten relativen Unsicherheit (8. ±%), die aus der Fehlerfortpflanzung der individuellen Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben angegeben wurden, ermittelt ist [die Konzentrationsunsicherheit nimmt mit relativ großen Dosierungen ab - relativ zum Fehler]. Falls verschiedene Konzentrationen dosiert wurden oder gravimetrische und volumetrische Operationen ***gemischt*** *auftreten, wird der jeweilige Konzentrationsindex angegeben und mit 'm' für Masse-, 'w' für Gewicht- und 'v' für Volumen-Operationen gekennzeichnet. Gewichts- bzw. Wägewerte ('w') werden über Flüssigkeits-, Luft- und Kalibriergewichtdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt zur Orientierung die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis* ***(m/m)*** *an.*
Besonderheiten: *Spalte 5 Δt_v, dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern, wieviele Messungen dazu stattfanden. - `γ gibt Mittelwerte an (Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im Abschnitt, der sich den Einzeldaten widmet). Sofern danach, d.h. in der Dosierphase, mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden Mittelwerte in dieser Art angegeben.*
Bearbeitungshinweis: *Die Art der Zeitangabe ist so gestaltet, damit es einfach wird, ablesen zu können, ob eine 'korrekte' Zeitspanne zwischen Dosierung und Messung eingehalten wurde. Aus den Datentabellen können Informationen gewonnen werden, die nicht im Schema ausgewertet werden. Die Zahlenkolonnen in den Tabellen sind durch TAB-Zeichen separiert. So können Sie die Tabellen einfach über die Zwischenablage kopieren und z.B. in Excel einfügen und dort weiterbearbeiten. Die nicht- tabellierten Daten in den Diagrammen können Sie über den Grafik-Editor in die Zwischenablage kopieren, wobei die jeweiligen Spaltentitel ebenfalls enthalten sind. -- Bitte bei genauer Untersuchung der Ergebnisse zu beachten: Als 'Gewicht' gegebene Vorlage-, Dosier- oder Entnahmemengen werden bei der Bilanzierung durchweg in 'Wahre-Massen' (OIML) umgerechnet.*

Einzelheiten über die Messung der Oberflächenspannung

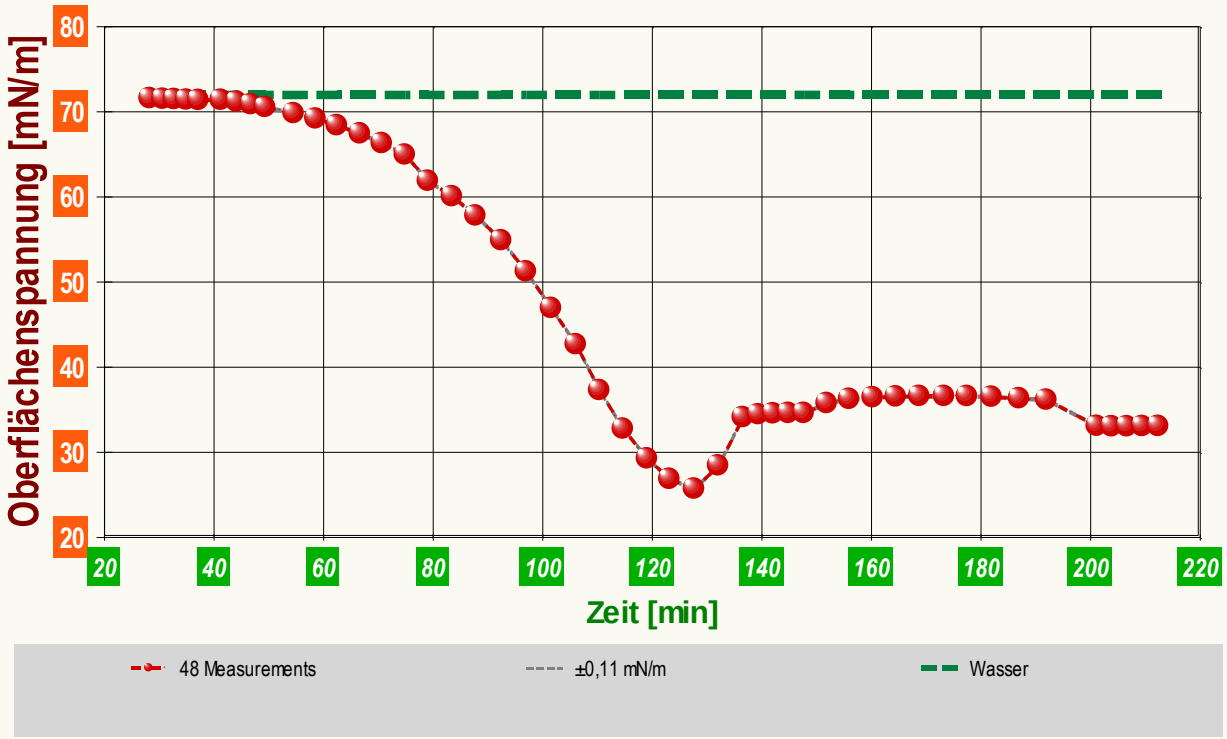
• 3. ===== Übersicht, Temperatur ======

Die Oberflächenspannung wurde 48 Mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs vier Stunden; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum nicht immer isotherm bei 25°C. Die Streuung als rel. Standardabweichung der den Messwerten zugeordneten Temperatur beträgt 0,77‰ (Mittelw.: 25,02±0,02°C)

Die Angabe des 'Temperaturverlaufs' stellt die während der Messung registrierten Temperaturwerte dar (Maximalwert: 25,14°C, Minimalwert: 24,91°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.



Im Diagramm "Temperatur- u. Ereignisprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Zeitachse beginnt mit dem Startzeitpunkt dieser Messung. -- Die Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen die einzelnen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung jeweiliger Messwerte der Oberflächenspannung. Eine kugelförmige Markierung gibt den Zeit/Temperatur-Angabewert der Messung an. Waagerechte Striche geben den relativen Verlauf des Flüssigkeitspegels (Niveauhöhe) im Messgefäß an. Dieser wurde durch jeweilige Bezugshöhenbestimmungen 44 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied beträgt 0,468 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen z.B. durch Dosierungen, Verdunstung, Absorption, Temperaturänderungen oder Entspannung des Randwinkels am Gefäß anzuzeigen. - Die '+'-Zeichen markieren jeweilige Dosier- und Entnahme-Zeitpunkte mit relativer Temperatur des dosierten Stoffes.



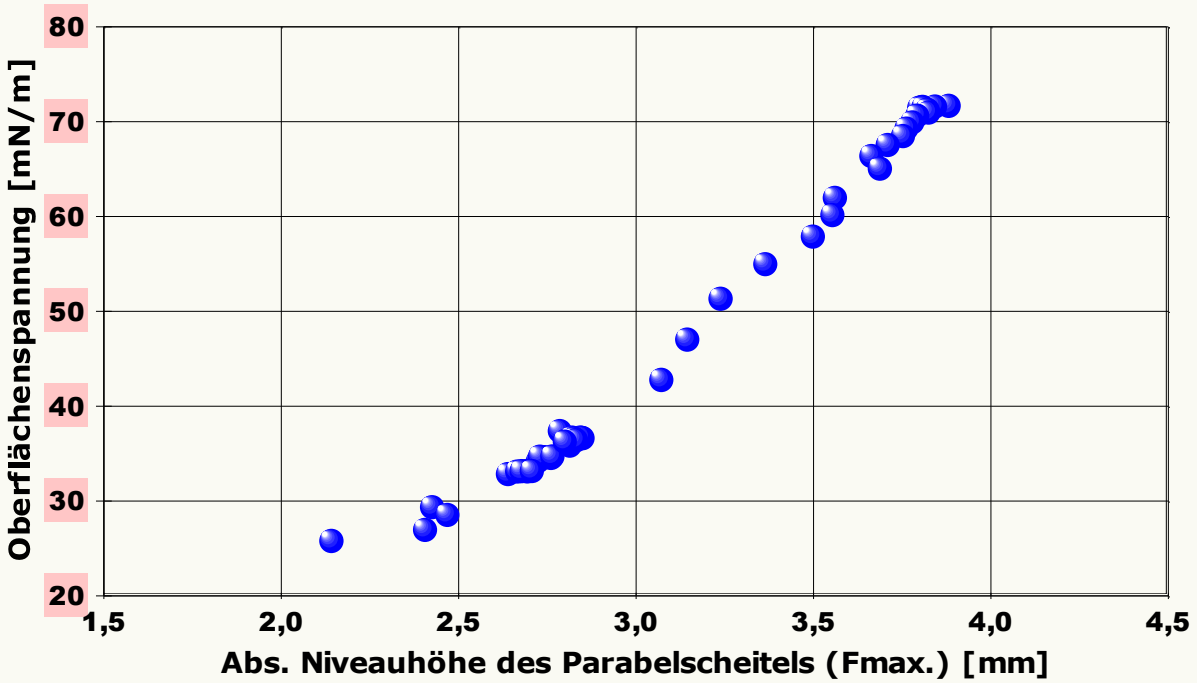
Im Diagramm "Zeit-Abhängigkeit" sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in der zeitlichen Reihenfolge eingetragen. Um die Messwerte ist der Unsicherheitsbereich eingezeichnet.

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

N°	*t* [min]	*T*[°C]	*γ*[mN/m]	*H*[mm]	$\tau_{rel.}$[s]	*Δρ*[g/cm³]
1.	28,3	25,12	71,56	3,88	39,3	0,9958
2.	30,7	25,05	71,49	3,85	36,7	0,9958
3.	32,8	25,00	71,45	3,81	31,4	0,9958
4.	35,0	24,98	71,39	3,81	37,9	0,9958
5.	37,2	24,99	71,36	3,80	36,6	0,9958
6.	41,3	25,04	71,37	3,81	39,7	0,9958
7.	44,2	25,02	71,16	3,82	39,8	0,9958
8.	46,8	25,03	70,86	3,83	35,7	0,9958
9.	49,4	25,03	70,53	3,80	36,2	0,9958
10.	54,6	25,05	69,81	3,78	37,2	0,9958
11.	58,6	25,04	69,18	3,77	33,6	0,9958
12.	62,5	25,03	68,38	3,76	36,0	0,9958
13.	66,7	25,04	67,43	3,71	46,8	0,9958
14.	70,7	25,04	66,28	3,67	45,3	0,9958
15.	74,9	25,05	64,94	3,69	47,9	0,9958
16.	79,1	25,04	61,86	3,56	36,9	0,9958
17.	83,5	25,05	60,05	3,56	47,7	0,9958
18.	87,8	25,04	57,78	3,50	55,6	0,9958
19.	92,5	25,03	54,87	3,37	47,4	0,9958
20.	97,0	25,04	51,22	3,24	44,2	0,9959
21.	101,6	25,02	46,91	3,15	58,6	0,9959
22.	106,1	25,03	42,66	3,07	48,3	0,9959
23.	110,4	25,05	37,28	2,79	40,9	0,9959
24.	114,7	25,03	32,74	2,64	41,5	0,9960
25.	119,1	25,03	29,25	2,43	35,0	0,9960
26.	123,2	25,02	26,85	2,41	38,0	0,9960
27.	127,7	25,03	25,69	2,14	35,0	0,9961
28.	132,1	25,01	28,43	2,47	40,4	0,9961
29.	136,6	25,00	34,10	2,73	40,1	0,9962
30.	139,4	25,00	34,43	2,76	37,9	0,9962
31.	142,1	25,00	34,53	2,75	37,6	0,9962
32.	144,9	24,99	34,58	2,73	35,3	0,9962
33.	147,7	24,97	34,59	2,77	37,6	0,9962
34.	151,9	25,00	35,75	2,82	37,0	0,9962
35.	156,0	24,99	36,23	2,80	33,2	0,9963
36.	160,3	25,01	36,43	2,83	35,6	0,9963

37.	164,5	25,02	36,53	2,85	32,9	0,9963
38.	168,8	25,02	36,58	2,82	33,1	0,9964
39.	173,3	25,02	36,58	2,85	47,3	0,9965
40.	177,5	24,99	36,57	2,85	39,9	0,9966
41.	182,0	24,99	36,49	2,83	36,2	0,9967
42.	187,0	25,01	36,32	2,83	37,1	0,9970
43.	192,0	25,01	36,15	2,80	33,9	0,9973
44.	201,2	25,03	33,07	2,70	33,0	0,9965
45.	203,9	25,00	33,01	2,67	38,4	0,9965
46.	206,7	25,01	33,02	2,70	38,3	0,9965
47.	209,5	25,01	33,04	2,68	36,1	0,9965
48.	212,4	25,01	33,06	2,71	37,6	0,9965

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



*Das Chart "Lamellenhöhe" stellt die Oberflächenspannung in einen Zusammenhang mit der 'Lamellenhöhe' im Punkt der maximalen Kraft. Die Abhängigkeit ist in der Regel proportional. Größere Streuungen zeigen eine unruhige Umgebung oder ungeeignete Ermittlungseinstellungen der Grenzflächenlage an; systematische Änderungen deuten auf Effekte wie die Bildung einer 'Oberflächenhaut' hin. **Bearbeitungshinweis** Es ist zu beachten, dass die Nullniveaulage von oben als auch von unten kommend (als auch willkürlich) im Messprogramm bestimmt werden kann. Vergleiche also nur bei gleichem Modus!*

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

Berechnung: Harkins & Jordan (Originaltabellen).
Messring: Ring N°3 (PtIr-III), mittlerer Ringradius *R* =9,576 mm, Drahtradius *r* =0,185 mm - ohne Verwendung eines Korrekturfaktors. linearer Ausdehnungskoeffizient *α* $=8{,}9\cdot10^{-6}K^{-1}$, Innendurchmesser des Messgefäßes *D* =43 mm.
Zur Vorlagensubstanz: Dichte *ρ* =0,997048 g/cm³ (bei 25,02°C); die Dichtedifferenz *Δρ* wird zur jeweiligen Temperatur mit der Referenzfunktion berechnet, wobei das Mischungsverhältnis der Komponenten und die sich daraus ergebende Dichte - idealer Mischungen - ebenfalls berücksichtigt ist.

*Die geometrischen Angaben zum Messkörper beziehen sich auf 25°C; nur die wiedergegebenen Messkörperdaten werden in der Berechnung eingesetzt. Für einen Wertevergleich zu Resultaten der einfacheren Behelfsrechnungen (z.B. Zuidema & Waters) kann der entsprechende Algorithmus eingestellt werden. Von der Flüssigkeitsdichte wird stets die zur Messung angegebene Dichte der Luft abgezogen. Die Berechnung der jeweiligen Dichte ρ erfolgte aus den vorhandenen Referenzdaten (Wasser) automatisch. Für die Dichte wird die Gleichung '**ρ** [g/cm³]= (6.5592063E-05·[°C]^5 - 1.1225639E-02·[°C]^4+1.0026530·[°C]^3-90.968893·[°C]^2 + 679.48991·[°C] + 9998425.9)/1E7' verwendet. **Bearbeitungshinweis**: Wenn dies nicht gewünscht ist, also mit einem Festwert gerechnet werden soll, wäre 'Wasser' z.B. in 'Wasser-Lot. xyz' umzubenennen und im Datenblatt ein entsprechender Wert anzugeben. Die Dichteänderung mit der Dosierung wird auf der Basis idealer Mischungen berechnet. Sollte mit den Dosierschritten die automatische Dichteberechnung der Mischung nicht erfolgen, sind die Zugaben als 'unlöslicher Stoff' zu kennzeichnen. .*

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

N°	$F_{max.}$[mN]	$F_{bz.}$[mN]	f_k	v_z[mm·s^{-1}]	⊗[mm]	$t_{\otimes}$[s]	ΩK
1.	9,1364	-0,0794	0,9370 h	0,0171	-	-	¹pS
2.	9,1331	-0,0745	0,9369 h	0,017	-	-	¹pS
3.	9,1311	-0,0716	0,9369 h	0,0184	-	-	¹pS
4.	9,1209	-0,0745	0,9368 h	0,019	-	-	¹pS
5.	9,1206	-0,0706	0,9368 h	0,0184	-	-	¹pS
6.	9,1326	-0,0598	0,9368 h	0,0169	-	-	¹pS
7.	9,1141	-0,0530	0,9367 h	0,0169	-	-	¹pS
8.	9,0718	-0,0579	0,9365 h	0,0188	-	-	¹pS
9.	9,0434	-0,0461	0,9363 h	0,0186	-	-	¹pS
10.	8,9464	-0,0549	0,9358 h	0,0168	-	-	¹pS
11.	8,8824	-0,0451	0,9350 h	0,0186	-	-	¹pS
12.	8,7939	-0,0402	0,9340 h	0,0173	-	-	¹pS
13.	8,6739	-0,0451	0,9332 h	0,0164	-	-	¹pS
14.	8,5479	-0,0314	0,9322 h	0,0148	-	-	¹pS
15.	8,3903	-0,0294	0,9307 h	0,014	-	-	¹pS
16.	8,0268	-0,0255	0,9269 h	0,0143	-	-	¹pS
17.	7,8134	-0,0226	0,9246 h	0,0141	-	-	¹pS
18.	7,5417	-0,0186	0,9222 h	0,0112	-	-	¹pS
19.	7,1872	-0,0118	0,9197 h	0,0111	-	-	¹pS
20.	6,7519	-0,0059	0,9146 h	0,012	-	-	¹pS
21.	6,2265	0,0010	0,9092 h	0,0115	-	-	¹pS
22.	5,7149	0,0127	0,9028 h	0,0129	-	-	¹pS×
23.	5,0436	0,0127	0,8940 h	0,0129	-	-	¹pS
24.	4,4774	0,0196	0,8862 h	0,0127	-	-	¹pS
25.	4,0324	0,0196	0,8797 h	0,0164	-	-	¹pS
26.	3,7274	0,0235	0,8747 h	0,0164	-	-	¹pS
27.	3,5829	0,0275	0,8718 h	0,0164	-	-	¹pS
28.	3,9261	0,0206	0,8783 h	0,0154	-	-	¹pS
29.	4,6389	0,0078	0,8884 h	0,0179	-	-	¹pS
30.	4,6827	0,0088	0,8888 h	0,019	-	-	¹pS
31.	4,6960	0,0088	0,8890 h	0,0179	-	-	¹pS
32.	4,7018	0,0088	0,8891 h	0,019	-	-	¹pS
33.	4,7042	0,0098	0,8891 h	0,0179	-	-	¹pS
34.	4,8472	0,0078	0,8913 h	0,0181	-	-	¹pS
35.	4,9082	0,0078	0,8922 h	0,0188	-	-	¹pS
36.	4,9327	0,0078	0,8925 h	0,0175	-	-	¹pS
37.	4,9479	0,0108	0,8927 h	0,0189	-	-	¹pS
38.	4,9565	0,0127	0,8928 h	0,0174	-	-	¹pS
39.	4,9537	0,0098	0,8928 h	0,0152	-	-	¹pS
40.	5,0231	0,0804	0,8928 h	0,018	-	-	¹pS
41.	5,0572	0,1246	0,8926 h	0,0185	-	-	¹pS
42.	5,0982	0,1873	0,8923 h	0,0181	-	-	¹pS
43.	5,2312	0,3413	0,8920 h	0,0184	-	-	¹pS
44.	4,5206	0,0206	0,8869 h	0,0175	-	-	¹pS
45.	4,5152	0,0235	0,8867 h	0,0188	-	-	¹pS
46.	4,5154	0,0226	0,8867 h	0,0188	-	-	¹pS
47.	4,5202	0,0245	0,8868 h	0,0186	-	-	¹pS
48.	4,5231	0,0245	0,8868 h	0,0179	-	-	¹pS

*Zur Tabelle: **$F_{max.}$** gibt den der Berechnung zu Grunde liegenden, korrigierten Messwert der Maximalkraft an. Der Bezugswert **F_{bz}** wird ebenfalls angegeben und (ggf.) berechnet, indem der Bezugskraft-Messwert zeitlich vor der Messkurve um die Auftriebskraft und die Kontaktwinkel an den Haltestäben korrigiert wird. Der Korrekturfaktor **f_k**, mit welchem aus der Nettokraft die Oberflächenspannung berechnet wird, kann nach verschiedenen Algorithmen gebildet werden. Die Herkunft des Faktors **f_k** wird durch angehängte Zeichen markiert: **h** steht für (interpolierte) Werte aus den original Harkins und Jordan Tabellen ('‡' zeigt nicht interpolierbare Randlagen in der Tabelle an), **f** steht für die Tabellen nach Fox und Chrisman, **z** für Zuidema und Waters, **p** steht für den Petzoldt'schen IMETER-Iterationsalgorithmus, die korrekteste Berechung, sowie **w** für die unkorrigierte 'F/2U'-Berechnung des Näherungswertes. Mit **v_z** wird die Abzugsgeschwindigkeit angegeben, also die Geschwindigkeit, mit der Ring und Flüssigkeitsoberfläche zur Messung auseinander bewegt wurden. Falls während des Lamellenauszugs ein Bruch der Flüssigkeitslamelle auftrat, gibt **⊗** die Bruchhöhe und **$t_{\otimes}$** dafür den relativen Zeitpunkt an.*

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

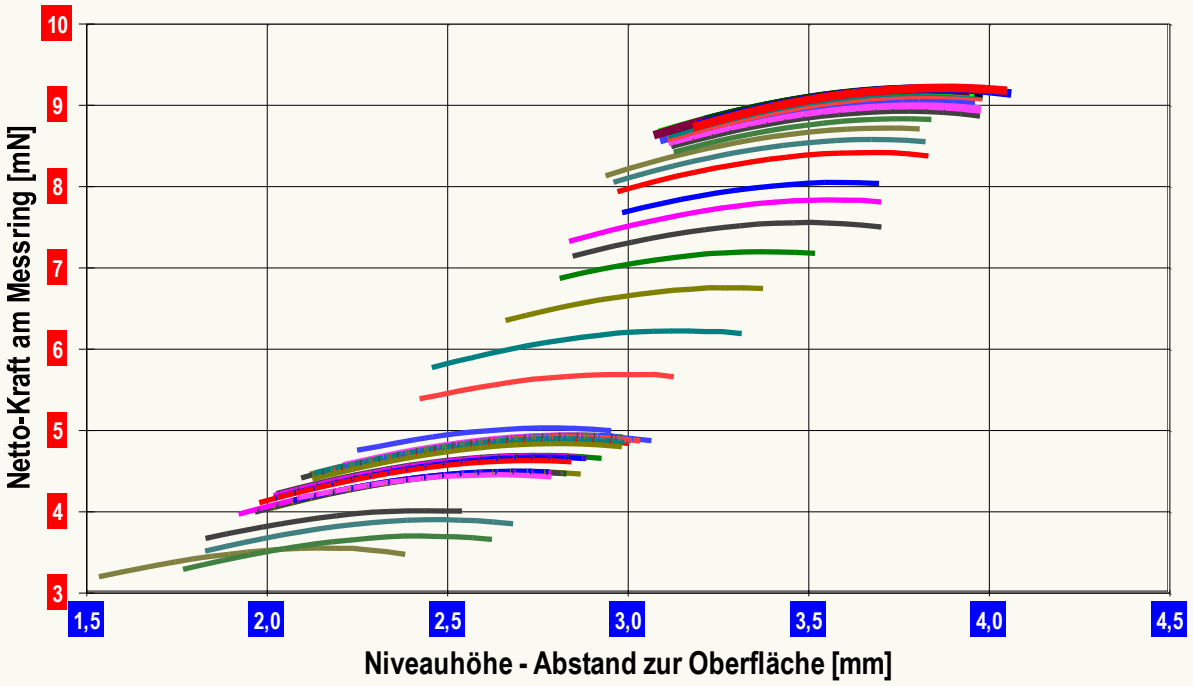
*DIN 53914 - zur Bestimmung der Oberflächenspannung - fordert für den Prüfbericht den Hinweis auf die Norm und einen Teil der hier gegebenen Angaben. Mit dem Hinweis auf den durchgängigen Einsatz des **Absolutverfahrens** gilt auch Konformität mit ASTM D 1331 und ISO 6889. Zusätzliche Angaben zu Art,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

N°	t_γ	c[g/L]	C[mMol]	γ	κ	%r.H.	v	Θ	$v_{rot.}$	H_0
1.	28,3	0	0	71,56	<3,3>	87,0	0,0171	26	5,38	0,151
2.	30,7	0	0	71,49	<2,7>	87,6	0,017	29	5,38	0,151
3.	32,8	0	0	71,45	<2,5>	87,3	0,0184	31	5,28	0,151
4.	35,0	0	0	71,39	<2,4>	86,9	0,019	28	5,28	0,151
5.	37,2	0	0	71,36	!2,4!	87,2	0,0184	30	5,18	0,151
6.	41,3	0,000087	3,02E-4	71,37	0	87,0	0,0169	37	5,18	0,141
7.	44,2	0,000087	3,02E-4	71,16	0	86,2	0,0169	40	5,20	0,151
8.	46,8	0,000087	3,02E-4	70,86	0	84,5	0,0188	37	5,10	0,163
9.	49,4	0,000087	3,02E-4	70,53	0,1	85,2	0,0186	43	5,20	0,196
10.	54,6	0,000658	2,28E-3	69,81	0,2	85,9	0,0168	37	5,20	0,185
11.	58,6	0,001566	5,43E-3	69,18	0,4	84,9	0,0186	41	5,20	0,190
12.	62,5	0,003002	0,0104	68,38	0,7	85,0	0,0173	43	5,20	0,192
13.	66,7	0,005262	0,0182	67,43	1,2	85,2	0,0164	39	5,20	0,230
14.	70,7	0,00878	0,0304	66,28	1,9	86,4	0,0148	45	5,20	0,216
15.	74,9	0,01417	0,0491	64,94	3,1	85,2	0,014	45	5,20	0,210
16.	79,1	0,0232	0,0804	61,86	5,1	85,6	0,0143	43	5,20	0,193
17.	83,5	0,0377	0,131	60,05	8,3	85,6	0,0141	43	5,20	0,184
18.	87,8	0,0607	0,210	57,78	13,2	86,2	0,0112	43	5,20	0,175
19.	92,5	0,0973	0,337	54,87	21,1	85,9	0,0111	44	5,20	0,205
20.	97,0	0,1550	0,537	51,22	33,9	85,1	0,012	44	5,20	0,189
21.	101,6	0,2454	0,851	46,91	53,4	85,3	0,0115	43	5,30	0,222
22.	106,1	0,3852	1,34	42,66	83,5	83,0	0,0129	46	5,30	0,242
23.	110,4	0,597	2,07	37,28	129	84,2	0,0129	37	5,30	0,240
24.	114,7	0,912	3,16	32,74	199,6	85,2	0,0127	35	5,30	0,235
25.	119,1	1,227	4,25	29,25	272,6	82,3	0,0164	22	5,30	0,322
26.	123,2	1,5400	5,34	26,85	344,6	81,6	0,0164	19	5,20	0,228
27.	127,7	1,85	6,41	25,69	416,6	82,6	0,0164	21	5,10	0,468
28.	132,1	2,16	7,49	28,43	484,6	83,2	0,0154	18	4,98	0,210
29.	136,6	2,47	8,56	34,10	541,6	84,5	0,0179	14	4,99	0,115
30.	139,4	2,47	8,56	34,43	548,6	85,2	0,019	16	4,98	0,093
31.	142,1	2,47	8,56	34,53	550,6	84,2	0,0179	16	5,08	0,109
32.	144,9	2,47	8,56	34,58	551,6	84,0	0,019	14	4,99	0,116
33.	147,7	2,47	8,56	34,59	552,6	84,3	0,0179	14	4,99	0,088
34.	151,9	2,78	9,64	35,75	577,6	84,9	0,0181	15	4,98	0,057
35.	156,0	3,09	10,7	36,23	603,6	85,0	0,0188	15	5,08	0,068
36.	160,3	3,40	11,8	36,43	630,6	84,8	0,0175	14	4,98	0,038
37.	164,5	3,71	12,9	36,53	656,6	84,7	0,0189	20	4,98	0,021
38.	168,8	4,01	13,9	36,58	683,6	85,2	0,0174	24	5,28	0,037
39.	173,3	4,50	15,6	36,58	722,6	84,7	0,0152	17	5,08	0,012
40.	177,5	5,28	18,3	36,57	784,6	85,5	0,018	82	5,18	0,000
41.	182,0	6,51	22,6	36,49	884,6	86,4	0,0185	112	5,38	0,018
42.	187,0	8,46	29,3	36,32	1044,6	85,6	0,0181	0	5,28	0,000
43.	192,0	10,36	35,9	36,15	1214,6	86,0	0,0184	0	5,28	0,017
44.	201,2	5,00	17,3	33,07	833,6	85,5	0,0175	16	5,50	0,082
45.	203,9	5,00	17,3	33,01	788,6	84,8	0,0188	20	5,48	0,091
46.	206,7	5,00	17,3	33,02	779,6	84,7	0,0188	17	5,28	0,062
47.	209,5	5,00	17,3	33,04	777,6	84,8	0,0186	21	5,08	0,074
48.	212,4	5,00	17,3	33,06	777,6	84,1	0,0179	x	5,08	0,049

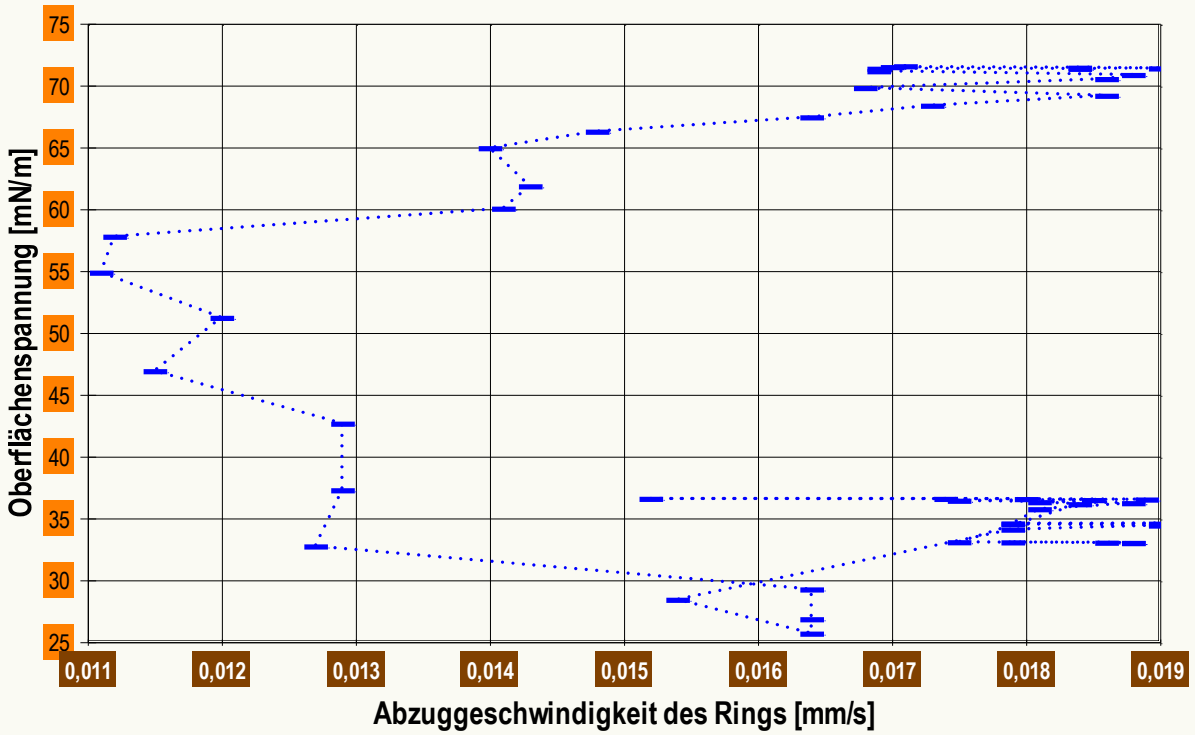
*Die Tabelle gibt zusätzlich ermittelte Daten aus und stellt sie in einen Zusammenhang -- **t_γ** ist der Zeitpunkt des OFS/GFS-Messwertes, **c** gibt die Konzentration in g/L **C** in mMol/L, **γ** ist die Tension, **κ** die Leitfähigkeit in µS/cm, **%r.H.** die relative Luftfeuchtigkeit v die 'Ringgeschwindigkeit' (z.B. vorgegeben oder - die sich durch die Grenzflächen-fluidität einstellt), **θ** ist der Kontaktwinkel am Gestänge (i.d.R an unbenetzter Oberfläche) **$v_{rot.}$** ist die Rührfrequenz und schließlich **H_0** ist die ermittelte Niveaulage der Flüssigkeitsoberfläche. Die Tabelle unterhalb bietet skalierte Werte der obigen Tabelle - speziell zur weiteren Verarbeitung in z.B. Excel - zu eigenen Diagrammen. **C** ist für elektrochemische Darstellungen in [$mMol^{1/2}$] umgerechnet, die Leitfähigkeit **Λ_μ** ist molar in **S·cm²/Mol** umgerechnet -- dabei wurde der Blindwert - der letzte Leitfähigkeitswert ohne Zugabe (mit !n! markiert) - jeweils vom Messwert abgezogen.. **γ** ist zwischen 0 und 100 skaliert, **%r.H.** von 0 bis 25, **v** von 20 bis 45, **θ** von 40 bis 65, **$v_{rot.}$** von 60 bis 85 und **H_0** von 80 bis 105.*

N°	t_γ	c[g/L]	C[$mMol^{1/2}$]	$\gamma_{r.}$	Λ_m	%r.H.$_{r.}$	$v_{\rho.}$	$\Theta_{r.}$	$v_{rot.r.}$	$H_{0r.}$
1.	41,3	0,000087	0,0174	100	0,00	25,0	38,4	48,3	69,6	87,5
2.	44,2	0,000087	0,0174	99,5	0,00	21,3	38,4	48,9	70,6	88,1
3.	46,8	0,000087	0,0174	98,9	0,00	13,4	44,4	48,3	65,8	88,7
4.	49,4	0,000087	0,0174	98,2	331	16,7	43,7	49,6	70,6	90,5
5.	54,6	0,000658	0,0477	96,6	87,7	19,9	38,0	48,3	70,6	89,9
6.	58,6	0,001566	0,0737	95,2	73,7	15,3	43,7	49,2	70,6	90,1
7.	62,5	0,003002	0,102	93,5	67,3	15,7	39,6	49,6	70,6	90,3
8.	66,7	0,005262	0,135	91,4	65,9	16,7	36,8	48,7	70,6	92,3
9.	70,7	0,00878	0,174	88,9	62,5	22,2	31,7	50,0	70,6	91,5
10.	74,9	0,01417	0,222	85,9	63,1	16,7	29,2	50,0	70,6	91,2
11.	79,1	0,0232	0,284	79,2	63,4	18,5	30,1	49,6	70,6	90,3
12.	83,5	0,0377	0,362	75,2	63,4	18,5	29,5	49,6	70,6	89,8

13.	87,8	0,0607	0,458	70,2	62,9	21,3	20,3	49,6	70,6	89,3
14.	92,5	0,0973	0,581	63,9	62,6	19,9	20,0	49,8	70,6	91,0
15.	97,0	0,1550	0,733	55,9	63,1	16,2	22,8	49,8	70,6	90,1
16.	101,6	0,2454	0,922	46,5	62,7	17,1	21,3	49,6	75,4	91,9
17.	106,1	0,3852	1,16	37,1	62,3	6,48	25,7	50,3	75,4	92,9
18.	110,4	0,597	1,44	25,4	62,3	12,0	25,7	48,3	75,4	92,8
19.	114,7	0,912	1,78	15,4	63,2	16,7	25,1	47,8	75,4	92,6
20.	119,1	1,227	2,06	7,79	64,1	3,24	36,8	44,9	75,4	97,2
21.	123,2	1,5400	2,31	2,54	64,5	0,00	36,8	44,2	70,6	92,2
22.	127,7	1,85	2,53	0,00	65,0	4,63	36,8	44,7	65,8	105
23.	132,1	2,16	2,74	6,00	64,7	7,41	33,6	44,0	60,0	91,2
24.	136,6	2,47	2,93	18,4	63,3	13,4	41,5	43,1	60,5	86,1
25.	139,4	2,47	2,93	19,1	64,1	16,7	45,0	43,6	60,0	85,0
26.	142,1	2,47	2,93	19,4	64,3	12,0	41,5	43,6	64,8	85,8
27.	144,9	2,47	2,93	19,5	64,4	11,1	45,0	43,1	60,5	86,2
28.	147,7	2,47	2,93	19,5	64,6	12,5	41,5	43,1	60,5	84,7
29.	151,9	2,78	3,10	22,0	59,9	15,3	42,2	43,3	60,0	83,0
30.	156,0	3,09	3,27	23,1	56,4	15,7	44,4	43,3	64,8	83,6
31.	160,3	3,40	3,44	23,5	53,4	14,8	40,3	43,1	60,0	82,0
32.	164,5	3,71	3,59	23,7	50,9	14,4	44,7	44,5	60,0	81,1
33.	168,8	4,01	3,73	23,8	49,2	16,7	39,9	45,4	74,4	82,0
34.	173,3	4,50	3,95	23,8	46,3	14,4	33,0	43,8	64,8	80,6
35.	177,5	5,28	4,28	23,8	42,9	18,1	41,8	58,3	69,6	80,0
36.	182,0	6,51	4,75	23,6	39,1	22,2	43,4	65,0	79,2	81,0
37.	187,0	8,46	5,41	23,3	35,7	18,5	42,2	40,0	74,4	80,0
38.	192,0	10,36	5,99	22,9	33,8	20,4	43,1	40,0	74,4	80,9
39.	201,2	5,00	4,16	16,2	48,2	18,1	40,3	43,6	85,0	84,4
40.	203,9	5,00	4,16	16,0	45,6	14,8	44,4	44,5	84,0	84,9
41.	206,7	5,00	4,16	16,0	45,1	14,4	44,4	43,8	74,4	83,3
42.	209,5	5,00	4,16	16,1	44,9	14,8	43,7	44,7	64,8	84,0



Im Diagramm "Messkurve(n)" werden die zu Grunde liegenden Messwerte als 'Messkraft' gegen 'Oberflächenabstand' dargestellt. Für die 48 Messkurven wird der korrigierte Sachverhalt bezüglich Kraft und Abstand von Ring und Flüssigkeitsoberfläche abgebildet. Qualität und Korrektheit zeichnen sich anhand glatter Kurvenzüge ab.



Das Chart "Geschwindigkeitsdiagramm" zeigt die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Messwerte je nach 'Beweggeschwindigkeit' des Rings an. Falls einer der Messmodi mit (quasi-)statischen Lamellenauszügen ausgeführt wurde (d.h. +/- stufenweiser Auszug von Gleichgewichtskraft zu Gleichgewichtskraft), dann können die resultierenden mittleren Geschwindigkeiten Effekte aufgrund anderer Eigenschaften wie Fluidität/Viskosität, Diffusionsvorgänge etc. zum Ausdruck bringen.

……

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

Geschwindigkeitsdiagramm

--- R E F E R E N Z	mN/m	A B W E I C H U N G	R E F. I D
1. o-Xylol[1]	29,75	---	ID172.9
2. DKD100[1]	29,62	-3,4‰	ID751.8
3. DKD-100BW[1]	29,6	-3,4‰	ID1014.1
4. DKD500[1]	30,08	+1,3%	ID783.9
5. 2-Nitropropan[1]	29,28	-1,3%	ID58.3
6. Pyrrolidin[1]	29,23	-1,7%	ID80.5
7. 1,2,4-Trimethylbenzol[1]	29,20	-1,7%	ID186.7
8. Pyrimidin[1]	30,33	+2,0%	ID67.0
9. jodmethan[1]	30,34	+2,0%	ID16.5

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) [1]Referenzwert für 25,02°C berechnet.

Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben. ***Bearbeitungshinweis****: Herkunft bzw. Richtigkeit der jeweiligen Referenzdaten sowie ggf. Zusatzinformationen können über den Vermerk zur Substanz in der Referenzdatenbank geprüft/geändert werden.*

……

Wägewerte *sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML);* ***Temperaturangaben*** *beziehen sich auf die Skala der ITS-90.*
Standardabweichungen: *Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s^2) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) Werte.*
Form und Informationsfülle *des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 9217, Datenbank imeterData23) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

……

Programm

Data createtd by execution of the IMPro ***"CMC-Methode-VP9100a"***, type 1/40. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt.

.....

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde zuletzt zwei Tage vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert. ***IMETER ID23903733***: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit*) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte*) 1,204 kg/m³; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec² für die Fallbeschleunigung*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.1.33, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

*): *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.*

.....

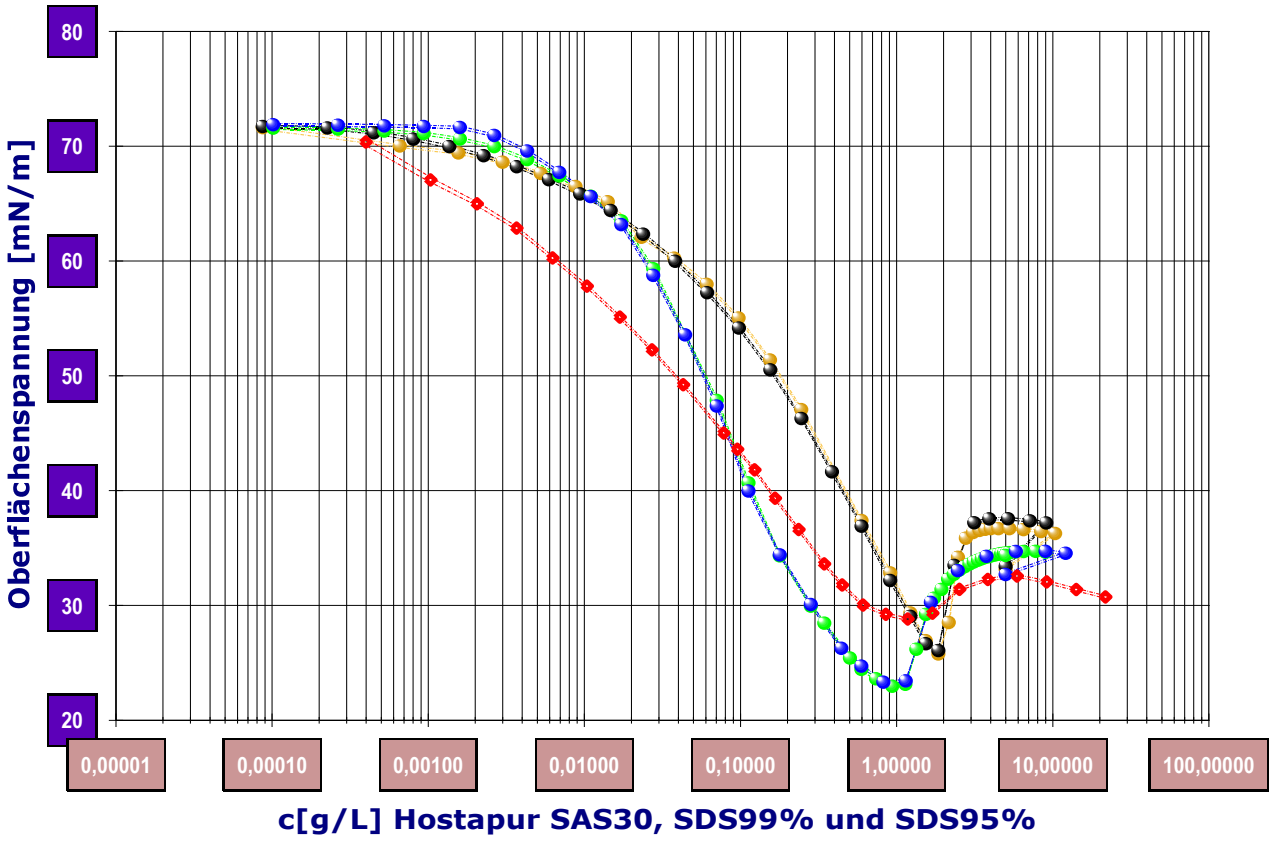
Report created by IMETER

(Der pH-Wert wurde nur einmalig bestimmt, da bei SDS keine zu erwarten sind. Bemerkenswert in der Untersuchungsreihe ist der hier geringere Abfall der Luftfeuchte, doch ein starker Effekt in der Nullniveaudetektion im Bereich der CMC; nach Rückverdünnung auf 0.5% fällt die Oberflächen-spannung weit ab, weit unter den zuerst bei dieser Konzentration gemessenen Wert.)

„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

Jeder, der Messreihen zusammenfasst, forscht, auswertet, QS-Statistiken führt etc., kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen. Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das spart Zeit, Geld und Nerven, gibt Sicherheit und fördert Entdeckungen.

Messumstände: Ringmethode, Messung im doppelwandigen Temperiergefäß; IMETER steuert im Messprogramm einen *Ministat*-Thermostaten (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg), das Magnetrührwerk sowie sechs exakt arbeitende Kolbenpumpen (*I-Pumpen*), außerdem ein angeschlossenes pH-Meter und ein Leitfähigkeitsmessgerät. -- Zur Messung werden 50mL reines Wasser in die Messzelle gepumpt. Dann wird fünfmalig die Oberflächenspannung des Wassers bestimmt. Dabei werden zugleich die Referenzwerte für die Geschwindigkeit *v* und den Kontaktwinkel *Q* und die anderen Bezugswerte bestimmt. Vor jeder Zudosierung wird jeweils zuerst das gleiche Volumen aus der Messzelle abgepumpt, dann die Wirkstofflösung dosiert. Nach zwei Minuten sachten Rührens werden die Effekte gemessen. Die Dosis wird anfangs exponentiell erhöht, damit in der logarithmischen Darstellung gleichverteilte Konzentrationsstufen auftreten. Es wurden drei zunehmend konzentrierte Lösungen dosiert. Und nach dem Erreichen der Wirkstoffkonzentration 1% wird die Lösung auf 0,5% herunter verdünnt und nochmals fünfmalig gemessen. Mehrmalige Messungen wurden bei der ersten Dosierung und bei der 43. (bei 0,25%) durchgeführt, um punktuell die Stabilität der Messwerte zu den einzelnen Konzentrationsstufen zu beobachten. - Die Steuerung von IMETER und die Intelligenz der Auswertung erlauben komplexe Messverfahren darzustellen und auszuwerten.



9209,10,16,17

Das Diagramm zeigt die Konzentrationsverläufe von je zwei Messungen an unterschiedlichen Qualitäten des Alkylsulfats und als zusätzlichen Vergleich ein sekundäres Alkylsulfonat. Schwarz und Ocker für 99%iges*, Blau und Grün für 95%iges** SDS und Rot für das sekundäre Alkylsulfonat***.

(*Lauryl Sulfate Approx. 99% GC, Sigma, L4509 ,**Sodium Dodecyl sulfate, Approx. 95%, L5750, ***Hostapur SAS30.)

IMETER

Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

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

©2016 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme
Verantwortung: Michael Breitwieser,
Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg
Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489
www.imeter.de

IMETER - Dienstleistungen:
www.imeter.de/adienstleistungen.html

Probieren Sie's einfach!