

1. Zusammenfassung

Jährlich entstehen in der Lebensmittel- und Pharmaindustrie hohe Verluste durch mangelhafte Reinigung, was sich durch Kontaminationen bzw. Carryover bemerkbar macht. Besonders drastisch sind die Auswirkungen, wenn dadurch Inhaltsstoffe in Lebensmittel gelangen, die Allergien auslösen können (z.B. Spuren von Nüssen in normalerweise nussfreien Produkten, etc.)[1].

Der Einfluss der Oberfläche auf die Anhaftung von Mikroorganismen und Partikeln ist ein oft und kontrovers diskutiertes Thema [6-11]. Da der oft empfohlene Rauheitsgrenzwert von $R_{a,max} = 0,8 \mu\text{m}$ nicht wissenschaftlich belegt ist, wurde in dieser Arbeit der R_a -Wert variiert und die daraus resultierenden Trennkräfte gemessen. Da in diesen Analysen die Oberflächen verschiedener Rauheiten aber immer isotrop und frei von Fehlstellen war, wurden zusätzlich die schwachen Glieder in der Reinigungskette, d.h. die Reinigbarkeit von Problemstellen, untersucht. Es sollen sowohl die Ergebnisse der Haftkraftmessungen zwischen kugeligen Einzelpartikeln und Edelstahl mit unterschiedlichen Rauheiten, Schweißnähten und deren Wärmeeinflusszonen, als auch die qualitativen Abreinigungsergebnisse an Bauteilen mit scharfkantigen Vertiefungen (Spalte, Kratzer) vorgestellt werden. Die Einflüsse der Parameter des Reinigungsmittels (pH, T) werden ebenfalls Teil der Untersuchungen gewesen.

Ein wesentlicher Punkt nach dem Tod von Herrn Prof. Schmidt (Unterauftrag von Forschungsstelle 1) ist es gewesen, die im Forschungsprojekt AiF 12636 errechnete Kurve der Haftungswahrscheinlichkeit für ideale Oberflächen mit experimentelle Messungen an realen Oberflächen zu vergleichen. Dazu wurden neben einer umfassenden Analyse des Rauheitsbereiches von $0,15 \mu\text{m} < R_a < 2 \mu\text{m}$ auch die Oberflächenenergie bei nahezu konstanter Oberflächenrauheit variiert. Dies wurde durch das Aufbringen dünner Beschichtungen auf Edelstahloberflächen realisiert. Dabei kamen amorphe Kohlenstoffbeschichtungen und energetisch unterschiedliche Siliziumbeschichtungen zum Einsatz.

Die Bewertung der Oberflächentopografie ist vom Nano- bis zum Makro-Bereich durchgängig mit den Verfahren der Weißlichtinterferenzmikroskopie (WLIM), insbesondere für den Nano- bis Mikro-Bereich, der Streifenlichtprojektion (FP), insbesondere für den Mikro- bis Makro-Bereich unter industriellen Randbedingungen realisierbar.

Für reale Oberflächen (Inhomogenitäten, Anisotropien, Fügestellen, Fehlstellen) wurden Replikaverfahren erprobt, die topografisch ebenfalls den Nano- bis Makro-Bereich abbilden können. Dabei ist die Folienabdrucktechnik für den Nano- bis Mikro-Bereich am besten geeignet, wobei keine Welligkeiten übertragen werden können. Die Abdrucktechnik mit Silikonkautschuk-Massen (T1, F5) dagegen ist für den Mikro- bis Makro-Bereich vorzuziehen. Die Erprobung zusätzlicher Abdruckmassen (Mikrosil) aus der Forensik wurde abgeschlossen.

Zur Bestimmung der Oberflächenenergie (Kontaktwinkelmessungen mit mindestens drei verschiedenen Flüssigkeiten) wurde für reale Oberflächen neben der Tropfen-Methode die Platten-Methode nach Wilhelmy zur Charakterisierung von Makro-Eigenschaften (Anlauffarben, Oxidschichten, Wärmeeinflusszone) herangezogen. An verschiedenen Proben konnte nachgewiesen werden, dass Tropfen- und Plattenmethode für hinreichend homogene, isotrope und ebene Proben zu gut vergleichbaren Ergebnissen führen. Diese Voraussetzungen sind streng einzuhalten. An realen Proben (3D-Formkörper) ist eine quantitative Bestimmung der Oberflächenenergie nicht möglich. Bei der Plattenmethode muss die Oberfläche darüber hinaus beidseitig identisch sein.

Für die verwendeten Materialien lassen sich folgende Schlüsse aus den Ergebnissen des Forschungsvorhabens ziehen:

- Es wurde für die verwendeten Partikeln ($d \geq R_a$) keine signifikante Abhängigkeit zwischen Oberflächenrauheit und Reinigungserfolg in dem untersuchten R_a -Bereich ermittelt, was durch eine Vielfalt an Rauheitsprofilen erklärbar sein kann
- Das Oberflächenmaterial beeinflusst den Reinigungserfolg signifikant
- Schweißnähte, die nach guter Herstellungspraxis gefertigt werden, stellen keine Schwachstelle in einer zu reinigenden Anlage dar
- Scharfkantige Vertiefungen (Kratzer, Spalte, Risse) können den Reinigungserfolg deutlich verschlechtern
- Der Einfluss des Reinigungsmilieus kann die Auswirkungen einer ungünstig reinigbaren Oberfläche mehr als kompensieren, d.h. die Erhöhung der mittleren Trennkräfte, die z.B. durch Variation der Oberflächenenergie ermittelt wurde, ist geringer als die Reduktion der Trennkräfte durch Variation des Reinigungsmittels (z.B. Veränderung des pH – Wertes und/oder der Temperatur)
- Anlauffarben beeinflussen die Partikelhaftung

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht

Für weitere Arbeiten stellt sich die Frage, wie sich Verschmutzungen flächenartiger Natur auf die Reinigbarkeit dieser Oberflächen auswirken. Dazu sind zwar neue Methoden der reproduzierbaren Verunreinigung und der Analyse des Reinigungserfolges notwendig, jedoch bieten die Versuchsstände eine optimale Basis für schnelle und effektive Untersuchungen

2. Zielsetzung

In Übereinstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss sollen die anlagentechnischen Problemzonen analysiert werden, d.h.

- topographische Oberflächenfehler (Poren, Spalte, Risse, Wurzeldurchhang)
- chemische Oberflächenfehler (beim Schweißen hochlegierter Stähle)
- Abhängigkeit der Trennkräfte von der chemischen Zusammensetzung und der Temperatur der Reinigungslösung

Durch den Tod von Herrn Prof. Schmid (Unterauftrag der Forschungsstelle 1) konnte eine Weiterentwicklung des theoretischen Kennwertes und der Adhäsionssimulationen aus AiF 12636 nicht realisiert werden. In Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss wurden folgende Forschungsergebnisse für die einzelnen Projektpartner festgelegt:

- Optimierung des Reinigungsmittelverbrauches (durch Tests mit „Modelltensiden“) für Unternehmen der Lebensmittelindustrie durch Auflösung der Wirkungsprinzipien ausgewählter Bestandteile.
- Erstellung eines Katalogs der noch zu akzeptierenden Oberflächenfehlstellen in lebensmitteltechnischen Anlagen, der zur Kostensenkung und Erhöhung der Produktqualität bei den kmUs führt.
- Validierung der Replikatechniken als industrielles Verfahren zur Charakterisierung von topographischen Oberflächenfehlstellen (Risse, Spalte, Poren, Wurzeldurchhang).
- Abschätzung des Einflusses von Oberflächenfehlern
- Untersuchung der Haftkräfte an Fehlstellen im Vergleich zu ungestörten Oberflächen, u.a. durch Entwicklung eines Mikrokanals mit reinigungstechnischer Evaluierung von Oberflächenfehlern in lebensmitteltechnischen Anlagen.
- Der Mikrokanal kann auch als Laborapparatur helfen, Betreibern von lebensmitteltechnischen Anlagen die optimale Reinigung für ihre Lebensmittel und Produkte zu entwickeln. Wegen fehlender Personalkapazitäten und mangelnder Erfahrung können einige kmU derartige Untersuchungen möglicherweise nicht selbst durchführen. Die Forschungsstellen 2 steht deshalb als „Dienstleister“ für diesen Bereich zur Verfügung.
- Vergleichende Untersuchungen mit handelsüblichen „easy to clean“ Oberflächen zur Evaluierung der Forschungsrichtung für eine Entwicklung selbstreinigender Oberflächen in der Lebensmitteltechnik.

3. Charakterisierung von Oberflächen

3.1 Technische Oberflächen

3.1.1 Reale und ideale Oberflächen

Die standardisierte Messung der Rauheit und der Oberflächenenergie ist im allgemeinen auf ebene Bauteile beschränkt. Dabei ist außerdem zu prüfen, ob der gewählte Messort für die insgesamt zu charakterisierende Oberfläche typisch ist. Experimentell kann dies durch Wiederholungsmessungen an typischerweise fünf verschiedenen Orten geschehen.

Nicht tolerierbare Unterschiede in diesen Wiederholungsmessungen (nach Repositionierung) sind in der Regel ein Indiz für Abweichungen der gemessenen technisch realen Oberfläche von einer angenommenen idealen Oberfläche. Eine ideale Oberfläche wäre

- homogen,
- isotrop,
- fehlstellenfrei,
- unbeansprucht.

Solche als ideal angenommenen Oberflächen wurden im Vorgängerprojekt [3.1] untersucht. Schon dabei zeigte sich, dass die Oberflächen von typischen steriltechnischen Werkstoffen (Stahl, Emaille, PTFE) nicht homogen und isotrop sind. Fehlstellen und Beanspruchungsmerkmale oder andere Abweichungen von der ungestörten Oberfläche (wie z.B. Schweißnähte) waren aber seinerzeit nicht Gegenstand der Untersuchungen.

Eine technisch reale Oberfläche weist im Ergebnis von Herstellungs-, Bearbeitungs- und Verarbeitungsmerkmalen bzw. Veränderungen in Folge der Beanspruchung Abweichungen von der idealen Oberfläche auf. Grundsätzlich stellt sich dabei die Frage, ob die real immer vorhandenen Inhomogenitäten, Anisotropien, Fehlstellen sowie Beanspruchungsmerkmale messtechnisch erkannt werden und ob sie signifikant für den jeweiligen Anwendungsfall sind.

Die Bestimmung der Oberflächenenergie aus Kontaktwinkelmessungen ist an Realbauteilen praktisch nicht möglich. Hier sind zwingend entsprechende Geometrien und Messbedingungen einzuhalten, die nur an einseitig ebenen nicht welligen Substraten (Tropfenmethode) bzw. beidseitig gleichberechtigten Platten oder Rohren (Plattenmethode) erfüllt werden können.

Der im Vorhabentitel verwendete Begriff „Oberflächen mit Fehlstellen“ wird hier dahingehend erweitert, dass bei den untersuchten realen Oberflächen (Stahl 1.4404, PTFE-TFM 1600, Standard Emaille 800 blau) nicht nur (die in der Praxis äußerst selten vorkommenden) Fehlstellen, sondern alle Abweichungen von der idealen Oberfläche betrachtet werden als da sind:

- Inhomogenitäten
- Anisotropien
- Fehlstellen (Risse, Kratzer)
- Beanspruchungsmerkmale (Oxidschichten, Rückstände)

- Fügestellen (Schweißnähte, Dichtungen)
- Spezielle Bauteilgeometrien (Flansche, Rohre)

Diese Abweichungen von der idealen Oberfläche können sich sowohl topografisch (Rauheit) als auch energetisch (Oberflächenenergie) äußern [3.2]. Das Ziel besteht in der Erfassung und der Beschreibung dieser Oberflächenabweichungen und der Bewertung ihres Einflusses im Zusammenhang mit der Optimierung von Reinigungsverfahren.

3.1.2 Abdruckverfahren

Die Erfassung der Oberflächentopografie an komplexen drei-dimensionalen Bauteilen ist mit der Mehrzahl, in nicht wenigen Fällen sogar mit allen der bekannten Rauheitsmessverfahren - aus unterschiedlichen Gründen - *direkt* nicht möglich. Ein Ausweg aus dieser für die ambulante Schadensdiagnostik sehr unbefriedigenden Situation ist die Verwendung von Abdruckverfahren. Oft wird in einem einstufigen Verfahren ein Negativ der Oberfläche abgebildet, dies entsprechend präpariert und dann mit den bekannten Messverfahren, ggf. nach elektronischer Inversion der Daten, ausgewertet. Auch wenn die Herstellung eines Abdruckes präparativ wie messtechnisch neue Probleme mit sich bringt, ist es in vielen Fällen die einzige Möglichkeit, die Topografie eines komplexen Bauteiles oder eines schwer zugänglichen Oberflächenbereiches (z.B. Innenwandungen des Bauteils) wenigstens semi-quantitativ zu erfassen.

Es existieren dabei verschiedene Abdruckverfahren und Abdruckmaterialien [3.3, 3.4], die spezifisch für das jeweilige Anwendungsgebiet eingesetzt werden. Der Abdruck einer Oberfläche wird im Idealfall fehlerfrei reproduziert. Eine Oberfläche besitzt Form, Welligkeit und Rauheit (grob, mittel, fein). Es gibt Abdruckmaterialien, die insbesondere auf einen speziellen Abdruckparameter (laterale Auflösung, vertikale Auflösung, Aspektverhältnis) hin optimiert sind. Ziel ist die topografische und topometrische Charakterisierung von Oberflächen, die Validierung der Übertragungsgüte vom Original zum Abdruck in Abhängigkeit vom gewähltem Abdruckverfahren und den zu bewertenden Referenz- und Realoberflächen der Mikro- und Makrostrukturen. Das Vorgängerprojekt [3.1] widmete sich vorwiegend Mikrostrukturen, jetzt stehen Makrostrukturen und der Übergangsbereich von Mikro- zu Makrostrukturen, der so genannte Mesobereich im Mittelpunkt der Untersuchungen.

Zur Bewertung der Übertragungsgüte dieser Abdrucktechniken wurden geeignete Messverfahren zur Charakterisierung der Oberflächen ausgewählt, erprobt und validiert (Abschnitt 3.2). Die Validierung der Übertragungsgüte wurde unter normalen Laborbedingungen vorgenommen. Bei der Bewertung der Übertragungsgüte an Referenzoberflächen kamen vorwiegend zwei Klassen von Abdruckmaterialien zum Einsatz: Celluloseacetatfolien und Abdruckmassen auf Silikonkautschukbasis. Die qualitative Beurteilung der Originaloberflächen und ihrer Abdrücke im Mikrobereich erfolgte mittels Licht- (LM) und Rasterelektronenmikroskopie (REM), deren quantitative Vermessung mittels Weißlichtinterferenzmikroskopie (WLIM, Abschnitt 3.2.1). Für die quantitative Erfassung von Makrostrukturen wurde die Streifenlichtprojektion (FP, „fringe projection“, Abschnitt 3.2.2) eingesetzt. In der Abbildung 3.1 sind wichtige Herstellerangaben zu den Abdruckmitteln und die durch Experimente ermittelten Daten zusammengefasst.

	Folien 35, 80, 130 µm	Technovit 3040	PNL	F1, F5	T1	Mikro- sil
Material	Cellulose- acetat	kaltpolyme - risierender Kunststoff	Silikonkautschuk			Silikon- kautschuk
Konsistenz vor der Präparation	Folie + Aceton	Pulver + Flüssigkeit	doppelviskoses System			doppel- viskoses System
Konsistenz nach der Präparation	elastisch	hart und spröde	elastisch			elastisch
Auflösung lateral und vertikal	0,1 µm	nicht erprobt	0,1 µm	0,1 µm	0,1 µm	k. A.
Schrumpfung	k. A.	4 %	0,2 %	0,3 %	0,3 %	k. A.
Eigenstruktur	niedrig	groß	niedrig	niedrig	mittel	mittel
Optische Eigenschaften	transparen t	nicht transparen t	nicht transparent			nicht transpare nt
Elektrische Eigenschaften	nicht leitend	nicht leitend	nicht leitend	nicht leitend	nicht leitend	nicht leitend
Vakuumbeständig	Ja	ja	ja	ja	ja	k. A.
Präparation	einfach	mühsam	einfach	einfach	einfach	mühsam
Aushärtezeit	5 min	8 min	3 min	4 bzw. 18 min	4 min	0,4 bis 1 min
Ablöseverhalten	leicht	erschwert	leicht	leicht	leicht	leicht
Artefakte	mittel	viel	wenig	wenig	wenig	wenig
Welligkeit	Stark	keine	wenig	wenig	wenig	wenig
Abbildung von Mikrostrukturen	gut	-	mittel	schlech t	schlecht	mittel
Abbildung der Rauheit	schlecht	nicht erprobt	gut	gut	gut	gut
Abbildung von Mesostrukturen	ausrei- chend	-	gut	gut	gut	schlecht
Abbildung von Makrostrukturen	schlecht	-	ausrei- chend	gut	ausrei- chend	schlecht

Abbildung 3.1: Abdruckverfahren im Vergleich

Die jeweiligen Vorzugsverfahren für die unterschiedlichen Topografiebereiche sind in der Abbildung 3.1 grau hinterlegt. Insgesamt wurden die Aussagen des Vorgängerprojektes [3.1] für den Mikrobereich bestätigt. Die 35 µm dicke Celluloseacetatfolie

zeigte bei den Untersuchungen zur Übertragungsgüte im Mikrobereich die besten Ergebnisse. Für die topometrische Erfassung der Oberfläche war die Weißlichtinterferenzmikroskopie am besten geeignet [3.5]. Für den Mesobereich gibt es kein generell zu bevorzugendes Abdruckmittel. Für die topometrische Erfassung können sowohl die Weißlichtinterferenzmikroskopie als auch die Streifenlichtprojektion verwendet werden. Die beste Übertragungsgüte für den Makrobereich wurde mit der Abformmasse F1 erreicht. Für die Bewertung der Übertragungsgüte von Makrostrukturen war die Streifenlichtprojektion das Verfahren der Wahl.

3.1.3 Übertragung von Meso- und Makrostrukturen

Acetatfolien eignen sich am besten für das Abbilden von Mikrostrukturen [3.3] und die Abformmassen für die Erfassung von Makrostrukturen [3.4]. Wünschenswert wäre, dass die Folien und die Abformmassen einen gemeinsamen Übergangsbereich aufweisen. Ist dieser Übergangsbereich vorhanden, existieren keine kritischen Abmessungen, die durch Abdruckmaterialien nicht erfasst werden können. Um dies zu bewerten, wurden Strukturen hergestellt, bei denen ein Übergang von Mikro (Rauheit) zu Makro (Form) erfolgt. Dieser Bereich wird als Mesobereich bezeichnet. Dabei kamen zwei Geometrien zum Einsatz.

Bei der einen Geometrie handelt es sich um quadratische Vertiefungen, hergestellt mit einem Funkenerosionsverfahren. In den Abbildungen 3.2 und 3.3 sind Vertiefungen von $(60 \pm 10) \mu\text{m}$ und einer Seitenlänge von $(1,0 \pm 0,1) \text{ mm}$ dargestellt. Wie man der Abbildung entnehmen kann, enthält der Boden der Vertiefung zwar keine Welligkeit, ist aber nicht plan, sondern bildet eine schwach ausgeprägte Sphäre, wobei der Mittelpunkt tiefer als die Ränder liegt.

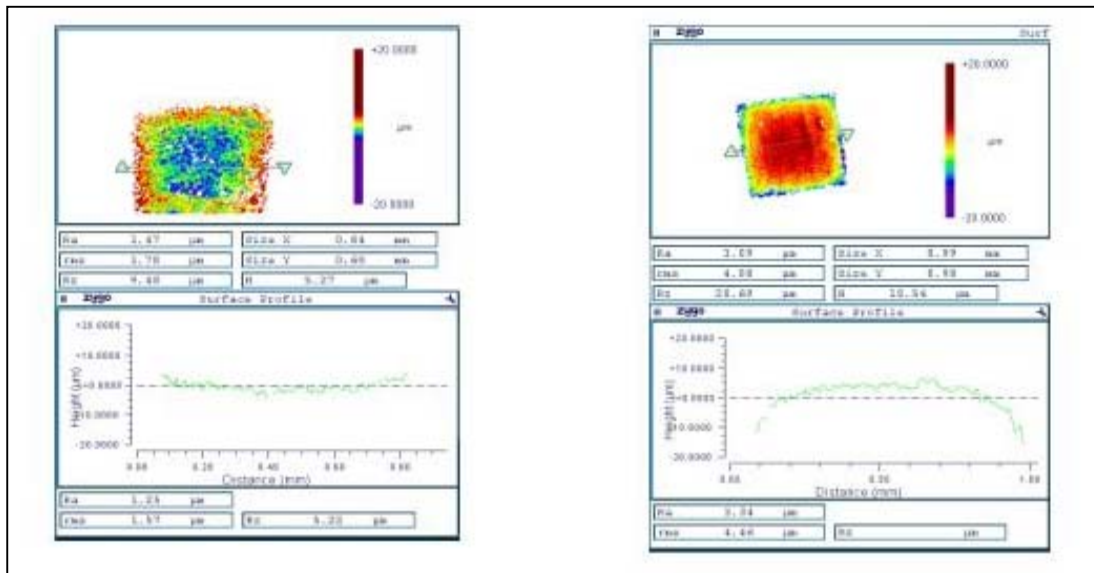


Abbildung 3.2:
Vermessung des Originals
mittels WLM

Abbildung 3.3:
Vermessung des Abdruckes
(Abformmasse F1) mittels WLM

Die andere Geometrie waren Sacklöcher (Abbildung 3.4), hergestellt durch Fräsen. Die Tiefen beider Geometrien betragen bis zu 5 mm bei einem Durchmesser bzw. einer Kantenlänge von ebenfalls bis zu 5 mm.

Das WLIM-Verfahren wurde als das am besten geeignete 3D-Verfahren für die Untersuchungen an Vertiefungen bis zu ca. 100 μm identifiziert. Im vorliegenden Fall liegt das maximale Objektfeld des Verfahrens bei $(5 \times 7) \text{ mm}^2$ und der maximale z-Hub beträgt 150 μm . Bei einer Vertiefung von $(60 \pm 10) \mu\text{m}$ wird, wie aus den Abbildungen 3-2 und 3-3 zu ersehen ist, mit der Abformmasse F1 eine gute Übertragungsqualität erreicht.

Das WLIM-Verfahren kann bei 3D-Makrostrukturen nicht angewandt werden. Insbesondere der eingeschränkte Messbereich in z-Richtung steht dem entgegen. Sacklöcher mit einer Tiefe von bis zu 5 mm wurden deshalb mit Streifenlichtprojektionsverfahren bewertet. Mit dem FP-Verfahren können im vorliegenden Fall Makrostrukturen von bis zu $(26 \times 20 \times 6) \text{ mm}^3$ untersucht werden. Allerdings sind bei Vertiefungen oder Erhöhungen und nur einer Einstrahlrichtung Schatteneffekte unvermeidbar (Abbildung 3.4).

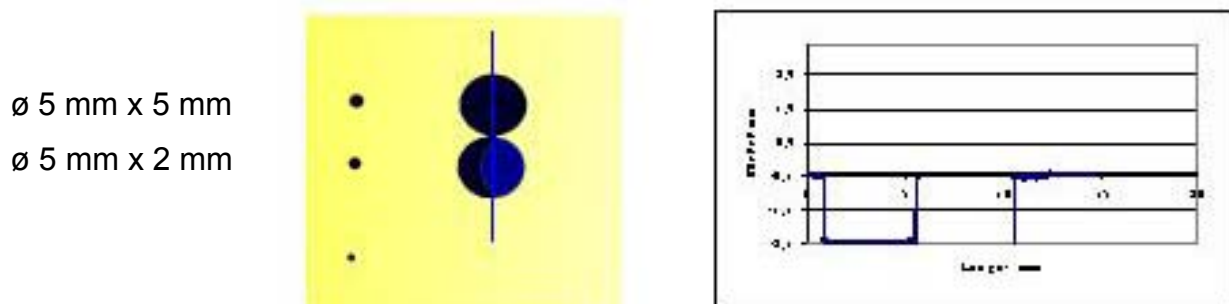


Abbildung 3.4: Vermessung des Originals mittels FP: Draufsicht (links) und Profil (rechts)

Durch eine zweite Einstrahlrichtung kann nach entsprechender softwaremäßiger Elimination des Schatteneffektes die gesamte Oberfläche erfasst werden. Die Abbildung 3.5 zeigt zwei FP-Aufnahmen einer quadratischen Vertiefung zur Eliminierung des Schatteneffektes. Dabei wird das zu vermessende Objekt einfach manuell so gedreht, dass der bei der ersten Messung abgeschattete Bereich der Vertiefung bei der zweiten Messung erfasst wird.

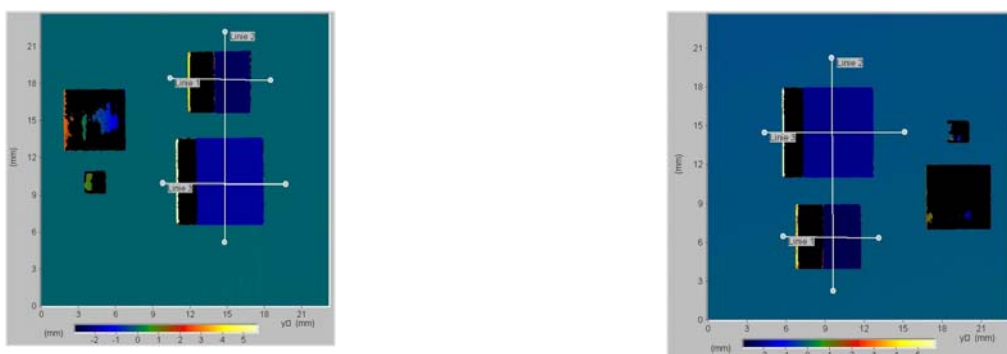


Abbildung 3.5: Vermessung des Originals aus zwei Einstrahlrichtungen mittels FP (nach Drehung des Objektes um 180°)

Unter Verwendung von drei Bezugspunkten, die bereits bei der ersten Messung zu definieren sind, wird nach der zweiten Messung an Hand dieser drei Bezugspunkte ein zusammengesetztes Bild erzeugt („matching“) und der Schatteneffekt so eliminiert (Abbildung 3.6).

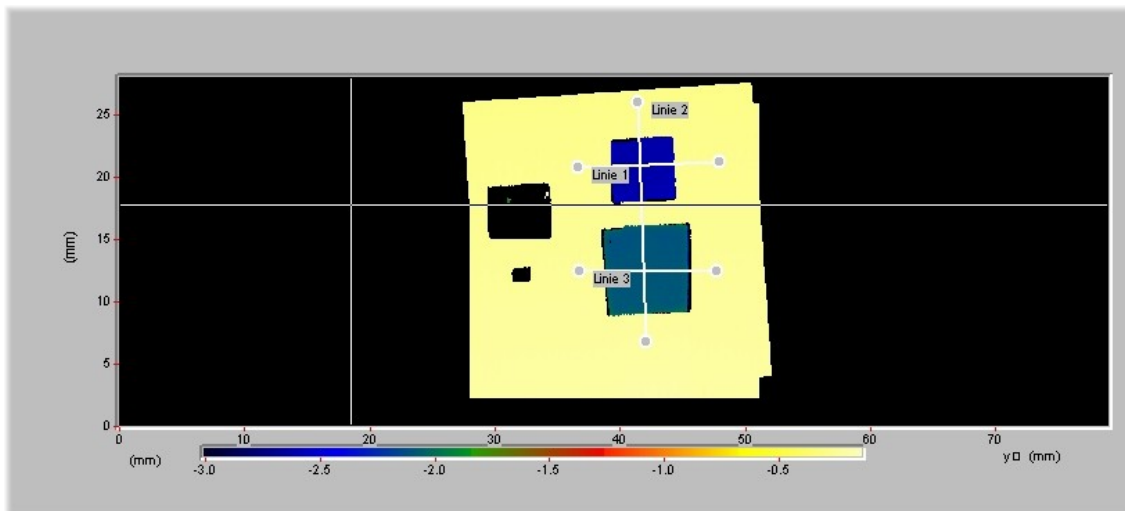


Abbildung 3.6: Zusammengesetztes FP-Bild (aus den zwei FP-Bildern entsprechend Abbildung 3.5)

In den Abbildungen 3.7 und 3.8 sind FP-Aufnahmen zu sehen, bei denen Abdrücke mit unterschiedlichen Abformmassen hergestellt wurden. Für den Mesobereich konnte die Überlappung der Messbereiche der Verfahren LM, WLIM und FP nachgewiesen werden, was für die Qualitätssicherung in der Praxis von hoher Bedeutung ist.

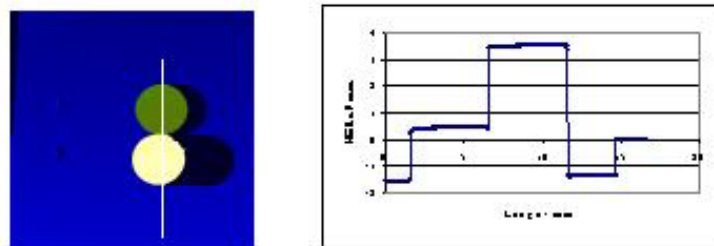


Abbildung 3.7: Abdruck vermessen mittels FP: Abformmasse F1 (Draufsicht und Profil)

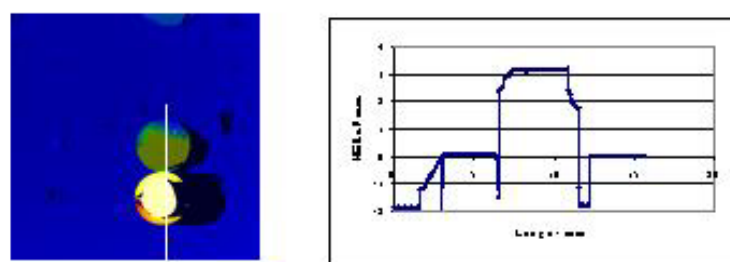


Abbildung 3.8: Abdruck vermessen mittels FP: Abformmasse T1 (Draufsicht und Profil)

Deutlich zu erkennen ist, dass im vorliegenden Fall die Qualität des Abdruckes für die Abdruckmasse F1 deutlich besser ist als die des Abdruckes mit der Masse T1. Die Qualität eines Abdruckes wird allerdings neben der intrinsischen Beschaffenheit der Abdruckmasse von einer Reihe weiterer präparativer Eigenschaften wie dem Haftungs- und Enthafungsverhalten, dem Fließverhalten und der Frage bestimmt, wie gut die Luft bei der Präparation aus dem Sackloch entweichen kann.

3.2 Bestimmung der Oberflächentopografie

3.2.1 Rekonstruktion mittels Weißlichtinterferenzmikroskopie (WLIM)

Die Weißlichtinterferenzmikroskopie ist ein topometrisches Verfahren zur quantitativen Erfassung der Topografie. Das Auflösungsvermögen des Weißlichtinterferometers liegt lateral in der Größenordnung eines Lichtmikroskops bei ca. $0,5\ \mu\text{m}$. Bei maximal 2000-facher Vergrößerung sind vertikale Auflösungen von $0,1\ \text{nm}$ vergleichbar dem Atomkraftmikroskop (AFM, „atomic force microscope“) erreichbar. Die Vorteile des Verfahrens liegen in:

- der schnellen 3-D Erfassung der Oberfläche
- der hohen vertikalen Auflösung
- der Digitalisierbarkeit von Bildern.

Zu den Nachteilen zählen:

- das optische Messverfahren ist *noch nicht* (siehe Abschnitt 3.2.4) genormt
- steile Flanken und zerklüftete Oberflächenmerkmale können verfälscht oder gar nicht erfasst werden
- kritische Messung bei extremen Reflexionsunterschieden und bei Anwesenheit von dünnen Oxidschichten
- Oberflächenverunreinigungen wie Staub werden miterfasst.

Das Prinzip der phasenempfindlichen Oberflächenrekonstruktion ist in Abbildung 3.9 dargestellt. Die Aufnahmen wurden mit einem WLIM-System NewView der Firma zygo/LOT durchgeführt.

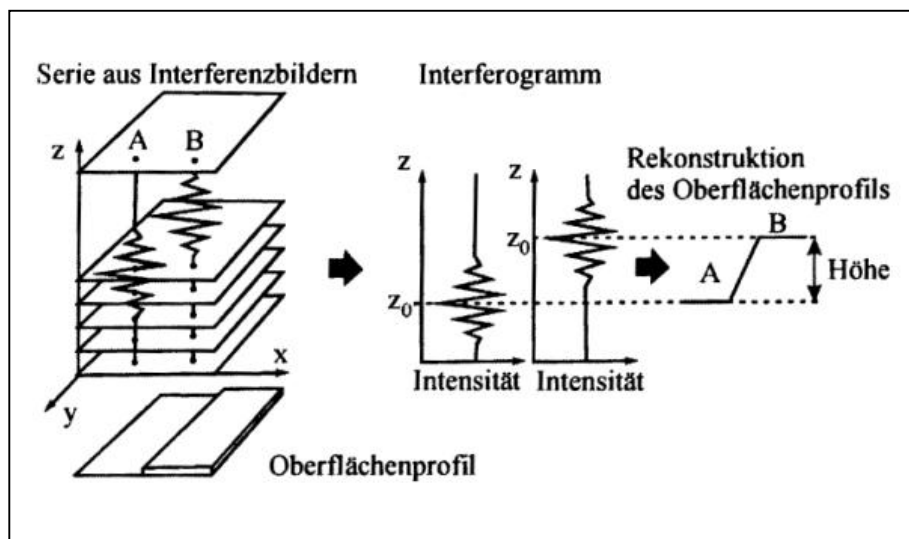
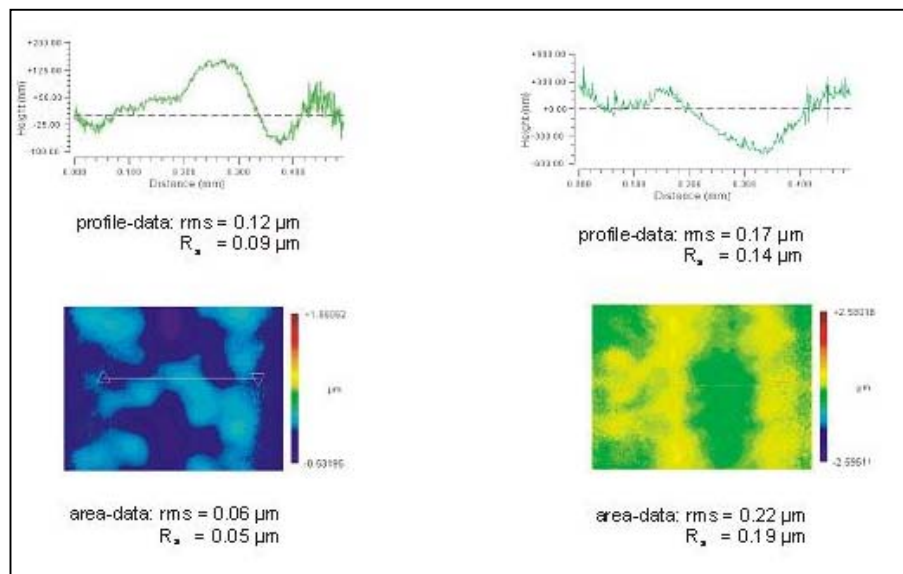


Abbildung 3.9: Prinzip der Oberflächenrekonstruktion mittels WLIM

Als erstes Praxisbeispiel für die Anwendung der Weißlichtinterferenzmikroskopie wurden in der Abbildung 3.10 unterschiedlich alte PE-Bierschläuche mittels WLIM bewertet. Der PE-Schlauch, der 1,5 Jahre in Gebrauch war, weist in den aus der 3D-Messung des Oberflächenreliefs gewonnenen *Profildaten* eine nur geringfügig höhere Rauheit ($R_a = 0,14\ \mu\text{m}$) auf als der neue PE-Schlauch ($R_a = 0,09\ \mu\text{m}$). Schaut man sich

dagegen die 3D-Reliefdaten an, ist der Unterschied signifikant ($R_a = 0,19 \mu\text{m}$ vs. $R_a = 0,05 \mu\text{m}$). Generell ist die Aussagekraft eines 3D-Reliefbildes deutlich höher zu bewerten als die eines 2D-Profiles.



unbeanspruchter PE-Schlauch

beanspruchter PE-Schlauch
nach 1,5 Jahren

Abbildung 3.10: WLIM–Aufnahmen von Bierschläuchen aus PE

Als zweites Praxisbeispiel wird in der Abbildung 3.11 die Zuordnung von Bearbeitungsmerkmalen, so wie man sie mittels WLIM in quadratischen bzw. runden Vertiefungen vorfindet, veranschaulicht. Deutlich zu erkennen ist, dass sich spezifische Spuren der Herstellungsprozesse, des Erodierens für die quadratischen bzw. des Fräsens für die runden Vertiefungen, mittels WLIM nachweisen lassen.

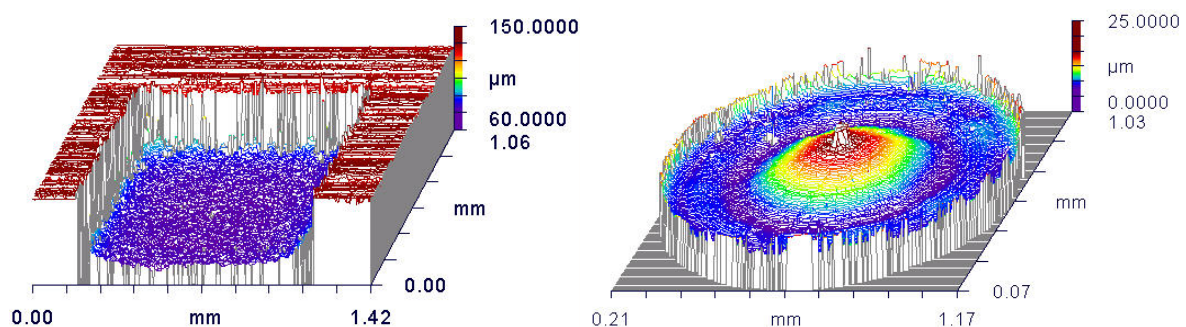


Abbildung 3.11: WLIM–Aufnahmen von erodierten (links) bzw. gefrästen (rechts) Vertiefungen in Stahl 1.4404

Auch lässt sich mit dem WLIM-Verfahren die Feinstruktur von Oberflächen im Vergleich zum Lichtmikroskop in z-Richtung deutlich besser erfassen *und* quantifizieren [3.5]. Als drittes Praxisbeispiel werden in den Abbildungen 3.12 und 3.13 für Emaille und PTFE vergleichend WLIM- und lichtmikroskopische Aufnahmen gegenübergestellt, die wie für

Stahl (Abbildung 3.11) eine Oberflächenfeinstruktur, hier aber aus den Herstellungsprozessen resultierend, aufweisen.

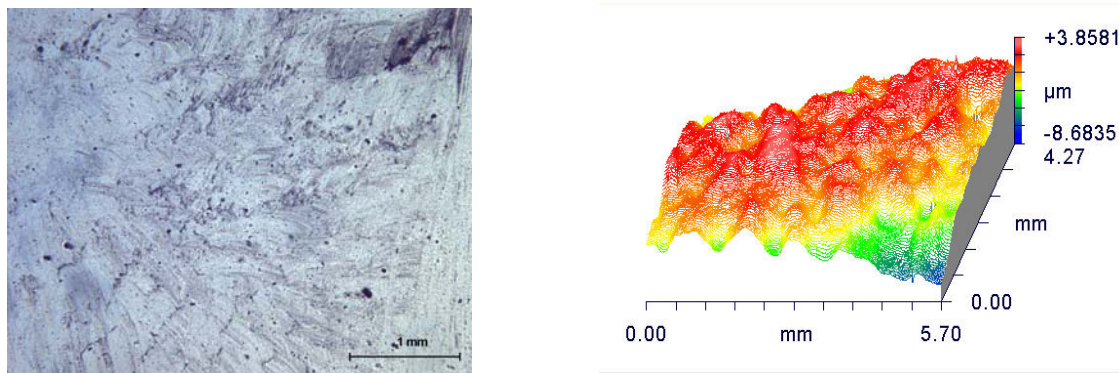


Abbildung 3.12: LM- (links) und WLIM-Aufnahme (rechts) von Emaille (Standard Emaille 800 blau) bei ca. 25-facher Vergrößerung

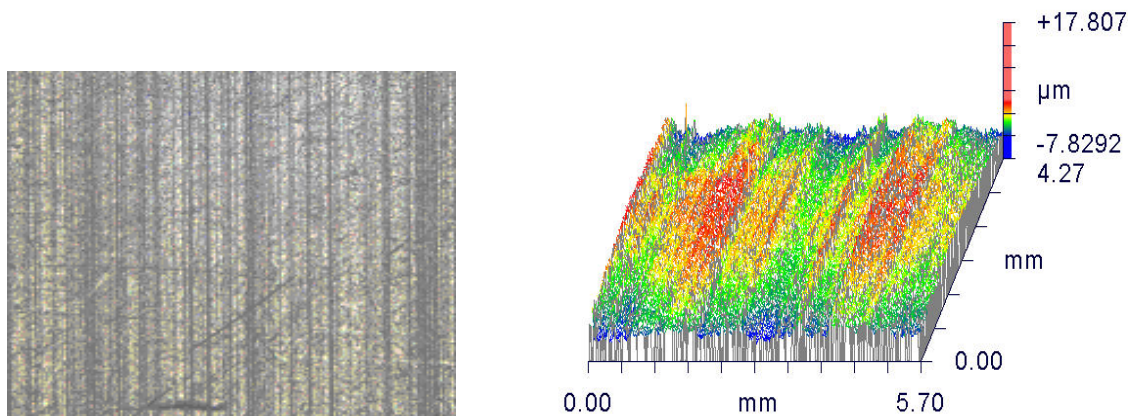


Abbildung 3.13: LM- (links) und WLIM-Aufnahme (rechts) von PTFE (TFM1600) bei ca. 25-facher Vergrößerung

Der Zugewinn an Information aus der in z-Richtung nicht skalierten und quantifizierten 2D-Abbildung mit dem Lichtmikroskop zu der 3D-Reliefabbildung mit dem WLIM-Verfahren ist in beiden Abbildungen evident [3.7-3.10].

3.2.2 Rekonstruktion mittels Streifenlichtprojektion (FP)

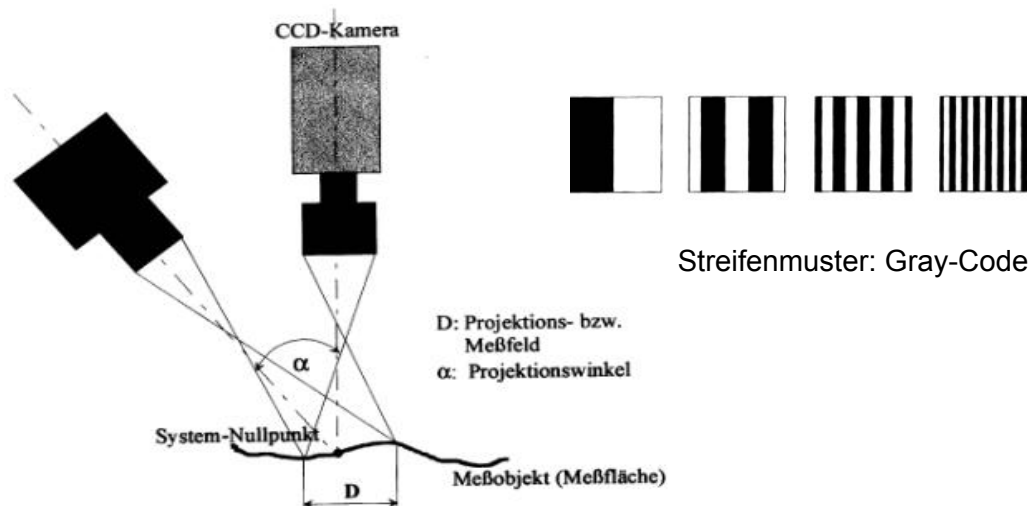
Die Streifenprojektion (FP, „fringe projection“) ist eine Erweiterung des Triangulationsverfahrens, das eine 3D-Vermessung der Oberfläche im Makrobereich ermöglicht. Das Verfahren ist auf schwach gekrümmte Oberflächen direkt (ohne Schattenkorrektur) und auf echte 3D-Geometrien (mindestens zwei Einstrahlrichtungen und Schattenkorrektur) anwendbar.

Bei dem FP-Verfahren werden strukturierte Lichtmuster (Streifen unterschiedlicher Breite, Hell-Dunkel-Muster) auf die Objekte projiziert, dann mittels einer oder mehrerer unter bekannten Winkeln montierten Kameras erfasst und aus den gewonnenen Bildern die Tiefenwerte der Objektpunkte berechnet (Abbildung 3.14).

Als Codierung wird der sogenannte Gray- Code benutzt. Er hat die Eigenschaft, dass sich benachbarte Codesequenzen um ein Bit unterscheiden. Dadurch wird der Fehler

minimiert, welcher bei falscher Zuordnung eines Punktes im Kamerabild zu einer bestimmten Lichtebene entsteht.

Die erreichbare Genauigkeit hängt von mehreren Faktoren ab: Sensorauflösung, Größe und Abstand des zu vermessenden Objektausschnittes sowie dem Triangulationswinkel. Streifenlichtmessungen wurden mit dem Gerät MikroCAD compact der Firma GFM Teltow durchgeführt. Der Triangulationswinkel betrug 30° . Bei der gewählten Optik beträgt die laterale Auflösung bei $20\ \mu\text{m}$ und die vertikale Auflösung bei $2\ \mu\text{m}$.



ktion mittels FP

Neben den Praxisbeispielen aus Abschnitt 3.1.2 zur Bewertung der Übertragungsgüte von Abdruckverfahren an quadratischen und runden Vertiefungen [3.4] ist in der Abbildung 3.15 eine FP-Aufnahme einer WIG-Schweißnaht sowohl im Reliefbild als auch im Profilschnitt dargestellt.

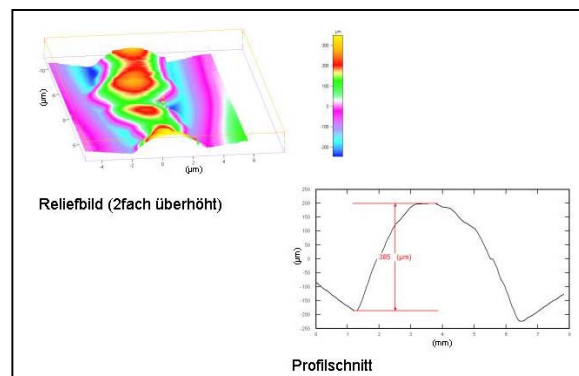


Abbildung 3.15: FP-Aufnahme einer Schweißnaht (Stahl 1.4404, WIG-Schweißnaht ohne Nachbehandlung)

3.2.3 Bewertung und Vergleich

Im vorhergehenden AiF-Projekt [3.1] wurde das WLIM-Verfahren als das am besten geeignete Verfahren für die Untersuchungen an Mikrostrukturen identifiziert [3.5, 3.6]. Dies konnte mit dem verwendeten System bei einem maximalen Objektfeld von bis zu $(5 \times 7)\ \text{mm}^2$ und einem maximalen z-Hub von $150\ \mu\text{m}$ bestätigt werden. Für 3D-Objekte größerer Abmessungen kann das Verfahren nicht mehr eingesetzt werden. Das wäre zum Beispiel auch für gekrümmte Objekte (Rohre) der Fall, die im Objektfeld einen

akzeptierbaren z-Bereich von wenigstens einigen Millimetern erfordern. Deshalb wurde die Streifenlichtprojektion als zusätzliche Methode erprobt.

Mit dem FP-Verfahren können grundsätzlich auch noch viel größere Makrostrukturen im Bereich von bis zu $(1 \times 1 \times 0,2) \text{ m}^3$ erfasst werden. Bei der Auswahl der speziellen Optik wurde, um den Anschluss der Messungen an das LM und das WLIM zur Bewertung von Meso- und Mikrostrukturen zu garantieren, als Auswahlkriterium die Messbarkeit im Übergangsbereich von Mikro zu Makro herangezogen, was im vorliegenden Fall in der Messbarkeit von 3D-Objekten mit Abmessungen bis zu $(26 \times 20 \times 6) \text{ mm}^3$ resultierte [3.4].

Ein weiterer wesentlicher Unterschied beider Verfahren liegt in der Tatsache begründet, dass bei dem WLIM-Verfahren die Erfassung der Topografie nahezu normal zur Oberfläche, bei dem FP-Verfahren schräg zur Oberfläche erfolgt, was im letzteren Fall zunächst zur Nichtmessbarkeit in Schattengebieten führt. Dieser Nachteil kann aber durch eine weitere Messung des Schattengebietes mit nachfolgendem „matching“ der Bilder behoben werden.

Ein immenser Vorteil beider Verfahren ist, dass die Rohdaten dreidimensional und schnell (Messzeit unter einer Sekunde) erfasst werden. Aus dem gemessenen Relief, kann immer auch jedes beliebige Profil abgeleitet werden. Das ist gegenüber den profilfassenden Verfahren, wie dem mechanischen Tastschnitt (MS, „mechanical stylus“) oder dem Atomkraftmikroskop, bei denen ein Relief aus mehreren (vielen) Profilen zusammengesetzt werden muss, in der Praxis ein wesentlicher Vorteil.

3.2.4 Validierung und Standardisierung

Durch die Mitarbeit im Fachausschuss VDI/VDE/GMA-FA 3.43 wurde die Standardisierung des WLIM- und des AFM-Verfahrens zur Bewertung der Oberflächentopografie vorangetrieben. Im April 2005 ist der Entwurf der VDI/VDE-Richtlinie 2655 Blatt 1.1 „Optische Messtechnik an Mikrotopografien, Kalibrieren von Interferenzmikroskopen und Tiefeneinstellnormalen für die Rauheitsmessung“ erschienen. Dieser Standardisierungsprozess ist für die verschiedenen Rastersondentechniken bei weitem noch nicht abgeschlossen, sondern hat mit der Fertigstellung des Blattes 1.1 gerade erst begonnen.

Neben der Kalibrierung ist eine weitere wichtige noch nicht beantwortete Frage die der Festlegung einer adäquaten Tastfläche. Beim mechanischen Tastschnitt ist nach DIN EN ISO 4287 die Taststrecke genormt.

Was den Anschluss zwischen mechanischer Rauheitsmessung und WLIM-Verfahren angeht, sind die gemessenen Rauheitswerte unabhängig vom Messverfahren größenordnungsmäßig gut vergleichbar. Das liegt im wesentlichen darin begründet, dass die resultierende laterale Wegauflösung für das mechanische Verfahren (MS) und das optische Verfahren (WLIM) nahezu identisch $2 \mu\text{m}$ ist. In der Abbildung 3.16 sind die wesentlichen Merkmale der lateralen Auflösung von mechanischer und optischer Sonde vergleichend gegenübergestellt.

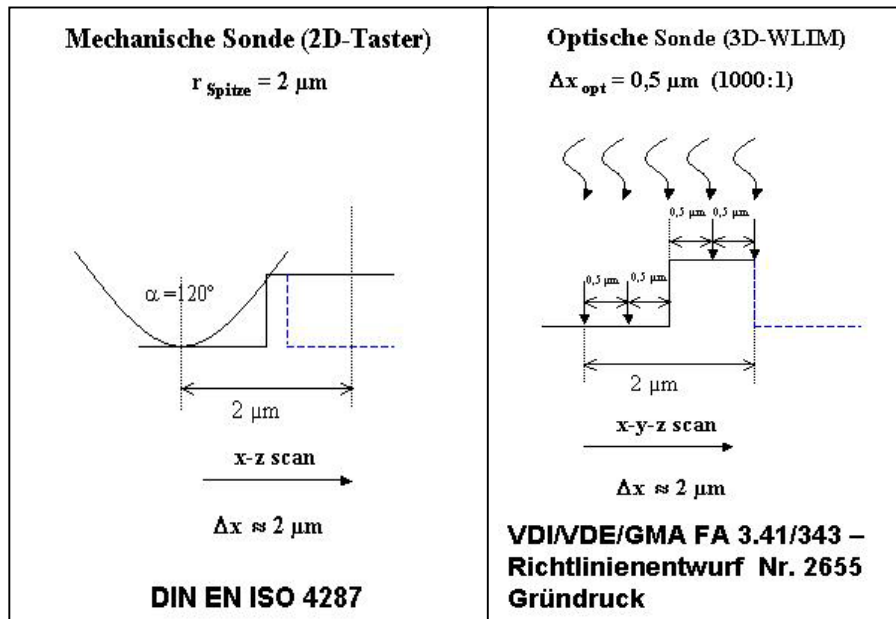


Abbildung 3.16: Laterale Wegauflösung von mechanischer und optischer Sonde im Vergleich

3.3 Bestimmung der Oberflächenenergie

3.3.1 Kontaktwinkelmessung mit der Tropfenmethode

Mit dem Kontaktwinkel-Messsystem G2 von der Firma Krüss kommt eine Messmethode zur Bestimmung des Kontaktwinkels zum Einsatz, die gemeinhin als Methode des liegenden Tropfens bezeichnet wird. Mit Hilfe einer Kanüle wird ein Flüssigkeitstropfen auf die Festkörperoberfläche aufgebracht und mittels einer CCD-Kamera die sich ausbildenden Kontaktwinkel on-line vermessen.

Die Bestimmung der Grenzflächenspannung zwischen flüssiger (z.B. Wasser) und fester Phase (zu charakterisierende Oberfläche) in Anwesenheit einer gasförmigen Phase (Luft) erfolgt durch Kontaktwinkelmessung mit mindestens drei verschiedenen Flüssigkeiten, deren Oberflächenspannung bekannt sein muss. Aus dem Kontaktwinkel θ kann die Oberflächenenergie σ über die Young-Gleichung berechnet werden:

$$\cos \theta = (\sigma^{\text{sg}} - \sigma^{\text{sl}}) / (\sigma^{\text{lg}}) \quad (3-1)$$

Die Indizes bezeichnen die beiden Phasen zwischen denen die Grenzflächenspannung besteht: fest (s), flüssig (l) und gasförmig (g). Grafisch kann Gleichung 3-1 über Vektoren dargestellt werden und wird in Abbildung 3.17 veranschaulicht.

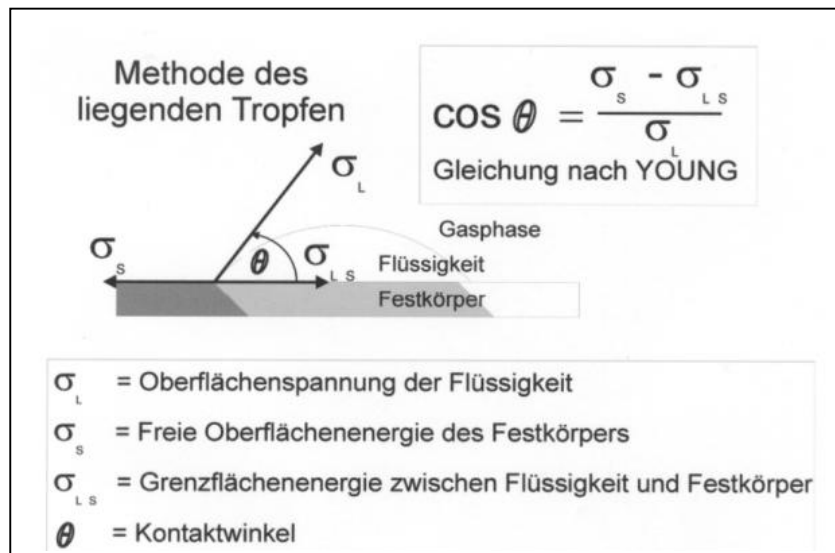


Abbildung 3.17: Ortsaufgelöste Bestimmung der Oberflächenenergie: Kontaktwinkelmessung mit der Methode des liegenden Tropfens

Owens, Wendt, Rabel und Kaelble postulierten die Existenz eines polaren Anteils (Wechselwirkung permanenter Dipole) sowie eines dispersen Anteils (Wechselwirkung induzierter Dipole) an der Grenzflächenspannung. Die Gesamtgrenzflächenspannung ist also die Summe der dispersen und polaren Anteile:

$$\sigma = \sigma^{\text{dispers}} + \sigma^{\text{polar}} \quad (3-2)$$

Bei Kenntnis der Kontaktwinkel und des dispersiven und des polaren Anteiles der Oberflächenspannung von 3 Flüssigkeiten erhält man ein Gleichungssystem mit drei Gleichungen und den drei Unbekannten dispersiver, positiver und negativer polarer Anteil der Oberflächenenergie des Festkörpers. Andererseits kann bei Kenntnis des dispersiven Anteils der Oberflächenenergie eines unpolaren Festkörpers (z.B. PTFE) der disperse Anteil der Oberflächenspannung der untersuchten Flüssigkeit aus der Kontaktwinkelmessung bestimmt werden.

3.3.2 Kontaktwinkelmessung mit der Plattenmethode

Ursprünglich wurde die Plattenmethode zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten gegen Luft benutzt. Bei der Kontaktwinkelmessung nach Wilhelmy kehrt man dieses Verfahren um und ermittelt zuvor die Oberflächenspannung der Flüssigkeit und erhält mit Hilfe einer Kraftmessung den Wert von $\cos \theta$ nach Gleichung 3-3.

Wird ein Probenplättchen in eine Flüssigkeit eingetaucht (Abbildung 3.18) und wieder herausgezogen, ist eine dynamische Kontaktwinkelmessung sowohl des Fortschreite- als auch des Rückzugswinkels möglich.

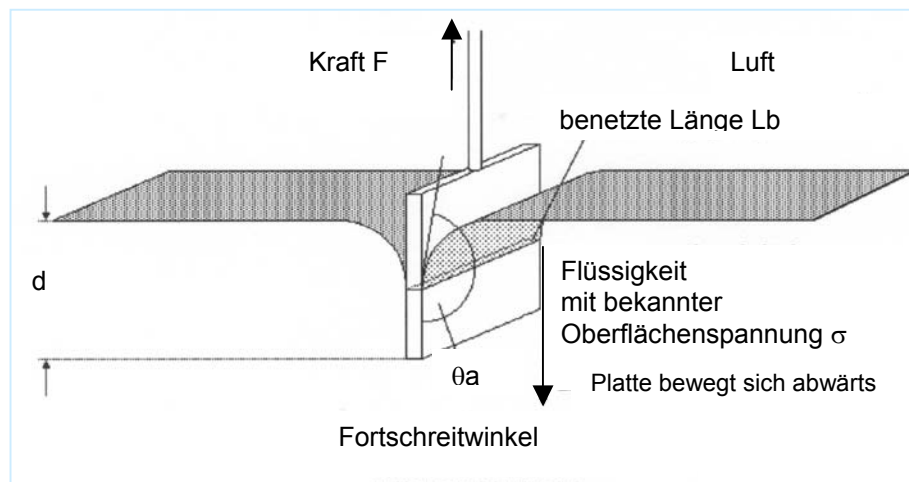


Abbildung 3.18: Integrierende Bestimmung der Oberflächenenergie: Kontaktwinkelmessung mit der Platten-Methode nach Wilhelmy

Die Kraft, die dabei in Abhängigkeit der Eintauchtiefe gemessen wird, setzt sich vektoriell aus dem Auftrieb und der Benetzungskraft nach Gleichung 3-4 zusammen.

$$\vec{F}_{gesamt} = \vec{F}_{Auftrieb} + \vec{F}_{Benetzung} \quad (3-4)$$

Daraus lässt sich der mittlere Kontaktwinkel, der sich entlang der benetzten Länge ergibt, berechnen.

3.3.3 Bewertung und Vergleich

Grundsätzlich wird bei der Methode des liegenden Tropfens eine ortsabhängige Messung durchgeführt. Bei der Wilhelmy-Methode wird über die Umfangslinien entlang der Benetzungslänge in Abhängigkeit der Eintauchtiefe integriert. In der Abbildung 3.19 werden beide Methoden verglichen und deren speziellen Anwendungsgebiete und kritische Punkte zusammenfassend dargestellt.

Methoden	Anwendungsgebiet	Kritische Punkte
Liegender Tropfen (optische Messung des Kontaktwinkels)	<ul style="list-style-type: none"> Probe sollte <i>einseitig</i> homogen sein ortsaufgelöste Messung statische Messung (<i>konstantes</i> Tropfen-volumen): Korrelation zu Werkstoff und Rauheit dynamische Messung (<i>zunehmendes</i> und <i>abnehmendes</i> Tropfen-volumen): 	Benetzungs ort abhängige <ul style="list-style-type: none"> Welligkeiten Fehlstellen Anisotropien können die Reproduzierbarkeit empfindlich stören.
Wilhelmy-Platte (Bestimmung des Kontaktwinkels aus der Kraftmessung)	<ul style="list-style-type: none"> Probe sollte allseitig homogen sein Integrierende Messung (Benetzungslänge) dynamische Messung: Korrelation zu Werkstoff und Rauheit online Erfassung des Kontaktwinkels: $\theta = \theta(z)$ 	Benetzungs linien abhängig. <ul style="list-style-type: none"> Werkstoffänderungen Anisotropien Fehlstellen können die Richtigkeit der Messung beeinflussen.

Abbildung 3.19: Plattenmethode und Tropfenmethode im Vergleich

Unter Berücksichtigung der spezifischen Messvoraussetzungen für das Kontaktwinkelmessgerät G2 (Methode des liegenden Tropfen) und das Tensiometer K100 (Wilhelmy-Methode) wurden, an Hand von unterschiedlich bearbeiteten PTFE Proben, beide Verfahren miteinander verglichen.

In der Abbildung 3.20 ist exemplarisch der Wasser Kontaktwinkel in Abhängigkeit von unterschiedlichen Bearbeitungsstufen von TFM 1600 aufgetragen. In der Abbildung 3.21 sind die ermittelten Oberflächenenergien dargestellt.

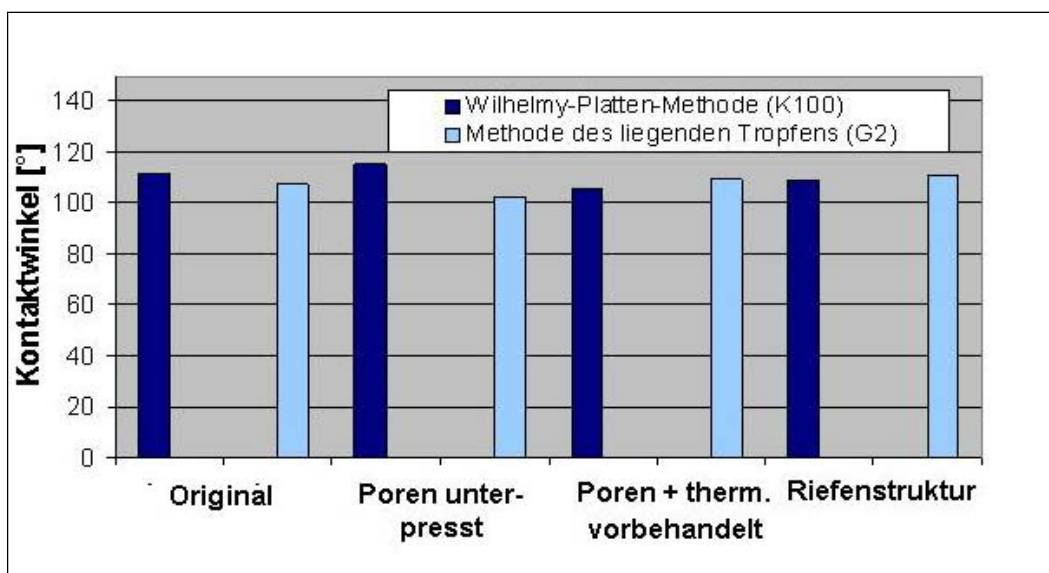


Abbildung 3.20: Wasser Kontaktwinkel für PTFE (TFM 1600): Tensiometer K100 vs. Kontaktwinkelmess-System G2

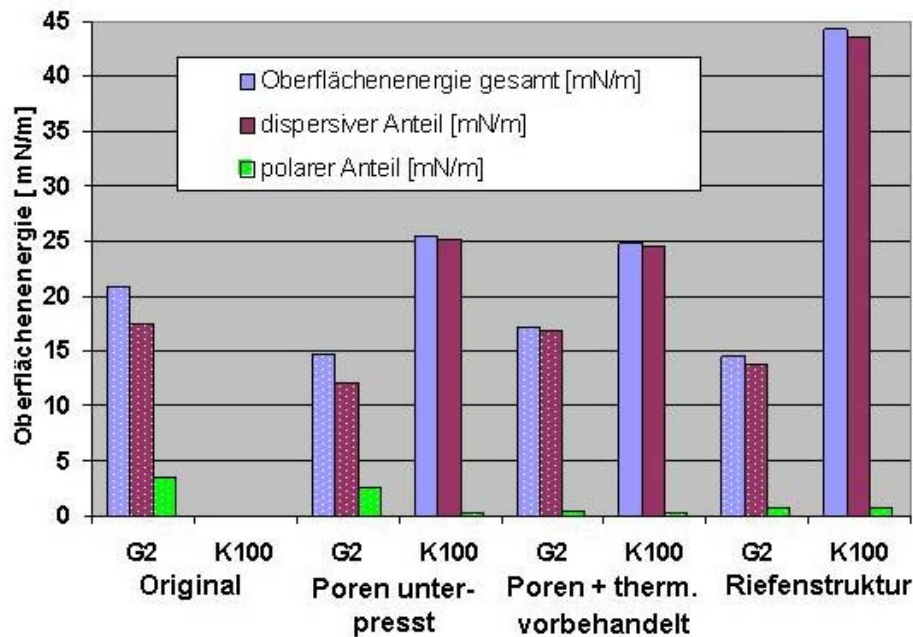


Abbildung 3.21: Oberflächenenergie für PTFE: Tensiometer K100 vs. Kontaktwinkelmess-System G2

Bei der Bestimmung des Kontaktwinkels für Wasser wurden keine signifikanten Unterschiede für die beiden Messsysteme festgestellt. Auch die unterschiedlichen Bearbeitungsstufen scheinen keinen größeren Einfluss auf den Kontaktwinkel zu haben. Für die Abbildung 3.21 ist festzustellen, dass die Oberflächenenergien für alle bearbeiteten PTFE-Proben, die mit dem Tensiometer K100 gemessen wurden, etwas über den Werten liegen, die mit dem Kontaktwinkelmess-System G2 ermittelt wurden. Für die unbearbeitete Originalprobe trifft dies allerdings nicht zu. Alle gemessenen Werte liegen zwischen (15 - 25) mN/m und damit in der Nähe der Literaturwerte von (18 - 19) mN/m. Da keine signifikanten Unterschiede zu erkennen sind, ist die Wilhelmy-Methode mit ihrer einfacheren Handhabbarkeit insbesondere bei größeren, welligen oder anisotropen Proben gegenüber der Tropfen-Methode zu bevorzugen, solange die Probe entlang der Benetzungslänge vergleichbare Eigenschaften hat. Eine Schweißnaht zum Beispiel muss unbedingt parallel zur Benetzungslänge liegen. Ansonsten würde man über geschweißte und nicht geschweißte Gebiete integrieren.

3.4 Validierung der Federkonstanten von Cantilevern

Das AFM als profilerfassendes Verfahren kann zum einen als Nano-Tastschnitt angesehen werden, andererseits können durch Aneinanderreihung von solchen Profilen 3D-Abbildungen von Oberflächen mit atomarer Auflösung erzeugt werden. Das AFM ist damit neben dem REM das höchstauflösende bildgebende Verfahren im Routineeinsatz. Der Zeitaufwand zur Erzeugung qualitativ hochwertiger Aufnahmen und die Bedeutung von Artefakten (z.B. durch Verschmutzung der Oberfläche oder der Tastspitze) sind allerdings relativ groß und diesbezüglich nicht mit dem WLIM- oder FP-Verfahren vergleichbar. Außerdem wird es beim Projektpartner zur Bestimmung von Haftkräften eingesetzt. Bei allen genannten Anwendungen kann die Federkonstante der Tastspitze (des montierten Cantilevers) einen großen Einfluss auf das Ergebnis haben. Deshalb wurde der Validierung der Federkonstanten besondere Aufmerksamkeit gewidmet.

Das AFM ist geeignet, Trenn- bzw. Haftkräfte im Pico- und Nano-Newtonbereich normal zur Oberfläche zu messen. Um Kraft-Weg-Kurven zu ermitteln, wird die Cantilever-Spitze senkrecht an die Probe angenähert und anschließend wieder abgehoben. Die gemessenen Kräfte werden von der integrierten Software zu Kraft-Weg-Kurven verarbeitet. Mit dem AFM kann der Weg zum Trennen einer Probe bestimmt werden. Mit dem Hook'schen Gesetz (Gleichung 3-5) kann zusammen mit der Federkonstante der Cantilevers die nötige Trennkraft errechnet werden.

$$k = \Delta F / \Delta x \quad (3-5)$$

Zur Bestimmung der Haftkräfte von Hefezellen und Polystyrolkugeln wird ein funktionalisierter Cantilever, an dem die Hefezelle oder die Polystyrolkugel befestigt wurde, in das Kraftmikroskop eingespannt und Kraft-Weg-Kurven aufgezeichnet. Für eine exakte Messung des Weges bis zur Trennung muss die Federkonstante k des Cantilevers möglichst exakt bekannt sein. Die Federkonstante von Cantilevern wird von den Herstellern zwar größenordnungsmäßig angegeben, beruht aber einerseits meistens auf einer theoretischen Bewertung der Geometrie und der elastischen Eigenschaften, andererseits ist sowieso die effektive Federkonstante des eingebauten Cantilevers von Interesse. Diese effektive Federkonstante soll nun mit Hilfe eines Nano-indenters bestimmt werden. Dieser kann ebenfalls Kraft-Weg Kurven (Abbildung 3.22) mit dem fertig montierten Cantilever (Abbildung 3.23) als Gegenpartner direkt vermessen.

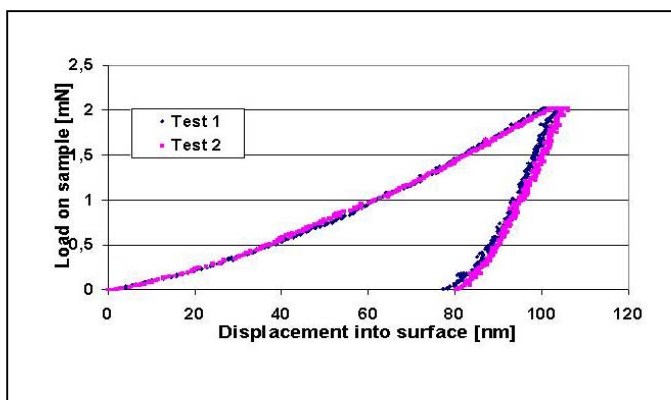


Abbildung 3.22: Last-Eindringtiefen-Messung $F = F(z)$

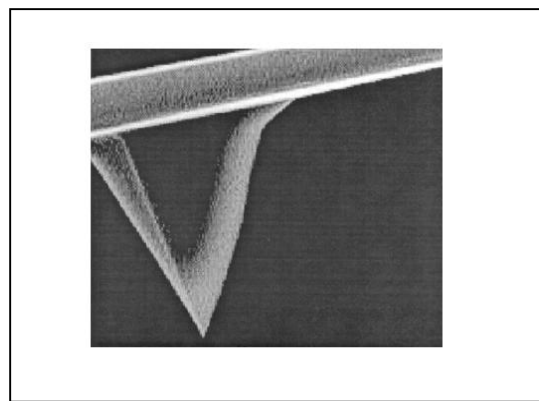


Abbildung 3.23: AFM-Cantilever

Typische Federkonstanten von Cantilevern liegen im AFM Non-Contact-Mode bei $k = (0,15 - 3) \text{ N/m}$, im Contact-Mode bei $k = (20 - 80) \text{ N/m}$. Die Federkonstante des Nano-Indenters XP liegt standardmäßig bei $k = \Delta F / \Delta z = 82 \text{ N/m}$, im DCM Mode bei $k = 60 \text{ N/m}$. Experimentell stellte sich heraus, dass Federkonstanten des Gegenpartners etwa ab 10 N/m ($\sim 15\%$ der System-Steifigkeit des Nano-Indenters) bestimmt werden können. Cantilever, die zur Haftkraftmessung von Hefebakterien bzw. Polystyrolkugeln genutzt werden, haben typischerweise Federkonstanten unter $0,6 \text{ N/m}$, die somit nicht überprüft werden können. Für Federkonstanten über 10 N/m konnte die Realisierbarkeit des Ansatzes allerdings nachgewiesen werden. Zur Validierung des Einflusses des Montagezustandes des Cantilevers auf die Federkonstante lassen sich aber ggf. wichtige Rückschlüsse auch für kleinste Federkonstanten ziehen.

3.5 Beanspruchte Oberflächen

3.5.1 Labor-Simulation der chemischen Beanspruchung

Um den Einfluss der chemischen Beanspruchung zu simulieren, wurden Stahlbleche (1.4404) über vier Monate in 2%iger Natronlauge bzw. in 3%iger Phosphorsäure gelagert. Die Rauheit und die Oberflächenenergie wurden jeweils vor und nach dieser Beanspruchung gemessen. Die Abbildungen 3.24 und 3.25 zeigen die entsprechenden Oberflächen nach der Beanspruchung. Die Ergebnisse der Messung von Rauheit und Oberflächenenergie sind in der Abbildung 3.26 dargestellt.

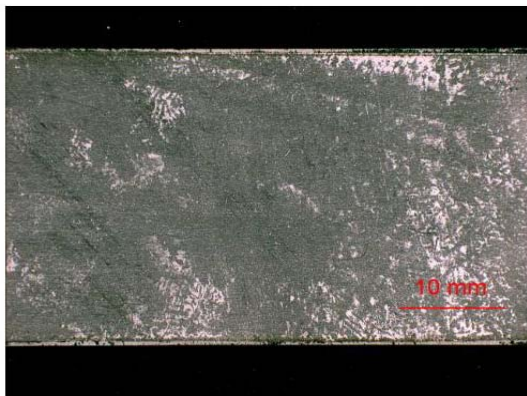


Abbildung 3.24:
Stahl1.4404, 4 Monate mit
2%iger Natronlauge beansprucht

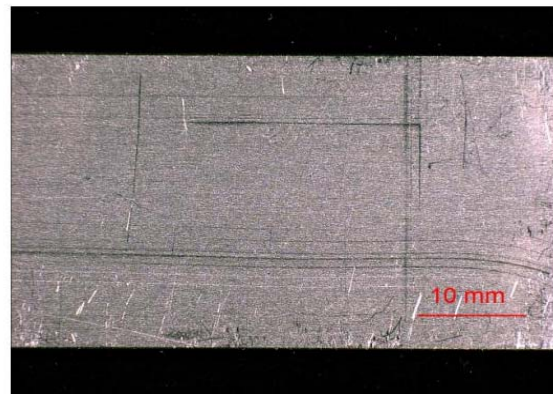


Abbildung 3.25:
Stahl1.4404, 4 Monate mit
3%iger Phosphorsäure beansprucht

	Rauheit [μm]	Oberflächen- energie [mN/m]	disperser Anteil [mN/m]	polarer Anteil [mN/m]
Original	$0,23 \pm 0,03$	34,6	30,5	4,1
Säuretest	$0,28 \pm 0,02$	47,8	32,1	15,7
Laugentest	$0,56 \pm 0,25$	51,6	30,5	21,0

Abbildung 3.26: Beanspruchung vs. Rauheit und Oberflächenenergie

Beide Tests ergeben sowohl eine Vergrößerung der Oberflächenenergien als auch der Rauheiten. Der Effekt ist bei der Beanspruchung mit Lauge stärker (Oberflächenenergie) bzw. deutlich stärker (Rauheit) ausgeprägt. Die Bleche aus dem Laugentest weisen bezüglich der Änderung der Oberflächentopografie zusätzlich starke Inhomogenitäten über das Blech verteilt auf. Die Veränderung der Oberflächenenergie wird bei beiden Beanspruchungen fast ausschließlich durch Veränderungen im polaren Anteil induziert.

Offensichtlich hat die natürliche Chrom-Passivschicht (Chromoxid) gegenüber oxidierenden Säuren eine bessere Schutzfunktion (moderate Erhöhung der Rauheit und der Oberflächenenergie) als gegenüber Laugen.

3.5.2 Chemische Beanspruchung im industriellen Umfeld

Erst gegen Projektende wurden beanspruchte Teile aus dem industriellen Umfeld bereitgestellt. Die Projektpartner sind sich durchaus der Sensibilität der Thematik bewusst. Trotzdem muss insbesondere nach dem Vorliegen der Ergebnisse festgestellt werden, dass es unverzichtbar ist, diese Thematik strategisch durchdacht anzugehen. Dazu gehört die Kenntnis des unbeanspruchten Zustandes, besser noch das Vorhandensein einer unbeanspruchten Referenzoberfläche, die Kenntnis der Reinigungs- und Prozesshistorie einschließlich der beteiligten Chemikalien, Prozess- und Hilfsstoffe sowie der wesentlichen Beanspruchungsparameter (Temperatur, Druck). All diese Parameter waren bei den untersuchten Teilen nicht oder nur sehr eingeschränkt bekannt. Generell können aber die Beanspruchungen erheblich sein. Auch die Frage der Monitorierung solcher Prozesse bezüglich kurzfristiger (schneller) und langfristiger (langsamer) Änderungen stellt sich nach Ansicht der übergebenen Proben sofort.

Im Rahmen der Untersuchungen des Einflusses von Reinigungsmitteln und von Medien auf die Oberflächen von Realbauteilen wurden ein Säurentank und ein Laugentank ausgewählt, um die Labor-Simulationen zu ergänzen bzw. zu komplettieren. In den Abbildungen 3.27 und 3.28 sind diese dargestellt und der Prozess der Probennahme auf unterschiedlicher Füllstandshöhe dokumentiert. Die gemessene Oberflächenrauheit wurde in Abhängigkeit von der Füllstandshöhe und bezüglich des Originalzustandes nach Spezifikation bewertet (Abbildung 3.29). In beiden Fällen (Säuren- und Laugentank) ist eine deutliche Rauheitsänderung gegenüber dem Originaltank (ohne Fluid-Berührung) zu verzeichnen. Leider ist nicht bekannt, wie lange die Tanks in Benutzung waren und welche CIP- bzw. SIP-Prozesse sie durchlaufen haben. Außerdem gab es vor den Untersuchungen einen unbekannt längeren Zeitraum, in dem die Tanks nicht benutzt wurden.

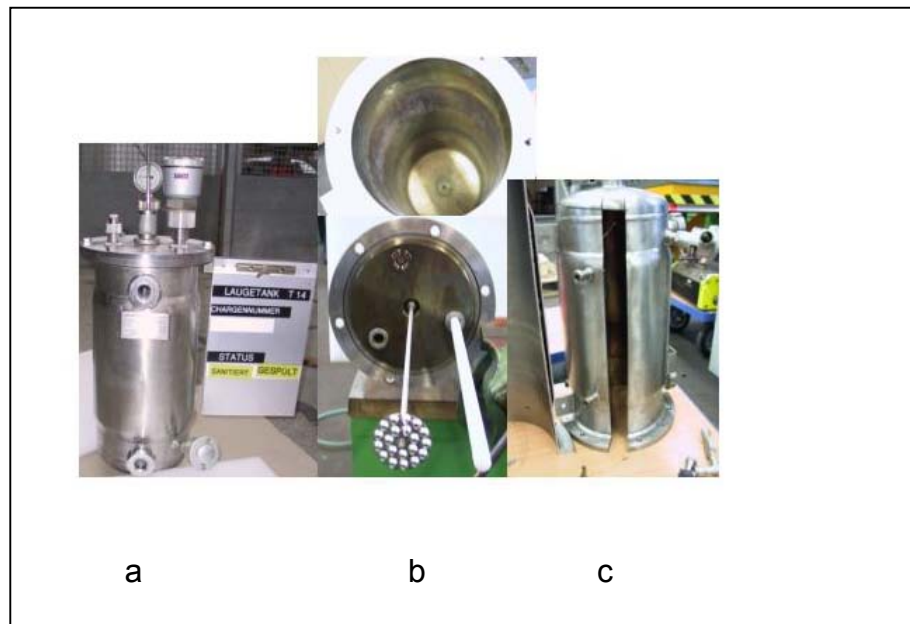


Abbildung 3.27: a) Säurentank, b) oben: Tank, unten: Deckel mit Rührer, c) Probestreifen aus Tank entnommen

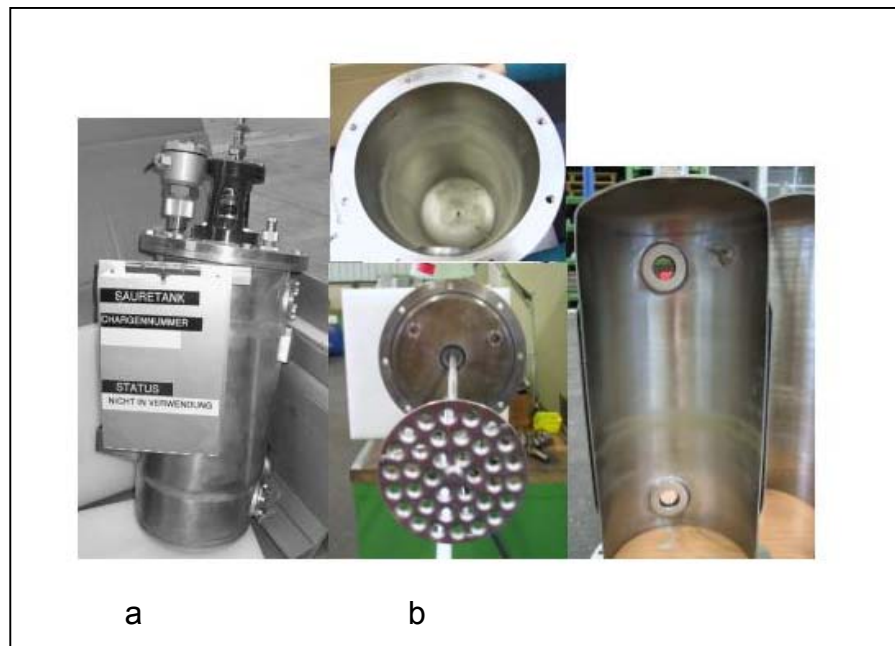


Abbildung 3.28: a) Laugetank, b) oben: Tank, unten: Deckel mit Rührer, c) Tank aufgeschnitten

Schon visuell ist eine deutliche, füllstandsabhängige Beanspruchung erkennbar, die im vorliegenden Fall für den Säuretank stärker als für den Laugetank ausgeprägt ist. Während sich beim Säuretank der Füllstandshöhe 5 verschiedene Beanspruchungszonen zuordnen lassen, sind dies beim Laugetank nur drei Zonen. Da weder die Art der Säure/Säuren oder Lauge/Laugen noch deren Konzentration, Einwirkzeit und Einwirktemperatur bekannt waren, muss dieses Ergebnis nicht im Widerspruch zu den Labor-Simulationen stehen. Fest steht dagegen, dass es eine starke Beanspruchung gibt (Abbildung 3.29).

	Rauheit [μm]
Ausgangszustand (Spezifikation)	$0,29 \pm 0,01$
Säuretank	
Probe S 6 (Höhe 12-14 cm)	$0,38 \pm 0,01$
Probe S 8 (Höhe 14-16 cm)	$0,51 \pm 0,03$
Probe S 12 (Höhe 22-24 cm)	$0,59 \pm 0,04$
Probe S 14 (Höhe 26-28 cm)	$0,73 \pm 0,04$
Probe S 20 (Höhe 38-40 cm)	$0,86 \pm 0,10$
Laugetank	
Probe L 4 (Höhe 6-8 cm)	$0,61 \pm 0,05$
Probe L 11 (Höhe 20-22 cm)	$0,74 \pm 0,06$
Probe L 16 (Höhe 30-32 cm)	$0,61 \pm 0,02$

Abbildung 3.29: Rauheit als Funktion des Füllstandes im Vergleich zum unbeanspruchten Ausgangszustand nach Spezifikation

Eine reproduzierbare Messung der Oberflächenenergie war bei den gegebenen Geometrien (Krümmung als Ausschlusskriterium für die Tropfenmethode) bzw. der

Verschiedenheit der beanspruchten Innen- und der nahezu unbeanspruchten Außenseite (Ausschlusskriterium für die Plattenmethode) nicht möglich. Stattdessen wurde versucht, eventuelle Oberflächenveränderungen chemischer Natur mittels EDX nachzuweisen. Dabei gibt es zwischen den Spektren des Säure- und des Laugetanks praktisch nur einen signifikanten Unterschied. Die Oberfläche des Laugetanks weist durchweg einen deutlich höheren Sauerstoffanteil auf. Ansonsten unterscheiden sich die Spektren in der Abbildung 3.30 kaum von einander. Wegen der relativ großen Informationstiefe gilt diese Aussage nicht nur, wie bei der Messung der Oberflächenenergie, für die obersten Atomlagen (Nanometer-Bereich), sondern bis in den Mikrometer-Bereich hinein. Dieses Ergebnis kann wegen der unbekanntenen Historie nicht erklärt werden. Normalerweise würde man von Säuren (Schwefelsäure, Phosphorsäure) eine stärker oxidierende Wirkung erwarten.

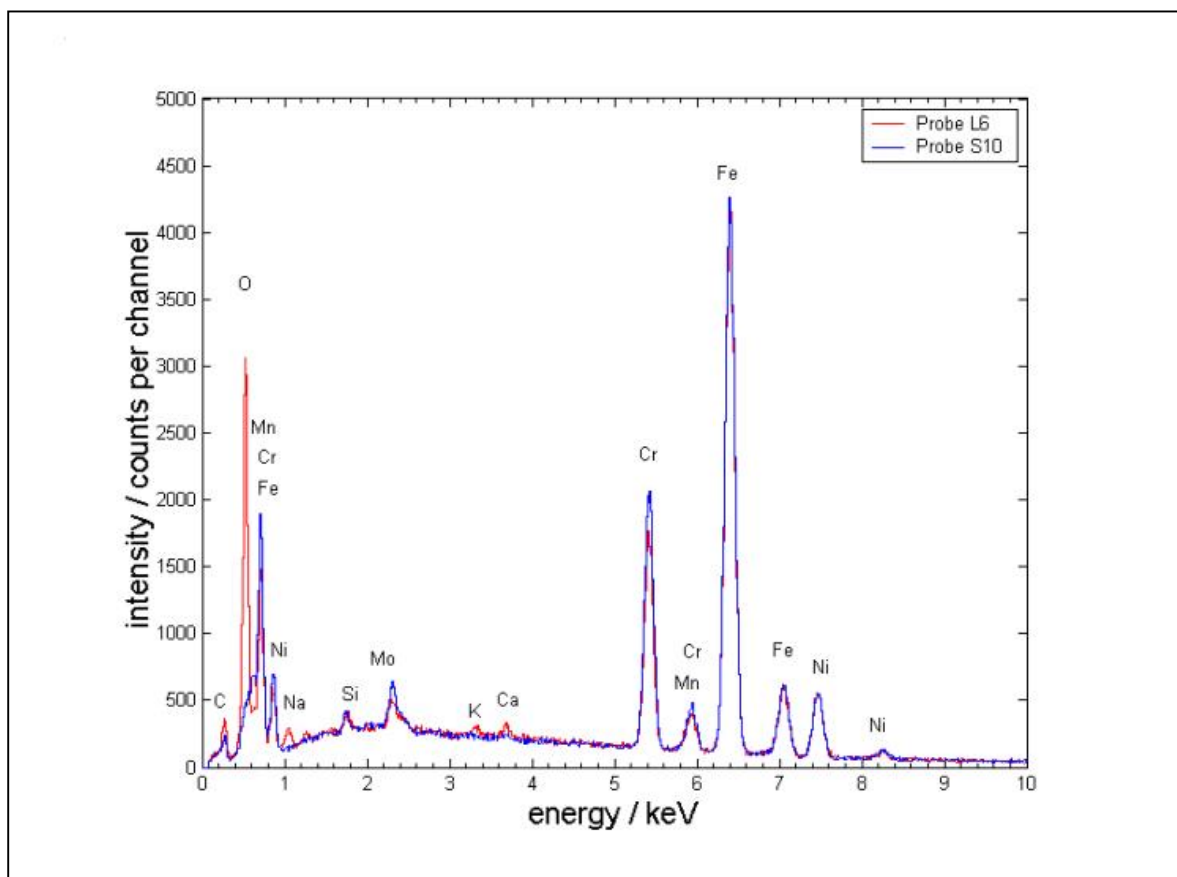


Abbildung 3.30: EDX-Spektren von Säure- (S10) und Laugetank (L6) im Vergleich

3.5.3 Schweißnähte

Schweißnähte gehören zu den bei der Herstellung von Bauteilen am stärksten beanspruchten Stellen. Im Rahmen des Projektes wurden WIG-, Orbital- und Laserschweißnähte, die nach dem Stand der Technik hergestellt wurden, untersucht. Die Laserschweißnähte wurden einmal ohne Zusatzwerkstoff und einmal mit Zusatzwerkstoff geschweißt. Von diesen Schweißnähten wurden Querschliffe zur weiteren Untersuchung hergestellt, die lichtmikroskopischen Aufnahmen sind in den Abbildungen 3.31 bis 3.33 dargestellt.



Abbildung 3.31: Querschliffe von WIG-Schweißnähten, unterschiedlich bearbeitet



Abbildung 3.32: Querschliffe an Laserschweißnähte ohne Zusatzwerkstoff, unterschiedlich bearbeitet

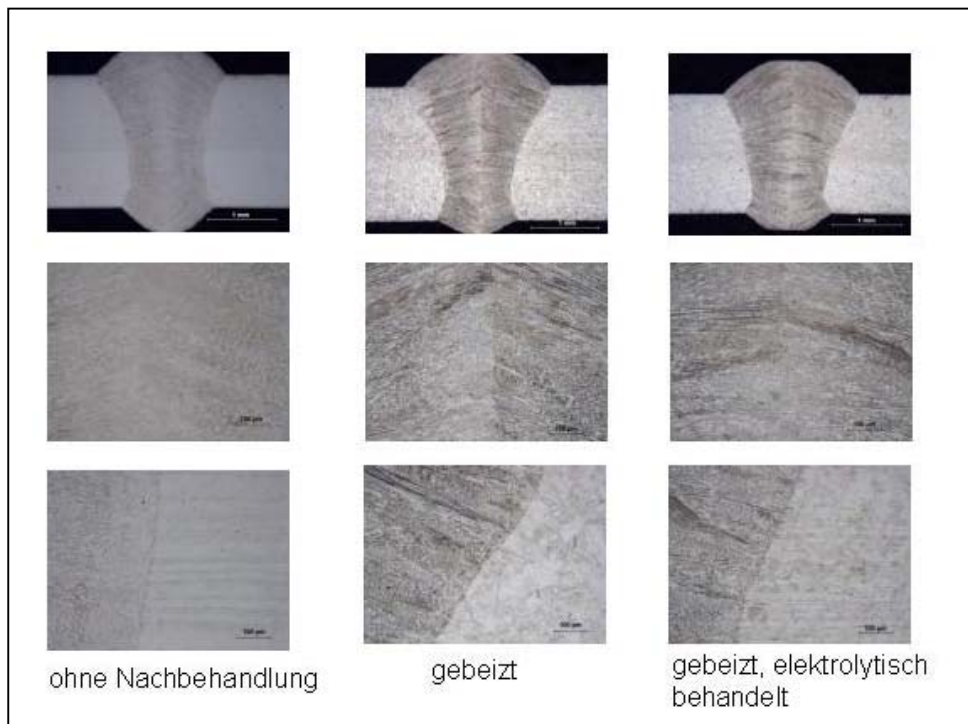


Abbildung 3.33: Querschliffe an Laserschweißnähten mit Zusatzwerkstoff, unterschiedlich bearbeitet

Wesentliches Ergebnis der Untersuchungen ist, dass sich die Stärke der topografischen Abweichung von der ungestörten Oberfläche an Ober- bzw. Außen- und Unter- bzw. Innenseite wesentlich unterscheidet. Ansonsten wird im Querschliff die erwartete Gefügestruktur vorgefunden. Neben der Schweißnaht selbst, wird der Werkstoff in einem an die Schweißnaht angrenzenden Bereich, der Wärmeeinflusszone, verändert. Dies trifft insbesondere auf die Oberfläche zu, da es hier zu Oxidschichtbildungen kommt, die in Form der Anlauffarben auch Rückschlüsse auf den Schweißprozess ermöglichen. Für Schweißungen nach dem Stand der Technik ist dies allerdings kein kritischer Punkt.

3.5.4 Wärmeeinflusszonen

Wärmeeinflusszonen im Bereich von Schweißnähten stellen schon bei der Herstellung von Bauteilen extrem beanspruchte Gebiete dar. Für das hygienische Verhalten ist die Innenseite von Rohrschweißnähten von besonderem Interesse. Rauheit und Topografie (Abschnitt 3.5.3) weichen in solchen Gebieten deutlich von der Umgebung ab. Auch die Oberflächenenergie ist von unterschiedlichen chemischen Oberflächenzuständen (Oxidschichten) beeinflusst, entzieht sich selbst aber wegen der Krümmung bzw. der Unterschiedlichkeit von Innen- und Außenseite der Messung. Deshalb wurde versucht, mittels analytischer Verfahren zusätzliche Informationen zu gewinnen.

Um eventuelle Einflüsse bei der Elementverteilung in der Wärmeeinflusszone einer Schweißnaht zu untersuchen, wurden EDX-Spektren einer Orbitalschweißnaht aufgenommen. In den Abbildungen 3.34 und 3.35 sind für die wärmeunbeeinflusste und die Wärmeeinflusszone die entsprechenden REM- und WLIM-Aufnahmen bzw. EDX-Spektren dargestellt. Neben den erwarteten Unterschieden in der Topografie und dem höheren Sauerstoffanteil in der Wärmeeinflusszone sind keine signifikanten chemischen Unterschiede zwischen beiden Zonen zu erkennen.

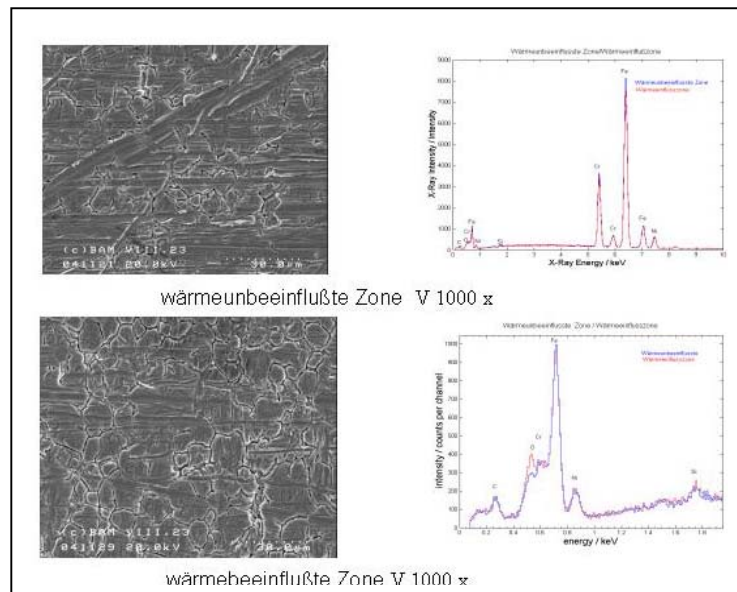


Abbildung 3.34: REM-EDX: Stahlrohr X 5CrNi18-10 (1.4301), Innenseite

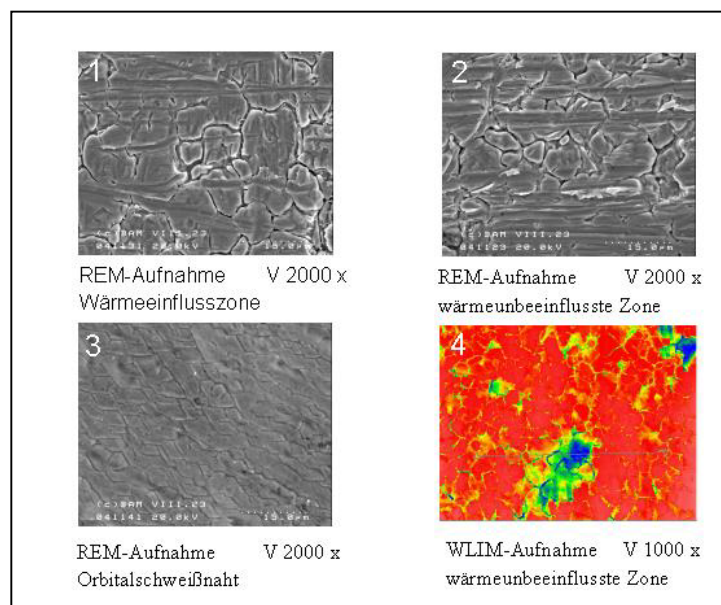


Abbildung 3.35: REM vs. WLIM: gewalzter Stahl 1.4301 = X5CrNi 18-10, Proben 1/2/3 und Stahl 1.4404 = X2CrNiMo17-12-2, Probe 4)

Neben den in Abschnitt 3.5.3 im Querschliff dargestellten topografischen Abweichungen sind bei allen untersuchten Schweißnähten (WIG, Laser, Orbital) außer dem erhöhten Sauerstoffgehalt chemisch keine signifikanten Veränderungen im Grundwerkstoff festzustellen. Änderungen im Gefüge, insbesondere im oberflächennahen Bereich lassen sich dagegen in REM und im WLIM nachweisen. Die Art der Veränderungen hängt im Einzelfall vom Werkstoff, dem Schweißverfahren und den Schweißparametern ab. Dies trifft insbesondere auf die Breite und Tiefe der Wärmeeinflusszone zu. Für nach dem Stand der Technik hergestellte Schweißnähte sind Qualitätsprobleme kein Thema. Zu beachten ist dabei, dass nur Freiflächenschweißnähte und Rohrschweißungen untersucht wurden.

3.5.5 Materialspezifische Aspekte

Im Rahmen des Projektes waren eine Vielzahl von Oberflächen, unbeanspruchte, modifizierte, z.B. beschichtete, oder aber beanspruchte Oberflächen zu charakterisieren. Neben der Topografie und der Oberflächenenergie war dabei die Frage des chemischen Oberflächenzustandes (Stabilität, Rückstände, Reinigungserfolg, Modifikationsgrad) von Interesse.

Um die unterschiedliche Feinstruktur von Materialien und Beschichtungen darzustellen und deren wesentlichen Unterschiede aufzuzeigen, wurden REM–Aufnahmen von *Standard Emaille 800 dunkelblau*, *Stahl 1.4404* mit Beschichtungen von SiO_x und $a\text{-C:H}$, sowie von *PTFE TFM 1600* angefertigt (Abbildungen 3-36 und 3-37). Zusätzlich wurde eine qualitative Elementanalyse für die Emaille und die Beschichtungen auf Stahl mittels EDX vorgenommen.

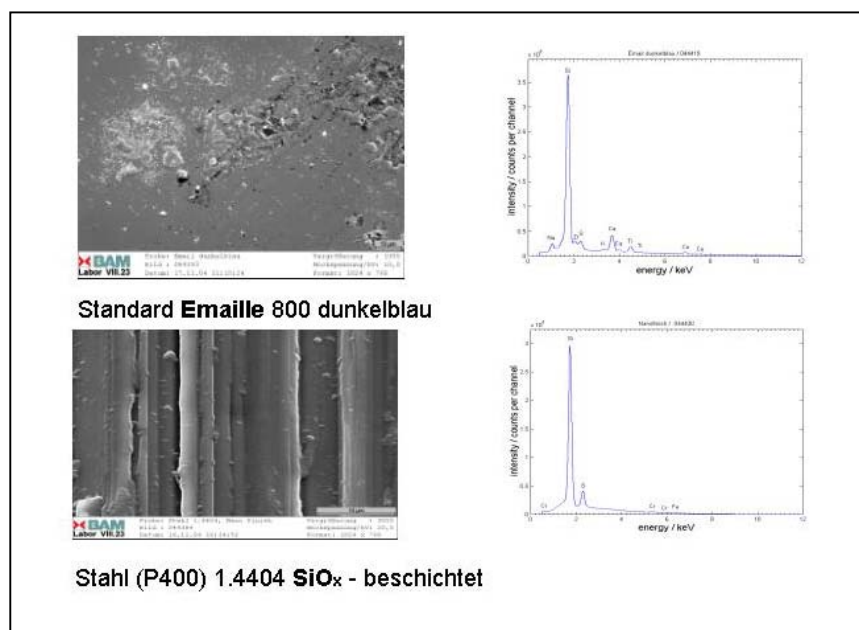


Abbildung 3.36: Topografie-Feinstruktur im REM: Standard Emaille 800 dunkelblau, Stahl K 400 beschichtet

Auf den ersten Blick lassen sich deutliche Unterschiede in der Topografiefeinstruktur feststellen. Die verschiedenen Materialoberflächen unterscheiden sich deutlich voneinander und lassen Spezifika ihres Herstellungs- und Verarbeitungsprozesses erkennen (Schleifriefen bei Stahl, Schälriefen bei PTFE, Zusatzstoffe in der Emaille). Beschichtungen, jedenfalls solche mit dünnen Schichten (Abschnitt 3.6.2) mit einer Schichtdicke von wenigen Mikrometern, können die Topografie der ursprünglichen Oberfläche je nach Material, Verfahren und Prozessführung kaum (Abbildung 3.36, Beispiel SiO_x) oder deutlich (Abbildung 3.37, Beispiel $a\text{-C:H}$) beeinflussen.

Hier eröffnet sich ein weites aber komplexes Feld des gezielten Designs von Oberflächen mittels Beschichtungen oder Modifizierungen. Prinzipiell ist denkbar, sowohl die Topografie als auch die Oberflächenenergie gezielt einzustellen (Abschnitt 3.6.3).

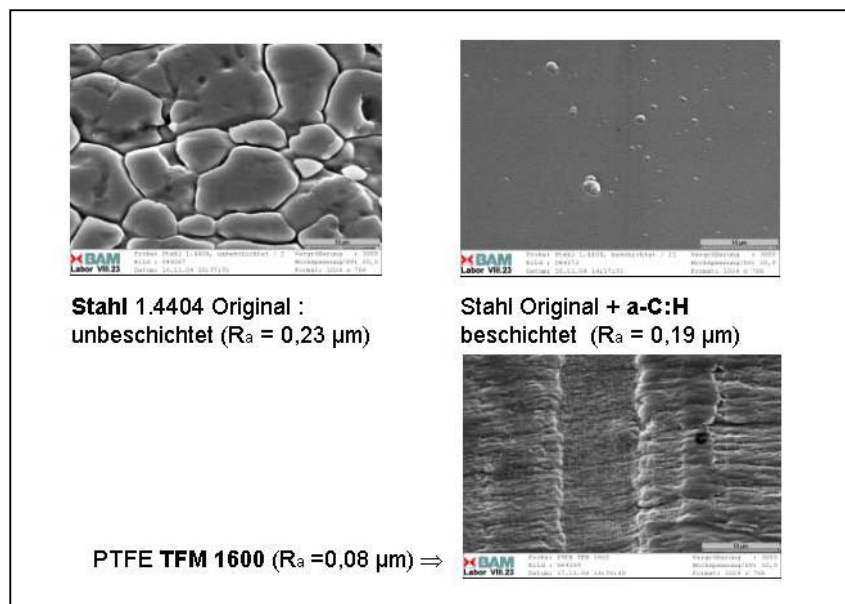


Abbildung 3.37: Topografie-Feinstruktur im REM: Stahl Original, Stahl Original beschichtet, PTFE

Bezüglich der chemischen Analyse ist festzustellen, dass die Verfügbarkeit von Referenzteilen bzw. Referenzoberflächen oft schon eine Voraussetzung für qualitative Aussagen ist.

Für Nachfolgeuntersuchungen besteht hier erheblicher Handlungsbedarf. Dies trifft sowohl für Aussagen zur Elementanalytik, noch mehr aber für Aussagen zu chemischen Bindungszuständen zu. Unverzichtbar ist es, neben unbeanspruchten Referenzteilen auch die beteiligten Prozess-, CIP- und SIP-Medien zu kennen. Ablagerung und Abtrag sind keine rein physikalischen Prozesse, sondern gehen wie die Laborsimulation und die industriell beanspruchten Teile belegen, auch mit der chemischen Beanspruchung der Oberfläche einher.

Die chemischen Bindungszustände an der Oberfläche lassen sich nicht mit dem EDX-Verfahren beurteilen. Hierzu wird das ESCA-Verfahren eingesetzt. Dieses ist wie die Bestimmung der Oberflächenenergie sehr oberflächensensitiv (Nanometer-Bereich). Die Abbildungen 3.38 und 3.39 enthalten die ESCA-Spektren von Stahl 1.4404 und der Schicht a-C:H, sowie für Standard Emaille 800 dunkelblau und PTFE TFM 1600.

Ausgehend von der Informationstiefe und der Tatsache, dass Wasserstoff mit dem genannten Verfahren nicht detektiert werden kann, werden alle erwarteten und keine unerwarteten Elemente vorgefunden. Angemerkt werden muss allerdings, dass es sich hierbei sämtlich um unbeanspruchte Teile handelte. Bis auf die Ausnahme bei Stahl (Abschnitt 3.5.2) standen bei keinem Material beanspruchte Teile zur Verfügung.

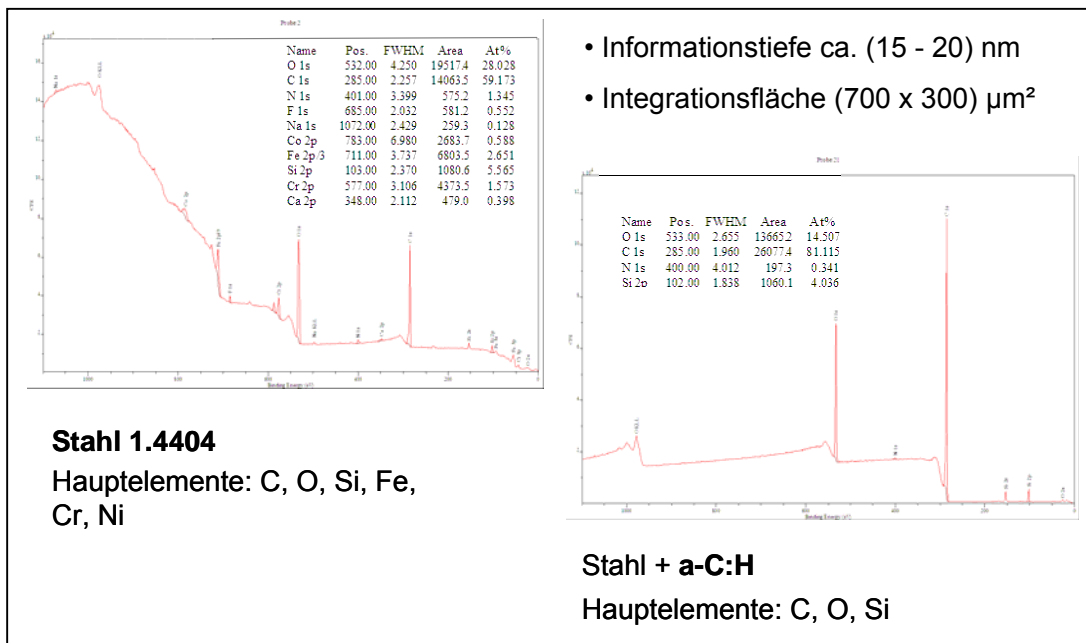


Abbildung 3.38: ESCA-Untersuchungen: Elemente und chemische Bindungen im oberflächennahen Bereich: Stahl und Stahl beschichtet

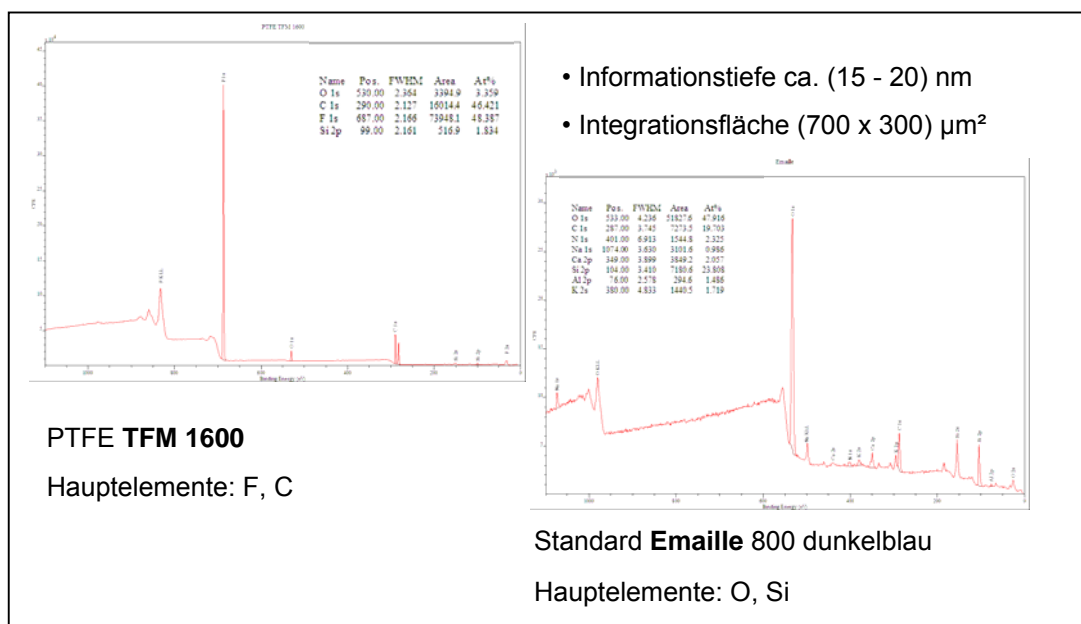


Abbildung 3.39: ESCA-Untersuchungen: Elemente und chemische Bindungen im oberflächennahen Bereich: PTFE und Emaille

3.6 Simulation von Oberflächen

3.6.1 Theoretische Simulation - Modell nach Schmidt

Herr Prof. Dr. Rainer Schmidt war im Unterauftrag der BAM mit der Modellierung von Oberflächen betraut [3.7-3.12]. Er tat dies äußerst erfolgreich mit wissenschaftlicher Hingabe, in kollegialer Kooperation und mit viel menschlicher Wärme. Er war für das laufende und das zuvor erfolgreich abgeschlossene Vorhaben *der* theoretische Ratgeber mit viel Praxishintergrund. Durch seinen plötzlichen Tod am 6. März 2004 verloren wir einen wissenschaftlichen Partner, der nicht zu ersetzen war. In Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss wurde die theoretische Simulation im weiteren Projektverlauf durch die experimentelle Simulation (Abschnitt 3.6.2) ergänzt. In diesem Abschnitt wird der letzte Bericht von Prof. Dr. Rainer Schmidt im Rahmen des Unterauftrages wiedergegeben. Innerhalb des grau unterlegten Zitats wurden auch Nummerierungen von Abbildungen, Gleichungen und Literaturstellen beibehalten. Lediglich die Nummerierung der Überschriften wurde weggelassen.

Der im Vorgängerthema (AiF 12636 II) abgeleitete fehlstellenfreie Kennwert [3.1, 3.2, 3.3]

$$p = C\{p(A) + p(\gamma/A)\} \begin{cases} = 1 & \text{vollständig bewachsen, unsteril} \\ = 0 & \text{unbesiedelt, "ideal" steril} \end{cases} \quad (3-1)$$

bzw.

$$p = \frac{1}{1 + p_\infty} \left\{ \frac{A_b}{A_r} + \left[1 - \exp \left(- \frac{3,838 \cdot \frac{A_r}{A_o} \cdot \gamma \cdot 10^{-20}}{k \cdot T} \right) \right] \right\} \quad (3-2)$$

A_b besiedelte Fläche, A_r Fläche der gesamten 3D – Oberfläche, A_o projizierte Oberfläche, T Temperatur, k Boltzmann Konstante, γ Oberflächenenergie, p_∞ Gleichgewichtswert von p

basiert auf einem umfangreichen, selbst entwickelten Software-Paket (Abb. 3-1).

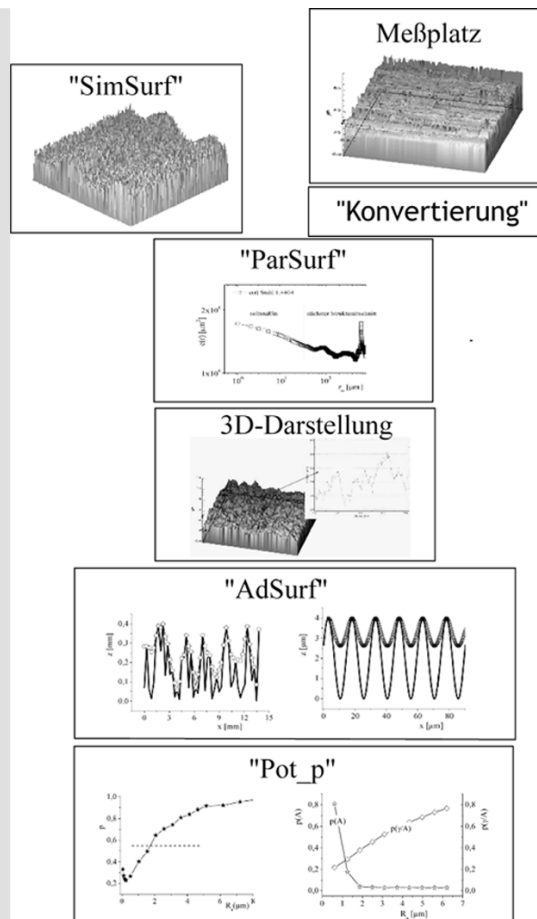


Abbildung 3-1 Programm-Paket zur Simulation von Modelloberflächen, zur Analyse experimenteller topographischer Messungen und Berechnung des Kennwertes p [3.4]

Zur Ermittlung der erweiterten Kausalkette

chemische/ topographische Fehlstellen → fehlerstellenabhängige Oberflächenenergie → Prüfung → Sterilität an kritischen Stellen lebensmitteltechnischer Anlagen ist es unerlässlich, die Software zur Berechnung des Kennwertes p (Gleichg. 3-1) mit folgenden Anteilen zu ergänzen

- einem fluidmechanischen Term zur Berücksichtigung des Strömungseinflusses auf die Besiedelung,
- eine örtliche Berechnung der für den Kennwert erforderlichen Flächen und
- eine topographisch bestimmte Oberflächenenergie.

Die seitens des projektbegleitenden Ausschusses geforderten Fehlstellen können in topographische

- Poren,
- Spalte, Risse und
- Wurzeldurchhang

sowie physiko-chemische

- Variation der Anlaßfarben und
- Tensidwirkung

unterteilt werden. Diese Fehler sind in der Grundidee des Kennwertes bereits enthalten, die topographischen Anteile über die Flächen A_b , A_r und A_o beziehungsweise die chemischen in der Oberflächenenergie σ . Die Abbildung 3-1 verdeutlicht, dass für diese Fehler spezifische Programme zu deren Simulation entwickelt werden müssen.

Desweiteren ist eine 3D-Darstellung des Kennwertes zur Verdeutlichung des Einflusses der Topographie und der Oberflächenenergie auf die Besiedelung sinnvoll.

Zur Vorbereitung der aufwendigen Kennwerterweiterungen sind die im Vorgängerthema entwickelten Teilprogramme zusammengefasst worden. Das neu programmierte Software-Paket umfasst die drei Teile

- Teil1: SimSurf/ Messplatz und Konvertierung, ParSurf
- Teil 2: 3D-Darstellung und Bestimmung der genormten topographischen Größen mit dem kommerziell erhältlichen Programm MARKIII (FRT)
- Teil 3: AdSurf, Pot_p

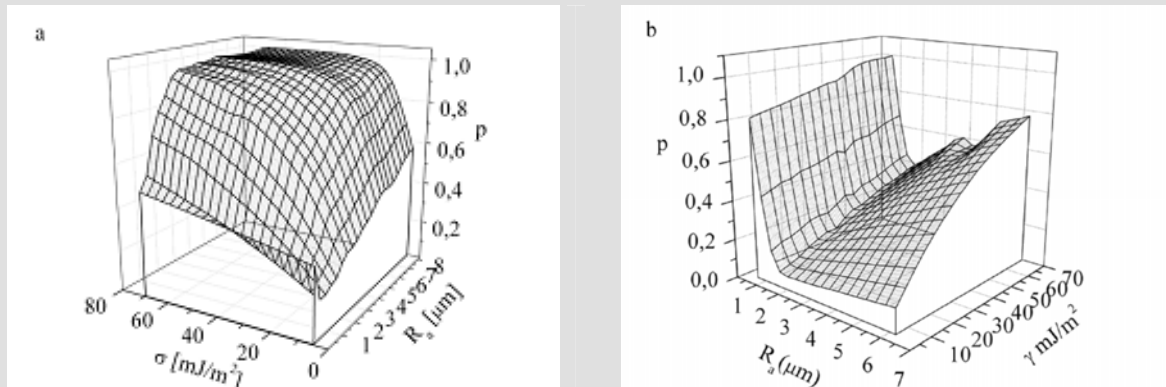


Abbildung 3-2 Kennwert p für simulierte Oberflächen unterschiedlicher Charakteristika [3.4] a: Random - Oberfläche, b: Sin - Oberfläche

Die Funktionsweise der Programme ist umfassend im Abschlußbericht [3.5] dargestellt. Im Teilprogramm Pot_p zur Berechnung des Parameters aus den vorher bereitgestellten Komponenten wurde die Ausgabe derart verändert, dass neben der bekannten 2D-Darstellung (Abb. 3-1/ Pot_p) die Ergebnisse aller 2D-Variationen in einem 3D-Bild dargestellt werden können (Abb. 3-2).

Diese erweiterte Darstellung erlaubt es, „auf einen Blick“ den Einfluss der Energie und der Topographie zu erfassen. Hierbei spiegelt der Begriff der Oberflächencharakteristik ebenfalls die topographische Spezifik wider, in diesem Fall repräsentiert durch die Verteilung der Oberflächenwellenlänge und der Höhen. Das verbreiterte Minimum der Sin - Oberfläche ist eine Konsequenz infolge der Symmetrie (Abb. 3-3).

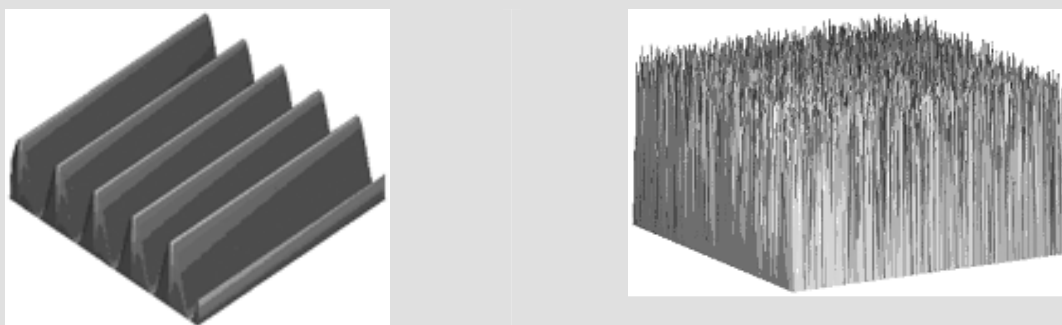


Abbildung 3-3 Simulierte Oberflächen zur Berechnung der 3D-Darstellung des in der Abbildung 3-2 dargestellten Kennwertes p

Dieses Ergebnis korreliert mit praktischen Erfahrungen zur Haftfestigkeit von Beschichtungen. Hier wird zur Verbesserung der mechanischen Verklammerung u.a. bewusst sandgestrahlt, vergleichbar mit einer Random – Oberfläche.

Modellierung von Fehlern

Die topografischen Fehler, Poren, Spalte, Risse und Wurzeldurchhang, sind auf einfache geometrische Formen zurückführbar (Abb. 3-4). Diese sind zum großen Teil programmiert.

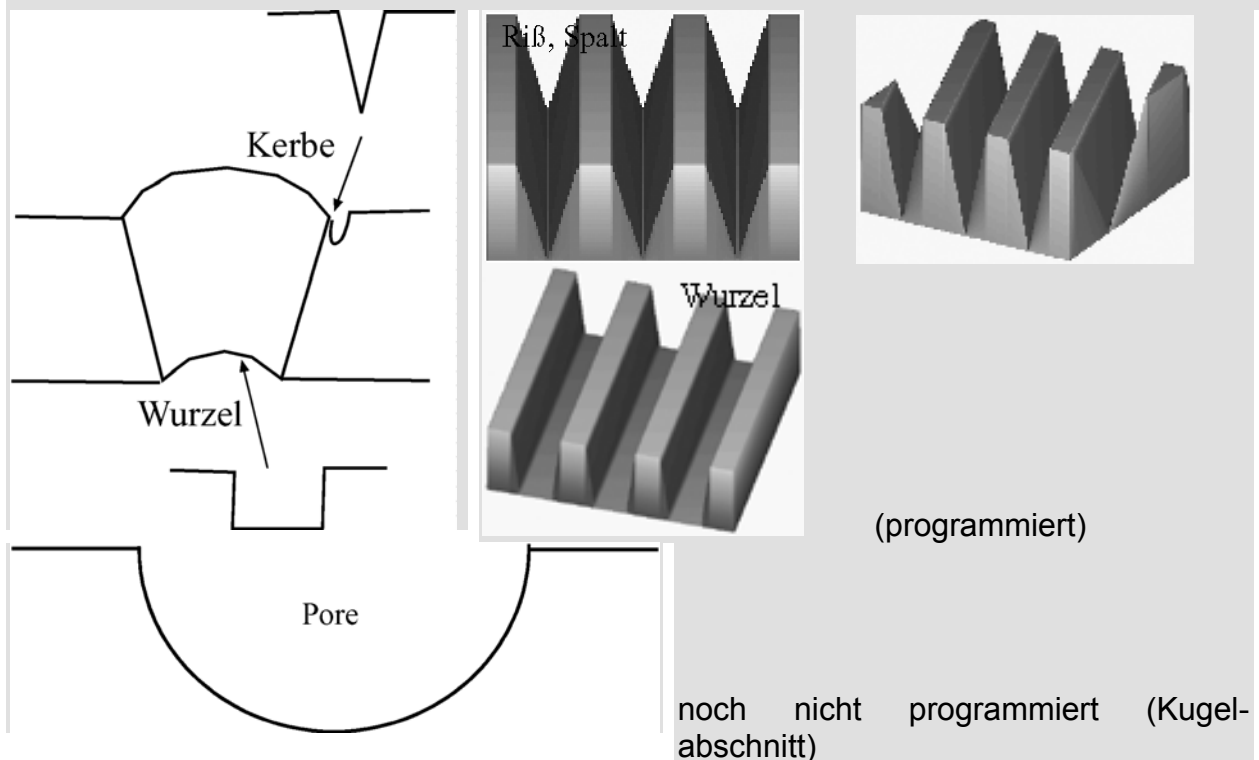


Abbildung 3-4 Geometrische Formen der topografischen Fehler

Die Nachbildung der Pore als Kugelabschnitt erfolgt noch im März 2004. Diese die Fehler beschreibenden Programmteile sind kombinierbar mit den fehlerfreien Oberflächen, z.B. Sin oder Random. Hierdurch können fehlerfreie Oberflächen mit einem örtlichen Fehler nachgebildet werden.

Die bereits erwähnte Zusammenfassung der Teilprogramme in ein Gesamtprogramm (Abb. 3-1) erlaubt eine direkte Verarbeitung experimentell ermittelter Topografien (BAM) und einen sofortigen Vergleich zwischen modellierten und experimentellen Oberflächen. Dies ist eine Voraussetzung für die Einteilung der experimentell erfassten Fehler in Klassen. Die Schaffung eines Fehlerkataloges setzt diesen Vergleich und die sich anschließende Abstraktion zwingend voraus.

Erweiterter Kennwert

Einen wesentlichen Einfluss auf die Besiedelung hat die Fluidmechanik der biologischen Lösung. Die Abbildung 3-5 zeigt eindrucksvoll die Wirkung des Wechselspiels zwischen der Topografie und der Strömungsbildung bereits in den frühesten Stadien der Biofilmbildung bzw. die Erosion ab bestimmten Filmdicken. Insbesondere die Teilabbildungen 3-5b und 3-5c verdeutlichen den Einfluss von

Fehlstellen. Eine gealterte Oberfläche, bereits ohne makroskopische Fehler, wird schneller besiedelt als eine neuwertige. Der künstliche Spalt (Breite ca. $10\mu\text{m}$) ruft

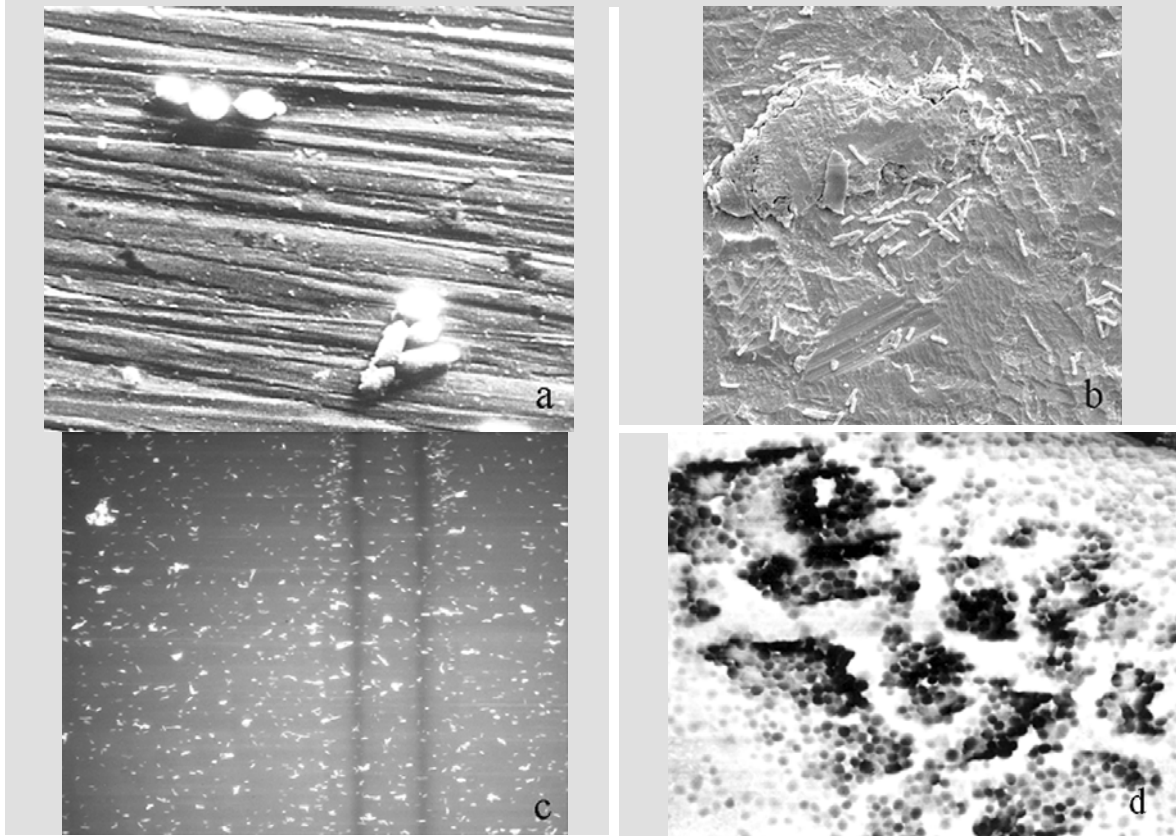


Abbildung 3-5 Wirkung der Strömung auf die sich ausbildenden Organismenmuster

a: Orientierung von *S.cerevisiae* infolge des Magnus-Effektes auf einem grob geschliffenen Stahlblech (1.4404) [3.6, 3.7., 3.8]

b: künstlich gealterte, elektropolierte Stahloberfläche (1.4404) mit einer bevorzugten, hydrodynamisch bedingten Besiedelung (*E.coli*) an den Rändern nicht abgeätzter Körner [3.9, 3.10]

c: laserstrukturiertes und mit Titan bedampftes Glas besiedelt mit *E.coli*-gfb [3.4, 3.11]

d: Erodierter Biofilm, herausgewachsen aus dem Oberflächental eines grob geschliffenen, hochlegierten Stahlbleches (1.4404), bestehend aus einer bakteriellen Mischkultur und *S.cerevisiae* [3.6, 3.7, 3.8]

Verwirbelungen an den Kanten hervor. Derartige Bereiche sind immer prädestiniert für eine Besiedelung. Darüberhinaus verändert sich die Oberflächenenergie in Abhängigkeit von der Krümmung. Dieses energetische Phänomen ist bisher nicht gelöst. Für breitere Spalten wird der Strömungseffekt dominieren.

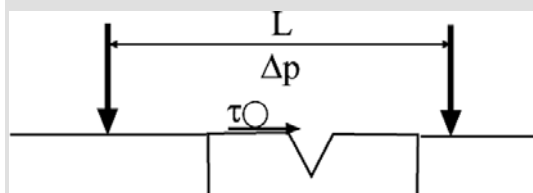


Abbildung 3-6 Schubspannung zwischen zwei Druckmesspunkten

Der Kennwert p (Gleichg. 3-1) ist ein Ansatz aus unabhängigen Wahrscheinlichkeiten. Gemäß dem Additionstheorem der Wahrscheinlichkeitsrechnung kann dieser beliebig ergänzt werden, wobei zu beachten ist, dass die Normierungsbedingung $(0,1)$ erfüllt

sein muss. Wird der fluidmechanische Anteil p_{Fluid} eingeführt gilt mit der Schubspannung τ (Abb. 3-6)

$$p = C\{p_{\text{Oberflächenenergie}} + p_{\text{Adhäsionsfläche}} + p_{\text{Fluid}}\} = C\{p(\gamma/A) + p(A) + p(\tau)\} \quad (3-3)$$

Nach der Boltzmann - Statistik folgt

$$p_{\text{Fluid}} = p_o \cdot e^{-G/k \cdot T} \quad (3-4)$$

Die Enthalpie kann mit der auf ein Teilchen wirkenden Scherkraft F in der Form

$$G = F \cdot L = 8 \cdot d^2 \cdot \tau \quad (3-5)$$

d Rohrdurchmesser

geschrieben werden. Mit der Einführung des Reibungsfaktors

$$f = \frac{2 \cdot \tau}{\rho \cdot v^2} \quad (3-6)$$

□ Dichte, v Strömungsgeschwindigkeit

folgt die Schubspannung zu

$$\tau = \frac{f \cdot \rho \cdot v^2}{2} \quad (3-7)$$

Mittels der Colebrook – Gleichung [3.6, 3.7]

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = -4 \cdot \log\left(\frac{R_a}{d} + \frac{4,67}{\text{Re} \sqrt{f}}\right) + 2,28 \quad (3-8)$$

R_a mittlere Rauheit

und der Reynoldszahl

$$\text{Re} = \frac{v \cdot d}{\nu} \quad (3-9)$$

ν kinematische Zähigkeit

ist der Zusammenhang zur Rauheit hergestellt.

Hiermit hängen alle drei Wahrscheinlichkeitsanteile von der fertigungstechnisch relevanten Rauheit ab. Die Größe R_a kann somit als Bezugsgröße zur Charakterisierung der Oberfläche angewandt werden. Die Veränderung der Besiedlungswahrscheinlichkeit infolge der anderen Einflussgrößen – Oberflächenenergie und Strömungsgeschwindigkeit – kann somit immer in Bezug auf die Rauheit der 3D-Hyperfläche (Abb. 3-4) entnommen werden. Dieser erweiterte Kennwert (Gleichg. 3-3) spiegelt die Fertigungstechnik (Rauheit, Oberflächenenergie), die Materialauswahl

(Oberflächenenergie) und die Betriebsbedingungen (Strömung) wider. Die Abbildung 3-7 veranschaulicht nochmals die Komplexität der ablaufenden Reaktionen, die bereits in vielen Details (Adhäsion) vom alten Kennwert p (Gleichg. 3-1) beschrieben wurden. Der erweiterte Kennwert (Gleichg. 3-3) erfasst jetzt die Gesamtsituation. Voraussetzung für dessen Bestimmung ist neben den Eingangsdaten die Anwendung des Software-Paketes der Abbildung 3-1.

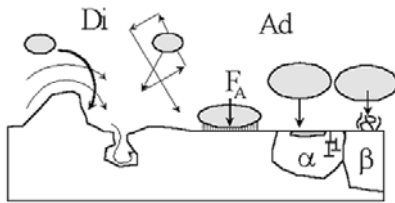


Abbildung 3-7 Einzelreaktionen der Bioadhäsion [3.6, 3.7]

Di - Bewegung zur Oberfläche, Ad - Adhäsion (reversibel/ irreversibel)

Adhäsionsfläche für Einzelpartikel

Die Adhäsionsfläche A_b bestimmt sich bisher aus der Berechnung der Verformung eines Biofilmes. Demgegenüber wird in einer Vielzahl von Experimenten die Haftkraft an Glaskugeln ermittelt. Auf einer ideal ebenen Fläche wäre die Berührungsfläche gleich der Kontaktfläche aus der Hertzschen Flächenpressung [3.6, 3.7]. Für eine aufgeraute Oberfläche ist das Problem ungleich schwieriger, da die Kugel beidseitig „eingespannt“ wird (Abb. 3-8). Hier werden beide Kontaktflächen über das Kraftgleichgewicht im Partikel berechnet. Dieser spezifische Fall für feste Einzelpartikel wurde ergänzend programmiert und in das Gesamtsystem integriert. Hiermit ist ein direkter Anschluss an AFM-Modelle zur Simulation einer gesamten Kraft-Verlängerungskurve gegeben [3.12, 3.13]. Mit diesen Modellen sind die grundlegenden Unterschiede zwischen lebenden Organismen und festen Partikeln der mit der Rasterkraftmikroskopie aufgenommenen Kraft – Verlängerungs - Kurven erklärbar [3.4]. Die Kopplung des Programm-Paketes (Abb. 3-1) mit diesen Modellen [3.11], die ebenfalls in C++ programmiert sind, erlaubt auch einen Vergleich der experimentellen Haftkraftmessungen mit entsprechenden Simulationen.

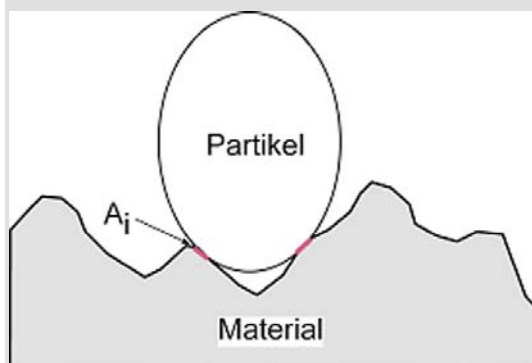


Abbildung 3-8 Kontaktfläche A_i eines Partikels auf einer rauhen Oberfläche

Zusammenfassung Simulationen

Als Zwischenergebnis kann zusammenfassend festgestellt werden, dass folgende Programmteile entwickelt wurden

- Zusammenfassung aller Teilprogramme zu einem Gesamtpaket (zu lösendes Problem: Datenübergabe und Datenfelder), in dem sowohl experimentelle Topographien als auch modellierte verarbeitet werden können
- Berechnung des Kennwertes p für ein Spektrum an Rauheiten und Oberflächenenergien und dessen Ausgabe als 3D-Hyperfläche
- Simulation der topographischen Fehler Riss, Spalt und Kerbe
- Zusammensetzen fehlerfreier und fehlerbehafteter Oberflächenanteile
- Ergänzung des Kennwertes mit einem fluidmechanischem Anteil
- Berechnung der Haftfläche für Einzelpartikel als eine Schnittstelle zu Modellen zur Simulation der F-x-Kurve in rasterkraftmikroskopischen Experimenten

Tensidwirkung

Biofilme werden durch Biozidzugaben nur temporär geschädigt (Abb. 3-9). Eine Simulation dieser Prozesse ist prinzipiell mit einem bekannten Modell zur Kinetik der Biofilmbildung möglich (Abb. 3-10). Dieses Monte – Carlo - Modell ist äußerst komplex und erlaubt zur Zeit nur die Nachbildung frühester Zustände der Biofilmbildung, wie den Übergang vom reversiblen in den irreversiblen Zustand.

Die Wirkung von Bioziden und Tensiden ist nicht mit einer eindeutigen physikalischen Größe beschreibbar. Sie verändern die Viskosität der Lösung und durch Adsorption die Oberflächenenergie. Die Wirkung auf eine Zelle kann nur durch einen zusätzlichen Energieanteil $\Delta\gamma$ berücksichtigt werden, der die stoffwechselerändernde Wirkung beschreiben muss. Hierfür gibt es keine theoretischen Ansätze. Einen Ausweg zeigen Experimente oder die zusätzliche Anwendung des kinetischen Monte – Carlo - Modells auf. Dieses diffizile Problem dürfte im verbleibenden Projektjahr kaum realisierbar sein. Prinzipiell werden mit den Wahrscheinlichkeitsanteilen $p(\gamma/A)$ und $p(\tau)$ diese Einflüsse im Kennwert bereits berücksichtigt.

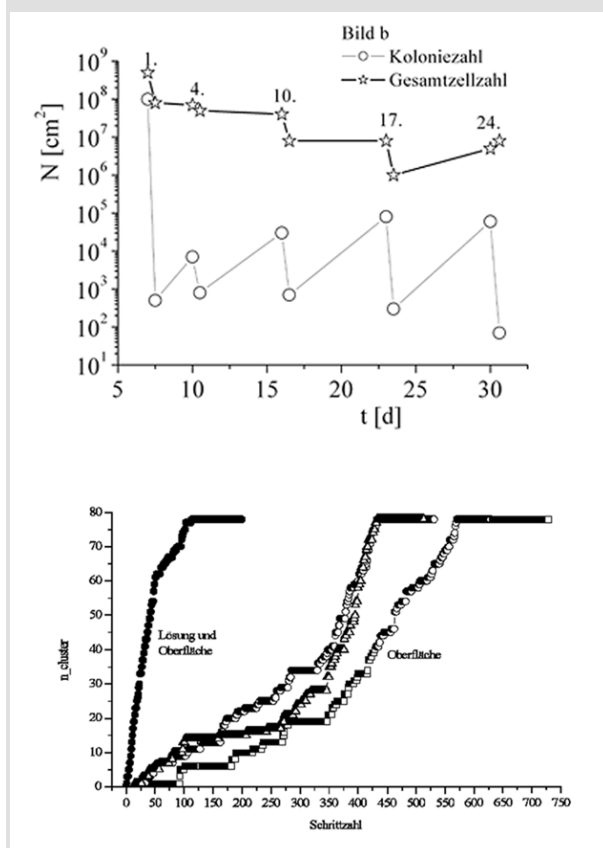


Abbildung 3-9 Wirkung diskontinuierlicher Biozidzugaben auf die sessile Zellanzahl von *Ps.aeruginosa* [mit freundlicher Erlaubnis von H.C.Flemming, Uni Duisburg]
N - Zellzahl, t - Zeit, 4. - vierte Biozidzugabe

Abbildung 3-10 Mit einem Monte – Carlo – Modell simulierte Besiedelungskinetik für *E.coli* unter Berücksichtigung einer Biofilmbildung nur auf der Oberfläche (Oberfläche) und im zweiten Fall einer möglichen Clusterung auch in der Lösung (Lösung und Oberfläche) [3.14, 3.15, 3.16]
n_cluster - aggregierte Zellzahl, Schrittzahl - Modellschrittzahl proportional der Modellzeit

In den kommenden Wochen werden zwei Programmieraufgaben gelöst;

- die Nachbildung von Poren,
- die Veränderung des Verformungsmodells und
- eine Schnittstelle zur Integration des kinetischen Monte – Carlo – Modells (Abb. 3-10) [3.14, 3.15, 3.16] und des stochastischen AFM – Modells [3.4, 3.12., 3.13].

Die Gestaltung einer äußeren Pore als Kugelabschnitt (Abb. 3-4) ist problemlos programmierbar. Diese Aufgabe steht aber im engen Zusammenhang zur zweiten, aufwendigeren Aufgabe, dem Übergang vom Balken zur Platte (Abb. 3-11). In allen Berechnungen des Kennwertes wird bisher von einer Nachbildung des Biofilms als Balken ausgegangen. Prinzipiell ist die Balkenbiegung ein Spezialfall der Platte mit sich nicht verändernden Auflagerabständen. Dieses Modell ist für Spalte, Kerben und Risse vorbehaltlos anwendbar, vorausgesetzt es werden keine asymmetrischen Risse untersucht. Diese Fehlergruppe ist in den Experimenten nicht vorgesehen. Für eine Pore gilt diese Voraussetzung nicht mehr, so dass aktuell die besiedelte Fläche nur mit einem verhältnismäßig großen Fehler berechnet werden kann.

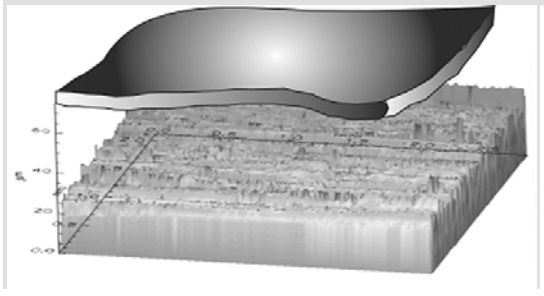


Abbildung 3-11 Plattenmodell zur Berechnung der besiedelten Fläche im Kennwert p

Mit der Veränderung des Biofilm-Deformationsmodells wird insbesondere für asymmetrische Strukturen, wie eine äußere Pore, eine Random - Oberfläche oder einen sich nicht gleichmäßig öffnenden Riss, eine Reduzierung des Rechenfehlers erwartet. Diese Arbeiten sind insbesondere unter dem Aspekt einer Prognose - Software von Bedeutung.

Die Schaffung einer Schnittstelle zum Quellcode des kinetischen Modells und des Modells zur Beschreibung eines vollständigen rasterkraftmikroskopischen Kraft – Verschiebungs-Zyklus ist die zwingende Voraussetzung für eine zukünftige Prognose – Software zur Beschreibung der zu erwartenden Verkeimungsrate.

Das Modell nach Schmidt gilt für ideale Oberflächen und die Modellvoraussetzungen dafür werden in Abschnitt 3.6.3 näher diskutiert. Die Notwendigkeit Oberflächen nicht nur zu simulieren, insbesondere was den Einfluss von Rauheit und Oberflächenenergie auf die Haftung und die Kinetik von Species bzw. deren Abreinigbarkeit angeht, sondern perspektivisch auch gezielt modifizieren zu können, erfordert die ergänzende experimentelle Simulation der Oberflächen.

3.6.2 Experimentelle Simulation - Beschichtungen

Im Kern besteht die experimentelle Simulation darin, dass Stahloberflächen definierter Rauheit (Anlieferungszustand, K 120, K 240, K 400, ggf. mit Elektropolitur) mit Materialien unterschiedlicher Oberflächenenergie beschichtet werden. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Schichtdicken und die Prozessführung beim Beschichten so

gewählt wurden, dass sich die Rauheit des Substrats in den Schichten weitgehend ungestört abbildet. Im Ergebnis steht eine Matrix von Oberflächen mit unterschiedlichen Rauheitswerten und Oberflächenenergien bereit. Stahl als Substrat wurde gewählt, weil es praktisch nur dort möglich ist, gezielt und reproduzierbar unterschiedliche Rauheiten zu erzeugen.

Zunächst bestand die Frage darin, welche Materialien als Beschichtung überhaupt in Frage kommen. Die moderne Dünnschichttechnologie ist in der Lage, praktisch jedes als Feststoff vorliegende Material auf eine Oberfläche aufzubringen. Neben der gewollten Unterschiedlichkeit in der Oberflächenenergie wurden mit Blick auf die Anwendung in der Steriltechnik nur solche Materialien in Betracht gezogen, die bereits in der Anwendung für verwandte Applikationen sind (Abbildung 3.40).

Material	Bio-kompatibilität	Oberflächenenergie (OFE) [mN/m]	Beispiel
Stahl 1.4404	+	35	Anlagenbau
a-C:H	+++	55	Implantate
SiO _x	+	18	Pharmabereich
SiO ₂	++	20	Medizintechnik
Si ₃ N ₄	++	15	Dichtungstechnik

Abbildung 3.40: Einsatzgebiete unterschiedlicher Materialien

Bei den möglichen Schichtmaterialien handelt es sich um amorphe wasserstoffhaltige Kohlenstoffschichten (a-C:H), Siliziumoxid- bzw. Siliziumdioxidschichten (SiO_x, SiO₂) und Siliziumnitrid (Si₃N₄). Alle dieser Materialien haben als Konstruktionswerkstoff oder im Falle von amorphem Kohlenstoff sogar schon als Schicht ihre Biokompatibilität nachgewiesen. Die anderen Materialien verhalten sich zumindest neutral, neigen zum Beispiel nicht zur Auslaugung („leaching“).

Konzeptionelle Voraussetzung ist dabei, dass es gelingt, die ursprüngliche Substratrauheit durch die Beschichtung nicht zu verändern. Dass auch dies im Prinzip möglich ist, ist in Abbildung 3.36 für SiO_x gezeigt worden. Die Prozessführung und die Begrenzung auf Schichtdicken von ca. 1 µm führten für alle abgeschiedenen Schichten zu dem gewünschten Resultat.

In der Abbildung 3.41 wird für die Mikrorauheit mit dem WLIM-Verfahren gezeigt, dass es in sehr guter Weise gelingt, die ursprüngliche Topografiecharakteristik des Substrates auf die Beschichtung zu übertragen. Die Abhängigkeit vom ausgewählten

Messgerät ist größer als die ggf. durch die Beschichtung hervorgerufene Änderung in der Topografie.

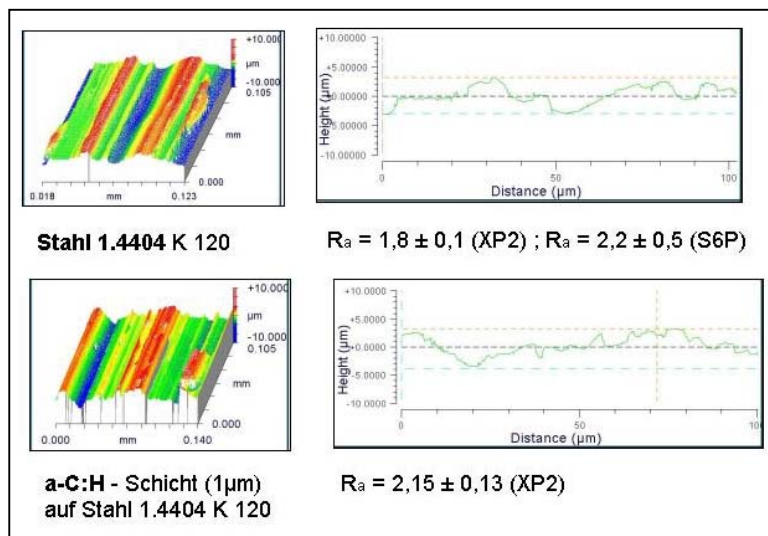


Abbildung 3.41: Mikrorauheit : WLIM–Aufnahmen von Stahl 1.4404 K120 elektroliert, unbeschichtet und beschichtet mit a-C:H

Mit Beschichtungen im Bereich von 1 μ m Schichtdicke lässt sich die Substratmikrorauheit noch gut auf die Schicht übertragen. Für die Nanorauheit trifft dies allerdings nicht mehr zu. Bei den gewählten Schichtdicken treten dann Einebnungseffekte auf. Selbst bei der höchsten Politurgüte (K 400, elektroliert) lassen sich mit dem AFM noch Riefen und Mulden im Substrat nachweisen (Abbildung 3.42). Eine Beschichtung würde hier zur Einebnung führen. Stattdessen sind dann schicht- und/oder prozessinherente Oberflächenmerkmale zu erkennen (Abbildung 3.37).

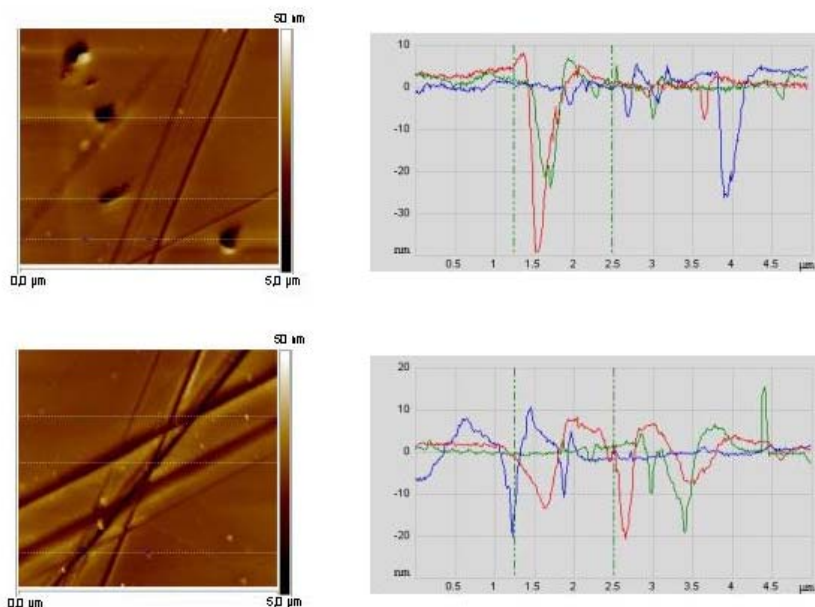


Abbildung 3.42: Nanorauheit (Nano-Mulden vs. Nano-Riefen): AFM–Aufnahmen von Stahl 1.4404 K 400 elektroliert, unbeschichtet

Um den Einfluss von Beschichtungen auf die Oberflächenenergie (konzeptionell gewollt) bzw. die Rauheit (konzeptionell zu vermeiden) zu untersuchen, wurden unterschiedliche Schichten hergestellt. Unabhängig von der prinzipiellen Sicherstellung des Rauheitsübertrags auf die Schicht durch entsprechende Verfahrenswahl bzw. geeignete Prozessparameter, wurde die Rauheit jeweils auch nach der Beschichtung gemessen. In der Abbildung 3.43 sind die Veränderungen in der Oberflächenenergie und die Beeinflussung der Rauheit für zwei Schichtmaterialien im Vergleich zum unbeschichteten Stahlsubstrat dargestellt. Die Schichtmaterialien wurden dabei so gewählt, dass im Vergleich zu Stahl einmal eine starke Absenkung der Oberflächenenergie (SiO_x -Beschichtung auf HMDSO Basis) und einmal eine deutliche Erhöhung der Oberflächenenergie (a:CH-Beschichtung) realisiert werden konnte. Die Oberflächenrauheit wurde bei den SiO_x -Beschichtungen nicht, bei den a:C-H-Beschichtungen etwas herabgesetzt, hat aber selbst keinen merklichen Einfluss auf die Messung der Oberflächenenergie.

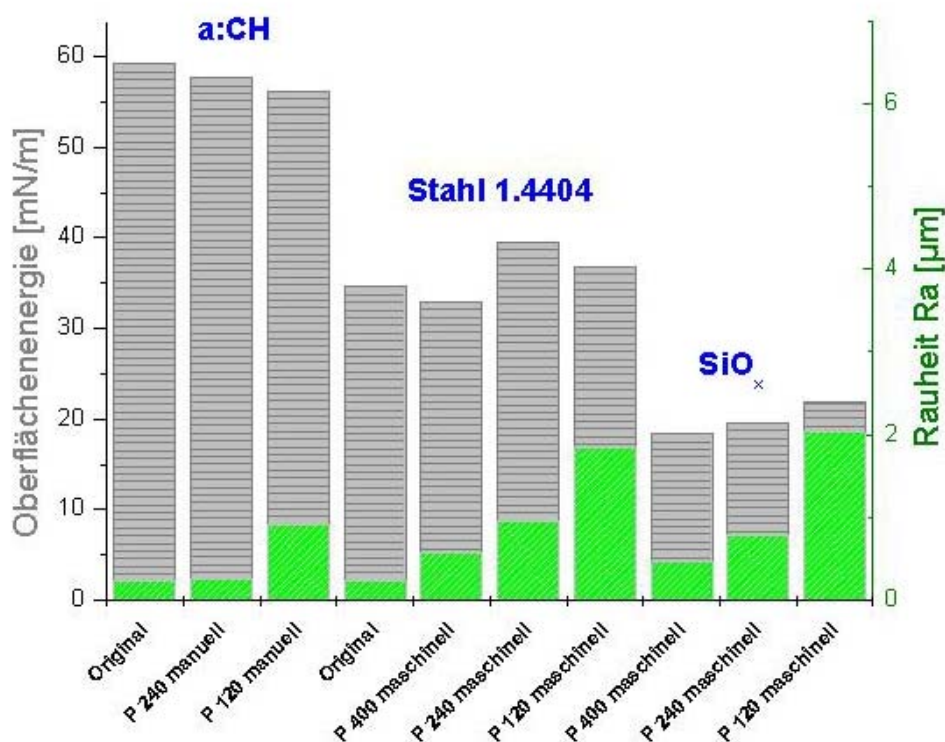


Abbildung 3.43: Einfluss unterschiedlicher Schichten auf die Oberflächenenergie und die Rauheit

In der Abbildung 3.44 sind die Haftkräfte von Hefe und Polystyrolkugeln nun für diese Schichtmaterialien und für alle untersuchten Substratmaterialien in Abhängigkeit von der Oberflächenenergie und der Rauheit dargestellt. Aspekte der Reinigbarkeit werden in [3.12] behandelt.

Im Ergebnis werden für die beim Projektpartner MAK gemessenen Haftkräfte und die untersuchten Species (Polystyrol-Kugeln und Hefe-Zellen [3.13]) nur zwei Klassen von Haftkräften nachgewiesen, zum einen die Klasse der kleineren Haftkräfte im Bereich von 0,05 nN (Emaille, PTFE, Stahl beschichtet mit SiO_x), zum anderen die Klasse der größeren Haftkräfte im Bereich von 0,2 nN (Stahl unbeschichtet, Stahl beschichtet mit a:C:H). Diese Aussagen gelten relativ unabhängig von der gemessenen Rauheit und der Art der betrachteten Species (Kapitel 4).

	Ra [μm] XP 2 Original	OFE [mN /m]	Ra [μm] XP 2 P 400	OFE [mN /m]	Ra [μm] XP 2 P 240	OFE [mN /m]	Ra [μm] XP 2 P 120	OFE [mN /m]	F _H Hefe [nN]
Stahl 1.4404	0,23 $\pm 0,02$	34,6	0,57 $\pm 0,04$	33,0	0,96 $\pm 0,06$	39,5	1,84 $\pm 0,07$	36,9	0,20
Stahl + a-C:H	0,19 $\pm 0,01$	54,9	/	/	1,08 $\pm 0,03$	56,2	2,16 $\pm 0,14$	54,8	0,16
Stahl + SiO_x	/	/	0,46 $\pm 0,05$	18,4	0,79 $\pm 0,09$	19,6	2,03 $\pm 0,14$	21,8	0,05
PTFE TFM 1600	0,38 $\pm 0,03$	14,7							0,05
Stand. Email 800 blau	0,08 $\pm 0,01$	64,5							0,06

Hefe: 5,45 μm \varnothing
Polystyrol: 1,18 μm \varnothing

Abbildung 3.44: Rauheit, Oberflächenenergie und Haftkräfte für unbeschichtete und beschichtete Oberflächen

Der Einfluss unterschiedlicher Beschichtungsverfahren auf die Oberflächenenergie für ein und dasselbe Schichtmaterial SiO_x (x~2) wird in der Abbildung 3.45 untersucht.

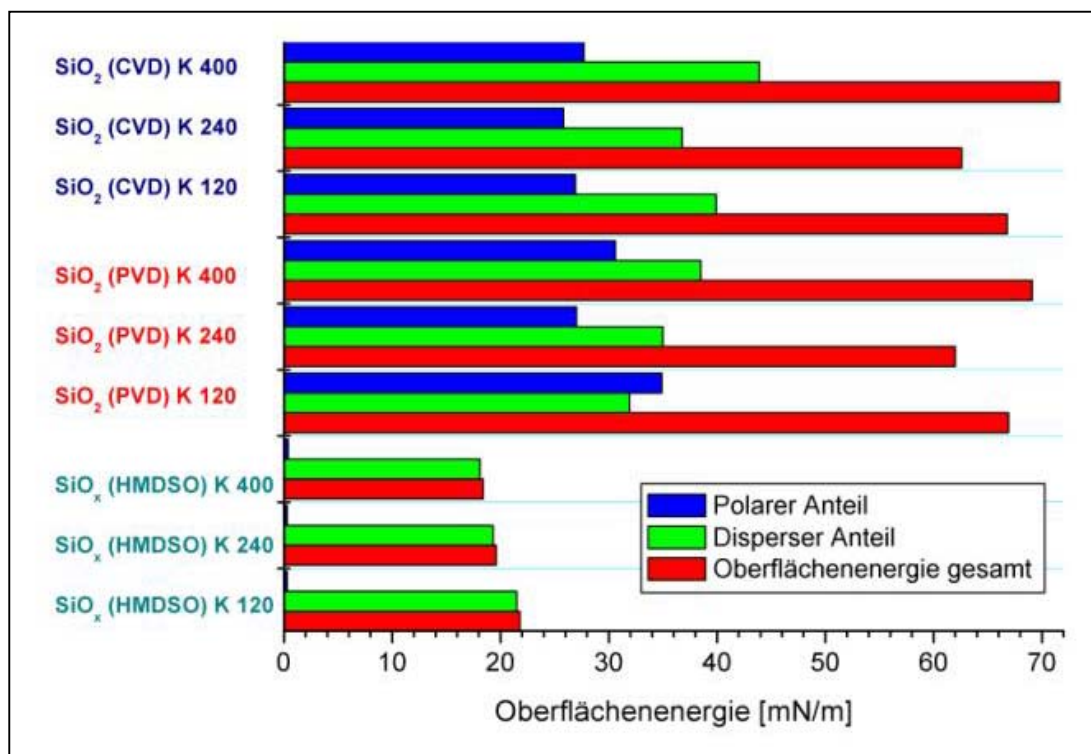


Abbildung 3.45: Einfluss unterschiedlicher Beschichtungsarten für SiO₂ auf die Oberflächenenergie

Bei der PVD- (RF-Sputtern vom SiO_2 -Target) und der CVD-Beschichtung (Silan/Lachgas-Prozess) sind die Oberflächenenergien praktisch identisch, auch was den dispersen und den polaren Anteil der Oberflächenenergie angeht. Signifikante Unterschiede ergeben sich jedoch zur SiO_x -Schicht, welche mit einem modifizierten CVD-Verfahren (HMDSO-Prozess) hergestellt wurde. Sowohl die gesamte Oberflächenenergie, als auch der (verschwindende!!!) polare und disperse Anteil an der Oberflächenenergie unterscheiden sich drastisch von den beiden zuvor genannten Verfahren. Eine Aufklärung dieses höchst interessanten Effektes wird wegen seiner Bedeutung Gegenstand von weiteren Untersuchungen sein.

3.6.3 Bewertung und Vergleich

Unabhängig von dem zuvor Gesagten, scheint die Rauheit des Substrates bei keinem der drei Beschichtungsverfahren einen wesentlichen Einfluss zu haben. Dies ist umso bemerkenswerter, als es gelingt, die Oberflächenenergie mittels Beschichtung definiert und unabhängig von der Rauheit einzustellen.

Insgesamt haben die Ergebnisse der experimentellen Simulation (relative Unabhängigkeit der Oberflächenenergie und der Haftkräfte von der Rauheit) zu wichtigen neuen Ergebnissen geführt, die das Modell nach Schmidt schon für die ungestörte Oberfläche so nicht vorhergesagt hatte und die es notwendig machen, die Gültigkeitsgrenzen bzw. die Modellvoraussetzungen des Schmidtschen Modells zu diskutieren.

Im Ergebnis des Modells nach Schmidt wurde für die ungestörte Oberfläche und eine definierte Species nach Abbildung 3.46 ein rauheitsabhängiges Minimum in dem Kennwert p vorausgesagt [3.11].

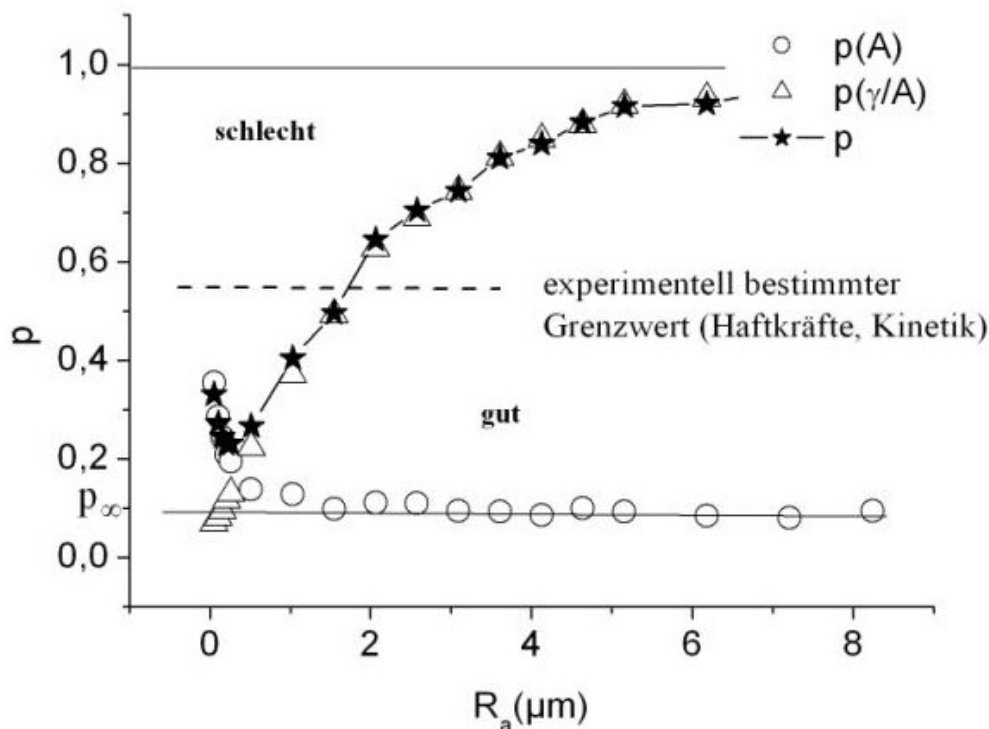


Abbildung 3.46: Kennwert p - Modell nach Schmidt

In der Literatur und für harte Partikel teilweise auch in der Praxis gibt es seit langem Hinweise, dass dieses Minimum existiert. In *allen* vorliegenden Experimenten konnte dies für Hefe und Polystyrolkugeln nicht bestätigt werden. Deshalb sollen hier zunächst die Voraussetzungen, unter denen das Modell von Schmidt abgeleitet wurde, genannt werden:

Modellvoraussetzungen im Kennwert p - Modell nach Schmidt

- die Oberfläche ist ungestört, homogen und isotrop
- die Teilchengröße ist größer als besiedlungsrelevante Topografiedimensionen
- keine mechanische Verankerung und Anpassung der Species an die Oberfläche
- Nichtberücksichtigung der Tribofluidität des Trägermediums
- Betrachtung im Einteilchen-Modell, d.h. keine Vernetzung und keine Biofilme

Im Ergebnis der experimentellen Simulation konnte das vorhergesagte Minimum und die Korrelation zu den Rauheitswerten nicht nachgewiesen werden. Dennoch ist es übereilt, das Modellkonzept grundsätzlich zu verwerfen, da die oben genannten Modellvoraussetzungen bei den betrachteten Oberflächen sämtlich nicht vorlagen. Neben der zukünftig notwendigen besseren Validierung der Modellvoraussetzungen, ist auch die Frage, inwieweit die Wahrscheinlichkeit für die Anhaftung der Teilchen [3.14, 3.15] mit der Wahrscheinlichkeit der Enthftung der Teilchen [3.16] korreliert.

Ein weiterer wichtiger bisher noch nicht untersuchter Punkt ist die Frage, an welchen topografisch, energetisch oder chemisch kritischen Stellen der Oberfläche Anhaftung und Enthftung beginnen oder verhindert werden. Diese ausgezeichneten Orte haben dann Eigenschaften, die es zu verhindern bzw. zu fördern gilt. Dass hierbei Beschichtungen eine wesentliche Rolle spielen können, ist in Abbildung 3.43 gezeigt.

3.7 Zusammenfassung Kapitel 3

Die Bewertung der Oberflächentopografie ist vom Nano- bis zum Makro-Bereich durchgängig mit den Verfahren der Weißlichtinterferenzmikroskopie (WLIM), insbesondere für den Nano- bis Mikro-Bereich, der Streifenlichtprojektion (FP), insbesondere für den Mikro- bis Makro-Bereich unter industriellen Randbedingungen realisierbar. Die softwaremäßige Eliminierung des Schatteneffektes bei der Streifenlichtprojektion wurde durch Mehrfachbelichtung nach Drehung des Messobjektes realisiert. Die Validierung und Standardisierung (VDI/VDE/GMA-FA 3.43) der optischen Oberflächeninspektionsverfahren wird in dem genannten Standardisierungsgremium weiter vorangetrieben. Das Blatt 1.1 „Optische Messtechnik an Mikrotopografien, Kalibrieren von Interferenzmikroskopen und Tiefeneinstellnormalen für die Rauheitsmessung“ ist im April 2005 im Weißdruck erschienen.

Für reale Oberflächen (Inhomogenitäten, Anisotropien, Fügstellen, Fehlstellen) wurden Replikaverfahren erprobt, die topografisch ebenfalls den Nano- bis Makro-Bereich abbilden können. Dabei ist die Folienabdrucktechnik für den Nano- bis Mikro-Bereich am besten geeignet, wobei keine Welligkeiten übertragen werden können. Die Abdrucktechnik mit Silikonkautschuk-Massen (T1, F5) dagegen ist für den Mikro- bis

Makro-Bereich vorzuziehen. Die Erprobung zusätzlicher Abdruckmassen (Mikrosil) aus der Forensik wurde abgeschlossen.

Zur Bestimmung der Oberflächenenergie (Kontaktwinkelmessungen mit mindestens drei verschiedenen Flüssigkeiten) wurde für reale Oberflächen neben der Tropfen-Methode die Platten-Methode nach Wilhelmy zur Charakterisierung von Makro-Eigenschaften (Anlauffarben, Oxidschichten, Wärmeeinflusszone) herangezogen. An verschiedenen Proben konnte nachgewiesen werden, dass Tropfen- und Plattenmethode für hinreichend homogene, isotrope und ebene Proben zu gut vergleichbaren Ergebnissen führen. Diese Voraussetzungen sind streng einzuhalten. An realen Proben (3D-Formkörper) ist eine quantitative Bestimmung der Oberflächenenergie nicht möglich. Bei der Plattenmethode muss die Oberfläche darüber hinaus beidseitig identisch sein.

Die topografischen, energetischen und chemischen Oberflächenzustände [(Oxidschichten, Beanspruchung (Prozessmedium, Reinigungsmittel))] wurden an im Labor und im industriellen Umfeld beanspruchten Proben untersucht. Die Notwendigkeit, bei Untersuchungen an beanspruchten Proben auch unbeanspruchte Referenzproben zur Verfügung zu haben, wurde bestätigt. Die Betrachtung von praxisnahen Fehlstellen und realen Oberflächen (z.B. technisch einwandfreie Schweißnähte mit ihren topografischen und chemischen Abweichungen von der ungestörten Umgebung) ist mit den ausgewählten Prüfverfahren topografisch und chemisch unkritisch vorzunehmen. Die Bestimmung der Oberflächenenergie ist an solchen und in der Nähe von Fehlstellen kaum möglich.

Die Hinwendung zu praxis-relevanten Herstellungsmerkmalen (Fügestellen, Anisotropien), typischen Bearbeitungsmerkmalen (Oxidschichten, Wärmeeinflusszone) sowie Fehlstellen (Korrosion, Degradation) realer Oberflächen, statt in der Praxis nur in Ausnahmefällen vorkommenden Fehlern im eigentlichen Sinne, hat sich bewährt. Die Einbeziehung der experimentellen Simulation hat neue Erkenntnisse gebracht und die Diskussion der Modellvoraussetzungen im Schmidtschen Kennwert p -Modell befördert.

Beschichtungen ermöglichen die gezielte Änderung der Oberflächenenergie bei gleichzeitiger Variation der Rauheit. Nach allen vorliegenden Untersuchungen hat die Rauheit der Oberfläche eher einen nachrangigen Einfluss auf die Haftung von Species. Die Chemie der Oberfläche, sich teilweise auch in der Oberflächenenergie widerspiegelnd, kann dagegen einen großen Einfluss haben.

Angemerkt werden muss, dass die bisherigen Untersuchungen das nicht vernetzte Einzelteilchen betrachten und Partikel untersucht wurden, die größer sind als typische Topografiedimensionen der Oberfläche. Daraus und aus den Ergebnissen der experimentellen Simulation, die teilweise nicht mit dem Modell von Schmidt für die ideale Oberfläche erklärbar sind, ergeben sich wichtige Fragestellungen, die ökonomisch wie sicherheitstechnisch von hoher Relevanz bei der Produktion von Lebensmitteln sind.

3.8 Literatur Kapitel 3

[3.1] Abschlußbericht zum AiF-Thema „Werkstoffoberflächen, Haftung, Reinigung – ein neuartiges, interdisziplinäres Konzept zur Vermeidung von Infektion und Kontamination bei der Produktion von Lebensmitteln“ (AiF 12636 II), Teil S

- „Topographische Analyse steriltechnisch eingesetzter Oberflächen und steriltechnischer Kennwert“
- [3.2] U. Beck, G. Reiners in: Materialoberflächen in der Steriltechnik. VDMA – Eigenverlag 2005
- [3.3] Weise, M.: Diplomarbeit FHTW Berlin, „Untersuchung von Replikatechniken zur indirekten topographischen und topometrischen Prüfung technischer Oberflächen“, Mai 2001
- [3.4] Hense, E.: Diplomarbeit TFH Berlin, „Validierung der Übertragungsgüte der Replikaverfahren an Makro- und Mikrostrukturen“, Nov. 2003
- [3.5] Beck, U.; Baudach, S.; Arndt, J.: „Replica-Techniques for Inspection of Surface and Coating Defects and for Evaluation of Topography and Topometry of 3D-Shaped Surfaces“, Eighth International Conference on Plasma Surface Engineering, September 9-13, 2002 in Garmisch-Patenkirchen
- [3.6] Beck, U.; Weise, M.: „Damage Analysis of Coating/Substrate Systems: Multiprobe Techniques for the Evaluation of Defects and Surface Topography from the Micrometer- to the Nanometer-Range“, Eighth International Conference on Plasma Surface Engineering, September 9-13, 2002 in Garmisch-Patenkirchen
- [3.7] Beck, U.; Reiners, G.; Gamer, N.; Schmidt, R.; Sommer, K. and Weigl, B.: „Material-and Topography-Related Surface Features of Components for Food Production Facilities: Contamination, Adhesion, and Cleaning of Species“, Eighth International Conference on Plasma Surface Engineering, September 9-13, 2002 in Garmisch-Patenkirchen.
- [3.8] R.Schmidt, U.Beck, B.Weigl, N.Gamer, G.Reiners, K.Sommer: Topografische Charakterisierung von Oberflächen im steriltechnischem Anlagenbau. Chemie-Ingenieurtechnik 75(2003)4,428-431
- [3.9] Schmidt, R.; Beck, U.; Weigl, B.; Gamer, N.; Reiners, G.; Sommer, K.: „Topografische Charakterisierung von Oberflächen im steriltechnischem Anlagenbau“ in Chemie-Ingenieur Technik 04/2003, S. 428-431.
- [3.10] R.Schmidt, B.Weigl, U.Beck, N.Gamer, M.Weise, G.Reiners, K.Sommer: Werkstoffoberflächen – Haftung und Reinigung. LVT 48(2003)01/02, 52-53
R.Schmidt, U.Beck, G.Reiners, B.Weigl, N.Gamer: Topographische Charakterisierung von Oberflächen im steriltechnischem Anlagenbau 11.Heiligenstädter Koll. 30.9.-2.10.2002, Tagungsband, S. 33 – 39 (Ausgabe 2003)
- [3.11] R.Schmidt, B.Weigl, U.Beck, N.Gamer, M.Weise, G.Reiners, K.Sommer: Werkstoffoberflächen – Haftung und Reinigung. Steriltechnik 3(2003)5,14 - 16
- [3.12] Weigl, B.: „Oberflächenqualitäten – Basis für die Reinigbarkeit von Anlagen“, Proceedings „Hygiene: Die Foren-Dokumentation“, Interbrau 24.09.2001, München, S. 25-27.
- [3.13] Weigl, B. und Sommer, K.: „Adhesion Forces between Yeast Cells and Surfaces in Liquid Medium“, Proceedings „World Congress on Particle Technology 4“, 23.07.2002, Sydney, Australien, S. 107 und CD (Vortrag Nr. 214).
- [3.14] Schmidt, R.; Weigl, B.; Beck, U. und Reiners, G.: „Werkstoffoberflächen – Haftung und Reinigung“, Lebensmittelverfahrenstechnik 01/02 2003, S. 52-53.
- [3.15] Weigl, B. und Sommer, K.: „Adhesion Forces between Particles and Surfaces“, in Vorbereitung für Particle and Particle System Characterization.
- [3.16] Beck, U.; Reiners, G.; Gamer, N.; Schmidt, R.; Sommer, K. and Bobe, U.: „Surfaces for Food Industry: Effects of Microscopic and Macroscopic Features, Roughness, and Surface Energy on the Adhesion and Kinetics of Species and the Cleaning of Surfaces“, September 13-17, 2004 in Garmisch-Patenkirchen

Literatur zu dem Zitat von Prof. Dr. Rainer Schmidt**Grau unterlegter Berichtsteil im Abschnitt 3.6.1**

- [3.1] R.Schmidt, U.Beck, B.Weigl, N.Gamer, G.Reiners, K.Sommer: Topografische Charakterisierung von Oberflächen im steriltechnischem Anlagenbau. Chemie-Ingenieurtechnik 75(2003)4,428-431
- [3.2] R.Schmidt, B.Weigl, U.Beck, N.Gamer, M.Weise, G.Reiners, K.Sommer: Werkstoffoberflächen – Haftung und Reinigung. Steriltechnik 3(2003)5,14 - 16
- [3.3] R.Schmidt, B.Weigl, U.Beck, N.Gamer, M.Weise, G.Reiners, K.Sommer: Werkstoffoberflächen – Haftung und Reinigung. LVT **48**(2003)01/02, 52-53
R.Schmidt, U.Beck, G.Reiners, B.Weigl, N.Gamer: Topographische Charakterisierung von Oberflächen im steriltechnischem Anlagenbau 11.Heiligenstädter Koll. 30.9.-2.10.2002, Tagungsband, S. 33 – 39 (Ausgabe 2003)Kennwert
- [3.4] W.Kohler, R.Schmidt in Materialoberflächen in der Steriltechnik. VDMA – Eigenverlag 2005
- [3.5] Abschlußbericht zum AiF-Thema „Werkstoffoberflächen, Haftung, Reinigung – ein neuartiges, interdisziplinäres Konzept zur Vermeidung von Infektion und Kontamination bei der Produktion von Lebensmitteln“ (AiF 12636 II), Teil S „Topographische Analyse steriltechnisch eingesetzter Oberflächen und steriltechnischer Kennwert“
- [3.6] R.Schmidt: Werkstoffverhalten in biologischen Systemen. 2. Auflg., Springer (VDI - Buch), Berlin/ Heidelberg/ New York 1999
- [3.7] *R.Schmidt: Comportement des matériaux dans les milieux biologiques - Applications en médecine et biotechnologie. Traité des Matériaux vol.7, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (PPUR), Lausanne 1999*
- [3.8] R.Schmidt, S.Haase: Besiedelung von Werkstoffoberflächen mit Hefen. Wiss. Zeitschrift TH Köthen 1 (1990) 3, S.93 - 100
- [3.9] R.Schmidt: Materials Surfaces and Sterility. Adv.Eng.Mater. 3(2001)4,pp.236-238
- [3.10] R.Schmidt, F.Leonhardt, S.Blume: Einfluß von Sterilisationsmaßnahmen auf die Besiedelungskinetik von hochlegierten Stählen mit *Escherichia coli*. TMWFK - Bericht 1997 (Kennz.: B 303-95002)
- [3.11] G.Berg, W.Knorre, W.Pompe, R.Schmidt: Mikrobielle Wechselwirkung mit Material-oberflächen. DFG-Abschlußbericht 2003
- [3.12] W.Pompe, F.Despang, B.Garske, M.Mertig, R.Schmidt: Atomic force microscopy of the initial stage of biofilm. Intern.Conf.on Biofouling and Materials. DECHEMA, Frank-furt/M. 10-13-2001
- [3.13] F.Despang, B.Garske, M.Mertig, J.Möller, W.Pompe, R.Schmidt: Scanning force microscopy of the initial stage of biofilm formation (in print)
- [3.14] R.Schmidt: Ausscheidungsphänomene in Werkstoffen - Eine Einführung in die mathematische Modellierung. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1991
- [3.15] R.Schmidt: Monte - Carlo - Simulation of Bioadhasion. Intern. Biodeterioration& Biodegradation 40(1998)1, p.29 - 36
- [3.16] R.Schmidt: Monte - Carlo - Experimente zur Clusterung - Anwendungen in und an Festkörpern. Freiburger Forschungshefte „Simulationstechniken in der Materialwissenschaft“, Bd. B279, TU Bergakademie Freiberg, 1996, S.145 - 167

4. Trennkraftmessungen

4.1. Theoretische Grundlagen

Zur Ablösung von Partikeln von einer Oberfläche muss deren Adhäsionskraft überwunden werden. In wässrigem Milieu bedeutet dies, dass die Haftkraft größtenteils durch die van der Waals Kraft F_{vdW} dominiert wird. Kapillarkräfte sind durch das Arbeiten in Wasser ausgeschlossen und elektrostatische Kräfte wirken in wässriger Umgebung nicht anziehend, sondern abstoßend [4.4].

Befinden sich die Haftpartner in wässrigem Medium, so kann deren Adhäsionskraft bis um den Faktor 10 kleiner sein im Vergleich zu gasförmiger Umgebung [4.2-4.4]. Dieser Effekt wird auch durch die alltägliche Reinigung ausgenutzt und wird in der Berechnung der Hamakerkonstanten H berücksichtigt.

Bei der Reinigung von Einzelpartikeln müssen somit deren van der Waals Haftkräfte überwunden werden. Diese sind in dem grundlegenden Modell eines sphärischen Partikels auf einer glatten Oberflächen durch das Kugel-Platte-Modell in Gleichung 4.1 beschrieben:

$$F_{\text{vdW}} = \frac{H \cdot d}{12 \cdot a^2} \quad \text{Gleichung 4.1}$$

wobei d den Kugeldurchmesser, H die Hamakerkonstante des Haftsystems und a den Abstand zwischen der Kugel und der Platte darstellt. Im Falle der Haftung würde der Abstand a gegen Null gehen und somit wäre rechnerisch keine Ablösung mehr möglich, da die van der Waals Kraft unendlich groß werden würde. Dies widerspricht der Realität. Deshalb wurde eine Anpassungsgröße a_0 eingeführt, welche im Bereich von einer Atomgröße liegt, die den Fall des Haft-Abstands beschreibt. Die Größe der Anpassungsgröße a_0 liegt bei 4 Å bzw. 0,4 nm [4.3].

Ideal glatte Oberflächen kommen in der Realität jedoch nie vor. Für den Fall eines glatten Partikel auf einer rauen Oberfläche können Rauheiten in einem vereinfachten Modell als halbkugelförmige Erhebungen angesehen werden, welche sich mit ihrem Zentrum auf einer glatten Oberfläche befinden. Für glatte kugelige Partikeln d auf diesen halbkugelförmigen Rauheiten r der Oberflächen ergibt sich aus Modifizierungen nach Rumpf [4.6] Gleichung 4.2.

$$F_{\text{vdW}} = \frac{H}{6 \cdot a^2} \left[\frac{r \cdot \frac{d}{2}}{r + \frac{d}{2}} + \frac{\frac{d}{2}}{\left(1 + \frac{r}{a}\right)^2} \right] \quad \text{Gleichung 4.2}$$

Der erste Term der Gleichung 4.2 berücksichtigt die Interaktion des haftenden Partikels mit der Rauheit. Der zweite Teil der Klammer beinhaltet die Kraft zwischen dem Partikel und der Oberfläche, das durch den Radius r der Unebenheit von der Oberfläche entfernt ist. Beim Grenzwert glatte Kugel auf glatter Oberfläche, d.h. $r = 0$ ergibt sich die Formel des ideal glatten Modells. Da sich für unendlich große Rauheiten ebenfalls das Kugel-Platte-Modell ergibt, entsteht in dem Bereich $0 < r < \infty$ rechnerisch ein Minimum (Abbildung 4.1).

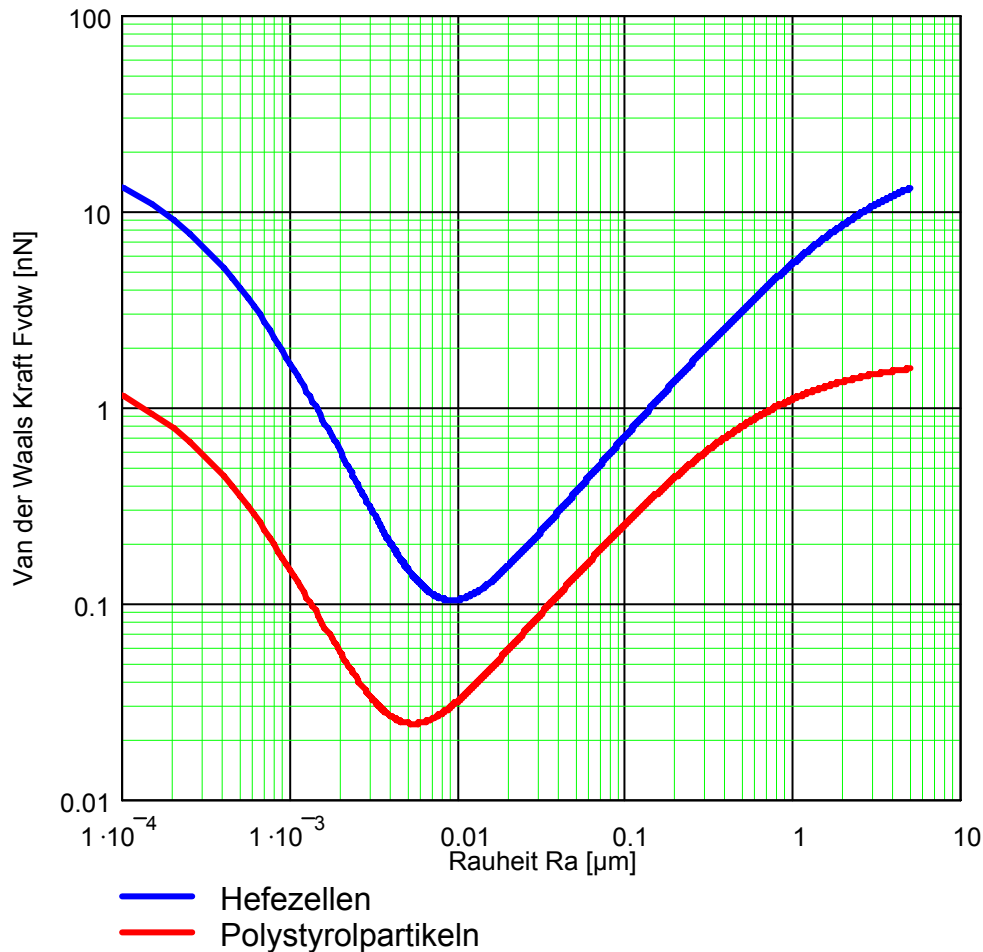


Abbildung 4.1: Abhängigkeit der van der Waals Kraft von der Oberflächenrauheit bei Hefezellen und Polystyrolpartikeln

Wird ein in Wasser suspendiertes Teilchen betrachtet, sind alle funktionellen Gruppen dissoziiert. Das Teilchen besitzt eine bestimmte Oberflächenladung, die bei den meisten Partikeln negativ ist [4.16]. Das Partikel trägt somit eine negative Gesamtladung, die durch die im Fluid diffus um das Partikel verteilten, freibeweglichen Ionen kompensiert werden muss. Diese Wolke von Gegenionen, die als diffuse Schicht bezeichnet wird, umgibt das Teilchen und es erscheint nach außen neutral [4.17]. Der Aufbau der diffusen Schicht ist in elektrolythaltigem Wasser sehr komplex. und von Reibungskräften zu einem teilweise Abstreifen der Gegenionen an einer Scherebene. Das geladene Teilchen kann aufgrund der abgestreiften Gegenionen die negative Ladung nicht mehr kompensieren. Es ist nach außen hin nicht mehr neutral, eine auf die Umgebung wirksame Potentialdifferenz ist entstanden [4.14, 4.16]. Dieses Potential wird als Zeta-Potential (ζ -Potential) bezeichnet. Das Zeta-Potential ist stark von den dissoziierten Gruppen des geladenen Teilchens abhängig. Die diffuse Schicht aus nicht fixierten, beweglichen Ionen ist kein festes, starres Gebilde. Es kommt bei der Diffusionsbewegung des Teilchens und dadurch auf den Teilchen und somit vom pH-Wert abhängig.

Mit dem gemessenen Zeta-Potential ζ und der Zusammensetzung des Elektrolyten (Wertigkeit der Ionen z_i , Konzentration der Ionensorte n) kann nach [4.13 – 4.15] die elektrostatische Abstoßungsenergie $E_{\text{Elektrostatik}}$ über die Gleichungen 4.3 und 4.4 bestimmt werden.

$$E_{\text{Elektrostatik}} = 32 \cdot \pi \cdot d \cdot k \cdot T \cdot n \cdot \delta^2 \cdot e^{-\frac{a}{\delta}} \cdot \left(\tanh\left(\frac{z_i \cdot e \cdot \zeta}{k \cdot T}\right) \right)^2 \quad \text{Gleichung 4.3}$$

$$\delta = \sqrt{\frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon \cdot k \cdot T}{2 \cdot e^2 \cdot n \cdot z_i^2}} \quad \text{Gleichung 4.4}$$

Durch die Zugabe von Säure, Lauge oder Tensid in die Reinigungsflüssigkeit wird die Konzentration der Ionen und das Zetapotential verändert, wodurch die Abstoßungskräfte beeinflusst werden. Zusätzlich können durch die Reinigungsmittel weitere Reaktionen ablaufen, welche die Trennung der Partikel begünstigen (Zersetzungsreaktionen, Benetzungsförderung, Oberflächenveränderungen...).

Die Reinigung der anhaftenden Partikel erfolgt in Strömungskanälen, in einer Ultrazentrifuge und mittels eines AFM.

In den Strömungskanälen, in welchen der Volumenstrom geregelt über die in den Boden eingelassenen besiedelten Proben strömt, wurde die hydrodynamische Kraft des Mediums mittels des gemessenen Druckverlustes am Boden des Strömungskanals über eine bestimmte Länge L nach Gleichung 4.5 errechnet [4.5].

$$F_{\text{hydr}} = \frac{p_1 - p_2}{L} \cdot \frac{D_{\text{Kanal}}}{4} \cdot d^2 \cdot 8 \quad \text{Gleichung 4.5}$$

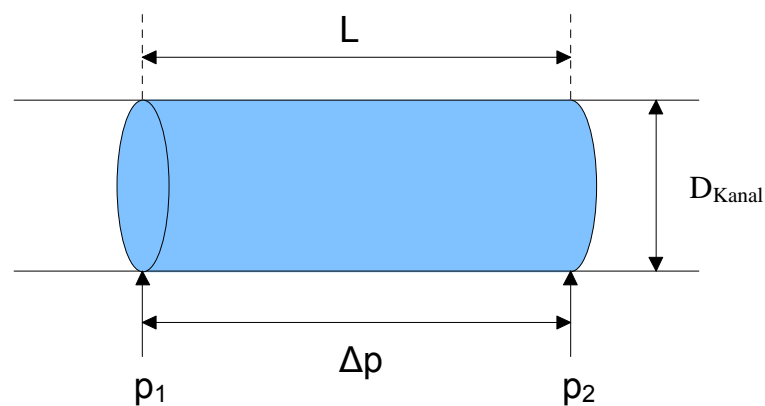


Abbildung 4.2: Bestimmung der Wandschubspannung durch Differenzdruckmessung

Die verwendeten Partikel befinden sich bei den einstellbaren Strömungsgeschwindigkeiten in der laminaren Unterschicht des Fluids an der Materialoberfläche. Die Dicke δ_s der laminaren Unterschicht bestimmt sich aus Gleichung 4.6 mit der kinematischen Fluidviskosität ν , der Fluidichte ρ_{Fluid} und der wirkenden Wandschubspannung τ_w .

$$\delta_s = \nu \cdot \sqrt{\frac{\rho_{\text{Fluid}}}{\tau_w}} \quad \text{Gleichung 4.6}$$

Bei den Ablösungsexperimenten mit der Zentrifugenmethode wirkt die Zentrifugalkraft der Adhäsionskraft entgegen. Bei gleichförmiger Rotation mit konstanter Winkelgeschwindigkeit ω_Z wirken auf ein haftendes Partikel die Haftkraft F_H und die Zentrifugalkraft $F_{\text{Zentrifuge}}$ (Abbildung 4.3).

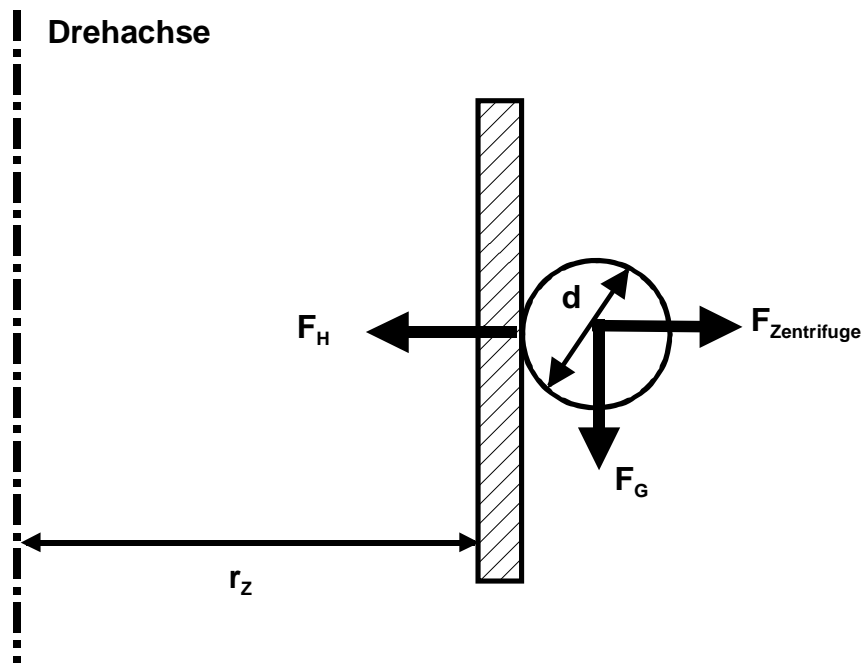


Abbildung 4.3: Auf ein Partikel wirkende Kräfte während des Zentrifugierens

Die Gewichtskraft F_G ist für Partikel mit einem Durchmesser von $d < 100 \mu\text{m}$ vernachlässigbar. Die auf ein Partikel während des Zentrifugierens wirkende Kraft wird nach Gleichung 4.7 berechnet.

$$F_{\text{Zentrifuge}} = m_P \cdot r_Z \cdot \omega_Z^2 = m_P \cdot r_Z \cdot (2 \cdot \pi \cdot n_Z)^2 \quad \text{Gleichung 4.7}$$

r_Z beschreibt den Radius zwischen Rotorachse und Plättchen, ω_Z die Winkelgeschwindigkeit und m_P die Masse des betrachteten Partikels. ω_Z wird aus der einstellbaren Drehzahl der Zentrifuge n_Z in [1/s] berechnet. Die Masse m_P der bestimmt sich nach Gleichung 4.8.

$$m_P = (\rho_P - \rho_{\text{Fluid}}) \cdot V_P = \Delta\rho \cdot \frac{4}{3} \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^3 \cdot \pi \quad \text{Gleichung 4.8}$$

Hier ist $\Delta\rho$ die Dichtedifferenz aus Partikelmaterial ρ_P und umgebenden Fluid ρ_{Fluid} . V_P ist das Partikelvolumen. Zur Berechnung des Partikelvolumens wird der mittlere Durchmesser der Partikel d aus der Partikelgrößenanalyse verwendet. Bei den Versuchen in Wasser wird die Dichte des Fluides mit $\rho_{\text{Wasser}} = 1000 \text{ kg/m}^3$, bei den Versuchen in Umgebungsbedingungen die der Luft mit $\rho_{\text{Luft}} \approx 0 \text{ kg/m}^3$ angenommen. Ist die Zentrifugalkraft $F_{\text{Zentrifuge}}$ größer als die Haftkraft F_H ist, wird das Partikel von der Oberfläche abgetrennt.

Bei den AFM-Messungen ist eine Partikel an der Spitze eines Balkens mit einem Klebstoff befestigt (Abbildung 4.4). Wird die Testoberfläche diesem Balken angenähert, so springt die Zelle ab dem Punkt auf die Oberflächenprobe, an welchem die Anziehungskräfte den Widerstandskräfte entsprechen. Wird der Piezo-Tisch mit der Testoberfläche nach dem Haften der Partikel wieder nach unten gefahren, so löst sich die Partikel ab, sobald die Kraft aufgrund des Durchbiegens des Balkens (Federkraft) gleich der Trennkraft ist.

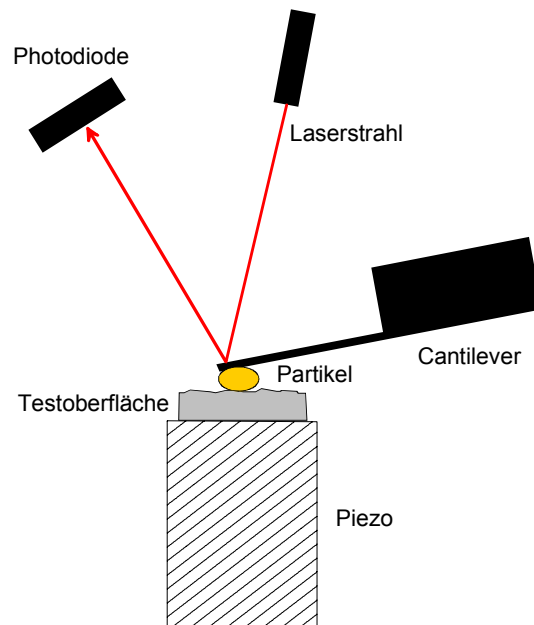


Abbildung 4.4: Versuchsanordnung bei den AFM-Messungen

Die Auslenkung des Balkens kann mit Hilfe eines Laserstrahls auf einer Photodiode gemessen werden, wodurch bei bekannter Federkonstanten des Balkens (mit angehängter Partikel) die Federkraft errechnet werden kann. Durch eine abdichtbare sogenannte Flüssigkeitszelle können Messungen in definierter Umgebung vollzogen werden.

4.2. Materialien

Während des Forschungsvorhabens wurden verschiedene Adhäsions-Kombinationen von Werkstoffen und Partikeln untersucht. Dadurch soll eine dreidimensionale Testmatrix erstellt werden, deren Variablen durch die Oberflächenenergie, die Rauheit und die mittlere Trennkraft der Testpartikeln dargestellt wird.

Alle diese Versuche wurden in wässrigem Milieu durchgeführt, welches entweder reines Leitungswasser oder Leitungswasser mit Zusätzen von Reinigungsmitteln (Phosphorsäure, Natronlauge, Tensid) gewesen ist.

4.2.1 Untersuchte Werkstoffoberflächen

In diesem Projekt werden nicht nur die ideale Oberflächen untersucht, um deren Reinigbarkeit zu bewerten und zu optimieren, sondern es werden auch „reale“ Oberflächen eingesetzt. Diese „realen“ Oberflächen können relevante Herstellungsmerkmale (z.B. Fügstellen), typische Bearbeitungsmerkmale (Oxidschichten, Wärmeeinflusszonen) sowie Fehlstellen (Korrosion, Degradation)

aufweisen. In Absprache mit den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses wurden die selben Ausgangsmaterialien wie bei dem Vorgängerprojekt AiF 12636 gewählt. Diese sind C3 Edelstahl 1.4404 (316L), PTFE (TFM 1600) und Email.

Die unterschiedlichen Oberflächenproben der Werkstoffe werden von der Forschungsstelle 1 (BAM) bezüglich ihrer Topographie und Topometrie analysiert (s.Kap. 3) und von der Forschungsstelle 2 (MAK) reinigungstechnisch evaluiert. Zusätzlich wurden ausgewählte Varianten des erwähnten Edelstahles mit dünnen Beschichtungen (SiO_2 , SiO_x , a:CH) versehen, durch welche die Rauheit des Edelstahls nahezu erhalten blieb, jedoch die Oberflächenenergie der Oberflächenprobe stark verändert wurde. Die genaueren Ausführungen zur Bestimmung der Topographie und Topometrie der Oberflächen sind in Kapitel 3 geschildert und die angegebenen Werte resultieren aus den Messungen der Forschungsstelle 1.

4.2.1.1 Edelstahl

Der C3 Edelstahl 1.4404 (316L), (Fa. Poligrat, München), wurde zunächst mit Korn 240 geschliffen verwendet, da dies der Standard in der Lebensmittelindustrie ist. Um den Einfluss der Oberflächenparameter experimentell simulieren zu können, wurden zusätzlich unterschiedlich raue Edelstahlproben produziert, welche unverändert und mit den erwähnten Beschichtungen versehen in den Untersuchungen verwendet wurden.

Die Rauheiten der verwendeten Edelstähle und die Bezeichnungen der einzelnen Oberflächen sind in Abbildung 4.5 aufgelistet.

Material	Edelstahl 1.4404 (316 L)			
Bezeichnung	C3 Orig. E.poliert	C3 Original	K400 E.poliert	K 400
Ra [μm] \pm Konfidenzintervall (95%)	0,12 \pm 0,01	0,23 \pm 0,02	0,2 \pm 0,01	0,57 \pm 0,04
Bezeichnung	K240 E.poliert	K240	K120	R6
Ra [μm] \pm Konfidenzintervall (95%)	0,34 \pm 0,01	0,96 \pm 0,06	1,84 \pm 0,07	6,01 \pm 0,41
durchschnittliche Oberflächenenergie 35 mN/m				

Abbildung 4.5: R_a -Werte und durchschnittliche Oberflächenenergie der verwendeten Edelstähle

Ausgehend von dem Grundmaterial des mit Korn 240 geschliffenen 1.4404 Edelstahles wurden Untersuchungen von WIG-, Laser- und Orbitalschweißnähten durchgeführt (Abbildung 4.6).

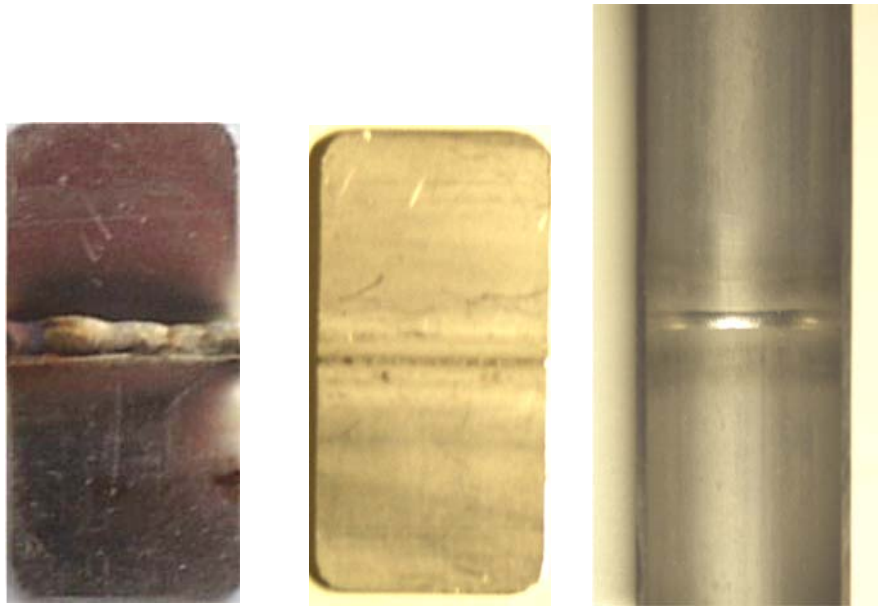


Abbildung 4.6: Aufnahmen der verwendeten Schweißnähte (links: WIG-Naht auf Probe-Plättchen, Mitte: Laser-Naht auf Probe-Plättchen, rechts: Innenseite der Orbitalnaht)

Für einige Schweißnahtproben wurde der Edelstahl zuvor elektropoliert. Zusätzlich wurde an den Schweißnähten der Einfluss der Anlauffarben auf die Partikelhaftung in den unterschiedlichen Farbbereichen getestet.

Andere Untersuchungen haben den Einfluss von Rissen und Kerben analysiert. Diese Fehlstellen wurden mit einer sehr dünnen Fräuscheibe von 0,2 mm Stärke parallel und senkrecht zur Strömungsrichtung angefertigt (Abbildung 4.7).



Abbildung 4.7: Aufnahmen der angefertigten „Kratzer“ bzw. „Spalte“

Um den Einfluss jahrelanger Beanspruchung durch Chemikalien zu analysieren, wurden Oberflächen verwendet, die aus einem Säuretank und einem Laugetank (Fa. Böhlinger, Wien) entnommen wurden (Abbildung 3.27, 3.28). Die Charakterisierung und Analyse der Oberflächeneigenschaften wurde von der BAM durchgeführt (Kap. 3.5.2). Aufgrund der Verfärbungen, die sich in dem Laugebehältern ausgebildet haben, werden die Ergebnisse der Messungen, die mit diesen Oberflächen durchgeführt wurden, unter dem Kapitel 4.4.5 und 4.5.4 „Oxidschichten bzw. beanspruchte Oberflächen“ wiedergegeben und diskutiert.

4.2.1.2 PTFE

Die Untersuchungen der TFM-PTFE Oberflächen (Fa. Dyneon ,Burgkirchen) erfolgten an „fehlerfreien“ Oberflächen und an Variationen mit gewollt veränderten Eigenschaften. Dazu wurden Proben mit einer Schweiß- bzw. Siegelnaht und einer erhöhten Rauheit, die durch ein Abschälen der TFM-PTFE-Platten von dem TFM-PTFE-Block bei Raumtemperatur herbeigeführt wurde, anstelle bei einer Temperatur von 150°C zu schälen, verwendet. Bei der Herstellung von zwei weiteren Proben wurden während des Produktionsprozesses der TFM-PTFE-Platten Fehler eingebracht. Fehlerfreies TFM 1600 wird produziert, indem das TFM-PTFE-Granulat zuerst unter Druck verpresst und anschließend thermisiert wird. Durch dieses Erhitzen schließen sich die Zwischenräume. Für die Realisierung von fehlerbehaftetem TFM 1600 wurde in einem Fall das TFM-PTFE-Granulat mit einem zu geringen Druck verpresst. In dem anderen Fall wurden das ursprüngliche Granulat im Verhältnis 1:1 mit thermisch vorbehandeltem Granulat vermischt und dann weiter verarbeitet. Durch die Vorbehandlung wird dieses Granulat härter. Der Fehler, der somit in beiden Fällen entstanden ist, ist eine erhöhte Porosität der TFM-PTFE-Platten. Das verwendete PTFE hat eine Rauheit $R_a = 0,38 \mu\text{m} \pm 0,04 \mu\text{m}$ und eine durchschnittliche Oberflächenenergie von 14 mN/m. Die Ergebnisse der Untersuchungen dieser Fehler hatten bereits im Zwischenbericht 2003 [4.19] gezeigt, dass die Veränderungen der ursprünglichen Oberflächen keinen signifikanten Einfluss auf die Partikelablösung hatten.

4.2.1.3 Email

Die Email-Oberflächen (Fa. Düker, Laufach) wurden nur in einer Variante getestet. Diese ist ein Standard-Email, welche durch die emailtypische Ähnlichkeit zu Glas eine sehr geringe Rauheit von $R_a = 0,08 \mu\text{m} \pm 0,01 \mu\text{m}$ aufweist, jedoch eine sehr hohe Oberflächenenergie von 64 mN/m besitzt.

4.2.1.4 Beschichtungen

Es wurden vier unterschiedliche Beschichtungen auf die Edelstahlträger in sehr dünnen Schichten aufgebracht. Zwei Varianten sind SiO_2 -Schichten, die von der Forschungsstelle 1 hergestellt wurden (Kap. 3.6.2) und sich in ihrer Oberflächenenergie unterscheiden. Eine SiO_3 -Beschichtung (Fa. Starnberger, Landsberg a.L.) wurde zusätzlich neben einer amorphen Kohlenstoffbeschichtung (a:CH) eingesetzt, die ebenfalls von der Forschungsstelle 1 auf die Edelstahlproben aufgebracht wurde.

Material	Nanofinish/SiO _x -Coating		
Bezeichnung	K400/SiO _x	K240/SiO _x	K120/SiO _x
Ra [µm]	0,46 ± 0,05	0,79 ± 0,09	2,03 ± 0,14
durchschnittliche Oberflächenenergie 18 mN/m			

Material	SiO ₂ -Coating		
Bezeichnung	K400/SiO ₂	K240/SiO ₂	K120/SiO ₂
Ra [µm]	0,58 ± 0,05	0,94 ± 0,09	2,06 ± 0,12
durchschnittliche Oberflächenenergie 64 mN/m			

Material	a:CH- Coating		
Bezeichnung	C3/a:CH	K240/a:CH	K120/a:CH
Ra [µm]	0,19 ± 0,01	1,08 ± 0,03	2,16 ± 0,14
durchschnittliche Oberflächenenergie 55 mN/m			

Abbildung 4.8: R_a-Werte und Oberflächenenergien nach der Beschichtung

4.2.2 Verwendete Partikeln

Während des Forschungsvorhabens wurden die Trennkräfte verschiedener Partikeln untersucht. Hauptsächlich wurden als Modellpartikeln kugelige Polystyrolpartikeln und als Vertreter der lebendigen Mikroorganismen Hefezellen verwendet. Zusätzlich würden stäbchenförmige E.Coli-Bakterien für die Versuche herangezogen. Bei allen Untersuchungen lagen diese Partikeln einzeln und isoliert auf den Oberflächen vor, so dass Ergebnisse für die Ablösungen von Einzelpartikeln vorliegen.

Die Polystyrolpartikeln (Fa. Microparticles, Berlin), $\varnothing \approx 1,18 \mu\text{m}$, sind in wässriger Suspension auf die Oberflächen in einem Zeitraum von 24 h aufsedimentiert. Dazu wurden 100 µl des Polystyrolkonzentrats ($c_0 = 25 \text{ mg/ml}$) auf 250 ml Leitungswasser gegeben. In das Polystyrol ist ein grün fluoreszierender Farbstoff eingebunden, so dass die Partikeln auf den Oberflächen, welche in die Sedimentationsgläser eingelegt gewesen sind, direkt unter dem Fluoreszenzmikroskop mittels der automatischen Bildanalyse ausgezählt werden konnten.

Bei den aufgebrachten Hefezellen, $\varnothing \approx 1,18 \mu\text{m}$, handelt es sich um Bäckerhefe (*Saccharomyces cerevisiae*) (Fa. Lindenmeyer, Heilbronn). Dazu wurden 2 g der Hefe in Leitungswasser in einem 250 ml - Erlenmeyerkolben suspendiert und über 48 h auf die Oberflächen sedimentiert. Nach dieser Zeit wurde der lockere Hefeschlamm auf den Oberflächenproben durch einmaliges Eintauchen in reines Leitungswasser abgewaschen, so dass nur die haftenden Zellen auf der Oberfläche zurück blieben. Diese wurden vor jeder Auszählung mit Acridinorangelösung angefärbt. Bei beiden Partikelarten wurde während des Mikroskopierens ein Wassertropfen auf den Oberflächen sichergestellt, damit die Partikeln nicht angetrocknet sind.

Bei dem verwendeten E.Coli-Stamm handelt es sich um eine transgene Variante, welcher eine Gensequenz eingebaut wurde. Durch diesen Eingriff ist das Bakterium in der Lage, ein Protein zu produzieren, welches bei entsprechender Anregung fluoresziert. Bei einer Länge von ca. 3 µm und einem Durchmesser von 1,5 µm war dies der Grund, warum dieser E.-Coli-Stamm für die Untersuchungen interessant gewesen ist. Aufgrund der Begeißelung und der Beweglichkeit der E.Coli-Bakterien

war es nicht möglich, die Organismen durch reine Sedimentation auf der Oberfläche anhaften zu lassen. Nach Ruhezeiten von bis zu drei Tagen waren die Bakterien auf der Oberfläche beweglich. Deswegen wurden die Bakterien nach einer Sedimentationsphase von einem Tag anschließend durch Aufbewahrung an Luft für eine Stunde an der Oberfläche angetrocknet.

4.2.3 Eingesetzte Reinigungsmittel

Neben reinem Leitungswasser bei Umgebungstemperatur wurden Versuche durchgeführt, welche die Auswirkungen eines eingestellten Reinigungsmilieus auf den Reinigungserfolg zeigen. Die variierten Reinigungsmittelparameter sind in diesen Untersuchungen die Reinigungsdauer, die Reinigungstemperatur, der pH-Wert des Milieus sowie die Zugabe von Tensid.

Die Reinigungstemperatur konnte mit einem Heizbad als Vorlagebehälter leicht in dem Versuchsaufbau des Mikrokanals (s. Kap. 4.3.3) verändert werden. Mit dem verwendeten Durchflussmesser konnte auch die Temperatur nach der Messzelle nochmals bestimmt werden.

Der pH-Wert wurde durch die Zugabe von 2 % Phosphorsäure (H_3PO_4) auf $pH = 1,2$ und mit 2 % Natronlauge ($NaOH$) auf $pH = 12,4$ eingestellt.

Tenside sind grenzflächenaktive Stoffe, die die Oberflächenspannung an Phasengrenzen senken. Sie lagern sich mit dem Hydrophoben Teil an die Partikeln an und sorgen bei flächenartigen Verschmutzungen für eine gesteigerte Benetzbarkeit und somit ein besseres Quellvermögen.

Mit dem Tensid Plurafac LF 403 (Fa. Dr.O.K.Wack Chemie GmbH, Ingolstadt) wurde ebenfalls eine 2 %ige Lösung hergestellt.

4.3. Untersuchungsmethoden

Die Oberflächen wurden analog zu dem Vorgängerprojekt (AiF 12636 II) mittels der Zentrifuge, des „großen“ Strömungskanals und dem AFM untersucht. Zusätzlich wurde ein Mikrokanal geplant, errichtet und in Betrieb genommen, in welchem noch geringere Wandschubspannungen realisiert werden können als in dem „großen“ Strömungskanal.

Zur Auszählung der vor und nach der Zentrifugation bzw. Strömungsreinigung auf der Testoberfläche haftenden Partikeln, wurde die automatische Bildanalyse benutzt. Die Ablösung erfolgt jeweils über einen Zeitraum von 2 min. Um einen Vergleich zwischen Anzahl der auf der Oberfläche haftenden Partikeln vor und nach der Zentrifugation bzw. Strömungsreinigung ziehen zu können, müssen die exakten x- und y-Koordinaten der Bilder bekannt sein. Zur Orientierung werden die Plättchen an einer Ecke markiert. Der Multicontroller steuert Orte definierter Koordinaten an. Ein Vergleich exakter Positionen vor und nach der Einwirkung der Trennkraft ist gewährleistet. Abbildung 4.9 zeigt die Übereinstimmung der Bildpositionen vor und nach der Einwirkung der Trennkraft. Einige nicht abgelöste Partikel sind etwas verschoben. Der Quotient aus der Partikelanzahl $n_{nachher}$ und n_{vorher} wurde als Rückstand $RÜ$ definiert.

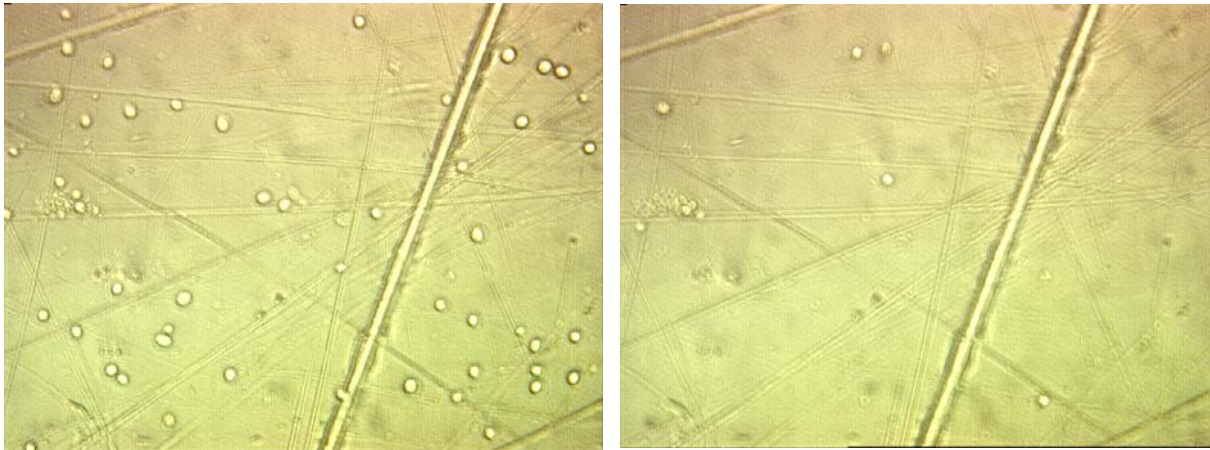


Abbildung 4.9: Vergleich der Anzahl der Hefezellen vor (links) und nach (rechts) der Einwirkung der Trennkraft

Mittels linearer Regression der Dreifachmessungen bei unterschiedlichen Trennkraften wird die F_{50} Kraft errechnet, bei welcher 50 % Rückstand auf der Oberfläche verbleiben. Aus der Breite des Konfidenzschlauches (Sicherheitsniveau 95 %) bei $R\ddot{U} = 50\%$ wird das Konfidenzintervall für den F_{50} -Wert bestimmt (Abbildung 4.10).

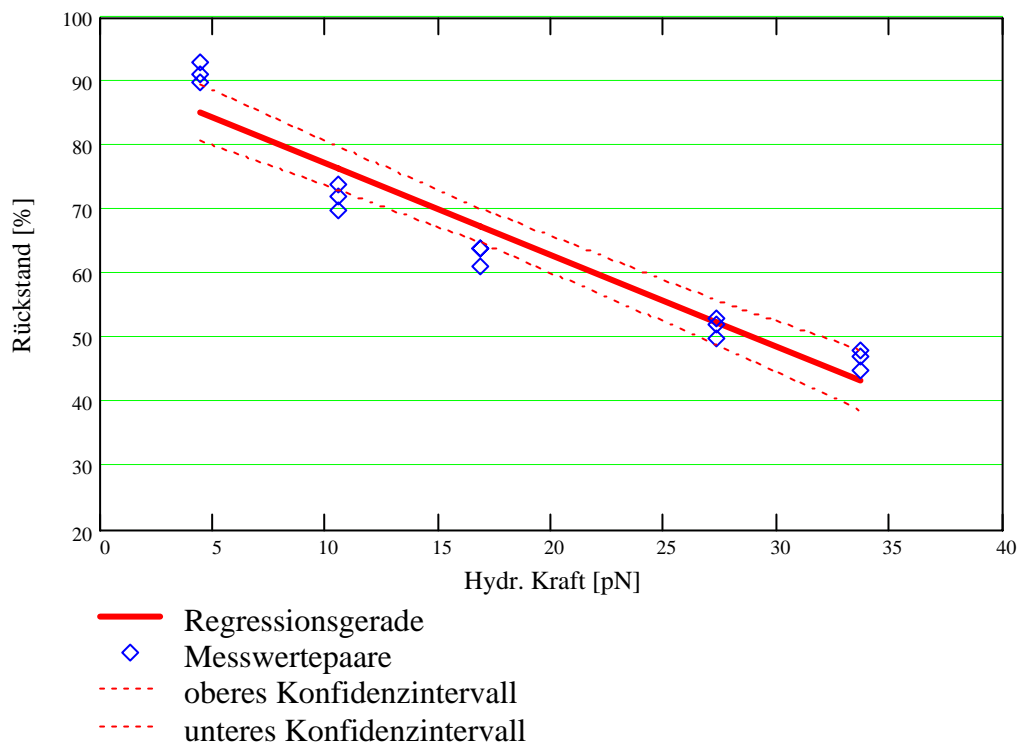


Abbildung 4.10: Regressionsanalyse der Rückstandsmessungen

Ein besonderes Vorgehen erforderten die Untersuchungen der Schweißnähte. Die Schweißnähte wurden quer zur Strömungsrichtung des Fluids in dem „großen“, Strömungskanal gereinigt. Um mögliche Problemzonen, die eine Schweißnaht bei der Reinigung enthält, besser darstellen zu können, wurden 8 Bilderreihen à 10 Aufnahmen parallel zu der Naht angefertigt. Davon wurden 2 Reihen vor der Naht, eine Reihe in dem Bereich der Schweißnahtkerbe (Übergang von Blech zu Naht) und 2 Reihen auf der Schweißnaht untersucht. Analog ist eine Reihe in der Kerbe hinter

der Naht und 2 Reihen auf der Rückseite des Plättchens gemacht worden (Abbildung 4.11).

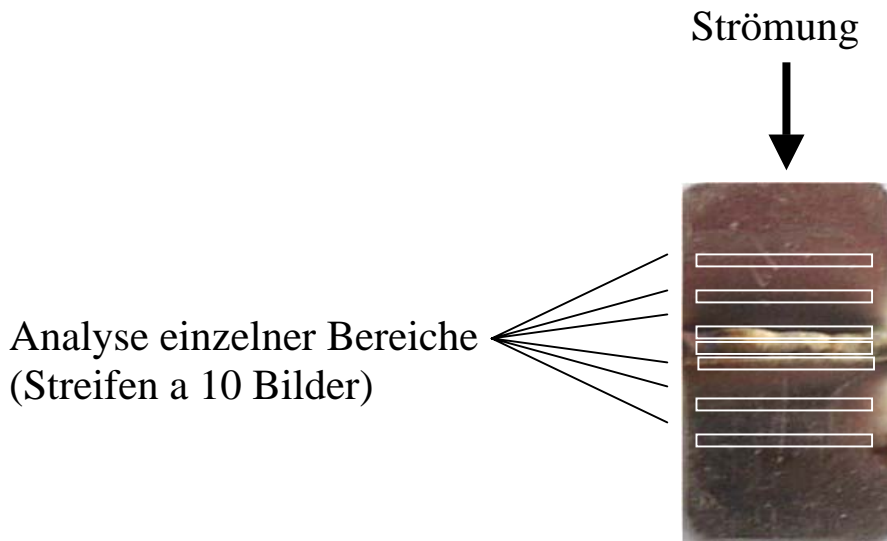


Abbildung 4.11: Analysenschema bei der Untersuchung der Reinigbarkeit von Schweißnähten

4.3.1. Trennkraftuntersuchungen mit der Zentrifugenmethode

Mit der Ultrazentrifuge kann eine maximale Beschleunigung von 692.000 g bei 90.000 Umdrehungen pro Minute aufgebracht werden. Zum definierten Einbringen der Testplättchen in den Rotor wurden während des Vorgängerprojektes (AiF 12636 II) sogenannte Zentrifugenadapter aus Polycarbonat konstruiert und angefertigt. Der Kunststoff Polycarbonat zeichnet sich durch eine Dichte von 1200 kg/m^3 , zähhartes und unzerbrechliches Werkstoffverhalten aus. Dieses Material kann den hohen Kräften im Gegensatz z.B. zu den getesteten Plexiglasadaptern standhalten. Zur Bestimmung der Trennkräfte normal zur Oberfläche wurde die Schräge von 25° des Festwinkelrotors durch die Schräglage der Plättchen im Zentrifugenadapter von 65° ausgeglichen. Die Konstruktionszeichnung des Zentrifugenadapters zur Trennkraftbestimmung normal zur Oberfläche zeigt Abbildung 4.12.

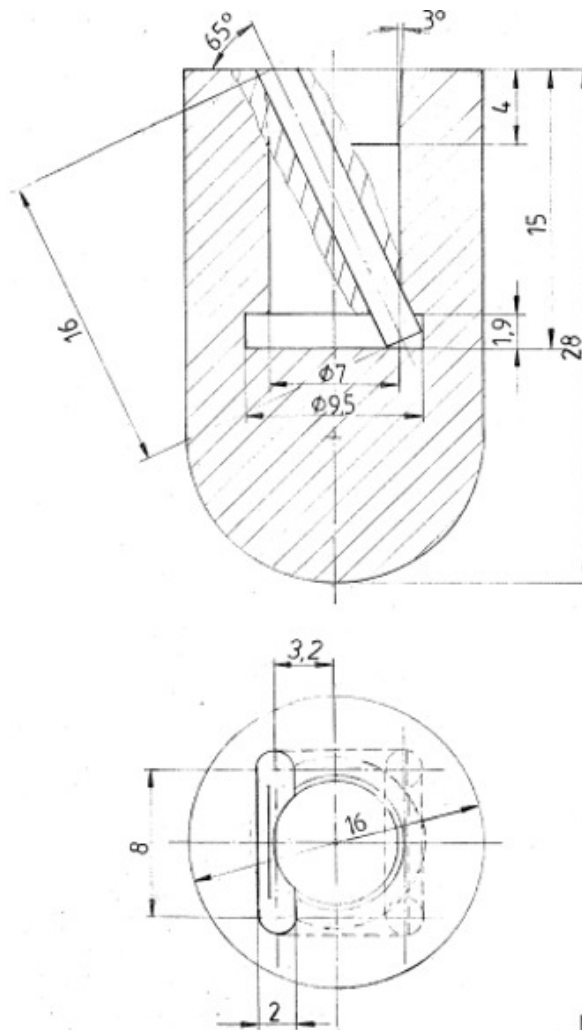


Abbildung 4.12: Konstruktionszeichnung der Zentrifugenadapter

In diese Adapter werden die Oberflächenproben eingelegt. Der Innenraum kann mit Wasser gefüllt werden und mit dicht schliessenden Deckeln verschlossen werden. Nach dem Erreichen der gewünschten Drehzahl wird die Rotationsgeschwindigkeit für 2 min gehalten und anschließend automatisch abgebremst.

4.3.2. Ergebnisse der Trennkraftbestimmung im Strömungskanal

Der Strömungskanal ist während des Forschungsprojektes AiF 12636 II konstruiert und aufgestellt worden (Abbildung 4.13 und Abbildung 4.14). Durch Differenzdruckmessung kann die jeweilig anliegende Wandschubspannung bzw. Strömungskraft errechnet werden. Analog zu den Zentrifugenversuchen entspricht die Strömungskraft, bei welcher 50 % der aufgebrauchten Partikeln abgelöst werden, der mittleren Haftkraft.



**Abbildung 4.13:
Seitenansicht des
Strömungskanals und der
Zustromdüse.
Flächenkontraktion 6:1**



Abbildung 4.14: Aufsicht auf den Kanal mit eingefräster Nut zur Probenbefestigung

Der Kanal wurde als 1000 mm langes offenes Gerinne aus Edelstahl der DIN Bezeichnung 1.4404 mit der Breite 35 mm und der Höhe 40 mm gefertigt. Das offene Gerinne wird durch einen Plexiglasdeckel, der die Kanalhöhe auf 20 mm verringert, verschlossen und abgedichtet. Durch den Plexiglasdeckel können Anfahr- und Abschaltvorgänge im Kanal beobachtet werden.

Im hinteren Teil des Strömungskanals befindet sich die Messtrecke, eine rechteckige Vertiefung, mit den Maßen 40 x 20 x 2,15 mm. In diese Vertiefung wird das 2 mm starke Probenplättchen mit den haftenden Partikeln oder Mikroorganismen kantenfrei eingelegt. Um ein Herausspülen der Plättchen v.a. bei hohen Volumenströmen zu verhindern, werden die Plättchen mit doppelseitigem Klebeband in der Nut fixiert. Das Klebeband hat eine Dicke von 0,15 mm. Dies wurde bei der Auslegung der Nuttiefe berücksichtigt.

4.3.3. Reinigungsversuche im Mikrokanal

Die Gründe zur Realisierung des Mikrokanals, der ein Scale-down des „großen“ Strömungskanals (s. Kap. 4.3.2) darstellt, ist die Reduzierung der minimal einstellbaren Wandschubspannung, eine Reduzierung des Vorgevolumens an Reinigungswasser bzw. –mittel und die Möglichkeit der Onlinebeobachtung während der Reinigung.

Der Vorteil reduzierter Wandschubspannungen ermöglicht auch leichter reinigbare Systeme zu untersuchen. Z.B. bei der Reinigung von Hefezellen in dem „großen“ Strömungskanal ist die minimal mögliche Strömungsgeschwindigkeit bereits zu hoch, so dass mehr als 50 % abgereinigt werden und damit keine vergleichbare F_{50} -Kraft ermittelt werden kann.

Der Vorteil der Onlinebeobachtung bedeutet, dass die Ablösung von Partikeln von einer Oberfläche online per Mikroskop verfolgt werden kann und nicht nur Vorher-Nachher-Bilder verglichen werden können. Dadurch könnte beispielsweise geklärt werden, ob Hefezellen ihr Profil in einer Strömung verändern können und ob der Ablösung eines Partikels ein Rollvorgang vorausgeht oder nicht. Dies ist durch ein Sichtfenster realisiert worden, welches in einer Nut in dem Kanaldeckel eingesetzt ist.

Zusätzlich sollen in dem Mikrokanal die Einflüsse verschiedener Reinigungsparameter getestet werden. Als Variablen werden der pH-Wert einer Reinigungslösung und die Reinigungstemperatur und –zeit genauer untersucht. Es werden auch die Wirkungen verschiedener Tenside auf das Reinigungsergebnis analysiert. Der Vorteil des Mikrokanals gegenüber dem „großen“ Kanal besteht hierbei darin, dass aufgrund der kleineren Geometrie nicht über 1 m³ Reinigungsmittel vorgelegt werden muss, sondern ca. 20 l. Es werden Anschaffungs- und Entsorgungskosten der Reinigungslösung gespart und die Umweltbelastung gering gehalten.

Eine Skizze der Versuchsanordnung und der fertiggestellte Mikrokanal sind in Abbildung 4.15 bis Abbildung 4.17 zu sehen. Von einem Vorlagebehälter, der auch

beheizbar ist, strömt die Flüssigkeit aufgrund des hydrostatischen Drucks (konstanter Wasserspiegel) durch die Messzelle und einen nachgeschalteten Durchflussmesser. Der Ein- und Auslauf der Messzelle sind Düsen, die den Übergang von einem kreisförmigen Querschnitt zu einem rechteckigen (und umgekehrt) ermöglichen. Die Messstrecke ist 98 mm lang und besitzt eine Höhe von 2 mm und eine Breite von 10 mm. Der Aufbau beinhaltet einen Bypass, der über 3-Wege-Kugelhähne eingesetzt werden kann, um das Fluid während des Einstellens des gewünschten Volumenstroms nicht durch die Messzelle strömen zu lassen. Der Boden der Messzelle kann variiert werden, so dass entweder der gesamte Kanalboden die Testoberfläche darstellt oder ein Lochblech aus 2 mm starkem Edelstahl eingesetzt wird, dessen Ausfräsung dieselben Maße besitzt wie der „große“ Strömungskanal (s. Kap. 4.3.2). Der Kanalboden besitzt darüber hinaus Bohrungen im Abstand von 60 mm, zwischen welchen der Differenzdruck des Fluids gemessen und daraus die Wandschubspannung errechnet werden kann (Gleichung 4.5).

Nach der Messzelle strömt das Fluid durch den Durchflussmesser, welcher neben dem aktuellen Volumenstrom auch die Fluidtemperatur bestimmen kann. Über das Regulierventil am Ende der Messstrecke wird der Volumenstrom eingestellt.

Der Mikrokanal soll somit als ein Instrument dienen, in welchem auf schnelle und unkomplizierte Weise die optimale Reinigungsstrategie für unterschiedliche Material-Substrat-Kombinationen entwickelt werden können. Dieses Instrument ist nach dem Projekt als Dienstleistung für diejenigen Unternehmen besonders interessant, welche sich keine eigene Forschung leisten können, v.a. kmUs.

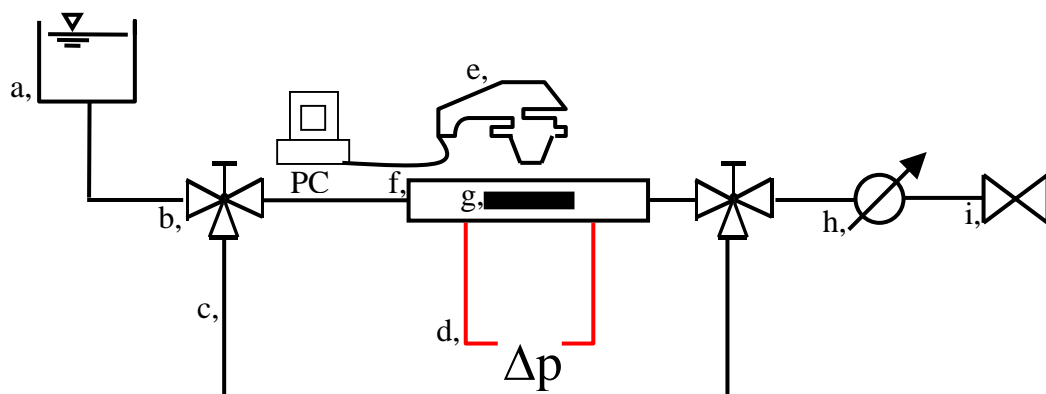


Abbildung 4.15: Schema des Mikrokanals (a, Vorlagebehälter; b, 3-Wege-Kugelhahn; c, Bypass; d, Differenzdruckmessung; e, Mikroskop; f, Messzelle; g, Oberflächen-Probe; h, Durchflussmessung; i Regulierventil)



Abbildung 4.16: Messzelle des Mikrokanals mit Zuströmdüsen

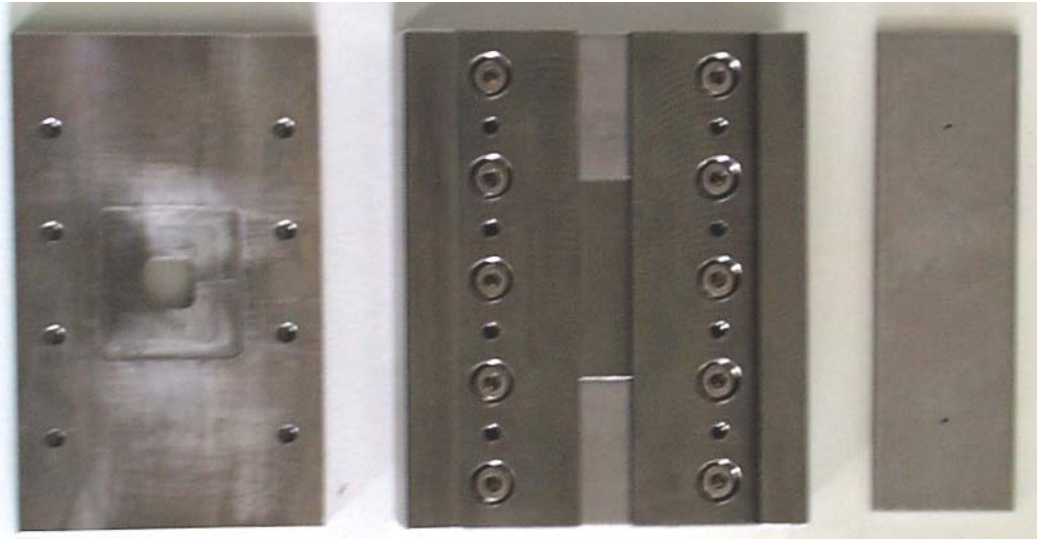


Abbildung 4.17: Offener Mikrokanal (links: Deckel, mitte: Mikrokanal mit eingelegter Oberflächenprobe, rechts: Bodenplatte mit Bohrungen zur Differenzdruckmessung)

4.4. Ergebnisse

4.4.1. Einfluss der Reinigungsdauer

Mit der Variation der Reinigungsdauer wurde das Ziel verfolgt, sicherzustellen, dass nach der gewählten Reinigungsdauer von $t = 2$ min keine weitere Partikelablösung stattfindet. Dazu wurden die Ablösungen im Zeitraum von $1 \text{ min} \leq t \leq 8 \text{ min}$ Auszählungen des Rückstandes durchgeführt.

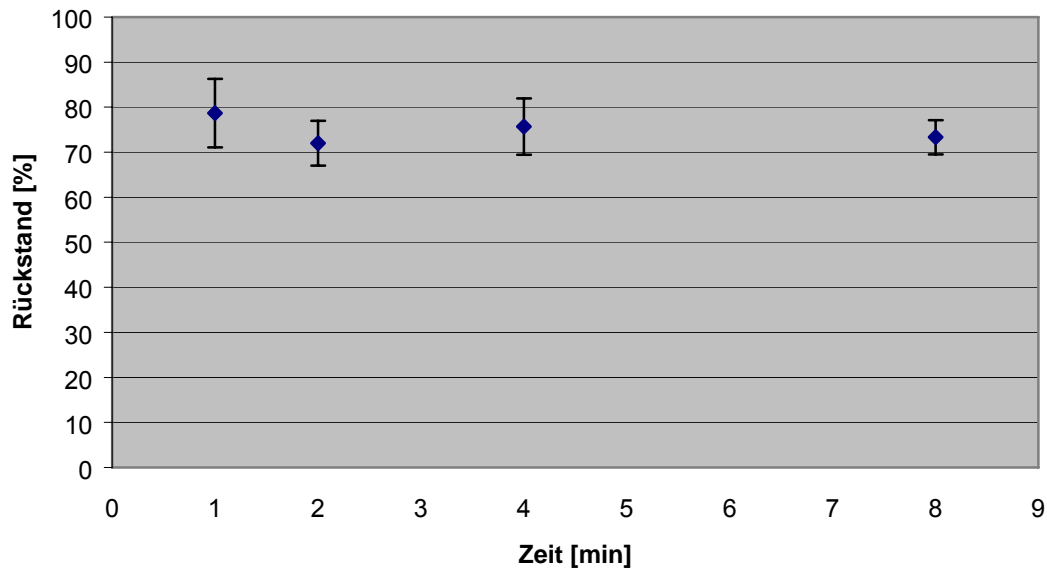


Abbildung 4.18: zeitlicher Verlauf des Rückstandes von Polystyrolpartikeln auf Edelstahl K 240 bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,35 m/s

Die Ergebnisse dienen somit als Beweis, dass nach der gewählten Reinigungsdauer von 2 min keine weitere Verbesserung des Reinigungsergebnisses mehr zu erwarten ist und die gemessenen Trennkräfte somit auch zeitlich konstant sind. Diese Ergebnisse sollen nicht aussagen, dass in anderen Systemen jede weitere Reinigung sinnlos ist, die länger als 2 Minuten abläuft, da bei Reinigungsprozeduren, die z.B. auf Diffusionsvorgänge angewiesen sind, die Zeit eine wichtige Größe ausmachen kann.

4.4.2. Analyse des Einflusses der Oberflächenrauheit

Die Untersuchungen, die den Einfluss der Oberflächenrauheit auf die Haftkräfte der Partikeln analysieren, wurden an Oberflächen aus Edelstahl durchgeführt. Diese wurden mit unterschiedlichen Korngrößen geschliffen und teilweise ebenfalls elektropoliert. Es ist die Bandbreite der Rauheit $0,15 \mu\text{m} < R_a < 2 \mu\text{m}$ getestet worden, in welcher nach Gleichung 4.2 eine direkte Abhängigkeit zwischen Rauheit und Haftkraft besteht (Abbildung 4.1). Zusätzlich wurde eine Oberflächenprobe mit sehr großer Rauheit $R_a \approx 6 \mu\text{m}$ untersucht, bei welcher sich kein unterschiedliches Ergebnis ergeben hatte. Da der Bereich $2 \mu\text{m} < R_a < 6 \mu\text{m}$ jedoch nicht untersucht wurde, wird auf dieses Ergebnis nicht näher eingegangen.

Die im Mikrokanal gemessenen Trennkräfte und deren Auswertung sind in Abbildung 4.19 und Abbildung 4.20 dargestellt.

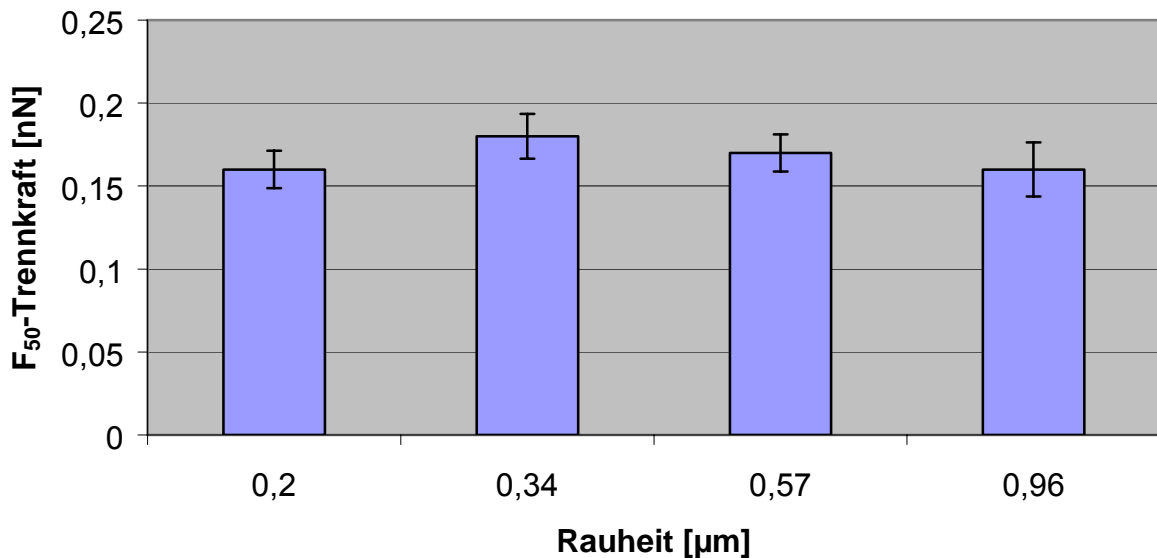


Abbildung 4.19: Auswirkung der Rauheit auf die gemessenen F_{50} -Trennkräfte zwischen Hefezellen und Edelstahl

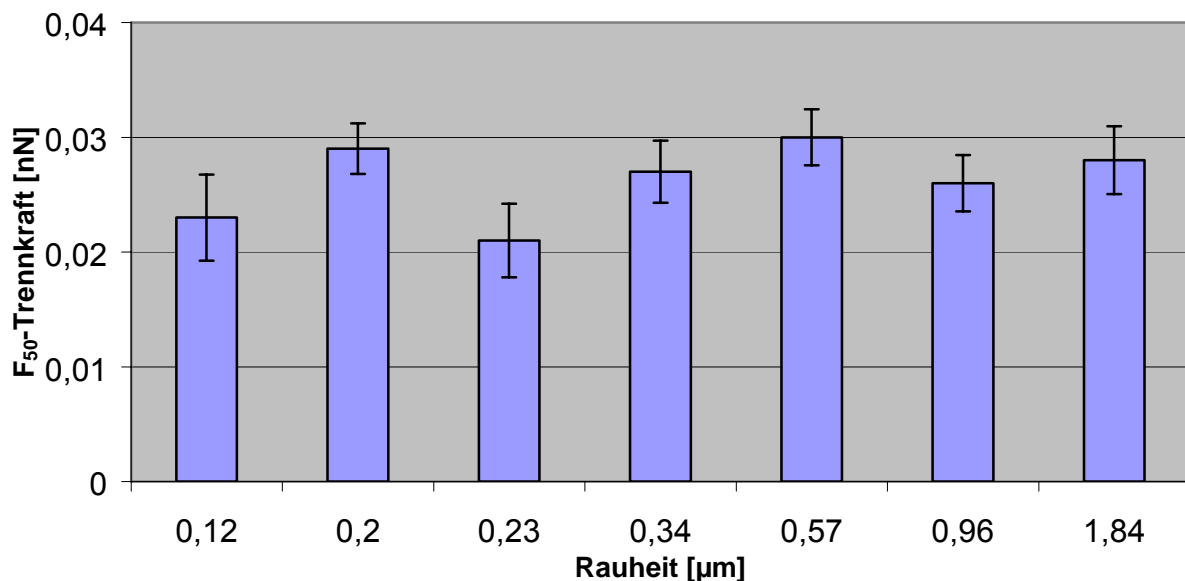


Abbildung 4.20: Vergleich der F_{50} -Trennkräfte von Polystyrolpartikeln auf Edelstahloberflächen unterschiedlicher Rauheit

Es ist sowohl mit Hefezellen als auch mit Polystyrolpartikeln keine Abhängigkeit zwischen der Rauheit und den ermittelten Trennkraften festgestellt worden. Dies wird sowohl durch die Messungen im Strömungskanal als auch durch die Versuche mit der Zentrifuge bestätigt.

Um die Ablösung von nichtkugeligen Partikeln zu bestimmen und die Auswirkungen, die dabei die Oberflächenrauheit spielen kann, zu untersuchen, wurden ebenfalls Versuche mit stäbchenförmigen E.Coli-Bakterien durchgeführt. Auch bei dieser Kombination von Haftpartnern und den geänderten Versuchsbedingungen durch das

antrocknen der Bakterien, hat sich kein signifikanter Einfluss der Rauheit ergeben (Abbildung 4.21).

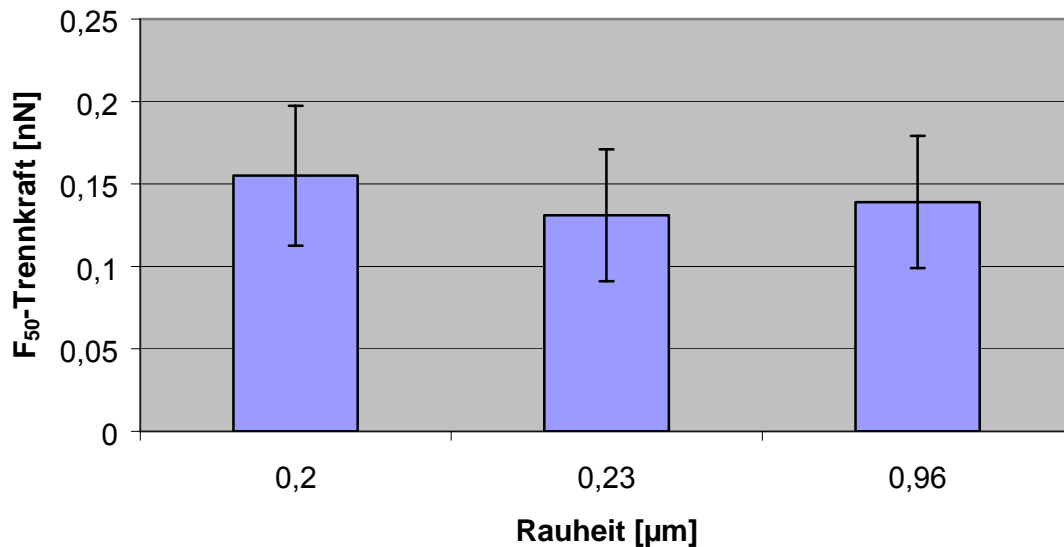


Abbildung 4.21: Einfluss der Rauheit auf die Ablösung von stäbchenförmigen E.Coli

4.4.3. Auswirkung der Oberflächenenergie der Materialoberflächen auf die Haftkräfte

Die Oberflächenenergie konnte bei annähernd konstanter Rauheit der Oberfläche variiert werden (Abbildung 3.43 – 3.45), indem auf Edelstahlproben bestimmter Rauheit Schichten eines anderen Materials so dünn aufgetragen wurden, so dass sich die Rauheit nur geringfügig änderte. Die Rauheit der aufgetragenen Schichten aus DLC-ähnlichem amorphem Kohlenstoff (a:CH), der Nanofinish-Beschichtung und der aus hochenergetischem SiO_2 hergestellten Schichten wurde ebenfalls von der BAM kontrolliert. Die Ergebnisse aus den Messungen im Strömungskanal, die mit Polystyrolpartikeln durchgeführt wurden, sind in Abbildung 4.22 dargestellt. Ähnliche Ergebnisse ergaben sich bei den Untersuchungen mit Hefezellen (Abbildung 4.23).

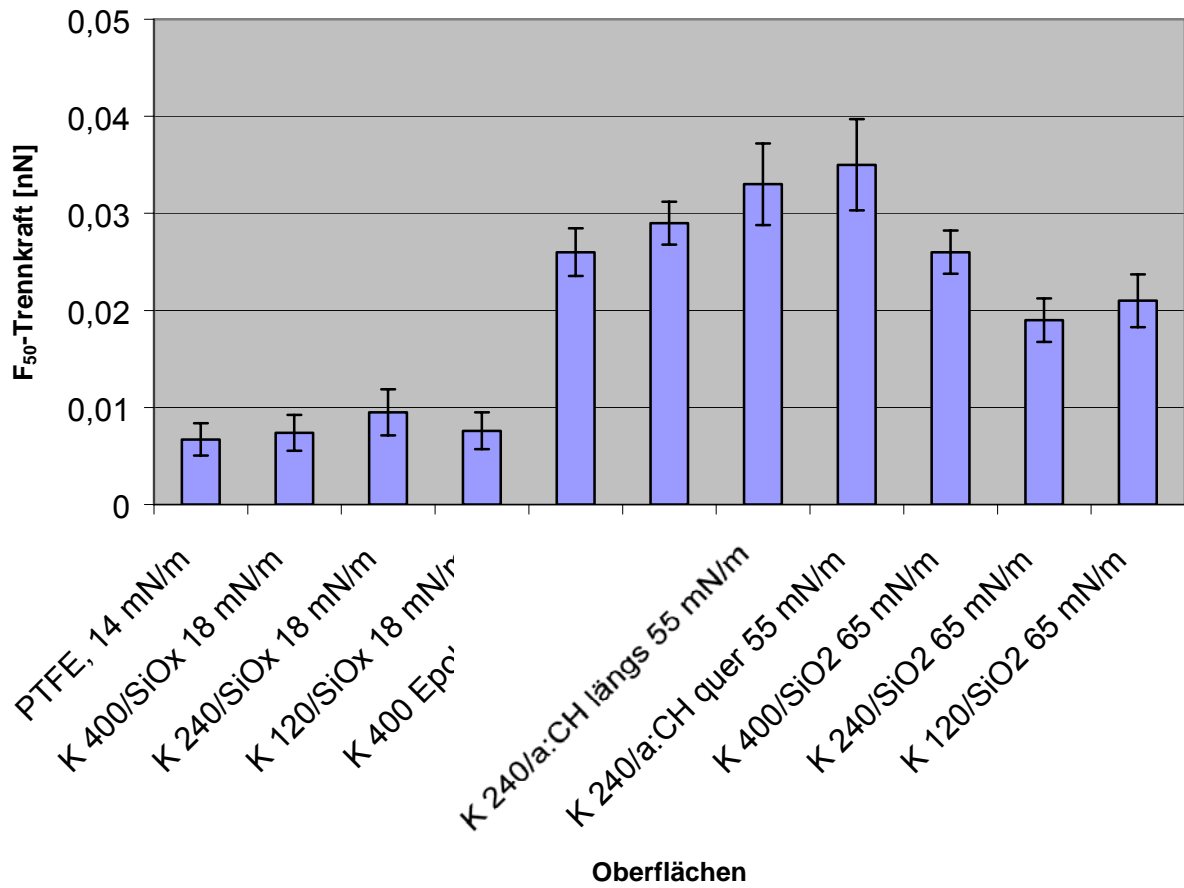


Abbildung 4.22: Vergleich der F₅₀-Trennkräfte bei unterschiedlicher Oberflächenenergie

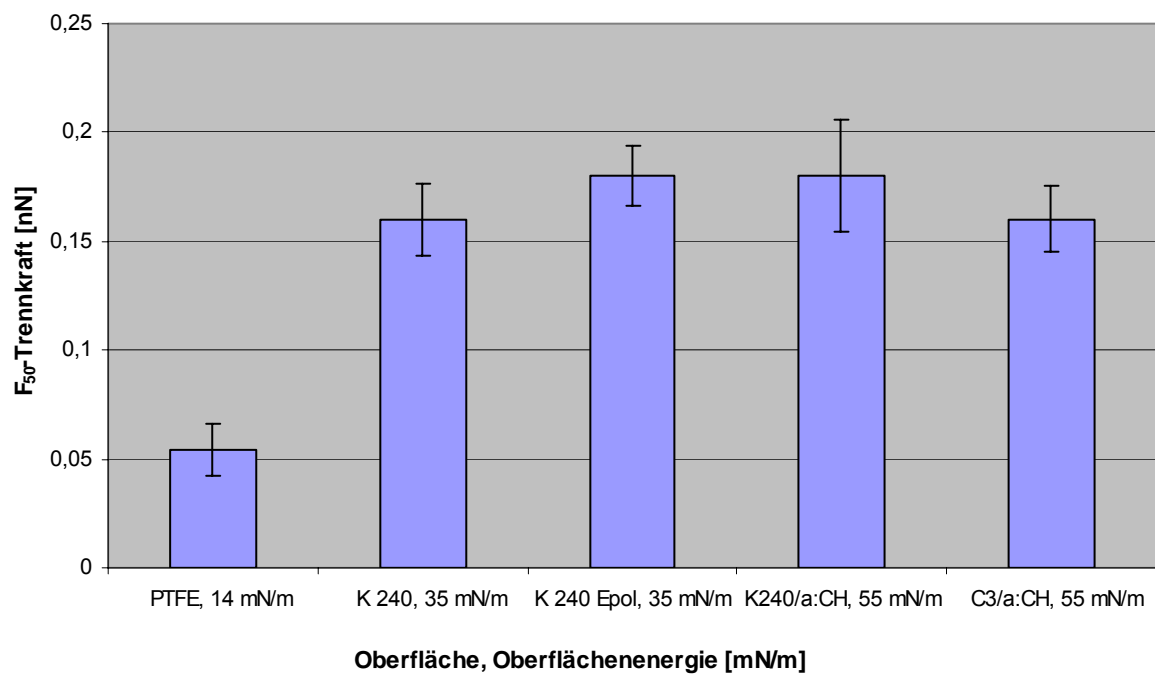


Abbildung 4.23: Analyse der Trennkkräfte von Hefezellen auf unterschiedlichen Materialien

4.4.4. Untersuchung der Schweißnähte

Die Abreinigungsergebnisse der Einzelpartikeln von den Schweißnähten ergeben, dass eine Schweißnaht keine Verschlechterung der Reinigung bedeuten muss (Abbildung 4.24 und

Abbildung 4.25). Die Nachbehandlung beschränkte sich auf Beizen ohne Nachpolitur. Die Diagramme zeigen die F_{50} -Werte in den jeweiligen Gebieten im Bereich der Schweißnaht. Die Kerbe der Laser-Schweißnaht, die in Strömungsrichtung vor der Schweißnaht liegt, weist höhere Trennkräfte auf, aber die erhaltenen F_{50} -Trennkräfte unterscheiden sich gering. Die ermittelten Trennkräfte an Laser- und WIG-Schweißnaht liegen ebenfalls in einem gleichen Wertebereich. Vergleicht man die Ablösung der Polystyrolpartikeln mit der Ablösung der Hefezellen, so ist das Ergebnis qualitativ gleich, lediglich die Beträge der F_{50} -Kräfte unterscheiden sich aufgrund der verschiedenen Partikeldurchmesser und Hamaker-Konstanten.

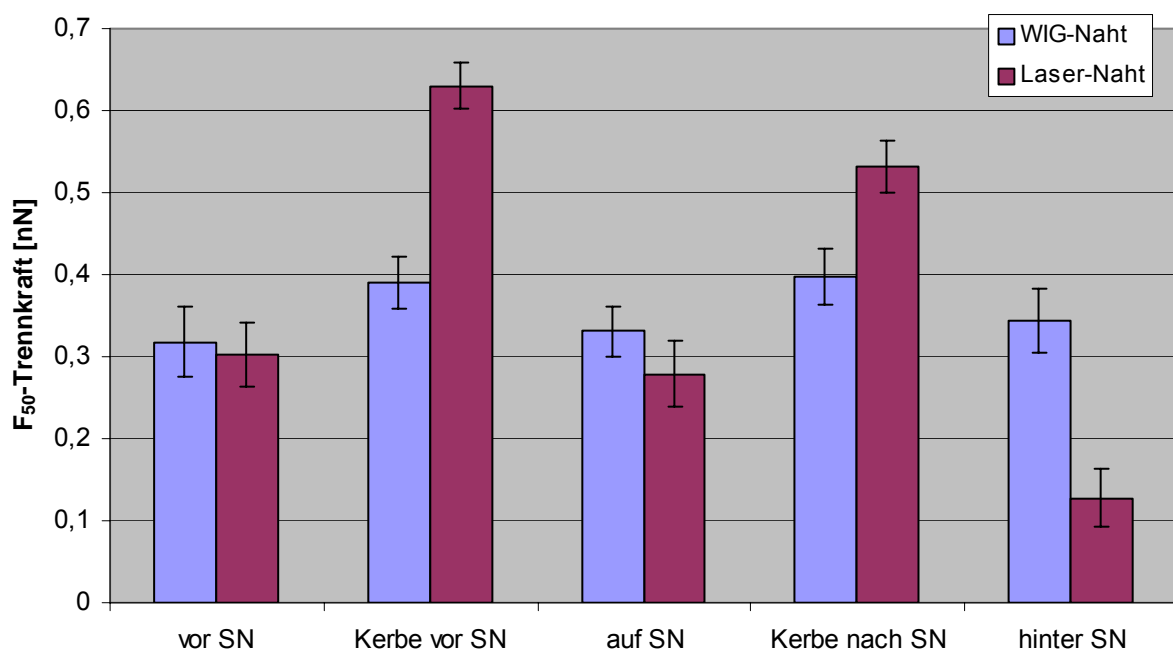


Abbildung 4.24: Vergleich der Reinigbarkeit der Hefezellen Von einer Laser- und einer WIG-Schweißnaht

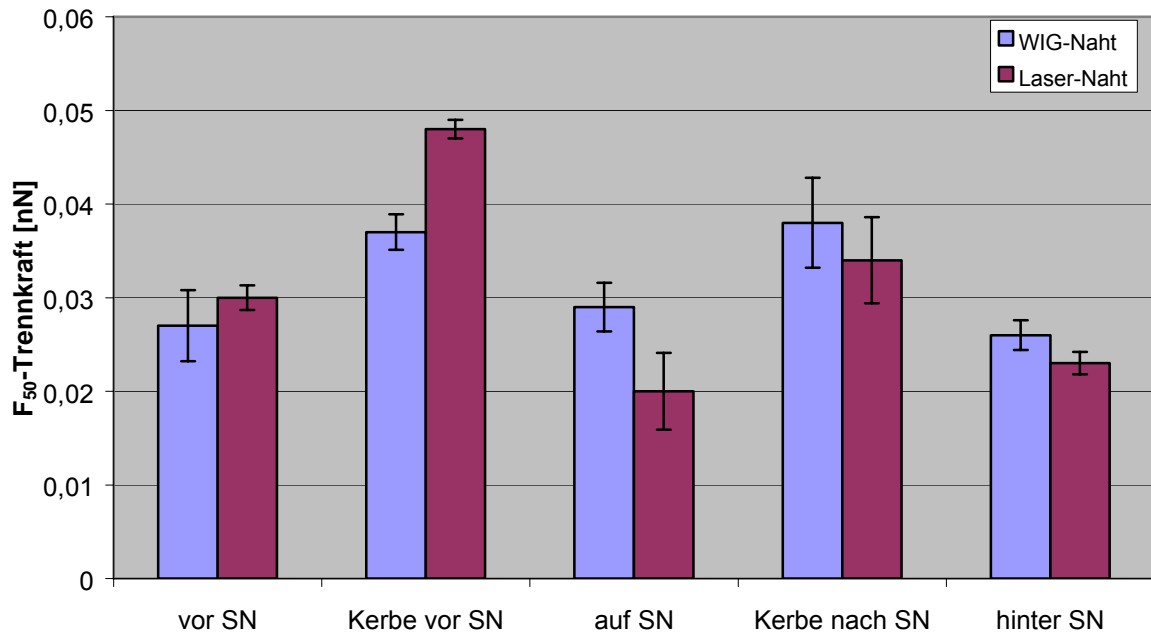


Abbildung 4.25: Reinigungsergebnis der Polystyrolpartikeln von einer Laser- und WIG-Schweißnaht

Die automatisch gefertigten Orbitalschweißnähte wurden an 1.4404 Edelstahlrohren mit einem Innendurchmesser von 25 mm angefertigt. Aufgrund der Krümmung konnten diese Rohre nicht in den Versuchsständen getestet werden. Diese Schweißnähte wurden in dem EHEDG-Teststand auf ihre Reinigbarkeit untersucht [4.18].

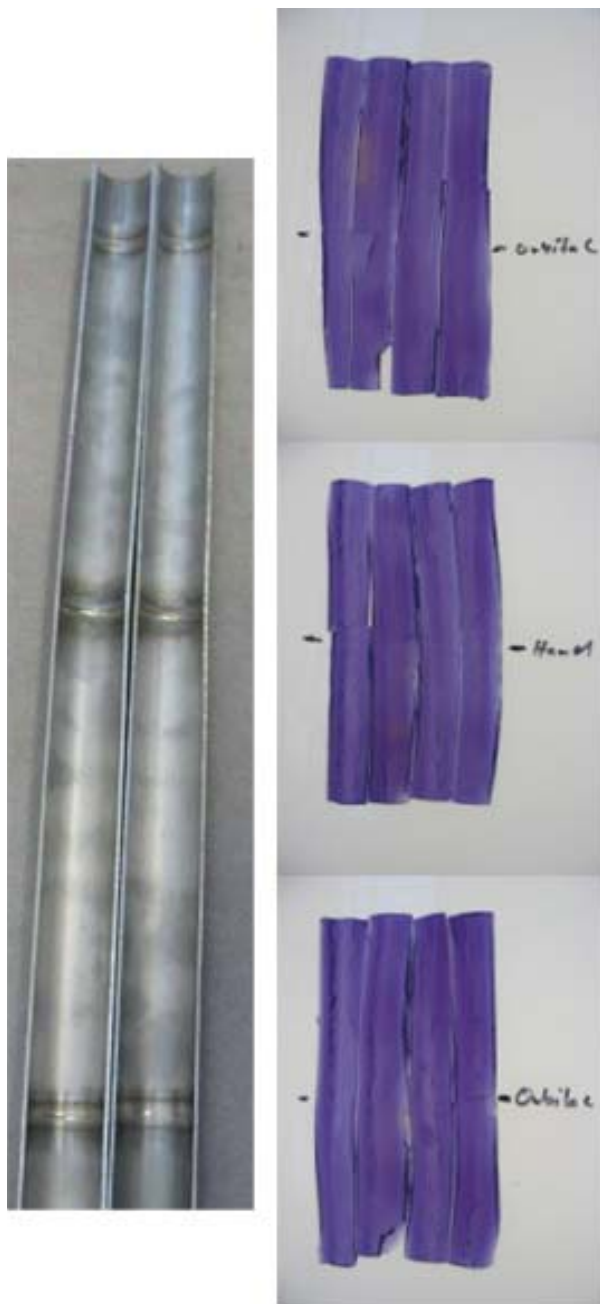


Abbildung 4.26: Ergebnis des EHEDG-Test für die Reinigung von automatisch gefertigten Orbitalweißnähten (oben und unten) und einer von Hand gefertigten WIG-Schweißnaht (mittlere Naht)

Der EHEDG-Test wird zur Detektion von Schwachstellen (Spalte, Vorsprünge etc.) und somit Zur Bewertung der Reinigbarkeit von Bauteilen (Pumpen, Dichtungen, Ventile, etc.) eingesetzt. Für den Test werden die Rohre kontrolliert verschmutzt (Sauermilch mit Sporen von *Bacillus Staerothermophilus*) und ebenfalls kontrolliert gereinigt. Nach der Reinigung bei ca. 1,5 m/s Strömungsgeschwindigkeit ist nach dem anschließenden Ausgießen mit Agar und der Bebrütung kein Rückstand von Sporen zu detektieren. Restliche Sporen in den Rohrstücken (Dreifachversuch) würden auskeimen und durch ihren Stoffwechsel einen Farbumschlag des Agars bewirken [4.18].

Abbildung 4.26 zeigt das aufgeschnittene Testrohr (Innenseiten) und den herausgelösten Agar. Vergleichend wurde zwischen den Orbitalweißnähten zusätzlich eine von Hand gefertigte WIG-Schweißnaht eingefügt. Die Abstände zwischen den Nähten betragen 22,5 cm und die Schweißnähte hatten keinerlei Nachbehandlung erfahren. Es ist bei keiner Schweißnaht und den angrenzenden Rohrbereichen eine Verfärbung des Agars detektiert worden, d.h. die Verschmutzung ließ sich rückstandsfrei abreinigen.

4.4.5. Haftkraftmessungen an den Oxidschichten bzw. beanspruchten Bauteilen

Die Untersuchungen auf Oberflächen, welche mit Anlauffarben bzw. Oxidschichten versehen sind, wurden in der Zentrifuge und mit dem AFM von dem Lehrstuhl für Feststoff- und Grenzflächenverfahrenstechnik an der Universität Erlangen-Nürnberg,

Prof. Peukert, durchgeführt. Für die AFM-Messungen wurden als Testpartikeln Polystyrolpartikeln verwendet, die einen größeren Durchmesser von $5\mu\text{m}$ besitzen, damit ein kontrolliertes Anbringen an der Cantileverspitze gewährleistet werden konnte.

Es wurden Oxidschichten verwendet, die beim WIG-Schweißen entstehen und die in Säure- und Laugetanks gebildet wurden. Die Ergebnisse aus den Zentrifugenmessungen an der Oxidschicht, die durch das Schweißen hervorgerufen wurden, und vergleichend an den unbeeinflussten K 240 Edelstahloberflächen (geschliffen, geschliffen+elektropoliert) sind in Abbildung 4.27 dargestellt. Vergleichend zeigt Abbildung 4.28 die Ergebnisse der AFM-Messungen, die zusätzlich nach den Farben der Oxidschichten aufgeteilt sind.

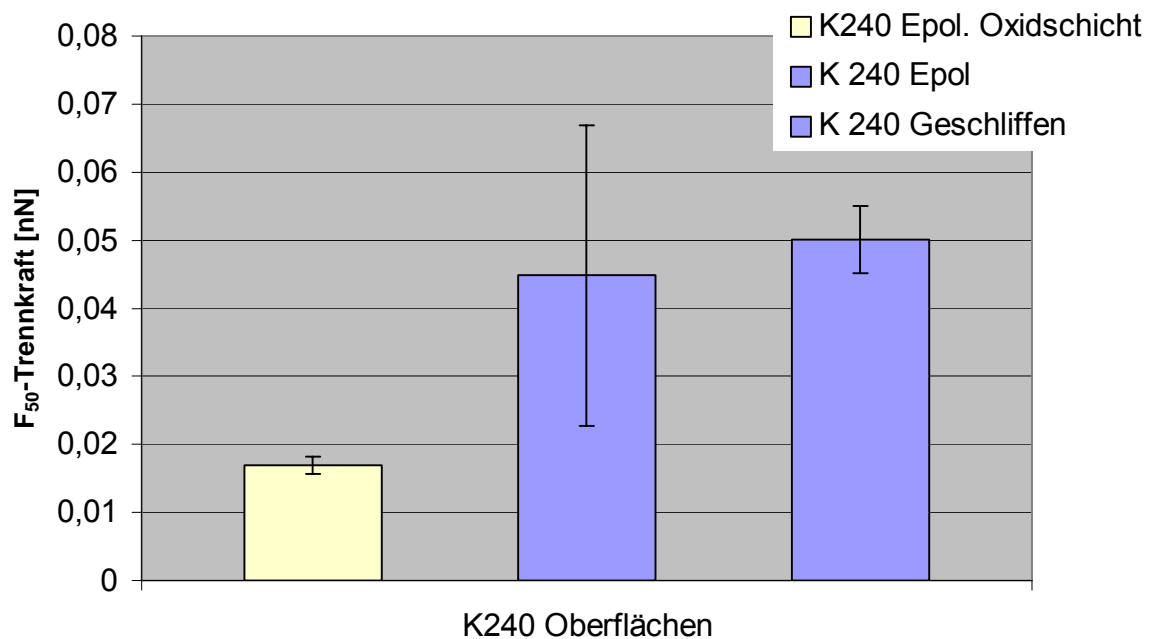


Abbildung 4.27: Ablösung von Hefezellen mittels Zentrifugenmethode von der Oxidschicht und der Originaloberfläche

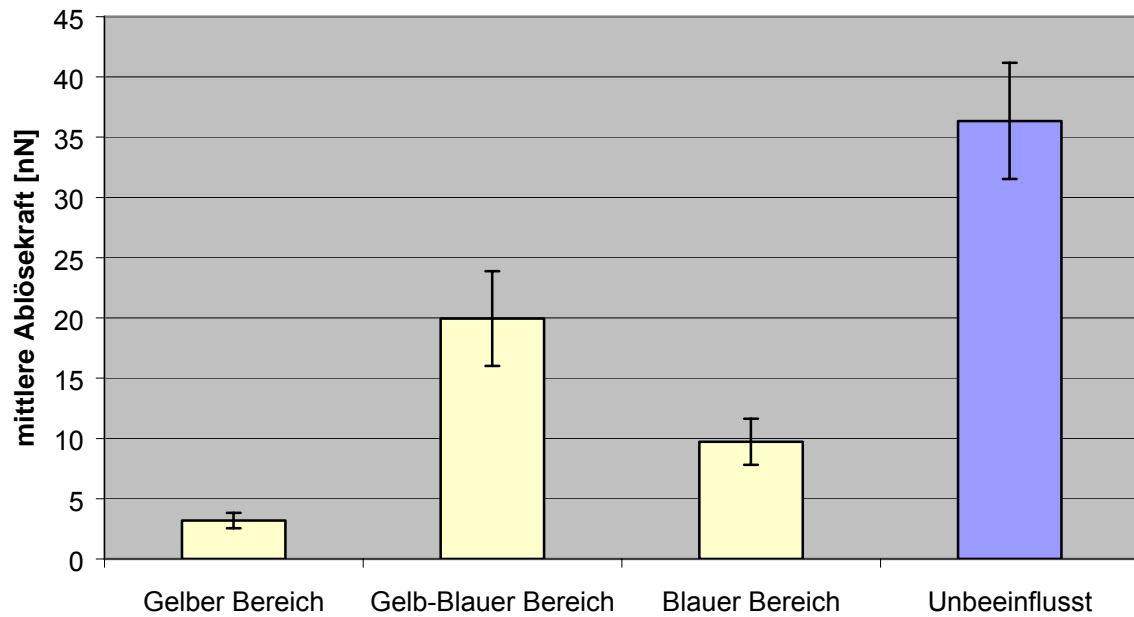


Abbildung 4.28: Ergebnisse der AFM-Messungen mit 5 μm -Polystyrolpartikeln auf Edelstahl-Oxidschichten und der unbeeinflussten Oberfläche

Die Untersuchungen an den Innenseiten eines Laugetanks und eines Säuretanks wurden ebenfalls in der Zentrifuge durchgeführt. Dabei wurden als Testpartikel sowohl Hefezellen als auch **Polystyrolpartikeln** verwendet, die in reinem Leitungswasser abgelöst worden sind. Die Nomenklatur der einzelnen Proben aus dem Säuretank wurde bereits in Kapitel 3.5.2 erklärt. Abbildung 4.29 zeigt die Ergebnisse der Messungen, durch welche Hefezellen in Wasser von den Säuretankproben normal zur Oberfläche mit der Zentrifugenmethode abgereinigt wurden.

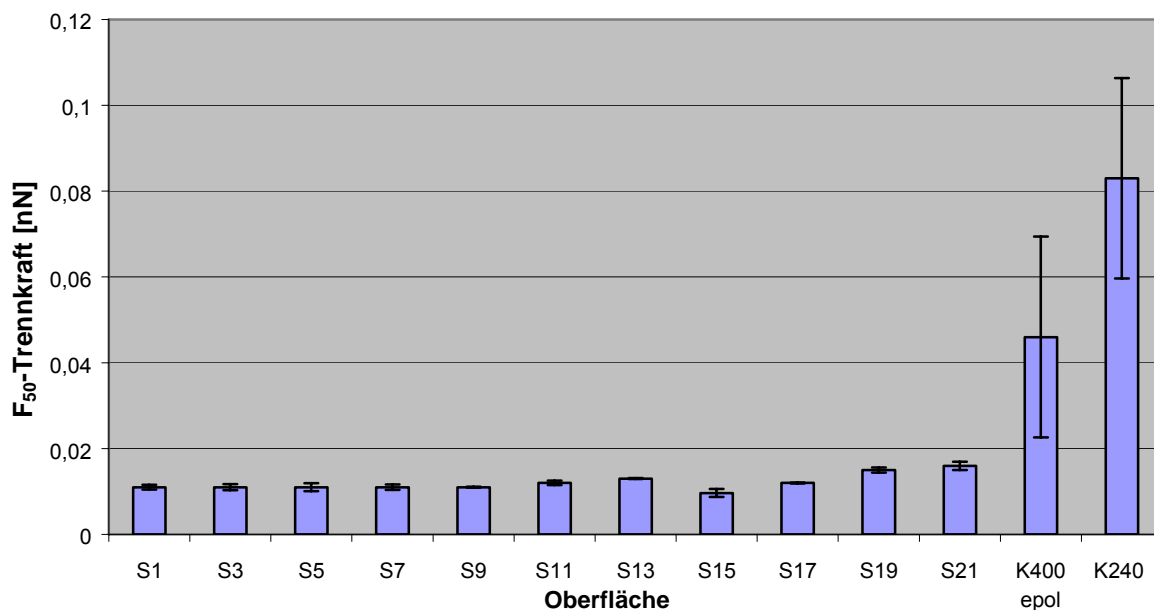


Abbildung 4.29: Ablösung von Hefezellen von der Innenseite eines Säuretanks und von unbeanspruchten Edelstählen (K240, K400 epol)

Mit dem Laugetank, der ebenfalls von der Fa. Boehringer für Messungen zur Verfügung gestellt wurde, konnten keine Ergebnisse erzielt werden, da auf der Oberfläche keine Partikel angehaftet sind. Sowohl Hefezellen als auch Polystyrolpartikeln sind nach der Sedimentationszeit nicht fest angehaftet gewesen, so dass bereits nach dem Abschwenken des Sedimentationsschlammes kein Partikel mehr auf der Oberfläche gefunden werden konnte.

4.4.6. Untersuchungen an modellierten Kratzern und Spalten

Die Auswertung der Abreinigung der scharfkantigen Vertiefung konnte aufgrund der zu hohen Besiedelungsdichte nur qualitativ durchgeführt werden. Die Bilder in Abbildung 4.30 zeigen die Abnahme der sich in der Vertiefung befindenden fluoreszierenden Partikeln in Abhängigkeit der herrschenden Strömungsgeschwindigkeit. Bei einer Wassergeschwindigkeit von 1,58 m/s, bei welcher die entsprechende ungestörte Oberfläche bereits komplett abgereinigt ist, sind am Boden der Vertiefung noch ca. 40 % der Fläche besiedelt.

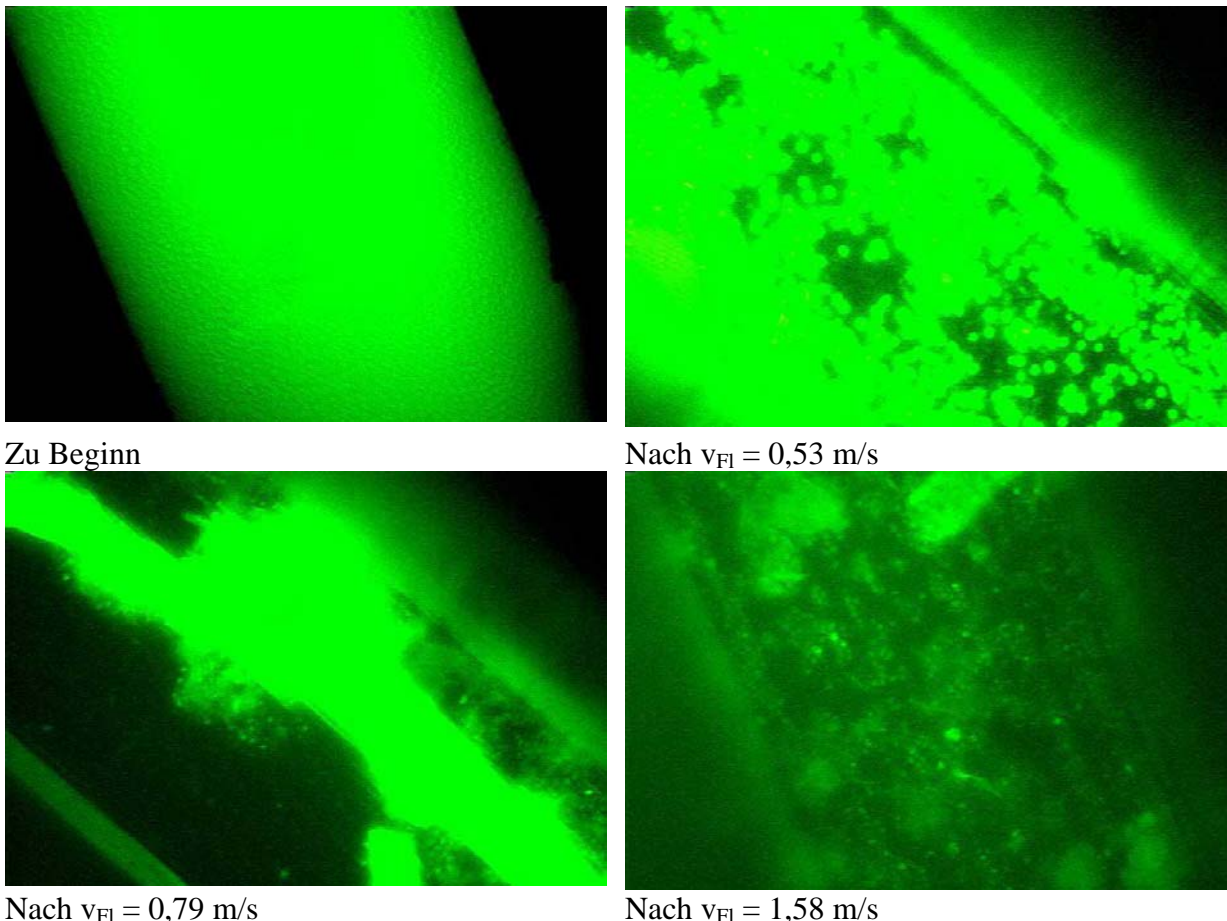


Abbildung 4.30: Rückstand der Polystyrolpartikel in einer scharfkantigen Vertiefung in Abhängigkeit der Wassergeschwindigkeit

4.4.7. Einflüsse der Reinigungsmittelparameter

Abbildung 4.31 zeigt den Einfluss von ausgewählten pH-Werten, die bei der Reinigung von Polystyrolpartikeln mit Phosphorsäure (pH = 1,3) bzw. Natronlauge

(pH = 12,8) und Leitungswasser eingestellt wurden. Zusätzlich ist die Abhängigkeit der Partikelablösung von der Temperatur des Reinigungsmediums dargestellt (Abbildung 4.32). Der Reinigungserfolg nimmt mit gesteigerter Temperatur zu, sowie mit Veränderung des pH-Wertes.

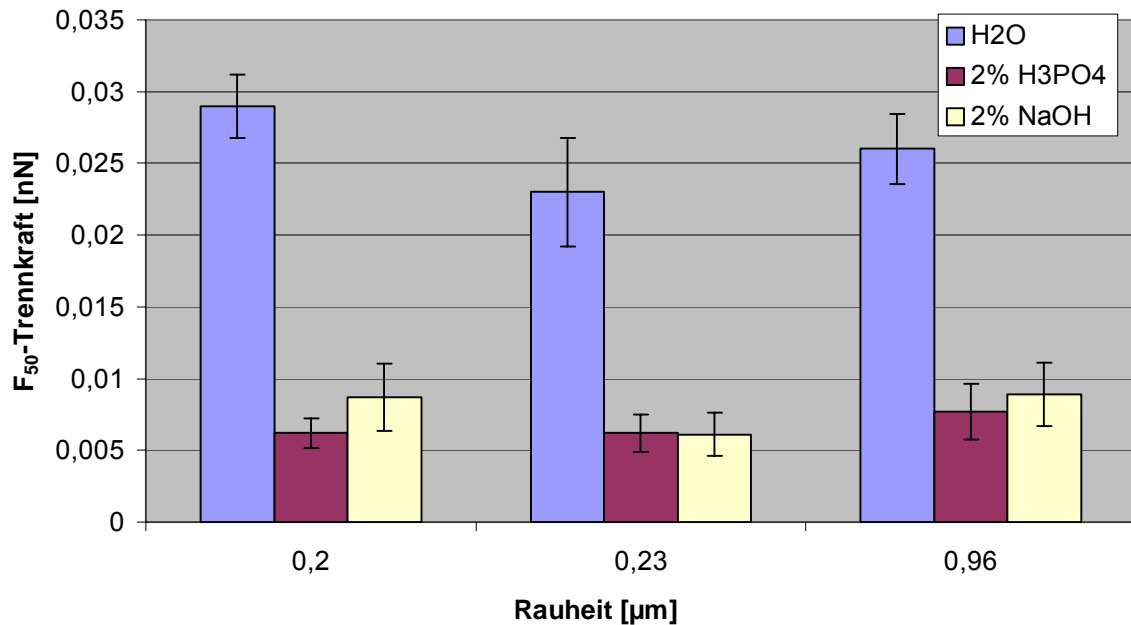


Abbildung 4.31: Abhängigkeit der F_{50} -Kraft von Polystyrolpartikeln (1,18 μm) von der Oberflächrauheit und der Zusammensetzung der Reinigungsflüssigkeit

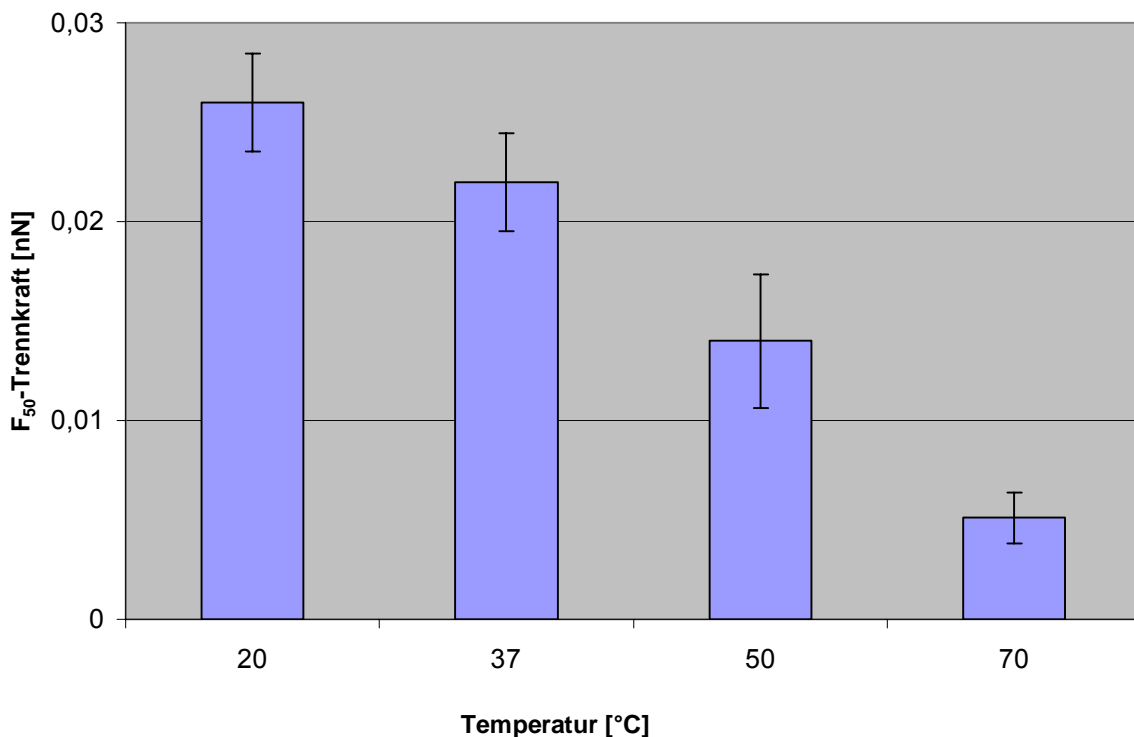


Abbildung 4.32: Abhängigkeit der Ablösekraft von der Wassertemperatur (Polystyrolpartikel auf K240 Edelstahl)

Der Einfluss der Temperatur auf die Ablösung bei saurem (2 % H_3PO_4) und basischem (2 % NaOH) Reinigungsmittel ist in Abbildung 4.33 dargestellt. Die Erniedrigung der F_{50} -Trennkraft durch das Erwärmen des Reinigungsmittels auf 37°C bzw. 50°C entspricht prozentual der Erniedrigung bei reinem Leitungswasser (Abbildung 4.32). Daher ist es auch bei den Versuchen mit saurem und basischem Reinigungsmittel nicht auszuschließen, dass eine weitere Erwärmung auch eine weitere Reduktion der F_{50} -Trennkraft bewirkt. Diese Untersuchungen konnten aufgrund der Sicherheitsanforderungen, die an das Arbeiten mit heißer Säure und Lauge gestellt werden, nicht bei 70°C in den Untersuchungslaboratorien durchgeführt werden.

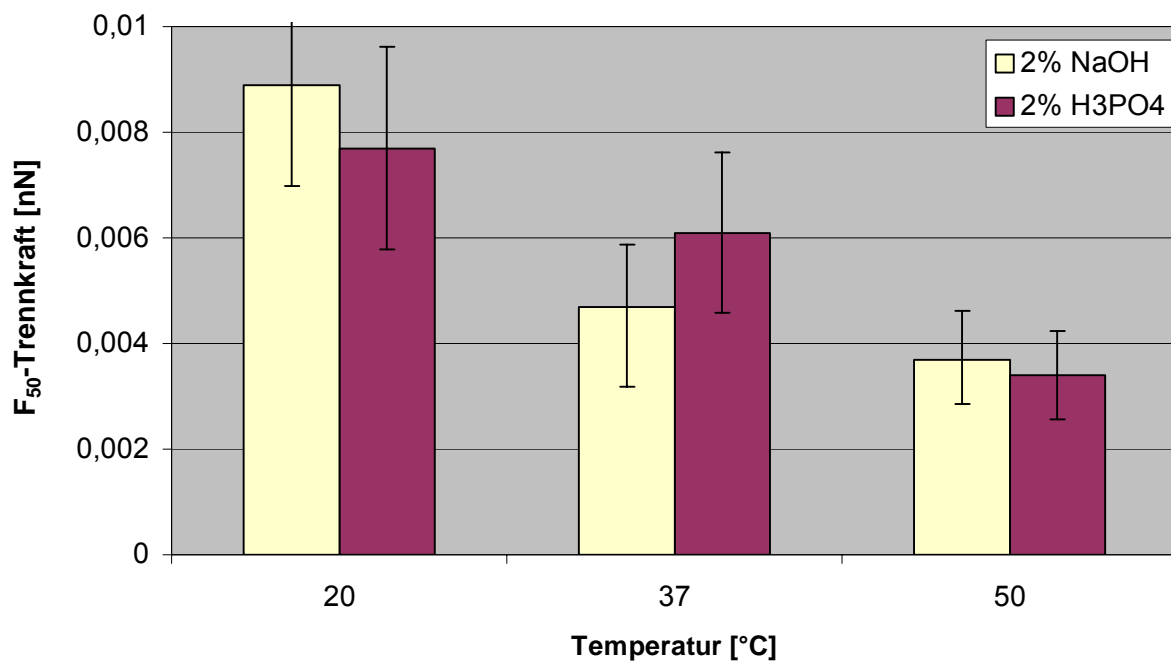


Abbildung 4.33: Einfluss der Temperatur auf die mittlere Ablösekraft bei der Reinigung von Polystyrolpartikeln von K240 Edelstahl mit saurem und alkalischem Medium

Der Einfluss der Reinigungsmittelparameter, die eine Verminderung der F_{50} -Trennkraft bewirkten, wurde anschließend an Edelstahloberflächen mit unterschiedlicher Rauheit untersucht, um auch unter diesen Bedingungen die Auswirkungen der Rauheit zu bestimmen. In Abbildung 4.34 sind die Untersuchungsergebnisse mit erhitzter Lauge und Säure für drei ausgewählte R_a -Werte aufgetragen.

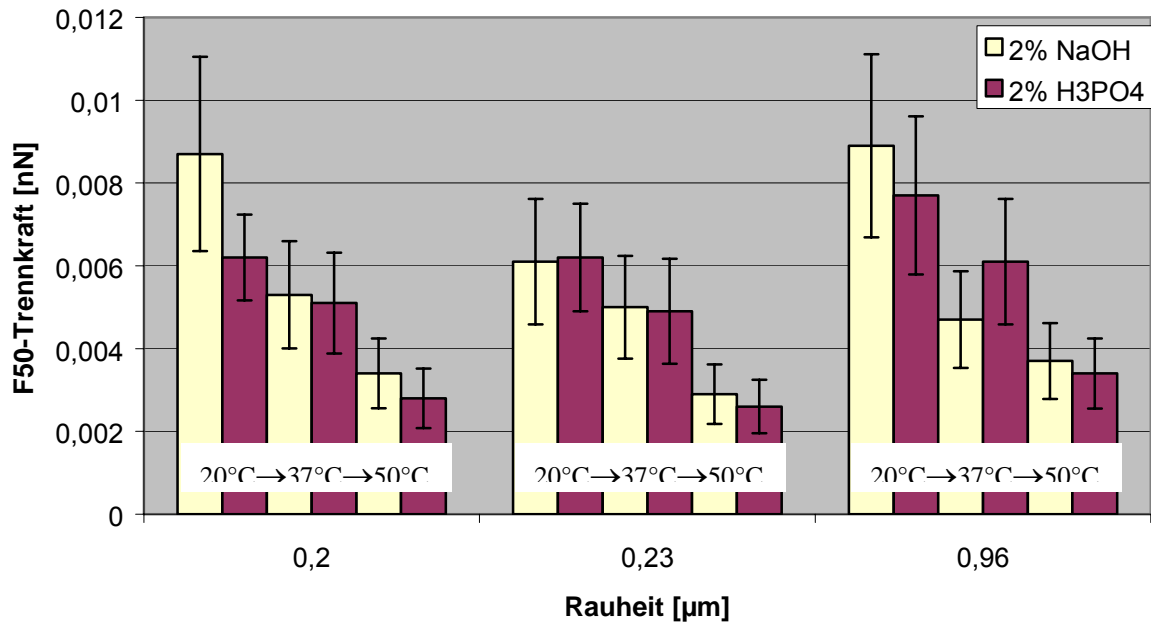


Abbildung 4.34: Abhängigkeit der F_{50} -Trennkraft von der Temperatur bei unterschiedlichen R_a -Werten

Da Tenside in vielen Reinigungsmitteln eingesetzt werden, ist die Untersuchung des Reinigungseffektes einer reinen Tensidlösung Teil der Experimente. Durch das Verwenden des Tensids wurde eine ähnliche Reduktion der Trennkraften erlangt wie durch die Variation des pH-Wertes (Abbildung 4.35). Die verwendeten Oberflächen wurden durch Tensidanlagerungen nicht nachhaltig verändert und wiesen nach einer Reinigung mit Industrialkohol wieder die „vorherige“ Reinigbarkeit auf. Sie konnten nach dem Einsatz bei den Tensid-Experimenten wieder für weitere Versuche herangezogen werden.

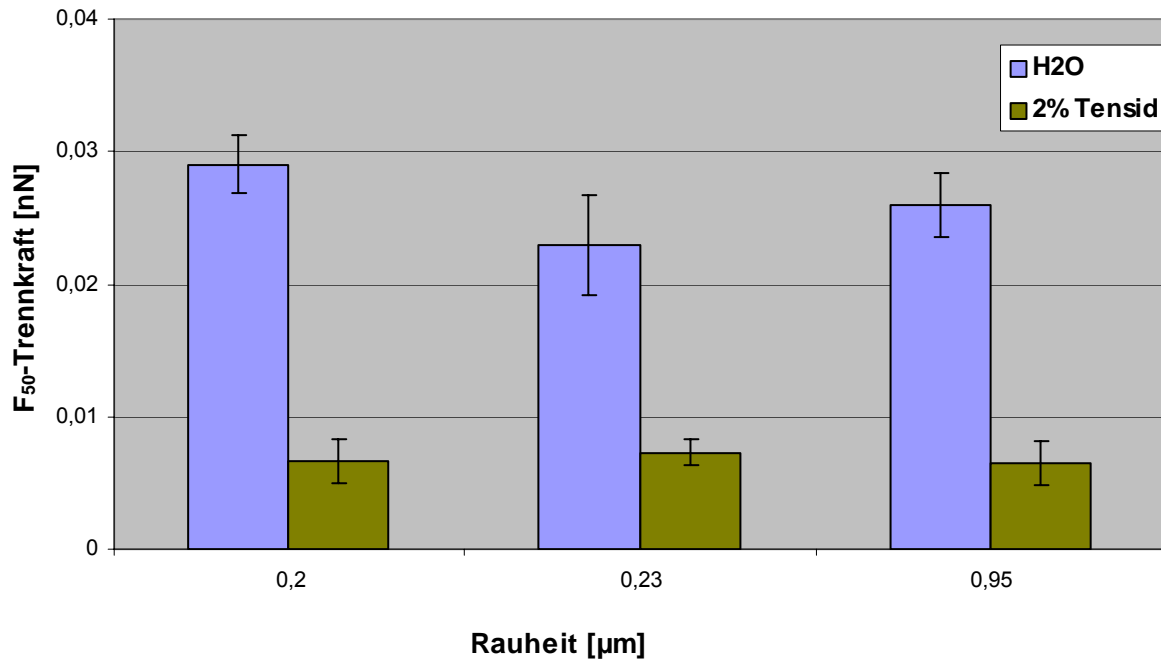


Abbildung 4.35: Tensideinfluss auf die Reinigung in Abhängigkeit der Oberflächenrauheit

4.5. Diskussion

4.5.1 Einfluss der Oberflächenrauheit

Aus den zahlreichen Ergebnissen zur Untersuchung des Rauheitseinflusses mit Hefezellen, Polystyrolpartikeln und E.Coli-Bakterien (Abbildung 4.19 - Abbildung 4.21) wurde deutlich, dass bei den getesteten Kontaktkombinationen keine Abhängigkeit der Partikelablösung von der Rauheit gegeben ist. Dies ist ein sehr verwunderliches Ergebnis, welches aber unter den Vorzeichen der Versuchsbedingungen (Rauheitbereich $0,15 \mu\text{m} < R_a < 2 \mu\text{m}$, $d_{\text{Partikel}} \geq R_a$) gesehen werden muss. Der Grund für diese Resultate kann darin liegen, dass die Rauheit, mit der ein Partikel auf der Oberfläche in Kontakt ist, sich stark von derjenigen unterscheidet, die durch die bisherigen Rauheitswerte (R_a , R_q ,...) ausgedrückt werden bzw. die durch die bisherigen Verfahren gemessen werden können. Dies wäre der Fall, wenn eine Nano-Rauheit die messbare Mikro-Rauheit bei den untersuchten Oberflächen überlagern würde.

Eine anderer Erklärungsansatz ist, dass bei der Untersuchung der Trennkräfte von Partikeln auf realen Oberflächen eine Vielzahl von Kontaktvarianten existiert, die eine breite Verteilung an Haftkräften bedeutet. Dies ist auch aus den Verläufen der einzelnen Rückstandsmessungen zu ersehen. In Abbildung 4.36 ist exemplarisch für alle Messergebnisse die lineare Abnahme des Rückstandes über die Trennkraft aufgetragen.

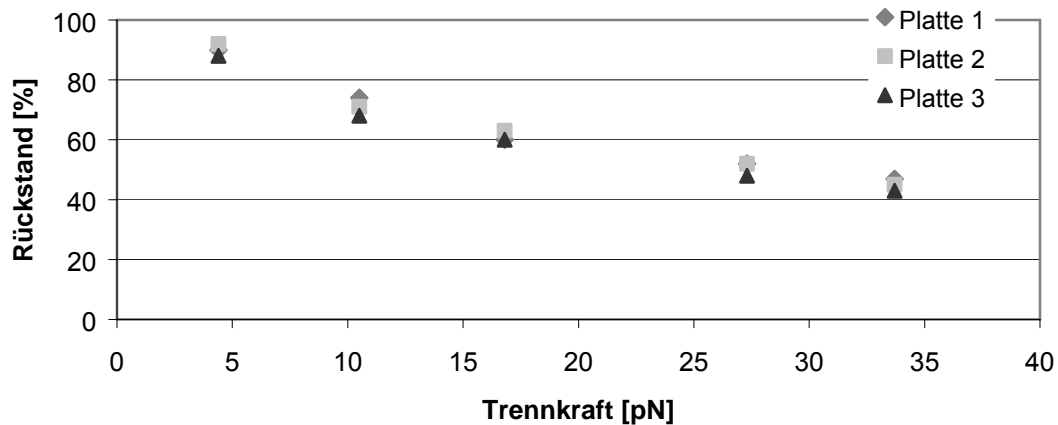


Abbildung 4.36: Darstellung der Messergebnisse bei den Rückstandsmessungen

Es ist deutlich zu sehen, dass keine einzelne Haftkraft für eine Oberfläche mit einem bestimmten R_a -Wert überwunden wird, bei welcher sich die Partikeln zum größten Teil ablösen (theoretische Haftkraft). Stattdessen wird eine breite Trennkraftverteilung gemessen. Der Grund dafür kann in der bereits genannten Vielzahl von Kontaktvarianten liegen. Zur Erläuterung sind in Abbildung 4.37 die van der Waals Kräfte für die Extremfälle einer sehr schmalen, nadelförmigen Rauheit und einer breiten, zylindrischen Rauheit gleichen R_a -wertes berechnet. Zusätzlich sind die Verläufe für die Van der Waals Kräfte für das Kugel-Platte-Modell (Gleichung 4.1) und das modifizierte Rabinovich-Modell (Gleichung 4.2) eingetragen.

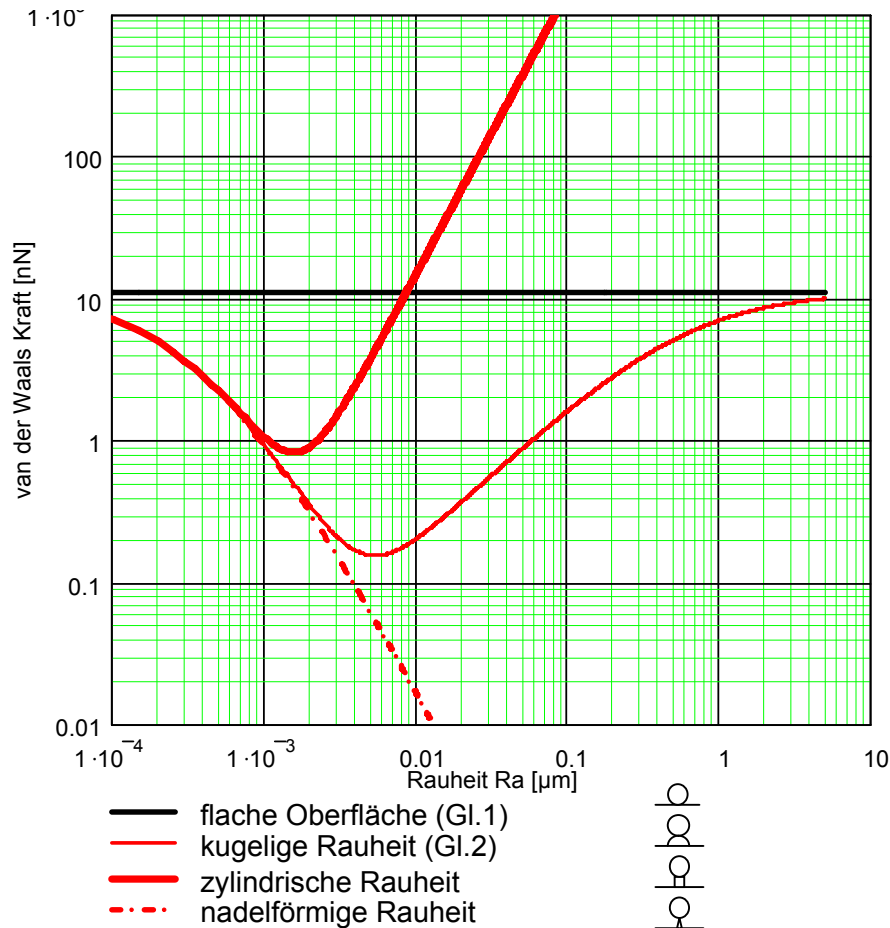


Abbildung 4.37: Theoretische Auswirkung der Rauheits-Struktur auf die van der Waals Kräfte (hier: Polystyrolpartikel auf Edelstahl in Wasser)

Abbildung 4.37 zeigt, dass in dem Bereich technischer Rauheiten $R_a > 0,1 \mu\text{m}$ die theoretischen Haftkräften bei einem R_a -Wert sich um mindestens einen Faktor von 10^6 unterscheiden können, je nach Rauheits-Struktur. Dieser Einfluss überdeckt somit die Unterschiede, die z.B. eine Oberfläche mit $R_a = 0,2 \mu\text{m}$ gegenüber einer Oberfläche mit $R_a = 2 \mu\text{m}$ mit sich bringt. Dies kann der Grund sein, warum in dem experimentellen Variationsbereich des R_a -Wertes stets die annähernd gleiche F_{50} -Trennkraft gemessen wird und die Haftung der Partikeln nicht von der Rauheit bzw. der unterschiedlichen Bearbeitung des Werkstoffes abhängt.

4.5.2 Einfluss des Oberflächenmaterials

Da unterschiedliche Materialien unterschiedliche Oberflächenenergien besitzen, wird sich je nach Oberfläche eine andere Hamakerkonstante für das Adhäsionsmodell ergeben, welche theoretisch direkt die Haftkräfte der Partikeln beeinflusst (Gleichung 4.1, 4.2). Abbildung 4.38 zeigt die Änderung der van der Waals Kraft in Abhängigkeit von der Oberflächenenergie des Wandmaterials. Die Berechnung wurde für Polystyrolpartikeln in wässrigem Milieu mit dem Rabinovich-Ansatz (Gleichung 4.2) durchgeführt.

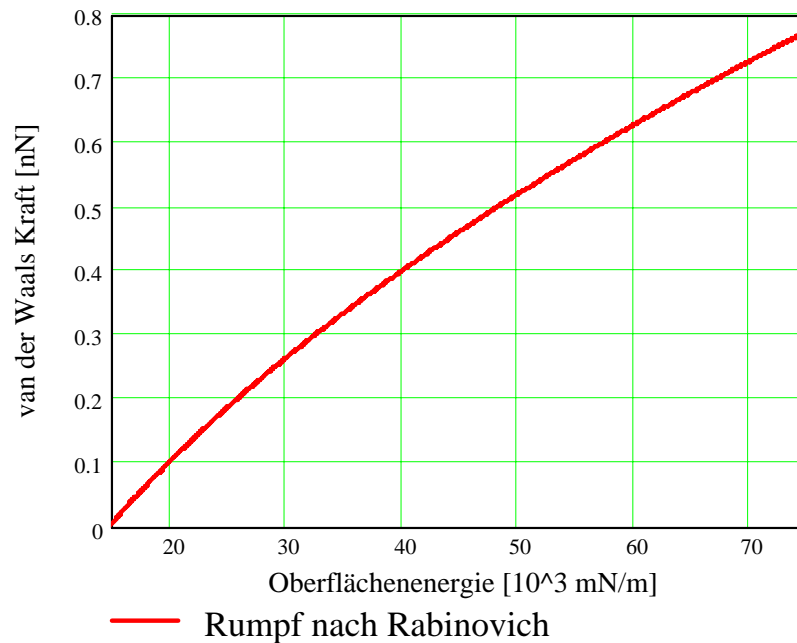


Abbildung 4.38: Abhängigkeit der Haftkraft (Rumpf-Model nach Rabinovich) von der Oberflächenenergie des Materials

Die Messergebnisse aus den Versuchen, die mit Polystyrolpartikeln durchgeführt wurden (Abbildung 4.22), zeigen, dass die niederenergetischen Oberflächen (Siliziumoxid-Beschichtungen, PTFE) trotz ihrer ähnlichen Oberflächenrauheit signifikant niedrigere F_{50} -Trennkräfte aufweisen als die höherenergetischen Edelstahl- und kohlenstoffbeschichteten Oberflächen (Faktor 3 – 5). Die Messungen mit Hefezellen (Abbildung 4.23) bestätigen diese Ergebnisse.

Die Untersuchungen mit Emaille-Oberflächen ergaben eine geringere mittlere Trennkraft als die Versuche mit den übrigen hochenergetischen Oberflächen. Die Emaille kann aber aufgrund ihrer Oberflächenrauheit nicht mit den übrigen Oberflächen verglichen werden.

4.5.3 Reinigbarkeitsuntersuchungen an Schweißnähten

Die Ergebnisse aus den Reinigungsversuchen mit den WIG-, Laser- und Orbitalschweißnähten (Abbildung 4.24 - Abbildung 4.26) zeigen deutlich, dass eine Schweißnaht nicht automatisch eine Problemzone bei der Reinigung darstellt. Bei der ortsabhängigen Aufgliederung des Rückstandes stellt die Kerbe vor der Laser-Schweißnaht zwar eine Stelle dar, an welcher höhere F_{50} -Trennkräfte aufgebracht werden müssen, dennoch ist der Unterschied zu den restlichen Stellen in der Größenordnung des Faktors 2. Der Grund für die schlechtere Reinigbarkeit der Kerbe bei der Laser-Naht liegt in deren Struktur, die zwar schmaler ist als eine WIG-Naht, dafür aber einen steileren Übergang zwischen dem flachen Bereich und der Naht besitzt. Auf der Seite hinter der Schweißnaht ist sogar eine leichte Verbesserung des Reinigungserfolges zu erkennen, was aus Verwirbelungen des Fluids resultieren dürfte.

Das Problem dieser Aussage ist, dass sie für die hier betrachteten Fälle gilt, in welchen die Schweißnähte nach dem derzeitigen Stand der Technik angefertigt wurden. Im Laufe des Forschungsprojektes wurden auch Schweißnähte erhalten, deren Wurzeldurchgang so groß war, dass keine Messung in einem der

Versuchsstände möglich gewesen ist. Bei diesen Schweißnähten wäre das Ergebnis eine starke Abhängigkeit des Reinigungserfolges von der Schweißnaht gewesen. Wie aber die Untersuchungen mit dem EHEDG-Test zeigen (Abbildung 4.26), ist eine „gut gefertigte“ WIG- und Orbital-Nähte ohne Nachbehandlung reinigbar.

4.5.4 Einfluss von Oxidschichten bzw. beanspruchten Oberflächen

Aus Abbildung 4.27 und Abbildung 4.28 wird ersichtlich, dass die Anlauffarben keinerlei negativen Einfluss auf die Partikeladhäsion ausüben bzw. die Anhaftung nicht verstärken. Es wurden sogar verringerte F_{50} -Trennkräfte an den verfärbten Bereichen gemessen (Faktor 2 – 8). Eine aufwendige Entfernung dieser Bereiche ist aus Adhäsions-Gründen nicht sinnvoll.

Die hohen Kräfte, die bei den AFM-Messungen erhalten wurden, sind durch den größeren Durchmesser der verwendeten Polystyrolpartikeln ($5\ \mu\text{m}$) bedingt. Bei den Untersuchungen der beanspruchten Oberflächenproben aus dem Säure- und Laugetank ergab sich, dass auch auf der Oberfläche des Säuretanks die Trennkräfte der verwendeten Hefezellen deutlich um einen Faktor 3 reduziert sind. Bei den Versuchen, die mit der Laugetank-Oberfläche durchgeführt wurden, war nicht einmal eine Belegung der Oberflächen möglich. Nach der Sedimentation der Partikeln auf die Oberfläche in dem Behälter wurden alle Partikeln durch die geringsten Scherkräfte (Abschwenken des Hefeschlammes) bereits von der Oberfläche entfernt, was darauf deutet, dass kein Partikel auf der Oberfläche fest angehaftet gewesen ist. Eine Vermutung, dass die Oberfläche eventuell mit Tensiden in Behührung gekommen sein könnte und deren Rückstände für die fehlende Adhäsion der Partikeln verantwortlich seien, haben sich insofern nicht bestätigt, da mit anderen Oberfläche untersucht wurde, ob die Adhäsion durch Tenside gesenkt werden kann. Da die Versuche keine veränderten Ergebnisse hervorbrachten, ist es wahrscheinlich, dass durch das Säubern der Oberflächen mit Ethanol vor dem Einlegen der Oberflächen in die Partikelsuspension die Rückstände entfernt werden. Der Grund für die fehlende Adhäsion auf die Laugetank-Oberflächen, kann in der hohen Konzentration an Sauerstoff liegen, der bei einer chemischen Analyse in der Oberfläche des Edelstahl gefunden wurde. Jedoch widerspricht diese erhöhte Sauerstoffkonzentration bei einem Laugebehälter dem bisherigen Stand des Wissens.

4.5.5 Reinigbarkeit von Kratzern und Spalten

Ebenso wie die Ausführung der Schweißnaht die Reinigbarkeit beeinflussen kann, sind die Abmessungen eines Kratzers oder eines Spaltes bestimmend. Vertiefungen, die im Größenbereich der Oberflächenrauheit liegen, sind als reinigbar zu deklarieren, was aus den Untersuchungen zum Einfluss der Rauheit deutlich wurde. Dagegen zeigt Abbildung 4.30, dass bei scharfkantigen Vertiefungen, deren Breiten und Tiefen Vielfache der Partikeldurchmesser betragen, sehr schlechte Reinigungsergebnisse resultieren. Aufgrund der zu hohen Rückstände bei den Ablösungsversuchen konnten die Aufnahmen von den Rückständen nicht ausgezählt werden, sondern es wurde das Ergebnis über die verbleibende verschmutzte Fläche ausgedrückt. Bei einer Fluidgeschwindigkeit von $1,58\ \text{m/s}$ ergab sich noch eine verschmutzte Fläche von ca. 40 %, wogegen bei diesen Strömungsgeschwindigkeiten unversehrte Oberflächen (im Strömungskanal) und Orbitalschweißnähte (im EHEDG-Test) rückstandsfrei gereinigt werden konnten.

4.5.6 Auswirkungen des Reinigungsmittels

Die größten Effekte auf die F_{50} -Trennkräfte wurden durch eine Veränderung des Reinigungsmittels. Im Vergleich zur Reinigung mit Leitungswasser konnte eine Reduktion dieser mittleren Ablösekraft bis zu einem Faktor 10 - 15 erreicht werden. Durch die Veränderung des pH-Wertes mit 2 % Phosphorsäure und 2 % Natronlauge sind deutlich verstärkte Ablösungen der Partikeln gemessen worden. Durch die Beigabe von 2 % Tensid zu dem Leitungswasser wurde eine ähnliche Reduktion (Faktor 3 – 5) wie durch Säure und Lauge erhalten (Abbildung 4.35). Die Temperaturerhöhung bei der sauren und alkalischen Reinigungslösung auf 50°C haben die Trennkräfte zusätzlich um ca. 50 - 70 % gesenkt. Die Temperaturerhöhung des reinen Leitungswassers auf 70°C ergab eine Verminderung der F_{50} -Trennkräfte um ca. 80 % (Abbildung 4.33). Bei den Versuchen mit Säure, Lauge und Tensid ergab sich ebenfalls keine Abhängigkeit des Reinigungserfolges von der Oberflächenrauheit (Abbildung 4.34).

4.6. Zusammenfassung und Ausblick

Ziel der Untersuchungen ist es gewesen, anhand der Ablösung von Einzelpartikeln die Auswirkungen verschiedener Parameter auf die aufzubringenden Trennkräfte zu untersuchen, um somit qualitativ die Reinigbarkeit von technischen Oberflächen zu charakterisieren. Die ausgewählten Parameter sind die Partikel (Größe, Material), die Werkstoffoberflächen (Rauheit R_a , Material bzw. Oberflächenenergie, Anisotropien) und das Reinigungsmittel (pH-Wert, Temperatur, Reinigungszeit, Tensidzugabe) gewesen. Dabei wurden bei den Bestimmungen der Einflüsse von Anisotropien Schweißnähte, Anlauffarben und scharfkantige Vertiefungen (Kratzer, Spalte) untersucht.

Bei den durchgeführten Messungen wurde kein Einfluss der Rauheit in dem Bereich $0,15 \mu\text{m} < R_a < 2 \mu\text{m}$ (erreicht durch unterschiedliche Bearbeitungen) auf den Reinigungserfolg von Edelstahl festgestellt. Dabei wurden verschiedene Partikel als Verschmutzung verwendet, deren Durchmesser gilt: $d_{\text{Partikel}} \geq R_a$. Dieses Ergebnis wurde auch bei den Untersuchungen erhalten, die mit beschichteten Edelstählen durchgeführt wurden (veränderte Hamakerkonstante).

Bei einem Vergleich unterschiedlicher Werkstoffoberflächen, die annähernd die gleiche Rauheit haben, ergibt sich, dass bei den Versuchen mit niederenergetischen Oberflächen (kleinere Hamakerkonstante) auch eine geringere mittlere Trennkraft gemessen wurde, was einen signifikanten Einfluss der Oberflächenenergie bedeutet. Die Emaille-Oberflächen konnten aufgrund der Tatsache, dass keine Proben mit vergleichbarer Oberflächenrauheit wie Edelstahl produziert werden konnten, auch nicht mit den genannten Ergebnissen verglichen werden.

Der Einfluss der Schweißnähte und der scharfkantigen Vertiefungen auf den Reinigungserfolg kann nicht verallgemeinert ausgedrückt werden. Es kommt stark auf die Geometrie der Fehlstelle an, d.h. wie stark der Wurzeldurchhang bzw. wie breit und tief der Kratzer ist. In den Untersuchungen wurde bei Schweißnähten, die nach guter Herstellungspraxis angefertigt wurden, keine Beeinträchtigung des Reinigungserfolges festgestellt, wogegen die untersuchten Vertiefungen Problemzonen der Reinigung darstellten.

Die Anlauffarben, die beim Schweißen und bei dem Kontakt mit Säure oder Lauge entstehen, ergaben alle eine verminderte mittlere Trennkraft. Eine aufwendige Entfernung dieser Bereiche in der Praxis kann daher aus Adhäsions-Gründen nicht empfohlen werden. Erwähnenswert ist dabei, dass bei den Oberflächen, die aus

einem beanspruchten Lauge-Behälter geschnitten wurden, nicht einmal eine feste Anlagerung der Testpartikeln möglich gewesen ist.

Die Einflüsse, die die Parameter des Reinigungsmittels haben können, sind teilweise sehr groß. Während die Reinigungszeit bei den durchgeführten Versuchen keine große Rolle gespielt hat, kann deren Effekt bei starken Verunreinigungen, die einer diffusionsabhängigen Reinigung bedürfen, äußerst wichtig sein.

Der pH-Wert und die Temperatur des Fluids hatten in Bezug zu den Versuchen mit reinem Leitungswasser bei Umgebungstemperatur starke Auswirkungen auf die Reinigung. Der Einsatz des Tensids brachte ebenfalls eine deutliche Senkung der mittleren Trennkraft.

Bei einem Vergleich, welcher Parameter den Reinigungserfolg am meisten beeinflussen kann, ist das Reinigungsmedium an erster Stelle zu führen. Ein Effekt der Oberflächenrauheit auf die gemessenen Trennkraft wurde mit den verwendeten Kontaktpartnern durch die durchgeführten Experimente nicht bestätigt. Bei der Wahl eines Werkstoffes sind niederenergetische Werkstoffe den hochenergetischen vorzuziehen, wobei Emaille eine Ausnahme darstellt. Die Schweißnähte und Kratzer können je nach ihren Ausmaßen eine Problemzone darstellen, wogegen die Anlauffarben die Reinigung positiv beeinflusst haben. Dabei bleibt nachzuprüfen, worauf die fehlende Adhäsion der Partikel auf die Laugetank-Oberfläche zurückzuführen ist.

Da die Ergebnisse dieses Forschungsvorhabens unter Verwendung von Einzelpartikeln als Verunreinigung erhalten wurden, ist es ein wichtiger Schritt, die untersuchten Parameter mit flächenartigen Verunreinigungen durchzuführen. Gerade der Einfluss der Reinigungsflüssigkeit und ihrer Parameter kann bei dem Abtrag von Biofilmen eine noch größere Rolle spielen, wenn neue Aspekte wie z.B. die Diffusion und Quellung das Reinigungsproblem noch komplexer gestalten.

4.7. Literatur

- [4.1] B. Scheibe, W. Weiss, F. Rueff, B. Pryzbilla, A. Görg, J. o. Chromatography B 2001, 756, 229 – 237
- [4.2] L. Bergström, Advances in Colloid and Interface Science 1997, 70, 125 – 169
- [4.3] S. Moser, van der Waals und elektrostatische Haftkräfte, Diss. Karlsruhe, 1976
- [4.4] J. N. Israelachvili, Surface Science Report 1992, 14, 109 – 159
- [4.5] E. Truckenbrodt, Fluidmechanik, Springer, Heidelberg 1980
- [4.6] Y. I. Rabinovich, J. J. Adler, A. Ata, R. K. Singh, B. M. Moudgil, J. O. Colloid and Interface Science 2000, 232, 10 – 16
- [4.7] Y. I. Rabinovich, J. J. Adler, A. Ata, R. K. Singh, B. M. Moudgil, J. O. Colloid and Interface Science 2000, 232, 17 – 24
- [4.8] Y. I. Rabinovich, J. J. Adler, A. Ata, R. K. Singh, B. M. Moudgil, J. O. Colloid and Interface Science 2002, 96, 213 – 230
- [4.9] S. Eichenlaub, A. Gelb, S. Beaudoin, J. O. Colloid and Interface Science 2004, 280, 289 - 298
- [4.10] H. M. Pollock, N. A. Burnham, R. J. Colton, The Journal of Adhesion 1995, 51, 71 – 86
- [4.11] H. Zhou, M. Götzinger, W. Peukert, Pow. Tech. 2003, 135 – 136, 82 – 91
- [4.12] R. Schmidt, Werkstoffverhalten in biologischen Systemen, Springer, Heidelberg 1999
- [4.13] KOGLIN, B.: Systematik der Dispergiermittel. Chem.-Ing.-Tech. 46 (1974), Nr. 17, S. 720-725

- [4.14] LYKLEMA, J.: Elektrische Doppelschichten: Elektrostatik und Elektrodynamik. Chem.-Ing.-Tech. 71 (1999), Nr. 12, S. 1364-1369
- [4.15] LYKELMA, J.: Fundamentals of Interface and Colloid Science. Volume 1: Fundamentals. London: Academic Press, 2000
- [4.16] MÜLLER, R. H.: Zetapotential und Partikelladung in der Laborpraxis: Einführung in die Theorie, praktische Messdurchführung, Dateninterpretation. Band 37. Stuttgart: Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, 1996
- [4.17] WEIGL, J.: Elektrokinetische Grenzflächenvorgänge. New York: Verlag Chemie, 1977
- [4.18] Benezech T. et al: A method for the assessment of in-place cleanability of food processing equipment, EHEDG Doc. 2, 3rd Edition, 2004
- [4.19] Zwischenbericht des Forschungsvorhabens AiF 13586

5. Wirtschaftliche Bedeutung des Forschungsthemas für kleine und mittlere Unternehmen der Lebensmittelindustrie

Die hygienegerechte Beurteilung von technischen Oberflächen ist essentiell für kmUs der Lebensmittel- und Getränkeindustrie. Es ist zur Zeit nicht bekannt, was aus Sicht dieser Unternehmenszweige als Oberflächenfehler bezeichnet werden kann und wie diese steriltechnisch charakterisiert werden können. Forschungsleistungen, wie die steriltechnische Klassifizierung der Fehlstellen, die Wirkung von Reinigungsmitteln in Verbindung mit technischen Oberflächen, die Vorbereitung des Transfers von „easy to clean“ Oberflächen in die Lebensmittelindustrie oder eine steriltechnische Prognose sind von klein- und mittelständischen Unternehmen kaum zu erbringen. Die ständig wachsenden Anforderungen an die Verbesserung von Oberflächenqualitäten, aufgrund von teilweise nicht begründbaren Qualitätssicherungs- und Sicherheitskonzepten (z.B. HACCP), können kleine und mittelständische Betriebe aus Kostengründen nicht erfüllen. Diese Fragen entscheiden aber über die Wettbewerbsfähigkeit der Unternehmen, letztendlich den Fortbestand von Arbeitsplätzen. Durch den Mikrokanal besitzen die kmU ferner die Möglichkeit relativ einfach derartige Versuche zu Strömungsreinigung selbst durchzuführen.

5.1 Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse

Den Unternehmen wird ein Werkzeug in die Hand gegeben, mit dem diese beurteilen können, ob eine Oberflächeninhomogenität steriltechnisch als Fehler aufzufassen ist oder nicht. Das Augenmerk liegt nicht auf der Beurteilung augenscheinlicher Fehler (große offene Poren) sondern auf Fehlern aus bioadhäsiver Sicht, die bei jeder Fertigung entstehen. Mit der Einbeziehung von Tensiden wird eine Aussage zur Wirkung von Reinigungsmaßnahmen an technischen Oberflächen erreicht. Die „easy to clean“ Oberflächen erlauben eine Prognose, inwieweit derartige Oberflächen in der Lebensmitteltechnik relevant sein können.

5.2 Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit der kmU der Lebensmittelindustrie

Die Lebensmittelhygiene- (HACCP) als auch Maschinenrichtlinie erwartet den Nachweis einer hinreichenden Oberflächenqualität, ohne den Begriff „Qualität“ bisher definieren zu können. Aus den Forschungsergebnisse können die Auswirkungen von

Oberflächenparametern auf den Reinigungserfolg von Einzelpartikeln ersehen werden.

Das Thema ist in enger Absprache mit klein- und mittelständischen Unternehmen der Fachgemeinschaft „Sterile Anlagen und Apparate“ und dem projektbegleitenden Ausschuss vorbereitet worden. Man erwartet eine Verbesserung des QM - Systems und Wettbewerbsvorteile gegenüber konkurrierenden Unternehmen.

6. Veröffentlichungen

Uwe Beck; Ulrich Bobe; Nadja Gamer; Georg Reiners; Karl Sommer: „Reinigung realer Oberflächen“ im Review in Chemie-Ingenieur Technik

Uwe Beck; Ulrich Bobe; Nadja Gamer; Georg Reiners; Karl Sommer : Influences on single sphere adhesion, im Review in Powder Technology

Bobe, U.; Beck, U., Reiners, G., Sommer, K.: “Einflüsse auf den Reinigungseffekt in der Lebensmittelindustrie“

Vortrag bei der Sitzung des GVC Fachausschusses „Lebensmittelverfahrenstechnik“ des VDI, Baden Baden, 22.03.2004

Bobe, U.; Beck, U., Reiners, G., Sommer, K.: “Influence on the adhesion of biological particles”, auf der European Adhesion Conference, Proceedings EurAdh 04, Freiburg, 08.09.2004

Bobe, U.; Beck, U., Reiners, G., Sommer, K.: “ Optimierung von Reinigungsverfahren bei Oberflächen mit Fehlstellen“ Vortrag bei der Sitzung des GVC Fachausschusses „Lebensmittelverfahrenstechnik“ des VDI, Berlin, 08.03.2005

U. Beck, G. Reiners: Materialoberflächen in der Steriltechnik. VDMA – Eigenverlag 2005

Beck, U.; Reiners, G.; Gamer, N.; Schmidt, R.; Sommer, K. and Bobe, U.: “Surfaces for Food Industry: Effects of Microscopic and Macroscopic Features, Roughness, and Surface Energy on the Adhesion and Kinetics of Species and the Cleaning of Surfaces“, September 13-17, 2004 in Garmisch-Patenkirchen

Beck, U.; Reiners, G.: Norm VDI/VDE/GMA FA 3.41/3.43 Blatt 1.1 „Optische Messtechnik an Mikrotopografien, Kalibrieren von Interferenzmikroskopen und Tiefeneinstellnormalen für die Rauheitsmessung“

Beck, U., Hertwig, A., Reiners, G.: Qualitätssicherung in der Oberflächentechnik mit optischen Verfahren, Congress Industrielle Oberflächentechnik (CIO), Braunschweig, 22. und 23.02.2005, Vortrag Beck, veröffentlicht im Tagungsband

Beck, U., Hertwig, A., Griepentrog, M., Bestimmung der Topographie technischer Oberflächen und der Haftfestigkeit an beschichteten Bauteilen, 27. Ulmer Gespräch, Ulm, 28. und 29.04.2005, Vortrag Beck, veröffentlicht im Tagungsband als Kurzfassung.

7. Danksagung

Dieses Vorhaben wurde aus Mitteln der industriellen Gemeinschaftsforschung (Bundesministerium für Wirtschaft und Arbeit (BMWA) via AiF über den Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI) gefördert.

AiF-Projekt Nr. 13586 N