

- » Wissen schafft Fortschritt[©]

- » ParticleCheck
Materialidentifikationen von Partikeln
Beispielbericht

Technische Mitteilung 20160229

- » GWP Gesellschaft für Werkstoffprüfung mbH
 - » Georg-Wimmer-Ring 25, D-85604 Zorneding
 - » Tel. +49 (0) 8106 994 110 » Fax +49 (0) 8106 994 111
 - » Mail info@gwp.eu » Web www.gwp.eu

Beispielbericht eines ParticleCheck-Auftrags Materialidentifikation von Partikeln in einer Ölprobe

Auftraggeber: Musterfirma Musterstr. 1 Musterstadt	Bestellung: 1234567 SAP Ihr Ansprechpartner: Herr Max Muster Unser Ansprechpartner: Caroline von Lavergne Unsere Durchwahl: Tel.+ 49 8106 9941 26
Anlagentyp: keine Angabe Bauteil: keine ANgabe	Anlage: keine Angabe Probentyp: zB Motoröl, Stempelprobe, Wischprobe

Erhaltene Proben

Die in der folgenden Tabelle aufgeführten Proben wurden der GWP zur Verfügung gestellt. Auf die Probenahme hatte die GWP keinen Einfluss.

Tabelle 1: zu analysierende Probe

Eingang	GWP #	Kunden-#	Bezeichnung	Material	Bemerkung
01.01.2016	1	1234	Ölprobe aus ...	z.B. Produktbezeichnung	ca. 30 ml, dunkelbraun, Partikel <0,5 mm sichtbar

Aufgabenstellung

Kundenseitig wurden Partikel in Öl/Fett/... festgestellt. Auftragsgemäß soll untersucht werden, aus welchem Material die einzelnen Partikel bestehen.

Zur Bergung der Partikel, zur Ermittlung der Größenverteilung als auch des Habitus sowie zur Materialidentifikation der einzelnen Partikel setzen wir die GWP-Arbeitsvorschrift „AV 273 Anly – Bergung, Statistik und Materialidentifikation von metallischen, anorganischen und organischen Partikeln, Fasern, Stäuben“ in der jeweils aktuellen Revision ein.

Probenpräparation

Die Partikel der Proben wurden in geeignetem Lösungsmittel dispergiert, in die gewünschte Konzentration gebracht und über einen Goldkernporenfilter (0,8 µm) vereinzelt gewonnen. Anschließend wurden die Proben im Trockenschrank gelagert.

Untersuchungen

Die Analysen der Partikel erfolgte mittels Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Röntgenanalyse (REM-EDX)¹. Hierzu wurden die leitfähigen Membranfilter auf Kohlenstoff-Pads fixiert.

Insgesamt wurden 20 - 30 Partikel mittels REM-EDX untersucht, von denen die repräsentativen dokumentiert werden. Die Qualität der REM-Bilder hat keinen Einfluss auf die Elementanalyse (für eindeutige Elementanalyse nicht gesputtert).

¹ Akkreditiert nach DIN EN ISO/IEC 17025

Die Durchnummerierung der einzelnen Partikel erfolgt nach folgender Nomenklatur: (Proben-Nr.)-(Partikeltyp in römischen, **fetten Ziffern**)-(fortlaufende Partikel-Nr.); Beispiel 2-II-3

Partikelgröße, -anteil und -habitus

Die in der folgenden Tabelle 2 aufgeführten Partikel wurden im Rasterelektronenmikroskop mit Größenvermessung, Anteilabschätzung und Beschreibung des Habitus analysiert. Die entsprechende REM-Aufnahmen mit zugehörigem EDX-Spektrum sind im Bildanhang aufgeführt.

Tabelle 2: Analyzierte Partikel

Partikeltyp	Max. Größe / μm	Anteil / % (von 20 analysierten Partikeln)	Habitus-Kategorie
I	ca. 9	< 5 %	Sprödes Bruchstück, Plättchen
II	ca. 100	ca. 20 %	Span
III	ca. 12	ca. 60 %	Kugelig , tw. kristallin
IV	ca. 6	ca. 10 %	Kugelig
V	ca. 8	< 5 %	Schichtstruktur

Materialidentifikation der einzelnen Partikeltypen

Die Ergebnisse der EDX-Elementanalyse zu den oben aufgeführten Partikeln sind in der folgenden Tabelle 3 dokumentiert und führten zur entsprechenden Identifikation.

Zu < 5 % wurden organische Partikel mit Cr-Verunreinigungen gefunden (Partikeltyp **I**). Möglicherweise handelt es sich um Kunststoff, dessen Quelle z.B. Beschichtungen von Edelstahl- bzw. Chrombauteilen ist.

Bei Partikeltyp **II** handelt es sich um hochlegierten Cr-Ni-Stahl, welcher zu ca. 20 % auftritt. Er liegt hauptsächlich als Span vor. Cr-Ni-Stahl wird als Edelstahl für stark beanspruchte Bauteile verwendet.

Partikeltyp **III** ist mit ca. 60 % am häufigsten vertreten. Im EDX-Spektrum werden hohe Peaks für Eisen und Sauerstoff sichtbar. Diese Zusammensetzung spricht für einen unlegierten Stahl, welcher Oxidation unterlag (Rost).

Das EDX-Spektrum des Partikeltyps **IV** zeigt hohe Gehalte für Blei. Die leicht kugelige Form im REM-Bild kann Hinweis auf eine Schweißperle sein. Blei wird häufig als Lot genutzt. Dieser Partikeltyp tritt zu ca. 10 % auf.

Partikeltyp **V** tritt zu < 5 % auf und beinhaltet als Hauptelemente Si und O. Möglicherweise handelt es sich um ein Silikat bzw. Siliziumdioxid. Die Schichtstruktur im REM-Bild bestätigt diese Vermutung. Eventuell wurde dieser Partikeltyp durch Kontamination mit Umgebungsstaub eingetragen oder aber entstammt keramischen bzw. gläsernen Bauteilen.

Tabelle 3: Partikelidentifikation mittels EDX-Ergebnissen; repräsentative Zusammensetzung der Partikeltypen (Hauptelemente: xx, Nebenelemente: x oder m.-%)

Partikeltyp und Elemente																										
Typ	Fe	Cr	Mn	Sn	Al	Ni	Cu	Pb	Mo	Ca	Mg	B	Zn	P	S	Na	Si	K	W	Ti	V	C*	O*	Identifikation	Mögl. Quelle	
I		x								x													xx	x	Organik mit Cr-Anhaftungen	z.B. Kunststoffbeschichtete Cr-Bauteile
II	xx	xx	x			xx			x								x							x	hochleg. Cr-Ni-Stahl	Edelstahlbauteile, hohe Beanspruchung
III	xx																							x	unlegierter Stahl	Stahlbauteile, evtl. korrodiert
IV	x						x	xx					x										x	x	Blei	Lot
V					x					x							xx						x	xx	Silikat	Umgebungsstaub

*C und O wurden aufgrund der geringen Ordnungszahl und der daraus resultierenden Messungenauigkeit nicht quantifiziert

Berichtserstattung

Zorneding, den 24.02.2016

Caroline von Lavergne
Auftragsbearbeitung

Dr. Julius Nickl
Interne Prüfung

Bildanhang



Bild 1:
Makro-Aufnahme des Filters



Bild 2:
Übersichtsmapping
blau: O, rot: Fe, gelb: Na, grün: Si, orange: Al

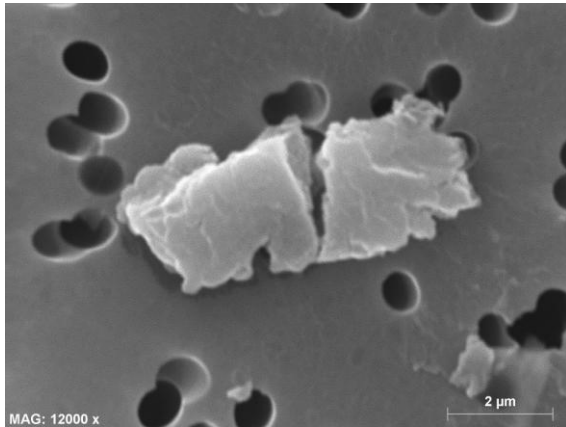


Bild 3:
REM-Aufnahme von Partikel 1-I-1
Organik mit Cr-Anhaftungen
z.B. Kunststoff

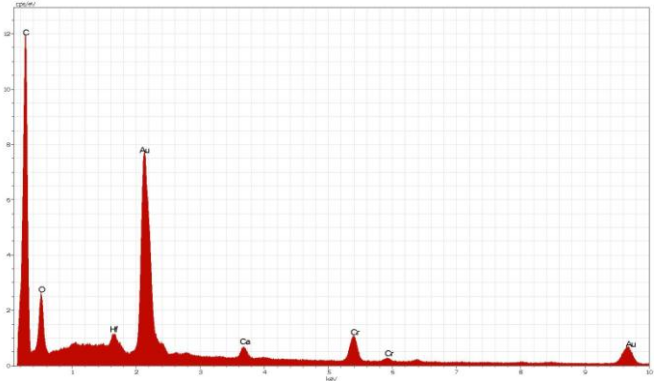


Bild 4:
EDX-Spektrum von Partikel 1-I-1
Hauptelemente: C
Nebenelemente: O, Cr, Ca

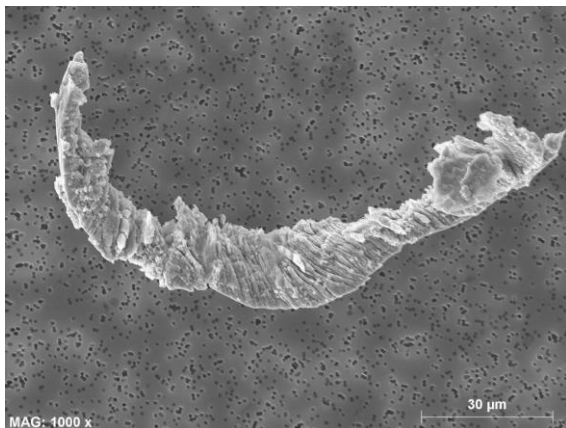


Bild 5:
REM-Aufnahme von Partikel 1-II-1
hochlegierter Cr-Ni-Stahl (Span)

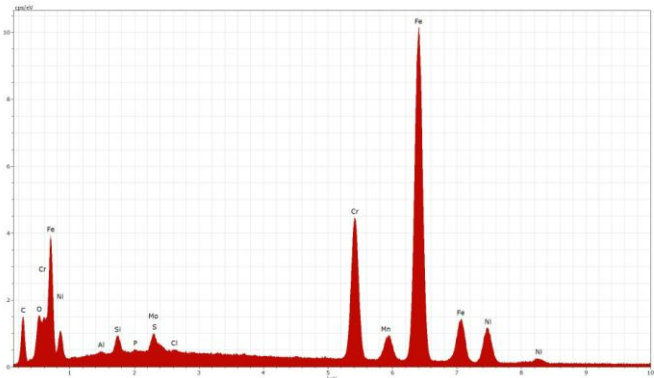


Bild 6:
EDX-Spektrum von Partikel 1-II-1
Hauptelemente: Fe, Cr, Ni
Nebenelemente: C, Si, Mo, Mn

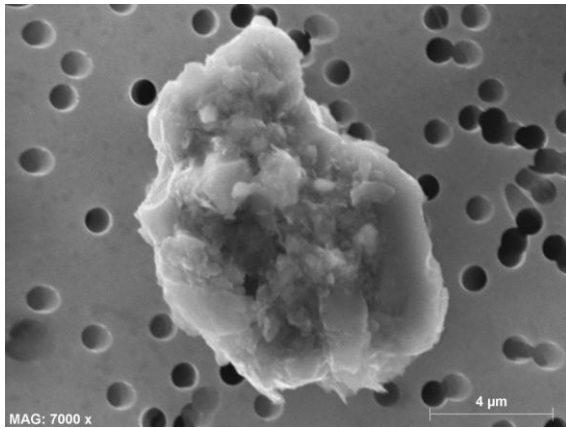


Bild 7:
REM-Aufnahme von Partikel 1-III-1
unlegierter Stahl

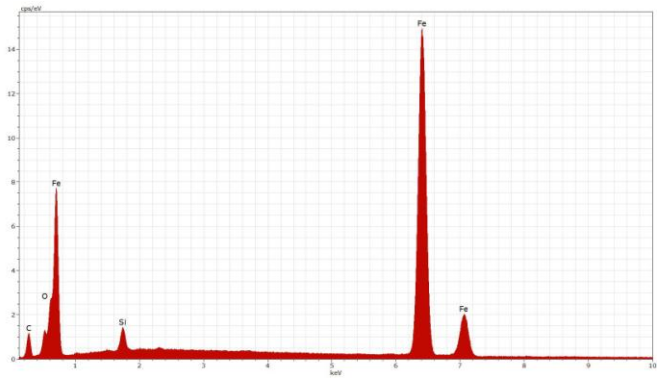


Bild 8:
EDX-Spektrum von Partikel 1-III-1
Hauptelemente: Fe
Nebenelemente: C, Si

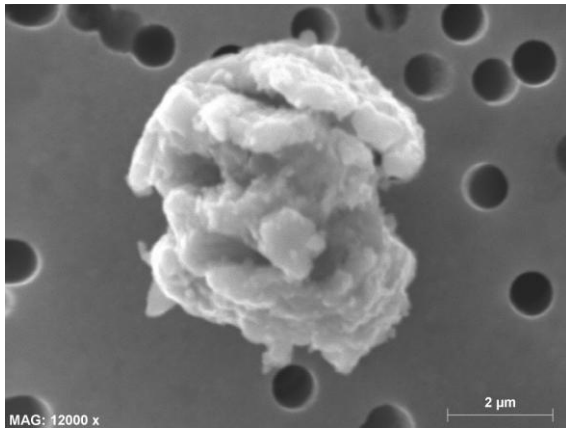


Bild 9:
REM-Aufnahme von Partikel 1-IV-1
Bleipartikel

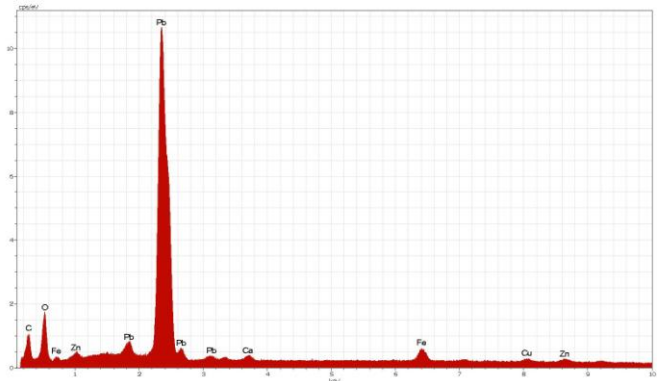


Bild 10:
EDX-Spektrum von Partikel 1-IV-1
Hauptelemente: Pb
Nebenelemente: C, O, Fe, Zn, Cu

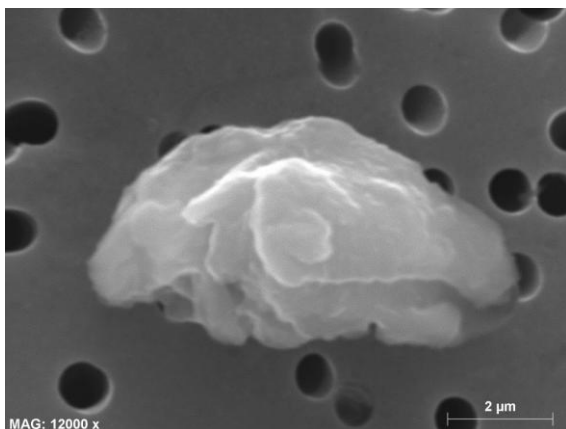


Bild 11:
REM-Aufnahme von Partikel 1-V-1
Silikat/ Siliziumdioxid

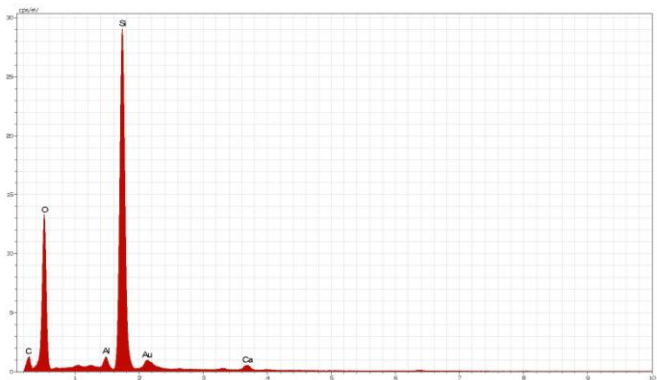


Bild 12:
EDX-Spektrum von Partikel 1-V-1
Hauptelemente: Si, O
Nebenelemente: C, Al, Ca