

## Oberflächenspannung/CMC: „Adsorption“

Mit dem Tensid Polydocanol (Thesit), dessen CMC bei 0.5 bis 0.6g/L stabil gefunden wird, wird eine *Adsorptionsmessung* mit Silicagel ausgeführt. Dazu wird reinem Wasser eine Menge des Adsorbens zugegeben und eingemischt. Nach der Prüfung der Wasser-Oberflächenspannung wird die verd. Tensidlösung zudosiert. - Die Tensidmenge, die vom Adsorbens *eingefangen* wird, fehlt und führt zu einer CMC-Erhöhung.

**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](http://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). Variabel sind nicht nur die Messdaten - sondern auch Umstände und Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Dazu passend verfügt *IMETER* einerseits über eine Modellersprache, 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).*

automatischer Bericht (887CB0T16312B), imeter/MSB, Augsburg am 13.02.06

imeter V.4.10 

### ID N° 97 - Oberflächenspannung / CMC

ausgeführt am Freitag, 11 November 2005, von imeter

**Titel:** SILICAGEL / CMC - Polydocanol

**Bemerkung:**

*54,5299g Wasser + 1,5697g Silicagel (Krist .mit dest. Wasser sorgfältig gewaschen, Gewicht bei Feuchte nach Lagerung im Exci. über Blaugel) vorgelegt, gut bei heftigem Rühren gemischt (10min).*

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

**Ergebnis:**  $CMC_{25,00^{\circ}C} = 0,12mg \cdot cm^{-3}, \gamma_{CMC} = 31,28mN \cdot m^{-1}$

### 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:** < **Test einer recht einfach auszuführenden, aussagekräftigen Technik. -- Nicht nur der CMC-Wert, auch der Verlauf der Oberflächenspannung kann interpretierbare Informationen enthalten. Je nach Qualität der eingesetzten Substanzen (chemisch und konstitutionell einheitliches Tensid, definierte Oberfläche, Porenweiten etc.). Ggf. kann die Methode zur Absolutbestimmung der Oberfläche .. analog der Gasadsorption .. oder mehr differenziert .. durch geometrische Zugänglichkeiten - eine "Size-Exclusion" ermöglichen [Messung von "Küstenlinien" mit verschiedenen feinen Massstäben]. ...** > **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) unstetig ist. Diese Konzentration heißt **kritische Mizellenkonzentration** kurz CMC. Bei weiter steigender Konzentration (hier ab 0,12mg/cm<sup>3</sup>) 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-Polydocanol\_II' - der 'Normalmethode' zu dieser Messung, sind dazu die Handhabungen niedergelegt.

### • Zur Bestimmung des CMC-Wertes

Die CMC, 0,118 mg/cm<sup>3</sup> bei der Temperatur 25,00 ± 0,01°C, wurde über den Differenzenquotient  $\Delta\gamma/\Delta\ln(c)$  ermittelt. Aus dem Werteverlauf wurde sie als Oberflächenspannungs-Minimum (Nulldurchgang von  $d\gamma/d\ln(c)$ ) ermittelt.

#### Dosis und Wirkung:

Adsorptionsbereich : 0,0029 ... 0,037mg/cm<sup>3</sup>,

$$\gamma = f(C_{[\text{mg}/\text{cm}^3]}) = 13,75 - 4,622 \cdot \ln(c) + 0,6761 \cdot \ln(c)^2 \quad r^2 = 0,99970$$

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

bei  $C_{\text{CMC}}/10$  -10,6, bei  $C_{\text{CMC}}/4$  -9,39, bei  $C_{\text{CMC}}/2$  -8,45

Sättigungsbereich : 0,42 ... 0,51mg/cm<sup>3</sup>,

$$\gamma = f(C_{[\text{mg}/\text{cm}^3]}) = 31,44 - 0,1854 \cdot \ln(c) \quad r^2 = 0,62$$

Charakteristische Werte der Oberflächenspannung:

- CMC	: 31,28mN/m	0,12mg/cm <sup>3</sup>	1,0·CMC
- C <sub>Max.</sub>	: 31,57mN/m	0,51mg/cm <sup>3</sup>	4,3·CMC
- $\gamma_{\text{min.}}$	: 31,25mN/m	0,12mg/cm <sup>3</sup>	1,0·CMC

**Vorlage:** Wasser (Augsburg DW), Masse 54,28±0,05g, angegeben wurde der Wägewert 54,22g, Volumen 54,44cm<sup>3</sup>, Dichte 0,997048g/cm<sup>3</sup>. Die Dichte bei 25°C wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.

**Zudosierung:** Polydocanol (P1), 53 Zugaben.

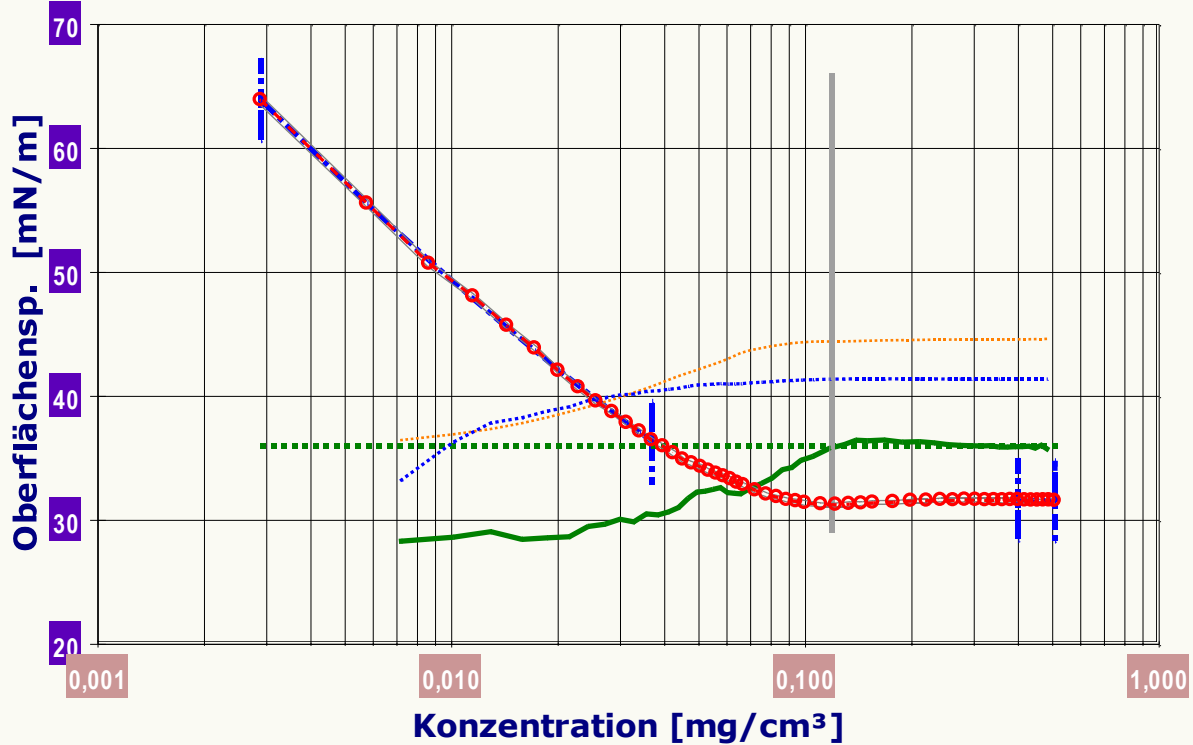
Wirkstoffkonzentration 1,796 ± 5,6E-2mg/cm<sup>3</sup>, Dichte 0,9989g/cm<sup>3</sup> als Festwert angegeben. Temperaturangabe der Dosierung als Festwert 20,00°C. Als volumetrische Zugabe, automatische Dosierung.

**Entnahmen:** 29 Entnahmen als Volumen, automatisch ausgeführt.

**Mengenbilanz:** Gesamte Entnahmemenge 18,78g, 18,83cm<sup>3</sup>, Dosiermenge 17,54g, 17,56cm<sup>3</sup>, Vorlagenmasse am Ende 53,0344g bzw. 53,16 ± 0,42cm<sup>3</sup>, darin enthaltene Wirkstoffmenge: 26,9712mg.

**Konzentrationsbereich der Messung:** 2,9ppm - 0,51‰ (m/m), Endkonzentration 0,5073 ± 0,0004mg/cm<sup>3</sup>. Angenommene Dichtezunahme durch die Dosierung, insgesamt 0,0006g/cm<sup>3</sup> (0,55‰).

*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 der Oberflächenspannung bei CMC und  $\gamma_{\text{min.}}$  kann dabei auftreten. Die alternative CMC-Bestimmung verwendet den Wendepunkt 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 differentiellen 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,  $\gamma = 71,94\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$ , die im Mittel für 3,9 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde.

N°	$\Delta m[\text{g}]$	$\pm\%$	$t_{\Delta c}$	$\Delta t, [\text{min}]$	$\gamma$	$c [\text{mg}/\text{cm}^3]$	$\pm\%$	$c (\text{m}/\text{m})$
1.	---	---	---	-3,9 (5)	71,94	0	0	<54,44cm <sup>3</sup> >
2.	0,0877	2,3%	6,4	1,8	63,88	2,89E-3	2,1%	2,9ppm
3.	0,0877	2,3%	8,3	1,7	55,54	5,77E-3	1,5%	5,8ppm
4.	0,0877	2,3%	10,1	1,6	50,69	8,65E-3	1,2%	8,7ppm
5.	0,0877	2,3%	11,9	1,6	48,05	0,0115	1,0%	12ppm
6.	0,0877	2,3%	13,7	1,6	45,68	0,0144	0,93%	14ppm
7.	0,0877	2,3%	15,5	1,5	43,86	0,0172	0,85%	17ppm
8.	0,0877	2,3%	17,2	1,5	42,05	0,0200	0,79%	20ppm
9.	0,0877	2,3%	19,0	1,5	40,71	0,0229	0,74%	23ppm
10.	0,0877	2,3%	20,7	1,5	39,58	0,0257	0,70%	26ppm
11.	0,0877	2,3%	22,5	1,6	38,72	0,0285	0,66%	29ppm
12.	0,0877	2,3%	24,3	1,6	37,84	0,0313	0,63%	31ppm
13.	0,0877	2,3%	26,1	1,5	37,16	0,0341	0,60%	34ppm
14.	0,0877	2,3%	27,9	1,5	36,44	0,0369	0,58%	37ppm
15.	0,0877	2,3%	29,5	1,6	35,96	0,0397	0,56%	40ppm
16.	0,0877	2,3%	31,3	1,6	35,39	0,0424	0,54%	43ppm
17.	0,0877	2,3%	33,0	1,5	34,88	0,0452	0,53%	45ppm
18.	0,0877	2,3%	34,7	1,6	34,58	0,0479	0,51%	48ppm
19.	0,0877	2,3%	36,5	1,5	34,30	0,0507	5,0‰	51ppm
20.	0,0877	2,3%	38,2	1,5	33,99	0,0534	4,8‰	54ppm
21.	0,0877	2,3%	39,9	1,5	33,75	0,0561	4,7‰	56ppm
22.	0,0877	2,3%	41,7	1,6	33,54	0,0588	4,6‰	59ppm
23.	0,0877	2,3%	43,4	1,6	33,30	0,0615	4,5‰	62ppm
24.	0,0877	2,3%	45,2	1,6	33,02	0,0642	4,4‰	64ppm
25.	0,0877	2,3%	46,9	1,6	32,83	0,0669	4,3‰	67ppm
26.	-0,6475	3,1‰	48,8	---	---	0,0669	4,3‰	<55,9cm <sup>3</sup> >
27.	0,1754	1,1‰	49,1	1,1	32,40	0,0723	4,0‰	73ppm
28.	-0,6475	3,1‰	50,4	---	---	0,0723	4,0‰	<55,42cm <sup>3</sup> >

29.	0,1754	1,1‰	50,7	1,1	32,06	0,0778	3,7‰	78ppm
30.	-0,6475	3,1‰	52,0	---	---	0,0778	3,7‰	<54,95cm <sup>3</sup> >
31.	0,1754	1,1‰	52,3	1,1	31,86	0,0833	3,5‰	83ppm
32.	-0,6475	3,1‰	53,6	---	---	0,0833	3,5‰	<54,48cm <sup>3</sup> >
33.	0,1754	1,1‰	53,9	1,2	31,63	0,0888	3,3‰	89ppm
34.	-0,6476	3,1‰	55,2	---	---	0,0888	3,3‰	<54,00cm <sup>3</sup> >
35.	0,1754	1,1‰	55,5	1,1	31,53	0,0943	3,1‰	95ppm
36.	-0,6476	3,1‰	56,8	---	---	0,0943	3,1‰	<53,53cm <sup>3</sup> >
37.	0,1754	1,1‰	57,1	1,1	31,40	0,0999	2,9‰	0,10‰
38.	-0,6476	3,1‰	58,5	---	---	0,0999	2,9‰	<53,05cm <sup>3</sup> >
39.	0,3507	2,8‰	58,8	1,2	31,28	0,111	2,6‰	0,11‰
40.	-0,6476	3,1‰	60,2	---	---	0,111	2,6‰	<52,76cm <sup>3</sup> >
41.	0,3507	2,8‰	60,5	1,2	31,25	0,122	2,4‰	0,12‰
42.	-0,6476	3,1‰	61,8	---	---	0,122	2,4‰	<52,46cm <sup>3</sup> >
43.	0,3507	2,8‰	62,2	1,1	31,30	0,133	2,2‰	0,13‰
44.	-0,6476	3,1‰	63,5	---	---	0,133	2,2‰	<52,16cm <sup>3</sup> >
45.	0,3507	2,8‰	63,8	1,1	31,35	0,144	2,1‰	0,14‰
46.	-0,6476	3,1‰	65,1	---	---	0,144	2,1‰	<51,86cm <sup>3</sup> >
47.	0,3507	2,8‰	65,4	1,1	31,41	0,155	1,9‰	0,16‰
48.	-0,6476	3,1‰	66,7	---	---	0,155	1,9‰	<51,56cm <sup>3</sup> >
49.	0,7014	1,4‰	67,1	1,1	31,46	0,178	1,7‰	0,18‰
50.	-0,6476	3,1‰	68,4	---	---	0,178	1,7‰	<51,62cm <sup>3</sup> >
51.	0,7014	1,4‰	68,8	1,2	31,56	0,199	1,6‰	0,20‰
52.	-0,6476	3,1‰	70,2	---	---	0,199	1,6‰	<51,67cm <sup>3</sup> >
53.	0,7014	1,4‰	70,6	1,2	31,57	0,221	1,5‰	0,22‰
54.	-0,6476	3,1‰	71,9	---	---	0,221	1,5‰	<51,72cm <sup>3</sup> >
55.	0,7014	1,4‰	72,3	1,1	31,62	0,242	1,4‰	0,24‰
56.	-0,6477	3,1‰	73,6	---	---	0,242	1,4‰	<51,77cm <sup>3</sup> >
57.	0,7014	1,4‰	74,0	1,2	31,60	0,263	1,3‰	0,26‰
58.	-0,6477	3,1‰	75,4	---	---	0,263	1,3‰	<51,83cm <sup>3</sup> >
59.	0,7014	1,4‰	75,8	1,3	31,65	0,283	1,2‰	0,28‰
60.	-0,6477	3,1‰	77,3	---	---	0,283	1,2‰	<51,88cm <sup>3</sup> >
61.	0,7014	1,4‰	77,7	1,2	31,63	0,303	1,1‰	0,30‰
62.	-0,6477	3,1‰	79,1	---	---	0,303	1,1‰	<51,93cm <sup>3</sup> >
63.	0,7014	1,4‰	79,4	1,1	31,61	0,323	1,1‰	0,32‰
64.	-0,6477	3,1‰	80,8	---	---	0,323	1,1‰	<51,99cm <sup>3</sup> >
65.	0,7014	1,4‰	81,2	1,1	31,61	0,343	1,1‰	0,34‰
66.	-0,6477	3,1‰	82,5	---	---	0,343	1,1‰	<52,04cm <sup>3</sup> >
67.	0,7014	1,4‰	82,9	1,2	31,60	0,362	1,0‰	0,36‰
68.	-0,6477	3,1‰	84,2	---	---	0,362	1,0‰	<52,09cm <sup>3</sup> >
69.	0,7014	1,4‰	84,6	1,1	31,62	0,381	0,99‰	0,38‰
70.	-0,6477	3,1‰	85,9	---	---	0,381	0,99‰	<52,14cm <sup>3</sup> >
71.	0,7014	1,4‰	86,3	1,2	31,62	0,400	0,96‰	0,40‰
72.	-0,6478	3,1‰	87,7	---	---	0,400	0,96‰	<52,2cm <sup>3</sup> >
73.	0,7014	1,4‰	88,1	1,2	31,60	0,419	0,93‰	0,42‰
74.	-0,6478	3,1‰	89,5	---	---	0,419	0,93‰	<52,25cm <sup>3</sup> >
75.	0,7014	1,4‰	89,9	1,2	31,59	0,437	0,91‰	0,44‰
76.	-0,6478	3,1‰	91,2	---	---	0,437	0,91‰	<52,3cm <sup>3</sup> >
77.	0,7014	1,4‰	91,6	1,2	31,59	0,455	0,89‰	0,46‰
78.	-0,6478	3,1‰	93,0	---	---	0,455	0,89‰	<52,36cm <sup>3</sup> >
79.	0,7014	1,4‰	93,4	1,1	31,59	0,473	0,87‰	0,47‰
80.	-0,6478	3,1‰	94,8	---	---	0,473	0,87‰	<52,41cm <sup>3</sup> >
81.	0,7014	1,4‰	95,2	1,2	31,60	0,490	0,86‰	0,49‰
82.	-0,6478	3,1‰	96,6	---	---	0,490	0,86‰	<52,46cm <sup>3</sup> >
83.	0,7014	1,4‰	96,9	1,2	31,55	0,507	0,85‰	0,51‰

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. ±%) sowie die Zeitpunktmitte (4. t<sub>1c</sub>) 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<sub>i</sub>) 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. ±%) aus der Fehlerfortpflanzung der Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben 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 Kalibriergewichtsdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis (**m/m**) an.

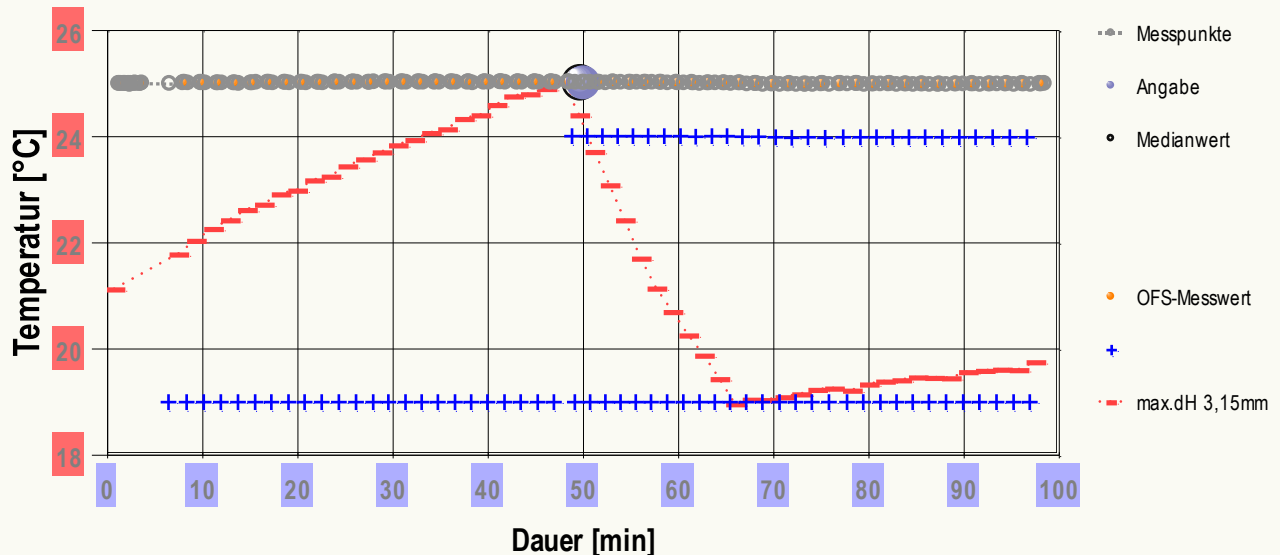
**Besonderheiten:** Spalte 5., Δt<sub>i</sub>, dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern wieviele Messungen dazu stattfanden. - γ gibt hier Mittelwerte an (Einzelheiten zu den Messwerten 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<sub>i</sub> 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 58 Mal gemessen, die Nettodauer des Messablaufs betrug 1,6 Stunden, der Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum: mäßig isotherm bei 25°C. Die Streuung, als rel. Standardabweichung, der den Messwerten zugeordnete Temperatur, beträgt 0,58‰ (Mittelw.: 25,00±0,01°C)

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



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.

**Berechnung:** 'autoselect' (Harkins & Jordan), **Messring:** Standard (2A), Korrekturfaktor 1,0348.

Ringradius 9,855mm, Drahradius 0,185mm, Ausdehnungskoeffizient  $8,9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ , Gefäßoberfläche 1452,2mm<sup>2</sup>.

**Zur Vorlagensubstanz:** Dichte  $0,997048 \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  (bei 25,00°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. .

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]	$\gamma$ [mN·m <sup>-1</sup> ]	H [mm]	$\tau_{\text{rel.}}$ [s]	$\rho_{\Delta}$ [g·cm <sup>-3</sup> ]
1.	1,4	24,99	72,04	4,04	3,4	0,9959
2.	2,0	24,99	71,97	4,12	3,6	0,9959
3.	2,5	24,97	71,94	4,05	3,5	0,9959
4.	3,0	25,00	71,91	4,03	3,4	0,9958
5.	3,6	24,99	71,85	4,03	3,4	0,9959
6.	8,2	25,01	63,88	3,87	3,9	0,9959
7.	10,0	25,00	55,54	3,65	4,2	0,9959
8.	11,7	25,00	50,69	3,53	3,8	0,9959
9.	13,5	25,00	48,05	3,39	3,3	0,9959
10.	15,3	25,00	45,68	3,31	4,0	0,9959
11.	17,0	25,01	43,86	3,28	3,9	0,9959
12.	18,8	25,01	42,05	3,18	3,5	0,9959
13.	20,5	25,01	40,71	3,17	3,5	0,9959
14.	22,3	25,01	39,58	3,11	3,3	0,9959
15.	24,1	25,02	38,72	3,12	3,4	0,9959
16.	25,9	25,01	37,84	3,05	3,1	0,9959
17.	27,6	25,01	37,16	3,02	4,0	0,9959

18.	29,4	25,01	36,44	3,00	3,9	0,9959
19.	31,1	25,01	35,96	2,97	3,8	0,9959
20.	32,9	25,01	35,39	2,97	3,8	0,9959
21.	34,6	25,02	34,88	2,95	3,7	0,9959
22.	36,3	25,01	34,58	2,96	3,8	0,9959
23.	38,0	25,02	34,30	2,91	3,6	0,9959
24.	39,8	25,02	33,99	2,94	3,7	0,9959
25.	41,5	25,02	33,75	2,88	3,4	0,9959
26.	43,2	25,02	33,54	2,87	3,4	0,9959
27.	45,0	25,02	33,30	2,88	3,4	0,9959
28.	46,8	25,02	33,02	2,88	3,5	0,9959
29.	48,6	25,01	32,83	2,86	3,4	0,9959
30.	50,2	25,01	32,40	2,83	3,2	0,9959
31.	51,8	25,01	32,06	2,84	3,3	0,9959
32.	53,4	25,01	31,86	2,81	4,3	0,9959
33.	55,1	25,01	31,63	2,81	4,2	0,9960
34.	56,7	25,01	31,53	2,84	4,4	0,9960
35.	58,3	25,01	31,40	2,48	4,1	0,9960
36.	60,0	25,01	31,28	2,79	4,1	0,9960
37.	61,6	25,00	31,25	2,80	4,1	0,9960
38.	63,3	25,00	31,30	2,76	4,1	0,9960
39.	64,9	25,00	31,35	2,77	4,0	0,9960
40.	66,6	25,00	31,41	2,81	4,2	0,9960
41.	68,3	24,99	31,46	2,78	4,0	0,9960
42.	70,0	24,98	31,56	2,81	4,2	0,9961
43.	71,7	24,98	31,57	2,81	4,2	0,9961
44.	73,5	24,97	31,62	2,80	4,1	0,9961
45.	75,2	24,99	31,60	2,77	4,0	0,9961
46.	77,1	24,98	31,65	2,78	4,0	0,9962
47.	78,9	24,99	31,63	2,82	3,2	0,9962
48.	80,6	24,98	31,61	2,78	4,1	0,9962
49.	82,3	24,99	31,61	2,78	4,0	0,9962
50.	84,0	24,98	31,60	2,79	4,1	0,9962
51.	85,7	24,98	31,62	2,78	4,0	0,9963
52.	87,5	24,98	31,62	2,80	4,1	0,9963
53.	89,3	24,98	31,60	2,82	3,3	0,9963
54.	91,0	24,99	31,59	2,79	4,1	0,9963
55.	92,8	24,98	31,59	2,79	4,1	0,9963
56.	94,6	24,98	31,59	2,81	4,2	0,9963
57.	96,3	24,98	31,60	2,83	4,3	0,9964
58.	98,2	24,98	31,55	2,78	4,1	0,9964

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

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

N°	F <sub>max.</sub> [mN]	F <sub>bz.</sub> [mN]	f <sub>k</sub>	v <sub>z</sub> [mm·s <sup>-1</sup> ]	⊗[mm]	t <sub>0</sub> [s]	Ω <sub>k</sub>
1.	9,2255	-0,0059	0,9339 h	0,203	-	-	1pD
2.	9,2165	-0,0069	0,9338 h	0,203	-	-	1pD
3.	9,2125	-0,0069	0,9338 h	0,203	-	-	1pD
4.	9,2122	-0,0039	0,9338 h	0,203	-	-	1pD
5.	9,2065	-0,0029	0,9337 h	0,203	-	-	1pD
6.	8,2545	-0,0049	0,9256 h	0,203	-	-	1pD
7.	7,2462	-0,0069	0,9165 h	0,203	-	-	1pD
8.	6,6664	0,0098	0,9113 h	0,203	-	-	1pD
9.	6,3295	-0,0069	0,9075 h	0,203	-	-	1pD
10.	6,0425	-0,0029	0,9043 h	0,203	-	-	1pD
11.	5,8167	-0,0029	0,9019 h	0,203	-	-	1pD
12.	5,5923	-0,0029	0,8993 h	0,203	-	-	1pD
13.	5,4263	-0,0029	0,8973 h	0,203	-	-	1pD
14.	5,2881	-0,0010	0,8955 h	0,203	-	-	1pD
15.	5,1809	-0,0020	0,8941 h	0,203	-	-	1pD
16.	5,0710	0,0000	0,8930 h	0,203	-	-	1pD
17.	4,9861	0,0010	0,8920 h	0,203	-	-	1pD
18.	4,8963	0,0010	0,8908 h	0,203	-	-	1pD
19.	4,8377	0,0020	0,8898 h	0,203	-	-	1pD
20.	4,7695	0,0039	0,8889 h	0,203	-	-	1pD
21.	4,7260	0,0255	0,8881 h	0,203	-	-	1pD
22.	4,6688	0,0059	0,8876 h	0,203	-	-	1pD
23.	4,6331	0,0059	0,8871 h	0,203	-	-	1pD
24.	4,5953	0,0069	0,8864 h	0,203	-	-	1pD

25.	4,5658	0,0069	0,8860 h	0,203	-	-	1pD
26.	4,5414	0,0088	0,8855 h	0,203	-	-	1pD
27.	4,5145	0,0118	0,8850 h	0,203	-	-	1pD
28.	4,4787	0,0108	0,8845 h	0,203	-	-	1pD
29.	4,4563	0,0127	0,8841 h	0,203	-	-	1pD
30.	4,4027	0,0137	0,8834 h	0,203	-	-	1pD
31.	4,3580	0,0118	0,8828 h	0,203	-	-	1pD
32.	4,3342	0,0137	0,8825 h	0,203	-	-	1pD
33.	4,3045	0,0137	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
34.	4,2928	0,0147	0,8819 h	0,203	-	-	1pD
35.	4,2783	0,0167	0,8817 h	0,203	-	-	1pD
36.	4,2629	0,0167	0,8815 h	0,203	-	-	1pD
37.	4,2589	0,0157	0,8814 h	0,203	-	-	1pD
38.	4,2664	0,0167	0,8815 h	0,203	-	-	1pD
39.	4,2740	0,0186	0,8816 h	0,203	-	-	1pD
40.	4,2813	0,0177	0,8817 h	0,203	-	-	1pD
41.	4,2887	0,0186	0,8818 h	0,203	-	-	1pD
42.	4,3020	0,0196	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
43.	4,3048	0,0206	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
44.	4,3102	0,0196	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
45.	4,3073	0,0196	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
46.	4,3140	0,0206	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
47.	4,3122	0,0206	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
48.	4,3102	0,0216	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
49.	4,3119	0,0226	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
50.	4,3105	0,0226	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
51.	4,3129	0,0226	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
52.	4,3138	0,0235	0,8821 h	0,203	-	-	1pD
53.	4,3118	0,0245	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
54.	4,3113	0,0255	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
55.	4,3122	0,0265	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
56.	4,3117	0,0255	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
57.	4,3135	0,0265	0,8820 h	0,203	-	-	1pD
58.	4,3082	0,0265	0,8819 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 Randalagen 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  $\emptyset$  die Bruchhöhe an und  $t_{\emptyset}$  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.

**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 Wesentlich eingekürzt und ausgedruckt werden. Das ganze 'File' inklusive der "Grund-Rohdaten" ist stets über die ID (hier Nummer 97, Datenbank imeter-Beispiele) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. nachfolgende ausgegebene Informationen enthalten, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (= standard-i1), verschiedene 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-Polydocanol\_II**" ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 11.11.05 zwischen 21:34:11 und 23:12:43, Laufzeit 98,5 Minuten. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt. Das Ergebnis wurde erstmals am 12.11.05 um 01:38 zur Ansicht gebracht. Und die Originaldaten wurden gemäß Audit-Log verändert:

**\*\* KOPIERT AUS DER DATENBANK Opti13, N° 7032\*\*** von imeter, Am 21.11.05 um 14:05

**\*\*\*\* MESSDATEN-Änderung durch imeter \*\*\*\*** Tag/Zeit: 13.02.2006 14:45:19 \*\*\*\*

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

Unter dem Eintrag 97 sind Messdaten in der Datenbank '**imeter-Beispiele**' abgelegt.

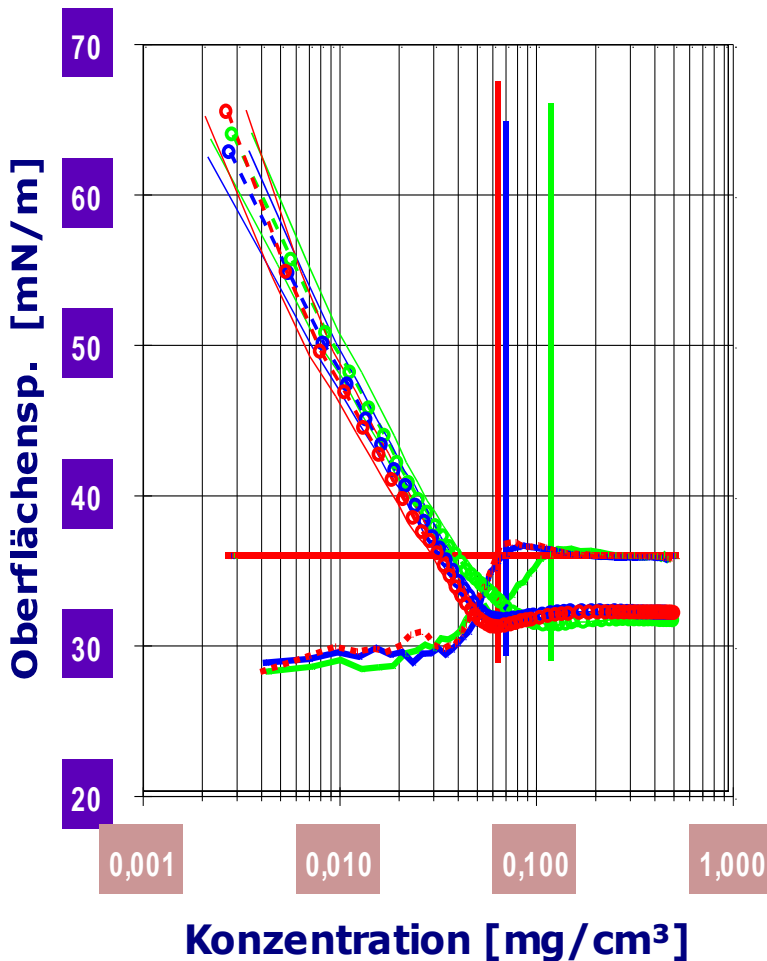
## Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde 3,0 Stunden vor 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 4.1.103, 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 Eigenschafts-Erfahrungen. -- Diagramme und auch der Bericht entstehen während der Messung in Echtzeit.



Diagrammvergleich:  
 Messung ohne Zusatz (rot, CMC=0.6g/L),  
 12 Gew.-% Quarzsand (blau, CMC=0.7g/L)  
 3% Silicagel (grün, CMC=1.2g/L).



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](http://www.imeter.de)

Wir setzen IMETER auch für Dienstleistungen ein:  
[www.imeter.de/adienstleistungen.html](http://www.imeter.de/adienstleistungen.html)

Probieren Sie es einfach aus!