

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Reinraumtechnik
Prüfung extrahierbarer löslicher Rückstände
Methode zur Istzustandsermittlung und
Grenzwertprüfung

VDI 2083
Blatt 23
Entwurf

Cleanroom technology – Testing of extractable soluble residues – Method for determining actual condition and limit value testing

Einsprüche bis 2021-10-31

- vorzugsweise über das VDI-Richtlinien-Einspruchsportal <http://www.vdi.de/2083-23>
- in Papierform an
VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik
Fachbereich Technische Gebäudeausrüstung
Postfach 10 11 39
40002 Düsseldorf

Inhalt	Seite
Vorbemerkung	2
Einleitung.....	2
1 Anwendungsbereich.....	2
2 Begriffe	3
3 Formelzeichen und Abkürzungen	5
4 Grundlagen der extraktiven NVR-Bestimmung.....	5
5 Prüfungsdurchführung.....	9
6 Dokumentation und Rückrechnung.....	18
7 Kalibrierung/Verifizierung/Messmittelfähigkeit.....	19
8 Arbeitsschutz und Sicherheit	19
Anhang A Merkmale des Verfahrens mittels QCM-Wägung.....	20
Anhang B Auswahl und Festlegung von Kontrollflächen	21
Anhang C Exemplarische Fehlermöglichkeiten bei der NVR-Bestimmung.....	22
Anhang D Beispiel für Prüfbericht – Prüfung extrahierbarer löslicher Rückstände.....	23
Schrifttum	24

VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik (GBG)
Fachbereich Technische Gebäudeausrüstung

VDI-Handbuch Reinraumtechnik

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechts und unter Beachtung der Lizenzbedingungen (www.vdi.de/richtlinien), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

An der Erarbeitung dieser Richtlinie waren beteiligt:

Dipl.-Ing. *Astrid Dudel*, Bamberg

Daniel Gerger, Emmingen-Liptingen

Dr. *Victor Gonzalez*, Schweinfurt

Dr.-Ing. *Markus Keller*, Stuttgart (stellv. Vorsitz)

Dipl.-Ing. *Hans-Jürgen Leidig*, Pforzheim

Dr. *Alexander Mäder*, Coburg

Dr. *Steffen Oßwald*, Emmingen-Liptingen

Dr.-Ing. *Gerd Paulig*, Pforzheim

Dr. rer. nat. *Thomas Pechmann*, Schweinfurt

Dr. *Markus Rochowicz*, Stuttgart (Vorsitz)

Dipl.-Ing. Univ. *Thomas Rosemann* VDI, Würzburg

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Eine Liste der aktuell verfügbaren und in Bearbeitung befindlichen Blätter dieser Richtlinienreihe sowie gegebenenfalls zusätzliche Informationen sind im Internet abrufbar unter www.vdi.de/2083.

Einleitung

Die Reinheit von Bauteiloberflächen zählt heute in nahezu allen Branchen zu den wichtigen Qualitätsmerkmalen. Dabei können nicht nur Partikelrückstände Risiken für Qualität, Funktion und Sicherheit darstellen, sondern auch nicht partikuläre Anhaftungen, im Sprachgebrauch häufig auch als chemische oder filmische Rückstände bezeichnet, wie etwa Öle, Fette, Kühlschmierstoffe, Rückstände von Korrosionsschutzmitteln und Konservierungstoffen, Trennmitteln, Fingerabdrücke, Reinigern sowie von weiteren Fertigungshilfsstoffen, können z. B. für nachfolgende Fertigungsschritte störend sein. Beispiele sind

- Kleben
- Schweißen
- Löten
- Wärmebehandlung und Härten

- Beschichten, Lackieren und Bedrucken
- Fügen

Fallweise können chemische Oberflächenrückstände nicht nur direkt das Ergebnis von Herstellungs- und Verarbeitungsschritten beeinträchtigen, sondern die Langzeitstabilität des Produkts in dessen Anwendung kann herabgesetzt werden, z. B. in der Elektronik, wo Rückstände von Salzen zu elektrochemischer Migration mit Bildung von Dendriten oder Whiskern führen können, was dann durch Kurzschluss zum Versagen des Produkts führt.

In anderen Anwendungen hingegen ist gerade eine definierte Konditionierung der Oberfläche durch Applizierung einer Substanz, etwa einem Öl, vorgesehen, z. B. beim

- Korrosionsschutz
- Einstellen von Reibwerten in der Montage
- Schmieren von bewegten Komponenten

Um die Qualität und Ausfallsicherheit der Produkte zu gewährleisten, muss hier die Menge und fallweise die Lage der betreffenden chemischen Substanzen auf der jeweiligen Oberfläche gezielt eingestellt werden.

Zur Ermittlung und Spezifizierung der Belastung einer Oberfläche mit chemischen Rückständen oder aber auch deren Belegung mit einer erwünschten Substanz bedarf es einheitlicher Messtechniken und Verfahren, sei es als Werkzeug zur Prozessüberwachung und -optimierung, Überprüfung der Einhaltung der Grenzwerte von Kaufteilen oder z. B. auch Auffindung von Fehlerursachen.

1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie beschreibt ein Verfahren zur quantitativen Erfassung der Masse (Istzustandsermittlung) von löslich-chemischen Substanzen auf Oberflächen durch Auflösen mit einer möglichst geringen Menge Lösungsmittel (Minimalmengen-Extraktion) und anschließender Wägung des nach der Verflüchtigung einer geringen Teilmenge der Extraktionsflüssigkeit vorliegenden Rückstands mittels einer hochempfindlichen QCM.

Die für die Teilmenge bestimmte Rückstandsmasse wird auf die Gesamtmenge der vorliegenden Extraktionsflüssigkeit hochgerechnet und in Bezug zur beprobten Bauteilfläche gesetzt, um zu einer Flächenbelegung als standardisierte Angabe des Gehalts löslicher nicht flüchtiger Substanzen der Oberfläche zu gelangen.

Das Aufkommen der löslichen Oberflächenrückstände wird somit durch Bestimmung der Masse der bei Raumtemperatur extrahierten nicht verflüchtigen Rückstände (NVR) zum Ausdruck gebracht.

Auf diesem Wege kann das Aufkommen von löslichen Rückständen auf Bauteilen bzw. Oberflächen als einfacher Summenwert ermittelt, überwacht und kommuniziert werden.

Der NVR-Gehalt als Rückstandsmasse pro Flächeneinheit ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) als Maß für die Präsenz von löslichen Rückständen auf einer Oberfläche wird zur Formulierung von Grenzwerten bzw. Spezifikationen verwendet. Weiterhin wird ein Klassifizierungssystem eingeführt, das optional zur Spezifikation und Darstellung von Ergebnissen verwendet werden kann.

Die NVR-Bestimmung im Sinne dieser Richtlinie ist auf die quantitative Erfassung der durch Auflösen in Lösungsmittel von einer Oberfläche extrahierbaren Rückstände ausgerichtet, unter weitgehendem Ausschluss etwa vorhandener Feststoffpartikel als unerwünschter NVR-Beitrag.

Durch die Kombination von Minimalmengen-Extraktion und der Verwendung einer QCM ergeben sich große Vorteile im Vergleich zu bestehenden Normen und Verfahren zur klassischen NVR-Bestimmung, insbesondere durch die hohe Nachweisempfindlichkeit, die schnelle, einfache und robuste Durchführung, sowie beim Umwelt- und Arbeitsschutz.

Neben der Anwendung für Oberflächen kommt das Verfahren generell auch zur Bestimmung des NVR-Gehalts von *Flüssigkeiten* ($\mu\text{g}/\text{ml}$), z. B. einer Prozessflüssigkeit, in Betracht – vorausgesetzt, die betreffende Flüssigkeitsart kann bei den gewählten Bedingungen zur Einengung der interessierenden nicht flüchtigen Substanzen vollständig verflüchtigt werden.

Die zugrunde liegenden Frage- und Problemstellungen finden sich in Prozessketten unterschiedlicher Branchen, z. B. Automobil- und Zulieferindustrie, Optik, Medizintechnik, Luft- und Raumfahrt, Maschinenbau, Vakuumtechnik und Elektronik. Das beschriebene Prüfverfahren ist somit branchenübergreifend einsetzbar.

Durch die einfache Anwendung und schnelle Durchführbarkeit ist das Verfahren besonders als einheitliche Basis geeignet, um Grenzwerte für lösliche Oberflächenbelegungen im Kunden-Lieferanten-Verhältnis zu formulieren und den dahingehenden Reinheitszustand zu definieren und zu überprüfen (siehe auch Anhang A).

Das Verfahren liefert einen Summenwert, der allerdings keinerlei Aussagen über enthaltene Stoffarten und deren Massenanteile oder etwa auch chemische Elemente der vorliegenden Rückstände ermöglicht. Hierzu sind weiterführende materialanalytische Untersuchungen erforderlich.

Die hier beschriebenen Extraktionsmethoden und Verfahren zur Qualifizierung sind auch anwendbar in Kombination mit anderen Analyseverfahren.

Nicht Gegenstand dieser Richtlinie sind:

- Verfahren und Sensoren zur Prüfung von löslichen Verunreinigungen *direkt auf den betroffenen Oberflächen* ohne den Umweg einer vorhergehenden Extraktion
- laboranalytische Methoden (mit und ohne Extraktion) auf Basis von Spektroskopie oder Chromatografie zur Elementbestimmung.
- (quantitative) Erfassung von Feststoffpartikeln