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

Bestimmung der CMC von Thesit / Polydocanol

In diesem Anwendungsbeispiel dokumentiert der automatisch erstellte Bericht (unten) eine mehr auf Forschungsfragen ausgerichtete CMC-Messung, d.h. parallel zur Messung der Oberflächenspannung wurden zusätzliche Datenquellen und Sensoren eingebunden, die auf eine Änderung der Konzentration reagieren können, um weitere Eigenschaften an **Polydocanol**, einem nicht-ionischen Tensid, zu messen und vergleichbar zu machen.
Das IMETER-Framework wurde dabei durch separate Geräte erweitert, die über die Datenschnittstellen vom Messprogramm bedient werden. Das Messprogramm, über welches das IMETER-Framework gesteuert wird, bediente externe Messgeräte zur Messung der Luftfeuchte über der Lösung, der elektrischen Leitfähigkeit und des pH-Wertes. Außerdem wurden *neue, innere Möglichkeiten* der Methode N°1 genutzt: die Veränderung der Gleichgewichts-Messgeschwindigkeit, die Änderung des Kontaktwinkels an den Ringstreben und der Verlauf des Oberflächenniveaus (...).
Als Ergebnis können neben den offensichtlichen Resultaten dem Bericht daher noch eine Reihe weiterer Aussagen entnommen werden: z.B. dass der Vorwärts-Kontaktwinkel gegen Platin bereits mit den ersten Dosierungen – also noch bevor die Oberflächenspannung deutlich abfiel – von etwa 31° gegenüber reinem Wasser auf 54° anstieg. Die Gleichgewichtsgeschwindigkeit – eine Maßzahl in Bedeutung der *Grenzflächenfluidität* – fiel sofort mit der Dosis ab und zeigte eine maximale *Viskosität* weit vor der CMC, bereits bei 3ppm.

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

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

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

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

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

IMETER V.5.0 rev.48

automatic Report (7092A2Q16312B), imeter/MSB, Augsburg

ID N° 9207 - Surface Tension / CMC

Title:	**Polydocanol 3**
Remarks:	Std.-Programm - alle Dosieungs-Kanülen zum Start mit Teflon-Pfropfen verstopft
Determination:	**CMC-Measurement in 'Wasser'**
Result:	**$CMC_{24,99°C}$ = 0,0873 g/L, γ_{CMC} = 29,5 mN/m**

Report

Hinweis: ***Die Aktivierung der Option "ERLÄUTERUNGSTEXTE", die für diese Berichtsausgabe eingestellt ist,*** *bewirkt, dass der Bericht mit automatischen Kommentaren versehen wird. Die Option "BEARBEITUNGSHINWEISE" erzeugt Ausgaben für den Anwender/Prüfer, die auch auf nicht ausgegebene Informationen hinweisen. Deaktivieren Sie bitte diesen Schalter bei Erstellung von Kundenberichten. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text*

• 1. ===== Vorbemerkungen ======

Eigenschaft und Methode: Die *Oberflächenspannung* ist die kohäsiv wirkende Kraft, die eine flüssige Phase zusammenhält und die zwischenmolekularen Anziehungskräfte ausdrückt. Die Einheit 'mN/m' (Kraft pro Länge bzw. 'mJ/m²', Arbeit pro Fläche) bedeutet eine reversible Energiemenge, die aufzuwenden ist, um 1 m² neue Oberfläche zu schaffen bzw. die freigesetzt wird, wenn Oberfläche (z.B. durch Vereinigung von Tröpfchen) verschwindet. Das Augenscheinliche der Eigenschaft Oberflächenspannung besteht in der mehr oder weniger leichten Verformbarkeit der flüssigen Oberfläche. Die hier zur Messung angewandte *Ringmethode* beruht auf Kraftmessung bei *Deformation der Oberfläche*: Ein waagerechter Drahtring wird in die Flüssigkeit getaucht und herausgehoben. Beim Herausziehen wächst die Zugkraft durch die angehobene Flüssigkeitsmenge und nimmt einen parabelförmigen Verlauf an. Entscheidend ist die im Parabelscheitel vorliegende Maximalkraft. Sie entspricht im Verhältnis zum Ringumfang der Oberflächenspannung. Als Gegenkraft wirkt unter der Fallbeschleunigung das gehobene Flüssigkeitsgewicht - mithin die Dichtedifferenz zwischen Probe und *Luft* bzw. dem gesättigten Dampf. Für den exakten Oberflächenspannungswert werden auf den Wert der Maximalkraft Korrekturfaktoren angewendet. Zur Behebung der systematischen Abweichung gibt es verschiedene Algorithmen, benannt nach ihren Entwicklern. Zu bevorzugen ist die Berechnung nach *Young-Laplace-Petzoldt* oder ggf. noch nach *Harkins & Jordan*, d.h. die Verwendung der klassischen Korrekturtabellen - auf der auch andere Algorithmen beruhen. Weiterhin zur Berechnung - um kleine Abweichungen zu korrigieren, die auf der Unvollkommenheit der Ringgeometrie beruhen - wird ein Kalibrierfaktor durch Justierung der Anzeige mittels einer Standardflüssigkeit (i.d.R. Wasser) eingesetzt. Das ausgewählte Berechnungsverfahren wird in diesem Bericht nebst aller Eingangsdaten angegeben. Dieser Bericht hat die Aufgabe *sämtliche* Informationen zur Verfügung zu stellen; die automatischen Interpretationen können jedoch ggf. mit atypischen Daten fehlerhafte Zusammenfassungen ergeben; daher stellen die in Tabellen niedergelegten Informationen das eigentliche und grundlegende Ergebnis dar.
Angewandtes Verfahren und Ergebnisberechnung: Im Messgefäß wird ein Lösemittel (Wasser) vorgelegt und die grenzflächenaktive Substanz (Tensid) oder eine Präparation wird zugefügt. Dabei wird ständig die Oberflächenspannung gemessen, die mit steigender Konzentration abfällt. - Die Messung ermittelt aus der Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Dosis eine bestimmte kritische Konzentration, die 'CMC' (*kritische Mizellenkonzentration*), bei der unstetige Änderungen der physikalischen Eigenschaften der Lösung die Änderung im Lösungsregiment anzeigen. Bei der CMC ist die molekulare Löslichkeitsgrenze erreicht und es bilden sich ab dieser Konzentration kugelförmige, kolloidale Binnenstrukturen in der Lösung, sog. Mizellen. Bei weiterer Konzentrationserhöhung verbleibt der Wert der Oberflächenspannung in der Regel bis zum mehrfachen der CMC auf vergleichbarem Niveau. Der CMC-Wert gilt als wichtigste Kennzahl eines Tensids. Er charakterisiert Wirkung bzw. Reinheit und gilt als *Konzentrationseinheit* für das Tensid oder die Zubereitung. Der Wert ist jedoch individuell vom Lösemittel abhängig, in dem die Bestimmung erfolgt.

• 2. ===== Bestimmung der CMC =====

Die CMC, 0,0873 g/L bei der Temperatur 24,99 ±0,03°C, wurde automatisch über den Differenzenquotient Δγ/Δln(c) ermittelt. Aus seinem Werteverlauf wurde die CMC durch den Oberflächenspannungs-Wendepunkt (*Maximalwert* von dγ/dln(c)) bestimmt.

Charakteristische Werte von Oberflächenspannung und Konzentration:

- CMC	: 29,5 mN/m	0,0873 g/L	1,0	× CMC
- $C_{Max.}$	: 30,88 mN/m	14,8 g/L	169	× CMC
- $\gamma_{min.}$	: 28,26 mN/m	0,0471 g/L	0,539	× CMC

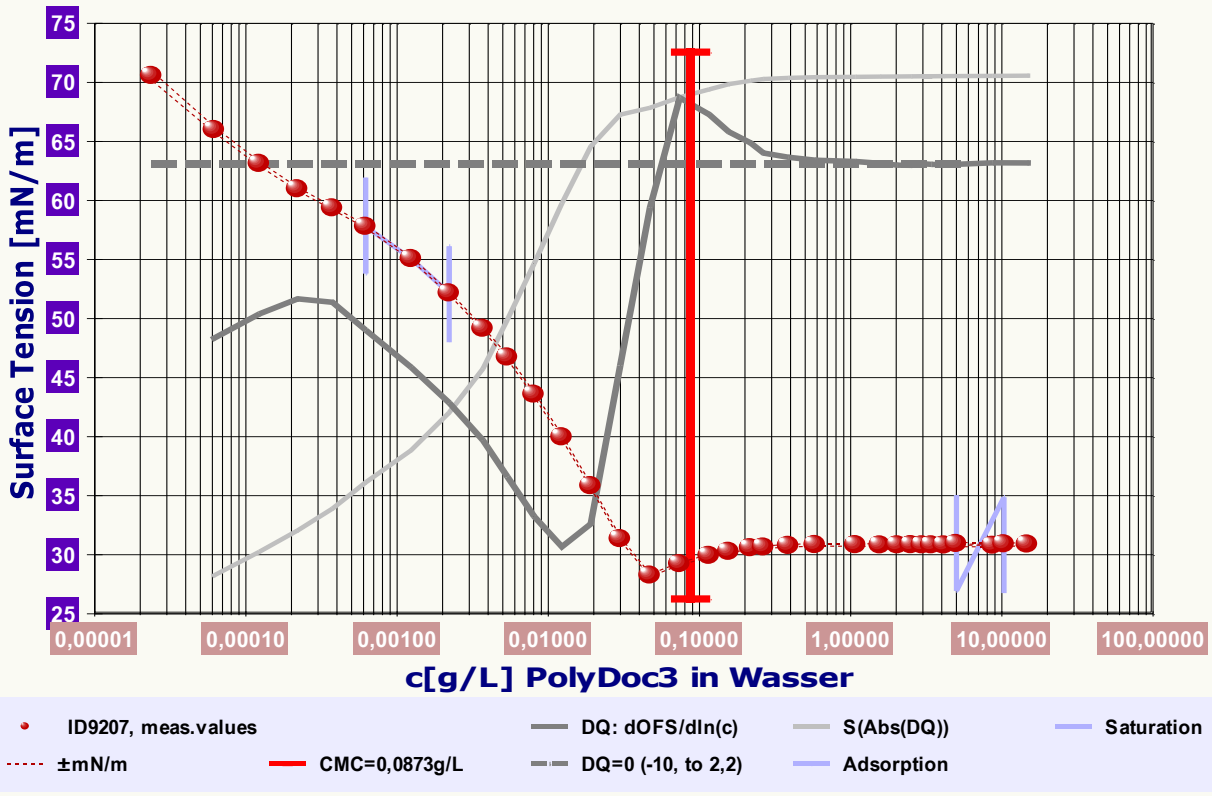
Bewegungen, Stoffmengen & Konzentrationen

Vorlage: dest. Wasser, angegebenes Volumen 50±0,005 cm³, Masse 49,853 g, Dichte 0,997051 g/cm³. Die Dichte bei 24,99°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.
Zudosierung: PolyDoc3, 33 Zugaben, in vier verschiedenen Konzentrationen.
Dosierlösungen: Wirkstoff-Konzentrationen (c_a bis c_d), Konzentrationsunsicherheiten ($\pm u_{rel.}$) und Dichteangaben (ρ) :

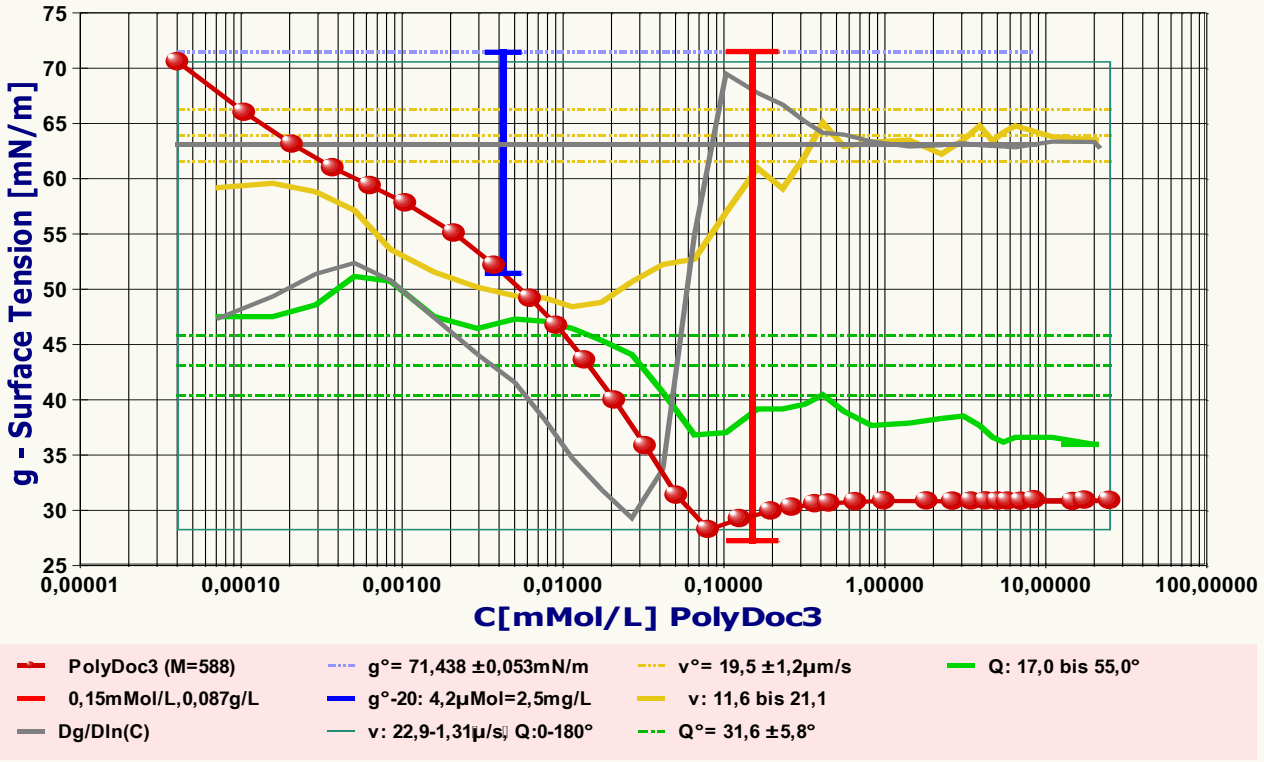
(a)	c_a=0,0238 g/L	$u_{rel.}$±0,42%	ρ=0,997 g/cm³
(b)	c_b=1,051 g/L	$u_{rel.}$±0,19%	ρ=0,997 g/cm³
(c)	c_c=30,15 g/L	$u_{rel.}$±0,13%	ρ=0,9978 g/cm³
(d)	c_d=0 (ohne) g/L	$u_{rel.}$±0,0%	ρ=0,997 g/cm³

Mit Buchstaben-Kennzeichnung '(a) bis (d)' der Konzentration entsprechend in der ***Haupttabelle*** weiter unten. Temperaturangaben zur Dosierung im Mittel der Ablesungen 24,97±0,03°C. Als volumetrische Zugabe, automatische Dosierungen.
Entnahmen: 33 Entnahmen als Volumen, automatisch ausgeführt.
Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen 89,76 g (90,01 cm³), zugefügte Mengen 89,74 g (89,99 cm³), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage 49,83 g bzw. 49,98 ±0,51 cm³, am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: 250,24 mg.
Konzentrationsbereich der Messung: 0,0000238 bis 14,8 g/L,
Endkonzentration: 5,01 ±0,07 g/L (= 57,4 × CMC). Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt 0,0001 g/cm³ (52ppm).

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



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



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

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

Die erste Datenzeile der Tabelle enthält mit "-5,5 (5)" und "γ° 71,44 mN/m" die Angabe über den Ausgangswert der Oberflächenspannung. Die Einträge bedeuten, dass der Ausgangswert der Mittelwert aus fünf Einzelmessungen ist und im Mittel 5,5 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 39,2 Minuten nach Start der Messung entfernt usw. Art und Zustandekommen der γ-Messwerte wird in den weiter unten folgenden Tabellen detailliert beschrieben.

N°	Δ*m*	u_m%	$t_{\Delta c}$	Δt_γ	$\bar{\gamma}$	c	u_c%	m/m	.
1.	---	---	---	-5,5 (5)	71,44	0	0	<50,00 cm³>	
2.	-0,0499	6,0%	39,2	---	---	0	0 ¬	<49,95 cm³>	
3.	0,0498	6,0%	39,3	3,5	70,57	0,000024	5,7%	24ppb	
4.	-0,0798	3,8%	44,2	---	---	0,000024	5,7% ¬	<49,92 cm³>	
5.	0,0798	3,8%	44,3	4,8	65,99	0,000062	3,1%	62ppb	
6.	-0,1276	2,4%	50,6	---	---	0,000062	3,1% ¬	<49,87 cm³>	
7.	0,1276	2,4%	50,7	2,5	63,11	0,000123	1,9%	120ppb	
8.	-0,2042	1,5%	54,4	---	---	0,000123	1,9% ¬	<49,80 cm³>	
9.	0,2042	1,5%	54,5	2,7	60,97	0,000220	1,2%	220ppb	
10.	-0,3267	0,94%	58,4	---	---	0,000220	1,2% ¬	<49,67 cm³>	
11.	0,3267	0,95%	58,5	2,6	59,36	0,000374	0,77%	380ppb	
12.	-0,5227	0,59%	62,4	---	---	0,000374	0,77% ¬	<49,48 cm³>	
13.	0,5227	0,61%	62,5	2,7	57,79	0,000620	0,51%	0,62ppm	
14.	-1,3382	2,4‰	66,6	---	---	0,000620	0,51% ¬	<48,66 cm³>	
15.	1,3382	2,6‰	66,7	2,9	55,06	0,001242	3,4‰	1,2ppm	
16.	-2,1412	1,6‰	70,8	---	---	0,001242	3,4‰ ¬	<47,85 cm³>	
17.	2,1410	1,8‰	70,9	3,0	52,15	0,002211	2,9‰	2,2ppm	
18.	-3,4259	1,1‰	75,2	---	---	0,002211	2,9‰ ¬	<46,56 cm³>	
19.	3,4257	1,3‰	75,3	2,9	49,16	0,00369	2,9‰	3,7ppm	
20.	-0,0798	3,8%	79,8	---	---	0,00369	2,9‰ ¬	<49,92 cm³>	
21.	0,0798	3,8%	79,9	3,0	46,72	0,00537	1,1% (b)	5,4ppm	
22.	-0,1276	2,4%	84,2	---	---	0,00537	1,1% ¬	<49,87 cm³>	
23.	0,1276	2,4%	84,2	3,1	43,58	0,00805	1,0% (b)	8,1ppm	
24.	-0,2042	1,5%	88,8	---	---	0,00805	1,0% ¬	<49,80 cm³>	
25.	0,2042	1,5%	88,9	2,9	39,96	0,01232	0,79% (b)	12ppm	
26.	-0,3267	0,94%	93,1	---	---	0,01232	0,79% ¬	<49,67 cm³>	
27.	0,3267	0,95%	93,2	2,9	35,83	0,0191	0,57% (b)	19ppm	
28.	-0,5227	0,59%	97,5	---	---	0,0191	0,57% ¬	<49,48 cm³>	
29.	0,5227	0,61%	97,6	2,7	31,35	0,0299	3,9‰ (b)	30ppm	
30.	-0,8364	3,8‰	101,7	---	---	0,0299	3,9‰ ¬	<49,16 cm³>	
31.	0,8363	4,0‰	101,7	2,7	28,26	0,0471	2,7‰ (b)	47ppm	
32.	-1,3382	2,4‰	105,8	---	---	0,0471	2,7‰ ¬	<48,66 cm³>	
33.	1,3382	2,6‰	105,8	7,1	29,23	0,0740	2,1‰ (b)	74ppm	
34.	-2,1411	1,6‰	114,3	---	---	0,0740	2,1‰ ¬	<47,85 cm³>	
35.	2,1410	1,8‰	114,3	2,5	29,92	0,1160	2,0‰ (b)	0,12‰	
36.	-2,1411	1,6‰	118,3	---	---	0,1160	2,0‰ ¬	<47,85 cm³>	
37.	2,1410	1,8‰	118,3	2,7	30,27	0,1561	1,8‰ (b)	0,16‰	
38.	-3,4258	1,1‰	122,5	---	---	0,1561	1,8‰ ¬	<46,56 cm³>	
39.	3,4257	1,3‰	122,6	2,5	30,58	0,2176	2,0‰ (b)	0,22‰	
40.	-0,0798	3,8%	126,4	---	---	0,2176	2,0‰ ¬	<49,92 cm³>	
41.	0,0798	3,8%	126,5	2,6	30,64	0,265	0,65% (c)	0,27‰	
42.	-0,2042	1,5%	130,4	---	---	0,265	0,65% ¬	<49,80 cm³>	
43.	0,2042	1,5%	130,4	2,9	30,76	0,388	0,60% (c)	0,39‰	
44.	-0,3267	0,94%	134,6	---	---	0,388	0,60% ¬	<49,67 cm³>	
45.	0,3267	0,95%	134,6	2,6	30,84	0,583	4,7‰ (c)	0,58‰	
46.	-0,8364	3,8‰	138,5	---	---	0,583	4,7‰ ¬	<49,16 cm³>	
47.	0,8363	4,0‰	138,6	2,7	30,83	1,078	3,0‰ (c)	1,1‰	
48.	-0,8364	3,8‰	142,7	---	---	1,078	3,0‰ ¬	<49,16 cm³>	
49.	0,8363	4,0‰	142,7	2,6	30,81	1,566	2,4‰ (c)	1,6‰	
50.	-0,8364	3,8‰	146,7	---	---	1,566	2,4‰ ¬	<49,16 cm³>	
51.	0,8363	4,0‰	146,7	2,5	30,82	2,045	2,1‰ (c)	2,1‰	
52.	-0,8364	3,8‰	150,6	---	---	2,045	2,1‰ ¬	<49,16 cm³>	
53.	0,8363	4,0‰	150,6	2,5	30,83	2,516	1,9‰ (c)	2,5‰	
54.	-0,8364	3,8‰	154,5	---	---	2,516	1,9‰ ¬	<49,16 cm³>	
55.	0,8363	4,0‰	154,6	2,5	30,82	2,979	1,7‰ (c)	3,0‰	
56.	-0,8364	3,8‰	158,4	---	---	2,979	1,7‰ ¬	<49,16 cm³>	
57.	0,8363	4,0‰	158,5	2,6	30,82	3,435	1,6‰ (c)	3,4‰	
58.	-1,3383	2,4‰	162,4	---	---	3,435	1,6‰ ¬	<48,65 cm³>	
59.	1,3382	2,6‰	162,5	2,6	30,80	4,152	1,6‰ (c)	4,2‰	
60.	-8,7709	0,54‰	167,0	---	---	4,152	1,6‰ ¬	<41,20 cm³>	
61.	8,7697	0,74‰	167,2	2,8	30,78	8,72	4,1‰ (c)	0,87%	
62.	-14,0351	0,41‰	171,3	---	---	8,72	4,1‰ ¬	<35,91 cm³>	
63.	14,0315	0,61‰	171,6	2,7	30,88	14,75	4,9‰ (c)	1,5%	
64.	-14,9611	0,40‰	177,0	---	---	14,75	4,9‰ ¬	<34,98 cm³>	
65.	14,9550	0,40‰	177,3	6,5	30,90	10,32	0,70% (d)	1,0%	
66.	-25,6682	0,24‰	185,1	---	---	10,32	0,70% ¬	<24,24 cm³>	
67.	25,6608	0,24‰	185,7	21,7	30,93	5,01	1,5% (d)	0,50%	

Die Spalten der Tabelle zeigen von links nach rechts die folgenden Inhalte: (1. N°) ist die Zeilennummer, (2. Δm) die jeweilige Dosier- oder

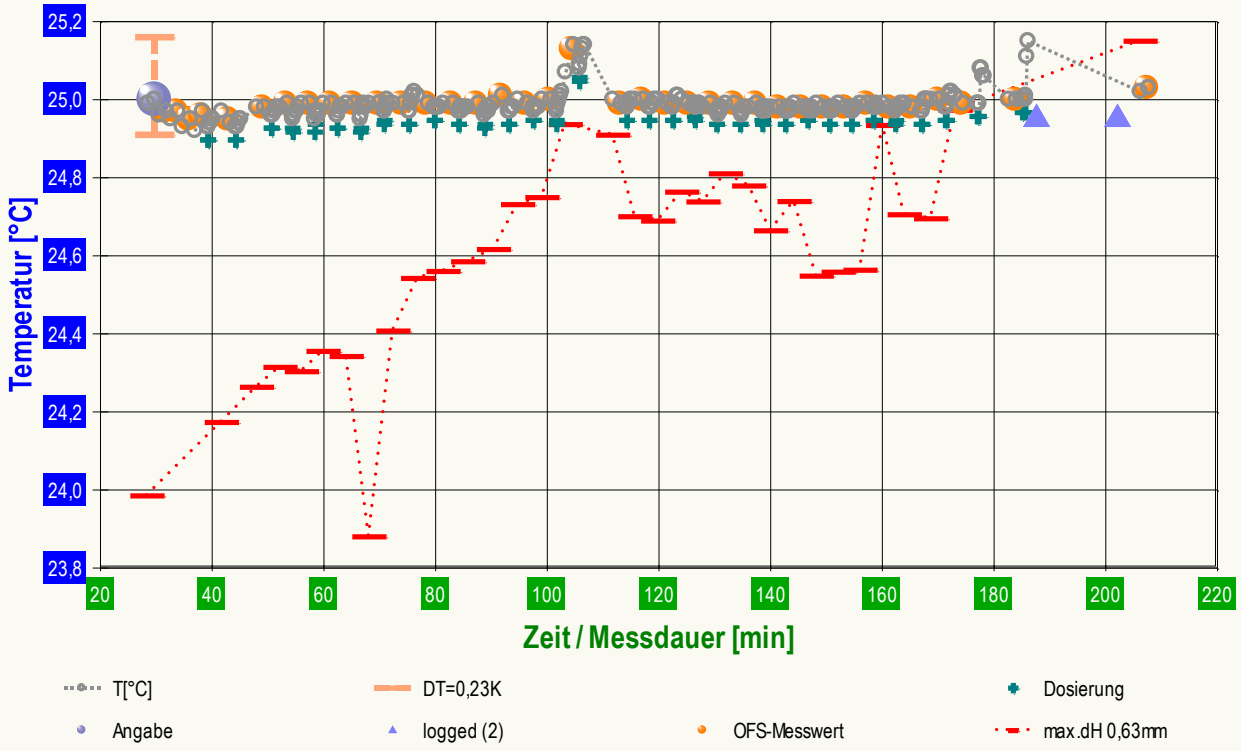
*Entnahmemasse in Gramm, (3. u_m%) die zugehörige relative Massenunsicherheit, die aus der ursprünglich angegebenen absoluten Unsicherheit berechnet ist. (4. $t_{\Delta c}$) ist die Zeitpunktsmitte in Minuten der Konzentrationsänderung in Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte (5. Δt_v) gibt die Dauer in Minuten zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an. In der Spalte (6.`γ) wird der gemessene (Mittel-)Wert der Oberflächenspannung in der Einheit [mN/m] angegeben; weiter, die ideale Konzentration (7. c); 'ideal' meint die Konzentration, die sich aus den Massen und Volumina (per Dichten der Datenvorgaben) ergibt. Die Stellenzahl ist formatiert nach der beigeordneten relativen Unsicherheit (8. ±%), die aus der Fehlerfortpflanzung der individuellen Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben angegeben wurden, ermittelt ist [die Konzentrationsunsicherheit nimmt mit relativ großen Dosierungen ab - relativ zum Fehler]. Falls verschiedene Konzentrationen dosiert wurden oder gravimetrische und volumetrische Operationen **gemischt** auftreten, wird der jeweilige Konzentrationsindex angegeben und mit 'm' für Masse-, 'w' für Gewicht- und 'v' für Volumen-Operationen gekennzeichnet. Gewichts- bzw. Wägewerte ('w') werden über Flüssigkeits-, Luft- und Kalibriergewichtdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt zur Orientierung die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis **(m/m)** an.*
***Besonderheiten:** Spalte 5 Δt_γ, dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern, wieviele Messungen dazu stattfanden. - `γ gibt Mittelwerte an (Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im Abschnitt, der sich den Einzeldaten widmet). Sofern danach, d.h. in der Dosierphase, mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden Mittelwerte in dieser Art angegeben.*
***Bearbeitungshinweis:** Die Art der Zeitangabe ist so gestaltet, damit es einfach wird, ablesen zu können, ob eine 'korrekte' Zeitspanne zwischen Dosierung und Messung eingehalten wurde. Aus den Datentabellen können Informationen gewonnen werden, die nicht im Schema ausgewertet werden. Die Zahlenkolonnen in den Tabellen sind durch TAB-Zeichen separiert. So können Sie die Tabellen einfach über die Zwischenablage kopieren und z.B. in Excel einfügen und dort weiterbearbeiten. Die nicht- tabellierten Daten in den Diagrammen können Sie über den Grafik-Editor in die Zwischenablage kopieren, wobei die jeweiligen Spaltentitel ebenfalls enthalten sind. -- Bitte bei genauer Untersuchung der Ergebnisse zu beachten: Als 'Gewicht' gegebene Vorlage-, Dosier- oder Entnahmemengen werden bei der Bilanzierung durchweg in 'Wahre-Massen' (OIML) umgerechnet.*

Einzelheiten über die Messung der Oberflächenspannung

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

Die Oberflächenspannung wurde 38 Mal gemessen, Nettodauer des Messablaufs drei Stunden; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum nicht immer isotherm bei 25°C. Die Streuung als rel. Standardabweichung der den Messwerten zugeordneten Temperatur beträgt 1,1‰ (Mittelw.: 24,99±0,03°C)

Die Angabe des 'Temperaturverlaufs' stellt die während der Messung registrierten Temperaturwerte dar (Maximalwert: 25,15°C, Minimalwert: 24,92°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.



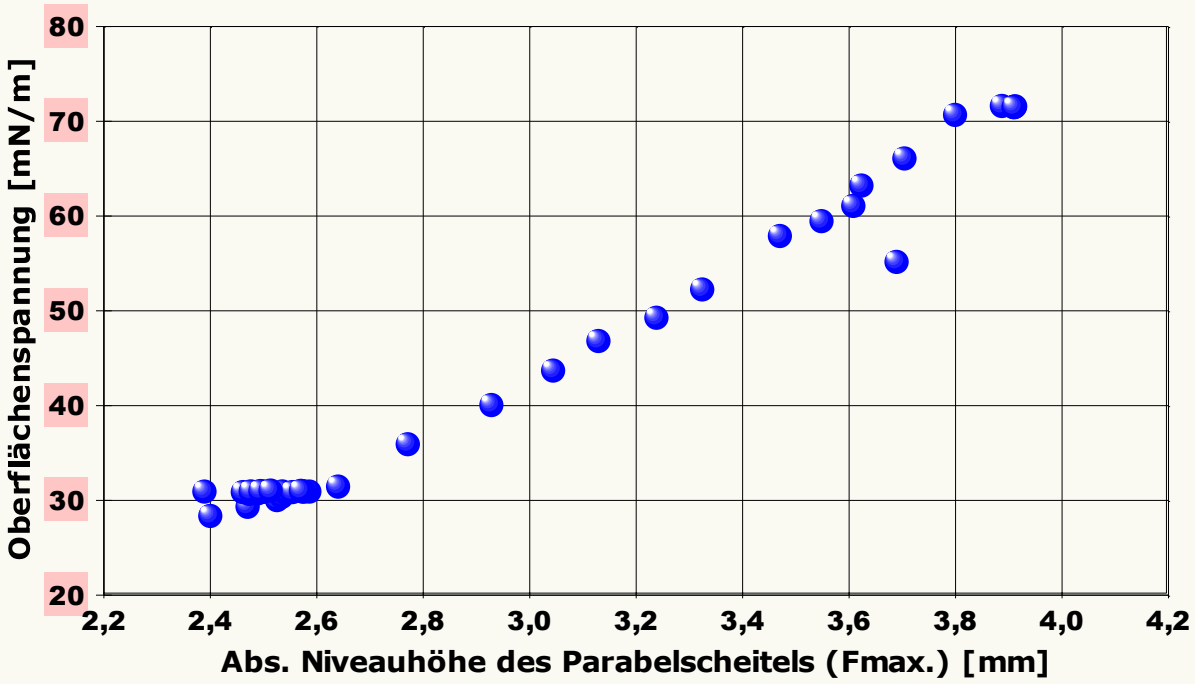
Im Diagramm "Temperatur- u. Ereignisprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Zeitachse beginnt mit dem Startzeitpunkt dieser Messung. -- Die Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen die einzelnen Temperaturmesswerte an, die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung jeweiliger Messwerte der Oberflächenspannung. Eine kugelförmige Markierung gibt den Zeit/Temperatur-Angabewert der Messung an. Waagerechte Striche geben den relativen Verlauf des Flüssigkeitspegels (Niveauhöhe) im Messgefäß an. Dieser wurde durch jeweilige Bezugshöhenbestimmungen 33 Mal durch das Messprogramm ermittelt. Der größte Niveauhöhenunterschied beträgt 0,632 mm. Diese zusätzliche Auswertung ermöglicht, Niveauveränderungen z.B. durch Dosierungen, Verdunstung, Absorption, Temperaturänderungen oder Entspannung des Randwinkels am Gefäß anzuzeigen. - Die '+'-Zeichen markieren jeweilige Dosier- und Entnahme-Zeitpunkte mit relativer Temperatur des dosierten Stoffes. Die Dreiecke zeigen Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer jeweilige Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

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

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

N°	*t* [min]	*T*[°C]	*γ*[mN/m]	*H*[mm]	$\tau_{rel.}$[s]	*Δρ*[g/cm³]
1.	29,4	25,00	71,51	3,89	29,9	0,9959
2.	31,5	24,97	71,47	3,91	35,7	0,9959
3.	33,6	24,97	71,43	3,91	34,1	0,9959
4.	35,8	24,95	71,40	3,91	37,1	0,9959
5.	38,0	24,96	71,38	3,91	36,0	0,9959
6.	42,8	24,95	70,57	3,80	40,5	0,9960
7.	49,0	24,98	65,99	3,71	35,4	0,9960
8.	53,2	24,99	63,11	3,63	33,9	0,9960
9.	57,2	24,99	60,97	3,61	43,0	0,9960
10.	61,1	24,99	59,36	3,55	44,0	0,9960
11.	65,2	24,99	57,79	3,47	43,6	0,9960
12.	69,6	24,99	55,06	3,69	54,4	0,9960
13.	73,9	24,99	52,15	3,33	52,7	0,9960
14.	78,3	24,99	49,16	3,24	50,3	0,9960
15.	82,8	24,99	46,72	3,13	45,4	0,9960
16.	87,3	24,99	43,58	3,05	57,9	0,9960
17.	91,7	25,01	39,96	2,93	48,1	0,9960
18.	96,0	24,99	35,83	2,77	46,3	0,9960
19.	100,3	25,00	31,35	2,64	38,9	0,9959
20.	104,4	25,13	28,26	2,40	37,7	0,9959
21.	113,0	24,99	29,23	2,47	40,2	0,9959
22.	116,9	25,00	29,92	2,53	34,5	0,9959
23.	121,1	24,99	30,27	2,54	39,0	0,9959
24.	125,1	24,99	30,58	2,48	27,3	0,9959
25.	129,1	24,99	30,64	2,49	37,7	0,9959
26.	133,3	24,99	30,76	2,46	38,1	0,9959
27.	137,3	24,99	30,84	2,48	34,5	0,9959
28.	141,3	24,98	30,83	2,54	35,1	0,9959
29.	145,4	24,98	30,81	2,50	37,0	0,9959
30.	149,3	24,98	30,82	2,59	32,9	0,9959
31.	153,2	24,98	30,83	2,58	32,0	0,9959
32.	157,1	24,99	30,82	2,58	32,8	0,9959
33.	161,1	24,98	30,82	2,39	30,7	0,9959
34.	165,1	24,98	30,80	2,50	39,1	0,9959
35.	169,9	25,00	30,78	2,56	39,9	0,9959
36.	174,2	24,99	30,88	2,50	37,9	0,9959
37.	183,8	25,00	30,90	2,57	42,0	0,9959
38.	207,4	25,03	30,93	2,52	37,4	0,9959

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



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

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

Berechnung: Harkins & Jordan (Originaltabellen).
Messring: Ring N°3 (PtIr-III), mittlerer Ringradius R =9,576 mm, Drahtradius r =0,185 mm - ohne Verwendung eines Korrekturfaktors. linearer Ausdehnungskoeffizient α =8,9·10^{-6}K^{-1}, Innendurchmesser des Messgefäßes D =43 mm.
Zur Vorlagensubstanz: Dichte ρ =0,997051 g/cm³ (bei 24,99°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 Messkörper beziehen sich auf 25°C; nur die wiedergegebenen Messkörperdaten werden in der Berechnung eingesetzt. Für einen Wertevergleich zu Resultaten der einfacheren Behelfsrechnungen (z.B. Zuidema & Waters) kann der entsprechende Algorithmus eingestellt werden. Von der Flüssigkeitsdichte wird stets die zur Messung angegebene Dichte der Luft abgezogen. Die Berechnung der jeweiligen Dichte ρ erfolgte aus den vorhandenen Referenzdaten (Wasser) automatisch. Für die Dichte wird die Gleichung '***ρ*** [g/cm³]= (6.5592063E-05·[°C]^5 - 1.1225639E-02·[°C]^4+1.0026530·[°C]^3-90.968893·[°C]^2 + 679.48991·[°C] + 9998425.9)/1E7' verwendet.* ***Bearbeitungshinweis****: Wenn dies nicht gewünscht ist, also mit einem Festwert gerechnet werden soll, wäre 'Wasser' z.B. in 'Wasser-Lot. xyz' umzubenennen und im Datenblatt ein entsprechender Wert anzugeben. Die Dichteänderung mit der Dosierung wird auf der Basis idealer Mischungen berechnet. Sollte mit den Dosierschritten die automatische Dichteberechnung der Mischung nicht erfolgen, sind die Zugaben als 'unlöslicher Stoff' zu kennzeichnen. .*

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

N°	$F_{max.}$[mN]	$F_{bz.}$[mN]	f_k	v_z[mm·s^{-1}]	⊗[mm]	$t_⊗$[s]	ΩK
1.	9,1353	-0,0745	0,9369 h	0,0192	-	-	¹pS
2.	9,1269	-0,0775	0,9369 h	0,0202	-	-	¹pS
3.	9,1329	-0,0677	0,9368 h	0,0211	-	-	¹pS
4.	9,1200	-0,0765	0,9368 h	0,0181	-	-	¹pS
5.	9,1395	-0,0539	0,9368 h	0,0187	-	-	¹pS
6.	9,0471	-0,0471	0,9363 h	0,0166	-	-	¹pS
7.	8,5131	-0,0314	0,9318 h	0,0176	-	-	¹pS
8.	8,1676	-0,0343	0,9285 h	0,017	-	-	¹pS
9.	7,9330	-0,0137	0,9258 h	0,0168	-	-	¹pS
10.	7,7474	-0,0049	0,9239 h	0,0153	-	-	¹pS
11.	7,5496	-0,0118	0,9222 h	0,0132	-	-	¹pS
12.	7,2007	-0,0216	0,9199 h	0,0132	-	-	¹pS
13.	6,8636	-0,0098	0,9155 h	0,0118	-	-	¹pS
14.	6,4989	-0,0049	0,9120 h	0,0124	-	-	¹pS
15.	6,2000	-0,0020	0,9090 h	0,0116	-	-	¹pS
16.	5,8162	0,0010	0,9043 h	0,0116	-	-	¹pS

17.	5,3732	0,0059	0,8983 h	0,012	-	-	¹pS
18.	4,8595	0,0098	0,8915 h	0,0135	-	-	¹pS
19.	4,2948	0,0118	0,8832 h	0,0136	-	-	¹pS
20.	3,8992	0,0157	0,8780 h	0,014	-	-	¹pS
21.	4,0275	0,0177	0,8796 h	0,0179	-	-	¹pS
22.	4,1179	0,0177	0,8806 h	0,0181	-	-	¹pS
23.	4,1613	0,0167	0,8812 h	0,016	-	-	¹pS
24.	4,2038	0,0196	0,8818 h	0,0211	-	-	¹pS
25.	4,2101	0,0186	0,8819 h	0,0191	-	-	¹pS
26.	4,2246	0,0167	0,8821 h	0,0189	-	-	¹pS
27.	4,2349	0,0167	0,8823 h	0,0195	-	-	¹pS
28.	4,2353	0,0186	0,8823 h	0,0191	-	-	¹pS
29.	4,2333	0,0196	0,8822 h	0,0182	-	-	¹pS
30.	4,2349	0,0196	0,8823 h	0,0204	-	-	¹pS
31.	4,2351	0,0186	0,8823 h	0,0195	-	-	¹pS
32.	4,2337	0,0186	0,8823 h	0,019	-	-	¹pS
33.	4,2349	0,0196	0,8823 h	0,0203	-	-	¹pS
34.	4,2335	0,0206	0,8822 h	0,0196	-	-	¹pS
35.	4,2304	0,0206	0,8822 h	0,0193	-	-	¹pS
36.	4,2438	0,0206	0,8824 h	0,0177	-	-	¹pS
37.	4,2383	0,0127	0,8824 h	0,0183	-	-	¹pS
38.	4,2454	0,0157	0,8825 h	0,0205	-	-	¹pS

*Zur Tabelle: **$F_{max.}$** gibt den der Berechnung zu Grunde liegenden, korrigierten Messwert der Maximalkraft an. Der Bezugswert **F_{bz}** wird ebenfalls angegeben und (ggf.) berechnet, indem der Bezugskraft-Messwert zeitlich vor der Messkurve um die Auftriebskraft und die Kontaktwinkel an den Haltestäben korrigiert wird. Der Korrekturfaktor **f_k**, mit welchem aus der Nettokraft die Oberflächenspannung berechnet wird, kann nach verschiedenen Algorithmen gebildet werden. Die Herkunft des Faktors **f_k** wird durch angehängte Zeichen markiert: **h** steht für (interpolierte) Werte aus den original Harkins und Jordan Tabellen ('‡' zeigt nicht interpolierbare Randlagen in der Tabelle an), **f** steht für die Tabellen nach Fox und Chrisman, **z** für Zuidema und Waters, **p** steht für den Petzoldt'schen IMETER-Iterationsalgorithmus, die korrekteste Berechnung, 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 **$\otimes$** die Bruchhöhe und **$t_{\otimes}$** dafür den relativen Zeitpunkt an.*

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

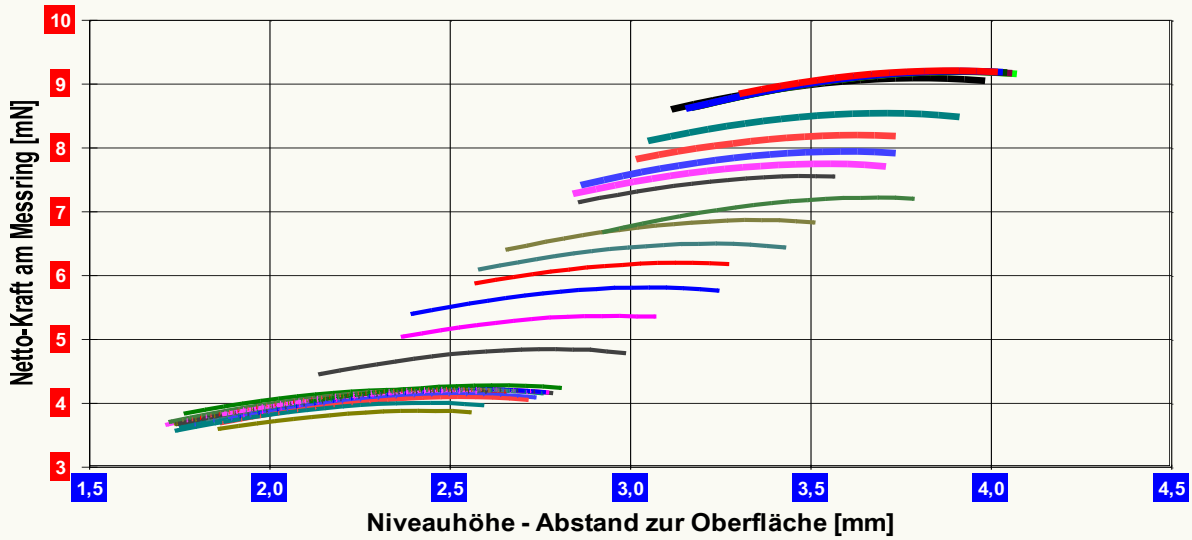
*DIN 53914 - zur Bestimmung der Oberflächenspannung - fordert für den Prüfbericht den Hinweis auf die Norm und einen Teil der hier gegebenen Angaben. Mit dem Hinweis auf den durchgängigen Einsatz des **Absolutverfahrens** gilt auch Konformität mit ASTM D 1331 und ISO 6889. Zusätzliche Angaben zu Art,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

N°	t_γ	c[g/L]	C[mMol]	γ	κ	%r.H.	v	Θ	$v_{rot.}$	H_0
1.	29,4	0	0	71,51	<2,6>	91,4	0,0192	30	5,00	0,052
2.	31,5	0	0	71,47	<6,3>	91,0	0,0202	27	4,90	0,052
3.	33,6	0	0	71,43	<5,8>	90,5	0,0211	33	5,00	0,052
4.	35,8	0	0	71,40	<5,6>	89,3	0,0181	27	5,00	0,052
5.	38,0	0	0	71,38	!5,5!	89,5	0,0187	41	5,00	0,052
6.	42,8	0,000024	4,08E-5	70,57	0	88,5	0,0166	43	5,00	0,146
7.	49,0	0,000062	1,05E-4	65,99	2,4	87,3	0,0176	47	4,50	0,191
8.	53,2	0,000123	2,09E-4	63,11	2,3	87,8	0,017	43	4,60	0,216
9.	57,2	0,000220	3,74E-4	60,97	1,7	87,2	0,0168	52	4,90	0,210
10.	61,1	0,000374	6,36E-4	59,36	2,1	86,7	0,0153	55	4,90	0,236
11.	65,2	0,000620	1,05E-3	57,79	2,3	87,6	0,0132	50	4,80	0,230
12.	69,6	0,001242	2,11E-3	55,06	2,3	87,0	0,0132	40	5,00	0,000
13.	73,9	0,002211	3,76E-3	52,15	3,3	88,3	0,0118	45	4,80	0,262
14.	78,3	0,00369	6,28E-3	49,16	4,5	87,7	0,0124	44	4,90	0,329
15.	82,8	0,00537	9,13E-3	46,72	3,4	88,0	0,0116	44	4,80	0,338
16.	87,3	0,00805	0,0137	43,58	4,4	87,4	0,0116	41	4,90	0,350
17.	91,7	0,01232	0,021	39,96	3,7	87,2	0,012	39	4,80	0,366
18.	96,0	0,0191	0,0325	35,83	6	85,6	0,0135	35	4,80	0,423
19.	100,3	0,0299	0,0509	31,35	5,3	85,9	0,0136	23	4,80	0,432
20.	104,4	0,0471	0,0801	28,26	6,8	86,4	0,014	17	4,70	0,525
21.	113,0	0,0740	0,126	29,23	6	86,4	0,0179	24	4,80	0,511
22.	116,9	0,1160	0,197	29,92	6,8	86,0	0,0181	27	4,70	0,408
23.	121,1	0,1561	0,265	30,27	5,8	86,5	0,016	24	4,80	0,403
24.	125,1	0,2176	0,370	30,58	6,6	87,8	0,0211	29	4,70	0,439
25.	129,1	0,265	0,451	30,64	5,3	85,6	0,0191	28	4,70	0,427
26.	133,3	0,388	0,660	30,76	6,9	88,1	0,0189	22	4,70	0,462
27.	137,3	0,583	0,991	30,84	7,2	87,2	0,0195	22	4,80	0,447
28.	141,3	1,078	1,83	30,83	8,6	86,7	0,0191	23	4,80	0,390
29.	145,4	1,566	2,66	30,81	8,5	87,2	0,0182	24	4,80	0,427
30.	149,3	2,045	3,48	30,82	8,6	85,3	0,0204	24	4,80	0,332
31.	153,2	2,516	4,28	30,83	8,8	87,5	0,0195	20	4,80	0,337

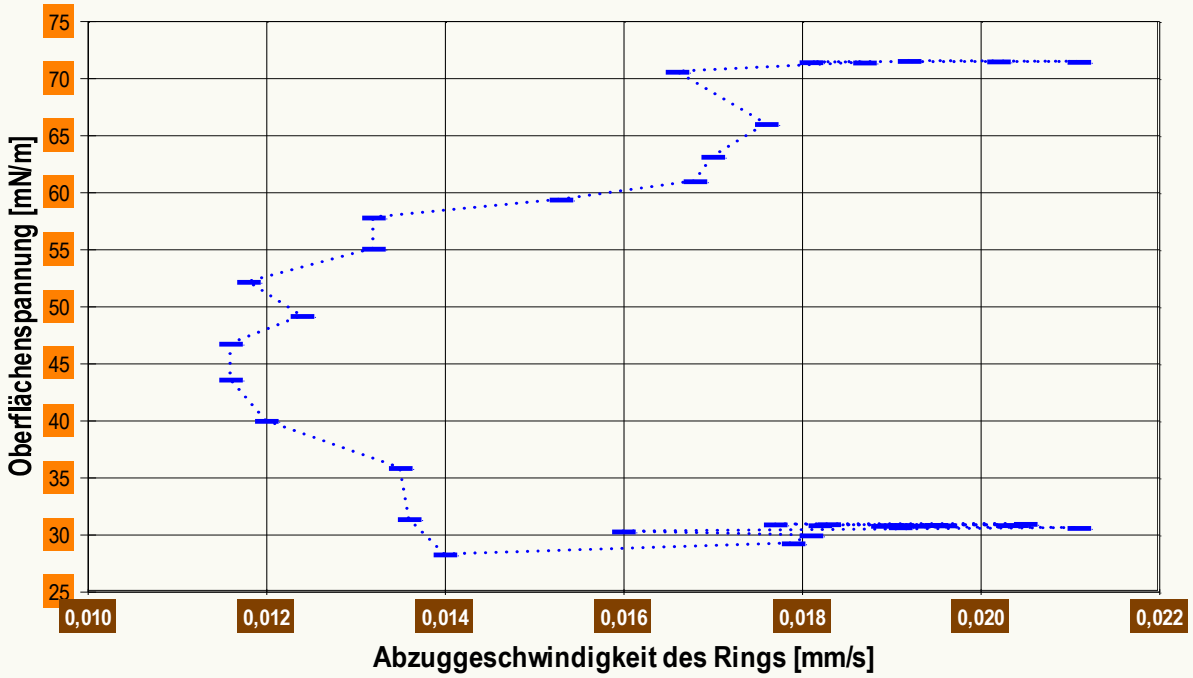
32.	157,1	2,979	5,07	30,82	10,5	86,7	0,019	19	4,80	0,340
33.	161,1	3,435	5,84	30,82	10,1	87,3	0,0203	18	4,80	0,524
34.	165,1	4,152	7,06	30,80	12,9	85,3	0,0196	21	5,00	0,410
35.	169,9	8,72	14,8	30,78	15,9	86,0	0,0193	18	4,80	0,405
36.	174,2	14,75	25,1	30,88	20,2	88,0	0,0177	x	4,80	0,544
37.	183,8	10,32	17,6	30,90	14,1	88,1	0,0183	x	4,80	0,544
38.	207,4	5,01	8,52	30,93	12,8	86,3	0,0205	x	4,80	0,632

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

N°	t_γ	c[g/L]	C[mMol$^{1/2}$]	$\gamma_{r.}$	Λ_m	%r.H.$_{r.}$	$v_{\rho.}$	$\Theta_{r.}$	$v_{rot.r.}$	$H_{0r.}$
1.	42,8	0,000024	6,39E-3	100	0,00	25,0	33,2	57,1	85,0	86,7
2.	49,0	0,000062	0,0102	89,2	2,29E+4	15,6	35,8	59,7	60,0	88,8
3.	53,2	0,000123	0,0145	82,4	1,10E+4	19,5	34,2	57,1	65,0	89,9
4.	57,2	0,000220	0,0193	77,3	4550	14,8	33,7	63,0	80,0	89,7
5.	61,1	0,000374	0,0252	73,5	3300	10,9	29,7	65,0	80,0	90,8
6.	65,2	0,000620	0,0324	69,8	2190	18,0	24,2	61,7	75,0	90,6
7.	69,6	0,001242	0,0459	63,3	1090	13,3	24,2	55,1	85,0	80,0
8.	73,9	0,002211	0,0613	56,5	878	23,4	20,5	58,4	75,0	92,0
9.	78,3	0,00369	0,0792	49,4	717	18,8	22,1	57,8	80,0	95,1
10.	82,8	0,00537	0,0956	43,6	372	21,1	20,0	57,8	75,0	95,5
11.	87,3	0,00805	0,117	36,2	321	16,4	20,0	55,8	80,0	96,1
12.	91,7	0,01232	0,145	27,7	176	14,8	21,1	54,5	75,0	96,8
13.	96,0	0,0191	0,180	17,9	185	2,34	25,0	51,8	75,0	99,4
14.	100,3	0,0299	0,226	7,30	104	4,69	25,3	43,9	75,0	99,9
15.	104,4	0,0471	0,283	0,00	84,9	8,59	26,3	40,0	70,0	104
16.	113,0	0,0740	0,355	2,29	47,6	8,59	36,6	44,6	75,0	103
17.	116,9	0,1160	0,444	3,92	34,5	5,47	37,1	46,6	70,0	98,8
18.	121,1	0,1561	0,515	4,75	21,9	9,38	31,6	44,6	75,0	98,5
19.	125,1	0,2176	0,608	5,48	17,8	19,5	45,0	47,9	70,0	100
20.	129,1	0,265	0,672	5,63	11,8	2,34	39,7	47,2	70,0	99,6
21.	133,3	0,388	0,812	5,91	10,5	21,9	39,2	43,3	70,0	101
22.	137,3	0,583	0,995	6,10	7,27	14,8	40,8	43,3	75,0	101
23.	141,3	1,078	1,35	6,07	4,70	10,9	39,7	43,9	75,0	97,9
24.	145,4	1,566	1,63	6,03	3,20	14,8	37,4	44,6	75,0	99,6
25.	149,3	2,045	1,87	6,05	2,47	0,00	43,2	44,6	75,0	95,3
26.	153,2	2,516	2,07	6,07	2,06	17,2	40,8	42,0	75,0	95,5
27.	157,1	2,979	2,25	6,05	2,07	10,9	39,5	41,3	75,0	95,6
28.	161,1	3,435	2,42	6,05	1,73	15,6	42,9	40,7	75,0	104
29.	165,1	4,152	2,66	6,00	1,83	0,00	41,1	42,6	85,0	98,8
30.	169,9	8,72	3,85	5,96	1,07	5,47	40,3	40,7	75,0	98,6
31.	174,2	14,75	5,01	6,19	0,805	21,1	36,1	x	75,0	105
32.	183,8	10,32	4,20	6,24	0,801	21,9	37,6	x	75,0	105



Im Diagramm "Messkurve(n)" werden die zu Grunde liegenden Messwerte als 'Messkraft' gegen 'Oberflächenabstand' dargestellt. Für die 38 Messkurven wird der korrigierte Sachverhalt bezüglich Kraft und Abstand von Ring und Flüssigkeitsoberfläche abgebildet. Qualität und Korrektheit zeichnen sich anhand glatter Kurvenzüge ab.



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

.....

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

Geschwindigkeitsdiagramm

--- R E F E R E N Z ---	mN/m	A B W E I C H U N G	R E F. I D
1. 2-Nitropropan[1]	29,29	-3,4‰	ID58.3
2. Pyrrolidin[1]	29,23	-0,68%	ID80.7
3. DKD-100BW[1]	29,6	+0,68%	ID1014.0
4. 1,2,4-Trimethylbenzol[1]	29,20	-0,68%	ID186.7
5. DKD100[1]	29,62	+0,68%	ID751.7
6. o-Xylol[1]	29,75	+1,4%	ID172.6
7. Piperidin[1]	28,91	-1,7%	ID108.0
8. Sulfuryl chlorid[2]	28,78 (25°C)	-2,0%	ID2.4
9. DKD500[1]	30,07	+2,4%	ID783.8

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) [1]Referenzwert für 24,99°C berechnet, [2]tabellierter Referenzwert.

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

.....

• 6. ===== Meldungen & Hinweise ======

Wägewerte *sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML);* ***Temperaturangaben*** *beziehen sich auf die Skala der ITS-90.*
Standardabweichungen: *Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s^2) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) Werte.*
Form und Informationsfülle *des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 9207, Datenbank imeterData23) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

.....

Programm

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

.....

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde zuletzt fünf Tage vor dieser Messung von M. Breitwieser justiert. ***IMETER ID23903733***: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit*) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte*) 1,137 kg/m³; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec² für die Fallbeschleunigung*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 5.1.32, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°1480456102 (H, DIE PLATTE#).

*): *Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden - etwa um individuelle Messunsicherheiten durch den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden im Audit-Log protokolliert und können zurückgenommen werden.*

.....

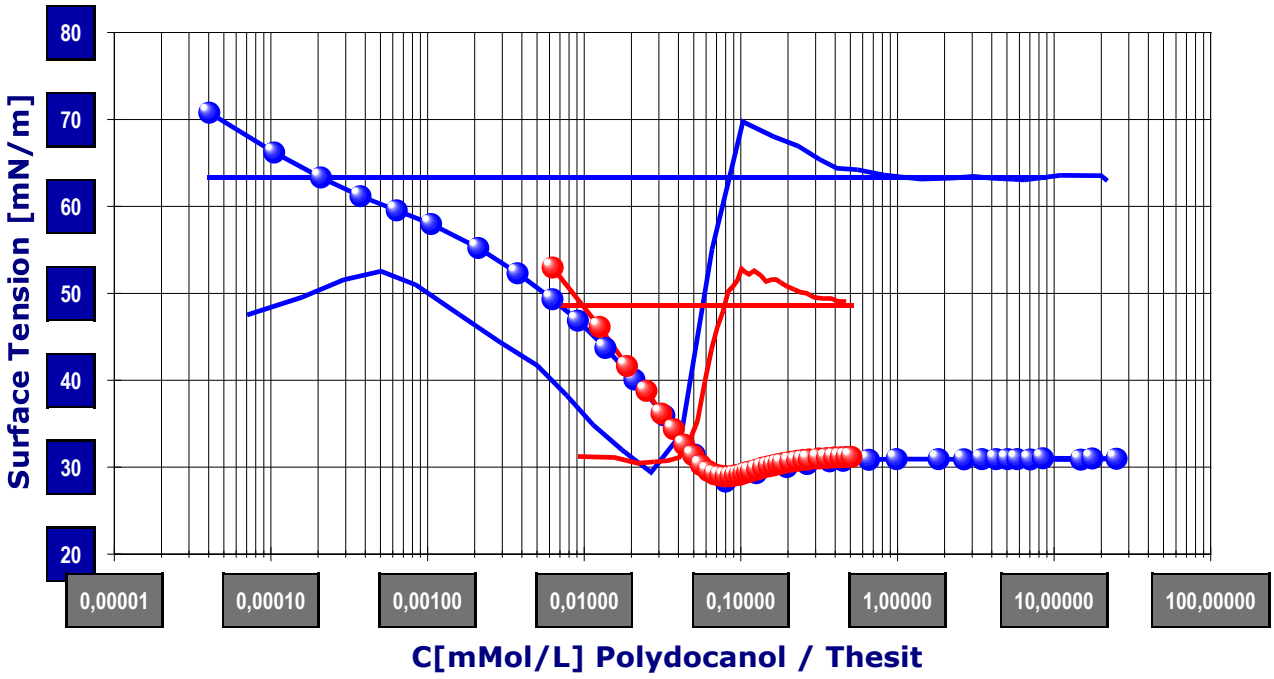
„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

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.

(Der pH-Wert wurde im Bericht nur einmalig angegeben. pH-Meter und Leitfähigkeitsmessgeräte funktionierten nicht einwandfrei. Bei 70 Minuten gab es eine Störung bei der Nullniveaubestimmung. -- Bemerkenswert im Vergleich ist, dass hier wieder kaum ein Abfall der Luftfeuchte mit der Dosierung auftrat.

Die Dauer der Gleichgewichtsfindung der Kraft auf eine inkrementelle Vergrößerung der Oberfläche (= v, Gleichgewichtsgeschwindigkeit, d.h. Oberflächenfluidität), erreichte ein Maximum bei 3ppm, eine sehr kleine Konzentration. Bei SDS zeigte ein Sprung in v die CMC an. Nach Rückverdünnung auf 0.5% fiel hier die Oberflächenspannung nicht wieder ab wie bei 99%igem SDS und anderen Tensiden, sondern sie stieg sogar etwas an. Eine "Haut", wie bei dynamischen Messungen der Oberflächenspannung an Polydocanol zeigte die halbstatischen Gleichgewichtsverfahren nicht so deutlich an. Weiterhin war bei der CMC ein kalorischer Effekt im Diagramm "Temperatur- u. Ereignisprofil" zu sehen; neben einem Niveauhöhen-Peak zeigte die Temperatur ebenfalls einen Peak, eine Exothermie an.

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



273,9207

Das Diagramm zeigt für zwei Messungen an Polydocanol, das unter verschiedenen Randbedingungen gemessen wurde, den Verlauf der Oberflächenspannungswerte und des *Differenzenquotient* ($\Delta\gamma/\Delta\ln(C)$) gegen die Konzentration in molarer Projektion. Der Differenzenquotient zeigt sich als geeigneter Indikator für die CMC; viel genauer und eindeutiger als die klassische Interpolationsmethode. Nulldurchgang (γ-Minimumwert) und mehr noch der Wendepunkt, der eine Änderung des Regimes anzeigt, sind Konzentrationsmarken, die sich zur Qualitätssicherung von Tensiden und Formulierungen eignen.

IMETER

Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

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

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

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

Probieren Sie's einfach!