

Applikationsbericht 20

Validierung des Spinning Drop Tensiometers SVT mit optischen Standards (DCS-SVT Polypropylen-Stab, Artikel Nr. 2000833)

Die Standards

Die Standards für das Spinning Drop Tensiometer (SVT) von DataPhysics Instruments dienen zur temperatur- und zeitunabhängigen Messung einer künstlich erzeugten Grenzflächenspannung (*interfacial tension*, IFT). Dies ist möglich durch das Approximations-Verfahren nach Vonnegut für zylindrisch ausgedehnte Tropfen. Der wesentliche Vorteil ist, dass die Methode verlässlich angewendet und die Kapillare schnell präpariert werden kann. Da keine chemischen Fluide zum Einsatz kommen, besteht auch keine Gefahr der Kontamination.



Bild 1: Referenz-Plastikstäbe mit vier verschiedenen Durchmessern

Die Standards von DataPhysics Instruments bestehen aus Polypropylen und verfügen über unterschiedliche Durchmesser. Sie werden im Set angeboten (Bild 1) und können jeweils in eine mit Wasser gefüllte Kapillare eingesetzt werden. Die umhüllende Flüssigkeit weist idealerweise eine höhere Dichte auf als der Standard. Für die Validierung wird mit Wasser gearbeitet. Sollen aber beispielweise Lösungen oder spezielle Lösemittel verwendet werden, muss gewährleistet sein, dass diese das Polypropylen nicht angreifen oder auflösen. Sind diese Voraussetzungen erfüllt, kann die Kapillare in das SVT eingeführt und

der Standard in die Mitte der Kapillare gesetzt werden. Für die Beurteilung der Aussagekraft von Messergebnissen wird auch beim Validierungsprozess mit der Vonnegut'schen Tabelle gearbeitet. Diese wird zur einfachen Handhabung als Excel-Tabelle von DataPhysics Instruments zur Verfügung gestellt.

Messung

Die SVT-Software verfügt über eine umfangreiche Datenbank, aus der der Brechungsindex für die verwendete, umhüllende Flüssigkeit ausgewählt und mit <Apply> bestätigt werden kann. Im Falle von Wasser beträgt der Index 1,333. Es wird zum Beispiel eine durchschnittliche Rotationsgeschwindigkeit von 5000 Umdrehungen pro Minute eingestellt.

Im Parameterfenster werden die Dichten eingetragen. Da der Standard seinen Durchmesser auch bei höheren Geschwindigkeiten nicht ändern wird – ganz im Gegensatz zu „echten“, experimentell erzeugten Tropfen an flüssig-flüssig Grenzflächen – ist der Dichtewert zumindest für die Validierung unerheblich. Beispielhaft wurde hier 1,00 für Phase 1 und 0,70 für Phase 2 eingegeben.

Es folgt die Referenzfahrt der Kamera mit der Einstellung der Stabkontur als voll sichtbarer Zylinder. Das heißt, er erstreckt sich von der linken bis zur rechten Bildseite und liegt komplett im Sichtbereich. Die Grenzflächenspannung wird mit Hilfe der Software ermittelt. Die Excel-Tabelle dient dazu, auf Grundlage der Messparameter einen theoretischen Wert zu erhalten, der mit dem über die Software berechneten Messwert verglichen werden kann.

Um eine aussagekräftige Menge von Ergebnissen verfügbar zu haben, wird die Validierung mit weiteren Messungen und variierenden Dichteparametern und Rotationsgeschwindigkeiten

fortgeführt. Es ist auch möglich, einen zweiten Standard mit anderem Durchmesser in die Kapillare einzusetzen. Für die gesamte Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist dann jedoch darauf zu achten, dass identische Dichtedifferenzen, Rotationsgeschwindigkeiten etc. vorgenommen werden.

Die Excel-Tabelle zum Messwertvergleich

Die verfügbare Excel-Tabelle bietet die Ergebnisberechnung für die theoretische Grenzflächenspannung (Tab. 1). Der Durchmesser des verwendeten Standards sowie die Rotationsgeschwindigkeit werden eingetragen, ebenso die Dichtedifferenz der angegebenen Dichten für Phase 1 und 2. Im Beispiel beträgt die Dichtedifferenz 0,3 g/cm³ (entspricht 300 kg/m³).

Die Grenzflächenspannung wird daraufhin automatisch errechnet. Um die Abweichung der tatsächlich gemessenen und der theoretisch errechneten Grenzflächenspannung zu ermitteln, wird die Differenz zwischen beiden Werten in Prozent dargestellt.

Für eine erfolgreiche Validierung sollte die relative Differenz zwischen theoretischer und experimentell ermittelter Grenzflächenspannung kleiner 3 % betragen.

Die Ergebnisse werden verglichen. Liegt die Abweichung innerhalb der 3 %-Toleranzgrenze, kann das Gerät als validiert gesehen werden.

Abweichende Messergebnisse

Der Grund für minimale Abweichungen (kleiner 3 %) zwischen tatsächlichen und theoretisch ermittelten Ergebnissen ist üblicherweise auf den Standard zurückzuführen. Sehr kleine mechanische Irritationen in der Oberflächenbeschaffenheit des Polypropylens können zu geringfügigen Konturabweichungen von etwa ein oder zwei Pixeln innerhalb des Messfensters führen. Durch Vergrößerung der SVT Optik, kann jedoch die Differenz – und damit der Fehlerbereich – reduziert werden.

Selten kommt es auch vor, dass die Differenz zwischen theoretischem und experimentell ermitteltem Wert bei größer 3 % liegt. Möglicherweise sind Parameterwerte fehlerhaft abgelesen und/oder in der Tabelle eingetragen worden. In diesem Fall müssen die Messungen wiederholt und die Berechnung erneut durchgeführt werden.

Tabelle. 1: Berechnungen nach Vonnegut zum Vergleich gemessener und theoretischer Ergebnisse

Calculation Vonnegut				Measurements SVT		
σ = Interfacial tension					
Δρ = Density difference				01.01.2009		
ω = Rotation Speed				Software B.35		
D = Drop diameter				Sample PP		
$\sigma = \frac{\Delta\rho \cdot \omega^2 \cdot D^3}{32}$						
Sample	Drop or Stick diameter [m]	Rotation speed [U/min]	Density difference [kg/m ³]	Interfacial tension calculated [mN/m]	SVT IFT measurement	Difference in %
1	0,000822	5000	300	1,4275258	1,45	1,57
Remarks						
Set the density difference in the soft ware to 1 (outer phase) and 0.7 (inner phase) to get a difference of 0.3						
The magnification value has no influence to the validation						