

# Partikelmesstechnik

## Particel measurement

### Ablauf der Partikelmesstechnik nach VDA 19.1

Aufgrund des weitreichenden Applikationsbereiches der Reinigungsmethoden der Fa. Dr. Escherich müssen die Analysemethoden mit Bedacht ausgewählt werden, da teilweise die messtechnischen Grenzen bezüglich Partikelgröße und Partikelanzahl unterschritten werden. Die bestehenden Normen können nicht für alle Anforderungen angewendet werden, dienen jedoch als gute Hilfestellung.

Für die Überprüfung der Wirksamkeit eines Reinigungsprozesses können Bauteilsauberkeitsanalysen genutzt werden. Hierfür wird der Ausgangszustand der Bauteile vor dem Reinigungsprozess erfasst, und mit den Analyseergebnissen nach dem Reinigungsprozess verglichen.

### Benötigte Informationen für die Bauteilsauberkeitsanalysen

Vor Beginn der Bauteilsauberkeitsanalysen ist es notwendig, bestehenden Sauberkeitsanforderungen über das zu prüfende Bauteil zu erhalten, um die erforderlichen Untersuchungsschritte festzulegen.

### Ablauf einer Bauteilsauberkeitsanalyse

Um die Bauteilsauberkeit bewerten zu können müssen mehrere Schritte nacheinander durchgeführt werden (siehe Grafik Prüfmethoden).

### Process of Particle Measuring Conforming to VDA 19.1

Due to the extensive range of possible applications of Dr. Escherich cleaning methods, the analysis methods must be chosen carefully, since the limits of measuring technology can partially fall short with regard to particle size and particle numbers. The existing standards can not be applied for all requirements; they are, however very useful as aids.

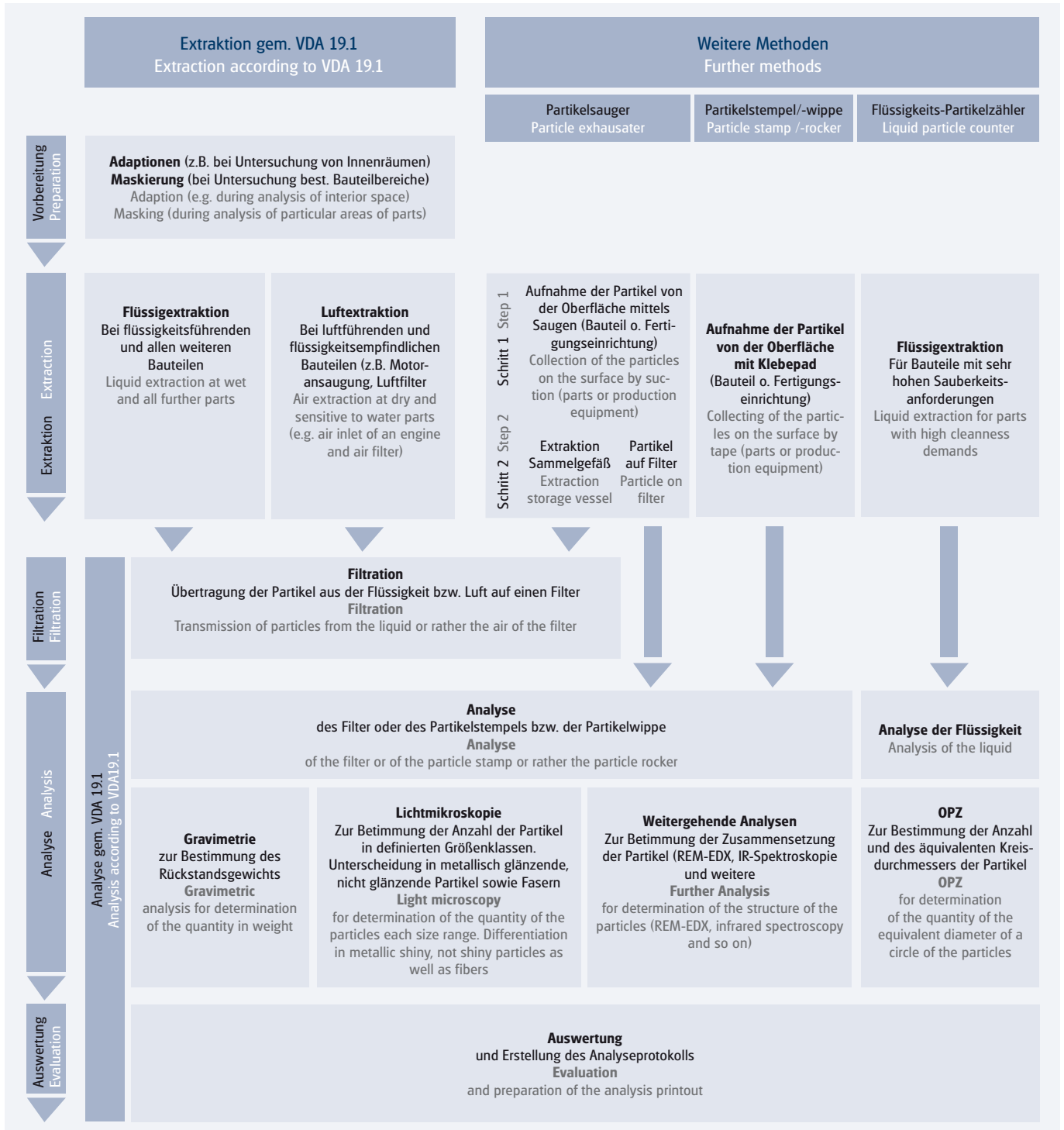
Component cleanliness analyses can be used for checking effectivity of a cleaning process. For this, the starting condition of the components before the cleaning process is recorded and compared with the analysis results after the cleaning process.

### Information required for component cleanliness analyses

Before beginning the component cleanliness analysis, existing standard of cleanliness requirements for the component to be examined must be established, in order to define the required examination steps.

### Process of a component cleanliness analysis

In order to evaluate the component cleanliness, several steps must be taken in sequence (see diagram Examination Methods).



Prüfmethoden Examination methods

# Die 5 Prüfschritte laut Diagramm

## The 5 examination steps shown in the diagram

### 1. Vorbereitung

Bei komplexen Bauteilen, deren Innenbereiche oder nur Teilbereiche analysiert werden sollen, kann es erforderlich sein, bauteilangepasste Adaptionen oder Maskierungen anzufertigen. Diese unterstützen dabei, das Risiko der Verschleppung von Verunreinigungen von nicht relevanten Bauteilbereichen, in das Analyseergebnis zu minimieren.

### 2. Extraktion nach VDA 19.1

Durch einen Reinigungsschritt mittels eines Prüfmediums werden die partikulären Verunreinigungen von den Prüfbauteilen abgelöst. Grundsätzlich muss bei der Extraktion berücksichtigt werden, mit welchen Medien das Bauteil in seinem späteren Anwendungsgebiet in Kontakt kommt und ob die Beständigkeit des Bauteilmaterials gegenüber dem Prüfmedium gegeben ist. Es kann mit Flüssigkeit oder Luft extrahiert werden, oder es können andere Prüfmethoden zur Anwendung kommen.

#### VORBEDINGUNGEN DER EXTRAKTION

Um sicher zu stellen, dass die Bauteilsauberkeit richtig bewertet wird, gibt es zwei Vorbedingungen. Es ist zum einen erforderlich, die Prüfeinrichtungen mittels der Blindwertprüfung auf Ihre Eignung hin zu untersuchen, des Weiteren müssen die Extraktionsparameter für jedes Bauteil mittels einer Qualifizierungsuntersuchung auf Ihre Wirksamkeit untersucht werden.

#### ERMITTLUNG DES BLINDWERTES

Der Blindwert beschreibt den Gesamtwert der Verunreinigungen, die durch das Prüfumfeld, das verwendete Equipment und durch die Handhabung des Prüfbauteils während der Prüfung in das Gesamtergebnis mit einfließen können, aber nicht direkt vom Bauteil stammen. Vor jeder Bauteilsauberkeitsanalyse ist eine Überprüfung des Blindwertkriteriums erforderlich um sicherzustellen, dass die gestellten Anforderungen erreicht werden können. Dieses Blindwertkriterium richtet sich nach den jeweiligen Sauberkeitsanforderungen. Dies hat zur Folge, dass mit steigenden Anforderungen, ebenfalls die Anforderungen an das zu verwendende Prüfequipment und an die Prüfumgebung steigen. Je weniger Partikel bei einem Produkt zugelassen werden, desto größer ist das Risiko der Beeinflussung des Analyseergebnisses durch Partikel, die während der Prüfung auftreten aber nicht vom Bauteil stammen.

#### QUALIFIZIERUNG DER PRÜFPROZEDUR

Eine Qualifizierung der Prüfprozedur dient dazu, die für das Bauteil geeignete Extraktionsprozedur zu ermitteln und zu bestätigen, dass die auf dem Bauteil befindlichen relevanten Partikel vollständig erfasst

### 1. Preparation

In the case of complex components, whose interior surfaces or only partial areas are to be analysed, it may be necessary to construct adaptations or masking. These help to minimise the risk of adding transferred contamination from component areas which are not relevant into the analysis results.

### 2. Extraction conforming to VDA 19.1

By means of a cleaning step using a test medium, the particle contamination of test components is released. Conditional is that in the extraction it must be taken into account with which medium the component comes into contact in its later application and whether the stability of the component material relative to the test medium is assured. It can be extracted with liquid or air or other test procedures can be adopted.

#### PRECONDITIONS OF EXTRACTON

In order to ensure that the component cleanliness is correctly evaluated, there are two preconditions. For one it is necessary to examine the testing equipment for its suitability by means of the blank value determination, for the other the extraction parameters for each component must be examined for their effectivity by means of a qualification examination.

#### DETERMINATION OF THE BLANK VALUE

The blank value describes the total value of the contamination which due to the testing environment can access the equipment used, affecting the end result, and which results from handling of the test sample during the test, but does not originate directly from the component. An examination of the blank value is necessary before each performing component cleanliness analysis, in order to ensure that the requirements stated can be achieved. This blank value criterion conforms to each of the required standards of cleanliness. As a result, with increased requirements of cleanliness, also increased requirements for the test equipment used and the testing environment must be also be applied. The fewer the particles of a product are permitted, the greater is the risk of influence on the analysis result due to particles which occur during testing which do not originate from the component.

#### QUALIFICATION OF THE TEST PROCEDURE

Qualifying the test procedure serves the purpose of determining the extraction procedure most suitable for the component and confirming that the relevant particles located on the component have been completely captured. Without qualification of the test procedure it is not assured that all relevant particles - and only these, not additional ones released from the product surface - are released and captured. With the qualification, the test specification is drawn up in which all relevant parameters of extraction processes are defined, according to which the components are tested.

werden. Ohne Qualifizierung der Prüfprozedur ist nicht sichergestellt, dass alle relevanten Partikel - und nur diese, und nicht zusätzliche Auslösungen aus der Produktoberfläche - abgelöst und erfasst werden. Mit der Qualifizierung wird auch die Prüfvorschrift erarbeitet, in der alle relevanten Parameter des einzusetzenden Extraktionsverfahrens festgeschrieben werden gemäß derer die Bauteile geprüft werden.

#### EXTRAKTION MITTELS FLÜSSIGKEIT

Die Extraktion mittels Flüssigkeit ist das Mittel der Wahl, wenn es um flüssigkeitsführende Bauteile geht. Partikel werden zum einen durch mechanische, aber auch durch chemische Effekte abgelöst. Bei der Auswahl des Extraktionsmediums muss die Vorgeschichte des Bauteils berücksichtigt werden, da Begleitverunreinigungen (bspw. Kühlschmierstoffe, Konservierungsmittel, Waschmedien und Betriebsstoffe) das Anhaften der partikulären Verunreinigungen verstärken.

#### EXTRAKTION MITTELS LUFT

Luft als Prüfmedium wird bei Bauteilen verwendet, die während Ihrer Herstellung oder auch in Ihrer späteren Funktion nicht mit Flüssigkeiten in Kontakt kommen, bzw. durch Flüssigkeiten beschädigt werden könnten. Dies können Elektronikkomponenten, aber auch Bauteile des Motoransaugtraktes wie bspw. der Luftfilter sein. Wenn bei diesen Bauteilen auf die chemisch/physikalische lösende Wirkung der Flüssigkeit verzichtet werden kann, ist die Extraktion mittels Luft eine sehr gute Alternative zu den flüssigkeitsbasierenden Extraktionsverfahren.

#### EXTRAKTION MITTELS LUFT

Luft als Prüfmedium wird bei Bauteilen verwendet, die während Ihrer Herstellung oder auch in Ihrer späteren Funktion nicht mit Flüssigkeiten in Kontakt kommen, bzw. durch Flüssigkeiten beschädigt werden könnten. Dies können Elektronikkomponenten, aber auch Bauteile des Motoransaugtraktes wie bspw. der Luftfilter sein. Wenn bei diesen Bauteilen auf die chemisch/physikalische lösende Wirkung der Flüssigkeit verzichtet werden kann, ist die Extraktion mittels Luft eine sehr gute Alternative zu den flüssigkeitsbasierenden Extraktionsverfahren.

## 3. Filtration

Vorgelagert wurde bereits der Begriff der Analysefilter erwähnt. Um die in den Extraktionsmedien vorhandenen Partikel, gravimetrisch bzw. mikroskopisch analysieren zu können, müssen diese auf einen Analysefilter übertragen werden. Standardmäßig werden Filtermembranen mit einem Durchmesser von 47mm mit unterschiedlichen Maschen-/Probegrößen verwendet. Die Auswahl der Maschen-/Probegröße richtet sich nach der kleinsten zu erfassenden Partikelgröße.

#### EXTRAKTION WITH LIQUID

Extraction with liquid is the medium of choice when components are tested which carry liquids. Particles are released by mechanical or chemical means. When choosing the extraction medium, the history of the component must be taken into account, since the accompanying contamination (e.g. cooling oil, preservatives, washing media and working materials) strengthen the adhesion of particle contamination.

#### EXTRAKTION BY AIR

Air as a test medium is used for components which, during their manufacture or in their later function do not come into contact with liquids, or could be damaged by liquids. These could be electronic components or components of the engine air input system, e.g. air filters. If in the case of these components it is possible to avoid the chemical solubility of the liquid, extraction by air offers a good alternative to the liquid based extraction process.

#### OTHER TESTING METHODS

The extraction processes described in VDA 19.1 can now, for instance no longer necessarily be used for components of large devices, since there are no corresponding extraction systems on the market or the investment required for such systems is enormous. In the case of production systems it is interesting which cleaning standard these could correspond to and what contamination potential could exist. In order to answer these questions there are aids with which, in fact, only partial test samples could be taken. On the other hand, however, with VDA 19.1 analysis, processes can be evaluated. Examples are particle suction devices or particle stamps.

## 3. Filtration

We have previously mentioned the term analysis filter. In order to analyse the extraction media of existing particles gravimetrically or microscopically, they must be transferred to an analysis filter. In the standard process, filter membranes are used with a diameter of 47 mm with various mesh/test sample sizes. The choice of mesh/test sample size is based on the smallest size of particles to be collected.

## 4. Analyse

Für die Bestimmung der Partikelfracht, der Partikelgröße und der Anzahl an Partikeln je Größenklassen können unterschiedliche Analyseverfahren zum Einsatz kommen.

Bereits im Vorfeld ist es wichtig zu wissen, welche Informationen man durch die Analyse erhalten möchte, da dies maßgeblich für die Auswahl des Analyseverfahrens ist.

### WEITERE ANALYSEN:

Weitere Analysemethoden sind z.B. Rasterelektronenmikroskopie und Flüssigkeitspartikelzähler.

## 5. Auswertung

Bei der Auswertung der Analysedaten wird üblicherweise die Anzahl Partikel pro Größenklasse angegeben. Die Größenklassen sind in der VDA 19.1 festgelegt oder werden vom Kunden vorgegeben.

Außerdem wird die Partikelanzahl pro Größenklasse auf eine normierte Bauteiloberfläche von 1000 cm<sup>2</sup> bezogen. Dies erleichtert die Vergleichbarkeit der Technischen Sauberkeit zwischen unterschiedlich großen Bauteilen.

Zudem wird häufig zusätzlich der größte Partikel angegeben. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass die Länge des größten Partikels starken Schwankungen unterliegt.

Empfehlenswert ist die Bewertung der Sauberkeitsqualität einer Oberfläche über die Summierung der Partikelanzahl über mehrere Größenklassen, z.B. alle Partikel > 50 µm.

## 4. Analysis

A variety of analysis processes can be used to ascertain the particulate load, the size of the particles and the number of particles in each size classification.

It is important to know in advance what information you wish to acquire by the analysis, since this is decisive for the choice of analysis process.

### FURTHER ANALYSIS

Further Analysis are e.g. scanning electron microscopy and liquid particle counter.

## 5. Evaluation

When evaluating analysis data it is usual to state the number of particles per size classification. Size classes are defined in VDA 19.1 or are provided by the customer.

Furthermore, the number of particles per size class is relative to a standardised surface of 1000 cm<sup>2</sup>. This eases the comparability of technical cleanliness between different components.

The largest particle is often also recorded. It should be noted, however, that the length of the largest particle is subject to considerable fluctuation.

Recommended is evaluation of the cleanliness quality of a surface by totalling the particle number of several size classes, e.g. all particles > 50 µm.

# Hinweise zur Partikelmess-technik

## Information to particel measurement

### Technische Sauberkeit

Bei der Technischen Sauberkeit von Bauteilen ist zu beachten, dass es sich dabei nicht um ein Bauteilmerkmal handelt (wie z.B. ein Maß), sondern um einen Zustand. Der Unterschied zwischen Merkmal und Zustand ist der, dass ein Merkmal gezielt hergestellt werden kann. Ein Zustand hingegen kann zwar angestrebt werden, aber nicht gezielt hergestellt werden.

### Wie viele Bauteile bzw. welche Bauteiloberfläche wird für die Prüfung benötigt?

Aufgrund der Blindwertproblematik sind für die Analysen mindestens 200 cm<sup>2</sup> Bauteiloberfläche notwendig. Es können hierfür also bei kleinen und sehr sauberen Bauteilen mehrere Bauteile notwendig sein. Um ein statistisch aussagekräftiges Ergebnis zu erhalten, ist es zudem sinnvoll, die Prüflosgröße auf die Größe der Fertigungschargen abzustimmen.

Bei geringeren Bauteiloberflächen als den empfohlenen 200 cm<sup>2</sup> ist eine Analyse grundsätzlich möglich, jedoch mit erhöhten Aufwänden bezüglich Sauberkeit des Extraktionsequipments und der Extraktionsumgebung.

### Umgang mit Fasern

Die Beeinflussung von textilen Fasern in Fertigungsbereichen ist nur mit Hilfe von reinraumartigen Umgebungsbedingungen realisierbar. In der Automobilindustrie werden Fasern und Flusen aufgrund ihres geringeren Schädigungspotentials üblicherweise nicht reglementiert, jedoch in den Analyseergebnissen mit dokumentiert. Bei der Notwendigkeit Fasern korrekt zu erfassen und zu zählen, ist analysetechnisch aufgrund der Blindwertproblematik ein höherer Aufwand notwendig als in VDA 19 Teil 1 beschrieben. Daher muss dies im Vorfeld der Prüfung mitbetrachtet werden.

Es ist wichtig, dass Fasern bei den Analysen richtig erkannt und kategorisiert werden. Aufgrund Ihrer Länge von bis zu mehreren Millimetern, würden nicht richtig erfasste Fasern dazu führen, dass Sauberkeitsanforderungen nicht eingehalten werden.

### Technical cleanliness

For technical cleanliness of components it must be borne in mind that it is not a matter of a component's feature (e.g. a size) but rather a condition. The difference between a feature and condition is that a feature can be purposely produced. Conversely a condition can indeed be aimed at, but not accurately produced.

### How many components or how much component surface is required for the test?

Due to the issue of blank value, for analysis at least 200 cm<sup>2</sup> of component surface is necessary. Several components can be necessary for small and very clean components. To achieve a statistically significant result it is also useful to match the test batch size to the size of the product batch.

In case of component surfaces less in size to the recommended 200 cm<sup>2</sup>, analysis is possible in principle; it involves, however, more complications with regard to cleanliness of the extracting equipment and the extraction environment.

### Dealing with fibres

The influence of textile fibres in production processes can only be accomplished with the aid of a clean room environment. In the automotive industry, fibres and fluff are not usually regulated because of their low detrimental potential; they are, however, documented in analysis results. If it is necessary to register fibres correctly and count them, for technical analysis, due to the blank value problematic, more complicated work is needed than that described in VDA 19 part 1. This must therefore be taken into consideration previous to testing.

It is important that fibres are correctly identified and categorised in the analysis. Due to their length of up to several millimetres, fibres which are not correctly registered can lead to non-conformity of cleanliness demands.

### Umgang mit Partikeln $< 50 \mu\text{m}$

Für Partikel  $< 50 \mu\text{m}$  sind die in der VDA 19.1 beschriebenen Prüfverfahren nur bedingt geeignet, da es schwierig ist, einen entsprechend niedrigen Blindwert zu gewährleisten. Um diesen niedrigen Blindwertforderungen gerecht zu werden, müssen größere Anforderungen an das verwendete Equipment und vor allem an die Prüfumgebung (Reinraumbedingungen) gestellt werden. Hierfür kann es erforderlich sein, Reinstarbeitsplätze zu schaffen (Flow-Boxen) und die Oberflächen im Labor, die mit Extraktionsflüssigkeiten in Berührung kommen, auf ein Minimum zu reduzieren.

### Umgang mit komplexen Bauteilen

Bei geometrisch komplexen Bauteilen, komplexen Baugruppen, oder bei Bauteilen, die bei der Prüfung aktiv betätigt werden müssen, gilt es zu beachten, dass die Sauberkeitsanalysen sich sehr aufwändig gestalten können. Zum einen kann es erforderlich sein, zusätzliche Hilfsmittel wie bspw. Aufnahmen, Halterungen, Manipulatoren und Adaptionen zu verwenden. Diese Komponenten müssen häufig speziell für das Prüfbauteil angepasst/gefertigt werden. Ebenfalls kann der Zeit- und Medienbedarf für große Bauteile mit mehreren oder großvolumigen Innenbereichen ansteigen. Bei all diesen Aufwendungen muss aber sichergestellt werden, dass die geforderten Blindwertkriterien eingehalten werden. Auch muss beachtet werden, dass bei der Extraktionsprozedur Partikelverunreinigungen in Hinterschnitten schwer erfasst werden können.

### Unterschiede in der Partikelvermessung

Aufgrund unterschiedlicher Messprinzipien können die Analyseergebnisse unterschiedlicher Messverfahren nicht direkt miteinander verglichen werden. Bei den mikroskopischen Verfahren (lichtmikroskopisch und rasterelektronenmikroskopisch) erfolgt die Größenmessung des Partikels mittels Feretmax Kriterium um die tatsächliche Länge des Partikels zu bestimmen. Messsysteme die nach dem Abschattungsprinzip arbeiten, erfassen die Größe des Partikels mittels dem äquivalenten Kreisdurchmesser. Die Abschattungsfläche wird in eine Kreisfläche umgerechnet und dann der Durchmesser des Kreises als Partikelgröße angegeben. Bei Kleinstpartikeln ist dies nicht kritisch, da mit sinkender Größe Partikel immer kompakter (runder) werden.

### Dealing with particles $< 50 \mu\text{m}$

For particles  $< 50 \mu\text{m}$  the testing procedure described in VDA 19.1 is only suitable to a limited extent, as it is difficult to assure a blank value. In order to achieve this low blank value requirement, greater demands must be made on the equipment used and, above all on the testing environment (clean room conditions). For this it can be necessary to provide ultra-clean workplaces (flow boxes) and to reduce to a minimum the surfaces in the laboratory which come into contact with extraction liquids.

### Dealing with complex components

In the case of geometrically complex components, complex assemblies or components which must be activated during the test, it must be taken into account that the cleanliness analyses can be very complicated. Firstly it can be necessary to employ additional aids such as photographs (fixtures?), mountings, manipulators and adaptations. These components often need to be specially adapted/manufactured for the test component. Similarly the time and medium requirements increase for large components with several or large-volume interiors. For all these complications it must, however, be assured that the required blank value criteria are fulfilled. It must furthermore be taken into account that in the extraction procedure, particle contamination in indentations can be difficult to identify.

### Differences in particle measurement

Due to differing measurement principles, analysis results of different measuring procedures can not be directly compared. In the case of microscopic procedures (by optical microscope or scanning electron microscope), size measurement of particles is made using feretmax criteria to determine the actual length of the particle. Measuring systems which operate according to the shadowing principle determine the size of the particle by means of the equivalent diameter. The shadowed surface is converted to a circular area and then the diameter of the circle is given as particle size. If the particles are minute this is not critical, since with reduction of size, particles become ever more compact (rounder).