

Applikationsbericht 1

Die Pendant Drop Methode mit der DataPhysics OCA-Serie

Grenzflächenchemische Charakterisierung eines wichtigen Lösungsmittels für die Farben- und Lackindustrie

Problemstellung

Das Wissen um die Benetzungseigenschaften von Flüssigkeiten hat bei einer Vielzahl von technischen Anwendungen große Bedeutung. Stellvertretend seien hier die Herstellung und Verarbeitung von Farben und Lacken, das Kleben und Löten von Werkstoffen, die Entwicklung von speziellen Tensiden für die kosmetische Industrie oder die Kontrolle der grenzflächenchemischen Eigenschaften einer Siliciumwaferoberfläche und der Prozeßchemikalien bei der Produktion von Mikroprozessoren genannt. Es ist daher wichtig, daß man die Benetzungseigenschaften der beteiligten Flüssigkeiten quantitativ erfassen kann, um Vorhersagen über Benetzungsvorgängen machen zu können. Ein notwendiges Kriterium ist hier die Kenntnis der Oberflächenspannung, sowie ihrer polaren und dispersen Anteile. Am Beispiel von Dipropylenglycol-monomethylether (DPM) wird gezeigt, wie mit Hilfe des Kontaktwinkelmeßgeräts OCA20 die polaren und dispersen Anteile der Oberflächenspannung auf der Grundlage der sogenannten Pendant Drop Methode einfach ermittelt werden können. Als Beispiel wurde DPM gewählt, da dessen grenzflächenchemische Eigenschaften bisher noch nicht näher untersucht wurden, jedoch im Hinblick auf den Einsatz in der Lackindustrie von großem Interesse sind. Das vorgestellte Verfahren ist von prinzipiellen Interesse und läßt sich auf jede Flüssigkeit übertragen, deren

Benetzungseigenschaften charakterisiert werden sollen.

DPM wird hauptsächlich in der Farben- und Lackindustrie verwendet. Dabei werden seine universellen Lösungseigenschaften ausgenutzt. Insbesondere dient DPM als Lösungsvermittler in Systemen auf Wasserbasis. Weiterhin findet DPM beim Aufbringen von Acrylharzen Verwendung. Bei allen diesen Anwendungen ist die Kenntnis der Oberflächenspannung mit ihren polaren und dispersen Anteilen notwendig, um Benetzungseigenschaften quantitativ vorherzusagen.

Methode

Ein Tropfen der zu untersuchenden Flüssigkeit wird am unteren Ende einer Kapillare mit dem manuellen oder automatischen Dosiersystem ausgebildet. Das umgebende Medium kann sowohl gasförmig als auch flüssig sein. Über

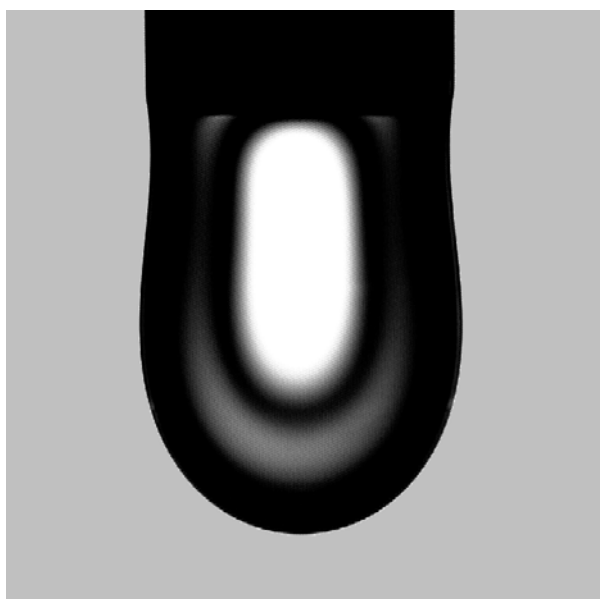


Bild 1. Kontur eines hängenden Tropfens.

eine CCD-Kamera wird die Kontur des Tropfens wie in Bild 1 dargestellt aufgenommen.

Die äußere Form des Tropfens wird durch zwei Kräfte bestimmt. Zum einen wirkt die Gewichtskraft und langt den Tropfen in vertikaler Richtung, zum anderen ist die Oberflachenspannung bestrebt, den Tropfen in spharischer Gestalt zu halten, um die Oberflache zu minimieren. Charakteristisch fur den Gleichgewichtszustand ist die anderung der Krummung entlang der Tropfenkontur. Dieses Kraftgleichgewicht wird mathematisch exakt durch die Young-Laplace'sche Gleichung beschrieben. Ist die Kontur des Tropfens bekannt, kann die Ober- oder Grenzflachenspannung durch losen dieser Gleichung bestimmt werden. Die Aufnahme und Auswertung der Tropfenkontur wird von der SCA 22-Software automatisch durchgefuhrt. Der disperse bzw. unpolare Anteil der Oberflachenspannung laßt sich berechnen, wenn die Grenzflachenspannung der Testflussigkeit gegenuber einer vollig unpolaren Flussigkeit gemessen wird. Der polare Anteil ergibt sich dann aus der Differenz der Gesamtoberflachenspannung und dem dispersen Anteil.

Vorgehensweise

Die Oberflachenspannung σ_1 von DPM wird mit dem OCA xx und der SCA 22-Software an Luft bestimmt. Zur Berechnung des unpolaren Anteils wird die Grenzflachenspannung $\sigma_{1/2}$ gegenuber Perfluorhexan gemessen. Perfluorhexan ($d = 1,669 \text{ g/ml}$, $\sigma = 11,91 \text{ mN/m}$) wurde gewahlt, da DPM in hoheren Alkanen, die hier ublicherweise verwendet werden, gut loslich ist.

Nach Owens & Wendt gilt fur die Grenzflachenspannung $\sigma_{1/2}$:

$$\sigma_{1/2} = \sigma_1 + \sigma_2 - 2 \left(\sqrt{\sigma_1^d \cdot \sigma_2^d} + \sqrt{\sigma_1^p \cdot \sigma_2^p} \right) \quad (1)$$

Hierbei bezeichnen σ_1^d und σ_1^p den dispersen und polaren Anteil der untersuchten Flussigkeit, wahrend σ_2^d und σ_2^p die jeweiligen Anteile des unpolaren, umgebenden Mediums, hier Perfluorhexan darstellen. Somit ist $\sigma_2^d = \sigma_2$, weil

$\sigma_2^p = 0$ ist. Damit ergibt sich der disperse Anteil durch Umstellen der Gleichung (1):

$$\sigma_1^d = \frac{(\sigma_2 + \sigma_1 - \sigma_{1/2})^2}{4\sigma_2} \quad (2)$$

Der polare Anteil berechnet sich nach:

$$\sigma_1^p = \sigma_1 - \sigma_1^d \quad (3)$$

Ergebnisse

Gemessene Oberflachenspannung von DPM:

$$\sigma_1 = 28,41 \pm 0,15 \text{ mN/m}$$

Gemessene Grenzflachenspannung von DPM in Perfluorhexan:

$$\sigma_{1/2} = 8,66 \pm 0,17 \text{ mN/m}$$

Mit (2) und (3) ergeben sich der polare und disperse Anteil:

$$\sigma_1^d = 21,04 \pm 0,30 \text{ mN/m}$$

$$\sigma_1^p = 7,37 \pm 0,34 \text{ mN/m}$$

Der ermittelte relativ hohe polare Anteil von 7,43 mN/m der Oberflachenspannung des DPM spiegelt die eingangs erwahnten guten Losungseigenschaften der Substanz in polaren Flussigkeiten wieder.

Zusammenfassung

Mit dem Kontaktwinkelmegerat OCA xx und der zugehorigen Software SCA 22 ergibt sich auf Grundlage der Pendant Drop Methode eine einfache und schnelle Moglichkeit, eine Flussigkeit hinsichtlich ihrer Benetzungseigenschaften zu charakterisieren. Die Oberflachenspannung ist direkt zuganglich und der polare und disperse Anteil konnen nach Bestimmung der Grenzflachenspannung gegenuber einer unpolaren Flussigkeit einfach berechnet werden.

Im Falle des haufig eingesetzten Losungsmittels DPM konnten die bisher unbekanntem polaren und dispersen Anteile der Oberflachenspannung ermittelt werden, deren Kenntnis fur viele Benetzungsvorgange, wie z.B. beim Lackieren von entscheidender Bedeutung ist.