



CleanControlling®

Ihre Prozesse. Unsere Analyse. Maximale Sicherheit.



Partikel im Blick.
Qualität im Griff.

Techn. Sauberkeit

Rückstände
erkennen,
Prozesse absichern.



Reinheit
rettet Leben.

Medizinprodukte

Akkreditierte Analytik
für höchste
Produktsicherheit.



Nachhaltigkeit
beginnt mit Analyse.

Chemie u. Umwelt

Chemische Schadstoffe
und Umweltbelastungen
erkennen - für morgen.

SAUBERKEIT IM FOCUS

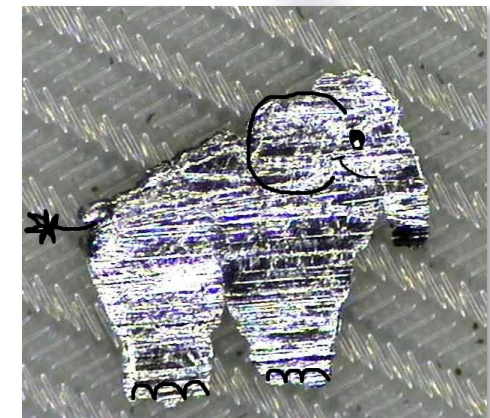
REVISION VDA 19.1

3. EDITION, FEB. 2026

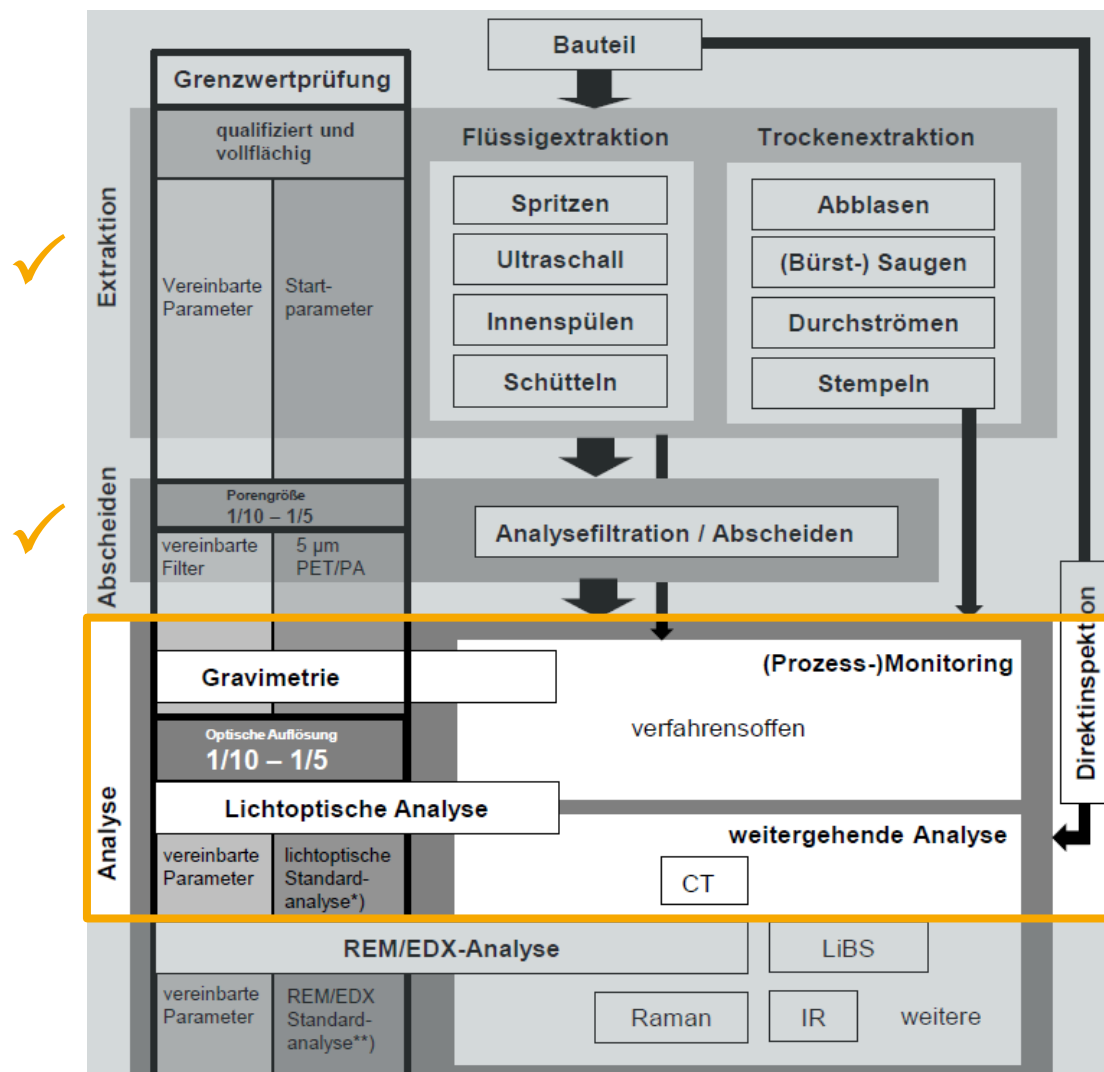
Analyseverfahren Teil 1:

Gravimetrie & Lichtmikroskopie

Nils Rotthowe



Wo innerhalb einer Sauberkeitsanalyse sind wir?



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt

Gravimetrie

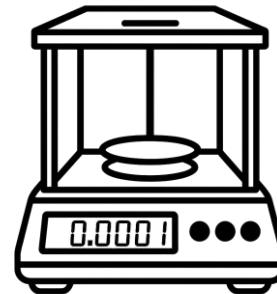
Mikroskopie – Standardanalyse

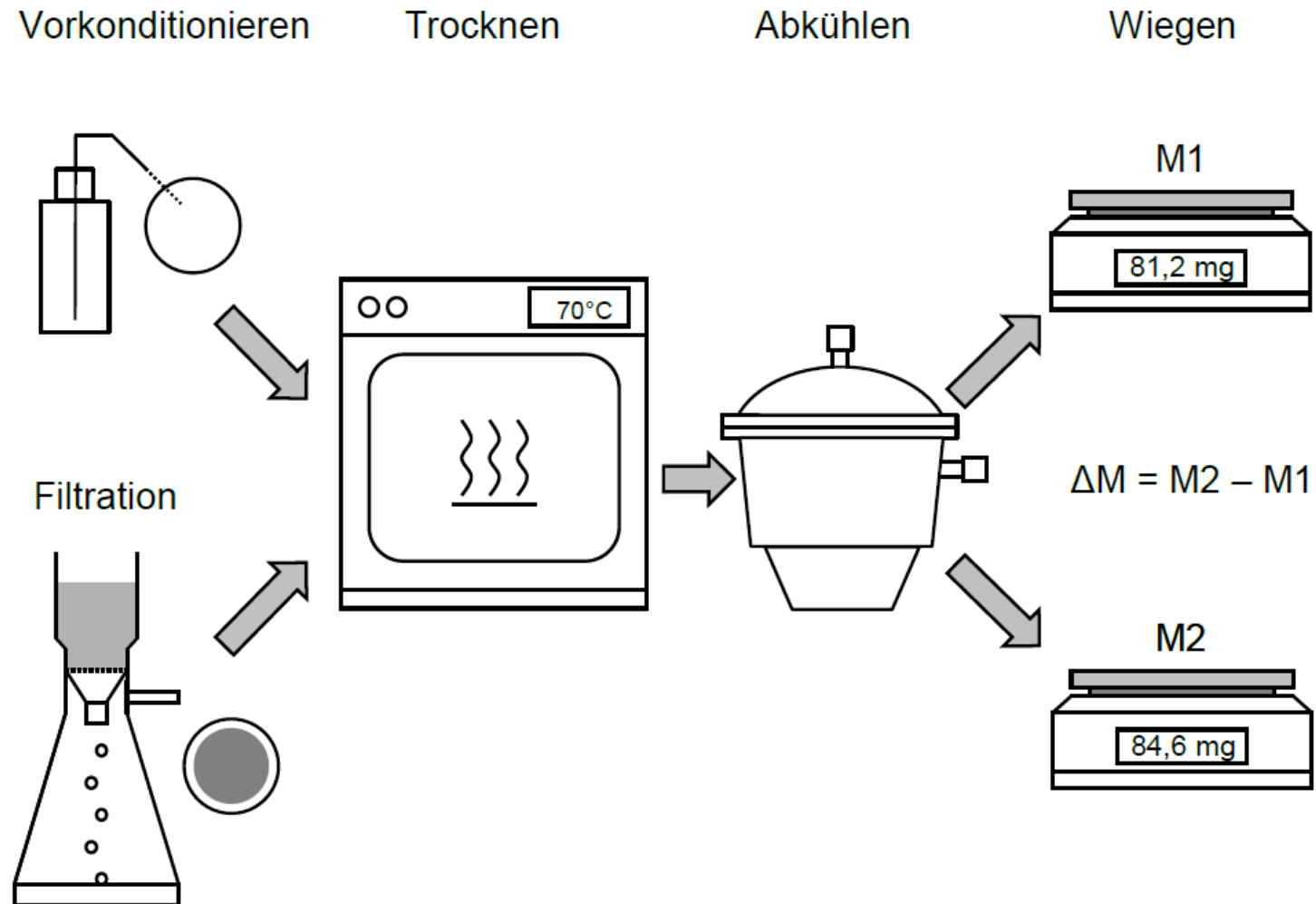
Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

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 $> 3 \text{ mg}$) bei überschaubaren Kosten
- Reproduzierbare Messergebnisse bei geringem Verschmutzungsgrad (Rückstandsgewicht $< 3 \text{ mg}$) mit hohem technischem Aufwand verbunden
- **Keine Information über Dimension oder Material der Partikel**



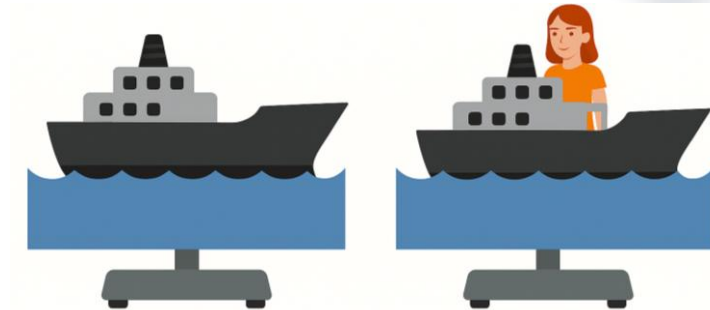


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie:



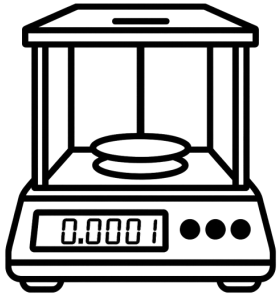
- Fallen und Stempel dürfen grundsätzlich für eine gravimetrische Auswertung genutzt werden.
- **Problem:** Reproduzierbares Tara-Gewicht nur sehr schwer zu erreichen
 - $m(\text{Falle/Stempel}) \gg m(\text{Rückstandsgewicht})$
 - Umwelteinflüsse nur schwer kontrollierbar
 - Aufnahme von Luftfeuchtigkeit der Kartonage
 - Vertauschen zweier Deckel
 - Viele Möglichkeiten für weitere Kontaminationen
 - Kein hohes Rückstandsgewicht zu erwarten da Sedimentationsfläche relativ klein



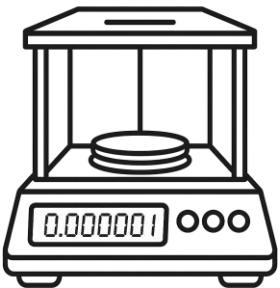
*Fallen und Stempel sind allgemein ungeeignet
für eine gravimetrische Analyse*

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Der „Praxiskompromiss“



- Für Rückstandsgewicht > 10 mg
- Keine Klimakontrolle notwendig



- Für Rückstandsgewichte > 3 mg
- Klimakontrolle wird empfohlen



- Für Rückstandsgewicht > 3 mg („Praxiskompromiss“)

- Für Rückstandsgewichte > 1 mg
- Klimakontrolle vorgeschrieben

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Der „Praxiskompromiss“

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



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Gravimetrie: Der „Praxiskompromiss“

Tabelle 8-3: untere Nachweisgrenze der gravimetrischen Analyse (Praxiskompromiss)

Ablesbarkeit der Waage	vierstellig
	0,0001 g = 0,1 mg
untere Nachweisgrenze	1 mg
einzuhaltendes Blindwertkriterium (max. 10 % des Rückstandsgewichts)	< 1 mg
nachweisbares Rückstandsgewicht M (Sauberkeitsprüfung)	3 mg

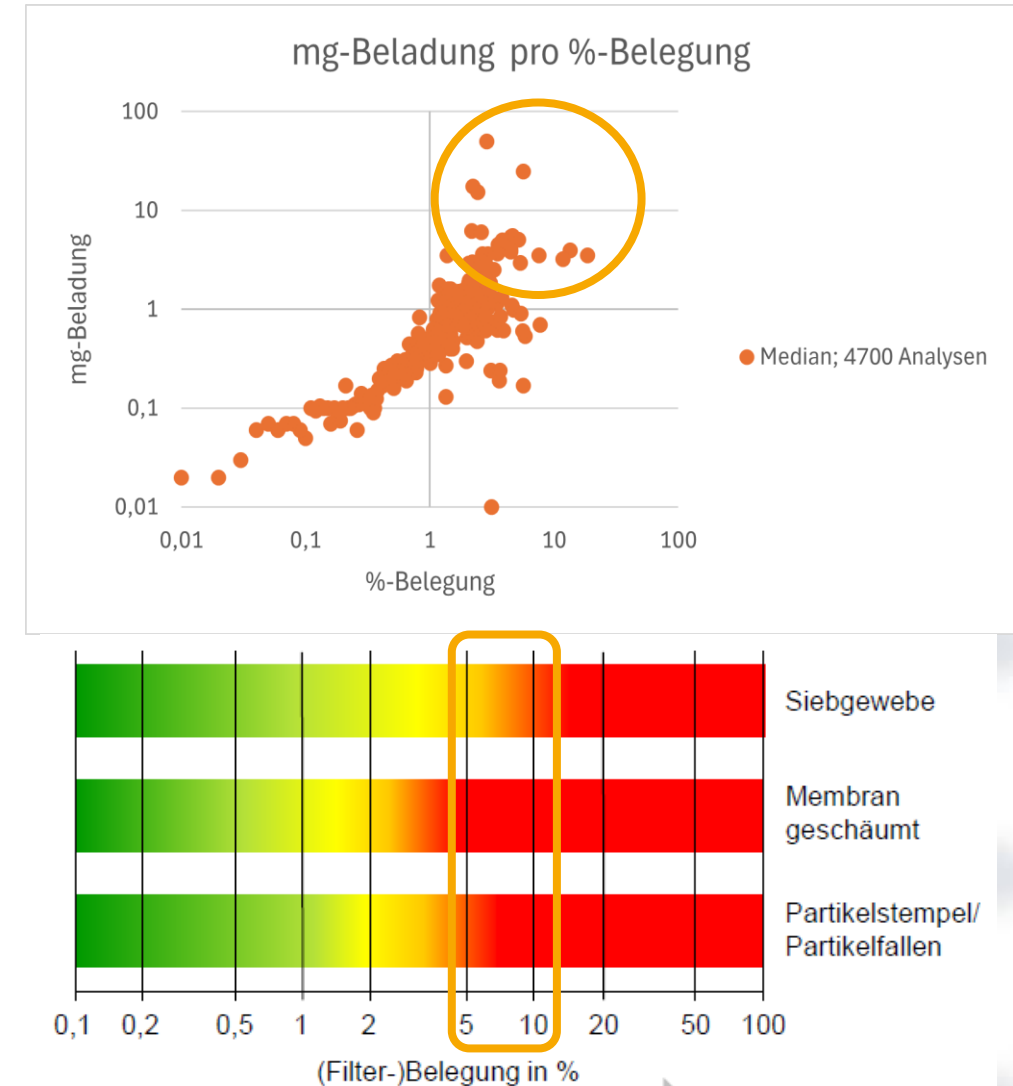
- Rückstandsgewicht des BW wird „informativ“ angegeben
- „Praxiskompromiss“: Messwert muss nur 3x über BW liegen
- Für Rückstandsgewichte < 3 mg → 5-stellige Waage + Klimakontrolle

Gravimetrie: Der „Praxiskompromiss“



- Starke Partikelüberlagerung sehr wahrscheinlich für Rückstandsgewichte von ≥ 10 mg

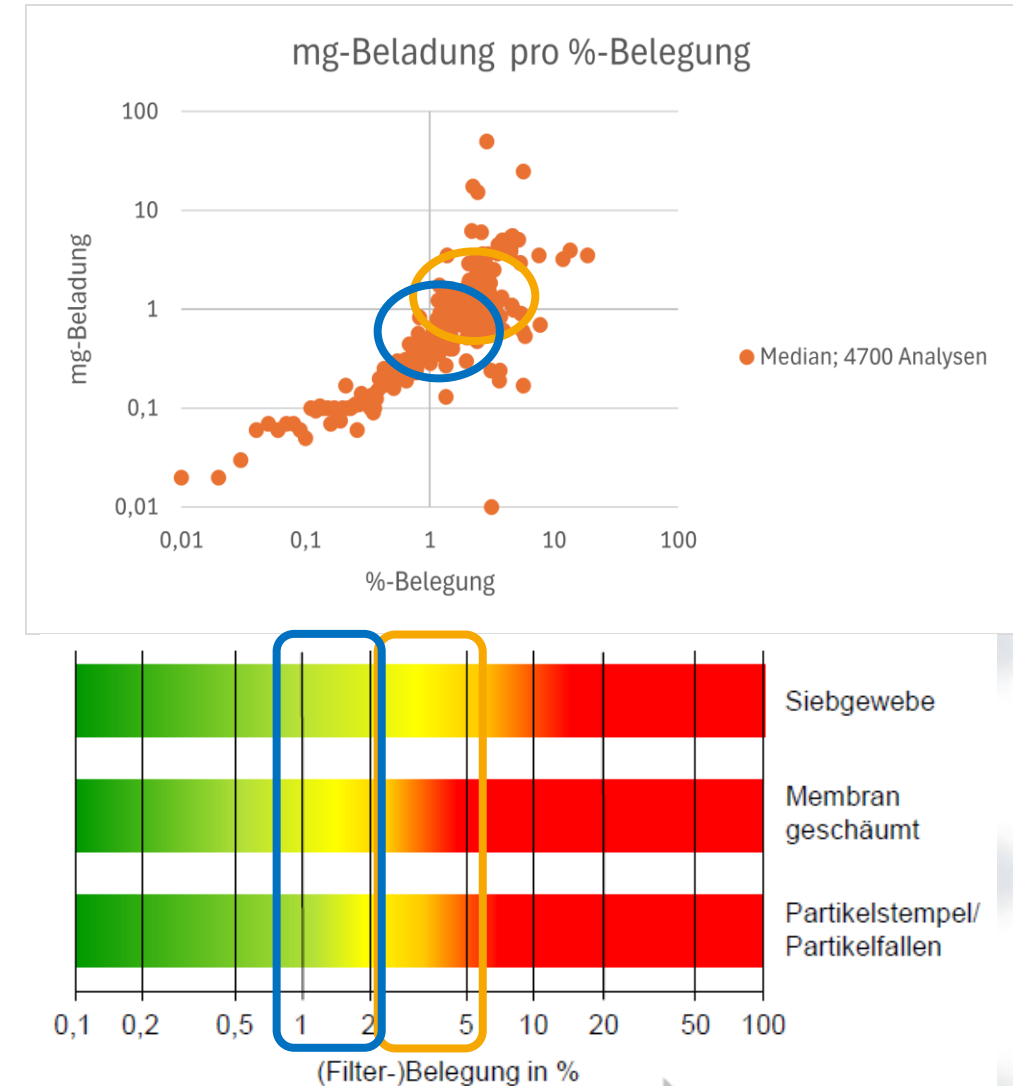
Lichtmikroskopie nur nach Umpräparation möglich



Gravimetrie: Der „Praxiskompromiss“



- Deutliche Verbesserung mit „Praxiskompromiss“
- Verwendung einer 5-stelligen Waage notwendig zur Überprüfung empfohlener Sauberkeitsgrenzwerte

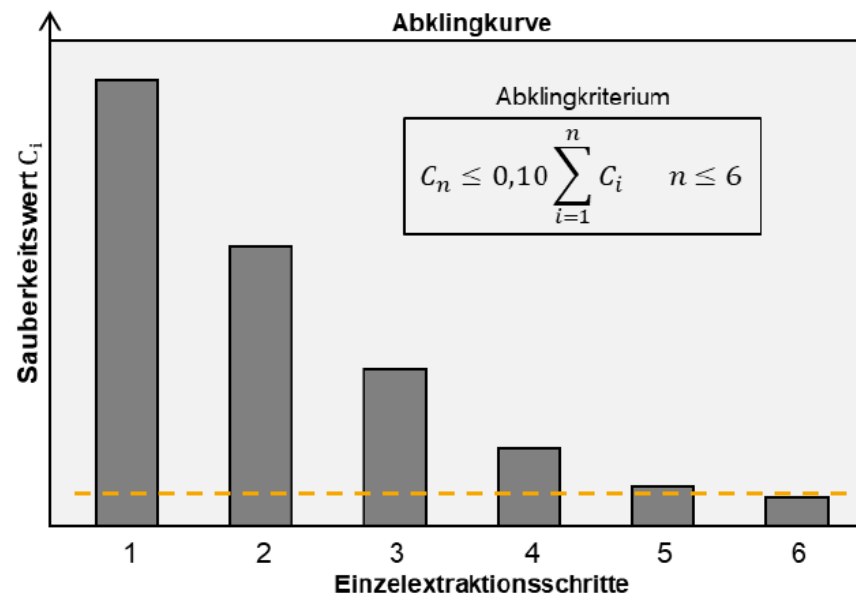


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

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 $\geq 10 \times BW$ 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: $\geq 2,3$ mg

**Gravimetrie und Abklingmessung sind
u.U. schlecht kombinierbar**

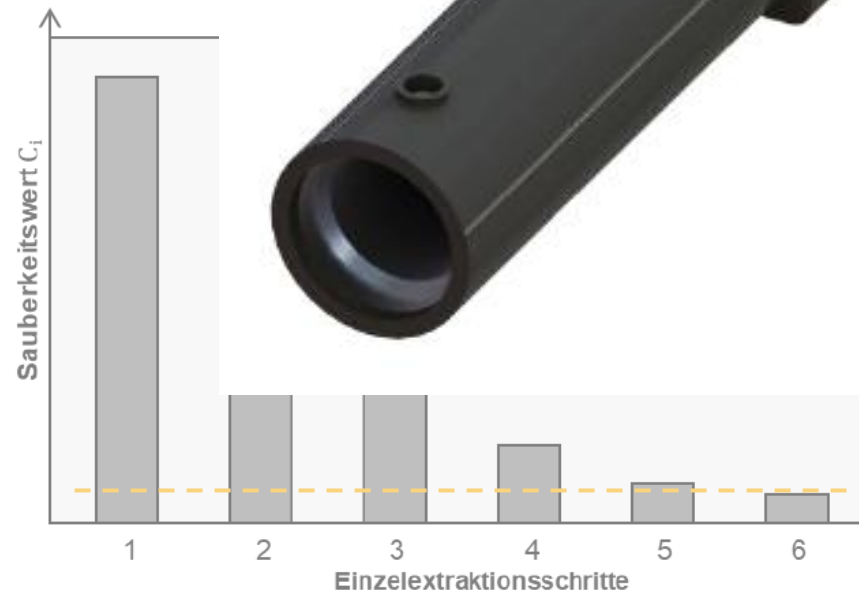
Gravimetrie

12.4

Beispiel 3 – Hydraulikzylinder

Die VDA 19.1 nachzuweisen

Muss auch



htlich
Abklingmes

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



ersten Schritt:

23 mg

„Praxiskompromiss“: ≥ 7 mg

2,3 mg

Gravimetrie und Abklingmessung sind
u.U. schlecht kombinierbar

Gravimetrie:

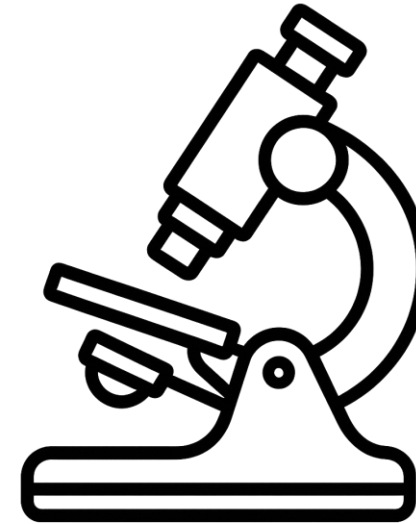
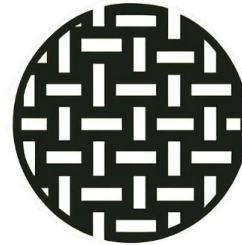
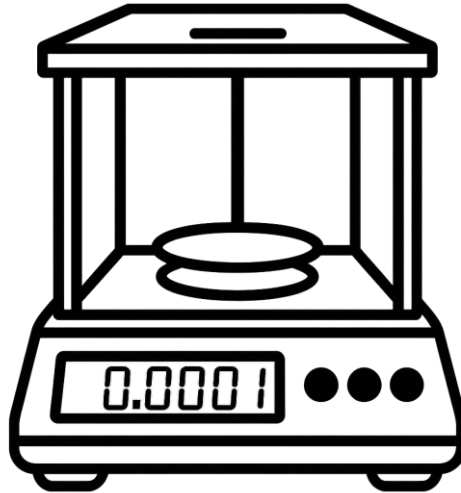


- „Die relative Luftfeuchtigkeit sollte zwischen 45 und 60 % betragen.“
- -
- Hinweis zur Trocknung entfällt



- 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“

Inhalt



Gravimetrie

Mikroskopie – Standardanalyse

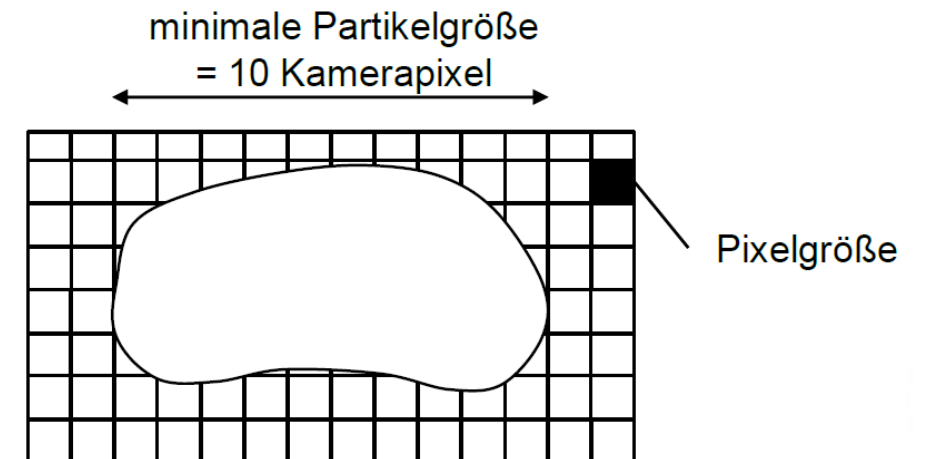
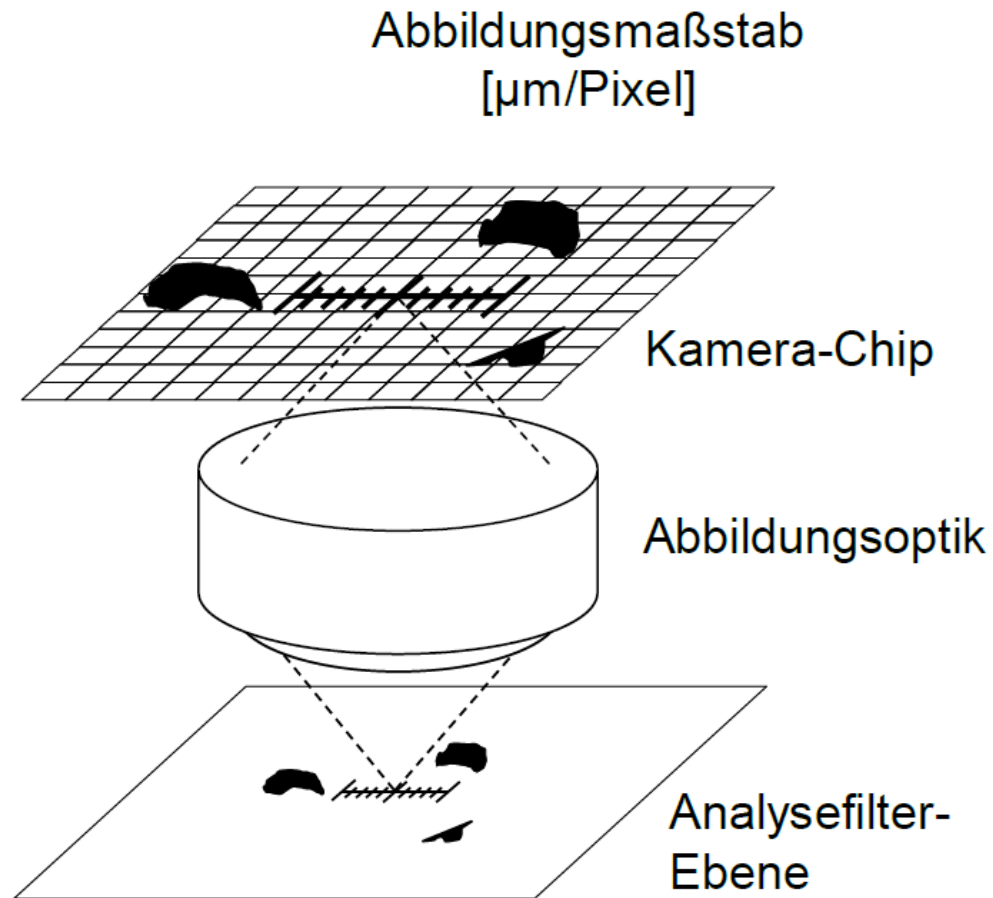
Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

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

Mikroskopie:



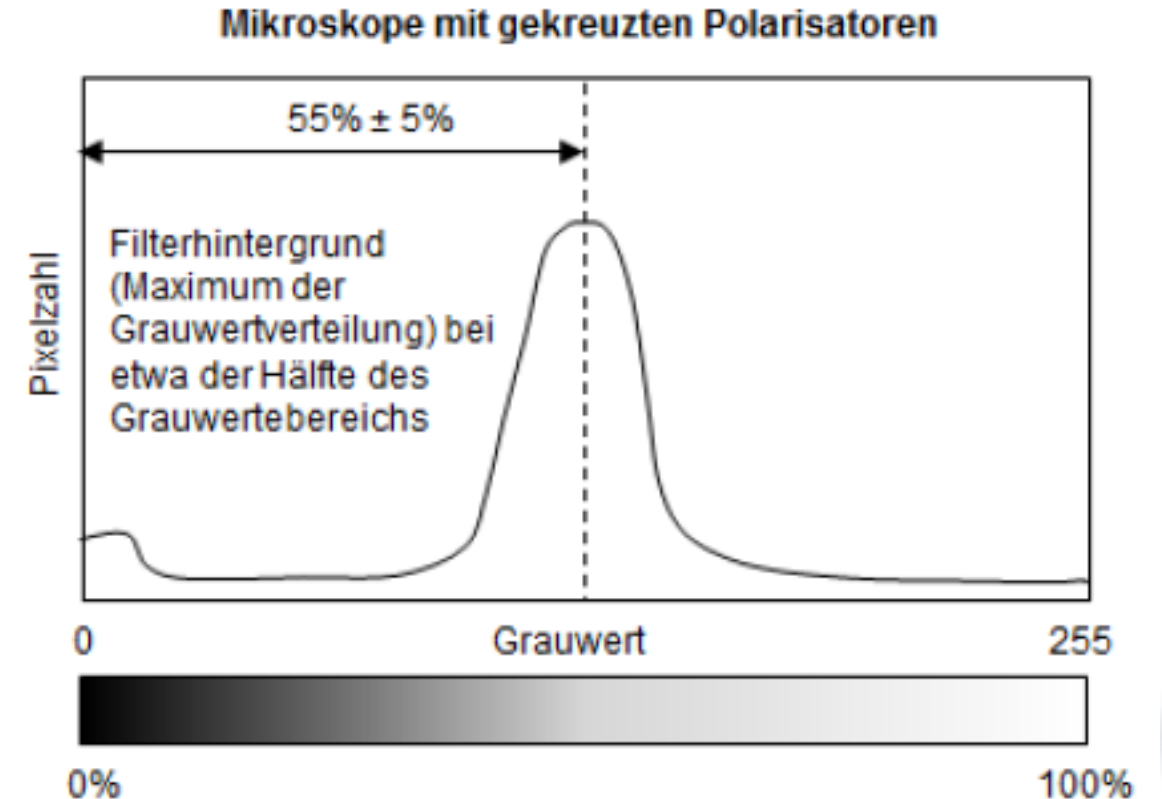
Für einen $50\ \mu\text{m}$ gilt:

Abbildungsmaßstab = $5\ \mu\text{m}/\text{pixel}$

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie:

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

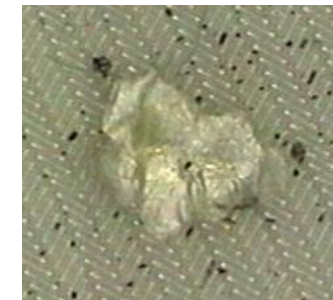
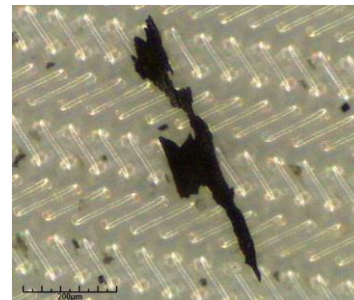
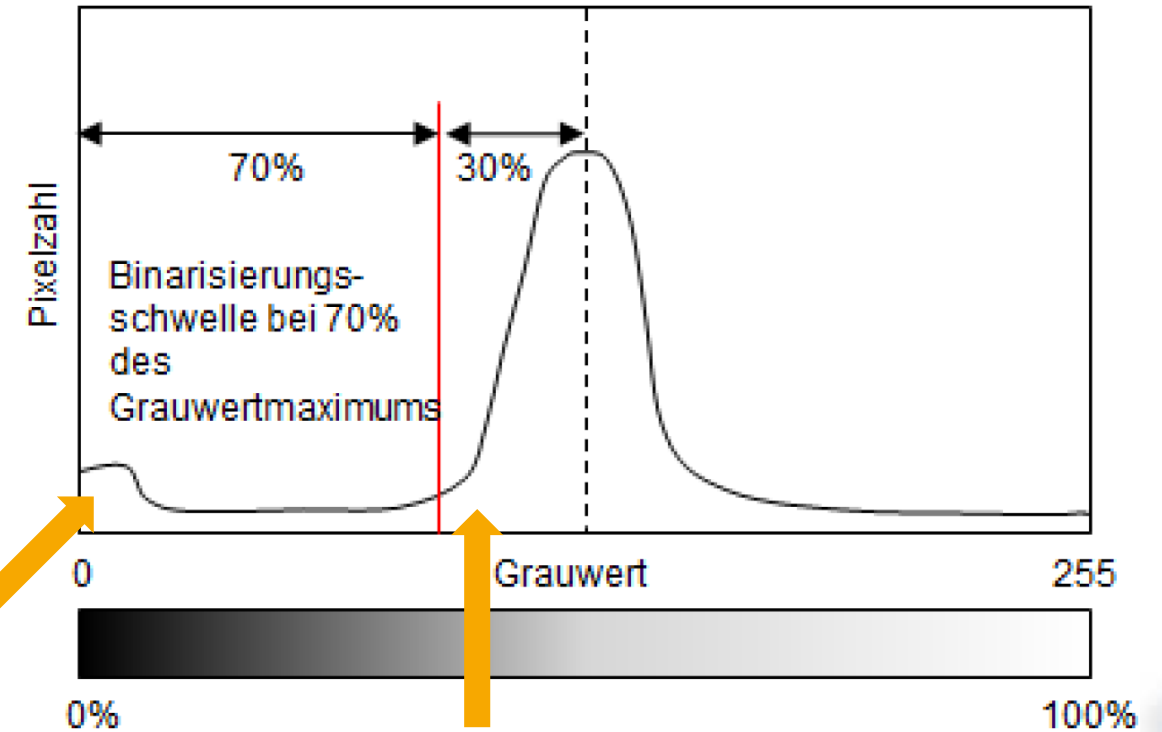


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie:

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

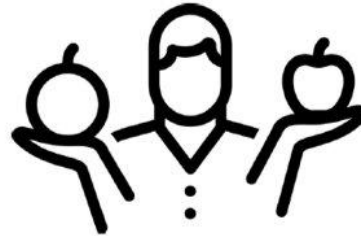
Diese Parameter müssen bei jeder Standardanalyse gleich sein!



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 $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

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



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

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



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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 $\geq 50 \mu\text{m}$

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

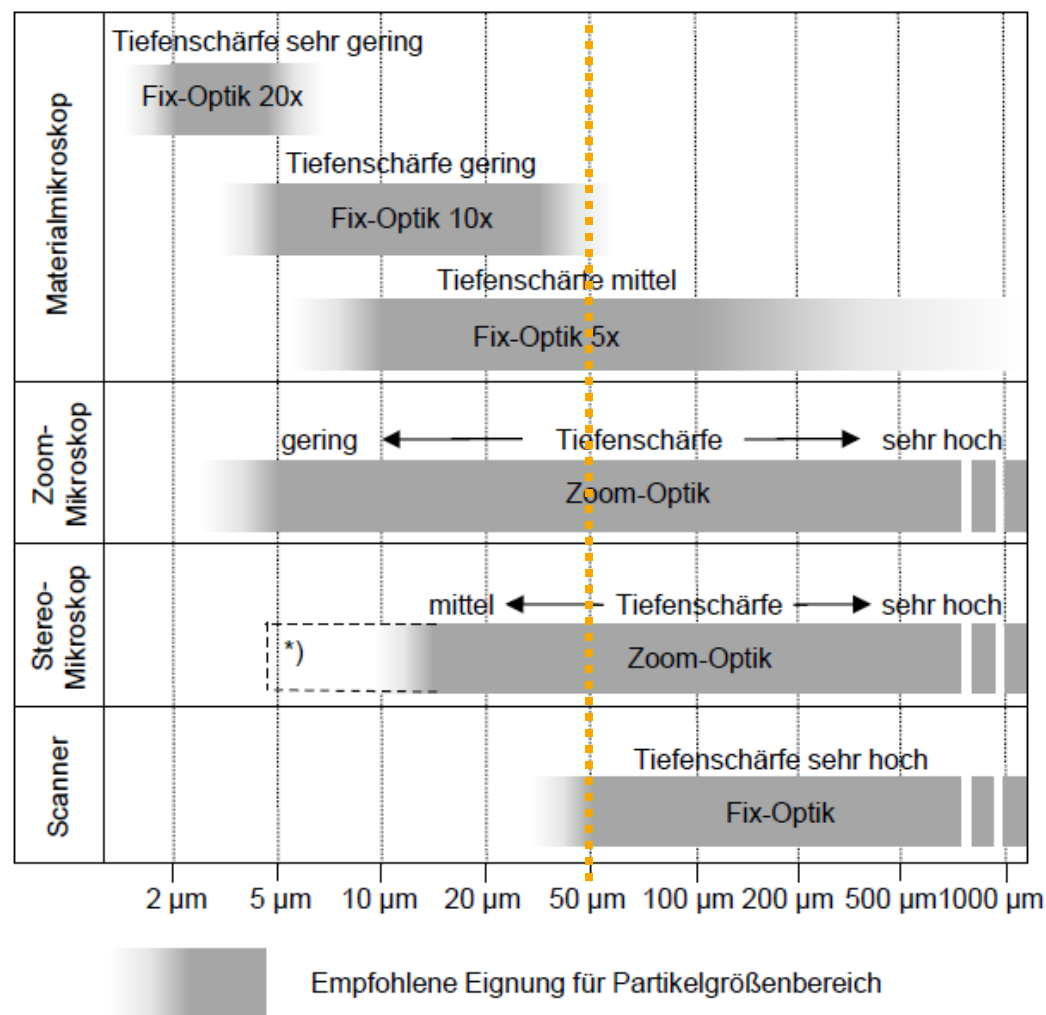
- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- Mikroskop / Scanner
 - 5 µm/px
 - Länge (Feret_{max}) / Breite
 - Typisierung:
 - Fasern
 - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle



- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- **Weißer** 5 µm PET- **oder PA**-Siebgewebefilter
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- Mikroskop / Scanner **im Auflicht-Modus**
 - 5 µm/px

Weitere Varianten → Freie Analyse

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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 $\geq 50 \mu\text{m}$
- Mikroskop / Scanner **im Auflicht-Modus**
 - 5 µm/px
 - Länge (Feret_{max}) / Breite (**optional**)

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

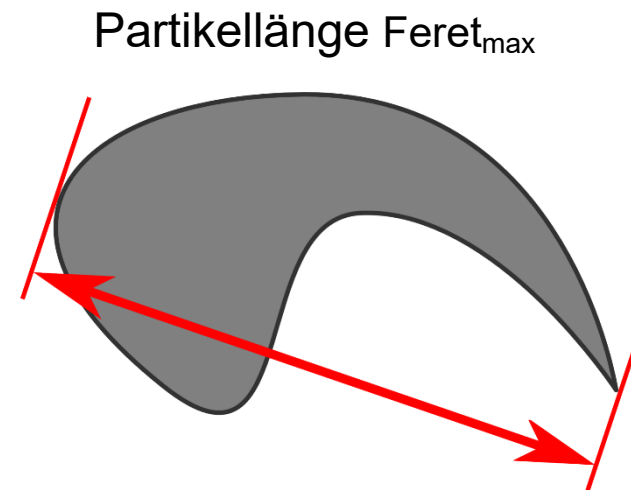
- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

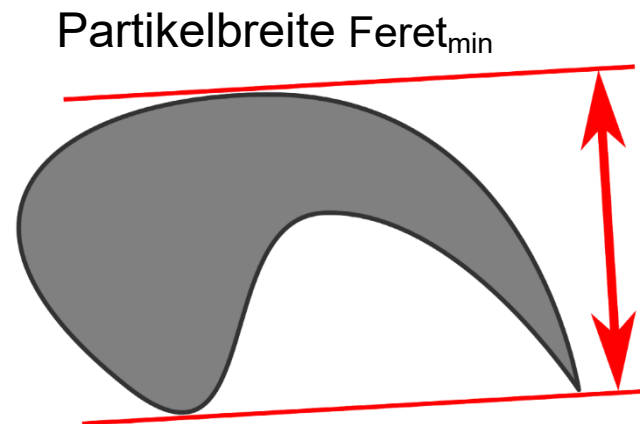
- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
 - Länge wird immer als Feretmax definiert



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
 - Länge wird immer als $\text{Feret}_{\text{max}}$ definiert
 - Breite kann definiert werden als:
 - $\text{Feret}_{\text{min}}$

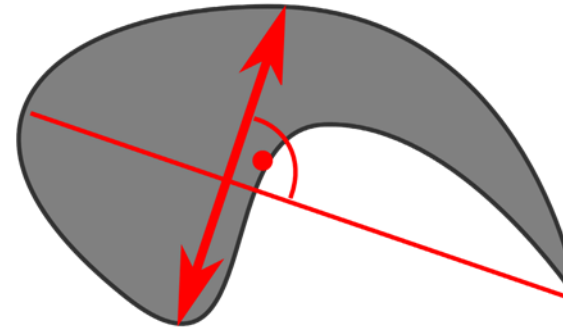


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
 - Länge wird immer als $\text{Feret}_{\text{max}}$ definiert
 - Breite kann definiert werden als:
 - $\text{Feret}_{\text{min}}$
 - Senkrechter Schnitt

Partikelbreite Senkrechter Schnitt

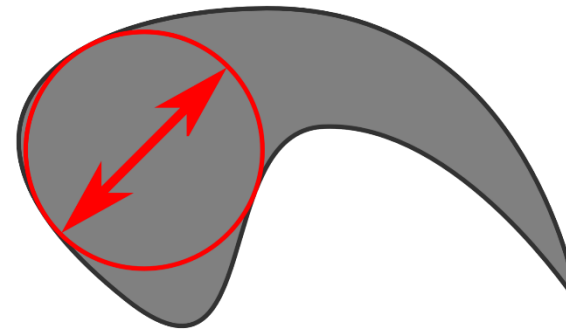


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Partikel Größenmaße

- Partikel haben keine definierte Geometrie
- Länge und Breite müssen definiert werden
 - Länge wird immer als $Feret_{max}$ definiert
 - Breite kann definiert werden als:
 - $Feret_{min}$
 - Senkrechter Schnitt
 - Maximaler Inkreis

Partikelbreite Maximaler Inkreis



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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 $\geq 50 \mu\text{m}$
- Mikroskop / Scanner **im Auflicht-Modus**
 - 5 µm/px
 - Länge (Feret_{max}) / Breite (**optional**)
 - Typisierung:
 - Fasern **neues Faserkriterium!**

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 $\leq 50 \mu\text{m}$ (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 $\leq 50 \mu\text{m}$ (siehe Abbildung 8-27)



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 $\leq 50 \mu\text{m}$ (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 $\leq 50 \mu\text{m}$ (siehe Abbildung 8-27)

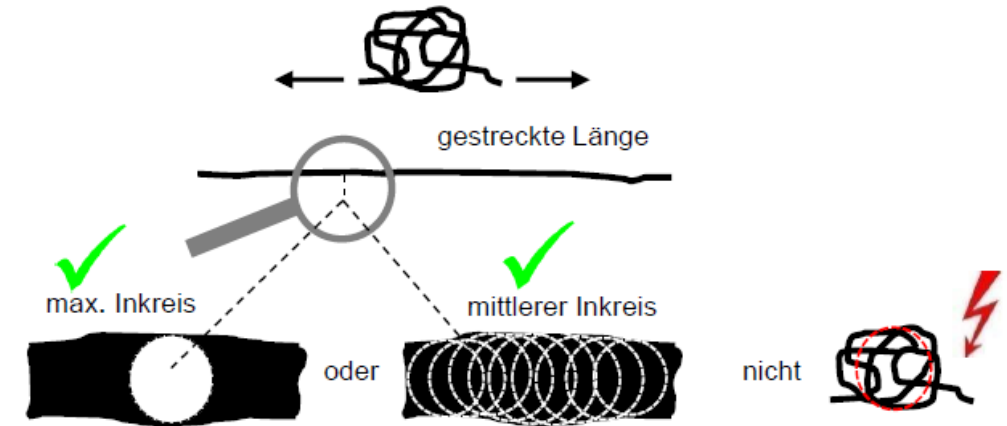


Abbildung 8-6: Typisierung von Fasern

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

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Hinweise zu Fasern & zur Faserdefinition

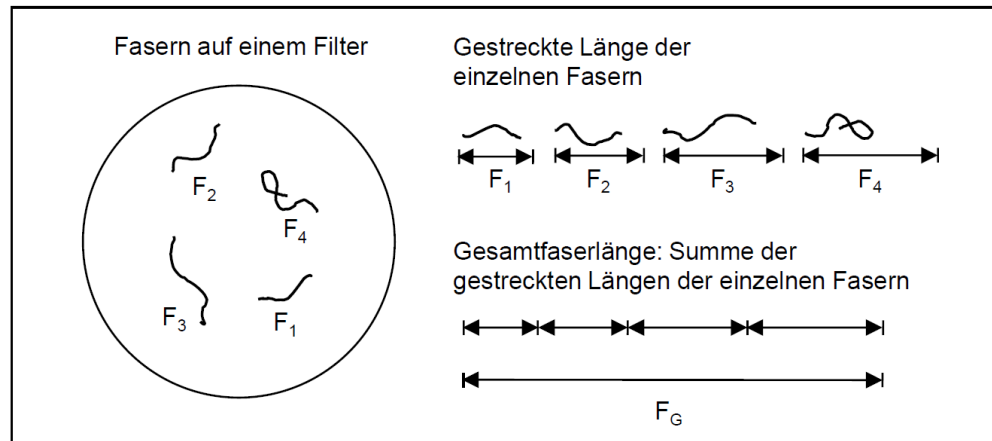


- „Die Faserdefinition soll zur Vorselektion von nahezu unvermeidbaren Textilfasern dienen, nicht jedoch zur sicheren Erfassung von Fasermaterialien aus Werkstücken oder Fertigungsprozessen, wie Glasfasern oder Carbonfaser.“
- „(Textil-)Fasern können im Herstellungsprozess von Bauteilen oder deren logistischer 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“

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Hinweise zu Fasern & zur Faserdefinition

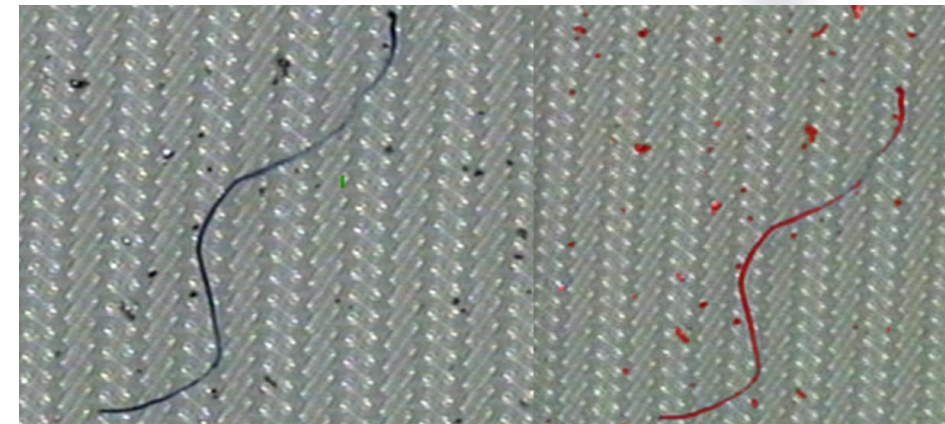
- „Ein gutes Maß, eine solche Gesamtfaserbelastung zu beschreiben, ist die Gesamtfaserlänge, d.h. **die Summe der gestreckten Längen aller Fasern** auf einem Bauteil bzw. Analysefilter“



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

→ Erschwerte Nachkontrolle

Abbildung 8-8 Bedeutung der Gesamtfaserlänge



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *Standardanalyse* nach VDA 19.1

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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 $\geq 50 \mu\text{m}$
- Mikroskop / Scanner **im Auflicht-Modus**
 - 5 µm/px
 - Länge (Feret_{max}) / Breite (**optional**)
 - Typisierung:
 - Fasern **neues Faserkriterium!**
 - Metallischer Glanz (optional) **neue Typisierungsmethoden**

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Detektion von Metallpartikeln – metallischer Glanz

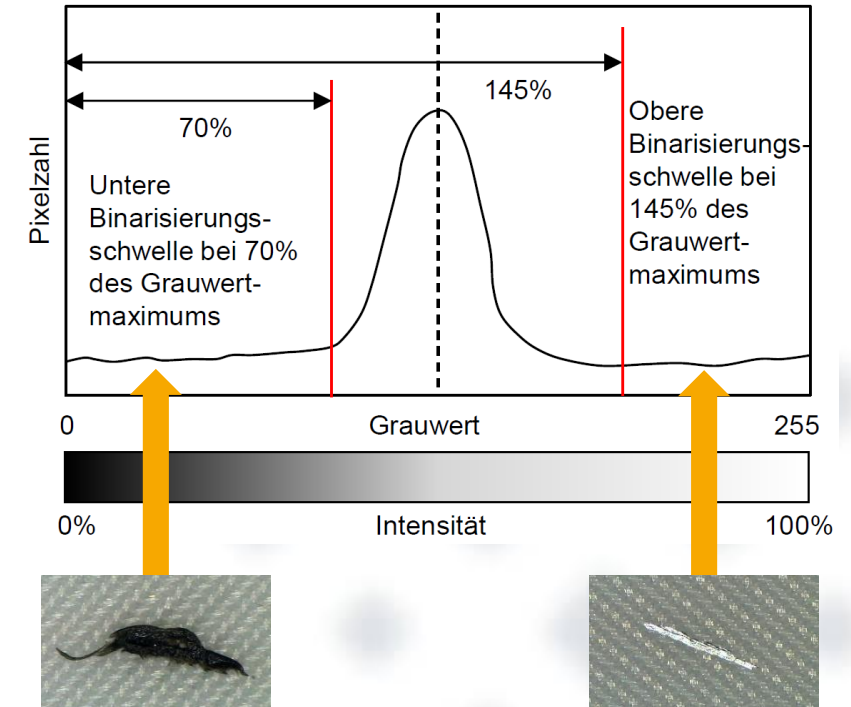
- Metallische Partikel weisen i.d.R. ein höheres Schädigungspotential auf
 - Härte
 - Elektrische Leitfähigkeit
- Wahre Materialzuordnung nicht möglich mittels lichtoptischer Mikroskopie → REM/EDX (Teil der Standardanalyse)
- Ermittlung des metallischen Glanzes als erstes Indiz

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

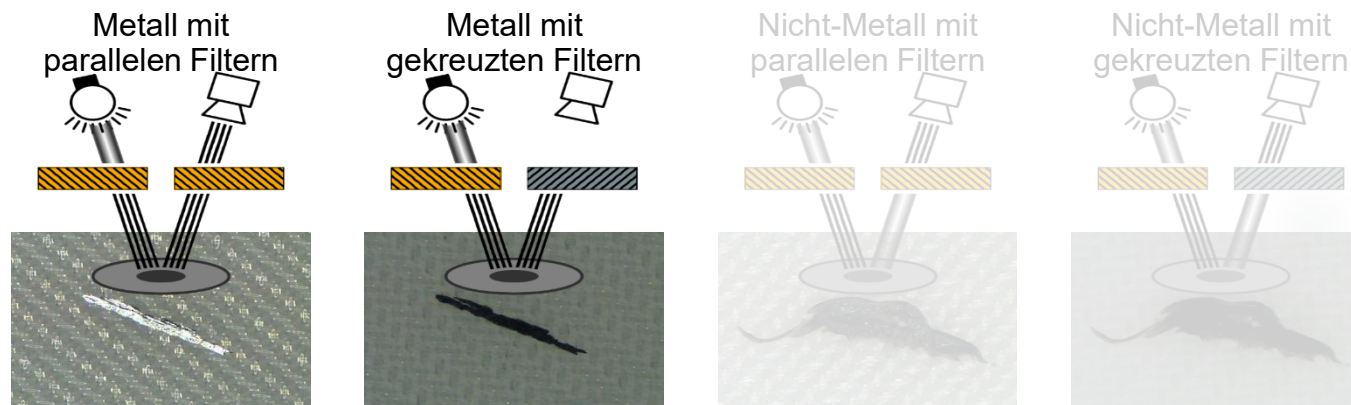


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

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

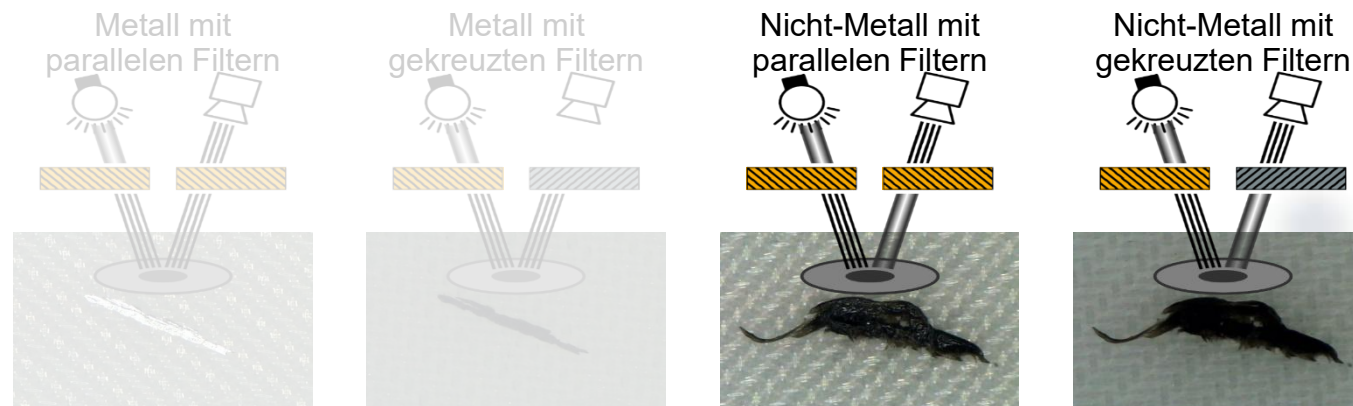


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

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

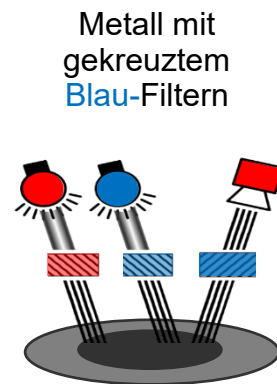
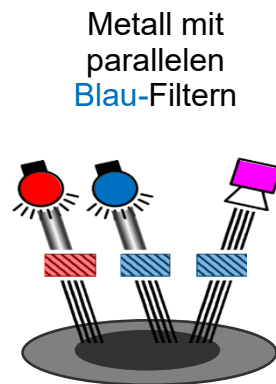
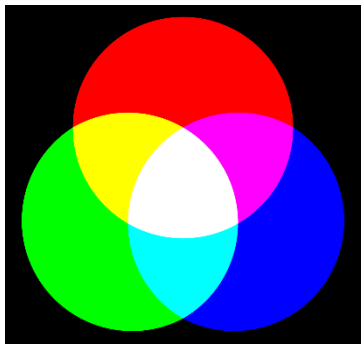


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

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



Filter muss nur noch 1x gescannt werden

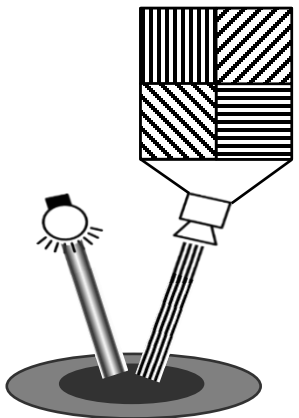


Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

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



Filter muss nur noch 1x gescannt werden



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

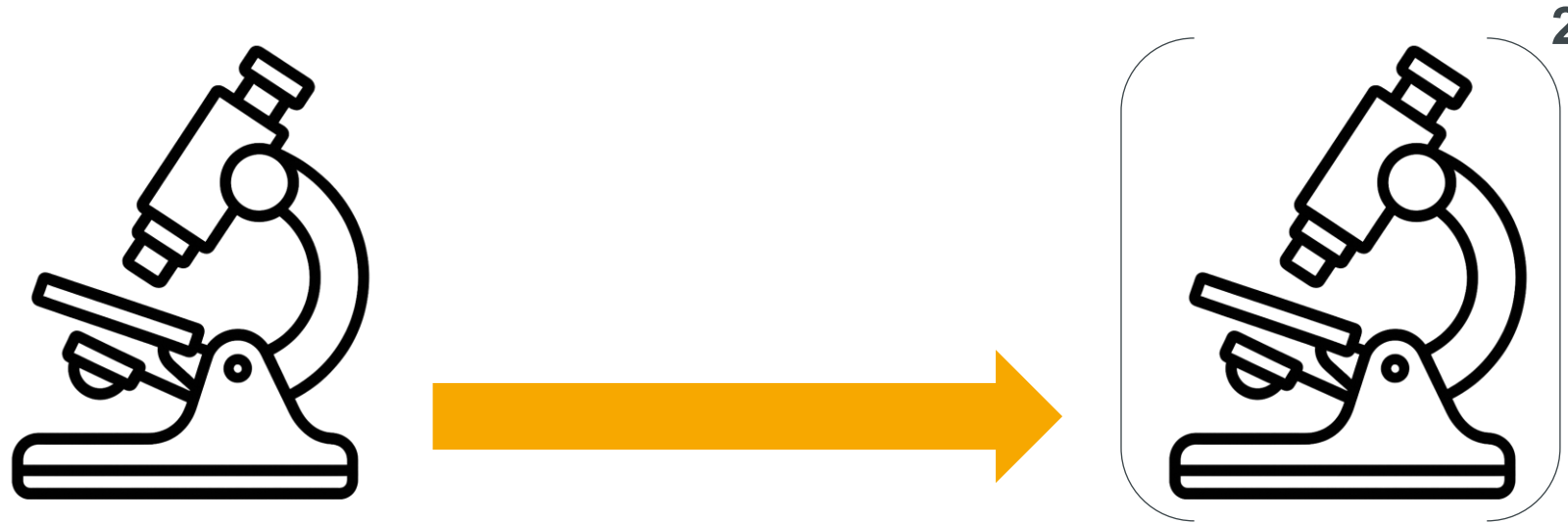
Mikroskopie: Die **neue** VDA 19.1 Standardanalyse

- Überprüfung von Sauberkeitsspezifikationen
- 5 µm PET-Siebgewebefilter empfohlen
- Gravimetrie
- Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$
- 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 $\geq 50 \mu\text{m}$
- Mikroskop / Scanner **im Auflicht-Modus**
 - 5 µm/px
 - Länge (Feret_{max}) / Breite (**optional**)
 - Typisierung:
 - Fasern **neues Faserkriterium!**
 - Metallischer Glanz (optional)
- Geschultes Personal
- Nachkontrolle

Inhalt



Gravimetrie

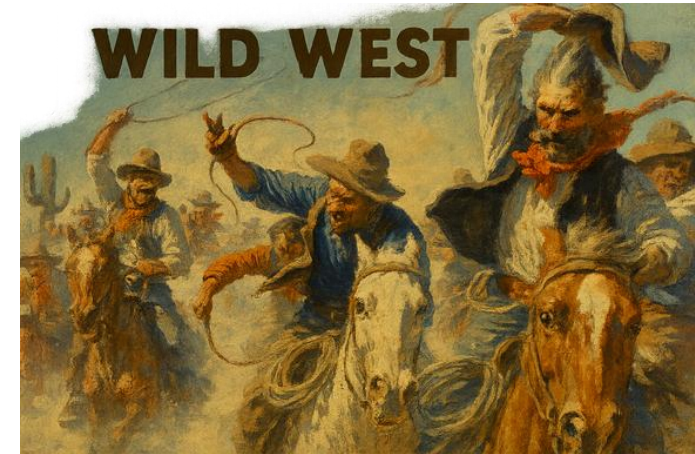
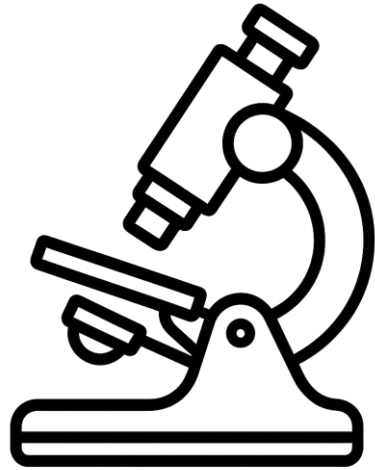
Mikroskopie – Standardanalyse

Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



Gravimetrie

Mikroskopie – Standardanalyse

Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



Freiheit
bei der Wahl der
zielgerichteten
Prüfung

Gravimetrie

Mikroskopie – Standardanalyse

Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Die *freie Analyse* nach VDA 19.1



Freiheit
bei der Wahl der
zielgerichteten
Prüfung

Der Anspruch der freien Analyse



- Sichere Detektion und Vermessung von Partikeln $\leq 50 \mu\text{m}$
- 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

Mikroskopie: Vermessung von Partikeln $\leq 50 \mu\text{m}$

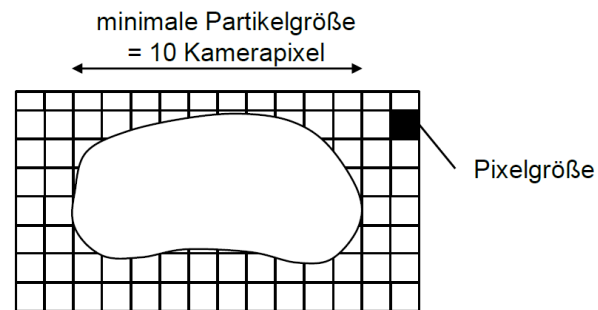
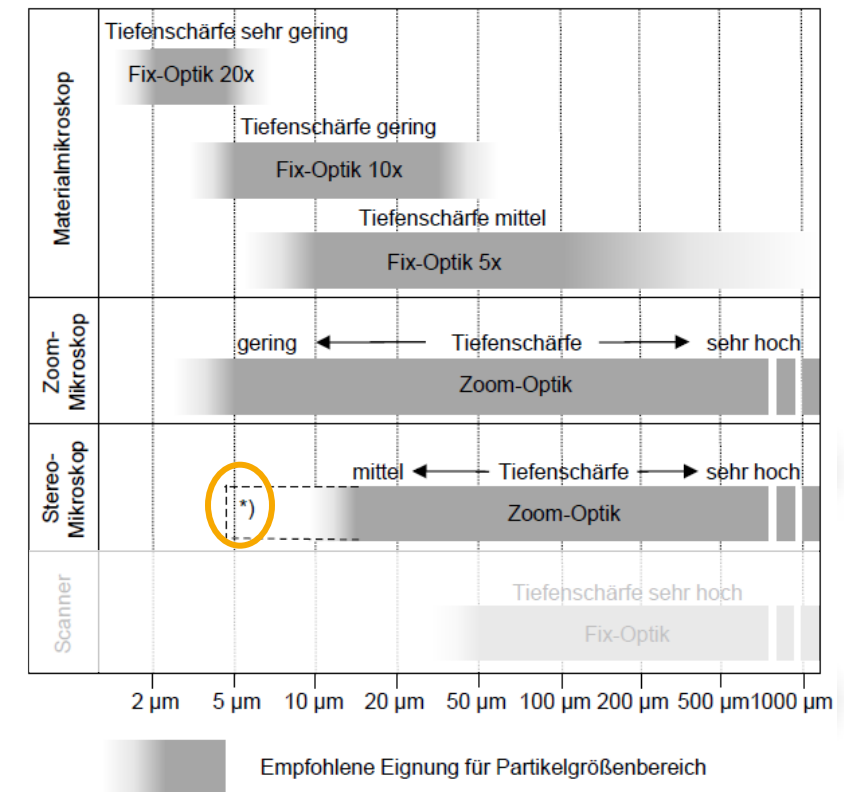


Tabelle 8-4: Zu verwendende Auflösung in Abhängigkeit von der Partikelgröße

Partikelgröße	Erfassung mit
$\geq 50 \mu\text{m}$	$\leq 5,0 \mu\text{m}/\text{pxl}$
$\geq 25 \mu\text{m}$	$\leq 2,5 \mu\text{m}/\text{pxl}$
$\geq 15 \mu\text{m}$	$\leq 2,5 \mu\text{m}/\text{pxl}$
$\geq 5 \mu\text{m}$	$\leq 1,0 \mu\text{m}/\text{pxl}$



* Der Einsatz von Stereo-Mikroskopen für Partikel $\geq 5 \mu\text{m}$ ist nur zugelassen, falls der Einfluss der Parallaxe (Versatz der Bilder durch Einsatz des Stereo-Okulars) korrigiert ist.
Ohne Korrektur nur für Partikel $\geq 15 \mu\text{m}$ zugelassen.

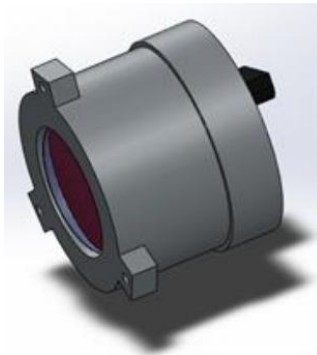
Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Vermessung von Partikeln $\leq 50 \mu\text{m}$

- Vorausgehende Voraussetzungen für eine erfolgreiche & repräsentative Sauberkeitsanalyse für Partikel $\leq 50 \mu\text{m}$
 - Erfolgreich qualifiziertes Extraktionsmethode auch in Partikelkategorien $< 50 \mu\text{m}$
 - 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

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

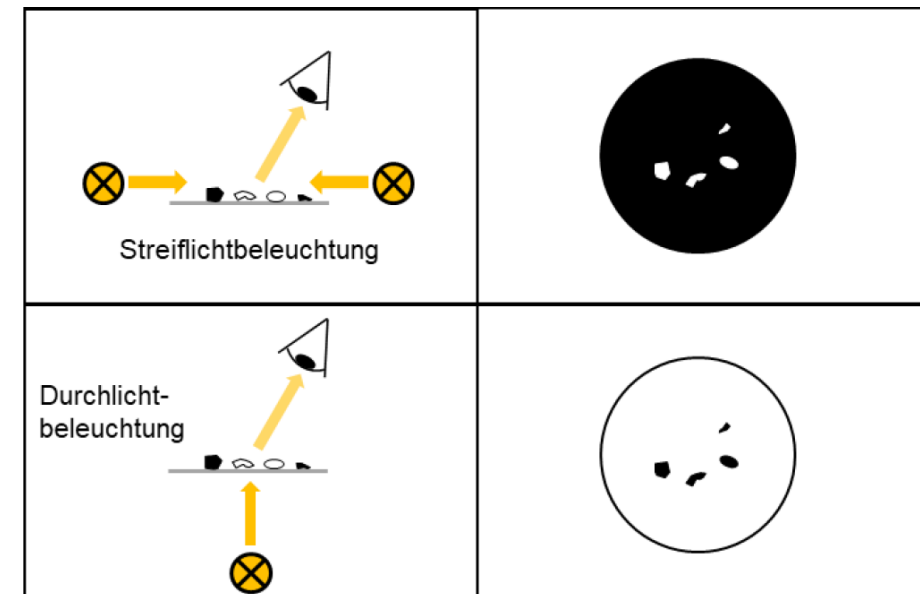
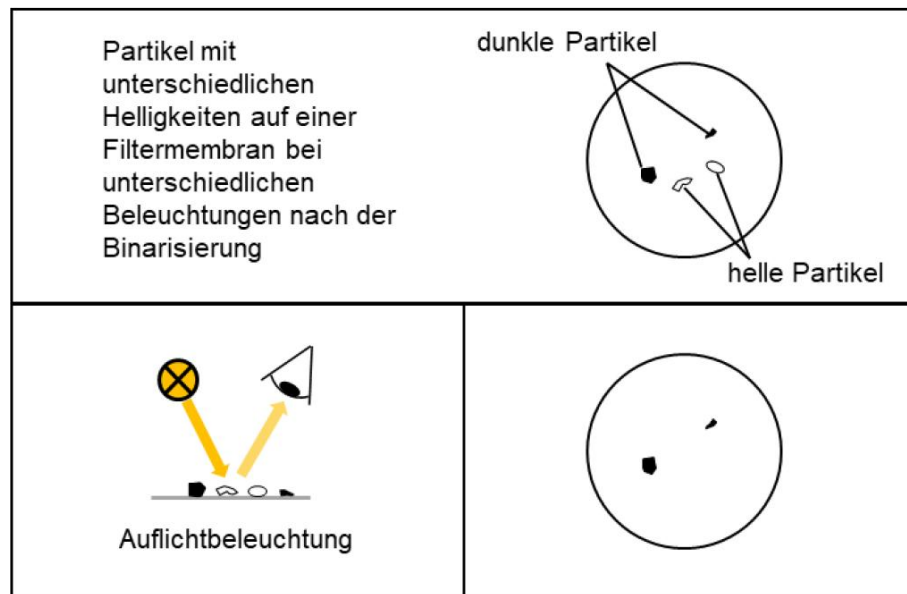


- Partikelhöhe kritisches Maß bei der Kontamination auf Batterie-Separatorfolien
 - Anforderungen $< 50 \mu\text{m}$
 - Vermessung durch Materialmikroskop (geringe Tiefenschärfe erlaubt Vermessung in der z-Achse)

Mikroskopie: Erfassung kontrastarmer Partikel



Anpassung der Beleuchtung



Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Mikroskopie: Erfassung kontrastarmer Partikel



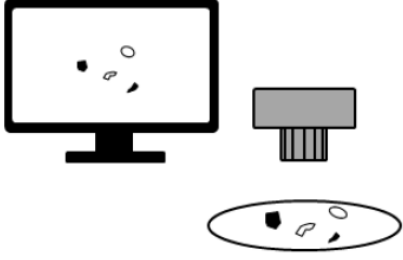
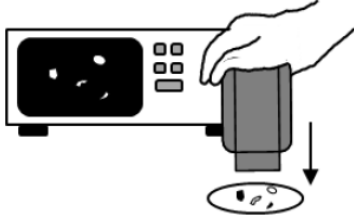
Weitere mögliche Anpassungen

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	

Weitere lichtoptische Analysesysteme

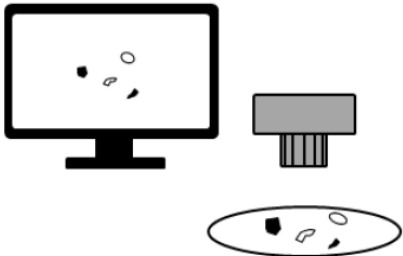
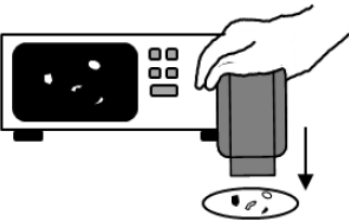


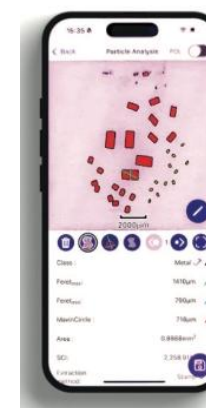
Kamerasysteme	
Messköpfe mit Kamertechnik	

- 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

Weitere lichtoptische Analysesysteme



Kamerasysteme	
Messköpfe mit Kamertechnik	

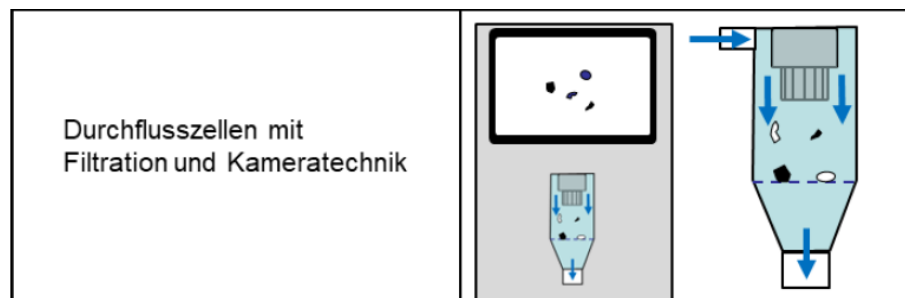


**Lightbox & LensApp
Kombination der Firma:**



Prädestinierte Verfahren im Rahmen des Monitorings

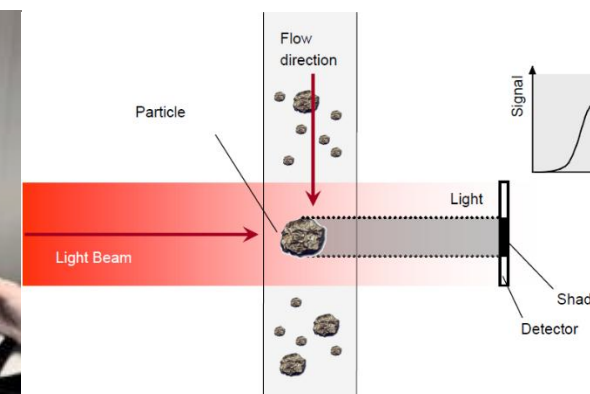
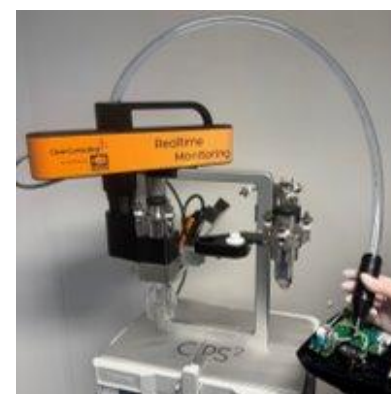
Weitere lichtoptische Analysesysteme



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



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



C|PS-System mit integriertem OPZ

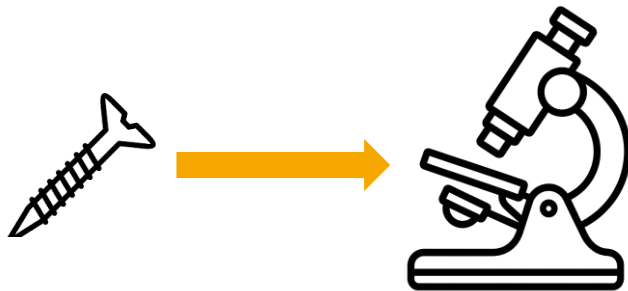
Prädestinierte Verfahren im Rahmen des Monitorings



Direktinspektion

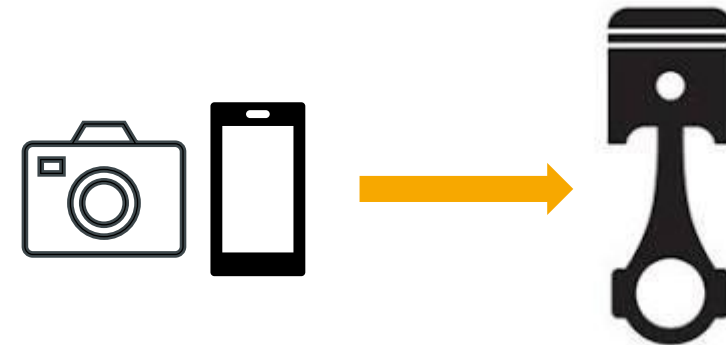
- Die lichtoptische Untersuchung direkt am Bauteil / Prüfkörper
- Die Extraktion der Partikel entfällt → Vermeidung vieler Fehlerquellen
- Partikel verbleiben an Ort und Stelle → Rückschlüsse auf Entstehung

Bauteil zum Analysesystem



- Anforderungen
 - Zugänglich (ebener Untergrund)
 - Kontrast

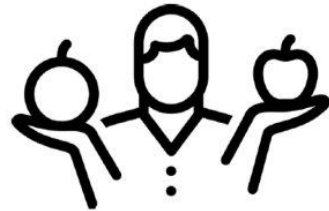
Analysesystem zum Bauteil



- Herausforderungen bei Prüfung von Sauberkeitsspezifikationen
 - Auflösung
 - Vollflächige Analyse

Analytik #1: Gravimetrie & lichtoptische Mikroskopie

Inhalt



Vergleichbarkeit
von
Analyseergebnissen



Freiheit
bei der Wahl der
zielgerichteten
Prüfung

Gravimetrie

Mikroskopie – Standardanalyse

Mikroskopie – freie Analyse

Nachkontrolle

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.



- 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.

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

Nachkontrolle: Beispiele



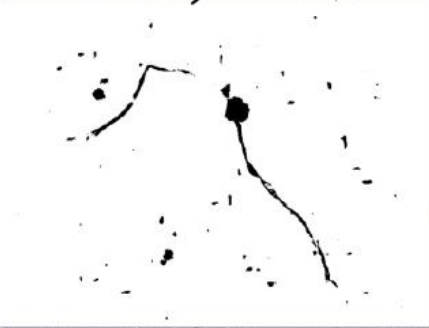
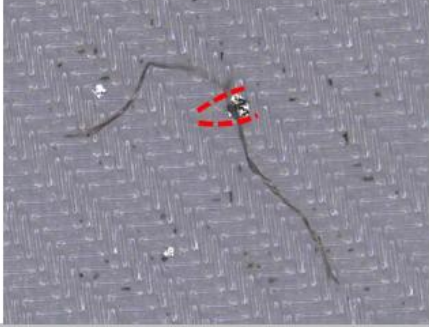
1. Originalbild		Option 1 (Fasern nicht relevant): Die Abbildung zeigt eine Faser mit helleren Teilbereichen und einen auf der Faser aufliegenden Metallpartikel.
2. binarisiertes Bild		Bei der Auswertung wird die Faser in Teilstücken erfasst und der Teil der Faser mit dem aufliegenden Partikel als metallisch glänzend erkannt.
3. Originalbild 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)

Nachkontrolle: Beispiele



	#1 (Mica/Glimmer-Partikel)	#2 (SiC-Partikel)
Hellbild		
Bild mit gekreuztem Polarisator		
Bemerkung	Obenstehende nicht metallische Partikel zeigen im Hellbild einen gewissen Glanz und sind im Bild mit gekreuzten Polarisatoren tiefschwarz und werden somit im Rahmen der automatisierten Auswertung mit hoher Wahrscheinlichkeit als metallisch glänzend erkannt, sind aber mineralischen Ursprungs.	



Gleich geht's weiter.....

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

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit !

