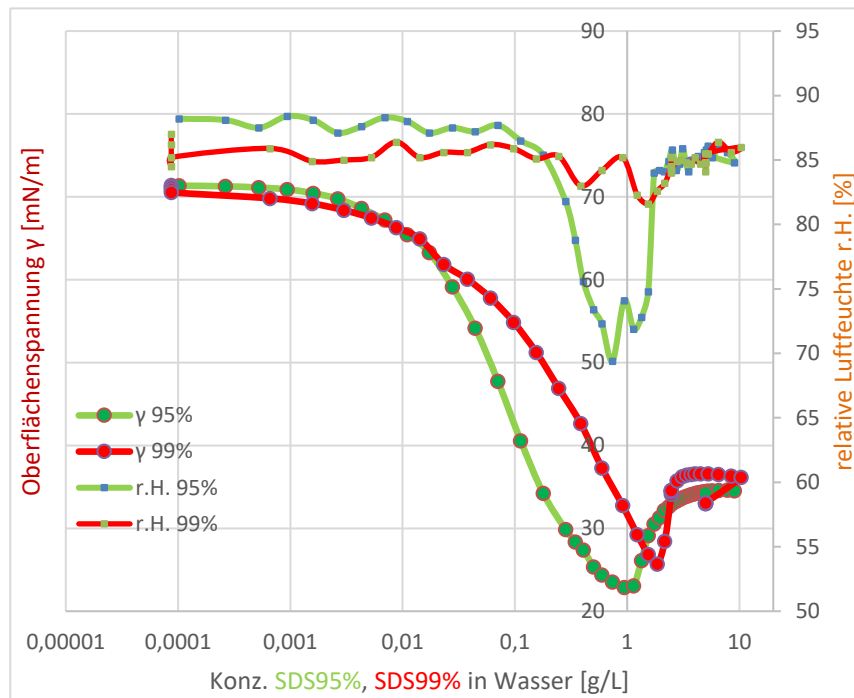


**IMETER M1 "Ringmethode/CMC":
Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung**

CMC von SDS (techn.)

Sodium lauryl sulfate, Na-laurylsulfat, Na-Dodecylsulfat 95%

„Multisensorische CMC Indikation“ - In diesem Beispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (unten) eine auf Forschungsfragen ausgerichtete CMC-Messung.



Das Diagramm zeigt für zwei Spezies SDS die Abhängigkeit der Oberflächenspannung (*OFS*) von der Konzentration und die mitgemessene relative Luftfeuchte (*r.H.*) in 30 mm Höhe über der Flüssigkeitsoberfläche.

Parallel zur Messung der Oberflächenspannung werden zusätzliche Datenquellen und Sensoren eingebunden, die auf eine Änderung der Konzentration in der wässrigen Lösung reagieren können, um evtl. weitere Eigenschaftsveränderungen zu registrieren und vergleichbar zu machen.

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 Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („was soll der Fall sein“), zum anderen über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, was der Fall ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben.

IMETER spart sehr viel Arbeitszeit, 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.

ID N° 9210 - Surface Tension / CMC

SDS95% - multisensorische CMC-Bestimmung

Referenzmaterial: "Sodium dodecyl sulfate, Approx. 95% based on total alkyl sulfate content", Batch #019K0076. - Elektr. Leitfähigkeit, rel. Feuchte, 'natürliche' Geschw., Kontaktwinkel, Rührerdrehzahl, Pegelveränderung.

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

Result: **CMC_{25,02°C} = 1,32 g/L, γ_{CMC} = 26 mN/m**

Report

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

• 1. Eigenschaft und Methode

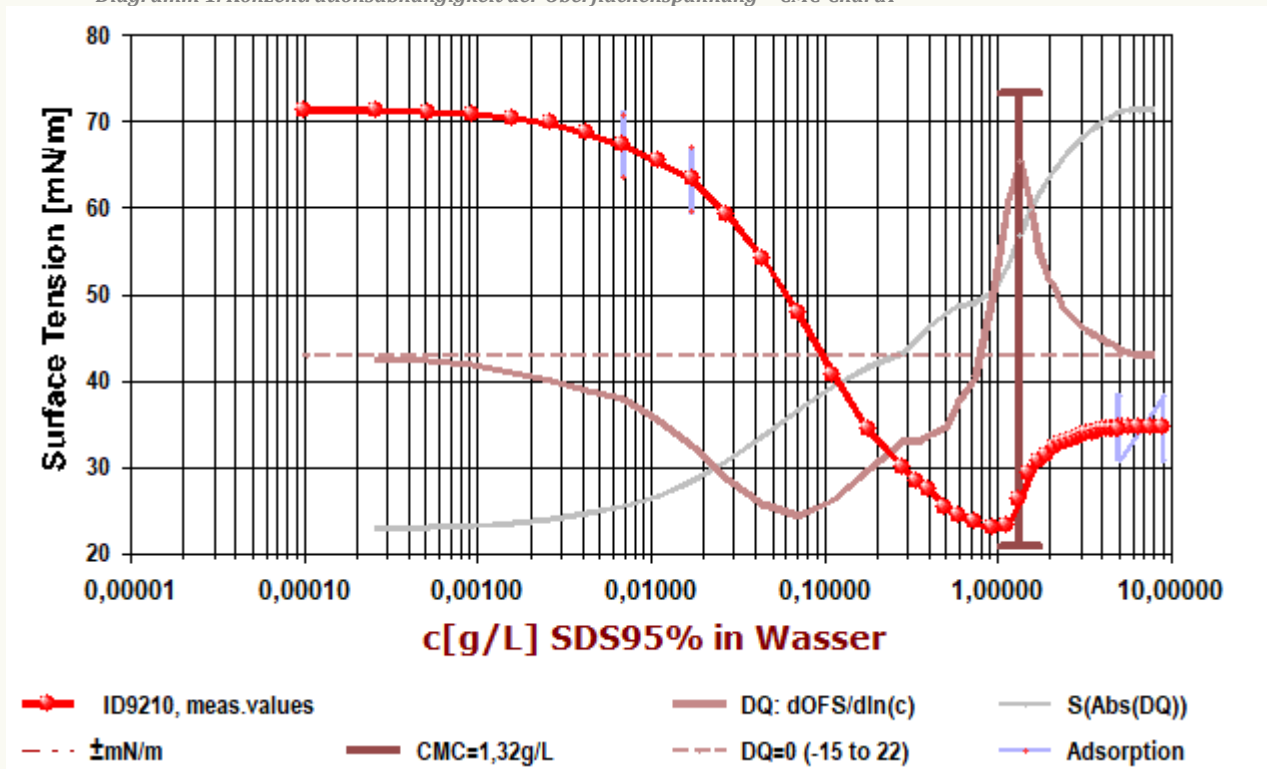
Die **Oberflächenspannung** γ ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die zwischenmolekulare Anziehungskräfte ausdrückt. Die Einheit 'mN/m' (Kraft pro Länge bzw. 'mJ/m²', Arbeit pro Fläche) bedeutet eine reversible Energiemenge, die aufzuwenden ist, um 1 m² neue Oberfläche zu schaffen bzw. die freigesetzt wird, wenn Oberfläche (z.B. durch Vereinigung von Tröpfchen) verschwindet. Das Augenscheinliche der Eigenschaft Oberflächenspannung besteht in der mehr oder weniger leichten Verformbarkeit der flüssigen Oberfläche. Die hier zur Messung angewandte *Ringmethode* beruht auf Kraftmessung bei *Deformation der Oberfläche*: Ein waagerechter Draht ring wird in die Flüssigkeit getaucht und herausgehoben. Beim Herausziehen wächst die Zugkraft durch die angehobene Flüssigkeitsmenge und nimmt einen parabelförmigen Verlauf an. Entscheidend ist die im Parabelscheitel vorliegende Maximalkraft. Sie entspricht im Verhältnis zum Ringumfang der Oberflächenspannung. Als Gegenkraft wirkt unter der Fallbeschleunigung das gehobene Flüssigkeitsgewicht - mithin die Dichtedifferenz $\Delta\rho$ zwischen Probe und Luft bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert wird auf den Wert der Maximalkraft ein Korrekturfaktor f_k angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, benannt nach ihren Entwicklern. Zu bevorzugen ist die Berechnung nach *Young-Laplace-Petzoldt* oder *Harkins & Jordan*, d.h. die Verwendung der klassischen Korrekturtabellen - auf der auch andere Algorithmen beruhen. Weiterhin zur Berechnung - um kleine Abweichungen zu korrigieren, die auf der Unvollkommenheit der Ringgeometrie beruhen - wird ggf. ein Kalibrierfaktor f_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 **1,32 g/L** bestimmt. Sie gilt für die Temperatur 25,0°C. Der Wert wurde mathematisch 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 zu Oberflächenspannung, CMC und Konzentration:

- CMC	: 26 mN/m	1,32 g/L	1,0	× CMC
- C _{Max.}	: 34,54 mN/m	9,00 g/L	6,82	× CMC
- $\gamma_{\min.}$: 22,90 mN/m	0,940 g/L	0,712	× CMC

* Verfahren - Konzentrationen - Bilanz *

Vorlage: *dest. Wasser*, angegebenes Volumen 50±0,005 cm³, Masse 49,852 g, Dichte 0,997038 g/cm³, bei 25,02°C (Datenbankeintrag 'Wasser').

Zudosierung: SDS95%, 49 Zugaben, in vier verschiedenen Konzentrationen.

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

(a)	$c_a=0,1018$ g/L	$u_{rel.}\pm 0,098\%$	$\rho=0,997$ g/cm ³
(b)	$c_b=3,273$ g/L	$u_{rel.}\pm 0,092\%$	$\rho=0,9974$ g/cm ³
(c)	$c_c=102,552$ g/L	$u_{rel.}\pm 0,098\%$	$\rho=1,011$ g/cm ³
(d)	$c_d=0$ (ohne) g/L	$u_{rel.}\pm 0,0\%$	$\rho=0,997$ g/cm ³

Mit Buchstaben-Kennzeichnung '(a) bis (d)' der Konzentration entsprechend in der **Haupttabelle** weiter unten. Temperaturangaben zur Dosierung im Mittel der Ablesungen $24,96\pm 0,03^\circ\text{C}$. Als volumetrische Zugabe über 5 durch das IMPro gesteuerte VP-Kolbenpumpen, 49 automatische Dosierungen.

Entnahmen: 49 Entnahmen jeweils vor Dosierung als Volumen automatisch abgepumpt.

Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen $47,82$ g ($47,94$ cm³), zugefügte Mengen $47,79$ g ($47,87$ cm³), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage $49,82$ g bzw. $49,94 \pm 0,57$ cm³, am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: $249,42$ mg.

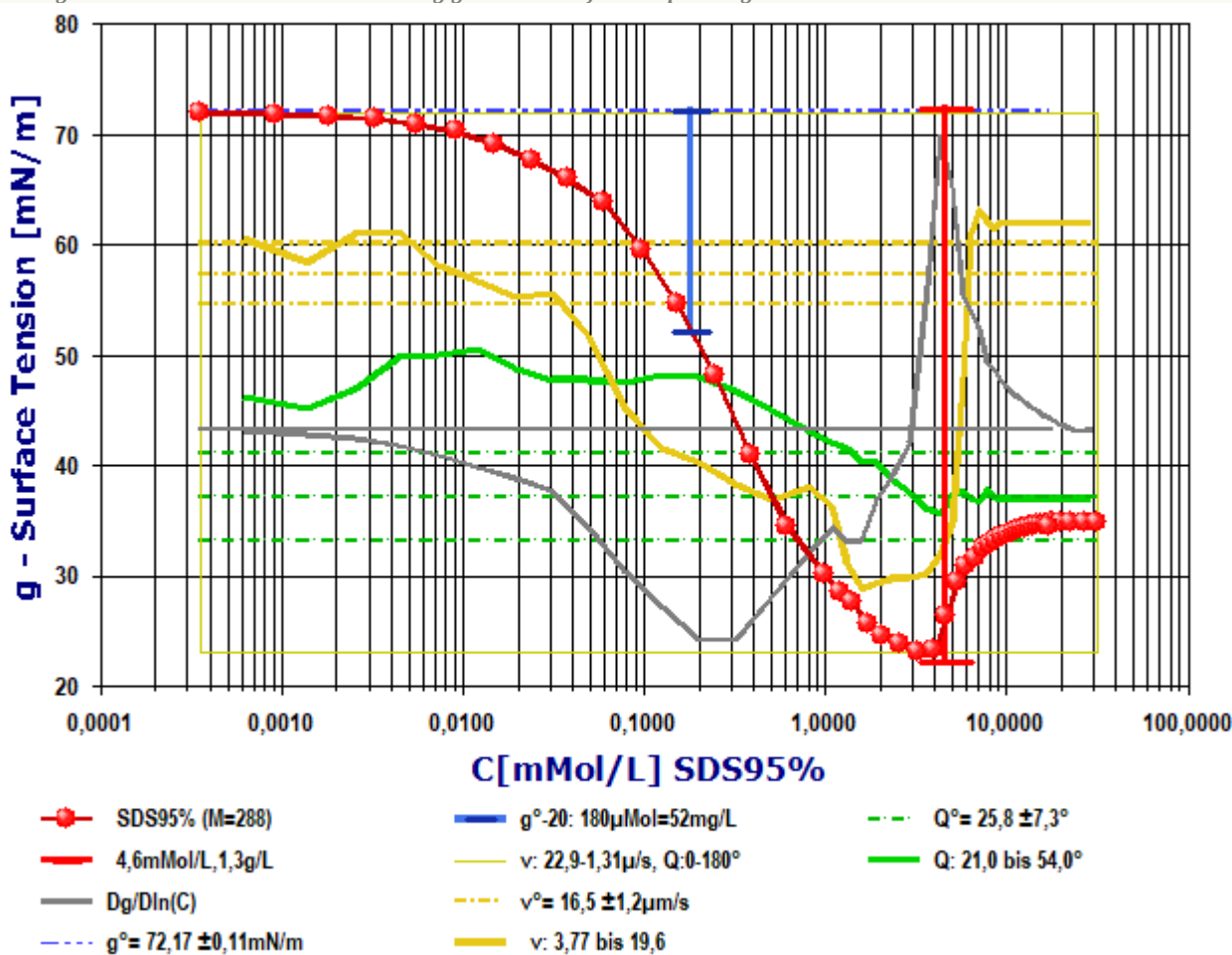
Konzentrationsbereich der Messung: $0,000102$ bis $9,00$ g/L,

Endkonzentration: $4,99 \pm 0,03$ g/L (= $3,78 \times \text{CMC}$). Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt $0,0006$ g/cm³ ($0,64\text{‰}$).

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-Molar²'



Das Diagramm **CMC-Molar²** 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 (Haupttabelle)

- Die erste Datenzeile der Tabelle enthält mit "-6,0 (5)" und " $\gamma^\circ 71,63\text{mN/m}$ " die Angabe über den Ausgangswert der Oberflächenspannung. Die Einträge bedeuten, dass der Ausgangswert der Mittelwert aus fünf Einzelmessungen ist und im Mittel 6 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 34,4 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.	---	---	---	-6,0 (5)	71,63	0	0	<50,00 cm ³ >
2.	-0,0499	6,0%	34,4	---	---	0	0 ▯	<49,95 cm ³ >
3.	0,0498	6,0%	34,5	12,1	71,35	0,000102	5,7% (a)	100 ppb
4.	-0,0798	3,8%	48,1	---	---	0,000102	5,7% ▯	<49,92 cm ³ >
5.	0,0798	3,8%	48,2	2,5	71,27	0,000265	3,1% (a)	270 ppb
6.	-0,1276	2,4%	52,2	---	---	0,000265	3,1% ▯	<49,87 cm ³ >
7.	0,1276	2,4%	52,2	2,6	71,12	0,000524	1,9% (a)	0,53 ppm
8.	-0,2042	1,5%	56,3	---	---	0,000524	1,9% ▯	<49,80 cm ³ >
9.	0,2042	1,5%	56,4	2,7	70,90	0,00094	1,2% (a)	0,94 ppm
10.	-0,3267	0,94%	60,4	---	---	0,00094	1,2% ▯	<49,67 cm ³ >
11.	0,3267	0,95%	60,5	2,8	70,44	0,00160	0,74% (a)	1,6 ppm
12.	-0,5227	0,59%	64,6	---	---	0,00160	0,74% ▯	<49,48 cm ³ >
13.	0,5227	0,61%	64,7	2,8	69,77	0,00265	4,6‰ (a)	2,7 ppm
14.	-0,8364	3,8‰	68,9	---	---	0,00265	4,6‰ ▯	<49,16 cm ³ >
15.	0,8363	4,0‰	69,0	2,8	68,62	0,00431	2,9‰ (a)	4,3 ppm
16.	-1,3382	2,4‰	73,3	---	---	0,00431	2,9‰ ▯	<48,66 cm ³ >
17.	1,3382	2,6‰	73,4	2,9	67,21	0,00693	2,0‰ (a)	7,0 ppm
18.	-2,1411	1,6‰	77,8	---	---	0,00693	2,0‰ ▯	<47,85 cm ³ >
19.	2,1410	1,8‰	77,9	2,8	65,44	0,01101	1,6‰ (a)	11 ppm
20.	-3,4258	1,1‰	82,3	---	---	0,01101	1,6‰ ▯	<46,56 cm ³ >
21.	3,4257	1,3‰	82,5	3,1	63,30	0,01725	1,7‰ (a)	17 ppm
22.	-0,1595	1,9%	87,2	---	---	0,01725	1,7‰ ▯	<49,84 cm ³ >
23.	0,1595	1,9%	87,3	3,1	59,15	0,0277	0,62% (b)	28 ppm
24.	-0,2552	1,2%	91,9	---	---	0,0277	0,62% ▯	<49,74 cm ³ >
25.	0,2552	1,2%	92,0	3,6	54,17	0,0443	0,52% (b)	44 ppm
26.	-0,4084	0,75%	97,0	---	---	0,0443	0,52% ▯	<49,59 cm ³ >
27.	0,4084	0,77%	97,1	3,4	47,74	0,0707	3,8‰ (b)	71 ppm
28.	-0,6534	4,8‰	102,0	---	---	0,0707	3,8‰ ▯	<49,34 cm ³ >
29.	0,6534	5,0‰	102,1	3,4	40,56	0,1127	2,6‰ (b)	0,11‰
30.	-1,0455	3,1‰	107,2	---	---	0,1127	2,6‰ ▯	<48,95 cm ³ >
31.	1,0454	3,3‰	107,3	3,6	34,22	0,1789	1,9‰ (b)	0,18‰
32.	-1,6728	2,0‰	112,4	---	---	0,1789	1,9‰ ▯	<48,32 cm ³ >
33.	1,6727	2,2‰	112,4	3,5	29,86	0,2827	1,7‰ (b)	0,28‰
34.	-1,0455	3,1‰	117,7	---	---	0,2827	1,7‰ ▯	<48,95 cm ³ >
35.	1,0454	3,3‰	117,7	4,0	28,38	0,3454	1,5‰ (b)	0,35‰
36.	-1,0455	3,1‰	123,9	---	---	0,3454	1,5‰ ▯	<48,95 cm ³ >
37.	1,0454	3,3‰	124,0	5,5	27,40	0,4068	1,3‰ (b)	0,41‰
38.	-1,6728	2,0‰	131,1	---	---	0,4068	1,3‰ ▯	<48,32 cm ³ >
39.	1,6727	2,2‰	131,2	5,8	25,36	0,5029	1,3‰ (b)	0,5‰
40.	-1,6728	2,0‰	138,7	---	---	0,5029	1,3‰ ▯	<48,32 cm ³ >
41.	1,6727	2,2‰	138,8	4,8	24,37	0,5958	1,3‰ (b)	0,6‰
42.	-2,6766	1,3‰	145,4	---	---	0,5958	1,3‰ ▯	<47,31 cm ³ >
43.	2,6763	1,5‰	145,5	5,1	23,54	0,740	1,4‰ (b)	0,74‰
44.	-0,0997	3,0%	153,0	---	---	0,740	1,4‰ ▯	<49,90 cm ³ >
45.	0,0997	3,0%	153,0	5,1	22,90	0,940	0,6% (c)	0,94‰
46.	-0,0997	3,0%	160,0	---	---	0,940	0,6% ▯	<49,89 cm ³ >
47.	0,0997	3,0%	160,1	4,6	23,07	1,141	0,69% (c)	1,1‰
48.	-0,0997	3,0%	166,3	---	---	1,141	0,69% ▯	<49,89 cm ³ >
49.	0,0997	3,0%	166,4	4,4	26,11	1,341	0,72% (c)	1,3‰
50.	-0,0997	3,0%	172,8	---	---	1,341	0,72% ▯	<49,89 cm ³ >
51.	0,0997	3,0%	172,9	3,9	29,14	1,54	0,73% (c)	1,5‰
52.	-0,0997	3,0%	178,6	---	---	1,54	0,73% ▯	<49,89 cm ³ >
53.	0,0997	3,0%	178,6	2,8	30,54	1,74	0,72% (c)	1,7‰
54.	-0,0997	3,0%	182,8	---	---	1,74	0,72% ▯	<49,89 cm ³ >
55.	0,0997	3,0%	182,9	2,9	31,30	1,94	0,71% (c)	1,9‰
56.	-0,0997	3,0%	187,2	---	---	1,94	0,71% ▯	<49,89 cm ³ >
57.	0,0997	3,0%	187,3	2,7	32,18	2,14	0,69% (c)	2,1‰
58.	-0,0997	3,0%	191,4	---	---	2,14	0,69% ▯	<49,89 cm ³ >
59.	0,0997	3,0%	191,5	2,8	32,61	2,34	0,68% (c)	2,3‰
60.	-0,0997	3,0%	195,7	---	---	2,34	0,68% ▯	<49,88 cm ³ >
61.	0,0997	3,0%	195,8	2,8	32,99	2,53	0,66% (c)	2,5‰
62.	-0,0997	3,0%	200,1	---	---	2,53	0,66% ▯	<49,88 cm ³ >
63.	0,0997	3,0%	200,1	2,7	33,28	2,73	0,65% (c)	2,7‰
64.	-0,0997	3,0%	204,3	---	---	2,73	0,65% ▯	<49,88 cm ³ >
65.	0,0997	3,0%	204,4	2,7	33,51	2,93	0,63% (c)	2,9‰
66.	-0,0997	3,0%	208,5	---	---	2,93	0,63% ▯	<49,88 cm ³ >

67.	0,0997	3,0%	208,6	2,9	33,69	3,12	0,62% (c)	3,1‰
68.	-0,0997	3,0%	213,0	---	---	3,12	0,62% ▾	<49,88 cm ³ >
69.	0,0997	3,0%	213,1	2,8	33,85	3,32	0,61% (c)	3,3‰
70.	-0,0997	3,0%	217,2	---	---	3,32	0,61% ▾	<49,88 cm ³ >
71.	0,0997	3,0%	217,3	2,8	33,97	3,52	0,59% (c)	3,5‰
72.	-0,0997	3,0%	221,5	---	---	3,52	0,59% ▾	<49,88 cm ³ >
73.	0,0997	3,0%	221,5	2,8	34,09	3,71	0,58% (c)	3,7‰
74.	-0,0998	3,0%	225,7	---	---	3,71	0,58% ▾	<49,87 cm ³ >
75.	0,0997	3,0%	225,8	3,0	34,16	3,91	0,57% (c)	3,9‰
76.	-0,0998	3,0%	230,2	---	---	3,91	0,57% ▾	<49,87 cm ³ >
77.	0,0997	3,0%	230,3	3,0	34,25	4,10	0,56% (c)	4,1‰
78.	-0,0998	3,0%	234,8	---	---	4,10	0,56% ▾	<49,87 cm ³ >
79.	0,0997	3,0%	234,9	2,9	34,30	4,30	0,55% (c)	4,3‰
80.	-0,0998	3,0%	239,3	---	---	4,30	0,55% ▾	<49,87 cm ³ >
81.	0,0997	3,0%	239,4	2,8	34,36	4,49	0,54% (c)	4,5‰
82.	-0,0998	3,0%	243,6	---	---	4,49	0,54% ▾	<49,87 cm ³ >
83.	0,0997	3,0%	243,6	2,8	34,40	4,68	0,53% (c)	4,7‰
84.	-0,0998	3,0%	247,9	---	---	4,68	0,53% ▾	<49,87 cm ³ >
85.	0,0997	3,0%	248,0	2,8	34,44	4,88	0,53% (c)	4,9‰
86.	-0,0998	3,0%	252,2	---	---	4,88	0,53% ▾	<49,87 cm ³ >
87.	0,0997	3,0%	252,3	4,0	34,47	5,07	0,52% (c)	0,51%
88.	-0,0998	3,0%	257,7	---	---	5,07	0,52% ▾	<49,86 cm ³ >
89.	0,0997	3,0%	257,8	4,0	34,50	5,26	0,51% (c)	0,53%
90.	-0,2554	1,2%	263,2	---	---	5,26	0,51% ▾	<49,71 cm ³ >
91.	0,2552	1,2%	263,3	2,8	34,55	5,75	4,8‰ (c)	0,58%
92.	-0,4087	0,75%	267,6	---	---	5,75	4,8‰ ▾	<49,55 cm ³ >
93.	0,4084	0,77%	267,6	2,9	34,59	6,54	4,3‰ (c)	0,65%
94.	-0,6540	4,8‰	272,0	---	---	6,54	4,3‰ ▾	<49,30 cm ³ >
95.	0,6534	5,0‰	272,1	2,9	34,61	7,78	3,8‰ (c)	0,78%
96.	-0,6541	4,8‰	276,5	---	---	7,78	3,8‰ ▾	<49,29 cm ³ >
97.	0,6534	5,0‰	276,6	4,7	34,54	9,00	3,4‰ (c)	0,9%
98.	-22,1975	0,24‰	282,9	---	---	9,00	3,4‰ ▾	<27,70 cm ³ >
99.	22,1699	0,24‰	283,6	12,2	34,27	4,99	0,62% (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_c) ist die Zeitpunktmitte 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. γ) 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. ±%), 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. Wägwerte ('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. - γ 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 ---

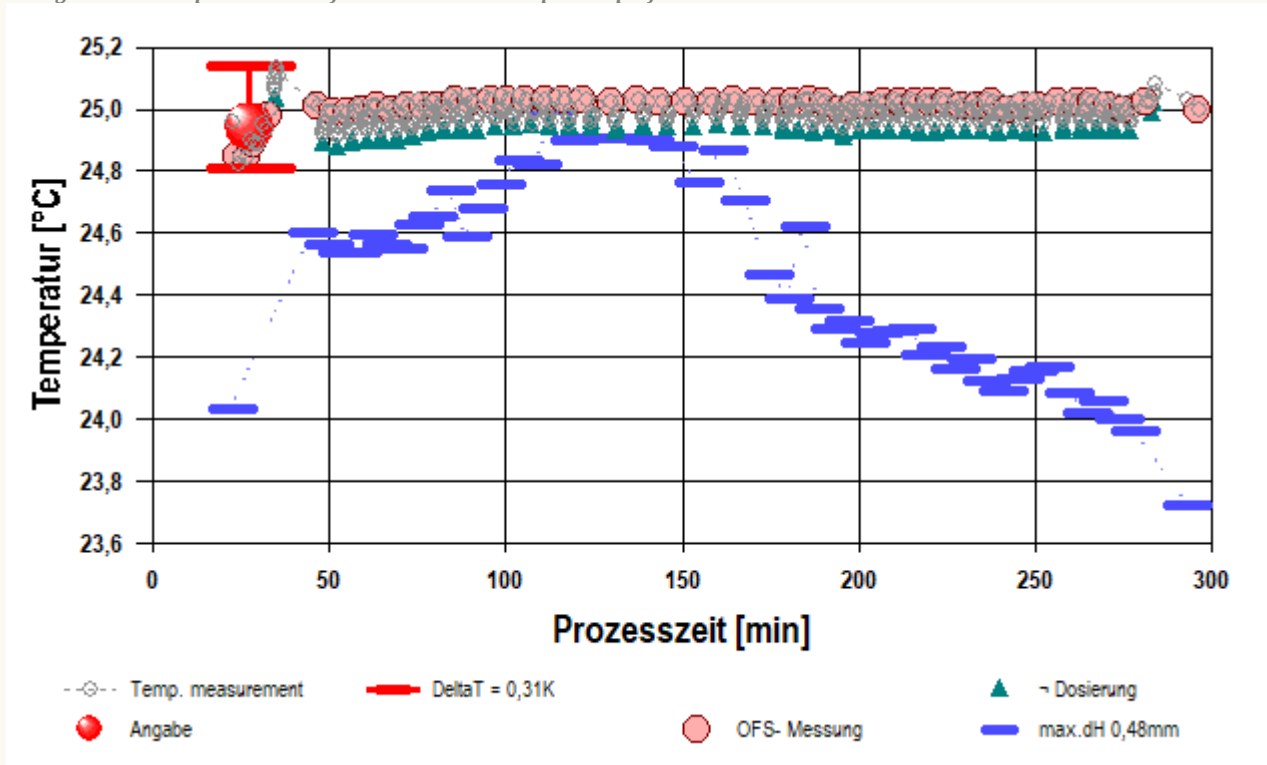
- Sonderauswertungen klassifizierter Verfahren werden im Report vor der Standardauswertung der Domäne ausgegeben. Nachfolgend M1 Standardauswertung.

• 3. Übersicht, Temperatur

Die Oberflächenspannung wurde 54-mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs fünf Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum ziemlich grob isotherm bei 24,9°C. Die Streuung als rel. Standardabweichung der den Messwerten zugeordneten Temperatur beträgt 0,43‰ (Mittelw.: 25,02±0,01°C)

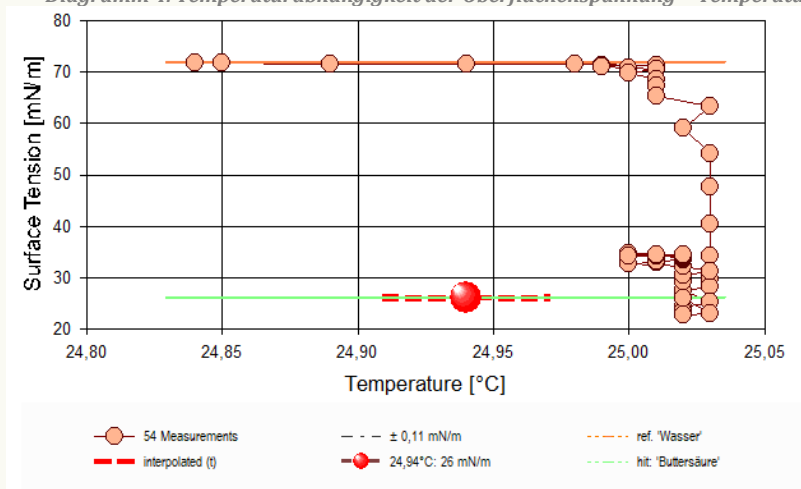
- Die Angabe des 'Temperaturverlaufs' stellt die während der Messung registrierten Temperaturwerte dar (Maximalwert: 25,03°C, Minimalwert: 24,84°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.

→ Diagramm 3. Temperaturverlauf und Übersicht - 'Temperaturprofil'



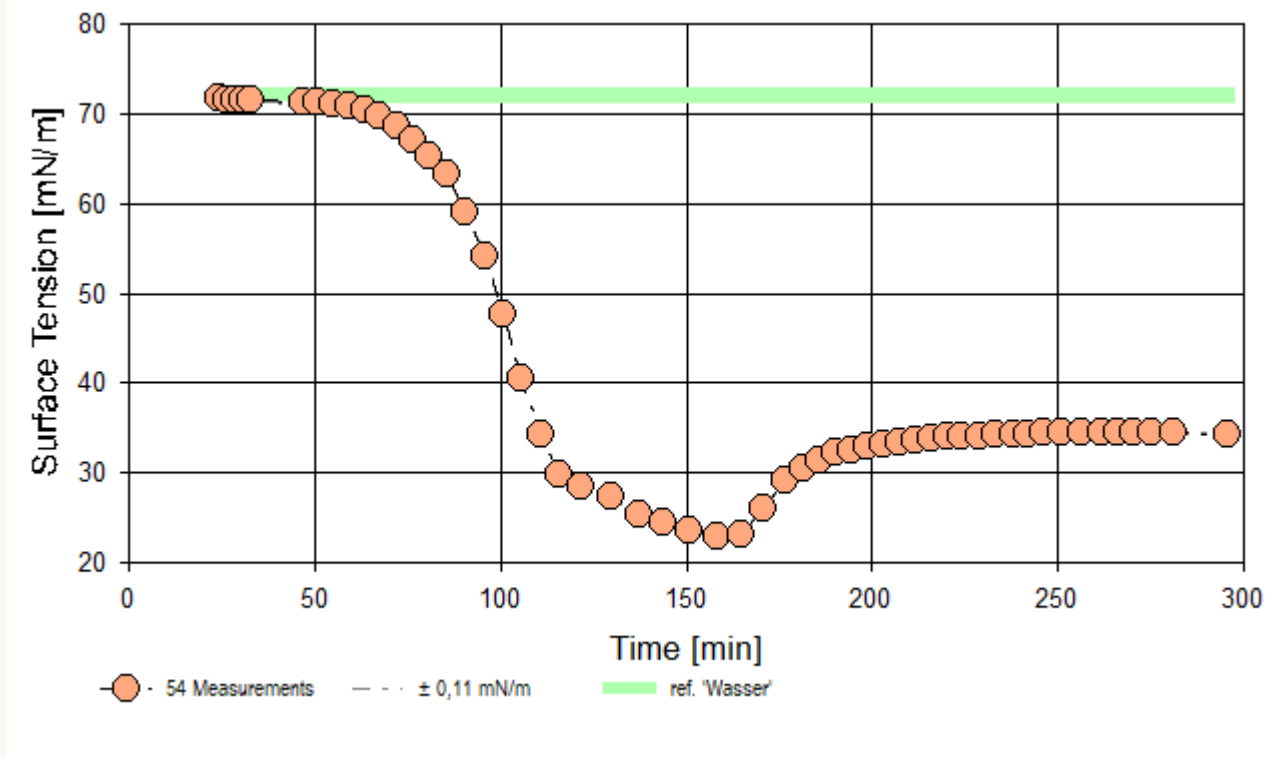
- Im Diagramm "Temperaturprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Zeitachse beginnt mit dem Startzeitpunkt dieser Messung. -- Die Kreismarkierungen zeigen die einzelnen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen 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 50 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied (max.dH) beträgt 0,478 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen 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 ($\gamma_{25,02^\circ\text{C}} = 26 \text{ mN/m}$) 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 'Buttersäure' 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.

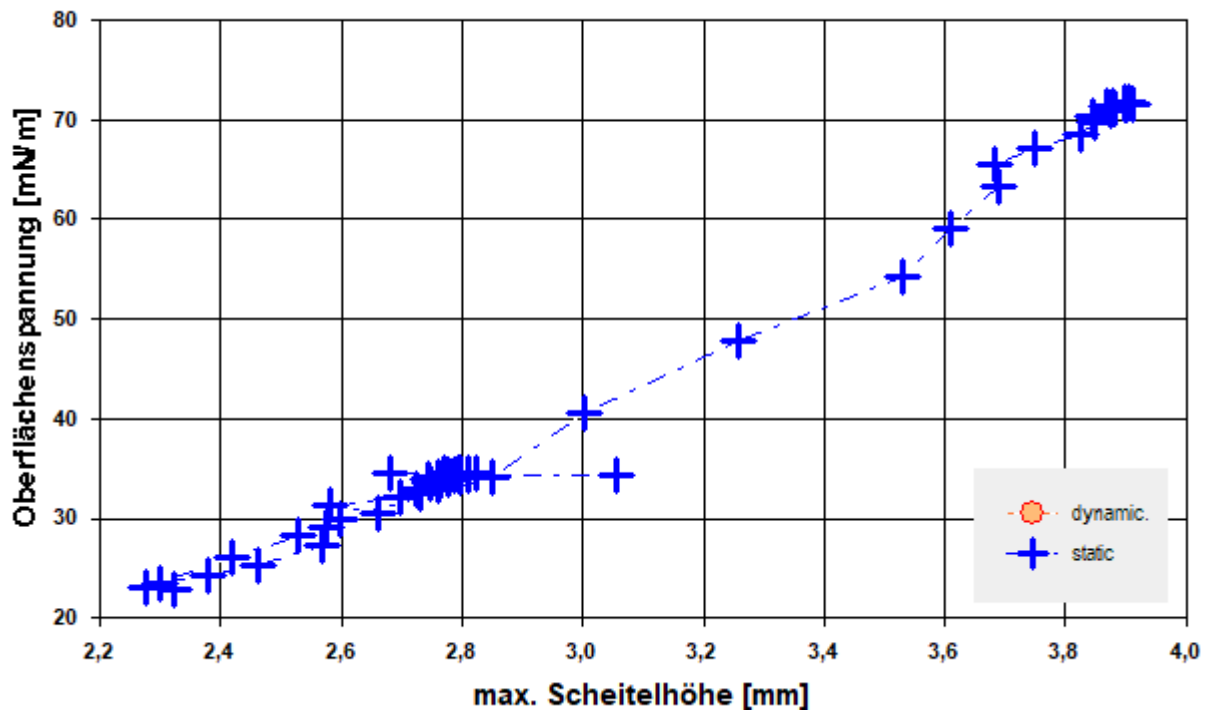
Tabelle 2: Protokoll der Mess- und Ergebnisdaten

N°	t [min]	θ [°C]	nPos	ΔZ [mm]	H _{Fmax} [mm]	W(F _{max}) [mg]	γ [mN/m]	τ _{rel.} [s]	Δρ [g/cm ³]
1.	23,8	24,85	18	0,815	3,90	941,87	71,77	43,4	0,9959
2.	26,3	24,84	18	0,816	3,91	940,97	71,69	43,9	0,9959
3.	28,6	24,89	18	0,816	3,91	940,23	71,63	40,9	0,9959
4.	30,7	24,94	18	0,816	3,90	939,04	71,53	34,4	0,9959
5.	32,9	24,98	18	0,816	3,90	938,87	71,52	36,6	0,9958
6.	46,6	25,01	21	0,960	3,87	936,83	71,35	44,4	0,9958
7.	50,7	24,99	18	0,815	3,88	935,81	71,27	36,1	0,9958
8.	54,9	24,99	18	0,816	3,88	933,97	71,12	37,5	0,9958
9.	59,1	25,00	15	0,672	3,88	931,18	70,90	31,9	0,9958
10.	63,2	25,01	18	0,816	3,85	925,43	70,44	43,0	0,9958
11.	67,4	25,00	18	0,816	3,85	917,16	69,77	42,6	0,9958
12.	71,8	25,01	18	0,815	3,83	903,38	68,62	46,7	0,9958
13.	76,3	25,01	18	0,815	3,75	886,01	67,21	39,8	0,9958
14.	80,7	25,01	18	0,816	3,68	864,31	65,44	36,8	0,9958
15.	85,5	25,03	18	0,816	3,69	838,40	63,30	50,6	0,9958
16.	90,4	25,02	15	0,672	3,61	787,70	59,15	48,1	0,9958
17.	95,6	25,03	15	0,672	3,53	725,30	54,17	69,8	0,9958
18.	100,4	25,03	15	0,671	3,26	645,17	47,74	64,2	0,9958
19.	105,5	25,03	15	0,672	3,00	554,84	40,56	74,2	0,9958
20.	110,9	25,03	15	0,672	2,85	473,71	34,22	74,7	0,9959
21.	115,9	25,03	15	0,672	2,60	417,14	29,86	64,9	0,9959
22.	121,8	25,03	18	0,816	2,53	397,43	28,38	94,5	0,9959
23.	129,5	25,02	15	0,672	2,57	384,70	27,40	165,5	0,9959
24.	137,0	25,03	18	0,816	2,46	358,12	25,36	179,5	0,9959
25.	143,6	25,02	15	0,672	2,38	345,10	24,37	139,2	0,9959
26.	150,6	25,02	18	0,816	2,30	334,14	23,54	142,4	0,9959
27.	158,1	25,02	18	0,816	2,32	325,80	22,90	159,5	0,9959
28.	164,6	25,03	15	0,672	2,28	327,99	23,07	121,1	0,9960
29.	170,8	25,02	21	0,960	2,42	367,87	26,11	131,9	0,9960
30.	176,8	25,02	18	0,815	2,58	407,59	29,14	86,3	0,9960
31.	181,4	25,02	18	0,816	2,66	426,09	30,54	38,6	0,9961
32.	185,8	25,03	18	0,816	2,58	435,95	31,30	35,8	0,9961
33.	190,0	25,02	18	0,815	2,70	447,31	32,18	34,9	0,9961
34.	194,2	25,00	18	0,816	2,73	452,82	32,61	37,2	0,9961
35.	198,6	25,01	18	0,816	2,72	457,59	32,99	36,3	0,9962
36.	202,8	25,01	18	0,816	2,76	461,34	33,28	35,1	0,9962
37.	207,1	25,02	18	0,815	2,75	464,27	33,51	31,9	0,9962

38.	211,5	25,02	18	0,816	2,76	466,73	33,69	34,8	0,9962
39.	215,8	25,02	15	0,671	2,75	468,85	33,85	30,3	0,9963
40.	220,1	25,02	18	0,815	2,78	470,39	33,97	37,8	0,9963
41.	224,3	25,02	18	0,815	2,76	471,94	34,09	36,9	0,9963
42.	228,8	25,01	18	0,815	2,80	472,91	34,16	41,4	0,9963
43.	233,3	25,01	18	0,816	2,78	474,11	34,25	37,3	0,9964
44.	237,8	25,02	18	0,816	2,80	474,79	34,30	36,0	0,9964
45.	242,1	25,00	18	0,816	2,81	475,62	34,36	35,1	0,9964
46.	246,4	25,01	18	0,816	2,79	476,14	34,40	33,8	0,9965
47.	250,8	25,01	15	0,671	2,78	476,62	34,44	32,8	0,9965
48.	256,3	25,02	18	0,815	2,77	477,06	34,47	39,2	0,9965
49.	261,8	25,02	18	0,816	2,79	477,43	34,50	38,4	0,9965
50.	266,2	25,02	18	0,816	2,81	478,04	34,55	35,8	0,9966
51.	270,5	25,01	18	0,816	2,80	478,55	34,59	36,4	0,9967
52.	275,0	25,00	18	0,816	2,82	478,76	34,61	37,9	0,9969
53.	281,2	25,02	15	0,672	2,68	477,98	34,54	27,1	0,9970
54.	295,8	25,00	24	1,103	3,06	474,33	34,27	52,7	0,9965

In der Tabelle gibt t den Zeitpunkt des Messwertes und ϑ die zugehörige Temperatur an. n_{Pos} steht für die Anzahl der Kraft/Positionswerte der Messkurvenabtastung über die Strecke Δz . Die Spalte H_{Fmax} gibt die Lamellenhöhe im Parabelsattel 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, Drahtradius $r = 0,185$ 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 $\rho = 0,997059 \text{ g/cm}^3$ (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 $\Delta\rho [\text{g/cm}^3] = f(\vartheta[^\circ\text{C}]) = (99983.952 + 1695.2577 \cdot \vartheta - 0.79905127 \cdot \vartheta^2 - 4.6241757 \cdot \vartheta^3 + 1.0584601 \cdot \vartheta^4 - 2.8103006 \cdot \vartheta^5) / (1e5 + 1688.7236 \cdot \vartheta) - \rho_a$ 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.	9,1572	-0,0804	0,9373 h	0,0155	-	-	¹ pS
2.	9,1512	-0,0775	0,9372 h	0,0153	-	-	¹ pS
3.	9,1460	-0,0755	0,9371 h	0,0164	-	-	¹ pS
4.	9,1441	-0,0657	0,937 h	0,0182	-	-	¹ pS
5.	9,1189	-0,0892	0,937 h	0,017	-	-	¹ pS
6.	9,1449	-0,0432	0,9368 h	0,0184	-	-	¹ pS
7.	9,1340	-0,0441	0,9367 h	0,0173	-	-	¹ pS
8.	9,1101	-0,0500	0,9366 h	0,0166	-	-	¹ pS
9.	9,1072	-0,0255	0,9365 h	0,0196	-	-	¹ pS
10.	9,0528	-0,0235	0,9362 h	0,0167	-	-	¹ pS
11.	8,9746	-0,0206	0,9357 h	0,0169	-	-	¹ pS
12.	8,8434	-0,0167	0,9343 h	0,0154	-	-	¹ pS
13.	8,6583	-0,0314	0,9331 h	0,0157	-	-	¹ pS
14.	8,4583	-0,0186	0,9312 h	0,0157	-	-	¹ pS
15.	8,1993	-0,0235	0,9287 h	0,0123	-	-	¹ pS
16.	7,7147	-0,0108	0,9237 h	9,98E-3	-	-	¹ pS
17.	7,1106	-0,0029	0,9186 h	8,94E-3	-	-	¹ pS ^x
18.	6,3325	0,0049	0,9101 h	8,95E-3	-	-	¹ pS
19.	5,4535	0,0118	0,8993 h	7,11E-3	-	-	¹ pS
20.	4,6656	0,0196	0,8886 h	7,71E-3	-	-	¹ pS
21.	4,1157	0,0245	0,8805 h	8,14E-3	-	-	¹ pS
22.	3,9254	0,0275	0,8782 h	6,10E-3	-	-	¹ pS
23.	3,8024	0,0294	0,876 h	3,77E-3	-	-	¹ pS ^x
24.	3,5437	0,0314	0,8709 h	4,01E-3	-	-	¹ pS
25.	3,4199	0,0353	0,8687 h	4,14E-3	-	-	¹ pS
26.	3,3104	0,0333	0,8666 h	4,38E-3	-	-	¹ pS
27.	3,2316	0,0363	0,8646 h	4,21E-3	-	-	¹ pS
28.	3,2501	0,0333	0,8651 h	4,76E-3	-	-	¹ pS
29.	3,6384	0,0304	0,8729 h	5,82E-3	-	-	¹ pS
30.	4,0220	0,0245	0,8795 h	7,22E-3	-	-	¹ pS
31.	4,2035	0,0245	0,8817 h	0,0174	-	-	¹ pS
32.	4,2963	0,0206	0,8831 h	0,0188	-	-	¹ pS
33.	4,4087	0,0216	0,885 h	0,0192	-	-	¹ pS
34.	4,4627	0,0216	0,8859 h	0,0181	-	-	¹ pS
35.	4,5085	0,0206	0,8867 h	0,0185	-	-	¹ pS
36.	4,5463	0,0216	0,8873 h	0,0178	-	-	¹ pS
37.	4,5701	0,0167	0,8878 h	0,0196	-	-	¹ pS
38.	4,5961	0,0186	0,888 h	0,0179	-	-	¹ pS
39.	4,6179	0,0196	0,8882 h	0,019	-	-	¹ pS
40.	4,6350	0,0216	0,8883 h	0,0191	-	-	¹ pS
41.	4,6531	0,0245	0,8884 h	0,0195	-	-	¹ pS
42.	4,6608	0,0226	0,8885 h	0,0162	-	-	¹ pS
43.	4,6734	0,0235	0,8886 h	0,018	-	-	¹ pS
44.	4,6811	0,0245	0,8886 h	0,0173	-	-	¹ pS
45.	4,6922	0,0275	0,8887 h	0,0178	-	-	¹ pS
46.	4,6992	0,0294	0,8887 h	0,0185	-	-	¹ pS
47.	4,7029	0,0284	0,8888 h	0,019	-	-	¹ pS
48.	5,2242	0,5453	0,8889 h	0,0184	-	-	¹ pS
49.	4,7100	0,0275	0,8889 h	0,0188	-	-	¹ pS
50.	4,7199	0,0314	0,889 h	0,0188	-	-	¹ pS
51.	4,7249	0,0314	0,8891 h	0,0185	-	-	¹ pS
52.	4,7259	0,0304	0,8891 h	0,0177	-	-	¹ pS
53.	4,7105	0,0226	0,889 h	0,0177	-	-	¹ pS
54.	4,6756	0,0235	0,8886 h	0,0173	-	-	¹ pS

F_{max.} gibt den korrigierten Messwert der Maximalkraft an; dessen Kraftbezugswert wird mit F_{bz.} ausgegeben (Berechnung: $\gamma = f_k \cdot f_i \cdot (F_{max} - F_{bz.}) / (4 \cdot \pi \cdot R)$). Der Faktor f_k der die Ringgeometrie und Dichteverhältnisse berücksichtigt, kann nach verschiedenen Rechenverfahren bestimmt werden, die jeweils in technischen Normen vorgeschrieben sein können. Um die Herkunft des Faktors f_k kenntlich zu machen, wird ein angehängtes Zeichen zugefügt: h steht für (interpolierte) Werte aus den original Harkins und Jordan Tabellen ('†' zeigt nicht interpolierbare Randlagen in der Tabelle an), f steht für die Tabellen nach Fox und Chrisman, z für Zuidema und Waters, p steht für den IMETER/Petzold'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 ¹² wurde die Bezugskraft übernommen; ¹³ 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

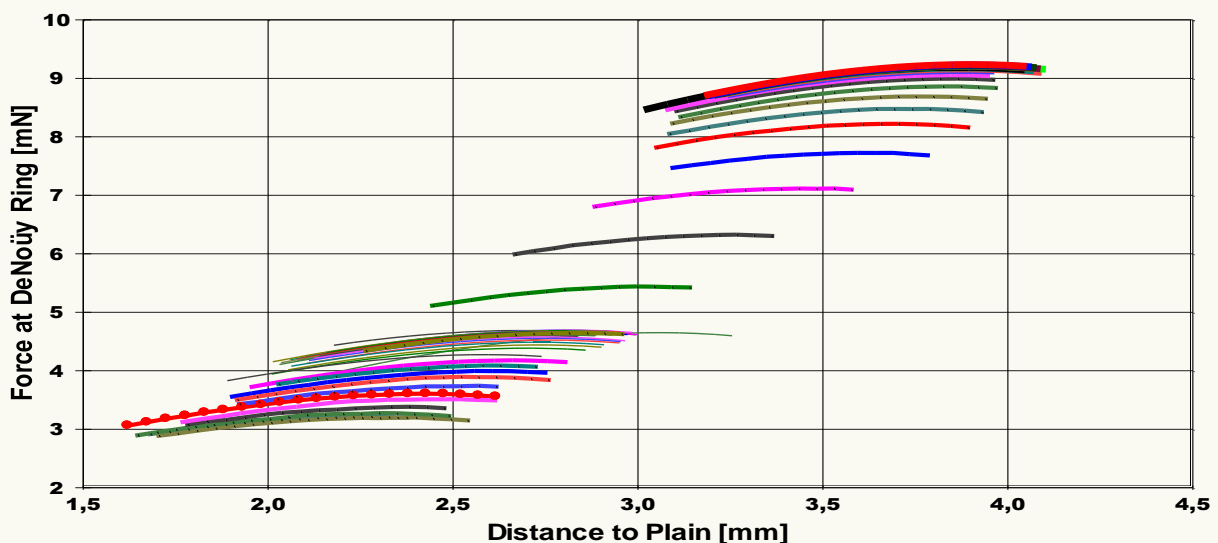
N°	t _y min	c g/L	C mMol	γ mN/m	κ μS/cm	%r.H. %	v mm/s	θ °	v _{rot.} Hz	H ₀ mm
1.	23,8	0	0	71,77	<3,4>	88,0	0,0155	26	0,199	0,114
2.	26,3	0	0	71,69	<2,9>	87,4	0,0153	28	0,00	0,114
3.	28,6	0	0	71,63	<2,5>	87,2	0,0164	28	0,00	0,114
4.	30,7	0	0	71,53	<2,4>	86,9	0,0182	34	0,00	0,114
5.	32,9	0	0	71,52	12,4!	86,9	0,017	14	0,00	0,114
6.	46,6	0,000102	3,54E-4	71,35	0,2	88,2	0,0184	46	5,58	0,328
7.	50,7	0,000265	9,20E-4	71,27	0,1	88,1	0,0173	45	5,38	0,315
8.	54,9	0,000524	1,82E-3	71,12	0,2	87,5	0,0166	41	5,48	0,306
9.	59,1	0,00094	3,26E-3	70,90	0,3	88,4	0,0196	53	5,38	0,305
10.	63,2	0,00160	5,56E-3	70,44	0,5	88,1	0,0167	53	5,38	0,326
11.	67,4	0,00265	9,20E-3	69,77	0,7	87,1	0,0169	53	5,48	0,314
12.	71,8	0,00431	0,015	68,62	1,1	87,6	0,0154	54	5,38	0,311
13.	76,3	0,00693	0,0241	67,21	1,8	88,3	0,0157	46	5,38	0,338
14.	80,7	0,01101	0,0382	65,44	2,8	88,0	0,0157	51	5,38	0,348
15.	85,5	0,01725	0,0599	63,30	4,3	87,1	0,0123	46	5,48	0,379
16.	90,4	0,0277	0,0962	59,15	6,6	87,5	9,98E-3	50	5,48	0,325
17.	95,6	0,0443	0,154	54,17	10,2	87,2	8,94E-3	49	5,38	0,358
18.	100,4	0,0707	0,245	47,74	16	87,7	8,95E-3	48	5,38	0,387
19.	105,5	0,1127	0,391	40,56	25,4	86,5	7,11E-3	44	5,48	0,418
20.	110,9	0,1789	0,621	34,22	40,5	85,4	7,71E-3	42	5,38	0,413
21.	115,9	0,2827	0,982	29,86	64,1	81,8	8,14E-3	37	5,38	0,477
22.	121,8	0,3454	1,20	28,38	80,9	78,8	6,10E-3	37	5,38	0,441
23.	129,5	0,4068	1,41	27,40	96,3	75,6	3,77E-3	35	5,38	0,443
24.	137,0	0,5029	1,75	25,36	118,7	73,4	4,01E-3	32	5,38	0,444
25.	143,6	0,5958	2,07	24,37	141,2	72,3	4,14E-3	35	5,38	0,441
26.	150,6	0,740	2,57	23,54	173,9	69,4	4,38E-3	26	5,48	0,433
27.	158,1	0,940	3,26	22,90	228,6	74,1	4,21E-3	30	5,38	0,389
28.	164,6	1,141	3,96	23,07	274,6	71,9	4,76E-3	21	5,38	0,428
29.	170,8	1,341	4,66	26,11	315,6	72,8	5,82E-3	28	5,38	0,368
30.	176,8	1,54	5,35	29,14	351,6	74,8	7,22E-3	27	5,40	0,279
31.	181,4	1,74	6,04	30,54	384,6	84,0	0,0174	30	5,48	0,250
32.	185,8	1,94	6,74	31,30	415,6	84,2	0,0188	24	5,38	0,336
33.	190,0	2,14	7,43	32,18	445,6	84,1	0,0192	29	5,48	0,238
34.	194,2	2,34	8,13	32,61	473,6	84,9	0,0181	28	5,58	0,212
35.	198,6	2,53	8,78	32,99	500,6	85,8	0,0185	27	5,48	0,222
36.	202,8	2,73	9,48	33,28	526,6	84,2	0,0178	28	5,28	0,196
37.	207,1	2,93	10,2	33,51	551,6	84,7	0,0196	21	5,38	0,207
38.	211,5	3,12	10,8	33,69	574,6	85,9	0,0179	23	5,48	0,211
39.	215,8	3,32	11,5	33,85	598,6	84,9	0,019	24	5,38	0,213
40.	220,1	3,52	12,2	33,97	621,6	84,1	0,0191	28	5,48	0,180
41.	224,3	3,71	12,9	34,09	644,6	85,0	0,0195	31	5,48	0,192
42.	228,8	3,91	13,6	34,16	667,6	85,0	0,0162	27	5,48	0,163
43.	233,3	4,10	14,2	34,25	687,6	85,2	0,018	28	5,38	0,175
44.	237,8	4,30	14,9	34,30	709,6	85,3	0,0173	29	5,58	0,150
45.	242,1	4,49	15,6	34,36	731,6	85,0	0,0178	32	5,48	0,137
46.	246,4	4,68	16,3	34,40	752,6	85,0	0,0185	34	5,68	0,153
47.	250,8	4,88	16,9	34,44	773,6	85,6	0,019	32	5,58	0,161
48.	256,3	5,07	17,6	34,47	795,6	85,8	0,0184	x	5,38	0,166
49.	261,8	5,26	18,3	34,50	815,6	86,1	0,0188	30	5,58	0,134
50.	266,2	5,45	19,0	34,55	835,6	86,2	0,0188	33	5,28	0,111
51.	270,5	5,64	19,7	34,59	855,6	86,1	0,0185	32	5,58	0,125
52.	275,0	5,83	20,4	34,61	875,6	86,2	0,0177	31	5,58	0,103
53.	281,2	6,02	21,1	34,64	895,6	86,3	0,0177	x	5,58	0,088
54.	295,8	6,21	21,8	34,67	915,6	86,4	0,0173	x	5,38	0,000

- 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 _{rel.} r80-105
1.	46,6	0,000102	0,0188	100	565	24,7	43,1	58,9	78,8	95,4
2.	50,7	0,000265	0,0303	99,8	109	24,6	41,4	58,2	66,3	94,6
3.	54,9	0,000524	0,0427	99,5	110	23,8	40,3	55,2	72,5	94,0
4.	59,1	0,00094	0,0571	99,1	92,0	25,0	45,0	64,2	66,3	93,9
5.	63,2	0,00160	0,0746	98,1	89,9	24,6	40,4	64,2	66,3	95,3
6.	67,4	0,00265	0,0959	96,7	76,1	23,3	40,7	64,2	72,5	94,5
7.	71,8	0,00431	0,122	94,4	73,3	23,9	38,4	65,0	66,3	94,3
8.	76,3	0,00693	0,155	91,5	74,7	24,9	38,8	58,9	66,3	96,1
9.	80,7	0,01101	0,195	87,8	73,3	24,5	38,8	62,7	66,3	96,7
10.	85,5	0,01725	0,245	83,4	71,8	23,3	33,5	58,9	72,5	98,7
11.	90,4	0,0277	0,310	74,8	68,6	23,8	29,8	62,0	72,5	95,2
12.	95,6	0,0443	0,392	64,5	66,2	23,4	28,2	61,2	66,3	97,4
13.	100,4	0,0707	0,495	51,3	65,3	24,1	28,2	60,5	66,3	99,2
14.	105,5	0,1127	0,625	36,4	65,0	22,5	25,3	57,4	72,5	101
15.	110,9	0,1789	0,788	23,4	65,2	21,1	26,2	55,9	66,3	101
16.	115,9	0,2827	0,991	14,4	65,3	16,3	26,9	52,1	66,3	105
17.	121,8	0,3454	1,10	11,3	67,4	12,4	23,7	52,1	66,3	103
18.	129,5	0,4068	1,19	9,29	68,3	8,16	20,0	50,6	66,3	103
19.	137,0	0,5029	1,32	5,08	67,8	5,26	20,4	48,3	66,3	103
20.	143,6	0,5958	1,44	3,03	68,2	3,82	20,6	50,6	66,3	103
21.	150,6	0,740	1,60	1,32	67,7	0,00	21,0	43,8	72,5	102
22.	158,1	0,940	1,81	0,00	70,1	6,18	20,7	46,8	66,3	99,3
23.	164,6	1,141	1,99	0,351	69,3	3,29	21,6	40,0	66,3	102
24.	170,8	1,341	2,16	6,63	67,7	4,47	23,2	45,3	66,3	98,0
25.	176,8	1,54	2,31	12,9	65,7	7,11	25,4	44,5	67,5	92,3
26.	181,4	1,74	2,46	15,8	63,7	19,2	41,5	46,8	72,5	90,4
27.	185,8	1,94	2,60	17,3	61,7	19,5	43,7	42,3	66,3	95,9
28.	190,0	2,14	2,73	19,2	60,0	19,3	44,4	46,1	72,5	89,6
29.	194,2	2,34	2,85	20,0	58,3	20,4	42,6	45,3	78,8	88,0
30.	198,6	2,53	2,96	20,8	57,0	21,6	43,3	44,5	72,5	88,6
31.	202,8	2,73	3,08	21,4	55,5	19,5	42,2	45,3	60,0	86,9
32.	207,1	2,93	3,19	21,9	54,1	20,1	45,0	40,0	66,3	87,6
33.	211,5	3,12	3,29	22,3	53,2	21,7	42,3	41,5	72,5	87,9
34.	215,8	3,32	3,39	22,6	52,1	20,4	44,1	42,3	66,3	88,0
35.	220,1	3,52	3,49	22,8	51,0	19,3	44,2	45,3	72,5	85,9
36.	224,3	3,71	3,59	23,1	50,0	20,5	44,8	47,6	72,5	86,7
37.	228,8	3,91	3,69	23,2	49,1	20,5	39,6	44,5	72,5	84,8
38.	233,3	4,10	3,77	23,4	48,4	20,8	42,5	45,3	66,3	85,6
39.	237,8	4,30	3,86	23,5	47,6	20,9	41,4	46,1	78,8	84,0
40.	242,1	4,49	3,95	23,7	46,9	20,5	42,2	48,3	72,5	83,1
41.	246,4	4,68	4,04	23,7	46,2	20,5	43,3	49,8	85,0	84,2
42.	250,8	4,88	4,11	23,8	45,8	21,3	44,1	48,3	78,8	84,7
43.	256,3	5,07	4,20	23,9	45,2	21,6	43,1	x	66,3	85,0
44.	261,8	5,26	4,28	23,9	44,6	22,0	43,7	46,8	78,8	83,0
45.	266,2	5,75	4,47	24,0	43,1	20,8	43,7	49,1	60,0	81,5
46.	270,5	6,54	4,76	24,1	41,3	22,0	43,3	48,3	78,8	82,4
47.	275,0	7,78	5,20	24,2	39,2	21,3	42,0	47,6	78,8	81,0
48.	281,2	9,00	5,59	24,0	37,9	20,3	42,0	x	78,8	80,0

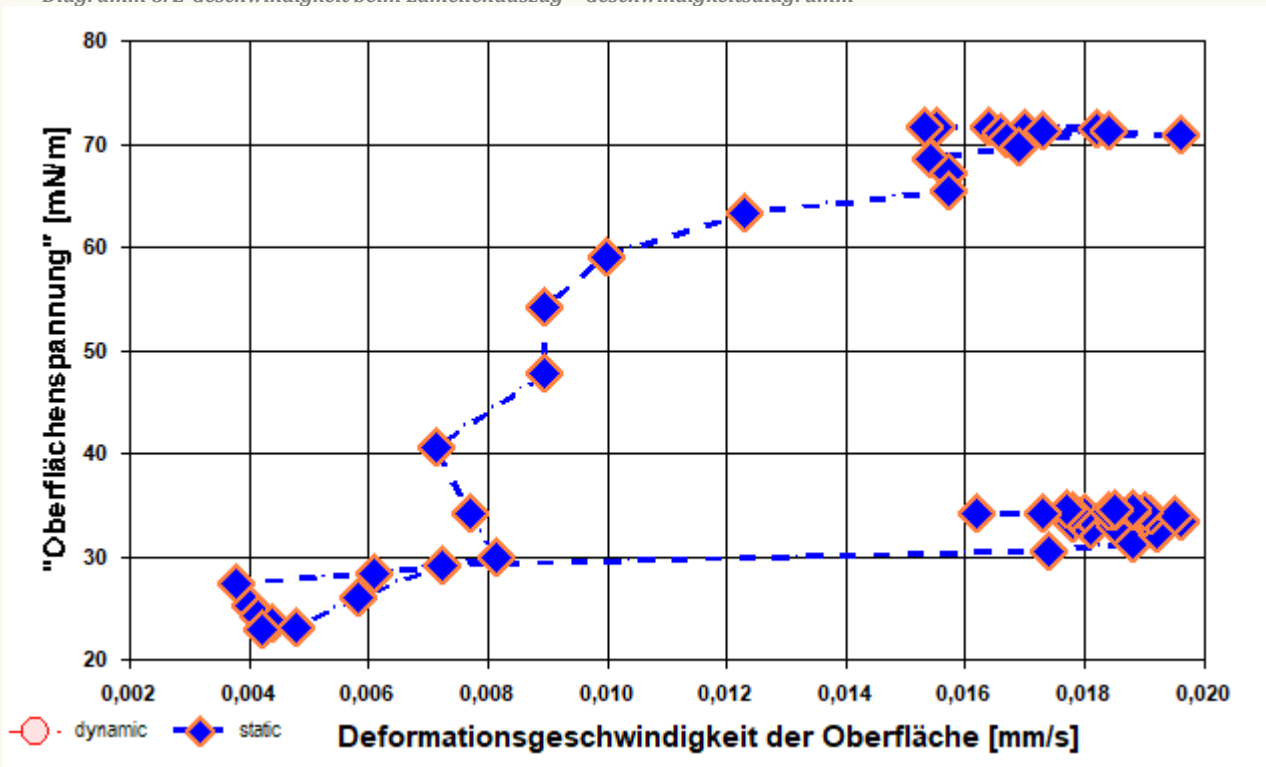
- Diagramm 7. Messkurven - Grundlage der Bestimmung der Oberflächenspannung - 'Measuring Curves'²¹



- Im Diagramm "Measuring Curves"²¹ werden die zu Grunde liegenden einzelnen Kraftmesswerte als 'Messkraft' gegen 'Lamellenhöhe' für alle Messpunkte der

54 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.

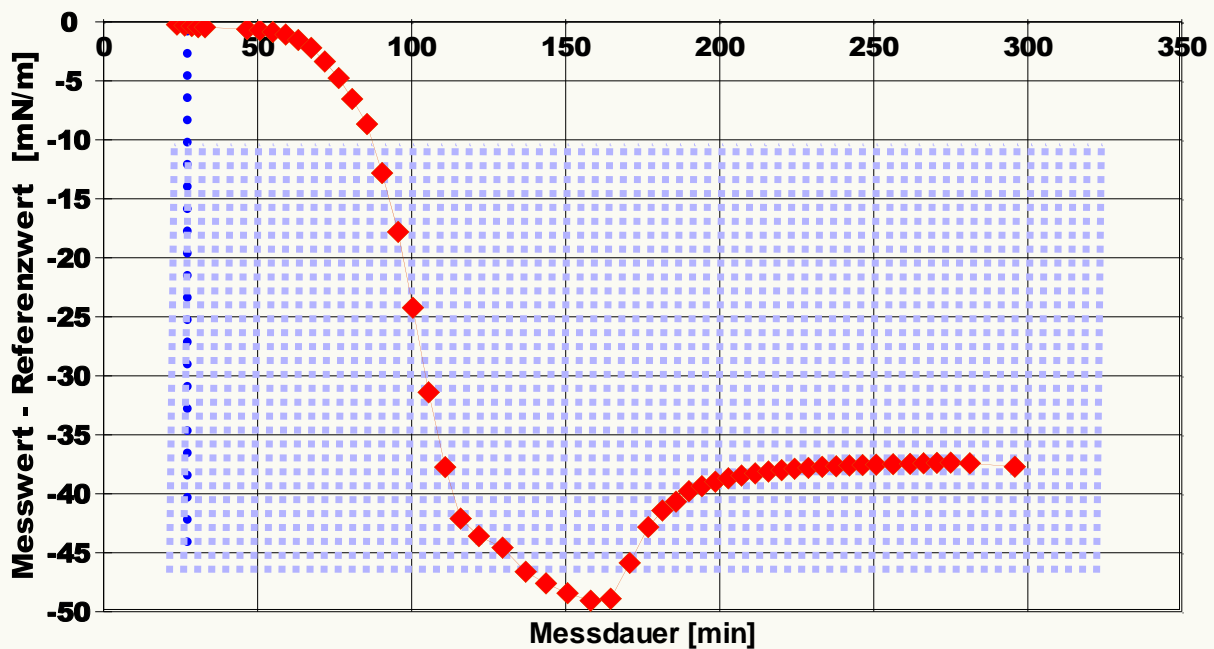
- Diagramm 8. Z-Geschwindigkeit beim Lamellenauszug - 'Geschwindigkeitsdiagramm¹'



- Das Chart "Geschwindigkeitsdiagramm¹" 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. Die zu dynamischen Messungen angezeigten Geschwindigkeiten entsprechen unmittelbar vorgegebenen Vertikalgeschwindigkeiten der Plattform.

• 6. Referenzdatenvergleich

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



Reference values for 'Wasser' acc. to $f(T [^{\circ}C]) = 235.8 \cdot (1 - (T + 273.15) / 647.096)^{1.256} \cdot (1 - 0.625 \cdot (1 - (T + 273.15) / 647.096))$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-28,4 \pm 18$ mN/m, relative: -1,1-fach at a spread of 69%

• 8. Meldungen & Hinweise

Bei der Messkurve gab es eine Störung, so dass für diese Werte kein Ergebnis angegeben werden kann! Zeit 313,8 min: Kraftmaximum nicht angenähert

• 9. Feedback der Freien Komponentensteuerung

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

300,75	WTW: 25.10.09 18:40:37 pHION 735 Ser. Nr. 07410149 pH 7.316 25 øC, AR
300,80	ext.Sonde: pH 7.315
300,88	SentisMic: 25.10.09 18:40:47pHION 735 Ser. Nr. 07410149pH 7.314 25 øC, AR
_____ (Gesamtausgabe) _____	

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

Die Wägeeinheit (WZA224) wurde zuletzt zehn 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} 1,208 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#).

Report created by IMETER



(Der pH-Wert wurde nur einmalig bestimmt, da bei SDS keine Änderungen auftraten. Bemerkenswert in der Untersuchungsreihe: der hier deutliche Abfall der Luftfeuchte und der schroffe Anstieg der "Oberflächenhärte" bei der CMC. Nach Rückverdünnung auf 0.5% fällt hier die Oberflächenspannung nicht ab wie bei 99%igem SDS. Die CMC ist deutlich kleiner, die Effizienz höher, die minimale Oberflächenspannung ungewöhnlich niedrig ...).

„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 per IMPro einen Ministat-Thermostaten (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg), das I-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 wird die Wirkstofflösung dosiert. Nach zwei Minuten sachten Rührens werden die Effekte gemessen. Die Dosis wird anfangs per Faktor erhöht, damit in der logarithmischen Darstellung gleichverteilte Konzentrationsstufen auftreten. Es wurden drei zunehmend konzentrierte Lösungen dosiert. Nach dem Erreichen der Wirkstoffkonzentration 1% wird die Lösung auf 0,5% herunter verdünnt und nochmals gemessen.

Das IMETER-Framework wurde für diese Art Messung durch separate Geräte erweitert, die über die Datenschnittstellen vom Messprogramm (*IMPro*) bedient wurden. Das *IMPro*, 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* von M1 genutzt: die Veränderung der *natürlichen* Gleichgewichtsmessgeschwindigkeit der *statischen* Messung, die Änderung des Kontaktwinkels an den Ringstreben, den Verlauf des Oberflächenniveaus und die Rührerdrehzahl.

Als Ergebnis können neben den offensichtlichen Resultaten dem Bericht noch eine Reihe weiterer Beobachtungen entnommen werden: z.B., dass der Vorwärts-Kontaktwinkel gegen Platin bereits mit der ersten Dosierung – also noch bevor die Oberflächenspannung merklich abfällt – von etwa 26° gegenüber reinem Wasser auf 53° ansteigt. Die *Gleichgewichtsgeschwindigkeit* – ein Veränderungsindikator für *Grenzflächen-Viskoelastizität* – fällt mit der Dosis ab und springt zur CMC über den Ausgangswert, des zuerst gemessenen, reinen Wassers.

Korrelationen mit den Kennzahlen - Diagramme mit Daten aus dem Teil 5 des Reports

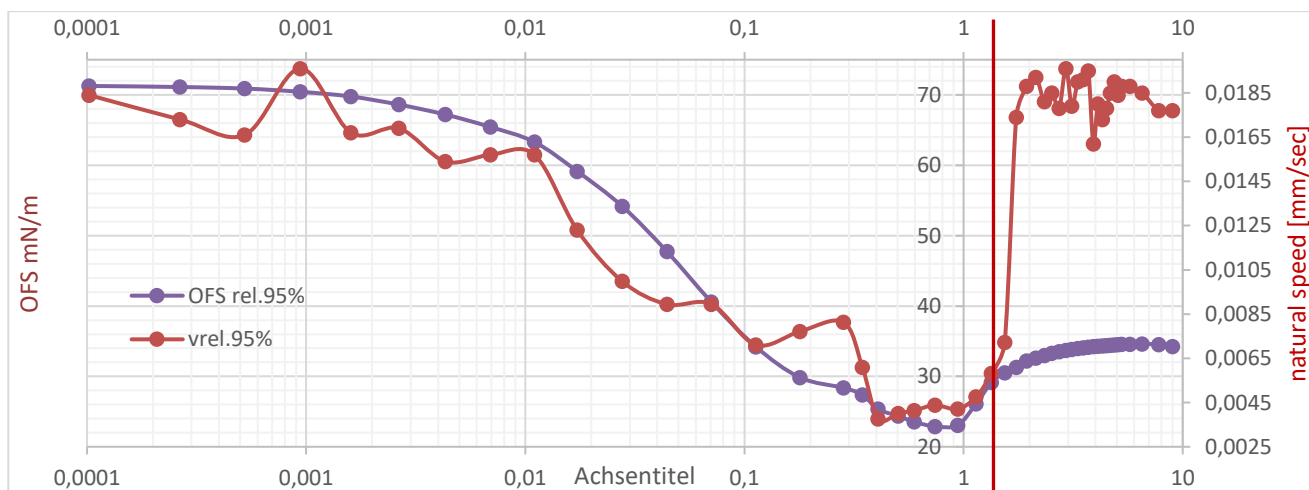


Diagramm 1: OFS gegen v (=Gleichgewichtsgeschwindigkeit) → scharfer Anstieg beginnt mit CMC

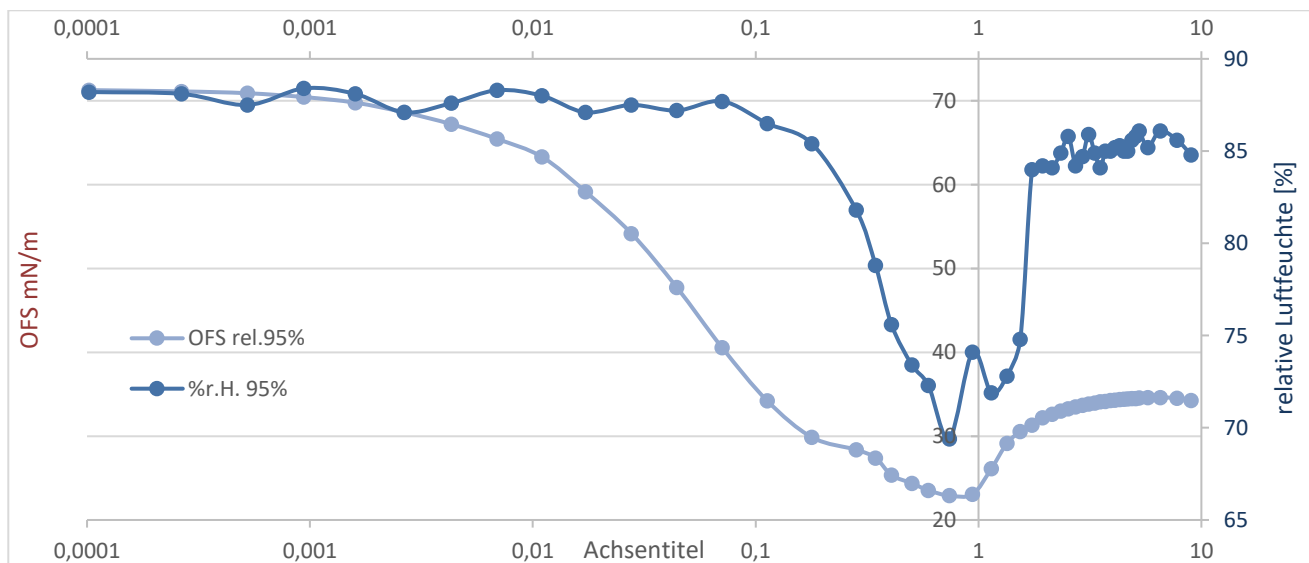


Diagramm 2: OFS gegen **Luftfeuchte** in 30 mm über der Flüssigkeitsoberfläche → reagiert unerwartet deutlich und abrupt.

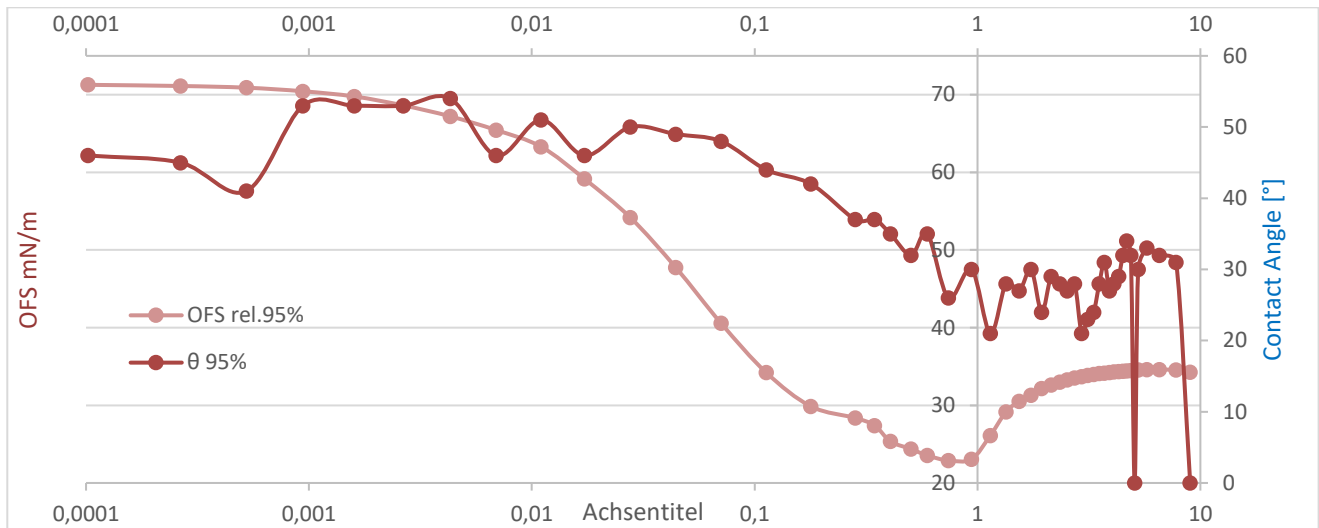


Diagramm 3: OFS gegen den Vorwärts-Kontaktwinkel an unbenetzter Platinoberfläche (Ring-Rahmen)

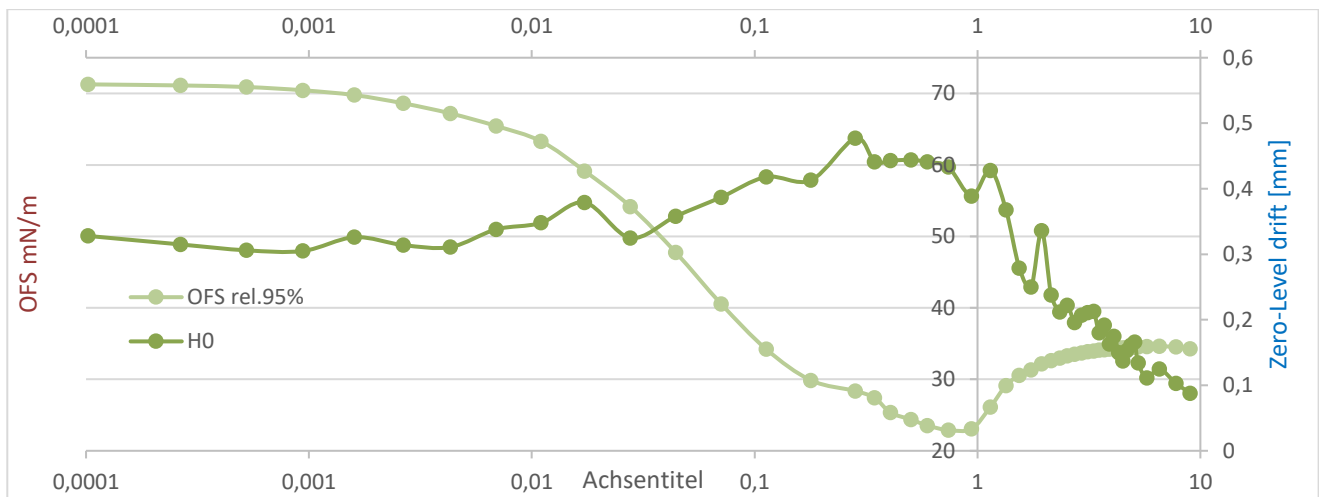


Diagramm 4: OFS gegen Oberflächendetektionshöhe

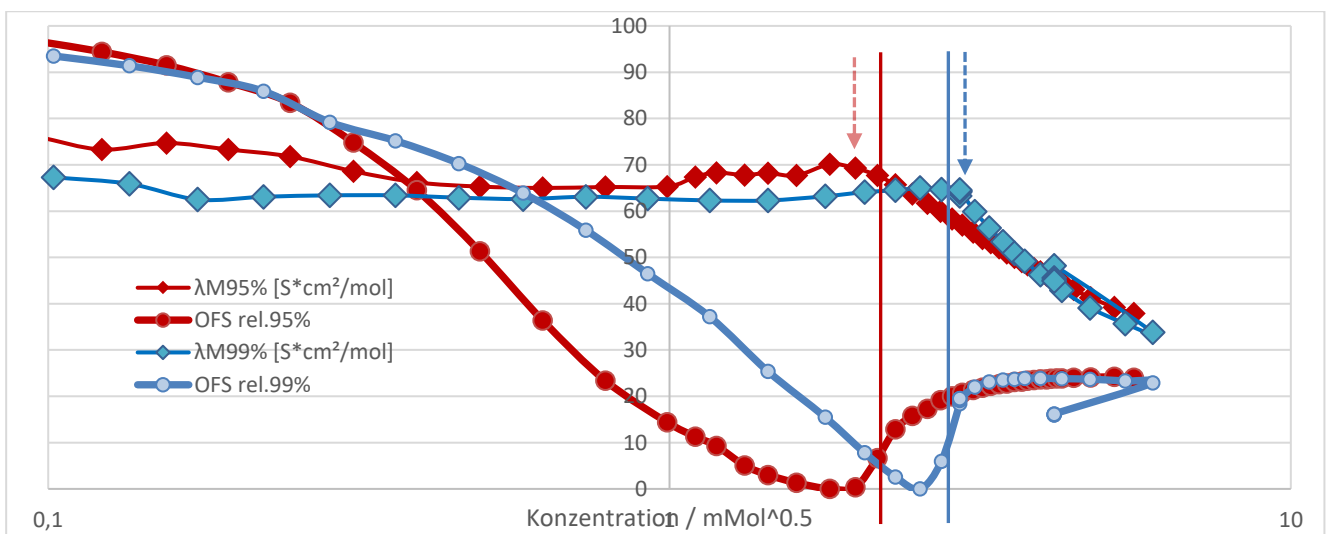


Diagramm 5: Im Vergleich zweier SDS-Qualitäten OFS gegen Äquivalentleitfähigkeit – Die Leitfähigkeit indiziert bei dem 95%er vor und bei der 99%igen nach jeweiliger OFS-CMC Indikation (CMC mit Baken im Diagramm eingezeichnet).