

Vom Schadensfall zur Ursachenfindung

Trotz eines ständig wachsenden Aufwandes für qualitätssichernde Maßnahmen in der Oberflächentechnik gibt es immer wieder Schadensfälle mit den unterschiedlichsten Auswirkungen. Für die Ursachenforschung stehen verschiedene Verfahren zur Verfügung. Nachfolgend wird eine systematische Vorgehensweise im Schadensfall aus der Praxis beschrieben.

Typische Fragestellungen, die mit Hilfe der Oberflächenanalytik plausibel beantwortet werden können, lassen sich in drei Praxisbereiche einordnen:

Ursachenforschung in der Fehler- und Schadensanalytik:

- ◆ Was sind die Ursachen für Farbänderungen und Fleckenbildung bei dekorativen Schichten?
- ◆ Was sind die Ursachen von Kratern in Pulverbeschichtungen?
- ◆ Warum lassen sich bestimmte Folien nicht bedrucken?

Überwachung von Prozessen und Materialien zur Qualitätssicherung:

- ◆ Entsprechen PVD-Hartstoffschichten in Hinblick auf Schichtdicke und Zusammensetzung der geforderten Spezifikation?
- ◆ Ist die Oberfläche vor der Beschichtung frei von Kontaminationen, zum Beispiel frei von Reinigungsmitteln?
- ◆ Hat das Beschichtungsmaterial die geforderte Reinheit?

Entwicklung und Optimierung von Fertigungsprozessen und Produkten:

- ◆ Mit welchen Reinigungsverfahren lassen sich organische Spurenverunreinigungen bei der Leiterplattenherstellung optimal entfernen?
- ◆ Wie verändert sich das Diffusionsverhalten von Schwefel bei Änderung der Dicke und Zusammensetzung der Diffusionssperre?

- ◆ Wie lassen sich Vergütungsschichten auf Brillengläsern optimieren?

Oberflächenanalytische Verfahren erlauben einen detaillierten Einblick in die Zusammensetzung (chemisch) und Struktur (physikalisch) von Werkstoffoberflächen und liefern somit entscheidende Beiträge für die drei Praxisbereiche:

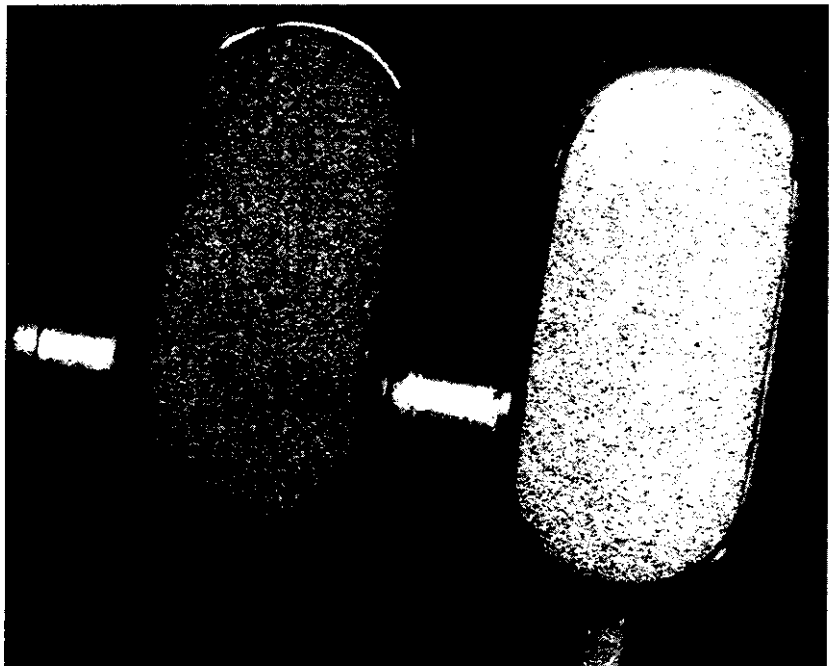
- ◆ um die Ursache eines Schadensfalls zu ermitteln
- ◆ um Fehlerquellen zu erkennen, bevor ein Schadensfall auftritt

- ◆ um Prozesse an Oberflächen und Schichten grundsätzlich besser zu verstehen

Dieser Aufsatz beschränkt sich auf den Bereich der Ursachenforschung in der Fehler- und Schadensanalytik. Ein typisches Beispiel, Farbänderung und Fleckenbildung bei dekorativen Schichten, veranschaulicht die Vorgehensweise vom Schadensauftritt über die Ursachenerkennung bis hin zur Beseitigung der fehlerhaften Ursache.

Der Schadensfall

Vor Beginn der analytischen Arbeiten steht die Problemdiskussion mit dem Auftraggeber. Im konkreten Fall ist es ein Hersteller von Kammern, die als Gehäuse für ein miniaturisiertes Hörgerät dienen. Sie lassen sich unauffällig in ein Brillengestell integrieren



Farbliche Unterschiede der Hörkammer-Gehäuse und Fleckenbildung führen teilweise zu Produktionsausfällen. Das Gehäuse links ist erheblich dunkler und zeigt Fleckenbildung.

und haben dadurch auch eine dekorative Funktion.

Der Schadensfall: Farbliche Unterschiede der Gehäuse und Fleckenbildung führen zu teilweise erheblichen Produktionsausfällen.

Der Auftraggeber konnte dem Analytik-Dienstleister zusätzlich einige wichtige Informationen geben:

- ◆ Eine Hörerkammer besteht aus einem Grundkörper aus Bronze, der aus optischen Gründen sandgestrahlt und anschließend mehrfach beschichtet wird. Dabei wird eine galvanische Schicht als Diffusionsperre eingesetzt.
- ◆ Farbliche Unterschiede, die bisher nur sporadisch vorkamen, traten immer häufiger und massiver auf.
- ◆ Es kam auch zur Bildung von zunächst winzigen Flecken, die bei Kontakt mit Hautschweiß jedoch rasch anwuchsen und daher besonders kritisch waren.
- ◆ Die ersten Probleme traten auf, als ein Lieferant seine FCKW-Vorreinigung auf wässrige Basis umstellte. Dieser behauptete jedoch, dass außer bei der Kammerbeschichtung sonst keine Probleme auftraten.

Der schwierige Weg zur Ursachenfindung

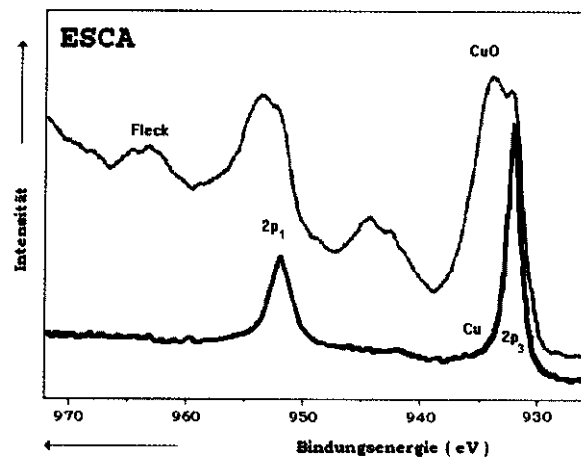
Nachdem das Problem somit klar umrissen war, einigte man sich zunächst auf eine vergleichende Untersuchung der Oberfläche hinsichtlich Topographie, elementarer und chemischer Zusammensetzung. Dazu wurden die Verfahren Rasterelektronenmikroskopie (REM) und die Elektronen-Spektroskopie für Chemische Analyse (ESCA) eingesetzt.

Diese Verfahren liefern jedoch stets eine Fülle von Informationen. Um den problemrelevanten Anteil davon zu ermitteln, wurden gezielt die Unterschiede zwischen einwandfreien und mangelhaften Proben analysiert.

Oberflächentopographie

Die rasterelektronenmikroskopische Vergrößerung der schadhaften

Elementare und chemische Zusammensetzung: ESCA-Spektrum



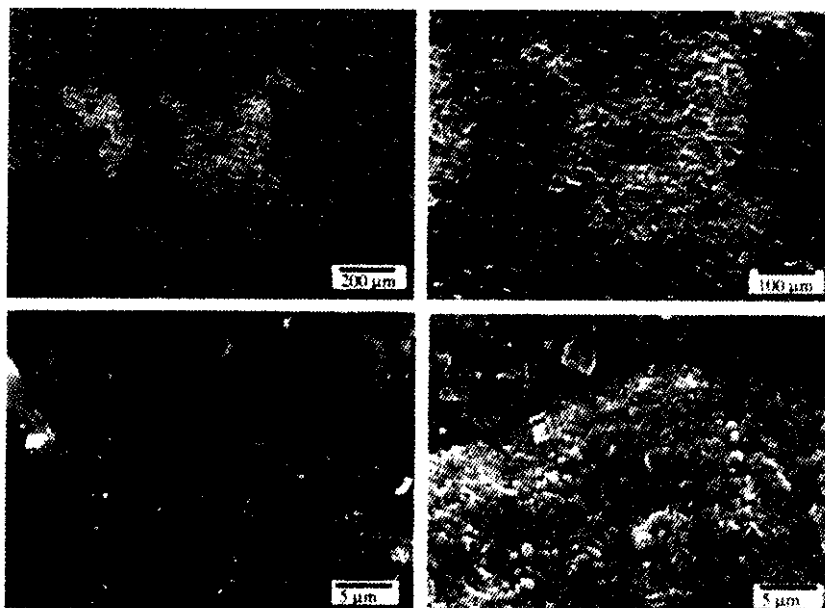
Hörkammer (Bild unten) zeigt bei kleiner Vergrößerung Flecken neben fleckenfreien Bereichen auf der Oberfläche (Aufnahmen im Bild oben), ein teilweises Abplatzen der obersten Schicht im fleckenfreien Bereich (im Bild links unten) sowie das teilweise Auftreten von Spalten. Die insgesamt hügelige Oberflächentopographie ist dabei typisch für eine Diffusionssperre.

Die Fleckbereiche (Aufnahmen im Bild rechts) weisen ebenfalls Spalten auf und besitzen an der Oberfläche eine deutlich veränderte Morphologie in Form kleiner kugelförmiger Agglomerate.

Als nächster Analyseschritt folgt nun die getrennte Untersuchung des Flecks sowie des übrigen Bereichs auf die elementare und chemische Zusammensetzung einer schadhaften im Vergleich zu einer einwandfreien Probe.

Elementare und chemische Zusammensetzung

Die elektronenspektroskopische Untersuchung der schadhaften Hörkammer zeigt die Anwesenheit von Kupfer, das trotz Sperrschicht aus dem Bronzematerial des Grundkörpers an



Die Oberfläche der Hörkammer-Geräte unter dem Rasterelektronenmikroskop (REM)

die Oberfläche diffundiert ist. Die chemische Analyse ergibt, dass im Fleckbereich Kupferoxid vorliegt, das durch Korrosion des Kupfers an Luft entstanden ist. Durch aggressiven Hautschweiß wird die Korrosion noch begünstigt. Die Diffusion erfolgt sehr wahrscheinlich entlang der im REM gefundenen Spalte.

Die bisher durchgeführten Untersuchungen beschreiben zwar die Symptome, geben jedoch noch immer keinen konkreten Hinweis auf die eigentliche Ursache des Problems. Alles deutet jedoch darauf hin, dass das Versagen der Diffusionsspererschicht auf ein typisches Grenzflächenproblem zurückzuführen sein dürfte.

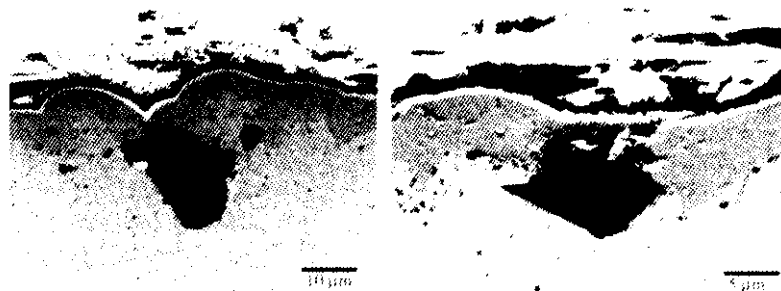
Untersuchung von Schicht und Grenzfläche

Nach Absprache mit dem Auftraggeber wurden die Untersuchungen fortgesetzt. Um einen raschen Überblick von Schichtsystem, Grenzfläche und Grundwerkstoff zu erhalten, wurde ein metallographischer Querschliff angefertigt und rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

Elementanalyse des Partikels durch EDX und Ergebnisdiskussion

Die Röntgenmikroanalyse ergibt, dass der Partikel aus Korundmaterial (Al_2O_3) besteht.

Mit der Identifikation dieses Partikels ist die eigentliche Schadensursache



Der Querschliff zeigt den Grundwerkstoff, darüber eine etwa 5 µm dicke Sperrschicht, bedeckt von der eigentlichen Dekoschicht. Darüber befindet sich die Einbettmasse, die aufgrund elektrostatischer Aufladung hell überstrahlt ist. In den Grundwerkstoff ist ein etwa 10 µm großer Partikel eingebettet, der mit überschichtet wurde. Dieser Partikel wurde auf seine Zusammensetzung untersucht.

gefunden: Beim Sandstrahlen der Kammergehäuse vor dem Beschichten wurden je nach verwendetem Strahlendruck mehr oder weniger Korundpartikel in das weiche Bronzematerial mit eingebettet.

Sind Anzahl und Größe dieser Partikel klein, so besteht kaum die Gefahr einer Farbänderung, da nur wenig Kupfer hochdiffundiert. (Tatsächlich wurden geringste Spuren von Kupfer auch auf der Oberfläche der guten Vergleichsprobe gefunden.) Größere Korundpartikel dagegen, die bis unter die Oberfläche reichen, verursachen Spalte, so dass Material aus dem Grundwerkstoff an die Oberfläche diffundieren kann, dort teilweise korrodiert und zu Farbveränderungen führt.

Je nachdem, wie gestrahlt wird, treten die Probleme unterschiedlich häufig auf. Der Beschichter selbst hatte mit

seiner Aussage, dass nur das Material des Auftraggebers Probleme bereitet, vollkommen Recht.

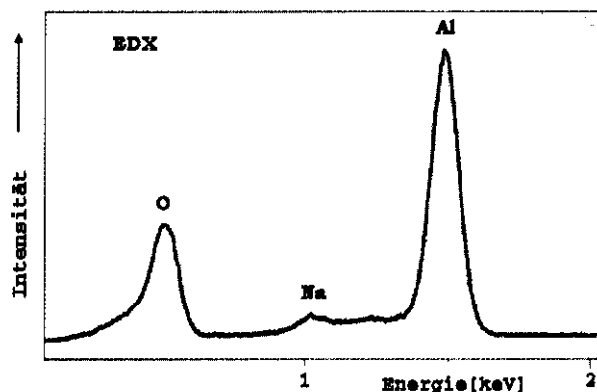
Der Auftraggeber dagegen muss beim Sandstrahlen zukünftig entweder vorsichtiger arbeiten oder die Teile anschließend sorgfältig im Ultraschallbad reinigen.

Da die Ursache jedoch erkannt ist, lässt sich dieses Problem zukünftig sicher in den Griff bekommen.

Zusammenfassung

Systematisches Vorgehen, ein offener und vertrauensvoller Dialog zwischen Auftraggeber und Analytikdienstleister sowie dessen Know-how und Geräteausstattung sind Grundvoraussetzungen für die erfolgreiche Ursachenfindung in der Schadensanalytik.

Die Zusammenarbeit mit einem erfahrenen Analytikdienstleister aber hilft nicht nur bei der Aufklärung von Schadensfällen, darüber hinaus steht er den Verantwortlichen für Qualitätssicherung sowie Forschung und Entwicklung beratend zur Seite: eine sinnvolle Ergänzung eigener Ressourcen für KMU's. ■



Das EDX-Spektrum aus der Röntgenmikroanalyse gab Aufschluss über die Schadensursache

Der Autor:

Dr. Gerhard Ringel, Analytik Dr. Peters,
Remscheid, Tel. (0 21 91) 90 02 35,
analyse@drpeters.de
www.drpeters.de