

Applikationsbericht 4

Optimierung der Bestimmung von Oberflächenenergien an Polymeren

Beispiel zur Ermittlung von Benetzungseigenschaften von Polymerfolien mit der DataPhysics OCA-Serie.

Problemstellung

Die exakte Kenntnis der Oberflächenenergie von Polymeren ist unabdingbar, um verschiedene Beschichtungsprozesse zu optimieren. Bei der Kontaktwinkelmessung, die die Bestimmung der Oberflächenenergie erlaubt, ist die Auswahl geeigneter Testflüssigkeiten zuweilen problematisch.

Kunststoffe spielen in sehr vielen Branchen der Industrie eine wichtige Rolle bei der Herstellung von hochwertigen Gebrauchsgütern. Große Bedeutung kommt in diesem Zusammenhang der Beschichtung und Lackierung dieser Materialien zu. Man denke hierbei zum Beispiel an die Lackierung von Stoßfängern aus Kunststoff und die Beschichtung anderer Spritzgußteile. Hierbei treten mitunter Probleme auf, da Kunststoffoberflächen relativ schlechte Benetzungseigenschaften besitzen. Dies liegt an der relativ geringen freien Oberflächenenergie dieser Materialien und der Abwesenheit polarer Oberflächengruppen. Um die Benetzungseigenschaften zu verbessern, werden die Kunststoffe im allgemeinen einer Oberflächenbehandlung wie z.B. einer Flammbehandlung oder einer Koronabehandlung unterzogen. Dadurch werden an der Oberfläche polare Gruppen eingeführt, und die Oberflächenenergie steigt. Das Wissen um die Oberflächenenergie eines behandelten Kunststoffes mit seinen polaren und dispersen Anteilen ist daher bei der Herstellung von

beschichtbaren Polymeren von entscheidender Bedeutung.

Am Beispiel von Polypropylenfolien (PP-Folien) wird eine Methode vorgestellt, wie die Messung der Oberflächenenergie mit Hilfe des Kontaktwinkelmessgeräts OCA xx und den Softwaremodulen SCA 20 und 21 auf einfache Weise optimal durchgeführt werden kann.

Methode

Um die Oberflächenenergie eines Polymers mit ihren polaren und dispersen Anteilen zu bestimmen, wird der Kontaktwinkel mit einer Anzahl von Testflüssigkeiten gemessen und nach dem Verfahren von Wu ausgewertet. Das Auswerteverfahren nach Wu ist in der Software integriert und wird vom Computer vollautomatisch durchgeführt. Das Verfahren setzt die Verwendung von mindestens zwei bekannten Testflüssigkeiten voraus, wobei jede weitere Flüssigkeit die Genauigkeit erhöht.

Für den hier beschriebenen Fall von PP-Folien hat sich das Verfahren nach Wu als vorteilhaft erwiesen, da es - wie aus der Literatur bekannt - vor allem bei niederenergetischen Systemen wie Polymeren zu besser reproduzierbaren Ergebnissen führt als andere Verfahren.

Von der Wahl der Testflüssigkeiten wird die Genauigkeit der erhaltenen Werte entscheidend beeinflusst. Einerseits muß eine Beeinflussung der Oberfläche durch die Testflüssigkeit durch partielles An- oder Auflösen ausgeschlossen werden. Andererseits darf die Oberflächenspannung der Testflüssigkeit nicht durch eventuell vorhandene lösliche Substanzen auf der Oberfläche verändert werden. Liegt einer oder beide der beschriebenen Prozesse vor, so äußert sich dies durch eine starke Variation der gemessenen Kontaktwinkel trotz einer visuell

homogenen Oberfläche und durch eine schlechte Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

Vorgehensweise

Auf der Festkörperoberfläche wird mit dem automatischen oder manuellen Dosiersystem des OCA xx ein Tropfen ausgebildet. Mit der CCD-Kamera wird ein digitales Bild des Tropfens auf der Unterlage aufgenommen und gespeichert. Die SCA 20 Software bestimmt nun automatisch den Kontaktwinkel zwischen Flüssigkeit und Festkörper.

In der Regel wird als Testflüssigkeit auch Wasser verwendet. Dies scheidet aber hier aus, da sich bei der Behandlung des Kunststoffes an der Oberfläche wasserlösliche Gruppen bilden, an die sich schon vor der Messung Wassermoleküle anlagern und dadurch die Messung verfälschen. Alternativ wird daher auf Ethylen-glycol, Diiodmethan, Dimethylsulfoxid (DMSO) und Formamid zurückgegriffen.

Ergebnisse

Untersucht wurden drei Typen von PP-Folien, die sich durch ihre Vorbehandlung unterschieden. Eine Folie (A) war unbehandelt, eine Folie wurde einer Koronabehandlung (B) und eine einer Flammbehandlung (C) unterzogen. In Tabelle 1 sind die gemessenen Kontaktwinkel zusammengefaßt.

Tabelle 1. Kontaktwinkel mit unterschiedlichen Flüssigkeiten in Grad

Folie	Diiod-methan	Ethylen-glycol	Forma-mid	DMSO
A, unbe-handelt	61,1	78,2	85,4	57,3
B, Korona	50,5	51,3	58,0	31,1
C, Flam-me	51,2	47,8	57,3	27,4

Aus der Tabelle wird deutlich, daß sich drastische Unterschiede in Kontaktwinkeln zwischen den behandelten und der unbehandelten Folien

ergeben, während zwischen den beiden behandelten Folien nur geringe Unterschiede beobachtet werden.

Bei der Auswertung nach dem Verfahren von Wu ergeben sich die in Tabelle 2 dargestellten Werte für die Oberflächenenergien der Folien.

Tabelle 2. Oberflächenenergien und ihre dispersen und polaren Anteile in mN/m.

Folie	Oberflächen-energie	disperser Anteil	polarer Anteil
unbe-handelt	29,98	29,95	0,03
Korona	38,50	30,19	8,31
Flamme	39,19	30,20	8,99

Aus der Aufstellung wird deutlich, daß die Behandlung der Oberfläche zu einer wesentlichen Erhöhung der Oberflächenenergie führt. Bemerkenswert dabei ist, daß die Oberflächenbehandlung fast ausschließlich die polaren Anteile beeinflusst, wie es durch die Erzeugung von polaren funktionellen Gruppen zu erwarten ist.

Zusammenfassung

Mit Hilfe des OCA xx und den Softwaremodulen SCA 20 und 21 ist es auf einfache Weise möglich die Oberflächenenergie von Polymeroberflächen zu bestimmen. Die für die Adhäsion von Beschichtungen verantwortlichen polaren Anteile der Oberflächenenergie können mit Hilfe der Kontaktwinkelmessung quantitativ erfaßt werden. Somit können die Benetzungs- und Adhäsionseigenschaften vorhergesagt werden. Gegenüber der Verwendung von Testtinten zur Abschätzung der Oberflächenenergie zeigt die Methode den Vorteil, daß sie zum einen eine höhere Genauigkeit aufweist und zum anderen vom Experimentator unabhängig ist und so subjektive Einflüsse ausgeschlossen werden.