

Extrahierbare lösliche Rückstände schnell quantifizieren

Seit diesem Jahr liegt eine Richtlinie für ein neues Verfahren zur Bestimmung der Masse von extrahierbaren löslichen Rückständen vor, die oft auch als filmische oder chemische Rückstände bezeichnet werden. Pünktlich zur Messe Parts2clean gibt es nun auch das passende Messgerät zu dem Verfahren.

Dr. Martin Fahr

Lösliche Rückstände spielen bei vielen Prozessen in der industriellen Fertigung eine Rolle. Oft sind sie unerwünscht und können zu Problemen führen, zum Beispiel beim Kleben, Schweißen, Härten, et cetera. In vielen anderen Fällen aber sind sie erwünscht und werden bewusst aufgetragen, beispielsweise als Korrosionsschutz, Trennmittel, Schmiermittel. Fast immer kommt es dabei vor allem auf die Menge an, weshalb Rückstände nicht nur gegenüber Kunden und Lieferanten spezifiziert und geprüft werden, sondern auch einer betriebsinternen Qualitätssicherung unterliegen. Es gibt bereits etliche Nachweisverfahren für lösliche/filmische/chemische Rückstände. Die Bandbreite geht von äußerst

aufwändigen Laborverfahren bis zu sehr einfachen, aber nicht-quantitativen Verfahren, die für eine Spezifizierung von Rückständen im Kunden-Lieferanten-Verhältnis in der Regel ungeeignet sind.

Das neue Messverfahren

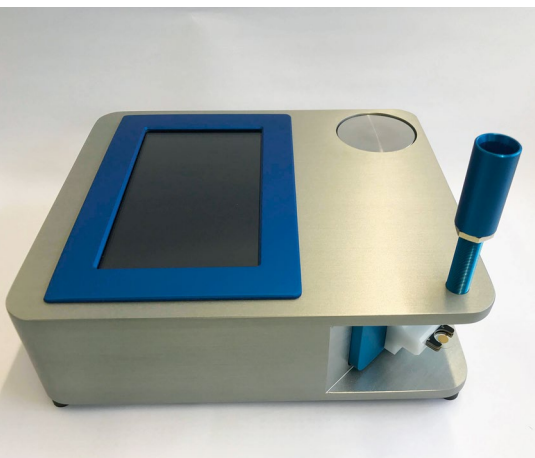
Ein neues Messverfahren für lösliche, extrahierbare Rückstände wurde im Laufe dieses Jahres in der Richtlinie VDI/VDE 2083 Blatt 23 veröffentlicht. Der Veröffentlichung ging eine mehrjährige gemeinsame Entwicklungsarbeit von Laboren großer deutscher Automobilzulieferer sowie von akkreditierten Laboren für Sauberkeitsfragestellungen unter Leitung des Fraunhofer IPA voraus. Das neue Verfahren basiert auf einer Extraktion der Rückstände mittels einer kleinen Menge eines Lösungsmittels und einer nachfolgenden Wägung der eingedampften Rückstände auf einer Quarzwaage. Dieses Verfahren stellt, anders als die bisher bekannten Laborverfahren, relativ wenige Ansprüche an Personal und Umgebung und liefert dennoch belastbare Messwerte und hebt sich so deutlich ab von den etablierten einfachen, aber nicht-quantitativen Verfahren (Testtinten, Kontaktwinkelmessung, et cetera).

Die Extraktion der Rückstände mittels Lösungsmittel erlaubt eine hohe Flexibilität in Bezug auf die Prüfkörper. Kleine Oberflächen und kleine Bohrungen werden durch das Aufsetzen beziehungsweise Einsetzen eines oder weniger Tropfen des Lösungs-

mittels beprobt, welches anschließend mit der Pipette wieder abgenommen wird. Kleine Prüfkörper können eventuell auch ganz in die Flüssigkeit eingelegt werden. Größere Oberflächen werden mit einem Lappchen/Swab abgewischt und innenliegende Flächen können ausgespült werden. Je nach Menge der Extraktionsflüssigkeit werden danach die gesamte Menge oder eine kleine Teilmenge, in jedem Fall aber nur wenige Mikroliter, auf den Quarzchip aufgebracht. Dort verdampft das Lösungsmittel, und der verbleibende Rückstand führt zu einer messbaren Veränderung der Schwingung des Quarzes. Aus der Frequenzänderung kann die Rückstandsmasse auf dem Quarz errechnet werden – und daraus wiederum die gesamte extrahierte Rückstandsmasse im Lösungsmittel. Durch die hohe Empfindlichkeit der Quarzwaage werden zum Teil Blindwerte unter 10 ng und eine Nachweisgrenze von 0,1 µg erreicht. Nach oben sind den Messwerten praktisch keine Grenzen gesetzt, denn die Quarzwaage allein deckt einen Messbereich von mehreren Größenordnungen ab. Besonders große Rückstandsmengen können durch gezielte Verdünnung der Proben quantifiziert werden.

Der Analysebaukasten

Damit das neue Verfahren außerhalb eines Labors eingesetzt werden und all seine Vorteile ausspielen kann, wurde in Zusammenarbeit zwischen dem Fraunhofer IPA



© Nägele Mechanik

Das neue Messgerät für extrahierbare lösliche Rückstände.



© Nägele Mechanik

Nur wenige Mikroliter der Flüssigkeit werden für die Analyse benötigt.



© Nägele Mechanik

Beprobung von Oberflächen mit einem Läppchen.

und der Nägele Mechanik GmbH ein Analysebaukasten entwickelt, der die nötigen Utensilien enthält und dessen zentrales Element das Messgerät ist. In das Messgerät wurden die Quarzwaage mit einem Pipettenhalter nebst Ansteuerelektronik integriert, dazu eine weitere Waage für die Bestimmung der Lösungsmittelmenge und ein Touch-Bildschirm für Bedienung und Ergebnisanzeige. Der Pipettenhalter ist auf die mitgelieferte Pipette so abgestimmt, dass die Pipettenspitze nicht den Quarzchip berührt und dennoch die pipettierte Flüssigkeit direkt auf dem Quarzchip platziert wird. Auf der Rückseite des Geräts befinden sich diverse Anschlüsse. Neben dem Messgerät enthält der Analysebaukas-

ten unter anderem die Pipette, Lösungsmittel, geeignete Gefäße, Swabs. Die Software führt den Bediener nach der Auswahl des gewünschten Extraktionsverfahrens Schritt für Schritt bis zum fertigen Messergebnis, natürlich unter Beachtung aller Vorgaben der genannten Richtlinie. Das Messergebnis, die Masse der gemessenen Rückstände, liegt sowohl absolut, zum Beispiel in μg , als auch flächenbezogen vor, beispielsweise in $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Eine Messung dauert in der Regel nur wenige Minuten. Erste Geräte wurden bereits an Unternehmen der Automobilindustrie ausgeliefert, wo sie bereits auf Praxistauglichkeit geprüft wurden. Bei Versuchen mit präparierten Proben wurden zudem die Linearität

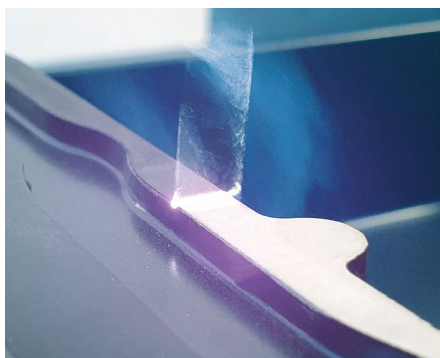
sowie die Wiederfindungsrate überprüft und somit das Verfahren validiert. Trotz der schwierigen Situation bei der Versorgung mit Zukaufteilen können noch im laufenden Jahr weitere Systeme ausgeliefert werden. //

Autor

Dr. rer. nat. Martin Fahr
Leiter Entwicklung
Nägele Mechanik GmbH, Murr
martin.fahr@naegele-mechanik.de
www.naegele-mechanik.de

LASERSTRAHL- OBERFLÄCHEN- BEARBEITUNG

■ Lösungen für die
gesamte Prozesskette
in der Elektromobilität



 **cleanLASER**
Reinigen mit Licht

**parts2
clean**

**HALLE 4
STAND B34**

Clean-Lasersysteme GmbH · Tel. +49 2407 9097-0 · info@cleanlaser.de · www.cleanlaser.de