

# Silikonöl (Polysiloxan) als Verunreiniger

## analytische Bestimmung und Reinigung



Win Labuda



Christian Wendt

Silikonöle (Polydimethylsiloxane) sind farb- und geruchlose, nicht reaktive Flüssigkeiten, die ein Eigenschaftsprofil aufweisen, welches sich von dem der Mineralöle deutlich unterscheidet. Silikonöle haben keine Kohlenstoff-basierten sondern Siloxan-basierte Kettenmoleküle als Grundstruktur <sup>[1]</sup> (Abb. 1). Daraus folgt: Höherer Flammpunkt, höhere Temperatur-Beständigkeit, höhere Stabilität über einen weiten Temperaturbereich, ausgeprägtere Hydrophobie, geringere Oberflächenspannung, chemische Inertheit und gute chemische Löslichkeit. Es ist verständlich, dass eine solche Substanz vielfältigen technischen Einsatz findet. Wie so oft sind jedoch die erwünschten Eigenschaften für die eine Anwendung die Unerwünschten für die andere. So bringt die Eigenschaft des Silikonöls als gutes Trennmittel auch eine Reduzierung der Oberflächen-Haftung von Lack- und Klebemittelaufträgen mit sich. Die gute Fließ- und Migrationsfähigkeit bewirkt andererseits auch das schleichende Überziehen elektrischer Kontakte mit einer isolierenden Schicht, die dann Kontaktierungs-Probleme und solche mit der Lötstellenfestigkeit nach sich zieht. Nicht zuletzt lassen sich mit einer Silikonöl-Schicht überzogene Objekt-Oberflächen nur schwer reinigen..

Silikonöle sind industriell verbreitete Zusatzstoffe für die Herstellung von Kunststoff-Additiven, Textil- und Faser-Hilfsstoffen, Schmiermitteln, Antischaum- und Trennmitteln, Dichtungsmassen, Weichmachern und nicht zuletzt für Haar- und Haut-Pflegemittel. Letztere Anwendung hat eine bestimmte Bedeutung für die Techniken des Reinens Arbeitens. Besteht doch bei manuell durchgeführten Reinigungs-Arbeiten die Gefahr der Kontaminierung von Objekt-Oberflächen mit Silikonöl-Spuren wenn dies nicht durch das Tragen geeigneter Schutzhandschuhe verhindert wird.

### Mischbarkeit, Lösbarkeit

Polydimethylsiloxane sind mit aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen, Chlorkohlen-

wasserstoffen, Ethern, Estern, Ketonen und höheren Alkoholen mischbar. Nicht mischbar sind sie hingegen mit polaren Lösungsmitteln wie Wasser oder kurzkettigen Alkoholen wie 2-Propanol.

### Verunreiniger

Silikonöle haben auch einige Eigenschaften die sie als Verunreiniger kennzeichnen <sup>[1]</sup>: Als freie Substanzen in der Nähe von Metallen geht von ihnen die Gefahr aus, dass sie sich im Rahmen ihrer Kriechneigung, z.B. auf Kontakt-Oberflächen legen und dort den elektrischen Oberflächen-Widerstand verändern. Gubbels et al. <sup>[1]</sup> gliedern die mögliche Polysiloxan-Kontamination in drei Gruppen: Zwei davon entstehen aus der Gasphase: 1 – Flüchtige Silikone aus Zuberei-

tungen wie Fluids und Pasten und 2 – Flüchtige Silikone aus Aerosolen. Die Gruppe 3 – der Verunreiniger betrifft Kontakt und Spreitung von Pasten und Fluids. Zudem sind sie die Ursache von Haftversagen bei lackierten Oberflächen, Leiterplatten-Schäden und filmischen Verunreinigungen allgemein.

### Relevanz

Die in diesem Aufsatz beschriebenen Erkenntnissen betreffen vornehmlich die Auswirkungen von Silikonöl auf das Verbrauchsmaterial für die Techniken des Reinens Arbeitens, umgangssprachlich auch Reinraum-Verbrauchsmaterial genannt. Dazu gehören im hier beschriebenen Zusammenhang die folgenden Verbrauchsprodukte:



© Valentina Shilkina - stock.adobe.com

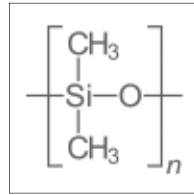


Abb. 1: Chemische Strukturformel von Silikonöl (Polydimethylsiloxan)

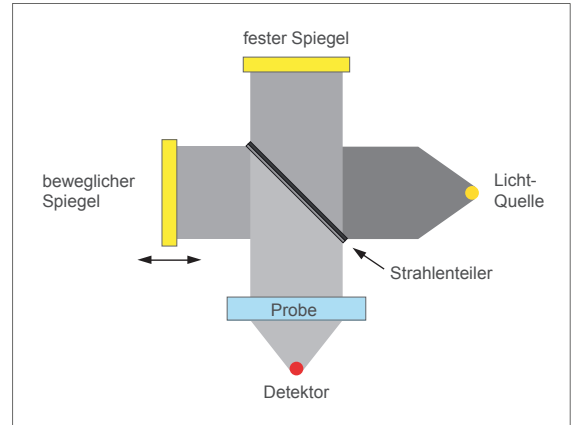


Abb. 2: Schema eines FTIR-Spektrometers

- Reinigungstücher
- Reinigungsstäbchen (Swabs),
- Mopps für die Boden-Reinigung
- Reinraum-Handschuhe
- Reinraum-Bekleidung

### HiTech-Reinigungstücher

Textile HiTech-Produkte wie Reinigungstücher aus PET oder PET/PA-Gestrick kommen oftmals schon im Rahmen der Garnherstellung mit chemischen Fertigungs-Begleitstoffen in Kontakt. Sie können Polydimethylsiloxan, als Teil der so genannten „Spinnöle“ enthalten. Dies bezieht sich auch auf den nachgeordneten Strickprozess und die dabei eingesetzten „Stricköle“.

Bei der Anwendung von Präzisions-Reinigungstüchern muss in deren Fertigungsumfeld oder Labors manchmal das Vorkommen von Silikonölen weitestgehend ausgeschlossen werden. Daher ist es notwendig, vor dem Einsatz von HiTech-Wischnitteln deren eventuell vorhandene Restkontamination zu kennen bzw. deren Übertragungswahrscheinlichkeit auf die kritischen Prozess- und Objekt-Oberflächen analytisch sicher zu stellen. Dies ist nach Erfahrung der Autoren jedoch nur in Zusammenarbeit mit einem versierten Tuch-Hersteller möglich. Der sollte über das folgende analytische Instrumentarium verfügen: O<sub>2</sub>-Plasma-Reinigungs-Anlage, Gas-Chromatograf, alternativ HPLC-Messplatz, FTIR-Spektroskop. Er muss zudem willens und in der Lage sein, die gewonnenen Erkenntnisse freimütig mit dem Tuch-Anwender zu teilen, sollen schädliche Kontaminationen tatsächlich ausgeschlossen werden.

Um Silikonölsuren durch wischende Reinigungsverfahren von kritischen Objekt-Oberflächen zu entfernen ist es wichtig sicherzustellen, dass die eingesetzten Wischnittel nicht selbst

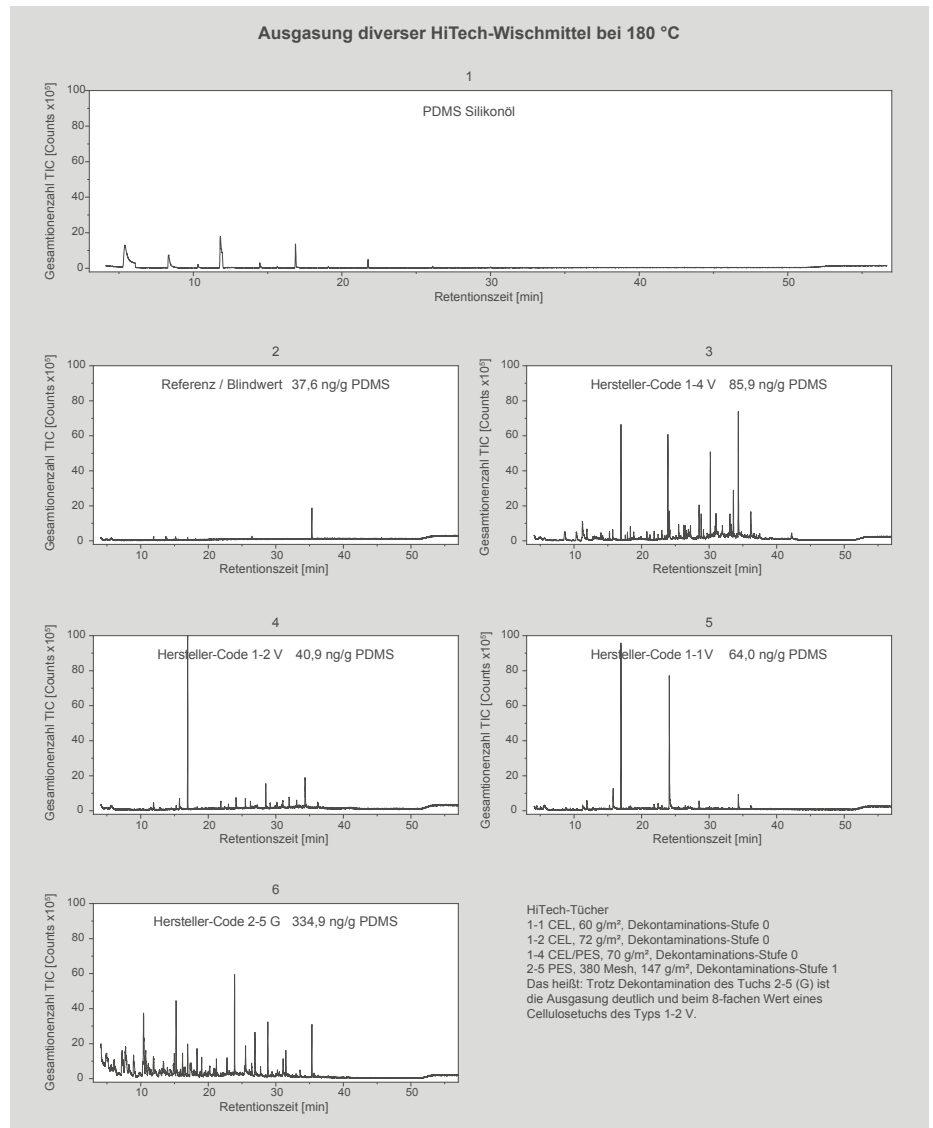
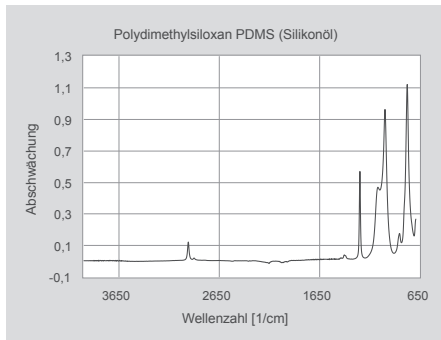
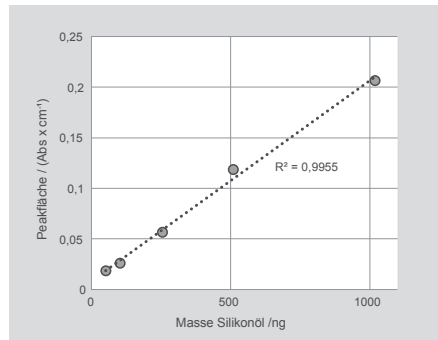


Abb. 3: Analyse der Ausgasung einiger Hersteller-codierter HiTech-Wischnittel mittels Headspace GC/MS bei einer Ausheiztemperatur von 180 °C. Unter diesen Prüfbedingungen lassen sich Silikonöle anhand spezifischer Massen-Fragmente präzise bestimmen. (Clear & Clean Prüf- und Forschungs-Labor)



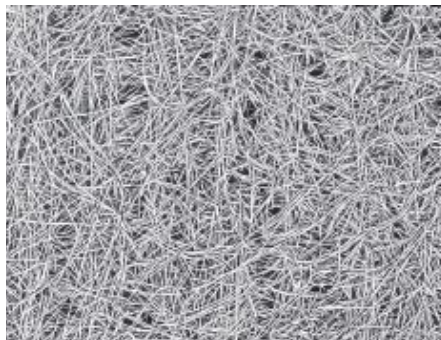
**Abb. 4:** FTIR-Spektrum von Silikonöl/Polydimethylsiloxan PDMS



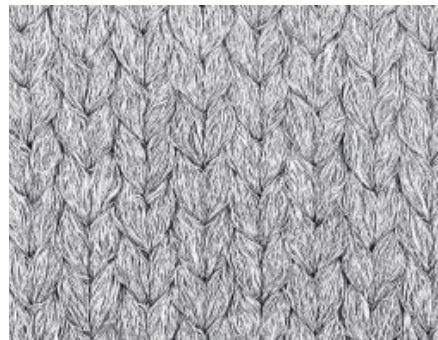
**Abb. 5:** Kalibrierfunktion für Silikonöl-Massen von 50 bis 1000 Nanogramm für das in dieser Untersuchung genutzte FTIR-Spektrometer.



**Abb. 6:** FTIR-Infrarot-Spektrometer



**Abb. 7:** Vlies-Oberfläche, Tuch-Code 1-2 V, Bildbreite 3 mm, REM-Photo Yuko Labuda



**Abb. 8:** Gestrick-Oberfläche, Tuch-Code 2-4 G, Bildbreite 3 mm, REM-Photo Yuko Labuda

durch Silikonöl kontaminiert sind. Silikonöl-Freiheit ist eher von solchen Wischmitteln zu erwarten, die aus Naturstoffen wie Cellulose- und Baumwollhaltigen Werkstoffen bestehen, bei deren Herstellung Silikonöle nicht Prozess-gemäß eingesetzt werden. Nachteil dieser Wischmittel ist jedoch deren vergleichsweise zum Polyester Tuch geringere Materialfestigkeit und somit erhöhte Partikel-freisetzung. Wenn dies Ausschlusskriterien sind, dann bleiben dekontaminierte Tücher aus PET oder PA-Gestricken die Alternative. In unserem Labor wurden vier HiTech-Tücher im Headspace-Gaschromatographen geprüft:

- Polyester, nicht dekontaminiert = silikonhaltig
- Polyester, dekontaminiert = silikonfrei
- Zellstoff I = silikonfrei
- Zellstoff II = silikonfrei

**Prüfzertifikate: Vorsicht!**

Anwender als auch Händler von Reintechnik-Verbrauchsmaterial besitzen eher selten das Instrumentarium und ausgebildete Prüfer um das Material sachgemäß zu prüfen. Eine Betriebs-externe Materialprüfung und Zertifizierung für fertigungstechnisch gesehen kritische Produkte ist daher für bestimmte Anwender und auch Händler von Interesse. Einige Unternehmen/Institute bedienen genau diese Marktlücke und bieten auf kommerzieller Basis Materialprüfungen und Zertifikate an. Insbesondere Fernost-Händler bedienen sich zur Nobilitierung ihrer noname-Produkte gern der Möglichkeit einer Produkt-Assoziation

mit klangvollen Instituts- bzw. Zertifikats-Namen. Daher ist es hilfreich einige der Probleme zu kennen, die mit derartigen Zertifikats-Erteilungen einhergehen können:

Ein Prüf- und Freigabezertifikat mit einer Gültigkeitsdauer von länger als 1 Jahr (oder gar 5 Jahren!) sollte stets hinterfragt werden. Niemand kann per se für diesen langen Zeitraum im Voraus die Produktqualität garantieren.

Prüfzertifikate die lediglich auf Händlernamen und deren Produktkennzeichnung ausgestellt sind erschweren dem Anwender im Reklamationsfall die Kontaktnahme mit dem Hersteller. Sie erlauben es hingegen dem Händler bei den zertifizierten Produkten jederzeit einen stillschweigenden Hersteller- und Produktwechsel vorzunehmen und auch zu jeder Zeit ein geringerwertiges Produkt zu liefern, ohne dass dies von Anwender bemerkt wird oder das Zertifikat seine Gültigkeit verliert.

Prüfzertifikate dieser Art werden nicht selten von Fernost-Importeuren für Werbezwecke gebraucht. Die Händler bestellen beim prüfenden Institut bspw. ein Zertifikat für den technisch gesehen trivialsten Parameter eines Reinigungstuchs wie "Wasser-Absorption" nach DIN EN ISO 9073-6 und bilden das Zertifikat im Internet oder im Katalogmaterial seitenfüllend ab. So entsteht beim nicht technisch ausgebildetem Mitarbeiter in der Eile gerne mal der Eindruck, das Tuch sei umfänglich qualifiziert obwohl lediglich der Parameter „Wasser-Absorption“ – einer von vielen möglichen Parametern qualifiziert ist.

Die o.g. Befürchtungen betreffen auch und insbesondere die eventuelle Kontamination des Verbrauchsmaterials mit Spurenelementen von Substanzen, die z.B. dem ostasiatischen Verbrauchsmaterial-Produzenten gar nicht bekannt sind, weil sie für das Gros der Produktanwender dort keine Relevanz haben oder in Ermangelung eigenen analytischen Instrumentariums lange un-erkannt bleiben.

Beim Produkt Nitril-Handschuhe – für den Gebrauch in reiner Arbeitsumgebung umgangssprachlich auch Reinraum-Handschuhe genannt – kommt es immer wieder vor, dass Silikonölrreste in der Nitril-Matrix enthalten sind [4]. Dies kann insbesondere dann problematisch sein, wenn mit solchen Handschuhen kritische Objekt-Oberflächen berührt werden, die bspw. für Prozesse des adhäsiven Fügens (Klebens) vorbereitet sind. Für solche Einsatzfälle wird dem Anwender empfohlen, die Handschuhe direkt beim Hersteller zu beziehen und von diesem ein Zertifikat mit Angabe der Silikonöl-Rest-Kontamination zu verlangen. Bei kleineren Bedarfsmengen kann dies auf Schwierigkeiten stoßen, weil sich die Aussage "silikonfrei" normalerweise nicht auf den Spurenbereich bezieht.

Auch und insbesondere in der Reinraum-Bekleidung können Silikonöl-Spuren enthalten sein. Eine Betriebsgefährdung ist hier wegen der geringeren Berührungswahrscheinlichkeit gefährdeter Teile jedoch weniger gegeben als bei den beiden zuvor genannten Produkten.



Abb. 9: Tropfen-Randwinkel-Analysator

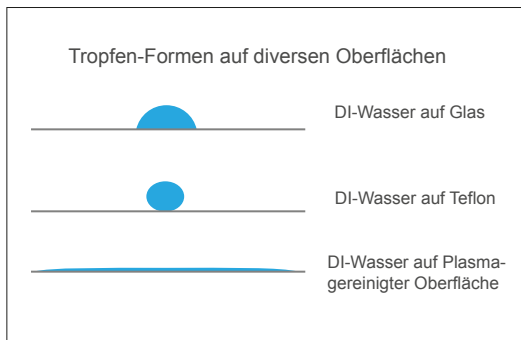


Abb. 10: Tropfen-Formen auf diversen Oberflächen

Prüfmethode „liegender Tropfen“

Gleichung nach Young

$$\cos \theta = \frac{\delta_S - \delta_{LS}}{\delta_L}$$

$\delta_L$  = Oberflächenspannung der Flüssigkeit  
 $\delta_S$  = Oberflächenenergie des Festkörpers  
 $\delta_{LS}$  = Grenzflächenenergie zwischen Flüssigkeit und Festkörper  
 $\theta$  = Kontaktwinkel

Abb. 12: Prüfmethode „liegender Tropfen“, Gleichung nach Young (geringer Tropfenrandwinkel korreliert mit hoher Reinheit)  
alle Bilder © Clear & Clean

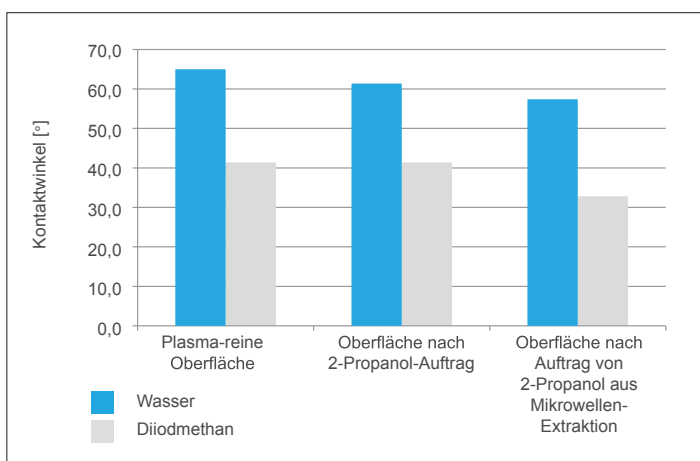


Abb. 11: Änderung des Kontaktwinkels im Rahmen der Tropfen-Konturanalyse für die Medien Reinstwasser und Diiodmethan.  
**A) Reine Oberfläche, B) Oberfläche nach Auftrag von 2-Propanol, C) Oberfläche nach Auftrag von 2-Propanol aus einer Mikrowellen-Extraktion eines PU-Handschuhs mit enthaltenen Silikon-Öl-Spuren.**

### Analytische Bestimmbarkeit

Es gibt eine Reihe von Fachaufsätzen, die sich auf die analytische Bestimmbarkeit von Silikonölen bis hinein in den Spurenbereich beziehen. Deren Aussagen sind jedoch nicht speziell auf das Verbrauchsmaterial der Reintechnik bezogen. Wir wollten daher zu eigenen Aussagen auf der Basis von Prüfungen mit dem bei uns vorhandenen Instrumentarium kommen. Außerdem gehen wir weiter unten noch auf die Erkenntnisse von Tobias Mundry in seiner Dissertation<sup>[2]</sup> ein.

**FTIR:** Es wurden eigene Laborversuche zur quantitativen Bestimmung etwaiger Silikonölspuren auf den inneren Oberflächen von PU Vlies-Handschuhen mittels Infrarot-Spektroskopie (FTIR) durchgeführt. Das für Silikonöle charakteristische Spektrum ist in Abb. 4 dargestellt.

Um plausible Ergebnisse zu erhalten, wurde das für diese Untersuchung eingesetzte FTIR-Spektrometer mit Silikonöl-Massen von 50–1.000 ng kalibriert. Die entsprechende Kalibrierfunktion ist in Abb. 5 dargestellt.

Bei Versuchen mit 2-Propanol von 99,99 % Reinheit zeigte sich nach 20 min. Mikrowellenextraktion der PU-Handschuhe im FTIR bei der ATR- oder Dial-Path-Methode wie zu erwarten kein Hinweis auf Silikonöl-Spuren.

Manfred Hagmann<sup>[5]</sup> von der Fa. SAS Hagmann schreibt in 08/99 in seiner Firmenschrift unter der Überschrift Quantitative Bestimmung von Silikonöl auf Metalloberflächen: „Silikonöle sind schwierig nachzuweisen, besonders in Mischun-

gen mit anderen Ölen“. Er zeigt darin zwei FTIR-Spektren. Das 2. Spektrum enthält in vergrößerter Form den Abschnitt 470–1.350 (cm<sup>-1</sup>). In diesem Spektrum wird bei etwa 1.100 ein deutlicher Peak von 80 % sichtbar, der mit der Bemerkung „wenig Silikon“ versehen ist, während der gleiche Peak bei 30% die Bemerkung „viel Silikon“ trägt. Der Autor macht jedoch keine erläuternden Masse-Angaben.

Tobias Mundry schreibt in seiner Dissertation<sup>[2]</sup> ausführlich zur Auswahl des analytischen Verfahrens im Rahmen der Einbrenn-Silikonisierung bei pharmazeutischen Glaspackmitteln:

**GC/MS:** Mit der massenspektrometrischen Gaschromatographie ließen sich für einzelne Siloxane geringste Nachweisgrenzen im Sub-Nanogramm-Bereich erzielen. Mit der FTIR-Spektroskopie ließen sich Silikonverbindungen nachweisen und bestimmen. Dabei seien dem Detektionslimit jedoch Grenzen gesetzt. Diese lägen etwa bei 0,05–0,5 g/l entsprechend 50–500 ppm. Außerdem schlägt Mundry als Analysen-Methode die AAS Atom-Absorptions-Spektrometrie vor als auch AES und ICP-OES. Für die Einzelementanalyse bei geringen Konzentrationen böte sich außerdem die AAS in Graphitrohrtechnik an.

**ToF-SIMS:** Um auf Verunreinigungs-gefährdeten Oberflächen Silikonöl im Spurenbereich zu bestimmen, bietet sich als zuverlässige, wenngleich sehr teure Analysen-Methode die ToF-SIMS-Flugzeit Ionen Massen-Spektrometrie an. Damit lassen sich die drei obersten Moleküllagen von Oberflächen gut analysieren. Die

Analysentiefe dieses Verfahrens liegt bei etwa 1 nm. Elemente und Moleküle können gleichzeitig erfasst werden. Die Nachweis-Empfindlichkeit liegt im niedrigen ppm-Bereich. Eine Quantifizierung ist mit diesem Analyseverfahren jedoch nur bedingt möglich. Hingegen lassen sich mit der Methode unterschiedliche Polysiloxane voneinander differenzieren. Einen entsprechenden Analysen-Service bietet das Unternehmen tascon – Gesellschaft für Oberflächen- und Material-Charakterisierung in Münster.

### Tropfen-Randwinkel-Messung

Um herauszufinden ob evtl. durch eine Lösungsmittel-Extraktion aus der Handschuh-Matrix extrahierbare Rückstände herauslösbar und auf eine Objekt-Oberfläche übertragbar sind, bedienen wir uns als Summen-Parameter der vergleichenden Tropfen-Randwinkel-Messung. Dabei sind etwaige Silikonöl-Spuren eingeschlossen aber nicht materialspezifisch nachweisbar.

Eine C&C-Kollektorplatte aus Glas wurde im 1. Versuch mittels Diiodmethan und DI-Wasser gereinigt und unter Reinraum-Bedingungen trocknen lassen. Anschließend wurden die entsprechenden Tropfen-Randwinkel für Diiodmethan und separat für DI-Wasser-Tropfen bestimmt. Außerdem wurde sowohl die dispersive als auch die polare freie Oberflächenenergie für die gereinigte Glasoberfläche errechnet.

Im 2. Versuch wurde die Kollektorplatte mit 2-Propanol abgespült und erneut wurden nach

**Tab. 1: Tropfen-Randwinkel infolge wischender Reinigungsprozeduren mit HiTech-Reinigungstüchern auf Silikonöl-kontaminierten Glasplatten**

Zustand der Kollektorplatte:	Tropfen-Randwinkel	Differenz zur kontaminierten Ofl.
Unbenutzt	81,8 ° ± 2,9 %	+ 13,4 °
Gereinigt durch O <sub>2</sub> -Niederdruckplasma	< 5 °	
Gereinigt mittels Ultraschalls in Aceton	59,3 ° ± 8,4 %	- 9,1 °
Kontaminiert mit Silikonöl-Aerosol (Referenz)	68,4 ° ± 4,6 %	± 0,0 °
Erneut gereinigt mit Prüfling Code 2-5, trocken	68,3 ° ± 2,6 %	- 0,1 °
Erneut gereinigt mit Prüfling Code 2-5 und Aceton	63,0 ° ± 9,6 %	- 5,4 °
Erneut gereinigt mit Prüfling Code 2-1, trocken	71,0 ° ± 4,2 %	+ 2,7 °
Erneut gereinigt mit Prüfling Code 2-1 und Aceton	50,9 ° ± 7,1 %	- 17,4 °

(geringer Tropfenrandwinkel korreliert mit hoher Reinheit)

**Tab. 2: Textile Eigenschaften und Reinheits-Kennwerte der in diesem Aufsatz untersuchten HiTech-Reinigungstücher. Die Produkt-Bezeichnungen werden in codierter Form dargestellt (siehe 1. Zeile).**

Prüflings-Code	1-1 V	1-2 V	1-4 V	2-1 G	2-5 G
<b>Textile Konstruktion</b>	Vlies	Vlies	Vlies	Gestrick	Gestrick
<b>Materialart</b>	Zellulose (CEL)	Zellulose (CEL)	Zellstoff / Polyester (CEL/PES)	Polyester / Polyamid (PES/PA)	Polyester (PES)
<b>Dekontamination</b>	keine	keine	keine	aquatisch	aquatisch
<b>Flächengewicht</b>	60 g/m <sup>2</sup>	72 g/m <sup>2</sup>	70 g/m <sup>2</sup>	151 g/m <sup>2</sup>	147 g/m <sup>2</sup>
<b>Maschenzahl</b>	n.a. <sup>1</sup>	n.a. <sup>1</sup>	n.a. <sup>1</sup>	900 /cm <sup>2</sup>	380 /cm <sup>2</sup>
<b>Ausgasung, GCMS bei 25 °C, pro m<sup>2</sup> Filament-Oberfläche</b>	103,9 µg/m <sup>2</sup>	68,3 µg/m <sup>2</sup>	n.a. <sup>2</sup>	8,1 µg/m <sup>2</sup>	25,4 µg/m <sup>2</sup>
<b>Org. Gesamtkohlenstoff TOC pro HiTech-Reinigungstuch 23 x 23 cm</b>	1451 µg	5055 µg	1462 µg	2264 µg	628 µg

n.a. nicht anwendbar

**1: Vliesstoffe weisen keine Textil-Maschen auf**

**2: Die Oberfläche der Zellstoff-Fasern des Prüflings 1-4 (V) kann nicht bestimmt werden.**

Trocknung die Tropfen-Randwinkel und die beiden Oberflächen-Energien bestimmt.

Im 3. Versuch wurde ein PU-Handschuh 20 min. lang in einer Mikrowellen-Extraktionsanlage extrahiert. Die Extraktionsflüssigkeit wurde anschließend auf die Glasplatte aufgebracht und dort eintrocknen gelassen.

Alle drei beschriebenen Versuche wurden zur Sicherstellung von Plausibilität 12 Mal nacheinander durchgeführt. Jeweils die höchsten und geringsten Werte wurden eliminiert. Die Ergebnisse sind aus der Abb. 11 ersichtlich. Für die Wasser-tropfen ergaben sich auf der reinen Substrat-Oberfläche Randwinkel von 65°, für die 2-Propanol-immernierte Oberfläche 61° und für die in der Extraktionsflüssigkeit immernierte Oberfläche 57°. Die Mikrowellen-Extraktion aus der Handschuh-Matrix hat eine Tropfen-Randwinkel-Änderung von 4° bewirkt. Aber wie gesagt: Aus den so erhaltenen Daten ist es nicht möglich zu erkennen, welchen Anteil an den gesamten Fremdstoffen mögliche Silikonverbindungen haben.

Um Daten erster Näherung darüber zu erhalten, welche Randwinkel-Veränderungen bei der Kontamination reiner Objekt-Oberflächen speziell mit Silikonöl-Spuren auftreten, ist es sinnvoll, eine zuvor hochgradig gereinigte Glas-Oberfläche leicht mit einem Silikonhaltigen Aerosol zu besprühen, diese mit einem Wischmittel zu reinigen und erneut zu vermessen.

Wie aus Tab. 1 ersichtlich ist eine im Sauerstoff-Plasma hochgradig gereinigte Glasplatte vollständig mit Wasser benetzbar. Wird die Glasplatte hingegen mittels Lösungsmitteln und Einwirkung von Ultraschall gereinigt, ergibt sich ein Tropfen-Randwinkel von 59,3°. Die gezielte Verunreinigung der Glasplatte mit einem Silikonöl bewirkt einen Randwinkel von 68,4°.

Wird die verunreinigte Oberfläche wischend gereinigt, kann ein akzeptabler Reinheits-Zustand mit einem Randwinkel von weniger als 60° nur mit einem Lösungsmittel-befeuchteten Spezialtuch (Prüflings Nr. 2-1) erreicht werden, obwohl alle geprüften Oberflächen keine visuell sichtbaren Schlieren mehr aufweisen.

Die visuelle Beurteilung einer gereinigten Oberfläche ist also unzureichend, um den tatsächlichen Oberflächen-Reinheits-Zustand zu bestimmen. Hier kommt es auf eine zielführende analytische Strategie an, zumal Silikonöle optisch transparent sind.

Zu diesem Zweck wird oftmals ein zweistufiger Prozess genutzt: Zunächst wird der Reinheitszustand direkt in der Fertigungslinie durch die zerstörungsfreie Randwinkel-Methode geprüft. Wird dabei ein bestimmter Grenzwert nicht erreicht, muss der Prüfling aussortiert und der weiterführenden Analytik zur Identifizierung der Verunreinigungsquelle (FTIR, ToF-SIMS) zugeführt werden.

## Fazit

Silikonöle weisen im reinen Fertigungsumfeld für eine Reihe von Oberflächen neben ihrem technisch nützlichen Eigenschaftsprofil ein erhöhtes Verunreinigungspotenzial auf, das aus der Kriechneigung des Öls und seiner erschwerten Reinigbarkeit resultiert.

Eine eindeutige Identifizierung von Silikonöl-Spuren mittels der weit verbreiteten Tropfen-Randwinkel-Messung ist nicht möglich. Hingegen sind alternative Analysemethoden wie die FTIR-Spektroskopie, GCMS oder ToF-SIMS gut geeignet, um Silikonöl-Spuren zu identifizieren.

Der Verbrauchsmaterial-Anwender sollte daher ein kritisches Bewusstsein für diese spezielle Art der Verunreinigung entwickeln und gemeinsam mit den Verbrauchsmaterial-Herstellern sicherstellen, dass Verunreinigungs-gefährdete Oberflächen vor ungewollten Silikonöl-Verunreinigungen auch im Spurenbereich geschützt werden.

## Literatur

- [1] F. Gubbels, M. Onishi, M. Stephan - alle Dow Corning S.A. Seneffe, Belgien, „Ausgasungen aus Siliconen“ - Firmenschrift, 8 Seiten
- [2] T. Mundry, Dissertation: „Einbrennsilikonisierung bei pharmazeutischen Glaspäckmitteln - Analytische Studien eines Produktionsprozesses“, 19.07.1999 HU Berlin
- [3] T. Mundry, Literaturverzeichnis (Netzpublikation) 297 Literaturstellen zum Thema Silikone
- [4] L. Patty, K.A. Lee, R. Castino „IR-Spectroscopy Analysis of Disposable Gloves for Residues“ US-Magazin: Spectroscopy Vol 23, Issue 6, June 2008
- [5] M. Hagmann, „SAS aktuell“, (08/99) „Quantitative Bestimmung von Silikonöl auf Metalloberflächen“ (Firmenschrift)
- [6] W. Labuda, S. Haupt „Visualisierung von Mikro-Verunreinigungen“, ReinRaumTechnik 2/2017 Wiley-VCH

## AUTOREN

**Win Labuda** ist technischer Kaufmann und Gründungsgesellschafter des Unternehmens.

**Christian Wendt** ist Chemieingenieur (Dipl.-Ing. FH) und verantwortlich für den Bereich Forschung und Entwicklung.

## KONTAKT

### Solveig Kuhles

Clear & Clean – Werk für Reintechnik GmbH,  
Lübeck, Prüf- und Forschungslabor  
Tel.: +49 451 389500  
info@clearclean.de  
www.clearclean.de