

Technical Note

Praxis der Kontaktwinkelmessung (1)

Technical note: TN311d
Industry section: alle
Author: FT
Date: 04/2007



Drop Shape Analyzer –
DSA100



Force Tensiometer – K100

Method:



Keywords: methods, sample preparation, contact angle, sessile drop, plate

Mit Sorgfalt zur Genauigkeit: Vorbereitungen und Rahmenbedingungen für Kontaktwinkelmessungen

Mit diesem Artikel startet eine Serie zur Praxis der Kontaktwinkelmessung. In dieser und den folgenden Ausgaben werden wir ein breites Spektrum von Themen rund um die Tropfenkonturanalyse behandeln: von der Messvorbereitung über die Dosierbedingungen bis hin zur Wahl der Methoden zur Konturanalyse und Oberflächenenergieberechnung.

Dieser erste Teil beantwortet Fragen zur richtigen Handhabung der Proben und der Testflüssigkeiten und zu den geeigneten Umgebungsbedingungen.

Die Benetzbarkeit eines Festkörpers durch eine Flüssigkeit kann sich schon bei geringfügigen chemischen oder physikalischen Modifikationen der Oberfläche drastisch ändern. Dieser Umstand macht den Kontaktwinkel zu einer sensiblen Messgröße der Oberflächenanalytik. Aber auch auf ungewollte Veränderungen der beteiligten Phasen reagiert der Kontaktwinkel sehr empfindlich.

Einige leicht zu befolgende Tipps zur Probenvorbereitung und Hinweise auf »Fallen« bei der Kontaktwinkelmessung sollen sicher stellen, dass diese Methode verlässliche Ergebnisse liefert.

Probenverunreinigung

Jede feste Oberfläche hat ihre Geschichte. Deshalb kann eine »verdorbene« Oberfläche meist nicht mehr gerettet werden – nach einer Reinigung ist sie nicht mehr dieselbe wie vor der Verschmutzung. Deshalb gilt es, ungewollte Veränderungen der Oberfläche zu vermeiden. Am stärksten wirkt sich in der Regel der Oberflächenkontakt mit Fetten und mit oberflächenaktiven Substanzen aus. Im Folgenden stellen wir diese beiden Fälle in den Fokus.

Verunreinigungen durch Fette

Eine erste wichtige Regel bei der Kontaktwinkelmessung lautet: die Oberfläche darf niemals mit den Fingern berührt werden. Schon geringste Spuren von Fett wirken sich auf das Kontaktwinkelergebnis aus.

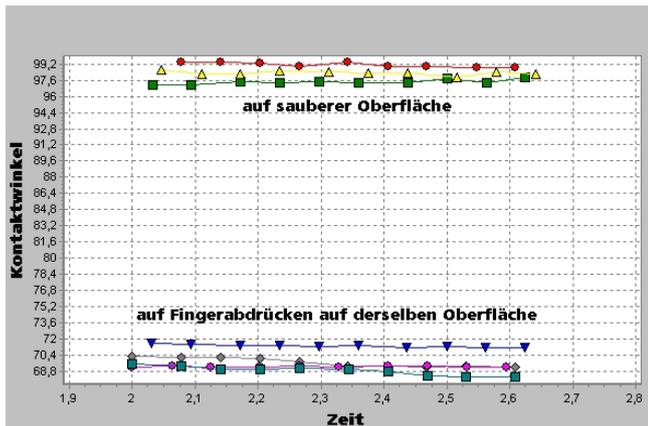


Fig. 1: Wasserkontaktwinkel auf Polycarbonatprobe

Eine oft unerwartete Quelle für Verunreinigungen ist die durch einen Kompressor erzeugte Pressluft – wer Proben im Luftstrom trocknen und von Staubpartikeln befreien will, sollte unbedingt gereinigte Luft verwenden.

Entfetten einer Probe

In vielen Fällen dürfen Proben vor der Messung nicht gereinigt werden. Bei der Qualitätssicherung ist häufig die Benetzbarkeit eines Materials vor dem nächsten Prozessschritt wichtig – eine Reinigung zur Vorbereitung der Labormessung würde die Voraussetzungen ändern.

Sinnvoll ist eine Entfettung dann, wenn der Kontaktwinkel oder die Oberflächenenergie als Eigenschaft eines Materials bestimmt werden sollen. In diesem Fall sollte die Reinigung unter immer gleichen Bedingungen durchgeführt werden – einheitlich für alle Proben, und nicht nur dann, wenn die Probe offensichtlich verunreinigt ist.

Das im Labor zum Spülen verwendete Aceton hat sich in vielen Fällen als ungeeignet erwiesen, da es oft nicht rückstandsfrei verdampft. Mit der Probe sollte daher nur gereinigtes Aceton in Berührung kommen. Auch sollte nach dem Reinigen intensiv getrocknet werden, da Aceton an vielen Oberflächen adsorbiert. Als gute Alternative hat sich zum Beispiel Isopropylalkohol herausgestellt. Die Reinigung sollte im Ultraschallbad erfolgen, damit das Lösemittel auch mikroskopisch kleine Spalten und Risse erreicht.

Bei der Messung gilt: der Kontaktwinkel sollte immer auf einer »frischen« Position gemessen werden, niemals auf einer zuvor benetzten – auch wenn die Testflüssigkeit bereits verdunstet sein sollte.

Oberflächenaktive Substanzen

Zur Reinigung dürfen auf keinen Fall Tenside verwendet werden. Tenside bilden auf vielen Oberflächen hartnäckige Adsorptionsschichten, die in manchen Fällen nicht abgespült, sondern nur mechanisch entfernt werden können. Und oberflächenaktive Substanzen wirken sich gleich zweifach aus: Sie verändern nicht nur die Probenoberfläche, sondern setzen auch die Oberflächenspannung des Wassers herab, das am häufigsten als Testflüssigkeit dient.

Da in vielen Laboratorien Kontaktwinkelmessungen und Tensidbestimmungen Hand in Hand gehen, muss auf peinliche Sauberkeit geachtet werden. Wenn es sich einrichten lässt, sollten Kontaktwinkelmessungen und tensiometrische Untersuchungen an Tensiden in getrennten Laborräumen stattfinden.

Wenig bekannt ist, dass Zigarettenrauch auch für die Kontaktwinkelmessung ungesund ist. Die im Rauch enthaltene Nikotinsäure ist stark oberflächenaktiv. Zwar wird im Labor ohnehin nicht geraucht, aber auch die Rauchluft aus einem benachbarten Pausenraum kann sich durchaus bemerkbar machen.

Unabhängig von den Umgebungsbedingungen sollte die Probe in einem sauberen und luftdichten Behältnis (z.B. einem Exsiccator) transportiert und aufbewahrt und möglichst bald nach der Probenpräparation vermessen werden

Statische Aufladung

Beim Trocknen einer gereinigten Probe lauert schon die nächste »Falle«. Durch Trockenreiben werden besonders Kunststoffe statisch aufgeladen. In der Folge werden dosierte Wassertropfen verformt, im Extremfall springen sie förmlich auf die Probe und bilden Satellitentropfen aus. Deshalb sollten die Proben besser im Trockenschrank getrocknet werden.

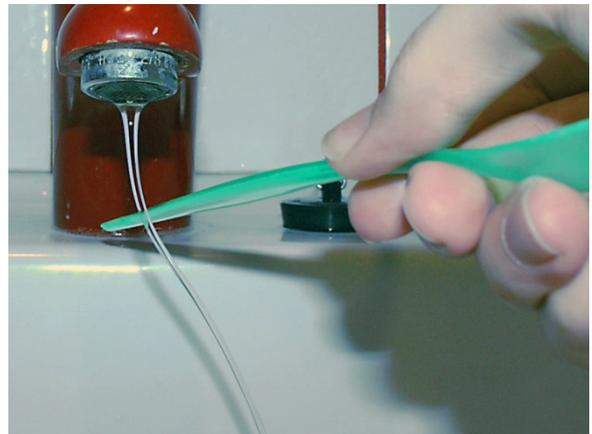


Fig 2: Wirkung statischer Ladung auf Wasser (Foto: mariospla.net)

Aus demselben Grund sollten Proben nicht in Kunststoffbehältern oder -taschen transportiert oder versendet werden. Für diesen Zweck ist Aluminiumfolie besser geeignet.

Bei manchen Materialien ist die statische Aufladung jedoch kaum zu verhindern. Für solche Proben sind auf dem Markt Ionisationsgebläse erhältlich, mit deren Hilfe Ladungen neutralisiert werden können. Im KRÜSS-Tensiometer K100 ist ein solcher Ionisator bereits integriert.

Testflüssigkeiten

Dieselben Reinheitsansprüche wie für die Proben gelten auch für die Testflüssigkeiten. Am empfindlichsten reagiert die Oberflächenspannung von Wasser auf Verunreinigungen. KRÜSS empfiehlt deshalb, Wasser in HPLC-Qualität oder doppelt destilliertes Wasser zu verwenden. Um die Beeinträchtigung durch Weichmacher zu vermeiden, sollte das Wasser nicht in Kunststoffgefäßen aufbewahrt werden.

Besondere Regeln gelten für die Standard-Testflüssigkeiten Dijodmethan und Ethylenglycol. Ersteres zersetzt sich mit der Zeit durch Lichteinwirkung – es wird daher in Braunglasflaschen aufbewahrt und sollte nicht mehr verwendet werden, wenn eine deutliche gelb-braune Färbung zu erkennen ist. Ethylenglycol hingegen wirkt – ebenso wie andere Diöle oder Glycerin – stark hygroskopisch und verändert mit zunehmendem Wasseranteil seine Oberflächenspannung. Deshalb sollten diese Flüssigkeiten luftdicht und trocken aufbewahrt werden.

Verwendete Gefäße sollten für alle Testflüssigkeiten nie längere Zeit offen stehen. Bei Messgeräten mit integrierten Vorratsgefäßen, wie zum Beispiel dem DSA100, sollten die Testflüssigkeiten nach längeren Standzeiten, spätestens jedoch nach einer Woche, ausgetauscht werden.

Umgebungsbedingungen

An der Oberfläche sind Festkörper chemisch anders strukturiert als im Inneren. Zum Beispiel bilden die meisten Metalle unter Raumbedingungen umgehend eine Oxidschicht aus. Außerdem schirmen sich vor allem höherenergetische Oberflächen mit einer Gasadsorptionsschicht ab, die vorwiegend aus Luft und Wasserdampf besteht. Da diese Schicht ein thermodynamisches Gleichgewicht mit der Umgebungsluft ausbildet, hat auch die Luftfeuchtigkeit einen Einfluss auf die Messung. Starke raumklimatische Schwankungen sollten daher vermieden werden. Dasselbe gilt für die Umgebungstemperatur, die ebenfalls einen Einfluss auf die Oberflächenenergie und insbesondere auf die Oberflächenspannung der Testflüssigkeiten hat. Wenn eine besonders hohe Reproduzierbarkeit der Messungen gefordert ist, sollte das Messgerät in einem temperatur- und feuchtigkeitskontrollierten Laborraum (aber nicht dem Luftzug ausgesetzt) aufgestellt werden. Für Messungen unter definierten Temperatur-, Druck- und Feuchtigkeitsbedingungen sind außerdem verschiedene Umweltkammern bei KRÜSS erhältlich.

Zusammenfassung

Voraussetzung für eine verlässliche Anwendung der Kontaktwinkelmethode ist eine sorgfältige Durchführung und Vorbereitung der Messungen. Für die wichtigsten Stationen und Rahmenbedingungen wurden einige Grundregeln der Kontaktwinkelmessung zusammengestellt. Bei der Probenvorbereitung ging es darum, wie Verunreinigungen durch Fette und oberflächenaktive Substanzen verhindert werden und wie beim Reinigen vorgegangen werden kann. Weitere Schwerpunkte bildeten die Vermeidung und Beseitigung statischer Aufladungen und die sachgerechte Verwendung der Testflüssigkeiten. Zuletzt wurde auf die Bedeutung der Raumklimatisierung hingewiesen.

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

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