



# Die Sauberkeit von Oberflächen schnell und mobil bestimmen

## Optimierung der Verweilzeit in Reinigungsbädern

Maria Mihhailova, Dr. Daniel Frese  
KRÜSS GmbH

Zeit ist Geld, das gilt auch beim industriellen Reinigen. Oberflächen sollten gereinigt werden, bis der benötigte Grad an Sauberkeit erreicht ist und nicht länger. Doch wie lässt sich die Sauberkeit einer Oberfläche zuverlässig messen? Wir haben dazu Stahlbleche unterschiedlich lange in einem Ultraschallbad gereinigt und jeweils die freie Oberflächenenergie (surface free energy, SFE) bestimmt. Was für das Auge unsichtbar ist, konnte so sichtbar gemacht werden: Nach 120 s wurde der optimale Reinigungsgrad erreicht; eine längere Verweildauer hatte keinen Einfluss mehr auf die SFE der Stahlblechproben. Einmal optimiert, lässt sich im Weiteren der Erfolg des Reinigungsprozesses durch sekundenschnelle One-Click-Messungen in Form eines „OK“ oder „Nicht OK“-Ergebnisses kontrollieren.

### Hintergrund Verunreinigungen messbar machen

Gründliche Reinigung von Oberflächen ist Voraussetzung für eine Vielzahl von Prozessen, wie z. B. Beschichten, Lackieren, Verkleben. Bleiben Kontaminationen auf der Oberfläche zurück, sind fehlerhafte Beschichtungen, optische Lackierdefekte und schlechte Haftung die Folge.

Für die Messung der Sauberkeit einer Oberfläche stehen verschiedene Methoden zur Verfügung, welche beispielsweise auf Fluoreszenz basieren oder auch auf dem Einsatz von Röntgenstrahlung. Nachteile dieser Methoden sind u. a. eine Beschränkung auf den Nachweis nur bestimmter Arten der Verunreinigung, ein Einfluss des Sondenabstands auf die Ergebnisse, oder schlichtweg die

sehr hohen Kosten der Instrumente in Kombination mit hohem Messaufwand.

Eine Methode, welche sehr sensitiv bereits auf minimale Kontaminationen reagiert, ist die Kontaktwinkelmessung. Welche Form ein Tropfen auf einer Oberfläche einnimmt, ergibt sich nach der

Young'schen Gleichung u. a. durch die Oberflächenspannung der applizierten Flüssigkeit sowie die SFE der Probenoberfläche (Abbildung 1 A). Unlösliche Verunreinigungen (Fett, Öle, etc.) bilden eine Oberfläche mit geringerer SFE, wodurch sich ein größerer Kontaktwinkel ergibt (Abbildung 1 B). Grenzflächenaktive Verunreinigungen (Tenside, etc.) lösen sich im Tropfen und senken dessen Oberflächenspannung herab, was in einer zeitabhängigen Verringerung des Kontaktwinkels (Abbildung 1 C) zeigt.

Diese Methode bietet den Vorteil, dass Sie orts aufgelöste Informationen über die Art der Verunreinigung (löslich/unlöslich) liefert und einfach und schnell anzuwenden ist. Sie ist nicht invasiv und kann mit einem mobilen Gerät überall durchgeführt werden.

### Versuchsdurchführung

Es wurden Stahlbleche (siehe Abbildung 2) mit unterschiedlicher Behandlungsdauer in einem Ultraschallbad (Fa. Elma, Elmasonic S10H, Frequenz 50/60 kHz), gefüllt mit 3% Mucosol®-Lösung, gereinigt. Nach dem Reinigen wurde mit Hilfe des Mobile Surface Analyzer – MSA

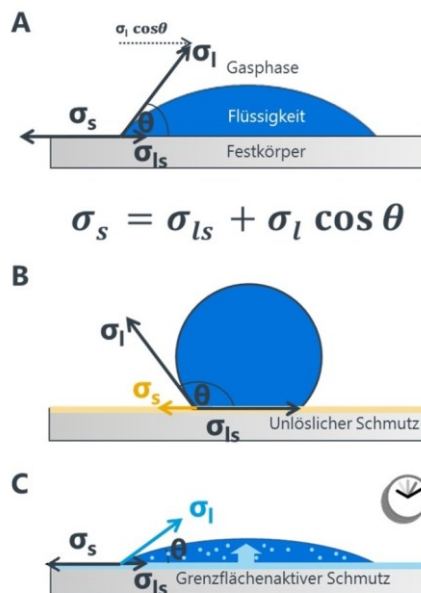
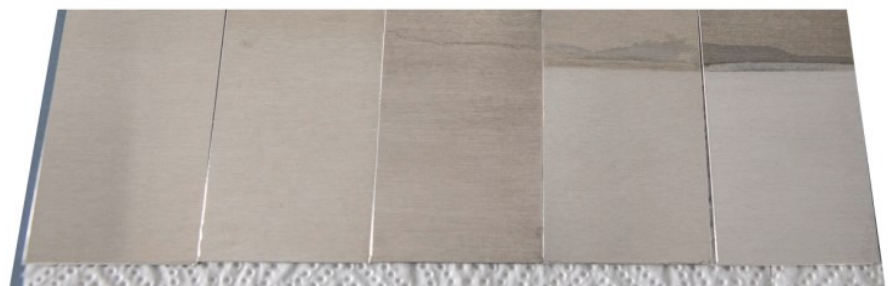


Abb. 1: Schematische Darstellung der Benetzung eines Festkörpers durch einen Flüssigkeitstropfen und Einfluss von Verunreinigungen auf den Kontaktwinkel



Zunehmende Reinigungszeit

Abb. 2: Foto von Stahlblechen nach Reinigung mit aufsteigender Reinigungsdauer von links nach rechts

die SFE der Stahlbleche nach der Berechnungsmethode OWRK bestimmt [1], [2], [3]. Je Behandlungsdauer wurden vier Stahlbleche untersucht und pro Stahlblech fünf Tropfen à 2 µL je Testflüssigkeit appliziert und vermessen. Sowohl die Reinigung als auch die Messungen wurden bei 30 °C durchgeführt. Die verwendeten Flüssigkeitsparameter sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tab.1: Verwendete Testflüssigkeiten und deren Oberflächenspannung  $\sigma$  unter Berücksichtigung dispersiver (d) und polarer (p) Anteile nach OWRK.

Testflüssigkeit	$\sigma^d$ [mN/m]	$\sigma^p$ [mN/m]
Wasser	21,8	51,0
Diiodmethan	50,8	0,0

## Ergebnisse

Abbildung 2 zeigt exemplarisch Stahlblechproben nach aufsteigender Reinigungsdauer im Ultraschallbad. Optisch ist erst bei sehr langen Reinigungszeiten ein Effekt auszumachen.

Bei den untersuchten Proben sank der Wasser-Kontaktwinkel von ursprünglich 90° für die ungereinigten Proben auf bis zu 13° für die gereinigten Proben. Dies deutet auf einen wasserunlöslichen Schmutz hin.

Abbildung 3 zeigt die SFE-Ergebnisse der untersuchten Stahlblechproben. Hier wird bereits nach lediglich 10 Sekunden Reinigungsdauer ein signifikanter Anstieg der SFE, insbesondere des polaren Anteils beobachtet. Nach einer Reinigungszeit von 120 s ist die maximale SFE erreicht und eine weitere Erhöhung der Reinigungsdauer zeigt keinerlei Effekt mehr. Demnach kann eine Zeit von 120 s als optimale Reinigungszeit definiert werden.

Automationsprogramm					
Proz.	Warten bis	Warten	Aktion	Modus	Intervall
<input checked="" type="checkbox"/> 1			Links dosieren 2 µL	Nächste Proz. wen...	
<input checked="" type="checkbox"/> 2		2 s	Messung links	Nächste Proz. wen...	
<input checked="" type="checkbox"/> 3			Rechts dosieren 2 µL	Nächste Proz. wen...	
<input checked="" type="checkbox"/> 4		2 s	Messung rechts	Nächste Proz. wen...	
<input checked="" type="checkbox"/> 5			SFE bewerten Polar   > 30 mN/m	Nächste Proz. wen...	

Hier klicken für eine neue Prozedur.

Abb. 4: Automationsprogramm der Software ADVANCE für den Mobile Surface Analyzer – MSA mit einem definierten Validitätslimit von 30 mN/m für den polaren Anteil der SFE

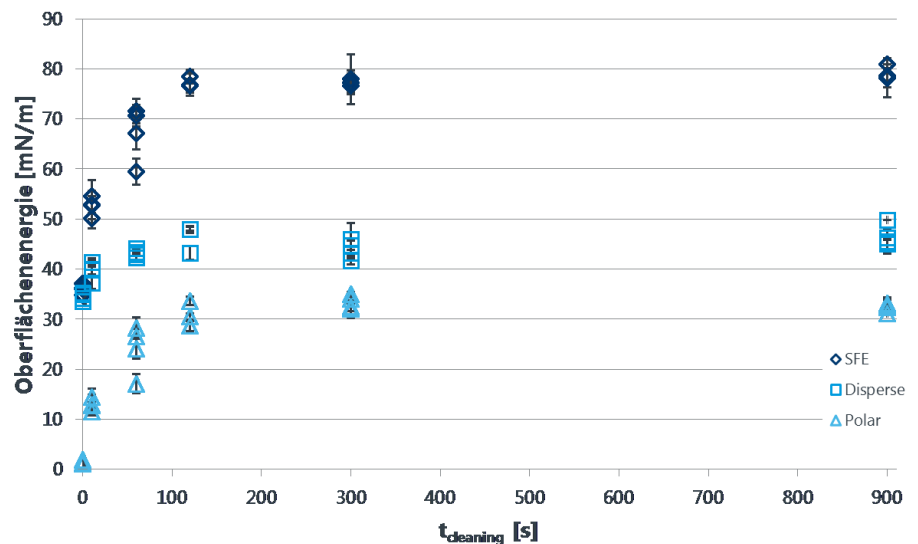


Abb. 3: SFE und deren polarer und dispersiver Anteil nach OWRK in Abhängigkeit von der Reinigungsdauer bei 0, 10, 60, 120, 300 und 600 s für vier Stahlblechproben je Reinigungsdauer. Die Fehlerbalken entsprechen der Standardabweichung aus jeweils fünf applizierten Tropfen je Testflüssigkeit und Probe.

Basierend auf diesen Ergebnissen kann im Anschluss für die routinemäßige „One-Click“-Messung in der Qualitätskontrolle eine einfache Prozedur definiert werden, welche z.B. einen polaren Anteil der SFE >30 mN/m als „OK“-Kriterium verwendet.

Fällt dieser geringer aus, so erhält der Anwender ein „Nicht OK“-Ergebnis und kann entsprechende Schritte einleiten.

## Zusammenfassung

Am Beispiel von Stahlblechproben wurde gezeigt, wie durch sekundenschnelle, einfache und dabei mobile Kontaktwinkelmessungen die Behandlungszeit in einem Reinigungsbad optimiert werden konnte. Kontaminationen, welche für das Auge unsichtbar sind, ließen sich anhand des Messparameters der freien Oberflächenenergie auf den Proben nachweisen und als wasserunlösliche Verunreinigung (z. B. Öle)

identifizieren. Nach Optimierung der Reinigungsdauer kann durch Definieren eines Grenzwertes leicht mit nur einem Klick der Erfolg der Reinigung im Rahmen der Prozesskontrolle überprüft werden.

## Literatur

- [1] D. H. Kaelble, *Dispersion-Polar Surface Tension Properties of Organic Solids*. In: *J. Adhesion 2* (1970), P. 66-81.
- [2] D. Owens; R. Wendt, *Estimation of the Surface Free Energy of Polymers*. In: *J. Appl. Polym. Sci. 13* (1969), P. 1741-1747.
- [3] W. Rabel, *Einige Aspekte der Benetzungstheorie und ihre Anwendung auf die Untersuchung und Veränderung der Oberflächeneigenschaften von Polymeren*. In: *Farbe und Lack 77, 10* (1971), P. 997-1005.

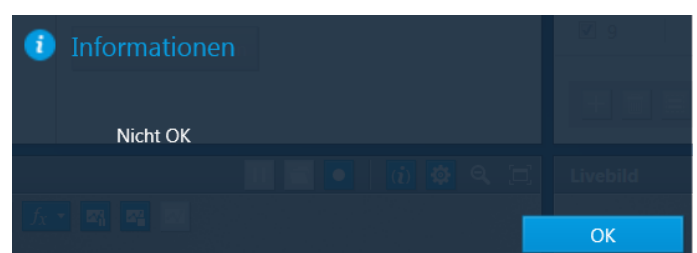


Abb. 5: Softwaremeldung von ADVANCE bei unterschrittenem Validitätslimit