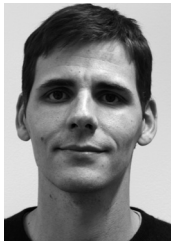
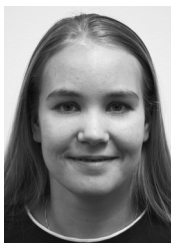


Benetzungsanalyse an mikro- und nanostrukturierten Oberflächen



Marcel Flemming



Luisa Coriand



Angela Duparré

Das Benetzungsverhalten optischer und technischer Oberflächen (z. B. Fensterscheiben, Maschinenteile) spielt für deren Reinigungseigenschaften sowie bei unterschiedlichsten Applikationen eine entscheidende Rolle. Die Benetzung einer Oberfläche wird neben ihrer chemischen Natur wesentlich durch ihre Rauheit bestimmt. Daher muss z. B. bei der technologischen Realisierung ultra-hydrophober selbstreinigender Oberflächen eine spezifische Oberflächenstruktur erzeugt werden. Um deren Benetzungswirkung geeignet zu bewerten und gezielt anzupassen, ist die Kenntnis der relevanten Rauheitskomponenten der Struktur erforderlich. Dazu wurde am Fraunhofer IOF eine Methode entwickelt, die durch spezielle Rauheitsanalyse und Datenauswertung einen neuartigen Benetzungsparameter κ_b liefert, der sowohl die vertikale als auch laterale Ausdehnung stochastischer Rauheitsstrukturen widerspiegelt /1/. Dies können die gängigen Rauheitsparameter (R_q , R_a etc.) nicht leisten.

Abb. 1:
Kontakt- und Abrollwinkelmessung
(Gerät: OCA 20, Dataphysics).

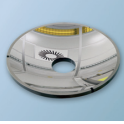
Fig. 1:
Measurement of dynamic contact
angles and sliding /roll-off angles
(instrument: OCA 20, Dataphysics).



Für intrinsisch (chemisch) hydrophobe Oberflächen wurde durch empirische Korrelation von Rauheits- und Benetzungseigenschaften ein Wert $\kappa_b > 0,3$ als notwendiges Kriterium für Ultra-Hydrophobie gefunden (zum Vergleich: Das Lotusblatt als Beispiel für Ultra-Hydrophobie schlechthin weist einen κ_b -Wert von 0,7 auf). Die Struktur-Eigenschafts-Korrelation ergab weiterhin, dass eine umfassende Benetzungscharakterisierung nur mittels dynamischer Kontaktwinkelmessungen, d. h. Bestimmung des Fortschreite- und Rückzugswinkels, sowie durch Abgleit- bzw. Abrollwinkelmessungen möglich ist (Abb. 1).

Im Folgenden sind beispielhaft Ergebnisse an laserstrukturierten hydrophobisierten Stahloberflächen /2/ dargestellt. Die Analyse der μm - und nm -Rauheitsstruktur von Oberfläche A (Abb. 2) zeigt, dass die erzielten ultra-hydrophoben Eigenschaften, d. h. Fortschreite- und Rückzugswinkel $> 140^\circ$ (Abb. 3) und Abrollwinkel $< 10^\circ$, mit einem κ_b -Wert von 0,5 korrelieren. Im Gegensatz dazu wurde die Oberfläche B (Abb. 4) anhand eines zu niedrigen Benetzungsparameters von $\kappa_b = 0,14$ als nicht ultra-hydrophob bewertet. Die dann gemessene hohe Kontaktwinkelhysterese (Differenz zwischen Fortschreite- und Rückzugswinkel) bestätigte den Befund (Abb. 5).

Im Gegensatz zur μm - und nm -Strukturierung bei ultra-hydrophoben technischen Oberflächen erfolgt bei optischen Oberflächen mittels »Steuerung« durch κ_b eine Fokussierung auf nm -Strukturen, um optische Verluste kontrolliert niedrig zu halten. Dies wird gegenwärtig im Förderprojekt KRONOS realisiert /3/.



The wetting behaviour of optical and technical surfaces (e.g. architectural glass, engineering components) is of great importance for cleaning processes and various applications. Wetting properties are considerably determined by surface roughness in addition to the chemical nature of the liquid and solid. The technology for the realization of e.g. ultra-hydrophobic self-cleaning surfaces has to generate a specific surface structure. In order to adapt the technological process and hence the wetting properties of these surfaces, knowledge about wetting relevant surface structures is important. For that purpose, a novel method for the quantification of wetting relevant surface roughness was developed at the IOF. Specific roughness analysis based on power spectral density functions leads to a wetting parameter κ_b /1/. Unlike simple roughness parameters (e.g. rms roughness) κ_b considers both the vertical and lateral dimensions of roughness structures.

Empirical correlation between the roughness and wetting properties of samples with various degrees of roughness but identical intrinsic hydrophobicity revealed that ultra-hydrophobicity is essentially associated with κ_b values above 0.3 (for comparison: for the well known ultra-hydrophobic lotus leaf, a κ_b value of 0.7 was determined). Appropriate correlation between the roughness and wetting properties also requires advanced wetting characterization by dynamic contact angle (advancing and receding contact angles) and sliding/roll-off angle measurements (Fig. 1).

The following examples show results obtained on laser-structured steel surfaces with hydrophobic top coatings /2/. The analysis of micrometer- and nanometer-sized roughness components of the ultra-hydrophobic

sample A (Fig. 2) yielded a κ_b value of 0.5 which was associated with advancing and receding contact angles $> 140^\circ$ (Fig. 3) and a roll-off angle $< 10^\circ$. In comparison, a κ_b value of 0.14 predicted non-ultra-hydrophobicity for sample B (Fig. 4) which was confirmed by a measured high contact angle hysteresis (difference of advancing and receding contact angle; Fig. 5).

The ultra-hydrophobicity of optical surfaces is necessarily based on nanometer-sized roughness structures in order to maintain optical quality (low

scatter losses). Systematic roughness design by means of the parameter κ_b constitutes a key to a cost-efficient technological process and is currently part of the BMBF joint project KRONOS /3/.

References:

- /1/ Flemming, M.; Duparré, A.: Design and characterization of nanostructured ultra-hydrophobic coatings, *Applied Optics* 45 (2006) 1397–1401.
- /2/ Herstellung: IWS Dresden.
- /3/ BMBF-Verbund KRONOS: Kratz- und schmutzresistente geformte Glasoberflächen durch steuerbar nanostrukturierte Sputterschichten.

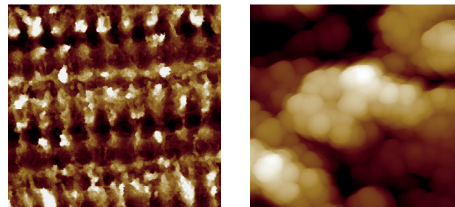


Abb. 2:
Laserstrukturierte ultra-hydrophobe Stahloberfläche (Probe A)
links: LSM-Messung $460 \times 460 \mu\text{m}^2$ (Höhenskala: $30 \mu\text{m}$); rechts: AFM-Messung $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ (Höhenskala: 700nm).

Fig. 2:
Laser-structured ultra-hydrophobic steel surface (sample A);
left: LSM measurement $460 \times 460 \mu\text{m}^2$ (height scale: $30 \mu\text{m}$); right: AFM measurement $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ (height scale: 700nm).

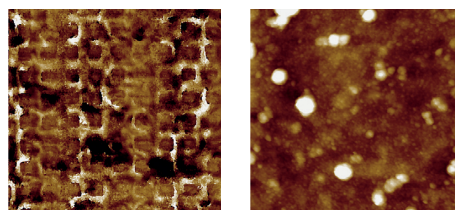


Abb. 4:
Laserstrukturierte hydrophobe Stahloberfläche (Probe B);
links: LSM-Messung $460 \times 460 \mu\text{m}^2$ (Höhenskala: $5 \mu\text{m}$); rechts: AFM-Messung $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ (Höhenskala: 30nm).

Fig. 4:
Laser-structured hydrophobic steel surface (sample B); left: LSM measurement $460 \times 460 \mu\text{m}^2$ (height scale: $5 \mu\text{m}$); right: AFM measurement $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ (height scale: 30nm).

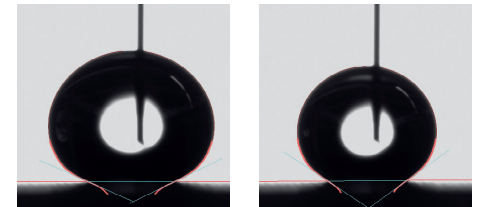


Abb. 3:
Dynamische Kontaktwinkelmessung an laserstrukturierter ultra-hydrophober Stahloberfläche (Probe A);
links: Fortschreitewinkel; rechts: Rückzugswinkel.

Fig. 3:
Dynamic contact angle measurement on laser-structured ultra-hydrophobic steel surface (sample A);
left: advancing contact angle; right: receding contact angle.

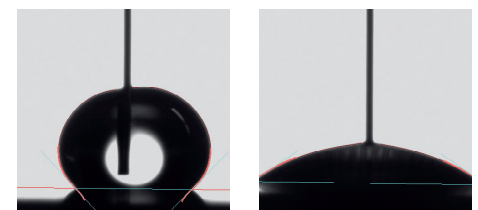


Abb. 5:
Dynamische Kontaktwinkelmessung an laserstrukturierter hydrophober Stahloberfläche (Probe B);
links: Fortschreitewinkel; rechts: Rückzugswinkel.

Fig. 5:
Dynamic contact angle measurement on laser-structured hydrophobic steel surface (sample B);
left: advancing contact angle; right: receding contact angle.