



(10) **DE 10 2015 106 902 A1** 2016.11.10

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2015 106 902.4**

(22) Anmeldetag: **04.05.2015**

(43) Offenlegungstag: **10.11.2016**

(51) Int Cl.: **G01N 15/00** (2006.01)
B01L 3/02 (2006.01)

(71) Anmelder:

RIO GmbH, 57078 Siegen, DE

(74) Vertreter:

**COHAUSZ & FLORACK Patent- und
Rechtsanwälte Partnerschaftsgesellschaft mbB,
40211 Düsseldorf, DE**

(72) Erfinder:

**Schindler, Norbert, Dr., 57258 Freudenberg, DE;
Süptitz, Ralph, Dr., 57250 Netphen, DE; Stephan,
Deborah, 57078 Siegen, DE; Panosch, Jens,
57629 Atzelgift, DE**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE 20 2012 007 412 U1

**Ratiopharm: Gebrauchsanleitung und
Abbildung auf der Packung des Fiebersaftes 2 %
für Kinder, Ratiopharm Ulm 2014 [abgerufen am
21.03.2016 um 14:35 Uhr] Letzte Änderung Feb.
2014 URL: [http://www.ratiopharm.de/praeparate/
alle-praeparate-a-z/praeparate/praeparatedaten/
detail/backpid-128/pzn-696266.html](http://www.ratiopharm.de/praeparate/alle-praeparate-a-z/praeparate/praeparatedaten/detail/backpid-128/pzn-696266.html)**

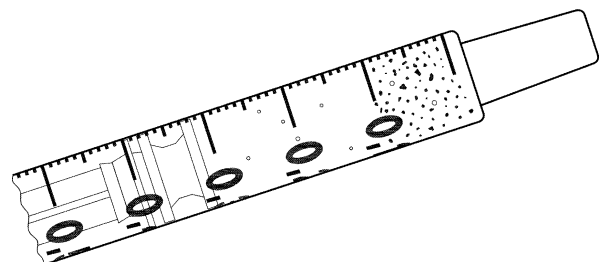
**SCHMAUZ, GÜNTHER:
Verfahren zur Klassifizierung von
Partikeln in der Automobilindustrie
mittels Lumineszenzspektroskopie. Dissertation,
Jost Jetter Verlag, Heimsheim 2010, ISBN 978-
3-939890-66-9.**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen, welches die folgenden Schritte umfasst: (a) Bereitstellen einer Dispersion, die eine definierte Partikelmenge enthält und in der die Partikel in einer Trägersubstanz dispergiert vorliegen, (b) Bereitstellen eines Bauteils mit definierter Sauberkeit oder eines Bauteils dessen Oberfläche nahezu vollständig frei von Partikeln ist, (c) Aufbringen der Dispersion auf die Oberfläche des Bauteils, (d) Durchführung einer technischen Sauberkeitsprüfung, wobei die technische Sauberkeitsprüfung mindestens die folgenden Schritte umfasst, (1.) Gewinnung der Partikel von der Oberfläche des Bauteils durch Anwendung eines Reinigungsmittels und (2.) messtechnische Analyse der Partikel. Ferner betrifft die Erfindung ein Partikelnormal zur Verwendung im erfindungsgemäßen Verfahren, das aus einem Applikator besteht, welcher eine Dispersion mit einer definierten Menge an Partikeln enthält, wobei die Partikel in einer Trägersubstanz dispergiert vorliegen die ausgewählt ist aus Vaseline, Paraffinöl, Polyethylenglycol und deren Mischungen und wobei die Partikel eine Größe von 5 bis 400 µm aufweisen und die Gesamtmenge an Partikeln in der Dispersion zwischen 0,1 mg und 20 mg beträgt.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und ein Partikelnormal zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen.

[0002] Eine definierte technische Sauberkeit wird für solche Bauteile verlangt, die in sehr präzise arbeitenden Anordnungen wie z. B. Getrieben, Ventilen oder Motoren eingebaut werden. Partikuläre Verschmutzungen, wie z. B. Staubkörner, metallische Partikel oder Fasern würden zu Verschleiß, Verstopfungen oder ähnlichen Störungen führen. Um derartige Störungen zu vermeiden werden aus einer Charge repräsentativ Bauteile einer technischen Sauberkeitsprüfung unterzogen, bei der verschiedene Eigenschaften der dem Bauteil noch anhaftenden Verschmutzungen festgestellt werden. Dies können z. B. Menge, Anzahl, Größe oder Zusammensetzung der anhaftenden Partikel sein. Außerdem kann ein industrieller Reinigungsprozess durch eine technische Sauberkeitsanalyse überprüft und überwacht werden.

[0003] Die Vorgehensweise zur Bestimmung der technischen Sauberkeit von Bauteilen ist u. a. in den Normen VDA Band Nr. 19 oder der ISO 16232 beschrieben. Darüber hinaus existiert eine Vielzahl von Werkvorschriften, die in der Regel firmenintern verwendet werden. Im Wesentlichen besteht die Vorgehensweise bei der Bestimmung der technischen Sauberkeit von Bauteilen darin, dass die Bauteile mit einem geeigneten Reinigungsmittel (z. B. Kaltreiniger, Wasser, Alkohol etc.) gereinigt werden (sogenannte Extraktion der Partikel oder Partikelgewinnung). Das Reinigungsmittel wird anschließend über Filter geleitet, um den extrahierten Schmutz aufzufangen. Der den Filtern anhaftende partikuläre Schmutz wird anschließend messtechnisch analysiert, insbesondere gravimetrisch oder mikroskopisch vermessen und z. B. Menge, Größenverteilung und andere Parameter des Schmutzes ermittelt. Für den technischen Betrieb relevante Schmutzpartikel liegen in der Regel in einem Größenbereich zwischen 5 µm und 3000 µm.

[0004] Derzeit besteht die Problematik, dass trotz der in den Normen und Vorschriften vorhandenen genauen Beschreibung der Vorgehensweise in unterschiedlichen Prüflaboren keine exakt gleichen Prüfergebnisse erzielt werden können, da diese Prüflabore über unterschiedliche technische Ausrüstungen verfügen. Dies führt immer wieder dazu, dass beispielsweise zwischen einem Bauteilhersteller und dessen Kunden Diskussionen über die Einhaltung von Grenzwerten entstehen, weil aufgrund der unterschiedlichen Laborausrüstung die beiden Parteien bei der jeweiligen Durchführung der technischen Sauberkeitsprüfung zu unterschiedlichen Messergebnissen kommen.

[0005] Da nicht zu erwarten ist, dass es zu einer Vereinheitlichung der Ausstattung verschiedener Labore kommen wird, ist es notwendig, ein Verfahren zu schaffen, mit dem die Wirksamkeit der Methoden zur Prüfung der technischen Sauberkeit in unterschiedlichen Laboren bestimmt und/oder absolut verglichen werden kann.

[0006] Einen Ansatz zur Lösung dieses Problems beschreibt die Gebrauchsmusterschrift DE 20 2012 007 412 U1 mit dem Titel „Kalibriernormal für einen Fähigkeitsnachweis von Untersuchungen der technischen Sauberkeit nach VDA 19/ISO 16232“. Beschrieben ist darin, dass auf einer Trägerplatte eine bekannte Anzahl von Partikeln mit definierter Größe fixiert ist. In der Praxis wird hierzu beispielsweise ein Partikelnormal mit einem Glasstreifen als Trägerplatte angeboten, auf dessen Oberfläche von Hand eine definierte Menge an Testpartikeln einzeln aufgesetzt worden ist. Beim Extraktionsvorgang sollen diese Partikel vollständig auf den Filter gelangen, wo sie mikroskopisch ausgezählt werden können. Werden bei der Nachzählung die Partikel zu einem vorgegebenen Prozentsatz wieder gefunden, so wird das Verfahren als fähig angesehen.

[0007] Nachteilig an diesem, aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren ist, dass für die Wirksamkeitsprüfung die Partikel auf einer separaten Trägerplatte fixiert sind, deren Oberfläche nicht die gleichen Eigenschaften besitzen kann, wie die eines realen Bauteils. Die spezifischen Oberflächeneigenschaften wie z. B. Oberflächenspannung, Rauheit etc. real zu prüfender Bauteile können folglich nicht in die Prüfung mit einbezogen werden.

[0008] Ein weiterer Nachteil liegt in der geringen Flexibilität der im Partikelnormal einsetzbaren Partikel. Da die Nachzählung bei dem besagten Partikelnormal aus dem Stand der Technik mittels Mikroskopie erfolgt, ist eine gewisse Beabstandung der Partikel notwendig, da sonst nicht zwischen einzelnen Partikeln und Partikelagglomeraten unterschieden werden kann.

[0009] Außerdem ist wegen der mikroskopischen Auswertung eine gewisse Mindestgröße der Partikel notwendig. So müssen bei dem aus dem Stand der Technik bekannten Partikelnormal in der Regel Partikel mit einer Partikelgröße oberhalb von 400 µm verwendet werden. Somit ist ein weiterer Nachteil dieses Verfahrens, dass auf der Trägerplatte mit den typischen Abmessungen von (76 × 26 × 1) mm³ nur eine begrenzte Anzahl von Partikeln angeordnet werden können, da diese nach dem Fixieren auf der Trägerplatte ausgezählt und deren Größe bestimmt werden müssen.

[0010] Insgesamt haben die angesprochenen Nachteile zur Folge, dass die Aussagekraft des in

DE 20 2012 007 412 U1 beschriebenen Verfahrens und des darin vorgeschlagenen Partikelnormal stark eingeschränkt ist und deswegen nur begrenzt Anwendung findet.

[0011] In Anbetracht des vorstehend beschriebenen Standes der Technik lag der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu schaffen, mit dem die Wirksamkeit von technischen Sauberkeitsprüfungen unter Verwendung von Bauteilen absolut geprüft und bestimmt werden kann.

[0012] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch das in Anspruch 1 angegebene Verfahren und das in Anspruch 12 angegebene Partikelnormal gelöst. Vorteilhaft Ausgestaltungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen wiedergegeben.

[0013] Das erfindungsgemäße Verfahren zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen umfasst die folgenden Schritte:

- a) Bereitstellen einer Dispersion, die eine definierte Partikelmenge enthält und in der die Partikel in einer Trägersubstanz dispergiert vorliegen,
- b) Bereitstellen eines Bauteils mit definierter Sauberkeit oder eines Bauteils dessen Oberfläche nahezu vollständig frei von Partikeln ist,
- c) Aufbringen der Dispersion auf die Oberfläche des Bauteils,
- d) Durchführung einer technischen Sauberkeitsprüfung, wobei die technische Sauberkeitsprüfung mindestens die folgenden Schritte umfasst:
 - (i) Gewinnung der Partikel von der Oberfläche des Bauteils durch Anwendung eines Reinigungsmittels und
 - (ii) messtechnische Analyse der Partikel.

[0014] Durch anschließenden Vergleich des Analyseergebnisses mit den bereits bekannten Eigenschaften der Partikelmenge (z. B. Masse, Partikelanzahl, Größe, Volumen etc.) kann dann auf die Fähigkeit des Verfahrens geschlossen werden.

[0015] Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wird somit dadurch gelöst, dass in einem separaten Arbeitsgang ein Partikelpräparat in Form einer Dispersion hergestellt werden kann, welche eine definierte Menge an Partikeln enthält. Die Dispersion enthält neben den Partikeln noch eine Trägersubstanz, in welcher die Partikel dispergiert vorliegen. Die Partikel sind dabei in einem definierten Verhältnis in der Trägersubstanz homogen verteilt.

[0016] Die erfindungsgemäße Verwendung einer Dispersion als Partikelnormal hat den Vorteil, dass das Partikelnormal gebrauchsfertig und lagerstabil hergestellt werden kann und erst zu einem späteren Zeitpunkt, z. B. beim Kunden, das erfindungsgemäße Verfahren unter Verwendung dieser Dispersion durchgeführt werden kann. Ein zusätzlicher Vor-

teil besteht darin, dass das Partikelnormal nicht aus einer Kombination einer bestimmten Trägerplatte mit einer bestimmten Menge Partikel besteht, sondern vielmehr die Dispersion auf jedes beliebige Bauteil aufgebracht werden kann, und mit diesem dann die technischen Sauberkeitsprüfung unter realen Bedingungen durchgeführt werden kann.

[0017] Unter „Dispersion“ wie hier verwendet, wird ein System verstanden, das aus mehreren Phasen besteht, von denen eine kontinuierlich ist (Dispersionsmittel) und mindestens eine weitere fein verteilt ist (dispergierte Phase). Das Dispersionsmittel wird hier als „Trägersubstanz“ bezeichnet. Die „Partikel“, wie hier verwendet, stellen die mindestens eine dispergierte Phase der Dispersion dar. Diese mindestens eine dispergierte Phase ist erfindungsgemäß folglich ein Feststoff. Die Trägersubstanz kann flüssig, hochviskos, halb-fest, pastös, gel- oder wachsartig sein.

[0018] Wichtig ist, dass die Viskosität der Trägersubstanz ausreichend ist, um die Partikel darin dispergiert zu halten, d. h. ein Absinken der Partikel oder eine Phasentrennung zu vermeiden oder zumindest für einen gewissen Lagerzeitraum zu unterbinden. Dies kann der Fachmann in Abhängigkeit der jeweils verwendeten Partikel durch einfache Versuche testen. Praktische Versuche haben gezeigt, dass hierfür in der Regel eine Viskosität (kinematisch, z. B. bestimmbar nach DIN 51562) der Trägersubstanz von mindestens 200, vorzugsweise mindestens 250 mm²/s bei 20°C vorteilhaft ist. Vorzugsweise liegt die Obergrenze für die Viskosität der Trägersubstanz bei 100, 75, 50, 25 oder 10 mm²/s bei 100°C. Trägersubstanzen mit derartigen Viskositäten sind beispielsweise Vaseline (Viskosität bei 100°C: 7,5–10 mm²/s) oder dickflüssiges Paraffinöl (Viskosität bei 20°C: 220–260 mm²/s).

[0019] In einer weiteren besonders vorteilhaften Ausführung wird als Trägersubstanz für die Herstellung des Partikelpräparates eine organische Substanz verwendet, die in dem bei der Sauberkeitsanalyse in Schritt d) (i) verwendeten Reinigungsmittel sehr gut löslich ist, andererseits aber genügend viskos ist, um die eingemischten Partikel homogen verteilt zu halten.

[0020] Bei der Verwendung von unpolaren Reinigungsmitteln in Schritt d) (i) ist eine Trägersubstanz auf Basis hydrophober Kohlenwasserstoffe, Fette oder Öle besonders vorteilhaft. Vorzugsweise ist die Trägersubstanz auf Basis von Kohlenwasserstoffen (Paraffine, Olefine), insbesondere Vaseline ausgewählt.

[0021] „Auf Basis von“, wie hier verwendet, bedeutet dabei zu mindestens 50, vorzugsweise mindestens 60, 70, 80 oder 90 Gew.-%.

[0022] Als besonders vorteilhafte Trägersubstanzen haben sich Gemische aus Vaseline und Ölen ergeben. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform enthält die Trägersubstanz Vaseline und/oder Paraffinöl, ist auf Basis von Vaseline und/oder Paraffinöl oder besteht hieraus. Vorzugsweise ist die Trägersubstanz eine Mischung aus Vaseline und Paraffinöl. Diese Mischung kann, jeweils bezogen auf das Gewicht der Trägersubstanz, Paraffinöl in einer Menge von 10 bis 40 Gew.-%, insbesondere 15 bis 35 Gew.-%, und Vaseline in einer Menge von 60 bis 90 Gew.-%, insbesondere 65 bis 85 Gew.-%, enthalten. Eine besonders vorteilhafte Mischung besteht aus 2 bis 5 Teilen Vaseline gemischt mit 1 Teil Paraffinöl.

[0023] Bei der Verwendung von polaren Reinigungsmitteln hat es sich als besonders vorteilhaft erwiesen, wenn die Trägersubstanz auf Basis hydrophiler Oligomere oder Polymere ist. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform enthält die Trägersubstanz Polyethylenglycol (PEG), ist auf Basis von Polyethylenglycol (PEG) oder besteht hieraus. Das Polyethylenglycol (PEG) hat dabei vorzugsweise ein Molekulargewicht von 500 bis 2000, besonders bevorzugt 800 bis 1500.

[0024] Bei der Trägersubstanz kann es sich um einen einzelnen Stoff oder eine Mischung verschiedener Stoffe handeln. Die Trägersubstanz sollte in Bezug auf das in Schritt d) angewendete Verfahren derart ausgewählt sein, dass sie mit dem in Schritt d) (i) verwendeten Reinigungsmittel von der Oberfläche des Bauteils und der Partikel ablösbar ist oder in diesem Reinigungsmittel löslich ist. Reinigungsmittel, Reinigungsflüssigkeit, Waschlösung, Waschflüssigkeit, Extraktionsmittel und Extraktionsflüssigkeit werden hier synonym verwendet. Bei technischen Sauberkeitsprüfungen werden üblicherweise drei Typen von Reinigungsflüssigkeiten je nach Anwendung verwendet: (1) wässrig tensidische Flüssigkeiten, z. B. Wasser mit handelsüblichem Spülmittel, (2) polare Lösemittel, z. B. Alkohol, oder (3) unpolare Lösemittel, z. B. Kaltreiniger oder Waschbenzin. Diese und ihr Lösevermögen in Bezug auf verschiedenste Substanzen sind beispielsweise in der VDA-19, insbesondere Tabelle 6-1, beschrieben.

[0025] Die erfindungsgemäße Dispersion lässt sich nach typischen, dem Fachmann bekannten Dispergierv Verfahren herstellen. Insbesondere können die Partikel in der Trägersubstanz mechanisch dispergiert, z. B. eingerührt, werden. Dabei sollte das Dispergieren solange fortgesetzt werden, bis eine Homogenisierung, d. h. möglichst feinteilige Verteilung der Partikel in der Trägersubstanz erreicht worden ist. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird das Dispergieren, insbesondere das Rühren, unter Vakuum durchgeführt. Hierdurch kann eine optimierte Verteilung der Partikel erreicht und die Bildung von Bläschen in der Trägersubstanz vermieden werden.

[0026] Der Einsatz von Dispergiermitteln, also Substanzen, die das Dispergieren in der Trägersubstanz erleichtern, z. B. indem die Grenzflächenspannung zwischen den beiden Phasen reduziert wird, können ebenfalls der Dispersion – genauso wie weitere Hilfsstoffe – zugegeben werden. Gemäß einer besonderen Ausführungsform besteht die Dispersion aus Trägersubstanz, Partikeln und ggf. Dispergier- und Hilfsstoffen.

[0027] Die Partikel weisen vorzugsweise im Wesentlichen eine Größe von 1 bis 3000 µm, oder 5 bis 3000 µm, vorzugsweise 5 bis 1000 µm, insbesondere bevorzugt 5 bis 500 µm, zwischen 5 und 400 µm oder zwischen 5 und 350 µm auf. In einer besonders vorteilhaften Ausführung haben die Partikel im Wesentlichen eine Größe von bis zu 500, 400 oder 300 µm. Dies hat den Vorteil, eine herkömmliche Verschmutzung von Oberflächen widerzuspiegeln.

[0028] „Im Wesentlichen“ bedeutet dabei insbesondere, dass mehr als 80, 90, 95, 98 oder 99% der Partikel in diesen Größenbereich fallen. „Größe“ bezieht sich, wie hier verwendet, auf den mikroskopisch bestimmten größtmöglichen Durchmesser. Gemäß einer anderen Ausführungsform der Erfindung weisen die Partikel eine durchschnittliche Partikelgröße von 5 bis 3000 µm, vorzugsweise 5 bis 1000 µm, insbesondere bevorzugt 10 bis 500 µm, zwischen 20 und 400 µm oder zwischen 5 und 300 µm auf.

[0029] Das erfindungsgemäße Partikelpräparat (die Dispersion) wird in Schritt c) des erfindungsgemäßen Verfahrens auf ein Bauteil mit definierter Sauberkeit oder auf ein Bauteil dessen Oberfläche nahezu vollständig frei von Partikeln ist, aufgebracht. Die Sauberkeit lässt sich nach VDA 19/ISO 16232 bestimmen, insbesondere durch Durchführung einer Abklingsmessung wie in Teil 5 der ISO 16232 beschrieben, s. insbesondere Kapitel 6.2.17 mit zugehöriger Fig. 1, oder auf Seite 53 ff. von VDA Band 19.

[0030] Ein Bauteil dessen Oberfläche nahezu vollständig frei von Partikeln ist, lässt sich insbesondere durch vorheriges Reinigen des Bauteils bewerkstelligen. Vorzugsweise erfolgt diese Reinigung nach dem gleichen Verfahren und mit den gleichen Reinigungsmitteln wie anschließend in Schritt d) des erfindungsgemäßen Verfahrens.

[0031] Die definierte Sauberkeit des eingesetzten Bauteils ist wichtig, damit sichergestellt werden kann, dass die nach Durchlaufen des erfindungsgemäßen Verfahrens gewonnenen und analysierten Partikel auch wirklich oder zumindest zu einem bekannten Prozentsatz aus der aufgetragenen Dispersion stammen und nicht etwa schon vorher, z. B. in Form von Schmutzpartikeln auf der Bauteiloberfläche vorhanden waren.

[0032] Das im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Bauteil kann jede beliebige Form und Materialzusammensetzung aufweisen und kann insbesondere auch gekrümmte Oberflächen, Hohlräume und Öffnungen aufweisen. Gemäß einer besonderen Ausführungsform handelt es sich bei dem Bauteil nicht um eine Trägerplatte, insbesondere nicht um eine Trägerplatte wie sie beispielsweise in dem Partikelnormal gemäß DE 20 2012 007 412 U1 zu finden ist.

[0033] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform sind die Partikel in der Dispersion in einer Menge von 0,5 bis 40 Gew.-%, insbesondere 1 bis 30 Gew.-% oder 4 bis 20 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Dispersion, enthalten. Bei einer weiteren erfindungsgemäßen Ausführungsform ist das Verhältnis Partikel zu Trägersubstanz (in Gewichtsteilen) von 1:2 bis 1:20.

[0034] Vorzugsweise beträgt die Gesamtmenge an Partikeln in der Dispersion, welche im erfindungsgemäßen Verfahren verwendet wird oder im erfindungsgemäßen Applikator enthalten ist, zwischen 0,1 mg und 20 mg, insbesondere zwischen 0,5 mg bis 10 mg.

[0035] Die Partikel können dabei eine ähnliche Zusammensetzung wie der Werkstoff des in Schritt b) bereitgestellten Bauteils aufweisen oder aus Material einer anderen Werkstoffgruppe als das in Schritt b) bereitgestellte Bauteil bestehen.

[0036] In einer besonders bevorzugten Ausführung bestehen die Partikel in der Dispersion aus einem ähnlichen Material wie das im erfindungsgemäßen Verfahren verwendete Bauteil. Beispielsweise werden in diesem Fall für die Prüfung eines Edelstahlbauteils Partikel aus einem ähnlichen Edelstahl in die Dispersion eingemischt. Hieraus ergibt sich der Vorteil, dass eine sehr gute Vergleichbarkeit der Wirksamkeitsprüfung mit einer regulären Sauberkeitsprüfung gegeben ist, da reguläre Partikel unter anderem durch die Bearbeitung, z. B. Zerspanung oder Trennen des Bauteils entstehen. In gleicher Weise würde mit Bauteilen aus Nichteisenmetallen, Kunststoffen oder anderen Werkstoffen verfahren.

[0037] In einer alternativen bevorzugten Ausführung bestehen die Partikel in dem Präparat aus einer anderen Werkstoffgruppe als das zu verwendende Bauteil. Hieraus ergibt sich der Vorteil, dass der Verbleib von Fremdmaterial auf einem Bauteil wiedergespiegelt wird.

[0038] Das Aufbringen der Dispersion in Schritt c) erfolgt vorzugsweise in Form von diskreten Tröpfchen oder Pünktchen, welche auf der Oberfläche des Bauteils abgelegt werden. Hierzu wird vorzugsweise ein Applikator verwendet. Unter Applikator wird hier jede Vorrichtung verstanden, die geeignet ist, eine definierte Menge der erfindungsgemäßen Dispersion

und damit eine definierte Menge an Partikeln auf die Oberfläche des Bauteils aufzubringen.

[0039] Bei einer weiteren erfindungsgemäßen Ausführungsform ist der Applikator ein Behältnis, aus dem die erfindungsgemäße Dispersion entnommen werden kann, ohne Teile der Partikelmenge zu verlieren.

[0040] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird die Dispersion in Schritt a) bereits in Form eines Applikators bereitgestellt, der mit einer definierten Menge der Dispersion befüllt ist. Mit diesem kann dann in Schritt c) die Dispersion auf die Oberfläche des Bauteils aufgebracht werden.

[0041] Die Erfindung betrifft auch Applikatoren, die besonders zur Verwendung im erfindungsgemäßen Verfahren ausgestaltet sind und eine definierte Menge der erfindungsgemäßen Dispersion und damit an Partikeln enthalten. Vorzugsweise ist der Applikator ausgewählt aus einer Spritze, einer Tube, einer Kartusche, einer Pistole, einer Spritzflasche und einem Beutel.

[0042] Vorzugsweise ist der erfindungsgemäße Applikator derart ausgestaltet, dass sich die darin befindliche Menge an dispergierten Partikeln ohne Verluste entnehmen lässt.

[0043] Besonders akkurate und reproduzierbare Ergebnisse haben sich in der Praxis erzielen lassen, wenn der Applikator gemäß einer ersten Ausführungsform einen Auslassbereich aufweist, der mit der Dispersion (partikelhaltiger Trägersubstanz) befüllt ist, und mindestens einen zweiten Bereich aufweist, der mit reiner Trägersubstanz befüllt ist. Diese Ausführungsform hat den Vorteil, dass die Trägersubstanz aus diesem zweiten Bereich nach Applikation der Dispersion in Schritt c) des erfindungsgemäßen Verfahrens zumindest partiell als Totvolumen im Applikator verbleiben kann. Dies garantiert eine annähernd verlustfreie Applikation einer definierten Menge an Dispersion und damit Partikeln. Gemäß einer zweiten bevorzugten Ausführungsform ist der Applikator mit der Dispersion befüllt, wobei sowohl unmittelbar am Auslassbereich als auch in einem zweiten Bereich der Applikator mit reiner Trägersubstanz befüllt ist. Durch diese beiden Ausführungsformen wird der besondere Vorteil erzielt, dass nach dem Übertragen der Dispersion auf das Bauteil im Totvolumen der Spritze keine Partikel verbleiben und somit kein Fehler durch den Verbleib von Partikeln in der Spritze entsteht. Wenn der Applikator einen Stempel oder Kolben aufweist, kann es sich bei dem zweiten Bereich um den an den Stempel bzw. Kolben angrenzenden Bereich handeln.

[0044] Die Verwendung einer Spritze hat sich als besonders praxisgerecht erwiesen. Bei einer bevorzugt-

ten Ausführungsform befindet sich das Partikelpräparat mit bekannter Partikelmasse in einer Spritze, wie sie z. B. für medizinische Präparate verwendet wird. Durch Betätigen der Spritze kann das Partikelpräparat leicht auf das Bauteil übertragen werden. Vorzugsweise beträgt die in der Spritze vorhandene Partikelmasse von 0,1 mg und 20 mg, insbesondere von 0,5 mg und 10 mg. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird die Spritze im Stempelbereich und im Auslassbereich mit einer Portion der reinen Trägersubstanz gefüllt, wobei der dazwischenliegende Bereich mit Dispersion befüllt ist.

[0045] Das in Schritt c) mit der erfindungsgemäßen Dispersion präparierte Bauteil wird dann in Schritt d) einer herkömmlichen Sauberkeitsprüfung unterzogen. Diese erfolgt vorzugsweise nach VDA 19 oder ISO 16232, kann jedoch im Prinzip auch nach jeder anderen, z. B. betriebsinternen Norm durchgeführt werden.

[0046] Durch Vergleich des Analysenergebnisses mit den bereits bekannten Eigenschaften der Partikelmischung kann dann auf die Fähigkeit des Verfahrens geschlossen werden.

[0047] Die Erfindung stellt auch ein Partikelnormal bereit, welches aus einem Applikator wie oben beschrieben besteht, der eine erfindungsgemäße Dispersion mit einer definierten Menge an Partikeln enthält. Es gilt das oben zum Applikator und zur Dispersion Erläuterte entsprechend. Der Begriff des Partikelnormal ist dem Fachmann bekannt, derartige Partikelnormale sind beispielsweise in VDA 19, Seite 62 f. beschrieben.

[0048] Die Erfindung schlägt insbesondere ein Partikelnormal zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen vor, welches aus einem Applikator besteht, der eine Dispersion mit einer definierten Menge an Partikeln enthält, wobei die Partikel in einer Trägersubstanz dispergiert vorliegen die ausgewählt ist aus Vaseline, Paraffinöl, Polyethylenglycol und deren Mischungen und wobei die Partikel eine Größe von 5 bis 400 µm aufweisen und die Gesamtmenge an Partikeln in der Dispersion zwischen 0,1 mg und 20 mg beträgt. Dieses Partikelnormal hat den Vorteil, dass es gebrauchts- und lagerfertig zu einem Zeitpunkt hergestellt werden kann und zu einem späteren Zeitpunkt in Kombination mit einer Vielzahl realer Bauteilen im erfindungsgemäßen Verfahren zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen verwendet werden kann.

[0049] Die Erfindung wird nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert:

Ausführungsbeispiele

[0050] Vaseline und dickflüssiges Paraffinöl wurden als Vaseline-Ölmischung in 3 verschiedene Konzentrationen angesetzt und homogen vermischt. Dabei besitzt Variante I eine geringere Viskosität als Variante II und diese eine geringere Viskosität als Variante III (jeweils eingestellt durch höheren Anteil an Paraffinöl).

[0051] Variante I wird für die Mischung mit Aluminiumpartikeln zum Einsatz kommen, Variante II für den Einsatz mit den Kupferpartikeln und Variante III ist als Mischung für das Totvolumen vorgesehen.

[0052] In einem Mischvorgang wird zunächst Variante I aus Vaseline und Öl hergestellt. Der Ölanteil ist dabei relativ hoch. Die Herstellung erfolgt durch Mischen der Komponenten unter Wärmezufuhr (Masse-temperatur ca. 55°C).

[0053] In einem zweiten Mischvorgang wird eine Vaseline-Öl-Mischung Variante I mit Aluminiumpartikeln versehen. Nach der Siebanalyse sollten die Partikel Größen zwischen 50 und 90 µm besitzen, die lichtmikroskopische Auswertung zeigt die realen Größen zwischen 50 und 200 µm.

[0054] In einem dritten Mischvorgang wird eine Vaseline-Öl-Mischung mit Kupferpartikeln versehen. Nach der Siebanalyse sollten die Partikel Größen zwischen 150 und 200 µm besitzen, die lichtmikroskopische Auswertung zeigt die realen Größen zwischen 200 und 400 µm.

Beispiel 1:

[0055] Eine 1 ml-Volumen-Spritze wurde mit 0,2 mL Trägersubstanz der Variante III befüllt. Anschließend wurden 0,1 mL Trägersubstanz mit Aluminiumpartikeln hinzugefügt. Für den Test wurden 10 einzelne Spritzen befüllt

[0056] In einem zweiten Beispiel wurden 0,1 mL Trägersubstanz II mit Kupferpartikeln in die mit 0,2 mL Trägersubstanz III befüllte Spritze gefüllt (**Fig. 1**). Für diesen Test wurden 30 einzelne Spritzen befüllt.

[0057] Die Spritzen wurden jeweils im Zustand der Befüllung mit der Totvolumen-Trägermasse gewogen und anschließend im Zustand mit der zusätzlich eingefüllten partikelhaltigen Dispersion. Auf diese Weise wurde die durchschnittliche partikelhaltige Träger-substanzmasse berechnet. Unter der Annahme einer homogenen Partikelverteilung in der Dispersion kann daraus die Masse an Metallpartikeln berechnet werden.

[0058] Anschließend wurde der Partikelhaltige Spritzeninhalt beispielhaft in Form von Dots auf die

Oberfläche einer Aluminiumrunde aufgebracht (siehe **Fig. 2** und **Fig. 3**) und eine Sauberkeitsprüfung durch Niederdruckspritzen nach DIN 16232 durchgeführt und die abgelöste Partikelmenge gravimetrisch bestimmt.

[0059] Für die Prüfungen wurden Trägersubstanz-Partikelmassen-Verhältnisse von 1:10, 1:15 und 1:30 hergestellt. Durch das Wiegen der Spritzen vor und nach dem Befüllen mit der partikelhaltigen Dispersion ist die Masse M_1 (Trägersubstanz + Partikel) bekannt. Unter der Annahme einer homogenen Verteilung der Partikel in der Trägersubstanz und dem bekannten Mischungsverhältnis kann die Masse M_2 (Masse Partikel ohne Trägersubstanz) berechnet werden. Bei der Sauberkeitsprüfung geht die Trägersubstanz in Lösung und die Partikel werden auf einem Filter gesammelt. Im Idealfall (homogene Partikelverteilung in Trägersubstanz, keine Partikelverluste) ist die Masse der Partikel auf dem Filter (Masse M_3) gleich der Masse M_2 .

[0060] Anhand von Beispielmessungen sollte gezeigt werden wie gut der „Idealfall“ erreichbar ist. Mögliche Abweichungen entstehen aus inhomogener Partikelverteilung in der Trägersubstanz, Applizierbarkeit auf einer Aluminiumrunde, manuelle Fehler bei der Gravimetrie usw.

[0061] In **Abb. 4** ist die auf 0,1 g normierte, experimentell ermittelte Masse an Aluminiumpartikeln aus 10 Einzelmessungen dargestellt. Die mittlere Schwankungsbreite der 10 Einzelmessungen beträgt ca. 3 Prozent der eingesetzten Partikelmasse von ca. 6 mg.

[0062] In **Abb. 5** ist die auf 0,1 g normierte, experimentell ermittelte Masse an Kupferpartikeln aus 3×10 Einzelmessungen dargestellt. Die mittlere Schwankungsbreite der 30 Einzelmessungen beträgt ca. 5 Prozent der eingesetzten Partikelmasse von ca. 8 mg.

[0063] Das erfindungsgemäße Partikelnormal ist somit befähigt eine Reproduzierbarkeit von 95–97 Prozent der eingesetzten Partikelmassen zu gewährleisten.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- DE 202012007412 U1 [0006, 0010, 0032]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- Normen VDA Band Nr. 19 [0003]
- ISO 16232 [0003]
- DIN 51562 [0018]
- VDA-19 [0024]
- VDA 19/ISO 16232 [0029]
- Teil 5 der ISO 16232 [0029]
- Seite 53 ff. von VDA Band 19 [0029]
- VDA 19 [0045]
- ISO 16232 [0045]
- VDA 19, Seite 62 f. [0047]
- DIN 16232 [0058]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen umfassend die folgenden Schritte:

- e) Bereitstellen einer Dispersion, die eine definierte Partikelmenge enthält und in der die Partikel in einer Trägersubstanz dispergiert vorliegen,
- f) Bereitstellen eines Bauteils mit definierter Sauberkeit oder eines Bauteils dessen Oberfläche nahezu vollständig frei von Partikeln ist,
- g) Aufbringen der Dispersion auf die Oberfläche des Bauteils,
- h) Durchführung einer technischen Sauberkeitsprüfung, wobei die technische Sauberkeitsprüfung mindestens die folgenden Schritte umfasst:
 - (i) Gewinnung der Partikel von der Oberfläche des Bauteils durch Anwendung eines Reinigungsmittels und
 - (ii) messtechnische Analyse der Partikel.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Dispersion in Schritt a) in Form eines Applikators bereitgestellt wird, der mit einer definierten Menge der Dispersion befüllt ist, und dass in Schritt c) die Dispersion unter Verwendung des Applikators auf die Oberfläche des Bauteils aufgebracht wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Applikator derart ausgestaltet ist, dass sich die darin befindliche Menge an dispergierten Partikeln ohne Verluste entnehmen lässt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Applikator einen Auslassbereich aufweist, der mit partikelhaltiger Trägersubstanz befüllt ist, und mindestens einen zweiten Bereich aufweist, der mit reiner Trägersubstanz befüllt ist, und wobei die Trägersubstanz aus diesem zweiten Bereich nach Applikation der Dispersion in Schritt c) partiell als Totvolumen im Applikator verbleiben kann.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Applikator ausgewählt ist aus einer Spritze, einer Tube, einer Kartusche, einer Pistole, einer Spritzflasche und einem Beutel.

6. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**,
 i. dass die Partikel im Wesentlichen eine Größe von 5 µm bis zu 3000 µm besitzen,
 ii. dass die Partikel in der Dispersion in einer Menge von 0,5 bis 40 Gew.-%, insbesondere 1 bis 30 Gew.-% oder 4 bis 20 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Dispersion, enthalten sind, und/oder

iii. dass die Gesamtmenge an Partikeln in der Dispersion zwischen 0,1 mg und 20 mg, insbesondere zwischen 0,5 mg bis 10 mg beträgt.

7. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Partikel eine ähnliche Zusammensetzung wie der Werkstoff des in Schritt b) bereitgestellten Bauteils aufweisen oder dass die Partikel aus Material einer anderen Werkstoffgruppe als das in Schritt b) bereitgestellte Bauteil bestehen.

8. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die in Schritt a) genannte Trägersubstanz mit dem in Schritt d) (i) verwendeten Reinigungsmittel von der Oberfläche des Bauteils und der Partikel ablösbar ist oder in diesem Reinigungsmittel löslich ist.

9. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Trägersubstanz auf Basis hydrophober Kohlenwasserstoffe, Fette oder Öle ist oder auf Basis hydrophiler Oligomere oder Polymere.

10. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Trägersubstanz Vaseline und/oder Paraffinöl enthält oder hieraus besteht, wobei die Trägersubstanz vorzugsweise eine Mischung aus Vaseline und Paraffinöl ist, welche, jeweils bezogen auf das Gewicht der Trägersubstanz, Paraffinöl in einer Menge von 10 bis 40 Gew.-%, insbesondere 15 bis 35 Gew.-%, enthält und Vaseline in einer Menge von 60 bis 90 Gew.-%, insbesondere 65 bis 85 Gew.-%.

11. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Trägersubstanz Polyethylenglycol enthält oder hieraus besteht, insbesondere Polyethylenglycol mit einem Molekulargewicht von zwischen 500 und 2000.

12. Partikelnormal zur Bestimmung der Wirksamkeit technischer Sauberkeitsprüfungen bestehend aus einem Applikator, welcher eine Dispersion mit einer definierten Menge an Partikeln enthält, wobei die Partikel in einer Trägersubstanz dispergiert vorliegen die ausgewählt ist aus Vaseline, Paraffinöl, Polyethylenglycol und deren Mischungen und wobei die Partikel eine Größe von 5 bis 400 µm aufweisen und die Gesamtmenge an Partikeln in der Dispersion zwischen 0,1 mg und 20 mg beträgt.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

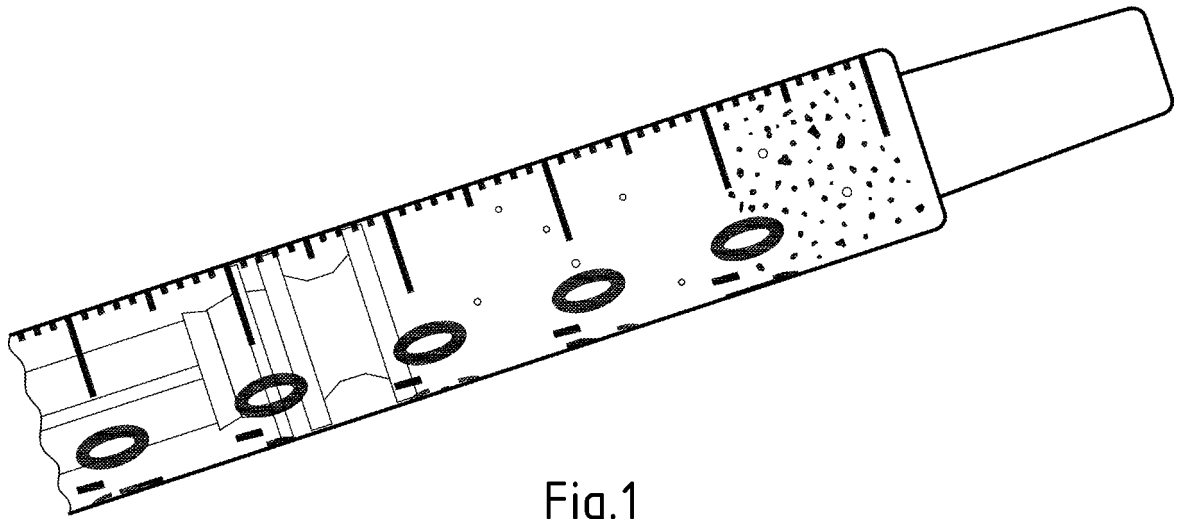


Fig.1

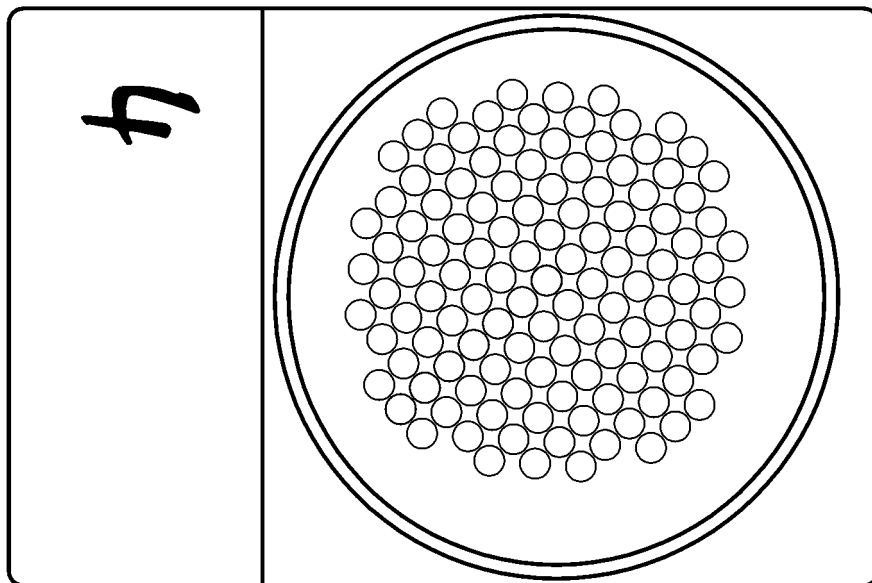


Fig.2

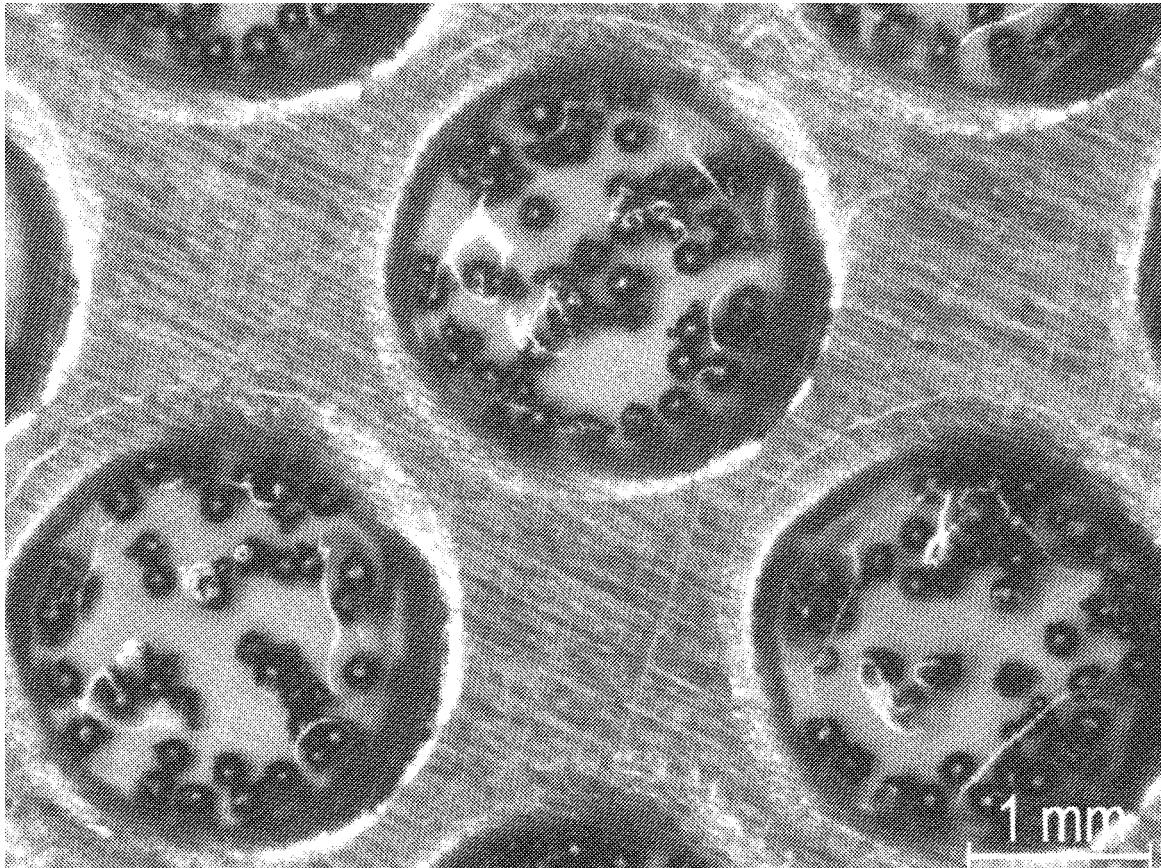


Fig.3

Partikel in 0,1g Substanz in mg, Nr. 1-10

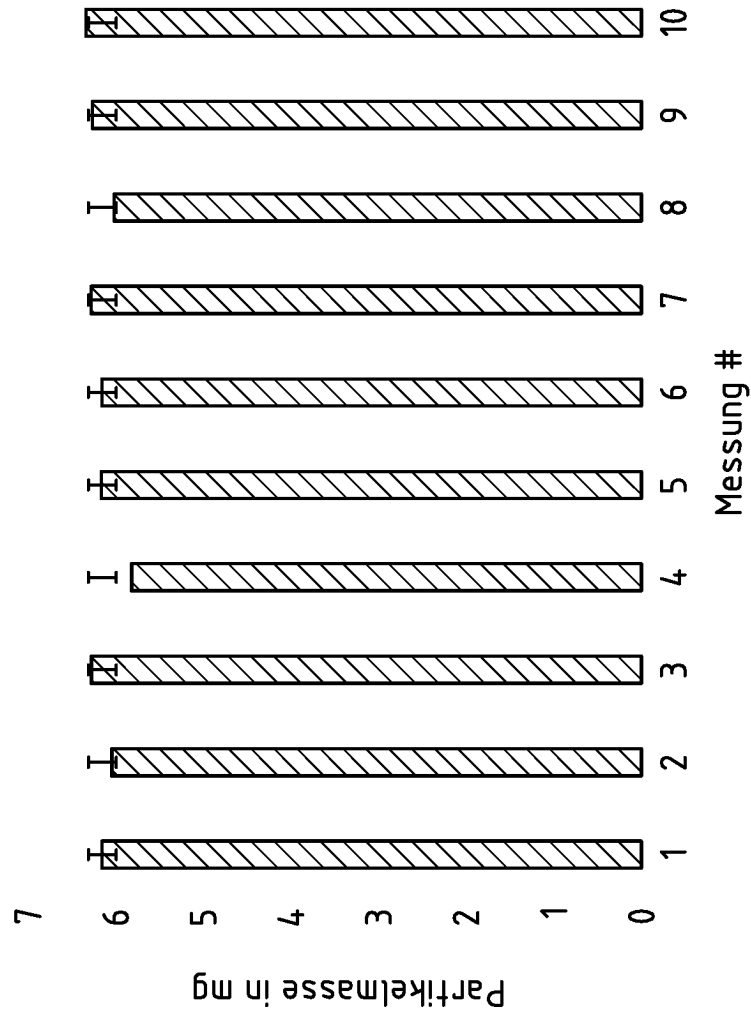


Fig.4

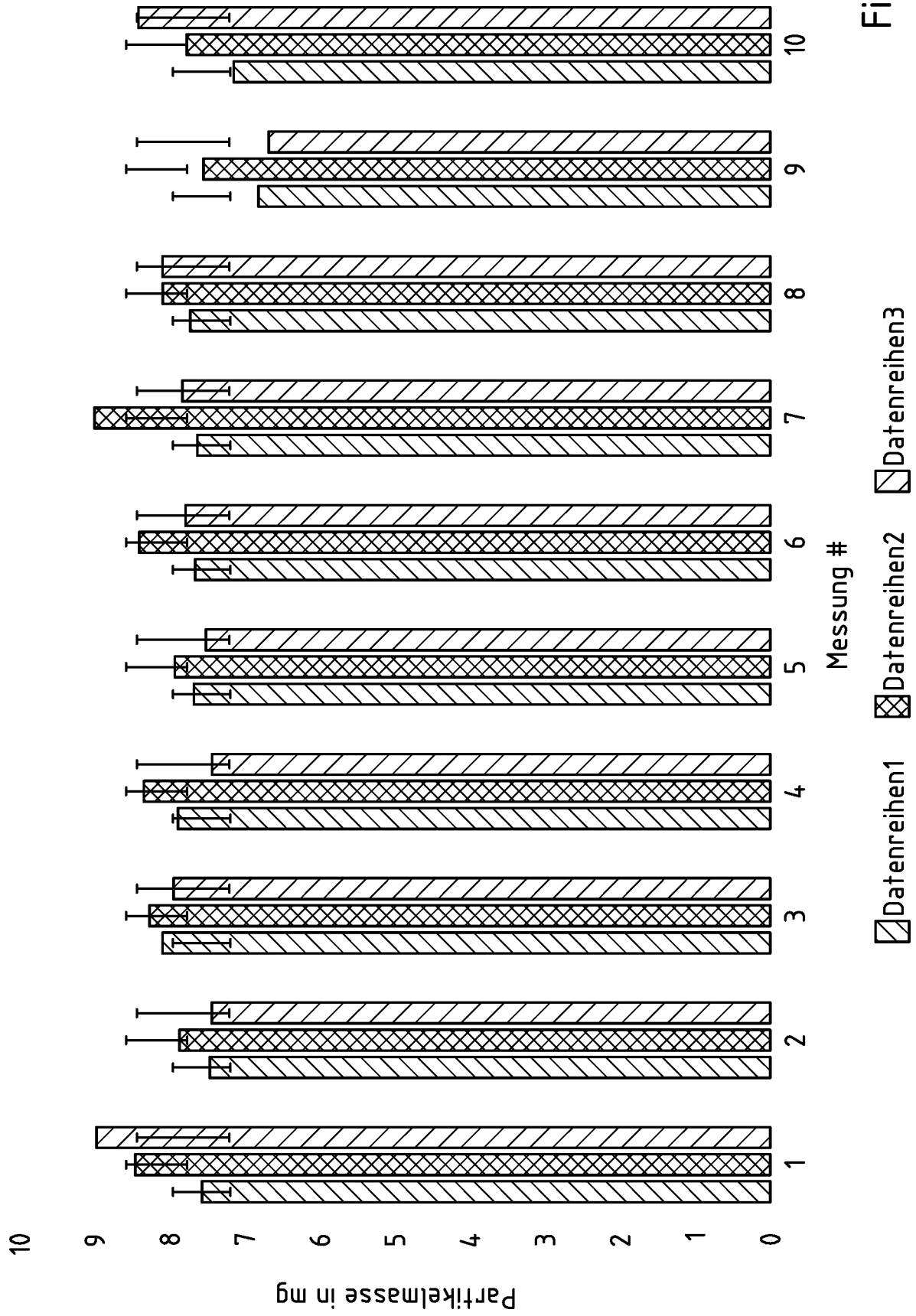


Fig.5