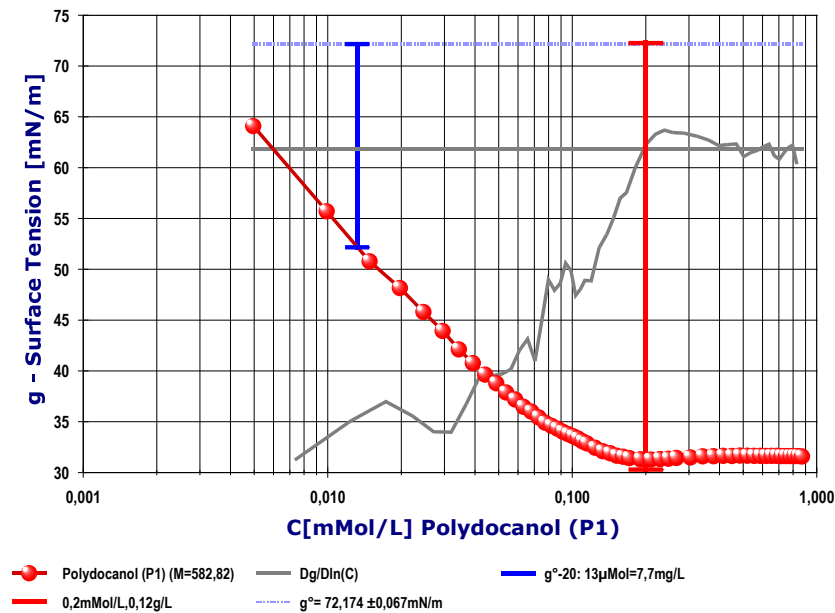


IMETER M1 "Ringmethode/CMC":

Konzentrationsabhängigkeit der Oberflächenspannung



Bestimmung der CMC von Thesit (Polydocanol) in Gegenwart eines Adsorptionsmittels

In diesem Anwendungsbeispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (unten) eine mehr auf Forschungsfragen ausgerichtete Messung, bei der aus einer relativen Erhöhung der CMC auf das Ausmaß selektiver Adsorptionsvorgänge geschlossen werden kann.

Die CMC einer Probe des nichtionischen Tensids Polydocanol (andere Namen: Thesit, Macrogollaurylether) wurde zu 0.119 g/L bestimmt. Für die *Adsorptionsmessung* mit Silicagel wurde in die Messzelle eine Menge reinen Wassers und eine ebenso exakt bestimmte Menge des Adsorbens zugegeben und die CMC unter diesen Umständen bestimmt. Infolge der Adsorption am Silicagel verschiebt sich die CMC zu höheren Werten, da ein (erheblicher) Teil des Tensids offenbar an das Adsorbens gebunden wird.

Dokumentation einer IMETER-Messung. Die Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass alle Variablen einer Messung dargestellt werden sollen. Variablen sind ja nicht nur die Messdaten, sondern auch Umstände, Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Daher verfügt IMETER zum einen über eine Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („was soll der Fall sein“), zum anderen über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, was der Fall ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben.

IMETER spart Arbeitszeit und Energie, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Ergebnisdarstellung automatisiert ist!

Anhand eines vollständigen Reports wird der Anwender oder Kunde in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung genau zu überprüfen.

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° 97 - Surface Tension / CMC

SILICAGEL / CMC - Polydocanol

54.5299g Wasser + 1,5697g Silicagel (Kristalle mit dest Wasser sorgfältig gewaschen, Gewicht bei Feuchte nach Lagerung im Exsikkator über Blaugel) vorgelegt, gut bei heftigem Rühren gemischt (10min).

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

Result: **CMC_{25°C} = 0,119 g/L, γ_{CMC} = 31,3 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 Drahting 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_c 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 Lösungsregime 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.

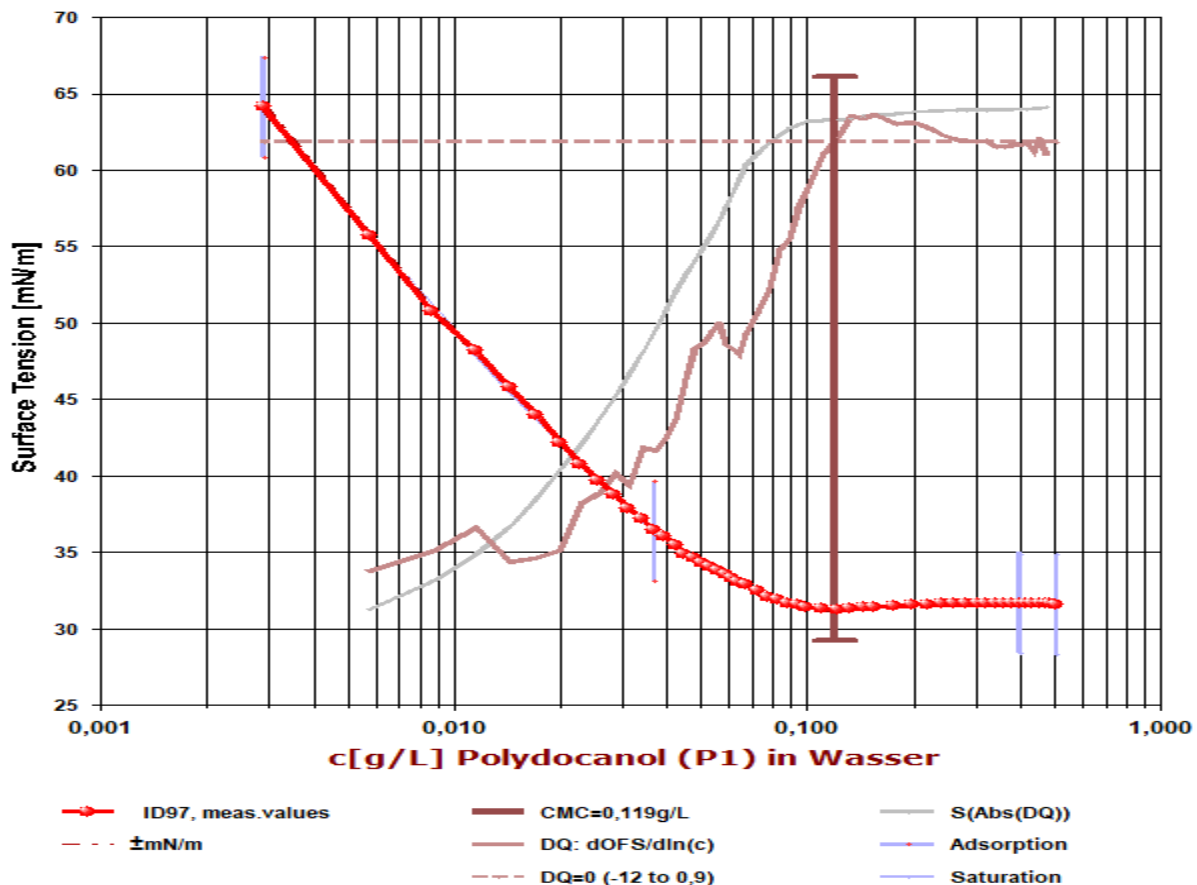
• 2. Bestimmung der CMC

Die CMC wurde zu 0,119 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 seinem Werteverlauf wurde die CMC durch das Oberflächenspannungs-Minimum (*Nulldurchgang* von $d\gamma/d\ln(c)$) bestimmt.

Charakteristische Werte von Oberflächenspannung und Konzentration:

- CMC	: 31,3mN/m	0,119 g/L	1,0	× CMC
- C _{Max.}	: 31,58mN/m	0,507 g/L	4,26	× CMC
- $\gamma_{min.}$: 31,28mN/m	0,122 g/L	1,03	× CMC

- 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. Die beiden am Anfang und Ende mit senkrechten Strichen eingezeichneten Geraden zeigen den Verlauf der Adsorptions- bzw. Sättigungsbereiche, deren Gleichungen und Konzentrationsspannweiten angegeben werden können.

Setting, Stoffmengen & Konzentrationen

Vorlage: Wasser (Augsburg DW), Masse $54,28 \pm 0,05$ g, angegebener Wägewert $54,22$ g, Volumen $54,44 \text{ cm}^3$, Dichte $0,997043 \text{ g/cm}^3$. Die Dichte bei 25°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.

Zudosierung: Polydocanol (P1), 53 Zugaben.

Wirkstoffkonzentration $1,796 \pm 0,056 \text{ g/L}$, Dichte $0,9989 \text{ g/cm}^3$ als Festwert angegeben. Die Unsicherheit zur Konzentration ist explizit angegeben. Temperaturangaben zur Dosierung als Festwert 20°C . Als volumetrische Zugabe, automatische Dosierungen.

Entnahmen: 29 Entnahmen als Volumen, automatisch ausgeführt.

Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen $18,78 \text{ g}$ ($18,83 \text{ cm}^3$), zugefügte Mengen $17,54 \text{ g}$ ($17,56 \text{ cm}^3$), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage $53,03 \text{ g}$ bzw. $53,16 \pm 0,42 \text{ cm}^3$, am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: $26,9712 \text{ mg}$.

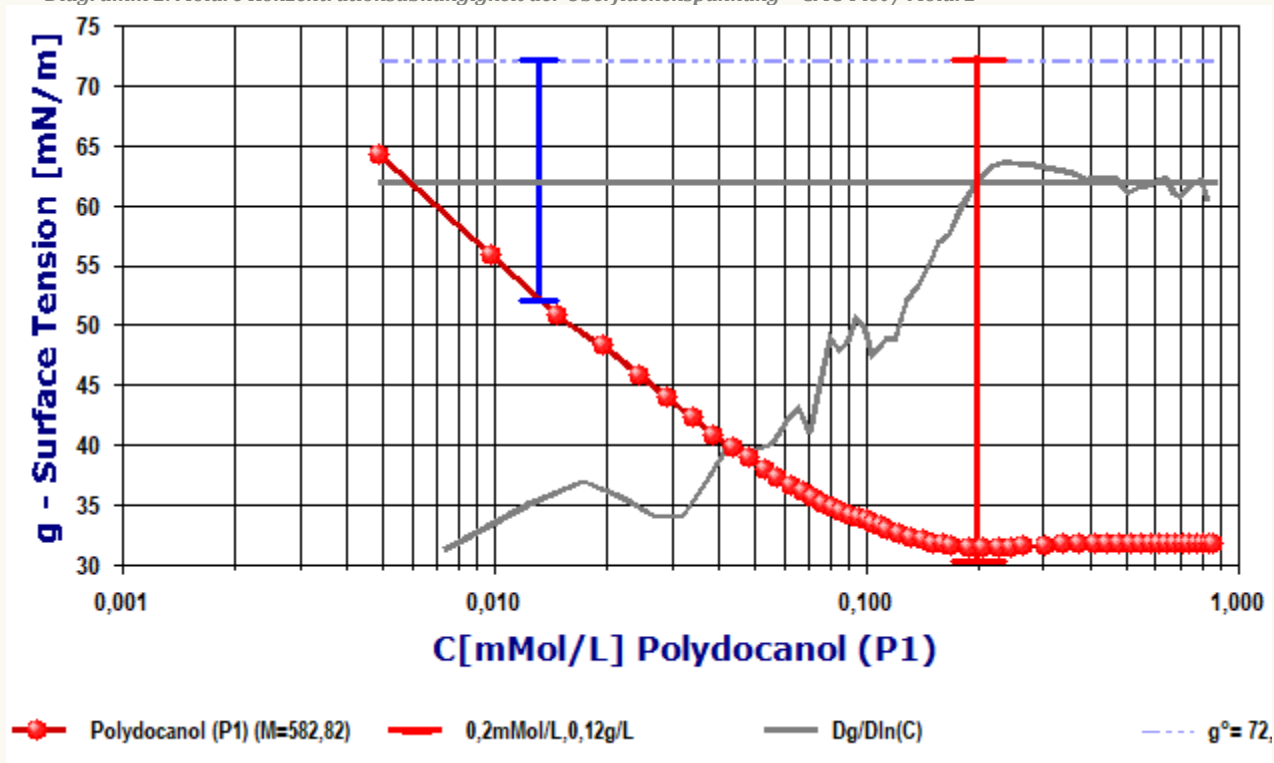
Konzentrationsbereich der Messung: $0,00289$ bis $0,507 \text{ g/L}$,

Endkonzentration: $0,5073 \pm 0,0004 \text{ g/L}$ ($= 4,26 \times \text{CMC}$). Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt $0,0006 \text{ g/cm}^3$ ($0,56\text{‰}$).

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} kann bei der Bestimmungsmethode auftreten. Die alternative CMC-Bestimmung verwendet den Wendepunkt 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 / Molar2'



Das Diagramm **CMC-Plot / 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, gestichelte Linie (blau) eingezeichnet (g^0); 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^0 , Q^0). 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^0-20). 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 "-3,9 (5)" und " $\gamma^\circ 72,17\text{mN/m}$ " die Angabe über den Ausgangswert der Oberflächenspannung. Die Einträge bedeuten, dass der Ausgangswert der Mittelwert aus fünf Einzelmessungen ist und im Mittel 3,9 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde. Die Zeile 2. bedeutet den Vorgang einer Dosierung; 0,0877 Gramm der Lösung (rel. Unsicherheit 2,3%) wurden 6,4 Minuten nach Start der Messung hinzugefügt 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.	---	---	---	-3,9 (5)	72,17	0	0	<54,44 cm ³ >
2.	0,0877	2,3%	6,4	1,8	64,10	0,00289	2,1%	2,9 ppm
3.	0,0877	2,3%	8,3	1,7	55,70	0,00577	1,5%	5,8 ppm
4.	0,0877	2,3%	10,1	1,6	50,78	0,0086	1,2%	8,7 ppm
5.	0,0877	2,3%	11,9	1,6	48,16	0,0115	1,0%	12 ppm
6.	0,0877	2,3%	13,7	1,6	45,80	0,0144	0,93%	14 ppm
7.	0,0877	2,3%	15,5	1,5	43,94	0,0172	0,85%	17 ppm
8.	0,0877	2,3%	17,2	1,5	42,12	0,0200	0,79%	20 ppm
9.	0,0877	2,3%	19,0	1,5	40,76	0,0229	0,74%	23 ppm
10.	0,0877	2,3%	20,7	1,5	39,63	0,0257	0,7%	26 ppm
11.	0,0877	2,3%	22,5	1,6	38,78	0,0285	0,66%	29 ppm
12.	0,0877	2,3%	24,3	1,6	37,88	0,0313	0,63%	31 ppm
13.	0,0877	2,3%	26,1	1,5	37,19	0,0341	0,6%	34 ppm
14.	0,0877	2,3%	27,9	1,5	36,47	0,0369	0,58%	37 ppm
15.	0,0877	2,3%	29,5	1,6	35,99	0,0397	0,56%	40 ppm
16.	0,0877	2,3%	31,3	1,6	35,43	0,0424	0,54%	43 ppm
17.	0,0877	2,3%	33,0	1,5	34,91	0,0452	0,53%	45 ppm
18.	0,0877	2,3%	34,7	1,6	34,61	0,0479	0,51%	48 ppm
19.	0,0877	2,3%	36,5	1,5	34,32	0,0507	5,0‰	51 ppm
20.	0,0877	2,3%	38,2	1,5	34,01	0,0534	4,8‰	54 ppm
21.	0,0877	2,3%	39,9	1,5	33,78	0,0561	4,7‰	56 ppm
22.	0,0877	2,3%	41,7	1,6	33,58	0,0588	4,6‰	59 ppm
23.	0,0877	2,3%	43,4	1,6	33,34	0,0615	4,5‰	62 ppm
24.	0,0877	2,3%	45,2	1,6	33,07	0,0642	4,4‰	64 ppm
25.	0,0877	2,3%	46,9	1,6	32,88	0,0669	4,3‰	67 ppm
26.	-0,6475	3,1‰	48,8	---	---	0,0669	4,3‰	<55,90 cm ³ >
27.	0,1754	1,1‰	49,1	1,1	32,44	0,0723	4,0‰	73 ppm
28.	-0,6475	3,1‰	50,4	---	---	0,0723	4,0‰	<55,42 cm ³ >
29.	0,1754	1,1‰	50,7	1,1	32,10	0,0778	3,7‰	78 ppm
30.	-0,6475	3,1‰	52,0	---	---	0,0778	3,7‰	<54,95 cm ³ >
31.	0,1754	1,1‰	52,3	1,1	31,90	0,0833	3,5‰	83 ppm
32.	-0,6475	3,1‰	53,6	---	---	0,0833	3,5‰	<54,48 cm ³ >
33.	0,1754	1,1‰	53,9	1,2	31,66	0,0888	3,3‰	89 ppm
34.	-0,6476	3,1‰	55,2	---	---	0,0888	3,3‰	<54,00 cm ³ >
35.	0,1754	1,1‰	55,5	1,1	31,56	0,0943	3,1‰	95 ppm
36.	-0,6476	3,1‰	56,8	---	---	0,0943	3,1‰	<53,53 cm ³ >
37.	0,1754	1,1‰	57,1	1,2	31,43	0,0999	2,9‰	0,1‰
38.	-0,6476	3,1‰	58,5	---	---	0,0999	2,9‰	<53,05 cm ³ >
39.	0,3507	2,8‰	58,8	1,2	31,30	0,1110	2,6‰	0,11‰
40.	-0,6476	3,1‰	60,2	---	---	0,1110	2,6‰	<52,76 cm ³ >
41.	0,3507	2,8‰	60,5	1,2	31,28	0,1221	2,4‰	0,12‰
42.	-0,6476	3,1‰	61,8	---	---	0,1221	2,4‰	<52,46 cm ³ >
43.	0,3507	2,8‰	62,2	1,1	31,33	0,1333	2,2‰	0,13‰
44.	-0,6476	3,1‰	63,5	---	---	0,1333	2,2‰	<52,16 cm ³ >
45.	0,3507	2,8‰	63,8	1,1	31,37	0,1444	2,1‰	0,14‰
46.	-0,6476	3,1‰	65,1	---	---	0,1444	2,1‰	<51,86 cm ³ >
47.	0,3507	2,8‰	65,4	1,1	31,44	0,1555	1,9‰	0,16‰
48.	-0,6476	3,1‰	66,7	---	---	0,1555	1,9‰	<51,56 cm ³ >
49.	0,7014	1,4‰	67,1	1,1	31,49	0,1775	1,7‰	0,18‰
50.	-0,6476	3,1‰	68,4	---	---	0,1775	1,7‰	<51,62 cm ³ >
51.	0,7014	1,4‰	68,8	1,2	31,59	0,1993	1,6‰	0,2‰
52.	-0,6476	3,1‰	70,2	---	---	0,1993	1,6‰	<51,67 cm ³ >
53.	0,7014	1,4‰	70,6	1,2	31,60	0,2207	1,5‰	0,22‰
54.	-0,6476	3,1‰	71,9	---	---	0,2207	1,5‰	<51,72 cm ³ >
55.	0,7014	1,4‰	72,3	1,1	31,65	0,2418	1,4‰	0,24‰
56.	-0,6477	3,1‰	73,6	---	---	0,2418	1,4‰	<51,77 cm ³ >
57.	0,7014	1,4‰	74,0	1,2	31,63	0,2626	1,3‰	0,26‰
58.	-0,6477	3,1‰	75,4	---	---	0,2626	1,3‰	<51,83 cm ³ >
59.	0,7014	1,4‰	75,8	1,3	31,68	0,2831	1,2‰	0,28‰
60.	-0,6477	3,1‰	77,3	---	---	0,2831	1,2‰	<51,88 cm ³ >
61.	0,7014	1,4‰	77,7	1,2	31,66	0,3033	1,1‰	0,3‰
62.	-0,6477	3,1‰	79,1	---	---	0,3033	1,1‰	<51,93 cm ³ >
63.	0,7014	1,4‰	79,4	1,1	31,64	0,3232	1,1‰	0,32‰

64.	-0,6477	3,1‰	80,8	---	---	0,3232	1,1‰ ↖	<51,99 cm ³ >
65.	0,7014	1,4‰	81,2	1,1	31,64	0,3428	1,1‰	0,34‰
66.	-0,6477	3,1‰	82,5	---	---	0,3428	1,1‰ ↖	<52,04 cm ³ >
67.	0,7014	1,4‰	82,9	1,2	31,63	0,3622	1,0‰	0,36‰
68.	-0,6477	3,1‰	84,2	---	---	0,3622	1,0‰ ↖	<52,09 cm ³ >
69.	0,7014	1,4‰	84,6	1,1	31,65	0,3812	0,99‰	0,38‰
70.	-0,6477	3,1‰	85,9	---	---	0,3812	0,99‰ ↖	<52,14 cm ³ >
71.	0,7014	1,4‰	86,3	1,2	31,65	0,4000	0,96‰	0,44‰
72.	-0,6478	3,1‰	87,7	---	---	0,4000	0,96‰ ↖	<52,20 cm ³ >
73.	0,7014	1,4‰	88,1	1,2	31,63	0,4186	0,93‰	0,42‰
74.	-0,6478	3,1‰	89,5	---	---	0,4186	0,93‰ ↖	<52,25 cm ³ >
75.	0,7014	1,4‰	89,9	1,2	31,62	0,4368	0,91‰	0,44‰
76.	-0,6478	3,1‰	91,2	---	---	0,4368	0,91‰ ↖	<52,30 cm ³ >
77.	0,7014	1,4‰	91,6	1,2	31,61	0,4548	0,89‰	0,46‰
78.	-0,6478	3,1‰	93,0	---	---	0,4548	0,89‰ ↖	<52,36 cm ³ >
79.	0,7014	1,4‰	93,4	1,1	31,62	0,4726	0,87‰	0,47‰
80.	-0,6478	3,1‰	94,8	---	---	0,4726	0,87‰ ↖	<52,41 cm ³ >
81.	0,7014	1,4‰	95,2	1,2	31,63	0,4901	0,86‰	0,49‰
82.	-0,6478	3,1‰	96,6	---	---	0,4901	0,86‰ ↖	<52,46 cm ³ >
83.	0,7014	1,4‰	96,9	1,2	31,58	0,5073	0,85‰	0,51‰

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_r) 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. ±%), 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_r, 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 den 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.

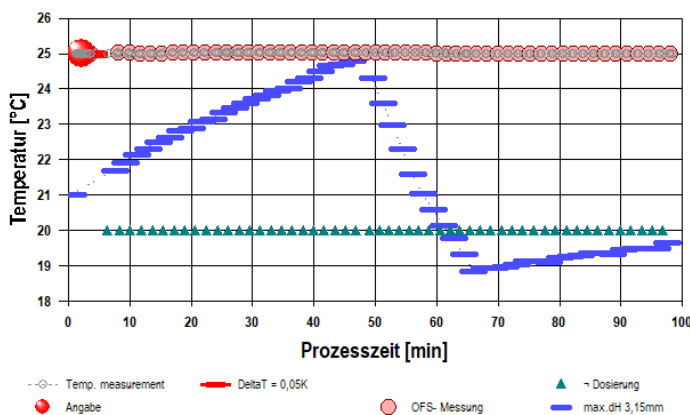
--- Einzelheiten über die Messungen der Oberflächenspannung ---

• 3. Übersicht, Temperatur

Die Oberflächenspannung wurde 58-mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs zwei Stunden; Temperaturverlauf blieb im gesamten Zeitraum einigermaßen isotherm bei 24,99°C. Die Streuung als rel. Standardabweichung der den Messwerten zugeordneten Temperatur beträgt 0,59‰ (Mittelw.: 25,00±0,01°C)

- Die Angabe des "Temperaturverlaufs" stellt die während der Messung registrierten Temperaturwerte dar (Maximalwert: 25,02°C, Minimalwert: 24,97°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.

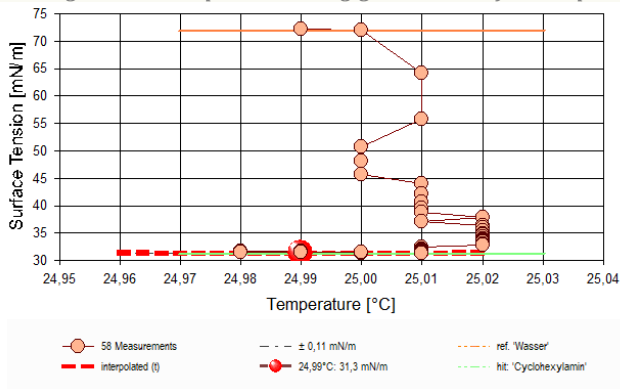
→ Diagramm 3. Temperaturverlauf und Übersicht - 'Temperaturprofil'



- 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 54 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied

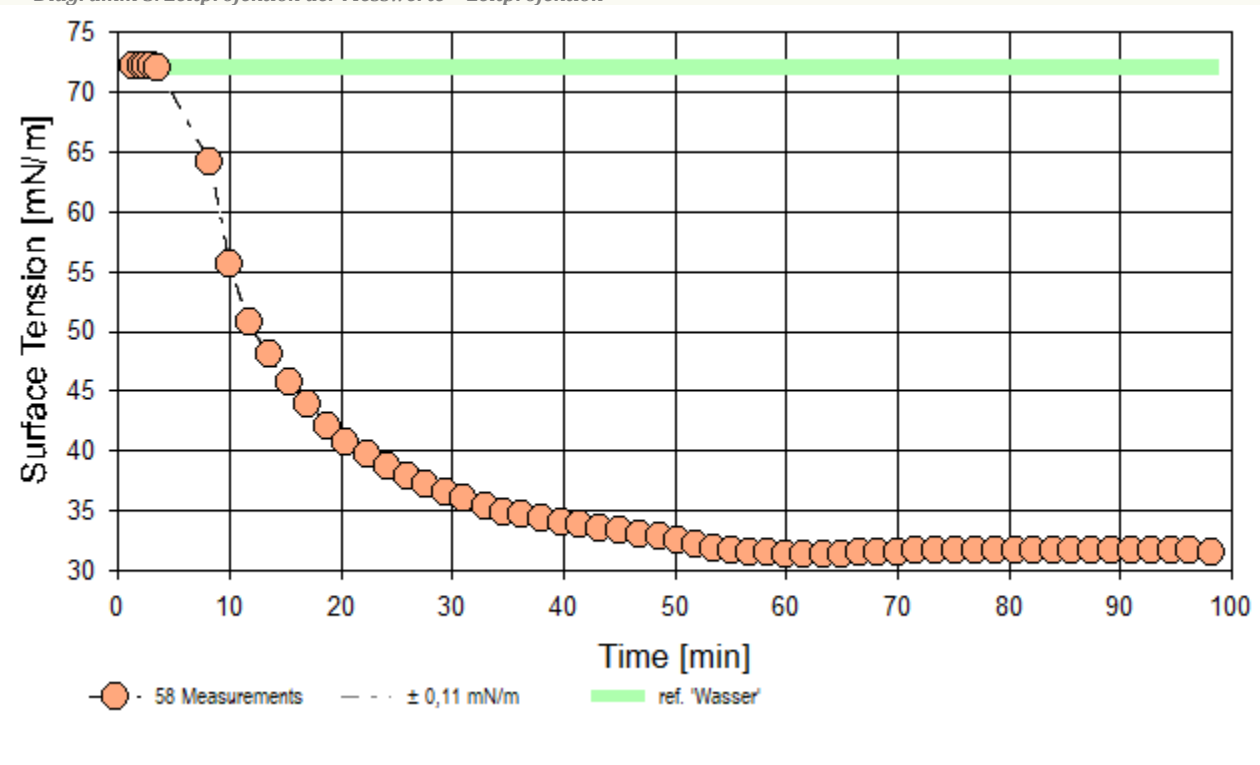
(max.dH) beträgt 3,147 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen z.B. durch Dosierungen, Verdunstung, Absorption, Temperaturänderungen und/oder Änderungen des Kontaktwinkels zur Gefäßwand anzuzeigen. - Die '+'-Zeichen markieren jeweilige Dosier- und Entnahmezeitpunkte mit relativer 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 ($\gamma_{25^\circ\text{C}} = 31,3 \text{ mN/m}$) 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 'Cyclohexylamin' 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.

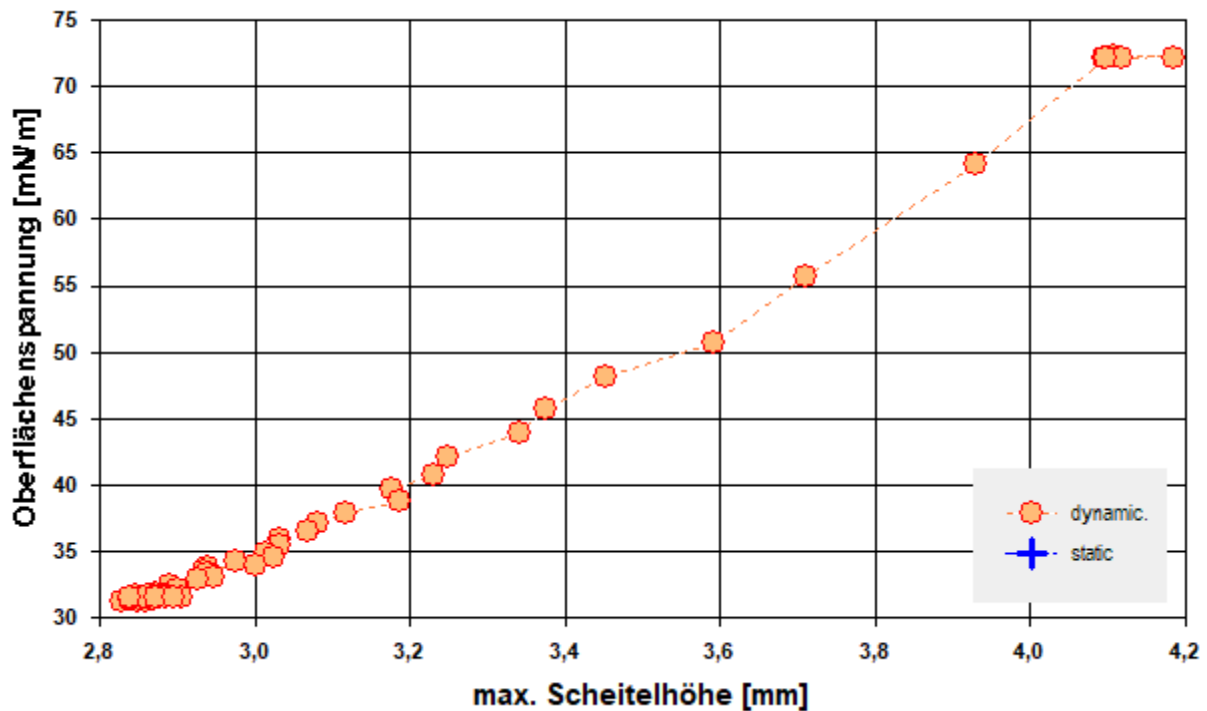
Tabelle 2: Protokoll der Mess- und Ergebnisdaten

N°	t [min]	ϑ [°C]	nPos	ΔZ [mm]	H _{Fmax} [mm]	W _(Fmax) [mg]	γ [mN/m]	$\tau_{rel.}$ [s]	$\Delta\rho$ [g/cm ³]
1.	1,4	24,99	44	0,974	4,11	941,53	72,27	3,4	0,9958
2.	2,0	24,99	53	0,982	4,18	940,71	72,20	3,6	0,9958
3.	2,5	24,99	54	0,992	4,12	940,31	72,17	3,6	0,9958
4.	3,0	24,99	54	0,990	4,09	939,98	72,14	3,4	0,9958
5.	3,6	25,00	53	0,984	4,10	939,29	72,09	3,4	0,9958
6.	8,2	25,01	78	0,991	3,93	842,41	64,10	3,9	0,9959
7.	10,0	25,01	78	0,991	3,71	739,79	55,70	4,2	0,9959
8.	11,7	25,00	78	0,990	3,59	678,97	50,78	3,8	0,9959
9.	13,5	25,00	78	0,991	3,45	646,30	48,16	3,3	0,9959
10.	15,3	25,00	78	0,991	3,38	616,63	45,80	4,0	0,9959
11.	17,0	25,01	78	0,991	3,34	593,61	43,94	3,9	0,9959

12.	18,8	25,01	78	0,982	3,25	570,73	42,12	3,5	0,9959
13.	20,5	25,01	77	0,979	3,23	553,79	40,76	3,5	0,9959
14.	22,3	25,01	78	0,990	3,18	539,52	39,63	3,3	0,9959
15.	24,1	25,01	78	0,989	3,19	528,69	38,78	3,4	0,9959
16.	25,9	25,02	78	0,991	3,12	517,28	37,88	3,1	0,9959
17.	27,6	25,01	77	0,982	3,08	508,51	37,19	4,0	0,9959
18.	29,4	25,02	78	0,992	3,07	499,34	36,47	3,9	0,9959
19.	31,1	25,02	78	0,991	3,03	493,28	35,99	3,8	0,9959
20.	32,9	25,02	78	0,992	3,03	486,13	35,43	3,8	0,9959
21.	34,6	25,02	77	0,977	3,01	479,49	34,91	3,7	0,9959
22.	36,3	25,02	78	0,992	3,02	475,66	34,61	3,8	0,9959
23.	38,0	25,02	78	0,991	2,97	472,01	34,32	3,6	0,9959
24.	39,8	25,02	78	0,992	3,00	468,05	34,01	3,7	0,9959
25.	41,5	25,02	78	0,992	2,94	465,05	33,78	3,4	0,9959
26.	43,2	25,02	78	0,992	2,93	462,36	33,58	3,4	0,9959
27.	45,0	25,02	78	0,991	2,94	459,31	33,34	3,4	0,9959
28.	46,8	25,02	77	0,985	2,95	455,76	33,07	3,5	0,9959
29.	48,6	25,02	78	0,991	2,93	453,29	32,88	3,4	0,9959
30.	50,2	25,01	78	0,991	2,89	447,73	32,44	3,2	0,9959
31.	51,8	25,01	78	0,991	2,90	443,36	32,10	3,3	0,9959
32.	53,4	25,01	78	0,991	2,87	440,75	31,90	4,3	0,9959
33.	55,1	25,01	77	0,979	2,87	437,72	31,66	4,2	0,9960
34.	56,7	25,01	78	0,990	2,91	436,42	31,56	4,4	0,9960
35.	58,3	25,01	77	0,979	2,84	434,83	31,43	4,1	0,9960
36.	60,0	25,00	78	0,990	2,85	433,16	31,30	4,1	0,9960
37.	61,6	25,00	78	0,991	2,86	432,86	31,28	4,1	0,9960
38.	63,3	25,00	78	0,991	2,83	433,52	31,33	4,1	0,9960
39.	64,9	25,00	77	0,979	2,84	434,10	31,37	4,0	0,9960
40.	66,6	25,00	78	0,992	2,87	434,94	31,44	4,2	0,9960
41.	68,3	24,99	77	0,982	2,84	435,60	31,49	4,0	0,9960
42.	70,0	24,99	78	0,991	2,87	436,85	31,59	4,2	0,9961
43.	71,7	24,99	78	0,991	2,87	437,04	31,60	4,2	0,9961
44.	73,5	24,98	78	0,991	2,86	437,69	31,65	4,1	0,9961
45.	75,2	24,99	77	0,979	2,84	437,39	31,63	4,0	0,9961
46.	77,1	24,99	78	0,991	2,85	437,98	31,68	4,0	0,9962
47.	78,9	24,99	78	0,992	2,89	437,79	31,66	3,2	0,9962
48.	80,6	24,98	78	0,991	2,85	437,48	31,64	4,1	0,9962
49.	82,3	24,99	78	0,991	2,85	437,55	31,64	4,0	0,9962
50.	84,0	24,98	78	0,991	2,85	437,41	31,63	4,1	0,9962
51.	85,7	24,98	78	0,991	2,85	437,66	31,65	4,1	0,9963
52.	87,5	24,98	78	0,992	2,86	437,66	31,65	4,1	0,9963
53.	89,3	24,98	78	0,991	2,88	437,35	31,63	3,3	0,9963
54.	91,0	24,98	77	0,979	2,86	437,20	31,62	4,1	0,9963
55.	92,8	24,98	77	0,977	2,86	437,19	31,61	4,1	0,9963
56.	94,6	24,99	78	0,991	2,87	437,25	31,62	4,2	0,9963
57.	96,3	24,98	78	0,992	2,89	437,33	31,63	4,3	0,9964
58.	98,2	24,98	76	0,988	2,84	436,79	31,58	4,1	0,9964

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 Parabelscheitel der Messkurve über dem Flüssigkeits-Nullniveau an. An dieser Stelle beträgt das Gewicht der Lamelle $W_{(\text{Fmax})}$ 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 - 'Lamellenhöhen'²



- 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.

• 4. Auswertungsverfahren & Messkörper

Berechnung: 'Harkins & Jordan' - Originaltabellen.

Messring: Ring N°1, mittlerer Ringradius $R = 9,54$ 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 $\rho = 0,997046$ g/cm³ (bei 25°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 ' $\Delta\rho$ [g/cm³] = $f(\theta[\text{°C}]) = (99983.952 + 1695.2577 \cdot \theta - 0.79905127 \cdot \theta^2 - 4.6241757E-3 \cdot \theta^3 + 1.0584601E-5 \cdot \theta^4 - 2.8103006E-8 \cdot \theta^5) / (1e5 + 1688.7236 \cdot \theta) - \rho_a$ ' 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.	9,2254	-0,0088	0,9382 h	0,203	-	-	¹ pD
2.	9,2164	-0,0098	0,9382 h	0,203	-	-	¹ pD
3.	9,2125	-0,0098	0,9382 h	0,203	-	-	¹ pD
4.	9,2121	-0,0069	0,9381 h	0,203	-	-	¹ pD
5.	9,2064	-0,0059	0,9381 h	0,203	-	-	¹ pD
6.	8,2543	-0,0078	0,9301 h	0,203	-	-	¹ pD
7.	7,2458	-0,0098	0,9204 h	0,203	-	-	¹ pD
8.	6,6660	0,0069	0,9142 h	0,203	-	-	¹ pD
9.	6,3289	-0,0098	0,9108 h	0,203	-	-	¹ pD
10.	6,0428	-0,0049	0,9078 h	0,203	-	-	¹ pD
11.	5,8170	-0,0049	0,9047 h	0,203	-	-	¹ pD
12.	5,5916	-0,0059	0,9022 h	0,203	-	-	¹ pD

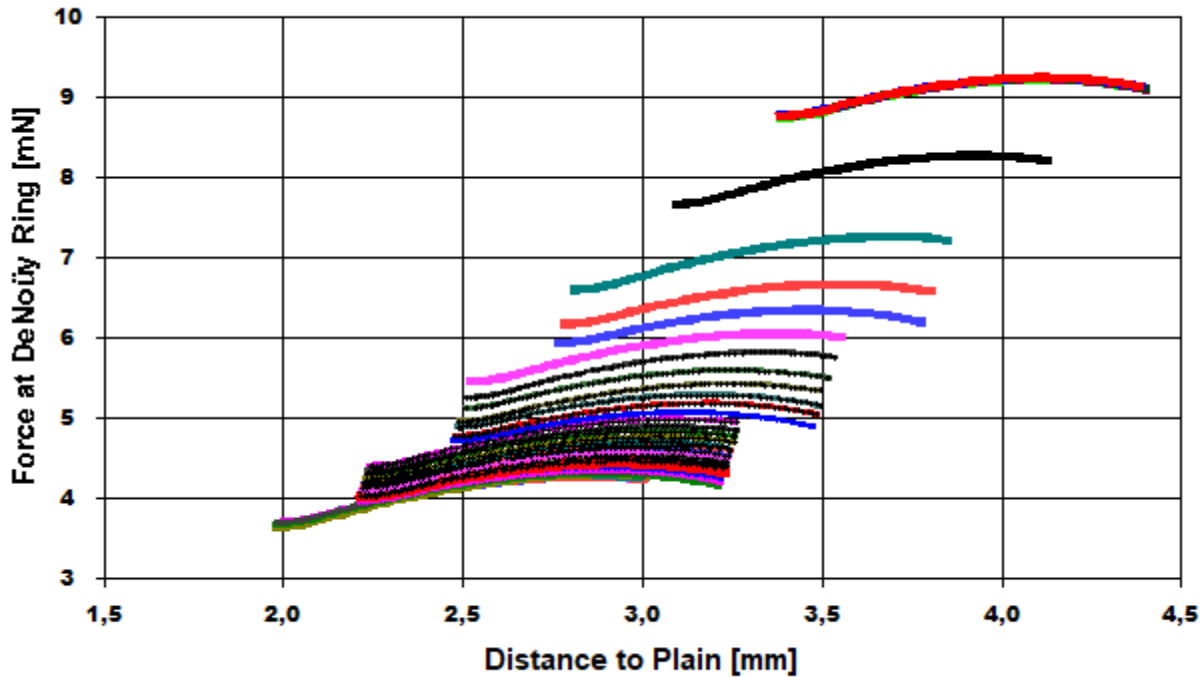
13.	5,4255	-0,0059	0,8997 h	0,203	-	-	¹ pD
14.	5,2885	-0,0029	0,898 h	0,203	-	-	¹ pD
15.	5,1813	-0,0039	0,8966 h	0,203	-	-	¹ pD
16.	5,0713	-0,0020	0,8952 h	0,203	-	-	¹ pD
17.	4,9863	-0,0010	0,894 h	0,203	-	-	¹ pD
18.	4,8964	-0,0010	0,8928 h	0,203	-	-	¹ pD
19.	4,8379	0,0000	0,8919 h	0,203	-	-	¹ pD
20.	4,7698	0,0020	0,8909 h	0,203	-	-	¹ pD
21.	4,7262	0,0235	0,8899 h	0,203	-	-	¹ pD
22.	4,6680	0,0029	0,8894 h	0,203	-	-	¹ pD
23.	4,6332	0,0039	0,8888 h	0,203	-	-	¹ pD
24.	4,5954	0,0049	0,8882 h	0,203	-	-	¹ pD
25.	4,5650	0,0039	0,8879 h	0,203	-	-	¹ pD
26.	4,5416	0,0069	0,8876 h	0,203	-	-	¹ pD
27.	4,5136	0,0088	0,8873 h	0,203	-	-	¹ pD
28.	4,4788	0,0088	0,887 h	0,203	-	-	¹ pD
29.	4,4555	0,0098	0,8866 h	0,203	-	-	¹ pD
30.	4,4020	0,0108	0,8857 h	0,203	-	-	¹ pD
31.	4,3581	0,0098	0,885 h	0,203	-	-	¹ pD
32.	4,3345	0,0118	0,8846 h	0,203	-	-	¹ pD
33.	4,3048	0,0118	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
34.	4,2921	0,0118	0,8838 h	0,203	-	-	¹ pD
35.	4,2794	0,0147	0,8835 h	0,203	-	-	¹ pD
36.	4,2630	0,0147	0,8832 h	0,203	-	-	¹ pD
37.	4,2591	0,0137	0,8832 h	0,203	-	-	¹ pD
38.	4,2665	0,0147	0,8833 h	0,203	-	-	¹ pD
39.	4,2742	0,0167	0,8834 h	0,203	-	-	¹ pD
40.	4,2815	0,0157	0,8835 h	0,203	-	-	¹ pD
41.	4,2889	0,0167	0,8837 h	0,203	-	-	¹ pD
42.	4,3012	0,0167	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
43.	4,3041	0,0177	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
44.	4,3104	0,0177	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
45.	4,3075	0,0177	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
46.	4,3142	0,0186	0,8841 h	0,203	-	-	¹ pD
47.	4,3123	0,0186	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
48.	4,3103	0,0196	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
49.	4,3120	0,0206	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
50.	4,3106	0,0206	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
51.	4,3130	0,0206	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
52.	4,3140	0,0216	0,884 h	0,203	-	-	¹ pD
53.	4,3120	0,0226	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
54.	4,3105	0,0226	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
55.	4,3113	0,0235	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
56.	4,3110	0,0226	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
57.	4,3127	0,0235	0,8839 h	0,203	-	-	¹ pD
58.	4,3074	0,0235	0,8838 h	0,203	-	-	¹ pD

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 ('z' 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 Differentialgleichung 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 Flüssigkeitslamelle 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 verzerter 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 beigelegt sein.

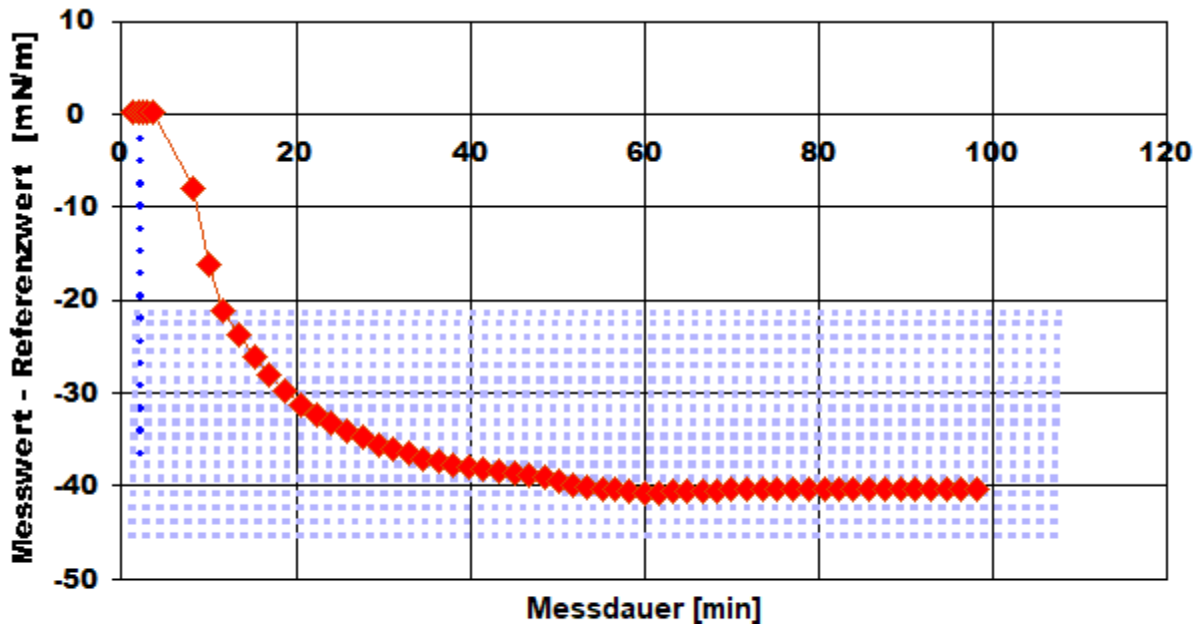
- Diagramm 7. Messkurven - Grundlage der Bestimmung der Oberflächenspannung - 'Measuring Curves'²



- Im Diagramm "Measuring Curves²" werden die zu Grunde liegenden einzelnen Kraftmesswerte als 'Messkraft' gegen 'Lamellenhöhe' für alle Messpunkte der 58 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.

• 5. Referenzdatenvergleich

- Diagramm 8. IST/SOLL-Vergleich in zeitlicher Abfolge der Messwerte - 'DeltaChart'



Reference values for "Wasser" acc. to $f(T[^\circ\text{C}])=235.8 \cdot (1-(T+273.15)/647.096)^{1.256} \cdot (1-0.625 \cdot (1-(T+273.15)/647.096))$
 Mean and Standarddev. of Residuals: $-33,4 \pm 12$ mN/m, relative: -1,1-fach at a spread of 38%

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-Polydocanol_II", type 1/40. Measuring process performed accordingly.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 3,0 Stunden vor dieser Messung von imeter justiert.

IMETER ID16405542: 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} 1,2 kg/m³;

Schwerebeschleunigung g 9,80769 m/s². Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 4.1.103, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

• 6. Kommentar/Bewertung/Interpretation

Test einer relativ einfach ausführbaren aussagekräftigen Technik. Für die Untersuchung der konkurrierenden Adsorption in flüssiger und fester Phase, muss nicht unbedingt ein Tensid die Testsubstanz sein. Nicht nur der CMC-Wert, auch der Verlauf der Oberflächenspannung vor der CMC enthält interpretierbare Informationen.

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

Report created by IMETER

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

Analog zur Oberflächenbestimmungen per *BET-Messungen*, die auf der Gasadsorption an Oberflächen beruht und über Druckverhältnisse berechnet werden, können Messungen der Oberflächenspannung in dieser Art, entsprechende Adsorptionseffekte über die Änderung der Oberflächenspannung anzeigen. Je nach Molekülgröße und elektronischer Struktur einer *Sondensubstanz* (Tensid, Lösemittel) ist denkbar, differenziertere Information über kontaktierbare Oberfläche (Porosität) und Wechselwirkungspotentiale gegenüber Adsorptionsstoffen zu erhalten.

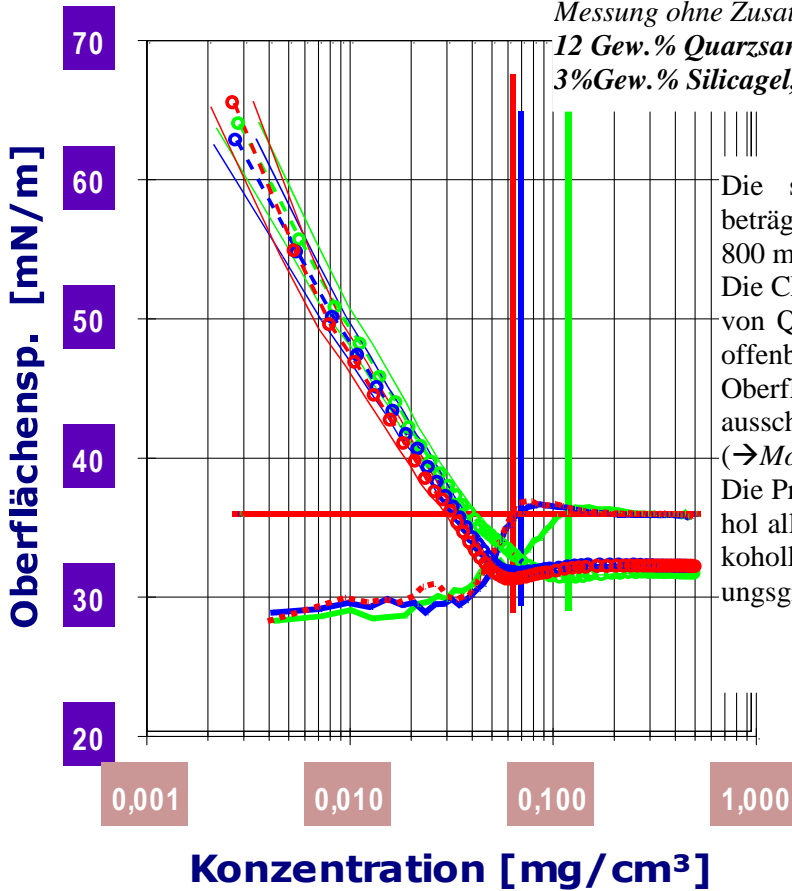
Messumstände: Messung in einem doppelwandigen Temperiergefäß; IMETER steuert im Messprogramm einen *Ministat*-Thermostaten von Huber GmbH, das integrierte Magnetrührwerk sowie zwei externe Schlauchpumpen zur automatischen Dosierung bzw. Entnahme.

Polydocanol CMC– Messungen im Diagrammvergleich

Messung ohne Zusatz, **rot**, CMC=0.0637g/L,

12 Gew.% Quarzsand, **blau**, CMC=0.0697g/L,

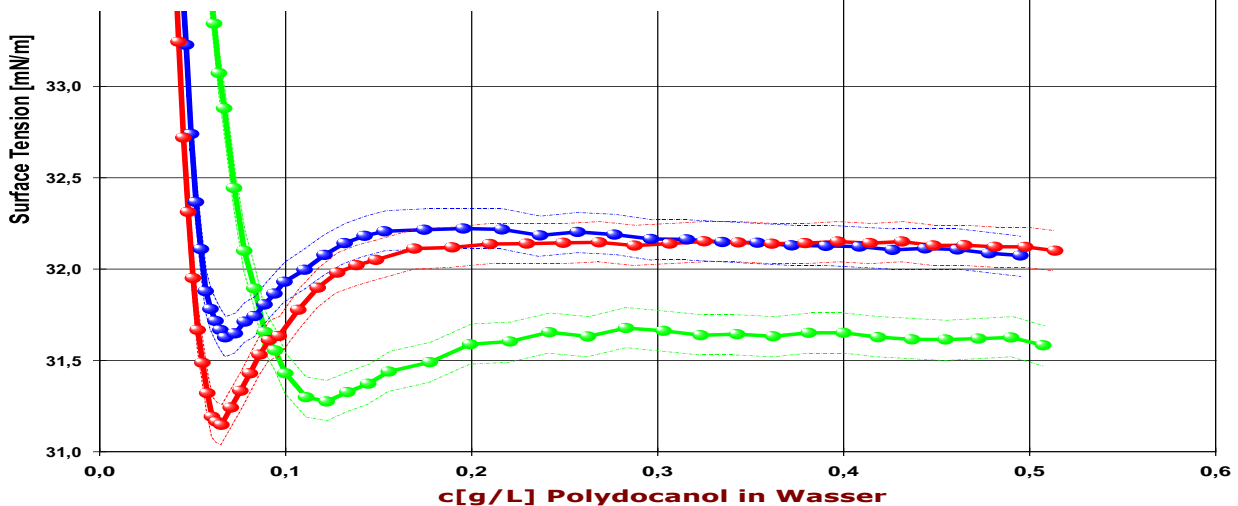
3%Gew.% Silicagel, diese Messung, **grün**, CMC=0.119g/L.



Die spezifische Oberfläche des Quarzsands beträgt $\sim 0.15 \text{ m}^2/\text{g}$, Silicagel hat typisch 600-800 m^2/g (BET).

Die CMC-Verschiebung von +0.005 g/L im Falle von Quarzsand und +0.054 g/L bei Silicagel ist offenbar nicht linear mit der absoluten Oberfläche korreliert und lässt einen Größenausschluss-Effekt durch das Silicagel vermuten (\rightarrow Molekularsieb).

Die Probensubstanz ist als ethoxylierter Fettalkohol alles andere als eine Reinsubstanz, da Fettalkoholkettenlängen (C8-C14) und Ethoxylierungsgrade (7-11 EO) variieren.



Messtechnik - nachhaltig 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, Fax (0)821/7473489

www.imeter.de

IMETER - Dienstleistungen:

www.imeter.de/adienstleistungen.html