

Application Report

Charakterisierung mikroskopisch kleiner Oberflächen

Application report: AR244d
Industry section: Electronics, medical, cosmetics
Author: TS, Dr. Jan-Gerd Frerichs, Dominik Hennemann
Date: 2005



Method:



Drop Shape Analyzer –
DSA100M

Keywords: Picoliter drops, ink cartridge dosing head, human hair, screw thread, contact angle

Punktlandung oder die Charakterisierung mikroskopisch kleiner Oberflächen mit Hilfe der Kontaktwinkelmesstechnik

Abstract

Betrachten Sie doch einmal den Punkt am Ende eines Satzes in einem Zeitungsartikel. Können Sie sich vorstellen, dass auf einer solchen Fläche 20 bis 30 Tropfen abgesetzt und deren Kontaktwinkel gemessen werden können? Oder stellen Sie sich die Spitze eines Nagels vor. Auch auf dieser mikroskopisch kleinen Fläche können winzige Flüssigkeitstropfen dosiert und vermessen werden. Möglich werden solche Messungen durch das neuartige Mikro-Dosiersystem des DSA100M Kontaktwinkelmeßgerätes, welches in der Lage ist, präzise und punktgenau Tropfenvolumina in der Größenordnung von Pikolitern zu dosieren. Folgende Ausführungen sollen das Potential des DSA100-Mikro-Dosiersystems anhand einiger ausgewählter Beispiele aufzeigen und Sie zu neuen Ideen inspirieren.

Einleitung

Am 29.12.1959 hielt der Physiker und spätere Nobelpreisträger Richard Feynman auf der Jahreshauptversammlung der Amerikanischen Physikalischen Gesellschaft am California Institute of Technology (Caltech) einen Vortrag mit dem Titel "There's Plenty of Room at the Bottom" [1]. Er sprach damals über Möglichkeiten der Manipulation und Steuerung von Dingen im winzigen Maßstab sowie deren theoretischer Realisierung. Schon damals machte man sich also Gedanken um die Miniaturisierung von Systemen.

Seit den 60er Jahren hat sich in diesem Bereich – vor allem auf dem Sektor der Elektronik – viel getan. Elektronische Geräte wie Computer benötigen heute keine ganzen Räume mehr, um untergebracht zu werden. Mobiltelefone oder Speichermedien wie USB-Sticks sind

mittlerweile so kompakt gebaut, dass sie spielend in eine Hosentasche passen. Dieser Fortschritt war u.a. nur möglich, weil die Messtechnik es im Laufe der Jahre schaffte, in kleinere und kürzere Welten vorzudringen. Heute können kinetische Vorgänge wie die Bildung und der Bruch von chemischen Bindungen, welche im Zeitraum von Femtosekunden (10^{-15} s) stattfinden, beobachtet [2], oder einzelne Moleküle im Bereich der instrumentellen Analytik nachgewiesen werden [3-5].

Die Kontaktwinkelmesstechnik leistet nun auch ihren Beitrag zum Thema „Miniaturisierung“. Das neuartige Mikro-Dosiersystem, ein weiterer Baustein des modularen Messsystems DSA100, wurde speziell für sehr kleine Probenoberflächen entwickelt. Es ist in der Lage, punktgenau Tropfenvolumina in der Größenordnung einiger Pikoliter zu dosieren. Folgende Ausführungen sollen das

Potenzial des DSA100-Mikro-Dosiersystems anhand dreier ausgewählter Beispiele aufzeigen und Sie dadurch zu neuen Ideen inspirieren.

Experimenteller Teil

Im Rahmen dieser Arbeit sollte exemplarisch das Benetzungsverhalten von Wasser auf unterschiedlichen, mikroskopisch kleinen Oberflächen mittels optischer Kontaktwinkelmessung bestimmt werden. Als Messsystem kam das DSA100M der Firma KRÜSS GmbH (siehe Abbildung 1) zum Einsatz.



Abb. 1: Tropfenkonturanalysesystem DSA100M der Firma KRÜSS GmbH

Das DSA100M setzt sich aus folgenden Hauptkomponenten zusammen:

- Basis des Gerätes: Kontaktwinkelmesssystem DSA100
- Optik: 6fach-Zoom mit 20x Mikroskopoptik, Arbeitsabstand 20mm, min. Field of View 150µm
- Beleuchtung: High-Power LED Beleuchtung
- Dosierung: Piezo-Dosierung für Tropfen im Pikoliter-Bereich
- Detektion: Die verfügbaren Kamerasysteme unterstützen Bildaufnahmezeiten von 25 bis zu über 1000 fps (fps = frames per second)

Die Aufnahmegeschwindigkeit der Kamera in den folgenden Beispielen lag immer im Bereich von 250 Bildern pro Sekunde, da die Verdunstungsgeschwindigkeit extrem kleiner Tropfen sehr hoch ist.

Als Standard-Testflüssigkeit wurde Wasser verwendet (Tabelle 1).

Flüssigkeit	[mN/m]	[mN/m]	[mN/m]
Wasser	72.80	21.80	51.00

Tab. 1: Daten der Testflüssigkeit Wasser nach Ström [6]

Ergebnisse und Diskussion

Untersuchung der Benetzungseigenschaften des Dosierkopfes einer Druckerpatrone

Mit Hilfe des Kontaktwinkelmessgerätes DSA100M ist es möglich, die Oberfläche der Dosierköpfe von Druckerpatronen bezüglich ihrer hydrophilen oder hydrophoben Eigenschaften zu beurteilen.

Im Allgemeinen sollte eine hydrophobe Druckkopfoberfläche besser für die Verwendung mit einer Druckerpatrone geeignet sein als eine hydrophile Oberfläche, da die auf Wasserbasis hergestellten Tinten aufgrund geringerer Wechselwirkungen diskrete Tropfen bilden und sich leichter vom Druckkopf ablösen.

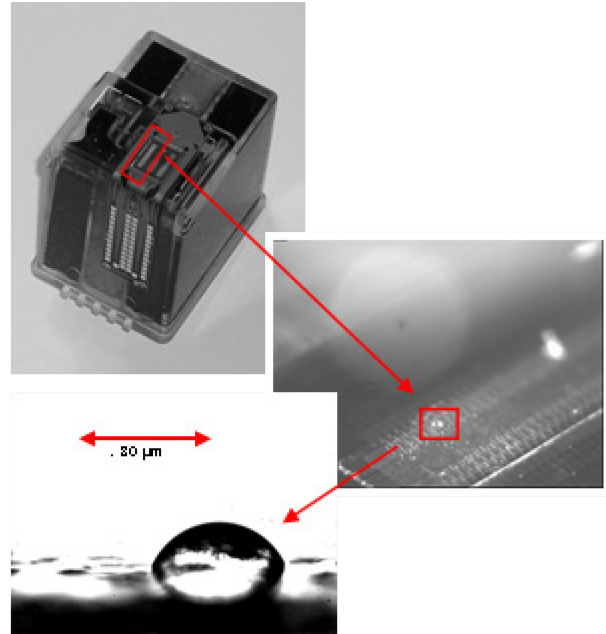


Abb. 2: Wassertropfen (Vol: ca 100 pl) auf dem Dosierkopf einer Druckerpatrone. Die Aufnahmegeschwindigkeit der Kamera betrug 250 fps.

Abbildung 2 zeigt deutlich die mikroskopisch kleine Fläche (ca. 80 µm), die der Wassertropfen auf dem Dosierkopf einnimmt. In diesem Beispiel wurde ein Wasserkontaktwinkel von $\Theta = 66.2^\circ$ gemessen.

Untersuchung der Benetzungseigenschaften in kapillaren Hohlräumen

Eine weitere Einsatzmöglichkeit des DSA100M Kontaktwinkelmesssystems stellt die Beurteilung des Benetzungsverhaltens von Flüssigkeiten in kapillaren Hohlräumen oder Nuten dar. In Abbildung 3 ist exemplarisch ein Wassertropfen in einem mikroskopisch kleinen, gesägten „Canyon“ von ca. 200 µm Breite und ca. 2 mm Tiefe abgebildet. Das Volumen des Tropfens betrug auch hier ca. 100 pl. Mit dem DSA100M ist es nun auch möglich, den Erfolg oder Misserfolg von Oberflächenbehandlungsprozessen (z.B. Plasmabehandlung) in kapillaren Hohlräumen zu beurteilen.

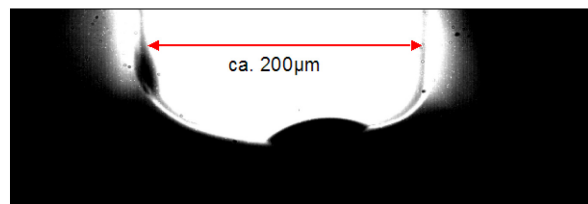


Abb. 3: Wassertropfen (Vol: ca. 100 pl) in einem gesägten Schlitz von ca. 200 µm Breite. Die Tiefe dieses Schlitzes betrug ca. 2 mm.

Charakterisierung gekrümmter, faserförmiger Materialien

Anhand des letzten Fallbeispiels soll gezeigt werden, dass auch die Charakterisierung gekrümmter, faserförmiger Oberflächen auf mikroskopischer Ebene mit Hilfe der Kontaktwinkelmessstechnik möglich ist. Exemplarisch wurde hierfür der Vergleich eines gesunden, unbehandelten Haares mit einem über mehrere Stunden durch Oxidationsmittel behandelten Haares durchgeführt. In Abbildung 4 ist ein ca. 100 pl großer Wassertropfen auf einem menschlichen Haar mit einem Durchmesser von ca. 150 μm dargestellt.

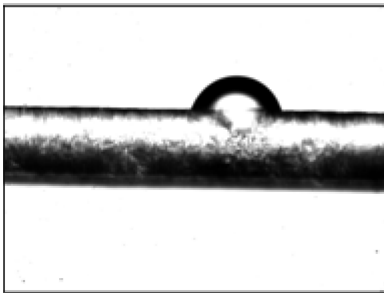


Abb. 4: Wassertropfen (Vol: ca. 100 pl) auf einem menschlichen Haar.

In Abbildung 5 sind die mit dem DSA100M gemessenen Wasserkontaktwinkel auf dem unbehandelten (oben) und dem mit Oxidationsmittel behandelten Haar (unten) in Abhängigkeit der Gesamtmessdauer gezeigt.



Abb. 5: Kontaktwinkelmessdaten von fünf ca. 100 pl großen Wassertropfen aufgebracht im Abstand von 5 s, auf einem unbehandelten Haar (oben) und von vier ca. 100 pl großen Wassertropfen auf einem mit Oxidationsmitteln behandelten Haar in Abhängigkeit der kompletten Messzeit. Die Aufnahmegeschwindigkeit der Kamera war auf 250 fps eingestellt.

Der zickzack-förmige Verlauf der Messkurven resultiert aus:

- a) der Kombination des schnellen Verdunstens und des Eindringens der Flüssigkeit in die Haarfaser

(steiler Abfall des Kontaktwinkels innerhalb von 1 s bis 2 s).

- b) dem wiederholten Aufbringen neuer Flüssigkeitstropfen (sprunghafter Wiederanstieg der Kontaktwinkelmessdaten).

Für die Beurteilung der beiden Haare können die Mittelwerte der Kontaktwinkel gleich nach Auftreffen des Wassertropfens auf die Faser (Peakspitzen in den beiden Diagrammen von Abbildung 5, siehe rote Markierungen) herangezogen werden. Für das unbehandelte Haar resultiert somit ein Wasserkontaktwinkel von $\Theta = 66.0^\circ \pm 4.5^\circ$ und für das mit einem Oxidationsmittel behandelte Haar ein Wasserkontaktwinkel von $\Theta = 82.3^\circ \pm 4.8^\circ$. Das über einen Zeitraum von einigen Stunden mit Oxidationsmittel behandelte Haar zeigt somit ein hydrophoberes Verhalten an der Oberfläche als das unbehandelte Haar.

Zusammenfassung

Mit Hilfe des neuartigen Mikro-Dosiersystems DSA100M, einem weiteren Baustein des modularen Messsystems DSA100, sollte speziell die Eignung zur Beurteilung des Benetzungsverhaltens auf verschiedenen, mikroskopisch kleinen Festkörperoberflächen getestet werden. Hierzu wurden Kontaktwinkelmessungen an ca. 100 pl großen Wassertropfen durchgeführt. Anhand dreier Fallbeispiele konnte gezeigt werden, dass nicht nur eine Charakterisierung ebener, sondern auch dreidimensional verformter Oberflächen auf mikroskopischer Ebene bezüglich des Benetzungsverhaltens von Flüssigkeiten möglich ist.

Literatur

- [1] R. P. Feynman, Sci. Eng. 23 (1960), 20ff.
- [2] A. H. Zewail, Angew. Chemie. 112 (2000), 2689-2738.
- [3] E. B. Shera, N. K. Seitzinger, L. M. Davis, R. A. Keller, S. A. Soper, Chem. Phys. Lett. 174 (1990), 553-557.
- [4] B. Hecht, B. Sick, U. P. Wild, V. Deckert, R. Zenobi, O. J. F. Martin, D. W. Pohl, J. Chem. Phys. 112 (2000), 7761-7774.
- [5] J. K. Gimzewski, C. Joachim, Science 283 (1999), 1683-1688.
- [6] G. Ström, M. Frederiksson, P. Stenius; J. Coll. Interf. Sci. 10, 119/2, 352-361.

Auf unserer Webseite finden Sie viele weitere interessante Applikationsberichte und Technical Notes unter

<https://www.kruss.de/de/service/schulung-theorie/literatur/applikationsberichte/>