

Technical Note

Praxis der Kontaktwinkelmessung (3)

Technical note: TN313d
Industry section: alle
Author: FT
Date: 12/2007

Method:



Keywords: methods, contact angle, sessile drop



Drop Shape Analyzer –
DSA100

Das Auge misst mit

Das optische System mit Beleuchtung, Kamera und Videobildauswertung ist das Herzstück eines Kontaktwinkelmessgerätes. Die zunehmende Präzision der Messung ist vor allem den Fortschritten in der Videotechnik und der Tropfenkonturanalyse zu verdanken. Dieser dritte Teil unserer Serie zur Praxis der Kontaktwinkelmessung hilft dabei, die Möglichkeiten der Optik auszuschöpfen und genau und reproduzierbar zu messen.

Im Vergleich zur Dosierung, bei der Volumen und Volumenfluss sowie der Dosierablauf genau regelbar sind, hat man es bei der Einstellung optischer Parameter scheinbar mit subjektiven Kriterien zu tun: der Tropfen sollte „gut“ ausgeleuchtet und dabei „scharf“ und „möglichst“ groß abgebildet werden. Tatsächlich können aber auch die optischen Parameter genau kontrolliert und auf die Messaufgabe zugeschnitten werden.

Vorbereitungen

Die Schaffung optimaler optischer Bedingungen beginnt mit der Wahl des Stellplatzes. Äußere Lichteinflüsse beeinträchtigen das Schattenbild des Tropfens, das mit Hilfe der Beleuchtung des Messgerätes erzeugt wird. Die Folge ist eine breitere Graustufenverteilung der Tropfenkontur und des umgebenden Weißbereichs, die die Genauigkeit der Konturerkennung beeinträchtigt. Im Extremfall – etwa bei Sonneneinstrahlung – können Lichtreflexe dazu führen, dass der Tropfen gar nicht erkannt wird.

Das Objektiv bzw. das Prisma und die Glasscheibe vor der Lichtquelle dürfen nicht mit den Fingern und schon gar nicht mit scharfkantigen Gegenständen in Berührung kommen. Befinden sich dennoch Flecken auf optischen Komponenten, dann sollten sie behutsam mit einem lösemittelgetränkten (z.B. Isopropanol), flusenfreien Wattestäbchen gereinigt werden.

Alle einstellbaren optischen Komponenten sollten bereits vor der Dosierung justiert werden und danach höchstens kleine Korrekturen erfahren, damit zwischen dem Probenkontakt des Tropfens und der Messung möglichst wenig Zeit verstreicht. Andernfalls kann das Messergebnis verfälscht werden, zum Beispiel durch Verdunstung der Flüssigkeit.

Beleuchtung

„Wo viel Licht ist, ist viel Schatten“ – für die Tropfenkontur gilt dieses Sprichwort nur bedingt. Die Tropfenflüssigkeit ist ja in der Regel lichtdurchlässig, so dass eine helle Beleuchtung nicht nur außerhalb, sondern auch innerhalb des Tropfenbildes die Graustufenwerte erhöht und möglicherweise für eine ungünstige breitere Graustufenverteilung sorgt. Außerdem kann bei einer zu hell eingestellten Beleuchtung, bedingt zum Beispiel durch Beugungseffekte, die Kontur kleiner erscheinen – der Tropfen wird „überstrahlt“. Wer mit der Kontaktwinkelmessung wenig Erfahrung hat, der empfindet ein für die Messung optimales Tropfenbild häufig als zu dunkel.

Die Graustufenwerte des Bildes können in allen drei KRÜSS-Programmen zur Tropfenkonturanalyse – DSA1, DSA2 und DSA3 – leicht abgelesen werden. Der Wert wird für die aktuelle Videobild-Position des Mauszeigers in der Informationsleiste am unteren Rand des Programmfensters angezeigt.

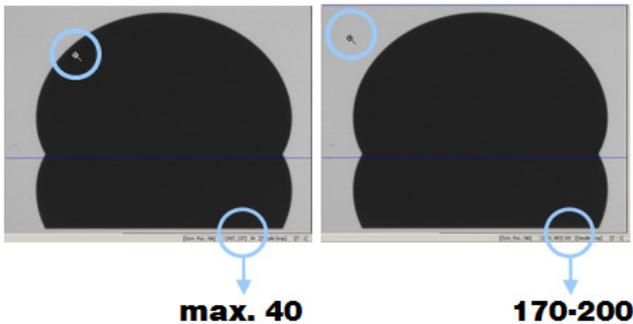


Abb. 1: Messung der Grauwerte bei einem Kontaktwinkelstandard

Für die optischen Tropfenkontur-Standards, die zwecks Kalibrierung der Konturanalyse erworben werden können, gibt KRÜSS Graustufen-Richtwerte von maximal 40 für das Innere der Tropfenkontur und von 170-200 für den Außenbereich an. Bei realen Tropfen sollte der Wert für den Innenbereich möglichst nah an der Konturgrenze gemessen werden.

Bildgröße

Die Tropfenanalyse ist um so zuverlässiger, je mehr Pixel das Konturbild bilden – der Tropfen darf also nicht zu klein abgebildet sein. Die Breite der Kontur sollte zwischen 2/3 und 3/4 der Bildbreite betragen. Bei automatischen Messabläufen muss berücksichtigt werden, dass die Mitte des Tropfens nicht immer genau unterhalb der Nadel, sondern häufig etwas links oder rechts von der Dosierposition liegt. Damit jeder Tropfen vollständig abgebildet wird, muss am linken und rechten Bildrand etwas Platz zur Verfügung stehen.

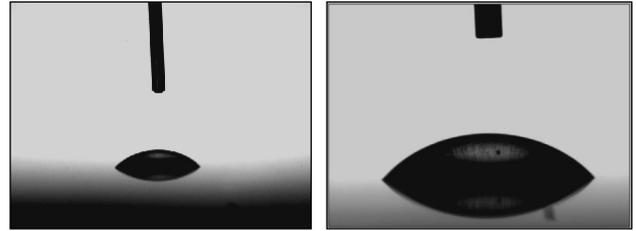


Abb. 2: Zu kleiner Tropfen und Tropfen in ausreichender Größe

Zu bedenken ist auch dass auch der Betrag des Kontaktwinkels die Konturbreite bestimmt – kleinere Kontaktwinkel führen zu breiteren Tropfen. In der Folge kann zum Beispiel bei einem auf Wassertropfen eingestellten Zoom ein Diiodmethantropfen die Bildränder überschreiten. Um diese Änderung zu berücksichtigen, muss entweder das Dosiervolumen verkleinert oder der programmierte Zoom für die entsprechende Testflüssigkeit angepasst werden.

Bildschärfe

Die Schärfe ist der einzige wirklich subjektive Faktor bei der Einstellung der Optik – was aber kein Kopfzerbrechen bereiten muss. Das Auge ist überaus zuverlässig bei der Beurteilung der Schärfe; die Auflösung gängiger Kameras und Monitore ist in keinem Fall größer als die des Sehapparates – es gibt also keine „versteckte“ Unschärfe. Hinzu kommt, dass sich eine leichte Unschärfe oft gar nicht oder nur geringfügig auf die Präzision der Kontaktwinkelmessung auswirkt.

Grundsätzlich kann auf die Nadel oder auf die Tropfenkontur fokussiert werden. Bei nicht programmierten Einzelmessungen, die eine Justierung der Optik für jeden Tropfen ermöglichen oder erfordern, sollte die Fokussierung auf die Tropfenkontur erfolgen.

Bei automatischen Messungen sollte hingegen auf die Nadel fokussiert werden. Es gilt dasselbe wie bei der horizontalen Position: die Mitte des Tropfens kann etwas vor oder hinter der Nadel liegen. Die Fokussierung auf die Nadel ergibt – eine Gaußsche Verteilung der Positionungenauigkeit vorausgesetzt – im Mittel die geringste Abweichung von der maximalen Schärfe. Der Positionierfehler resultiert häufig aus der statischen Aufladung der Probe – daher kann auch die Probenvorbereitung (vgl. Teil 1 dieser Serie) die Bildschärfe beeinflussen.

Basislinie

Die Basislinie – die Grenzlinie zwischen Tropfenkontur und Probenoberfläche – ist eine sensible Größe bei der Konturerkennung. Eine geringfügige Verschiebung ihrer Höhenlage kann eine Änderung des gemessenen Winkels um einige Grad zur Folge haben. Um systematische Fehler zu vermeiden, sollte bei Mehrfachmessungen an einem Tropfen die Basislinie nicht nur einmal, sondern für jede Konturanalyse erneut bestimmt werden.

Die DSA-Programme bestimmen die Basislinie automatisch mit Hilfe von Scheitel- oder Knickpunkten im Konturverlauf. Diese kommen entweder durch den Abschluss der Konturlinie selbst oder – bei reflektierenden Tropfen – durch den Übergang zwischen dem Tropfenbild und seinem Spiegelbild zustande. Der zweite Fall ist der günstigere. Liefert die Oberfläche ein klares Spiegelbild der Tropfenkontur, dann wird die Basislinie genau erkannt.

Bei nicht reflektierenden Proben kann zur leichteren Erkennung der Basislinie ein Aufsichtswinkel von maximal 4° eingestellt werden. Die Verzerrung der Kontur ist bei diesem Winkel noch gering, so dass sie den Messwert kaum beeinflusst; der Übergang zwischen Tropfenkontur und Probe tritt aber deutlicher hervor. Das DSA100 ist zur Einstellung des Neigungswinkels mit einer speziell konstruierten Prismenoptik ausgestattet.

Wenn das Videosystem mit einem Framegrabber arbeitet, kann mit Hilfe der Software zusätzlich der Kontrast erhöht werden; auch dadurch wird der Grenzbereich besser erkennbar.

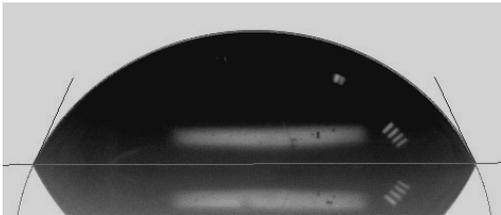


Abb. 3: Tropfen mit Basislinie

Grundsätzlich gilt, dass der Anwender wenn möglich von der automatischen Basislinienerkennung Gebrauch machen sollte. Erst, wenn auch nach den beschriebenen Maßnahmen keine Erkennung möglich ist, sollte die Basislinie manuell gesetzt werden. Erschwert wird das Setzen der Basislinie, wenn die Probe nicht nur schlecht reflektiert, sondern auch noch inhomogen ist. Häufig ist dann eine große Zahl an Messwerten mit manuell gesetzter Basislinie notwendig. Es bietet sich in diesen Fällen an, nicht Online zu messen, sondern die Messungen an gespeicherten Tropfenbildern oder -videos durchzuführen.

Kleine Kontaktwinkel

Bei kleinen Kontaktwinkeln und entsprechend flachen Tropfen tritt das Licht in einem stumpfen Winkel auf den Tropfen. Es kommt dabei zu einer Totalreflexion des Lichts vom oberen Bereich der Lichtquelle, die Tropfenkontur ist dann zuweilen kaum noch zu erkennen. Die Beleuchtung des DSA100 ist aus diesem Grund mit einer Schieblende versehen, mit der der obere Teil der Beleuchtung abgedeckt werden kann. Bei Basisgeräten kann sich der Anwender durch Abkleben behelfen, sollte dabei aber eine Verschmutzung der Lichtquelle vermeiden.

Zusammenfassung

Die optischen Komponenten eines Kontaktwinkelmessgerätes bieten viele Möglichkeiten, auf die Qualität der Messergebnisse einzuwirken und den Messablauf zu standardisieren. Durch gute Vorbereitungen und gezielte Einstellung der Beleuchtung, des Zooms, der Schärfe und des Aufsichtswinkels können die Reproduzierbarkeit der Konturanalyse erhöht und auch schwierige Proben gemeistert werden.

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

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