

Oberflächenspannung/CMC: Na-Laurylsulfat (Dodecylsulfat, SDS)

Klassische CMC-Prüfung an einer frischen SDS-Lösung. Die Reinheit von SDS wird *manchmal* mit der *Unterschneidung* an der CMC beurteilt. Test mit Laurylsulfat.

(Lauryl Sulfat, Approx.99% GC, Sigma, Lot. 023K0172, Vgl. auch www.imeter.de/Download/OFS-GFS/CMC-SDSII.pdf mit derselben Probe, aber einer gealterten Probenlösung)

Messumstände: Ringmethode, Messung in einem doppelwandigen Temperiergefäß; *imeter* steuert im Messprogramm einen *Ministat* - Thermostaten der Fa. Huber (Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg, www.huber-online.com), das integrierte Magnetrührwerk sowie zwei genau ausgemessene Schlauchpumpen (für die automatische Dosierung und Entnahme). In der vollautomatischen Messung wird eine Menge reinen Wassers vorgelegt. Die jeweilige Ermittlung der Oberflächenlage, die Messung, Temperaturregelung, Dosierung, Entnahme etc. und die sofortige Ergebnisdarstellung erfolgen vollautomatisch.

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 (können bzw. müssen). Variablen sind nicht nur die Messdaten - sondern auch Umstände und Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Dazu passend verfügt **IMETER** einerseits über eine Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („*was soll der Fall sein*“) und andererseits über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall* ist, und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben. - **IMETER** befreit sehr viel kostbare Arbeitszeit, indem nicht nur das Messen/Steuern/Regeln sondern auch die beurteilungsreife Darstellung automatisiert ist.

Die Formatierungsvorgaben des Berichts bestimmen Art und Umfang der Informationsdarstellung. - Anhand eines vollständigen Berichts wird der Anwender (der Kunde oder wir) in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.

Der Prüfbericht auf den folgenden Seiten enthält also Elemente, wie automatische Erläuterungen, auf deren Ausgabe man in der Routine natürlich verzichtet (und die leider wortreich den Fluss der Informationen bzw. das Layout beeinträchtigen).



imeter V.4.10

automatischer Bericht (85441A116312B), imeter/MSB, Augsburg am 13.02.06

ID N° 88 - Oberflächenspannung / CMC

ausgeführt am Sonntag, 28 August 2005, von imeter

Titel: Na-Laurylsulfat
Bemerkung: 36.5129g dest. Wasser vorgelegt, 3x Oberfl.Entfettung
Messung: CMC-Bestimmung in 'Wasser'
Ergebnis: $CMC_{24,97^{\circ}C} = 2,3mg \cdot cm^{-3}, \gamma_{CMC} = 29,18mN \cdot m^{-1}$

Bericht

Die Textangaben im Berichtskopfes, oberhalb, werden aus den Einträgen im 'Titel-' und 'Bemerkungsfeld' des Datenblattes gebildet. Das Hauptresultat wird angegeben - und in der ersten Zeile - der Authentifizierungscode zu Messung und Ergebnis.

Kommentar: < letzte Werte im Sättigungsbereich wurden durch unvorsichtige, manuelle Zugabe, beeinträchtigt (Schaumbildung). > **Kommentar**

Per "Kommentar" können Dokumentationen frei mit beschreibenden Texten versehen werden. Hier eingebrachte Eingaben oder Änderungen werden nicht über das "Audit-Log" verwaltet. (Falls eine z.B. rechtlich wichtige Bemerkung mit Zeit und Name - quasi notariell - festgehalten werden soll, dann sollte diese über das 'Bemerkungsfeld' im Datenblatt eingetragen werden.)

Hinweis: Die Aktivierung der Option "ERLÄUTERUNGSTEXTE", die für diese Berichtsausgabe eingestellt ist, bewirkt, dass der Bericht selbst und erklärungsbedürftige Elemente darin mit Erläuterungen versehen werden, Bearbeitungshinweise für den Anwender werden zusätzlich ausgegeben, außerdem wird auf ggf. unterdrückte Informationen hingewiesen. Die zugehörigen Erklärungen sind formatiert wie dieser Text.

Zum Messverfahren: Die CMC-Messung ermittelt aus der Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Konzentration der grenzflächenaktiven Substanz (Tensid), hier in Wasser, einen charakteristischen Konzentrationsbereich, bei dem sich die Verhältnisse deutlich ändern, also der Verlauf der Messwerte an dieser Stelle (besonders) unsteigend ist. Diese Konzentration heißt **kritische Mizellenkonzentration** kurz CMC. Bei weiter steigender Konzentration (hier ab $2,3mg/cm^3$) wird das Dosis-Wirkungsverhältnis im Bezug auf die Oberflächenspannung zunehmend unempfindlicher, die freie Grenzflächen des Systems können als gesättigt angesehen werden. Art, Präzision und Aussagetiefe der im Folgenden wiedergegebenen Ergebnisse wird wesentlich durch die Bedingungen des Messablaufs bestimmt. Im Messprogramm - 'CMC-Wasser-Manu' - der 'Normalmethode' zu dieser Messung, sind dazu die Handhabungen niedergelegt.

• **Zur Bestimmung des CMC-Wertes**

Die CMC, 2,26 mg/cm³ bei der Temperatur 24,97 ±0,04°C, wurde über den Differenzenquotient $\Delta\gamma/\Delta\ln(c)$ ermittelt. Aus dem Werteverlauf wurde sie als Oberflächenspannungs-Wendepunkt (*Maximalwert* von $d\gamma/d\ln(c)$) bestimmt.

Dosis und Wirkung:

Adsorptionsbereich : 0,0058 ... 0,62mg/cm³,
 $\gamma = f(C_{[mg/cm^3]}) = 35,13 - 13,51 \cdot \ln(c) - 1,348 \cdot \ln(c)^2 \quad r^2=0,9986$
 Steigung der *Adsorptionsisotherme* $d\gamma/d\ln(C)$:
 bei $C_{MC}/_{100}$ -3,30, bei $C_{MC}/_{10}$ -9,50, bei $C_{MC}/_4$ -12,0, bei $C_{MC}/_2$ -13,8
 Sättigungsbereich : 4,0 ... 7,8mg/cm³ - linear -
 $\gamma = f(C_{[mg/cm^3]}) = 35,63 + 1,051 \cdot (c) - 0,1173 \cdot (c)^2 \quad r^2=0,981$
 Charakteristische Werte der Oberflächenspannung:
 - CMC : 29,18mN/m 2,3mg/cm³ 1,0·CMC
 - C_{Max.} : 37,29mN/m 7,8mg/cm³ 3,5·CMC
 - $\gamma_{min.}$: 27,34mN/m 1,8mg/cm³ 0,80·CMC

Nachfolgend sind die Randbedingungen der Messung zusammengefasst.

Vorlage: Wasser, 36,5g, Volumen 36,61cm³, Dichte 0,997056g/cm³. Die Dichte bei 24,97°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.

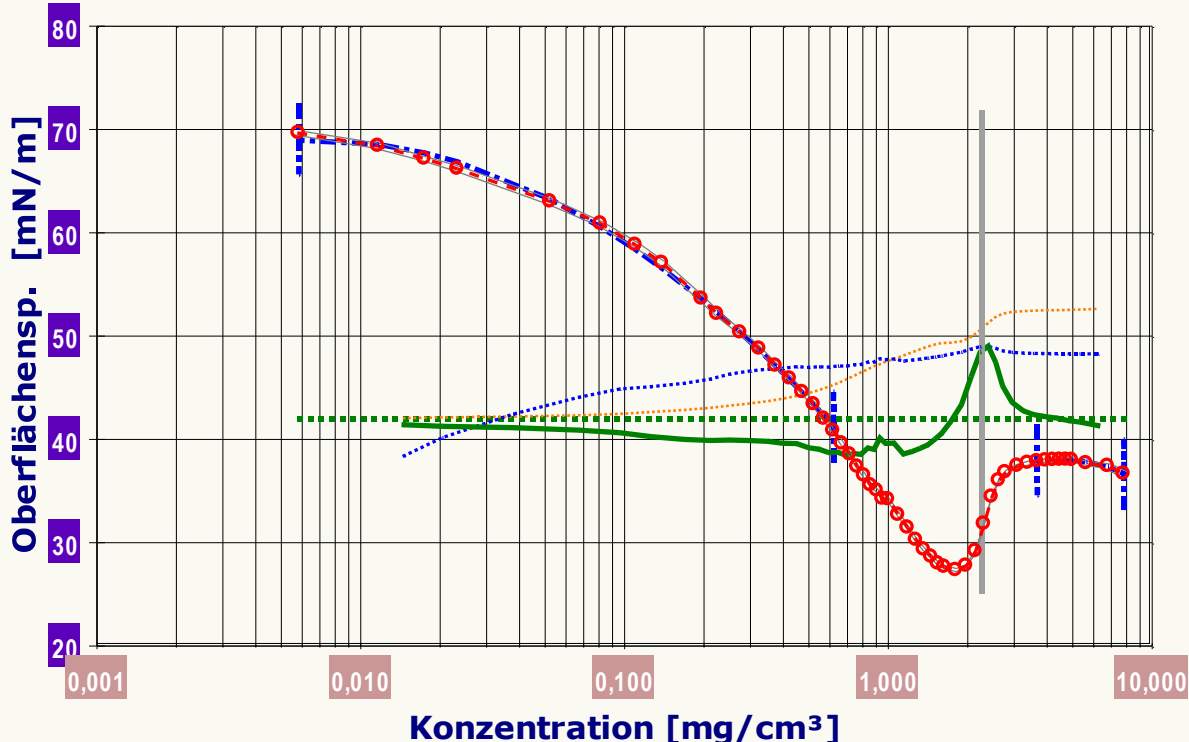
Zudosierung: Laurylsulfat, 52 Zugaben.

Wirkstoffkonzentration 21,33 ±2,3E-2mg/cm³, Dichte 1,001g/cm³ als Festwert angegeben. Temperaturangabe der Dosierung zur jeweiligen Ablesung 24,98±0,03°C. Als gravimetrische Zugabe, automatisch gesteuerte und manuelle Dosierung.

Mengenbilanz: Dosiermenge 21,16g, 21,13cm³, Vorlagenmasse am Ende 57,6551g bzw. 57,74 ±0,78cm³, darin enthaltene Wirkstoffmenge: 0,4508g.

Konzentrationsbereich der Messung: 5,8ppm - 0,78% (m/m), Endkonzentration 0,0078 ±0,0003g/cm³. Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt 0,0014g/cm³ (1,5‰).

Die Zusammenfassung, oberhalb, stellt Vorgaben und das Ergebnis der Messung knapp dar. Wesentliche, ergebnisrelevante Angaben und Variablen der Messung werden wiedergegeben. Da verschiedene Fälle von gravimetrischen, volumetrischen bzw. automatischen und manuellen Operationen bzw. thermischen und 'datentechnischen' Eventualitäten auftreten können, ergeben sich zahlreiche logische Abhängigkeiten. Gewichtsangaben werden immer in Massen umgerechnet. Die Überprüfung der möglichst exakten Isothermie für diese Art der Messung - sowie das, dem Prüfstoff gerechte Verfahren (z.B. Wartezeiten bei sehr geringen Konzentrationen) wird nicht von der Software bewertet. Eine durchgängig konsistente Formatierung der Zahlenwerte - d.h. die Ausgabe ausschließlich gültiger Stellen, wird nicht in allen Fällen durch die Algorithmen geleistet; Referenzwerte aus der Datenbank werden beispielsweise mit allen dort angegebenen Stellen hier aufgeführt. Einzelheiten zu den Vorgängen können der unten ausgegebenen tabellarischen Darstellungen entnommen werden. - Die Gleichungen zu Dosis und Wirkung entsprechen Messwerten, sie sind ein Ausdruck der physikalischen Wirklichkeit repräsentieren aber nicht das Gesetz. Insbesondere für die Darstellung der physikalischen Bedeutungen sind einzelne Bereiche differenziert(er) zu untersuchen. Der CMC-Wert wird durch Interpolation ermittelt, er fällt nicht immer genau 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 $\Delta\gamma/\Delta c$. In Ausnahmefällen - und bei wenigen Messwerten - wird noch die klassische Extrapolationsmethode angewandt.



Das Diagramm **Konzentrationsverlauf** fasst das Ergebnis der Messung durch die Darstellung der Oberflächenspannung gegen die Konzentration

zusammen. Die Kreismarken zeigen die jeweiligen (Mittel-)Werte der Oberflächenspannung und als umgebende feine Linien den Bereich der kumulierten Unsicherheit. Die normalerweise sigmoidal verlaufende, dickere Linie markiert den relativen Verlauf des Differenzenquotienten (sie bedeutet normalerweise bei nicht allzu kleinen Konzentrationen den Oberflächenexzess Γ), die waagerechte, gepunktete Linie stellt für die differenziellen Auswertungsgraphen den Nullbezug dar, auf den sich auch die dünne ansteigende Linie bezieht, die die Summenfunktion von Γ anzeigt. Der senkrechte Balken zeigt die CMC an. Die beiden am Anfang und Ende mit senkrechten Strichen eingezeichneten Geraden zeigen den Verlauf der Adsorptions- bzw. Sättigungsbereiche, deren Gleichungen und Konzentrationsspannweiten im Text oberhalb angegeben sind.

Die folgende Tabelle präsentiert die Zusammenstellung der zugrunde liegenden Zahlenwerte sowie die Datenbasis des Diagramms oberhalb. Die erste Datenzeile der Tabelle enthält die für die Sicherung des korrekten Ausgangswertes der Oberflächenspannung wichtige Angabe, $\gamma = 71,72\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$, die im Mittel für 8,3 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde.

N°	Δm [g]	$\pm\%$	t_{dc}	Δt , [min]	γ	c [mg/cm ³]	$\pm\%$	c (m/m)
1.	---	---	---	-8,3 (5)	71,72	0	0	<36,61cm ³ >
2.	0,0100	5,0%	12,9	3,1	69,64	5,82E-3	5,0%	5,8ppm
3.	0,0100	5,0%	17,5	2,0	68,39	0,0116	3,5%	12ppm
4.	0,0100	5,0%	20,8	2,8	67,17	0,0175	2,9%	18ppm
5.	0,0100	5,0%	24,9	2,3	66,19	0,0233	2,5%	23ppm
6.	0,0501	5,0%	28,3	4,2	63,02	0,0523	2,9%	52ppm
7.	0,0501	5,0%	33,6	2,8	60,88	0,0813	2,5%	82ppm
8.	0,0501	5,0%	37,9	2,9	58,82	0,110	2,2%	0,11‰
9.	0,0501	5,0%	42,0	2,8	57,07	0,139	2,0%	0,14‰
10.	0,0501	5,0%	46,1	---	---	0,168	1,9%	0,17‰
11.	0,0501	5,0%	49,6	3,5	53,61	0,196	1,7%	0,20‰
12.	0,0501	5,0%	54,9	2,4	52,14	0,225	1,6%	0,23‰
13.	0,0882	1,1%	58,6	1,5	50,34	0,275	1,4%	0,28‰
14.	0,0882	1,1%	60,3	1,5	48,77	0,325	1,2%	0,33‰
15.	0,0882	1,1%	61,9	1,5	47,12	0,375	1,0%	0,38‰
16.	0,0882	1,1%	63,6	1,6	45,89	0,424	0,90%	0,43‰
17.	0,0882	1,1%	65,3	1,5	44,56	0,473	0,82%	0,47‰
18.	0,0882	1,1%	66,9	1,4	43,38	0,522	0,75%	0,52‰
19.	0,0882	1,1%	68,5	1,4	41,99	0,571	0,69%	0,57‰
20.	0,0882	1,1%	70,0	1,5	40,84	0,619	0,64%	0,62‰
21.	0,0882	1,1%	71,8	1,4	39,58	0,668	0,60%	0,67‰
22.	0,0882	1,1%	73,4	1,5	38,53	0,716	0,56%	0,72‰
23.	0,0882	1,1%	75,0	1,4	37,35	0,764	0,53%	0,77‰
24.	0,0882	1,1%	76,7	1,4	36,49	0,811	0,51%	0,81‰
25.	0,0882	1,1%	78,3	1,4	35,55	0,859	4,8‰	0,86‰
26.	0,0882	1,1%	79,9	1,4	35,05	0,906	4,6‰	0,91‰
27.	0,0882	1,1%	81,4	1,4	34,25	0,953	4,4‰	0,96‰
28.	0,0882	1,1%	82,9	1,4	34,19	0,999	4,2‰	1,0‰
29.	0,1763	0,57%	84,5	1,4	32,69	1,09	3,9‰	1,1‰
30.	0,1763	0,57%	86,1	1,4	31,45	1,18	3,6‰	1,2‰
31.	0,1763	0,57%	87,7	1,4	30,26	1,28	3,4‰	1,3‰
32.	0,1763	0,57%	89,3	1,4	29,34	1,37	3,2‰	1,4‰
33.	0,1763	0,57%	90,9	1,4	28,64	1,46	3,0‰	1,5‰
34.	0,1763	0,57%	92,4	1,5	27,97	1,54	2,9‰	1,5‰
35.	0,1763	0,57%	94,1	1,4	27,65	1,63	2,7‰	1,6‰
36.	0,3526	2,8‰	95,7	1,5	27,34	1,81	2,5‰	1,8‰
37.	0,3526	2,8‰	97,3	1,7	27,76	1,98	2,3‰	2,0‰
38.	0,3526	2,8‰	99,3	1,6	29,18	2,14	2,1‰	2,1‰
39.	0,3526	2,8‰	101,1	1,6	31,82	2,31	2,0‰	2,3‰
40.	0,3526	2,8‰	102,9	1,8	34,43	2,47	1,9‰	2,5‰
41.	0,3526	2,8‰	105,0	1,5	36,02	2,63	1,8‰	2,6‰
42.	0,3526	2,8‰	106,7	1,5	36,79	2,79	1,7‰	2,8‰
43.	0,7051	1,4‰	108,6	1,6	37,43	3,09	1,5‰	3,1‰
44.	0,7051	1,4‰	110,5	1,6	37,71	3,39	1,4‰	3,4‰
45.	0,7051	1,4‰	112,4	1,6	37,86	3,67	1,3‰	3,7‰
46.	0,7051	1,4‰	114,3	1,6	37,94	3,95	1,3‰	4,0‰
47.	0,7051	1,4‰	116,2	1,6	37,99	4,22	1,2‰	4,2‰
48.	0,7051	1,4‰	118,1	1,6	38,01	4,48	1,1‰	4,5‰
49.	0,7051	1,4‰	120,0	1,6	38,02	4,73	1,1‰	4,7‰
50.	0,7051	1,4‰	122,0	1,7	37,99	4,97	1,0‰	5,0‰
51.	2,00	5,0%	135,2	5,9	37,68	5,63	0,74%	0,56%
52.	4,00	5,0%	145,6	1,9	37,41	6,80	3,3%	0,68%
53.	4,00	5,0%	151,6	2,3	36,67	7,81	3,9%	0,78%

Die Spalten der Tabelle zeigen von links nach rechts die folgenden Inhalte: Die Zeilennummer (1. N°), die jeweilige positive oder negative Mengenänderung als Masse (2. Δm) und die dazu angegebene relative Unsicherheit (3. $\pm\%$) sowie die Zeitpunktmitte (4. t_{dc}) des Vorgangs im Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte zeigt die Dauer zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an (5. Δt) und den zugehörigen Wert der Oberflächenspannung in der folgenden Spalte (6. γ); weiter, die zum Messwert gehörende Konzentration (7. c) und die beigeordnete relative Unsicherheit (8. $\pm\%$) aus der Fehlerfortpflanzung der Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu

Konzentrationsangaben angegeben wurden [die relative Unsicherheit nimmt u.U. mit der steigenden Gesamtdosis ab]. Falls verschiedene Konzentrationen dosiert wurden oder gravimetrische- oder volumetrische Operationen **gemischt** auftreten, wird der jeweilige Konzentrationsindex angegeben und/bzw. 'm' für Masse-, 'w' für Gewicht- und 'v' für Volumen- Operationen. Gewichts- bzw. Wägewerte ('w') werden über Flüssigkeits-, Luft- und Kalibriergewichtdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis (m/m) an.

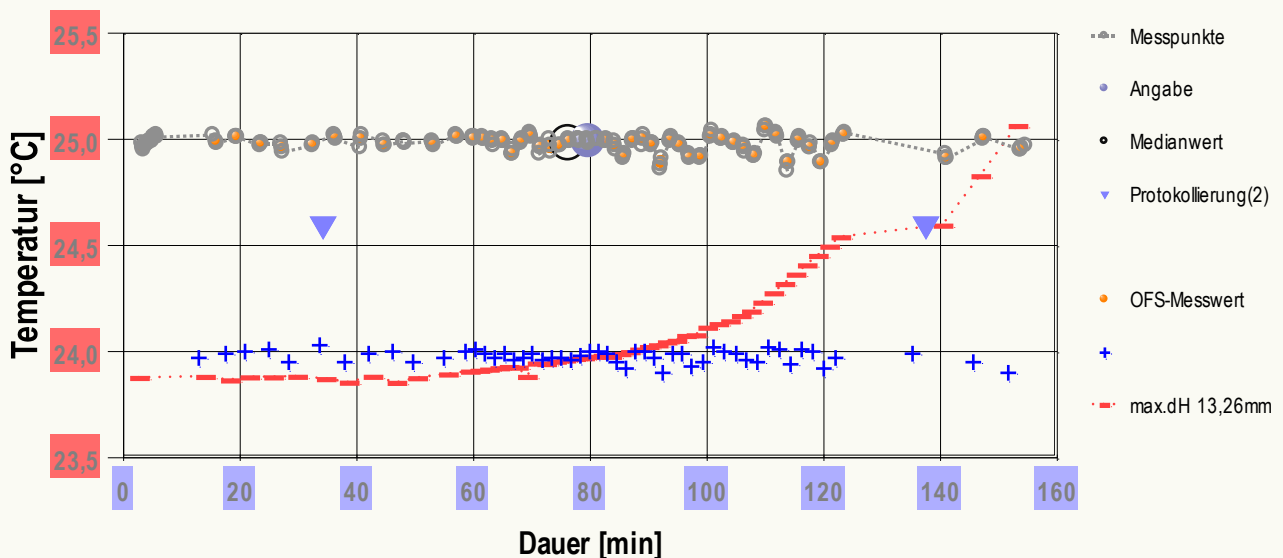
Besonderheiten: Spalte 5., Δt , dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern wieviele Messungen dazu stattfanden. - γ gibt hier Mittelwerte an (Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im folgenden Abschnitt). Sofern danach, während des Dosierstadiums, mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden ebenfalls Mittelwerte in dieser Art ausgegeben. Nur mit dem Unterschied, dass in diesem Fall in Spalte Δt , die Messzeit angegeben wird.

Bearbeitungshinweis: Aus den Datentabellen können Informationen gewonnen werden, die nicht im Schema ausgewertet werden; evtl. unter Berücksichtigung der Gefäßoberfläche - 15cm² - die Γ -Funktion etc.. 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' umgerechnet --

• Einzelheiten zur Bestimmung der Oberflächenspannung

Die Oberflächenspannung wurde 56 Mal gemessen, die Nettodauer des Messablaufs betrug 2,6 Stunden, der Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum: nicht immer isotherm bei 24,99°C. Die Streuung, als rel. Standardabweichung, der den Messwerten zugeordnete Temperatur, beträgt 1,7‰ (Mittelw.: 24,97±0,04°C)

Die Angabe des 'Temperaturverlaufs' stellt die während der Messung registrierte Temperaturveränderung dar (Maximalwert: 25,06°C, Minimalwert: 24,85°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.



34,2' : In dieser Aufnahme sind ein-Punkt-Messdaten vorhanden!

137,5' : Unvorsichtige Zugabe von 2mL per Spritze -> Schaumbildung! Warten bis Schaum vergangen...

Die zur Laufzeit der Messung vom Anwender eingegebenen Bemerkungen werden hier wiedergegeben, wobei am Anfang der Zeile der Meldungszeitpunkt als Minutenzahl angegeben ist.

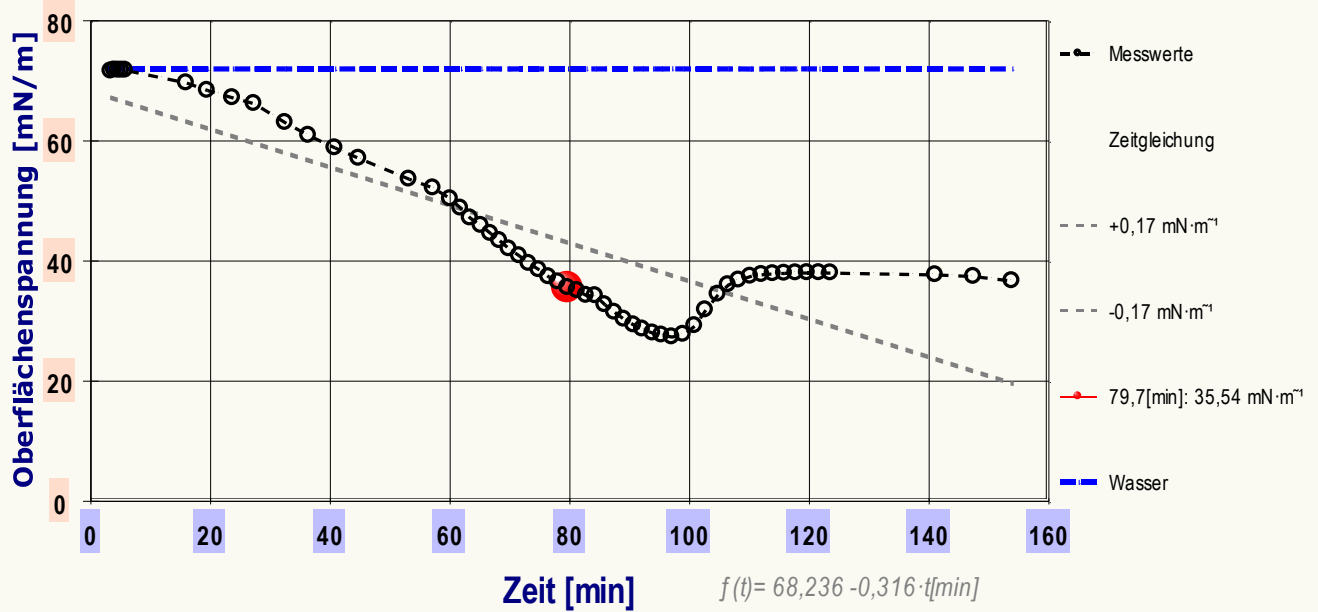
Im Diagramm, oben, "Temperatur- u. Ereignisprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der dabei gemessenen Temperatur gezeigt. Die Grafik hat zunächst eher einen informativen Charakter - sie dient der Rückkopplung und Übersicht über die Vorgänge bei der Messung. Die Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen die Temperaturmessungen an. Die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Messwerten der Oberflächenspannung. Waagerechte Symbole geben den relativen Verlauf der Niveauhöhe an, wie sie durch die jeweilige Bezugshöhenbestimmung ermittelt wurde - Je Bestimmung der absoluten Niveaulage wird ein Symbol erzeugt. Dies ermöglicht die Niveauveränderung durch Dosierung, Entfernung oder Verdunstung rückzukoppeln und nachvollziehbar zu machen. Die Dreiecke zeigen jene Zeitpunkte an, zu welchen vom Prüfer die oben angegebenen Anmerkungen zu Protokoll gegeben wurden.

Berechnung: 'autoselect' (Harkins & Jordan), **Messring:** Ring N°1, Korrekturfaktor 1,0021.

Ringradius 9,54mm, Drahradius 0,185mm, Ausdehnungskoeffizient $8,9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$, Gefäßoberfläche 1452,2mm².

Zur Vorlagensubstanz: Dichte $0,997051 \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ (bei 24,97°C); die Dichte 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 erfolgte aus den vorhandenen Referenzdaten (Wasser) automatisch. Für die Dichte wird die Gleichung $(6.5592063E-05 \cdot [^{\circ}\text{C}]^5 - 1.1225639E-02 \cdot [^{\circ}\text{C}]^4 + 1.0026530 \cdot [^{\circ}\text{C}]^3 - 90.968893 \cdot [^{\circ}\text{C}]^2 + 679.48991 \cdot [^{\circ}\text{C}] + 9998425.9) / 1E7$ verwendet. 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. .



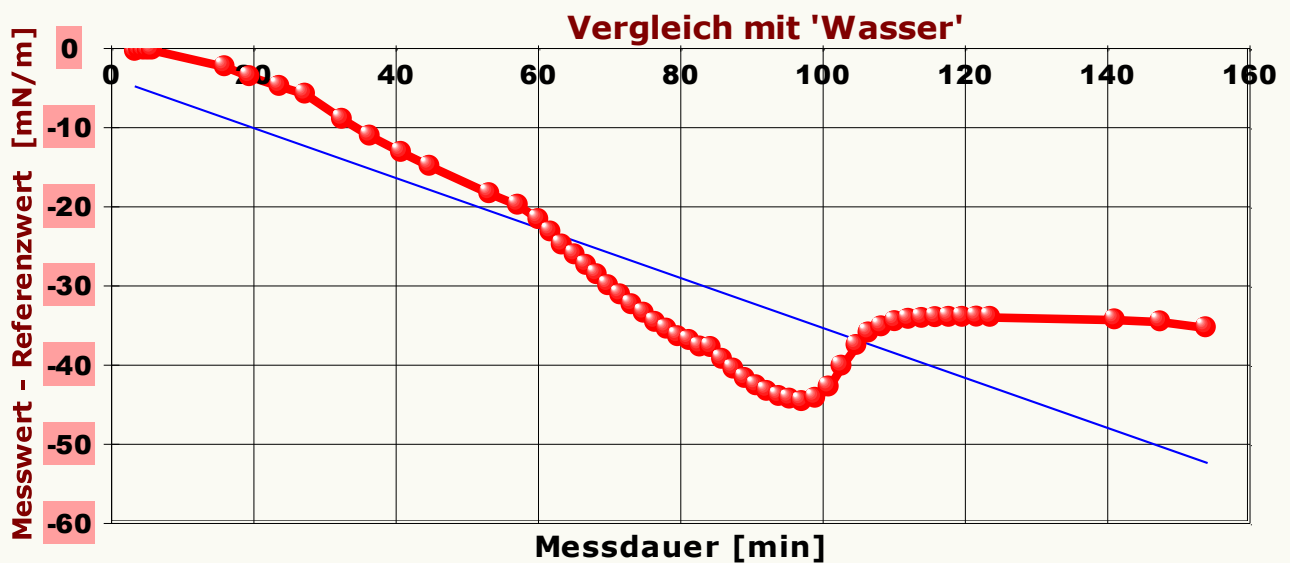
Im Diagramm, "zeitlicher Verlauf", oben, sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Unsicherheitsbereich eingezeichnet. Der Verlauf der Werte von 'Wasser' aus der Datenbank wird temperaturkompensiert angezeigt.

Die Tabelle zeigt die wesentlichen Daten der Messung: Temperatur, Oberflächenspannung, nebst Lamellenhöhe und Alter der Flüssigkeitslamelle zum Messzeitpunkt, sowie die Dichtedifferenz:

N°	t [min]	T [°C]	γ [mN·m ⁻¹]	H[mm]	$\tau_{rel.}$ [s]	ρ_{Δ} [g·cm ⁻³]
1.	3,4	24,96	71,60	4,04	4,5	0,9959
2.	4,0	24,97	71,78	4,03	4,4	0,9959
3.	4,6	24,99	71,74	4,00	4,2	0,9959
4.	5,2	25,00	71,75	4,04	4,5	0,9958
5.	5,8	25,02	71,74	4,02	4,4	0,9958
6.	16,0	24,99	69,64	4,01	3,3	0,9958
7.	19,5	25,01	68,39	4,22	4,5	0,9958
8.	23,7	24,98	67,17	4,03	3,6	0,9958
9.	27,3	24,96	66,19	3,96	3,2	0,9958
10.	32,5	24,97	63,02	3,94	4,3	0,9958
11.	36,4	25,01	60,88	4,06	4,0	0,9958
12.	40,8	25,00	58,82	4,03	3,9	0,9958
13.	44,8	24,97	57,07	3,75	3,5	0,9958
14.	53,2	24,98	53,61	3,80	3,0	0,9958
15.	57,2	25,01	52,14	3,60	3,1	0,9958
16.	60,1	25,00	50,34	3,50	3,7	0,9958
17.	61,8	25,00	48,77	3,50	3,6	0,9959
18.	63,4	24,99	47,12	3,42	3,4	0,9959
19.	65,2	24,99	45,89	3,37	4,3	0,9959
20.	66,8	24,93	44,56	3,32	4,1	0,9959
21.	68,3	24,99	43,38	3,37	3,4	0,9959
22.	69,9	25,02	41,99	3,88	3,8	0,9959
23.	71,6	24,96	40,84	3,21	3,9	0,9959
24.	73,2	24,96	39,58	3,25	4,0	0,9959
25.	74,9	24,97	38,53	3,16	3,6	0,9959
26.	76,5	24,99	37,35	3,13	3,5	0,9959
27.	78,1	25,00	36,49	3,07	3,2	0,9959
28.	79,7	24,99	35,55	3,06	3,2	0,9960
29.	81,3	25,00	35,05	3,04	4,1	0,9960
30.	82,8	24,99	34,25	3,00	4,0	0,9960
31.	84,3	24,97	34,19	3,01	4,0	0,9960
32.	85,9	24,92	32,69	3,01	4,1	0,9960
33.	87,5	25,00	31,45	2,91	3,7	0,9960
34.	89,1	25,00	30,26	2,83	3,3	0,9960
35.	90,7	24,98	29,34	2,78	4,1	0,9961
36.	92,2	24,89	28,64	2,76	4,1	0,9961
37.	93,9	25,00	27,97	2,71	3,9	0,9961
38.	95,4	24,97	27,65	2,72	4,0	0,9961
39.	97,1	24,91	27,34	2,66	3,6	0,9961
40.	99,0	24,92	27,76	2,85	3,6	0,9962
41.	100,9	25,02	29,18	2,73	3,9	0,9962
42.	102,7	25,00	31,82	2,83	4,3	0,9962

43.	104,8	24,98	34,43	2,99	4,0	0,9963
44.	106,5	24,96	36,02	2,99	3,8	0,9963
45.	108,3	24,92	36,79	3,02	4,0	0,9963
46.	110,2	25,06	37,43	3,04	4,1	0,9964
47.	112,1	25,02	37,71	3,03	4,0	0,9964
48.	114,0	24,89	37,86	3,02	4,0	0,9965
49.	115,9	25,00	37,94	3,04	4,0	0,9965
50.	117,8	24,96	37,99	3,03	4,0	0,9966
51.	119,7	24,89	38,01	3,03	4,0	0,9966
52.	121,7	24,98	38,02	3,03	4,0	0,9967
53.	123,6	25,02	37,99	3,04	4,0	0,9967
54.	141,1	24,91	37,68	3,09	4,3	0,9969
55.	147,5	25,01	37,41	3,04	4,0	0,9971
56.	153,9	24,95	36,67	3,06	4,2	0,9973

In der Tabelle wird mit t der Zeitpunkt mit zugehöriger Temperatur T für die gemessene Oberflächenspannung γ angegeben, sowie mit H die Höhe der Flüssigkeitlamelle, mit τ_{rel} das Alter der Flüssigkeitlamelle beim Messwert der Maximalkraft sowie mit $\Delta\rho$, den Wert der Dichte abzüglich der Luftdichte (ggf. zur Temperatur) berechnet.



Wasser: $71,98 \text{ [}\mu\text{N}\cdot\text{m}^{-1}\text{]}$ bei $24,97^\circ\text{C}$, Abweichung: $f(t[\text{min}]) = -3,74 - 0,316 \cdot [\text{min}]$, $r^2 = 0,74$ ($M_w - 27,8 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$)

Das Chart, "Abweichungsdiagramm", zeigt die (temperaturkompensierte) Abweichungen der einzelnen Messwerte zum Referenzwert in zeitlicher Aufreihung. - In Diagrammen wird immer der jeweilige Datenbereich auf maximale Auflösung 'gezoomt': Was auch perfekte Messungen schlecht aussehen lässt. Ob eine Messung nicht tatsächlich brauchbare Ergebnisse liefert, zeigt sich daher oft erst durch die Betrachtung der Y-Skalierung in Relation zur Messunsicherheit!

Die nachfolgend ausgegebene Zusatztablette gibt diagnostische Daten zu Integrität und Nachvollziehbarkeit zu den einzelnen Messwerten bereit:

N°	F _{max.} [mN]	F _{bz.} [mN]	f _k	v _z [mm·s ⁻¹]	⊗[mm]	t ₀ [s]	Ω _k
1.	9,0602	-0,0775	0,9374 h	0,203	-	-	1pD
2.	9,0607	-0,0981	0,9376 h	0,203	-	-	1pD
3.	9,0550	-0,0991	0,9375 h	0,203	-	-	1pD
4.	9,0540	-0,1010	0,9375 h	0,203	-	-	1pD
5.	9,0538	-0,1000	0,9375 h	0,203	-	-	1pD
6.	8,8211	-0,0843	0,9356 h	0,203	-	-	1pD
7.	8,6823	-0,0745	0,9343 h	0,203	-	-	1pD
8.	8,5369	-0,0755	0,9330 h	0,203	-	-	1pD
9.	8,4170	-0,0765	0,9322 h	0,203	-	-	1pD
10.	8,0446	-0,0736	0,9286 h	0,203	-	-	1pD
11.	7,7965	-0,0687	0,9260 h	0,203	-	-	1pD
12.	7,5623	-0,0579	0,9235 h	0,203	-	-	1pD
13.	7,3514	-0,0579	0,9215 h	0,203	-	-	1pD
14.	6,9380	-0,0490	0,9180 h	0,203	-	-	1pD
15.	6,7721	-0,0402	0,9156 h	0,203	-	-	1pD
16.	6,5600	-0,0314	0,9137 h	0,203	-	-	1pD
17.	6,3727	-0,0275	0,9116 h	0,203	-	-	1pD
18.	6,1760	-0,0235	0,9093 h	0,203	-	-	1pD
19.	6,0272	-0,0196	0,9078 h	0,203	-	-	1pD

20.	5,8706	-0,0167	0,9056 h	0,203	-	-	1pD
21.	5,7238	-0,0177	0,9039 h	0,203	-	-	1pD
22.	5,5630	-0,0078	0,9017 h	0,203	-	-	1pD
23.	5,4256	-0,0049	0,8997 h	0,203	-	-	1pD
24.	5,2729	-0,0020	0,8978 h	0,203	-	-	1pD
25.	5,1442	0,0010	0,8961 h	0,203	-	-	1pD
26.	5,0007	0,0039	0,8942 h	0,203	-	-	1pD
27.	4,8985	0,0078	0,8927 h	0,203	-	-	1pD
28.	4,7835	0,0098	0,8910 h	0,203	-	-	1pD
29.	4,7234	0,0127	0,8901 h	0,203	-	-	1pD
30.	4,6255	0,0147	0,8885 h	0,203	-	-	1pD
31.	4,6197	0,0157	0,8884 h	0,203	-	-	1pD
32.	4,4332	0,0196	0,8861 h	0,203	-	-	1pD
33.	4,2802	0,0216	0,8834 h	0,203	-	-	1pD
34.	4,1323	0,0235	0,8812 h	0,203	-	-	1pD
35.	4,0157	0,0255	0,8795 h	0,203	-	-	1pD
36.	3,9260	0,0255	0,8784 h	0,203	-	-	1pD
37.	3,8436	0,0284	0,8772 h	0,203	-	-	1pD
38.	3,8025	0,0284	0,8765 h	0,203	-	-	1pD
39.	3,7660	0,0314	0,8758 h	0,203	-	-	1pD
40.	3,8193	0,0314	0,8767 h	0,203	-	-	1pD
41.	4,0046	0,0343	0,8793 h	0,203	-	-	1pD
42.	4,3398	0,0353	0,8842 h	0,203	-	-	1pD
43.	4,6716	0,0373	0,8889 h	0,203	-	-	1pD
44.	4,8712	0,0392	0,8918 h	0,203	-	-	1pD
45.	4,9674	0,0392	0,8932 h	0,203	-	-	1pD
46.	5,0488	0,0412	0,8943 h	0,203	-	-	1pD
47.	5,0867	0,0441	0,8948 h	0,203	-	-	1pD
48.	5,1063	0,0451	0,8950 h	0,203	-	-	1pD
49.	5,1171	0,0461	0,8951 h	0,203	-	-	1pD
50.	5,1245	0,0471	0,8952 h	0,203	-	-	1pD
51.	5,1277	0,0481	0,8952 h	0,203	-	-	1pD
52.	5,1302	0,0500	0,8952 h	0,203	-	-	1pD
53.	5,1280	0,0510	0,8952 h	0,203	-	-	1pD
54.	5,0949	0,0559	0,8947 h	0,203	-	-	1pD
55.	5,0638	0,0588	0,8942 h	0,203	-	-	1pD
56.	4,9739	0,0608	0,8929 h	0,203	-	-	1pD

Zur Tabelle: Mit F_{max} den der Berechnung zu Grunde liegenden, korrigierten Messwert, der Maximalkraft an. Der Bezugswert, F_{bz} wird ebenfalls angegeben, er wird (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 ('t' zeigt nicht interpolierbare Randlagen in der Tabelle an), f , steht für die Auswertung nach Fox und Chrisman, z für Zuidema und Waters, iA bzw. iB für die imeter-Methode A bzw. B, 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 \varnothing die Bruchhöhe an und t_{\varnothing} gibt dafür den relativen Zeitpunkt an.

Die Angabe Ω_k ist das Klassifizierungskennzeichen der Messkurve: '1' steht für eine Messkurve mit wenige 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 vorzeitigem Lamellenbruch.

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. Als zusätzliche Angaben zu Art, Zubereitung und Alter der Probe - für einen normgerechten Prüfbericht - sollten über das Bemerkungsfeld des Datenblattes (auch nach der Messung, oder per Kommentierfunktion) dem Bericht beigefügt sein.

• Meldungen

- Bei der Messkurve gab es eine Störung, so dass für diese Werte kein Ergebnis angegeben werden kann! Zeit 48,2 min: Kraftmaximum nicht angenähert.
- Zur Volumenberechnung der Vorlagemenge wurde die Angabetemperatur 24,97°C anstelle der beigemessenen 24,98°C verwendet. Bitte beachten Sie: Messungen dieser Art sollten möglichst exakt isotherm verlaufen.

'Meldungen': treten Sonderfälle auf, die sich mit der Auswertung herausstellen, werden diese von der Software detektiert und hier zur Rückkopplung ausgegeben. Die Hinweise dienen zur Abstimmung und Korrektur der Abläufe und Angaben bzw. können bei der Bewertung und Einordnung der Ergebnisse helfen.

In diesem Bericht werden nicht alle verfügbaren Diagramme ausgegeben. Sie können die Ausgabe der Grafiken durch Aktivierung der entsprechenden "Checkboxes" (unter der Registerkarte "Optionen") bewirken.

Nicht angezeigte Charts: Diagramm 2, "Temperaturabhängigkeit", zeigt die Messwerte der Oberflächenspannung in Temperaturabhängigkeit an. Je nach den gewählten Messumständen bzw. Einstellungen können Temperaturabhängigkeit mit Referenzvergleichen abgebildet werden und sogar auch thermisch/kalorische Effekte zum Ausdruck kommen. Chart Nr.7, "Lamellenhöhen", zeigt die Oberflächenspannung in Abhängigkeit von der Lamellenhöhe. Die Abhängigkeit ist in der Regel linear und zeigt nur in Sonderfällen Abweichungen. Diagramm Nr.5, "Messkurve(n)", stellt die Messkurven dar. Es erlaubt in einer einfachen Übersicht die Korrektheit der 'Rohdaten' per Augenschein zu prüfen. Im Chart Nr.6, "Geschwindigkeitsdiagramm", kann die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Messwerte dargestellt werden. Ein Aussagegehalt ist dann vorhanden, wenn verschiedene dynamische und/oder halbdynamische und/oder halbstatistische Zuggeschwindigkeiten zur Anwendung gekommen sind.

Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: Erläuterungstexte, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, Bearbeitungshinweise, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.

Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: Datenbankvorschläge anzeigen, alternative Einheiten, Zusatzinformationen, Audit-Trail werden nicht angezeigt.

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 (Falsifizierbarkeit). Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Kontrollierbarkeit und Haltbarkeit der Resultate und abgeleiteter Aussagen. 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 den Daten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Gleichwohl, bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage, können Prüfberichte durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgaboptionen oder durch manuelle Veränderung der Vorlage auf das Wesentliche eingekürzt und ausgedruckt werden. Das ganze 'File' inklusive der "Grund-Rohdaten" ist stets über die ID (hier Nummer 88, Datenbank imeter-Beispiele) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (= formal-i), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

Programm

Für diese Messung wurde das Messprogramm "**CMC-Wasser-Manu**" ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 28.08.05 zwischen 20:42:32 und 23:17:12, Laufzeit 154,7 Minuten. Eine Ablaufdokumentation wurde nicht aufgezeichnet. Auf ein zusätzliches Protokoll wurde auch verzichtet. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt. Das Ergebnis wurde erstmals am 28.08.05 um 23:20 zur Ansicht gebracht.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde zuletzt 1,5 Minuten nach dem Beginn dieser Messung von imeter justiert. Die letzte vollständige Überprüfung/Justierung der Positioniervorrichtung von **imeter** (ID16405542) erfolgte am 06.01.05. **Systemdaten:** Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit*) 0,2mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte*) 1,2kg/m³, Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec² für die Fallbeschleunigung*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01K, die Unsicherheit*) 0,03K. imeter-Softwareversion 4.1.99, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

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



„Der automatische Bericht zeigt eine Datenlage und interpretiert diese. Die „Datenlage“ ist die Folge dessen, was in einer Messung getan wurde bzw. wird und wie die Probe und Umstände interagieren. – Die Messung ist ein Vorgang dessen Ablauf und Randbedingungen in einem Skript formuliert sind. Mehr als zu wissen, was man erzielen will, braucht man kaum. Man entwerfe Regeln und sehe, wie die Materie reagiert! Die Sprache und die Techniken stehen bereit für genaueste, rückführbare, wohldokumentierte und wiederholbare Eigenschaftserfahrungen. -- Diagramme und auch der Bericht entstehen während der Messung in Echtzeit.



Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst
- und trotzdem ein besseres Messgerät für

- ◆ Feststoff- und Flüssigkeitsdichte
- ◆ Grenz- und Oberflächenspannung
- ◆ Viskosität, Konsistenz, Textur
- ◆ Härte, Festigkeit, u.v.a.
- ◆ spezifische Automationen

Kreative Freiräume
einfache Handhabung
Beste Technik

©2011 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme

Verantwortung: Michael Breitwieser,

Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg

Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489

www.imeter.de

Wir setzen IMETER auch für Dienstleistungen ein:

www.imeter.de/dienstleistungen.html

Probieren Sie es einfach aus!