

# ÖL- UND FETTFREIHEIT AUF METALLISCHEN UND NICHTMETALLISCHEN OBERFLÄCHEN

VERÖFFENTLICHT – AUGUST 2015

Verschiedene Industriezweige legen immer größeren Wert auf die Sauberkeit von Bauteilen. Oberflächenverunreinigungen, die als organische Beläge vorkommen, können durch Kondensate oder Adsorbate aus der unmittelbaren Umgebung entstehen oder als Klebe- bzw. Hafrückstände von Verpackungs- oder Reinigungsmittelresten zurückbleiben <sup>[1]</sup>. Je kleiner die Geometrien sind und je wichtiger es wird, Verschleiß- und Ausfallmechanismen zu verringern, desto weniger dürfen Partikel und Beläge Oberflächen kontaminieren.

Verschiedene Anwendungen in der Technik erfordern zudem, dass Oberflächen öl- und fettfrei sind bzw. bestimmte Spezifikationen einhalten. Deshalb ist die genaue Kenntnis der Öl- und Fettmenge auf diesen Oberflächen wichtig. Beispiele: Bestimmung des Öl- und Fettgehalts auf inneren Oberflächen von Druckgasflaschen für Sauerstoffanwendungen, von Karosserieteilen der Automobilindustrie

oder auch zur Bestimmung des niedrigen Öl- und Fettgehalts in Sensorgehäusen. Besonders die Automotive-Industrie hat in den letzten Jahren die Untersuchung und Reduzierung von Partikeln sehr stark vorangetrieben. Das allgemein anerkannte Regelwerk VDA19 <sup>[2]</sup> beschreibt ausführlich alle Aspekte dieses Gebietes. Sie wurde aktuell an neue Anforderungen angepasst. Für filmische Oberflächen-

beläge sind Verfahren, Geräte und Spezifikationen in der Entwicklung, die Beläge quantitativ bestimmen und stofflich identifizieren. Die Industrie setzt hierbei auf ein breites Spektrum an Verfahren <sup>[3]</sup>. Einige bekannte Verfahren können jedoch zukünftig nicht mehr verwendet werden. Das Präparationsverfahren gemäß DIN 38409, Teil 18 kann beispielsweise auf Grund der Gesundheitsgefährdung des Extraktionsmediums (Trichlortrifluoräthan) nicht mehr eingesetzt werden.

Im Labor für chemische Sonderanalytik der SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH in Dresden wurden entsprechende Präparationsverfahren für die Untersuchungen zum Öl- und Fettgehalt auf metallischen und nichtmetallischen Oberflächen weiterentwickelt.

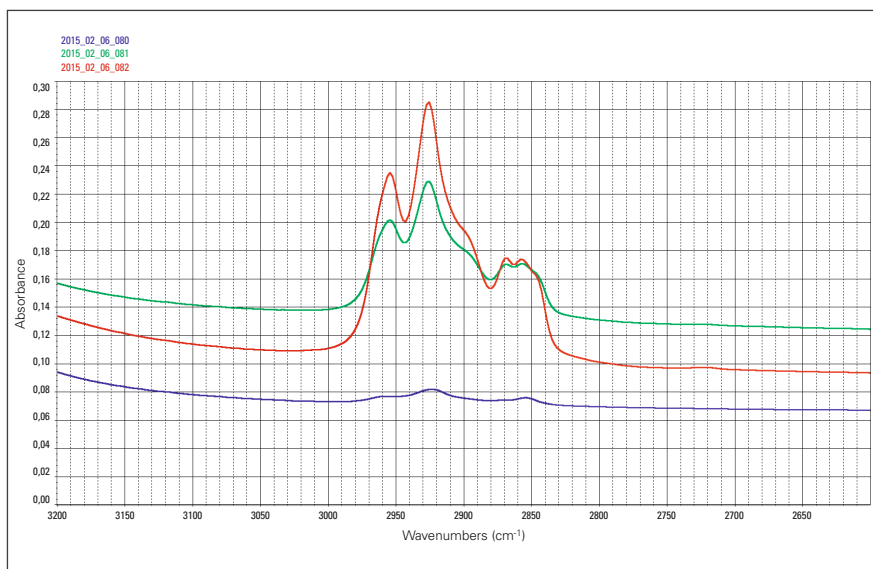


Abb. 1: Infrarotspektren mit 0 µg Squalan (blau), 49,12 µg Squalan (grün) und 98,24 µg Squalan (rot)

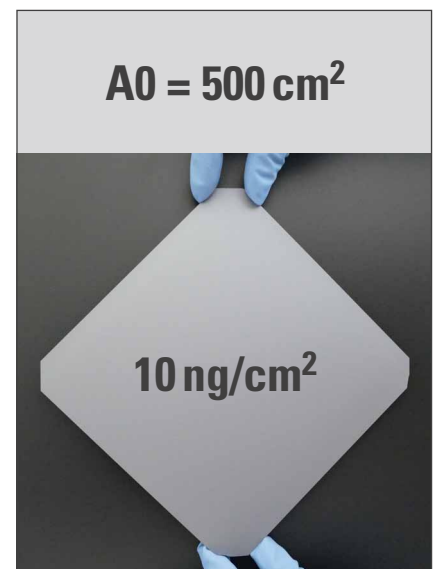


Abb. 2: Bauteilbeispiel: Solarwafer beidseitig. Nachweisgrenze 10 ng/cm²

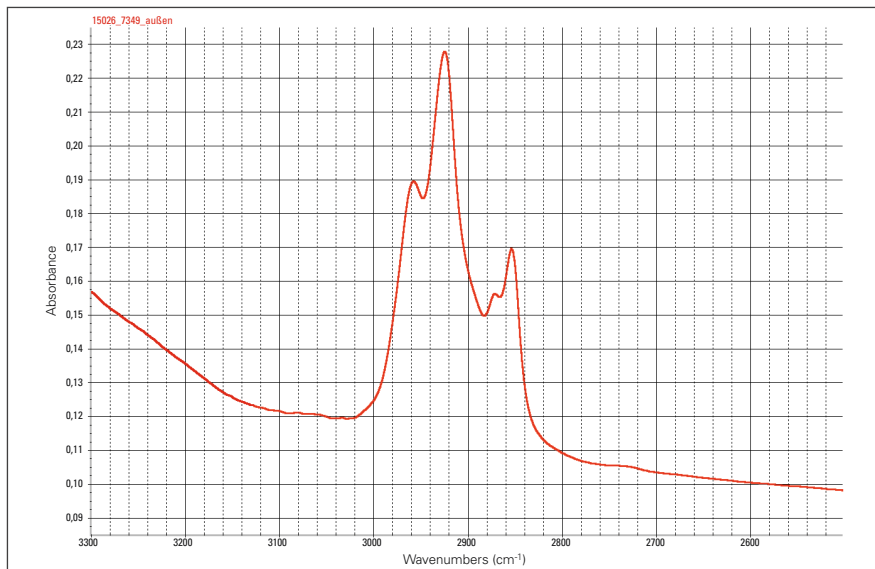


Abb. 3: Infrarotspektrum der Kohlenwasserstoffmenge auf einem Sensorgehäuse

Wie die Oberfläche durch Öl und Fett verunreinigt ist, analysiert das Labor infrarotspektroskopisch, nachdem es die Verunreinigung mit einem geeigneten organischen Lösungsmittel extrahiert hat. Je nach Öl- und Fettgehalt bieten sich hier zwei Methoden an:

## 1.

Zur Bestimmung sehr kleiner Mengen Öl oder Fett wird das Bauteil mit einem organischen Lösungsmittel eluiert. Das Eluat wird aufkonzentriert. Anschließend bestimmt das Labor infrarotspektroskopisch die Kohlenwasserstoffe mittels

extraktintegrierter KBr-Pressetechnik. Die Kalibrierung des Verfahrens kann z. B. gegen Squalan ( $C_{30}H_{62}$ ) erfolgen. Abbildung 1 zeigt die Infrarotspektren unterschiedlicher Squalanmengen in der KBr-Tablette.

Die Auswertung liefert eine lineare Kalibrierung mit einer sehr guten Korrelation.

Im direkten Laborvergleich werden so für die Nachweisempfindlichkeit mit 10 µg teilweise doppelt so gute Werte erreicht wie bei anderen Verfahren (z. B. GC FID). Für den Nachweis geringer Oberflächenverunreinigungen sind größere Probenflächen bzw. eine größere Anzahl von

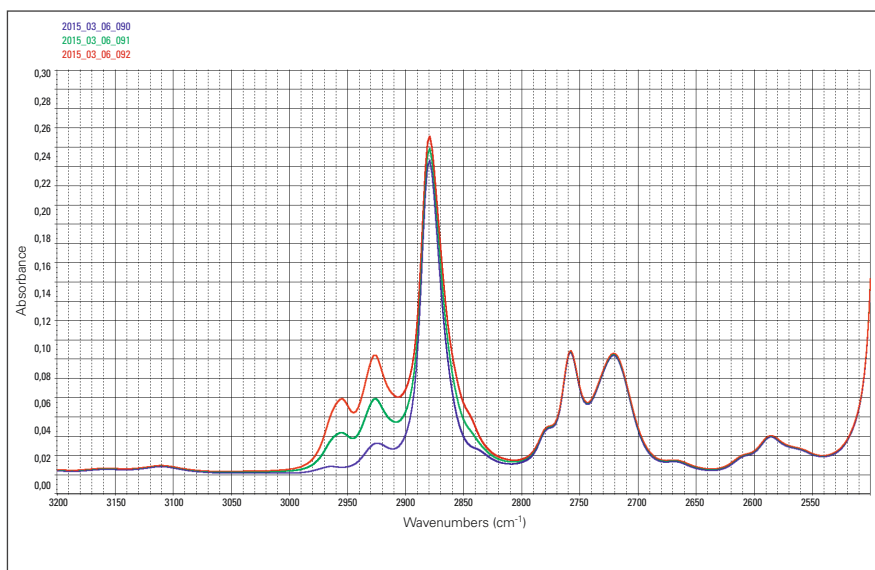


Abb. 5: Infrarotspektren mit einer Squalankonzentration von 0 mg/l (blau), 49,5 mg/l (grün) und 99,0 mg/l (rot)



Abb. 4: Verstellbare Küvette

kleineren Bauteilen erforderlich. Probenflächen von 100 bis 1.000 cm<sup>2</sup> lassen sich gut handhaben und liefern eine ausreichende Nachweisempfindlichkeit.

Bezogen auf eine verunreinigte Fläche von 500 cm<sup>2</sup> liegt die Nachweisempfindlichkeit je nach Stoffgruppe zwischen 10 und 100 ng/cm<sup>2</sup>.

Die Auswahl der richtigen Lösungsmittel zur Extraktion organischer Beläge von der Oberfläche hängt entscheidend von der zu erwartenden Stoffgruppe und von der geforderten Nachweisempfindlichkeit ab.

Abbildung 3 zeigt das FTIR-Spektrum der Kohlenwasserstoffmenge auf den äußeren Metalteilen eines Sensorgehäuses. Sie betrug 69 µg.

## 2.

Größere Mengen Öl oder Fett bestimmt SGS INSTITUT FRESENIUS mittels einer verstellbaren Küvette direkt aus der Lösung (Eluat). Hierzu wird die zu untersuchende Oberfläche mit einem geeigneten organischen Lösungsmittel eluiert. Das Lösungsmittel sollte im Bereich von 2640 cm<sup>-1</sup> bis 3050 cm<sup>-1</sup> möglichst wenig Infrarotabsorptionen aufweisen. Anschließend wird das Extrakt in die verstellbare Küvette (Abb. 4) eingebracht und infrarotspektroskopisch vermessen.

Auch dieses Verfahren wird gegen Squalan ( $C_{30}H_{62}$ ) kalibriert.

Abbildung 5 zeigt die Infrarotspektren unterschiedlicher Squalankonzentrationen.

Mit dieser Methode wurde z. B. die Gesamtkohlenwasserstoffmenge der inneren Fläche einer ca. 50 cm langen Druckgasflasche mit 12,4 mg ermittelt.

Die beschriebene Methodik hat sich inzwischen bei zahlreichen Anwendungen bewährt, bspw. um Schadensfälle aufzuklären sowie zur routinemäßigen Qualitätskontrolle. So wurden Teile aus der Automobilindustrie, der Luft- und Raumfahrt sowie der Medizintechnik und Elektronikindustrie erfolgreich untersucht.

Mit einem ähnlichen Vorgehen lassen sich zudem siliconhaltige Oberflächenverunreinigungen (Siloxane) nachweisen und quantifizieren. Diese verursachen sehr oft Haftungs- und Kontaktprobleme. Organische Verunreinigungen kommen in der Praxis häufig nicht nur als Mineralölkohlenwasserstoffe, sondern auch oft

als Tenside, Ester, Glykole oder Siloxane vor, die gezielt stoffgruppen- und bauteilspezifisch mit geeigneten Lösungsmitteln extrahiert und angereichert werden, um sie dann detektieren zu können.

Die SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH in Dresden bietet neben der quantitativen Bestimmung und stofflichen Zuordnung von filmischen Oberflächenbelägen auch die Charakterisierung von partikulären Verunreinigungen als Dienstleistung an. Die Präparationsmöglichkeiten passt das Labor dem Grad der Kontamination an. Für sehr saubere Oberflächen steht ein Reinraum, der die Klasse 1 (ISO 3) erreicht, zur Verfügung. Um Oberflächen physikalisch und chemisch zu analysieren, verfügt SGS INSTITUT FRESENIUS über ein breites Spektrum weiterer Techniken (REM, TOF-SIMS, XPS, AES, GCMS, HPLC u. a.).

#### LITERATUR:

1. Vgl. Mehlich, Bernd. *Analytik von belagbildenden Oberflächenverunreinigungen. Herausforderungen, Methoden und Beispiele in der Halbleiter- und Elektronikindustrie sowie der Reinraumfertigung. CLEAN 2014 – Fachtagung für Teilereinigung und technische Sauberkeit, Köln.*
2. Vgl. VDA Band 19, *Prüfung der Technischen Sauberkeit – Partikelverunreinigung funktionsrelevanter Automobilteile. 2. überarbeitete Ausgabe, September 2014.*
3. Vgl. [http://www.bauteilreinigung.de/Wissensspeicher/display\\_found\\_article/extern\\_article\\_id/105/q/uv%20test](http://www.bauteilreinigung.de/Wissensspeicher/display_found_article/extern_article_id/105/q/uv%20test) (abgerufen am 11.06.2015).

#### KONTAKTDATEN:

**DR. BERND MEHLICH, PRODUKTMANAGER PROZESSMEDIEN, T +49 351 8841-160, [BERND.MEHLICH@SGS.COM](mailto:BERND.MEHLICH@SGS.COM)**

**SGS INSTITUT FRESENIUS IST TEIL DER SGS-GRUPPE, DEM WELTWEIT FÜHRENDEN UNTERNEHMEN IN DEN BEREICHEN PRÜFEN, TESTEN, VERIFIZIEREN UND ZERTIFIZIEREN.**

**WHEN YOU NEED TO BE SURE**

**SGS**