

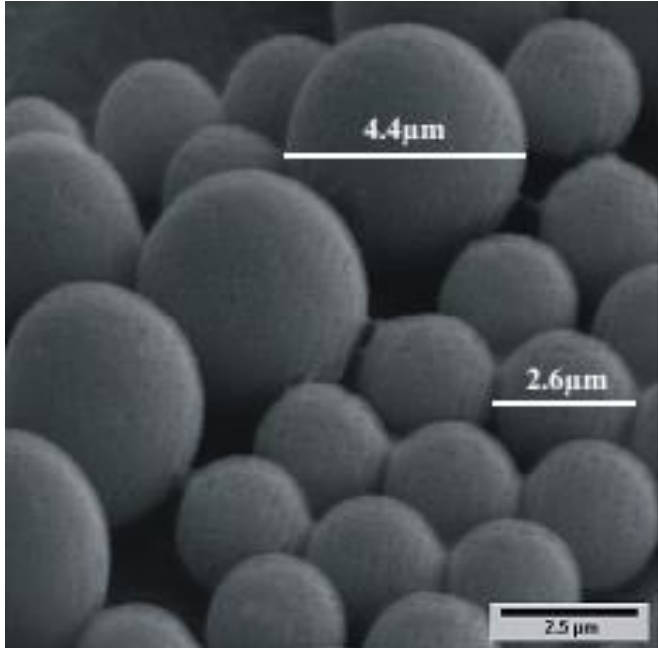
Die richtige Analysesemethode für filmische und partikuläre Verunreinigungen finden

Prof. Dr. Juliane König-Birk

Ziele

- Grenzen und Einsatzgebiete verschiedener Analysemethoden kennenlernen
- Probleme bei der Probennahme erkennen und vermeiden

Störende Verunreinigungen



Partikel in Schmierölen/Hydraulikölen

Strahlmittelreste nach
Reinigung/Oberflächenbehandlung

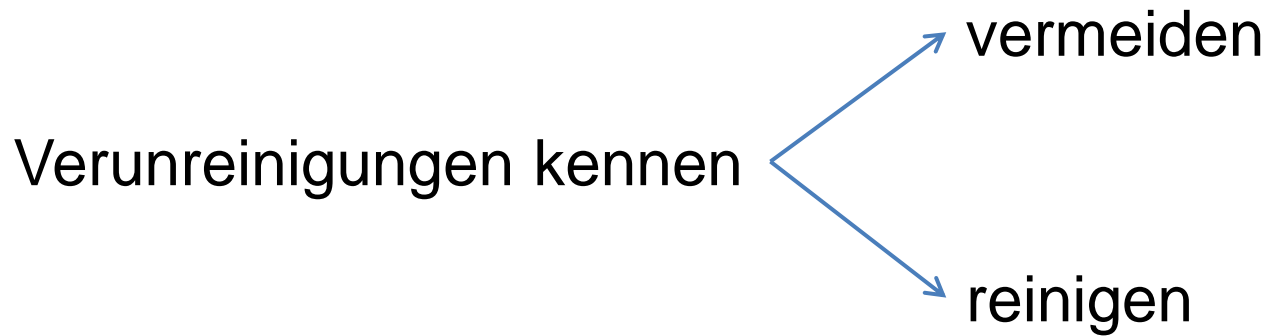
Ölfilm aus Zerspanungsprozess

Partikel auf Leiterplatten

Sauberkeit von Verpackungsfolien

Lacknebel

Verunreinigungen



Relevante Verunreinigung:

1. Entdecken
2. Probennahme
3. Analyse
4. Problembeseitigung



Probennahme

Die Probe muss repräsentativ sein

Beispiel 1

Partikelfallen in Rein- und Sauberräumen:

Durch **Luftströmungen** kann die Partikelanzahl und -größe an unterschiedlichen **Orten** stark variieren

- Türen, Fenster
- Maschinen, Geräte
- Menschen
- Bei der Montage
- frei im Raum
- An einer Wand

Probennahme

Beispiel 2

Überprüfung der Bauteilsauberkeit:

Direkte Inspektion

Mikroskopische Analyse des Bauteils

Welche Seite des Bauteils muss inspiziert werden?
Können alle relevanten Stellen analysiert werden?

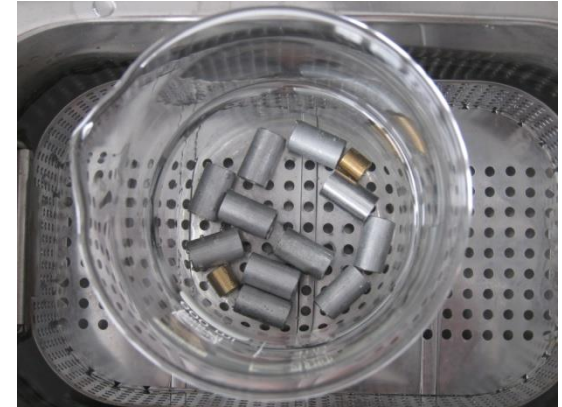


Bild: Pamas GmbH

Indirekte Inspektion

Analyse der Spülflüssigkeit

Sind alle zu analysierenden Partikel in der Spülflüssigkeit enthalten?
Haben sich die Partikel durch das Abspülen verändert?

Probenaufbereitung

Wird die Probe durch Transport oder Lagerung verändert?

- Partikeleintrag
- Chemische Veränderung der Probe
- Agglomerationen
- ...

Veränderungen

vermeiden

- abdecken
- konstante Temperatur
- kurze Transportwege
- zeitnahe Analyse
- ...

rückgängig machen

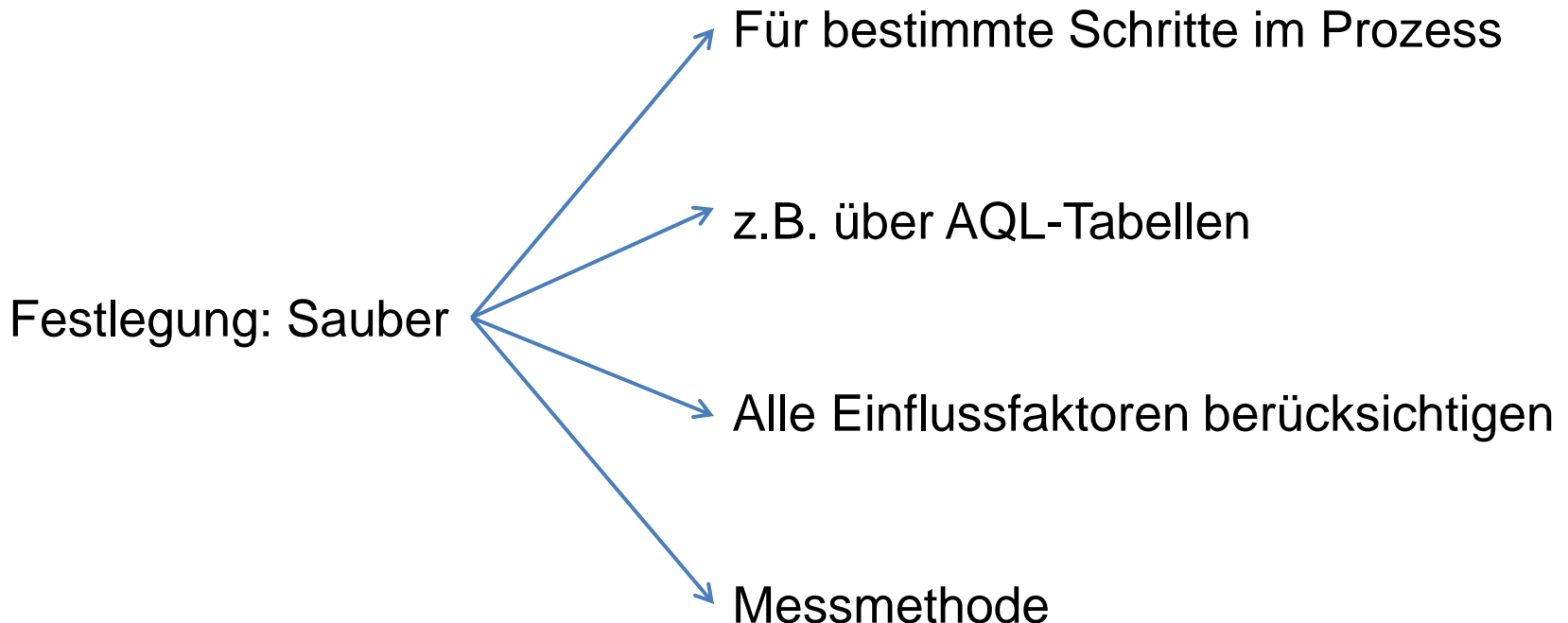
Flüssigkeit mittels mechanischem Energieeintrag oder chemischen Reaktionen in Ausgangszustand versetzen.

kennen

Bei der Analyse berücksichtigen

Normen/Richtlinien

Es existieren keine Normen für die technische Sauberkeit entlang des gesamten Fertigungsprozesses.



Mögliche Analysemethoden

Art der Verunreinigung

Partikulär

- Mikroskopie
- Optische Partikelzähler
- Gravimetrie
- Raman-Spektroskopie

Filmisch

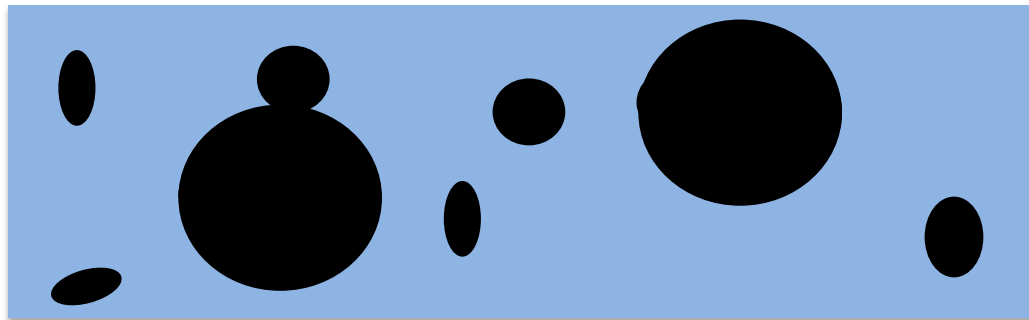
- Testtinten
- Fluoreszenzmessung
- FTIR-Spektroskopie
- Kontaktwinkelbestimmung

Das Ergebnis einer Messung/Analyse hilft nur dann weiter, wenn man die Grenzen der Methode kennt.

Direkte optische Mikroskopie

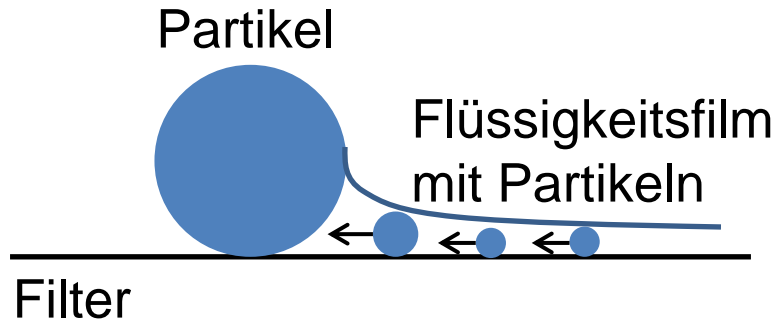
Zu beachten:

- Beugungslimit, Auflösungsvermögen
- Polarisierungseffekte
- Nicht glänzende Partikel und trotzdem metallisch
- Absorbierende/transparente Partikel

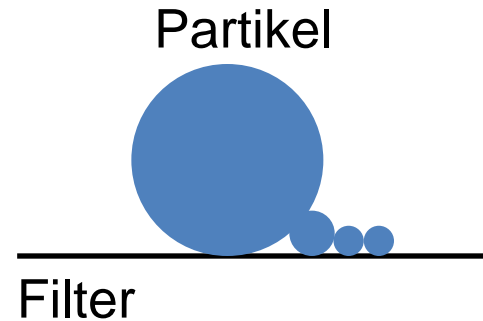


Filter: Trocknungseffekte

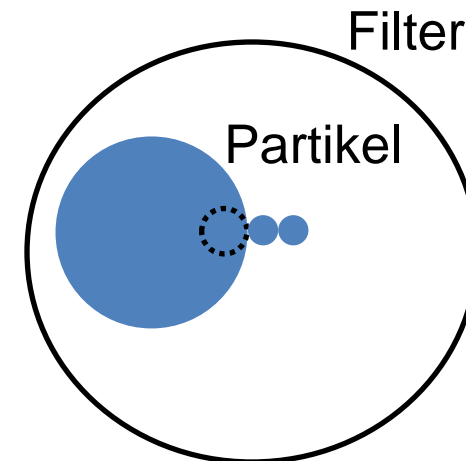
Eintrocknung auf dem Filter



Keine Flüssigkeit mehr vorhanden



Beim Eintrochnungsprozess werden die in der Flüssigkeit befindlichen kleinen Partikel zu auf dem Filter haftenden großen Partikeln hingezogen.



Optische Partikelzähler

Es wird die Partikelanzahl und -größe detektiert.

Zu beachten:

- Koinzidenz
- Brechungsindex
- Luftblasen

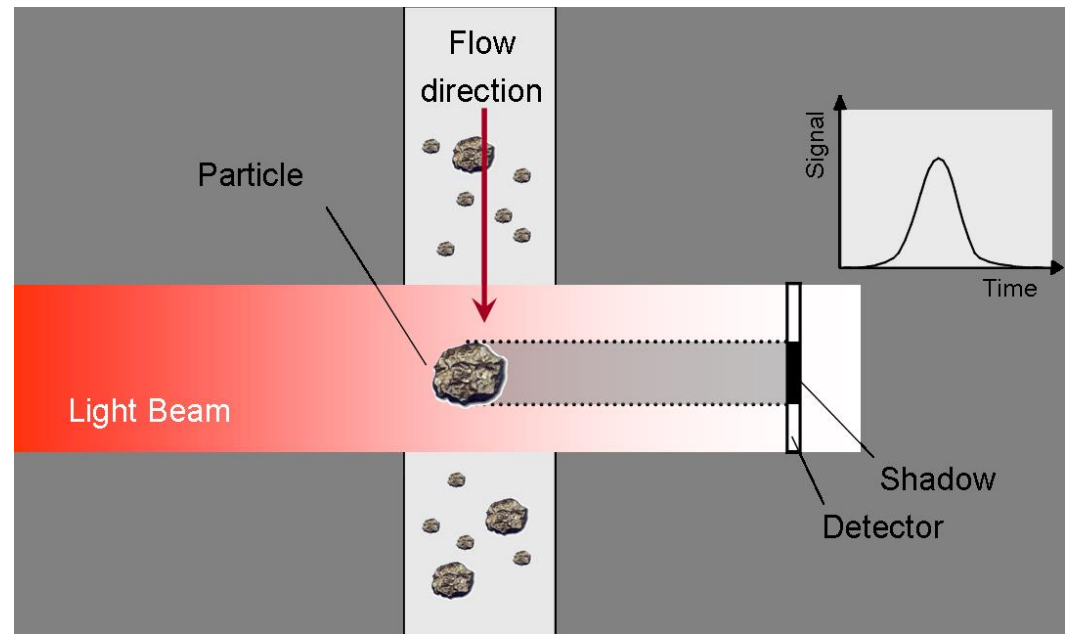


Bild: Pamas GmbH

Optische Partikelzähler: Koinzidenz

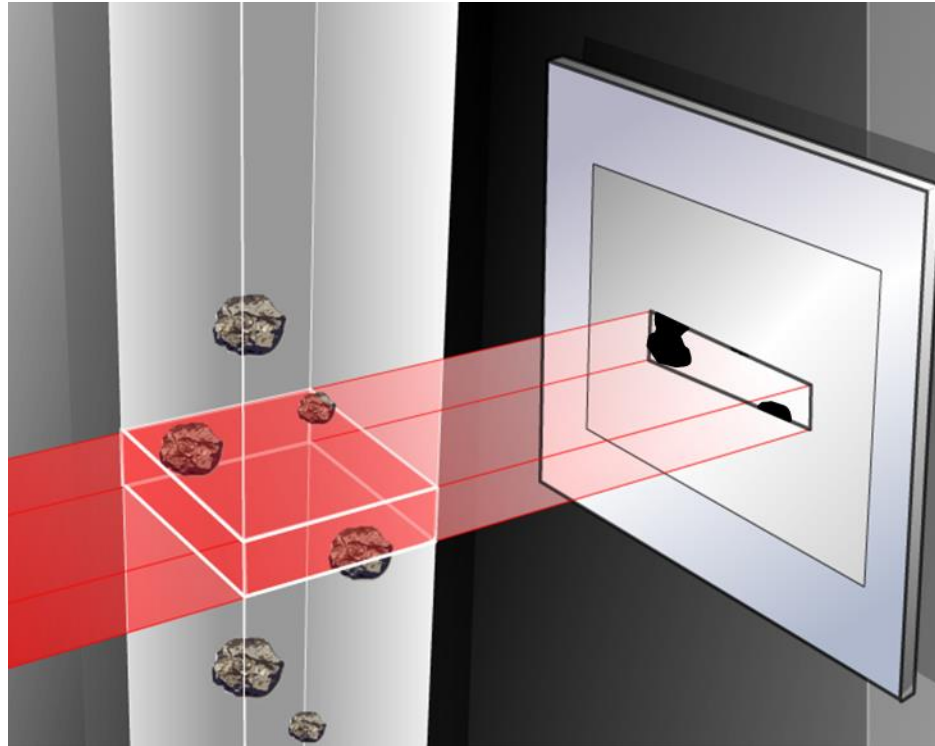


Bild: Pamas GmbH

Mehrere Partikel werden als eines detektiert.

Gravimetrie

Es wird das Gesamtgewicht der Partikelfracht und des Filters angegeben.

Zu beachten:

- Dichte
- Material
- Messgenauigkeit der Waage
- (Material)-Feuchte



Bild: Sartorius AG

Raman-Spektroskopie

Sie dient der Materialcharakterisierung.

Zu beachten:

- In der Datenbank vorhandene Referenzspektren
- Überdeckung durch ein Fluoreszenzsignal
- Nicht geeignet für Metalle
- Thermische Zerstörung der Probe möglich

Testtinten

Ermittlung eines Grenzwertes der Oberflächenspannung

Zu beachten:

- Pro Testtinte wird ein Wert für die Oberflächenspannung der filmischen Verunreinigung ermittelt.
- Unempfindliche Oberfläche nötig
- Die Oberflächenspannung kann sich mit der Zeit verändern.



Bild: Plasmatreat GmbH

Fluoreszenzmessung

Sie dient der Detektion von filmischen Verunreinigungen.

Zu beachten:

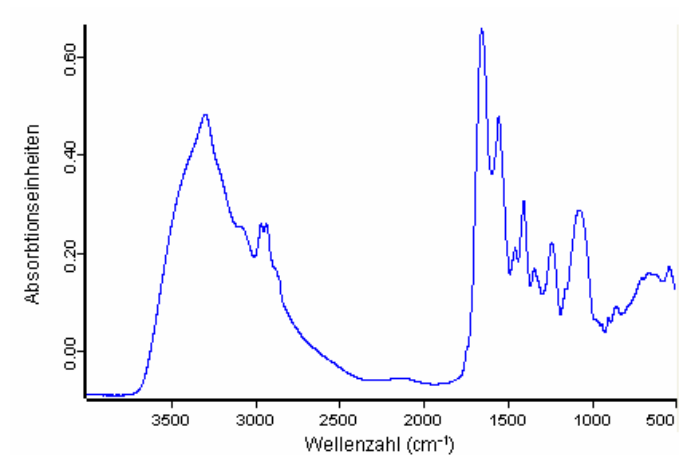
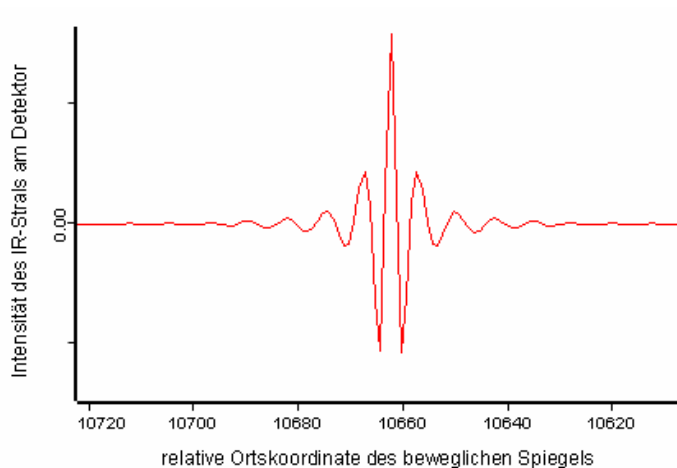
- Abnahme des Fluoreszenzsignals durch Wechselwirkung der angeregten Moleküle mit nicht angeregten
- Signalveränderung bei nicht glatten Oberflächen
- Abnahme des Fluoreszenzsignals mit steigender Temperatur
- Kalibrierung mittels absolut sauberer Referenzoberfläche

FTIR-Spektroskopie

FT: Fourier-Transformation

IR: Infrarot

Mathematische Berechnung eines Spektrums
z.B. zur Analyse von Schmierstoffen und Ölen



Bilder: www.commons.wikimedia.org (Butenbremer)

Interferogramm

Fourier-Transformation →

Spektrum

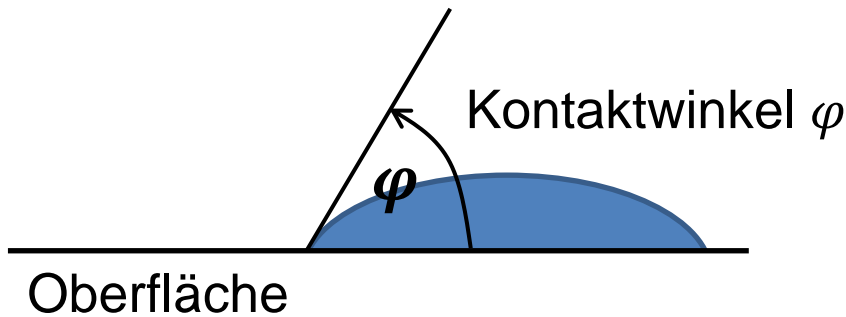
FTIR-Spektroskopie

Zu beachten:

- In verarbeiteten Materialien (thermisch) können andere Schwingungsmoden auftreten, somit sieht das Spektrum anders aus
- Welche Optik wird verwendet (Spiegel, Linse)? Welchen Transmissionsbereich haben die Linsen?
- Wasser: große Absorption im IR

Kontaktwinkelbestimmung

Über die Benetzungseigenschaften wird eine filmische Verschmutzung detektiert.



$\varphi = 0^\circ$ bis $\varphi = 90^\circ$: Benetzend

$\varphi > 90^\circ$: Nicht benetzend

Zu beachten:

- Realer Kontaktwinkel bei nicht ebenen Oberflächen
- Sinnvolle Messpunktauswahl insbesondere bei partiell benetzenden filmischen Verunreinigungen nötig

Zusammenfassung

Probenaufbereitung

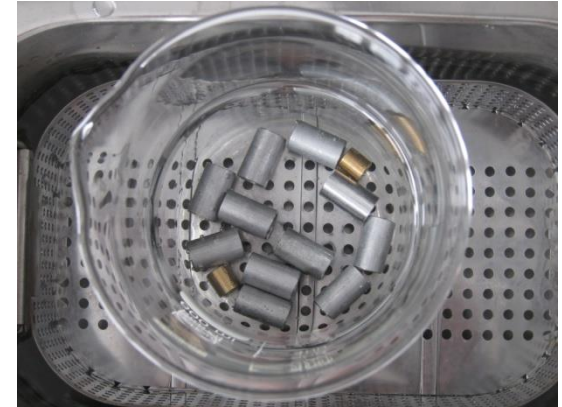


Bild: Pamas GmbH

Probennahme: Repräsentative Probe

Analysemethoden

Grenzen

Filme

Partikel



Bild: Plasmatreat GmbH

Herzlichen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

Kontakt:

juliane.koenig-birk@hs-heilbronn.de