

Fluoreszenzspektroskopie für die Inline-Reinheitsüberwachung

Bei der industriellen Analyse von Produktoberflächen auf Blechen oder Bauteilen ist die Kontrolle und Bewertung der Oberflächenreinheit von elementarem Interesse. Für die zerstörungsfreie Analyse der Oberflächenreinheit ist die laserinduzierte Fluoreszenzspektroskopie LIF(t) ein schnelles, berührungslos arbeitendes Verfahren.

Die Oberflächenreinheit stellt in vielen Fällen ein wesentliches Kriterium zur Optimierung von Beschichtungsprozessen in unterschiedlichsten Produktionsbereichen im Hinblick auf eine verlässliche Qualität des Endproduktes dar. Dabei sind meist die zeitnahen, prozessseitigen Gegebenheiten, die ein weiterführender Produktionsschritt an die Beschaffenheit der Oberfläche stellt, mit den bisher gängigen Labormethoden nur bedingt und stichprobenartig zu ermitteln.

Eine effiziente inline Prozessanalytik zur Reinheitsüberwachung kann daher wesentlich zu einer nachhaltigen Ressourceneinsparung sowie zur Vermeidung von Fehlproduktionen beitragen und damit die Wertschöpfung

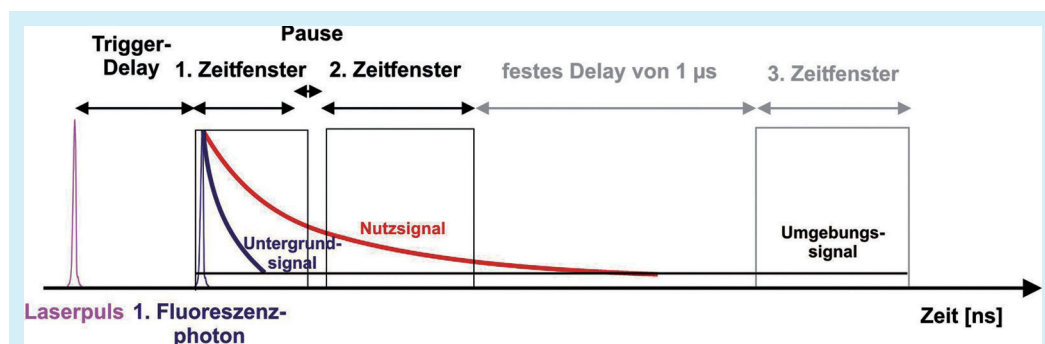


Bild 1: Das Messprinzip

fung eines Produktionsprozesses steigern.

Mit der zeitintegrierenden laserinduzierten Fluoreszenzspektroskopie LIF(t) steht ein schnelles, prozessanalytisches und berührungslos arbeitendes Verfahren zur Verfügung, das eine unmittelbare zerstörungsfreie Analyse der Oberflächenreinheit direkt im Verarbeitungsprozess erlaubt.

Das Verfahren

Grundprinzip der laserinduzierten Fluoreszenzspektroskopie ist die Absorption der anregenden Laserstrahlung durch die nachzuweisende Substanz. Die dabei von den Molekülen aufgenommene Strahlungsenergie wird im Nanosekundenbereich (10^{-9} s) wiederum in Form von Licht, der so genannten Fluoreszenz emittiert. Diese Wechselwirkung erfolgt, in Abhängigkeit von den beteiligten Substanzen und Untergrundmedien,

mit messbar unterschiedlichen Geschwindigkeiten.

Da die Fluoreszenzspektroskopie, im Gegensatz zu anderen spektroskopischen Verfahren, eine absolute Messgröße liefert, führt eine Registrierung der Intensitätsverteilung allein hierbei nicht zu einer signifikanten Trennung von Signalen der Zielsubstanzen und möglicher Umgebungs- (Stör-)komponenten. Deshalb wird in dem hier vorgestellten Verfahren eine zeitintegrierende Messung des Abklingverhaltens der Fluoreszenzsignale in einem geeignet gewählten Wellenlängenbereich durchgeführt. Die Methode der zeitintegrierenden, laserinduzierten Fluoreszenz ist patentrechtlich geschützt.

Die optische Anregung erfolgt mit einem speziell entwickelten passiv-güteschalteten UV-Microchip-Laser, der mit einer Wiederholfrequenz im Bereich von 10 kHz einzelne Laserpulse mit einer Emissionswellenlänge von 266 nm beziehungsweise 355 nm erzeugt. Diese werden über eine Quarzglasfaser von bis zu 30 m Länge und einen Messkopf direkt in den Prozess, d.h. auf die Oberfläche oder das Bauteil übertragen. Über eine zweite Quarzglasfaser erfolgt die Aufnahme und Übertragung der Fluoreszenzsignale zum Detektor. Nach jeder Anregung mit einem einzelnen Laserpuls (ca. 1 ns) wird dabei das Abklingverhalten der Fluoreszenzstrahlung in zwei geeignet

positionierten Messfenstern zeitintegriert als Intensitätswerte I_1 und I_2 erfasst (Bild 1). Neben den absoluten Intensitäten hängt insbesondere der Verhältniswert der beiden Größen I_2/I_1 empfindlich von der Menge (Konzentration, Schichtdicke, usw.) der nachzuweisenden Substanz auf der jeweiligen Oberfläche ab und ermöglicht gleichzeitig eine signifikante Trennung von störenden Untergrundsignalen.

Stoffspezifische Informationen

Die hier vorgestellte Technik wird zwar überwiegend zur Schichtdickenbestimmung beliebiger organischer Spezies auf beliebigen Oberflächen und Bauteilen sowie zur Inline-Überwachung von Minimalmengenschmierung eingesetzt. Da die Fluoreszenzspektroskopie jedoch grundsätzlich über eine Größenordnung höhere Empfindlichkeit als andere optischen Verfahren verfügt, ist damit auch der Nachweis der Abwesenheit von Kontaminanten möglich.

Die Zeitabhängigkeit der registrierten Fluoreszenzsignale liefert zudem in weiten Grenzen stoffspezifische Informationen. Dadurch besteht insbesondere für die Reinheitsüberwachung einerseits die Möglichkeit, bekannte Kontaminationen gezielt zu erfassen, d.h. spezifisch auf die



Bild 2a: Traversiereinheit für Blech: Ober- und Unterseite
Bild 2b (rechts): Beispiel Messung an einem Bauteil

Abwesenheit von Ölen, Fetten oder Reinigern etc. zu detektieren. Darüberhinaus ermöglicht die summarische Betrachtung aller und mit hoher Empfindlichkeit detektierten Einzelphotonen-Ereignisse eine sehr gute Beurteilungsgrundlage der Abreinigungssituation als summenparametrischen Indexwert.

Da die Laseranregung und die Bereitstellung der Messergebnisse mit einer hohen Taktfrequenz erfolgen, ist die LIF(t) ganz besonders für die prozessanalytische Überwachung bei sich schnell bewegenden Medien geeignet. Für die verfahrenstechnische Umsetzung, beispielsweise an Blechbändern, kann sie auch mit horizontal arbeitenden Traversiereinheiten kombiniert werden.

Verunreinigungen direkt nachweisbar

Das nachfolgende Beispiel zeigt exemplarisch einen sicherlich nicht untypischen Fall einer Reinheits-

(Bild 3(b)). Die auf den jeweiligen Blechproben nachträglich durchgeführte Abreinigung der Oberflächen mit Aceton dokumentiert in beiden Fällen den Befund bei vollständiger Abreinigung.

Ein für den jeweiligen Prozess individueller und betrieblich tolerierbarer Reinheits-Grenzwert kann als Indexwert daher mit LIF(t) ermittelt werden und führt dann zu einer Echtzeit-Kontrolle der Abreinigungseffektivität.

An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass mit Hilfe dieser Messtechnik nicht nur der Reinheitsgrad der jeweils untersuchten Oberflächen bestimmt werden kann, sondern auch das Entfettungsbad selbst z.B. mit einem eingeflanschten Flüssigkeits-Messkopf kontinuierlich überwacht werden kann.

Obwohl die Erfahrungen aus der langjährigen Beschäftigung mit der Fluoreszenzspektroskopie zu einem tiefen und praxisnahen Verständnis über die molekularen Voraussetzungen geführt haben, ist eine

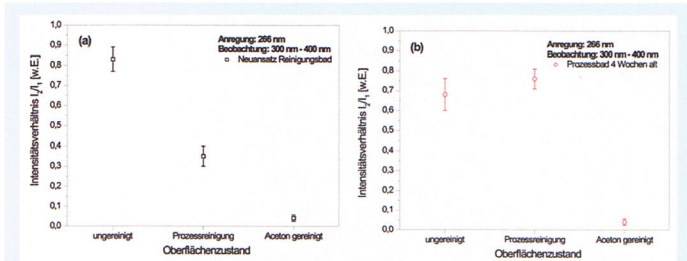


Bild 3 a + b: Ergebnisse der fluoreszenzspektroskopischen Oberflächenanalyse von Bearbeitungsölen auf Nichteisenblechen

überwachung im Bezug auf Bearbeitungsöle auf Nichteisenblechoberflächen nach der Behandlung in einem Entfettungsbad.

Die gezeigten Ergebnisse machen deutlich, dass zunächst die Verunreinigung der Blechoberflächen mit den Bearbeitungsölen signifikant nachgewiesen werden kann. Die Streuung der einzelnen Messwerte ist auf die inhomogene Verteilung der Ölrreste an den zufällig ausgewählten Oberflächenpositionen zurückzuführen. Während in einem frisch angesetzten Bad eine gute Reinigungswirkung erzielt wird (Bild 3(a)), führt die Behandlung mit dem bereits mehrere Wochen im Umlauf befindlichen Entfettungsbad zu einer Verstärkung der Verunreinigung, ohne jeglichen Reinigungseffekt

sichere Vorhersage darüber, in welchen Grenzen ein zu untersuchender Stoff, oder dessen Abwesenheit analytisch und signifikant zugänglich ist, nicht in allen Fällen immer leicht zu treffen.

Deshalb wird allen Interessierten die Durchführung einer kostenlosen Machbarkeitsstudie angeboten. Hierbei werden die Anregungswelle und optimale Beobachtungsparameter festgelegt und geprüft, ob der Einsatz unter diesen Bedingungen anhand möglichst prozessnaher Proben, d.h. im Idealfall unter Einbeziehung aller bekannten Prozesseinträge, möglich ist.

Autoren: Dr. Heribert Hohmann, Dr. Jens Bublitz, Systektum GmbH, Flensburg/Datteln, h.hohmann@systektum.de