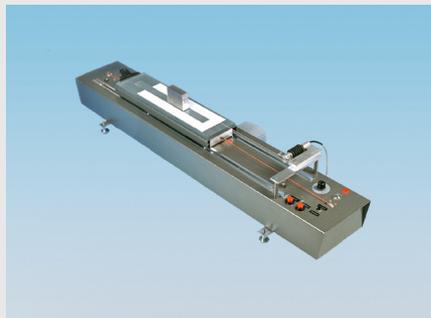




*Werk für Reintechnik GmbH*

# Prüfmethoden

für HiTech-Reinigungs-Tücher und Papiere der Reintechnik



herausgegeben vom Clear & Clean Forschungslabor in Lübeck - Stand 01.08.2007



# Prüfmethoden

für Reinigungs - Tücher und Papiere der Reintechnik

Inhaltsangabe

## Vorwort

### 1. Prüfungen der Materialbeschaffenheit

- 1.1. Dicke
- 1.2. Flächenbezogene Masse
- 1.3. Höchstzugkraft
- 1.4. Höchstzugkraft - Dehnung
- 1.5. Beständigkeit gegen flüssige Chemikalien
- 1.6. Oberflächenrauigkeit (nur Papier)

### 2. Prüfungen der Reinigungsleistung

- 2.1. Partikelabrieb
- 2.2. Flüssigkeits - Rückstand
- 2.3. Reinigungsleistung
- 2.4. Reinigungszeit

### 3. Prüfungen der Flüssigkeitsaufnahme

- 3.1. Gesamtflüssigkeits - Aufnahme
- 3.2. kapillarische Flüssigkeits - Aufnahme
- 3.3. Tropfeneinsinkzeit

### 4. Prüfungen der Oberflächenreinheit

- 4.1. partikuläre Reinheit von Paperoberflächen
- 4.2. Extrahierbare Rückstände von Reinigungstüchern
- 4.3. Tensidbelastung von Reinigungstüchern
- 4.4. Oberflächenreinheit nach Reinigungsprozeduren

### Prüfungen der triboelektrischen Ladung und der Entladung

- 4.5. Triboelektrik, Fallschlitten nach Ehrler
- 4.6. Triboelektrik von Papier beim Druckereinzug
- 4.7. elektrisches Entladungsverhalten nach Chubb

### 5. Sonstige Prüfungen

- 5.1. Raster - Elektronen - Mikroskop REM, Morphologien von Oberflächen, Filamenten, Fasern und Partikeln
- 5.2. EDX - Elektronendispersive Röntgen - Analyse, Elementanalyse
- 5.3. Lichtmikroskopie - Auf- und Durchlicht, Dunkelfeld, Interferenzkontrast, Fluoreszenz
- 5.4. Ellipsometrie - Dickenmessung ultradünner Verunreinigungsschichten
- 5.5. Laserfluoreszenz - Dickenmessung von Verunreinigungsschichten
- 5.6. Gleit- und Haftreibung von Papieren
- 5.7. Bildanalyse - Systeme für die Mikroskopie
- 5.8. Ionenchromatographie – chemische Inhaltsstoffe

---

**Herausgeber: Clear & Clean - Forschungslabor**, Niels-Bohr-Ring 36  
D-23568 Lübeck, Tel.: 49-451-389500, mail: info@clearclean.de

# ZERTIFIKAT



## ISO 9001:2008

DEKRA Certification GmbH bescheinigt hiermit, dass das Unternehmen

### **Clear & Clean - Werk für Reintechnik GmbH**

**Zertifizierter Bereich:**

Entwicklung, Herstellung und Vertrieb von Verbrauchsmaterialien für die Reintechnik

**Zertifizierter Standort:**

D-23568 Lübeck, Niels-Bohr-Ring 36

ein Qualitätsmanagementsystem entsprechend der oben genannten Norm eingeführt hat und aufrecht erhält. Der Nachweis wurde mit Auditbericht-Nr. A12021602 erbracht.

Dieses Zertifikat ist gültig vom 10.06.2012 bis 09.06.2015

Zertifikats-Registrier-Nr.: 80706681/2

Duplikat



DEKRA Certification GmbH  
Stuttgart, 01.06.2012



Bei Verstoß gegen die im Zertifizierungsvertrag genannten Bedingungen verliert das Zertifikat umgehend seine Gültigkeit.

## Vorwort

Seit vor etwa 50 Jahren die ersten integrierten Schaltkreise produziert wurden, hat die daraus erwachsene Mikrochip - Industrie eine Entwicklung erfahren, welche in ihrem Tempo und ihren Auswirkungen auf die Welt von heute einmalig ist. Parallel zur Halbleitertechnik selbst, musste sich jedoch auch deren Zulieferindustrie weiterentwickeln, um den Veränderungen, welche durch die geringer werdenden Strukturbreiten der Halbleiter bedingt waren, gerecht zu werden.

Als weltweit die Massenproduktion von Mikrochips begann, war dies auch die Geburtsstunde vieler Unternehmen, welche als Zulieferer der Chip - Produzenten in der Reinraumtechnik, einen zukunftssträchtigen Markt sahen. Mit der Inbetriebnahme der ersten Groß - Reinräume in Deutschland durch die Technologie - Chip - Hersteller IBM und Siemens Mitte der 80er Jahre, entstand auch in Deutschland eine spezielle Zulieferindustrie, wie sie in den USA und Japan bereits existierte. In diese frühe Phase der Entwicklung fiel die Gründung des Unternehmens CLEAR & CLEAN GmbH im Jahre 1979.

In ähnlichem Maße wie sich die Strukturbreiten der Halbleiter verringerten, wurden die Bemühungen intensiviert, Kontaminationsquellen in den Reinräumen zu identifizieren und zu beseitigen. Unter anderem richtete sich dabei das Augenmerk auf Reinraum - Verbrauchsmaterialien wie Reinigungstücher, reine Papiere, Handschuhe und Overalls, welche damals noch nicht durchgehend in reinraumtypischer Qualität angeboten wurden. Schon bald kam anwenderseitig der Wunsch nach einer reintechnisch fundierten Normung dieser Produkte auf. Der Schlüsselparameter dabei ist die gebrauchsbedingte Freisetzung von Inhaltsstoffen solcher Materialien in die Fertigungs - Umgebung. Der deutsche VDI mochte zu dem Thema jedoch nur generelle Empfehlungen abgeben (VDI 2083 – Blatt 4) und keine eigenen Prüfvorschriften mit speziellen Durchführungs-Empfehlungen formulieren.

In den USA hingegen formulierte das *Institute for Environmental Sciences and Technology IEST* eine Reihe von "Recommended Practices". Die in den amerikanischen Prüf-Empfehlungen des IEST-Instituts beschriebenen Methoden für die Bestimmung der Partikelfreisetzung von Reinigungstüchern waren jedoch in Ermangelung entsprechender Erfahrungen simpel im Konzept, mit geringem instrumentellen Aufwand zu realisieren aber fehlerhaft in ihrem physikalischen Ansatz (z.Zt. gültige Version ist IEST-RP-CC004.3 vom August 2004).

Dies führte dazu, dass die empfohlene Prüfmethode für die Partikelfreisetzung von Reinigungstüchern die in der Praxis übliche wischende Reinigungsprozedur nicht nahezu simuliert. Dadurch kommt es zu grob fehlerhaften Beurteilungen der Gebrauchsgüte von Reinigungstüchern für den Einsatz bei den Techniken des Reinen Arbeitens. Eine solche Fehl - Annahme ist z.B., dass Reinigungstücher, welche

gemäß Prüfvorschrift in ein Wasserbad getaucht werden und dabei große Partikelmengen ins Wasser hinein freisetzen, auch bei der wischenden Reinigungsprozedur viele Partikel auf der gereinigten Oberfläche hinterlassen bzw. in die Umgebung hinein freisetzen. Die gleiche Fehlinterpretation trifft für die extrahierbaren Inhaltsstoffe von Reinigungstüchern zu.

Als einer der wenigen Hersteller von Reinraum - Verbrauchsmaterialien in Europa steht die Clear & Clean GmbH der amerikanischen Prüfpraxis kritisch gegenüber. Von Clear & Clean wurde die Forderung erhoben, die Prüfmethode anwenderorientiert zu gestalten. Als Beispiel für die unterschiedlichen technischen Ansätze der amerikanischen Normungsgremien ASTM und IEST und dem Clear & Clean - Forschungslabor seien die folgenden Schlüsselfragen eines Anwenders von Reinigungstüchern für die Techniken des Reinen Arbeitens genannt. Diese wurde bei Clear & Clean bereits Ende der 90er Jahre formuliert.

1. *Um welchen messbaren Betrag ist die Oberflächenreinheit nach einer Reinigungsprozedur mit einem bestimmten Reinigungstuch gestiegen? (gesamter Reinheitszuwachs)*
2. *Wie viel Zeit wurde für die Reinigungsprozedur mit einem bestimmten Reinigungstuch benötigt? (Reinheitszuwachs pro Zeiteinheit)*

Dieser technisch - ökonomische Prüfansatz steht genau im Gegensatz zu dem Ansatz des IEST, nämlich: „Wie unrein ist ein Reinigungstuch?“. Diese Fragestellung lässt die durch das Tuch bewirkte Oberflächenreinheit unberücksichtigt und die Prüfung ist ausschließlich auf das Reinigungstuch als textiles Material fokussiert. Der Anwender hingegen will nicht wissen wie unrein das eingesetzte Reinigungstuch ist, sondern wieviel reiner eine Oberfläche nach einer Reinigungsprozedur ist.

Die Formulierung anwendungsorientierter Fragestellungen bei der Entwicklung sowohl von Prüfmethode als auch von Reinraum - Verbrauchsmaterial ist seither prägend für die Arbeit von Clear & Clean geworden. Im Laufe der Jahre wurden auf diese Weise eine Anzahl von Prüfmethode entwickelt, welche nicht nur Problemstellungen aus der Halbleiterindustrie, sondern auch der Pharmazeutischen, der Optischen und der Raumfahrtindustrie zum Thema haben.

Die vorliegende Broschüre beschreibt sowohl die Prüfziele als auch den Prüfungsablauf der hier aufgeführten Prüfmethode. Dadurch ist auch dem Laboranten die Möglichkeit gegeben, die angeführten Prüfschritte durchzuführen und die Prüfergebnisse in Beziehung zur praktischen Anwendung der Produkte zu setzen.

Clear & Clean - Forschungslabor  
Lübeck 2012

## 1. Prüfungen der Materialbeschaffenheit

---

Prüfziel: Mit den materialspezifischen Kenndaten werden grundlegende Eigenschaften eines Materials gekennzeichnet wie z.B. seine Dicke, Bruchlast oder Flächenmasse. Sie können daher im Sinne einer Wareneingangsprüfung zur Beurteilung der Anlieferungsqualität eines Materials herangezogen werden. Abweichungen von der zugesagten Materialqualität und / oder der Produktionsparameter lassen sich oftmals bereits durch die Messung der Kenndaten nachweisen. Für die Qualitäts - Kontrolle flächiger textiler Gebilde, Papiere und Handschuhe ist es empfohlen, die folgenden Kenndaten zu ermitteln.

### **Prüfung 1.1. Dicke** in mm - nach DIN EN ISO 5084

---

Die Dicke wird mittels eines Messgerätes mit digitaler Anzeige gemessen, welches den Prüfling zwischen zwei planparallelen Platten einem definierten Druck aussetzt. Angezeigt wird der Abstand der Platten. Für die Dickenmessung an nicht plan liegenden Prüflingen wie z.B. Latexhandschuhen wird eine der Prüfplatten durch einen kugelförmigen Punktmesskopf mit 1 mm Durchmesser ersetzt, und der Anpressdruck wird reduziert.



Abb. 01 elektr. Dickenmessgerät für textile Flächengebilde und Papier, Mitutoyo

### **Prüfung 1.2. Flächenbezogene Masse** in $g/m^2$ - nach DIN EN 29073 (für Vliesstoffe) - nach DIN EN 1227 (für kleine Proben)

---

Die Masse eines textilen Flächengebildes oder eines Papiers wird ins Verhältnis zu einer festgelegten Flächeneinheit gesetzt. Die Überprüfung erfolgt durch das Wiegen von 10 x 10 cm großen Prüflingen auf einer ausreichend empfindlichen Waage.

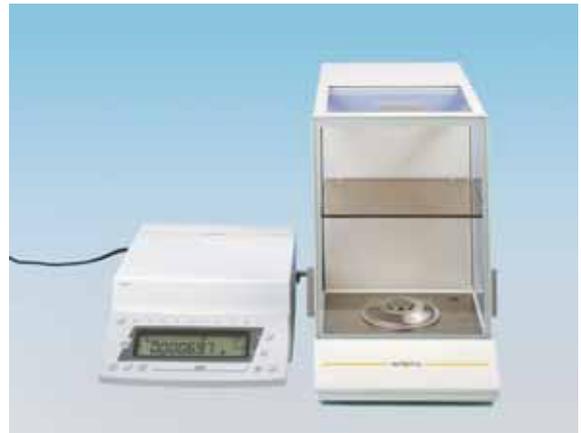


Abb. 02 Präzisionswaage zur Messung der flächenbezogenen Masse, Sartorius

### **Prüfung 1.3. / 1.4. Höchstzugkraft / Höchstzugkraft-Dehnung** in Newton - nach DIN EN ISO 13934 T1

---

Dies ist eine Angabe über die Kraft, welche zum Zerreißen eines Prüflings mit 50 mm Breite und 100 mm Länge aufgewendet werden muss. Als zerrissen gilt ein Prüfling, wenn die auf ihn anwendbare Reißkraft um mehr als 50 % des maximalen, bis zu diesem Zeitpunkt erreichten Wertes, unterschritten wird. Als Höchstzugkraftdehnung ist die Materialdehnung definiert, welche beim Materialbruch bei Höchstzugkraft gemessen wird. Bei Prüfungen an Papier, Kunststofffolien und dehnbaren Materialien wie Gummi, können Prüflinge in einer Breite von 15 mm eingesetzt werden.

Die Höchstzugkraftdehnung kann absolut in Millimetern oder relativ in Prozent der Ausgangslänge des Prüflings angegeben werden.



Abb. 03 Höchstzugkraft- / Dehnungs-Messgerät, Adamel

Parameter	Messung materialspezifischer Größen
Prüfmethoden	<b>1.1. Messung der Dicke</b> <b>1.2. Messung der flächenbezogenen Masse</b> <b>1.3. Messung der Höchstzugkraft</b> <b>1.4. Höchstzugkraftdehnung</b>
Instrumentarium	Dickenmessgerät, Höchstzugkraft / Dehnungs - Messgerät, Mikrowaage
Prüfschritte für die Messung der Dicke	1. Prüfling in das Gerät einlegen. 2. Messplatte absenken, angezeigten Wert ablesen und notieren.
Wertebereich	Angabe in mm
Prüfschritte für flächenbezogene Masse	Quadratischen Prüfling von 10 x 10 cm Kantenlänge zuschneiden und mittels geeigneter Waage dessen Masse bestimmen.
Wertebereich .	Angabe in g/m <sup>2</sup>
Prüfschritte 1.3. / 1.4.	1. Prüflinge zuschneiden: Vliesstoffe und Gestricke 50 mm x 150 mm, Papiere, Folien und Handschuhe 15 mm x 150 mm. Abstand der Klemmvorrichtungen auf 100 mm einstellen. 2. Prüfling im Höchstzugkraft - Prüfgerät einspannen und Prüfvorgang mit 300 mm/min starten (Papier 100 mm/min). 3. Nach Ende der Prüfung Maximalwerte von Höchstzugkraft und Höchstzugkraftdehnung ablesen. Fertigungslaufrichtung des Materials beachten. Das Material evtl. in Fertigungslaufrichtung und auch quer dazu prüfen.
Wertebereich Höchstzugkraft	Angabe in N / Probenbreite
Wertebereich Höchstzugkraft-Dehnung	Angabe in mm (total) oder in Prozent der Ausgangslänge

### **Prüfung 1.5. Beständigkeit gegen flüssige Chemikalien**

- nach DIN EN ISO 13934-1

Mit dieser Prüfung lässt sich feststellen, in welchem Maße die Höchstzugkraft textiler Werkstoffe oder anderer Flächengebilde wie Folienhandschuhe durch den Kontakt mit flüssigen Chemikalien verändert wird.

Vor Durchführung der Prüfung werden die Prüflinge mit solchen Chemikalien in Berührung gebracht, denen sie gebrauchsgemäß ausgesetzt werden. Bei den Prozeduren der Reintechnik sind dies im Zusammenhang mit Reinigungstüchern vor allem Reinstwasser, Isopropylalkohol und Aceton. Auf Wunsch können bei den Prüfungen auch andere Chemikalien eingesetzt werden, wie zum Beispiel Desinfektionsmittel, Säuren, Laugen oder Reinigungsbenzin. Als Maß für die Beständigkeit von Reinigungstüchern oder Handschuhen gegen flüssige Chemikalien wird die Differenz der Höchstzugkraft von Chemikalien - exponierten und nicht exponierten Prüflingen betrachtet. Hierzu wer-

den Prüflinge, wie sie normalerweise für die Prüfung der Höchstzugkraft im Trockenzustand eingesetzt werden, für die Dauer von 150 s in die betreffende Chemikalie eingetaucht. Anschließend werden sie im feuchten Zustand einer Höchstzugkraft / Höchstzugkraftdehnungs - Prüfung unterzogen. Die Differenz im Vergleich zu deren Höchstzugkraft im Trockenzustand wird in Prozent angegeben und mit positivem oder negativem Vorzeichen versehen, um eine Erhöhung oder Minderung derselben anzuzeigen.

Parameter	Messung der Höchstzugkraft nach Chemikalienkontakt
Prüfmethode	Beständigkeit gegen flüssige Chemikalien
Instrumentarium	Höchstzugkraft-Prüfgerät, Stoppuhr, chemikalienfestes Gefäß
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Sechs Prüflinge mit der längeren Seite aus Fertigungslängsrichtung des Materials zuschneiden: Breite für Reinigungstücher = 50 mm, für Handschuhe und Papier = 15 mm, Länge min. 130 mm. Die effektive Länge zwischen den Spannbacken des Höchstzugkraft-Prüfgerätes beträgt 100 mm.</li> <li>2. Bruchlast/Bruchdehnung an 3 trockenen Prüflingen bestimmen.</li> <li>3. Weiteren Prüfling 150 s lang in die vorbestimmte Chemikalie eintauchen und anschließend innerhalb von 15 s dessen Höchstzugkraft / Höchstzugkraftdehnung bestimmen.</li> <li>4. Letzteren Vorgang 2 Mal wiederholen.</li> <li>5. Aus den erhaltenen Daten für 3 trockene und 3 getauchte Prüflinge jeweils den Mittelwert bilden. Die beiden Mittelwerte in prozentuale Beziehung zueinander bringen.</li> </ol>
Prüfmedien	Aceton, Reinstwasser, Isopropylalkohol und/oder andere.
Wertebereich	Angabe der Differenz zur Trocken-Höchstzugkraft in Prozent derselben mit pos. oder neg. Vorzeichen

### Prüfung 1.6. Oberflächenrauigkeit (nur Papier)

Die Prüfung der Oberflächenrauigkeit gehört zur Qualitätskontrolle von Reinraumpapier. Veränderungen der Oberflächenrauigkeit beeinflussen sowohl die elektrostatischen als auch die Transporteigenschaften des Papiers in Laserdruckern. Bei der Prüfung ist zu beachten, dass sowohl die Ober- als auch die Unterseite des Papiers, jeweils in Längs- und Querrichtung der Fasern gemessen wird, um die mittlere Rauigkeit zu bestimmen.

Die Oberflächenrauigkeit wird im Clear & Clean - Forschungslabor mit einem Gerät vom Typ *Surftens* der Mitutoyo GmbH gemessen. Von den bei diesem Gerät einstellbaren Messmodi wird die mittlere Rautiefenmes-

sung ( $R_z$ ) nach DIN EN ISO 4288 benutzt. Zur Messung wird ein Messkopf mit einer integrierten Tastspitze automatisch entlang einer definierten Strecke über die zu untersuchende Oberfläche bewegt. Die Tastspitze folgt dabei der Topographie der Oberfläche und wandelt die dabei erhaltenen Höhen - Informationen in elektrische Signale um, welche als durchschnittliche Rautiefe in Mikrometer ( $\mu\text{m}$ ) angezeigt werden.

Es lassen sich mit dieser Methode auch Oberflächen vermessen, welche bei der Simulation wischender Reinigungsprozeduren zur Erzeugung von Partikelabrieb eingesetzt werden.

Prüfmethode	Messung der Oberflächenrauigkeit
Instrumentarium	Mitutoyo Surftens
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Messgerät kalibrieren, Tastkopf auf die Oberfläche aufsetzen und Prüfung beginnen.</li> <li>2. Wiederholen der Prüfung bis zum Erhalt eines statistisch relevanten Mittelwerts.</li> </ol>
Prüfmedien	Alle planen Oberflächen geeigneter Abmessungen
Wertebereich	0,1 bis 100 $\mu\text{m}$ $R_z$



Abb. 04, 05 *Surftens* Messgerät für die Oberflächenrauigkeit, links mit Kalibriernormal, Mitutoyo

## 2. Prüfungen der Reinigungsleistung

---

- 2.1. Partikelabrieb
- 2.2. Flüssigkeits-Rückstand
- 2.3. Reinigungsleistung
- 2.4. Reinigungszeit

### Prüfziele

Präzisions-Reinigungstücher sind in den HiTech-Industrien unverzichtbare Werkzeuge einer modernen Fertigungskultur. Mit ihnen wird ein Transfer unerwünschter Stoffe von einer Oberfläche hinein in das Tuchinnere bewirkt, wo diese Stoffe verbleiben und letztlich zusammen mit den Tüchern entsorgt werden. Wie für die meisten industriell gefertigten Produkte, lassen sich auch für Reinigungstücher technische Kenndaten erstellen, anhand deren sich die Qualität der Tücher für bestimmte Reinigungsaufgaben erkennen lässt und so eine Klassierung der Tücher ermöglicht. Ein solcher Parameter ist die *Reinigungsleistung*, welche nach *Labuda* in Massetransfer/Wegeinheit und in einer weiteren Ausgestaltung des Messverfahrens in Massetransfer/Zeiteinheit gemessen wird. Eine geeignete Prüfmethode für die Reinigungsleistung auf der Basis des Massetransfers pro Wegeinheit ist nachstehend beschrieben. Eine Prüfmethode für den Massetransfer pro Zeiteinheit ist in der Literatur beschrieben. (Lit 1), aber in der Praxis bisher noch nicht genügend erprobt. Reinigungstücher erfahren während ihres Gebrauchs eine dynamische, mechanische Belastung, welche aus der Reibung zwischen der Oberfläche des Tuchs und der zu reinigenden Oberfläche resultiert. Als Resultat dieser Belastung kommt es zum Abrieb von Partikeln und Faserfragmenten aus dem Tuch, welcher nach der erfolgten Reinigungsprozedur auf der gereinigten Oberfläche verbleibt. Die Anzahl der verbleibenden Teilchen nimmt mit steigender Rauigkeit der Oberfläche zu. Sie ist außerdem von der Beschaffenheit des eingesetzten Reinigungstuchs abhängig. Weil solche Materieteilchen die Funktionalität der gereinigten Oberflächen beeinträchtigen können, ist es sinnvoll Präzisionsreinigungstücher auf diese Qualität hin zu prüfen. Eine entsprechende Prüfmethode wird nachstehend beschrieben.

Eine Sonderform des Reinigens ist die Entfernung unerwünschter Flüssigkeiten von Oberflächen. Dabei handelt es sich zumeist um Spritzer, kleinere Flüssigkeitslachen oder Flüssigkeitsfilme, die von einer Oberfläche entfernt werden müssen. In diesem Fall müssen möglichst große Flüssigkeitsmengen möglichst schnell und möglichst rückstandsfrei von den Reinigungstüchern aufgenommen werden. Prüfziel ist hier, die dynamischen Kennwerte *Flüssigkeitsaufnahme* während einer definierten Wischbewegung und *Flüssigkeitsrückstand* auf der Oberfläche (in Masseinheiten) in Erfahrung zu bringen. Eine solche Methode ist nachstehend beschrieben.

## Prüfung 2.1. Partikelabrieb

---

Die Prüfmethode simuliert den Partikel/Faser-Abrieb, welcher sich bei bestimmungsgemäßem Einsatz von Reinigungstüchern auf Oberflächen der Rauigkeit  $> Rz\ 0$  bildet.

Zusammen mit der nachstehend beschriebenen Prüfmethode wurde von dem Konstrukteur Win Labuda der Öffentlichkeit der Rotations-Wischsimulator Mark I vorgestellt. Mit diesem Gerät ist es möglich, Proben eines textilen Materials, eines Schaumstoffs oder eines anderen geeigneten Flächengebildes in einer Edelstahlschale mit bekannter Bodenrauigkeit rotieren zu lassen. Dabei werden die Prüflinge im trockenen oder kontrolliert feuchten Zustand bei gleich bleibenden Belastungsgrößen von Anpressdruck, Rotationsgeschwindigkeit und Rotationszeit einer Friktion ausgesetzt. Der so entstehende Partikel/Faser-Abrieb wird einer quantitativen Bestimmung zugeführt. Dazu wird die Schale aus dem Simulator entfernt und mit Reinstwasser gefüllt. Das Wasser, den Partikel/Faser-Abrieb enthaltend, wird durch ein Membranfilter des mittleren Porendurchmessers von  $0,2\ \mu\text{m}$  gegeben. Nach der mikroskopischen Auszählung der Partikelmenge auf der Filteroberfläche wird die Partikel/Faser-Freisetzung in die Einheit  $\text{k-Part/cm}^2$  des geprüften Textilmaterials umgerechnet. Es können mehrere Schalen unterschiedlicher Bodenrauigkeit eingesetzt werden, um auf diese Weise ein Diagramm des Abriebs bei aufsteigenden Rauigkeitswerten der Schalenböden zu erhalten.

### Anmerkungen

Die Prüfmethode *Labuda Partikelabrieb* steht in ihrem geistigen Ansatz konträr zu der verbreiteten Methode IEST-RP-CC004.3 des US-amerikanischen *Institute of Environmental Sciences and Technologies*. Diese sieht zur Simulation der gebrauchsgemäßen Partikel/Faserfreisetzung von Reinigungstüchern vor, die Prüflinge in eine Schale mit Reinstwasser hinein zu tauchen und nachfolgend die im Reinstwasser befindlichen Partikel zu zählen.

Die Prüf-Ergebnisse der Labuda-Methode und der IEST-Methode zeigen keine Korrelation. Dies kann auch schon deswegen nicht der Fall sein, weil bei der IEST-Methode weder die *Oberflächenrauigkeit* der Prüfoberfläche noch die *Abriebfestigkeit* des textilen Materials noch der *Partikel-Einbindungseffekt* der Reinigungstücher berücksichtigt wurden. Dieser seinerzeit von *Labuda* beschriebene Effekt ergibt sich aus der Beobachtung, dass bei einer wischenartigen Reinigungsprozedur im Zuge der Bewegung aus dem Tuch gelöste Teilchen zu einem hohen Prozentsatz nicht auf der Oberfläche verbleiben, sondern in örtlicher Nähe zum Freisetzungsort wieder an das Faser- bzw. Filamentengebilde des Reinigungstuchs angelagert werden.

Es muss zusammenfassend festgestellt werden, dass die Methode IEST-RP-CC004.3 Absatz 6 und 7 in ihrem geisti-

gen Ansatz gravierende physikalische Irrtümer enthält, den wischenden Reinigungsvorgang nicht nahezu simuliert und wegen ihrer nicht vorhandenen Simulationstreue für die Simulation der gebrauchsgemäßen Partikelfreisetzung von Reinigungstüchern ungeeignet ist. Vielmehr sind durch deren Anwendung irreführende Prüfergebnisse vorbestimmt. (siehe auch Lit 2) Diese Feststellung trifft auch für alle anderen Prüfmethode zu, welche den Gebrauchsabrieb von Reinigungstüchern während der Reinigungsprozeduren auf Oberflächen der Rauigkeit > Rz 0 unberücksichtigt lassen. Es konnte auch ein Versuch des Franzosen Frederic Laban et al. aus dem Jahre 1990 (damals Motorola) bestätigt werden, der experimentell gezeigt hatte, dass auf einer völlig glatten Oberfläche (Wafer) der Partikelabrieb eines jeden

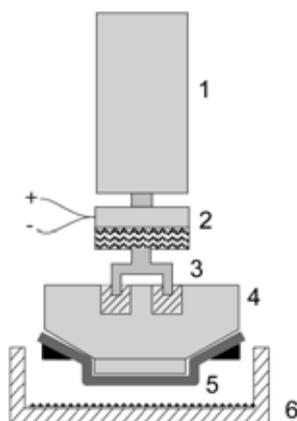
Reinigungstuchs in etwa gleich ist. In der Tat unterscheiden sich die Ergebnisse eines Standard-Vliesstoffs bei kontrollierter Wischbewegung auf einer polierten Oberfläche nur geringfügig von denen eines hochklassigen Polyester-Gestrickes. Daraus ergibt sich, dass die wesentlichen Einflussgrößen auf die Partikelfreisetzung bei der wischenden Reinigungsprozedur die Rauigkeit der zu reinigenden Oberfläche und die Abriebfestigkeit des eingesetzten textilen Materials sind.

#### Literatur

Lit 2 - Aufsatz Textor, Bahners, Schollmeyer

Lit 3 - Aufsatz Laban, Garcin

Parameter	Partikel/Faserabrieb von Reinigungstüchern bei Wischbewegung auf verschiedenen rauen Oberflächen
Prüfmethode	Partikelabrieb nach Labuda
Instrumentarium	Reine Arbeitsbank, Labuda - Rotations - Wischsimulator Mark I, Membranfilter 0,2µm, Filterhalter, Dunkelfeld - Mikroskop 800fach mit Zählfeldokular, Vakuumpumpe, Erlenmeyer - Kolben mit Saugstutzen, Halteklammer.
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Prüflinge ausstanzen und evtl. befeuchten. Die selben am Rotorblock 4 durch Klemmring fixieren.</li> <li>2. Das Rotoraggregat 1-5 durch Kippen auf den zuvor gereinigten Schalenboden aufsetzen.</li> <li>3. Den Simulator in Betrieb setzen und nach Beendigung der vorgegebenen Rotationszeit das Rotoraggregat 1-5 wieder aus der Schale entfernen.</li> <li>4. Die Schale 6 aus dem Gerät entnehmen, mit Reinstwasser füllen und dasselbe filtrieren.</li> <li>5. Das Filtrat mikroskopisch auswerten. (Alle Arbeiten unter reinen Arbeitsbedingungen und mit Reinraumkleidung ausführen.)</li> </ol>
Prüfmedium	Reinstwasser 18,2 M-Ohm, 0,2µm – filtriert
Wertebereich	Angaben in tausend Partikel pro cm <sup>2</sup> Rotationsfläche ( kPart/cm <sup>2</sup> )



- 1 starr aufgehängter Elektromotor
- 2 Drehmomentgeber N/cm (bei Mark II)
- 3 flexible Kupplung
- 4 Rotorblock
- 5 Wischmittel - Prüfling
- 6 Schale mit rauem Boden

Abb. 06 Schema der Labuda-Rotations-Wischsimulatoren Mark I und II



Abb. 07 Labuda - Rotations - Wischsimulator Mark II zur Prüfung des Partikelabriebs (im geöffneten Zustand)



Abb. 08 ... und nochmals der Rotations - Wischsimulator im Gebrauchszustand

### Prüfung 2.2. Flüssigkeits - Rückstand

Die Prüfmethode simuliert die dynamische Flüssigkeitsaufnahme von Reinigungstüchern während der wischenden Entfernung kleiner Flüssigkeitslachen und Spritzern von ebenen Oberflächen.

Zusammen mit der nachstehend beschriebenen Prüfmethode wurde von dem Konstrukteur Win Labuda der Öffentlichkeit ein Linear - Wischsimulator vorgestellt, mit dem es möglich ist, die Verteilung flüssiger Verunreinigungen in das bewegte Reinigungstuch hinein der Masse nach zu bestimmen und gleichzeitig bildhaft zu dokumentieren. (Linear - Wischsimulator Mark II)

Der Prüfling (Reinigungstuch) wird unter einem Metallschlitten aus Aluminium befestigt und durch einen pneumatischen Antrieb über eine Prüfplatte hinweg bewegt. Das Gerät ist für einen effektiven Wischweg von 45 cm Länge und für drei wählbare Wischgeschwindigkeiten ausgelegt. Die zur Simulation verschiedenartiger Oberflächen vorgesehenen Prüfplatten aus unterschiedlichen Materialien lassen sich auswechseln. So stehen Prüfplatten aus Edelstahl in verschiedenen Oberflächen - Rauigkeiten, Makrolon und Glas zur Verfügung. Im Prinzip kann jedoch auch jedes andere plattenförmige Material eingesetzt werden. Beim Einsatz einer transparenten Prüfplatte (Glas, Makrolon) kann unterhalb derselben und in starrer Verbindung mit dem oberhalb der Prüfplatte einhergleitenden Metallschlitten eine Videokamera montiert werden, um während des Prüfablaufs die Verteilung der Flüssigkeit in das Reinigungstuch hinein als Videofilm zu dokumentieren. Hierzu ist eine schwarze Prüflüssigkeit vorgesehen. Um eine genaue gravimetrische Messung des Flüssigkeitsrückstands nach einem oder mehreren Wischvorgängen zu ermöglichen, wurde der Linear - Wischsimulator so ausgelegt, dass er das Aufbringen ausreichend großer Flüssig-

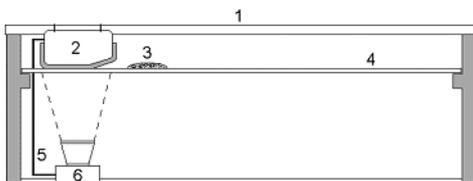
keitsmengen auf die Prüfplatte zulässt, um Messfehler durch Verdunstungseffekte auszuschließen.

Vor der Wischsimulation wird das Reinigungstuch gewogen, zu vier Lagen gefaltet und auf dem Metallschlitten der Masse von 1000 g fixiert. Der Schlitten wird dann pneumatisch mit der eingestellten Geschwindigkeit über die Prüfoberfläche bewegt, auf der sich eine kreisförmig aufgetragene Flüssigkeitslache von 5 ml Volumen befindet. Nach Durchführung des Wischvorgangs wird das Tuch erneut gewogen und aus der Differenz zur Masse der aufgegebenen 5 ml Flüssigkeit wird die Restflüssigkeitsmenge bestimmt.

#### **Anmerkung**

Durch die Bestimmung der beim simulierten Wischvorgang vom Reinigungstuch aufgenommenen Flüssigkeitsmasse, ist automatisch auch die auf der Oberfläche verbleibende Flüssigkeitsmasse gegeben. Diese ist insbesondere für die Präzisionsreinigung von Oberflächen bedeutsam.

Parameter	Dynamische Flüssigkeitsaufnahme von Reinigungstüchern
Prüfmethode	Dynamische Flüssigkeits - Aufnahme nach Labuda (Labuda Fluid Absorption Test)
Instrumentarium	Analysenwaage, Labuda - Linear-Wischsimulator Mark II, Pipette
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Wischgeschwindigkeit am Gerät einstellen.</li> <li>2. Prüfling wiegen und unter dem Metallschlitten befestigen.</li> <li>3. An markierter Stelle auf der Prüfplatte mittels Pipette eine Flüssigkeitslache von bekannter Masse aufbringen.</li> <li>4. Gerät in Betrieb setzen.</li> <li>5. Prüfling wird über die Flüssigkeit hinweg bewegt.</li> <li>6. Prüfling vom Metallschlitten entfernen und wiegen.</li> <li>7. Gewichts - Differenz ermitteln.</li> </ol>
Prüfmedien	Alle tropfenbildenden Flüssigkeiten
Wertebereich	0% - 100%



- 1 pneumatischer Linearmotor (bidirektional)
- 2 Standard - Gewicht mit Reinigungstuch-Prüfling
- 3 Prüfliquidität (evtl. gefärbt)
- 4 austauschbare Prüfplatte (evtl. transparent)
- 5 mechanischer Mitnehmer für Kamera
- 6 Videokamera auf Schlittensystem

Abb. 09 Schema: Labuda - Linear- Wischsimulator Mark II

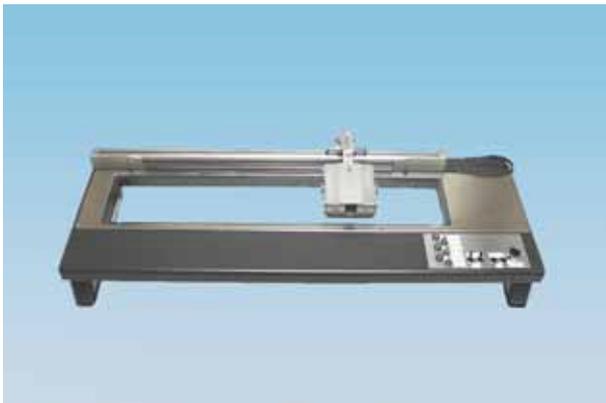


Abb. 10 Gesamtansicht: Labuda - Linear - Wischsimulator Mark II

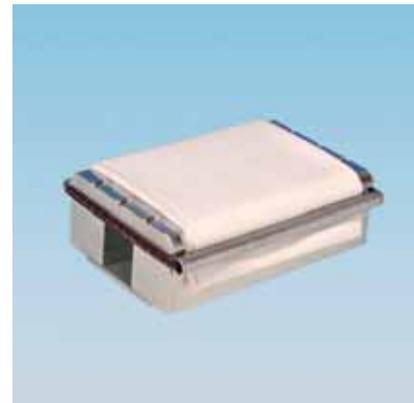


Abb. 11 Teilansicht: Metallschlitten mit aufgespanntem Reinigungstuch

### Prüfung 2.3. Reinigungseffizienz

Die Prüfmethode simuliert den gebrauchsgemäßen Abtrag dünner, schichtförmiger Verunreinigungen durch ein Reinigungstuch. Zur Durchführung der nachstehend beschriebenen Prüfungen wurde im Jahre 1998 von dem Konstrukteur Win Labuda der Öffentlichkeit neben dieser Prüfmethode auch ein Linear - Wischsimulator vorgestellt. Mit diesem ist es möglich, Prüflinge eines textilen Materials unter gleich bleibendem Anpressdruck und Bewegungs - Geschwindigkeit linear über eine mit einem Schmier- oder Öl-

film verunreinigte Oberfläche zu bewegen. Es ist ein Vorzug dieser Prüfmethode, dass sich mit ihr sowohl die von der Oberfläche entfernte als auch die auf derselben verteilte Verunreinigungsmasse bestimmen lässt. Die Effizienz eines Reinigungstuchs ist sowohl durch die vom Tuch *aufgenommene* als auch durch die auf der Oberfläche *verteilte* Masse gekennzeichnet. Zur Simulation der Wischbewegung wird bei dem Wischsimulator ein motorisch betriebener Schlitten eingesetzt, welcher die Anwendung einer

Parameter	% Abtrag und Verteilung schichtförmiger Verunreinigungen geringer Dicke von einem Substrat durch ein Reinigungstuch.
Prüfmethode	Labuda - Reinigungseffizienz -Test
Instrumentarium	Labuda - Linear - Wischsimulator Mark I , vier Prüfplatten, Mikrogramm - Waage
Prüfmedien	ein niederviskoses Öl oder ein Schmier mit definierter Viskosität
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Platten Nr. 4 und 5 wiegen, Platte Nr. 4 homogen mit Öl oder Schmier beschichten, (evtl. durch Spincoater) Ölmenge durch Differenzwägung bestimmen.</li> <li>2. Alle Prüfplatten in die Halterung einsetzen, Prüfblock mit aufgespanntem Prüfling (Abschnitt eines Reinigungstuchs, Abmessungen 2 cm x 12 cm auf Startplatte aufsetzen, motorischen Seilzug einschalten. Abschalten sobald der Prüfblock komplett auf der Ruheplatte 6 aufliegt.</li> <li>3. Platten Nr. 4 und 5 erneut wiegen und Gewichtsunterschiede berechnen.</li> <li>4. Prozentsatz der entfernten Verunreinigung berechnen. Dann Prozentsatz des von der Prüfplatte 4 auf die Prüfplatte 5 übertragenen Schmier / Öls berechnen.</li> </ol>
Wertebereich	0% – 100% der aufgetragenen Ölmenge



Abb. 12 Schema: Labuda Linear-Wischsimulator Mark I

- 1 Standard-Gewicht
- 2 Reinigungstuch-Prüfling
- 4 Trägerplatte mit definierter Verunreinigung
- 5 Trägerplatte im gereinigten Zustand
- 7 Aufwickel - Motor und Zugseil
- 3,6 Ruheplatten im gereinigten Zustand

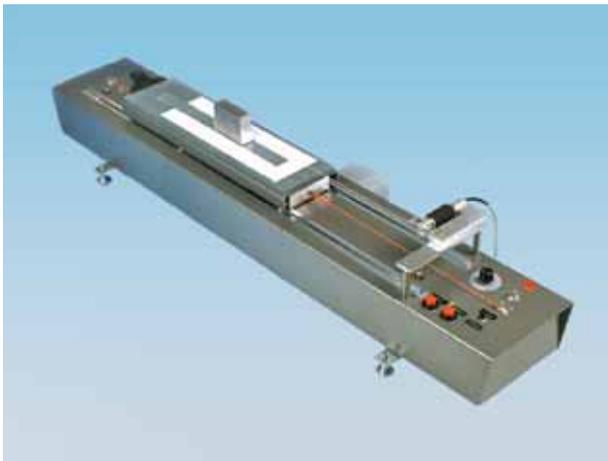


Abb. 13 Labuda-Linear-Wischsimulator Mark I  
(Gesamtansicht)



Abb. 14 Labuda-Linear-Wischsimulator Mark I  
(Teilansicht des Plattensystems)

gleichmäßigen, reproduzierbaren Wischgeschwindigkeit zulässt. Ein mit einem Gewicht von 500 g beschwerter Textilprüfling der Abmessungen 20 x 80 mm ruht auf einer gereinigten Ruheplatte 3. Der Prüfling wird dann prüfungsgemäß mit einer Geschwindigkeit von 0,875 cm/s über die zwei Prüfplatten 4 und 5 hinweg gezogen. Die Prüfplatte 4 ist homogen mit einer bekannten Menge Schmier oder Öl benetzt. Als Ruheplatten vor Beginn (3) und nach Beendigung der Prüfung (6) werden Platten von gleicher Dicke eingesetzt, um den gesamten Wischvorgang hindurch ein planes Aufliegen des Reinigungstuchs zu gewährleisten.

Während des Wischvorgangs nimmt der Prüfling einen Teil der Verunreinigung von der ersten Prüfplatte auf und überträgt einen Teil des nunmehr am Tuch haftenden Öls auf die zuvor gereinigte und gewogene Platte 5. Durch Differenzwägung werden die Massen einerseits des vom Reinigungstuch aufgenommenen und des auf die Platte 5 übertragenen Schmier / Öls bestimmt. Die Reinigungseffizienz ergibt sich aus dem Prozentsatz der Masse an Schmier / Öl, welche vom Textil aufgenommen und nicht übertragen wurde. Die Prüfplatten können unterschiedliche Oberflächenrauigkeiten aufweisen.

## Prüfung 2.4. Reinigungszeit

Ein wesentlicher Parameter jeder Reinigungsprozedur ist der durchschnittliche Zeitbedarf pro eingesetztem Reinigungstuch (Reinigungszeit). Dieser hat insbesondere für Großanwender von Reinigungstüchern eine hohe ökonomische Bedeutung. Das Clear & Clean - Forschungslabor entwickelt daher z.Zt. (9-2007) eine Methode, um die Reinigungsleistung von Präzisions-Reinigungstüchern schnell und problemlos über die Zeitachse vergleichend zu messen. So ließen sich die mittleren Reinigungszeiten im Fertigungsgeschehen optimieren und Fertigungskosten reduzieren. (Lit. 1). Das konzipierte Prüfverfahren basiert auf einem Prinzip, welches in Abb. 15 erläutert ist. Dabei wird eine standardisierte Verunreinigungsschicht auf eine rotierende Stahlwalze aufgetragen, deren Dicke kontinuierlich mittels Laserfluoreszenz gemessen wird. Die Walze wird im Winkel von 90 Grad von einem Reinigungstuch umschlungen und die Reduktion der Verunreinigungsschicht auf der Walze wird kontinuierlich gemessen und als Reinigungszeit-Diagramm registriert.

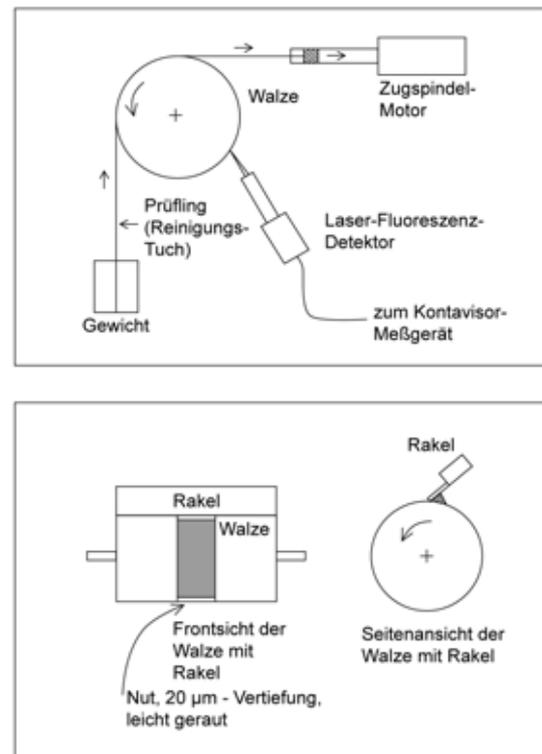


Abb. 15 Wirkschema des Reinigungszeit - Prüfgerätes TIMEPORT

## 3. Prüfungen der Flüssigkeitsaufnahme

- 3.1. Gesamtflüssigkeits - Aufnahme
- 3.2. kapillarisches Flüssigkeits - Aufnahme
- 3.3. Tropfeneinsinkzeit

Bei den meisten Reinigungsprozeduren, welche mit Hilfe von Reinigungstüchern durchgeführt werden, befinden sich die Tücher in einem Lösungsmittel - getränkten Zustand. Der Grund dafür ist die erhebliche Steigerung der Reinigungsleistung, welche beim wischenden Reinigen durch die Zuhilfenahme eines Lösungsmittels bewirkt wird. Das Lösungsmittel kann beispielsweise DI-Wasser, ein DI-Wasser-Alkohol-Gemisch, Butylacetat, ein DI-Wasser-Tensid-Gemisch oder auch Aceton sein. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit, dass die Tücher für die Aufnahme solcher Flüssigkeiten besonders geeignet sein müssen. Es gibt verschiedene Prüfverfahren für die Flüssigkeitsaufnahme textiler Gebilde, welche sowohl die maximal mögliche Flüssigkeitsaufnahme und Retention nach einem Flüssigkeitsbad, die Durchflutung eines textilen Gebildes mit einer Flüssigkeit mittels der Kapillarkräfte als auch die Einsinkgeschwindigkeit eines auf die Oberfläche aufgebrachtene Flüssigkeitstropfens aufzeigen können. Die nachstehend beschriebenen Prüfmethoden für die Flüssigkeitsaufnahme von Präzisions-Reinigungstüchern erlauben in ausreichendem Maße Einsicht in die Hydromechanik der zu prüfenden Reinigungstücher.

### Prüfung 3.1. Gesamtflüssigkeits - Aufnahme

Es werden mit dieser Prüfmethode sowohl die maximale Flüssigkeitsaufnahme als auch das Rückhaltevermögen eines Reinigungstuchs für Flüssigkeiten untersucht. Bei der Prüfung wird ein Abschnitt des Reinigungstuchs, üblicherweise 10 x 10 cm groß, in einen Behälter mit DI-Wasser getaucht und nach 30 sec. wieder aus diesem entnommen. Dem Prüfling werden 10 sec. zum Abtropfen gelassen, wobei dieser mittels Pinzetten faltenfrei gehalten wird. Dann wird mittels Differenzwägung die Flüssigkeitsmenge im Tuch bestimmt und das Ergebnis auf g/m<sup>2</sup> umgerechnet.

### Prüfung 3.2. kapillarisches Flüssigkeits - Aufnahme

Die Prüfmethode zeigt den Verlauf der kapillaren Flüssigkeitsaufnahme eines porösen Flächengebilde als Masse / Zeit - Diagramm. So lässt sich bestimmen, welche Masse einer Flüssigkeit von einem porösen Flächengebilde innerhalb einer gewählten Zeitspanne durch die Kapillarkräfte entgegen der Schwerkraft aufgenommen wird. Das Ergebnis erlaubt die Beurteilung der Flüssigkeitsaufnahme - Geschwindigkeit von Reinigungstüchern, welche ein Kennzeichen für deren Gebrauchsgüte ist. Bei textilen Prüflingen wird ein 20 mm breiter Streifen mit mechanisch geschnittenen Kanten senkrecht aufgehängt

und mittels eines Spindeltriebs auf ein Niveau abgesenkt, welches mindestens 1 mm unterhalb der Oberfläche einer bestimmten Flüssigkeit liegt. Der Flüssigkeitsbehälter sollte ein Vielfaches des vom Prüfling aufgenommenen Flüssigkeitsvolumens fassen.

Die Flüssigkeitsoberfläche sollte so bemessen sein, dass der Flüssigkeitsstand durch das vom Prüfling aufgenommene Flüssigkeitsvolumen nicht so weit absinkt, dass der Prüfkörper den Kontakt zur Flüssigkeitsoberfläche verliert. Der Behälter steht während der Prüfung auf einer elektronischen

Waage, deren Messwert in möglichst hoher Taktrate mittels eines Oszilloskops relativ zur Zeit aufgezeichnet wird. Kommt der Prüfling mit der Flüssigkeitsoberfläche in Kontakt, so wird durch die Kapillarkräfte Flüssigkeit in das Textil gesaugt, und die Gewichtsänderung wird gegen die Zeit als Diagramm erfasst. Mit einer geeigneten Software wird das entstandene Diagramm ausgewertet und die Flüssigkeitsmengen, welche innerhalb von 5 und auch von 60 Sekunden aufgenommen wurden, werden ermittelt und notiert.

Parameter	Kapillarisches Flüssigkeits-Aufnahme von Reinigungstüchern pro Zeiteinheit
Prüfmethode	Kapillarisches Flüssigkeits-Aufnahme
Instrumentarium	Elektronische Waage mit schnellem Datenausgang, Oszilloskop mit Auswerte - Software, Eintauchmechanik für Tuchproben
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Je 3 Prüflinge aus der Maschinenlaufrichtung und der Querrichtung des Materials zuschneiden (20 mm x 15 cm).</li> <li>2. Die Prüflinge an der Eintauchmechanik des Prüfgeräts fixieren.</li> <li>3. Die Datenaufnahme des Oszilloskops aktivieren und den Prüfling in die Flüssigkeit absenken.</li> <li>4. Aus dem entstandenen Masse / Zeit-Diagramm am PC die Flüssigkeits - Aufnahme ermitteln und notieren.</li> </ol>
Prüfmedien	Alle Flüssigkeiten, typisch jedoch ist Reinstwasser
Wertebereich	Angaben in aufgenommener Masse pro Zeiteinheit (g/5 s, g/60 s)

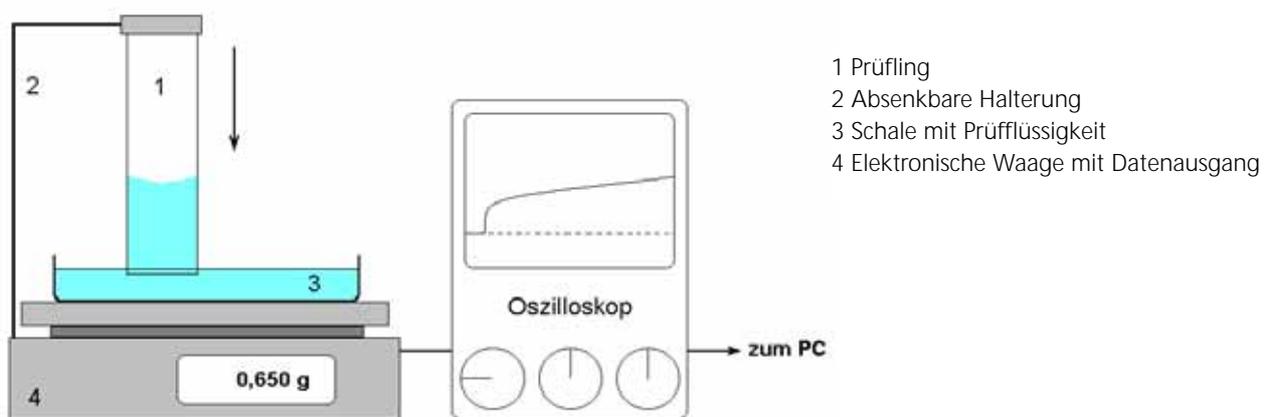


Abb. 16 Schema: Kapillarisches Flüssigkeits - Aufnahme von Reinigungstüchern

### Prüfung 3.3. Tropfeneinsinkzeit

Mit dieser Prüfmethode lässt sich bestimmen, in welcher Zeit ein Reinigungstuch einen auf seiner Oberfläche befindlichen Flüssigkeitstropfen vollends absorbiert. Das Ergebnis dieser Prüfung ermöglicht es, Erkenntnisse über die Dynamik der Flüssigkeitsaufnahme eines Reinigungstuchs zu erhalten. Insbesondere bei Tüchern aus hydrophoben Kunstfasern/Filamenten lässt sich die Wirksamkeit der chemischen Hydrophilierung derselben beurteilen und/oder der Ausrüstungsprozess fertigungsgemäß steuern. Die Messung erfolgt durch die photographische Aufnahme des Tropfeneinsinkvorgangs mittels einer digitalen Hochgeschwindigkeits-Kamera, deren Aufnahmesequenzen im Computer gespeichert werden. Bei der Speicherung wird jedes aufgenommene Bild mit einer genauen Zeitangabe versehen (in 1/1000 s), wodurch die Ermittlung des Zeitraums zwischen der Berührung des Tropfens mit der Textil-

oberfläche und seinem vollständigen Versinken im Textilkörper möglich wird. Als vollständig versunken gilt der Tropfen sobald auf der Textiloberfläche keine Reflexion mehr sichtbar ist.

Der Prüfaufbau ist auf einer optischen Bank fixiert, welche die Verschiebung der Einzelteile Kamera, Probenhalterung und Mattscheibe entlang der optischen Achse ermöglicht. Die Mattscheibe wird von hinten mittels einer Spalt-ringleuchte beleuchtet. Über einen Schwanenhals-Lichtleiter kann die Probenoberfläche bei Bedarf zusätzlich beleuchtet werden. Zur Applikation reproduzierbarer Tropfen wird eine motorisch betriebene Präzisions - Pipette eingesetzt. Die Kamera ermöglicht in der derzeitigen Konfiguration mit PC und Software die Aufnahme von ca. 250 Bildern / sec.

Parameter	Flüssigkeits-Aufnahme von Reinigungstüchern pro Zeiteinheit
Prüfmethode	Messung der Tropfeneinsinkzeit
Instrumentarium	Präzisions - Pipette, Tuchhalterung, digitale Hochgeschwindigkeitskamera, Beleuchtung, Bildanalyse - Software
Prüfschritte	1. Tuch befestigen, Kamera in Betrieb setzen, Pipette betätigen, nach dem Einsinkvorgang Aufnahmeserie beenden. 2. Zeit zwischen Aufprall und vollständigem Versinken des Tropfens errechnen und registrieren.
Prüfmedien	Alle Flüssigkeiten, welche zur Tropfenbildung geeignet sind
Wertebereich	0,05... 1000 s

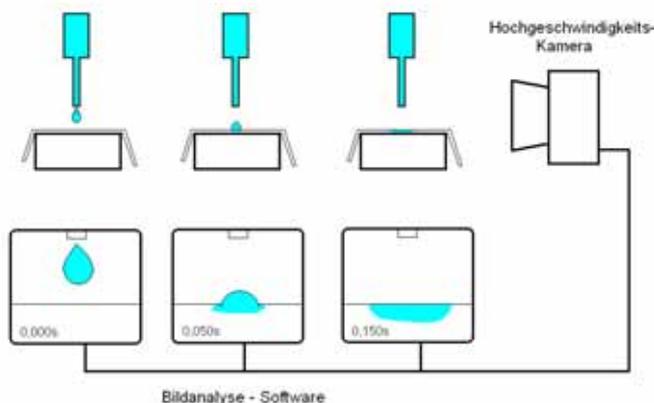


Abb. 17 Schema: Tropfenverlauf bei der Tropfeneinsinkzeit - Messung



Abb. 18 Gerät zur Messung der Tropfeneinsinkzeit

#### 4. Prüfungen der Oberflächenreinheit

- 4.1. partikuläre Reinheit von Papieroberflächen
- 4.2. Extrahierbare Rückstände von Reinigungstüchern
- 4.3. Tensidbelastung von Reinigungstüchern
- 4.4. Oberflächenreinheit nach Reinigungsprozeduren

Die Prüfungen der Oberflächenreinheit sind Prüfungen, die es zum einen erlauben Informationen über die Oberflächenbeschaffenheit des Rohmaterials Papier und Rohgestricke im Anlieferungszustand zu erhalten. (Prüfungen 4.1. bis 4.3.) Die Ergebnisse dieser Prüfungen sagen noch nichts über die Gebrauchsqualität im Endzustand der Reinigungstücher und Papiere aus. Sie geben jedoch Anhaltspunkte für veränderte Produktionsbedingungen beim Rohmaterialhersteller, welche zu einer Qualitätsminderung des Fertigproduktes führen könnten. Zum anderen lässt sich im Rahmen der Prüfung 4.4. auf die während der Reinigungsprozedur erfolgte Übertragung geringster Tensidmengen aus dem Reinigungstuch auf die gereinigten Oberflächen schließen, wodurch die Gebrauchsgüte eines Präzisionsreinigungstuchs beeinträchtigt sein kann.

##### Prüfung 4.1. partikuläre Reinheit von Papieroberflächen

Die Prüfung dient der Beurteilung der partikulären Reinheit von Papieren, welche für den Einsatz in reiner Arbeitsumgebung vorgesehen sind. Gezählt werden die Partikel, welche beim Tauchen des Prüflings in eine Prüfflüssigkeit hinein freigesetzt werden. Als Prüfflüssigkeit ist Reinstwasser mit ca. 18,2 M-Ohm Widerstand spezifiziert. Die Zählung der in dieser Prüfflüssigkeit enthaltene Partikelmenge kann durch Filtration und anschließende mikroskopische Auswertung (nach DIN 50452-1: 1995-11) oder durch auto-

matische Zählung mit einem elektronischen Partikelzähler erfolgen. Der Prüfling, ein Blatt Papier im DIN A4 - Format, wird unter einer reinen Arbeitsbank zu einem Rohr mit einer Länge von ca. 210 mm geformt. Die aneinander stoßenden Kanten der Schmalseiten des Blattes werden mit zwei Klebestreifen aus Kunststoff-Folie fixiert. Das so entstehende Rohr wird drei aufeinander folgende Male für jeweils vier Sekunden Dauer bis zum oberen Rand in ein mit Reinstwasser gefülltes Becherglas getaucht. Nach jeder Tauchphase wird der Prüfling komplett aus der Prüfflüssigkeit entfernt und es folgen jeweils 10 Sekunden Abtropfzeit. Sind die aus drei Tauchvorgängen resultierenden Partikelmengen sehr gering, so müssen evtl. weitere Blätter getaucht werden, um auswertbare Partikelmengen im Vergleich zum Partikel - Basis - Wert des DI - Wassers zu erhalten.

Nach dem Tauchen wird das Reinstwasser mit seinem Partikelinhalt durch einen schwarzen Membranfilter mit 0,2 µm Porenweite filtriert und die Partikel > 0,5 µm werden bei 800facher Vergrößerung unter dem Mikroskop gezählt. Der Rückstand kann gegebenenfalls später mittels Elektronenmikroskop und Röntgenanalyse näher untersucht werden. Die Partikelmenge pro Flächeneinheit wird aus der Partikelanzahl in der Prüfflüssigkeit und der beim Tauchen benetzten Papieroberfläche in cm<sup>2</sup> errechnet.

##### Anmerkung

Die o.a. Prüfung simuliert nicht die Partikelfreisetzung beim praktischen Einsatz von Reinraum-Papier. Die mit dieser Methode gezählten Partikel-Mengen liegen weit über den gebrauchsmäßig freigesetzten Partikel-Mengen. Die Methode lässt sich lediglich zum Vergleich unterschiedlicher Chargen eines bestimmten Reinraum-Papiers einsetzen. Außerdem lässt sich die Wirkung der partikelbindenden Beschichtung messen.

Parameter	Bestimmung der einer Papieroberfläche anhaftenden Partikelmenge Bestimmung der Partikel
Prüfmethode	Oberflächenreinheit von Papieren ( Tauchmethode )
Instrumentarium	Reinstwasseranlage, Flüssigkeits - Partikelzähler oder Filtrationsanlage für 0,2µm Membranfilter
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Alle Prüfschritte unter einer reinen Arbeitsbank. Reine Arbeitshandschuhe und Kittel mit abgedeckten Bündchen tragen.</li> <li>2. Prüfling (DIN-A4-Papier-Blatt) weitgehend berührungslos zu einer Röhre formen und fixieren. (h: 210 mm U: 297 mm)</li> <li>3. Prüfling drei Mal 4s lang in 1000 ml Reinstwasser eintauchen.</li> <li>4. Prüfling nach jedem Tauchen 10 s lang abtropfen lassen.</li> <li>5. Partikelkonzentration des DI-Wassers vor und nach den 3 Tauchvorgängen des Prüflings bestimmen.</li> <li>6. Den Differenzwert der Partikelmenge bestimmen.</li> <li>7. Die effektive Partikelanzahl bezogen auf die benetzte Fläche notieren.</li> </ol>
Prüfmedium	Reinstwasser 18,2 M-Ohm, 0,2µm – filtriert
Wertebereich	Partikelmenge pro Flächeneinheit (Mio Part / cm <sup>2</sup> bzw. Mio Part / Blatt DIN A4)

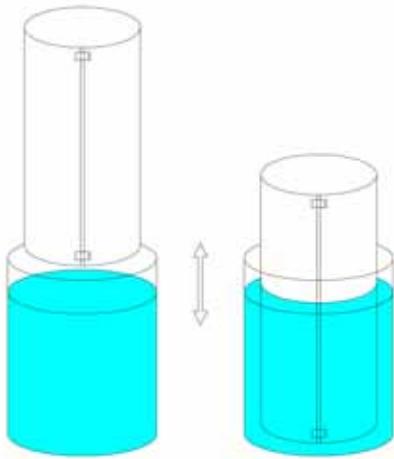


Abb. 19 Schema: Tauchen eines geformten Papiers in eine Prüflüssigkeit



Abb. 20 Tauchen eines geformten Papiers in eine Prüflüssigkeit

#### **Prüfung 4.2. Extrahierbare Rückstände von Reinigungstüchern**

Für die Herstellung von Präzisions-Reinigungstüchern werden z.T. Filamentgarne und daraus gefertigte Gestricke eingesetzt. Diese werden zur Sicherstellung ihrer Prozessfähigkeit in den Verarbeitungsmaschinen mit Avivagen wie Spul- und Nadelölen ausgerüstet, welche aus einem Gemisch diverser chemischer Komponenten bestehen. Sie werden in einem Dekontaminationsverfahren zusammen mit den stets im Textilkörper vorhandenen Partikeln zum großen Teil entfernt. Um die Effizienz dieser Dekontamination zu prüfen, wird der Gehalt der Reinigungstücher an extrahierbaren Rückständen vor und nach der Dekontamination bestimmt.

Die Extraktion erfolgt beim Soxhlet-Verfahren durch kontinuierliches Spülen eines Prüflings (z.B. ein Abschnitt eines Reinigungstuchs) von bekannter Ausgangsmasse mit frisch destilliertem Lösungsmittel. Danach erfolgt die Aufkonzentrierung der dabei freigesetzten löslichen Bestandteile und die Erfassung und Relativierung ihrer Masse.

Die Soxhlet Apparatur besteht aus einem beheizten Sammelgefäß, in dem sich ein verdampfbares Lösungsmittel befindet. (Wasser, Methanol, Petrolether, Aceton etc.) Das Lösungsmittel wird durch eine elektrische Beheizung des Sammelgefäßes zum Verdampfen gebracht. Der Lösungsmitteldampf kondensiert an den Gefäßwänden eines Kugelkühlsystems, welches so angeordnet ist, dass es sich oberhalb eines Probenraums befindet, in dem auch der Prüfling gelagert ist.

Das reine Kondensat fließt in den Probenraum, so dass der Prüfling stets vom Lösungsmittel umspült wird. Dabei werden die extrahierbaren Stoffe aus dem Prüfling herausgelöst.

Mit dem Probenraum ist ein Überlaufrohr verbunden, so dass nach Überschreiten des Lösungsmittel - Höchststandes im Proberaum dasselbe zusammen mit den löslichen Bestandteilen des Prüflings zurück in das Sammelgefäß fließt.

Dem Proberaum wird durch diesen Verdampfungs - Kondensations - Kreislauf ständig sauberes, destilliertes Lösungsmittel zugeführt, während sich die extrahierten Rückstände im Sammelgefäß konzentrieren. Nach einer vorgegebenen Extraktionszeit wird das Lösungsmittel aus dem Sammelbehälter abdestilliert und der Rückstand im Kolben wird getrocknet.

Zur Bestimmung der Masse an löslichen Bestandteilen wird der Sammelbehälter (typischerweise ein Rundkolben) vor und nach der Extraktion gewogen und die Menge in Gewichtsprozent der Probeneinwaage angegeben.

Als Lösungsmittel können verschiedene polare und nicht polare Flüssigkeiten eingesetzt werden.

#### **Anmerkung**

Das Prüfergebnis bezieht sich lediglich auf die bei Anlieferung des Materials vorhandene Avivagen - Menge. Diese Aussage steht in keiner Beziehung mit der zu erwartenden Oberflächenreinheit bei der Durchführung einer Reinigungsprozedur mit einem Reinigungstuch.

Parameter	Mengenbestimmung löslicher Bestandteile eines Reinigungstuchs
Prüfmethode	Extraktionsverfahren nach Soxhlet
Instrumentarium	Soxhlet - Extraktor Kugelmühler Rundkolben Rotationsverdampfer Analysenwaage
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Probe wiegen.</li> <li>2. Rundkolben wiegen.</li> <li>3. Soxhlet - Apparatur mit Prüfling und Lösungsmittel füllen.</li> <li>4. Heizung und Kühlung aktivieren.</li> <li>5. Nach Ablauf der Extraktionzeit Lösungsmittel abdestillieren.</li> <li>6. Rückstand im Kolben trocknen und wiegen.</li> <li>7. Rückstandsmenge berechnen.</li> </ol>
Prüfmedien	Polare oder nicht polare Lösungsmittel, abgestimmt auf die zu extrahierende Substanz
Wertebereich	Angabe in Masse - Prozent der eingesetzten Probenmenge

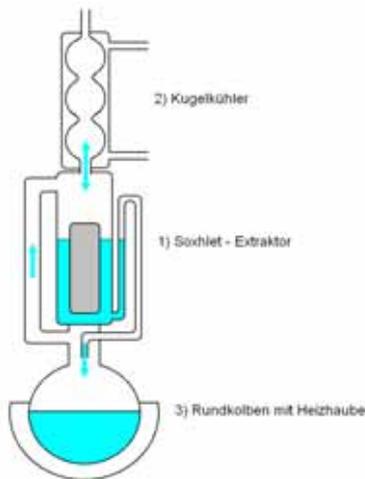


Abb. 21 Schema: Soxhlet - Extraktor

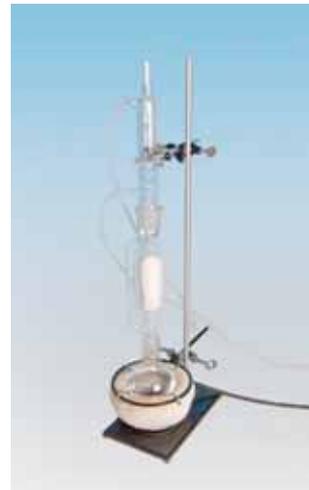


Abb. 22 Soxhlet - Extraktions - Apparat

### Prüfung 4.3. Tensidbelastung von Reinigungstüchern

- angelehnt an DIN 53914

Die tensiometrische Messung der Ober- und Grenzflächenspannung nach DIN 53914 dient hier der Erfassung der Tensidmasse, welche in einem Reinigungstuch enthalten ist. Dies betrifft insbesondere die Überwachung des Wasch- und Ausrüstungsprozesses bei der Fertigung von Reinigungstüchern aus hydrophoben Filamentgarnen.

Reinigungstücher aus Polyester oder Polypropylen sind in reinem Zustand, also nach dem Auswaschen aller Chemikalien der Textilherstellung, hydrophob. Um sie bestimmungsgemäß einsetzen zu können, ist es nötig, ihre Fähigkeit zur Flüssigkeitsaufnahme sicherzustellen.

Dies erfolgt in der Regel durch die chemische Ausrüstung des Textils mit einem Tensid. Die Menge des zur Hydrophilierung eingesetzten Tensids sollte so gering wie möglich dosiert sein, um beim Einsatz des Reinigungstuchs eine Kontamination der gereinigten Oberfläche durch Tensidrückstände zu vermeiden. Bei der Entwicklung von Wasch- und Ausrüstungsprozessen ist also ein Gleichgewicht zwischen Flüssigkeitsaufnahme und Tensidfreisetzung herzustellen.

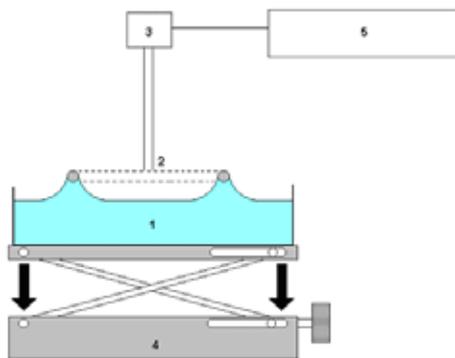
Die Tensidfreisetzung lässt sich indirekt durch die Oberflächenspannung einer Prüflüssigkeit bestimmen. Setzt ein in Reinstwasser getauchtes Textil Tenside frei, so bewirken

Parameter	Bestimmung der Menge ausspülbarer Tensidreste
Prüfmethode	Tensiometrische Vergleichs-Messung
Instrumentarium	Tensiometer (Lauda), Reinstwasser 18,2 M-Ohm
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Bestimmung der Oberflächenspannung des Reinstwassers.</li> <li>2. Prüfling drei Mal 4 s lang in 1000 ml Reinstwasser eintauchen.</li> <li>3. Prüfling nach jedem Tauchen 10 s lang abtropfen lassen.</li> <li>4. erneute Bestimmung der Oberflächenspannung des Wassers nach dem dreimaligen Tauchen des Prüflings.</li> <li>5. Den Differenzwert der Oberflächenspannung bestimmen.</li> <li>6. Den Differenzwert mit dem Kalibrationsdiagramm eines bekannten Tensids vergleichen und die äquivalente Tensidmasse bestimmen.</li> </ol>
Prüfmedium	Reinstwasser 18,2 M-Ohm, 0,2µm – filtriert
Wertebereich	Masseäquivalent des bekannten Tensids in Masse pro Flächeninhalt des Reinigungstuchs

diese ein Absinken der Oberflächenspannung des Wassers. Mit einem Tensiometer wird die Oberflächenspannung vor und nach dem Ausspülen einer Probe gemessen. Dies erfolgt durch die Messung der Kraft, welche zur Überwindung der Oberflächenspannung beim Herausziehen eines definierten Prüfkörpers aus der Flüssigkeitsoberfläche benötigt wird. Mit Reinstwasser der Qualität 18,2 M-Ohm erreicht man bei dieser Prüfung normalerweise einen kon-

stanten Wert.

Je mehr Verunreinigungen vom Prüfling in die Prüfflüssigkeit freigesetzt werden, desto deutlicher wird dieser Durchschnittswert unterschritten. Über ein mittels eines bekannten Tensids hergestelltes Kalibrationsdiagramm, kann ein Masseäquivalent der freigesetzten Tensidmenge angegeben werden.



- 1 Prüfflüssigkeit
- 2 Ring aus Pt-Ir-Draht
- 3 Messzelle
- 4 Niveau - Absenkung
- 5 Messwertanzeige

Abb. 23 Schema der tensiometrischen Messmethode der Oberflächenspannung nach DuNouy

#### Prüfung 4.4. Oberflächenreinheit nach Reinigungsprozeduren

Als eine der Prüfmethode für die Reinheit von Oberflächen wird die Randwinkelmessung eines liegenden Tropfens empfohlen. Diese eignet sich für die vergleichende Bestimmung bestimmter Verunreinigungen bis in den Dickenbereich monomolekularer Schichten. Das gilt auch für Öl- und Schmierschichten vor und nach der Abreinigung durch Tensid-hydrophilierte Reinigungstücher. Für die Prüfung wird ein Flüssigkeitstropfen vorsichtig auf die verunreinigte Substratoberfläche aufgebracht. Er bildet dort, im Profil betrachtet, mit der Oberfläche einen cha-

rakteristischen Winkel aus. Dieser ist bei sonst gleichbleibenden Parametern abhängig von der Oberflächenenergie des Substrats. Wird diese Oberflächenenergie verändert, zum Beispiel durch eine Reinigungsprozedur, so verändert sich der Randwinkel des Tropfens. Er wird mit zunehmender Oberflächenreinheit größer. Die diversen Tropfenprofile werden mittels einer Digitalkamera aufgenommen und durch eine dafür entwickelte Software (Firma OEG) ausgewertet und dokumentiert.

Parameter	Nachweis bestimmter Verunreinigungen auf Oberflächen
Prüfmethode	Tropfenkonturanalyse / Randwinkelmessung
Instrumentarium	Digitalkamera, Substrathalterung, Hintergrundbeleuchtung, Auswertesoftware (Typ „Surftens“ der OEG)
Prüfschritte	1. Tropfenrandwinkel vor und nach der Wischsimulation messen und Differenz bestimmen.
Prüfmedium	Reinstwasser 18,2 M-Ohm, 0,2µm – filtriert
Wertebereich	Differenzangaben in Prozent mit positiven und negativen Vorzeichen für Steigerung / Verringerung des Randwinkels



Abb. 24 Flüssigkeitstropfen auf spiegelnder Oberfläche

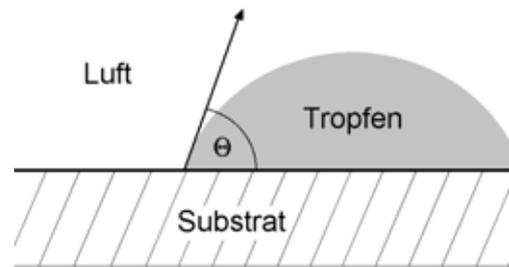


Abb. 25 Schema: Randwinkel  $\Theta$  eines Tropfens als Maß für den Tensidgehalt der Flüssigkeit

#### Prüfungen der triboelektrischen Ladung und der Entladung

- 4.5. Triboelektrik, Fallschlitten nach Ehrler
- 4.6. Triboelektrik von Papier beim Druckereinzug
- 4.7. elektrisches Entladungsverhalten nach Chubb

Reinigungstücher werden während ihres Gebrauchs bei unterschiedlichem Anpressdruck auf Oberflächen bewegt. Reine Papiere werden aneinander gerieben, wenn einzelne Seiten von einem Papierstapel automatisch in den Drucker hineingezogen werden. In beiden Fällen kommt es zur triboelektrischen Flächenladung (Lit.4). Solche Ladungen haben zur Folge, dass die geladenen Flächen luftgetragene Partikel anziehen. Die Partikel haften bis zum Abklingen der Ladung an den Materialien um danach diesen Ruheort zu verlieren und in die Umgebung zu gelangen. Dort können sie schädlich sein für die Prozessausbeute. Die Verbrauchsmaterialien der Reintechnik haben eine unterschiedliche triboelektrische Aufladbarkeit. Aus den o.g. Gründen ist es sinnvoll, sowohl das Entladungsverhalten solcher Materialien nach einer spezifizierten Flächenladung als auch deren triboelektrische Aufladbarkeit zu kennen. Die nachstehend erläuterten Prüfmethode erlauben es, über diese Parameter für jedes eingesetzte Flächengebilde spezifisch Kenntnis zu erlangen.

#### Prüfung 4.5. Triboelektrik, Fallschlitten nach Ehrler

Die Prüfmethode dient der Bestimmung der elektrostatischen Aufladbarkeit flächiger Materialien, z.B. Textilien oder Folien, durch Reibungsvorgänge, und der Messung des Zeitraumes bis zum Abklingen der entstandenen Aufladung. Es wird hierbei ein von Dr. Peter Ehrler am Textilforschungsinstitut Denkendorf entwickelter Fallschlitten eingesetzt, welcher einen Reibungsvorgang ausführt. Ein Prüfling von 8 cm Breite und mindestens 20 cm Länge, wird am oberen Rahmen des Gerätes fixiert und um zwei Polystyrolstäbe gelegt, die quer zur Fallrichtung an einem Schlitten befestigt sind. Nach der elektrischen Fernauslösung fällt der Schlitten, seitlich geführt, senkrecht nach unten. Während des Falls reiben die Polystyrolstäbe über Vorder- und Rückseite des Prüflings und laden diesen triboelektrisch auf. Mit einem Messgerät nach dem Prinzip der Feldmühle, wird die Stärke des durch die Aufladung entstandenen elektrischen Feldes gemessen und das Abklingen des Feldes über die Zeit verfolgt. Das Entladungsdiagramm wird mit einem Oszilloskop aufgezeichnet und am Computer ausgewertet. Die Prüfung selbst erfolgt im Klimaprüfschrank bei +22°C und 45% relativer Luftfeuchtigkeit an im Prüfklima gelagerten Proben. Diese Konditionierung ist notwendig, um fehlerhafte Prüfergebnisse durch Umgebungseinflüsse zu vermeiden.

Parameter	Elektrostatische Aufladbarkeit von Flächengebilden
Prüfmethode	Triboelektrik nach Ehrler
Instrumentarium	Klimaprüfschrank Fallschlitten nach Ehrler Feldstärkemessgerät Oszilloskop Auswerte - Software
Prüfschritte	1. Prüflinge zuschneiden und klimatisieren. 2. Prüflinge am Fallschlitten befestigen. 3. Datenaufnahme am Oszilloskop aktivieren. 4. Fallschlitten auslösen. 5. Nach Abklingen des elektrischen Feldes Messung beenden. 6. Ladungs / Zeit - Diagramm am PC auswerten.
Prüfmedium	Elektrisches Feld
Wertebereich	Kombiniertes Ergebnis aus max. Impulshöhe in kV und Abklingzeit des Feldes in Sekunden

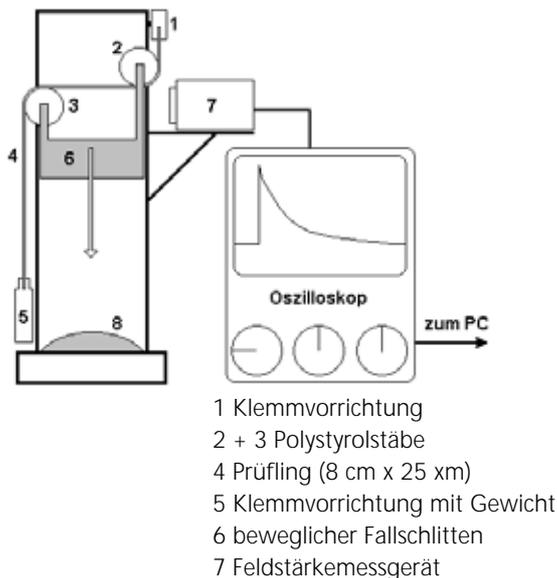


Abb. 26 Schema: Triboelektrik Fallschlitten nach Ehrler



Abb. 27 Triboelektrik - Fallschlitten nach Ehrler und Oszilloskop

#### Prüfung 4.6. Triboelektrik beim Druckereinzug (Papier)

Das Papier für Dokumentationszwecke bei den Techniken des Reinen Arbeitens soll während des Bedruckens in den Laser- oder Tintenstrahldruckern eine möglichst geringe triboelektrische Ladung erhalten. Dadurch soll die Bindung von luftgetragenen Partikeln an die Papieroberfläche reduziert werden. Die Prüfmethode ermöglicht den Vergleich verschiedener Papiere im Hinblick auf deren triboelektrische Ladung beim Einzug in einen Laserdrucker. Für die Prüfung wurde ein handelsüblicher Laserdrucker eingesetzt, dessen Papiereinzug so modifiziert wurde, dass ein Gerät zur Messung der elektrischen Feldstärke direkt über dem Papiereinzugsfach positioniert werden kann. Der

Papierauswurf des Druckers liegt außerhalb der Messumgebung und hat damit keinen störenden Einfluss auf die Messergebnisse. Optional könnte dort die triboelektrische Ladung des Papiers beim Auswurf aus dem Drucker gemessen werden. Das Feldmühlen - Messgerät wird im rechten Winkel zum Papierstapel, in 10 mm Abstand zur Papieroberfläche des obersten Blattes fixiert. In den Drucker-einstellungen der Software (z.B. MS Word) wird ein entsprechender Druckmodus mit einer Anzahl von etwa 20 Kopien pro Minute gewählt. Die Prüfung findet, zur Vermeidung unerwünschter Umgebungseinflüsse, in einem Klimaprüfschrank bei +22°C und 45% relativer Luftfeuch-

Parameter	Vergleich der entstehenden triboelektrischen Ladungen
Prüfmethode	Triboelektrik von Papier beim Druckereinzug
Instrumentarium	Klimaprüfschrank, Bürodrucker mit offenem Papierfach (HP Laserjet 6L), Feldmühlen - Messgerät, Oszilloskop mit Auswertungs - Software
Prüfschritte	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Das zu prüfende DIN A4- Papier in den Drucker einlegen.</li> <li>2. Feldmühle in 10 mm Abstand zum Papier fixieren.</li> <li>3. Messwertaufzeichnung und Druckauftrag ( 20 Blatt/min ) aktivieren.</li> <li>4. Das entstehende Ladungs / Zeit - Diagramm am PC auswerten.</li> </ol>
Prüfmedien	Papiere für Dokumentationszwecke im Reinraum
Wertebereich	Pro Blatteinzug entsteht ein positiver und ein negativer Impuls. Die Ladungsdifferenz zwischen diesen beiden Impulsen wird gemessen und für die eingezogenen Blätter wird ein Durchschnittswert ermittelt.

tigkeit statt. Am Ausgang des Messgeräts ist ein Oszilloskop angeschlossen, welches ein Diagramm der Feldstärke gegen die Zeit aufzeichnet. Dieses Diagramm dient der Auswertung und Dokumentation. Es wird die Höhendifferenz von einem positiven Impuls zum nächstfolgenden ne-

gativen Impuls gemessen, und die durchschnittlichen Spannungsspitzen werden als Maß für die triboelektrische Ladung des Papiers während des Transportvorgangs angenommen.

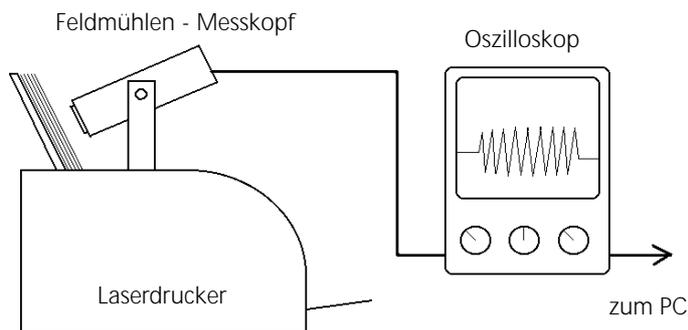


Abb. 28 Schema: Messung der Triboelektrischen Ladung von Papieren im Laserdrucker

#### Prüfung 4.7. elektrisches Entladungsverhalten nach Chubb

Mit dieser Prüfmethode werden das Ladungs- und das Abklingverhalten elektrisch induzierter Flächenladungen von Geweben, Gestriken, Vliesstoffen, Papier und Folien untersucht. Die Ladung erfolgt dabei mittels eines in geringem Abstand vor der Oberfläche des Prüflings bewegten Corona - Drahtes unter definierter elektrischer Hochspannung. Die Prüfmethode erlaubt es, Veränderungen von Oberflächen - Modifikationen eines Werkstoffs durch Ver-

änderungen des werkstoffspezifischen Abklingverhaltens zu messen und zu dokumentieren. Die Messung erfolgt durch die Ladung der zu prüfenden Oberfläche und der anschließenden Messung des Ladungszustands der Oberfläche gegen die Zeit. Das Ergebnis wird als Ladungs / Zeit - Diagramm dokumentiert. Das Messgerät wird dazu auf die zu prüfende Oberfläche aufgelegt. Für die Messung an dünnen, flexiblen Flächen-

Parameter	Untersuchung des Abkling - Verhaltens nach Corona - induzierter elektrischer Flächenladung.
Prüfmethode	Abklingverhalten nach Chubb
Instrumentarium	Klimaprüfschrank, Messgerät JCI-155 der John Chubb Instrumentation Ltd, Auswerte - Software JCI-Graph Vers. 2.1.3., PC
Prüfschritte	1. Acht Stunden langes Lagern des Prüflings im Prüfklima. 2. Automatische Aufzeichnung des Ladungs / Zeit – Diagramms. 3. Auswertung.
Prüfmedien	Alle plan liegenden Oberflächen
Wertebereich	Aufladung in Volt; Abklingzeit in Sekunden

gebildet wie Reinigungstüchern oder Papieren existiert ein Probenhalter, welcher diese membranartig gespannt unter dem Messgerät fixiert.

Aufgrund der Einflüsse von Temperatur und Luftfeuchtigkeit auf das Prüfergebn sind Prüfungen der Elektrostatik in einem definierten Prüfklima durchzuführen, dem die zu

untersuchenden Oberflächen vor der Messung mindestens acht Stunden lang ausgesetzt waren. In Anlehnung an die Bedingungen in Reinnräumen werden die Prüfungen im Clear & Clean - Forschungslabor bei +22°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 45% in einem Klimaprüfschrank durchgeführt.

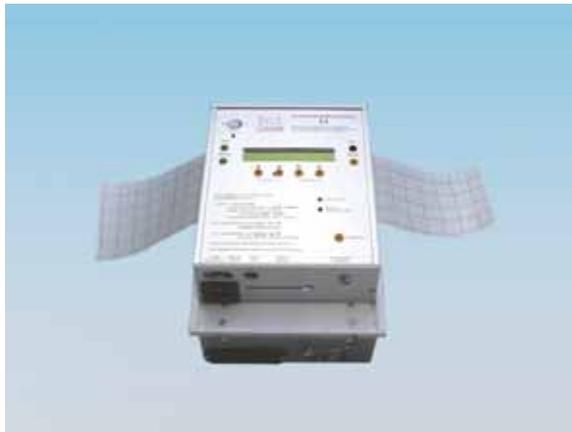


Abb. 29 Entladungs-Messgerät nach Chubb

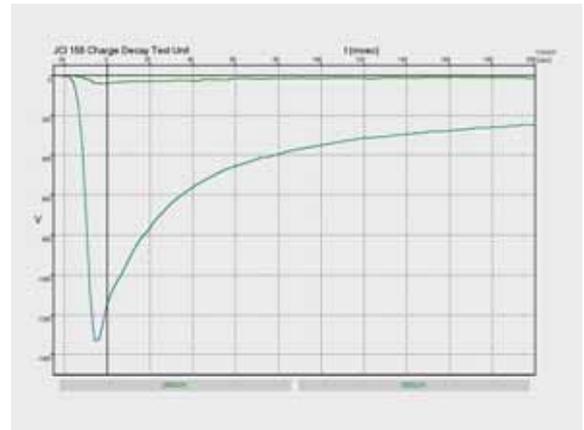


Abb. 30 Ladungs-Zeit-Diagramm einer Textilprobe nach einer Messung im Entladungs-Messgerät nach Chubb

## 5. Sonstige Prüfungen

Die nachstehend in Kurzform beschriebenen Methoden dienen im Clear/Clean Forschungslabor vor allem der Erforschung der Mechanismen des wischenden Reinigens und in diesem Sinne fördern sie die Erkenntnis über die Rückübertragung von Mikro - Verunreinigungen aus dem Reinigungstuch auf die Oberfläche. Oftmals ergibt sich aus der Betrachtung der Morphologie einer Oberfläche bereits ein Hinweis auf eine Struktur oder ein Geschehen. Insofern ist die Elektronenmikroskopie wesentliches Werkzeug der Forschung in Bezug auf Oberflächen - Verunreinigungen im Mikrobereich. Mit ihrer Hilfe lassen sich Vlies- und Gestrickstrukturen 3-dimensional sichtbar machen, welche im Lichtmikroskop nur verschwommen erscheinen. Die elek-

tronendispersive Röntgenanalyse EDX lässt uns das Elemente-Spektrum einer Oberfläche erfahren und erlaubt somit Rückschlüsse auf Urzustände, Identitäten oder Kontaminationen. Die Lichtmikroskopie gestattet uns die Partikelzählung auf Oberflächen, insbesondere Filteroberflächen und somit auch die Erfassung des Auswaschzustands unserer Präzisionsreinigungstücher nach mehrfacher Dekontamination im DI-Wasser. Im Interferenzkontrast ist es uns dabei möglich, die Verunreinigung von glatten Oberflächen 3-dimensional sichtbar zu machen und so die Schlierenreste auf den Oberflächen nach einer Reinigungsprozedur in schönsten Farben zu zeigen. Die ellipsometrische Dickenmessung gewährt uns mit Hilfe der Lasertechnologie

nik Einblick in die nanometrischen Verunreinigungsreste auf Oberflächen und ihre Formfaktoren. Eine neue Prüfmethode, die Laserfluoreszenz lässt uns innerhalb von Sekunden die Reduzierung einer Verunreinigungsschicht auf Oberflächen erfahren und gewährt uns dadurch erstmals Einblicke in die Reinigungsleistung von wischenden Reinigungssystemen pro Zeiteinheit. Die Messung der Gleit- und Haftreibung von Papieren stellt sicher, dass die bei uns formatierten Reinraumpapiere im Laserdrucker keine Staus bilden. Bei all diesen Prüfungen sind es heute die elektronischen Bildanalyse - Systeme für die Mikroskopie, welche uns erlauben die analogen Strukturen digital zu quantifizieren und somit einer vergleichenden Bewertung zugänglich zu machen. Zuletzt soll die Ionenchromatographie Erwähnung finden, welche bei uns gelegentlich eingesetzt wird, um die Inhaltsstoffe von Reinigungstüchern zu analysieren und auf diese Weise sicherzustellen, dass keine für das zu reinigende Produkt schädlichen Stoffe darin enthalten sind.

### **Prüfung 5.1. Raster - Elektronen - Mikroskop REM Morphologien von Oberflächen, Filamenten, Fasern und Partikeln**

Für die Untersuchung der Morphologie von Oberflächen, Filamenten, Fasern und Partikeln hat das Clear & Clean - Forschungslabor ein Raster - Elektronen - Mikroskop des Typs Leitz ISI 60 einschließlich eines EDX - Systems im Einsatz. Das System kann Vergrößerungen bis zu 100.000 fach erreichen, die Bilder direkt digital aufnehmen und über eine entsprechende Bildanalyse - Software speichern.



Abb. 31 Raster-Elektronen-Mikroskop Leitz ISI 60

### **Prüfung 5.2. EDX - Elektronendispersive Röntgen-Analyse - Elementanalyse**

Durch die Elementanalyse des EDX - Systems kann das REM auch zur Analyse ionischer Bestandteile oder von Kontaminationen eingesetzt werden.

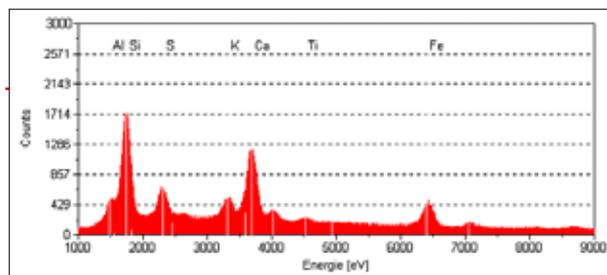


Abb. 32 Elementen - Verteilung bei der EDX - Auswertung

### **Prüfung 5.3. Lichtmikroskopie - Auf- und Durchlicht, Dunkelfeld, Interferenzkontrast, Fluoreszenz**

Das Leitz Orthoplan ist hauptsächlich bei der Auswertung von Membranfiltern (Partikelzählung) bei Auflicht / Dunkelfeld im Einsatz. Durch die angeschlossene Kamera können die Aufnahmen des Mikroskops direkt an einen PC übertragen und dort mittels Bildanalysesoftware ausgewertet und dokumentiert werden. Die Bildanalysesoftware Image Pro plus bietet u.a. auch die Möglichkeit der automatisierten Partikelzählung. Das Mikroskop kann auch als Fluoreszenzmikroskop umgerüstet werden, um die Zählung fluoreszenzmarkierter Partikel auf rauen Oberflächen zu ermöglichen. Untersuchungen im Hellfeld und mittels Durchlicht sind ebenfalls möglich.



Abb. 33 Leitz Orthoplan - Fluoreszenz-Mikroskop

#### **Zeiss Ultraphot 3**

Dieses Lichtmikroskop ist zusätzlich zu Hell- und Dunkelfeld auch mit einer Optik für Untersuchungen mittels Nomarski-Interferenzkontrast ausgerüstet.

#### Prüfung 5.4. Ellipsometrie – Dickenmessung ultra-dünner Verunreinigungsschichten

Das Messprinzip der Laser - Ellipsometrie beruht auf der Veränderung eines elliptisch polarisierten Laserstrahls bei der Reflexion von einer beschichteten Oberfläche. Mittels dieser Methode lassen sich Verunreinigungs-Schichten auf Oberflächen bis in den Sub - Monolayer - Bereich (weniger als eine Moleküllage) nachweisen. (Dr. Riss GmbH, Ratzeburg)



Abb. 34 Dr. Riss - Ellipsometer für die Dickenmessung extrem dünner, transparenter Verunreinigungsschichten im nm-Bereich (Beispiele Abb. 35, 36)

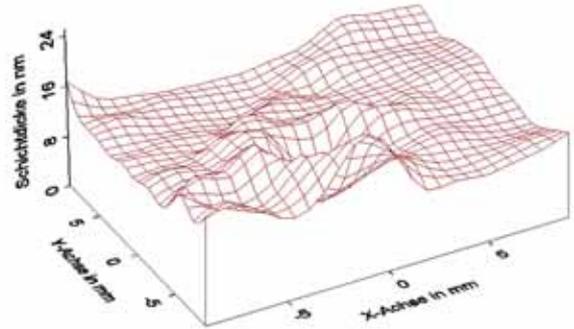


Abb. 35 Schichtdicke vor einer Reinigungs - Prozedur mit einem Präzisions-Reinigungstuch

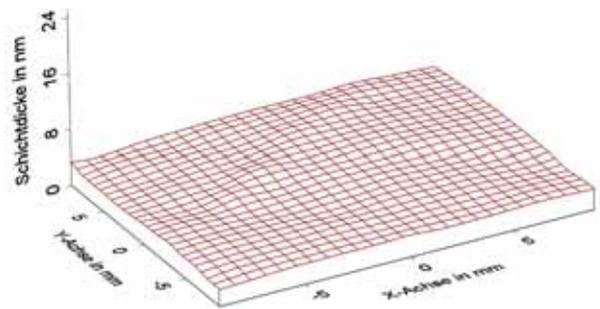


Abb. 36 Schichtdicke nach einer Reinigungs - Prozedur mit einem Präzisions-Reinigungstuch

#### Prüfung 5.5. Laserfluoreszenz - Dickenmessung von Verunreinigungsschichten

Für die Messung von Verunreinigungsschichten im Mikro- und Nanometerbereich wird das Laserfluoreszenz - Messsystem *Kontavisor* eingesetzt, welches das Fluoreszenzverhalten von durch Laserlicht angeregten aliphatischen Kohlenwasserstoffen wie z.B. bei Ölschichten auswertet. Die Methode bietet die Möglichkeit innerhalb von Sekunden Aussagen über die Veränderung von Verunreinigungsschichten beim wischenden Reinigen zu treffen. Diese Prüfmethode befindet sich z.Zt. (9-2007) noch in der Entwicklung.



Abb. 37 Kontavisor, Systekum GmbH, Kiel Laser-Fluoreszenz-Dickenmessung dünner Ölschichten

#### Prüfung 5.6. Gleit- und Haftreibung von Papieren

Die Prüfung dient dem Vergleich verschiedener Papierchargen hinsichtlich der Klebeffekte, welche nach Druckbelastung von Latex - gestrichenem Papier auftreten können. Bei der Prüfung werden 2 Blätter des Papiers aufeinander gelegt, mit Druck beaufschlagt und anschließend ziehend voneinander getrennt. Die für die Trennung benötigte Zugkraft wird gemessen.

Für die Untersuchung wird eine Klimakammer, eine Kniehebelpresse und eine Vorrichtung zur Messung von Zugkräften im Bereich von 0-25 N benötigt, vorzugsweise mit horizontaler Arbeitsrichtung. Als Prüflinge dienen auf A5 Format geschnittene Blätter des Papiers, welche vor der Prüfung 24h im Prüfklima bei +22°C und 45% rel. H. zu lagern sind. Zur Prüfung werden 2 Blatt mit 2,5 cm Versatz

Parameter	Messung der Kraft die zur Trennung verklebter Papiere nötig ist
Prüfmethode	Losbrechmoment-Prüfung
Instrumentarium	Kniehebelpresse, Zugfestigkeitsprüfgerät, Oszilloskop mit Auswertesoftware
Prüfschritte	1. Prüflinge zuschneiden und aufeinanderlegen, 2 Minuten lang mit Druck beaufschlagen. 2. Prüflinge einspannen und Zugversuch durchführen. 3. Kraft / Zeit-Diagramm am PC auswerten.
Wertebereich	Zugkraft in N

auf der Längsseite übereinandergelegt und unter die Presse gebracht. Mittels eines Stahlzylinders vom 40 mm Durchmesser wird der voreingestellte Druck für 2 Minuten auf die Blätter ausgeübt. Nach Ablauf der Zeit werden die Blätter in der Zugfestigkeitsprüfvorrichtung befestigt. Da-

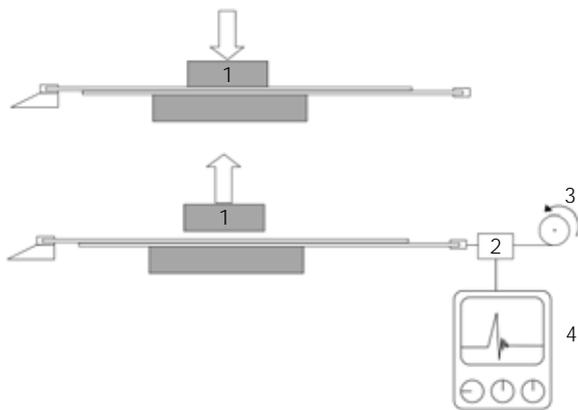


Abb. 38 Schema: Messung der Flächenhaftung Latexbeschichteter Papiere

bei ist dafür Sorge zu tragen, dass auf die Blätter keine Kraft ausgeübt wird, die eine Lockerung oder vorzeitige Trennung der verklebten Seiten herbeiführt. Als Messwert gilt der maximale Wert in Newton, welcher zum Trennen der Klebestelle nötig ist.

- 1 Pressenstempel
- 2 Zugkraftmesser
- 3 Zugmotor
- 4 Oszilloskop

### Prüfung 5.7. Bildanalyse-Systeme für die Mikroskopie

Für die Auswertung bei bildgebenden Verfahren wie der Mikroskopie, oder bei Hochgeschwindigkeits- und Videoaufnahmen stehen dem Clear & Clean - Forschungslabor verschiedene Bildanalyse - Systeme zur Verfügung, welche folgende automatisierte Analysen ermöglichen:

- Messung von Partikelanzahl und Sortierung nach Größe
- Messung von Flächeninhalten
- Zeitmessung an Hochgeschwindigkeits - Sequenzen
- Randwinkelmessungen bei der Tropfenkonturanalyse

### Mitarbeit an dieser Broschüre:

Text: Sven Siegmann und Win Labuda  
 Zeichnungen: Sven Siegmann und Cora Ipsen  
 Photographien: Cora Ipsen  
 Gestaltung und Satz: Cora Ipsen

### Prüfung 5.8. Ionenchromatographie – chemische Inhaltsstoffe

Viele Prozesse der Halbleiterindustrie reagieren empfindlich auf ionische Kontamination. Daher ist die Untersuchung von Prüfoberflächen, welche möglicherweise durch wischende Reinigungs - Vorgänge kontaminiert wurden, eine Möglichkeit, Hinweise auf Kontaminationsquellen zu erhalten.



Abb. 39 Ionenchromatograph

## **Literatur**

---

**1. Zeitbedarf und Oberflächenreinheit bei wischenden Reinigungsprozeduren  
eine Prüfmethode für die spezifische Reinigungszeit von Präzisionsreinigungstüchern**

Win Labuda

ReinRaumTechnik 02/2007, GIT-Verlag, Darmstadt

**2. Evaluating wiping materials used in cleanrooms and other controlled environments**

Torsten Textor, Thomas Bahners, Eckhard Schollmeyer  
Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West e.V.,  
Krefeld, Germany

**3. Clean Room Wiper Efficiency  
Comparison Tests**

International Committee of Contamination Control Societies (ICCCS), 10th International Symposium of Contamination Control (ICCCS 90), Zurich, Switzerland, 10 - 14 September 1990

Frédéric Laban, Jérôme Garcin, Clean Concept Department, Onet Group, Traverse de Pomègues, F-13008 Marseille; Marc Arelano, Irenée Pages, Motorola Semi Conductors, Le Mirail, P.O. Box 1029, F-31023 Toulouse Cédex

**4. Triboelektrische Effekte beim Einsatz von Reinraum-Wischtüchern und Papier**

Win Labuda

VDI-Publikation 1342, 1997, Fulda, VDI-Verlag

