

# SPECTRO-M-10-MIR

## Inline-Kontrolle dünner Ölschichten auf Metall

Das MIR-Messverfahren, das in den SPECTRO-M-Sensoren umgesetzt wurde, wurde von Sensor Instruments entwickelt, um sehr dünne organische Schichten auf Metalloberflächen erfassen zu können. Deshalb sind die SPECTRO-M-Sensoren für die Detektion und Inline-Kontrolle dünner Ölfilme auf Metall geradezu prädestiniert.

In der Praxis geht es darum, den Entölungsprozess von Teilen zu kontrollieren, bzw. die Homogenität einer Ölaufgabe zu überwachen. Wir haben während der entwicklungsbegleitenden Tests auch festgestellt, dass man mit dem System auch die Verdunstungseigenschaften und Ölrückstände von Schneidölen auf Metalloberflächen unter realistischen Anwendungsbedingungen (dünnen Schichten) sehr gut erfassen kann.

Dazu haben wir auch Tests an speziellen Stanzölen der CLF Reihe von Raziol durchgeführt, deren Ergebnisse im Abschnitt 6 des Dokuments zusammengefasst sind.

Das vorliegende Dokument beschreibt das Sensorprinzip des Inline-Sensors SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) von Sensor Instruments. Weitere SPECTRO-M-Sensoren des Typs mit anderen Messgeometrien sind in Entwicklung. Darüber hinaus sind wir als Entwickler von Sondersensoren auch in der Lage, die Technologie für spezielle Applikationen und Kundenwünsche anzupassen.

Inhalt:

1	Einleitung.....	4
2	Funktionsprinzip des SPECTRO-M-10-MIR.....	4
3	Referenzmethoden zur Ermittlung der Oberflächenspannung.....	9
3.1	Oberflächenspannung und Grenzflächenspannung .....	9
3.2	Bestimmung der Oberflächenspannung durch Messung des Kontaktwinkels .....	12
3.3	Bestimmung der Oberflächenspannung mittels Testtintenmethode .....	14
3.4	Referenzverfahren und Inline-Messung.....	16
4	Anwendungsgebiete für die SPECTRO-M-Sensoren.....	16
5	Testmessungen an verschiedenen Ölen.....	17
5.1	Motivation für die Messung von Ölschichten auf metallischen Oberflächen.....	17
5.2	Testtintenmethode – ein weit verbreitetes Referenzmessverfahren für die Restölkontrolle.....	18
5.3	Messaufbau und Methodik .....	19
5.4	Liste der getesteten Öltypen.....	21
5.5	Ölrückstandskontrolle mit dem SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2).....	22
5.5.1	<i>MIR-Sensor und Anwendung.....</i>	<i>22</i>
5.5.2	<i>Vergleich der Empfindlichkeiten der verschiedenen Öle bei gleicher Ölschichtdicke .....</i>	<i>23</i>
5.5.3	<i>Abhängigkeit des MIR-Messsignals von der Zeit .....</i>	<i>24</i>
5.5.4	<i>Korrelation des MIR-Signals und der gemessenen Oberflächenspannung pro Ölsorte.....</i>	<i>24</i>
5.5.5	<i>Vergleich der MIR-Messwerte in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung .....</i>	<i>29</i>
5.5.6	<i>Vergleich der MIR-Methode mit UVA- und UVC-Sensoren.....</i>	<i>30</i>
5.5.7	<i>Zusammenfassung Ölrückstandskontrolle.....</i>	<i>31</i>
5.6	Inline-Kontrolle der Ölschichtdicke .....	32
5.7	Verdunstungsmessung von Ölaufträgen.....	35
6	Testmessungen an der CLF 11 Reihe.....	37
6.1	Testmethodik und Referenzmethode.....	37
6.2	Herstellerangaben zur CLF 11 Reihe .....	38
6.3	Raziol CLF 11 L.....	40
6.3.1	<i>Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....</i>	<i>40</i>
6.3.2	<i>Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....</i>	<i>41</i>
6.3.3	<i>Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....</i>	<i>42</i>
6.4	Raziol CLF 11.....	43
6.4.1	<i>Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....</i>	<i>43</i>
6.4.2	<i>Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....</i>	<i>43</i>
6.4.3	<i>Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....</i>	<i>44</i>
6.5	Raziol CLF 11 W 10.....	45
6.5.1	<i>Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....</i>	<i>45</i>
6.5.2	<i>Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....</i>	<i>46</i>
6.5.3	<i>Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....</i>	<i>46</i>
6.6	Raziol CLF 11 W 25.....	47
6.6.1	<i>Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....</i>	<i>47</i>
6.6.2	<i>Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....</i>	<i>48</i>
6.6.3	<i>Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....</i>	<i>48</i>

6.7	Raziol CLF 11 SE .....	49
6.7.1	Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....	49
6.7.2	Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....	50
6.7.3	Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....	50
6.8	Raziol CLF 11 S.....	51
6.8.1	Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....	51
6.8.2	Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....	52
6.8.3	Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....	52
6.9	Raziol CLF 11 SB .....	53
6.9.1	Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....	53
6.9.2	Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....	54
6.9.3	Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....	54
6.10	Raziol CLF 11 SD.....	55
6.10.1	Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....	55
6.10.2	Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....	56
6.10.3	Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....	56
6.11	Raziol CLF 11 SF .....	57
6.11.1	Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....	57
6.11.2	Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal.....	58
6.11.3	Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....	58
6.12	Raziol CLF 11 SG.....	59
6.12.1	Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten.....	59
6.12.2	Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung.....	60

## 1 Einleitung

Die SPECTRO-M-Serie baut auf einem Messprinzip auf, das aus der Schwingungs- bzw. Absorptionsspektroskopie bekannt ist.

Unter Schwingungsspektroskopie versteht man im weitesten Sinne die Analyse von Materialien durch Bestrahlung mit Licht unterschiedlicher Wellenlänge (Energie). Eingestrahktes Licht wird im Material teilweise in Molekülschwingungen umgesetzt (absorbiert), die wieder austretende Strahlung in Form von Spektren aufgezeichnet. Aus den Schwingungsspektren kann man Informationen über den molekularen Aufbau organischer Stoffe gewinnen. Damit können sie zur Bestimmung und Kontrolle chemischer und physikalischer Eigenschaften herangezogen werden.

Bei der IR-Spektroskopie werden die aus der Quantenphysik bekannten Schwingungsfreiheitsgrade der Moleküle durch InfraRot-Licht angeregt. Man beobachtet dabei Absorptionsbanden im IR-Spektrum. Die Banden der Grundschrwingungen liegen im Mittleren InfraRot (MIR, ~ 2500nm - 16000nm), die der Kombinations- bzw. Oberschwingungen sind im Nahen InfraRot (NIR, ~ 800nm - 2500nm) zu finden. Bei den NIR-Absorptionsbanden handelt es sich meistens um breite, sich gegenseitig überlappende Strukturen, während sich die MIR-Absorption in schmalen Bandbereichen abbildet.

Die Absorption der NIR-Banden ist zwar um Größenordnungen geringer ist als die der Grundschrwingungen, liefert aber ausreichend Information, um damit Polymere zu klassifizieren. NIR-Absorptionsverfahren werden heute im Kunststoffrecycling genutzt. Die MIR-Absorption eignet sich gut zur Charakterisierung dünner organischer Schichten auf Metallen.

Bei der SPECTRO-M-Familie von Sensor Instruments handelt es sich um Inline-Sensoren, die das unterschiedliche Absorptionsverhalten von organischen Materialien im MIR auswerten, um daraus qualitative und quantitative Aussagen zu organischen Schichten auf Metallen im Produktionsprozess zu erhalten.

Ein interessantes Gebiet für die Prüfung organischer Schichten auf Metallen ist die Ölschichtkontrolle- bzw. Ölschichtmessung. In der Metallverarbeitung werden spezielle Öle eingesetzt, die den Stanz- oder Tiefziehvorgang an sich optimieren, die aber nach dem Bearbeitungsprozess wieder rückstandslos entfernt werden müssen.

Die Inline-Prüfung der Beölung von Metallteilen, bzw. des Entfernens dieser Beölung, ist eine messtechnische Herausforderung, die mit immer dünneren Schichten und spezifischeren Ölrezepturen und -funktionen auch immer komplexer geworden ist.

Die Bewertung von Oberflächen erfolgt häufig über die Prüfung der Oberflächen- bzw. Grenzflächenspannung. Zwei gängige Verfahren zur Messung der Oberflächenspannung sind die Testtintenmethode und die Kontaktwinkelmessung mit dem sich das Dokument deshalb kurz befasst

Schließlich haben wir auch eine Zusammenfassung unserer Untersuchungen von Stanz- und Ziehölen mit dem SPECTRO-M-10-MIR mit aufgenommen und die Ergebnisse mit der roten Testtintenmethode verglichen. Dabei geht es um die Detektion geringster Ölrückstände oder die messtechnische Erfassung unterschiedlicher Schichtdicken. Darüber hinaus gibt es Öle die in einem dafür definierten Zeitfenster verdunsten, die aber mehr oder weniger Rückstände auf der Oberfläche hinterlassen. Die reproduzierbare Messung der Verdunstungseigenschaft dürfte für die Hersteller von solchen Ölprodukten von Interesse sein.

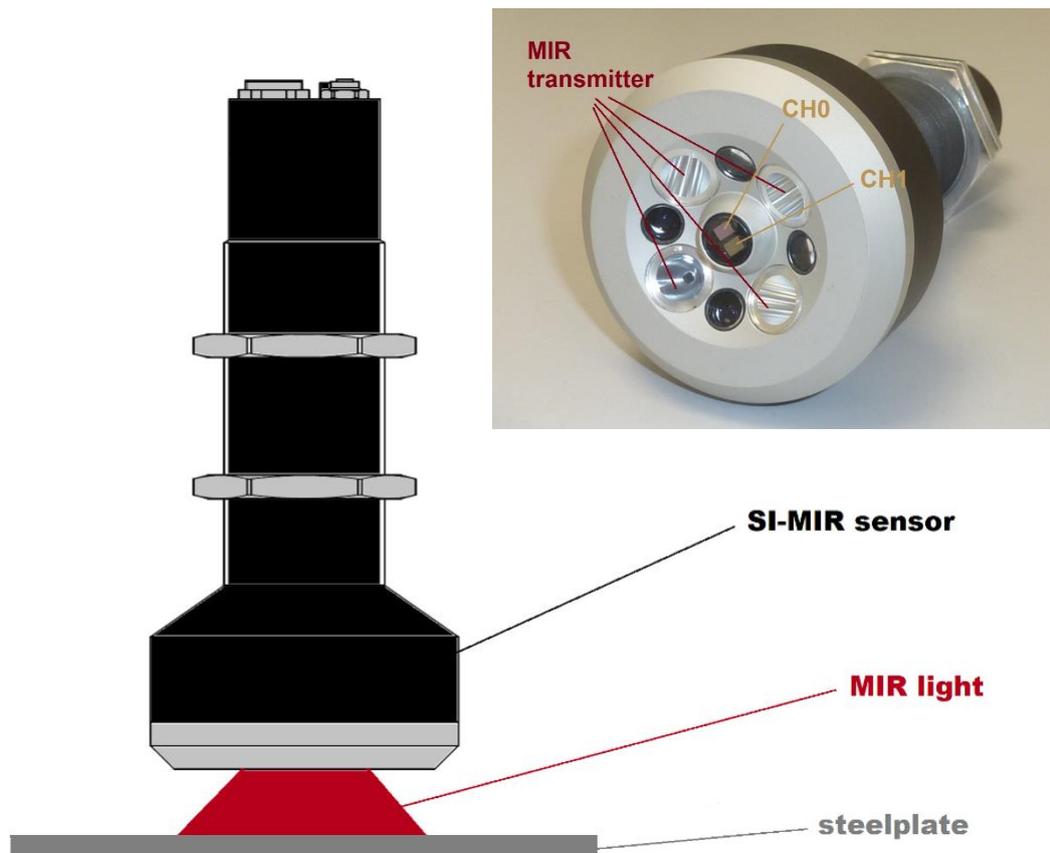
## 2 Funktionsprinzip des SPECTRO-M-10-MIR

Bei einem Inline-Messsystem kommt es ist erster Linie auf die Fähigkeit der berührungslosen Messung an. Natürlich muss auch die zur Messwertermittlung erforderliche Zeit mit der Bauteilzuführzeit mithalten können. Ferner sollte das Messsystem robust und kompakt sein, sowie über mehrere von Schnittstellen verfügen, damit die Messdaten, möglichst in Echtzeit, dem übergeordneten Kontrollsystem oder aber einer SPS zugeführt werden können.

Beim **SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)** handelt es sich um einen Sensor, der mit einer relativ breitbandigen Beleuchtung für den MIR-Bereich ausgestattet ist. Empfängerseitig stehen zwei Messfenster (Wellenlängenbereiche) zur Verfügung, die normiert miteinander verglichen werden. Eines dieser Fenster dient dabei als Referenz und verhält sich gegenüber Ölen in erster Näherung neutral, während im zweiten Fenster eine durch das Öl verursachte Absorption festgestellt werden kann. Mit Hilfe der mitgelieferten Windows®-Software **SPECTRO MIR Scope V1.0** können neben der Parametrierung des Sensors, Testmessungen durchgeführt werden, sowie Messwerte abgespeichert werden. Für den Inline-Betrieb gibt es eine Monitoring Software, mit der die aktuellen Messwerte auf einem Bildschirm zur anzeigen gebracht werden können, bzw. Messdaten im ASCII-Dateien aufgezeichnet werden können.

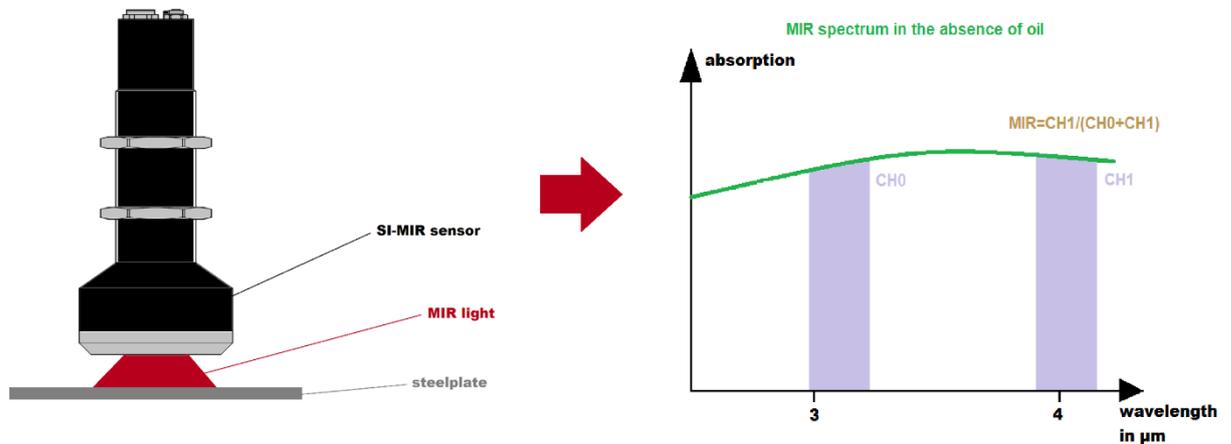
Begleitend zur Entwicklung des SPECTRO-M-MIR haben eine Reihe von handelsüblichen Stanz- und Ziehölen mit unseren optischen Sensoren getestet. Dabei haben wir auch die Messeffekte im UVC-Bereich (255nm, SPECTRO-1-UVC) und UVA-Fluoreszenz (SPECTRO-3-UV) und Absorption im MIR - Bereich ( $5\mu\text{m}$ ) analysiert und verglichen.

Sämtliche bislang getestete Stanz- und Ziehöltypen konnten nach dem MIR-Verfahren gemessen werden. Für den SPECTRO-M-10-MIR hatte sich dabei ein Messfenster zwischen  $3\mu\text{m}$  und  $4\mu\text{m}$  als der optimale Arbeitsspektralbereich herauskristallisiert. Das vergleichende Verfahren zweier Spektralbereiche liefert dabei normierte MIR-Messresultate, bei denen die Reflexionseigenschaften der Kontaktoberfläche schon größtenteils kompensiert werden können. Da die verschiedenen Öle eine unterschiedlich starke MIR-Absorptionen aufweisen, ist eine Kalibrierung auf die ölfreie Metalloberfläche erforderlich (MIRreff). Möchte man die Messwerte in den Einheiten eines Referenzsystems umrechnen, zum Beispiel wenn Oberflächenspannungswerte unter Einbeziehung der Testtintenmethode als Messwert in mN/m ausgegeben werden sollen, ist einmalig eine entsprechende Referenzkalibrierung (CONVERSION) zu erstellen. In den folgenden Skizzen ist die prinzipielle Arbeitsweise der MIR – Sensorik dargestellt:

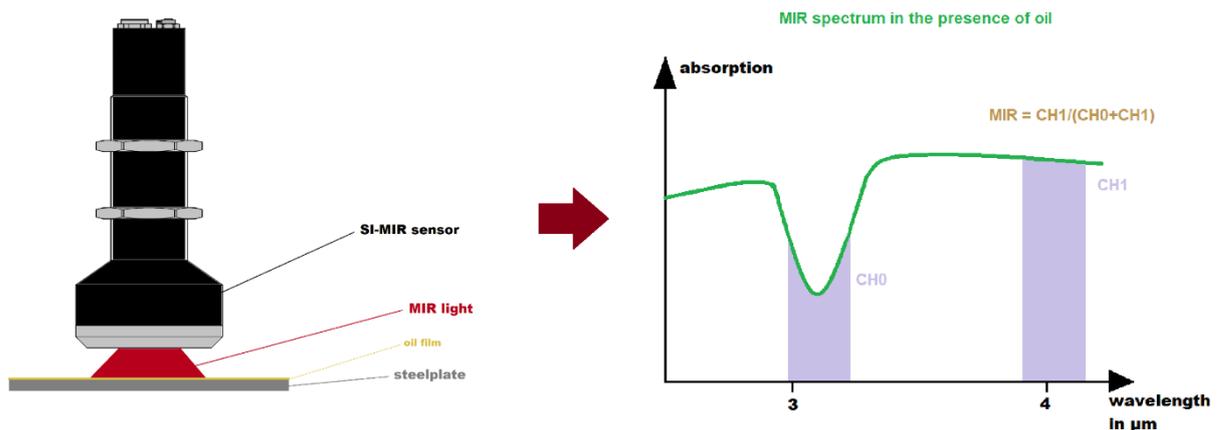


Breitbandige MIR – Sender decken dabei den für die beiden Messfenster CH0 und CH1 notwendigen Spektralbereich ab. Ein Teil des von der Metalloberfläche zurückreflektierte Licht trifft dabei auf die beiden Messfenster, dabei reagiert ein Messfenster (CH0) auf die Präsenz eines Ölfilms, während sich das andere

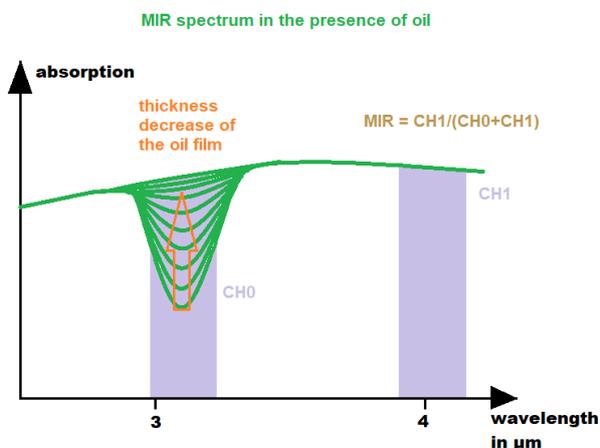
Messfenster (CH1) nahezu unbeeindruckt von der Präsenz eines Ölfilms zeigt (Referenzfenster). Mittels normierter Auswertung erhält man einen intensitätsunabhängigen Messwert:



In der obigen Skizze befindet sich kein Ölfilm auf der Metalloberfläche. Beide Messfenster liefern in etwa den gleichen Signalpegel (normierter Wert = MIRref). In der nachfolgenden Skizze hingegen bricht der Signalpegel von Messfenster CH0 regelrecht ein, was zu einer Verschiebung des Norm-Wertes MIR führt.



Je dicker die Ölschicht, desto heftiger fällt der Signaleinbruch im Messfenster CH0 aus:

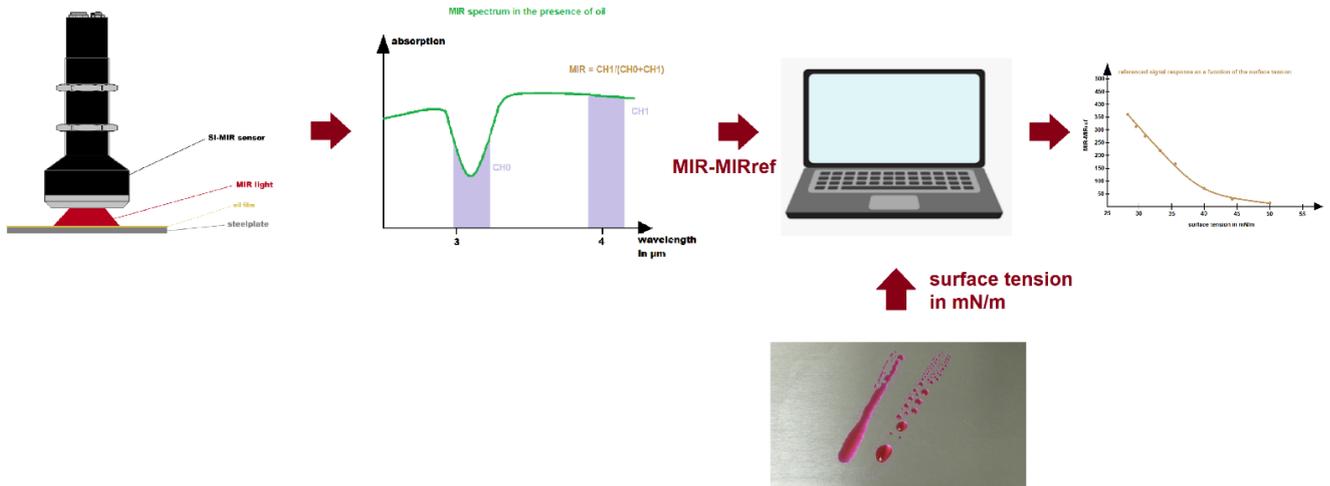


Aus den beiden Signalen lässt sich ein normierter Wert,  $MIR = CH1/(CH0+CH1)$ , errechnen, der beide Kanäle abbildet. Dieser Normwert ist zunächst ein proprietärer Wert, der von den Sensorparametern, dem Öl und der

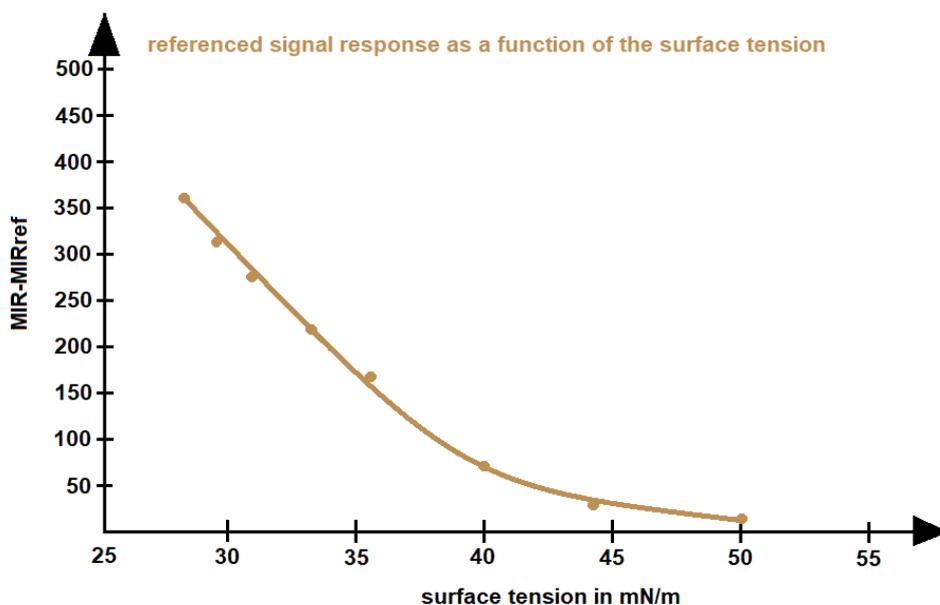
Metalloberfläche bestimmt wird. Mittels der Software des Sensors ist es aber möglich, den Normwert mit einem Referenzmessverfahren zu korrelieren und als „kalibrierten Messwert“, im Referenzformat auszugeben.

**Beispiel: Rote Tintenmethode (mN/m) als Beispiel für eine Referenzsystemkalibrierung:**

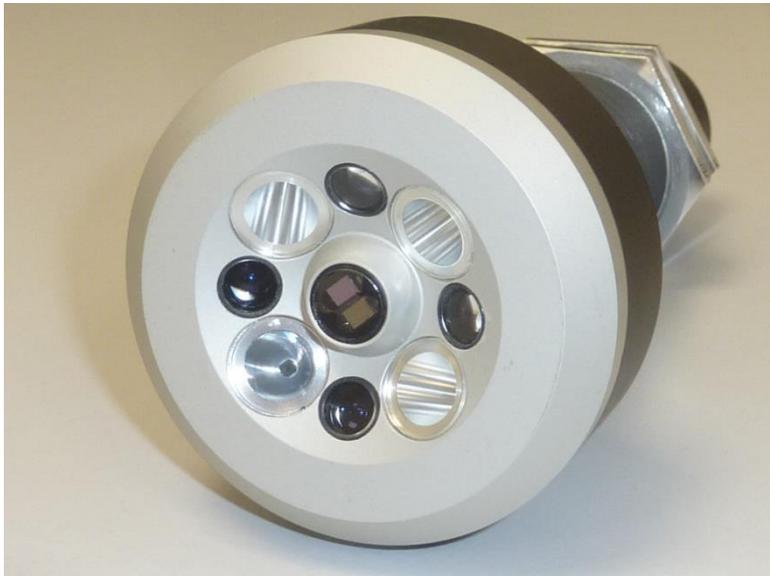
Damit an der Sensorschnittstelle nun nicht der normierte Wert (MIR) sondern der Oberflächenspannungswert der Metall-Ölschicht-Oberfläche übergeben werden kann, muss zunächst noch der Bezug zur Testtintenmethode hergestellt werden (Kalibrierung):



Dazu wird eines der zu prüfenden Metallteile zunächst entfettet und anschließend wird mittels des MIR-Sensors der normierte Referenzwert (MIRref) bestimmt und mit Hilfe der Testtintenmethode der dazugehörige Oberflächenspannungswert in mN/m ermittelt. Im Folgenden wird nun jeweils ein entfettetes Metallteil der gleichen Prozedur unterzogen, mit dem Unterschied, dass je Vorgang (Messwert mit ÖL-Präsenz: MIR) eine immer etwas ausgeprägtere Ölschicht auf das entfettete Bauteil homogen aufgebracht wird (die Ölschichtdicken bewegen sich dabei erfahrungsgemäß zwischen 100nm und 5µm). Die Messwerte (MIR-MIRref) werden anschließend in einer Tabelle zusammengefasst und diese wird dann im nichtflüchtigen Speicher des Sensors als Umrechnungstabelle verwendet. In graphischer Form ergibt sich dabei folgender Zusammenhang:

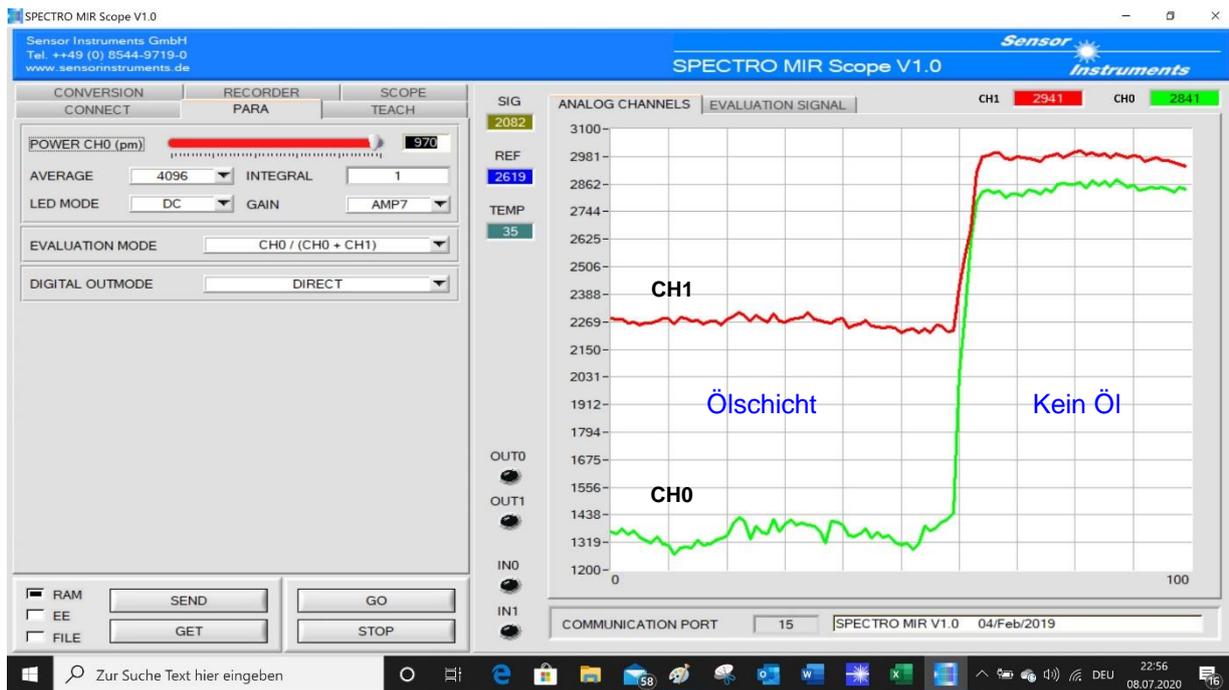


Zur Offline-Messung in der Produktion oder im Labor steht ein aufsetzbarer Abstandshalter zur Verfügung. Die Messung erfolgt dabei kontinuierlich. Der Arbeitsabstand der Sensorik zu der vermessenden Oberfläche beträgt 10mm.



SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) - Sensorkopf

Offline-Aufsatz für Labormessungen



SPECTRO MIR Scope - Windows®Software zur Sensorkonfiguration, Testmessungen und zur Kalibrierung des Sensors auf ein Referenzmessverfahren.

### 3 Referenzmethoden zur Ermittlung der Oberflächenspannung

#### 3.1 Oberflächenspannung und Grenzflächenspannung

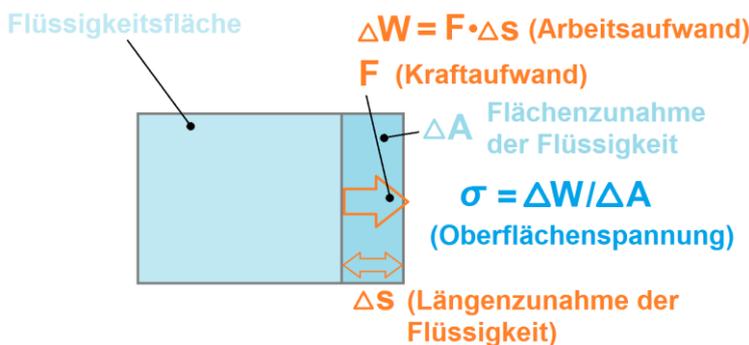
Warum ist das Wissen über die Oberflächenspannung von Metalloberflächen in der Praxis so wichtig? Dazu ein Beispiel: Vor dem Auftragen von Farblacken auf ein Metallteil sollte der Oberflächenspannungswert der Metalloberfläche geprüft werden. Denn falls dieser unterhalb des Oberflächenspannungswertes der Farbe liegen sollte, würde der Lack von der Metalloberfläche abperlen.

Ähnlich verhält es sich bei dem Auftrag von Klebstoffen oder anderen Beschichtungstypen. Ausreichende Haftung kommt nur zustande, wenn die Oberflächenspannung der Metalloberfläche größer als die des Klebstoffs, bzw. des Beschichtungsmaterials ist.

#### Wie definiert sich Oberflächenspannung?

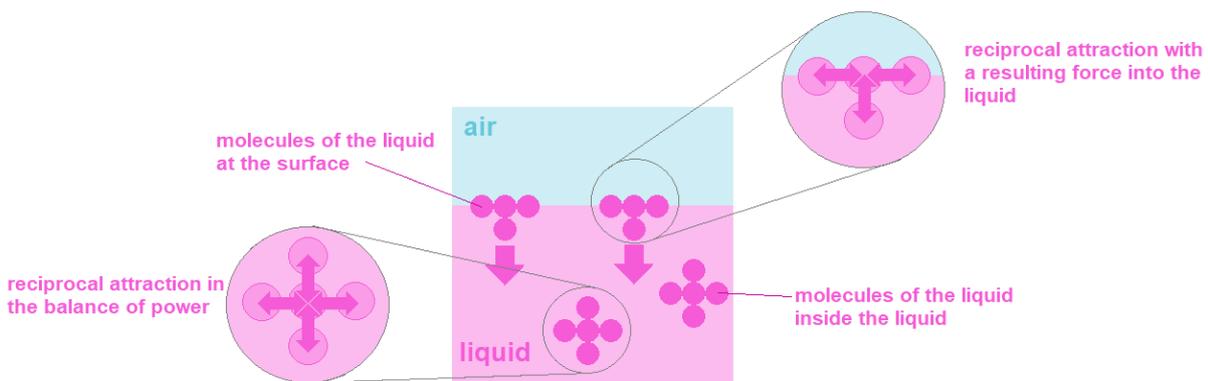
Um die Oberfläche einer Flüssigkeit zu vergrößern ist ein gewisser Kraftaufwand erforderlich. Dazu muss also ein bestimmter Arbeitsaufwand aufgebracht werden. Als Oberflächenspannung bezeichnet man nun das Verhältnis aus der Arbeit, die verrichtet werden muss, zum Flächengewinn (Oberflächenzunahme der Flüssigkeit) der durch die verrichtete Arbeit entsteht:

$$\sigma = \Delta W / \Delta A \quad (\text{SI - Einheit: N/m})$$



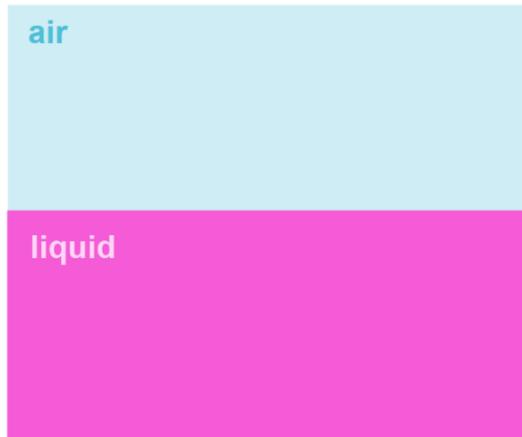
Infolge der Oberflächenspannung haben Flüssigkeiten das Bestreben, ihre Oberfläche zu minimieren, was dann letztendlich zu einer sphärischen Oberfläche der jeweiligen Flüssigkeit führt (eine Kugel besitzt unter allen Körperformen gleichen Volumens die geringste Oberfläche).

#### Was ist Grenzflächenspannung?



Im Inneren einer Flüssigkeit sind alle Moleküle gleichermaßen von Nachbarmolekülen umgeben, wodurch sich die gegenseitigen Anziehungskräfte die Waage halten. Am Flüssigkeitsrand (Grenzfläche) hingegen ergibt sich eine resultierende Kraft, mangels symmetrischer Aufteilung der gegenseitigen Anziehungskräfte, die ins Innere der Flüssigkeit zeigt.

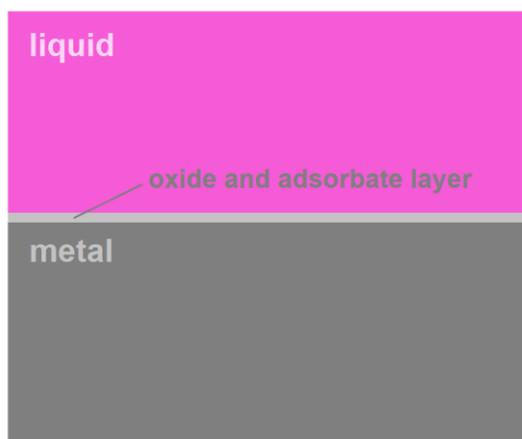
Man bezeichnet die Oberflächenspannung deswegen auch als Grenzflächenspannung. Der Begriff Grenzflächenspannung wird bei einem Übergang einer Flüssigkeit zu einem Substrat, beispielsweise einer Metalloberfläche verwendet, während man beim Übergang von der Flüssigkeit zur Luft von Oberflächenspannung spricht.



Übergang Luft / Flüssigkeit: hierbei wird der Begriff Oberflächenspannung verwendet



Übergang Flüssigkeit / Metall: die Vorgänge am Übergang bezeichnet man hierbei als Grenzflächenspannung



Bei diesem Übergang (Flüssigkeit / Metall) ist allerdings anzumerken, dass es sich streng genommen um einen Übergang einer Metalloxidschicht bzw. einer Adsorbatschicht (Kohlendioxid und Kohlenwasserstoffe an der Metalloberfläche) hin zur Flüssigkeit handelt.

### Was ist Benetzung von Metalloberflächen?

Ein Maß für die Benetzung einer Metalloberfläche durch eine aufgetragene Flüssigkeit (beispielweise in Tropfenform aber auch als Pinselstrich) ist der Randwinkel  $\Theta$ . Die Benetzung der Metalloberfläche nimmt dabei mit abnehmenden Randwinkel  $\Theta$  zu.

Beschrieben wird der Benetzungsvorgang durch die Youngsche Gleichung:

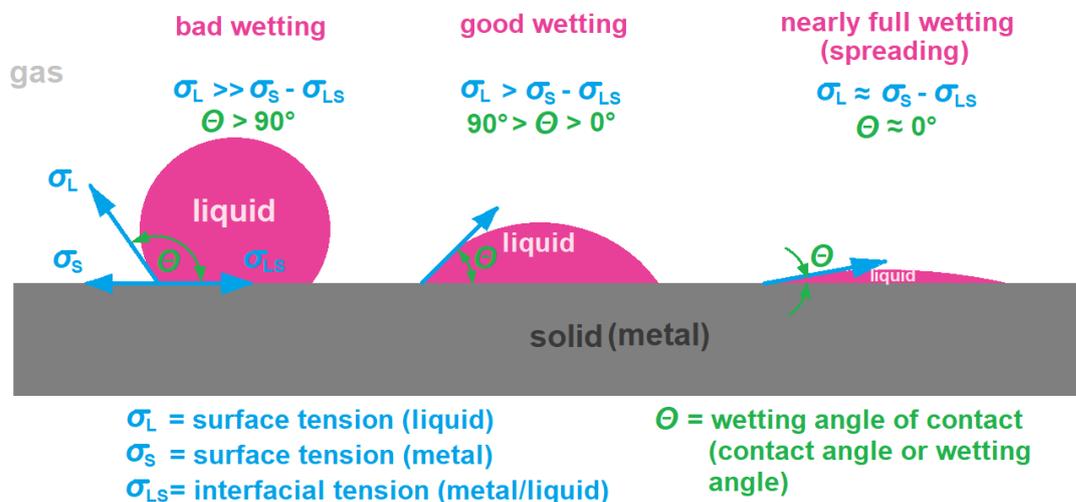
$$\cos \Theta = (\sigma_s - \sigma_{LS}) / \sigma_L$$

mit

$\sigma_L$  = Oberflächenspannung der Flüssigkeit

$\sigma_s$  = Oberflächenspannung des Metalls

$\sigma_{LS}$  = Grenzflächenspannung zwischen Metall und Flüssigkeit



Randwinkel (Kontakt- bzw. Benetzungswinkel) der Flüssigkeit auf dem Metall

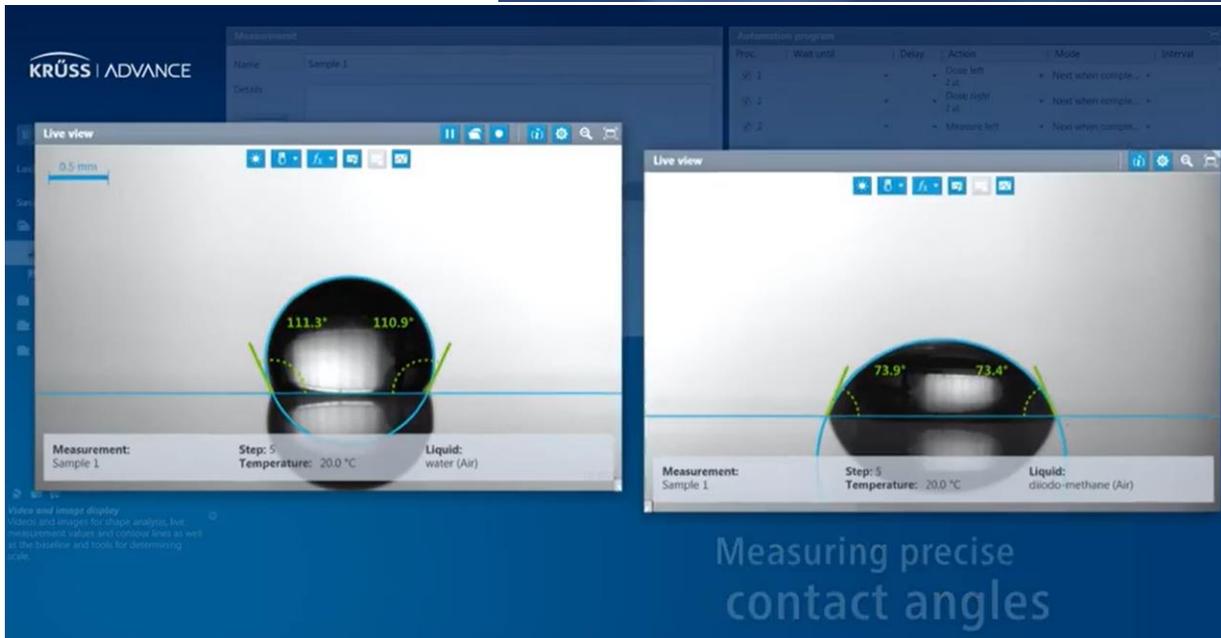
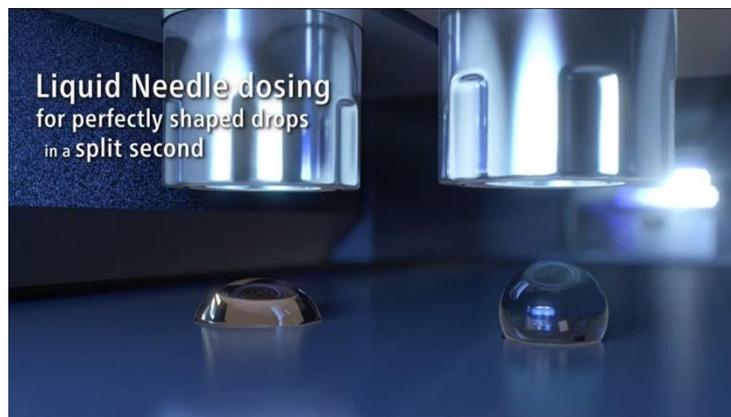
Das selbstständige Verteilen der Flüssigkeit auf der Metalloberfläche (Auseinanderlaufen des Pinselstriches oder des Tropfens, auch als Spreitung bezeichnet) wird bei einem Randwinkel von  $\Theta = 0^\circ$  (entspricht  $\cos \Theta = 1$ ) erreicht. Für die Youngsche Gleichung ergibt sich in diesem Fall:  $\sigma_L = \sigma_s - \sigma_{LS}$  ist zudem  $\sigma_{LS} \ll \sigma_s$ , gilt für die Flüssigkeit, die eine Metalloberfläche benetzen soll:  $\sigma_L < \sigma_s$ . Somit ergibt sich Folgendes: ist die Oberflächenspannung der Flüssigkeit kleiner als die Oberflächenspannung des Metalls, erfolgt eine Benetzung des Metalls durch die Flüssigkeit, ist hingegen die Oberflächenspannung der Flüssigkeit größer als die Oberflächenspannung des Metalls, findet keine Benetzung statt.

### 3.2 Bestimmung der Oberflächenspannung durch Messung des Kontaktwinkels

Die in der Fachliteratur genannten Oberflächenspannungswerte beziehen sich in erster Linie auf Metalle im flüssigen Zustand in der Nähe der jeweiligen Schmelztemperatur. Zur Ermittlung der Benetzung ist hingegen die Oberflächenspannung der mit Oxid- und Adsorbatschichten überzogenen Metalloberflächen bei Umgebungstemperatur von Bedeutung.

Eine Messmethode zur lokalen Bestimmung der Oberflächenspannung von Metalloberflächen ist die Kontaktwinkelmessung. Dabei wird ein Tropfen einer Flüssigkeit definierter Oberflächenspannung auf die Metalloberfläche aufgebracht und die Randwinkel der Tropfen werden optisch ausgewertet.

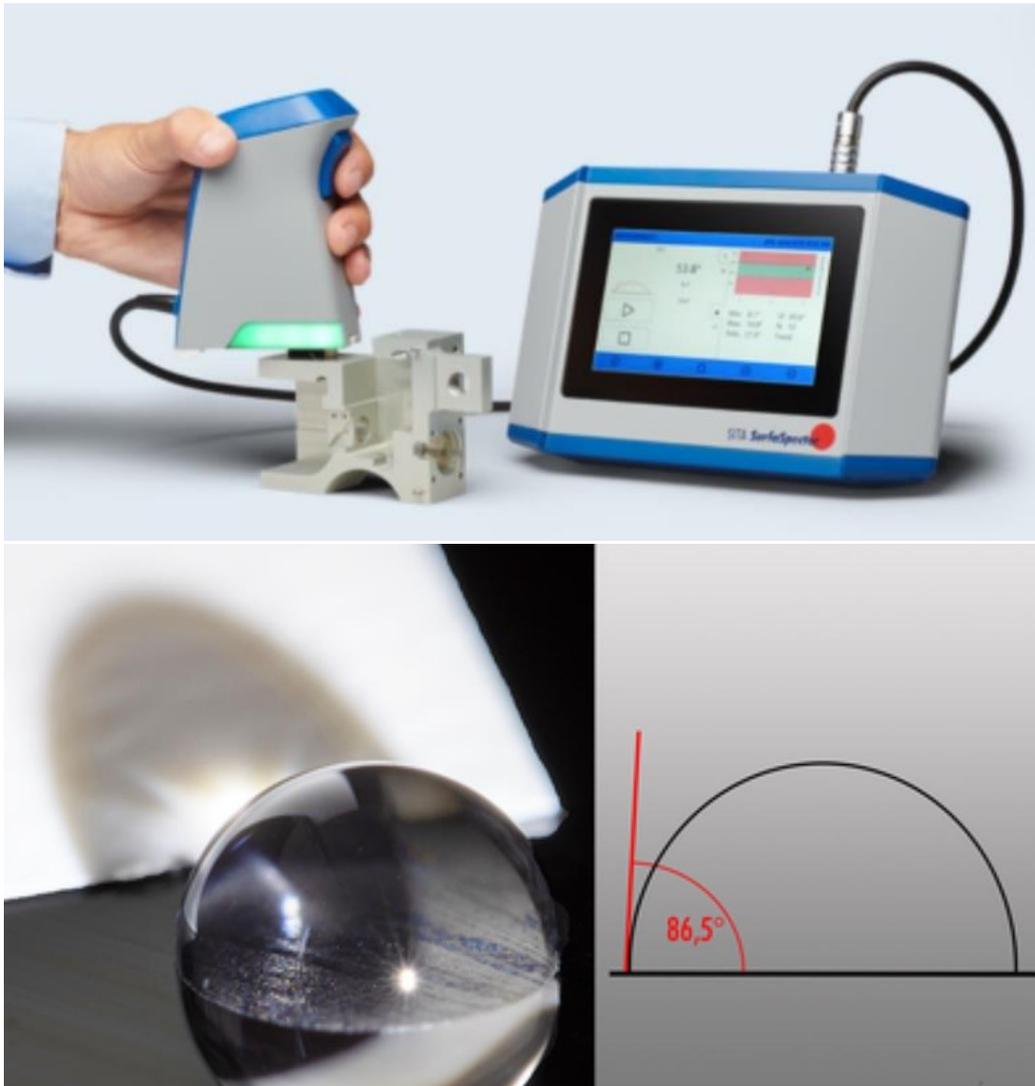
Für diese Messaufgaben sind verschiedene Messgeräte erhältlich. Der Oberflächenspannungswert (freie Oberflächenenergie) könnte beispielsweise mit dem Mobile Surface Analyzer-MSA der Fa. KRÜSS GmbH [www.kruss-scientific.com](http://www.kruss-scientific.com) ermittelt werden, hierbei werden mittels zweier Testflüssigkeiten (unterschiedlicher Oberflächenspannung) zwei Tropfen auf das zu untersuchende Metall aufgetragen und über die Bestimmung der Randwinkel kann die Oberflächenspannung des Metalls ermittelt werden.



Copyright: Krüss GmbH

Als weiterer Anbieter wäre hierbei die Firma SITA Messtechnik GmbH [www.sita-process.com](http://www.sita-process.com) zu nennen. SITA bietet ein Messsystem zur „schnellen Beurteilung der Oberflächenbenetzbarkeit im Fertigungsprozess durch Messung des Kontaktwinkels“ an. Beim SITA SurfaSpector handelt es sich um ein Handmessgerät zur Prüfung der Benetzbarkeit beispielsweise von Metalloberflächen vor und nach der Oberflächenbehandlung bzw. Reinigung. Bei dieser Methode wird ein Tropfen (1µl) Reinstwasser mittels im Sensorkopf integrierter Dosiereinheit auf der zu messenden Oberfläche aufgetragen. Mittels hochauflösender Kamera erfolgt im

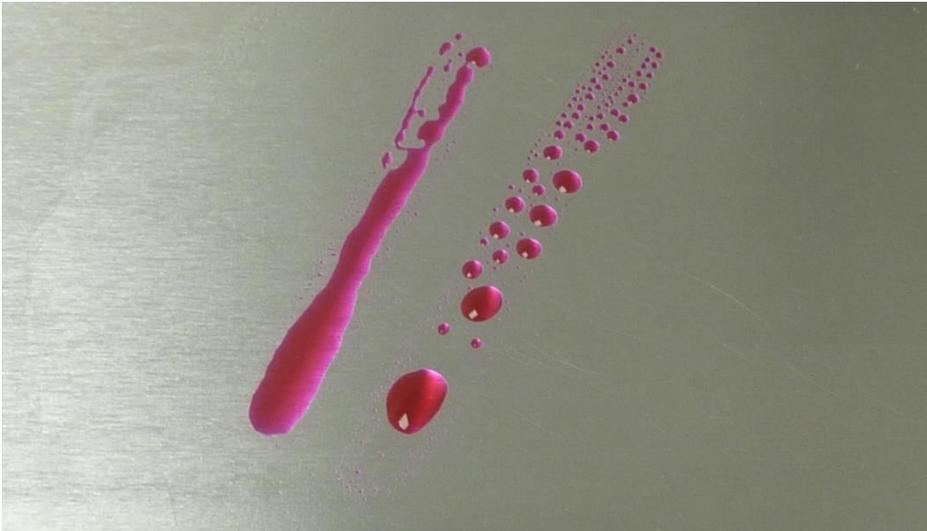
Sensorfrontend eine Erfassung der Tropfenkontur, aus der dann wiederum der Kontaktwinkel ermittelt werden kann.



Quelle: SITA Messtechnik GmbH

### 3.3 Bestimmung der Oberflächenspannung mittels Testtintenmethode

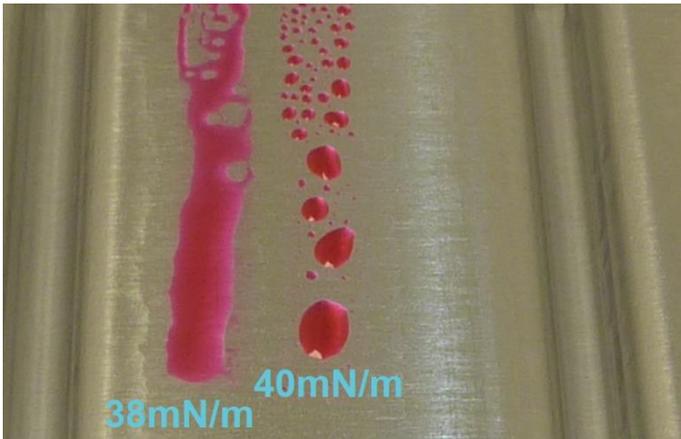
Eine weit verbreitete Methode, die Oberflächenspannung von Metallen bei Umgebungstemperatur zu ermitteln ist die Testtintenmethode. Hierbei wird Testtinte mit einer definierten Oberflächenspannung beispielsweise mit einem Pinsel auf die zu untersuchende Metalloberfläche aufgetragen. Benetzt die Testtinte die Metalloberfläche, so entspricht die Oberflächenspannung (Grenzflächenspannung) der Metalloberfläche dem der Testtinte oder liegt sogar über diesem Wert. Perlt die Testtinte hingegen von der Metalloberfläche ab, ist die Oberflächenspannung (Grenzflächenspannung) der Metalloberfläche kleiner als die Oberflächenspannung der Testtinte.



Testtinten werden beispielsweise von der Fa. arcotest GmbH [www.arcotest.info](http://www.arcotest.info) angeboten. Die Testtinten PINK decken dabei einen Oberflächenspannungsbereich von 22mN/m bis 60mN/m in Schritten von 2mN/m ab.



Wie bereits erwähnt ist eine definierte Oberflächenspannung des Substrats ein sehr wichtiger Faktor bei Beschichtungsprozessen. Was aber ist die Ursache eines zu niedrigen Oberflächenspannungswertes bei einer Metalloberfläche?



Wie bereits erwähnt, handelt es sich in der Praxis bei einer Metalloberfläche eigentlich um eine Metalloxid- und Adsorbatschicht. Sauerstoffatome sowie Kohlenstoffatome werden dabei in die Metalloberfläche mit eingebunden. Messungen haben dabei ergeben, dass eine chemisch entfettete Metalloberfläche (genauer Metalloxid- und Adsorbatoberfläche) einen Oberflächenspannungswert von  $> 60\text{mN/m}$  aufweist. Betrachtet man aber beispielsweise Stanzteile, die bedingt durch den Stanzbiegeprozess zunächst mit Öl benetzt sind und anschließend in einer handelsüblichen Reinigungsanlage gesäubert werden, kommt man auf einen Oberflächenspannungswert der Stanzteile von etwa  $38\text{mN/m}$ , im

Einzelfall auf etwa  $44\text{mN/m}$ . - Vor dem Reinigungsprozess liegt der Oberflächenspannungswert an der Metalloberfläche der Stanzteile, je nach verwendetem Stanz- und Ziehöl in der Regel unterhalb von  $30\text{mN/m}$ . –

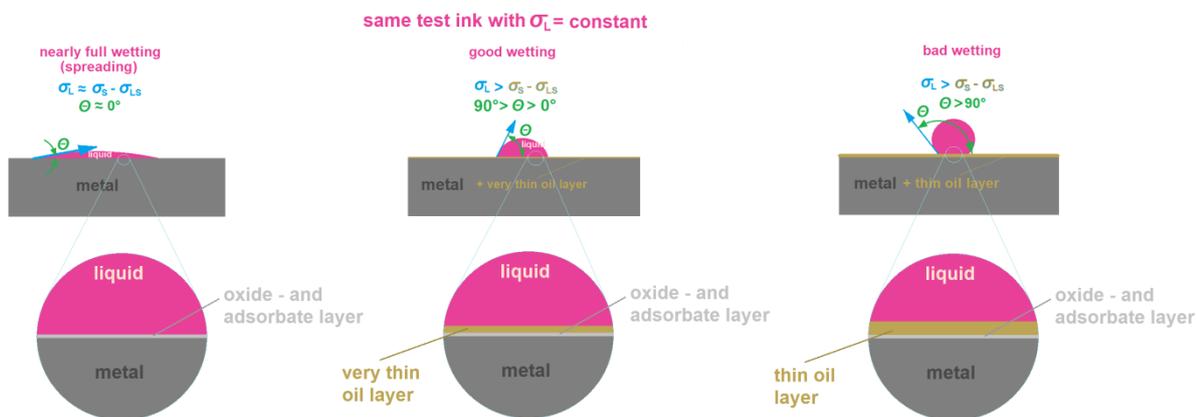
Gerade bei Stanzteilen und hierbei in erster Linie bei Steckkontakten kommt es aber auf einen hohen Oberflächenspannungswert an ( $> 38\text{mN/m}$ ), da dieser Wert auf den Restölanteil auf der Metalloberfläche hinweist. Durch Restölanteil wird der Kontaktwiderstand erhöht, was beim Steckkontaktübergang zu Leistungsminderung führen kann.

Mittels zweier Testtinten ( $38\text{mN/m}$  und  $40\text{mN/m}$ ) konnte nachgewiesen werden, dass bei dieser Kontaktoberfläche der Oberflächenspannungswert zwischen  $38\text{mN/m}$  und  $40\text{mN/m}$  liegt.

Bei der eingesetzten  $40\text{mN/m}$ -Testtinte ist eine saubere Benetzung nicht mehr gegeben (der Randwinkel  $\Theta$  weicht entsprechend stark von  $0^\circ$  ab), wohingegen bei  $38\text{mN/m}$  nahezu vollständige Spreitung erreicht wurde.

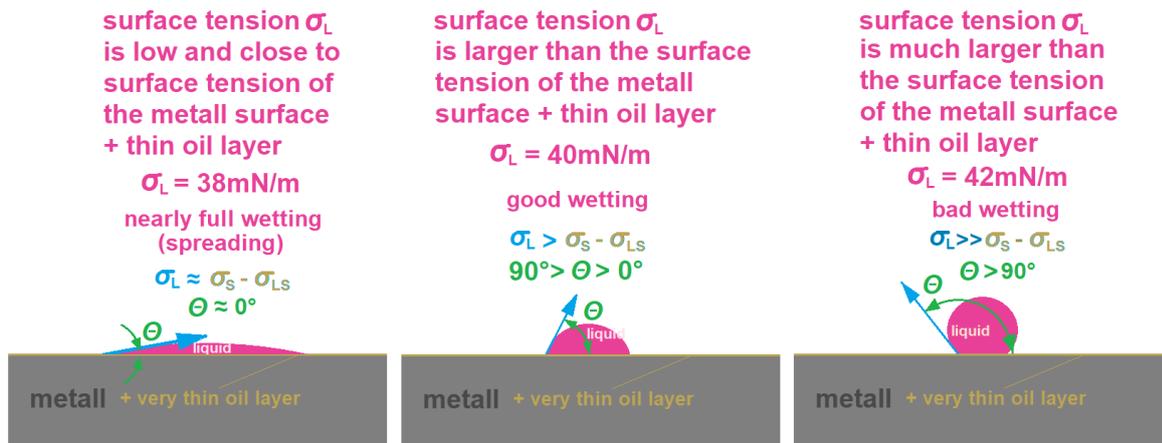
Im folgenden Diagramm ist schematisch dargestellt, wie durch eine zunehmende Ölschichtdicke die Oberflächenspannung der Kontaktoberfläche abnimmt (hierbei wird jeweils mit der gleichen Testtinte kontrolliert):

Die Benetzung der Kontaktoberfläche nimmt mit zunehmender Ölschichtdicke ab.



Zur Ermittlung der Oberflächenspannung einer Kontaktoberfläche werden der Reihe nach Testtinten mit unterschiedlicher Oberflächenspannung verwendet. Sollte die Oberflächenspannung des Kontaktteils dabei mindestens die  $38\text{mN/m}$  besitzen, könnte beispielsweise mit einer Testtinte mit dem gleichen Oberflächenspannungswert begonnen werden:  $38\text{mN/m}$  Testtinte benetzt,  $40\text{mN/m}$  Testtinte benetzt schon nicht mehr vollständig,  $42\text{mN/m}$  Testtinte perlt von der Kontaktoberfläche ab.

**same metall surface with same thin oil layer**  
 (constant surface tension of the metal surface and the thin oil layer)



Die Testtintenmethode ist ein einfaches und in der Praxis schnell umsetzbares Kontrollverfahren, das zur Stichprobenkontrolle von Bauteilen eingesetzt werden kann. Wünschenswert wäre es zwar in direkter Weise eine Auskunft über die Restölschichtdicke zu gewinnen, was sich aber in der Vergangenheit in der Praxis als schwieriges Unterfangen herausstellte.

Mittlerweile hat sich die Testtintenmethode zur Präsenzkontrolle etwaiger dünner Ölschichten im industriellen Umfeld etabliert.

Das ist auch der Grund, warum wir in den nachfolgenden Testmessungen auch die Testtintenmethode als Referenzmethode eingesetzt haben.

### 3.4 Referenzverfahren und Inline-Messung

Bei den vorgestellten Referenzverfahren zur Bestimmung der Oberflächenspannung handelt es sich um Prüfverfahren, bei dem einzelne Stichproben aus dem Produktionsprozess entnommen und diese stellvertretend für die gesamte Charge Aussagen über deren Oberflächenqualität liefern. Diese Testmethoden werden häufig im Rahmen der Labor- oder At-line-Qualitätskontrolle genutzt.

In zunehmendem Maße wird allerdings eine 100% - Kontrolle der produzierten Bauteile angestrebt, die ein Inline-Messverfahren notwendig machen.

Idealerweise würde ein Inline-Verfahren die Messwerte ausgeben, die mit denen eines bereits etablierten Referenzverfahrens, z.B. der Testtintenmethode, vergleichbar sind. Beispielsweise sollte das Inline-Messsystem Werte für die Oberflächenspannung des Bauteils in mN/m zur Anzeige bringen.

Die Inline-Sensoren der SPECTRO-M-sensoren bieten eine Kalibrierfunktion (CONVERSION), mit der die internen MIR-Werte problemlos auf die Werte des Offline-Systems (Testtintenmethode) umgerechnet werden können.

## 4 Anwendungsgebiete für die SPECTRO-M-Sensoren

Prinzipiell zeigen alle organischen Verbindungen, z.B. Polymere, Öle, ..., Schwingungsabsorption im MIR-Bereich. Allerdings stößt jedes MIR-Verfahren an seine Grenzen, wenn die organische Schicht so dick ist, dass sämtliche Anregungsenergie absorbiert und kaum Nutzsignal reflektiert wird.

Das System funktioniert allerdings sehr gut, wenn dünne organische Schichten auf nicht-organische Substrate aufgetragen werden, also Substrate die keine MIR-Absorption, aufweisen. Die Detektion von dünnen Ölschichten

auf Metallen (in der Metallverarbeitung, insbesondere im Stanzbereich) ist dementsprechend prädestiniert für den Einsatz des MIR-Messverfahrens.

Die Sensoren der SPECTRO-M-Familie eignen sich besonders für folgende Anwendungen:

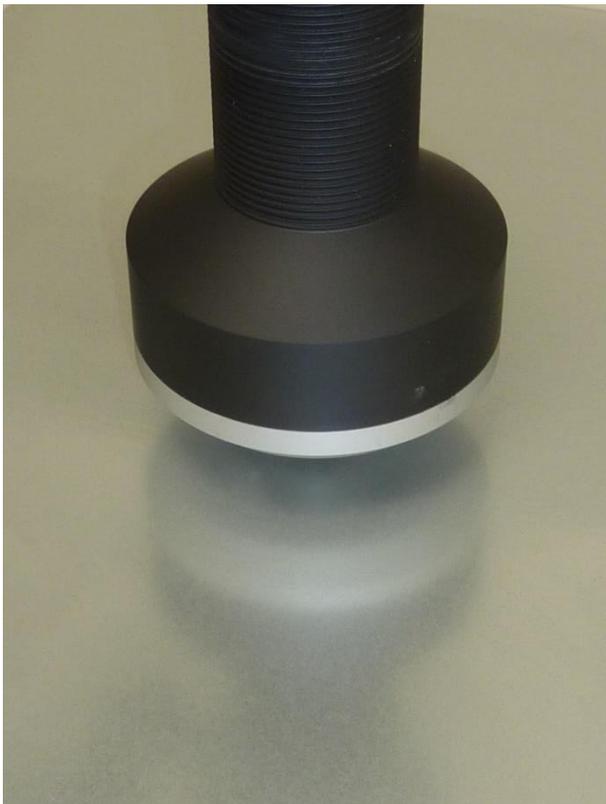
- Inline-Kontrolle der Oberflächenspannung von Metalloberflächen nach dem Reinigen
- Inline-Kontrolle der Schichtdicke von dünnen Ölaufträgen auf Metalloberflächen
- Laboranalyse für die Verdunstung von Ölen auf Metallen und Bestimmung der Restauflage

In den folgenden Abschnitten werden unsere Testmessungen an verschiedenen Ölprodukten und die angewandte Methodik beschrieben.

## 5 Testmessungen an verschiedenen Ölen

### 5.1 Motivation für die Messung von Ölschichten auf metallischen Oberflächen

Bei der Bearbeitung von Metallen während des Umformprozesses ist der Einsatz von Ölen unerlässlich. Beispielsweise sorgen Schneidöle, aufgebracht auf Metallbändern, für einen geringen Verschleiß an den Stanzwerkzeugen. Aber bei Zerspanungsprozessen leisten Bohröle einen unverzichtbaren Beitrag zum Schutz der Bohr- und Fräswerkzeuge. Des Weiteren dienen Öle als Korrosionsschutz von Halbprodukten wie Blechen aber auch Metallfolien. Nach der Weiterverarbeitung hingegen ist es erforderlich Ölrückstände von den Fertigprodukten möglichst rückstandsfrei zu entfernen. Hierzu dienen spezielle Reinigungsanlagen, in der die Metallteile gewaschen und abgeblasen werden.



Damit nun während des Aufbringens von Öl umweltschutztechnische Richtlinien eingehalten werden können und zudem auch wirtschaftliche Aspekte Beachtung finden, ist es ratsam, die Menge des Ölauftrages zu ermitteln. Mittlerweile kann die Ermittlung der jeweiligen Ölmenge auch inline, im laufenden Prozess, erfolgen. Oft werden dafür UVA-Fluoreszenzmessverfahren herangezogen. Jedoch nicht alle Öle weisen die dafür erforderlichen Fluoreszenzeigenschaften auf, und zusätzliche UV-Additive verursachen höhere Kosten.

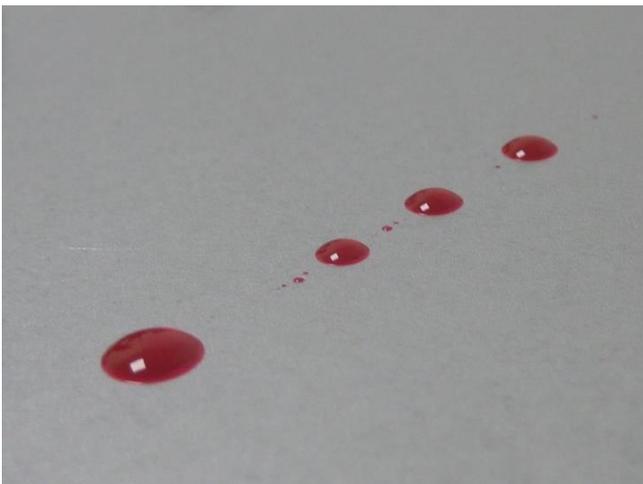
Auch die Qualitätskontrolle des Reinigungsprozesses könnte mittels Sensorik erfolgen. Die Herausforderung ist allerdings hierbei, möglichst geringe Mengen an Ölrückständen inline sicher zu erfassen. Ölrückstände senken die Oberflächenspannung und stören den nachgeschalteten Beschichtungsprozess.

Bei elektrisch leitenden Komponenten, wie z.B. Kupferschienen oder Starkstromleitungen wird ein möglichst geringer Übergangswiderstand gefordert. Eine Restölschicht würde aber diesbezüglich ein Problem darstellen, da dadurch die Leistungseffizienz in nicht unerheblichem Maße beeinträchtigt wird.

## 5.2 Testtintenmethode – ein weit verbreitetes Referenzmessverfahren für die Restölkontrolle

Bei der Messung von Ölschichten denkt man in erster Linie an eine bestimmte Schichtdicke, gemessen beispielsweise in  $\mu\text{m}$ . Eine Möglichkeit wäre die Ermittlung des Flächengewichtes des Ölfilms. Um das zu ermitteln, muss jedoch das Gewicht des gesamten Bauteils ermittelt werden. Eine präzise Waage vorausgesetzt, sowie ein exakt identisches Bauteil in nicht beöltem Zustand zur Ermittlung der Gewichts-differenz leisten dabei gute Dienste. Um nun vom Flächengewicht auf die Schichtdicke schließen zu können, ist zusätzlich die Information über die Dichte des jeweiligen Öles, sowie die Fläche des jeweiligen Bauteils erforderlich. Hierbei ist der relativ große Gewichtsunterschied zwischen der eigentlichen Ölschicht und dem Gewicht des Bauteils einer exakten Ermittlung der Ölschichtdicke nicht gerade förderlich. Zudem gesellt sich noch als weitere Fehlerquelle die Gewichts-differenz der beiden Bauteile, jeweils im nicht beölten Zustand.

Der Mangel an effektiven und wirtschaftlichen Möglichkeiten zur Messung der Restölschichtdicke dürfte der Grund dafür sein, dass sich in der Praxis eine einfache Prüfmethode zur Ermittlung der Oberflächenspannung von Metallteilen steigender Beliebtheit erfreut. Das Vorhandensein einer dünnen Ölschicht auf einer metallischen Oberfläche bewirkt eine Reduzierung der Oberflächenspannung von  $> 50\text{mN/m}$  im nicht benetzten Zustand, auf unter  $40\text{mN/m}$  mit Ölschicht (je nach Schichtdicke und Art des Öles). Zum Nachweis der jeweiligen Oberflächenspannung dienen sogenannte Testtinten, die insgesamt einen Bereich von  $30\text{mN/m}$  bis  $50\text{mN/m}$  in Zwischenschritten abdecken ( $30\text{mN/m}$ ,  $32\text{mN/m}$ ,  $34\text{mN/m}$ , ...). Die Testtinte wird dabei an die zu untersuchende Stelle mit dem im Fläschchen mitgelieferten Pinsel strichförmig aufgetragen. Perlt die Testtinte von der Oberfläche ab, wird die nächst höhere Testtinte in gleicher Weise verwendet, bis die Testtinte über einen längeren Zeitraum auf der Oberfläche haften bleibt und somit nicht abperlt. Die Oberflächenspannung liegt dann zwischen den beiden zuletzt verwendeten Testtinten. Das Prinzip ist, dass eine Abnahme der Oberflächenspannung mit der Zunahme der Ölschichtdicke einhergeht.



Die Testtinte perlt von der mit Öl benetzten Metalloberfläche ab, was auf eine Oberflächenspannung hindeutet, die kleiner ist als der auf der Testtinte ausgewiesene Wert.



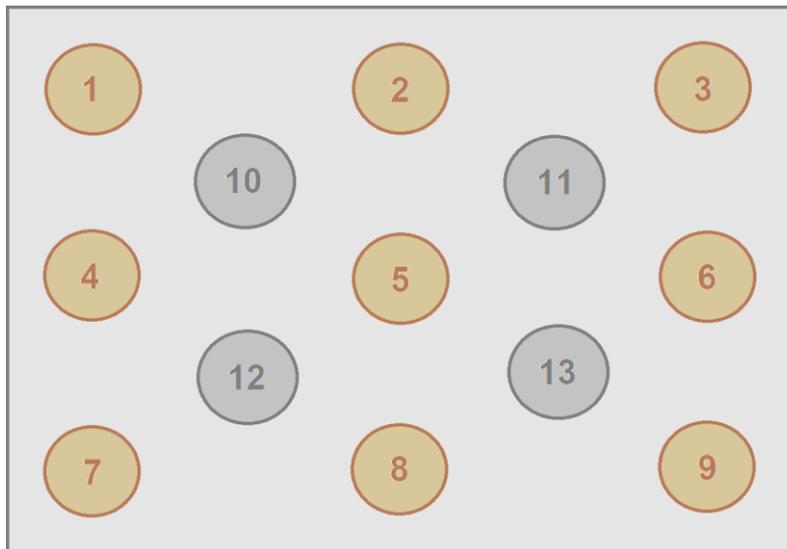
Bei dieser Abbildung bleibt die Testtinte, an der mit Öl benetzten, oder aber entfetteten Metalloberfläche, haften. Die Oberflächenspannung der Metalloberfläche ist demnach höher als der angegebene Wert der Testtinte.

### 5.3 Messaufbau und Methodik

Für die Labormessungen wurde der SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) mit einem Abstandshalter bzw. Offline-Aufsatz ausgerüstet. (siehe rechts)

Mit Hilfe der PC-Software SPECTRO MIR Scope v1.0 wurde der Sensor für die Tests konfiguriert, die RECORDER-Funktion ermöglichte die Aufzeichnung und den Export der Messwerte in Excel®, das zur Aufbereitung der Daten benutzt wurde.

Als Messobjekt wurde eine entfettete Edelstahlplatte verwendet, auf dessen Oberfläche verschieden dicke Ölschichten (die Ölschichten dürften sich dabei im Bereich zwischen  $<1\mu\text{m}$  und ca.  $20\mu\text{m}$  bewegen) des jeweils gleichen Öls aufgetragen wurden. Hierbei wurde mittels verschieden großer Ölmengen (in den Sektoren 1,2,3: mittlere Ölmenge, in den Sektoren 4,5,6: geringe Ölmenge und in den Sektoren 7,8,9: üppige Ölmenge) getestet. Anschließend wurde der Ölfleck jeweils über einen Durchmesser in etwa von 60mm mittels Einwegtuch homogen verstrichen. Dieser Vorgang erfolgte in allen der genannten Sektoren. Ferner wurde die bereits verstrichene Ölmenge die Sektoren 2,3,5,6,8 und 9 ein weiteres Mal mittels Einwegtuch verstrichen, ohne dabei den Durchmesser des jeweiligen Sektors zu verändern. Dieser Vorgang wurde in den Sektoren 3,6 und 9 ein weiteres Mal wiederholt.



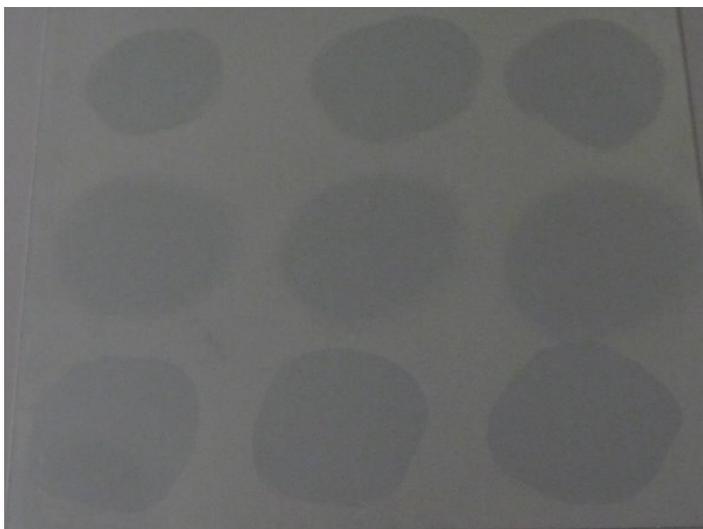
Anmerkungen zu den Probenblechen:

1,2 und 3: mittlere Schichtdicken (von 1 nach 3 abnehmend)

4,5 und 6: geringe Schichtdicken (von 4 nach 6 abnehmend)

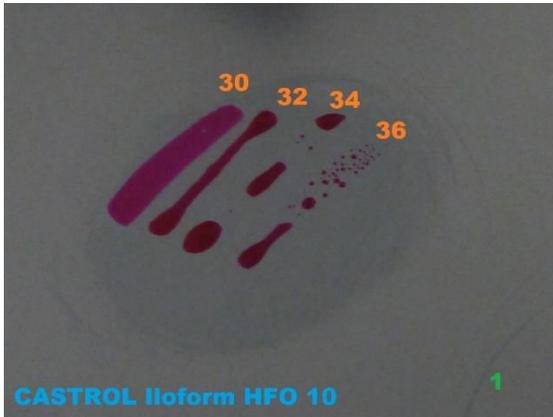
7,8 und 9: große Schichtdicken (von 7 nach 9 abnehmend)

10,11,12 und 13: Sektoren, die zur Referenzmessung dienen (Sektoren ohne Ölauftrag).



Edelstahlplatte mit den 9 verschiedenen Sektoren. Nach den jeweiligen Tests mit einer bestimmten Ölsorte wurde die Metallplatte nahezu rückstandslos vom Öl gereinigt (entfettet). Damit geprüft werden kann, ob das Öl von vorhergehenden Tests von der Metalloberfläche entfernt worden ist, wurde auch zwischen den einzelnen Ölaufträgen (Sektoren 1-9) gemessen. Diese Bereiche wurden als Sektoren 10-13 bezeichnet.

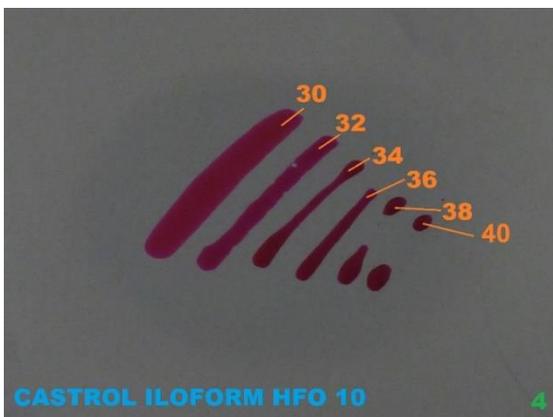
Wie eingangs schon erwähnt, dient als Bezug zu den jeweiligen Messungen die Prüfung Oberflächenspannung mittels Testtintenmethode in den jeweiligen Sektoren. Diese wurde mit Hilfe der zur Verfügung stehenden Testtinten (von 30mN/m bis 50mN/m) Sensortypen je Ölsorte ermittelt. Das geschah nach der Messung mit drei verschiedenen SI-Sensorsystemen, da die aufgetragene Testtinte die optischen Messergebnisse beeinflussen würde.



Ölprobe: CASTROL Iloform HFO 10

Testtinten: 30mN/m, 32mN/m, 34mN/m sowie 36mN/m

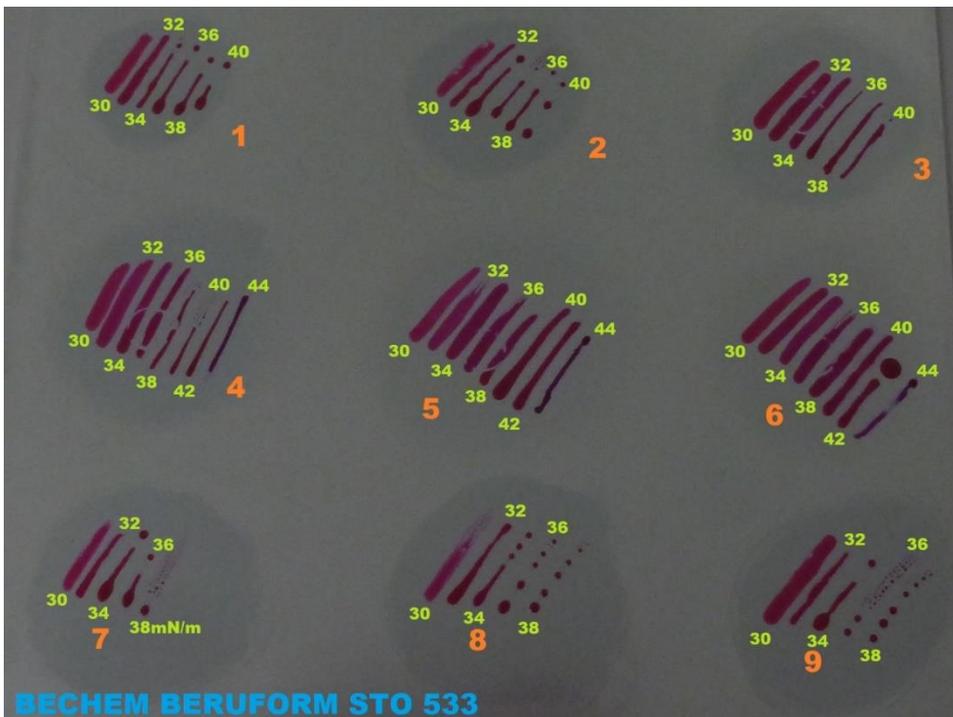
Sektor: 1



Ölprobe: CASTROL Iloform HFO 10

Testtinten: 30mN/m, 32mN/m, 34mN/m, 36mN/m, 38mN/m und 40mN/m

Sektor: 4



Ölprobe: BECHEM BERUFORM STO 533, verwendete Testtinten: 30mN/m bis 44mN/m in den 9 verschiedenen Sektoren

## 5.4 Liste der getesteten Öltypen

Folgende Öle standen für die Tests zur Verfügung:

- CASTROL HFO10
- BECHEM STO533
- Z+G KTL N16
- BECHEM KFP95
- BECHEM MF85
- WILKE 628
- WISURA AK3614SF
- RAZIOL CLF11S
- RAZIOL CLF11L
- TRUMPF C462
- TRUMPF B30
- TRUMPF SRH/5
- TRUMPF AKAMIN
- OW 30 NEUTRAL
- OW 30 0.01% GRÜN
- OW 30 0.01% UV-FARBE

Vergleich der Oberflächenspannung der verschiedenen Öle bei in etwa gleicher Ölschichtdicke



Bei der Untersuchung der verschiedenen Öle hat sich gezeigt, dass die Oberflächenspannung bei in etwa gleicher Ölschichtdicke in Abhängigkeit vom jeweiligen Öl unterschiedliche Werte einnimmt:

Verglichen wurden dabei die Oberflächenspannungswerte jeweils im Sektor 6, also der geringsten aufgetragenen Ölmenge (Schichtdicke etwa  $<1\mu\text{m}$ ). Ein Rückschluss von der Oberflächenspannung auf die Ölschichtdicke ist also ohne Kenntnis des Öles nicht möglich.

## 5.5 Ölrückstandskontrolle mit dem SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)

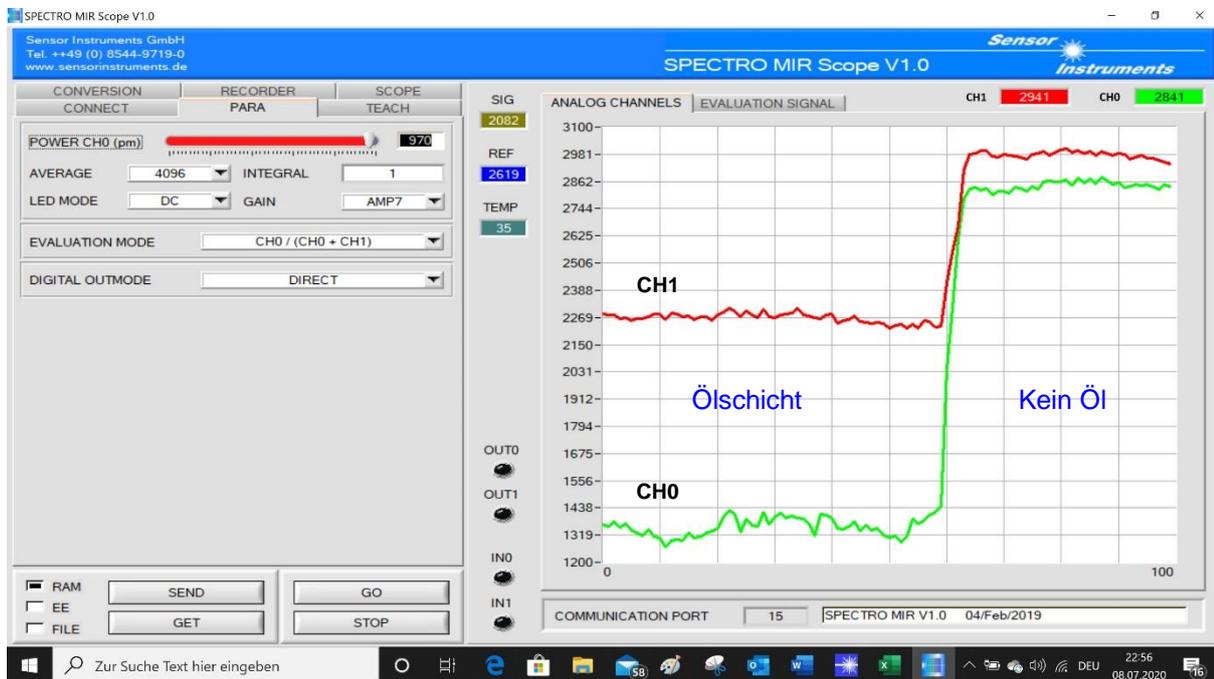
### 5.5.1 MIR-Sensor und Anwendung

Mit dem **SPECTRO-M-10-MIR/(MIR/MIR1)** wurden die Messstellen 1-9 nacheinander im Arbeitsabstand von 10mm gemessen, während die Positionen 10-13 als Referenzorte dienten. Der normierte Messwert ergibt sich aus den beiden ermittelten Messwerten der beiden Messfenster im MIR –



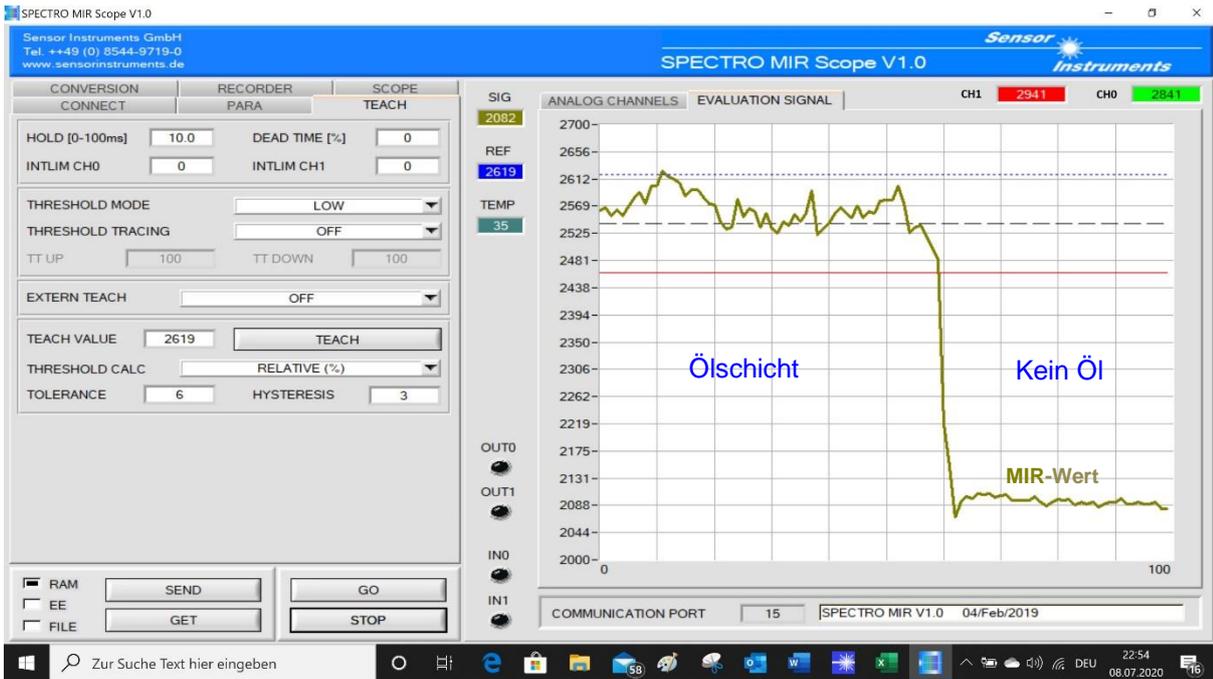
Während der Messungen wurde mittels serieller Schnittstelle eine Verbindung zum PC hergestellt. Die Parametrisierung der Sensorik sowie die numerische sowie graphische Anzeige der Messdaten erfolgte dabei über die Windows® - Software **SPECTRO MIR Scope V1.0**.

Per Software kann man über EVALUATION MODE wählen, wie das Normsignal gebildet wird:  $MIR = CH0/(CH+CH1)$  oder  $MIR = CH1/(CH0+CH1)$



Durch die Ölschicht ändern sich auch die optischen Eigenschaften der Metalloberfläche, die Oberfläche wird dunkler und dadurch wird auch die optische Reflexion an beiden Kanälen reduziert.

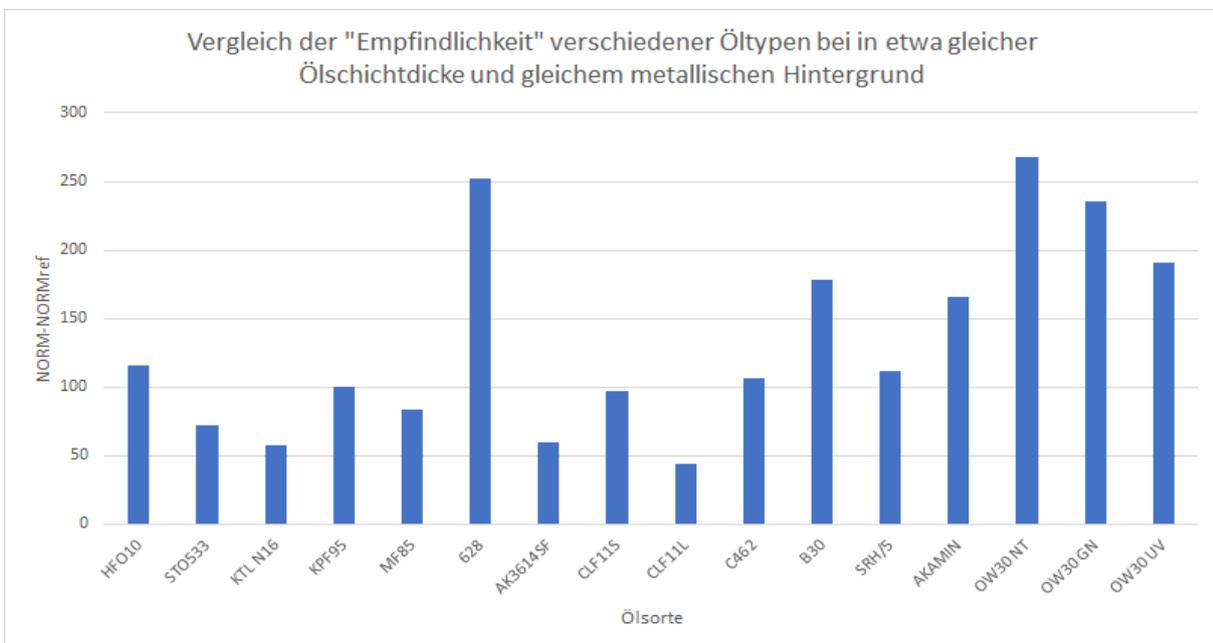
Neben der Anzeige der beiden Messwerte CH1 (Referenzwert bei 4µm) und CH0 (Messwert bei 3µm) wird auch der normierte  $SIG = MIR\text{-Wert} = CH1/(CH0+CH1) \times 4095$  dargestellt.



Anzeige des normierter MIR-Wertes =  $SIG = CH1 / (CH0 + CH1)$

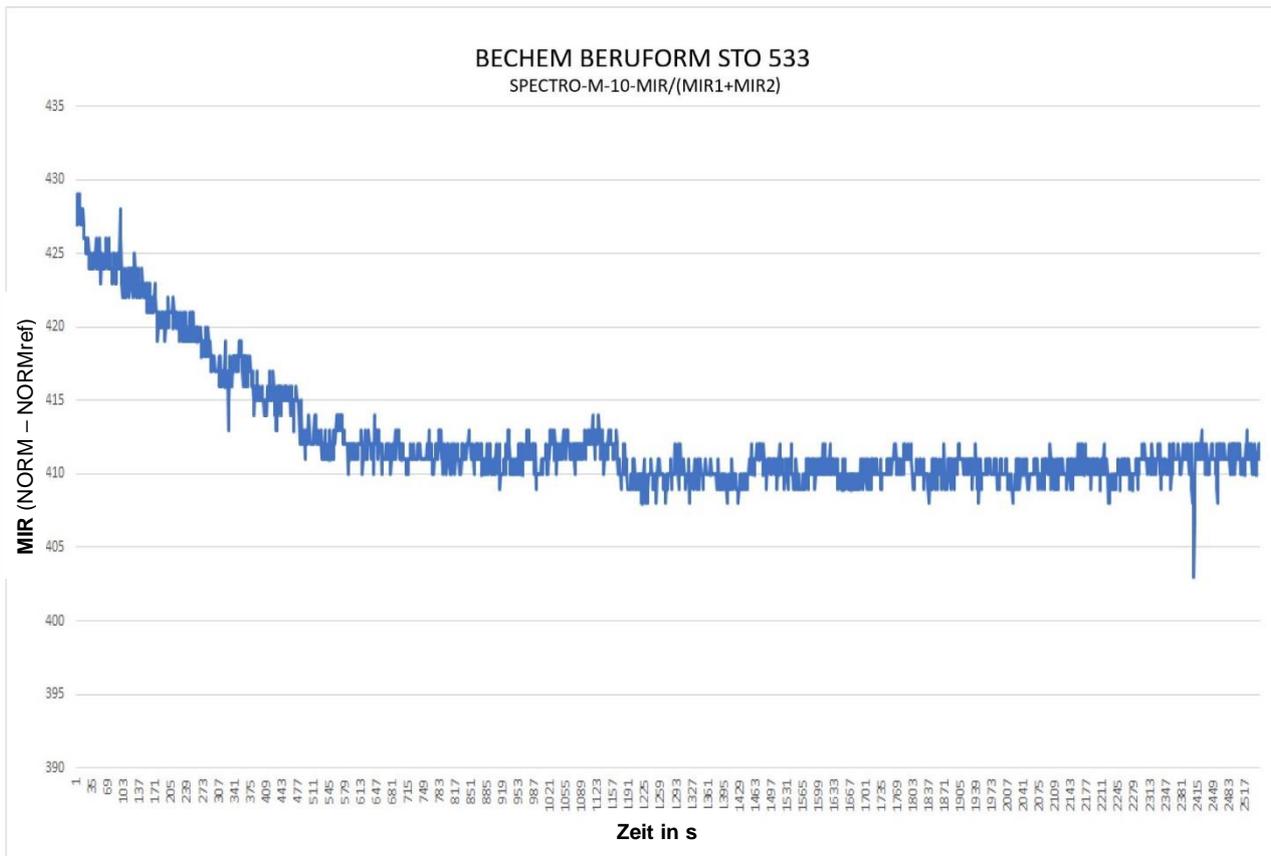
Für eine Inline-Messung kann auch auf die PC-Software „MIR Monitoring“ zurückgegriffen werden. Dem Anlagenbediener kann damit während der Produktion via Säulendiagramm die aktuelle Qualitätssituation sowie der Trend auf einem PC-Monitor angezeigt werden. Ferner gibt es die Möglichkeit, die Messdaten im ASCII-Format aufzuzeichnen und abzuspeichern, so dass diese anschließend mit einem Tabellenkalkulationsprogramm, z.B. Excel®, ausgewertet werden können.

### 5.5.2 Vergleich der Empfindlichkeiten der verschiedenen Öle bei gleicher Ölschichtdicke



Auch bei der MIR-Messmethode konnten zwischen den verschiedenen Ölsorten (bei vergleichbarer Schichtdicke) Empfindlichkeitsunterschiede festgestellt werden. Im Vergleich zu den beiden UV-Messmethoden konnten hierbei allerdings alle Ölsorten detektiert werden und der Unterschied zwischen der empfindlichsten und unempfindlichsten Probe beträgt gerade einmal Faktor 7.

### 5.5.3 Abhängigkeit des MIR-Messsignals von der Zeit



Manche der untersuchten Öle zeigten Verdunstungseigenschaften. Das heißt, bei Beobachtung über einen längeren Zeitraum wurde das gemessene Signal schwächer, bis es sich auf einen bestimmten Wert einstellte. Bei diesen Ölen haben wir Testmessungen über einen längeren Zeitraum durchgeführt, um dieses Verhalten zu untersuchen. Dabei wurde die Sensorik auf eine Messstelle, die mit einem Ölfilm einer bestimmten Ölsorte versehen wurde, platziert und anschließend erfolgte eine Messdatenaufzeichnung über einen längeren Zeitraum (ca. 43 min.).

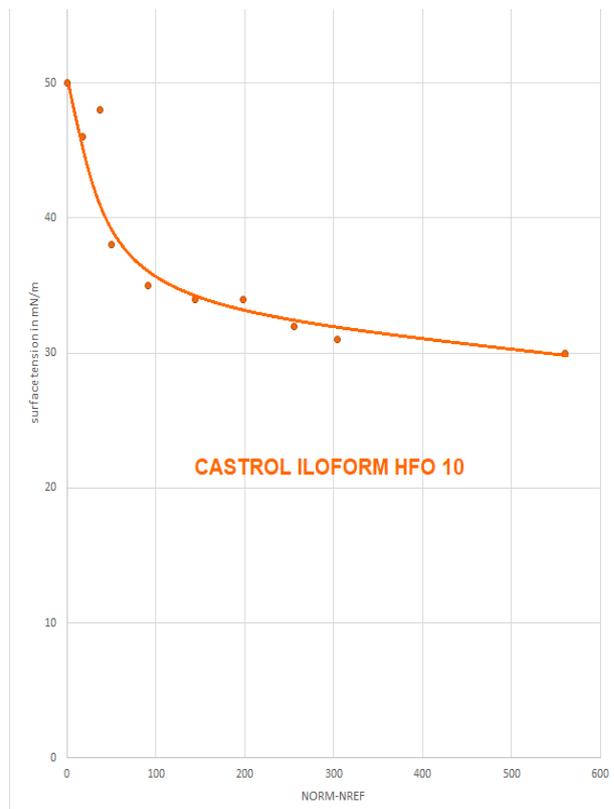
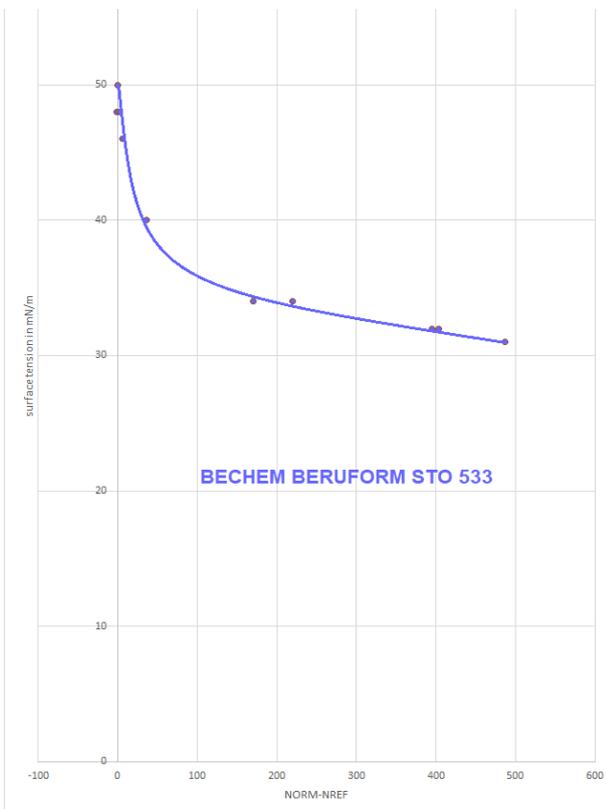
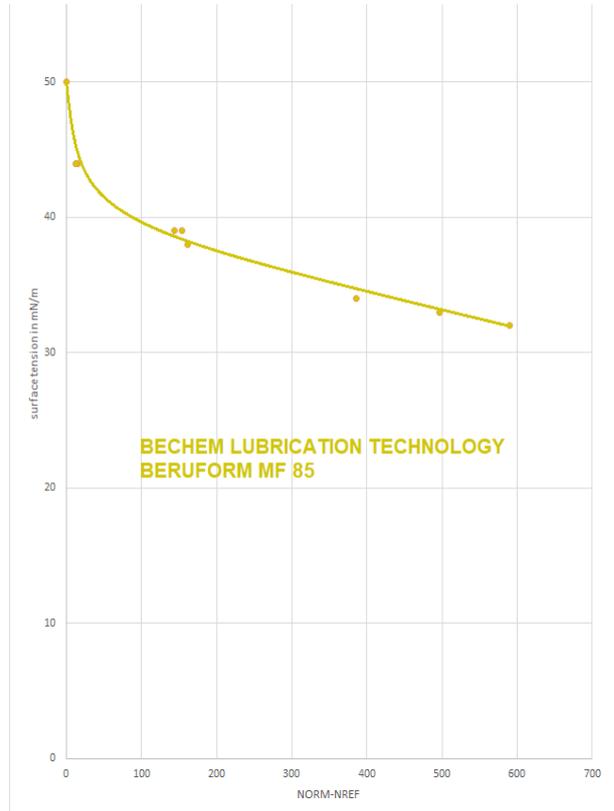
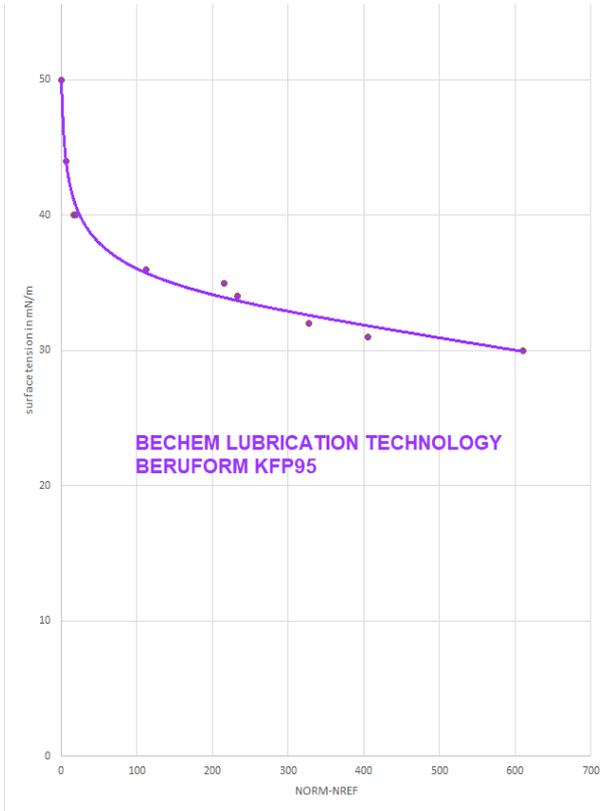
Bei dem Öl BECHEM BERUFORM STO 533 konnte ein Rückgang des normierten Bereichs von ca. 5% bezüglich des Anfangssignals festgestellt werden (was einem Faktor in etwa von 1.05 entspricht). Der beobachtete Effekt lässt sich wahrscheinlich darauf zurückführen, dass ein Teil des Öls verdunstet und sich dann ein Gleichgewicht einstellt.

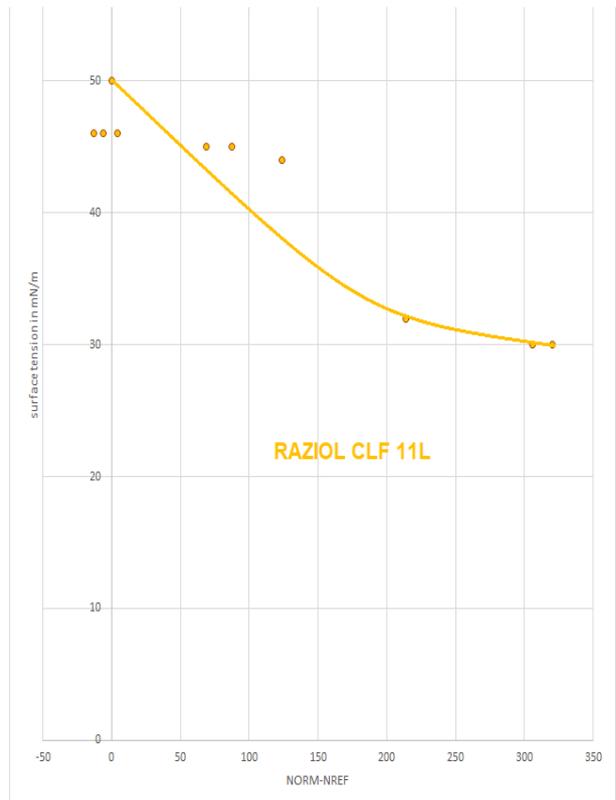
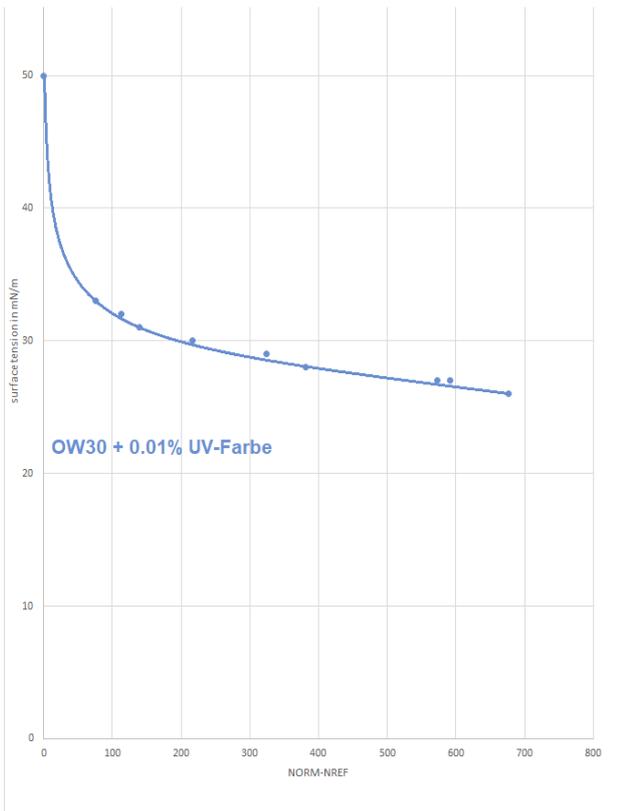
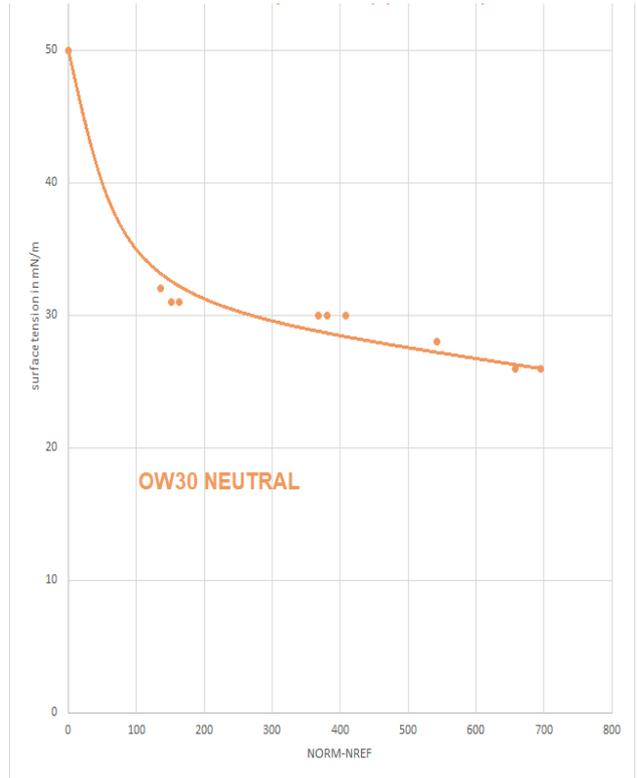
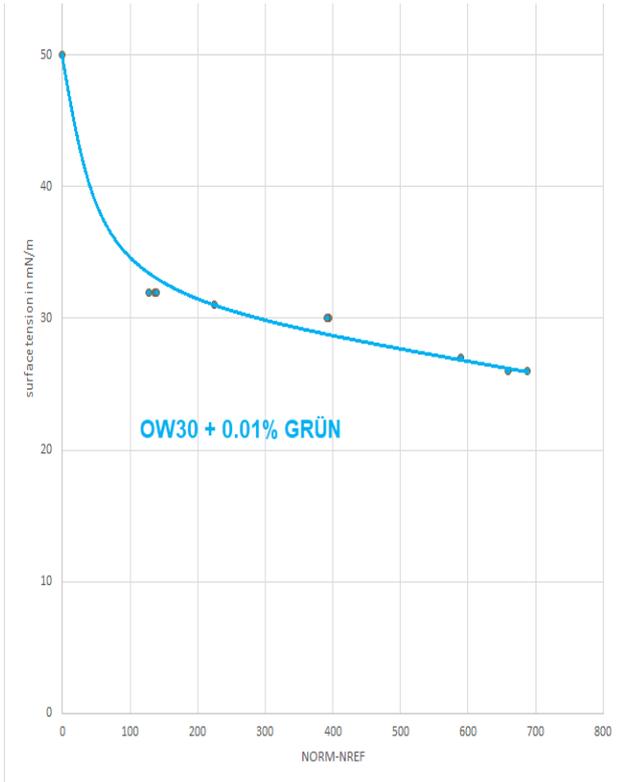
Da im MIR-Bereich die Energie der Anregung um den Faktor 10 geringer ist, als bei Verfahren mit UVA und UVC, sollte der Einfluss der MIR-Anregung auf die Polymerverbindungen und damit auf die Messung wesentlich geringer ausfallen als bei vergleichsweise hochenergetischer UV-Anregung.

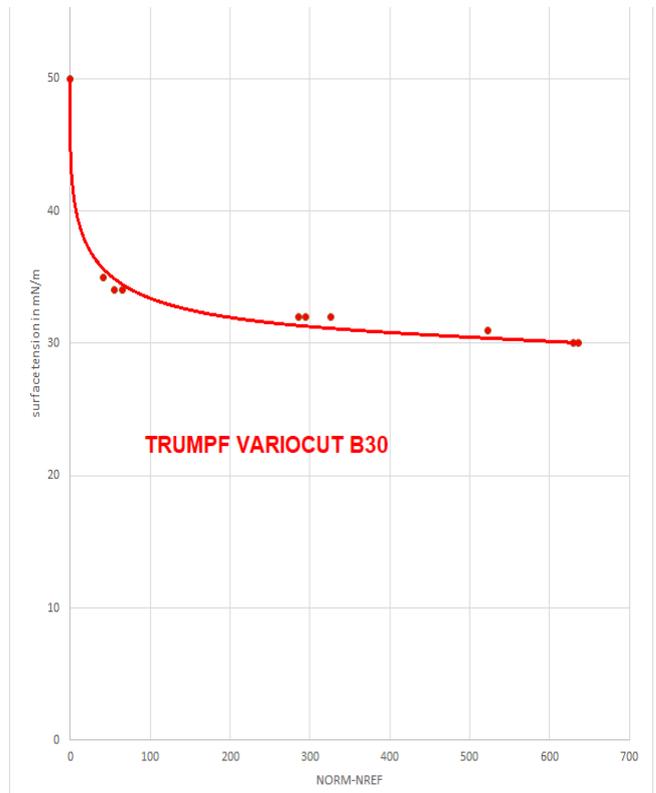
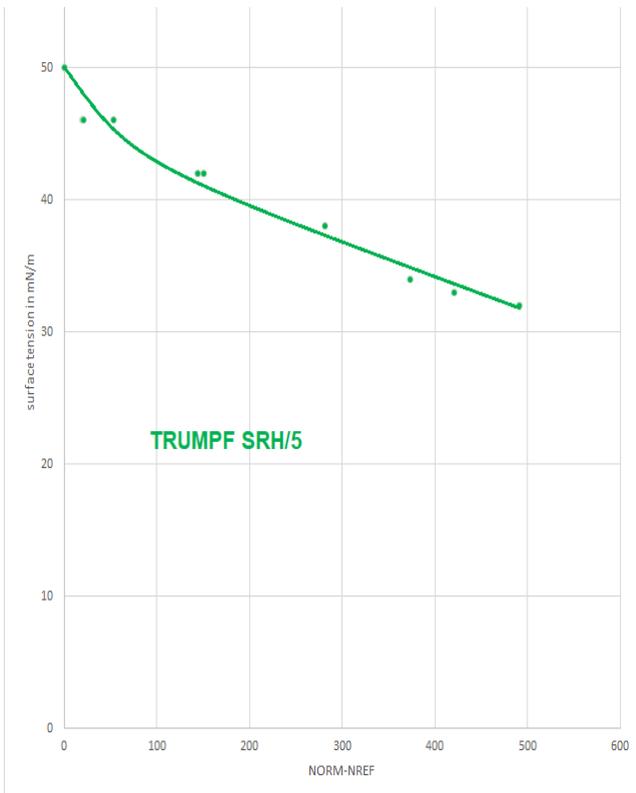
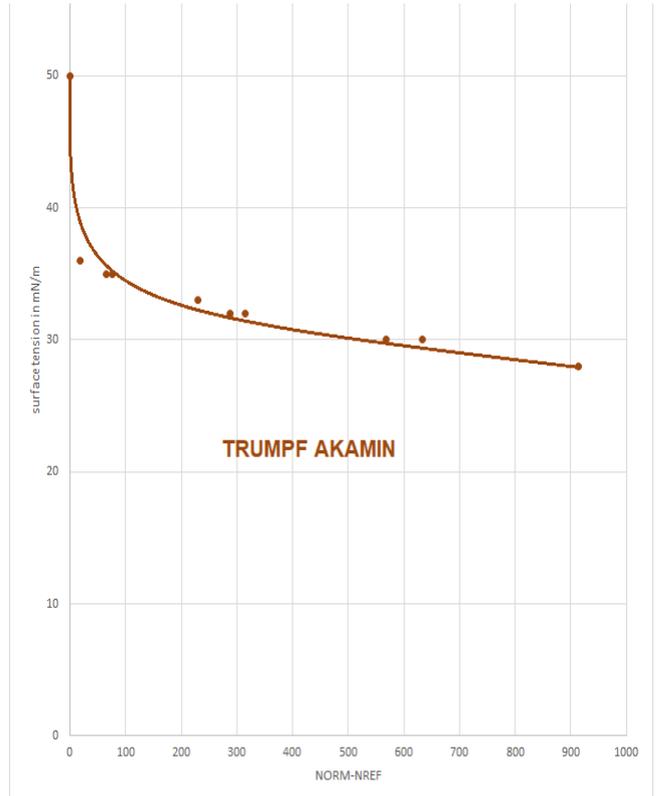
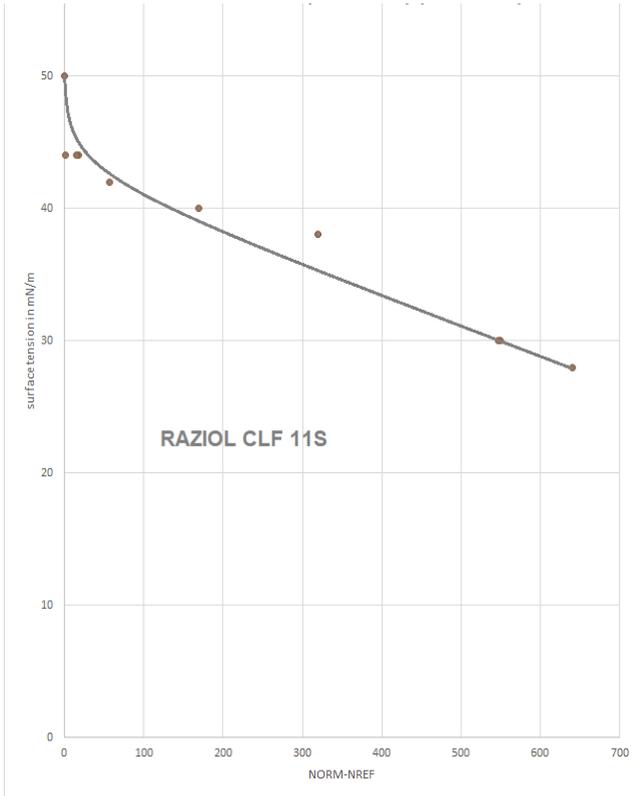
### 5.5.4 Korrelation des MIR-Signals und der gemessenen Oberflächenspannung pro Ölsorte

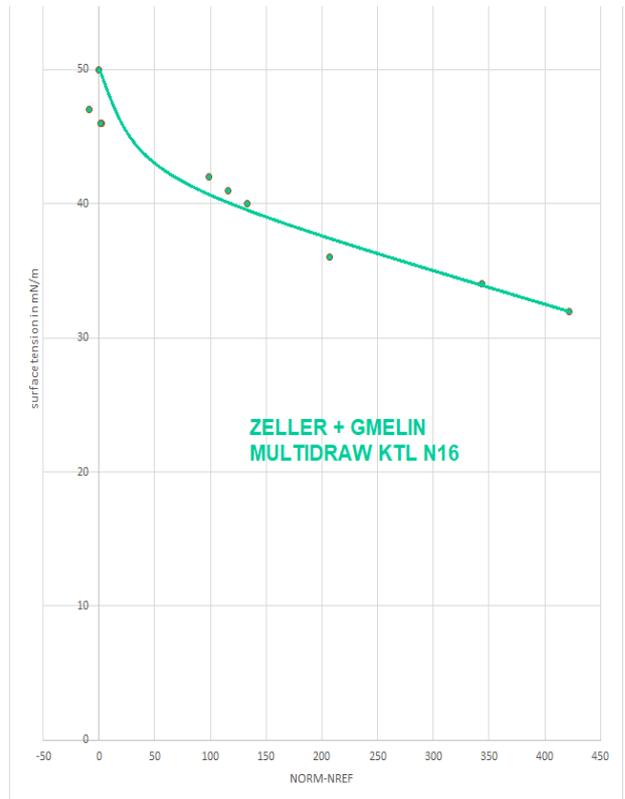
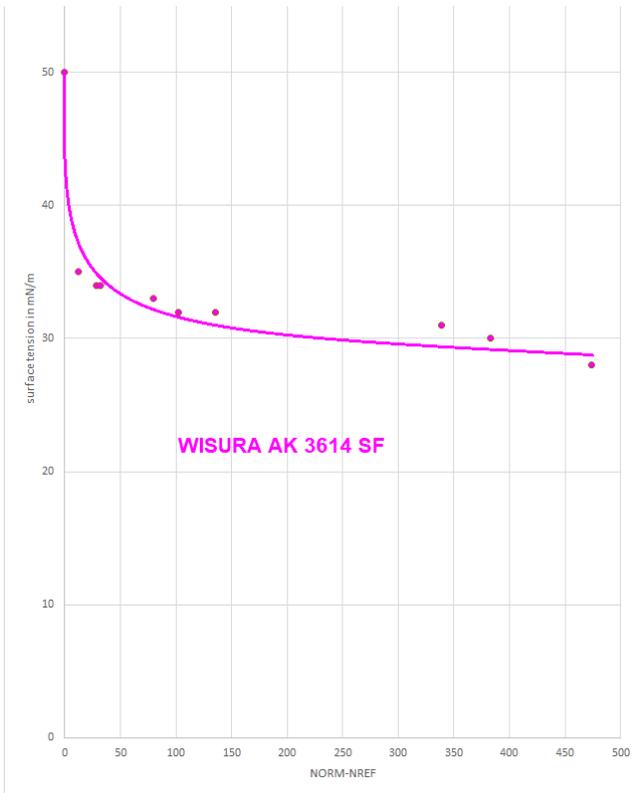
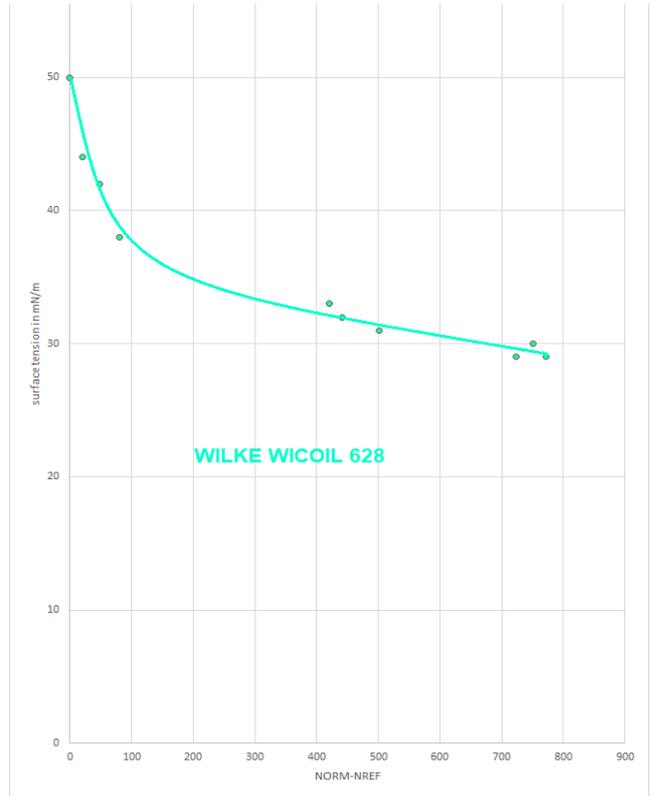
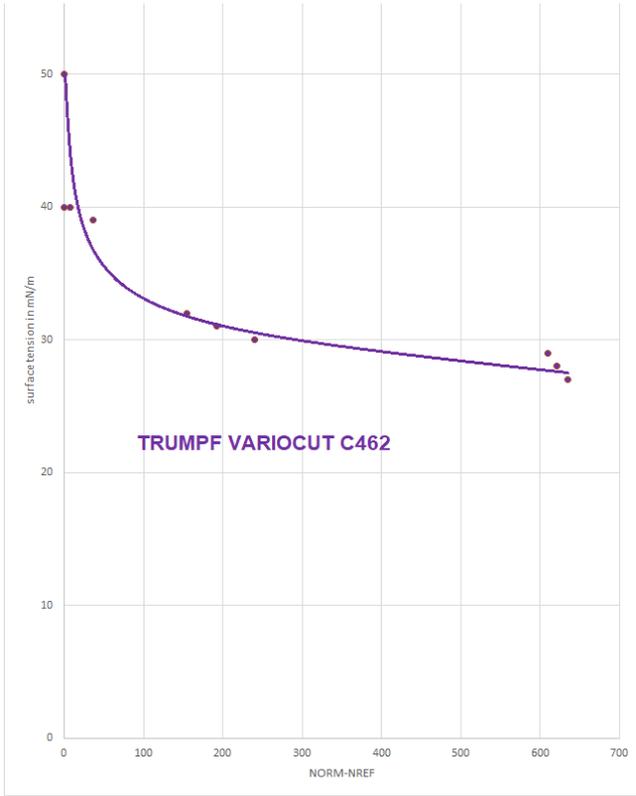
Die Ölsorten wurden auf den Positionen 1 - 9 (**NORM**) gemessen, nachdem zunächst auf den vier Referenzpositionen (Position 10, 11, 12, 13) ein mittlerer Referenzwert gebildet (**NORMref**) wurde. Die Differenz aus den beiden Werten **NORM - NORMref** dient als Maß für die Oberflächenspannung.

Die nachfolgenden Grafiken dokumentieren die Messergebnisse. Auf der Ordinate (x-Achse) wurden die gemessenen MIR-Werte = **NORM - NORMref** des SPECTRO-M-10-MIR aufgetragen, auf der Koordinate (y-Achse) die Werte der Oberflächenspannung in **mN/m**, die mit der roten Testtintenmethode ermittelt wurden.

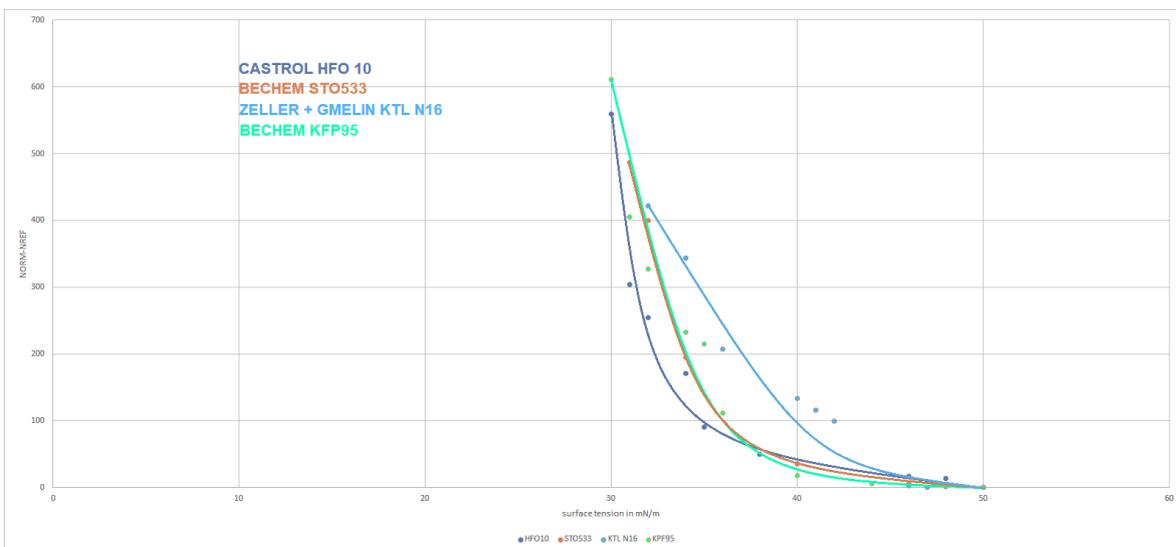
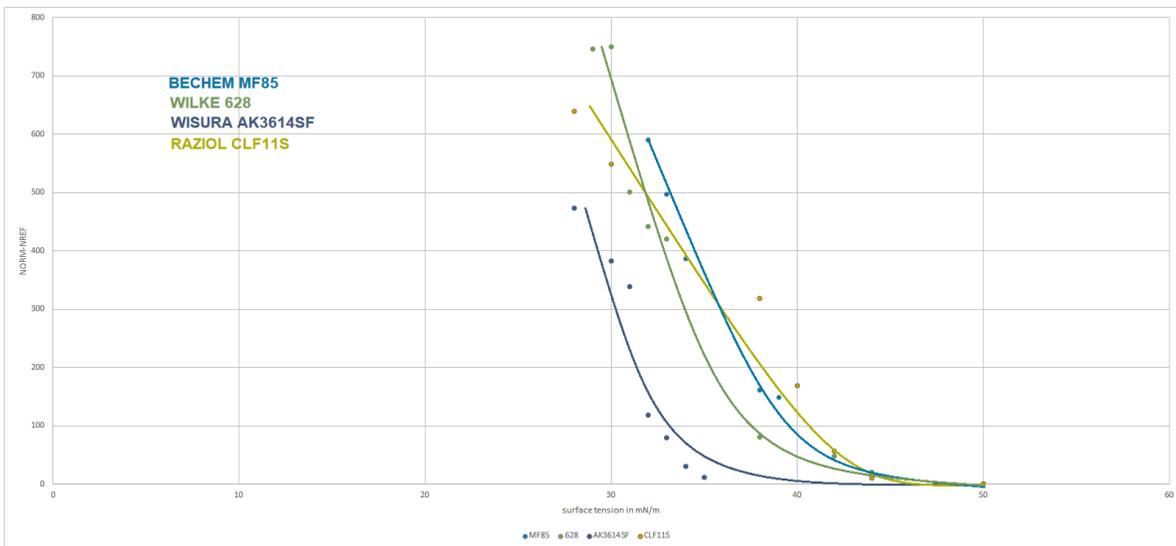
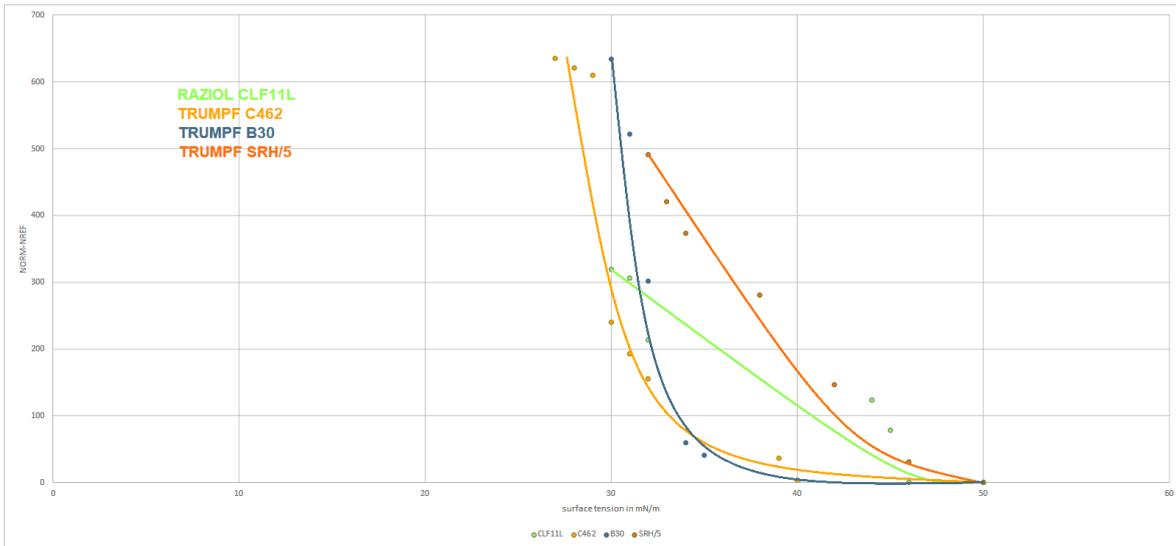


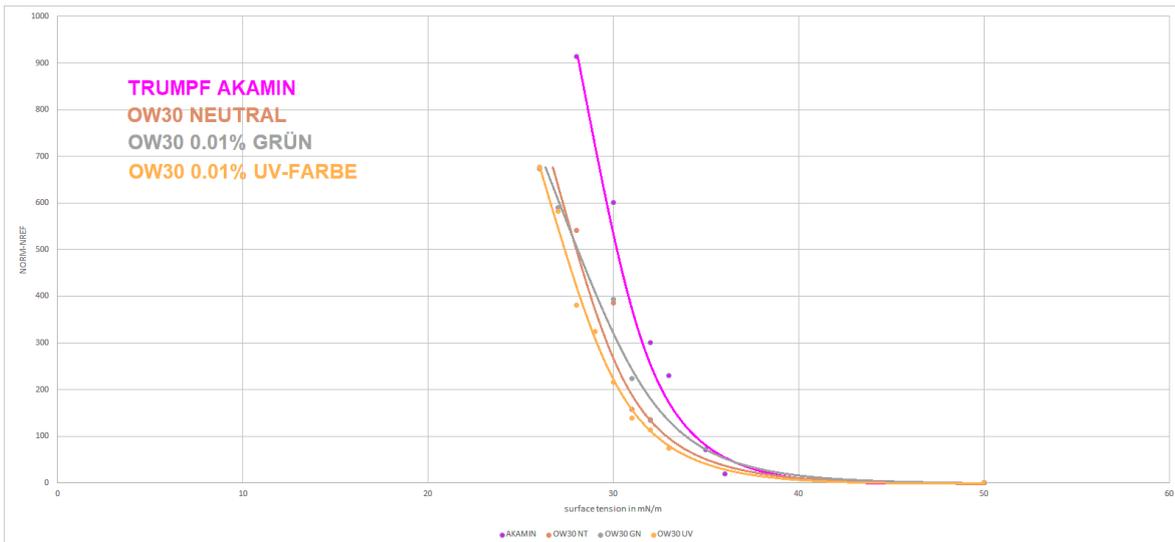






### 5.5.5 Vergleich der MIR-Messwerte in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung





Aus den Messkurven ist ersichtlich, dass auch bei der MIR-Messmethode eine Hintergrundkalibrierung (Normref) auf die zugrundeliegende Metalloberfläche empfehlenswert ist. Um dann das Referenzmessverfahren zu kalibrieren sollten dann ausgewählte Ölaufgaben mit beiden Methoden vermessen und die Werte im CONVERSION-Tool der SPECTRO MIR Scope-Software eingegeben werden.

Beide Kalibrierungen kann dabei mittels Windows® - Software **SPECTRO MIR Scope V1.0** vom Anwender durchgeführt werden. Zusätzlich zum jeweiligen NORM-Wert wird dann auch der Wert der Oberflächenspannung mit angezeigt.

### 5.5.6 Vergleich der MIR-Methode mit UVA- und UVC-Sensoren

Parallel zu den Messungen mit dem MIR-System wurden die gleichen Öle auch mit UV-Sensoren (UVA und UVC) von Sensor Instruments getestet.

Beim SPECTRO-1-FIO-(UVC/UVC) handelt es sich um einen Lichtleitersensor mit Anregung im UVC (265nm) mit dem die Reflexion/Absorption im UVC erfasst wird, während der SPECTRO-3-30-UV/BL-MSM-ANA ein Fluoreszenz-Sensor mit UVA-Anregung (Hochleistungs-LED, 365nm) ist, der Emission im sichtbaren Bereich (typ. 450nm – 700nm) auswertet.

Aufgrund der Eigenschaften der getesteten Öltypen konnten die beiden UV-Sensoren nicht alle Öle erfassen, da einige keine oder kaum auswertbare UVA-Fluoreszenz oder UVC-Absorption, zeigten. Die folgende Tabelle vergleicht das MIR- mit den zwei UV-Messverfahren hinsichtlich ihrer Eignung zur Messung der getesteten Öltypen.

**Welche Öle eignen sich für das jeweilige Messverfahren (grün: geeignet, rot: ungeeignet):**



**Weitere wichtige Merkmale der angewendeten Messverfahren im Vergleich:**

Messverfahren	UVC	UVA	MIR
Empfindlichkeitsunterschiedsfaktor der verschiedenen Ölsorten	22	61	7
Signalabschwächungsfaktor bei Langzeitbelichtung	2	3	1.05
Fremdlichempfindlichkeit gegenüber Kunstlicht (LED - Weißlicht)	mittel	stark	gering
Messabstand in mm	5	15 (11)*	10
Detektionsbereich in mm	5	12 (1)*	10

\* für das UVA - Messverfahren gibt es auch eine Lichtleiterversion, womit entsprechend kleine Detektionsbereiche erreicht werden können.

Im Vergleich zu den UV-Messverfahren mit Lichtleiter (kleiner Messfleck) bedarf es beim SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) es eine etwas größeren Testfläche, die plan sein sollte. Bei allen anderen Kriterien schneidet dieses Verfahren im Vergleich zu den UV-Verfahren allerdings besser ab. Als einer der wesentlichen Vorteile des MIR-Messverfahrens dürfte die normierte Auswertung gelten. Diese kann zwar nicht die individuelle Kalibrierung je Ölart und Metalloberfläche ersetzen, dennoch können Variationen der Metalloberfläche, sowie eventuelle Intensitätsdrift der eingesetzten Lichtquelle weitestgehend kompensiert werden. Bei Verwendung von Kunstlicht (LED-Weißlichtlampen) zur Raumbeleuchtung (Umgebungslicht) ist zudem keine Beeinflussung des Messergebnisses zu beobachten.

**5.5.7 Zusammenfassung Ölrückstandskontrolle**

Die Anwesenheit von Ölfilmen auf Metalloberflächen wird in der Praxis bislang vielfach mit Offline-Verfahren, wie Testtinten, stichprobenartig geprüft. überprüft. Dabei handelt es sich aber um eine berührende Methode, da ja die Testtinte auf die jeweilige Oberfläche aufgetragen werden muss. Zudem ist diese Testtintemethode der Ermittlung der Oberflächenspannung auch von der visuellen Betrachtungsweise des Beobachters abhängig (Tröpfchenbildung ja/nein und in welcher Zeit?) und die Tatsache, dass es nur eine relativ grobe Abstufung von Testtinten in Bezug auf die Oberflächenspannung (in 2mN/m – Schritten) gibt, ist einer genauen Analyse nicht unbedingt förderlich. Des Weiteren ist eine gewisse Größe der zu testenden Fläche bei dieser Methode erforderlich (Pinselstrichbreite x ca. 15mm in der Länge). Die bereits erläuterten Messverfahren 1 und 2 ermöglichen sehr kleine Messflächen, haben aber den Nachteil, dass nicht alle Öle auf den jeweiligen physikalischen Effekt reagieren, sich also quasi neutral verhalten.

Mit der SPECTRO-M-Serie stehen Inline-Sensoren zur Verfügung, die nach Referenzabgleich (mit einer gereinigten Oberfläche des Metalls) auch noch sehr dünne Ölaufgaben (< 1µm) berührungslos auf Metalloberflächen detektieren können.

Mit der sogenannten CONVERSION-Funktion des Sensors ist es möglich, den normierten MIR-Werten des Sensors auch Referenzwerte aus anderen Verfahren zur Messung der Oberflächenspannung zuzuordnen. Nach der Referenzsystemkalibrierung rechnet der Sensor die gemessenen Werte automatisch in die Werte des Referenzsystems um, bevor diese zur Anzeige oder ausgegeben werden. Die Ausgabe der Messwerte kann über eine Datenschnittstelle oder Analogausgang (0...10V, bzw. 4...20mA) an eine SPS erfolgen.

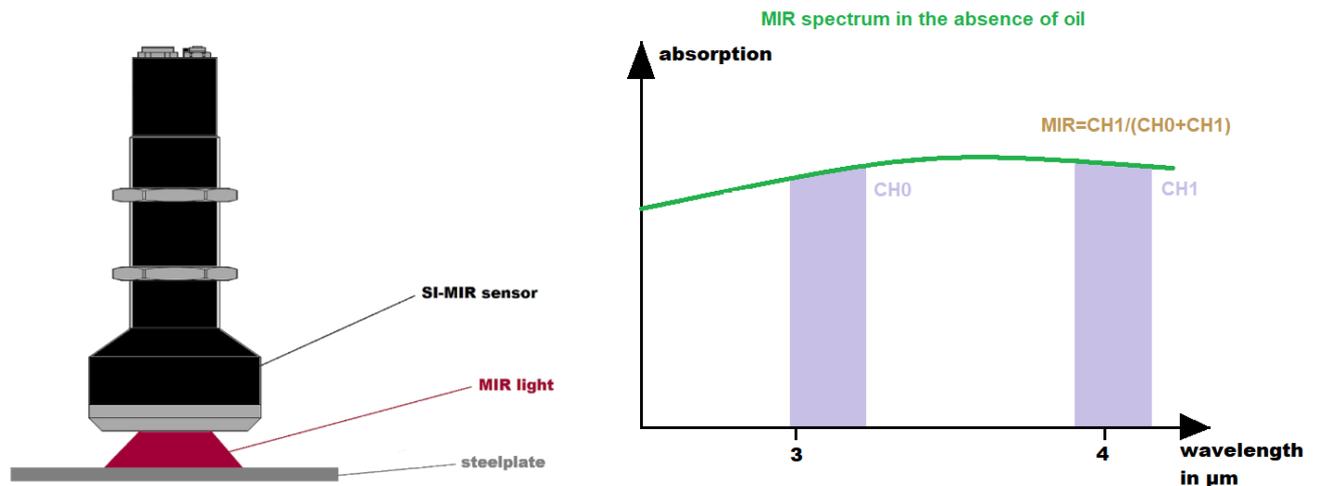
## 5.6 Inline-Kontrolle der Ölschichtdicke

Möchte man die Schichtdicke einer Papierbeschichtung, z.B. einer Druckfarbe, ermitteln, wäre sicherlich die Flächengewichtsmethode ein adäquates Mittel, um diese zu bestimmen. Das Flächengewicht der Papierbeschichtung dürfte sich nicht um Größenordnungen vom Flächengewicht des Papiers, mit einer Stärke von üblicherweise 0.05mm bis 0.2mm, unterscheiden. Entsprechend genaue Waagen würden wohl zu einem verlässlichen Ergebnis führen. Wie verhält es sich aber, wenn anstatt einer Druckfarbe Öl und anstatt eines Papierblattes ein Stahlblech mit einer Dicke beispielsweise von 1mm verwendet wird? Die Flächengewichtsmethode dürfte hierbei an ihre Grenzen stoßen.

Wie kann man aber dennoch verlässlich, ohne allzu großen Aufwand, die Dicke von Ölschichtdicken berührungslos ermitteln? Da wäre zum einen die Fluoreszenzmethode zu nennen. Dabei wird UVA-Licht zur Anregung der Fluoreszenz verwendet. Die Sekundäremission findet dabei im sichtbaren Wellenlängenbereich statt. Die Intensität des Fluoreszenzsignals ist hierbei ein Maß für die Dicke der jeweiligen Ölschicht. Es finden sich aber auch Öle, bei denen der Fluoreszenzeffekt kaum messbar ist, bzw. komplett fehlt, und somit eine Schichtdickenmessung auf diese Weise nicht funktioniert. Bei sehr dünnen Schichten ist das Fluoreszenzsignal auch nicht sehr ausgeprägt.

Betrachtet man den mittleren Infrarotbereich (MIR), lässt sich feststellen, dass organische Beschichtungen, z.B. eine Ölschicht, signifikante Absorption bei CH0 zeigen, während im Referenzwellenlängenfenster (CH1) keine Absorption auftritt.

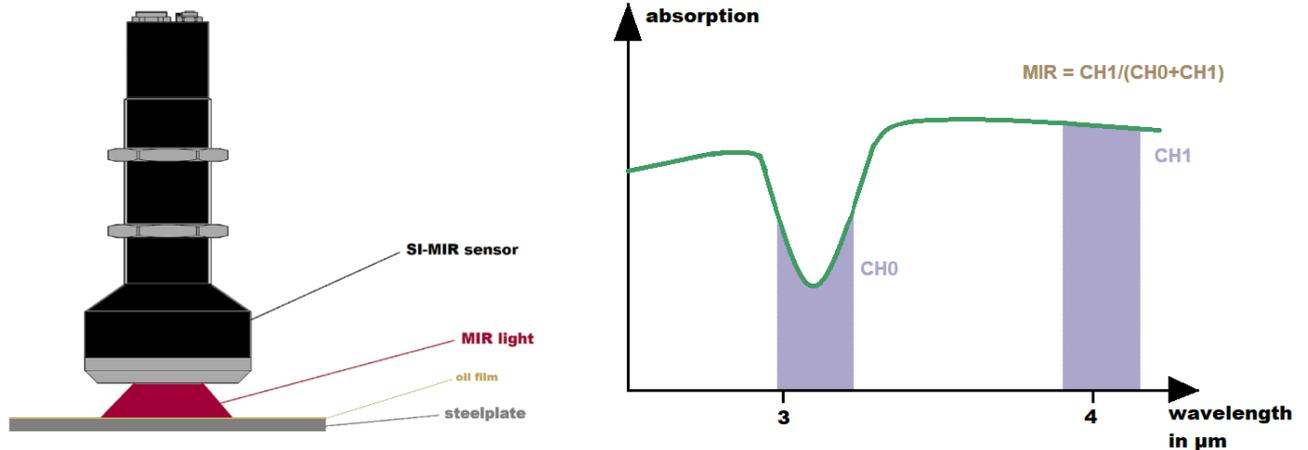
Das MIR-Signal des SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) zeigt einen (in erster Näherung) direkt proportionalen Zusammenhang von Ölschichtdicke und normiertem Signal.



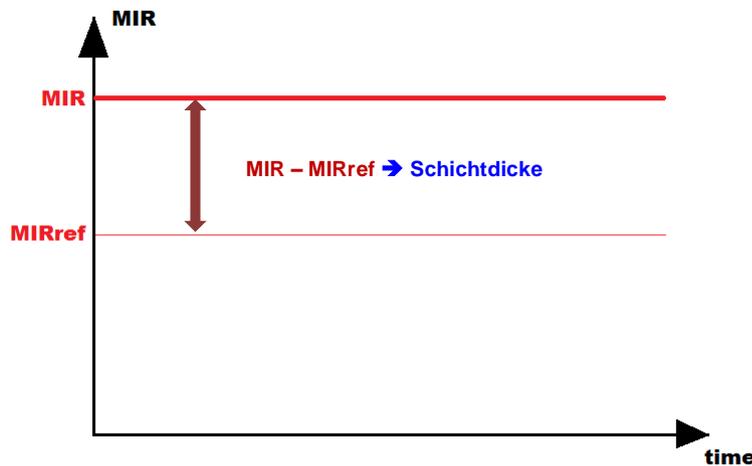
Der SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2) Sensor verfügt über zwei Wellenlängenfenster zur Auswertung des reflektierten Signals. Ohne Ölschicht ist die Absorption in beiden Wellenlängenfenstern in etwa vergleichbar. Dieser Wert kann als Referenzwert für die entölte Metalloberfläche verwendet werden:  $\text{MIR}_{\text{ref}} = \text{CH1}/(\text{CH0} + \text{CH1})$  entspricht dem normierten Referenzwert der Metalloberfläche ohne Ölaufgabe, wobei CH0 und CH1 die ermittelten Rohsignale aus den beiden Wellenlängenfenstern sind.

Benetzt man nun die Stahloberfläche mit einer homogenen Ölschicht, so ergibt sich im MIR-Spektrum ein Anstieg des MIR-Signals:

MIR spectrum in the presence of oil



Das Messkanal CH0 (links) detektiert die zusätzlich von der Ölschicht verursachte Absorption, wohingegen CH1 (rechts) Messfenster davon weitestgehend unbeeinflusst bleibt.



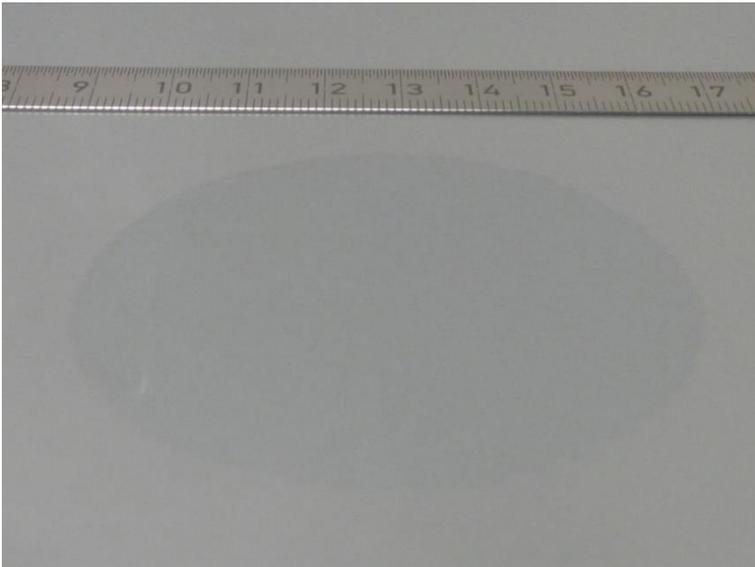
Der Messwert  $MIR = CH1 / (CH0 + CH1)$  verschiebt sich durch die zusätzliche Absorption, im CH0-Fenster, nach oben. Je intensiver die Absorption, d.h. je dicker beispielsweise die Ölschicht ist, desto weiter entfernt sich der MIR – Wert vom Referenzwert MIRref (ohne Ölschicht).

Anhand der verschiedenen Öle, die bislang untersucht worden sind, konnte festgestellt werden, dass die MIR-Absorption neben der Ölschichtdicke auch vom Öl-Typ abhängig ist. Dazu beeinflusst der reflektierende metallische Hintergrund das Messergebnis etwas, weswegen man um eine Kalibrierung in Bezug auf die jeweilige Ölsorte und den jeweiligen Hintergrund vor der eigentlichen Ölschichtdickenermittlung durchführen sollte.

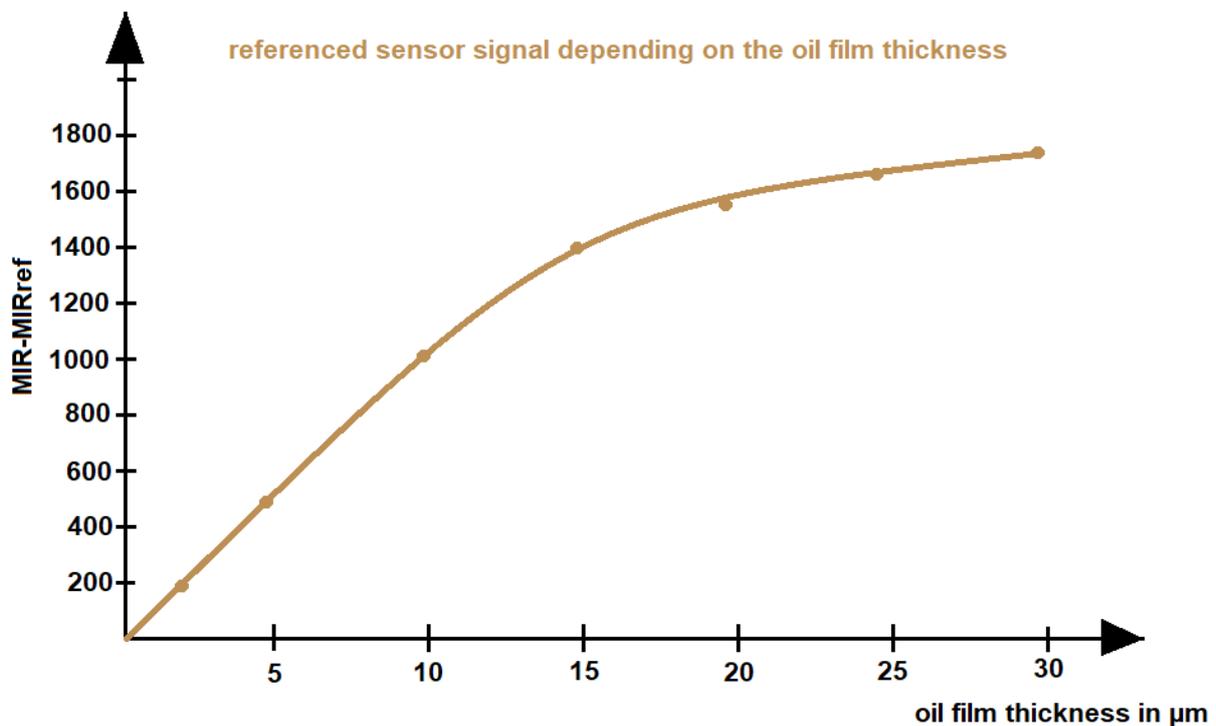
Vorgehensweise: Für die Tests wurden der Reihe nach jeweils Öltropfen mit einem Volumen von 20µl Öl auf eine entfettete Metalloberfläche gleichen Typs aufgetragen. Der Öltropfen wurde anschließend mit einer Spachtel homogen auf eine Fläche mit einem Durchmesser von 70mm verteilt. Damit lässt sich nun die Schichtdicke wie folgt berechnen: ein Ölvolumen von 20µl ergibt sich bei einem Ölfleckdurchmesser von 70mm eine Schichtdicke von ca. 5µm, bei zwei Tropfen (40µl) entsprechend 10µm, bei 3 Tropfen (60µl) 15µm usw.



Nachdem Proben mit der jeweiligen Schichtdicke präpariert wurden, konnte die Messreihe starten. Zunächst wurde gemittelte Hintergrundwert MIRref (auf ölfreie Abschnitten) zwischen den Ölproben bestimmt. Nach der Kalibrierung wurde der **SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)**-Sensor der Reihe nach auf die verschiedenen Probenflächen positioniert und die Messwerte bei den einzelnen Schichtdicke aufgezeichnet.



Am Ende des Prozesses erhält man eine Wertetabelle die im Folgenden als Diagramm dargestellt ist:



Aus dem Diagramm kann man ableiten, dass die Auflösung des Messverfahrens bei ca. 10nm (5000nm/500 Digits) liegt, die Messgenauigkeit bewegt sich im Bereich um die 50nm. Bis zu einer Schichtdicke verläuft das MIR-Signal fast linear zur Schichtdicke. Die Obergrenze bei der MIR-Schichtdickenmessung liegt beim gemessenen Öl bei etwa 15 $\mu\text{m}$ .

Für eine Inline-Messung ist dann nur noch der Abstandshalter zu entfernen und los geht's! Die Sensorik verfügt neben den Digital- und Analogausgängen zukünftig optional auch über Feldbus. Das System kann bequem über die Windows® MIR Scope V1.0 Software parametrieren sowie überwacht werden. Der Abstand vom Sensor zur Objektoberfläche beträgt hierbei typ. 10mm, der Detektionsbereich liegt dabei bei ca. 10mm im Durchmesser. Für kleinere Messobjekte werden Aufsatzblenden eingesetzt, die den Messbereich entsprechend einschränken. Da das Messsystem üblicherweise im DC – Modus arbeitet, sind Messzyklen von bis zu 10 kHz erreichbar.

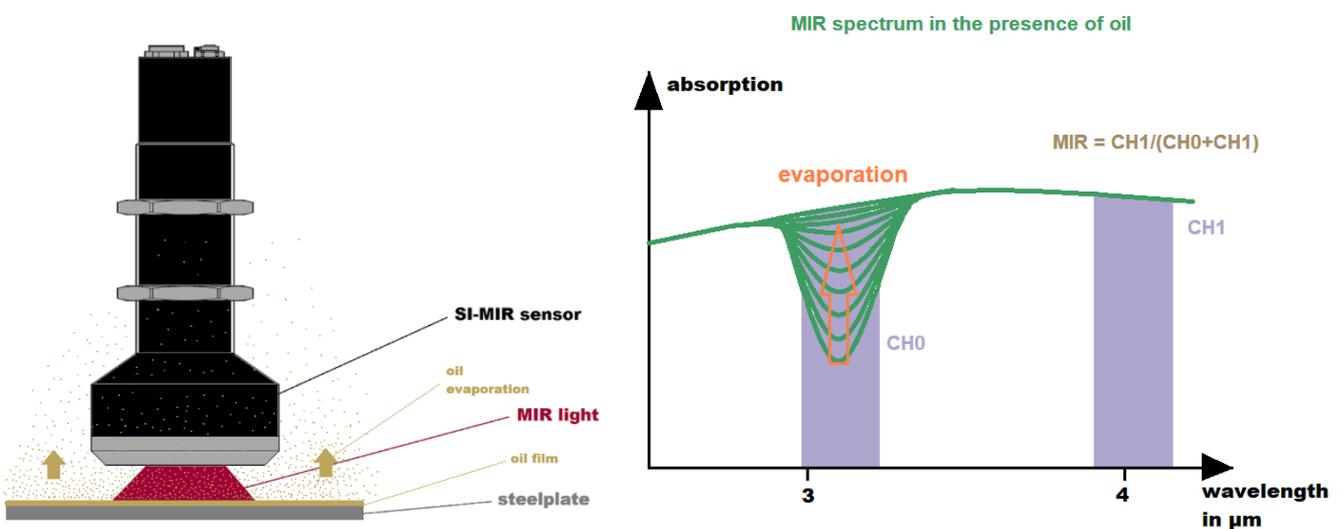
## 5.7 Verdunstungsmessung von Ölaufträgen

Bei der Herstellung von Stanz- und Biegeteilen werden zunehmend Stanz- und Ziehöl eingesetzt, die nach einer gewissen Zeit verdunsten sollen. Die Idee hierbei ist es, möglichst wenig Ölrückstände auf gestanzten oder umgeformten Metallteilen zu belassen, damit erspart man sich in vielen Fällen bei der Weiterverarbeitung der Metallteile den Reinigungsprozess. Aber wieviel von dem aufgetragenen Öl verbleibt nun tatsächlich auf dem Bauteil und wie lange dauert der Verdunstungsprozess?

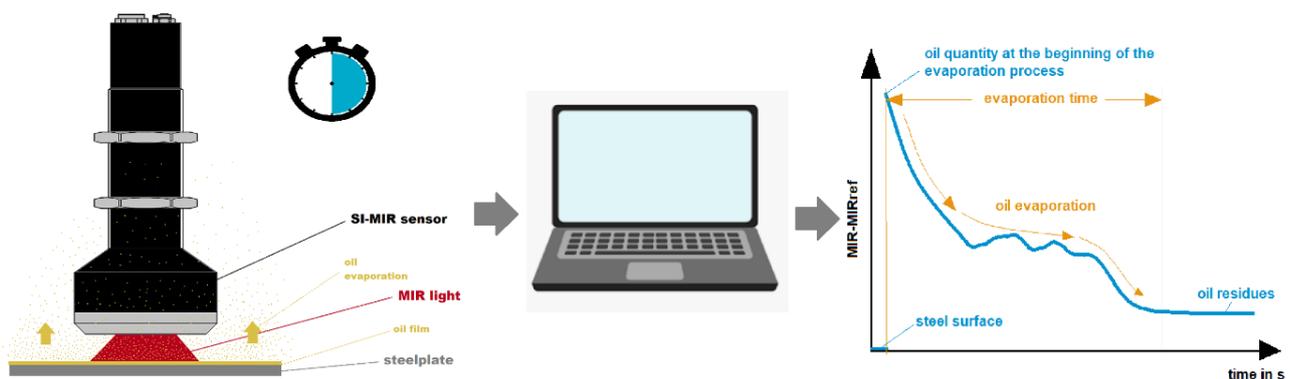
Für die Verdunstungsmessung wurden jeweils 5 Tropfen Öl (5x20µl) auf entfettete Stahlbleche aufgetragen und über eine Fläche mit einem Durchmesser von 70mm verteilt.

Die Ölschichtdicke betrug dabei zu Beginn des Messvorgangs in etwa 25µm. Anschließend wurde der Sensor **SPECTRO-M-10-MIR/(MIR1+MIR2)** mittig auf den Ölfleck platziert und die Messung wurde gestartet.

MIR - Spektrum unmittelbar nach dem Aufbringen der 25µm dicken Ölschicht. Der Wellenlängenbereich CH0 wird von der Präsenz von Öl beeinflusst, während im Wellenlängenbereich CH1 kein Signalarückgang zu beobachten ist.

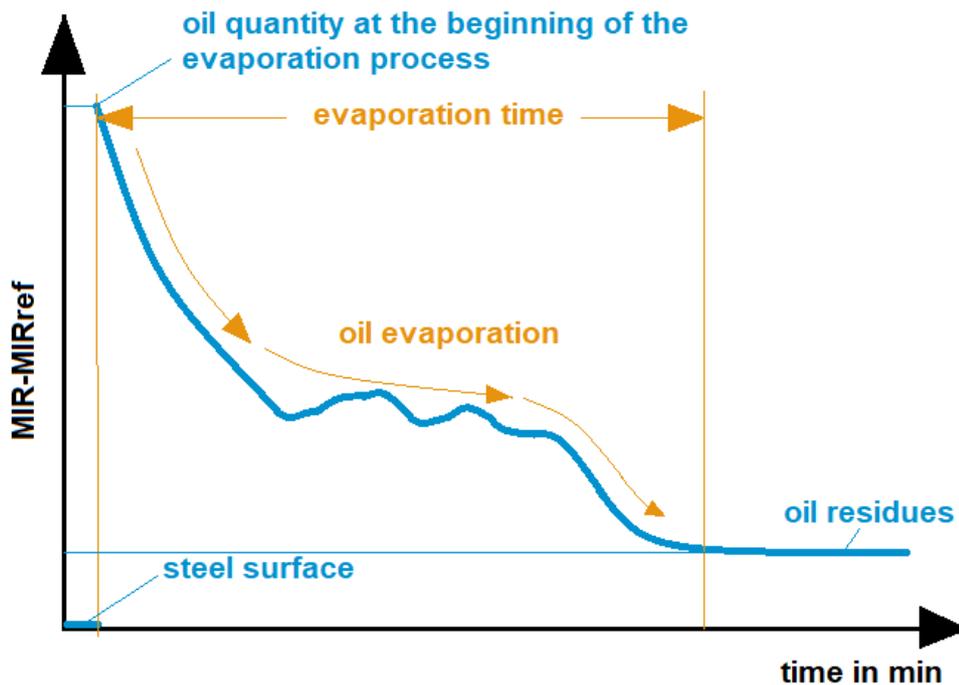


MIR-Signal im Zeitraffer: die durch das Öl verursachte Reduktion des Signals im CH0 nimmt mit zunehmender Ölverdunstung ab.



Über einen Zeitraum von einigen Stunden wurde der normierte MIR-Wert abzgl. des normierten Referenzsignals MIRref (MIR-MIRref) mit Hilfe der Windows® MIR Scope V1.0 Software aufgezeichnet:

Dabei konnte für sämtliche getestete Ölproben ein ähnlicher Verlauf wie dem folgenden Diagramm zu entnehmen ist, festgestellt werden:



Die Verdunstungsdauer lag dabei im Bereich von 60min bis 90 min. Der Ölrückstand lag bei der am stärksten verdunstenden Probe bei typ. 1% der ursprünglichen Schichtdicke und bei der am schwächsten verdunstenden Probe bei 50% der ursprünglichen Ölschichtdicke.

Durch das Messverfahren lässt sich die Verdunstungsdauer von Ölen ausgehend von definierten Schichtdicken schnell und unkompliziert testen. Das Restsignal, das messbar bleibt, nachdem sich das MIR-Signal auf einen stabilen Zustand eingestellt hat, weist auf organische Rückstände auf der Oberfläche hin, die nach dem Verdunstungsprozess übrigbleiben.

Die Recorder-Funktion der Software SPECTRO MIR Scope des SPECTRO-M-Sensors ermöglicht das kontinuierliche Erfassen und Aufzeichnen der Messwerte als ASCII-Datei, die dann zu Auswertung in ein Tabellenkalkulationsprogramm exportiert werden kann.

## 6 Testmessungen an der CLF 11 Reihe

In einer gesonderten Testreihe wurden Stanzöle der CLF 11-Reihe der Firma Raziol Zibulla & Sohn GmbH untersucht. Die Ergebnisse der Testreihe sind auf den nachfolgenden Seiten zusammengefasst.

### 6.1 Testmethodik und Referenzmethode

Als Referenzmethode wurde „rote Tinte“ – Methode mit Testtinten der Fa. arcotest ([www.arcotest.de](http://www.arcotest.de)) genutzt.

Die zu untersuchende Öle wurden dabei auf ein entfettetes Metallblech (z.B. GARDOBOND von Chemetall) aufgebracht und anschließend wird die Testtinte einer bestimmten Oberflächenspannung (Angabe auf dem Fläschchen, z.B. 38mN/m) mittels im Fläschchen enthaltenen Pinsel auf die Öloberfläche aufgetragen.

Perlt die Testtinte ab, so fährt man mit dem nächstniedrigeren Oberflächen-spannungswert fort, bis die aufgetragene Testtinte die Öloberfläche benetzt. Der angegebene Oberflächen-spannungswert auf dem Testtintenfläschchen entspricht dann in etwa der Oberflächenspannung der Metalloberfläche inkl. der Ölschicht.

Je dünner die Ölschicht, desto höher ist die Oberflächenspannung bei der jeweils verwendeten Ölsorte.

Für eine Testreihe war es erforderlich, das jeweilige Öl möglichst dünn auf der entfetteten Metalloberfläche aufzutragen und anschließend möglichst intensiv mittels fuselfreien Tuches auf der Metalloberfläche verrieben. Das Öl wurde dabei in etwa homogen über einen Durchmesser von ca. 70mm verteilt.

Üblicherweise erreicht man dadurch Ölschichtdicken im Bereich zwischen 0,1µm und 3µm, je nach Art der Verteilung: 1x Verreiben, 2x Verreiben, 3x Verreiben bei einer Ölmenge von 20µl (1 Tropfen), 40µl (2 Tropfen), 60µl 3 Tropfen. Das Aufbringen des Öls erfolgt mittels Pipette, anschließend wird das Öl je nach erforderlicher Schichtdicke verrieben (für Schichtdicken zwischen 0,1µm und 3µm) wie schon beschrieben, verstrichen (für Schichten ab 1µm bis 10µm) oder verlaufen lassen (für Schichten ab 5µm bis 50µm). Auch bei letzteren beiden Verfahren wird die Ölmenge auf einen Durchmesser von ca. 70mm verteilt. Für jede Messung wurde ein entfettetes Stahlblech und je nach Verfahren ein jungfräuliches fuselfreies Tuch, sowie eine noch nicht benutzte Kunststoffspachtelklinge verwendet. Ferner wurde für jede Probe jeweils ein entfettetes Prüfblech der Fa. Chemetall Typ GARDOBOND eingesetzt. Die Ermittlung der Schichtdicke erfolgte dabei über den Durchmesser und das Ölvolumen (ca. 20µl je Tropfen). Bei der Berechnung handelt es sich dabei um eine erste Abschätzung, da weder der Durchmesser noch die Ölmenge exakt bestimmt werden konnten. Des Weiteren handelte es sich bei den Messproben um verdunstende Stanz- und Ziehöle, d.h. ab dem Beginn des Auftragens erfolgte also schon ein gewisser Schwund! Beim Verstreichen ließ sich trotz Kunststoffklingeneinsatz nicht ganz vermeiden, dass Restölbestände anstatt auf der Stahloberfläche auf der Kunststoffklinge haften blieben. Durch das Verlaufen der Ölmenge mussten höhere Verdunstungsmengen in Kauf genommen werden, da der Vorgang des Verlaufens im Vergleich zum



Verstreichen doch mehr Zeit in Anspruch genommen hat. Beim Verreiben der Ölmenge mittels fuselfreien Tuches blieb der größte Anteil des Öls am Tuch haften. Eine Schichtdickenkalkulation ist dadurch jedoch nicht mehr möglich.

Für unseren Einsatzzweck wurden entsprechende Stahlbleche sowie Aluminiumbleche mit der Oberflächeneigenschaft **entfettet** verwendet.

Die Oberflächenspannung, ermittelt nach der Testtintenmethode, dürfte auf einer noch nicht benutzen GARDOBOND® Prüfblechoberfläche jenseits der 50mN/m liegen, da selbst mit der höchstgelegenen Testtinte (50mN/m) kein Abperlen von der Stahloberfläche beobachtet werden konnte.



## 6.2 Herstellerangaben zur CLF 11 Reihe

Laut der Fa. Raziol Zibulla & Sohn GmbH handelt es sich bei der CLF 11-Reihe um schnell verdunstende Stanz- und Ziehöle:

„Alle Raziol CLF 11 ... W Produkte enthalten einen Zusatz an temporären Korrosionsschutz für Indoor-Lagerung. Die genannten Produkte verdunsten, je nach Additivgehalt, in relativ kurzer Zeit. Die Additivierung verbleibt auf der Oberfläche des Werkstückes.“



Ferner empfiehlt Raziol Zibulla & Sohn GmbH den Einsatz der CLF 11 Reihe in folgenden Anwendungen (Auszug aus: [www.raziol.com](http://www.raziol.com) )

### Anwendung der Raziol CLF 11 Reihe

- z.B bei der Herstellung von Elektrokontakten, von Stanz- und Biegeteilen, Federn, Drähten, Uhren, Metallwaren, von Dichtungselementen sowie von weißer Ware und Elementen der Kommunikationstechnik
- für Fertigungsteile geeignet auf denen möglichst wenig Rückstand verbleiben soll
- oftmals können Nachfolgeprozesse wie Kleben und Etikettieren ohne Waschen erfolgen
- Abdeckung eines breiten Leistungsspektrums durch die Zugabe unterschiedlicher leistungssteigernder Zusätze
- in Verbindung mit den Raziol Auftragssystemen wie Rollenbandölnern oder Sprühsystemen ist problemlos ein sparsames, definiertes Beölen mit den Produkten der Raziol CLF 11 Reihe möglich

Zum Rückstandsverhalten ist folgendes zu lesen ([www.raziol.com](http://www.raziol.com)):

## Rückstandsverhalten

gering < <

> > hoch



### Folgende Öle wurden getestet:

- CLF 11 L
- CLF 11
- CLF 11 W 10
- CLF 11 W 25
- CLF 11 SE
- CLF 11 S
- CLF 11 SB
- CLF 11 SD
- CLF 11 SB
- CLF 11 SD
- CLF 11 SF
- CLF 11 SG

### Die Untersuchungskriterien dabei waren:

- Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten
- Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal
- Normiertes Sensorsignal in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung (Referenzsystem)

### 6.3 Raziol CLF 11 L

#### 6.3.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

Hierzu wurden auf der entfetteten Stahloberfläche 5 Tropfen Öl (ca. 100µl) aufgetragen und anschließend hat man die Ölmenge auf einen Durchmesser von ca. 70mm verlaufen lassen. Dieser Vorgang dauerte ca. 5 Minuten. Ungeachtet einer eventuellen Abweichung von den 100µl Ölvolumen, der Abweichung von den 70mm im Durchmesser und der Menge an Öl, die während des Aufbringens sich innerhalb der 5 Minuten verflüchtigt hat, kommt man rechnerisch auf eine Ölschichtdicke von ca. 25µm. Die mit der Sensorik ermittelte Verdunstungszeit  $T_v$ , d.h. die Zeit, in der die flüchtigen Komponenten aus dem Öl entwichen sind, lag dabei bei 72 Minuten. Die Ölrückstandsmenge, d.h. die Menge an Öl die nach Ablauf dieser Zeit sich noch auf der Stahloberfläche befand, lag bei 1% der ursprünglich aufgetragenen Ölmenge:

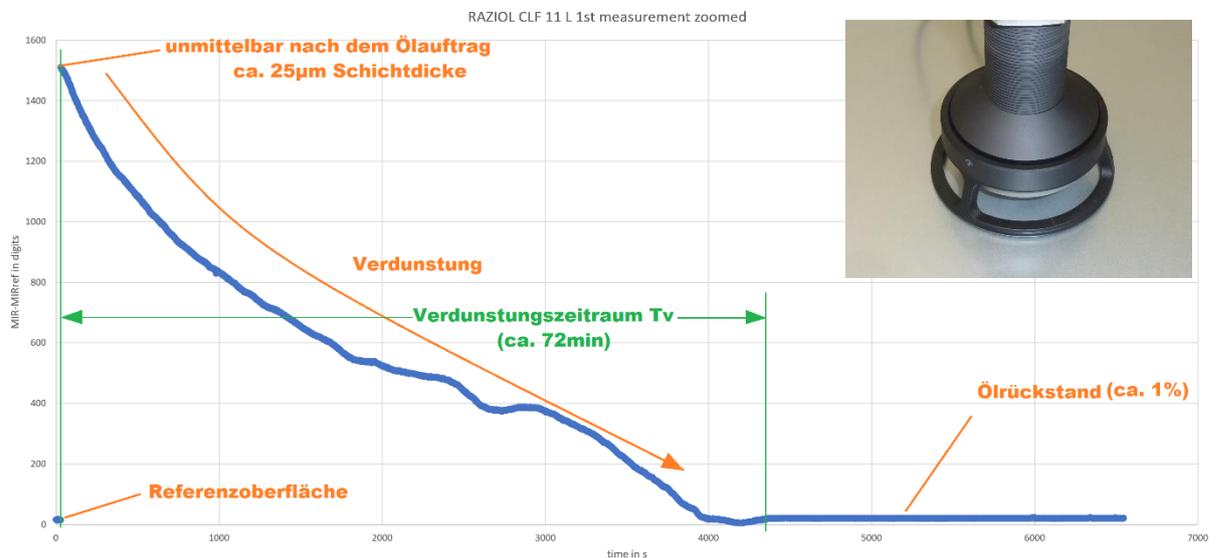
- Verdunstungszeit: 72 min
- Ölrückstandsmenge: 1%

## CLF 11 L

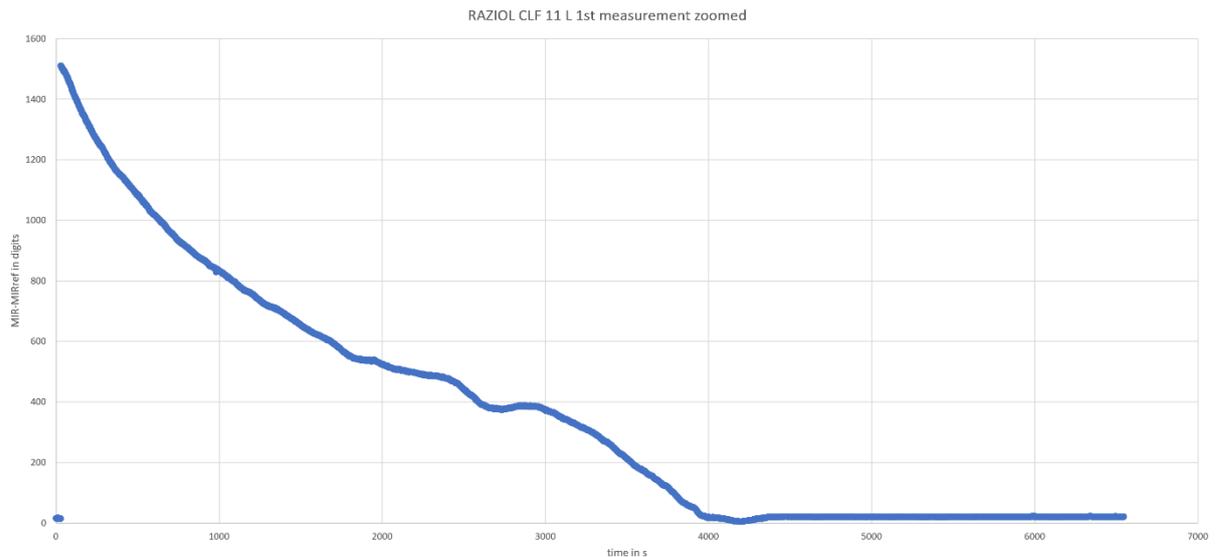
### Rückstandsverhalten

gering < <

> > hoch

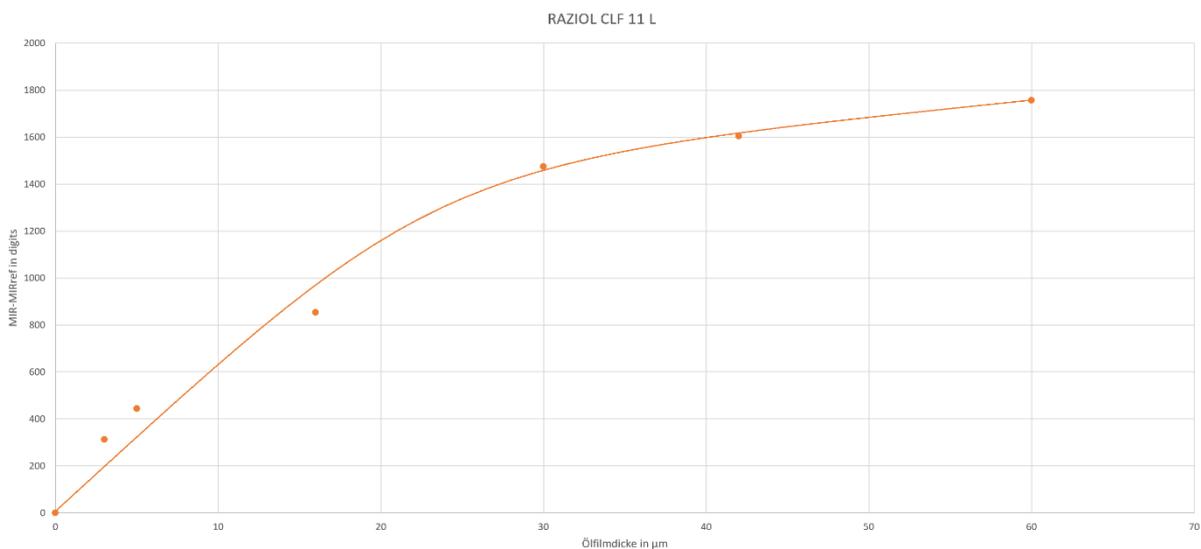


Schichtdicke	MIR	MIR-MIRref	ROTE TINTE	Anzahl	Ölfleck	Schichtdicke	Ölmenge
in $\mu\text{m}$	NORM in digits	deltaNORM in digits	in mN/m	Tropfen	Durchmesser in mm	in $\mu\text{m}$	in $\mu\text{l}$
3	2518	312		0,5	70	3	10
5	2650	444		1	75	5	20
16	3060	854		3	70	16	60
30	3680	1474		5	65	30	100
42	3810	1604		7	65	42	140
60	3963	1757		10	65	60	200
0	2206	0		0		0	0



### 6.3.2 Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal

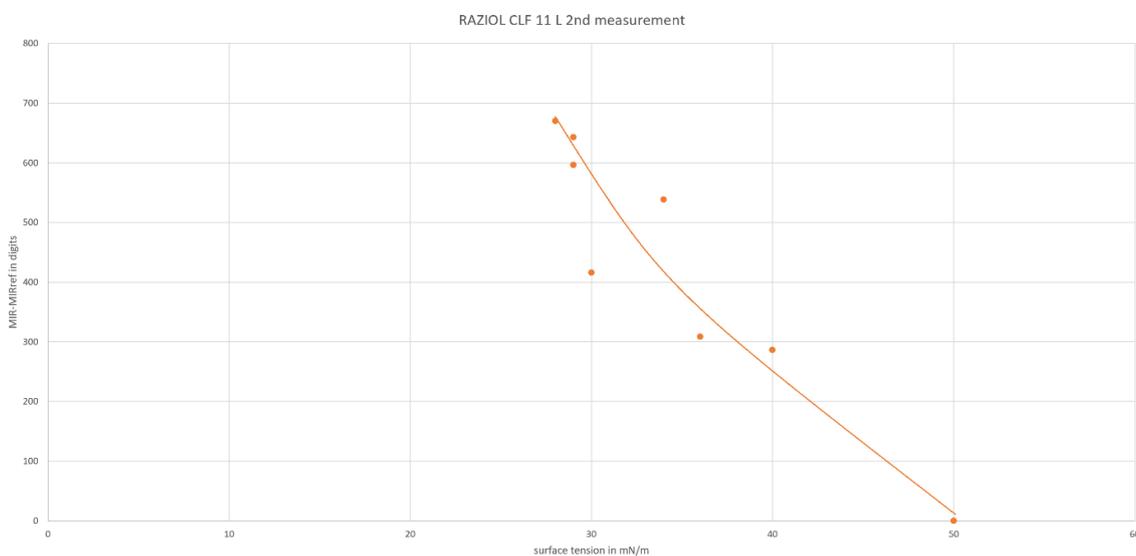
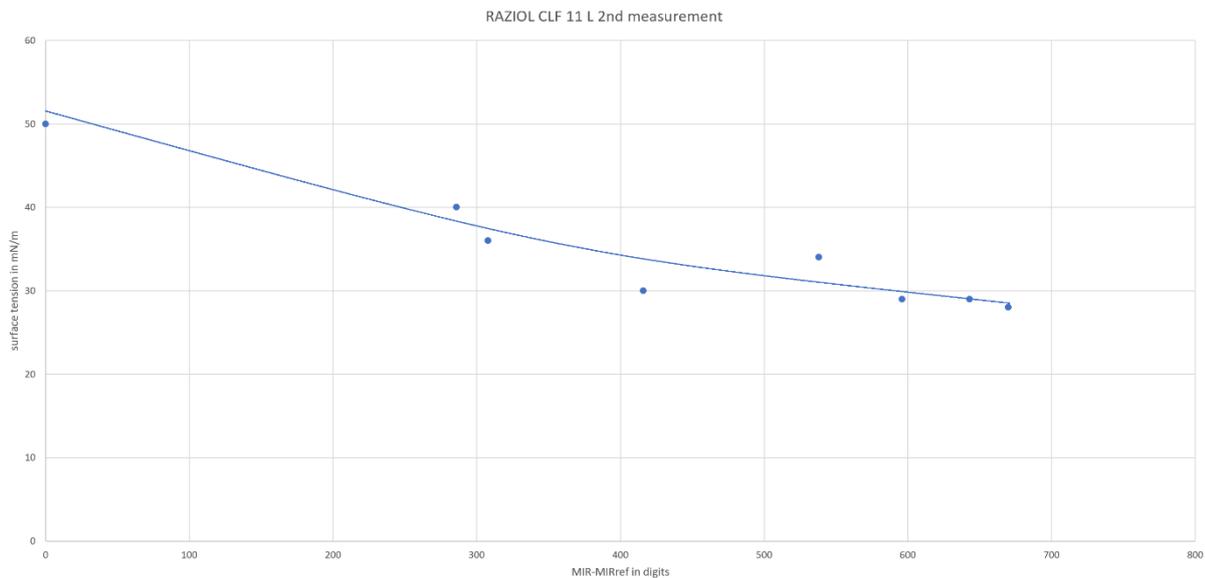
Dabei wurden jeweils auf eine entfettete Stahloberfläche Öltropfen aufgetragen und anschließend ließ man diese verlaufen bzw. bei geringer Tropfenanzahl wurde die Ölmenge auch mit einer Kunststoffspachtel verstrichen, sodass sich die Ölmenge in etwa auf einer Fläche mit einem Durchmesser von 70mm verteilte.



### 6.3.3 Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung

Dazu wurde eine gewisse Anzahl von Öltropfen jeweils auf eine entfettete Stahloberfläche aufgebracht und anschließend wurde die Ölmenge mit einem fuselfreien Tuch unterschiedlich oft verrieben. Danach erfolgte zunächst die Messwertermittlung mittels des SPECTRO-M Sensors, gefolgt von der Ermittlung der Oberflächenspannung mit Hilfe der roten Testtinte.

ROTE TINTE in mN/m	MIR NORM in digits	MIR-MIRref deltaNORM in digits	ROTE TINTE in mN/m
29	2637	643	29
28	2664	670	28
29	2590	596	29
30	2410	416	30
36	2302	308	36
40	2280	286	40
34	2532	538	34
50	1994	0	50



## 6.4 Raziol CLF 11

### CLF 11

#### Rückstandsverhalten

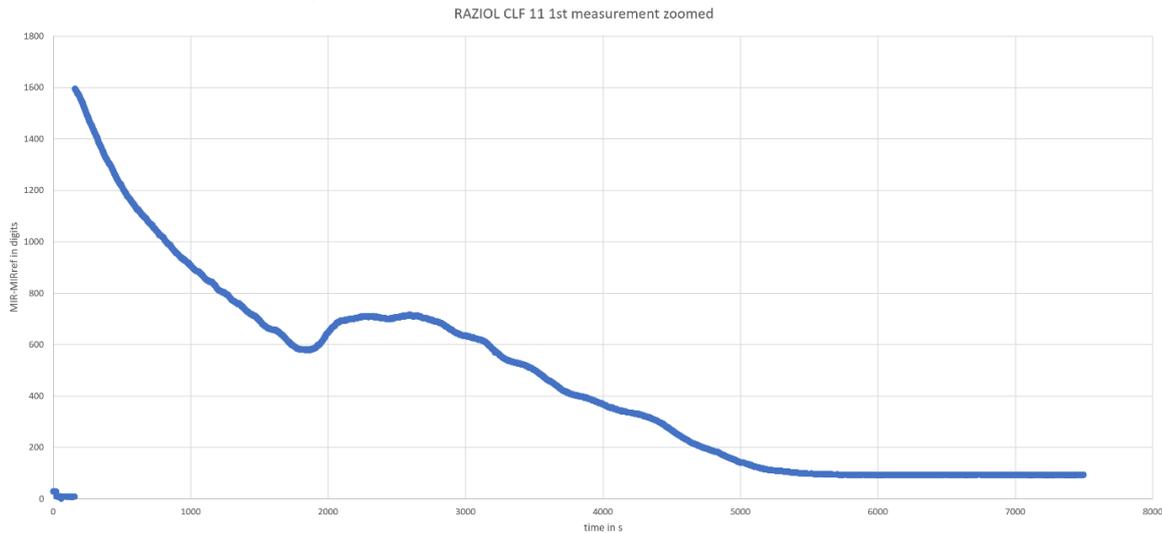
gering < <

> > hoch

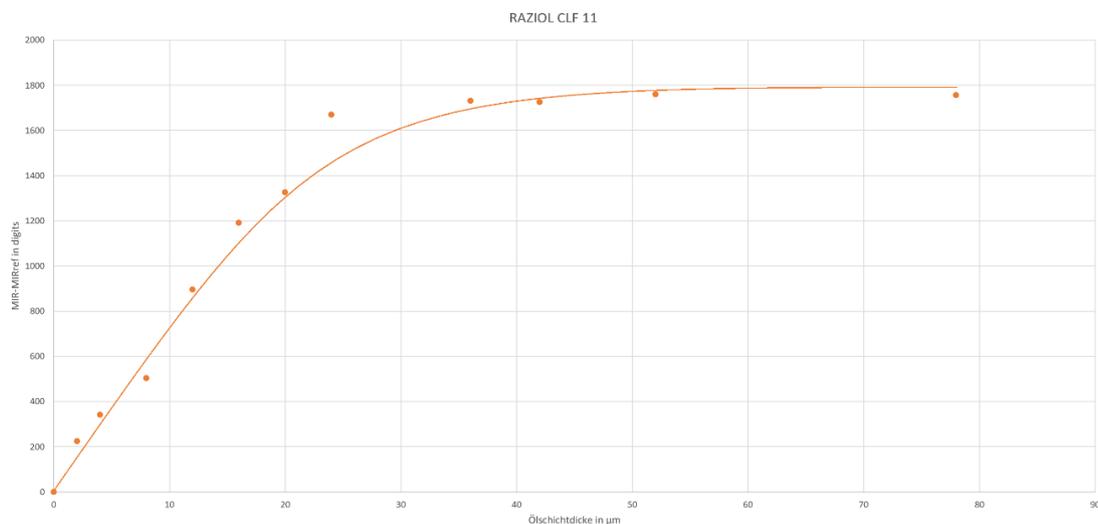


#### 6.4.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

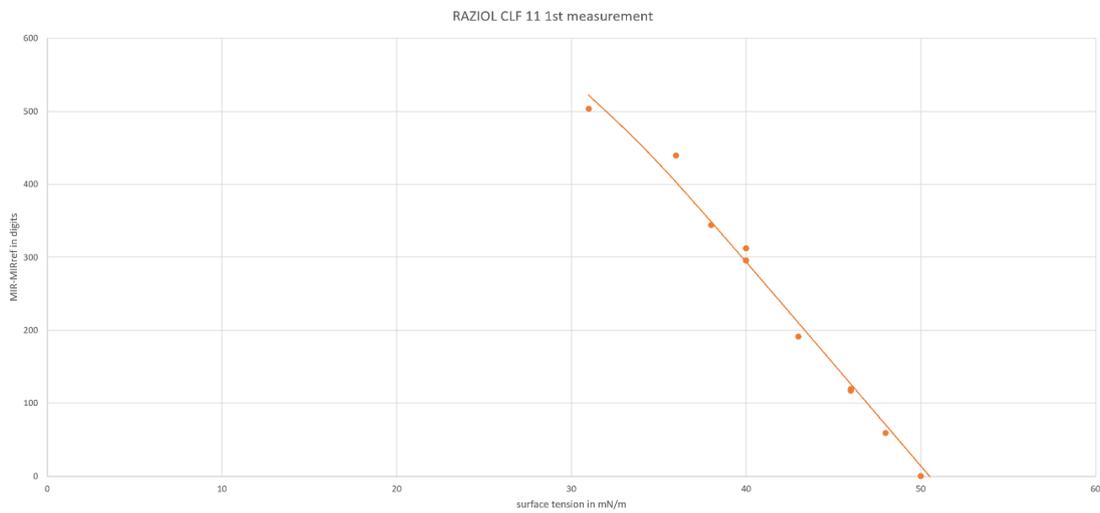
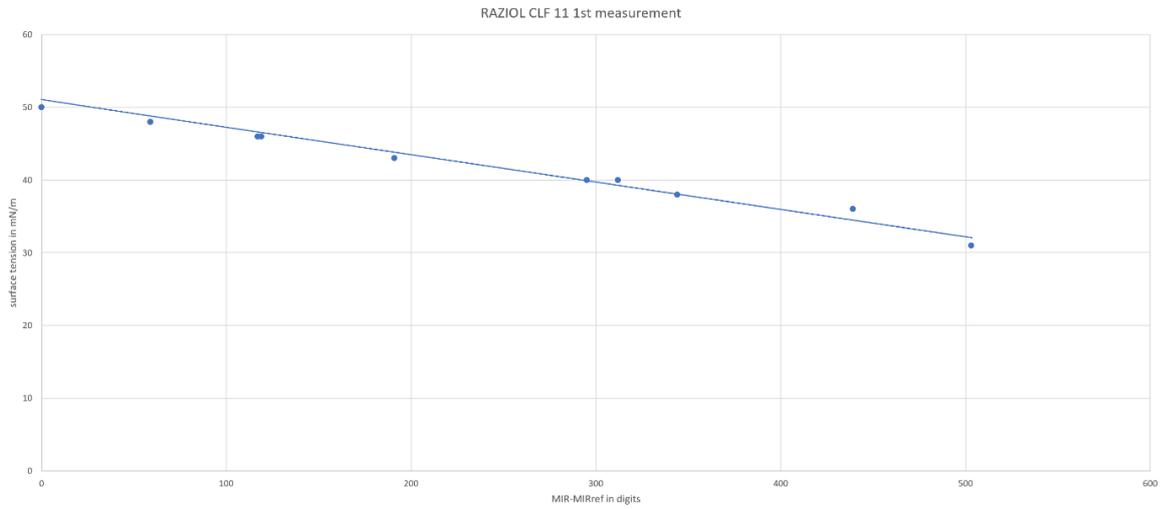
- Verdunstungszeit: ca. 90 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 6%



#### 6.4.2 Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.4.3 Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.5 Raziol CLF 11 W 10

### 6.5.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

## CLF 11 W 10

### Rückstandsverhalten

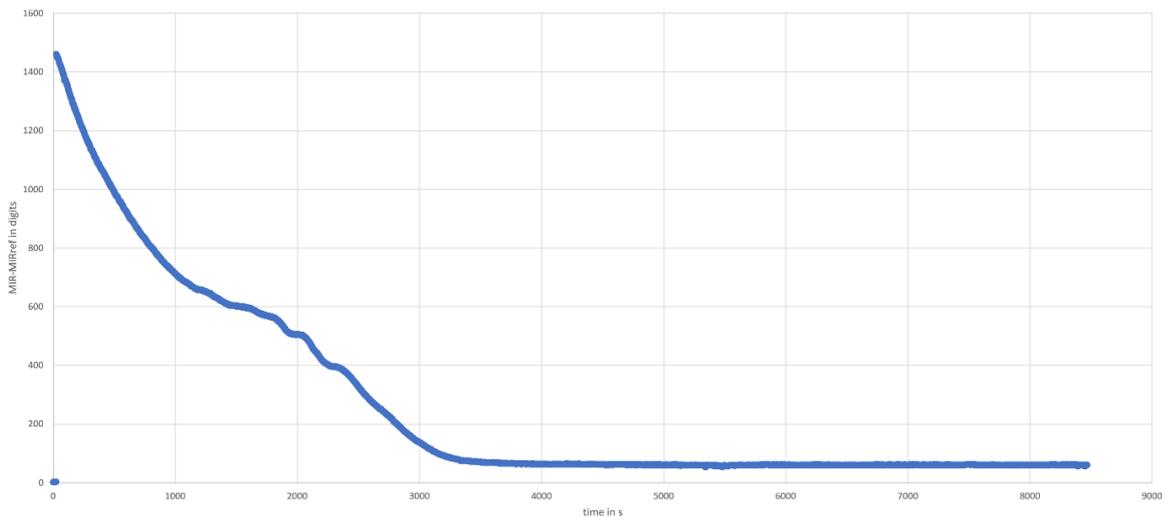
gering < <

> > hoch

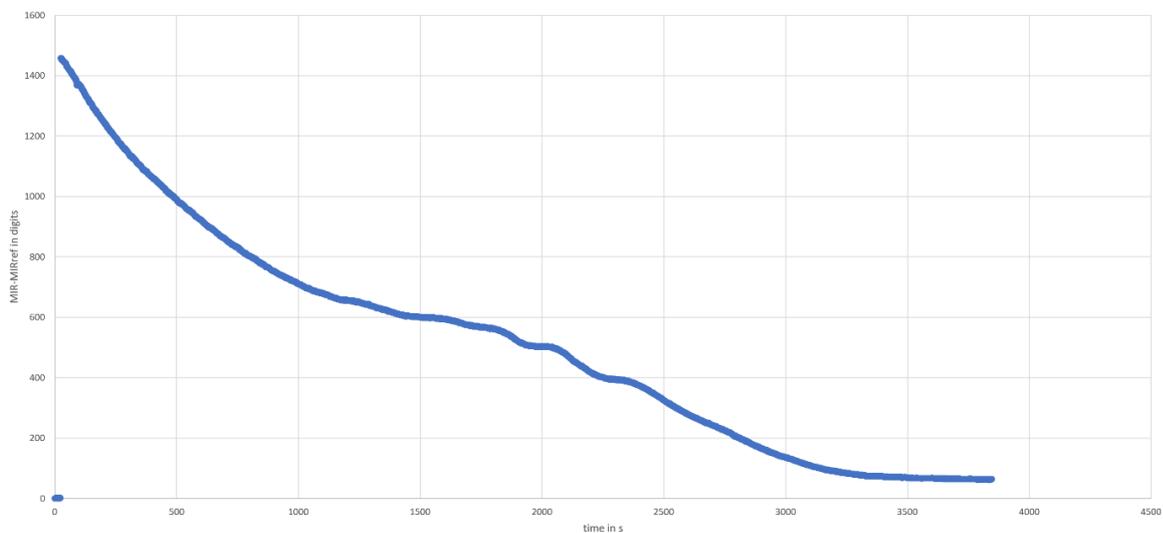


- Verdunstungszeit: ca. 62 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 5%

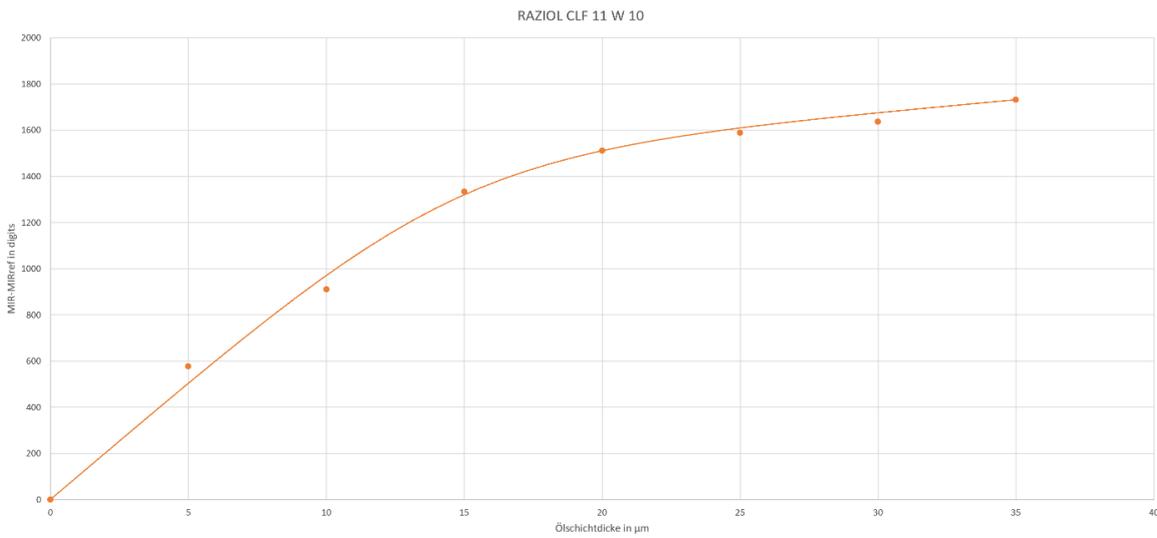
RAZIOL CLF 11 W 10 1st measurement



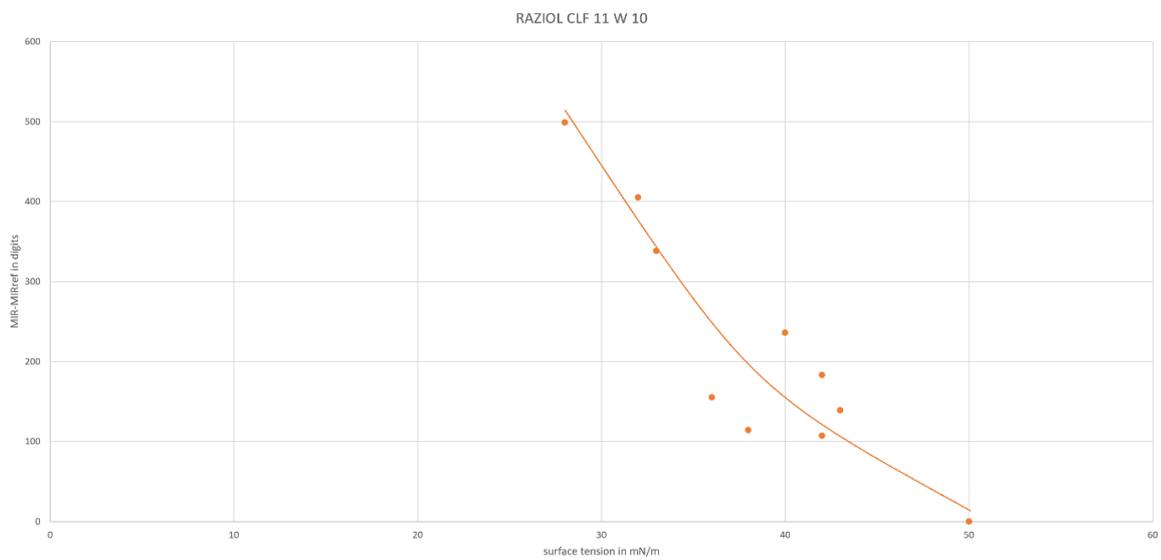
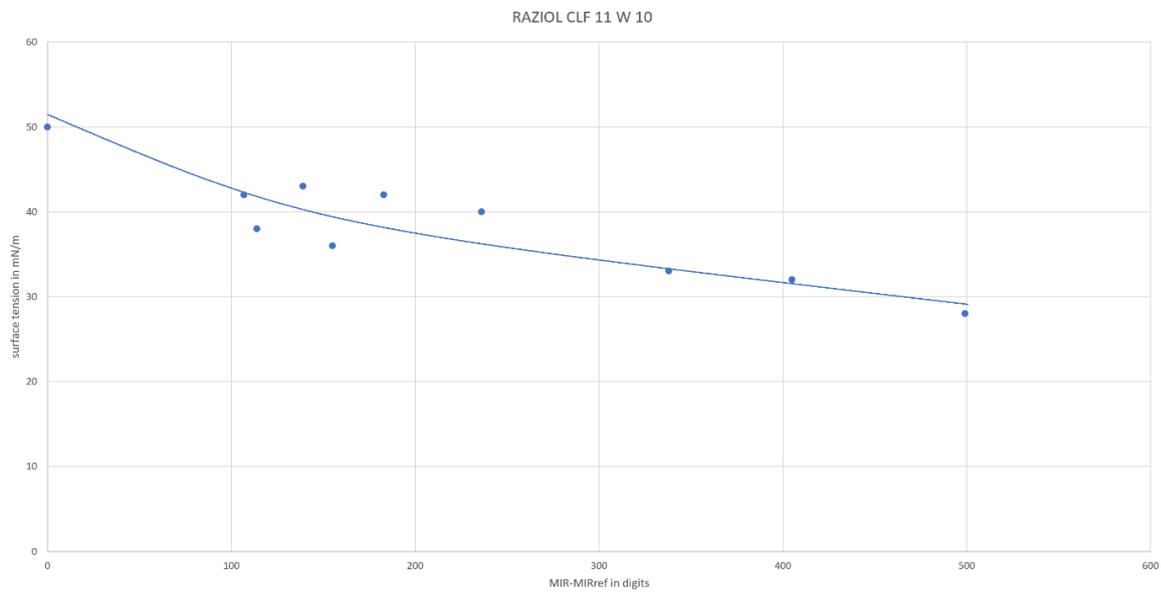
RAZIOL CLF 11 W 10 1st measurement zoomed



### 6.5.2 Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.5.3 Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.6 Raziol CLF 11 W 25

### 6.6.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

## CLF 11 W 25

### Rückstandsverhalten

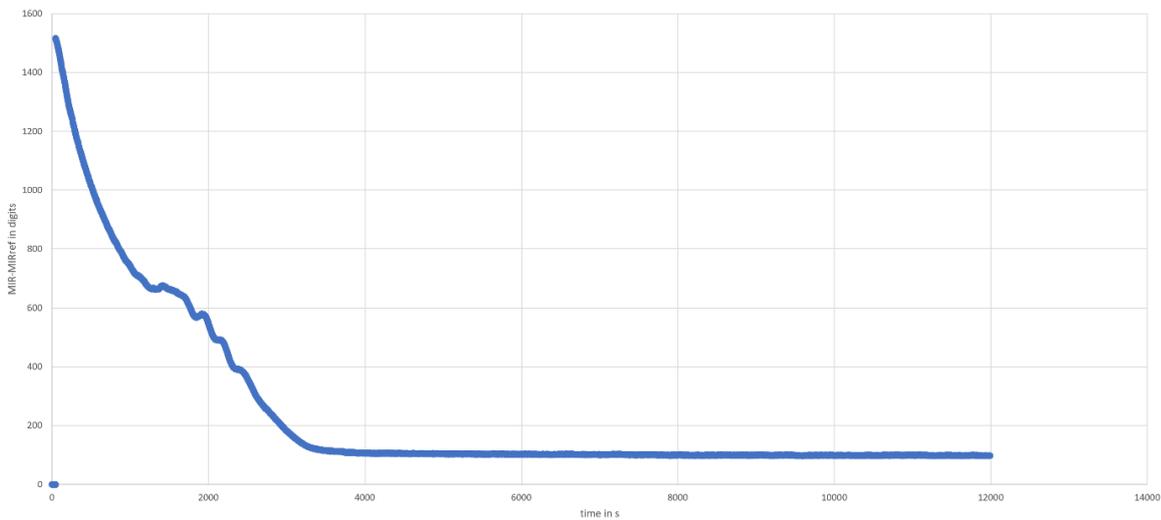
gering < <

> > hoch

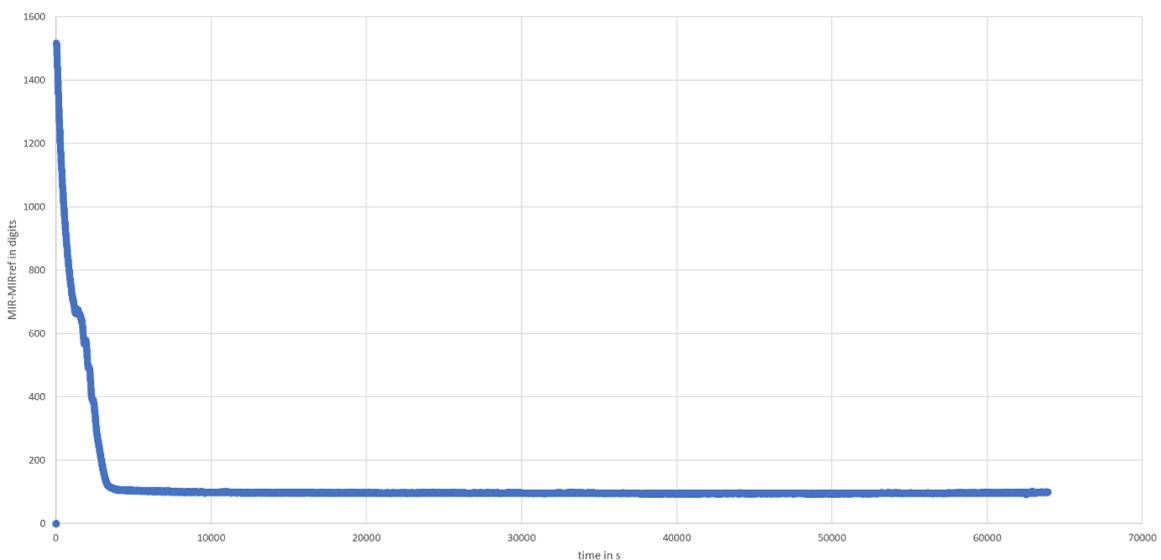


- Verdunstungszeit: ca. 58 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 7%

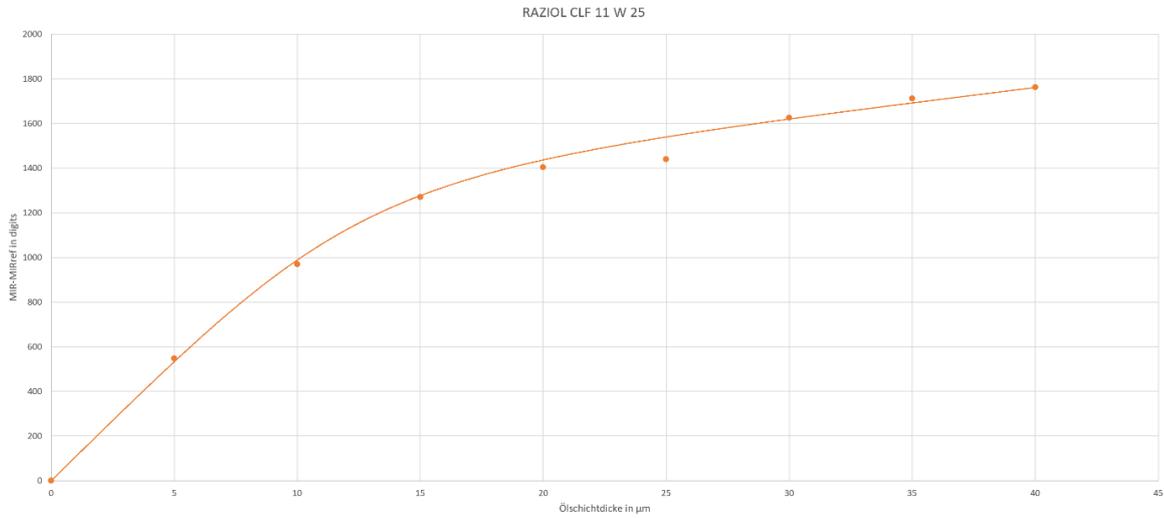
RAZIOL CLF 11 W 25 2nd measurement zoomed



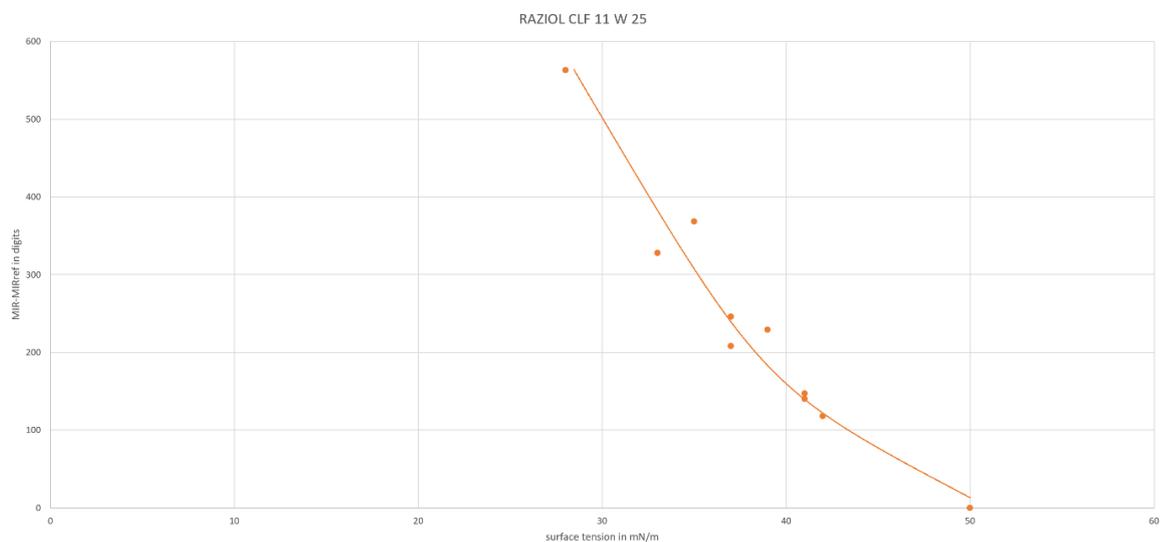
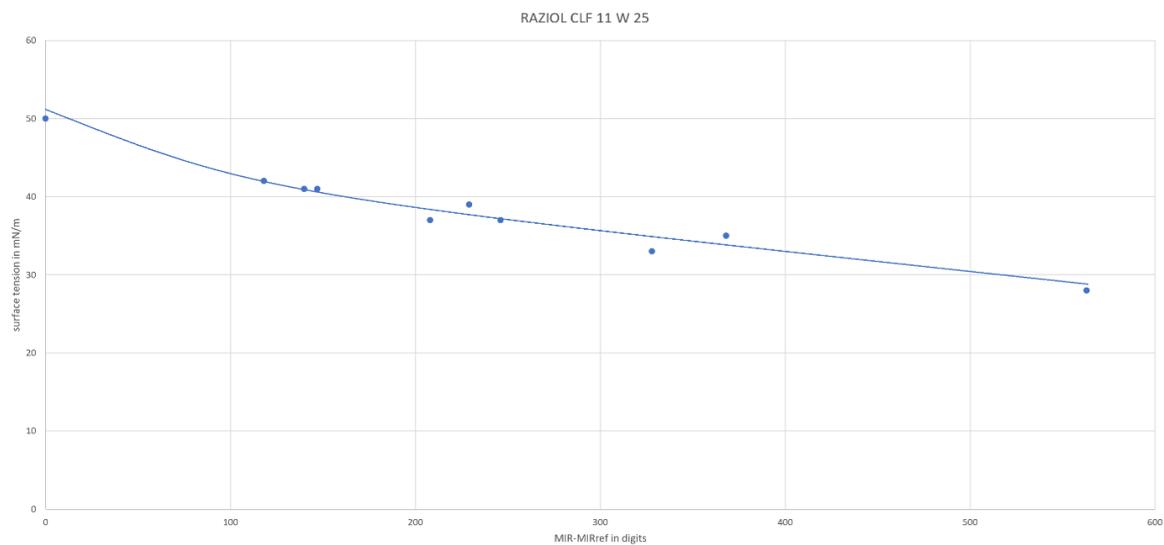
RAZIOL CLF 11 W 25 2nd measurement



### 6.6.2 Korrelation zwischen Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.6.3 Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.7 Raziol CLF 11 SE

### 6.7.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

## CLF 11 SE

### Rückstandsverhalten

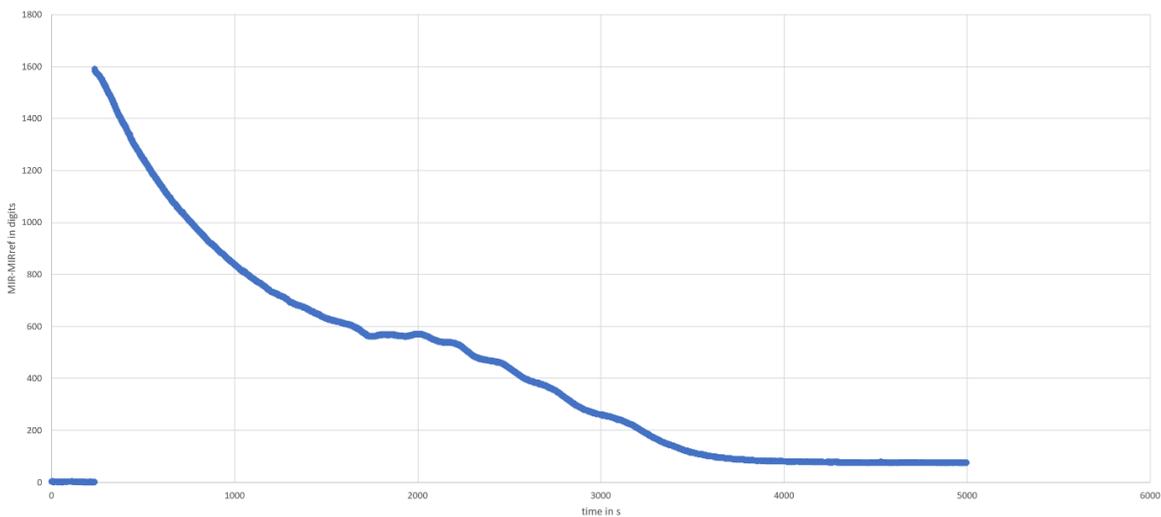
gering < <

> > hoch

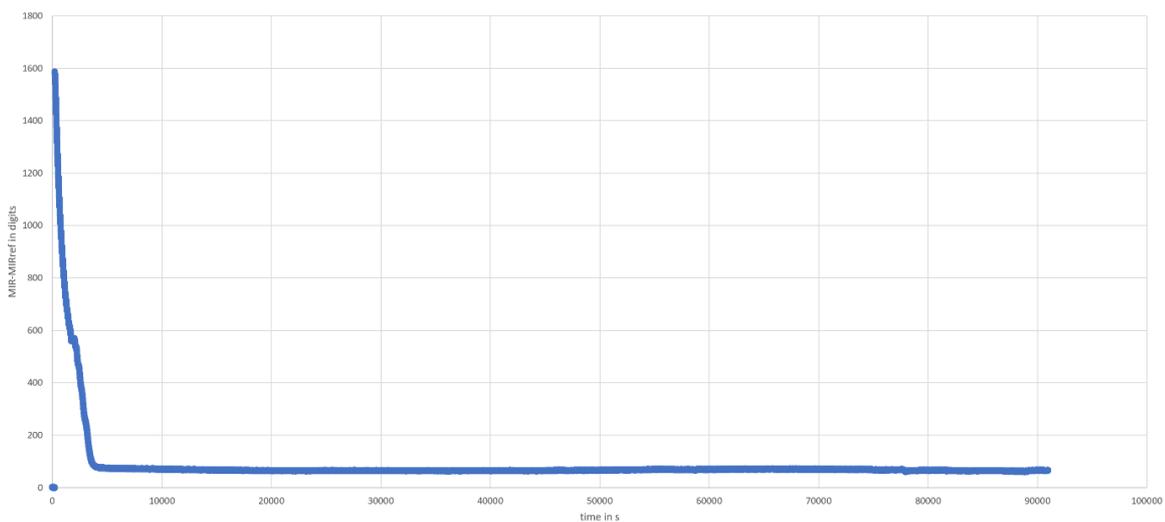


- Verdunstungszeit: ca. 60 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 5%

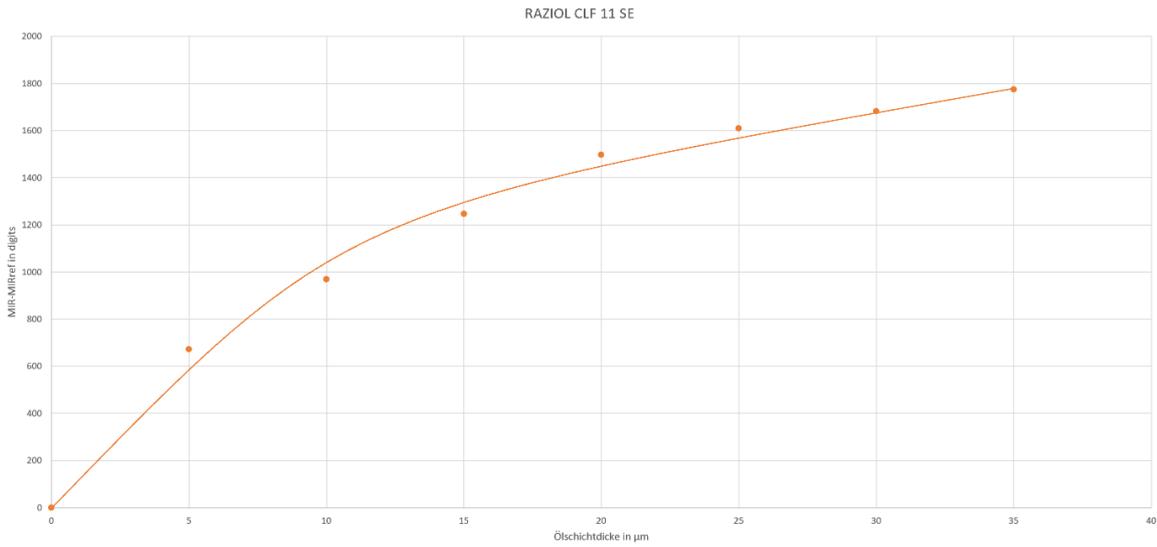
RAZIOL CLF 11 SE 1st measurement zoomed



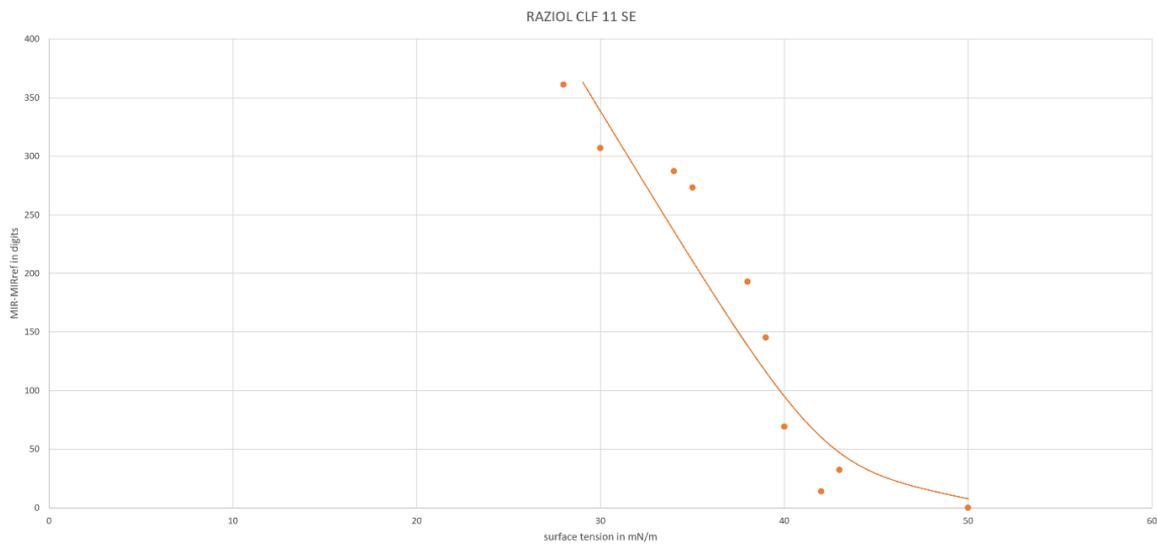
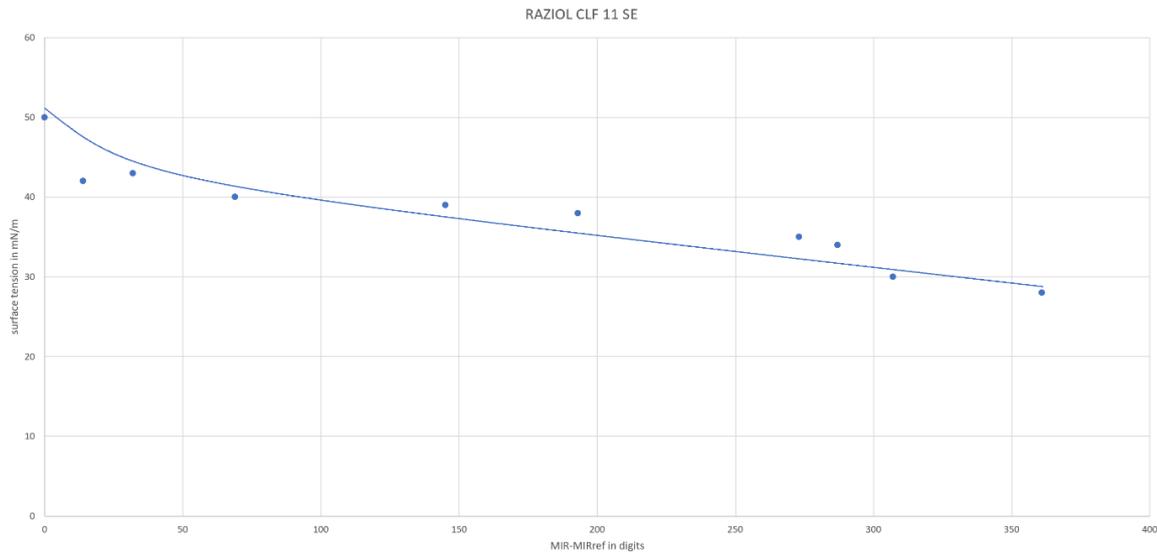
RAZIOL CLF 11 SE 1st measurement



### 6.7.2 Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.7.3 Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.8 Raziol CLF 11 S

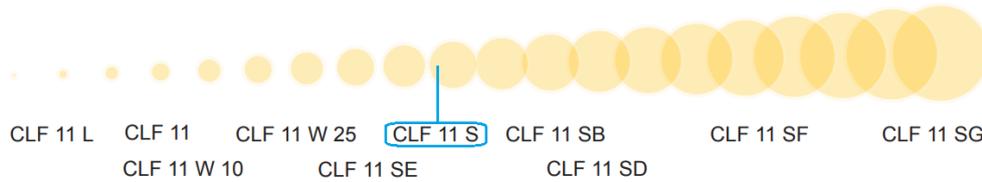
### 6.8.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

# CLF 11 S

## Rückstandsverhalten

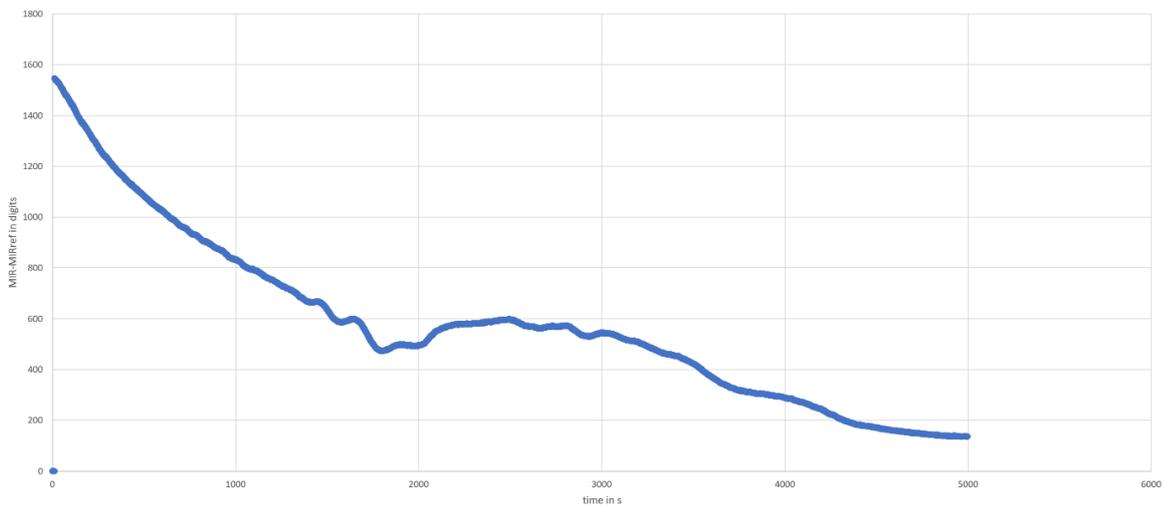
gering < <

> > hoch

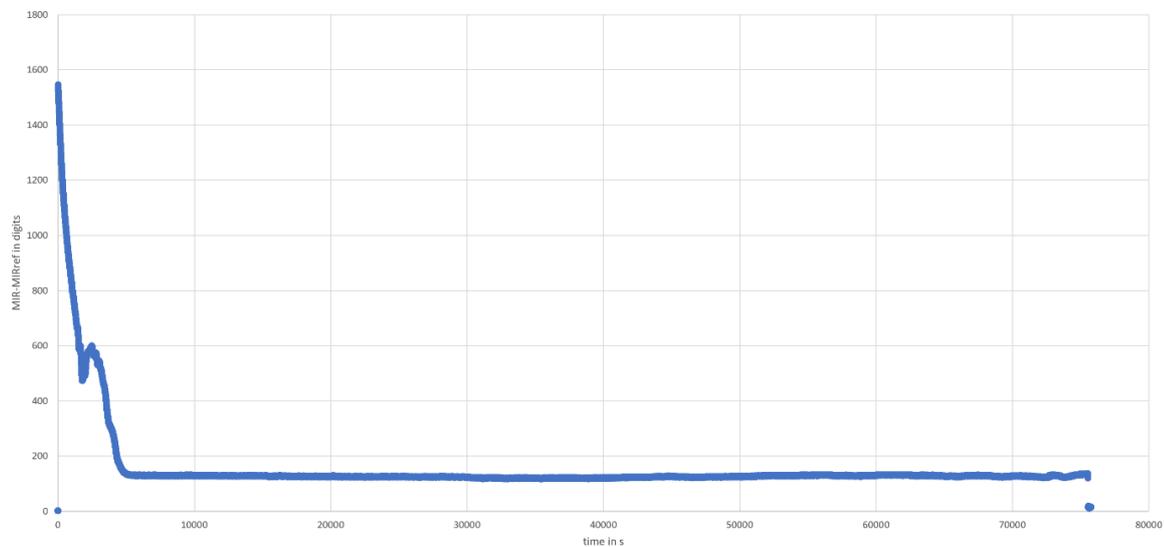


- Verdunstungszeit: ca. 83 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 10%

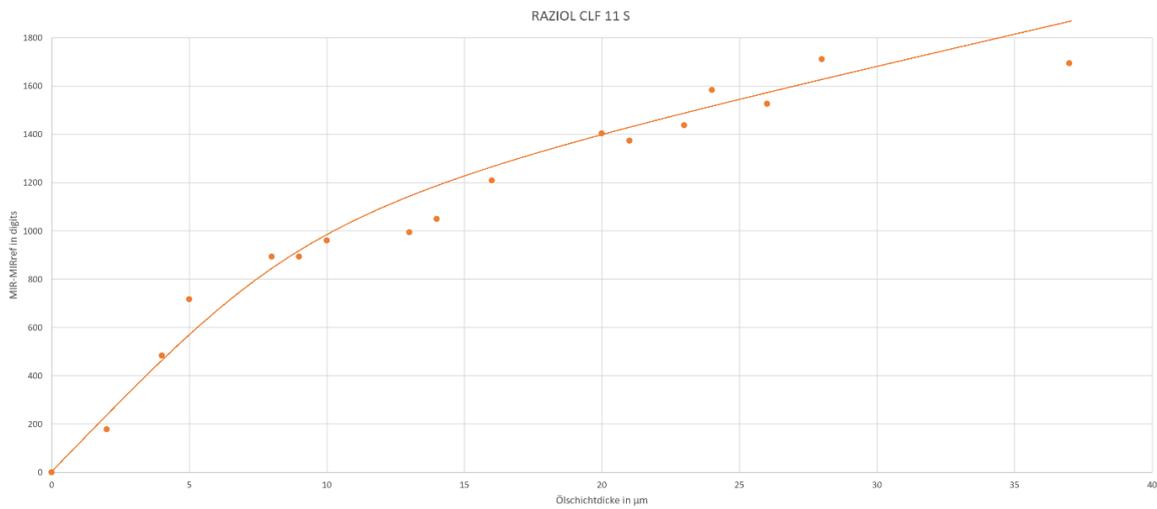
RAZIOL CLF 11 S 1st measurement zoomed



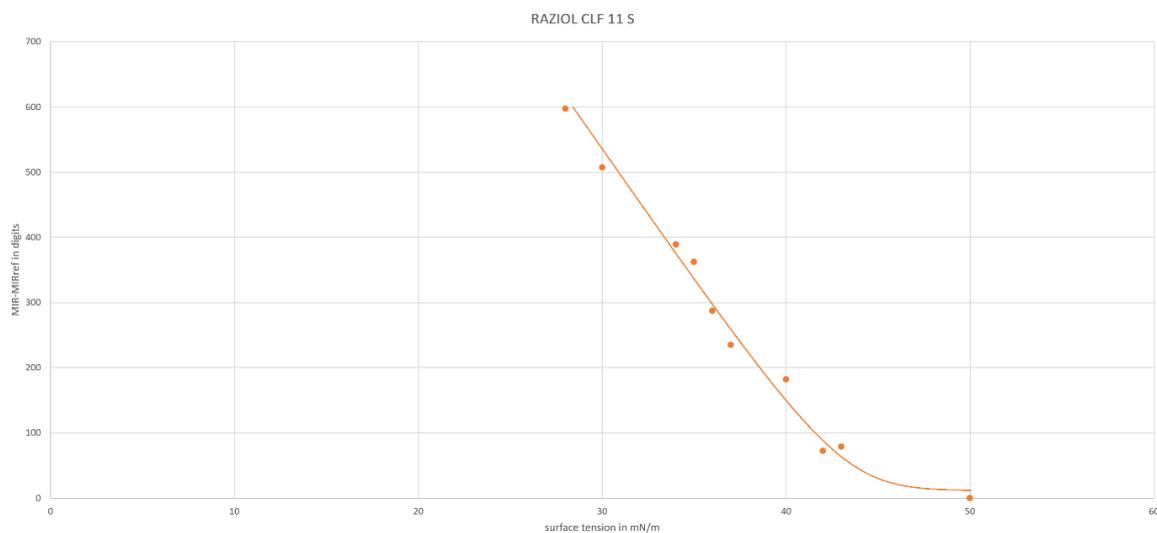
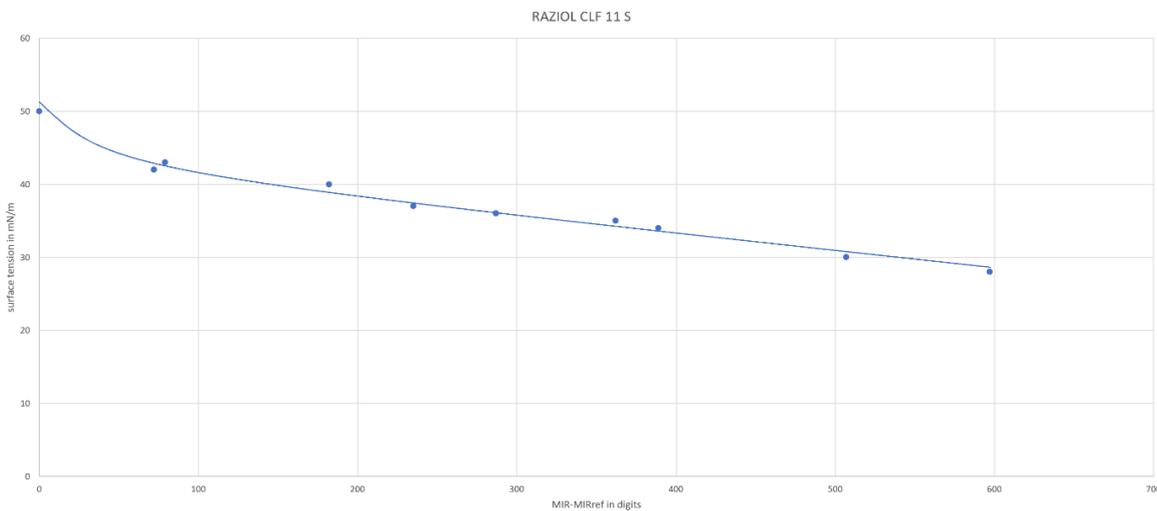
RAZIOL CLF 11 S 1st measurement



### 6.8.2 Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.8.3 Normiertes Sensorsignal in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.9 Raziol CLF 11 SB

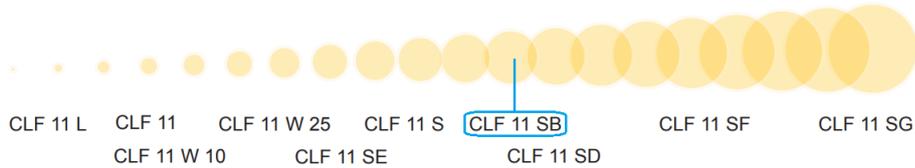
### 6.9.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

## CLF 11 SB

### Rückstandsverhalten

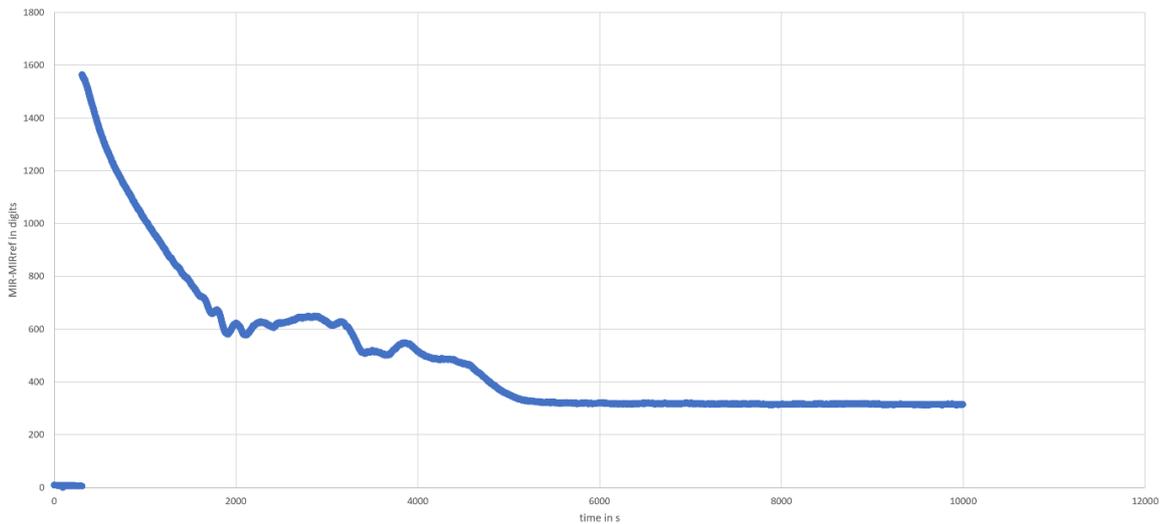
gering < <

> > hoch

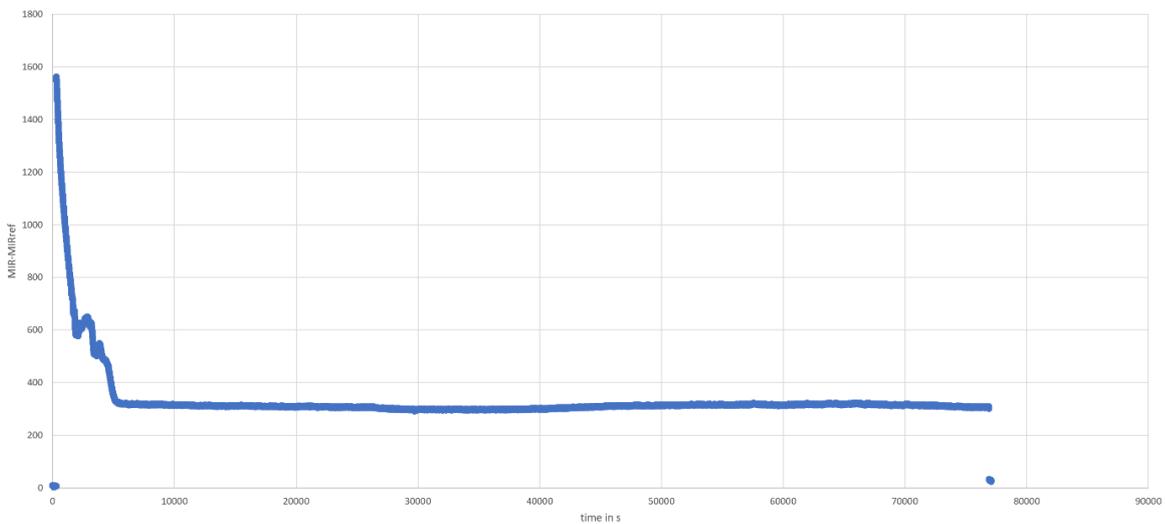


- Verdunstungszeit: ca. 72 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 21%

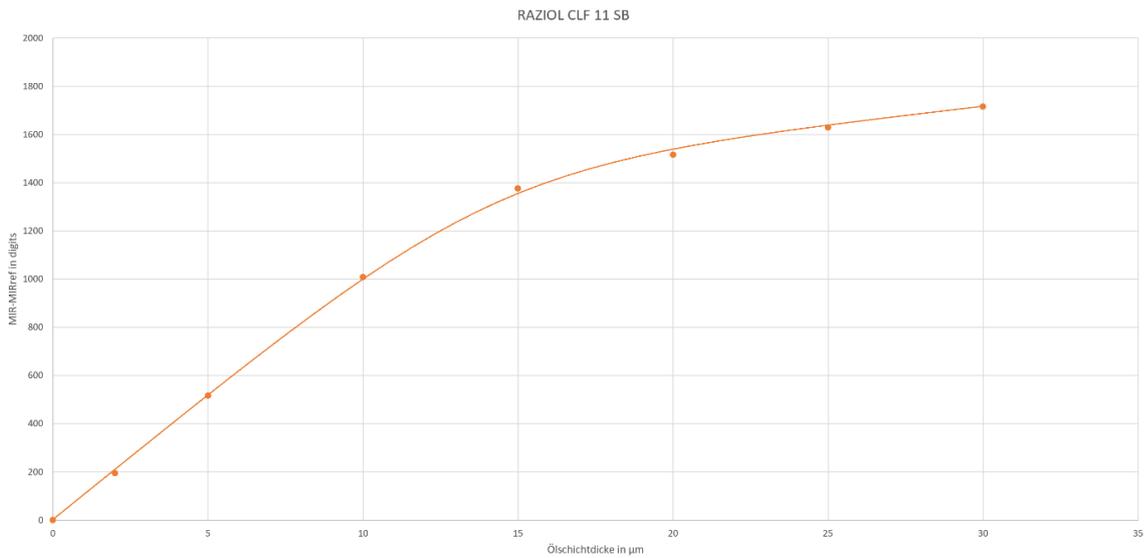
RAZIOL CLF 11 SB 1st measurement zoomed



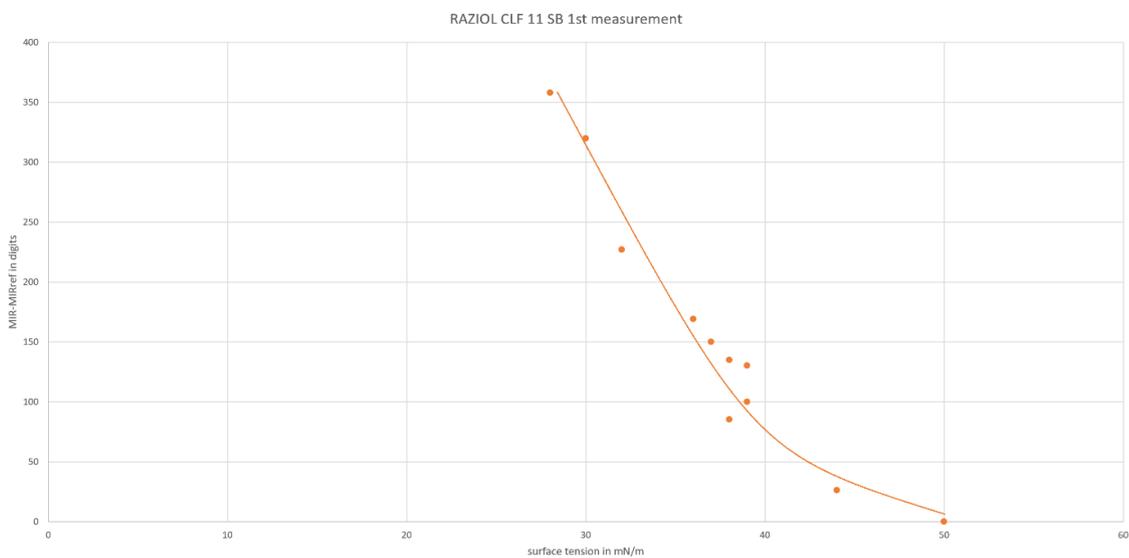
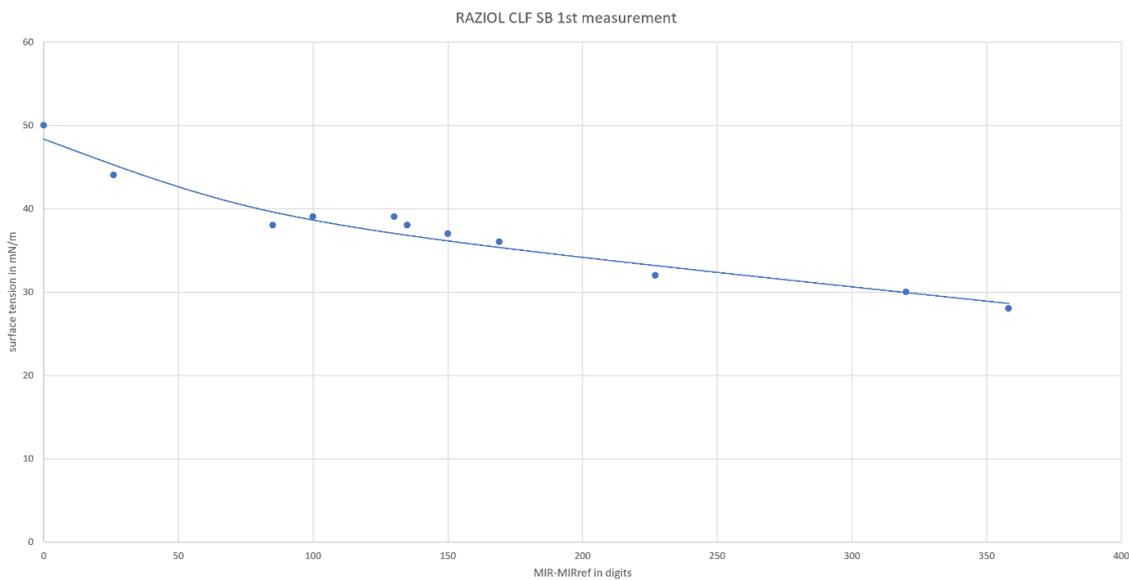
RAZIOL CLF 11 SB 1st measurement



### 6.9.2 Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.9.3 Normiertes Sensorsignal in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.10 Raziol CLF 11 SD

### 6.10.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

# CLF 11 SD

## Rückstandsverhalten

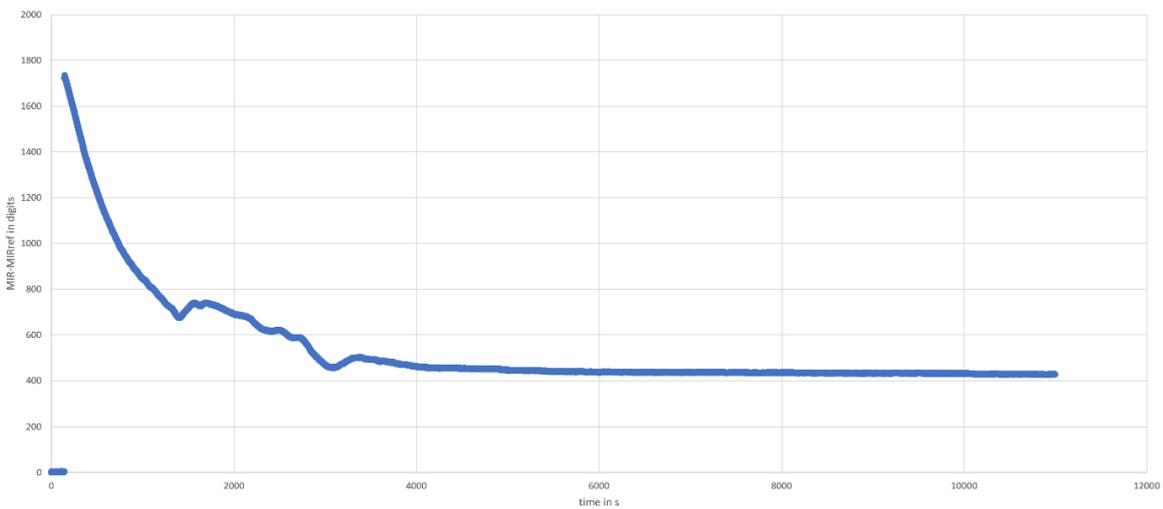
gering < <

> > hoch

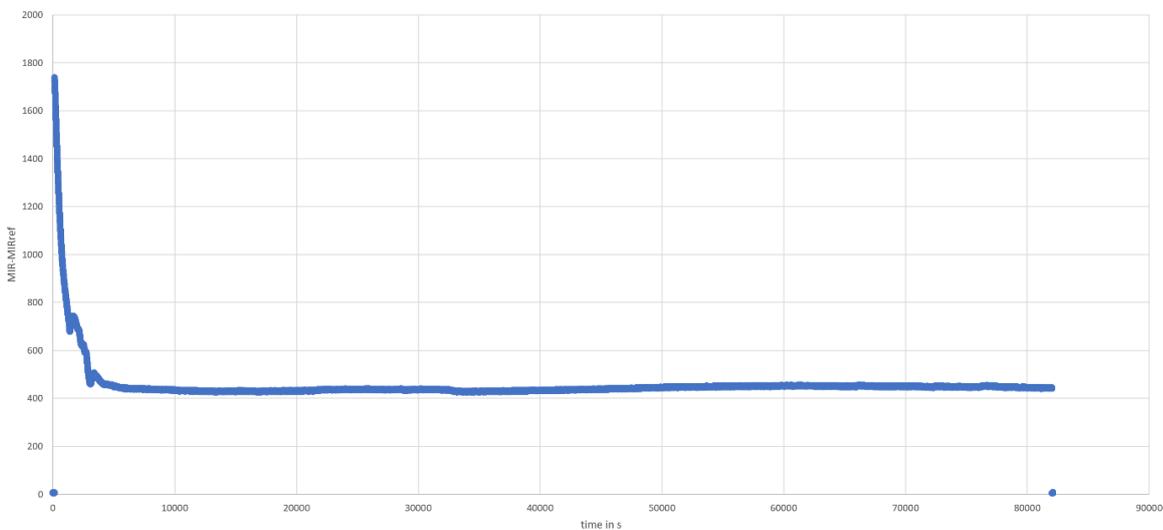


- Verdunstungszeit: ca. 76 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 24%

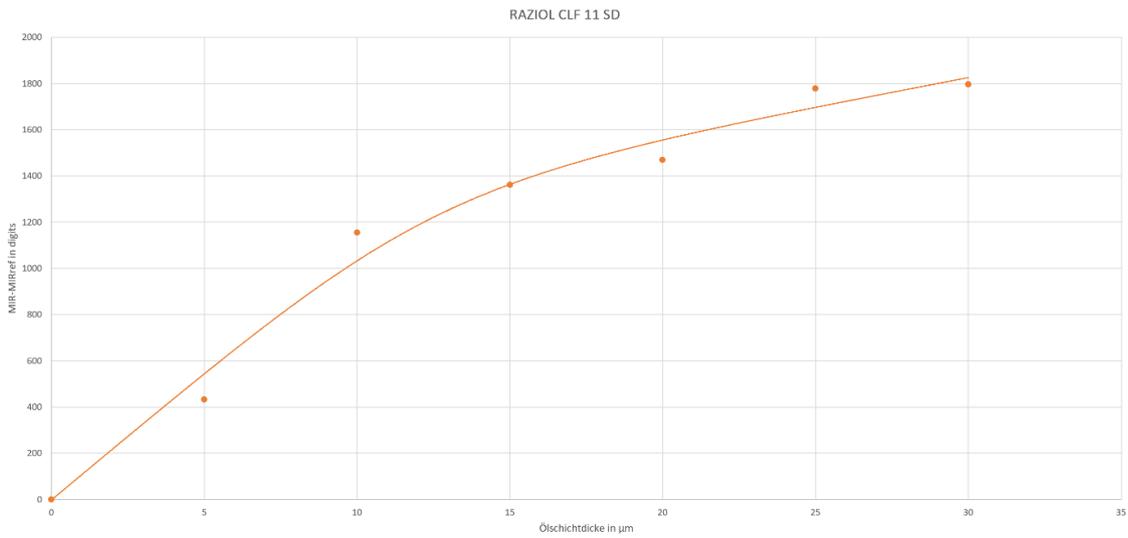
RAZIOL CLF 11 SD 1st measurement zoomed



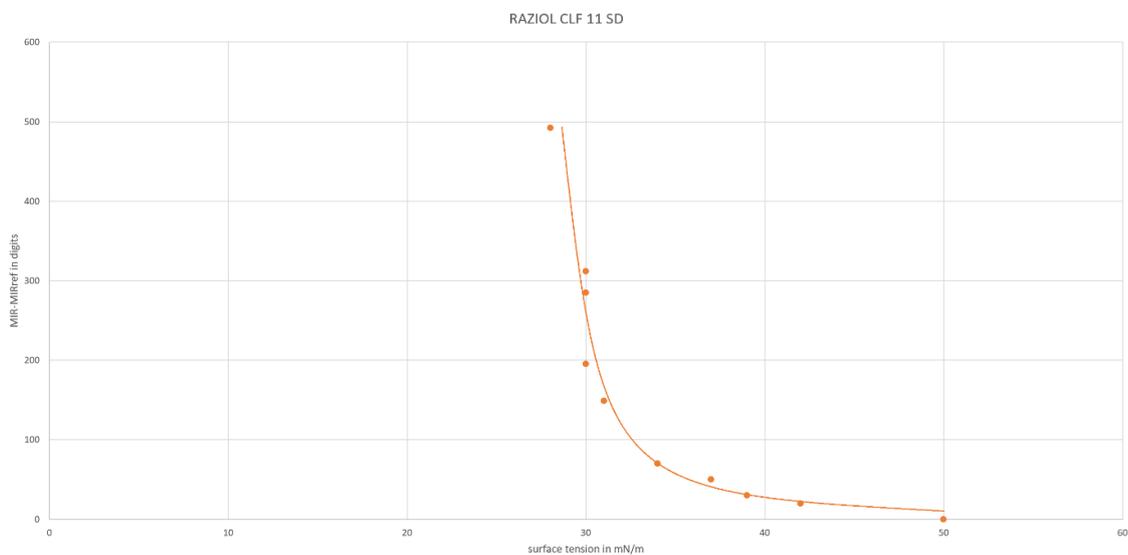
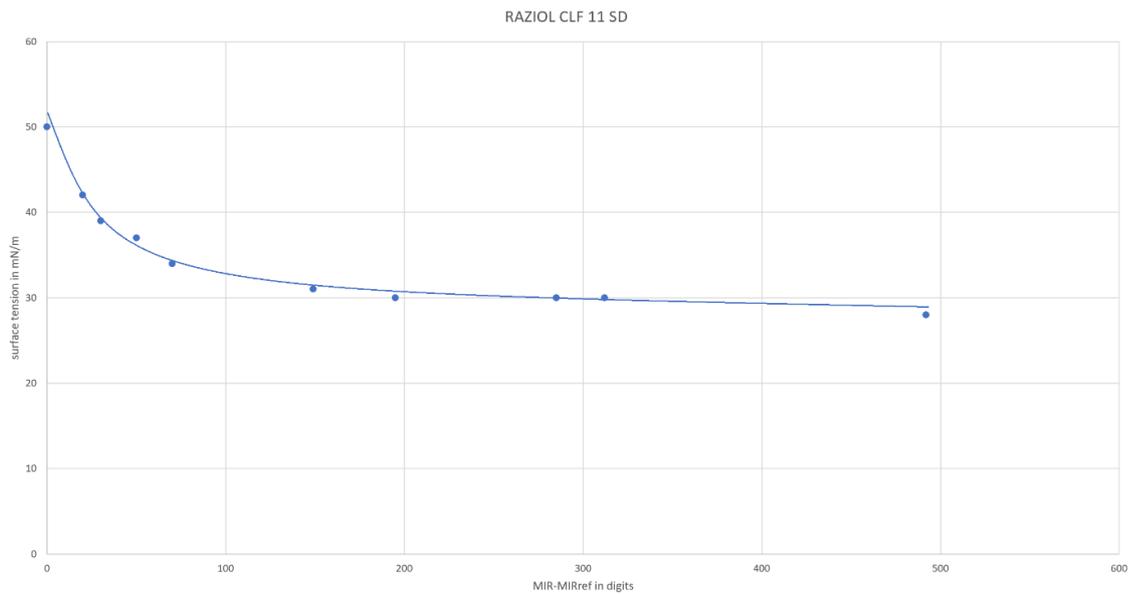
RAZIOL CLF 11 SD 1st measurement



### 6.10.2 Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.10.3 Normiertes Sensorsignal in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.11 Raziol CLF 11 SF

### 6.11.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

# CLF 11 SF

## Rückstandsverhalten

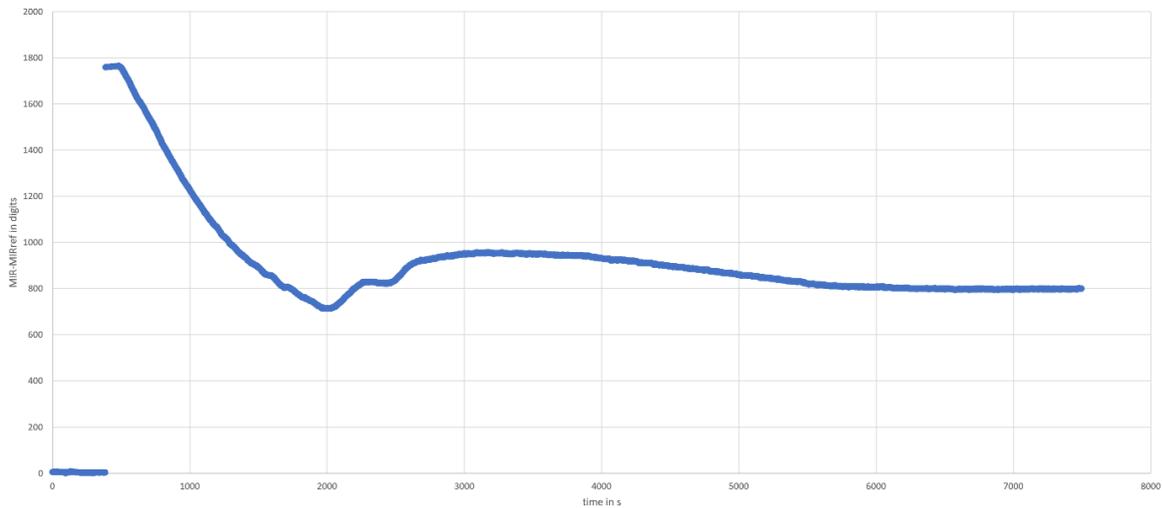
gering < <

> > hoch

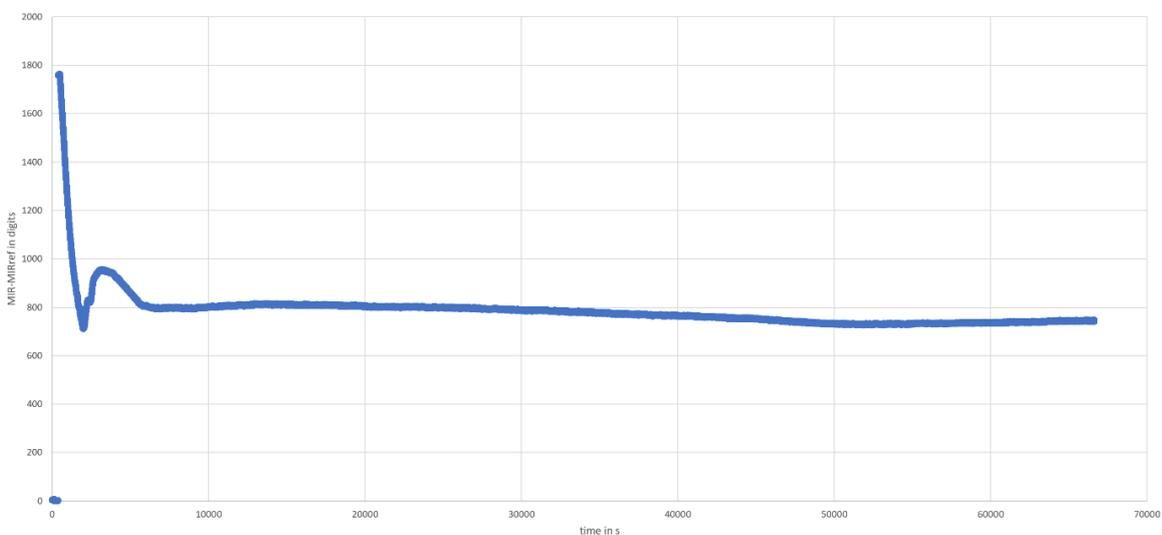


- Verdunstungszeit: ca. 83 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 45%

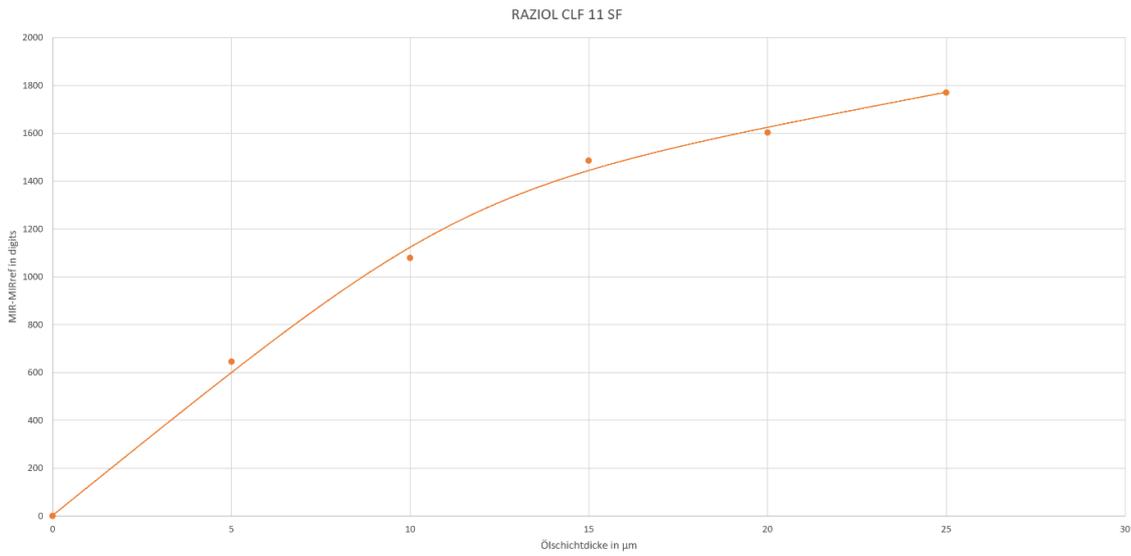
RAZIOL CLF 11 SF 1st measurement zoomed



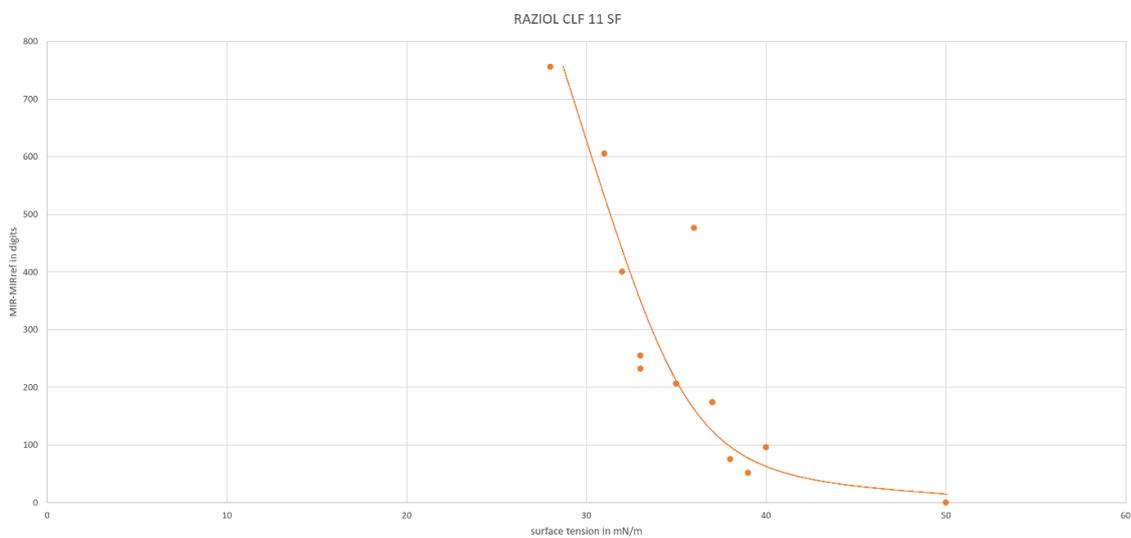
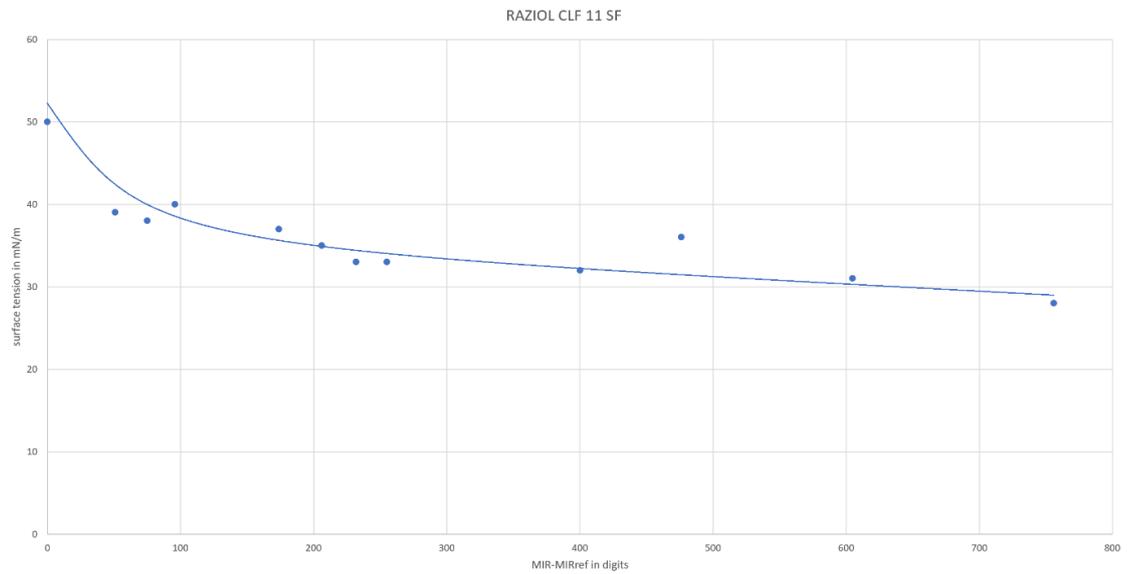
RAZIOL CLF 11 SF 1st measurement



### 6.11.2 Korrelation zwischen der Ölschichtdicke und dem gemessenen normierten Signal



### 6.11.3 Normiertes Sensorsignal in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung



## 6.12 Raziol CLF 11 SG

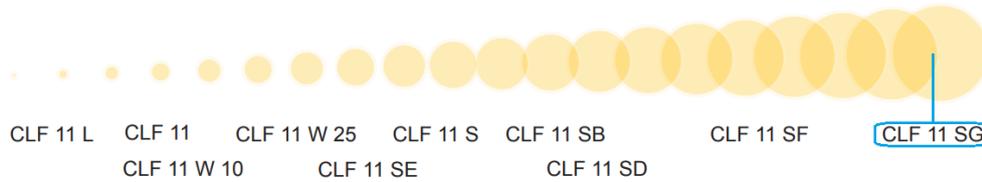
### 6.12.1 Verdunstungszeit der im Öl enthaltenen flüchtigen Komponenten

# CLF 11 SG

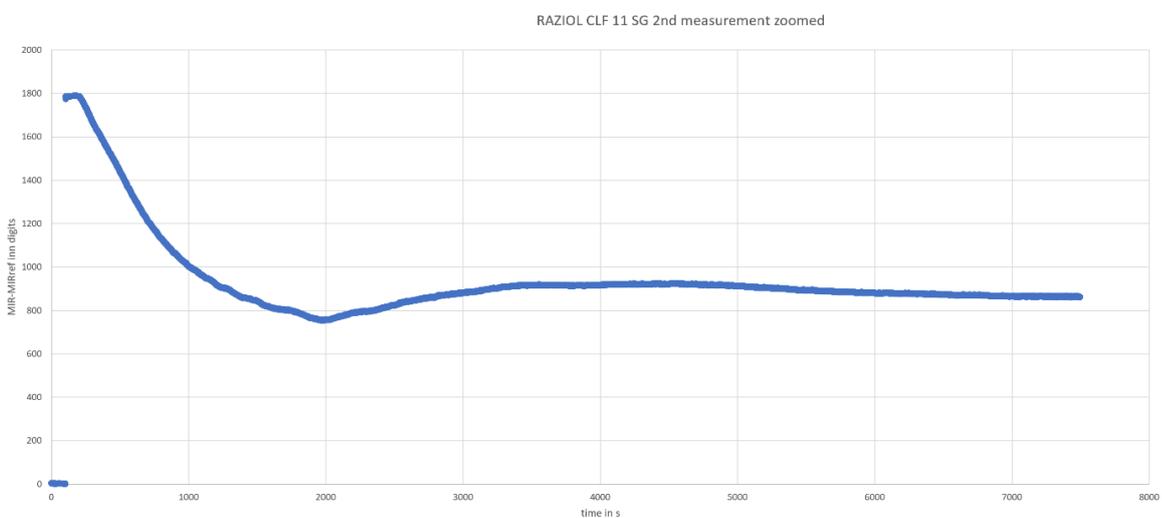
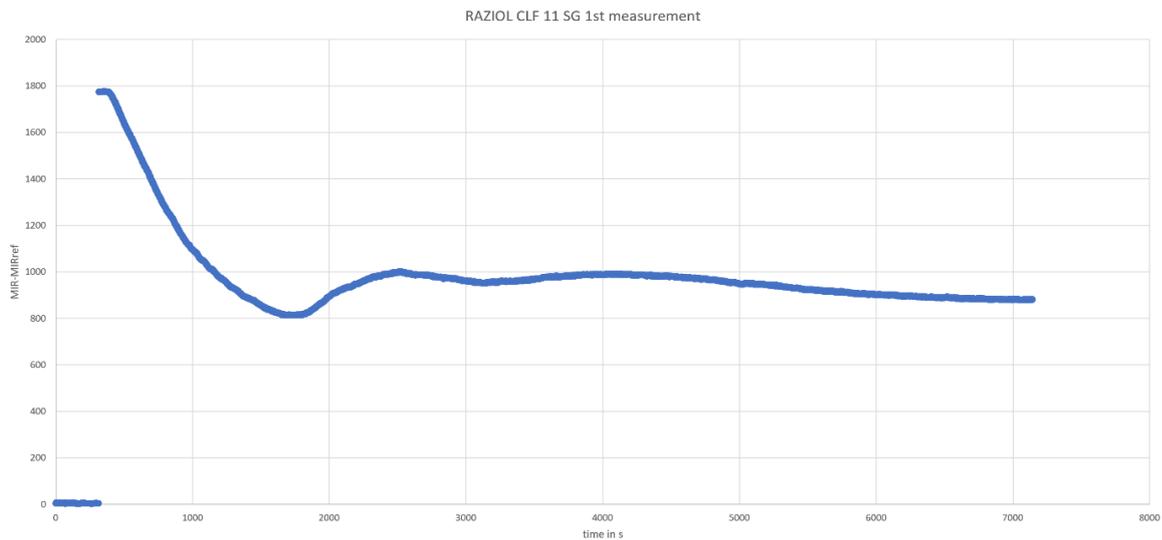
## Rückstandsverhalten

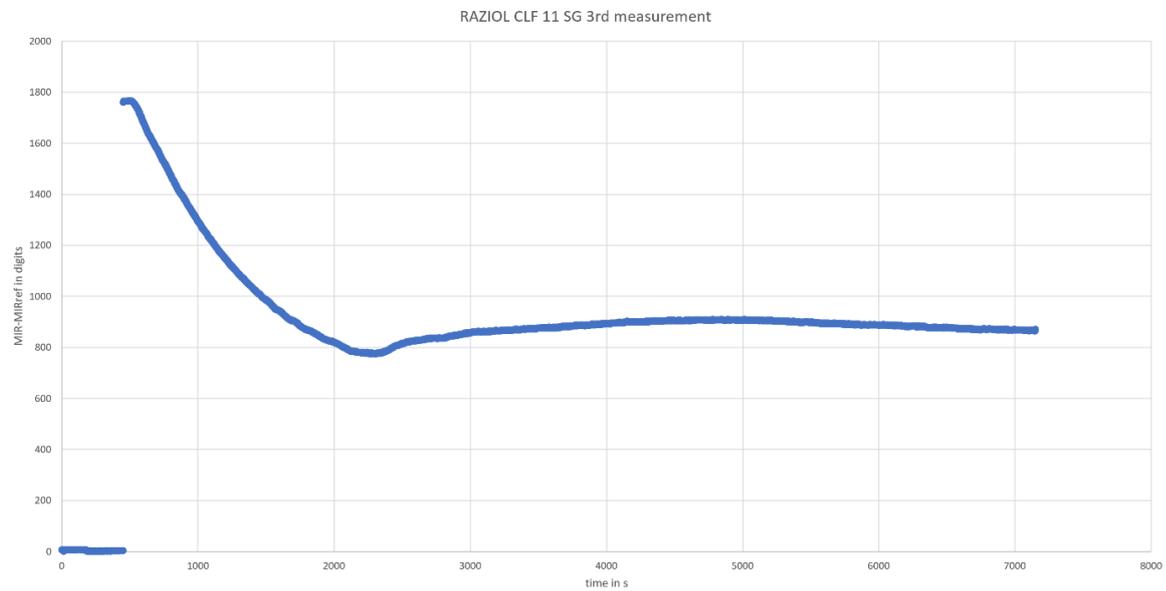
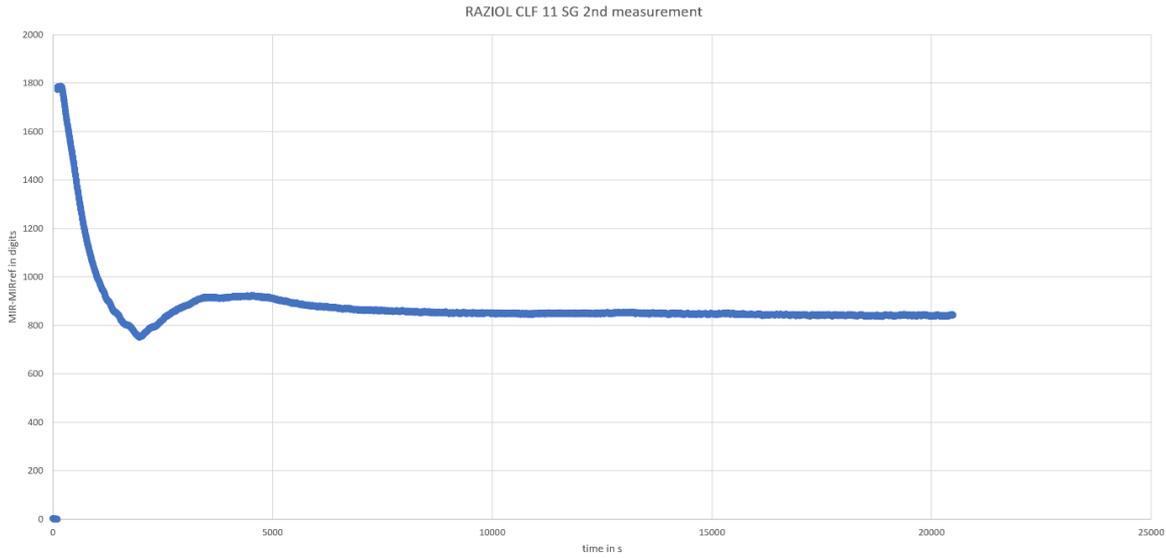
gering < <

> > hoch



- Verdunstungszeit: ca. 100 min
- Ölrückstandsmenge: ca. 48%





### 6.12.2 Normiertes Sensorsignal in Anhängigkeit von der Oberflächenspannung

