

Analytik

Die Kontrolle organischer Restverschmutzungen auf gereinigten Metalloberflächen mit IR-Kameras

Zusammenfassung

Es wurde die Anwendbarkeit von Infrarot Kameras zur Reinheitskontrolle von Metalloberflächen nach der Entfettung untersucht. Dazu dienten technische Werkstoffe, die nach entsprechender Reinigung mit bekannten Mengen von Fremdstoffen dotiert wurden. Diese Modelle wurden mit IR-Lampen bestrahlt oder ihre thermisch induzierte Emission gemessen.

Zielgröße und Maßstab für die Tauglichkeit des Messverfahrens war eine angestrebte mindestens zu erreichende Nachweisempfindlichkeit für Mineralöl von 10-20 mg/m², welche auf Literaturvorgaben beruhte. Diese Marke konnte substratabhängig erreicht, bzw. deutlich unterschritten werden. Weitere untersuchte organische und anorganische Störstoffe sind ebenfalls nachweisbar, allerdings ist die Empfindlichkeit (unter den hier gewählten Bedingungen) bis zu 10-fach geringer. Zielgrößen für eine angestrebte mindestens zu erreichende Nachweisempfindlichkeit dieser Substanzen sind uns aus der Literatur nicht bekannt geworden.

Hervorzuheben ist die Vielseitigkeit der Methode bezüglich des erfassbaren Stoffspektrums, welche für konkurrierende Methoden zur Messung der Oberflächenreinheit (cum grano salis mit Ausnahme der elektrochemischen Polarisation) in dieser Form nicht gegeben ist.

Die Methode liefert Digitalbilder. Im Unterschied zu bisherigen Methoden der Reinheitskontrolle steht damit Information über flächige Objekte zur Verfügung. Auswertung mit digitaler Bildverarbeitung erlaubt die Ableitung statistisch gesicherter Nachweisgrenzen von Fremdstoffen und eröffnet prinzipiell die Möglichkeiten einer automatisierten Prozessüberwachung.

Substrateigenschaften

Die Reflektionseigenschaften des Substrats, bzw. seine Emissivität, sind ein wichtiger Faktor für die Nachweisbarkeit von Fremdstoffen. Sie werden bestimmt von spezifischen Materialeigenschaften und der Oberflächenrauigkeit. Die Nachweisstärke für Öl auf den untersuchten technischen Substraten nimmt im Bestrahlungsmodus in der Reihenfolge Aluminium (AlMg1), Kupfer (CuNi2Si), Stahl (unlegiert), Zink (Galv. matt) ab.

Nachweisbare Fremdstoffe

Neben den in der Metallbearbeitung nahezu omnipräsenten Schmierölen (Modellsubstanz TC) wurden als weitere organische Stoffe Polyvinylalkohol (PVA) und Polyacrylsäure (PAS) als verbreitete Bestandteile von Klebern untersucht. Sie können, wenngleich relativ zu TC unempfindlicher, nachgewiesen werden.

Als Repräsentanten häufiger auf Oberflächen zu findender anorganischer Störstoffe wurden BaSO₄ (Formtrennmittel) und Molybdänsulfid untersucht. Die Nachweisempfindlichkeit ist um den Faktor 5 (BaSO₄) bis 10 (MoS₂) geringer als für TC.

Pulver-Kohle ist als Modellsubstanz für Pyrolysekoks aus Schweiß- oder Wärmebehandlungsprozessen untersucht worden. Die Nachweisempfindlichkeit entspricht etwa derjenigen von MoS₂.

Modelle für alle anorganischen Stoffe wurden mit wässrigen Suspensionen der Stoffe hergestellt. Sofern insbesondere der Nachweis von Pyrolysekoks auf den zu prüfenden Oberflächen relevant ist, muss geprüft werden, ob die Schichtdicke der real auftretenden Störstoffe den Modellen vergleichbar ist. Bei den in dieser Arbeit benutzten Partikeln (< 5 µm) sind Korngrößeneffekte zu vermuten. Bei (dünnen) filmischen Verunreinigungen ist dagegen eine höhere Nachweisempfindlichkeit zu erwarten.

Qualitativ wurde zusätzlich als Modell für Oberflächenoxide/-Hydroxide Kieselgel untersucht. Die abgeschätzte Nachweisempfindlichkeit entspricht ebenfalls etwa derjenigen von MoS₂.

Messtechnik

Als überlegene Detektoren erwiesen sich Kameras mit Halbleiterdetektoren und einem spektralen Fenster von 3-5 µm. Es wurde überwiegend unter Bestrahlung der Proben mit einer Infrarotlichtquelle gemessen. Die geometrische Anordnung von Lichtquelle und Detektor entspricht den Bedingungen diffuser Reflektion.

Die beste der kommerziell verfügbaren Lichtquellen war ein keramischer Strahler mit einem Emissionsmaximum von 2-5 µm. Die inhomogene Energieabstrahlung dieser Lichtquelle wurde als eine wesentliche Fehlerquelle bei der Messung identifiziert.

Der Einsatz alternativer Lichtquellen kann für die Messung mit Lock-In Verfahren vorteilhaft sein, wenn eine Modulation der Anregungsenergie mit höherer Frequenz angewandt werden soll. Aus den diesbezüglichen Experimenten ergaben sich aber auch Hinweise auf einen Zusammenhang zwischen der spektralen Qualität des Anregungslichts und der Nachweisstärke selektiv absorbierender Störstoffe.

Optimierungspotentiale

Ein limitierender Faktor für die Nachweisempfindlichkeit ist Störstrahlung in Form von Streulicht und Eigenemission des Substrats. Die Messung der reinen Eigenemission einer Oberfläche ohne Bestrahlung ergibt bei bestimmten Substraten eine Verbesserung des Signal/Rauschverhältnisses durch verringerte Störstrahlung. Dieser Effekt kann für die Anwendung nach einer Heißentfettung genutzt werden, wenn die Objekte dadurch mindestens eine Temperatur von ca. 60 °C annehmen. Sofern dies mit den Rahmenbedingungen nachfolgender Prozesse verträglich ist, wäre im Interesse einer hohen Empfindlichkeit und der Anwendung von Lock-In Technik auch über eine Erwärmung durch Induktion nachzudenken.

In die gleiche Richtung wirkt der Einsatz von Bandpassfiltern in der Kamera. Damit kann die Nachweisempfindlichkeit für Selektivstrahler (z.B. Mineralöl oder BaSO₄) insbesondere auf Substraten mit erhöhter Eigenemission deutlich verbessert werden. Für graue Strahler wie Kohlenstoff muss dagegen auf Lock-In-Verfahren zurückgegriffen werden.

Danksagung

Das Forschungsvorhaben wurde mit Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen Otto von Guericke e.V. (AiF) gefördert (AiF N 13795).

Projekt: AiF N 13795

Ansprechpartner

fem | Forschungsinstitut Edelmetalle + Metallchemie | Katharinenstraße 17 | 73525 Schwäbisch Gmünd
Dr. Martin Völker, voelker@fem-online.de