Check for updates

Surface-Inspection-Pad (SIP)

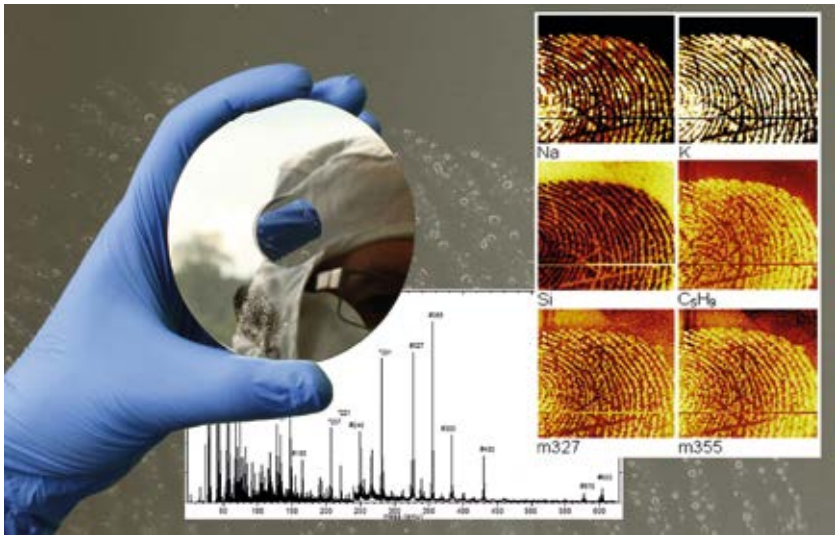
Ein neuartiger Ansatz für die ressourcenschonende Probennahme zur Kontaminationskontrolle von Bauteiloberflächen

Michael Wahl, Wolfgang Bock, Michael Kopnarski

Einleitung

Ein wesentlicher Schritt in der Fertigung von Bauteilen ist die Qualitätskontrolle der Bauteiloberflächen. Insbesondere wenn Bauteile durch verschiedene nachfolgende Oberflächenbehandlungen, beispielsweise durch Fügetechniken oder Beschichtungen, weiterprozessiert werden. Hier ist die Überprüfung der Oberflächenreinheit essenziell, um einen reibungslosen und defektfreien Folgeprozess zu gewährleisten. Die potenziell störenden Kontaminationen reichen dabei von Partikeln bis zu filmischen Verunreinigungen z. B. von Bearbeitungshilfsmitteln oder Reinigungsmitteln (**Tab. 1**). [1] [2]

Verschiedene Analysemethoden bieten sich zur Kontaminationskontrolle bzw. -analyse auf Oberflächen an. Neben einfachen Verfahren wie Fluoreszenzmessungen oder Kontaktwinkelanalysen können auch moderne vakuumgestützte Oberflächen- und Schichtanalysemethoden eingesetzt werden. Hierzu zählen Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (ToF-SIMS), [3] Sekundärneutralteilchen-Massenspektrometrie (SNMS), Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (XPS), Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) und energiedispersive Röntgen-Spektroskopie (EDX) sowie bildgebende Verfahren wie Rasterelektronen-Mikroskopie (REM). Diese Techniken ermöglichen den hochempfindlichen, zum Teil auch quantitativen Nachweis von Fremdmaterialien auf den Bauteiloberflächen. Sie liefern detaillierte Informationen z. B. zur geometrischen Struktur bei Partikeln sowie der chemischen Zusammensetzung vorhandener Verschmutzungen. Dies bietet die Möglichkeit, Bauteiloberflächen hinsichtlich der Effektivität vorheriger Prozessschritte zu kontrollieren. Somit kann die Fertigungseffizienz und Produktqualität gezielt durch eine optimierte Prozessführung verbessert werden.



Das Surface-Inspection-Pad (SIP) eignet sich zur Kontrolle und Erfassung prozessbedingter Verschmutzungen auf Bauteiloberflächen sowie weiterer wichtiger Oberflächenzustände in zahlreichen Anwendungsfeldern.

Für die einfache Kontaminationsanalyse von gut zugänglichen Bauteiloberflächen können sogenannte Inline- oder Online-Analyseverfahren in die Prozessstraßen integriert werden (**Abb. 1**). [4] Die Bauteile können hierbei schnell, jedoch in der Regel nur auf eine genau spezifizierte Störgröße hin analysiert und sofort in den Fertigungsprozess zurückgeführt werden. Die Anschaffung solcher Anlagen ist allerdings teuer und deren Betrieb erfordert zusätzliches Knowhow. Für kleine und mittelständische Unternehmen (KMUs) sind derartige Anschaffungen daher meist zu kostspielig und deshalb nicht möglich. Weiter lässt oft die Bauteilgeometrie oder aber speziel-

ZUSAMMENFASSUNG

Das Surface-Inspection-Pad, kurz SIP, bietet eine kostengünstige und ressourcenschonende Alternative zur Probennahme für eine vakuumgestützte Kontaminationskontrolle von Bauteiloberflächen. Die Analyse der Oberflächenchemie des Bauteils erfolgt dann durch die Analyse der SIP-Oberfläche. Zur Analyse kann neben anderen Methoden insbesondere die oberflächensensitive Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (ToF-SIMS) verwendet werden. Die zu untersuchenden Bauteile müssen somit nicht mehr aus dem Prozess entfernt und für die Analyse zerstört werden. Der Anwendende kann so enorme Kosten einsparen. Weiterhin können SIPs für die Kontaminationskontrolle in Schmierstoffkreisläufen und Flüssigkeiten eingesetzt werden. Silikonöl (PDMS) wird dabei in Flüssigkeiten bisher mit einer Nachweisgrenze von unter 10^{-6} (ppm) nachgewiesen.

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits use, distribution and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

 DOI:10.1002/vipr.202300808

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

lere Fragestellungen, bei denen detaillierte Informationen mithilfe von vakuum-gestützten Analysemethoden notwendig sind, gar keine In-/Online-Analyse zu. In solchen Fällen müssen die Bauteile dem Prozess entnommen und einer Atline- oder Offline-Analyse unterzogen werden (**Abb. 1**). [4] Die zu analysierenden Bauteile müssen hierfür aber eine passende Größe haben und oftmals auch als nahezu ebene Proben vorliegen, um in die jeweiligen Analyseapparaturen eingebaut und analysiert werden zu können. Auch sind die zu analysierenden Bereiche häufig gar nicht ohne eine geeignete Probenpräparation des Bauteils zugänglich. Das Heraustrennen von Probenmaterial und folglich die Zerstörung des Bauteils sind somit in der Regel unumgänglich und eine Rückführung der Bauteile in den Fertigungsprozess ausgeschlossen. Die aufwendige Probenpräparation erfordert zusätzlich unerwünschte Zeitverzögerungen.

Aber nicht nur die Qualitätskontrolle der Oberflächen von zu fertigenden Bauteilen ist notwendig, sondern auch die Überprüfung der in den Prozessanlagen befindlichen und mit den Bauteilen möglicherweise in Kontakt kommenden Materialien ist essenziell, um einer Kontamination prozessierter Bauteile vorzubeugen. Die Prozessanlagen selbst bedürfen daher in regelmäßigen Abständen einer Inspektion. Hierfür müssen Anlagen teilweise oder vollständig demontiert werden, um die zu untersuchenden Einzelteile zur Analyse geben zu können. Dies erfordert wieder zusätzliche Kosten für Personal und Transport und führt vor allem zu Ausfallzeiten. Insbesondere bei fest installierten und großen Maschinen ist eine Demontage meist schwierig bzw. kann das zu untersuchende Bauteil gar nicht demontiert werden.

Zusammengefasst sind für detaillierte Kontaminationskontrollen sowohl von Bauteilen in der Fertigung als auch bereits verbauten Bauteilen in Prozess- oder anderen Anlagen vakuumgestützte Analysemethoden besonders gut geeignet, jedoch sind diese Verfahren, insbesondere bei großen Stückzahlen, aufgrund der Notwendigkeit die zu untersuchenden Oberflächen an den Ort der Analyse zu bringen, sehr

Partikel-Kontaminationen µm- bis nm-Maßstab	z. B. Fasern, Salze, Abrieb, Späne, Polier- oder Strahlgutrückstände aus einem vorausgegangenen Bearbeitungsprozess
Filmische Kontaminationen teilweise als ultradünne Schichten	z. B. Rückstände von Bearbeitungshilfsmitteln, wie Öle, Fette, Kühlschmierstoffe und Entformungsmittel (Silikone), oder Reinigungsprozessen, wie ionische und nichtionische Tenside

TABELLE 1: Schematisches Beispiel für den Einfluss einer kontaminierten Oberfläche auf einen Klebeprozess und Auflistung verschiedener Typen von potenziell störenden Kontaminationen.

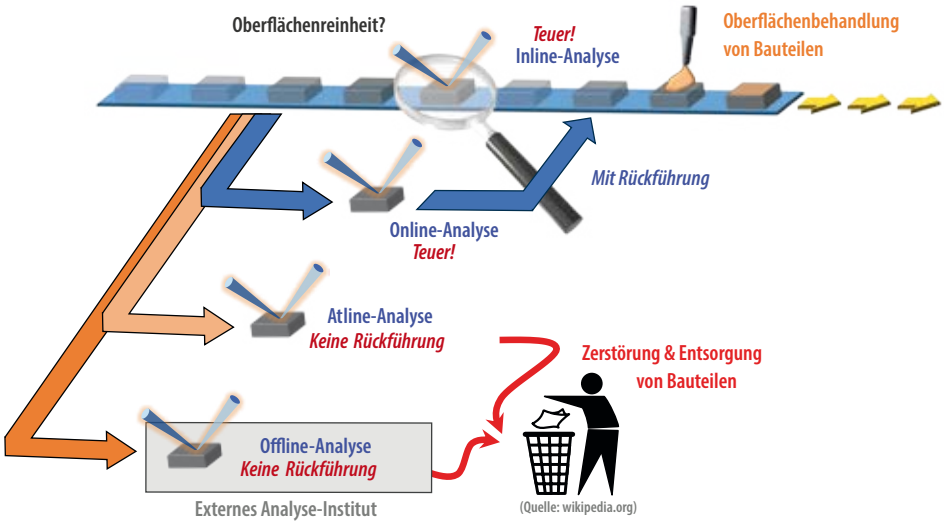


ABBILDUNG 1: Schematische Darstellung der Messvarianten (Inline/Online/Atline/Offline) in der Prozessanalytik.

SUMMARY

Surface Inspection Pad (SIP) – A novel approach to resource-efficient sampling for contamination control of component surfaces

The Surface Inspection Pad, or SIP for short, offers a cost-effective and resource-saving alternative to sampling for vacuum-assisted contamination control of component surfaces. The analysis of the surface chemistry of the component is then carried out by analyzing the SIP surface. In addition to other methods, surface-sensitive time-of-flight secondary ion mass spectrometry (ToF-SIMS) can be used for the analysis. The components to be examined therefore no longer must be removed from the process and destroyed for the analysis. The user can save enormous costs in this way. Furthermore, SIPs can be used for contamination control in lubricant circuits and liquids. To date, silicone oil (PDMS) has been detected in liquids with a detection limit of less than 10^{-6} (ppm).

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

15222454, 2023, 5, Downloaded from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/vipr.202300808 by Universität Kaiserslautern-Landau, Wiley Online Library on [01/04/2025]. See the Terms and Conditions (https://onlinelibrary.wiley.com/terms-and-conditions) on Wiley Online Library for rules of use; OA articles are governed by the applicable Creative Commons License

ABBILDUNG 2: Prinzip des Surface-Inspection-Pad (SIP): Die Kontamination wird in geeigneter Weise auf das SIP übertragen und anschließend auf der SIP-Oberfläche analysiert. Ebenfalls zu sehen sind die kooperierenden Firmen, die entscheidend zur Entwicklung und Erprobung der SIPs beigetragen haben.

aufwendig, ressourcenhungrig und somit auch teuer. Aus diesem Grund wurde am Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik (IFOS GmbH) ein über Mittel aus dem Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (EFRE) gefördertes Projekt ins Leben gerufen, bei dem in Kooperation mit interessierten Unternehmen ein Tool zur ressourcenschonenden Probennahme von Bauteiloberflächen entwickelt und erfolgreich erprobt wurde, das *Surface-Inspection-Pad* (*SIP*). Das SIP ermöglicht die Übertragung chemischer Oberflächenbestandteile bzw. Kontaminationen auf die SIP-Oberfläche, beispielsweise durch Abstempeln oder Abwischen. Somit kann die eigentlich notwendige Analyse der Bauteiloberfläche durch die deutlich einfachere Analyse der SIP-Oberfläche ersetzt werden (**Abb. 2**). Auf diese Weise kann die Probennahme noch während des Fertigungsprozesses oder am noch eingebauten Bauteil einer Anlage erfolgen. Eine Demontage, Entnahme und Zerstörung von Bauteilen für die Analyse ist durch den Einsatz eines SIPs nicht mehr notwendig und spart enorme Kosten ein.

SIP-Prototypen

In explorativen Studien wurden unterschiedlichen SIP-Materialien und Varianten zur Übertragung (Aufdrücken, Abwischen, Abspülen, thermische Desorption) des Oberflächenzustands von Bauteilen auf die Oberfläche des jeweiligen SIPs auf ihre Eignung hin untersucht. Hierbei haben sich insbesondere das Aufdrücken von handelsüblicher Aluminiumfolie oder Reinraum-LDPE-Folie (engl. Low Density Polyethylene) auf die Bauteiloberflächen bewährt. Die Materialien zeichnen sich dadurch aus, dass sie ohne vorherige Reinigung bereits sauber genug sind, um sie direkt verwenden zu können. Weiterhin übertragen sie kein Eigenmaterial auf die Bauteile und besitzen z. B. bei der Analyse mittels ToF-SIMS relativ einfache Massen-Spektren, die eine Analyse von Fremdelementen ohne wesentliche Störung von Eigensignalen ermöglicht. Damit die Folien einfach anzuwenden sind und ohne Fremdkontamination der zu analysierenden SIP-Oberflächen zuerst zum Anwender und nach Applikation weiter zum Analyselabor versendet werden können, wurden spezielle Stempel entwickelt (**Abb. 3 a**). Die Folien können einfach auf die Stempelköpfe gespannt und diese auf die Stempel aufgeschraubt und für die Analyse auch einfach wieder abgeschraubt und in die Analyseapparatur ohne großen Zusatzaufwand eingeschleust werden. Für schlecht zugängliche Bereiche wie Kanten oder Löcher hat sich das Abwischen der Oberflächen mit speziellen Reinraum-Tupfern (**Abb. 3 b**) und anschließendem Ausspülen dieser

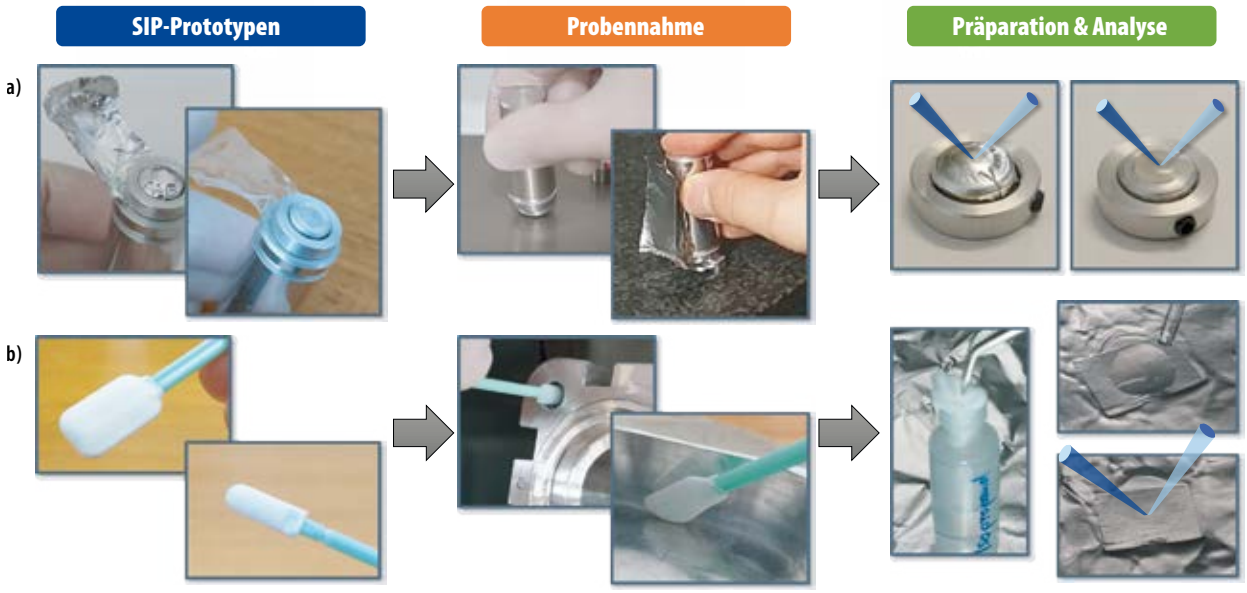


ABBILDUNG 3: SIP-Prototypen: (a) Alu- und LDPE-Stempel zum Aufdrücken; (b) Reinraum-Wischpads für schwer zugängliche Oberflächen.

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

15222454, 2023, 5, Downloaded from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/vipr.202300808 by Universität Kaiserslautern-Landau, Wiley Online Library on [01/04/2025]. See the Terms and Conditions (https://onlinelibrary.wiley.com/terms-and-conditions) on Wiley Online Library for rules of use; OA articles are governed by the applicable Creative Commons License

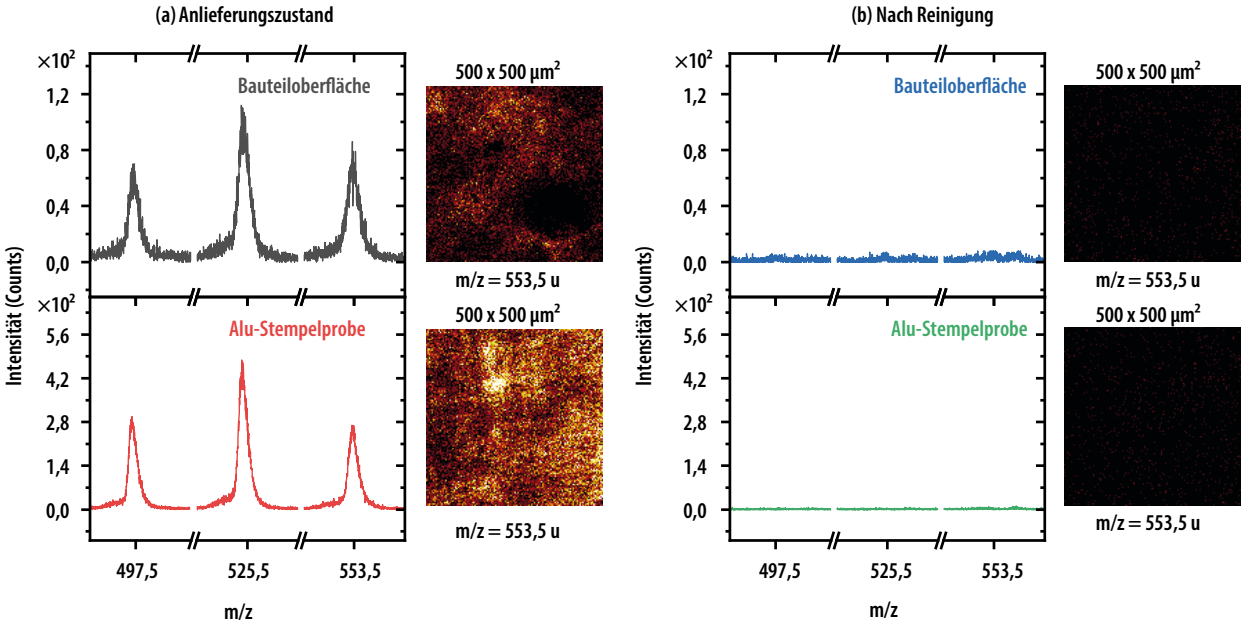


ABBILDUNG 4: ToF-SIMS-Analyse eines Bauteils und der darauf applizierten SIP-Stempel (a) vor und (b) nach der Bauteilreinigung. Zu sehen sind die ToF-SIMS-Intensitäten von drei Massen, die als Bestandteil der Kontamination identifiziert werden konnten, sowie exemplarisch die Verteilungsbilder für die Masse 553,5 u.

mit wenig Lösungsmittel bewährt. Das Lösungsmittel wird anschließend auf Aluminiumfolie aufgetropft und eingedampft und die Analyse auf der Folie durchgeführt.

SIP-Analyse von Bauteiloberflächen

Die entwickelten SIP-Prototypen wurden erfolgreich bei den kooperierenden Unternehmen erprobt. Zwei der durchgeführten Anwendungen werden im Folgenden vorgestellt.

Einer der Partner ist die Walter Werner GmbH Metallveredelung, welche sich mit der Veredlung von Oberflächen metallischer Bauteile beschäftigt. Die Bauteile werden von anderen Firmen angeliefert und deren Oberflächen nach Wunsch bearbeitet. Im Anlieferungszustand sind die Bauteile häufig stark kontaminiert und müssen vor der Prozessierung gereinigt werden. Zur Überprüfung der Reinigungsqualität konnte erfolgreich ein Alufoliebespannter Stempel zur SIP-Analyse eingesetzt werden. Die Analyse der Oberflächen des SIPs erfolgte mit der ToF-SIMS. **Abb. 4** zeigt die Ergebnisse einer Analyse vor und nach Reinigung eines Bauteils. Zur Überprüfung der SIP-Ergebnisse und zur Identifikation von Signalen, die als Marker der Kontamination auf dem Stempel verwendet werden können, wurden zudem die Bauteile selbst analysiert. Hierbei konnten beispielsweise drei auffällige Signale bei den Massen 497,4, 525,5 und 553,5 u beobachtet werden, die sehr wahrscheinlich einer organischen, filmischen Kontamination zugehörig sind (**Abb. 4 a**). Das Verteilungsbild für die Masse 553,5 u zeigt weiter, dass die Kontamination nicht homogen auf der Bauteiloberfläche verteilt ist. Die Analyse des Stempels, welcher auf dem im Anlieferungszustand befindlichen Bauteil appliziert wurde, lieferte die gleichen Signale. Das untersuchte Bauteil besaß zudem kleine Bohrungen, die für die verwendeten Stempel nicht zugänglich waren. Hier wurden zusätzlich Proben mit dem SIP-Wischpad genommen. Auch hier konnten die zuvor als Kontamination identifizierten Signale eindeutig beobachtet werden. Nach ultraschall-gestützter Reinigung des Bauteils wies die erneute Analyse weder direkt auf dem Bauteil noch auf

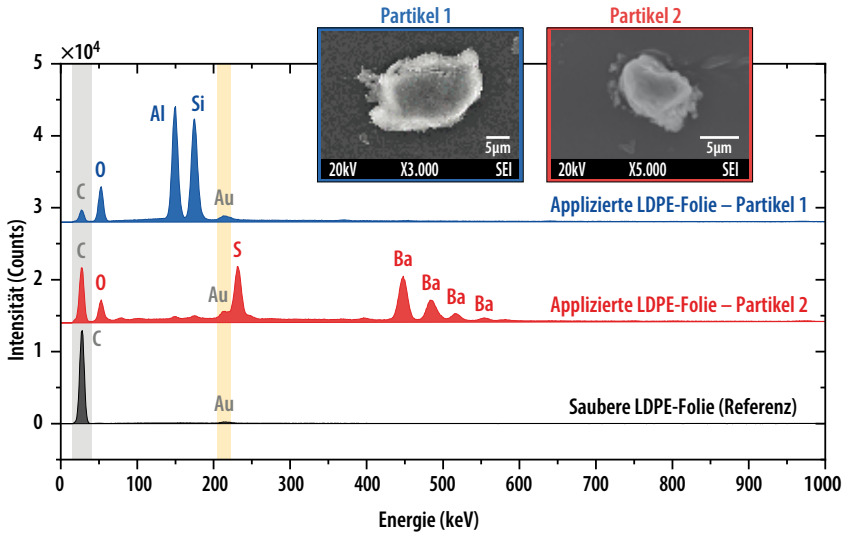


ABBILDUNG 5: REM-EDX-Analysen zweier Partikel auf einem LDPE-Stempel nach Applikation in einer Laserbearbeitungsanlage sowie EDX-Spektrum der sauberen LDPE-Folie als Referenz. Kohlenstoff (C) stammt vom LDPE-Grundmaterial. Zur Vermeidung von Aufladungen durch den Elektronenbeschuss während der Messung, wurden die Kunststofffolien mit einer dünnen Goldschicht bedampft, weshalb auch Gold (Au) in den EDX-Spektren detektiert wird.

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

15222454, 2023, 5, Downloaded from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/vipr.202300808 by Universität Kaiserslautern-Landau, Wiley Online Library on [01/04/2025]. See the Terms and Conditions (https://onlinelibrary.wiley.com/terms-and-conditions) on Wiley Online Library for rules of use; OA articles are governed by the applicable Creative Commons License

einem darauf applizierten Stempel die zuvor beobachteten Kontaminations-Signale auf (**Abb. 4 b**). Die Analysen der applizierten SIPs spiegeln somit deutlich eine Korrelation mit einer vorhandenen organischen Kontamination auf der Bauteiloberfläche wider und können als Nachweis für die Reinheit der Oberfläche verwendet werden.

Bei einem anderen Partner, dem Photonik Zentrum Kaiserslautern e. V. (PZKL), wurde die Arbeitsfläche innerhalb einer Laserbearbeitungsanlage auf Bearbeitungsrückstände hin untersucht. Das PZKL bearbeitet verschiedene Materialien wie Metalle, Legierungen und Kunststoffe, wobei Material durch die Laserbestrahlung verdampft wird und sich auf benachbarten Flächen des Anlagengehäuses in Form von Partikeln abscheiden kann. Mit einem LDPE-Stempel wurden Proben von der Arbeitsfläche genommen. Die SIP-Analyse erfolgte mit der Rasterelektronen-Mikroskopie (REM) zum Auffinden erwarteter Partikel und anschließender chemischer Analyse dieser mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX). Eine Vielzahl verschiedener Partikel konnte gefunden und analysiert werden. **Abb. 5** zeigt beispielhaft die Ergebnisse zweier solcher mehrere µm großer Partikel. Bei einem handelte es sich um ein Aluminium- und Siliciumhaltiges Material, das möglicherweise aus der vorherigen Bearbeitung einer hochfesten Aluminium-Keramik stammen könnte. Die Analyse des zweiten Teilchens wies insbesondere Schwefel und Barium auf und spricht für einen Bariumsulfat-Partikel.

SIP-Analyse in Flüssigkeiten und Abschätzung der Nachweisgrenze

Die Verwendung von SIPs wirft bei den im Projekt beteiligten Unternehmen auch die Frage nach ihrer Empfindlichkeit auf. Es wird daher überlegt, ob SIPs nicht nur zum qualitativen Nachweis von Kontaminationen dienen, sondern auch Einblicke in die Menge, z. B. Konzentration oder Massenbelegung verunreinigender Substanzen, liefern können. Eine genaue Quantifizierung der mit SIP-Stempeln oder Wischern abgenommen Kontaminationen ist derzeit noch nicht möglich, da der Zusammenhang zwischen Kontaminationsmenge auf der Bauteiloberfläche und der mit dem SIP abgenommenen Menge noch nicht eindeutig geklärt ist. Vorstellbar ist aber, dass Kontaminationen von Bauteiloberflächen mit einem Lösungsmittel abgespült werden und anschließend eine Analyse der Lösung stattfindet, in der sich nun die Kontamination befindet. Das Lösungsmittel ist in diesem Fall das SIP, welches zur Probennahme verwendet wird. Ein einfaches Experiment wurde hierzu durchgeführt, um eine Abschätzung der Nachweisgrenze für Polydimethylsiloxan (PDMS), einem in der Praxis sehr häufig auftretenden und meist zu Haftungsproblemen führenden Silikonöl, zu erhalten. Es ist bekannt, dass Silikonöle auf Oberflächen mittels ToF-SIMS sehr empfindlich und aufgrund des dabei detektierten charakteristischen Fragment-Musters auch eindeutig zuordenbar nachgewiesen werden können. [5] Die ToF-SIMS wird daher schon seit langem zur Kontaminationskontrolle von Silikonöl-Verunreinigungen betroffener Bauteiloberflächen eingesetzt. Aus diesem Grund wurden für das Experiment durch definierte Mischung von PDMS und Cyclohexan, einem zum Lösen von PDMS geeigneten Lösungsmittel, verschiedene Verdünnungen bis zu Konzentrationen von weniger als 10^{-9} mL/mL (bzw. 10^{-12} g/L; PDMS in Cyclohexan) hergestellt. Mittels einer µL-Pipette wurden immer gleiche Mengen von 5 µL der jeweiligen PDMS-Verdünnung in ein in Alu-Folie gepresstes Näpfchen mit einem Durchmesser von 4 mm getropft und eingetrocknet. Die Näpfchen waren hierbei notwendig, um ein lokal klar definiertes Eintrocknen zu gewährleisten. Durch ToF-SIMS-Analyse der Eintrocknungsbereiche wurde dann die Verdünnung mit der geringsten Konzentration ermittelt, für die das PDMS noch sicher detektiert werden konnte. **Abb. 6** zeigt exemplarisch ein SIMS-Spektrum mit den hierfür verwendeten Fragment-Signalen. Bei einem weiteren Versuch wurden Alu-Folienstücke jeweils direkt in die verschiedenen Verdünnungen eingetaucht und danach die an der Folie anhaftende Verdünnung eingetrocknet. In beiden Fällen konnte für die Verdünnung von 10^{-6} mL/mL (bzw. 10^{-9} g/L) die PDMS-Kontamination auf der Folie noch sicher nachgewiesen werden. Aufgrund von unspezifischen Untergrundsignalen (von der Alu-Folie oder dem verwendeten Lösungsmittel), welche mit den charakteristischen Peaks des PDMS interferieren, konnten letztere bei geringeren Konzentrationen nicht mehr sicher dem PDMS zugeordnet werden.

Anhand dieser Untersuchung kann somit eine Nachweisgrenze von 10^{-6} mL/mL für den mittels ToF-SIMS spezifischen Nachweis von PDMS in Lösung abgeschätzt werden. Auf die Fläche des analysierten Alu-Näpfchens von 12,6 mm² gerechnet entspricht das einer Massenbelegung von 3,8 x 10^{-8} g/cm² (oder 38 ng/cm²). Erste Stempelversuche an den getauchten Alu-Folien zeigen, dass die Eintrocknungsreste einer 10^{-6} mL/mL Verdünnung so effizient auf den Stempel übertragen werden, dass sie mittels ToF-SIMS dort wieder nachgewiesen werden können.

Zum Vergleich der PDMS-Nachweisgrenze erfolgte parallel auch eine Abschätzung mit der GC-MS-Technik

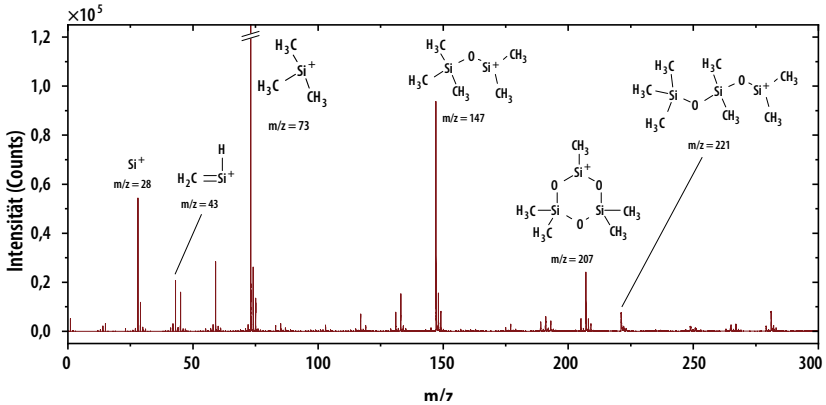


ABBILDUNG 6: ToF-SIMS-Spektrum einer PDMS-Verdünnung von 10^{-2} mL/mL auf Alu-Folie und Zuordnung einiger zur Auswertung verwendeter PDMS-Fragment-Signale.

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

15222454, 2023, 5, Downloaded from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/vipr.202300808 by Universität Kaiserslautern-Landau, Wiley Online Library on [01/04/2025]. See the Terms and Conditions (https://onlinelibrary.wiley.com/terms-and-conditions) on Wiley Online Library for rules of use; OA articles are governed by the applicable Creative Commons License

(Massenspektrometrie-gekoppelte Gaschromatographie), eine klassische und oft zur Quantifizierung von Substanzen in Flüssigkeiten eingesetzte Methode. Die hiermit ermittelte Nachweisgrenze liegt im Bereich von 10^{-9} mL/mL (bzw. 10^{-12} g/L) und damit aktuell noch besser als bei der ToF-SIMS. Für viele Anwendungen von Silikonölen wie PDMS, welche bereits bei Monolagenbedeckung antihaftend wirken, ist ein solch tiefer Grenzwert gar nicht notwendig und die für das Alu-SIP abgeschätzte Nachweisgrenze der ToF-SIMS-Analyse zum Nachweis von PDMS daher sicherlich ausreichend. Außerdem ist die SIP-Methode mit einem deutlich geringeren Aufwand und Materialverbrauch verbunden. Die Probenvorbereitung für die GC-MS bestand in einem zeitintensiven Aufkonzentrieren der Lösungen unter vermindertem Druck und teils erneutem Nachverdünnen, falls die Konzentrationen für das Messinstrument anschließend zu hoch waren. Da Silikonöle extrem gut an allen möglichen Oberflächen haften, alle Proben aber über dieselbe GC-Säule gemessen werden, waren außerdem nach jeder einzelnen Messung aufwendige Spül- und Ausheizschritte des Messinstruments notwendig, um eine Verfälschung der Ergebnisse durch Rückstände aus vorhergehenden Messungen zu verhindern. Eine solche Problematik existiert für die SIP-Methode nicht. Für jede Probe wird ein neues sauberes SIP verwendet und direkt darauf gemessen, ohne dass dieses zuvor aufwendig prozessiert werden muss. Mehrere SIPs können zudem gleichzeitig in das Analysegerät eingeschleust und in kurzer Zeit nacheinander vermessen werden. Auch eine Reinigung der wiederverwendbaren SIP-Stempel ist wesentlich unkomplizierter als die eines vollständigen GC-MS-Gerätes. Aus diesen Gründen sollte das SIP für den PDMS-Nachweis erfolgreich in die Praxis transferiert werden können.

SIPs zur Kontaminationsdetektion in Flüssigkeiten könnten besonders in tribologischen Anwendungen große Relevanz besitzen. Hier werden den Schmiermitteln oberflächenaktive Verbindungen beigemischt, um Reibung und Verschleiß zu minimieren. Für Versuchs- und Forschungsaufbauten mit wechselnden Schmiermitteln ist die Reinigung der Testumgebung zwischen den Tests eine Herausforderung. Aus eigener Erfahrung wissen wir, dass auch nach der Reinigung Additiv-Rückstände von vorherigen Schmiermitteln im System verbleiben können. Solche Rückstände, selbst in winzigen Mengen (Sub-ppm-Bereich), können aufgrund der hohen und eigentlich gewünschten Oberflächenaktivität bereits erhebliche Auswirkungen auf nachfolgende Reib- und Verschleißexperimente haben. Um verfälschte Messergebnisse durch Querkontamination zu verhindern, ist daher die Reinheit der Testumgebung entscheidend. Hier könnten SIPs zum Einsatz kommen, die die hohe Oberflächenaktivität der Additive nutzen, um sie hochsensitiv nachzuweisen. Erste Versuche haben bereits gezeigt, dass beispielsweise das Additiv ZDDP (Zinkdithiophosphat) in einem Polyalphaolefin-Öl mit einer Konzentration von 0,05 ppm durch EDX-Analyse indirekt über das SIP nachgewiesen werden kann. Dazu wurde lediglich ein Reibexperiment mit dem Schmiermittel durchgeführt und die resultierende Tribospur analysiert. Die Idee eines Tribo-SIPs besteht also darin, gereinigte Prüfstände mit sauberen, additivfreien Schmiermitteln zu spülen oder testweise zu betreiben und dann das genutzte Schmiermittel zur Analyse zu verwenden (**Abb. 7**). Dabei fungiert das Schmiermittel selbst als SIP, um vorhandene Restkontaminationen aus den Prüfständen aufzusammeln und diese dann durch ein Reibexperiment in einer Tribospur angereichert nachzuweisen.

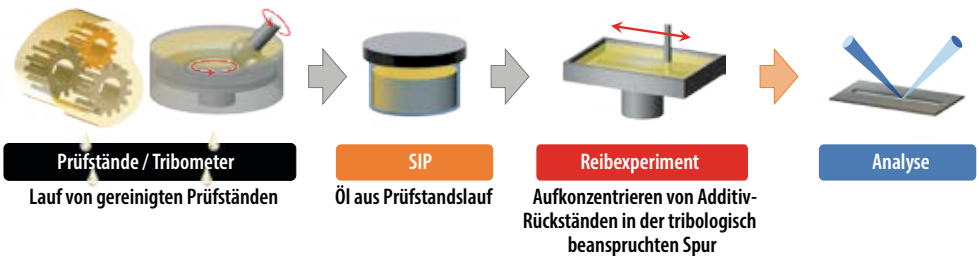


ABBILDUNG 7: Idee eines Tribo-SIPs zur Reinheitskontrolle von tribologischen Prüfständen.

Schlussfolgerung

Das Surface Inspection Pad (SIP) ist ein Tool zur ressourcenschonenden Probennahme von Bauteiloberflächen für die vakuumgestützte Atline-/Offline-Kontaminationskontrolle. Zusammen mit den am Projekt beteiligten Unternehmen wurde die Anwendbarkeit des SIPs an unterschiedlichen Bauteilen und Anlagen bestätigt. Kontaminationen können mit SIPs beispielswiese durch Stempeln oder Wischen auf geeignete Analysematerialien übertragen und analysiert werden. Ebenso gelingt der Nachweis von Kontaminationen in Flüssigkeiten durch Auftropfen auf oder Eintauchen von geeigneten Analysematerialien, wobei die Verunreinigungen entweder durch Abspülen von Bauteiloberflächen in die Lösung gebracht werden oder aber per se bereits in der zu untersuchenden Flüssigkeit vorliegen können. Weiterhin zeigt das SIP großes Potential zur Kontrolle von Querkontaminationen durch oberflächenaktive Additive in tribologischen Anwendungen.

Die zahlreichen Experimente haben gezeigt, dass aufgrund sehr verschiedener Fertigungsprozesse, Bauteilbeschaffenheiten, Kontaminationen und damit einhergehender Fragestellungen, das SIP allerdings kein Universal-Werkzeug sein kann, welches man einfach aus der Schublade zieht und anwendet. Die individuelle Anpassung des SIPs an Anwendung und Fragestellung ist in jedem Fall notwendig und durch Referenzmessungen von Bauteilen und Kontaminationen sowie der richtigen Auswahl von SIP-Material, SIP-Methode und Analysemethode sicher in vielen Fällen möglich. SIPs in der hier vorgestellten oder in modifizierter Art und Weise sind somit in der Praxis sinnvoll einsetzbar.

Danksagung

Wir danken recht herzlich der Europäischen Union (EU) und dem Land Rheinland-Pfalz für die Förderung des Projektes über Mittel aus dem Europäischen

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

15222454, 2023, 5, Downloaded from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/vipr.202300808 by Universität Kaiserslautern-Landau, Wiley Online Library on [01/04/2025]. See the Terms and Conditions (https://onlinelibrary.wiley.com/terms-and-conditions) on Wiley Online Library for rules of use; OA articles are governed by the applicable Creative Commons License

Fonds für regionale Entwicklung (EFRE) im Rahmen des Ziels „Investitionen im Wachstum der Beschäftigung“ (IWB) für die Förderperiode 2014 – 2020. Weiterhin bedanken wir uns bei allen Projektpartnerinnen und -partnern für die Hilfe bei der Entwicklung und Erprobung der SIPs.
Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Literaturzitate

[1] *A. Lieberman:* Contamination Control and Cleanrooms, Boston, MA: Springer US, 1992.

[2] *R. Kersting und K. Lamann:* Filmischen Verunreinigungen auf der Spur – Wie moderne Oberflächenanalytik ihren Beitrag leistet, WOMAG Kompetenz in Werkstoff und funtioneller Oberfläche **9** (2020) 10, 24–26 .

[3] *A. Benninghoven:* Chemical Analysis of Inorganic and Organic Surfaces and Thin Films by Static Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (TOF-SIMS), Angewandte Chemie International Edition in English **33** (1994) 10, 1023–1043.

[4] *C. Minnich, S. Hardy und S. Krämer: Stopping the Babylonian Confusion:* An Updated Nomenclature for Process Analyzers in PAT Applications, Chemie Ingenieur Technik **88** (2016) 6, 694–697.

[5] *A. Prasad, N. V. Salim, M. Mozetič, L. Kailas und S. Thomas:* Time-of-flight secondary ion mass spectrometric analysis of polymer surfaces: A review, Journal of Applied Polymer Science **139** (2022.) 23, 1–20.

AUTOREN

Dr. Michael Wahl
studierte Physik an der TU Kaiserslautern, wo er 1995 promovierte. Im Anschluss war er als Spezialist für die Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie in den Laboren des Instituts für Oberflächen- und Schichtanalytik GmbH (IFOS) an der Rheinland-Pfälzisch Technischen Universität RPTU (Standort Kaiserslautern, ehemals TU Kaiserslautern) und der IBM-Speichersysteme GmbH tätig. Seit 2004 ist er bei der IFOS GmbH als Projektmanager verantwortlich für den Bereich der Auftragsforschung. Nebenberuflich ist Dr. Wahl Leiter der Geschäftsstelle der Deutschen Vakuumgesellschaft DVG e.V.

Dr. Wolfgang Bock
studierte Physik an der TU Kaiserslautern, wo er 1996 promovierte. Seit 1994 ist er als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik GmbH (IFOS) an der Rheinland-Pfälzisch Technischen Universität RPTU (Standort Kaiserslautern, ehemals TU Kaiserslautern) tätig und ist dort als Laborleiter für den Bereich Massenspektrometrie zuständig.

Prof. Dr. Michael Kopnarski
studierte Physik an der TU Kaiserslautern, wo er 1991 promovierte. Er ist Geschäftsführer und wissenschaftlicher Leiter des Instituts für Oberflächen und Schichtanalytik GmbH (IFOS) an der Rheinland-Pfälzisch Technischen Universität RPTU (Standort Kaiserslautern, ehemals TU Kaiserslautern). Seine Arbeitsschwerpunkte sind die Forschung und Entwicklung auf dem Gebiet der instrumentellen Oberflächen- und Schichtanalytik sowie die Anwendung von Verfahren der modernen Oberflächenanalytik.

Dr. Michael Wahl, Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik IFOS GmbH, Trippstadter Straße 120, 67663 Kaiserslautern, Tel.: 0631 205 73 3333, EMail: wahl@ifos.uni-kl.de

© 2023 The Authors. Vakuum in Forschung und Praxis published by Wiley-VCH GmbH

15222454, 2023, 5, Downloaded from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/vipr.202300808 by Universität Kaiserslautern-Landau, Wiley Online Library on [01/04/2025]. See the Terms and Conditions (https://onlinelibrary.wiley.com/terms-and-conditions) on Wiley Online Library for rules of use; OA articles are governed by the applicable Creative Commons License