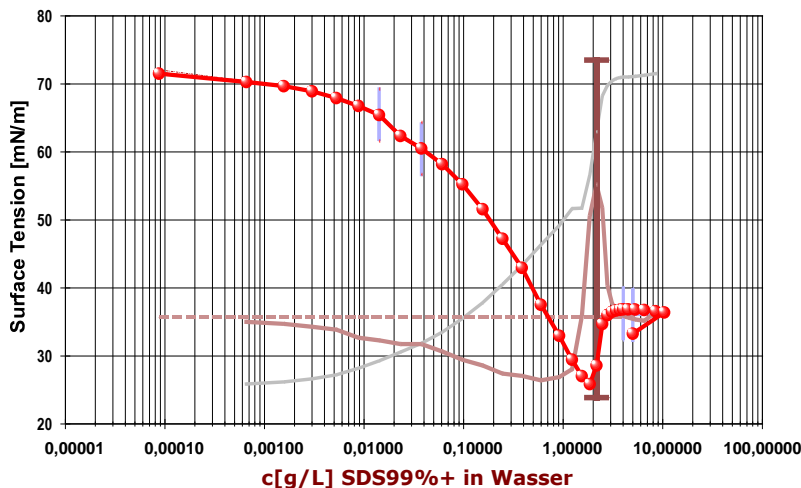


IMETER M1 – CMC - kritische Mizellenkonzentration
Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung

CMC von SDS

Sodium lauryl sulfate, Natriumlaurylsulfat, Na-Dodecylsulfat



Der automatisch erstellte Prüfbericht dokumentiert eine auf Forschungsfragen ausgerichtete CMC-Messung.

Simultan zur Messung der Oberflächenspannung wurden zusätzliche Kennzahlen beigemessen, die auf eine Änderung der Tensid-Konzentration reagieren können. So wurde unter anderem die elektrolytische Leitfähigkeit parallel mit der Oberflächenspannung gemessen und über die Konzentrationsänderungen beobachtet.

Die Indikation *der CMC* ist über die Änderung der Leitfähigkeit (konduktometrisch) bei ionischen Tensiden wie SDS möglich. Es stellte sich die Frage: **→Zeigen Oberflächenspannung und Leitfähigkeit den gleichen oder denselben oder einen anderen CMC-Wert an?**

Im Ablauf der Messung wird bei einer bestimmten Konzentration die Oberflächenspannung 4x wiederholt gemessen (**→ob Werte bei der CMC zeitlich stabil sind?**) und nach dem Erreichen der Endkonzentration erfolgt eine Rückverdünnung der Probe auf eine bereits zuvor bestimmte Konzentration (**→Gleiche Konzentration gleiche Oberflächenspannung? Gleiche Flüssigkeit?**).

Im Anschluss an den unten abgedruckten Prüfbericht werden die aufgeworfenen Fragen behandelt.



©2024 IMETER - MessSysteme
Tel. (+49)(0) 821/706450

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

Das Dokument zeigt einen automatischen IMETER-Prüfbericht. 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 Modellersprache, 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, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Ergebnisdarstellung automatisiert ist.

IMETER ist für die Zusammenarbeit mit ML-KI-Tools zur Analyse komplexerer Datenlagen prädestiniert. Durch den Einsatz von Zufalls-Reihenfolgen und variierenden Stellgrößen (z.B. Geschwindigkeit, Pausenzeiten ...) können aus unübersichtlichen Zusammenhängen, Stoffeigenschaften mit relativ wenigen Messungen abgeleitet werden. – Oder, denkbar, man lässt sich das IMPro (=Messprogramm) durch eine KI vorschlagen?

IMETER - intelligenter messen.



IMETER V.5.5 rev.231

automatic Report (4BC0D4116312B), IMETER / MSB Breitwieser, Augsburg, 03. Jul 24

ID N° 9217 - Surface Tension / CMC

SDS - multisensorische CMC-Bestimmung - und Tests

Material: "Sodium dodecyl sulfate, for molecular biology, approx. 99%. Molecular biology tested", Sigma-Aldrich, Batch #078K0102. - Elektr. Leitfähigkeit, rel. Feuchte, 'natürliche' Geschw., Kontaktwinkel, Rührerdrehzahl, Pegelveränderung mit Reprotests.

Determination: **CMC-Measurement in 'Wasser'**

Result: **CMC_{25,02°C} = 2,16 g/L, γ_{CMC} = 29,7 mN/m**

Report

Automatisch generierter Bericht mit Erklärungen. Diese sind formatiert wie dieser Text.

• 1. Eigenschaft und Methode

Die Oberflächenspannung γ ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die zwischenmolekularen Anziehungskräfte ausdrückt. Die Einheit 'mN/m' (Kraft pro Länge bzw. 'mJ/m²', Arbeit pro Fläche) bedeutet eine reversible Energiemenge, die aufzuwenden ist, um 1 m² neue Oberfläche zu

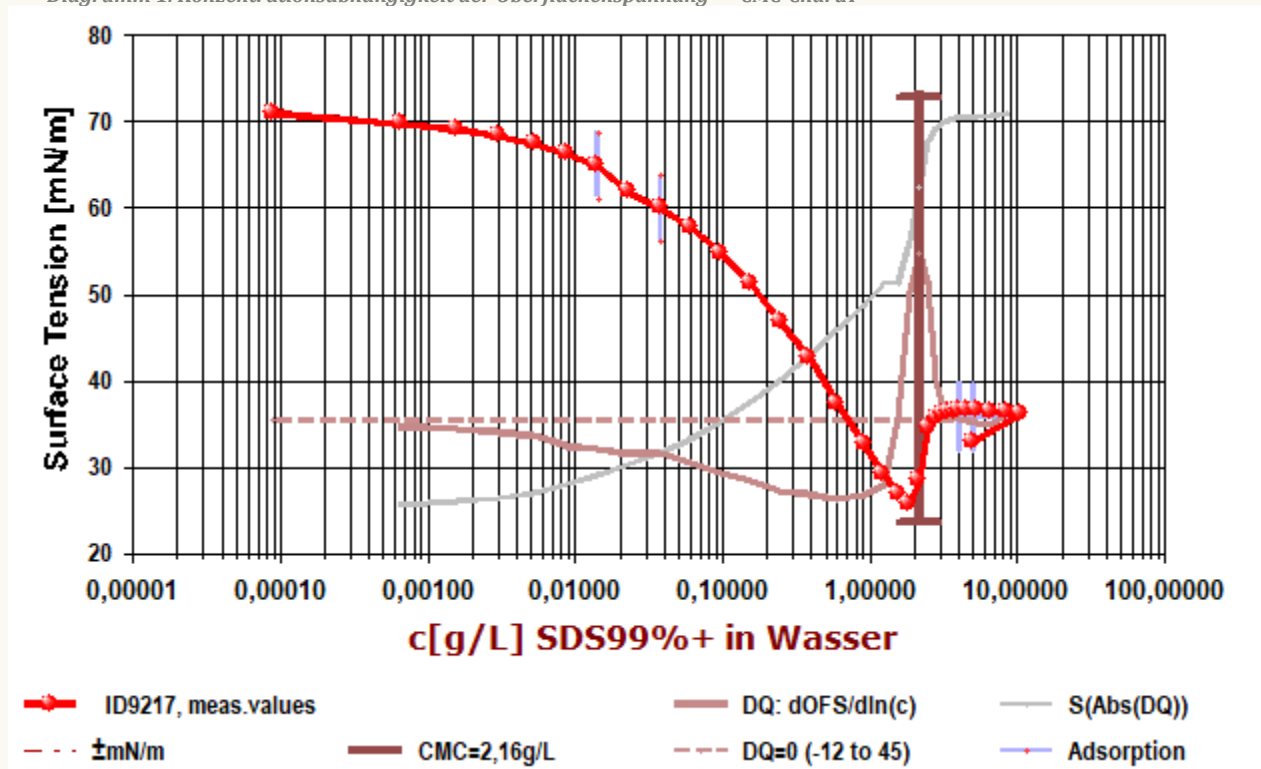
schaffen bzw. die freigesetzt wird, wenn Oberfläche (z.B. durch Vereinigung von Tröpfchen) verschwindet. Das Augenscheinliche der Eigenschaft Oberflächenspannung besteht in der mehr oder weniger leichten Verformbarkeit der flüssigen Oberfläche. Die hier zur Messung angewandte *Ringmethode* beruht auf Kraftmessung bei *Deformation der Oberfläche*: Ein waagerechter Drahring wird in die Flüssigkeit getaucht und herausgehoben. Beim Herausziehen wächst die Zugkraft durch die angehobene Flüssigkeitsmenge und nimmt einen parabelförmigen Verlauf an. Entscheidend ist die im Parabelscheitel vorliegende Maximalkraft. Sie entspricht im Verhältnis zum Ringumfang der Oberflächenspannung. Als Gegenkraft wirkt unter der Fallbeschleunigung das gehobene Flüssigkeitsgewicht - mithin die Dichtedifferenz $\Delta\rho$ zwischen Probe und Luft bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert wird auf den Wert der Maximalkraft ein Korrekturfaktor f_k angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, benannt nach ihren Entwicklern. Zu bevorzugen ist die Berechnung nach *Young-Laplace-Petzoldt* oder *Harkins & Jordan*, d.h. die Verwendung der klassischen Korrekturtabellen - auf der auch andere Algorithmen beruhen. Weiterhin zur Berechnung - um kleine Abweichungen zu korrigieren, die auf der Unvollkommenheit der Ringgeometrie beruhen - wird ggf. ein Kalibrierfaktor f_c durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben.

Angewandtes Verfahren und Ergebnisberechnung: Im Messgefäß wird eine bestimmte Menge des Lösemittels (Wasser) vorgelegt und temperiert. Zuerst wird die Oberflächenspannung des Lösemittels bestimmt, um den Ausgangszustand sicherzustellen. Dann wird die (oft) verdünnte Lösung der grenzflächenaktive Substanz (ein Tensid oder eine Präparation) zudosiert und eingemischt. Nach jeder Zugabe wird die Oberflächenspannung gemessen, die mit steigender Konzentration in der Regel abfällt. - Die Messung ermittelt aus der Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Dosis eine bestimmte kritische Konzentration, die 'CMC' (*kritische Mizellenkonzentration*), bei der un stetige 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 globuläre, 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 besonders wichtige Kennzahl eines Tensids, er charakterisiert Effektivität bzw. Wirkung oder die Reinheit und gilt als *Konzentrationseinheit* für das Tensid bzw. die Zubereitung.

• 2. Bestimmung der CMC

Die CMC wurde zu **2,16 g/L** bestimmt. Sie gilt für die Temperatur 25,0°C. Der Wert wurde automatisch über den Differenzenquotient $\Delta\gamma/\Delta\ln(c)$ ermittelt. - Aus dem Werteverlauf wurde die CMC durch den Oberflächenspannungs-Wendepunkt (*Maximalwert* von $d\gamma/d\ln(c)$) bestimmt.

- Diagramm 1. Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung - '*CMC-ChartA'



Das Diagramm **CMC-ChartA* 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.

Charakteristische Werte von Oberflächenspannung und Konzentration:

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

* Verfahren - Konzentrationen - Bilanz *

Vorlage: dest. Wasser, Volumen $50 \pm 0,005 \text{ cm}^3$, Masse 49,852 g, Dichte $0,997038 \text{ g/cm}^3$

Zudosierung: SDS99%+, 32 Zugaben, in vier verschiedenen Konzentrationen.

Dosierlösungen:

Wirkstoff-Konzentrationen (c_a bis c_d), Konzentrationsunsicherheiten ($\pm u_{rel.}$) und Dichteangaben (ρ):

(a)	$c_a = 0,0872 \text{ g/L}$	$u_{rel.} \pm 0,11\%$	$\rho = 0,997 \text{ g/cm}^3$
-----	----------------------------	-----------------------	-------------------------------

(b)	$c_b=2,85 \text{ g/L}$	$u_{rel.}\pm 0,11\%$	$\rho=0,9974 \text{ g/cm}^3$
(c)	$c_c=100,521 \text{ g/L}$	$u_{rel.}\pm 0,099\%$	$\rho=1,011 \text{ g/cm}^3$
(d)	$c_d=0 \text{ (ohne) g/L}$	$u_{rel.}\pm 0,0\%$	$\rho=0,997 \text{ g/cm}^3$

Mit Buchstaben-Kennzeichnung '(a) bis (d)' der Konzentration entsprechend in der **Haupttabelle** weiter unten. Temperaturangaben zur Dosierung im Mittel der Ablesungen $24,97\pm 0,02^\circ\text{C}$. Als volumetrische Zugabe über 5 durch das IMPro gesteuerte VP-Kolbenpumpen, automatische Dosierungen.

Entnahmen: 32 Entnahmen jeweils vor Dosierung als Volumen automatisch abgepumpt.

Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen $50,74 \text{ g}$ ($50,85 \text{ cm}^3$), zugefügte Mengen $50,70 \text{ g}$ ($50,78 \text{ cm}^3$), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage $49,81 \text{ g}$ bzw. $49,92 \pm 0,48 \text{ cm}^3$, am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: $249,76 \text{ mg}$.

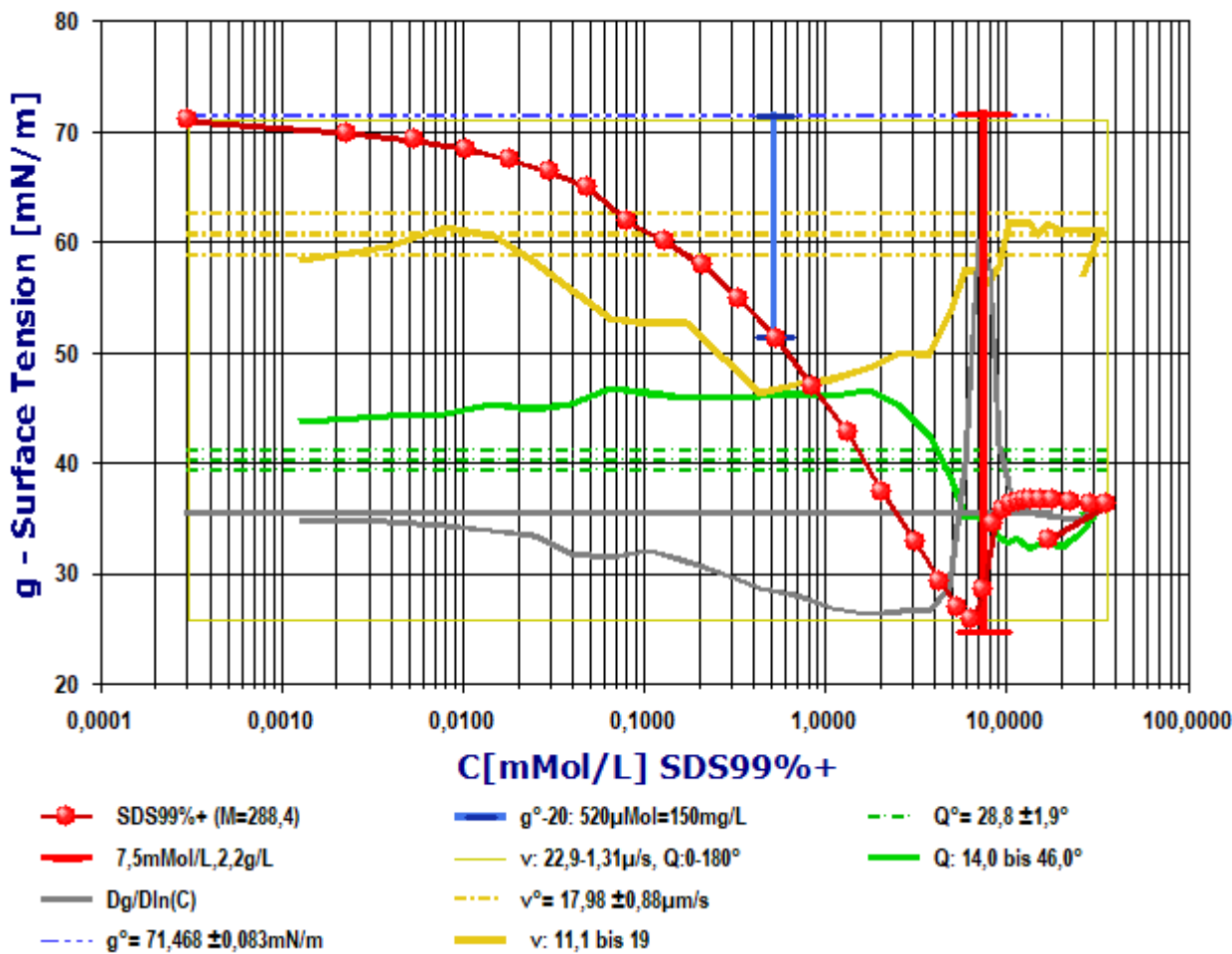
Konzentrationsbereich der Messung: $0,0000872 \text{ bis } 10,4 \text{ g/L}$,

Endkonzentration: $5,00 \pm 0,02 \text{ g/L}$ ($= 2,32 \times \text{CMC}$). Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt $0,0007 \text{ g/cm}^3$ ($0,66\%$).

Die Zusammenfassungen (oben) stellen Ergebnisse und Umstände der Messung 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 γ_{min} ist korrekt. Die alternative CMC-Bestimmung verwendet den Nulldurchgang von $\Delta\Gamma/\Delta c$. In Ausnahmefällen - und wenn lediglich wenige Messwerte vorliegen - wird noch die traditionelle (bei nicht 100% reinen Tensiden sehr unsichere) Extrapolationsmethode angewandt.

- Diagramm 2. Molare Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung - 'CMC-Plot / Molar (2)'



Das Diagramm **CMC-Plot / Molar (2)** stellt neben dem Verlauf der Oberflächenspannung und des Differenzenquotienten noch die Gleichgewichtsgeschwindigkeit (v°) und den Kontaktwinkel (Q°) mit Bezug auf die molare Konzentration dar. Der Anfangswert der Oberflächenspannung ist als waagerechte, gestrichelte 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 ($g^\circ-20$). Das ist diejenige Tensidkonzentration, die den Ausgangswert um 20 Einheiten reduziert ('Rosen's Efficiency').

Abfolge der Dosiervorgänge, beigemessener γ -Werte, zeitliche Bezüge, jeweils vorliegende Konzentrationen sowie (Mess-)Unsicherheiten.

Tabelle 1: Dosierung und Wirkung

- Die erste Datenzeile der Tabelle enthält mit "-5,8 (5)" und " γ^0 71,47mN/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 ausgeführt.

N°	Δm [g]	U_m [%]	$t_{\Delta c}$ [min]	Δt_{γ} [min]	$\bar{\gamma}$ mN/m	c [g/L]	U_c [%]	Vol, c [cm ³ ,%]
1.	---	---	---	-5,8 (5)	71,47	0	0	<50,00 cm ³ >
2.	-0,0499	6,0%	38,6	---	---	0	0 \neg	<49,95 cm ³ >
3.	0,0498	6,0%	38,7	6,7 (4)	70,99	0,000087	5,7% (a)	87 ppb
4.	-0,3267	0,94%	51,9	---	---	0,000087	5,7% \neg	<49,67 cm ³ >
5.	0,3267	0,95%	52,0	2,6	69,82	0,000658	0,94% (a)	0,66 ppm
6.	-0,5227	0,59%	55,9	---	---	0,000658	0,94% \neg	<49,48 cm ³ >
7.	0,5227	0,61%	56,0	2,6	69,19	0,001566	4,4% _{oo} (a)	1,6 ppm
8.	-0,8364	3,8% _{oo}	59,9	---	---	0,001566	4,4% _{oo} \neg	<49,16 cm ³ >
9.	0,8363	4,0% _{oo}	60,0	2,5	68,39	0,003002	2,4% _{oo} (a)	3,0 ppm
10.	-1,3382	2,4% _{oo}	63,7	---	---	0,003002	2,4% _{oo} \neg	<48,66 cm ³ >
11.	1,3382	2,6% _{oo}	63,8	2,9	67,45	0,005262	1,6% _{oo} (a)	5,3 ppm
12.	-2,1411	1,6% _{oo}	67,8	---	---	0,005262	1,6% _{oo} \neg	<47,85 cm ³ >
13.	2,1410	1,8% _{oo}	67,9	2,8	66,30	0,00878	1,4% _{oo} (a)	8,8 ppm
14.	-3,4258	1,1% _{oo}	72,0	---	---	0,00878	1,4% _{oo} \neg	<46,56 cm ³ >
15.	3,4257	1,3% _{oo}	72,1	2,8	64,96	0,01417	1,7% _{oo} (a)	14 ppm
16.	-0,1595	1,9%	76,4	---	---	0,01417	1,7% _{oo} \neg	<49,84 cm ³ >
17.	0,1595	1,9%	76,5	2,7	61,87	0,0232	0,64% (b)	23 ppm
18.	-0,2552	1,2%	80,5	---	---	0,0232	0,64% \neg	<49,74 cm ³ >
19.	0,2552	1,2%	80,6	2,9	60,06	0,0377	0,53% (b)	38 ppm
20.	-0,4084	0,75%	84,9	---	---	0,0377	0,53% \neg	<49,59 cm ³ >
21.	0,4084	0,77%	84,9	2,9	57,80	0,0607	3,8% _{oo} (b)	61 ppm
22.	-0,6534	4,8% _{oo}	89,4	---	---	0,0607	3,8% _{oo} \neg	<49,34 cm ³ >
23.	0,6534	5,0% _{oo}	89,4	3,1	54,88	0,0973	2,6% _{oo} (b)	98 ppm
24.	-1,0455	3,1% _{oo}	93,9	---	---	0,0973	2,6% _{oo} \neg	<48,95 cm ³ >
25.	1,0454	3,3% _{oo}	94,0	3,0	51,24	0,1550	1,8% _{oo} (b)	0,16% _{oo}
26.	-1,6728	2,0% _{oo}	98,4	---	---	0,1550	1,8% _{oo} \neg	<48,32 cm ³ >
27.	1,6727	2,2% _{oo}	98,5	3,1	46,92	0,2454	1,6% _{oo} (b)	0,25% _{oo}
28.	-2,6765	1,3% _{oo}	103,0	---	---	0,2454	1,6% _{oo} \neg	<47,31 cm ³ >
29.	2,6763	1,5% _{oo}	103,1	3,0	42,67	0,3852	1,7% _{oo} (b)	0,39% _{oo}
30.	-4,2824	0,9% _{oo}	107,5	---	---	0,3852	1,7% _{oo} \neg	<45,70 cm ³ >
31.	4,2821	1,1% _{oo}	107,6	2,8	37,28	0,597	2,0% _{oo} (b)	0,6% _{oo}
32.	-0,1595	1,9%	111,9	---	---	0,597	2,0% _{oo} \neg	<49,84 cm ³ >
33.	0,1595	1,9%	112,0	2,7	32,75	0,912	0,58% (c)	0,91% _{oo}
34.	-0,1595	1,9%	116,1	---	---	0,912	0,58% \neg	<49,83 cm ³ >
35.	0,1595	1,9%	116,2	2,9	29,26	1,227	0,6% (c)	1,2% _{oo}
36.	-0,1596	1,9%	120,4	---	---	1,227	0,6% \neg	<49,83 cm ³ >
37.	0,1595	1,9%	120,5	2,7	26,86	1,540	0,59% (c)	1,5% _{oo}
38.	-0,1596	1,9%	124,8	---	---	1,540	0,59% \neg	<49,83 cm ³ >
39.	0,1595	1,9%	124,8	2,9	25,69	1,85	0,56% (c)	1,9% _{oo}
40.	-0,1596	1,9%	129,3	---	---	1,85	0,56% \neg	<49,83 cm ³ >
41.	0,1595	1,9%	129,3	2,8	28,43	2,16	0,54% (c)	2,2% _{oo}
42.	-0,1596	1,9%	133,7	---	---	2,16	0,54% \neg	<49,82 cm ³ >
43.	0,1595	1,9%	133,7	8,4 (5)	34,45	2,47	0,51% (c)	2,5% _{oo}
44.	-0,1596	1,9%	149,2	---	---	2,47	0,51% \neg	<49,82 cm ³ >
45.	0,1595	1,9%	149,2	2,7	35,76	2,78	4,9% _{oo} (c)	2,8% _{oo}
46.	-0,1596	1,9%	153,3	---	---	2,78	4,9% _{oo} \neg	<49,82 cm ³ >
47.	0,1595	1,9%	153,4	2,7	36,24	3,09	4,8% _{oo} (c)	3,1% _{oo}
48.	-0,1596	1,9%	157,5	---	---	3,09	4,8% _{oo} \neg	<49,82 cm ³ >
49.	0,1595	1,9%	157,6	2,8	36,44	3,40	4,6% _{oo} (c)	3,4% _{oo}
50.	-0,1596	1,9%	161,7	---	---	3,40	4,6% _{oo} \neg	<49,82 cm ³ >
51.	0,1595	1,9%	161,8	2,7	36,53	3,71	4,4% _{oo} (c)	3,7% _{oo}
52.	-0,1596	1,9%	166,0	---	---	3,71	4,4% _{oo} \neg	<49,81 cm ³ >
53.	0,1595	1,9%	166,1	2,7	36,59	4,01	4,3% _{oo} (c)	4,0% _{oo}
54.	-0,2554	1,2%	170,2	---	---	4,01	4,3% _{oo} \neg	<49,72 cm ³ >
55.	0,2552	1,2%	170,2	3,0	36,59	4,50	4,0% _{oo} (c)	4,5% _{oo}
56.	-0,4086	0,75%	174,7	---	---	4,50	4,0% _{oo} \neg	<49,56 cm ³ >
57.	0,4084	0,77%	174,7	2,8	36,58	5,28	3,5% _{oo} (c)	0,53%
58.	-0,6539	4,8% _{oo}	178,9	---	---	5,28	3,5% _{oo} \neg	<49,31 cm ³ >
59.	0,6534	5,0% _{oo}	178,9	3,0	36,50	6,51	3,0% _{oo} (c)	0,65%
60.	-1,0464	3,1% _{oo}	184,1	---	---	6,51	3,0% _{oo} \neg	<48,90 cm ³ >
61.	1,0454	3,3% _{oo}	184,2	2,8	36,32	8,46	2,5% _{oo} (c)	0,85%
62.	-1,0467	3,1% _{oo}	189,1	---	---	8,46	2,5% _{oo} \neg	<48,89 cm ³ >
63.	1,0454	3,3% _{oo}	189,2	2,8	36,16	10,36	2,3% _{oo} (c)	1,0%
64.	-25,7813	0,24% _{oo}	194,9	---	---	10,36	2,3% _{oo} \neg	<24,10 cm ³ >
65.	25,7434	0,24% _{oo}	195,7	11,0 (5)	33,05	5,00	4,7% _{oo} (d)	0,5%

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

Zeitpunktmittel in Minuten der Konzentrationsänderung in Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte (5. Δt_i) gibt die Dauer in Minuten zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an. In der Spalte (6. $\bar{\gamma}$) wird der gemessene (Mittel-)Wert der Oberflächenspannung in der Einheit [mN/m] angegeben. Mit (7. c) wird die Konzentration so angegeben wie sie sich direkt aus den Massen, Volumen und Dichten ergibt (ideale Mischung). Die Stellenzahl ist formatiert nach der beigeordneten relativen Unsicherheit (8. $\pm\%$), die aus der Fehlerfortpflanzung der individuellen Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben angegeben wurden, ermittelt ist. Die Konzentrationsunsicherheit nimmt i.d.R. bei relativ hohen Dosierungen ab. 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 Kalibriergewichtsdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt zur Orientierung die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis (m/m) an.

Besonderheiten: Spalte 5 Δt_i , 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. - $\bar{\gamma}$ gibt ggf. Mittelwerte an. Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im Abschnitt weiter unten, der sich die Einzelmessdaten auseinandersetzt. Sofern in der Dosierphase mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden Mittelwerte in dieser Art angegeben.

-- 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 Messungen der Oberflächenspannung ---

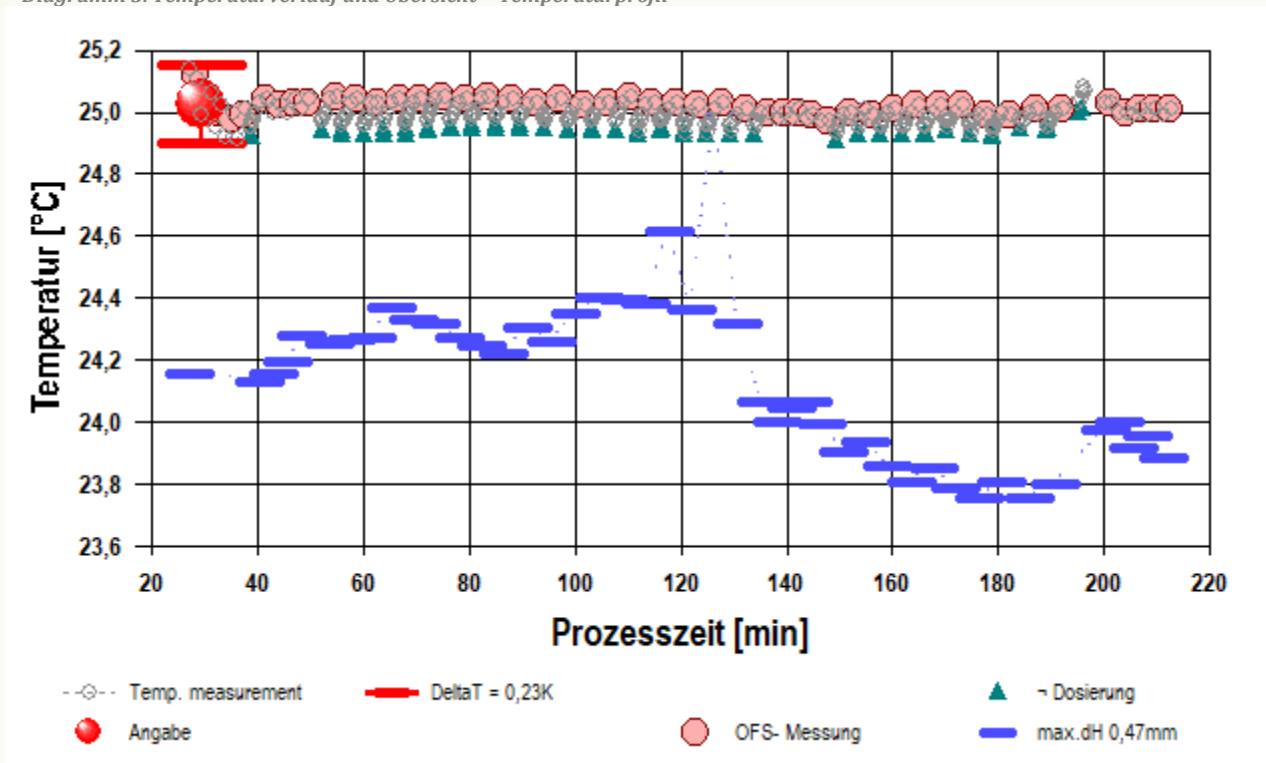
- Sonderauswertungen klassifizierter Verfahren werden im Report vor der Standardauswertung der Domäne ausgegeben. Nachfolgend M1 Standardauswertung.

• 3. Übersicht, Temperatur

Die Oberflächenspannung wurde 48-mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs vier Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum ziemlich grob isotherm bei 25,0°C. Die Streuung als rel. Standardabweichung der den Messwerten zugeordneten Temperatur beträgt 0,78‰ (Mittelw.: 25,02±0,02°C)

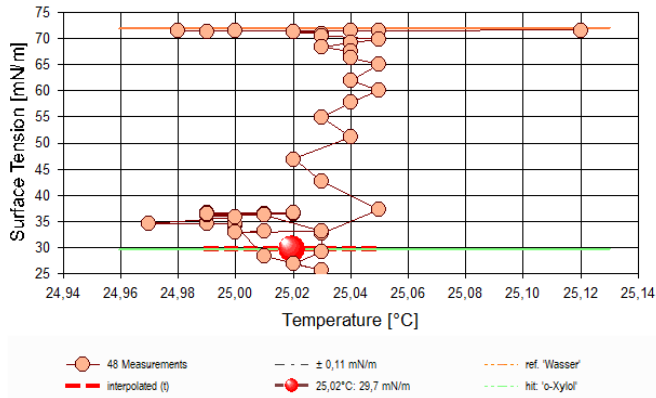
- Die Angabe des 'Temperaturverlaufs' stellt die während der Messung registrierten Temperaturwerte dar (Maximalwert: 25,14°C, Minimalwert: 24,91°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.

→ Diagramm 3. Temperaturverlauf und Übersicht - 'Temperaturprofil'



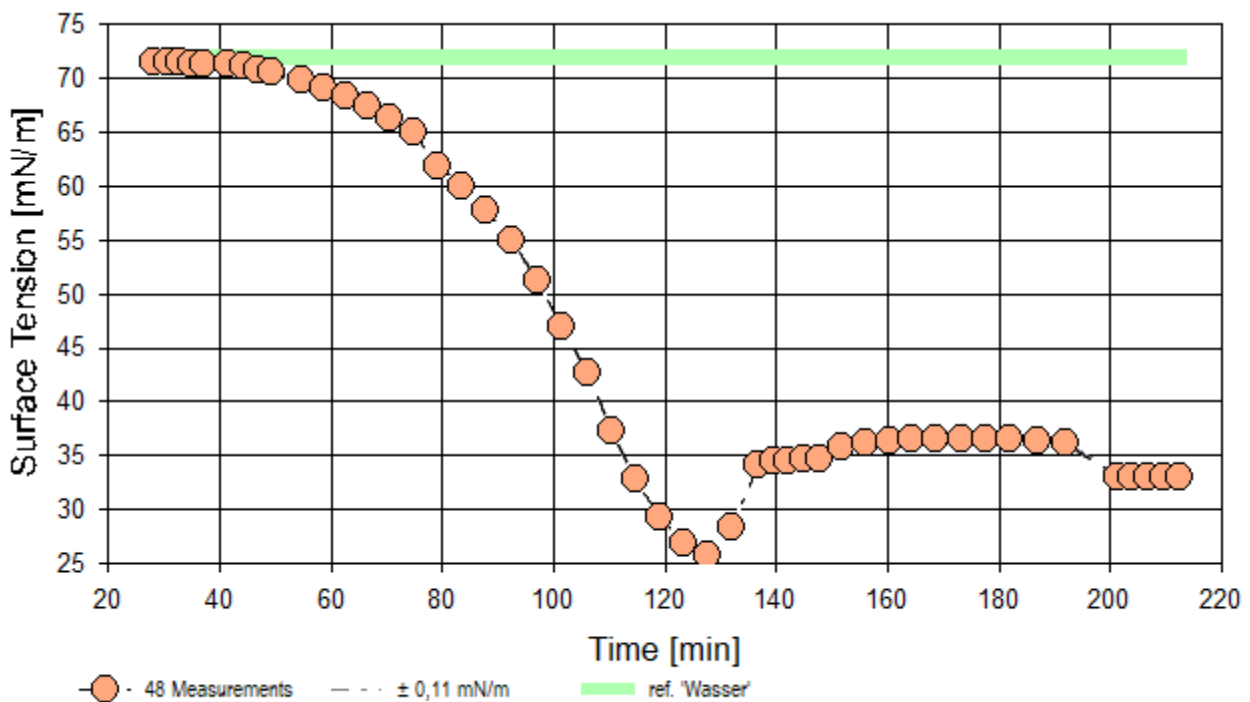
- Im Diagramm "Temperaturprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Zeitachse beginnt mit dem Startzeitpunkt dieser Messung. -- Die Kreismarkierungen zeigen die einzelnen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen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

→ Diagramm 4. Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung - 'Temperaturverlauf'



- Das Diagramm "Temperaturverlauf" zeigt die einzelnen Messwerte der Oberflächenspannung als Kreissymbole in Abhängigkeit von der Temperatur an. Um den Angabewert ($\gamma_{25,02^\circ\text{C}} = 29,7 \text{ mN/m}$) ist der Bereich der Messunsicherheit als dünn gestrichelte Kreislinie dargestellt. Als fein schraffierter Bereich ist der Datenbank-Referenzwert von 'Wasser' in der Breite der angenommenen Messunsicherheit eingezeichnet. In gleicher Weise ist 'o-Xylol' eingezeichnet, das gemäß Datenbank eine bessere Übereinstimmung mit dem Angabewert aufweist.

- Diagramm 5. Zeitprojektion der Messwerte - 'Zeitprojektion²'



- Im Diagramm "Zeitprojektion²" sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in der zeitlichen Reihenfolge eingetragen. Um die Messwerte ist der Bereich der Messunsicherheit eingezeichnet.

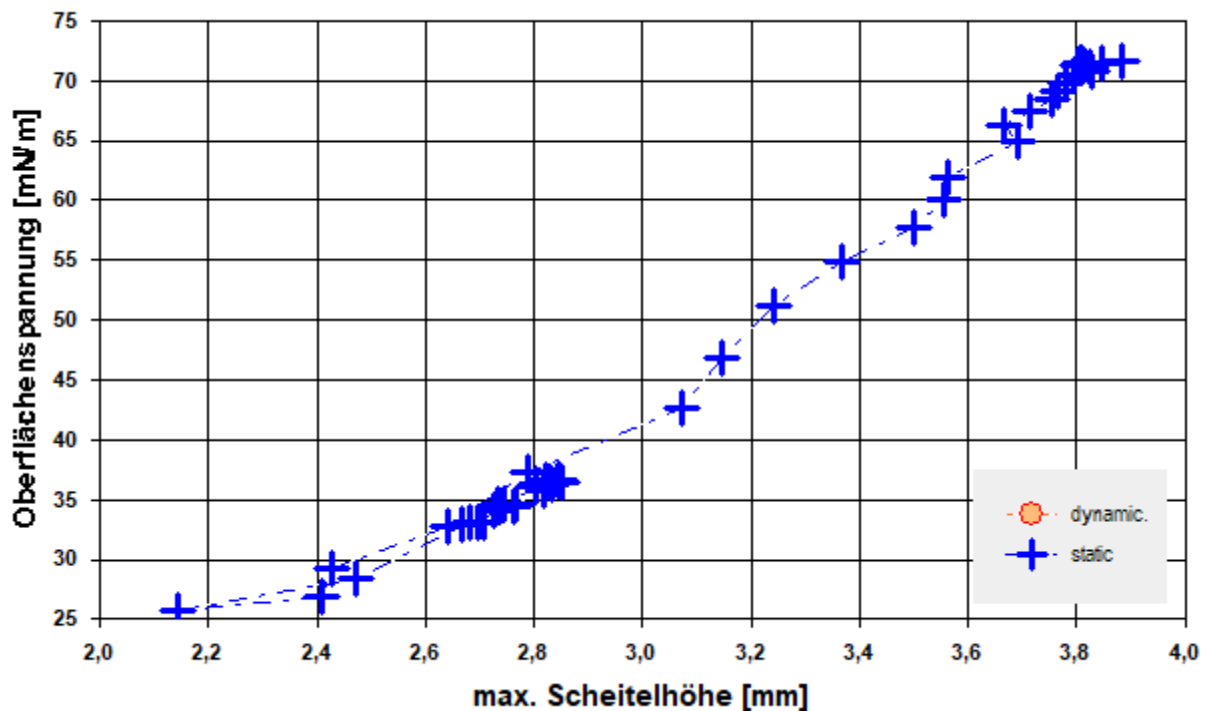
Tabelle 2: Protokoll der Mess- und Ergebnisdaten

N°	t [min]	ϑ [°C]	n _{Pos}	ΔZ [mm]	H _{Fmax} [mm]	W _(Fmax) [mg]	γ [mN/m]	τ_{rel} [s]	$\Delta\rho$ [g/cm ³]
1.	28,3	25,12	18	0,815	3,88	939,65	71,58	39,3	0,9959
2.	30,7	25,05	18	0,816	3,85	938,81	71,51	36,7	0,9959
3.	32,8	25,00	15	0,672	3,81	938,32	71,47	31,4	0,9959
4.	35,0	24,98	18	0,815	3,81	937,57	71,41	37,9	0,9959
5.	37,2	24,99	18	0,816	3,80	937,14	71,37	36,6	0,9959
6.	41,3	25,04	18	0,816	3,81	937,26	71,38	39,7	0,9959
7.	44,2	25,02	18	0,816	3,82	934,68	71,18	39,8	0,9959
8.	46,8	25,03	18	0,815	3,83	930,88	70,87	35,7	0,9959
9.	49,4	25,03	18	0,816	3,80	926,77	70,54	36,2	0,9959
10.	54,6	25,05	18	0,816	3,78	917,78	69,82	37,2	0,9959
11.	58,6	25,04	18	0,815	3,77	910,26	69,19	33,6	0,9959
12.	62,5	25,03	15	0,672	3,76	900,73	68,39	36,0	0,9959
13.	66,7	25,04	18	0,816	3,71	889,00	67,45	46,8	0,9959
14.	70,7	25,04	18	0,815	3,67	874,75	66,30	45,3	0,9959
15.	74,9	25,05	18	0,816	3,69	858,48	64,96	47,9	0,9959
16.	79,1	25,04	15	0,672	3,56	821,02	61,87	36,9	0,9959
17.	83,5	25,05	18	0,816	3,56	798,96	60,06	47,7	0,9959
18.	87,8	25,04	18	0,816	3,50	770,86	57,80	55,6	0,9959

19.	92,5	25,03	15	0,672	3,37	734,02	54,88	47,4	0,9959
20.	97,0	25,04	15	0,672	3,24	689,03	51,24	44,2	0,9960
21.	101,6	25,02	18	0,815	3,15	634,77	46,92	58,6	0,9960
22.	106,1	25,03	15	0,671	3,07	581,40	42,67	48,3	0,9960
23.	110,4	25,05	15	0,672	2,79	512,95	37,28	40,9	0,9960
24.	114,7	25,03	15	0,671	2,64	454,52	32,75	41,5	0,9961
25.	119,1	25,03	15	0,672	2,43	409,15	29,26	35,0	0,9961
26.	123,2	25,02	18	0,816	2,41	377,66	26,86	38,1	0,9961
27.	127,7	25,03	18	0,815	2,14	362,51	25,69	35,0	0,9962
28.	132,1	25,01	18	0,815	2,47	398,21	28,43	40,4	0,9962
29.	136,6	25,00	18	0,816	2,73	472,19	34,11	40,1	0,9963
30.	139,4	25,00	18	0,816	2,76	476,55	34,43	37,9	0,9963
31.	142,1	25,00	18	0,816	2,75	477,91	34,54	37,6	0,9963
32.	144,9	24,99	18	0,816	2,73	478,51	34,59	35,3	0,9963
33.	147,7	24,97	18	0,816	2,77	478,66	34,60	37,6	0,9963
34.	151,9	25,00	18	0,815	2,82	493,43	35,76	37,0	0,9963
35.	156,0	24,99	18	0,816	2,80	499,65	36,24	33,2	0,9964
36.	160,3	25,01	18	0,816	2,83	502,15	36,44	35,6	0,9964
37.	164,5	25,02	18	0,815	2,85	503,39	36,53	33,0	0,9964
38.	168,8	25,02	15	0,671	2,82	504,07	36,59	33,1	0,9965
39.	173,3	25,02	18	0,816	2,85	504,09	36,59	47,3	0,9966
40.	177,5	24,99	18	0,816	2,85	503,97	36,58	40,0	0,9967
41.	181,9	24,99	18	0,816	2,83	502,93	36,50	36,2	0,9968
42.	187,0	25,01	18	0,816	2,83	500,73	36,32	37,1	0,9971
43.	192,0	25,01	18	0,815	2,80	498,58	36,16	33,9	0,9974
44.	201,2	25,03	15	0,671	2,70	458,82	33,08	33,0	0,9966
45.	203,9	25,00	18	0,816	2,67	457,98	33,02	38,4	0,9966
46.	206,7	25,01	18	0,815	2,70	458,09	33,02	38,3	0,9966
47.	209,5	25,01	18	0,815	2,68	458,39	33,05	36,2	0,9966
48.	212,4	25,01	18	0,815	2,71	458,68	33,07	37,6	0,9966

In der Tabelle gibt t den Zeitpunkt des Messwertes und ϑ die zugehörige Temperatur an. n_{pos} steht für die Anzahl der Kraft/Positions- oder Messkurvenabtastung über die Strecke Δz . Die Spalte H_{fmax} gibt die Lamellenhöhe im Parabelscheitel der Messkurve über dem Flüssigkeits-Nullniveau an. An dieser Stelle beträgt das Gewicht der Lamelle W_{fmax} und dieses entspricht der so gemessenen Oberflächenspannung γ . Die Zeitspanne τ_{rel} gibt die Dauer beim Auszug der Lamelle bis zum Erreichen der Maximalkraft an. In der Spalte $\Delta\rho$ ist die Dichtedifferenz (d.h. der Dichte von Wasser abzüglich der Luftdichte) bei der Temperatur angegeben.

- Diagramm 6. Lamellenhöhe in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung - 'Lamellenhöhen²'



- Das Chart "Lamellenhöhen²" stellt die Oberflächenspannung in einen Zusammenhang mit der 'Lamellenhöhe' im Punkt der maximalen Kraft bzw. Spannung. Die Abhängigkeit ist in der Regel proportional; die Lamellenhöhe wird teilweise von der Gefäßoberfläche beeinflusst. Größere Streuungen im Werteverlauf zeigen eine unruhige Umgebung oder ungeeignete Ermittlungseinstellungen der Grenzflächenlage an (Nullniveau-Bestimmung); systematische Änderungen deuten je nach Umständen auf Effekte von Messgeschwindigkeitsvariationen oder auch die Bildung einer 'Oberflächenhaut' hin. - Beim Bestimmungsverfahren zur Pegelposition der Phasengrenze durch das *Tastverfahren von unten* (aus der Phase), wird die Höhe 0 (Nullniveau) durch den Kontakt der Ringoberseite mit der Phasengrenze definiert. Deshalb ist die Ringdrahtdicke (=0,37 mm) bei diesen absoluten Niveau-Höhen in Betracht zu ziehen (Vorsicht bei älteren Messungen, wie dieser, wurden verschiedene Nullniveau-Festlegungsarten praktiziert!).

• 4. Auswertungsverfahren & Messkörper

Berechnung: 'Harkins & Jordan' - Originaltabellen.

Messring: Ring N°1, mittlerer Ringradius $R = 9,6$ mm, Drahradius $r = 0,185$ mm, linearer Ausdehnungskoeffizient $\alpha = 8,9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Berechnung ohne geometrische Korrektur (d.h. $f_G \equiv 1$); Innendurchmesser des Messgefäßes $\varnothing = 43,0$ mm.

Vorlagensubstanz: Wasser, Dichte $\rho = 0,997038 \text{ g/cm}^3$ (bei $25,02^\circ\text{C}$); die Dichtedifferenz $\Delta\rho$ 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 Messring beziehen sich auf die Bezugstemperatur 25°C . Von der Flüssigkeitsdichte wird stets die zur Messung vorliegende Luftdichte ρ_a abgezogen. Die Berechnung der Dichte ρ zur jeweils vorliegenden Temperatur erfolgt mittels vorhandener Referenzdaten zu Wasser automatisch. Hierzu wird die Gleichung $\Delta\rho [\text{g/cm}^3] = f(\theta[^\circ\text{C}]) = (99983.952 + 1695.2577 \cdot \theta - 0.79905127 \cdot \theta^2 - 4.6241757 \cdot \theta^3 + 1.0584601 \cdot \theta^4 - 2.8103006 \cdot \theta^5) / (1e5 + 1688.7236 \cdot \theta) - \rho_a$ verwendet. 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.

Tabelle 3: Zu Berechnung und Klassifikation der einzelnen Messwerte

N°	F _{max.} [mN]	F _{bz.} [mN]	f _k -	v _z [mm·s ⁻¹]	X [mm]	t _x [s]	ΩK -
1.	9,1364	-0,0794	0,937 h	0,0171	-	-	¹ pS
2.	9,1331	-0,0745	0,9369 h	0,017	-	-	¹ pS
3.	9,1312	-0,0716	0,9369 h	0,0184	-	-	¹ pS
4.	9,1209	-0,0745	0,9368 h	0,019	-	-	¹ pS
5.	9,1206	-0,0706	0,9368 h	0,0184	-	-	¹ pS
6.	9,1326	-0,0598	0,9368 h	0,0169	-	-	¹ pS
7.	9,1141	-0,0530	0,9367 h	0,0169	-	-	¹ pS
8.	9,0719	-0,0579	0,9365 h	0,0188	-	-	¹ pS
9.	9,0434	-0,0461	0,9363 h	0,0186	-	-	¹ pS
10.	8,9464	-0,0549	0,9358 h	0,0168	-	-	¹ pS
11.	8,8824	-0,0451	0,935 h	0,0186	-	-	¹ pS
12.	8,7939	-0,0402	0,934 h	0,0173	-	-	¹ pS
13.	8,6739	-0,0451	0,9332 h	0,0164	-	-	¹ pS
14.	8,5479	-0,0314	0,9322 h	0,0148	-	-	¹ pS
15.	8,3903	-0,0294	0,9307 h	0,014	-	-	¹ pS
16.	8,0268	-0,0255	0,927 h	0,0143	-	-	¹ pS
17.	7,8134	-0,0226	0,9247 h	0,0141	-	-	¹ pS
18.	7,5408	-0,0196	0,9222 h	0,0112	-	-	¹ pS
19.	7,1872	-0,0118	0,9197 h	0,0111	-	-	¹ pS
20.	6,7519	-0,0059	0,9146 h	0,012	-	-	¹ pS
21.	6,2266	0,0010	0,9092 h	0,0115	-	-	¹ pS
22.	5,7149	0,0127	0,9028 h	0,0129	-	-	¹ pS ^x
23.	5,0436	0,0127	0,894 h	0,0129	-	-	¹ pS
24.	4,4774	0,0196	0,8862 h	0,0127	-	-	¹ pS
25.	4,0324	0,0196	0,8797 h	0,0164	-	-	¹ pS
26.	3,7275	0,0235	0,8747 h	0,0164	-	-	¹ pS
27.	3,5829	0,0275	0,8718 h	0,0164	-	-	¹ pS
28.	3,9261	0,0206	0,8783 h	0,0154	-	-	¹ pS
29.	4,6389	0,0078	0,8884 h	0,0179	-	-	¹ pS
30.	4,6827	0,0088	0,8888 h	0,019	-	-	¹ pS
31.	4,6960	0,0088	0,889 h	0,0179	-	-	¹ pS
32.	4,7019	0,0088	0,8891 h	0,019	-	-	¹ pS
33.	4,7043	0,0098	0,8891 h	0,0179	-	-	¹ pS
34.	4,8472	0,0078	0,8913 h	0,0181	-	-	¹ pS
35.	4,9082	0,0078	0,8922 h	0,0188	-	-	¹ pS
36.	4,9327	0,0078	0,8925 h	0,0175	-	-	¹ pS
37.	4,9479	0,0108	0,8927 h	0,0189	-	-	¹ pS
38.	4,9565	0,0127	0,8928 h	0,0174	-	-	¹ pS
39.	4,9538	0,0098	0,8928 h	0,0152	-	-	¹ pS
40.	5,0232	0,0804	0,8928 h	0,018	-	-	¹ pS
41.	5,0572	0,1246	0,8926 h	0,0185	-	-	¹ pS
42.	5,0983	0,1873	0,8923 h	0,0181	-	-	¹ pS
43.	5,2312	0,3413	0,892 h	0,0184	-	-	¹ pS
44.	4,5206	0,0206	0,8869 h	0,0175	-	-	¹ pS
45.	4,5152	0,0235	0,8867 h	0,0188	-	-	¹ pS
46.	4,5154	0,0226	0,8868 h	0,0188	-	-	¹ pS
47.	4,5202	0,0245	0,8868 h	0,0186	-	-	¹ pS
48.	4,5231	0,0245	0,8869 h	0,0179	-	-	¹ pS

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

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

unsicher ist und aus nicht-idealen Messkurven ermittelt wurde, z.B. bei verzerrter Parabelform.

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

• 5. Tabellen zur erweiterten Auswertung

Datenprotokoll der Zusatzsensorik - Molare Konzentration, elektrolytische Leitfähigkeit, relative Luftfeuchte, *statische* Geschwindigkeit, Kontaktwinkel, Rührerdrehzahl, Pegelveränderung.

Tabelle 4: Beigemessene Sensordaten und Auswertungen – Eingangsdaten

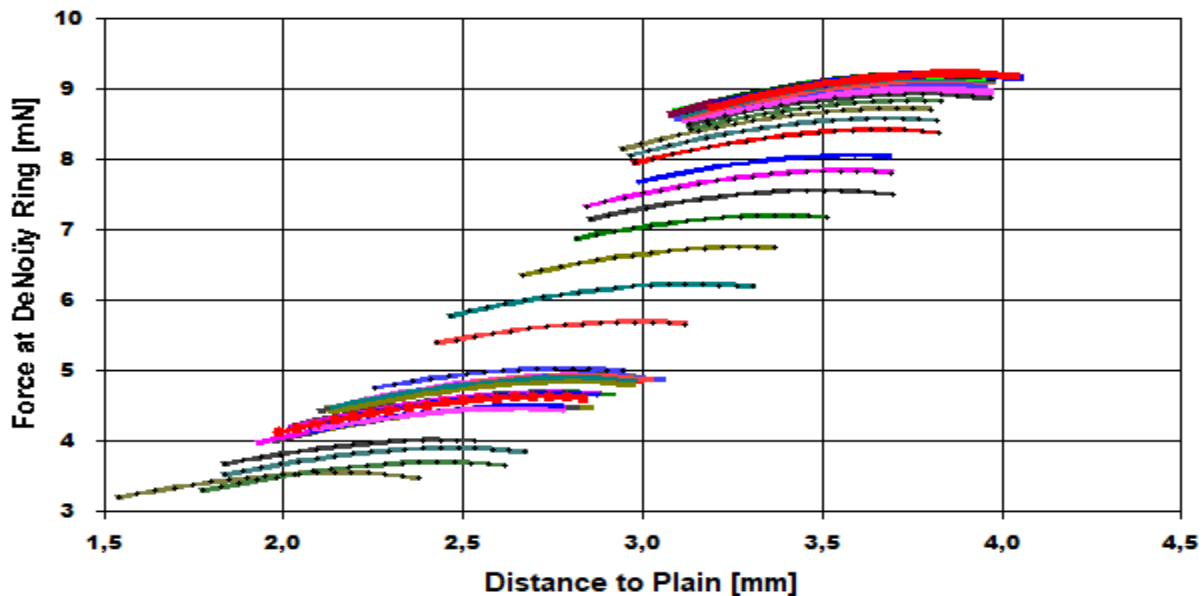
N°	t _y min	c g/L	C mMol	γ mN/m	κ μS/cm	%r.H. %	v mm/s	θ °	v _{rot} Hz	H ₀ mm
1.	28,3	0	0	71,58	<3,3>	87,0	0,0171	26	5,38	0,151
2.	30,7	0	0	71,51	<2,7>	87,6	0,017	29	5,38	0,151
3.	32,8	0	0	71,47	<2,5>	87,3	0,0184	31	5,28	0,151
4.	35,0	0	0	71,41	<2,4>	86,9	0,019	28	5,28	0,151
5.	37,2	0	0	71,37	12,4!	87,2	0,0184	30	5,18	0,151
6.	41,3	0,000087	3,02E-4	71,38	0	87,0	0,0169	37	5,18	0,141
7.	44,2	0,000087	3,02E-4	71,18	0	86,2	0,0169	40	5,20	0,151
8.	46,8	0,000087	3,02E-4	70,87	0	84,5	0,0188	37	5,10	0,163
9.	49,4	0,000087	3,02E-4	70,54	0,1	85,2	0,0186	43	5,20	0,196
10.	54,6	0,000658	2,28E-3	69,82	0,2	85,9	0,0168	37	5,20	0,185
11.	58,6	0,001566	5,43E-3	69,19	0,4	84,9	0,0186	41	5,20	0,190
12.	62,5	0,003002	0,0104	68,39	0,7	85,0	0,0173	43	5,20	0,192
13.	66,7	0,005262	0,0182	67,45	1,2	85,2	0,0164	39	5,20	0,230
14.	70,7	0,00878	0,0304	66,30	1,9	86,4	0,0148	45	5,20	0,216
15.	74,9	0,01417	0,0491	64,96	3,1	85,2	0,014	45	5,20	0,210
16.	79,1	0,0232	0,0804	61,87	5,1	85,6	0,0143	43	5,20	0,193
17.	83,5	0,0377	0,131	60,06	8,3	85,6	0,0141	43	5,20	0,184
18.	87,8	0,0607	0,210	57,80	13,2	86,2	0,0112	43	5,20	0,175
19.	92,5	0,0973	0,337	54,88	21,1	85,9	0,0111	44	5,20	0,205
20.	97,0	0,1550	0,537	51,24	33,9	85,1	0,012	44	5,20	0,189
21.	101,6	0,2454	0,851	46,92	53,4	85,3	0,0115	43	5,30	0,222
22.	106,1	0,3852	1,34	42,67	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	32,75	199,6	85,2	0,0127	35	5,30	0,235
25.	119,1	1,227	4,25	29,26	272,6	82,3	0,0164	22	5,30	0,322
26.	123,2	1,540	5,34	26,86	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	34,11	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	34,54	550,6	84,2	0,0179	16	5,08	0,109
32.	144,9	2,47	8,56	34,59	551,6	84,0	0,019	14	4,99	0,116
33.	147,7	2,47	8,56	34,60	552,6	84,3	0,0179	14	4,99	0,088
34.	151,9	2,78	9,64	35,76	577,6	84,9	0,0181	15	4,98	0,057
35.	156,0	3,09	10,7	36,24	603,6	85,0	0,0188	15	5,08	0,068
36.	160,3	3,40	11,8	36,44	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	36,59	683,6	85,2	0,0174	24	5,28	0,037
39.	173,3	4,50	15,6	36,59	722,6	84,7	0,0152	17	5,08	0,012
40.	177,5	5,28	18,3	36,58	784,6	85,5	0,018	82	5,18	0,000
41.	181,9	6,51	22,6	36,50	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	x	5,28	0,000
43.	192,0	10,36	35,9	36,16	1214,6	86,0	0,0184	x	5,28	0,017
44.	201,2	5,00	17,3	33,08	833,6	85,5	0,0175	16	5,50	0,082
45.	203,9	5,00	17,3	33,02	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	33,05	777,6	84,8	0,0186	21	5,08	0,074
48.	212,4	5,00	17,3	33,07	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_y 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 H₀ 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_m 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 H₀ von 80 bis 105.

Tabelle 5: Beigemessene Sensordaten und Auswertungen - in Diagramm-Datenskalierung

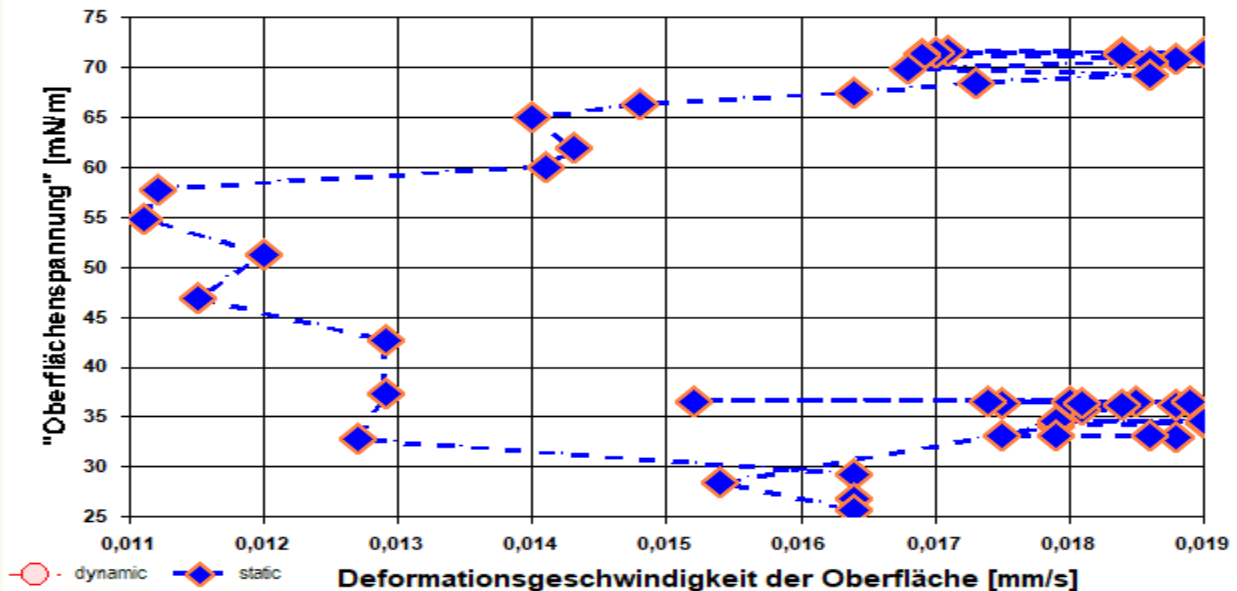
N°	t _y min	c g/L	C mMol ^{1/2}	γ _{rel.} r0-100	λ _M S*cm ² /mol	%r.H.rel. r0-25	v _{rel.} r20-45	θ _{rel.} r40-65	v _{rot.rel.} r60-85	H _{0rel.} r80-105
1.	41,3	0,000087	0,0174	100	0,00	25,0	38,4	45,9	69,6	87,5
2.	44,2	0,000087	0,0174	99,6	0,00	21,3	38,4	46,6	70,6	88,1
3.	46,8	0,000087	0,0174	98,9	0,00	13,4	44,4	45,9	65,8	88,7
4.	49,4	0,000087	0,0174	98,2	331	16,7	43,7	47,4	70,6	90,5
5.	54,6	0,000658	0,0477	96,6	87,7	19,9	38,0	45,9	70,6	89,9
6.	58,6	0,001566	0,0737	95,2	73,7	15,3	43,7	46,9	70,6	90,1
7.	62,5	0,003002	0,102	93,5	67,3	15,7	39,6	47,4	70,6	90,3
8.	66,7	0,005262	0,135	91,4	65,9	16,7	36,8	46,4	70,6	92,3
9.	70,7	0,00878	0,174	88,9	62,5	22,2	31,7	47,9	70,6	91,5
10.	74,9	0,01417	0,222	85,9	63,1	16,7	29,2	47,9	70,6	91,2
11.	79,1	0,0232	0,284	79,2	63,4	18,5	30,1	47,4	70,6	90,3
12.	83,5	0,0377	0,362	75,2	63,4	18,5	29,5	47,4	70,6	89,8
13.	87,8	0,0607	0,458	70,3	62,9	21,3	20,3	47,4	70,6	89,3
14.	92,5	0,0973	0,581	63,9	62,6	19,9	20,0	47,7	70,6	91,0
15.	97,0	0,1550	0,733	55,9	63,1	16,2	22,8	47,7	70,6	90,1
16.	101,6	0,2454	0,922	46,5	62,7	17,1	21,3	47,4	75,4	91,9
17.	106,1	0,3852	1,16	37,2	62,3	6,48	25,7	48,2	75,4	92,9
18.	110,4	0,597	1,44	25,4	62,3	12,0	25,7	45,9	75,4	92,8
19.	114,7	0,912	1,78	15,5	63,2	16,7	25,1	45,4	75,4	92,6
20.	119,1	1,227	2,06	7,81	64,1	3,24	36,8	42,0	75,4	97,2
21.	123,2	1,540	2,31	2,56	64,5	0,00	36,8	41,3	70,6	92,2
22.	127,7	1,85	2,53	0,00	65,0	4,63	36,8	41,8	65,8	105
23.	132,1	2,16	2,74	6,00	64,7	7,41	33,6	41,0	60,0	91,2
24.	136,6	2,47	2,93	18,4	63,3	13,4	41,5	40,0	60,5	86,1
25.	139,4	2,47	2,93	19,1	64,1	16,7	45,0	40,5	60,0	85,0
26.	142,1	2,47	2,93	19,4	64,3	12,0	41,5	40,5	64,8	85,8
27.	144,9	2,47	2,93	19,5	64,4	11,1	45,0	40,0	60,5	86,2
28.	147,7	2,47	2,93	19,5	64,6	12,5	41,5	40,0	60,5	84,7
29.	151,9	2,78	3,10	22,0	59,9	15,3	42,2	40,3	60,0	83,0
30.	156,0	3,09	3,27	23,1	56,4	15,7	44,4	40,3	64,8	83,6
31.	160,3	3,40	3,44	23,5	53,4	14,8	40,3	40,0	60,0	82,0
32.	164,5	3,71	3,59	23,7	50,9	14,4	44,7	41,5	60,0	81,1
33.	168,8	4,01	3,73	23,9	49,2	16,7	39,9	42,6	74,4	82,0
34.	173,3	4,50	3,95	23,9	46,3	14,4	33,0	40,8	64,8	80,6
35.	177,5	5,28	4,28	23,8	42,9	18,1	41,8	57,3	69,6	80,0
36.	181,9	6,51	4,75	23,7	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	x	74,4	80,0
38.	192,0	10,36	5,99	22,9	33,8	20,4	43,1	x	74,4	80,9
39.	201,2	5,00	4,16	16,2	48,2	18,1	40,3	40,5	85,0	84,4
40.	203,9	5,00	4,16	16,0	45,6	14,8	44,4	41,5	84,0	84,9
41.	206,7	5,00	4,16	16,0	45,1	14,4	44,4	40,8	74,4	83,3
42.	209,5	5,00	4,16	16,1	44,9	14,8	43,7	41,8	64,8	84,0

- Diagramm 7. Messkurven - Grundlage der Bestimmung der Oberflächenspannung - 'Measuring Curves'^{2'}



- Im Diagramm "Measuring Curves^{2'}" werden die zu Grunde liegenden einzelnen Kraftmesswerte als 'Messkraft' gegen 'Lamellenhöhe' für alle Messpunkte der 48 Messkurven dargestellt. Eine Messkurve beschreibt einen Oberflächenspannungswert. Die Lamellenhöhe ist der über Kraft, Dichte und Gefäßoberfläche korrigierte Abstand der Ebene der Ringoberseite zum Nullniveau der Flüssigkeitsoberfläche. Qualität und Korrektheit einer Messung zeichnen sich durch glatte, konvexe Kurvenzüge im Bereich der Kraftmaxima aus.

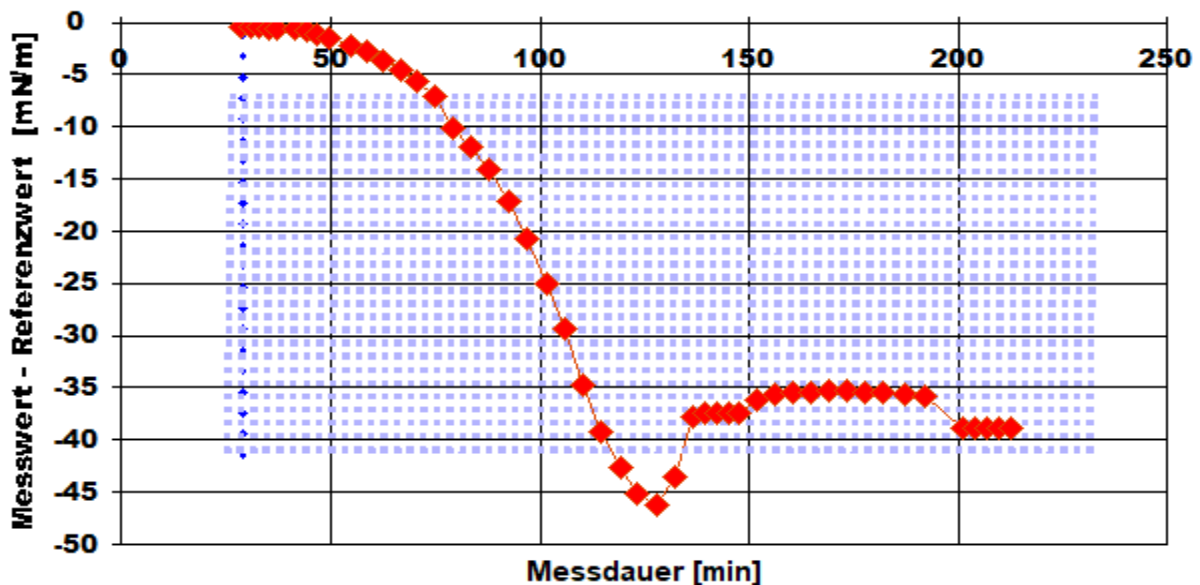
- Diagramm 8. Z-Geschwindigkeit beim Lamellenauszug - 'Geschwindigkeitsdiagramm'^{1'}



- Das Chart "Geschwindigkeitsdiagramm"¹ zeigt möglicherweise eine Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Lamellen-Auszugsgeschwindigkeit an. Dynamisch bzw. statisch bestimmte Messwerte werden separiert dargestellt. Bei (quasi-)statischen Lamellenauszügen wird die angegebene Geschwindigkeit über Zugstrecken und Haltedauern der Messpositionen eines Kurvenzugs gemittelt. Es stellt sich eine 'natürliche' Gleichgewichtsgeschwindigkeit ein.

• 6. Referenzdatenvergleich

- Diagramm 9. IST/SOLL-Vergleich in zeitlicher Abfolge der Messwerte - 'DeltaChart'



Reference values for "Wasser" acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=235.8-(1-(T+273.15)/647.096)^{1.256}-(1-0.625-(1-(T+273.15)/647.096))$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-24,0 \pm 17$ mN/m, relative: -81% at a spread of 57%

• 7. Datenbankvergleich zum Ergebniswert

REFERENZ	mN/m	ABWEICHUNG	REF. ID
1. o-Xylol ¹	29,75	---	ID172.3
2. DKD100 ¹	29,62	-3,4‰	ID751.7
3. DKD-100BW ¹	29,57	-3,4‰	ID1014.0
4. DKD500 ¹	30,08	+1,3%	ID783.7
5. 2-Nitropropan ¹	29,28	-1,3%	ID58.7
6. Pyrrolidin ¹	29,23	-1,7%	ID80.6
7. 1,2,4-Trimethylbenzol ¹	29,20	-1,7%	ID186.0

¹Wert für 25,0°C berechnet. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand. Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben.

• 8. Feedback der Freien Komponentensteuerung

Nachfolgend die sequenzielle Auflistung mit Minutenangaben der Aktionen und Reaktionen des eingesetzten Zusatzgerätes.

216,95	WTW: pH 6.551
216,97	ext.Sonde: pH 6.528
217,02	SentisMic: pH 6.521

Temperaturangaben beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für \pm (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% normalverteilter Werte.

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

Programm

Data created during execution of the IMPro "CMC-Methode-VP9100a", type 1/40. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde zuletzt zwei Tage vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert. **IMETER ID23903733: Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse ρ_{cal} 8,000 g/cm³, Luftdichte ρ_{air} 1,104 kg/m³; Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s². 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#).

• 9. Kommentar/Bewertung/Interpretation

Die Leitfähigkeit zeigt die CMC bei etwas geringerer Konzentration an. Wiederholungsmessungen ohne Konzentrationsänderung zeigt Zeitrelevanz durch Abfallende OFS bei kleinsten Konz, bei CMC wenig und nach Rückverdünnung aber sehr stabil.

Rückverdünnung nach max.-Konzentration: Bei gleicher Konzentration 2 verschiedene OFS!! - Je nachdem, wie die Konzentration erreicht wurde, Konzentrationssteigerung oder Verdünnung, ergibt sich eine andere OFS.

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

Report created by IMETER



Messumstände: Ringmethode, Messung im doppelwandigen Temperiergefäß; IMETER steuert im Messprogramm einen Ministat-Thermostaten (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg), das Magnetührwerk sowie fünf exakt arbeitende Kolbenpumpen (I-VPPumpen), außerdem ein pH-Meter und ein Leitfähigkeitsmessgerät. -- Zur Messung werden 50mL destilliertes 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 multiplikativ 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 – bzw. auswerten zu lassen.

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

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

Das IMETER-Framework wurde für diese Untersuchung genutzt und darin durch separate Geräte erweitert, die über Datenschnittstellen verfügen und so durch das IMPro (Messprogramm) bedient wurden. Das IMPro steuert Messgeräte zur Messung der Luftfeuchte über der Lösung, der elektrischen Leitfähigkeit und des pH-Wertes. Außerdem wurden *neue Auswertmöglichkeiten* von M1 genutzt, die Veränderung der Gleichgewichts-Bewegungsgeschwindigkeit, des Kontaktwinkels an den Ringhaltestäben sowie den Verlauf des Oberflächenniveaus. Der pH-Wert wurde nur einmalig bestimmt (pH=6.5), da Ablesungen im Konzentrationsverlauf in Vortests nicht erkennbar sinnvolles ergaben. Der pH ist gegenüber einer technischen Qualität von SDS um eine Spur saurer ($\text{pH}_{\text{SDS}95\%}=7.3$).

Als Ergebnis können neben den offensichtlichen Resultaten dem Bericht daher noch eine Reihe weiterer Aussagen entnommen werden, die besonders in der Report-**Tabelle 5** aufgelistet sind. Sogar der i-Magnetrührer wurde als Indikator für *Reibungsänderung* zum Einsatz gebracht. Der Rührer wurde mit einer konstanten Bestromung im Freilauf betrieben und die sich entsprechend der Reibung des PTFE-Magnetrührfischchens einstellenden Drehzahlen wurden protokolliert (v_{rot}).

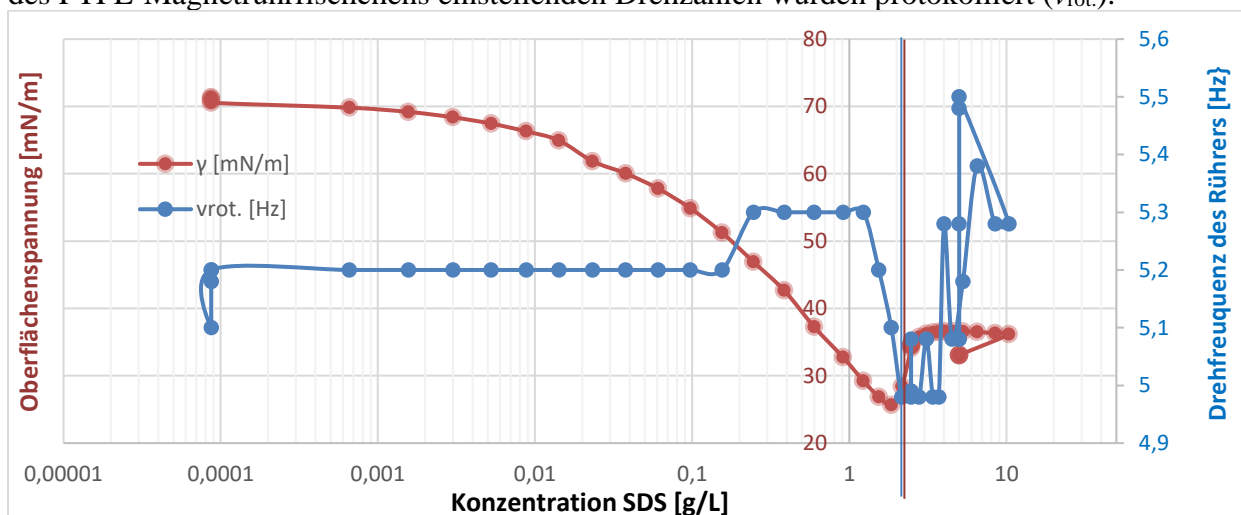


Diagramm 1: Die Drehzahl des i-Magnetrührers zeigt im Bereich der CMC eine geringfügige Abnahme.

Der Knick bei einer bestimmten Konzentration im Verlauf der el. Leitfähigkeit (2.5 g/L) ist **nicht sehr nahe** an der CMC-Indikation durch die Oberflächenspannung (2.2 g/L).

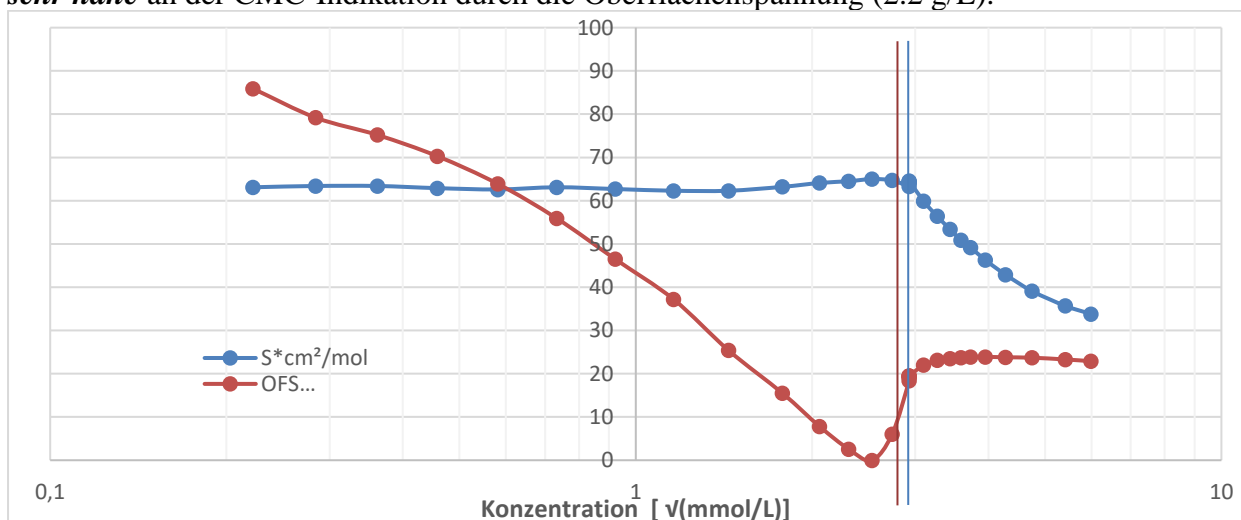


Diagramm 2: Die molare Leitfähigkeit zeigt einen scharfen Übergang nach der CMC-Indikation durch die Oberflächenspannung.

Eine mögliche Deutung ist, dass die Mizellenbildung in der Oberfläche bereits bei kleineren Konzentrationen auftritt, während in der Bulkphase eine strukturbedingte Behinderung der Leitfähigkeit bei einer etwa 10% höheren Konzentration zustande kommt.

Die Niveauhöhe ($H_0,rel.$) im Messgefäß zeigt mit fallender Oberflächenspannung einen steigenden Pegel, auch, weil der Kontaktwinkel am Gefäßrand entspannt.

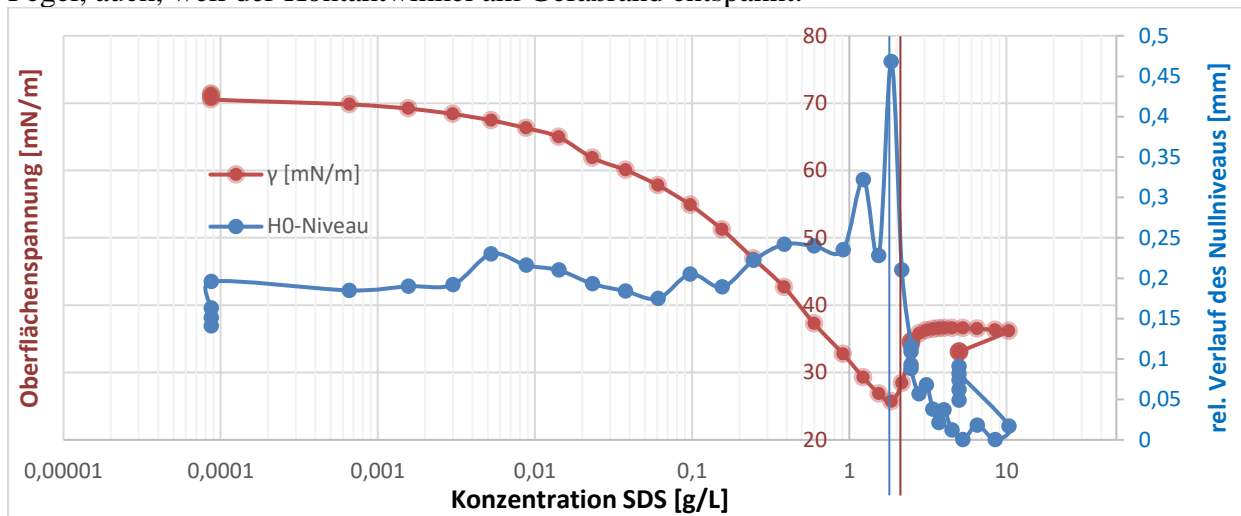


Diagramm 3: Relativer Verlauf des Flüssigkeitspegels mit Peak bei OFS-Minimum vor Erreichen der CMC (Peak eigentlich zu intensiv).

Die Grenzflächenmechanik kann durch Strukturbildung zusätzlich verändert sein, so dass der Auslösemechanismus der Oberflächendetektion mitbetroffen wird (*Oberfläche ist weicher*). Nach der CMC erscheint die Oberfläche sozusagen *härter*.

Die statische Auszugsgeschwindigkeit ($v_{rel.}$) reagiert bereits bei geringeren Konzentrationen durch Verlangsamung der Bewegung (*Grenzflächenviskoelastizität*). Nach bzw. mit Erreichen der CMC regelt sich die natürliche Geschwindigkeit wieder bei der gleichen Eigenschaft reinen Wassers ein.

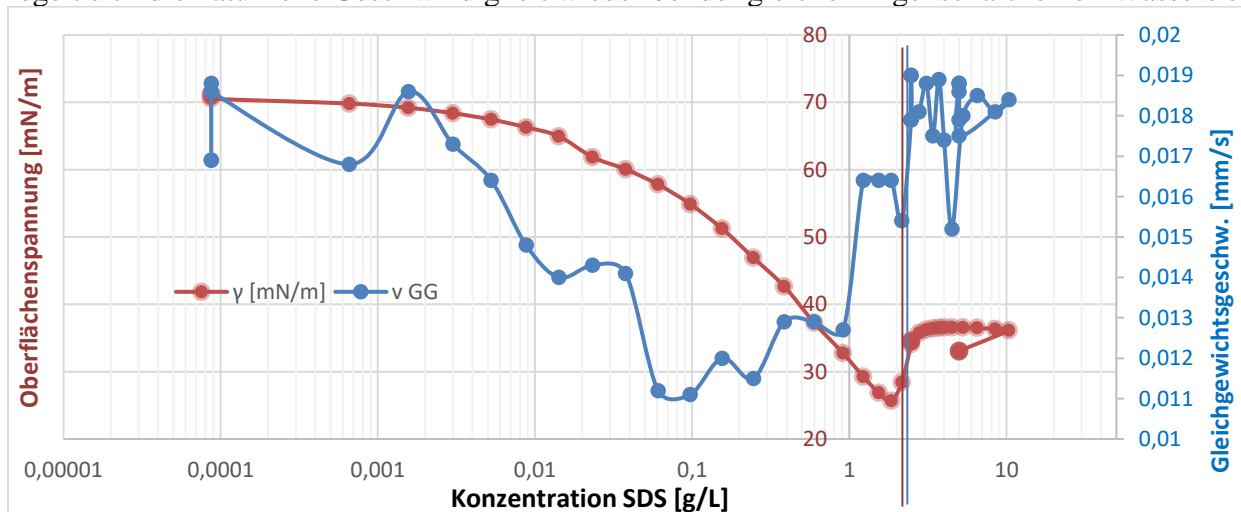


Diagramm 4: Die Gleichgewichtsgeschwindigkeit im Lamellenauszug steigt bei der CMC an.

Die rel. Luftfeuchte ($\%r.H_{rel}$) zeigt sich bei dem 99%igen SDS im Bereich der CMC kaum beeindruckt, wengleich der absolute Minimumwert ebenfalls im Bereich der minimalen Oberflächenspannung auftritt.

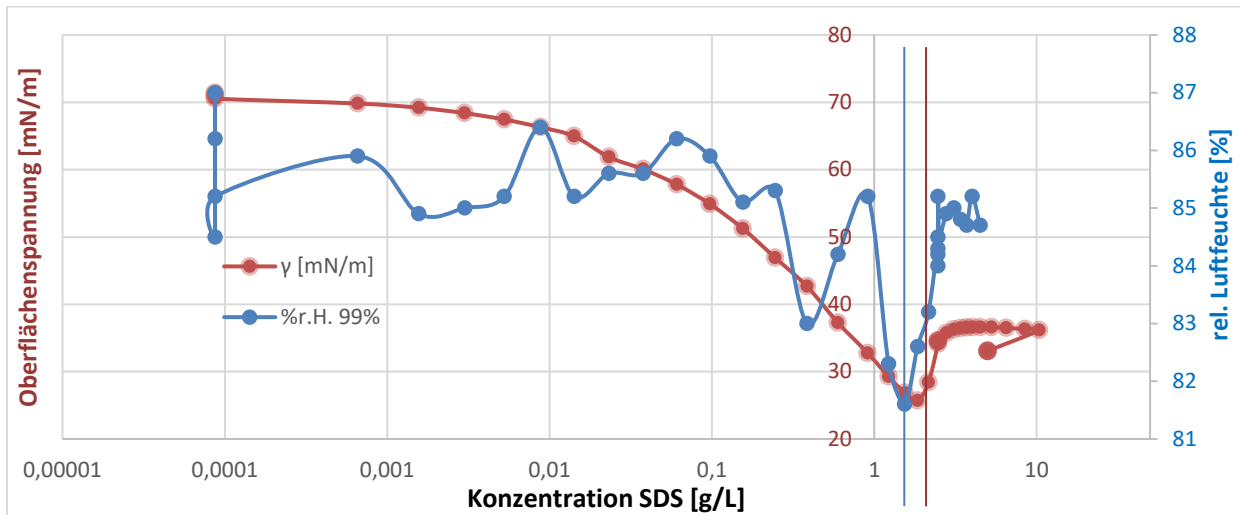


Diagramm 5: Die Luftfeuchte über der Lösung reagiert wenig deutlich auf Konzentrationsänderungen in der Lösung; die Minimum r.H. wird kurz vor CMC erreicht (bei SDS 95% ein sehr deutliches Luftfeuchteminimum, vgl. letztes Diagramm).

Der Vorwärts-Kontaktwinkel ($Q = \theta_{adv.}$) gegen das Platin der Ringhaltestäbe geht vom Wasser-Platin-Kontaktwinkel von $\sim 40^\circ$ ¹ aus und verbleibt bis 0.5 g/L etwa auf diesem Niveau, fällt zur CMC und erreicht bei ca. 2.5 g/L den Minimalwert von 14° , der sehr gute Benetzbarkeit der Metalloberfläche anzeigt. (Tabellenwerte in Tabelle 5 bei höherer Konzentration sind Artefakte). Die Kontaktwinkelmessung der Vorwärtswinkels (adv.) erfolgt stets an einer frischen, zuvor unbenetzten Stelle, indem von Messung zu Messung die Ringebene immer etwas tiefer in die Phase bewegt wird.

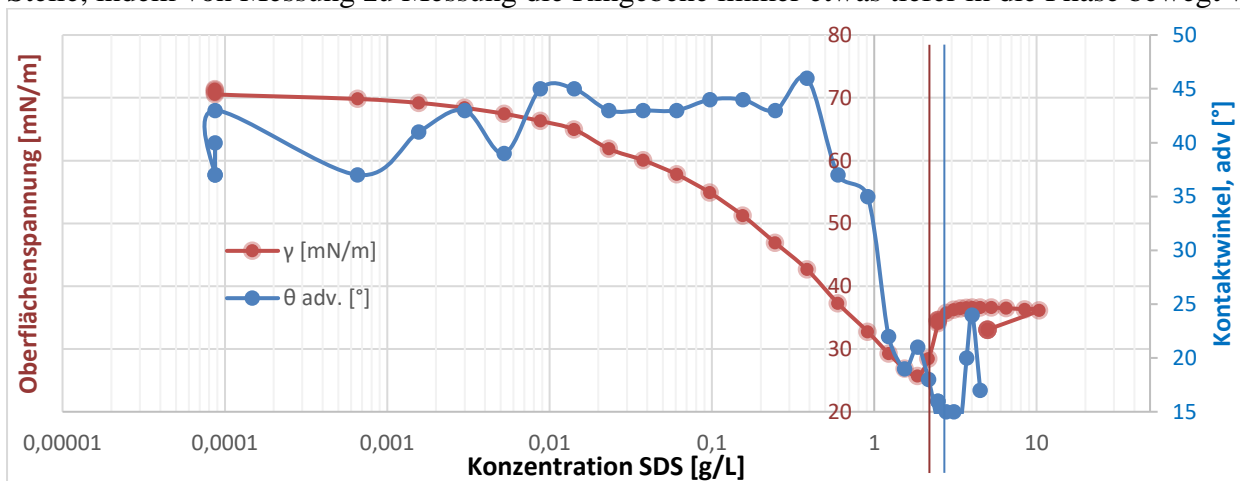


Diagramm 6: Der Kontaktwinkel erreicht mit der CMC ein Minimalwert. Die Benetzbarkeit der Metalloberfläche zeigt sich ab CMC deutlich verbessert.

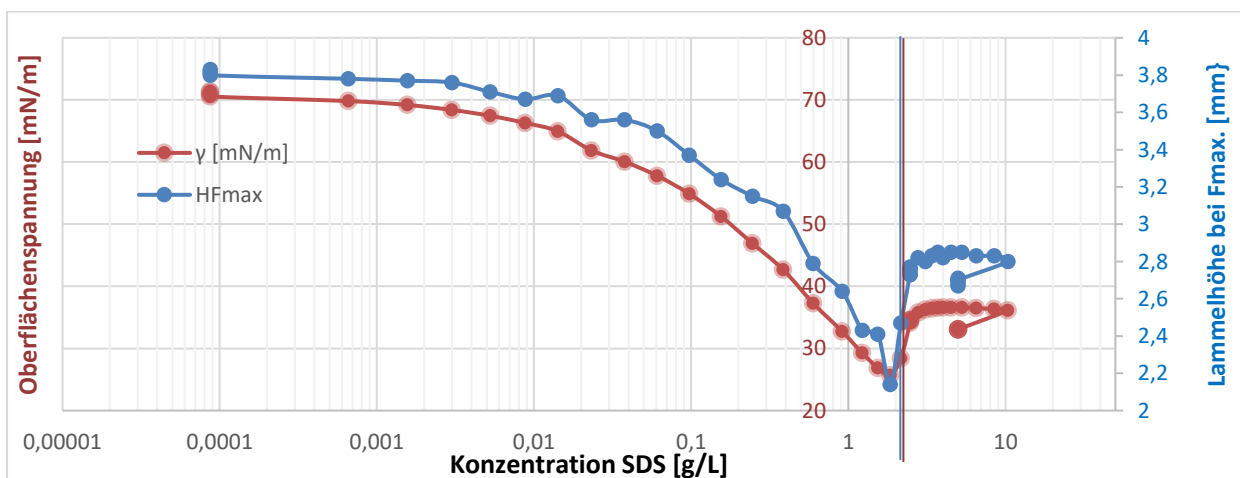


Diagramm 7: Die Lamellenhöhe bei Maximalkraft verläuft parallel zur Oberflächenspannung, bricht bei der Minimum Oberflächenspannung allerdings ein und verläuft nach der CMC auf erhöhtem Niveau.

¹ Referenzwert 40° für Pt/Wasser: Adamson, Arthur W., Gast, Alice P., Physical Chemistry of Surfaces, 6th Edition, Wiley-Interscience (1997), S.365.

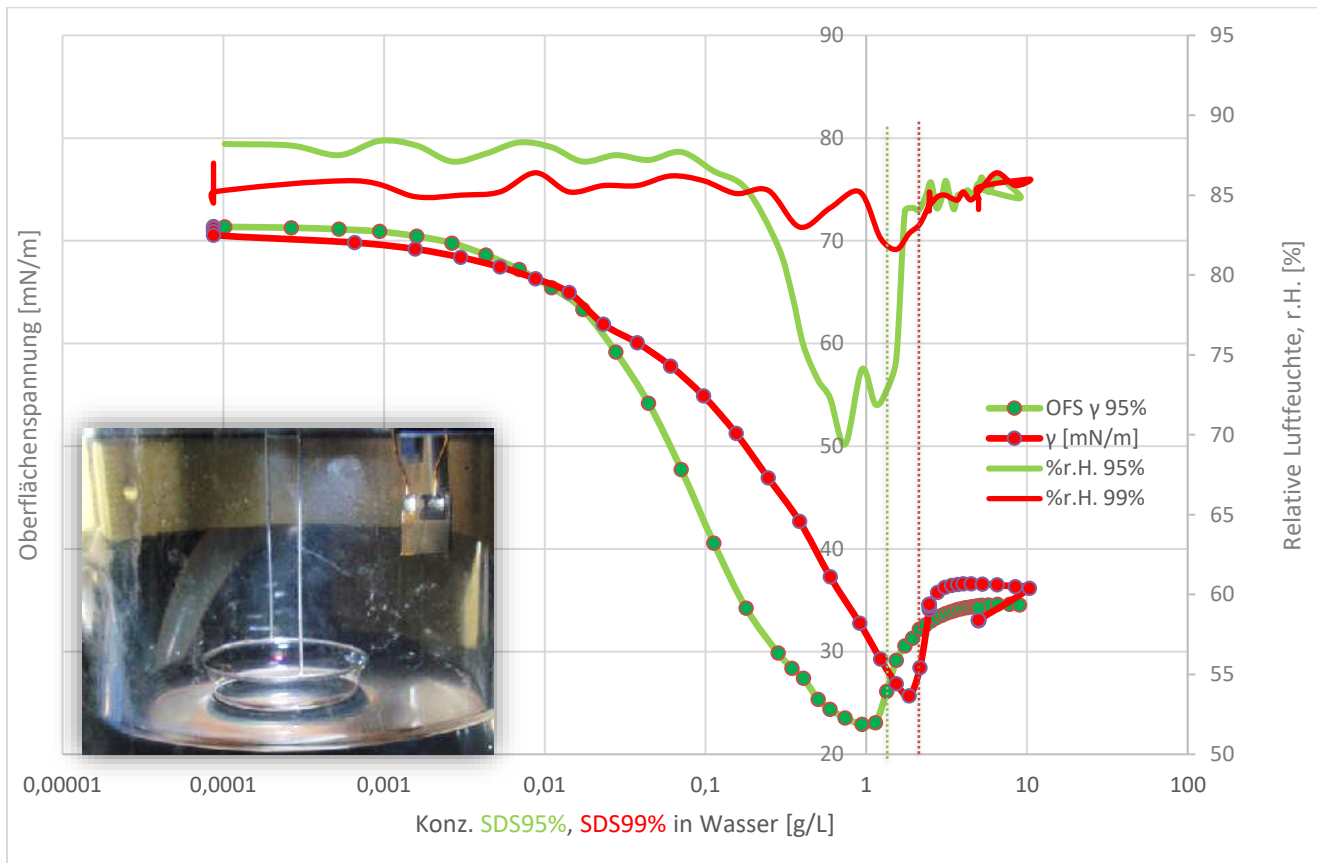


Diagramm 8: Oberflächenspannung und relative Luftfeuchte über der Lösung im Vergleich von technischem und reinem SDS. Und Bild mit Blick in die Messzelle (Messring, rechts oben r.H.-Sensor, 30mm über der Oberfläche). – Bei SDS95% fällt die Luftfeuchte deutlich vor und zur CMC ab. Wiederanstieg der Luftfeuchte bei beiden Spezies auf einen vergleichbaren und stabil bleibenden Wert auf dem Niveau der Anfangsluftfeuchte.

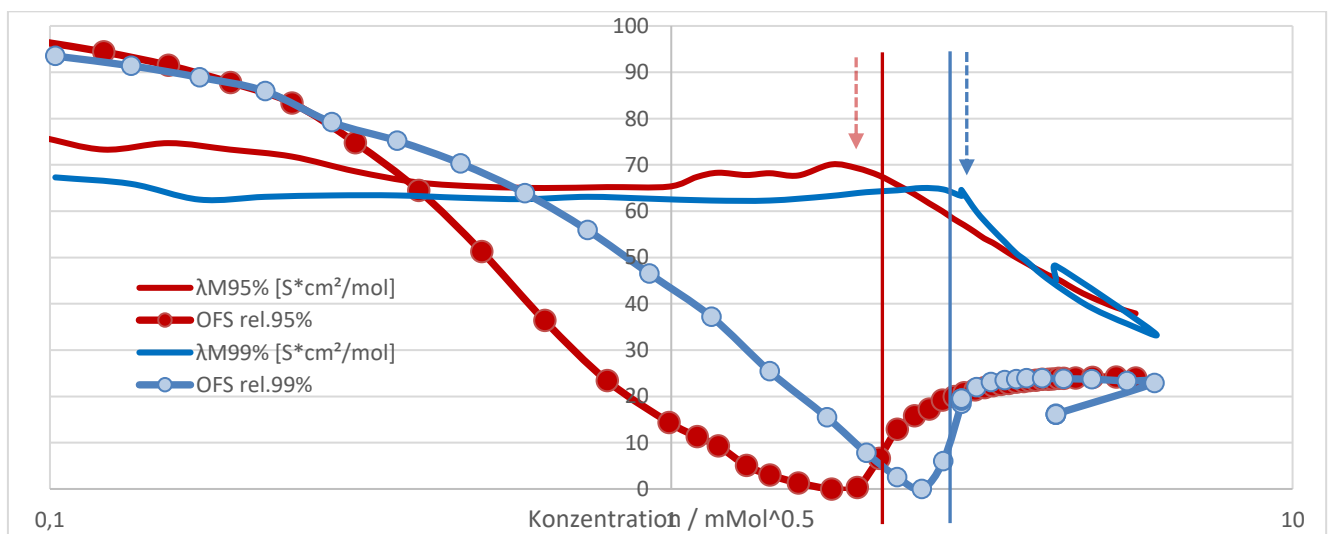


Diagramm 9: Vergleich zweier SDS-Qualitäten Oberflächenspannung gegen Äquivalentleitfähigkeit – Die Leitfähigkeit indiziert bei dem 95%er vor und bei der 99%igen nach jeweiliger Oberflächenspannungs-CMC Indikation (CMC mit Baken im Diagramm eingezeichnet).

Vergleich zweier SDS-Qualitäten in Doppelbestimmung:

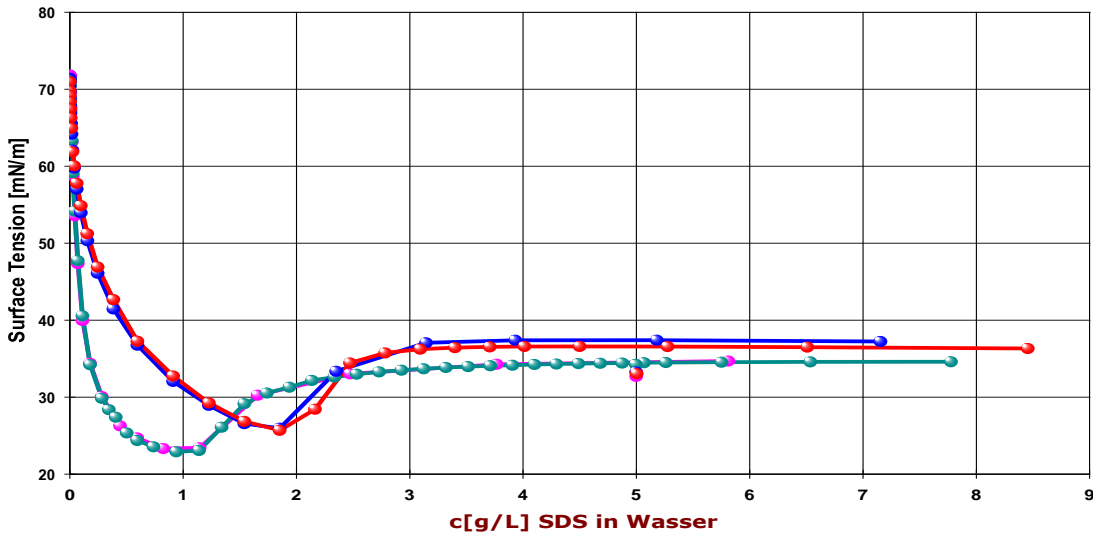


Diagramm 10: Wirkungskurven zweier SDS-Varietäten – 99%iges (rot-blau) und 95%iges (türkis-rosa). Je zwei zeitnahe Messungen.

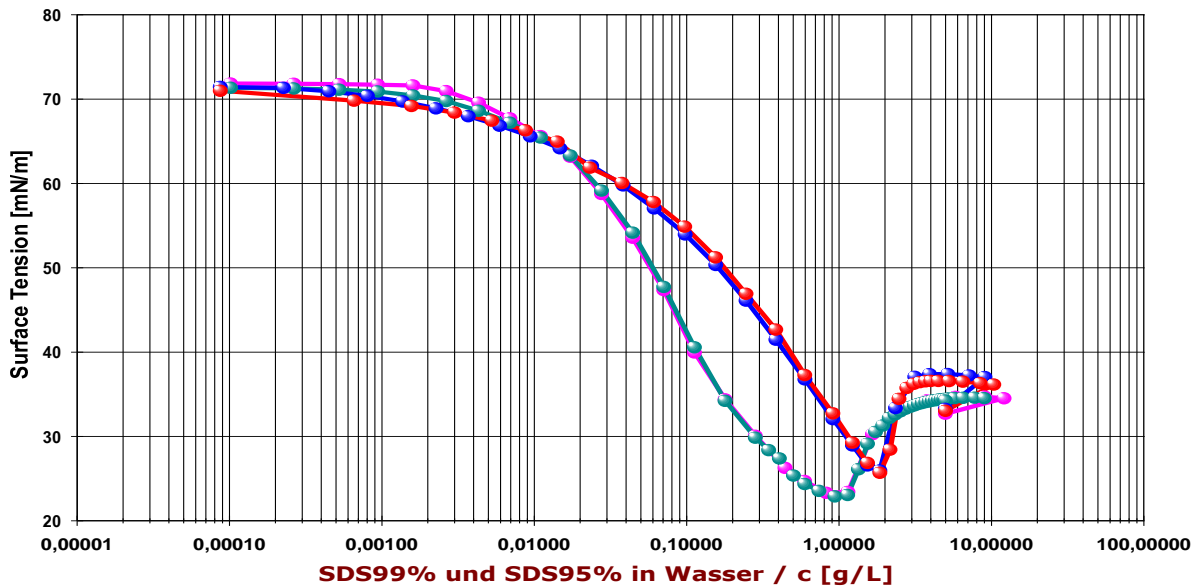


Diagramm 11: voriges Diagramm jetzt ganze Kurve und auf log-x-Achse



Messtechnik - verbessert und zusammengefasst

Intelligenter messen.

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

©2024 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme
 Verantwortung: Michael Breitwieser,
 Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg
 Tel. (+49/0)821/706450
www.imeter.de

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