

## Oberflächenspannung/CMC: Na-Laurylsulfat, SDS (II.)

Klassische CMC-Prüfung an einer *älteren* SDS-Lösung;  
Klärung zur Frage der Substanz- bzw. CMC-Stabilität.  
(Lauryl Sulfat, Approx.99% GC, Sigma, Lot. 023K0172)

Messung in einem doppelwandigen Temperiergefäß;  
*imeter* steuert im Messprogramm den sehr schnellen  
*Ministat* -Thermostaten der Fa. Huber (Peter Huber  
Kältemaschinenbau GmbH, Offenburg, [www.huber-online.com](http://www.huber-online.com))  
und das integrierte Magnetrührwerk. Zur  
Messung werden etwa 40mL in das Messgefäß gegeben,  
der Ring eingehängt und in die Aufnahme von imeter 4  
gestellt. Die Ermittlung der Oberflächenlage, die  
Messung und die sofortige Ergebnisdarstellung erfolgt  
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. Variabel  
sind nicht nur die Messdaten selbst und  
deren Umstände sowie die Eigenschaften  
der Normale, sondern auch Abläufe und  
Handhabungen. Dazu passend verfügt  
*imeter* einerseits über eine Modellier-  
sprache, um Mess- bzw. Steuerungs-  
verfahren zu gestalten („was soll der Fall  
sein“) und andererseits über analytische  
Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall*  
ist und um darüber in Berichten Rück-  
kopplung zu geben. - *imeter* erledigt damit  
ziemlich viel von dem, was sonst zur teuren  
Arbeitszeit gehört.

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

Der *imeter*-Prüfbericht auf den folgenden  
Seiten enthält zusätzlich automatische  
Erläuterungen, die leider wortreich, den  
Fluss der Informationen bzw. das Layout  
etwas beeinträchtigen.



imeter V.4.10 rev.12

Bericht (8448CFS16312B), imeter/MSB, Augsburg am 13.02.06

### ID N° 6949 - Oberflächenspannung / CMC

ausgeführt am Samstag, 17 September 2005, von imeter

**Titel:** Na-Laurylsulfat / SDS

**Bemerkung:**

34.758g dest. Wasser vorgelegt, 3x Oberfl.Entfettung, etwas verspritzt (ca. -0.1mL), Lösung am 2.9.05 angesetzt

**Messung:** CMC-Bestimmung in 'Wasser'

**Ergebnis:**  $CMC_{25,01^{\circ}C} = 2,3mg\cdot cm^{-3}$ ;  $\gamma_{CMC} = 28,06mN\cdot m^{-1}$

### 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:** < **Gleiche CMC wie in anderen Messungen aber sehr veränderter Verlauf. -- An SDS wurden mehrere Messungen ausgeführt. Diese tadellos hergestellte SDS-Lösung stand zwei Wochen (verschlossen in einem Messkolben). Mit dieser Stammlösung wurde die CMC auch über die Grenzflächenspannung bestimmt (...).** > **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 Berichts Ausgabe 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) unstetig 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-Dodecylsulfat' - der 'Normalmethode' zu dieser Messung, sind dazu die Handhabungen niedergelegt.

• **Zur Bestimmung des CMC-Wertes**

Die CMC, 2,28 mg/cm<sup>3</sup> bei der Temperatur 25,01 ± 0,03°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 : 0,052 ... 0,46mg/cm<sup>3</sup>,

$$\gamma = f(c_{[mg/cm^3]}) = -12,55 - 61,75 \cdot \ln(c) - 11,68 \cdot \ln(c)^2 \quad r^2 = 0,9969$$

Steigung der *Adsorptionsisotherme*  $d\gamma/d\ln(C)$ :

bei  $c_{CMC}/10$  -27,2, bei  $c_{CMC}/4$  -48,6, bei  $c_{CMC}/2$  -64,8

Sättigungsbereich : 5,0 ... 6,1mg/cm<sup>3</sup> - linear -

$$\gamma = f(c_{[mg/cm^3]}) = 31,04 + 1,837 \cdot (c) - 0,1639 \cdot (c)^2 \quad r^2 = 0,956$$

Charakteristische Werte der Oberflächenspannung:

- CMC : 28,06mN/m 2,3mg/cm<sup>3</sup>      1,0-CMC
- $C_{Max.}$  : 33,83mN/m 6,1 mg/cm<sup>3</sup>      2,7-CMC
- $\gamma_{min.}$  : 24,73mN/m 1,3mg/cm<sup>3</sup>      0,57-CMC

**Vorlage:** Wasser, Masse 34,59g, angegeben wurde der Wägewert 34,55g, Volumen 34,693cm<sup>3</sup>, Dichte 0,997045g/cm<sup>3</sup>. Die Dichte bei 25,01°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.

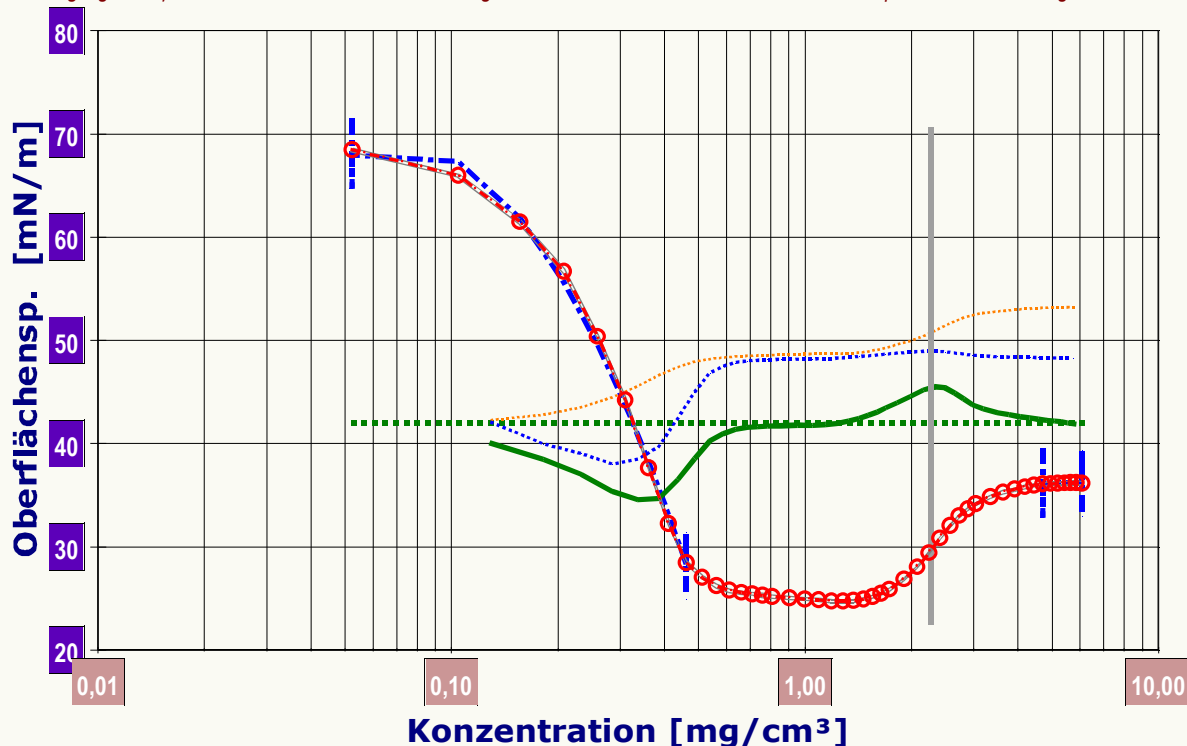
**Zudosierung:** Dodecylsulfat (SDS), 46 Zugaben.

Wirkstoffkonzentration 20,639 ± 4,8E-4mg/cm<sup>3</sup>, Dichte 1,019g/cm<sup>3</sup> als Festwert angegeben. Temperaturangabe der Dosierung als Festwert 21,00°C. Als gravimetrische Zugabe, automatische Dosierung.

**Mengenbilanz:** Dosiermenge 14,74g, 14,47cm<sup>3</sup>, Vorlagenmasse am Ende 49,3340g bzw. 49,16 ± 0,45cm<sup>3</sup>, darin enthaltene Wirkstoffmenge: 0,298627g.

**Konzentrationsbereich der Messung:** 53ppm - 0,61% (m/m), Endkonzentration 0,006074 ± 0,000006g/cm<sup>3</sup>. Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt 0,0065g/cm<sup>3</sup> (0,65%).

*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  $\Gamma$ ), 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  $\Gamma$  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,  $\gamma = 72,10\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$ , die im Mittel für 3,1 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde.

N°	$\Delta m[\text{g}]$	$\pm\%$	$t_{\Delta 0}$	$\Delta t_{\gamma} [\text{min}]$	$\gamma$	$c [\text{mg}/\text{cm}^3] \pm\%$		$c (\text{m}/\text{m})$
1.	---	---	---	-3,1 (5)	72,10	0	0	<34,69cm <sup>3</sup> >
2.	0,0899	1,1%	7,7	2,0	68,47	0,0524	1,1%	53ppm
3.	0,0899	1,1%	9,8	2,1	65,98	0,104	0,75%	0,10‰
4.	0,0899	1,1%	12,1	2,3	61,49	0,156	0,61%	0,16‰
5.	0,0899	1,1%	14,6	2,1	56,69	0,208	0,53%	0,21‰
6.	0,0899	1,1%	16,8	2,3	50,39	0,259	4,7‰	0,26‰
7.	0,0899	1,1%	19,2	2,2	44,21	0,310	4,3‰	0,31‰
8.	0,0899	1,1%	21,6	1,9	37,63	0,361	4,0‰	0,36‰
9.	0,0899	1,1%	23,7	1,9	32,24	0,412	3,8‰	0,41‰
10.	0,0899	1,1%	25,8	1,8	28,46	0,462	3,6‰	0,46‰
11.	0,0899	1,1%	27,7	1,8	27,02	0,512	3,4‰	0,51‰
12.	0,0899	1,1%	29,6	1,8	26,21	0,562	3,2‰	0,56‰
13.	0,0899	1,1%	31,6	1,8	25,79	0,611	3,1‰	0,61‰
14.	0,0899	1,1%	33,5	1,9	25,57	0,660	3,0‰	0,66‰
15.	0,0899	1,1%	35,6	1,7	25,42	0,710	2,9‰	0,71‰
16.	0,0899	1,1%	37,5	1,9	25,30	0,758	2,8‰	0,76‰
17.	0,0899	1,1%	39,6	1,7	25,18	0,807	2,7‰	0,81‰
18.	0,1798	0,56%	41,4	1,9	25,06	0,903	2,5‰	0,91‰
19.	0,1798	0,56%	43,5	1,9	24,93	0,999	2,3‰	1,0‰
20.	0,1798	0,56%	45,6	1,9	24,84	1,09	2,2‰	1,1‰
21.	0,1798	0,56%	47,7	1,9	24,74	1,19	2,1‰	1,2‰
22.	0,1798	0,56%	49,7	1,8	24,73	1,28	2,0‰	1,3‰
23.	0,1798	0,56%	51,7	1,9	24,77	1,37	1,9‰	1,4‰
24.	0,1798	0,56%	53,8	2,0	24,93	1,46	1,8‰	1,5‰
25.	0,1798	0,56%	56,0	1,9	25,17	1,55	1,7‰	1,6‰
26.	0,1798	0,56%	58,1	1,8	25,49	1,64	1,7‰	1,6‰
27.	0,1798	0,56%	60,2	1,9	25,89	1,73	1,6‰	1,7‰
28.	0,3596	0,70%	62,3	2,1	26,86	1,91	1,6‰	1,9‰
29.	0,3596	0,70%	64,6	2,0	28,06	2,08	1,5‰	2,1‰
30.	0,3596	0,70%	66,9	2,1	29,41	2,25	1,5‰	2,2‰
31.	0,3596	0,70%	69,2	2,0	30,85	2,41	1,5‰	2,4‰
32.	0,3596	0,70%	71,5	3,0	32,07	2,57	1,4‰	2,6‰
33.	0,3596	0,70%	74,8	2,1	33,01	2,73	1,4‰	2,7‰
34.	0,3596	0,70%	77,2	2,1	33,68	2,89	1,4‰	2,9‰
35.	0,3596	0,70%	79,6	2,1	34,17	3,04	1,3‰	3,0‰
36.	0,7192	0,70%	82,0	2,3	34,84	3,34	1,3‰	3,3‰
37.	0,7192	0,70%	84,7	2,3	35,29	3,63	1,3‰	3,6‰
38.	0,7192	0,70%	87,4	2,3	35,59	3,91	1,2‰	3,9‰
39.	0,7192	0,70%	90,0	3,3	35,80	4,18	1,2‰	4,2‰
40.	0,7192	0,70%	93,7	2,3	35,95	4,45	1,2‰	4,4‰
41.	0,7192	0,70%	96,4	2,3	36,06	4,70	1,1‰	4,7‰
42.	0,7192	0,70%	99,0	2,3	36,12	4,95	1,1‰	4,9‰
43.	0,7192	0,70%	101,7	2,3	36,15	5,19	1,1‰	0,52%
44.	0,7192	0,70%	104,4	2,3	36,18	5,42	1,1‰	0,54%
45.	0,7192	0,70%	107,0	2,3	36,20	5,64	1,1‰	0,56%
46.	0,7192	0,70%	109,7	2,4	36,20	5,86	1,1‰	0,58%
47.	0,7192	0,70%	112,4	2,3	36,14	6,07	1,0‰	0,61%

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.  $\Delta m$ ) und die dazu angegebene relative Unsicherheit (3.  $\pm\%$ ) sowie die Zeitpunktmitte (4.  $t_{\Delta 0}$ ) des Vorgangs im Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte zeigt die Dauer zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an (5.  $\Delta t_{\gamma}$ ) und den zugehörigen Wert der Oberflächenspannung in der folgenden Spalte (6.  $\gamma$ ); 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.,  $\Delta t_{\gamma}$ , 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. -  $\gamma$  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  $\Delta t_{\gamma}$  die Messzeit angegeben wird.

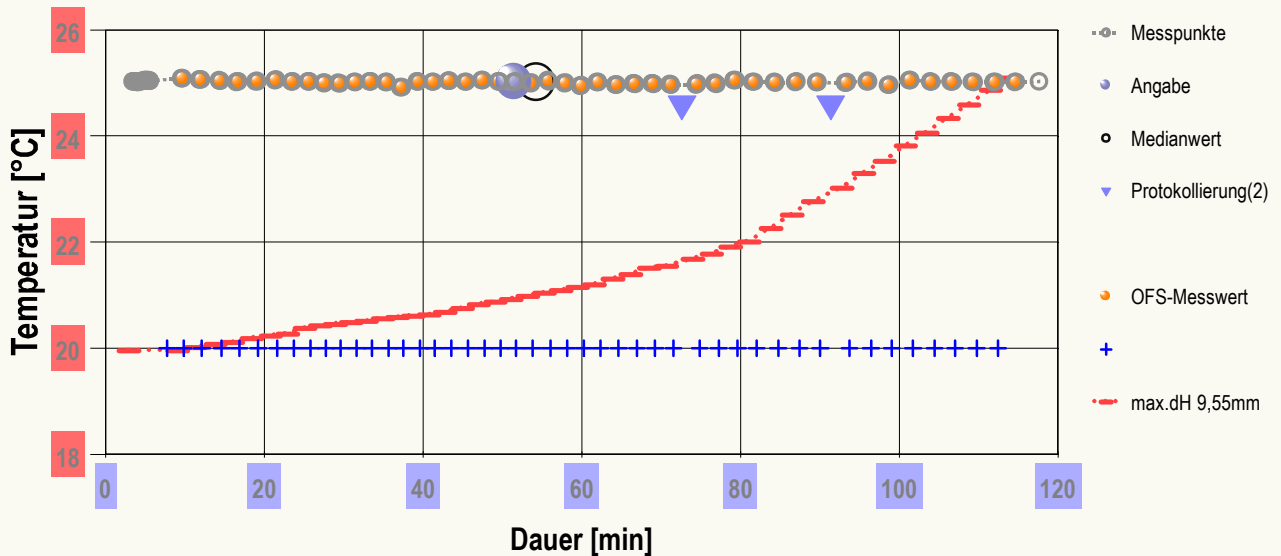
**Bearbeitungshinweis:** Aus den Datentabellen können Informationen gewonnen werden, die nicht im Schema ausgewertet werden; evtl. unter

Berücksichtigung der Gefäßoberfläche - 15cm<sup>2</sup> - die I-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 51 Mal gemessen, die Nettodauer des Messablaufs betrug 1,9 Stunden, der Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum: nicht immer isotherm bei 25,02°C. Die Streuung, als rel. Standardabweichung, der den Messwerten zugeordnete Temperatur, beträgt 1,2‰ (Mittelw.: 25,01 ± 0,03°C)

Die Angabe des 'Temperaturverlaufs' stellt die während der Messung registrierte Temperaturveränderung dar (Maximalwert: 25,09°C, Minimalwert: 24,92°C). Dem hingegen bezieht sich die 'Streuung' auf den Verlauf der Temperatur zu Zeitpunkten der Messwerte.



**72,6' : Dosierpumpe arbeitet tadellos (Neu-Justierung wäre also innert 4Wochen nicht nötig)**

**91,3' : Die Empfindlicherstellung der NullNiveauemittlung zeigt also auch eine "Oberflächen-Elastizitätsänderung"**

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 Niveauperänderung 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 8,9·10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>, Gefäßoberfläche 1452,2mm<sup>2</sup>.**

**Zur Vorlagensubstanz: Dichte 0,997043g·cm<sup>-3</sup> (bei 25,01°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·[°C]<sup>5</sup> - 1.1225639E-02·[°C]<sup>4</sup>+1.0026530·[°C]<sup>3</sup>-90.968893·[°C]<sup>2</sup> + 679.48991·[°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. .

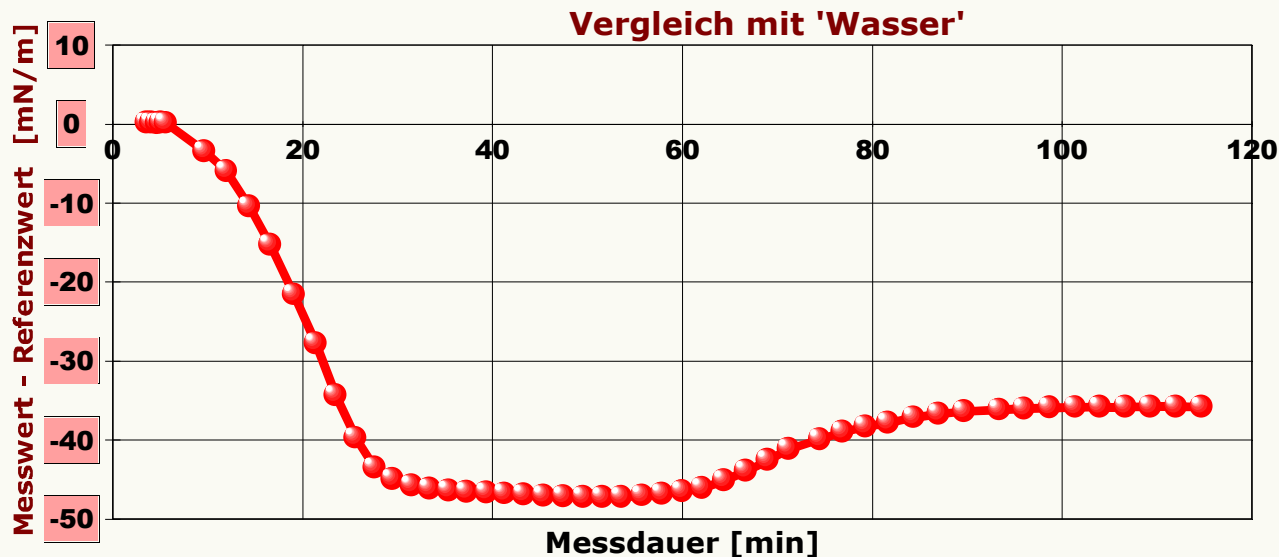
**Die Tabelle zeigt die wesentlichen Daten der Messung: Temperatur, Oberflächenspannung, nebst Lamellenhöhe und Alter der Flüssigkeitslamelle zum Messzeitpunkt, sowie die Dichtedifferenz:**

N°	t [min]	T [°C]	γ [mN·m <sup>-1</sup> ]	H[mm]	τ <sub>rel.</sub> [s]	ρ <sub>Δ</sub> [g·cm <sup>-3</sup> ]
1.	3,6	25,03	72,12	4,28	3,6	0,9958
2.	4,1	25,02	72,11	4,26	3,5	0,9958
3.	4,7	25,04	72,08	4,22	3,3	0,9958
4.	5,1	25,05	72,11	4,29	3,6	0,9958
5.	5,6	25,04	72,10	4,27	3,6	0,9958

6.	9,7	25,09	68,47	4,19	3,2	0,9959
7.	12,0	25,06	65,98	4,12	3,0	0,9959
8.	14,4	25,04	61,49	3,99	3,6	0,9960
9.	16,6	25,03	56,69	3,91	3,4	0,9961
10.	19,1	25,04	50,39	3,71	3,7	0,9961
11.	21,4	25,05	44,21	3,50	2,9	0,9962
12.	23,5	25,03	37,63	3,36	3,5	0,9962
13.	25,6	25,03	32,24	3,08	3,4	0,9963
14.	27,6	24,99	28,46	2,89	3,7	0,9963
15.	29,5	24,99	27,02	2,82	3,5	0,9964
16.	31,5	25,01	26,21	2,78	3,3	0,9964
17.	33,4	25,03	25,79	2,77	3,2	0,9965
18.	35,4	25,01	25,57	2,73	4,0	0,9965
19.	37,3	24,92	25,42	2,71	4,1	0,9966
20.	39,4	25,03	25,30	2,71	4,0	0,9966
21.	41,3	25,02	25,18	2,71	4,0	0,9967
22.	43,3	25,04	25,06	2,71	4,0	0,9968
23.	45,4	25,02	24,93	2,70	4,0	0,9969
24.	47,5	25,05	24,84	2,67	3,8	0,9970
25.	49,6	25,03	24,74	2,66	3,8	0,9971
26.	51,6	25,01	24,73	2,69	3,9	0,9972
27.	53,6	24,99	24,77	2,70	2,9	0,9973
28.	55,8	25,05	24,93	2,68	3,9	0,9974
29.	57,9	24,99	25,17	2,71	4,0	0,9975
30.	60,0	24,95	25,49	2,71	4,0	0,9976
31.	62,1	25,01	25,89	2,75	4,1	0,9977
32.	64,4	24,97	26,86	2,78	4,3	0,9979
33.	66,7	24,99	28,06	2,87	3,6	0,9980
34.	69,0	24,99	29,41	2,89	3,7	0,9982
35.	71,2	24,97	30,85	2,98	4,0	0,9984
36.	74,5	24,98	32,07	2,96	3,9	0,9986
37.	76,9	24,99	33,01	3,01	3,1	0,9987
38.	79,3	25,05	33,68	3,02	3,2	0,9989
39.	81,7	25,02	34,17	3,07	3,4	0,9991
40.	84,4	25,01	34,84	3,11	3,5	0,9994
41.	87,0	25,02	35,29	3,11	3,5	0,9997
42.	89,7	25,01	35,59	3,11	3,5	1,0000
43.	93,4	25,00	35,80	3,15	3,6	1,0003
44.	96,0	25,04	35,95	3,09	3,3	1,0006
45.	98,7	24,96	36,06	3,18	3,7	1,0008
46.	101,4	25,05	36,12	3,11	3,4	1,0011
47.	104,0	25,02	36,15	3,13	3,6	1,0014
48.	106,7	25,02	36,18	3,10	3,4	1,0016
49.	109,3	25,02	36,20	3,12	3,5	1,0018
50.	112,0	25,01	36,20	3,11	3,4	1,0021
51.	114,7	25,02	36,14	3,15	3,6	1,0023

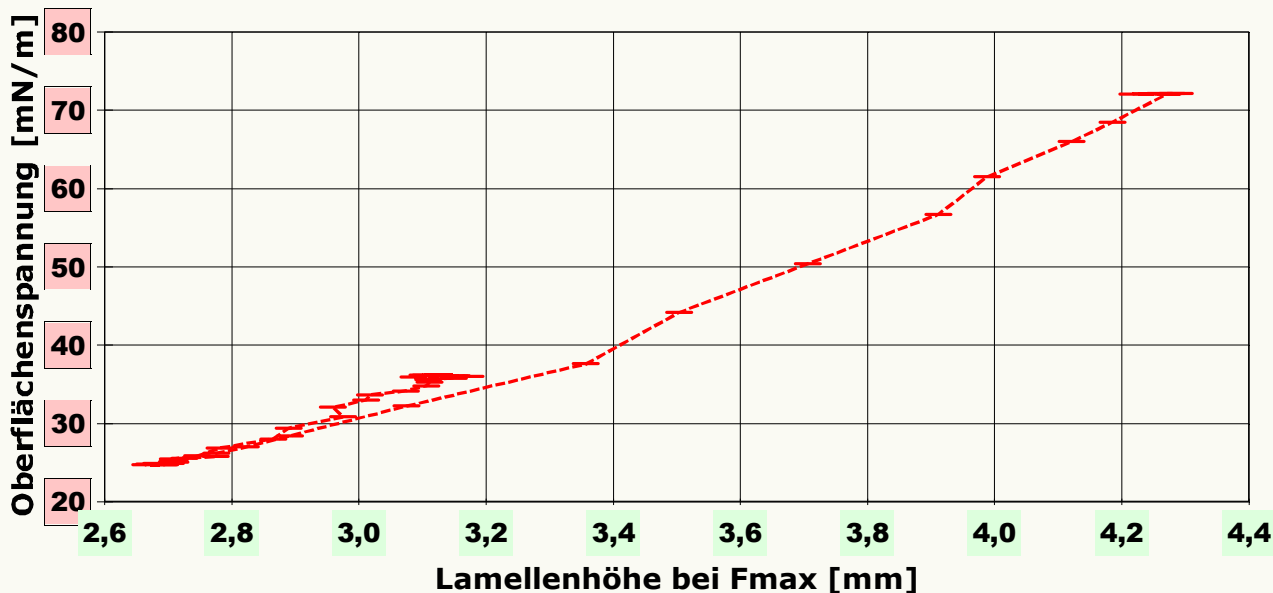
.....

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



Wasser: 71,98 [mN·m<sup>-1</sup>] bei 25,01°C, Abweichung:  $M_w \pm \text{Stdabw.}: -34,4 \pm 15 \text{ mN m}^{-1}$

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!



Das Chart, "Lamellenhöhen", zeigt die Oberflächenspannung in Abhängigkeit von der Lamellenhöhe. Die Abhängigkeit ist in der Regel über einen größeren  $\gamma$ -Bereich linear, sie zeigt durch Abweichungen Sonderfälle im Verhalten an (Dieser Effekt wird nicht interpretiert). Streuungen, jedenfalls, können auf eine unruhige Umgebung hindeuten bzw. auf eine zu grob oder zu fein gewählte Einstellung der Null-Niveauermittlung im Messprogramm.

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

N°	F <sub>max</sub> [mN]	F <sub>kr</sub> [mN]	f <sub>k</sub>	v <sub>r</sub> [mm·s <sup>-1</sup> ]	⊗[mm]	t <sub>0</sub> [s]	Ω <sub>k</sub>
1.	9,1413	-0,0569	0,9379 h	0,203	-	-	1pD
2.	9,1387	-0,0588	0,9379 h	0,203	-	-	1pD
3.	9,1353	-0,0588	0,9379 h	0,203	-	-	1pD
4.	9,1368	-0,0608	0,9379 h	0,203	-	-	1pD
5.	9,1380	-0,0579	0,9379 h	0,203	-	-	1pD
6.	8,7070	-0,0588	0,9344 h	0,203	-	-	1pD
7.	8,4047	-0,0647	0,9320 h	0,203	-	-	1pD
8.	7,8753	-0,0628	0,9268 h	0,203	-	-	1pD
9.	7,3003	-0,0628	0,9211 h	0,203	-	-	1pD
10.	6,5367	-0,0608	0,9137 h	0,203	-	-	1pD

11.	5,7880	-0,0569	0,9050 h	0,203	-	-	1pD
12.	4,9833	-0,0481	0,8946 h	0,203	-	-	1pD
13.	4,3256	-0,0314	0,8851 h	0,203	-	-	1pD
14.	3,8550	-0,0216	0,8781 h	0,203	-	-	1pD
15.	3,6752	-0,0186	0,8750 h	0,203	-	-	1pD
16.	3,5765	-0,0147	0,8730 h	0,203	-	-	1pD
17.	3,5254	-0,0127	0,8720 h	0,203	-	-	1pD
18.	3,4999	-0,0108	0,8714 h	0,203	-	-	1pD
19.	3,4813	-0,0098	0,8710 h	0,203	-	-	1pD
20.	3,4689	-0,0078	0,8707 h	0,203	-	-	1pD
21.	3,4561	-0,0049	0,8704 h	0,203	-	-	1pD
22.	3,4419	-0,0039	0,8700 h	0,203	-	-	1pD
23.	3,4286	-0,0010	0,8697 h	0,203	-	-	1pD
24.	3,4184	0,0000	0,8694 h	0,203	-	-	1pD
25.	3,4077	0,0020	0,8691 h	0,203	-	-	1pD
26.	3,4066	0,0029	0,8691 h	0,203	-	-	1pD
27.	3,4156	0,0059	0,8692 h	0,203	-	-	1pD
28.	3,4368	0,0069	0,8696 h	0,203	-	-	1pD
29.	3,4691	0,0088	0,8703 h	0,203	-	-	1pD
30.	3,5100	0,0098	0,8711 h	0,203	-	-	1pD
31.	3,5625	0,0118	0,8721 h	0,203	-	-	1pD
32.	3,6867	0,0118	0,8745 h	0,203	-	-	1pD
33.	3,8415	0,0147	0,8773 h	0,203	-	-	1pD
34.	4,0175	0,0167	0,8795 h	0,203	-	-	1pD
35.	4,2010	0,0177	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
36.	4,3567	0,0196	0,8846 h	0,203	-	-	1pD
37.	4,4758	0,0216	0,8866 h	0,203	-	-	1pD
38.	4,5618	0,0226	0,8876 h	0,203	-	-	1pD
39.	4,6271	0,0245	0,8882 h	0,203	-	-	1pD
40.	4,7110	0,0255	0,8894 h	0,203	-	-	1pD
41.	4,7689	0,0265	0,8903 h	0,203	-	-	1pD
42.	4,8079	0,0284	0,8908 h	0,203	-	-	1pD
43.	4,8350	0,0294	0,8912 h	0,203	-	-	1pD
44.	4,8536	0,0294	0,8914 h	0,203	-	-	1pD
45.	4,8693	0,0304	0,8916 h	0,203	-	-	1pD
46.	4,8769	0,0314	0,8917 h	0,203	-	-	1pD
47.	4,8815	0,0314	0,8917 h	0,203	-	-	1pD
48.	4,8865	0,0324	0,8918 h	0,203	-	-	1pD
49.	4,8880	0,0324	0,8918 h	0,203	-	-	1pD
50.	4,8891	0,0333	0,8918 h	0,203	-	-	1pD
51.	4,8834	0,0343	0,8916 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 ('†' 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  $\otimes$  die Bruchhöhe an und  $t_{\otimes}$  gibt dafür den relativen Zeitpunkt an.

Die Angabe  $\Omega_k$  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

**Zur Volumenberechnung der Vorlagemenge wurde die Angabetemperatur 25,01°C anstelle der beigemessenen 25,05°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, "Temperaturdiagramm", 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. Mit Diagramm 3, "zeitlicher Verlauf", werden die Messwerte der Oberflächenspannung in ihrer zeitlichen Verlaufsform angezeigt. Bei isothermen Bedingungen - und längeren Messzyklen - können ausgedehnte Mittelwerte erhalten werden oder Stabilität bzw. Instabilität bei den Messbedingungen zur Anzeige kommen. Der temperaturkompensierte Verlauf der Referenz zu "Wasser" kann parallel zu den Messwerten hier angezeigt werden. 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, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.

**Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen:** Datenbankvorschläge anzeigen, alternative Einheiten, Zusatzinformationen 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 Ausgabeoptionen 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 6949, Datenbank Opti13) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (= standard-i2), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.

## Programmausführung & Audit-Trail

Für diese Messung wurde das Messprogramm "**CMC-Dodecylsulfat**" ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 17.09.05 zwischen 20:14:35 und 22:12:13, Laufzeit 117,6 Minuten. Eine Ablaufdokumentation wurde nicht aufgezeichnet. Auf ein zusätzliches Protokoll wurde auch verzichtet. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt. Das Ergebnis wurde erstmals am 18.09.05 um 00:39 zur Ansicht gebracht. Und die Originaldaten wurden gemäß Audit-Log verändert:

\*\*\*\* MESSDATEN-Änderung durch imeter \*\*\*\* Tag/Zeit: 13.02.2006 16:34:31 \*\*\*\*

Änderung der Fallbeschleunigung (als Faktor und Rückrechnung in den Rohdaten!) von 9,81 nach 9,80769 [m/s<sup>2</sup>]

Unter dem Eintrag 6949 sind Messdaten in der Datenbank '**Opti13**' gespeichert.

## Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde zuletzt 1,4 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/cm<sup>3</sup>, Luftdichte\*) 1,2kg/m<sup>3</sup>, Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec<sup>2</sup> für die Fallbeschleunigung\*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01K, die Unsicherheit\*) 0,03K. imeter-Softwareversion 4.1.100, LizenzN° \*3037-4759\*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (G, 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 Text interpretiert eine Datenlage, die als Folge der Ausführung eines Messprogramms entstand, welches zu einer Fragestellung formuliert wurde und auf die Probe Anwendung fand“. Sprachelemente und Techniken stehen bereit für genaueste, unbegrenzte, hochvariable, definitive, rückführbare und wohldokumentierte Eigenschafts- Erfahrungen.

Das System ermöglicht Labormessungen in Echtzeit, auf höchstem Niveau und ist auch geeignet für das Monitoring bei Produktionsprozessen, zur Dokumentation kinetischer Vorgänge etc.; **imeter** erlaubt während der Messung die Steuerung und Regelung über die Messgröße! – Es ist spielerisch einfach!

### **imeter**

intelligent, integriert,  
automatisiert -  
physikalische Messtechnik  
verfeinert, kombiniert und  
zusammengefasst -  
ein Messgerät für

- ◆ Flüssigkeitsdichte
- ◆ Festkörperdichte
- ◆ Oberflächenspannung
- ◆ Viskosität
- ◆ Sedimentation
- ◆ Konsistenz u.A.

Kreative Freiräume  
einfache Handhabung  
Überlegene Technik

**i meter**

Beispiele zu Ober- und Grenzflächenspannung (Weblink):

[http://www.imeter.de/interim/4\\_Oberflspannung.htm#Beispiele](http://www.imeter.de/interim/4_Oberflspannung.htm#Beispiele)

Allgemeine Infos zum Thema (Weblink):

[http://www.imeter.de/interim/4\\_Oberflspannung\\_A.htm](http://www.imeter.de/interim/4_Oberflspannung_A.htm)

Übersicht zu **imeter** (PDF-Dokument):

<http://www.imeter.de/download/imeter-kompakt.pdf>

Ob sich ein ganzes **imeter** für Sie lohnt? - Wir setzen uns gerne auch für Auftragsuntersuchungen ein; lassen Sie Ihr 'Problem' testen, delegieren Sie doch einfach ein paar Aufgaben!

©2006 imeter/MSB Breitwieser MessSysteme  
Verantwortung: Michael Breitwieser,  
Morellstrasse 6, D-86159 Augsburg  
Tel. (+49)0821/706450, Fax 0821/7473489  
<http://www.imeter.de>