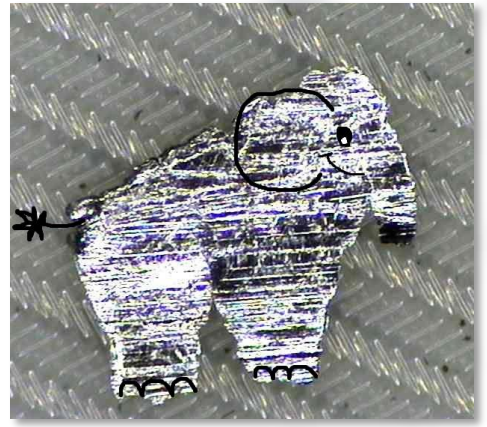


REVISION VDA 19.1

3. EDITION, FEB. 2026

Analyseverfahren Teil 1:

Gravimetrie & Lichtmikroskopie

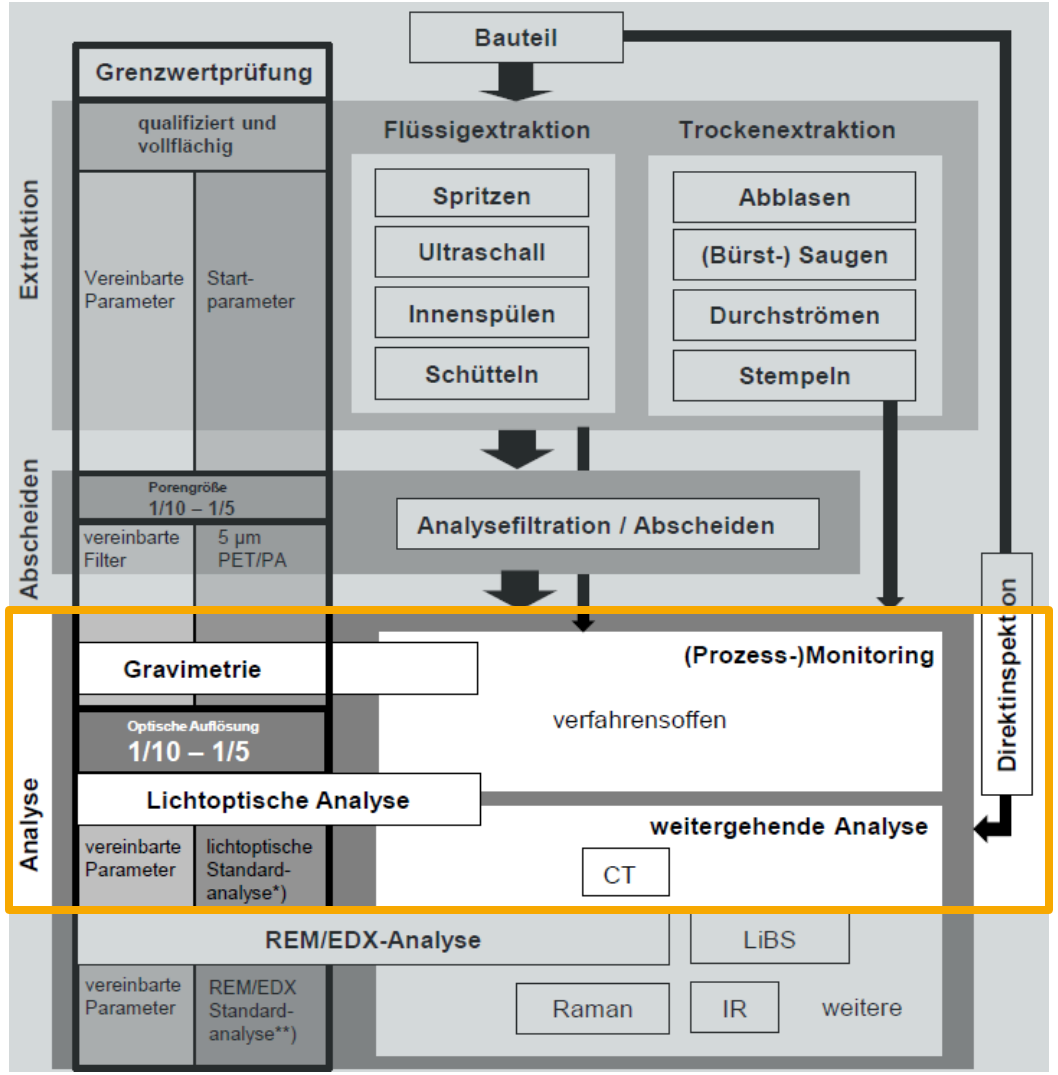


Nils Rotthowe

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Wo innerhalb einer Sauberkeitsanalyse sind wir?



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

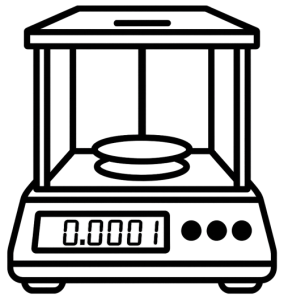
Inhalt

Gravimetrie
Mikroskopie – Standardanalyse
Mikroskopie – freie Analyse
Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

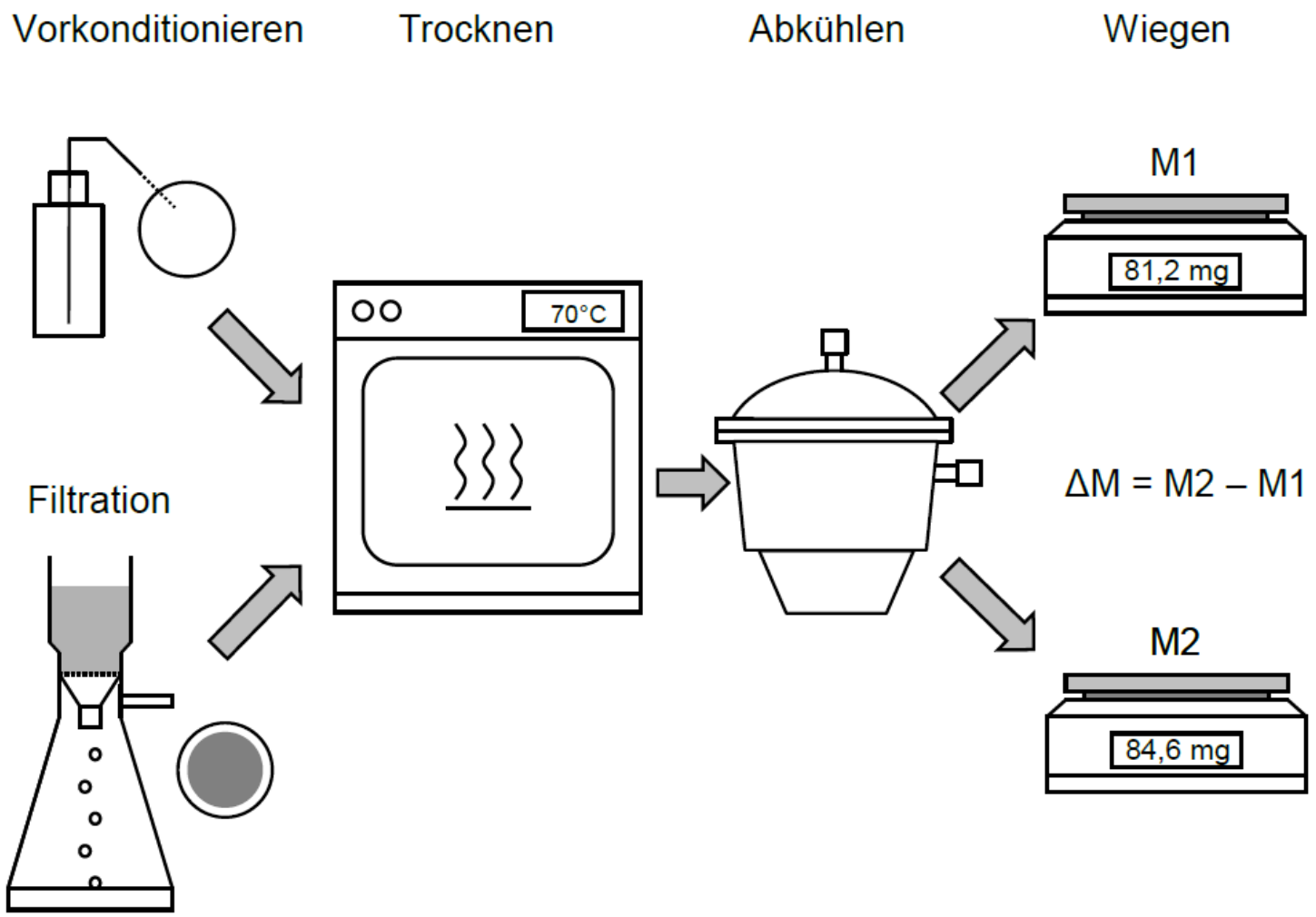
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

- Motivation: Gesamtmasse der vom Prüfobjekt extrahierten Partikel sind ein integrales Maß für die Verschmutzung
- Gutes Indiz für Sauberkeitszustand stark verschmutzter Bauteile (Rückstandsgewicht > 3 mg) bei überschaubaren kosten
- Reproduzierbare Messergebnisse bei geringem Verschmutzungsgrad (Rückstandsgewicht < 3 mg) mit hohem technischem Aufwand verbunden
- **Keine Information über Dimension oder Material der Partikel**



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

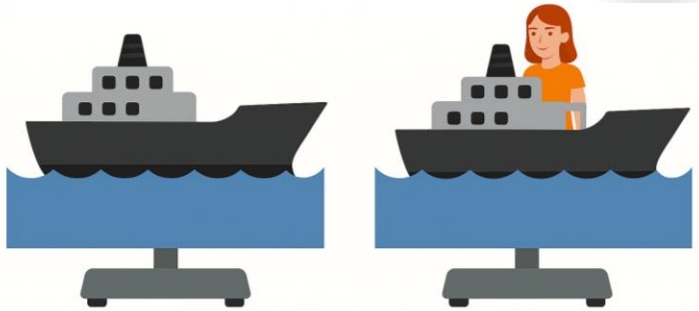
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie:

NEW

- *„Fallen und Stempel sind nicht für eine gravimetrische Analyse vorgesehen, können aber dafür eingesetzt werden, wenn deren Eignung dafür entsprechend überprüft wurde.“*
- **Problem**: Reproduzierbares Tara-Gewicht nur sehr schwer zu erreichen
  - m(Falle/Stempel) >> m(Rückstandsgewicht)
  - Umwelteinflüsse nur schwer kontrollierbar
    - Aufnahme von Luftfeuchtigkeit der Kartonage
    - Vertauschen zweier Deckel
    - Viele Möglichkeiten für weitere Kontaminationen
    - Kein hohes Rückstandsgewicht zu erwarten da Sedimentationsfläche relativ klein



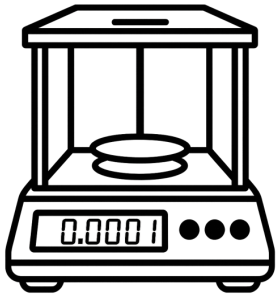


Fallen und Stempel sind allgemein ungeeignet für eine gravimetrische Analyse

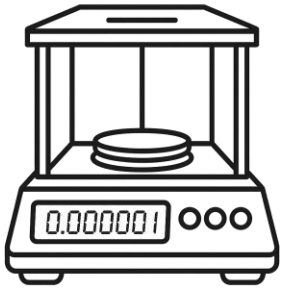
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie:



- Für Rückstandsgewicht > 10 mg
- Keine Klimakontrolle notwendig



- Für Rückstandsgewichte > 3 mg
- Klimakontrolle wird empfohlen



- Prüfung von Sauberkeitsgrenzwerten zwischen 1 – 10 mg unter bestimmten Umständen erlaubt

- Für Rückstandsgewichte > 1 mg
- Klimakontrolle vorgeschrieben

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie:

A 8.2.1 Untere Nachweisgrenze der gravimetrischen Analyse

Tabelle 8-2: Untere Nachweisgrenze der gravimetrischen Analyse

Ablesbarkeit der Waage	vierstellig	fünfstellig
	0,0001 g = 0,1 mg	0,00001 g = 0,01 mg
untere Nachweisgrenze	1 mg	0,1 mg
einzuhaltendes Blindwertkriterium (max. 10 % des Rückstandsgewichts)	1 mg	0,1 mg
nachweisbares Rückstandsgewicht M (Sauberkeitsprüfung)	10 mg	1 mg
Anforderung an die Umgebungsbedingungen	keine	feuchtekontrolliert

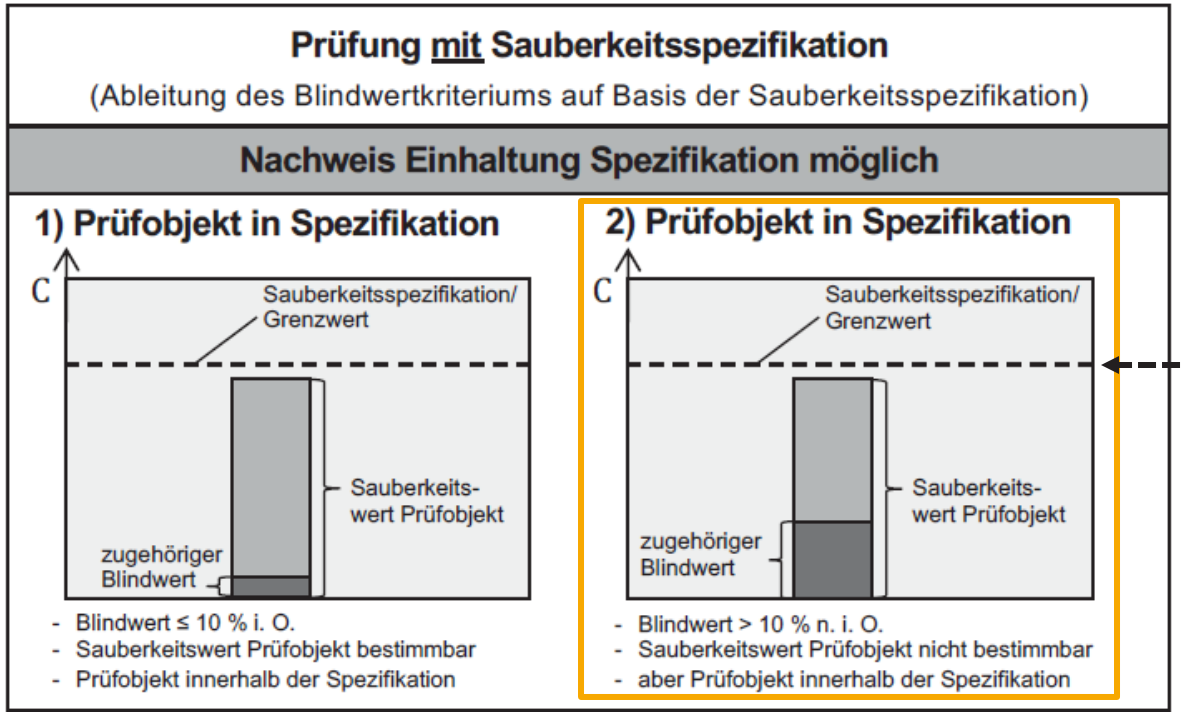
Empfehlungen für Sauberkeitsgrenzwerte (Gravimetrie) < 1 mg

→ **10 Bauteile im Los auf einem Filter**

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Prüfung grav. Sauberkeitsgrenzwerte von 1 – 10 mg mit 4-stelliger Waage



Bewertung der Sauberkeitsspezifikation möglich wenn:

$1 < m_{GW} < 10\ mg\ \&\ m_{mess} < m_{GW}$

Mit:

$m_{mess} = m_{Rückstand} + m_{BW}$

$m_{BW} > 0{,}1 \times m_{mess}$

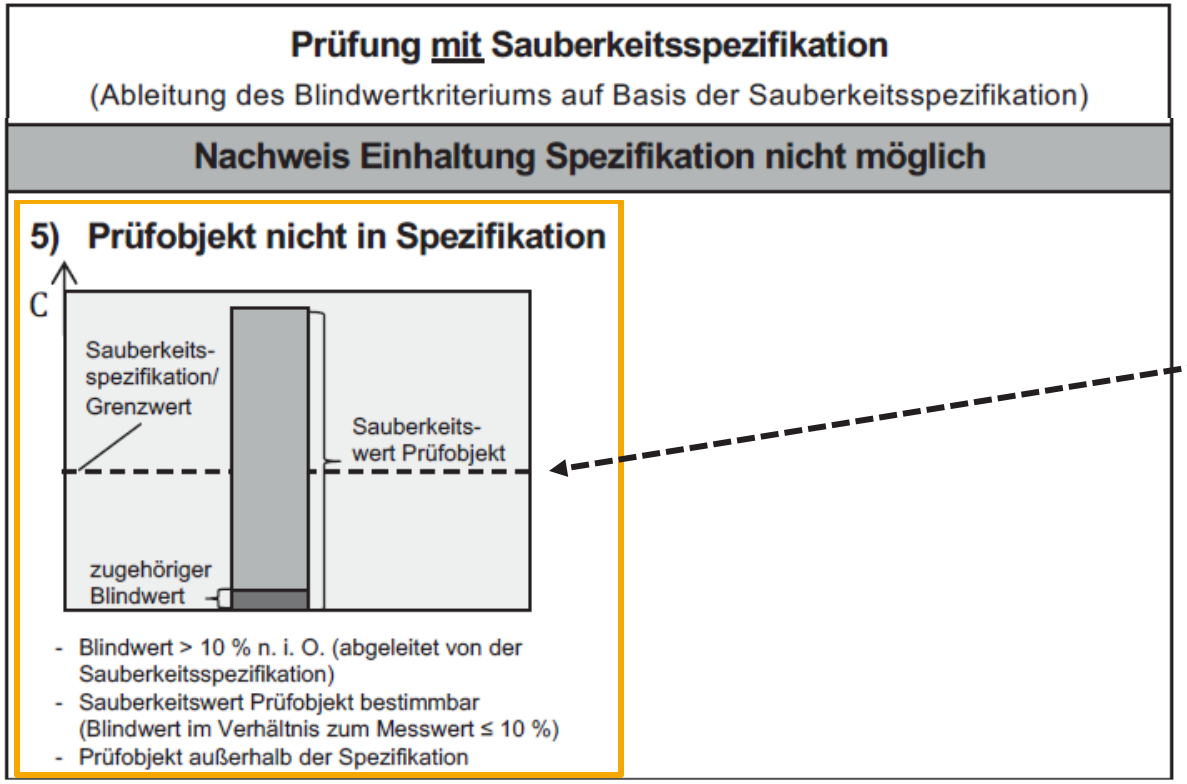
Bei:

$m_{BW} \geq m_{Nachweisgrenze}$

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Prüfung grav. Sauberkeitsgrenzwerte von 1 – 10 mg mit 4-stelliger Waage



Bewertung der Sauberkeitsspezifikation möglich wenn:

$1 < m_{GW} < 10\ mg\ \&\ m_{mess} > m_{GW}$

Mit:

$m_{mess} = m_{Rückstand} + m_{BW}$

$m_{BW} < 0{,}1 \times m_{mess}$

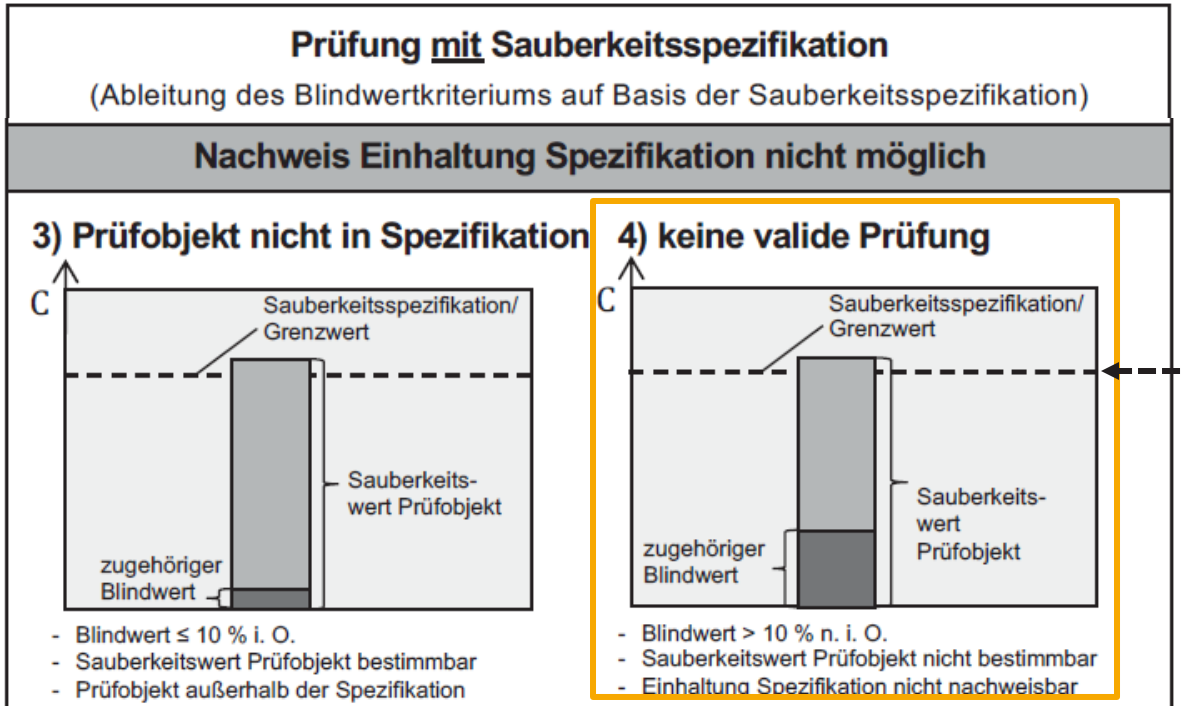
Trotz:

$m_{BW} \geq m_{Nachweisgrenze}$

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Prüfung grav. Sauberkeitsgrenzwerte von 1 – 10 mg mit 4-stelliger Waage



Bewertung der Sauberkeitsspezifikatio **NICHT** möglich wenn:

$1 < m_{GW} < 10$ mg & $m_{mess} > m_{GW}$

Mit:

$m_{mess} = m_{Rückstand} + m_{BW}$

$m_{BW} > 0{,}1 \times m_{mess}$

Da:

$m_{BW} \geq m_{Nachweisgrenze}$

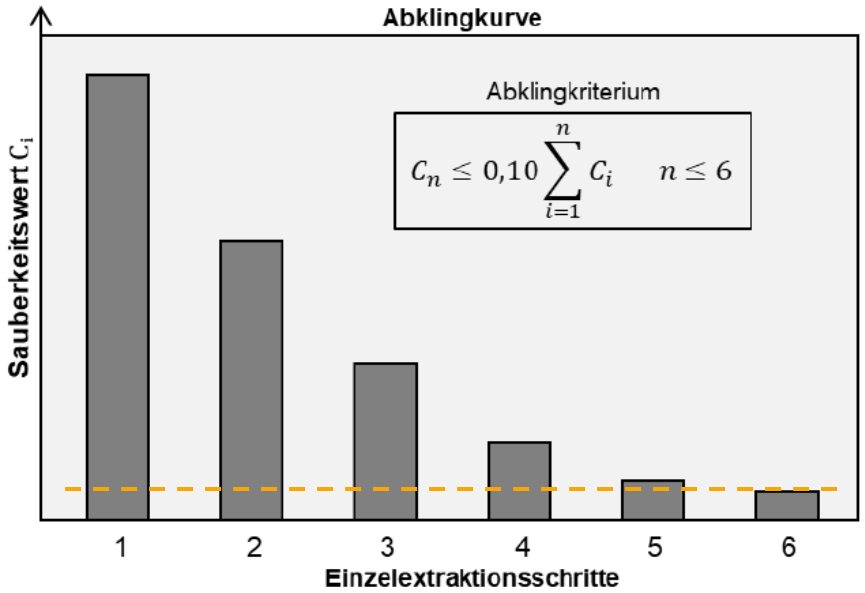
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Hinweis Gravimetrie in der Abklingmessung

Die VDA 19.1 Stand 2025 bleibt wage hinsichtlich nachzuweisendem Rückstandsgewicht und Abklingmessung

Muss auch im 6. Schritt der Messwert ≥ 10x BW sein?
(siehe Fallbeispiel: 12.4 Hydraulik-Zylinder)



Gleichmäßiges Abklingen & 10 % Kriterium erreicht in Schritt 6

- Rückstandsgewicht im ersten Schritt:
  - 4-stellige Waage: ≥ 23 mg
  - 4-stellige Waage + „Praxiskompromiss“: : ≥ 7 mg
  - 5-stellige Waage: ≥ 2,3 mg

Gravimetrie und Abklingmessung sind u.U. schlecht kombinierbar

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1

Gravimetri

12.4 Beispiel 3 – Hydraulikzylinder

Die VDA 19. chtlich
nachzuweise Abklingme

Muss auch i V sein?



Abkling-messung	Rückstandgewicht in mg	
	Waage abgelesen	korrekt angegebener Messwert
Extraktion 1	2,4	3
Extraktion 2	0,6	< 1
Extraktion 3	0,3	< 1
Extraktion 4	0,5	< 1
Extraktion 5	0,2	< 1
Extraktion 6	0,4	< 1

Kriterium erreicht in Schritt 6



rsten Schritt:
23 mg
„Praxiskompromiss“: : ≥ 7 mg
2,3 mg

Gravimetrie und Abklingmessung sind u.U. schlecht kombinierbar

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie:

- „Die relative Luftfeuchtigkeit sollte zwischen 45 und 60 % betragen.“
- -
- Hinweis zur Trocknung entfällt

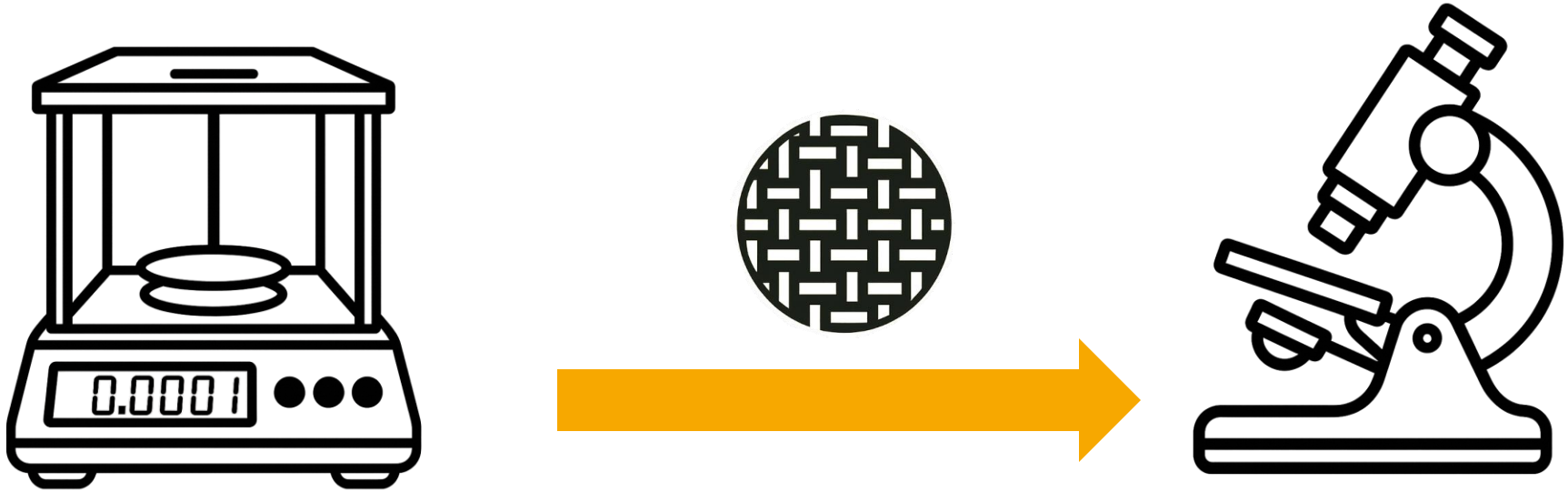


- Nur noch Hinweis zur Kontrolle
- „..bei höheren Rückstandsgewichten kann unter Umständen auf eine Vorkonditionierung verzichtet werden“
- „Bei Filtertrocknung via Heizplatte oder im Vakuum entfällt das Abkühlen im Exsikkator“

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



- Gravimetrie
- **Mikroskopie – Standardanalyse**
- Mikroskopie – freie Analyse
- Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

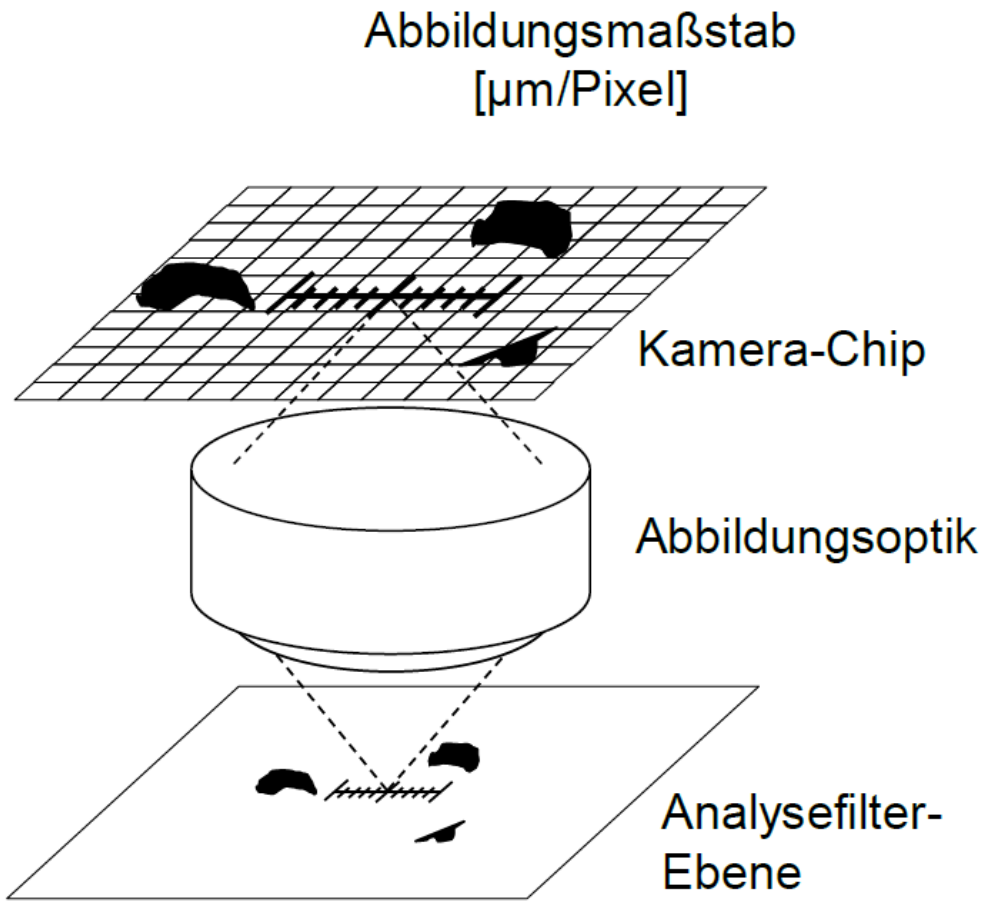
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

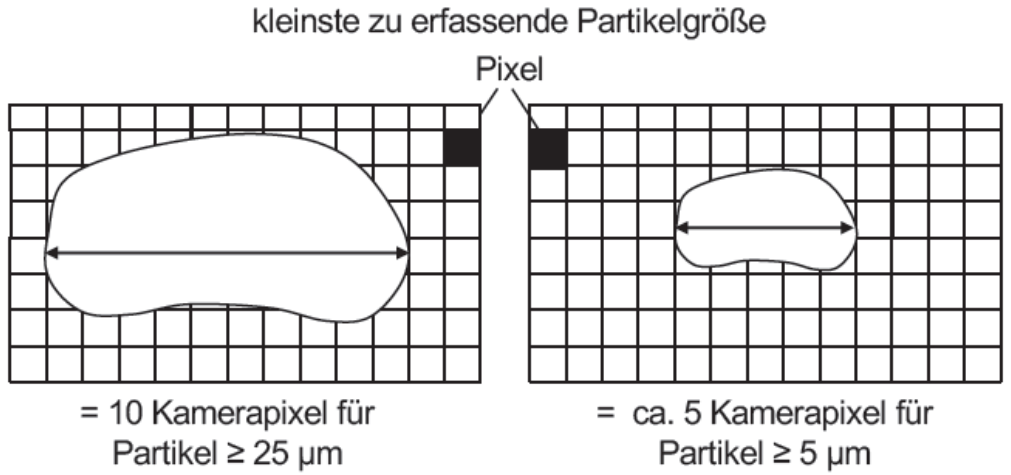
- Motivation:
  - Ermittlung der Anzahl und Größe (Länge) der extrahierten Partikel
  - Grundlegende Kategorisierung nach Schädigungspotential: metallisch (glänzend), nicht-metallisch (glänzend) & Fasern
- Tatsächliche Ermittlung des Sauberkeitszustands
- Vorbereitung für weitere Analytik
- Grundlage der Sauberkeitsprüfung ⟷ Kontrolle von Grenzwerten
- Vorausgesetzt die Extraktion ist qualifiziert → Abklingmessung erfolgreich

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie:





Für einen 50 µm gilt:

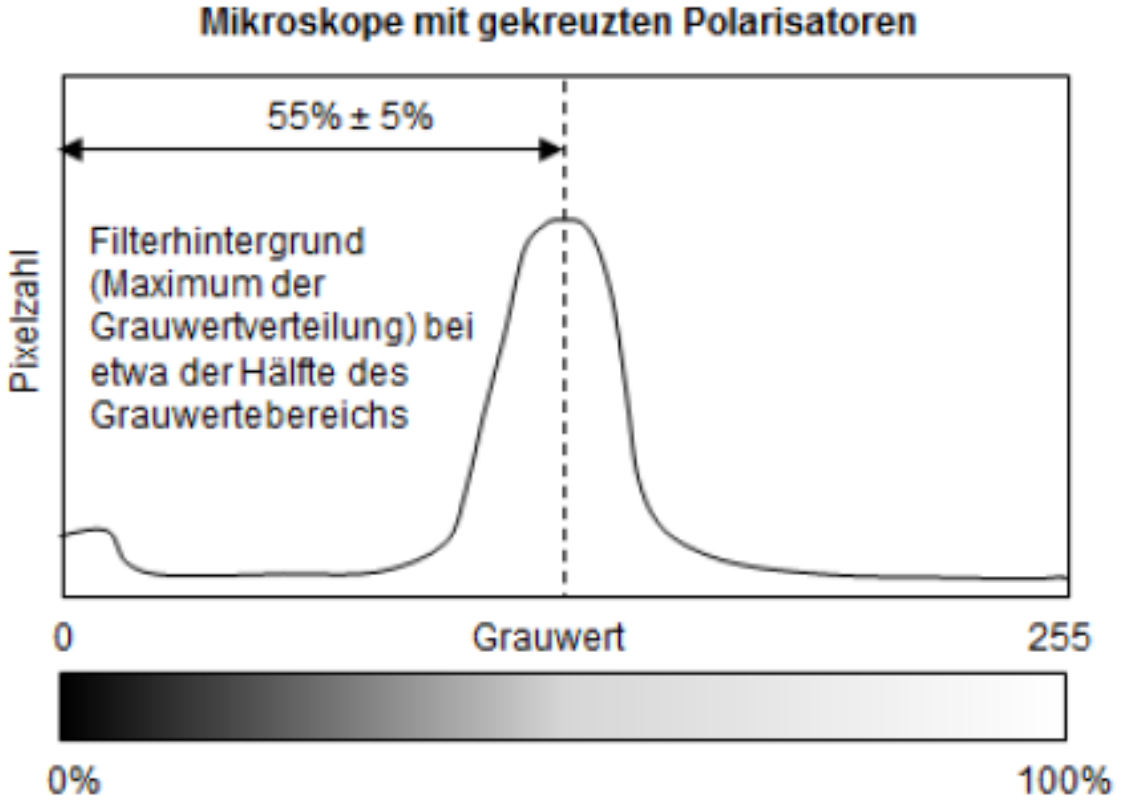
Abbildungsmaßstab = 5 µm/pixel

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie:

- Wann wird ein Partikel als Partikel erkannt?
  - Unterteilung des Filters in Graustufen
  - Definition des Filterhintergrundes bei 55 % ± 5 %



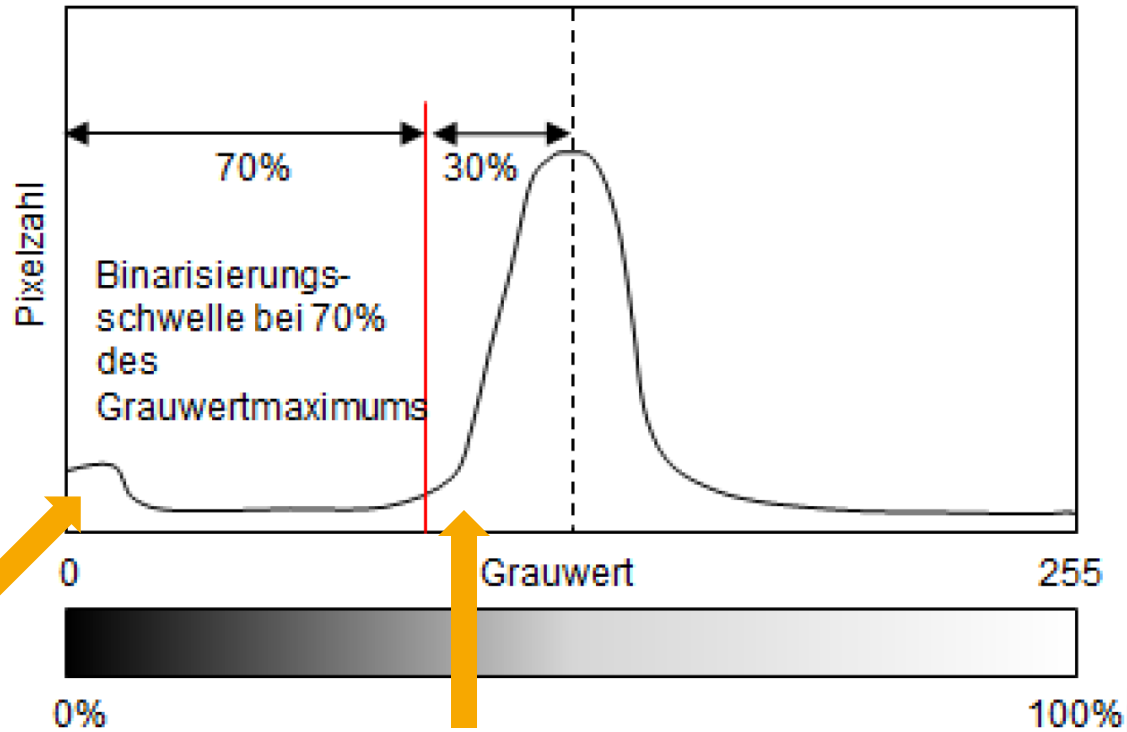
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

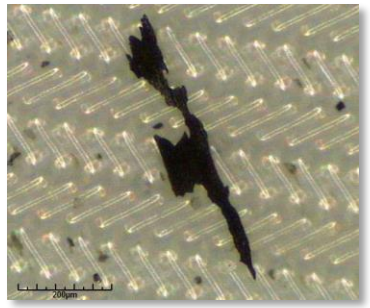
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie:

- Wann wird ein Partikel als Partikel erkannt?
  - Unterteilung des Filters in Graustufen
  - Definition des Filterhintergrundes bei 55 % ± 5 %
  - Binarisierungsschwelle bei 70 % des Filterhintergrunds

Diese Parameter müssen bei jeder Standardanalyse gleich sein!







© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

Der Anspruch der Standardanalyse



Vergleichbarkeit
von
Analyseergebnissen



- Sichere Detektion und Vermessung von Partikel ≥ 50 µm
- Filterbelegung, die eine Überlappung von Partikeln verhindert
- Einsatz von geschultem Personal
- Qualifiziertes und vollflächiges Extraktionsverfahren
- Unabhängigkeit von eingesetztem Material und angelegten Parametern
- Keine Abstimmung innerhalb des Kunden-Lieferanten-Verhältnisses nötig

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter

Erschwert u.U. Gravimetrie da hygroskopisch

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



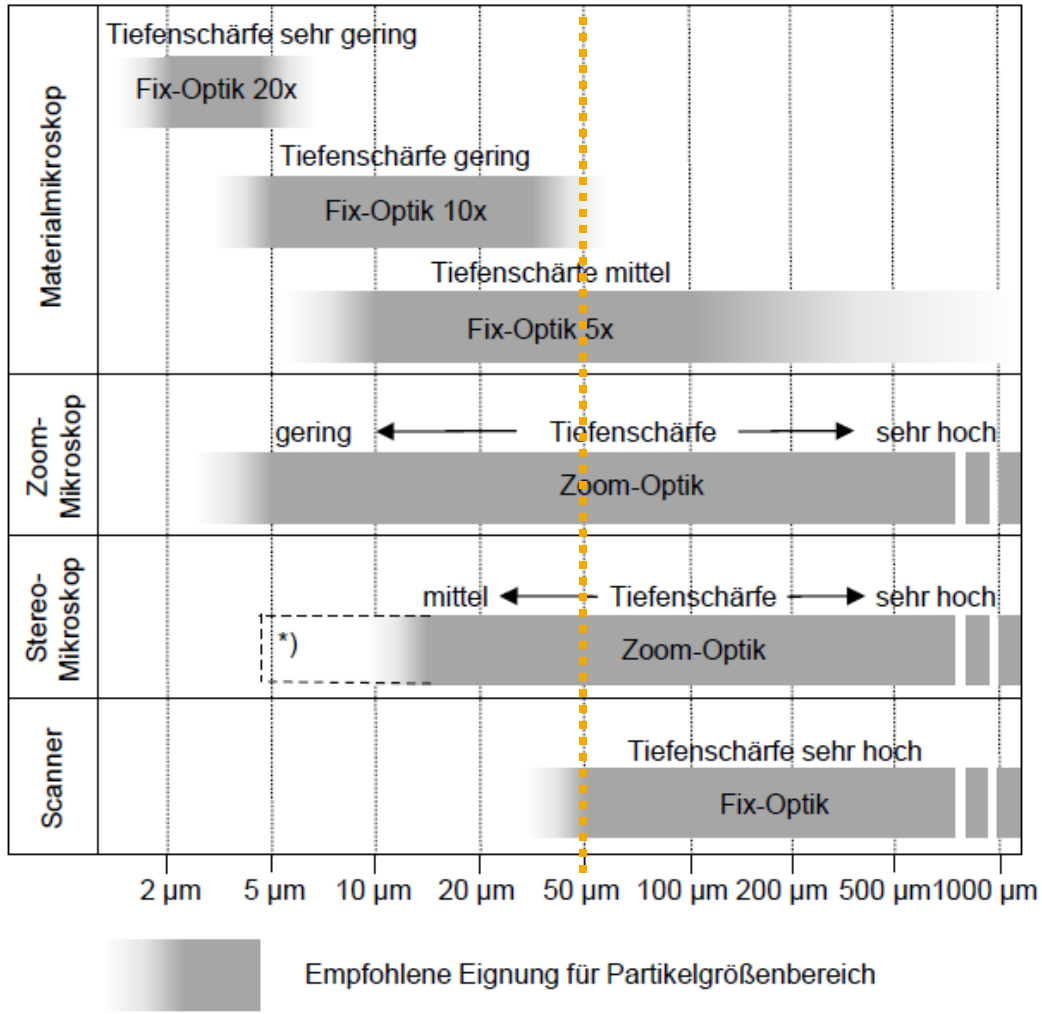
- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner im Auflicht-Modus
  - 5 µm/px

Weitere Varianten → Freie Analyse

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner im Auflicht-Modus
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite (optional)

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden

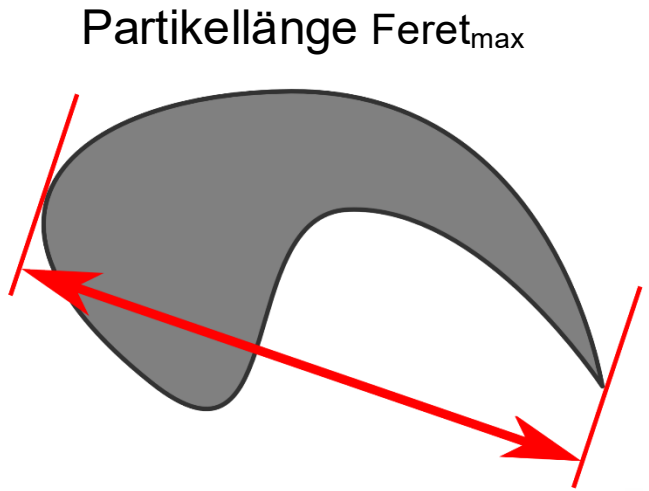


© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
  - Länge wird über $Feret_{max}$ definiert

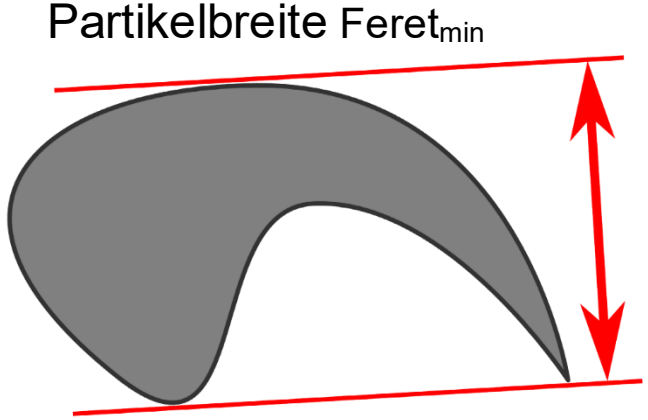


© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
  - Länge wird über $Feret_{max}$ definiert
  - Breite wird über $Feret_{min}$ definiert



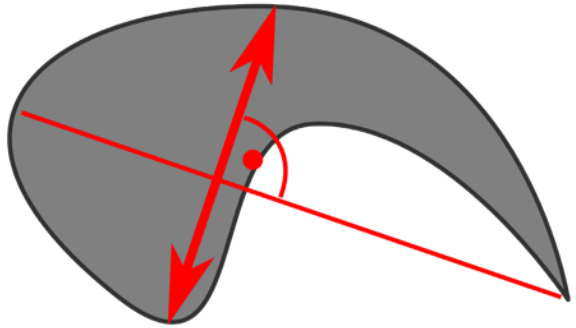
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
  - Länge wird über $Feret_{max}$ definiert
  - Breite wird über $Feret_{min}$ definiert
    - Alternative im Rahmen der freien Analyse
      - Senkrechter Schnitt

Partikelbreite Senkrechter Schnitt



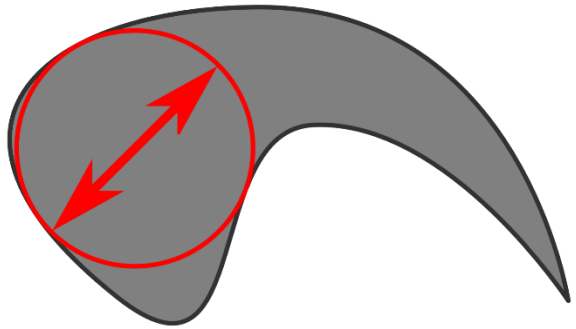
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
  - Länge wird über $Feret_{max}$ definiert
  - Breite wird über $Feret_{min}$ definiert
    - Alternative im Rahmen der freien Analyse
      - Maximaler Inkreis

Partikelbreite Maximaler Inkreis



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner im Auflicht-Modus
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite (optional)
  - Typisierung:
    - Fasern neues Faserkriterium!

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Faserdefinition

- Option 1 (maximaler Inkreis):
  - nicht metallisch glänzend (siehe Kapitel 8.2.2.1.4)
  - gestreckte Länge/maximaler Inkreis > 20 und
  - Breite gemessen über maximalen Inkreis ≤ 50 µm (siehe Abbildung 8-27)
- Option 2 (mittlerer Inkreis):
  - nicht metallisch glänzend (siehe Kapitel 8.2.2.1.4)
  - gestreckte Länge/mittlerer Inkreis > 20 und
  - Breite gemessen über mittleren Inkreis ≤ 50 µm (siehe Abbildung 8-27)

NEW

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Faserdefinition

- Option 1 (maximaler Inkreis):
  - nicht metallisch glänzend (siehe Kapitel 8.2.2.1.4)
  - gestreckte Länge/maximaler Inkreis > 20 und
  - Breite gemessen über maximalen Inkreis ≤ 50 µm (siehe Abbildung 8-27)
- Option 2 (mittlerer Inkreis):
  - nicht metallisch glänzend (siehe Kapitel 8.2.2.1.4)
  - gestreckte Länge/mittlerer Inkreis > 20 und
  - Breite gemessen über mittleren Inkreis ≤ 50 µm (siehe Abbildung 8-27)

NEW

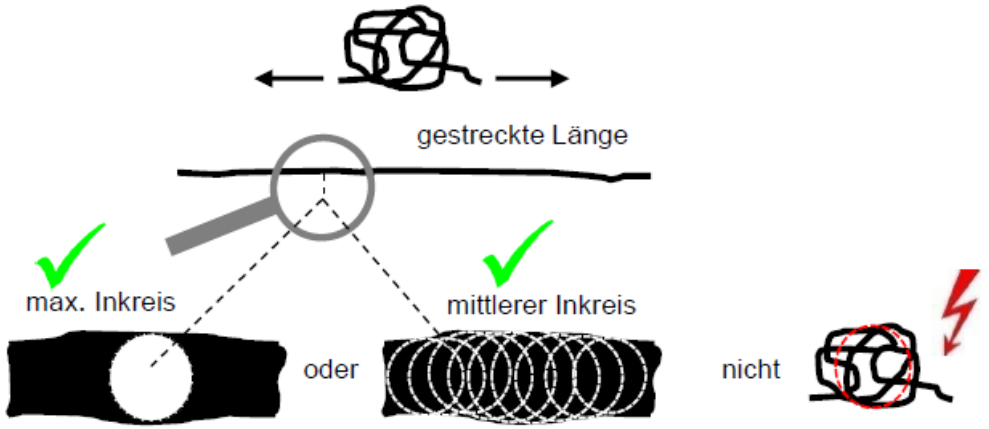


Abbildung 8-6: Typisierung von Fasern

- „Glättet“ Fasern mit „Beule“ oder anhaftendem Partikel
- Mehr Partikel werden zu Fasern umtypisiert
- Updates der Mikroskopiesoftware notwendig

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Hinweise zu Fasern & zur Faserdefinition

- „Die Faserdefinition soll zur Vorselektion von nahezu unvermeidbaren Textilfasern dienen, nicht jedoch zur sicheren Erfassung von Fasermaterialien aus Werkstücken oder Fertigungsprozessen, wie Glasfasern oder Carbonfaser.“

- „(Textil-)Fasern können im Herstellungsprozess von Bauteilen oder deren logistischer Kette nahezu nicht vermieden oder definiert beherrscht werden. **Bei der Erstellung von Sauberkeitsgrenzwerten mit Faseranforderungen muss man sich der enormen Aufwände bewusst sein, die damit verbunden sind** ….“

- „Ist für eine Anwendung nicht eine einzelne Faser funktionskritisch, es soll aber die Gesamtmenge von Fasern reglementiert werden, […], so ist dabei Folgendes zu beachten: **Die Vorgabe von zulässigen Längen von einzelnen Fasern ist wenig sinnvoll, da es keinen Prozess bei der Herstellung gibt, der es ermöglicht, die Länge von Textilfasern zu beherrschen oder deren Freisetzung größenabhängig zu begrenzen** . Es kann aber durch den Schutz von Bauteilen der Gesamtfasereintrag begrenzt werden.“
- „Ein gutes Maß, eine solche Gesamtfaserbelastung zu beschreiben, ist die Gesamtfaserlänge, d.h. **die Summe der gestreckten Längen aller Fasern** auf einem Bauteil bzw. Analysefilter“

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Hinweise zu Fasern & zur Faserdefinition

- „Ein gutes Maß, eine solche Gesamtfaserbelastung zu beschreiben, ist die Gesamtfaserlänge, d.h. **die Summe der gestreckten Längen aller Fasern** auf einem Bauteil bzw. Analysefilter“

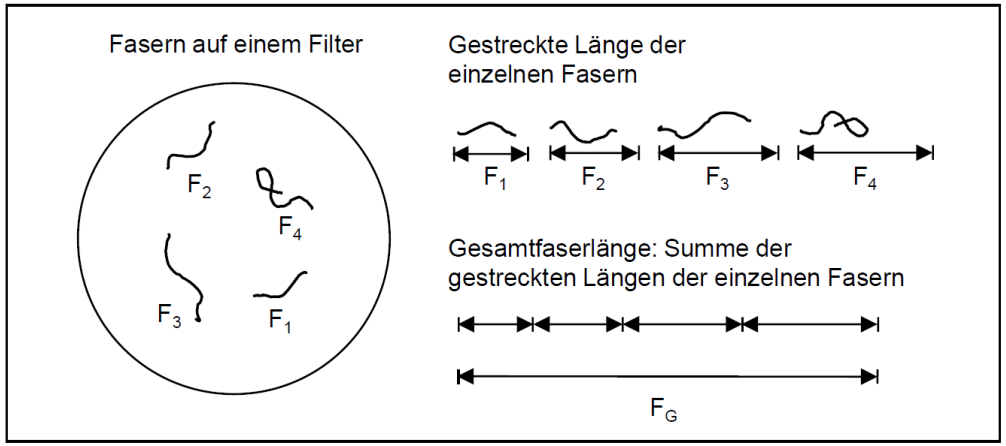
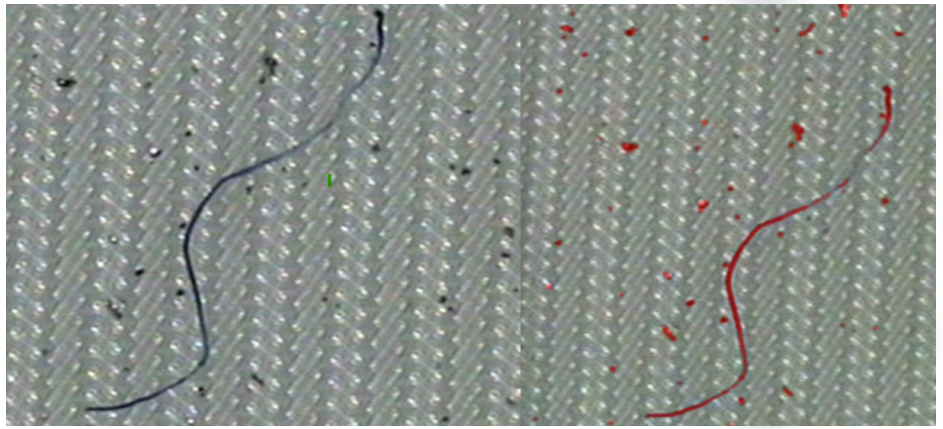


Abbildung 8-8 Bedeutung der Gesamtfaserlänge

- Weitere faser-spezifische Probleme:
  - Bildung von „Faserknäuel“
  - Erfassung als „zerhackte“ Fasern

→ Erschwerte Nachkontrolle





© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner im Auflicht-Modus
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite (optional)
  - Typisierung:
    - Fasern neues Faserkriterium!
    - Metallischer Glanz (optional) neue Typisierungsmethoden

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Detektion von Metallpartikeln – metallischer Glanz

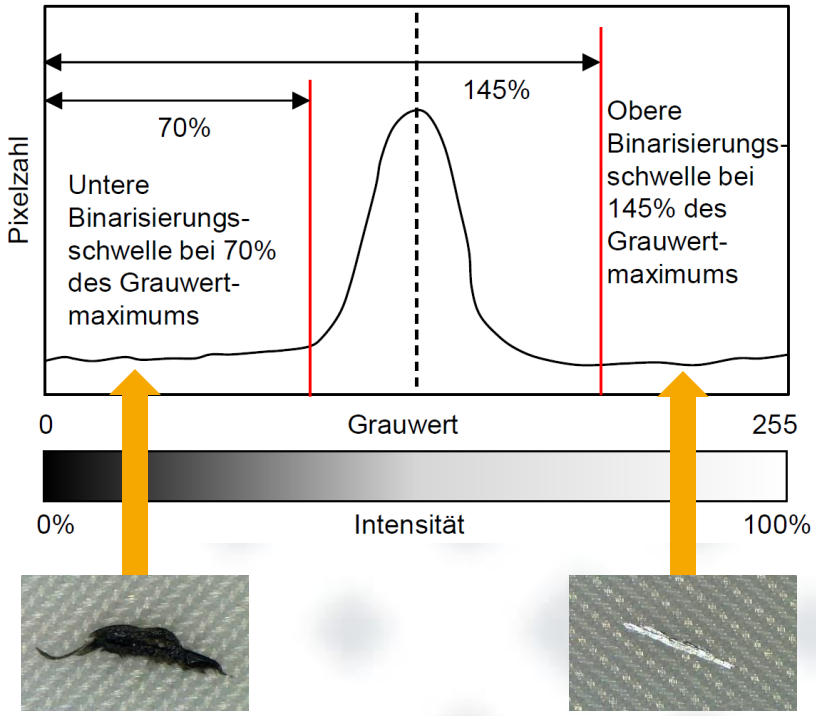
- Metallische Partikel weisen i.d.R. ein höheres Schädigungspotential auf
  - Härte
  - Elektrische Leitfähigkeit
- Wahre Materialzuordnung nicht möglich mittels lichtoptischer Mikroskopie → REM/EDX (Teil der Standardanalyse)
- Ermittlung des metallischen Glanzes als erstes Indiz

Methode 1 – Bewertung des Grauwerts / Glanzes

- Für Scanner ohne Polarisation
  - Gefahr der Falschzuordnung heller nicht-metallischer Partikel

Hinweis: Eine Typisierung metallischer Partikel kann auch über eine Bewertung des Glanzes auf Basis der Messung des Glanzes an mit unterschiedlichen Beleuchtungswinkeln erzeugten Bildern erfolgen.

NEW



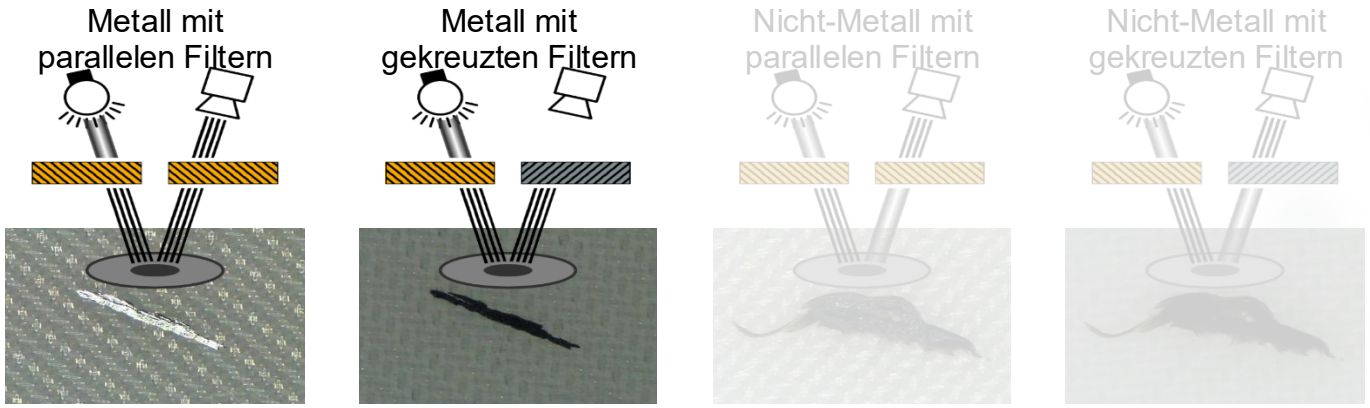
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Detektion von Metallpartikeln – metallischer Glanz

- Metallische Partikel weisen i.d.R. ein höheres Schädigungspotential auf
  - Härte
  - Elektrische Leitfähigkeit
- Wahre Materialzuordnung nicht möglich mittels lichtoptischer Mikroskopie → REM/EDX (Teil der Standardanalyse)
- Ermittlung des metallischen Glanzes als erstes Indiz

Methode 2 – Vergleich zweier Bilder mit / ohne Polarisation



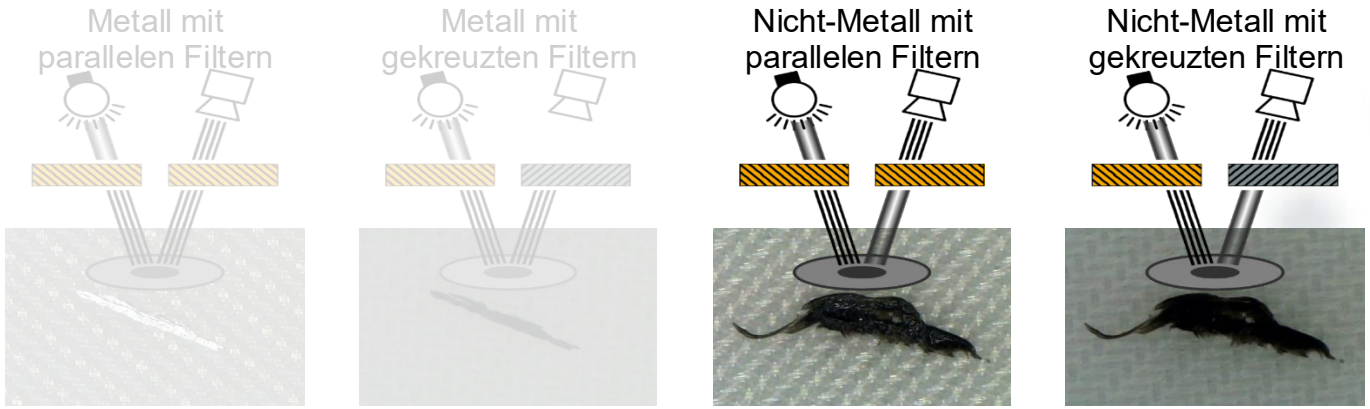
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Detektion von Metallpartikeln – metallischer Glanz

- Metallische Partikel weisen i.d.R. ein höheres Schädigungspotential auf
  - Härte
  - Elektrische Leitfähigkeit
- Wahre Materialzuordnung nicht möglich mittels lichtoptischer Mikroskopie → REM/EDX (Teil der Standardanalyse)
- Ermittlung des metallischen Glanzes als erstes Indiz

Methode 2 – Vergleich zweier Bilder mit / ohne Polarisation



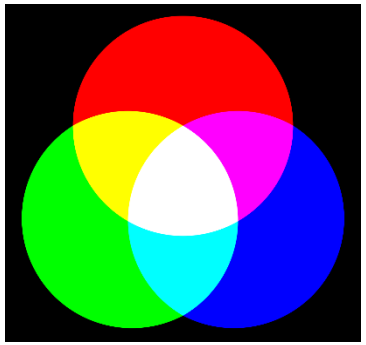
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

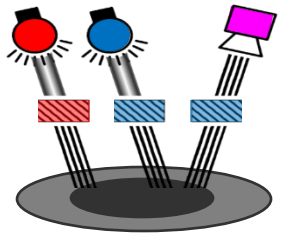
Mikroskopie: Detektion von Metallpartikeln – metallischer Glanz

- Metallische Partikel weisen i.d.R. ein höheres Schädigungspotential auf
  - Härte
  - Elektrische Leitfähigkeit
- Wahre Materialzuordnung nicht möglich mittels lichtoptischer Mikroskopie → REM/EDX (Teil der Standardanalyse)
- Ermittlung des metallischen Glanzes als erstes Indiz

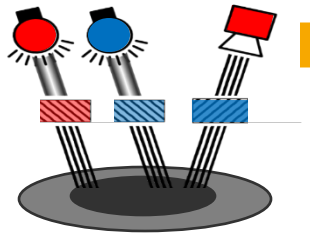
Methode 3 – Vergleich zweier Farbkanäle mit / ohne Polarisation



Metall mit parallelen Blau-Filtern



Metall mit gekreuztem Blau-Filtern





Filter muss nur noch 1x gescannt werden



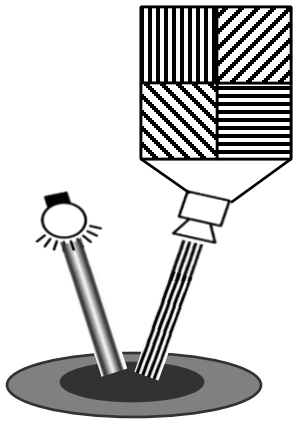
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Detektion von Metallpartikeln – metallischer Glanz

- Metallische Partikel weisen i.d.R. ein höheres Schädigungspotential auf
  - Härte
  - Elektrische Leitfähigkeit
- Wahre Materialzuordnung nicht möglich mittels lichtoptischer Mikroskopie → REM/EDX (Teil der Standardanalyse)
- Ermittlung des metallischen Glanzes als erstes Indiz

Methode 4 – Pixel bestehend aus 2x2 Subpixel-Matrix mit integrierten Polarisatoren



Vergleich der 4 Polarisationskanäle
(0°, 45°, 90°, 135°) erlaubt Unterscheidung

NEW

→ Filter muss nur noch 1x gescannt werden

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die neue VDA 19.1 Standardanalyse

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite
  - Typisierung:
    - Fasern
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle

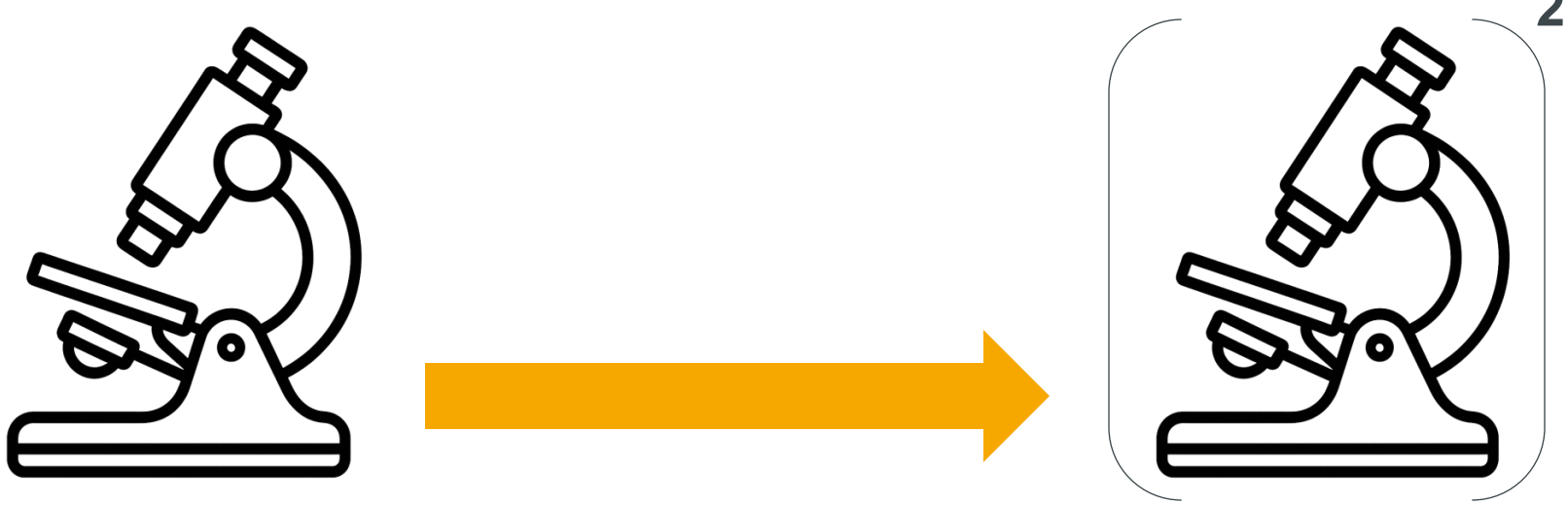


- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- Weißer 5 µm PET- oder PA-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel ≥ 50 µm
- Mikroskop / Scanner im Auflicht-Modus
  - 5 µm/px
  - Länge ($Feret_{max}$) / Breite (optional)
  - Typisierung:
    - Fasern neues Faserkriterium!
    - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



Gravimetrie

Mikroskopie – Standardanalyse

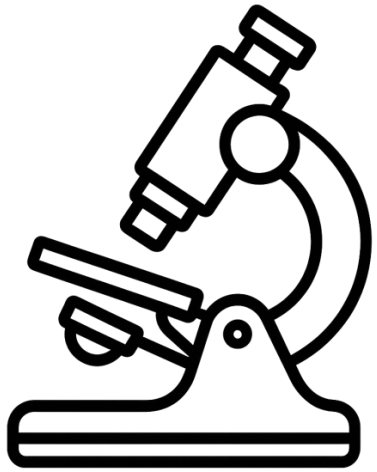
Mikroskopie – freie Analyse

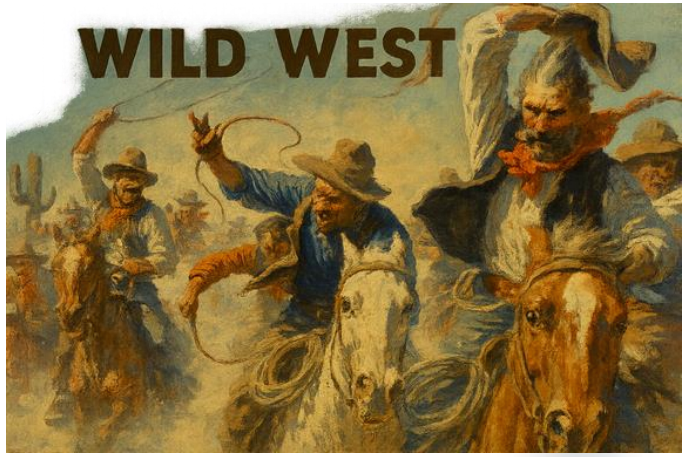
Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt





- Gravimetrie
- Mikroskopie – Standardanalyse
- Mikroskopie – freie Analyse
- Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



Freiheit
bei der Wahl der
zielgerichteten
Prüfung

- Gravimetrie
- Mikroskopie – Standardanalyse
- Mikroskopie – freie Analyse
- Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *freie Analyse* nach VDA 19.1



Der Anspruch der freien Analyse

- Sichere Detektion und Vermessung von Partikeln ≤ 50 µm
- Detektion kontrastarmer Partikel, Bestimmung der Morphologie, Spezielle Fragestellungen
- Einsatz von geschultem Personal
- Qualifiziertes und vollflächiges Extraktionsverfahren
- ~~Keine Abstimmung innerhalb des Kunden-Lieferanten-Verhältnisses nötig~~
- ~~Unabhängigkeit von eingesetztem Material und angelegten Parametern~~
  - Einsatz weiterer lichtoptischer Systeme / Direktinspektion

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Vermessung von Partikeln ≤ 50 µm

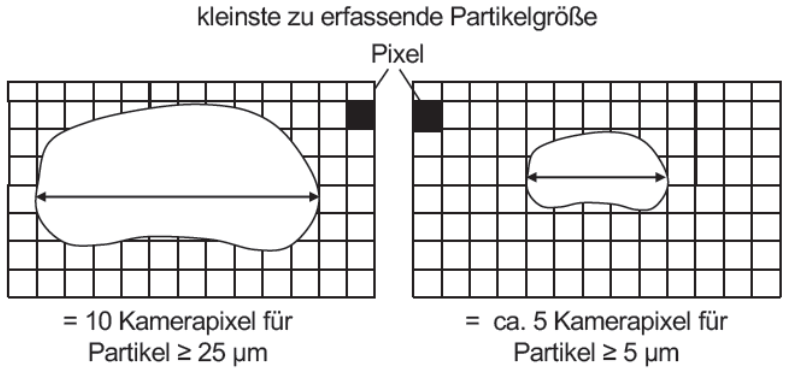
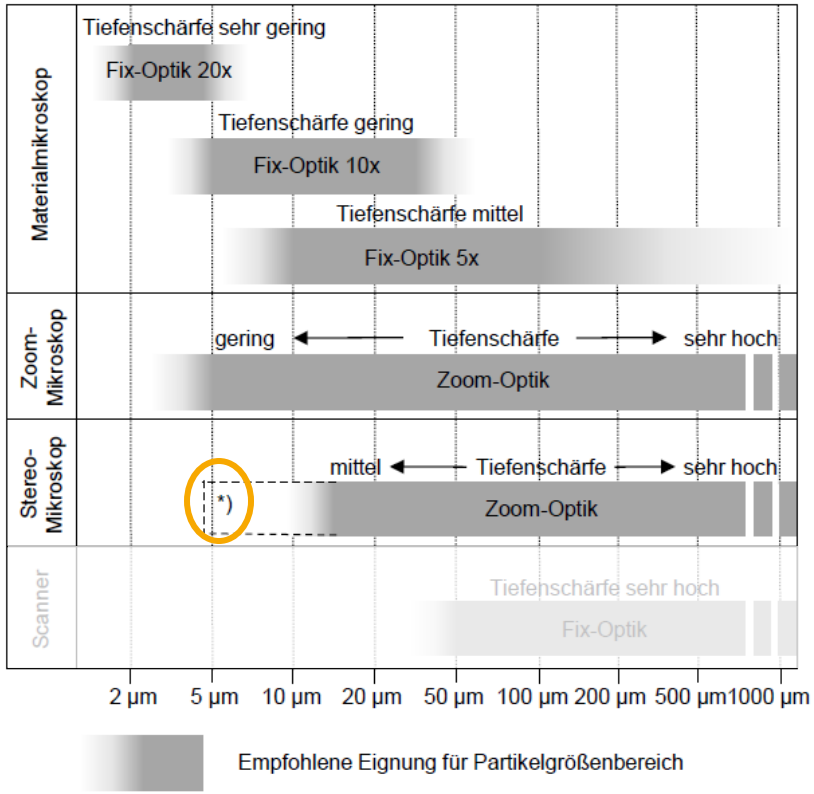


Tabelle 8-4: Zu verwendende Auflösung in Abhängigkeit von der Partikelgröße

Partikelgröße	Erfassung mit
≥ 50 µm	≤ 5,0 µm/pxl
≥ 25 µm	≤ 2,5 µm/pxl
≥ 15 µm	≤ 2,5 µm/pxl
≥ 5 µm	≤ 1,0 µm/pxl



* Der Einsatz von Stereo-Mikroskopen für Partikel ≥ 5 µm ist nur zugelassen, falls der Einfluss der Parallaxe (Versatz der Bilder durch Einsatz des Stereo-Okulars) korrigiert ist.
Ohne Korrektur nur für Partikel ≥ 15 µm zugelassen.

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Vermessung von Partikeln ≤ 50 µm

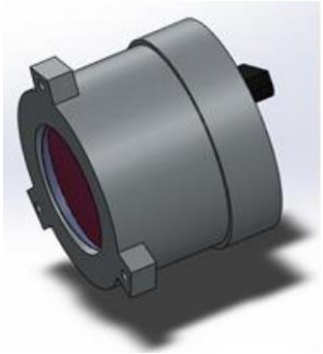
- Vorausgehende Voraussetzungen für eine erfolgreiche & repräsentative Sauberkeitsanalyse für Partikel ≤ 50 µm
  - Erfolgreich qualifiziertes Extraktionsmethode auch in Partikelkategorien < 50 µm
  - Einhalten der gestiegene Blindwertanforderungen
  - Strengere Nachspülprozedur / problematischere Wiederfindungsrate qualifiziert
  - Erfolgreiche Abscheidung aller Partikel (Filtermaschenweite = 1/10 bzw. 1/5 Partikellänge)
  - Glatte Filteroberfläche aufgrund geringerer Tiefenschärfe des Mikroskops → Einsatz geschäumter statt gewobener Filter

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

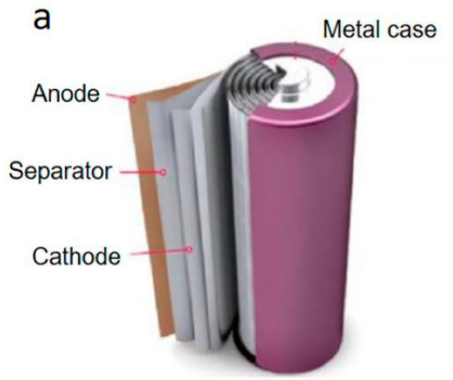
Mikroskopie: Spezielle Fragestellungen

(Gesamt)fläche der Partikel



Hinweis 7: Die Angabe der Partikelfläche bzw. die Gesamtpartikelfläche kann ebenfalls ein geeignetes Maß sein, das Schädigungspotenzial von Partikel zu beschreiben. Dies trifft insbesondere auf optische Anwendungen zu, bei denen relevante optische Signale maßgeblich durch die Fläche der Partikel bestimmt sein können in Bezug auf die Größe der Abschattung bzw. den Signalverlust. Die Einteilung von Partikeln in Partikelflächenverteilungen, ähnlich der Partikelgrößenverteilung, ist in VDA 19.1 nicht vorgesehen, kann aber bedarfsweise im Kunden-Lieferanten-Verhältnis abgestimmt werden.

Höhe der Partikel





- Partikelhöhe kritisches Maß bei der Kontamination auf Batterie-Separatorfolien
  - Anforderungen < 50 µm
  - Vermessung durch Materialmikroskop (geringe Tiefenschärfe erlaubt Vermessung in der z-Achse)

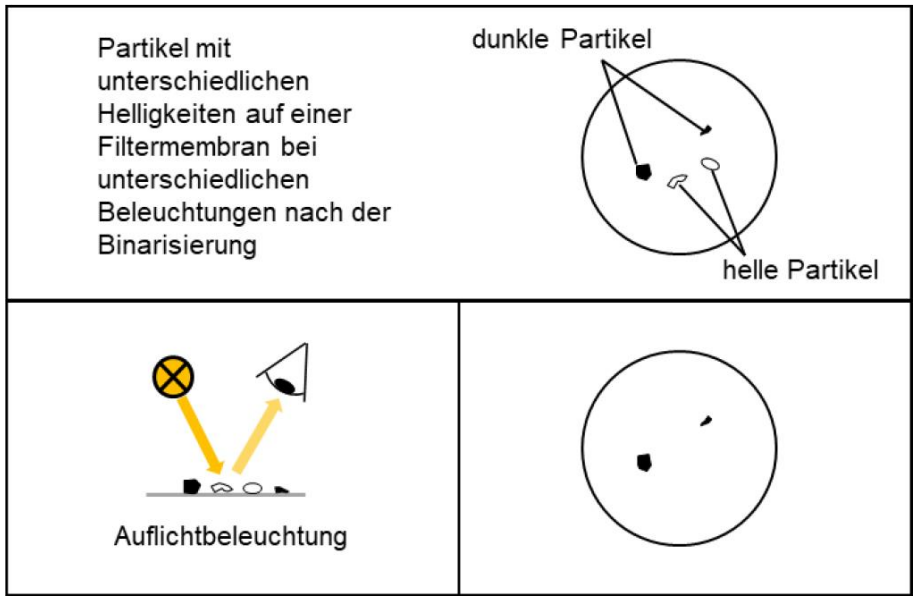
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

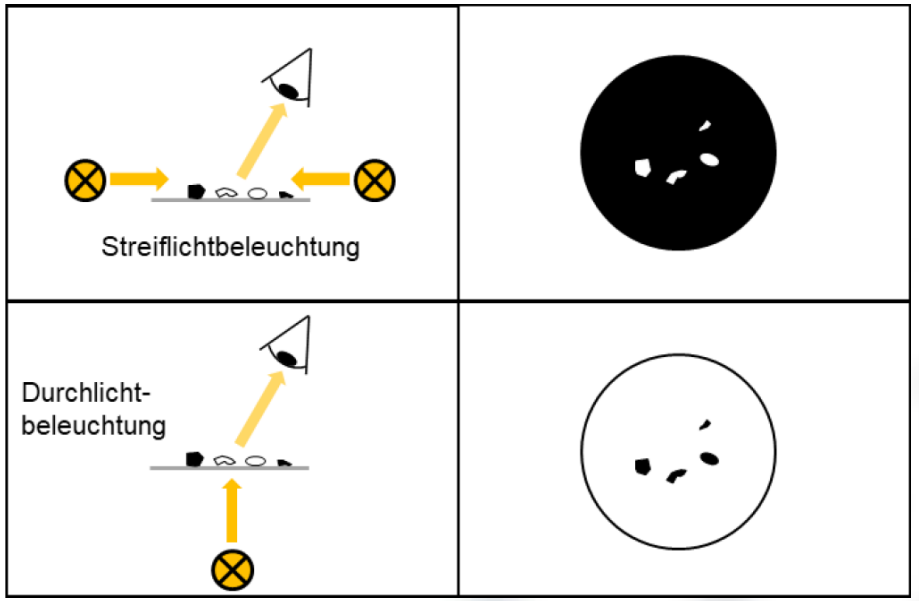
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Erfassung kontrastarmer Partikel

NEW

Anpassung der Beleuchtung





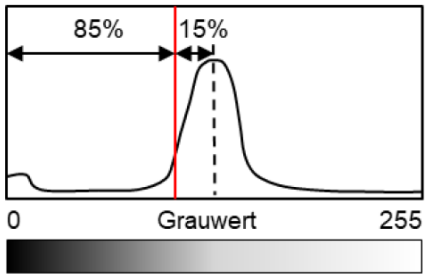
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

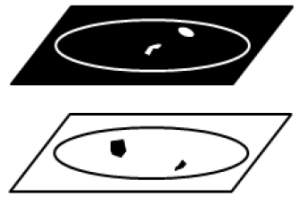
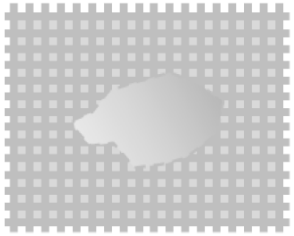
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Erfassung kontrastarmer Partikel

NEW

Weitere mögliche Anpassungen

Durchführung der lichtoptischen Standardanalyse mit erhöhter Binarisierungsschwelle (bspw. 85% statt 70%	
lichtmikroskopische Auswertung von hellen und dunklen Partikeln auf einer gelben Analysemembran mit angepassten Parametern für die Bildverarbeitung	

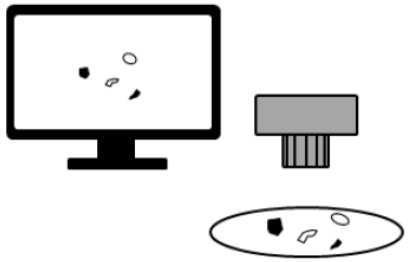
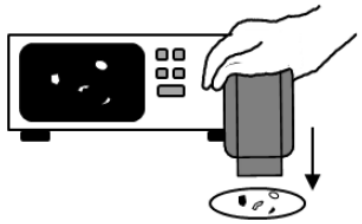
lichtmikroskopische Auswertung von hellen und dunklen Partikeln auf einer transparent gemachten Cellulosenitrat-Membran nacheinander vor jeweils einen dunklen und einem hellen Hintergrund	
Nutzung weiterer Bildverarbeitungsalgorithmen oder künstlicher Intelligenz zur Erfassung von kontrastarmen Partikeln auf dem Filterhintergrund	

Erfassung kontrastarmer Partikel erfolgt bei CleanControlling mittels Elektronenmikroskopie (REM) → Material- statt optischer Kontrast → nächste Vortrag

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Weitere lichtoptische Analysesysteme

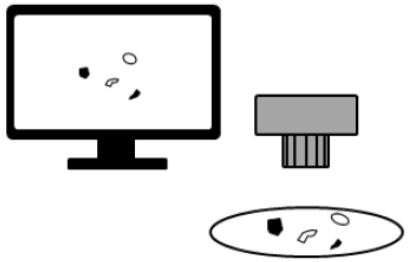
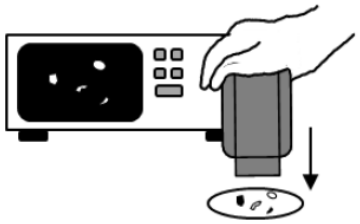
Kamerasysteme	
Messköpfe mit Kameratechnik	

- Kamerasysteme (stationär oder mobil – Smartphones)
- Ermöglicht gleichzeitige Erfassung des gesamten Filters / Falle /Stempels
  - Kein Abrastern nötig
- Anforderungen an Auflösung gelten weiterhin
- Erfassung des gesamten Filters / Falles / Stempels notwendig falls Partikelverteilung zu erstellen ist
- Erfassung & Vermessung des größten Partikels *muss sichergestellt werden* zur Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Weitere lichtoptische Analysesysteme

Kamerasysteme	
Messköpfe mit Kameratechnik	





Lightbox & LensApp Kombination der Firma:

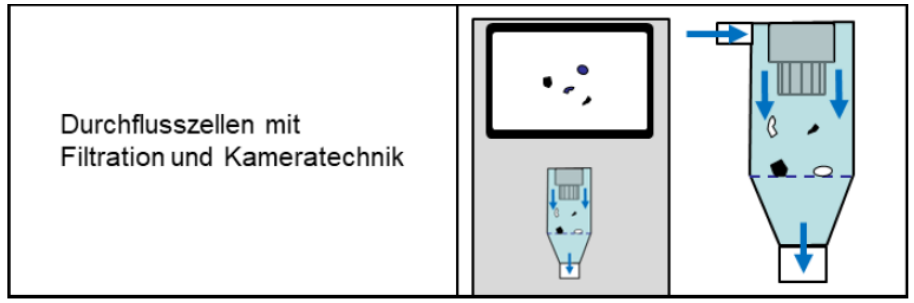
PARTIKEL ART

Prädestinierte Verfahren im Rahmen des Monitorings

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Weitere lichtoptische Analysesysteme

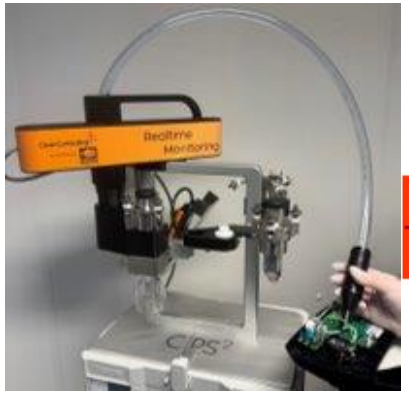


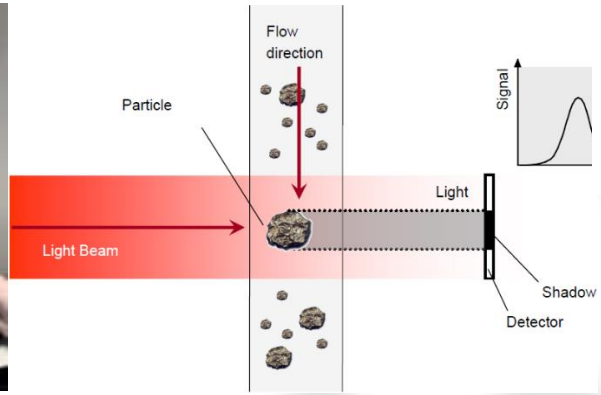
NEW

- Einsatz von Durchflusszellen mit integrierter Partikelabscheidung und **optischer Auswertung (in Echtzeit)**



Siebverblockungs-Verfahren
(„PuriCheck“)
Fa. Nägele-Mechanik





C|PS-System mit integriertem OPZ

Prädestinierte Verfahren im Rahmen des Monitorings

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

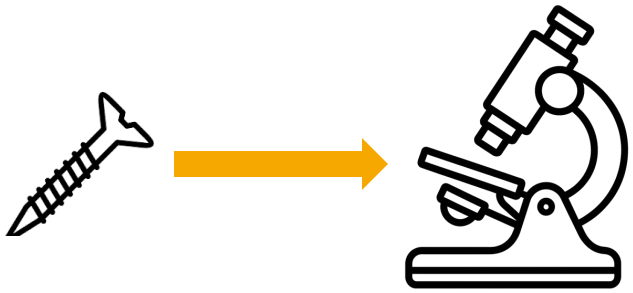
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Direktinspektion

NEW

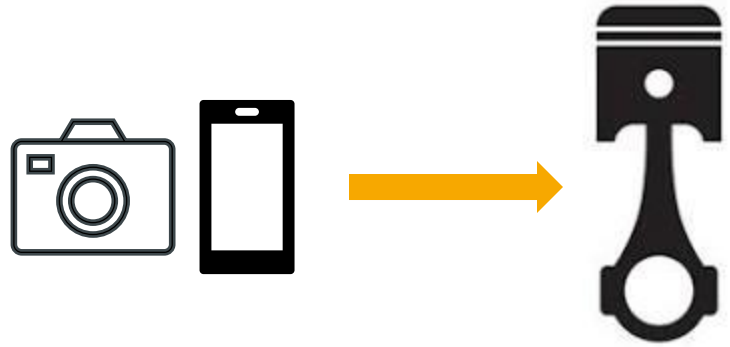
- Die lichtoptische Untersuchung direkt am Bauteil / Prüfkörper
- Die Extraktion der Partikel entfällt → Vermeidung vieler Fehlerquellen
- Partikel verbleiben an Ort und Stelle → Rückschlüsse auf Entstehung

Bauteil zum Analysesystem



- Anforderungen
  - Zugänglich (ebener Untergrund)
  - Kontrast

Analysesystem zum Bauteil



- Herausforderungen bei Prüfung von Sauberkeitsspezifikationen
  - Auflösung
  - Vollflächige Analyse

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



Gravimetrie

Mikroskopie – Standardanalyse

Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Nachkontrolle

- Partikel werden getrennt, wenn sie Bereiche besitzen, deren Helligkeit der des Filterhintergrunds entspricht.
- Partikel liegen an- oder übereinander und werden als ein zusammenhängendes Objekt gemessen.
- Partikel werden falsch typisiert.

Hinweis: Eine Falschtypisierung kann auch durch eine Überlagerung von Partikeln verschiedenen Typs eintreten, wenn bspw. ein kleiner metallisch glänzender Partikel eine Faser berührt, was zu einer Typisierung als ein zusammenhängendes metallisch glänzendes Objekt führt.



alt → neu

NEW

- Erweiterung auf 16 Seiten
- Konkrete Beispiele zu den Themen:
  - Anpassen des Auswertebereichs
  - Trennen von aneinanderliegenden Partikeln
  - Verbinden & Ergänzen von Partikeln
  - Löschen
  - Umtypisierung
  - Partikelkatalog

Wegen dieser Fehlermöglichkeiten sollten die Ergebnisse von lichtoptischen, automatisierten Sauberkeitsanalysen stets durch einen dafür geschulten Bediener nachkontrolliert werden.

Der Bediener oder die Bedienerin hat dabei nicht nur das Recht, sondern auch die Pflicht, Ergebnisse zu korrigieren, die bei der automatisierten Analyse nicht korrekt ermittelt wurden.

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Nachkontrolle: Aufwand



- Grundlage: Überprüfung der Auswertbarkeit des Filters (Belegung / Verteilung)
- Schlägt diese fehl:
  - Umlagerung
  - Nur Kontrolle und Dokumentation der 10 größten Partikel

- Folgende Schritte sollten bei jeder Nachkontrolle durchgeführt werden:
  - Kontrolle der 10 größten Partikel/Fasern
    - Korrektur: Trennen, Zusammensetzen, Umtypisierung
  - …bei Sauberkeitsspezifikation bis zum Grenzwert (pro Typ)
  - Dokumentation & Hinweise falls eine Nachkontrolle nicht (vollständig) durchgeführt werden konnte

- Anzahl an Editierschritten sollte so klein wie möglich gehalten werden
  - Aufsummierung der Einflüsse → Verlust an repräsentativer Aussagekraft / Vergleichbarkeit

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Nachkontrolle: Beispiele

NEW

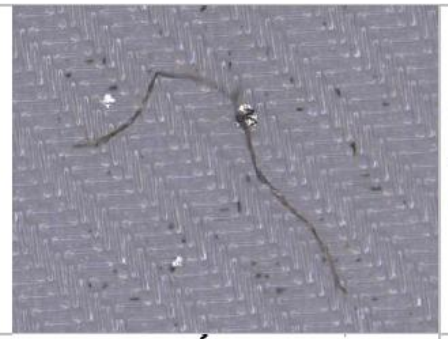
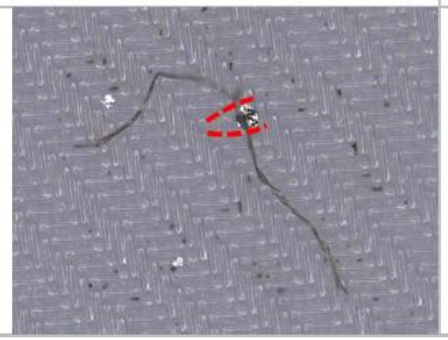
1. Originalbild		Option 1 (Fasern nicht relevant): Die Abbildung zeigt eine Faser mit helleren Teilbereichen und einen auf der Faser aufliegenden Metallpartikel.
2. binarisiertes Bild		Bei der Auswertung wird die Faser in Teilstücken erfasst und der Teil der Faser mit dem aufliegenden Partikel als metallisch glänzend erkannt.
3. Origibnalbild mit Korrektur (rot)		Durch Abtrennen des Metallpartikels kann das Ergebnis korrigiert werden. Option 2 (Fasern relevant): siehe Abbildung 8-19

Abbildung 8-17: Trennen von aufliegenden Partikeln (Option 1)

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Nachkontrolle: Beispiele



Abbildung 8-23: Beispiele für nicht metallische Partikel, die metallisch glänzend erscheinen

NEW

REM/EDX



Gleich geht's weiter……

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit !



Dr. Nils Rotthowe

Vertriebsingenieur
Sales Engineer

Phone +49 74 65 / 92 96 78-16
n.rotthowe@cleancontrolling.de

Gehrenstr. 11a
D-78576 Emmingen-Liptingen
www.cleancontrolling.de

CleanControlling GmbH

CleanControlling MEDICAL
CleanControlling Medical GmbH & Co. KG

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com