

Application Report

Einzelfaser-Benetzbarkeit

Application report: AR271d
Industry section: Carbon Fibres
Author: FK, KO, TW
Date: 2013



Single Fibre Tensiometer – K100SF

Method:



Keywords: wettability, single-fiber contact angle, carbon fiber, coating, fiber reinforced polymers

Benetzbarkeit von Carbonfasern anhand von Einzelfaser-Kontaktwinkelmessungen – eine Machbarkeitsstudie

Abstract

Bei der Herstellung carbonfaserverstärkter Kunststoffe werden Fasern in eine Kunststoffmatrix eingebettet. Hinsichtlich der notwendigen Faserbenetzbarkeit ist die Qualitätssicherung dieses Prozesses eine klassische Aufgabe für die Einzelfaser-Kontaktwinkelmessung. Aber auch eine Herausforderung, denn der im Vergleich zu Haaren oder Textilfasern deutlich geringere Faserdurchmesser stellt hohe Ansprüche an die Präzision des Messgerätes.

In diesem Applikationsbericht wird der Verlauf einer Machbarkeitsstudie zur Einzelfaser-Kontaktwinkelmessung vorgestellt. Anhand dreier unterschiedlich vorbehandelter Fasern wurde die Wiederholgenauigkeit und Signifikanz der Ergebnisse mit einem Einzelfaser-Tensiometer K100SF von KRÜSS überprüft.

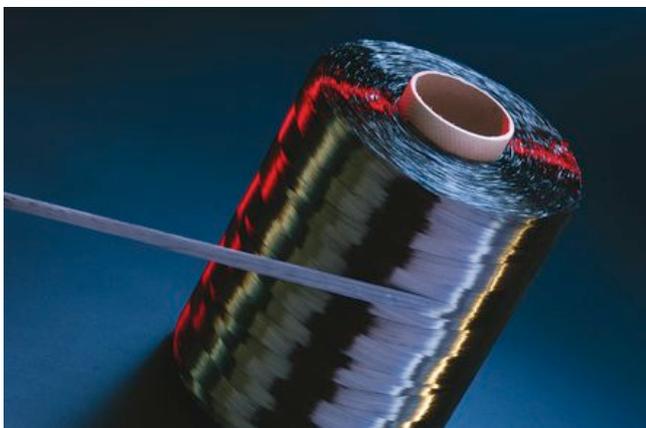


Abb. 1: Bündel aus 50.000 Carbonfasern (Bild: SGL Group)

Hintergrund

Carbonfasern sind hochfest, leicht und leitfähig und werden deshalb in Verbundmaterialien für höchste Ansprüche eingesetzt, zum Beispiel im Flugzeugbau oder für Sportgeräte. Die Einbettung der Fasern in den Matrixkunststoff – häufig werden Epoxidharze verwendet – erfordert eine geeignete Vorbehandlung. Im Herstellungsprozess durchläuft die Faser ein Schlichtebad, wo sie mit einem dünnen Kunststoffüberzug versehen wird. In der Regel wird für die Schlichte die gleiche Substanzklasse wie die des Matrixkunststoffes verwendet, also zum Beispiel Epoxid, wenn dieses die vorgesehene Matrix bildet.

Ist die Beschichtung mit der Schlichte unvollständig oder mit dem Matrixkunststoff nicht kompatibel, können bei

der Einbettung in die Matrix Benetzungsprobleme auftreten. Qualitätseinbußen, zum Beispiel durch Luftbläschen oder ungenügende Haftung, sind mögliche Folgen.

Das Maß für die Benetzbarkeit eines Feststoffes mit einer Flüssigkeit ist der Kontaktwinkel zwischen den beiden Phasen: Je höher der Kontaktwinkel, desto geringer die Benetzung.



Abb. 2: Zusammenhang zwischen Kontaktwinkel und Benetzung

Mit Hilfe der Single-Fibre-Methode können Kontaktwinkelmessungen an einzelnen Fasern durchgeführt werden, so wie sie den Herstellungsprozess verlassen – also noch vor deren weiterer Verarbeitung zum Faserbündel oder -geflecht.

Ziel dieser Arbeit war es, die Machbarkeit von Benetzungsmessungen einzelner Carbonfasern mit Wasser zu überprüfen. Solche Messungen sind hinsichtlich der Detektionsgrenzen eines Einzelfaser-Tensiometers eine Herausforderung:

1. Der Durchmesser einer Carbonfaser beträgt nur etwa ein Zehntel von dem eines menschlichen Haars. Entsprechend sind die zu messenden Benetzungskräfte deutlich geringer.
2. Die Benetzungskraft wird kleiner, wenn sich der Kontaktwinkel dem Wert von 90° nähert. Wegen der hydrophoben Beschichtung der Carbonfasern sind solche hohen Wasserkontaktwinkel und entsprechend kleine Benetzungskräfte zu erwarten.

Vor dem Hintergrund dieser Extrembedingungen wurde die Wiederholbarkeit und Signifikanz von Carbonfasermessungen mit einem Einzelfaser-Tensiometer K100SF geprüft.

Experimenteller Teil

Untersuchte Proben

Zur Untersuchung standen Proben von drei unterschiedlich geschichteten Carbonfasern. Der angegebene Faserdurchmesser betrug $7\ \mu\text{m}$, die für die Messung relevante benetzte Länge (Umfang des kreisrunden Faserprofils) $22,0\ \mu\text{m}$.

Die genaue Beschaffenheit der Beschichtungsstoffe war nicht bekannt. Daher stand die Verifizierung des hydrophoben Charakters der Proben im Vordergrund, der aufgrund der Beschichtung zu erwarten war. Auch sollte gezeigt werden, ob signifikante Unterschiede zwischen den Proben festgestellt werden können.

Testflüssigkeit

Als Testflüssigkeit für die Benetzungsmessungen wurde destilliertes Wasser eingesetzt. Durch die Verwendung der immer gleichen Testflüssigkeit kann die Benetzbarkeit unter einheitlichen Bedingungen verglichen werden. Zwar ist Wasser nicht das für die weitere Faserverarbeitung vorgesehene Medium, doch von der Wasserbenetzung kann auf die Benetzbarkeit durch hydrophobe Medien geschlossen werden: Geringe Wasserbenetzbarkeit spricht für eine gute Benetzbarkeit durch eine hydrophobe Zielmatrix.

Die Messtemperatur betrug 22°C .

Messgerät und -methode

Das verwendete Tensiometer vom Typ K100SF ist mit einer Kraftsensorauflösung von $1\ \mu\text{g}$ für die Messung der an Fasern auftretenden, sehr kleinen Benetzungskräfte ausgelegt.

Bei einer Kontaktwinkelmessung mit diesem Messgerät befindet sich die Faser senkrecht in einem Halter, der am Kraftsensor hängend angebracht ist. Unterhalb der Faser wird ein Gefäß mit der Messflüssigkeit angehoben. Der Kontakt der Faser mit der Oberfläche wird anhand eines sprunghaften Anstiegs des Kraftsensor-Messwertes automatisch detektiert. Bei der weiteren Bewegung des Probengefäßes wird die von der Eintauchtiefe abhängige Benetzungskraft gemessen.

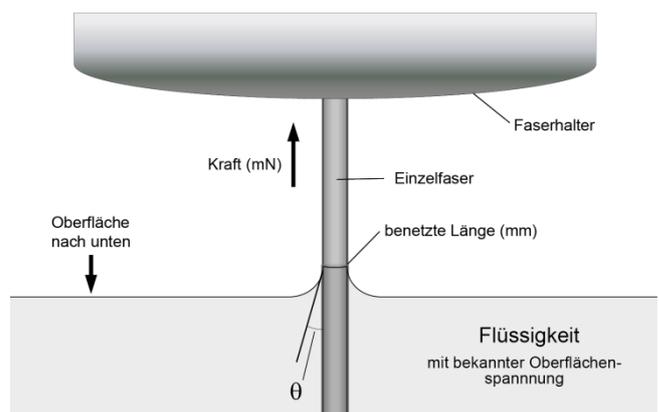


Abb 3: Schematische Darstellung einer Einzelfaser-Kontaktwinkelmessung

Bei großen Probenmengen können mit Fasern versehene Faserhalter mit Hilfe eines Handling-Systems automatisch in das Messgerät eingesetzt und nach der Messung wieder entnommen werden.

Zur Berechnung des Kontaktwinkels θ wird diese Benetzungskraft im Bereich der linearen Abhängigkeit von der Eintauchtiefe auf die Eintauchtiefe 0 extrapoliert.

Der Kontaktwinkel wird auf dem Hin- und Rückweg der Probenbühne gemessen, also beim Benetzen und Entnetzen der Faser. Entsprechend ergibt die Messung zwei Kontaktwinkelwerte: den Fortschrittswinkel aus der Benetzungsphase und den Rückzugswinkel aus der Entnetzungsphase. Aufgrund der Vorbenetzung kann sich der Rückzugswinkel zum Teil deutlich vom Fortschrittswinkel unterscheiden. Da im vorliegenden Fall die Benetzbarkeit der Faser im Vordergrund stand, wurden nur Fortschrittswinkel interpretiert.

Aufgrund der Messung im unteren Empfindlichkeitsbereich des Gerätes wurde überprüft, inwieweit die Wiederholgenauigkeit der Messungen durch Verbesserung der Aufstellbedingungen erhöht werden konnte. Die Aufstellung unter einer Windschutzhaube PA0910 konnte den Einfluss von störenden Luftströmungen, die vermutlich von einer Lüftungsanlage stammten, deutlich reduzieren. Die Verwendung einer Antivibrationsplattform PA0911 brachte wegen der von vornherein vibrationsarmen Umgebung keine signifikante Verbesserung.

Untersuchungsverlauf und Ergebnisse

Im Verlauf der Untersuchung stellte sich heraus, dass die gemessenen Kontaktwinkel von der Bewegungsgeschwindigkeit beim Benetzen der Faser abhängen. Die folgende Abbildung zeigt einen Vergleich der Messkurven bei unterschiedlichen Messgeschwindigkeiten am Beispiel der Probe C.

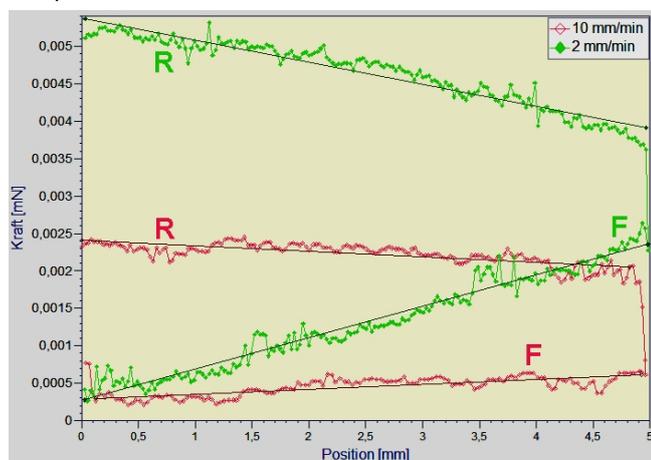


Abb. 4: Kontaktwinkelmessung bei verschiedenen Messgeschwindigkeiten (F = Fortschrittswinkel, R = Rückzugswinkel)

Ein solcher Befund deutet in der Regel auf Veränderung der Oberfläche durch den Kontakt mit der Flüssigkeit hin, zum Beispiel durch Adsorption. Im vorliegenden Fall war die Veränderung reversibel, da sich nach einiger Wartezeit das ursprüngliche Verhalten der Fasern wieder einstellte.

Um den Kontaktwinkel unabhängig von der Eintauchzeit zu messen, wurde die Eintauchgeschwindigkeit erhöht, bis kein zeitlicher Einfluss mehr detektiert werden konnte. Die so ermittelte Eintauchgeschwindigkeit betrug 10 mm/min (vgl. untere Kurve in Abb. 4).

Die folgende Tabelle enthält die Messergebnisse für die Proben A, B und C als Mittelwert mit Standardabweichung aus jeweils mindestens 14 Messungen.

Probe	A	B	C
Kontaktwinkel	71,9±3,7°	83,1±2,7°	78,5±1,8°

Tab. 1: Wasser-Kontaktwinkel und Standardabweichungen für drei Einzelfaserproben

Alle Proben lagen im Bereich geringer Benetzbarkeit zwischen 70° und 90°. Vor dem Hintergrund, dass die Messungen im unteren Empfindlichkeitsbereich des Gerätes durchgeführt wurden, kann die Wiederholgenauigkeit als gut bezeichnet werden. Wie weit die Schwankungen von der Messung herrühren oder Inhomogenitäten der Faserbeschichtung widerspiegeln, kann nicht abschließend beurteilt werden.

Da die Differenzen zwischen den Mittelwerten größer sind als die Standardabweichungen, sind die Ergebnisse signifikant und geben tatsächliche Unterschiede zwischen den Benetzbarkeiten der Fasern wieder.

Die genaue Höhe des Kontaktwinkels ist dabei kein Qualitätskriterium für die Faser; wichtig ist vielmehr die Ähnlichkeit zur vorgesehenen Zielmatrix. Zusätzliche Kontaktwinkelmessungen an den jeweiligen Matrixkunststoffen können Aufschluss über die Kompatibilität geben.

Zusammenfassung

Aufgrund des geringen Durchmessers und der entsprechend kleinen Benetzungskräfte sind Carbonfasern eine Herausforderung für die Einzelfaser-Kontaktwinkelmessung. Ziel dieser Arbeit war es daher, die Machbarkeit von Einzelfaser-Kontaktwinkelmessungen zwischen Carbonfasern und Wasser zu prüfen. Wünschenswert sind solche Messungen, weil die Qualitätssicherung dann vor der weiteren Verarbeitung zum Bündel oder Geflecht erfolgen kann.

Zunächst wurde eine Abhängigkeit des Messwertes von der Eintauchgeschwindigkeit detektiert, welche als reversible Adsorption von Wasser interpretiert wurde. Durch Erhöhung der Messgeschwindigkeit konnte dieser Einfluss eliminiert werden.

Die Mittelwerte aus jeweils mindestens 14 Messungen zeigten Unterschiede im Kontaktwinkel, die über die Streubreite hinausgehen und daher Unterschiede in der Benetzbarkeit der Fasern anzeigen.

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

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