

Applikationsbericht 5

Oberflächenspannungen von Polymerschmelzen und Hotmelts

Die DataPhysics Lamellen-Methode, eine neue Methode zur Ermittlung von Oberflächenspannung bei erhöhten Temperaturen

Fragestellung

Die Bestimmung der Oberflächenspannung von Polymerschmelzen oder Heißklebern sog. Hotmelts war bisher nur mit erheblichen experimentellen Aufwand möglich. Die hier vorgestellte Lamellen-Methode ermöglicht eine schnelle, genaue Messung der Oberflächenspannung bei wesentlich verringertem experimentellen Aufwand im Vergleich zu herkömmlichen Methoden auch bei Temperaturen bis 350°C

Traditionelle Verfahren zur Bestimmung der Oberflächenspannung mit gravimetrischen Tensiometern sind meist auf einen Temperaturbereich bis maximal 100°C beschränkt. Die Konturanalyse von hängenden Tropfen (Pendant-Drop-Methode) ist in geeigneten Thermostatisiereinrichtungen auch bei höheren Temperaturen möglich. Problematisch ist hier das Handling von hochviskosen Polymerschmelzen. Die Dosierung über beheizbare Spritzen ist mühsam und insbesondere die Reinigung problematisch und zeitintensiv. Darüber hinaus treten hier häufig Probleme mit der Bildung von Gasblasen in der Spritze auf, die die Dosierung von Tropfen definierter Größe schwierig oder gar unmöglich macht. Die neu entwickelte Lamellen-Methode umgeht diese Schwierigkeiten, da hier nur leicht zu reinigende Bauteile mit der Polymerschmelze in Kontakt kommen und das Probengefäß offen ist, so daß es zu keinen Gaseinschlüssen kommen kann.

Methode

Wie die Methode des hängenden Tropfen beruht die Lamellen-Methode auf dem Gleichgewicht zwischen der Gewichtskraft und der Oberflächenspannung. Wie in Abb. 1 schematisch dargestellt, wird sich eine Flüssigkeitslamelle ausbilden, wenn man einen vertikalen Testkörper in Kontakt mit einer Flüssigkeit bringt. Bei Kontaktwinkeln zwischen 0° und 90° ist die Lamelle nach oben gekrümmt, während sie für Kontaktwinkel zwischen 90° und 180° nach unten gekrümmt ist. Beträgt der Kontaktwinkel genau 90°, so ergibt sich keine Krümmung der Flüssigkeit.

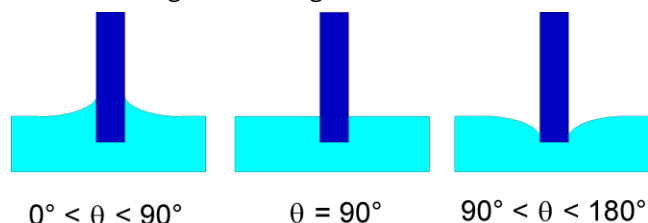


Abb. 1. Schematische Darstellung der Bildung einer Lamelle

Die Lamelle entsteht durch das Bestreben der Flüssigkeit den Testkörper zu benetzen. Dabei führt die Wirkung der Oberflächenspannung dazu, die neu erzeugte Oberfläche so klein wie möglich zu halten. Gleichzeitig versucht die Gewichtskraft das Volumen einer aufsteigenden Lamelle zu minimieren. Im Gleichgewicht heben sich die Wirkung der Oberflächenspannung und der Gewichtskraft gerade auf. Wenn die Gewichtskraft bekannt ist, kann dann aus der genauen Kenntnis der Lamellenkontur die Oberflächenspannung der Flüssigkeit berechnet werden. Die zugrunde liegende Gleichung des Gleichgewichtszustandes ist die Young-Laplacesche Differentialgleichung, für die es bei diesen Randbedingungen keine geschlossene analytische Lösung gibt. Mit Hilfe schneller PC-

Systeme und entsprechend optimierten Lösungsalgorithmen, ist es dennoch möglich, die Oberflächenspannung numerisch exakt, innerhalb von Sekundenbruchteilen zu lösen. Aus Abb. 1 wird deutlich, daß sich bei einem Kontaktwinkel von 90° mit einem geraden zylindrischen Testkörper keine Lamelle erzeugen läßt. Wird jedoch statt eines zylindrischen Körpers eine Kugel verwendet, dann wird sich auch bei einem Kontaktwinkel von 90° eine Lamelle ergeben, da die gekrümmte Kugeloberfläche keinen konstanten Winkel von 90° zur Horizontalen einnimmt.

Vorgehensweise

In einem speziell geformten Probengefäß wird das Polymer oder der Heißkleber aufgeschmolzen. Hierzu wird die elektrisch beheizte Thermosstatisiereinrichtung TEC 350 verwendet, die in diesem Fall den Probenstisch des optischen Kontaktwinkelmeßgerätes OCA 20 ersetzt. In die aufgeschmolzene Probe wird der kugelförmige Testkörper eingetaucht, so daß dessen Ende vollständig benetzt wird. Mit der CCD-Kamera wird ein digitales Bild der Lamelle bei der gewünschten Temperatur aufgenommen und gespeichert. Um die Oberflächenspannung berechnen zu können, muß das Programm das Gewicht der Lamelle errechnen. Dazu ist es notwendig, die Dichte des geschmolzenen Materials einzugeben und den Vergrößerungsfaktor des aufgenommenen Bildes zu ermitteln. Die Dichte wird vom Experimentator eingegeben, während der Vergrößerungsfaktor mit Hilfe der Geometrie des Testkörpers ermittelt wird. Nach der Messung können sowohl der Testkörper als auch das Probengefäß einfach durch mechanische Reinigung z.B. im Ultraschallbad gesäubert werden.

Ergebnisse

Am Beispiel eines zähen Heißklebstoffes wird im folgenden die neue Methode mit der Methode des hängenden Tropfens verglichen. Dazu ist in Abb. 2 das Bild eines hängenden

Tropfens des Heißklebstoffes 120°C dargestellt. Wegen ihres rechteckigen Formats wurde die CCD-Kamera um 90° aus der Horizontalen geschwenkt, um eine möglichst gute Bildfüllung zu erzielen. Aus diesem Bild wurde eine Oberflächenspannung von $35,16 \pm 0,04 \text{ mN/m}$ ermittelt. Dabei wurde eine Dichte von $1,0518 \text{ g/cm}^3$ zugrunde gelegt.



Abb. 2 Hängender Tropfen eines Heißklebers bei 120°C .

Auf das gleiche Material wurde die neue Lamellen-Methode angewendet. Das entsprechende Bild ist in Abb. 3 dargestellt. Deutlich ist die Lamelle sowie der kugelförmige Testkörper zu erkennen.

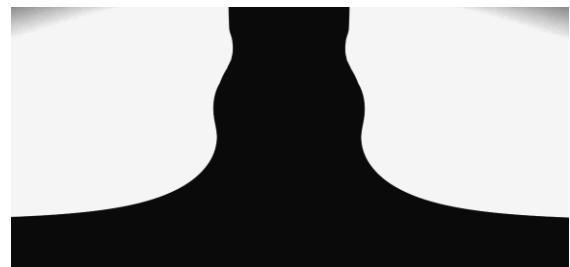


Abb. 3 Lamelle des Heißklebstoffes bei 120°C .

Aus diesem Bild wurde eine Oberflächenspannung von $34,81 \pm 0,35 \text{ mN/m}$ für die gleiche Dichte wie in Abb. 2 ermittelt. Demnach stimmen die beiden Werte innerhalb des Fehlers von 1 % der Lamellen-Methode überein.

Zusammenfassung

Es wurde die neue DataPhysics Lamellen-Methode vorgestellt, die die schnelle und einfache Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten bei Temperaturen bis 350°C erlaubt. Am Beispiel eines hochviskosen Heißklebstoffes wurde eine Genauigkeit der Methode von 1 % nachgewiesen.