



Exposé

Ultraschall als Energieeintrag - Sonochemie - Sonolumineszenz

Bachelor of Science | Angewandte Chemie
Fachbereich Chemie und Biotechnologie
Fachhochschule Aachen
Campus Jülich

von
THOMAS BECKMANN
Matrikelnummer | 4015336

Jülich, 19. Juni 2021

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Ziel	1
2	Vorgehensweise	3
2.1	Verteilung der Ultraschalleistung	4
2.2	Kalorimetrische Messung des Energieeintrags	4
2.3	Emulsionsbildung	5
2.4	Verhalten nichtnewtonscher Fluide	5
2.5	Oxidation von Kaliumiodid.....	6
2.6	Sonolumineszenz von Schwefelsäure.....	6
2.7	Sonolumineszenz von Natronlauge.....	7
2.8	Sonolumineszenz verschiedener Fluide.....	7
3	Ablaufplan	8
4	Materialliste	9
4.1	Verwendete Geräte	9
4.2	Verwendete Materialien.....	10
ANHANG		11
LITERATURVERZEICHNIS		12

1 Einleitung und Ziel

Ultraschall ist Schall dessen Frequenz zwischen 20 kHz und 10 GHz liegt. Dieser Frequenzbereich schließt oberhalb des menschlichen Hörvermögens an. In der Natur begegnet uns Ultraschall als Medium zur Informationsübertragung bei Fledermäusen, Ratten, Hunden und sogar Pflanzen [1]. Der Frequenzbereich von 20 kHz bis 100 kHz wird als Leistungsschall bezeichnet und wird vorrangig in physikalisch-technischen Anwendungen zur Materialbearbeitung genutzt. Im Gegensatz dazu wird Ultraschall mit hohen Frequenzen von 2 bis 20 MHz und niedriger Intensität in der diagnostischen Medizin und zur zerstörungsfreien Prüfung eingesetzt. Zwischen 100 kHz und 2 MHz spricht man von Hochfrequenzschall. Dieser Frequenzbereich ist besonders interessant für physikalische und chemische Vorgänge. In der Sonochemie finden Leistungsschall und Hochfrequenzschall Anwendung.

Die Sonochemie befasst sich mit dem Effekt des Ultraschalls auf chemische Systeme. Ausgelöst werden diese Effekte durch Kavitation. Kavitation beschreibt die Bläschenbildung und das Kollabieren der gebildeten Bläschen in Flüssigkeiten durch Druckschwankungen. Beim Kollabieren wird lokal und in kurzer Zeit Energie freigesetzt. Die physikalischen und chemischen Effekte des Bläschenkollaps können in drei Regionen beobachtet werden. Im Inneren der Bläschen können durch extreme Temperaturen von bis zu 20000 K [2] und mittels hohen Druckes bis ungefähr 1700 atm [3] eine Vielzahl an Reaktionen stattfinden. Zum Beispiel werden bei der Beschallung von wässrigen Lösungen unter anderem Hydroxylradikale, Wasserstoffradikale und Wasserstoffperoxid gebildet. Angrenzend an die Bläschen können durch Migration der Radikale Reaktionen im umgebenden Fluid stattfinden. Da durch den Kollaps der Bläschen große Scherkräfte entstehen, können in näherer Umgebung auch mechanische Effekte auftreten, die beispielsweise chemische Bindungen in Polymeren brechen können [4].

Von besonderem Interesse und bisher nicht gänzlich entschlüsselt ist die Sonolumineszenz, die das Auftreten von Lichtemission in beschallten Flüssigkeiten beschreibt. Erstmals beobachtet wurde dieses Phänomen 1934 bei dem Versuch die Entwicklungszeit eines fotografischen Films durch Ultraschallbeschickung zu verkürzen [5]. Die nur kurz und unregelmäßigen auftretenden Lichtblitze, wurden in den folgenden Jahren weiter untersucht. Man stellte fest, dass die Lumineszenz immer

in Zusammenhang mit Kavitation und dem Bläschenkollaps auftrat. Diese erste Form der Sonolumineszenz wird als Multi-Bubble-Sonolumineszenz bezeichnet.

Die Entdeckung der Single-Bubble-Lumineszenz, als reproduzierbares Phänomen 1990 stellt einen wichtigen Wendepunkt für die Sonolumineszenz dar, da nun genauere Beobachtungen einzelner Kavitationsblasen möglich wurden. Hierzu wird eine einzelne Kavitationsblase in einer stehenden Schallwelle gefangen [6]. Bis heute wurden mehr als 15 Theorien zur Entstehung der Sonolumineszenz entwickelt. Dabei erfährt die Theorie von Lohse und Hilgenfeldt [2], welche davon ausgeht, dass es sich um thermische Strahlung eines nicht-schwarzen Körpers handelt, die breiteste Akzeptanz.

Im Allgemeinen eröffnet die Sonochemie Möglichkeiten physikalische Prozesse und chemische Reaktionen effizienter zu gestalten. Gerade im Hinblick auf Nachhaltigkeit, die in den verschiedensten Bereichen unseres alltäglichen Lebens immer mehr Bedeutung erlangt, kann die Sonochemie in vielfältiger Form angewendet werden, um beispielsweise bisher erforderliche Stoffmengen zu reduzieren. Zudem ist die Entdeckung des sonochemischen Umschaltens von Reaktionsmechanismen [7] in der organischen Chemie nur eines von vielen Beispielen, in denen die Sonochemie bemerkenswerte Veränderungen hervorbringt, um chemische Reaktionen zu beeinflussen.

Insbesondere die Sonolumineszenz als Resultat der Kavitation kann aufschlussreiche Erkenntnisse zu den Eigenschaften der Kavitationsbläschen und der beteiligten Fluiden und Gasen liefern. Demnach bietet die Sonolumineszenz viel Potenzial für Fortschritt in der Sonochemie.

Das Ziel dieses Projektes ist durch einfache Experimente mit einem Ultraschallbad sonochemische Effekte und Sonolumineszenz nachvollziehbar darzustellen.

2 Vorgehensweise

Die Versuche werden in einem Ultraschallbad mit einer Frequenz von ca. 40 kHz und einem weiteren Ultraschallbad mit höherer Frequenz durchgeführt. Zur Dokumentation der Ergebnisse werden unter anderem Foto- und Videoaufnahmen angefertigt.

Zunächst soll der optimale Versuchsaufbau für beide Ultraschallbäder ermittelt werden. Hierzu soll die Perforation von Alufolie im Ultraschallbad genutzt werden (Kapitel 2.1), um Bereiche besonders hoher Ultraschalleistung zu identifizieren. Zusätzlich können diese Bereiche mit einer Wärmebildkamera sichtbar gemacht werden. Die ermittelten Positionen können anschließend über kalorimetrische Messung des Energieeintrags (Kapitel 2.2) bestätigt und verglichen werden.

Folgend werden in den Kapiteln 2.3 bis 2.5 sonochemische Effekte wie die Emulsionsbildung, die Entstehung von Scherkräften und die Erzeugung von Wasserstoffperoxid betrachtet.

Im Anschluss werden die von Lühken und Bader vorgestellten Versuche zur Sonolumineszenz von Schwefelsäure (Kapitel 2.6) und Natronlauge (Kapitel 2.7) nachgestellt [8].

Abschließend sollen weitere Versuche zur Multi-Bubble-Sonolumineszenz mit verschiedenen Fluiden durchgeführt werden (Kapitel 2.8). Hierbei dient folgende Literatur als Orientierung:

Aus der Arbeit von Chambers [9] geht hervor, dass ein direkter Zusammenhang zwischen der Intensität der Sonolumineszenz und dem Produkt aus Viskosität und Dipolmoment besteht. Jarman [10] stellte fest, dass die Intensität der Sonolumineszenz mit dem Quotienten aus quadrierter Oberflächenspannung und dem Dampfdruck korreliert. Glycerin bietet sich zur Veranschaulichung der Sonolumineszenz an, da aus der Literatur hervorgeht, dass hiermit die höchsten Werte für die Intensität erzielt wurden. Günter et al. [11] stellten fest, dass gelöste Salze einen intensivierenden Effekt haben. Durch die Betrachtung der Sonolumineszenz von Natriumchlorid- und Kaliumchlorid-Lösungen verschiedener Konzentration lässt sich diese Beobachtung nachvollziehen.

2.1 Verteilung der Ultraschalleistung

Da die meisten Ultraschallbäder ein inhomogenes Strahlungsfeld erzeugen, sollen die Bereiche mit höchster Ultraschalleistung identifiziert werden. Zur Identifizierung dieser Bereiche soll die Perforation von Alufolie im Ultraschallbad genutzt werden. Um den größtmöglichen Effekt zu erzielen, wird das Ultraschallbad bei voller Leistung betrieben.

Geräte: Ultraschallbad, Schere

Materialien: Aluminiumfolie

Mehrere Blätter der Alufolie werden parallel zueinander senkrecht zum Wannenboden im Ultraschallbad platziert. Das Gerät wird etwa 1 Minute eingeschaltet.

2.2 Kalorimetrische Messung des Energieeintrags

Die Temperatur T eines mit Wasser gefüllten Kolbens, welcher im Bereich höchster Ultraschalleistung platziert wird, wird gegen die Zeit t aufgenommen. Aus den ermittelten Werten lässt sich bei bekannter molarer Wärmekapazität c_p und bekannter molarer Masse M die Leistung P des Ultraschallbads ermitteln.

$$P = (dT/dt) * c_p * M$$

Geräte: Ultraschallbad, Erlenmeyerkolben, Thermometer, Stoppuhr

Materialien: Wasser

In einem Erlenmeyerkolben werden 100 mL Wasser im Ultraschallbad platziert. Ein Thermometer wird im Erlenmeyerkolben platziert. Das Ultraschallbad wird eingeschaltet und die Stoppuhr gestartet. Die Temperatur- und Zeitwerte werden über einen Zeitraum von 10 Minuten in kurzen Abständen notiert.

2.3 Emulsionsbildung

Bei Synthesen mit nicht mischbaren Flüssigkeiten können Reaktionen nur an der Grenzfläche dieser Flüssigkeiten stattfinden. Durch Ultraschall können feine Emulsionen erzeugt werden, sodass die Reaktionsfläche vergrößert wird. Auch in der Lebensmittel- und Kosmetikindustrie ist das Erzeugen von möglichst stabilen Emulsionen von großer Bedeutung. Dieser Versuch soll zeigen, dass sich durch die Beschallung im Ultraschallbad stabile Emulsionen erzeugen lassen. Eine Vergleichsprobe wird mit einem Magnetrührer emulgiert.

Geräte: Ultraschallbad, Erlenmeyerkolben, Rührfisch, Magnetrührer, Scheidetrichter

Materialien: Wasser, Speiseöl

Zwei Erlenmeyerkolben werden jeweils mit 30 mL Wasser gefüllt und 8 bis 10 Tropfen Speiseöl hinzugegeben. Beide Gefäße werden anschließend kräftig geschüttelt. Einer der Kolben wird im Ultraschallbad 15 Minuten beschallt. Der andere Erlenmeyerkolben wird mit einem Rührfisch versehen und kräftig gerührt. Die entstehende milchige Phase wird über einen Scheidetrichter getrennt und luftdicht verschlossen zur Beobachtung abgestellt.

2.4 Verhalten nichtnewtonscher Fluide

Dieser Versuch soll die entstehenden Scherkräfte anhand der Dilatanz eines Stärke-Wasser-Gemischs zeigen.

Geräte: Ultraschallbad, Erlenmeyerkolben

Materialien: Wasser, Speisestärke

Ein Gemisch aus etwa 3 Teilen Speisestärke und 2 Teilen Wasser wird im Erlenmeyerkolben im Ultraschallbad beschallt.

Es wird erwartet, dass das zunächst fließfähige Gemisch unter Ultraschalleinwirkung zäher wird.

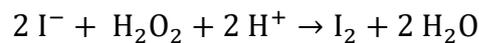
2.5 Oxidation von Kaliumiodid

Durch die Generierung von Wasserstoffperoxid soll Kaliumiodid zu Iod oxidiert werden. Als qualitativer Nachweis wird Stärke-Lösung zugesetzt, sodass der bekannte Iodstärkekomplex ausfällt.

Geräte: Ultraschallbad, Erlenmeyerkolben

Materialien: Wasser, Kaliumiodid-Lösung $c = \text{ca } 1 \text{ mol/L}$, Stärke-Lösung

30 mL Kaliumiodid-Lösung $c = \text{ca. } 1 \text{ mol/L}$ und 5 mL Stärke-Lösung werden in einem Erlenmeyerkolben im Ultraschallbad ca. 15 Minuten beschallt.



2.6 Sonolumineszenz von Schwefelsäure

Nach Lühken und Bader [8]

Geräte: Ultraschallbad, Polyethylen-Flasche, Glasrohr mit Fritte, Stativ

Materialien: Schwefelsäure $w = 95\text{-}100\%$, Stickstoff oder Luft, Eis

Die Polyethylen-Flasche wird mit Schwefelsäure gefüllt. Nun leitet man einige Minuten lang Stickstoff oder Luft über die Fritte durch die Säure und verschließt die Flasche. Das Ultraschallbad wird mit Eis gekühlt. Die präparierte Schwefelsäure wird in der nun verschlossenen Polyethylen-Flasche in das Ultraschallbad gehängt. Der Raum wird verdunkelt und das Ultraschallbad eingeschaltet.

Alternativ kann der Stickstoff- oder Luftstrom auch während der Beschallung eingeleitet werden. Hierdurch soll eine intensivere Sonolumineszenz erzeugt werden.

2.7 Sonolumineszenz von Natronlauge

Nach Lühken und Bader [8]

Geräte: Ultraschallbad, Polyethylen-Flasche, Glasrohr mit Fritte, Stativ

Materialien: Natronlauge $c = \text{ca. } 28 \text{ mol/L}$, Stickstoff oder Luft, Eis

Die Polyethylen-Flasche wird mit Natronlauge gefüllt. Nun leitet man einige Minuten lang Stickstoff oder Luft über die Fritte durch die Lauge und verschließt die Flasche. Das Ultraschallbad wird mit Eis gekühlt. Die präparierte Schwefelsäure wird in der nun verschlossenen Polyethylen-Flasche in das Ultraschallbad gehängt. Der Raum wird verdunkelt und das Ultraschallbad eingeschaltet.

Alternativ kann der Stickstoff- oder Luftstrom auch während der Beschallung eingeleitet werden. Hierdurch soll eine intensivere Sonolumineszenz erzeugt werden.

2.8 Sonolumineszenz verschiedener Fluide

Geräte: Ultraschallbad, Erlenmeyerkolben 100 mL, Glasrohr mit Fritte, Stativ

Materialien: Wasser, Glycerin, Natriumchlorid, Kaliumchlorid, Stickstoff oder Luft, Eis

Der Erlenmeyerkolben wird mit etwa 50 mL Flüssigkeit gefüllt und im Ultraschallbad im Bereich höchster Leistung platziert. Das Ultraschallbad wird mit Eis gekühlt. Der Raum wird verdunkelt. Das Ultraschallbad wird eingeschaltet und ein Stickstoff- oder Luftstrom über das Glasrohr eingeleitet.

Eingesetzte Flüssigkeiten sind Wasser, Glycerin, Natriumchloridlösung und Kaliumchloridlösung. Bei den Salzlösungen soll jeweils eine Verdünnungsreihe betrachtet werden.

3 Ablaufplan

Voraussichtliches Startdatum: 26. Juli 2021

Meilenstein 1: Ermittlung der optimalen Position des Reaktionsgefäßes
(2.1, 2.2 & Aufnahmen mit Wärmebildkamera)
– bis 11. August 2021 (Woche 3)

Wiederaufnahme des Praxisprojektes ab 13. September 2021

Meilenstein 2: Sonochemische Effekte (2.3, 2.4 & 2.5) – bis Woche 5

Meilenstein 3: Nachstellung der Versuche von Lühken und Bader zur
Sonolumineszenz (2.6 & 2.7) – bis Woche 6

Meilenstein 4: Sonolumineszenz verschiedener Fluide (2.8) – ab Woche 7

4 Materialliste

4.1 Verwendete Geräte

Tabelle 1: Verwendete Geräte

Gerät	Bemerkung
(Handy-)Kamera	
Wärmebildkamera	
Ultraschallbad	2 verschiedene
Hebebühne	Passend für Ultraschallbad
Stativ	
Thermometer	
Stoppuhr	
Waage	
Magnetrührer mit Rührfisch	
Erlenmeyerkolben 100 mL	3 Stück
Scheidetrichter 100 mL	
Polyethylen-Flasche 100mL	Weithals, 2 Stück
Glasrohr mit Fritte	
Messkolben 100 mL	

4.2 Verwendete Materialien

Tabelle 2: Verwendete Materialien

Material	Menge	Bemerkung	Packungsgröße	Preis
Aluminiumfolie				
Speiseöl				
Speisestärke				
Stickstoff/Luft				
Eis				
Kaliumiodid-Lösung	30 mL / ~8,3 g (50 mL)	c = ca. 1 mol/L	100 g	30,80 €
Stärke-Lösung	5 mL			
Konzentrierte Schwefelsäure	100 mL	w = 95-100%	100 mL	34,20 €
Natronlauge	100 mL / ~ 112g NaOH	c = ca. 28 mol/L	500 g (Pellets)	23,10 €
Glycerin	50 mL		100 mL	35,90 €
Natriumchlorid	etwa 100 g		500 g	25,40 €
Kaliumchlorid	etwa 100 g		500 g	35,50 €

Anhang

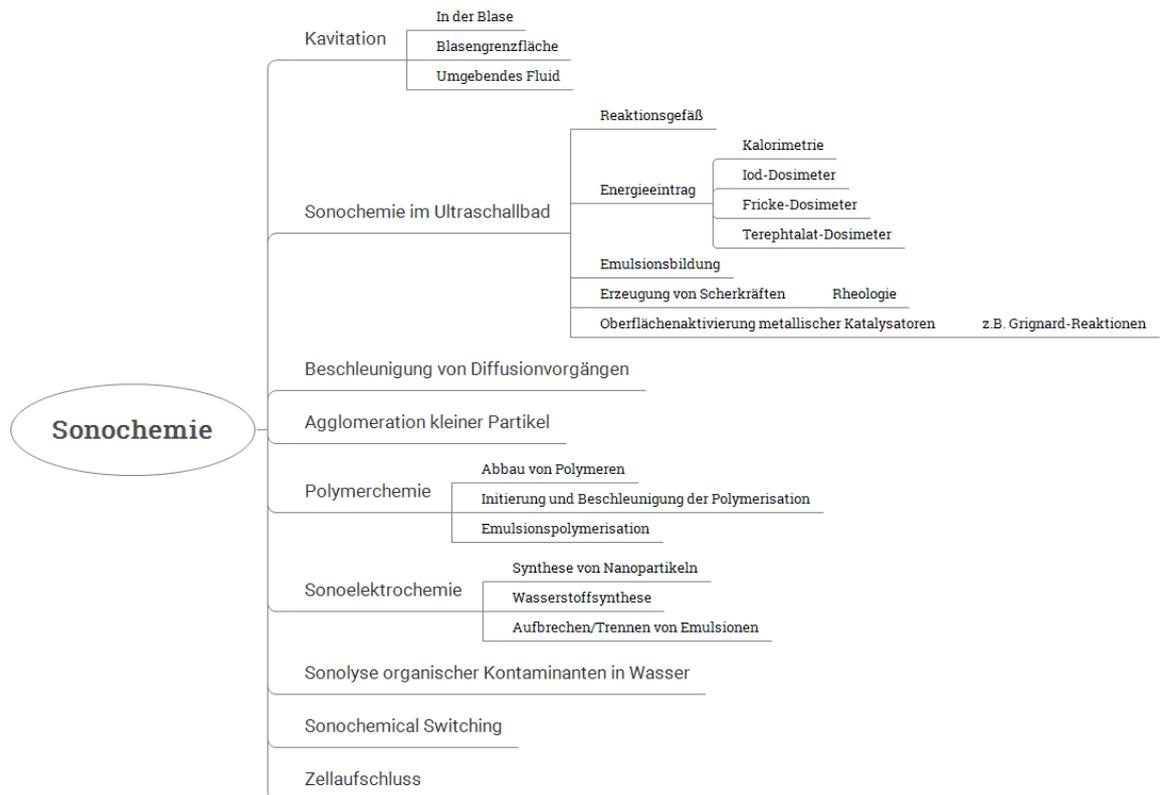


Abbildung 1: Mindmap Sonochemie

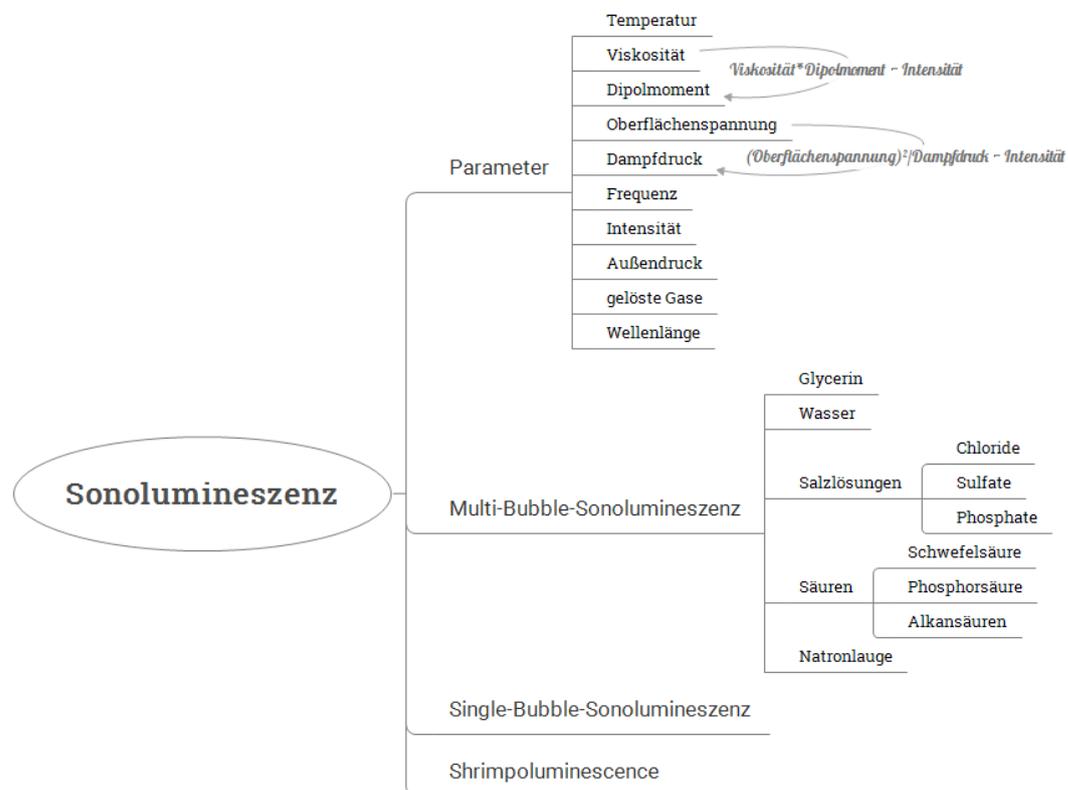


Abbildung 2: Mindmap Sonolumineszenz

Literaturverzeichnis

- [1] A. Ponomarenko, O. Vincent, A. Pietriga, H. Cochard, É. Badel und P. Marmottant, „Ultrasonic emissions reveal individual cavitation bubbles in water-stressed wood,“ *Journal of The Royal Society Interface*, Bd. 11, Nr. 99, p. 20140480, 06 Oktober 2014.
- [2] D. Lohse und S. Hilgenfeldt, „Sonoluminescence: When bubbles glow,“ *Current Science*, Bd. 78, Nr. 3, pp. 238-240, 10 Februar 2000.
- [3] H. Mitome, „Micro Bubble and Sonoluminescence,“ *Jpn. J. Appl. Phys.*, Bd. 40, Nr. 5S, p. 3484, 01 Mai 2001.
- [4] T. J. Mason, *Sonochemistry*, Oxford: Oxford University Press, 1999.
- [5] H. Frenzel und H. Schultes, „Lumineszenz im ultraschallbeschiedten Wasser,“ *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, Bd. 27B, Nr. 1, pp. 421-424, 01 Oktober 1934.
- [6] D. F. Gaitan, L. A. Crum, C. C. Church und R. A. Roy, „Sonoluminescence and bubble dynamics for a single, stable, cavitation bubble,“ *The Journal of the Acoustical Society of America*, Bd. 91, Nr. 6, pp. 3166-3183, Juni 1992.
- [7] T. Ando, S. Sumi, T. Kawate, J. Ichihara (née Yamawaki) und T. Hanafusa, „Sonochemical switching of reaction pathways in slid–liquid two-phase reactions,“ *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*, pp. 439-440, 1 Januar 1984.
- [8] A. Lühken und H. J. Bader, „Von der Lumineszenz der Schwefelsäure bis zur Oxidation von Iodid Einfache Versuche im Ultraschallbad,“ *CHEMKON*, Bd. 6, Nr. 4, pp. 185-190, 1999.
- [9] L. A. Chambers, „The Emission of Visible Light from Cavitated Liquids,“ *J. Chem. Phys.*, Nr. 5, pp. 290-292, 1 Mai 1937.

- [10] P. Jarman, „Measurements of Sonoluminescence from Pure Liquids and some Aqueous Solutions,“ *Proc. Phys. Soc.*, Bd. 73, Nr. 4, pp. 628-640, April 1959.
- [11] P. Günter, E. Heim, A. Schmitt und W. Zeil, „Versuche über Sonolumineszenz,“ *Zeitschrift für Naturforschung A*, Bd. 12, Nr. 6, pp. 521-522, 1 Juni 1957.
- [12] T. J. Mason und J. P. Lorimer, *Applied Sonochemistry: the uses of power ultrasound in chemistry and processing*, Weinheim: Wiley-VCH, 2002.
- [13] F. R. Young, *Sonoluminescence*, Boca Raton: CRC Press, 2005.
- [14] H. Kuttruff, „Licht aus Schall,“ *Physik in unserer Zeit*, Bd. 30, Nr. 1, pp. 23-30, 1999.
- [15] K. S. Suslick, „Sonochemistry,“ *Science*, Bd. 247, Nr. 4949, pp. 1439-1445, 23 März 1990.
- [16] T. Kikuchi und T. Uchida, „Calorimetric method for measuring high ultrasonic power using water as a heating material,“ *J. Phys.: Conf. Ser.*, Bd. 279, p. 012012, Februar 2011.
- [17] H. Frenzel, K. Hirsberg und H. Schultes, „Über den Einfluß des Ultraschalles auf Diffusionsvorgänge,“ *Zeitschrift für die gesamte experimentelle Medizin*, Nr. 96, pp. 811-816, 29 Mai 1935.
- [18] W. T. Richards und A. L. Loomis, „The Chemical Effects of High Frequency Sound Waves I. A Preliminary Survey,“ *J. Am. Chem. Soc.*, Bd. 49, Nr. 12, pp. 3086-3100, 01 12 1927.