

## Applikationsbericht 21

### Kontaktwinkelmessungen auf Einzelfasern mit dem DataPhysics OCA50 Micro

---

#### Fragestellung

In seinen Grundaussführungen ermöglichen die optischen Kontaktwinkel Messgeräte der DataPhysics OCA-Serie die Dosierung von Tropfengrößen ab einer Größenordnung von mehreren Nanolitern. Auf Grund des geringen Durchmessers von Einzelfasern ( $5\text{-}500\ \mu\text{m}$ ) ist eine normale Nano-/Mikroliterdosierung hier allerdings nicht ziel führend, da die so erzeugten Tropfen deutlich zu groß sind um auf den dünnen Fasern abgesetzt werden zu können. Da die Vermessung von Kontaktwinkeln auf Einzelfasern aber ebenso von Interesse ist, wie die Betrachtung größerer Oberflächen wird eine Möglichkeit benötigt kleinste Tropfenvolumina zu erzeugen, mit deren Hilfe es möglich wird die Oberflächeneigenschaften der Faser Oberfläche zu analysieren.

#### Methode

Für Kontaktwinkelmessungen auf Einzelfasern wurde das DataPhysics Picodropdosiersystem „DUP 2/xx“ entwickelt. Das System ermöglicht die Dosierung von Tropfenvolumen im niedrigen Picoliterbereich und macht somit die Beobachtung von Kontaktwinkeln auf Fasern mit einem Durchmesser von  $5\ \mu\text{m}$  zugänglich.

Nach Anschluss des Dosiersystems an ein DataPhysics OCA40 Micro wird die Messflüssigkeit in das zugehörige Vorratsgefäß gefüllt. Das System wird dann luftblasenfrei befüllt. Sind im System keine Luft einschüsse mehr vorhanden entsteht ein feiner Flüssigkeitsstrahl. Der Feinstrahl eignet sich um den Fokus der Kamera genau auf die Ebene zukünftig vom System generierter Tropfen einzustellen.

Das Picodropdosiersystem ermöglicht die Erzeugung von Tropfen durch einen Einzel- sowie durch einen Tripelpuls. Die Parameter Pulsweite, Pulsdauer und Verzögerung können für die einzelnen Dosiervorgänge variiert werden. In Abhängigkeit von der verwendeten Messflüssigkeit müssen die Parameter angepasst werden um die Erzeugung eines stabilen Tropfens zu gewährleisten. Um die richtigen Einstellungen der Parameter zu finden ist das OCA40 Micro in Kombination mit dem Picodropdosiersystem mit einer Stroboskopbeleuchtung ausgestattet. Bei Verwendung der Funktion, können die Pulsparameter angepasst werden. Zeigt das Stroboskopbild das unveränderliche „Standbild“ eines Tropfens sind die optimalen Einstellungen gefunden.

Ein stabiler Tropfen unter Stroboskopbeleuchtung ist beispielhaft in Abbildung 1 dargestellt. Die durch

unterschiedliche Parameter erzeugten Tropfen können sich in ihrem Volumen unterscheiden, wodurch die

Messungen ggf. noch optimiert werden können. Das stehende Tropfenbild der Stroboskopfunktion eignet sich ebenfalls für eine Feinjustierung des Kamerafokus.

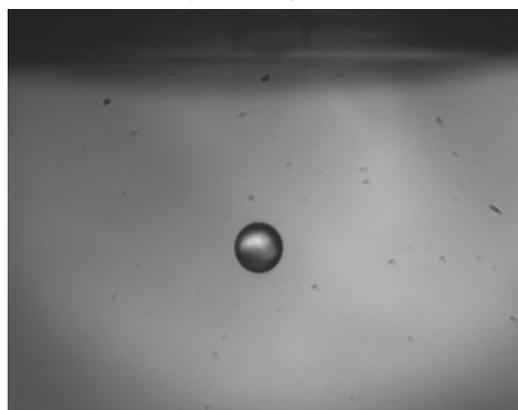


Abbildung 1: Stroboskopbild eines stabilen Tropfens

Ist das System eingestellt und erzeugt einen stabilen Tropfen kann die zu vermessende Faser in den speziell für Fasermessungen angepassten Probenhalter „FHO 40 Plus“ eingespannt werden. Eine feste Einspannung ist bei Messungen von Einzelfasern von großer Wichtigkeit, da ansonsten kleinste Erschütterungen und Luftzüge zu einer Bewegung der Faser führen, die sie aus dem Fokusbereich des Tropfens bringen.

Soll das Tropfenvolumen bestimmt werden muss vor Beginn der Messungen eine Kalibrierung der aktuellen Vergrößerung erfolgen. Anhand einer bekannten Größe, wie z.B. dem Durchmesser der verwendeten Dosierkapillare (beim PDH 50,  $50\ \mu\text{m}$ ) oder bei bekannter Dicke der verwendeten Faser, kann eine Kalibrierung erfolgen.

Befindet sich die Einzelfaser im Fokus kann durch das Picodropdosiersystem ein Tropfen generiert werden, der sich bei richtiger Positionierung der Faser auf dieser absetzt. Trifft der Tropfen die Faser nicht, muss die Position der Faser justiert werden, bis der Tropfen die Einzelfaser mittig trifft.

Da die kleinstmöglichen Tropfen ein Volumen im unteren Picoliterbereich ( $10\text{-}20\ \text{pL}$ ) aufweisen spielt die Verdampfung eine entscheidende Rolle. Aus diesem Grund wird vor dem Generieren des Tropfens ein Video gestartet werden, das im Folgenden ausgewertet werden

kann. Die Auswertung erfolgt anschließend analog zur Messung von Kontaktwinkeln auf größeren Oberflächen. Die Basislinie wird automatisch erkannt, oder ggf. auch manuell verlegt. Ebenso wird die Tropfenkontur automatisch vom Programm ausgewertet und somit der Kontaktwinkel des Tropfens auf der Einzelfaser erkannt.

## Ergebnisse

Es wurden Kontaktwinkelmessungen von Wasser auf Karbonfasern mit einem Durchmesser von 8  $\mu\text{m}$  durchgeführt. Dabei wurde das DataPhysics OCA40 Micro in Kombination mit dem Picodropdosiersystem „DUP 2/E-MD“ und dem Dosierkopf „PDH 50“ verwendet. Die Generierung der Tropfen wurde dabei durch einen Tripel-Puls ausgelöst. Abbildung 2 zeigt beispielhaft einen auf einer Faser sitzenden Tropfen, inkl. der automatischen Kontaktwinkelauswertung des Softwaremoduls.

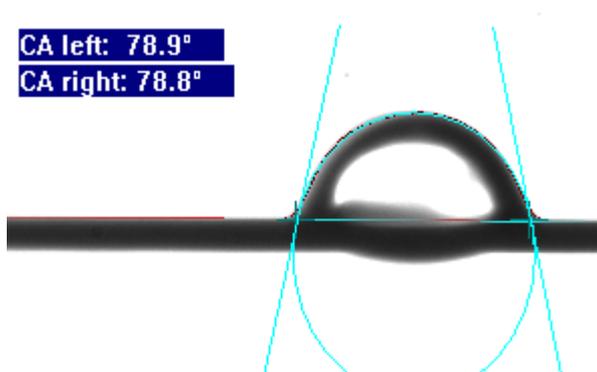


Abbildung 2: Ruhender Tropfen auf einer 8  $\mu\text{m}$  dicken Einzelfaser

Die Messung wurde an verschiedenen Stellen auf der Faser wiederholt, um verlässliche Werte zu erhalten. Schon kleinste Inhomogenitäten auf der Oberfläche resultieren in einer Änderung des Kontaktwinkels, was durch die Standardabweichung beschrieben wird. Wie in Tabelle 1 zu sehen ist, weichen die Kontaktwinkel nur geringfügig von einander ab und weisen trotz der kleinen Größenordnungen von Oberfläche und Tropfenvolumen eine Standardabweichung von ca.  $1^\circ$  auf. Der ermittelte Durchschnittskontaktwinkel von etwa  $79^\circ$  kann somit als verlässlicher Wert für die Benetzbarkeit der verwendeten Faser mit Wasser angesehen werden.

Tabelle 1: Kontaktwinkelmessungen mit dem Picodropsystem

Messung	Kontaktwinkel [°]	Volumen [pL]
1	80,55	32,98
2	78,68	36,98
3	78,09	38,87
4	78,87	37,77
5	78,66	37,51
Mittelwert	78,97	36,82
Stabw.	0,93	2,26

An Hand der Tabelle ist gut zu erkennen, dass die Messungen der Kontaktwinkel sehr gut reproduzierbar sind und kaum von einander abweichen. Die hohe Präzision des Systems zeigt sich ebenso an den abgeschlossenen Tropfenvolumina. In den Messungen ergab sich ein durchschnittliches Volumen von ca. 37 Picolitern bei einer Standardabweichung von nur 2 pL.

## Zusammenfassung

Mit Hilfe des DataPhysics OCA40 Micro in Kombination mit dem Picodropdosiersystem „DUP 2/E-MD“ wurden Kontaktwinkelaufnahmen von Wasser auf Einzelfasern durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Messmethode trotz kleinster Tropfengröße präzise funktioniert und problemlos reproduzierbare Werte liefert. Das System ermöglicht somit einen einfachen Weg um die Oberfläche von kleinsten Einzelfasern zu untersuchen und deren Oberflächeneigenschaften zu analysieren.

Durch Verwendung verschiedener Testflüssigkeiten lässt sich mit Hilfe des Softwaremoduls SCA21 die Oberflächenenergie der Einzelfaser analog zu jeder anderen Oberfläche berechnen (vergleiche dazu Applikationsbericht 4).