

Andreas Stanzel

Protokoll zu Versuch 6: Viskosität

1. Allgemeiner Teil

In diesem Versuch sollen die Viskosität und das mittlere Molekulargewicht einer Polystyrolprobe bestimmt werden. Die Viskosität einer Flüssigkeit beschreibt ihre Zähigkeit, d.h. ihren Widerstand gegen mechanische Verformung. Sie ist von der Form und dem Molekulargewicht des Lösemittels abhängig. In der physikalischen Chemie gibt es zwei Arten, wie man das Molekulargewicht bestimmen kann. Absolut-Methoden, wie die Endgruppenbestimmung oder die Osmometrie messen direkt das mittlere Molekulargewicht. Im Gegensatz hierzu können Relativmethoden unter die auch die Viskosimetrie und Gelpermeationchromatografie fallen nur das mittlere Molekulargewicht zweier Proben vergleichen. Die Referenzsubstanz muss mit einer Absolutmethode bestimmt werden. Die Viskosität η einer Flüssigkeit kann ermittelt werden durch Messung der Zeit Δt , die ein Volumen ΔV benötigt, um durch eine Kapillare mit dem Radius r und der Länge l zu fließen, wobei die Druckdifferenz Δp entsteht.

$$\eta = \frac{\pi r^4 \Delta p \Delta t}{8 l \Delta V}$$

Das Ubbelohde-Viskosimeter arbeitet genau nach diesem Prinzip. Da die Durchlaufzeit direkt proportional zur Viskosität η muß nur die Durchlaufzeit bestimmt werden. Alle anderen Parameter lassen sich in einer Gerätekonstante K zusammenfassen. Da bei großen Flüssigkeitsgeschwindigkeiten in der Kapillare Wirbel auftreten und das Abfließen dadurch etwas abgebremst wird, müssen die Durchlaufzeiten mit dem Hagenbachfaktor τ korrigiert werden.

$$\eta = K (t - \tau)$$

Zur Ermittlung des spezifischen Viskosität η einer Lösung muss die Viskosität des Lösemittels mit berücksichtigt werden.

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta} = \frac{t - t_0}{t_0}$$

Die Indizes 0 markieren das reine Lösemittel

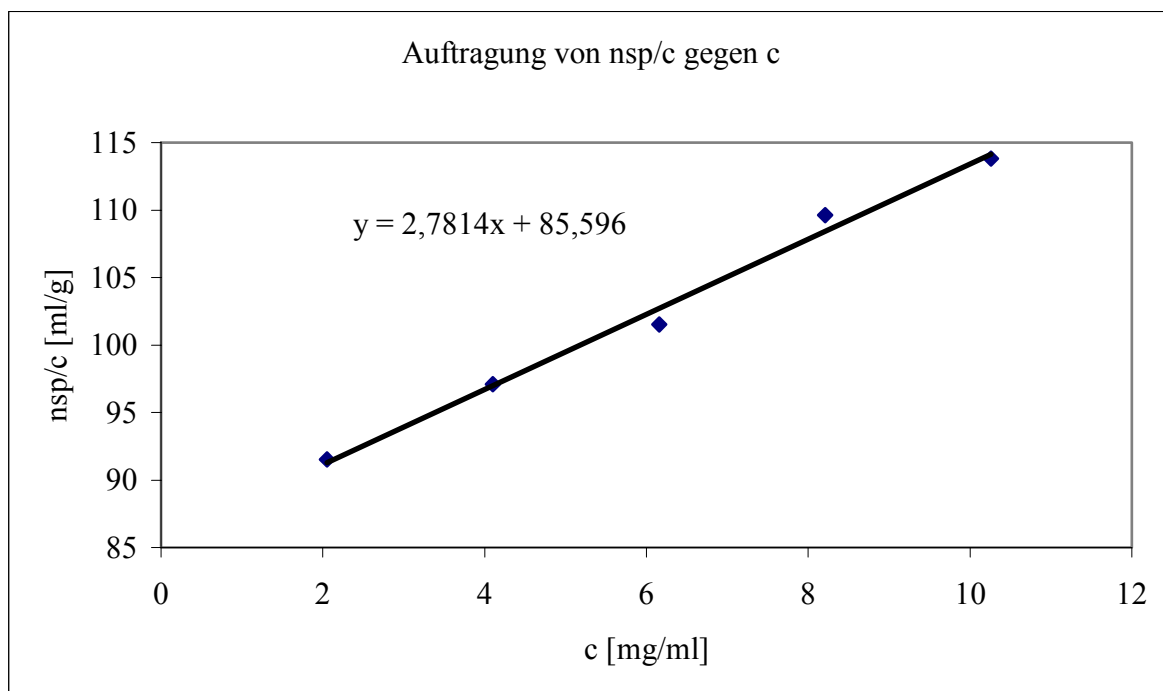
Die spezifische Viskosität ist von der Konzentration abhängig. Diesen Sachverhalt kann man mit einem Trick umgehen, indem man grafisch η_{sp}/c gegen c aufträgt und aus dem Ordinatenabschnitt $[\eta]$ abliest. $[\eta]$ heißt Staudinger-Index oder Viskositätszahl und ist der Grenzwert von η_{sp}/c für c gegen 0. Das Molekulargewicht erhält man aus folgender Gleichung. $[\eta] = K M_\eta^\alpha$, wobei k und α geräte- bzw. lösemittelspezifische Konstanten sind. Trägt man also $[\eta]$ gegen das Molekulargewicht doppelt-logarithmisch auf erhält man aus der Geradensteigung α . Je besser das Lösemittel ist, desto besser nähert sich der Wert α an 1. Zur Bestimmung des mittleren Molekulargewichtes ist eine Eichgerade gegeben, welche durch Absolutmethoden bestimmt wurde.

2. Experimenteller Teil

In einem 100 ml Messkolben wurden über Nacht 1,026 g Polystyrol in Toluol gelöst. Von dieser Stammlösung wurde eine Verdünnungsreihe hergestellt, indem man 5, 10, 15 und 20 ml entnommen hat und in 4 weitere 25 ml Messkolben mit Toluol aufgefüllt hat. In das Viskosimeter wurden ca. 15 ml Lösung bis zur Markierung eingefüllt. Nach einer Temperierzeit von etwa 20 min bei 25 °C wurde die Durchlaufzeit dreimal bestimmt. Die Messungen wurden mit Toluol, als reines Lösungsmittel, den 4 Verdünnungen und der Stammlösung durchgeführt.

3. Messwerte und Auswertung

Lösung	t1 [s]	t2 [s]	t3 [s]	tMittel [s]	τ [s]	tkorr [s]	η	η_{sp}	c [mg/ml]	η_{sp}/c [ml/g]
Toluol	201	201	202	201,3	1,75	199,58	0,64	0,00	0,00	
5 ml	238	239	238	238,3	1,26	237,07	0,76	0,19	2,05	91,54
10 ml	279	280	281	280,0	0,90	279,10	0,89	0,40	4,10	97,08
15 ml	324	325	326	325,0	0,66	324,34	1,04	0,63	6,16	101,54
20 ml	380	380	379	379,7	0,49	379,18	1,21	0,90	8,21	109,63
Stamml.	432	434	433	433,0	0,38	432,62	1,38	1,17	10,26	113,80



Der Ordinatenabschnitt ist gleich dem Staudingerindex $[\eta] = 85,596$ ml/g
 $\lg [\eta] = 1,932$.

Aus dem Eichdiagramm lässt sich das mittlere Molekulargewicht der Polystyrolprobe ablesen.

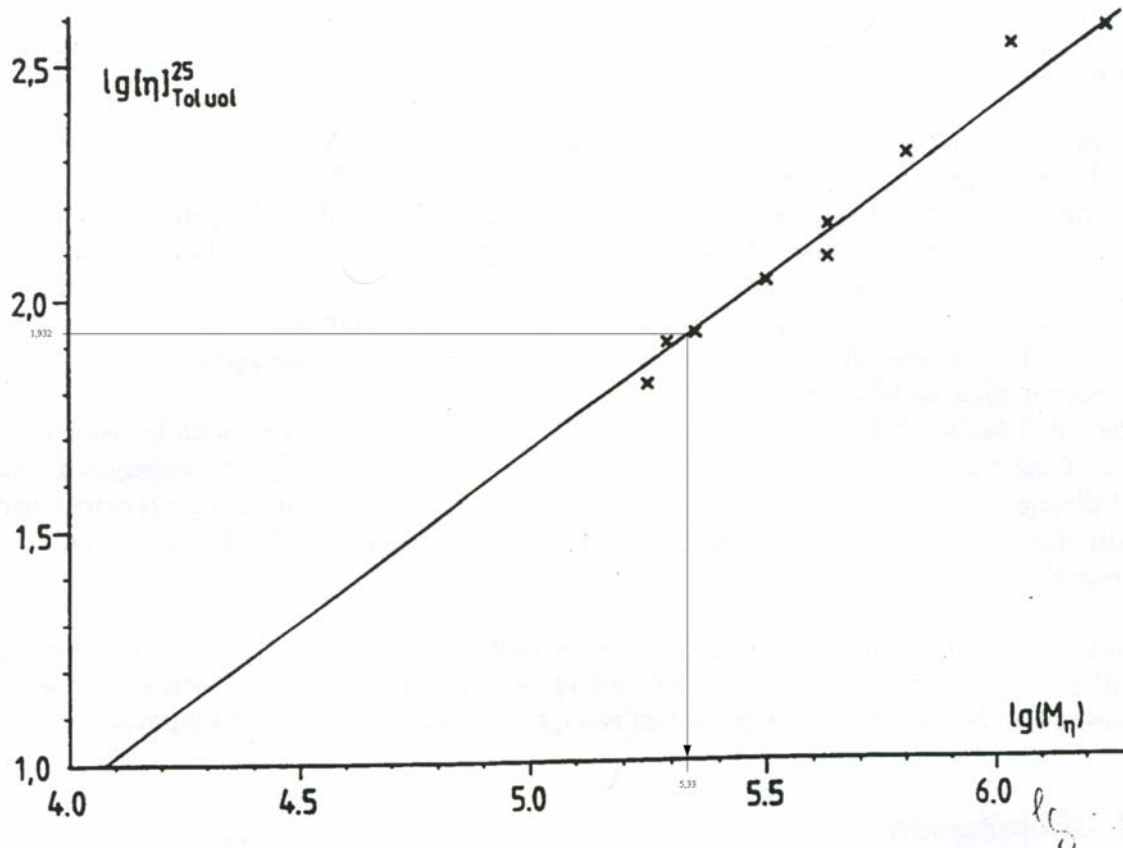


Abbildung 3: Eichkurve für Polystyrol in Toluol bei 25°C, doppelt-logarithmische Auftragung vom Staudinger-Index $[\eta]$ gegen das Molekulargewicht M_η

$\lg M_\eta = 5,33$, daraus folgt eine mittlere Molekularmasse von $10^{5,33} = 214 \cdot 10^3 \text{ g/mol}$

4. Literatur

Praktikumsanleitung

B. Vollmert, *Grundriss der makromolekularen Chemie*, Vollmert-Verlag, Karlsruhe 1988