

Verfahren zur Klassifizierung von Partikeln in der Automobilindustrie mittels Lumineszenzspektroskopie

Von der Fakultät Konstruktions-, Produktions- und Fahrzeugtechnik
der Universität Stuttgart zur Erlangung der Würde eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.) genehmigte Abhandlung

Vorgelegt von
Günther Schmauz
aus Biberach a. d. RiB

Hauptberichter:	Univ.-Prof. Dr.-Ing. Prof. E.h. Dr.-Ing. E.h. Dr. h.c. mult. Engelbert Westkämper
Mitberichter	Prof. Dr.-Ing. habil. Manfred Piesche
Tag der Einreichung:	25. November 2009
Tag der mündlichen Prüfung:	11. November 2010

IPA-IAO Forschung und Praxis

Berichte aus dem
Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und
Automatisierung (IPA), Stuttgart,
Fraunhofer-Institut für Arbeitswirtschaft und
Organisation (IAO), Stuttgart,
Institut für Industrielle Fertigung und
Fabrikbetrieb (IFF), Universität Stuttgart
und Institut für Arbeitswissenschaft und
Technologiemanagement (IAT), Universität Stuttgart

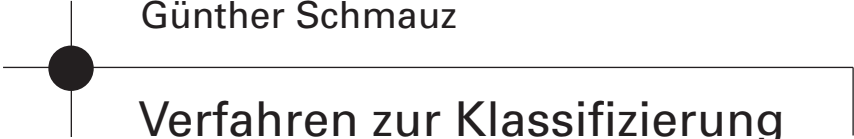
Herausgeber:

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Prof. e.h. Dr.-Ing. e.h. Dr. h.c. mult. Engelbert Westkämper
und

Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Prof. E.h. mult. Dr. h.c. mult. Hans-Jörg Bullinger
und

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. Dieter Spath

Günther Schmauz



Verfahren zur Klassifizierung
von Partikeln in der
Automobilindustrie mittels
Lumineszenzspektroskopie

Nr. 500

Dr.-Ing. Günther Schmauz

Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung (IPA), Stuttgart

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Prof. e.h. Dr.-Ing. e.h. Dr. h.c. mult. Engelbert Westkämper

ord. Professor an der Universität Stuttgart

Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung (IPA), Stuttgart

Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Prof. E.h. mult. Dr. h.c. mult. Hans-Jörg Bullinger

ord. Professor an der Universität Stuttgart

Präsident der Fraunhofer-Gesellschaft, München

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. Dieter Spath

ord. Professor an der Universität Stuttgart

Fraunhofer-Institut für Arbeitswirtschaft und Organisation (IAO), Stuttgart

D 93

ISBN 978-3-939890-66-9

Jost Jetter Verlag, Heimsheim

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Die dadurch begründeten Rechte, insbesondere die der Übersetzung, des Nachdrucks, des Vortrags, der Entnahme von Abbildungen und Tabellen, der Funksendung, der Mikroverfilmung oder der Vervielfältigung auf anderen Wegen und der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, bleiben, auch bei nur auszugsweiser Verwertung, vorbehalten. Eine Vervielfältigung dieses Werkes oder von Teilen dieses Werkes ist auch im Einzelfall nur in den Grenzen der gesetzlichen Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes der Bundesrepublik Deutschland vom 9. September 1965 in der jeweils gültigen Fassung zulässig. Sie ist grundsätzlich vergütungspflichtig. Zuwiderhandlungen unterliegen den Strafbestimmungen des Urheberrechtsgesetzes.

© Jost-Jetter Verlag, Heimsheim 2010.

Printed in Germany.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Sollte in diesem Werk direkt oder indirekt auf Gesetze, Vorschriften oder Richtlinien (z. B. DIN, VDI, VDE) Bezug genommen oder aus ihnen zitiert worden sein, so kann der Verlag keine Gewähr für die Richtigkeit, Vollständigkeit oder Aktualität übernehmen. Es empfiehlt sich, gegebenenfalls für die eigenen Arbeiten die vollständigen Vorschriften oder Richtlinien in der jeweils gültigen Fassung hinzuzuziehen.

Druck: printsystem GmbH, Heimsheim

Geleitwort der Herausgeber

Über den Erfolg und das Bestehen von Unternehmen in einer marktwirtschaftlichen Ordnung entscheidet letztendlich der Absatzmarkt. Das bedeutet, möglichst frühzeitig absatzmarktorientierte Anforderungen sowie deren Veränderungen zu erkennen und darauf zu reagieren.

Neue Technologien und Werkstoffe ermöglichen neue Produkte und eröffnen neue Märkte. Die neuen Produktions- und Informationstechnologien verwandeln signifikant und nachhaltig unsere industrielle Arbeitswelt. Politische und gesellschaftliche Veränderungen signalisieren und begleiten dabei einen Wertewandel, der auch in unseren Industriebetrieben deutlichen Niederschlag findet.

Die Aufgaben des Produktionsmanagements sind vielfältiger und anspruchsvoller geworden. Die Integration des europäischen Marktes, die Globalisierung vieler Industrien, die zunehmende Innovationsgeschwindigkeit, die Entwicklung zur Freizeitgesellschaft und die übergreifenden ökologischen und sozialen Probleme, zu deren Lösung die Wirtschaft ihren Beitrag leisten muss, erfordern von den Führungskräften erweiterte Perspektiven und Antworten, die über den Fokus traditionellen Produktionsmanagements deutlich hinausgehen.

Neue Formen der Arbeitsorganisation im indirekten und direkten Bereich sind heute schon feste Bestandteile innovativer Unternehmen. Die Entkopplung der Arbeitszeit von der Betriebszeit, integrierte Planungsansätze sowie der Aufbau dezentraler Strukturen sind nur einige der Konzepte, welche die aktuellen Entwicklungsrichtungen kennzeichnen. Erfreulich ist der Trend, immer mehr den Menschen in den Mittelpunkt der Arbeitsgestaltung zu stellen - die traditionell eher technokratisch akzentuierten Ansätze weichen einer stärkeren Human- und Organisationsorientierung. Qualifizierungsprogramme, Training und andere Formen der Mitarbeiterentwicklung gewinnen als Differenzierungsmerkmal und als Zukunftsinvestition in *Human Resources* an strategischer Bedeutung.

Von wissenschaftlicher Seite muss dieses Bemühen durch die Entwicklung von Methoden und Vorgehensweisen zur systematischen Analyse und Verbesserung des Systems Produktionsbetrieb einschließlich der erforderlichen Dienstleistungsfunktionen unterstützt werden. Die Ingenieure sind hier gefordert, in enger Zusammenarbeit mit anderen Disziplinen, z. B. der Informatik, der Wirtschaftswissenschaften und der Arbeitswissenschaft, Lösungen zu erarbeiten, die den veränderten Randbedingungen Rechnung tragen.

Die von den Herausgebern langjährig geleiteten Institute, das

- Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung (IPA),
- Fraunhofer-Institut für Arbeitswirtschaft und Organisation (IAO),
- Institut für Industrielle Fertigung und Fabrikbetrieb (IFF), Universität Stuttgart,
- Institut für Arbeitswissenschaft und Technologiemanagement (IAT), Universität Stuttgart

arbeiten in grundlegender und angewandter Forschung intensiv an den oben aufgezeigten Entwicklungen mit. Die Ausstattung der Labors und die Qualifikation der Mitarbeiter haben bereits in der Vergangenheit zu Forschungsergebnissen geführt, die für die Praxis von großem Wert waren. Zur Umsetzung gewonnener Erkenntnisse wird die Schriftenreihe „IPA-IAO - Forschung und Praxis“ herausgegeben. Der vorliegende Band setzt diese Reihe fort. Eine Übersicht über bisher erschienene Titel wird am Schluss dieses Buches gegeben.

Dem Verfasser sei für die geleistete Arbeit gedankt, dem Jost Jetter Verlag für die Aufnahme dieser Schriftenreihe in seine Angebotspalette und der Druckerei für saubere und zügige Ausführung. Möge das Buch von der Fachwelt gut aufgenommen werden.

Engelbert Westkämper Hans-Jörg Bullinger Dieter Spath

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter und Projektleiter der Abteilung Reinst- und Mikroproduktion am Fraunhofer Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA, Stuttgart.

Herrn Professor Dr.-Ing. Prof. E.h. Dr.-Ing. E.h. Dr. h.c. mult. Engelbert Westkämper danke ich für die wissenschaftliche Betreuung und Förderung der Arbeit sowie die Übernahme des Hauptberichts. In gleicher Weise danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Manfred Piesche für die Übernahme des Mitberichts und die eingehende Durchsicht meiner Arbeit. Meinen Dank möchte ich ebenso Herrn Dr.-Ing Udo Gommel für die wohlwollende Unterstützung und Ermöglichung meiner Arbeit aussprechen.

Eine besondere Anerkennung gebührt allen beteiligten Kolleginnen und Kollegen der Abteilung Reinst- und Mikroproduktion für die zielführende Diskussion und die konstruktive Kritik während der Entstehung der Arbeit. Explizit möchte ich mich bei den Herren Dipl.-Phys. Markus Rochowicz, Dr.-Ing. Andreas Schüle und Dr.-Ing. Jochen Schließer für ihre wertvollen Beiträge bei der Herausarbeitung der Schwerpunkte der schriftlichen Arbeit sowie bei Frau Jutta Frey für die Unterstützung bei der Planung, Durchführung und Auswertung der Versuchsreihen bedanken.

Zum Dank für das entgegengebrachte Verständnis, das Vertrauen und den großen Rückhalt während der Entstehung der Arbeit widme ich das Buch meiner Frau Sabine.

Stuttgart, im Dezember 2010

Inhaltsverzeichnis

	Abkürzungen und Formelzeichen	12
1	Einleitung	17
1.1	Problemstellung	17
1.2	Zielsetzung und Vorgehensweise	18
2	Ausgangssituation und Aufgabenstellung	20
2.1	Begriffe und Definitionen	20
2.1.1	Kontamination	20
2.1.2	Schädigungspotenzial von Partikeln	21
2.2	Ausgangssituation	23
2.2.1	Festlegung von Sauberkeitsgrenzwerten in der Automobilindustrie	23
2.2.2	Technische Sauberkeitsanalysen nach VDA-Band 19	25
2.2.2.1	Bestimmung der Masse der Partikel	26
2.2.2.2	Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl	26
2.2.2.3	Bestimmung des Partikelmaterials	27
2.3	Zusammenfassung und Aufgabenstellung	31
3	Analyse der Randbedingungen und Ableitung von Anforderungen an das Verfahren	33
3.1	Praxistypische Kontaminationen in der Automobilindustrie	33
3.1.1	Fertigungsprozess	33
3.1.2	Fertigungsumgebung	35
3.1.3	Betriebsmittel	36
3.1.4	Personal	37
3.1.5	Verpackung und Transport	37
3.1.6	Zusammenfassung	38
3.2	Gruppierung der relevanten praxistypischen Partikel	39
3.2.1	Typische Sauberkeitsanforderungen in der Automobilindustrie	39
3.2.2	Gruppierung der Partikel anhand von Materialeigenschaften	40
3.3	Ableitung von einfachen Materialklassen für Restschmutzpartikel	42
3.4	Anforderungen an ein Verfahren zur Partikelklassifizierung	44
3.4.1	Anforderungen an den Versuchsaufbau	44
3.4.2	Anforderungen an die Methode	45

4	Stand der Technik	47
4.1	Verfahren zur Materialbestimmung	47
4.1.1	Charakterisierung der spektroskopischen Verfahren	47
4.1.2	Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA)	48
4.1.3	Elektronenspektroskopie (ESCA)	49
4.1.4	Infrarot-Spektroskopie	50
4.1.5	Raman-Spektroskopie	51
4.1.6	Lumineszenzspektroskopie	51
4.1.7	Fazit	52
4.2	Lumineszenzverhalten der Materialklassen	54
4.2.1	Organische Materialien	54
4.2.1.1	Naturstoffe	56
4.2.1.2	Synthetische Polymere	57
4.2.2	Keramiken und Mineralien	57
4.2.2.1	Natürliche Mineralien	58
4.2.2.2	Technische Keramiken	59
4.2.3	Metalle	59
4.2.4	Fazit	59
5	Entwicklung eines Versuchsaufbaus zur vollständigen Klassifizierung von Partikeln	61
5.1	Erstellung eines Versuchsaufbau-Konzepts	61
5.2	Entwicklung der Funktionseinheiten des Versuchsaufbaus	62
5.2.1	Beleuchtungseinheit	62
5.2.2	Probenaufnahme und Messkammer	70
5.2.3	Empfänger	72
5.2.4	Optik	75
5.2.5	Automatisierungstechnik	77
5.3	Integration der Funktionseinheiten zu einem Gesamtaufbau	79
5.3.1	Zusammenführung der optischen Einheit	79
5.3.2	Mechanische Integration	80
5.4	Realisierung des Versuchsaufbaus	80
5.5	Überprüfung der prinzipiellen Eignung der Funktionseinheiten	81
5.5.1	Beleuchtung	81
5.5.2	Bildaufnahme und -auswertung	83
5.5.3	Spektroskopie-Einheit	83

5.5.4	Mechanik	85
5.6	Abgleich mit den Anforderungen an den Versuchsaufbau	85
6	Entwicklung einer Methode zur vollständigen Klassifizierung von Partikeln	87
6.1	Ablaufplanung zur Entwicklung der Methode	87
6.2	Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mit dem Versuchsaufbau	88
6.2.1	Erzeugung von Grauwertbildern	88
6.2.2	Auswertung von Grauwertbildern	90
6.3	Bestimmung der Materialklasse mit dem Versuchsaufbau	93
6.3.1	Erzeugung der Lumineszenzspektren	93
6.3.2	Auswertung der Spektren	94
6.4	Messablauf	102
6.4.1	Abrastern der Oberfläche	102
6.4.2	Anfahren der Partikel zur Spektrenaufnahme	103
6.4.3	Methodikschema	104
6.4.4	Berechnung der Messzeit	105
6.5	Abgleich mit den Anforderungen an die Methode	105
7	Erprobung und Bewertung	107
7.1	Festlegung der Entwicklungsschwerpunkte	107
7.2	Entwicklung des Testprogramms	107
7.2.1	Auswahl von Testpartikeln	107
7.2.2	Erstellung von Testanalysefiltern	108
7.3	Experimente und Ergebnisse	109
7.3.1	Ablauf des Testprogrammes	109
7.3.2	Überprüfung der Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl	110
7.3.3	Überprüfung der Differenzierung lumineszierender und nicht lumineszierender Partikel	114
7.3.4	Überprüfung der Materialklassifizierung mittels Lumineszenzspektren	121
7.4	Bewertung der Partikelklassifizierung mit dem entwickelten Verfahren	125
8	Zusammenfassung und Ausblick	126
9	Summary	129
10	Literaturverzeichnis	132

Abkürzungen und Formelzeichen

A	[mm ²]	bestrahlte Fläche
ABS		Acrylnitril-Butadien-Styrol
Al		Aluminium
Al ₂ O ₃		Korund
AlZrO ₂		Aluminiumzirkondioxid
ATR		abgeschwächte Totalreflexion
BR		Butadien-Kautschuk
BSE		Back Scattering Electrons
CCD		Charged Coupled Device
CBN		kubisches Bornitrid
Cr		Chrom
D	[mm]	Objektivdurchmesser
D ₂		Deuterium
DIN		Deutsches Institut für Normung
E _e	[W·m ⁻²]	Beleuchtungsstärke
E _e	[J]	Energie des bindenden Elektronenorbitals
E' _e	[J]	Energie des antibindenden Elektronenorbitals
EDX		energie-dispersive Röntgenspektroskopie
e	[C]	Elementarladung eines Elektrons
E-Modul		Elastizitätsmodul
EPDM		Ethylenpropylenkautschuk
ESCA		Elektronenspektroskopie zur chemischen Analyse
eV	[J]	Elektronenvolt

f'		Brennweite
FEPA		Federation of European Producers of Abrasives
FFU		Filter-Fan-Unit
h	[J·s]	Plancksches Wirkungsquantum
HAL		Halogenlicht
HBO		Quecksilberbogenlampe
Hg		Quecksilber
HPLC		high performance liquid chromatography
HWB	[nm]	Halbwertsbreite
HWB ₅₀		Halbwertsbreite bei 50% relativer Intensität
I(λ)		wellenlängenabhängige Intensität
I _r		relativer Intensitätswert
I _a		absoluter Intensitätswert
I _e	[W·sr ⁻¹]	Strahlstärke
IR		Infrarot
ISO		Internationale Organisation für Normung
k		Blendenzahl
K		K-Elektronenorbital
KLT		Kleinladungsträger
LASER		Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
L _e	[W·sr ⁻¹ ·m ⁻²]	Strahldichte
LED		Light Emitting Diode
L _i		erste Schale des L-Elektronenorbitals
L _{ii}		zweite Schale des L-Elektronenorbitals
L _{iii}		dritte Schale des L-Elektronenorbitals

LM	Lichtmikroskop
MO	Molekülorbital
n	Brechzahl
NA	numerische Apertur
NBR	Nitrilbutadienkautschuk
NR	Naturkautschuk
OPZ	optischer Partikelzähler
PA	Polyamid
PAN	Polyacrylnitril
PE	Polyethylen
PE-LD	Polyethylen niedriger Dichte
PEEK	Polyetheretherketon
PC	Polycarbonat
PET	Polyethylenterephthalath
PF	Phenolformaldehyd
PMMA	Polymethylmetacrylat
PP	Polypropylen
PPSU	Polyphenylsulfon
PS	Polystyrol
PSU	Polysulfon
PUR	Polyurethan
PVDF	Polyvinylidenfluorid
PVC	Polyvinylchlorid
REM	Rasterelektronenmikroskop
RFA	Röntgenfluoreszenzanalyse

s		Standardabweichung
s^2		Varianz
SE		Sekundärelektronen
S_{HWB}		Bandensymmetrie bei halber Intensität
SiC		Siliziumkarbid
SiO ₂		Siliziumdioxid
Sn		Zinn
S_{ZWB}		Bandensymmetrie bei zehntel Intensität
T	[%]	Transmission
UP		ungesättigtes Polyester-Harz
UV		ultraviolettes Licht
VDA		Verband der Automobilindustrie
VDI		Verein Deutscher Ingenieure
VIS		sichtbares Licht
XBO		Xenonbogenlampe
Xe		Xenon
x_o		oberer Vertrauensbereich
x_u		unterer Vertrauensbereich
z		Arbeitsabstand
Zn		Zink
ZrO		Zirkonoxid
ZWB	[nm]	Zehntelwertsbreite
ZWL	[nm]	zentrale Wellenlänge
ZWL ₁₀₀	[nm]	zentrale Wellenlänge bei 100% relativer Intensität
1s		Atomorbital des Wasserstoffatoms

Griechische Formelzeichen

α	[°]	halber Öffnungswinkel
β		Energiedifferenz zwischen Atom- und Molekülorbital
c	[m/s]	Lichtgeschwindigkeit
ε		Dehnung
ε_{kin}	[J]	kinetische Energie
Φ_e	[W]	Strahlungsfluss (emittierte Strahlungsleistung)
ϕ	[J]	Austrittspotenzial
φ	[°]	Bildfeldwinkel
λ	[nm]	Wellenlänge
ν	[s ⁻¹]	Frequenz
π		bindendes Doppelbindungsorbital
π^*		antibindendes Doppelbindungsorbital
θ	[°]	Öffnungswinkel der numerischen Apertur
σ	[GPa/mm ²]	Spannung
σ		bindendes Molekülorbital
σ^*		antibindendes Molekülorbital
τ		Transmissionsgrad
Ω	[sr]	Raumwinkel

1 Einleitung

1.1 Problemstellung

Die Entwicklung der Automobilindustrie in den letzten zwei Jahrzehnten ist geprägt durch zwei entscheidende Faktoren. Die Leistungsdichte der Kraftfahrzeugmotoren, insbesondere von Dieselfahrzeugen, wurde mit einhergehender Verringerung des Schadstoffausstoßes kontinuierlich erhöht /Köberle 2004/. Gleichzeitig konnten in diesem Zeitraum der Fahrkomfort und die Fahrsicherheit stetig verbessert werden, wodurch sich die Zahl der Verkehrstoten in Deutschland seit Anfang der Neunziger Jahre halbiert hat /Destatis 2006/. Erreicht wurden diese beiden Trends durch den Einsatz elektronischer Steuer- und Regelsysteme sowie von immer enger tolerierten und höher belasteten mechanischen Komponenten, während Gewicht und Baugröße der Aggregate und Systeme beständig reduziert wurde /Getrag 2006, Rochowicz 2006b/. Beispiele hierfür sind das Dieseleinspritzsystem Common-Rail und das Antiblockiersystem /Senske 2008/.

Einhergehend mit dieser fortschreitenden Entwicklung ist die steigende Sensibilität der eingesetzten elektronischen und mechanischen Komponenten gegenüber Feststoffrückständen, sog. Partikeln /Stöhr 2003, Wolff 2006/. So beträgt z. B. die Düsenöffnung der aktuellen Dieselinjektoren weniger als 100 µm. Das Eindringen größerer Partikel in den Injektor kann daher zum Verstopfen der Düsenadel führen /Köberle 2004/. Weitere typische Fehlerbilder aufgrund von Partikeln sind Verstopfen von Ventilen, Verklemmen von Schiebern, Kurzschlüsse elektronischer Schaltungen, Undichtigkeiten in hydraulischen Drucksystemen, Schädigung von Lagern sowie höherer Verschleiß durch Abrasion /Buttenhauser 2004, Gösel 2005, Hydac 2005, Grossmann 2008, Schmauz 2008b/. Betroffen sind beinahe sämtliche Kraftstoff, Öl, Wasser und Luft führende Systeme sowie elektronische Bauteile /Ernst 2008, Schilling 2008/. Selbst im Abgastrakt, beispielsweise im Turbolader, reagieren einzelne Komponenten kritisch auf Partikel.

Aus dieser Entwicklung heraus hat sich die sog. »Technische Sauberkeit« von Komponenten und Baugruppen in der Zuliefererkette der Automobilindustrie zu einem verbindlichen Qualitätsmerkmal etabliert /Grossmann 2003/. So legen zahlreiche Firmen interne Qualitätsvereinbarungen und Vorschriften Sauberkeitswerte für kritische Zulieferkomponenten fest /MAN 2006, VW 2006/. Die Anforderungen an die Sauberkeit sind umso anspruchsvoller, je funktionskritischer ein Bauteil ist. Handelt es sich zusätzlich um ein sicherheitsrelevantes System, etwa das Bremssystem, sind die Reglementierungen bezüglich Verunreinigungen entsprechend strikter, da eine fehlerfreie Funktion über die gesamte Lebensdauer des Automobils gewährleistet werden muss.

Analog zu den etablierten Qualitätsmerkmalen wie Oberflächenbeschaffenheit und Maßhaltigkeit muss auch die Einhaltung der geforderten Sauberkeit messtechnisch nachgewiesen werden. Der VDA-Band 19 und die ISO 16232 geben hierzu den aktuellen Stand der Sauberkeitsprüfung von Bauteilen und Aggregaten, auch Restschmutzprüfung bezeichnet, wieder /VDA 19, ISO 16232/. Die darin vorgestellten Prüfprozeduren sind als Referenz zur Charakterisierung der Sauberkeit von Bauteilen anzusehen /Ernst 2003,

Rochowicz 2003, Behrning 2004/. In Anlehnung an diese beiden Standards wurden von den betroffenen Herstellern Firmen interne Produkt angepasste Prüfspezifikationen zur Bestimmung der Bauteilsauberkeit erstellt /Schmauz 2005/. Wichtigstes Kriterium zur Beurteilung der Bauteilsauberkeit sind entsprechend dieser Spezifikationen Größe und Anzahl der auf dem Bauteil vorhandenen Partikel. Partikel unterhalb einer bestimmten Größe und Anzahl können weder zum Verstopfen oder Verkleben mechanischer Aggregate, noch zum Kurzschluss elektronischer Schaltungen führen und werden deshalb als unkritisch betrachtet. Der Grenzwert für die zulässige Partikelanzahl und -größe auf einer Komponente wird vom Hersteller Produkt spezifisch festgelegt.

Darüber hinaus tragen die physikalischen Eigenschaften eines Partikels, die durch dessen Material bestimmt werden, entscheidend dazu bei, ob Partikel einer bestimmten Größe kritisch für die Funktionsfähigkeit eines Bauteils ist /Ernst 2006, BMW 2008/. In Baugruppen mit mechanischer Funktion, z. B. Ventilen oder Pumpen, können lediglich Partikel mit einer gewissen Härte zum Ausfall führen, da weichere Partikel mechanisch zerkleinert oder abgeschert werden /Continental 2007a/. In elektronischen Bauteilen, z. B. Steuergeräten mit Leiterplatten, können lediglich elektrisch leitende Partikel Kurzschlüsse generieren /Bosch 2008/. Im Gegensatz dazu können bei Dichtelementen zur Abtrennung Fluid führender Wellensysteme, z. B. Radial-Wellendichtringen, auch relativ weiche Partikel, etwa organische Fasern einer bestimmten Größe zu Undichtigkeiten führen. Für die vollständige Beschreibung der Bauteilsauberkeit sind somit nicht nur die Größe und Anzahl der Partikel zu bestimmen, sondern auch deren Material bzw. die aus dem Material resultierenden physikalischen Eigenschaften, beispielsweise Härte /BMW 2008/.

Entsprechend VDA-Band 19 und ISO 16232 stellt die energiedispersive Röntgenanalyse am Rasterelektronenmikroskop (REM-EDX) das Verfahren nach Stand der Technik zur Analyse des Partikelmaterials dar /Kaindl 2008/. Dieses Verfahren ist ein aufwändiges Laborverfahren zur hochgenauen Elementanalyse und daher zur Serien begleitenden Bestimmung der Bauteilsauberkeit in der Serienproduktion nur bedingt geeignet /Daimler 2003/. Hinzu kommt, dass es sich bei den Zulieferbetrieben in der Automobilindustrie hauptsächlich um mittelständische Unternehmen handelt /Krieg 2008/, für die der Aufbau eines Analyselabors mit aufwändiger Messtechnik nicht finanzierbar ist.

Darüber hinaus ist es mehrheitlich nicht notwendig, die exakte elementare oder molekulare Zusammensetzung der Partikel technisch aufwändig zu analysieren, da die Eigenschaften eines Materials durch dessen Stoffgruppe, z. B. Metall oder Polymer, beschrieben werden können. Es genügt die Kenntnis der Stoffgruppe eines erfassten Partikels, um dessen Schädigungspotenzial bewerten zu können. Allerdings fehlt bisher ein einfaches Verfahren als Alternative zur REM-EDX, welches die erfassten Partikel ohne aufwändige und somit teure Technik der jeweiligen Stoffgruppe zuordnen kann.

1.2 Zielsetzung und Vorgehensweise

Zielsetzung: Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung eines Verfahrens zur einfachen Bestimmung der Materialeigenschaften von Partikeln. Den Anforderungen in der Praxis der Automobilindustrie und deren Zulieferbetrieben entsprechend, soll das Verfahren

Restschmutzpartikel in Materialklassen einteilen, welche die relevanten physikalischen Materialeigenschaften abbilden. Um eine vollständige Beurteilung des Schädigungspotenzials der Partikels und somit die vollständige Beschreibung der Bauteilsauberkeit zu erhalten, muss das Verfahren zusätzlich zur Materialklasse die Größe und Anzahl der erfassten Partikel bestimmen.

Vorgehensweise: Ausgehend von der derzeitigen Situation in der Automobilindustrie zur Bestimmung der Bauteilsauberkeit wird zunächst die Aufgabenstellung dieser Arbeit formuliert (Kap. 2: Ausgangssituation und Aufgabenstellung). Im zweiten Schritt werden anhand der im Automobilbau auftretenden kritischen Partikelarten Materialklassen abgeleitet, welche die relevanten Materialeigenschaften zur vollständigen Beschreibung des Schädigungspotenzials von Restschmutzpartikeln abbilden. Entsprechend des spezifischen Bedarfs der Zielgruppe werden die Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren aufgestellt (Kap. 3: Randbedingungen und Anforderungen).

Zur Auswahl eines geeigneten Prinzips zur Bestimmung der Materialklasse von Partikeln werden Analyseverfahren des Stands der Technik anhand der Anforderungen einander gegenübergestellt und bewertet (Kap. 4: Stand der Technik). Auf Grundlage dieser Bewertung wird das für die beschriebene Anwendung geeignetste Messprinzip in einem Versuchsaufbau umgesetzt (Kap. 5: Entwicklung eines Versuchsaufbaus).

Im nächsten Schritt wird eine Methode erarbeitet, welche die Vorgehensweise festlegt, wie mit dem Versuchsaufbau praxistypische Restschmutzpartikel vollständig klassifiziert werden (Kap. 6: Entwicklung einer Messmethode). Abschließend wird das entwickelte Verfahren anhand praxisnaher Versuchsreihen erprobt und bewertet (Kap. 7: Erprobung und Bewertung).

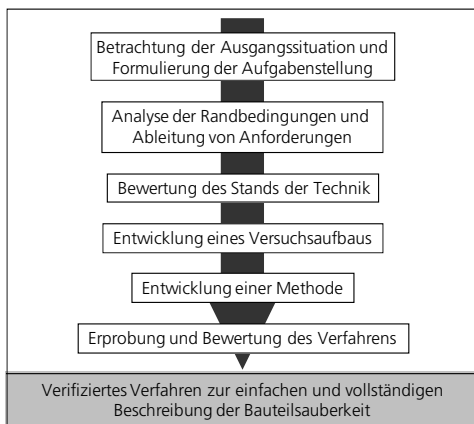


Abbildung 1-1: Visualisierung der Entwicklungsschritte für ein Verfahren zur vollständigen Bestimmung der Bauteilsauberkeit

2 Ausgangssituation und Aufgabenstellung

2.1 Begriffe und Definitionen

2.1.1 Kontamination

Stoffe, welche potenziell eine negative Auswirkung auf die Qualität eines Erzeugnisses aufweisen, werden als Kontamination bezeichnet und können chemischer, physikalischer, biologischer oder radiologischer Natur sein. **Partikel** gehören zu den physikalischen Verunreinigungen und sind einzeln vorliegende Teilchen in festem Zustand. Diese können sich auf Produktionsoberflächen, in der umgebenden Raumluft, in Prozessmedien oder auf dem Produkt befinden /Gommel 1998/.

Restschmutzpartikel oder kurz Restschmutz sind Partikelrückstände auf Komponenten im Automobil, welche deren korrekte Funktion oder die des Systems, in welche die Komponente verbaut ist, beeinträchtigen können /Daimler 2003/. Das Qualitätsmerkmal **Technische Sauberkeit** bewertet Restschmutzpartikel auf Komponenten und Systemen im Automobil. Bauteile frei von den spezifisch kritischen Partikeln gelten als technisch sauber. Einzelne Partikel, welche aufgrund ihrer physikalischen Eigenschaften (Größe, Form und Material) zum Totalausfall einer Komponente oder ganzer Systeme führen können, werden als **Killerpartikel** bezeichnet. Die Verfahren zur Bestimmung der Technischen Sauberkeit werden im VDA-Band 19 und in der ISO 16232 beschrieben.

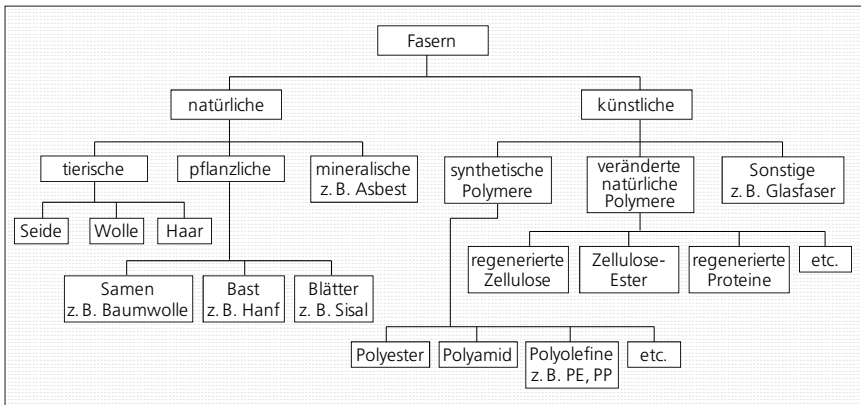


Abbildung 2-1: Faserarten und deren Klassifizierung /David 1999/

Nicht metallische Partikel, die bei gleichzeitig einheitlichem Querschnitt eine sehr große Länge im Vergleich zur Breite aufweisen, gelten als **Fasern** /Continental 2007a, BMW 2008/. Fasern können entsprechend Abbildung 2-1 in künstliche und natürliche Fasern eingeteilt werden. Natürliche Fasern sind pflanzlichen, tierischen oder mineralischen

Ursprungs und werden bei der Weiterverarbeitung chemisch nicht verändert. Den Hauptbestandteil der künstlichen Fasern bilden synthetische Polymere (etwa Nylon und Polyester) sowie aufbereitete natürliche Polymere (z. B. Zelluloseester). Weitere Vertreter dieser Gruppe sind Glas- und Kohlefasern /David 1999/.

2.1.2 Schädigungspotenzial von Partikeln

Partikuläre Kontaminationen führen im Automobil zu unterschiedlichsten Ausfällen. Die Partikel bedingten Fehlerbilder können – abgesehen von genereller Verkürzung der Lebensdauer – in folgende Kategorien unterteilt werden:

- Verstopfen von Ventilen und Düsen
- Verkleben von bewegten Komponenten
- Beschädigung von Lagerlaufflächen
- Leckagen in Fluid führenden Dichtungssystemen
- Kurzschlüsse in elektronischen Schaltungen

Ob ein Partikel zu einem dieser Schädigungsmechanismen führen kann, wird von dessen Größe, Form, Anzahl und Material bestimmt. Wichtigstes Kriterium zur Beurteilung des Schädigungspotenzials eines Partikels in der Qualitätssicherung der Automobilindustrie ist die **Partikelgröße**, welche über die Länge eines Partikels gegeben ist. Wird das Partikel durch einen Quader angenähert, so ist die größte der drei Dimensionen des Quaders die Länge und somit die Partikelgröße. Die Partikelbreite ist die zweite Dimension, senkrecht zur Partikellänge.

Die Leitungsabstände elektronischer Komponenten im Automobil betragen derzeit minimal 85 µm /IPC 2003/. Um einen Kurzschluss zu verursachen, müssen die Partikel eine bestimmte Größe aufweisen. Kleinere Partikel sind entsprechend unkritisch, sofern diese sie agglomerieren. In Dichtungselementen aus Elastomeren, beispielsweise O-Ringen, müssen die Partikel die zu trennenden Bereiche miteinander verbinden, um den Austritt eines Fluids bewirken zu können. Somit führen lediglich Partikel, welche länger sind als der Dichtungsquerschnitt oder eine entsprechende Breite aufweisen, zu Undichtigkeiten. Kurze und schmale Partikel werden vom elastischen Dichtmaterial umschlossen und sind somit nicht relevant. In mechanischen Komponenten und Aggregaten bestimmt die Kombination aus Partikellänge und -breite, ob eine Funktionsstörung eintreten kann /Krines 2006/. Auch vergleichsweise lange Partikel sind unkritisch solange die Partikelbreite unterhalb eines systemabhängigen kritischen Werts, z. B. Ventilöffnung, liegt. Überschreitet die Partikelbreite diesen Wert, so kann dieses Partikel im Extremfall etwa zum Verstopfen von Ventilen, Verkleben von Schaltschiebern und Nockenwellenstellern sowie Beschädigung von Lagern führen /Berger 2006, Dorr 2007, Grossmann 2008/. Je mehr Partikel im Funktionssystem vorhanden sind, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit des Auftretens eines Ausfalls.

Ob die beschriebenen Schadensfälle jedoch tatsächlich eintreten, ist darüber hinaus nicht nur von der Partikelgröße, -form und -anzahl abhängig. Vielmehr sind zusätzlich deren Materialeigenschaften – im Speziellen elektrische Leitfähigkeit, Härte und Verformbarkeit der Partikel – von Bedeutung.

Die **elektrische Leitfähigkeit** beschreibt die Fähigkeit eines Stoffes, elektrischen Strom zu leiten. Diese physikalische Größe hängt von der Anzahl der vorhandenen Ladungsträger, entweder positiv oder negativ geladener Ionen oder Elektronen, sowie deren Beweglichkeit ab. Bei Normaltemperatur sind lediglich Metalle gute elektrische Leiter /Gottstein 2008/. Das bedeutet, dass in elektrischen Komponenten nicht metallische Partikel auch mit einer Größe von deutlich mehr als dem Leitungsabstand nicht zu Kurzschlüssen und somit zu Funktionsstörungen führen. Platinen und zugehörige Komponenten wie Gehäuse und Steckverbindungen müssen daher lediglich frei von metallischen Partikeln sein. Ursache für die Ausfälle elektronischer Komponenten in den letzten Jahren ist der Kosten bedingte Verzicht auf einen Schutzlack. Da sich zudem die Anzahl der elektronischen Systeme im Automobil in den letzten 15 Jahren mehr als verzehnfacht hat, wird die Überprüfung der Sauberkeit dieser Komponenten immer wichtiger /Senske 2008/. Typische elektronische Komponenten im Automobil dienen z. B. der Steuerung des Einspritzsystems, der Schaltung in Automatikgetrieben und der Zündung des Airbags.

In Aggregaten mit bewegten Komponenten oder auf Dichtflächen bestimmen neben Größe und der Breite die mechanischen Eigenschaften **Härte** und **Verformbarkeit** das Schädigungspotenzial von Partikeln.

Werden Festkörper einer äußeren Kraft ausgesetzt, so bilden sich im Innern des Festkörpers Formänderungswiderstände aus, welche der äußeren Kraft entgegengesetzt wirken. Dieser Widerstand gegenüber einer Verformung wird als Härte bezeichnet /Martens 1889/. Weisen Restschmutzpartikel etwa in Lageraufläichen oder in Ventilen eine geringe Härte auf, so werden diese mechanisch abgeschert oder zerstückelt, auch wenn die Partikel die kritische Größe und Breite überschritten haben. Ein großes Schädigungspotenzial haben somit lediglich Partikel mit einer bestimmten Geometrie und Härte. Da Partikel die Oberflächen von Werkstoffen aus Materialien geringerer Härte deformieren, führen beispielsweise in Gleitlagern lediglich Partikel mit einer höheren Härte als das Lagermaterial zu Verschleiß bzw. im Extremfall zum Ausfall des Aggregats. Messtechnisch wird die Härte von Materialien indirekt durch Aufbringen eines genormten Prüfkörpers mit definierter Kraft und Messung der Eindringtiefe oder der Abdruckfläche ermittelt. Je nach verwendetem Prüfkörper und eingesetzter Methode unterscheiden sich die Verfahren zur Härteprüfung nach Vickers, Brinell, Rockwell und Shore /DIN 843-4/.

Ein weiterer mechanischer Materialkennwert zur Beurteilung des Schädigungspotenzials ist die elastische (reversible) und plastische (dauerhafte) Verformbarkeit der Partikel. Die elastische Verformbarkeit kennzeichnet die Eigenschaft eines Körpers, unter Kräfteinwirkung seine Form zu ändern und nach Wegnahme der Kraft seine vorherige Form wieder anzunehmen. Diese Materialeigenschaft bestimmt z. B. das Schädigungspotenzial von Partikeln auf Dichtflächen von Komponenten, die Fluid führende Bereiche abtrennen, etwa Wellendichtringe, O-Ringe und Zylinderkopfdichtungen. Partikel mit hoher

Verformbarkeit passen sich der Dichtfläche an und beeinträchtigen die Dichtfunktion nicht, auch wenn sie eine große Breite bzw. Dicke aufweisen. Der Elastizitätsmodul E (E-Modul) ist bei diesem Vorgang das Maß des Widerstandes (Spannung σ) des Partikelmaterials gegenüber der Verformung. Materialien mit geringen E-Modulen sind weich und lassen sich leichter verformen als Materialien mit einem hohen E-Modul /Brevier Technische Keramik 2003, Gottstein 2008/.

Zur vollständigen Beurteilung der Bauteilsauberkeit ist somit die Bestimmung der Partikelanzahl, -größe und, je nach Anwendungsfall, der mechanischen oder elektrischen Materialeigenschaften, welche durch das Partikelmaterial gegeben sind notwendig.

2.2 Ausgangssituation

2.2.1 Festlegung von Sauberkeitsgrenzwerten in der Automobilindustrie

Können Partikelrückstände die Funktion einer Komponente beeinträchtigen, so wird die Komponente als sauberkeitskritisch bezeichnet. Aus diesem Grund wird die Komponente mit Sauberkeitsanforderungen belegt, die durch die Partikelmerkmale Masse, Größe, Anzahl und Material beschrieben werden /Daimler 2004/.

- **Gesamtmasse aller Partikel**

Die Gesamtmasse aller auf den relevanten Bauteiloberflächen befindlichen Partikel darf bei Anwendung dieses Kriteriums einen bestimmten Wert (in mg) nicht überschreiten. Dabei handelt es sich um ein integrales Merkmal zur Einordnung des Sauberkeitsniveaus, welches jedoch keine Rückschlüsse auf Größe und Art der Partikel zulässt. Aus diesem Grund wird die Bestimmung der Gesamtmasse der Partikel nur zur Überwachung des Sauberkeitsniveaus von stärker verunreinigten Komponenten eingesetzt.

- **Größtes Partikel**

Auf den relevanten Bauteiloberflächen dürfen sich bei Reglementierung der Partikelgröße keine Partikel oberhalb einer bestimmten Größe befinden, während die Anzahl kleinerer Partikel nicht reglementiert wird.

Messtechnisch wird die Partikelgröße durch den sog. **Feret-max Durchmesser** angenähert. Dieser Durchmesser ist der maximale Abstand zweier paralleler Tangenten, die an den gegenüberliegenden Seiten des Partikels anliegen (s. Abbildung 2-2 a).

Eine weitere Möglichkeit zur Beschreibung der Partikelgröße entsprechend der Richtlinien ist das Prinzip des **äquivalenten optischen Kreisdurchmessers**. Die Partikelgröße entspricht dabei dem Durchmesser eines ideal runden Partikels mit dem Flächeninhalt des willkürlich geformten Partikels (s. Abbildung 2-2 b).

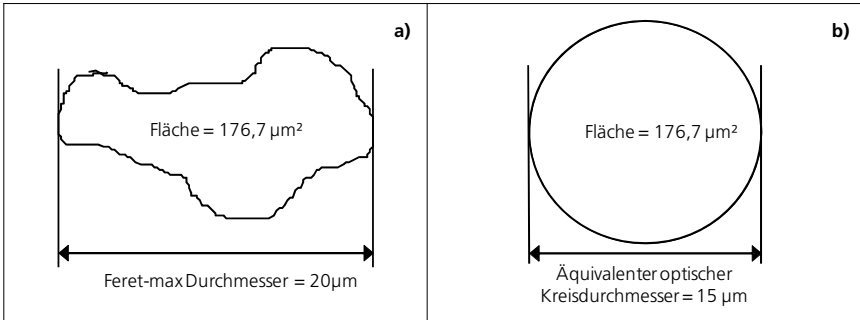


Abbildung 2-2: Bestimmung der Partikelgröße eines willkürlich geformten Partikels /VDA 19/
 a) Feret-max Durchmesser, bestimmt durch den maximalen Abstand zweier Tangenten
 b) äquivalenter optischer Kreisdurchmesser desselben Partikels

- **Anzahl von Partikeln bestimmter Größenbereiche**

Zusätzlich zur maximal zulässigen Größe der Partikel kann die Anzahl von Partikeln bestimmter Größenbereiche reglementiert werden. Zur einheitlichen Angabe solcher Sauberkeitsanforderungen definiert der VDA-Band 19 und die ISO 16232 Größenklassen mit diskreten Klassengrenzen von 5 bis $1000 \mu\text{m}$ entsprechend Tabelle 2-1.

Größenklasse	Größe x [μm]
B	5 bis < 15
C	15 bis < 25
D	25 bis < 50
E	50 bis < 100
F	100 bis < 150
G	150 bis < 200
H	200 bis < 400
I	400 bis < 600
J	600 bis < 1000
K	≥ 1000

Tabelle 2-1: Partikelgrößenklassen nach VDA-Band 19 und ISO 16232

Jedem dieser Partikelgrößenbereiche wird ein Großbuchstabe zugeordnet, der die Größenklasse kennzeichnet. Je nach Bauteilanforderungen werden für jede Größenklasse maximal zulässige Partikelanzahlen festgelegt. Produkt spezifisch können Größenklassen zusammengefasst oder nicht berücksichtigt werden. Die angegebene zulässige Anzahl bezieht sich dann auf den zusammengefassten Größenbereich.

Die beschriebenen Kriterien können zur Festlegung der Sauberkeitsspezifikation eines Bauteils bei Bedarf miteinander kombiniert werden. Tabelle 2-2 zeigt beispielhafte eine typische Sauberkeitsspezifikation.

Größenklasse	Partikelgröße [µm]	zulässige Partikelanzahl
D-E	25 bis < 100	8000
F-G	100 bis < 200	250
H	200 bis < 400	16
I	400 bis < 600	4
J	600 bis < 1000	1
K	>=1000	0
Maximale Länge des größten Partikels: 700 µm		
Zulässige Gesamtmasse der Partikel: 2 mg		

Tabelle 2-2: Beispiel einer Sauberkeitsspezifikation

- **Partikelmaterial**

Wird die Bauteilsauberkeit auf Grundlage des größten zulässigen Partikels oder der maximal zulässigen Partikelanzahl bestimmter Größenintervalle festgelegt, kann diese Forderung zusätzlich mit einer Materialeinschränkung kombiniert werden. So können anwendungsbezogen etwa auf elektrischen Komponenten lediglich metallische Partikel ab einer bestimmten Größe ausgeschlossen werden, während nicht metallische Partikel nicht reglementiert werden. Wird das Sauberkeitsmerkmal Gesamtmasse der Partikel zur Beschreibung der Bauteilsauberkeit herangezogen, wird keine Materialdiskriminierung durchgeführt, da die Partikelmasse nur kumulativ für alle Partikel ermittelt werden kann.

Welche Partikelmerkmale zur Festlegung von Sauberkeitsspezifikationen verwendet werden ist abhängig vom System und muss individuell erarbeitet werden. Die kritische Partikelgröße oder -form kann einerseits über die Spaltmaße und Lagertoleranzen der Aggregate abgeschätzt werden. Diese theoretischen Werte werden über Versuchsreihen und Funktionsfehlerraten praktisch verifiziert. Daneben ist die Relevanz des Systems und dessen Funktionsbeeinträchtigung durch Partikel von Bedeutung. Je größer ein durch Partikel erzeugter Schaden sein kann, desto stärker muss die Eintrittswahrscheinlichkeit eines Schadenfalls minimiert werden und desto weniger Partikel bestimmter Größen sind zulässig. Die Beschränkung auf bestimmte Materialien ist davon abhängig, ob die Komponente in einem elektronischen oder mechanischen System verbaut wird oder das Bauteil eine Dichtfunktion in einem Drucksystem übernimmt.

2.2.2 Technische Sauberkeitsanalysen nach VDA-Band 19

Automobilbauteile, die mit Sauberkeitsanforderungen belegt sind, weisen größtenteils komplexe Geometrien mit Sacklöchern, Bohrungen und Kanälen auf. Deshalb ist es nur in Ausnahmefällen möglich, die Partikel direkt auf dem Bauteil z. B. mittels Labormikroskop zu detektieren und zu vermessen. Partikel werden zuerst nasschemisch von den relevanten Bauteiloberflächen abgereinigt. Dieser Vorbereitungsschritt für die eigentliche messtechnische Bestimmung der Partikel wird als **Extraktion** bezeichnet. Zur anschließenden **Analyse** der Partikel werden in Abhängigkeit von den zu ermittelnden Partikelmerkmalen folgende Analysemethoden eingesetzt:

- Bestimmung der Gesamtmasse der Partikel über eine Differenzwägung
- Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mittels Mikroskopie oder Extinktions-Partikelzählung
- Bestimmung des Partikelmaterials mittels energiedispersive Röntgenspektroskopie am Rasterelektronenmikroskop (REM-EDX)

Die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mittels Lichtextinktion erfolgt direkt in der Analyseflüssigkeit. Bei den anderen erwähnten Verfahren müssen die Partikel zunächst auf ein sog. Analysefilter übertragen werden. Welches Verfahren dabei eingesetzt wird, richtet sich nach dem gewählten Kriterium zur Beschreibung der Bauteilsauberkeit. Abbildung 2-3 zeigt den normkonformen Ablauf zur Bestimmung der technischen Sauberkeit von Bauteilen.

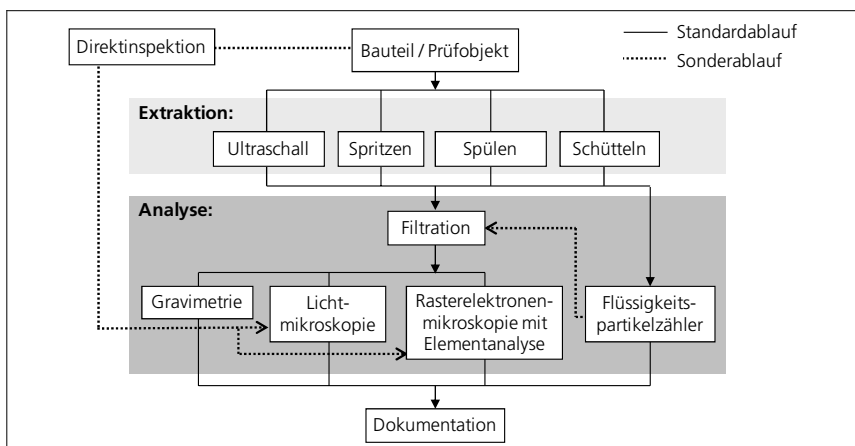


Abbildung 2-3: Ablaufschema einer Sauberkeitsprüfung nach VDA-Band 19 und ISO 16232

2.2.2.1 Bestimmung der Masse der Partikel

Zur **gravimetrischen Analyse** werden die Partikel des Prüfbauteils kumulativ über den Massenzuwachs des Analysefilters bestimmt. Dies erfolgt durch die Wägung der leeren Filtermembran vor der Filtration und der beladenen Membran nach Filtration und Trocknung. Die Differenz dieser beiden Werte stellt die Gesamtmasse der Partikel dar.

2.2.2.2 Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl

Zur Analyse der Partikelgröße und -anzahl auf der Filtermembran werden **Licht-** oder **Rasterelektronenmikroskope** (REM) eingesetzt. Je nach Verfahren wird das Analysefilter entweder mit sichtbarem Licht (Lichtmikroskopie) oder mit Elektronen (Elektronenmikroskopie) bestrahlt und abgerastert. Aufgrund des Helligkeitskontrastes der Partikel zur Filtermembran werden diese bei der Lichtmikroskopie mit einem optischen System auf einer Kamera abgebildet. Bei der Elektronenmikroskopie erfolgt

dieser Vorgang auf Grundlage des Materialkontrastes zwischen Partikel und Membran. Die Größenanalyse der abgebildeten Partikel erfolgt abschließend durch den Einsatz digitaler Bildverarbeitung auf Grundlage des Feret-max Durchmessers.

Ein weiteres Verfahren zur normkonformen Bestimmung der Partikelgröße ist der **optische Partikelzähler** (OPZ) auf Grundlage des Lichtextinktionsprinzips. Diese Geräte zählen und vermessen die Partikel direkt in der Flüssigkeit, weshalb der Filtrationsschritt entfällt. Eine mit Flüssigkeit durchströmte Messzelle wird von einem Lichtstrahl durchleuchtet, welcher direkt in eine photosensitive Einheit trifft. Diese wandelt das einfallende Licht in elektrischen Strom um. Strömt nun ein Partikel durch den Lichtstrahl, wird ein Teil des Lichtes abgeschattet, es gelangt weniger Licht zur photosensitiven Einheit und die Stromstärke fällt ab. Da der Betrag des Stromstärkeabfalls proportional zur Schattenfläche des Partikels ist, erfolgt (zusätzlich zur Partikelzählung) die Bestimmung der Partikelgröße auf Grundlage des äquivalenten optischen Kreisdurchmessers.

Aufgrund der Tatsache, dass der OPZ sowohl Luftblasen, als auch nicht gelöste Öle nicht von Partikel unterscheiden kann und die Probe nach der Analyse verloren ist, wird dieses Verfahren nur in Ausnahmefällen eingesetzt, etwa in Funktionsprüfständen von Pumpen und Injektoren. Das mit Abstand am häufigsten angewandte Verfahren zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl ist deshalb die Lichtmikroskopie mit automatisierter Filterauszählung. Entsprechend Herstellerangaben sind weltweit etwa 400 - 500 dieser Systeme im Einsatz /Metzger 2008/. Das REM wiederum wird nur dann zur Größenanalyse eingesetzt, wenn zusätzlich eine Elementanalyse erforderlich ist.

2.2.2.3 Bestimmung des Partikelmaterials

- **Normkonforme Materialanalyse mittels REM-EDX**

Um die relevanten Materialeigenschaften der Partikel zu ermitteln, wird nicht direkt deren Leitfähigkeit, Härte oder Verformbarkeit messtechnisch bestimmt. Es wird vielmehr eine Materialanalyse der Partikel durchgeführt, anhand derer die mechanischen und elektrischen Materialeigenschaften abgeleitet werden.

Den Stand der Technik zur Materialanalyse stellt gemäß VDA-Band 19 und ISO 16232 die energiedispersive Röntgenspektroskopie am Rasterelektronenmikroskop (REM-EDX) dar.

Ein gebündelter Elektronenstrahl wird mittels Magnetspulen auf das zu analysierende Partikel fokussiert und die Oberfläche der Probe mit dem Anregungselektronenstrahl abgerastert. Dabei können folgende Effekte eintreten, welche zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl eingesetzt werden können und aufgrund von Folgeeffekten die Elementanalyse ermöglichen:

1. Ein Anregungselektron kollidiert mit einem Elektron eines Atoms der Probe und löst dieses aus dem Atomverband heraus. Es entsteht ein sog. Sekundärelektron (SE) mit wenigen eV Energie.
2. Ein Anregungselektron wird an einem Atomkern gestreut. Dabei entsteht ein sog. Rückstreuungselektron (Back Scattering Electrons - BSE) mit der Energie einiger keV.

Je höher die Ordnungszahl eines Atoms, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass einer der beiden Effekte eintritt. Besteht ein Materialkontrast zwischen Partikel und Membran, so werden vom Partikel entweder mehr Elektronen oder weniger Elektronen emittiert als von der Membran. Durch orts aufgelöste Detektion der BSE werden die Partikel somit heller oder dunkler als die Filtermembran dargestellt. Anhand dieser Intensitätsunterschiede kann bei bekannter optischer Vergrößerung das Partikel erfasst und dessen Größe bestimmt werden.

Die anschließende Elementanalyse nutzt einen Folgeprozess bei der Entstehung von Sekundärelektronen aus. Löst ein Anregungselektron ein kernnahes Elektron aus dem Atomverband heraus, so springt ein Elektron einer äußeren Schale in das entstandene Loch (s. Abbildung 2-4). Bei diesem Vorgang wird Energie in Form von Röntgenstrahlung freigesetzt, die charakteristisch für das jeweilige Atom ist. Durch Messung der Energie der Röntgenstrahlung kann die Ordnungszahl des emittierenden Atoms bestimmt werden. Über die Anzahl der eintreffenden Photonen wird zusätzlich der Anteil des jeweiligen Elements einer Probe ermittelt. Eine REM-EDX-Analyse liefert somit ein qualitatives und quantitatives Ergebnis der elementare Bestandteile eines Partikels /Dörffel 1994/.

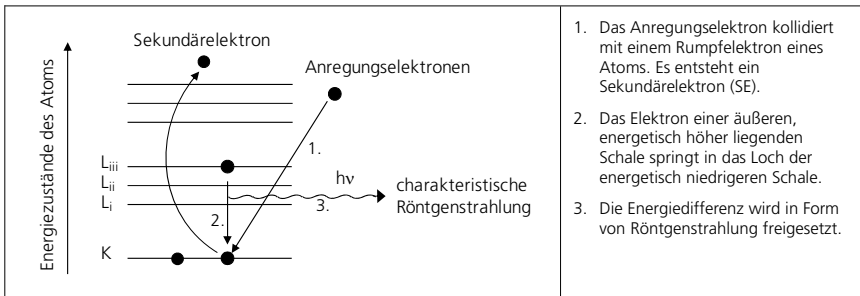


Abbildung 2-4: Mögliche Wechselwirkungen eines Elektrons mit atomgebundenen Elektronen als Grundlage zur Bestimmung des Atoms anhand charakteristischer Röntgenstrahlung /Flegler 1995/

Bewertung der REM-EDX-Analyse zur Bestimmung der Materialeigenschaften:

Die REM-EDX-Analyse liefert die Elemente eines Partikels und deren quantitative Verteilung. Darüber hinaus wird jedoch keine Aussage über die Molekülstruktur des Partikels ermöglicht. Anhand einer EDX-Analyse ist es also beispielsweise nicht möglich zu beurteilen, ob es sich bei einem Partikel mit entsprechendem Aluminium- und Sauerstoffgehalt um ein nicht leitendes keramisches Al₂O₃-Korundpartikel oder um die Oxidschicht eines leitenden Aluminiumpartikels handelt. Ein Rückschluss von elementarer Zusammensetzung eines untersuchten Partikels auf dessen Materialeigenschaften, welches das eigentliche Ziel der Analyse darstellt, kann somit nur eingeschränkt gezogen werden.

Darüber hinaus ist die energiedispersive Röntgenanalytik eine sehr aufwändige Analysemethode. Es muss Röntgenstrahlung erfasst und deren Energieverteilung ermittelt werden. Hierzu müssen teure Detektoren eingesetzt werden. Da auch die hoch-

energetischen Primärelektronen und BSE (mehrere keV) durch Luftmoleküle in der Messkammer abgelenkt werden, muss die Analyse zumindest im Niederdruckvakuum durchgeführt werden. Dies bedingt den Einsatz einer speziellen Probenkammer und Pumpentechnik (Turbomolekular-Pumpen). Des Weiteren muss die Kammer so gestaltet sein, dass die erzeugte Röntgenstrahlung nach außen hin abgeschirmt wird.

- **Klassifizierung von Metallen über den charakteristischen Glanz**

Aufgrund der technisch aufwändigen und nur bedingt aussagekräftigen Materialanalyse mittels REM-EDX hat sich die Klassifizierung von Metallpartikeln auf Grundlage des metallischen Glanzes als alternatives Verfahren etabliert. Durch die Beweglichkeit der Valenzelektronen von Metallen streuen diese das eingestrahlte Licht vollständig zurück und es entsteht der typische Glanz von Metallen /Gottstein 2008/. Bei Betrachtung mit einem optischen System erscheinen metallische Partikel deshalb signifikant heller als nicht metallische Partikel, die das Licht nicht vollständig reflektieren. Durch Festlegung eines Helligkeitsschwellwertes können Partikel oberhalb dieses Wertes den Metallen und dunklere Partikel den Nichtmetallen zugeordnet.

Auf Grundlage des gleichen physikalischen Prinzips arbeiten Polarisationsmikroskope. Bei Beleuchtung metallischer Partikel mit polarisiertem Licht und Betrachtung bzw. Aufnahme des Reflexionslichtes durch einen um 90° gedrehten Polarisator kann der Glanz unterdrückt werden. Über eine Differenzauswertung eines Bildes mit diffuser Beleuchtung mit einem Bild derselben Stelle mit polarisierter Beleuchtung, erfolgt die Klassifizierung der Metalle und Nichtmetalle /Jomesa 2008/. Abbildung 2-5 zeigt die Aufnahme eines metallischen und eines nicht metallischen Partikels bei diffuser und polarisierter Beleuchtung, mit einem um 90° gedrehten Polarisator vor der Kamera. Über eine Differenzbildauswertung kann das metallische Partikel identifiziert werden.

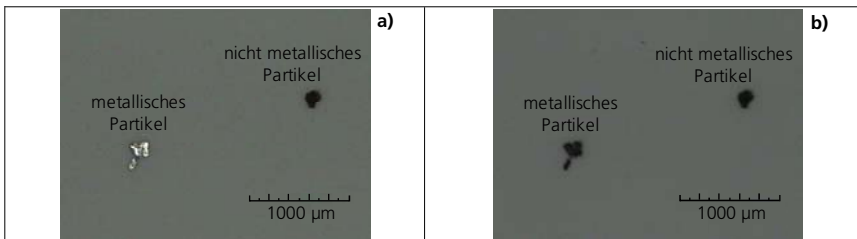


Abbildung 2-5: Prinzip der Polarisationsmikroskopie zur Bestimmung von metallischen Partikeln über deren Glanz
 a) metallisches und nicht metallisches Partikel mit diffuser Beleuchtung
 b) derselbe Bildausschnitt polarisiert beleuchtet mit 90° gedrehtem Polarisator vor der Kamera

Bewertung der Metallklassifizierung zur Bestimmung der Materialeigenschaften:

Die Klassifizierung von Metallen allein auf Grundlage eines Helligkeitsschwellwertes ist eine subjektive Methode und vom jeweiligen Bediener abhängig. Bestimmte Metalloxide und beschichtete Metalle, die nur schwach glänzen, können falsch negativ als nicht metallische Partikel und glänzende Kunststofffolien hingegen falsch positiv als metallische Partikel klassifiziert werden.

Die Methode der Differenzbildanalyse mittels gekreuzter Polarisatoren umgeht diese subjektive Klassifizierung. Allerdings ist auch mit diesem Verfahren, genauso wie bei der einfachen Klassifizierung über den Glanz, keine weitere Differenzierung der nicht metallischen Partikel möglich. Harte abrasive Mineralien und weiche organische Partikel können nicht unterschieden werden, weshalb eine Einteilung der Partikel anhand der Schädigungswirkung auf Grundlage der Härte nicht möglich ist.

- **Gegenüberstellung der Verfahren zur Materialbewertung**

In Tabelle 2-3 sind die beiden Verfahren einander gegenüber gestellt und anhand der Kriterien zeitlicher und manueller Aufwand, Kosten der notwendigen Geräte sowie messtechnische Grenzen verglichen.

Verfahren #1: REM-EDX im Niedervakuum-Betrieb

Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mit einem automatisierten REM ab einer Partikelgröße von 50 µm. Anschließend erfolgt die Analyse der Elementverteilung des Materials der Partikel ab 50µm mit einem integrierten EDX-System im Niedervakuum.

Verfahren #2: Partikelklassifizierung über den metallischen Glanz

Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mit einem automatisierten Stereomikroskop ab einer Partikelgröße von 50 µm. Anschließend erfolgt eine Klassifizierung der erfassten Partikel in metallische und nicht metallische Partikel anhand der Polarisationsmikroskopie mit Differenzbilddauswertung.

Die angegebenen Analysezeiten sind abhängig vom Analyseumfang und hier als Richtwerte zu verstehen. Ausgegangen wird von der Auswertung einer mit Partikeln dicht belegten Analysemembran mit etwa 1000 Partikeln > 50 µm. Dies entspricht einer durchschnittlich verunreinigten Analysemembran, welche als charakteristisch für diese Anwendung betrachtet werden kann.

	Manueller Aufwand	zeitlicher Aufwand	Grenzen des Verfahrens	Gerätetechnik und Kosten
Verfahren #1	Einlegen des Analysefilters in das Gerät	ca. 4 h	- hoher technischer Aufwand - keine eindeutige Aussage bezüglich Materialeigenschaften möglich, da keine Molekülanalyse	automatisiertes REM-EDX mit Niederdruckvakuum-Betrieb → ab ca. 150 T€
Verfahren #2	Einlegen des Analysefilters in das Gerät	ca. 0,5 h	- Differenzierung nicht metallischer Partikel ist nicht möglich	automatisiertes Lichtmikroskop mit Polarisationsseinheit → ab ca. 25 T€

Tabelle 2-3: Gegenüberstellung der etablierten Verfahren zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl sowie des Partikelmaterials bei der Bauteilsauberkeitsprüfung

Fazit: Aufgrund der technischen Gegebenheiten ist die REM-EDX-Analyse ein sehr aufwändiges Analyseverfahren. Darüber hinaus liefert es lediglich die Elementverteilung

des Partikelmaterials. Aussagen über die tatsächlichen Materialeigenschaften der analysierten Partikel sind nur eingeschränkt möglich.

Im Gegensatz hierzu ist der finanzielle Aufwand zur Materialklassifizierung über den metallischen Glanz mittels Polarisationsmikroskopie – ab etwa 25 T€ Gerätekosten – deutlich geringer. Hauptnachteil dieses Verfahrens ist jedoch, dass nicht metallische Partikel nicht weiter differenziert werden können. Keramische und organische Partikel werden derselben Klasse zugeordnet. Eine vollständige Bestimmung des Schädigungspotenzials von Partikeln ist anhand dieses Verfahrens somit nicht möglich.

2.3 Zusammenfassung und Aufgabenstellung

Zusammenfassung

Zur Sicherstellung der Qualität von Produkten in der Automobilindustrie besteht die Notwendigkeit, die partikulären Rückstände auf sauberkeitskritischen Komponenten messtechnisch zu bestimmen. Der VDA-Band 19 und die ISO 16232 beschreiben hierzu die Methoden und Geräte nach Stand der Technik. Zur Festlegung von Sauberkeitsgrenzwerten und zur Bestimmung der Sauberkeit sind neben der zulässigen Größe und Anzahl von Partikeln auch deren mechanische und elektrische Werkstoffeigenschaften von Bedeutung. Diese physikalischen Größen können durch das Material der Partikel abgeleitet werden. Aus diesem Grund ist die Bestimmung des Partikelmaterials zur vollständigen Beschreibung der Bauteilsauberkeit unerlässlich.

Nach VDA-Band 19 und ISO 16232 ist die energiedispersive Röntgenspektroskopie am Rasterelektronenmikroskop das Verfahren nach Stand der Technik zur Bestimmung des Partikelmaterials. Da die gerätetechnische Umsetzung dieses Prinzips sehr kostspielig ist und nur die elementare Verteilung des Materials liefert, ist diese Methode zur Bestimmung der Bauteilsauberkeit in der Serienproduktion nicht geeignet. Vor allem in der stark mittelstandsgeprägten Zulieferindustrie, die unter erheblichem Kostendruck steht, ist deren Implementierung nicht finanzierbar. Daher hat sich die Bestimmung der metallischen Partikel über deren metallischen Glanz mittels Polarisationsmikroskopie etabliert. Nachteil dieses Verfahrens ist, dass die nicht metallischen Partikel nicht weiter differenziert werden können.

Es besteht somit ein hoher Bedarf an einem einfachen Analysesystem, welches genau den Anforderungen und Gegebenheiten in der Automobilindustrie angepasst ist.

Aufgabenstellung

Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung und Umsetzung eines Verfahrens zur einfachen und vollständigen Bestimmung der Bauteilsauberkeit. Das bedeutet, dass neben der Messung der Partikelgröße und -anzahl nach VDA-Band 19 die erfassten Partikel anhand ihrer Werkstoffeigenschaften bewertet werden müssen. Welche Werkstoffeigenschaften für diese Bewertung relevant sind, ist abhängig vom jeweiligen Bauteil bzw. vom System, in dem das Bauteil verbaut wird.

Um eine hohe Marktakzeptanz zu erzielen, muss das Verfahren die Probleme der etablierten Verfahren lösen, ohne gleichzeitig neue Nachteile aufzuweisen. In Konsequenz muss das Verfahren mit deutlich geringerem technischem Aufwand umsetzbar sein als die energiedispersive Röntgenanalyse am Rasterelektronenmikroskop (REM-EDX) und eine direkte Klassifizierung des Materials ermöglichen. Gegenüber der Lichtmikroskopie mit automatisierter Polarisationsstechnik zur Metallklassifizierung müssen auch die nicht metallischen Partikel gesichert weiter differenziert werden können.

Ein solches Verfahren ermöglicht einfache Aussagen über das tatsächliche Schädigungspotenzial von Restschmutzpartikeln. Aufbauend auf diesem Wissen kann durch entsprechende Regelkreise die Prozesssicherheit bei der Herstellung der Produkte und die Lebensdauer von sauberkeitskritischen Systemen erheblich gesteigert werden.

3 Analyse der Randbedingungen und Ableitung von Anforderungen an das Verfahren

3.1 Praxistypische Kontaminationen in der Automobilindustrie

Für die Entwicklung eines Verfahrens zur einfachen und vollständigen Bestimmung des Schädigungspotenzials von Partikeln in der Automobilindustrie müssen die relevanten partikulären Kontaminationen und Werkstoffeigenschaften betrachtet werden. Im ersten Analyseschritt werden daher die in der Automobilindustrie praxistypischen Partikelquellen untersucht und die daraus resultierenden Partikelarten und -größen abgeleitet.

Bei der Herstellung von Funktionssystemen im Automobil, z. B. Lenk- oder Bremssystem, werden selbst gefertigte oder zugekaufte Einzelteile zu Baugruppen gefügt. Von der Produktion der Einzelteile bis zur Auslieferung des Systems nach der Endmontage kann das Produkt auf vielfältige Weise partikulär kontaminiert werden. Die Restschmutzpartikel können etwa bei der mechanischen Bearbeitung des Produkts entstehen, durch die Umgebung eingeschleppt oder durch Kontakt mit verunreinigten Oberflächen auf das Bauteil übertragen werden /Gösel 2005/. Diese vielfältigen Partikelquellen können entsprechend Abbildung 3-1 zusammengefasst werden.

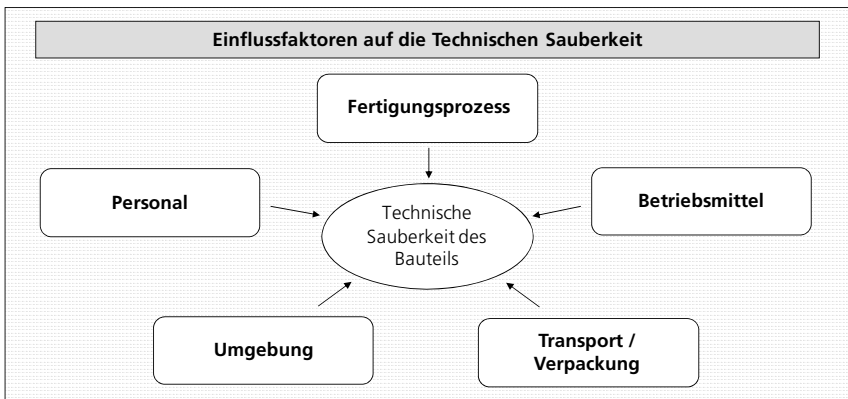


Abbildung 3-1: Einflussfaktoren auf die Technische Sauberkeit in der Automobilindustrie und deren Zulieferbetrieben

Zur Analyse der praxistypischen Partikelmaterialien und Partikelgrößen ist eine individuelle Betrachtung jeder dieser Partikelquellen notwendig.

3.1.1 Fertigungsprozess

Die Einzelteile werden hauptsächlich aus Metall, im Speziellen legierte Stähle, Aluminium und in geringerem Maße Messing, hergestellt /Mitterer 2007/. Die zweite Materialgruppe

bilden die synthetischen Polymere, wobei sämtliche gängigen Duroplaste, Thermoplaste und Elastomere zum Einsatz kommen. Die zur Fertigung der Einzelteile und Systeme eingesetzten Verfahren werden entsprechend Tabelle 3-1 in die Hauptgruppen Urformen, Umformen, Trennen, Fügen und Beschichten unterteilt /DIN 8580/.

	1. Urformen	2. Umformen	3. Trennen	4. Fügen	5. Beschichten
Metalle	Druckgießen, Fließpressen, Strangpressen u. a.	Walzen, Längen, Tiefziehen u. a.	Spanen, Schneiden thermisches und elektrochemisches Abtragen, Reinigen	Kleben, Löten, Verschrauben	Aufdampfen, Galvanisieren, thermisches Spritzen, Lackieren
			thermisches Schneiden	Schweißen	Auftragsschweißen
			Blechbearbeitung umformende schneidende Verfahren Verfahren		u. a.
6. Stoffeigenschaft ändern					
Härten, Vergüten, Entkohlen, Aufkohlen					
Kunststoffe	Spritzgießen, Pressen, Spritzpressen, Extrudieren u. a.	Warmformen, Biegen, Abkanten u. a.	Spanen u. a.	Kleben, Schweißen, Nieten, Einbetten von Metallteilen u. a.	Lackieren, Bedrucken, Beflocken, Beschichten mit Kunststoff u. a.

Tabelle 3-1: Fertigungsverfahren nach DIN 8580 /Meins 1989/

Beim **Urformen** werden die Bauteil-Rohlinge und Halbzeuge (Rohre und Stangen) z. B. mittels Gießen und Pressen hergestellt. Typische prozessbedingte Verunreinigungen sind mineralische Gussandpartikel, die an den Oberflächen der Rohlinge zurückbleiben.

Das anschließende plastische Ändern der Form des Halbzeugs oder Rohlings wird als **Umformen** bezeichnet. Dabei entstehen Partikel aus dem Material des Rohlings, etwa durch Abplatzer an Kanten und Radien beim Tiefziehen und Biegen.

Das mechanische Bearbeiten mit geometrisch bestimmten Schneiden (Bohren, Drehen und Fräsen) fällt unter die Hauptgruppe 3, dem **Trennen** /DIN 8589-0/. Bei diesen Prozessen entstehen Partikel aus dem Material des ur- bzw. umgeformten Bauteils. So werden etwa bei der mechanischen Bearbeitung eines Zylinderkopfrohlings ca. 3 kg Aluminiumspäne erzeugt /Großmann 2008/. Bauteilabhängig erfolgt anschließend eine Oberflächenbehandlung durch Spanen mit geometrisch unbestimmten Schneiden. Hierzu zählen Strahlspanen, Schleifen, Honen, Läppen /DIN 8590-0/. Bei diesen Bearbeitungsschritten entstehen ebenfalls Partikel aus dem Material des Rohteils sowie Rückstände von Prozesspartikeln. Je nach Verfahren handelt es sich um Partikel aus Stahl, NE-Metallen, natürlichen und synthetischen Mineralien und Keramiken (SiC, Korund Al₂O₃, Diamant und kubisches Bornitrid CBN) oder Organik (Polymere) /DIN 8200/. Zu den trennenden Verfahren zählt darüber hinaus auch die Reinigung von Bauteilen /DIN 8592/. Dieser Schritt dient der Entfernung der Partikel sowie filmischer Verunreinigungen, etwa Kühlschmierstoffen und Konservierungsmitteln, von der Bauteiloberfläche.

In Abhängigkeit der Anwendung werden die Oberflächeneigenschaften des Bauteils durch **Beschichten**, hierzu zählen Galvanisieren, Lackieren und Bedampfen, verändert. Ziel des Beschichtens ist beispielsweise die Erhöhung des Verschleißwiderstandes eines Bauteils oder der Korrosionsschutz. Typische Rückstände, die dabei entstehen können, sind Abplatzer von Beschichtungen.

Im weiteren Produktionsverlauf erfolgt das **Fügen**, bei dem die gefertigten Einzelteile zu Funktionsaggregaten (Lenksystem, Motor, Bremsaggregat, usw.) verbaut werden. Typische Arbeitsschritte beim Fügen sind Schrauben, Verstemmen, Nieten, Zusammensetzen und Löten. Bei diesen Arbeitsschritten entstehen Partikel an den Flächen der Fügepartner durch Abrieb oder durch gleichzeitig stattfindendes Umformen /Gommel 2006, Rochowicz 2007/. Die Partikel sind somit aus dem Material der beteiligten Fügepartner. Bei der Fertigung elektronischer Steuerkomponenten stellen Lotperlen typische Fügeverunreinigungen dar.

Nach der Montage der Baugruppen und Aggregate sind die funktionskritischen Bereiche verschlossen. Die danach folgenden Schritte sind somit nicht mehr als sauberkeitskritisch zu betrachten. Die im weiteren Fertigungsverlauf, z. B. bei der Endmontage entstehenden Partikel, werden deshalb nicht weiter berücksichtigt. Tabelle 3-2 gibt einen Überblick über die für die Bauteilsauberkeit der Produkte und Systeme in der Automobilindustrie relevanten Produktionsschritte und die daraus resultierenden Partikel.

Hauptgruppe	typische Verfahren	charakteristische Partikelrückstände	Partikelmaterial
#1 Urformen	Druckgießen, Spritzgießen, Pressen	Gussrückstände, die im Material verbleiben	mineralischer Sand
#2 Umformen	Tiefziehen, Biegen	Partikel aus dem Material des Rohteil	Stahl, Aluminium, Messing, sämtliche gängigen Kunststoffe
#3 Trennen	Drehen, Fräsen, Bohren, Strahlen, Honen, Läppen, Schleifen	Partikel aus dem Material des Rohteil sowie eingesetzte Prozesspartikel, die auf dem Bauteil zurück bleiben	Stahl, Aluminium, Messing, sämtliche gängigen Kunststoffe, natürliche und synthetische Mineralien und Keramiken
#4 Beschichten	Lackieren, Galvanisieren	Partikel aus dem Beschichtungsmaterial	Zink, Chrom
#5 Fügen	Schrauben, Nieten, Verstemmen, Löten, Kleben	Bauteilabrieb, Lotpartikel	Stahl, Aluminium, Messing, Zink, Zinn, Kunststoffe und Polymere

Tabelle 3-2: Partikel erzeugende Fertigungsverfahren in der Automobilindustrie und deren Zulieferbetrieben sowie dabei generierte charakteristische Partikel

3.1.2 Fertigungsumgebung

Üblicherweise findet die Produktion von Automobilkomponenten in einer Umgebung statt, in der die luftgetragenen Partikel nicht reglementiert werden. Eine Ausnahme bildet die Montage von hochsensiblen Brems- und Einspritzsystemen, welche in Reinräumen der Klassen 7 bis 8 nach ISO 14644-1 durchgeführt werden /Ford 2000, Continental 2007b/. In nicht reglementierten Fertigungsumgebungen können sich Schwebstoffpartikel in der gesamten Produktion frei verteilen. Schwebstoffpartikel entstehen durch Abrieb, Erosion

oder bei industriellen Prozessen und werden entweder direkt an die Luft abgegeben (z. B. bei Verbrennungsprozessen) oder indirekt durch Aufwirbelung /van Basshuysen 2006/. Abbildung 3-2 gibt einen Überblick über die Entstehungsprozessen Luft getragener Partikel und deren Größeneinteilung. Die Größenverteilung und Struktur der erzeugten Partikel ist abhängig vom jeweiligen Entstehungsprozess. Typische Luft getragene Partikel in der Fertigungsumgebung sind organischen Ursprungs, etwa Pollen bis maximal 100 µm und Fasern mit einer Größe von bis zu mehreren Millimetern.

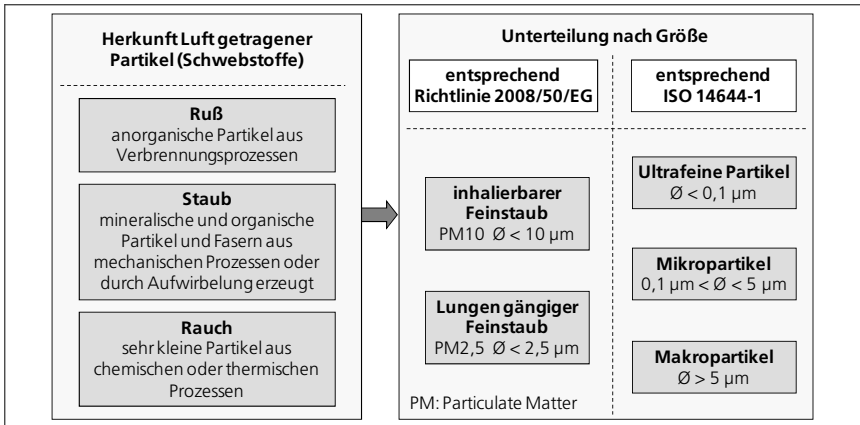


Abbildung 3-2: Typische Schwebstoffpartikel in nicht reglementierter Umgebung sowie deren Gruppierung nach Größe und Material /EG 2008, ISO 14644-1/

Anorganische Partikel (Metalle und Mineralien) setzen sich in der Fertigungsumgebung ohne größere Luftbewegung aufgrund ihrer hohen Dichte sehr schnell aus der Luft ab. Für Partikel mit einer Dichte von 1 g/cm^3 (entspricht Ruß) und $57 \mu\text{m}$ Größe wird die Sedimentationsgeschwindigkeit in Luft mit 10 cm/s angegeben /van Basshuysen 2006/. Erzeugte metallische, keramische und mineralische Partikel sind deshalb lediglich am Ort ihrer Entstehung bzw. im unmittelbarem Umfeld vorzufinden /Ernst 2009, Schmauz 2009/. Luft getragene Partikel $> 50 \mu\text{m}$ in der Produktionsumgebung von Komponenten und Funktionssystemen in der Automobilindustrie bestehen somit fast ausschließlich aus natürlichen organischen Materialien.

3.1.3 Betriebsmittel

Montageanlagen, welche zum Fügen von Einzelkomponenten eingesetzt werden, weisen eine Vielzahl an bewegten Komponenten auf. Hierzu zählen pneumatische und elektrische Zylinder, Linear- und Rotationsachsen sowie Energieführungsketten und Förderbänder. Diese Betriebsmittel können an den Kontaktflächen der bewegten Elemente durch tribologische Effekte Partikel erzeugen und unkontrolliert in die Umgebung abgeben. Der Hauptbestandteil der bei diesen Abrasionsprozessen generierten Partikel ist dabei kleiner als $5 \mu\text{m}$ /Gommel 2006/. Untersuchungen an Montageanlagen haben jedoch gezeigt, dass diese vereinzelt auch Partikel bis zu

mehreren 100 µm erzeugen können /Ernst 2009/. Je nach eingesetzten Werkstoffen handelt es sich um Metall-, Kunststoff- oder Gummipartikel. Zusätzlich entstehen Partikel durch Verschleiß an eingesetzten Werkzeugen, etwa an Bohrern oder Schraubeinsätzen. Abbildung 3-3 zeigt zwei in der Automobilindustrie typische Montagelinien.

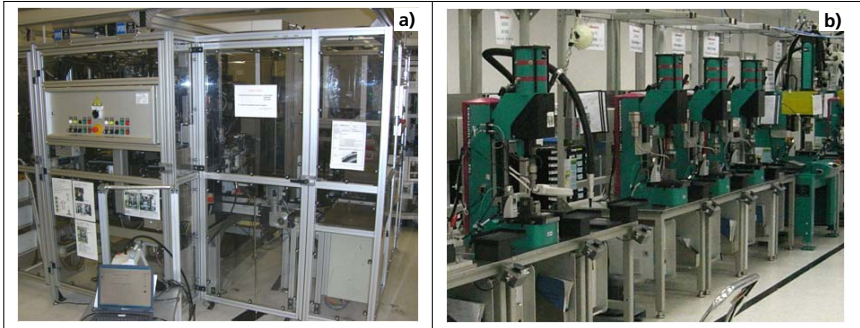


Abbildung 3-3: Beispiele von typischen Montageeinrichtungskonzepten und deren Ausführung
 a) gekapselte vollautomatisierte Montageanlage
 b) offene manuelle Montagelinie

3.1.4 Personal

Einen weiteren Einflussfaktor auf die Sauberkeit von Komponenten und Aggregaten in der Produktion stellt der Mensch dar. Der Werker kann das Bauteil durch Partikelabgabe direkt verunreinigen oder Partikel indirekt auf die Bauteiloberfläche verschleppen. Partikel gibt der Werker in Form von Textilfasern und Haaren ab. Dabei handelt es sich um natürlich organische (Wolle, Baumwolle) und synthetisch organische Fasern (Polyester, Polyamid), welche bis zu mehrere Millimeter groß sein können. Zusätzlich gibt der Mensch Mikroorganismen in Form von Pilzen und Bakterien im Größenbereich zwischen 0,1 und 10 µm sowie Hautschuppen bis zu mehreren Millimetern Größe ab /Schüle 2004/. Partikel auf das Bauteil verschleppen kann der Werker bei dessen Handhabung etwa durch Kontakt mit verunreinigten Handschuhen oder Händen sowie durch Ablegen von Bauteilen auf kontaminierten Oberflächen. Dabei handelt es sich um Partikel aus der Produktion, welche der Werker von verunreinigten Oberflächen der Fertigungsumgebung aufnimmt und anschließend auf das Bauteil überträgt.

3.1.5 Verpackung und Transport

Weitere Verschmutzungsquellen stellen die Packmittel, im Speziellen Kleinladungsträger (KLT) nach VDA Empfehlung 4500, Gitterboxen nach DIN 15155 und Kartonagen dar. Aufgrund der weltweiten Verflechtung der Zulieferbetriebe müssen Einzelteile über weite Strecken transportiert werden. Packmittel dienen zum Schutz der Bauteile gegenüber Einflüssen aus der Umwelt (Schmutz und Feuchtigkeit) bei diesen Transportvorgängen. Unsachgemäßes Verpacken und ungeeignete Packmittel können jedoch genau das Gegenteil bewirken (s. Abbildung 3-4).

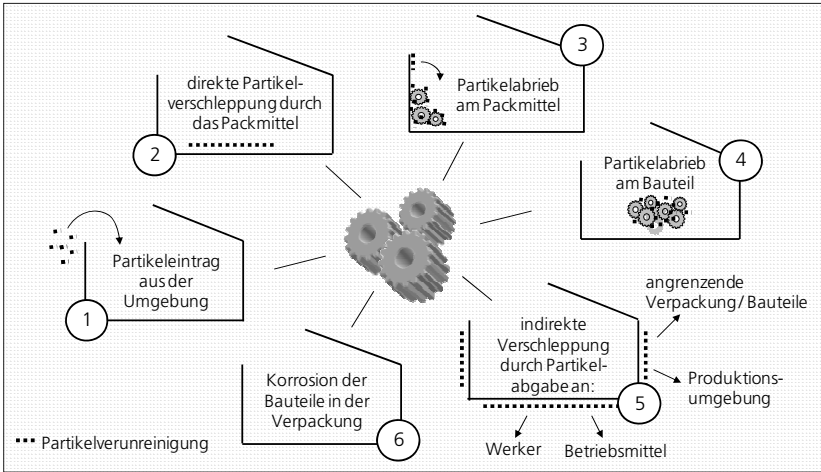


Abbildung 3-4: Potenzielle Möglichkeiten zur Verunreinigung von Bauteilen durch die Packmittel und den Transport von Komponenten /Schmauz 2008a/

Beim Verpacken von Bauteilen in verunreinigte Ladungsträger kann es zum Übertragen der Partikel auf die Bauteiloberfläche kommen. Beim Transport selbst können Partikel durch Bauteil- oder Packmittelabrieb entstehen, wenn das Packgut nicht im Ladungsträger fixiert ist. Die dabei entstehenden Partikel sind entweder aus dem Material des Packmittels (thermoplastische Kunststoffe, Kartonage, Holz, Papier) oder des Bauteils und können bis zu mehrere Millimeter groß sein. Bei unsachgemäßem Verschließen der Verpackung ist die Schutzfunktion nicht mehr gegeben und es können Partikel aus der Transportumgebung ins Innere des Packmittels gelangen. Des Weiteren kann Transportschmutz, etwa Sand, an den Außenflächen der Verpackung beim Einschleusen mit in das Produktionsumfeld gelangen und so zu indirekten Verunreinigungen führen.

3.1.6 Zusammenfassung

Bei der mechanischen Bearbeitung der Bauteile entstehen Metall- und Kunststoffpartikel bis > 1000 µm Größe. Des Weiteren können keramische und mineralische Prozesspartikel auf den behandelten Oberflächen zurückbleiben. Die wichtigste Quelle für organische Fasern ist der Mensch, welcher diese Partikel direkt an das Bauteil abgeben kann. Weiterhin werden organische Fasern über die Umgebungsluft eingetragen. Bei unsachgemäßer Verpackung und Transport entstehen Partikel aus dem Material des Packmittels durch Abrieb. Diese sind im Wesentlichen aus thermoplastischen Kunststoffen und Kartonagen. Darüber hinaus können größere mineralische und keramische Partikel mit verunreinigtem Packmittel eingeschleppt werden. Betriebsmittel (z. B. Montageanlagen) erzeugen Abriebpartikel aus Kunststoff, Gummi und Metall, jedoch in einem kleineren Größenbereich als bei der mechanischen Bearbeitung der Bauteile. Abbildung 3-5 fasst die betrachteten Partikelquellen in der Fertigung saubereitskritischer Systeme in der Automobilindustrie und deren charakteristischen Partikelarten zusammen.

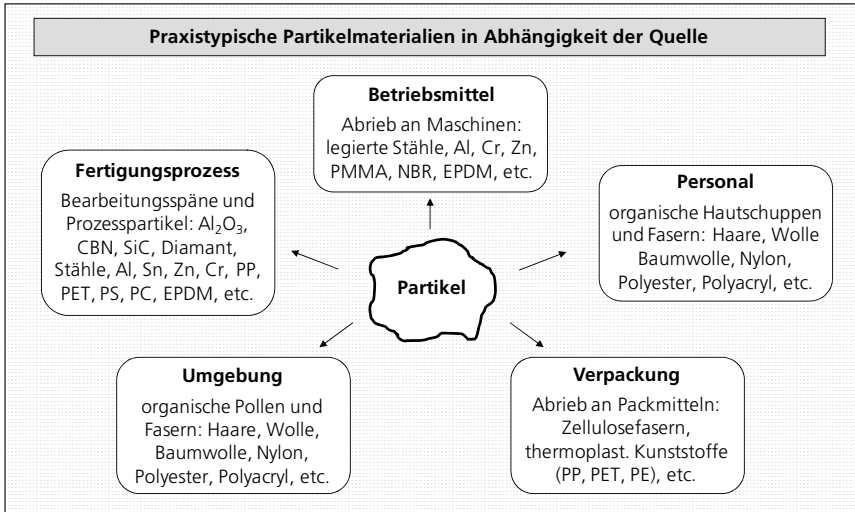


Abbildung 3-5: Restschmutzpartikel und ihre Quelle in der Automobilindustrie

Welche der betrachteten Partikelquellen die Bauteilsauberkeit am stärksten beeinflusst, ist abhängig von den jeweiligen Produktionsgegebenheiten und den produktspezifischen Sauberkeitsanforderungen. Zusätzlich muss betrachtet werden, ob zwischen einzelnen Fertigungsschritten eine Bauteilreinigung stattfindet, wodurch vorhergehende Partikel erzeugende Prozesse vernachlässigt werden können.

3.2 Gruppierung der relevanten praxistypischen Partikel

3.2.1 Typische Sauberkeitsanforderungen in der Automobilindustrie

Zur Entwicklung eines praxisnahen Analyseverfahrens ist nicht nur die Kenntnis der praxistypischen Partikel notwendig, sondern auch deren Relevanz. Dies ergibt sich aus den physikalischen Partikelmerkmalen Größe und Material. Da je nach Bauteil und Aggregat unterschiedliche Partikelmaterialien und -größen zur Beschädigung oder zum Ausfall einer Komponente führen, müssen die praxistypischen Partikel den Produkt spezifischen Sauberkeitsanforderungen gegenüber gestellt werden. Um ein umfassendes Ergebnis zu erhalten, müssen die einzelnen elektronischen und Fluid führenden Funktionssysteme des Automobils betrachtet werden. Entsprechend Kapitel 1.1 unterteilen sich diese in Lenkung, Einspritzsystem, Motor, Bremssystem, Getriebe, Elektronik, Klimatechnik und Federung.

Tabelle 3-3 zeigt typische repräsentative Sauberkeitsanforderungen und Prüfvorschriften ausgewählter Funktionssysteme im Automobil und gibt einen Überblick über die zu reglementierenden Partikel, differenziert nach Partikelgrößen und -materialien.

	Spezifikation / Liefervorschrift	System / Aggregat	kleinste rel. Partikelgröße	geforderte Materialbestimmung
BMW	QV 33 019	Getriebe	100 µm	Messtechnische Unterscheidung harte und weiche Partikel sowie Fasern gefordert
Daimler	DBL 6516	Sämtliche Fluid führenden Systeme	25 µm	Bei Gravimetrie ist zusätzlich größter harter Partikel zu bestimmen
Volkswagen	PV 3370	Getriebe	25 µm	Je nach Anwendung Unterscheidung von abrasiven, metallischen und organischen Partikeln gefordert
Getrag	GN 4340 Teil2	Getriebe	5 µm	Unterscheidung organische und anorganische Partikel notwendig
MAN	M3360	Motor und Einspritzsystem	50 µm	Größter harter Partikel und größte Faser sind zu bestimmen
Bosch	PV 1279921536	Elektronische Steuergeräte	50 µm	Nur metallisch leitende Partikel müssen reglementiert werden
Continental	ATE N 54380.3	Bremssystem	25 µm	Unterscheidung Metall, organische Partikel und Fasern gefordert
Peugeot	BS32 0400	Motor	5 µm	Nur harte schleifende Partikel müssen reglementiert werden
ZF Lenksysteme	ZFN 5008-1	Lenkung	25 µm	Keine harten und abrasiven Partikel > 300 µm zulässig

Tabelle 3-3: Sauberkeitsanforderungen kritischer Systeme im Automobil /Peugeot 2000, Daimler 2003, ZF 2004, BMW 2006, Getrag 2006, MAN 2006, Volkswagen 2006, Continental 2007a, Bosch 2008/

Die betrachteten Firmen internen Vorschriften verlangen die Bestimmung der Größe und Anzahl der vorhandenen Restschmutzpartikel zur Bewertung der Bauteilsauberkeit. Die kleinste relevante Partikelgröße beträgt im Extremfall 5 µm. Zur vollständigen Beurteilung des Schädigungspotenzials der Partikel muss zusätzlich eine Bewertung des Partikelmaterials durchgeführt werden. Die Prüfanweisungen fordern diesbezüglich jedoch keine hochgenaue Element- oder Molekülanalyse. Es wird vielmehr die Zuordnung der erfassten Partikel in Stoffgruppen vorgeschrieben, anhand derer die relevanten Werkstoffeigenschaften der Partikel abgeleitet werden können. So ist die Differenzierung zwischen »metallischen« und »nicht metallischen« oder zwischen »organischen« und »anorganischen« Partikeln eine typische Anforderung. Darüber hinaus wird in einigen Spezifikationen auch direkt die Unterteilung der Partikel nach Werkstoffeigenschaft, im Speziellen zwischen »leitenden« und »nicht leitenden« sowie »harten« und »weichen« Partikeln verlangt. Im Gegensatz zur Größenbestimmung ist eine Materialklassifizierung lediglich für größere potenzielle Killerpartikel notwendig. Viele Vorschriften verlangen eine Materialklassifizierung ab Größen mehrerer 100µm, im Extremfall bereits ab 50 µm.

3.2.2 Gruppierung der Partikel anhand von Materialeigenschaften

Um die Differenzierung der Partikel entsprechend ihrer Materialeigenschaften vereinfachen zu können, müssen die praxistypischen Partikel entsprechend ihrer relevanten Werkstoffeigenschaften gruppiert werden. Betrachtet werden die elektrische Leitfähigkeit und die mechanischen Eigenschaften Härte (über Vickers-Härte und Mohshärte) sowie die

Festigkeit anhand des Elastizitätsmoduls. Tabelle 3-4 zeigt die Werkstoffeigenschaften der relevantesten praxistypischen Partikel.

Material	Werkstoff	Mohshärte [-]	Vickers-Härte HV [-]	E-Modul [kN/mm²]	Leitfähigkeit [S/m]
Diamant	Keramik	10	10060	1000	10 ⁻⁴
Siliziumcarbid	Keramik	9,6	2600	430 – 445	10 ⁻³ – 10 ⁻⁴
Edelstähle	Metall	8,5 – 9,5	1000 – 2000	190 – 200	1,36 · 10 ⁶
Korund	Keramik / Mineral	9	2.060	385 – 392	10 ⁻¹⁰ – 10 ⁻¹²
Quarz	Keramik / Mineral	7	1120	94	10 ⁻¹³
Eisen	Metall	4	80	196	9,93 · 10 ⁶
Kupfer	Metall	3	40 – 90	124	58·10 ⁶
Aluminium	Metall	2,75	21 – 48	69	35·10 ⁶
Polycarbonat	Polymer	-	14	2,6	10 ⁻¹² – 10 ⁻¹³
Gummi	Polymer	-	-	0,01 – 0,1	10 ⁻¹³ – 10 ⁻¹⁵

Tabelle 3-4: Mechanische und elektrische Kennwerte einiger Werkstoffe /Schatt 2002, Ashby 2006, Bargel 2008/

- **Gruppierung anhand elektrischer Leitfähigkeit**

Bei Raumtemperatur liegen lediglich in metallischen Werkstoffen freie Ladungsträger in Form von Elektronen vor. Daher gelten Metalle als elektrisch leitend, alle anderen Materialien als nicht leitend. Bei der Sauberkeitsprüfung elektronischer Komponenten und deren Baugruppen muss demnach lediglich die Bestimmung von Größe und Anzahl der metallischen Partikel durchgeführt werden. Partikel aus technischer Keramik, natürlichen Mineralien, sämtlichen Naturstoffen und organischen Polymeren sind als nicht leitend einzustufen und somit zu vernachlässigen.

- **Gruppierung anhand Materialhärte**

Zur Einteilung der Partikel in »weich« und »hart« ist neben der Werkstoffhärte auch die plastische und elastische Verformbarkeit von Bedeutung. So ist beispielsweise Aluminium gegenüber Polycarbonat kein sehr hartes Material. Jedoch weist es einen viel höheren Widerstand gegenüber Verformung auf, zu erkennen am deutlich höheren E-Modul.

Abbildung 3-6 zeigt ein typisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm der drei Werkstoffgruppen Keramiken, Metalle und Polymere. Je größer die lineare Steigung bei kleinen Dehnungen, desto größer ist das E-Modul. Die Spannung, bei der die lineare Beziehung zur Dehnung endet, wird als Streckgrenze bezeichnet. Ab dieser Grenzspannung beginnt die plastische Verformung. Keramische und mineralische Partikel weisen die höchsten Härte- und Festigkeitswerte auf, Polymere die geringsten. Metalle befinden sich in dieser Materialeigenschaft zwischen den Polymeren und Keramiken.

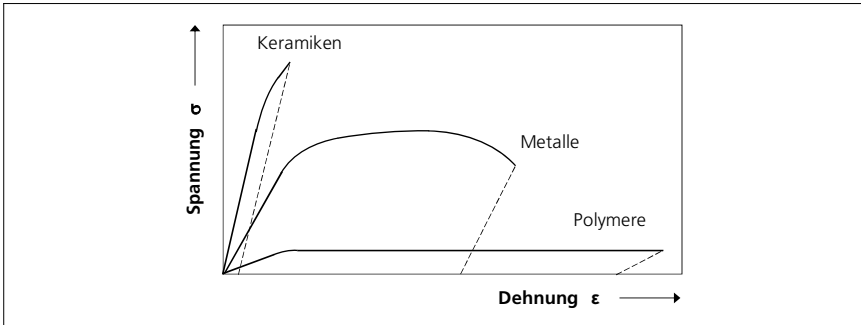


Abbildung 3-6: Schematische Darstellung und Vergleich der Werkstoffeigenschaften Spannung und Dehnung von Kunststoffen, Metallen und Keramiken /Arzt 2005/

Da in mechanischen Aggregaten und auf Dichtflächen von Drucksystemen lediglich harte bzw. feste Partikel zu einer Funktionsbeeinträchtigung führen, werden keramische, mineralische und metallische Partikel als funktionskritisch eingestuft. Organische Partikel, egal ob synthetischen oder natürlichen Ursprungs, sind demgegenüber weich und elastisch und somit nicht relevant.

Die praxistypischen Partikelmaterialien können somit zur Charakterisierung der relevanten Werkstoffeigenschaften entsprechend Tabelle 3-5 gruppiert werden.

Harte / feste Partikel	weiche / verformbare Partikel	elektrisch leitende Partikel
<ul style="list-style-type: none"> - Metalle - Mineralien (Sand, Quarz, etc.) - Keramiken (Siliziumcarbid, Korund, Diamant, etc.) 	<ul style="list-style-type: none"> - organische Fasern - Polymere (Gummi, Kunststoffe) - Zellulose (Papier, Kartonage) 	<ul style="list-style-type: none"> - Metalle

Tabelle 3-5: Gruppierung praxistypischer Restschmutzpartikel anhand ihrer physikalischen Werkstoffeigenschaften entsprechend der gängigen Liefer- und Prüfvorschriften

3.3 Ableitung von einfachen Materialklassen für Restschmutzpartikel

Zur Ableitung von einfachen Materialklassen, welche die Werkstoffeigenschaften der praxistypischen Kontaminationen aus Abbildung 3-5 widerspiegeln, werden diese zunächst in **Werkstoffgruppen** eingeteilt. Die praxistypischen Partikel unterteilen sich in die Hauptgruppen organische und anorganische Werkstoffe. Die Gruppe der anorganischen Partikel bilden Metalle, Mineralien und technische Keramiken. Die Gruppe der organischen Partikel bilden Naturstoffe und Polymere. Fasern (vgl. Kapitel 2.1.1) sind Untergruppen der beiden organischen Gruppen. Natürliche Fasern sind tierischer oder pflanzlicher Herkunft, etwa Haare, Seide und Baumwolle, zu den künstlichen Fasern zählen Polyester, Nylon und Polyacrylnitril.

Im zweiten Schritt werden die gebildeten Werkstoffgruppen entsprechend der Gruppierung in Tabelle 3-5 zusammengefasst. Daraus ergeben sich vereinfachte **Materialklassen**, welche die relevanten physikalischen Werkstoffeigenschaften der Partikel abbilden und für eine vollständige Beschreibung ihrer Schädigungspotenziale geeignet sind. Zur vollständigen Bestimmung der Bauteilsauberkeit ist somit keine aufwändige elementare oder molekulare Analyse der Partikel notwendig, sondern lediglich die Bestimmung der zugehörigen Materialklasse entsprechend Abbildung 3-7.

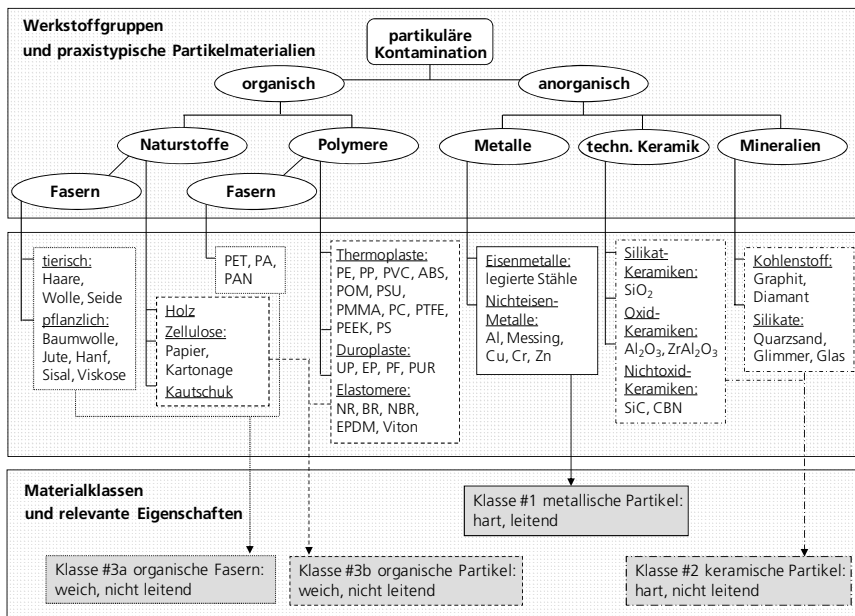


Abbildung 3-7: Einteilung der in der Produktion der Automobil- und Zulieferindustrie relevanten Partikel anhand des Werkstoffes und Eingruppierung in Materialklassen anhand der physikalischen Eigenschaften

Metallische Partikel bilden die **Materialklasse #1** und zeichnen sich dadurch aus, dass sie sowohl hart als auch elektrisch leitend sind. Partikel aus Keramik und die Minerale bilden die **Materialklasse #2** und gelten als sehr hart aber elektrisch nicht leitend. Die **Materialklasse #3** unterteilen sich in #3a organische Partikel und #3b organische Fasern. Beide Unterklassen werden als weich, verformbar und elektrisch nicht leitend eingestuft.

Welche Partikelklassen zu einem Ausfall führen können, ist abhängig vom Bauteil bzw. vom System, in dem das Bauteil eingesetzt wird. Grundsätzlich gelten Partikel der Materialklassen #1 und #2 als potenzielle Killerpartikel. Sind Partikel der Materialklasse #3 relevant, so ist üblicherweise keine Materialklassifizierung erforderlich. In diesem Fall müssen sämtliche Partikel ohne Materialselektierung gezählt und vermessen werden.

3.4 Anforderungen an ein Verfahren zur Partikelklassifizierung

Ausgehend von der Analyse der Ausgangssituation und der Randbedingungen in der Automobilindustrie können Anforderungen an ein **Verfahren** zur einfachen und vollständigen Klassifizierung von Partikeln abgeleitet werden. Das Verfahren setzt sich aus dem **Versuchsaufbau** und einer **Messmethode** zusammen. Der Versuchsaufbau, der im Rahmen dieser Arbeit realisiert wird, stellt die gerätetechnische Umsetzung des physikalischen **Messprinzips** zur Partikelklassifizierung dar. Die Messmethode wiederum legt die Vorgehensweise fest, anhand derer mit dem Versuchsaufbau charakteristische **Messsignale** erzeugt werden und die Zuordnung der Partikel zu der jeweiligen Materialklasse erfolgt /DIN 1319-1/.

3.4.1 Anforderungen an den Versuchsaufbau

- **Materialklassifizierung der Partikel**

Signalerzeugung: Mit dem Versuchsaufbau müssen für jede der drei Materialklassen spezifische Messsignale erzeugbar sein, die eine gesicherte Zuordnung der Partikel in die jeweils zugehörige Materialklasse ermöglichen. Wichtig ist speziell die Erfassung und Zuordnung von Partikeln der Materialklassen #1 (Metalle) und #2 (Keramiken), da diese typische Killerpartikel in der Praxis darstellen. Die kleinste relevante Partikelgröße, welche mit dem Versuchsaufbau klassifiziert werden muss, beträgt 50 µm.

- **Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl**

Normkonforme Größenanalyse: Die Materialklassifizierung muss mit der Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl nach VDA-Band 19 in einem Versuchsaufbau integriert werden. Der relevante Partikelgrößenbereich beginnt ab einer Größe von 5 µm.

- **Verfahrensaufwand**

Materialkosten: Die Materialkosten des Versuchsaufbaus muss deutlich unter den Kosten eines Rasterelektronenmikroskops mit energiedispersiver Röntgendetektion liegen. Um ein konkurrenzfähiges Verfahren mit vollständiger Klassifizierung anbieten zu können, dürfen die Materialkosten für das zu entwickelnde Verfahren maximal bei 50000 € liegen /Lankers 2008/. Das Messprinzip, welches dem Versuchsaufbau zugrunde liegt, muss deshalb so gewählt werden, dass der Versuchsaufbau mit mechanischen und optischen Standardkomponenten umgesetzt werden kann.

Automatisierung: Nach Vorliegen des Analysefilters müssen sämtliche Verfahrensschritte ohne manuelle Tätigkeit ablaufen. Es ist daher entsprechende Soft- und Hardware für die notwendige Automatisierung des Versuchsaufbaus einzusetzen.

- **Technische Randbedingungen**

Integration in Lichtmikroskope: Da die Lichtmikroskopie das Standardverfahren zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl darstellt, ist eine weitere Anforderung an den

Versuchsaufbau, dass die Komponenten zur Materialklassifizierung in Lichtmikroskope integriert werden können. Da bereits die große Mehrzahl der betroffenen Firmen in der Automobilindustrie mit lichtmikroskopischen Systemen in der Qualitätssicherung ausgerüstet ist, weist eine Erweiterung dieser Systeme zur Materialklassifizierung ein hohes Marktpotenzial auf.

Beeinträchtigung der Messung: Da Partikel ab 5 µm Größe detektiert und vermessen werden müssen, wird das Messergebnis bei Durchführung in unkontrollierter Umgebung durch Eintrag von Partikeln aus der Umgebungsluft verfälscht. Ebenso muss gewährleistet werden, dass das Ergebnis der Messung durch Umgebungseinflüsse, z. B. Temperatur, Licht, etc. nicht beeinträchtigt wird.

3.4.2 Anforderungen an die Methode

- **Materialklassifizierung der Partikel**

Gesicherte Klassenzuordnung: Die Methode muss sicherstellen, dass anhand der mit dem Versuchsaufbau erzeugten Messsignale eine eindeutige Zuordnung der Partikel in die jeweilige Materialklasse erfolgt. Vor allem müssen die potenziellen Killerpartikel der Materialklassen #1 und #2 gesichert erkannt werden. Da die Sicherstellung der Systemfunktion im Serienbetrieb im Vordergrund steht, muss durch die Methode sichergestellt werden können, dass Partikel, die nicht eindeutig klassifiziert werden können, der kritischeren Klasse zugeordnet werden.

- **Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl**

Normkonforme Größenanalyse: Die Methode zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl muss mit der Methode zur Klassifizierung des Partikelmaterials kombinierbar sein.

- **Verfahrensaufwand**

Manueller Aufwand: Die Methode muss komplett automatisierbar umzusetzen sein. Im Vergleich zur derzeitigen normkonformen Bauteilsauberkeitsanalyse dürfen keine zusätzlichen manuellen Präparationsschritte der Partikel oder des Analysefilters durchgeführt werden müssen. Die Herstellung des Analysefilters und das Einlegen in das Messgerät sind demzufolge die einzig zulässigen manuellen Arbeitsschritte.

Messzeit: Der zeitliche Aufwand zur vollständigen Bestimmung der Bauteilsauberkeit darf mit dem zu entwickelnden Verfahren nicht höher sein als bei der REM-EDX-Analyse. Die Zeitspanne zwischen Vorliegen der Filtermembran mit den Partikeln und Ergebnisausgabe einer typisch belegten Analysemembran darf somit 4h nicht überschreiten.

- **Technische Randbedingungen**

Zerstörungsfreie Prüfung: Im Schadensfall ist es notwendig, über die im VDA-Band 19 beschriebenen Verfahren hinaus, zusätzliche Analysen an potenziellen Killerpartikeln durchzuführen. Bei einem Streitfall zwischen Bauteillieferant und Kunde werden

bisweilen Gegenanalysen an Partikeln angefordert. Um solche weiterführenden Analysen zu ermöglichen, darf das Partikel bei Durchführung der Materialklassifizierung nicht zerstört oder das Material verändert werden.

Tabelle 3-6 listet die Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren zur schnellen vollständigen Partikelklassifizierung zusammenfassend auf.

	Anforderungen an den Versuchsaufbau	Anforderungen an die Methode
Materialklassifizierung der Partikel	<ul style="list-style-type: none"> - Versuchsaufbau muss ein charakteristisches Messsignal für jede Materialklasse erzeugen - Bestimmung der Materialklasse ab 50 µm muss gewährleistet sein 	<ul style="list-style-type: none"> - Methode muss eine gesicherte Zuordnung der Messsignale zur jeweiligen Materialklasse gewährleisten
Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl	<ul style="list-style-type: none"> - Versuchsaufbau zur Materialklassifizierung muss mit lichtmikroskopischer Analyse der Partikelgrößen kombinierbar sein - Bestimmung der Partikelgröße muss ab 5 µm normkonform gewährleistet sein 	<ul style="list-style-type: none"> - Die Methode zur Materialklassifizierung und zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl müssen kombinierbar sein
Verfahrensaufwand	<ul style="list-style-type: none"> - Materialkosten zur Realisierung des Versuchsaufbaus dürfen max. 50.000 € betragen - Der Versuchsaufbau muss voll automatisiert umgesetzt werden 	<ul style="list-style-type: none"> - Messzeit zur Bestimmung der Partikelgröße, -anzahl sowie der Materialklasse einer typisch belegten Membran darf max. 4 h betragen - Es sind keine manuellen Präparationsschritte zusätzlich zur Herstellung des Analysefilters zulässig
Technische Randbedingungen	<ul style="list-style-type: none"> - Das Ergebnis darf durch Fremdpartikel und weitere Umgebungseinflüsse nicht verfälscht werden 	<ul style="list-style-type: none"> - Partikel dürfen nicht zerstört oder deren Material verändert werden

Tabelle 3-6: Resultierende Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren

4.1 Verfahren zur Materialbestimmung

Zur Materialbestimmung steht eine Vielzahl von Methoden und Geräten zur Verfügung. Die Messprinzipien dieser Verfahren basieren entweder auf chemischen Reaktionen oder auf physikalischen Wechselwirkungen. Zu den Verfahren auf Grundlage chemischer Reaktionen zählen die Reaktions-Analyseverfahren, elektro-chemische und thermischen Verfahren. Die Verfahren auf Grundlage physikalischer Wechselwirkungen unterteilen sich in die Chromatographie und die optische Spektroskopie /Latscha 2004/.

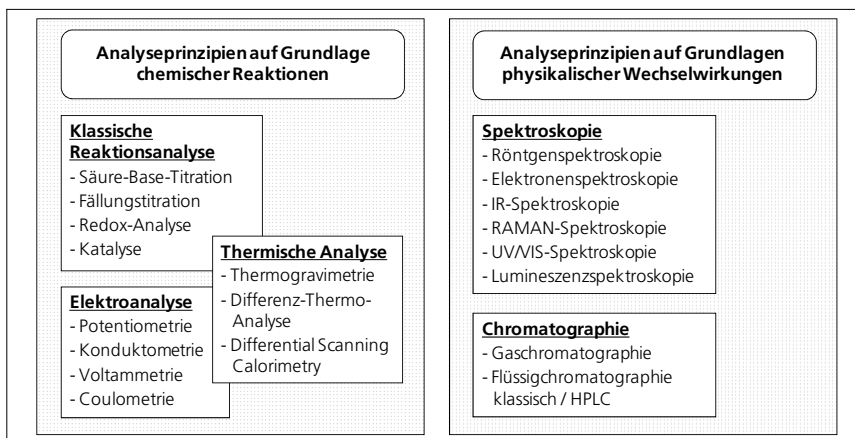


Abbildung 4-1: Verfahren zur Materialanalyse und deren Eingruppierung

Da die Verfahren auf Grundlage chemischer Reaktionen nicht ohne eine Veränderung des zu untersuchenden Materials ablaufen, scheiden diese aufgrund der Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren aus. Die Chromatographie kann wiederum lediglich zur Analyse von Gasen oder Flüssigkeiten, jedoch nicht von partikulären Feststoffen eingesetzt werden. Aus diesen Gründen werden nachfolgend ausschließlich die spektroskopischen Verfahren betrachtet.

4.1.1 Charakterisierung der spektroskopischen Verfahren

Sämtliche spektroskopische Verfahren beruhen auf der Betrachtung der Wechselwirkung zwischen elektromagnetischer Strahlung und Materie. Die jeweiligen Verfahren unterscheiden sich im Wesentlichen durch die Art der eingesetzten elektromagnetischen Strahlung. Elektromagnetische Strahlung wird als eine sinuswellenförmige Ausbreitung eines elektromagnetischen Feldes betrachtet und durch die Wellenlänge λ und die Frequenz ν charakterisiert (Wellentheorie). Es gilt:

$$\lambda = \frac{c}{\nu}$$

Formel 4-1

mit der Lichtgeschwindigkeit $c = 3 \cdot 10^8$ m/s im Vakuum. Darüber hinaus kann die elektromagnetische Strahlung auch als Teilchenstrom, den sog. Photonen beschrieben werden (Teilchentheorie). Diese Teilchen besitzen keine Masse, können aber die Energie

$$E = h\nu$$

Formel 4-2

annehmen, mit $h = 6,6526 \cdot 10^{-34}$ Js (Plancksches Wirkungsquantum).

Das elektromagnetische Spektrum erstreckt sich von den langwelligen Radio- und Funkwellen mit Wellenlängen von 10^4 m bis zu den hochenergetischen γ -Strahlen mit Wellenlängen bei 10^{-14} m. Der für das menschliche Auge sichtbare elektromagnetische Wellenlängenbereich beginnt bei ca. 400nm und endet bei etwa 800nm.

Wellenlänge [nm]	Frequenz [s ⁻¹]	Wellenzahl [cm ⁻¹]	Energie [J]	Energie [eV]	Farbe
ab 400	$750 \cdot 10^{12}$	25 000	$4,99 \cdot 10^{-19}$	3,11	violett
ab 435	$690 \cdot 10^{12}$	22 989	$4,59 \cdot 10^{-19}$	2,86	blau
ab 480	$625 \cdot 10^{12}$	20 833	$4,16 \cdot 10^{-19}$	2,60	blau-grün
ab 500	$600 \cdot 10^{12}$	20 000	$3,99 \cdot 10^{-19}$	2,49	grün
ab 560	$536 \cdot 10^{12}$	17 857	$3,56 \cdot 10^{-19}$	2,22	gelb-grün
ab 580	$517 \cdot 10^{12}$	17 241	$3,44 \cdot 10^{-19}$	2,15	gelb
ab 595	$504 \cdot 10^{12}$	16 807	$3,35 \cdot 10^{-19}$	2,09	orange
ab 610	$492 \cdot 10^{12}$	16 393	$3,27 \cdot 10^{-19}$	2,04	rot

Tabelle 4-1: Spektrum und Kennwerte des sichtbaren Lichtes zwischen 400 und 800 nm

Zu kürzeren Wellenlängen schließt sich die ultraviolette Strahlung mit der Unterteilung in UV-A (340 – 400nm), UV-B (280 – 340nm), UV-C (200 – 280nm) sowie das Vakuum UV (100 – 200nm) an. Bei höheren Wellenlängen beginnt die Infrarotstrahlung.

4.1.2 Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA)

Prinzip: Bei der Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA) wird das zu analysierende Material in einer Probenkammer mit energiereicher Röntgenstrahlung ($\lambda = 0,02$ bis 2 nm) bestrahlt. Aufgrund des Photoeffekts werden dabei kernnahe Elektronen aus dem Atomverband herausgelöst. Da dieser Atomzustand instabil ist, springt ein Elektron aus den kernfernen Schalen in die entstandene Leerstelle. Je nach Lage der Schalen zwischen denen der Übergang stattfindet, wird Röntgenstrahlung einer ganz bestimmten Energie emittiert (Abbildung 4-2). Das Energiespektrum der Strahlung ist somit abhängig vom Atomaufbau. Anhand dieser charakteristischen Strahlung lässt sich feststellen, welche Elemente in einer Probe vorliegen. Die Bestimmung der Gehalte der einzelnen Elemente ergibt sich durch Messung der Intensität der einzelnen Spektrallinien.



Abbildung 4-2: Physikalisches Prinzip der Röntgenfluoreszenz /Dörffel 2004/
 a) Herauslösen eines Photoelektrons durch Röntgenstrahlung
 b) Emission von Röntgenstrahlung durch Sprung eines Elektrons des höheren Orbitals in die Leerstelle

Grenzen: Die RFA ist wie die REM-EDX ein gerätetechnisch aufwändiges Verfahren. Es muss Röntgenstrahlung erzeugt und detektiert werden, weshalb ein teurer Röntgendetektor und eine aufwändige Probenkammer eingesetzt wird. Des Weiteren können mit diesem Verfahren lediglich Elemente ab der Ordnungszahl von Fluor detektiert werden /Otto 2006/. Das bedeutet, dass Kohlenstoff und Sauerstoff, welche die Hauptbestandteile der organischen Verbindungen darstellen, nicht detektiert werden können.

4.1.3 Elektronenspektroskopie (ESCA)

Prinzip: Die Elektronenspektroskopie zur chemischen Analyse (ESCA) basiert wie die RFA auf dem Prinzip des Photoeffekts. Jedoch wird bei der ESCA nicht die Röntgenstrahlung, sondern die Energie der freigesetzten Elektronen (sog. Photoelektronen) betrachtet. Die kinetische Energie eines freigesetzten Photoelektrons ergibt sich aus der Differenz zwischen der Energie der anregenden Röntgenstrahlung und der Austrittsarbeit zu:

$$\epsilon_{kin} = h \cdot \nu - e \cdot \phi \quad \text{Formel 4-3}$$

mit e als der Elementarladung des Elektrons und ϕ als dessen Austrittspotenzial. Das Elektronenaustrittspotenzial ist charakteristisch für das Atom und dessen Orbital aus dem das Elektron herausgelöst wurde. Bei der ESCA wird genau definierte hochenergetische Röntgenstrahlung verwendet. Misst man nun die Energie des herausgelösten Elektrons, so kann, in Abhängigkeit der Energie der Anregungsstrahlung, das Austrittspotenzial ϕ des Elektrons und somit das Atom bestimmt werden /Vohrer 2004/.

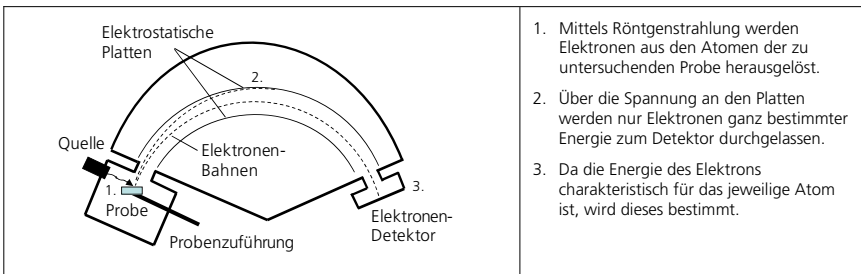


Abbildung 4-3: Schematischer Aufbau eines Elektronenspektroskops zur Bestimmung der Elemente eines Festkörpers /Otto 2006/

Grenzen: Da die ESCA auf dem gleichen physikalischen Prinzip basiert wie die RFA, ist die gerätetechnische Umsetzung sehr kostspielig. Hinzu kommt, dass die Analyse im Hochvakuum durchgeführt werden muss, da Luftmoleküle die Elektronen ablenken würden. Darüber hinaus spricht gegen die ESCA, dass lediglich Photoelektronen aus der Probenoberfläche (wenige nm Analysetiefe) detektiert werden können. Bei Vorhandensein einer Verunreinigung auf der Oberfläche ist die Analyse nicht repräsentativ für das eigentliche Partikelmaterial.

4.1.4 Infrarot-Spektroskopie

Prinzip: Werden Moleküle mit Infrarotstrahlung (IR) bestrahlt, können diese bestimmte Anteile der IR-Strahlung absorbieren und so in Schwingung versetzt werden. Welche IR-Strahlung absorbiert und somit abgeschwächt wird, ist abhängig von den jeweiligen Fragmenten der Moleküle. Über den Vergleich der Wellenlängen der IR-Strahlung vor der Probe und nach der Probe können diese Molekülfragmente identifiziert werden. Ein IR-Spektrum stellt somit die Transmission T der IR-Strahlung dar:

$$T = \frac{I(\lambda)}{I_0(\lambda)} \cdot 100\% \quad \text{Formel 4-4}$$

$I_0(\lambda)$ ist die Wellenlängen abhängige Intensität der Strahlung vor Auftreffen und $I(\lambda)$ die Wellenlängen abhängige Intensität der Strahlung nach Auftreffen auf die Probe.

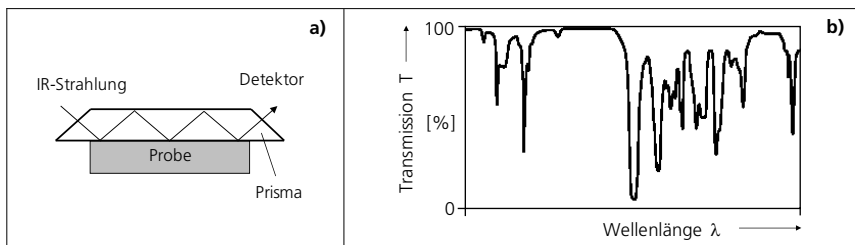


Abbildung 4-4: Prinzip der IR-Spektroskopie am Beispiel der ATR-Technik
a) IR-Totalreflexion an einer Probe über ein Prisma zur Verstärkung der Absorption /Otto 2006/
b) typisches IR-Absorptionsspektrum /Badertscher 2006/

Zur Analyse von Festkörpern wird die ATR-Technik (abgeschwächte Totalreflexion) eingesetzt. Es wird ein Prisma aus Glas mit hoher Brechzahl auf die Probe aufgebracht und IR-Strahlung in einem Winkel unterhalb des Grenzwinkels eingestrahlt. Durch das mehrmalige Auftreffen der Strahlung auf den Körper wird so die Absorption verstärkt.

Grenzen: Damit ein Molekül mittels IR-Strahlung zur Schwingung angeregt werden kann, muss dieses ein Dipolmoment aufweisen oder ein Dipolmoment im Molekül induzierbar sein. Dies trifft bei organischen Bindungen zwischen den Elementen C, H, O und N zu /Rücker 1992/. Kristalline Festkörper, z. B. aus Silizium, absorbieren keine IR-Strahlung und können somit nicht analysiert werden. Die IR-Spektroskopie wird deshalb zur Analyse organischer Materialien (z. B. Kunststoffe, Fette und Öle) eingesetzt. Weiterer

Nachteil der IR-Spektroskopie ist, dass IR-Strahlung verhältnismäßig niederenergetisch ist. Schwache Signale können durch Änderung der Umgebungswärme verfälscht werden, weshalb Partikelproben je nach molekularer Zusammensetzung mehrere 100 µm groß sein müssen, um ein ausreichendes Absorptionssignal zu liefern /Dörrfel 1994/.

4.1.5 Raman-Spektroskopie

Prinzip: Trifft elektromagnetische Strahlung auf ein Molekül, so bleibt die Energie der Streustrahlung und somit deren Frequenz unverändert /Rayleigh 1871/. Es können jedoch zusätzlich Streuvorgänge am Molekül auftreten, bei denen eine Frequenzverschiebung auftritt /Raman 1928/. Diese zusätzlichen Wellenlängen entstehen dadurch, dass die eintreffende Strahlung entweder einen bestimmten Energiebetrag an das Molekül abgibt (Stokes-Linie) und es zu Rotationsschwingungen anregt oder die Energie einer Rotationsschwingung des Moleküls aufnimmt (Anti-Stokes-Linie). Die Differenz zwischen eingestrahelter und gestreuter Wellenlänge wird als Raman-Frequenzverschiebung bezeichnet und ist charakteristisch für das Molekül. Die Raman-Spektroskopie liefert somit eine direkte Aussage über die Molekülstruktur /Valet 2006/.

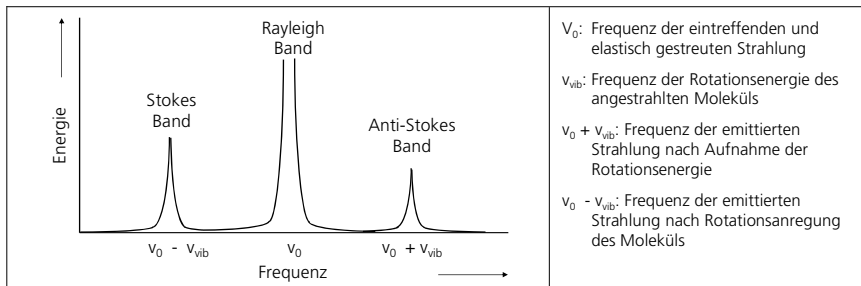


Abbildung 4-5: Lage des Stokes- und Anti-Stokes-Bandes gegenüber der elastischen Rayleigh-Strahlung /Otto 2006/

Grenzen: Die Intensitäten von Raman-Spektren sind außerordentlich schwach, und können nur über sehr empfindliche und somit teure Detektoren erfasst werden. Wird die Probe bei der verwendeten Anregungswellenlänge zusätzlich zur Lumineszenz angeregt, so wird das Raman-Spektrum durch das stärkere Lumineszenzsignal überlagert und es ist keine Analyse möglich. Hinzu kommt, dass metallische Proben Licht ausschließlich unverändert reflektieren und daher mit dieser Technik nicht analysiert werden können.

4.1.6 Lumineszenzspektroskopie

Prinzip: Trifft bestimmte elektromagnetische Strahlung auf ein Molekül, so können die Elektronen diese Energie absorbieren und in einen angeregten Zustand übergehen. Da dieser Zustand instabil ist, kehren die Elektronen wieder in ihren Grundzustand zurück und setzen dabei wiederum elektromagnetische Strahlung frei (s. Abbildung 4-6). Es entsteht Lumineszenz /Riehl 1971/. Die spektrale Verteilung der absorbierten und emittierten Strahlung ist abhängig vom Orbitalaufbau des entsprechenden Moleküls, weshalb Rückschlüsse vom Lumineszenzsignal auf die Molekülstruktur möglich sind.

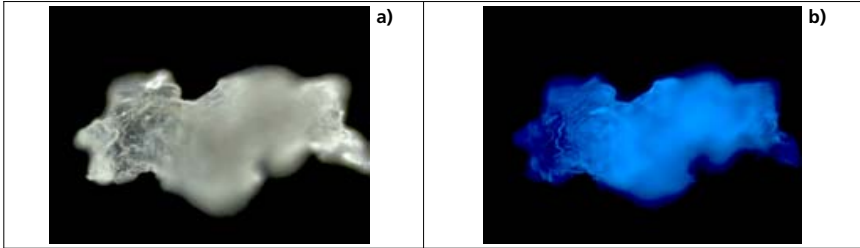


Abbildung 4-6: Mikroskopische Aufnahme eines Partikels aus Kunststoff (PPSU) zur Visualisierung der Lumineszenz
 a) bei Beleuchtung mit VIS-Strahlung reflektiert das Partikel sichtbares Licht der gleichen Wellenlänge
 b) bei Beleuchtung mit unsichtbarer UV-Strahlung emittiert das Partikel sichtbares Licht

Grenzen: Lumineszenzspektren sind im Gegensatz zu IR- und Raman-Spektren keine feinstrukturigen Spektren mit einzelnen Peaks, sondern weisen größtenteils nur eine einzelne breite Bande auf. Da zusätzlich das Lumineszenzsignal anorganischer nicht metallischer Materialien in Abhängigkeit von Fremdstoffen variieren kann, ist eine eindeutige Zuordnung des Lumineszenzlichts zu einem Material nur bedingt möglich. Darüber hinaus erzeugen Metalle kein Lumineszenzsignal und können analog zur Raman-Spektroskopie mit dieser Technik nicht analysiert werden.

4.1.7 Fazit

Zur Auswahl des geeigneten Prinzips für die Materialklassifizierung werden die Verfahren anhand der in Kapitel 3.4 formulierten Anforderungen bewertet. Neben der prinzipiellen Anwendbarkeit zur Klassifizierung der Partikel in die abgeleiteten Materialklassen werden die Materialkosten zur Umsetzung des Prinzips in einen Versuchsaufbau sowie manueller und zeitlicher Analyseaufwand betrachtet. Zusätzlich wird die Möglichkeit der Kombination des jeweiligen Verfahrens mit der lichtmikroskopischen Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl beurteilt. Tabelle 4-2 fasst die Bewertung der untersuchten Verfahren zusammen. Die Anforderungen, die zum Ausschluss des Prinzips führen, sind in der Tabelle grau hinterlegt. Kriterien, die nach der Betrachtung des Stands der Technik nicht abschließend bewertet werden können, sind schraffiert.

Die **RFA** und **ESCA** weisen dieselben Defizite auf wie die REM-EDX-Analyse. Die gerätetechnische Umsetzung der Verfahren ist sehr aufwändig und sie können nicht mit einem lichtmikroskopischen Verfahren kombiniert werden. Diese Messprinzipien scheiden daher für eine einfache Umsetzung eines Versuchsaufbaus zur Materialklassifizierung aus.

Die Molekülspektroskopie-Verfahren sind demgegenüber deutlich einfacher umsetzbar und können direkt mit der Lichtmikroskopie zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung kombiniert werden. Ausschlusskriterium für die **IR-Spektroskopie** ist die Tatsache, dass dieses Messprinzip zur Analyse anorganischer Substanzen nur bedingt eingesetzt werden kann. Mittels **Raman-Spektroskopie** können zwar Metalle nicht analysiert werden, da jedoch alle anderen Materialklassen ein Raman-Signal erzeugen und auch untereinander differenzierbar sind, ist eine Klassifizierung prinzipiell möglich. Allerdings ist das Raman-Signal sehr schwach, weshalb teure hochsensitive Detektoren eingesetzt werden müssen.

Zeigt die Probe bei der eingesetzten Anregungsstrahlung gleichzeitig Lumineszenz, wird das Raman-Signal überlagert und die Analyse wird erschwert.

Verfahren	Materialklassifizierung	manueller Aufwand	Materialkosten	Kombination mit Mikroskopie	Analysegrenzen
Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)	+	o	-	-	Analyse erst ab Element Fluor möglich
Elektronenspektroskopie (ESCA)	+	o	-	-	Nur Analyse der Oberfläche möglich
IR-Spektroskopie (ATR)	-	+	+	+	Analyse nur von organischen Verbindungen möglich
Raman-Spektroskopie	o	+	o	+	Keine Analyse von Metallen möglich Lumineszenz überlagert Raman-Signal
Lumineszenzspektroskopie	o	+	+	+	Keine Analyse von Metallen möglich Keine eindeutige Materialanalyse

Tabelle 4-2: Gegenüberstellung und Bewertung der Verfahren anhand der Anforderungen nach Kapitel 3.4
 + Anforderung erfüllt; o Anforderung teilweise erfüllt; - Anforderung nicht erfüllt

Bezogen auf die Materialkosten ist die **Lumineszenzspektroskopie** das geeignetste Prinzip als Basis für das Verfahren zur Materialklassifizierung. Dieses bedarf keiner aufwändigen Gerätetechnik und ist mit der Lichtmikroskopie kombinierbar. Dadurch minimiert sich zeitliche Aufwand und es sind keine manuellen Präparationsschritte notwendig. Nachteilig ist hingegen, dass analog zur Raman-Spektroskopie keine Metalle analysiert werden können. Des Weiteren sind Lumineszenzspektren wenig feinstrukturiert und können zusätzlich variieren, weshalb die Zuordnung eines Spektrums zu einem bestimmten Material nur mit einem Unsicherheitsfaktor möglich ist.

Da lediglich eine Zuordnung der Partikel zu den abgeleiteten Materialklassen gefordert ist und keine hochgenaue Materialanalyse, erfüllt die Lumineszenzspektroskopie die Anforderung an die Klassifizierung, wenn folgende Bedingungen erfüllt sind:

1. Sämtliche relevante nicht metallische Materialien müssen lumineszieren, um von den Metallen unterschieden werden zu können.
2. Die Lumineszenzspektren der Materialklassen #2 und #3 müssen grundlegend unterschiedliche Charakteristika aufweisen, um differenziert werden zu können.
3. Auch wenn das Lumineszenzsignal einiger Materialien der Klasse #2 variiert, muss eine gesicherte Zuordnung zu dieser Materialklasse gegeben sein.

Nur wenn diese drei Bedingungen gegeben sind, erfüllt die Lumineszenzspektroskopie sämtliche Anforderung an ein Verfahren zur Materialklassifizierung und kann als Verfahrensprinzip herangezogen werden. Um dies abschließend zu klären, müssen die Lumineszenzeigenschaften der Materialklassen untersucht werden.

Die erste wissenschaftlich richtige Deutung der Lumineszenz erfolgte durch G. G. Stokes, der erkannte, dass es sich bei Lumineszenz um das Selbstleuchten eines Stoffes handelt, erzeugt durch Anregung mit Licht /Stokes 1852/. In der Fachliteratur finden sich umfangreiche Zusammenstellungen der Lumineszenzeigenschaften von Materialien /Kayser 1908, Lenard 1928, Pringsheim 1951, Prizbram 1953, Lieber 1957, Danckworth 1964, Hellwege 1967, Schmillen 1967, Steffen 2000/. Anhand dieser Arbeiten ist ersichtlich, dass das Lumineszenzverhalten der Materialklassen #2 und #3 auf verschiedenen Ursachen basiert, bedingt durch den unterschiedlichen molekularen Aufbau organischer und nicht metallisch anorganischer Materialien. Dies ist ebenso die Ursache für das Fehlen von Lumineszenz bei metallischen Festkörpern.

4.2 Lumineszenzverhalten der Materialklassen

4.2.1 Organische Materialien

- **Absorption von Strahlung**

Bilden einzelne Atome ein Molekül, so vereinigen sich die Elektronenorbitale zu einem Molekülorbital (MO). Dabei entsteht sowohl ein bindendes MO (σ), als auch ein antibindendes MO (σ^*). Die Energie eines Elektrons im bindenden MO ist um den Betrag β geringer als im Atomorbital, die Energie im antibindenden MO um den Betrag β höher.

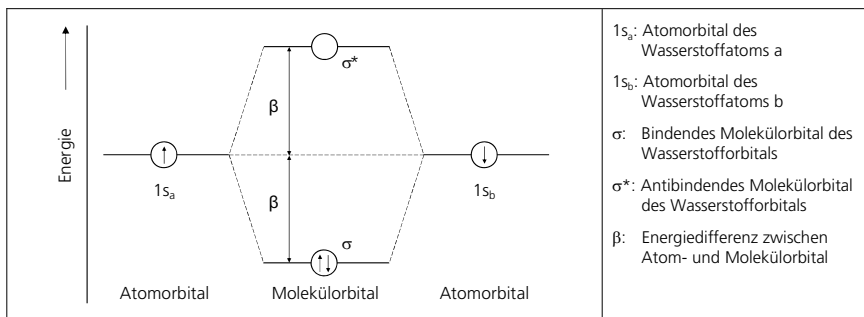


Abbildung 4-7: Schematische Darstellung des Energieniveaus des bindenden und antibindenden Molekülorbitals eines Wasserstoffmoleküls /Demuth 1977/

Ein Elektron kann von dem energetisch niedrigen MO (σ) in das energetisch höher gelegene unbesetzte MO (σ^*) übergehen, wenn die zugeführte Energie genau der charakteristischen Energiedifferenz ΔE zwischen den beiden Orbitalen entspricht. Erfolgt diese Anregung durch Licht, muss dessen Frequenz

$$\Delta E = 2\beta = h \cdot \nu \quad \text{Formel 4-5}$$

betragen (s. Abbildung 4-8 a). Aufgrund von Eigenschwingungszuständen der Moleküle weisen die Molekülorbitale weitere Zwischenenergieniveaus auf, weshalb das

anzuregende Elektron nicht nur in den angeregten Grundzustand, sondern auch in energetisch höhere Schwingungszustände übergehen kann (s. Abbildung 4-8 b).

Dadurch entstehen zusätzliche Absorptionslinien. Da die Schwingungszustände der Moleküle darüber hinaus mit Rotationszuständen überlagert sind, verbreitern sich die Absorptionslinien wie in Abbildung 4-8 c) dargestellt /Demuth 1977/. Bei großen komplexen Molekülstrukturen können in einem Absorptions-Spektrum keine Linien aufgelöst werden. Je nach Material ist nur eine einzelne Absorptionsbande zu erkennen mit einer Breite von bis zu mehreren hundert Nanometern /Dörffel 1994/.

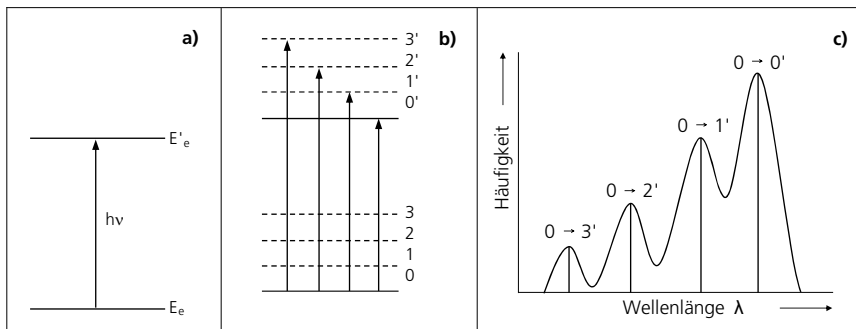


Abbildung 4-8: Elektronenübergänge durch Absorption elektromagnetischer Strahlung /Demuth1977, Zander 1981/
 a) Energieübergang eines Elektrons vom bindenden in das antibindende Molekülorbital
 b) Zwischenenergieniveaus aufgrund Molekülschwingungen
 c) schematische Darstellung der Absorptionsbandenkontur

• Emission von Strahlung

Da der angeregte Zustand eines Moleküls energetisch höher liegt als der Grundzustand, ist dieser instabil. Um einen Zerfall des Moleküls zu verhindern, kehrt das angeregte Elektron in seinen Grundzustand zurück (s. Abbildung 4-9).

Die Rückkehr des Elektrons in den energetischen Grundzustand kann entweder durch strahlungslose Übertragung der Energie an anderen Elektronen, Umwandlung der Energie in Molekülschwingungen (Schwingungsrelaxation VR), Änderung des Elektronenzustandes zwischen zwei Molekülorbitalen (Interne Konversion IC) oder Änderung des Elektronen-Spin (Interkombinationsübergänge ISC) erfolgen /Hercules 1965/. Kehrt ein angeregtes Elektron in den energetischen Grundzustand zurück indem es die zuvor absorbierte Energie durch Emission elektromagnetischer Strahlung abgibt, entsteht Lumineszenz. Aufgrund der Energieverluste bei den nicht strahlenden Übergängen sind Energie und somit auch Frequenz der emittierten Strahlung niedriger als die der anregenden Strahlung. Somit gilt $\lambda_{\text{Anregung}} < \lambda_{\text{Emission}}$, was als Stokes'sche Rotverschiebung bezeichnet wird /Steffen 1999/.

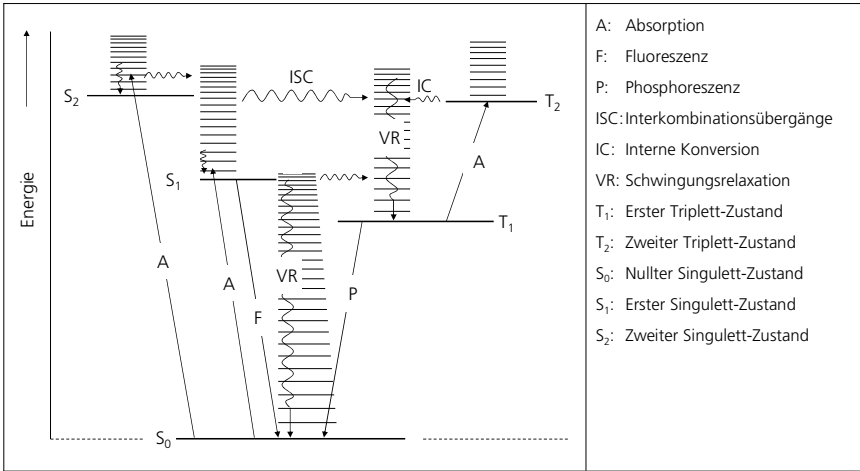


Abbildung 4-9: Jablonski-Diagramm zur Darstellung der möglichen Elektronen-Energieübergänge /Dörfel 1994/

Je nach Dauer der Rückkehr des Moleküls in den Ausgangszustand, wird von Fluoreszenz (kürzer als 10^{-9} bis 10^{-7} s) oder Phosphoreszenz (in der Größenordnung von 10^{-3} s bis zu mehrere Stunden) gesprochen /Schmillen 1971/. Die zeitliche Verzögerung der Phosphoreszenz ist dadurch begründet, dass zunächst ein strahlungsloser Prozess abläuft. Geht also ein Elektron unter Emission von Strahlung von einem Singulett-Zustand in den Grundzustand über entsteht Fluoreszenz, bei Übergang aus einem Triplett-Zustand Phosphoreszenz /Krasovitskii 1988/.

4.2.1.1 Naturstoffe

Natürliche organische Verbindungen weisen komplexe Molekülstrukturen auf, die ein ausgedehntes konjugiertes Doppelbindungssystem (π -Orbitale) und freie n-Elektronen besitzen. Diese Bindungs- und Elektronensysteme sind für die Absorption der elektromagnetischen Strahlung und somit für die Lumineszenz verantwortlich. In Tabelle 4-3 sind einige dieser Bindungssysteme und zugehörige Absorptionswellenlängen dargestellt.

Bindungsart	$\text{>C=O}<$	$\text{>C=S}<$	>C=N-	-N=N-	$\text{-N=O}<$
λ_{max} [nm] des Absorptionsbereichs	280	500	240	350	660

Tabelle 4-3: Bindungssysteme, welche zu $n \rightarrow \pi^*$ und $\pi \rightarrow \pi^*$ -Übergängen angeregt werden können (oben) und zugehörige Anregungswellenlängen (unten) /Otto 2006/

Durch Kombination dieser sog. chromophoren Gruppen oder Hinzufügen von Molekülen (z. B. CH_3 , Cl, OH, NH_2) verschiebt sich das Maximum der Anregungswellenlänge in den langwelligeren Bereich. Typische Anregungswellenlängen von organischen Molekülen liegen im nahen UV- und sichtbaren Bereich /Rücker 1992/. Da die Fluoreszenzbanden

spiegelsymmetrisch zur Anregung sind, schließt sich die Fluoreszenz organischer Moleküle direkt an die langwelligste Absorptionsbande an, weshalb diese Materialien violett-blau lumineszieren /Schmillen 1971/. Untersuchungen an tierischen und pflanzlichen Zellen bestätigen die universelle Lumineszenz dieser Stoffe im kurzwelligen sichtbaren Spektralbereich /Stübel 1913, Förster 1951, Schüle 2004/. Hauptauslöser dieser Lumineszenz sind komplexe Moleküle mit aromatischen Gruppen, beispielsweise Proteine, Stoffwechselprodukte, Aminosäuren und Vitamine, welche in allen lebenden Zellen vorhanden sind /Pringsheim 1951, Schäfer 1988/.

4.2.1.2 Synthetische Polymere

Viele der gängigsten Polymere, etwa die Polyolefine (hierzu gehören PP und PE), PVC und PVDF, weisen keine π -Orbitale auf, weshalb diese prinzipiell nicht durch elektromagnetische UV-A Strahlung, sondern nur mit hochenergetischem Vakuum-UV angeregt werden können. Im Gegensatz dazu besitzen Polymere mit aromatischen Gruppen, beispielsweise PS, PSU, PET und PAN, konjugierte π -Orbitale. Trotz dieser prinzipiellen Unterschiede im Molekülaufbau weisen sämtliche Polymere eine »universelle blaue Fluoreszenz« bei Anregung mit UV-A auf /Gachkovskii 1963, Hennecke 1988/. Zusammenstellungen von Lumineszenzuntersuchungen an den gängigsten Polymeren zeigen, dass bei diesen Phosphoreszenz im Bereich von 420–470 nm und Fluoreszenz von 350 – 400 nm zu erkennen ist. Die Anregungsmaxima liegen dabei je nach Polymer zwischen 330 und 370 nm /Allen 1976/.

Diese Lumineszenz wird als »impurity fluorescence« bezeichnet, hervorgerufen durch Fremdstoffe in der Polymermatrix, die bei der Herstellung und Weiterverarbeitung eingebaut werden /Pringsheim 1951, Somersall 1975, Allen 1982/. Diese Fremdstoffe werden eingesetzt, um die Polymere alltagstauglicher zu machen. Hierzu gehören etwa Weichmacher, Stabilisatoren sowie Füll- und Farbstoffe. Kein industrielles Polymer wird in seiner reinen Form eingesetzt, sondern enthält stets Zusätze /Schwarz 2004/. Zusätzlich können bei der Herstellung des Polymers Verunreinigungen in Form weniger Fremdmoleküle in die Polymermatrix mit eingebettet werden. Diese haben aufgrund der geringen Mengen keinen Einfluss auf die funktionellen Eigenschaften des Polymers, reichen jedoch aus um dieses zur Lumineszenz zu aktivieren /Allen 1978/.

Zusammenfassung Materialklasse #3: Sämtliche organische Materialien können mit UV-A Strahlung zur Lumineszenz angeregt werden und emittieren sichtbares blaues Licht.

4.2.2 Keramiken und Mineralien

Die Ursache der Lumineszenz von Mineralien und technischen Keramiken lässt sich am besten anhand des Bändermodells erklären. In Kristallen fügen sich die Molekülorbitale aufgrund der hohen Packungsdichte zu sog. Bändern zusammen. Die Elektronen weisen in diesem System keine genau definierte Energie auf, sondern befinden sich in zwei breiten Energieniveaubändern. Im energetisch niedrigen Valenzband sind die Elektronen an das jeweilige Atom gebunden. Nehmen die Elektronen einen höheren Energiezustand an, so gehen sie in das Leitungsband über. Für diesen Übergang muss ein Elektron den Energiebetrag aufnehmen, welcher der Lücke ΔE zwischen Valenzband und Leitungsband entspricht. Beim Übergang hinterlässt es einen freien Platz, also ein Elektronenloch,

welches von einem anderen Elektron des Leitungsbandes eingenommen werden kann. Dabei wird der Energiebetrag freigesetzt, der zuvor aufgenommen wurde.

Befindet sich jedoch ein Fremdatom im Kristallgitter, so kann ein durch Anregung ins Leitungsband übergegangenes Elektron statt direkt ins Valenzband zurück zu springen einen neuen Zustand einnehmen, welcher zwischen Leitungsband und Valenzband liegt. Die freiwerdende Strahlungsenergie ist kleiner als ΔE und somit langwelliger als die absorbierte Strahlung. Es entsteht Lumineszenz. Die Fremdstoffe, die Energiezustände zwischen Leitungs- und Valenzband generieren, nennt man Aktivatoren /Bandow 1950/. Hierzu zählen ebenso Gitterleerstellen und -baufehler /Lieber 1957/.

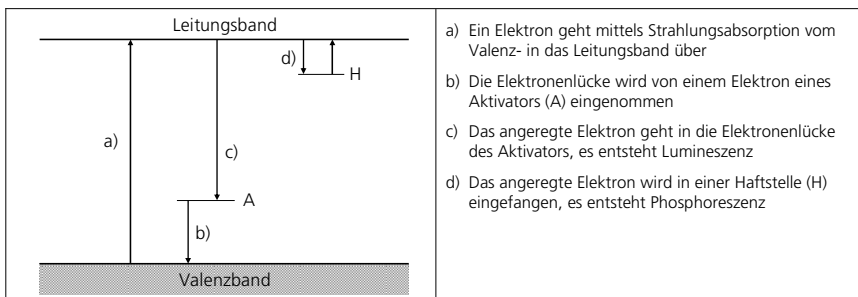


Abbildung 4-10: Aktivierung eines Kristallgitters zur Lumineszenz /Steffen 1999/

Darüber hinaus gibt es Materialien der Klasse #2, welche dieses Phänomen auch im hochreinen Kristall aufweisen. Bei diesen Materialien weist das Leitungsband kein einheitliches Energieniveau auf. Die Elektronen können deshalb beim Übergang in das Leitungsband mehr Energie in Form von elektromagnetischer Strahlung aufnehmen, als sie bei der Rückkehr in das Valenzband wieder abgeben. Diese Form der Lumineszenz tritt vor allem bei Halbleitern (Bandlücken $\leq 2,5$ eV) auf /Henderson 1999/.

4.2.2.1 Natürliche Mineralien

Es gibt eine Reihe von Mineralien, welche in reiner Form lumineszieren (intrinsische Lumineszenz). Wichtigste Vertreter dieser Gruppe sind das Scheelit (CaWO_4) und die Uranminerale /Trinkler 1997, Steffen 2000/. Deren charakteristische Lumineszenz wird etwa im Bergbau und in der Mineralogie zur einfachen Erkundung von Gesteinsschichten eingesetzt /Blasse 1994, Steffen 1999/.

Die zweite, weitaus größere Gruppe der Mineralien weist in reiner Form keine Lumineszenz auf. Diese Lumineszenz wird durch Verunreinigungen oder durch Fehlstellen im Kristallgitter verursacht (extrinsische Lumineszenz). Die Emissionswellenlänge dieser Mineralgruppe ist abhängig vom jeweiligen Aktivator und kann variieren. Eine allgemeingültige Angabe der Emissionswellenlänge ist daher meist nur in Verbindung mit dem jeweiligen Aktivator möglich. Trotzdem können für die relevanten Mineralien (vgl. Kapitel 3.3) charakteristische Lumineszenzbereiche angegeben werden. So zeigt Korund bei Anwesenheit eines Aktivators eine intensive rote Lumineszenz, Quarzkristalle lumineszieren gelb, Gips beispielsweise grün /Lieber 1957/. Blaue Lumineszenz ist bei

wenigen Mineralien zu betrachten, etwa dem Scheelit und Fluorit /Steffen 1999/, welche für das zu entwickelnde Verfahren nicht von Bedeutung sind. Die Absorptionsbanden der Mineralien liegen im Bereich um 250nm und 360nm /Haitinger 1934, Danckwortt 1964/.

4.2.2.2 Technische Keramiken

Die Lumineszenz technischer Keramiken findet in vielen Bereichen der Wissenschaft und Technik Anwendung. Als populäre Beispiele sind Lichtemitterdioden (LEDs) aus Siliziumcarbid und LASER aus synthetischem Korund zu erwähnen. Diesen synthetisch hergestellten Al_2O_3 -Keramiken werden gezielt Fremdatome beigefügt (z. B. Chrom), welche die oben erwähnte extrinsische Lumineszenz hervorrufen. Auch synthetischer Korund für den Einsatz als Schleif- oder Strahlmittel ist kein hochreines Al_2O_3 . Je nach Fremdstoffgehalt und -art wird zwischen Normalkorund, Weißkorund, Braunkorund, Edelkorund und Rubinkorund unterschieden. Aufgrund dieser Tatsache emittieren synthetische Korunde sichtbares Licht im längerwelligen Spektralbereich > 600 nm bei Anregung mit UV-A-Strahlung um 350 nm /Jankowiak 2000/. Das SiC, welches ebenfalls als Schleifmittel eingesetzt wird, besitzt Halbleitereigenschaften und kann deshalb zur Lumineszenz angeregt werden. Die Lücke zwischen Valenz- und Leitungsband beträgt 2,2 eV, was der Energie elektromagnetischer Strahlung mit der Wellenlänge 564 nm (gelb-grün) entspricht /Liu 1998/. Bei Diamant wiederum kann eine schwache rosa Lumineszenz beobachtet werden /Przibram 1953/.

Zusammenfassung Materialklasse #2: Die Lumineszenzbanden der relevanten keramischen und mineralischen Materialien erstrecken sich vom grünen bis in den roten Wellenlängenbereich. Eine gemeinsame Absorptionsbande liegt bei 360 nm.

4.2.3 Metalle

Im Metallkristall sind die Valenzelektronen, anders als bei Mineralien und Keramiken, frei beweglich (delokalisiert) und benötigen keine zusätzliche Energie, um in das Leitungsband überzugehen. Aus diesem Grund sind Metalle elektrische Leiter /Wedel 2004/. Da die frei beweglichen Elektronen (sog. Elektronengas) eintreffende elektromagnetische Strahlung zudem elastisch, also ohne Energieverlust zurück streuen, entsteht einerseits der charakteristische metallische Glanz und andererseits können sie nicht zur Lumineszenz angeregt werden /Gottstein 2008/.

4.2.4 Fazit

Sämtliche organischen Materialien lumineszieren bei Anregung mit UV-A Strahlung im kurzwelligen sichtbaren Bereich mit Maxima unter 500 nm. Das Lumineszenzsignal dieser Materialklasse weist nur eine einzige breite Emissionsbande auf. Das Lumineszenzsignal der relevanten Mineralien und Keramiken kann zwar nur in Ausnahmefällen genau festgelegt werden, im Vergleich zu den organischen Materialien liegen die Emissionsmaxima jedoch im längerwelligen Spektralbereich > 500 nm. Darüber hinaus fallen die Lumineszenzbanden schmaler aus, was ein weiteres Unterscheidungsmerkmal darstellt.

Daraus lässt sich ableiten, dass die Partikel der Materialklassen #2 (Keramiken und Mineralien) und #3 (Naturstoffe und synthetische Polymere) anhand des Lumineszenz-

signals differenziert werden können. Da die Materialien der Klasse #1 (Metalle) als einzige Gruppe grundsätzlich keine Lumineszenz aufweisen, ist auch die Selektierung der Metalle möglich. Somit sind alle drei Bedingungen erfüllt, um auch die Materialklassifizierung in Tabelle 4-2 positiv zu bewerten.

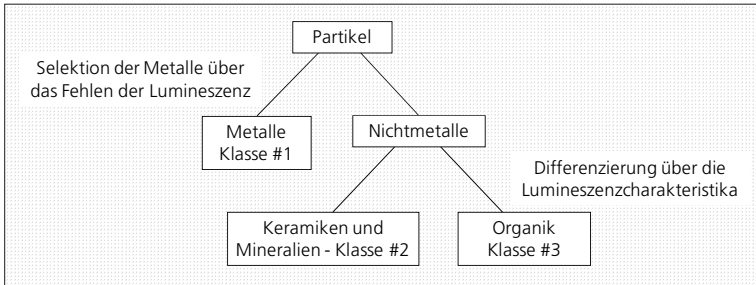


Abbildung 4-11: Klassifizierungsprinzip mittels der Lumineszenzspektroskopie

Durch die theoretische Betrachtung der Lumineszenzeigenschaften der Materialklassen ist ersichtlich, dass die Lumineszenzspektroskopie alle abgeleiteten Anforderungen aus Kapitel 3.4 erfüllt. Die weitere Entwicklung des Verfahrens zur vollständigen Bestimmung der Bauteilsauberkeit erfolgt somit auf Grundlage dieses Prinzip. Das Ablaufschema zur Differenzierung der einzelnen Materialklassen erfolgt entsprechend Abbildung 4-11.

5 Entwicklung eines Versuchsaufbaus zur vollständigen Klassifizierung von Partikeln

5.1 Erstellung eines Versuchsaufbau-Konzepts

Zur Materialklassifizierung von Partikelproben über deren Lumineszenzverhalten ist die Umsetzung eines Spektroskops notwendig. Dieses setzt sich aus den Funktionseinheiten Strahlungsquelle, Probenkammer, Monochromator, Detektor sowie einer Registrier- und Auswerteeinheit zusammen /Lakowicz/. In dem für die hier beschriebene Anwendung zu entwickelnden Lumineszenzspektroskop müssen Partikelproben auf Analysefiltern mit UV-Strahlung bestrahlt werden. Das von den Partikeln emittierte Lumineszenzlicht wird über ein optisches System einem Spektrometer zugeführt, welches die Strahlung spektral zerlegt und deren Intensität Wellenlängen dispersiv ermittelt. Die Intensitätswerte werden an eine Auswerteeinheit weitergegeben, welche die Partikel anhand der Signale der zugehörigen Materialklasse zuordnet (s. Abbildung 5-1: Bestimmung Materialklasse).

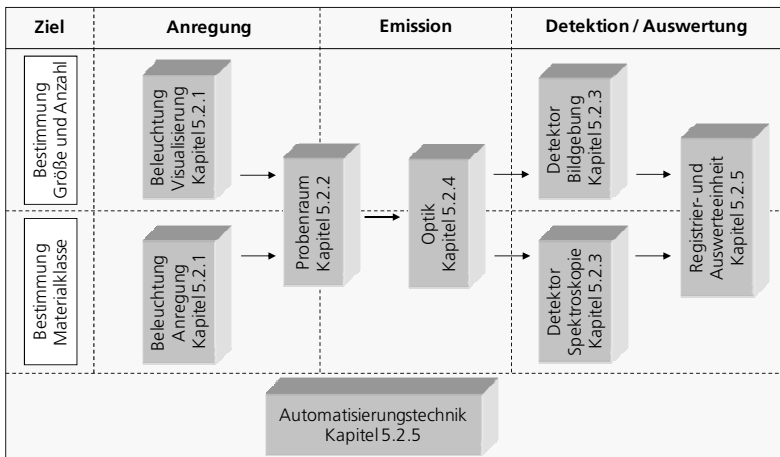


Abbildung 5-1: Instrumentierungsschema des Versuchsaufbaus zur vollständigen Klassifizierung von Partikelproben

Zur vollständigen Charakterisierung des Schädigungspotenzials der Partikel muss zusätzlich deren Größe und Anzahl bestimmt werden. Um dies zu ermöglichen, muss eine Bild gebende Einheit, bestehend aus Kamera und Optik, sowie ein digitales Bildverarbeitungssystem integriert werden (s. Abbildung 5-1: Bestimmung Größe und Anzahl). Da entsprechend den Anforderungen manuelle Arbeitsschritte nicht zulässig sind, müssen Komponenten und Software zur Automatisierung des Analyseablaufs integriert werden. Die Automatisierungstechnik übernimmt die Ansteuerung und Synchronisierung der Funktionseinheiten, das Abrastern des Analysefilters sowie die Auswertung der Lichtsignale und die Ausgabe der Ergebnisse.

5.2 Entwicklung der Funktionseinheiten des Versuchsaufbaus

5.2.1 Beleuchtungseinheit

- **Auswahl der Lichtquelle**

Die Beleuchtungseinheit übernimmt zwei Funktionen im Versuchsaufbau. Zum Einen die Visualisierung der Partikel für die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl, zum Anderen die Lumineszenzanregung. Da für diese beiden Aufgaben Licht unterschiedlicher Wellenlängen notwendig ist, müssen zwei verschiedene Lichtquellen ausgesucht werden.

Zur **Beleuchtung der Partikel** zum Zwecke der Abbildung mit einem optischen Kamerasystem wird sichtbares Licht (VIS) benötigt, da Standardkameras für diesen Wellenlängenbereich optimiert sind. Als Strahlungsquellen im sichtbaren Spektralbereich stehen Wolframband- und Halogenlampen sowie LEDs zur Verfügung. Vorteil der LEDs ist, dass diese mit Kosten von wenigen Cent pro Stück sehr preiswert sind und somit die Anforderung der Materialkostenminimierung perfekt erfüllen.

Für die gesicherte normkonforme Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl ist es wichtig, dass das komplette Bildfeld gleichmäßig ausgeleuchtet wird, da ansonsten kein eindeutiger Helligkeitskontrast zwischen Partikeln und Filtermembran gegeben ist. Da LEDs eine sehr kleine Bauform sowie eine geringe Wärmeentwicklung aufweisen, werden mehrere LEDs in eine Beleuchtungseinheit integriert, wodurch eine gleichmäßige Bildfeldausleuchtung ermöglicht wird.

Die **Lumineszenzanregung** der Partikel muss so erfolgen, dass die Absorptionsbande sowohl der organischen Stoffgruppen, als auch der anorganischen Mineralien und technischen Keramiken getroffen werden. Entsprechend Kapitel 4.2 stellt der UV-A Wellenlängenbereich von 350 nm bis 370 nm eine gemeinsame Absorptionsbande dar. Folgende Standard-Lampen sind für diesen Wellenlängenbereich erhältlich /LOT 2009/:

- Hg – Quecksilber-Lichtbogenlampe (HBO)
- Xe – Xenon-Lichtbogenlampe (XBO)
- D₂ – Deuteriumlampen
- Metall-Halogenlampen

Zur Anregung von Proben mit UV-A Strahlung dieses Wellenlängenbereiches, z. B. in der Biologie und Medizin, werden XBO und HBO-Lampen mit einer Leistung von 50 bis 100 W eingesetzt. Vorteil von XBO-Lampen ist, dass deren Intensität im UV-A Spektrum gleichmäßig verteilt ist. Für die hier beschriebene Anwendung muss die Beleuchtungseinheit jedoch eine möglichst hohe Intensität im relevanten UV-A Spektralbereich aufweisen. Entsprechend Abbildung 5-2 ist dies bei der HBO-Lampe gegeben /LOT 2009/. Die Intensität der HBO-Lampe beträgt im Vergleich zur XBO-Lampe etwa das Hundertfache. Aus diesem Grund wird die HBO-Lampe standardmäßig bei mikros-

kopischen Lumineszenzuntersuchungen bei diesem Wellenlängenbereich in Wissenschaft und Technik eingesetzt /Lakowicz 1986/.

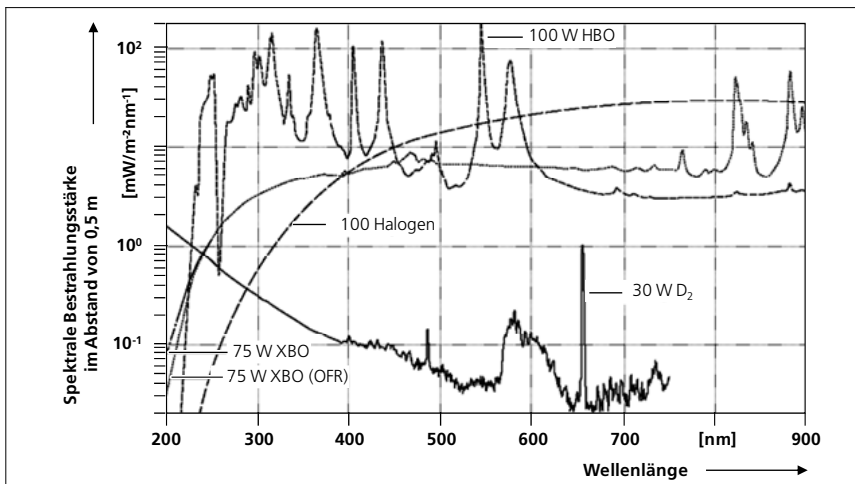


Abbildung 5-2: Spektrale Verteilung der Bestrahlungsstärke verschiedener Lampentypen /LOT 2009/
 - 100 W Quecksilber-Lichtbogenlampe (HBO)
 - 75 W Xenon-Lichtbogenlampe (XBO) und (XBO Ozon frei)
 - 30 W Deuteriumlampe (D₂)
 - 100 W Halogenlampe

Nachteil der HBO-Lampe ist, dass die Umsetzung einer Beleuchtungseinheit mit diesem Lampentyp technisch sehr aufwändig ist. Zur Erzeugung der Gasentladung in der Lampe ist Hochspannung notwendig, weshalb eine entsprechende Spannungsversorgung vorgeschaltet werden muss. Des Weiteren emittieren HBO-Lampen viel IR-Strahlung, welche zu einer starken Wärmeentwicklung führt. Die Wärme muss gezielt, etwa über eine integrierte Lüftung abtransportiert werden, da die Birne sonst überhitzt. Aus diesem Grund belaufen sich die Kosten für kommerziell erhältliche Beleuchtungseinheiten auf Basis von HBO-Lampen auf ca. 3000,- €. Da die Materialkosten damit zu hoch sind, ist diese Standardbeleuchtung für die umzusetzende Anwendung nicht geeignet.

Alternative Beleuchtungsquellen stellen LASER dar. Diese emittieren einen gebündelten Lichtstrahl eines schmalbandigen Wellenlängenbereichs, wodurch eine zusätzliche Fokussierung und optische Filterung überflüssig ist. Jedoch sind die Kosten für UV-Laser nach derzeitigem Stand der Technik noch höher als bei HBO-Beleuchtungseinheiten.

Als kostengünstige Alternative sind im nahen UV-Bereich LEDs erhältlich. Verglichen mit einer HBO-Lampe ist deren Lichtleistung jedoch sehr gering. Selbst relativ leistungsstarke UV-LEDs bei 365 nm weisen Bestrahlungsstärken von maximal einigen mW – einen Bruchteil einer 100W HBO-Lampe – auf. Allerdings sind UV-LEDs sehr lichteffizient, da sie lediglich einen definierten Spektralbereich des Lichts emittieren und nicht in den kompletten Raum abstrahlen. Da LEDs zudem eine extrem kleine Bauform von wenigen

Millimetern mit geringer Wärmeentwicklung aufweisen, können in einer Beleuchtungseinheit mehrere LEDs zu einer Lichtquelle zusammengefasst werden.

Ziel ist, die Beleuchtungsstärke und spektrale Verteilung des Emissionslichtes der 100 W HBO-Lampe annähernd mit UV-LEDs zu generieren. Nur wenn dies möglich ist, kann auf die wesentlich teurere HBO-Lampe verzichtet werden. Um zu bewerten, ob die Beleuchtungsstärke einer HBO-Lampe im relevanten Wellenlängenbereich mit einer technisch vernünftigen Anzahl UV-LEDs nachgestellt werden kann, ist es notwendig die Beleuchtungsstärke einer 100 W HBO-Lampe in diesem Spektralbereich zu ermitteln und der Beleuchtungsstärke kommerziell erhältlicher UV-LEDs gegenüberzustellen.

- **Bestimmung der Beleuchtungsstärke einer 100 W HBO-Lampe**

Zur Bestimmung der Beleuchtungsstärke einer 100 W HBO-Lampe werden die Daten aus Abbildung 5-2 herangezogen. Hieraus lässt sich die Bestrahlungsstärke der Lampe in Abhängigkeit der Wellenlänge und Raumfläche bei einem Abstand zur Quelle von 0,5 m. Da jedoch die Strahlungsleistung auf der Probenoberfläche entscheidend ist, müssen Umrechnungen durchgeführt werden. Folgende strahlungsphysikalischen Größen müssen für diese Berechnung herangezogen werden /Schröder 1998, DIN 5031-1/:

Strahlungsfluss Φ_e ; Einheit: W

Der Strahlungsfluss Φ_e kennzeichnet die Strahlungsleistung einer Strahlungsquelle.

Strahlstärke I_e ; Einheit: $W \cdot sr^{-1}$

Die Strahlstärke berechnet sich durch den Quotienten aus Strahlungsleistung Φ_e und Raumwinkel Ω in den die Strahlung abgegeben wird. Zwei Lichtquellen mit derselben Strahlungsleistung weisen in Abhängigkeit der Abstrahlungscharakteristik unterschiedliche Strahlstärken auf. Wird die Strahlung konzentriert in einen Raumbereich abgegeben, ist die Strahlstärke größer als bei gleichmäßiger Verteilung in den Raum.

$$I_e = \frac{\Phi_e}{\Omega} \quad \text{Formel 5-1}$$

Strahldichte L_e ; Einheit: $W \cdot sr^{-1} \cdot m^{-2}$

Die Strahldichte bezeichnet die Intensität des Strahls bezogen auf die zu beleuchtende Fläche. Sie stellt die Strahlstärke pro Fläche A dar und berechnet sich nach:

$$L_e = \frac{I_e}{A \cdot \cos \varepsilon} \quad \text{Formel 5-2}$$

mit Ω als dem Winkel unter dem die Fläche A beleuchtet wird.

Beleuchtungsstärke E_e ; Einheit: $W \cdot m^{-2}$

Die Beleuchtungsstärke kennzeichnet den auf der Fläche eintreffenden Strahlungsfluss:

$$E_e = \frac{\Phi_e}{A}$$

Formel 5-3

Zur Bewertung der Eignung einer Beleuchtungseinheit ist sie die maßgebliche Größe, die ermittelt werden muss. Für die Bestimmung der Beleuchtungsstärke einer 100 W HBO-Lampe sind Annahmen und Faktoren zu berücksichtigen, die vom Beleuchtungsaufbau bestimmt werden. Zur Berechnung und Messung wird der in Abbildung 5-3 skizzierte Aufbau herangezogen, welcher einen typischen Beleuchtungsaufbau darstellt.

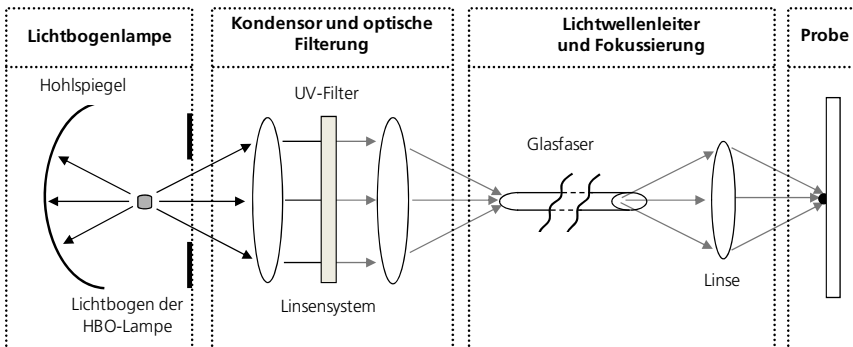


Abbildung 5-3: Beleuchtungsschema zur Anregung der Partikelproben von einer HBO-Lampe

Das von der HBO-Birne erzeugte Licht wird in einem Kondensator kollimiert und in eine Glasfaser fokussiert. Um die nutzbare Lichtleistung zu erhöhen, ist rückseitig zur Birne ein Hohlspiegel angebracht. Das in den Lichtwellenleiter eingekoppelte Licht wird zur Probenoberfläche transportiert und über eine Linse auf die Probe fokussiert. Da die HBO-Birne Licht im Spektralbereich von 200 bis 2500 nm emittiert, muss der sichtbare Anteil herausgefiltert werden. Ansonsten würde das Lumineszenzlicht der Partikel von dem gestreuten sichtbaren Anregungslicht der HBO-Lampe überlagert werden. Hierzu wird ein UV-Bandpassfilter des Typs G365 (Fa. Zeiss) mit einer zentralen Transmissionswellenlänge von 365 nm und einer Halbwertsbreite von 40 nm (halbe Transmission bei 345 und 385 nm) im Kondensator eingesetzt. Anhand dieser Daten kann die Beleuchtungsstärke auf der Probenoberfläche näherungsweise berechnet werden.

Bei 365 nm beträgt die spektrale Bestrahlungsstärke einer 100 W HBO-Lampe in 0,5 m Abstand $200 \text{ mW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{nm}^{-1}$ (s. Abbildung 5-2). Bei den Wellenlängen der Halbwertsbreite (385 und 345 nm) beträgt die Bestrahlungsstärke $1 \text{ mW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{nm}^{-1}$. Zur Berechnung der Bestrahlungsstärke von 345 bis 385 nm muss nun die Fläche der Kurve zwischen diesen Punkten berechnet werden. Diese kann wie folgt als Dreieck angenähert werden:

$$40 \text{ nm} \cdot \left(\frac{1}{3} \cdot 200 \text{ mW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{nm}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \right) \approx 2667 \text{ mW} \cdot \text{m}^{-2} \quad \text{Formel 5-4}$$

Die emittierte Strahlung der Bogenlampe ist nicht gerichtet sondern strahlt kugelförmig in den gesamten Raum. Abhängig von der verwendeten Kondensatorlinse wird nur ein kleiner Teil des Lichts erfasst und der Probe zugeführt. Entsprechend Angaben der

Lampenhersteller errechnet sich die Strahlstärke im Kondensator aus der Bestrahlungsstärke mit einem Umrechnungsfaktor von 0,05 m². Zusätzlich reflektiert der Hohlspiegel das rückseitig ausgestrahlte Licht zurück in Richtung des Gehäuse-Ausgangs. Dies führt zu einem Intensitätsgewinn von ca. 50 % /LOT 2009/. Die absolute Strahlstärke des kollimierten Strahls im Kondensator (vor dem Bandpassfilter) beträgt nun:

$$2667mW \cdot m^{-2} \cdot 0,05m^2 \cdot 1,5 = 200mW \quad \text{Formel 5-5}$$

Im weiteren Verlauf vom Eintritt der Strahlung in den Kondensator bis zum Auftreffen auf die Probenoberfläche ergeben sich folgende weitere Verluste:

- An jeder Oberfläche der beiden Linsen im Kondensator wird ein Anteil des Lichts reflektiert. Der Strahlungsverlust beträgt jeweils etwa 4 % pro Linsenfläche /Krauß 2006/. Zusätzlich schwächt der Bandpassfilter auch das Transmissionslicht mit einem Faktor von ca. 0,65 ab.
- Bei der Ein- und Auskoppelung des Lichts in die Glasfaser und aus dieser heraus wird die Strahlstärke aufgrund von Reflexionen und Blendenwirkung weiter reduziert. Diese Abschwächung wird mit jeweils 10 % angenommen. Des Weiteren wird durch Dämpfung innerhalb der Glasfaser nochmals 10 % der Strahlstärke eingebüßt (Transmissionsgrad τ von 0,9) /LOT 2009/.
- Die Sammellinse zur Fokussierung des Lichts auf die Probenoberfläche schwächt die Strahlung um weiter 4 % pro Linsenoberfläche.

Zur Berechnung der Beleuchtungsstärke E_e muss die Strahlungsleistung ins Verhältnis zur beleuchteten Fläche gesetzt werden. Ausgehend von einer Fläche mit einem Durchmesser von ca. 2 mm berechnet sich die Beleuchtungsstärke zu:

$$E_e = \frac{200mW \cdot 0,96^2 \cdot 0,65 \cdot 0,96^2 \cdot 0,9^3 \cdot 0,96^2}{\pi \cdot 1mm} \approx 24mW \cdot mm^2 \quad \text{Formel 5-6}$$

Zur Verifizierung dieser Berechnung wird die Beleuchtungsstärke des skizzierten Aufbaus zusätzlich messtechnisch bestimmt. Anstelle der Probenoberfläche wird ein Sensor (Detektor vom Typ »818P« der Firma Newport) zur Bestimmung der Lichtleistung im Wellenlängenbereich von 190 bis 1100 nm angebracht. Dieser besteht aus einem mit Lithium dotierten Siliziumdetektor, welcher die eintreffenden Photonen aufgrund des photoelektrischen Effekts (vgl. Kapitel 4.1.2) in Elektronen umwandelt und als elektrischen Strom detektiert. Die dazugehörige Auswerteeinheit ordnet die gemessene Stromstärke dann einer Lichtleistung zu.

Die mit dem beschriebenen Aufbau gemessene Lichtleistung beträgt 69 mW. Mit einer Größe des Beleuchtungsspots von etwa 2 mm Durchmesser berechnet sich die messtechnisch ermittelte Beleuchtungsstärke zu:

$$E_e = \frac{69mW}{\pi \cdot 1mm^2} \approx 22mW \cdot mm^{-2} \quad \text{Formel 5-7}$$

- **Bestimmung der Beleuchtungsstärke von UV-LEDs**

Tabelle 5-1 zeigt die Kenndaten kommerziell erhältlicher UV-LEDs im UV-A Bereich. Auf Grundlage der angegebenen Lichtleistung und des relevanten Wellenlängenbereichs kommen nur die UVLED 365-10 von Roithner und die NHSU 550B von Nichia in Betracht. Die RLT350-30 emittiert den breitesten Spektralbereich, ihre Lichtleistung ist jedoch im Verhältnis zu den anderen Varianten zu gering. Die zentralen Wellenlängen der RLT370-10 und der NSHU 550A sind hingegen zu groß, weshalb diese ausscheiden.

	Anbieter	zentrale Wellenlänge ZWL [nm]	Halbwertsbreite HWB [nm]	angegebene Lichtleistung [mW]	Preis [€]
UVLED 365-10	Roithner	365	10	1,4	10,-
RLT370-10	Roithner	370	10	0,7	45,-
RLT350-30	Roithner	350	30	0,2	30,-
NHSU 550°	Nichia	375	10	1,4 – 2,8	4,-
NHSU 550B	Nichia	365	10	1,4 – 2,8	6,-

Tabelle 5-1: Vergleich der Lichtleistung einer 50 Watt HBO-Lampe und einiger UV-LEDs; die Angaben in den grau hinterlegten Feldern führen zum Ausschluss des LED-Typs

Zur Bewertung der infrage kommenden LEDs müssen die Bestrahlungsstärke und das Emissionsspektrum der beiden ausgesuchten LED-Typen messtechnisch ermittelt werden.

Zur Untersuchung des Emissionsspektrums der beiden LED-Varianten wird das Licht der LEDs in ein Spektrometer (Fa. Ocean Optics), bestehend aus einem optischen Gitter und einer CCD-Zeile eingekoppelt. Das Gitter trennt das einfallende Licht spektral auf und bildet dieses im Spektralbereich zwischen 200nm und 1000nm auf der CCD-Zeile ab. Da die zu testenden LEDs einen definierten Abstrahlwinkel von 30° aufweisen, wird vor die zu untersuchende LED eine Linse angebracht, um den Lichtstrahl zu fokussieren. Die Bestimmung der Beleuchtungsstärke erfolgt unter Verwendung eines Niederleistungs-Detektors »818-UV« (Fa. Newport) zur Erfassung schwacher Lichtsignale. Der jeweilige Messaufbau ist in Abbildung 5-4 skizziert.

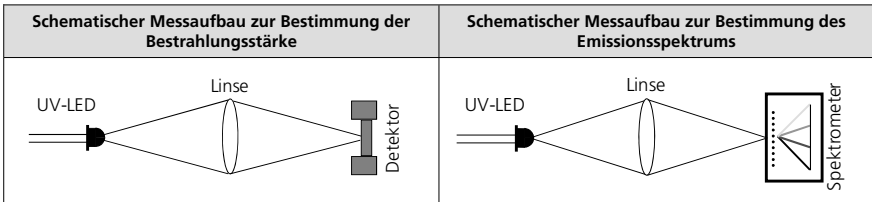


Abbildung 5-4: Schematischer Messaufbau zur Charakterisierung der ausgewählten UV-LEDs
a) Aufbau zur Bestimmung der Beleuchtungsstärke der LEDs
b) Aufbau zur Bestimmung des Emissionsspektrums der LEDs

Abbildung 5-5 zeigt das Emissionsspektrum der beiden UV-LEDs. Beide LED-Typen weisen dieselbe spektrale Verteilung auf, welche dem geforderten Wellenlängenbereich zur Lumineszenzanregung der relevanten Materialien entspricht.

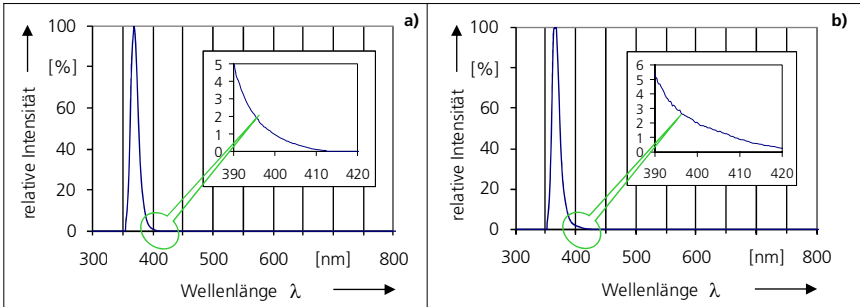


Abbildung 5-5: Gemessene Emissionsspektren zweier UV-LEDs
a) Spektrum der UVLE D365-10 von Roithner
b) Spektrum der NSHU 550B von Nichia

In Tabelle 5-2 ist die ermittelte Beleuchtungsstärke der beiden UV-LEDs dargestellt. Die UVLED 365-10 weist mit $0,83 \text{ mW/mm}^2$ die höhere Beleuchtungsstärke der beiden LED-Typen auf, weshalb diese die geeignetere LED darstellt.

	Lichtleistung und Bestrahlungsstärke	
	UVLED 365-10	NSHU 550B
gemessene Strahlstärke [mW]	2,6	1,7
errechnete Beleuchtungsstärke [mW/mm^2]	0,83	0,54

Tabelle 5-2: Ermittelte Lichtleistungswerte und errechnete Bestrahlungsstärke der UV-LED365-10 von Roithner und der NSHU 550B von Nichia

Fazit: Die Untersuchungen haben ergeben, dass es theoretisch möglich ist, das Spektrum und die Beleuchtungsstärke einer 100 W HBO-Lampe bei 365 nm nachzustellen. Hierzu müssten 27 UV-LEDs zusammengefasst werden. Allerdings kann das Licht einer so großen Anzahl an LEDs technisch nicht vernünftig zusammengefasst und gleichzeitig auf eine Fläche von 2 mm Durchmesser gebündelt werden. Der Einsatz von mindestens zehn UV-LEDs ist jedoch ein geeigneter Kompromiss zwischen technischer Umsetzung und Nachstellung der 100 W HBO-Lampe und wird daher als ausreichend betrachtet.

- **Konzeption der Beleuchtungseinheit auf Basis von LEDs**

An den Lichtspektren der beiden UV-LEDs ist zu erkennen, dass diese auch oberhalb von 390 nm Licht emittieren (s. Abbildung 5-5). Dieser sichtbare Lichtanteil ist zwar sehr gering. Da das Lumineszenzlicht der zu untersuchenden Partikel im Verhältnis zum gestreuten Anregungslicht sehr schwach ist, wird das Lumineszenzsignal überlagert. Um dies zu vermeiden, muss das emittierte Licht $>390 \text{ nm}$ mit einem optischen Filter blockiert werden ohne den relevanten Wellenlängenbereich entscheidend abzuschwächen.

Abbildung 5-6 zeigt den spektralen Transmissionsgrad gängiger Filtertypen der Schott AG auf Basis des Glasfilters »UG11« sowie des Interferenzfilters »365/12« der Fa. Zeiss. Ausgehend vom »UG11«-Filter werden über eine einfache bzw. zweifache Beschichtung

die Filter »DUG11« und »DUG11X« hergestellt. Durch die Beschichtungen wird die Transmission >600nm reduziert bzw. verhindert. Der optische Filter 365/12 der Fa. Zeiss blockt den sichtbaren Spektralbereich sehr effektiv, allerdings schwächt dieser Filter auch das relevante UV-Licht am stärksten ab. Da die Sperrung des LED-Lichts zwischen 390 und 420nm mit einer möglichst hohen Transmission bei 365nm gefordert ist, ist der »UG11« Glasfilter für den Versuchsaufbau am geeignetsten. Dieser ist mit wenigen € pro Stück zusätzlich der kostengünstigste Filter und erhältlich in LED angepassten Größen.

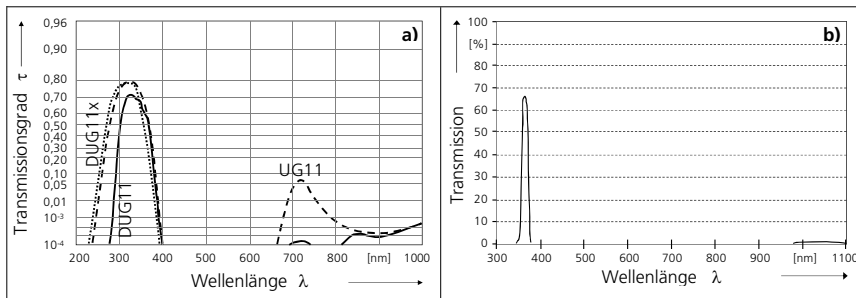


Abbildung 5-6: Spektraler Transmissionsgrad optischer Filter mit Transmission im UV-A Bereich
 a) optische Filter »UG11«, »DUG11«, »DUG11X« der Fa. Schott /ITOS 2006/
 b) optischer Filter »365/12« der Fa. Zeiss /Zeiss 2009/

Da keine manuellen Umpräparationsschritte erlaubt sind, muss die Materialklassifizierung und die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl auf demselben Probenträger durchgeführt werden. Da es sich hierbei um einen relativ undurchlässigen Probenträger handelt, erfolgt die spektroskopische Analyse im Auflicht. Die Partikel werden mit UV-Strahlung im Auflicht angeregt, der Empfänger zur Detektion des Emissionslichtes ist senkrecht zur Oberfläche angebracht. Die Beleuchtung kann durch zwei Varianten erfolgen, entweder unter einem bestimmten Winkel (s. Abbildung 5-7 a) oder durch das Objektiv des Empfängers, senkrecht zum Analysefilter (s. Abbildung 5-7 b).

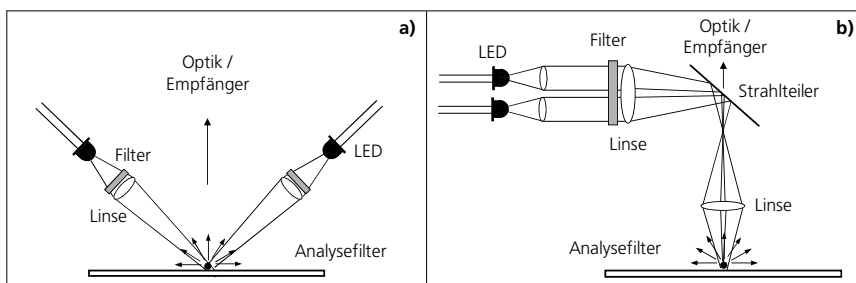


Abbildung 5-7: Schematische Darstellung der Beleuchtungsvarianten zur Anregung von Partikeln
 a) im Dunkelfeld unter einem bestimmten Winkel zum Objektträger
 b) im Hellfeld senkrecht zum Objektträger

Bei Variante a) wird das Emissionslicht jeder UV-LED separat gefiltert und mit einer Linse auf die Probenoberfläche fokussiert. Bei Variante b) wird das Emissionslicht der UV-LEDs zu einem Strahlenbündel zusammengefasst, gefiltert und über einen Umlenkspiegel und die Empfängeroptik auf die Probenoberfläche fokussiert. Aufgrund der Tatsache, dass bei Variante b) deutlich höhere Lichtverluste zu erwarten sind, allein bis zu 50 % am Strahlteiler, wird Variante a) gewählt.

Entsprechend der Betrachtung der Beleuchtungsstärke werden zwölf UV-LEDs in den Beleuchtungsring integriert. Hinzu kommen drei Weißlicht-LEDs mit einer Lichtleistung von 1000 mW, welche gleichmäßig zwischen den zwölf UV-LEDs eingesetzt werden. Durch die regelmäßige Verteilung der Weißlicht-LEDs wird eine ungleichmäßige Beleuchtung des Bildfeldes verhindert.

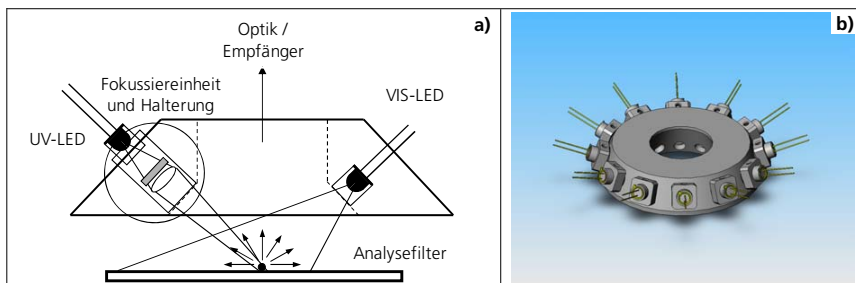


Abbildung 5-8: Umsetzungskonzept der Ringbeleuchtung zur Anregung und Visualisierung von Partikeln
a) Schematische Integration einer VIS-LED und einer UV-LED mit Filter und Fokussierlinse
b) Beleuchtungsring mit zwölf UV-LEDs, nach jeder vierten UV-LED wird zusätzlich eine Weißlicht-LED über eine Bohrung eingesetzt

Über einen Einschraubadapter wird für jede UV-LED eine Fokussierlinse UG11-Filter in den Ring eingebracht. Die UV-LEDs werden über eine Hülse in den Adapter eingeschoben und mit Madenschrauben fixiert. Durch Veränderung der Hülsenposition im Adapter wird der Abstand zwischen UV-LED und Linse variiert. Dadurch wird der Lichtstrahl auf den Bildausschnitt fokussiert. Da bei Fluoreszenzanregung unter einem Winkel $< 20^\circ$ die Beleuchtungsstärke deutlich abnimmt /Schüle 2004/, werden die LEDs in einem Winkel von 30° zur Oberfläche angeordnet.

5.2.2 Probenaufnahme und Messkammer

Um eine manuelle Umpräparation nach der Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl zu vermeiden, muss die Materialklassifizierung der Partikel auf demselben Probenträger (Analysefilter) erfolgen. Dazu muss das Filtermaterial lumineszenzaktiv sein, da sonst die Lumineszenz des Probenträgers das Signal der Partikel überlagert. Kommerziell erhältliche Filter sind ausschließlich aus organischen Materialien, beispielsweise Zellulose, Polyester und Polyamid, welche bei Anregung mit UV-A Strahlung blau lumineszieren (vgl. Kapitel 4.2.1). Diese Filtertypen sind daher nicht geeignet.

Um bei ramanspektroskopischen Analysen ein Überlagern des Signals durch Lumineszenz des Probenträgers zu vermeiden, werden die Probenträger mit Gold beschichtet. Dadurch wird die Anregung des organischen Trägermaterials verhindert. Solche Objektträger sind von der Fa. rapID Particle Systems GmbH erhältlich /rapID 2009/. Im Speziellen handelt es sich dabei um geätzte Polycarbonatmembrane (sog. Kernspurmembrane), welche mit Gold bedampft werden. Um eine bessere Handhabbarkeit des Filters zu ermöglichen, wird dieses mit einem Aluminiumring gespannt. Die Kosten von ca. 5 € pro Analysefilter liegen zwar etwas höher als bei den Standardfiltern, sind jedoch finanziell noch tragbar.

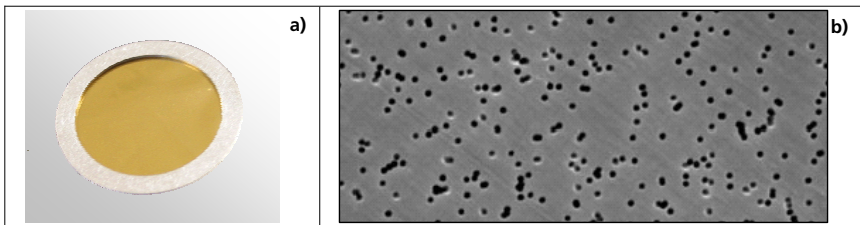


Abbildung 5-9: Objektträger zur Aufnahme der Partikelproben
 a) Gold beschichtete Polycarbonatmembran mit Aluminiumspannung der Fa. rapID /rapID 2009/
 b) REM-Aufnahme einer Polycarbonat-Kernspurmembran mit 0,4 µm Lochgröße

Zur Aufnahme des Analysefilters muss eine wiederverwendbare Vorrichtung realisiert werden, welche den Probenträger fixiert und die Membran spannt. Für den Fall, dass die Folie Unebenheiten aufweist werden nicht alle Partikel scharf abgebildet, was zu Fehlern bei der Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl führt.

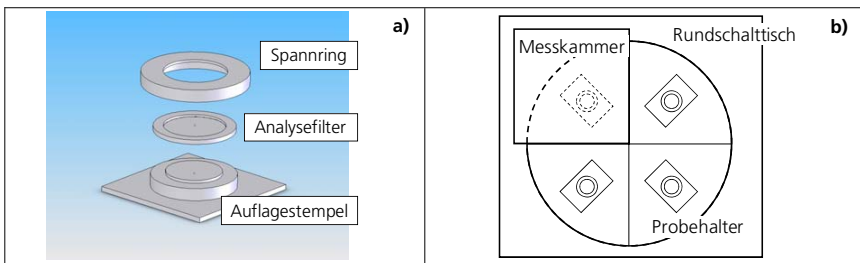


Abbildung 5-10: Filteraufnahmeeinheit und Zuführereinheit
 a) Halterung mit Filter und Spannung zur Fixierung und Spannung der Folie
 b) Schema des Rundschalttisches zur Zuführung der Filtermembranen in die Messkammer

Die hierzu entwickelte Haltevorrichtung besteht aus einem Auflagestempel und einem Spanning mit Bajonettverschluss (s. Abbildung 5-10 a). Der Spanning drückt den Aluminiumring nach unten und fixiert den Filter. Durch eine Erhebung in der Auflagefläche wird die Folienmembran um 0,2mm nach oben gedrückt und gespannt.

Da das Lumineszenzsignal nicht durch Fremdlicht verfälscht werden darf, muss die Probenkammer während der Messung lichtdicht verschlossen sein. Die Filtermembran wird außerhalb der Messkammer in die Halterung eingespannt und anschließend über

eine Einschubvorrichtung (Rundschalttisch) in die Probenkammer eingefahren (s. Abbildung 5-10 b). Um zusätzlich eine Kontaminierung durch Fremdpartikel aus der Umgebung bei Messung in nicht kontrollierter Umgebung zu vermeiden, wird ein Reinstluftgebläse (Filter-Fan Unit) über der Probenkammer angebracht.

5.2.3 Empfänger

- **Detektor – Bildgebung**

Zur Abbildung der Partikel auf der Filtermembran und zur Lokalisierung des Lumineszenzsignals vor der Spektralanalyse wird aufgrund ihrer Lichtempfindlichkeit und Flexibilität eine Kamera auf Basis der CCD-Technologie eingesetzt. CCD-Sensoren bestehen aus einzelnen photosensitiven Elementen (sog. Pixel), in denen auf Grundlage des photoelektrischen Effekts Elektronen durch elektromagnetische Strahlung freigesetzt werden. Unter Einwirkung eines elektrischen Feldes können diese Elektronen als Stromimpuls bzw. Spannung an einem Widerstand erfasst werden. CCD-Sensoren liefern somit orts aufgelöst ein zur empfangenen Lichtstärke proportionales elektrisches Signal.

Kameras auf Basis dieser CCD-Technologie sind in verschiedenen Ausführungen erhältlich, die sich in Bauform, Größe der Sensorfläche, Pixelanzahl, Ausleseverfahren und Kosten erheblich unterscheiden. Das Kernstück einer CCD-Kamera ist der eigentliche CCD-Sensor, der in Standardgrößen entsprechend Abbildung 5-11 erhältlich ist.





Abmessungen gebräuchlicher CCD-Sensoren			
1/3"	1/2"	1/1,8"	2/3"
			
H x B = 3,6 x 4,8 mm ²	H x B = 4,8 x 6,4 mm ²	H x B = 5,3 x 7,1 mm ²	H x B = 6,6 x 8,8 mm ²

Abbildung 5-11: Maße gebräuchlicher CCD-Sensoren /Stemmer 2006/

Hauptkriterien zur Auswahl der Kamera sind **Pixelgröße** und **Pixelanzahl** des Sensors. Um den zeitlichen Aufwand zur Bestimmung der Partikelanzahl und -größe auf dem Analysefilter so gering wie möglich zu halten, muss der Bildausschnitt und somit die Sensorfläche möglichst groß gewählt werden. Je weniger Bilder aufgenommen werden müssen um das Analysefilter vollständig abzurastern, desto schneller ist die Partikelanalyse beendet. Eine Halbierung des Bildausschnittes bedeutet eine Vervierfachung des zeitlichen Aufwandes. Des Weiteren müssen die Partikel mit mindestens zehn Pixeln in ihrer längsten Dimension abgebildet werden, um normkonform vermessen werden zu können. Um entsprechend der Anforderungen auch kleine Partikel bis minimal 5µm ohne hohe Vergrößerungen korrekt zu erfassen, müssen die Pixel möglichst klein sein. Je kleiner die Pixel, desto kleiner jedoch der Bildausschnitt bei gleicher Vergrößerung. Deshalb muss der Sensor der zu verwendenden Kamera gleichzeitig viele Pixel aufweisen, wodurch die **Kosten** der Kamera steigen. Einen geeigneten Kompromiss zwischen Sensorgröße, Anzahl der Pixel und Kosten stellen Kameras mit 2/3" Sensor und einer Pixelanzahl von ca. 1,4Mio. Pixel dar. Dadurch ergibt sich eine Pixelgröße von 6,5µm.

Analoge Videokameras liefern ein genormtes Signal mit einer festen Bildrate von 50 Hz. Längere Belichtungszeiten als 1/50 s sind somit nicht möglich. Die Auflösung ist mit ca. 750 x 580 Pixel festgelegt und somit ungenügend. Außerdem muss das Signal für die Weiterverarbeitung digitalisiert werden. Aus diesen Gründen sind analoge Videokameras nicht geeignet für den Versuchsaufbau. Bei Digitalkameras hingegen findet die Digitalisierung des Signals bereits in der Kamera selbst statt. Das Bild kann daher mit einem Bildverarbeitungsprogramm ohne Umwandlung verarbeitet werden. Gängige **Übertragungsstandards** sind CameraLink™, USB2.0™ und FireWire™. Kameras mit firmenspezifischer Datenübertragung sind auszuschließen, da entweder das Signal umgewandelt werden muss oder nur die firmenspezifische Bildverarbeitungssoftware eingesetzt werden kann. Beides bedingt höhere Kosten.

Digitalkameras sind in monochromer (Graustufen) und RGB (Rot, Grün, Blau) Ausführung erhältlich. Da die CCD-Elemente über das gesamte sichtbare Spektrum empfindlich sind, liefern diese keine Farbinformation. Erst durch Addition dreier Einzelfarbbilder (Rot, Grün, Blau) wird die Farbinformation rekonstruiert. Da die Aufnahme eines Farbbildes entweder mit deutlicher Verringerung der Auflösung oder Erhöhung der Messzeit verbunden ist und die Farbinformation bei der Visualisierung der Partikel zudem nicht notwendig ist, wird für die Umsetzung des Versuchsaufbaus eine monochrome Kamera bevorzugt.

Um lichtschwache Signale kleiner Partikel aufnehmen zu können, sind hohe Belichtungszeiten notwendig. Durch die damit verbundene Wärmeentwicklung werden freie Elektronen in den CCD-Elementen erzeugt. Dadurch steigt das Rauschen der Kamera und es sinkt das Signal-Rausch-Verhältnis. Um dies zu verhindern, muss die Kamera gekühlt werden. Stand der Technik zur **Kühlung** von CCD-Kameras ist der Einsatz von Peltier-Elementen, der einstufig oder mehrstufig erfolgen kann. Die damit verbundenen höheren Kosten sowie die vorhandenen Bauformen limitieren ihre Einsetzbarkeit im zu entwickelnden Versuchsaufbau. Als Kompromiss zwischen technischem Aufwand und Aufnahmequalität lichtschwacher Signale wird eine einstufige Peltierkühlung gewählt.

Bezeichnung	Sensorgroße	Pixelanzahl	Schnittstelle	Kühlung	Preis
AVT Dolphin	2/3" CCD	1392 X 1030	FireWire™	Keine Kühlung	ca. 3.000 €
Hamamatsu ORCA-ER	2/3" CCD	1392 X 1040	FireWire™	Peltierkühlung mehrstufig auf -10°C	ca. 15.000 €
Rooper Coolsnap-CF	½" CCD	1392 X 1040	CameraLink™	Peltierkühlung einstufig	ca. 5.000 €
Qimaging RetigaEXI	2/3" CCD	1392 X 1040	FireWire™	Peltierkühlung mehrstufig auf 0°C	ca. 15.000 €
Soft Imaging F-View II	2/3" CCD	1376 X 1032	FireWire™	Peltierkühlung einstufig auf 10°C	ca. 5.000 €
Zeiss AxioCam MRm	2/3" CCD	1388 X 1030	firmenspezifische Schnittstelle	Peltierkühlung einstufig	ca. 6.000 €

Tabelle 5-3: Vergleich kommerziell erhältlicher Kameras zur Detektion schwacher Lichtsignale und Bewertung anhand der relevanten Kriterien

Tabelle 5-3 listet die in Frage kommenden kommerziell erhältlichen Kameras auf und bewertet diese anhand der beschriebenen Kriterien. Die grau hinterlegten Felder kennzeichnen die Kriterien, die zum Ausschluss der jeweiligen Kamera geführt haben. Da die monochrome F-Viewll der Soft Imaging Systems GmbH den besten Kompromiss zwischen den beschriebenen Kriterien darstellt, wird diese im Versuchsaufbau eingesetzt.

- **Detektor – Spektraleinheit**

Um das Lumineszenzlicht zu charakterisieren, muss dessen Intensität Wellenlängen dispersiv bestimmt werden. Dies kann durch den Einsatz eines Monochromators vor dem Detektor erfolgen. Der Monochromator zerlegt das Lichtsignal spektral über ein Gitter oder Prisma und lässt nur einen bestimmten Wellenlängenbereich zum Detektor. Dort wird der Strahlungsfluss des einfallenden Lichtes bestimmt. Durch Verstellen des Monochromators und gekoppelter sukzessiver Messung der Lichtleistung entsteht ein Spektrum über den gesamten relevanten Wellenlängenbereich.

Zur Bestimmung der Intensität der Strahlung kommen Photozellen und Photomultiplier (PMT) zur Anwendung, welche auf Grundlage des äußeren photoelektrischen Effekts basieren. Ein eintreffendes Photon löst aus der Kathode ein Elektron, welches an der Anode als elektrischer Strom detektiert wird. Beim PMT werden zwischen Kathode und Anode eine Reihe von Dynoden mit steigendem Potenzial geschaltet, aus denen kaskadenartig weitere Elektronen herausgeschlagen werden. Dadurch vervielfacht sich der Elektronenstrom, weshalb auch sehr schwache Lichtsignale erfasst werden können. Allerdings sind solche Detektoren technisch sehr aufwändig und somit zu teuer. Des Weiteren muss ein bewegter Monochromator eingesetzt werden, welcher mit dem PMT-Detektor synchronisiert ist. Dadurch gestaltet sich die Detektoreinheit noch aufwändiger.

Alternativ werden Halbleiterdetektoren (Photodioden oder CCD-Elemente) zur Erfassung der Lichtsignale eingesetzt. Die Empfindlichkeit dieser Sensoren ist im Gegensatz zu Photomultiplier-Detektoren deutlich geringer, die Lichtsignale können aber durch Anordnung mehrerer Halbleiterelemente in einer Zeile (einem sog. CCD-Array) orts aufgelöst erfasst werden. Wird der Monochromator so eingestellt, dass der relevante Spektralbereich des Lichts passend auf die Halbleiterelemente der Zeile fällt, wird das Lichtsignal Wellenlängen dispersiv detektiert, ohne dass eine Bewegung des Monochromators notwendig ist. Durch zeitliche Integration werden somit auch lichtschwache Signale aufgenommen. Aufgrund der niedrigeren Kosten wird eine CCD-Zeile als Detektor gewählt.

Die Anzahl der Pixel der Zeile richtet sich nach Sensitivität und notwendiger spektraler Auflösung der Lichtsignale. Analog zu CCD-Kameras gilt, dass mehr Elemente auf gleicher Zeilenlänge eine höhere Auflösung bei niedrigerer Sensitivität der Elemente bedeuten. Es gibt Ausführungen mit 64 Pixel (6 bit) bis etwa 4096 Pixel (12 bit) pro Zeile. Um auch schmale Peaks, welche eng beieinander liegen, getrennt abbilden zu können, sollte die spektrale Auflösung mindestens 1 bis 2 nm betragen. Zu hohe Auflösungen führen zu einer starken Verminderung der Sensitivität und sollten vermieden werden. Bei einem Spektralbereich handelsüblicher UV/VIS-Spektrometer von 300 bis 900 nm mit einer Pixelanzahl von 1024 errechnet sich die spektrale Auflösungsgrenze zu:

$$2\text{Pixel} \cdot \frac{(900\text{nm} - 300\text{nm})}{1024\text{Pixel}} = 1,17\text{nm} \quad \text{Formel 5-8}$$

Die Firma AS & Co. GmbH stellt Spektrometer auf der Basis von CCD-Zeilen und optischen Gittern her, die den geforderten Kenndaten Auflösung und Pixelanzahl am Besten entsprechen, weshalb dieses System gewählt wird.

5.2.4 Optik

Das optische System muss für zwei unterschiedliche Anwendungen ausgelegt werden. Die erste Anwendung ist die Abbildung der Partikel auf dem Sensor der CCD-Kamera. Wichtigste Randbedingungen für diese Aufgabe sind optische Auflösung und Größe des Bildausschnitts. Zweite Aufgabe der Optik ist die Fokussierung der Lumineszenzsignale auf den Empfänger zur spektralen Bewertung. Da es sich hierbei um teilweise sehr lichtschwache Lichtsignale handelt, ist die Maximierung der Lichtausbeute wichtigstes Auslegungskriterium.

- **Auslegung der Optik für die Partikelabbildung**

Um die Messzeit bei der Größenanalyse möglichst gering zu halten, muss ein möglichst großer Bildausschnitt abgeleitet werden. Je größer der Bildausschnitt, desto geringer ist das Auflösungsvermögen des optischen Systems. Partikel unterhalb einer bestimmten Größe werden nicht mehr einwandfrei abgebildet. Entsprechend VDA-Band 19 werden Partikel dann hinreichend korrekt erfasst, wenn diese in ihrer Länge mit wenigstens 10 Pixeln abgebildet werden. Bei Bestimmung der Partikel im Größenbereich 5–15 µm darf die Pixelanzahl pro Partikelabbildung verringert werden, muss aber mindestens fünf betragen. Daraus folgt, dass die optische Abbildung zwischen 1 und 0,5 µm pro Pixel betragen muss. Bei einer Pixelgröße von 6,5 µm entspricht dies einer optischen Vergrößerung zwischen:

$$\frac{6,5\mu\text{m}/\text{Pixel}}{0,5\mu\text{m}/\text{Pixel}} = 13 \quad \text{und} \quad \frac{6,5\mu\text{m}/\text{Pixel}}{1\mu\text{m}/\text{Pixel}} = 6,5 \quad \text{Formel 5-9}$$

Mit einer gegebenen Pixelanzahl des CCD-Sensors von 1376 in x-Richtung 1032 in y-Richtung, errechnet sich daraus der minimale Bildausschnitt zu 688 x 516 µm² und der maximale Bildausschnitt zu 1372 x 1032 µm².

- **Auslegung der Optik für die Lumineszenzspektroskopie**

Da das Lumineszenzsignal bestimmter Partikel im Gegensatz zum sichtbaren Streulicht deutlich schwächer ist, muss das optische System zusätzlich so ausgelegt werden, dass dieses – unter Berücksichtigung der Randbedingung zur Partikelabbildung – möglichst viel Lumineszenzlicht auf den spektroskopischen Empfänger projiziert. Maß für die Lichtausbeute eines abzubildenden Objekts ist bei Fotoobjektiven die Blendenzahl und bei Mikroskopobjektiven die numerische Apertur /Schneckenburger 1992, Kühlke 2004/.

Die Blendenzahl definiert sich zu:

$$k = \frac{f'}{D}$$

Formel 5-10

mit der Brennweite f' und dem Objektivdurchmesser D /Hering 2006/. Die Bildhelligkeit ist umgekehrt proportional zum Quadrat der Blendenzahl. Je kleiner die Blendenzahl, desto höher also die Bildhelligkeit, was durch kleine Brennweiten und große Linsendurchmesser erreicht wird. Dies beeinflusst wiederum den Bildausschnitt, welcher durch den Bildfeldwinkel φ beschrieben wird. Dies ist der Winkel, der in der Linse die Filmfläche umschreibt /Trautsch 2003/. Wie Abbildung 5-12 a) verdeutlicht, wirken geringe Brennweiten einem großen Bildausschnitt entgegen.

Die numerische Apertur (NA) berechnet sich zu:

$$NA = n \cdot \sin \alpha$$

Formel 5-11

mit n als der Brechzahl des Überträgermediums und α als der halbe Winkel des kegelförmigen Lichtbündels, das durch die Linse aufgenommen wird (s. Abbildung 5-12 b). Die Bildhelligkeit ist proportional zum Quadrat der numerischen Apertur. Um schwach strahlende Objekte abzubilden, müssen somit geringe Abstände zwischen Objekt und Objektiv (Arbeitsabstand) realisiert werden. Da hierdurch der Öffnungswinkel steigt ist eine große Eintrittslinse notwendig. In Luft kann maximal eine NA von 1 erzielt werden.

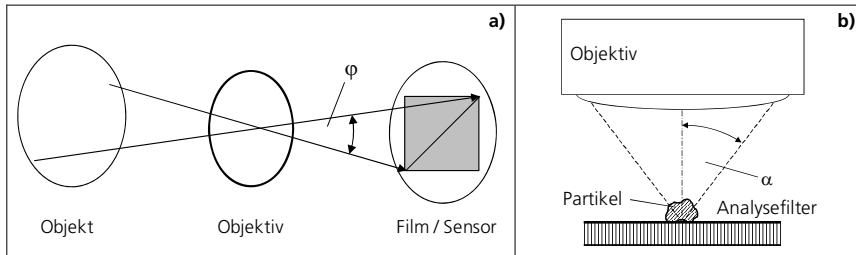


Abbildung 5-12: Kenngrößen zur Kennzeichnung eines optischen Systems zur Abbildung von Objekten

a) Bildfeldwinkel φ

b) Öffnungswinkel α zur Bestimmung der numerischen Apertur

Aufgrund der Abhängigkeiten zwischen numerischer Apertur, Bildfeldwinkel und Auflösung ist es nicht möglich, dass alle Größen gleichzeitig einen maximalen Wert annehmen. Zudem muss der Arbeitsabstand des Objektivs min. 5 mm betragen, da die Beleuchtung unter einem Winkel von 30° am Objektiv vorbei erfolgt (vgl. Kapitel 5.2.1). Dies schränkt die Auswahl des Objektivs weiter ein, weshalb, in Bezug auf die Anwendung, ein optimaler Kompromiss ermittelt werden muss.

Fazit: Zusammenfassend ist festzuhalten, dass für die Lumineszenzspektroskopie ein Objektiv mit hoher numerischer Apertur aber konstanter Brennweite gesucht ist, was

einen großen Bildausschnitt verhindert und einen geringen Arbeitsabstand bedingt. Ein Optimum für die gegensätzlichen Anforderungen (hohe NA, bei kleinen Vergrößerungen und großen Arbeitsabständen) stellen Mikroskopobjektive mit großer Sammellinse für große Arbeitsabstände dar. Dies führt zu verhältnismäßig hohen NA-Werten auch bei kleinen Vergrößerungen. Tabelle 5-4 listet handelsübliche Objektive mit entsprechenden Kenndaten auf. Aufgrund der Kosten wird das 20x Objektiv von Nikon gewählt.

Objektiv	Hersteller	Vergrößerung	Arbeitsabstand [mm]	Numerische Apertur NA
Plan-Neofluar	Zeiss	10x	5,5	0,3
Epiplan	Zeiss	20x	7,3	0,4
CF IC EPI Plan	Nikon	10x	16,5	0,3
CF EPI Plan Achr ELWD	Nikon	20x	11	0,4
U Plan FLN	Olympus	10x	10	0,3
LM Plan FLN	Olympus	20x	12	0,4
HC Plan FL	Leica	10x	11	0,3
N Plan L	Leica	20x	10,8	0,4

Tabelle 5-4: Vergleich kommerziell erhältlicher Mikroskopobjektive anhand relevanter Kenndaten

Durch zusätzlichen Einsatz einer Verkleinerungslinse direkt vor der CCD-Kamera, kann der Bildausschnitt vergrößert werden, ohne die NA zu verringern. Die Intensität des zum Spektrometer umgelenkten Lichts wird somit nicht beeinträchtigt. Rechnerisch ergibt sich durch die Kombination eines 20fach Mikroskop-Objektivs und einer 2/3 Verkleinerungskorrekturlinse die optische Abbildung zu:

$$\frac{6,5 \mu\text{m} / \text{Pixel}}{(20 \cdot 2/3)} = 0,5 \mu\text{m} / \text{Pixel} \qquad \text{Formel 5-12}$$

Dies entspricht der maximal geforderten Abbildung.

5.2.5 Automatisierungstechnik

- **Linearachsen**

Da der Bildausschnitt lediglich einen Bruchteil der Fläche der Filtermembran beträgt, muss für eine Analyse aller Partikel auf der Membran entweder die Position des Filterhalters oder die der optischen Einheit sukzessive verändert werden. Diese Tatsache bedingt ein Achssystem, welches aus zwei Linearachsen (x-y-Achssystem) aufgebaut ist. Um zusätzlich eine Fokussierung zu ermöglichen, ist noch eine dritte Linearachse zur Änderung des Abstandes zwischen Sammellinse des Objektivs und Filtermembran (Arbeitsabstand) notwendig. Die Positioniergenauigkeit der x-y-Positionierachsen richtet sich nach der kleinsten relevanten Partikelgröße, die hier 5 µm darstellt. Da nach VDA-Band 19 ein Fehler von bis zu zwei Pixeln bei der Größenbestimmung der kleinsten Partikel toleriert wird, muss die Positioniergenauigkeit der Achsen etwa 1 µm betragen. Der Verfahrweg der Achsen muss mindestens den Durchmesser des Filters, also 25 mm

betragen. Die Positioniergenauigkeit der Fokussierachse z richtet sich nach der Schärfentiefe der Optik und der kleinsten relevanten Partikelgröße. Ausgehend von kugelförmigen Partikeln sind das ebenfalls 5 µm. Gefordert wird daher eine Positioniergenauigkeit von 5 µm mit einem absoluten Verfahrweg von wenigen Millimetern. Die Fa. Owis-Staufen bietet Linearachsen mit den entsprechenden Kenndaten und Steuersoftware an.

- **Software**

Zur Bildaufnahme und Auswertung wird die digitale Bildverarbeitungssoftware *NeuroCheck* eingesetzt. Diese steuert über eine I/O-Karte die UV- und VIS-Beleuchtung, führt die Bildaufnahme mit der F-ViewII Kamera entsprechend der vorgegebenen Belichtungszeit durch und wertet die Bilder aus.

Das Spektrometer wird über die zugehörige *SpektraVision* Software angesteuert. Dabei handelt es sich um ein Messprogramm auf Basis der Automatisierungssoftware *LabView*. Über diese Software werden die UV-LEDs sowie die Spektrenaufnahme und -auswertung angesteuert und synchronisiert.

Zur automatisierten Steuerung des Gesamtablaufes wird als Hauptprogramm die *WinCommander* Steuersoftware des Achssystems eingesetzt. Die Programme zur Bild- und Spektrenaufnahme sowie -auswertung sind der *WinCommander* Software untergeordnet. Für die Bildaufnahme übergibt *WinCommander* die Steuerung an *NeuroCheck*. Dieses regelt die VIS- und UV-Beleuchtung sowie die Ansteuerung der Kamera. Zwischen jeder Bildaufnahme übernimmt erneut *WinCommander* und verändert die Messposition der optischen Einheit um einen Bildausschnitt. Nach dem Abrastern der gesamten Membran werden die Partikel über *WinCommander* nacheinander ins Zentrum des Sichtfeldes gefahren. Bei jedem Partikel übernimmt das *SpektraVision* Modul die Steuerung für einen definierten Zeitabschnitt und führt die Spektrenaufnahme unter UV-Beleuchtung durch.

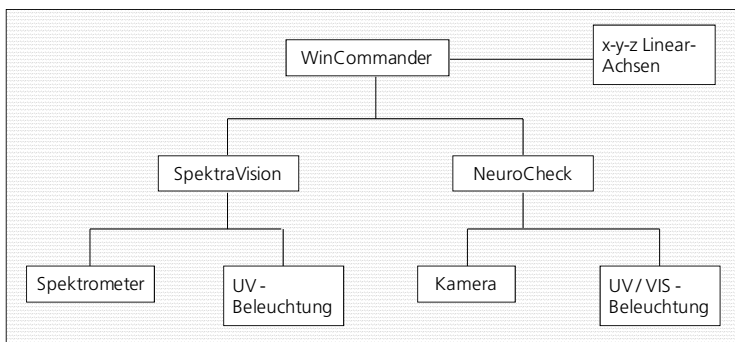


Abbildung 5-13: Programmstruktur des Versuchsaufbaus

5.3 Integration der Funktionseinheiten zu einem Gesamtaufbau

5.3.1 Zusammenführung der optischen Einheit

Da zwei Empfängereinheiten in den Versuchsaufbau integriert werden, muss das Lichtsignal entweder über einen Klappspiegel dem jeweils benötigten Sensor oder über einen festen Strahlteiler stets beiden Sensoren gleichzeitig zugeführt werden. Um eine zusätzliche bewegte Komponente und somit zusätzlichen technischen Aufwand zu vermeiden, wird die Strahlteilervariante gewählt. Dadurch wird ein Teil des Lichtsignals dem Spektrometer und gleichzeitig ein Teil des Lichts der Kamera zugeführt.

Das Spektrometer wird über einen Lichtwellenleiter (LWL) optisch integriert. Eine Blende mit Kollimationsoptik sorgt dafür, dass lediglich das Licht eines definierten Bereichs im Zentrum des Bildausschnitts in das Spektrometer eingekoppelt wird. Dadurch wird gewährleistet, dass einzeln vorliegende Partikel selektiv analysiert werden, ohne dass deren Lumineszenzlicht durch Lichtsignale benachbarter Partikel überlagert wird.

Ein optischer Filter blockt vor dem Strahlteiler Licht im Wellenlängenbereich $< 390 \text{ nm}$ ab, um zu verhindern, dass störendes Anregungslicht in die Detektoren gelangt. Zur optischen Vergrößerung des Bildausschnitts befindet sich direkt vor der Kamera das Verkleinerungsobjektiv.

Abbildung 5-14 zeigt das Gesamtkonzept des Versuchsaufbaus.

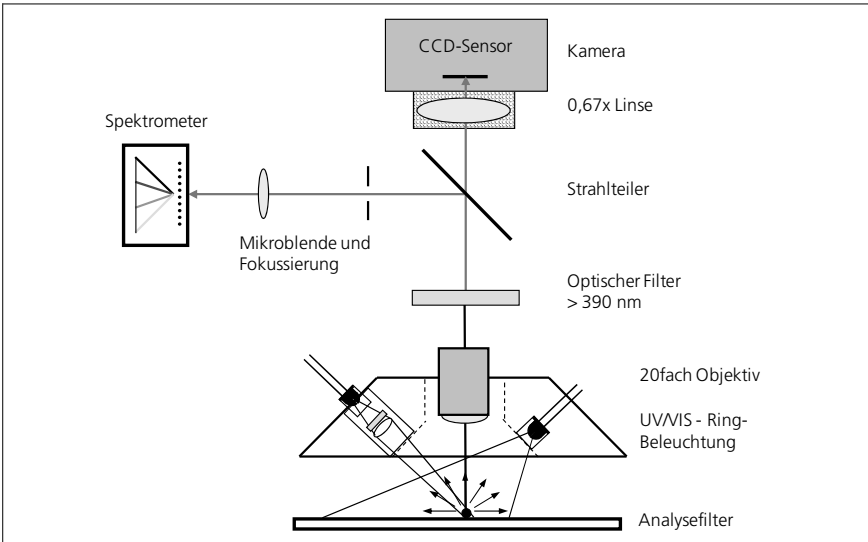


Abbildung 5-14: Schema des Versuchsaufbaus zur Klassifizierung von Partikelproben

5.3.2 Mechanische Integration

Zur mechanischen Integration werden die Funktionseinheiten wie in Abbildung 5-15 dargestellt an den Linearachssystemen zusammen gefügt.

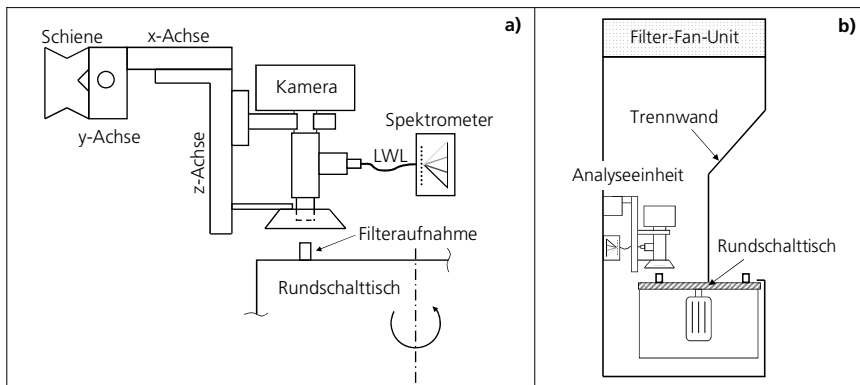


Abbildung 5-15: Mechanische Integration der optischen Einheit in den Versuchsaufbau
 a) schematische Darstellung der Anordnung der Achssysteme
 b) Integration des Aufbaus in das Gehäuse mit Filter-Fan-Unit und Rundschtaltisch

5.4 Realisierung des Versuchsaufbaus

Abbildung 5-16 zeigt die Anordnung der optischen und mechanischen Komponenten und deren Integration in den Versuchsaufbau.

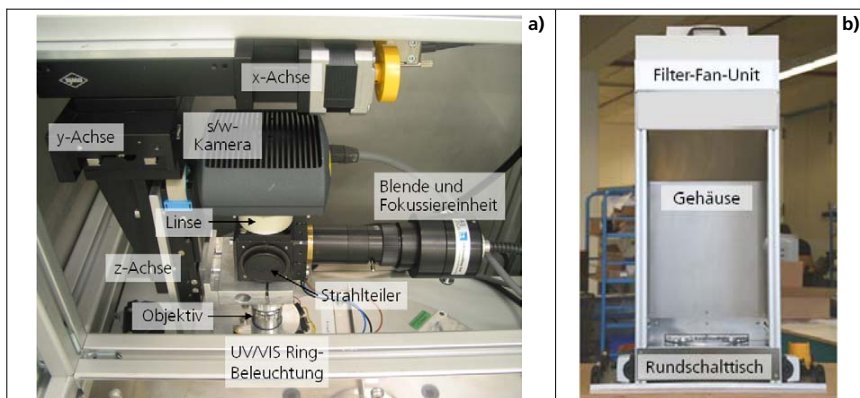


Abbildung 5-16: Umsetzung des Versuchsaufbaus
 a) optisch-mechanischer Aufbau
 b) Gehäuse mit Rundschtaltisch zur Probenaufnahme und Filter-Fan-Unit

Um zu verhindern, dass die Messung durch Fremdlicht oder Eintrag von Fremdpartikeln verfälscht wird, befindet sich der Aufbau in einer Einhausung, welche mit einer Reinstluft-Belüftungseinheit, einer sog. Filter-Fan-Unit (FFU), versehen ist. Zwei Filterhalter befinden sich stets im abgekapselten Reinluftbereich, Halter #1 in der Warteposition und Halter #2 um 90° versetzt in der Messposition. Die eingelegte Partikelprobe wird direkt nachdem sie aufgegeben wurde in den Reinluftbereich in die Warteposition eingefahren. So ist gewährleistet, dass die nachfolgende Probe nicht kontaminiert wird, während die zuvor eingelegte Probe analysiert wird.

5.5 Überprüfung der prinzipiellen Eignung der Funktionseinheiten

5.5.1 Beleuchtung

- **VIS-Beleuchtung**

Zur korrekten Bestimmung der Anzahl und Größe der Partikel mittels VIS-Beleuchtung ist eine gleichmäßige Ausleuchtung der Filteroberfläche des Bildfeldes notwendig. Ansonsten kann keine einheitliche Binarisierungsschwelle zur digitalen Separierung der Partikel von der Oberfläche festgelegt werden. Überprüft werden kann die Ausleuchtung anhand der Binarisierung der Aufnahme der Membran eines leeren Analysefilters. Die Beleuchtung ist dann ausreichend gleichmäßig, wenn die weiß binarisierten Pixel gleichmäßig über das Bildfeld verteilt sind. Abbildung 5-17 stellt die Ergebnisse des Beleuchtungstests mittels Binarisierung dar.

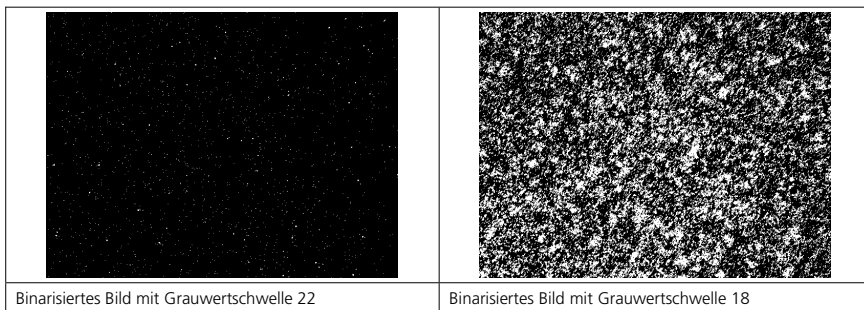


Abbildung 5-17: Binarisierungstest zur Überprüfung der Ausleuchtung des Bildfeldes mit den VIS-LEDs

Fazit: Da die weiß binarisierten Pixel bei den Binärbildern gleichmäßig über das Bild verteilt sind, ist aus den Beleuchtungstests mit den Weißlicht-LEDs zu schließen, dass das Bildfeld ausreichend gleichmäßig ausgeleuchtet wird.

- **UV-Beleuchtung**

Zur Überprüfung der Eignung der UV-Beleuchtung muss die spektrale Verteilung des Anregungslichtes sowie der Beleuchtungsfokus im Bildfeld überprüft werden.

Zur Bestimmung der spektralen Verteilung der UV-Beleuchtungseinheit wurde der Eingang des Spektrometers in den Fokus des LED-Beleuchtungsring positioniert (s. Abbildung 5-18 a). Im Vergleich zu den Messungen der UVLED365-10 ohne UV-Filter UG11 (vgl. Abbildung 5-5) ist deutlich zu erkennen, dass der Anteil > 390 nm blockiert wird, während die spektrale Verteilung < 390 nm unverändert ist. Daraus ist ersichtlich, dass das Anregungslicht die geforderte spektrale Verteilung aufweist.

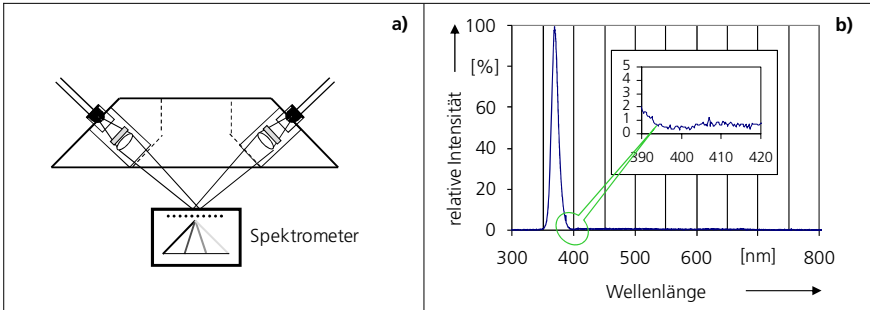


Abbildung 5-18: Bestimmung der spektralen Verteilung der UV-Beleuchtung aus zwölf UVLEDs365-10 mit UG11-Filter
 a) Darstellung des schematischen Messaufbaus
 b) Ermitteltes Spektrum der UV-Beleuchtung

Da die Partikel zur Lumineszenzbestimmung in die Bildmitte positioniert werden (vgl. Kapitel 5.3.1), muss das UV-Licht dort konzentriert werden. Zur Untersuchung der Ausleuchtung des Bildfeldes mit UV-Licht wird der Beleuchtungstest erneut mit einer gleichmäßig fluoreszierenden Oberfläche (Zelluloseblatt) durchgeführt. Mit der Kamera wird ein Bild des lumineszierenden Zelluloseblatts aufgenommen und mit verschiedenen Grauwertschwellen binarisiert. Anhand der Binärbilder ist ersichtlich an welcher Bildposition das UV-Licht konzentriert wird (s. Abbildung 5-19).

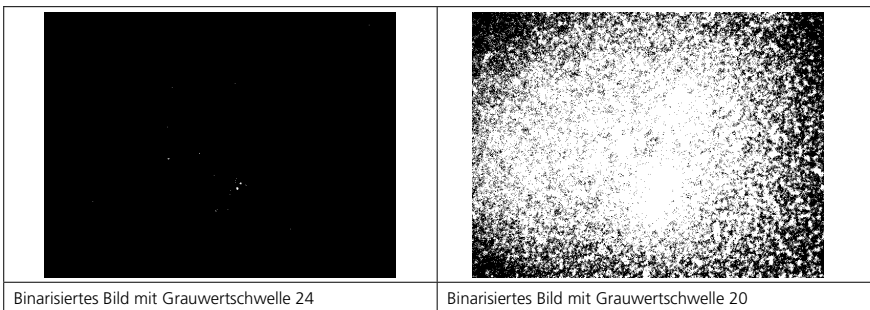


Abbildung 5-19: Überprüfung der Ausleuchtung des Bildfeldes mit VIS-LEDs

Fazit: Im Binärbild mit dem Schwellwert 20 ist deutlich zu erkennen, dass das UV-Licht durch die Kollimatoren, wie gefordert auf die Bildmitte fokussiert wird.

5.5.2 Bildaufnahme und -auswertung

Die optische Abbildung des Systems und die Anzahl der Pixel des Sensors bestimmen den Bildausschnitt. Da die Pixelanzahl des CCD-Sensors in x- und y-Richtung bekannt ist, kann über den Bildausschnitt die tatsächliche optische Abbildung bestimmt werden. Für die Ermittlung der Auflösung wird ein Mikro-Maßstab, welcher in einen Glasobjektträger eingraviert wurde, mit dem Versuchsaufbau abgeleuchtet (s. Abbildung 5-20).

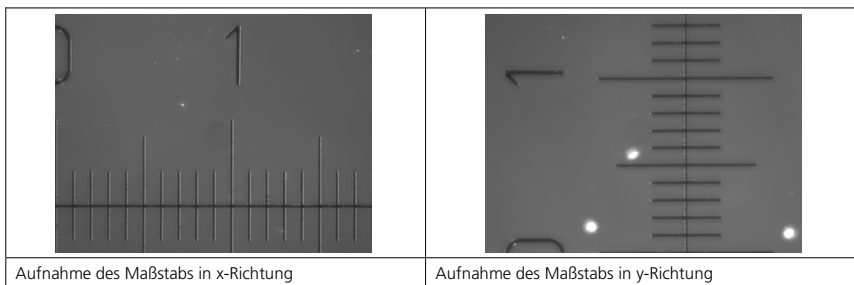


Abbildung 5-20: Mikro-Maßstab mit 50 µm Skalenabstand, abgeleuchtet mit dem realisierten Versuchsaufbau

Der Abstand zweier Linien des Maßstabes beträgt 50 µm. Daraus ergibt sich ein Bildausschnitt von 900 µm in x- und 675 µm in y-Richtung. Da der verwendete Sensor aus 1376 Pixeln in y- und 1032 in x-Richtung besteht, errechnet sich die tatsächliche optische Abbildung zu:

$$x - \text{Abbildung} = \text{Bildausschnitt} / \text{Pixelanzahl} = \frac{900 \mu\text{m}}{1376 \text{Pixel}} = 0,654 \mu\text{m} / \text{Pixel} \quad \text{Formel 5-13}$$

$$y - \text{Abbildung} = \text{Bildausschnitt} / \text{Pixelanzahl} = \frac{675 \mu\text{m}}{1032 \text{Pixel}} = 0,654 \mu\text{m} / \text{Pixel} \quad \text{Formel 5-14}$$

Fazit: Die Untersuchungen mit dem Glasmaßstab ergeben, dass die tatsächliche optische Abbildung im geforderten Bereich zwischen den Werten 0,5 und 1 µm pro Pixel liegt. Diese Abbildung garantiert, dass Partikel der Größe 5 µm mit mindestens 7 Pixeln und somit normkonform abgebildet werden.

5.5.3 Spektroskopie-Einheit

Der Strahlteiler und das Linsensystem vor dem Lichtwellenleiter müssen so justiert werden, dass das Lumineszenzlicht des Partikels in das Spektrometer eingekoppelt wird. Um die Größe des Fokuspunktes und dessen Position zu überprüfen, wird anstelle des Spektrometers eine Lichtquelle angebracht, welche in entgegen gesetzter Richtung den Fokuspunkt auf dem Objektträger beleuchtet. Dieser Leuchtpunkt kann mit der Kamera aufgenommen und ausgewertet werden. Abbildung 5-21 verdeutlicht die Testanordnung

und zeigt den Fokus des Spektrometers anhand des Leuchtpunktes. Der Mittelpunkt des Fokusspots befindet sich im Bildfeld bei den Koordinaten $(x, y) = (443 \mu\text{m}, 310 \mu\text{m})$. Der Durchmesser des betrachteten Spots beträgt ca. $75 \mu\text{m}$. Einzeln auf der Filtermembran vorliegende Partikel mit einer Größe ab $50 \mu\text{m}$ können somit selektiv in den Fokus gefahren und selektiv analysiert werden.

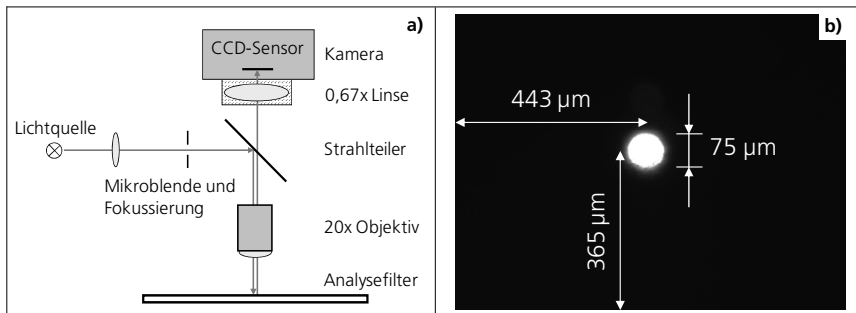


Abbildung 5-21: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Bestimmung von
a) Position und Größe des Fokuspunkts des Spektrometers
b) Position und Größe des Fokuspunkts im Bildfeld

Anschließend wird erst ein Zellulosenitratfilter und anschließend eine Gold beschichtete Polycarbonatmembran in die Halterung eingesetzt und mit der UV-Beleuchtung angeregt. Das Lumineszenzlicht wird jeweils über den Umlenkspiegel in das Spektrometer eingekoppelt und bei verschiedenen Belichtungszeiten aufgenommen. Die minimale Belichtungszeit des Spektroskops beträgt 10 ms, die maximale Belichtungszeit ist auf 5 s beschränkt, da bei größeren Belichtungszeiten das Rauschen exponentiell zunimmt.

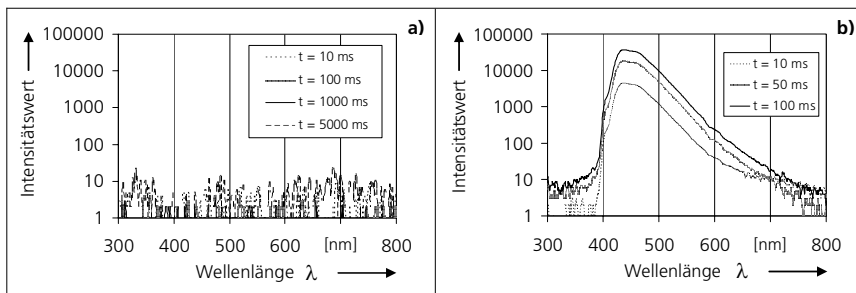


Abbildung 5-22: Spektrale Verteilung und relative Intensität bei unterschiedlichen Belichtungszeiten
a) Analysefilter des Versuchsaufbaus – Gold beschichtete Polycarbonatmembran
b) Standardfilter – Zellulosenitratmembran

Fazit: Abbildung 5-22 zeigt, dass der Goldfilter kein Lumineszenzsignal erzeugt. Auch bei Belichtungszeiten von 5 s wird kein Signal mit Werten > 20 erfasst. Die Goldbeschichtung unterdrückt somit die Lumineszenz des Polycarbonatträgers effektiv. Umgekehrt wird selbst bei niedriger Belichtungszeit ein starkes Lumineszenzsignal der Zellulosenitrat-

membran gemessen. Das Lumineszenzlicht erreicht bereits bei 100 ms Belichtung Intensitätswerte von knapp 10000.

5.5.4 Mechanik

Die x- und y-Linearachsen sind für die Bewegung des optischen Systems parallel zur Oberfläche des Objektträgers zuständig, wodurch eine großflächige Untersuchung der Filtermembran ermöglicht wird. Zu beachten ist, dass die einzelnen Bildfelder genau aneinander passen. Weisen diese einen Abstand auf, gehen Partikel am Rand des Bildfeldes verloren. Im Gegenzug werden Randpartikel doppelt bestimmt, wenn sich einzelne Bilder überlappen. Um dies auszuschließen, wird anhand des Glasmaßstabes überprüft, ob die zusammengesetzten Bilder benachbarter Felder in x- und y-Richtung eine Überlappung oder einen Spalt aufweisen.

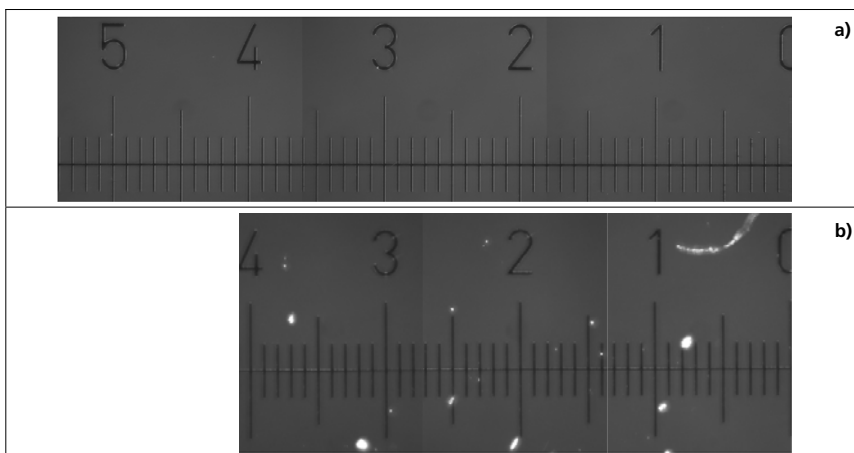


Abbildung 5-23: Überprüfung der Bildzusammensetzung
a) drei zusammengesetzte Bilder des Glasmaßstabes; zwischen der Aufnahme der beiden Bilder wurde um ein Bildfeld in x-Richtung verfahren
b) drei zusammengesetzte Bilder des Glasmaßstabes; zwischen der Aufnahme der beiden Bilder wurde um ein Bildfeld in y-Richtung verfahren

Fazit: Die zusammengesetzten Bilder weisen weder eine Überlappung noch einen Spalt im Größenbereich von $5 \mu\text{m}$ auf (s. Abbildung 5-23). Die Positioniergenauigkeit der x- und y-Achsen und somit die Zusammensetzung der Bilder ist folglich ausreichend genau.

5.6 Abgleich mit den Anforderungen an den Versuchsaufbau

Um zu überprüfen, ob die Konzeption und Umsetzung des Versuchsaufbaus gemäß den Anforderungen aus Kapitel 3.4.1 durchgeführt wurde, erfolgt abschließend ein Abgleich der einzelnen Anforderungskriterien mit dem realisierten Versuchsaufbau.

- **Materialklassifizierung der Partikel**

Signalerzeugung: Zur Lumineszenzanregung der Partikel wurde eine Beleuchtungseinheit mit einem Emissionsbereich entwickelt, welcher den Absorptionsbanden der entwickelten Materialklassen entspricht. Zur Detektion des Lumineszenzlichts wird eine Spektrometereinheit eingesetzt, welche das Signal mit ausreichender Auflösung erfasst. Zur Aufnahme lichtschwacher Signale sind durch entsprechende Kühlung der Zeile längere Aufnahmezeiten ohne Rauschen möglich. Der Versuchsaufbau erfüllt somit die technischen Anforderungen, um eine Materialklassifizierung zu ermöglichen.

Materialbestimmung ab 50 μm : Bei der Erfassung des Lumineszenzlichtes wurden die notwendigen optischen Komponenten (Blende und Einkopplung in LWL) so gewählt, dass eine Materialklassifizierung ab 50 μm möglich ist.

- **Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl**

Normkonforme Partikelanalyse: Die optische Einheit wurde in Verbindung mit dem CCD-Sensor so ausgewählt, dass Partikel der Größe 5 μm mit ausreichender Auflösung abgebildet werden. Die digitale Bildverarbeitungssoftware analysiert die Partikelgröße auf Grundlage des Feret-max Prinzips.

- **Verfahrensaufwand**

Materialkosten: Bei der Auswahl und Entwicklung der Komponenten wurde speziell darauf geachtet, dass keine technisch aufwändigen Sonderkomponenten für den Versuchsaufbau verwendet werden. So wurde die UV-Beleuchtungseinheit auf LED-Basis umgesetzt, um auf den Einsatz einer teuren Quecksilberdampfampe verzichten zu können. Die gesamten Materialkosten zur Umsetzung des Versuchsaufbaus belaufen sich auf weniger als die festgelegte Obergrenze von 50T€ und wurde somit eingehalten.

Automatisierung: Der Einsatz der Linearachsen, des Rundschaltisches sowie der Steuer- und Auswertesoftware garantieren, dass das Einlegen des Analysefilters der einzige manuelle Arbeitsschritt zur vollständigen Partikelanalyse darstellt.

- **Technische Randbedingungen**

Integration in Lichtmikroskopie: Die optischen Komponenten des Versuchsaufbaus zur Materialklassifizierung der Partikel – UV-Beleuchtung, Strahlteiler, Mikroblende und Spektrometer – sind ohne Weiteres direkt in Lichtmikroskope zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl integrierbar.

Beeinträchtigung der Messung: Der Probenraum wurde komplett eingehaust, wodurch eine Verfälschung des Ergebnisses durch Fremdlicht ausgeschlossen werden kann. Des Weiteren befindet sich auf der Kammer eine Filter-Fan-Unit, welche dafür sorgt, dass keine Fremdpartikel $>5\mu\text{m}$ in die Messkammer eindringen können.

6 Entwicklung einer Methode zur vollständigen Klassifizierung von Partikeln

6.1 Ablaufplanung zur Entwicklung der Methode

Die Methode legt die Vorgehensweise zur Bestimmung der Materialklasse sowie der Größe und Anzahl von Partikeln anhand des Versuchsaufbaus fest. Da es sich um zwei voneinander unabhängige Messaufgaben handelt, welche auf unterschiedliche Prinzipien basieren, werden die folgenden zwei Methodenschritte getrennt voneinander entwickelt:

1. Ermittlung der Partikelgröße und -anzahl mittels orts aufgelöster Grauwertbestimmung und deren Auswertung mittels digitaler Bildverarbeitung.
2. Materialklassifizierung über Lumineszenzspektren und deren Zuordnung anhand charakteristischer Merkmale.

Zur Erarbeitung und Festlegung der Messmethode werden die in Abbildung 6-1 beschriebenen Entwicklungsschritte durchgeführt.

Ablauf zur Entwicklung der Messmethode	1. Festlegung der Messparameter	2. Erarbeitung der Messdatenverarbeitung	3. Erstellung des Messablaufs
Entwicklungsablauf Bestimmung von Anzahl und Größe der Partikel <u>Kapitel 6.1</u>	Festlegung der freien Parameter zur Bildaufnahme <u>Kapitel 6.1.1</u> ⇒ Erzeugung Grauwertbilder	Umwandlung und Auswertung der Grauwertbilder <u>Kapitel 6.1.2</u> ⇒ Größe und Anzahl der Partikel	Festlegung der Abfolge und Verknüpfung der einzelnen Messschritte <u>Kapitel 6.3</u>
Entwicklungsablauf Bestimmung der Materialklasse der Partikel <u>Kapitel 6.2</u>	Festlegung der freien Parameter zur Spektrenaufnahme <u>Kapitel 6.2.1</u> ⇒ Erzeugung Lumineszenzspektren	Umwandlung und Auswertung der Lumineszenzspektren <u>Kapitel 6.2.2</u> ⇒ Materialklasse der Partikel	⇒ Methode zur vollständigen Klassifizierung von Partikeln mit dem Versuchsaufbau

Abbildung 6-1: Ablaufschema zur Entwicklung der Methode zur vollständigen Klassifizierung von Partikelproben

Im ersten Schritt werden die freien Parameter zur Erfassung der Messwerte festgelegt und deren Einfluss auf das Ergebnis bestimmt. Ergebnisse der Messungen sind Grauwertbilder und Wellenlängen dispersive Intensitätsspektren. Zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl müssen die Grauwertbilder, zur Bestimmung der Materialklasse die Lumineszenzspektren umgewandelt und ausgewertet werden. Hierzu müssen zwei separate Vorgehensweisen erarbeitet werden. Abschließend werden die einzelnen Mess- und Auswerteschritte zu einer Gesamtmethode verknüpft.

6.2 Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mit dem Versuchsaufbau

6.2.1 Erzeugung von Grauwertbildern

Die Partikelgröße wird mit dem Versuchsaufbau über den Intensitätsunterschied des Reflexionslichtes von Partikel und Probeträger ermittelt. Erfasst wird die Lichtintensität orts aufgelöst von einem CCD-Sensor.

Entsprechend des Dynamikbereichs des Sensors wird jedem Pixel in Anhängigkeit der Intensität des erfassten Lichtsignals ein Wert zwischen 0 und 255 (8 bit-Skala) zugeordnet. Jeder dieser sog. Grauwerte steht für eine Graustufe zwischen schwarz und weiß. Der Wert »255« ist die höchste auflösbare Lichtintensität und stellt die Farbe Weiß dar. Stärkere Lichtsignale werden detektiert, können aber nicht nach Intensität differenziert werden und erhalten stets den Wert »255«. Lichtsignale, die zu schwach sind um erfasst zu werden, erhalten den Wert »0« mit der zugehörigen Farbe Schwarz. Den Lichtsignalen mit Intensitätswerten dazwischen werden Grauwerte zwischen schwarz und weiß zugeordnet. Durch das Zusammensetzen der Grauwerte aller Pixel entsprechend deren Position im Sensor ergibt sich ein Grauwertbild auf BMP-Basis (Bitmap) als Ausgangsdatei.

Die freien Parameter, welche die Bildaufnahme beeinflussen und mit dem Versuchsaufbau festgelegt werden müssen, sind **Belichtungszeit** und **Arbeitsabstand**. Die Belichtungszeit bestimmt die Bildhelligkeit, der Arbeitsabstand die Bildschärfe. Die weiteren optischen Einflussfaktoren, z. B. Beleuchtungsstärke und Blendenzahl, sind durch den Aufbau fest vorgegeben und können nicht verändert werden.

- **Belichtungszeit**

Bei der Festlegung der Belichtungszeit ist zu beachten, dass sämtliche Partikel eindeutig vom Probenträgeruntergrund unterschieden werden müssen, ohne überbelichtet zu werden. Wird die Belichtungszeit zu gering gewählt, führt dies zum optischen Verschwinden von Partikeln bzw. Teilen von Partikeln. Wird die Belichtungszeit zu hoch gewählt, werden die Partikel überstrahlt und somit zu groß auf dem Sensor abgebildet.

Weiterhin muss berücksichtigt werden, dass unterschiedliche Materialien das sichtbare Licht unterschiedlich stark reflektieren. Rußpartikel und schwarze Polymere absorbieren das Anregungslicht stärker als beispielsweise metallische Partikel und werden bei gleicher Belichtungszeit dunkler abgebildet. Die Belichtungszeit muss daher einen Kompromiss für die Abbildung aller relevanten Partikelmaterialien darstellen. Diese Einstellung muss so gewählt werden, dass auch kleine, schwach lichtstreuende Partikel erfasst werden können, ohne dass große, stark lichtstreuende Partikel überstrahlt dargestellt werden. Das gesamte relevante Materialienspektrum muss bei der gewählten Belichtungszeit im Dynamikbereich der Kamera abgebildet werden.

Um die ideale Belichtungszeit zu erarbeiten, wurden stark reflektierende Edelstahl- und schwach reflektierende schwarze PS-Partikel jeweils bei verschiedenen Belichtungszeiten abgelichtet. Gewählt wurden die Belichtungszeiten 100ms, 1s und 5s.

Die Auswahl der geeignetsten Belichtungszeit erfolgt anhand der visuellen Differenzierbarkeit der Partikel vom Objektträger über den Helligkeitsunterschied. Die PS-Partikel müssen unabhängig von Größe und Material eindeutig und komplett von der Filteroberfläche differenziert werden können. Gleichzeitig dürfen die Edelstahlpartikel nicht überstrahlt auf dem Kamerasensor abgebildet werden, da ansonsten deren Größe bei der anschließenden Partikelvermessung nicht korrekt bestimmt werden kann.

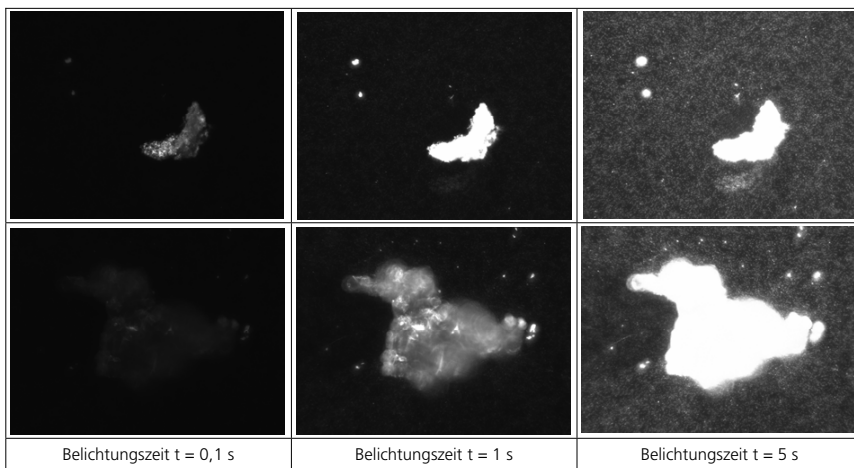


Abbildung 6-2: Grauwertbilder von Edelstahl- (obere Reihe) und PS-Partikel (untere Reihe), jeweils aufgenommen mit drei unterschiedlichen Belichtungszeiten

Fazit: Die Tests ergeben, dass bei einer Belichtungszeit von 1 s die kleineren schwach lichtstreuenden Polystyrol-Partikel optisch eindeutig vom Untergrund differenziert werden können, ohne dass die stark reflektierenden Metallpartikel überstrahlt werden.

- **Arbeitsabstand**

Die z-Achse ändert den Abstand zwischen Objektträger und Sammellinse des Objektivs (Arbeitsabstand) und beeinflusst die Fokussierung der Lichtstrahlen auf dem Sensor. Aufgrund der hohen numerischen Apertur ist die Schärfentiefe niedrig, weshalb relativ geringe Änderungen des Arbeitsabstandes zu einer unscharfen Abbildung der Partikel auf dem Sensor und so zu einem Verschwimmen der Partikelkontur im Grauwertbild führen. Da das Reflexionslicht dann auf mehr Pixel verteilt wird, erfasst jeder angestrahlte Pixel weniger Strahlung. Als Folge können kleine, schwach reflektierende Partikel optisch verschwinden und größere, stark reflektierende Partikel hingegen vergrößert abgebildet werden. Bei ideal scharfer Partikelabbildung werden die ermittelten Partikelwerte in den kleinsten Partikelklassen daher maximal, in den größeren Klassen nimmt die Anzahl der erfassten Partikel die geringsten Werte an.

Um den idealen Arbeitsabstand zu ermitteln, wird der Mittelpunkt einer mit SiC-Partikeln (Größe 15 µm) kontaminierten Membran abglichtet. Der Arbeitsabstand wird zunächst

absichtlich so festgelegt, dass der Fokus oberhalb der Filtermembran liegt. Anschließend wird die z-Achse um 5 µm nach unten gefahren und erneut ein Bild aufgenommen. Dieser Vorgang wird so oft wiederholt, bis der Fokus der optischen Einheit unterhalb der Filtermembran liegt. Der Arbeitsabstand wird anhand der Aufnahme gewählt, in welcher die Partikel visuell am schärfsten abgebildet werden. Entsprechend Abbildung 6-3 ist dies bei einem Arbeitsabstand von $z=7,935\mu\text{m}$ gegeben.

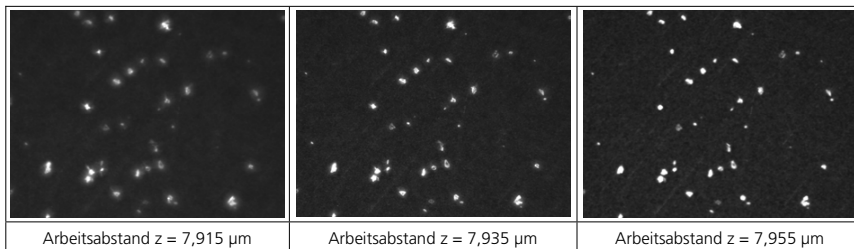


Abbildung 6-3: Grauwertbilder von SiC-Partikel, aufgenommen mit unterschiedlichen Arbeitsabständen

Da es sich bei dieser Vorgehensweise um eine subjektive Festlegung handelt, muss dieser Wert messtechnisch überprüft werden. Hierzu müssen im weiteren Verlauf Grauwertbilder mit Partikeln verschiedener Größen bei unterschiedlichen Arbeitsabständen aufgenommen und ausgewertet werden.

6.2.2 Auswertung von Grauwertbildern

- **Binarisierung**

Um über das Grauwertbild die Größe und Anzahl der Partikel zu bestimmen, muss das Bild binarisiert werden. Den Pixeln mit Grauwerten oberhalb eines bestimmten Schwellwerts wird der Binärwert »1« und die Farbe Weiß zugeordnet. Pixeln mit Werten unterhalb dieses Schwellwertes erhalten den Binärwert »0« und die zugehörige Farbe Schwarz. Das vorherige Grauwertbild mit 256 Abstufungen zwischen schwarz und weiß besteht jetzt nur noch aus zwei Farbinformationen und wird als Binärbild bezeichnet.

Die Festlegung der Binärschwelle ist abhängig vom Intensitätsunterschied zwischen Partikel und Untergrund. Analog zur Belichtungszeit muss die Schwelle so gesetzt werden, dass auch kleine dunkel abgebildete Partikel die Farbe Weiß erhalten, ohne dass der Untergrund als Partikel deklariert wird. Des Weiteren muss vermieden werden, dass hell abgebildete Partikel vergrößert dargestellt werden.

Die Binärschwelle wird zunächst anhand einer Grauwertaufnahme bei 1 s Belichtungszeit eines leeren Analysefilters bestimmt. Der Schwellwert wird auf den kleinsten Grauwert festgelegt, bei dem keine Pixel weiß binarisiert werden. Dieser liegt bei dem Wert »60«. Anschließend wird die Eignung dieser Binärschwelle an den Grauwertbildern der Edelstahl- und PS-Partikeln, aufgenommen mit derselben Belichtungszeit, überprüft.

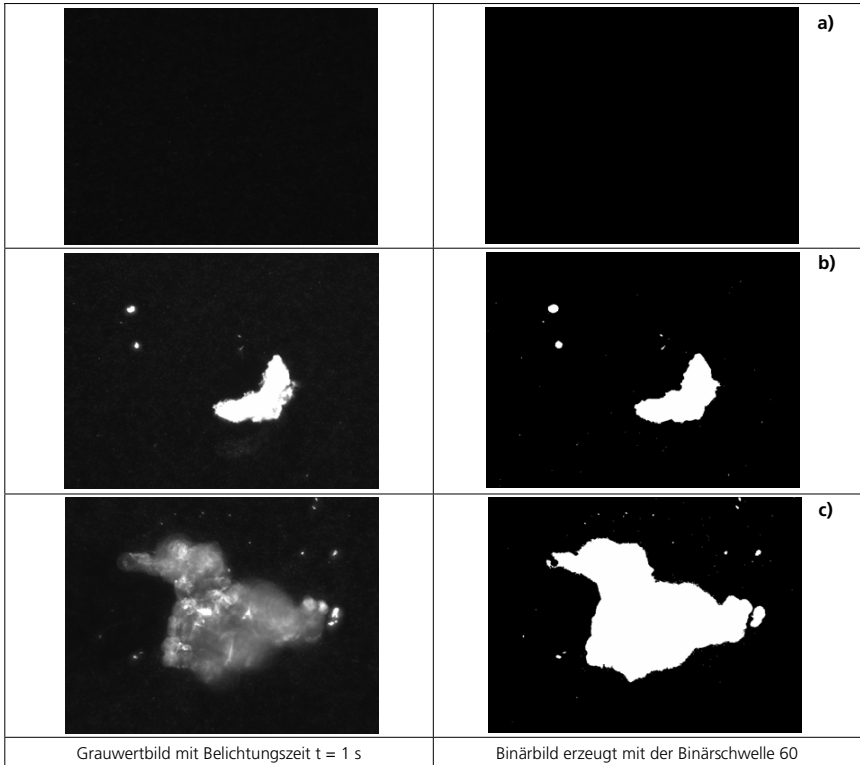


Abbildung 6-4: Grauwertbild (links) und zugehöriges Binärbilder (rechts) von
a) einer leeren Filtermembran
b) glänzenden Edelstahl-Partikeln
c) schwarzen Polystyrol-Partikeln

Anhand Abbildung 6-4 ist deutlich zu erkennen, dass mit der gewählten Binärschwelle sowohl die Edelstahlpartikel, als auch die PS-Partikel, unabhängig von ihrer Größe, optisch von der Filteroberfläche separiert werden können. Wird die Schwelle tiefer gesetzt, so wird der Filteruntergrund weiß binarisiert. Wird die Schwelle höher gesetzt, werden Teile des dunkel abgebildeten PS-Partikels optisch ausgeblendet.

Fazit: Der gewählte Schwellwert stellt den optimaler Kompromiss zur Binarisierung von Grauwertbildern schwach reflektierender und stark reflektierender Partikel dar und wird für die weiteren Tests und Messungen festgeschrieben.

- **Auswertung der Binärbilder**

Zur Bestimmung der Partikelanzahl und -größe müssen die Pixel mit dem Binärwert »1« (weiß) ausgezählt werden. Jeder weiße Pixel stellt ein Partikel der Größe $0,654 \mu\text{m}$ dar.

Angrenzende weiße Pixel werden zu weißen Bereichen miteinander verbunden. Die Bestimmung der Partikelgröße erfolgt dann anhand des Feret-max Durchmessers, die der zusammenhängenden weißen Bereiche. Die Anzahl der separaten weißen Bereiche stellt Anzahl der abgebildeten Partikel dar. Überlappen sich Partikel auf der Membran, so verbinden sich auch die weißen Pixelbereiche, weshalb diese nicht als einzelne Partikel dargestellt werden können. Dieses Phänomen wird als Partikelkoinzidenz bezeichnet.

Zur Differenzierung von Partikeln und Fasern werden folgende Kriterien festgelegt: Partikel der Materialklasse #2 (Organik) > 200 µm, welche ein Verhältnis von Länge zu Breite > 10 aufweisen mit einem gleich bleibenden Querschnitt von < 50 µm sind Fasern. Die Unterscheidung zwischen Fasern und Partikeln mittels digitaler Bildverarbeitung anhand morphologischer Aspekte entspricht dem derzeitigen Stand der Technik und kann mit jedem gängigen Bildverarbeitungssystem durchgeführt werden. Die Faserklassifizierung wird deshalb im Folgenden nicht weiter untersucht.

- **Überprüfung des Arbeitsabstandes**

Da der Wert für den Arbeitsabstand rein subjektiv ermittelt wurde, muss dieser messtechnisch überprüft werden. Hierzu wird eine Filtermembran mit SiC-Partikeln der Größen 5 – 500 µm kontaminiert und anschließend deren Partikelgrößenverteilung mit dem visuell festgelegten Arbeitsabstand von z=7,935 mm bestimmt. Diese Messung wird acht Mal mit sukzessiver Veränderung des z-Wertes zwischen +0,1 mm und -0,1 mm wiederholt.

		Partikelgrößenklasse [µm]									
Messung	Δz	5 – 15	15 – 25	25 – 50	50 – 100	100 – 150	150 – 200	200 – 400	400 – 600	600 – 1000	> 1000
#1	-0,1	139	79	101	218	10	4	4	2	0	0
#2	-0,05	405	291	262	186	9	4	4	2	0	0
#3	-0,02	2619	392	259	167	7	4	4	2	0	0
#4	-0,01	3092	334	265	158	7	4	4	2	0	0
#5	0	2235	282	260	161	7	4	4	2	0	0
#6	0,01	1558	248	251	166	7	4	4	2	0	0
#7	0,02	328	143	230	176	6	4	4	2	0	0
#8	0,05	100	74	171	183	8	4	4	2	0	0
#9	0,1	48	33	116	107	11	4	4	2	0	0

Tabelle 6-1: Partikelwerte pro Größenklassen in Abhängigkeit des z-Versatzes gegenüber z = 7,935

Fazit: Die Ergebnisse der Messreihe zeigen, dass bei Messung #4 mit dem Arbeitsabstand z=7,925 mm die Partikel schärfer abgebildet werden als mit dem visuell ermittelten Wert z = 7,935 mm. Dies ist daraus abzuleiten, dass bei Messung #4 die Partikelwerte in den Größenklassen 5 – 15 µm und 15 – 25 µm maximal sind. Gleichzeitig ist die Partikelanzahl in den Klassen > 50 µm am geringsten. Im Folgenden wird deshalb der Arbeitsabstand z=7,925 mm für die weiteren Tests und Messungen übernommen.

6.3 Bestimmung der Materialklasse mit dem Versuchsaufbau

6.3.1 Erzeugung der Lumineszenzspektren

Der einzige freie Parameter bei der Aufnahme der Lumineszenzspektren ist die Belichtungszeit. Jedes Element der CCD-Zeile empfängt das Licht eines bestimmten Wellenlängenbereichs mit einer spektralen Breite von 0,6 nm. Die Lichtintensität wird anhand einer 16bit-Skala in ca. 65500 Stufen eingeteilt. Analog zur Bildaufnahme erhält die geringste erfassbare Lichtintensität den Wert »1«, die stärkste auflösbare Intensität den Wert »65500«. Durch Kombination jedes Wellenlängenbereichs mit der jeweiligen Intensität über alle Pixel wird die spektrale Verteilung des Lumineszenzlichtes ermittelt und als csv-Datei ausgegeben.

Die Belichtungszeit muss so gewählt werden, dass die Signale möglichst hoch sind, ohne über 65500 hinauszugehen. In diesem Fall kommt es zum Überstrahlen der Pixel (vgl. Kapitel 6.2.1) und die wellenlängenabhängigen Intensitäts-Unterschiede können nicht mehr aufgelöst werden. Ist die Belichtungszeit zu niedrig, ist das Verhältnis zwischen Lumineszenzsignal des Partikels und internem Rauschen des CCD-Sensors zu gering. Um die Abhängigkeit zwischen Signal und internem Rauschen zu bestimmen, wurde mit dem Versuchsaufbau das Lumineszenzsignal eines Partikels aus Keramik bei verschiedenen Belichtungszeiten zwischen 0,1 und 5s ermittelt.

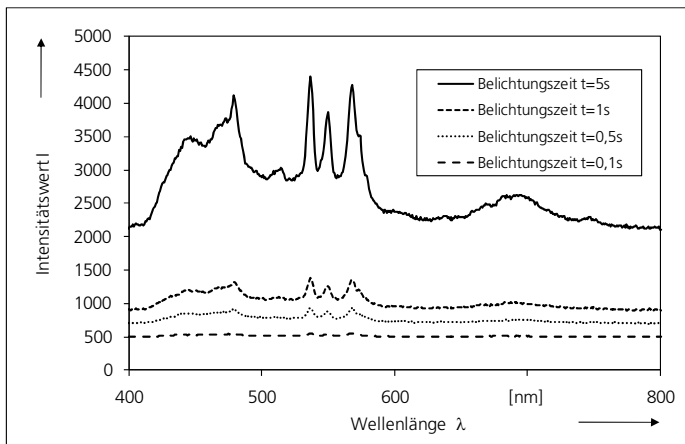


Abbildung 6-5: Lumineszenzspektrum eines keramischen Schleifpartikels, aufgenommen bei verschiedenen Belichtungszeiten

Anhand des in Abbildung 6-5 dargestellten Diagramms ist deutlich die Abhängigkeit zwischen Belichtungszeit, Signalthöhe und internem Rauschen zu erkennen. Das interne Rauschen beträgt bei 0,1 s Belichtungszeit ca. 500 und bei 5 s Belichtungszeit etwa 2100 Intensitätswerte, konstant über den gesamten sichtbaren Wellenlängenbereich.

Da die Intensität des Lumineszenzsignals in Abhängigkeit des Materials schwankt, muss dies bei der Festlegung einer einheitlichen Belichtungszeit berücksichtigt werden. Wird die Belichtungszeit zu gering gewählt, wird von schwach lumineszierenden Materialien kein auswertbares Signal detektiert. Demgegenüber können Spektren stark lumineszierender Partikel nicht mehr Wellenlängen dispersiv aufgelöst werden, wenn die Belichtungszeit zu hoch gewählt wird. Um einen Überblick über die Belichtungszeit-Schwankungen zu erhalten, wurden die Signalmaxima unterschiedlich intensiv lumineszierender Partikelmaterialien (jeweils ca. 100 µm Größe) untersucht. Tabelle 6-2 gibt den höchsten Lumineszenzwert des jeweiligen Spektrums bei 0,5 und 5 s Belichtungszeit an, jeweils nach Abzug des Grundrauschens.

Partikelmaterial	Lumineszenzwert bei Belichtungszeit t = 0,5 s	Lumineszenzwert bei Belichtungszeit t = 5 s
Messing	27	223
Edelstahl	40	136
SiC	1962	24087
Rubinkorund	15439	61194
Normalkorund	1230	22462
PPSU	1444	9378
Polycarbonat	161	4296
Seide	380	28055

Tabelle 6-2: Maximaler Lumineszenzwert in Abhängigkeit der Belichtungszeit

Von den untersuchten Materialien wird bei Rubinkorund das stärkste Signal detektiert. Dessen Spektrum erreicht bei 5 s Belichtungszeit einen Intensitätswert von über 60000. Bei weniger intensiv strahlenden Materialien, wie z. B. Polycarbonat-Partikeln, konnte lediglich eine Intensität von etwas mehr als 4000 erfasst werden. Edelstahl und Messing erzeugen kein Lumineszenzsignal. Nach Abzug des Grundrauschens sind sämtliche Intensitätswerte geringer als 250.

Fazit: Anhand dieser Daten wird die Belichtungszeit auf 5 s festgelegt. Dadurch können auch schwache Signale erfasst werden, ohne dass die Lumineszenzsignale der hier betrachteten Partikel überstrahlen. Da jedoch nicht ausgeschlossen werden kann, dass stärkere Lumineszenzsignale detektiert werden müssen, muss dies bei der Erarbeitung der Auswertestrategie berücksichtigt werden.

6.3.2 Auswertung der Spektren

- Erarbeitung der Bewertungsmethode

Da sich gezeigt hat, dass bei Metallen Intensitätswerte von ca. 250 gemessen werden, wird die Grenze der Lumineszenz inaktiven Materialien bei dieser Belichtungszeit auf 500 Intensitätswerte festgelegt. Partikel, deren Lumineszenzspektrum nach Abzug des Rauschens keine Intensitätswerte > 500 aufweisen, werden der Materialklasse #1 zugeordnet. Spektren, die Intensitätswerte > 500 aufweisen, werden normiert, um besser

miteinander verglichen werden zu können. Hierzu wird der höchste gemessene Intensitätswert auf den relativen Wert »100« und der niedrigste auf den Wert »0« gesetzt. Die Zwischenwerte werden entsprechend interpoliert.

Abbildung 6-6 zeigt das absolute und das normierte Lumineszenzspektrum eines keramischen Polierpartikels (Borax) und einer Seidefaser. Durch die Normierung können die Spektren trotz der absoluten Intensitätsunterschiede miteinander verglichen werden.

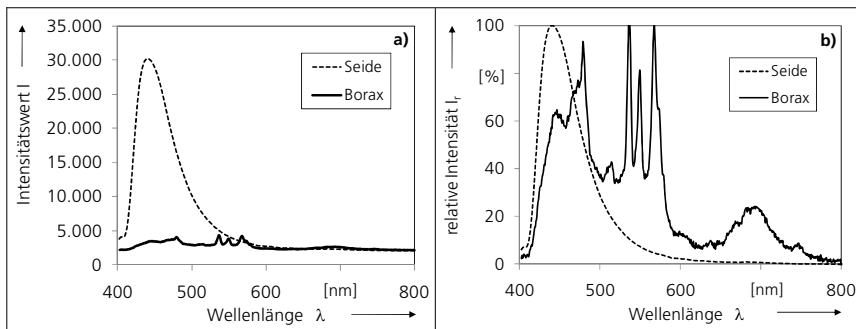


Abbildung 6-6: Lumineszenzspektren von Seide und PMMA und Rauschsignal des CCD-Sensors
 a) Gemessene Spektren bei einer Belichtungszeit von 5s
 b) Normierte Spektren nach Abzug des Grundrauschens

Die Zuordnung eines Partikels zu einer Materialklasse anhand seines Lumineszenzspektrums kann über zwei Prinzipien erfolgen:

1. Datenbank: Vergleich der normierten Intensitätswerte I_r eines Spektrums mit Intensitätswerten I_r aus einer Datenbank.

Ablauf: Die normierten Intensitätswerte I_r des Spektrums werden mit den normierten Werten bekannter Materialspektren verglichen. Jedes mit dem Versuchsaufbau ermittelte Spektrum besteht aus 647 wellenlängenabhängigen Intensitätswerten zwischen 400 und 800 nm. Wird eine bestimmte Anzahl übereinstimmender Werte zwischen gemessenem Spektrum und einem Datenbankspektrum überschritten, wird das Partikel diesem Material bzw. der zugehörigen Materialklasse zugewiesen.

Bewertung: Befindet sich das zu untersuchende Partikelmaterial in der Datenbank, ist eine hohe Klassifizierungsgenauigkeit gegeben. Zusätzlich wird in diesem Fall nicht nur die Materialklasse bestimmt, sondern eine Aussage über das tatsächliche Material des Partikels ermöglicht.

Wird jedoch ein Partikel untersucht, welches sich nicht in der Datenbank befindet, besteht die Gefahr einer Falschklassifizierung. Somit müssen vorab die Lumineszenzspektren von sämtlichen relevanten Materialien aufgenommen und in eine Datenbank übertragen werden. Erschwerend kommt hinzu, dass die Spektren der Keramiken und Mineralien nicht immer eindeutig sind, sondern in Abhängigkeit der Fremdatome oder

Gitterfehler variieren können. Es müssten also zusätzlich die Lumineszenzspektren sämtlicher Variationen der praxistypischen Materialien in die Datenbank eingearbeitet werden. Angesichts der Vielfalt der Materialien und deren Variationen kann dies nicht gewährleistet werden.

2. Spektren-Kennwerte: Vergleich von Kennwerten eines Spektrums mit charakteristischen Kennwertbereichen der einzelnen Materialklassen.

Ablauf: Jedem der drei festgelegten Materialklassen werden charakteristische Kennwertbereiche zugewiesen. Die Kennwertbereiche eines mit dem Versuchsaufbau ermittelten Spektrums werden mit den festgelegten Bereichen verglichen und das Partikel der passenden Materialklasse zugeordnet.

Bewertung: Können jeder Materialklasse, auch den Keramiken und Mineralien, eindeutige und charakteristische Kennwertbereiche zugewiesen werden, kann auf den Aufbau einer komplexen Datenbank verzichtet werden. Eine gesicherte Klassifizierung ist dann auch bei variierenden Lumineszenzsignalen möglich.

Diese Auswertemethode ist jedoch nur dann anwendbar, wenn jeder Materialklasse eindeutige Kennwertbereiche zugeordnet werden können. Überschneiden sich Kennwertbereiche der unterschiedlichen Klassen, so sind Lumineszenzspektren mit diesen Kennwerten uneindeutig, wodurch Falschklassifizierungen unvermeidbar sind.

Entsprechend der theoretischen Betrachtung des Lumineszenzverhaltens in Kapitel 4.2, weisen die unterschiedlichen Materialklassen spezifische Lumineszenzeigenschaften auf. Da die Metalle (Klasse #1) als einzige Klasse grundsätzlich keine Lumineszenz aufweisen, müssen lediglich die Lumineszenzsignale der Materialklassen #2 und #3 anhand von Spektren-Kennwerten differenziert werden. Aufgrund der unterschiedlichen Entstehungsmechanismen der Lumineszenz dieser beiden Materialklassen (vgl. Kapitel 4.2) ist die Differenzierbarkeit von anhand Spektren-Kennwerten prinzipiell ebenfalls möglich.

Fazit: Eine Klassifizierung anhand charakteristischer Kennwertbereiche der Materialklassen ist prinzipiell möglich. Da diese Variante die deutlich weniger aufwändig und zugleich gesichertere Methode darstellt, wird diese Methode gewählt.

- **Definition Spektren-Kennwerte**

Um ein Spektrum zu charakterisieren, müssen zunächst Kennwerte anhand der Lage und Form der Emissionsbanden entsprechend Abbildung 6-7 definiert werden.

Die **Bandenlage** wird über den sog. Peak bestimmt, der den oberen Umkehrpunkt darstellt. Die Steigung beträgt an diesem Punkt Null. Hin zu kleineren Wellenlängen ist die Steigung positiv, hin zu größeren Wellenlängen negativ. Beschrieben wird die Bandenlage durch den Spektren-Kennwert zentrale Wellenlänge (**ZWL**), welches die zum höchsten Intensitätswert zugehörige Wellenlänge darstellt.

Weitere Spektren-Kennwerte ergeben sich aus der **Bandenform**, gekennzeichnet durch **Breite** und **Symmetrie**. Zur Beschreibung der Breite werden die Spektren-Kennwerte Halbwertsbreite (**HWB**) und Zehntelwertsbreite (**ZWB**) herangezogen, mit:

$$HWB = \lambda''_{1/2} - \lambda'_{1/2} \quad \text{Formel 6-1}$$

$$ZWB = \lambda''_{1/10} - \lambda'_{1/10} \quad \text{Formel 6-2}$$

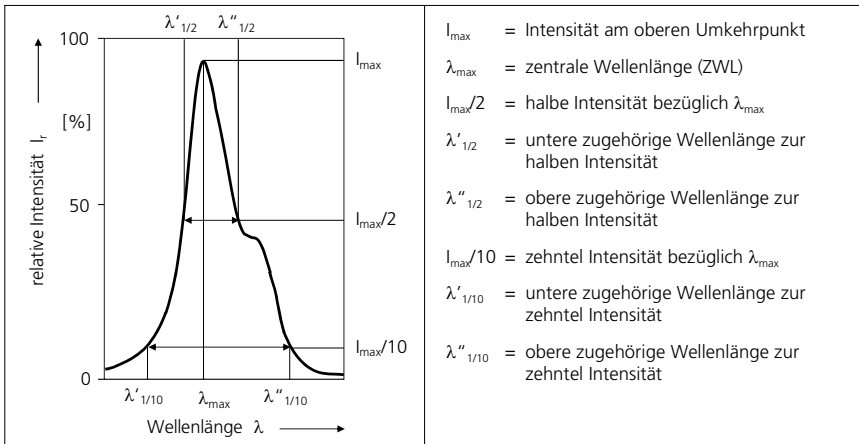


Abbildung 6-7: Kennwerte zur Charakterisierung der Bande eines Spektrums

Die Bandensymmetrie bestimmt sich zu:

$$S_{HWB} = \frac{\lambda''_{1/2} - \lambda_{\max}}{\lambda_{\max} - \lambda'_{1/2}} \quad \text{Formel 6-3}$$

$$S_{ZWB} = \frac{\lambda''_{1/10} - \lambda_{\max}}{\lambda_{\max} - \lambda'_{1/10}} \quad \text{Formel 6-4}$$

mit S_{HWB} als die Bandensymmetrie bei halber Intensität und S_{ZWB} als die Bandensymmetrie bei einem Zehntel der maximalen Intensität. Sind die Kennwerte S_{HWB} und $S_{ZWB} = 1$, so ist die Bande absolut symmetrisch. Ist S_{HWB} und $S_{ZWB} > 1$, so wird die Bande hin zu längeren Wellenlängen breiter, bei Werten < 1 schmaler.

• Berechnung der Spektren-Kennwerte bei überstrahlten Spektren

Obwohl die Messzeit anhand praxistypischer Materialien erarbeitet wurde (vgl. Kapitel 6.2.1), kann nicht ausgeschlossen werden, dass das Lumineszenzsignal bestimmter Materialien nicht doch überstrahlt abgebildet wird. In diesem Fall kann dessen ZWL nicht aus dem Spektrum ausgelesen werden, sondern muss aus der maximalen und minimalen Wellenlänge mit der normierten relativen Intensität von 100 % angenähert werden.

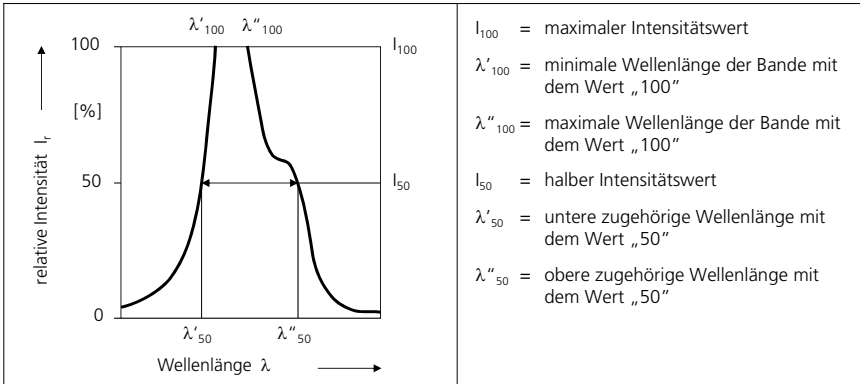


Abbildung 6-8: Merkmale einer Bande bei überstrahltem Spektrum

Diese berechnete zentrale Wellenlänge ZWL_{100} berechnet sich zu:

$$ZWL_{100} = \lambda'_{100} + \frac{(\lambda''_{100} - \lambda'_{100})}{2} \quad \text{Formel 6-5}$$

Die Halbwertsbreite ergibt sich entsprechend aus der Differenz der beiden Wellenlängen mit dem normierten relativen Intensitätswert von 50 % und wird als HWB_{50} bezeichnet:

$$HWB_{50} = \lambda''_{50} - \lambda'_{50} \quad \text{Formel 6-6}$$

Je stärker ein Spektrum überstrahlt, desto mehr können die errechneten Kennwerte von den tatsächlichen Werten abweichen. Dieser Effekt verstärkt sich, je breiter und unsymmetrischer eine Bande tatsächlich ist. Bei Uneindeutigkeiten bei der Klassifizierung muss das Partikel deshalb der kritischeren Materialklasse zugeordnet.

• Erarbeitung von Kennwertbereichen

Entsprechend der theoretischen Betrachtung des Lumineszenzverhaltens in Kapitel 4.2 können Partikel anhand folgender Kennwertbereiche klassifiziert werden:

1. Partikel ohne Lumineszenzsignal bilden die Materialklasse #1 (Metalle). Lumineszierende Partikel gehören entweder der Materialklasse #2 oder #3 an.
2. Spektren mit $ZWL < 490 \text{ nm}$ werden der Materialklasse #3 (Organik) zugeordnet, Materialien mit Peaks mit $ZWL > 500 \text{ nm}$ der Klasse #2 (Mineralien und Keramik).

Da in Ausnahmefällen auch Partikel der Materialklasse #2 blau lumineszieren, kann die Klassifizierung ausschließlich auf Grundlage der ZWL zu Uneindeutigkeiten führen. In diesem Fall muss zusätzlich die Form (Breite und Symmetrie) der Lumineszenzbanden betrachtet werden.

3. Breite Banden, die zu längeren Wellenlängen hin langsam abfallen, werden von organischen Partikeln der Klasse #3 erzeugt. Demgegenüber werden schmale diskrete Peaks mit symmetrischen Banden der Klasse #2 zugeordnet.

Zur Festlegung von Wertebereichen für diese Kennwerte und für eine erste Überprüfung der Praktikabilität der Klassifizierung der Methode werden mit dem Versuchsaufbau Lumineszenzmessungen an Praxis typischen Partikelmaterialien durchgeführt. Hierzu wird das Lumineszenzsignal von jeweils zwei Materialien pro Materialklasse aufgenommen und deren Peaks mit Intensitätswerten > 500 ausgewertet (s. Abbildung 6-9).

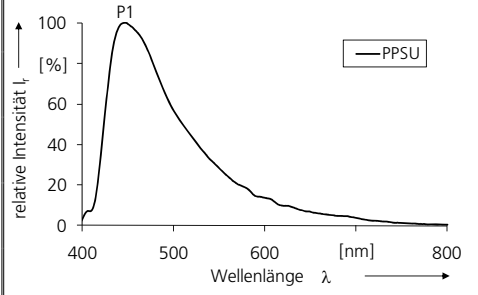
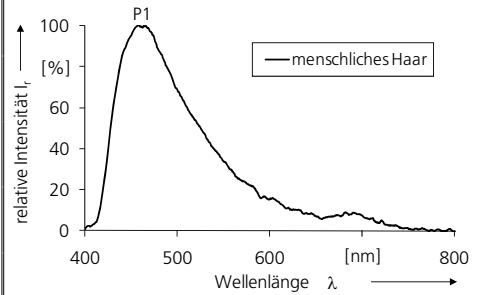
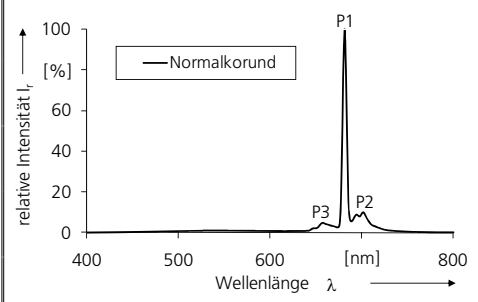
Lumineszenzspektrum	Auswertung Banden
	<p>Peak 1 ZWL = 446 nm; HWB = 96 nm; ZWB = 202 nm; $S_{HWB} = 2,6$; $S_{ZWB} = 4,8$</p> <p>Peak 2 -</p> <p>Peak 3 -</p> <p>Peak 4 -</p> <p>Peak-Verhältnis -</p>
	<p>Peak 1 ZWL = 458 nm; HWB = 98 nm; ZWB = 206 nm; $S_{HWB} = 2,19$; $S_{ZWB} = 3,79$</p> <p>Peak 2 -</p> <p>Peak 3 -</p> <p>Peak 4 -</p> <p>Peak-Verhältnis -</p>
	<p>Peak 1 ZWL = 682 nm; HWB = 5 nm; ZWB = 9 nm; $S_{HWB} = 0,67$; $S_{ZWB} = 0,8$</p> <p>Peak 2 ZWL = 702 nm; HWB = 31 nm; ZWB = 90 nm; $S_{HWB} = 0,24$; $S_{ZWB} = 0,5$</p> <p>Peak 3 ZWL = 658 nm; HWB = 21 nm; ZWB = 267 nm; $S_{HWB} = 2,5$; $S_{ZWB} = 0,59$</p> <p>Peak 4 -</p> <p>Peak-Verhältnis $I_{V1/2} = 10,1$; $I_{V1/3} = 21,3$</p>

Abbildung 6-9: Lumineszenzspektren unterschiedlicher Materialien und zugehörige Bandenkennwerte

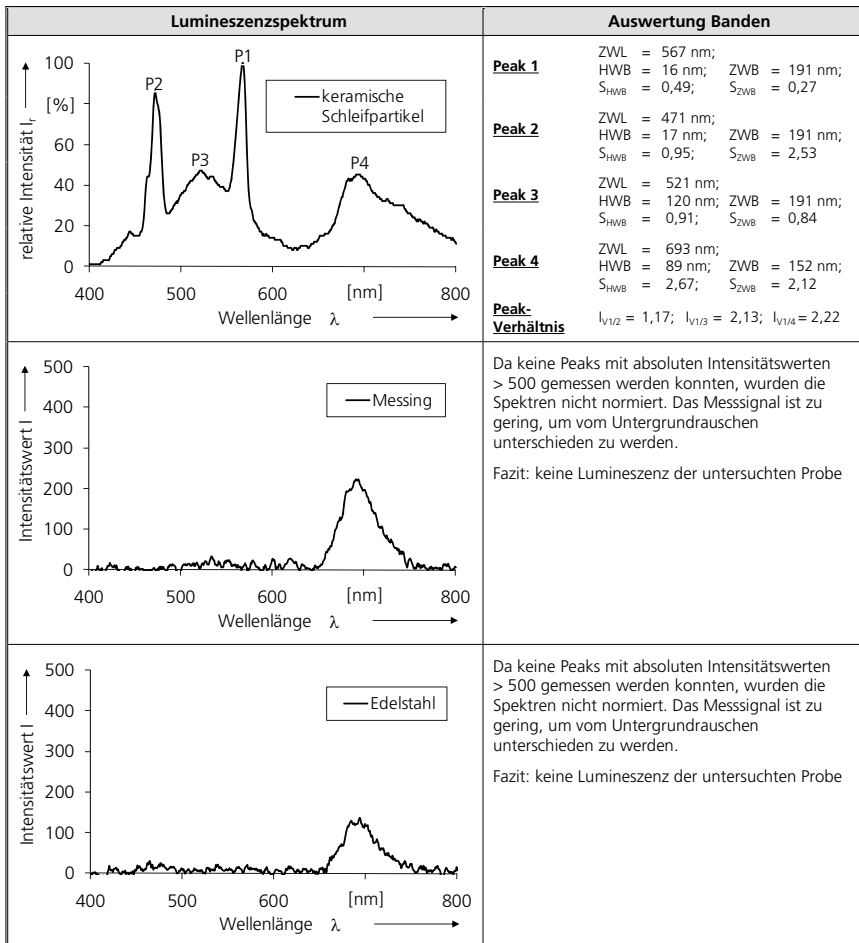


Abbildung 6-9 Forts.: Lumineszenzspektren unterschiedlicher Materialien und zugehörige Bandenkennwerte

Die Lumineszenzsignale der Materialien der Klasse #3 (Organik), ein **menschliches Haar** und **PPSU**, bestehen aus einer breiten Bande mit einem Peak im blauen Spektrum bei ca. 450 nm und einer HWB von knapp 100 nm. Die Banden fallen zu längeren Wellenlängen hin langsam ab ($S_{HWB} > 2$).

Das untersuchte **Korund** (Klasse #2) weist eine intensive rote Lumineszenzfarbe auf. Dies verdeutlicht sich durch die schmale symmetrische Bande mit einem Peak bei 682 nm, einer HWB von 5 nm und dem Symmetriewert von 0,9. Es existieren zwei weitere Peaks bei 702 und 658 nm mit Halbwertsbreiten von 31 und 21 nm.

Das **keramische Schleifpartikel** weist mehrere Peaks auf und kann aufgrund der ZWL nicht direkt eindeutig klassifiziert werden. Die ZWL des ersten Peaks liegt mit 567 nm im Bereich der Klasse #2, der zweite Peak mit 471 nm im Bereich der Klasse #3. Da die beiden Hauptbanden eine schmale Form ($H_{WB} < 20$ nm) aufweisen und zudem nicht zu längeren Wellenlängen abfallen ($S_{H_{WB}} < 1$), besitzt das Spektrum Merkmale, die gegen eine Einordnung in Klasse #3 (Organik) sprechen.

Von den **Edelstahl-** und **Messingpartikeln** der Materialklasse #1 (Metalle) konnte kein Lumineszenzsignal mit Werten über 500 ermittelt werden.

Fazit: Die Materialklassifizierung anhand der definierten und festgelegten Spektralkennwertbereiche ist möglich.

Erster Spektralkennwert zur Selektierung der Materialien der Klasse #1 ist der **maximale Intensitätswert** des ermittelten Lumineszenzspektrums. Spektren ohne absolute Intensitätswerte > 500 werden den Metallen zugeordnet.

Zweiter Kennwert ist die **zentrale Wellenlänge ZWL** der Lumineszenzbanden. Spektren, welche lediglich Banden mit einer ZWL < 490 nm aufweisen, werden der Organik (Klasse #3) zugewiesen. Spektren, welche lediglich Banden mit einer ZWL > 500 nm aufweisen, werden den Keramiken und Mineralien (Klasse #3) zugewiesen.

Bei gleichzeitigem Auftreten von Banden mit ZWL in beiden Klassenbereichen oder im Übergangsbereich werden die Kennwerte **Halbwertsbreite HWB** und **Symmetriewert $S_{H_{WB}}$** der Lumineszenzbanden herangezogen. In diesem Fall werden Spektren, die eine Bande mit $HWB < 40$ nm und gleichzeitig $S_{H_{WB}} < 1,5$ aufweisen, der Materialklasse #2 zugeordnet. Spektren, welche ausschließlich $HWB > 40$ nm oder ausschließlich $S_{H_{WB}} > 1,5$ aufweisen, werden der Materialklasse #3 zugewiesen.

Auf Grundlage der Zehntelwertsbreite ZWB und des Symmetriewerts S_{ZWB} ist keine Zuordnung der Materialien möglich, weshalb diese nicht weiter betrachtet werden.

In Tabelle 6-3 sind die Kennwertbereiche und deren Rangfolge zur Zuordnung in die entsprechenden Klassen aufgelistet.

Rangfolge	Kennwert	Bereich Klasse #1	Bereich Klasse #2	Bereich Klasse #3
1. Kriterium	absolute Intensität	< 500	> 500	> 500
2. Kriterium	ZWL	-	500 – 800 nm	400 – 490 nm
3. Kriterium	HWB	-	< 40 nm	> 40 nm
	$S_{H_{WB}}$	-	$< 1,5$	$> 1,5$

Tabelle 6-3: Kennwertbereiche und Gewichtung der Kennwerte zur Zuordnung der Spektren in Materialklassen

Kann ein Partikel nicht klassifiziert werden, da sich sämtliche Kriterien widersprechen oder die Werte zwischen den Klassenbereichen liegen, so wird das Partikel der für das Bauteil kritischeren Klasse zugeordnet. Da Lumineszenzspektren hauptsächlich aus einer breiten Bande bestehen, werden pro Spektrum maximal vier Peaks betrachtet.

6.4 Messablauf

6.4.1 Abrastern der Oberfläche

Zur Bestimmung der Bauteilsauberkeit müssen entsprechend VDA-Band 19 alle Partikel der relevanten Partikelgröße erfasst und vermessen werden. Das bedeutet, dass die gesamte Fläche der Filtermembran, auf der sich Partikel befinden können, abgelichtet und ausgewertet werden muss. Da der Bildausschnitt des Kamerasensors lediglich $0,9 \times 0,675 \text{ mm}^2$ beträgt und die Filterfläche deutlich größer ist, muss diese mit dem optischen System sukzessive abgerastert werden. Das x-y-Achssystem positioniert die optische Einheit hierzu an einem definierten Startpunkt. Mit den ermittelten Einstellungen wird an dieser Position ein Grauwertbild aufgenommen und ausgewertet. Nach Beendigung des Messvorganges verfährt das Achssystem die optische Einheit exakt um ein Bildfeld. Danach startet die Aufnahme- und Auswerteprozedur erneut.

Abhängig von Halterung und Stützgitter zur Aufnahme der Membran bei der Filtration, wird nicht die gesamte Membran mit Analyseflüssigkeit durchströmt. Dies hat zur Folge, dass nicht die komplette Filterfläche mit Partikeln belegt wird, sondern lediglich die sog. effektive Filtrationsfläche. Die zu rasternde Fläche des Filters richtet sich somit nach der effektiven Filtrationsfläche und umgekehrt. Wird angenommen, dass die Fläche eines Quaders abgefahren wird, dessen Diagonale dem Durchmesser des Analysefilters entspricht, so kann die Anzahl der notwendigen Messfelder in x- und y-Richtung sowie die maximal zulässige effektive Filtrationsfläche berechnet werden (s. Abbildung 6-10).

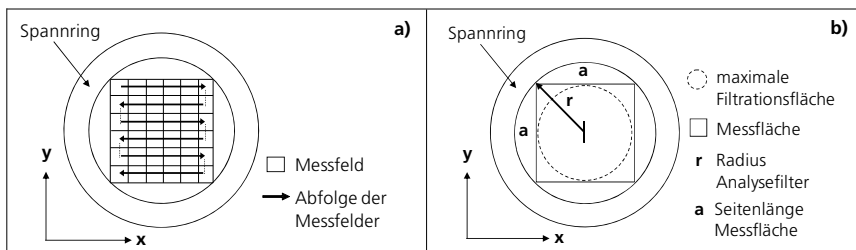


Abbildung 6-10: Ablauf zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung auf einer Filtermembran

- a) Beispielhaftes Abrastern der Membran mit einem optischen System
 b) Messfeld und maximal zulässige Filtrationsfläche

Die Seitenlänge a der Gesamtmessfläche lässt sich über den Radius ($r = 12,5 \text{ mm}$) des Analysefilters bestimmen. Da die Messfläche ein Quadrat mit gleichen Seitenlängen darstellt, gilt:

$$\left(\frac{a}{2}\right)^2 + \left(\frac{a}{2}\right)^2 = r^2 \quad \text{und} \quad a = 2 \cdot \sqrt{\frac{r^2}{2}} = 17,68 \text{ mm} \quad \text{Formel 6-7}$$

Um dieses Messfeld abzulichten, müssen anhand der Bildfeldgröße in x-Richtung 26,19 und in y-Richtung 19,64 Felder abgelichtet werden. Da lediglich eine ganze Zahl an

Feldern abgelichtet werden kann, werden 26 Felder in x-Richtung und 19 Felder in y-Richtung aufgenommen. Insgesamt werden somit 494 Bildfelder aneinander gesetzt. Daraus ergibt sich ein Messfeld mit 17,5 mm Kantenlänge in x- und 17,1 mm in y-Richtung mit einer zu scannenden Filteroberfläche von 300 mm².

Der maximal zulässige Filtrationsdurchmesser darf somit maximal 17,1 mm betragen. Dieser Durchmesser ist bei der Auswahl der Filtrationseinrichtung, insbesondere bei der Auswahl des Filtrationsstützgitters, zu beachten. Das Stützgitter darf die Analyseflüssigkeit lediglich innerhalb des maximal zulässigen Filtrationsdurchmessers passieren lassen. Werden Partikel auch außerhalb dieses Bereichs auf die Membran übertragen, so werden diese bei der Messung nicht detektiert und analysiert.

6.4.2 Anfahren der Partikel zur Spektrenaufnahme

Zur Bestimmung des Lumineszenzspektrums muss sich das zu untersuchende Partikel im Fokus des Spektrometers befinden. Der Mittelpunkt des Partikels muss dazu mit dem Mittelpunkt des Fokusspots bei den Koordinaten $(x, y) = (340 \mu\text{m}, 455 \mu\text{m})$ übereinstimmen (vgl. Kapitel 5.5.3). Bei der VIS-Bildaufnahme zur Bestimmung der Partikelgröße können gleichzeitig die Koordinaten jedes Partikels auf dem Prüffilter mit erfasst werden. Nachdem das Filter abgerastert wurde, wird anschließend jedes Partikel in den Fokus des Spektrometers gefahren. Diese Vorgehensweise bedeutet jedoch, dass auch nicht lumineszierende Partikel in den Fokuspunkt gefahren werden, obwohl kein Spektrum zu erfassen ist. Da bei der Prüfung der Bauteilsauberkeit größtenteils metallische, also Lumineszenz inaktive Partikel anfallen, wird dadurch die Messzeit unnötig erhöht.

Aus diesem Grund wird eine Vorselektion der Partikel in lumineszierende und nicht lumineszierende Partikel mittels Lumineszenzbildaufnahme und -auswertung vorgenommen. Bei der Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl wird zusätzlich von jedem Bildfeld eine Aufnahme mit UV-Beleuchtung durchgeführt. Die Belichtungszeit wird, wie bei der Spektrenaufnahme, zu 5 s festgelegt, die Binärschwelle auf den Wert 26. Dieser Schwellwert kann im Vergleich zur Grauwertbild-Auswertung so niedrig gesetzt werden, da von der Filtermembran und von den metallischen Partikeln kein Lumineszenzsignal erzeugt wird. Bei niedrigeren Schwellwerten wird trotz der optischen Filter VIS-Streulicht fälschlicherweise als Lumineszenz detektiert. Durch eine Bildauswertung analog zu den VIS-Aufnahmen, können die lumineszierenden Partikel nun einfach erfasst und von den nicht lumineszierenden Partikeln optisch getrennt werden. Die nicht lumineszierenden Partikel werden der Materialklasse #1 (Metalle) zugeordnet und müssen nicht weiter betrachtet werden. Anschließend werden die restlichen Partikel angefahren, um deren Lumineszenzspektrum zu ermitteln.

Abbildung 6-11 zeigt das Methodikschema mit den einzelnen Mess- und Auswerteschritten. Anhand der dargestellten Vorgehensweise wird mit dem Versuchsaufbau die Anzahl, Größe und Materialklasse der auf Analysefilter vorhandenen Partikel bestimmt. Dadurch erfolgt die vollständige Bestimmung des Schädigungspotenzials der Partikel und somit die vollständige Bestimmung der Bauteilsauberkeit.

6.4.3 Methodikschema

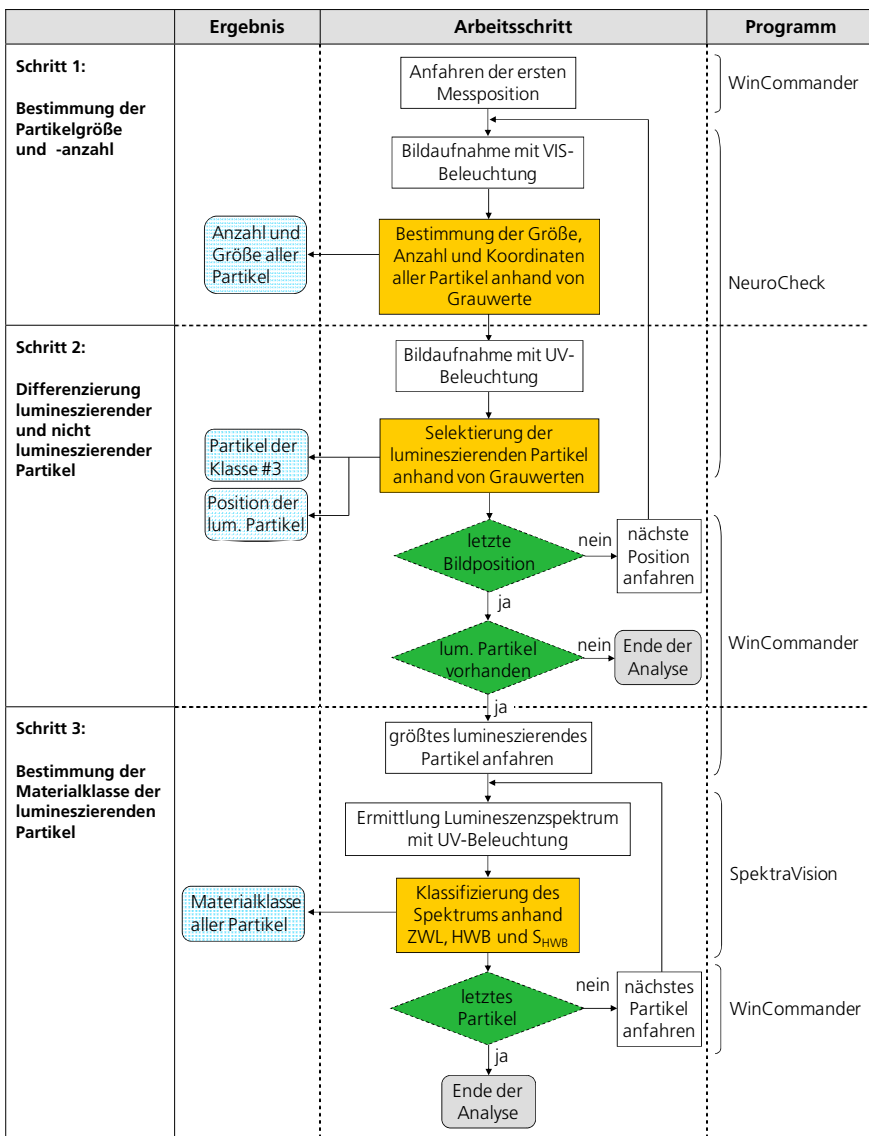


Abbildung 6-11: Ablaufschema zur vollständigen Bestimmung des Schädigungspotenzials von Restschmutzpartikeln anhand des Versuchsaufbaus

6.4.4 Berechnung der Messzeit

Im ersten Messschritt wird die Anzahl und Größe der Partikel $> 5 \mu\text{m}$ auf der Membran sowie deren Position bestimmt. Über eine anschließende UV-Bildaufnahme an jeder Messposition werden lumineszierende und nicht lumineszierende Partikel getrennt. Die nicht lumineszierenden Partikel werden der Materialklasse #1 zugeordnet. Ausgehend von den erarbeiteten Messparametern ist dafür pro Messposition eine Messzeit von acht Sekunden einzukalkulieren. Eine Sekunde zur VIS-Bildaufnahme, fünf Sekunden für die UV-Bildaufnahme, eine Sekunde um die Messposition zu wechseln und eine Sekunde Wartezeit, um mögliche Schwingungen des optischen Systems nach dem Verfahren ausklingen zu lassen. Bei 494 Messpositionen ergibt sich eine Messzeit von zusammen 3952s für die ersten beiden Messabschnitte, was 1h und 6min entspricht.

Im dritten Messabschnitt werden die lumineszierenden Partikel zur Bestimmung des Lumineszenzspektrums ihrer Größe nach abfolgend nacheinander angefahren und ein Lumineszenzspektrum aufgenommen. Die unterste Partikelgröße zur Bestimmung der Materialklasse beträgt $50 \mu\text{m}$. Auf einer dicht belegten Filtermembran befinden sich maximal etwa 1000 Partikel oberhalb dieser Größe ohne sich zu überlappen. Wird davon ausgegangen, dass mindestens 50% der Partikel metallischen Ursprungs sind, so müssen höchstens 500 Partikel angefahren werden. Die Messzeit pro Partikel beträgt fünf Sekunden. Hinzu kommt wiederum eine Sekunde für den Fahrweg und eine Sekunde Wartezeit. Daraus ergibt sich eine Messzeit von sieben Sekunden pro Partikel bzw. eine Gesamtmessdauer von 3500s für den zweiten Messabschnitt, was ca. 58min entspricht. Müssen alle 1000 Partikel angefahren und lumineszenzoptisch bestimmt werden, so beträgt diese Messdauer ca. 1h und 56min.

Die gesamte Messzeit für die vollständige Bestimmung von Partikelgröße und -anzahl sowie Materialklasse beträgt mit dieser Methode etwa zwei Stunden, bei der Annahme, dass 500 nicht metallische Partikel hinsichtlich ihres Materials klassifiziert werden müssen. Dies entspricht der Anzahl an nicht metallischen Partikeln eines durchschnittlich belegten Analysefilters zur Bestimmung der Bauteilsauberkeit dieser Größe. Bei 1000 vorhandenen nicht metallischen Partikeln $> 50 \mu\text{m}$ steigt die Messzeit auf ca. drei Stunden an. Auf stärker beladenen Analysefiltern überlagern sich die Partikel, weshalb diese Analysefilter nicht zur mikroskopischen Restschmutzbestimmung geeignet sind.

6.5 Abgleich mit den Anforderungen an die Methode

Um zu überprüfen, ob die Methode zur Materialklassifizierung von Partikeln mit dem Versuchsaufbau den Anforderungen aus Kapitel 3.4.2 entspricht, erfolgt abschließend eine Abgleich der einzelnen Anforderungskriterien mit der Methode.

- **Materialklassifizierung der Partikel**

Gesicherte Klassenzuordnung: Anhand der entwickelten Methode ist es möglich, Partikel über deren Lumineszenzverhalten der zugehörigen Materialklasse zuzuordnen. Hierzu werden Intensitätswerte aus den normierten Lumineszenzspektren ausgelesen und

Spektren-Kennwerte berechnet. Da jede Materialklasse charakteristische Bereiche für die Spektren-Kennwerte aufweist, erfolgt eine gesicherte Zuordnung.

- **Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl**

Normkonforme Größenanalyse: Die Methode zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl ist mit der Materialklassifizierung vollständig kombiniert.

- **Verfahrensaufwand**

Manueller Aufwand: Sämtliche Arbeitsschritte zur Durchführung der Methode sind automatisierbar. Das Einspannen des Analysefilters in den Versuchsaufbau ist der einzig notwendige manuelle Arbeitsschritt zur vollständigen Bestimmung der Bauteilsauberkeit. Alle weiteren Arbeitsschritte erfolgen mit den Achssystemen, die Auswertung mit den Software-Programmen.

Messzeit: Der maximal zulässige zeitliche Aufwand zur Bestimmung der Partikelgröße, -anzahl und der jeweiligen Materialklasse wird eingehalten.

- **Technische Randbedingungen**

Zerstörungsfreie Prüfung: Die Partikel werden bei Anwendung der eingesetzten Methode weder zerstört noch wird deren materielle Zusammensetzung verändert. Die Partikel können somit mehrmals eine Messung durchlaufen oder bei Bedarf mit einem alternativen Verfahren analysiert werden.

7 Erprobung und Bewertung

7.1 Festlegung der Entwicklungsschwerpunkte

Zum Nachweis der Eignung des entwickelten Verfahrens zur vollständigen Bestimmung des Schädigungspotenzials von Partikeln müssen mit dem Versuchsaufbau Testversuche entsprechend des Methodikschemas durchgeführt werden. Ziel dieser Untersuchungen ist zu überprüfen, inwieweit das realisierte Verfahren die Anforderungen zur Materialklassifizierung sowie zur Bestimmung der Größe und Anzahl von Restschmutzpartikeln unter praxisähnlichen Bedingungen erfüllt. Da sich die Methode in drei Abschnitte unterteilt (s. Abbildung 6-11), werden folgende Verfahrensschritte separat untersucht:

- Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl
- Differenzierung lumineszierender und nicht lumineszierender Partikel
- Materialklassifizierung der lumineszierenden Partikel

Entsprechend den Anforderungen müssen mit dem Verfahren Partikel ab einer Größe von 5 µm detektiert und deren Größenklasse bestimmt werden können. Zusätzlich müssen Partikel ab einer Größe von 50µm in die zugehörige Materialklasse eingeteilt werden.

7.2 Entwicklung des Testprogramms

7.2.1 Auswahl von Testpartikeln

Zur Durchführung der Versuchsreihen müssen Analysefilter gezielt mit Partikeln kontaminiert werden. Hierzu werden praxistypische Testpartikel entsprechend der relevanten Materialien und Größen (vgl. Kapitel 3.2) ausgewählt, welche anschließend auf die mit Gold beschichtete Polycarbonatfilter aufgebracht werden.

Zur Überprüfung und Kalibrierung von Partikelmessgeräten in der Reinraumtechnik existieren standardisierte Kalibrierpartikel in definierten Größenbereichen. Dabei handelt es sich zum Einen um mineralische Teststäube mit definierter Größenverteilung sowie um monodisperse Latex-Kugeln bekannter Größenvarianz /ISO 12103-1, ISO 11171/. Die Verwendung der Teststäube ist jedoch nicht geeignet, da zur Überprüfung des entwickelten Verfahrens Partikel bis zu mehreren 100 µm Größe klassifiziert werden müssen. Der Teststaub mit den größten Partikeln (ISO CTD – Coarse Test Dust) besteht hingegen aus Staub einer definierten Größenverteilung bis lediglich maximal 150 µm. Latexpartikel sind zwar bis zu einer Größe von etwa 300 µm erhältlich, allerdings sind diese Partikel ideal rund und repräsentieren nicht die in der Fertigung der Automobilindustrie vorkommenden Partikelformen (s. Abbildung 7-1). Darüber hinaus decken diese Kalibrierpartikel nur einen geringen Teil der zu betrachtenden Materialien ab.

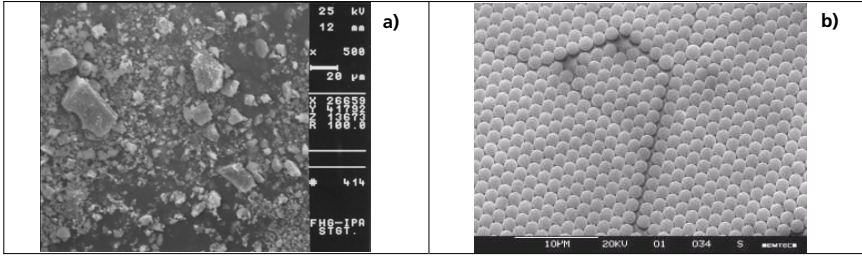


Abbildung 7-1: REM-EDX Aufnahmen käuflich erhältlicher Kalibrierpartikel
a) polydisperser Medium-Test-Dust (MTD) nach ISO 12103-1
b) monodisperse Latexpartikel der Größe 1,6 µm /BS 2009/

Um möglichst praxisnahe Testbedingungen zu generieren, müssen daher für die Testreihen Partikelproben entsprechend ihrer Entstehung bzw. Herkunft in der Automobilindustrie hergestellt oder dort entnommen werden.

Repräsentative **Metall- und Kunststoffpartikel** wurden durch mechanisches Bearbeiten (Feilen, Fräsen und Drehen) von sauberkeitskritischen Automobilkomponenten erzeugt. Typische **Mineralien und Keramiken** wurden von Anwendern von Strahl-, Polier- und Läpp-Prozessen, Herstellern von Schleif- und Honwerkzeugen sowie von Gießereien zur Verfügung gestellt. **Organische Fasern und Partikel** wurden aus Kleidungsstücken und von Testpersonen entnommen sowie durch Kartonageabrieb hergestellt.

Diese Vorgehensweise soll gewährleisten, dass die Testexperimente so praxisnah wie möglich durchgeführt werden. Tabelle 7-1 listet die erzeugten Partikelproben und Fasern entsprechend ihrer zugehörigen Materialklasse auf.

Materialklasse	Partikelmaterial	Partikelgrößenbereich
#1	Edelstahl, unlegierter Stahl, Messing, Aluminium, Kupfer	wenige µm bis mehrere 100 µm Größe
#2	Normalkorund weiß, Normalkorund braun, Halbedelkorund, Edelkorund, Rubinkorund, Al ₂ O ₃ , SiC grün, SiC schwarz, SiC grau, diverse keramische Schleif- und Polierpartikel, Gussand, Diamant, CBN	
#3	Schafwolle, Baumwolle, Seide, Polyester, Polyacryl, menschliche Haare, PE, PP, PVC, PMMA, PPSU, PS, PC, Zellulose, Holz	

Tabelle 7-1: Liste der ausgewählten Partikelsorten für Testversuche

7.2.2 Erstellung von Testanalysefiltern

Zur Erstellung der Testanalysefilter werden die Partikel im trockenen Zustand entsprechend dem gewünschten Größen- bzw. Sortenverhältnis einem Erlenmeierkolben zugegeben. Anschließend wird der Erlenmeierkolben mit einem Wasser-/Alkoholgemisch im Verhältnis 2:3 aufgefüllt. Um unerwünschte Partikelkolloide zu zerschlagen, wird der Kolben in ein Ultraschallbecken eingetaucht und das Flüssigkeits-/Partikelgemisch durch Behandlung mit einem Vortex-Rüttler suspendiert.

Über einen Filtrationsschritt werden die Partikel von der Flüssigkeit auf das Analysefilter übertragen. Das Filter wird hierzu in eine Nutsche eingespannt und die Flüssigkeit über Vakuum durch die Poren der Membran gesaugt. Partikel, welche größer als die Porengröße sind, bleiben dabei auf der Membran zurück. Nach Beendigung des Filtrationsschritts wird die Membran im Ofen getrocknet und in Petrischalen verpackt.

Um eine Einzelpartikeldetektion gewährleisten zu können, müssen die Partikel vereinzelt auf der Filtermembran vorliegen. Überlappen sich die Partikel, können sie nicht mehr selektiv erfasst, vermessen und klassifiziert werden. Um dies zu verhindern, darf die Gesamtpartikelmenge einen bestimmten Wert nicht überschreiten. In Vorversuchen hat sich gezeigt, dass eine maximale Gesamtmasse von 1 mg für mineralische und metallische Partikel praktikabel ist. Organische Partikel dürfen eine Gesamtmasse von 0,5 mg pro Filtermembran nicht überschreiten. Die Partikelmenge wird jeweils vor der Suspendierung mit einer Mikrowaage abgewogen.

7.3 Experimente und Ergebnisse

7.3.1 Ablauf des Testprogrammes

Entsprechend der einzelnen Messabschnitte aus Abbildung 6-11 unterteilen sich die Untersuchungen wie folgt in drei voneinander unabhängige Experimente:

- Überprüfung der Größen- und Anzahlbestimmung nach VDA-Band 19 anhand von Grauwertbildern mit VIS-Beleuchtung (**Kapitel 7.3.2**)

An Testmembranen mit Partikeln bekannter Größenfraktionen derselben Partikelsorte wird zunächst die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl überprüft. Die Partikelwerte pro Größenklasse werden ermittelt und mit den vorgegebenen Größen verglichen. Zusätzlich erfolgen Vergleichsmessungen mit einem etablierten Messsystem zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl auf Analysefiltern.

- Test der Differenzierung lumineszierender und nicht lumineszierender Partikel anhand von Grauwertbildern mit UV-Beleuchtung (**Kapitel 7.3.3**)

Für die Tests zur Differenzierung der lumineszierenden und nicht lumineszierenden Partikel wird die Partikelgröße und -anzahl mit reinen Partikelsorten bei VIS und UV-Beleuchtung bestimmt. Die Bewertung der Selektierung der lumineszierenden und nicht lumineszierenden Partikel erfolgt anhand des Vergleichs der Partikelwerte.

- Verifizierung der Zuordnung der lumineszierenden Partikel zur jeweils korrekten Materialklasse anhand charakteristischer Spektren-Kennwerte (**Kapitel 7.3.4**)

Zur Verifizierung der Zuordnung der lumineszierenden Partikel werden auf den zuvor hergestellten Testanalysefiltern willkürlich Partikel angefahren und deren Lumineszenzspektren ermittelt. Anhand der Spektren-Kennwerte werden diese Partikel der jeweiligen Materialklasse zugewiesen und mit der tatsächlichen Materialklasse verglichen.

7.3.2 Überprüfung der Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl

- Überprüfung der Partikelgrößenverteilung

SiC-Partikel werden zur Herstellung von Schleifwerkzeugen eingesetzt und sind in sog. FEPA F Mesh-Korngrößen erhältlich. Diese Kennzahl beschreibt die Anzahl der Maschen eines Siebgitters pro Zoll (2,54cm), mit dem die Partikel fraktioniert wurden /FEPA 2006/. Je größer die Kennzahl, desto feiner die Maschen und dementsprechend die Korngröße.

Zur Überprüfung der Partikelgrößenbestimmung wird jeweils ein Analysefilter mit SiC-Partikeln einer Korngrößen entsprechend Tabelle 7-2 kontaminiert.

Filternummer	Partikelmaterial	Mesh (FEPA F)	mittlere Korngröße [µm]
#1	SiC grau	F800	6,5
#2	SiC grau	F230	53
#3	SiC grau	F60	260

Tabelle 7-2: Material und Korngröße für die Tests zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl

Nach der Filterherstellung wird die Partikelgröße und -anzahl mit dem Versuchsaufbau ermittelt und mit den tatsächlichen Korngrößen entsprechend FEPA F verglichen.

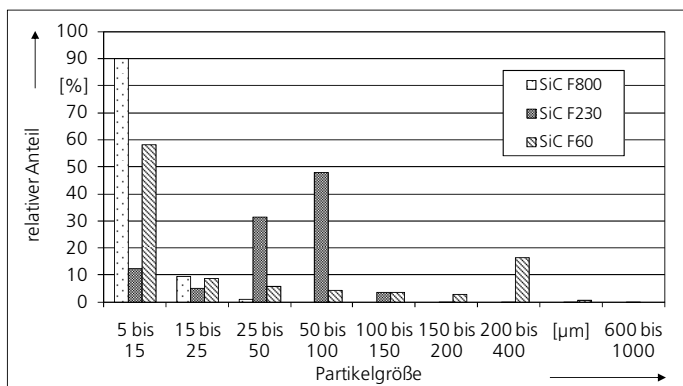


Abbildung 7-2: Gemessene Partikelgrößenverteilung der mit SiC kontaminierten Filter mit dem Versuchsaufbau

Wie aus Abbildung 7-2 ersichtlich, werden die Partikel der F800 Fraktion (6,5 µm) fast ausschließlich der angegebenen Korngröße zugeordnet. 90 % der detektierten und analysierten Partikel befinden sich im Größenbereich 5 – 15 µm. Die Zählergebnisse in der Größenklasse 15 – 25 µm können aus Überlagerung einzelner Partikel auf dem Analysefilter herrühren (Koinzidenz).

Die Partikel der F230 Fraktion (53 µm) wurden lediglich zu knapp 50 % in die richtige Größenklasse eingruppiert. Etwa 1/3 wurde der Klasse 25 – 50 µm zugeordnet. Da die

mittlere Größe dieser Partikel jedoch nahe der Größenklassengrenze von 50 μm liegt und die verwendeten Schleifpartikel eine natürliche Streuung um den angegebenen Wert aufweisen, wird diese Einteilung ebenfalls als korrekt betrachtet. Somit werden ca. 80 % der Partikel der richtigen Größenklasse zugewiesen. Die Werte in den kleineren Klassen (s. Abbildung 7-2) lassen vermuten, dass die verwendete SiC-Partikelfraktion Verunreinigungen kleiner Partikel aufweist. Die wenigen Zählergebnisse in der größeren Klasse weisen dahingegen auf eine mögliche Partikelüberlagerung hin.

Die Partikel der F60 Fraktion (260 μm) werden nur teilweise in die richtige Größenklasse eingruppiert (< 20 %). Auffallend ist, dass sich über 50 % der detektierten Partikel in der Größenklasse 5 -15 μm befinden. Diese Fehlklassifizierung kann weder durch zufällige noch durch systematische Fehler erklärt werden. Um zu überprüfen, ob diese Werte durch Verunreinigungen mit kleineren Partikeln herrühren können, wurde eine REM-Aufnahme eines Partikels dieser Fraktion durchgeführt. Diese ergab, dass die F60 Partikel eine Vielzahl an kleinen Partikeln auf deren Oberflächen aufweisen (s. Abbildung 7-3). Durch die Suspendierung und Beaufschlagung mit Ultraschall werden diese Verunreinigungen abgelöst und als einzelne Partikel mit auf die Membran übertragen.

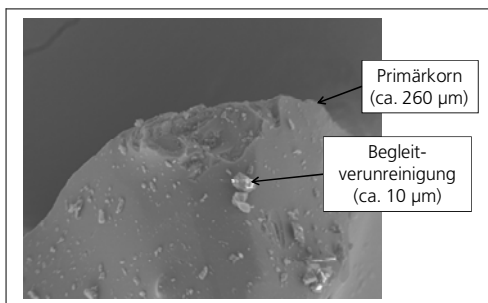


Abbildung 7-3: REM Aufnahme eines SiC Partikel der Korngröße F60 μm

Aufgrund dieser Tatsache können keine Aussagen zur Klassifizierungsgenauigkeit unter Verwendung dieser Partikelgrößenfraktion gemacht werden. Da zu erwarten ist, dass größere Partikelfraktionen ebenfalls kleinere Fremdpartikel aufweisen, wird die Versuchsreihe nicht weiter durchgeführt.

Um eine zusätzliche Beurteilung der Größen- und Anzahlbestimmung der Partikel mit dem Versuchsaufbau durchführen zu können, werden Vergleichsanalysen mit einem etablierten Filterauszählmikroskop durchgeführt. Hierzu wird ein Stereomikroskop SZX9 der Fa. Olympus mit der Partikelanalysesoftware PicEd Cora der Fa. Jomesa eingesetzt. Dieses Messgerät ist speziell für die Anwendung entwickelt worden, die Größe und Anzahl von Partikeln auf Analysefiltern zum Zwecke der Bauteilsauberkeitsprüfung nach VDA-Band 19 zu analysieren und stellt den derzeitigen Stand der Technik dar.

Verwendet wird ein Testanalysefilter, welches mit Partikeln der Körnung F800 und F230 kontaminiert wurde. Auf die Verwendung der Körnung F60 wurde aufgrund der hohen Begleitverunreinigung verzichtet. Die Partikel auf dem Testanalysefilter werden zunächst

mit dem Versuchsaufbau bestimmt. Danach werden die Partikel für die Vergleichsmessung von der Polycarbonatmembran in den Erlenmeierkolben zurück gespült, über eine Zellulosenitratmembran abfiltriert und mit dem Vergleichssystem analysiert.

Die mit dem Versuchsaufbau und mit dem Vergleichssystem ermittelte Partikelgrößenverteilungen sind in Abbildung 7-4 gegenübergestellt. Grundsätzlich ist zu erkennen, dass die beiden Messergebnisse eine ähnliche Größenverteilung aufweisen, vor allem unter Berücksichtigung, dass eine Veränderung der Probe – z. B. durch Partikelverlust bei der Umpräparation – nicht ausgeschlossen werden kann. Des Weiteren ist deutlich ersichtlich, dass mit dem Versuchsaufbau in den Größenklassen 5 – 15 µm sowie 50 – 100 µm, welche den vorgegebenen Korngrößen entsprechen, mehr Partikel erfasst wurden als mit dem Vergleichssystem. Dies lässt darauf schließen, dass die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mit dem Versuchsaufbau in diesen Partikelgrößenklassen sogar genauer ist als mit dem Vergleichssystem.

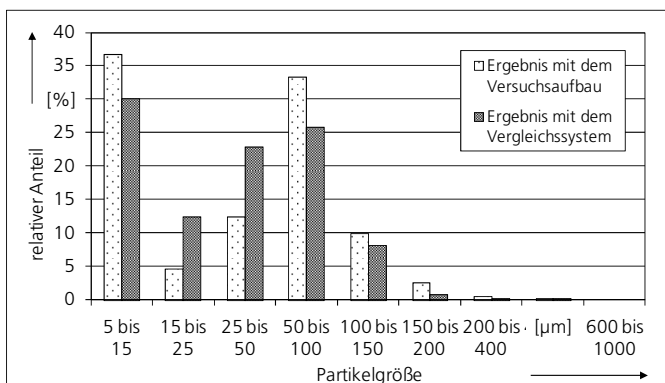


Abbildung 7-4: Vergleich der Partikelwerte pro Größenklasse des Jomesa-Systems mit dem Versuchsaufbau

• Überprüfung Reproduzierbarkeit

Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung wird entsprechend VDA-Band 19 als normkonform angesehen, wenn die gemessenen Partikelwerte höchstens 10 % vom realen Wert abweichen. Dies setzt voraus, dass weder eine relevante systematische Abweichung, noch eine zufällige Streuung der Messwerte vom realen Wert vorliegt. Anhand der vorherigen Versuche konnte nachgewiesen werden, dass die Messwerte den vorgegebenen Partikelgrößen entsprechen und somit kein systematischer Messfehler vorliegt. Im weiteren Schritt wird die zufällige Streuung ermittelt. Diese muss unter 10 % liegen, damit eine normkonforme Messung vorliegt.

Zur Überprüfung der Streuung bzw. der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wird eine Membran mit SiC-Partikeln kontaminiert und die Partikelgröße und -anzahl zehn Mal nacheinander analysiert. Anhand dieser Messungen wird der 95 %-Vertrauensbereich ermittelt, ausgehend von der Student-t Verteilung. Ist die zufällige Streuung mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % kleiner als 10 %, so kann diese vernachlässigt werden.

Messung	Partikelgrößenklasse [µm]									
	5 – 15	15 – 25	25 – 50	50 – 100	100 – 150	150 – 200	200 – 400	400 – 600	600 – 1000	> 1000
#1	1061	2789	3903	800	210	131	15	4	0	0
#2	1065	2815	3934	785	206	128	15	4	0	0
#3	1093	2794	3932	785	203	128	15	4	0	0
#4	1071	2791	3932	796	200	127	15	4	0	0
#5	1056	2790	3952	788	197	129	15	4	0	0
#6	1070	2774	3951	795	199	125	15	4	0	0
#7	1078	2793	3948	790	198	126	15	4	0	0
#8	1057	2808	3947	789	203	124	15	4	0	0
#9	1083	2805	3934	794	199	125	15	4	0	0
#10	1006	2650	3850	817	221	138	16	4	0	0

Tabelle 7-3: Partikelwerte pro Größenklassen der zehn Wiederholungsmessungen

Anhand der zehn Wiederholungsmessungen ($n = 10$) wird für jede Partikelklasse der Mittelwert \bar{x} und darauf aufbauen die Varianz s^2 und Standardabweichung s berechnet:

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2 \quad \text{Formel 7-1}$$

Der obere (x_o) und untere (x_u) Vertrauensbereich ergeben sich zu:

$$x_{o/u} = \bar{x} \pm t \left(1 - \frac{\alpha}{2}\right) \frac{s}{\sqrt{n}} \quad \text{Formel 7-2}$$

mit $t(1 - \alpha/2)$ als dem Student-t Quantil und der erlaubten Abweichung α von 5%. Das Student-t Quantil beträgt bei einem $\alpha=5\%$ und 10 Wiederholungsmessungen 2,228.

Statistische Kenngröße	Partikelgrößenklasse [µm]									
	5 – 15	15 – 25	25 – 50	50 – 100	100 – 150	150 – 200	200 – 400	400 – 600	600 – 1000	> 1000
\bar{x}	1064	2780	3931	793	203	128	15,1	4	0	0
s^2	552	2249	973	90	54	17	0,1	0	0	0
s	24	47	31	10	7	4	0,3	0	0	0
x_o	1081	2814	3954	800	208	131	15,3	x	x	x
x_u	1047	2746	3909	786	198	125	14,9	x	x	x

Tabelle 7-4: Statistische Kennwerte pro Größenklassen, berechnet anhand der zehn Wiederholungsmessungen

Die aus den Messwerten berechneten statistischen Kenngrößen für jede Größenklasse sind in Tabelle 7-4 aufgelistet. Von besonderem Interesse sind der obere (x_o) und untere (x_u) Vertrauensbereich, da diese Kenngrößen angeben, in welchem Bereich die Messwerte mit einer Wahrscheinlichkeit von 95% maximal streuen.

Die Grenzen des 95 %-Vertrauensbereichs weichen für die Partikelgrößenklassen < 200 µm maximal um 2–3 % vom Mittelwert ab. Bei der Größenklasse 200–400 µm ist die Abweichung ebenfalls vernachlässigbar (< 2 %). Da in der Größenklasse 400–600 µm weniger als 10 Partikel detektiert wurden, kann für diese Klasse keine statistisch sinnvolle Berechnung durchgeführt werden.

Fazit Bestimmung Partikelgröße und -anzahl: Anhand der Versuche mit definierten Korngrößen und den Vergleichsmessungen mit einem etablierten Partikelanalyzesystem konnte nachgewiesen werden, dass keine systematische Abweichung zwischen realem und tatsächlich bestimmtem Messwert vorliegt. Anhand der Wiederholungsmessungen konnte zudem gezeigt werden, dass die zufällige Messwertabweichung mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % höchstens 3 % beträgt. Die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl mit dem Versuchsaufbau ist somit als normkonform zu betrachten.

7.3.3 Überprüfung der Differenzierung lumineszierender und nicht lumineszierender Partikel

Zur Überprüfung der Vorselektierung der lumineszierenden (Materialklassen #2 und #3) und nicht lumineszierenden Partikel (Materialklasse #1), wird nochmals der in Kapitel 7.3.2 beschriebene Analyseablauf durchgeführt. Zusätzlich zur Bestimmung der Größe und Anzahl der Partikel mit VIS-Beleuchtung wird dieser Schritt an jedem Testanalysefilter mit UV-Beleuchtung wiederholt. Eine Gegenüberstellung der erfassten Partikelanzahl mit VIS-Beleuchtung und der erfassten Partikelanzahl mit UV-Beleuchtung macht deutlich, ob es sich um lumineszierende oder nicht lumineszierende Partikel handelt. In den Abbildung 7-5 bis Abbildung 7-7 ist die optische Differenzierung lumineszierender und nicht lumineszierender Partikel für je ein Beispiel pro Materialklasse (keramische Polierpartikel, Seidepartikel und Edelstahlpartikel) anhand des Vergleichs der Partikelerfassung mit VIS-Beleuchtung und UV-Beleuchtung dargestellt. In der linken Spalte ist das Grauwertbild zu sehen, in der rechten Spalte das erzeugte Binärbild.

Die **keramischen Partikel** (Materialklasse #2) in Abbildung 7-5 werden sowohl mit VIS-, als auch mit UV-Beleuchtung ausreichend hell auf dem CCD-Sensor abgebildet, um nach der Binarisierung mit den Schwellenwerten entsprechend Kapitel 6.1.2 erfasst zu werden. Es werden somit bei beiden Beleuchtungsarten jeweils vier Partikel detektiert.

Die Aufnahmen mit den **Seidepartikeln** (Materialklasse #3) in Abbildung 7-6 zeigen, dass es sich auch hier um lumineszierende Partikel handelt. Mit beiden Beleuchtungsarten werden zwei Partikel detektiert. Da dieses Material sehr stark lumineszenzaktiv ist, werden die Seidepartikel bei UV-Beleuchtung größer auf dem Sensor abgebildet als mit VIS-Beleuchtung. Da die Partikelabbildung bei UV-Beleuchtung lediglich der Erfassung und Lokalisierung lumineszierender Partikel dient und nicht der Bestimmung der Partikelgröße, ist diese überstrahlte Abbildung nicht relevant.

Die **Edelstahlpartikel** (Materialklasse #1) in Abbildung 7-7 lumineszieren hingegen nicht und können bei UV-Beleuchtung nicht erfasst werden. Mit VIS-Beleuchtung hingegen werden zwei Partikel detektiert.

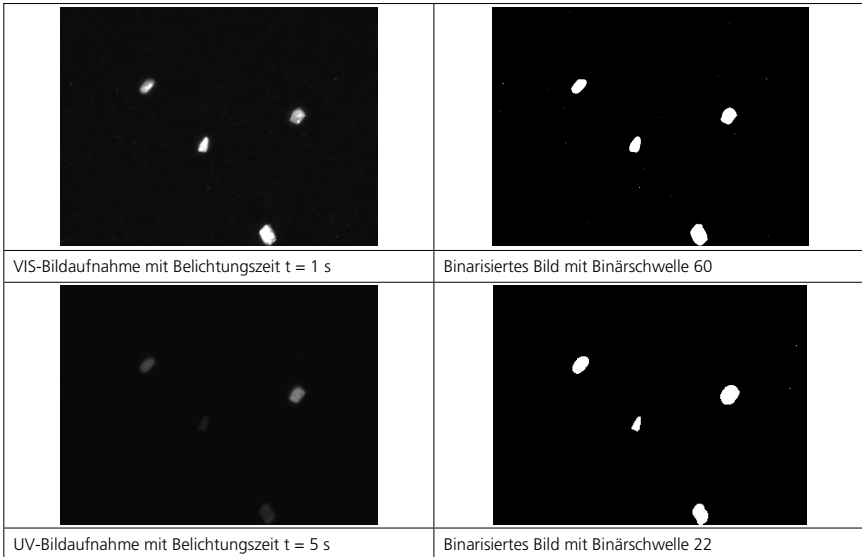


Abbildung 7-5: Bildaufnahme und Binärbild zur Analyse der Größe und Anzahl von keramischen Partikeln (Materialklasse #2) mit unterschiedlichen Beleuchtungsarten

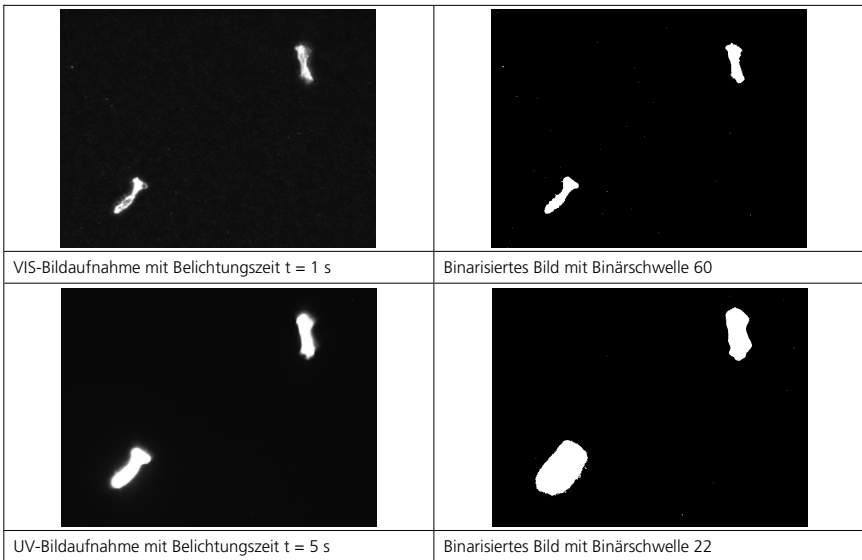


Abbildung 7-6: Bildaufnahme und Binärbild zur Analyse der Größe und Anzahl von Seidepartikel (Materialklasse #3) mit unterschiedlichen Beleuchtungsarten

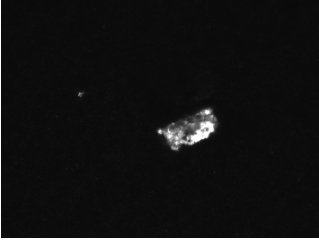
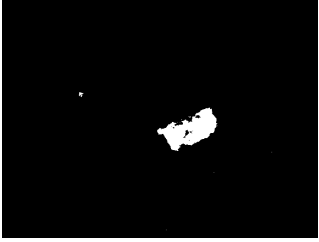

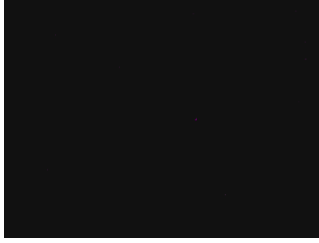
	
VIS-Bildaufnahme mit Belichtungszeit $t = 1 \text{ s}$	Binarisiertes Bild mit Binärschwelle 60
	
UV-Bildaufnahme mit Belichtungszeit $t = 5 \text{ s}$	Binarisiertes Bild mit Binärschwelle 22

Abbildung 7-7: Bildaufnahme und Binärbild zur Analyse der Größe und Anzahl von Edelstahl (Materialklasse #1) mit unterschiedlichen Beleuchtungsarten

In Abbildung 7-8 sind die erfassten Partikelwerte der drei Materialien bei VIS- und UV-Beleuchtung nach Scannen der gesamten Filtermembran in Form von Balkendiagrammen dargestellt. Da kleinere Partikel nicht anhand ihres Materials klassifiziert werden müssen, beginnen die Diagramme bei einer Größe von $50 \mu\text{m}$.

Zur Beurteilung der Eignung der Lumineszenzbildaufnahmen zur Selektierung der lumineszierenden und nicht lumineszierenden Partikel, müssen die Partikelwerte der jeweiligen Materialien bei VIS- und UV-Beleuchtung miteinander verglichen werden. Die Partikelwerte der Materialklassen #2 und #3 müssen bei VIS-Beleuchtung den Werten bei UV-Beleuchtung entsprechen. Da Partikel je nach Lumineszenzintensität bei Anregung mit UV-Licht jedoch auch kleiner oder größer auf dem Sensor abgebildet werden als mit VIS-Beleuchtung (s. Abbildung 7-6), gibt der nominale Vergleich der Partikelwerte pro Größenklasse lediglich einen ersten Anhaltspunkt über deren Lumineszenzverhalten. Zusätzlich ist der Vergleich der Summe der Partikel aller Größenklassen je Material mit VIS- und UV-Beleuchtung von Bedeutung.

Die Werte bei Untersuchung der **keramischen Partikel** (s. Abbildung 7-8 a) ergeben, dass diese Partikel gesichert lumineszieren und anhand von Lumineszenzbildern erfasst werden können. Abgesehen von der Größenklasse $50 - 100 \mu\text{m}$ stimmen die Partikelwerte der detektierten Partikel bei VIS- und UV-Beleuchtung nominal sehr gut überein. Die hohen Partikelwerte zwischen 50 und $100 \mu\text{m}$ deuten darauf hin, dass kleinere Partikel stark lumineszieren und daher größer abgebildet werden als bei VIS-Beleuchtung.

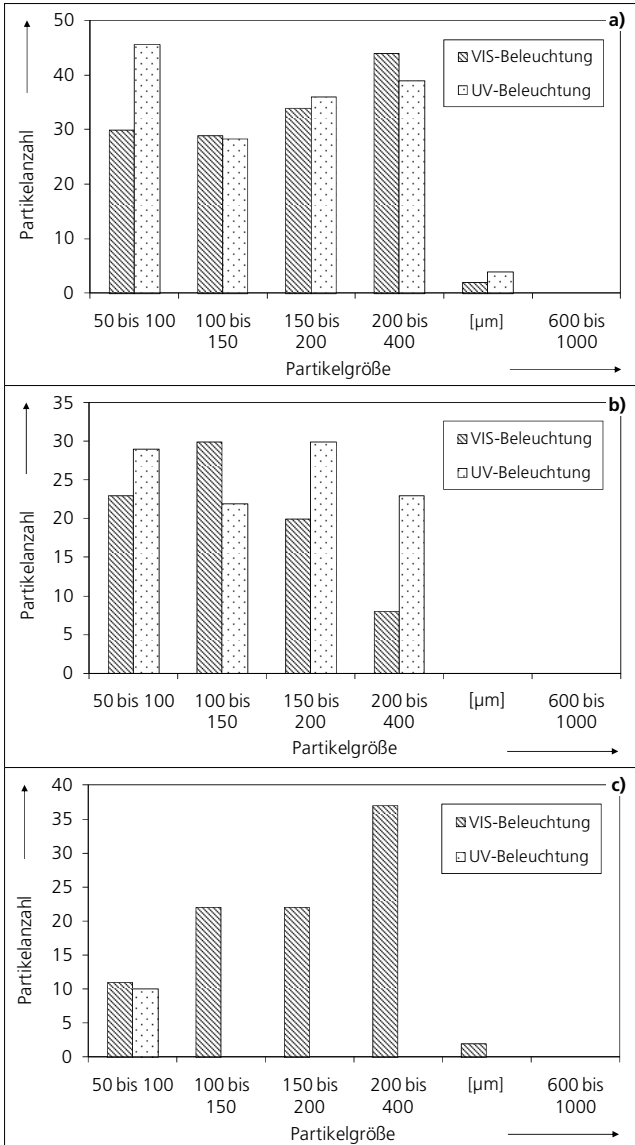


Abbildung 7-8: Detektierte Partikel mit VIS- und UV-Beleuchtung in Abhängigkeit der Partikelgröße
 a) Keramikpartikel (Materialklasse #2)
 b) Seidepartikel (Materialklasse #3)
 c) Edelstahlpartikel (Materialklasse #1)

Die Partikel aus **Seide** werden ebenfalls gesichert über die Lumineszenzbildaufnahme erfasst und so den lumineszierenden Materialklassen zugeordnet (s. Abbildung 7-8 b). Die starke Lumineszenz dieses Materials ist daran zu erkennen, dass die Partikel deutlich größer abgebildet als es deren tatsächlicher Größe entspricht. Da dies auch für Partikel < 50 µm zutrifft, werden mit UV-Beleuchtung somit insgesamt mehr Partikel detektiert als mit VIS-Beleuchtung.

Bei der Untersuchung der Partikel aus **Edelstahl** (s. Abbildung 7-8 c) wurden, mit Ausnahme der kleinsten Größenklasse von 50-100µm, keine Partikel bei UV-Beleuchtung gefunden. Daraus leitet sich ab, dass diese Partikel über die Lumineszenzbildaufnahme eindeutig der Materialklasse #1 zugeordnet werden. Da ausschließlich kleine lumineszierende Partikel detektiert wurden, ist zu vermuten, dass es sich um Verunreinigungen von Partikeln anderer Materialien handelt, welche bei der Herstellung und Handhabung der Probe (z.B. Feilen und Filtration) erzeugt oder eingetragen wurden.

In Tabelle 7-5 bis Tabelle 7-7 sind die gemessenen Partikelwerte mit VIS- und UV-Beleuchtung der weiteren relevanten Partikelsorten getrennt nach Materialklassen aufgelistet. Dargestellt sind jeweils die nominalen Partikelwerte je Größenklasse ab 50 µm sowie die gesamte erfasste Partikelanzahl.

Material	Licht	Partikelgrößenklasse [µm]							Σ
		50 – 100	100 – 150	150 – 200	200 – 400	400 – 600	600 – 1000	> 1000	
Edelstahl	VIS	11	22	22	37	2	0	0	94
	UV	10	0	0	0	0	0	0	10
Messing	VIS	238	151	103	228	69	15	0	804
	UV	47	8	2	0	0	0	0	57
Aluminium	VIS	2	7	9	25	1	0	0	44
	UV	7	0	0	0	0	0	0	7
Kupfer	VIS	27	58	70	38	2	0	0	195
	UV	5	0	0	0	0	0	0	5

Tabelle 7-5: Messwerte der Materialklasse #1, gemessen mit VIS- und UV-Beleuchtung

Anhand Tabelle 7-5 ist deutlich zu erkennen, dass auch die weiteren untersuchten Partikel der **Materialklasse #1** keine Lumineszenz aufweisen. Es werden zwar lumineszierende Partikel im Größenbereich 50 - 100 µm und vereinzelt auch größere Partikel erfasst (bei Messing), im Gegensatz zu den absoluten Werten sind diese jedoch sehr gering. Darüber hinaus ist zu vermuten, dass es sich dabei um Verunreinigungen handelt, welche bei der Partikelherstellung und anschließender manueller Präparation der Testanalysefilter mit eingebracht wurden.

Sämtliche untersuchten Partikel der **Materialklasse #3** weisen hingegen eine intensive Lumineszenz auf (s. Tabelle 7-6). Dies ist an den teilweise deutlich höheren Partikelwerten pro Größenklasse bei UV-Beleuchtungen gegenüber VIS-Beleuchtung abzuleiten.

Beispiele für eine extreme Lumineszenzintensität der untersuchten Materialien sind neben Seide Polyamid und Baumwolle. Auch die Summe aller mit UV-Beleuchtung erfassten Partikel pro Material stimmt entweder mit der Anzahl bei VIS-Beleuchtung überein oder übersteigt diese. Einzige Ausnahme ist Holz.

		Partikelgrößenklasse [µm]							
Material	Licht	50 – 100	100 – 150	150 – 200	200 – 400	400 – 600	600 – 1000	> 1000	Σ
Schafwolle	VIS	16	9	9	30	1	0	0	65
	UV	46	14	8	42	4	0	0	114
Baumwolle	VIS	11	23	16	13	0	0	0	63
	UV	25	16	9	30	5	0	0	85
Seide	VIS	23	30	20	8	0	0	0	81
	UV	29	22	30	23	0	0	0	104
Polyester	VIS	15	12	20	28	0	0	0	75
	UV	13	6	3	13	16	21	0	72
menschl. Haare	VIS	22	2	5	1	0	0	0	30
	UV	14	8	5	4	0	0	0	31
PS	VIS	6	1	4	15	13	4	0	43
	UV	11	0	5	16	9	4	0	45
PA	VIS	19	19	27	38	0	0	0	103
	UV	41	36	35	70	2	0	0	184
PVC	VIS	27	9	7	39	30	29	0	141
	UV	43	9	10	38	29	36	0	165
PE-LD	VIS	10	12	12	74	36	7	0	151
	UV	25	21	12	71	30	4	0	163
PPSU	VIS	41	26	15	52	30	1	0	165
	UV	42	12	12	40	41	9	0	156
PC	VIS	8	3	2	12	8	2	0	35
	UV	14	6	3	9	11	2	0	45
Holz	VIS	316	156	44	83	31	10	0	640
	UV	252	60	22	40	36	18	0	428
Kartonage	VIS	17	5	4	13	6	9	0	54
	UV	27	3	6	12	9	12	0	69

Tabelle 7-6: Messwerte der Materialklasse #3, gemessen mit VIS- und UV-Beleuchtung

Der Vergleich der Werte der Partikel der **Materialklasse #2** bei UV- und VIS-Beleuchtung zeigt, dass auch diese Materialien eindeutig lumineszieren (s. Tabelle 7-7). Allerdings ist die Lumineszenzintensität, mit Ausnahme des Rubinkorunds, etwas geringer als bei den organischen Materialien. Wird die Summe der Partikel über alle Klassen pro Material betrachtet, stimmen die Werte mehrheitlich überein.

Geringere Partikelwerte (50 bis 60 % gegenüber VIS-Beleuchtung) sind bei SiC grün, AlZrO₂ und dem Edelkorund zu erkennen. Wobei davon ausgegangen werden kann, dass einige Partikel aus diesen Materialien aufgrund einer geringen Lumineszenzintensität bei UV-Beleuchtung zwar erfasst, aber zu den Größenklassen < 50 µm gezählt werden. Diese Partikel werden trotzdem richtig den lumineszierenden Materialien zugeordnet.

		Partikelgrößenklasse [µm]							
Material	Licht	50 – 100	100 – 150	150 – 200	200 – 400	400 – 600	600 – 1000	> 1000	Σ
Keramik #1	VIS	10	6	4	1	30	6	0	57
	UV	20	8	2	1	31	6	0	68
Keramik #2	VIS	30	29	34	44	2	0	0	139
	UV	46	28	36	39	4	0	0	153
Keramik #3	VIS	63	155	33	61	3	0	0	315
	UV	138	107	31	53	2	0	0	331
Normalkorund braun	VIS	13	8	7	32	13	0	0	73
	UV	12	7	9	23	6	1	0	58
Halbedelkorund	VIS	32	47	58	122	6	0	0	265
	UV	60	58	54	69	3	0	0	244
Edelkorund	VIS	252	179	132	267	76	32	0	938
	UV	107	84	108	217	59	30	0	605
Rubinkorund	VIS	141	128	115	94	7	0	0	485
	UV	120	76	70	65	48	37	0	416
AlZrO ₂	VIS	166	139	105	399	56	3	0	868
	UV	73	60	82	229	32	2	0	478
SiC grün	VIS	17	12	9	14	33	2	0	87
	UV	5	5	7	31	0	0	0	48
SiC grau	VIS	104	23	5	2	1	0	0	135
	UV	123	19	3	3	0	0	0	148
CBN	VIS	28	27	71	21	0	0	0	147
	UV	13	3	0	3	3	1	0	23
Diamant	VIS	34	61	159	171	8	0	0	433
	UV	13	10	1	2	0	0	0	26
Gussand	VIS	72	20	14	113	43	5	0	267
	UV	304	28	14	78	48	21	0	493

Tabelle 7-7: Messwerte der Materialklasse #2, gemessen mit VIS- und UV-Beleuchtung

Sehr gering lumineszierende Ausnahmen der Klasse #2 bilden die Diamant- und CBN-Partikel. Bei diesen Materialien ist die Lumineszenzintensität so gering, dass mit UV-Beleuchtung lediglich 5 bzw. 20% der tatsächlich vorhandenen Partikel >50µm zu finden sind. Auch wenn einige Partikel mit UV-Beleuchtung kleiner abgebildet werden und in

den Klassen $< 50 \mu\text{m}$ aufgeführt sind, werden sicher einige CBN- und Diamant-Partikel fälschlicherweise der Materialklasse #1 (Metalle) zugeordnet. Eine Erklärung für die geringe Lumineszenzintensität kann sein, dass es sich bei Diamant und CBN um Partikel für besonders anspruchsvolle Anwendungen handelt, welche aufwändig hergestellt werden. CBN und Diamant müssen spezielle Eigenschaften aufweisen, z. B. extreme Härte und Beständigkeit, was eine hohe Reinheit – und somit fehlende Fremdatome – bedingt. Dadurch findet keine Lumineszenzaktivierung zwischen Valenz- und Leitungsband statt.

Fazit Differenzierung lumineszierender und nicht lumineszierender Partikel: Der Vergleich der Partikelabbildung zwischen Beleuchtung mit VIS- und UV-Beleuchtung zeigt, dass Partikel der Materialklassen #2 und #3 über deren Lumineszenz erfasst werden können. Auch wenn die Abbildung bei UV-Beleuchtung nicht der realen Größe der Partikel entspricht, kann durch die Binarisierung die Position lumineszierender Partikel bestimmt werden. Dahingegen werden die Partikel der Materialklasse #1 optisch ausgeblendet, wodurch diese effektiv selektiert werden.

Nur bedingt anwendbar ist diese Methode zur Materialklassifizierung von CBN- und Diamant-Partikeln. Ein Großteil der untersuchten Partikel konnte nicht von den Metallen selektiert werden. Diese Partikel werden zur Oberflächenbearbeitung von Bauteilen in mechanischen Funktionssystemen eingesetzt, etwa Honen von Zylinderlaufflächen. Da bei diesen Anwendungen jedoch lediglich die mechanischen Materialeigenschaften der Partikel relevant sind, ergibt die falsche Zuordnung von CBN und Diamant zu den Metallen trotzdem eine richtige Aussage bezüglich ihres Schädigungspotenzials.

7.3.4 Überprüfung der Materialklassifizierung mittels Lumineszenzspektren

Zur Überprüfung der Zuordnung der Partikel in die entsprechenden Materialklassen über die Lumineszenzspektren, werden von jedem der Partikelmaterialien aus Tabelle 7-1 Lumineszenzspektren erstellt. Die Materialklassifizierung erfolgt anschließend über die zugehörigen Spektren-Kennwerte maximaler Intensitätswert I , zentrale Wellenlänge ZWL, Halbwertsbreite HBW und Banden-Symmetrie S_{HWB} , indem die ermittelten Kennwerte mit den festgelegten Kennwertbereichen entsprechend Tabelle 6-3 verglichen werden.

- **Absoluter Intensitätswert**

Die Betrachtung des absoluten Intensitätswerts der Spektren dient der weiteren Selektierung der lumineszierenden und nicht lumineszierenden Materialien für den Fall, dass bei der Vorselektion über die Grauwertbildaufnahmen mit UV-Beleuchtung ein Metallpartikel falsch klassifiziert wurde. Dies kann etwa dadurch eintreten, dass ein stark lumineszierendes organisches Partikel ein metallisches Partikel teilweise überstrahlt. Da bei der Spektrenaufnahme das Lumineszenzlicht über eine Blende nur von einem kleinen Bereich aufgenommen wird, trifft nun kein Lumineszenzlicht des benachbarten Partikels in das Spektrometer und das Metallpartikel wird korrekt nachklassifiziert.

Abbildung 7-9 zeigt den maximalen Intensitätswert der Lumineszenzspektren in Abhängigkeit des Materials. Als Grenzwert gilt nach Abzug des Grundrauschens der Intensitätswert 500. Materialien mit Spektren, deren Peaks vor der Normierung keine

Intensitätswerte > 500 aufweisen, werden den Metallen zugeordnet, alle anderen Materialien den lumineszierenden Materialklassen #2 und #3.

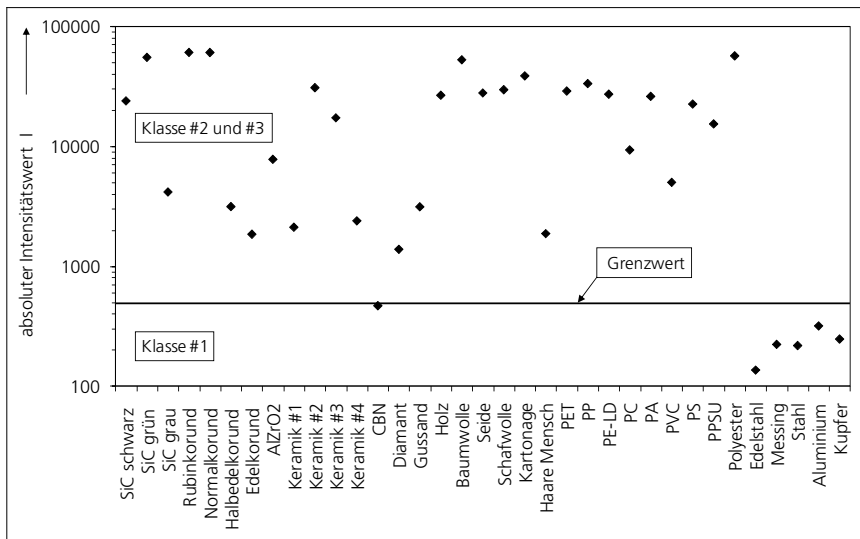


Abbildung 7-9: Differenzierung von lumineszierenden (Materialklasse #2 und #3) und nicht lumineszierenden (Klasse #1) Materialien anhand der maximalen Intensitätswerte

Ergebnis: Die metallischen Partikel werden anhand des festgelegten Grenzwertes eindeutig der Materialklasse #1 zugeordnet. Sämtliche organischen Polymere und Naturstoffe weisen hingegen ein eindeutiges Lumineszenzsignal auf, weshalb diese korrekt den lumineszierenden Klassen zugewiesen werden. Gleiches gilt für die Keramiken und Mineralien. Eine Ausnahme bildet wiederum das CBN, welches wie bei der Vorselektion über Lumineszenz-Bilder zu den Metallen gruppiert wird. Der hier untersuchte Diamant konnten hingegen den lumineszierenden Klassen zugewiesen werden.

- **Zentrale Wellenlänge**

Zur weiteren Differenzierung der lumineszierenden Partikel muss die zentrale Wellenlänge ZWL der Lumineszenzbanden betrachtet werden. Pro Spektrum werden maximal vier Banden betrachtet. Materialien mit ZWL von ausschließlich unterhalb 490nm werden in Materialklasse #3 eingruppiert, Materialien mit ZWL ausschließlich > 500 nm in Materialklasse #2. Werden in einem Spektrum Banden mit ZWL im Übergangs- oder in beiden Bereichen detektiert, so ist eine eindeutige Klassifizierung allein auf Grundlage dieses Spektren-Kennwertes nicht möglich.

Anhand Abbildung 7-10 ist zu erkennen, dass sämtliche untersuchten organischen Materialien nur eine oder maximal zwei Peaks mit ZWL < 490 nm aufweisen. Einzige Ausnahmen bilden PC und PP, die Banden mit ZWL in beiden Kennwertbereichen zeigen.

Gleiches gilt für die vier keramischen Polierpartikel. Ansonsten werden sämtliche weiteren keramischen und mineralischen Materialien eindeutig in Materialklasse #2 eingruppiert.

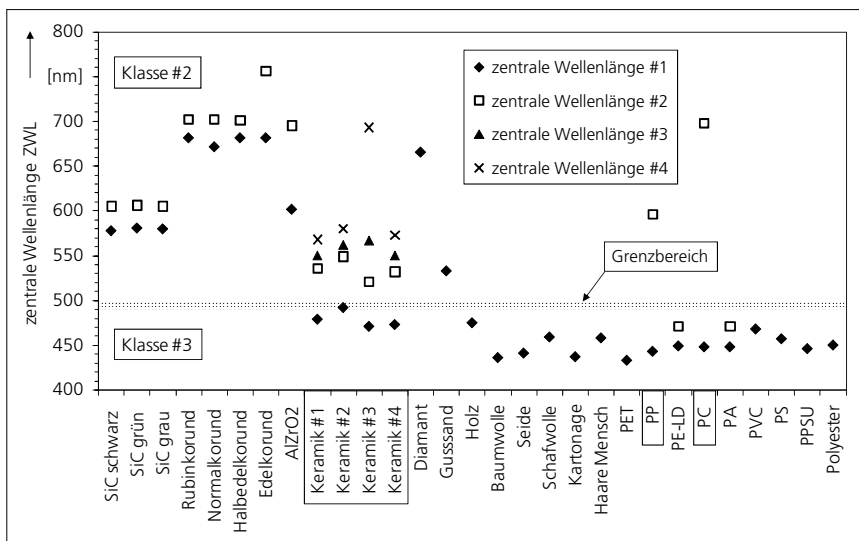


Abbildung 7-10: Differenzierung von Partikeln der Materialklasse #2 und #3 anhand der zentralen Wellenlängen; die schwarz umrandeten Materialien sind auf Grundlage der ZWL nicht eindeutig klassifizierbar

Ergebnis: Die Mehrheit der betrachteten Materialien wird anhand des Spektren-Kennwerts ZWL der korrekten Materialklasse zugeordnet. Nicht eindeutig konnten die keramischen Polierpartikel sowie PP und PC klassifiziert werden. Um diese Materialien zu klassifizieren, müssen die weiteren Kennwerte HWB und S_{HWB} herangezogen werden.

- **Halbwertsbreite HWB und Symmetriewert S_{HWB}**

Spektren mit schmalen ($HWB < 30$ nm) und gleichzeitig symmetrischen ($S_{HWB} < 1,5$) Banden werden der Materialklasse #2 zugeordnet. Spektren, welche ausschließlich breite ($HWB > 40$ nm) oder zu längeren Wellenlängen langsamer abnehmende Banden aufweisen ($S_{HWB} < 1,5$), werden in Materialklasse #3 klassifiziert.

In Abbildung 7-11 und Abbildung 7-12 sind die Halbwertsbreiten HWB und Symmetriewerte S_{HWB} der untersuchten Materialien dargestellt. Die keramischen Materialien, welche über die ZWL nicht klassifiziert werden konnten, erfüllen die Kriterien zur Zuordnung in Materialklasse #2. Die Spektren dieser Materialien weisen schmale Peaks auf, die symmetrisch sind oder hin zu kürzeren Wellenlängen langsamer abnehmen. PC und PP, welche ebenfalls nicht eindeutig über die ZWL klassifiziert werden konnten, zeigen hingegen breite Banden mit $HWB > 50$ nm, die zu längeren Wellenlängen langsam anfallen ($S_{HWB} > 1,5$). Diese werden somit korrekt der Materialklasse #3 zugeordnet.

Die keramischen und organischen Materialien, welche anhand der Halbwertsbreite und des Symmetriewertes nicht klassifizierbar sind (z. B. SiC und Gussand), wurden bereits über die ZWL der richtigen Materialklasse zugeordnet. Dies ist somit zu vernachlässigen.

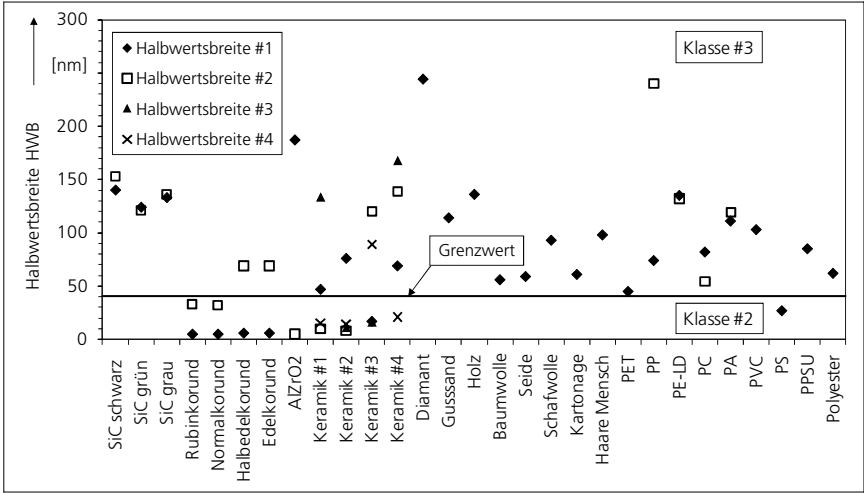


Abbildung 7-11: Differenzierung von Partikeln der Materialklasse #2 und #3 anhand der Halbwertsbreiten HWB

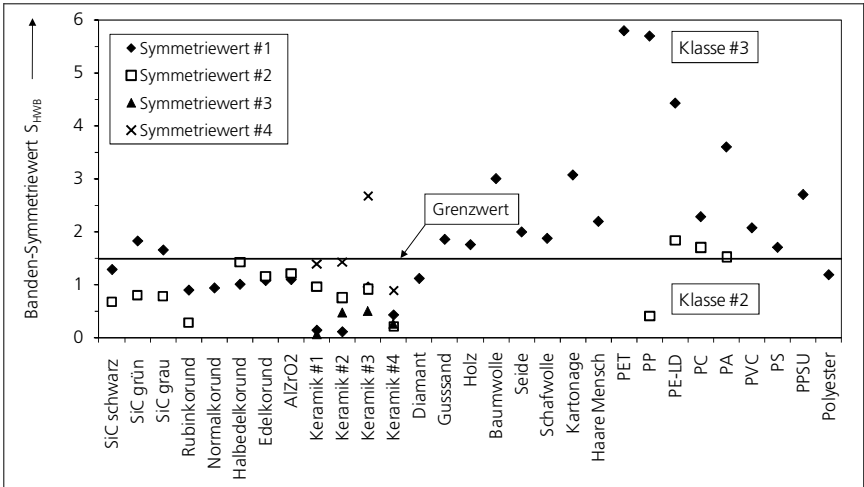


Abbildung 7-12: Differenzierung von Partikeln der Materialklasse #2 und #3 anhand der Symmetriewerte S_{HWB}

Ergebnis: Die Materialien, welche nicht eindeutig über die ZWL klassifiziert wurden, konnten über die Halbwertsbreite und Bandensymmetrie korrekt nachklassifiziert werden.

Fazit Klassifizierung der lumineszierenden Materialien: Die Klassifizierung der lumineszierenden Materialien anhand der erarbeiteten Kennwerte zentrale Wellenlänge ZWL, Halbwertsbreite HWB und Symmetriewert S_{HWB} ist möglich und konnte anhand der untersuchten Materialien nachgewiesen werden. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass die Metalle über die absolute Intensität klassifiziert werden können. Ausnahme bildet bei den hier untersuchten Partikeln wiederum das CBN, welches ein zu geringes Lumineszenzsignal erzeugt und so den Metallen zugeordnet wird.

7.4 Bewertung der Partikelklassifizierung mit dem entwickelten Verfahren

Die Untersuchungsreihen mittels praxisrelevanter Partikelproben haben gezeigt, dass die vollständige Klassifizierung von Partikeln anhand des entwickelten Verfahrens möglich ist. Zusätzlich zur Größe und Anzahl der Partikel wird mit diesem Verfahren über das Lumineszenzsignal die Materialklasse der Partikel bestimmt. Diese einfache Materialklassifizierung ermöglicht eine direkte Aussage der Materialeigenschaften und somit des vollständigen Schädigungspotenzials von Restschmutzpartikeln in der Automobilindustrie.

Entsprechend Stand der Technik müssen derzeit REM-EDX Analysen durchgeführt werden. Diese sind erstens sehr teuer, zweitens liefern sie lediglich die Elementverteilung der Partikel, anhand derer das Partikelschädigungspotenzial und somit die vollständige Beschreibung der Bauteilsauberkeit nur bedingt bestimmt werden kann.

Neben den deutlich geringeren Kosten ist ein weiterer Vorteil des Lumineszenzverfahrens gegenüber der REM-EDX-Analyse dessen direkte und einfache Integrierbarkeit in Lichtmikroskopsysteme. Da bereits mehrere hundert Lichtmikroskope in Prüflaboren der Automobilindustrie zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl im Einsatz sind, eröffnet die Möglichkeit der einfachen Aufrüstung dem Verfahren einen großen Markt. Mit einer technisch einfachen Aufrüstung, die deutlich günstiger ist als die Anschaffung eines REM-EDX-Systems, ist es diesen Labors prinzipiell möglich, genauere Aussagen über das tatsächliche Schädigungspotenzial von Partikeln zu treffen.

Erfasst und vermessen werden mit dem entwickelten Verfahren Partikel ab einer Größe von 5 μm . Die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl erfolgt gemäß VDA-Band 19 und entsprechend normkonform. Partikel ab 50 μm werden in Materialklassen eingeteilt.

Die Messzeit liegt im Bereich einer REM-EDX-Analyse (< 4 h). Des Weiteren ist kein manueller Präparationsschritt für die Analyse notwendig. Diese lässt sich komplett automatisieren, weshalb das Einlegen des Analysefilters in den Versuchsaufbau den einzigen manuellen Arbeitsschritt darstellt. Durch Kapselung der Anlage und Ausstattung mit einem Reinluftgebläse (Filter-Fan-Unit) wird gewährleistet, dass auch bei Bestimmung der Partikel ab 5 μm keine Verfälschung durch Partikeleintrag aus der Umgebung stattfindet.

Da das Verfahren zerstörungsfrei abläuft, können die Partikel darüber hinaus bei Bedarf von der Filtermembran entnommen und weiterführenden Analysen zugeführt werden.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Die technische Entwicklung in der Automobilindustrie hat in jüngster Vergangenheit eine verstärkte Anfälligkeit funktionsrelevanter Komponenten gegenüber Partikelverunreinigungen – sog. Restschmutz – mit sich gebracht. Ausfälle von Funktionssystemen aufgrund kritischer Verunreinigungen haben sich zu einem bedeutenden Qualitätsproblem entwickelt. Beispiele für diese Schadensfälle sind Verstopfen von Ventilen und Düsen im Einspritzsystem, Verklemmen von Schiebern im Getriebe, Beschädigung von Lageraufläichen, Leckagen in hydraulischen und pneumatischen Dichtungssystemen sowie Kurzschlüsse in elektronischen Steuersystemen. Im Extremfall beeinträchtigen Partikel ab einer Größe von 50 µm deren korrekte Funktion. Aus diesem Grund müssen partikuläre Rückstände auf sauberkeitskritischen Komponenten gemäß VDA-Band 19 zum Zweck der Bauteilsauberkeitsprüfung messtechnisch erfasst und analysiert werden.

Erstes Kriterium zur Bewertung der Partikel auf Bauteiloberflächen ist die Kenntnis deren Anzahl und Größe. Darüber hinaus sind die mechanischen und elektrischen Eigenschaften der Partikel für deren Schädigungspotenzial und somit das Eintreten eines Schadensfalls entscheidend. Elektronische Komponenten reagieren nur kritisch auf elektrisch leitende Partikel. In mechanischen Aggregaten hingegen können lediglich Partikel mit einer gewissen Härte zu Beschädigungen führen. Zur vollständigen Beschreibung der Bauteilsauberkeit ist somit die Bestimmung der Anzahl und Größe der vorhandenen Partikel notwendig und – je nach Anwendungsfall – deren mechanische oder elektrische Materialeigenschaften. Das derzeitige Verfahren nach Stand der Technik stellt die energiedispersive Röntgenanalyse am Rasterelektronenmikroskop (REM-EDX) dar. Dieses Verfahren ist jedoch technisch sehr aufwändig und liefert darüber hinaus nur die Elementverteilung des Materials. Die Materialeigenschaften, die sich aus der Molekülstruktur des Materials ergeben, können somit nur abgeschätzt werden. Diesbezüglich hat sich die Polarisationsmikroskopie zur Materialklassifikation etabliert. Mit dieser Technik können jedoch nur metallisch glänzende Partikel selektiert werden. Nicht metallische Partikel, z. B. Polymere, Mineralien und Keramiken können nicht weiter differenziert und bewertet werden. Ein technisch einfaches Verfahren, mit dem Restschmutzpartikel automatisiert entsprechend ihrer Materialeigenschaften klassifiziert werden können, fehlt somit derzeit, trotz hohen Bedarfs.

Zur Entwicklung eines solchen Verfahrens wurden zunächst die in der Automobilindustrie auftretenden Partikelquellen betrachtet und die daraus resultierenden Partikel nach Werkstoffen gruppiert. Anhand der relevanten Materialeigenschaften der praxistypischen Restschmutzpartikel wurden aus den Werkstoffgruppen vereinfachte Materialklassen abgeleitet. Zur vollständigen Bestimmung des Schädigungspotenzials von Restschmutzpartikeln ist somit neben der Größen- und Anzahlbestimmung lediglich deren Einordnung in die zugehörige Materialklasse notwendig. Um eine möglichst industrietaugliche Umsetzung eines Verfahrens zur Materialklassifizierung zu gewährleisten, wurden abschließend Anforderungen zur Entwicklung des Verfahrens, getrennt nach Versuchsaufbau und Methode, erarbeitet.

Zur Auswahl des Messprinzips, auf dessen Grundlage die Materialklassifizierung erfolgt, wurden Analyseverfahren anhand der Anforderungen einander gegenübergestellt. Durch diese Betrachtung wurde ersichtlich, dass die Lumineszenzspektroskopie die aufgestellten Anforderungen komplett erfüllt. Dieses Prinzip ermöglicht eine direkte Aussage über die Materialklasse und somit die Materialeigenschaften der Partikel. Des Weiteren bedarf die Lumineszenzspektroskopie keiner teuren Gerätetechnik und ist mit der Lichtmikroskopie zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl kombinierbar.

Auf Basis dieses Messprinzips wurde ein Lumineszenzspektroskop als Versuchsaufbau zur Materialklassifizierung von Partikeln konzipiert und umgesetzt. Die Partikel werden in der Probenkammer mit ultravioletter Strahlung zwischen 360 und 370 nm auf einem Lumineszenz inaktiven Analysefilter angestrahlt und das Lumineszenzsignal zeitgleich über eine Kamera und ein Spektrometer erfasst und ausgewertet. Die Kamera dient der Lokalisierung der Partikel, das Spektrometer der Erfassung der Wellenlängen dispersiven Intensität des Lumineszenzsignals. Zusätzlich werden mit der Kamera Grauwertbilder von den Partikeln auf dem Analysefilter unter VIS-Beleuchtung aufgenommen, welche die Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl ermöglichen. Mit Hilfe von Funktionstests wurden die aufgestellten Anforderungen an den Versuchsaufbau verifiziert.

Im nächsten Schritt wurde eine Prüfmethode entwickelt, welche die Vorgehensweise zur Bestimmung der Materialklasse sowie der Größe und Anzahl von Partikeln anhand des Versuchsaufbaus festlegt. Die Materialklassifizierung erfolgt über die gemessenen Lumineszenzspektren. Aus diesen Wellenlängen dispersiven Intensitätswerten werden die Spektren-Kennwerte Zentrale Wellenlänge ZWL, Halbwertsbreite HWB und Bandensymmetrie S_{HWB} berechnet. Da jeder Materialklasse charakteristische Kennwertbereiche zugeordnet werden können, erfolgt die Materialklassifizierung anhand des Vergleichs der ermittelten Spektren-Kennwerte mit den Kennwertbereichen der einzelnen Klassen. Darüber hinaus beschreibt die Prüfmethode, wie mit dem Versuchsaufbau die Partikelgröße und -anzahl bestimmt wird. Mit der Kamera werden Grauwertbilder von der gesamten Analysefilteroberfläche aufgenommen. Über eine Umwandlung der Grauwertbilder entstehen Binärbilder, anhand derer die Partikel nach Größe und Anzahl ausgewertet werden. Zur Verminderung der Messzeit werden über eine Grauwertbildaufnahme bei UV-Beleuchtung die Metalle aussortiert. Dadurch müssen beim Erfassen der Lumineszenzspektren lediglich die lumineszierenden Partikel betrachtet werden.

Zur Erprobung und Bewertung des entwickelten Verfahrens wurde ein Prüfplan erstellt, welcher die Überprüfung der Erfüllung der Anforderungen anhand von definiert kontaminierten Analysefiltern festlegt. Um möglichst praxisnahe Testbedingungen zu generieren, wurden typische Partikel aus der Produktion in der Automobilindustrie herangezogen. Mit dem Versuchsaufbau wurde entsprechend der Prüfmethode die Anzahl, Größe und Materialklasse auf den Testanalysefiltern bestimmt. Über den Vergleich der verwendeten Partikel mit den Messergebnissen konnte die Eignung der Bestimmung der Partikelgröße, -anzahl und Materialklasse verifiziert werden.

Zusammenfassend ergab die Erprobung des Verfahrens mit den Testanalysefiltern sowie die Bewertung des Versuchsaufbaus und der Methode, dass folgende Anforderungen erfüllt wurden:

- Partikel ab 50 μm werden anhand ihres Lumineszenzverhaltens den relevanten Materialklassen zugeordnet.
- Partikel ab 5 μm werden normkonform detektiert und nach Größe analysiert.
- Die Materialkosten zur Umsetzung der Lumineszenzklassifizierung sind deutlich geringer als bei der REM-EDX. Das Prinzip kann problemlos in bestehende Lichtmikroskopsysteme zur Anzahl- und Größenanalyse von Partikeln integriert werden.
- Das Verfahren ist komplett automatisierbar. Der einzige notwendige manuelle Arbeitsschritt ist das Einsetzen des Filters in den Versuchsaufbau.
- Das Partikelmaterial wird weder zerstört, noch findet eine Veränderung der Probe statt. Ausgewählte Partikel können somit weiteren Analysen unterzogen werden.
- Eine Beeinträchtigung der Messergebnisse durch Umgebungseinflüsse kann ausgeschlossen werden.

Diese Bewertung zeigt, dass das entwickelte Verfahren für den industriellen Einsatz in der Qualitätssicherung der Automobilindustrie geeignet ist. So kann durch eine einfache Aufrüstung bestehender Mikroskopsysteme die Bestimmung der Bauteilsauberkeit genauer erfolgen, ohne dass hierzu eine aufwändige REM-EDX Analyse notwendig wäre, welche darüber hinaus nicht denselben Informationsgehalt liefern kann.

Durch den Nachweis der prinzipiellen Erfüllung der Anforderungen sowie über den Bedarf in der Industrie ergeben sich Potenziale für weitere Entwicklungen des Verfahrens.

- Kombination von Lumineszenzspektroskopie und Polarisationsmikroskopie

Aufgrund der einfachen technischen Umsetzbarkeit der Lumineszenzklassifizierung kann dieses Verfahren problemlos mit der Polarisationsmikroskopie mit Differenzbildanalyse kombiniert werden. Die zusätzliche Selektierung metallisch glänzender Partikel über die Polarisations-technik führt dazu, dass auch Partikel aus technischer Keramik mit geringer Lumineszenzaktivität, im Speziellen Diamant und kubisch kristallines Bornitrid (CBN), nicht den Metallen zugeordnet werden. Dies würde die Akzeptanz des hier entwickelten Verfahrens zusätzlich erhöhen.

- Detektion von Restschmutzpartikeln direkt auf metallischen Bauteiloberflächen über die Lumineszenzanregung

Da die Extraktion der Partikel von der Bauteiloberfläche nach wie vor ein manueller und zeitintensiver Vorgang ist, bietet die Direktinspektion ein hohes Optimierungspotenzial. Partikel auf Bauteiloberflächen können aufgrund der üblichen Rauigkeit von mechanisch bearbeiteten Metallbauteilen nicht mit üblichen Lichtmikroskopsystemen erfasst werden (zu geringer optischer Kontrast). Durch Verwendung der optischen Komponenten des entwickelten Verfahrens können nicht metallische Partikel über deren Lumineszenz optisch hervorgehoben und selektiert werden. Dies ermöglicht die Erfassung und Klassifizierung nicht metallischer Partikel direkt auf den Bauteilen.

9 Summary

Technical developments in the automotive industry are making functionally-relevant components increasingly sensitive towards particulate contamination – so-called residual contamination. The failure of functional systems due to critical contamination has become a serious quality problem. Examples of such failures include clogged injection system valves and nozzles, jammed sliders in gear boxes, damaged bearing surfaces, leaks in hydraulic and pneumatic sealing systems and shorts in electronic control systems. In extreme cases, particles 50 µm in size or larger may prevent components from functioning correctly. As a result, in order to assess component cleanliness, particulate residues present on contamination-sensitive components need to be analyzed and recorded in compliance with VDA Volume 19.

To evaluate particles on component surfaces, the first step to is gain information about the quantity and size of particles present. Knowledge of the mechanical and electrical characteristics of the particles is also essential in order to assess their damage potential and thus failure risks. For example, electronic components only react critically to electrically-conductive particles; on the other hand, mechanical aggregates are only damaged by particles possessing a certain degree of hardness. Therefore, to fully describe component cleanliness, not only is it necessary to know the size and count of particles present but also – depending on the application at hand –their mechanical or electrical material properties. The current state-of-the-art method applied is to use scanning electron microscope in combination with energy-dispersive X-ray analysis (SEM-EDX). However, this method is technically complex and only supplies information about the element distribution of particles. The material properties of a material can only be estimated from its molecular structure. Although polarization microscopy is now used to classify materials, this technique only enables shiny metallic particles to be selected. Non-metallic particles, e.g. polymers, minerals and ceramics cannot be further differentiated and assessed. Despite high demands, there is still no technically simple method available for automatically classifying the material properties of residual particles.

In order to develop such a method, particle sources encountered in the automotive industry were first observed and the resulting particles grouped into material types. Simplified material classes were then derived from the material groups based on the relevant material properties of residual contamination particles typically found in practice. Thus, as well as determining the size and count of residual contamination particles, the damage potential of such particles can be completely assessed by classifying them into appropriate material classes. To enable a suitable material classification technique to be implemented in industry in practice, requirements regarding the development of such a technique were then determined. These were grouped according to test set-up and method.

To select a measuring principle to form the basis of the material classification, analysis techniques were compared with one another considering the requirements ascertained. This showed clearly that luminescence spectroscopy fulfilled all requirements. The

principle enables direct information about the material class and thus the material properties of the particles to be gained. Furthermore, luminescence spectroscopy does not require any expensive devices and can be combined with light microscopy to ascertain particle size and count.

Based on the measuring principle, a luminescence spectroscope was then designed and implemented in a test set-up to classify the materials forming the particles. In the sample chamber, on an analysis filter inactive to luminescence particles are illuminated by a beam of ultraviolet light between 360 and 370 nm. The luminescence signal is recorded simultaneously by a camera and a spectrometer and subsequently analyzed. The camera serves to localize the particles and the spectrometer records the wavelengths of the dispersive intensity of the luminescence signals. Gray value images of the particles on the analysis filter are also recorded by the camera under visible illumination to enable particle size and count to be ascertained. The requirements of the test set-up were verified with the aid of function tests.

The next step was to develop the test method in order to establish a procedure for assessing the material class, size and count of particles using the test set-up. Materials were classified by way of the luminescence spectra measured. The spectral variables of the central wavelength CWL, full width at half maximum FWHM and band symmetry at half maximum S_{FWHM} were calculated from the wavelengths of dispersive intensity values. As characteristic value ranges can be assigned to each material class, materials can be classified by comparing the spectral variables recorded with the characteristic value ranges for each material class. The test method also enables particle sizes and counts to be ascertained using the test set-up. Gray value images of the complete surface of the analysis filter are recorded by the camera. The gray value images are converted into binary images, thus permitting the size and quantity of particles present to be determined. In order to reduce measuring times, gray-value imaging with UV illumination is used to identify metals separately. In this way, only luminescent particles are taken into consideration when recording the luminescence spectra.

To assess the method developed and verify that requirements are fulfilled, a test plan was drawn up with analysis filters contaminated in a defined manner. In order to obtain realistic test conditions in practice, only particles typically found in manufacturing in the automotive industry were utilized. The quantity, size and material class of the particles on the test analysis filters were ascertained by applying the inspection method and test set-up. The suitability of the method for determining particle size, count and material class was then verified by comparing the test results with the particles used.

In summary, through testing the procedure with the test analysis filters and by assessing the method and test set-up, it could be proved that the following requirements were fulfilled:

- Particles sized 50µm and above can be classified into their relevant material classes through their luminescence behavior.

- Particles sized 5 μm and above can be detected non-conform and analyzed according to size.
- Material costs involved in order to implement the luminescence classification are much lower than for SEM-EDX. The principle can be easily integrated into existing light microscope systems for analyzing particle counts and sizes.
- The technique can be fully automated. The only manual process step involved is insertion of the filter in the test set-up.
- Particulate material is neither destroyed nor altered by the procedure. As a result, selected particles can be further analyzed if desired.
- Test results are not affected by environmental influences.

The assessment demonstrated that the method developed is suitable for industrial implementation for the purpose of quality control in the automotive industry. Simple refitting of existing microscope systems is all that is required to obtain more accurate information regarding component cleanliness. Expensive SEM-EDX analysis is not required and the latter method is anyway unable to supply the same amount of information.

Having proved in principle that the method fulfills requirements and also due to industrial demand, there is a potential for further development.

- Combining luminescence spectroscopy with polarization microscopy

Due to the technical simplicity of implementing luminescence classification, the method can be easily combined with polarization microscopy with differential image analysis. The additional selection of shiny metallic particles using polarization also means that technical ceramic particles with a low level of luminescent activity, especially diamonds and cubic crystalline boron nitride (CBN), are not classified as metals. This would further increase acceptance of the method.

- Direct detection of residual contamination particles on metallic component surfaces using luminescence excitation

As the extraction of particles from component surfaces is still a manual and time-consuming procedure, direct inspection provides a high optimization potential. Because mechanically-processed metallic surfaces typically possess a high degree of roughness, particles present on component surfaces cannot be detected using conventional light microscope systems (too little optical contrast). By using the optical elements of the method developed, non-metallic particles can be optically highlighted and selected via their luminescence. This makes it possible to detect and classify non-metallic particles on components directly.

10 Literaturverzeichnis

- Allen 1976 Allen, N. S.; Homer J.; McKellar J. F.: The Use of Luminescence Spectroscopy in Aiding the Identification of Commercial Polymers. In: Analyst 101 (1976) Nr.1201, S. 260-264
- Allen 1978 Allen, N. S. ; McKellar, J. F. : Luminescence applications in commercial polymers. In: Chemistry and Industry 97 (1978) Nr. 23, S. 907-913
- Allen 1982 Allen, N. S.: Analysis of Polymer Systems by Luminescence Spectroscopy. In: Bark, L. S.; Allen, N. S.: Analysis of polymer systems. London: Applied Science, 1982, S. 79 – 102
- Arzt 2006 Arzt, E.; Mohrdieck. C.: Einführung in die Werkstoffphysik. Stuttgart, Univ., Inst. Für Materialwissenschaft, Vorlesungsmanuskript WS 2006
- Badertscher 2006 Badertscher, M.; u.a.: Analytische Chemie für Biologen und Pharmazeuten – Einführung in spektroskopische Methoden der Strukturaufklärung organischer Verbindungen. Zürich, ETH, Inst. Für Pharmazeutische Wissenschaften, Vorlesungsmanuskript WS 2006
- Bandow 1950 Bandow, F.: Lumineszenz – Ergebnisse und Anwendungen in Physik, Chemie und Biologie. Stuttgart: Wiss. Verlagsges., 1950
- Bargel 2008 Bargel, H-J.: Werkstoffkunde. Heidelberg u.a.: Springer, 2008
- Berger 2006 Berger, K.: Funktionsrelevante Bauteile und Aggregate – Sauberkeitsdesign. In: Technische Sauberkeit von Bauteilen – Herausforderung für den Produktionsprozess. Fraunhofer IPA Workshop F 127, 16. März 2006. Stuttgart, 2006, 17 S.
- Kraus 2004 Kraus, J.: Schieblehre der Reinigungstechnik. In: MM- das Industriemagazin 110 (2004), Nr. 27, S. 16-18
- Blasse 1994 Blasse, G.; Grabmaier, B. C.: Luminescent Materials. Heidelberg u.a.: Springer, 1994
- Bosch 2008 Robert Bosch GmbH: Anlage zu Prüfvorschrift Technische Sauberkeit PV 1 279 921 536 Stanz- und Tiefziehbleche für Airbag/DCU Steuergeräte. 2008

BMW 2006	BMW QV 33 019: Restschmutzmenge für Vorder- und Hinterachsgetriebe und deren Einzelteile. 2006
BMW 2008	BMW QV 11 111: Anforderungsgerechte Technische Sauberkeit von Bauteilen und Fluiden in BMW Antrieben – Prüfung und Vorgehensweisen. 2008
BS 2009	BS Partikel GmbH: Partikelgrößenstandards: Serie LS. Wiesbaden, 2009 – Firmenschrift
Buttenhauser 2004	Buttenhauser, R.: Technische Sauberkeit an funktionsgestaltenden Automobilteilen – Erfahrungsbericht des Audi Konzerns, Forum Messe parts2clean, 26.10.2004, Friedrichshafen, 17 Folien
Continental 2007a	Continental ATE N 543 80.03 Blatt 200: Produktspezifikation Innensauberkeit von Bremsaggregaten und montagefertigen Einzelteilen. 2007
Continental 2007b	Continental BN 181 – 01 Sauberkeitgerechte Montage von Bremssystemen mit Reinraumanforderung. 2007
Daimler 2003	Daimler DBL 6516: Festlegung von Restschmutzgrenzwerten. 2003
Daimler 2004	Daimler DBL 6515: Bestimmung der Technischen Sauberkeit von Bauteilen. 2004
Danckwort 1964	Danckwort, P.W.; Eisenbrand J.: Lumineszenzanalyse im filtrierten Ultravioletten Licht. Leipzig: Akad. Verlagsges., 1964
David 1999	David, S. K.; Pailthorpe, M. T.: Classification of Textile Fibres: Production, Structure, and Properties. In: Robertson, J.; Grieve, M.: Forensic examination of fibres. London: Taylor & Francis, 1999, S. 1-35
Demuth 1977	Demuth R., Kober F.: Grundlagen der Spektroskopie. 1. Aufl. Frankfurt a. Main: Diesterweg-Salle, 1977
DIN 843-4	DIN EN 843-4 2005-08: Hochleistungskeramik – Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur – Teil 4: Härteprüfung nach Vickers, Knoop und Rockwell.
DIN 1319-1	DIN 1319-1 1995-01: Grundlagen der Messtechnik – Teil 1: Grundbegriffe

DIN 5031-1	DIN 5031-1 1992-03: Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik; Größen, Formelzeichen und Einheiten der Strahlungsphysik
DIN 8200	DIN 8200 1982-10: Strahlverfahrenstechnik – Begriffe, Einordnung der Strahlverfahren
DIN 8580	DIN 8580 2003-09: Fertigungsverfahren, Begriffe, Einteilung
DIN 8589-0	DIN 8589-0 2003-09: Fertigungsverfahren Spanen
DIN 8592	DIN 8592 2003-9: Fertigungsverfahren Reinigen
Dörffel 1987	Dörffel, K.; Geyer, R.: Analytikum, Methoden der analytischen Chemie und ihre theoretischen Grundlagen. Leipzig: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1987
Dorr 2007	Dorr, N.: Montage Sauberkeit (MontSa). Internes Kickoff-Meeting des Industrieverbund MontSa am Fraunhofer IPA in Stuttgart, 30.03.2007, 22 Folien
Destatis 2008	Statistisches Bundesamt: Im Blickpunkt – Verkehr in Deutschland 2006. Wiesbaden: Statistisches Bundesamt, 2008
Ernst 2003	Ernst, Ch.: Steigende Sauberkeitsanforderungen am Beispiel der Automobilindustrie – Standardisierte Sauberkeitsanalytik. Forum Messe parts2clean, 28. Oktober 2003, Friedrichshafen, 20 Folien
Ernst 2006	Ernst, Ch.: Sauberkeitsqualität als Ganzes. In: Fertigungstechnik im Reinraum – Messtechnisches Praktikum. Stuttgart: Fraunhofer IPA Workshop, 9. Und 10. Mai 2006, 25 S.
Ernst 2008	Ernst, Ch.: Technische Sauberkeit in der Automobilindustrie. In: Aktuelle Verfahren der Teilereinigung – Bauteile-Reinigung auf wässriger Basis. Stuttgart: VDI / Württembergischer Ingenieurverein, 2008, 27 Folien
Ernst 2009	Ernst, Ch.: Luftgetragene Partikel in industriellen Montagen. Stuttgart: Fraunhofer IPA internes Statustreffen des Industrieverbunds MontSa, 23. Juni 2009, 27 S.
FEPA 2006	FEPA Standard 42: Körnungen aus Elektrokorund und Siliciumcarbid für Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel. Paris: Federation of European Producers of Abrasives, 2006

- Flegler 1995 Flegler, S. L.; Heckman, J. W.; Klomparens, K. L.: Elektronenmikroskopie: Grundlagen, Methoden, Anwendungen. Heidelberg u.a.: Spektrum, 1995
- Ford 2000 Ford Engineering Specification: Specification for Cleanliness Best Practices for Ford Assembly of Delphi Common Rail Systems. 2000
- Förster 1951 Förster, Th.: Fluoreszenz organischer Verbindungen. Göttingen: Vandenhoeck und Ruprecht, 1951
- Gachkovskii 1962 Gachkovskii V. F.: Universal Fluorescence of Polymers, Part I Results of quantitative Measurements. Übersetzt aus: Zhurnal Strukturnoi Khimii, 4 (1962) Nr. 3, S. 424-432; Original vom 4. Mai 1962
- Getrag 2006 GETRAG GN 4340-Teil 2: Spezifikation 436 und Verfahrensanweisung zur Bestimmung des Restschmutzes bei Bauteilen mit erhöhten Sauberkeitsanforderungen. 2006
- Gommel 1998 Gommel, U.: Grundlagen der Reinraumtechnik und Personalverhalten - Trends in der reinen Produktion. In: Fertigungstechnik im Reinraum - Messtechnisches Praktikum. Stuttgart: Fraunhofer IPA, 1998, 50 Folien
- Gommel 2006 Gommel U.: Verfahren zur Bestimmung der Reinraumtauglichkeit von Werkstoffpaarungen. Heimsheim, Jost-Jetter Verlag, 2006 Stuttgart, Univ., Fak. Maschinenbau, Diss. 2006
- Gösel 2005 Gösel, C.-H.: Anforderung hinsichtlich Restverschmutzung, Teilesauberkeit bei Lenksystemen. In: Deutsche Gesellschaft für Galvano- und Oberflächentechnik: Oberflächentage 2005: Mehrländertagung, 21.-23. September 2005, Innsbruck. Innsbruck, 2005, S. 84-91
- Gottstein 2007 Gottstein, G.: Physikalische Grundlagen der Materialkunde. 3. Aufl. Berlin u.a.: Springer, 2007
- Grossmann 2003 Grossmann, A.: Steigende Reinheitsanforderungen, Konsequenzen für die Produktion aus Sicht eines Herstellers. Forum Messe parts2clean, 28. Oktober 2003, Friedrichshafen, 14 Folien
- Grossmann 2008 Grossmann, A.: Bauteilsauberkeit in der Automobilindustrie, Anforderungen, Entwicklungen. Forum CleanRooms Europe, 13. März 2008, Stuttgart, 20 Folien

- Haitinger 1959 Haitinger, M.; Eisenbrand, J.; Werth, G.: Fluoreszenz-Mikroskopie. 2., erw. Aufl. Leipzig: Akad. Verlagsges., 1959
- Henderson 1989 Henderson, B.; Imbusch, G. F.: Optical Spectroscopy of inorganic Solids. Oxford: Clarendon, 1989
- Hennecke, 1988 Hennecke, M.: Fluoreszenzmessung zur Anregungsenergieübertragung in Polymerfilmen. Clausthal, TU, Habil-Schrift, 1988
- Hercules 1966 Hercules, D. M.: Fluorescence and Phosphorescence Analysis - Principles and Applications. New York: Interscience Publishers, 1966
- Hering, 1999 Hering, E.; Martin, R.; Stohrer, M.: Physik für Ingenieure. 7. Aufl. Berlin u.a.: Springer, 1999
- Hydac 2005 Hydac International GmbH: Contamination Management in der Praxis - Teil 2: Von der Verarbeitung bis zur Auslieferung. Sulzbach (Saar), 2005 - Firmenschrift
- IPC 2006 IPC - Association Connecting Electronic Industries: International Technology Roadmap for Electronic Interconnections 2006 – 2007. Bannockburn (USA): IPC 2006
- ISO 11171 ISO 11171 1999-12: Fluidtechnik - Hydraulik - Kalibrierung automatischer Partikelzählgeräte für Druckflüssigkeiten
- ISO 11171 TC1 ISO 11171 Technical Corrigendum 1 2001-10: Fluidtechnik - Hydraulik - Kalibrierung automatischer Partikelzählgeräte für Druckflüssigkeiten, Korrektur 1
- ISO 12103-1 ISO 12103-1 1997-12: Straßenfahrzeuge - Prüfstaub zur Bewertung von Filtern - Teil 1: Arizona-Prüfstaub.
- ISO 14644-1 DIN EN ISO 14644-1 1999-07: Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche
- ISO 16232 ISO 16232 2007-06 Teil 1-10: Road vehicles Cleanliness of components of fluid circuits.
- ITOS 2009 ITOS Gesellschaft für Technische Optik: Produktkatalog - Schott UV-Breitbandfilter. Mainz, 2009 - Firmenschrift

- Jankowiak 2000 Jankowiak, R.; u.a.: Probing the crystalline environment of alpha-alumina via luminescence of metal ion impurities: an optical method of ceramic flaw detection.
In: Materials Science and Engineering 281(2000), Nr. 1, S. 45–55
- Jomesa 2008 Jomesa Meßsysteme GmbH: Partikelanalysesoftware PicEd Cora. München 2008 - Firmenschrift
- Kaindl 2008 Kaindl, J.: Messtechniken für den Sauberraum.
Stuttgart: Forum CleanRooms Europe, 13. März 2008, 18 Folien
- Kayser 1908 Kayser, H.: Handbuch der Spectroscopie. Leipzig: Hirzel, 1908
- Köberle 2004 Köberle, K.: Anforderungen an die Reinigungstechnik für Erzeugnisse mit hoher Sauberkeit. In: Industrielle Reinigung - Fachtagung. München, 12. und 13. 01. 2004, 8 Folien
- Krasovitskii 1988 Krasovitskii, B.M.: Organic Luminescent Material. Weinheim: VCH, 1998
- Krauss 2006 Krauss, A.: Entwicklung eines Prüfgeräts zur Erkennung von Mikroorganismen auf technischen Oberflächen.
Aalen: Hochschule für Technik und Wirtschaft, Diplomarbeit, 2006
- Krieg 2007 Krieg, M.: Markt- und Trendanalyse in der industriellen Teilereinigung.
Berlin: Fraunhofer Allianz Reinigung, 2007
- Krines 2006 Krines P.: Das Vorgehen bei der Restschmutz-Grenzwertfestlegung von Bauteilen. In: Das 15. Deutsche Kühlschmierstoff-Forum: Jahresfachtagung 2006 der KSS-Hersteller und -Anwender.
Bad Nauheim, 1. Dezember 2006, 31 Folien.
- Kühlke 2004 Kühlke, D.: Optik - Grundlagen und Anwendungen.
2., überarb. und erw. Aufl. Frankfurt am Main: Deutsch, 2004
- Lakowicz 1986 Lakowicz, J. R.: Principles of fluorescence spectroscopy.
New York: Plenum Pr., 1986
- Lankers 2008 Lankers, M., rapID Particle Systems GmbH, Köpenicker Straße 325, 12555 Berlin. Diskussion über die wirtschaftlichen Kosten eines Materialanalysegeräts, Berlin, 12.02.2008
- Latscha 2004 Latscha, H. P.; Linti, G. W.; Klein, H. A.: Analytische Chemie. Chemie-Basiswissen III. 4. Aufl. Berlin u.a.: Springer 2004

- Lieber 1957 Lieber, W.: Die Fluoreszenz von Mineralien - 5. Sonderheft zur Zeitschrift Der Aufschluss. Heidelberg: Vereinigung der Freunde der Mineralogie und Geologie (VFMG), 1957
- Lenard 1928 Lenard, P.; Schmidt, F.; Tomaschek, R.: Phosphoreszenz und Fluoreszenz. Handbuch der Experimentalphysik XXIII 1. Teil. Leipzig: Akad. Verlagsges., 1928
- Liu 1998 Liu, R.; Yang, B.; Fu, Z.; He, P.; Ruan, Y.: Stable blue-green and ultraviolet photoluminescence from silicon carbide on porous silicon. In: Solid State Communications, 106 (1998) Nr. 4, S. 211-214
- LOT 2008 LOT-Oriel: Auswahl der richtigen Lichtquelle. Darmstadt, 2009 - Firmenschrift
- MAN 2006 MAN Werknorm M 3360: Bauteile mit besonderen Anforderungen an die Sauberkeit - Technische Lieferbedingung. 2006
- Martens 1898 Martens, A.: Handbuch der Materialkunde für den Maschinenbau – Teil1: Materialprüfungswesen, Probiemaschinen und Messinstrumente. Berlin: Springer, 1898
- Meins 1989 Meins, W: Handbuch der Fertigungs- und Betriebstechnik. Braunschweig: Vieweg, 1989
- Metzger 2008 Metzger, J., Jomesa Meßsysteme GmbH, Adalperostr. 29, D-85737 Ismaning. Diskussion über die Verbreitung von Lichtmikroskopen zur Bestimmung der Partikelgröße und -anzahl auf Analysefiltern. Stuttgart, Fraunhofer IPA; Januar 2008
- Niehren 1995 Niehren, S.; Kinzelbach, W.: An all-solid-state flow cytometer for counting fluorescent microspheres. In: Analytical Chemistry 67 (1995), Nr. 15, S. 2666 - 2671
- Otto 2006 Otto, M.: Analytische Chemie. 3. Aufl. Weinheim: WILEY-VCH, 2006
- Pringsheim 1951 Pringsheim, P.; Marcel V.: Lumineszenz von Flüssigkeiten und Festkörpern – wissenschaftliche Grundlage und praktische Anwendung. Weinheim/Bergstraße: Verl. Chemie, 1951
- Przibram 1953 Przibram, K.: Verfärbung und Lumineszenz: Beiträge zur Mineralphysik. Wien: Springer, 1953

- Raman 1928 Raman, C. V.; Krishnan, K. S.; A New Type of Secondary Radiation.
In: Nature 121(1928) Nr. 3048, S. 501-502
- rapID 2009 rapID Particle Systems GmbH: Produktkatalog, FiltrAiD Probenträger.
Berlin, 2009 - Firmenschrift
- Rayleigh 1899 Lord Rayleigh: On the Scattering of light by small Particles.
In: Scientific Papers by Lord Rayleigh, Vol. I. Dover Publications, 1899
- Riehl 1941 Riehl, N.; Physik und technische Anwendung der Lumineszenz.
Berlin u.a.: Springer, 1941
- Riehl 1971 Riehl, N.: Einleitung: Einführung in die Lumineszenz.
In: Riehl, N.; Fischer, F.: Einführung in die Lumineszenz.
München: Thiemig, 1971, S. 1-34
- Rochowicz 2003 Rochowicz, M.: Auf dem Weg zur Restschmutznorm - Vorstellung des
Industrieverbundprojektes "Technische Sauberkeit funktionsgestaltender
Automobilteile".
In: Industrielle Reinigung 2003: Münchner Werkstofftechnik-Seminar,
27. und 28.03.2003. München, 2003, S. 2-15.
- Rochowicz
2006b Rochowicz, M.; Ernst, Ch.: Technische Sauberkeit als messbares
Qualitätsmerkmal.
In: JOT. 46 (2006), Nr. 9, S. 60-63.
- Rochowicz 2007 Rochowicz, M.; Ernst, Ch.: Partikelschmutz trotz sauberer Bauteile:
Produkt-Reinheit in der Montage
In: JOT. 47 (2007), Nr. 3, S. 48-51
- Rücker 1992 Rücker, G.; Neugebauer, M.; Willems, G. G.: Instrumentelle
pharmazeutische Analytik - Lehrbuch zu spektroskopischen,
chromatographischen und elektrochemischen Analysemethoden.
Stuttgart: Wiss. Verlagsges., 1992
- Schäfer 1988 Schäfer, K.: Die natürliche Fluoreszenz von Wolle und ihre Rolle bei der
Photovergilbung. In: Int. Wool Textile Organisation, Technical
Committee. Palm Beach, 1988 S.1 -24
- Schatt 2003 Schatt, W.: Werkstoffwissenschaft.
9. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH, 2003

- Schmauz 2005 Schmauz, G.: Partikelverunreinigung - Standardisierte Sauberkeitsprüfung in der Automobilindustrie (VDA 19). In: Deutsche Gesellschaft für Galvano- und Oberflächentechnik: Oberflächentage 2005: Mehrländertagung, 21.-23. September 2005, Innsbruck. Innsbruck, 2005, S. 96-101
- Schmauz 2008a Schmauz, G.: Einflussgrößen auf die Bauteilsauberkeit. In: Aktuelle Verfahren der Teilereinigung - Bauteile-Reinigung auf wässriger Basis: Seminar, 4. und 5. Dezember 2008, Stuttgart. Stuttgart: VDI / Württembergischer Ingenieurverein, 2008, 27 Folien
- Schmauz 2008b Schmauz, G.: Trend in der Automobilindustrie. Stuttgart: Forum CleanRooms Europe, 13. März 2008, 16 Folien
- Schmauz 2009 Schmauz, G.; Ernst, Ch.: Planung und Betrieb eines Sauberraumes in der feinwerktechnischen Produktion - Anforderungen und Lösungen. In: Gail, L.; Weißbicker, H.; Gommel, U.: Praxiswissen Reinraumtechnik. Heidelberg: Hüthig, 2009, S. 307 – 315
- Schmillen 1967 Schmillen, A.; Legler R.: Lumineszenz organischer Substanzen. In: Landolt, H.; u.a.: Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik. Gruppe 2: Atom- und Molekularphysik. Band 3. Berlin u.a.: Springer, 1967
- Schmillen 1971 Schmillen, A.: Physikalische Grundlagen und Anwendungen der Lumineszenz organischer Stoffe. In: Riehl, N.; Fischer, F.: Einführung in die Lumineszenz. München: Thiemig, 1971, S. 276-330
- Schneckenburger 1992 Schneckenburger, H.; König, K.: Fluorescence decay kinetics and imaging of NAD(P)H and flavins as metabolic indicators. In: Optical Engineering 31 (1992), Nr. 7, S. 1447-1451
- Schröder 1998 Schröder, G.: Technische Optik: Grundlagen und Anwendungen. 8. Aufl. Würzburg: Vogel, 1998
- Schüle 2004 Schüle, A.: Prüfverfahren zur in-situ-Erkennung von Biokontamination auf technischen Oberflächen. Heimsheim: Jost-Jetter Verlag, 2006
Stuttgart, Univ., Fak. Maschinenbau, Diss., 2004
- Schwarz 2004 Schwarz, O.; Ebeling, F.-W.: Kunststoffkunde. Würzburg: Vogel, 2004

- Senske 2008 Senske, W.: Technische Sauberkeit von Verbindungselementen, Anforderung der Automobilindustrie.
In: Arnold Umformtechnik: Kundenseminar Technische Sauberkeit. Forchtenberg, 12. Juni 2008, 22 Folien
- Somersall 1975 Somersall, A. C.: Guillet, J. E.; Photoluminescence of Synthetic Polymers.
In: Polymer Reviews 13 (1975), Nr. 2, S.135-187
- Steffen 2000 Steffen, G.: Farbe und Lumineszenz von Mineralien - Einführung in die kristallchemischen und kristallphysikalischen Ursachen.
Stuttgart: Thieme, 2000
- Steffen 1999 Steffen, G.: Leuchtende Mineralien - Aktivatoren und Killer.
In: Der Aufschluss 50 (1999), Nr. 6, S.353-356
- Stemmer 2007 Stemmer Imaging GmbH: Produktkatalog Kameras.
Puchheim, 2007 - Firmenschrift
- Stöhr 2003 Stöhr, C.: Sauberer Motor: Reinigungs- und Analyseverfahren für kompakte Bauteile.
In: QZ Qualität und Zuverlässigkeit 48 (2003), Nr. 1, S. 49 - 51
- Stokes 1852 Stokes, G. G.: On the Change of Refractivity of Light.
In: Philos. Trans. of the Royal Soc. of London 142 (1852) Nr. 2, S. 463-562
- Stübel 1913 Stübel, H.: Die Fluoreszenz tierischer Gewebe in ultraviolettem Licht.
In: Pflügers Arch. ges. Physiol. d. Menschen u. Tiere 142 (1911), S. 1-14
- Trautsch 2003 Trautsch, M.: Eignung eines neuen Schnelltests zur Prüfung der Oberflächenreinheit im Rahmen betrieblicher Eigenkontrolle in Lebensmittelbetrieben.
München, Ludwig-Maximilians-Univ., Diss., 2003
- Trinkler 1997 Trinkler, M.: Optisch aktive Zentren in natürlichen Fluoriten und Scheeliten und ihre Beziehungen zu Chemismus und Genese.
Freiberg, TU Bergakademie, Diss., 1997
- Valet 2006 Valet, O.: Bauteilsauberkeit - sicher und simpel.
In: MO Metalloberfläche 60 (2006), Nr.11, S.32-34
- Van Basshuysen 2006 Van Basshuysen, R.; Schäfer, F.: Lexikon Motorentechnik: Der Verbrennungsraum A – Z.
2. Aufl. Wiesbaden: Vieweg, 2006

- Vohrer 2004 Vohrer, U.: Oberflächenanalytik: Methoden, Möglichkeiten und Grenzen im industriellen Einsatz.
Friedrichshafen: Forum Messe parts2clean, 28. Oktober 2004, 15 Seiten
- VDA 4500 VDA 4500 2006 01: Kleinladungsträger (KLT-)Systeme.
- VDA 19 Verband der Automobilindustrie: Band 19; Prüfung der Technischen Sauberkeit - Partikelverunreinigung funktionsrelevanter Automobilteile. Frankfurt, 2004
- Wedler 2004 Wedler, G.: Lehrbuch der physikalischen Chemie.
5. Aufl. Weinheim/Bergstraße: WILEY-VCH, 2004
- VW 2006 Volkswagen PV3370: Automatikgetriebe, Schaltgetriebe mit besonderen Anforderungen - Prüfung auf Restschmutz / Innenraumsauberkeit. 2006
- Wolff 2006 Wolff, O.: Bauteilsauberkeit in der Automobilindustrie, ein Qualitätsmerkmal macht Karriere.
In: Quality Engineering (2006), Nr. 9, S. 10-12
- Zander 1981 Zander, M.: Fluorometrie.
Berlin u.a.: Springer, 1981
- Zeiss 2009 Carl Zeiss AG: Produktkatalog Mikroskopie und Imaging: Zubehör Filtersätze. Oberkochen, 2009 - Firmenschrift
- ZF 2004 ZF Friedrichshafen ZFN 5008-1: Sauberkeit von ZF-Produkten. 2004