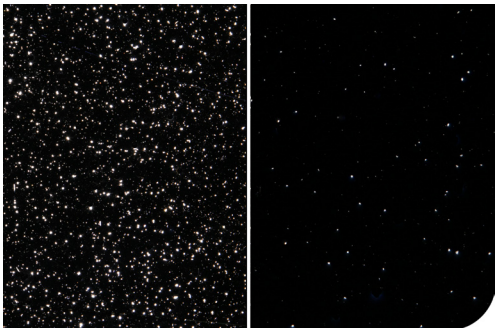


C&C-Kollektor-Platte vor einem feuchten Wischvorgang

C&C-Kollektor-Platte nach einem feuchten Wischvorgang

Win Labuda

Reinraum-Verbrauchsmaterial

Aspekte, Prüfmethoden, Argumente - Eine Zustands-Analyse

Clear & Clean - Forschungslabor
überarbeitete Ausgabe 1-2018
© alle Rechte sind dem Autor vorbehalten

Frontseite: Die C&C-Indikatorplatte (Patent DE 10016832A1) ist eine einfache Prüf-Vorrichtung, die im Zusammenwirken mit einem Stereo-Mikroskop der Visualisierung von Chemikalien-Rückständen, Material-Transfers und Partikel-Ablagerungen dient. Sie ist ein nützliches und preiswertes Hilfsmittel zur oberflächlichen Bewertung der Einsatz-Tauglichkeit von Reinraum-Verbrauchs-Materialien. (Literatur: Win Labuda, Stefan Haupt - Visualisierung von Mikro-Verunreinigungen, ReinRaumTechnik 2-2017)

Inhalt

Vorwort 4

Teil I - Aspekte 4

Nur eine kleine Minderheit 5
Verbrauchsmaterial-Markt in Zahlen 6
Reinheit und Kontamination 7
Fertigungsprozess als kybernetisches System 8
Prozess-spezifische Kontaminations-Barriere 8
Partikuläre Kontamination 9
Oligomere - Partikel aus dem Innern 9
Biotische partikuläre Kontamination 10
Filmische Kontamination 11
Beispiel: getränkte Reinigungs-Tücher 13

Teil II - Prüfmethoden 14

Realität und Simulation von Partikelfreisetzung 14
Plausible Simulations-Kenngrößen 15
Beispiel: Reinraum-Handschuhe 16
Beispiel: Endotoxin-Partikeln 16
Beispiel: Oligomer-Partikeln 17
Realität und Simulation filmischer Kontamination 18
Gasförmige Kontamination (VOCs) 18
ToF/SIMS Sekundärionen-Massenspektrometrie 21
Tropfenkonturanalyse 22
Indikatorplatte, Transfer-Platte 22
Vorsicht bei sogenannten Praxis-Tests 22
Einfaches Prüf-Instrumentarium universell einsetzbar 23

Ausgewählte Prüfmethoden 25

Prüfung der Gebrauchs-Partikel-Freisetzung von Reinraum-Handschuhen 25
Handschuhe, Prüfung 1: IEST-Tauchmethode 25
Handschuhe, Prüfung 2: C&C-ManuStretch-Test 26
Prüfung der Gebrauchs-Partikel-Abgabe von Reinigungs-Tüchern 27
Reinigungs-Tücher: IEST-Tauch-Methode 28
Reinigungs-Tücher: Gelboflex-Methode 28
Reinigungs-Tücher: C&C-Transfer-Test 29
Reinigungs-Tücher: C&C-Walk-Test 29
Reinigungs-Tücher: Piezoelektrische Wägung 30
Die Prüfung der Gebrauchs-Partikel-Abgabe von Reinraum-Bekleidung 31
Prüfung 1: ASTM-Methode 31
Prüfung 2: Helmke-Drum-Test 32
Prüfung 3: Containment-Methode 33

Teil III - Argumente 34

Die Gebrauchs-bedingte Partikel-Freisetzung von Reinraum-Verbrauchs-Material im Vergleich zur Gesamt-Partikel-Menge im Groß-Reinraum liegt bei < 2 % 34
Mensch und Bekleidung 34
Handschuhe 34
Reinigungs-Tücher 34
Fazit 35
Reinraum-Verbrauchsmaterial ist nur bedingt Spezifizierungs- und Zertifizierungs-tauglich 36
Zertifizierung ohne Hersteller-Überwachung ist sinnlos 38
Pro und Kontra die Einführung geänderter Verbrauchs-Material-Spezifikationen 38

Zusammenfassung 39

Literatur 42

Widmung 45

Dank und Autorenhinweis 45

Anhang 46

US-Spezifikation - Commercial item description (CID) 44
ASTM-American Society for Testing and Material 45
Reinraum-Verbrauchsmaterial-Spezifikationen 46

Dieser Aufsatz wurde vom Magazin ReinRaumTechnik, Nr. 2-2017, Wiley GIT-Verlag, D 69451 Weinheim veröffentlicht. Er wurde von dem Autor Thomas von Kahlden in einem Artikel in der ReinRaumTechnik 3-2017 kommentiert.

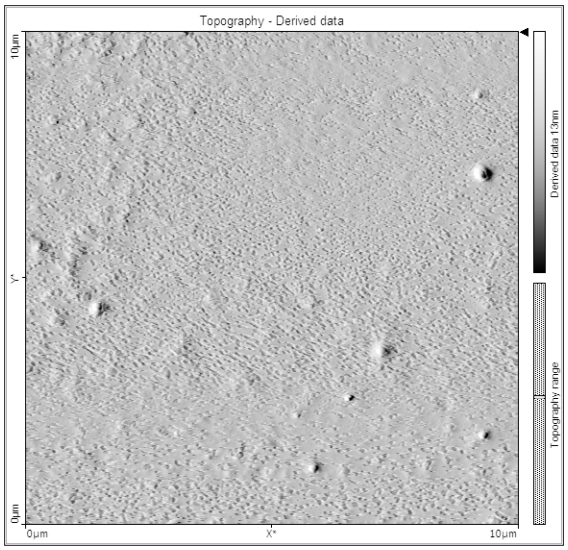


Abb. 2 AFM-10 x 10 µm-Scan nach feuchtem Wischen mit Reinraum-Reinigungstuch. Mehrere Partikel sind eingebettet in atmosphärisches Kondensat, Naio-Nanosurf AFM

Zweifellos ist die Gruppe der Verbrauchsmaterialien für die Reinraum-gebundenen HiTech-Industrien von anwendungstechnischer aber auch von technologischer Bedeutung. Mittlerweile stehen Reinraum-Verbrauchsmaterialien weltweit für ein Milliarden-Dollar-Geschäft. Allein diese Tatsache ist ein deutliches Indiz für eine gut funktionierende Industrie, Ohne diese hätten die spektakulären Errungenschaften der Halbleiter- und Pharmaindustrie in den letzten Jahrzehnten nicht realisiert werden können. Es ist in diesem Zusammenhang wahrscheinlich der Aufmerksamkeit Vieler von uns entgangen, dass die gesamte Oberfläche von Verbrauchsmaterialien wie Overalls, Reinigungstücher und Handschuhe, die einen größeren Reinraum passiert, insgesamt 390.000 m^2 per annum beträgt . Qualitätssicherung ist daher ein primäres Anliegen der Reinraum-gebundenen Industrien. In diesem Zusammenhang muss auch die jüngste Verlagerung von Reinraum-Verbrauchsmaterial-Herstellern aus Europa und den USA nach China, Malaysia und Thailand gesehen werden. Der Bezug von Verbrauchs-Materialien von den dort heimischen Fertigungsbetrieben und der Verkauf dieser Produkte unter lange etablierten Markennamen in Europa und den USA wirft eine Reihe von Fragen hinsichtlich Hygiene, Qualität und Lagerung solcher Produkte auf. Die Installation eines kontinuierlichen Qualitäts-Monitorings an den ausländischen Produktionsstätten mit uneingeschränktem Zugriff auf ihre Qualitätsdaten ist eine definitive Forderung, die auf ihre Lösung wartet. Ohne entsprechende Vereinbarungen mit den Herstellern in diesen Ländern ist eine Zertifizierung solcher Import-Produkte durch europäische Testhäuser praktisch sinnlos. Die Erkenntnisse und Anregungen in diesem Aufsatz reflektieren die Erfahrungen eines Reinraum-Verbrauchsmaterial-Herstellers mit 40 Jahren Fertigungs-Erfahrung in Deutschland. Sie könnten als Orientierungshilfe für den Aufbau eines effizienten Qualitätssicherungs-Systems dienen. Zudem wird in der vorliegenden Arbeit das Reinraum - Verbrauchsmaterial im Hinblick auf seine verschiedenen Anwendungen, Prüfmethoden und der dabei angewendeten Simulations-Technologien behandelt.

Teil 1 - Aspekte

Zur Materialgruppe des Reinraum-Verbrauchsmaterials gehören Bekleidung, Handschuhe, Reinigungstücher und Stäbchen, Papier und Notizbücher, Atem-Masken, Schuhe, Mopp-Systeme und Verpackungs-Material - genau genommen auch HEPA-Filter und die Reinigungs-Mittel. Aus Platzgründen werden in der vorliegenden Arbeit jedoch lediglich die Kontamination der Fertigungs-Umfelder und Einrichtungen durch Handschuhe, Tücher sowie den Menschen und seine Bekleidung behandelt.

Reine Fertigungsprozesse erfordern reines Verbrauchs-Material sagt man. Das scheint zunächst einmal plausibel. Wie rein das

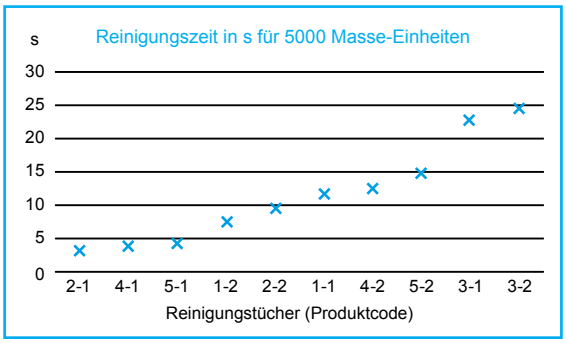


Abb. 3 Diagramm: spezifische Reinigungszeit für zehn willkürlich ausgewählte, in Deutschland angebotene Reinraumtücher

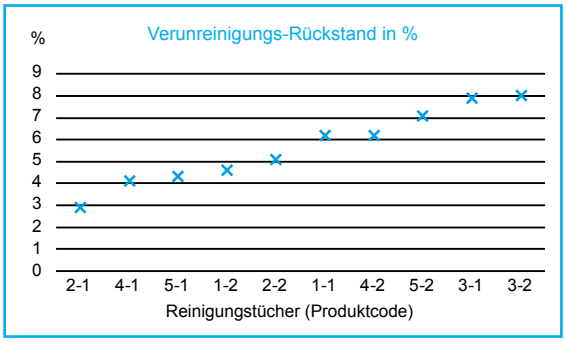


Abb. 4 Diagramm: maximale Reinigungsleistung (als Verunreinigungs-Rückstand) für zehn willkürlich ausgewählte, in Deutschland angebotene Reinraumtücher

Nur eine kleine Minderheit

Material für einen bestimmten Fertigungsprozess sein muss, das lässt sich bisher jedoch nicht eindeutig beantworten. Infolge dieser Unsicherheit wird ein Großteil des Reinraum-Verbrauchsmaterials vorsichtshalber fertigungsgemäß dekontaminiert. Zum Teil kommt es auch aus Fertigungs-Prozessen mit einem vergleichsweise hohen Reinheitsgrad. Aber trotz relativ reiner Fertigung oder sorgfältiger Dekontamination finden sich an den Verbrauchs-Material-Oberflächen stets Reste von Kontamination im Spurenbereich. Theoretisch könnten sie in die sensiblen Kernbereiche des Prozess-Geschehens gelangen und die Prozess-Ausbeute mindern. Dieser Aufsatz ist den Zusammenhängen zwischen Reinraum-Verbrauchsmaterial-Kontamination und vermuteter Prozess-Gefährdung gewidmet. Zunächst einige Beispiele zur Verdeutlichung des Begriffs Kontamination:

- Wenn sich in den Werken von Armbanduhren Staubpartikel befinden, kommt es zu einer Laufhemmung und die Uhren bleiben stehen.
- Wenn sich auf den Linsen von Kamera-Objektiven, insbesondere aber auf den lichtempfindlichen Oberflächen der Bildsensoren dünne Fettfilme oder Partikel befinden, dann leidet die Bildqualität.
- Gelangen Partikel, Keime und andere Fremdstoffe während der Chip-Fertigung auf die Wafer, kann es infolge dessen bei der Steuerung von Flugzeugen, Kraftfahrzeugen oder medizinischen Geräten zu prekären Ausfall-Situationen kommen.

Die genannten Funktions-behindernden Fremdstoffe werden als Kontamination bezeichnet. Wir unterscheiden zwischen partikulärer, filmischer, gasförmiger und flüssiger Kontamination. In diesem Aufsatz beschäftigen uns vor allem die partikuläre und die filmische Kontamination. Es ist bekannt, dass partikuläre und filmische Kontamination oftmals miteinander einher gehen.

Wenn wir die Qualität des heute angebotenen Reinraum-Verbrauchsmaterials ohne die Zuhilfenahme von Mess- und Prüftechnik beurteilen müssten, dann spricht schon einfache Logik für das existierende Verbrauchsmaterial. Halbleiter- und Pharma-Industrie haben sich im vergangenen viertel Jahrhundert mit dem existierenden Material eindrucksvoll entwickelt. In Wahrheit bestimmen die beiden Industriezweige heute unser gesamtes Leben. Verbrauchs-Material, das die Prozess-Ausbeute mindert, gibt es praktisch nicht mehr. Es würde vom Defect Engineering unverzüglich bemerkt und durch Höherwertiges ersetzt [12, 13]. Und ganz wesentlich: Das Verbrauchs-Material-Portfolio ist heute so vielfältig, dass nahezu jeder Qualitäts-Anspruch der Anwender erfüllt werden kann (siehe Abb. 4).

Es ist aus 40 Jahren Erfahrung lediglich eine kleine Minderheit der Anwender, die Probleme mit dem Einsatz des jeweils

angebotenen Reinraum-Verbrauchsmaterials hatte oder hat. Ein Großteil von dem, was in dem vorliegenden Aufsatz geschrieben ist, betrifft denn auch vornehmlich diesen kleinen Anwenderkreis. Daher ist der überwiegende Teil der in diesem Aufsatz beschriebenen Mess- und Simulations-Technik weder bei den bekannten Herstellern von Mikrochips noch im normalen Pharma-Betrieb zu finden. Anders die Situation hingegen in der internationalen Raumfahrt-Industrie und bei der amerikanischen Space Agency NASA. Dort finden sich gut ausgerüstete Laboratorien für die Qualifizierung des Reinraum-Verbrauchsmaterials. Auch die Hersteller von Lithografie-Systemen für die Hableiterfertigung widmen der Oberflächenreinheit von Reinraum-Verbrauchsmaterial größte Aufmerksamkeit. Aber davon gibt es eben weltweit nur drei.

Die meisten Reinraum-Verbrauchsmaterial-Anwender verlassen sich bei der Verbrauchs-Material-Auswahl auf den Rat der Hersteller und scheinen damit allgemein zufrieden. Tatsache ist allerdings, dass es unseres Wissens weltweit nur ganz wenige Hersteller gibt, die ein spezialisiertes, gut ausgestattetes Qualitäts- und Prüflabor für Reinraum-Verbrauchsmaterial unterhalten und technisch ausreichend ausgebildete Mitarbeiter beschäftigen.

Im Bereich HiTech-Reinigungstücher bemerken wir mit komplexer werdender Reinigungs-Aufgabe die folgende zunehmende Wertigkeit des eingesetzten Verbrauchsmaterials: 1: Zellstoff-Vlies 2: Polyester-Zellstoff-Vlies 3: Polyester/Poliamid-Gestrick 4: Mikrofilament-Präzisions-Reinigungstuch. Die beiden signifikanten Verbesserungs-Erwartungen der Anwender sind: Geringere Freisetzung von Partikeln und filmischer Verunreinigung. Erst danach rangieren in der Bewertungsskala Parameter wie Flüssigkeits-Aufnahme, Reinigungs-Effektivität, triboelektrische Aufladbarkeit etc. In diesem Bereich besteht jedoch eine Widersinnigkeit: Während die Einkaufsstellen der Anwender in den vergangenen Jahrzehnten immer günstigere Preise für das Verbrauchsmaterial erzielt haben, fand die eingekaufte Reinigungs-Effektivität desselben (Tücher, Stäbchen) weniger Beachtung. Die Diagramme (Abb. 3 und 4) zeigen die auffälligen Effektivitäts-Unterschiede international gehandelter HiTech-Reinigungs-Tücher. Bei den Anwendern bemerken normalerweise weder die Einkaufsstellen noch die Instandhalter wenn ein Reinigungstuch das 10 % billiger eingekauft wurde, eine 30 % geringere Reinigungs-Effektivität aufweist als das Vorgänger-Produkt. Über den erhöhten Reinigungs-Zeitaufwand steigt dann der Effektiv-Preis pro Reinigungstuch bis zum Mehrfachen des bisher bezahlten Betrags.

Verbrauchsmaterial-Markt in Zahlen

Um im Vorwege die Möglichkeit abzuschätzen neu erarbeitete Prüfmethoden auch international durchzusetzen, lohnt sich ein Blick auf die geografische Verteilung der führenden Technologiemärkte. Wenn diese Märkte keine neuen Prüf-Methoden wollen, dann werden sie sich kaum durchsetzen lassen. Die

Bedarfsmengen-Steigerung beim Reinraum-Verbrauchsmaterial hat im vergangenen Jahrzehnt im Wesentlichen in Asien stattgefunden [17]. Bis Ende 2015 ist der asiatische Verbrauchsmaterial-Bedarf von 3,7 (2011) auf 4,6 Milliarden Dollar gewachsen. Nachdem für den europäischen und den US-Bedarf zum gleichen Zeitpunkt nur jeweils 1,5 Milliarden Dollar prognostiziert waren, ist kaum zu erwarten, dass die Asiaten ihre bestehenden Qualitäts-Sicherungs-Systeme auf Basis der IEST-Recommended Practices europäischen Vorstellungen opfern. Dafür müsste es zumindest einen triftigen Grund geben, zumal die Fertigungs-Ausbeuten der asiatischen Halbleiter-Industrie bekanntermaßen oft nahe 100 % liegen. In solch einer komfortablen Position spielt das Reinraum-Verbrauchsmaterial für Reinraum-Betreiber eher eine untergeordnete Rolle.

Reinheit und Kontamination

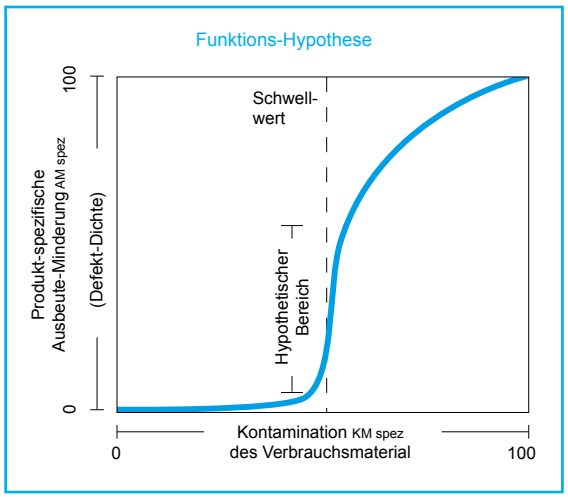


Abb. 5 Kontaminationsmenge und Prozess-Ausbeute-Minderung durch das Verbrauchsmaterial

Reinheit ist gekennzeichnet durch dasjenige Maß an Kontamination, dessen Überschreiten die Funktionalität eines Systems beeinträchtigt [14] (Abb. 5). Daraus lässt sich die individuelle Prozess-Bezogenheit jeglicher Reinheits-Systeme herleiten. Mit dieser Hypothese verbinden wir die folgenden Variablen:

KM ges.
Prozess-bezogene Gesamt-Kontamination

KM spez.
Produkt-bezogene Kontamination

PA ges.
Prozess-Ausbeute

AM spez.
Produkt-bezogene Ausbeute-Minderung
(Dabei ist die Prozess-Ausbeute u. a. eine Funktion der wirksamen Kontaminations-Menge. Weil sich die Gesamt-Kontaminations-Menge aber aus unterschiedlichen Einzel-Kontaminationen konstituiert, sind uns von den o. a. Variablen messtechnisch gesehen bestenfalls die Kontaminations-Menge und die Prozess-Ausbeute zugänglich.)

Reinigung, turnusmäßige Reinhaltung und Reinheits-Überwachung haben in einer Fertigung unter Reinraum-Bedingungen den Zweck, die optimale Prozess-Ausbeute zu sichern. Daher könnte man zu dem voreiligen Schluss gelangen: Je reiner das Verbrauchs-Material desto höher die Prozess-Ausbeute. Ein Zusammenhang zwischen Verbrauchs-Material-Reinheit und Prozess-Ausbeute ist in der Literatur jedoch nicht beschrieben. Plausibel ist lediglich, dass mit zunehmender Verbrauchs-Material-Kontamination die Prozess-Ausbeute nach Überschreiten einer bestimmten Kontaminations-Masse abnimmt. Es ist zudem vorstellbar, dass diese Funktion an einen Prozess-spezifischen Schwellwert gebunden ist (Abb.5).

Erschwerend für die Etablierung eines integralen Reinheits-Systems in der modernen HiTech-Fertigung kommt hinzu, dass die Verbreitungswege von Kontamination in den Fertigungs-

Umfeldern kaum nachvollziehbar sind. Dies gilt auch für die chemische (ACC) und die molekulare (AMC)-Kontamination [15]. Sie sind wesentlich von der Umgebungs-Temperatur, fluktuierenden elektrischen Feldern, relativer Feuchte, forcierten Luft-Strömungen, wechselnden temporären Ruheorten der Partikel sowie von der Oberflächen-Beschaffenheit und nicht zuletzt auch vom Operator-Handling bestimmt. Hinzu kommt, dass Korrelation zwischen Luft- und Oberflächenreinheit nicht gegeben ist [20]. Aus all dem ergibt sich, dass eine Zuordnung von Verbrauchsmaterial-bezogener Kontamination zur Prozess-Ausbeute-Minderung aus prinzipiellen Gründen nicht möglich ist.

Fertigungs-Prozess als kybernetisches System

Betrachten wir beispielsweise einen Fertigungsprozess als flexibles kybernetisches System, so definieren wir mit der Prozess-Beschreibung Prozess-taugliche Materialien, Verfahrensschritte, Soll- und maximale Istwerte, welche alle an einem Prozessziel orientiert sind: An der kontinuierlichen Fertigung eines Produkts mit optimierter Prozess-Ausbeute. Die Wahl der Prozess-Schritte, die Bestimmung der Sollwerte und die Wahl der Hilfsstoffe basieren auf der eigenen Prozesserfahrung sowie dem Benchmarking mit Prozess-Anbietern oder Wettbewerbern. Sie sind orientiert am jeweiligen technischen Stand der Systeme und Materialien. Weist ein Verbrauchsmaterial also eine bestimmte reguläre Kontaminations-Abgabe auf, so ist diese eben Teil des Prozess-Geschehens. Das Prozessziel ist durch die reguläre Kontaminations-Freisetzung eines eingeplanten Verbrauchsmaterials nicht gefährdet. Das Gefahren-Potential für die Prozess-Kontinuität geht vielmehr von potentiellen katastrophischen Ereignissen aus, welche die effektive Kontamination an manchen Prozessorten drastisch erhöhen können. Dies geschähe beispielsweise, wenn ein Handschuh-Hersteller aus Versehen gepuderte anstelle von Reinraum-Handschuhen liefert und das unbemerkt bleibt. Dann kann es in der Fertigung zu Kontaminations-Spitzen kommen, die auch Prozess-relevant werden können. Solche Vorkommnisse sind jedoch extrem selten und lassen sich zudem kaum verhindern. Ist in einer Fertigung einmal ein prozesstechnisch eingespielter "Material-Mix" etabliert, so muss der Prozessführer in ökonomischer Abwägung entscheiden, ob sich etwa die Beibehaltung des bestehenden Material-Mix oder aber der Wechsel zu einem preiswerteren Verbrauchsmaterial auf die Produkt-Fertigungskosten potentiell gesehen günstiger auswirken.

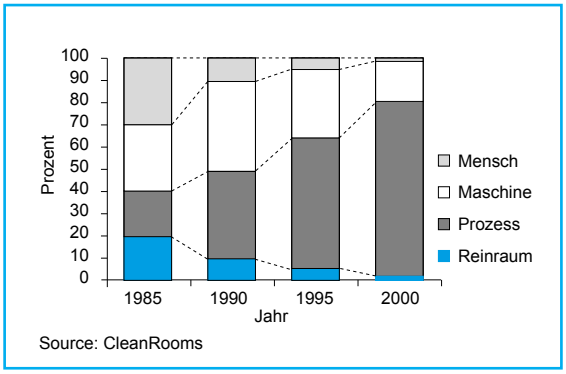


Abb. 6 Quellen der Wafer-Kontamination über die Zeit

Prozess-spezifische Kontaminations-Barriere

Prozessrelevant in unserem Kontext ist lediglich diejenige Kontamination, die zum Fertigungs-Produkt gelangt und dort zur Minderung der Prozessausbeute beiträgt. Seit dem Jahr 1985 ist Fortschritts-bedingt beispielsweise in der Chip-Fabrikation der Anteil der Reinraum-generierten Kontamination auf Wafern von 20 % auf unter 2,5 % gesunken [16] (Abb. 6). Diese Reduzierung schließt sinngemäß auch die Verbrauchsmaterial-induzierte Kontamination ein.

Auf dem Weg von den Reinraum-Verbrauchsmaterial-Oberflächen bis hin zu den Ausbeute-sensiblen Kern-Bereichen des Prozesses wird die Partikel-Ausbreitung durch die Prozess-spezifische Kontaminations-Barriere (PSKB) begrenzt [13, 14]. Im Halbleiter-Fertigungs-Prozess beispielsweise konstituiert sich die Prozess-spezifische Kontaminations-Barriere Prozess-technisch betrachtet aus der hermetischen Isolation des Prozess-Geschehens (SMIF - Standard Mechanical InterFace), dem laminaren Luftstrom sowie der Art, Anzahl und Dauer von Spül- und Ätzvorgängen im Prozess und der turnusmäßigen Reinhaltung der Reinraum-Oberflächen [24]. Auch die sphärische Ausbreitung der vorhandenen Partikel-Häufungen führt zur Minderung der Kontaminationsdichte. Dies trifft insbesondere auch für die Zunahme der räumlichen Entfernung zwischen Fertigungs-Umfeld und Kernbereich zu.

Partikuläre Kontamination

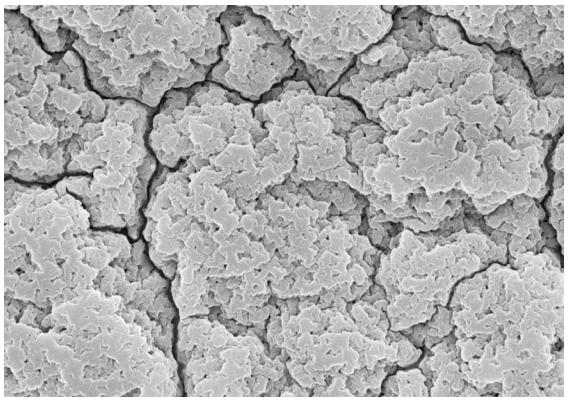


Abb. 7 Oberfläche Nitril-Handschuh, dekontaminiert, partikelarm, REM 3100fach

Die Verbrauchsmaterial-residenten Partikel lassen sich nach Entstehungs-Ort gruppieren, etwa in Bewegungs-induzierte Materialfragmente, solche aus Formatierungs-Prozessen, Materialabrieb durch Transport- und Fabrikations-Reibung, Kautschuk-Abrieb und Stäube aus der Blasluft-Trocknung textiler Produkte, partikuläre Waschmittel und Prozess-Wasser-Rückstände. Außer den genannten Partikelgruppen gibt es Sondergruppen, die der getrennten Betrachtung bedürfen. Das sind die Oligomere, Makromoleküle von geringer Kettenlänge, die bei höheren Temperaturen aus den Polymer-Oberflächen austreten. Außerdem gibt es die Gruppe der Mikroorganismen bzw. biotischen Partikel. Diese Gruppe spielt eine große Rolle für die Medizin und Hygiene: Es handelt sich um Viren, Bakterien und ihre Toxine sowie Pilze und Sporen. Eine weitere ganz eigene Partikelgruppe sind Pollen mit ihrem ausgeprägten Wachstums-Potential.

Oligomere - Partikel aus dem Innern

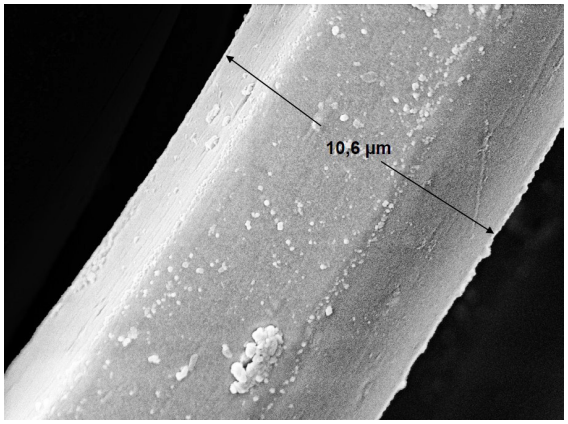


Abb. 8 Polyester-Oligomere an der Filament-Oberfläche eines Polyester-Gestricke-Tuchs, REM 6500fach

Bei der Erforschung der Ursachen partikulärer Kontamination durch das Reinraum-Verbrauchs-Material erfordert eine bestimmte Partikel-Gruppe unsere besondere Beachtung. Wenn wir in unserem Kontext Partikel-Kontamination erwähnen, so meinen wir fast immer Partikel, die durch Einwirkung von außen her auf das Verbrauchsmaterial gelangt oder Fragmente desselben sind. Oligomere hingegen sind Partikel, die aus dem Herstellungs-Prozess der polymeren Filamente wie Polyester, Polyamid etc. an die Oberflächen angelagert sind, es handelt sich speziell um die Oligomere des Polyesters und ggf. des Polyamids. Oligomere sind Makromoleküle, die aus 10 bis 30 gleich strukturierten Einheiten bestehen. Sind sie größer, so werden sie als Polymer bezeichnet. Untereinheiten sind Monomere, Dimere, Trimere usw. Wir richten unser Augenmerk in dieser Schrift ausschließlich auf die Trimere der Gruppe c[G-T]3. Sie bilden mit 77 % den größten Anteil an allen Untereinheiten. Der prozentuale Anteil der Oligomere an der Masse des Polyestergarns von Reinraum-Tüchern beträgt je nach Autor zwischen 1 und 4 %. Oligomere treten bei höheren Temperaturen als + 180 °C stark vermehrt aus dem Polymerkörper als

Partikel aus. Die Oligomer-Partikel haften nach ihrem Austreten aus dem Garnkörper an den Garnoberflächen (Abb. 8) und lassen sich von dort beispielsweise durch Flüssigkeits-Extraktion teilweise entfernen. Ein Masse-Anteil von 1 % scheint bei oberflächlicher Betrachtung gering. Angenommen das Trimer des Polyesters hat eine Dichte von 1,37 (amorph) und 2,5 cm^3 sind in einem m^2 Tuch vorhanden. Dann ergibt das eine Masse von 3,37 g. In einem cm^3 befinden sich 8 x 10^9 Partikel von 0,5 µm. In einem m^2 Tuch befinden sich also $2,7^{10}$ Partikel. Das heißt, in einem Reinigungstuch der Abmessungen 23 x 23 cm befinden sich also 143 Mio. Partikel. Es handelt sich hier also durchaus um ernst zu nehmende Partikelmengen, deren Austreten aus dem Polymerkörper für die Anwendungen der Reintechnik fertigungsgemäß durch sorgfältige Flüssig-Dekontamination verhindert werden muss.

Biotische partikuläre Kontamination

Im Zusammenhang mit dem Reinraum-Verbrauchsmaterial spielt diese Art der Kontamination für viele Anwender keine bedeutende Rolle. Für die Verbrauchsmaterial-Anwendungen in der Medizin und der Pharma-Industrie sind jedoch sterile aber auch Pyrogen-freie Verbrauchs-Materialien oft eine Grundvoraussetzung für den Verbrauchs-Material-Einsatz. Die Sterilisierung von Reinraum-Bekleidung, Handschuhen, Tüchern, Swabs und anderen Teilen erfolgt heute zumeist durch Gamma-Bestrahlung des Verbrauchsmaterials durch Kobalt 60-Strahler mit einem Strahlendosis-Intervall von 25 Gray.

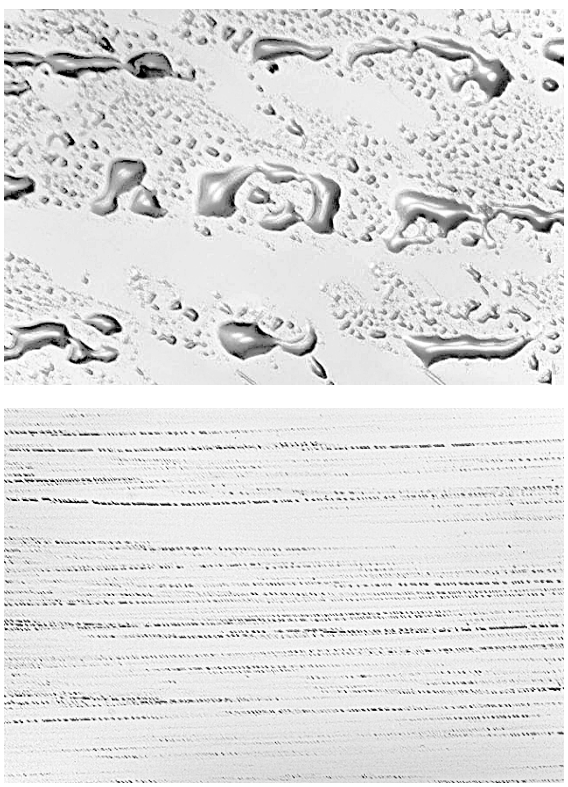


Abb. 9 Wischendes Entfernen eines Fingerabdrucks - vor und nach dem Wischen, oben Fingerabdruck im Differential-Interferenz-Kontrast; Unten Rückstände nach Wischvorgang sichtbar, Zeiss-DIC, Photo-Mikroskop III

Für eine Reihe von Anwendungen ist es jedoch erforderlich, dass die eingesetzten Tücher nicht lediglich desinfiziert sondern auch fertigungsgemäß in einen sterilen und zudem Pyrogen-freien Zustand gebracht werden.

- *Desinfizieren* bedeutet einen Zustand herbeiführen, bei dem nach einem bestimmten Testverfahren von 1 Million vermehrungsfähiger Keime (kbE) maximal 10 überleben.
- *Sterilisieren* hingegen bedeutet, dass von einer Million kbE maximal eine Einheit überlebt.

Die Einheit kbE - koloniebildende Einheiten (engl. colony forming unit - CFU) bezieht sich auf die Anzahl von Mikroorganismen, die sich in angemessener Verteilungs-Dichte bei möglichst homogener Verteilung auf einem Kulturmedium-Gel befinden, so dass die gebildeten Kolonien mit dem bloßen Auge sichtbar sind.

Pyrogene sind entzündlich wirkende Stoffe, die z. B. bei parenteraler Gabe (Injektion) Fieber erzeugen können. Es wird zwischen bakteriellen und Virus-Pyrogenen sowie Pyrogenen nicht bakteriellen Ursprungs unterschieden.
Endotoxine sind eine Untergruppe der Pyrogene. Sie sind eine Klasse chemischer Verbindungen, die als Zerfalls-Produkte von Bakterien beim Menschen unerwünschte physiologische Reaktionen auslösen können wie beispielsweise Endotoxin-induzierte

Produkt	reale Freisetzung	nach Spezifikation	simulierte Freisetzung
Reinraum-Tücher	in die Luft	IEST-RP-CC004.3	ins DI-Wasser max. 12.000 Part.
		Labuda-Walk-Test	in die Luft max. 200 Part.
Reinraum-Hand-schuhe	in die Luft	IEST-RP-CC005.4	ins DI-Wasser max. 700 Part.
		C&C-Manu-Stretch-Test	in die Luft max. 100 Part.

Tab. 1 Das Problem der Simulation, Partikelfreisetzung real und simuliert, Part/cm², Partikel > 0,5 µm

Sepsis, Störungen der Mikrozirkulation und Koagulopathien durch Aktivierung der Blutgerinnung und Fibrinolyse.

Filmische Kontamination

Auf Oberflächen des Reinraum-Verbrauchs-Materials befindet sich außer der partikulären fast immer auch filmische Kontamination. Der folgende Abschnitt betrifft ausschließlich diejenige Kontamination, die funktionalen Material-Oberflächen als Film angelagert ist. In oder auf ihr befinden sich aber zumeist auch Partikel.

Wir unterscheiden zwischen:

- *Kontakt-Kontamination*
  Fingerabdrücke, Kleber- Farb- und Fett-Rückstände
- *Verteilungs-Kontamination*
  Verschmieren durch Kontakt, Druck und Bewegung, wischende Reinigungs-Prozeduren
- *Emissions-Kontamination*
  Atmen, Husten, Niesen, Maschinenabgase
- *Luft-Oberflächen-Kontamination*
  Wasserdampf - Sedimentation, Gasrückstände

Wischende Reinigungs-Vorgänge werden beispielsweise im reinen Arbeitsumfeld mit Hilfe von Wischmitteln (Reinraum-Tücher, Swabs, Mops) durchgeführt die nicht-flüchtige Rückstände aus ihren Herstellungs-Prozessen enthalten. Bei diesen Vorgängen kommt es zum Reinigungs-typischen Stoffaus-

Material	Prüfmethode ASTM / IEST	alternative C&C-Prüfmethode
Reinraum-Handschuhe	IEST-RP-CC005.4	C&C-ManuStretch
Reinraum-Tücher	ASTM-395 (Gelboflex) IEST-RP-CC004.3	C&C-Labuda-Walk-Test C&C-Transfer-Test
Reinraum-Bekleidung	IEST-RP-CC003.4 (Helmke-Drum) ASTM F51-68 (Durchsaugmethode)	

Tab. 2 Gegenüberstellung von Prüfmethoden für das Reinraum-Verbrauchsmaterial

tausch: Einerseits kommt es zu einer Reduzierung der Verunreinigungs-Masse auf der Objekt-Oberfläche, gleichzeitig zu einem Transfer von Inhaltsstoffen aus den Wischmitteln auf die Objekt-Oberfläche.

Filmische Verunreinigung von Oberflächen ist am besten durch den jedermann bekannten Fingerabdruck charakterisiert. Fingerabdrücke bestehen aus dem Oberflächen-Fett der Epidermis. Diese enthält Talgdrüsenfett, veresterte Fettsäuren, Wachse, Glycerin und unverseifbare Fette wie z. B. Cholesterin. Infolge wiederholter Kontakte insbesondere mit Material-Oberflächen befinden sich insbesondere an den Fingerkuppen auch Hautschuppen, Fremdstoff-Partikel so wie Bakterien, Viren und Pilze. Die allgemein akzeptierte Vermeidens-Strategie ist das Tragen von Handschuhen [37]. Fingerabdrücken ist also sowohl eine ästhetische als auch eine hygienische Komponente zu eigen. Täglich werden weltweit große Summen für die Beseitigung von Fingerabdrücken ausgegeben. Dabei gilt als Erfolgskriterium der durchgeführten Reinigungs-Prozeduren zumeist die Reduzierung der visuellen Erkennbarkeit der Abdrücke. Darüber hinaus bestehen jedoch in vielen Fällen visuell nicht leicht erkennbare Verunreinigungs-Rückstände im Masse-Bereich von Nanogramm. Diese können unerwünschte Auswirkungen auf die Funktionalität technischer Systeme als auch auf die Übertragung pathogenetischer Mikro-Organismen haben. Seit 1998 wissen wir, dass die kleinsten Bakterien in Tiroler Seen eine Masse von etwa 10^{-13} ng haben. Bei Experimenten zum Stofftransfer von Präzisions-Reinigungs-Tüchern während wischender Reinigungs-Prozeduren haben wir einen Massezuwachs von 0,5 - 1,7 x 10^{-7} g/cm^2 gemessen (Abb. 28). Der Massezuwachs entspricht also maximal etwa 10^6 Bakterien pro cm^2. Diese (hypothetische) Transfermenge kann, beispielsweise angesichts der Regeln denen sich viele Staaten zum Schutz der extraterrestrischen Reinheit verpflichtet haben, durchaus relevant sein [28].

Filmische Verunreinigungen funktionaler Oberflächen sind bekanntermaßen nicht auf Finger-Abdrücke beschränkt sondern wir kennen eine große Anzahl Funktionalitäts-ein-

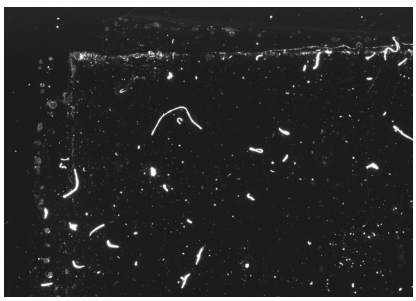


Abb. 10 Reinraumtuch Hersteller 1, getränkt, nach Auftrocknen auf der Kollektor-Platte, (Zellstoff-Polyester-Vlies), Zeiss AxioZoom V16, 24fach

Abb. 11 Reinraumtuch Hersteller 2, nach Wischen, Zeiss AxioZoom V16, 24fach

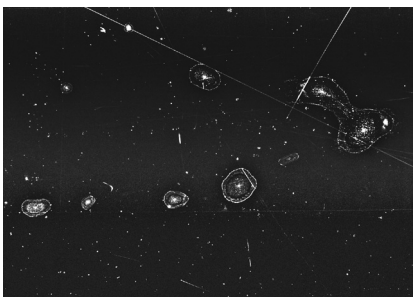


Abb. 12 Reinraumtuch Hersteller 3, nach Wischen, Zeiss AxioZoom V16, 24fach

schränkender filmischer Kontaminanten. Auf das Reinraum-Verbrauchsmaterial bezogen sind es vor Allem die folgenden Produkte, welche erfahrungsgemäß als Quelle nicht flüchtiger Kontamination infrage kommen: Handschuhe, Tücher, Swabs, Mops, Bekleidung, Verpackungs- und Klebematerial. Filmische Verunreinigungen können beispielsweise die folgenden technischen Parameter beeinträchtigen: Die Adhäsionskraft von flächigen Verbindungen der adhäsiven Fügetechnik und von Lacken, die Kontrast-Übertragung von Linsen und Objektiven, die Funktionalität von Spiegelsystemen der Lasertechnik. Es kann aber durch Chemikalien-Rückstände auch zur Quer-Kontamination durch Ausgasen und zur Kondensatbildung aus der Gasphase der Rückstände kommen. Dabei kann die Kontamination sowohl Produkt-inhärent durch Hilfsstoffe verstärkt oder auch extern herbeigeführt worden sein. Letzteres ist z. B. der Fall bei Reinraum-Tüchern, deren Reinigungs-Effektivität durch den Einsatz von Lösungsmitteln erhöht wird.

Beispiel: Getränkte Reinigungs-Tücher

Das Thema Oberflächen-Kontaminationdurch getränkte Reinigungstücher ist nicht unwichtig. Solche Tücher werden in versiegelten Kunststoffbeuteln oder Plastik-Eimern bereitgestellt, die zumeist mit einem Di/IPA-Wasser-Gemisch gefüllt sind. Die Beutel sind mit einer wieder verschließbaren Klebelasche versehen. Die Feuchttuch-Eimer haben einen Deckel mit Druck-Verschluss. Es wurden drei Tücher-Fabrikate auf ihre jeweils auf der Indikatorplatte hinterlassenen Rückstände geprüft. Beim 1. Versuch haben wir den Tuch-Abschnitt eines feuchten Zellstoff-Polyester-Vlies unbeschwert auf die Indikatorplatte gelegt und dort auftrocknen lassen (Abb. 10). Beim 2. und 3. Versuch (Abb. 11 und 12) wurde über die Indikatorplatte gewischt. Dabei sind wir davon ausgegangen, dass sich nach dem Wischvorgang auf der Oberfläche der Indikatorplatte keine nicht-flüchtigen Rückstände (NVR) abbilden dürften, wenn solche im Tuch nicht bereits enthalten sind. Aufgrund der Ergebnisse gehen wir davon aus, dass alle geprüften Reinraum-Tücher nicht flüchtige Rückstände enthalten und diese beim Wischen Spuren auf den Oberflächen hinterlassen. Die Rückstandmasse nach dem Wischen war jedoch deutlich geringer als beim Auftrocknen lassen.

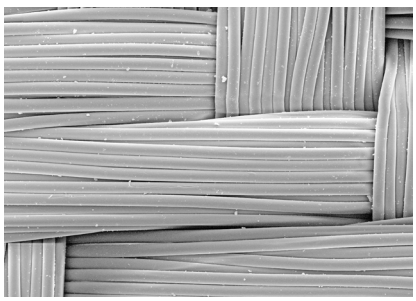


Abb. 13 Reinraum-Kittel, partikuläre Standard-Verunreinigung, Garnkreuzungen, REM 225fach

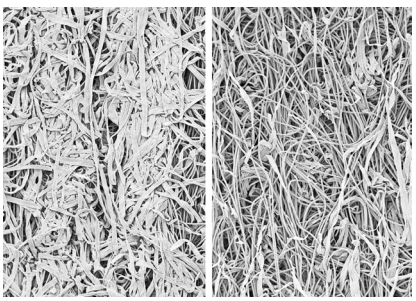


Abb. 14 Oberfläche Polyester-Zellstoff-Tuch, (links A-Seite - mehr Zellstoff-, rechts B-Seite - mehr Polyester-Fasern), REM 40fach

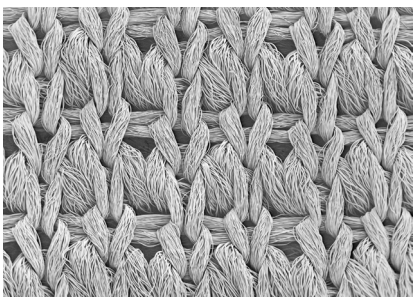


Abb. 15 Oberfläche Polyester-Gestricke-Tuch Sibis™, Applikations-angepasstes Maschenbild, REM 25fach

Teil II - Prüfmethoden

Realität und Simulation von Partikelfreisetzung

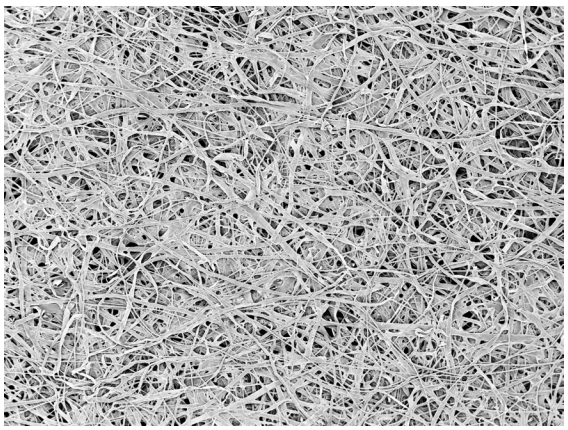


Abb. 16 Oberfläche Zellstoff-Vlies für Reinigungs-Zwecke, REM 30fach

Die reale Partikelfreisetzung im Zusammenhang mit dem Verbrauchsmaterial-Einsatz ist weder absehbar noch nachvollziehbar [2]. Wir versuchen daher, sie durch sinnreich konstruierte Prüfgeräte zu simulieren und zu qualifizieren. Aber was auch immer wir messen und egal wie genau, es fehlt uns für die ermittelten Daten eine Bezugsgröße 1. Ordnung zum Fertigungs-Prozess. Das wäre allein die Fertigungs-Ausbeute. So lange wir die gemessene Partikelfreisetzung des Reinraum-Verbrauchsmaterials im Fertigungs-Prozess nicht zur Fertigungs-Ausbeute in Relation setzen können, ist alles was wir unternehmen reine Spekulation. Ob von einem Handschuh beim Arbeiten pro Zeiteinheit 10^3 oder 10^5 Partikel freigesetzt werden ist nur dann relevant, wenn diese Partikelmenge entweder eine Reduzierung der Fertigungs-Ausbeute mit sich bringt oder aber eine Gefahr für Mensch und Umwelt.

Angesichts dieses Zuordnungs-Defizits haben sich die Premium-Verbrauchsmaterial-Hersteller und große Anwender stillschweigend auf eine Bezugsgröße 2. Ordnung verständigt. Sie verfahren nach der Methode der komparativen Qualitäts-Beurteilung. Um die Unbedenklichkeit des Einsatzes bestimmter Reinraum-Verbrauchs-Materialien sicherzustellen, wird die Gebrauchs-induzierte Kontamination von Verbrauchs-Material, das bekanntermaßen bereits problemlos in Prozessen mit optimierter Fertigungsausbeute eingesetzt wird, analytisch bestimmt. Die so ermittelten Kontaminations-Daten gelten dann als Richtwerte für vergleichbare bzw. neu zu entwickelnde Produkte.

Dieses Verfahren ist jedoch nicht ganz unproblematisch. Möchten wir beispielsweise feststellen wie viele Partikel sich gebrauchsbedingt von der Oberfläche des Reinraum-Verbrauchs-Materials im Trockenzustand lösen, so scheint dies zunächst einmal sehr einfach: Ein trockenes Reinraum-Tuch wird mechanisch bewegt. Eine Teilmenge der an ihm haftenden Partikel löst sich und die frei gesetzten Partikel werden mittels Luft-Partikelzähler gezählt. Dabei gibt es jedoch ein Problem: Die Partikelhaftung ist nicht nur abhängig von der mechanischen Verformung der Tuch-Oberfläche. Sie wird auch von der jeweiligen Umgebungstemperatur, der relativen Feuchte, den wirksamen van-der-Waals-Kräften, der elektrischen Flächen-Ladung und den chemischen Inhaltsstoffen des Tuchs bestimmt [11]. Die Anzahl der freigesetzten Partikel variiert also in Abhängigkeit von den genannten Umgebungs-Parametern. Dies gilt für alle in diesem Büchlein erwähnten Prüfmethoden, die auf der Bewegungs-induzierten Freisetzung luftgetragener Partikel von Material-Oberflächen beruhen. Die Einflüsse der Umgebungsparameter auf die Partikelhaftung sind lange bekannt und beschrieben [22, 23].

Machen wir nun das vorstehend geschilderte Experiment nicht mit einem trockenen sondern mit einem Lösungsmittel-getränkten Reinigungstuch, so ändern sich die physikalischen

Voraussetzungen für die Durchführung der Simulation: Die direkte Messung des Partikelstroms mittels Luftpartikelzähler ist nicht möglich, die elektrische Oberflächen-Ladung und die van-der-Waals-Kräfte sind durch die Flüssigkeit im Tuch nahezu aufgehoben. Zudem werden im feuchten Zustand des Tuchs kaum Partikel in die Umgebung freigesetzt. Viele Partikel haben sich von ihren Ruheorten auf der äußeren Garn-Oberfläche gelöst. Sie befinden sich vielmehr schwebend im flüssigen Medium. Verringert sich die Flüssigkeitsmenge im Tuch z. B. durch Verdampfen, so dass der Zustand von „flüssig" in den Zustand „feucht" übergegangen ist, ändert sich die Partikelhaftung jedoch wiederum und folgt nun den Gesetzen der Flüssigkeits-Brücken-Haftung [1]. Zwischen trockener, feuchter und Lösungsmittel-getränkter Textil-Oberfläche gibt es - die Partikel-Mobilität betreffend - unzählige Übergangs-Zustände. Nicht ein einziger, sondern eine Vielzahl physikalischer Zustände sind dabei Haftung-bestimmend, jeder für sich vielleicht berechenbar aber in ihrer Vielfalt praktisch nicht überschaubar.

Aus diesem Beispiel folgt: Wir können unsere Prüfbedingungen so gestalten, dass wir sie auf vorgegebene Umgebungs-Zustände von Temperatur, Feuchte und elektrischer Ladung beziehen, aber die mögliche Anzahl der Variablen reduziert in erheblichem Maße die Wahrscheinlichkeit eines wahren Bezugs zwischen Materialzustand und Prüfergebnis. Auch eine sorgfältige Präkonditionierung von Prüflingen kann hier nur bis zu einem gewissen Grad Abhilfe schaffen.

Plausible Simulations-Kenngrößen

Als plausible Simulation des wischenden Reinigens steht bei genauer Betrachtung nicht die Erfassung der Partikelabgabe des Tuchs in die Umgebung (Gelboflex-Methode) im Fokus unserer Betrachtung und auch nicht die Erfassung der Partikelmenge, die nach Tuch-Immersion in eine Prüf-Flüssigkeit übergeht (IEST-RP-CC 004.3-Methode). Die einzige Praxisrelevante Kenngröße ist der Kontaminations-Zustand der Objekt-Oberfläche nach erfolgter Reinigungs-Prozedur. Aber ausgerechnet für diesen Kennwert von zentraler Bedeutung wird bisher kein plausibles und gleichzeitig bezahlbares Prüf-System angeboten, das uns den interessanten Partikelgrößen-Bereich von 0,1 - 2 µm, die chemischen Bestandteile von Oberflächen-Filmen oder deren Dicke im Bereich von 1 - 100 nm messtechnisch zugänglich macht.

Der Simulation von Material-Anwendungen sollen möglichst einfache, insbesondere aber realitäts-konforme Modelle zugrunde liegen. Zur Simulation der Gebrauchs-Partikelfreisetzung nutzen wir beispielsweise im nachstehend beschriebenen Fall Handhabungs-typische Bewegungen, mit denen sich der Einsatz eines Verbrauchs-Materials realitäts-konform nachbilden lässt.

Beispiel: Reinraum-Handschuhe

Produkt Reinraum-Handschuhe in Verbindung mit dem C&C-ManuStretch-Test (siehe Abb. 21 auf Seite 24).

Wir definieren zur Bestimmung der Gebrauchs-Partikel-Freisetzung die Öffnung der geballten Faust bis hin zur weit gestreckten Hand. Dieser Bewegungsablauf geschieht in einem definierten Abstand oberhalb der Partikelsonde eines Luftpartikel-Zählers. Dazu dient eine Armauflage-Vorrichtung. So scheinen die grundsätzlichen Voraussetzungen für eine plausible Methode mit direkter Partikel-Erfassung gegeben, wären da nicht die Umwelt-Einflüsse auf die Partikelhaftung. Diese müssen für die unterschiedlichen Messorte anhand von Messreihen untersucht und dokumentiert werden. Der Beweis für die Funktionalität von Mess- und Prüf-Systemen ergibt sich aus deren Plausibilität. Diese lässt sich statistisch durch den Variations-Koeffizienten ausdrücken, der als relatives Streuungsmaß von der Maßeinheit der Zufallsvariablen unabhängig ist. Der Variationskoeffizient v einer Variablen-Reihe errechnet sich aus s = Standardabweichung der Daten dividiert durch ihren Mittelwert x-quer. Bei den teils porösen teils elastischen Materialien des Reinraum-Verbrauchsmaterials gehen wir davon aus, dass eine Prüfmethode bei gesichertem Variations-Koeffizienten von bis zu 30 % plausibel ist, wenngleich wir bei manchen Prüfungs-Arten auch Werte von 50 % noch als plausibel akzeptiert haben. Die nachstehend beschriebenen Prüfmethoden betreffen ausschließlich die Simulation der Gebrauchs-Partikelstreuung, nicht jedoch diejenige des Partikelabriebs oder der Flächen-Übertragung filmischer Kontamination. Dafür gibt es andere Prüfmethoden, die wiederum in der Literatur beschrieben sind [4].

Beispiel: Endotoxin-Partikel

Um Pyrogene in textilen Strukturen wie Reinigungstüchern oder anderen Strukturen unschädlich zu machen, wird normalerweise eine Temperierung mit einem bestimmten Temperatur-Profil durchgeführt. Anschließend wird der Erfolg dieser Behandlung geprüft. Für die Prüfung der verbliebenen Pyrogene gibt es etablierte Verfahren:

Kaninchentest: Dabei wird der Anstieg der Körpertemperatur von Kaninchen nach intravenöser Injektion der Pyrogene gemessen.

Limulustest (LAL-Test): Er ist etwa 100 mal empfindlicher als der Kaninchentest, wirkt jedoch lediglich auf das Endotoxin gramnegativer Bakterien. Der Test spricht bereits bei einer Untergrenze von 100 gramnegativen Bakterien pro ml an.

EndoLisa-Test: basiert auf einem Bakteriophagen-Protein mit dessen Hilfe das Endotoxin gramnegativer Bakterien quantitativ an eine Mikrotiterplatte gebunden wird. Danach erfolgt ein Waschvorgang zur Entfernung störender Substanzen der Probenmatrix. Mittels des rekombinanten Faktors C und eines fluoreszierenden Substrats lässt sich der Endotoxingehalt bestimmen.

ImmuStick: Im Juli 2016 wurde vom Fraunhofer-Institut für Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik IGB ein Teststreifen „ImmuStick" vorgestellt [34], um schnell und ohne großen apparativen Aufwand Bakterien, Pilze und Viren auf Oberflächen nachzuweisen. Dabei bedarf es für den Nachweis geringer Pyrogen-Spuren. Ein Teststreifen wird mit einer vom Prüflabor zubereiteten Flüssigkeit beträufelt, die mit Pyrogenen angereichert sein könnte. Eine Farbreaktion des Teststreifens weist auf ein positives Ergebnis hin. Mit diesem Stick wären einfache Labortests von Produkten für die Medizin- und Pharma-Industrie möglich. Die Markt-Einführung des Teststreifens steht noch aus.

Beispiel: Oligomer-Partikel

Je nach Fertigungshistorie der verwendeten Garne können den Filamenten eines Rohgestricks/gewebes je nach Fertigungs-Historie mehr oder weniger Oligomere angelagert sein. Es ist daher für den Converter von HiTech-Reinigungstüchern nicht unwichtig, den partikulären Zustand der Gestricke zu kennen. Sind doch von der gemessenen Partikelmenge die weiteren Behandlungsschritte bzw. deren Dauer abhängig. Da der Oligomeren-Austritt aus der Polyester-Matrix direkt von der Temperatur der diversen Verarbeitungsschritte abhängt, kann der vergleichende Oligomeren-Bestand Anlass sein auf die Verarbeitungs-Temperatur in den Fertigungs-Vorstufen Einfluss zu nehmen um die Dekontaminations-Zeiten der Fertig-Gestricke zu bestimmen. Dabei ist es vorteilhaft nach Oligomer- und anderen Partikeln zu unterscheiden. Eine entsprechend genaue apparative Analytik kann hier gute Dienste tun. Dazu müssen die Oligomere zunächst durch Immersion des Prüflings in kaltem Dioxan von den Filamenten des Garns abgelöst werden. Hier ist es besonders wichtig die Ablösungszeiten der Oligomere den Maschendichten der betreffenden Gestricke anzupassen und darauf zu achten, dass bei jeder Messung die gleichen Analysenzeiten eingehalten werden. Wir empfehlen, die quantitative Oligomeren-Bestimmung mit Hilfe der UV-Spektroskopie bei einer Wellenlänge von 240 bzw. von 254 nm durchzuführen. Für diese Wellenlängen wurden sowohl ein Peak als auch eine Eichkurve [31] erhalten. Es ist aber auch möglich die Oligomere mit Hilfe der Dünnschicht-Chromatografie nach Valk, Stein und Dugal (Kieselgelplatte 0,5 mm, Laufmittel Chloroform/Äther = 9:1) zu bestimmen oder mittels der HPLC-Chromatographie.

Realität und Simulation filmischer Kontamination

Auf den Polyestergarnen aus denen ein großer Teil der Reinraum-Tücher, Swabs und auch die Reinraum-Bekleidung besteht, so wie auf Handschuhen, finden sich aus den Herstellungs-Prozessen u. a. die folgenden Chemikalien-Rückstände (engl. NVR - Non-Volatile Residue): Silikonöl, DOP-Weichmacher, Tensid- und Spinnöl-Rückstände sowie Amide. Beim wischenden Reinigungsvorgang lösen sich im Zusammenhang mit dem Gebrauch von Lösungsmitteln die genannten Chemikalien- Rückstände von den Garn-Oberflächen und gelangen

vermittels der Flüssigkeits-Verteilung der Lösungsmittel-Anteile auf die Objektoberflächen. Chemikalien-Rückstände können die Funktionalität von Halbleiter-Schaltkreisen, Speicherplatten, Spiegelsystemen der Lasertechnik, optischen Gläsern und vielen anderen technischen Systemen erheblich beeinträchtigen. Um abzuschätzen welche Masse aus den diversen Verbrauchs-Materialien beim wischenden Reinigen auf die Objektoberflächen gelangt, werden im allgemeinen die im textilen Gebilde enthaltenen Rückstände z. B. gemäß Methode ASTM E1560-11 oder bei Reinraum-Handschuhen nach ASTM Methode E1731 bestimmt. In der Praxis wird dieser Prüfansatz jedoch immer wieder zur Ursache grober Bewertungsfehler. Wenn z. B. in einem Wischmittel der Gesamt-Masse von 8 Gramm vor der Dekontamination 1,6 g und danach 0,6 g nicht flüchtiger Rückstände enthalten sind, dann entspricht dies etwa einer Masse von 10^{-3} g/cm^2-Tuchfläche. Auf der Wischmittel-gereinigten Oberfläche einer Quarz-Waage messen wir bei ersten Versuchen jedoch lediglich 10^{-7} g/ cm^2 Rückstände, also den 100ten Teil der im Wischmittel enthaltenen Rückstandsmenge. Dies erklärt die geringe Plausibilität mancher der bisher gebräuchlichen Prüf-Ansätze. Der Erkenntnis-Stand hat sich mit der Verfügbarkeit Piezo-elektrischer Waagen deutlich verbessert. Damit sind nun Wägungen im Bereich von einigen Nanogramm möglich. Bisher war es nicht leicht, die Masse zu bestimmen, die beim Wischvorgang vom Tuch auf die Oberfläche gelangt. Es ist jedoch offensichtlich, dass die Masse der Rückstände auf der Objekt-Oberfläche nicht deren Masse im textilen Gebilde entspricht. Das bedeutet: Die Verunreinigungs-Masse im Wischmittel lässt nicht auf die Verunreinigungs-Masse der Objektoberflächen schließen, die wir eigentlich in Erfahrung bringen wollen.

Gasförmige Kontamination (VOCs)

In direktem Zusammenhang mit der filmischen Kontamination von Objekt-Oberflächen steht die Ausgasung organischer Verbindungen (VOC-Volatile Organic Compounds) von den inneren und äußeren Strukturen des Reinraum-Verbrauchsmaterials in die Umgebungsluft [48]. Das Phänomen und seine

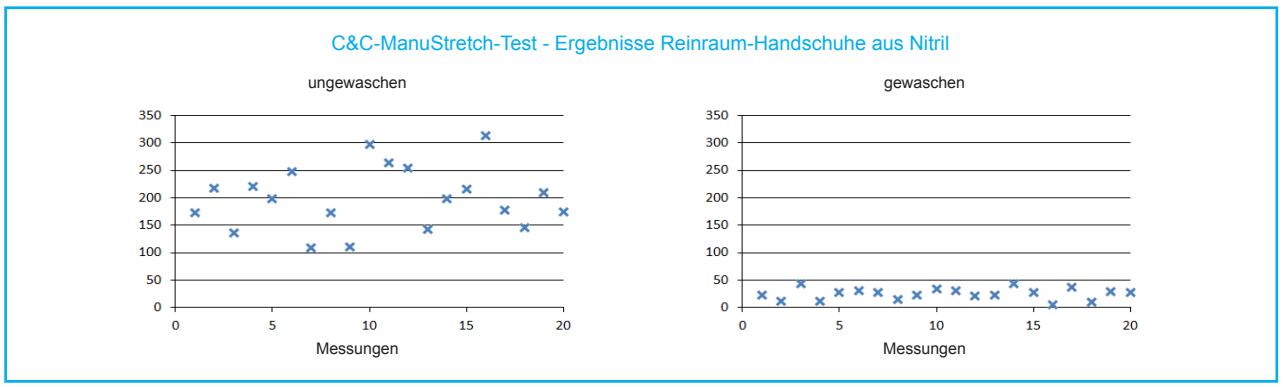


Abb. 17 Ergebnisse: C&C-ManuStretch-Test für die Partikelfreisetzung von gewaschenen und ungewaschenen Nitril-Handschuhen (Beschreibung siehe Seite 24)

messtechnische Erfassung ist unter dem Begriff „Ausgasung" im Blatt 17 der VDI-Richtlinie VDI 2083 [39] und sinngemäß auch in der DIN ISO 16000 ff. beschrieben. Insbesondere die Produkte Bekleidung, Handschuhe, Reinraumtücher, Swabs, Folien-Verpackungen, Filter-Materialien aber auch der Mensch sind bekannt für die Freisetzung molekularer Kontaminanten in die umgebende Atmosphäre. Für die Halbleiterfertigung werden Phtalate, Amine, Siloxane, Bor, Ammoniak, organische Phosphate und manche kondensierbaren organischen Stoffe als kritisch beschrieben [40]. Auch für die Raumfahrt-Industrie ist Ausgasung ein kritischer Parameter [41].

Die Bestimmung der flüchtigen Organika aus den Verbrauchs-Materialien erfolgt heute zumeist noch durch Thermo-Desorption mit nachfolgender Gas-Chromatographie und massenspektrometrischer Analyse. Diese Methode ist zwar relativ genau aber für die meisten Anwender nicht rentabel - schon wegen der Anschaffungs-Kosten für das Instrumentarium im sechsstelligen Bereich. Man könnte nun meinen, das Problem ließe sich durch Zertifizierung bei einer der vielen Zertifizierungs-Unternehmen wie Fraunhofer, M+W Zander, SGS-Fresenius u.v.a. lösen. Dem steht jedoch entgegen, dass man mit einem Zertifikat lediglich in den Besitz einer Information von zeitlich begrenztem Wahrheitsgehalt gelangt, so lange die Fertigungsqualität der Verbrauchsmaterial-Hersteller nicht kontinuierlich durch den Zertifikats-Aussteller überwacht und die so gewonnenen Fertigungsdaten zuverlässig dokumentiert werden. Niemand kann sonst wissen, ob die zertifizierten Daten sechs Monate nach Zertifikats-Ausgabe überhaupt noch relevant sind. Dies gilt insbesondere für von weither importierter Fertigungs-Produkte.

Die Ausgasung von Materialien wird oftmals mit Hilfe einer hermetisch geschlossenen, Spülgas-durchfluteten, bis 400 °C beheizbaren Prüfkammer aus Edelstahl oder hochreinen Glasbehältern simuliert, in welche die Prüflinge eingegeben werden. Wie bei vielen anderen Prüfungen des Reinraum-Ver-

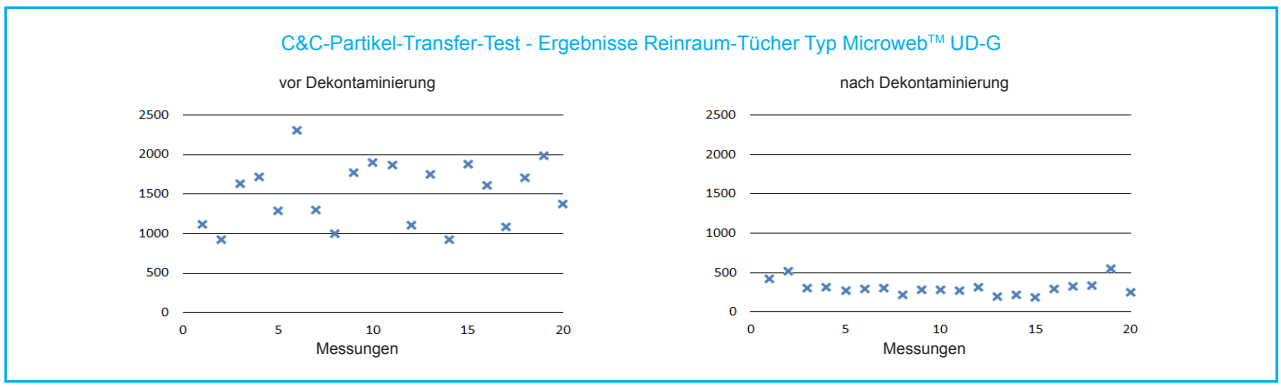


Abb. 18 Ergebnisse: C&C-Partikel-Transfer-Test Reinraumtuch Microweb™ UD-G vor und nach Dekontaminierung (Beschreibung siehe Seite 27)

brauchsmaterials, so werden auch für die Ausgasungs-Prüfung in vielen Fällen nicht Realitäts-konforme Prüf-Prozeduren vorgeschlagen, wenn sie denn zu einer Erhöhung der Messwerte führen. In diesem Fall ist es die Erhöhung der Prüftemperatur von +22 °C auf z. B. +90 °C, wodurch die Ausgasungs-Rate um etwa das 100fache gesteigert wird [42]. Wie bereits an anderer Stelle dieser Schrift erwähnt, besteht bei verschärften Prüfbedingungen stets die Gefahr, dass die so gewonnenen Messwerte als normal aufgefasst werden und es im Rahmen einer generellen Vermeidungs-Strategie zu unnötigen, kostenträchtigen Sicherheits-Vorkehrungen kommt. Auch beim Parameter Ausgasung muss also gelten: Keine Ausgasung bei Betriebs-Temperatur erfordert im allgemeinen auch keine Maßnahmen zu deren Beseitigung. Selbst wenn sich die Ausgasung bei höheren Temperaturen oder unter Hochvakuum-Bedingungen deutlich bemerkbar macht.

Wesentlicher Nachteil jeder Summenparameter-Bestimmung - hier z. B. mittels Quarzwaage - ist naturgemäß das Fehlen spezifischer Stoffdaten. Andererseits macht es für viele Anwender Sinn durch die Bestimmung der Gesamt-Ausgasung einer Materialprobe erst einmal in Erfahrung zu bringen, ob die Ausgasung für die betreffende Applikation überhaupt in einem kritischen Massebereich ist. Scialdone und Montoya, US-NASA, beschreiben daher in ihrem Aufsatz aus dem Jahr 2002 [43] eine relativ einfache Vorrichtung (MOLIDEP) zur Bestimmung des Masseverlusts durch Vakuum mit Hilfe einer Quarzwaage und eines Restgas-Analysators.

Die Zukunft der Ausgasungs-Messung ist bestimmt durch die Entwicklung hoch sensitiver gaschromatischer Säulen unter Zuhilfenahme der MEMS-Technologie. Jinhai Sun et al. beschreiben in ihrem Aufsatz [44] eine 6 m lange Säule mit inneren Abmessungen von 100 x 100 µm, die mit Hilfe der „Deep Reactive Ion Etching" (DRIE)-Technologie gefertigt wurde.

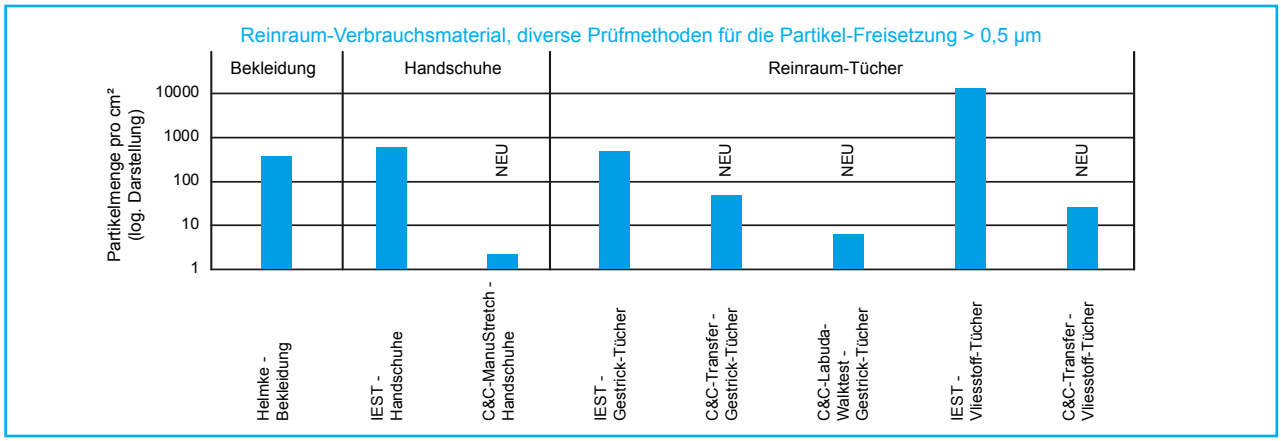


Abb. 19 Bereits an den unterschiedlichen Mess-Ergebnissen lässt sich erkennen, dass nicht alle aufgeführten Prüfmethoden realitätskonform sein können.

Die Entwickler bemühen sich seit Langem darum, die Ausgasungs-Bestimmung größeren Anwenderkreisen zugänglich zu machen indem sie wesentlich kleinere und preiswertere Systeme als bisher vorstellen, welche sich in Fertigungsnähe oder auch mobil betreiben lassen. Dabei beschreiten sie im Prinzip zwei Wege: Die Messung des Summenparameters Gesamt-Ausgasung mit Hilfe einer Quarzwaage und die Messung einzelner VOCs mit Hilfe von MEMS (Micro Electro Mechanical Systems).

Kürzlich erschienen erste MEMS basierte Mini-Gaschromatografen und Gasanalysatoren auf dem amerikanischen Markt mit Auflösungen bisher noch im mittleren ppm-Bereich in zweiten Fall bei 1 ppm zu Preisen von einigen tausend Dollar zu haben sind. [45, 46]

S. Zampoli et al. vom Istituto per la Microelettronica e di Microsistemi in Bologna beschreiben in ihrer Arbeit [47] einen MEMS basierten µ-Gaschromatografen für sub-ppb Konzentrationen zur Analytik komplexer VOC-Mischungen. Die Entwickler haben dafür 3 unabhängige MEMS-Einheiten eingesetzt und erreichen mit ihrem System Ansprech-Empfindlichkeiten von 0,1 ppb.

Zusammenfassend dürfen wir für die Zukunft immer kleinere und dennoch empfindlichere Analysengeräte für die Bestimmung der Ausgasung von Reinraum-Verbrauchsmaterial erwarten.

ToF/SIMS Sekundärionen-Massenspektrometrie

Die Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie ist eine Analysenmethode zur hoch aufgelösten chemischen Charakterisierung von Festkörper-Oberflächen. Die Methode erlaubt die Analyse von Zuständen der drei oberen Molekülagen und dient somit u. a. der Identifizierung von Oberflächen-Kontamination. Es wurden experimentell drei Reinraum-Tücher in den Tränkungs-Zuständen trocken, Aceton-feucht und 2-Propanol-feucht über jeweils eine reine Aluminium-Oberfläche von geringer Oberflächenrauigkeit gewischt. Danach konnten bei allen neun analysierten Substraten Rückstände aus der Polyestermatrix nachgewiesen werden und bei solchen Tüchern, die in direkten Kontakt mit Verpackung-Material aus Polyethylen gekommen waren, zeigten sich auf dem betreffenden Aluminium-Substrat nach dem Wischvorgang zusätzlich Erucamid-Spuren (13-Docosenamide) auf der Aluminiumoberfläche.
Die Substanz gehört in die Gruppe der Wachse, die oft als Gleitmittel bei der Folienherstellung eingesetzt werden. Zudem wurden bei einem Tuch Sulfatspuren wie Dodecyl-Benzol-Sulfonat gefunden. Öl- und Tensidspuren konnten hingegen nicht gefunden werden, was uns überrascht hat. Eine quantitative Beurteilung der etwaigen Kontaminationen ist mit der Methode jedoch nur beschränkt möglich.

Tropfenkonturanalyse

Bekanntes analytisches Verfahren zur Ermittlung der Reinheit von Objekt-Oberflächen durch vergleichende Messung des Randwinkels am liegenden DI-Wasser-Tropfen. Es zeigte sich, dass der Kontaktwinkel von Oberflächen auf denen zuvor ein trockener Wischvorgang mit einen Gestricketuch stattgefunden hatte, um etwa 3° geringer war als der Kontaktwinkel reiner Oberflächen. Dies lässt sich möglicherweise als Hinweis auf die Übertragung von filmischer Kontamination der Gestricke auf die Prüfoberflächen deuten. Bei feucht gewischten Oberflächen betrug die Kontaktwinkel-Differenz durchschnittlich sogar 4,6°.

Indikatorplatte, Transfer-Platte

Auf eine reine, evtl. mit einer Antireflexschicht bedampfte, dunkel gefärbte Glasplatte wird ein Tuchabschnitt der Abmessungen von z. B. 35 x 35 mm gelegt. Auf den Tuchabschnitt werden mittels Glaspipette (!) mehrere Tropfen eines analytisch reinen Lösungsmittels (z. B. Aceton, Isopropanol, nHexan etc.) gegeben, bis derselbe vollends getränkt ist. Die aufgegebene Lösungsmittel-Menge muss so bemessen sein, dass sie sich nicht über die Tuchkanten hinaus ausbreitet. Nach Verdampfen des Lösungsmittels bildet sich auf der Indikatorplatte vor allem in den Randbereichen des Tuchabschnitts ein Feststoff-Rückstand ab, der sich bei schräger Auflicht-Beleuchtung visuell vom dunklen Hintergrund der Platte unterscheidet (Abb. 20). Ist die Indikatorplatte auf der Bühne eines geeigneten Mikroskops befestigt, so kann der Feststoff-Rückstand fotografiert und mit einiger Erfahrung der Masse nach geschätzt werden.

Die Indikator-/Tranfer-Platte ist eines der vielseitigsten, preiswertesten und leichtesten Prüfmittel für die direkte oder mikroskopische Visualisierung von sowohl partikulärer als auch filmischer Kontamination. Zudem lässt sie sich für die schnelle Beurteilung der Reinheit von Lösungsmitteln, Wischmitteln aber auch deren Reinigungs-Effektivität einsetzen.

Vorsicht bei sogenannten Praxis-Tests

In Reinraum-Betrieben ist immer wieder einmal die Aufgabe gestellt, die Funktionalität von Verbrauchs-Material zu prüfen, oder ggf. alternatives Verbrauchs-Material auszuwählen. Möchte man beispielsweise in Erfahrung bringen wie viele Partikel sich durch die mechanische Gebrauchs-Belastung (mehrfaches Falten, kontrollierter Wischvorgang) von einem Reinigungstuch lösen und in die Umgebung gelangen, so genügt es z. B. für eine gesicherte Qualitäts-Aussage keinesfalls, lediglich einen oder zwei Prüflinge zu untersuchen. Das betrifft auch Reinraum-Handschuhe und andere Reinraum-Verbrauchs-Materialien. Der Grund dafür liegt in den prinzipiell inhomogenen Strukturen von Materialien wie etwa diejenige von Polyester-Zellstoff-Tüchern oder PET-Gestricken. Bei Messreihen von 24 Einzelmessungen zeigten sich z. B. für den Parameter Luft-Partikel-Freisetzung Differenzen der einzelnen Messdaten im Verhältnis von max. 1:5. Erst eine größere Anzahl von Einzelmessungen lässt bei vielen Verbrauchs-

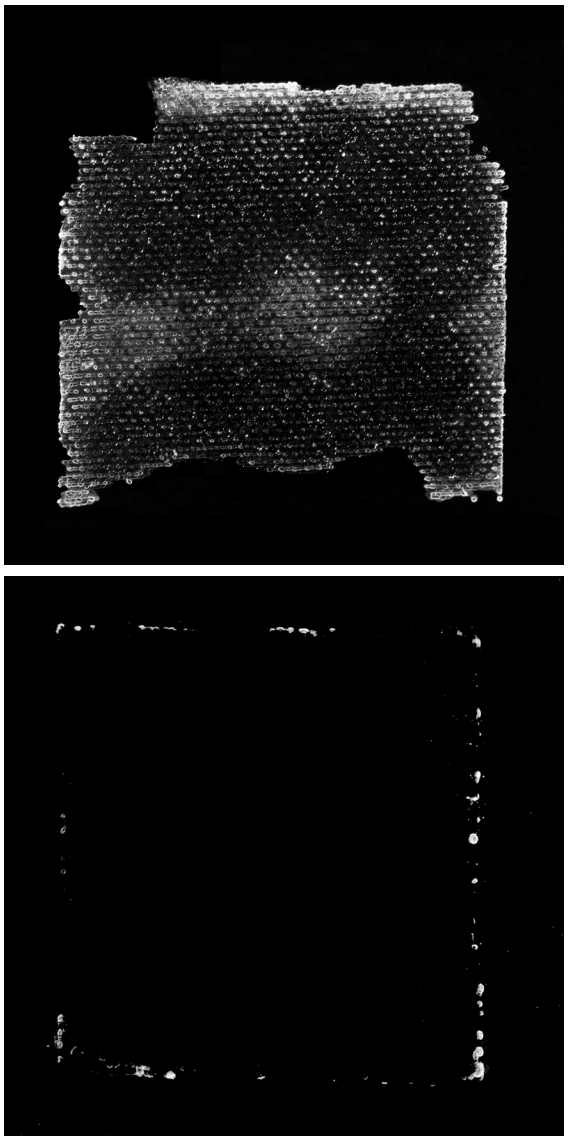


Abb. 20 Nicht-flüchtiger Rückstand (NFR) von Reinraum-Tüchern. Chemikalien-Rückstände aus Reinraumtuch nach Auftrocknen auf Labuda-Indikatorplatte (Oligomere, Tenside, Spinn- und Strickölreste), oben nach Acetontränkung, unten nach 2-Propanol-Tränkung

Einfaches Prüf-Instrumentarium, universell einsetzbar

materialien ein plausibles Messergebnis erwarten. Wenn der Variations-Koeffizient der gemessenen Einzelwerte über 50 % liegt, dann muss man daran denken die Mess-Methode infrage zu stellen. Praxis-orientierte Prüfmethoden wie manuelles Knüllen, Ziehen und Stauchen von Tüchern über der Partikelsonde oder Reiben der Handflächen im Tragezustand von Handschuhen sind ungeeignete Prüfmethoden, die den Gebrauchs-Stress der Materialien nicht realitätskonform simulieren. Weil dem Reinraum-Anwender normalerweise für diese Produkte jedoch kein geeignetes Prüf-Instrumentarium zur Verfügung steht und er zudem keine ausgebildeten Textil- oder Kautschuk-Prüfer beschäftigt, kommt es erfahrungsgemäß bei den sog. „Praxistests" der Anwender immer wieder zu wenig plausiblen Prüfergebnissen, welche dann jedoch in fehlerhafter Weise die Material-Auswahl bestimmen. Andererseits sind die Ergebnisse sinnvoll geplanter „Praxistests" nicht unwichtig, weil es beispielsweise ein Unterschied ist, ob in einer Fertigung ausschließlich glatte Oberflächen gereinigt werden oder glatte Oberflächen mit einer scharfkantigen Lochstruktur. Dies zeigt jedoch nur die Praxis.

In diesem Aufsatz beschreiben wir Simulation im Sinne des reproduzierbaren physikalischen Experiments. Wir empfehlen wenn irgend möglich zur Verbrauchsmaterial-Prüfung praxisnahe Prüfmethoden anzuwenden, mit denen sich zudem reproduzierbare Werte erreichen lassen. Alternativ kann man in der Prüfstelle eines Instituts prüfen lassen. Mit dem Labuda-Walk-Simulator simulieren wir beispielsweise die mechanische Verformung von Reinigungstüchern während ihres Gebrauchs und messen die dadurch bewirkte Partikelfreisetzung. Dies ist deswegen angezeigt, weil die Mechanismen der Partikelabgabe vom realen System (z. B. Reinigungstuch, Handschuh, Bekleidung) zu komplex sind, um eine exakte Lösung der Bewegungsgleichung zu ermöglichen. In einem derartigen System ist die Validierung des betreffenden Simulations-Modells von großer Bedeutung. Hier liegen denn auch die Ursachen für so viele Realitäts-ferne Messergebnisse. Das beste Beispiel dafür ist die viel geschmähte IEST-Tauchmethode mit ihrem abwegigen Simulations-Modell (Simulation von Luft-Partikel-Freisetzung durch Tauchen des Prüflings in ein DI-Wasser-Bad. Anschließend erfolgt die Bestimmung der freigesetzten Partikelmenge aus dem DI-Wasser.) Verformungsart, Verformungsarbeit und Reproduzierbarkeit der Stress-Anwendung sind stets maßgebend für ein realitätskonformes Prüfergebnis.

Bevor wir uns den unterschiedlichen Simulations- und Prüftechniken in Bezug auf das Reinraum-Verbrauchsmaterial zuwenden, noch einige grundlegende Worte zur aktuellen Situation der bei den Anwendern vorhandenen Mess- und Prüftechnik. Grundsätzlich müssen die Anwender darauf vertrauen können, dass die zugesagten Spezifikationswerte für das Reinraum-Verbrauchsmaterial seitens der Hersteller auch eingehalten werden. Die Problematik liegt in der geografischen

Veränderung der Fabrikationsorte. Waren es früher fast ausschließlich US-Hersteller sowie einige japanische und wenige europäische Hersteller die das Reinraum-Verbrauchsmaterial an ihren jeweiligen Heimatorten herstellten, so hat das verringerte Preisniveau in China, Malaysia und Thailand viele Hersteller dazu gezwungen entweder in diesen Ländern selber zu fertigen, oder das Material von den dort ansässigen Herstellern zu beziehen und weiter zu verkaufen. Europäische Verbrauchsmaterial-Importeure haben sich inzwischen aber ihre eigenen asiatischen Lieferquellen gesucht, um auch die amerikanischen Hersteller noch zu unterbieten. Es war eine natürliche Folge dieses Geschehens, dass die statistische Qualitäts-Überwachung der Produkte in vielen Fällen nicht gesichert ist oder zumindest nicht deutlich kommuniziert wird. Den Importeuren ist es nicht zuzumuten eine Qualitäts-Überwachung des bereits verpackten Produktes zu gewährleisten und so wird das Problem oftmals beiseite geschoben. In dieser Situation ist es für die Verbraucher sicher sinnvoll über ein einfaches Instrumentarium zu verfügen mit dessen Hilfe man zumindest grobe Fabrikationsfehler des Verbrauchsmaterials z. B. im Rahmen einer Waren-Eingangs-Prüfung schnell erkennen kann.
Wir empfehlen dazu folgendes Instrumentarium:

Stereo- oder Monotubus-Mikroskop
(z. B. Hersteller Motic Typ SMZ-171 TLED)

Digitalkamera
(z. B. Hersteller Motic und entsprechende Software)

Schräglicht-Beleuchtung
(z. B. Schott-Leuchte oder weiße Leuchtdioden-Zeile)

einige schwarze Kollektor-Platten mit Metall-Sockel
(z. B. Clear & Clean)

Pneumatische Vertikal-Presse
(z. B. Vogt AG - Lostorf/Schweiz)

Kompressor für Drücke von 1-5 bar mit Fußschalter
(z. B. Planet-Air Mod. L-B50-25)

Mit diesem simplen Instrumentarium ist es möglich, eine ganze Reihe aussagekräftiger Prüfungen durchzuführen. Das Stereo-Mikroskop erlaubt die Betrachtung von Oberflächen und Randbereichen von Reinraumtüchern, der Nähte von Reinraum-Bekleidung, der mechanischen Fertigungs-Qualität von Swabs, der Oberfläche von Reinraum-Handschuhen und vieles mehr. Mit einer Mikroskop-angepassten Digitalkamera und der geeigneten Software lässt sich all dies dokumentieren. Mit Hilfe der Kollektor-Platte und einer Schräglicht-Leuchte ist es möglich, Partikelablagerungen zu betrachten und mit geeigneter Software auch automatisch zu zählen. Bringt man einen Lösungsmittel-Tropfen auf die Kollektor-Platte auf, so lässt sich z. B. nach Trocknung desselben im Schräglicht sehr gut erkennen ob das Lösungsmittel ein hohes Maß an chemischer Reinheit hat. Bringt man einen Fingerabdruck auf die Indikatorplatte auf, so ist es nicht schwer beim Reinigen durch

ein Reinraum-Tuch dessen Reinigungs-Effektivität zu schätzen. Legt man einen Tuchabschnitt auf die Indikatorplatte und befeuchtet diesen mit einem Lösungsmittel, so lässt sich nach Trocknen des Lösungsmittels an den sichtbaren Rückständen in den Randbereichen erkennen, ob sich in dem Tuch Chemikalien-Rückstände befinden. Drückt man mit einer pneumatischen Presse mit Drücken von z. B. 3-5 bar eine Minute lang auf ein Reinigungstuch das sich auf einer Indikatorplatte befindet, so kann man anschließend mikroskopisch die freie angelagerte Partikelmenge des Tuchs abschätzen und zudem erkennen ob das Tuch chemische Rückstände enthält. Dies ist eine Prüfung die in ähnlicher Weise auch für Reinraum-Handschuhe beschrieben ist. Dabei ist es unerlässlich zuvor eine Grauwert-Prüfung ohne Tuchabschnitt zu machen.

Ausgewählte Prüfmethoden

Prüfung der Gebrauchs-Partikel-Freisetzung von Reinraum-Handschuhen

Beim Arbeiten mit Reinraum-Handschuhen werden durch die Gebrauchs-bedingte Material-Verformung von der Handschuh-Oberfläche Partikel freigesetzt. Vier Arten von Reinraum-Handschuhen sind im Gebrauch: Vinyl-, Latex-, Nitril- und PU-Vlies-Handschuhe. Die bekannteste Prüfmethode für Reinraum-Handschuhe ist die IEST-Methode RP-CC005.4 Sie ist auch unter der Bezeichnung „Liquid agitation particle generation test" bekannt geworden. Diese Methode simuliert jedoch auch nicht nahezu den Vorgang der Partikelfreisetzung der Handschuhe im trockenen Gebrauchszustand.

Handschuhe, Prüfung 1: IEST-Tauchmethode

Prüfmethode IEST-RP-CC005.4 (Okt. 2013) sieht vor (Abb. 22), den Handschuh-Prüfling nach Grauwert-Ermittlung im reinen Arbeitsumfeld mittels Greifzange über einem sorgfältig gereinigten Becherglas des Volumens 2000 ml festzuhalten und mit 750 ml 0,2 µm - gefiltertem DI-Wasser der chemischen Reinheit 18M-Ohm zu befüllen, so dass überschüssiges DI-Wasser in das Becherglas hineinfließt. Der nun sowohl außen als auch innen vom DI-Wasser benetzte Prüfling wird nach dem Füllen zunächst im Becherglas belassen. Das Becherglas mit Handschuh wird auf einen 2-Achsen-Schüttler mit einem Schüttelhub von 1,9 bis 2,5 cm befestigt und 10 min lang geschüttelt. Der Handschuh wird entfernt und entsorgt. Das Partikel-beladene DI-Wasser wird mittels Flüssigkeits-Partikelzähler oder mikroskopisch analysiert. Bei dieser Prüfmethode werden z. B. für einen Nitril-Handschuh durchschnittlich 700 Partikel > 0,5 µm/cm² Handschuhfläche gemessen. Die Handschuh-Oberfläche in cm² wird näherungsweise durch Masse-Vergleich eines Material-Ausschnitts der Abmessungen 50 x 50 mm bestimmt. Bei Vinyl- und Latex-Handschuhen sind es etwas weniger, bei den offenporigen PU-Vlies-Handschuhen mehr Partikel. Ein Reinraum-Handschuh der Größe XXL hat eine (äußere) Oberfläche von etwa 680 cm². Daraus errechnet sich eine Gesamt-Partikelmenge von 476.000 Partikel > 0,5 µm, die bei dieser Prüfmethode ins DI-Wasser hinein freigesetzt werden. Die Methode ist einfach in der Handhabung, sie simuliert jedoch nicht den Vorgang der

Abb. 21 C&C-ManuStretch-Test zur Bestimmung der Partikel-Freisetzung von Handschuhen.

Partikelfreisetzung von den Handschuhen im realen - also im trockenen Gebrauchszustand. Die so erhaltenen Prüfergebnisse sind nicht nahezu realitätskonform. Die Entwickler der IEST-Prüfmethode haben sich damals in den 80er Jahren offenbar dafür entschieden, die Unsicherheiten der Partikelhaftung, hervorgerufen z. B. durch wechselnde Oberflächen-Ladungen, zu umgehen. Vor die Wahl gestellt, haben sie sich auf den weniger plausiblen, dafür stabileren Parameter geeinigt. Das ist die Partikel-Freisetzung ins flüssige Medium hinein.

Handschuhe, Prüfung 2: C&C-ManuStretch-Test

C&C-ManuStretch-Test (Abb. 21). Zur Prüfung der Gebrauchs-bedingten Partikelfreisetzung von Reinraum-Handschuhen wurde eine alternative Methode entwickelt, die in weiten Grenzen der Gebrauchs-Handhabung von Reinraum-Handschuhen entspricht. Wie alle Prüfmethoden die auf der Freisetzung von Partikeln auf Oberflächen beruhen so unterliegt auch diese Methode den unwägbaren Einflüssen von Feuchte, Temperatur und statischer Elektrizität der Lagerungs- bzw. Prüf-Umgebung. Diese Einschränkungen treffen jedoch ebenso auf das geprüfte Material zu. Die Menge der freigesetzten luft-getragenen Partikel lässt sich prüfungsgemäß mit Hilfe eines Luftpartikelzählers bestimmen. Dazu wurde die folgende Prüfbewegung definiert:

Die mit dem Reinraum-Handschuh bekleidete Hand wird zur Faust geballt und innerhalb einer Sekunde bis zur höchst möglichen Breite geöffnet. Dieser Vorgang erfolgt zehn Mal innerhalb von zehn Sekunden. Der Arm des Prüfers ruht während der Prüfung auf einer eigens dafür geschaffenen Armablage oberhalb der Sonden-Ebene. Die Methode gilt dann als plausibel, wenn der Variationskoeffizient der zehn Zähl-Variablen innerhalb von 50 % liegt. Um etwaige Ausreißer von der Berechnung auszuschließen nehmen wir von einer Reihe mit 24 Zufallswerten sowohl die 2 oberen als auch die 2 unteren Werte von der Berechnung aus. Bei 36 Zufallswerten sind es die 3 oberen und die 3 unteren, die wir unberücksichtigt lassen.

Bei Reinraum-tauglichen Nitril-Handschuhen ergab sich bei 24 Messzyklen von je 60 Einzelmessungen - also insgesamt

1440 Einzelmessungen - nach Abzug der beiden Höchst- und Niedrigstwerte ein Durchschnittswert von 78 Partikel > 0,5 µm bei einer Messzeit von 1 Messung pro 2,5 Minuten. Wir werden anhand von Messreihen bei verschiedenen Konditionierungen der Prüflinge feststellen, ob sich die relative Umgebungsfeuchte auf die elektrische Oberflächenladung der Handschuhfolie und somit die Partikelfreisetzung auswirkt bzw. ob sich im Tragezustand der Handschuhe überhaupt eine Oberflächenladung aufbaut.

Prüfung der Gebrauchs-Partikel-Abgabe von Reinigungs-Tüchern

Ziel jeder wischenden Reinigungsprozedur ist die Herbeiführung eines System-kompatiblen Reinheitszustands der Objekt-Oberflächen. Dabei entsteht aber gleichzeitig ein (relativ geringfügiger) Verunreinigungs-Zuwachs auf der Objekt-Oberfläche durch die Inhaltsstoffe des Reinigungstuchs. Das sind zumeist Partikel, Spinfinish-, Tensid-und Lösungsmittel-Rückstände aus den Fertigungs-Hilfsstoffen der Spinn- oder Strickprozesse. In vielen Fällen beeinträchtigt der verbleibende Verunreinigungs-Rückstand auf der Oberfläche deren Funktionalität nur wenig oder gar nicht. In anderen Fällen schränkt er sie jedoch deutlich ein. Dies kann beispielsweise bei manchen Systemen der Optik, Elektronen-Optik und Lasertechnik aber auch bei den Plasma-Ätzsystemen der Halbleiterfertigung, den Fertigungsverfahren der Klebetechnik und bei der Fertigungsvorbereitung für automatische Lackierverfahren der Fall sein.

Ein großer Teil von Reinigungstüchern wird im teilbefeuchteten Zustand eingesetzt - wenn nämlich vor der Reinigungs-Durchführung auf die Mitte des Tuchs ein Lösungsmittel aufgegeben wird. Ein vermutlich ebenso großer Teil der Tücher wird bereits im Lösungsmittel-getränkten Zustand angeliefert (Feuchttücher). Lediglich ein geringer Teil der Reinraum-Tücher wird z. B. zum wischenden Entfernen von Flüssigkeits-Lachen im Trockenzustand eingesetzt. Nach einer Feuchtreinigung verbleiben auf der Objektoberfläche andere Partikelmengen als nach einer Trockenreinigung oder auch als beim Trockenwischen von Objekt-Oberflächen. Keine der weiter unten beschriebenen Prüfmethoden ist geeignet, die erwähnten Einflüsse auf den jeweiligen Reinheitszustand der Objektoberfläche zu simulieren. Es sollte also möglichst diejenige Prüfmethode ausgewählt werden, die den höchstmöglichen Aufschluss über den Erfolg der jeweiligen Reinigungsprozedur verspricht. Leider stehen wenige brauchbare und gleichzeitig bezahlbare Messgeräte für die Bestimmung von partikulärer Oberflächen-Reinheit zur Verfügung. Bisher hilft man sich durch die Bestimmung der Partikelmenge, die durch diverse Simulations-Methoden aus dem Tuch freigesetzt und sodann quantitativ bestimmt wird. Leider sind diese Methoden jedoch zumeist nicht realitätskonform. Finden sich doch auf einer sorgfältig gereinigten Glasplatte nurmehr wenige Partikel pro cm². Bei der Prüfmethode IEST RP-CC004.3 messen wir hingegen Millionen.

Reinigungs-Tücher: IEST-Tauch-Methode

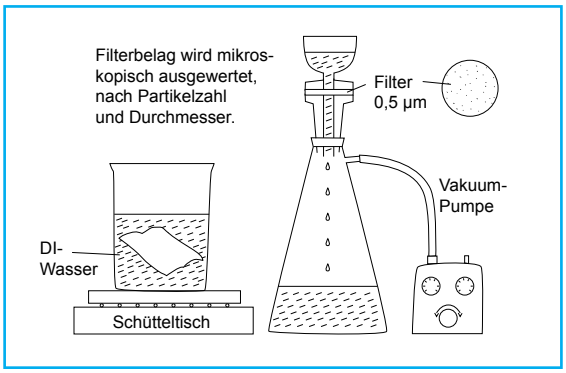


Abb. 22 Prüfschema für Reinraum-Tücher nach Methode IEST-RP-CC004.3 (Tauchmethode)

Prüfmethode IEST-RP-CC004.3 (Abb. 22). Die Partikelfreisetzung von Reinraumtüchern ins flüssige Medium unterliegt anderen Gesetzmäßigkeiten als die Partikelfreisetzung in die Umgebungsluft. Im DI-Wasser sind die Haftkräfte zwischen Partikel- und Garn-Oberfläche praktisch aufgehoben. Die Partikel lösen sich schon beim Eintauchen des Prüflings in großer Zahl von der Faser-Oberfläche und finden ihren Weg in das flüssige Medium hinein. Dies ist auch der Grund für die außergewöhnlich großen Partikelmengen die bei dem Test freigesetzt werden. Die Prüfmethode schreibt vor, dass - nachdem eine Grauwert-Messung stattgefunden hat - eine Kunststoffschale von 4 Liter Inhalt mit 600 ml Prüf-Flüssigkeit, (wahlweise DI-Wasser, DI-Wasser-Isopropyl-Alkohol-Gemisch oder DI-Wasser-Tensid-Gemisch) gefüllt und auf einem 2-Achsen-Schüttelgerät mit 10-13 mm Schüttelhub befestigt wird. Anschließend wird das Reinraumtuch (Prüfling) in die Schale mit der Prüfflüssigkeit gelegt, so dass es vollständig von der Flüssigkeit bedeckt ist. Dann wird der Prüfling 5 Minuten lang bei 500 UPM geschüttelt. Er wird anschließend aus der Schale entfernt, 30 s lang abtropfen lassen und entsorgt. Die in der Prüfflüssigkeit befindlichen Partikel werden nun mittels Flüssigkeits-Partikelzähler oder nach Filtrierung durch 0,5 µm Porenfilter mikroskopisch analysiert.

Reinigungs-Tücher: Gelboflex-Methode

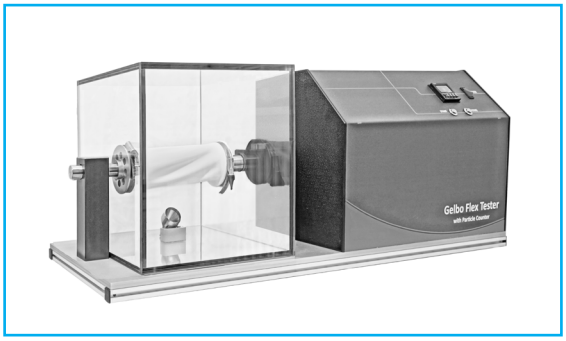


Abb. 23 Flextester nach Gelbo

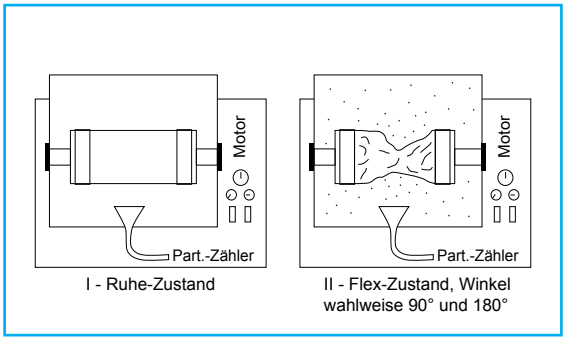


Abb. 24 Schema Flextester nach Gelbo in zwei Zuständen

Gelbo-Flex-Prüfmethode nach ASTM-395 bzw. DIN EN ISO 9073-10 (Abb. 23, 24). Der modifizierte Gelboflex-Test nach DIN EN ISO 9073-10 ist eine Prüfmethode zur Erfassung der Bewegungs-induzierten Partikelabgabe von Reinraum-Tüchern oder Folien. Bei dieser Prüfmethode die auch zur Bestimmung der Partikelfreisetzung von Folien, textilen und anderen Flächengebilden unter Torsions-Belastung vorgesehen ist, befindet sich der Prüfling in einer von Reinstluft durchströmten Kammer, in der mindestens die Bedingungen der Reinraumklasse 3 nach ISO 14644-1 (2014) eingehalten werden sollten. Der formatierte Prüfling (Reinigungstuch, Kunststoff-Folie oder Papier) wird mittels Schellen auf zwei gegenüberliegend angeordneten, drehbar gelagerten Scheiben befestigt. Die Scheiben werden zur Prüfungs-Durchführung motorisch gegeneinander verdreht. Gleichzeitig wird der Abstand der Scheiben voneinander zyklisch verringert und erhöht. Dabei gelangen von der Oberfläche des Prüflings freigesetzte Partikel in dessen periphere Umgebung und werden - sofern sie in den Ansaug-Luftstrom des Partikelzählers gelangen - gezählt und nach Feret-Durchmesser klassifiziert.

Der Gelboflex-Simulator leistet ausgezeichnete Dienste bei der Knickbruch-Prüfung von Kunststoff-Folien und anderen Flächengebilden bei der Simulation von Prozessen mit großen Leistungen mechanischer Arbeit. Für Prüfaufgaben, welche die Simulation der Partikelfreisetzung bei Prozeduren geringer und geringster Leistungen mechanischer Arbeit erforderlich machen wie das 2-malige Falten eines Reinigungstuchs ist er jedoch weniger geeignet. Das Gerät leistet selbst im Minimal-

betrieb noch ein Vielfaches der zur Simulation solcher Prozeduren erforderlichen physikalischen Arbeit. Zudem entstehen bei dem Simulator durch die scharfkantigen Befestigungs-Schellen Handhabungs-Probleme bei der Prüflings-Befestigung. Es werden bei der Prüflings-Befestigung relativ große Partikelmengen abgeschert, die nach Einschalten des Geräts von ihren temporären Ruheorten freigesetzt werden und die nachfolgende Messung beeinträchtigen können. Zudem bietet das Gerät keinen kanalisierten Strom der vom Prüfling vermittels der Torsions-Bewegung freigesetzten Partikel hin zur isokinetischen Sonde des Luftpartikel-Zählers führt. Auch verändert sich während der Simulation konstruktiv bedingt ständig der Abstand zwischen Prüflings-Oberfläche und Sonden-Ebene. Aus den genannten Gründen war es nötig geworden einen Simulator zu entwickeln, bei dem den erwähnten Nachteilen des Gelboflex-Simulators weitgehend Rechnung getragen wurde. Dies ist der Walk-Simulator nach Schöttle und Labuda.

Reinigungs-Tücher: C&C-Transfer-Test

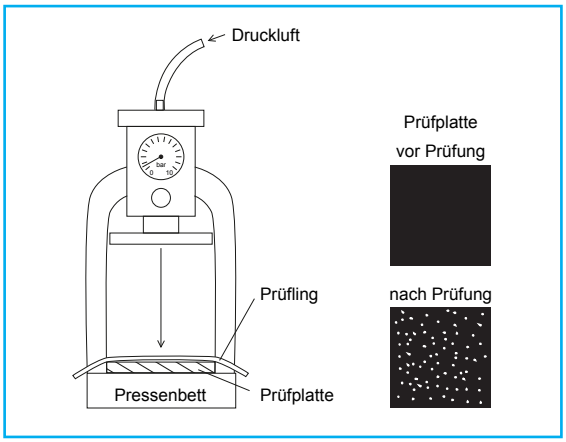


Abb. 25 Prüfschema für C&C-Partikel-Transfer-Test

C&C-Partikel-Transfer-Test (Abb. 25). Bei dieser z. Zt. in der Erprobungsphase befindlichen C&C-Testmethode wird beispielsweise eine Kollektor-Platte von hoher Oberflächen-Reinheit und geringer Rauheit mit einem definierten Anpressdruck von 0,35 bar/cm² mittels einer pneumatischen Presse für die Dauer von 2 Sekunden an die zu prüfende Tuch-, Folien- oder Papier-Oberfläche angepresst. Dadurch werden auf der Material-Oberfläche befindliche Partikel und Faserfragmente auf die Analysenplatte übertragen und finden dort vermittels der rapiden Haftkräfte-Veränderung einen neuen Ruheort. Der solchermaßen auf die Analysenplatte gelangte Teilchenbelag kann mikroskopisch mit Hilfe geeigneter Software für die Partikel-Analyse [6] ausgewertet werden.

Hauptanliegen bei der Entwicklung dieses Prüfkonzepts war die Umgehung der Auswirkungen ständig wechselnder Haftkräfte durch elektrische Ladungsphänomene, relativer Umgebungsfeuchte und Temperatur. Ein ähnlicher Test ist bereits von Sovinsky (NASA) [29] beschrieben.

Reinigungs-Tücher: C&C-Walk-Test

C&C-Labuda-Walk-Test (Abb. 26, 27). Mit dem Walksimulator Mk1 - nach Schöttle/Labuda - ist es möglich, die spezifische Partikelfreisetzung beim Gebrauch von Reinraum-Tüchern in der trockenen Handhabungsphase zu simulieren. Dazu wird ein Tuchabschnitt der Abmessungen von 220 x 50 mm unter definierter Zugbelastung im Umschließungswinkel von 180° um einen Walkdorn von 2,8 mm Durchmesser herumgelegt und mehrfach hin- und herbewegt. Der Walkdorn ist unmittelbar oberhalb der isokinetischen Sonde eines Luftpartikelzählers angeordnet. Bei diesem Vorgang wird das textile Material gewalkt und die freigesetzten Partikel werden mittels Luft-Partikelzähler gezählt, datentechnisch erfasst und nach Feret-Durchmesser klassiert. Das Gerät bietet sich also als sinnreiche Ergänzung zum Gelboflex-Testgerät an, wenn die

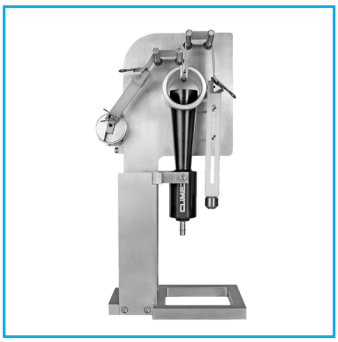


Abb. 26 Walksimulator Mk I nach Schöttle / Labuda

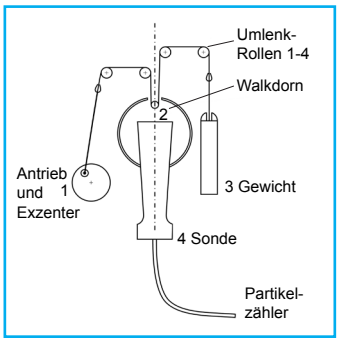


Abb. 27 Prüfschema für den Labuda-Walk-Test

Aufgabe gestellt ist, geringe und geringste Mengen mechanischer Arbeit zu simulieren. Dieses Simulationsmodell bildet den mechanischen Vorgang des Knüllens und Faltens nach, ohne dass es dabei jedoch zu unkontrollierten Abstands-Veränderungen des Prüflings relativ zur Partikelsonde kommt, wie es beim Gelboflex-System der Fall ist. Zudem geschieht all dies bei Realitäts-konformem Energie-Eintrag. Auch bei dieser Prüfmethode dürfen jedoch die Einflüsse von Materialfeuchte und elektrischen Feldern auf die Partikel-Haftkräfte nicht unberücksichtigt bleiben.

Reinigungs-Tücher: Piezoelektrische Wägung

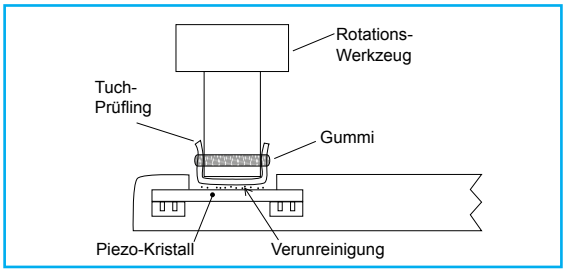


Abb. 28 Prüfschema: Piezoelektrische Wägung des Masse-Transfers vor und nach einer Verunreinigung.

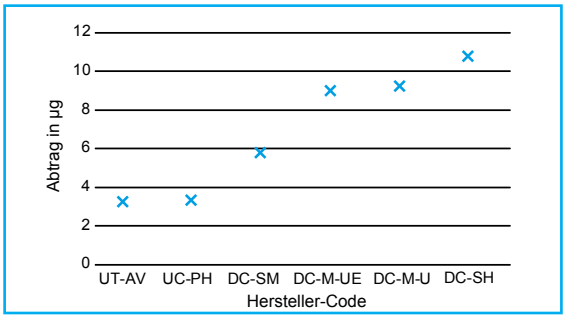


Abb. 29 Diagramm: Abtrag der Verunreinigungs-Masse von einer Schwingquarz-Platte. 6 Reinraum-Tücher, drei verschiedene Hersteller.

C&C-Masse-Transfer-Test. (Abb. 28). Wir wollen gerne die Masse bestimmen, die beim Einsatz von Reinraum-Tüchern auf Oberflächen übertragen wird. Dazu hatten wir mit unterschiedlichen Tücher-Fabrikaten kontrolliert über die reine Oberfläche des Schwingquarz einer piezoelektrischen Waage gewischt. Anhand der dadurch bewirkten Frequenz-Änderung lässt sich die Masseveränderung errechnen. Es zeigte sich bei den Versuchen jedoch, dass die aus dem Tuch auf den Kristall übertragene Masse mit < 50 ng zu gering war, um dauerhaft plausible Daten zu erzeugen. Die auf den Schwingquarz übertragenen Massen lagen im untersten Messbereich der Quarzwaage und die Variations-Koeffizienten der Messreihen schwankten zwischen 50 und 150 %.

Wir waren also letztlich auch bei diesen Experimenten auf die bewährte Indikatorplatte angewiesen. Auf diese Weise erhielten wir zwar keine numerischen Daten aber doch eine gute Visualisierung der übertragenen filmischen Kontamination (Abb. 30, 31 und 32).

Ein weiteres Experiment im Zusammenhang mit der piezoelektrischen Mikro-Wägetechnik sollte uns darüber Aufschluss geben wie hoch die Masse ist, die sich beim Gebrauch unterschiedlicher Reinraumtücher mittels mechanischer Bewegung von einer Öl-beschichteten Schwingquarz-Oberfläche abtragen lässt. Für die Versuche hatten wir jeweils 12 Reinraum-Tücher 6 unterschiedlicher Typen von drei konkurrierenden Herstellern ausgewählt. Bei der Auswertung blieben jeweils die niedrigsten

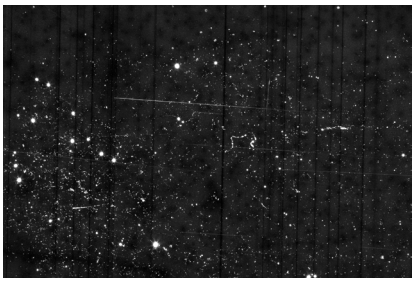


Abb. 30 C&C-Transfer-Test: Filmische Kontamination Reinraum-Tuch DC-MU-EC

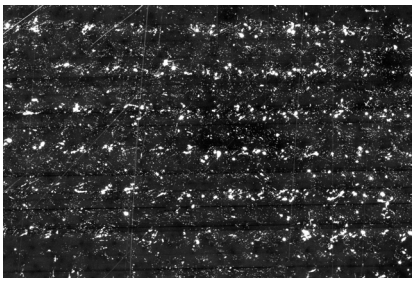


Abb. 31 C&C-Transfer-Test: Filmische Kontamination Reinraum-Tuch UT-V

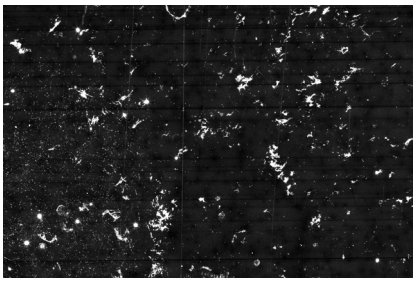


Abb. 32 C&C-Transfer-Test: Filmische Kontamination Reinraum-Tuch DC-SM

und höchsten Messwerte unberücksichtigt. Es zeigten sich die im Diagramm Abb. 29 dargestellten Resultate. Auch aufgrund dieser Ergebnisse zeigt sich einmal mehr, dass die Reinigungsleistung der international angebotenen Reinraumtücher im Verhältnis 1:3 variierte. Ähnliche Ergebnisse hatten wir schon bei Versuchsreihen mit der Reinigungs-Effektivitätmessung nach Labuda erhalten.

Prüfung der Gebrauchs-Partikel-Abgabe von Reinraum-Bekleidung

Bei der Prüfung von Reinraum-Bekleidung soll die Partikelmenge bestimmt werden, die im Tragezustand von der Bekleidung in die Umgebung hinein freigesetzt wird. Dabei sind folgende Freisetzungs-Mechanismen von Belang:

- Partikelfreisetzung durch Verformung des textilen Materials
- Die Partikelemission durch den Pumpeffekt aus den Armbündchen, Hosenbein-Öffnungen und Kragenabschlüssen
- Der Partikelabrieb durch den Kontakt mit Objekten
- Die Übertragung filmischer Verunreiniger auf Objekte

Die o. a. Freisetzungs-Mechanismen lassen sich nicht im Rahmen einer einzigen Prüfmethode simulieren. Nachstehende Prüfmethoden für die Partikel-Freisetzung sind bekannt geworden:

1- Methode ASTM F51-00 (Suction-Method)
2- Helmke-Drum-Test nach IEST-RP-CC003.4
3- Containment Test nach IEST-RP-CC003.4

Prüfung 1: ASTM-Methode

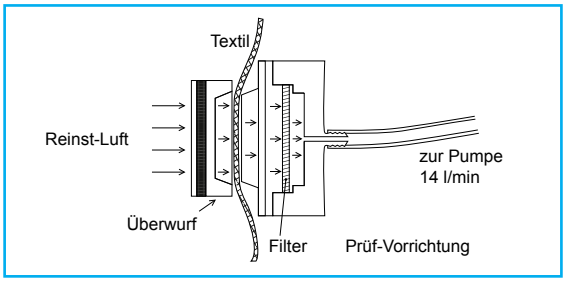


Abb. 33 Prüfschema für Reinraum-Bekleidung nach Methode ASTM F51-68

Prüf-Methode ASTM F51-68 (Suction-Method) (Abb. 33). Diese leicht durchzuführende Prüf-Methode basiert auf dem Durchsaugen partikelarmer Luft durch die Poren eines zu prüfenden Reinraum-Bekleidungs-Stücks. Dadurch wird ein Teil der Partikel die sich im Durchströmungs-Bereich der Poren befinden von den Oberflächen entfernt. Dieser wird auf einem Filter gesammelt oder einem elektronischen Zählvorgang zugeführt. Der andere Teil hingegen bleibt bei dieser Methode unberücksichtigt. Aus physikalischen Gründen werden dabei vor allem die größeren Partikel von der Fibrillen-Oberfläche abgelöst. Dabei wird jedoch nicht die gleiche physikalische Arbeit simuliert, die im Tragezustand des Bekleidungsstücks Ursache der Partikelfreisetzung ist. Dennoch hat die Methode weithin Bekanntheit erlangt und wird oft eingesetzt.

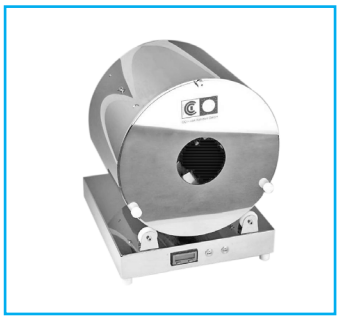


Abb. 34 Prüfgerät: Helmke-Drum, Bestimmung des Partikel-Belags von Reinraum-Kleidung, CCI von Kahlden

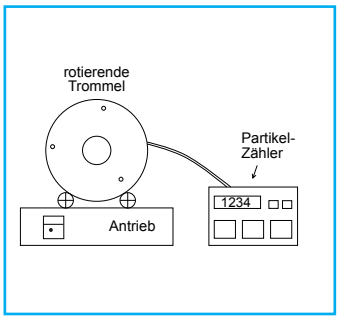


Abb. 35 Prüfschema für Reinraum-Bekleidung nach Methode IEST-RP-CC003.4 (Helmke Drum Test)

Prüfung 2: Helmke-Drum-Test

Helmke-Drum-Prüfmethode nach IEST-RP-CC003.4 (Abb. 34, 35). Bei der Helmke-Drum-Testmethode nach IEST-RP-CC003.4 wird das Bekleidungsstück in eine bewegliche Trommel, ähnlich einem Wäschetrockner gegeben. Die Trommel wird zum Zweck der Partikelfreisetzung rotieren lassen während sie mittels Luft-Partikelzähler gemessen wird. Es lässt sich vermuten, dass es durch den Vorgang des Umwälzens nicht nur zur Freisetzung der vorhandenen Partikel auf der Textil-Oberfläche kommt, sondern auch zu einer Generierung von Partikeln durch Material-Abrieb. Aber auch diese Art der Partikelfreisetzung ist simulations- und messtechnisch gesehen nicht praxisnah, weil nicht ausgeschlossen werden kann, dass ein Teil der freigesetzten Partikel von Oberflächen-Domänen differenzierter elektrischer Ladungspolarität wieder angezogen wird und im gleichen Bekleidungsstück neue Ruheorte findet, ohne in die Messung eingegangen zu sein. Dennoch wird auch diese Prüfmethode weltweit eingesetzt, vor allem weil bisher kaum plausible Alternativen bekannt sind.

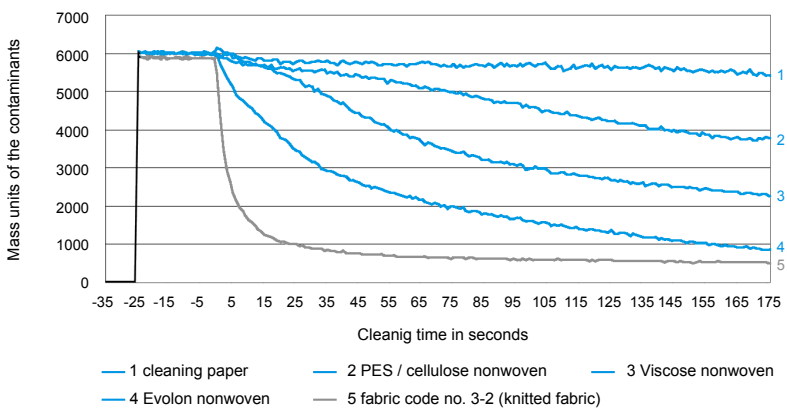


Abb. 36 Diagramm: Reinigungsleistung von Vliesstoff-Tüchern im Vergleich zu einem Gestrick-Tuch (Tuch-Code 3-2), gemessen mit dem Labuda-Rotations-Simulator Mk III (Abb. 37). Die Reinigungsleistung des Gestrick-Tuch (grau) ist deutlich höher als diejenige der Vliesstoff-Tücher.

Prüfung 3: Containment-Methode

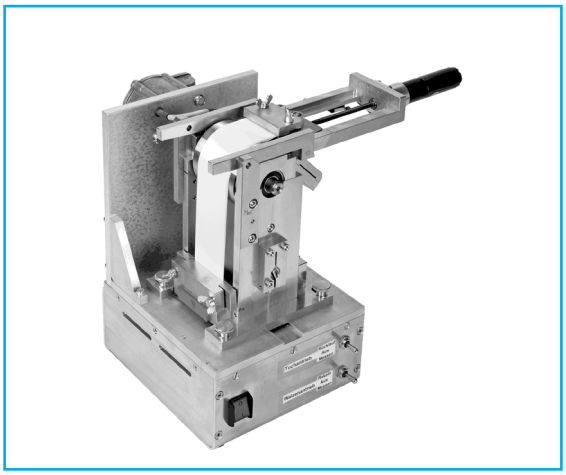


Abb. 37 Labuda-Rotations-Wischsimulator Mk III in Betriebs-Stellung Der Spannhebel S wird in die Betriebs-Stellung gebracht während eine Öl (Fluorol)-beschichtete Walze rotiert. Die Ölschicht wird langsam durch das Tuch abgetragen, und die Masse des Abtrags wird gemessen.

Containment-Prüfmethode nach IEST- RP-CC003.4 (nicht abgebildet). Die Methode ist vom Ansatz her die plausibelste aller Prüfmethoden der Partikel-Freisetzung des mit Reinraum-Bekleidung bekleideten Menschen, weil alle o. a. Partikel-Freisetzungs-Mechanismen im Messergebnis integriert sind. In der Methoden-Beschreibung der IEST-RP-CC 003.2 [10] ist sie als „BodyBox-Test" beschrieben. Die BodyBox wurde von Thomas von Kahlden und Carsten Moschner nachgebaut und von Moschner für generelle Untersuchungen der Partikelfreisetzung von Mensch und Bekleidung genutzt, deren Ergebnisse als Publikation vorliegen [8, 9]. Es handelt sich bei dem Gerät um eine mit einem Lochboden versehene, hermetisch abgeschlossene Kammer von 1,48 m² Grundfläche. Sie wird von der Filterdecke her über den Luftauslass am Boden mit einer Anström-Geschwindigkeit von bis zu 0,5 m/s = 1605 m³ Reinstluft pro Stunde durchströmt. In der Kammer befindet sich eine mit ausgewählter Reinraum-Kleidung bekleidete Testperson, die ein vorgegebenes Bewegungs-Programm absolviert. Die von der Test-Person zusammen mit der Bekleidung abgegebenen Partikel werden an den (in der IEST-Empfehlung nicht spezifizierten) Probenahme-Punkten der BodyBox mit Hilfe von Partikelzählern gezählt und nach Feret-Durchmesser klassifiziert. Leider betrifft dies auch die individuell sehr unterschiedliche Partikelabgabe der jeweiligen Testperson, so dass das Ergebnis für die Beurteilung des Bekleidungsstücks allein kaum brauchbar ist.

In einem anderen Zusammenhang ist jedoch die Containment-Methode tatsächlich von besonderem Interesse: Die BodyBox ermöglicht es, die vom bekleideten Menschen pro Zeiteinheit freigesetzte Partikelmenge in Erfahrung zu bringen und zu der im Reinraum befindlichen Partikelmenge in Beziehung zu setzen. So lässt sich der prozentuale Anteil der vom Mensch-Bekleidung-System freigesetzten Partikel an der Reinraum-Atmosphäre genauer als zuvor bestimmen. Dies ist ein großer Gewinn für die Reinraum-Technik im Allgemeinen und für die Bestimmung der anteiligen Verbrauchs-Material-induzierten Partikelmenge im Besonderen.

Teil III - Argumente

Die Gebrauchs-bedingte Partikel-Freisetzung von Reinraum-Verbrauchs-Material im Vergleich zur Gesamt-Partikel-Menge im Groß-Reinraum liegt bei < 2 %

Die Fragestellung ist: Welchen prozentualen Anteil hat die Partikelfreisetzung einzelner Reinraum-Verbrauchsmaterialien an der Gesamtmenge der im Reinraum befindlichen Partikel.

Bei einem ISO-Klasse 4-Reinraum (Fed-Std Klasse 10) von 5000 m² Grundfläche und 3,5 m Deckenhöhe beträgt das Volumen 17.500 m³. Die max zugelassene Partikelanzahl beträgt für die ISO-Klasse 4 = 352 Partikel > 0,5 µm/m³. Wir nehmen jedoch erfahrungsgemäß an, dass max 20 % der zugelassenen Partikel-Menge tatsächlich im Reinraum vorhanden sind. Das entspricht 70,4 Part/m³ > 0,5 µm. Bei 300 Luftwechseln pro Stunde passieren den Reinraum von 17.500 m³ innerhalb von 24 Stunden also 8,8 GPart (17.500 x 70,4 x 24 x 300 = 8,87 x 10^9).
Die Gesamt-Partikelfreisetzung im Reinraum entspricht demnach 8,8 GPart/Tag. Stellen wir der o. a. Partikel-Produktion nun die jeweiligen Partikel-Freisetzungs-Daten des Verbrauchsmaterials gegenüber:

Mensch und Bekleidung

Mensch und Bekleidung setzen nach den erwähnten BodyBox-Versuchen [8, 9] pro Person gemittelt zwischen den Bewegungsmodi „gehen" und „stehen" 67,6 kPart. > 0,5 µm/min frei. Dies trifft jedoch nur für Personen zu, die mit Baumwoll-Jogging-Anzug, Reinraum-Overall, Vollschutzhaube und kniehohen Überziehstiefeln bekleidet sind.

Die Berechnung: zeigt 67 x 1440 min/Tag = 96,5 MPart pro Person x 50 Mitarbeiter. Das wären: 4,82 GPart > 0,5 µm/24h, die von Mensch und Bekleidung freigesetzt werden. Die Menge entspricht 54,8 % der Gesamtpartikelmenge von 8,8 GPart, die den Reinraum innerhalb von 24h durchströmt.

Handschuhe

Von den Handschuhen werden bei einer Faust-Streck-Bewegung mit beiden Händen im behandschuhten Zustand zusammen ca. 156 Part > 0,5 µm abgegeben. Angenommen 50 Mitarbeiter machen alle 5 Sekunden mit beiden behandschuhten Händen diese Faust-Streck-Bewegung. Dann würden dabei in 24 Stunden 156 x 12 x 60 x 24 x 50 Partikel = 134,8 MPart freigesetzt. Das wären: 0,135 GPart > 0,5 µm/24h die von den Handschuhen freigesetzt würden. Die Menge entspricht 1,5 % der 8,8 GPart > 0,5 µm/24h, die en Reinraum insgesamt passieren. Weil das angenommene Prüf-Szenario jedoch bewusst übertrieben ist, darf hier getrost mit einem Prozentsatz deutlich unter 1 % gerechnet werden.

Reinigungs-Tücher

Sogenannte Reinraumtücher werden oft im Trockenzustand aus der Verpackung entnommen, 2fach gefaltet, anschließend mit einem IPA-DIW-Gemisch getränkt und in diesem Zustand eingesetzt. Die Partikelfreisetzung derselben findet jedoch vor Allem im Trocken-Zustand statt. Bei der Packungs-Entnahme und dem 2-fachen Faltvorgang messen wir insgesamt max 100 Part > 0,5 µm. In einem Reinraum mit 50 Mitarbeitern

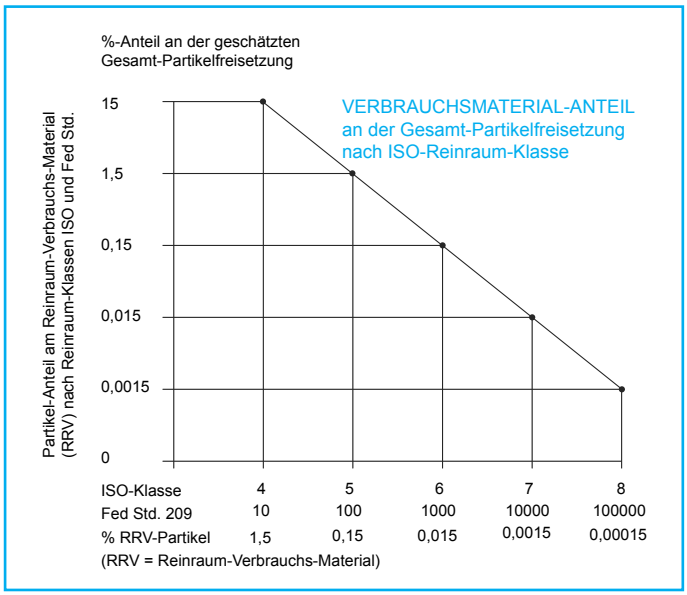


Abb. 38 Prozentualer Anteil der Partikel-Freisetzung des Reinraum-Verbrauchs-Materials RRV an der Gesamt-Partikel-Freisetzung gestaffelt nach Reinraum-Klassen.

werden beispielsweise pro Jahr 120000 Reinraumtücher verbraucht. Das sind 330 Tücher pro Tag. Von diesen werden insgesamt 33000 Partikel freigesetzt. Das entspricht: 0,033 MPart > 0,5 µm/24h entsprechend 0,36 % der Gesamt-Partikelmenge von 8,8 GPart, die den Reinraum innerhalb von 24h passiert.

Addieren wir die Prozentanteile der Posten Mensch und Bekleidung, Reinraum-Handschuhe und Reinraum-Tücher an der Gesamt-Partikelmenge die den Reinraum passieren dann kommen wir zum Ergebnis, dass Mensch und Bekleidung zusammen 54 % zum Partikel-Aufkommen im Reinraum beitragen. Die Material-Gruppen Handschuhe und Reinigungstücher zusammen genommen tragen jedoch lediglich 1,9 % bei.

Fazit

Knapp 55 % der Partikelfreisetzung in einem Reinraum der Klasse ISO 4 wird von den dort arbeitenden Menschen und ihrer Bekleidung freigesetzt. Die Partikelfreisetzung von den Reinraum-Verbrauchsmaterialien Handschuhe und Reinigungstücher ist mit insgesamt < 2 % vernachlässigbar gering. All dies ist gerechnet unter der Annahme dass der zugrunde gelegte Reinraum lediglich mit einer Partikellast von 20 % der maximal zugelassenen Partikelgrenzlast betrieben wird.

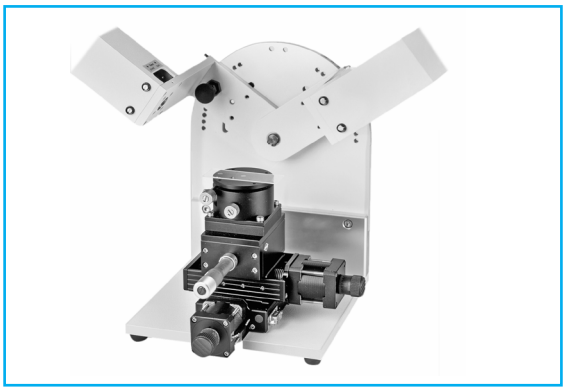


Abb. 39 DRE-Riss-Ellipsometer

Die Reinräume der Halbleiterindustrie gehören - über alle Branchen gesehen - zu denen mit der höchsten Luftreinheit. Es ist also gerechtfertigt anzunehmen, dass in den meisten Reinräumen anderer Branchen die Partikelbelastung der Reinraum-Atmosphäre höher ist als im o. a. Beispiel angeführt. Das bedeutet: Der Prozentsatz der Partikelbelastung durch den Einsatz des Reinraum-Verbrauchsmaterials verringert sich mit zunehmender ISO-Reinraumklasse um jeweils eine Zehner-

potenz. Damit ist die Aussage der Autoren Bürger, Gommel, Brückner und Käfer von Fraunhofer-IPA [5] widerlegt, zumindest jedoch gravierend in Frage gestellt.

Reinraum-Verbrauchsmaterial ist nur bedingt Spezifizierungs- und Zertifizierungs-tauglich

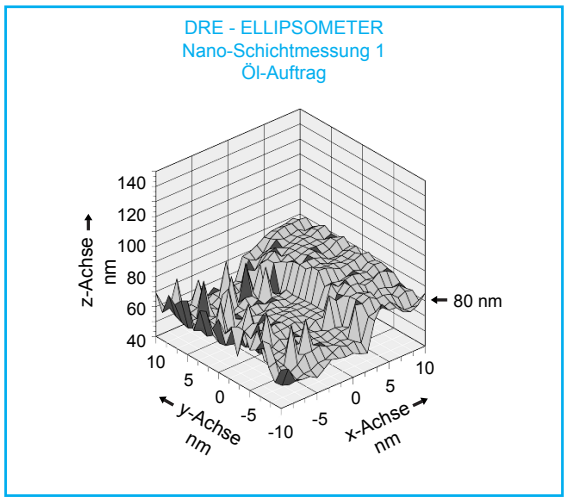


Abb. 40 Substrat: beschichtetes Silikatglas - Walz-Auftrag einer Öl-Schicht

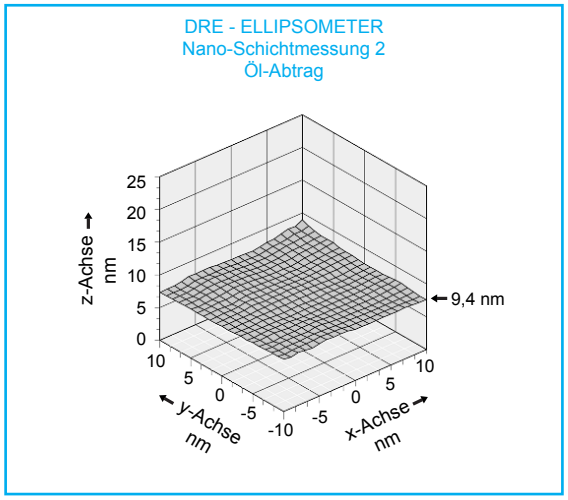


Abb. 41 Substrat: beschichtetes Silikatglas - Reinigung durch trockenes Tuch

Reinraum-Verbrauchsmaterial-Hersteller sind hauptsächlich „Converter" (engl. für Verbrauchsmaterial-Hersteller). Das sind Unternehmen, die das Produkt einer großtechnischen Produktion wie Vliesstoff-, Gestricke-, Gewebe- oder Papier-Großrollen in kleinere, handgerechte Einheiten wie Tücher, Blätter oder Kleinrollen „konvertieren", das bedeutet 4-stufig bearbeiten. Die vier Fertigungsstufen für die Techniken des Reinen Arbeitens sind: Formatieren, Dekontaminieren, Prüfen und Verpacken. In Tab. 3 ist der Fertigungsfluss einiger Reinraum-Verbrauchs-Materialien vom Basis-Material über die Roh-Material-Fertigung bis hin zum Converter-Betrieb Branchen-überquerend aufgezeigt. Dabei wird deutlich, dass sich bestimmte Inhalts-Stoffe aus den Fertigungs-Stufen I und II bereits im Material befinden, wenn dieses beim Converter angeliefert wird. Für solche Produktgruppen ist eine Spezifizierung/Zertifizierung dann prinzipiell nicht nötig wie z. B. bei Verpackungsfolien oder nicht möglich wie bei Vliesstoff-Tüchern.

Die Hersteller von Rollenware sind beispielsweise nicht in der Lage, dem Converter die reintechnischen Parameter Partikelfreisetzung und Ionenbestand zu garantieren. Sie besitzen weder das messtechnische Instrumentarium noch die notwendige Fertigungs-Erfahrung, noch die Möglichkeit einer Qualitäts-Überwachung für dieses spezielle Produkte-Spektrum. Zudem sind die in der Reintechnik-Branche benötigten Materialmengen für die Roll-Goods-Hersteller vergleichsweise gering. Eine große Spunlace-Maschine fertigt 400 m² Vliesstoff pro Minute. Das entspricht pro Stunde der Menge von 430.000 Reinigungstüchern - dem Tücher-Jahresbedarf eines mittelgroßen Halbleiter-Herstellers.

Zu den Roll Goods gehören aber auch die Gestricke, aus denen die Converter Präzisions-Reinigungstücher fertigen. In diesen Rohgestricken sind noch Chemikalien-Reste aus der Garn-Herstellung enthalten. Kein Strickerei-Unternehmen ist in der Lage die notwendigen chemischen Untersuchungen durchzuführen um die Menge der Chemikalien-Reste zu bestimmen, die in den gelieferten Rohgestricken verblieben ist. Und selbst wenn dies möglich wäre, so ließe sich die immerwährende Einhaltung dieser Daten nicht garantieren. Die Strickereien müssten überschüssige oder von der vorhergehenden Lieferung abweichende Chemikalien-Rückstände bei den Garnfabriken reklamieren. Die Verunreinigungen resultieren teilweise jedoch bereits aus der Garnherstellung und diese findet zumeist in China, Indien oder Malaysia statt. Der Converter ist also in vielen Fällen auf seine Jahrzehnte lange Erfahrung mit ausgewählten Hersteller-Betrieben angewiesen.

Fertigungsfluss - Reinraum-Verbrauchsmaterial

Produkte ▼	Basis-Material Hersteller	Roh-Material Hersteller	Converter (Fertig-Material-Hersteller)			
	Material	Art	Konvertieren	Dekontaminieren	Partikel-Messung	Verpacken
Fertigungs-Stufe ▶	I	II	III	IV	V	VI
Tauch-Handschuhe	Granulat, Platten	Handschuh-Fabrikant	Tauchen, Abziehen	Bleichbad, Waschen	stat. Q-Kontr.	manuell
Folien-Handschuhe	Granulat, PE, PU	Extrudierer	Ausstanzen	nein	möglich	manuell
Vliesstoff-Tücher	PET-Fasern, Holzschliff	Vlies-Hersteller	mech. Schneiden, Falten	nein	Rollen-Anfang	manuell, automatisch
Gestrick-Tücher	Granulat, PET, Spinnen	Stricker, Weber, Ausrüster	Laserstrahl, Ultraschall	Trommel Wäsche	stat. Q-Kontr.	manuell, automatisch
Papier, Notizbücher	Zellstoff-Hersteller	Papier-Fabrik	mechanisch	Kanten dek., Latex-Strich	stat. Q-Kontr.	manuell, automatisch
Bekleidung, Einweg	Granulat, PP	Extrudierer	Stanzen, Nähen, Schweißen	auf Wunsch	laut Spezifikation	manuell, RR
Bekleidung, Mehrweg	PET-Garn	Weber	Stanzen, Nähen	turnusmäßig	nach Wäsche	manuell, RR
Verpackungs-Folien	Granulat, PE	Extrudieren im Reinraum	Stanzen, Schweißen, Tüten, etc.	Prozess-bedingt: nein	stat. Q-Kontr.	masch. manuell, RR

dekontaminiert
nicht dekontaminiert oder nicht dekontminierbar

Tab. 3 Fertigungs-Fluss bei der Reinraum-Verbrauchsmaterial-Herstellung
(Bei Tauch-Handschuhen: Fertigungs-Stufe II - VI im gleichen Unternehmen)

Zertifizierung ohne Hersteller-Überwachung ist sinnlos

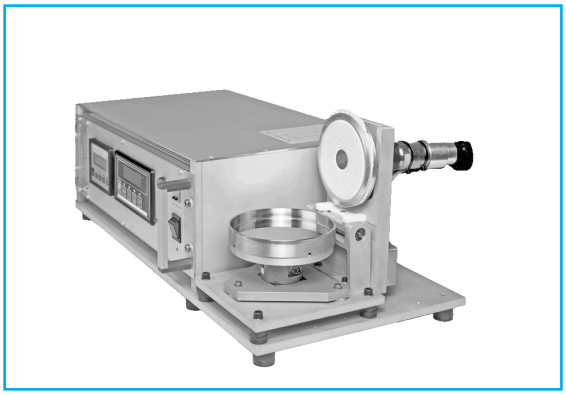


Abb. 42 Labuda Rotations-Wischsimulator Mark II zur Prüfung des Partikel-Abriebs

Ein generelles Problem stellt sich bei der Spezifizierung und Zertifizierung von Reinraum-Verbrauchsmaterial aus ausländischen Rechtsgebieten. Im Inland ausgestellte Qualitäts-Zertifikate für ausländische Produkte können nach Prüfungs-Durchführung ihre Aktualität faktisch schon nach Wochen verlieren und praktisch wertlos sein - nämlich dann, wenn keine laufende Qualitäts-Überwachung der ausländischen Produktionslinien durch turnusmäßige Auditierung vor Ort erfolgt. Solche Zertifikate haben aber eine zugesagte Gültigkeitsdauer von bis zu fünf Jahren. Es ist daher nicht ausgeschlossen, dass Reinraum-Verbrauchsmaterial-Importeure ihren Kunden 5 Jahre lang ein Zertifikat vorweisen, bei dem nicht überwacht wird, dass der ausländische Hersteller des zertifizierten Produktes überhaupt noch die einstmals bemusterte Qualität einhalten will oder kann. Hier stellt sich nicht lediglich die Frage nach einer „Zertifizierungs-Tauglichkeit" von Produkten, Produkt-Gruppen und Fertigungs-Prozessen. Hier stellt sich die Frage nach der Zertifizierungs-Tauglichkeit der Zertifizierer und deren Kontrolle durch eine übergeordnete technische Stelle wie die DAKKS. Bevor man also an eine Zertifizierung von Reinraum-Verbrauchsmaterialien denkt, muss zunächst einmal festgestellt werden, ob sowohl die Prozesse, die Materialien als auch die Handelswege überhaupt Zertifizierungs-tauglich sind. Da stößt man dann möglicherweise schon an die Grenzen von Zertifizierbarkeit.

Nachstehend sind in diesem Zusammenhang einige Argumente Pro und Kontra die Erarbeitung und Implementierung neuer bzw. veränderter Prüfmethoden für das Reinraum-Verbrauchsmaterial aufgeführt:

Pro und Kontra die Einführung geänderter Verbrauchs-Material-Spezifikationen

Pro

1- Die konzeptionellen Fehler der amerikanischen Prüfvorschriften ASTM und IEST würden korrigiert. Plausible Prüfmethoden hätten vermutlich im außer-amerikanischen Ausland eine höhere Anwender-Akzeptanz.

2- Die Gefährdungs-Hypothese betreffend das Verbrauchsmaterial würde endlich einmal verworfen oder bestätigt. Dadurch entstünde mehr Klarheit und Planungssicherheit sowohl für die Anwender als auch für die Hersteller.

3- Das Reinraum-Verbrauchsmaterial würde als eigenständige Produktgruppe stärker wahrgenommen als bisher.

4- Die Verbrauchsmaterial-Hersteller in den Schwellenländern würden mehr als bisher motiviert, nach europäischen Spezifikationen zu fertigen. Die Abgabepreise würden jedoch wahrscheinlich steigen.

Kontra

5- Bisher sind Schadensfälle durch das Reinraum-Verbrauchsmaterial nicht dokumentiert. Die Diskussion darüber ist also künstlich herbeigeführt und basiert aus Sicht des Autors auf einer Zweck-Behauptung interessierter Kreise.

6- Eine Korrelation zwischen Gebrauchs-Partikelfreisetzung

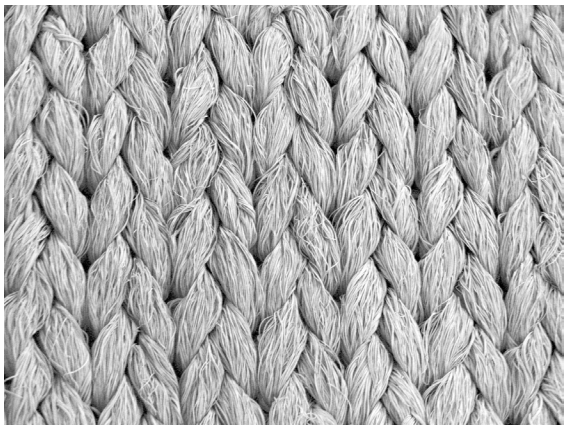


Abb. 43 Oberfläche Reinraum-Gestricke-Tuch
Sonit™ MD-H, REM 30fach

des Reinraum-Verbrauchs-Materials und der Prozess-Ausbeute in reinen Fertigungsprozessen ist in der Literatur bisher nicht beschrieben. Nur wenn eine solche nachgewiesen wäre, käme eine Spezifizierung bzw. Zertifizierung des Reinraum-Verbrauchsmaterials überhaupt in Frage. Bisher jedoch fehlt jeglichen Spezifizierungs-Versuchen die Bezüglichkeit zu einem Prozessparameter.

7- In jedem reinen Fertigungs-Prozess kommt es zur Partikelfreisetzung. Diese ist Teil des Prozessgeschehens und das Prozessziel wird - von katastrophischen Ausnahmen abgesehen - dadurch nicht beeinträchtigt.

8- In der Halbleiter- und Pharma-Industrie gibt es Produktions-Ausbeuten bis zu 99 %. Dies spricht generell für eine ausreichende Reinraum- aber auch für eine hervorragende Verbrauchsmaterial-Qualität. Handlungsbedarf besteht also lediglich aus Sicht einer verschwindend geringen Anzahl von Anwendern.

9- Bei auftretenden Problemen mit der Partikelfreisetzung im Fertigungs-Umfeld kann der Anwender stets auf höherwertiges Verbrauchsmaterial zurückgreifen das von technisch führenden Verbrauchsmaterial-Herstellern mit gut ausgerüstetem Applikations-Labor angeboten wird (Texwipe, Clear & Clean evtl. auch Andere).

10- Ein Teil des Reinraum-Verbrauchs-Materials ist grundsätzlich nicht im Sinne der Techniken des Reinen Arbeitens spezifizierbar. Die Spezifizierbarkeit desselben ist eingeschränkt durch die unübersehbare Applikations-Vielfalt einiger Verbrauchs-Materialien wie Reinigungstücher, Reinigungsstäbchen und Handschuhe. Außerdem ist die Einschränkung durch eine fertigungstechnisch unvermeidbare Kontamination diverser Rohmaterialien gegeben, die sich in den nachgeordneten Fertigungsschritten nicht mehr beseitigen lässt.

11- Seit Jahrzehnten international eingeführte Spezifikationen lassen sich erfahrungsgemäß ohnehin nicht kurzfristig ändern, ungeachtet der in diesem Aufsatz beschriebenen Plausibilitäts-Probleme mit den aktuell angewendeten Prüfmethoden.

Zusammenfassung

Weder die Ruheorte noch die Ausbreitungswege partikulärer oder filmischer Kontamination in den Fertigungs-Umfeldern erhöhter Umgebungsreinheit sind regelhaft prognostizierbar oder nachvollziehbar. Jede mögliche Kontaminations-Auswirkung auf die Prozessausbeute ist demzufolge ”Prozess-spezifisch”.

Eine kausale Beziehung zwischen Verbrauchsmaterial-induzierter Kontamination und Prozess-Ausbeute ist nicht erkennbar. Eine generelle Festschreibung Produkt-spezifischer Kontaminations-Grenzwerte für Reinraum-Verbrauchs-Material ist daher nicht möglich.
Die Festschreibung von Applikations-bezogenen Prüfmetho-

den und Kontaminations-Grenzwerten für das Reinraum-Verbrauchsmaterial ist auf der Grundlage von Methoden der komparativen Qualitätsbeurteilung bedingt möglich.

Der Begriff Prozess-spezifische Kontaminations-Barriere (PSCB) kennzeichnet die versinnbildlichte effektive Hemmung aller wirkungs-aktiven Faktoren gegenüber der Prozess-spezifischen Kontaminations-Ausbreitung [2].

Dazu gehören [18] die hermetische Isolation des Prozess-Geschehens (SMIF), der laminare Luftstrom, das geschulte Operator-handling, die Anzahl und Dauer von Spül- und Ätzvorgängen bei der Chip-Fertigung, die turnusmäßige Reinhaltung der Reinraumflächen, die Kontaminationsdichte-Minderung durch die lineare oder sphärische Kontaminations-Ausbreitung und die räumliche Entfernung zwischen Fertigungs-Umfeld und Kernbereich.

Im kybernetisch aufgefassten Prozess-System entspricht jedem Verbrauchsmaterial ein potentiell Prozess-relevantes Kontaminations-Maximum. Dies wird jedoch durch prozesstechnische Maßnahmen so weit reduziert, dass zumindest die reguläre Kontamination des Verbrauchsmaterials nicht Prozess-relevant sondern System-immanent ist.

Wir stellen fest, dass im Zusammenhang mit der Anwendung von Reinraum-Verbrauchsmaterial Erkenntnis-Bedarf besteht der durch die bestehenden Simulations- und Messmethoden nicht erfüllt ist. Im Teil II des vorliegenden Aufsatzes werden u. a. die Defizite der bekannten Prüfmethoden behandelt. Zudem werden drei neue Prüfmethoden vorgestellt.

Die reale Gebrauchs-induzierte Partikelfreisetzung des Reinraum-Verbrauchsmaterials ist sowohl von der mechanischen Arbeit der Oberflächen-Verformung (in Joule) bestimmt, als auch von den Umgebungs-Bedingungen, welche die Partikel-Haftung beeinflussen. Sollen allgemein vergleichbare Mess-Ergebnisse produziert werden, so scheint es notwendig, sich auf ein definiertes Simulations-System zu verständigen bei dem die Erfassung aller relevanten Einfluss-Größen auf die Partikel-Freisetzung sichergestellt ist.

Die maximale Gebrauchs-induzierte Partikel-Freisetzung ist ein Parameter 2. Ordnung so lange er nicht in Relation zur Reduzierung der Prozess-Ausbeute (yield loss) gebracht werden kann. Daher ist die Auswahl von Reinraum-Verbrauchsmaterial lediglich Prozess-spezifisch und mittels heuristischer Methoden möglich, wie es heute bei den Techniken des Reinen Arbeitens auch Stand der Technik ist. Die Auswahl von Reinraum-Verbrauchsmaterial für bestimmte Fertigungs-Prozesse erfolgt in Ermangelung des Bezugs zur Prozess-Ausbeute zumeist durch komparative Prüfmethoden oder sog. „Praxis-Tests".

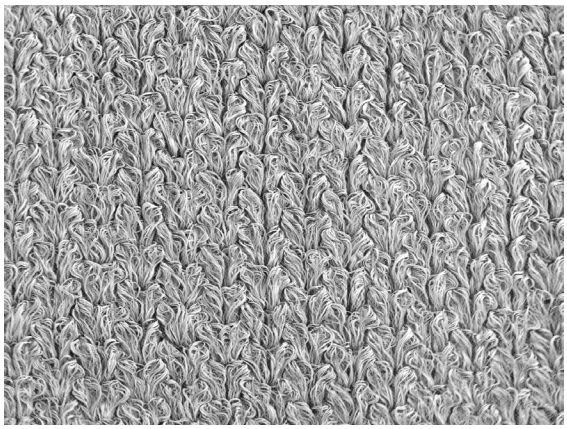


Abb. 44 Oberfläche Präzisions-Reinraum-Gestricke *Microweb™ UD-G*, REM 30fach

Wir zeigen die prinzipiellen Unterschiede von Partikelfreisetzung im flüssigen relativ zum gasförmigen Medium, sofern sie bei der Simulation von Partikelfreisetzung von Reinraum-Handschuhen und Reinigungstüchern eine Rolle spielen. Dabei weisen wir auf die Vielzahl von Zwischen-Zuständen hin, welche bei Teil-getränkten Reinraumtüchern die Messwerte maßgeblich beeinflussen.

Wir weisen außerdem darauf hin, dass die Partikelfreisetzung von Reinraum-Verbrauchsmaterial immer auch im Zusammenhang mit der filmischen Verunreinigung von Oberflächen gesehen werden muss. Es ist ein bei uns nahezu nie beobachteter physikalischer Zustand, dass eine Oberfläche frei von filmischer Kontamination ist. Auch diese hat in ihrer Rolle als Substrat-Zwischenschicht bedeutenden Einfluss auf die Partikelhaftung und ihre Freisetzung.

Es werden im Teil II dieser Arbeit (Seite 12) für die Verbrauchsmaterial-Produkte Reinraum-Handschuhe, Tücher und Bekleidung insgesamt 6 bekannte Prüfmethoden erläutert. Zudem werden 3 relativ neue, im Clear & Clean-Forschungslabor entwickelte Prüfmethoden vorgestellt.

Schließlich wird auf C. Moschners Untersuchungen [8, 9, 10] mit der BodyBox (nach von Kahlden und Moschner) eingegangen. Moschners Messdaten werden im Teil III zur Grundlage einer Berechnung der Gesamt-Partikel-Abgabe des arbeitenden Menschen und seiner Bekleidung im Reinraum herangezogen. Diese Daten werden in Relation zur Partikelfreisetzung von Reinraum-Handschuhen und Tüchern gesetzt.

Wir versuchen eine Antwort auf die Frage nach dem Anteil der Partikelfreisetzung des Reinraum-Verbrauchsmaterials (einschließlich derjenigen des arbeitenden Menschen) am gesamten Partikel-Aufkommen in einem Reinraum der ISO-Klasse 4 zu finden. Anhand unserer Berechnungen zeigt sich, dass knapp über 50 % der Partikelfreisetzung in einem Reinraum der ISO-Luftreinheits-Klasse 4 vom arbeitenden Menschen und seiner Bekleidung freigesetzt werden. Die Gebrauchs-Partikelfreisetzung von den Reinraum-Verbrauchsmaterialien Handschuhe und Reinigungstücher ist nach der Hochrechnung vernachlässigbar gering.

Je höher die Luftreinheits-Klasse nach ISO-Skala 1-9 desto geringer ist der prozentuale Anteil des Reinraum-Verbrauchsmaterials an der im Reinraum vorhandenen Partikelmenge. Die Luftreinheits-Klasse ISO 4 (nach ISO 14644-1) entspricht der einstigen Klasse 10 nach Fed. Std. 209. Bei den nachfolgenden Klassen 5 bis 8 erhöht sich die Klassengrenze der Partikelbelastung um jeweils eine Zehnerpotenz. Daraus folgt, dass der prozentuale Anteil der Gebrauchs-induzierten Partikelfreisetzung von Handschuhen und Reinraum-Tüchern in der Luftreinheits-Klasse 5 nur noch 0,15 % des Gesamt-Partikel-Aufkommens beträgt.

Nicht alle Reinraum-Verbrauchsmaterialien sind Reinheitstauglich spezifizierungs- bzw. zertifizierungs-tauglich. Wir zeigen in Tabelle 3 diejenigen Verbrauchsmaterialien, die bereits als Rollenware, noch vor Lieferung an den Converter eine nicht spezifizierte und auch nicht dekontaminierbare Verunreinigung aufweisen.

Wir thematisieren das Zertifizierungs-Problem für Produkte aus Territorien des außerdeutschen Rechtsraums. Gefordert ist in diesem Zusammenhang eine Zertifizierer-Überwachung zur Sicherstellung bestimmter Audit-Frequenzen bei den Herstellern zertifizierter Auslands-Produkte.

Wir fassen in einer Liste Argumente Pro und Kontra die Entwicklung und Herausgabe neuer Prüfmethoden bzw. deren Einreichung für eine ISO-Zertifizierung zusammen.

Der Aufsatz enthält ein umfangreiches Literatur-Verzeichnis.

Dem Aufsatz ist eine Auflistung aller uns bekannten ASTM- und IEST bzw. MIL-Prüfmethoden für das Reinraum-Verbrauchsmaterial in deutscher und englischer Sprache beigefügt.

Literatur

[1] Hartmüller, J., Ripperger, S. „Die Haftung von Partikeln an Bauteil-Oberflächen", Lehrstuhl für Mechanische Verfahrenstechnik der Technischen Universität Kaiserslautern. „F & S -Filtrieren und Separieren" Jahrgang 28 (2014) Ausg. 4 - 6 und 29 (2015) Ausg. 1

[2] Labuda, W., Hermans, L. ,Kiggen H.J. „Reinraum-Verbrauchsmaterial - Kontaminationsquelle im reinen Fertigungs-Prozess?", ReinraumTechnik 9-2015

[3] Moschner, C. „Textile Reinraumbekleidung", Kapitel 12 aus „Reinraumtechnik" Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg - 3. Auflage 2012

[4] Labuda, W. „Belastungsdiagramm für Reinraumtücher", VDI-Report 1095, 1994, Stuttgart, VDI-Verlag

[5] Bürger, F., Gommeli, U., Brückner, M.,Käfer, S. - alle Fraunhofer Institut IPA - „Neue Pfade in der reinen Produktion", (Aufsatz ohne Literaturverweise) ReinRaum-Technik 4/2014

[6] Scientific Counter, Partikel-Analysen-Software, Vertrieb: Datainf GmbH Tübingen.

[7] Rakoczy, T. „Reinraumgerechtes Verhalten von Personen und reinraumgerechte Ausstattung von Produktionsstätten", VDI-Berichte Band 654, 1987

[8] Moschner, C. „Kontaminationsquelle Mensch - Partikelemissionen durch den Menschen", ReinRaumTechnik 1/2010

[9] Moschner, C. „Ü50 - eine Langzeitstudie zur Reinraumbekleidung", ReinRaumTechnik 3/2016

[10] von Kahlden, T., Moschler, C. „Body-Box-Test: Eine Test-Methode auf dem Prüfstand", ReinraumTechnik 2/2004

[11] Hermans, L., Labuda W. „Elektrische Oberflächen-Ladungen im Fertigungs-Umfeld der Halbleiter-Industrie", ReinraumTechnik 1-3/2005

[12] Hsu, Chia-Yu "Clustering Ensemble for Identifying Defective Wafer Bin Map in Semiconductor Manufacturing", Dept. of Information Management and Innovation Center for Big Data and Digital Convergence, Yuan Ze University, Chungli, Taoyuan 32003, Taiwan.

[13] Baltzinger, Jean Luc, Delahaye, Bruno "Contamination Monitoring and Analysis in Semiconductor Manufacturing", Altis Semiconductor France page 59, table 1: "Description of Contamination Source and Wafer Effects", "Semiconductor Technologies", Ed. Jan Grym, ISBN 978-953-307-080-3 Publisher: in Tech.

[14] Labuda,W. "Reinheit als Systemparameter", ReinRaumTechnik 3/2002

[15] Keller, Markus, Weisser, Stefanie, Fraunhofer IPA, "Luftgetragene molekulare Verunreinigungen (ACC): Aktuelle Forschungsergebnisse", Präsentation, Lounges 2014, Stuttgart, 40 Folien, Netzpublikation.

[16] The chip collection", Smithonian Institution, Internet publication by Integrated Circuit Engineering Corporation, Chapter 3 "Yield and Yield Management", Page 3/2.

[17] "Cleanroom Spending dominated by Asia for forseeable future", Mc Ilvane Cleanrooms, August 25, 2011; Solid State Technology-Magazin.

[18] Deutsche Norm: Textilien – Prüfverfahren für Vliesstoffe Teil 10: Analyse von Faser-fragmenten und anderen Partikeln im trockenen Zustand (ISO 9073-10:2003); Deutsche Fassung EN ISO 9073-10:2004.

[19] Ludwig, J. „Für den Reinraum gut genug? Reinraumtauglichkeit als Qualitätsparameter", ReinRaumTechnik 3/2016

[20] Fissan, H., Opiolka, S. „Korrelation zwischen Gas- und Oberflächenreinheit", VDI-Berichte Band 693, 1988

[21] Klumpp, B. „Prüfverfahren zur Untersuchung der Partikelreinheit technischer Oberflächen", Springer-Verlag 1993

[22] Schütz, W., Schubert, H. „Einfluß der Umgebungsfeuchte auf die Partikelhaftung", Chemie Ingenieur Technik, Vol. 52, Ausgabe 5, 1980

[23] Whitfield, W. J., David, T. „A Study of the Effects of Relative Humidity on Small Particle Adhesion to Surfaces", Sandia Loboratories, 1971

[24] Duvernell, F. „Ein kostspieliges Ereignis? Qualifizierte Reinraumreinigung", ReinRaumTechnik 2/2011

[25] Gregory, J. „Particles in Water - Properities and Process", 2006 Taylor & Francis-Group Boca Raton, publisher ISBN I-58716-085-4

[26] Bobe, U. „Die Reinigbarkeit technischer Oberflächen im immergierten System“, TH-München, Dissertation 2008

[27] Tang, J., Busnaina, A. „The Effect of Time and Humidity on Particle Adhesion and Removal“, book: „Particle Adhesion: Applications and Advances“, ISBN 90-5699-725-4, Taylor & Fancis Publishers, New York

[28] Schlesinger, A. „Why we must protect planetrary environments“ aus „When Biospheres Collide - A History of NASAs Planetary Protection Programs“ zusammengefasst von Michael Meltzer. Herausgeber: NASA Administrator, ISBN 978-0-16-065337-3.

[29] Sovinsky, Marjorie F. (Presentation, Internet-Publication) „Non Volatile Residue (NVR) Contamination from Dry Handling and Solvent Cleaning“, NASA/GSFC Materials Engineering Branch, Code 541 July 23, 2009

[30] Labuda, W., Siegmann, S. „Die Oberflächenreinheit nach einer Feuchtreinigung mit Präzisions-Reinigungstüchern“, ReinRaumTechnik 3/2003

[31] Valk, G., Stein, G., Dugal, S. „Das Oligomerenproblem bei Polyesterfasern“, Textilforschungsanstalt Krefeld e.V. (heute Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West, Institut an der Universität Duisburg-Essen) 1976, Westdeutscher Verlag GmbH Opladen, ISBN 978-3-531-02526-1

[32] Kassenbeck, P., Marfels, H. „Beitag zur Kenntnis der Art und Verteilung von Oligomeren in Polyesterfasern“, Institut für angewandte Mikroskopie, Photographie und Kinemathographie, Karlsruhe - Waldstadt, Lenzinger Berichte Folge 43, Mai 1977.

[33] Kölblin, R. „Messeinrichtung zur direkten Unterscheidung von luftgetragenen biotischen und abiotischen Partikeln“, Springer Serie „Forschung und Praxis“, Band 280

[34] Zeitschriften-Information, Labo-online 21.07.2016 „Pyrogen-Nachweis mit Teststreifen-Schnelltest identifiziert Krankheits-Erreger“

[35] Ehrler, P., Hottner, M., Schmeer-Lioe, G. „Cleanroom Garments as a Barrier against Particles and Fibres“, Vortrag am 15.5.1991 Kaufbeuren, 11th Digital Intl. Cleanroom Conference

[36] Kreck, G. „Reinheits-Validierung von technischen Oberflächen“, SRRT-Tagung 19.04.2012, Winterthur

[37] Lamprecht, M. „Wann ist ein Reinraumhandschuh ein ‚Reinraumhandschuh‘?“, reinraum online 04/2012, S. 10/22

[38] Textor, T., Bahners, T., Schollmeyer, E. „Evaluating wiping materials used in cleanrooms and other controlled environments.“ 41th Intl. Detergency Conference - Düsseldorf, 2003 - Proceedings

[39] VDI-Richtlinie 2083-Blatt 17, (s.a. DIN ISO 16000 ff.) „Reinraumtechnik, Reinheitstauglichkeit von Werkstoffen“ (Ausg. Juni 2013)

[40, 42] „Ausgasungstest für Reinraum-Bauteile - Zertifizierte Testverfahren für Materialien oder komplette Produkte und Komponenten.“ Firmenschrift der M+W Zander Products GmbH Stuttgart.

[41] Palmer, P.T., Limero, T.F. „Mass Spectrometry in the US-Space-Program: Past, Present and future“, Journal of the American Society for Mass Spectrometry, 2001, Vol 12, Issue 6 - pages 656-675,

[43] Scialdone, J.J., Montoya, A.F. „Material Outgassing, Identification and Deposition, MOLIDEP-System“ NASA Goddard Space Flight Center. (2002)

[44] Sun, Jianhai et al. „A high resolution MEMS based Gas Chromatography Column for the Analysis of Benzene and Toluene Gaseous Mixtures“ (2009) Institute of Electronics, Chinese Academy of Sciences, Beijing. (2009)

[45] „Vernier Gas Chromatograph“, Firmenschrift der Vernier Software and Technology, Beaverton, Oregon, USA

[46] „Micro GC Fusion Gas Analyser- empfindlich, intelligent und flexibel“ Firmenschrift der Inficon GmbH Köln.

[47] Zampolli, S., et al. „MEMS based µGC for sub-ppb concentrations (environmental applications), CNR IMM - Istituto per la Microellettronica e i Microsistemi - Bologna.

[48] Mitrach, D. „Airborne Moleculare Contamination in a d-RAM Production“, Proceedings des „Organic contamination Workshop“ zur Productronica 97

[49] Siegerman, Howard „Wiping Surfaces Clean“ Vicon Publishing, Inc., Amherst, NH USA - 2004 ISBN: 0-9748753-5-X

[50] Corrigan, Damian K. „Analytical technology for cleaning verification and analysis of drug purity in pharmaceutical production“ Cranfield University, health dept., Feb. 2008

[51] Labuda, W., Haupt, S. „Visualisierung von Mikro-Verunreinigungen - Kollektor-Platte für Flüssigkeits-Rückstände, Materialabdrücke und Partikel“, Clear & Clean, 2017

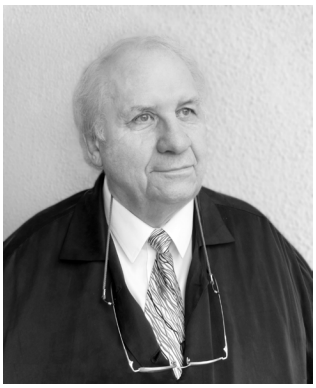
[52] Postlewaite, J., Lyon, B., Kalelkar, S. „Clean Room Wipers for Removal of Surface Contamination“, Deverlopments in Surface Contaminations edited by R. Kohli and K. L. Mittal, First Edition 2013, Elsevier Inc

Widmung

Diese Arbeit ist dem niederländischen Physiker Lodevicus Hermans gewidmet - in Dankbarkeit für lebenslange Freundschaft und exzellenten fachlichen Rat.

Danksagung und Autorenhinweis

Ich danke von Herzen: Herrn Dipl.-Ing. Thomas von Kahlden für seinen sachkundigen und ausführlichen Kommentar zu dieser Arbeit, den Herren Dipl.-Phys. Lodevicus Hermans,



Win Labuda (80) ist seit 1973 in der Reinraumtechnik tätig. Er ist Autor und Mitautor von 40 Fachaufsätzen und 10 Patenten zum Thema Oberflächen-Reinheit und Reinraum-Verbrauchsmaterial. Er war 1988 einer der ersten Autoren, die sich diesem Spezialgebiet gewidmet haben. Labuda war 1979 Gründungs-Gesellschafter des Unternehmens Clear & Clean Werk für Reintechnik GmbH in Lübeck sowie im Jahr 1990 Gründer und seitdem Betreiber eines Forschungslabors für Oberflächen-Reinheit und wischende Reinigungs-Prozeduren.

Dipl.-Ing. Christoph Hocke sowie Dr.-Ing. Heinz-Josef Kiggen für das ausgezeichnete Lektorat und so manche notwendige Korrektur. Herrn Dr. Peter Ehrler für sein nimmermüdes Drängen zur Aufarbeitung der Themen Oligomer-Partikel und filmische Kontamination, aber auch dafür dass er nun über 30 Jahre lang mein „Erzfreund" ist. Herrn Dipl.-Ing. Thomas von Kahlden und Herrn Carsten Moschner für ihre Hinweise zum Thema BodyBox, Herrn Martin Gerstmann für die Durchführung der umfangreichen Laborarbeiten, Frau Cora Ipsen für die Textgestaltung, und meiner lieben Frau Yuko für die fotografische Arbeit und Unmengen von ihrem köstlichen Ingwertee.

In diesem Aufsatz sind wesentliche Gedanken aus der Arbeit „Reinraum-Verbrauchsmaterial - Kontaminationsquelle im reinen Fertigungsprozess?" von Win Labuda, L. Hermans und H.J. Kiggen ReinRaumTechnik 9-2015 übernommen und zusammengefasst.

Anhang

US-Spezifikation - Commercial item description (CID)

A-A-59232A - 24 March 2005, Superseding: A-A-59323 Type 1 - 30 June 1999	CLOTHS, CLEANING, LOW-LINT (for all federal agencies like US-Army, US-Navy)

Anhang

ASTM-American Society for Testing and Material
Zusammenfassung der ASTM-Methoden betr. Reinraum-Verbrauchsmaterial (x)
und andere Reinraum-relevante ASTM-Prüfmethoden (o) (Auszug)

		englisch (Originaltitel)	**deutsch (nicht autorisierte Übersetzung)**
x	E1549	Specification for ESD Controlled Garments Required in Cleanrooms and Controlled Environments for Spacecraft for Non-Hazardous and Hazardous Operations	Spezifikation für (ESD) Entladungs-reduzierte Bekleidung zum Einsatz in Reinräumen und reinen Arbeitsbereichen der Herstellung von Raumflugkörpern für Tätigkeiten von normalem und erhöhtem Gefährdungsgrad.
x	E1560	Test Method for Gravimetric Determination of Nonvolatile Residue from Cleanroom Wipers	Prüfmethode für die gravimetrische Bestimmung nicht flüchtiger Rückstände in Reinraum-Reinigungs-Tüchern.
x	E1731	Test Method for Gravimetric Determination of Nonvolatile Residue from Cleanroom Gloves	Prüfmethode für die gravimetrische Bestimmung nicht flüchtiger Rückstände in Reinraum-Handschuhen.
x	E2090	Test Method for Size-Differentiated Counting of Particles and Fibers Released from Cleanroom Wipers Using Optical and Scanning Electron Microscopy	Prüfmethode für die Größen-differenzierte Zählung von Partikeln und Faserfragmenten aus Reinraum-Reinigungstüchern mittels optischer und elektronenmikroskopischer Instrumente.
x	F51	Test Method for Sizing and Counting Particulate Contaminant In and On Clean Room Garments	Prüfmethode für die Größen-differenzierte quantitative Bestimmung partikulärer Kontamination in und auf Reinraum-Bekleidungs-Produkten.
x	F739	Test Method for Permeation of Liquids and Gases through Protective Clothing Materials under Conditions of Continuous Contact	Prüfmethode für die Durchdringung von Schutzbekleidungs-Materialien durch Flüssikeiten und Gase unter der Bedingung dauerhaften Kontakts.
o	E595	Test Method für Total Mass Loss and Collected Volatile Condensable Materials from Outgassing in a Vacuum Environment	Prüfmethode für den Gesamt-Masseverlust eines Prüflings durch Ausgasen seiner flüchtigen, kondensierbaren Stoffe in eine Vakuum-Umgebung hinein.
o	E1216	Practice for Sampling for Particulate Contamination by Tape Lift	Praxis der Probenahme partikulärer Kontamination durch Klebefilm-Entnahme (tape lift).
o	E1234	Practice for Handling, Transporting, and Installing Nonvolatile Residue (NVR) Sample Plates Used in Environmentally Controlled Areas for Spacecraft	Praxis der Handhabung des Transports und der Installation von Prüfplatten für nicht flüchtige Rückstände in kontrollierten Umgebungsbereichen von Raumfahrzeugen.
o	E1235	Test Method for Gravimetric Determination of Nonvolatile Residue (NVR) in Environmentally Controlles Areas für Spacecraft	Prüfmethode für gravimetrische Bestimmung nicht flüchtiger Rückstände in kontrollierten Umgebungsbereichen von Raumfahrzeugen.
o	E1559	Test Method for Contamination Outgassing Characteristics of Spacecraft Materials	Prüfmethode für die Ausgasungs-Charakteristika der Kontamination von Materialien der Raumfahrt.
o	F25	Test Method for Sizing and Counting Airborne Particulate Contamination in Cleanrooms and Other Dust-Controlled Areas	Prüfmethode für die Größenbestimmung und Zählung luftgetragener, partikulärer Kontamination in Reinräumen und anderen Staub-kontrollierten Bereichen.

Anhang

Reinraum-Verbrauchsmaterial-Spezifikationen
Zusammenfassung der IEST-Methoden betr. Reinraum-Verbrauchsmaterial (x)
und andere Reinraum-relevante IEST-Prüfmethoden (o) (Auszug)

		englisch (Originaltitel)	**deutsch (nicht autorisierte Übersetzung)**
x	CC 003	Garment System Considerations for Cleanrooms and Other Controlled Environments	Empfehlungen für Bekleidungs-Systeme in Reinräumen und anderen Reinheits-überwachten Bereichen
x	CC 004	Evaluating Wiping Materials Used in Cleanrooms and Other Controlled Environments	Die Bewertung von Wischmitteln für den Gebrauch in Reinräumen und anderen Reinheits-überwachten Bereichen
x	CC 005	Gloves and Finger Cots Used in Cleanrooms and Other Controlled Environments	Handschuhe und Fingerlinge für den Gebrauch in Reinräumen und anderen Reinheits-überwachten Bereichen
x	CC 020	Substrates and Forms for Documentation in Cleanrooms	Substrate und Formulare für Dokumentationszwecke im Reinraum (Reinraum-Papier)
x	CC 025	Evaluation of Swabs Used in Cleanrooms	Die Bewertung von Reinigungs-Stäbchen für den Gebrauch in Reinräumen
x	CC 032	Flexible Packaging Materials for Use in Cleanrooms and Other Controlled Environments	Flexible Verpackungs-Materialien für den Gebrauch in Reinräumen und anderen Reinheits-überwachten Bereichen
o	CC 009	Compendium of Standards, Practices, Methods, and Similar Documents Relating to Contamination Control	Kompendium der Richtlichlinien, Praktiken, Methoden und ähnlichen Schriften in Bezug zur Reinheits-Überwachung
o	CC 022	Electrostatic Charge in Cleanrooms and Other Controlled Environments	Elektrostatische Ladungen in Reinräumen und anderen Reinheits-überwachten Bereichen
o	CC 023	Microorganisms in Cleanrooms	Mikro-Organismen in Reinräumen
o	CC 031	Method for Characterizing Outgassed Organic Compounds from Cleanroom Materials and Components	Methoden der Charakterisierung ausgegaster organischer Stoffe von Reinraum-Materialien und Komponenten
o	CC 040	Cleaning of Equipment Surfaces in the Cleanroom and Controlled Environments	Reinigung von Geräte- und Maschinen-Oberflächen in Reinräumen und anderen Reinheits-überwachten Bereichen