

# Qualitätsmanagement in der Automobilindustrie

---

## **Prüfung der Technischen Sauberkeit - Partikelverunreinigung funktionsrelevanter Automobilteile -**

---



# **Prüfung der Technischen Sauberkeit - Partikelverunreinigung funktions- relevanter Automobilteile -**

**1. Auflage 2004**

**Verband der Automobilindustrie e.V. (VDA)**



## **Haftungsausschluss**

Dieser VDA-Band ist eine Empfehlung, die jedermann frei zur Anwendung steht. Wer sie anwendet, hat für die richtige Anwendung im konkreten Fall Sorge zu tragen.

Dieser VDA-Band berücksichtigt den zum Zeitpunkt der jeweiligen Ausgabe herrschenden Stand der Technik. Durch das Anwenden der VDA-Empfehlungen entzieht sich niemand der Verantwortung für sein eigenes Handeln. Jeder handelt insoweit auf eigene Gefahr. Eine Haftung des VDA und derjenigen, die an VDA-Empfehlungen beteiligt sind, ist ausgeschlossen.

Jeder wird gebeten, wenn er bei der Anwendung der VDA-Empfehlung auf Unrichtigkeiten oder die Möglichkeit einer unrichtigen Auslegung stößt, dies dem VDA umgehend mitzuteilen, damit etwaige Mängel beseitigt werden können.

## **Normenhinweise**

Die im Einzelnen mit DIN-Nummer und Ausgabedatum gekennzeichneten Normzitate sind wiedergegeben mit Erlaubnis des DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Maßgebend für das Anwenden der Norm ist deren Fassung mit dem neuesten Ausgabedatum, die bei der Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, erhältlich ist.

## **Urheberrechtsschutz**

Diese Schrift ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung des VDA unzulässig und strafbar. Dies gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

## **Übersetzungen**

Diese Schrift wird auch in anderen Sprachen erscheinen. Der jeweils aktuelle Stand ist bei VDA-QMC zu erfragen.

ISSN 0943-9412

Copyright 2004 by

Verband der Automobilindustrie e.V. (VDA)  
Qualitätsmanagement-Center (QMC)  
D-61440 Oberursel; An den Drei Hasen 31

Gesamtherstellung:  
Henrich Druck + Medien GmbH  
D-60528 Frankfurt am Main, Schwanheimer Str. 110  
Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem Papier

## **Vorwort - Nutzung des Abschlussberichts des Arbeitskreises**

Die Teilnehmer des Industrieverbunds TecSa (Arbeitskreis 19) erhalten als Auftraggeber des Fraunhofer IPA die gemeinsam erarbeitete Version des Standardisierungsvorschlags (Entwurf der Richtlinie) als konsolidierten Abschlussbericht.

Das Recht zur Veröffentlichung der Richtlinie wurde in gegenseitigem Einvernehmen der Kooperationspartner an das Qualitätsmanagementcenter im VDA (VDA-QMC) zu Normungszwecken übertragen. Ein Anspruch auf Vergütung aus den Einnahmen des VDA-QMC zur Verbreitung der Richtlinie besteht nicht.

Vervielfältigung, Nachdruck und Vertrieb des Abschlussberichts - auch auszugsweise - durch nicht am Industrieverbund beteiligte Dritte ist nicht gestattet.

Das Konsortium zur Erstellung des vorliegenden Richtlinienentwurfs hat darüber hinaus als nationale working group an der Erstellung der ersten öffentlichen Auflage der ISO 16232-Reihe mitgewirkt. Der vorliegende Abschlussbericht ist keine deutschsprachige Übersetzung der ISO 16232 Dokumente. Er unterscheidet sich u. a. durch ergänzende Inhalte und Beispiele, die in der Regel als „Hinweis“ bzw. „Beispiel“ oder mit dem Zusatz „informativ“ angeführt sind. Mit Blick auf die ISO 16232-Reihe werden explizit folgende Themen zusätzlich bzw. ausführlicher behandelt:

- Anwendungs- und Gültigkeitsbereich
- Vereinbarung zur Sauberkeitsprüfung (informativ)
- Vereinfachte Sauberkeitsprüfung – Monitoringvarianten (informativ)
- Auswahl der Prüfmethode (informativ)
- Sauberkeitgerechte Handhabung von Prüfobjekten
- Qualifizierungsuntersuchungen und Blindwert
- Fallbeispiele

Auf die einzelne Kennzeichnung inhaltlich vergleichbarer Angaben sowie inhaltlicher Abweichungen bezüglich der ISO 16232 wird aus redaktionellen Gründen verzichtet.

**Oberursel, September 2004**

**VERBAND DER AUTOMOBILINDUSTRIE E. V. (VDA)**



<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>Seite</b>
<b>Vorwort</b>	<b>5</b>
<b>A      <b>Anwendungs- und Gültigkeitsbereich</b></b>	<b>9</b>
<b>B      <b>Auswahl der Prüfmethode (informativ)</b></b>	<b>23</b>
<b>C      <b>Sauberkeitgerechte Handhabung von Prüfobjekten</b></b>	<b>33</b>
<b>D      <b>Qualifizierungsuntersuchungen und Blindwert</b></b>	<b>38</b>
<b>E      <b>Extraktionsverfahren</b></b>	<b>61</b>
E.1    Spritzen	70
E.2    Ultraschall	77
E.3    Spülen	91
E.4    Schütteln	98
<b>F      <b>Analyseverfahren</b></b>	<b>102</b>
F.1    Filtration	104
F.2    Gravimetrie	116
F.3    Mikroskopie (LM, REM)	122
F.4    Elementanalyse (EDX)	143
F.5    Extinktionspartikelzähler (OPZ)	151
F.6    Direktinspektion	173
<b>G      <b>Dokumentation</b></b>	<b>174</b>
<b>H      <b>Definitionen, Abkürzungen und Formelzeichen</b></b>	<b>193</b>
<b>I      <b>Bibliographie (informativ)</b></b>	<b>202</b>
<b>J      <b>Industrieverbund TecSa (informativ)</b></b>	<b>203</b>
<b>K      <b>Fallbeispiele (informativ)</b></b>	<b>207</b>
K.1    Beispiele für Prüfspezifikationen	207
K.2    Beispiele für Routineprüfungen	232
K.3    Beispiel für einen Sonderfall – Pumpe	249



## **A ANWENDUNGS- UND GÜLTIGKEITSBEREICH**

### **1 Ausblick**

Diese Richtlinie beschreibt die Bedingungen zur Anwendung und Dokumentation von Methoden zur Bestimmung der Partikelverunreinigung an funktionsrelevanten Bauteilen (Sauberkeitsprüfung).

Sauberkeitsprüfungen dienen als Grundlage zur Beurteilung der technischen Sauberkeit z.B. anlässlich:

- Erstbemusterung und Evaluierung
- Ausgangs- und Eingangskontrolle
- Qualitätskontrolle sauberkeitsrelevanter Herstellungsprozesse (z.B. Reinigung), Überwachung von Prozessschritten (z.B. Oberflächenbehandlung)

Die Richtlinie fördert die Aussagekraft und Vergleichbarkeit von Prüfergebnissen und reguliert die einheitliche Darstellung und Pflege von Sauberkeitsspezifikationen für funktionsrelevante Bauteile in der Qualitätskette der Automobilindustrie.

#### **Referenzangabe:**

Erfolgt die Prüfung der technischen Sauberkeit entsprechend der vorliegenden Richtlinie, erfolgt der Verweis in Unterlagen wie Katalogen, Spezifikationen und Berichten unter folgender Referenzangabe:

„Prüfung der Technischen Sauberkeit – Partikelverunreinigung funktionsrelevanter Automobilteile“

Wahlweise erfolgt die Angabe mit dem Kurztitel: „Technische Sauberkeitsprüfung“

## **Stand der Technik und des Wissens:**

Der Zustand eines Objekts bezüglich vorhandener Partikelverunreinigung stellt ein funktionales Qualitätsmerkmal dar, dessen mengenmäßige Erfassung von den angewandten Prüfmethoden abhängig ist. Deshalb sind die im Sinne dieser Richtlinie geeigneten Prüfbedingungen zwischen Kunde und Lieferant festzulegen.

Zur Sauberkeitsprüfung stehen insgesamt keine absoluten Methoden zur Verfügung. Vor dem Hintergrund, dass das Spektrum betroffener Automobilteile und einhergehender Sauberkeitsanforderungen sehr umfangreich und vielfältig ist, ermöglicht es die Richtlinie ebenfalls, prüftechnische Sonder- und Ausnahmefälle als solche erkennen und festlegen zu können.

## **2 Normative Referenzen**

Durch diese Richtlinie wird die Gültigkeit existierender Standards nicht berührt. Der nachfolgende Standard ist Voraussetzung zur Anwendung der vorliegenden Richtlinie. Bei nicht datierter Referenz ist die aktuellste Version zu berücksichtigen.

**ISO 16232:** Road vehicles - Cleanliness of components of fluid circuits; Part 1 bis Part 10.

**Hinweis:** Veröffentlichung der ISO 16232 voraussichtlich Quartal 4/2004

## **3 Ausschlüsse**

Nicht behandelt werden:

1. Grundlagen und Methoden zur Bestimmung/Erhebung der für ein Bauteil aus technisch funktioneller Sicht absolut notwendigen bzw. zutreffenden Sauberkeitsanforderungen.
2. Der Nachweis filmischer Verunreinigungen (Fette, Öle etc.).
3. Anwendungen zum nicht quantifizierbaren Partikelnachweis an Prüfobjekten (z.B. visuelle Beurteilung, Wischtest mit sauberem Tuch).
4. Charakterisierung von Flüssigkeiten zum Betrieb von Prüfobjekten (Kühlflüssigkeiten, Öle, Hydraulikflüssigkeiten, Bremsflüssigkeiten, Kraftstoffe, Gase, etc.). Ausnahme: Die in einem Prüfobjekt befindliche Flüssigkeit wird zur Ermittlung der Innensauberkeit des Prüfobjekts analysiert.

## 4 Sauberkeitsprüfung

Die Sauberkeitsprüfung dient dazu, die an relevanten Oberflächen des Prüfobjekts vorhandene Partikelverunreinigung, wie sie aus Herstellungsprozess und Umfeld resultiert, möglichst vollständig und zutreffend messtechnisch zu erfassen.

Die Sauberkeitsprüfung (siehe Abbildung 1) setzt sich aus folgenden Schritten zusammen:

- a) Bereitstellung des Prüfobjekts
- b) Gewinnung der Partikel vom Prüfobjekt, z.B. durch Ablösen mit Flüssigkeit (Extraktion)<sup>1</sup>
- c) messtechnische Analyse der Partikel und
- d) Dokumentation der Prüfung und der Ergebnisse

### a) Bereitstellung des Prüfobjekts

Zur Prüfung vorgesehene Objekte müssen sauberkeitsgerecht zur Verfügung gestellt werden.

### b) Gewinnung der Partikel vom Prüfobjekt durch Ablösen mit Flüssigkeit (Extraktion/Beprobung)

Beim Ablösen von Partikeln mittels Prüfliquidität handelt es sich um einen Vorbereitungsschritt für die messtechnische Auswertung. Das Ablösen von Partikeln erfolgt, z.B. abhängig von der Gestalt des Prüfobjekts, durch die flüssigkeitsbasierten Extraktionsverfahren:

- Spritzen
- Ultraschallanwendung
- Schütteln
- Spülen

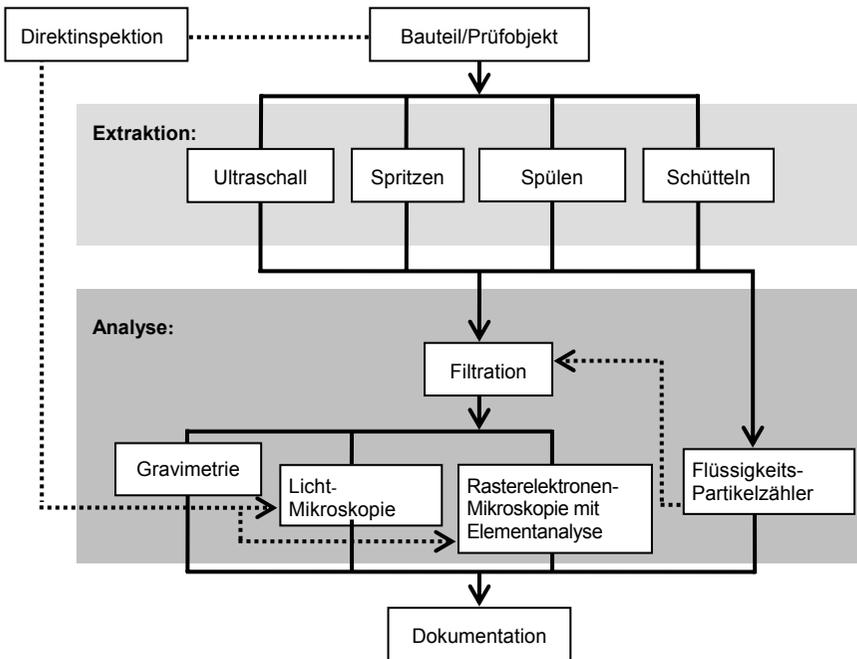
Zur Gewinnung der nachzuweisenden Partikel können die Extraktionsverfahren auch miteinander kombiniert werden.

---

<sup>1</sup> Eine Ausnahme stellt die direkte mikroskopische Inspektion der Objektflächen dar, bei der keine Extraktion der Partikel erforderlich ist. Diese Sauberkeitsprüfmethode wird in der Richtlinie ebenfalls behandelt.

Andere Extraktionsverfahren sollen nicht angewandt werden. Es sei denn, keines der genannten Verfahren ist dazu geeignet, den Sauberkeitszustand zutreffend festzustellen. In diesem Falle müssen in der Prüfspezifikation Angaben über abweichend eingesetzte Extraktionsverfahren erfolgen.

**Qualifizierung der Extraktionsprozedur:** Die für ein Prüfobjekt geeignete Extraktionsprozedur ist mindestens einmalig durch Qualifizierungsuntersuchungen zu ermitteln. Die Qualifizierungskriterien sind in dieser Richtlinie festgelegt. Sie dienen dazu, eine möglichst vollständige und unverfälschte Gewinnung der auf einem Objekt befindlichen Partikelrückstände zu erreichen. Die Qualifizierungsergebnisse sowie die Randbedingungen und Parameter der geeigneten Extraktionsprozedur sind zu dokumentieren. Sie sind Bestandteil der Prüfspezifikation. Wiederkehrende Prüfungen erfolgen auf Basis der Prüfspezifikation.



**Abbildung 1:** In der Richtlinie behandelte Bestandteile der Sauberkeitsprüfung.

**Blindwert:** Je empfindlicher die Sauberkeitsanforderungen an ein Prüfobjekt sind, desto größer ist die Möglichkeit, dass im Rahmen der Prüfung zusätzlich eingebrachte Verunreinigungen die Prüfaussage verfälschen. Das bei der Prüfung zulässige Ausmaß von Fremdpartikeln wird in dieser Richtlinie festgelegt. Der zulässige Blindwert richtet sich dabei nach den Sauberkeitsanforderungen des jeweiligen Prüfobjekts.

### **c) Messtechnische Analyse der Partikel**

Die messtechnische Analyse von Partikelverunreinigungen erfolgt, abhängig von den Sauberkeitsanforderungen an das Prüfobjekt, mittels:

- Gravimetrie
- Lichtmikroskopie (manuell und automatisiert)
- Rasterelektronenmikroskopie (manuell und automatisiert)
- Elementanalyse (manuell und automatisiert)
- Automatischem Flüssigkeitspartikelzähler

Entsprechend den Sauberkeitsanforderungen kann die Kombination bzw. Anwendung mehrerer Analyseverfahren für ein Objekt erforderlich sein.

Andere Analyseverfahren sollen nicht angewandt werden. Es sei denn, keines der genannten Verfahren ist dazu geeignet, den Sauberkeitszustand zutreffend zu beschreiben. In diesem Falle müssen in der Prüfspezifikation Angaben über abweichend eingesetzte Analyseverfahren erfolgen.

### **d) Dokumentation**

Die Sauberkeitsspezifikation eines Prüfobjekts muss mit der Angabe einer geeigneten Prüfspezifikation verbunden sein (z.B. bei Zeichnungseintrag). Die Prüfspezifikation beschreibt als eigenständiges Dokument die Bedingungen und Einzelheiten der zur Sauberkeitsprüfung eingesetzten Verfahren.

Sauberkeitsprüfungen werden in Form eines Prüfprotokolls dokumentiert. Als zusammenfassendes Dokument enthält es u.a. Angaben über die Beprobungs- und Analyseverfahren, die ermittelten Sauberkeitswerte sowie Referenzangaben zur verwendeten Prüfspezifikation (siehe Kapitel G: Dokumentation).

## **5 Bezugsgröße für Sauberkeitswerte**

Auf alle Analyseverfahren zutreffend, erfolgt die Angabe von Sauberkeitswerten wahlweise bezogen auf ein Bauteil, mehrere Bauteile, auf 100 cm<sup>3</sup> des benetzten Volumens oder auf 1.000 cm<sup>2</sup> der benetzten Oberfläche (siehe Kapitel G: Dokumentation).

## **6 Codierung von Partikelzählungen**

Die Codierung ist optional, d. h. die Angabe in Klarschrift ist zulässig. Die in dieser Richtlinie beschriebenen Größenklasseneinteilungen sind auch bei Angaben in Klarschrift einzuhalten.

Die Codierung der Größe und Anzahl von Partikeln dient der verkürzten Darstellung von Sauberkeitsangaben z.B. zum Zweck des Zeichnungseintrags und entspricht zusätzlich einer Einführung von Toleranzbereichen für Sauberkeitswerte (siehe Kapitel G: Dokumentation).

Diese Richtlinie berührt nicht die Codierung der Sauberkeitswerte von Flüssigkeiten (z.B. Betriebs-, Transport- oder Hydraulikflüssigkeiten), setzt insbesondere ISO 4406-1999 nicht außer Kraft und stellt auch keine Erweiterung der dort beschriebenen Festlegungen dar.

## **7 Vereinbarung zur Sauberkeitsprüfung**

Als Vereinbarung zur Sauberkeitsprüfung werden die Sauberkeitsspezifikation, Prüfspezifikation und gewünschte weitere Randbedingungen zur Prüfung eines Objekts schriftlich zwischen den beteiligten Parteien festgelegt (siehe Anhang A). Die Prüfspezifikation setzt sich aus eindeutigen Angaben über Extraktionsverfahren und Analyseverfahren zusammen. Das angewandte Extraktionsverfahren muss zumindest einmalig durch Qualifizierungsuntersuchungen bezüglich dessen Wirkung zur Partikelgewinnung evaluiert werden.

## **8 Beurteilung der ermittelten Sauberkeitsqualität**

Welche Verunreinigungen kritisch sind, muss funktionspezifisch festgelegt werden. Bei der Beurteilung der Ergebnisse von Sauberkeitsprüfungen ist zu berücksichtigen, dass Unterschiede in den Methoden zur Sauberkeitsprüfung zu unterschiedlichen Ergebnissen für vergleichbare Objekte führen.

Da der Vorgang zur Gewinnung der Partikel in jedem Fall eine Reinigung des Prüfobjekts bewirkt, ist es nicht zulässig, ein bereits geprüftes Objekt erneut oder mit anderen Methoden zu prüfen, um dadurch die Erfüllung der geforderten Sauberkeitsqualität bzw. das Ergebnis der vorangegangenen Sauberkeitsprüfung gegen zu prüfen.

Die gezielt wiederholte Durchführung der Sauberkeitsprüfung eines Bauteils ist nur geeignet, um die zum Partikelnachweis geeigneten Extraktionsbedingungen zu qualifizieren (siehe Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen).

**Prüftechnische Störgrößen:** Prüftechnische Störgrößen sind zufällige Ereignisse, die in das Prüfergebn eingehen und zu einer Fehlbeurteilung des Sauberkeitszustands führen können. Störgrößen sind z.B.:

- a) Partikel, die sich prüfungsbedingt aus dem Grundmaterial des Prüfobjekts lösen können. Z.B. Zersetzung des Werkstoffs, Füllstoffe, Abrieb bei Betätigung aktiver Prüfobjekte etc..
  - b) Erzeugte Partikel, z.B. resultierend aus:
    - Demontage
    - Einbau in eine Prüfeinrichtung
    - Handhabung
- Hinweis:** Die Entstehung entsprechender Partikel ist grundsätzlich nicht auszuschließen und quantitativ nicht reproduzierbar.
- c) Rückstände: z.B. Konservierungsmittel, Fette, Luftblasen in Messflüssigkeiten

Die in der Richtlinie dargestellten Vorgehensweisen sind darauf ausgerichtet, der Beherrschung solcher Störgrößen im Rahmen der Prüfung weitgehend Rechnung zu tragen.

## **9 Sicherheit und Umwelt**

Die Anwendung dieser Richtlinie berührt Materialien, Vorrichtungen und Einrichtungen, von denen Gefahren auf Mensch und Umwelt ausgehen können. Die Richtlinie erhebt nicht den Anspruch, alle mit deren Anwendung verbundenen Risiken zu behandeln und auszuschließen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, für Maßnahmen betreffend Sicherheit und Gesundheit Sorge zu tragen sowie gesetzlichen Bestimmungen Folge zu leisten.

## **10 Prüffähigkeit**

Jedes prüfende Labor steht in der Verantwortung, die Qualität der von ihm ermittelten Ergebnisse zu gewährleisten. Ein Fähigkeitsnachweis nach statistischen Regeln ist nicht darstellbar, in Ermangelung absoluter Referenzmethoden einerseits sowie mangels Verfügbarkeit mehrerer Prüfobjekte identischen Sauberkeitszustands andererseits (Stand der Technik).

Das Prüfergebnis ist abhängig von den angewandten Methoden und Einrichtungen des Labors sowie der sauberkeitsgerechten Handhabung durch das Personal.

Resultate verschiedener Labore können nur unter Anwendung vergleichbarer Prozeduren, vergleichbarer Gerätschaften und Einsatz eingewiesenen, gewissenhaft arbeitenden Personals verglichen werden.

Während der gesamten Prüfung müssen geeignete Maßnahmen zum Ausschluss verfälschender äußerer Einflüsse bzw. Fremdverunreinigungen unternommen werden.

## **11 Vereinfachte Sauberkeitsprüfung – Monitoringvarianten (informativ)**

Gemäß Zielsetzung sind Sauberkeitsprüfungen, die getreu der in dieser Richtlinie formulierten Bedingungen durchgeführt werden, als Referenzprüfung anzusehen.

Verglichen mit der Überprüfung anderer Qualitätsparameter seiner Produkte (z.B. Maßhaltigkeit, Materialeigenschaften, Druckfestigkeit, mechanische Funktion etc.), ist nahezu jeder Hersteller oder Abnehmer mehr oder weniger weit davon entfernt, eine entsprechende 100 % Prüfung der technischen Sauberkeit seiner betreffenden Produkte oder Zukaufteile durchzuführen bzw. durchführen zu können.

Je differenzierter und sensibler die Sauberkeitsanforderungen an ein Produkt sind, desto weiter entfernt sich im Allgemeinen in einer Massenproduktion die technisch wirtschaftliche Machbarkeit einer rigiden Sauberkeitsprüfung von der Erfüllung im Qualitätswesen etablierter statistischer Kriterien.

Als Alternative bzw. Ergänzung bieten sich vereinfachte Formen der Sauberkeitsprüfung an. Eine vereinfachte Form der Prüfung bedeutet in der Regel eine Einschränkung des Informationsgehalts hinsichtlich der ermittelten Sauberkeitswerte. Andererseits können dadurch mehr Prüfungen pro Zeit erfolgen, Ergebnisse zeitnaher verfügbar sein, eventuell fertigungsnaher geprüft und/oder Prüfkosten sowie Produktkosten gesenkt werden.

Deshalb - und auch mit Blick auf die weitere Entwicklung der Prüfung der technischen Sauberkeit - sollen im Anhang dieses Kapitels die Möglichkeiten einer vereinfachten Sauberkeitsprüfung aus prüftechnischer Sicht angesprochen werden.

## **Anhang A      Vereinbarung zur Sauberkeitsprüfung (informativ)**

### **A.1      Inhalt der Vereinbarung**

1. Angaben zum Prüfobjekt (z.B. zu prüfende Kontrollflächen)
2. Sauberkeitsspezifikation - Angabe der geforderten Sauberkeitswerte, bestehend aus:
  - a) Partikelmengen oder Partikelverteilungen (z.B. Rückstandsgewicht)
  - b) Bezugsgröße (z.B. pro 1000 cm<sup>2</sup>)
3. Prüfspezifikation, bestehend aus Angaben über:
  - a) Verfahren zur Ablösung der Partikel vom Prüfobjekt (z.B. Ultraschall)
  - b) Verfahren zur Analyse der Partikel (z.B. Mikroskopie)
  - c) Ausführung des Ergebnisprotokolls / Prüfprotokolls
4. Angabe zugrunde liegender Standards, interner Normen
5. Zusatzinformationen, nach Bedarf (siehe A.4)

Unabhängig von Umfang/Ausführung der Vereinbarung muss zumindest der Bezug zu Dokumenten entsprechenden Inhalts ersichtlich sein (Referenzangabe).

### **A.2      Sauberkeitsspezifikation für Bauteile**

Die für ein Objekt geforderten bzw. zulässigen Sauberkeitswerte müssen an dessen Funktion und voraussichtlichen Einsatzzweck angepasst sein.

Zur Festlegung der Sauberkeitsspezifikation können u. a. folgende Daten und Informationen hinzugezogen werden: Historische Daten, existierende Firmen- und Industriestandards, nationale und internationale Standards, Anforderungen an Funktion, Leistung, Zuverlässigkeit und Lebenserwartung des Objekts oder der Systeme, in denen das Objekt eingesetzt wird. Daten über ähnliche Komponenten oder Systeme. Befunde aus der Analyse von Schadensfällen.

Bei der Beurteilung der Bauteilsauberkeit kann das Ergebnis durch Verunreinigungen der Kontrollbereiche des Prüfobjekts verfälscht werden, insbesondere resultierend aus:

1. unsachgemäßem Transport und Verpackungsmaterialien
2. erfolgten Beschädigungen  
(z.B. Aneinanderschlagen und Reiben von Bauteilen)

**Hinweis:** Es wird empfohlen festzulegen, ob Objekte, bei denen oben genannten Einflüsse erkennbar sind, einer Sauberkeitsprüfung zu unterziehen sind. bzw. wie in solchen Fällen zu verfahren ist.

### **A.3 Prüfspezifikation für Bauteile**

Die Prüfspezifikation definiert die Prüfmethode, die zur Charakterisierung der Bauteilsauberkeit anzuwenden ist. Die Prüfmethode muss an die Gestalt und die Sauberkeitsanforderung des Objekts angepasst und anhand von Qualifizierungsuntersuchungen evaluiert werden. Gegebenenfalls kann für eine Gruppe von Bauteilen eine identische bzw. einheitliche Prüfspezifikation angewandt werden.

Die für das Bauteil geltende Prüfspezifikation ist einzuhalten.

### **A.4 Zusätzliche Angaben**

Folgende weiteren Inhalte und Bedingungen sind nach Bedarf festzulegen:

1. Probenahme der Prüfobjekte (z.B. Umgebungsbedingungen)
2. Transport zum Prüflabor
3. Haftungsübergang (Kunde/Lieferant)
4. Zeitpunkt, Umfang und Häufigkeit für die Sauberkeitsprüfung
5. Zeitpunkt- und Ort im Prozess, an dem die Sauberkeitsanforderung gilt
6. Zeitpunkt des Inkrafttretens der Sauberkeitsanforderung bzw. der Vereinbarung zur Sauberkeitsprüfung
7. Gesonderte Transport- und Lagerbedingungen, um Beeinträchtigungen der Prüfobjekte zu vermeiden (z.B. Korrosion)
8. Besondere/abweichende Prüfbedingungen, Sonderfälle
9. Prüfung der Umverpackung als Bestandteil der Sauberkeitsprüfung

10. Prüfung eventuell im Objekt enthaltener Flüssigkeiten (z.B. Betriebs- oder Transportflüssigkeit) als Bestandteil der Sauberkeitsprüfung
11. Angabe codierter Werte oder Klarschriftangabe. Falls die Sauberkeitsanforderung in codierter Form in die Bauteilzeichnung geschrieben wird, muss auch eine Angabe der benetzten Oberfläche bzw. des benetzten Volumens erfolgen, da diese Daten zu Umrechnungen bei der Sauberkeitsprüfung erforderlich sind.
12. Maßnahmen, falls das Prüfergebnis die geforderten Sauberkeitswerte überschreitet
13. Spezielle Eigenschaften des Objekts (z.B. Beschichtungen oder Stoffe), die die Prüfung beeinflussen können
14. Verwendung von Daten, die auf einer „vereinfachten Sauberkeitsprüfung“ basieren, zur Darstellung und Vereinbarung der Sauberkeitsqualität.

## **Anhang B Vereinfachte Sauberkeitsprüfung – Monitoringvarianten (informativ)**

Das Sauberkeitsmonitoring bezeichnet die kontinuierliche Überwachung eines Sauberkeitswertes für ein Bauteil oder Produkt. Diese Überwachung kann zu unterschiedlichen Zwecken erfolgen:

- Zur reinen Dokumentation
- Für statistische Zwecke
- Zur Prozessregelung; d.h. bei Abweichung des Sauberkeitswertes werden Maßnahmen für die Produkte oder Produktion abgeleitet.

Ist es notwendig, größere Stückzahlen von Bauteilen oder Produkten in kurzen Zeiträumen zu prüfen, kann es sinnvoll sein, vereinfachte Prüfmethode einzusetzen (z.B. zur Zeit- und Kostenersparnis oder um kurze Regelzeiten zu realisieren). Dabei können sowohl Extraktions- und Analyseprozeduren, die in dieser Richtlinie beschrieben sind, in reduzierter Form angewendet werden, als auch alternative Analyseverfahren eingesetzt werden.

Dabei ist sicherzustellen, dass der Informationsgehalt der Prüfung ausreichend ist, um relevante Schwankungen im Sauberkeitsniveau detektieren zu können, wie es etwa für die Prozessregelung erforderlich ist.

Unter anderem stehen folgende Möglichkeiten der vereinfachten Prüfung zur Verfügung, wobei der Informationsgehalt bzw. die Qualität der Aussage reduziert wird:

1. Teilextraktion, bei der nicht alle ablösbaren Partikel vom Bauteil abgereinigt werden (z.B., wenn das Objekt ohnehin eine relativ große Partikelfracht aufweist, die Abreinigung mit langen Beprobungszeiten verbunden ist oder große Mengen von Analyseflüssigkeit anfallen würden).
2. Analyse von Teilmengen der Analyseflüssigkeit (z.B. um Filtrationszeiten oder Messzeiten zu reduzieren)
3. Auswertung von Teilbereichen von Analysefiltern für die Mikroskopie (um Messzeiten zu reduzieren)
4. Verwendung weniger aufwändiger oder schnellerer Analysetechniken (z.B. Gravimetrie statt Mikroskopie, diverse (eingeschränkte) Messtechniken zur Charakterisierung des Partikelgehalts direkt in der Analyseflüssigkeit, wie z.B. OPZ oder das Filterblockadeverfahren).

5. Zulassen eines erhöhten Blindwertanteils
6. etc. (z.B. Klebestreifenmethode)

Besondere Aufmerksamkeit ist bei den Varianten 1. bis 5. dem Vorgang der Extraktion der Partikel vom Prüfobjekt mittels Flüssigkeit beizumessen. Gleichgültig, wie aussagekräftig das nachgeschaltete Analyseverfahren auch sein mag. Es kann damit lediglich das analysiert werden, was anlässlich der Extraktion vom Bauteil abgereinigt wurde. Als Basis sollten daher jeweils - im Sinne dieser Richtlinie - qualifizierte Extraktionsverfahren eingesetzt werden.

Die Varianten der vereinfachten Prüfung der Partikelverunreinigung von Bauteilen wurden anlässlich der Standardisierungsarbeit weder erschöpfend betrachtet, noch klärend behandelt bzw. qualifiziert.

Es wird darauf hingewiesen, dass verbindliche Sauberkeitsspezifikationen anhand der Empfehlungen - wie sie diese Richtlinie zum Inhalt hat – ermittelt und überprüft werden sollen. Vereinfachte Prüfungen stellen eine Maßnahme zur Sauberheitskontrolle dar, deren Gültigkeit und Stellenwert im Kunden-/Lieferantenverhältnis individuell zu vereinbaren ist.

## **B AUSWAHL DER PRÜFMETHODE (INFORMATIV)**

Die Sauberkeitsprüfmethode besteht aus zwei Stufen:

- Extraktion der Partikel: Dabei werden die Partikel durch einen Reinigungsschritt in ein flüssiges Medium überführt.
- Analyse der Prüfflüssigkeit: Die Partikel werden entweder mit Flüssigkeitspartikelzählern direkt in der Prüfflüssigkeit erfasst oder, auf einem Analysefilter abgeschieden und anschließend analysiert. Da die Art der Filtration die Menge und Größe der Partikel mitbestimmt, die anschließend bewertet werden können, wird die Filtration der Analyse zugeordnet.

### **1 Auswahl des Extraktionsverfahrens**

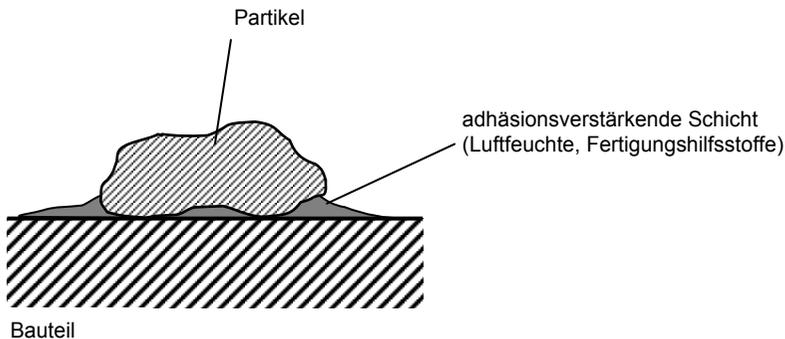
Die Auswahl des Extraktionsverfahrens richtet sich nach Bauteilmerkmalen wie Geometrie und Material, sowie den Haftmechanismen der Partikel am oder im Bauteil.

Bei der Auswahl und Qualifizierung des Extraktionsverfahrens handelt es sich um die Anpassung und Optimierung einer Reinigungsaufgabe. Damit stehen nach dem Sinner'schen Kreis die folgenden vier Parameterfelder zur Verfügung, die einen Einfluss auf das Extraktionsergebnis haben und sich gegenseitig beeinflussen:

1. Chemie/Reinigungsflüssigkeit
2. Temperatur
3. Mechanik
4. Zeit

Als Modell für die zu lösende Reinigungsaufgabe dient ein Partikel, der über Adhäsionskräfte an die Oberfläche gebunden ist. Diese Adhäsionskräfte können rein durch den Kontakt von Partikel und Bauteil entstehen, z.B. durch Van-der-Waals-Kräften oder über weitere Faktoren, wie z.B. über Kapillarkräfte bei Anwesenheit eines Feuchtigkeitsfilmes (Luftfeuchtigkeit) oder durch Adhäsionskräfte, die durch die Anwesenheit von Fertigungshilfsstoffen wie Kühl- Schmiermitteln oder Korrosionsschutzmitteln hervorgerufen werden.

**Hinweis:** Es ist zu beachten, dass sich bei der Extraktionsprozedur Grate vom Bauteil lösen können, die dann bei der Sauberkeitsanalyse miterfasst werden. Um dies zu vermeiden, sollten nur sorgfältig entgratete Bauteile einer Sauberkeitsanalyse unterzogen werden. Ist dies nicht möglich, muss festgelegt werden, wie die abgelösten Grate zu bewerten und zu dokumentieren sind.



**Abbildung 1:** Partikel über Adhäsionskräfte an die Bauteiloberfläche gebunden

### 1.1 Reinigungsmedium als Prüfflüssigkeit:

Die primäre Aufgabe des Reinigungsmediums ist die Lösung der adhäsiven Kräfte oder Schichten zwischen Partikel und Oberfläche. Hier muss im Einzelfall geprüft werden, welches Medium am besten für die zu lösenden Verschmutzung geeignet ist, ohne die Bauteiloberfläche anzugreifen. Eine grobe Übersicht vermittelt die **Tabelle A1** im Anhang von **Kapitel E: Extraktionsverfahren**. Hier ist zu erkennen, dass sich ein Großteil der in der Fertigung von Automobilkomponenten auftretenden Hilfsstoffe mit zwei Gruppen von Reinigungsmedien entfernen lassen: Die wässrig tensidischen Neutralreiniger und die unpolaren Lösemittel. Bei den letzteren ist im besonderen Maße auf die Arbeitssicherheit, die mögliche Gesundheitsgefährdung und den Umweltschutz zu achten (Isoparaffine der Klasse AIII nach VbF sind zu bevorzugen).

Empfehlung für die Auswahl der Reinigungsflüssigkeit:

- a) Prüfen, ob sich wässrig, tensidische Neutralreiniger eignen: Diese sind in der Regel einsetzbar für wässrige Kühl-/Schmierstoff Emulsionen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und aminbasierte Korrosionsschutzmittel (auf Schaumfreiheit achten).
- b) Falls diese nicht einsetzbar sind, prüfen, ob unpolare Lösemittel wie oben beschrieben einsetzbar sind: Vor allem bei Abreinigung von mineralölbasierten Schmierstoffen bzw. Korrosionsschutzmitteln.
- c) Falls keine der beiden erstgenannten Reinigergruppen anwendbar ist, muss ein Sonderreiniger ausgewählt werden, z.B. Spiritus (Ethanol, polares Lösemittel) zur Entfernung von Bremsflüssigkeit.

Bei dieser Auswahl ist stets die Verträglichkeit von Reinigungsmittel und Bauteilmaterial zu beachten (siehe **Tabelle A2** im Anhang von **Kapitel E: Extraktionsverfahren**). Hier kann es insbesondere beim Einsatz von Kohlenwasserstoffen zu Unverträglichkeiten mit Kunststoffen und Lackflächen kommen. Wässrige, tensidische Neutralreiniger dürfen nicht in Verbindung mit Magnesium oder Magnesiumlegierungen eingesetzt werden.

Ein weiterer Punkt der beachtet werden sollte, ist die Korrosionsgefahr von Stahlbauteilen beim Einsatz von wässrigen Reinigern. Sollen die analysierten Bauteile wieder in den Fertigungsfluss zurückgeführt werden, müssen sie mit einem Korrosionsschutz versehen werden. Dieser Korrosionsschutz kann entweder direkt im Reiniger enthalten sein oder nach der Sauberkeitsprüfung aufgebracht werden.

## 1.2 Temperatur

Hier sollte bei Raumtemperatur gearbeitet werden, um den Aufwand (Energiekosten, Aufwärmzeit, Sicherheit, usw.) für die Prüfung in Grenzen zu halten. In Ausnahmefällen ist die Temperatur entsprechend zu wählen.

## 1.3 Mechanik

Insbesondere bei der Abreinigung von Partikeln spielt die Unterstützung der Reinigung durch mechanische Kräfte eine große Rolle. Bei der Extraktionsprozedur zur Prüfung der technischen Sauberkeit wird in der überwiegenden Zahl der Anwendungen ein zweistufiger Prozess durchgeführt:

- Das Ablösen der fest sitzenden Verschmutzungen durch den Einsatz von starken mechanischen Kräften (US-Leistung, Spritzdruck, etc.), die eigentliche Reinigung.
- Das Abtransportieren der gelösten und evtl. wieder sedimentierten nur noch leicht anhaftenden Partikel durch relativ schwache mechanische Kräfte, das Abspülen.

Der erste Punkt bei der Auswahl der Reinigungsmechanik ist die Entscheidung für die Art bzw. Quelle der mechanischen Reinigungsenergie. Bei der Prüfung der technischen Sauberkeit haben sich zwei Verfahren etabliert:

- Die Verwendung von Ultraschall: Die Partikel lösende Reinigungsmechanik entsteht durch Druckspitzen in der Flüssigkeit, die durch das Implodieren von Kavitationsbläschen hervorgerufen werden.

- Die Einbringung von Kräften über eine mit hoher Relativgeschwindigkeit strömende Flüssigkeit: Die Anwendung erfolgt, je nach Bauteilgeometrie, als Spritzen, Innenspülen oder Schütteln.

Beide Verfahren sind über mehrere Parameter in ihrer Reinigungswirkung einstellbar. Dies reicht von einer sehr schwachen Reinigungswirkung bis hin zu einem Angriff der Bauteiloberfläche. Die Wahl des Verfahrens und der eingesetzten Parameter richtet sich nach Schmutzart und Bauteilmaterial.

Ein Beispiel für ein zu scharf eingestelltes Extraktionsverfahren ist die Auslösung von Graphit bei Graugusswerkstücken. Dies führt vor allem bei gravimetrischer Analyse mit feinen Analysefiltern zu hohen Werten, die nicht der eigentlichen Partikelfracht des Bauteils entsprechen. Nimmt die detektierte Partikelfracht bei mehrfacher Wiederholung der Extraktionsprozedur nicht signifikant ab, so ist dies ein Indiz für ein ungeeignetes Verfahren bzw. eine ungeeignete Parameterkombination für das geprüfte Bauteil (siehe **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen**).

**Hinweis:** Ein Angriff des Bauteilmaterials durch die Extraktionsprozedur ist zu vermeiden. Ausnahmen bilden Analysen, bei denen dies explizit gefordert ist. Es kann beispielsweise notwendig sein, die Bauteiloberfläche mittels hoher Spritzdrücken gezielt anzugreifen, um fest an bzw. in der Oberfläche haftenden Gussand zu erfassen.

Es gibt eine ganze Reihe von Bauteilen, bei denen die Zuordnung zu einem Extraktionsverfahren eindeutig ist. Dies sind vor allem Bauteile, bei denen die zu prüfenden Flächen innen liegen und diese von außen schwer zugänglich sind:

- Aktive Baugruppen bereits montiert (z.B. Injektoren, etc.):  
→ **Spülstand** mit Bauteilbetätigung.
- Rohrförmige passive Bauteile mit einer Länge, die sehr viel größer als die Ein- bzw. Austrittsöffnung ist und deren Innendurchmesser ähnlich dem Ein- bzw. Austrittsdurchmesser ist:  
→ **Spülstand** ohne Bauteilbetätigung.

Um bei diesen Spülständen eine mechanische Reinigungswirkung erzielen zu können, soll die Innenströmung turbulent sein, um eine laminare Grenzschicht zu vermeiden. Weiterhin darf es keine nennenswerten Veränderungen der Geometrie (Verengungen, Hinterschneidungen) geben, da die Reinigungswirkung dort unterschiedlich ist und im Regelfall auch abnimmt. Die Extraktionswirkung kann erhöht werden, wenn die Bauteile zusätzlich von außen in einem Ultraschallbad beschallt werden.

- Bauteile mit ausgedehnten funktionalen Innenflächen, die einen großen Strömungswiderstand bilden (z.B. Filter mit Gehäuse oder Kühler): → **Spülstand** ohne Bauteilbetätigung.
- Bauteile mit geometrisch einfachen Innenhohlräumen. Der Innendurchmesser ist dabei größer als die Ein- bzw. Austrittsöffnungen (Bremsflüssigkeits- oder Kühlflüssigkeitsausgleichsbehälter): → Schütteln.

Beim **Schütteln** ist zu beachten, dass die Innengeometrie einfach gestaltet ist (keine Hinterschneidungen o.ä.) und dass die Prüfflüssigkeit beim Schütteln turbulent werden kann. Das Verfahren ist deshalb nicht geeignet für enge Rohre oder Kapillaren.

Bei den übrigen Bauteilen ist zunächst eine Entscheidung für eines der beiden Reinigungsverfahren, Spritzen oder Ultraschall, zu treffen. Die Parameter sind so zu wählen, dass die in der Sauberkeitsspezifikation geforderten Partikelgrößen sicher abgereinigt werden, ohne dass das Bauteil geschädigt wird.

Einen Anhaltspunkt für die Auswahl der Reinigungsmechanik kann z.B. die Reinigung im industriellen Fertigungsprozess des Bauteils darstellen. So ist ein Bauteil, das in der Waschanlage mit Ultraschallunterstützung einer bestimmten Leistungsdichte gereinigt wird, auch mit dieser Kombination prüfbar. Dies gilt nicht, wenn es sich um Aktivwaschen handelt, bei dem die Oberfläche während des Waschvorgangs gezielt modifiziert wird.

Als nächstes erfolgt die Anpassung der beiden Verfahren auf die geometrischen Notwendigkeiten der Bauteile:

**Spritzen:** Spritzen ist geeignet für direkt zugängliche Außenbereiche, die großflächig auch mit Fächerdüsen gereinigt werden können. Innenbereiche oder schwer zugängliche Außenbereiche können nur bedingt mit Düsen gereinigt werden. So lassen sich kurze Bohrungen größeren Durchmessers noch gut mit dem Freistrahл erreichen, während bei langen Bohrungen geringen Durchmessers das Spritzen in ein Abfließen übergeht. Die Reinigungswirkung weicht dabei von ihrem ursprünglichen Wert zu stark ab, sinkt extrem und/oder ist nicht mehr definiert. Für solche dem Spritzstrahl nicht mehr direkt zugänglichen Geometrien sollten dann Spritzlanzen eingesetzt werden, die in die Innenräume eintauchen können. Sackbohrungen oder ähnliche Geometrien sollten ebenfalls nur mit Lanzen gereinigt werden.

Eine Ausnahme können Bohrungen geringen Durchmessers o. ä. darstellen, die mit einem Freistrahlspritzstrahl gespritzt werden, dessen Durchmesser größer als der Durchmesser der Durchgangsbohrung ist, so dass das Spritzen im Inneren des Bauteils in ein turbulentes Innenspülen übergeht.

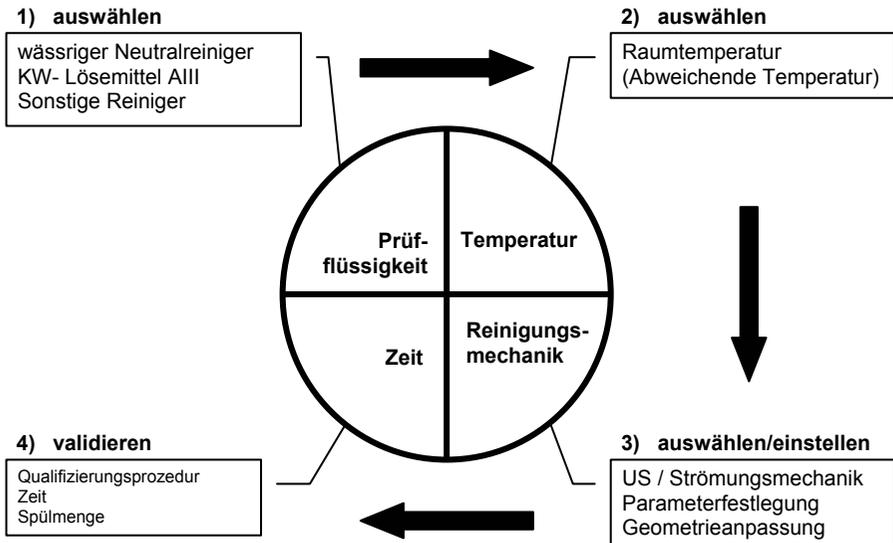
**Ultraschall:** Zur Reinigung von Objekten mit einfachen Außengeometrien werden Bäder eingesetzt, in welche die Bauteile komplett eingetaucht werden. Um Inhomogenitäten im Schallfeld auszugleichen, sollten die Bauteile langsam im Bad bewegt werden. Dabei muss die Amplitude der Bewegung mindestens die halbe Wellenlänge der eingesetzten Ultraschallwellen betragen.

Bei der Reinigungswirkung in Innenbereichen von Bauteilen muss geprüft werden, ob im Inneren noch die zur Abreinigung notwendig Kavitationschwelle überschritten werden kann. Dies wird in der Regel umso schwieriger, je kleiner die Eintrittsöffnung für den Schall ist und je tiefer die zu reinigende Innengeometrie in das Bauteil hineinragt bzw. je größer die Ausdehnung des betreffenden Hohlraums ist. Ähnlich wie bei der spritzenden Extraktion besteht auch hier die Möglichkeit, Ultraschallquellen einzusetzen, die in das Bauteil eingebracht werden können und dann auch in Innenräumen wirksam sind.

Weitere Details zur Abstimmung der Verfahren und deren Eignung finden sich in den entsprechenden Abschnitten im **Kapitel E: Extraktionsverfahren**.

## 1.4 Zeit

Die Extraktionszeit wird für jedes Bauteil optimiert und nicht wie die übrigen Parameter aus Merkmalen wie Bauteilgeometrie oder Art der Verschmutzung abgeleitet. Dies erfolgt über Wiederholung von Sauberkeitsanalysen mit kurzen Einwirkzeiten und Registrierung der Abnahme der extrahierten Partikelfracht (siehe **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen**). Auch wenn für manche Verfahren die Menge der Prüfflüssigkeit zur Qualifizierung verwendet wird, ist der eigentliche Parameter die Einwirkzeit des Extraktionsverfahrens auf das Bauteil oder eine bestimmte Bauteilfläche.



**Abbildung 3:** Vorgehensweise bei der Auswahl des Extraktionsverfahrens

## 2 Auswahl des Analyseverfahrens

Die Auswahl eines Analyseverfahrens richtet sich in erster Linie nach den Merkmalen der Partikel, die man zur Beurteilung der technischen Sauberkeit heranzieht (Größe, Gesamtmasse, Partikelmaterial), dem Zweck der Prüfung und den Charakteristika der Partikel die für ihr Schädigungspotenzial für ein Bauteil verantwortlich sind. Weiterhin spielt die Gesamtmenge der zu analysierenden Partikel bei der Wahl des Analyseverfahrens, speziell der Analysefiltration, eine Rolle.

- **Gravimetrie:** Wenn zur Beschreibung eines Sauberkeitsniveaus die Gesamtmasse der Partikelfracht - ohne weitere Kenntnis von Partikelgrößen oder Partikelmaterial - ausreichend ist, kann die gravimetrische Analyse (das Wägen der Analysefilter) angewendet werden.
- **Mikroskopie:** Wenn die Kenntnis von geometrischen Merkmalen der Partikel wichtig ist (vor allem deren Länge), müssen abbildende mikroskopische Verfahren eingesetzt werden. Ist nur die Beurteilung von einigen wenigen „großen“ Partikeln erforderlich, ist eine manuelle Auswertung mit einem einfachen Mikroskop möglich. Zur Auszählung kleinerer Partikel sind Licht - und Ras-

terelektronenmikroskope einsetzbar. Sollen größere Anzahlen von Partikeln erfasst und vermessen werden, ist eine Automatisierung der Systeme sinnvoll.

- **Optische Partikelmerkmale:** Merkmale, die sich aus der visuellen Inspektion der Partikel ableiten lassen, etwa bestimmte Formen in Verbindung mit einer Farbe oder einem metallischen Glanz, können zur Charakterisierung von Partikeln hilfreich sein. Dies kann allerdings nur manuell mikroskopisch erfolgen. Eine sichere automatische Detektion solcher Merkmalskombinationen ist bisher nicht möglich.
- **Material- bzw. Elementanalyse:** Zur automatisierten Bestimmung von Partikelmaterialien werden Rasterelektronen-Mikroskope, die mit einer Röntgen-Elementanalyse (EDX) ausgestattet sind, verwendet. Diese sind sowohl für die manuelle als auch für die automatisierte Analyse erhältlich.
- **Flüssigkeitspartikelzähler:** Sollen Partikelgrößenverteilungen schnell und ohne den Zwischenschritt der Herstellung eines Analysefilters erfasst werden, werden Extinktionspartikelzähler zur direkten Auszählung in der Analyseflüssigkeit eingesetzt. Da bei diesen Geräten die Partikellänge als Durchmesser eines flächenäquivalenten Kreises dargestellt wird, sind die Ergebnisse nicht direkt mit denen der mikroskopischen Längenbestimmung vergleichbar. Diese Analysensysteme eignen sich besonders für Monitoringanwendungen.
- **Direktinspektion:** Müssen lediglich kleine Bauteile oder Bauteilbereiche analysiert werden, die einen guten Kontrast zu den nachzuweisenden Partikeln bilden, und sind die zu inspizierenden Oberflächenbereiche zugänglich, kann die Partikelmessung mit mikroskopischen Systemen direkt auf dem Bauteil durchgeführt werden. Die Randbedingungen sind allerdings nur bei wenigen Bauteilen im Automobil gegeben (z.B. Polierte Metallflächen auf die in weiteren Fertigungsschritten Funktionsschichten für einen Sensor aufgebracht werden).

Ein weiterer Punkt bei der Auswahl des Analyseverfahrens ist die Gesamtmenge der zu detektierenden Partikel. Dies spielt bei automatisiert auszählenden mikroskopischen Verfahren eine wichtige Rolle. Dort müssen die Partikel einzeln, ohne Berührung und Überlappung vorliegen. Die Verteilung der Partikelfracht auf dem Analysefilter (Belegungsdichte) ist u. a. von der Filterfläche und Porengröße des Analysefilters abhängig.

**Hinweis:** Zur Orientierung kann ein Wert von 2 bis 3 mg pro 47 mm Analysefilter mit 5 µm Porengröße als obere Grenze angegeben werden. Soll eine größere Partikelfracht automatisiert ausgezählt werden, müssen größere oder mehrere Analysefilter oder gröbere Filterfeinheiten verwendet werden.

Die untere Messgrenze der Gravimetrie wird nicht ausschließlich von der Genauigkeit der eingesetzten Waage bestimmt, sondern maßgeblich von den Umgebungseinflüssen wie Luftfeuchtigkeit und Temperaturschwankungen. Als Anhaltswert kann hier 1 mg für eine 4-stellige Waage in unkontrollierten Laborräumen genannt werden. Da für den Blindwert einer Prüfung dieselben Messgrenzen gelten, liegt die Untergrenze für die gravimetrisch bestimmbare Partikelfracht von Automobilteilen höher. Als pragmatischer Wert kann hier 3 mg angegeben werden (Siehe dazu ebenfalls Kapitel D „Qualifizierungsuntersuchungen und Blindwert“, Unterkapitel 3.3.1 „Gravimetrie“ und Kapitel F.2 „Gravimetrie“ Unterkapitel 4 „Untere Nachweisgrenze gravimetrischer Analysen“).

Verfahren	Ausführung	Messwert	Aussagekraft	Grenzen
Gravimetrie		Gesamtmasse der extrahierten Partikel	Information über das Sauberkeitsniveau ohne Aussage über das Schädigungspotential einzelner Partikel.	Limitiert durch klimatische Einflüsse wie Luftfeuchtigkeit.*
Lichtoptische Mikroskopie	Labormikroskop Stereomikroskop manuell/ automatisiert	Partikelgrößenverteilung der extrahierten Partikel (Partikellänge)	Die Partikeleinzelmessung erlaubt Rückschlüsse auf das Schädigungspotential der Partikel.	Geeignet für geringe Filterbelegung, Partikel müssen einzeln und getrennt vorliegen.**
Rasterelektronenmikroskopie mit EDX-Elementanalyse	manuell/ automatisiert	Partikelgrößenverteilung der extrahierten Partikel (Partikellänge) sowie deren Material	Maximaler Informationsgehalt, da aus der Größe und der Materialinformation auf das tatsächliche Schädigungspotential eines Partikels und seine Herkunft geschlossen werden kann.	Geeignet für geringe Filterbelegung, Partikel müssen einzeln und getrennt vorliegen; schwierige Detektion und Unterscheidung organischer Partikel mittels EDX.
Flüssigkeitspartikelzähler		Partikelgrößenverteilung der extrahierten Partikel (Äquivalentdurchmesser)	Die Partikeleinzelmessung erlaubt Rückschlüsse auf das Schädigungspotential der Partikel.	Partikeldichte in der Testflüssigkeit darf nicht zu hoch sein, da sonst die Einzelpartikel nicht getrennt werden können.
Direkte Bauteilinspektion	Meist Anwendung mikroskopischer Verfahren zur Begutachtung der Bauteiloberfläche	Je nach eingesetzten Verfahren, siehe oben.	Hohe Aussagekraft, da Partikel ohne Veränderung der Zahl oder Lage detektiert werden, keine Probenahmeinflüsse.	In der Regel nur an begrenzten Bauteilbereichen mit hoher Oberflächengüte möglich.

\*Messwerte für Bauteilsauberkeiten unterhalb 3 mg sind in unkontrollierter Laborumgebung nicht sinnvoll

\*\*Anhaltswert für die Grenze: automatisierte Mikroskopie möglich unterhalb 2 bis 3 mg auf Analysefilter mit 47mm und mittlerer Porengröße von 5 µm

**Tabelle 1:** Übersicht der Analyseverfahren

## **C SAUBERKEITSGERECHTE HANDHABUNG VON PRÜFOBJEKTEN**

### **1 Grundlagen**

Um Objekte in repräsentativem Zustand zu prüfen, sind Maßnahmen zu deren sauberkeitsgerechter Bereitstellung erforderlich.

**Hinweis:** Bei unsachgemäßer Handhabung kann das Objekt entweder unerwünscht verunreinigt werden oder relevante Partikel können verloren gehen.

Einflüsse auf die Sauberkeit und somit das Ergebnis der Sauberkeitsprüfung sind zu minimieren bei:

- Entnahme (Stichprobennahme)
- Verpackung
- Transport
- Lagerung
- Vorbereitung; z.B. Entmagnetisierung, Demontage, Isolierung, Außeneinigung
- Prüfung

**Hinweis:** Wird der geforderte Sauberkeitszustand eines Produktes dauerhaft nicht erreicht, so ist zu prüfen, ob die Abweichungen evtl. auf die in dieser Richtlinie dargestellten Einflussfaktoren zurückzuführen sind, um Abhilfe zu schaffen.

#### **1.1 Planerische Maßnahmen**

Um Produkte sauberkeitsgerecht zu behandeln und vor Korrosion sowie mechanischen Beschädigungen zu schützen, sind bereits bei der Planung geeignete Maßnahmen und Spezifikationen festzulegen.

Die Maßnahmen zum Schutz von Prüfobjekten müssen sich nach Art und Dauer von Transport, Handhabung und Lagerung sowie nach den klimatischen Bedingungen richten.

**Hinweis:** Von den Serienbedingungen abweichende Maßnahmen zum Zweck der Prüfung sind gesondert festzulegen (z.B. Sonderverpackungen).

## **1.2 Personal**

Die Zuständigkeiten des gesamten Prüfprozesses von Entnahme bis Rückführung der Prüfobjekte sind festzulegen.

Das eingesetzte Personal ist in den sauberkeitsgerechten Umgang mit Prüfobjekten einzuweisen.

## **2 Sauberkeitsgerechter Umgang**

### **2.1 Umgebungseinflüsse**

Die hergestellte Sauberkeit des Produktes kann beeinträchtigt werden z.B. durch:

- die Hand oder behandschuhte Hand
- Ablageflächen
- zur Handhabung erforderliche Einrichtungen (z.B. Hebewerkzeuge)
- Werkzeuge zur Demontage
- Verpackung
- Umgebungsluft
- Flusen und Fusseln von Reinigungstüchern und Bekleidung
- Objekte, die nicht unmittelbar geprüft werden, müssen vor Schmutz und Korrosion geschützt gelagert werden.

### **2.2 Verpackung**

Die Verpackung ist so auszuführen, dass der sauberkeitsgerechte Schutz des Produktes sicher erfüllt ist. Unsachgemäße Verpackung kann zu einer Verfälschung und Fehlbeurteilung der Sauberkeitsqualität von Bauteilen führen.

Die Qualität der Verpackung richtet sich nach:

- den Sauberkeitsanforderungen an das Prüfobjekt; z.B. Abriebfestigkeit, Eigenpartikelabgabe, Dichtigkeit und Elektrostatik
- der räumlichen/zeitlichen Entfernung sowie den Umgebungsbedingungen (z.B. Klimaschwankungen) zwischen der Herstellung und der Sauberkeitsprüfung eines Prüfobjekts.

Von Kartonagen lösen sich sehr viele Partikel. Sie sind deshalb als direkte Umverpackung von Prüfobjekten ungeeignet. Folien und Beutel, die direkt mit dem Objekt in Kontakt kommen, müssen ungebraucht und sauber sein (Einwegverpackungen).

Mehrwegverpackungen, in welche Objekte direkt eingebracht werden, sind vor Gebrauch zu reinigen.

Entsprechendes gilt für Verschlussstücke. Sie dürfen zu keiner mechanischen Schädigung des Objekts führen. Selbstschneidende Verschlussstücke sind nicht gestattet.

Werden mehrere Bauteile gemeinsam und lose in eine Verpackungseinheit eingebracht, besteht die Gefahr, dass diese beim Transport aneinander reiben/schlagen (Materialabrieb) und dass sich Partikel ablösen. Dies hat eine Verfälschung des Ergebnisses der Sauberkeitsprüfung zur Folge.

### **2.3 Lagerung und Transport**

Zu beachtende Randbedingungen:

- möglichst kurze Wege
- möglichst geringe Zeiträume
- vibrationsarm
- geschützt vor Beschädigungen innerhalb der Verpackung
- sicher vor Beschädigungen der Verpackung
- evtl. zusätzlich geschützt vor Nässe, Feuchtigkeit und Temperaturschwankungen

**Hinweis:** Eine gesonderte Kennzeichnung der äußeren Verpackung sowie vorgesehener Lagerflächen wird empfohlen.

### **2.4 Prüfumgebung**

Der Prüfbereich muss abgetrennt sein von Bereichen, in denen Verunreinigungen entstehen, wie z.B. Span abhebende Prozesse oder Schweißarbeiten. In der Prüfumgebung ist die Anwendung von Druckluft zur Abreinigung/Trocknung von Gegenständen zu vermeiden, da Verunreinigungen dabei verteilt werden können.

Die Handhabung und eventuelle Demontage von Objekten muss unter Umgebungsbedingungen erfolgen, die konform zu den Anforderungen an deren Sauberkeit sind. Die Methoden und Häufigkeit der Reinigungen von Böden, Einrichtungen und Arbeitsplätzen richten sich nach dem Schmutzaufkommen und den Reinheitsanforderungen des Objekts. Wo es die Empfindlichkeit der Prüfung erfordert, sind gesonderte reine Bereiche zu schaffen (z.B. reine Werkbank).

## **2.5 Vorbereitung**

Aus Sauberkeitsgründen muss die Vorbereitung weitgehend in einem geeigneten anderen Arbeitsbereich erfolgen als die eigentliche Prüfung.

### **2.5.1 Demontage**

Die sauberkeitsgerechte Demontage muss objektabhängig festgelegt werden. Dies betrifft die Handhabung sowie Art und Anwendung eingesetzter Werkzeuge und Hilfsmittel.

Vor der Demontage muss das Produkt äußerlich sorgfältig gereinigt werden, um ein Einbringen von Oberflächenverschmutzung in relevante Innenbereiche zu vermeiden.

Oberflächen, die ausschließlich im Rahmen der Sauberkeitsprüfung freigelegt werden und keiner Sauberkeitsanforderung unterliegen, dürfen nicht von Prüfflüssigkeit erfasst werden oder müssen isoliert werden.

Eingesetzte Werkzeuge sind zu reinigen; z.B. durch Abspülen mit Reinigungsflüssigkeit.

### **2.5.2 Konditionierung**

Produktspezifisch ist es erforderlich, nicht relevante oder anders sauberkeitsspezifizierte Kontrollflächen des Objekts von der Prüfung auszunehmen oder getrennt zu prüfen. Hierzu sind die nicht zu prüfenden Bereiche zu isolieren; z.B. Verstopfen, Lackieren, Maskieren, Versiegeln, Festlegung nicht zu beprobender Flächen, Markieren. Dabei ist sicherzustellen, dass die Isolierung sauberkeitsgerecht erfolgt.

Ist die Vorreinigung nicht relevanter Objektbereiche erforderlich, ist darauf zu achten, dass keine Partikel oder anderen Substanzen auf die relevanten Kontrollflächen übertragen oder von diesen entfernt werden.

### 2.5.3 Entmagnetisierung

Magnetismus bewirkt, dass magnetisierbare Partikel mit höheren Kräften am Prüfobjekt haften. Ferromagnetische Prüfobjekte sollten vor der Beprobung auf Restmagnetismus geprüft und gegebenenfalls entmagnetisiert werden.

**Beispiel:** Wert für einen unkritischen Restmagnetismus medienberührter Komponenten für Dieseleinspritzsysteme: 2,5 Gauss bzw. 200A/m.

Bearbeitungsprozesse bei der Herstellung können zu Magnetisierung von Bauteilen führen. Die Notwendigkeit einer Entmagnetisierung ist anzugeben. Funktionsrelevante magnetische Eigenschaften von Produktbestandteilen können durch Entmagnetisierung zerstört werden.

**Hinweis:** Es gibt Bauteile, die technisch bedingt nicht entmagnetisierbar sind.

### 2.6 Nachbehandlung

Die zur weiteren Verwendung von Prüfobjekten erforderliche Nachbehandlung muss individuell spezifiziert werden. Hierzu zählen z.B. Entfernung von Prüfflüssigkeitsrückständen, Trocknung oder Konservierung.

## **D QUALIFIZIERUNGSUNTERSUCHUNGEN UND BLINDWERT**

### **1 Grundlagen**

Das Ziel der Sauberkeitsprüfung besteht darin, die Partikelfracht sauberkeitsrelevanter Bereiche von Produkten möglichst eindeutig und vollständig zu ermitteln. Dies ist aus technischen Gründen für die Mehrzahl von Bauteilen unter Verwendung direkter Inspektionsmethoden nicht möglich.

Als einzige Methode bleibt in diesen Fällen die Extraktion mit Hilfe von Flüssigkeit. Dabei werden die Partikel von den betreffenden Bauteilbereichen in geeigneter Weise abgereinigt, um sie zunächst in der Flüssigkeit zu sammeln und anschließend bestimmen zu können.

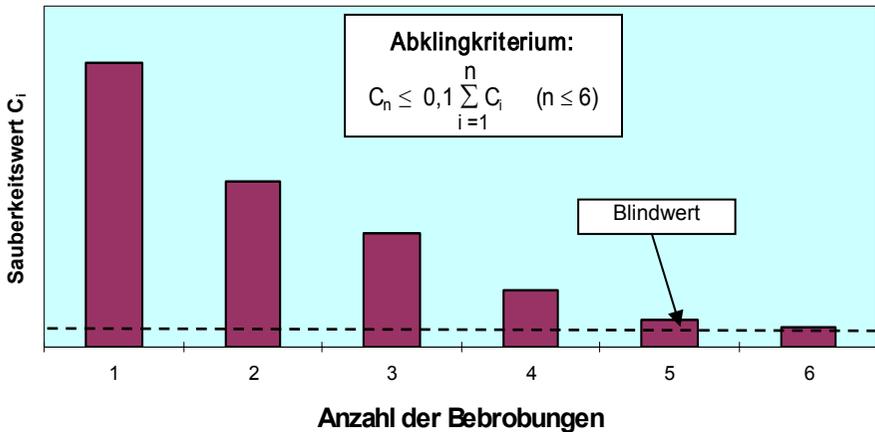
#### **1.1 Beurteilung von Extraktionsprozeduren**

Die Wirkung des Extraktionsvorgangs entscheidet grundlegend darüber, ob die Sauberkeit eines Bauteiles richtig und sicher beurteilt werden kann.

**Hinweis:** Bei unsachgemäßer Prüfung besteht die Gefahr, dass die Sauberkeit eines Bauteils falsch beurteilt wird.

Deshalb besteht bei der Anwendung von Extraktionsverfahren zur Sauberkeitsprüfung die Forderung, beschreiben zu können, wie gut bzw. wie vollständig die Partikel abgereinigt werden. Da es keine absolute Bestimmungsmöglichkeit der tatsächlich vorhandenen Partikelfracht gibt, werden Abklümmessungen durchgeführt.

Durch wiederholte Beprobung eines Bauteils wird festgestellt, ob die jeweils abgelöste Partikelfracht abnimmt und somit ein geeignetes Extraktionsverfahren vorliegt. Der Extraktionsvorgang darf das Bauteil nicht angreifen, da sonst Partikel aus der Bauteiloberfläche gelöst würden und somit kein Abklümmen der Sauberkeitswerte festzustellen ist.



**Abbildung 1:** Ermittelter Sauberkeitswert bei wiederholter Beprobung eines Bauteils („Abklingverhalten“)

Untersuchungen des Abklings der Sauberkeitswerte sind erforderlich, um die für ein Bauteil oder eine Gruppe von ähnlichen Bauteilen (Bauteilfamilie) geeigneten Beprobungsbedingungen auszuarbeiten und als „Prüf-spezifikation“ zu beschreiben.

## 1.2 Blindwert

Die Sauberkeitsprüfung durch Extraktion mit Flüssigkeit beinhaltet die Gefahr, dass nicht nur die vom Bauteil stammenden Partikel sondern auch alle im Rahmen der Prüfung zusätzlich eingebrachten Partikel in das Prüfergebn eingehen. Ist dieser Anteil von Fremdpartikeln („Blindwert“) hoch, kann dies zu einer Fehlbeurteilung der Bauteilsauberkeit führen. Der Blindwert stellt den Gesamtwert für nicht vom Bauteil stammende Verunreinigungen dar.

Um sicher zu stellen, dass der Blindwert keinen entscheidenden Einfluss auf das Prüfergebn hat,

1. muss er in geeigneter Weise festgestellt werden,
2. darf er ein bestimmtes maximales Verhältnis bezüglich der geforder-ten/ermittelten Bauteilsauberkeit nicht überschreiten.

Den Blindwertanteil aller an der Prüfung beteiligten technischen Einrichtungen und Hilfsmittel einzeln zu bestimmen und festzulegen ist nicht prakti-kabel. Die Faktoren, die den Blindwert beeinflussen und die Kriterien zu dessen Beurteilung sind Bestandteil dieses Kapitels.

Die Erfüllung der Blindwertkriterien ist nicht nur für die Qualifizierungsuntersuchungen gefordert. Bei verbindlichen Sauberkeitsprüfungen darf der Blindwert nicht überschritten werden.

## 2 Prinzip der Qualifizierungsuntersuchungen

Die Qualifizierungsprozedur umfasst folgende Schritte (siehe **Diagramme im Anhang**):

### 1. Abklingmessungen:

Durch wiederholte Beprobung wird ermittelt, ob die gewählten Extraktionsbedingungen geeignet sind. Es muss sich eine definierte Abnahme der Sauberkeitswerte einstellen (siehe **Abbildung 1**).

### 2. Ausarbeitung der Bedingungen zur Routinebeprobung:

Aus den Ergebnissen aus Schritt 1 werden die Routinebeprobungsbedingungen abgeleitet, die zum Erreichen des geforderten Abklingverhaltens notwendig sind; z.B. insgesamt erforderliche Flüssigkeitsmenge beim Spritzen oder Gesamtdauer der Ultraschallanwendung.

### 3. Ermittlung des Blindwerts:

Zur Ermittlung des Blindwerts wird die in Schritt 2 ausgearbeitete Routinebeprobungsprozedur ohne Bauteil durchgeführt, und geprüft, ob der Blindwert das Prüfergebnis nicht verfälscht.

### 4. Optional: Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen („Zweifachprüfung“):

Unter Anwendung der ausgearbeiteten Beprobungsbedingungen wird an einem weiteren Prüfling bzw. Bauteil zwei Mal eine Sauberkeitsprüfung durchgeführt. Anhand des Verhältnisses der beiden ermittelten Sauberkeitswerte kann die Wirkung der Prozedur zur Partikelextraktion verifiziert werden.

### 5. Prüfspezifikation:

Wenn der Blindwert und das Abklingverhalten in Ordnung sind, kann die ausgearbeitete Beprobungsprozedur als qualifizierte Prüfspezifikation zur Routineprüfung festgeschrieben werden.

**Hinweis:** Ausgehend von der Prüfspezifikation eines ähnlichen Bauteils (Geometrie, Material, Beschichtung) kann die Qualifizierungsprozedur möglicherweise auf die Schritte 3. und 4 reduziert werden.

## 2.1 Materialien und Gerätschaften

Über die zur Sauberkeitsprüfung erforderliche Ausrüstung hinaus werden keine speziellen Einrichtungen oder Gerätschaften benötigt.

## 3 Blindwert

### 3.1 Prüfumfeld

Der Blindwert repräsentiert die zusätzlichen Verunreinigungen bei der Prüfung, die sich - beginnend beim Auspacken des Bauteils bis einschließlich der Analyse der Partikelfracht - einstellen können.

Sie resultieren aus:

1. Umgebung (Luft, Prüfpersonal, Arbeitsplatz etc.)
2. Prüfflüssigkeit und Nachspülflüssigkeiten
3. sämtlichen Gegenständen, die in Kontakt mit dem Bauteil und der Prüfflüssigkeit kommen, wie Gefäße, Prüfeinrichtungen, Analysefilter, Messgeräte etc.
4. Handhabung während der Beprobung und Analyse

Die Sauberkeit des Prüfumfelds muss dem von den Bauteilen geforderten Sauberkeitsniveau angepasst sein. Dies wird bei der Bestimmung des Blindwertes überprüft.

**Hinweis 1:** Wird der erforderliche Blindwert nicht erreicht, so muss die Ursache innerhalb der oben genannten Einflussfaktoren lokalisiert und behoben werden.

**Hinweis 2:** Zur Darstellung und Sicherung eines geeigneten Prüfumfelds wird auf die „gute Praxis“ verwiesen, wonach alle Maßnahmen bezüglich Betrieb, Reinigung, Erhaltung und Pflege festgeschrieben sind und spezifizierte Qualitäten von Prüf- und Hilfsmitteln eingesetzt und kontrolliert werden sollten.

Es ist dafür zu sorgen, dass das Prüfobjekt dem Prüflabor in sauberkeitsgerechtem Zustand zur Verfügung gestellt wird.

**Verweis:** siehe hierzu Kapitel C: Sauberkeitsgerechte Handhabung von Prüfobjekten

## 3.2 Bedingungen zur Überprüfung des Blindwerts

Der zulässige Blindwert der Prüfung richtet sich nach dem vom Bauteil geforderten Sauberkeitsniveau.

Der Blindwert muss unter den Bedingungen ermittelt werden, wie sie auch bei der Routineprüfung des Bauteils zur Anwendung kommen. Hierzu wird die Sauberkeitsprüfung ohne Bauteil durchgeführt.

Die eingesetzten Analyseverfahren müssen mit denen zur Routineprüfung identisch sein.

Ist die Verpackung des Bauteils Bestandteil der Sauberkeitsprüfung, so muss diese in die Blindwertprüfung einbezogen werden.

**Hinweis:** Zur Blindwertprüfung muss eine unbenutzte bzw. neue Verpackung eingesetzt werden.

Um sicherzustellen, dass bei der routinemäßigen Durchführung von Prüfungen keine verfälschenden Fremdverunreinigungen einwirken, muss der Blindwert regelmäßig überprüft werden.

## 3.3 Zulässiger Blindwert

Der zulässige Blindwert wird ausgehend von den Sauberkeitswerten des Bauteils rechnerisch ermittelt (Beispiele siehe auch **Abschnitt 5.3**)

Der Blindwert darf 10 % des geforderten/voraussichtlichen Sauberkeitswerts des Bauteils nicht überschreiten. Für den Blindwert bei der maximal zulässigen Partikelgröße gelten zusätzliche Bedingungen (siehe **Abschnitt 3.3.2 b**).

**Hinweis 1:** Sind die Sauberkeitswerte für ein Bauteil nicht bekannt - z.B. bei Erstbemusterung - so ergibt sich die Basis zur Berechnung der Blindwertgrenzen erst im Rahmen der Qualifizierungsuntersuchungen

**Hinweis 2:** Eventuell ist es hilfreich, Partikel von einer größeren Anzahl von Bauteilen zu sammeln, um dadurch das Blindwertverhältnis zu verbessern. Dies kann z.B. bei besonders sauberen Bauteilen angezeigt sein. Generell muss jedoch angestrebt werden, das Blindwertniveau zu minimieren.

**Hinweis 3:** Speziell bei zählenden Analyseverfahren können bei Blindwertmessungen Ausreißer in Form einzelner Partikel auftreten. Mit solchen „Ausreißern“ ist im Umgang mit Sauberkeitswerten generell zu rechnen.

### 3.3.1 Gravimetrie

Bindwert  $\leq 10\%$  des geforderten / ermittelten Rückstandsgewichts.

Bei Verwendung von vierstelligen Waagen in Räumen, in denen Temperatur und rel. Feuchte nicht kontrolliert werden, beträgt die untere Nachweisgrenze 1 mg. Zusammen mit einem geforderten Blindwertanteil von höchstens 10 %, können Partikelfrachten erst ab einem Rückstandsgewicht (M) von mindestens 10 mg zutreffend nachgewiesen werden.

Aus Praxisgründen soll die Möglichkeit der Analyse von Rückstandsgewichten  $< 10$  mg in unkontrollierter Umgebung nicht ausgeschlossen werden. In diesem Fall sind bei Blindwerten von  $\leq 1$  mg Analysen von Rückstandsgewichten zwischen 3 und 10 mg ebenfalls zulässig. Die exakte Angabe von ermittelten Blindwerten  $< 1$  mg ist nicht zweckmäßig. In der Dokumentation erfolgt in diesem Falle die Angabe: Blindwert  $< 1$  mg.

In manchen Fällen wird zusätzlich zu den Sauberkeitswerten für die Gravimetrie auch die maximal zulässige Partikelgröße spezifiziert. In diesem Falle gilt zusätzlich das in **Abschnitt 3.3.2** formulierte Kriterium für den Blindwert.

Der bei der Berechnung erhaltene Wert für den maximal zulässigen Blindwert für das Rückstandsgewicht wird auf 0,1 mg abgerundet.

### 3.3.2 Mikroskopie und Partikelzähler (zählende Verfahren)

- a) Blindwert  $\leq 10\%$  der zulässigen/ermittelten Partikelanzahl.

Die bei der Berechnung erhaltenen Zahlenwerte müssen auf die nächste ganze Zahl abgerundet werden

- b) Maximale zulässige Partikelgröße:

Die für ein Bauteil zulässige maximale Partikelgröße wird durch 2 dividiert. Dann wird das standardisierte Größenintervall ermittelt, das den berechneten Wert beinhaltet (standardisierte Größenklassen siehe Kapitel G: Dokumentation). In dem betreffenden Größenintervall und den darüber liegenden Größenintervallen dürfen keine Zählungen zu verzeichnen sein.

- c) Ist das Sauberkeitsniveau des zu prüfenden Bauteils nicht bekannt, so gilt: 0 Partikel  $\geq 50 \mu\text{m}$

**Hinweis:** Die Grenze von  $50 \mu\text{m}$  richtet sich nach den derzeit höchsten Reinheitsanforderungen für Automobilteile.

Blindwert bei codierten Angaben:

**Verweis:** Regeln zur Codierung siehe **Kapitel G: Dokumentation**.

Ist der Sauberkeitswert des Prüfobjekts codiert und bezeichnet daher ein contamination level, gilt:

1. Der Blindwert darf 10 % der durch das contamination level festgelegten unteren Partikelanzahl nicht überschreiten.

**Beispiel:** Contamination level 9 (251 bis 500 Partikel bezogen auf 100 cm<sup>3</sup>).  $251/10 = 25$  (abgerundet). Der Blindwert darf 25 Zählungen bezogen auf 100 cm<sup>3</sup> im zugehörigen Größenintervall nicht überschreiten.

2. Lautet das contamination level 00, dürfen ab dem direkt darunter liegenden Größenintervall keine Zählungen zu verzeichnen sein.

**Beispiel:** In der Größenklasse F ( $100 \mu\text{m} \leq x < 150 \mu\text{m}$ ) ist das contamination level 00 gefordert. Das bedeutet für den Blindwert, dass in der nächst kleineren Größenklasse E ( $50 \mu\text{m} \leq x < 100 \mu\text{m}$ ) keine Partikel zulässig sind. Insgesamt sind also keine Partikel  $\geq 50 \mu\text{m}$  zulässig.

## 4 Prozedur

Ein ausreichender Vorrat von gleichen Bauteilen ist bereitzustellen.

**Hinweis:** Qualifizierungsuntersuchungen dürfen niemals an einem bereits beprobten Objekt erfolgen.

### 4.1 Abklingsmessungen

**Abbildung 1** (siehe **Abschnitt 1.1 dieses Kapitels**) zeigt beispielhaft eine Abklingkurve, wie sie sich bei geeigneten Beprobungsbedingungen einstellt.

1. Zunächst müssen geeignete Beprobungsbedingungen und Prüflosgröße festgelegt werden.
2. Der Blindwert der Prüfeinrichtung wird ohne Bauteile ermittelt.
3. Die Beprobung wird mit den gewählten Parametern wiederholt auf das Prüflos angewendet.
4. Für jede Beprobung müssen die gewählten Einstellungen sowie vorgegebene Menge der Prüflüssigkeit und/oder die Prüfzeit genau eingehalten werden.

**Hinweis:** Extraktionsverfahren beinhalten notwendige Schritte zum Nachspülen der mit der Analyseflüssigkeit benetzten Oberflächen, wie z.B. Trichter oder Gehäuse für das Analysefilter, um möglichst alle vom Bauteil abgelösten Partikel zu erfassen. Deshalb muss auch die Nachspülprozedur, wie z.B. verwendete Nachspülflüssigkeitsmenge und verwendete Hilfsmittel (z.B. Spritzflasche) festgelegt und eingehalten werden. Die Wirkung der Nachspülschritte lässt sich z.B. dadurch beurteilen, dass unmittelbar nach einer Sauberkeitsprüfung eine Blindwertermittlung durchgeführt wird.

5. Der Sauberkeitswert der anfallenden Analyseflüssigkeit muss genau ermittelt werden.
6. Der Sauberkeitswert der zuletzt erfolgten Beprobung wird durch die Summe der Sauberkeitswerte der insgesamt erfolgten Beprobungen dividiert.

**Hinweis:** Es wird empfohlen, Größenintervalle auszuwählen, in denen eine Summe von mindestens 20 Zählereignissen vorliegt. Der Wert von 20 Ereignissen setzt eine statistisch gleichmäßige Häufigkeitsverteilung (Poisson-Verteilung) der Partikel in der Grundgesamtheit voraus. Dies gilt als Kriterium einer statistischen Mindestsicherheit bei zählenden Partikelanalyseverfahren. Gegebenenfalls sind daher Partikelgrößen zu betrachten, die unterhalb der für ein Bauteil als „kritisch“ geltenden Partikelgröße liegen, bei der u. U. nur wenige oder gar keine Zählereignisse zulässig sind.

7. Abklingkriterium: Beträgt das Verhältnis  $\leq 10\%$  ist die Beprobung vollständig.
8. Beträgt das Verhältnis  $> 10\%$  ist eine weitere Beprobung erforderlich.
9. Wird das Abklingkriterium innerhalb von sechs Beprobungen nicht erreicht, so müssen die Beprobungsbedingungen geändert und die o. g. Schritte erneut durchgeführt werden.

**Hinweis 1:** Zur Festlegung von Beprobungsbedingungen siehe auch **Anhang A.3.4: Gestaltung der Routinebeprobungsprozedur**

**Hinweis 2:** Kann das Abklingkriterium nicht erreicht werden, so stellt das Produkt prüftechnisch einen Sonderfall dar, der als solcher auszuweisen ist.

## 4.2 Ausarbeitung der Routinebeprobung

Aus den Daten aus **Punkt 4.1** werden die geeigneten Routinebeprobungsbedingungen zum Erreichen des Abklingkriteriums abgeleitet; z.B. Mindestspülmenge oder Mindestzeit zur Beprobung.

**Hinweis:** Beispiele siehe **Anhang A.3.4: Gestaltung der Routinebeprobungsprozedur**

1. Werten Sie die Abklingmessungen aus
2. Notieren Sie die daraus ermittelten Routinebeprobungsbedingungen.

## 4.3 Blindwert

1. Berechnen Sie den zulässigen Blindwert entweder auf Basis der geforderten Sauberkeitsspezifikation oder auf Basis der in **Abschnitt 4.1** ermittelten Sauberkeitswerte.
2. Führen Sie die in **Abschnitt 4.2** ermittelte Routinebeprobung ohne Bauteil durch und ermitteln Sie die Sauberkeitswerte der anfallenden Prüfflüssigkeit (= Blindwert).
3. Prüfen Sie, ob der Blindwert innerhalb der zulässigen Grenzen liegt.

Werden die Blindwertkriterien nicht erfüllt, sind Bestandteile des Prüfumfelds nicht geeignet und müssen durch geeignete Maßnahmen verändert werden, um Routineprüfungen des betrachteten Bauteils durchführen zu können.

## 4.4 Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung) - informativ

Die Vorgehensweise zur optionalen Überprüfung ist in **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen und Blindwert, Anhang A.2** beschrieben.

## 4.5 Monitoring (informativ)

Zum Zweck des Monitoring kann eine reduzierte Extraktionsprozedur praktiziert werden (siehe **Kapitel A: Anwendungsbereich, Abschnitt 11 Monitoring**). Das angewandte Extraktionsverfahren muss dazu, wie in **Abschnitt 4.1** dargestellt, ebenfalls qualifiziert werden.

## 5 Dokumentation

Die Dokumentation der Prüfungsbedingungen („Prüfspezifikation“) erfolgt entsprechend der in **Kapitel G: Dokumentation** beschriebenen Angaben.

Zusätzlich sind Angaben zum Prüfobjekt sowie die Darstellung der Qualifizierungsergebnisse erforderlich (siehe **Abschnitt 5.1** - unten).

**Hinweis:** Die Qualifizierungsergebnisse müssen nicht in jedem Routine-Prüfprotokoll erneut niedergeschrieben werden. Sie müssen auf Anfrage einsehbar sein.

Zählende Analyseverfahren: Grundlage für Berechnungen sind die differenziellen Partikelanzahlen, basierend auf den in dieser Richtlinie formulierten Größenklasseneinteilungen.

Zur quantitativen Darstellung von Qualifizierungsuntersuchungen sind nicht codierte Sauberkeitswerte anzuwenden.

Die Berechnung von Abklingeffekten erfolgt anhand der Rohmessdaten (Urwerte) ohne Abzug von Blindwerten.

### 5.1 Angaben zum Prüfobjekt

Folgende Angaben sind erforderlich:

- Zeichnungsnummer / Artikelnummer
- Bauteilbezeichnung
- Material
- Kontrollflächenangabe
- Prüflösgröße
- Fallweise: benetzte Oberfläche pro Bauteil oder benetztes Volumen pro Bauteil
- Sauberkeitswert, wahlweise angegeben pro: Bauteil, mehrere Bauteile, 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche, 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen

## 5.2 Abklingsmessungen

Bei zählenden Analyseverfahren können zur Charakterisierung des Abklings ein oder mehrere Größenintervalle ausgewertet werden.

Beispiel - zählendes Analyseverfahren:

Größenintervall: $50 \leq x < 100 \text{ } [\mu\text{m}]$							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	312	127	65	38	14	--
2	Sauberkeitswert kumuliert [Anzahl]	312	439	504	542	556	--
3	Verhältnis [%]	100	29	13	7	3	--

Im Beispiel wurde das Abklingskriterium von  $\leq 10 \%$  nach Beprobung #4 erreicht.

**Hinweis:** Die Werte in Position 2 entstehen durch Summenbildung der Werte von Position 1 von links nach rechts. Das Verhältnis in Position 3 ergibt sich aus der Division der Werte von Position 1 durch den darunter liegenden Wert aus Position 2.

Beispiel – Gravimetrische Analyse:

Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [mg]	18,7	2,4	1,7	--	--	--
2	Sauberkeitswert kumuliert [mg]	18,7	21,1	22,8	--	--	--
3	Verhältnis [%]	100	11	8	--	--	--

Im Beispiel wurde das Abklingskriterium von  $\leq 10 \%$  nach Beprobung #3 erreicht.

## 5.3 Blindwert

Beispiel zur Ermittlung und Dokumentation des Blindwerts bei uncodierten Sauberkeitswerten:

- I.) Geforderte Sauberkeitsspezifikation des Bauteils: Angabe pro  $1000 \text{ cm}^2$ 
  - a) 0 Partikel  $\geq 400 \text{ } \mu\text{m}$
  - b) max. 75 Partikel im Intervall  $200 \leq x < 400 \text{ } [\mu\text{m}]$

- c) max. 180 Partikel im Intervall  $100 \leq x < 200$  [ $\mu\text{m}$ ]
- d) max. 12 mg Rückstandsgewicht

II.) Daraus ergibt sich für den zulässigen Blindwert pro 1000  $\text{cm}^2$ :

- a) vgl. **Abschnitt 3.3.2 b)**:  $400 \mu\text{m}/2 = 200 \mu\text{m}$  → Diese Größe fällt in das Intervall  $200 \leq x < 400$  [ $\mu\text{m}$ ] → in diesem und allen darüber liegenden Größenintervallen dürfen keine Zählungen zu verzeichnen sein. → **0 Partikel  $\geq 200 \mu\text{m}$  zulässig.**
- b) vgl. **Abschnitt 3.3.2 a)**:  $75/10 = 7,5$  → Abrunden liefert: 7 → Rechnerisch hat der zulässige Blindwert im Intervall  $200 \leq x < 400$  [ $\mu\text{m}$ ] den Wert 7. Aufgrund des Ergebnisses von II.) a) sind in diesem Intervall jedoch keine Partikelzählungen zulässig. → **0 Partikel im Intervall  $200 \leq x < 400$  [ $\mu\text{m}$ ] zulässig.**
- c) vgl. **Abschnitt 3.3.2 a)**:  $180/10 = 18$  → Der zulässige Blindwert im Intervall  $100 \leq x < 200$  [ $\mu\text{m}$ ] hat den Wert 18 → **max. 18 Partikel im Intervall  $100 \leq x < 200$  [ $\mu\text{m}$ ] zulässig.**
- d) vgl. **Abschnitt 3.3.1**:  $12 \text{ mg}/10 = 1,2 \text{ mg}$  → **zulässiger maximaler Blindwert: 1,2 mg**

III.) Fall 1: Die zu prüfende Bauteilfläche beträgt real  $380 \text{ cm}^2$  und es werden 2 Bauteile gemeinsam als ein Prüflös geprüft:

→ Die bei der praktischen Blindwertmessung ermittelten Werte dürfen somit maximal den Anteil von  $2 \cdot 380 / 1000 = 0,76$  der in II.) ermittelten Werte betragen. Insgesamt gelten folgende Grenzen:

- a) → 0 Partikel  $\geq 200 \mu\text{m}$  zulässig
- b) → 0 Partikel im Intervall  $200 \leq x < 400$  [ $\mu\text{m}$ ] zulässig
- c) →  $18 \cdot 0,76 = 13,7$ . → Abrunden liefert: 13 → **Zulässiger Blindwert: 13 Partikel im Intervall  $100 \leq x < 200$  [ $\mu\text{m}$ ]**
- d) →  $1,2 \text{ mg} \cdot 0,76 = 0,912 \text{ mg}$  → **Zulässiger maximaler Blindwert (gerundet): 0,9 mg**

IV.) Fall 2: Die zu prüfende Bauteilfläche beträgt real 2460 cm<sup>2</sup>, es wird 1 Bauteil geprüft:

→ Die bei der praktischen Blindwertmessung ermittelten Werte dürfen somit maximal den Anteil von  $1 \cdot 2460 / 1000 = 2,46$  der in II.) ermittelten Werte betragen. Insgesamt gelten folgende Grenzen:

- a) → 0 Partikel  $\geq 200 \mu\text{m}$  zulässig
- b) → 0 Partikel im Intervall  $200 \leq x < 400 [\mu\text{m}]$  zulässig
- c) →  $18 \cdot 2,46 = 44,28$ . → Abrunden liefert: 44 → **Zulässiger maximaler Blindwert: 44 Partikel im Intervall  $100 \leq x < 200 [\mu\text{m}]$**
- d) →  $1,2 \text{ mg} \cdot 2,46 = 2,952 \text{ mg}$  → **Zulässiger maximaler Blindwert (gerundet): 2,9 mg**

Dokumentation als Tabelle:

Alle Werte bezogen auf 1000 cm <sup>2</sup>							
Sauberkeitsspezifikation			Max. zul. Blindwert		Ermittelter Blindwert		Blindwert i. O.?
Größe [ $\mu\text{m}$ ]	Max. Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	
$\geq 400$	0	--	0 $\geq 200 \mu\text{m}$	--	0	--	ja
$200 \leq x < 400$	75	--	0	--	0	--	ja
$100 \leq x < 200$	180	--	18	--	17	--	ja
--	--	12	--	1,2	--	0,8	ja

Das oben dargestellte Beispiel trifft sinngemäß auch bei der Angabe der Sauberkeitswerte pro 100 cm<sup>3</sup> zu.

Die bei der Sauberkeitsprüfung praktisch einzuhaltenden Blindwerte müssen aus den normalisierten Sauberkeitswerten (die sich auf 100 cm<sup>3</sup> oder 1000 cm<sup>2</sup> beziehen) auf die reale Kontrollfläche bzw. das reale Kontrollvolumen des Prüfloses umgerechnet werden.

## 5.4 Sonderfälle

Können die Qualifizierungskriterien Abklingen und/oder Blindwert nicht erfüllt werden, ist dies als Sonderfall in der Prüfspezifikation festzuhalten (siehe auch **Anhang A.3.5**).

Einen Sonderfall können z.B. aktive Komponenten darstellen (Ventile, Pumpen, Injektoren etc.). Müssen solche Komponenten zur Sauberkeitsprüfung betätigt werden, kann es zu einer Überlagerung von Partikeln unterschiedlicher Herkunft kommen. Einerseits werden diejenigen nachweisrelevanten Partikel, die sich als Rückstände aus der Fertigung auf den Kontrollflächen befinden, abgereinigt (Abklingen). Andererseits bedingt der Betrieb bzw. die Betätigung der Komponente eventuell das Entstehen zusätzlicher Partikel, aufgrund von Reibung. Dies stellt sich fallweise als Schwanken, Stagnation, Ansteigen oder sehr langsames Abklingen der Sauberkeitswerte bei wiederholter Beprobung dar. Fallweise kann deshalb kein typisches Abklingen der Partikelfracht erreicht werden. Die in diesem Kapitel formulierten Kriterien zur Bewertung des Abklingverhaltens sind dann nicht anwendbar bzw. tragfähig. In solchen Fällen muss die geeignete Prüfspezifikation - speziell im Kunden-/Lieferantenverhältnis - individuell festgelegt werden.

# Anhang A Qualifizierungsuntersuchungen (informativ)

## A.1 Ablaufschema – Abklingmessungen

Hinweis:  $C_i$  = Sauberkeitswert (Partikelanzahl oder Rückstandsgewicht)

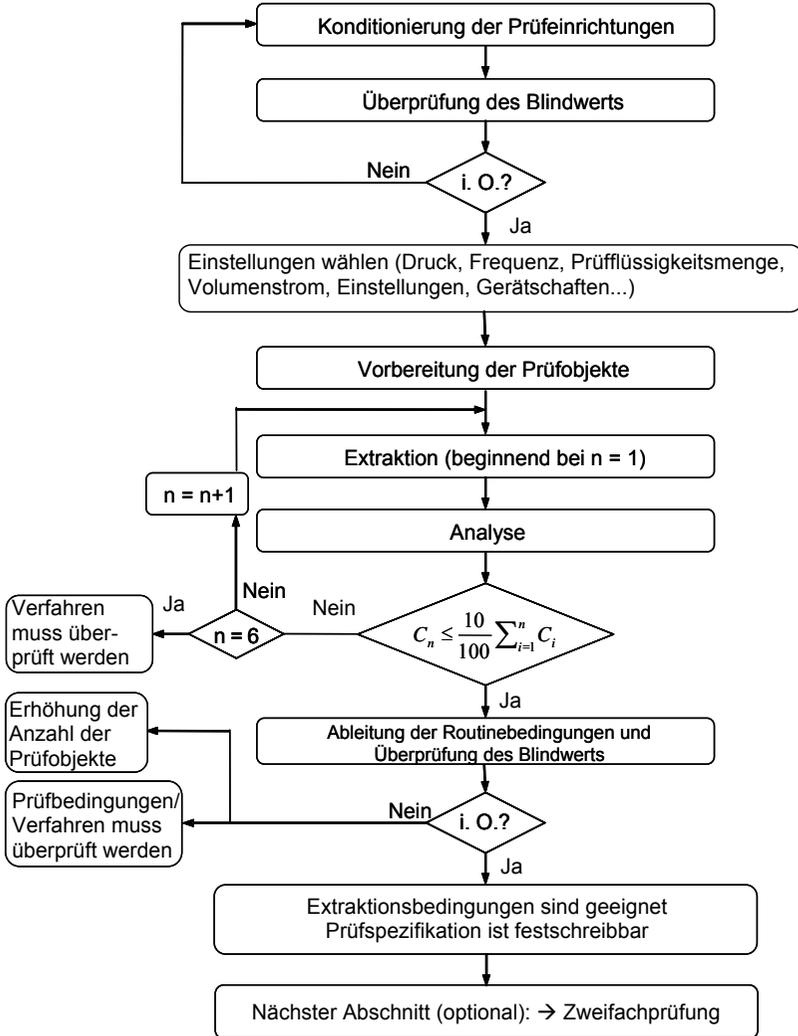


Abbildung A1: Einstellung geeigneter Extraktionsbedingungen durch Abklingmessungen

## **A.2 Überprüfung der Routinebedingungen (Zweifachprüfung) - informativ**

### **Hinweis:**

Im Rahmen der Qualifizierungsuntersuchungen ist die nachfolgend beschriebene Verifizierung durch Zweifachprüfung optional. Das Standardisierungsgremium kam überein, dass die Durchführung einer Zweifachprüfung eine geeignete Methode ist, um die ausgearbeitete Beprobungsprozedur zu überprüfen. Hierzu wird das Verhältnis aus den Sauberkeitswerten der ersten und zweiten Prüfung eines identischen Prüfloses betrachtet. Im Folgenden wird für dieses Verhältnis der Wert  $\leq 0,3$  als Anhaltspunkt angegeben. Dieser Verhältniswert kann allerdings nicht als allgemein gültiges Qualifizierungskriterium festgeschrieben werden.

In der Praxis treten immer wieder Fälle auf, bei denen das Verhältnis von  $\leq 0,3$  - trotz Maßnahmen zur Optimierung der Extraktionsprozedur - nicht erreicht werden kann. Es kann keine Ausnahme-Regel formuliert werden, bei welchen Kombinationen von Prüfobjekten und Prüfmethoden dieser Fall eintritt. In betreffenden Fällen sind die geeignetsten Prüfbedingungen zu wählen und festzulegen.

### **A 2.1 Prozedur**

1. Führen Sie die in Abschnitt 4.2 ausgearbeitete Routinebeprobung zwei Mal an einem weiteren noch nicht beprobten Prüflos durch und ermitteln Sie jeweils die Sauberkeitswerte.
2. Bilden Sie das Verhältnis aus dem Sauberkeitswert der zweiten Beprobung (Prüfung 2) und der Summe der Sauberkeitswerte aus der ersten und zweiten Beprobung (Prüfung 1 und 2).

Beträgt das Verhältnis  $\leq 0,3$ , sind die ausgearbeiteten Routinebeprobungsbedingungen geeignet und können als Prüfspezifikation festgeschrieben werden.

Wird das Kriterium nicht erfüllt, ist zu prüfen ob eine geeignetere Anpassung der Beprobungsbedingungen möglich ist.

Wenn der Näherungswert  $\leq 0,3$  unter praktikablen Bedingungen nicht erreicht werden kann, wird die geeignetste Beprobungsprozedur als Prüfspezifikation festgeschrieben.

## A 2.2 Dokumentation der Zweifachprüfung

Zur Ergebnisdarstellung bei der Überprüfung der Routineprüfungsbedingungen können ein oder mehrere Größenintervalle angegeben werden. Beispiel - zählendes Analyseverfahren:

Größenintervall: $25 \leq x < 100$ [ $\mu\text{m}$ ]			
Pos.	Prüfung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	612	147
2	Verhältnis: $(\#2 / (\#1 + \#2))$	--	0,19

## A 2.3 Ablaufschema der Zweifachprüfung

Bei dem unten stehenden Kriterium von  $\leq 0,3$  handelt es sich um einen unverbindlichen Anhaltswert.

**Hinweis:**  $C_i$  = Sauberkeitswert (Partikelanzahl oder Rückstandsgewicht)

Qualifizierungsuntersuchungen 2  
- Überprüfung der Bedingungen zur Routinebeprobung -

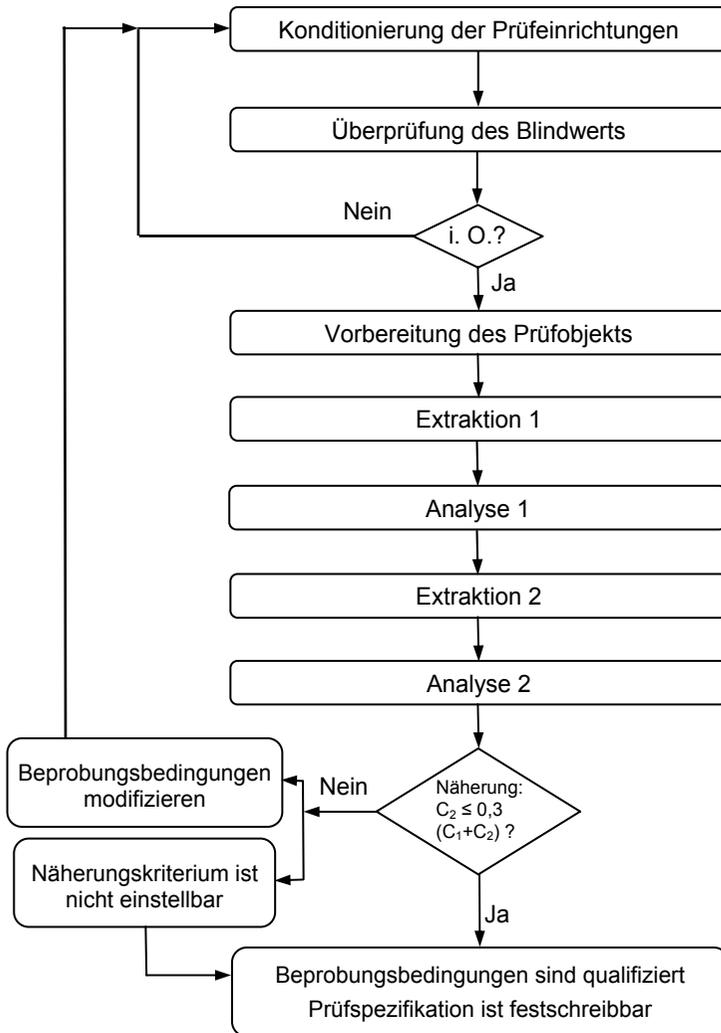


Abbildung A2: Überprüfung der ermittelten Routinebeprobungsbedingungen.

## **A.3 Ergänzende Hinweise zur Durchführung der Untersuchungen**

### **A.3.1 Beprobungseinstellungen**

1. Zunächst ist festzulegen, aus wie vielen Bauteilen ein Prüflos besteht und ob die Bauteile des Prüfloses
  - a) gleichzeitig zu beproben sind (Gesamtbeprobung) oder
  - b) nacheinander (Reihenbeprobung; z.B. bei aktiven Komponenten wie Pumpen oder Ventile).
2. Die Größe des Prüfloses richtet sich nach:
  - a) den geforderten/zu erwartenden Sauberkeitswerten der Bauteile
  - b) den Nachweisgrenzen der eingesetzten Analysetechniken
3. Des Weiteren sind die voraussichtlich geeigneten Beprobungsbedingungen auszuwählen/festzulegen.

**Hinweis:** Für die bauteilspezifischen Beprobungsbedingungen können keine allgemein gültigen Vorgaben ausgewiesen werden.

### **A.3.2 Konditionierung der Prüfeinrichtung**

Die Konditionierung dient zur Herstellung der Grundsauberkeit der Prüfeinrichtung. Es wird empfohlen, eine Grundprozedur zur Konditionierung der Prüfeinrichtung festzulegen. So kann z.B. durch Sauberkeitsanalyse einer festgelegten Flüssigkeitsmenge nach der Konditionierung festgestellt werden, ob das Prüfumfeld grundsätzlich in einem geeigneten Zustand ist und die Durchführung von Qualifizierungsuntersuchungen oder auch Routineprüfungen zulässt.

Unabhängig davon, richten sich die Bedingungen zur Ermittlung des Blindwertes sowie dessen zulässige Maximalwerte nach dem zu prüfenden Bauteil.

### **A.3.3 Randbedingungen**

1. Vor der ersten Beprobung des Prüfloses muss die Prüfeinrichtung in einem geeigneten Zustand sein.
2. Zwischen Beprobungswiederholungen dürfen keine Blindwertmessungen und Systemaufreinigungsschritte erfolgen, um keine vom Prüflos abgereinigte Partikel zu verlieren.

3. Bei zählenden Analyseverfahren sollten nach der ersten Beprobung (differenziell) in einem der zu betrachtenden Größenintervalle mindestens 20 Partikel gezählt werden. Kleinere Anzahlwerte verursachen große Sprünge bei den prozentualen Berechnungen des Abklingverhaltens und des Blindwertanteils (siehe **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen und Blindwert - Abschnitt 4.1/4.5**).
4. Bei der gravimetrischen Analyse sollte nach der ersten Beprobung ein Rückstandsgewicht vorliegen, das mindestens das 10-fache des geringsten Rückstandsgewichts beträgt, das mit der Analyseeinrichtung (Waage inklusive Umgebungseinflüsse) noch zuverlässig nachweisbar ist.
5. Die Berechnung von Abklingeffekten erfolgt anhand der Urwerte ohne Abzug von Blindwerten.

#### **A.3.4 Gestaltung der Routinebeprobungsprozedur**

**Beispiel - Spritzen:** Bei den Abklinguntersuchungen musste 5 Mal mit jeweils 250 ml gespritzt werden, um das Abbruchkriterium zu erfüllen. Die Prüfeinrichtung wurde jeweils mit 500 ml Prüfflüssigkeit nachgespült.

Als Bedingung zur Routineprüfung wird nun die erforderliche Spritzflüssigkeitsmenge zu 5 mal 250 ml = 1250 ml festgelegt, zuzüglich einer abschließenden Nachspülmenge von 500 ml.

**Beispiel - Ultraschall:** Bei den Abklinguntersuchungen musste 3 Mal für eine Dauer von 2 Minuten beschallt werden, um das Abbruchkriterium zu erfüllen. Dabei wurde jeweils eine Menge von 500 ml Prüfflüssigkeit zur Ultraschallprüfung eingesetzt und jeweils eine Menge von 300 ml zum Nachspülen des Bauteils und der Prüfeinrichtung verwendet.

Als Bedingung zur Routineprüfung wird nun die die erforderliche Beprobungsdauer zu 3 mal 2 Minuten = 6 Minuten festgelegt; unter Verwendung von 1 x 500 ml US-Prüfflüssigkeit und abschließend 1 x 300 ml Nachspülflüssigkeit.

**Beispiel - Schütteln:** Bei den Abklinguntersuchungen musste die Prozedur mit einer Menge von je 150 ml Prüfflüssigkeit 2 Mal a 90 Sekunden durchgeführt werden, um das Abbruchkriterium zu erfüllen. Dabei wurde jeweils eine Menge von 300 ml zum Nachspülen des Bauteils und der Analysefiltrationseinrichtung eingesetzt.

Als Bedingung zur Routineprüfung wird nun die die Beprobung 2 Mal mit je 150 ml a 90 Sekunden durchgeführt. Abschließend werden Bauteil und Analysefiltrationseinrichtung einmalig mit einer Menge von 300 ml nachgespült.

**Beispiel - Spülprüfstand:** Bei den Abklinguntersuchungen musste 3 Mal mit jeweils 1500 ml gespült werden, um das Abbruchkriterium zu erfüllen. Die Analysefiltrationseinrichtung wurde jeweils mit 150 ml Prüfflüssigkeit nachgespült.

Als Bedingung zur Routineprüfung wird nun die erforderliche Spülflüssigkeitsmenge zu 3 mal 1500 ml = 4500 ml festgelegt, zuzüglich einer abschließenden Nachspülmenge von 150 ml für die Analysefiltrationseinrichtung.

**Hinweis:** Bei der „Zusammenfassung“ der Beprobungsschritte ist zu berücksichtigen, dass sich die gewählte „Routinebeprobung“ im Endeffekt von den Einzelschritten unterscheidet. So entfallen z.B. wiederholte Nachspülschritte, Einwirkzeiten können sich insgesamt verkürzen, oder bei Spülständen verringert sich die Anzahl eventuell hilfreicher Strömungsunterbrechungen. Dies ist bei der Ausarbeitung und Festlegung der Routineprüfbedingungen zu berücksichtigen und macht es erforderlich, zur Bewertung eine abschließende Zweifachprüfung vorzunehmen.

### A.3.5 Sonderfälle der Extraktion

Fall 1 – Bauteilsauberkeit liegt im Bereich des Blindwerts:

Mögliche Ursachen:

- a) Die gewählten Extraktionsbedingungen erzielen keine ausreichende Reinigungswirkung (z.B. Ultraschalleistung oder Art der Prüfflüssigkeit etc.)
- b) Das Bauteil weist keine signifikante Partikelfracht auf (hoher Sauberkeitsgrad)

Mögliche Maßnahmen:

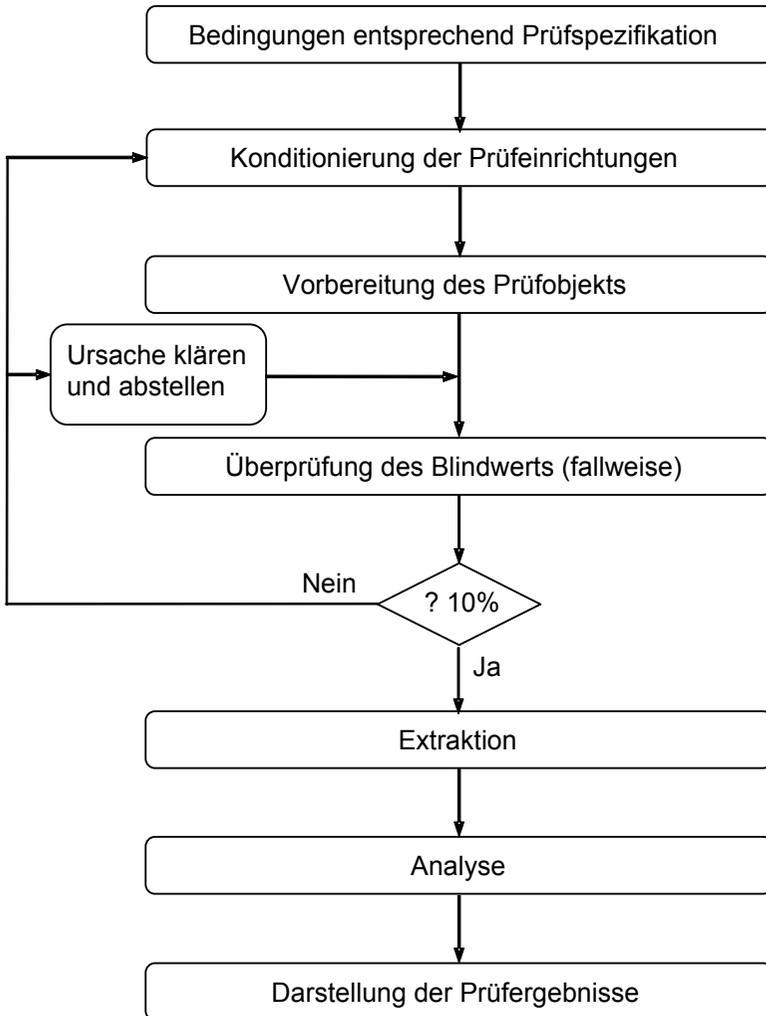
- a) Wahl effizienterer Extraktionsbedingungen; sofern operativ und nach Technikstand realisierbar
- b) Senkung des Blindwerts
- c) Sammlung der Partikelfracht einer größeren Anzahl von Bauteilen

Fall 2 – Partikelfracht zeigt kein Abklingen und liegt deutlich über dem Blindwert:

- a) Die gewählten Extraktionsbedingungen sind nicht geeignet (z.B. Ultraschalleistung oder Art der Prüfflüssigkeit) und führen z.B. zu Angriff der Werkstoffoberfläche des Bauteils. Anpassung des Extraktionsverfahrens ist erforderlich.
- b) Das Bauteil gibt design-, material- oder herstellungsbedingt ständig Partikel ab.

Sind die Qualifizierungskriterien unter Berücksichtigung der Maßnahmen in den oben genannten Fällen operativ und nach Stand der Technik nicht erreichbar, so liegt ein prüfungstechnischer Sonderfall vor. Dies ist in der Prüfspezifikation festzuhalten. Es sind die geeignetsten Prüfbedingungen zu wählen und festzuschreiben.

## Anhang B    Routineprüfung



**Abbildung B1:** Ablauf der Routineprüfung

## **E           EXTRAKTIONSVERFAHREN**

### **1           Grundlagen**

Dieser Teil der Richtlinie beschreibt ausgewählte Extraktionsverfahren, deren Anwendung dann notwendig wird, wenn die Kontrollfläche eines Prüfobjekts nicht durch Direktinspektion untersucht werden kann. Bei der Extraktion handelt es sich um ein probenehmendes Verfahren, das dem Anspruch genügen muss, auch einzelne „kritische“ oder insgesamt nur wenige Partikel auffinden zu können.

**Hinweis:** Der Nachweis und die Überprüfung dieser Forderung erfolgt wie im **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen** beschrieben.

Zum Nachweis der Partikel werden diese von den zu kontrollierenden Bereichen eines Bauteils gezielt auf eine Flüssigkeit übertragen (Extraktion/Beprobung). Die Partikel werden anschließend auf ein Analysefilter abgetrennt und messtechnisch erfasst (Gravimetrie, Mikroskopie, Elementanalyse) oder mit einem Flüssigkeitspartikelzähler direkt in der Flüssigkeit ausgezählt.

Das Ergebnis der Sauberkeitsprüfung ist in hohem Maße von der Ausführung der Extraktionsprozedur abhängig. Das Prüfpersonal muss die Randbedingungen sicherstellen und die vorgegebenen Vorgehensweisen gewissenhaft umsetzen.

Abhängig vom Prüfobjekt ist gegebenenfalls die Anwendung/Kombination mehrerer Extraktionsverfahren erforderlich. Es kann auch notwendig sein, Bestandteile des Bauteils mechanisch zu betätigen, um betreffende Kontrollflächen zu beproben.

Ein Produkt kann Kontrollflächen aufweisen, für die unterschiedliche Sauberkeitsanforderungen bestehen und die deshalb separat zu beproben sind.

**Beispiel:** Öl- oder Wasserkreislauf von Motorenteilen oder Kühlern.

**Hinweis:** Wenn dies funktional vertretbar ist, sind unterschiedliche Sauberkeitsanforderungen an einem Bauteil zu vermeiden.

Fallweise ist die dem Bauteil zugeordnete Verpackung in die Sauberkeitsprüfung einzubeziehen. Hierzu wird der das Bauteil direkt umhüllende Bereich der leeren Verpackung mit Prüfflüssigkeit behandelt und die anfallende Flüssigkeit der Analyseflüssigkeit zugefügt.

**Hinweis:** Bei der Beprobung der Verpackung besteht die Gefahr, dass Partikel, die von nicht relevanten Bereichen des Bauteils stammen, mit in die Analyse einbezogen werden.

Bei der gesamten Extraktionsprozedur ist darauf zu achten, dass weder Bauteile noch Prüfflüssigkeit verunreinigt werden und keine Partikel verloren gehen.

Die Einstellungen und Bedingungen zur Extraktion müssen durch Qualifizierungsuntersuchungen ermittelt und in der Prüfspezifikation eines Bauteils festgehalten werden.

Die Einzelheiten zur Durchführung der Extraktion sind als Arbeitsanweisung zu beschreiben, da die Durchführung überwiegend manuell erfolgt und abhängig vom Bauteil variieren kann.

## **1.1 Sicherheit und Umwelt**

Siehe **A: Anwendungs- und Gültigkeitsbereich der Richtlinie**.

Bei Einsatz von Lösemitteln sind insbesondere die Vorschriften für den Umgang mit brennbaren Flüssigkeiten bezüglich Sicherheit und MAK-Werten einzuhalten.

Hochdruck: Sicherheitsvorkehrungen sind zu treffen. Auf die mechanische Festigkeit der eingesetzten Materialien ist zu achten.

## **1.2 Umfeld, Materialien und Gerätschaften**

Alle Bestandteile der Prüfeinrichtung sowie die verwendeten Flüssigkeiten müssen so sauber sein, dass sie das Prüfergebnis nicht verfälschen. Die Umgebung muss an die Sauberkeitsanforderungen des Bauteils angepasst sein. Der Zustand des Prüfumfelds wird durch Messung des Blindwerts ermittelt, bewertet und davon ausgehend gestaltet. Zeitpunkt und Häufigkeit von Blindwertmessungen richten sich nach der guten Praxis und sind individuell festzulegen.

### 1.2.1 Prüfeinrichtung

Häufig werden Probengefäße zur Sammlung von Analyseflüssigkeiten verwendet: Üblicherweise zylindrische, dicht schließende Behältnisse aus Glas oder Polypropylen, mit einem Verschluss, der eine fest integrierte und abriebarme Dichtfläche aufweist. Zur besseren Reinigung muss das Behältnis über einen flachen Boden und eine weite Öffnung verfügen.

Fallweise ist zur Prüfung auch der Einsatz einer speziellen Hebe-, Halte- oder Aufnahmeeinrichtung für das Bauteil erforderlich.

Bei Objekten mit schwer zugänglichen Hohlräumen kann es notwendig sein, die anfallende Analyseflüssigkeit unter Verwendung einer sauberen Absaugvorrichtung aufzunehmen.

Stellen Sie vor der Prüfung alle zur Prüfung des Objektes benötigten Mittel bereit und nehmen Sie die Einstellung der erforderlichen Bedingungen vor, wie z.B. Spritzdruck, Düsengeometrie, Volumenstrom, Ultraschalldauer etc. Bei Betätigungseinrichtungen für aktive Komponenten sind die erforderlichen Einstellungen vorzunehmen; z.B. Druck, Frequenz, Drehzahl.

Gereinigte Probengefäße und Beprobungsbehälter müssen z.B. durch Verschließen bzw. Abdecken vor Verunreinigung geschützt werden.

Die bei der Extraktion benetzten Flächen zur Sammlung der Analyseflüssigkeit (z.B. Trichter) sind abschließend mit Prüfflüssigkeit nachzuspülen, um Verluste und Verschleppung von Partikeln zu minimieren. Hierzu ist eine geeignete Nachspüleinrichtung einzusetzen; z.B. Spritzflasche.

### 1.2.2 Prüfflüssigkeiten und Nachspülflüssigkeiten

Die Flüssigkeiten müssen mit dem Bauteil sowie den Beprobungs- und Analyseeinrichtungen, inklusive der eingesetzten Dichtungen und Filter verträglich sein.

**Empfehlung:** Viskosität der Prüfflüssigkeit bei Anwendungstemperatur  $\leq 5 \text{ mm}^2/\text{s}$

Bezüglich der Reinigungswirkung richtet sich die Auswahl der Prüfflüssigkeit vor allem nach dem Material des Bauteils und den Eigenschaften der zu erwartenden Verunreinigungen, die auch von der Vorbehandlung bzw. Vorgeschichte des Bauteils zu dessen Herstellung abhängen (siehe **Anhang**).

**Beispiel:** Nachweisrelevante Partikel können z.B. auch in Montagefetten oder Konservierungsmitteln gebunden sein.

### 1.2.3 **AufreinigungsfILTER**

Weisen die zu verwendenden Prüf- und Nachspülflüssigkeiten nicht die geeignete Sauberkeit auf, sind AufreinigungsfILTER einzusetzen.

**Empfehlung:** Sie sollten Partikel zuverlässig zurückhalten, deren Größe höchstens 10 % der für ein Bauteil spezifizierten kleinsten Partikel beträgt. Beträgt die kleinste zu kontrollierende Größe z.B. 100 µm, so sollte das AufreinigungsfILTER mindestens Partikel  $\geq 10$  µm zuverlässig zurückhalten; Abscheidegrad von mind. 99 %. Eine Alternative stellt die Mehrfachfiltration der Flüssigkeit dar.

**Achtung:** Es kann der Fall eintreten, dass in Prüfflüssigkeiten befindliche waschaktive Substanzen ausgefiltert werden.

## 1.3 **Bezugsgröße zur Sauberkeitsangabe**

Ermitteln Sie den Wert für das zu beprobende Volumen oder die Fläche des Bauteils und vermerken Sie diesen in der Prüfspezifikation. Zu berücksichtigen sind sämtliche Oberflächen bzw. Volumen der Bereiche, die in der Endanwendung in Kontakt mit dem Betriebsmedium sind.

**Hinweis 1:** Dieser Schritt ist nur erforderlich, wenn die Sauberkeitsspezifikation auf den betreffenden Bezugsgrößen basiert.

## 1.4 **Vorbereitung von Prüfobjekten**

Die Vorbereitung betrifft z.B. Maßnahmen wie Vorreinigung, Entmagnetisierung, Isolierung oder Demontage; je nach Erfordernissen.

Beachten Sie hierzu Kapitel **C: Sauberkeitsgerechte Handhabung**.

## 1.5 Maßnahmen zur Sauberkeitsanalyse

Zur Sauberkeitsanalyse muss die gesamte bei der Extraktion anfallende Flüssigkeit - inklusive der eingesetzten Nachspülflüssigkeit - erfasst werden.

Abhängig von den spezifizierten Sauberkeitswerten werden die in der Flüssigkeit enthaltenen Partikel den in **Kapitel F: Analyseverfahren** dargestellten messtechnischen Analysen unterzogen.

Die Analyse muss möglichst während oder unmittelbar nach der Extraktion erfolgen. Lagerung und Transport der Analyseflüssigkeit, z.B. zu einer externen gelegenen Analyseeinrichtung, sind möglichst zu vermeiden.

### 1.5.1 Handhabung und Transport von Analyseflüssigkeiten

Wird die Flüssigkeit nicht unmittelbar am Ort der Extraktion analysiert, muss sie in sauberen Probengefäßen gesammelt werden.

Probengefäße sind eindeutig zu kennzeichnen. Es muss die gesamte Flüssigkeitsmenge, zusammen mit der Prüfspezifikation und Angabe der zu erwartenden/geforderten Sauberkeitswerte des beprobten Objekts bereitgestellt werden.

Für Verpackung, Lagerung und Transport von Probengefäßen gelten sinngemäß die Bedingungen für Prüfobjekte.

### 1.5.2 Sonderfall - Sauberkeitsprüfung in Bauteilen enthaltener Transport- und Betriebsflüssigkeiten

Wird ein mit Flüssigkeit befülltes Bauteil (z.B. Transport- und Betriebsflüssigkeiten) zur Prüfung angeliefert, so ist diese sauberkeitsgerecht zu entnehmen. Die Flüssigkeit wird wie eine Analyseflüssigkeit behandelt und die in dieser Richtlinie vorgestellten Prozeduren zur Extraktion und Analyse kommen zur Anwendung. Gegebenenfalls sind auch anderweitige Vorschriften zu berücksichtigen, die jedoch nicht Gegenstand dieser Richtlinie sind. Das Erfordernis der Sauberkeitsprüfung in Bauteilen enthaltener Flüssigkeiten ist in der Prüfspezifikation anzugeben.

## Anhang A      Hinweise zu Prüfflüssigkeiten

### A.1      Eignung und Verträglichkeit

**Achtung:** Im Folgenden handelt es sich um vereinfachte Übersichten, die die technische Klärung einer individuellen Applikation nicht ersetzen. Diese Tabellen sind lediglich als Grobübersichten zu verstehen.

		Prüfflüssigkeit				
		Wässrig tensidisch neutral	Wässrig tensidisch alkalisch	Wässrig tensidisch sauer	Löse-mittel polar	Löse-mittel unpolar
1	Salze (wasserlöslich)	+	o	o	-	-
3	Mineralölbasierte Schmierstoffe (MBS)	-	+	o	+	+
4	Kühl/Schmierstoffe -wässrige Emulsion, (wässrige KSS)	+	+	o	+	o
5	Bremsflüssigkeit	+	o	o	+	+
6	Tierische und pflanzliche Fette und Öle (TPFÖ)	o	+	o	+	+
7	Silikonöl	-	-	-	-	+
8	Korrosionsschutzmittel, aminbasiert	+	+	+	+	o
9	Korrosionsschutzmittel, sonstige	o / +	+	o	+	+
10	Wachs	o (Nur oberhalb Schmelzpunkt)	o (Nur oberhalb Schmelzpunkt)	o (Nur oberhalb Schmelzpunkt)	o	+

+ = geeignet, o = eingeschränkt, - = nicht geeignet

**Tabelle A1:** Substanzen, die sich außer Partikeln auf der Bauteiloberfläche befinden und Partikel binden sowie die Eignung von Prüfflüssigkeit (Reinigungsflüssigkeit), diese Substanzen zu lösen.

**Beispiel:** Lösemittel polar: Alkohol; Lösemittel unpolar (möglichst AIII): Waschbenzin.

**Hinweis 1:** Sonderreiniger, die nicht in eine dieser Kategorien fallen, werden hier nicht behandelt.

**Hinweis 2:** Beim Einsatz von wässrigen Reinigern bei erhöhten Temperaturen und/oder im alkalischen Bereich sollte der Reiniger mit VE-Wasser angesetzt werden, um das Ausfällen von Wasserhärtebildnern zu vermeiden.

		Prüfflüssigkeit				
		Wässrig tensidisch neutral	Wässrig tensidisch alkalisch	Wässrig tensidisch sauer	Löse- mittel polar	Löse- mittel unpolar
Pos.	Material (Prüfobjekt sowie Prüfeinrichtung)					
1	Kunststoffe	+	o	o	o	o
2	Elastomere	+	o	o	o	o
3	Lackierte Flächen	+	o	o	o	o
4	Magnesium und Mg-Legierungen	o (mit Inhibitoren)	+	-	+	+
5	Aluminium, Al-Legierungen und Al-Druckguss, chromatiertes Al	+	- (bei pH > 9,6)	-	+	+
6	Zink, Zn-Legierungen und Zinkdruckguss	+	-	-	+	+
7	Edelstahl	+	+	+	+	+
				(Mit Beizschritt) (Salzsäure vermeiden)		
8	Stahl und Gusseisen	+	+	o (Beizwir- kung)	+	+
9	Eisen, feuerverzinkt, galvanisch verzinkt, galvanisch verzinkt und chromatiert	+	-	-	+	+
10	Buntmetalle (Kupfer, Messing, Bronze etc.)	+	-	o (Metallauf- lösung)	+	+
11	Glas	+	o (Angriff bei pH > 13)	o (Fluoride vermeiden)	+	+

+ = geeignet, o = eingeschränkt, - = nicht geeignet

### **Tabelle A2:** Werkstoffverträglichkeit von Reinigungsflüssigkeiten (Prüf- flüssigkeit)

**Empfehlung:** Wässrige Reiniger sind wegen Gesundheits- und Explosionsschutz zu be-  
vorzugen.

## **A.2 Standardspezifikation**

Mindestanforderungen:

1. Sicherheitsdatenblatt
2. Prüfzertifikat
3. Zeitlich konsistente Produktqualität
4. Haltbarkeitsgarantie
5. weltweit verfügbar und einsetzbar
6. filtrierbar/vorfiltriert verfügbar
7. Ultraschalleignung/Spritzbarkeit (methodenspezifisch)
8. Chemisch rückstandfrei filtrierbar bzw. Angabe nicht flüchtiger Inhaltsstoffe, die sich auf Filtern niederschlagen und z.B. gravimetrisch auswirken können.

## **A.3 Wiederverwendung**

**Empfehlung:** Bevorzugt sind Prüfflüssigkeiten nur einmalig anzuwenden.

Zur Wiederverwendung muss Prüfflüssigkeit so aufbereitet werden, dass deren Qualität das Prüfergebnis nicht beeinträchtigt. Es ist darauf zu achten, dass:

1. deren physikalische/chemische Reinigungswirkung keine Einschränkung erfährt; z.B. Verarmung von Detergenzien oder Verbrauch chemischer Wirkstoffe.
2. keine Anreicherung mit Substanzen stattfindet, die das Prüfergebnis überlagern können; z.B. Fette, Konservierungsmittel.
3. keine Anreicherung mit Substanzen stattfindet, die die Prüfanordnung oder das Bauteil schädigen können; z.B. Wasser, Säuren, Laugen.

#### **A.4 Hinweise zu Extraktionsverfahren**

Die objektabhängige Reproduzierbarkeit bzw. Ungenauigkeit der Beprobung kann aus folgenden Gründen nicht absolut ermittelt werden:

1. Die tatsächliche Partikelfracht eines Prüfobjekts kann - mangels exakter Methoden - nicht als Referenz ermittelt werden.
2. Art und Menge der Partikelfracht baugleicher Objekte sind in der Regel nicht identisch und repräsentative Prüfnormale sind nicht verfügbar.

Folgende mögliche Einflüsse sind zu berücksichtigen:

1. Reproduzierbarkeit der manuellen Beprobungsschritte
2. Erfassung in Prüfflüssigkeit unlöslicher Substanzen; z.B. Schmiermittel und Bestandteile von Korrosionsschutzmitteln, Salze etc.
3. Verschleppung bzw. Austausch zwischen Objektbereichen unterschiedlichen Sauberkeitszustands
4. Durch Materialangriff und/oder Reibung können zusätzliche Partikel entstehen, welche die Partikelfracht des Prüfobjektes überlagern.
5. Die mechanische Betätigung von Komponenten kann zusätzliche Partikel hervorrufen. Eine eindeutige Trennung zwischen ursprünglicher Partikelfracht und mechanischem Abrieb ist nicht möglich.
6. Temperaturschwankungen der Prüfflüssigkeit
7. Unvollständige Benetzung von Kontrolloberflächen
8. Handhabbarkeit großer und schwerer Prüfobjekte

#### **A.5 Sauberkeitsanforderungen an Prüfeinrichtungen**

1. Geeignete Oberflächenrauigkeit
2. Chemische und mechanische Beständigkeit
3. Keine Schmutzfallen, wie z.B. Todzonen und Hinterschneidungen
4. Gut zu reinigen
5. Schräger Ablauf bei Auffang- bzw. Sammelbehältern
6. Keine Eigenpartikelabgabe

## **E.1     Spritzen**

### **1       Prinzip**

Spritzen bezeichnet das lokal anwendbare Aufbringen von Prüfflüssigkeit auf das Bauteil über einen Freistrah. Die reinigende Wirkung resultiert zum Großteil aus dem Impulsübertrag beim Auftreffen des Strahls auf das Objekt. Im Allgemeinen ergibt sich auch eine spülende Komponente beim Abfließen der Prüfflüssigkeit.

Das Verfahren ist zur Reinigung von Außengeometrien und zugänglichen Innengeometrien geeignet. Bei Verwendung grobmaschiger Körbe oder Siebe können auch Kleinteile einfacher Geometrie einzeln oder gleichzeitig behandelt werden.

Die nachfolgende Festlegung der Spritzdruckbereiche bezieht sich auf analytische und nicht auf fertigungstechnische Anwendungen:

- |                                 |                                 |
|---------------------------------|---------------------------------|
| a)   Undefinierter Niederdruck: | Einsatz von Laborspritzflaschen |
| b)   Niederdruck:               | bis 1 bar                       |
| c)   Mitteldruck:               | ab 1 bis 10 bar                 |
| d)   Hochdruck:                 | ab 10 bar                       |

Abhängig vom Druckbereich gelten unterschiedliche Sicherheitsmaßnahmen.

Wesentliche Einflussparameter des Spritzverfahrens (Erläuterung siehe **Anhang**):

- Eigenschaften der Prüfflüssigkeit,
- Volumenstrom und Spritzdruck,
- Geometrie von Düsen und Lanzen,
- Abstand und Winkel zum Objekt,
- Zeit pro Fläche bzw. Vorschub,
- Wiederholungen pro Fläche,
- Reihenfolge/Abfolge bei der Beprobung der Objektoberflächen.

Das Spritzverfahren gestattet es - abhängig von der Geometrie der jeweiligen Kontrollflächen - unterschiedliche Düsen oder Drücke anzuwenden, um eine gezielte und möglichst wirksame Partikelablösung zu erreichen.

Das Spritzverfahren ist beschränkt lösemitteltauglich (Brand- und Explosionsschutz) und nicht für schäumende Flüssigkeiten geeignet. Vorzugsweise wird Flüssigkeit mit Raumtemperatur eingesetzt.

Aufgrund der potenziellen Vernebelung der Prüfflüssigkeit sind folgende Risiken zu berücksichtigen:

- Entstehung explosibler Aerosole bei Lösemitteln,
- Überschreitung der zulässigen MAK-Werte, verbunden mit Gesundheitsrisiken,

Abprallverluste sind zu berücksichtigen, so dass zur Minimierung von Partikelverlusten ein entsprechendes Nachspülen der Auffangeinrichtungen erforderlich ist.

Das Ergebnis des Spritzverfahrens unterliegt besonders den Einzelschritten bei der Extraktion, die in der Regel manuell ausgeführt werden. Der für ein Prüfobjekt geeignete Ablauf des Spritzvorgangs ist als Arbeitsanweisung festzulegen.

## **2 Materialien und Gerätschaften**

1. Prüfflüssigkeit
2. Bauteilaufnahme: z.B. Auflage, Pinzette oder Stativ für Einzelobjekte; grobmaschiger Korb für Kleinteile.
3. Spritzeinrichtung, wahlweise
  - a) Druckspritzeinrichtung bestehend aus:
    - Spritzwerkzeug: Z.B. Spritzpistole, optional ausgestattet mit AufreinigungsfILTER.
    - Diverse Spritzdüsen (optional): z.B. Rund- und Fächerdüse sowie Lanzen für Innenbereiche; bauteilabhängig.
    - Flüssigkeitsversorgung: Z.B. ausgestattet mit Vorlagebehälter, Druckquelle, Manometer, AufreinigungsfILTER. Die Ausführung richtet sich nach den Sicherheits- und Sauberkeitsanforderungen.
  - b) Labor-Spritzflasche
4. Beprobungsbehälter: z.B. Spritzkammer, Trichter bzw. Probengefäß zur Sammlung der Analyseflüssigkeit

5. Absaugvorrichtung (optional): Zur Entnahme von Restflüssigkeit aus Bauteilhohlräumen; z.B. Saugheber.
6. Graduiertes Gefäß zur Volumenbestimmung; z.B. Becherglas oder Standzylinder.

### **3 Prozedur**

**Hinweis:** Die nachfolgende Prozedur ist den Gegebenheiten des Prüfobjekts anzupassen. Beachten Sie hierzu auch die Anweisungen in **Kapitel E: Extraktionsverfahren**.

1. Stellen Sie alle zur Prüfung erforderlichen Mittel bereit.
2. Stellen Sie sicher, dass die Prüfeinrichtungen sauber sind und ermitteln Sie erforderlichenfalls den Blindwert.
3. Fallweise: Reinigen Sie die äußere Oberfläche des Bauteils gezielt, um Querverunreinigungen auszuschließen.
4. Fallweise: Entleeren Sie das Prüfobjekt und ermitteln Sie Menge und Sauberkeitszustand der enthaltenen Flüssigkeit.
5. Fallweise: Vorbereitung; z.B. Demontieren, Entmagnetisieren, Isolierung.
6. Bringen Sie das Prüflos in den Beprobungsbehälter ein und fixieren Sie es erforderlichenfalls. Platzieren Sie das Prüfobjekt so, dass die Flüssigkeit gut in den Beprobungsbehälter oder das Sammelgefäß abfließen kann.
7. Unterziehen Sie das Objekt dem Spritzvorgang und halten Sie die geeigneten Bedingungen (Zeit, Flüssigkeitsmenge und Abfolge des Spritzvorgangs) genau ein. Achten Sie darauf, dass dabei keine Flüssigkeit verloren geht und möglichst keine Flächen des Bauteils benetzt werden, die nicht prüfungsrelevant sind.
8. Entleeren Sie (erforderlichenfalls wiederholt) Bereiche des Objekts, in denen sich Flüssigkeit sammeln kann, um Restflüssigkeit und die darin enthaltenen Partikel zu erfassen.

9. Bei Objekten mit schwer zugänglichen Hohlräumen entnehmen sie die Flüssigkeit unter Verwendung einer Absaugvorrichtung und spülen Sie diese mit Prüfflüssigkeit nach. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
10. Fallweise: Beprobieren Sie das Innere der Verpackung. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
11. Spülen Sie abschließend die eingesetzten Auffanggefäße wie z.B. Trichter mit einer ausreichenden Menge Prüfflüssigkeit nach. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
12. Führen Sie die gesammelte Flüssigkeit der Analyse zu.
13. Ausfüllen des Prüfprotokolls

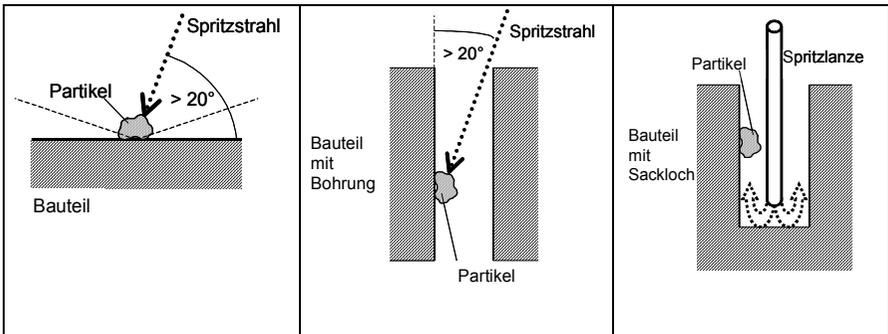
#### **4 Dokumentation**

Siehe **Anhang A4**.

## Anhang A      **Spritzen (informativ)**

### **A.1**      **Hinweise zur Reinigungswirkung beim Spritzen**

Die Reinigungswirkung beim Spritzen ist gegeben, wenn die auf der Oberfläche anhaftenden Partikel vom Freistrahл der Prüflüssigkeit getroffen werden. Dabei sollte ein Winkel von  $20^\circ$  zwischen Spritzstrahl und Oberfläche nicht unterschritten werden. Daraus folgt für den Anwendungsbereich: Spritzen ist geeignet für direkt zugängliche Außenbereiche, die großflächig auch mit Fächerdüsen gereinigt werden können. Innenbereiche oder schwer zugängliche Außenbereiche sollten mit Düsen nur gereinigt werden, wenn ein Spritzwinkel von  $> 20^\circ$  gegeben ist. D. h. bei kurzen dicken Bohrungen. Bei langen dünnen Bohrungen wird der Winkel von  $20^\circ$  im Inneren unterschritten oder das Spritzen geht in ein Abfließen über, die Reinigungswirkung weicht von ihrem ursprünglichen Wert zu stark ab, sinkt extrem und/oder ist nicht mehr definiert. Für solche dem Spritzstrahl nicht mehr direkt zugänglichen Geometrien sollten dann Spritzlanzen eingesetzt werden, die in die Innenräume eintauchen können. Sackbohrungen oder ähnliche Geometrien sollten ebenfalls nur mit Lanzen gereinigt werden.



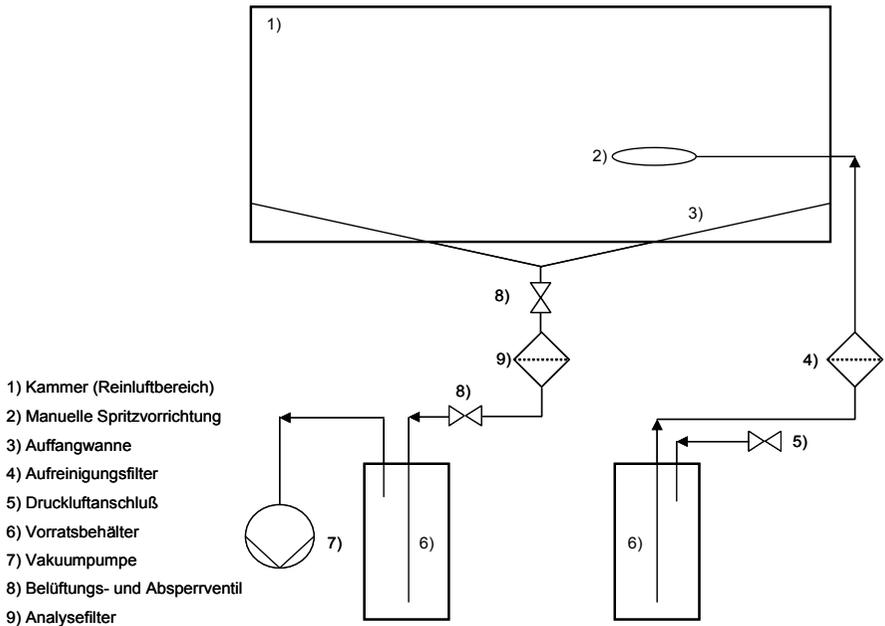
**Abbildung A1:** Spritzen mit Freistrahл in Außen- und Innenbereichen (links, Mitte), Einsatz von Spritzlanzen in Innenbereichen wie Sacklöchern (rechts).

Eine Ausnahme können dünne Bohrungen o. ä. darstellen, die mit einem Freistrahл gespritzt werden, dessen Durchmesser größer als der Durchmesser der Durchgangsbohrung ist, so dass das Spritzen im Inneren des Bauteils in ein turbulentes Innenspülen übergeht.

## A.2 Volumenstromkontrolle

Verfügt die Spritzeinrichtung nicht über eine integrierte Volumenstromanzeige, muss regelmäßig eine Kontrolle des Volumenstroms z.B. durch Auslitern erfolgen, um dem zunehmenden Druckverlust eventuell eingebauter Aufreinigungsfilter Rechnung zu tragen und den erforderlichen Volumenstrom zu gewährleisten.

## A.3 Beispiel für eine Spritzeinrichtung



**Abbildung A2:** Spritzkammer mit Flüssigkeitsver- und Entsorgung

## A.4 Dokumentation – Spritzen

Beispiel zur Spezifizierung der Bedingungen:

<b>Spritzverfahren</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
Bauteilbereiche 1: (hier wahlweise Angabe der betreffenden Objektstellen; z.B. laut Zeichnung)	
Max. Abstand (bei Hochdruck) [mm]:	
<u>Spritzdruck</u> (Angabe wahlweise) [bar]: Am Druckbehälter: Vor der Düse: <input type="checkbox"/> Spritzflasche <u>Düsenspezifikation</u> : Düsengeometrie (z.B. rund, oval ...): Hydraulischer Durchmesser [mm]: Beschreibung: Volumenstrom <sup>2)</sup> [ml/min]:	Zeit pro Kontrollfläche <sup>2)</sup> [s]: Spritzflüssigkeitsmenge <sup>2)</sup> [ml]: <u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften</u> : Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Art der Nachspülprozedur (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.): Anmerkungen Nachspülprozedur:
Prüfumgebung: <input type="checkbox"/> nicht definiert <input type="checkbox"/> klimatisiert <input type="checkbox"/> Reinraumklasse (ISO 14644 -1):	
Bauteilbereiche 2: (hier wahlweise Angabe der betreffenden Objektstellen; z.B. laut Zeichnung)	
Max. Abstand (bei Hochdruck) [mm]:	
--	

<sup>2)</sup> Nur zwei dieser drei Punkte sind anzugeben

## E.2 Ultraschall

### 1 Prinzip

Mit Ultraschall-Extraktion wird die über ein flüssiges Medium vermittelte Einwirkung mechanischer Schwingungen im Bereich von 20-400 kHz auf die Oberfläche des Prüfobjektes bezeichnet. Die Reinigung erfolgt dabei entweder in Tauchbädern, deren Boden oder Seitenwände mit US-Schwingelementen bestückt sind oder durch Einbringung von US abstrahlenden Sonotroden in flüssigkeitsgefüllte Hohlräume des Bauteils.

Die Partikel lösende Reinigungswirkung beruht dabei auf den hohen Druckspitzen, die bei der Implosion von Kavitationsbläschen entstehen.

Die Extraktionswirkung des Ultraschalls ist neben den allgemein wirksamen Parametern wie Zeit, Temperatur und Reinigungsflüssigkeit im Besonderen von der US-Frequenz und dem Schallwechseldruck, der durch die Ultraschalleistung und die geometrischen Gegebenheiten bestimmt wird, festgelegt. Allgemein gilt, je höher die US-Leistung und je niedriger die US-Frequenz, desto stärker sind die physikalischen Reinigungskräfte.

**Hinweis:** Dies bedeutet gleichzeitig, dass der das Ergebnis verfälschende Abtrag an der Bauteiloberfläche durch Wahl einer höheren Frequenz oder einer niedrigeren Leistung verringert werden kann. Besondere Vorsicht ist bei Gusseisen geboten, da es hier zur Auslösung von Graphit kommen kann. Auch bei Aluminiumguss-Oberflächen, lackierten oder beschichteten Flächen sowie Sinterwerkstoffen kann es durch ungeeignet gewählte US-Parameter zu Schädigungen des Materials kommen.

Ultraschallbäder sind zur Beprobung von Außengeometrien geeignet sowie zur Reinigung von Innenbereichen, wenn der Schall über Öffnungen im Bauteil mit genügend hoher Intensität in die Innenbereiche gelangen kann. Die Reinigungswirkung im Inneren von Bauteilen wird umso schwächer, je kleiner die Eintrittsöffnung für den Schall ist und je größer dazu im Verhältnis der Innenhohlraum ist. Für eine gleichzeitige Innen- und Außenreinigung muss daher sichergestellt werden können, dass im Inneren des Bauteils überall die Kavitationsschwelle überschritten wird, ohne das Bauteilmaterial an der Außenseite anzugreifen. Innengeometrien in schallweichen Materialien können in Bädern nur gereinigt werden, wenn die Eintrittsöffnungen größer als die halbe Wellenlänge des Schalls sind (siehe **Anhang**). Schallweiche Materialien, wie Schaumstoff oder Dämmmaterialien, die die Schallenergie stark absorbieren, werden allerdings selten zur Fertigung von Automobilkomponenten verwendet.

Können diese Punkte nicht gewährleistet werden, muss ein anderes Extraktionsverfahren eingesetzt werden. Werden sehr hohe US-Leistungen im Inneren eines Bauteils benötigt, können Sonotroden zum Einsatz kommen, die ein räumlich begrenztes aber sehr intensives Schallfeld ausbilden. Dabei können sowohl Innenbereiche von komplett eingetauchten kleinen Bauteilen (z.B. im Becherglas) als auch befüllte Hohlräume von großen Bauteilen beschallt werden (siehe **Anhang**).

Eine weitere Einsatzmöglichkeit des Ultraschalls bei der Bestimmung der technischen Sauberkeit ist die Unterstützung von Innenspülprozeduren. Dabei wird die zu prüfende in der Regel rohrförmige Komponente (keine US absorbierenden Materialien), die mit Prüfflüssigkeit durchströmt wird, zusätzlich in ein US-Bad getaucht und von außen beschallt.

Wesentliche Einflussparameter des Ultraschallverfahrens (Erläuterung siehe **Anhang**):

- Eigenschaften und Temperatur der Prüfflüssigkeit,
- Frequenz des Ultraschalls
- Leistungsdichte des Ultraschalls
- Art der Schalleinbringung (Bad/ Sonotrode)
- Orientierung des Bauteils zur Schallquelle
- Extraktionszeit
- Bauteilbewegung

## **2 Materialien und Gerätschaften**

1. Prüfflüssigkeit, dynamische Viskosität  $\eta \leq 5 \text{ mm}^2/\text{s}$
2. Ultraschall-Gerätschaften
  - a) Ultraschall-Bad: Das Bad sollte aus Edelstahl gefertigt sein. Die Daten und Leistungsmerkmale müssen im Prüfbericht dokumentiert sein, insbesondere die Leistung, die Frequenz und das Badvolumen. In der Regel werden in US-Bädern der Boden und/oder die Wände des Beckens mit Schallgebern bestückt, um eine homogene Schallverteilung im Becken und damit eine homogene Reinigungswirkung zu erzielen.
    - i. Halterung zur Fixierung der Prüfobjekte im Bad (kein Wand- und Bodenkontakt), auf gute US-Durchlässigkeit achten. (z.B. Maschenkörbe mit möglichst großer Maschenweite, keine Halterungen aus kompakten absorbierenden Kunststoffen).

- ii: Fallweise: Becherglas zur Aufnahme von Kleinteilen und entsprechende Halterung für Becherglas (siehe i.).
- iii: Vorrichtung (manuell/automatisiert) zur Oszillation der Bauteile um die halbe Wellenlänge senkrecht zur Schall abstrahlenden Fläche zum Ausgleich von Inhomogenitäten in der Schallwirkung durch die Ausbildung stehender Wellen (Oszillations-Geschwindigkeit  $\leq 1$  cm/s).

**Hinweis:** Eventuelle Bauteilhalterungen oder Warenkörbe müssen aus sauberkeitsgerechtem Material bestehen und entsprechend verarbeitet sein. Z.B. sollten Schweißnähte von Bauteilhalterungen möglichst außerhalb des US-Beckens liegen.

b) Sonotrode: Eine andere Möglichkeit Ultraschall in eine Prüfflüssigkeit einzukoppeln, ist die Verwendung von Sonotroden. Die Masse und Geometrie dieser Schall-Übertragungselemente sind auf die Frequenz des Ultraschalls abgestimmt. Für Anwendungen wie die Sauberkeitsanalyse werden in der Regel stabförmige Sonotroden aus Titan eingesetzt, die den Großteil der US-Energie über die Stirnfläche in die Flüssigkeit abstrahlen. Sie werden eingesetzt, wenn in Innengeometrien von Bauteilen, Durchgangsbohrungen oder Sacklöchern hohe Leistungsdichten zur Extraktion benötigt werden, die nicht über ein Bad eingekoppelt werden können. Wegen dieser hohen Leistungsdichte ist besondere Vorsicht geboten, um Beschädigungen an der Bauteiloberfläche zu vermeiden.

- i: Bedarfsweise: Becherglas o. ä. geeignetes Behältnis zur Aufnahme des Bauteils
- ii: Bedarfsweise: Stativ zur Fixierung von Schallwandler und Sonotrode.

3. Fallweise: Weitere Behältnisse (Trichter, Bechergläser) zur Sammlung der Prüfflüssigkeit.
4. Spritzeinrichtung zum Nachspülen der Bauteile und Gerätschaften und/oder Dosierung von Prüfflüssigkeit (siehe Kapitel E1: Spritzen).
5. Graduiertes Gefäß zur Volumenbestimmung; z.B. Becherglas oder Standzylinder.
6. Absaugvorrichtung (optional): Zur Entnahme von Restflüssigkeit aus Bauteilhohlräumen; z.B. Saugheber.

### 3 Sicherheit

Neben den allgemeinen Sicherheitsanforderungen, die für alle Extraktionsverfahren gelten, gibt es beim Einsatz von US-Techniken einige weitere Punkte zu beachten:

- Durch die Einkopplung des Ultraschalls in die Prüfflüssigkeit und dem damit verbundenen Energieeintrag kann es bei längerer Beschallung zu einer Erwärmung der Flüssigkeit kommen. Dies ist insbesondere beim Einsatz brennbarer Flüssigkeit zu beachten und zu prüfen (20° unterhalb des Flammpunktes bleiben).
- Während der Beschallung nicht mit der Hand oder anderen Körperteilen in die Prüfflüssigkeit fassen (Gefahr der Embolie oder Zerstörung von Hautzellen!).
- Beim Einsatz von Sonotroden in Verbindung mit Behältnissen aus Glas o. ä. Materialien (z.B. Becherglas) ist ein Kontakt zwischen eingeschalteter Sonotrode und Behältnis zu vermeiden. Der Kontakt kann zur Zerstörung des Behältnisses führen (Verletzungsgefahr durch Scherben).

### 4 Prozedur

**Hinweis:** Die nachfolgende Prozedur ist den Gegebenheiten des Prüfobjekts anzupassen. Beachten Sie hierzu auch die Anweisungen in Kapitel E: Extraktionsverfahren.

1. Stellen Sie alle zur Prüfung erforderlichen Mittel bereit.
2. Stellen Sie sicher, dass die Prüfeinrichtungen sauber sind und ermitteln Sie erforderlichenfalls den Blindwert.
3. Fallweise: Vorbereitung; z.B. Demontieren, Entmagnetisieren, Isolierung.

#### 4.1 Extraktionsprozedur im Ultraschall-Bad

1. Ultraschallbad bzw. Becherglas mit sauberer Prüfflüssigkeit befüllen und entgasen.
2. Konditionierung der Bauteile (siehe Kapitel B: Sauberkeitgerechte Handhabung). Dabei ist im Falle des US-Bades folgendes zu beachten:
  - a) Ist die ausschließliche Beprobung von Außenbereichen gefordert, werden die Öffnungen zu den Innenbereichen (wenn vorhanden) durch geeignete Stopfen oder Schrauben verschlossen.

- b) Werden Außen- und Innenbereiche beprobt sind keine derartigen Maßnahmen vorzunehmen. Es ist auf eine geeignete Orientierung der Bauteilöffnungen zu den Schall abstrahlenden Badflächen zu achten (siehe Anhang).
- c) Die ausschließliche Beprobung von Innenbereichen wird folgendermaßen durchgeführt. Erst wird eine Außenreinigung, wie unter a) beschrieben, durchgeführt und die Reinigungsflüssigkeit verworfen. Anschließend erfolgt eine Gesamtreinigung der Innenbereiche und bereits gereinigten Außenbereich, wie unter b) beschrieben. Die anschließend zu analysierende Prüfflüssigkeit enthält somit die Partikel aus den Innenbereichen des Bauteils.

**Hinweis:** Eine weitere Möglichkeit zur Innenbeprobung besteht in folgender Vorgehensweise: Das Bauteil wird befüllt und die Öffnungen des Bauteils mit Stopfen oder Schrauben verschlossen. Die Beschallung erfolgt von außen im US-Bad. Anschließend wird das Bauteil wieder geöffnet und die Flüssigkeit aus dem Inneren der Analyse zugeführt. Diese Vorgehensweise ist allerdings nicht zu empfehlen. Die Einkopplung des Ultraschalls über die Hülle des Bauteils ist zwar prinzipiell möglich, aber extrem stark vom Bauteilmaterial und von der Geometrie abhängig (Stichwort: Eigenfrequenzen des Bauteils), so dass die Möglichkeit einer Innenbeprobung unter definierten Bedingungen nur mit großem Aufwand beurteilt werden kann.

3. Einbringen des oder der Prüfobjekte ins Ultraschallbad direkt bzw. in Aufnahmen wie Körbe oder mediengefüllte Bechergläser, die ebenfalls im US-Bad über eine Haltevorrichtung fixiert werden.
4. Die Beschallung mit der Leistung, der Frequenz und der Zeit durchführen, die in der Prüfspezifikation festgelegt ist. Während der Beschallung das Bauteil bzw. Becherglas bewegen.

**Hinweis 1:** Ist das Bauteil von mehreren Seiten oder in mehreren Orientierungen zu beschallen, so ist bei der Umorientierung (Wenden, Rotieren, usw.) sorgfältig auf die Vermeidung einer zusätzlichen Partikelerzeugung durch den Handhabungsschritt zu achten.

**Hinweis 2:** Beim Einsatz von Labor-US-Becken ist darauf zu achten, dass keine vom Bauteil abgelösten Partikel im Becken verbleiben. Die Gefahr einer „Partikelfalle“ ist oft am Auslauf der Becken gegeben, der aus fertigungstechnischen Gründen meist einen Spalt bzw. Absatz aufweist, der ein vollständiges Abfließen der Partikel behindern kann. Sind am US-Becken Hähne o. ä. zur Entleerung angebracht, ist zu prüfen, ob diese bei Betätigung Partikel abgeben, die das Analyseergebnis überlagern können (Blindwert).

5. Das oder die Prüfbauteile entnehmen und sorgfältig über dem US-Becken bzw. dem Becherglas mit sauberer Prüfflüssigkeit nachspülen.
6. Erforderlichenfalls Entleeren des Objekts, um Restflüssigkeit und die darin enthaltenen Partikel zu erfassen.
7. Bei Objekten mit schwer zugänglichen Hohlräumen entnehmen sie die Flüssigkeit unter Verwendung einer Absaugvorrichtung und spülen Sie diese mit Prüfflüssigkeit nach. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
8. Fallweise: Das Innere der Verpackung beproben. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
9. Abschließend die eingesetzten Auffanggefäße wie z.B. US-Becken oder Becherglas mit einer ausreichenden Menge Prüfflüssigkeit nachspülen. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
10. Die gesammelte Flüssigkeit der Analyse zuführen.
11. Ausfüllen des Prüfprotokolls

#### **4.2 Extraktionsprozedur beim Einsatz von Ultraschall-Sonotroden**

1. Das Prüfobjekt wird in ein Becherglas oder ein anderes geeignetes Behältnis eingebracht. Die Öffnung des Bauteils muss nach oben zeigen, um für die Sonotrode zugänglich zu sein. Becherglas mit einer definierten Menge Prüfflüssigkeit befüllen. Es ist darauf zu achten, dass die zu reinigenden Innengeometrien vollständig mit Flüssigkeit gefüllt sind. Entsprechendes gilt, wenn ein Hohlraum eines großen Bauteils mit Prüfflüssigkeit befüllt wird (siehe Anhang).
2. Die Sonotrode in den zu reinigenden Hohlraum des Bauteils eintauchen (Sonotrode darf weder Bauteil noch Becherglas berühren). Bei Bedarf die Sonotrode mit einem Stativ fixieren. Die Beschallung mit der Leistung, der Frequenz und der Zeit durchführen, die in der Prüfspezifikation festgelegt ist.

**Hinweis 1:** Sind mehrere Bohrungen bzw. Hohlräume des Bauteils zu behandeln, muss die Beschallung für die einzelnen Bereiche wiederholt werden. Dabei ist das Bauteil gegebenenfalls zu drehen.

**Hinweis 2:** Die hohen Leistungsdichten der Sonotroden herrschen in der Regel nur im Nahfeld vor der Sonotroden spitze. Werden größere Innenbereiche wie z.B. lange Bohrungen mit Sonotroden gereinigt, so muss diese der Geometrie nachgeführt werden, um eine homogene Beschallung und Extraktionswirkung zu gewährleisten.

3. Bauteil entnehmen, über dem Becherglas oder einem Auffanggefäß entleeren und mit sauberer Prüfflüssigkeit spülen. Am Ende der Spülprozedur auf vollständige Entleerung des Bauteils und Austrag der Partikel achten.
4. Die Prüfflüssigkeit aus dem Becherglas oder dem Auffanggefäß der Analyse zuführen. Alle Gerätschaften, die mit der Prüfflüssigkeit in Kontakt gekommen sind, z.B. Becherglas, Sonotroden spitze, Handschuhe des Bedieners usw., mit sauberer Flüssigkeit gründlich spülen und diese ebenfalls der Analyse zuführen.
5. Fallweise: das Beprobieren des Inneren der Bauteilverpackung erfolgt durch Spülen mit denselben Gerätschaften, die zum Nachspülen des Bauteils verwendet werden. Auch diese Flüssigkeit der Analyse zuführen.
6. Ausfüllen des Prüfprotokolls.

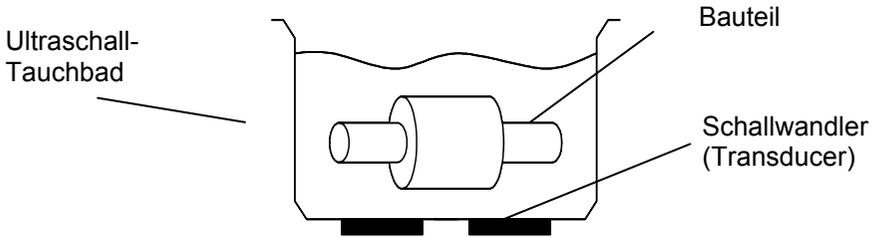
## **5 Dokumentation**

Siehe **Anhang A3**.

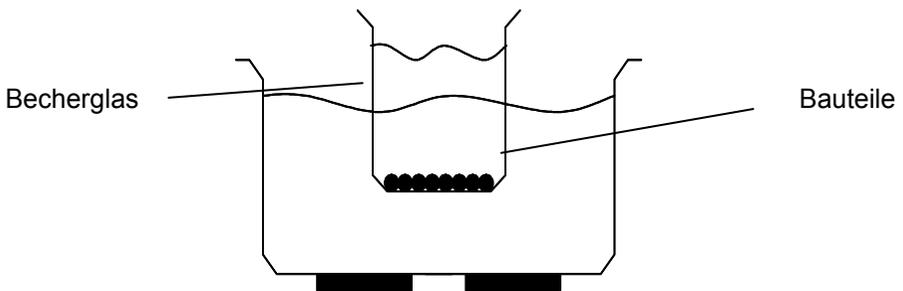
## Anhang A      **Ultraschall (informativ)**

### **A.1**      **Beispiel für US-Prüfanordnungen**

#### **A.1.1**      **Bauteilprüfung direkt im US-Bad**

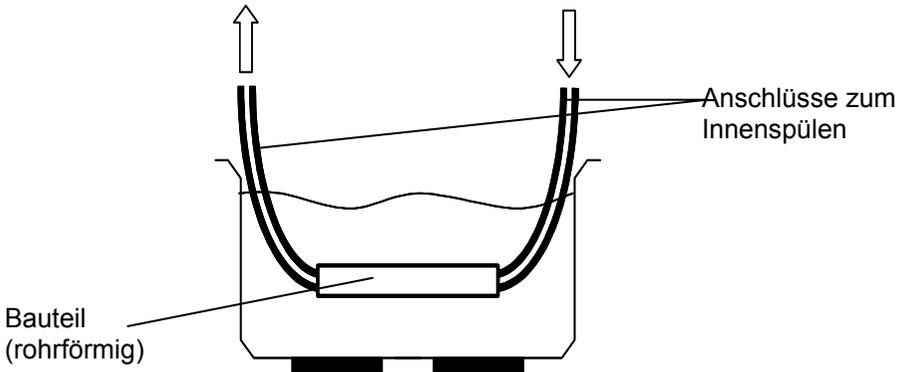


#### **A.1.2**      **Prüfung von Bauteilen im Becherglas**

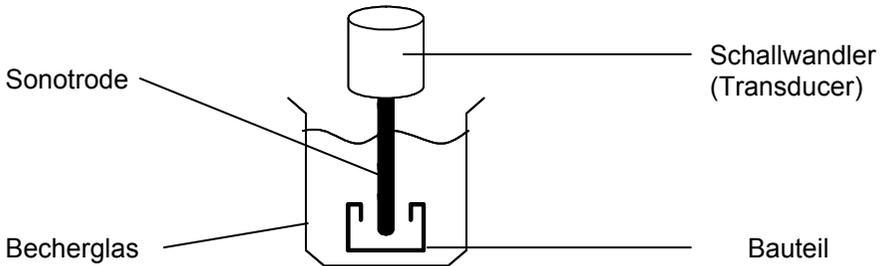


**Hinweis:** Zur gleichzeitigen Reinigung von Kleinteilen im Becherglas dürfen diese bei kompakten Bauteilen nur einlagig vorliegen.

**A.1.3 Extraktion von Partikeln aus durchspülten Komponenten mit Unterstützung durch Außenbeschallen im US-Bad**

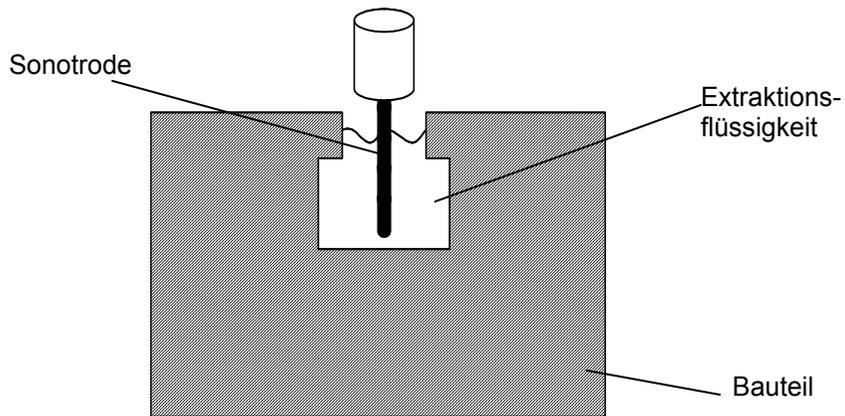


**A.1.4 Extraktion von Partikeln aus Bauteil-Innenbereichen durch den Einsatz von Sonotroden (Kleinteil im Becherglas)**

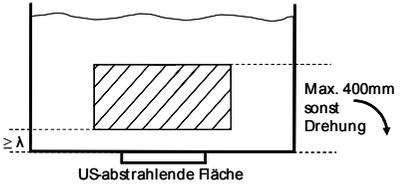
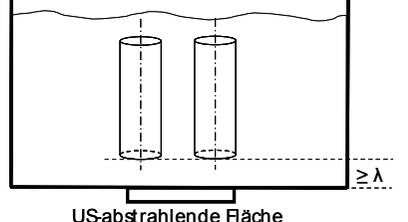
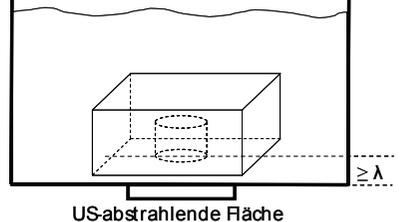
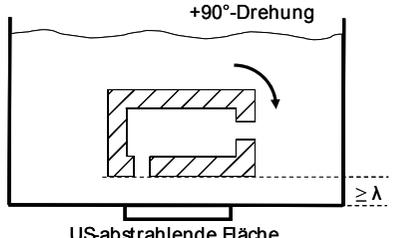


**Hinweis:** Wird das Bauteil zum Zweck der zusätzlichen Außenreinigung mit der Sonotroden-spitze überfahren, ist auf einen genügend hohen Flüssigkeitsstand über der Bauteiloberfläche zu achten (> 2 cm).

**A.1.5 Extraktion von Partikeln aus Bauteil-Innenbereichen durch den Einsatz von Sonotroden (Hohlraum des Bauteils ist flüssigkeitsgefüllt).**



## A.2 Beispiele für die Anordnung von Bauteilen im US-Tauchbad

Reinigungsau fgabe	Anordnung im Becken	Bemerkung
Außen- reinigung		<p>Abstand Bauteil zur Schall- quelle sollte <math>\geq \lambda</math> sein (siehe <b>Tabelle 2</b>).</p> <p>Bei Abständen <math>&gt; 400</math> mm zwischen zu reinigender und Schall abstrahlender Fläche ist eine Drehung des Bauteils notwendig.</p>
Hohlteil innen, einfach		<p>Orientierung der Bauteilöff- nung zur Schall abstrahlen- den Fläche.</p>
Sackloch o.ä. Geometrie		<p>Orientierung der Bauteilöffnung zur Schall abstrahlenden Fläche.</p> <p>Auf Befüllung des Hohlraums achten.</p>
Innenhohl- raum		<p>Orientierung der Bauteilöffnungen zur Schall abstrahlenden Fläche.</p> <p>Auf Befüllung des Hohlraums achten.</p>

**Tabelle 1:** Anordnung verschiedener Bauteilgeometrien für die Prü-  
fung im Bad

Frequenz f	Wellenlänge $\lambda$
25 kHz	61 mm
35 kHz	43 mm
40 kHz	38 mm
130 kHz	12 mm

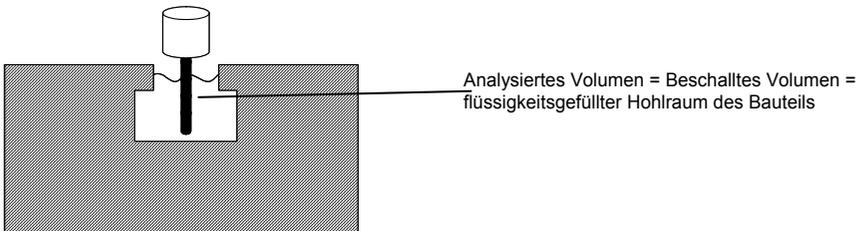
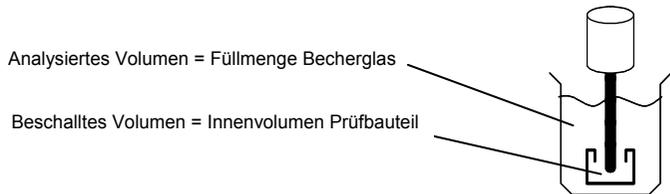
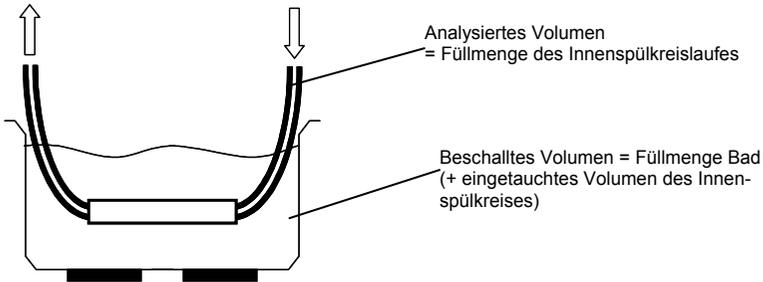
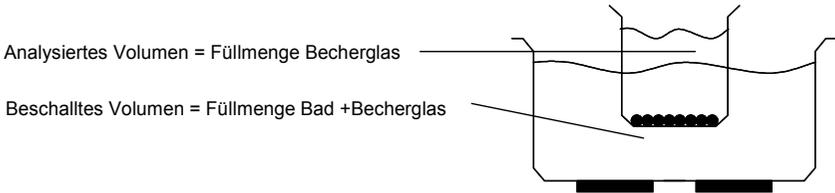
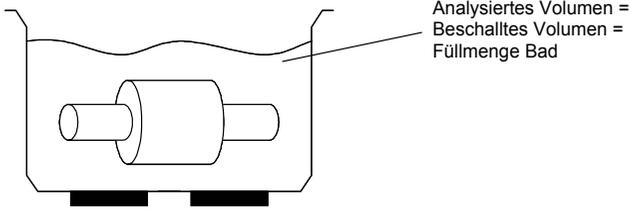
**Tabelle 2:** Beispiele für verschiedene Wellenlängen in Abhängigkeit von der US-Frequenz (in Wasser)

### A.3 Dokumentation – Ultraschall

Ultraschallverfahren	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
<u>Ultraschalltechnik:</u> <input type="checkbox"/> Ultraschallbad <input type="checkbox"/> Sonotrode <input type="checkbox"/> sonstiges: mit Spezifikation <u>Behältnis für Bauteil und/oder Prüf flüssigkeit:</u> <input type="checkbox"/> Ultraschallbad <input type="checkbox"/> Becherglas o.ä. Frequenz [Hz]: Leistung [W]: Zeit der US-Prüfung [s]: <u>Volumina [ml]:</u> Insgesamt beschalltes Volumen [l]: Prüflüssigkeitsmenge [ml]:	Temperatur [°C]: Bauteilbewegung: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein Hub [mm]: Oszillationsfrequenz [kHz]: <u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u> Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Art der Nachspülprozedur (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.):  Anmerkungen Nachspülprozedur:
Anmerkungen: Z.B. Rotation des Bauteils bei der Prüfung, Umorientierung des Bauteils im Bad, Innenprüfung/Außenprüfung ...	

**Hinweis:** Bei gleichzeitigen Innenspülen von rohrförmigen Komponenten im US-Bad wird zusätzlich das Formblatt von Extraktionsverfahren „Spülen“ verwendet.

## A.4 Beispiele für die zu dokumentierenden Volumina



## **A. 5 Kontrolle der Leistungsmerkmale von Ultraschallbecken**

Zur Messung des Schallwechseldrucks in Ultraschallbädern können Hydrophone eingesetzt werden.

Zur Überwachung der relativen zeitlichen Stabilität (Alterung) eines Beckens, besteht die Möglichkeit, die Wirkung des Ultraschalls in bestimmten zeitlichen Abständen zu überprüfen. Dies kann durch die quantitative Erfassung der Perforation einer Aluminiumfolie durch die Kavitation des Ultraschalls erfolgen. Dies muss unter definierten Bedingungen erfolgen (Dicke der Folie, Ort und Orientierung der Folie im Becken).

## E.3 Spülen

### 1 Prinzip

Bei der Extraktion mittels Spülstand wird in einer von Prüf­flüssigkeit durchströmten, geschlossenen Einrichtung die Endanwendung des Prüfobjekts möglichst praxisnah nachgebildet. Das Objekt wird dazu innen mit der Prüf­flüssigkeit durchströmt, um die Partikel der benetzten Oberflächen abzulösen und auszutragen. Eventuell muss das Objekt dazu (mechanisch) betätigt werden.

Das Verfahren ist lediglich zum Beprobieren der Kontrollflächen von Objekten geeignet, die durch den Durchströmungsvorgang erfasst werden können.

**Hinweis 1:** Hierzu kann eine Vorbefüllung oder Entlüftung des Objekts erforderlich sein, wobei darauf zu achten ist, dass keine Partikel bzw. Prüf­flüssigkeit verloren gehen.

**Hinweis 2:** Eine gezielt pulsierende Durchströmung kann die Extraktionswirkung verbessern.

Die hervorzuhebende Anwendung liegt in der Prüfung durchströmter aktiver Komponenten, die Medienströme wahlweise freigeben oder sperren (Pumpen, Ventile). Auch die Prüfung passiver Komponenten wie Filter und Leitungen ist angezeigt, sofern die Strömungsquerschnitte ausreichende Ablösung und Austrag der Partikelfracht zulassen.

**Hinweis:** **ISO 16232-5** empfiehlt, die Strömungsgeschwindigkeit so zu wählen, dass eine turbulente Strömung vorliegt (Reynoldszahl  $\geq 2300$ ). Dies ist bei Objekten mit großen Querschnitten allerdings nur mit Hochleistungsspülständen zu realisieren und kann mit dem Aufkommen großer Analyseflüssigkeitsmengen verbunden sein.

Die Strömungsbedingungen (Druck, Volumenstrom) insbesondere die Einstellungen zur Betätigung aktiver Prüfobjekte haben einen erheblichen Einfluss auf das Ergebnis. Diese Bedingungen müssen zwischen zwei Parteien vereinbart werden.

**Achtung:** Bei der Gestaltung der Prüfparameter muss entschieden werden, ob möglichst nur die ursprünglich als Verunreinigung vorhandenen Partikel erfasst werden sollen oder auch durch aktive Komponenten verursachte Partikel.

Wesentliche Einflussparameter des Spülverfahrens:

- Eigenschaften der Prüf­flüssigkeit,
- Volumenstrom, Spül­druck und Spülzeit,
- Geometrie und Art des Prüfobjekts,
- Pulsation und Pulsationsfrequenz,
- Druckschwankungsbereich.

## 2 Materialien und Gerätschaften

1. Prüfflüssigkeit
2. Es wird ein spezieller Spülstand benötigt, dessen Ausführung den geforderten Sauberkeits- und Sicherheitsanforderungen genügen muss.

Der Prüfstand besteht z.B. aus: Vorlagebehälter (1), Pumpe (2), Drossel (3), Durchflussmessgerät (4), Aufbereitungsfilter (5), Manometer (6), Ventile (9), Einbauvorrichtung (7) für das Prüf- bzw. Ersatzobjekt (8), Auffangbehälter für die Prüfflüssigkeit (10) etc. (Beispiel siehe **Anhang A1**)

**Hinweis:** Im **Anhang** ist ein Beispiel für die Ausführung eines Prüfstandes gegeben. Hierbei handelt es sich um einen Überdruckprüfstand. Die Pumpe ist vor dem zu prüfenden Bauteil angeordnet. Es gibt auch Ausführungen mit einer Vakuumvorlage, die hinter dem zu prüfenden Bauteil angeordnet ist. Die Prüfprozedur ist in diesem Fall analog anzuwenden.

3. Beprobungsbehälter, Probengefäß oder Analysefiltereinheit (anwendungsabhängig): Zur Aufnahme der Analyseflüssigkeit.

## 3 Prozedur

Abhängig von dem zu beprobenden Bauteil sind verschiedene Prüfprozeduren anzuwenden. Diese unterscheiden sich durch einzelne grundsätzliche Betriebszustände des Spülstandes:

- A. Prüfprozedur für passive Bauteile:

Nach diesem Schema werden Prüfobjekte wie z.B. Kraftstoffleitungen oder Filtergehäuse beprobt.

- B. Prüfprozedur für aktive, nicht fördernde Bauteile:

Nach diesem Schema werden solche aktiven Bauteile geprüft, die keine flüssigkeitsfördernden Eigenschaften haben, wie z.B. Ventile oder Injektoren. Üblicherweise müssen die aktiven Prüfobjekte während der Extraktion extern angesteuert und betätigt werden. Für den notwendigen Volumenstrom im Spülstand sorgt eine fest installierte Pumpe (2).

**Hinweis:** Prüfprozedur A und B sind quasi identisch. Bei Prüfprozedur B ist lediglich darauf zu achten, das Prüfobjekt gegebenenfalls extern anzusteuern und zu betätigen.

C. Prüfprozedur für aktive, fördernde Bauteile:

Diese Prüfprozedur wird bei Pumpen, z.B. Kraftstoffpumpen angewandt. Die zum Spülstand gehörende Pumpe (2) wird nur zur Konditionierung des Spülstands eingesetzt. Zur Beprobung des fördernden Prüfobjekts wird die Spülstandpumpe (2) durch einen Bypass überbrückt. Den Volumenstrom im Spülstand erzeugt die zu prüfende Fördereinrichtung selbst.

**3.1 Prozedur A und B**

1. Stellen Sie alle zur Prüfung erforderlichen Mittel bereit.
2. Konditionierung des Spülstands:
  - a) Einbau eines Ersatzobjekts (8) mit geeigneten Anschlüssen in den Prüfstand.
  - b) Das Dreiwegeventil (9) muss auf Rücklauf zum Vorlagebehälter (1) gestellt werden.
  - c) Die Ventile vor und nach dem Ersatzobjekt (8) werden nach allen Richtungen geöffnet, um den eingedrosselten Bypass ebenfalls aufzureinigen.
  - d) Die Ventile vor und nach der Pumpe (2) werden so eingestellt, dass der Bypass geschlossen ist.
3. Ermittlung des Blindwerts:

Nach Beendigung der Aufreinigung wird das Dreiwegeventil (9) auf Auslauf zum Auffangbehälter gestellt und der Blindwert ermittelt.
4. Konditionierung / Vorbereitung des Prüfobjekts:

Um Querkontaminationen zu vermeiden, müssen die äußeren Oberflächen des Prüflings im Anschlussbereich gereinigt werden.
5. Einbau des Prüfobjekts in den Spülstand:

**Achtung:** Beim Einbau des Bauteils in den Spülstand besteht die Gefahr der Partikel-erzeugung.

## 6. Beprobung des Prüfobjekts:

Der Bypass für das Objekt muss hierzu geschlossen sein. Aktive Prüfobjekte sind entsprechend zu betätigen. Die gesamte abströmseitig anfallende Flüssigkeit zählt als Analyseflüssigkeit. Sie muss in geeigneter Weise entnommen bzw. gesammelt werden.

7. Objekt erforderlichenfalls entleeren, um Restflüssigkeit und darin enthaltene Partikel zu erfassen.
8. Abschließend die eingesetzten Auffanggefäße wie z.B. Trichter mit einer ausreichenden Menge sauberer Prüfflüssigkeit nachspülen. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
9. Die gesammelte Flüssigkeit der Analyse zuführen.
10. Ausfüllen des Prüfprotokolls

## 3.2 Prozedur C

**Hinweis 1:** Die unten stehende Prüfprozedur gilt für Pumpen und andere flüssigkeitsfördernde Aggregate, welche die Pumpe (2) im Spülstand zur Extraktion nicht benötigen.

**Hinweis 2:** Aktive Bauteile (z.B. Kraftstoffpumpen) generieren in ihrer Einlaufphase Partikel. Falls ein aktives Bauteil nach der Fertigung einer Sauberkeitsanalyse unterzogen werden soll und diese Einlaufphase noch nicht durchlaufen hat, so sind die Sauberkeitsanforderungen und die Interpretation der Analyseergebnisse zwischen den beteiligten Parteien zu vereinbaren.

### 1. Konditionierung des Spülstandes

- a) Einbau eines Ersatzobjekts (8) mit geeigneten Anschlüssen in den Prüfstand.
- b) Die Ventile vor und nach dem Ersatzobjekt (8) werden in alle Richtungen geöffnet.
- c) Die Ventile vor und nach der Pumpe (2) werden in alle Richtungen geöffnet um den eingedrosselten Bypass ebenfalls aufzureinigen

Das Dreiwegeventil (9) muss auf Rücklauf zum Vorlagebehälter (1) geschaltet werden.

2. Ermittlung des Blindwerts
3. Konditionierung / Vorbereitung des Prüfobjekts:  
Um Querkontaminationen zu vermeiden, müssen die äußeren Oberflächen des Prüflings im Anschlussbereich gereinigt werden.
4. Einbau des Prüfobjekts in den Spülstand  
**Achtung:** Beim Einbau des Bauteils in den Spülstand besteht die Gefahr der Partikelerzeugung.
5. Beprobung des Prüfobjekts:  
Zur Beprobung werden die Ventile vor und nach der Pumpe (2) des Spülstands auf Bypass gestellt, um die Pumpe zu überbrücken (Pumpe abschalten!). Der Bypass für das Prüfobjekt muss geschlossen sein. Setzen Sie das Prüfobjekt in Betrieb. Die gesamte abströmseitig anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit und muss entnommen und zur Analyse in geeigneter Weise gesammelt werden.
6. Objekt erforderlichenfalls entleeren, um Restflüssigkeit und die darin enthaltene Partikel zu erfassen.
7. Abschließend die eingesetzten Auffanggefäße wie z.B. Trichter mit einer ausreichenden Menge sauberer Prüfflüssigkeit nachspülen. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
8. Die gesammelte Flüssigkeit der Analyse zuführen.
9. Ausfüllen des Prüfprotokolls

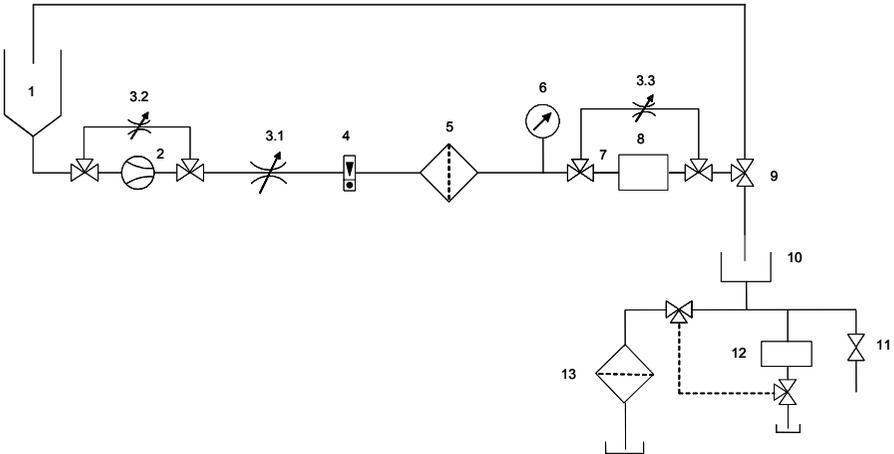
### **3.3 Dokumentation**

Siehe **Anhang A2**.

## Anhang A Spülstand

### A.1 Prüfanordnungen

Mögliche Anordnung eines Spülstands zur Sauberkeitsprüfung:



1. Graduierter Vorlagebehälter für die Prüfflüssigkeit
2. Pumpe
3. Drosseln
  - 3.1 Hauptdrossel
  - 3.2 Drossel am Bypass der Pumpe (2)
  - 3.3 Drossel am Bypass des Prüf- bzw. Ersatzobjektes (8)
4. Durchflussmessgerät
5. AufreinigungsfILTER
6. Manometer
7. Einspannvorrichtung für das Prüfobjekt
8. Prüf- oder Ersatzobjekt
9. Dreiwegekugelventil
10. Auffangbehälter für die Prüfflüssigkeit
11. Filtrationseinheit für Analysefilter
12. Optischer Partikelzähler (optional)
13. Entnahme- bzw. Sammeleinrichtung

## A.2 Dokumentation

<b>Spülverfahren</b>	
<p>Referenz Arbeitsanweisung:</p> <p><input type="checkbox"/> Überdruckspülstand</p> <p><input type="checkbox"/> Unterdruckspülstand</p> <p><u>Prüfobjekttyp:</u></p> <p><input type="checkbox"/> passiv (z.B. Leitung)</p> <p><input type="checkbox"/> aktiv nichtfördernd (z.B. Ventil)</p> <p><input type="checkbox"/> aktiv fördernd (z.B. Kraftstoffpumpe)</p> <p>Externe Ansteuerung notwendig:</p> <p><input type="checkbox"/> Ja   <input type="checkbox"/> Nein</p> <p>Betätigungsfrequenz [Hz]:</p> <p>Betätigungsdruck [bar]:</p> <p><u>Spülstandeinstellungen:</u></p> <p>Spüldruck [bar]:</p> <p>Volumenstrom [ml/min]:</p> <p>Prüfflüssigkeitsmenge[ml]:</p>	<p>Referenz Qualifizierungsdaten:</p> <p>Spülzeit [s]:</p> <p>Pulsation: <input type="checkbox"/> Ja   <input type="checkbox"/> Nein</p> <p>Pulsationsfrequenz [Hz]:</p> <p>Druckschwankungsbereich <math>\Delta p</math> [bar]:</p> <p><u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u></p> <p>Menge Nachspülflüssigkeit [ml]:</p> <p>Art der Nachspülprozedur (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.):</p> <p>Anmerkungen Nachspülprozedur:</p>
<p>Anmerkungen:</p>	

## E.4 Schütteln

### 1 Prinzip

Das Prüfobjekt wird anteilig mit Prüfflüssigkeit befüllt und die Öffnungen werden verschlossen. Durch Schütteln unterstützt, werden die Partikel von der Kontrollfläche gelöst und auf die Flüssigkeit übertragen. Das Schütteln bewirkt dabei zum einen eine Kraffteinwirkung der Flüssigkeit auf anhaftende Partikel aus verschiedenen Richtungen. Zum anderen werden dadurch Totzonen sowie Hinterschneidungen erreichbar. Abgelöste Partikel werden in der Schwebelage gehalten.

Das Verfahren ist geeignet für Objekte, deren Innenraum durch mindestens eine Öffnung zugänglich ist und deren Größe und Gewicht es zulässt, die zu kontrollierenden Bereiche ausreichend zu behandeln. Zur Beprobung von Kapillaren ist das Verfahren nicht geeignet.

Das Prüfergebnis wird bei dieser Anwendung wesentlich durch Art und Dauer des Schüttelns sowie die eingesetzte Prüfflüssigkeit beeinflusst.

Die Gestaltung des Schüttelvorgangs richtet sich nach Form, Größe und Gewicht des Bauteils.

Das Verfahren ist nicht für schäumende Flüssigkeiten geeignet.

Das Schütteln erfolgt wahlweise manuell oder mit Unterstützung einer automatischen Einrichtung.

**Hinweis:** Die Anwendung zur Reinigung einfach geformter, kleiner Bauteile - durch Einbringung in ein mit Flüssigkeit gefülltes Gefäß mit Rütteltisch oder manuellem Schütteln des geschlossenen Gefäßes - ist nicht zu empfehlen; wegen des großen Reibungseinflusses. Ultraschallreinigen oder Spritzen sind hier zu bevorzugen.

Wesentliche Einflussparameter des Schüttelverfahrens

- Eigenschaften der Prüfflüssigkeit,
- Verwendete Prüfflüssigkeitsmenge,
- Dauer, Amplitude und Frequenz des Schüttelvorgangs,
- Anzahl der Befüllungen,
- Nachspülen des Prüfobjekts.

## 2 Materialien und Gerätschaften

1. Prüfflüssigkeit
2. Spritzeinrichtung zum Nachspülen der Bauteile und Gerätschaften und/oder Dosierung von Prüfflüssigkeit (siehe **Kapitel E1: Spritzen**).
3. Graduiertes Gefäß zur Volumenbestimmung; z.B. Becherglas oder Standzylinder.
4. Trichter: Zum Einfüllen und/oder Entnahme der Prüfflüssigkeit
5. Abriebarme für das Prüfobjekt passende Verschlussstücke
6. Automatische Schütteleinrichtung (optional): Z.B. Rütteltisch, ausgestattet mit Aufnahmevorrichtung für das Prüfobjekt.
7. Uhr zur Kontrolle der Dauer des Schüttelvorgangs
8. Beprobungsbehälter, Probengefäß oder Analysefiltereinheit (anwendungsabhängig): Zur Aufnahme der Analyseflüssigkeit.
9. Absaugvorrichtung (optional): Zur Entnahme von Restflüssigkeit aus Bauteilhohlräumen; z.B. Saugheber.

## 3 Prozedur

**Hinweis:** Die nachfolgende Prozedur ist abhängig von den Gegebenheiten des Prüfobjekts anzupassen. Beachten Sie hierzu auch die Angaben in Kapitel E: Extraktionsverfahren.

1. Stellen Sie alle zur Prüfung erforderlichen Mittel bereit.
2. Stellen Sie sicher, dass die benötigten Prüfeinrichtungen sauber sind und ermitteln Sie erforderlichenfalls den Blindwert.
3. Ermitteln Sie das Innenvolumen des Prüfobjekts.
4. Reinigen Sie die äußere Oberfläche des Objekts gezielt, um Querverunreinigungen auszuschließen.
5. Fallweise: Entleeren Sie das Prüfobjekt und ermitteln Sie Menge und Sauberkeitszustand der enthaltenen Flüssigkeit.
6. Entfernen Sie einen zur vollständigen Entleerung geeigneten Verschluss vom Objekt.
7. Bestimmen Sie eine Prüfflüssigkeitsmenge von 30 bis 40 % des Innenvolumens des Prüfobjekts.
8. Füllen Sie die Prüfflüssigkeit in das Objekt und verschließen es mit einem sauberen Verschlussstück.

9. Unterziehen Sie das Objekt dem Schüttelvorgang und halten Sie die festgeschriebenen Bedingungen (Zeit und Ablauf des Schüttelns) genau ein (Beispiel siehe **Anhang A1**).
10. Geben Sie den Inhalt in ein Probengefäß oder z.B. die Filtrationseinrichtung. Platzieren Sie das Prüfobjekt so, dass die Flüssigkeit gut abfließen kann. Benutzen Sie ggf. einen Trichter. Achten Sie darauf, dass dabei möglichst keine Außenflächen des Bauteils benetzt werden und keine Flüssigkeit verloren geht.
11. Bei Objekten mit schwer zugänglichen Hohlräumen entnehmen Sie die Flüssigkeit unter Verwendung einer Absaugvorrichtung und spülen Sie diese mit Prüfflüssigkeit nach. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
12. Wiederholen Sie die **Schritte 7 bis 11** mindestens ein Mal.
13. Spülen Sie das Innere des Prüfobjekts mit einer ausreichenden Menge Prüfflüssigkeit nach. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
14. Achten Sie auf die vollständige Entleerung des Objekts.
15. Spülen Sie abschließend die eingesetzten Auffanggefäße wie z.B. Trichter mit einer ausreichenden Menge Prüfflüssigkeit nach. Die anfallende Flüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.
16. Führen Sie die gesammelte Flüssigkeit der Analyse zu
17. Ausfüllen des Prüfprotokolls

#### **4 Dokumentation**

Siehe **Anhang A2**.

## Anhang A      **Schütteln (informativ)**

### **A.1**      **Beispiel für Schüttelprozedur**

100 bis 200 Richtungswechsel pro Minute. Amplitude zwischen 5 und 15 cm. Dauer: 5 bis 15 Sekunden. Die Bewegung ist in allen Richtungen möglichst so zu gestalten, dass insgesamt eine gleichmäßige und vollständige Erfassung der Innenbereiche erfolgt.

### **A.2**      **Dokumentation – Schütteln**

Beispiel zur Beschreibung der Bedingungen.

<b>Schüttelverfahren</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
Ausführung: <input type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert <u>Prozedur:</u> Zu benutzende Öffnung: Anzahl der Befüllungen: Volumen einer Füllung [ml]: Anwendungsdauer pro Füllung [s]: Frequenz [1/min]: Amplitude [mm]:	<u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u> Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Art der Nachspülprozedur (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.):  Anmerkungen Nachspülprozedur:
Anmerkungen:	

### **A.3**      **Blindwertbestimmung**

Zur Blindwertbestimmung wird speziell bei diesem Verfahren der Einsatz eines gründlich gereinigten Prüfobjekts oder Ersatzobjekts empfohlen.

## F ANALYSEVERFAHREN

### 1 Grundlagen

Dieser Teil der Richtlinie beschreibt die Anwendung ausgewählter Analyseverfahren zur quantitativen Beschreibung der Bauteilsauberkeit.

In der Mehrzahl der Anwendungen müssen die Partikel zunächst mit Flüssigkeit gezielt vom Bauteil abgelöst werden (vgl. **Kapitel E: Extraktionsverfahren**), um sie messtechnisch erfassen zu können. Die Partikel werden auf einem Analysefilter gesammelt und - je nach Erfordernis - mittels Gravimetrie, Mikroskopie oder Elementanalyse charakterisiert. Unter bestimmten Voraussetzungen können die Partikel anhand von Partikelzählern direkt in der Flüssigkeit ausgezählt werden. In selteneren Fällen ist die relevante Bauteiloberfläche auch direkt mikroskopisch inspizierbar.

Bei den filterbasierten Verfahren wird die Filtration formal der Analyse zugeordnet, da insbesondere das Partikelrückhaltevermögen des Analysefilters die Grenzen für den Nachweis und somit das Analyseergebnis mit bestimmt.

**Beispiel 1:** Analyseergebnisse können sich merklich unterscheiden; abhängig davon, ob z.B. ein Filtergewebe oder ein geschäumtes Filter gleicher nominaler Filterfeinheit benutzt wird. Letzteres nimmt strukturbedingt z.B. zusätzliche Mengen von Kleinstpartikeln auf, die eventuell gar nicht analyserelevant sind.

**Beispiel 2:** Zur automatischen mikroskopischen Auszählung darf die Belegungsichte des Analysefilters mit Partikeln nicht zu hoch sein (Koinzidenzfehler). Es kann daher sein, dass die zur gravimetrischen Analyse gesammelte, große Partikelmenge mikroskopisch nicht mehr auswertbar ist. Dies trifft auch umgekehrt zu; d. h. Analysefilter für die Mikroskopie sind u. U. nicht mehr zuverlässig wägbare (siehe **Kapitel F3: Mikroskopie**).

Das Messergebnis ist in hohem Maße abhängig von den Prozeduren zur Behandlung der Analyseflüssigkeiten sowie zur Analyse selbst. Des Weiteren bestimmen Kalibrierung und Fähigkeiten der eingesetzten Messmittel das Ergebnis der zu ermittelnden Sauberkeitswerte.

Das Prüfpersonal muss die Vorgehensweisen und Randbedingungen zur Analyse gewissenhaft ausführen. Es ist darauf zu achten, dass die Analyseflüssigkeit und -filter nicht zusätzlich verunreinigt werden und andererseits keine Partikel verloren gehen.

Bei der Bestimmung oder Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen muss stets die gesamte Analyseflüssigkeitsmenge ausgewertet werden.

**Wichtig:** Die Ergebnisse unterschiedlicher Analyseverfahren, wie z.B. Mikroskopie und Flüssigkeitspartikelzähler sind nominal nicht miteinander zu vergleichen; aufgrund deren unterschiedlicher Kalibrierung und Detektionseigenschaften.

## **2 Sicherheit und Umwelt**

Siehe **Kapitel A: Anwendungs- und Gültigkeitsbereich.**

## **3 Umfeld, Materialien und Gerätschaften**

Alle Bestandteile der Analyseeinrichtungen sowie die verwendeten Nachspülflüssigkeiten müssen ausreichend sauber sein, um das Ergebnis nicht zu beeinträchtigen. Die Umgebung muss an die Sauberkeitsanforderungen des Prüfobjekts angepasst sein.

Der Zustand des Prüfumfelds wird durch Messung des Blindwerts ermittelt, bewertet und davon ausgehend gestaltet.

Die Flüssigkeiten müssen mit den Analyseeinrichtungen inklusive der eingesetzten Dichtungen und Filter verträglich sein.

## **4 Angabe von Größenverteilungen bei zählenden Verfahren**

Die Einteilung der Klassengrenzen für Partikelgrößen richtet sich nach den in **Kapitel G: Dokumentation** vorgestellten Angaben. Die Angabe der Anzahl von Partikeln erfolgt in differenzieller Darstellung.

## F.1 Filtration

In diesem Kapitel werden Anwendungen zur Vakuumfiltration behandelt. Zur Druckfiltration ist - unter Einhaltung der Sicherheitsvorschriften – sinn- gemäß zu verfahren.

### 1 Handhabung von Analysefiltern

- Behältnisse für Analysefilter sind stets zu verschließen, um Ver- unreinigung durch Umgebungseinflüsse zu minimieren.
- Vor der Verwendung von Analysefiltern sind diese zunächst visu- ell auf Sauberkeit und Beschaffenheit zu inspizieren und ggf. zu verwerfen.
- Analysefilter dürfen niemals mit Händen (auch nicht mit Hand- schuhen) gegriffen werden. Das Greifen erfolgt am Rand unter Verwendung einer sauberen Pinzette oder eines Spatels.

**Hinweis:** Vorsicht mit scharfen und spitzen Gegenständen

- Die mit Partikeln belegte Seite von Analysefiltern darf zu keinem Zeitpunkt mit anderen Oberflächen in Kontakt kommen (möglicher Partikelverlust). Eine Ausnahme stellt das Deckeln zur Fixierung der Partikel bei der mikroskopischen Analyse sowie zur Archivie- rung dar.

**Hinweis:** Beim Deckeln der Analysefilter zur mikroskopischen Analyse können Partikel in ihrer Form verändert werden (z.B.: dadurch, dass sie geklemmt werden.)

- Aufbewahrungsgefäße (z.B. Petrischale) für belegte Analysefilter sind eindeutig zu beschriften.

### 2 Anwendungsfälle

Um eine Vorselektion von Partikelgrößen zu bewirken, ist es möglich, die Analysefiltration in mehreren Stufen, über unterschiedliche Poren- größen durchzuführen. Dies kann durch das Hintereinanderschalten mehrerer Filtergehäuse zu einer Kaskade erfolgen oder durch Filterhalter, die mehrere Analysemembranen aufnehmen können (siehe **Anhang A2**).

Ist bei Anwendung zählender Analyseverfahren die Partikelfracht der Ana- lyseflüssigkeit nicht bekannt, so beachten Sie **Abschnitt 5: Überprüfung der Filterbelegung**.

### 3 Materialien und Gerätschaften

#### 1. Analysefilter

Das Analysefilter ist so zu wählen, dass es mit der Analyseflüssigkeit und allen Lösungsmitteln oder Chemikalien, die in der Prüfprozedur verwendet werden verträglich ist. Die Porengröße des Analysefilters muss so gewählt werden, dass die laut Sauberkeitsspezifikation relevanten Partikelgrößen zurückgehalten werden.

Für die lichtmikroskopische Auszählung sollte ein möglichst hoher optischer Kontrast zwischen den abgeschiedenen Partikeln und dem Filterhintergrund vorhanden sein.

Zur Analyse mittels REM sollten Analysefilter mit möglichst glatter Oberfläche gewählt werden (Polycarbonat, Zellulosenitrat, Zelluloseacetat, Polyamid).

**Hinweis:** Gitternetz-Filter mit aufgedrucktem Raster, die bei der manuellen Auszählung die Orientierung auf dem Analysefilter erleichtern, dürfen nicht zur automatischen Auszählung mittels Bildverarbeitung eingesetzt werden. Im Allgemeinen gilt, dass die Struktur des Analysefilters bei der mikroskopischen Analyse für das Bildverarbeitungssystem geeignet sein muss.

#### 2. Analysefilterhalter, Ausstattung abhängig von der Ausführung der Extraktions- und Filtrationsprozedur

#### 3. Filtrationshilfen zur gleichmäßigen Partikelverteilung auf dem Analysefilter – optional: z.B. Kunststoffvlies (kein Papier!).

#### 4. Pinzette oder Spatel: Zur beschädigungsfreien Handhabung der Analysefilter.

**Hinweis:** Pinzette bzw. Spatel darf weder magnetisch noch statisch aufladbar sein. Dies gilt für alle Gerätschaften, die mit dem Analysefilter in Kontakt kommen und durch Magnetismus, bzw. elektrostatische Aufladung einen Partikelverlust verursachen können.

#### 5. Spülflüssigkeit und Spritzeinrichtung: Zum Nachspülen nach dem Filtrationsvorgang; z.B. mittels Spritzflasche. Die Flüssigkeit muss mit den kompletten Filtrationsgerätschaften und den Analysefiltern verträglich sein.

#### 6. Petrischale, oder ähnliches sauberes und verschließbares Behältnis zur Handhabung und Aufbewahrung von Analysefiltern.

**Hinweis:** Es wird empfohlen, neue Behältnisse zu verwenden. Bei der Wiederverwendung von gebrauchten Behältnissen ist sicherzustellen, dass diese zuverlässig gereinigt sind.

7. Sputter- oder Bedampfungsgerät (optional)

Dies wird benötigt, wenn die Filterauswertung mittels Raster-Elektronen-Mikroskop erfolgt, das eine leitfähige Probe voraussetzt (Hochvakuumgeräte).

**Hinweis:** In diesem Fall ist die Beschichtung mit Kohlenstoff dem Sputtern mit Gold vorzuziehen. Bei Analysefiltern aus organischem Material beeinflusst eine Kohlenstoff-Schicht das Messergebnis weniger als eine Goldbeschichtung.

8. Trockenofen mit kontrollierter Temperatur (ohne Umluft);

**Hinweis:** Die Trocknungstemperatur und -dauer ist der Kombination von Analysefilter und Analyseflüssigkeit bzw. Prüflüssigkeit anzupassen und sollte einige Grade oberhalb dessen Siedepunkts liegen (siehe hierzu Kapitel F2: Gravimetrie).

**Achtung:** Bei der Trocknung von mit Lösemitteln benetzten Filtern ist durch Vortrocknung der Filter an der Luft und ausreichenden Luftaustausch innerhalb des Wärmeschrankes dafür zu sorgen, damit sich kein zündfähiges Gemisch bilden kann (sicheres Unterschreiten der unteren Explosionsgrenze).

9. Vakuumquelle: Pumpe oder Haustechnik,

**Hinweis:** Bei zu hohem Unterdruck besteht die Gefahr, dass Partikel das Analysefilter passieren können oder das Filter beschädigt wird.

Fixiermittel (optional): Substanz zur Fixierung der gesammelten Partikel auf dem Analysefilter.

**Hinweis:** Der Einsatz eines Fixiermittels (z.B. Firnis) dient dazu, den Partikelverlust bei der Filterhandhabung zu verhindern. Dies ist bei gravimetrischer Analyse nicht einsetzbar.

## 4 Prozedur

1. Stellen Sie alle zur Filtration erforderlichen Mittel bereit.

2. Vorbereitung der geeigneten Analysefiltration.

### 2.1 Filtrationsart

Abhängig von der apparativen Ausführung der Extraktion gibt es zwei Anwendungsarten der Analysefiltration (siehe **Anhang 1.1**).

A. Direktfiltration - Filtration direkt an der Beprobungseinrichtung: Die Filtereinheit ist direkt am Auslass des Beprobungsbehälters/der Auffangwanne für die Analyseflüssigkeit angeordnet.

- B. **Separate Filtration:** Die Analyseflüssigkeit wird zunächst in einem sauberen Gefäß (z.B. Becherglas oder Probengefäß) gesammelt und separat filtriert.

## 2.2 Analyseverfahren

Abhängig vom anzuwendenden Analyseverfahren ist zunächst eine Vorbehandlung des Analysefilters erforderlich:

- A. **Mikroskopische Analyse:** Das Analysefilter muss nicht extra vorbehandelt werden.
- B. **Gravimetrische Analyse:** Das Leergewicht des Analysefilters muss ermittelt werden (siehe Kapitel F2: Gravimetrie). Abhängig von der Art des Analysefilters muss dieses konditioniert werden.

- 3. Legen Sie das vorbereitete Analysefilter mittels Pinzette oder eines Spatels in die Filterhalterung

**Hinweis:** Bei besonders dünnen Analysefiltern (z.B. Polycarbonat) kann es hilfreich sein, abströmseitig eine Filtrationshilfe einzulegen, die eine gleichmäßigere Partikelbelegung zu Mikroskopiezwecken unterstützt (Vermeidung des „Stützittereffekts“).

- 4. Präparation der Analyseflüssigkeit nach der Beprobung

### 4.1 Fall A - Direktfiltration

Bei der Direktfiltration ist keine Präparation der Analyseflüssigkeit erforderlich. Beprobungsbehälter bzw. Auffangeinrichtungen sind sorgsam mit sauberer Flüssigkeit nachzuspülen, um keine Partikel zu verlieren. Die Nachspülflüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.

### 4.2 Fall B - Separate Filtration

Vor der Filtration muss die Außenseite des Probengefäßes gereinigt werden, um auszuschließen, dass dort eventuell vorhandene Verunreinigungen während der Analyse in die Prüfflüssigkeit gelangen können. Wird die Analyseflüssigkeit länger gelagert, besteht die Möglichkeit der Sedimentation und Agglomeration von Partikeln. Bei zählenden Analyseverfahren ist es wichtig, dass die Agglomerate vor der Analyse aufgebrochen werden. Dies kann durch Aufschütteln der Analyseflüssigkeit oder im Ultraschall-Bad erfolgen. Die Methode, die dafür gewählt wird, darf die ursprüngliche Partikelgrößenverteilung in der Flüssigkeit nicht verändern.

Gelagerte Probengefäße sind generell sorgfältig zu Schütteln, um sedimentierte Partikel wieder in Suspension zu bringen.

Probengefäße (auch deren Verschlüsse) sind innen sorgsam mit sauberer Flüssigkeit nachzuspülen, um keine Partikel zu verlieren. Die Nachspülflüssigkeit zählt zur Analyseflüssigkeit.

5. Filtrieren Sie die Analyseflüssigkeit.
6. Spülen Sie anschließend alle von der Analyseflüssigkeit benetzten Oberflächen ausreichend nach, um keine Partikel zu verlieren und filtrieren Sie diese Flüssigkeit ebenfalls.

**Hinweis:** Richten Sie bei der Herstellung von Auszählfiltern keinen Flüssigkeitsstrahl direkt auf die Filteroberfläche, da dadurch die Gleichmäßigkeit der Partikelverteilung gestört werden kann.

7. Optional - Gravimetriefilter: Spülen sie das Filter mit geeignetem Lösungsmittel nach, um unerwünschte chemische Rückstände auszuwaschen.
8. Optional - Auszählfilter: Spülen sie das Filter mit geeigneter Fixierlösung nach, um die Partikel zu fixieren.

**Achtung:** Nicht bei Gravimetriefiltern, da das Fixiermittel das Rückstandsgewicht verändert.

9. Entfernen Sie unmittelbar nach der Filtration, bei noch anliegendem Vakuum, den oberen Teil des Filterhalters, um zu vermeiden, dass das Analysefilter mit dem Oberteil des Filterhalters abgehoben wird.

**Hinweis:** Nur bei Gravimetriefiltern! Durch Nachspülen der Membran in konzentrischen Kreisen, von außen nach innen, wird erreicht, dass die Partikel sich in der Mitte des Filters ansammeln. Dadurch werden mögliche Partikelverluste verringert und chemische Rückstände ausgewaschen.

10. Trocknen Sie die belegte Membran vor, indem sie Luft durch das Filter saugen.

**Achtung:** Aus der Umgebung angesaugte Partikel verfälschen das Analyseergebnis.

11. Entnehmen Sie das belegte Filter mittels Pinzette oder eines Spatels und geben Sie es in die beschriftete, saubere Petrischale.

12. Endtrocknung: Diese erfolgt in der halb geöffneten Petrischale
  - a) Filter zur Partikelanzählung (Auszählfilter) werden wahlweise im Trockenofen, mittels Infrarotstrahler oder an einem geschützten Ort bei Raumtemperatur getrocknet.
  - b) Filter zur Gravimetrie müssen speziell getrocknet werden (siehe **Kapitel F2: Gravimetrie**).
13. Optional: Sputtern bzw. Bedampfen des Analysefilters

Falls die Analyse in einem Raster-Elektronen-Mikroskop erfolgt, das eine leitfähige Probe erfordert, muss der Analysefilter in einer geeigneten Sputter- bzw. Bedampfungseinheit mit Kohlenstoff beschichtet werden.

**Hinweis:** Die Beschichtungsprozedur ist nicht Gegenstand dieser Richtlinie.
14. Analysefilter zur Auszählung sind nun zur messtechnischen Analyse vorbereitet.

## 5 Überprüfung der Filterbelegung

Dieser Punkt wird notwendig, wenn das belegte Analysefilter anschließend mit einem automatisierten auszählenden Verfahren zu analysieren ist.

Mittels Mikroskopie ist zu begutachten, ob die abgeschiedenen Partikel möglichst ohne Berührung und Überlappung gleichmäßig verteilt auf dem Filter vorliegen. Nur dann ist eine fehlerfreie, automatisierte Auszählung möglich.

Ist dies nicht der Fall, muss die Extraktion mit einem weiteren Bauteil der gleichen Serie wiederholt werden und eine weitere Filtration durchgeführt werden. Um die angestrebte gleichmäßige Verteilung ohne Berührung und Überlapp zu erreichen, gibt es zwei Möglichkeiten:

1. Die Wahl eines Analysefilters mit größerem Durchmesser; vorausgesetzt die Filtrationseinheit und die mikroskopische Verfahrenseinheit lassen dies technisch zu.
2. Die Verteilung der Analyseflüssigkeit auf mehrere Analysefilter.

**Hinweis:** Wenn das Analysefilter eine große Menge sehr kleiner Partikel zurückhält, die für das Analyseergebnis nicht von Bedeutung sind, besteht die Möglichkeit ein Analysefilter mit größerer Porengröße zu wählen, um einen besseren Kontrast zwischen relevanten Partikeln und Filterhintergrund zu erreichen.

Falls neben der mikroskopischen Analyse auch eine gravimetrische Auswertung des Filters stattfinden soll, entsteht ein Konflikt zwischen der Reduzierung der Filterbelegung bezüglich der Verhinderung von Partikelüberlappungen und der unteren Nachweisgrenze der Wägung (siehe **Kapitel F2: Gravimetrie**).

## **6            Dokumentation**

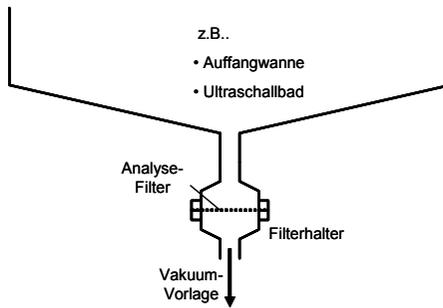
Siehe **Anhang A4**.

Die Darstellung des Analyseergebnisses erfolgt wie in **Kapitel G: Dokumentation** beschrieben.

## Anhang A      Filtration (informativ)

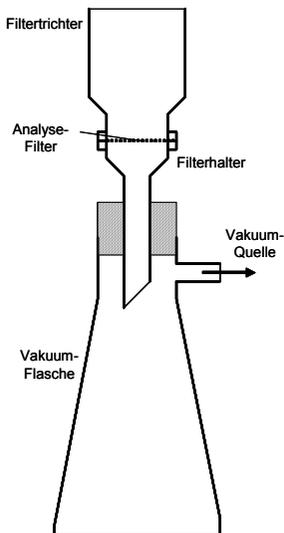
### A.1      Varianten der Analysefiltration

#### A.1.1      Direktfiltration



**Abbildung A1:**      Einrichtung zur Direktfiltration

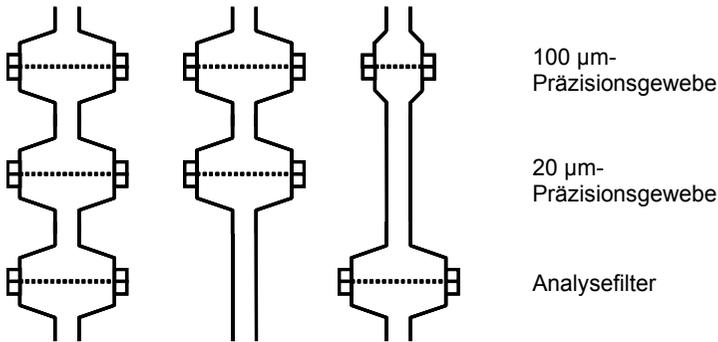
#### A.1.2      Separate Filtration



**Abbildung A2:**      Separate Filtrationseinheit

## A.2 Filterkaskade

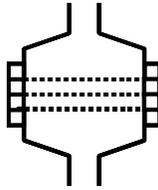
### A.2.1 Kombination mehrerer Filterhalter



**Abbildung A3:** Ausführungsmöglichkeiten einer Filterkaskade

1. 100 µm-Präzisionsgewebefilter ist für Gravimetrie, manuelle Mikroskopie und bei geeigneter Beleuchtung (diffuses Durchlicht) für automatisierte Mikroskopie tauglich. Es werden „große“ Partikel mit hohem Schädigungspotential in überschaubarer Anzahl zurückgehalten. Da Partikel, die in zwei Dimensionen kleiner als 100 µm sind aber in der dritten Dimension größer als 100 µm sein können, durchgelassen werden, sollte dieser Filter nicht allein verwendet werden, sondern stets mit einem zweiten nachgeschalteten Filter.
2. Präzisionsgewebefilter mit 20 µm Maschenweite. Hier finden sich die Partikel, die Filter 1 passiert haben aber in einer Dimension noch deutlich über 100 µm liegen können. Die Maschenweite ist so gewählt, dass kurze Filtrationszeiten realisiert werden können. Der bei vielen Anwendungen nicht relevante Pigment- oder Feinschmutz wird zum Großteil durchgelassen.
3. Dieses Filter mit kleiner Porengröße hat zwei Aufgaben. Zum einen kann es als „Ergänzungsfilter“ zur Gravimetrie verwendet werden, der ein Großteil des Pigment- oder Feinschmutzes sammelt, zum anderen soll er eine Oberflächenstruktur aufweisen, die sich für die automatisierte licht- oder elektronenoptische Auszählung eignet. (z.B. 5 µm Cellulosenitrat-Filter; Polycarbonat-Filter)

## A.2.2 Integriert in einen Filterhalter



**Abbildung A4:** Ausführung einer Filterkaskade integriert in einem Filterhalter

## A.3 Auswahl und Eigenschaften von Analysefiltern

Filtermaterial \ Medium	Wässrige Neutral-reiniger	Isopropanol	Ethanol (Spiritus)	Aliphatische KW, z.B. Benzin	Ketone, z.B. Aceton
Cellulosenitrat (geschäumt)	+	-	-	+	-
Celluloseacetat	+	+	-	+	-
Polycarbonat (Kernspurmembraan)	+	+	+	+	+
Teflon (gereeckte Membran)	+	+	+	+	+
Polyamid (Nylon/Präzisionsgewebe)	+	+	+	+	+
Polyester (Präzisionsgewebe)	+	+	+	+	+
Glasfaser (Vlies)	+	+	+	+	+
Edelstahl (Sieb)	+	+	+	+	+

+ = geeignet, o = eingeschränkt, - = nicht geeignet

**Tabelle A1:** Beständigkeit von Analysefilter gegenüber Analyseflüssigkeiten

### Auswahlkriterien:

- Die Porenweiten und Trenngrenzen von **Gewebefiltern** sind gut spezifizierbar, solange die Porenweiten nicht deutlich unterhalb der Filament-Durchmesser liegen (Bis ca. 15 µm gut spezifizierbar, darunter schlecht). Die Struktur der **Gewebefilter** lässt sich durch eine geeignete Beleuchtung ausblenden (z.B. diffuses Licht über Milchglasscheibe), so dass eine automatisierte mikroskopische Partikelzählung möglich ist. Diese Gewebe werden aus

Polyamid/Nylon und Polyester gefertigt, wobei sich in der Summe der Eigenschaften Vorteile (keine Feuchtigkeitsaufnahme und geringere statische Aufladung) für **Polyesterfilter** ergeben. Es wird empfohlen, gewaschene und randverschweißte Qualitäten zu verwenden.

**Hinweis:** Bei der Verwendung von nicht randverschweißten Analysefiltern besteht die Gefahr, dass die Membran ausfranst und Fasern entstehen, welche das Analyseergebnis beeinflussen können.

- **Kernspurmembranen** (Polycarbonat) sind die Filter mit den am besten definierten Porengrößen. Sie sind aber wegen der kleinen Porengrößen und der unregelmäßig verteilten Poren nur sehr bedingt einsetzbar.
- **Glasfaservliese** sind gut für gravimetrische Untersuchungen geeignet.
- **Teflonfilter** zeichnen sich durch eine besonders hohe Medienverträglichkeit aus, sind aber nur bedingt als Analysefilter geeignet (vor allem bei der mikroskopischen Auszählung). Probleme bestehen bei Benetzung mit Wasser und durch die geringe Formbeständigkeit (Einrollen) im benetzten Zustand. Ob die Formbeständigkeit für das verwendete mikroskopische Analyseverfahren ausreichend ist, muss geprüft werden.
- Die Angabe der Porengröße bei geschäumten Filtern wie z.B. **Cellulosenitrat-Membranen** wird über die „bubble point-Methode“ (eine Art Lecktest) bestimmt, und hat nichts direkt mit einer Porengröße im Sinn von Maschenweite oder Trenngrenze zu tun. Diese Filter stammen aus dem Bereich der Sterilfiltration und halten auch sehr viel kleinere Partikel zurück als die nominelle Porengröße. Dies führt zu einer Abscheidung sehr kleiner Partikel (Submikrometer), die sich bei der Gravimetrie im Gewicht niederschlagen und bei optischen Analysen zu Kontrastproblemen führen können. Verblockung des Filters und lange Filtrationszeiten sind die Folge. Andererseits eignen sich diese Filter aufgrund ihrer Oberflächenstruktur gut für optische und Rasterelektronenmikroskopische Auszählverfahren. Geschäumte Filter vermögen größere Mengen an schwerflüchtigen Zusatzstoffen aufzunehmen als Netzfilter (z.B. Reinigungsmittel, Korrosionsschutzmittel etc.), so dass für präzise gravimetrische Messungen ein gründliches Nachspülen mit geeigneten Lösungsmitteln erforderlich ist. Von den groben Strukturen geschäumter Filtern (z.B. Cellulosenitrat) können kleinere Partikel aufgenommen werden, so dass diese mikroskopisch nicht mehr auf der Oberfläche nachweisbar sind

## A.4 Dokumentation

<b>Filtration</b>	
<input type="checkbox"/> Überdruck <input type="checkbox"/> Unterdruck-Filtration Kaskade: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein <u>Eingesetzte Filter:</u> Anzahl: Hersteller: Bezeichnung: Material / Typ: Größe [mm]: Nominale Porengröße [ $\mu\text{m}$ ]: Betawert bei nominaler Porengröße: Farbe: Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]:	<u>Nachspülflüssigkeit:</u> Bezeichnung: Hersteller: Menge [ml]: <u>Nachbehandlungsflüssigkeit:</u> Bezeichnung: Hersteller: Menge [ml]: <u>Trocknungsart des Filters:</u> <input type="checkbox"/> Ofen <input type="checkbox"/> Umgebungsluft <input type="checkbox"/> Sonstiges Exsikkator: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein

## F.2 Gravimetrie

### 1 Prinzip

Die Partikelfracht des Prüfobjekts wird durch den Massenzuwachs eines Analysefilters bestimmt (Differenzwägung). Hierzu wird das Analysefilter vor und nach der Filtration der Analyseflüssigkeit mittels einer empfindlichen Analysenwaage gewogen.

Die Gravimetrie liefert die Gesamtmasse der Partikelfracht und lässt keine Aussage über die Größenverteilung der Partikel auf dem Analysefilter zu.

**Hinweis:** Ergänzend bieten die Analysefilter nach der gravimetrischen Analyse die Möglichkeit, die Oberfläche mittels Mikroskopie gezielt nach einzelnen kritischen bzw. großen Partikeln abzusuchen und diese zu charakterisieren.

Zur präzisen Wägung ist eine sorgfältige Präparation und Trocknung des Analysefilters erforderlich.

Die Dauer und Temperatur zur Trocknung sind abhängig vom Werkstoff des Analysefilters und der Art der verwendeten Prüf- und Nachspülflüssigkeit. Die Trocknungsbedingungen sind geeignet, wenn die Gewichtskonstanz des Filters erreicht wird. Die geeigneten Zeit- und Temperatureinstellungen sind spezifisch zu ermitteln (z.B. 30 min bei 110 °C).

**Hinweis 1:** Die Gewichtskonstanz ist erreicht, wenn nach einer zweiten identischen Trocknung und anschließender Wägung des gleichen Analysefilters keine für das Gravimetrieergebnis relevante Gewichtsänderung zu verzeichnen ist.

**Hinweis 2:** Die Trocknungsbedingungen (Zeit und Temperatur) können für jede Kombination von Analyseflüssigkeit und Analysefilter variieren und sind vor der ersten Filtration mit dieser Kombination zu ermitteln. Angaben der Filterhersteller können hilfreiche Anhaltspunkte geben.

In bestimmten Fällen ist es notwendig, das Analysefilter nach der Filtration mit geeigneten Flüssigkeiten nachzuspülen, um „chemische“ Rückstände aus dem Filter auszuwaschen. Solche Substanzen sind z. B. vom Bauteil stammende Fette oder auch tensidische Reiniger aus der Analyseflüssigkeit. Sie tragen zum Rückstandsgewicht bei und verfälschen das Ergebnis der gravimetrischen Analyse.

## 2 Materialien und Gerätschaften

Siehe hierzu **Kapitel F: Filtration**. Zusätzlich benötigt werden:

### 1. Exsikkator

Der Exsikkator dient dazu, dass das Analysefilter während des Abkühlens nach der Trocknung keine Feuchtigkeit aus der Umgebung aufnimmt.

**Hinweis:** Je nach Sauberkeitsanforderungen, bzw. bei relativ hohen nachzuweisenden Rückstandsgewichten kann auf die Verwendung eines Exsikkators verzichtet werden. Auch hierbei ist Voraussetzung, dass der maximal zulässige Blindwert nicht überschritten wird.

### 2. Ionisationseinheit (bei nachgewiesener elektrostatischer Störung der Wägung).

**Hinweis:** Ausführungen mit Betastrahlern sind überwachungspflichtig.

Die Ionisationseinheit erzeugt positiv und negativ geladene Ionen. Sie dienen zur Neutralisierung elektrostatischer Aufladung des Analysefilters, welche das Wäageergebnis beeinflussen kann. Die Ionisationseinheit muss möglichst nahe am Wägeteller positioniert werden. Ionisatoren mit Gebläse sind nicht geeignet.

### 3. Analysenwaage

Die Mindestanforderung an die Ablesbarkeit beträgt  $0,1 \text{ mg} = 0,0001 \text{ g}$  (vierstellige Waage).

## 3 Umgebungsbedingungen

Die untere Nachweisgrenze bzw. Empfindlichkeit der Gravimetrie ist nicht ausschließlich von den Fähigkeiten der Analysenwaage geprägt. Einen nicht unerheblichen Einfluss haben vielmehr die Konstanz der Feuchte und Temperatur der unmittelbaren Umgebung und nicht zuletzt die Sauberkeit der Luft. In diesbezüglich nicht kontrollierter Umgebung wird daher das Ergebnis auch von der Zeitdauer beeinflusst, die ein getrocknetes Analysefilter der Umgebung vor der Wägung ausgesetzt ist. Deshalb sind bei der Prozedur möglichst gleich bleibende Zeiträume einzuhalten.

Der Wägetisch zur Aufstellung der Waage darf möglichst keine Vibrationen übertragen, muss antimagnetisch sowie gegen statische Aufladung geschützt sein (kein Stahl, Kunststoff oder Glas). Der Raum in dem sich die Waage befindet, muss erschütterungsarm sein und die Raumtemperatur muss konstant gehalten werden. Die relative Luftfeuchtigkeit sollte zwischen 45 und 60 % betragen.

**Hinweis:** Bei sechsstelligen Waagen ( $\pm 1 \mu\text{g}$ ) empfiehlt sich eine ständige Regelung der relativen Luftfeuchtigkeit.

Direkte Sonneneinstrahlung sowie Zugluft (auch bei Reinräumen) muss vermieden werden. Die Waage darf nicht in der Nähe von Klimaanlage, Heizkörpern und Türen positioniert werden.

#### **4 Untere Nachweisgrenzen der gravimetrischen Analyse**

Bei Verwendung von vierstelligen Waagen in Räumen in denen Temperatur und rel. Feuchte nicht kontrolliert werden, beträgt die untere Nachweisgrenze 1 mg. Zusammen mit einem geforderten Blindwertanteil von höchstens 10 %, können Partikelfrachten erst ab einem Rückstandsgewicht (M) von mindestens 10 mg zutreffend nachgewiesen werden.

Aus Praxisgründen soll die Möglichkeit der Analyse von Rückstandsgewichten  $< 10 \text{ mg}$  in unkontrollierter Umgebung nicht ausgeschlossen werden. In diesem Fall sind bei Blindwerten von  $\leq 1 \text{ mg}$  Analysen von Rückstandsgewichten zwischen 3 und 10 mg ebenfalls zulässig. Die exakte Darstellung von ermittelten Blindwerten  $< 1 \text{ mg}$  ist nicht zweckmäßig. In der Dokumentation erfolgt in diesem Falle die Angabe: Blindwert  $\leq 1 \text{ mg}$

Unter Einsatz von Waagen mit höherer Auflösung (fünf- oder sechsstellige Waagen) können in Räumen mit kontrollierten Bedingungen bezüglich Temperatur und rel. Feuchte auch Blindwerte  $< 1 \text{ mg}$  zutreffend ermittelt und dokumentiert werden. Damit ist die Prüfung unter Einhaltung des 10 % Kriteriums möglich.

**Hinweis:** Bei Sauberkeitswerten im Bereich von  $< 3 \text{ mg}$  sollte die Verwendung eines empfindlicheren Analyseverfahren (z. B. Mikroskopie) in Betracht gezogen werden.

Eine weitere Möglichkeit Bauteile mit relativ geringer Partikelfracht mittels Gravimetrie zu prüfen, ist die Erhöhung des Rückstandsgewichtes (M) durch Beprobung mehrerer Bauteile gleichzeitig, bzw. die Filtration der Analyseflüssigkeiten mehrerer Bauteile über ein Analysefilter.

## 5 Prozedur

1. Stellen Sie alle zur Filterpräparation und Analyse erforderlichen Mittel bereit.
2. Vorkonditionierung des Analysefilters zur Gewichtsstabilisierung (optional):

**Hinweis:** Zur Stabilisierung des Gewichtes von Filtern werden diese vor der ersten Trocknung mit Analyseflüssigkeit behandelt, um eventuell auswaschbare Substanzen aus dem Filtermaterial herauszulösen. Dies würde ansonsten erst bei der Analysefiltration stattfinden und zu einer Verminderung des tatsächlichen Rückstandsgewichts führen. Dies ist vor der erstmaligen Anwendung der Kombination von Analyseflüssigkeit und Analysefilter zu überprüfen.

- 2.1 Legen Sie die Membran in den Filterhalter und filtrieren Sie eine ausreichende Menge sauberer Analyseflüssigkeit, um lösliche Bestandteile des Filters auszuwaschen.
- 2.2 Trocknen Sie die Membran vor, indem Sie Luft durch das Filter saugen.
3. Entnehmen Sie das Filter mittels Pinzette oder eines Spatels und geben Sie es in die beschriftete, saubere Petrischale.
4. Bestimmung des Anfangsgewichts M1 (Taragewicht):
  - 4.1 Geben Sie die Petrischale mit dem Analysefilter mit halbgeöffnetem Deckel (= Trocknungsgut) in den vorgeheizten Trocknungsofen, und kontrollieren Sie die erforderliche Temperatur und Zeit zur Trocknung des Filters.
  - 4.2 Entnehmen Sie das Trocknungsgut und geben Sie es unmittelbar in den Exsikkator und kontrollieren Sie die erforderliche Zeit zur Abkühlung des Filters.
  - 4.3 Entnehmen Sie das Trocknungsgut aus dem Exsikkator, entnehmen Sie dann unmittelbar das Analysefilter mittels Pinzette oder eines Spatels und platzieren Sie es auf dem Wägeteller der Analysewaage.
  - 4.4 Ermitteln und notieren Sie den angezeigten Wert für das Gewicht M1 des Analysefilters (Taragewicht).
5. Geben Sie das Analysefilter mittels Pinzette oder eines Spatels in die Petrischale zurück und verschließen Sie diese. Das Analysefilter ist nun zur Analysefiltration vorbereitet.
6. Führen Sie die Analysefiltration durch (siehe **Kapitel F3: Filtration**)
7. Bestimmung des Endgewichts M2 (Bruttogewicht):

- 7.1 Geben Sie die Petrischale mit dem belegten Analysefilter mit halbgeöffnetem Deckel (= Trocknungsgut) in den vorgeheizten Trocknungsofen, und kontrollieren Sie die erforderliche Temperatur und Zeit zur Trocknung des Filters.
- 7.2 Entnehmen Sie das Trocknungsgut und geben Sie es unmittelbar in den Exsikkator und kontrollieren Sie die erforderliche Zeit zur Abkühlung des Filters.
- 7.3 Entnehmen Sie das Trocknungsgut aus dem Exsikkator, entnehmen Sie dann unmittelbar das Analysefilter mittels Pinzette oder eines Spatels und platzieren Sie es auf dem Wägeteller der Analysewaage.  
**Wichtig:** Achten Sie darauf, dass dabei keine Partikel vom Filter verloren gehen.
8. Ermitteln und notieren Sie den angezeigten Wert für das Gewicht M2 des Analysefilters (Bruttogewicht).
9. Geben Sie das Analysefilter mittels Pinzette oder eines Spatels in die Petrischale zurück und verschließen Sie diese.
10. Ermitteln Sie das Rückstandsgewicht (Nettogewicht) (siehe Beispiel in **Anhang A4**)

## **6 Dokumentation**

Siehe **Anhang A3**.

Die Darstellung des Analyseergebnisses erfolgt wie in **Kapitel G: Dokumentation** beschrieben.

## Anhang A Gravimetrie (informativ)

### A.1 Kalibrierung

Die Kalibrierung der Analysewaage erfolgt laut Herstellerangabe.

### A.2 Einsatzgrenzen (Fähigkeiten)

Ist die Partikelfracht zu gering für die Nachweisempfindlichkeit, so lässt sich diese durch Beprobung einer größeren Anzahl von Bauteilen erhöhen. Falls neben der gravimetrischen Analyse auch eine automatisierte Mikroskopische Auszählung bzw. Elementanalyse des Filters durchgeführt werden soll, muss darauf geachtet werden, dass sich die Partikel nicht überlagern.

### A.3 Dokumentation

Die Ermittlung des Rückstandsgewichtes  $M$  ergibt sich aus  $M = M_2 - M_1$  und erfolgt unter voller Ausnutzung des Auflösungsvermögens der Waage. Die Differenz der Wäageergebnisse ( $M$ ) wird in der letzten Stelle mathematisch gerundet. Nachfolgend die erforderlichen Angaben zur Analysenwaage:

Gravimetrische Analyse	
<u>Laborwaage:</u>	<u>Waagenauflösung:</u>
Hersteller:	<input type="checkbox"/> +/- 0,1 mg
Fabrikat:	<input type="checkbox"/> +/- 0,01 mg
Datum der letzten Kalibrierung:	<input type="checkbox"/> +/- 0,001 mg
Anmerkungen:	

### A.4 Beispiel

Die Filteranalyse erfolgt mit einer sog. fünfstelligen Waage (1 d (1 Digit) = 0,01 mg = 0,00001 g)

- Anfangsgewicht ( $M_1$ ): sauberes Filter mit Petrischale 12,95812 g
- Endgewicht ( $M_2$ ): filtriertes Filter mit Petrischale 12,97034 g
- **Rückstandsgewicht** ( $M = M_2 - M_1$ ): 0,01222 g → 12,22 mg → nach Rundung **12,2 mg**

### F.3 Mikroskopie (LM, REM)

Die Lichtmikroskopie (LM) und Rasterelektronenmikroskopie (REM) sind dazu geeignet, Analysefilter-Membranen hinsichtlich der Partikelbelegung auszuwerten. Die bei der Filtration abgeschiedenen Partikel können vermessen und gezählt werden. Je nach Anforderung kommen lichtoptische Mikroskope oder Rasterelektronenmikroskope zur Anwendung.

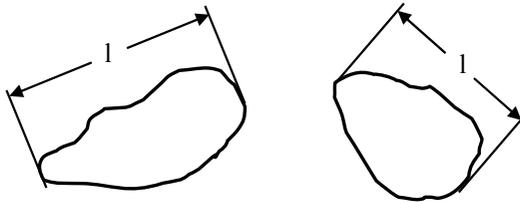
Als Ergebnis liefert die Analyse die Anzahl und Größe der detektierten Partikel auf dem Analysefilter, - die Partikelgrößenverteilung. Da die Funktion von Bauteilen schon durch einzelne oder wenige kritische Partikel beeinträchtigt werden kann, ist eine Auszählung der gesamten Fläche des Analysefilters notwendig.

**Hinweis:** Für Monitoringanwendungen ist es zulässig, zur Erfassung von hohen Partikelzahlen in kleinen Partikelgrößenkanälen, das Analysefilter für diese Partikelgrößenkanäle nur partiell auszuzählen und auf den Gesamtfilter hochzurechnen. Dabei ist auf eine repräsentative Partikelbelegung in den ausgezählten Bereichen zu achten.

Die Analysen können manuell und - bei entsprechender apparativer Ausstattung - vollautomatisch durchgeführt werden.

#### 1 Prinzip

Das komplette zur Extraktion der Partikel vom Bauteil verwendete Flüssigkeitsvolumen wird filtriert. Zur Zählung und Vermessung der abgeschiedenen Partikel werden Mikroskope eingesetzt. Die Größe eines Partikels wird durch dessen längste Dimension festgelegt.



**Abbildung 1:** Die Größe eines Partikels wird über seine längste Dimension definiert

**Hinweis:** In bestimmten Fällen ist nicht zwangsläufig die Länge eines Partikel die für ein Bauteil kritische Dimension, sondern die Breite oder die Höhe; z.B. bei Ventilen. Wenn eine dieser Dimensionen als Sauberkeitsmerkmal bestimmt und dokumentiert wird, ist dies zu vermerken. Die Messung der Partikelbreite kann aus demselben Messbild bestimmt werden, das zur Bestimmung der Länge herangezogen wird. Die Messung der Höhe ist ebenfalls möglich, z.B. mit Konfokal-Mikroskopen. Zur automatisierten vollflächigen 3D-Analyse werden momentan keine Systeme angeboten.

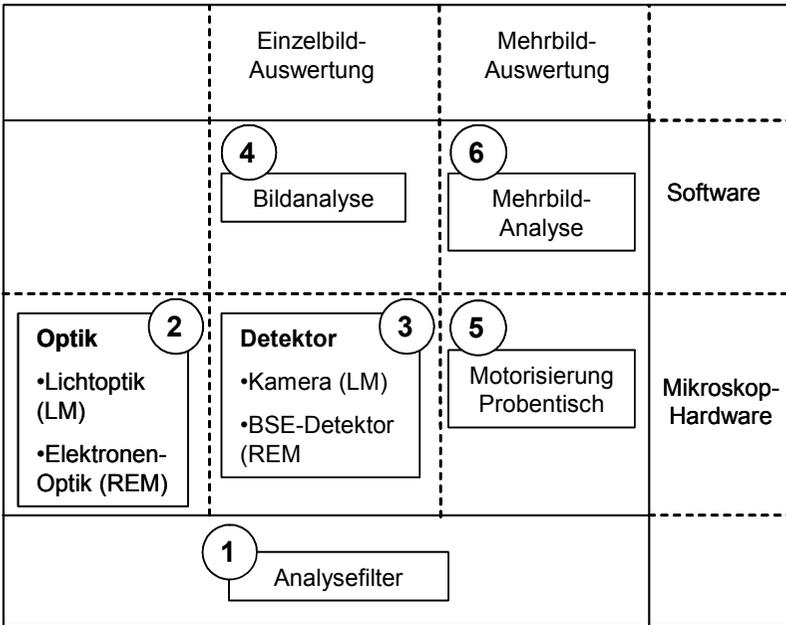
Lichtmikroskope nutzen zur Detektion den optischen Kontrast zwischen Partikel und Analysefilter, der im Wesentlichen durch eine angepasste Beleuchtung realisiert wird. Die Grundlage zur Zählung von Partikeln im REM bildet der Materialkontrast, der durch die unterschiedliche Intensität von rückgestreuten Elektronen der chemischen Elemente hervorgerufen wird.

**Achtung:** Aufgrund der Detektionsmechanismen, die auf unterschiedlichen Kontrasten beruhen, können die Analyseergebnisse, die mit lichtoptischer und Raster-Elektronen-Mikroskopie gewonnen wurden, nicht miteinander verglichen werden.

Die Wahl von Analysefilter und Messsystem richten sich nach der zu erwartenden Partikelfracht und dem in der Sauberkeitsspezifikation vermerkten relevanten Partikelgrößenbereich.

## **2 Materialien und Gerätschaften**

In **Abbildung 2** sind die Komponenten aufgeführt, die zur mikroskopischen Auszählung eines Analysefilters benötigt werden. Im Bereich der eingesetzten Optiken und benötigten Detektoren ergeben sich Unterschiede zwischen LM und REM. Die Schritte bei der Weiterverarbeitung der Analysebilder bis hin zur vollflächigen Auszählung des Analysefilters sind bei beiden Systemen identisch.



**Abbildung 2:** Schematische Darstellung der mikroskopischen Filterauszählung

Das zu untersuchende Analysefilter (1) wird auf einem Probentisch oder in einer speziellen Halterung fixiert und mit einem optischen System (2) vergrößert abgebildet. Beim Lichtmikroskop wird dazu eine Lichtquelle benötigt, die das gesamte Bildfeld möglichst homogen ausleuchtet. Der optische Teil besteht aus einem oder mehreren Objektiven sowie einem Okular. Dies stellt die Minimalkonfiguration zur manuellen/visuellen Auszählung von Analysefiltern dar. Im Falle des Raster-Elektronen-Mikroskops wird der Bildbereich mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl in einer Vakuumkammer abgerastert.

Die optisch vergrößerte Information wird von einem Detektor aufgenommen (3): Einer Video- oder Digitalkamera beim LM oder einem Rückstreuielektronen-Detektor, der einen hohen Materialkontrast liefert, beim REM. Im nächsten Schritt wird mittels einer Bildanalyse-Software (4) über festgelegte Algorithmen die Partikelinformation vom Filterhintergrund getrennt. Die so detektierten Partikel werden vermessen. Mit der Anordnung der Komponenten 1-4 ist die Auswertung von Einzelbildern möglich.

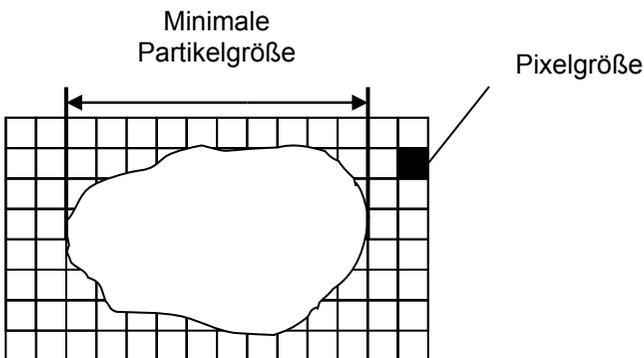
Für die automatisierte Analyse von Flächen, die größer als das Bildfeld der Mikroskopoptik sind, sind zur vollflächigen Auszählung von Analysefiltern die beiden folgenden Punkte notwendig.

Motorisierter Probenstisch (5) zum schrittweisen Verfahren des Analysefilters unter der Mikroskopoptik. Die Steuerung des Probenstisches muss dabei mit der Bildanalyse-Software gekoppelt sein. Diese Software muss dann ebenfalls in der Lage sein, die Daten, die durch die Aufnahme mehrerer Bilder entstehen, zu einer lückenlosen Gesamtauswertung des kompletten Analysefilters zu kombinieren (6).

Für die Messgenauigkeit und Auflösung des Systems sind mehrere Komponenten verantwortlich und müssen auch gemeinsam betrachtet und aufeinander abgestimmt werden:

- Die Auflösung des optischen Systems (Objektive).
- Die Auflösung der Kamera (Pixelgröße und Anzahl), wenn vorhanden.
- Die Bildverarbeitungssoftware, wenn vorhanden.

Um eine hinreichend exakte Vermessung zu gewährleisten sollten die zu analysierenden Partikel in ihrer längsten Dimension auf 10 Pixel des Gesamtsystems abgebildet werden (zehnfache optische Auflösung bei rein manueller Auszählung ohne Kamera und Bildverarbeitung).



**Abbildung 3:** Partikelabbildung im Raster der Bildverarbeitung bzw. der optischen Auflösung

Sämtliche Empfehlungen für die Auswahl von Mikroskopen, Kameras usw. in diesem Kapitel basieren auf dieser Vorgabe der zehnfachen Auflösung. Dies ist insbesondere bei der Vermessung der großen funktionskritischen Partikel zu beachten. Werden zusätzlich unter Beibehaltung der Vergrößerung kleine Partikel in großer Anzahl detektiert und in der Größe klassifiziert, kann für diese Partikel die Anforderung abgeschwächt werden und mit der fünffachen Auflösung gearbeitet werden

Mikroskoptyp	Lichtmikroskop		Raster-Elektronen-Mikroskop
	Standard-Mikroskop	Stereomikroskop	
Eignung für Partikelgrößen	> 3 µm (abhängig vom gewählten Objektiv)	> 25 µm <sup>*)</sup>	> 20 nm
Detektionsprinzip	Helligkeits-Kontrast	Helligkeits-Kontrast	Material-Kontrast
Tiefenschärfe	gering	hoch	hoch

<sup>\*)</sup> Kleinere Partikel können ebenfalls vermessen werden, der prozentuale Messfehler steigt dabei.

**Tabelle 1:** Merkmale verschiedener Mikroskoptypen

**Hinweis:** Die unteren Messgrenzen für die Partikelgröße beruhen auf physikalischen Gegebenheiten, die oberen Messgrenzen sind vom Gerätetyp abhängig.

## 2.1 Lichtmikroskopie

### 2.1.1 Standard-Mikroskope

Im Falle eines Standard-Mikroskops wird das vergrößerte Bild durch ein Okular, bzw. zwei Okulare mit identischem Strahlengang, betrachtet. Bei der manuellen Auszählung ist das System mit einer Okularskala ausgestattet. Bei der automatischen Auszählung erfolgt die Bildaufnahme über eine Kamera, die über einen eigenen Adapter an das Mikroskop angeschlossen ist. Die aktuell verwendete Vergrößerung wird über die Wahl des (austauschbaren) Objektivs bestimmt. Die Beleuchtungseinrichtung und der Probenstisch sind häufig konstruktiv mit dem Mikroskop verbunden.

Die optischen Eigenschaften wie Vergrößerung, Auflösung und Tiefenschärfe werden vom verwendeten Objektiv festgelegt. Die Größe, die die Genauigkeit einer Partikelmessung bestimmt, ist dabei das Auflösungsvermögen (nicht in erster Linie die Vergrößerung) des Objektivs. Es wird bestimmt durch die Wellenlänge des Lichtes und die numerische Apertur des Objektivs (siehe **Anhang A5**).

Für die Partikelmessung werden die Objektive so gewählt, dass deren Auflösungsvermögen kleiner oder gleich 10 % der Dimension des kleinsten zu vermessenden Partikels ist. In der folgenden Tabelle sind Beispiele für gängige Mikroskopobjektive aufgeführt.

Vergrößerung mit Okular (x10)	Objektiv	Numerische Apertur	Auflösung [ $\mu\text{m}$ ]	Kleinste Partikelgröße [ $\mu\text{m}$ ]
x 50	x 5	0,10	2,5	25
x 100	x 10	0,25	1,0	10
x 200	x 20	0,50	0,5	5
x 500	x 50	0,7	0,35	3,5
Stereomikroskop	Zoom	$\leq 0,1$	$\geq 2,5$	$\geq 25$

**Tabelle 2:** Exemplarische Daten gängiger Mikroskopoptiken

### 2.1.2 Stereomikroskope

Die Betrachtung des vergrößerten Bildes erfolgt bei diesen Systemen durch zwei Okulare (mit Skalen-Maßstab für die manuelle Auszählung) mit einem geringfügig andern Blickwinkel durch das Objektiv. Dadurch erscheint das Bild dem Betrachter räumlich plastisch. Die Ausrüstung solcher Mikroskope mit einer Kamera für die Bildanalyse ist ebenfalls üblich. In der Regel verfügen solche Mikroskope über eine Zoom-Funktion zur Wahl der Vergrößerung. Im Vergleich zu Standardmikroskopen liefern sie keine so hohen Vergrößerungen und Auflösungen aber eine viel höhere Tiefenschärfe, was sie für die schnelle Zählung großer Partikel prädestiniert. Eine Partikelgröße von 25  $\mu\text{m}$  kann als Anhaltswert für die untere Messgrenze dienen. Um genaue und reproduzierbare Messungen durchführen zu können, muss die Zoom-Funktion in definierten Positionen arretierbar sein.

In der Regel sind weder die Beleuchtung noch der Probentisch konstruktiver Bestandteil des Mikroskops so dass diese Komponenten erst zu einem Partikelmess-System integriert werden müssen.

### 2.1.3 Beleuchtung

Der Beleuchtungstyp muss anhand der vorherrschenden Kombination aus Analysefilter und der Partikelart, die detektiert werden muss, ausgewählt werden. Generell sind sowohl Auflicht als auch Durchlicht geeignet. Es kann ebenfalls notwendig sein, verschiedene Beleuchtungstypen zu kombinieren. Zur Durchführung von automatisierten Messungen ist eine über das gesamte Bildfeld homogene Beleuchtung entscheidend, die auch zeitlich konstant bleibt:

- Die Homogenität muss für alle bei der Partikelzählung verwendeten Vergrößerungen sichergestellt werden.
- Zur Verbesserung der Homogenität kann ein Diffusor-Filter eingesetzt werden.
- Die Lichtquelle darf keine zeitlichen Helligkeitsschwankungen aufweisen oder diese müssen über eine geeignete Bildverarbeitung korrigiert werden können.
- Die Beleuchtung sollte fest mit dem Mikroskop verbunden sein oder definiert fixierbar sein, um eine versehentliche Veränderung der Beleuchtung auszuschließen und reproduzierbare Ergebnisse zu gewährleisten.

**Hinweis 1:** Die Homogenität der Beleuchtung lässt sich in der Regel mit der Bildanalyse-Software überprüfen, die auch für die Partikelzählung eingesetzt wird.

**Hinweis 2:** Je nach Partikelmaterial, Oberflächenbeschaffenheit und Farbe, erscheinen die einzelnen Partikel unterschiedlich; abhängig von der Art der Beleuchtung. Bei der automatisierten Detektion muss sichergestellt werden, dass möglichst alle Partikel in ihrer realen Form und vollständig abgebildet werden. Dazu sind prinzipiell die beiden Beleuchtungstypen, Durchlicht oder Auflicht mit gekreuzten Polarisatoren, geeignet. Die Partikel erscheinen vollständig dunkel auf hellem Filterhintergrund. Bei unpolarisiertem Auflicht können Reflexe oder andere Merkmale der Partikel visuell gut beobachtet werden, sie zerfallen bei der Bildverarbeitung allerdings optisch in Teilstücke. Da die Beleuchtung einen entscheidenden Einfluss auf das Messergebnis hat, muss sie dokumentiert werden.

## 2.1.4 Kamera

Generell können sowohl Video- als auch Digitalkameras eingesetzt werden. Beide besitzen als Sensorelement einen Kamera-Chip, der aus einem Raster von lichtempfindlichen Elementen besteht.

Die Pixelzahl bzw. Größe des Kamera-Chips muss an die Auflösung des Mikroskopobjektives angepasst sein. Dabei gilt ähnlich wie beim Auflösungsvermögen, dass die kleinste zu vermessende Partikeldimension auf 10 Kamerapixel abgebildet werden muss.

**Hinweis:** Eine weitere Steigerung der Pixelzahl bringt keine Verbesserung des Messergebnisses, da das Auflösungsvermögen des Systems dann durch das Auflösungsvermögen des Objektives limitiert wird. Bei einer Reduzierung der Pixelzahl dagegen kann das Auflösungsvermögen des Objektives nicht mehr voll genutzt werden, es kommt zu Informationsverlust und Messungenauigkeiten bei kleinen Partikeln.

Die Lichtempfindlichkeit der Kamera hat einen ähnlichen Einfluss auf das Analysebild wie die Intensität der Beleuchtung. Um exakte und reproduzierbare Messergebnisse zu erhalten, muss die Kamera mit definierten und fixierbaren Einstellungen für die Empfindlichkeit betrieben werden. Automatikfunktionen, die die Helligkeit nachregeln, müssen ausgeschaltet sein.

**Hinweis:** Für die Zählung und Vermessung von Partikeln ist die Verwendung einer Schwarz/Weiß-Kamera ausreichend. Für die weitere Charakterisierung von Partikeln nach anderen Merkmalen, kann der Einsatz einer Farbkamera hilfreich sein.

## 2.2 Raster-Elektronen-Mikroskopie

### 2.2.1 Elektronen-Optik

Die abzubildende Probe wird Punkt für Punkt mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl in einer Vakuumkammer abgerastert. Dabei werden Ladungen aus der Probe emittiert, die mit geeigneten Detektoren erfasst werden. Die Intensität dieses Signals, verbunden mit der momentanen Position des Elektronenstrahls, gibt die Information für das Bildsignal, das der Betrachter als vergrößertes Bild der Probe erhält.

Die Vergrößerung wird von der Größe des abgerasterten Probenbereiches bestimmt und kann über einen weiten Bereich variiert werden. Die meisten Systeme sind in Bezug auf die größten noch messbaren Partikel limitiert, bedingt durch die minimal mögliche Vergrößerung die sich am Gerät einstellen lässt. Beträgt diese Mindestvergrößerung z.B. 20-fach, kann der Fall

eintreten, dass der resultierende Bildausschnitt kleiner ist, als die zu analysierenden Partikel.

Die Ladungen, die durch den Elektronenstrahl auf die Probe gebracht werden, müssen abfließen können, da es sonst zu Aufladungen kommt, die sich negativ auf die Bildqualität auswirken. Leitfähige Proben erfüllen diese Anforderung. Bei nicht leitfähigen Proben, was in der Regel bei Analysefiltern der Fall ist, gibt es zwei Möglichkeiten: Wird ein REM eingesetzt, das bauartbedingt nur im Hochvakuum arbeiten kann, wird die Probe durch bedampfen mit Kohlenstoff leitfähig gemacht. Beim Einsatz eines REM, das mit einem niedrigeren Vakuum arbeiten kann, werden die Ladungen über die in der Vakuumkammer verbliebenen Restluft-Moleküle abgeleitet.

**Hinweis:** Der Elektronen-Strahlstrom spielt beim REM eine ähnliche Rolle, wie die Beleuchtungsintensität am LM. Seine Stabilität ist entscheidend für die Qualität der Messung. Aus diesem Grund muss die Kathode, welche die Elektronen für den Strahl freisetzt, vor der Messung aufgewärmt werden, bis die Elektronenemission stabil ist.

### **2.2.2 Detektor**

Zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung auf einem Analysefilter wird ein Rückstreuelektronen-Detektor eingesetzt. Die Kontraste des Bilds, das mit den Signalen dieses Detektors erstellt wird, entstehen durch die unterschiedlichen Materialien in der Probe.

Partikel, die keinen Materialkontrast zum Filter-Hintergrund zeigen (z.B. organische Substanzen) können nicht automatisiert detektiert werden.

Der Detektor wird für jede Messung hinsichtlich Helligkeit und Kontrast eingestellt.

### **2.3 Bildanalyse**

Die Bildverarbeitungs-Software ordnet bestimmte Bereiche des Bildes den Partikeln zu, das übrige Gebiet dem Hintergrund des Analysefilters. Dazu wird der gesamte Helligkeitsbereich des Bildes von schwarz bis weiß in Grauwertstufen unterteilt. Für die Partikelanalyse haben sich 256 Graustufen etabliert. Durch die Festlegung einer Grauwertschwelle (Binarisierungsschwelle) werden alle Bildpunkte, die unterhalb der Schwelle liegen, den Partikel zugeordnet, alle, die oberhalb liegen, dem Hintergrund des Analysefilters (oder umgekehrt, je nach Beleuchtung Filterfarbe und Partikelart).

Die Festlegung der Grauwertschwelle ist von entscheidender Bedeutung für die Partikelmessung und wird vor jeder Messung vom Bediener vorgenommen (siehe **Abschnitt 4: Prozedur**).

Um evtl. vorhandene Inhomogenitäten in der Ausleuchtung des Bildes auszugleichen (Beim LM hauptsächlich bei niedrigen Vergrößerungen) kann von der Analyse-Software eine Korrektur am Messbild durchgeführt werden. Dabei wird eine Aufnahme von einem homogenen Hintergrund gemacht. Die Inhomogenitäten in diesem Referenzbild, die durch eine ungleichmäßige Ausleuchtung hervorgerufen werden, können dann aus den Messbildern für die Partikelzählung herausgerechnet werden (Shading-Korrektur).

**Hinweis 1:** Die Optimierung der Messbilder hinsichtlich Ausleuchtung und Helligkeitsverteilung kann auch von Software-Funktionen der Bildverarbeitung übernommen werden. Hierbei wird die ursprüngliche Bildinformation verändert. Deshalb ist zu prüfen, ob sie ebenso bei den verwendeten Analysefiltern und den vorherrschenden Partikelverteilungen artefaktfrei arbeiten.

**Hinweis 2:** Weitere Software-Filter für die Bearbeitung der Messbilder z.B. zur Kontrastverstärkung oder Kantenschärfung können für den Betrachter hilfreich sein, sollten aber bei der automatisierten Auszählung nicht eingesetzt werden, da sie oft die Quelle nicht nachvollziehbarer Messfehler sind.

Für das Auswertebild gilt wie bei der Objektiv- und Kameraauflösung: Ein Bild-Pixel muss kleiner oder gleich  $1/10$  der minimal zu vermessenden Partikeldimension sein.

## 2.4 Motorisierter Proben Tisch

An die Genauigkeit der Positionierungsachsen müssen hohe Anforderungen gestellt werden da:

- Bei einer automatisierten Analyse der Filter lückenlos, ohne Versatz analysiert werden muss.
- Partikel zur manuellen Nachanalyse zuverlässig wieder angefahren werden müssen.

Die Anfahrergenauigkeit sollte im Bereich der kleinsten nachzuweisenden Partikel liegen, d.h. im Falle der Größenklassen aus **Kapitel G: Dokumentation** bei  $5 \mu\text{m}$ .

**Hinweis:** Bei ausreichend großen Verfahrenswegen des Proben tisches lassen sich auch Probenhalter für mehrere Analysefilter realisieren, die dann nacheinander automatisiert analysiert werden können (wichtig dabei ist die Einhaltung der Fokusebene über diese horizontalen Distanzen).

## 2.5 Mehrbild-Analyse

Die Bildanalyse-Software muss in der Lage sein, Partikel, die über den Rand eines Bildfeldes hinausragen, sicher in ihrer ganzen Größe zu erfassen. Dies kann durch rechnerische Zusammensetzung von Einzelbildern zu einem Gesamtbild oder durch den Wechsel des Bildausschnittes oder durch Anpassen der Vergrößerung erfolgen.

Eine weitere Möglichkeit, die sowohl bei der manuellen als auch bei der automatisierten Auszählung angewendet wird, ist das Arbeiten mit Messrahmen, die kleiner als das Bildfeld sind (siehe **Anhang A7**).

Automatisierte Systeme sollten über die Möglichkeit verfügen, nach einer vollautomatisierten Analyse einzelne Partikel anzufahren und nachzukontrollieren.

**Hinweis:** Beim Einsatz eines REM ist sicherzustellen, dass die Scan-Richtung des Elektronenstrahls mit der Verfahrrichtung der Motorachsen übereinstimmt (siehe **Anhang 8**).

## 3 Umgebungsbedingungen

Die Sauberkeitsanforderungen an die Umgebung des Mikroskops ergeben sich aus der Einhaltung des zulässigen Gesamtblindwertes für die Prüfprozedur (siehe **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen**).

Der Aufstellort des Mikroskops ist so zu wählen, dass Umgebungseinflüsse wie Gebäudeschwingungen oder Fremdlicht keinen verfälschenden Einfluss auf das Analyseergebnis haben.

## 4 Prozedur

1. Die Auswahl des Mikroskoptyps und der Vergrößerung erfolgt Anhand der Vorgaben aus der Sauberkeitsspezifikation des zu prüfenden Bauteils unter Berücksichtigung von Tabelle 1 und Tabelle 2.
2. Klassifizierung der Partikel in den vorgeschriebenen Größenklassen: Die für das zu analysierende Bauteil relevanten Partikelgrößen sind in der Sauberkeitsspezifikation vermerkt. Die Partikelgrößenklassen sind im **Kapitel G: Dokumentation** festgelegt.

3. Das zu analysierende Filter wird in der Probenaufnahme des Mikroskops fixiert, im Falle des REM in der Vakuumkammer, die anschließend bis zum Erreichen des stabilen Arbeitsdruckes evakuiert wird.

**Hinweis:** Die Gefahr des Partikelverlustes durch Handhabung und Aufladungen (Partikel springen bei Analyse im REM) kann durch eine Fixierung der Partikel verringert werden. Hierzu sind „Partikelkleber“ erhältlich. Antistatikmittel, die ursprünglich für Computer-Bildschirme gedacht sind, erfüllen einen ähnlichen Zweck.

4. Sowohl bei der manuellen als auch bei der automatisierten Auszählung muss die komplette effektive Filterfläche analysiert werden. Es ist besonders darauf zu achten, dass die einzelnen Messfelder lückenlos und ohne Überlappung aneinander schließen, um den Verlust von Partikeln oder ein doppeltes Zählen zu vermeiden (siehe **Anhang A6**).
5. Es muss sichergestellt werden, dass Partikel, die über den Rand des aktuellen Messfeldes hinausragen, gezählt werden und in ihrer richtigen Größe vermessen werden (siehe **Anhang A7**).

#### **4.1 Manuelles Auszählen**

1. Die Beleuchtung am Lichtmikroskop wird so eingestellt, dass die zu zählenden Partikel bei Betrachtung durch das Okular oder auf einem Monitor maximalen Kontrast zum Untergrund erscheinen. Mit dem gleichen Ziel werden die Parameter Beschleunigungsspannung und Strahlstrom am REM gewählt.
2. Die gesamte effektive Filterfläche wird ausgezählt und die Partikelgrößen bestimmt. Nach jeder Bewegung des Probenstückes zum Wechseln des Messfeldes ist die Fokussierung der Optik zu prüfen und gegebenenfalls nachzuregulieren.

**Hinweis:** Da es sich bei der manuellen Auszählung großer Partikelzahlen um eine schwierige und belastende Tätigkeit handelt, bei der die Gefahr von nicht reproduzierbaren Messfehlern sehr groß ist, wird zur vollflächigen Auszählung die automatisierte Auszählung empfohlen.

#### **4.2 Automatisiertes Auszählen**

1. Die Beleuchtung am Lichtmikroskop wird eingeschaltet und entsprechende Zeit gewartet, bis die Lichtquelle aufgewärmt ist und stabil arbeitet. Beim REM werden die Strahlparameter justiert und ebenfalls gewartet, bis die Kathode aufgewärmt ist und sich ein stabiler Strahlstrom einstellt.

2. Besonders im Fall der Lichtmikroskopie, sind präzise fokussierte Bilder für eine exakte Partikelvermessung von entscheidender Bedeutung. Aus diesem Grund wird vor Beginn der Messung die Ebenheit des zu analysierenden Filter geprüft, indem an mindestens drei möglichst weit voneinander entfernten Punkten die Fokusslage geprüft wird. Liegt der Fokus dieser drei Punkte nicht in derselben Höhe, muss dieser Verkippung zwischen Probe und Optik Rechnung getragen werden. Dazu gibt es zwei Möglichkeiten: Entweder lässt sich der Probentisch entsprechend nachjustieren/nivellieren oder das Mikroskop muss über die Option verfügen, den Kippfehler über eine automatische Nachjustierung der z-Position während der Messung auszugleichen. Da die Tiefenschärfe beim REM größer ist, ist dieser Punkt hier weniger kritisch als beim lichtoptischen Mikroskop mit hoher Vergrößerung.
  3. Einstellen des Mikroskops und des Bildanalyse-Systems, um möglichst große Bildinformation und reproduzierbare Messungen zu erhalten:
    - 3.1 Im Fall des Lichtmikroskops müssen Einstellungen der Kamera wie Empfindlichkeit, Verstärkung usw. mit den Werten im Messmodus übereinstimmen. Automatikfunktionen zur Helligkeitskorrektur müssen ausgeschaltet sein. Die Helligkeit der Beleuchtung wird nun beginnend bei niedrigen Intensitäten langsam gesteigert und dabei die Grauwertverteilung des Bildfeldes beobachtet. Dies wird solange fortgeführt, bis die ersten Pixel des Bildes das „Weißniveau“ der Bildverarbeitung erreicht haben (In der Regel 255). Dadurch ist sichergestellt, dass der gesamte Dynamikbereich der Bildverarbeitung ausgenutzt wird, ohne dass das Bild überstrahlt wird. Bei dieser Beleuchtungseinstellung wird die Messung durchgeführt.
    - 3.2 Wahl der Grauwertschwelle für die Partikelmessung: Die Grauwertschwelle wird vom Bediener so gewählt, dass die Größe der relevanten Partikel nach der Binarisierung mit dem visuellen Eindruck ihrer Größe im unbearbeiteten Bild übereinstimmt. D.h., dass die Grauwertschwelle so gewählt wird, dass weder der Hintergrund des Analysefilters um die Partikel zu den Partikeln hinzugerechnet wird, noch dass nur Teile der Partikel erfasst werden.
- Hinweis:** Bei einer ganzflächigen automatisierten Messung sollte die Ermittlung der Grauwertschwelle an mehreren Punkten auf der effektiven Filterfläche durchgeführt werden, um einen Wert zu ermitteln, der über die gesamte Fläche korrekte Messwerte liefert.

#### 4. Die automatisierte Messung wird gestartet.

**Hinweis 1:** Um die Ergebnisse einer automatisierten Analyse zu verifizieren, sollten einige wenige der großen Partikel, die in der Regel die funktionskritischen sind, nochmals manuell inspiziert werden, um die automatisierte Längenmessung zu bestätigen.

**Hinweis 2:** Die Messung anderer Merkmale als der geometrischen Dimension sollte manuell durchgeführt werden oder zumindest nach einer automatisierten Messung manuell nachkontrolliert werden. Z.B. lässt sich ein Längen zu Breiten-Verhältnis eines Partikels von 1:10 einfach automatisiert bestimmen, es kann aber nicht sicher unterschieden werden, ob es sich um eine Faser handelt oder um einen Metallspan. Da dies aber einen Unterschied im Schädigungspotential eines Partikels bedeutet, muss hier eine manuelle Überprüfung Sicherheit bringen. Eine Ausnahme stellt die Bestimmung des Partikelmaterials mit automatisierten EDX-Systemen dar. Diese werden in Kapitel F4: Elementanalyse beschrieben.

## 5 Dokumentation

Siehe **Anhang A1**.

Die Darstellung des Analyseergebnisses erfolgt wie in **Kapitel G: Dokumentation** beschrieben.

## Anhang A      **Mikroskopische Analyseverfahren**

### **A.1      Dokumentation**

Beispiel zur Spezifizierung der Bedingungen.

<b>Mikroskopische Analyse</b>	
Analyseablauf: <input type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert	<input type="checkbox"/> Durchlicht <input type="checkbox"/> Aufsicht
Typ und Hersteller:	Vergrößerung:    _____-fach
<input type="checkbox"/> Labormikroskop	Beschleunigungsspannung (nur REM) [kV]:
<input type="checkbox"/> Stereomikroskop	Datum der letzten Kalibrierung:
<input type="checkbox"/> REM	
<input type="checkbox"/> Sonstige (mit Beschreibung)	

### **A.2      Kalibrierung**

Bei der Kalibrierung der Vergrößerung wird eine bestimmte Längeneinheit auf der Abbildung einer Probe, der entsprechenden Länge auf der Probe selbst zugeordnet. Der Kalibrierungsfaktor ist das Verhältnis aus ermittelter Länge in der Bildebene und der Partikelgröße in der Objektebene.

Die Längenkalibrierung muss das komplette an der Abbildung beteiligte System einschließen. Das heißt ein Objekt- Standard/Maßstab wird ins Verhältnisgesetzt zu:

- Den Okular-Skalen bei manueller Vermessung mit dem optischen Mikroskop
- Einem Lineal-Maßstab bei manueller Vermessung eines Bildes auf einem Video- oder Computer-Monitor.
- Der Pixelgröße des digitalisierten Bildes, wenn eine Bildverarbeitung zur automatisierten Vermessung eingesetzt wird. Der Kalibrierungsfaktor wird in der Bildanalyse-Software hinterlegt.

Dabei ist wichtig, dass es sich bei dem Objektmaßstab um ein zertifiziertes und rückführbares Normal handelt.

Die Kalibrierung muss für alle bei der Vermessung von Analysefiltern verwendeten Vergrößerungen durchgeführt werden. Bei Systemen mit Zoom-Funktionen, z.B. bei Stereomikroskopen müssen die Vergrößerungen in definierten Positionen arretierbar sein.

Die Kalibrierung sollte einmal jährlich oder nach größeren Eingriffen in das optische System (Justagearbeiten, Umbauten, etc.) durchgeführt werden.

**Hinweis:** Wird die Software eines EDX-Systems eines anderen Herstellers als das REM zum Zählen und Bestimmen von Partikeln verwendet (auch ohne Elementanalyse) muss folgender Punkt beachtet werden: Die Längenkalibrierung muss an Bildern durchgeführt werden, die mit dem EDX-System generiert wurden. Dies ist notwendig, da das EDX-System in diesem Fall seinen eigenen Scan-Generator besitzt und die Strahlsteuerung des REM übernimmt. Dies kann zu einer unterschiedlichen Kalibrierungen führen, im Vergleich zu einer Längenmessung, die mit dem REM alleine durchgeführt wird.

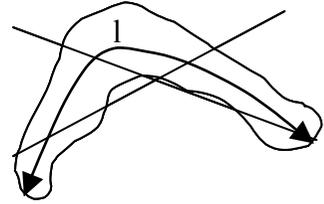
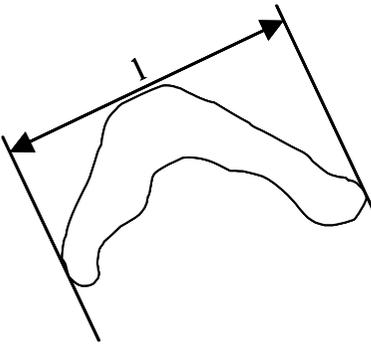
### **A.3      Wartung**

Sämtliche Komponenten, die sich im Vakuumsystem des REM befinden z.B. Probenkammer, Detektoren, usw., unterliegen vor allem bei ausgasenden Proben und/oder bei höheren Kammerdrücken einer Kontamination. Diese Komponenten sind in festzulegenden Intervallen oder bei Veränderung der Bildqualität zu reinigen.

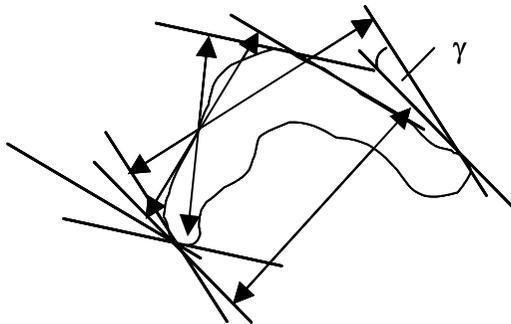
Komponenten, die der Alterung oder dem Verschleiß unterliegen, vor allem Teile der Elektronenoptik wie die Kathode, sind bei Bedarf oder nach Herstellerangaben zu tauschen oder zu erneuern.

### **A.4      Messung der Partikeldimension**

Die Bestimmung der längsten Dimension eines Partikels erfolgt über einen Bildverarbeitungs-Algorithmus, der mit maximaler Feret-Durchmesser (Feret max.) bezeichnet wird. Gemessen wird der maximale Abstand zweier paralleler Tangenten, die an gegenüberliegenden Seiten des Partikels anliegen - vergleichbar mit einer Schieblehre.

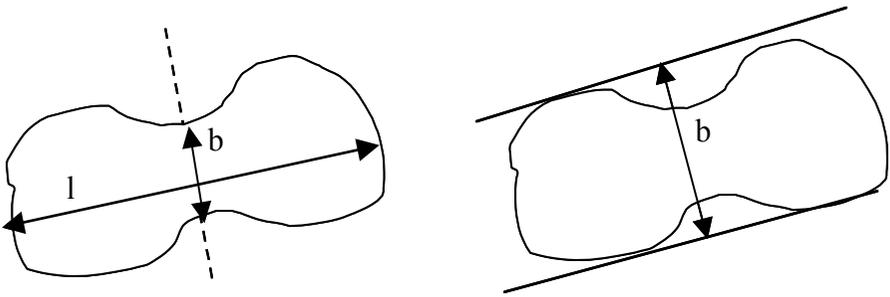


Dazu werden nacheinander, immer um einen bestimmten Winkel gedreht, die Abstände der Tangenten bestimmt und der Maximalwert ermittelt. Die Genauigkeit der Messung wird durch den Drehwinkel  $\gamma$  zwischen den Einzelmessungen festgelegt. Der Drehwinkel sollte  $\leq 5^\circ$  betragen, wobei auch kleinere Winkel und somit exaktere Messungen für moderne Bildverarbeitungssysteme kein Problem darstellen.



Werden andere Algorithmen zur Längenbestimmung verwendet, kann es zu Abweichungen bei der Längenmessung kommen. Abweichende Algorithmen müssen dokumentiert werden.

Da zur Bestimmung der Länge eine zweidimensionale Abbildung des Partikels verwendet wird, stehen ebenfalls alle Informationen zur Messung der Breite zur Verfügung, falls diese zur Beurteilung seiner für das Bauteil schädigenden Wirkung notwendig ist. Ein Algorithmus für die Bestimmung der Breite kann nicht empfohlen werden, da je nach verwendeter Methode extrem abweichende Ergebnisse erhalten werden. So gibt es Algorithmen, die die Breite auf der Mittelsenkrechten der längsten Länge bestimmen oder wie oben beschrieben über eine Art Schieblehreffunktion (Feret min).

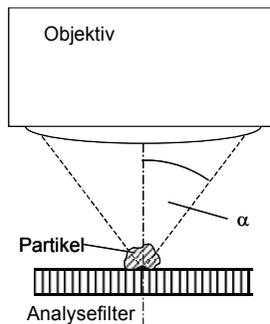


Der verwendete Algorithmus ist zu dokumentieren.

### A.5 Auflösungsvermögen von Mikroskopobjektiven

Für das Auflösungsvermögen  $d$  eines lichteptischen Objektivs gibt es drei maßgebliche Größen:

Eine davon ist die numerische Apertur. So wird der Sinus des halben Öffnungswinkels des Objektivs bezeichnet ( $\sin\alpha$ ). Dieser Zahlenwert ist in der Regel auf den Mikroskopobjektiven angegeben.



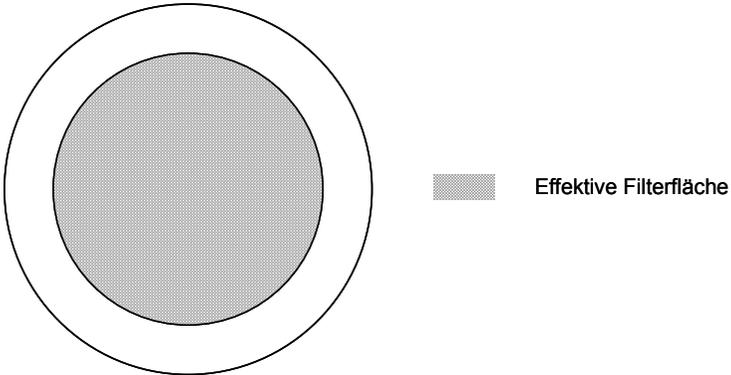
Die zweite ist die Wellenlänge  $\lambda$  des verwendeten Lichtes, die dritte ist der Brechungsindex  $n$  des umgebenden Mediums.

$$d = \lambda / n * \sin\alpha$$

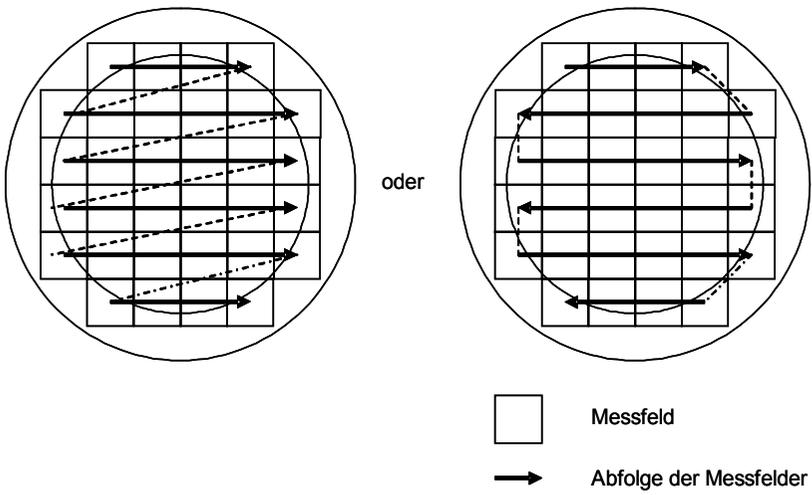
**Hinweis 1:** Mit dieser Formel lassen sich sehr schnell die Grenzen der lichteptischen Mikroskopie abschätzen: Aus obiger Skizze ist zu erkennen, dass  $\alpha$  nicht größer als  $90^\circ$  und damit der Sinus maximal gleich 1 werden kann. Der Brechungsindex  $n$  von Luft ist gleich 1. Das bedeutet, dass das Auflösungsvermögen nicht kleiner als die Wellenlänge des verwendeten Lichtes werden kann. Für den sichtbaren Spektralbereich, der dem menschlichen Auge zugänglich ist, liegt die Grenze im Violett bei ca.  $400\text{nm} = 0,4 \mu\text{m}$ .

**Hinweis 2:** Nach de Broglie kann schnellen Materieteilchen (z.B. Elektronen) eine Wellenlänge zugeordnet werden, die umgekehrt Proportional zu deren kinetischer Energie ist. Beschleunigt man Elektronen mit Spannungen im Bereich von einigen Kilovolt, ergeben sich Wellenlängen, die um Größenordnungen unter denen des sichtbaren Lichtes liegen. Dies ist der Grund, warum sich mit Rasterelektronen-Mikroskopen viel höhere Auflösungen erreichen lassen als mit Lichtmikroskopen.

### A.6 Begrifflichkeiten zur Analysemembran



Unter der effektiven Filterfläche versteht man die Fläche, die bei der Filtration benetzt wird und auf der die Partikel abgeschieden sind.

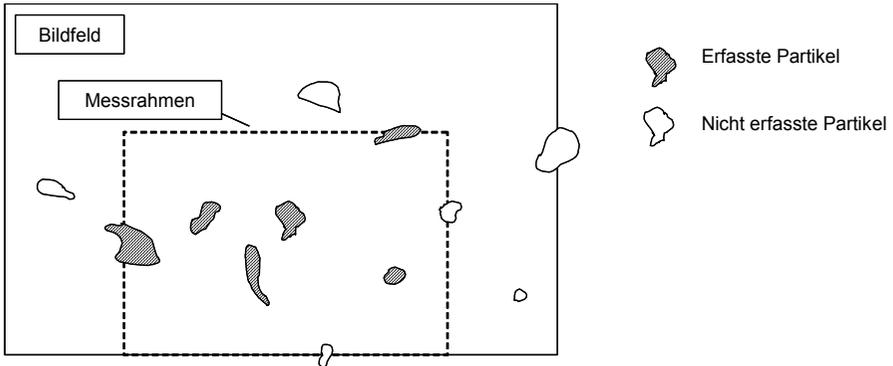


Die Lage der Messfelder muss so gewählt werden, dass die gesamte effektive Filterfläche analysiert wird.

## A.7 Zählung von Randpartikeln

Um zu verhindern, dass Partikel, die über das aktuelle Bildfeld hinausragen, gar nicht, doppelt oder nur teilweise gemessen werden, kann ein Messrahmen verwendet werden, der kleiner als das Bildfeld ist.

Bei der Messung werden nur Partikel registriert, die entweder innerhalb des Messrahmens oder auf seiner linken oder oberen Begrenzungslinie liegen. Partikel, die auf der rechten oder unteren Kante liegen, werden nicht gezählt.

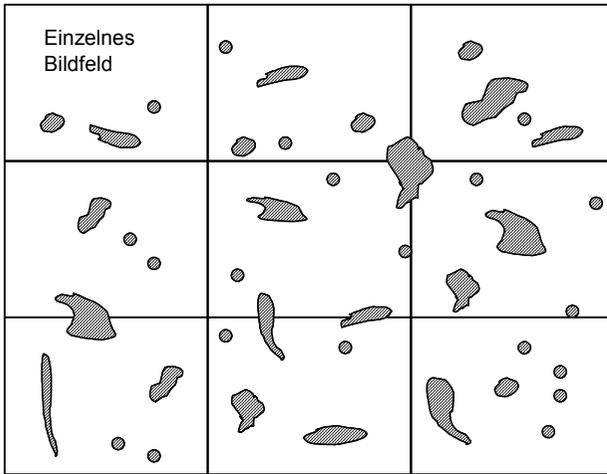


Bei der darauf folgenden Messung wird das Bildfeld exakt um die Breite des Messrahmens nach rechts versetzt und die Messung wiederholt, wie oben beschrieben. Dabei werden die Partikel am linken Rand des Messfeldes erfasst, die bei der vorangegangenen Messung nicht erfasst wurden. Nach Auszählung einer kompletten Reihe von Messfeldern wird die Reihe gewechselt (um die Höhe des Messrahmens) und die nächste Reihe ausgezählt. Geht man dabei vor wie auf der vorigen Seite skizziert, gelangt man zu einer vollflächigen, lückenlosen Analyse der gesamten effektiven Filterfläche.

**Hinweis 1:** Diese Prozedur kann sowohl für die manuelle Zählung verwendet werden, als auch in einem programmgesteuerten Ablauf zur automatisierten Auszählung.

**Hinweis 2:** Partikel die größer als ein Bildfeld sind, lassen sich mit dieser Methode nicht korrekt erfassen.

Eine weitere Möglichkeit, Randpartikel zu erfassen, ist die rechnerische Zusammenführung mehrerer Bilder zu einem großen Messbild mit einer anschließenden Analyse des zusammengesetzten Bildes. Diese Variante gewinnt durch zunehmende Leistungsfähigkeit der Computer an Bedeutung.

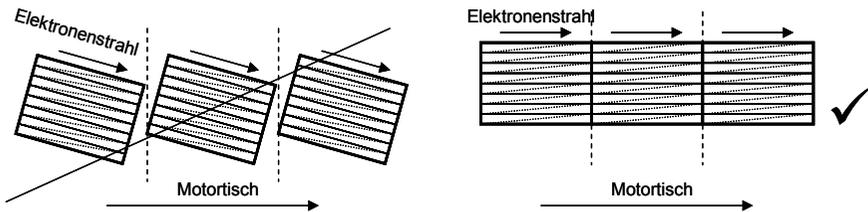


Auswertebild: Mosaik von beispielsweise 9 einzelnen Bildfeldern

In beiden Fällen müssen hohe Anforderungen an die Genauigkeit der motorisierten Antriebsachsen für den Probentisch gestellt werden, damit die Bildinformationen lückenlos ohne Partikelverlust kombiniert werden können.

### A.8 Mehrbildanalyse

Für eine zusammenhängende Analyse von größeren Flächen, wie es bei der Auszählung von Analysefilter zur Bestimmung der technischen Sauberkeit, gefordert ist, muss bei einem REM geprüft werden, ob sich die Scan-Richtung des Elektronenstrahls mit der Bewegungsrichtung des Probentisches in Übereinstimmung bringen lässt. Wenn dies nicht möglich ist, besteht die Gefahr, dass Lücken zwischen den einzelnen Messfeldern entstehen, die unbedingt vermieden werden müssen. Beim Lichtmikroskop muss die Kamera exakt auf die Bewegungsrichtung des Probentisches ausgerichtet werden.



## **F.4 Elementanalyse (EDX)**

Beschrieben wird ein Verfahren zur Bestimmung der Elementzusammensetzung von Partikeln, die auf der Analyse von Röntgenspektren mittels energieaufgelöster Detektionssysteme EDX beruht. Die EDX-Analyse lässt sich nur in Kombination mit einem Raster-Elektronen-Mikroskop einsetzen. Die auf einem Analysefilter abgeschiedenen Partikel werden detektiert und geometrisch vermessen. Gleichzeitig werden die Partikel über den Elektronenstrahl zur Abgabe von Röntgenstrahlung angeregt. Die Beschreibung des Raster-Elektronen-Mikroskops erfolgt in **Kapitel F3: Mikroskopie**.

Zusätzlich zur Anzahl und Größe erhält man aus diesen Analysen Materialangaben bezüglich der detektierten Partikel. Dies erfolgt durch eine Klassifizierung, die anhand bestimmter Merkmale deren chemischer Zusammensetzung erfolgt. Mit dieser Zusatzinformation kann eine detailliertere Charakterisierung der Partikel erfolgen und z.B. auf deren Ursprung im Produktionsprozess geschlossen werden.

Elementanalysen können manuell oder vollautomatisiert durchgeführt werden, wenn die entsprechende gerätetechnische Ausstattung und Software vorhanden ist.

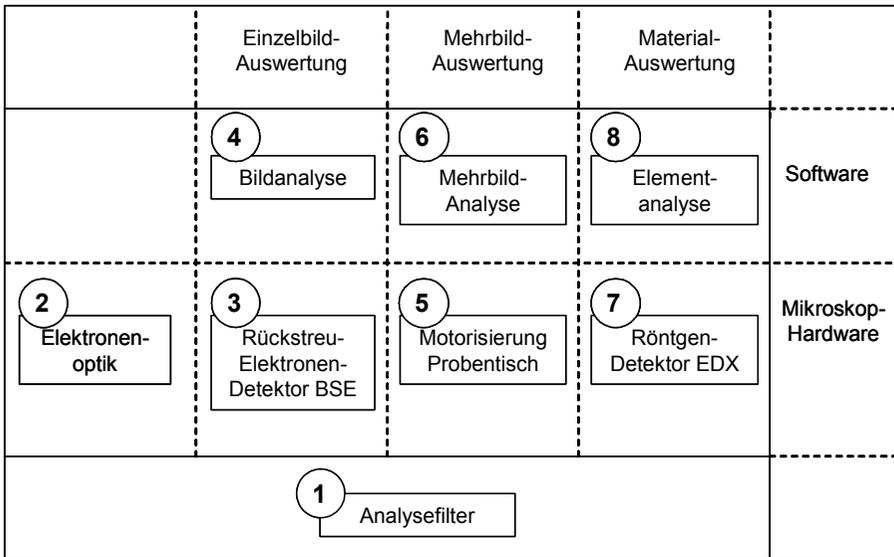
### **1 Normative Referenzen**

**ISO 15632: 2002** - Micro-beam analysis - Instrumental specification for energy dispersive X-ray spectrometers with semiconductor detectors.

### **2 Prinzip**

Zu analysieren sind die vom Bauteil stammenden, auf einem Filter gesammelten Partikel. Diese werden mittels REM gezählt und vermessen. Bei diesem Prozess wird die abzubildende Probe Punkt für Punkt mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl abgerastert. Durch den Beschuss mit hochenergetischen Elektronen wird die Probe zur Abgabe von Röntgenstrahlung angeregt. Die energetische Lage der Linien im Röntgenspektrum ist charakteristisch für das chemische Element aus dem sie hervorgehen. Die Auswertung der Intensitäten der Linienspektren erlaubt eine Quantifizierung der entsprechenden Elemente. Durch Erfassung der Spektren mit einem EDX-Detektor können die chemischen Elemente in einem Partikel bestimmt werden. Das Ergebnis erlaubt Schlüsse auf die chemische Zusammensetzung der detektierten Partikel.

### 3 Materialien und Gerätschaften



**Abbildung 1:** Schema der Komponenten zur Filteranalyse mittels REM und EDX-System zur Elementanalyse

Sämtliche Gerätschaften, die zur Präparation der Analysefilter verwendet werden oder die Komponenten und Software-Anforderungen an ein geeignetes REM sind in **Kapitel F1: Filtration** und **Kapitel F3: Mikroskopie** beschrieben.

Komponenten und Ablauf sind nahezu identisch mit denen der reinen REM-Auszählung (Abbildung 1). Zur Materialbestimmung sind zusätzlich ein Element-Detektor (EDX-Detektor) (7) und die dazugehörige Elementanalyse-Software (8) erforderlich. Die Elektronenoptik (2) muss diesbezüglich weitere Anforderungen erfüllen.

#### 3.1 Elektronen-Optik

Entscheidend für die Qualität der Analysen ist die Stabilität des Strahlstromes am REM. Als Anhaltspunkt kann etwa 1 % Abweichung der Strahlstromstärke pro Stunde akzeptiert werden. Messbar ist dies über einen Faraday-cup, der in den Elektronenstrahl gebracht wird oder ergibt sich aus der Zählrate des EDX-Detektors auf einem Elementstandard.

Die Kathode, welche die Elektronen für den Strahl emittiert, muss vor dem Beginn der Messung aufgewärmt werden.

**Hinweis:** Die Kathodentypen Wolfram, LaB6 sowie die heißen Feldemitter sind für diese Messungen grundsätzlich geeignet. Geräte mit kalten Feldemittern zeigen dagegen häufig zu hohe Strahlstrominstabilitäten.

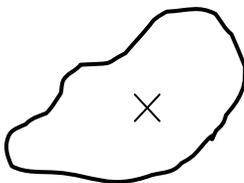
Bei der Installation des Röntgendetektors an einem REM wird dieser so an die Vakuumkammer angebracht, dass sich die „Blickrichtung“ des Detektors mit dem Elektronenstrahl in der Arbeitsebene des Mikroskops schneiden. Um reproduzierbare, quantitative Messungen durchführen zu können, müssen alle Analysen im gleichen Arbeitsabstand erfolgen. Er liegt je nach Gerät im Bereich zwischen 10 und 25 mm unterhalb der Ablenkoptik des Elektronenstrahls.

### 3.2 Röntgen-Detektor

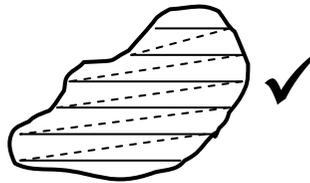
Je höher die Energieauflösung des Detektors ist, desto sicherer wird eine Trennung von Elementen, deren Röntgen-Linien im Spektrum sehr nahe bei einander liegen und desto präziser wird die Analyse. Die Auswahl des Detektors ist abhängig vom zu detektierenden Materialspektrum.

### 3.3 Element-Analyse

Um ein korrektes Ergebnis für die Elementzusammensetzung eines Partikel zu erhalten, muss das EDX-System in der Lage sein, eine flächige Analyse durchzuführen. Das bedeutet, dass der Elektronenstrahl während der EDX-Analyse zu einer größeren Anzahl von Punkten auf der Partikeloberfläche geführt wird. Dadurch wird die Gefahr reduziert, die bei einer punktuellen Messung besteht, dass eine Inhomogenität im Partikel oder ein anhaftender Fremdstoff (z.B. Fertigungshilfsstoffe), dem gesamten Partikel zugeordnet wird.



Feste Position des Elektronen-Strahls: Nicht geeignet für eine korrekte Partikel-Analyse



Korrekte Analyse durch flächige Messung des Partikels, z.B. durch eine rasterförmige Bewegung des Elektronenstrahls

**Abbildung 2:** Strahlführung bei der Elementanalyse von Partikeln

Um die Charakterisierung der Partikel zu erleichtern, muss das EDX-System über die Möglichkeit verfügen, die Partikel hinsichtlich ihrer prozentualen Elementzusammensetzung in Klassen zusammenzufassen (z.B. Kupfer in Verbindung mit Zink wird als Messing klassifiziert, siehe **Anhang**).

**Hinweis:** Partikel, die sich anhand ihrer chemischen Zusammensetzung nicht einer Materialklasse zuordnen lassen, sollten in einer extra Klasse erfasst werden, damit sie im Ergebnis nicht verloren gehen.

Automatisierte Systeme sollten über die Möglichkeit verfügen, nach einer vollautomatischen Analyse einzelne Partikel anzufahren, manuell zu analysieren und evtl. nachzuklassifizieren.

Messgrenzen: Die Zuordnung eines Partikels zu einem bestimmten Material erfolgt ausschließlich über seine Elementzusammensetzung. Um weitere Informationen zu erhalten, können EDX-Detektoren wegen ihrer begrenzten Energieauflösung nicht eingesetzt werden.

Wegen des fehlenden Materialkontrastes zum Hintergrund des Analysefilters ist es sehr schwierig, organische Partikel zu detektieren. Generell können organische Substanzen detektiert werden, es ist aber in der Regel wegen des vorherrschenden Kohlenstoffsignals nicht möglich, eine weitere Klassifizierung vorzunehmen. Eine Ausnahme bilden Kunststoffe, die abgesehen von Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff noch weitere Elemente enthalten, wie etwa die halogenierten Kunststoffe (Chlor im PVC, Fluor im PTFE).

## **4 Prozedur**

Bei der Elementanalyse-Prozedur werden die Parameter und übrigen Arbeitsschritte am REM eingestellt und durchgeführt wie in **Kapitel F3: Mikroskopie** beschrieben, mit dem Unterschied, dass einige Einstellungen so vorgenommen werden, dass exakte und reproduzierbare Elementanalysen erfolgen können:

1. Die Z-Position: Die Höhe des Probenstisches muss so eingestellt werden, dass sich die Analysemembran im korrekten Arbeitsabstand des Systems befindet.
2. Die Beschleunigungsspannung sollte für die Elementanalyse am REM standardmäßig auf 20kV eingestellt werden. Damit wird für die Analysen ein Röntgenspektralbereich zur Verfügung gestellt, der eine gute Trennung der Röntgenlinien und damit der Elemente zulässt.

**Hinweis 1:** Prinzipiell lassen sich alle Elemente auch bei kleineren Beschleunigungsspannungen detektieren, z.B. leichte Elemente (K-Linien) oder schwerere Elemente (L- oder M-Linien). Da diese Linien jedoch energetisch sehr dicht liegen, ist eine Trennung der Elemente schwieriger.

**Hinweis 2:** Bei bestimmten Proben/Filtern kann es aufgrund von Aufladungen oder thermischer Belastungen durch den Elektronenbeschuss notwendig sein, bei kleineren Beschleunigungsspannungen als 20kV zu arbeiten. Dies ist in der Dokumentation der Messung auszuweisen.

3. Die Intensität des Strahlstroms sollte so eingestellt werden, dass das EDX-System eine aus statistischer Sicht hinreichende Anzahl von Röntgenquanten zählt und auswertet. Allgemein gilt, je höher die Zählraten sind, desto besser ist die statistische Sicherheit.

**Hinweis:** Als Anhaltswert kann - unabhängig vom Gerätetyp - eine Zählrate ab 2000 verwertbaren Zählereignissen pro Sekunde angegeben werden. Gleichzeitig sollten zu lange Messzeiten pro Einzelpartikel vermieden werden, um die Gesamtanalyse zu beschleunigen.

4. Die Empfindlichkeit des RE-Detektors wird so eingestellt, dass alle relevanten Elemente detektiert werden und der Dynamikbereich der Bildverarbeitung gut ausgenutzt wird.
5. Start der Messung: Die Analyse kann beginnen, wenn das Kammervakuum und die Strahlstromstärke (Kathode aufwärmen) stabile Werte erreicht haben.

## **5 Dokumentation**

Siehe **Anhang A1**.

Die Darstellung des Analyseergebnisses erfolgt wie in **Kapitel G: Dokumentation** beschrieben.

## Anhang A      Elementanalyse

### A.1      Dokumentation

#### A.1.1      Beispiel zur Spezifizierung

<b>Analyse mittels EDX</b>	
Typ und Hersteller (falls abweichend vom Hersteller des REM):  Analyseablauf: <input type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert	Auflösung des EDX-Detektors [meV]:  Arbeitsabstand [mm]:  Datum der letzten Kalibrierung:

#### A.1.2      Dokumentation der Ergebnisse

Die detektierten Partikel werden wie in **Kapitel G: Dokumentation** in Größenklassen gruppiert angegeben. Dies erfolgt zusammen mit der ermittelten Zusatzinformation der chemischen Zusammensetzung für jedes klassifizierte Material.

Größenklasse	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
[µm]	$5 \leq x < 15$	$15 \leq x < 25$	$25 \leq x < 50$	$50 \leq x < 100$	$100 \leq x < 150$	$150 \leq x < 200$	$200 \leq x < 400$	$400 \leq x < 600$	$600 \leq x < 1000$	$x \geq 1000$
Anzahl Partikel										
Stahl A	-	-	411	63	12	2	0	0	0	0
Stahl B	-	-	126	24	8	2	0	0	0	0
Messing	-	-	36	11	1	0	0	0	0	0
Kupfer	-	-	82	9	0	0	0	0	0	0
Aluminium	-	-	12	0	0	0	0	0	0	0
Nicht klassifiziert	-	-	345	98	32	9	3	0	0	0

**Tabelle A1:**      Beispiel für Darstellung der Analyseergebnisse einer REM/EDX-Analyse mit fünf Materialklassen

## A.2 Materialklassifizierung

Um eine Klassifizierung der detektierten Partikel zu Materialgruppen zu ermöglichen, muss das EDX-System die Möglichkeit bieten, die dazu notwendigen Verknüpfungen durchzuführen. Die folgende Tabelle enthält Beispiele für die Zuordnung bestimmter prozentualer Elementzusammensetzungen zu einer Materialklasse.

Materialklasse	Element	Anteil in %
Stahl A	Fe	>95
	Mn	<1
	Si	<1
Stahl B	Fe	>85
	Cr	<10
	Ni	<5
	Mn	<1
	Si	<2
Stahl C	Fe	50-80
	Cr	10-40
	Ni	0-15
	W	1-10
	Mo	1-10
	V	1-10
Messing A	Cu	20-80
	Zn	20-80
Bronze A	Cu	20-80
	Sn	20-80

**Tabelle 2:** Beispiele für die Zuordnung prozentualer Elementzusammensetzungen zu Materialklassen

Die verwendete Klassifizierung muss anhand der Detektion bekannter Materialproben verifiziert werden (z.B. typische Legierungen aus dem Fertigungsprozess eines Bauteils).

**Hinweis:** Sollen die Ergebnisse von Analysen verschiedener Mikroskopbetreiber miteinander verglichen werden, müssen die Materialklassifizierungen angeglichen werden.

### A.3 Kalibrierung

Die Kalibrierung des EDX-Detektors zur Bestimmung der Auflösung sollte im eingebauten Zustand am REM erfolgen. Dabei wird die Röntgenstrahlung verwendet, die durch Elektronenbeschuss eines Elementstandards (Kupfer und/oder Kobalt) mit dem REM ausgelöst wird und nicht wie früher häufig praktiziert, mit einem radioaktiven Präparat ohne Bremsstrahlung. Der Ablauf erfolgt nach Herstellerangaben. Folgende internationale Norm zu dieser Thematik ist erhältlich: **ISO 15632: 2002**.

Die Kalibrierung der Vergrößerung des REM zur korrekten geometrischen Vermessung von Partikel wird in **Kapitel F3: Mikroskopie** beschrieben.

Die Kalibrierung sollte einmal jährlich oder nach größeren Eingriffen am EDX-System (Justagearbeiten, Umbauten etc.) durchgeführt werden.

### A.4 Wartung

Siehe entsprechenden Abschnitt zum REM in **Kapitel F3: Mikroskopie**.

**Hinweis:** Eine Erhöhung der Kohlenstofflinie im EDX-Spektrum deutet auf eine Verschmutzung des Eintrittsfensters des EDX-Detektors hin.

## F.5 Extinktionspartikelzähler (OPZ)

Dieses Kapitel behandelt die Partikelzählung in Flüssigkeiten unter Verwendung optischer Partikelzähler (OPZ), die auf dem Extinktionsprinzip basieren. Die Flüssigkeit, welche die vom Prüfobjekt abgelösten Partikel enthält, wird dazu in einem Probengefäß gesammelt und dann mit Hilfe des OPZ analysiert.

Die Anwendung dieses Analyseverfahrens ist eher zur Charakterisierung präzisionsgereinigter Bauteile geeignet als für Bauteile, bei denen grobe Verunreinigungen zu erwarten sind, die das optische Messsystem verschmutzen oder verblocken können.

**Hinweis:** Als sinnvolle obere Nachweisgrenze wird nach Stand der Technik eine äquivalente Partikelgröße von ca. 300 µm angesehen. Typische Analysevolumenströme dieser Messgeräte liegen im Bereich von 50 bis 100 ml/min, bei analysierbaren Partikelkonzentrationen von bis zu mehreren Tausend pro Milliliter.

Der Einsatz von OPZ zur direkten Messung an flüssigkeitsführenden Leitungen von Aufbauten wie z.B. Spülständen wird nicht behandelt. Die zu untersuchende Flüssigkeit solcher Systeme kann jedoch in sauberen Probengefäßen gesammelt und wie hier beschrieben analysiert werden.

Zur Darstellung der Bauteilsauberkeit muss stets die gesamte Analyseflüssigkeitsmenge untersucht werden.

### 1 Normative Referenzen

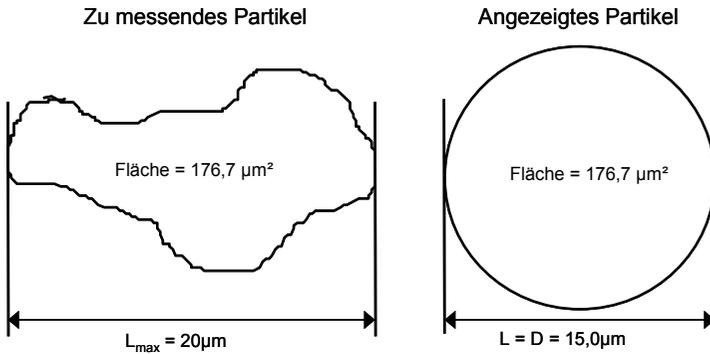
**ISO 11171: 1999(E)** - Hydraulic fluid power - calibration of automatic particle counters for liquids

**ASTM F658a: 2000** - Standard Practice for Calibration of a Liquid-Borne Particle Counter Using an Optical System Based Upon Light Extinction

### 2 Prinzip

Die durch Extraktion gewonnene Flüssigkeit wird durch das Detektionsvolumen eines Flüssigkeitspartikelzählers geleitet, wo Anzahl und Größe der detektierbaren Partikel ermittelt werden. Die Partikelzählung basiert auf der Kalibrierung des Partikelzählers mit Kalibrierteilchen definierter Eigenschaften. Als Ergebnis liefern OPZ die differenzielle und/oder kumulative Größenverteilung der in der Flüssigkeit enthaltenen detektierbaren Partikel.

Die von einem OPZ ausgewiesene Partikelgröße entspricht dem flächenäquivalenten Kreisdurchmesser des zur Kalibrierung eingesetzten Partikelmaterials. OPZ sind nicht fähig, die maximale Dimension unregelmäßig geformter Partikel exakt zu beschreiben (Beispiel **siehe Abbildung 1**). Der Einsatz von Partikelzählern ist in Fällen, in denen die längste Dimension von Partikeln die Grundlage zur Beurteilung der Sauberkeitsqualität darstellt, nicht sinnvoll.



**Abbildung 1:** Durchmesser eines flächenäquivalenten Kreises als Maß für die Partikelgröße.

Die Kalibrierung erfolgt anhand der in **Abschnitt 1 - Normative Referenzen** genannten Prozeduren, wahlweise mit ISO-Medium Test Dust oder Latexkugeln. Ergebnisse von Partikelzählern, die anhand unterschiedlicher Methoden kalibriert wurden, sind nur mit Einschränkungen vergleichbar. In Anbetracht der zufälligen Vielfalt von Partikeln bei der Sauberkeitsanalyse wird der Unterschied dieser Kalibriermaterialien als tolerierbar betrachtet, da genannte Kalibriermethoden auf dem Prinzip des flächenäquivalenten Kreisdurchmessers beruhen. Unterscheidet sich die Kalibrierflüssigkeit und die Analyseflüssigkeit in Bezug auf den Brechungsindex und optische Durchlässigkeit, kann es zu Messfehlern bei der Partikelgrößenbestimmung kommen.

Aufgrund der Kalibrierung und Detektionseigenschaften von OPZ dürfen deren Ergebnisse nicht nominal mit den Ergebnissen anderer Analyseverfahren verglichen werden; z.B. Lichtmikroskopie.

## Anwendungsbereich:

1. Der Einsatz von OPZ ist beschränkt auf klare bzw. homogene Flüssigkeiten, die frei sind von
  - Gasblasen und Schlieren
  - unlöslichen Montagehilfsmitteln (z.B. Öle, Fette, Klebstoffe, Konservierungsmittel, Verpackungsmaterial)
  - Flüssigkeiten die als separate Phase vorliegen (z. B. Wasser in Öl oder Öl in Wasser)

**Achtung:** Erfüllt die Analyseflüssigkeit nicht die o .g. Voraussetzungen, kann dies drastische Fehlzählungen des empfindlichen optischen Sensors bewirken, mit Folge einer Fehlbeurteilung des Sauberkeitszustands des geprüften Bauteils.

2. Es dürfen nur klare Flüssigkeiten mit niedriger Viskosität eingesetzt bzw. analysiert werden; bevorzugt wässrige Lösungen oder Löse-mittel. Der Brechungsindex sollte identisch oder ähnlich dem Brechungsindex der Flüssigkeit sein, mit der der OPZ kalibriert wurde.

**Hinweis:** Abweichungen der Analyseflüssigkeit zur Flüssigkeit, mit der der Partikelzähler kalibriert wurde, können eventuell zu Messfehlern führen. Der Brechungsindex sollte nicht mehr als 10 % variieren.

3. Es dürfen nur OPZ mit 100 % Detektionsvolumen, bei denen die gesamte durchströmende Flüssigkeit ausgewertet wird, eingesetzt werden.

**Beispiel:** Bei einem Partikelsensor, der bauartbedingt lediglich 40 % der durchströmenden Analyseflüssigkeit untersucht, wird die Anzahl der detektierten Partikel mit dem Faktor 2,5 auf 100 % der Flüssigkeitsmenge hochgerechnet (statistische Auszählung).

4. Der dynamische Bereich des OPZ muss den Größenbereich der Sauberkeitsspezifikation des Prüfobjekts abdecken.
5. Das Messsystem muss in der Lage sein, die effektiven Zählungen auszuweisen; d.h. nicht codierte Rohmessdaten.
6. Die Partikelkonzentration der zu untersuchenden Flüssigkeit muss unterhalb der Koinzidenzkonzentration des OPZ liegen.

## Hauptschritte der Analyseprozedur:

1. Vorbereitung und Aufreinigung der Analyseeinrichtung.
2. Überprüfung des Blindwerts der Analyseeinrichtung.
3. Vorbereitung und Auszählung der Analyseflüssigkeit mittels OPZ.

4. Vorbereitung und Auszählung der Nachspülflüssigkeit mittels OPZ.
5. Auswertung und Darstellung der Messdaten.

Der Einsatz und die Analyse von Nachspülflüssigkeit dienen dazu, eventuell in der Analyseeinrichtung verbliebene Partikel aufzunehmen und dem Partikelsensor zur Auswertung zuzuführen.

Zur Angabe der Sauberkeitswerte wird die vom OPZ ermittelte Partikelgrößenverteilung auf die Bauteile umgerechnet. Werden in der Analyseflüssigkeit z.B. 1000 Partikel  $\geq 50 \mu\text{m}$  gezählt, so wird diese Anzahl wahlweise auf die Anzahl der Bauteile, die benetzte Oberfläche oder das benetzte Volumen bezogen.

Im Gegensatz zur Mikroskopie, bei der die auf dem Analysefilter abgetrennten Partikel wiederholt analysiert werden können, handelt es sich bei der Flüssigkeitspartikelzählung um eine „verlorene Probe“. Das heißt, die Flüssigkeit wird einmalig analysiert und dann i. d. R. verworfen.

### **3 Materialien und Gerätschaften**

#### **1. Prüfflüssigkeiten**

Die sachgerechte Anwendung eines OPZ erfordert die Verwendung von Flüssigkeiten zum Aufreinigen und Nachspülen der Analyseeinrichtung und benötigten Hilfsmittel (z.B. Trichter). Eventuell kann es auch erforderlich sein, dass Analyseflüssigkeit hohen Partikelgehalts verdünnt werden muss, um mit dem OPZ analysiert werden zu können.

Für diese zusätzlich benötigten Prüfflüssigkeiten gelten die gleichen Anforderungen wie für Prüfflüssigkeiten, wie sie zur Extraktion der Partikel von Bauteilen verwendet werden. Die Prüfflüssigkeit und die zu analysierende Flüssigkeit müssen miteinander kompatibel sein, da in der Analyseeinrichtung eine Vermischung stattfindet. Handelt es sich bei der zu analysierenden Flüssigkeit um Beispiel um Lösemittel A III so muss als Prüfflüssigkeit das Produkt des gleichen oder ein vergleichbares Produkt eines anderen Herstellers eingesetzt werden.

**Achtung:** Beim Umgang mit den Flüssigkeiten sind die nationalen und internationalen Sicherheitsvorschriften und gesetzlichen Auflagen einzuhalten, insbesondere bei Flüssigkeiten mit niedrigem Flammpunkt und solchen, die bei Überdruck eingesetzt werden.

## 2. Aufreinigungsfilter

Weisen die zu verwendenden Prüfflüssigkeiten nicht die geeignete Sauberkeit auf, sind Aufreinigungsfilter einzusetzen.

**Empfehlung:** Aufreinigungsfilter sollten Partikel zuverlässig zurückhalten, deren Größe höchsten 10 % der für ein Prüfobjekt spezifizierten kleinsten Partikel beträgt. Beträgt die kleinste zu kontrollierende Größe z.B. 100 µm, so sollte das Aufreinigungsfilter mindestens Partikel  $\geq 10 \mu\text{m}$  zuverlässig zurückhalten; Betawert mind. 99 %.

3. Spritzeinrichtung zur Bereitstellung und Dosierung der in der Prozedur benötigten Prüfflüssigkeit (vgl. **Kapitel E1: Spritzen**).
4. Filtrationseinrichtung (optional): Z.B. Rezirkulationseinheit zur Aufreinigung der benötigten Prüfflüssigkeit.
5. Probengefäße: Fallweise, zur Vorverdünnung der Analyseflüssigkeit. Üblicherweise zylindrische, dicht schließende Behältnisse aus Glas oder Polypropylen, mit einem Verschluss, der eine fest integrierte und abriebarme Dichtfläche aufweist. Zur besseren Reinigung muss das Behältnis über einen flachen Boden und eine weite Öffnung verfügen.
6. Vorlagebehälter

Bestandteil der Analyseeinrichtung. Z. B. Glasbehälter mit konischem Boden und abriebarmem Rührer ausgestattet. Er dient zur Aufnahme, Beruhigung und zum Temperatenausgleich der Analyseflüssigkeit (Beispiel siehe **Anhang A3**).

**Hinweis:** Für einen vollständigen Partikelaustrag muss der Auslass bzw. Anschluss zum OPZ am tiefsten Punkt des konischen Vorlagebehälters angebracht sein.

## 7. Probenahmeeinrichtung

Bestandteil der Analyseeinrichtung. Selbstansaugende, nicht pulsierende Pumpe oder handelsüblicher automatischer Probenehmer mit zugehörigen Flüssigkeitsleitungen, zur Förderung der Flüssigkeit durch den OPZ.

**Achtung:** Bei der Anordnung der Komponenten der Analyseeinrichtung muss strömungstechnisch gewährleistet sein, dass selbst einzelne große bzw. schwere Partikel in der Flüssigkeit den Sensor des OPZ erreichen können.

8. Misch- oder Röhreinrichtung; z.B. Rührer aus unmagnetisierbarem Material, mit einstellbarer Drehzahl und integriert in den Vorlagebehälter. Die Mischeinrichtung hat die Aufgabe, die Analyseflüssigkeit in Bewegung zu halten, um ein Anhaften von Partikeln an den Gefäßwänden zu verhindern und die Flüssigkeit zu entgasen.

9. Volumenstrommesser (optional)

Er wird benötigt, wenn kein automatischer Probenehmer eingesetzt wird, der den Volumenstrom durch den Partikelsensor regelt. Er muss für die verwendeten Flüssigkeiten kalibriert sein und wird an der Auslassseite des Partikelsensors angebracht.

10. Entgasungsgerät (optional)

Vakuumentgaser oder Ultraschallgerät mit entsprechender Einstellmöglichkeit zur Entgasung der Analyseflüssigkeit vor deren Einbringung in den Vorlagebehälter.

11. Extinktionspartikelzähler für Flüssigkeiten

Handelsübliches, mit den verwendeten Flüssigkeiten kompatibles Gerät zur Einzelpartikelzählung mit geeignetem Größenmessbereich. Ausgestattet mit Schnittstelle zur Datenerfassung mittels PC und wahlweise zu betreiben mit einem gerätekompablen automatischen Probenehmer.

Messbereich und Genauigkeit des OPZ sind abhängig von Typ und Kalibrierung des Gerätes.

12. Computersystem: Ausgestattet mit geeigneter Software zur Erfassung der Daten des OPZ.

#### **4 Umgebungsbedingungen und Betrieb**

Als empfindliche Messgeräte können OPZ von elektromagnetischen Feldern und Wellen umgebender Maschinen und Geräte beeinflusst werden. Dies gilt auch für eventuelle Schwankungen oder Rauschen der elektrischen Spannungsversorgung, die z.B. durch elektronische Vorschaltgeräte egalisiert werden können. Die genannten Faktoren müssen bei Aufstellung und Betrieb von OPZ berücksichtigt werden.

OPZ sind entsprechend den Angaben des Geräteherstellers zu betreiben. Für zuverlässige Messungen darf die Konzentration der Analyseflüssigkeit höchstens 90 % der vom OPZ-Hersteller angegebenen Koinzidenzkonzentration betragen, bei einer Partikelgröße, die mindestens Faktor 1,5 der Rausch-Schwelle des Partikelsensors beträgt.

**Hinweis:** Koinzidenz verursacht Falschzählungen sowohl größerer als auch kleinerer Partikel. Die Koinzidenzkonzentration eines OPZ ist die maximal zulässige kumulative Konzentration der Partikel in der Flüssigkeit, deren Größe oberhalb der unteren Nachweisgrenze des Gerätes liegt. Die Konzentration, bei der der Koinzidenzfehler einen gewissen Wert überschreitet (üblicherweise 10 %) wird vom Gerätehersteller in der technischen Spezifikation angegeben

Vor der Analyse muss der OPZ frühzeitig eingeschaltet werden, um sich zu stabilisieren (Messoptik und Elektronik).

Beim Umgang mit den Flüssigkeiten ist sorgfältig darauf zu achten, dass zu keinem Zeitpunkt der Analyse verfälschende Gasblasen eingetragen werden.

Die Messzelle im Sensor ist regelmäßig auf das eventuelle Vorhandensein verblockender Partikel zu inspizieren.

**Hinweis:** Ein regelmäßiges „Rückwärtsspülen“ des Sensors kann nachhaltiger Verblockung vorbeugen.

## **5 Prozedur**

### **5.1 Validierung der Analyseprozedur (informativ)**

siehe **Anhang**.

### **5.2 Vorbereitung und Aufreinigung der Analyseeinrichtung**

**Verweis:** Eine tabellarische Zusammenstellung der Analyse-Prozedur befindet sich im Anhang.

1. Stellen Sie alle zur Analyse erforderlichen Mittel bereit.
2. Aufreinigung: Es ist wichtig, dass sämtliche Komponenten wie Vorlagebehälter, Flüssigkeitsleitungen und Partikelsensor vor der Analyse aufgereinigt werden. Füllen Sie hierzu (wiederholt) den Vorlagebehälter möglichst vollständig mit Prüflüssigkeit, starten Sie Rührer/Mischeinrichtung und entleeren Sie die Analyseeinrichtung bei möglichst hohem Volumenstrom.

3. Fallweise: Wurde die Analyseeinrichtung zuvor mit einer mit der zu analysierenden Flüssigkeit unverträglichen Flüssigkeit betrieben, so sind „Zwischenspülungen“ erforderlich (siehe **Anhang B2**).
4. Entleeren des Vorlagebehälters. Die Entleerung soll nur soweit erfolgen, dass auf keinen Fall Luft in die Zuführungsleitung des Partikelsensors eingetragen wird.

### 5.3 Blindwertmessung

Die Blindwertmessung erfolgt unter Verwendung von Prüfflüssigkeit sinngemäß wie in **Abschnitt 5.6 Analyseprozedur** beschrieben.

Ist der Blindwert nicht in Ordnung, muss entweder die Aufreinigung der Analyseeinrichtung fortgesetzt werden oder es sind grundlegende Maßnahmen zur Verbesserung des Blindwertes erforderlich.

### 5.4 Vorbereitung der Analyseflüssigkeit

1. Entfernen Sie äußere Verunreinigungen vom Probengefäß z.B. mit Hilfe eines flusenfreien, feuchten Wischtuchs.
2. Inspizieren Sie visuell die enthaltene Flüssigkeit, um festzustellen, ob deren Zustand eine Analyse mittels OPZ zulässt (z.B. keine Schlieren, Tröpfchen oder verblockende Partikel).

**Hinweis 1:** Partikel, die an der Oberfläche der Analyseflüssigkeit aufschwimmen, können nicht detektiert werden. Um sie zu erfassen, müsste die Flüssigkeit restlos durch den Partikelsensor geleitet werden. Dies ist i. d. R. allerdings ohne den Eintrag verfälschender Luftblasen nicht möglich.

**Hinweis 2:** Unterziehen Sie die Analyseflüssigkeit im Zweifelsfall alternativ bevorzugt einer mikroskopischen Analyse

3. Homogenisierung: Wurde die Analyseflüssigkeit länger gelagert, besteht die Möglichkeit der Sedimentation und Agglomeration von Partikeln. Die Agglomerate müssen vor der Analyse aufgebrochen und die Partikel in Schwebelage gebracht werden. Dies erfolgt durch Aufschütteln der Flüssigkeit oder im Ultraschall-Bad. Die Methode, die dafür gewählt wird, darf die ursprüngliche Partikelgrößenverteilung in der Flüssigkeit nicht verändern.
4. Entgasung (optional): Entgasen Sie die Analyseflüssigkeit wahlweise mittels Vakuumentgasung oder Ultraschall.

**Hinweis:** Durch Entgasung kann i. d. R. die Dauer der Beruhigungsphase im Vorlagebehälter verkürzt werden.

## 5.5 Verdünnung der Analyseflüssigkeit (fallweise)

**Verweis:** siehe auch „Verdünnungsprozedur“ im Anhang.

Bevorzugt wird die Analyseflüssigkeit unverdünnt untersucht. Um Koinzidenzeffekte auszuschließen, kann allerdings eine Verdünnung mit Prüflüssigkeit erforderlich werden.

### A. Bekannte Sauberkeitsspezifikation:

Berechnen Sie, ob eine Verdünnung der Probe erforderlich ist: Beziehen Sie die geforderten/zu erwartenden Sauberkeitswerte (die Partikelgrößenverteilung) des zugrunde liegenden Bauteils auf das Volumen der vorliegenden Analyseflüssigkeit. Übertrifft die so ermittelte Konzentration die 90 %-Schwelle der Koinzidenzkonzentration des OPZ, ist eine Verdünnung erforderlich.

### B. Unbekannte Sauberkeitsspezifikation:

Nehmen Sie eine definierte Menge der homogenisierten Analyseflüssigkeit und verdünnen Sie diese mit neun Teilen sauberer Flüssigkeit. Präparieren Sie die hergestellte „Verdünnungsprobe“ und analysieren Sie diese nach Vorschrift. Das Ergebnis liefert eine Aussage, ob die verbleibende Analyseflüssigkeit unverdünnt untersucht werden kann, oder welche Mindestverdünnung notwendig ist, um die 90 % Koinzidenzgrenze einzuhalten. Beziehen Sie auf jeden Fall auch die Zählergebnisse der „Verdünnungsprobe“ in die Auswertung bzw. Darstellung der ermittelten Sauberkeitswerte ein.

## 5.6 Analyseprozedur

1. Die (eventuell verdünnte) Analyseflüssigkeit ist unmittelbar nach deren Homogenisierung und Entgasung der Analyse zu unterziehen.
2. Schalten Sie den OPZ zur Stabilisierung der Messzelle rechtzeitig ein.
3. Stellen Sie die Größenintervalle entsprechend der Sauberkeitsspezifikation des betreffenden Bauteils ein.
4. Stellen Sie sicher, dass sich keine Luft in der Zuleitung zum Partikel-sensor befindet.
5. Geben Sie die Analyseflüssigkeit - z.B. mit Hilfe eines sauberen Trichters - unter Vermeidung von Luftblaseneintrag in den Vorlagebehälter.

6. Spülen Sie das Innere des Probengefäßes (auch die Verschlussinnenseite) mit Prüfflüssigkeit nach und geben Sie die Nachspülflüssigkeit ebenfalls in den Vorlagebehälter.
7. Zur Beruhigung der Flüssigkeit muss diese nun bei geeigneter Rührgeschwindigkeit im Vorlagebehälter verweilen (vgl. Beruhigungszeit in **Anhang A4**).  
**Achtung:** Wählen Sie die Rühr- bzw. Mischgeschwindigkeit so, dass kein Blaseneintrag erfolgt.
8. Datenaufnahme: Setzen Sie den Partikelzähler in den „Messmodus“ bzw. „Zählmodus“ und starten Sie die Durchströmung des Sensors mit der Flüssigkeit aus dem Vorlagebehälter.  
**Hinweis 1:** Ist der „Zählmodus“ des OPZ auf „Zeit“ eingestellt, ist darauf zu achten, dass die Zeit zwischen zwei Messintervallen auf den Wert Null eingestellt ist, um keine den Sensor durchströmenden Partikel zu übersehen.  
**Hinweis 2:** Fallweise - kontrollieren Sie regelmäßig den Analysevolumenstrom durch den Sensor. Abweichungen vom für den OPZ spezifizierten Volumenstrom führen zu falschen Analyseergebnissen.
9. Achten Sie darauf, dass der Vorlagebehälter nur soweit entleert wird, dass keine Luft in die Zuführungsleitung des Partikelsensors eingetragen wird. Stoppen Sie den Analysevolumenstrom und die Datenaufnahme des OPZ.
10. Fallweise: Wiederholen Sie die Schritte 4. bis 8. falls die Analyseflüssigkeit auf mehrere Probengefäße verteilt vorliegt.
11. Füllen Sie eine ausreichende Menge Nachspülflüssigkeit in den Vorlagebehälter, um eventuelle verbliebene Partikel zu erfassen.
12. Analysieren Sie die Nachspülflüssigkeit wie in Schritt 6. bis 8 beschrieben. Die in der Nachspülflüssigkeit erfassten Partikel zählen ebenfalls zur Partikelfracht des geprüften Bauteils.

## 5.7 Auswertung

1. Die für die Auswertung relevanten Daten setzen sich aus den erfassten Partikelzählungen folgender Flüssigkeiten zusammen:
  - a) der (eventuellen) „Verdünnungsprobe“,
  - b) der Analyseflüssigkeit,
  - c) Nachspülflüssigkeiten.
2. Die bei der Analyse der o. g. Flüssigkeiten erhaltenen Zählungen in den jeweiligen Größenintervallen werden aufsummiert.
3. Die ermittelte Größenverteilung beschreibt die Partikelfracht des untersuchten Bauteils.

## 6 Dokumentation

Angaben bei Verwendung eines Partikelzählers, siehe **Anhang A1**.

Die Darstellung des Analyseergebnisses erfolgt wie in **Kapitel G: Dokumentation** beschrieben.

## Anhang A Extinktionspartikelzähler (informativ)

### A.1 Dokumentation – Angaben zur Analyse mittels Partikelzähler

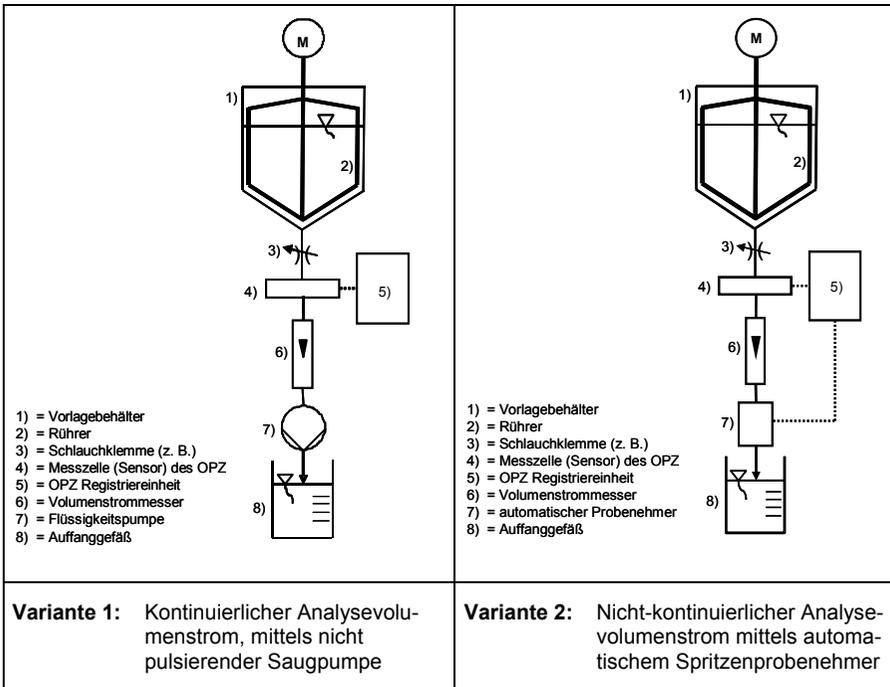
<b>Analyse mittels OPZ</b>	
<u>Analysebedingungen:</u> Anzahl der Probengefäße: Gesamtmenge der Analyseflüssigkeit [ml]: Optional - Verdünnungsflüssigkeit Menge [ml]: <u>Probenahmemethode:</u> <input type="checkbox"/> Unterdruck <input type="checkbox"/> Überdruck Analysevolumenstrom [ml/min]: Temperatur (wenn abweichend von 20°C):	<u>Technische Daten:</u> Typ und Hersteller des OPZ: Dynamischer Bereich des Geräts [µm] : Koinzidenzkonzentration [Anzahl/ml]: <u>Kalibrierungsmethode:</u> <input type="checkbox"/> Latex <input type="checkbox"/> ISO-MTD Datum der letzten Kalibrierung: Typ und Hersteller des Probenehmers:

### A.2 Zusammenfassung der Analyseprozedur

	<b>Beschreibung</b>	<b>Maßnahme</b>	<b>Hinweis</b>	<b>Häufigkeit</b>
1	Vorbereitung der Analyseinrichtung	Spülen mit Prüfflüssigkeit, um: - evtl. unverträgliche Flüssigkeiten zu beseitigen - Gaseinschlüsse zu beseitigen - das System aufzureinigen	Die Art der Aufreinigungsflüssigkeit muss mit der Analyseflüssigkeit identisch sein.	Vor dem Analysebetrieb
2	Überprüfen des Blindwerts der Analyseinrichtung	Vorbereiten und analysieren einer repräsentativen Prüfflüssigkeitsmenge	--	Regelmäßig
2a	Vorbereitung	Beruhigungsphase im Vorlagebehälter	--	Immer
2b	Auszählung	Analyse der Partikelfracht mittels OPZ	--	Regelmäßig
2c	Bewertung des Blindwerts	Falls Blindwert n. i. O.: - Überprüfen Sie die Analyseinrichtung und Bedingungen - Wiederholen Sie die Aufreinigung	--	--

	<b>Beschreibung</b>	<b>Maßnahme</b>	<b>Hinweis</b>	<b>Häufigkeit</b>
3	Analyse der Analyseflüssigkeit	Vorbereitung und Analyse	--	Immer
3a	Vorbereitung der Analyseflüssigkeit	wenn nötig: - verdünnen - homogenisieren - entgasen (optional) Beruhigungsphase im Vorlagebehälter	Überprüfen Sie, ob eine Verdünnung der Probe notwendig ist. Wenn erforderlich, analysieren Sie eine Verdünnungsprobe.	Immer
3b	Auszählung der Analyseflüssigkeit	Analyse der Partikelfracht mittels OPZ	Wiederholen Sie Schritte 3a und 3b falls die Analyseflüssigkeit auf mehrere Behältnisse verteilt vorliegt.	Immer
4	Analyse der Nachspülflüssigkeit	Vorbereitung und Analyse	--	Immer
4a	Vorbereiten der Nachspülflüssigkeit	entgasen (optional) Beruhigungsphase im Vorlagebehälter	Die Art der Nachspülflüssigkeit muss mit der Analyseflüssigkeit identisch sein	Immer
4b	Auszählung der Nachspülflüssigkeit	Ermittlung der Partikelfracht mittels OPZ	--	Immer
5	Auswertung und Darstellung der Ergebnisse	Aufsummieren der Partikelmessdaten	Das Ergebnis muss auf das Bauteil, von dem die Analyseflüssigkeit stammt, bezogen werden	Immer

### A.3 Beispiele für Analyseeinrichtungen



**Hinweis 1:** Es wird empfohlen, keinen Aufbau zu verwenden, bei dem die Fließrichtung der Analyseflüssigkeit gegen die Sedimentationsrichtung der Partikel gerichtet ist. Dies wird z.B. erreicht, indem ein Behälter mit Auslass am tiefsten Punkt des Bodens verwendet wird.

**Hinweis 2:** Wird ein Gasdruckpolster verwendet, um die Flüssigkeit durch die Messzelle zu transportieren, muss gewährleistet sein, dass das Gas gefiltert und frei von Öl und Wasser ist.

## A.4 Validierung der Analyseprozedur

Abhängig von den Eigenschaften der Analyseflüssigkeit sind folgende Randbedingungen grundsätzlich zu ermitteln und festzulegen:

1. Geeignete Prozedur zur Aufreinigung und zur Erreichung eines reproduzierbaren Sauberkeitsniveaus der Analyseeinrichtung.
2. Erzielbarer, reproduzierbarer Blindwert der Analyseeinrichtung.
3. Mindestens erforderliche Zeitdauer zur Beruhigung der Analyseflüssigkeit im Vorlagebehälter vor Analysebeginn.

Zur Ermittlung der Beruhigungszeit der Analyseflüssigkeit (Austrag von Gasblasen) ist der Vorlagebehälter bis zum maximal zulässigen Füllstand zu befüllen.

**Hinweis:** Die Präsenz (kleinster!) Gasblasen zeigt sich i.d.R. durch signifikante Zählungen in einem bestimmten Größenintervall und ist häufig mit Zählungen in oberen Partikelgrößenintervallen verbunden (nicht natürliche Partikelgrößenverteilung).

Die Eignung der Analyseeinrichtung und der Prozedur kann durch Analyse von Flüssigkeiten mit bekanntem Partikelgehalt (z. B. Kalibrierstaub, Latexkugeln) überprüft werden.

## **Anhang B      Ergänzende Prozeduren**

### **B.1      Verdünnungsprozedur**

Die Probenverdünnung ist notwendig, wenn die Partikelkonzentration der Analyseflüssigkeit oberhalb der Koinzidenzkonzentration liegt.

Um Verfälschungen des Analyseergebnisses zu minimieren, muss die Verdünnung unter sauberen Bedingungen erfolgen und alle Gerätschaften müssen nach bewährten Verfahren sorgfältig gereinigt werden.

Die Art der Verdünnungsflüssigkeit und der Analyseflüssigkeit müssen identisch sein.

**Hinweis:** Durch die Verdünnung kann der Brechungsindex der Probe verändert und dadurch das Partikeldetektionsverhalten nachteilig beeinflusst werden.

Einstufige Verdünnung:

1. Berechnen Sie das geeignete Verdünnungsverhältnis.
2. Stellen Sie die Sauberkeit der Verdünnungsflüssigkeit sicher.
3. Benutzen Sie ein vorgereinigtes Probengefäß (=Verdünnungsgefäß), das groß genug ist, um die gesamte Verdünnungsflüssigkeit aufzunehmen.
4. Füllen Sie die notwendige Menge an gefilterter Verdünnungsflüssigkeit ein.
5. Homogenisieren Sie die Analyseflüssigkeit und füllen Sie diese in das Verdünnungsgefäß.
6. Spülen Sie das Innere des Probengefäßes der Analyseflüssigkeit mit gefilterter Verdünnungsflüssigkeit, verschließen Sie es und drehen Sie es fünfmal um.
7. Füllen Sie die so präparierte Flüssigkeit ebenfalls in das Verdünnungsgefäß.
8. Der Inhalt des Verdünnungsgefäßes ist nun zur Durchführung der Analyse vorbereitet.

## **B.2 Analyse verschiedener Flüssigkeiten**

Zwischenspülungen:

Wenn in der Analyseeinrichtung verschiedene, nicht miteinander verträgliche Flüssigkeiten verwendet werden, sind besondere Maßnahmen erforderlich. Es besteht die Gefahr, dass filmische Rückstände oder Tropfen im Aufbau zurückbleiben und bei späteren Analysen zu Fehlmessungen führen. Beim Übergang auf eine andere Analyseflüssigkeit muss der Aufbau mit einer Reihe miteinander kompatibler Flüssigkeiten gespült werden. Wird z.B. von einem wässrigen Mittel zu einem Lösungsmittel gewechselt, so kann die Spülprozedur folgendermaßen ablaufen:

- a) Spülen mit destilliertem oder deionisiertem Wasser
- b) Spülen mit Isopropanol
- c) Spülen mit Testbenzin oder einem Lösemittel mit ähnlichen Eigenschaften
- d) Spülen mit einem Lösemittel, das identisch mit der Analyseflüssigkeit ist

## **B.3 Überprüfung der Nullzählrate des OPZ**

Die Messzelle wird hierzu mit sauberer Flüssigkeit gefüllt. Schließen sie alle Ventile, die an- oder abströmseitig des Sensors angeordnet sind, damit keine Flüssigkeit durch die Messzelle fließen kann. Trennen und/oder schalten Sie ggf. alle automatischen Probenehmer ab. Starten Sie den Messmodus des OPZ. Wenn keine signifikanten Zählungen registriert werden, ist die Nullzählrate in Ordnung.

## **Anhang C      Hinweise zur Messtechnik**

### **C.1      Funktionsprinzip**

Die zu analysierende Flüssigkeit wird durch die Messzelle des Partikelsensors geleitet. Die Messzelle wird in einem definierten Bereich (Detektionsvolumen) von einem Lichtstrahl durchleuchtet, dessen Intensität durch einen lichtempfindlichen Detektor als konstantes positives Spannungssignal erfasst wird. Ein Partikel, das mit der Flüssigkeit durch den Lichtstrahl transportiert wird, bewirkt eine vorübergehende Abschwächung der detektierbaren Lichtintensität (Extinktion) und löst einen negativen Spannungsimpuls aus. Dessen Ausmaß und Verlauf ist charakteristisch für die Partikelgröße und bewirkt eine Zählung des Partikels im betreffenden Größenintervall. Um eine Zählung auszulösen, muss ein Partikel eine gerätespezifische Mindestgröße aufweisen (untere Nachweisgrenze). Die Partikelzählung basiert auf der Einzelpartikeldetektion. Die Partikeldetektion ist nur in strömenden Flüssigkeiten möglich.

**Hinweis:** In der Regel durchleuchten die Partikelsensoren bauartbedingt die durchströmende Flüssigkeit zu 100 %. Bei Sensoren, die nur einen prozentualen Anteil durchleuchten, kann es zu statistisch bedingten - besonders bei niedrigen Partikelfrachten erheblichen - Zählfehlern kommen.

### **C.2      Größenmessung**

Die einem Partikel zugeordnete Größe wird aus dessen abschattender Projektionsfläche gebildet und als optischer Durchmesser eines flächenäquivalenten Kreises angegeben. Die Projektionsfläche ist abhängig von der (zufälligen) Orientierung des Partikels beim Durchlaufen des Lichtstrahls. Der ausgewiesene Durchmesser entspricht höchstens der maximalen Länge eines Partikels. Die maximale Länge kann bereits aufgrund der Lageabhängigkeit nicht sicher ermittelt werden. Das Detektionsprinzip erlaubt keine Aussage über die dreidimensionale Geometrie und das Material von Partikeln. Gasblasen und Tröpfchen unlöslicher Flüssigkeiten werden (verfälschend) als Partikel gezählt.

### C.3 Größennachweisgrenzen

#### a) Untere Größennachweisgrenze:

Das Signal-/Rauschverhältnis muss an der unteren Nachweisgrenze mindestens 1,5:1 betragen. Partikel mit einer der unteren Größennachweisgrenze entsprechenden Größe müssen mit einer Wahrscheinlichkeit von mindestens 50 % registriert werden.

#### b) Obere Größennachweisgrenze:

Diese ist beschränkt durch die Geometrie der Messzelle. Es können nur solche Partikel noch erfasst werden, die aufgrund ihrer geometrischen Abmessungen und Ausrichtung in der Flüssigkeit noch durch die Messzelle transportiert werden, ohne diese zu verblocken.

### C.4 Nachweisgrenzen für die Anzahlkonzentration

Befinden sich mehrere Partikel gleichzeitig im Detektionsvolumen, so wird deren gleichzeitige Lichtabschwächung als Gesamtsignal eines einzigen Partikels registriert. Koinzidenzen („Zusammentreffen“) führen zu Fehlern bezüglich der resultierenden Angabe von Größendimension- und Anzahl. Je höher die Partikelkonzentration in der Flüssigkeit ist, desto größer ist die statistische Wahrscheinlichkeit für Koinzidenzen und je größer ist der resultierende Messfehler. Die obere Nachweisgrenze für die Gesamtkonzentration besagt, dass die Wahrscheinlichkeit für Koinzidenzen an dieser Stelle max. 5 % beträgt. Nach unten existieren keine messtechnischen Einschränkungen bezüglich der Anzahlkonzentration.

**Hinweis:** Homogenisieren von Flüssigkeitsproben trägt zur Reduzierung von Koinzidenz bei.

### C.5 Kalibrierung

Die Kalibrierung erfolgt anhand der in **Abschnitt „Normative Referenzen“** genannten Prozeduren, wahlweise mit ISO- Medium Test Dust oder Latexkügelchen.

Es wird empfohlen den OPZ alle 6 Monate zu kalibrieren, es sei denn, die Erfahrungen im Betrieb lassen größere Intervalle zu. Eine Re-Kalibrierung ist erforderlich, wenn mechanische Veränderungen an der Optik erfolgten oder das Gerät ein zweifelhaftes Zählverhalten zeigt.

Es sollte ein regelmäßiger Test des Zählverhaltens des OPZ durchgeführt werden. Als Referenz sind hierzu Flüssigkeitsproben geeignet, die Partikel einer bekannten Anzahl und Größe beinhalten (z.B. Suspensionen von Kalibrierteilchen).

Durchflussmesser zur Überwachung des Analysevolumenstroms müssen für die verwendeten Analyseflüssigkeiten kalibriert sein.

### C.6 Vergleich von Partikelzählern

Der Vergleich der Messdaten von Partikelzählern ist nur sinnvoll:

1. wenn die Geräte eine ähnliche technische Spezifikation bezüglich Größen- und Konzentrationsbereich aufweisen.
2. bei vergleichbarer Kalibrierung

**Beispiel:** Vergleich von Messgeräten mit identischer Kalibrierung, anhand identischer Flüssigkeitsprobe, die verschiedenste Arten von Partikeln enthält. Illustratives Beispiel, basierend auf Erfahrungswerten.

Partikelzähler (symbolische Bezeichnung)			Ermittelte Partikelkonzentration			
			Probe geringer Konzentration [Anzahl/ml $\geq$ 5 $\mu$ m]	Probe hoher Konzentration [Anzahl/ml $\geq$ 5 $\mu$ m]	Probe geringer Konzentration [Anzahl/ml $\geq$ 150 $\mu$ m]	Probe hoher Konzentration [Anzahl/ml $\geq$ 150 $\mu$ m]
Hersteller A	Typ #1	Seriennummer X	5	1385	0	21
Hersteller A	Typ #1	Seriennummer Z	8	1426	2	15
Hersteller B	Typ #2	Seriennummer I	12	1508	5	21
Hersteller B	Typ #2	Seriennummer IV	9	1457	3	23
Gerätekombination			Relative Standardabweichung [%]			
Typ #1 untereinander:			23	1	100	17
Typ #2 untereinander:			14	2	25	5
<b>Empfohlenes Akzeptanzlevel (baugleiche Geräte):</b>			<b>50</b>	<b>20</b>	<b>100</b>	<b>50</b>
Paarung Typ #1 zu Typ #2 („worst case“):			41	4	100	21
<b>Empfohlenes Akzeptanzlevel (nicht baugleich):</b>			<b>100</b>	<b>50</b>	<b>200</b>	<b>100</b>

Erfahrungswert: Die Messgenauigkeit eines OPZ bei Untersuchung identischer Flüssigkeiten mittlerer Partikelfracht beträgt +/- 10 %.

## C.7 Abgrenzung zu anderen Analysetechniken

### Vorteile von OPZ:

- Erspart das Übertragen der Partikel auf ein Analysefilter und dessen Präparation
- Weiter Größen- und Konzentrationsbereich
- Hoher Informationsgehalt in Form einer Partikelverteilung (Anzahl und äquivalente Größe)
- Digitale, archivierbare Daten, die i. d. R. mit Standardsoftware in Tabellen und Diagramme überführt werden können.
- Onlinefähig (lückenloser zeitlicher Verlauf von Konzentrationsänderungen)
- Einsatz zur Prozessüberwachung und -steuerung
- Verwendung kann mit gleichzeitiger Herstellung von Analysefiltern kombiniert werden.

### Nachteile von OPZ:

- Vermessene Probe ist i.A. nicht archivierbar bzw. nur eingeschränkt reproduzierbar („verlorene Probe“).
- Partikelgrößenangaben sind nicht exakt (z. B. maximale Dimension) bzw. entsprechen dem flächenäquivalenten Kreisdurchmesser.
- Das Partikelmaterial ist nicht erkennbar
- Große Partikel können nicht durch den eingeschränkten Querschnitt der Messzelle transportiert werden.
- Abweichungen des Brechungsindex der Analyseflüssigkeit von der Kalibrierflüssigkeit führen zu Verfälschungen des Analyseergebnisses.
- Verfälschung bei unsachgemäßer Anwendung durch Luftblasen möglich
- Verfälschung bei Vorhandensein unlöslicher Fremdflüssigkeiten in der Analyseflüssigkeit

## C.8 Ergänzende Hinweise

1. Partikelzähler sind statistische Messmittel, deren Informationswert auf Häufigkeitsverteilungen beruht. In der Regel nimmt die Anzahl von Partikeln in einer Flüssigkeitsprobe mit zunehmender Größe exponentiell ab.
2. Liegt lediglich eine geringe Analyseflüssigkeitsmenge vor, so kann deren Volumen durch Verdünnen vergrößert und somit einer praktischen Analyse zugeführt werden.
3. Mögliche Ursachen für das Vorhandensein verfälschender Gasblasen sind u.a.:
  - Rüttler und Ultraschalleinrichtungen zur Homogenisierung von Flüssigkeitsproben
  - Pumpen
  - Einsatz in Unterdruckleitungen
  - Anströmseitig angebrachte Filter oder Verengungen des Strömungsquerschnitts
  - Verwirbelungen (z. B. durch starke Umlenkungen)
  - Erwärmung der Flüssigkeit während der Analyse
  - Schlagartige Entspannung der Flüssigkeit
  - Unterdruckprobenahme von Flüssigkeiten relativ hoher Viskosität
4. Gasblasenaustrag bzw. Minimierung von Gasblasen kann erfolgen durch:
  - Beruhigung der Flüssigkeit durch Lagerung (Achtung: Sedimentation von Partikeln)
  - Ultraschall geeigneter Frequenz
  - Vakuumentgasung
  - Temperaturerhöhung
  - Druck in der Messzelle möglichst hoch wählen
  - Entspannung der Flüssigkeit erst abströmseitig des Partikelsensors
  - Mischen oder Rühren mit geeigneter Geschwindigkeit

## F.6 Direktinspektion

Ideale Analysebedingungen herrschen vor, wenn die Partikel direkt auf der zu inspizierenden Bauteiloberfläche detektiert werden können. Da hierbei die Schritte Extraktion und Filtration nicht notwendig sind, entfallen die Fehlerquellen, die mit diesen Schritten verbunden sind. Weiterhin liegen die Partikel in ihrer ursprünglichen räumlichen Verteilung auf der Bauteiloberfläche, was unter Umständen weitere Rückschlüsse auf ihre Entstehung zulässt. Zur direkten Bauteilinspektion werden mikroskopische Verfahren eingesetzt (Lichtoptische oder elektronenoptische Mikroskope). Für deren Anwendung und die Auswertung der Ergebnisse gelten die im **Kapitel F3: Mikroskopie** beschriebenen technischen Voraussetzungen und Vorgehensweisen.

Für die Bauteile bedeutet dies, dass sie nur eine bestimmte Maximalgröße aufweisen dürfen, die durch die konstruktiven Randbedingungen der verwendeten Mikroskope gegeben ist (Abstand Probenstück zum Objektiv beim lichtoptischen Mikroskop oder Kammergröße beim Rasterelektronenmikroskop). Werden Systeme verwendet, bei denen eine kompakte Messoptik (mit Kamera) zum Bauteil gebracht wird oder auf dieses aufgesetzt wird, so sind diese ebenfalls als Mikroskope zu behandeln und das entsprechende Kapitel dieser Richtlinie ist anzuwenden.

Die direkt zu inspizierenden Oberflächen müssen einen hohen Kontrast zu den zu erfassenden Partikeln zeigen, damit sie optisch von diesen getrennt werden können. Dies ist in der Regel nur bei sehr glatten Oberflächen gegeben. Weiterhin sollten die betroffenen Bauteilbereiche eben sein, um sie mit gängiger Mikroskoptechnik erfassen zu können.

Für die Beleuchtung bei lichtoptischen Mikroskopiesystemen kommt nur Auflicht (Hellfeld bis extremes Dunkelfeld) in Betracht, es sei denn, transparente oder transluzente Bauteile müssen geprüft werden.

Ähnlich wie bei den probenehmenden Verfahren, bei denen sichergestellt werden muss, dass die gesamte relevante Bauteiloberfläche für die Analyse abgereinigt und die komplette Fläche der Analysefilter ausgewertet werden muss, muss auch bei der direkten Inspektion eine vollflächige Messung dieser Bauteilbereiche durchgeführt werden.

## G DOKUMENTATION

Dieses Kapitel behandelt die

- Darstellung von Sauberkeitsangaben im Rahmen der Spezifizierung und Prüfung der technischen Sauberkeit von Bauteilen
- Dokumentation von Sauberkeitsprüfungen.

Zur Darstellung von Partikelgrößenverteilungen werden standardisierte Größenklassen (Size Classes) verwendet (siehe **Tabelle 1**).

Des Weiteren ist eine codierte Angabe von Partikelgrößenverteilungen vorgesehen (siehe **Tabelle 2**).

Dieses Kapitel behandelt nicht die Codierung der Sauberkeitswerte von Flüssigkeiten (z.B. Betriebs-, Transport- oder Hydraulikflüssigkeiten). Die **ISO 4406-1999** wird nicht außer Kraft gesetzt und es erfolgt keine Erweiterung der dort beschriebenen Flüssigkeitscodes.

Sauberkeitsprüfungen werden in Form eines Prüfprotokolls dokumentiert. Als zusammenfassendes Dokument enthält es u.a. Angaben über die Beprobungs- und Analyseverfahren, die ermittelten Sauberkeitswerte sowie Referenzangaben zur verwendeten Prüfspezifikation (siehe **Anhang A1**).

### 1 Prinzip

Der Sauberkeitswert eines Bauteils kann durch das Rückstandsgewicht der Partikel (Gravimetrie), durch die Partikelgrößenverteilung (Anzahl der Partikel pro Größenklasse) und/oder durch die Dimension des größten gefundenen Partikels ausgedrückt werden.

**Hinweis 1:** Ist die zweite und oder dritte Dimension von Partikeln bei der Sauberkeitsprüfung zu berücksichtigen, so ist dies bilateral zu vereinbaren. Die ermittelten Werte der zweiten Partikeldimension werden nicht codiert angegeben.

**Hinweis 2:** Sauberkeitsangaben „pro Fläche“ oder „pro Volumen“ („normalisierte Angaben“) sind der Angabe von Sauberkeitswerten „pro Bauteil“ oder „pro mehrere Bauteile“ vorzuziehen. Durch die normalisierte Angabe als Flächen- oder Volumenkonzentration sind Sauberkeitswerte direkter vergleichbar und die Etablierung und Pflege standardisierter Contamination Levels wird unterstützt.

Wegen der unterschiedlichen physikalischen Prinzipien zur Bestimmung der Partikelgröße, können sich die Messergebnisse von Lichtmikroskopen, Rasterelektronenmikroskopen und Partikelzählern bei der Analyse einer identischen Flüssigkeit signifikant unterscheiden. Die Ergebnisse dürfen aus diesem Grunde nicht nominal miteinander verglichen werden.

### **Codierung:**

Um das Ergebnis einer Sauberkeitsanalyse in codierter Form darzustellen, wird die ermittelte Partikelanzahl wahlweise

- a) pro Bauteil (Index: N),
- b) pro 1000 cm<sup>2</sup> benetzter Fläche (Index: A)
- c) oder pro 100 cm<sup>3</sup> benetztem Volumen (Index: V)

mittels eines Component Cleanliness Code (CCC) angegeben. Am Anfang des Codes wird der betreffende Index angegeben, um damit die entsprechende Bezugsgröße anzuzeigen.

Die Codierung setzt sich aus der Kombination aller relevanten Partikelgrößenklassen (Size Classes) und den zugehörigen Partikelkonzentrationsklassen (Contamination Level) zusammen.

Die Codierung ist optional, d.h. die Angabe in Klarschrift ist zulässig.

**Hinweis:** Die vorgegebene Größenklasseneinteilung muss auch bei Klarschriftangaben eingehalten werden.

Die Codierung kommt nicht zur Anwendung bei der Angabe von:

1. Rückstandsgewichten (Gravimetrische Analyse)
2. Partikelanzahlen, die sich auf „mehrere Bauteile“ beziehen.

## 2 Darstellung von Gravimetriewerten

### 2.1 Notwendige Angaben

Für die Darstellung der Ergebnisse einer gravimetrischen Analyse werden folgende Angaben benötigt:

1. Anzahl (n) der beprobten Bauteile
2. Benetztes Volumen ( $V_c$ ) oder benetzte Oberfläche ( $A_c$ ); optional
3. Gesamtmasse (mg) der extrahierten Partikel;

### 2.2 Darstellung der Ergebnisse

#### 2.2.1 Masse pro Bauteil

Die Partikelmasse pro Bauteil berechnet sich folgendermaßen:

$$G_C = \frac{M}{n} \text{ mg / Bauteil}$$

Wobei n Anzahl der beprobten Komponenten und M die Gesamtmasse (das Rückstandsgewicht) der extrahierten Partikel ist.

Falls kleine bzw. sehr saubere Bauteile beprobt wurden, kann das Ergebnis für n Komponenten gleichzeitig angegeben werden:

$$G_C = M \text{ mg / } n \text{ Bauteile}$$

#### 2.2.2 Masse pro Oberfläche

Die Partikelmasse bezogen auf die Oberfläche berechnet sich folgendermaßen:

$$G_A = \frac{M * 1000}{A_c} \text{ mg / } 1000 \text{ cm}^2$$

Wobei  $A_c$  die benetzte Oberfläche des Bauteils (in  $\text{cm}^2$ ) und M die Gesamtmasse (in mg) der extrahierten Partikel ist.

### 2.2.3 Masse pro Volumen

Die Partikelmasse bezogen auf das Volumen berechnet sich folgendermaßen:

$$G_v = \frac{M \cdot 100}{V_c} \text{ mg} / 100 \text{ cm}^3$$

Wobei  $V_c$  das benetzte Volumen des Bauteils ( $\text{cm}^3$ ) und  $M$  die Gesamtmasse (in mg) der extrahierten Partikel ist.

## 3 Component Cleanliness Code (Bauteilsauberkeitsklasse)

### 3.1 Notwendige Angaben

Zur Darstellung der Ergebnisse einer Partikelgrößenanalyse werden folgende Angaben benötigt:

1. alle oder ein Teil der Size Classes (Größenklassen) aus **Tabelle 1**.
2. die Anzahl der vom Bauteil extrahierten Partikel in den jeweiligen Size Classes.
3. Anzahl ( $n$ ) der beprobten Bauteile, oder
4. Benetztes Volumen ( $V_c$ ) oder benetzte Oberfläche ( $A_c$ ).

### 3.2 Size Classes (Größenklassen)

Zur Angabe der Größenverteilung von Partikeln werden diese den vorgegebenen Größenklassen zugeordnet. Die Partikelanzahl wird differenziell (Anzahl der Partikel zwischen Größe  $x_1$  und  $x_2$ ) angegeben. Jeder Size Class ist ein Buchstabe zugeordnet.

**Beispiel:** Ein detektiertes Partikel der Länge  $53 \mu\text{m}$  fällt in die Größenklasse E.

Size Class (Größenklasse)	Größe x [ $\mu\text{m}$ ]
B	$5 \leq x < 15$
C	$15 \leq x < 25$
D	$25 \leq x < 50$
E	$50 \leq x < 100$
F	$100 \leq x < 150$
G	$150 \leq x < 200$
H	$200 \leq x < 400$
I	$400 \leq x < 600$
J	$600 \leq x < 1000$
K	$1000 \leq x$

**Tabelle 1:** Partikelgrößenklassen nach **ISO 16232-10**

**Hinweis 1:** Die Dimension des größten Partikels (gefunden oder zulässig) kann individuell und unabhängig von den oben dargestellten Größenklassen, zusätzlich angegeben werden. Z. B.: Max. zulässiges größtes Partikel:  $x = 290 \mu\text{m}$ .

**Hinweis 2:** Je nach individuellen Sauberkeitsanforderungen des Bauteils können die Größenklassen kleiner Partikel weggelassen werden. Sind für ein Bauteil lediglich Partikel ab  $100 \mu\text{m}$  relevant, so müssen die Klassen B-E nicht angegeben werden.

Die Angabe der Partikelanzahl in kumulativer Form (Anzahl von Partikeln  $\geq x \mu\text{m}$ ) ist nicht zulässig.

Eine Ausnahme gilt für die maximale Partikelgröße.

**Beispiel:** Die Sauberkeitsanforderung lautet: max. 70 Partikel  $\geq 400 \mu\text{m}$  zulässig

### 3.3 Contamination Level (Konzentrationsklassen)

Das Contamination Level eines Bauteils wird durch die Anzahl der detektierten Partikel bezogen auf  $100 \text{ cm}^3$  oder  $1000 \text{ cm}^2$  (Partikelkonzentration) des Bauteils angegeben. Zur Codierung wird die Partikelkonzentration den vorgegebenen Contamination Levels zugeordnet (siehe **Tabelle 2**). Jedem Contamination Level ist eine Nummer zugeordnet.

Contamination Level (Konzentrationsklasse)	Anzahl der Partikel (pro 1000 cm <sup>2</sup> oder pro 100 cm <sup>3</sup> )	
	Mehr als	bis einschließlich
00	-	0
0	0	1
1	1	2
2	2	4
3	4	8
4	8	16
5	16	32
6	32	64
7	64	130
8	130	250
9	250	500
10	500	1 x 10 <sup>3</sup>
11	1 x 10 <sup>3</sup>	2 x 10 <sup>3</sup>
12	2 x 10 <sup>3</sup>	4 x 10 <sup>3</sup>
13	4 x 10 <sup>3</sup>	8 x 10 <sup>3</sup>
14	8 x 10 <sup>3</sup>	16 x 10 <sup>3</sup>
15	16 x 10 <sup>3</sup>	32 x 10 <sup>3</sup>
16	32 x 10 <sup>3</sup>	64 x 10 <sup>3</sup>
17	64 x 10 <sup>3</sup>	130 x 10 <sup>3</sup>
18	130 x 10 <sup>3</sup>	250 x 10 <sup>3</sup>
19	250 x 10 <sup>3</sup>	500 x 10 <sup>3</sup>
20	500 x 10 <sup>3</sup>	1 x 10 <sup>6</sup>
21	1 x 10 <sup>6</sup>	2 x 10 <sup>6</sup>
22	2 x 10 <sup>6</sup>	4 x 10 <sup>6</sup>
23	4 x 10 <sup>6</sup>	8 x 10 <sup>6</sup>
24	8 x 10 <sup>6</sup>	16 x 10 <sup>6</sup>

**Tabelle 2:** Partikelkonzentrationsklassen nach **ISO 16232-10**

**Hinweis:** Auch bei codierten Angaben werden die Rohdaten der Partikelanalyse im Prüfprotokoll festgehalten.

## 4 Component Cleanliness Code (Bauteilsauberkeitscode)

### 4.1 Angabe bezogen auf das benetzte Volumen (V) bzw. die benetzte Fläche (A)

Der Component Cleanliness Code (Bauteilsauberkeitscode) setzt sich aus der Kombination der relevanten Size Classes (siehe **Tabelle 1**) mit dem jeweils zugehörigen Contamination Level (Konzentrationsklasse) (siehe **Tabelle 2**) zusammen. Der Code wird in Klammern geschrieben, wobei die Größenklassen in alphabetischer Reihenfolge aufgelistet und durch Schrägstrich getrennt werden.

Der Großbuchstabe A (Area) bzw. V (Volume) vor der Klammer gibt an, ob der Sauberkeitscode auf 1000 cm<sup>2</sup> benetzter Fläche oder auf 100 cm<sup>3</sup> benetztem Volumen des Bauteils normiert ist.

Ist für ein Bauteil der gesamte in Tabelle 1 dargestellte Größenbereich relevant, so erfolgt die Angabe aller Buchstaben und zugehörigen Contamination Levels, z.B.:

CCC = V (B20/C16/D18/E12/F12/G12/H8/I0/J0/K0 oder A (...))

#### 4.1.1 Weglassen von Größenklassen

Abhängig von den für ein Bauteil relevanten Partikelgrößen, können auch nur die gewünschten Größenklassen angegeben werden, z.B.:

CCC = V (B20/C16/D18/E12/F12/G12/J00)

#### 4.1.2 Zusammenfassen von Größenklassen

Abhängig von den für ein Bauteil relevanten Partikelgrößen, können die Größenklassen auch zusammengefasst werden. In diesem Fall werden der Buchstaben der kleinsten und der Buchstaben der größten Klasse, die miteinander verbunden werden, durch einen Bindestrich gekennzeichnet; z.B.:

CCC = V (B20/C16/D18/E12/F12/G-J20)

bedeutet, zwischen  $500 \cdot 10^3$  und  $1 \cdot 10^6$  Partikel (Level 20) zwischen 150 µm und 1000 µm

CCC = V (B20/C16/D18/E12/F12/G-K20)

bedeutet, zwischen  $500 \cdot 10^3$  und  $1 \cdot 10^6$  Partikel (Level 20) größer als 150 µm.

## 4.2 Angabe bezogen auf ein Bauteil (N)

### Size Classes (Größenklassen):

Es gelten die in 3.2 definierten Size Classes.

### Contamination Level (Konzentrationsklasse):

Das Contamination Level wird angegeben als die uncodierte Anzahl der für ein Bauteil ermittelten Partikel.

### Component Cleanliness Code:

Die Verwendung des Codes ist optional. Die Angabe in Klarschrift ist zulässig.

Die Angabe des CCC pro Bauteil ist durch den führenden Großbuchstaben N gekennzeichnet. Hinter der Size Class aus **Tabelle 1** wird die zugehörige Partikelanzahl uncodiert angegeben. Beispiel:

CCC = N (B585600/C58200/D180500/E3600/F2800/G2900/H190/I4/J0)

Es ist nicht zulässig, die Anzahl der Partikel entsprechend **Tabelle 2** zu codieren.

### 4.2.1 Zusammenfassen von Größenklassen

Abhängig von den für ein Bauteil relevanten Partikelgrößen, können die Größenklassen auch zusammengefasst werden. In diesem Fall wird der Buchstaben der kleinsten und der Buchstaben der größten Klasse, die miteinander verbunden werden, durch einen Bindestrich gekennzeichnet; z.B.:

N (G-K40)

Das bedeutet, dass höchstens 40 Partikel  $\geq 150 \mu\text{m}$  vorhanden sind.

## 5 Größtes Partikel

Falls die technische Sauberkeit eines Bauteils durch die Dimension des größten Partikels bestimmt wird, schreibt man:

X = "Größe" (in  $\mu\text{m}$ )

Zum Beispiel: X = 650  $\mu\text{m}$

## 6 Prüfprotokolle

Zur Darstellung von Prüfergebnissen ist eine eindeutige Angabe des geprüften Bauteils und der ermittelten Sauberkeitsergebnisse erforderlich. Die Daten der zugrunde liegenden Prüfspezifikation sowie der Qualifizierungsuntersuchungen müssen nicht mit jedem Ergebnisprotokoll dokumentiert und übermittelt werden. Sie müssen hinterlegt und auf Anfrage verfügbar sein.

Ein Beispiel für ein Prüfprotokoll ist in **Anhang A1** gegeben.

## Anhang A      **Beispiel eines Prüfprotokolls (informativ)**

Zur Darstellung von Prüfergebnissen ist eine eindeutige Angabe des geprüften Bauteils und der ermittelten Sauberkeitsergebnisse erforderlich. Die Daten der Prüfspezifikation müssen nicht mit jedem Ergebnisbericht dokumentiert und übermittelt werden. Sie müssen hinterlegt und auf Anfrage verfügbar sein.

### **A.1      Prüfprotokoll**

<b>Allgemeine Angaben</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
Firma:	
Datum:	Durchgeführt von:

<b>Identifikation des Bauteils</b>	
Zeichnungsnummer / Artikelnummer:	Bezeichnung:

<b>Vorbehandlung</b>	
<input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein <input type="checkbox"/> Isolierung <input type="checkbox"/> Demontage <input type="checkbox"/> Entmagnetsierung <input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung	
Umgebungsbedingung:	<input type="checkbox"/> nicht definiert <input type="checkbox"/> klimatisiert <input type="checkbox"/> Reinraumklasse (ISO 14644 -1):

<b>Prüflüssigkeit</b>	
Handelsname:	Hersteller :
<input type="checkbox"/> Wässriger Reiniger	<input type="checkbox"/> Lösemittel <input type="checkbox"/> Sonstige:
Menge [ml]:	

<b>Extraktion</b>	
Extraktionsverfahren:	<input type="checkbox"/> Schütteln <input type="checkbox"/> Spritzen <input type="checkbox"/> Ultraschall <input type="checkbox"/> Spülstand
Prüfumgebung:	<input type="checkbox"/> nicht definiert <input type="checkbox"/> klimatisiert <input type="checkbox"/> Reinraumklasse (ISO 14644 -1):
Bemerkung:	

<b>Analyse</b>			
Prüffilter: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein		Kaskade: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein	
<input type="checkbox"/> Mikroskop	<input type="checkbox"/> Stereo- mikroskop	<input type="checkbox"/> automatisiert	<input type="checkbox"/> Durchlicht <input type="checkbox"/> Auflicht
<input type="checkbox"/> OPZ	<input type="checkbox"/> EDX	<input type="checkbox"/> REM	<input type="checkbox"/> Gravimetrie
Prüfumgebung:		<input type="checkbox"/> nicht definiert	<input type="checkbox"/> klimatisiert
Letzte Kalibrierung: <input type="checkbox"/> Reinraumklasse (ISO 14644 -1):			

<b>Analyseergebnis - Gravimetrie</b>	
Blindwert: G = [mg]	
<u>Gewicht des Analysefilters:</u>  Vor der Filtration: [mg]  Nach der Filtration: [mg]  Rückstandsgewicht: [mg]	<u>Sauberkeitswert::</u>  G = [mg/Bauteil] oder [mg/1000 cm <sup>2</sup> ] oder [mg/100 cm <sup>3</sup> ]

<b>Blindwert - Partikelgrößenverteilung</b>										
Größen- klasse	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
[µm]	5 ≤ x < 15	15 ≤ x < 25	25 ≤ x < 50	50 ≤ x < 100	100 ≤ x < 150	150 ≤ x < 200	200 ≤ x < 400	400 ≤ x < 600	600 ≤ x < 1000	1000 ≤ x
Anzahl gezählt										

Analyseergebnis - Partikelgrößenverteilung										
Größenklasse	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
[ $\mu\text{m}$ ]	$5 \leq x < 15$	$15 \leq x < 25$	$25 \leq x < 50$	$50 \leq x < 100$	$100 \leq x < 150$	$150 \leq x < 200$	$200 \leq x < 400$	$400 \leq x < 600$	$600 \leq x < 1000$	$1000 \leq x$
Anzahl gezählt										
a) pro Bauteil (in Klarschrift); optional gerundet										
b) pro $1000 \text{ cm}^2$										
c) pro $100 \text{ cm}^3$										
Conamination Level, [nur für b) oder c):										
CCC : <input type="checkbox"/> N <input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> V										

Längstes Partikel: X =            [ $\mu\text{m}$ ]            Material:

Kommentare:

## **Anhang B      Prüfspezifikation (normativ)**

Die Daten der Prüfspezifikation müssen nicht mit jedem Ergebnisbericht dokumentiert und übermittelt werden. Sie müssen hinterlegt und auf Anfrage verfügbar sein.

Die Prüfspezifikation umfasst:

1. Allgemeine Angaben
2. Angaben zum Bauteil (siehe **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen**)
3. Extraktionsverfahren (siehe **Kapitel E: Extraktion**)
4. Analyseverfahren (siehe **Kapitel F: Analyse**)
5. Ergebnisse der Qualifizierungsuntersuchungen bzw. Hinweise auf ein entsprechendes Dokument (vgl. **Kapitel D: Qualifizierungsuntersuchungen**)
  - a) Abklingkurve <sup>1)</sup>
  - b) Blindwertprüfung
  - c) Optional: Zweifachprüfung <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Bei Erfüllung der Qualifizierungskriterien ist die Darstellung der Daten der Zweifachprüfung hinreichend. Optional kann auf die Darstellung der Abklinguntersuchungen verzichtet werden.

**Hinweis:** Beim Umgang mit Prüfspezifikationen ist fallweise zu unterscheiden, ob es sich um eine Spezifikation zur internen Verwendung oder zur Vergabe an ein externes Labor handelt. Bei einer internen Spezifikation ist es z.B. durchaus sinnvoll, einen bestimmten Hersteller und Typ eines Analysegerätes oder eines Analysefilters anzugeben bzw. vorzuschreiben. Bei der Vereinbarung der Prüfspezifikation mit externen Labors sollte ausgewiesen werden, in wie weit herstellergetreue Merkmale der zu verwendenden Geräte und Materialien entweder verbindlich oder optional sind. Technische Positionen der Prüfspezifikation, die als optional ausgewiesen sind, sollten dann zumindest z.B. im Prüfprotokoll spezifiziert werden, um die Nachvollziehbarkeit und Reproduzierbarkeit von Sauberkeitsprüfungen zu unterstützen bzw. zu gewährleisten.

## Anhang C      Beispiel einer Prüfspezifikation (informativ)

### C.1      Prüfspezifikation

<b>Allgemeine Angaben</b>	
Referenznummer der Prüfspezifikation:	Erstellungsdatum der Prüfspezifikation:
Datum:	Durchgeführt von:
Firma:	

<b>Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)</b>	
Bauteil: Zeichnungsnummer / Artikelnummer: Bezeichnung: Material: Kontrollflächenangabe/Welche Oberflächen sind relevant für die Prüfung (Hinweis z.B. auf separate Zeichnung): Benetzte Oberfläche <sup>1)</sup> pro Bauteil [cm <sup>2</sup> ]: Ac = Benetztes Volumen <sup>1)</sup> pro Bauteil [cm <sup>3</sup> ]: Vc = Prüflosgröße [-]:	Sauberkeitsangabe erfolgt pro (bitte ankreuzen): <input type="checkbox"/> Bauteil <input type="checkbox"/> 1000 cm <sup>2</sup> benetzte Oberfläche <input type="checkbox"/> 100 cm <sup>3</sup> benetztes Volumen Verpackung ist zu mit zu prüfen: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein Vorbehandlung / Konditionierung: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein <input type="checkbox"/> Isolieren <input type="checkbox"/> Demontage <input type="checkbox"/> Entmagnetisierung <input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung

<sup>1)</sup> Nur anzugeben, wenn Sauberkeitsangabe auf diese Größe normiert wird.

### Extraktionsbedingungen

<b>Prüflüssigkeit</b>	
Handelsname:	Hersteller :
<input type="checkbox"/> Wässriger Reiniger	<input type="checkbox"/> Lösemittel <input type="checkbox"/> Sonstige
Menge [ml]:	

<b>Spritzverfahren</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
Bauteilbereiche 1: (hier wahlweise Angabe der betreffenden Objektstellen; z. B. laut Zeichnung) Max. Abstand (bei Hochdruck) [mm]:	
<u>Spritzdruck</u> (Angabe wahlweise) [bar]: Am Druckbehälter: Vor der Düse: <input type="checkbox"/> Spritzflasche <u>Düsenspezifikation</u> : Düsengeometrie (z.B. rund, oval etc.): Hydraulischer Durchmesser [mm]: Beschreibung: Volumenstrom <sup>2)</sup> [ml/min]:	Zeit pro Kontrollfläche <sup>2)</sup> [s]: Spritzflüssigkeitsmenge <sup>2)</sup> [ml]: <u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften</u> : Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Spritzeinrichtung (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.): Anmerkungen Nachspülprozedur:
Bauteilbereiche 2: (hier wahlweise Angabe der betreffenden Objektstellen; z. B. laut Zeichnung) Max. Abstand (bei Hochdruck) [mm]:	
--	

<sup>2)</sup> Nur zwei dieser drei Punkte sind anzugeben

<b>Ultraschallverfahren</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
<u>Ultraschalltechnik</u> : <input type="checkbox"/> Ultraschallbad <input type="checkbox"/> Sonotrode <input type="checkbox"/> sonstiges: mit Spezifikation <u>Behältnis für Bauteil und/oder Prüfflüssigkeit</u> : <input type="checkbox"/> Ultraschallbad <input type="checkbox"/> Becherglas o. ä. Frequenz [kHz]: Leistung [W/l]: Zeit der US-Behandlung [min]: <u>Volumina [ml]</u> : Insgesamt beschalltes Volumen [l]: Prüfflüssigkeitsmenge [ml]:	Temperatur [°C]: <u>Bauteilbewegung</u> : <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein Hub [mm]: Oszillationsfrequenz [kHz]: <u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften</u> : Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Spritzeinrichtung (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.): Anmerkungen Nachspülprozedur:
Anmerkungen: Z.B. Rotation des Bauteils bei der Prüfung, Umorientierung des Bauteils im Bad, Innenprüfung/Außenprüfung ...	

<b>Schüttelverfahren</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
<u>Ausführung:</u> <input type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert <u>Prozedur:</u> Zu benutzende Öffnung: Anzahl der Befüllungen: Volumen einer Füllung [ml]: Anwendungsdauer pro Füllung [s]: Frequenz [1/min]: Amplitude [mm]:	<u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u> Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Spritzeinrichtung (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.):  Anmerkungen Nachspülprozedur:
Anmerkungen:	

<b>Spülverfahren</b>	
Referenz Arbeitsanweisung:	Referenz Qualifizierungsdaten:
<input type="checkbox"/> Überdruckspülstand <input type="checkbox"/> Unterdruckspülstand <u>Prüfobjekttyp:</u> <input type="checkbox"/> passiv (z.B. Leitung) <input type="checkbox"/> aktiv nichtfördernd (z.B. Ventil) <input type="checkbox"/> aktiv fördernd (z.B. Kraftstoffpumpe) Externe Ansteuerung notwendig: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein Betätigungsfrequenz [Hz]: Betätigungsdruck [bar]: <u>Spülstandeinstellungen:</u> Spüldruck [bar]: Volumenstrom [ml/min]: Prüfflüssigkeitsmenge [ml]:	Spülzeit [s]: Pulsation: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein Pulsationsfrequenz [Hz]: Druckschwankungsbereich $\Delta p$ [bar]: <u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u> Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: Spritzeinrichtung (z.B. Spritzflasche, Spritzdüse, Kammerspülung, usw.):  Anmerkungen Nachspülprozedur:
Anmerkungen:	

# Analyseverfahren

<b>Filtration</b>	
<input type="checkbox"/> Überdruck <input type="checkbox"/> Unterdruck-Filtration Kaskade: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein <u>Eingesetzte Filter:</u> Anzahl: Hersteller: Bezeichnung: Material / Typ: Größe [mm]: Nominale Porengröße [µm]: Betawert bei nominaler Porengröße: Farbe: Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]:	<u>Nachspülflüssigkeit:</u> Bezeichnung: Hersteller: Menge [ml]: <u>Nachbehandlungsflüssigkeit:</u> Bezeichnung: Hersteller: Menge [ml]: <u>Trocknungsart des Filters:</u> <input type="checkbox"/> Ofen <input type="checkbox"/> Umgebungsluft <input type="checkbox"/> Sonstiges Exsikkator: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein

<b>Gravimetrischen Analyse</b>	
<u>Laborwaage (optional):</u> Hersteller: Fabrikat:	<u>Waagenauflösung:</u> <input type="checkbox"/> +/- 0,1 mg <input type="checkbox"/> +/- 0,01 mg <input type="checkbox"/> +/- 0,001 mg
Anmerkungen:	

<b>Mikroskopischen Analyse</b>	
Typ und Hersteller (optional): <u>Analyseablauf:</u> <input type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert <input type="checkbox"/> Labormikroskop <input type="checkbox"/> Stereomikroskop <input type="checkbox"/> REM <input type="checkbox"/> Sonstige (mit Beschreibung)	<input type="checkbox"/> Durchlicht <input type="checkbox"/> Aufsicht Vergrößerung: _____fach Beschleunigungsspannung (nur REM) [kV]

<b>Analyse mittels EDX</b>	
Typ und Hersteller (optional): <u>Analyseablauf:</u> <input type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert	Auflösung des EDX-Detektors [meV]: Arbeitsabstand [mm]:

<b>Analyse mittels OPZ</b>	
<u>Analysebedingungen:</u> Anzahl der Probengefäße: Gesamtmenge der Analyseflüssigkeit [ml]: Optional - Verdünnungsflüssigkeit Menge [ml]: <u>Probenahmemethode:</u> <input type="checkbox"/> Unterdruck <input type="checkbox"/> Überdruck Analysevolumenstrom [ml/min]: Temperatur (wenn abweichend von 20°C):	<u>Technische Daten:</u> Typ und Hersteller des OPZ (optional): Dynamischer Bereich des Geräts [µm] : Koinzidenzkonzentration [Anzahl/ml]: <u>Kalibrierungsmethode:</u> <input type="checkbox"/> Latex <input type="checkbox"/> ISO-MTD Typ und Hersteller des Probenehmers:

## C.2      **Qualifizierungsuntersuchungen**

Abklingmessungen:

<b>Partikelgrößenanalyse</b>							
Größenintervall [µm]:							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [Anzahl]						
2	Sauberkeitswert kumuliert [Anzahl]						
3	Verhältnis (Pos. 1/ Pos. 2) [%]						
Verhältnis ≤ 10 % erreicht: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein							

Gravimetrie							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [mg]						
2	Sauberkeitswert kumuliert [mg]						
3	Verhältnis (Pos. 1/ Pos. 2) [%]						
Verhältnis $\leq 10\%$ erreicht: <input type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein							

Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung):

Blindwert							
Sauberkeitswert für Bauteil			Max. zul. Blindwert		Ermittelter Blindwert		Blindwert i. O.?
Größe [ $\mu\text{m}$ ]	Max. Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	

Zweifachprüfung (optional)							
Größenintervall [ $\mu\text{m}$ ]:				Gravimetrie			
Pos.	Prüfung	#1	#2	Pos.	Prüfung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]			1	Sauberkeitswert [mg]		
2	Verhältnis: $\#2/(\#1 + \#2)$			2	Verhältnis: $\#2/(\#1 + \#2)$		

## H DEFINITIONEN, ABKÜRZUNGEN UND FORMELZEICHEN

### 1 Begriffe und Definitionen

#### A

**Abklingen:** Bei wiederholter Beprobung eines Objekts stellt sich eine Abnahme der Partikelfracht ein.

**Absaugvorrichtung:** Gerätschaft zur Entnahme von Flüssigkeit aus schwer zugänglichen Bereichen eines Objekts.

**Agglomerat:** Gruppe von Partikeln, die durch Adhäsionskräfte zusammengehalten wird.

**Aktive Komponente:** Aggregat, dessen Funktion darin besteht, einen Volumenstrom zu fördern oder zu sperren; z.B. Pumpe, Ventil.

**Analysefilter:** Filterscheibe definierter Feinheit und Materialbeschaffenheit, zur Aufnahme der Partikelfracht der Analyseflüssigkeit.

**Analyseflüssigkeit:** Flüssigkeit, welche die zu analysierende Partikelfracht enthält.

**Analysevolumenstrom** (bei OPZ): Durchflussrate durch den Sensor zur Analyse und Kalibrierung.

**Aufreinigen:** Vorgang, um eine Flüssigkeit oder technische Einrichtung in einen geeigneten Sauberkeitszustand zu versetzen.

**Aufreinigungsfilter:** Filter zur Entfernung von Partikeln aus der Prüflüssigkeit, mit einer zur Sauberkeitsprüfung geeigneten Filtrationsleistung.

**Äquivalenter Kreisdurchmesser** (bei OPZ): Durchmesser eines Kalibrierpartikels, das im Partikelsensor das äquivalente Signal erzeugen würde, wie das analysierte Partikel.

#### B

**Bauteil:** siehe Objekt

**Bauteilgruppe:** Objekte, die anhand einer gleich lautenden Prüfspezifikation zutreffend auf Sauberkeit geprüft werden können.

**Bauteiltyp:** Objekt, das prüftechnisch einer Bauteilgruppe zugeordnet werden kann.

**Behältnis:** - auch Verpackung. Für Lagerung und Transport von Prüfobjekten geeignete Umhüllung.

**Benetzte Fläche:** Die dem Betriebsmedium ausgesetzte Fläche bzw. die bei der Prüfung zu benetzende Fläche; je nach individueller Vereinbarung.

**Benetztes Volumen:** Das vom Betriebsmedium ausgefüllte Volumen bzw. das bei der Prüfung zu erfassende benetzende Volumen; je nach individueller Vereinbarung.

**Beprobung:** siehe Extraktion.

**Beprobungsbedingungen** (bei Extraktion): Gesamtheit der physikalischen, chemischen und technischen Bedingungen zur Ablösung der Partikelfracht von Bauteilen; z.B. Art des Beprobungsverfahrens, Druck, Dauer, Flüssigkeitsmenge, Art der Prüfflüssigkeit, Ultraschalleistung u. v. m..

**Beprobungsbehälter:** Behältnis zur Aufnahme des Prüfloses sowie zur Sammlung der anfallenden Prüfflüssigkeit bei der Sauberkeitsprüfung, z.B. Ultraschallwanne, Spritzwanne, Trichter, Becherglas.

**Blindwert:** Gesamtwert für nicht vom Bauteil stammende Verunreinigungen, wie sie z.B. durch Umgebung, Gerätschaften und Personal bei der Prüfung eingetragen werden können.

## C

**Cleanliness Code:** Verschlüsselte Kurzdarstellung der Partikelgrößenverteilung eines Objekts.

**Cleanliness level:** siehe Sauberkeitswert.

**Contamination Level:** Bereich für die Partikelanzahl, gekennzeichnet durch die zugehörige Codierungszahl; z.B. steht die Codierungszahl 5 für eine Anzahl von 16 bis 32 Partikeln.

## D

**Detektionsvolumen** (bei OPZ): Bereich der Messzelle des Partikelsensors in dem die Partikelerkennung innerhalb der Analyseflüssigkeit erfolgt.

**Delay time** (bei OPZ): Einstellbare Zeitspanne zwischen zwei Zählintervallen während der der Sensor keine Partikel registriert.

**Differenzielle Größenverteilung:** Darstellung der Partikelanzahl, deren Größe innerhalb bestimmter Klassengrenzen liegt; z.B. alle Partikel  $50 \leq x < 100$  [ $\mu\text{m}$ ].

**Dynamischer Bereich** (bei OPZ): Abstand zwischen dem kleinsten und größten noch detektierbaren Partikel.

## E

**Effektive Filterfläche:** Fläche, die bei der Filtration benetzt wird und auf der die Partikel abgeschieden sind.

**EDX-System:** System mit dem energieaufgelöste Röntgenspektren (Energy Dispersive X-Ray) zur Elementanalyse aufgenommen werden können.

**Einzelbeprobung:** Aufeinanderfolgende Beprobung der im Prüflös enthaltenen Bauteile.

**Ersatzobjekt:** Rohr- bzw. Schlauchstück, das bei der Aufreinigung und Blindwertbestimmung des Spülstandes als Ersatz für das Bauteil eingebaut wird.

**Extinktion** (bei OPZ): Durch ein Partikel hervorgerufene Veränderung der Intensität eines Lichtstrahls bedingt durch Absorption und Streuung.

**Extraktion:** - auch Beprobung. Prozedur zur möglichst vollständigen Übertragung der Partikelfracht von der Kontrollfläche auf die Prüfflüssigkeit, zur messtechnischen Analyse.

## F

**Filterbasiertes Verfahren:** Analysemethode für Partikel in Flüssigkeiten oder Gasen, bei der die Partikelfracht zur messtechnischen Charakterisierung auf einem geeigneten Analysefilter abgeschieden wird.

**Filtrationseinheit:** Einrichtung zur Aufnahme des Analysefilters.

**Freispülen:** Anwendung von Flüssigkeit zur Herstellung der reproduzierbaren Grundsauberkeit einer Prüfeinrichtung.

## G

**Gesamtbeprobung:** Gleichzeitige Beprobung aller im Prüflös enthaltenen Bauteile.

**Gravimetrische Analyse:** Bestimmung der Partikelfracht über den Massenzuwachs eines Analysefilters, nach Filtration der Analyseflüssigkeit.

**Größenklasse:** – auch Size Class: Nach unten und oben abgegrenzter Bereich für die Größendimension von Partikeln.

## I

**Isolierung:** Bereiche des Objekts, deren Teilchenfracht nicht prüfungsrelevant ist, werden mit geeigneten Mitteln von der Beprobung ausgeschlossen; z.B. durch Verstopfen, Lackieren, Maskieren, Versiegeln, Festlegung nicht zu beprobender Flächen, Markieren.

## K

**Kavität:** Konstruktiv bedingter Hohlraum des Bauteils (z.B. Sackloch), der lageabhängig zu Gaseinschluss und in Folge dessen, zu unvollständiger Benetzung von Kontrollbereichen führen kann.

**Koinzidenz:** Ansammlung bzw. Verbund von Partikeln in der Analyseflüssigkeit oder auf dem Analysefilter, die vom Messsystem nicht als einzelne Partikel detektiert werden können.

**Kontrollfläche:** Teilfläche oder Summe von Flächen eines Objekts, die Gegenstand technischer Sauberkeitsanforderungen sind.

**Kontrollvolumen:** Teilvolumen oder Summe von Hohlräumen eines Objekts, die Gegenstand technischer Sauberkeitsanforderungen sind.

**Kritisches Partikel:** - auch Killerpartikel. Teilchen spezifischer Beschaffenheit, dessen Vorhandensein - nach Stand des Wissens - die Qualität des Bauteils beeinträchtigt.

**Kumulative Größenverteilung:** Darstellung der Partikelanzahl, deren Größe oberhalb einer Klassengrenze liegt; z.B. alle Partikel  $\geq 50 \mu\text{m}$ .

## L

**Luftreinheitsklasse:** Partikelfracht der umgebenden Luft, die eine festgelegte maximale Partikelgrößenverteilungssumme pro Volumen für definierte Partikelgrößen im Ruhezustand des Prüfbetriebs nicht überschreitet. Klassifizierung z.B. nach DIN EN-ISO 14644-1; Reinnräume und zugehörige Reinnraumbereiche.

## M

**Messen:** Messen ist der experimentelle Vorgang, durch den ein spezieller Wert einer physikalischen Größe als Vielfaches einer Einheit oder eines Bezugswertes ermittelt wird (**DIN 1319**).

## N

**Nachbehandlungsflüssigkeit:** Flüssigkeit, die außer der Prüfflüssigkeit zur Extraktion oder Analyse erforderlich ist; z.B. Lösemittel als Nachspülflüssigkeit für das Analysefilter, um z.B. Fettrückstände auszuwaschen.

**Nachweisempfindlichkeit:** Untere Grenze bezüglich der Detektierbarkeit.

**Nachspülflüssigkeit:** Analyserrelevante Prüfflüssigkeit zur Entfernung und Aufnahme der bei der Extraktion auf den Oberflächen des Prüfobjekts oder der Prüfeinrichtung eventuell verbliebenen Partikel.

**Nullzählrate** (bei OPZ): Im Zählmodus angezeigte Partikel pro Zeit, wobei der Sensor mit sauberer nicht strömender Flüssigkeit befüllt ist.

## O

**Obere Größennachweismessgrenze** (bei OPZ): Kleinste geometrische Dimension der Messzelle des Partikelsensors.

**Obere Konzentrationsgrenze** (bei OPZ): Anzahlkonzentration, ab der der Koinzidenzfehler mehr als 5 % beträgt [ISO 11500].

**Objekt:** - auch Bauteil. Sammelbegriff für Werkstücke, Komponenten, Baugruppen, Aggregate, Systeme, Erzeugnisse, Produkte und Verpackungen die einer Sauberkeitsprüfung unterzogen werden.

**Optischer Partikelzähler (OPZ):** Handelsübliches Messsystem zur Zählung und Größenbeschreibung von Partikeln in klaren Flüssigkeiten nach dem Prinzip der Extinktionsmessung, basierend auf der Kalibrierung mit Partikeln definierter optischer und geometrischer Eigenschaften.

## P

**Partikel:** Partikel sind feste Körper aus Metall, Kunststoff, Mineralien, Gummi oder Salzen. Pastöse Anteile gelten nicht als Partikel.

**Partikelfracht:** An der Kontrollfläche eines Objekts befindliche Feststoffteilchen aus dem Fertigungsprozess und Umfeld; liegt das Objekt als Flüssigkeit vor, so handelt es sich um die darin befindlichen Partikel.

**Partikelgröße** (bei OPZ): der äquivalente Kreisdurchmesser, ermittelt mittels eines optischen Partikelzählers, der entsprechend den in diesem Dokument genannten Standards kalibriert wurde.

**Partikelgrößenverteilung:** Anzahl von Partikeln, dargestellt als Funktion der Partikelgröße.

**Passive Komponente:** Objekt, das zur Prüfung nicht angetrieben oder betätigt werden muss; z.B. Rohr, Gehäuse, Behälter.

**Probengefäß:** Behältnis, das Teilmengen oder die Gesamtheit der Analyseflüssigkeit enthält und zu Lagerung und Transport dient.

**Probenzuführsystem** (bei OPZ): Einrichtung zur strömenden Zuführung der zu analysierenden Flüssigkeit zum Partikelzähler.

**Prüfeinrichtung:** Anordnung und Zusammenwirken sämtlicher Gegenstände zur Sauberkeitsprüfung.

**Prüfflüssigkeit:** Mit Objekt und Prüfeinrichtung chemisch verträgliche Flüssigkeit, mit einer zur Abreinigung von Partikeln geeigneten Mindestsauberkeit und Reinigungswirkung.

**Prüflos:** Ein Prüflos umfasst mindestens ein Bauteil bzw. mindestens so viele Objekte wie erforderlich sind, um genügend Partikel zur Analyse zu erfassen.

**Prüflosgröße:** Anzahl der in einem Prüflos enthaltenen – gemeinsam zu analysierenden – Objekte.

**Prüfspezifikation:** Dokumentation, die auf Qualifizierungsuntersuchungen basierende Angaben zur (wiederkehrenden) Sauberkeitsprüfung eines Bauteils oder einer Gruppe von Bauteilen beinhaltet.

## Q

**Qualifizierungsuntersuchung:** Experimentelle Ermittlung der zur Sauberkeitsprüfung geeigneten Beprobungsbedingungen.

## R

**RE-Detektor:** auch BSE-Detektor (Back Scattered Electron). Der Rückstreuungselektronen-Detektor liefert REM-Bilder mit hohem Materialkontrast und kann zur automatisierten Detektion von Partikeln verwendet werden.

**Reine Werkbank:** Abgegrenzter Arbeitsbereich mit definierter Luftreinheitsklasse.

**REM:** Raster-Elektronen-Mikroskop: Hochauflösendes Mikroskop, bei dem die Abbildung durch Abrastern einer Probe mit einem fokussierten Elektronenstrahl im Vakuum erfolgt.

**Routineprüfung:** Wiederkehrende Sauberkeitsprüfung eines Bauteils basierend auf einer geeigneten Prüfspezifikation.

**Rückstandsgewicht:** Mittels gravimetrischer Analyse ermittelter Wert für die Partikelfracht (ehemals Restschmutzgewicht).

## S

**Sauber:** Der ermittelte Sauberkeitswert erfüllt die Forderungen bezüglich Grenzwert bzw. Contamination Level.

**Sauberkeitsgerecht:** den Sauberkeitszustand nicht beeinträchtigend.

**Sauberkeitsmerkmal:** Messbare Eigenschaft der Partikelfracht; z.B. Partikelart, Größendimension, Masse.

**Sauberkeitsprüfung:** Prozedur zur quantitativen Beschreibung der Partikelfracht.

**Sauberkeitsspezifikation:** Zusammenstellung der Sauberkeitswerte oder des Cleanliness Code für ein Objekt, verbunden mit einer geeigneten Prüfspezifikation.

**Sauberkeitswert: - auch Cleanliness Level.** Für ein Sauberkeitsmerkmal geforderter oder ermittelter Wert; z.B. Partikelanzahl oder Rückstandsgewicht.

**Sensorvolumenstrom** (bei OPZ): auch Analysevolumenstrom. Zulässige Durchflussrate wie sie zur Kalibrierung des Partikelsensors und zur Analyse von Flüssigkeiten einzustellen ist.

**Sonotrode:** Stabförmiger Körper zur lokal anwendbaren Übertragung von Ultraschall auf dessen Umgebung. .

**Spritzdruck:** Statischer Druck zur Erzeugung des Spritzstrahls, zu bestimmen am Druckbehälter oder nahe der Austrittsöffnung.

**Spritzdüsengeometrie:** Form einer Strahlaustrittsöffnung, spezifiziert in Form geometrischer Abmessungen.

**Spritzen:** Lokal anwendbares Aufbringen von Prüfflüssigkeit auf das Bauteil über einen Freistrahle.

**Spritzlanze:** Gebilde zur Prüfung inner Geometrien eines Objekts, ausgestattet mit einer oder mehreren Spritzdüsen.

**Stabilisierungszeit** (bei OPZ): Zeitraum, der zur Beruhigung einer Flüssigkeit erforderlich ist, um das Vorhandensein messbarer Gasblasen auszuschließen.

## T

**Turbulente Strömung:** Flüssigkeitsstrom, in dem Richtung und Betrag der Geschwindigkeit von Partikeln ortsabhängig und schnell variiert.

## U

**Ultraschall:** mechanische Schwingung mit einer Frequenz von 20 kHz bis 400 kHz.

## V

**Vereinbarung zur Sauberkeitsprüfung:** Schriftliche Vereinbarung mit Angaben über die Sauberkeitsspezifikation und Prüfspezifikation für ein Bauteil oder eine Bauteilgruppe.

**Validierung:** Bestätigung durch Bereitstellung eines objektiven Nachweises, dass die Anforderungen für einen spezifischen beabsichtigten Gebrauch oder eine spezifische beabsichtigte Anwendung erfüllt worden sind (**ISO 9000**).

## Z

**Zweifachprüfung:** Ein Prüfobjekt oder Prüflos wird zwei Mal unter vergleichbaren Bedingungen beprobt, um festzustellen, dass ein ausgearbeitetes Beprobungsverfahren die nachweisrelevanten Partikel zutreffend erfasst.

## 2 Formelzeichen und Abkürzungen

A:	die codierte Sauberkeitsangabe lautet „pro 1000 cm <sup>2</sup> “
A <sub>c</sub> :	Benetzte Fläche einer Komponente
C <sub>i</sub> :	Sauberkeitswert (Partikelanzahl oder Rückstandsgewicht)
CCC:	Component Cleanliness Code
d:	Rohrinnendurchmesser bzw. äquivalenter Innendurchmesser
EDX-System:	Energiedispersives Röntgen-Detektionssystem; Energy Dispersive X-Ray
G <sub>c</sub> :	Partikelmasse pro Bauteil
G <sub>a</sub> :	Partikelmasse bezogen auf die Oberfläche einer Komponente
G <sub>v</sub> :	Partikelmasse bezogen auf das Volumen einer Komponente
i.O.:	In Ordnung
LM:	Lichtmikroskop
MAK:	Maximale Arbeitsplatz-Konzentration
M1:	Analysefiltergewicht vor der Filtration der Analyseflüssigkeit
M2:	Analysefiltergewicht nach der Filtration der Analyseflüssigkeit
M:	Rückstandsgewicht der Partikelfracht auf dem Analysefilter
n:	Anzahl
n.i.O.:	Nicht in Ordnung
N:	die codierte Sauberkeitsangabe lautet „pro Bauteil“
v:	kinematische Viskosität [m <sup>2</sup> /s]
OPZ:	optischer Partikelzähler
Re:	Reynoldszahl $Re = w \cdot d/v$
RE-Detektor:	Rückstreuелеktronen-Detektor; auch BSE-Detektor
REM:	Raster-Elektronen-Mikroskop
SE-Detektor:	Sekundärelektronen-Detektor
US:	Ultraschall
V:	die codierte Sauberkeitsangabe lautet „pro 100 cm <sup>3</sup> “
VbF:	Verordnung für brennbare Flüssigkeiten
V <sub>c</sub> :	Benetztes Volumen des Bauteils
w:	Geschwindigkeit der Flüssigkeit [m/s]
x:	steht für die Partikelgröße; z.B. $150 \leq x < 200$ [µm]

## I BIBLIOGRAPHIE (INFORMATIV)

**Hinweis:** Im Folgenden handelt es sich nicht um normative Referenzen sondern um Dokumente für ergänzende Informationen.

**ISO 13323 - 1 [2000(E)]:** "Determination of particle size distribution - single light interaction methods - Part 1: Light interaction considerations"

**ISO 4021 [1992(E)]:** "Hydraulic fluid power - Particulate contamination analysis - Extraction of Fluid samples from lines of an operating system"

**BS 5540 – Part 6 [1990]:** "Evaluating particulate contamination of hydraulic fluids – Part 6. Method of calibrating liquid automatic particle-count instruments (using mono-sized latex spheres)"

**ISO 18413 [10/2002]:** "Hydraulic fluid power - Cleanliness of components - Inspection document and principles related to contaminant collection and analysis and data reporting"

**ASTM F 303-02:** "Standard Practices for Sampling Aerospace Fluids from Components"

**ISO TR 10949 [10/1996]:** "Hydraulic fluid power - Component cleanliness - Guidelines for achieving and controlling cleanliness of components from manufacture until installation"

**DIN EN-ISO 14644-1 [06/1999]:** „Reinräume und zugehörige Reinraumbe-  
reiche“

**ASTM E 1216 [1999]:** "Standard Practice for Sampling for Particulate Contamination by Tape Lift"

**ISO 12345 [11/2002]:** "Diesel engines - Cleanliness assessment of fuel in-  
jection equipment"

## **J           INDUSTRIEVERBUND TECSA (INFORMATIV)**

### **– Historie einer dynamischen Industriekooperation –**

1. Auf Anregung von Spezialisten aus der Industrie veranstaltet Fraunhofer IPA im März und Mai 2001 öffentliche Workshops zur Strategiefindung in Sachen Sauberkeitsprüfung. Ergebnis ist eine Projektskizze zur Standardisierung des Themenkomplexes.
2. 25 Industriepartner (Industrieverbund TecSa) beauftragen das Fraunhofer IPA, einen Standardisierungsvorschlag zur Prüfung der technischen Sauberkeitsqualität funktionsrelevanter Automobilteile zu erarbeiten (Kick-off des Projekts: Oktober 2001).
3. Das Konsortium stellt hierzu die volle Finanzierung der Leistungen des Fraunhofer IPA. Es setzt sich zu ca. 50 % aus nicht VDA-Mitgliedern zusammen.
4. Das VDA-QMC unterstützt - nach Prüfung durch den Qualitätsmanagement-Ausschuss (QMA) - das Vorhaben der Industrie, mit dem Ziel, das Ergebnis (nach Prüfung) als VDA-Band aufzulegen und damit eine verbindliche Basis für die deutsche Automobilindustrie zu schaffen ([www.vda-qmc.de](http://www.vda-qmc.de)).
5. In zahlreichen Themenworkshops des Konsortiums werden die Standardisierungsinhalte gezielt entwickelt und ausgearbeitet. Als interaktive Arbeits- und Kommunikationsplattform wird vom Fraunhofer IPA eine password-geschützte Internetpräsenz geschaffen und gepflegt.
6. Das TecSa-Konsortium wird als AK 19 beim VDA-QMC (ein-)geführt. Als Pate wird Dr. Fuchsbauer (AUDI AG) eingesetzt.
7. Auf ausdrücklichen Wunsch des VDA-QMA arbeitet der „AK19“ darauf hin, das Projektziel innerhalb von zwei (statt ursprünglich geplant: drei) Jahren zu erreichen. Ziel: Oktober 2003.
8. Gegen Ende des ersten Jahres des Bestehens des TecSa-Verbands wird ein seitens Frankreich eingereichter ISO-Normungsantrag zum identischen Thema<sup>\*)</sup> seitens der internationalen Automobilindustrie bestätigt und ein internationales Konsortium WG12 zur inhaltlichen Bearbeitung gebildet. Zuständig auf deutscher Seite ist Herr Sicks (FAKRA)  
(<http://vda.de/en/vda/intern/organisation/abteilungen/fakra.html>).

9. Die deutsche Spiegelgruppe der WG12 setzt sich aus sechs Industrieunternehmen und Fraunhofer IPA zusammen. Die sechs Industrieunternehmen sind ebenfalls im AK19 bzw. TecSa-Verbund vertreten: (AUDI, DaimlerChrysler, MAHLE (Kolben), Pall, Robert Bosch, Siemens-VDO).
10. Die deutsche WG12 bringt – unter der Leitung des Fraunhofer IPA – die Interessen des AK19 in den internationalen Standard ein und übernimmt aktiv die Erstellung und Mitgestaltung von Teilen des ISO-Standards. Das ISO-Vorhaben steht unter einem immensen Zeitdruck, der im Wesentlichen von den Anwendern (in diesem Fall die Automobilindustrie) auf die Standardisierungsgremien ausgeübt wird.
11. Das internationale Vorhaben (ISO 16232) bestätigt die Notwendigkeit, die Sauberkeitsprüfung - neben etablierten Standards wie z.B. Hydraulikindustrie - spezifisch für die Automobilindustrie zu bearbeiten und zu regulieren.
12. Das Projektziel (konsolidierter Prüfstandard) im Sinne des Industrieverbund TecSa bzw. AK 19 des VDA-QMC wird inhaltlich und zeitlich erreicht (Oktober 2003).
13. In Ergänzung zum ISO-Draft werden im Entwurf des TecSa-Konsortiums weitere Themen zumindest informativ abgehandelt. So sind z. B. zahlreiche praktische Hinweise und Erfahrungen sowie Hintergrundinformationen gezielt eingearbeitet und als solche gekennzeichnet („Handbuchcharakter“).
14. Die Veröffentlichung der offiziellen VDA-Richtlinie zum Thema erfolgt voraussichtlich im Quartal III/IV 2004.
15. Der Termin zur Fertigstellung und Veröffentlichung des ISO Standards<sup>\*)</sup> kann derzeit nicht verbindlich genannt werden (voraussichtlich. Quartal IV/2004).

<sup>\*)</sup> Stand September 2004; ISO DIS 16232 (Part 1 bis 10): Road vehicles - Cleanliness of components of fluid circuits; Part 1 bis Part 10

## Beteiligte Unternehmen und Hauptansprechpartner:

Firma	Ort	Anrede	Titel	Name
Audi AG	Ingolstadt	Herr		Buttenhauser
Behr GmbH & Co.	Stuttgart	Herr	Dr.	Kölblin
BMW AG	München	Herr		Ziegltrum
Chemische Werke Kluthe GmbH	Heidelberg	Herr		Westrup
Continental Teves AG & Co. oHG	Frankfurt	Herr		Krines
Continental Teves AG & Co. oHG (Belgien)	Mechelen	Herr		Ceulemans
Contitech Technochemie GmbH	Hessen	Herr		Schmidtke
DaimlerChrysler AG	Stuttgart	Herr		Grossman
Dürr-Ecoclean GmbH	Stuttgart	Herr		Weigert
Elma Hans Schmidbauer GmbH & Co. KG	Singen (Htwl)	Herr	Dr.	Jung
FTE automotive GmbH	Ebern	Herr		Schleicher
Henkel KGaA	Düsseldorf	Herr		Stedry
Hydac Filtertechnik GmbH	Sulzbach/Saar	Herr		Meurer
INA Werk Schaeffler oHG	Herzogenaurach	Herr		Richter
Karl Roll GmbH & Co KG	Mühlacker	Herr		Lutz
LUK Fahrzeug-Hydraulik GmbH & Co.KG	Bad Homburg	Herr		Limbach
Mahle Filtersysteme GmbH	Stuttgart	Herr		Iorio
Mahle GmbH (Kolben)	Stuttgart	Herr		Bosch
Mann und Hummel	Ludwigsburg	Herr		Weipprecht
Mercedes-Benz Lenkungen GmbH	Düsseldorf	Herr	Dr.	Sowa
Opel Powertrain GmbH	Rüsselsheim	Herr		Petry
Pall GmbH	Dreieich	Herr	Dr.	Defren
PERO AG	Königsbrunn	Herr		Huber
Dr.Ing. h.c. F. Porsche AG	Weissach	Frau		Dickau
Robert Bosch GmbH	Stuttgart	Frau	Dr.	Constantinides
Robert Bosch GmbH	Stuttgart	Herr		Köberle
Siemens VDO	Regensburg	Herr		Bittner
SurTec GmbH	Zwingenberg	Herr	Dr.	Brunn
Volkswagen AG, Werk Salzgitter	Salzgitter	Herr		Provestmann
ZF Getriebe GmbH	Saarbrücken	Herr		Adam
VDA-QMC	Oberursel	Herr		Bumcke

## **Ansprechpartner des Fraunhofer IPA:**

Abteilung Reinst- und Mikroproduktion  
Nobelstrasse 12  
D-70569 Stuttgart

Dipl.-Ing.	Ernst, Christian	(0711) 970 - 1248
Dipl.-Phys.	Rochowicz, Markus	(0711) 970 - 1175
Dipl.-Ing.	Schmauz, Günther	(0711) 970 – 1104

## **K FALLBEISPIELE (INFORMATIV)**

### **K.1 Beispiele für Prüfspezifikationen**

Vorgestellt werden folgende Fallbeispiele:

<b>Beispiel / Prüfobjekt</b>	<b>Extraktionsverfahren</b>	<b>Analyseverfahren</b>
Kurbelwelle	Spritzen	Gravimetrie
Kupplungsnehmerzylinder	Spritzen	Gravimetrie
Axialnadellager	Ultraschall	Lichtmikroskop (automatisiert), Gravimetrie
Kolben und Ventilkörper	Ultraschall	Gravimetrie

# 1 Prüfspezifikation – Kurbelwelle

## 1.1 Zusammenfassung

**Zielsetzung:** Es soll überprüft werden, ob die bisher angewandte Prüfprozedur die in der Richtlinie empfohlenen Kriterien für Abklingverhalten und Blindwert erfüllt.

### 1.1.1 Abklinguntersuchungen

Die Eignung der Beprobungsbedingungen geht aus der unten dargestellten Zweifachprüfung eines Prüfloses hervor. Aufgrund des Ergebnisses der Zweifachprüfung kann auf weitere Beprobungsschritte verzichtet werden.

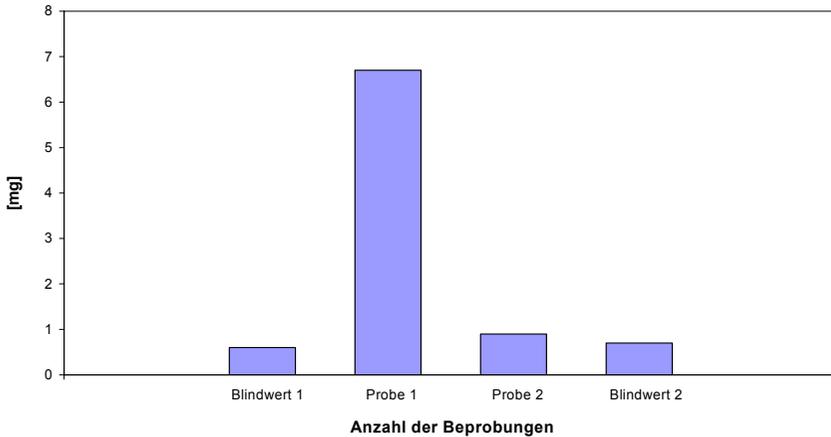
### 1.1.2 Überprüfung der Routinebedingungen (Zweifachprüfung)

**Extraktionsbedingungen:** Das Bauteil wird gezielt mit einer Spritzdüse abgespritzt. Als Prüfflüssigkeit wird ein Entfetter der Gefahrenklasse (AIII) verwendet. Mit einem Volumenstrom von 1,55 l/min werden insgesamt 2 Liter Prüfflüssigkeit eingesetzt. Der Druck am Druckbehälter beträgt 2bar.

**Analysebedingungen:** Die Analyseflüssigkeit wird nach der Beprobung des Bauteils mit einem Cellulosenitrat-Analysefilter (Nennporengröße von 5 µm, Durchmesser 47 mm) filtriert. Anschließend wird das Analysefilter mittels einer fünfstelligen Waage gravimetrisch ausgewertet.

Die Prozedur wird mit dem gleichen Bauteil zwei Mal durchgeführt. Davor und danach wird jeweils der Blindwert ermittelt. Zur Blindwertermittlung wird die ausgearbeitete bzw. übernommene Extraktions- und Analyseprozedur ohne Bauteil durchgeführt.

## Ergebnis der Zweifachprüfung:



**Abbildung 1:** Rückstandsgewicht bei wiederholter Prüfung der Kurbelwelle

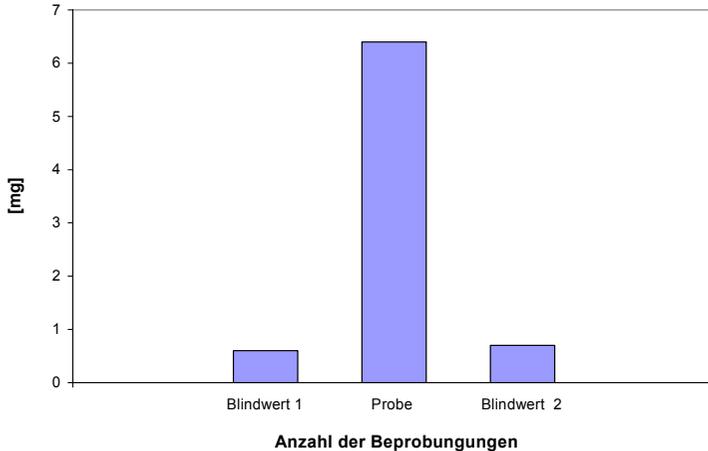
Das Verhältnis der zweiten Beprobung zur Summe der ersten und zweiten Beprobung beträgt 0,12. Der Sauberkeitwert der zweiten Beprobung liegt im Bereich des Blindwertes. Bereits nach der ersten Beprobung befindet sich keine signifikante Partikelfracht mehr auf der Kurbelwelle.

Der Blindwert erfüllt (allerdings knapp) das 10 %-Kriterium. Es sollte erwogen werden - statt nur einer Kurbelwelle - zwei Kurbelwellen gleichzeitig zu beproben, um das Rückstandsgewicht auf dem Analysefilter zu erhöhen und dadurch voraussichtlich das Blindwertverhältnis zu verbessern.

### 1.1.3 Routineprüfung

Eine weitere Kurbelwelle wird unter den oben ausgearbeiteten Bedingungen untersucht.

#### Ergebnis der Routineprüfung:



#### Abbildung 2: Ergebnis der Routineprüfung einer Kurbelwelle

Das Ergebnis ist mit den Resultaten der Qualifizierungsuntersuchungen (Zweifachprüfung) vergleichbar.

#### Fazit:

Die Beprobungsprozedur erfüllt die Qualifizierungskriterien. Auf Basis der Prüfspezifikation ist eine wiederkehrende, routinemäßige Sauberkeitsprüfung des Produkts Kurbelwelle möglich.

## 1.2 Prüfspezifikation

<b>Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)</b>	
<p><u>Bauteil:</u></p> <p>Zeichnungsnummer/Artikelnummer: # # # #</p> <p>Bezeichnung: Kurbelwelle</p> <p>Material: Stahlguss (bearbeitet)</p> <p>Kontrollflächenangabe: Komplettes Bauteil</p> <p>Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm<sup>2</sup>]: A<sub>c</sub> = --</p> <p>Benetztes Volumen pro Bauteil [cm<sup>3</sup>]: V<sub>c</sub> = --</p> <p>Prüflosgröße [-]: 1</p>	<p><u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Bauteil</p> <p><input type="checkbox"/> 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche</p> <p><input type="checkbox"/> 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen</p> <p><u>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</u></p> <p><input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u></p> <p><input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><input type="checkbox"/> Isolierung</p> <p><input type="checkbox"/> Demontage</p> <p><input type="checkbox"/> Entmagnetisierung</p> <p><input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung</p>

<b>Prüfflüssigkeit</b>	
Handelsname: G 60 Spezial	Hersteller : Glogar Umwelttechnik GmbH
<input type="checkbox"/> Wässriger Reiniger	<input checked="" type="checkbox"/> Lösemittel: Entfetter (A III) <input type="checkbox"/> Sonstige
Menge [ml]: 2000 pro Bauteil	

<b>Spritzverfahren</b>	
<p><u>Spritzdruck</u> (Angabe wahlweise) [bar]:</p> <p>Am Druckbehälter: 2</p> <p>Vor der Düse: --</p> <p><input type="checkbox"/> Spritzflasche</p> <p><u>Düsenspezifikation:</u></p> <p>Düsengeometrie: rund</p> <p>Hydraulischer Durchmesser [mm]: 1</p> <p>Beschreibung: --</p> <p>Volumenstrom [ml/min]: 1550</p>	<p>Zeit pro Kontrollfläche [s]: --</p> <p>Spritzflüssigkeitsmenge [ml]: 1550</p> <p><u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u></p> <p>Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: 400</p> <p>Spritzeinrichtung: Spritzflasche</p> <p>Anmerkungen Nachspülprozedur:</p>

<b>Filtration</b>	
<input type="checkbox"/> Überdruck <input checked="" type="checkbox"/> Unterdruck-Filtration Kaskade: <input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein <u>Eingesetzte Filter:</u> Anzahl: 1 Hersteller: Schleicher & Schuell Bezeichnung: AE 98 Material / Typ: Cellulosenitrat Größe [mm]: 47 Nominale Porengröße [µm]: 5 Betawert bei nominaler Porengröße: Farbe: weiß Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]: 36	<u>Nachspülflüssigkeit:</u> Bezeichnung: s. Prüfflüssigkeit Hersteller: s. Prüfflüssigkeit Menge [ml]: 50 <u>Nachbehandlungsflüssigkeit:</u> Bezeichnung: -- Hersteller: -- Menge [ml]: -- <u>Trocknungsart des Filters:</u> <input checked="" type="checkbox"/> Ofen <input type="checkbox"/> Umgebungsluft <input type="checkbox"/> Sonstiges Exsikkator: <input checked="" type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein

<b>Gravimetrischen Analyse</b>	
<u>Laborwaage (optional):</u> Hersteller: keine Angabe Fabrikat: keine Angabe Datum der letzten Kalibrierung: # # #	<u>Waagenauflösung:</u> <input type="checkbox"/> +/- 0,1 mg <input checked="" type="checkbox"/> +/- 0,01 mg <input type="checkbox"/> +/- 0,001 mg

### 1.3 Qualifizierungsuntersuchungen

#### 1.3.1 Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung)

<b>Blindwert</b>							
Sauberkeitwert für Bauteil			Max. zul. Blindwert		Ermittelter Blindwert		Blindwert i. O.?
Größe [µm]	Max. Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	
--	--	6	--	0,6	--	0,6	ja

<b>Zweifachprüfung</b>							
Größenintervall [ $\mu\text{m}$ ]:				Gravimetrie			
Pos.	Prüfung	#1	#2	Pos.	Prüfung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	--	--	1	Sauberkeitswert [mg]	6,7	0,9
2	Verhältnis $\#2/(\#1+\#2)$	--		2	Verhältnis $\#2/(\#1+\#2)$	0,12	

### 1.3.2 Routinebeprüfung

<b>Analyseergebnis - Gravimetrie</b>							
Blindwert:		1. Blindwert	G = 0,6 mg	2. Blindwert	G = 0,7 mg		
<u>Gewicht des Analysefilters:</u>				<u>Sauberkeitswert:</u>			
Vor der Filtration:		60,8	[mg]	G =	7,1	mg/Bauteil	
Nach der Filtration:		67,9	[mg]	oder	--	mg/1000 $\text{cm}^2$	
Rückstandsgewicht:		7,1	[mg]	oder	--	mg/100 $\text{cm}^3$	

## **2        Prüfspezifikation – Kupplungsnehmerzylinder**

### **2.1        Zusammenfassung**

**Zielsetzung:** Es soll überprüft werden, ob die bisher angewandte Prüfprozedur die in der Richtlinie empfohlenen Qualifizierungskriterien bezüglich Abklingverhalten und Blindwert erfüllt.

#### **2.1.1      Abklinguntersuchungen**

Die Eignung des verwendeten Extraktionsverfahrens geht aus der unten dargestellten Zweifachprüfung eines Prüfloses hervor. Aufgrund des Abklingens bei der Zweifachprüfung kann auf weitere Beprobungsschritte verzichtet werden.

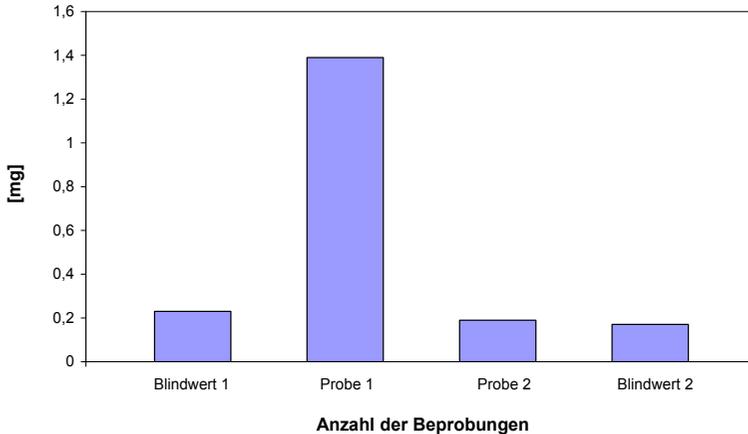
#### **2.1.2      Überprüfung der Routinebedingungen (Zweifachprüfung)**

**Extraktionsbedingungen:** Die Beprobung des Prüfloses, das drei Kupplungsnehmerzylinder umfasst, erfolgt durch Abspritzen. Insgesamt werden 500ml Spiritus als Prüflüssigkeit eingesetzt.

**Analysebedingungen:** Die Analyseflüssigkeit wird nach der Beprobung des Bauteils filtriert und gravimetrisch ausgewertet.

Die Prozedur wird zwei Mal am Prüflos durchgeführt. Davor und danach wird jeweils der Blindwert ermittelt. Zur Blindwertermittlung wird die Extraktions- und Analyseprozedur ohne Bauteil durchgeführt.

## Ergebnis der Zweifachprüfung:



**Abbildung 1:** Rückstandsgewicht in mg pro Beprobung

Das Verhältnis des Sauberkeitswerts der zweiten Beprobung zum Sauberkeitswert der Summe der ersten und zweiten Beprobung beträgt 0,18. Der Sauberkeitswert der zweiten Prüfung liegt im Bereich des Blindwerts. Somit wurde die abreinigbare Partikelfracht bereits bei der ersten Beprobung weitgehend erfasst.

Das 10 %-Kriterium für den gemessenen Blindwert (0,2 mg Mittelwert) ist nicht erfüllt. Bei dem ermittelten Sauberkeitswert von 1,4 mg dürfte der Blindwert max. 0,1 mg betragen.

**Fazit:** Das Extraktionsverfahren ist prinzipiell zur Sauberkeitsanalyse des Bauteils geeignet. Um das in der Richtlinie geforderte Blindwertkriterium zu erfüllen, sind Maßnahmen zur Senkung des Blindwertanteils erforderlich. In Frage kommen:

1. Erhöhung der Prüflösgröße
2. Maßnahmen am Prüfumfeld und / oder der Beprobungseinrichtung

## 2.2 Angewendete Prüfbedingungen

<b>Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)</b>	
<p><u>Bauteil:</u>            Zeichnungsnummer/Artikelnummer: ### #            Bezeichnung: Kupplungsnehmerzylinder            Material: Aluminium            Kontrollflächenangabe: komplettes Bauteil            Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm<sup>2</sup>]: Ac = --            Benetztes Volumen pro Bauteil [cm<sup>3</sup>]: Vc = --            Prüflosgröße [-]: 3</p>	<p><u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u>  <input checked="" type="checkbox"/> Bauteil  <input type="checkbox"/> 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche  <input type="checkbox"/> 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen</p> <p><u>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</u>  <input type="checkbox"/> Ja    <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u>  <input checked="" type="checkbox"/> Ja    <input type="checkbox"/> Nein  <input type="checkbox"/> Isolierung  <input checked="" type="checkbox"/> Demontage  <input type="checkbox"/> Entmagnetisierung  <input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung: Außen</p>

<b>Prüfflüssigkeit</b>	
Handelsname: keine Angabe	Hersteller: keine Angabe
<input type="checkbox"/> Wässriger Neutral-Reiniger	<input checked="" type="checkbox"/> Lösemittel: Spiritus vorfiltriert mit 0,45 µm Filter
<input type="checkbox"/> Sonstige	
Menge [ml]: 560 pro Prüflos	

<b>Spritzverfahren</b>	
<p><u>Spritzdruck</u> (Angabe wahlweise) [bar]:            Am Druckbehälter: --            Vor der Düse:--  <input checked="" type="checkbox"/> Spritzflasche</p> <p><u>Düsenspezifikation:</u>            Düsengeometrie: --            Hydraulischer Durchmesser [mm]: --            Beschreibung: --            Volumenstrom [ml/min]: --</p>	<p>Zeit pro Kontrollfläche [s]: --            Spritzflüssigkeitsmenge [ml]: 500</p> <p><u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u>            Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: ca. 40            Spritzeinrichtung: Spritzflasche</p> <p>Anmerkungen Nachspülprozedur:</p>

## Filtration

Überdruck     Unterdruck-Filtration

Kaskade:         Ja     Nein

Eingesetzte Filter:

Anzahl: 1

Hersteller (optional): Millipore

Bezeichnung: NY4104700

Material / Typ: Nylon-Netzfilter

Größe [mm]: 47

Nominale Porengröße [µm]: 41

Betawert bei nominaler Porengröße: Keine Angabe

Farbe: weiß

Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]: --

Nachspülflüssigkeit:

Bezeichnung: s. Prüfflüssigkeit

Hersteller: s. Prüfflüssigkeit

Menge [ml]: ca. 20

Nachbehandlungsflüssigkeit:

Bezeichnung: --

Hersteller: --

Menge [ml]: --

Trocknungsart des Filters:

Ofen (110°C, 15min)

Umgebungsluft

Sonstiges

Exsikkator:  Ja     Nein

## Gravimetrischen Analyse

Laborwaage (optional):

Hersteller: Mettler-Toledo

Fabrikat: AX 205

Datum der letzten Kalibrierung: # # #

Waagenauflösung:

+/- 0,1 mg

+/- 0,01 mg

+/- 0,001 mg

## 2.3 Qualifizierungsuntersuchungen

### 2.3.1 Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung)

Blindwert							
Sauberkeitswert für Bauteil			Max. zul. Blindwert		Ermittelter Blindwert		Blindwert i. O.?
Größe [µm]	Max. Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	
--	--	1,4	--	0,1	--	0,2	nein

Zweifachprüfung							
Größenintervall [µm]:				Gravimetrie			
Pos.	Prüfung	#1	#2	Pos.	Prüfung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]			1	Sauberkeitswert [mg]	1,4	0,3
2	Verhältnis $\#2/(\#1 + \#2)$	---		2	Verhältnis $\#2/(\#1 + \#2)$	0,18	

## 3 Prüfspezifikation – Axialnadellager

### 3.1 Zusammenfassung

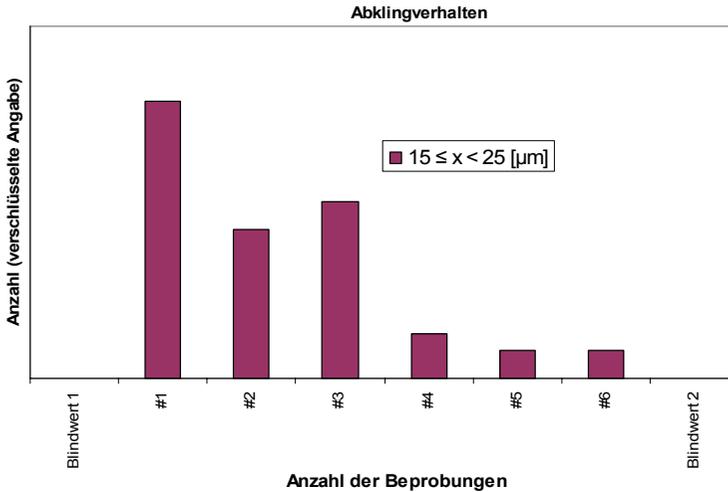
**Zielsetzung:** Zielsetzung der Untersuchungen war die Erstellung einer Prüfspezifikation zur wiederkehrenden Sauberkeitsprüfung. Zur routinemäßigen Charakterisierung der Bauteilsauberkeit ist die Gravimetrie anzuwenden. Anlässlich der hier dargestellten Qualifizierungsuntersuchungen und zur Illustration wurde ergänzend die mikroskopische Auszählung eingesetzt. (Bemerkung der Redaktion: Die Untersuchungsdaten sind aus Vertraulichkeitsgründen verschlüsselt dargestellt.)

#### 3.1.1 Abklinguntersuchungen

**Extraktionsbedingungen:** Ausgehend von Geometrie, Größe und Material des Bauteils wurde als Extraktionsverfahren die Behandlung im Ultraschallbad, unter Verwendung eines wässrigen Neutralreinigers, gewählt. Basierend auf Erfahrungswerten wurde die Prüflösgröße zu N1 Axialnadellagern festgelegt, um eine geeignete Menge von Partikeln zur Analyse zu sammeln. Als erster Näherungswert wurde die Ultraschalldauer zu 5 Minuten festgelegt. **Abbildung 1** zeigt die Abklingkurve bei mehrfacher Beprobung des Prüflöses.

**Analysebedingungen:** Zur Analyse werden Gravimetrie und automatisierte mikroskopische Auszählung eingesetzt. Um größere Partikel zuverlässiger von kleinen Partikeln mikroskopisch unterscheiden zu können, werden ein grobes und ein feines Analysefilter hintereinander geschaltet (Filterkaskade).

## Ergebnis der Abklinguntersuchungen:



**Abbildung 1:** Abklingen bei mehrmaliger Beprobung

Es ist ein Abklingen der Sauberkeitswerte zu verzeichnen. Da bei der zweiten und dritten Beprobung noch erhebliche Partikelzahlen festzustellen sind, ist die Dauer von 5 Minuten Ultraschall zu gering. Die Berechnung (siehe Prüfspezifikation - unten) liefert, dass das „10 %-Kriterium“ nach Beprobung #4 erreicht ist. Die zur Prüfung geeignete Ultraschalldauer wird deshalb zu  $4 \cdot 5 = 20$  Minuten festgelegt.

### 3.1.2 Überprüfung der Routinebedingungen (Zweifachprüfung)

Unter Anwendung der Ultraschalldauer von 20 min wird zunächst der Blindwert ermittelt. Ein weiteres Prüflos mit noch nicht beprobten Axialnadellagern wird anschließend zweimal auf Sauberkeit geprüft. Die Zweifachprüfung liefert folgende Ergebnisse (Berechnungen und Tabellen siehe **Abschnitt Qualifizierungsuntersuchungen**).

1. Der Blindwert ist in Ordnung. Er liegt für gravimetrische und mikroskopische Analyse unterhalb des zulässigen Werts von maximal 10 % der ermittelten Sauberkeitswerte.

2. Die Sammlung der Partikel von N1 Axialnadellagern liefert eine Belegung der Analysefilter, die sowohl eine zutreffende gravimetrische Bestimmung als auch eine zutreffende mikroskopische Auszählung zulässt.
3. Die Verhältnissbildung der Sauberkeitswerte zeigt, dass bei der ersten Prüfung der Großteil der Verunreinigungen vom Bauteil abgereinigt und erfasst wird.
4. Die ausgearbeitete Prüfprozedur ist geeignet. Sie kann als Prüfspezifikation festgeschrieben werden.

### 3.2 Prüfspezifikation

<b>Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)</b>	
<u>Bauteil:</u> Zeichnungsnummer / Artikelnummer: # # # # Bezeichnung: Axialnadellager Material: Stahl Kontrollflächenangabe: gesamte benetzbare Oberfläche Benetzte Oberfläche <sup>1)</sup> pro Bauteil [cm <sup>2</sup> ]: Ac = A1 cm <sup>2</sup> Benetztes Volumen <sup>1)</sup> pro Bauteil [cm <sup>3</sup> ]: Vc = -- Prüflösgröße [-]: N1	<u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u> <input type="checkbox"/> Bauteil <input checked="" type="checkbox"/> 1000 cm <sup>2</sup> benetzte Oberfläche <input type="checkbox"/> 100 cm <sup>3</sup> benetztes Volumen <u>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</u> <input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein <u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u> <input checked="" type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein <input type="checkbox"/> Isolierung <input type="checkbox"/> Demontage <input checked="" type="checkbox"/> Entmagnetisierung <input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung

<b>Prüflüssigkeit</b>	
Handelsname: P3-Neutrapon 5085	Hersteller : Fa. Henkel
<input checked="" type="checkbox"/> Wässriger Neutral-Reiniger	<input type="checkbox"/> Lösemittel <input type="checkbox"/> Sonstige
Menge [ml]: Ansatz 2 %ig in vollentsalztem Wasser. Gesamtmenge Prüflüssigkeit: 1600 ml je Prüflös	

## Extraktion: Ultraschallverfahren

### Ultraschalltechnik:

- Ultraschallbad  
 Sonotrode  
 sonstiges: mit Spezifikation

### Behältnis für Bauteil und/oder Prüflüssigkeit:

- Ultraschallbad  
 Becherglas o.ä.

Frequenz [kHz]: 35

Leistung [W/l]: 40

Zeit der US-Behandlung [min]: 20

Volumina [ml]:

Insgesamt beschalltes Volumen [l]: 1,9

Prüflüssigkeitsmenge [ml]: 1000

Temperatur [°C]: Raumtemperatur

Bauteilbewegung:  Ja  Nein

Hub [mm]: --

Oszillationsfrequenz [kHz]: --

### Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:

Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: 600

Art der Nachspülprozedur: Spritzflasche

Anmerkungen Nachspülprozedur: --

## Analyseverfahren - Filtration

Überdruck  Unterdruck

Kaskade:  Ja  Nein

### Eingesetzte Filter:

Anzahl: 1 und 1

Hersteller: Fa. Sefar, beide Filter

Bezeichnung:

Rondellen Sefar Petex 07-5/1;  
lasergeschnitten

Rondellen Sefar Petex 07-150/37;  
lasergeschnitten

Material / Typ: Siebgewebe, Siebgewebe

Größe [mm]: 47 und 20

Nominale Porengröße [µm]: 5 und 150

Betawert bei nominaler Porengröße: --

Farbe: weiß

Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]: 45 und 18

### Nachspülflüssigkeit:

Bezeichnung: s. Prüflüssigkeit

Hersteller: s. Prüflüssigkeit

Menge [ml]: 50

### Nachbehandlungsflüssigkeit:

Bezeichnung:

Isopropanol, filtriert über 0,1 µm

Hersteller: Fa. Merck

Menge [ml]: 50

### Trocknungsart des Filters:

- Ofen  
 Umgebungsluft  
 Sonstiges

Exsikkator:

- Ja  Nein  
 (nicht zwingend notwendig)

## Analyseverfahren - Gravimetrie

Laborwaage (optional):

Hersteller: Sartorius

Fabrikat: BP 210

Datum der letzten Kalibrierung: ###

Waagenauflösung:

+/- 0,1 mg

+/- 0,01 mg

+/- 0,001 mg

## Analyseverfahren - Mikroskopischen Analyse (optional)

Typ und Hersteller (optional): DMRE und QClean; Fa. Leica

Analyseablauf:

manuell  automatisiert

Labormikroskop

Stereomikroskop

REM

Sonstige (mit Beschreibung)

Durchlicht  Auflicht (polarisiert)

Vergrößerung: 50-fach

Beschleunigungsspannung (nur REM) [kV]

Datum der letzten Kalibrierung: ###

### 3.3 Qualifizierungsuntersuchungen

#### 3.3.1 Abklinguntersuchungen

**Bemerkung:** US-Dauer pro Beprobung = 5 min. Sauberkeitswerte sind verschlüsselt dargestellt.

Größenklasse	C	D	E	F-G	H	I	J	K	Rückstands gewicht
Größe [µm]	15 ≤ x < 25	25 ≤ x < 50	50 ≤ x < 100	100 ≤ x < 200	200 ≤ x < 400	400 ≤ x < 600	600 ≤ x < 1000	1000 ≤ x	[mg]
Blindwert 1	0,0041 K1	0,0027 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,80 K2
Beprobung #1	10,0000 K1	7,9561 K1	1,8010 K1	0,3643 K1	0,0530 K1	0,0047 K1	0,0008 K1	0,0000 K1	10,00 K2
Beprobung #2	5,3632 K1	2,9226 K1	0,3327 K1	0,0736 K1	0,0049 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	5,20 K2
Beprobung #3	6,3839 K1	4,1595 K1	0,5764 K1	0,1022 K1	0,0049 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	4,00 K2
Beprobung #4	1,5864 K1	0,9831 K1	0,1610 K1	0,0272 K1	0,0022 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	2,00 K2
Beprobung #5	1,0265 K1	0,7012 K1	0,1039 K1	0,0115 K1	0,0008 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	2,00 K2
Beprobung #6	1,0259 K1	0,8103 K1	0,1929 K1	0,0192 K1	0,0022 K1	0,0011 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	1,20 K2
Blindwert 2	0,0011 K1	0,0008 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,0000 K1	0,80 K2

**Bemerkung:** Zur Berechnung des Abklingverhaltens wird Größenklasse C gewählt.

<b>Größenklasse [µm]: 15 ≤ x &lt; 25</b>							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	10,0 K1	5,4 K1	6,4 K1	1,6 K1	1,0 K1	1,0 K1
2	Sauberkeitswert kumuliert [Anzahl]	--	15,4 K1	21,7 K1	23,3 K1	24,4 K1	25,4 K1
3	Verhältnis [%] (Reihe1/Reihe2)	--	35	29	7	4	4
4	Verhältnis ≤ 10 % erreicht: <input checked="" type="checkbox"/> Ja (nach Beprobung #4) <input type="checkbox"/> Nein						

<b>Gravimetrie</b>							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [mg]	10,00 K2	5,20 K2	4,00 K2	2,00 K2	2,00 K2	1,20 K2
2	Sauberkeitswert kumuliert [mg]	--	15,2 K2	19,2 K2	21,2 K2	23,2 K2	24,4 K2
3	Verhältnis [%] (Reihe1/Reihe2)	--	34	27	9	9	5
4	Verhältnis ≤ 10 % erreicht: <input checked="" type="checkbox"/> Ja (nach Beprobung #4) <input type="checkbox"/> Nein						

**Fazit:** Die geeignete Behandlungsdauer im Ultraschallbad beträgt 4\*5min = 20 min

### 3.3.2 Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung)

**Bemerkung:** US-Dauer pro Beprobung = 20min

Analyseergebnisse									
Größenklasse	C	D	E	F-G	H	I	J	K	Rückstands gewicht
Größe [µm]	$15 \leq x < 25$	$25 \leq x < 50$	$50 \leq x < 100$	$100 \leq x < 200$	$200 \leq x < 400$	$400 \leq x < 600$	$600 \leq x < 1000$	$1000 \leq x$	[mg]
Blindwert 1	0,00032 K3	0,00006 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,74074 K4
Beprobung #1	10,00 K3	0,60 K3	0,09 K3	0,02 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	10,00 K4
Beprobung #2	2,26 K3	0,11 K3	0,01 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	2,59 K4
Blindwert 2	0,00097 K3	0,00013 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,74 K4
Blindwert (Mittelwert)	0,00064 K3	0,00010 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,74 K4

**Bemerkung:** Zur Berechnung wird Größenklasse C gewählt

Auswertung - Zweifachprüfung							
Größenintervall [µm]: $15 \leq x < 25$				Gravimetrie			
Pos.	Beprobung	#1	#2	Pos.	Beprobung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	10,0 0 K3	2,26 K3	1	Sauberkeitswert [mg]	10,0 0 K4	2,59 K4
2	Verhältnis $\#2/(\#1 + \#2)$	0,18		2	Verhältnis $\#2/(\#1 + \#2)$	0,21	

**Bemerkung:** Da keine geforderten Grenzwerte für die Bauteilsauberkeit vorliegen, werden die Grenzen für den Blindwert aus den gemessenen Sauberkeitswerten (Beprobung #1) ermittelt (10 % der Werte, abgerundet).

Überprüfung - Blindwert									
Größenklasse	C	D	E	F-G	H	I	J	K	Rückstands gewicht
Max zul. Blindwert	1,00 K3	0,06 K3	0,009 K3	0,002 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	1,00 K4
Blindwert (Mittelwert)	0,00064 K3	0,00010 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,00 K3	0,74 K4
Blindwert i.O.?	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja	ja

**Fazit:** Die Beprobungsprozedur ermöglicht eine zutreffende Bestimmung der Bauteilsauberkeit.

## 4 Prüfspezifikation – Kolben und Ventilkörper

### 4.1 Zusammenfassung

**Zielsetzung:** Zielsetzung der Untersuchungen war die Erstellung einer Prüfspezifikation für die wiederkehrende Sauberkeitsprüfung von Kolben und Ventilkörper. Zur Beschreibung der Bauteilsauberkeit ist die gravimetrische Analyse einzusetzen.

#### 4.1.1 Abklinguntersuchungen

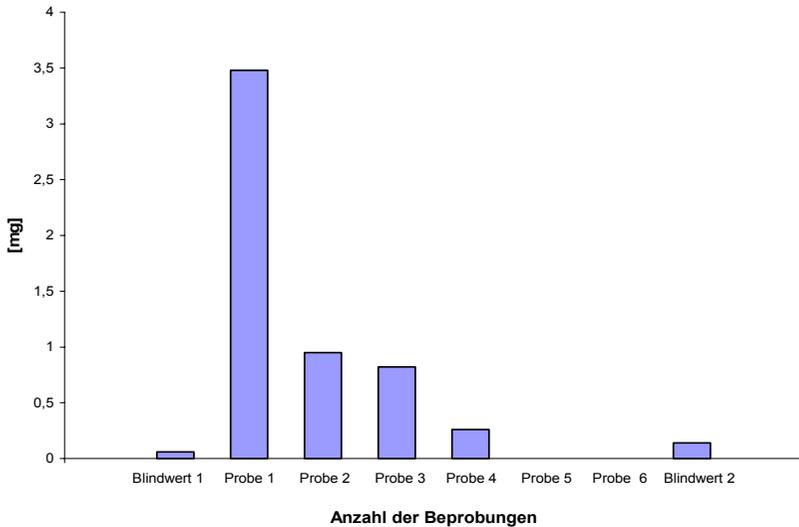
##### Extraktionsbedingungen:

Aufgrund Geometrie, Größe und Material des Bauteils wurde als Extraktionsverfahren die Behandlung im Ultraschallbad gewählt. Um genügend Partikel auf dem Analysefilter für die Gravimetrie zu sammeln umfasst ein Prüflös 5 Bauteile.

Als eventuell geeigneter Wert wurde die Ultraschalldauer zu 5 Minuten festgelegt. Abbildung 1 zeigt die Abklingkurve bei mehrfacher Beprobung des Prüflöses.

**Analysebedingungen:** Die Analyseflüssigkeit wird nach der Beprobung des Bauteils mit einem Cellulosemischester-Analysefilter (Nennporengröße von 5 µm, Durchmesser 47 mm) filtriert. Anschließend wird das Analysefilter mittels einer fünfstelligen Waage gravimetrisch ausgewertet.

## Ergebnis der Abklinguntersuchungen:



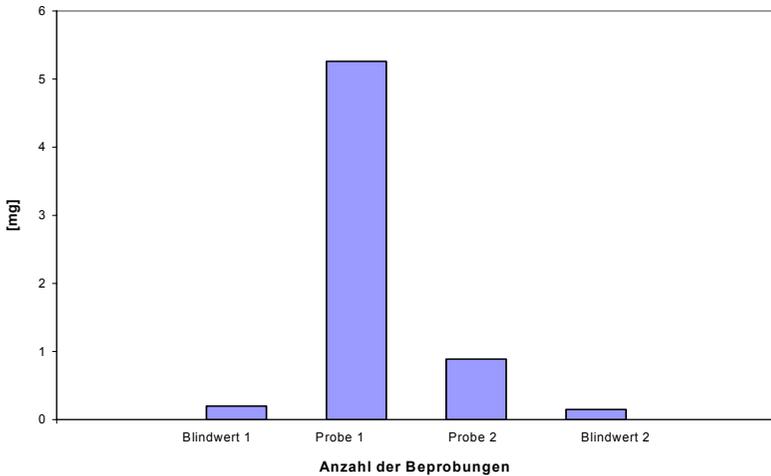
**Abbildung 1:** Abklingen bei mehrfacher Beprobung

Es ist ein deutliches Abklingen der Sauberkeitswerte zu verzeichnen.

### 4.1.2 Überprüfung der Routinebedingungen (Zweifachprüfung)

Aufgrund der Ergebnisse der Abklinguntersuchungen wurden die Beprobungsbedingungen dahingehend modifiziert, dass die Dauer der Ultraschallbehandlung erhöht wurde. Erst bei der vierten Beprobung des Prüfloses wird das „zehn Prozent-Kriterium“ (Berechnung siehe **Abschnitt 3**) erreicht und das Rückstandsgewicht nähert sich dem Blindwert an. Für die Zweifachprüfung wird die Dauer der Ultraschallbehandlung daher von 5 Minuten auf  $3 \cdot 5$  Minuten = 15 Minuten erhöht.

## Ergebnis der Zweifachprüfung:



**Abbildung 2:** Rückstandsgewicht pro Beprobung bei der Zweifachprüfung

Das Verhältnis von Probe 2 zu der Summe von Probe 1 und Probe 2 beträgt 0,15 (Berechnung siehe **Abschnitt 4.3.2**). Des Weiteren wird das 10 %-Blindwertkriterium eingehalten. Die modifizierte Prüfspezifikation ist demnach für die Routinesauberkeitsprüfung geeignet und muss nicht abgeändert werden.

## 4.2 Prüfspezifikation

<b>Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)</b>	
<p><u>Bauteil:</u></p> <p>Zeichnungsnummer / Artikelnummer: # # #</p> <p>Bezeichnung: Kolben und Ventilkörper</p> <p>Material: # # #</p> <p>Kontrollflächenangabe: komplette benetzbare Oberfläche</p> <p>Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm<sup>2</sup>]: A<sub>c</sub> = - -</p> <p>Benetztes Volumen pro Bauteil [cm<sup>3</sup>]: V<sub>c</sub> = - -</p> <p>Prüflosgröße [-]: 5</p>	<p><u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Bauteil</p> <p><input type="checkbox"/> 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche</p> <p><input type="checkbox"/> 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen</p> <p><u>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</u></p> <p><input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u></p> <p><input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><input type="checkbox"/> Isolierung</p> <p><input type="checkbox"/> Demontage</p> <p><input type="checkbox"/> Entmagnetisierung</p> <p><input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung</p>

## Prüfflüssigkeit

Handelsname: n-Heptan

Hersteller:

Wässriger Neutral-Reiniger

Lösemittel

Sonstige

Menge [ml]: 360 Pro Prüflös

## Extraktion: Ultraschallverfahren

### Ultraschalltechnik:

Ultraschallbad

Sonotrode

sonstiges:

### Behältnis für Bauteil und/oder Prüfflüssigkeit:

Ultraschallbad

Becherglas

Frequenz [kHz]: 35

Leistung [W]: 450

Zeit der US-Behandlung [min]: 10

Volumina [ml]:

Insgesamt beschalltes Volumen [l]:  
keine Angabe

Prüfflüssigkeitsmenge [ml]: 300

Temperatur [°C]: Raumtemperatur

Bauteilbewegung:  Ja  Nein

Hub [mm]: keine Angabe

Oszillationsfrequenz [kHz]: keine Angabe

### Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:

Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: 50

Art der Nachspülprozedur (z.B. Spritz-  
flasche, Spritzdüse, Kammerspülung,  
usw.):

Anmerkungen Nachspülprozedur:

### Analyseverfahren - Filtration

Überdruck     Unterdruck

Kaskade:         Ja     Nein

Eingesetzte Filter:

Anzahl: 1

Hersteller: Millipore

Bezeichnung: SMWP 04700

Material / Typ: Cellulose-Mischester

Größe [mm]: 47

Nominale Porengröße [µm]: 5

Betawert bei nominaler Porengröße: keine Angabe

Farbe: weiß

Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]: 45 und 18

Nachspülflüssigkeit:

Bezeichnung: s. Prüfflüssigkeit

Hersteller: s. Prüfflüssigkeit

Menge [ml]: 10

Nachbehandlungsflüssigkeit:

Bezeichnung: --

Hersteller: --

Menge [ml]: - -

Trocknungsart des Filters:

Ofen

Umgebungsluft

Sonstiges

Exsikkator:  Ja     Nein

### Analyseverfahren - Gravimetrie

Laborwaage (optional):

Hersteller: keine Angabe

Fabrikat: keine Angabe

Datum der letzten Kalibrierung:###

Waagenauflösung:

+/- 0,1 mg

+/- 0,01 mg

+/- 0,001 mg

### 4.3 Qualifizierungsuntersuchungen

#### 4.3.1 Abklinguntersuchungen

**Bemerkung:** US-Dauer pro Beprobung = 5min

Gravimetrie							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitswert [mg]	3,48	0,95	0,82	0,26	--	--
2	Sauberkeitswert kumuliert [mg]	--	4,43	5,25	5,51	--	--
3	Verhältnis [%] (Reihe1/Reihe2)	--	21	16	5	--	--
4	Verhältnis $\leq 10\%$ erreicht: <input checked="" type="checkbox"/> Ja (nach Beprobung #4) <input type="checkbox"/> Nein						

**Fazit:** Die geeignete Behandlungsdauer im Ultraschallbad beträgt 3\*5 min = 15 min

#### 4.3.2 Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung)

Blindwert							
Sauberkeitswert für Bauteil			Max. zul. Blindwert		Ermittelter Blindwert		Blindwert i. O.?
Größe [µm]	Max. Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	
--	--	5,26	--	0,6	--	0,2	Ja

**Bemerkung:** US-Dauer pro Beprobung = 15min

Auswertung Zweifachprüfung							
Größenintervall [µm]:				Gravimetrie			
Pos.	Beprobung	#1	#2	Pos.	Beprobung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	--	--	1	Sauberkeitswert [mg]	5,26	0,89
2	Verhältnis #2/(#1+#2)	--		2	Verhältnis #2/(#1+#2)	0,15	

## K.2 Beispiele für Routineprüfungen

Vorgestellt werden folgende Beispiele:

<b>Beispiel / Prüfobjekt</b>	<b>Extraktionsverfahren</b>	<b>Analyseverfahren</b>
Kurbelwelle	Spritzen	Gravimetrie
Schrauben	Ultraschall	Stereomikroskop (automatisiert)
Pleuel	Spritzen	Gravimetrie

Der Schwerpunkt liegt in diesem Kapitel nicht in der Beschreibung von Qualifizierungsuntersuchungen bzw. Prüfspezifikationen sondern in der Beschreibung ausgewählter Prüfaufgaben.

Da hier zur Illustration nicht relevant, wird auf die Darstellung formaler Angaben in den Prüfprotokollen verzichtet.

# 1 Routineprüfung – Kurbelwelle

## 1.1 Einleitung

**Ziel der Prüfung:** Bewertung von Kurbelwellen hinsichtlich deren Gesamtverschmutzung. Die baugleichen Kurbelwellen werden von zwei unterschiedlichen Lieferanten gefertigt. Ziel der Prüfung ist es, herauszufinden, ob es Unterschiede im Sauberkeitsniveau der Zukaufteile gibt.

**Extraktionsbedingungen:** Sauberkeitskritische Bereiche dieser Bauteile sind die ölführenden Bohrungen und die Lagersitze. Diese werden gezielt mit Düsen ab- bzw. ausgespritzt. Die unbearbeitete Gussoberfläche wird mit Fächerdüsen großflächig und schonend abgespült. Um Konservierungsmittel und Rückstände von Kühlschmiermittel mit den darin enthaltenen Partikeln abreinigen zu können, wird ein KW-Reiniger (AIII) verwendet.

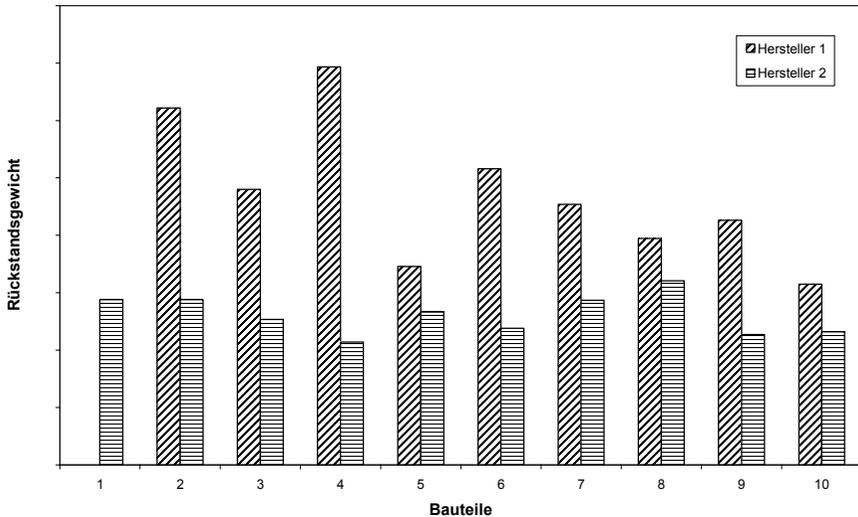
**Analysebedingungen:** Um einen Großteil der relevanten Partikel zu erfassen ohne das Filter zuzusetzen, werden Cellulosenitrat-Membranen mit einer Nennporengröße von 8 µm verwendet (Durchmesser 47 mm). Da eine Aussage über die Gesamtverschmutzung der Bauteile getroffen werden soll und es sich um große Bauteile handelt, die ein zuverlässig zu messendes Rückstandsgewicht der abgelösten Partikel erwarten lassen, werden die Filter gravimetrisch ausgewertet. Um zusätzliche Informationen zu erhalten, werden die Filter manuell unter dem Stereomikroskop begutachtet und das längste Partikel bestimmt, vermessen und dokumentiert.

## 1.2 Prüfbericht

### 1.2.1 Ergebnis der Prüfung

**Bemerkung:** Es wurden insgesamt 19 Untersuchungen durchgeführt (9 Bauteile von Hersteller 1 und 10 Bauteile von Hersteller 2)

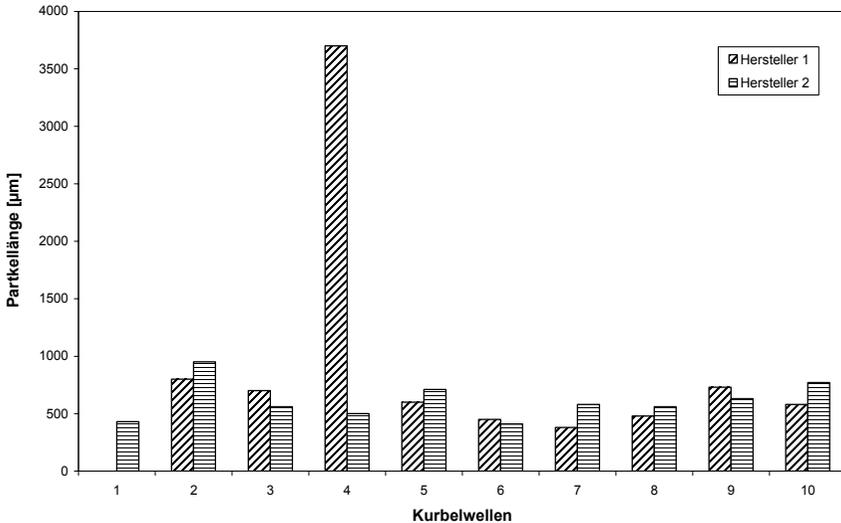
Technische Sauberkeit von Kurbelwellen: Partikelrückstandsgewicht



**Abbildung 1:** Sauberkeitswerte baugleicher Kurbelwellen unterschiedlicher Hersteller

**Fazit:** Das Ergebnis der gravimetrischen Analyse zeigt signifikante Unterschiede des Sauberkeitsniveaus der Erzeugnisse der beiden Hersteller.

### Technische Sauberkeit von Kurbelwellen: längster metallischer Partikel



**Abbildung 2:** Längstes Partikel pro Bauteil

**Fazit:** Die Auswertung der Analysefilter hinsichtlich des längsten Partikels zeigt im Mittel keine Unterschiede zwischen den beiden Herstellern. Auffällig ist allerdings ein besonders großes Partikel (Messung 4, Hersteller 1). Hierbei handelt es sich um einen Bohrspan, der nicht im Bauteil zu finden sein darf.

### 1.2.2 Prüfprotokoll

**Verweis:** Prüfbedingungen, siehe Prüfspezifikation (unten).

**Längstes Partikel** Bauteil 1:  $X = 800 \mu\text{m}$  Material: metallisch

**Längstes Partikel** Bauteil 2:  $X = 700 \mu\text{m}$  Material: metallisch

...

**Längstes Partikel** Bauteil 19:  $X = 690 \mu\text{m}$  Material: metallisch

Es wurden 19 Bauteile untersucht; die gesamten Ergebnisse sind der Grafik zu entnehmen.

Analyseergebnis – Gravimetrie *)																			
Blindwert:	G = 0,5 mg (Durchschnittswert)																		
Kurbelwelle #	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Rückstandsgewicht pro Bauteil [mg]	G11	--	G12	G22	G13	G23	G14	G24	G15	G25	G16	G26	G17	G27	G18	G28	G19	G29	G20

\*)Hinweis: Daten sind verschlüsselt

### 1.3 Prüfspezifikation

Angaben zum Bauteil	
<u>Bauteil:</u> Zeichnungsnummer / Artikelnummer: # # # # Bezeichnung: Kurbelwelle Material: Stahlguss (bearbeitet) Kontrollflächenangabe: ölführende Bohrungen, Lagersitze Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm <sup>2</sup> ]: A <sub>c</sub> = -- Benetztes Volumen pro Bauteil [cm <sup>3</sup> ]: V <sub>c</sub> = -- Prüflosgröße [-]: 1	<u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u> <input checked="" type="checkbox"/> Bauteil <input type="checkbox"/> 1000 cm <sup>2</sup> benetzte Oberfläche <input type="checkbox"/> 100 cm <sup>3</sup> benetztes Volumen <u>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</u> <input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein <u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u> <input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein <input type="checkbox"/> Isolierung <input type="checkbox"/> Demontage <input type="checkbox"/> Entmagnetisierung <input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung

Prüfflüssigkeit	
Handelsname: Haku 1025 - 920	Hersteller : Kluthe
<input type="checkbox"/> Wässriger Reiniger	<input checked="" type="checkbox"/> Lösemittel A III <input type="checkbox"/> Sonstige
Menge [ml]: 5520 pro Bauteil	

## Spritzverfahren

<p><u>Spritzdruck</u> [bar]:</p> <p>Am Druckbehälter: 3,2</p> <p>Vor der Düse:--</p> <p><input type="checkbox"/> Spritzflasche</p> <p><u>Düsenspezifikation:</u></p> <p>Düsengeometrie: Runddüse und Fächerdüse; siehe Dokument XY</p> <p>Beschreibung: siehe Dokument XY</p> <p>Volumenstrom [ml/min]: 480</p>	<p>Zeit pro Kontrollfläche<sup>2)</sup> [s]: 2*10 pro Bohrung</p> <p>Spritzflüssigkeitsmenge<sup>2)</sup> [ml]: 4800</p> <p><u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u></p> <p>Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: 240 (Bauteil), 480 (Spritzwanne)</p> <p>Spritzeinrichtung: Fächerdüse</p> <p><u>Anmerkungen Nachspülprozedur:</u> Nach gezielter Beprobung mittels Runddüse, folgt Nachspülen der unbehandelten Gussflächen mittels Fächerdüse</p>
---	--

## Filtration

<p><input type="checkbox"/> Überdruck    <input checked="" type="checkbox"/> Unterdruck-Filtration</p> <p>Kaskade:        <input type="checkbox"/> Ja    <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Eingesetzte Filter:</u></p> <p>Anzahl: 1/Bauteil</p> <p>Hersteller: Schleicher &amp; Schüll</p> <p>Bezeichnung: AE 99 MF</p> <p>Material / Typ: Cellulosenitrat</p> <p>Größe [mm]: 47</p> <p>Nominale Porengröße [µm]: 8</p> <p>Betawert bei nominaler Porengröße:</p> <p>Farbe: weiß</p> <p>Effektiver Filtrationsdurchmesser - optional [mm]: 35</p>	<p><u>Nachspülflüssigkeit:</u> siehe Prüfflüssigkeit</p> <p>Bezeichnung: s. oben</p> <p>Hersteller: s. oben</p> <p>Menge [ml]: ca. 20</p> <p><u>Nachbehandlungsflüssigkeit:</u></p> <p>Bezeichnung: --</p> <p>Hersteller: --</p> <p>Menge [ml]: --</p> <p><u>Trocknungsart des Filters (optional):</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Ofen</p> <p><input type="checkbox"/> Umgebungsluft</p> <p><input type="checkbox"/> Sonstiges</p> <p>Exsikkator: <input checked="" type="checkbox"/> Ja    <input type="checkbox"/> Nein</p>
--	---

## Gravimetrische Analyse

<p><u>Laborwaage (optional):</u></p> <p>Hersteller: Mettler Toledo</p> <p>Fabrikat: AX 205</p> <p>Datum der letzten Kalibrierung: 11/2003</p>	<p><u>Waagenauflösung:</u></p> <p><input type="checkbox"/> +/- 0,1 mg</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> +/- 0,01 mg</p> <p><input type="checkbox"/> +/- 0,001 mg</p>
---	---

<b>Mikroskopische Analyse</b>	
Typ und Hersteller: Zeiss SV 11 (optional) <u>Analyseablauf:</u> <input checked="" type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert <input type="checkbox"/> Labormikroskop <input checked="" type="checkbox"/> Stereomikroskop <input type="checkbox"/> REM <input type="checkbox"/> Sonstige (mit Beschreibung)	<input type="checkbox"/> Durchlicht <input checked="" type="checkbox"/> Auflicht Vergrößerung: 10 bis 50-fach Beschleunigungsspannung (nur REM) [kV] Datum der letzten Kalibrierung: # # #

**Verweis:** Die Zweifachprüfung an ein und derselben Kurbelwelle lieferte bei der zweiten Analyse den Anteil von 0,23 des Rückstandsgewichts der ersten und zweiten Analyse. Damit wurde gezeigt, dass die Extraktionsprozedur geeignet ist (der Nährungswert für die Zweifachprüfung liegt bei  $\leq 0,3$ ). Der gravimetrische Blindwert der Prüfprozedur liegt unter 10 % des Mittelwertes der Sauberkeitswerte der Kurbelwellen.

Die Qualifizierungsuntersuchungen sind in einem separaten Dokument einsehbar (nicht in diesem Bericht enthalten).

## **2 Routineprüfung – Schrauben**

### **2.1 Einleitung**

**Ziel der Prüfung:** Bewertung von Stahlschrauben hinsichtlich der Einhaltung von Kundenspezifikationen. Die Kundenspezifikation schreibt die Messung in den Partikelgrößenklassen 100-200 [µm], 200-400 [µm] und  $\geq 400$  µm vor. Die Sauberkeitswerte sind bezogen auf n Schrauben anzugeben.

Aus Gründen der statistischen Mindestsicherheit sind mindesten drei Prüflose, die einer Verpackungseinheit zu entnehmen sind, zu untersuchen.

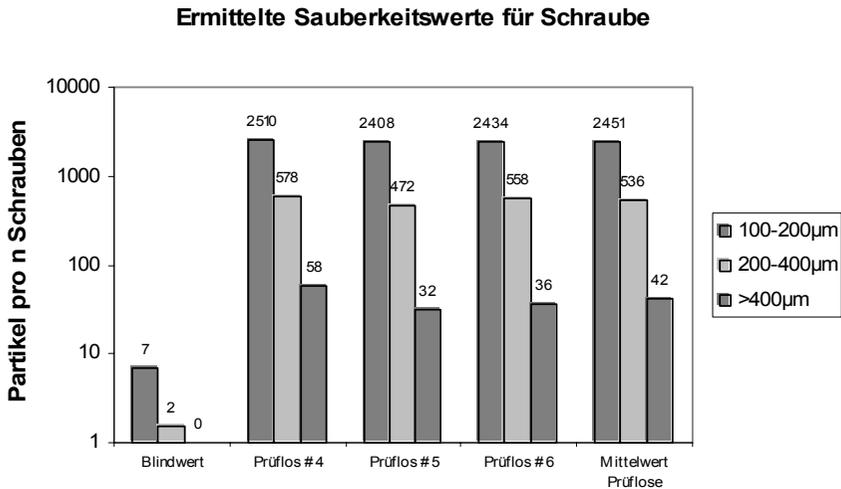
**Extraktionsbedingungen:** Schrauben dieser Größe sind weder von ihrer Handhabung noch von ihrer abzulösenden Partikelmenge dazu geeignet, als Einzelteile geprüft zu werden. Da es sich nicht um Gusswerkstücke handelt und auch keine Innenbereiche bei der Prüfung relevant sind, eignen sie sich gut für die Extraktion im Ultraschallbad. Als kompakte Bauteile, die den Ultraschall abschirmen, werden sie einlagig in einem Becherglas geprüft. Um Inhomogenitäten im Schallfeld auszugleichen, wird das Becherglas über eine Hubeinrichtung periodisch langsam auf und ab bewegt. Die Prüflosgröße beträgt jeweils n/2 Stück. Die Schrauben werden vor der Extraktion entmagnetisiert. Als Prüfflüssigkeit wird ein KW-Reiniger (AIII) ver-

wendet. Die weiteren Prüfparameter sind der Prüfspezifikation zu entnehmen.

**Analysebedingungen:** Da zur Bewertung der Sauberkeit Partikel ab 100 µm herangezogen werden und diese zur optischen Auswertung mit gutem Kontrast und räumlich voneinander getrennt auf dem Analysefilter vorliegen müssen, wird ein Polyestergewebe mit einer Maschenweite von 20 µm (Durchmesser 47 mm) eingesetzt. Dieses ist für den Großteil der Feinstpartikel durchlässig, die bei feineren Filtern den optischen Kontrast zwischen Partikeln und Filterhintergrund beeinträchtigen. Außerdem wurde zur Vermeidung von Koinzidenzen die Prüflosgröße (als Ergebnis der Qualifizierungsuntersuchungen) auf n/2 festgelegt. Zur Auswertung der Analysefilter wird ein Stereomikroskop mit Bildverarbeitung verwendet, dass Die Partikel automatisch erkennt und nach Größe klassifiziert. Die Beleuchtung erfolgt mittels Durchlicht.

## 2.2 Prüfbericht

### 2.2.1 Ergebnis der Prüfung



**Abbildung 1:** Partikelverteilung für drei Prüflose aus einer Verpackungseinheit

**Fazit:** Die drei Analysen zeigen ein vergleichbares Ergebnis. Dies spricht zum einen für ein homogenes Sauberkeitsniveau der untersuchten Schrauben; zum anderen für eine stabile Prüfprozedur.

### 2.2.2 Prüfprotokoll

**Verweis:** Prüfbedingungen, siehe Prüfspezifikation (unten).

<b>Blindwert – Partikelgrößenverteilung</b>			
Angabe pro n Schrauben			
Größenklasse	F-G	H	I-K
Intervall [ $\mu\text{m}$ ]	$100 \leq x < 200$	$200 \leq x < 400$	$x \geq 400$
Blindwert 1	5	2	0
Blindwert 2	9	1	0
Blindwert (Mittelwert)	7	2	0

<b>Analyseergebnis – Partikelgrößenverteilung</b>			
Angabe pro n Schrauben			
Größenklasse	F-G	H	I-K
Intervall [ $\mu\text{m}$ ]	$100 \leq x < 200$	$200 \leq x < 400$	$x \geq 400$
Prüflos #4	2510	578	58
Prüflos #5	2408	472	32
Prüflos #6	2434	558	36
Mittelwert Prüflose	2451	536	42

## 2.3 Prüfspezifikation

<b>Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)</b>	
<p><u>Bauteil:</u></p> <p>Zeichnungsnummer / Artikelnummer: XYZ</p> <p>Bezeichnung: Schrauben</p> <p>Material: Stahl</p> <p>Kontrollflächenangabe: gesamte benetzbare Oberfläche</p> <p>Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm<sup>2</sup>]: A<sub>c</sub> = --</p> <p>Benetztes Volumen pro Bauteil [cm<sup>3</sup>]: V<sub>c</sub> = --</p> <p>Prüflosgröße [-]: n/2 Bauteile</p> <p><u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> n Bauteile</p> <p><input type="checkbox"/> 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche</p> <p><input type="checkbox"/> 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen</p>	<p>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</p> <p><input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein</p> <p><input type="checkbox"/> Isolierung</p> <p><input type="checkbox"/> Demontage</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Entmagnetisierung (in geschlossener Verpackung)</p> <p><input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung</p> <p><u>Prüfumgebung bei der Extraktion:</u></p> <p><input type="checkbox"/> nicht definiert</p> <p><input type="checkbox"/> klimatisiert</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Reinraumklasse (ISO 14644 -1): 5</p> <p><u>Prüfumgebung bei der Analyse:</u></p> <p><input type="checkbox"/> nicht definiert</p> <p><input type="checkbox"/> klimatisiert</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Reinraumklasse (ISO 14644 -1): 8 (Analysefilter befindet sich in geschlossener Petrischale)</p>

<b>Prüflüssigkeit</b>	
Handelsname: HAKU 1025-920 Kaltreiniger	Hersteller : Chem. Werke Kluthe
<input type="checkbox"/> Wässriger Neutral-Reiniger <input checked="" type="checkbox"/> Lösemittel AIII <input type="checkbox"/> Sonstige              Menge [ml]: 900 je Prüflos	

## Ultraschallverfahren

### Ultraschalltechnik:

- Ultraschallbad  
 Sonotrode  
 sonstiges: mit Spezifikation

### Behältnis für Bauteil und/oder Prüfflüssigkeit:

- Ultraschallbad  
 Becherglas 500ml

Frequenz [kHz]: 35

Leistung [W/l]: 10

Zeit der US-Behandlung [min]: 15

### Volumina [ml]:

Insgesamt beschalltes Volumen [l]: 30  
 Prüfflüssigkeitsmenge [ml]: 500

Temperatur [°C]: Raumtemperatur

### Bauteilbewegung:

- Ja  Nein

Hub [mm]: 40

Oszillationsfrequenz [Hz]: 0,5

### Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:

Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: 300

Spritzeinrichtung : Laborspritzflasche

Anmerkungen Nachspülprozedur: --

## Analyseverfahren - Filtration

- Überdruck  Unterdruck

Kaskade:  Ja  Nein

### Eingesetzte Filter:

Anzahl: 1

Hersteller: Büttner

Bezeichnung: Sefar Petex

Material/Typ: Polyester 07-30/21/Gewebefilter

Größe [mm]: Ø47

Nominale Porengröße [µm]: 20

Betawert bei nominaler Porengröße: --

Farbe: weiß

Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]: Ø35 mm

### Nachspülflüssigkeit:

Bezeichnung: s. Prüfflüssigkeit

Hersteller: s. Prüfflüssigkeit

Menge [ml]: 100

### Nachbehandlungsflüssigkeit:

Bezeichnung: --

Hersteller: --

Menge [ml]: --

### Trocknungsart des Filters:

- Ofen  
 Umgebungsluft  
 Sonstiges

Exsikkator:  Ja  Nein

<b>Mikroskopische Analyse</b>	
Typ und Hersteller (optional): Zeiss SV 11, Bildverarbeitung Neurocheck  <u>Analyseablauf:</u> <input type="checkbox"/> manuell <input checked="" type="checkbox"/> automatisiert <input type="checkbox"/> Labormikroskop <input checked="" type="checkbox"/> Stereomikroskop <input type="checkbox"/> REM <input type="checkbox"/> Sonstige (mit Beschreibung)	<input checked="" type="checkbox"/> Durchlicht <input type="checkbox"/> Auflicht Vergrößerung:    50-fach Beschleunigungsspannung (nur REM) [kV] Datum der letzten Kalibrierung: # # #

**Verweis:** Die Zweifachprüfung eines Prüfloses lieferte bei der zweiten Analyse den Anteil von 0,07 der Größenverteilung der ersten und zweiten Analyse. Damit wurde gezeigt, dass die Extraktionsprozedur geeignet ist (der empfohlene Näherungswert für die Zweifachprüfung liegt bei  $\leq 0,3$ ). Der mikroskopisch ermittelte Blindwert der Prüfprozedur liegt unter 10 % des Mittelwertes der Sauberkeitswerte der Prüflose.

Die Qualifizierungsuntersuchungen sind in einem separaten Dokument einsehbar (nicht in diesem Bericht enthalten).

### 3            **Routineprüfung – Pleuel**

#### 3.1          **Zusammenfassung**

**Zielsetzung:** Bewertung von Pleuel hinsichtlich deren Gesamtverschmutzung. Es ist eine Standortbestimmung durchzuführen, die als Basis für Maßnahmen zur regelmäßigen Sauberkeitskontrolle und Sauberkeitsoptimierung dienen soll.

**Extraktionsbedingungen:** Sauberkeitskritische Bereiche dieser Bauteile sind die Lagersitze in den Pleuelaugen und die Gewinde für die Verschraubung auf der Kurbelwellenseite. Diese Bereiche werden gezielt mit einer Runddüse abgespritzt. Die unbearbeitete Guss Oberfläche wird mit einer Fächerdüse großflächig und schonend abgespült (Bei einer Prüfung im Ultraschallbecken bestände die Gefahr, dass im Verhältnis zu den kritischen Bereichen überproportional viele Partikel aus dieser unbearbeiteten Guss Oberfläche herausgelöst würden). Um Konservierungsmittel und Rückstände von Kühlschmiermittel sicher abreinigen zu können, wird ein KW-Reiniger (AIII) verwendet.

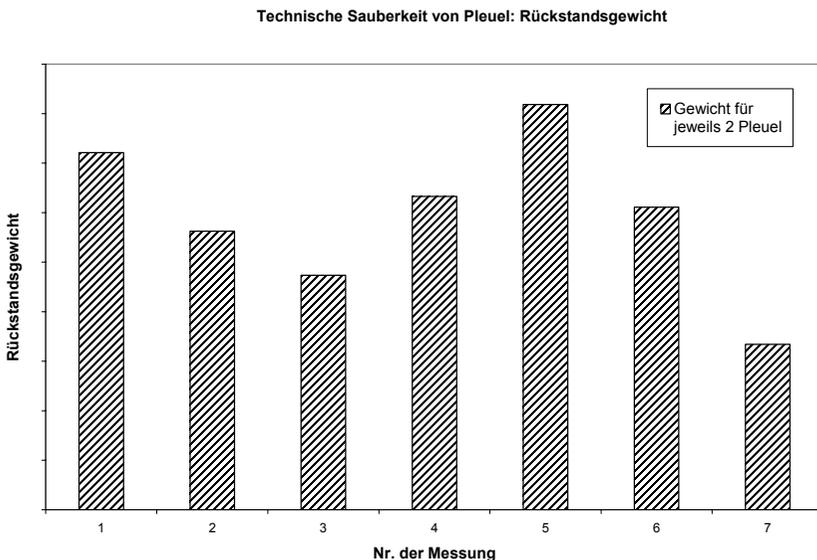
**Analysebedingungen:** Um Partikel einer relevanten Mindestgröße zu erfassen, werden Cellulosenitrat-Membranen mit einer Nennporengröße von 8 µm verwendet (Durchmesser 47 mm).

Für eine erste Standortbestimmung wird Gravimetrie als Analyseverfahren gewählt. Um ein Rückstandsgewicht zu erhalten, das deutlich oberhalb des Bereiches liegt, in dem sich Schwankungen des Ergebnisses durch Umgebungseinflüsse wie Luftfeuchtigkeit bemerkbar machen, werden jeweils zwei Pleuel zur Herstellung eines Analysefilters beprobt. Um zusätzliche Informationen zu erhalten, werden die Filter manuell unter dem Stereomikroskop begutachtet und das längste Partikel ermittelt, vermessen und dokumentiert.

### 3.2 Prüfbericht

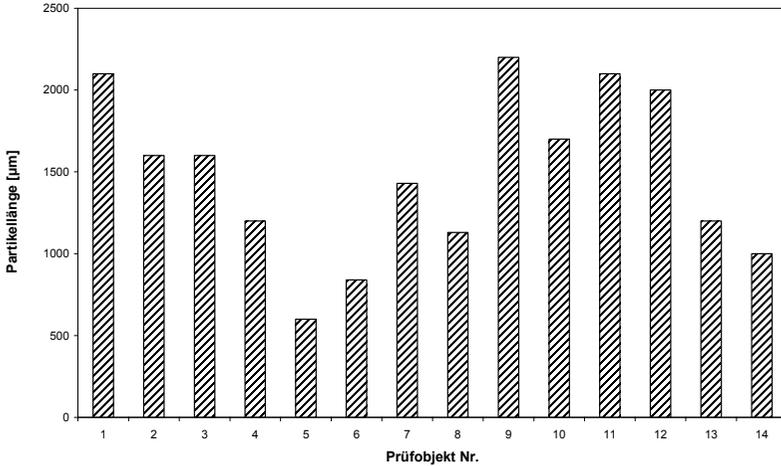
#### 3.2.1 Ergebnis der Prüfung

**Bemerkung:** Es wurden insgesamt 14 Pleuel analysiert, jeweils paarweise, so dass sich für die Gravimetrie sieben Messwerte ergeben, die im folgenden Diagramm zu sehen sind.



**Abbildung 1:** Rückstandsgewicht baugleicher Pleuel

### Technische Sauberkeit von Pleuel: längster Partikel



**Abbildung 2:** Längstes Partikel pro Bauteil

**Fazit:** Die visuelle Begutachtung der Analysefilter und die Messung des jeweils längsten Partikels zeigt das regelmäßige Vorkommen von Partikeln größer als 1 mm. Diese stammen, nach ihrer Form beurteilt, aus den Gewinden des unteren Pleuelauges.

### 3.2.2 Prüfprotokoll

**Verweis:** Prüfbedingungen, siehe Prüfspezifikation (unten).

**Längstes Partikel** Bauteil 1:  $X = 2100 \mu\text{m}$  Material: metallisch

**Längstes Partikel** Bauteil 2:  $X = 1600 \mu\text{m}$  Material: metallisch

...

**Längstes Partikel** Bauteil 14:  $X = 1000 \mu\text{m}$  Material: metallisch

Es wurden 14 Bauteile untersucht; die gesamten Ergebnisse sind der Grafik zu entnehmen.

Analyseergebnis – Gravimetrie *)														
Blindwert:	G = 0,4 mg (Durchschnittswert)													
Pleuel #	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Rückstandsgewicht pro Bauteil [mg]	G1/2	G1/2	G2/2	G2/2	G3/2	G3/2	G4/2	G4/2	G5/2	G5/2	G6/2	G6/2	G7/2	G7/2

\*) Hinweis: Daten sind verschlüsselt

### 3.3 Prüfspezifikation

Angaben zum Bauteil	
<p><u>Bauteil:</u></p> <p>Zeichnungsnummer / Artikelnummer: # # # #</p> <p>Bezeichnung: Pleuel</p> <p>Material: Stahlguss (bearbeitet)</p> <p>Kontrollflächenangabe: Gewinde, Lagersitze, ölführende Bohrungen</p> <p>Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm<sup>2</sup>]: A<sub>c</sub> = --</p> <p>Benetztes Volumen pro Bauteil [cm<sup>3</sup>]: V<sub>c</sub> = --</p> <p>Prüflosgröße [-]: 2</p>	<p><u>Sauberkeitsangabe erfolgt pro:</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Bauteil</p> <p><input type="checkbox"/> 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche</p> <p><input type="checkbox"/> 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen</p> <p><u>Verpackung ist zu mit zu prüfen:</u></p> <p><input type="checkbox"/> Ja    <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Vorbehandlung / Konditionierung:</u></p> <p><input type="checkbox"/> Ja    <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><input type="checkbox"/> Isolierung</p> <p><input type="checkbox"/> Demontage</p> <p><input type="checkbox"/> Entmagnetisierung</p> <p><input type="checkbox"/> Lokale Vorreinigung</p>

Prüfflüssigkeit	
Handelsname: Haku 1025 - 920	Hersteller : Kluthe
<input type="checkbox"/> Wässriger Reiniger	<input checked="" type="checkbox"/> Lösemittel A III
<input type="checkbox"/> Sonstige	Menge [ml]: 1120 pro Bauteil

## Spritzverfahren

<p><u>Spritzdruck</u> [bar]:</p> <p>Am Druckbehälter: 3,2</p> <p>Vor der Düse:--</p> <p><input type="checkbox"/> Spritzflasche</p> <p><u>Düsenspezifikation:</u></p> <p>Düsengeometrie: Runddüse und Fächerdüse; siehe Dokument XY</p> <p>Beschreibung: siehe Dokument XY</p> <p>Volumenstrom [ml/min]: 480</p>	<p>Zeit pro Kontrollfläche [s]: 120 pro Pleuel</p> <p>Spritzflüssigkeitsmenge [ml]: 960</p> <p><u>Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:</u></p> <p>Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: 160 (Bauteil), 480 (Spritzwanne)</p> <p>Spritzeinrichtung: Fächerdüse</p> <p><u>Anmerkungen Nachspülprozedur:</u></p> <p>Nach gezielter Beprobung mittels Runddüse, folgt Nachspülen der unbehandelten Gussflächen mittels Fächerdüse</p>
---	--

## Filtration

<p><input type="checkbox"/> Überdruck    <input checked="" type="checkbox"/> Unterdruck-Filtration</p> <p>Kaskade:        <input type="checkbox"/> Ja    <input checked="" type="checkbox"/> Nein</p> <p><u>Eingesetzte Filter:</u></p> <p>Anzahl: 1/Bauteil</p> <p>Hersteller: Schleicher &amp; Schüll</p> <p>Bezeichnung: AE 99 MF</p> <p>Material / Typ: Cellulosenitrat</p> <p>Größe [mm]: 47</p> <p>Nominale Porengröße [µm]: 8</p> <p>Betawert bei nominaler Porengröße:</p> <p>Farbe: weiß</p> <p>Effektiver Filtrationsdurchmesser - optional [mm]: 35</p>	<p><u>Nachspülflüssigkeit:</u> siehe Prüfflüssigkeit</p> <p>Bezeichnung: s. oben</p> <p>Hersteller: s. oben</p> <p>Menge [ml]: ca. 20</p> <p><u>Nachbehandlungsflüssigkeit:</u></p> <p>Bezeichnung: --</p> <p>Hersteller: --</p> <p>Menge [ml]: --</p> <p><u>Trocknungsart des Filters (optional):</u></p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Ofen</p> <p><input type="checkbox"/> Umgebungsluft</p> <p><input type="checkbox"/> Sonstiges</p> <p>Exsikkator: <input checked="" type="checkbox"/> Ja    <input type="checkbox"/> Nein</p>
--	---

<b>Gravimetrische Analyse</b>	
<u>Laborwaage (optional):</u>	<u>Waagenauflösung:</u>
Hersteller: Mettler Toledo	<input type="checkbox"/> +/- 0,1 mg
Fabrikat: AX 205	<input checked="" type="checkbox"/> +/- 0,01 mg
Datum der letzten Kalibrierung: 11/2003	<input type="checkbox"/> +/- 0,001 mg

<b>Mikroskopische Analyse</b>	
Typ und Hersteller: Zeiss SV 11 (optional)	<input type="checkbox"/> Durchlicht <input checked="" type="checkbox"/> Auflicht
<u>Analyseablauf:</u>	Vergrößerung: 10 bis 50-fach
<input checked="" type="checkbox"/> manuell <input type="checkbox"/> automatisiert	Beschleunigungsspannung (nur REM) [kV]
<input type="checkbox"/> Labormikroskop	Datum der letzten Kalibrierung: # # #
<input checked="" type="checkbox"/> Stereomikroskop	
<input type="checkbox"/> REM	
<input type="checkbox"/> Sonstige (mit Beschreibung)	

**Verweis:** Die Zweifachprüfung eines Prüfloses lieferte bei der zweiten Analyse den Anteil von 0,24 des Rückstandsgewichts der ersten und zweiten Analyse. Damit wurde gezeigt, dass die Extraktionsprozedur geeignet ist (der empfohlene Näherungswert für die Zweifachprüfung liegt bei  $\leq 0,3$ ). Der gravimetrisch ermittelte Blindwert der Prüfprozedur liegt unter 10 % des Mittelwertes der Sauberkeitswerte der Pleuel.

Die Qualifizierungsuntersuchungen sind in einem separaten Dokument einsehbar (nicht in diesem Bericht enthalten).

### K.3 Beispiel für einen Sonderfall – Pumpe

**Hinweis des TecSa-Konsortiums:** Die Ausnahme bestätigt die Regel. Deshalb wird abschließend an dieser Stelle ein Beispiel für einen Ausnahme- bzw. Sonderfall dargestellt.

#### 1 Zusammenfassung

**Ziel der Prüfung:** Für das Erzeugnis Pumpe soll die Prüfspezifikation ausgearbeitet und festgelegt werden.

##### 1.1 Abklinguntersuchungen

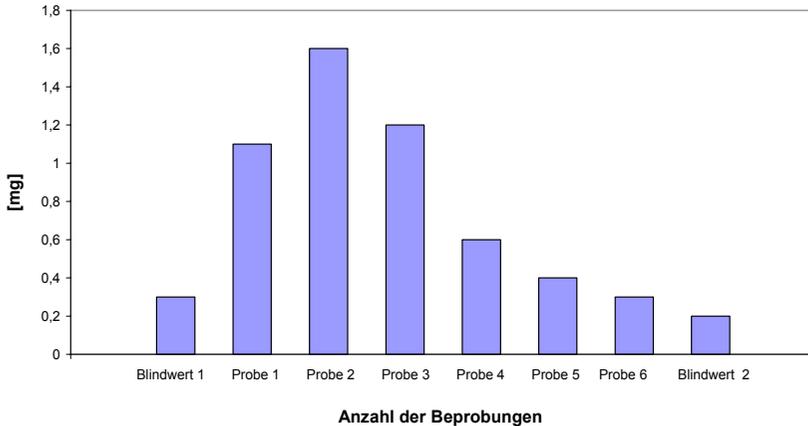
**Extraktionsbedingungen:** Da es sich um eine aktive Komponente handelt, wird das Prüfobjekt in einem Spülstand beprobt. Zur Beprobung wird die Pumpe aktiv betrieben und dadurch mit der Prüfflüssigkeit durchströmt. Als erste Näherung wird ein Volumen von 1000 ml Prüfflüssigkeit bei einem Volumenstrom von 400ml/min festgelegt.

Um eine ausreichende Menge von Partikeln zu sammeln, wird die Prüflosgröße zu 5 Einheiten festgelegt (Erfahrungswert). Es werden unmittelbar nacheinander fünf Pumpen beprobt und deren Partikelfracht gemeinsam auf einem Analysefilter zur Auswertung gesammelt.

**Analysebedingungen:** Die abströmseitig der Pumpe anfallende Analyseflüssigkeit wird über ein Polyamid-Gewebefilter (Nennporengröße 7 µm, Durchmesser 47 mm) filtriert. Nach der Beprobung aller fünf Einheiten des Prüfloses wird das Analysefilter zur Ermittlung des Sauberkeitwertes mittels einer 5-stelligen Waage gravimetrisch ausgewertet.

Die Prozedur wird sechs Mal an dem Prüflos durchgeführt. Vor der ersten und nach der letzten Beprobung wird der Blindwert ermittelt. Zur Blindwertermittlung wird die Extraktionsprozedur am Spülstand ohne Prüfobjekt durchgeführt.

## Ergebnis der Abklinguntersuchungen:



**Abbildung 1:** Rückstandsgewicht bei mehrmaliger Beprobung eines Prüfloses

Bei der mehrmaligen Beprobung des Prüfloses ist ein Aufklingen der Sauberkeitswerte zu beobachten. Dann stellt sich ein Abklingen der Partikel fracht ein.

Eine wahrscheinliche Ursache hierfür ist, dass durch den aktiven Betrieb der Pumpe, abgesehen von der fertigungsbedingten Partikel-Verunreinigung, zusätzliche Partikel generiert werden. Erst nach einer „Einlaufphase“ nähern sich die Sauberkeitswerte dem Blindwert an.

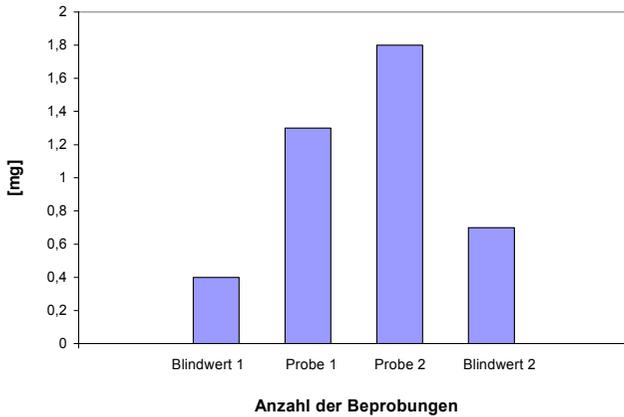
Das Abklingkriterium von  $\leq 10\%$  wird nach Beprobung #5 erreicht. Demnach müsste mit einer Menge von mindestens  $5 \cdot 1000$  ml pro Pumpe gespült werden, um möglichst alle nachweisbaren Partikel auf dem Analysefilter zu sammeln. Mit dem entsprechenden Analyseergebnis würden jedoch nicht nur Fertigungsrückstände sondern auch Abriebpartikel (betätigungsbedingt) nachgewiesen werden. Eine exakte Unterscheidung von Ursache bzw. Herkunft der Partikel auf dem Analysefilter (herstellungsbedingt/betriebsbedingt) ist nicht möglich.

In diesem Falle wird festgelegt, den Sauberkeitswert nach der ersten Beprobung als Basis zur Beurteilung der Sauberkeit des Produktes heranzuziehen.

## 1.2 Überprüfung der Routinebedingungen (Zweifachprüfung)

An einem weiteren, noch nicht beprobten Prüflos werden zwei Beprobungen unter den in 1.1 genannten Bedingungen durchgeführt.

### Ergebnis der Zweifachprüfung:



**Abbildung 2:** Rückstandsgewicht bei mehrmaliger Beprobung eines Prüfloses

Das Ergebnis der Zweifachprüfung deckt sich mit den Beobachtungen aus den Abklinguntersuchungen. Bei der zweiten Beprobung werden mehr Partikel von den Pumpen extrahiert, als bei der ersten Beprobung.

### Blindwert:

Nimmt man den Sauberkeitswert nach der ersten Prüfung (1,3 mg) als Basis zur Berechnung des zulässigen maximalen Blindwerts, so wird das Kriterium von  $\leq 10\%$  nicht erfüllt. Vor Beginn der Prüfung beträgt der Blindwert 0,4 mg; wobei nur 0,1 mg zulässig wären. Technisch ist es nicht praktikabel, den Blindwert der Prüfeinrichtung nennenswert zu senken. Die Erhöhung der Prüflosgröße auf das ca. Vierfache (ca. 20 Einheiten!) ist u.a. aus zeitlichen Gründen nicht erstrebenswert.

## Fazit:

Das Beispiel zeigt, dass in diesem Falle nicht eindeutig festgelegt werden kann, welcher Wert die Sauberkeit der Herstellung des Produktes am zutreffendsten beschreibt. Es wird zwangsläufig eine Prüfprozedur festgelegt, die die Qualifizierungskriterien der Richtlinie nicht zu erfüllen vermag. Aus funktionstechnischer Sicht bzw. Sicht des Endabnehmers wäre es eventuell sinnvoll, den Sauberkeitswert an den Erzeugnissen zu bestimmen, wenn sie die „Einlaufphase“ bereits absolviert haben. In diesem Falle tut sich allerdings ein weiterer qualifizierungstechnischer Konflikt auf:

Die Pumpen würden dann an dem Punkt auf Sauberkeit geprüft, der in **Abschnitt 1.1** sinngemäß dem Zustand nach der fünften oder sechsten Beprobung entspricht. In diesem Falle bzw. ab diesem „Startpunkt“ der Sauberkeitsuntersuchung könnte - bedingt durch den erzielten Sauberkeitsgrad der Prüfobjekte - kein Abklingen ermittelt werden. Sauberkeitswert und Blindwert wären nahezu identisch. Die in der Richtlinie formulierten Qualifizierungskriterien wären wiederum nicht anwendbar bzw. erfüllbar.

Zwischen zwei Parteien muss deshalb festgelegt werden, welche Prüfungsbedingungen angewendet werden sollen.

Es wäre auch in Erwägung zu ziehen, statt der gravimetrischen Analyse die empfindlichere mikroskopische Analyse einzusetzen. Ob dadurch eventuell die Prüfprozedur eindeutiger nach den Qualifizierungskriterien der Richtlinie gestaltet werden könnte, wäre praktisch zu untersuchen.

## 2 Prüfspezifikation

**Hinweis:** Nachfolgende Prüfspezifikation erfüllt nicht streng die Kriterien der Richtlinie. Die Sauberkeitsprüfung der betreffenden Objekte stellt einen - anhand von Qualifizierungsuntersuchungen - begründeten Sonderfall dar.

## Angaben zum Bauteil (Prüfobjekt)

### Bauteil:

Zeichnungsnummer / Artikelnummer: --  
 Bezeichnung: Pumpe  
 Material: keine Angabe  
 Kontrollflächenangabe: benetztes Volumen  
 Benetzte Oberfläche pro Bauteil [cm<sup>2</sup>]: Ac = --  
 Benetztes Volumen pro Bauteil [cm<sup>3</sup>]: Vc = --  
 Prüflosgröße [-]: 5

### Sauberkeitsangabe erfolgt pro:

- Bauteil  
 1000 cm<sup>2</sup> benetzte Oberfläche  
 100 cm<sup>3</sup> benetztes Volumen

### Verpackung ist zu mit zu prüfen:

- Ja  Nein

### Vorbehandlung / Konditionierung:

- Ja  Nein  
 Isolierung  
 Demontage  
 Entmagnetisierung  
 Lokale Vorreinigung

## Prüfflüssigkeit

Handelsname: Clenvex AS58

Hersteller : Fa. Castrol

- Wässriger Reiniger  Lösemittel  Sonstige

Menge [ml]: 1200

## Spülverfahren

- Überdruckspülstand   
 Unterdruckspülstand

### Prüfobjekttyp:

- passiv  
 aktiv nichtfördernd  
 aktiv fördernd

Externe Ansteuerung notwendig:

- Ja  Nein

Betätigungsfrequenz [Hz]: 3,3

Betätigungsdruck [bar]: < 3

### Spülstandeinstellungen:

Spüldruck [bar]:  
 Volumenstrom [ml/min]: 400  
 Prüfflüssigkeitsmenge [ml]: 1000

Spülzeit [s]: 150

Pulsation:  Ja  Nein

Pulsationsfrequenz [Hz]: --

Druckschwankungsbereich  $\Delta p$  [bar]: --

### Nachspülprozedur für Bauteil und Gerätschaften:

Menge Nachspülflüssigkeit [ml]: entfällt  
 Spritzeinrichtung: entfällt

Anmerkungen Nachspülprozedur: --

<b>Filtration</b>	
<input type="checkbox"/> Überdruck <input checked="" type="checkbox"/> Unterdruck-Filtration Kaskade: <input type="checkbox"/> Ja <input checked="" type="checkbox"/> Nein <u>Eingesetzte Filter:</u> Anzahl: 1 Hersteller: SEFAR AG Bezeichnung: Sefar Nitex 03-7/2 Material / Typ: Nylon-Gewebe (Polyamid) Farbe: weiß Größe [mm]: 47 mm Nominale Porengröße [µm]: 7 Betawert bei nominaler Porengröße: -- Effektiver Filtrationsdurchmesser [mm]: 41,5 Menge Analyseflüssigkeit [ml]: 1000	<u>Nachspülflüssigkeit:</u> Bezeichnung: Clenvex AS58 Hersteller: Fa. Castrol Menge [ml]: 200 <u>Nachbehandlungsflüssigkeit:</u> Bezeichnung: -- Hersteller: -- Menge [ml]: -- <u>Trocknungsart des Filters:</u> <input checked="" type="checkbox"/> Ofen <input type="checkbox"/> Umgebungsluft <input type="checkbox"/> Sonstiges Exsikkator: <input checked="" type="checkbox"/> Ja <input type="checkbox"/> Nein

<b>Gravimetrische Analyse</b>	
<u>Laborwaage (optional):</u> Hersteller: keine Angabe Fabrikat: keine Angabe Datum der letzten Kalibrierung:###	<u>Waagenauflösung:</u> <input type="checkbox"/> +/- 0,1 mg <input checked="" type="checkbox"/> +/- 0,01 mg <input type="checkbox"/> +/- 0,001 mg

### 3 Qualifizierungsuntersuchungen

#### 3.1 Abklinguntersuchungen

<b>Gravimetrie</b>							
Pos.	Beprobung	#1	#2	#3	#4	#5	#6
1	Sauberkeitwert [mg]	1,1	1,6	1,2	0,6	0,4	0,3
2	Sauberkeitwert kumuliert [mg]	1,1	2,7	3,9	4,5	4,9	5,2
3	Verhältnis [%]	100	60	31	13	8	6
4	Verhältnis ≤ 10 % erreicht: <input checked="" type="checkbox"/> Ja    (nach Beprobung #5) <input type="checkbox"/> Nein						

### 3.2 Überprüfung der Routinebeprobungsbedingungen (Zweifachprüfung)

**Hinweis:** Als repräsentativer Sauberkeitswert wird in diesem Fall der Sauberkeitswert nach Beprobung #1 festgelegt. Dieser dient als Basis zur Berechnung des maximal zulässigen Blindwerts.

Blindwert							
Sauberkeitswert für Bauteil			Max. zul. Blindwert		Ermittelter Blindwert		Blindwert i. O.?
Größe [µm]	Max. Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	Anzahl	Rückstand [mg]	
--	--	1,3	--	0,1	--	0,4	nein

Zweifachprüfung							
Größenintervall [µm]:				Gravimetrie			
Pos.	Prüfung	#1	#2	Pos.	Prüfung	#1	#2
1	Sauberkeitswert [Anzahl]	--	--	1	Sauberkeitswert [mg]	1,3	1,8
2	Verhältnis #2/(#1 + #2)	--	--	2	Verhältnis #2/(#1 + #2)	--	0,58

## **Qualitätsmanagement in der Automobilindustrie**

Den aktuellen Stand der veröffentlichten VDA-Bände zum Qualitätsmanagement in der Automobilindustrie (QAI) finden Sie im Internet unter <http://www.vda-qmc.de>.

Auf dieser Homepage können Sie auch direkt bestellen.

Bezug:

**Verband der Automobilindustrie e.V. (VDA)**

**Qualitätsmanagement Center (QMC)**

D-61440 Oberursel, An den Drei Hasen 31

Telefax (0 6171) 9122-14

# VDA

Verband der  
Automobilindustrie

## QMC

Qualitäts Management Center

### Aus der Praxis für die Praxis

Publikationen

Tagungen

Aus- und Weiterbildung

Zertifizierungs-  
überwachung

Trainings ■ Seminare  
Beratung ■ Workshops  
Networking ■ Kooperationen

Mit seinem 2001 gegründeten Schulungszentrum, dem Institut für Qualität (InQ), vermittelt das Qualitäts Management Center (VDA-QMC) fundiertes Know-how im gesamten Bereich der Qualität der Automobilindustrie.

Im Mittelpunkt steht der Transfer des umfangreichen Qualitäts-Know-hows zu den Anwendern.