

Inline-Prozesskontrolle der Benetzbarkeit durch Kontaktwinkelmessung auf sich bewegenden Oberflächen

Ming Jin, Dr. Thomas Willers

KRÜSS GmbH

Bei der Qualitätssicherung für die Reinigung und Vorbehandlung von Oberflächen hat die Kontaktwinkelmessung den Schritt vom Prüflabor in die Fertigungshalle vollzogen. Möglich wurde dies dank der Entwicklung schneller und mobiler Messtechniken. Mit dieser Machbarkeitsstudie gehen wir noch weiter und zeigen einen Weg auf, wie Kontaktwinkelmessungen potentiell als Prüfmethode für unterbrechungsfreie Inline-Prozesskontrollen eingesetzt werden können. Zwei jüngere Innovationen von KRÜSS eröffnen diese Perspektive: die sehr schnelle Dosier-technologie Liquid Needle, welche Kontaktwinkelmessungen auf beweglichen Proben erlaubt, und die Software-Schnittstelle ADVANCE API, mit der die Einbindung voll-automatischer Oberflächenanalysen in beliebig komplexe Informationssysteme möglich wird.

Hintergrund

Bei zahlreichen Produktionsprozessen werden Oberflächenbehandlungen an Materialien vorgenommen, um diese für weitere Verarbeitungsschritte vorzubereiten. Typische Beispiele sind die Reinigung von Oberflächen vor dem Verkleben oder die Plasmabehandlung einer Polymeroberfläche, um sie für eine nachfolgende Beschichtung zu aktivieren und damit bestmögliche Benetzung und Haftung zu erzielen. Da die Benetzung direkt durch den Kontaktwinkel wiedergegeben wird, ist die Kontaktwinkelmessung eine hervorragende Methode, um die Wirksamkeit solcher Vorbehandlungsmethoden zu überprüfen [1].

Vorbehandlungen finden häufig an sich kontinuierlich bewegenden Proben statt. Eine Inline-Kontrolle solcher dynamischen Prozesse war aus den beiden folgenden Gründen bisher nicht möglich:

1. Das Absetzen eines Tropfens mit einem klassischen Nadeldosiersystem ist für sich bewegende Proben zu langsam; der Tropfen verschmiert auf der Oberfläche. Versuche, die Tropfen auf die Probe zu schießen, schei-

tern an zu großen Aufprallgeschwindigkeiten, die zu verfälschten Kontaktwinkeln und größeren Fehlerbalken führen.

2. Es fehlte an einer Technologie, um Kontaktwinkelmessungen in ein umfassendes Informationssystem zu integrieren, Ergebnisse automatisch mit Probeninformationen zu synchronisieren oder sogar Rückkopplungen mit Prozessparametern wie Reinigungs- oder Aktivierungsdauer einzurichten.

Für beide Hindernisse hat KRÜSS Lösungen entwickelt. Die erforderliche Tropfenplatzierung auf bewegliche Proben leistet die Liquid Needle Technologie [2]. Sie verbindet schnelle und kontaktlose Dosierung mit einer geringen Dynamik, welche die Tropfenform nicht beeinflusst.

Für die Einbindung in integrierte Informationssysteme sorgt die ADVANCE API, eine Schnittstelle unserer Software für die Kontaktwinkelmessung und viele weitere Messmethoden. Ein typischer Ablauf sieht wie folgt aus: Über die API wird ein speziell für die jeweilige Messaufgabe erstelltes Automationsprogramm von ADVANCE – das zum Beispiel die Dosierung und Analyse eines Tropfens durchführt – von einer anderen Software aus gestartet. Dieselbe externe Software kann zum Beispiel Probeninformationen in ein Detail-Feld der ADVANCE-Messung schreiben. Nach Abschluss der Messung exportiert ADVANCE die Daten automatisch in ein frei definierbares Format und meldet die Fertigstellung über die API. Jetzt kann die externe Software die Daten abholen, bewerten und beliebige Schritte folgen lassen.

Für die Realisierung eines solchen Ablaufs sind mehrere Wege gangbar. Beispielsweise könnten mittels der Liquid Needle Tropfen auf eine Probe dosiert werden, welche sich durch den Rahmen eines Drop Shape Analyzer – DSA100 hindurch bewegt. Abbildung 1 zeigt schematisch eine entsprechende Anordnung. In diesem Bericht haben wir einen solchen

Aufbau exemplarisch für Messungen auf sich bewegenden Proben nachgebildet.

Alternativ könnten die softwaregesteuerten Achsen eines Large Surface Analyzer – LSA von KRÜSS, welche einen Messkopf mit der Liquid Needle bewegen, mit der Probenbewegung synchronisiert werden.

Experimentelles

Als Probe für den Machbarkeitstest haben wir eine handelsübliche PP-Folie im DIN-A4-Format nach Reinigung mit Tensid, warmem Wasser und Isopropanol verwendet. Die Folie wurde auf einen Vakuumtisch platziert, welcher auf einer 170 mm langen automatischen Achse des DSA100 montiert war. Für die Kamera wurde eine hohe Bildaufnahmerate von 200 fps eingestellt, um Bewegungsunschärfe der Tropfenbilder zu unterbinden. Nach dem Start der Achse mit 250 mm/min wurden 50 Wassertropfen im zeitlichen Abstand von 0,8 Sekunden dosiert und vermessen. Diesen Durchgang haben wir an der gleichen Probe wiederholt, nachdem wir an drei Stellen auf der Probe eine Plasmabehandlung (60 Sekunden) mit einem Plasmastift durchgeführt hatten.



Abb. 1: Schematischer Aufbau einer Reihen-Kontaktwinkelmessung auf einer sich bewegenden Probe.

Ergebnisse

Abbildung 2 zeigt exemplarisch eine Kontaktwinkelmessung auf der sich bewegenden Probe. Es ist zu sehen, dass der Tropfen einwandfrei auf die Probe positioniert und in der Bildmitte analysiert wurde. Am rechten Bildrand ist noch die linke Seite des Tropfens zu sehen, welcher 0.8 Sekunden zuvor dosiert und vermessen wurde.

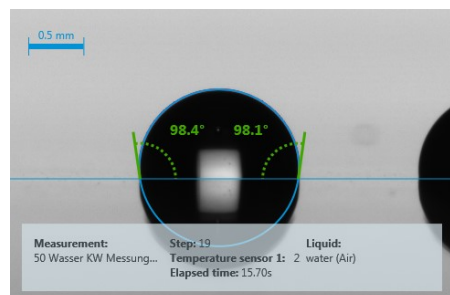


Abb. 2: Beispielbild der Kontaktwinkelmessung auf einer sich mit 250 mm/min bewegenden Probe. Der Tropfen wurde mit der asymmetrischen Ellipsenfunktion (Tangent-1) gefittet.

Abbildung 3 zeigt die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen an den je 50 Tropfen auf der frisch gereinigten und der teilweise plasmabehandelten Probe. Jede Tropfenreihe war gleichmäßig über eine Strecke von 167 mm verteilt und wurde innerhalb von 40 Sekunden vermessen. Die dunkelblaue Kurve zeigt die Kontaktwinkel auf der unbehandelten PP-Probe und die hellblaue die Kontaktwinkel auf der nur teilweise plasmabehandelten Probe.

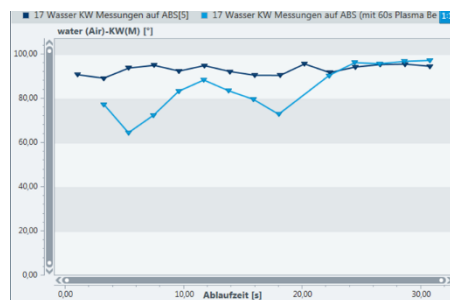


Abb. 3: Der Kontaktwinkel gemessen an je 50 Tropfen auf der sich bewegenden Probe. Die Messung auf der frisch gereinigten PP Probe ist dunkelblau und die Messung auf der stellenweise plasmabehandelten Probe hellblau dargestellt.

Eine Atmosphärenplasmabehandlung resultiert in kleineren Wasserkontaktwinkeln. Ein Vergleich der beiden Kurven zeigt daher deutlich die Positionen, an denen keine Plasmabehandlung stattgefunden hat. In einem Produktionsprozess würden an diesen Stellen nun voraussichtlich Benetzungsprobleme zu Qualitätsmängeln führen. Über die ADVANCE-API kann die Software jedoch direkt nach der Messung Rückmeldung geben, so dass rechtzeitig gegengesteuert und so größerer Produktionsausfall abgewendet werden kann.

Bei den hier durchgeführten Tests entsprach die Probengeschwindigkeit der maximalen Achsengeschwindigkeit des DSA100 von 250 mm/min. Bei höheren Prozessgeschwindigkeiten wären zusätzliche Tests notwendig, um die Zuverlässigkeit dieser Methode zu belegen. Erste Versuche an manuell bewegten Proben deuten jedoch darauf hin, dass Geschwindigkeiten bis zu 1 m/min gut messbar sind.

Neben der maximalen Probengeschwindigkeit ist die Größe der Proben der zweite begrenzende Faktor der Versuchsanordnung. Die maximale Probenhöhe beträgt 27 cm und die Probenbreite 68 cm (mit dem DSA100 Large Frame). Das Dosiersystem muss nach frühestens 2000 Tropfen neu befüllt werden. Zwei hintereinander angeordnete DSA100 würden jedoch unterbrechungsfreie Qualitätsprüfungen erlauben.

Zusammenfassung

Mithilfe der ultraschnellen Liquid Needle Dosiertechnologie ist es möglich, zuverlässig den Kontaktwinkel auf Proben zu vermessen, welche sich mit 250 mm/min bewegen. Prozessgeschwindigkeiten bis zu 1 m/min sind denkbar, benötigen aber weitere Tests. Mit dem für unseren Versuchsaufbau gewählten Messinstrument DSA100 sind Proben bis zu einer Breite von 68 cm möglich.

Die Softwareschnittstelle ADVANCE API eröffnet flexible Möglichkeiten, den Start und Ablauf der Messung sowie exportierte Ergebnisse für eine Inline-Prozesskontrolle in ein umfassendes Informationssystem einzubetten. Von der einfachen Meldung nach Überschreiten einer Warngrenze bis hin zur automatischen Anpassung von Prozessparametern sind viele Szenarien denkbar.

Literatur

[1] KRÜSS *Application Report AR272*

[2] M. Jin, R. Sanedrin, D. Frese, C. Scheithauer and T. Willers, "Replacing the solid needle by a liquid one when measuring static and advancing contact angles", *Colloid Polym. Sci.* 294(4), 657-665, DOI 10.1007/s00396-015-3823-1 (2016).