

Ćwiczenie 4: Pomiar napięcia powierzchniowego metodą kropli leżącej

PRZEDMIOT: Fizykochemiczne Podstawy Procesów

Opracowała: dr inż. Sylwia Żymankowska-Kumon

SPIS TREŚCI

1. WPROWADZENIE	4
2. OGÓLNE DOTYCZĄCE POMIARU NAPIĘCIA POWIERZCHNIOWEGO METALI I ŻUŻLI ...	5
3. POMIAR KĄTA ZWILŻANIA	6
3.1. ZANIECZYSZCZENIE PRÓBEK PODCZAS POMIARU	7
3.2. PRZEGLĄD WAŻNIEJSZYCH METOD POMIARU NAPIĘCIA POWIERZCHNIOWEGO	8
3.3. METODA MAKSYMALNEGO CIŚNIENIA W PĘCHERZYKU (METODA PĘCHERZYKOWA).....	10
3.4. METODY OPARTE NA POMIARZE SIŁY POTRZEBNEJ DO ODERWANIA PRZEDMIOTU	11
3.5. METODY KROPLI LEŻĄCEJ I KROPLI WISZĄCEJ.....	12
4. LITERATURA	15
5. INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA:.....	16
5.1. Temat ćwiczenia	16
5.2. Cel ćwiczenia	16
5.3. Aparatura i sprzęt laboratoryjny oraz i materiały do badań.....	16
5.4. Wykonanie ćwiczenia	16
5.5. Opracowanie sprawozdania.....	20

1. WPROWADZENIE

Napięcie powierzchniowe „ σ ” jest to zjawisko fizyczne występujące na styku powierzchni cieczy z ciałem stałym, gazem lub inną cieczą, dzięki któremu powierzchnia ta zachowuje się jak sprężysta błona. Przyczyną istnienia napięcia powierzchniowego są siły przyciągania pomiędzy molekułami cieczy. Napięcie powierzchniowe na granicy dwóch faz termodynamicznych (np. dwóch niemieszających się ze sobą cieczy) nazywane jest również napięciem międzyfazowym.

Napięcie powierzchniowe żużli i metali odgrywa ważną rolę w wielu procesach metalurgicznych i odlewniczych, zwłaszcza dla kinetyki reakcji, przebiegających na granicy faz żużel-metal z wydzieleniem fazy gazowej, dla różnego rodzaju procesów rafinacyjnych metali, prowadzonych przy pomocy żużli syntetycznych; korozji wyłożenia pieca lub kadzi pod działaniem żużli, w procesie zalewania metalu do formy odlewniczej (gdzie lejność ciekłego metalu jest funkcją przede wszystkim jego lepkości i napięcia powierzchniowego na granicy faz metal-atmosfera i metal-masa formierska).

Niektóre wysokotemperaturowe metody pomiaru napięcia powierzchniowego żużli lub metali pozwalają na jednoczesne określenie napięć międzyfazowych oraz pracy adhezji żużla lub metalu do określonego materiału (np. metodą kropli leżącej). Niekiedy za pomocą tej samej aparatury, jaka stosowana jest do wyznaczania napięcia powierzchniowego, można określić gęstość żużli i metali.

2. OGÓLNE DOTYCZĄCE POMIARU NAPIĘCIA POWIERZCHNIOWEGO METALI I ŻUŻLI

Trudności napotymane przy pomiarach napięcia powierzchniowego lub gęstości żużli i metali są związane przede wszystkim z właściwym doбором materiałów, użytych do sporządzania niektórych części aparatury lub tygli, które z jednej strony nie powinny w warunkach doświadczenia reagować z badaną cieczą, z drugiej zaś strony powinny posiadać odpowiednie własności żarowytrzymałe oraz zapewnić możliwie stałą wartość parametrów geometrycznych aparatury. Warunek obojętności chemicznej dotyczy oczywiście również atmosfery stosowanej w czasie pomiarów, która nie powinna reagować ani z badaną cieczą, ani z materiałem aparatury.

Wyeliminowanie lub maksymalne ograniczenie wszelkich reakcji chemicznych, a także procesów prowadzących do powstawania roztworów pomiędzy składnikami atmosfery a badaną cieczą oraz materiałami aparatury, jest szczególnie istotne w przypadku pomiarów napięcia powierzchniowego. Obecność powyższych procesów z reguły powoduje zaniżenie mierzonego napięcia powierzchniowego cieczy, zwłaszcza gdy np. wynikiem reakcji chemicznych jest powstawanie substancji powierzchniowo-aktywnych. W przypadku żużli krzemianowych przykładem takich substancji są niektóre tlenki, jak P_2O_5 , V_2O_5 , w przypadku stopów soli metali alkalicznych jony Mg^{2+} , Ca^{2+} w przypadku metali często takie zanieczyszczenia jak tlen, siarka itp.

Pomiary napięcia powierzchniowego cieczy W temperaturach powyżej $1000^\circ C$ można wykonywać z dokładnością nie większą niż 1%. Ponieważ wpływ temperatury na napięcie powierzchniowe jest mały, wskazane jest określanie zmian tego parametru w odstępach temperatury co najmniej $200^\circ C$ lub większych. Niektóre substancje powierzchniowo-aktywne, obecne w badanych cieczach, powodują zmianę znaku współczynnika temperaturowego $\frac{d\sigma}{dT}$, a mianowicie przy niskim ich stężeniu $\frac{d\sigma}{dT} < 0$. W miarę wzrostu stężenia substancji powierzchniowo-aktywnej wartość współczynnika $\frac{d\sigma}{dT}$ wzrasta, przy pewnym stężeniu osiąga wartość zerową, a przy jeszcze wyższym stężeniu przyjmuje wartości dodatnie. Dla czystych cieczy współczynnik temperaturowy $\frac{d\sigma}{dT}$ jest zwykle ujemny.

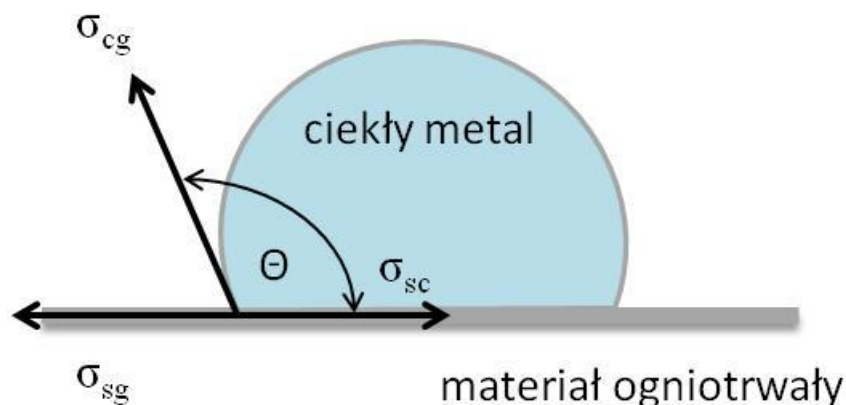
3. POMIAR KĄTA ZWILŻANIA

W wielu metodach stosowanych do pomiaru napięcia powierzchniowego w wysokich temperaturach istotną rolę odgrywa pomiar kąta zwilżania θ . Poniżej wyjaśnienie na przykładzie kropli ciekłego metalu na podkładce ze stałego materiału ogniotrwałego, która nie zawiera obcej fazy gazowej, ale nasycona jest parą metalu. Załóżmy, że metal i materiał ogniotrwały są w równowadze chemicznej pomiędzy sobą i z fazą gazową, oraz że nie zachodzą reakcje na granicy faz (rys. 1):

1. $\sigma_{sc} > \sigma_{sg}$ $\theta > 90^\circ$
2. $\sigma_{sc} = \sigma_{sg}$ $\theta = 90^\circ$
3. $\sigma_{sc} < \sigma_{sg}$ $\theta < 90^\circ$
4. $\sigma_{cg} = \sigma_{sg} - \sigma_{sc}$ $\theta = 0^\circ$

gdzie:

s – ciało stałe, c – ciecz, g – gaz.



Rys. 1. Pomiar kąta zwilżania: σ_{sg} , σ_{cg} – napięcie powierzchniowe odpowiednio materiału ogniotrwałego i ciekłego metalu, będących w równowadze z fazą gazową, σ_{sc} – napięcie międzyfazowe pomiędzy metalem a materiałem ogniotrwałym, θ – kąt zwilżania

Równanie (4) stanowi warunek graniczny całkowitego rozlewania się cieczy na powierzchni ciała stałego. Z pierwszym przypadkiem ($\theta > 90^\circ$) będziemy mieli do czynienia kiedy metal o bardzo wysokim napięciu powierzchniowym ($> 1 \text{ N/m}$) pozostaje w kontakcie z tlenkami ogniotrwałymi lub grafitem. Przypadki trzeci i czwarty ($90^\circ > \theta \geq 0^\circ$) są częściej spotykane w układzie ciekłych tlenków i mieszanin tlenków na powierzchniach stałych metali (Pt, Au, Mo).

Równowagową wartość kąta Θ można osiągnąć szybko w warunkach wysokiej próżni, ale nie jest to łatwe w obecności fazy gazowej (np. Ar, H₂). Warstewka zaadsorbowanego gazu będzie chronić powierzchnię fazy stałej przed kontaktem z cieczą, dlatego też początkowa wartość kąta Θ jest zwykle większa niż wartość równowagowa. W przypadku cieczy niezwilżających dane ciało stałe ($\Theta > 90^\circ$), chropowatość powierzchni, występowanie porów na powierzchni fazy stałej oraz drobnoziarnista jej struktura sprzyjają wysokim wartościom kąta Θ , ponieważ gaz będzie wolno usuwany przez ciecz z przestrzeni pomiędzy ziarnami. Jeżeli materiał ogniotrwały posiada strukturę wysoce drobnoziarnistą i kąt jest dużo większy od 90° , to ciecz o wysokim napięciu powierzchniowym może nigdy nie wyprzeć gazu z przestrzeni pomiędzy ziarnami. W związku z tym końcowa, zmierzona wartość kąta Θ będzie większa niż wartość prawdziwa odpowiadająca doskonale gładkiej powierzchni. Odwrotnie wygląda sytuacja, gdy kąt Θ jest znacznie mniejszy od 90° . W związku z powyższym należy podkreślić, że podstawowym parametrem sprzyjającym ustalaniu się równowagi jest zwykle mała lepkość cieczy. Przeciwnie – chemiczne oddziaływania występujące pomiędzy cieczą a materiałem ogniotrwałym zmniejszają szybkość dochodzenia układu do stanu równowagi. Powodują oczywiście obniżenie wartości kąta Θ , a niekiedy nawet rozlanie się kropli. Prawdziwy kąt Θ ustali się dopiero wówczas, kiedy ewentualne reakcje osiągną stan równowagi. Przykładowo, gdy ciekłe chemicznie czyste żelazo Armco przelewa się do tygla grafitowego w atmosferze argonu, to grafit będzie ulegał zwilżaniu. Menisk jest początkowo wyraźnie wklęsły, ale stopniowo będzie stawał się wypukły w miarę jak żelazo będzie nasycać się węglem. Równowagowy kąt Θ , jest duży i wynosi 160° w przypadku powierzchni drobnoziarnistej.

Obecność gazów łatwo adsorbujących się i chemicznie aktywnych może znacznie wpływać na wartość kąta Θ , nawet wówczas, gdy brak jest wyraźnego oddziaływania chemicznego. Pomiar kąta powinien być wykonywany równocześnie z pomiarem napięcia powierzchniowego przy użyciu tych samych urządzeń pomiarowych, ponieważ w wysokiej temperaturze kąt ten często zmienia się z czasem.

3.1. ZANIECZYSZCZENIE PRÓBEK PODCZAS POMIARU

Utrzymanie badanej cieczy w stanie czystym podczas pomiaru jest często znacznie trudniejsze niż sam pomiar. Wynika to z faktu, że najmniejsze zanieczyszczenie cieczy

substancjami powierzchniowo-aktywnymi powoduje poważny błąd. Pierwiastki jak tlen i siarka są wysoce powierzchniowo-aktywne dla większości metali, tlenki P_2O_5 , V_2O_5 są powierzchniowo aktywne w ciekłych kwaśnych krzemianach (mniej w krzemianach zasadowych). Ciekłe tlenki i mieszaniny tlenków, z wyjątkiem bardzo lepkich, będą reagować z większością tlenków stosowanych jako materiały ogniotrwałe. Dlatego też do pomiaru napięcia powierzchniowego ciekłych tlenków należy stosować tygle i urządzenia pomiarowe wykonane z metali odpornych chemicznie. Do temperatury 1550°C zaleca się stosowanie Pt i stopów Pt, ze względu na ich odporność na działanie atmosfery utleniającej. Molibden stanowi doskonały materiał w wysokiej temperaturze, ale wymaga atmosfery ochronnej (Ar, He). Oddziaływanie ciekłych tlenków na molibden zależy od wartości standardowej entalpii swobodnej reakcji, zachodzących pomiędzy badanymi substancjami a materiałem urządzenia, aktywności termodynamicznej tlenku w stopionej mieszaninie i prężności rozkładowej tlenków. Należy również rozpatrywać tworzenie się roztworów stałych z molibdenu.

W pomiarach napięcia powierzchniowego duże znaczenie posiada staranne przygotowanie próbek. W przypadku żużli syntetycznych powinny być stosowane do ich sporządzania składniki wystarczająco chemicznie czyste i odpowiednio spreparowane (wysuszone, niekiedy wyżarzone), a po starannym zmieszaniu, w założonym stosunku wagowym, wielokrotnie przetapiane w celu zapewnienia dostatecznej jednorodności ich mieszanin (żużla).

3.2. PRZEGLĄD WAŻNIEJSZYCH METOD POMIARU NAPIĘCIA POWIERZCHNIOWEGO

Znaczna część metod pomiaru napięcia powierzchniowego cieczy (np. metoda wznoszenia kapilarnego, maksymalnego ciśnienia w pęcherzyku, kropli leżącej lub wiszącej) oparta jest na podstawowym równaniu kapilarności podanym przez Younga i Laplace'a:

$$\Delta p = \sigma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)$$

wynikającym z zależności termodynamicznych i prostych rozważań geometrycznych.

W równaniu tym:

- Δp – różnica ciśnień na granicy faz ciec-z-gaz,
- σ – napięcie powierzchniowe badanej cieczy,

r_1, r_2 – główne promienie krzywizny kropli lub pęcherzyka.

Jeżeli warunki doświadczenia pozwalają na wprowadzenie upraszczającego założenia o kulistym kształcie kropli cieczy lub pęcherzyka utworzonego wewnątrz cieczy ($r_1 = r_2 = r$), równanie powyższe sprowadza się do postaci:

$$\Delta p = p_\sigma \left(\frac{2\sigma}{r} \right)$$

gdzie: p_σ – tzw. ciśnienie kapilarne.

W przypadku metody wznoszenia (lub obniżenia) słupa cieczy w kapilarze promień krzywizny r zależy od średnicy kapilary oraz różnicy ciśnień (Δp), którą można określić mierząc wysokość wznoszenia (lub obniżenia) słupa cieczy. Również w metodzie pęcherzykowej promień pęcherzyka zależy od średnicy kapilary, a także mierzonej bezpośrednio różnicy ciśnień (Δp), pod warunkiem, że koniec kapilary dotyka powierzchni cieczy. W przypadku metody zwisającej kropli i kropli leżącej, różnica ciśnień (Δp) w różnych punktach powierzchni kropli równoważona jest siłą ciężkości i napięcia powierzchniowego, a na podstawie kształtu kropli można określić napięcie powierzchniowe cieczy. Jeszcze inna grupa metod oparta jest na określeniu napięcia powierzchniowego przez pomiar siły potrzebnej do oderwania płytki lub pierścienia od powierzchni badanej cieczy. W praktyce najczęściej bywają stosowane trzy podstawowe grupy metod pomiaru napięcia powierzchniowego ciekłych żużli i metali:

- metoda maksymalnego ciśnienia w pęcherzyku (w różnych wariantach);
- metody oparte na pomiarze siły potrzebnej do oderwania przedmiotu od powierzchni cieczy (płytki, pierścienia, cylindra lub szpili);
- metody oparte na określaniu kształtu kropli w stanie spoczynku (metoda kropli leżącej lub wiszącej).

3.3. METODA MAKSYMALNEGO CIŚNIENIA W PĘCHERZYKU (METODA PĘCHERZYKOWA)

Metoda ta polega na pomiarze maksymalnego ciśnienia towarzyszącego formowaniu się pęcherzyka gazu obojętnego (najczęściej argonu) na końcu kapilary, zanurzonej na określoną głębokość w badanej cieczy, lub też stykającej się z jej powierzchnią. Jeżeli promień kapilary jest dostatecznie mały, to powstające pęcherzyki mają kształt kulisty, a mierzone ciśnienie maksymalne (p_{max}) jest sumą ciśnienia hydrostatycznego (p_h) i kapilarnego (p_σ):

$$p_{max} = p_h + p_\sigma = gh \cdot \rho + \frac{2\sigma}{r}$$

gdzie:

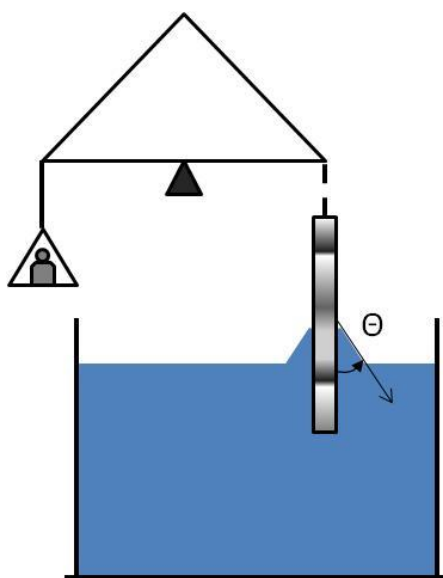
- h – głębokość zanurzenia końca kapilary w cieczy,
- g – przyspieszenie ziemskie (9,80665 m/s²),
- ρ – gęstość cieczy,
- r – promień kapilary.

Jeżeli materiał kapilary jest zwilżany przez ciecz, to r oznacza promień wewnętrznego przekroju kapilary; jeżeli ciecz nie zwilża kapilary – r oznacza promień zewnętrzny. W przypadku, kiedy przy pomiarze stosowana jest kapilara o dużej średnicy, przytoczone wyżej proste równanie nie stosuje się i konieczne jest wprowadzenie członów poprawkowych, uwzględniających odchylenie kształtu pęcherzyka od formy kulistej, a także wpływ siły ciężkości na deformację kropli.

Poprawne wykonanie pomiaru napięcia powierzchniowego powyższą metodą wymaga powolnego tworzenia się pęcherzyków – w przypadku cieczy o niewielkiej lepkości (ok. 1 pęcherzyk na sekundę) dla niektórych soli stopionych i metali, natomiast w przypadku cieczy o dużej lepkości (np. stopy krzemianowe o dużej zawartości SiO₂) szybkość tworzenia się pęcherzyków powinna być jeszcze mniejsza. Uważa się, że metoda maksymalnego ciśnienia w pęcherzyku, w przypadku dysponowania precyzyjną aparaturą, pozwala na wykonanie pomiarów z dokładnością 1 %.

3.4. METODY OPARTE NA POMIARZE SIŁY POTRZEBNEJ DO ODERWANIA PRZEDMIOTU

Metody te stanowią następną ważną grupę metod pomiaru napięcia powierzchniowego w wysokich temperaturach. Siła potrzebna do oderwania przedmiotu od powierzchni cieczy jest równa sumie ciężaru tego przedmiotu i ciężaru cieczy, która w momencie oderwania unoszona jest ponad jej powierzchnię wraz z przedmiotem odrywającym. Ciężar unoszonej cieczy jest wprost proporcjonalny do napięcia powierzchniowego tej cieczy. Najprostszym wariantem tej metody jest metoda Wilhelmy'ego odrywanej płytki (rys. 2).



Rys. 2. Schemat ilustrujący metodę Wilhelmy'ego (odrywanej płytki)

Napięcie powierzchniowe można obliczyć ze wzoru:

$$W = W_{płytki} + 2\sigma(x + y)$$

gdzie:

- W – siła potrzebna do oderwania płytki od powierzchni cieczy,
- $W_{płytki}$ – ciężar płytki,
- x – szerokość płytki,
- y – grubość płytki,
- σ – napięcie powierzchniowe cieczy.

W technice pomiarowej istotną rolę odgrywa dokładne wypoziomowanie pytki.

Innym wariantem metody odrywanego przedmiotu jest metoda odrywanego pierścienia. W najprostszym przypadku, tj. całkowitej zwilżalności materiału, np. pierścienia lub cylindra przez ciecz ($\theta = 0$), oraz cieczy o malej lepkości, siła „ W ” potrzebna do oderwania przedmiotu od powierzchni cieczy jest równa:

$$W = W_{\text{pierścienia}} + 4 \cdot \pi \cdot r \cdot \sigma$$

gdzie:

r – promień pierścienia,

$W_{\text{pierścienia}}$ – ciężar pierścienia.

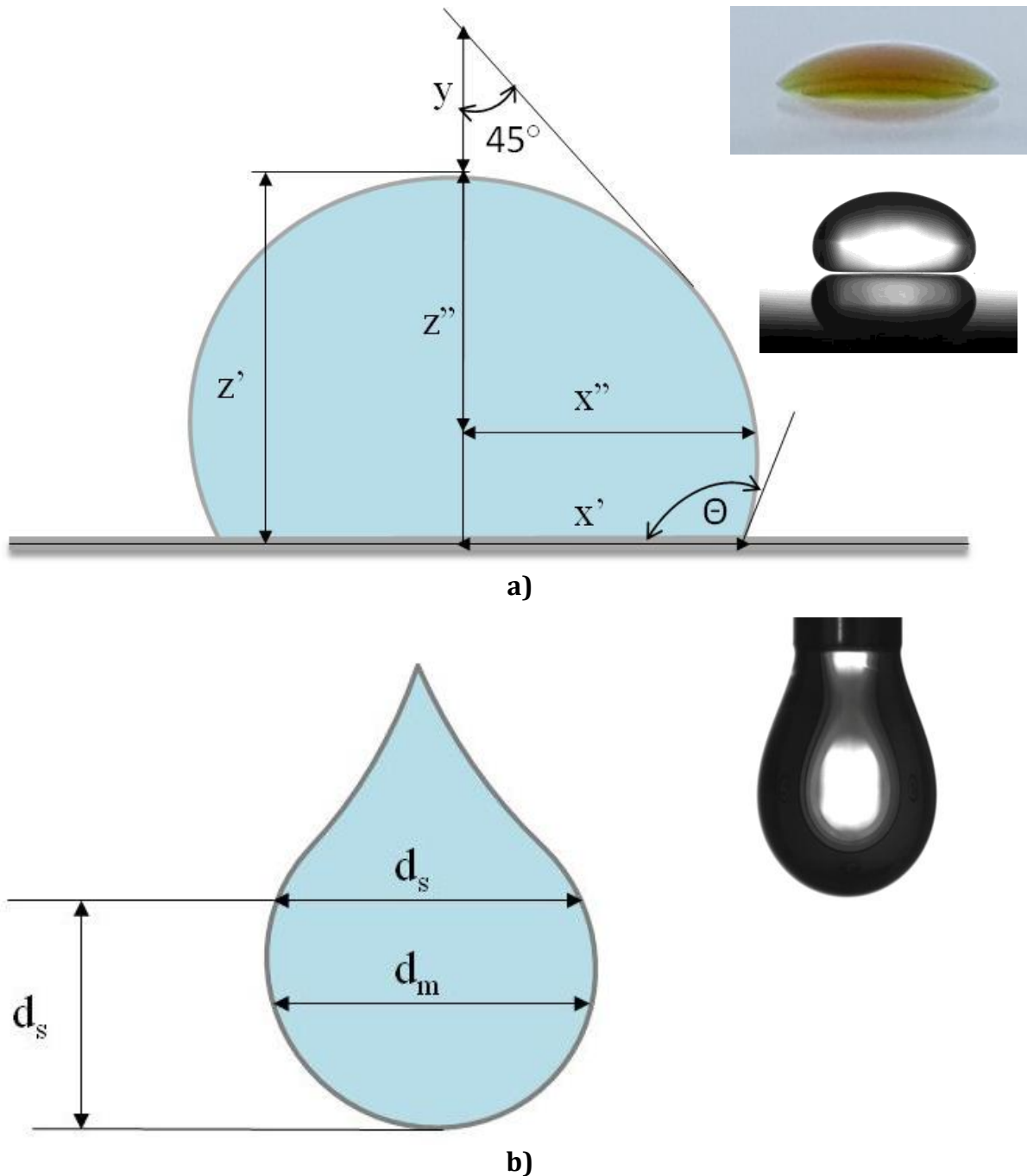
W przypadku cieczy lepkich siła potrzebna do oderwania pierścienia (lub cylindra), po osiągnięciu wartości maksymalnej zmniejsza się, po czym następuje oderwanie pierścienia lub cylindra od powierzchni cieczy. Dlatego też w praktycznych obliczeniach konieczne jest wprowadzenie do równania odpowiedniego współczynnika poprawkowego, którego wartość zależy od rozmiarów i kształtu pierścienia. Ogólnie metody oparte na pomiarze siły oderwania przedmiotu od powierzchni cieczy mogą być uważane za odpowiednie do pomiaru napięcia powierzchniowego żuźli w drugiej kolejności (po metodzie pęcherzykowej).

3.5. METODY KROPLI LEŻĄCEJ I KROPLI WISZĄCEJ

Są to jedyne metody, które umożliwiają jednoczesny pomiar napięcia powierzchniowego i kąta zwilżania. Istotą obu metod jest wykorzystanie związku zachodzącego pomiędzy kształtem kropli cieczy, znajdującej się na odpowiedniej podkładce - w przypadku kropli leżącej, lub też uformowanej na końcu pręta lub rurki - w przypadku kropli wiszącej, a jej ciężarem, oraz odpowiadającymi równowadze siłami napięcia powierzchniowego cieczy. Siły napięcia powierzchniowego dążą do nadania kropli kształtu kulistego, jednakże pod wpływem siły ciężkości kropla cieczy ulega pewnemu spłaszczeniu (w przypadku kropli leżącej) lub wydłużeniu (w przypadku kropli wiszącej). Końcowy kształt kropli określony jest równowagą tych sił.

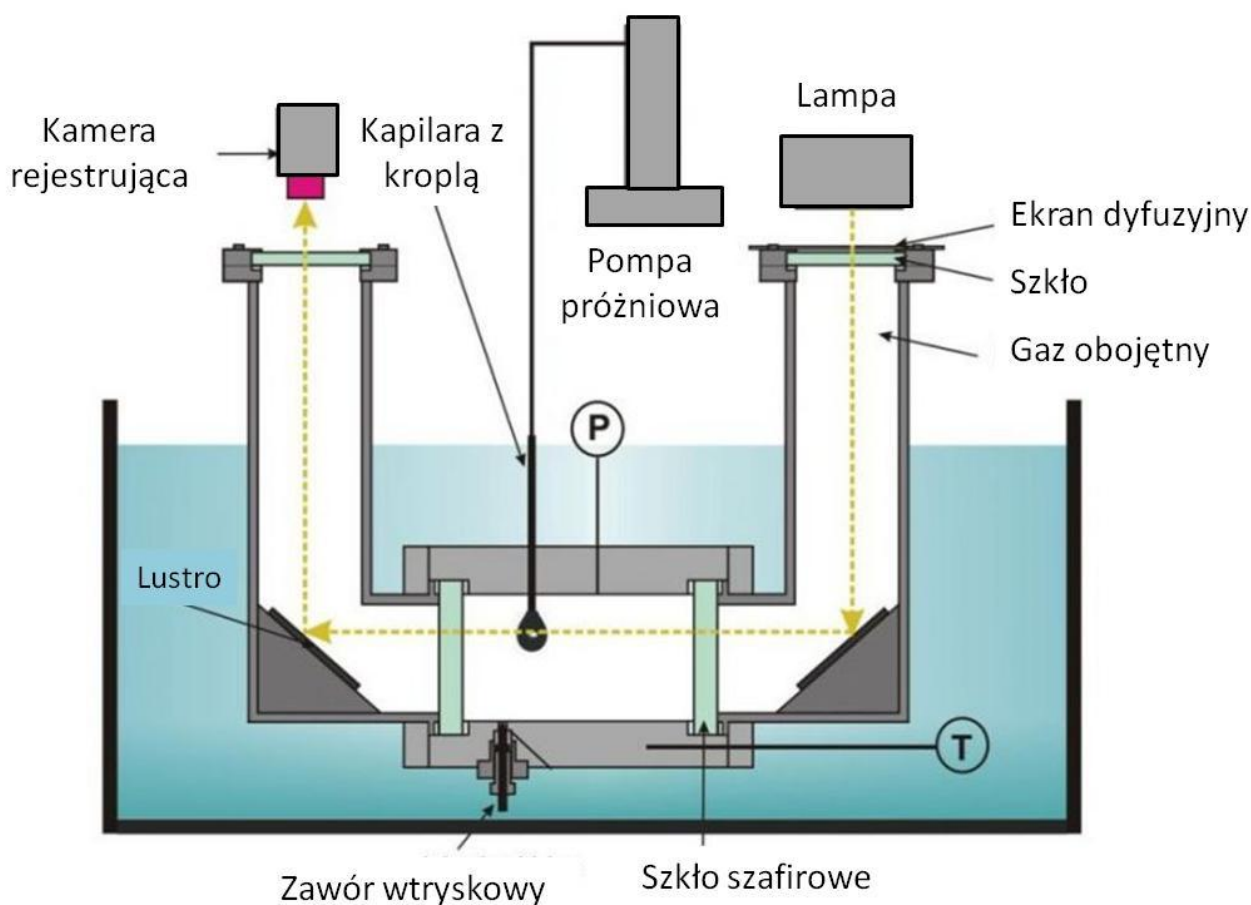
W przypadku kropli leżącej, mierząc odpowiednie parametry kształtu kropli (rys. 3a) tj. x'' , z'' lub x' , z' oraz posługując się tablicami Bashfortha i Adamsa, można obliczyć napięcie powierzchniowe żuźla i metalu a nawet przybliżoną objętość kropli, co

pozwala z kolei na przybliżone określenie gęstości żużla lub metalu gdy znana jest masa próbki. Podobnie w przypadku kropli wiszącej mierząc wartości parametrów d_s i d_m (rys. 3b) oraz znając gęstość żużla, można posługując się tablicami opracowanymi przez Hausera wyliczyć napięcie powierzchniowe.



Rys. 3. Kształt kropli (a) leżącej, (b) wiszącej

Na rys.4 przedstawiono schemat aparatury najczęściej stosowanej w przypadku kropli leżącej, tzn. mikroskop wysokotemperaturowy. Urządzenie to pozwala na wykonanie powiększonego zdjęcia kropli badanej cieczy, przy czym wykorzystuje się w tym celu albo promieniowanie wysyłane przez samą kroplę, albo pochodzące od oświetlacza (źródło światła) umieszczonego na osi mikroskopu. Należy podkreślić, że metody kropli leżącej i wiszącej są metodami statycznymi. W przypadku stosowania metody kropli leżącej, zadowalające wyniki pomiaru napięcia powierzchniowego można uzyskać w praktyce jedynie wówczas, gdy kąt zwilżania jest większy od 90° ($\theta > 90^\circ$). Otóż niekiedy trudno jest dobrać materiał podkładki w taki sposób, aby z jednej strony materiał ten był obojętny chemicznie względem badanego żuźla lub metalu, z drugiej zaś spełniał powyższy warunek ($\theta > 90^\circ$). Jeżeli ciecz zwilża materiał podkładki ($\theta < 90^\circ$), co często ma miejsce w przypadku stopionych soli i tlenków, to można posłużyć się ewentualnie metodą kropli wiszącej.



Rys. 4. Schemat pieca do obserwacji i pomiaru wielkości ciekłej kropli

Jako materiał do sporządzania pręta, którym tworzy się kropla wisząca, może służyć badany żużel, a jeśli z praktycznych względów jest to niemożliwe – odpowiedni metal, np. platyna lub molibden (oczywiście w atmosferze ochronnej). W przypadku pomiaru tą metodą napięcia powierzchniowego metali jako materiał pręta stosuje się żaroodporny tlenek lub – jeżeli węgiel nie rozpuszcza się w metalu – grafit (również w atmosferze ochronnej).

4. LITERATURA

W oparciu o skrypty laboratoryjne AGH autorstwa prof. Staronki:

- [1] Staronka A., Holtzer M.: Podstawy fizykochemii procesów metalurgicznych i odlewniczych. Skrypt AGH nr 1251. Wyd. II uzupełnione, Kraków 1991.
- [2] Staronka A., Holtzer M.: Chemia Fizyczna. Wprowadzenie. Uczelniane Wydawnictwa Naukowo Dydaktyczne AGH. Kraków 2000.
- [3] Staronka A., Holtzer M., Piekarska M.: Podstawy fizykochemii procesów metalurgicznych i odlewniczych. Ćwiczenia laboratoryjne i rachunkowe. Skrypt AGH nr 1228. Kraków 1991.

Literatura uzupełniająca:

- [1] Turalska P. i inni: Wpływ wielkości kropli na kinetykę zwilżania w układzie SAC305/Ni. Prace Instytutu Odlewnictwa LV/2 (2015), 3-17, DOI: 10.7356/iod.2015.04.
- [2] Wyznaczanie swobodnej energii powierzchniowej wybranych biomateriałów metodą pomiaru kąta zwilżania, materiały do ćwiczeń Politechniki Krakowskiej.
- [3] Stypuła B.: Napięcie powierzchniowe cieczy, materiały do ćwiczeń Akademii Górniczo-Hutnicznej.
- [4] Sobczak N.: Zwilżalność, struktura i właściwości granic rozdziału w układzie Al/Al₂O₃. Kompozyty 3/7 (2003).

5. INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA:

5.1. Temat ćwiczenia: Pomiar napięcia powierzchniowego metodą kropli leżącej.

5.2. Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest określenie napięcia powierzchniowego metodą kropli leżącej ciekłego metalu oraz kąta zwilżania względem materiału ceramicznego (tudzież innego).

5.3. Aparatura i sprzęt laboratoryjny oraz i materiały do badań:

- aparat fotograficzny i statyw;
- waga laboratoryjna;
- szkło kwarcowe;
- pipeta.
- próbki do badań przygotowane na zajęciach (żywice odlewnicze).

5.4. Wykonanie ćwiczenia:

WYKONANIE PRAKTYCZNE

Zgodnie ze wskazówkami prowadzącego wykonać zdjęcie kropli żywicy odlewniczej na podkładce ze szkła kwarcowego w odstępach 3, 6 i 10 sekund od nałożenia kropli na podkładkę.

WYKONANIE TEORETYCZNE

Pomierzyć parametry kropli potrzebne do opracowania wyników (skorzystaj z tabeli 1), korzystając z otrzymanego zdjęcia i zapisać wyniki w sporządzonej tabeli. **Przygotuj linijkę, ekierkę, kątomierz oraz przybory do pisania i kalkulator. Około 80% sprawozdania jest robione na ćwiczeniach.**

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Napięcie powierzchniowe ciekłego metalu σ_{c-g} wylicza się w oparciu o wzór:

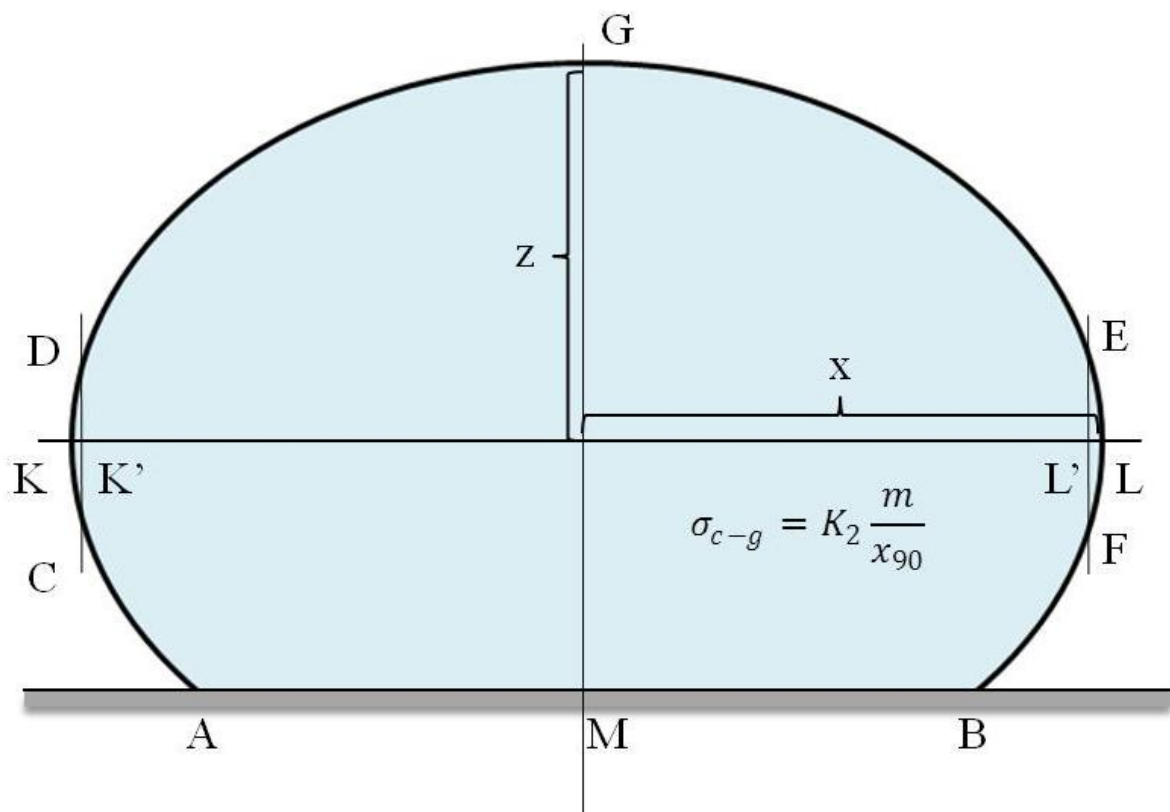
$$\sigma_{c-g} = K_2 \frac{m}{x_{90}}$$

gdzie:

- σ_{c-g} – napięcie powierzchniowe (mN/m), x_{90} – $\frac{1}{2}$ maksymalnej średnicy kropli (m),
 K_2 – stała, zależna od kształtu kropli, m – ciężar próbki (kg·10⁻³).

Współczynnik K_2 wylicza się z pomiarów parametrów kropli (stosunek x_{90}/z_{90}) za pomocą tablic Bashfortha (tabela 1). Wartości x_{90} i z_{90} określa się z otrzymanych zdjęć kropli. Przy czym x_{90} jest to połowa średnicy kropli w płaszczyźnie równikowej, z_{90} zaś - wysokość wierzchołka kropli ponad tę płaszczyznę. Wartości x_{90} i z_{90} oblicza się ze zdjęć w następujący sposób (rys. 5.):

- punkty A i B łączy się prostą;
- wykreśla się dwie proste prostopadłe do odcinka AB tak, aby odciły one niewielkie części kropli;
- w punktach przecięcia się konturów kropli z tymi prostopadłymi otrzymuje się odcinki CD i EF;
- każdy z odcinków CD i EF dzieli się na dwie równe części, otrzymując punkty K' i L', przez które prowadzi się linię prostą;
- z otrzymanych punktów K i L wykreśla się symetralną, GM do odcinka KL, stanowiącego średnicę kropli w płaszczyźnie równikowej (odcinek KL = 2x);
- odległość punktu przecięcia prostych KL i GM od punktu przecięcia prostej GM z linią konturu kropli przedstawia szukany odcinek z.



Rys. 5. Schemat wyznaczenia wielkości x_{90} i z_{90} z kształtu kropli leżącej

$\frac{1}{2}$ maksymalnej średnicy próbki x_{90} w czasie doświadczenia oblicza się ze zdjęcia znając całkowite powiększenie A:

$$x_{90} = \frac{x}{A}$$

x – $\frac{1}{2}$ średnicy kropli odczytana na zdjęciu, przy czym

$$A = A_1 \cdot A_2$$

gdzie:

A_1 – powiększenie próbki na filmie,

A_2 – powiększenie próbki na zdjęciu.

Wartość A_1 ustala się bezpośrednio w czasie pomiaru za pomocą mikroskopu, natomiast A_2 obliczamy ze wzoru:

$$A_2 = \frac{d_z}{d_f}$$

gdzie:

d_z – długość odcinka na zdjęciu,

d_f – długość odcinka na filmie.

W praktyce stosuje się powiększenie całkowite ok. 20 razy. Wartości x i z mierzy się przy pomocy krocza, suwmiarki i milimetrówki. Średnią wartość napięcia powierzchniowego danego metalu oblicza się z kilku jednakowo dokładnych pomiarów. Średnia arytmetyczna $\Delta\bar{x}$ z odchyłek pojedynczego pomiaru od punktu odniesienia x_0 wyraża się wzorem:

$$\Delta\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - x_0)$$

gdzie:

x_i – wartość napięcia powierzchniowego z i-go pomiaru,

n - liczba pomiarów,

stąd średnia arytmetyczna z pomiarów:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = x_0 + \Delta\bar{x}$$

zatem średni błąd kwadratowy pojedynczego pomiaru wynosi:

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x - x_i)^2}$$

Uwaga: Należy pamiętać, że metodą kropli leżącej można wyznaczać napięcie powierzchniowe cieczy, dla której kąt zwilżania $\theta > 90^\circ$.

TABELA 1.

x_{90}/z_{90}	K_1	K_2	x_{90}/z_{90}	K_1	K_2
1.026	0.25167	2127.0	1.063	0.26929	893.2
1.027	0.25218	2047.1	1.064	0.26974	880.0
1.028	0.25268	1973.2	1.065	0.27019	867.3
1.029	0.25318	1904.5	1.066	0.27063	854.9
1.030	0.25367	1840.7	1.067	0.27108	843.0
1.031	0.25417	1781.1	1.068	0.27152	831.3
1.032	0.25467	1725.4	1.069	0.27197	820.1
1.033	0.25516	1673.2	1.070	0.27241	809.1
1.034	0.25565	1624.2	1.071	0.27285	798.5
1.035	0.25614	1578.1	1.072	0.27329	788.1
1.036	0.25663	1534.7	1.073	0.27372	778.1
1.037	0.25712	1493.6	1.074	0.27416	768.3
1.038	0.25761	1454.8	1.075	0.27460	758.8
1.039	0.25809	1418.1	1.076	0.27503	749.6
1.040	0.25857	1383.3	1.077	0.27546	740.6
1.041	0.25905	1350.2	1.078	0.27589	731.8
1.042	0.25954	1318.7	1.079	0.27632	723.2
1.043	0.26001	1288.7	1.080	0.27675	714.9
1.044	0.26049	1260.2	1.081	0.27718	706.8
1.045	0.26097	1232.9	1.082	0.27761	698.9
1.046	0.26144	1206.9	1.083	0.27803	691.1
1.047	0.26191	1182.0	1.084	0.27846	683.6
1.048	0.26239	1158.1	1.085	0.27888	676.2
1.049	0.26286	1135.3	1.086	0.27930	669.1
1.050	0.26332	1113.4	1.087	0.27972	662.0
1.051	0.26379	1092.4	1.088	0.28014	655.2
1.052	0.26426	1072.2	1.089	0.28056	648.5
1.053	0.26472	1052.8	1.090	0.28097	641.9
1.054	0.26518	1034.1	1.091	0.28139	635.5
1.055	0.26565	1016.1	1.092	0.28180	629.3
1.056	0.26611	998.8	1.093	0.28222	623.1
1.057	0.26656	982.1	1.094	0.28263	617.1
1.058	0.26702	966.0	1.095	0.28304	611.3
1.059	0.26748	950.4	1.096	0.28345	605.5
1.060	0.26793	935.4	1.097	0.28386	599.9
1.061	0.26839	920.8	1.098	0.28426	594.4
1.062	0.26884	906.8	1.099	0.28467	589.0

5.5. Opracowanie sprawozdania (*wzór sprawozdania*):

Imię i Nazwisko:	TEMAT ĆWICZENIA:	Data wykonania:
Rok i kierunek:	<i>Pomiar napięcia powierzchniowego metodą kropli leżącej</i>	Zaliczenie:

- cel ćwiczenia,
- wykonanie ćwiczenia,
- obliczenia (wraz ze zdjęciem kropli i obliczeniami zestawionymi w tabeli),
- wynik-wnioski.