



CleanControlling®

Ihre Prozesse. Unsere Analyse. Maximale Sicherheit.



Partikel im Blick. Qualität im Griff.	Reinheit rettet Leben.	Nachhaltigkeit beginnt mit Analyse.
Techn. Sauberkeit	Medizinprodukte	Chemie u. Umwelt
Rückstände erkennen, Prozesse absichern.	Akkreditierte Analytik für höchste Produktsicherheit.	Chemische Schadstoffe und Umweltbelastungen erkennen – für morgen.

SAUBERKEIT IM FOCUS

REVISION VDA19.1/2026

Analyseverfahren Teil 2

Simon Schnitzlein

Hintergründe der Überarbeitung:

Beispiel einer möglichen Kundenanforderung:

Abrasive / harte Partikel:

50-100µm	50 Partikel
100-200 µm	10 Partikel
> 200 µm	Keine Partikel



Ziele und Herausforderungen der Revision:

- Vereinheitlichung der Partikeldetektion und Messung
- Festlegung einheitlicher Materialklassen
- Vergleichbarkeit unter den Geräteherstellern möglich?
- Bewertung des Schädigungspotentials (Leitfähigkeit / Vickers Härte)

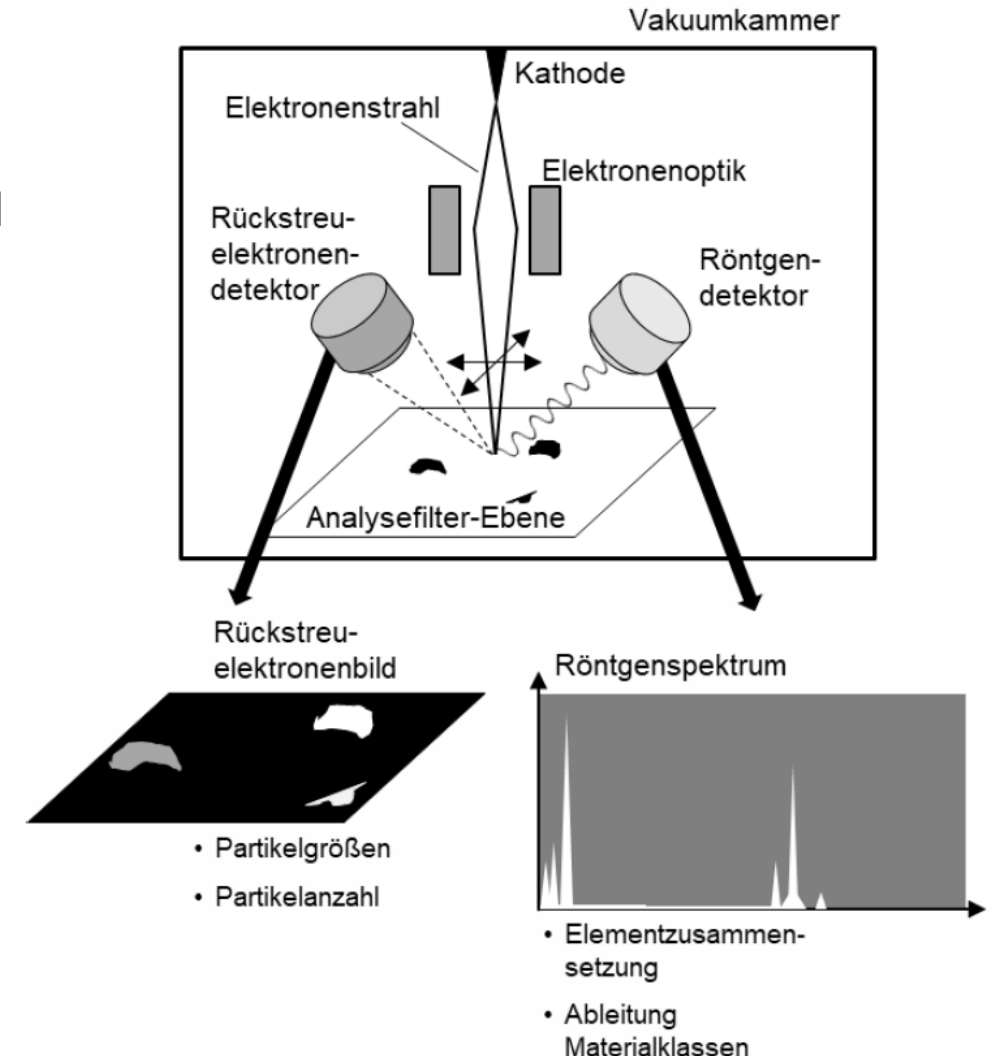
Gegenüberstellung alte & neue VDA 19.1



Thema	Revision VDA 19.1
Standardanalyse	Neue VDA 19 Standardanalyse
Filtertyp	Filterempfehlung
Partikelerkennung	Vereinheitlichte Partikelerkennung
Materiaklassen	Einheitliche Materialklassen
Materialeigenschaften	Einordnung aller Materialklassen nach Härte und elektrischer Leitfähigkeit
EDX-Messung	Definierte EDX-Analysezeit/Counts
EDX-Messung	Zero Rules
Nachbearbeitung	Manuelle Nachkontrolle notwendig
Partikel < 50 µm	Hochrechnung

Grundlagen der REM / EDX Analyse

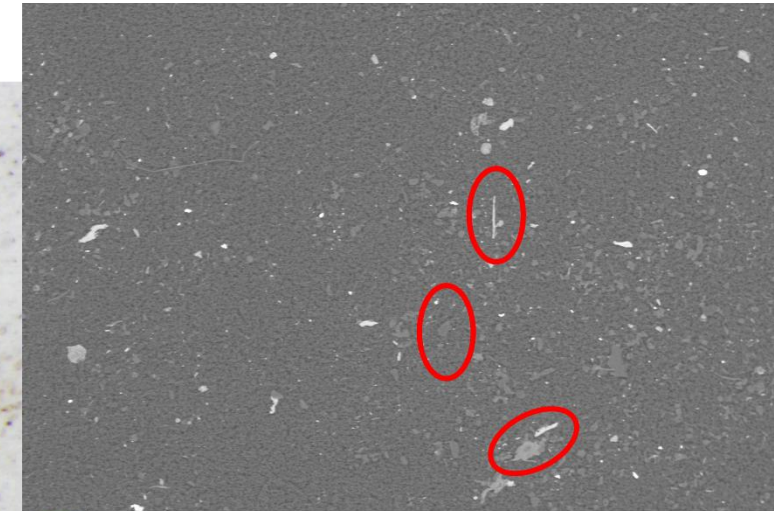
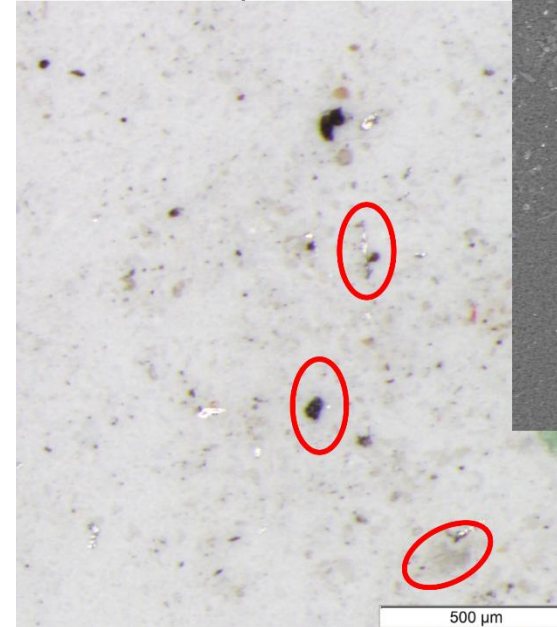
- Kombinierte Analyse mittels elektronenoptischer Zählung und Vermessung der Partikel (REM) / Elementanalyse durch energieaufgelöste Röntgenspektroskopie (EDX)
- Messgrenzen: Zuordnung eines Partikels zu einer Materialklasse ausschließlich aufgrund der Elementzusammensetzung
- Ziel: Partikel auf ihre chemische Zusammensetzung zu untersuchen und gegebenenfalls ihr Schädigungspotential zu definieren. Bspw.: Abrasivität/Härte oder elektr. Leitfähigkeit



Grundlagen der REM / EDX Analyse

- Erfassung und Abbildung von Partikeln mittels Materialkontrast, durch unterschiedliche Intensität der rückgestreuten Elektronen.
- Unterschiedliche Detektionsmechanismen zwischen Licht-Mikroskopie und REM
- → keine direkte Vergleichbarkeit
- Detektion der lichtoptischen Analyse und REM Analyse über einen Schwellwert (Binarisierungsschwelle).
- Kohlenstoffhaltiger Filterhintergrund dunkel, Partikel mit Elementen schwerer als Kohlenstoff heben sich davon hell ab (je heller desto schwerer die Elemente im Partikel).

Lichtmikroskop



Elektronenmikroskop

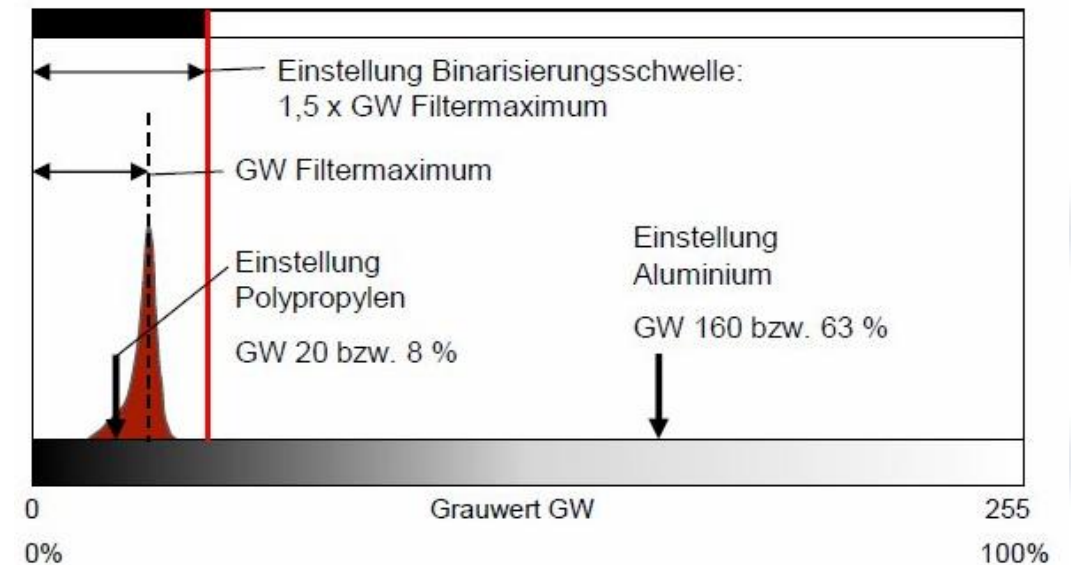
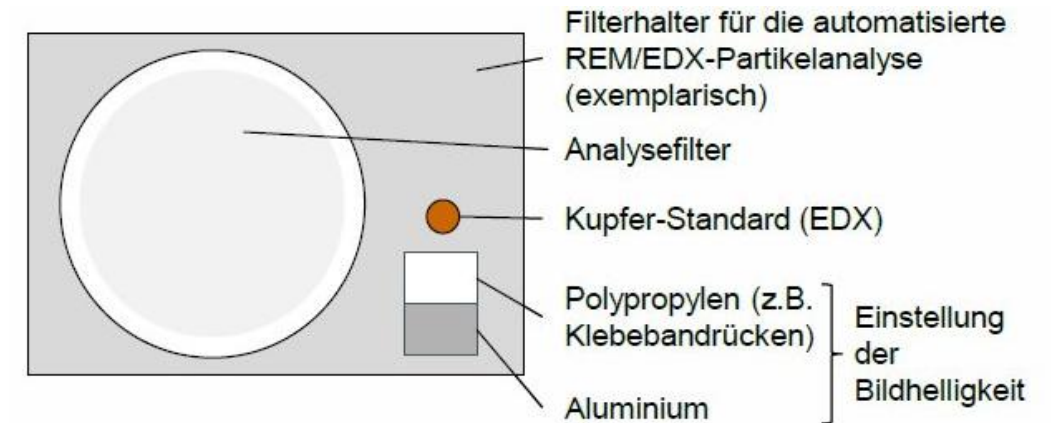
REM/EDX Standardanalyse

- Partikelgröße ab 50µm
- Verwendung von Niedervakuum, um Aufladungseffekte zu verhindern (Partikelkleber ist grundsätzlich möglich)
- Empfehlung einer Spannung von 20kV
- Bildaufnahme durch einen BSE-Detektor
- Anwendung des Pixelkriteriums der Lichtmikroskopie
- Filterempfehlung 5µm Siebgewebefilter aus PA oder PET

	Partikel $\geq 5 \mu\text{m}$ (bis 50 μm)	Partikel $\geq 50 \mu\text{m}$ (REM/EDX- Standardanalyse)
zu verwendender Filter	1 μm Polyamid (geschäumt)	5 μm PET- bzw. PA-Siebgewebe
zu verwendende Auflösung (siehe Tabelle 8-4)	$\leq 1 \mu\text{m/pxl}$	$\leq 5 \mu\text{m/pxl}$
Partikeldetektion (Bildeinstellung und Schwellwert)	Abbildung 8-37	
ausgewertete Fläche des Filters	statistische Auswertung möglich (min. 10 %, siehe Abbildung 8-38)	vollflächig (100 %)
EDX-Analyse (siehe Abbildung 8-36)	punktförmige EDX-Analyse möglich	flächige EDX-Analyse

Binärisierung

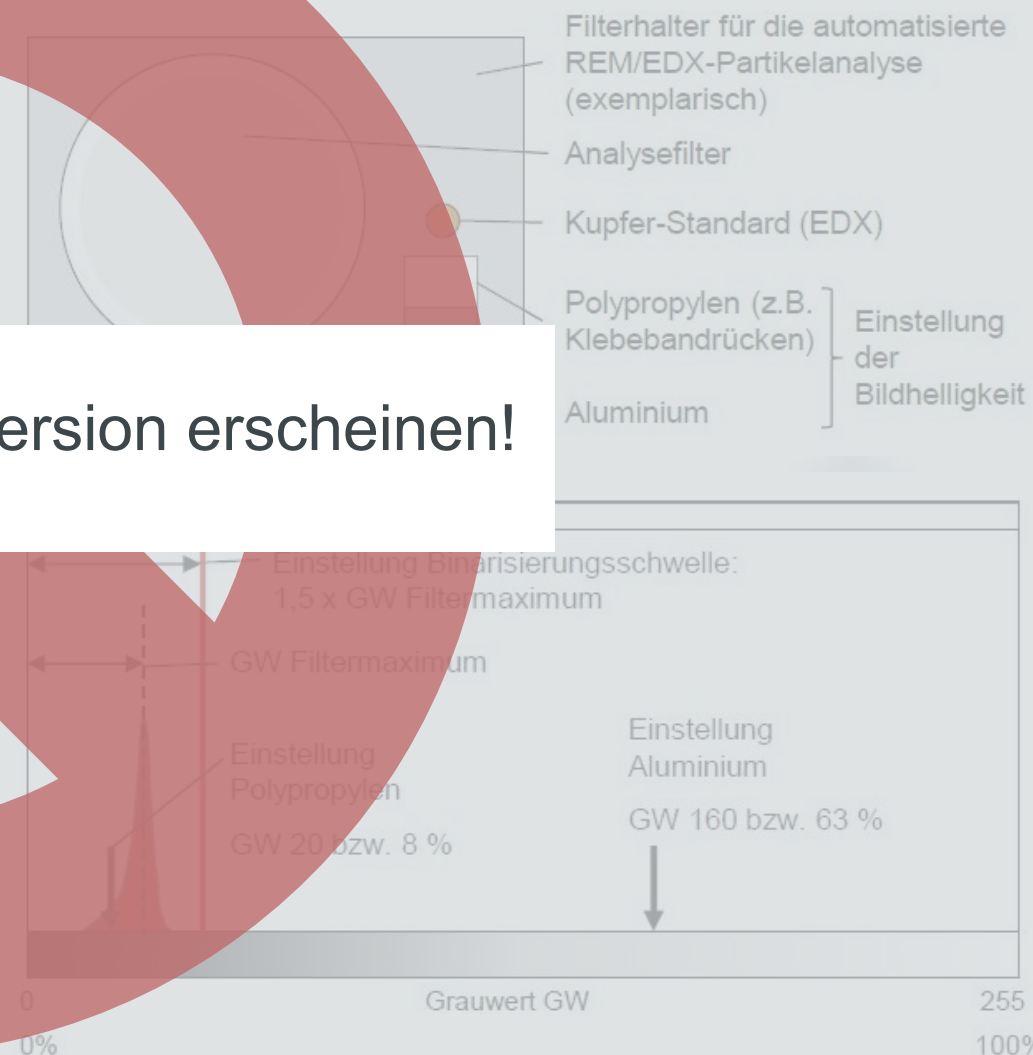
- Referenzmaterial aus Aluminium und Polypropylen
- Einstellungen wie bei der Analyse (20kV, LV)
- Grauwert PP: 20 bzw. 8%
- Grauwert Al: 160 bzw. 63%
- Aufspreizung der Helligkeit ausreichend um typische Partikel wie SiC oder Korund vom Filterhintergrund abzuheben
- Binärisierungsschwelle: 1,5 x GW Filtermaximum



Binärisierung

- Referenzmaterial aus Aluminium und Polypropylen
- Einstellungen wie bei der Analyse (20kV, LV)
- Grauwert PP: 20 bzw. 8 %
- Grauwert Al: 160 bzw. 63 %
- Aufspreizung der Helligkeit ausreichend um typische Partikel wie SiC oder Korund vom Filterhintergrund abzuheben
- Binärisierungsschwelle: $1,5 \times \text{GW Filtermaximum}$

Wird nicht in der finalen Version erscheinen!



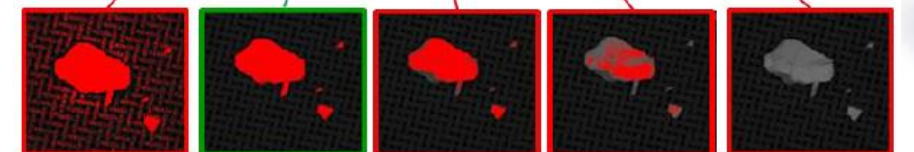
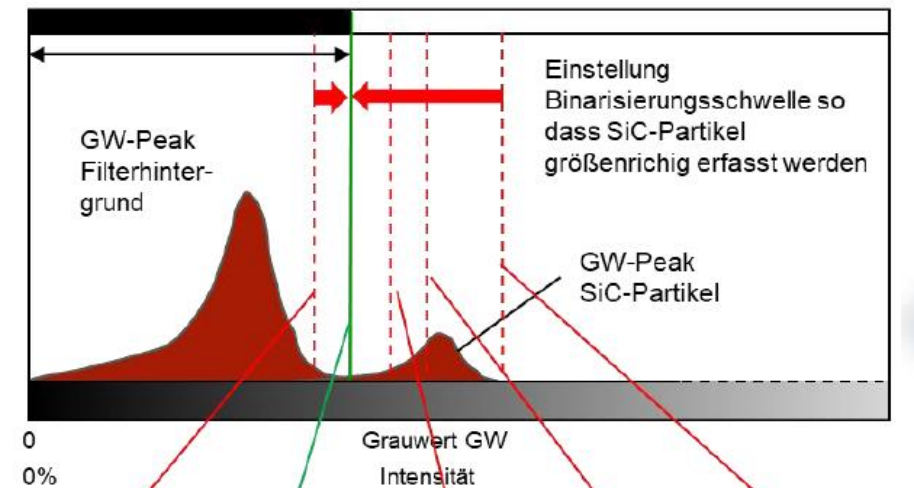
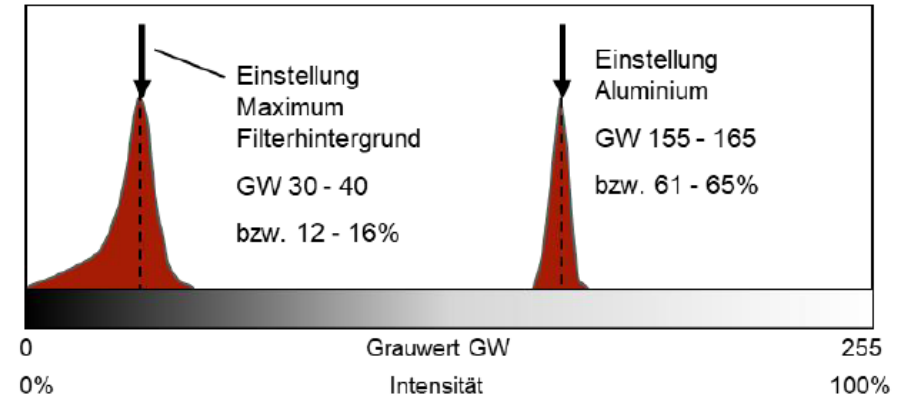
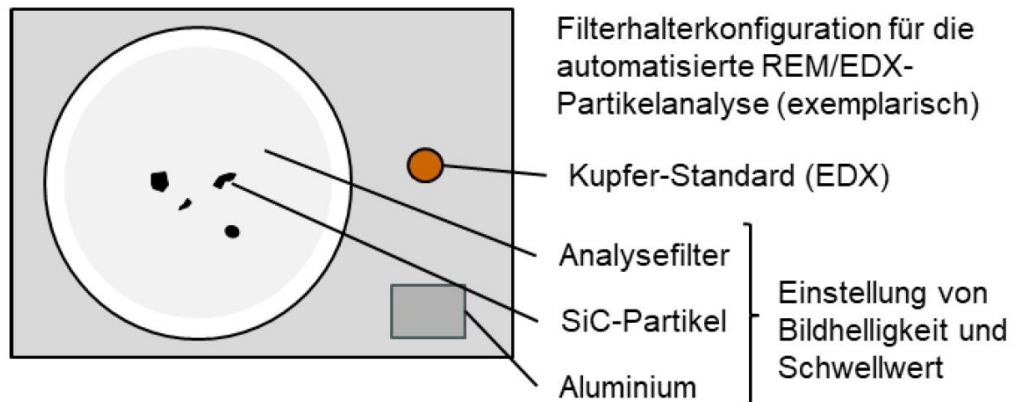
Binärisierung

- Bisheriges Verfahren funktioniert für: Siebgewebefilter 5µm Maschenweite / ab 50 µm Partikelgröße
- Wunsch: Verfahren für alle Filtermaterialien und Partikelgrößen
- Problem: Verfahren nicht für geschäumte Filter und kleine Partikel anwendbar!
 - Filterhintergrund bei geschäumten Filtern heller als Siebgewebefilter
 - Trennung zwischen Filteruntergrund und Partikel nicht ausreichend
 - Peak-Breite nimmt stark für geschäumte Filter zu
- Weiteres Vorgehen: Präzisierung durch FAQs und SIs der VDA QMC



Binärisierung

- Einstellung mit bewährten Werten: Aluminium 160 Filterhintergrund 35
- Einstellung des Schwellwert über SiC-Referenzpartikel
- Einmalige Einstellung für Kombination von Gerät und Filter
- Regelmäßige Überprüfung der Schwellwert-Detektion

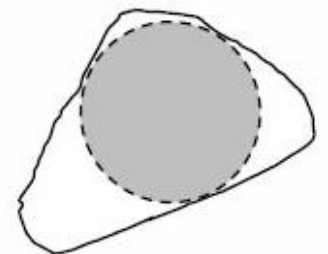
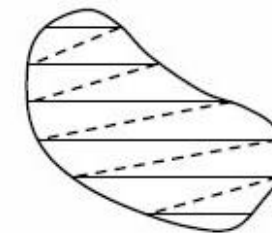
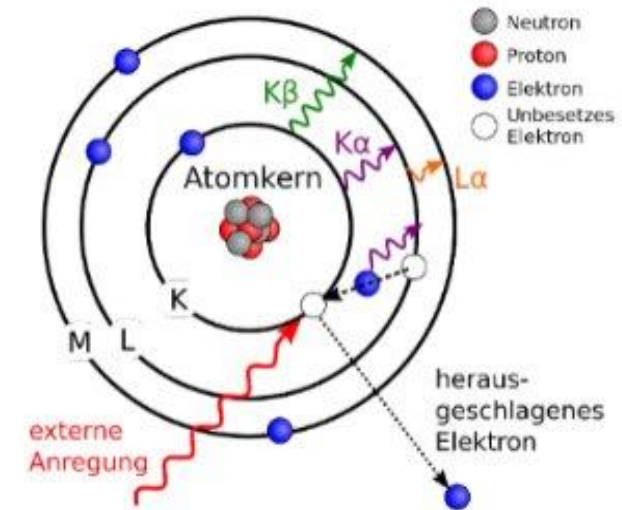


EDX-Analyse

- Anregung der Probe mit dem Elektronenstrahl erzeugt charakteristische Röntgenstrahlen für jedes Element
- Messung des gesamten Partikels z.B. mittels Inkreises bzw. abrastern des kompletten Partikels notwendig
- Ausnahme kleine Partikel (punktförmige Analyse zulässig)
- Kurze Messdauer pro Messpunkt 3000 - 5000 Counts ~ 1 Sekunde
- Auswertung des Spektrums und Zuweisung eines Materials



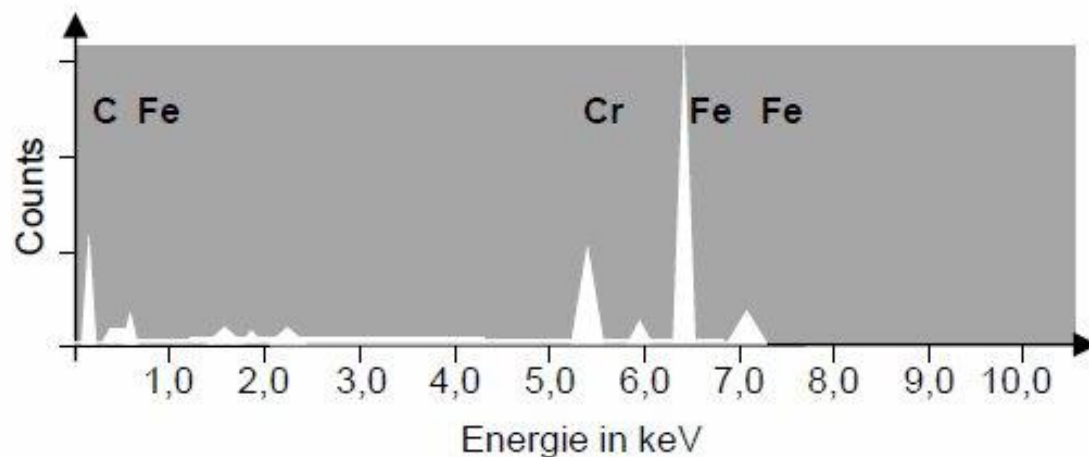
punktförmige EDX-Analyse
geeignet bei kleinen Partikeln



flächige EDX-Analyse (z. B. Inkreis)
geeignet bei größeren Partikeln

EDX-Analyse

- Materialzusammensetzung anhand des erhaltenen Spektrums
- Einschränkung aller Elemente im Periodensystem auf eine spezielle Auswahl:
Linienüberlappungen als mögliche Probleme
- Einführung von „Zero Rules“ für eine bessere Materialklassenzuweisung



Zero-Element Rule (Element "x" wird auf "0" gesetzt, wenn...)	
O	(Al+Si)<15
O	O<15
O	Fe≥30

Materialklassen

- Einführung von insgesamt 30 Materialklassen
- Anpassung der Materialklassen an die Elektromobilität
- Neben der Materialklasse ist Position in der Liste entscheidend / Siebturmprinzip
- Materialklassen können auf Kundenwunsch geändert / angepasst werden
 - Überprüfung bei Einführung neuer Materialklassen an welchen Platz sie eingefügt wird
 - Überprüfung ob Zero-Rules einen Einfluss auf die Materialklasse haben



Materialklassen

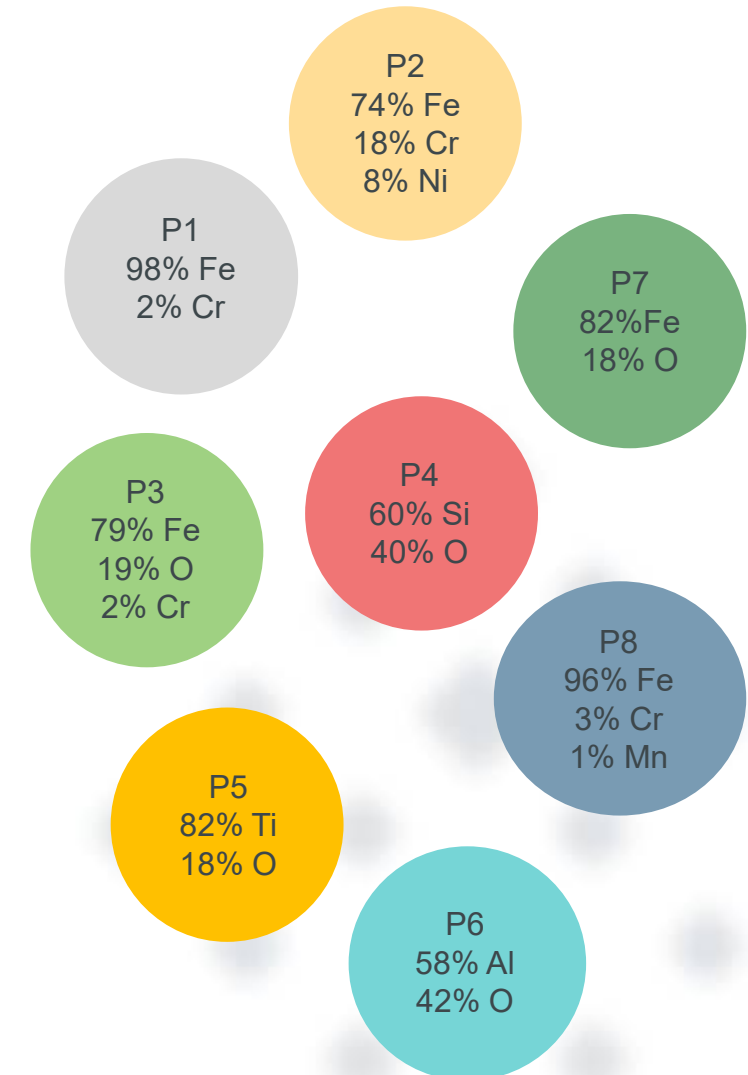
#	Name	Regel
1	Cr- Schicht	$P < 5$ AND $Fe \geq 10$ AND $E1 = Cr$ AND $(Fe + Cr) \geq 35$ AND $Zn < 20$ AND $Cu < 5$ AND $Mn < 5$ AND $Ti < 5$
2	Zn- Schicht	$P < 5$ AND $Fe \geq 10$ AND $E1 = Zn$ AND $(Fe + Zn) \geq 35$ AND $Cr < 20$ AND $Cu < 5$ AND $Mn < 5$ AND $Ti < 5$
3	Mn-Phosphate	$P \geq 5$ AND $Mn \geq 10$ AND $Fe \geq 5$ AND $(P + Fe + Mn) \geq 50$ AND $Cl < 5$ AND $K < 5$ AND $Zn < 5$ AND $Cu < 5$ AND $Ti < 5$ AND $Cr < 5$
4	Zn-Phosphate	$P \geq 5$ AND $Zn \geq 10$ AND $Fe \geq 5$ AND $Cr < 2$ AND $(Fe + Zn + P) \geq 40$ AND $Cu < 5$ AND $Mn < 5$ AND $Ti < 5$
5	unlegierter Stahl	$Fe \geq 75$ AND $Cr < 1$ AND $Mn < 1$ AND $Ni < 0.5$ AND $Zn < 5$ AND $Cu < 5$ AND $Ti < 3$
6	niedrigleg. Stahl	$Fe \geq 65$ AND $(Mn > 0$ OR $Cr > 0$ OR $Ni > 0)$ AND $(Cr + Mn + Ni) < 5$ AND $Zn < 5$
7	hochleg. Stahl	$Fe \geq 50$ AND $(Cr \geq 5$ OR $Mn \geq 5$ OR $Ni \geq 5)$
8	mittelleg. Stahl	$Fe \geq 65$ AND $(Mn < 5$ AND $Cr < 5$ AND $Ni < 5)$ AND $(Cr + Mn + Ni) \geq 5$ AND $Zn < 5$
9	Eisen reich	$E1 = Fe$ AND $Fe \geq 30$
10	Si-O	$((E1 = Si$ AND $E2 = O)$ OR $(E1 = O$ AND $E2 = Si))$ AND $O \geq 20$ AND $Ca < 3$ AND $Mg < 3$ AND $Al < 3$ AND $K < 3$ AND $Na < 3$
11	Si - (SiC - SiN)	$E1 = Si$ AND $Al < 3$ AND $Mg < 3$ AND $Ca < 3$ AND $O < 20$ AND $K < 3$ AND $Na < 3$
12	Silikate (Si-XX-O)	$(Si + Al + Ca + K + Na + Fe + O) \geq 60$ AND $Si \geq 10$ AND $K < 50$ AND $Ca < 50$ AND $Mg < 5$ AND $Al < 50$ AND $Na < 50$ AND $O \geq 15$
13	Si-Mg-O	$(Si + Mg + O) \geq 60$ AND $Si \geq 10$ AND $Mg \geq 5$ AND $Mg < 50$ AND $Ca < 3$ AND $K < 3$ AND $Al < 3$
14	Al-O	$((E1 = Al$ AND $E2 = O)$ OR $(E1 = O$ AND $E2 = Al))$ AND $Al < 65$ AND $O \geq 25$ AND $Si < 8$ AND $Ca < 3$ AND $Mg < 3$ AND $K < 3$ AND $Cu < 1$ AND $F < 3$
15	Aluminiumlegierung	$E1 = Al$ AND $Al \geq 30$ AND $O < 30$ AND $Si < 22$ AND $Cu < 12$ AND $Mg < 8$ AND $Na < 3$ AND $(K + Ca) < 5$

16	Zirkon reich	$E1 = Zr$ AND $Zr \geq 30$
17	Silizium reich	$Si \geq 25$ AND $Al < 60$
18	Aluminium reich	$E1 = Al$ AND $Al \geq 30$
19	Messing	$((E1 = Cu$ AND $E2 = Zn)$ OR $(E1 = Zn$ AND $E2 = Cu))$ AND $Cu \geq 15$ AND $Zn \geq 15$
20	Kupfer reich	$E1 = Cu$ AND $Cu \geq 30$
21	Zink reich	$E1 = Zn$ AND $Zn \geq 30$
22	Zinn reich	$E1 = Sn$ AND $Sn \geq 30$
23	Titan reich	$E1 = Ti$ AND $Ti \geq 30$
24	Nickel reich	$E1 = Ni$ AND $Ni \geq 30$
25	Silber reich	$E1 = Ag$ AND $Ag \geq 30$
26	Gold reich	$E1 = Au$ AND $Au \geq 30$
27	Fluor reich	$E1 = F$ AND $F \geq 30$
28	Festschmierstoffe	$(Mo + S + Pb + Ba) \geq 50$
29	Chlor reich	$E1 = Cl$ OR $E2 = Cl$
30	P/S/Na/Mg/K/Ca	$E1 = P$ OR $E2 = P$ OR $E1 = S$ OR $E2 = S$ OR $E1 = Na$ OR $E2 = Na$ OR $E1 = Mg$ OR $E2 = Mg$ OR $E1 = K$ OR $E2 = K$ OR $E1 = Ca$ OR $E2 = Ca$

Materialklassen

Reihenfolge der Klassen nicht sinnvoll

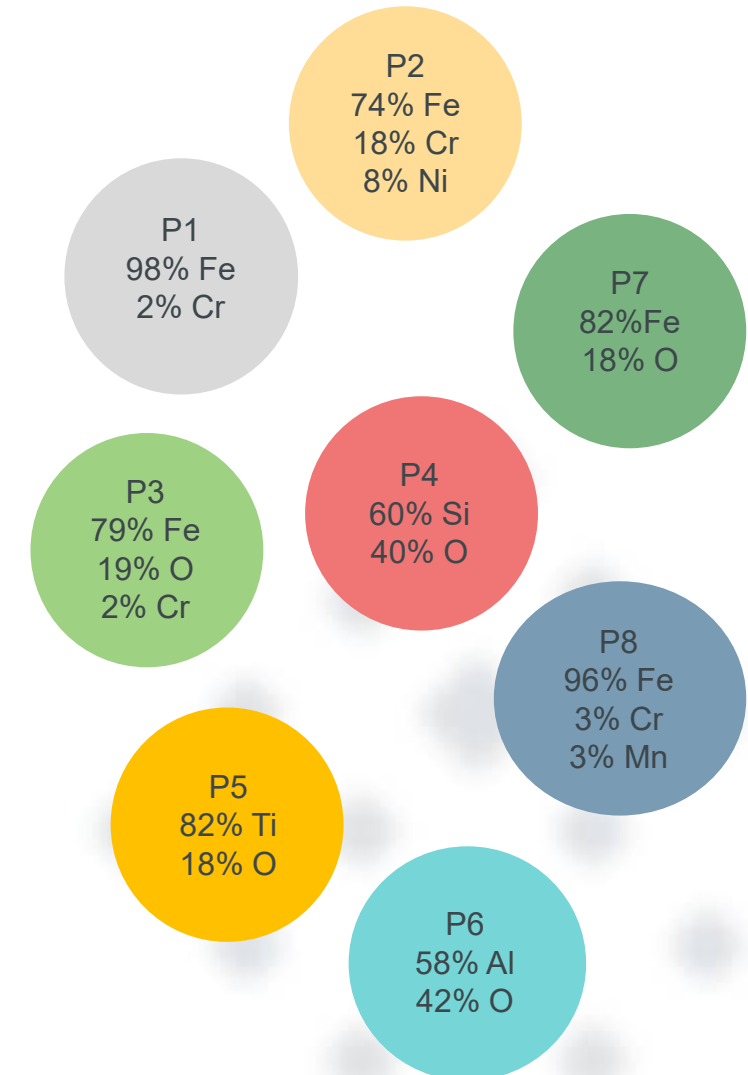
Klasse	Definition	Partikel im Siebturm
Eisenreich	$\text{Fe} \geq 30$	
Niedriglegierter Stahl	$\text{Fe} \geq 65\%$ und $\text{Cr} + \text{Mn} + \text{Ni} < 5$ und $\text{Zn} < 5$ und $\text{Mn/Cr/Ni} > 0$	
Hochlegierter Stahl	$\text{Fe} \geq 50$ und $\text{Mn/Cr/Ni} \geq 5$	
Silizium reich	$\text{Si} \geq 25$ und $\text{Al} < 60$	
Titan reich	$\text{Ti} \geq 30$	
Aluminium reich	$\text{Al} \geq 30$	



Materialklassen

Reihenfolge der Klassen sinnvoll

Klasse	Definition	Partikel im Siebturm
Niedriglegierter Stahl	$\text{Fe} \geq 65\%$ und $\text{Cr} + \text{Mn} + \text{Ni} < 5$ und $\text{Zn} < 5$ und $\text{Mn/Cr/Ni} > 0$	
Hochlegierter Stahl	$\text{Fe} \geq 50$ und $\text{Mn/Cr/Ni} \geq 5$	
Eisenreich	$\text{Fe} \geq 30$	
Silizium reich	$\text{Si} \geq 25$ und $\text{Al} < 60$	
Titan reich	$\text{Ti} \geq 30$	
Aluminium reich	$\text{Al} \geq 30$	



Schädigungspotential eines Partikels

- Schädigungspotential wie Härte / Leitfähigkeit nicht direkt mittels EDX nachweisbar
 - Aus Elementkombination kann diese jedoch abgeleitet werden
- Kategorisierung der Materialklassen nach der Reinsubstanz und dem „worst case“ Szenario

Name	Potenziell hart	Potenziell leitfähig
Unlegierter Stahl	V2	+
Salze	V1	-
Titan/Titandioxid	V2	+
SiC	V3	-

V1: < 400 HV

V2: 400-1000 HV

V3: > 1000 HV

+: potenziell Leitfähig

-: nicht leitfähig

Grenzen der EDX-Analyse

- Eingruppierung allein auf Basis der chemischen Bestandteile mittels EDX
 - Falsche Automatische Eingruppierung möglich
 - Überlappende Partikel
 - Geringe EDX Messzeit
- Beispiel 1: Silikonpartikel wird auf Basis seiner Elementzusammensetzung einer Mineralklasse zugeordnet und damit als "potenziell hart"
- Beispiel 2: An einen großen Partikel mit kleinen, angelagerten Partikeln ergibt sich unter Umständen die Materialklasse der angelagerten Partikel
- **Manuelle Nachkontrolle notwendig!**

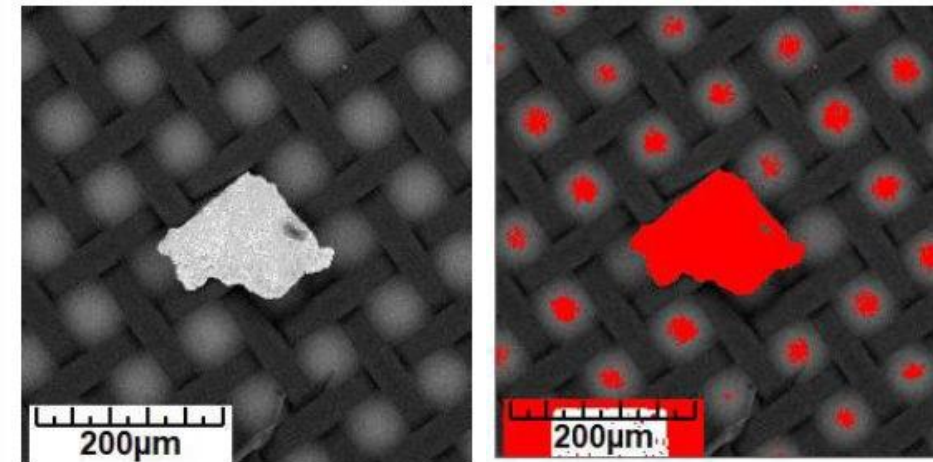
Manuelle Nachkontrolle

- Überlagerte Partikel trennen
- Partikelagglomerate kontrollieren und in die korrekte Materialklasse sortieren
- Nicht vollständig erfasste Partikel verbinden

- Verbundene Partikel: Prüfen ob neues EDX-Spektrum notwendig
- Getrennte Partikel: Neue EDX-Messung erforderlich
- Nachkontrolle der mineralischen Partikel
 - Vermerk im Protokoll, dass Partikel aufgrund des optischen Erscheinungsbildes einer Materialklasse zugeordnet wurden

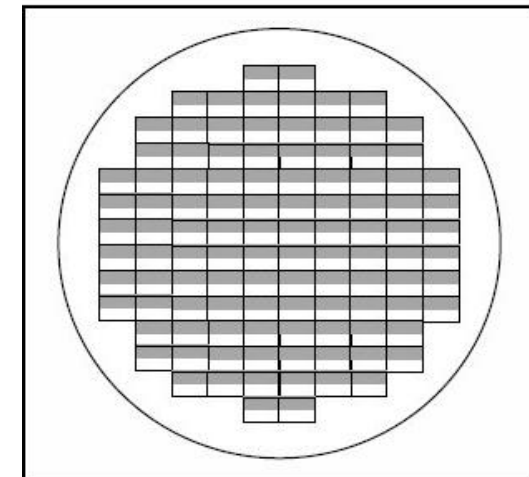
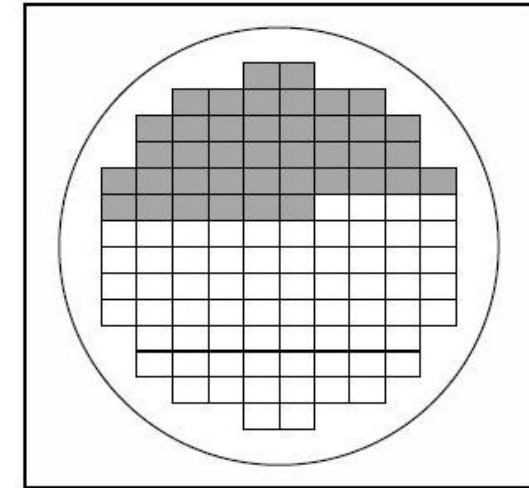
Grenzen der automatischen Filteranalyse

- Nicht hinterlegte Elemente werden nicht erkannt (Lanthanoide)
- Geringer Materialkontrast zu den Elementen Chlor und Fluor
 - Materialien wie PTFE können nicht immer komplett zuverlässig erkannt werden
- Großmaschiger Filter kann zu Artefakten führen
 - Verwendung einer organischen Unterlage bzw. Organischer Kleber
- Geringes EDX-Signal bei kleinen Partikeln
 - Mögliche falsche Zuordnung



Abweichung der EDX-Standardanalyse

- Partikelmessung $> 50 \mu\text{m}$ vollständiger Scan notwendig
- Partikelmessung $< 50 \mu\text{m}$ kein vollständiger Scan notwendig
 - Anteiliger Scan mit anschließender Hochrechnung erlaubt
 - evtl. notwendig zwei Durchläufe notwendig
- Verwendung eines geschäumten Polyamidfilters
- Evtl. Anpassung des Pixelkriteriums
- EDX-Analyse darf für die kleinen Partikel punktförmig sein

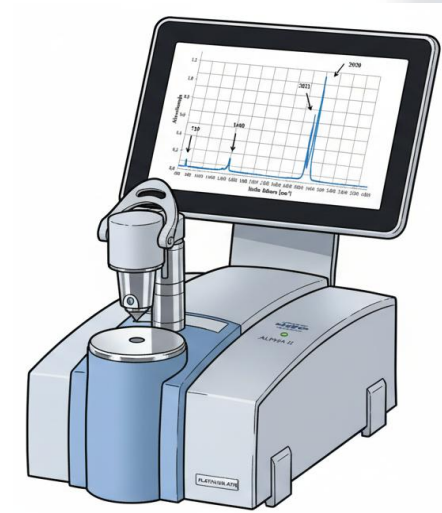


Einrichten und überprüfen von REM/EDX Systemen

Einrichten und Überprüfung des Systems	Material	Häufigkeit
Längeneinheit	Strichmaßstab / Normal	Bei Inbetriebnahme und regelmäßig
Peaklage	Kupfer, Nickel, Kobalt	Regelmäßig
Sensitivität des EDX	Korund / Nickel	Bei Bedarf
Materialklassen	Ausgewählte Beispielpartikel	Bei Einführung

IR (Infrarot-Spektroskopie)

- Anregung $4000-400\text{ cm}^{-1}$ bzw. $2,5 - 25\text{ }\mu\text{m}$ → Moleküle absorbieren bestimmte Energie und setzen diese in Schwingungen um (entweder IR oder Raman aktiv)
- Absorbierte Energien abhängig von Schwingungsenergie/frequenz der angeregten Atomgruppen des gesamten Moleküls
- Über absorbierte Energien können einzelne funktionelle Gruppen bzw. Strukturelemente identifiziert werden
- Identifizierung für Kunststoffe, Fette, Öle...



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit !

Erzählen Sie
nichts über

VDA | Verband der
Automobilindustrie
Qualitätsmanagement
in der Automobilindustrie

19

Teil 1

Ich war bei der
Revision dabei!



Simon Schnitzlein

Labor TecSa Sonderanalytik

Phone +49 74 65 / 92 96 78-733
s.schnitzlein@cleancontrolling.de

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

