



Verbesserte Methode

Infrarotspektroskopische Messung des Verschmutzungsgrads von Bauteilen

Verunreinigungen auf Oberflächen können beim Einbau von Fahrzeugkomponenten oder während des Betriebs folgenschwere Probleme verursachen. Hilfe bei der Bewertung der Sauberkeit bieten infrarotspektroskopische Messungen aus dem Labor. Damit lassen sich Art und Grad einer organischen Verunreinigung auf den Oberflächen funktionsrelevanter Bauteile ermitteln.

Bernd Mehlich

Das Regelwerk VDA 19 „Prüfung der Technischen Sauberkeit“ beschreibt wesentliche Aspekte der Sauberkeitsanalyse von Bauteilen. Durch fortlaufende Anpassungen an neue Anforderungen ist es auf dem neuesten Stand der Technik. Die VDA 19 konzentriert sich vorrangig auf partikelförmige Verschmutzungen. Oberflächenverunreinigungen aus organischen Belägen stehen nicht im Fokus.

Immer mehr Industriezweige – besonders der Automotive-Sektor – legen bei der Bauteilreinigung aber Wert auf eine umfassendere und standardisiert nachweisbare

Sauberkeit. Das SGS Institut Fresenius hat deshalb die Untersuchung von organischen, filmischen Verunreinigungen bei funktionsrelevanten Bauteilen vorangetrieben.

Mit einer verbesserten Messmethode bestimmt das Prüfinstitut den organischen Verschmutzungsgrad von Oberflächen funktionsrelevanter Komponenten. Die Analysen liefern auch Anhaltspunkte zur Herkunft von Öl- und Fettfilmen, die etwa bei Fahrzeugkomponenten, Steuereinheiten oder mikromechanischen Bauteilen zu Montagefehlern oder Ausfällen führen können. Öl- und Fettfilme als Verunrei-

nungen in flächendeckender, filmischer Form können vor allem Beschichtungsvorgänge behindern oder negativ auf Füge- und Verbindungsprozesse in der Produktionskette einwirken.

Ursachen für Verunreinigungen durch filmische Schichten sind zum Beispiel Reste von Schmier- und Reinigungsmitteln oder Klebe- und Haftrückstände. Häufig bleiben aber auch Konservierungsmittel wie Korrosionsschutzöle oder Wachse an Oberflächen von Bauteilen haften. Auch Tensid-Rückstände oder Salze aus Reinigungsprozessen dürfen nicht außer Acht gelassen



werden. Dies gilt ebenso für Verschmutzungen durch Kondensate oder Adsorbate aus der Umgebungsluft.

Messung des Verschmutzungsgrads

Verschiedene Anwendungen in der Automobiltechnik erfordern es, dass Oberflächen öl- und fettfrei sind und dass entsprechende Reinheitsspezifikationen eingehalten werden. So können beispielsweise organische Restverschmutzungen das Kleben, Schweißen und Löten behindern oder im Weiterverarbeitungsprozess zu nachträglichen Ausfällen führen. Immer wieder gibt es beispielsweise auch bei umspritzten Bauteilen Fälle, bei denen durch unerwünschte Ölablagerungen Spannungsrisse im Kunststoff entstehen.

Vor diesem Hintergrund ist die genaue Kenntnis der Öl- und Fettmenge auf den gefährdeten Oberflächen wichtig. Momentan sind jedoch Verfahren, Geräte und Spezifikationen, die organische Beläge quantitativ bestimmen und stofflich identifizieren, noch in der Entwicklung. So kann beispielsweise das quantitative Präparationsverfahren gemäß DIN 38409 (Teil 18) aufgrund der Gesundheits- und Umweltgefährdung des einzusetzenden Extraktionsmediums nicht mehr verwendet werden. Es wurde durch ein Präparationsverfahren gemäß DIN DEV 38409-H53 ersetzt. Diese Metho-

de erfasst allerdings nur die gaschromatografisch detektierbaren Substanzen. Polymere, Oligomere mit höheren Massenzahlen, aus denen filmische Oberflächenverunreinigungen auch oft bestehen, können damit nicht detektiert werden.

Prüfung mittels Infrarot-Spektroskopie

Im Fachbereich für chemische Sonderanalytik des SGS Institut Fresenius in Dresden wurden die Präparationsverfahren für Untersuchungen zum Öl- und Fettgehalt auf metallischen und nichtmetallischen Oberflächen weiterentwickelt. Wie die Oberfläche durch Öl, Fett oder Silikone verunreinigt ist, analysiert das Labor infrarotspektroskopisch, nachdem es den organischen Film mit einem geeigneten Lösungsmittel extrahiert hat. Je nach der Menge an Öl- und Fettgehalt sind zwei Methoden im Einsatz, die sich je nach Verschmutzungsgrad der Oberfläche unterscheiden.

Zur Bestimmung sehr kleiner Mengen Öl oder Fett wird das Bauteil mit einem organischen Lösungsmittel eluiert, wobei die Auswahl der richtigen Lösungsmittel zur Extraktion organischer Beläge von der Oberfläche entscheidend von der zu erwartenden Stoffgruppe und von der geforderten Analysenempfindlichkeit abhängt. Anschließend wird das Eluat aufkonzentriert. Danach bestimmt das Labor infrarotspektroskopisch die Kohlenwasserstoffe mittels extraktintegrierter KBr-Pressetechnik (Präparationsmethode für feste Substanzen). Die Kalibrierung des Verfahrens kann zum Beispiel gegen Squalan (C₃₀H₆₂) für Kohlenwasserstoffe oder gegen Polydimethylsiloxan (PDMS) für Siloxane erfolgen.

Im direkten Laborvergleich werden auf diese Weise für die Nachweisempfindlichkeit mit 5 µg teilweise doppelt so gute >>>

INFORMATION & SERVICE

KONTAKT

SGS Institut Fresenius GmbH
T 0351 8841-160
bernd.mehlich@sgs.com
www.sgsgroup.de

QZ-ARCHIV

Diesen Beitrag finden Sie online:
www.qz-online.de/1352544

Werte erreicht wie bei anderen Verfahren (zum Beispiel GC-FID). Für den Nachweis von geringen Oberflächenverunreinigungen sind jedoch größere Probenflächen beziehungsweise eine größere Anzahl von kleineren Bauteilen erforderlich. Oberflächen von 100 bis 1000 cm² lassen sich gut handhaben und liefern eine ausreichende Nachweisempfindlichkeit.

Bezogen auf eine verunreinigte Fläche von 500 cm² liegt die Messempfindlichkeit je nach Stoffgruppe zwischen 10 und 100 ng/cm². Die Nachweisempfindlichkeit liegt noch etwas darunter, allerdings mit zunehmender Messunsicherheit. Größere Mengen Öl oder Fett bestimmt das Institut mittels einer verstellbaren Küvette direkt aus der Spüllösung (Eluat). Hierzu wird die zu untersuchende Oberfläche mit einem geeigneten organischen Lösungsmittel eluiert. Das Lösungsmittel sollte im Bereich von 2640 bis 3050 cm⁻¹ möglichst wenig Infrarotabsorptionen aufweisen. Anschließend wird das Extrakt in die verstellbare Küvette eingebracht und infrarotspektroskopisch vermessen. Auch dieses Verfahren wird gegen Squalan (C₃₀H₆₂) oder PDMS kalibriert.

Automobilsektor ist Pilot-Anwender

Die Methodik hat sich inzwischen bei zahlreichen Anwendungen bewährt. Vor allem die Automobilbranche schätzt die Aussagekraft der neuen Analysemöglichkeit – sowohl bei der Aufklärung von Schadensfällen als auch im Rahmen der routinemäßigen Qualitätskontrolle. Klassisches Einsatzgebiet der Oberflächenanalyse mittels Infrarot-Spektroskopie ist die Überwachung von Arbeitsschritten bei der Endmontage von Kraftfahrzeugen. So werden beispielsweise Frontklappen und Türen aus zweiteiligen Innen- und Außenblechen in einem letzten Fertigungsschritt zusammengeklebt.

Technologisch bedingt sind die Oberflächen dieser Blechteile nach ihrer Vorfertigung mit Prozesshilfsmitteln wie Ziehöl und Trockenschmierstoffen belegt und müssen vor ihrem Zusammenfügen bis auf ein definiertes Maß entfettet werden.

Entweder zur Routinekontrolle oder nach Prozessstörungen müssen die Klebestellen auf ihre Restfettbelastung getestet werden. Das SGS-Labor prüft dafür die Flächenkonzentrationen organischer Rück-

stände auf den Karosserieteilen namhafter Automobilbauer nach deren strengen Reinheitsvorgaben. Mit Erfolg, denn die weiterentwickelte Prüfmethode für die quantitative Restfettanalyse bietet verlässliche Ergebnisse mit einer hohen Messempfindlichkeit. Neben dieser planmäßigen Qualitätskontrolle zeigt das Verfahren seine Stärken auch in der Fehler- und Schadensanalytik.

In einem aktuellen Projekt aus dem Bereich der Fahrzeugelektrik sollten beispielsweise die Kontaktflächen von ausgefallenen Öldruckschaltern geprüft werden. In einem ersten Untersuchungsschritt erfolgt die stoffgruppenanalytische Zuordnung vorhandener Beläge auf den Kontaktflächen mithilfe der Infrarotmikroskopie (FT-IR-Mic). Die mikroskopische Abbildung zeigt dann auch einen dunklen Fleck, der Kontaktprobleme verursacht. Unter Anregung im mittleren Infrarotlicht werden hier signifikante Absorptionsbanden für ein Silikon und für Polyethylen sichtbar. Diese qualitative Aussage erlaubt den Mitarbeitern in der Qualitätskontrolle eine gezieltere Fehlersuche.

SGS Institut Fresenius nutzt ebenfalls Techniken wie XPS, AES und TOF-SIMS zum Nachweis und teilweise zur Identifikation von organischen und anorganischen Oberflächenverunreinigungen. Das Verfahren der infrarotspektroskopischen Messung von Öl- und Fettfreiheit gibt jedoch zuverlässig Auskunft über den Verschmutzungsgrad von größeren und komplexen Bauteilen und kann die organischen Beläge sehr einfach sowohl quantitativ bestimmen als auch stofflich identifizieren. So erhalten Prozessverantwortliche Informationen, um Betriebsspezifikationen oder Anforderungen an Zulieferer zu formulieren.

Durch das Festlegen von Grenzwerten kann beispielsweise die Reproduzierbarkeit der nachfolgenden Prozesse sichergestellt werden. Zudem können Ursache und Herkunft von Verunreinigungen ermittelt und daraus Empfehlungen für verbesserte Fertigungs- und Reinigungsprozesse abgeleitet werden. Somit bildet die Kenntnis über organische Oberflächenverunreinigungen neben den Anforderungen der technischen Sauberkeit nach VDA 19 einen wichtigen Baustein für die Optimierung der Fertigungsprozesse in der Automobilindustrie. ■