



## ■ Effizienz von Reinigungsmethoden

TAS-AN-T1D

Bei der Herstellung technischer Produkte ist es oftmals notwendig, Werkstücke vor einer Be- oder Weiterverarbeitung einer gründlichen Oberflächenreinigung zu unterziehen. Derartige Reinigungsschritte können durch verschiedenste Methoden (Plasma, Ätzen, UV-Ozon, Ultraschall, Sandstrahlen, etc.) erfolgen. Besonders verbreitet sind Industriewaschstraßen, die bei einer Verwendung geeigneter Waschzusätze eine Reinigung auf Wasserbasis erlauben. Der Erfolg einer solchen Spülschritts wird nicht nur von der Natur der zu entfernenden Kontaminationen bestimmt. Auch die Wahl eines geeigneten Tensids, die Austauschhäufigkeit des Waschwassers und der verwendeten Bürsten sowie die Qualität eines abschließenden Klarspülens sind von entscheidender Bedeutung.

Die Kontrolle der Qualität einer erfolgten Oberflächenreinigung kann durch einfache Methoden wie optische Begutachtung oder Kontaktwinkelmessungen oft nicht umfassend aufgeklärt werden. Daher treten auch bei aufwendig gereinigten Werkstoffen immer wieder unerwünschte Benetzungs- oder Haftungsstörungen auf.

Eine sensitive Begutachtung des Erfolgs von Oberflächenreinigungen kann mit Hilfe der Flugzeitsekundärionenmassenspektrometrie (ToF-SIMS) erfolgen. Diese Analysemethode liefert Informationen über die atomare und molekulare Zusammensetzung der obersten Monolage eines Festkörpers. Durch die Wahl geeigneter Analysebedingungen ist nicht nur eine integrierende Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, sondern auch der Nachweis der lateralen Verteilung von Substanzen an der Probenoberfläche möglich.

Durch den Einsatz moderner Analysegeräte lassen sich mit dieser Technik Nachweisgrenzen im ppm- (Elemente) bzw. fmol-Bereich (Moleküle) verwirklichen.

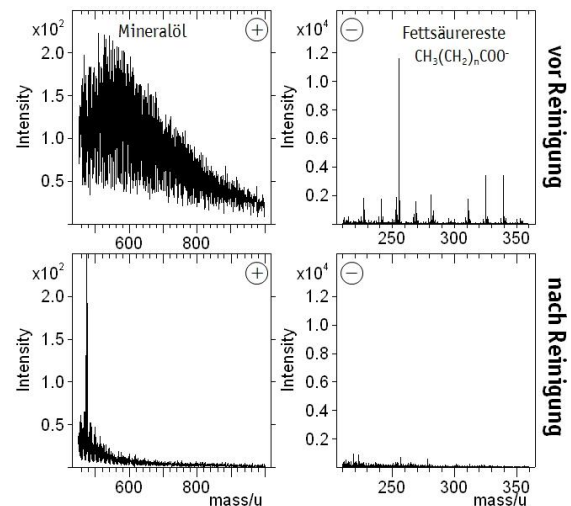
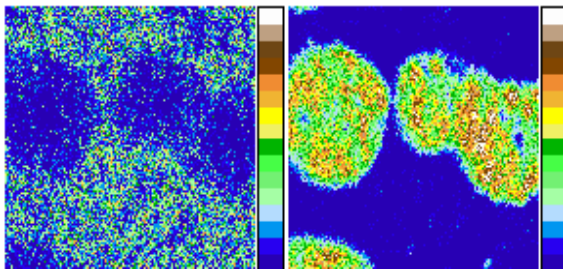


Abbildung 1: Erfolgskontrolle einer Oberflächenreinigung mit dem ToF-SIMS Verfahren; obere Zeile: vor der Reinigung; untere Reihe: nach der Reinigung.

Exemplarisch soll zunächst der Erfolg der Reinigung einer Edelstahloberfläche anhand der zugehörigen ToF-SIMS Spektren beschrieben werden. Die in Abbildung 1 dargestellten Spektrenauschnitte zeigen, wie sich die chemische Zusammensetzung der Stahloberfläche durch den Reinigungsprozess (Tensid-Lösung & Ultraschall) verändert. Auf der ungewaschenen Oberfläche werden deutlich Mineralöl und Fette detektiert. Anhand des Spektrums negativ geladener Sekundärionen können sogar einzelne Fettbestandteile (z.B. Palmitat (255 u), Arachidat (311u)) unterschieden werden. Nach dem Spülen sind die Intensitäten der charakteristischen Mineralöl- und Fettsäuresignale erheblich reduziert.

Wie obiges Beispiel zeigt, ist durch geeignete Prozesse eine zuverlässige Beseitigung von Fett- und Mineralölkontaminationen möglich. Allerdings können Rückstände der zur Reinigung verwendeten Substanzen zu einer neuerlichen Kontamination der Oberfläche führen. Dies soll an folgendem Beispiel gezeigt werden:



**Ni (substrate)**  
mc: 7 tc: 19463

**DDBS**  
mc: 40 tc: 136806

*Abbildung 2: Tensidrückstände auf einem Ni-Blech.  
Gesichtsfeld: 500x500  $\mu\text{m}^2$ ; mc: Zahl nachgewiesener  
Sekundärionen im hellsten Pixel; tc: Gesamtzahl  
nachgewiesener Sekundärionen.*

Trotz einer aufwendigen Entfettung und einer nachfolgenden Plasmareinigung kam es auf einer Nickeloberfläche zu Haftungsproblemen. Zur Klärung dieser Problematik wurde mittels ToF-SIMS Analysen die laterale Verteilung der nachgewiesenen Substanzen untersucht. Die Analysen ergaben, dass auf der Oberfläche des gereinigten Metallsubstrats (vgl. Abb. 2) Dodecylbenzolsulfonsäure (DDBS) nachgewiesen werden konnte. Diese Substanz wurde als Bestandteil des verwendeten Waschzusatzes identifiziert und war aufgrund eines unzulänglichen Spülschritts am Ende der Reinigung nicht vollständig von der Metalloberfläche entfernt worden. Die DDBS-Schichten wurden aufgrund der hohen Schichtdicken auch durch eine nachfolgende Plasmareinigung nicht vollständig beseitigt und führten so zu einem Haftungsversagen im nachfolgenden Produktionsschritt. Basierend auf diesen Analyseergebnissen konnte die Endreinigung der Ni-Bleche verbessert und so die Ausfallquote aufgrund von Haftungsproblemen erheblich reduziert werden.