REVISION VDA19.1/2025

Analyseverfahren Teil 2

Simon Schnitzlein

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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)

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Gegenüberstellung alte & neue VDA 19.1

NEW

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

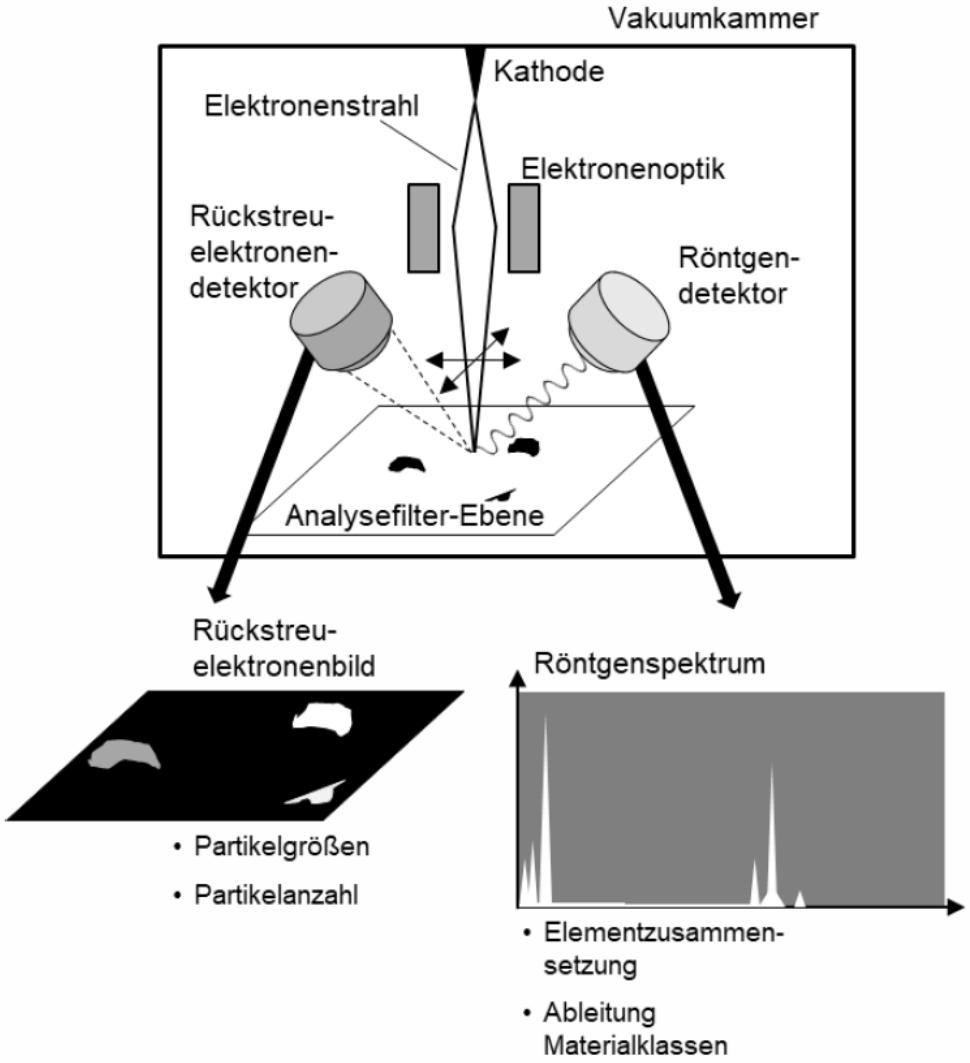
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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

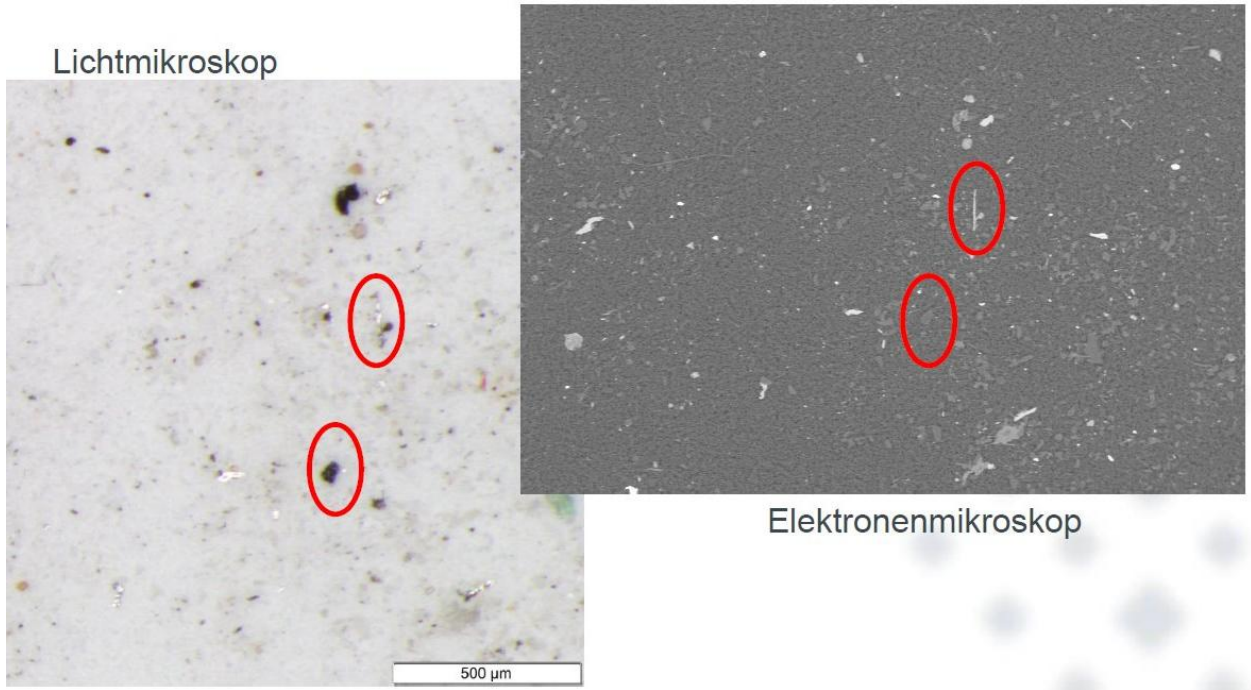


© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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).

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

REM/EDX Standardanalyse

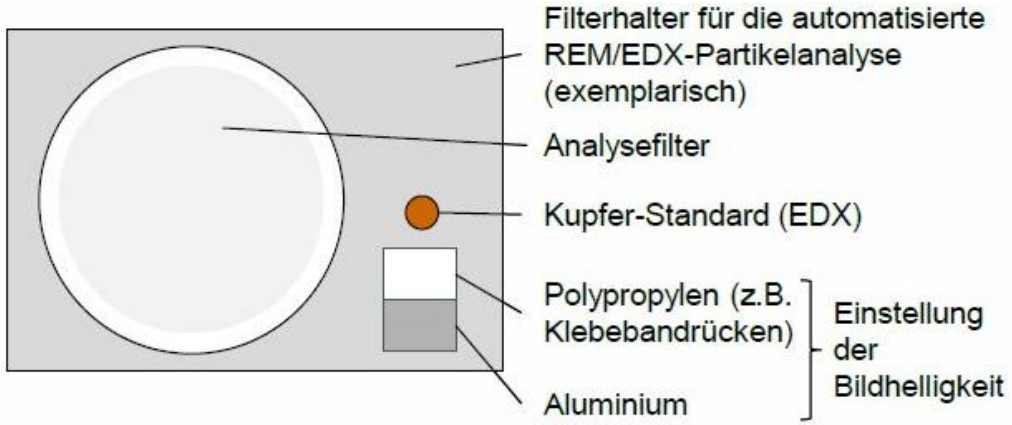
- Partikelgröße ab 50µm
- Verwendung von Niedervakuum, um Aufladungseffekte zu verhindern (Partikelkleber ist grundsätzlich möglich)
- Empfehlung einer Spannung von 20kV
- Bildaufnahme durch einen BSE-Detektor
- Anwendung des Pixelkriteriums der Lichtmikroskopie
- Filterempfehlung 5µm Siebgewebefilter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

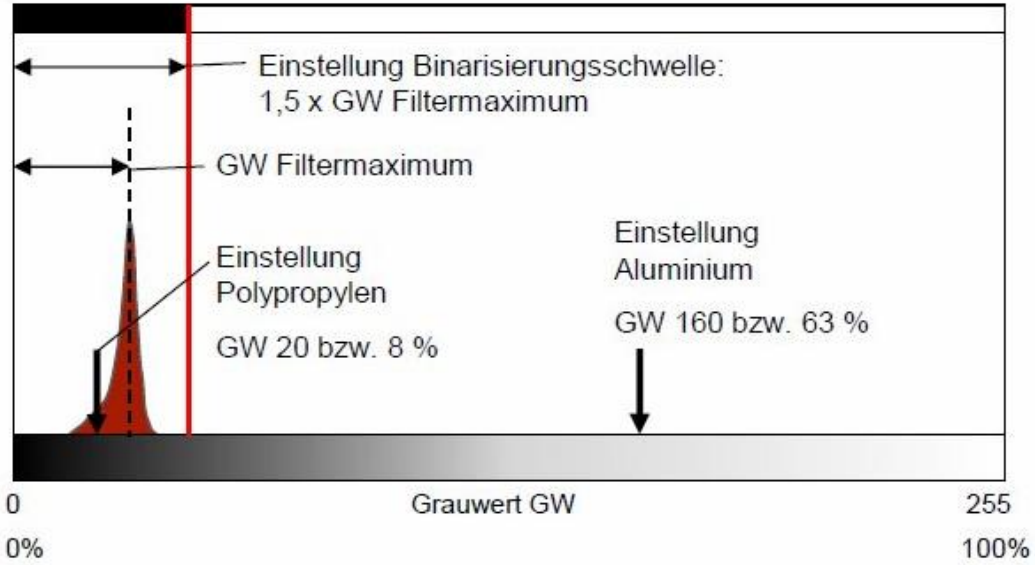
	Partikel ≥ 5 µm (bis 50 µm)	Partikel ≥ 50 µm (REM/EDX-Standardanalyse)
zu verwendender Filter	1 µm Polyamid (geschäumt)	5 µm PET- bzw. PA-Siebgewebe
zu verwendende Auflösung (siehe Tabelle 8-4)	≤ 1 µm/pxl	≤ 5 µm/pxl
Partikeldetektion (Bildeinstellung und Schwellwert)	Abbildung 8-37	
ausgewertete Fläche 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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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





© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

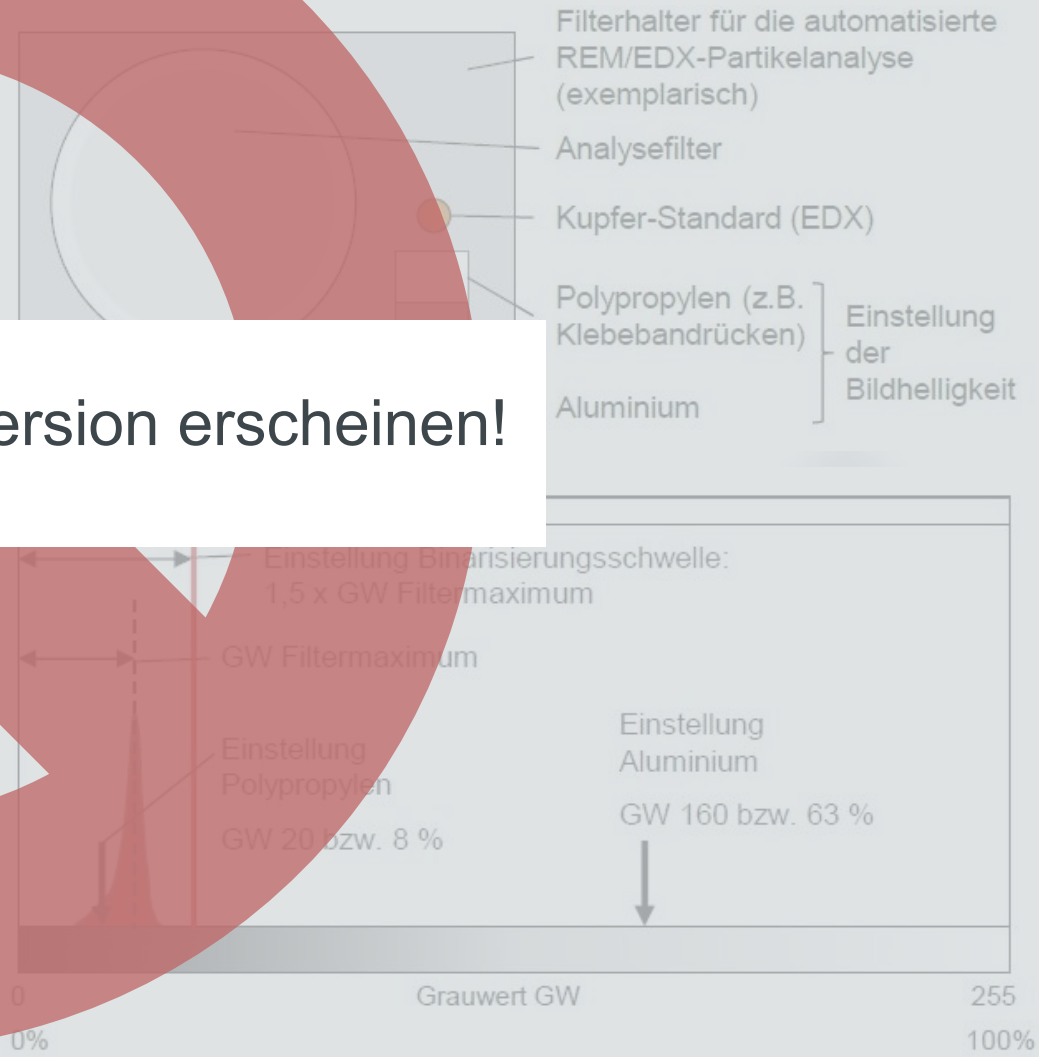
Analyseverfahren #2: REM/EDX

CleanControlling®

Binärisierung

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

Wird nicht in der finalen Version erscheinen!



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

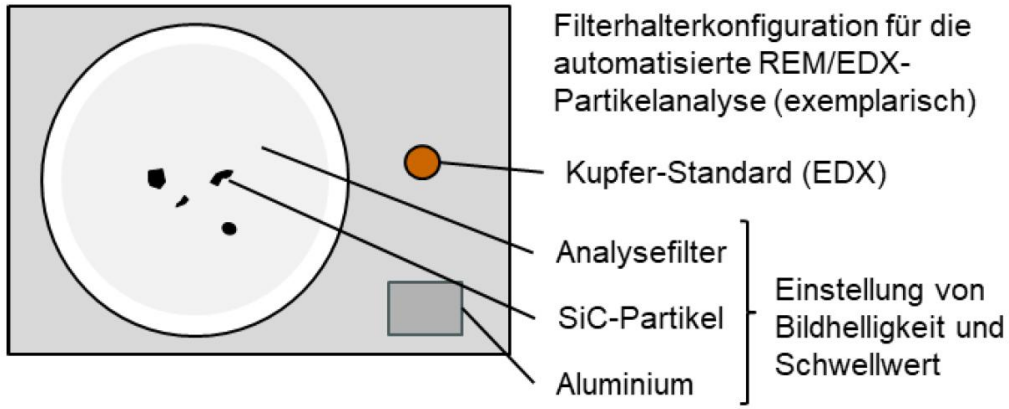
Binärisierung

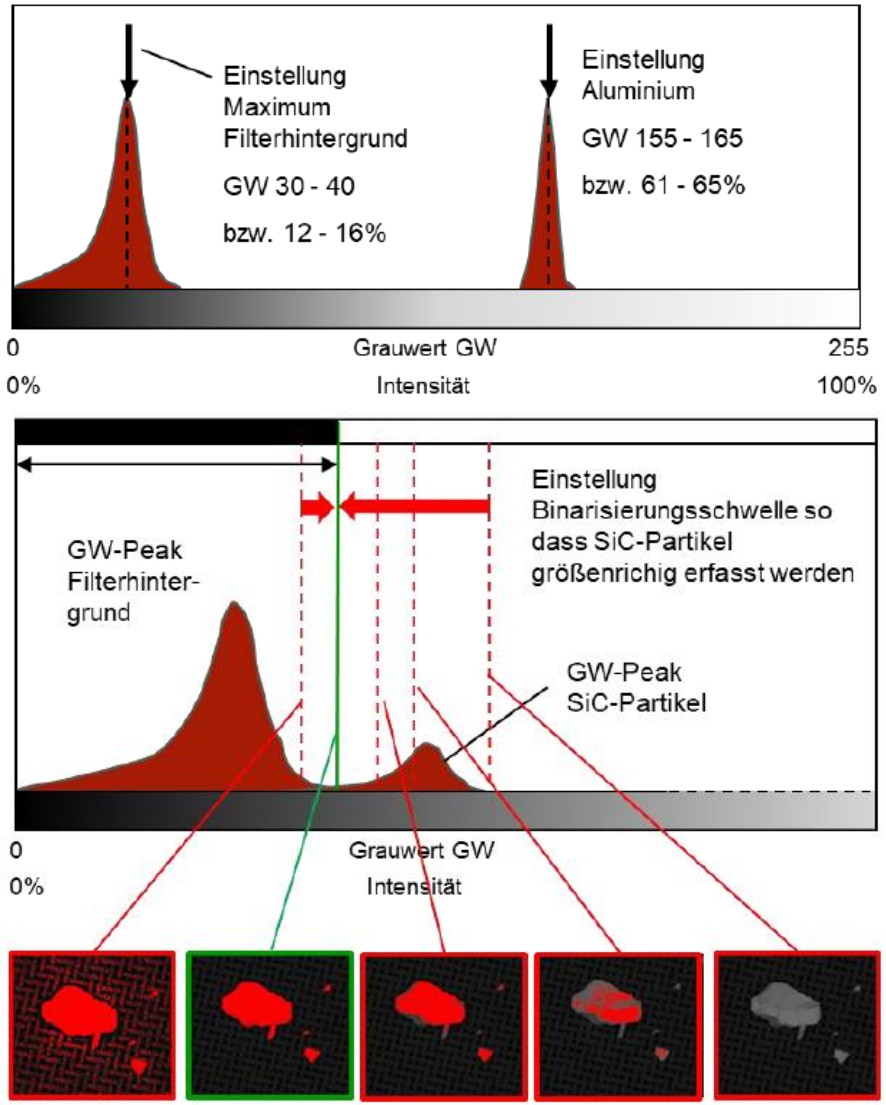
- Bisheriges Verfahren funktioniert für: Siebgewebefilter 5µm Maschenweite / ab 50 µm Partikelgröße
- Wunsch: Verfahren für alle Filtermaterialien und Partikelgrößen
- Problem: Verfahren nicht für geschäumte Filter und kleine Partikel anwendbar!
  - Filterhintergrund bei geschäumten Filtern heller als 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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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

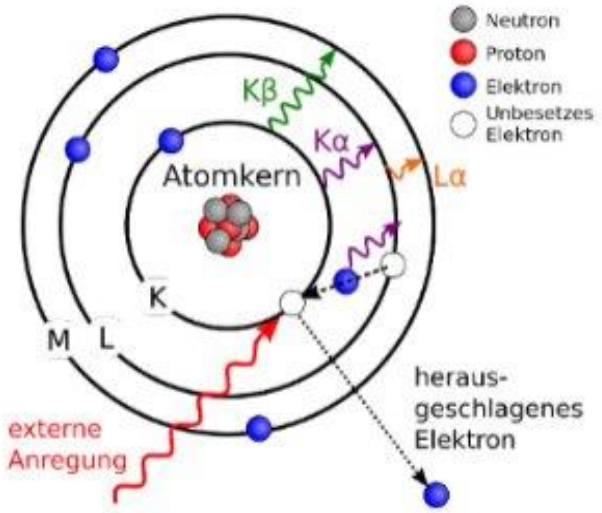


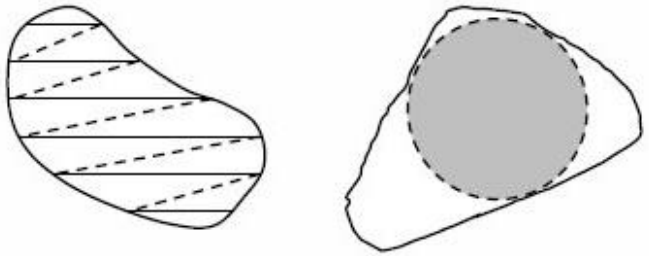


© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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





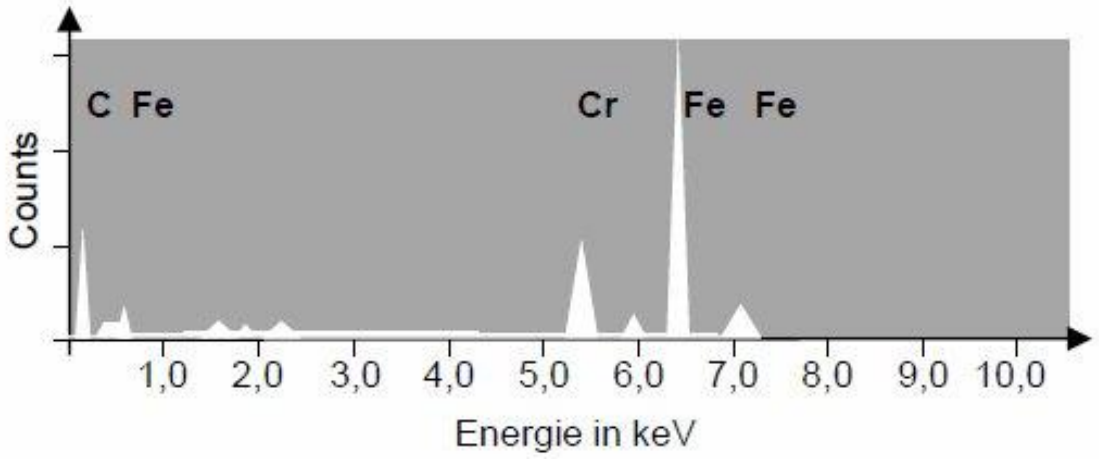
punktförmige EDX-Analyse geeignet bei kleinen Partikeln

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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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

!

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Materialklassen

#	Name	Regel
1	Cr- Schicht	P<5 AND Fe≥10 AND E1=Cr AND (Fe+Cr)≥35 AND Zn<20 AND Cu<5 AND Mn<5 AND Ti<5
2	Zn- Schicht	P<5 AND Fe≥10 AND E1=Zn AND (Fe+Zn)≥35 AND Cr<20 AND Cu<5 AND Mn<5 AND Ti<5
3	Mn-Phosphate	P≥5 AND Mn≥10 AND Fe≥5 AND (P+Fe+Mn) ≥50 AND Cl<5 AND K<5 AND Zn<5 AND Cu<5 AND Ti<5 AND Cr<5
4	Zn-Phosphate	P≥5 AND Zn≥10 AND Fe≥5 AND Cr<2 AND (Fe+Zn+P)≥40 AND Cu<5 AND Mn<5 AND Ti<5
5	unlegierter Stahl	Fe≥75 AND Cr<1 AND Mn<1 AND Ni<0.5 AND Zn<5 AND Cu<5 AND Ti<3
6	niedrigleg. Stahl	Fe≥65 AND (Mn>0 OR Cr>0 OR Ni>0) AND (Cr+Mn+Ni)<5 AND Zn<5
7	hochleg. Stahl	Fe≥50 AND (Cr≥5 OR Mn≥5 OR Ni≥5)
8	mittelleg. Stahl	Fe≥65 AND (Mn<5 AND Cr<5 AND Ni<5) AND (Cr+Mn+Ni) ≥5 AND Zn<5
9	Eisen reich	E1=Fe AND Fe≥30
10	Si-O	((E1=Si AND E2=O) OR (E1=O AND E2=Si)) AND O≥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)≥60 AND Si≥10 AND K<50 AND Ca<50 AND Mg<5 AND Al<50 AND Na<50 AND O≥15
13	Si-Mg-O	(Si+Mg+O)≥60 AND Si≥10 AND Mg≥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≥25 AND Si<8 AND Ca<3 AND Mg<3 AND K<3 AND Cu<1 AND F<3
15	Aluminiumlegie-rung	E1=Al AND Al≥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≥30
17	Silizium reich	Si≥25 AND Al<60
18	Aluminium reich	E1=Al AND Al≥30
19	Messing	((E1=Cu AND E2=Zn) OR (E1=Zn AND E2=Cu)) AND Cu≥15 AND Zn≥15
20	Kupfer reich	E1=Cu AND Cu≥30
21	Zink reich	E1=Zn AND Zn≥30
22	Zinn reich	E1=Sn AND Sn≥30
23	Titan reich	E1=Ti AND Ti≥30
24	Nickel reich	E1=Ni AND Ni≥30
25	Silber reich	E1=Ag AND Ag≥30
26	Gold reich	E1=Au AND Au≥30
27	Fluor reich	E1=F AND F≥30
28	Festschmier-stoffe	(Mo+S+Pb+Ba)≥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

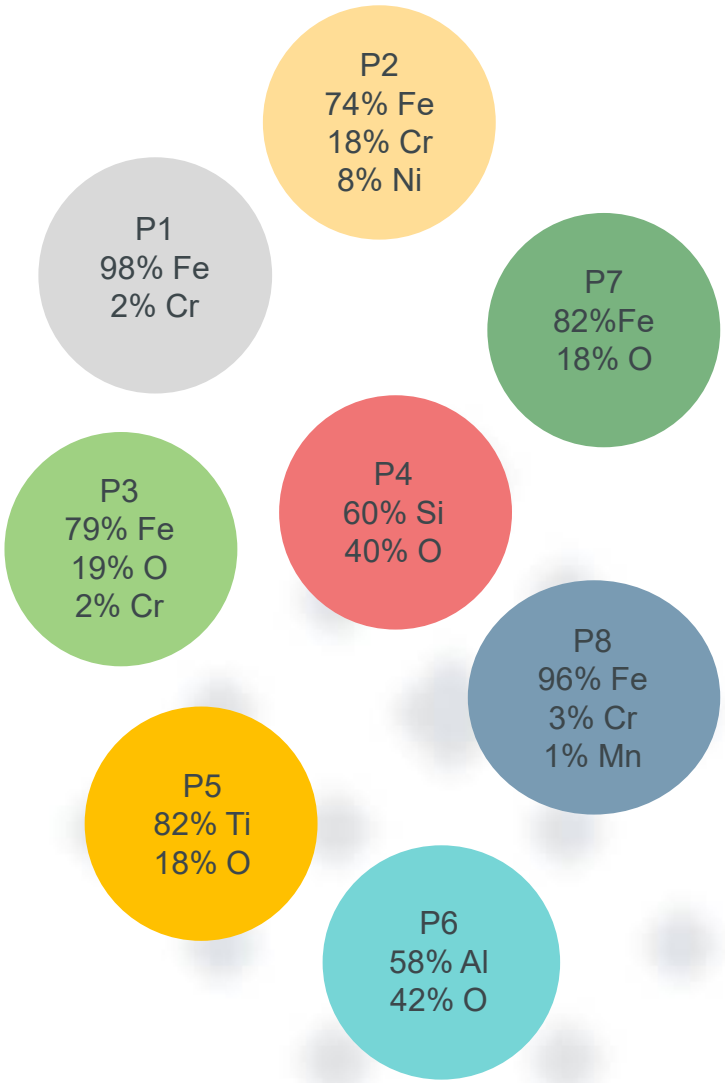
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analyseverfahren #2: REM/EDX

Materialklassen

Reihenfolge der Klassen nicht sinnvoll

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



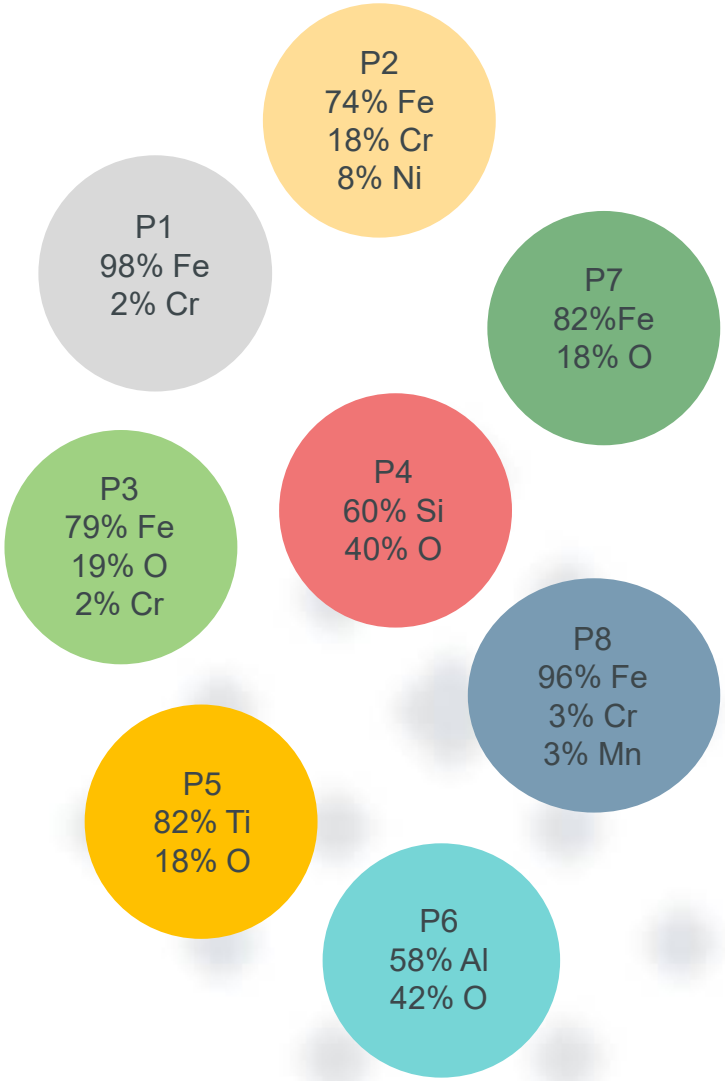
© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Analyseverfahren #2: REM/EDX

Materialklassen

Reihenfolge der Klassen sinnvoll

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



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

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!**

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Manuelle Nachkontrolle

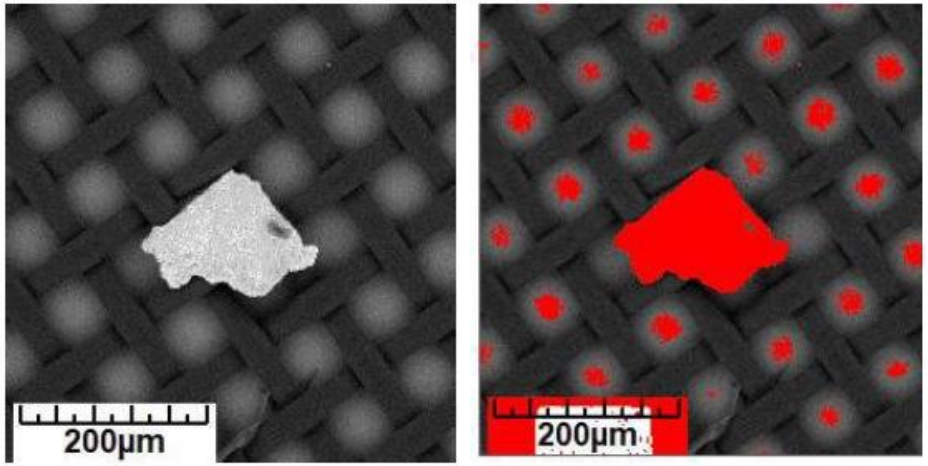
- Überlagerte Partikel trennen
- Partikelagglomerate kontrollieren und in die korrekte Materialklasse sortieren
- Nicht vollständig erfasste Partikel verbinden

- 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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Grenzen der automatischen Filteranalyse

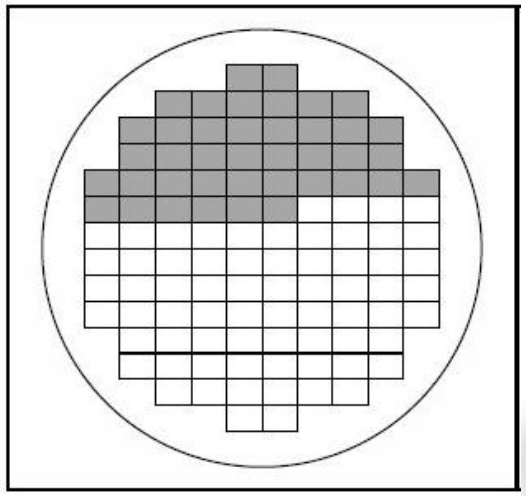
- Nicht hinterlegte Elemente werde nicht erkannt (Lanthanoide)
- Geringer Materialkontrast zu den Elemente Chlor und Fluor
  - Materialien wie PTFE können nicht immer komplett zuverlässig erkannt werden
- Großmaschiger Filter kann zu Artefakten führen
  - Verwendung einer organischen Unterlage bzw. Organischer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

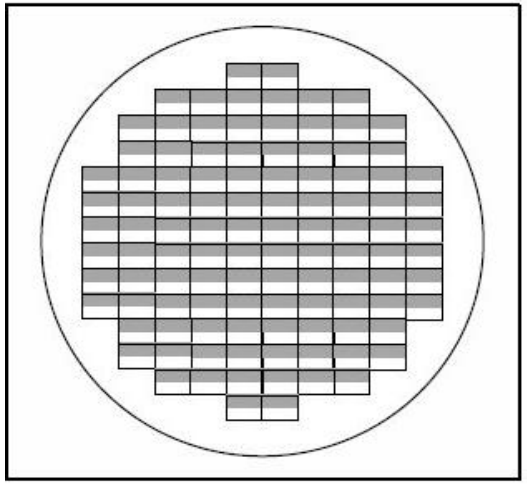


© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

Abweichung der EDX-Standardanalyse

- Partikelmessung > 50 µm vollständiger Scan notwendig
- Partikelmessung < 50 µm 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





© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

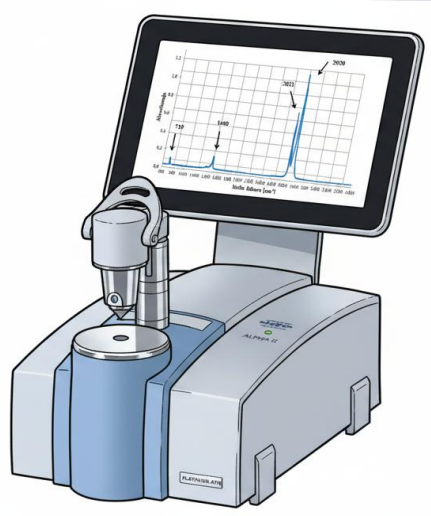
Einrichten und überprüfen von REM/EDX Systemen

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

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

IR (Infrarot-Spektroskopie)

- Anregung 4000-400 cm^{-1} bzw. 2,5 - 25 µm → Moleküle absorbieren bestimmte Energie und setzten 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...



© CleanControlling - www.cleancontrolling.com

CleanControlling®

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit !

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

CleanControlling®
CleanControlling GmbH

CleanControlling® MEDICAL
CleanControlling Medical GmbH & Co. KG

© CleanControlling - www.cleancontrolling.com