

# Belastungsdiagramm für Reinraum-Tücher

von Win Labuda, Lübeck

## Zusammenfassung

- Der Wischvorgang gehört zu den Reinigungsmethoden von höchster Effizienz. Es läßt sich deshalb auf diese Methode nicht verzichten.
- Eine sinnvolle Qualifizierung von Reinraum-Wischtüchern scheiterte bisher an praxisfernen Prüfmetho-den für deren Partikelfreisetzung.
- In diesem Aufsatz wird eine Prüf-methode vorgestellt, welche den reinigenden Wischvorgang praxis-nah simuliert. Sie ermöglicht es außerdem, die dabei entstehende Partikelfreisetzung reproduzierbar einzuordnen.
- Es wird ein Belastungsdiagramm der Größen Partikelfreisetzung : Oberflächenrauigkeit für sechs textile Materialien bei vier abge-stuften Oberflächenrauigkeiten vorgestellt.
- Das Volumen weniger beim Gebrauch von Wischtüchern freige-setzter Faserbruchstücke beträgt ein Vielfaches des freigesetzten Partikel-Volumen. Eine sinnvolle Prüf-methode muß diese Tatsache berücksichtigen.



Abb. 1 Wisch-Simulator im geöffneten Zustand

## bestehende Prüf-Methoden

Reinraum-Wischtücher gehören zu den großflächigen Verbrauchs-ma-terialien einer Reinraum-Umgebung. Auf ihrer inneren und äußeren Ober-fläche befinden sich Partikel und Faserbruchstücke. Viele Anwender von Reinraum-Wisch-tüchern wollen die Partikelfreisetzung prüfen, welche beim Gebrauch der Tücher zu erwar-tend ist. Eine solche Prüfung hat zumeist zwei Gründe:

- Vergleich der Produkte verschie-dener Anbieter
- Auswahl eines geeigneten Wischtuchs für die Reinigung besonders kritischer Oberflä-chen

Bisher sind einige Prüfmetho-den bekannt geworden, welche jedoch alle

nicht die Reibung zwischen Wisch-tuch und der zu reinigenden Oberflä-che simulieren. Deren Ergebnisse sind daher von nur sehr begrenztem Aus-sagewert. Bekannt gewordene Metho-den sind:

## Tauchmethode nach US Spezifika-tion IES-RP-CC-00487T

Der Prüfling wird in DI-Wasser getaucht. Die beim Tauchen im DI-Wasser freigesetzten Partikel werden automatisch gezählt und nach Größen klassiert.

## Durchsaugmethode nach ASTM F51-68 (79)

Durch den Prüfling wird flächig parti-kelarme Luft hindurchgesaugt. Die dabei aus dem Prüfling freigesetzte Partikelmenge wird auf einem Filter gesammelt, optisch gezählt und nach Größe klassiert.

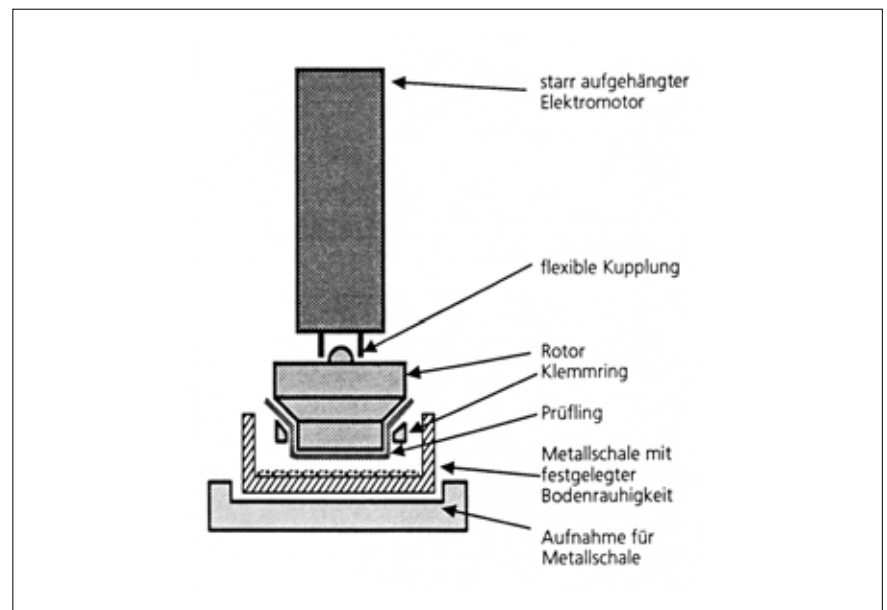


Abb. 2 Simulation der Partikelfreisetzung bei Wischtüchern

## Liste der geprüften Werkstoffe und Handelsnamen

Bemkot™	Cellulose	Filamentenvlies (Cupro)	Asahi Chemicals, Japan
Viscot™	85 % Visk., 15 % PET + PA	Naßvlies, spunlace	Clear & Clean, Deutschland
Polx 1200™	Polyester	Gestricke - ungewaschen	Berkshire, USA
Absormat™	Holzschliff / Polyester	Naßvlies - spunlace	Clear & Clean, Deutschland
Microweb™	Polyester / Polyamid	Mikrofasergestricke ungew.	Clear & Clean, Deutschland
Super-Polx™	Polyester	Gestricke - gewaschen	Berkshire, USA

Abb. 3

### Fallkugelmethode nach Labuda – VDI 2084 - Blatt 4

Der Prüfling wird in einen Rahmen eingespannt. Ein kugelförmiger Hammer fällt 60 mal / min auf den Prüfling. Die dabei freigesetzten Partikel werden mittels Luft-Partikelzähler gezählt und nach Größe klassiert.

### Flex-Methode nach Paley

Der Prüfling wird im Abstand von ca 20 cm auf 2 gegeneinander verdrehbare Scheiben aufgespannt. Die Anordnung befindet sich in einer Plexiglas-Kammer. Durch diese Kammer wird Reinstluft hindurch-gesaugt, während die Enden des Prüflings gegeneinander in wiederholten Hin- und Her- Bewegungen verdreht werden. Die dabei freigesetzten Partikel werden teilweise von der Pumpe des Partikelzählers angesaugt, gezählt und nach Größe klassifiziert.

Im Rahmen unserer Arbeiten ergab sich: Die meisten Partikel und Faserbrüche werden beim Gebrauch eines Wischtuchs durch die Reibung zwischen Wischtuch und gereinigter Oberfläche freigesetzt. Nachstehend soll daher eine Prüfmethode erläutert

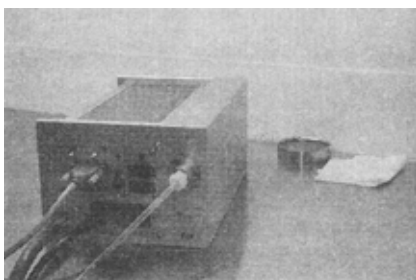


Abb. 4 Partikelzähler *Liquitrac*™ von TSI

werden, bei der diese Tatsache berücksichtigt wird:

### Schalen-Methode nach Labuda

Bei der Methode wird ein Prüfling im Durchmesser von 60 mm aus einem Wischtuch kreisförmig ausgeschnitten. Der Prüfling wird kurz vor Beginn der Prüfung zu 75% seines vollen Wasser-Aufnahme-Vermögens mit DI-Wasser getränkt und in einem Simulator mit elektrischem Antrieb und elektronischer Steuerung mechanisch befestigt (Abb 1). Die Befestigung erfolgt mittels Klemmring unter einem zylindrischen Rotor von bekannter Masse (600p) Diese Anordnung wird in einer Schale aus V2A-Stahl mit Hilfe eines flexibel gekoppelten elektromotorischen Antriebs 250 mal rotieren lassen. Der Schalenboden hat eine festgelegte Oberflächen-Rauhigkeit. So kommt es zum Partikel- und Faserabrieb, wie er glei-

chermaßen in der Arbeitspraxis mit Wischtüchern entsteht (siehe auch Abb 2).

Anschließend wird die Schale in einer Reinen Arbeitsbank mit DI-Wasser aufgefüllt, welches dann die abgeriebenen Partikel und Faserbruchstücke enthält. Das solchermaßen mit Partikeln angereicherte DI-Wasser wird nun mit Hilfe eines automatischen Partikelzählers für Flüssigkeiten nach Anzahl und Größe derselben untersucht. Diese Methode simuliert recht praxisnah den wischenden Reinigungsvorgang: Auch ein Wischtuch wird ja beim Gebrauch mit einem bestimmten Anpreßdruck über eine Fläche bewegt, welche eine Oberflächenrauhigkeit von  $Rz > 0$  hat. Messungen des durchschnittlichen Anpreßdrucks bei der Reinigung von Oberflächen ergaben Werte um 600 Pond. Die Prüfung kann mit einem

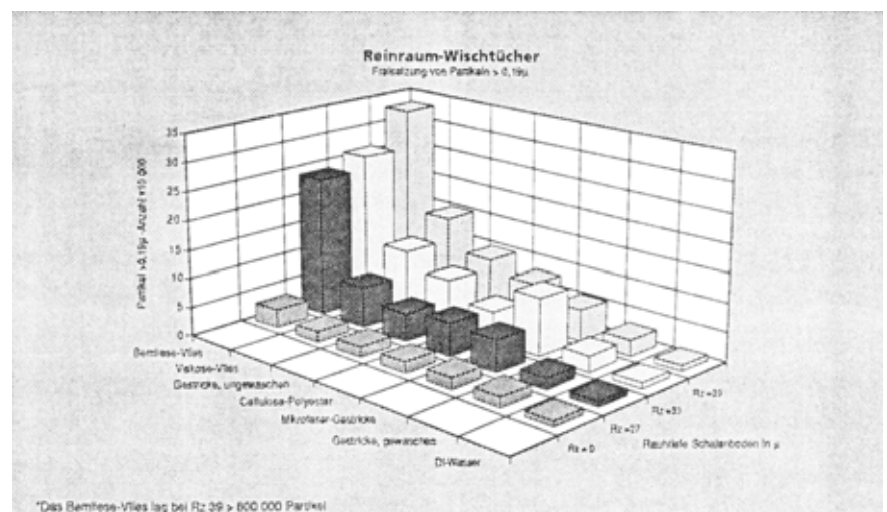


Abb. 5 Freisetzung von Partikeln > 0,19 in Abhängigkeit von dem verwendeten textilen Material und der Rauigkeit der gewischten Oberfläche

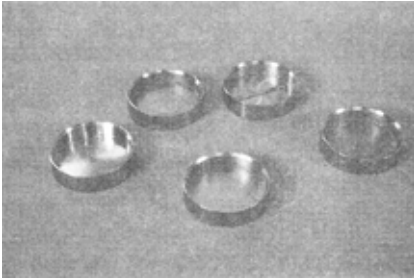


Abb. 6 Prüfschalen mit verschiedenen rauhen Böden

trockenen oder auch mit einem feuchten Prüfling durchgeführt werden. Zwischen beiden ergaben sich bei Versuchen mit Wischtüchern aus Viskose erhebliche Unterschiede in der Partikelfreisetzung. (Abb 9) Dieses Phänomen soll in Zukunft durch Untersuchungen an mehreren textilen Werkstoffen und für mehrere klassierte Partikelgrößen-Bereiche auf seine Ursachen hin überprüft werden.

Setzt man bei der Prüfung nacheinander mehrere, in ihrer Rauigkeit abgestufte Prüfschalen ein, so läßt sich ein material-spezifisches Belastungs-Diagramm der Partikelfreisetzung von Wischtüchern in Abhängigkeit von der Rauigkeit der gewischten Oberfläche erhalten.

Zusätzlich lassen sich interessante Aufschlüsse über das Abrieb-Verhalten der Tücher beim Wischen über unterbrochene Oberflächen gewinnen - nämlich dann, wenn die Prüfschalen mit scharfkantigen Nuten oder Vertiefungen wie in der Abb 7 abgebildet, oder mit Reliefs versehen werden. Die Prüfschalen wurden daher am Boden mit Oberflächen-Rauigkeiten Rz = 0, 27, 33 und 39 versehen. Für die untersuchten Werkstoffe der Abb 3 ergab sich auf diese Weise das in Abb 5 gezeigte Diagramm.

#### Die Partikelzählung

Als Partikelzähler wurde bei den Messungen für diesen Aufsatz der Liquitrac<sup>TM</sup>-Zähler von TSI eingesetzt. (Abb 4) Das Gerät zählt Partikel bis zu einer min. Abmessung von 0,19 µ in Flüssigkeiten. So war es möglich, die bisherigen Erfahrungen mit einem 0,5

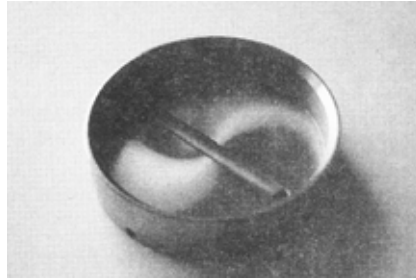


Abb. 7 Schale mit Nut zur Simulation des Kantenabriebs

µ Zähler der A3-GmbH in Richtung Submikron-Bereich zu erweitern. Der TSI-Zähler Modell 7750 mißt die Phasen-Verschiebung von Licht, welches von Partikeln >0,19 µ reflektiert wird. Dabei ist die Änderung des Phasensignals direkt proportional zum Partikel-durchmesser. Diese Änderung ist wiederum eine Funktion des Verhältnis von Brechungsindex der Partikelmasse zu Brechungsindex der Trägerflüssigkeit (DI-Wasser). Weil Gasblasen einen geringeren Brechungsindex als die Träger-flüssigkeit haben, verursachen sie ein Phasensignal mit einer der Partikel-masse entgegengesetzten Polarität. Fehlmessungen durch die in Flüssigkeiten stets vorhandenen Mikro-Gasblasen werden auf diese Weise ausgeschlossen.

Der Nachteil automatischer Partikelzähler liegt jedoch darin dass sie Faserbruchstücke in der Ausdehnung einiger hundert µm als ein Partikel der oberen Erfassungsgrenze des Zählers (hier z. B. 0,48 µ) klassieren. Aus diesem Grunde kann es aufschlußreich sein das DI-Wasser nach der Messung mit dem Zähler durch ein

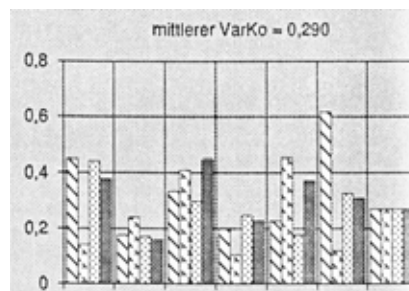


Abb. 8 Variationskoeffizienten der Messungen > 0,19 µ

Filter von 0,2 µ. Porendurchmesser hindurch zu filtern, um die Faserrückstände anschließend mikroskopisch zu betrachten und zur gemessenen Partikelmenge in Beziehung zu setzen. Eines der interessantesten Ergebnisse dieser Versuchsreihen war die Tatsache, daß die Masse der nach Filterung des DI-Wassers zurückbleibenden Faserbruchstücke erheblich größer war, als angenommen. Wenn man also in Zukunft die Gesamtfreisetzung aus Reinraum-Wischtüchern quantitativ beschreiben will, so wird die Angabe der Partikeldaten des automatischen Zählers allein nicht mehr genügen. Als zusätzliches Parameter wird die Anzahl oder Masse der freigesetzten Faserbruchstücke betrachtet werden müssen.

Diese kann wegen ihrer Abmessungen in vielen Fällen den Produktions-Prozess in welchem die Tücher Einsatz finden nachteiliger beeinflussen als die freigesetzte Partikelmenge.

#### Die Zuverlässigkeit der Prüfdaten

Man muß davon ausgehen, daß bei jedem Prüfvorgang, der selbst unter kontrollierten Bedingungen bei konstanter Oberflächenrauigkeit, des Anpreßdrucks und Wassergehalts an einem textilen Material durchgeführt wird, dennoch unterschiedliche Partikelmengen freigesetzt werden. Dies ist in den natürlichen Fertigungstoleranzen textiler Werkstoffe begründet. Es bedarf stets einer bestimmten Anzahl von Prüfvorgängen, um zu einem statistisch gesicherten Messergebnis zu kommen. Der mittlere Variationskoeffizient der verschiedenen Mess-

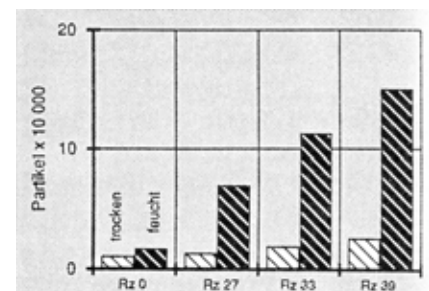


Abb. 9 Partikelfreisetzung > 0,19 µ von einem Viskose-Vlies, Vergleich feuchtes und trockenes Material

daten sollte dabei gemittelt den Wert von 0,35 (35%) nicht überschreiten. Bei jeder Messung wurden 6 Meßzyklen von 15 Sekunden Dauer durchgeführt. Die durchschnittliche Wassermenge betrug 22 ml/min also pro Meßzyklus 33 ml. Die Anzahl der durchgeführten Messzyklen:

Cellulose-Polyester-Vlies	10 x 6
Bemliese-Vlies	10 x 6
Mikrofaser-Gestricke	10 x 6
Gestricke, ungewaschen	10 x 6
Gestricke, gewaschen	8 x 6
Viscose-Vlies	10 x 6

Wenn auch die Meßergebnisse im Bereich  $> 0,19 \mu$  schon recht eindeutig auf einen Anstieg der Partikelfreisetzung bei Einsatz der Schalen mit größerer Oberflächenrauigkeit hinweisen, so wollten wir dennoch gerne erfahren, wie sich dieses Phänomen innerhalb mehrerer aufsteigend klassierter Partikel-Größenbereiche zeigt.

Zwei interessante Beispiele sind in den Abb. 10 und 11 gezeigt. Auch dabei blieben die Variationskoeffizienten mit 0,321 und 0,225 für ein textiles Gebilde innerhalb vertrauensbildender Grenzen.

Das Programm des TSI-Partikelzählers klassiert die gezählten Partikel automatisch nach den folgenden Klassenweiten der Abmessung in  $\mu$ :

Im Sinne einer übersichtlicheren Darstellung wurden alle Daten in die o. a. 5 Gruppen gegliedert, so daß sich nun die Klassenweiten

0,19 - 0,21	0,26 - 0,29	0,33 - 0,36
0,21 - 0,24	0,29 - 0,31	0,36 - 0,38
0,24 - 0,26	0,31 - 0,33	0,38 - 0,41
0,41 - 0,43		
0,43 - 0,45		0,48 +
0,45 - 0,48		

ergeben.

- Klasse 1 = 0,19 - 0,26  $\mu$
- Klasse 2 = 0,26 - 0,33  $\mu$
- Klasse 3 = 0,33 - 0,41  $\mu$
- Klasse 4 = 0,41 - 0,48  $\mu$
- Klasse 5 =  $> 0,48 \mu$

So sind die Klassier-Abstände optimal verteilt und es entsteht die folgende Matrix:

Klasse >	1	2	3	4	5
Rauhigkeit					
Rz 0	□	□	□	□	□
Rz 27	□	□	□	□	□
Rz 33	□	□	□	□	□
Rz 39	□	□	□	□	□

Man ist geneigt anzunehmen, daß die freigesetzte Partikelmenge mit zunehmenden Rauigkeitsstufen des Schalenbodens größer wird und mit zunehmender Klassenzahl der Partikelgröße abnimmt. Diese Annahme hat sich auch im Wesentlichen bestätigt. Es zeigte sich jedoch, daß es in Abhängigkeit von den verschiedenen textilen Material-Zusammensetzungen erhebliche Abweichungen von der Linearität dieser Funktion gibt. Dieser Effekt mag damit im Zusammenhang stehen, daß bestimmte Oberflächenrauigkeiten bei Fasern bestimmter Durchmesser eine größere Abriebwirkung zeigen. Leider kann die Klasse 5 nicht so in die Betrachtung eingehen, wie es wünschenswert wäre, weil sie

in ihrem Ende nicht begrenzt ist. Zur Bildung eines Belastungs-diagramms verbleiben uns also die Klassen 1 bis 4. Die Klasse 5 mit Partikeln  $> 0,48 \mu$  findet jedoch in einem separat ausgewiesenen Diagramm (Abb 14) besondere Beachtung. Dabei zeigt es sich daß in diesem Größenbereich die Freisetzungs-Unterschiede der Materialien Cellulose-Polyester-Vlies, Mikrofaser-Gestricke und gewaschenes Gestricke vergleichsweise geringer geworden sind. Auch hier handelt es sich um ein interessantes Phänomen, welches unbedingt weitergehender Untersuchungen bedarf.

Das Diagramm der Abb 5 zeigt die Partikelfreisetzung bei verschiedenen textilen Materialien für alle Partikel mit einem Durchmesser  $> 0,19 \mu$ . Dabei wird deutlich, daß die Partikelfreisetzung in diesem Größenbereich sowohl von der Materialhärte des zur Faserherstellung verwendeten Rohstoffs als scheinbar auch vom Waschzustand des Gebildes beeinflußt wird. Das fällt besonders auf bei einem Vergleich der Materialien Polyester-Gestricke gewaschen und Polyester-Gestricke ungewaschen. Die Prüfung erfolgte stets mit einlagigen, also

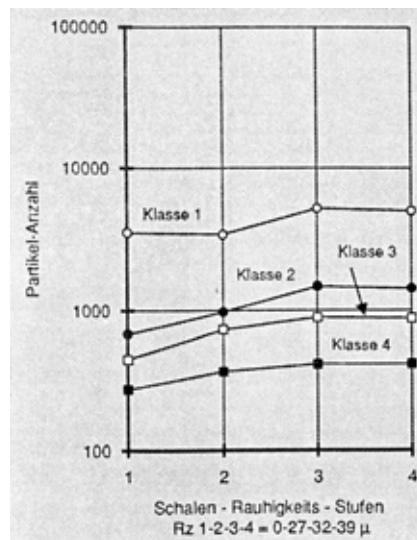


Abb. 10 Beispiel Polyester-Gestricke Partikelfreisetzung, abgestuft nach 4 verschiedenen Klassenbreiten der Partikelgröße und 4 zunehmenden Stufen der Rauigkeit des Schalenbodens.

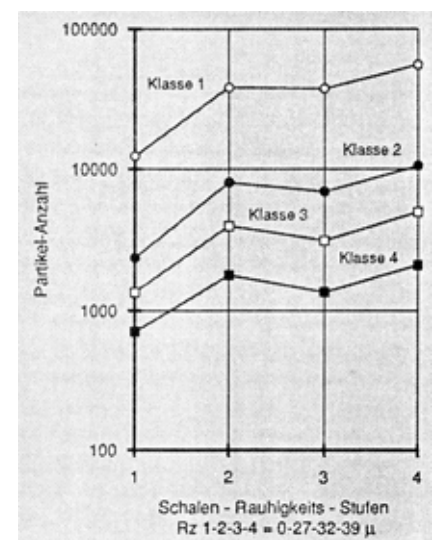


Abb. 11 Beispiel Cellulose-Polyester-Vlies Partikelfreisetzung, abgestuft nach 4 verschiedenen Klassenbreiten der Partikelgröße und 4 zunehmenden Stufen der Rauigkeit des Schalenbodens.

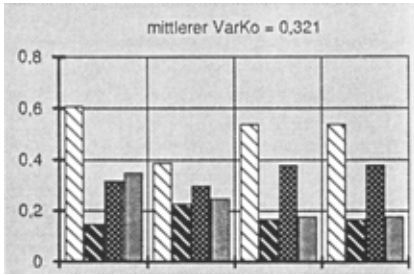


Abb. 12 Variationskoeffizienten der 16 verschiedenen Datenreihen, welche zur Meßwertbildung für die o. a. Polyester-Gestricke aufgenommen wurden.

ungefalteten Materialien. Es muß davon ausgegangen werden, dass bei der gleichen Prüfanordnung mehrlagige Materialien eine geringere Partikelfreisetzung zeigen.

#### Fazit

- textile Wischtücher lassen sich jetzt nach ihrer gebrauchts-bedingten Partikelfreisetzung beim Wischvorgang über verschieden raue Oberflächen systematisch ordnen.
- Die Partikelfreisetzung von Wischtüchern beim Wischen auf glatten Oberflächen ist relativ unabhängig vom eingesetzten textilen Material. Dies hatten bereits Laban, Garcin, Arellano und Pages 1990 festgestellt. Dieser Aufsatz bestätigt deren Feststellungen und beschreibt das Phänomen im Kontext einer erweiterten Oberflächen-Rauhigkeits-Skala. Für solche Reinräume, in denen vornehmlich glatte Oberflächen gewischt werden, kann z. B. auf teure Gestricke verzichtet werden. Deren Einsatz ist nur beim Wischen über Oberflächen mit Rauhigkeiten von etwa  $> 20 \mu$  gerechtfertigt.
- Mit zunehmender Oberflächen-Rauhigkeit erhöht sich die gebrauchtsbedingte Partikelfreisetzung von Wischtüchern und zwar je nach eingesetztem textilen Werkstoff - in stark unterschiedlichem Maße.
- Die Freisetzung von  $> 0,5 \mu$ -Parti-

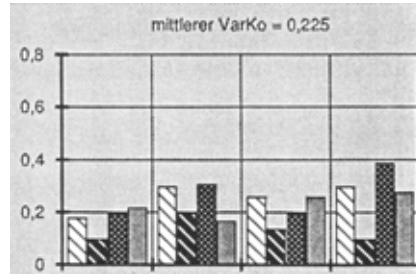


Abb. 13 Variationskoeffizienten der 16 verschiedenen Datenreihen, welche zur Meßwertbildung für die o. a. Cellulose-Polyester-Vlies aufgenommen wurden.

keln scheint in keiner ausgeprägten Korrelation zum Waschzustand des Wischtuchs zu stehen. Bei kleineren Partikeln ist sie jedoch scheinbar markant.

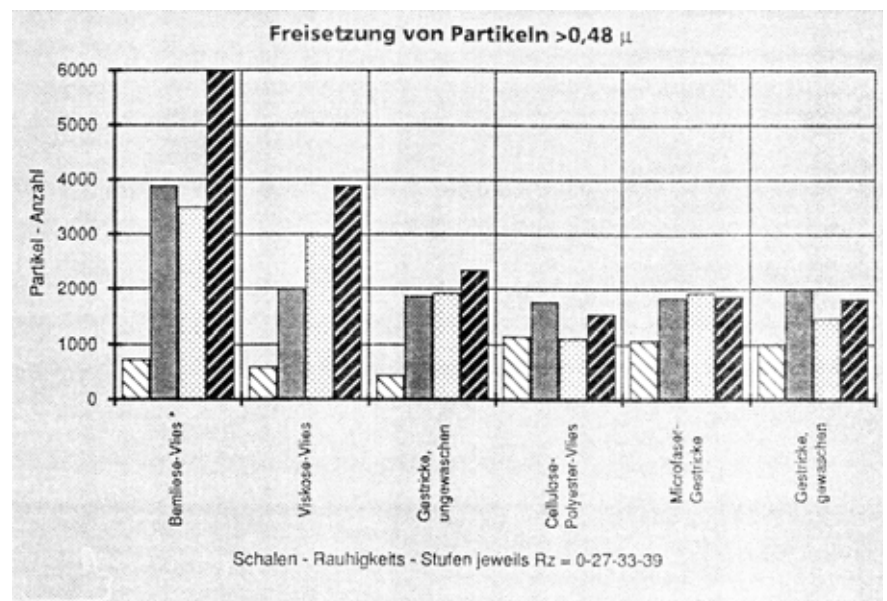
#### Schlußbetrachtung und Dank

Durch die hier vorgestellte Methode ist nun eine systematische Forschung auf dem Gebiet der reibungsverursachten Partikelfreisetzung textiler Werkstoffe möglich geworden. Aus den Ergebnissen der Versuchsreihen ergeben sich neue Fragestellungen, welche weitere Versuche nach sich ziehen. Meine Frau und ich werden weiter daran arbeiten. Die hier aufgezeigte Meßmethode ist Bestandteil

des VDI-Richtlinien-Entwurfs 2083 - Blatt 4 geworden. Für die großzügige Unterstützung einiger Kollegen aus dem VDI-Arbeitskreis 2083 - bin ich dankbar.

Die Arbeiten an der grundsätzlichen Erforschung reinigender Wischvorgänge wurden ausschließlich mit privaten Mitteln bezahlt. Alle im Rahmen dieser Arbeiten entwickelten Methoden stehen der Allgemeinheit zur Verfügung. Auf die Anmeldung von Schutzrechten hat der Autor verzichtet.

Eine solche Arbeit ist nicht möglich ohne großzügige Hilfe von vielen Seiten. Ich bedanke mich bei Frau Petra Meißner dafür, daß sie mich mit den bei Höchst durchgeführten manuellen Wischversuchen auf planen Oberflächen bekannt gemacht hat, bei Frau Barbara Kerkmann und Herrn Georg Schürmann von TSI für die freundliche Überlassung des vorzüglichen LiquittrakTM-Zählers - besonders herzlich aber bei meiner Frau Yuko für die unzähligen Stunden, welche sie in ihrem Labor der Erarbeitung der Daten gewidmet hat, welche die vorgestellten Ergebnisse erst ermöglichten.



\* Das Bemliese - Vlies lag in Stufe Rz 39 bei  $> 18\,000$  Partikel

Abb. 14

\* Das Bemliese-Vlies lag in Stufe Rz 39 bei  $> 18\,000$  Partikeln

## Literaturverzeichnis

<b>Verfasser &amp; Firma</b>	<b>Titel</b>	<b>Publikation</b>	<b>Land</b>
Fisher, W., Given, R., Texas Instruments	Comparison Testing of Cleanroom-Wiping-Materials	IES-Proceedings, 1981	USA
Harding, W.B.	Cleanroom-Wiping-Cloths	IES-Proceedings, 1981 page 4	
Havel, W.J., Sheridan, C., The Texwipe Company	Texwipe Modified Flex Test for Particulate Analysis of dry wipers	IES-Proceedings, 1985	USA
Hecht, L.C., IBM-Endicott	Clean-Room-Commodity-Testing at IBM-Endicott	ICCCS-World-Congress Zürich 1990 Proceedings	USA
Hovatter, Wendy R. Hendrickson, E. Arne, Lockheed Missile & Space Co	Clean-Room-Wipers A comparative study	IES-Proceedings, 1987	USA
IES-Recommended Practice, IES-RP- CC-004-87-T-Oct. 87	Wipers used in Cleanrooms and controlled environments	IES-Publication	USA
Laban, F., Garcin, J., Arelano, M., Pages, I.	Clean-Room-Wiper efficiency-test	ICCCS-World-Congress Zürich 1990 Proceedings	F
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	Hardware-Reinigung an kritischen Komponenten	Firmenschrift, 1985, Markt & Technik Verlag	D
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	Partikelmessungen am Reinraum-Zubehör	Firmenschrift, 1987	D
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	Ionische- und Partikel-Kontamination durch das Verbrauchsmaterial	VDI-Berichte 693, 1988 - München	D
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	Qualitäts-Sicherung beim Reinraum- Verbrauchs-Material	VDI-Berichte 783, 1989 - Stuttgart	D
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	Measurement of Particle shedding from different wiping materials	ICCCS-World-Congress Zürich 1990 Proceedings	D
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	The Product-Specific Yield-Index A new dimension for the valuation of products	ICCCS-World-Congress Zürich 1990 Proceeding	D
Labuda, Win, Clear & Clean GmbH	Die Labuda-Colander-Methode ein neues Verfahren zur Messung des Gebrauchsabriebs bei Reinraum-Wischmitteln und Papier	VDI-Berichte 919, 1991 - Bielefeld	D
Kwok, W.K., Summers, J.T., Dupont de Nemours	Characterization of Cleanroom-Wipers: Particle Generation	ICCCS-World-Congress Zürich 1990 Proceeding	USA
Mattina, C.F., Paley, S.J., The Texwipe Company	Assessing Wiping Materials for their Potential to Contribute Particles to Clean Environments. A Novel Approach	ICCCS-World-Congress Zürich 1990 Proceeding	USA
Mattina, C.F., Paley, S.J., The Texwipe Company	Assessing Wiping Materials for their Potential to Contribute Particles to Clean Environments Constructing the Stress-Strain Curves	Journal of the IES, Sep. 1991	USA
The Texwipe Company	Test-Methods for Cleanroom-Wipers	Firmenschrift, March 1989	USA
Osburn, Carlton M-Berger, H. Dono- van, R.P., Jones, G.W., Microelectronics Center of N.C. arch Triangle Institute, Airco	The effects of Contamination on Semiconductor Manufacturing Yield	Journal of Environment Sciences, March 1988	USA
Paley, E.	Flex-Test for Particulate Analysis of Dry Wipers	Microcontamination, Mai 1985	USA