



PROTOKOLL PHYSIKALISCHE CHEMIE

Oberflächenspannung an Grenzflächen

Gruppe 2.1 (BCUC4)

Teilnehmer:

Willy Messerschmidt

Protokollführer: Willy Messerschmidt

Datum der Versuchsdurchführung: 18.06.2020

Abgabedatum: 18.06.2020

Merseburg den 3. Juli 2020

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Versuchsziel	2
2	Theoretische Grundlagen	2
3	Versuchsdurchführung	2
4	Ergebnisse	3
4.1	Berechnung des Apparatekorrekturfaktors	3
4.2	Einwaagen und Volumina der hergestellten Lösungen	4
4.3	Korrektur der abgelesenen Oberflächenspannungen	5
4.4	Prüfung auf Ausreißer	5
4.5	Probe auf linearen Zusammenhang	5
5	Fehlerbetrachtung	6
6	Diskussion der Ergebnisse	7
7	Zusammenfassung und Fazit	11
	Literaturverzeichnis	12
	Anhang	12

1 Einleitung und Versuchsziel

Die Oberflächenspannung ist ein allgegenwärtiges Phänomen. Sie ist auch in Industrie und Technik von großer Bedeutung, da durch sie Grenzflächen und ihr Verhalten geprägt werden. Sie ist essentiell, um Prozesse mit Phasenübergängen, das Benetzungsverhalten und die Tropfenbildung zu beschreiben.

In diesem Versuch wurden Untersuchungen zum Verhalten der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten unter dem Einfluss von Temperatur und Fremdstoffbeimischungen durchgeführt.

2 Theoretische Grundlagen

Zwischen den Teilchen einer Flüssigkeit wirken Kohäsions- und Adhäsionskräfte. Im Inneren einer Flüssigkeit erfährt jedes Teilchen, von jeder Seite, die gleichen Anziehungs- und Abstoßungskräfte. An der Grenzfläche der Flüssigkeit hin zu einem Gas sieht sich das Flüssigkeitsteilchen unterschiedlichen Abstoßungs- und Anziehungskräften ausgesetzt. Die Anziehungskräfte zwischen den Flüssigkeitsmolekülen wirken dabei stärker als die zu den Gasmolekülen. Es resultiert eine senkrecht auf die Flüssigkeitsoberfläche gerichtete Kraft. Um diese zu überwinden und die Flüssigkeitsoberfläche zu vergrößern, muss eine entsprechend größere Kraft bzw. Arbeit aufgebracht werden. Dabei ist die aufzuwendende Arbeit proportional zur betrachteten Oberflächenänderung (siehe Gl.(1)). Als Proportionalitätsfaktor wird die Oberflächenspannung σ eingeführt. Diese ist stoff- und temperaturabhängig.

$$\Delta W = \sigma \cdot \Delta A \quad (1)$$

Es existieren einige Möglichkeiten die Oberflächenspannung zu bestimmen. Hier wird die Oberflächenspannung mit der Ringmethode nach DU NOÜY gemessen. Dabei wird ein Platin-Iridium-Ring aus einer Flüssigkeit herausgezogen. Aus der Kraft, die aufgebracht werden muss um den anhaftenden Flüssigkeitsfilm zum Abriss zu bringen, geht die Oberflächenspannung hervor. Die Kraftmessung erfolgt durch eine Torsionswaage mit einem Waagebalken, an welchem der Ring befestigt ist (vgl. Abb.1). Der erhaltene Messwert muss anschließend korrigiert werden. Dabei werden die Korrekturfaktoren die Einflüsse der Geometrie des Ringes, des angehobenen Flüssigkeitsfilmes und des Apparates berücksichtigt. Die vollständige Formel ist in Gleichung aufgeführt.

$$\sigma = \sigma^* \cdot K_{Ka} \cdot K \quad (2)$$

3 Versuchsdurchführung

Der Versuch wurde mit dem Einschalten des Thermostaten zur Temperaturegelung des Temperiermantels um das Probengefäßes begonnen. Der DU-NOÜY-Ring wurde,

wie auch das Probengefäß, in Aceton gespült und in den dafür vorgesehenen Haken am Waagebalken eingehängt. Die Plattform des Tensiometers wurde anhand der eingebauten Libelle auf einen geraden Stand überprüft. Die Nachfolgende Prozedur wiederholt sich bei jeder Messung. Der Probentisch wurde bis zur Markierung nach oben ausgefahren und so eingestellt, dass der sich der Ring am Waagebalken in Nullstellung etwa 5 mm unterhalb des Flüssigkeitspiegels befindet. Gegebenenfalls muss er leicht mit dem Finger nach unten gedrückt werden, da er beim Eintauchen an der Oberfläche haften bleibt. Die Nachfolgende Prozedur wiederholt sich bei jeder Messung. Während der Messungen sind drei Handlungen gleichzeitig auszuführen. Der Probentisch wird behutsam durch Betätigung des Stellrades nach unten gefahren. Dabei wird überwacht, ob der Waagebalken sich aus dem Weißen bereich der Markierung bewegt. Der eintretenden Bewegung nach unten wird, durch Drehen am Handrad mit dem Zeiger über der Skala, entgegengewirkt. sobald der Flüssigkeitsfilm am Ring abreißt sind alle Drehbewegungen sofort einzustellen. Nun kann die Aufgebrachte Kraft auf der Skala abgelesen werden.

Auf oben genannte Weise wird zuerst die Kalibrierung durchgeführt. Dabei wird die Oberflächenspannung von bidestilliertem Wasser, bei 20 °C mit dem Erwartungswert von $72,8 \frac{\text{mN}}{\text{m}}$ verglichen. Daraus ergibt sich, der für spätere Rechnungen bedeutsame Apparatkorrekturfaktor K_{Ka} .

Nach der Kalibrierung sind die wässrigen Lösungen von fit-Geschirrspülmittel, Natriumdodecylsulfat, Ethanol und Natriumchlorid bei 20 °C auf ihre Oberflächenspannung zu untersuchen. Dabei werden in 100 mL-Maßkolben jeweils 0,1 molare Lösungen von Natriumchlorid und Ethanol hergestellt. Das Natriumdodecylsulfat wird auf eine Konzentration von $0,001 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$ verdünnt. Beim fit reicht es einen Tropfen im Probengefäß mit destilliertem Wasser aufzufüllen. Die berechneten und verwendeten Massen und Volumina zur Herstellung der Lösungen sind auf dem Vordruck und Deckblatt zur Versuchsdurchführung eingetragen.

Schließlich wird noch die Entwicklung der Oberflächenspannung des Bidestillierten Wassers bei Temperaturen zwischen 20 °C und 60 °C durch Fünfach-messung der Oberflächenspannung bei 30 °C, 40 °C und 60 °C untersucht. Dabei können die zur Kalibrierung für die Temperatur von 20 °C aufgenommenen Daten noch einmal verwendet werden. Aus Zeitgründen wurden für die Temperaturen von 40 °C und 60 °C gegebene Werte eines früheren Experiments übernommen.

Das Ablesen an der Skala konnte nicht mit Nachkommastellen erfolgen. Selbige wurden aufgrund der Zeigerstellungen zwischen den Markierungen abgeschätzt.

4 Ergebnisse

4.1 Berechnung des Apparatkorrekturfaktors

Der Apparatkorrekturfaktor K_{Ka} berechnet sich aus dem Verhältnis des theoretischen Wertes für die Oberflächenspannung des bidestillierten Wassers bei 20 °C zum am Tensiometer abgelesenen Wert. Die Berechnung mit den für diesen Versuch gültigen Werten ist in Gleichung (3) dargestellt. Der *abgelesene Wert* stammt aus der Messreihe zur Kalibrierung bei 20 °C, welche auf dem Angehängten



Abb. 1: Das verwendete Tensiometer

Deckblatt zum Versuch einzusehen ist.

$$\begin{aligned}
 K_{Ka} &= \frac{\text{theoretischer Wert}}{\text{abgelesener Wert}} \\
 &= \frac{72,8 \frac{\text{mN}}{\text{m}}}{70,0 \frac{\text{mN}}{\text{m}}} \\
 &= \underline{\underline{1,04}}
 \end{aligned} \tag{3}$$

4.2 Einwaagen und Volumina der hergestellten Lösungen

Tab. 1: Massen und Volumina der zur Herstellung der Lösungen verwendeten Chemikalien

Stoff	Zielkonzentration [$\frac{\text{mol}}{\text{L}}$]	Einwaage [g]	Volumen [mL]
Ethanol	0,1	-	0,58
Natriumchlorid	0,1	0,58433	-
Natriumdodecylsulfat ($10 \frac{\text{g}}{\text{L}}$)	0,001	-	0,28

4.3 Korrektur der abgelesenen Oberflächenspannungen

Die Korrektur der abgelesenen Oberflächenspannungen (σ^*) erfolgt durch die Multiplikation mit dem Apparatekorrekturfaktor (K_{Ka}) und dem Korrekturfaktor nach HARKINS & JORDAN (K). Letzterer Korrekturfaktor wurde aus der, der Versuchsanleitung angehängten, Tabelle 01 entnommen. In den Fällen, wo ein Wert nicht passend eingetragen war, wurde der dem gesuchten Wert am nächsten liegende genutzt.

Die Korrekturen erfolgten analog der Rechnung in Gleichung (4).

$$\begin{aligned}\sigma &= \sigma^* \cdot K_{Ka} \cdot K \\ &= 69,8 \frac{\text{mN}}{\text{m}} \cdot 1,04 \cdot 0,996 \\ &= \underline{\underline{72,30 \frac{\text{mN}}{\text{m}}}}\end{aligned}\tag{4}$$

4.4 Prüfung auf Ausreißer

Das Kriterium für einen Ausreißer wurde als Abweichung um mehr als die dreifache Standardabweichung vom Mittelwert definiert ($\pm 3 \cdot \sigma$). Es wurde ein Ausreißer gefunden. Es handelt sich um den dritten Messwert zum Einfluss des Geschirrspülmittels. Dieser wurde daher gestrichen.

4.5 Probe auf linearen Zusammenhang

Durch auftragen der gemessenen und korrigierten Oberflächenspannungen des destillierten Wassers über der Temperatur wird ein Graph erzeugt, welcher es erlaubt, eine Aussage über die Linearität der Messpunkte, zu treffen.

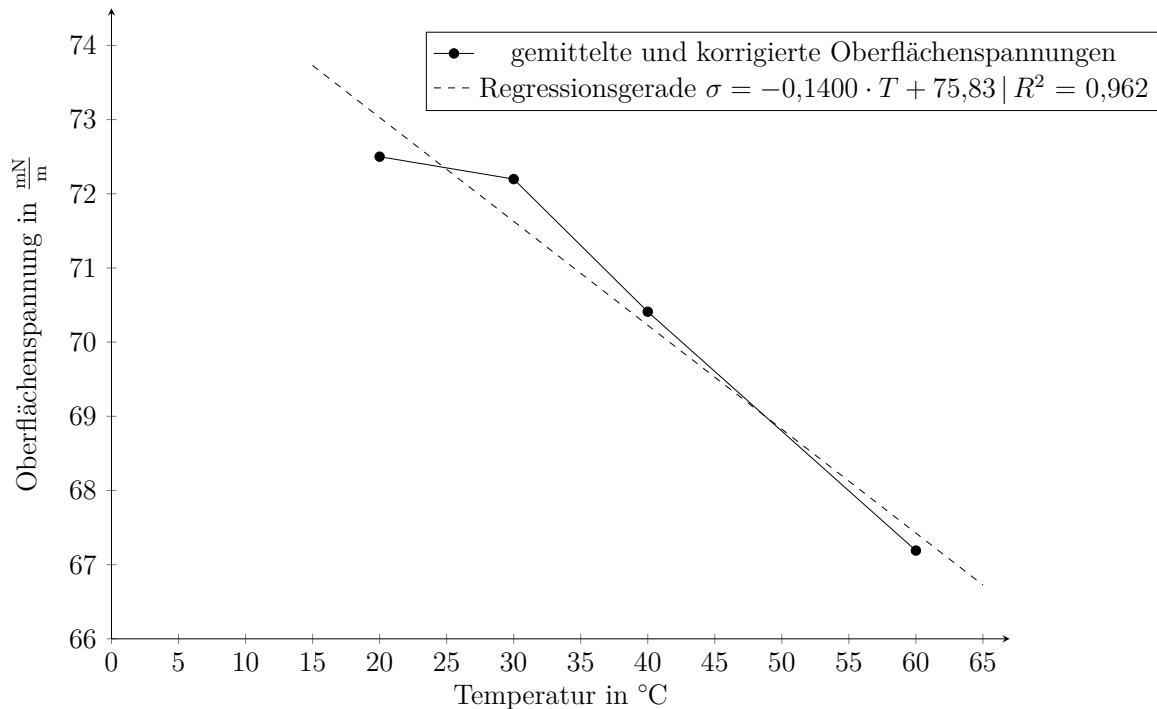


Abb. 2: Oberflächenspannung des Wassers in Abhängigkeit der Temperatur

Diskussion- ersten beiden selbst aufgenommen, schlecht kalibriert, letzte Beiden gegeben. Korrektur-kalibrierungsfehler steht schon in Fehlerbetrachtung.

5 Fehlerbetrachtung

Die Ableseungenauigkeit wurde im Kapitel 3 bereits angesprochen. Die Nachkommastellen unterliegen daher einer geschätzten Abweichung von $\pm 0,2 \frac{\text{mN}}{\text{m}}$. Im laufe des Versuches wurde die Apparatur, durch auflegen der Handballen beim vorsichtigen Hantieren an den Stellschrauben, zwei mal zum Kippen gebracht. Dabei könnten sich die Einstellungen geringfügig verändert haben. Es waren aber keine Abweichungen festzustellen. Nach jedem Probenwechsel muss einige Zeit gewartet werden, bis der Temperiermantel die Probe gleichmäßig auf die am Thermostat eingestellte Temperatur gebracht hat. Die Einstellung des thermischen Gleichgewichts konnte nur geschätzt werden. Es ist wahrscheinlich, dass mit den Messungen begonnen wurde, bevor das Medium die gewünschte Temperatur hatte. Zur Herstellung der Natriumdodecylsulfatlösung wurde der falsche Ausgangsstoff verwendet. Das Natriumdodecylsulfat setzt sich mit der Zeit am Boden des Gefäßes ab. Aus diesem Grund befindet sich stets eine kleinere Menge auf dem Laborschüttler. In diesem Falle stammte die Reagenz aber aus der Vorratsflasche. Diese wurde nur kurz aufgeschüttelt. Es muss angenommen werden, dass die erhaltene Lösung eine etwas geringere Konzentration aufwies. Des weiteren wurde im Zusammenhang mit den Natriumdodecylsulfat festgestellt, dass verhältnismäßig

große Abweichungen zwischen den einzelnen Messergebnissen auftraten. Als entscheidende Einflussgröße auf das Abrissverhalten wurde die Hebegeschwindigkeit des Ringes ermittelt. Je langsamer die Spannung gesteigert wurde, desto geringer war die gemessene Kraft, bei der der Film abbriss. Die Rundheit des Ringes wirkt sich auf die Messergebnisse aus. Es ist zu beachten, dass der Ring nie ideal kreisförmig sein wird, auch wenn durch Sichtprüfung keine Formfehler festgestellt werden konnten. Im Probengefäß kommen auch Lösungen zum Einsatz. Rückstände selbiger könnten trotz des gründlichen Spülens die nachfolgenden Messungen beeinflusst haben. Die verwendeten Korrekturfaktoren nach HARKINS & JORDAN sind aus einer Tabelle abgelesen und nur für die jeweiligen Messwerte angenähert. Die Beschreibung selbiger durch eine Funktion, hätte vermutlich zu präziseren Ergebnissen geführt. Zur Herstellung der Lösungen, hätte die Dosierung der Volumina, durch zusätzliches Einwiegen der Flüssigkeiten, abgesichert werden können. Die Positionierung des Ringes im Probengefäß wirkt sich auch auf das Versuchsergebnis aus. In den Randbereichen unterliegt der Ring auch Wechselwirkungen mit dem Meniskus an der Gefäßwand. Wäre das Gefäß größer dimensioniert, könnte diesem Einfluss besser entgegengewirkt werden. Die Kalibrierung oder die Korrektur der Messwerte muss fehlerbehaftet sein, weil die korrigierte Oberflächenspannung nicht auf den Erwartungswert von $72,8 \frac{\text{mN}}{\text{m}}$ kommt. Es stellt sich heraus dass ein Korrekturfaktor K von 1, anstatt der aus der Tabelle abgelesenen 0,996, zum gewünschten Ergebnis führen würde. Diese Änderung verbessert außerdem den Bestimmtheitsgrad der Regressionsgerade im Kapitel 4

6 Diskussion der Ergebnisse

7 Zusammenfassung und Fazit

Die experimentellen Messdaten kommen sehr nah an die Literaturwerte heran, wie aus ?? hervorgeht. Das Verhalten des Isopropanols kann sehr exakt durch die Antoine-Gleichung ausgedrückt werden. Teilweise waren die Literaturwerte zum Vergleich wenig geeignet. Das erschwert die Einschätzung. Die Verwendung der Computerprogramme ZUST und BARO ermöglichte sehr präzise und belastbare Berechnungen. Noch aussagekräftigere Ergebnisse hätten durch eine mehrfach wiederholte Messung erhalten werden können. Auch eine kleinere Schrittweite bei der Einstellung der Drücke wäre sinnvoll, um sich noch genauer an die Realität anzunähern. Von Extrapolationen über den untersuchten Bereich hinaus ist dringend abzuraten.

Anhang

\AM@currentdocname .png

.png