

# Optische Sauberkeitskontrolle in der Industriellen Bauteilreinigung – Lösungsansätze für problematische Messaufgaben

Markus Windisch<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Fraunhofer-Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung IVV, Institutsteil Verarbeitungstechnik  
Heidelberger Straße 20, 01189 Dresden, Deutschland

## Zusammenfassung

Die Restschmutzmessung als Qualitätskontrolle in der industriellen Bauteilreinigung erfolgt derzeit vorwiegend fluoreszenzbasiert. In einem von der Sächsischen Aufbaubank SAB und dem Europäischen Sozialfonds ESF geförderten Forschungsprojekt wurde anhand industrieller Musterapplikationen die Eignung von IR-Spektroskopie und Optisch Stimulierter Elektronenemission (OSEE) als alternative optische Verfahren für mittels Fluoreszenz nicht lösbare Messaufgaben untersucht. Das Ergebnis sind im Labor erprobte Lösungsansätze für die Produktentwicklung neuer Prozessmesstechnik zur Sauberkeitskontrolle.

**Keywords:** Restschmutzmessung, Sauberkeitskontrolle, Infrarotspektroskopie, Optisch stimulierte Elektronenemission (OSEE), Industrielle Bauteilreinigung

## Praxisproblem Sauberkeitskontrolle

Die Teilereinigung ist ein integraler Bestandteil vieler industrieller Wertschöpfungsketten in der Bauteilfertigung. Ihre Aufgabe ist es, die für das Erreichen der geforderten Produktqualität hinreichende Sauberkeit von Teileoberflächen zu erzeugen. Zu hohe Restschmutzmengen auf Bauteilen verursachen Störungen in Nachfolgeprozessen wie Lackieren, Beschichten, Galvanisieren, Kleben, Schweißen oder der Montage. Neben der Abreinigung unerwünschter Stoffe werden teilweise auch technische wirksame Filme, wie Fügehilfsstoffe für Folgeprozesse oder temporäre Korrosionsschutzschichten für Lagerung und Transport, aufgebracht.

Stand der Technik zum Überwachen von Filmen auf Bauteiloberflächen sind inline oder at-line Messgeräte auf Basis der Fluoreszenzmesstechnik. Sie ermöglichen beispielsweise die Sauberkeitskontrolle bezüglich fluoreszierender Stoffe auf Metalloberflächen [1]. Für nicht hinreichend fluoreszierende Verunreinigungen (z. B. bestimmte Silikon-, Stanz- und Ziehöle, Paraffine und Korrosionsinhibitoren wie Aminoethanole) oder die Sauberkeitskontrolle fluoreszierender Substrate (z. B. Faserbundwerkstoffe) ist fluoreszenzbasierte Messtechnik ungeeignet. Beispielhaft zeigt Abb. 1 hierzu das Fluoreszenzverhalten unterschiedlicher Ziehöle. Während die Öle A und B in unterschiedlichen Detektionsbereichen gut messbar sind, zeigte Öl C weder bei der im Diagramm dargestellten Anregung mit 365 nm

noch bei anderen Anregungswellenlängen eine hinreichende Fluoreszenz und ist deshalb mit diesem Messprinzip nicht detektierbar.

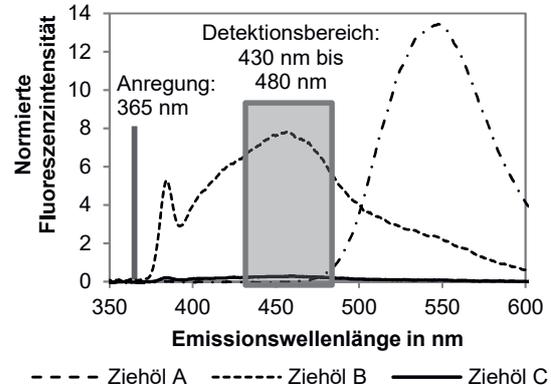


Abb. 1: Fluoreszenzspektrien unterschiedlicher Ziehöle

Für die vorgenannten Problemfelder werden derzeit aufwändige und fehleranfällige manuelle Kontrollverfahren, wie beispielsweise Testtinten oder Laboranalysen, eingesetzt. Zum Realisieren einer zielgerichteten Qualitätslenkung und der Integration in die Echtzeit-Informationenflüsse der Industrie 4.0 ist eine neue, technisch und wirtschaftlich auf diese bisher ungelösten Überwachungsaufgaben zugeschnittene Prozessmesstechnik zur Sauberkeitskontrolle notwendig. Hierzu wurden anhand diverser Musterapplikationen aus realen Fertigungsprozessen alternative optische Verfahren untersucht.

### Musterapplikationen zur Analyse alternativer optischer Messverfahren

Für die Eignungsanalyse wurden die in Tab. 1 angeführten Verschmutzungen ausgewählt. Kriterien waren hierbei neben der wirtschaftlichen Relevanz die breite Repräsentation unterschiedlicher Stoffgruppen, Schichtdicken und Industriezweige.

Tab. 1: *Analysierte filmische Verschmutzungen*

Produkt	Stoffgruppe	Anwendung	Merkmale
SurTec 531	Aminoethanole	temporärer Korrosionsschutz	Schichtdicke: $10^0 \mu\text{m}$
Fuchs Ecocut FE	Isoalkane	Korrosionsschutz, Schmierstoff	teils flüchtige Bestandteile; Schichtdicke: $10^1 \mu\text{m}$
SurTec 089	Tenside	Einpress-Hilfsstoff	Schichtdicke: $10^0 \dots 10^1 \mu\text{m}$
Elbesil B100	Silikone	Gleit- und Schmiermittel	Schichtdicke: $10^1 \dots 10^2 \mu\text{m}$
Henkel Frekote	Silikone	Trennmittel	Schichtdicke: $10^0 \mu\text{m}$

### Probenvorbereitung

Durch Dip-Coating in nach Hersteller- bzw. Prozessvorgaben verdünnten Lösungen wurden Testbleche (Stahl) mit den in Tab. 1 genannten Produkten beschichtet. Das Trennmittel *Frekote* wurde nach dem gleichen Verfahren auf Kohlefaserverbundplatten (CFK) aufgetragen. Detaillierte Angaben zu den Dip-Coating Lösungen sind in Tab. 2 zusammengefasst.

Tab. 2: *Dip-Coating Lösungen*

Produkt	Lösemittel	Konzentrationen [vol.%]
SurTec 531	Wasser	0,5; 1; 2
Fuchs Ecocut FE	Butanol	10; 50
SurTec 089	Wasser	0,3; 0,5; 0,8
Elbesil B100	Butanol	10; 50
Henkel Frekote	Heptan	1; 3; 10

### Infrarotspektroskopie

Die Spektren der Ausgangsprodukte sowie der hergestellten Lösungen wurden in Küvetten mittels Transmissionsmessung aufgenommen. Anschließend wurden die oben beschriebenen

Proben hergestellt und mit den in Tab. 3 angeführten Spektroskopieverfahren im NIR- und MIR-Bereich analysiert [2], [3].

Tab. 3: *Eingesetzte Spektroskopieverfahren*

Spektroskop	Verfahren
Bruker Vertex 80 NIR: 1...2,5 nm	Diffuse Reflexion ( $10^\circ \dots 80^\circ$ )
Bruker Equinox 55 2,5...17 $\mu\text{m}$	ATR und $\mu\text{ATR}$
	IRRAS ( $45^\circ \dots 80^\circ$ )
	Diffuse Reflexion

Die Oberflächenrauheit der genutzten Testbleche und CFK-Substrate entsprach der Rauheit realer, durch Umform- oder Zerspanungsprozesse erzeugter Bauteiloberflächen. Deshalb waren Ebenheitstoleranzen und die Oberflächenrauheit größer als die Dicke der filmischen Verschmutzung. Aufgrund dessen konnte mit ATR der für eine gute Signalqualität notwendige durchgängige Kontakt zur filmischen Verschmutzung nicht zuverlässig realisiert werden. Wegen der wesentlich kleineren Kontaktfläche ist der Einfluss der Oberflächengeometrie und –textur bei  $\mu\text{ATR}$  signifikant geringer, so dass mit diesem Verfahren bei allen Proben eine gute Qualität (hohe Intensität / SNR) des IR-Signals erreicht wurde. Für den Praxiseinsatz zur Inline-Messung ist jedoch die unvermeidliche Kontamination des Messkopfes bei der berührenden Messung nachteilig. Die Oberflächenrauheit bewirkt ferner – insbesondere bei flachen Einfallswinkeln – eine geringe Reflektivität. Deshalb lässt sich der prinzipbedingte Vorteil des langen Strahlengangs in dünnen Schichten bei IRRAS-Messungen mit sehr flachen Einfallswinkeln ( $> 80^\circ$  zur Oberflächennormalen) für reale Bauteiloberflächen nicht nutzen. Im übrigen Winkelbereich bestanden bezüglich der Signalqualität keine signifikanten Unterschiede zwischen IRRAS und diffuser Reflexion.

Für die Restschmutzmessung in der Bauteilreinigung sind  $\mu\text{ATR}$  und IRRAS bzw. diffuse Reflexion potenziell einsetzbare Spektroskopieverfahren. Die individuellen Nachteile der berührenden Messung bei  $\mu\text{ATR}$  und der technisch tendenziell aufwändigeren Fremdlichtabschirmung bei den berührungslosen Verfahren sind applikationsspezifisch abzuwägen. Alle nachfolgend präsentierten Ergebnisse für MIR basieren auf IRRAS-Messungen mit einem Einfallswinkel von  $45^\circ$ .

Alle untersuchten Produkte weisen charakteristische spektrale Merkmale im NIR und MIR Bereich auf, die prinzipiell eine Unterscheidung vom Substrat sowie von Restfeuchte als wesentliche Störgröße in wässrigen Prozessen ermöglichen. Die Abbildungen 2 und 3 zeigen

hierzu beispielhaft per Transmission gemessene Spektren unterschiedlicher Produkte in verschiedenen Wellenlängenbereichen.

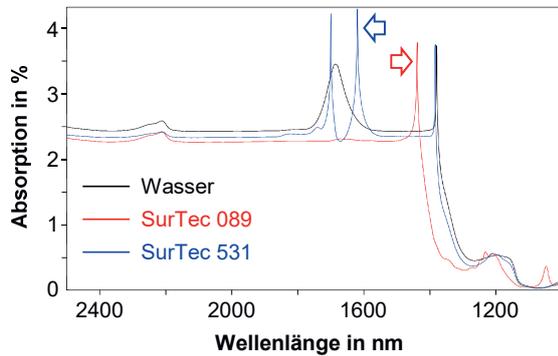


Abb. 2: NIR-Spektren von Einpresstensid SurTec 089 und Korrosionsschutz SurTec 531 (enthalten jeweils Wasser im Ausgangsprodukt) mit charakteristischen Absorptionen zur Unterscheidung von Wasser

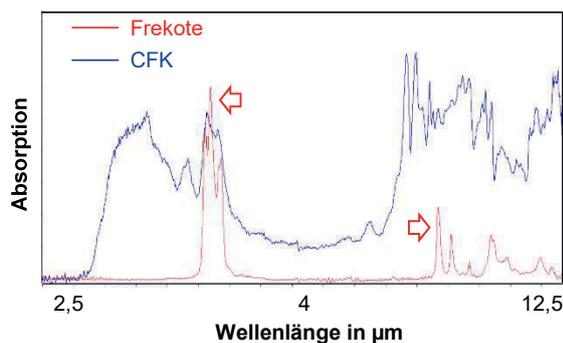


Abb. 3: MIR-Spektrum des Trennmittels (Frekote) mit charakteristischen Absorptionen zur Unterscheidung vom CFK-Substrat (Absorption nicht normiert)

Für die meisten untersuchten Messaufgaben waren bei den applikationsrelevanten Schichtdicken keine charakteristischen, für die Sauberkeitskontrolle nutzbaren Spektralemerkmale messbar, da aufgrund der sehr kurzen Weglänge durch die dünnen Schichten keine hinreichende Absorption stattfand. Ausnahmen hiervon sind:

- Messung der maximalen Schichtdicke (Dip-Coating in 0,8 vol.%) des Einpresstensids SurTec 089 mit IRRAS (45°); siehe Abb. 4
- Messung dicker Schichten Schmierstoffe Fuchs EcoCut FE und Elbesil B100 mit IRRAS (45°); siehe Abb. 5

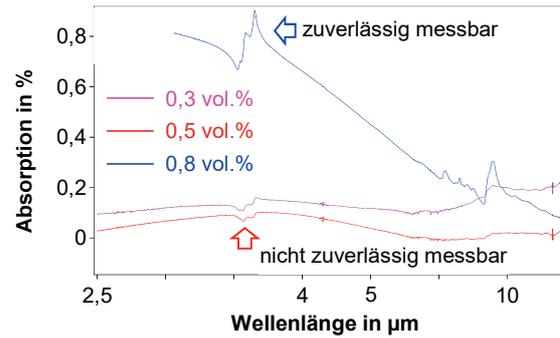


Abb. 4: MIR-Spektren verschiedener Schichtdicken (durch Dip-Coating in unterschiedlich konzentrierten Lösungen hergestellt) des Einpresstensids SurTec 089 auf Stahlblechen

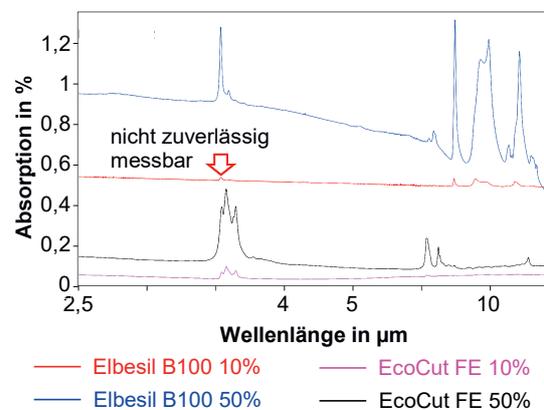


Abb. 5: MIR-Spektren verschiedener Schichtdicken (durch Dip-Coating in unterschiedlich konzentrierten Lösungen hergestellt) der Schmierstoffe Elbesil B100 und EcoCut FE auf Stahlblechen

### Optisch stimulierte Elektronenemission (OSEE)

Aufgrund der Nutzung optischer Effekte und der berührungslosen Messung wurde OSEE im Projektkontext den optischen Verfahren zugeordnet und hinsichtlich seiner Eignung zur Messung filmischer Verschmutzungen analysiert. Bei OSEE werden durch UV-Licht Photoelektronen aus einem leitfähigen Substrat gelöst und von einer darüber befindlichen Kathode als Stromfluss erfasst. Auf dem Substrat befindliche filmische Verschmutzungen reduzieren den als Messsignal erfassten Photoelektronenstrom [4].

Die hergestellten Proben filmischer Verschmutzungen wurden durch Abtastung mit einem OSEE-Sensor (Surface Quality Monitor von Photo Emission Tech Inc.) flächig vermessen. Ein Messpunkt entspricht einem Flächenausschnitt von ca. 3 x 3 mm. Der Sensor wurde im

Modus für maximale Sensitivität betrieben und der Photoelektronenstrom  $I$  für die gewählte Verstärkereinstellung auf  $I_n \in [0\%; 100\%]$  normiert.

Der Referenzmesswert auf einem sauberen Material hängt von der Austrittsenergie der Elektronen des Grundwerkstoffs ab. Für eine im Sauberraum mehrfach mit Aceton, Isopropanol und DI-Wasser gereinigte Aluminiumprobe wurde über die abgetastete Fläche von  $100 \times 100 \text{ mm}$  ein Mittelwert von  $\bar{I}_n = 80,3 (\pm 28,9)\%$  ermittelt und durch Wiederholungsmessungen bestätigt. Die verhältnismäßig große Schwankungsbreite verdeutlicht die hohe Sensitivität von OSEE bezüglich kleinster Restschmutzmengen [5]. Dies erschwert die Entwicklung praktikabler Lösungen zur Kalibrierung entsprechender Sensoren unter industriellen Einsatzbedingungen.

Neben Metallsubstraten wurde auch CFK mit OSEE untersucht. In diesem Verbundwerkstoff sind elektrisch leitende Kohlefasern in nichtleitendes Harz eingebettet. Die theoretischen Überlegungen zum Messprinzip lassen keinen Photoelektronenstrom erwarten, da das Harz analog einer filmischen Verschmutzung wirken und diesen unterbrechen müsste. In der Versuchsreihe wurde jedoch bei allen gereinigten CFK-Proben eine vergleichsweise hohe Stromstärke gemessen (siehe Abb. 6). Zur Ursachenanalyse dieses Effektes sind weiterführende Arbeiten notwendig. Derzeitige Hypothesen gehen davon aus, dass entweder durch das Anschleifen eine hinreichende Anzahl Kohlefasern freigelegt wird, das Harz in geringem, aber hinreichendem Umfang leitet oder aber durch die Anregung mit UV-Licht leitfähig wird.

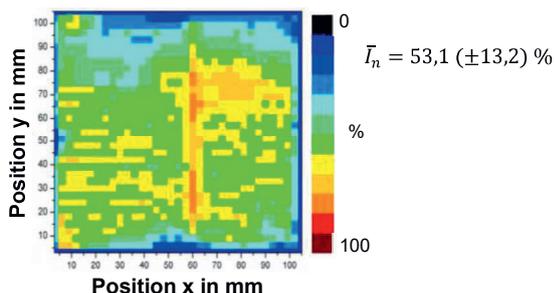


Abb. 6: Flächige OSEE-Messung einer sauberen, angeschliffenen CFK Probe (Strom normiert)

Ausgehend von den Ergebnissen mit gereinigten Oberflächen wurden im nächsten Schritt mit den in Tab. 1 genannten Produkten beschichtete Substrate analysiert. Auf Aluminium- und Stahlblechen führten alle aufgetragenen Filme bereits in der jeweils geringsten Schichtdicke zur vollständigen Unterbrechung des Photo-

elektronenstroms. Dies ermöglicht eine Unterscheidung zwischen sauberen und kontaminierten Oberflächen; nicht jedoch eine Differenzierung unterschiedlich dicker Filme. Einzig auf den CFK-Proben konnten verschiedene dicke Filme unterschieden werden (siehe Abb. 7).

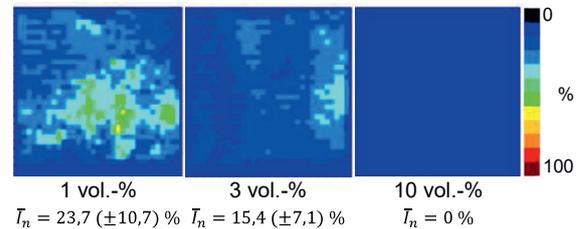


Abb. 7: Flächige OSEE-Messungen des Trennmittels Frekote auf CFK-Proben ( $100 \times 100 \text{ mm}$ ; Strom normiert)

### Zusammenfassung und Schlussfolgerungen zur Messtechnikentwicklung für die Industrielle Bauteilreinigung

Als potenzielle Entwicklungsansätze für nicht durch fluoreszenzbasierte Messtechnik lösbare Überwachungs- und Messaufgaben der industriellen Bauteilreinigung wurden verschiedene IR-Spektroskopieverfahren sowie OSEE anhand ausgewählter Musterapplikationen experimentell untersucht.

Für vergleichsweise dicke Schichten nichtfluoreszierender Schmierstoffe bietet die MIR-Spektroskopie in den technischen Ausprägungen  $\mu$ ATR, IRRAS oder diffuse Reflexion metrologische Lösungsansätze. Technische Herausforderungen bestehen aufgrund teils berührender Messungen bzw. der notwendigen anspruchsvollen Fremdlichtabschirmung bezüglich der Prozessintegration.

Das Vorhandensein filmischer Verunreinigungen auf Metallteilen lässt sich mit sehr hoher Sensitivität mit OSEE messen. Da hierbei jedoch keine Unterscheidung unterschiedlicher Schichtdicken möglich ist, werden die meisten praktischen Messaufgaben nicht gelöst. Beispielsweise ist es nicht möglich, die Einhaltung zulässiger Restschmutzmengen für die bedarfsgerechte und dadurch wirtschaftliche Führung industrieller Reinigungsprozesse zu überwachen. Für technisch erwünschte Filme, wie beispielsweise Einpresstenseide, können vorgegebene Untergrenzen der zulässigen Schichtdicke nicht gemessen werden. Einzig auf CFK-Teilen lassen sich mit OSEE technisch relevante Trennmittelfilme quantifizieren und somit eine praxisgerechte Restschmutzmessung realisieren.

Aus Sicht der Messtechnikentwicklung betreffen die beschriebenen Lösungsansätze ver-

gleichsweise schmale Teilbereiche der Sauberkeitskontrolle. Für das wichtige Problemfeld dünner, nichtfluoreszierender Verschmutzungen auf Metallteilen wurden keine praktikablen Ansätze gefunden. Ausgehend von den Ergebnissen zur technisch-metrologischen Eignung und den Einsatzgrenzen der untersuchten Verfahren ist in weiterführenden Arbeiten eine wirtschaftliche Bewertung notwendig. Hierbei ist zu untersuchen, ob die Produktentwicklung von Prozessmesstechnik vor dem Hintergrund der damit adressierbaren Anwendungsfelder ökonomisch zielführend ist.

### Danksagungen

Der Autor dankt der SITA Messtechnik GmbH für die Zusammenarbeit im Förderprojekt und die in diese Publikation eingebrachten Forschungsdaten. Weiterer Dank gilt den Kollegen der Arbeitsgruppe Qualitätssicherung am Fraunhofer IFAM für die durchgeführten Messungen sowie die aufschlussreichen Gespräche zu deren Interpretation.

### Literaturnachweis

- [1] Hofmann, A.: Bildgebende Fluoreszenz-Messtechnik zur Inline-Kontrolle von Oberflächen. *Tagungsband EFDS Workshop Nasschemische Reinigung für das Beschichten*, Dresden, 2015
- [2] Ge, M., et al.: Effect of Lube Oil Film Thickness on Spray/Wall Impingement with Diesel, M20 and E20 Fuels. *SAE Technical Paper*, 2017.
- [3] Mehta, Narinder K., et al. Development of an in situ spectroscopic method for cleaning validation using mid-IR fiber-optics. *BIOPHARM-EUGENE- 15.5*, 2002, 36-43
- [4] Brune, K., et al.: Pre-bond quality assurance of CFRP surfaces using optically stimulated electron emission. *Proceedings of the 3rd International Conference of Engineering Against Failure. ICEAF*, Kos, Greece, 2013
- [5] Perey, D. F.: A portable surface contamination monitor based on the principle of optically stimulated electron emission (OSEE). *NASA Report*, 1996