

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Reinraumtechnik  
Prüfung extrahierbarer löslicher Rückstände  
Methode zur Istzustandsermittlung und  
Grenzwertprüfung  
Cleanroom technology  
Extractable soluble residue testing  
Method for determining the actual condition and  
limit value testing

VDI 2083  
Blatt 23 / Part 23

Ausg. deutsch/englisch  
Issue German/English

*Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

*The German version of this standard shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.*

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung .....	3	Preliminary note.....	3
Einleitung.....	3	Introduction.....	3
<b>1 Anwendungsbereich.....</b>	<b>4</b>	<b>1 Scope.....</b>	<b>4</b>
<b>2 Begriffe .....</b>	<b>6</b>	<b>2 Terms and definitions .....</b>	<b>6</b>
<b>3 Formelzeichen und Abkürzungen .....</b>	<b>8</b>	<b>3 Symbols and abbreviations .....</b>	<b>8</b>
<b>4 Grundlagen der extraktiven NVR- Bestimmung .....</b>	<b>9</b>	<b>4 Basics of extractive NVR determination .....</b>	<b>9</b>
4.1 Ablauf der Prüfung .....	9	4.1 Procedure of the examination .....	9
4.2 Prüfergebnis/Prüfaussage.....	11	4.2 Test result/test statement.....	11
4.3 Auswahl und Festlegung der Kontrollfläche .....	12	4.3 Selection and definition of the reference area.....	12
4.4 Auswahl des Lösungsmittels.....	13	4.4 Selection of the solvent.....	13
4.5 Auswahl des Extraktionsverfahrens.....	13	4.5 Selection of the extraction method .....	13
4.6 Eignung der Extraktionsprozedur .....	15	4.6 Suitability of the extraction procedure.....	15
4.7 Probenbereitstellung .....	17	4.7 Sample preparation .....	17
<b>5 Prüfungsdurchführung.....</b>	<b>17</b>	<b>5 Test procedure.....</b>	<b>17</b>
5.1 Allgemein.....	17	5.1 General.....	17
5.2 Materialien und Gerätschaften – Übergeordnet.....	18	5.2 Materials and equipment – Generic .....	18
5.3 Bereitstellung der Eluentvorlage.....	18	5.3 Provision of the eluent vessel .....	18
5.4 Blindwertprüfung.....	19	5.4 Blank test.....	19
5.5 Extraktion durch „Wischen“ .....	20	5.5 Extraction by “wiping” .....	20
5.6 Extraktion durch „Füllen und Entleeren“ .....	23	5.6 Extraction by “filling and emptying” .....	23
5.7 Extraktion durch „Einlegen“.....	24	5.7 Extraction by “insertion” .....	24
5.8 Extraktion durch „Spülen“ .....	26	5.8 Extraction by “rinsing” .....	26
5.9 „Mikroextraktion“.....	27	5.9 “Microextraction” .....	27
5.10 Volumenbestimmung und Transfer.....	29	5.10 Volume determination and transfer .....	29
5.11 NVR-Massenbestimmung.....	32	5.11 NVR mass determination.....	32
<b>6 Dokumentation und Rückrechnung .....</b>	<b>34</b>	<b>6 Documentation and recalculation .....</b>	<b>34</b>
6.1 Berechnung bei Bestimmung des NVR-Gehalts einer Kontrollfläche $NVR_S$ .....	34	6.1 Calculation when determining the NVR content of a reference area $NVR_S$ ....	34

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

VDI-Handbuch Reinraumtechnik  
VDI-Handbuch Medizintechnik

<b>Inhalt</b>	<b>Seite</b>
6.2 Berechnung bei Bestimmung des NVR-Gehalts einer Flüssigkeitsprobe <i>NVR<sub>L</sub></i> .....	34
6.3 Ergebnisdarstellung.....	34
<b>7 Kalibrierung/Verifizierung/Messmittel-fähigkeit</b> .....	36
<b>8 Arbeitsschutz und Sicherheit</b> .....	37
<b>Anhang A</b> Merkmale des Verfahrens mittels QCM-Wägung .....	38
<b>Anhang B</b> Auswahl und Festlegung von Kontrollflächen.....	41
<b>Anhang C</b> Exemplarische Fehlermöglichkeiten bei der NVR-Bestimmung.....	42
<b>Anhang D</b> Beispiel für Prüfbericht – Prüfung extrahierbarer löslicher Rückstände .....	43
Schrifttum .....	45

<b>Contents</b>	<b>Page</b>
6.2 Calculation when determining the NVR content of a liquid sample <i>NVR<sub>L</sub></i> ....	34
6.3 Presentation of results.....	34
<b>7 Calibration/verification/measuring equipment capability</b> .....	36
<b>8 Occupational health and safety</b> .....	37
<b>Annex A</b> Characteristics of the procedure using QCM weighing .....	38
<b>Annex B</b> Selection and definition of reference areas.....	41
<b>Annex C</b> Exemplary error possibilities in the NVR determination .....	42
<b>Annex D</b> Example of test report – Test of extractable soluble residues.....	44
Bibliography .....	45

## 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](http://www.vdi.de/richtlinien)), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

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](http://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

## Preliminary note

The content of this standard has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the standard VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this standard without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions ([www.vdi.de/richtlinien](http://www.vdi.de/richtlinien)) specified in the VDI Notices.

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this standard.

A catalogue of all available parts of this series of standards and those in preparation as well as further information, if applicable, can be accessed on the Internet at [www.vdi.de/2083](http://www.vdi.de/2083).

## Introduction

The cleanliness of component surfaces is one of the most important quality characteristics in almost all industries today. Not only particle residues can pose risks to quality, function and safety, but also non-particulate adhesions, often referred to as chemical or filmic residues, such as oils, greases, cooling lubricants. Residues of corrosion protection agents and preservatives, release agents, fingerprints, cleaners, and other production aids can interfere with subsequent production steps. Examples are:

- bonding
- welding
- soldering
- heat treatment and hardening
- coating, varnishing, and printing
- joining

In some cases, chemical surface residues can not only directly affect the outcome of manufacturing and processing steps, but the long-term stability of the product in its application can be reduced, e.g., in electronics, where residues of salts can lead to electrochemical migration with the formation of dendrites or whiskers, which then leads to the failure of the product by short-circuiting.

In other applications, on the other hand, a defined conditioning of the surface by applying a substance, such as an oil, is intended, e.g., for

- 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 Mess-techniken und Verfahren, sei es als Werkzeug zur Prozessüberwachung und -optimierung, Überprüfung der Einhaltung der Grenzwerte von Kaufteilen oder z.B. auch zur 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 verflüchtigbarer 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 Auflö-

- corrosion protection,
- setting friction values in assembly,
- lubrication of moving components.

In order to guarantee the quality and reliability of the products, the quantity and, in some cases, the position of the chemical substances concerned on the respective surface must be specifically adjusted.

Uniform measurement techniques and procedures are required to determine and specify the load of a surface with chemical residues or also its occupation with a desired substance, whether as a tool for process monitoring and optimisation, verification of compliance with the limit values of purchased parts or, e.g., also for the detection of the causes of defects.

## 1 Scope

This standard describes a method for the quantitative determination of the mass (actual state determination) of soluble chemical substances on surfaces by dissolving them with the smallest possible quantity of solvent (minimum quantity extraction) and subsequent weighing of the residue present after the volatilisation of a small partial quantity of the extraction liquid by means of a highly sensitive QCM.

The residue mass determined for the partial quantity is extrapolated to the total quantity of extraction liquid present and related to the sampled component area in order to arrive at an area occupancy as a standardised indication of the content of soluble non-volatile substances of the surface.

The occurrence of soluble surface residues is thus expressed by determining the mass of non-volatilisable residues (NVR) extracted at room temperature.

In this way, the occurrence of soluble residues on components or surfaces can be determined, monitored and communicated as a simple sum value.

The NVR content as residue mass per unit area ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) as a measure for the presence of soluble residues on a surface is used to formulate limit values or specifications. Furthermore, a classification system is introduced that can optionally be used for the specification and presentation of results.

NVR determination for the purpose of this standard is aimed at the quantitative detection of the resi-

sen 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

dues extractable from a surface by dissolution in solvent, largely excluding any solid particles present as an unwanted NVR contribution.

The combination of minimum quantity extraction and the use of a QCM results in great advantages compared to existing standards and methods for classical NVR determination, especially due to the high detection sensitivity, the fast, simple and robust implementation, as well as in environmental and occupational safety.

In addition to the application for surfaces, the method can generally also be considered for the determination of the NVR content of *liquids* ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ), e.g., a process liquid – provided that the type of liquid in question can be completely volatilised under the selected conditions for confinement of the non-volatile substances of interest.

The underlying questions and problems are found in process chains of different industries, e.g., automotive and supplier industry, optics, medical technology, aerospace, mechanical engineering, vacuum technology and electronics. The test method described can therefore be used across all industries.

Due to the simple application and fast feasibility, the method is particularly suitable as a uniform basis for formulating limit values for soluble surface impurities in the customer-supplier relationship and for defining and verifying the purity state to that effect (see also Annex A).

The method provides a sum value, which, however, does not allow any statements to be made about the types of substances contained and their mass fractions or, for example, chemical elements of the residues present. Further material analysis is required for this.

The extraction methods and qualification procedures described here are also applicable in combination with other analytical procedures.

Not covered by this standard:

- methods and sensors for testing soluble impurities *directly on the surfaces concerned* without the diversions of a previous extraction
- laboratory analytical methods (with and without extraction) based on spectroscopy or chromatography for elemental determination
- (quantitative) detection of solid particles