

Applikationsbericht 23

Bestimmung von besonders niedrigen Grenzflächenspannungen mit dem Spinning Drop Tensiometer SVT 20N

Fragestellung

Grenzflächenspannungen von Flüssigkeiten können mit Hilfe der optischen Tropfenkonturanalyse oder der traditionellen Wilhelmy-Platten bzw. Du-Noüy Ring Methode bestimmt werden. Die Messung von Grenzflächenspannungen im Bereich kleiner 1mN/m ist mit diesen Methoden allerdings nur schwer zugänglich. Da die Grenzflächenspannungen von Flüssigkeiten vor allem auch in diesem Bereich von Interesse sind, z.B. für die Messungen an Tensid/Öl Grenzflächen, wird für diese Anwendung eine weitere Methode benötigt.

Methode

Zur Bestimmung von geringen Grenzflächenspannungen zwischen Flüssigkeiten wurde das Spinning Drop Tensiometer der DataPhysics SVT-Serie entwickelt. Durch Rotation der Messkapillare trennen sich die Flüssigkeiten entsprechend ihrer Dichte auf. Die Flüssigkeit höherer Dichte wird dabei nach außen gedrückt und die weniger dichte Flüssigkeit bildet einen Tropfen auf der Rotationsachse. Bedingt durch die Grenzflächenspannung zwischen den Flüssigkeiten ändert sich die Ausdehnung des Tropfens. Desto höher dabei die Grenzflächenspannung zwischen den Flüssigkeiten ist, desto weniger elongiert ist der Tropfen. Durch Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit flacht der Tropfen immer weiter ab, da die dichtere Flüssigkeit stärker nach außen gedrückt wird. Die Form des Tropfens ist daher der Gleichgewichtszustand, der sich auf Grund der entstehen Kräfte durch Beschleunigung und Grenzflächenspannung einstellt.

Zu Beginn der Messung muss die Messkapillare befüllt werden. Dabei wird die dichtere Flüssigkeit vorgegeben. Bei der Befüllung ist darauf zu achten, dass das System von eingeschlossenen Luftblasen befreit wird. Ist die Kapillare vollständig und blasenfrei gefüllt kann ein mit Hilfe eines speziell entwickeltem Verschlussmechanismus sichergestellt werden, das beim Verschließen der Kapillare ein Luftblaseneinschluss verhindert wird. Durch eine vorgesehene Spritzenöffnung im Verschlussstück kann eine Spritzennadel in die Kapillare eingeführt werden und die weniger dichte Flüssigkeit zugegeben werden. Von dieser wird nur ein Tropfen von wenigen μl benötigt, der etwa in der Mitte der Kapillare positioniert wird.

Nach erfolgreicher Präparation der Kapillare kann diese mittels Schnellverschlussmechanismus in die Probenkammer des Spinning Drop Tensiometers SVT eingesetzt werden

Zur Messung wird die Kamera auf den Tropfen ausgerichtet und eine passende Vergrößerung des Zoomobjektives gewählt. Durch automatische und softwaregesteuerte Verkippung der Messzelle wird der Tropfen in einen stationären Zustand gebracht. Darüber hinaus ist es möglich den Tropfen auf konstanter Position des Bildabschnitts zu halten, dies wird durch die automatisierte Konturerkennung des Tropfens und eine damit verbundene computergesteuerte Bewegung der Kamera ermöglicht. Anhand der Tropfenkontur ist der Software ein fester Bezugspunkt gegeben, durch dessen Kenntnis eine automatische Kalibrierung der Vergrößerung erfolgen kann, indem die Kamera eine festgeschriebene Entfernung verfährt und sich so die gefahrene Strecke mit der Pixelzahl des Bildes korrelieren lässt.

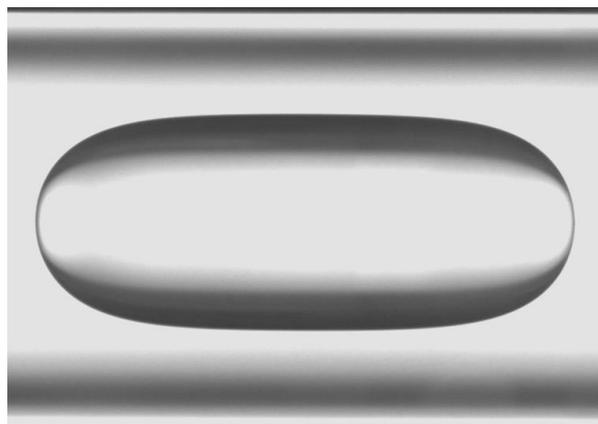


Abbildung 1: Öl Tropfen bei 6.000 rpm



Abbildung 2: Ausschnitt des Öl Tropfens bei 10.000 rpm

Durch Variation der Rotationsgeschwindigkeit kann die Ausdehnung des Tropfens beeinflusst werden. Die Form des Tropfens wird mit zunehmender Geschwindigkeit zylinderförmiger. In den Abbildungen 1 und 2 ist dies beispielhaft für das System Tensid-Öl bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 6.000 bzw. 10.000 Umdrehungen pro Minute beschrieben. Die SVTS20 Software bietet die Möglichkeit die Grenzflächenspannung anhand unterschiedlicher Bildausschnitte zu berechnen. Ist der ausgedehnte Tropfen größer als der Bildausschnitt genügt auch die Konturanalyse des linken, bzw. rechten Tropfenrandes, oder bei hoher Ausdehnung des Tropfens, die Betrachtung der zylindrischen Form im Mittelsegment.

Die Rotationsgeschwindigkeit muss mindestens so hoch gewählt werden, dass der Einfluss der Auftriebskräfte die Tropfenkontur nicht mehr beeinflusst und so die ermittelte Oberflächenspannung verfälscht. Über die Rotationsgeschwindigkeit und der ermittelten Tropfenkontur, sowie den flüssigkeitsspezifischen Eigenschaften wie Dichte und Brechungsindex kann die Grenzflächenspannung zwischen den Flüssigkeiten nach unterschiedlichen Auswertemethoden berechnet werden.

Ergebnisse

Mit dem DataPhysics SVT20 wurde die Grenzflächenspannung zwischen einer Tensidlösung und einem Pflanzenöl vermessen. Die Messung wurde bei einer Rotationsgeschwindigkeit 6.000 Umdrehungen pro Minute und bei 25°C durchgeführt. Dabei wurde die Tropfenkontur 150-mal erfasst und die zugehörige Grenzflächenspannung nach den Methoden von „Cayias, Schechter, Wade“, „Laplace Young“ und „Vonnegut“ berechnet. Im Mittel ergaben sich dabei die in Tabelle 1 zu sehenden Werte.

Tabelle 1: Nach unterschiedlichen Methoden bestimmte Grenzflächenspannung zwischen Tensid und Öl

Grenzflächen- spannung nach:	Mittelwert [mN/m]	Stabw [mN/m]
Cayias, Schechter, Wade	0,8212	0,0259
Laplace Young	0,8220	0,0253
Vonnegut	0,8146	0,0258
Mittelwert [mN/m]	0,8193	
Stabw [mN/m]	0,0041	

Es ist zu sehen, dass sich die Grenzflächenspannung durch Auswertung durch die drei unterschiedlichen Methoden kaum unterscheidet. Der maximale Unterschied (Cayias, Schechter, Wade zu Vonnegut) liegt mit lediglich 0,0074 mN/m deutlich unter dem jeweiligen Fehler der einzelnen Methoden. Die Berechnung nach Vonnegut wird umso präziser desto ausgedehnter der Tropfen ist. Bei Messungen mit hoher Drehzahl lässt sich die Zylinderform des Mittelsegments nur nach Vonnegut berechnen. Der ermittelte Wert nach dieser Methode wird sich weiter an die hier Werte nach Laplace Young und Cayias, Schechter, Wade angleichen. Die geringe Abweichung der Werte zeigt hier ebenfalls, dass es mit Geräten der DataPhysics SVT-Serie möglich ist bei niedrigeren Drehzahlen exakte Ergebnisse zu produzieren, als dies mit vergleichbaren Geräten möglich ist.

Zusammenfassung

Mit Hilfe des DataPhysics SVT20 konnte die Grenzflächenspannung zwischen Tensid und Öl bestimmt werden. Durch Berechnung nach unterschiedlichen Methoden errechnet sich die Spannung an der Grenzfläche zu etwa 0,82 mN/m.

Mit dem DataPhysics SVT20 lassen sich auf unkomplizierte Art und Weise niedrige Grenzflächenspannungen mit hoher Genauigkeit reproduzierbar bestimmen.