



Win Labuda

*Mein berufliches Leben, das nun im Jahre 1998 knapp fünfundvierzig Jahre gedauert hat, bot mir trotz des technologisch vitalen Zeitalters in dem wir leben, eine faszinierende Chance: Die Erforschung eines Gebietes, mit dem sich weltweit nur wenige Andere beschäftigten: Das wischende Reinigen zur Herstellung ultrareiner Oberflächen. Mag es sein, daß der Nutzen, den man sich von den auf diesem Gebiet zu erwartenden Erkenntnissen versprach, als begrenzt angesehen wurde oder auch daß die Vielzahl der beteiligten physikalischen und chemischen Parameter eine systematische Forschung als kompliziert erscheinen ließ. Es fanden sich nur selten begeisterte Weggenossen in das HiTech-Land des wischenden Reinigens und seiner Meßtechnik. Das ist eigentlich unverständlich, wenn man bedenkt, daß der globale Markt für Reinraumtücher heute etwa bei einer viertel Milliarde DM liegt und daß wischendes Reinigen eine zeitaufwendige Prozedur ist, welche ein hohes Potential für Zeitkosten-Ersparnisse in sich birgt.*

## Die Erforschung des wischenden Reinigens

### ein persönlicher Rückblick auf 20 Jahre Forschung, 1978-1998

Win Labuda  
Clear & Clean - Forschungslabor

Weiser freundschaftlicher Rat, Unterstützung einiger und förderliche Umstände begünstigten jedoch meinen Weg. So kann ich heute nicht ganz ohne Stolz auf 20 Jahre erfolgreicher Arbeit zurückblicken, in denen aus dem einst gering geschätzten „Putzlumpen“ ein angesehenes HiTech-Produkt geworden ist.

Aus Anlaß meines 60. Geburtstags habe ich für meine Freunde, aber auch zur eigenen Orientierung, einen Rückblick versucht - einen Rückblick bis zu dem Zeitpunkt als die Reintechnik in Deutschland noch keinen Namen hatte, als die Microchips noch eine Speicherkapazität von 64 k-bit hatten und die meisten Reinigungstücher in der Reinraumtechnik noch aus weißem Zellstoff waren.

#### Dank an die Freunde

Einige von Ihnen verdienen im Zusammenhang mit unseren Forschungsaktivitäten einen von ganzem Herzen ausgesprochenen Dank für guten Geist und manchen wertvollen Rat:

Die erste Einsicht betreffend das Gebiet einer technologisch fundierten Reinigung vermittelte mir der amerikanische Reintechnik-Pionier Edward Paley. Er sagte mir 1973:

*„Die Strukturen einiger technischer Verfahren werden immer kleiner werden, aber die räumliche Ausdehnung der Verunreiniger bleibt prinzipiell unverändert. Daraus wird eine große, neue Industrie erwachsen.“*

Diese, seine voraussehende Erkenntnis veränderte mein Leben. Nachdem ich sechs Jahre für seine Firma *The Texwipe Corp.* als Vertreter in Deutschland tätig war, gründete ich 1979 in Lübeck die *Clear & Clean GmbH*. Es gab damals hierzulande noch gar keine Reinnräume im heutigen Sinne, aber es zeichnete sich ab, daß so etwas kommen würde, und so widmete ich mich fortan intensiv und ausschließlich der *Reintechnik*.

Als im Jahre 1985 in Deutschland der erste große Reinraum der Siemens AG entstand, war es dann der junge Physiker *Lodevicus Hermans*, welcher mich als erster drängte, die Phänomene der Partikel-, Faser- und Ionenfreisetzung aus Reinigungstüchern und auch anderer Reinraum-Verbrauchsmaterialien genauer zu beobachten und diese Beobachtungen niederzuschreiben. Ihm verdanke ich den ersten Impuls für den Aufbau einer systematischen Forschung und eine Unzahl von Anregungen.

Im Jahre 1987 lernte ich - heute meine Frau - *Yuko* kennen, welche sich mit einer Hingabe, derer fast nur eine Japanerin fähig ist, der physikalischen und chemischen Analytik in unserem damals noch sehr kleinen Labor annahm. Sie ließ sich im Fach Chemie unterrichten und leistete später beachtliche Beiträge, was dem Labor zu Ansehen und Wachstum verhalf.

Noch heute denke ich oft in Dankbarkeit an meinen verstorbenen Freund aus Jugendtagen, *Hans Zerle*, einer der „Urväter“ der *Clear & Clean GmbH*. Er hatte es 1990 verstanden, uns auf abenteuerliche Weise aus dem Arsenal eines großen deutschen Elektrokonzerns ein preiswertes Raster-Elektronenmikroskop zu verschaffen. Dieses Gerät wurde schon bald zum Zentrum unserer Forschung und ist es bis heute geblieben.

1985 wurde ich von meinem unvergessenen Freund K.G. Müller gebeten, im VDI - Verein Deutscher Ingenieure an der nationalen Richtlinie für Oberflächenreinheit mitzuarbeiten; eine Arbeit, an der auch *Dr. Peter Ehrler* vom Textil-Institut in Denkendorf, *Prof. Heinz Fissan* von der Universität in Duisburg und Herr *Willibald Poesch*, damals Cheffingenieur der IBM Deutschland GmbH, maßgeblich beteiligt waren, die mich alle auf unterschiedliche Weise beeindruckt und motiviert haben, das Wissen im gewählten Sachgebiet ständig zu vertiefen und in der Öffentlichkeit zur Diskussion zu stellen. Von *Dr. Peter Ehrler* habe ich gelernt, auch den Unbequemen und fachlich Andersdenkenden zu ehren, ihm das Wohlwollen nicht zu versagen, seine Arbeiten zu zitieren und trotz unterschiedlicher Auffassungen die menschliche Beziehung aufzubauen. Die Herren *Prof. Heinz Fissan* und *Willibald Poesch* haben mich beide durch ihre gut durchdachten und in schönster Klarheit vorgetragenen Vorträge und Aufsätze sehr dazu angeregt, ihnen in Diktion und Selbstbeschränkung auf das Konzentrat eines Themas nachzueifern, wobei mir jedoch bisher nie in der gleichen Weise Erfolg beschieden war. Auf einem Kongreß für Textiltechnologie lernte ich im Jahre 1993 Herrn *Prof. Eckhard Schollmeyer*, den mir seither zum Freund gewordenen Textilforscher aus Krefeld kennen, welcher es unternahm, uns in mannigfaltiger Weise in seine Institutssaktivitäten einzubinden. Unzählige Diskussionen, ein gemeinschaftlicher Vortrag und mehrere meiner Vorträge bei Kongressen der Textilforschung waren die bisherigen Früchte dieser Zusammenarbeit. Die geistige Nähe eines Forschungsinstitutes regt ein kleines Unternehmen vielleicht zu Anstrengungen an, welche andernfalls nicht möglich wären.

Im Gedankenaustausch mit Herrn *Prof. Schollmeyer* und seinen ausgezeichneten Mitarbeitern im Deutschen Textilforschungszentrum in Krefeld begann 1995 die bisher intensivste Phase unserer Arbeit: die Erforschung bisher nicht beachteter Mechanismen des wischenden Reinigens. Dabei ist das Ziel stets die Schaffung ultrareiner Oberflächen im Sub-Nanometerbereich mit Hilfe textiler Reinigungsmittel. Dazu setzen wir nicht nur die Möglichkeiten der *Atomic-Force-Mikroskopie* ein, sondern auch die *Mikrogravimetrie* und die *Ellipsoidmetrische Profilometrie*, mit deren Hilfe noch

Schichtdicken von weniger als einer Atomlage erfaßt werden können.

Ein unentwegt engagierter und anregender Freund und Förderer war und ist mir *Klaus Schöttle*, der streitbare Schwabe und erfahrene Mechanik-Ingenieur, dem ich nicht nur Diskussionen, fruchtbare Kritik und viele konstruktive Ideen verdanke, welche das Messen der Partikelfreisetzung von textilen Werkstoffen betreffen, sondern auch wertvolle Hinweise zur Gestaltung der Produktionsanlagen und auch so manchen aus reiner Freundschaft geopferten Urlaubstag.

Vieles wäre mir viel schwerer oder gar nicht eingegangen, hätte ich nicht meinen Freund *Dr. Ulrich Heim*, den Physiker, Grundlagenforscher und wandelnden Wissensspeicher, der zu jedweder wissenschaftlichen Frage in kürzester Zeit eine Antwort weiß oder aber jemanden kennt, der eine Antwort weiß, oder aber zumindest seitenweise Literatur zu dem Thema beisteuern kann. Er hat mich in die schönsten Gefilde physikalischer Erkenntnisräume geführt und mir herrliche und unvergeßliche Lektüre verschafft.

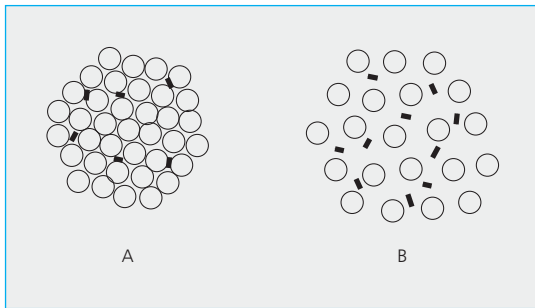
Eine erfolgreiche Forschung ist oft nicht möglich ohne die Unterstützung von Freunden, die vielleicht nicht unmittelbar in die Forschungsarbeit eingebunden sind, die aber dennoch im Hintergrund wirken durch Vertrauen in die Arbeit, auch in solchen Zeiten, wenn allseits die Zweifel überwiegen; das sind auch die Freunde, welche im Stillen dafür sorgen, daß auch in schlechten Zeiten genügend Aufträge da sind, damit eine solche Forschung bezahlt werden kann. Denen sei heute ein besonderer Dank ausgesprochen, wenngleich sie hier naturgemäß nicht namentlich aufgeführt sein möchten.

### Die Analytik des wischenden Reinigens

Seit das wischende Reinigen in die Reinnräume mit ihren Submikronpartikeln und dünnsten Verunreinigungs-Schichten Einzug gehalten hat, besteht auch der Wunsch nach einfachen Methoden um die Eignung von Reinraumtüchern der verschiedenen Hersteller für die Aufgaben der Präzisionsreinigung vergleichend zu prüfen und zu klassifizieren. Die größte Problematik in diesem Zusammenhang ist das Verständnis für die Vielzahl der bei einem Wischvorgang voneinander abhängigen

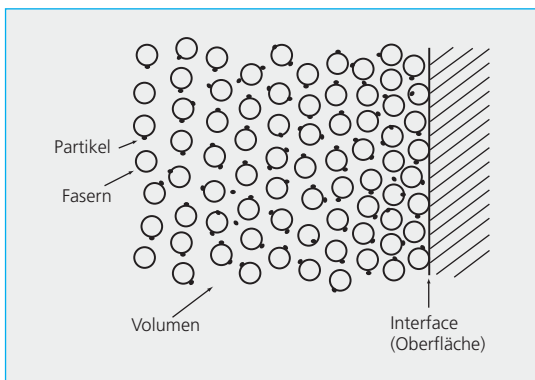
| Jahr | Bezeichnung                     | Parameter  | Auswertung durch  |
|------|---------------------------------|--|---|
| 1980 | Schabklingen-Methode            | Schabefestigkeit textiler Werkstoffe   | Lichtmikroskop  |
| 1986 | Labuda-Hermans-Sonde            | partikuläre Oberflächen-Reinheit   | Luft-Partikel-Zähler  |
| 1988 | Fallkugel-Methode               | Partikelbelag auf textilen Werkstoffen   | Luft-Partikel-Zähler  |
| 1992 | Colander-Methode                | Trocken-Partikelabrieb von textilen Werkstoffen  | Luft-Partikel-Zähler und Rotations-Wisch-Simulator mit Siebfläche                                 |
| 1994 | Schalenmethode I                | Trocken- oder Naß-Partikelabrieb beim Wischvorgang über Oberflächen definierter Rauigkeit          | Wischsimulator I und Flüss.-Part.-Zähler  |
| 1994 | Methode nach Fissan und Opiolka | Reinigungseffizienz von Reinigungstüchern für trockene Submikron-Partikel auf glatten Oberflächen  | Linear-Wischsimulator / spez. Bildanalyse   |
| 1996 | Part-Lift-Methode               | partikuläre Reinheit ebener Prüf-Oberflächen besonders geeignet für Mesopartikel (> 10 µm)         | Bildanalyse nach Klumpp   |
| 1997 | Schalenmethode I und II         | Partikelfreisetzung in Abhängigkeit vom Anpreßdruck und Reibungskoeff. Oberfläche / Reinigungstuch | Wischsimulator II und Flüss.-Part.-Zähler Drehmoment-Meßbrücke, Flüss.-Part.-Zähl. oder Mikroskop |
| 1998 | Ellipsometer-Methode            | Reinigungseffizienz von Reinigungstüchern für sehr dünne Verunreinigerschichten (< 1 nm)           | Dr.-Riss-Spezial-Ellipsometer, Software und Linear-Wischsimulator                                 |

**Abb. 1** Tabelle der vom Autor seit 1978 entwickelten Prüfmethode und Instrumentarium für die Simulation der Partikelfreisetzung und die Reinigungs-Effizienz beim Wischvorgang



**Abb. 2** Querschnitt eines Garnes hoher Verdrehungszahl bzw. geringer Texturierung (A) und geringer Verdrehungszahl bzw. hoher Texturierung (B). Daran wird deutlich, daß die Beweglichkeit der Partikel in einer Flüssigkeit (Tauchmethode) bei B wesentlich größer ist als bei A.

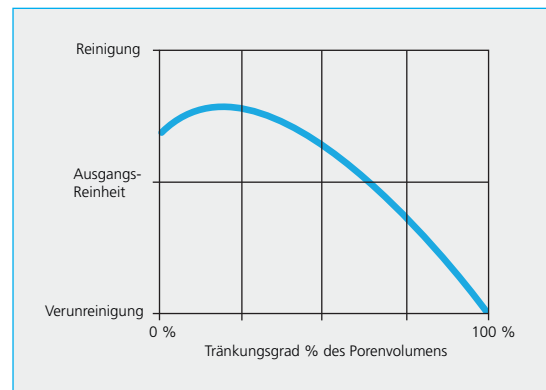
Parameter (Abb. 7). Diese betreffen sowohl Grenzflächen-Phänomene, Festigkeits- und Abriebparameter, Gesetze der Partikelentstehung und Partikelhaftung, die Kapillarstruktur und Verteilung und nicht zuletzt chemische als auch triboelektrische Parameter. Wischendes Reinigen im Mikrobereich ist ein kompliziertes physikalisches Geschehen, welches ein hohes Maß an Einarbeitung verlangt. Diesem Aufwand einer sorgfältigen Einarbeitung wollen sich aber viele Ingenieure und Physiker nicht unterziehen. Gleichzeitig erscheint es den Meisten aber ganz natürlich, daß man über dieses Produkt von bislang relativ geringem technologischem Produkt-Image technisch aussagefähig ist. Hier liegt die Ursache für die vielen unsinnigen Meßmethoden und Vorurteile, welche teilweise aus den Prüflabors selbst der bekanntesten, internationalen HiTech-Unternehmen stammen. Dazu gehörten im Jahre 1985 die Prüfungen „*Bewegen von Reinraumtüchern über der Sonde eines*



**Abb. 3** Interface

Luft-Partikelzählers“ (Abb. 10) und „*Klopfen von Reinraumtüchern über der Sonde eines Luft-Partikelzählers*“ (Abb. 11). Bei diesen „Prüfverfahren“ waren naturgemäß keine sinnvollen Ergebnisse zu erwarten. Selbst dann nicht, wenn vergleichende Prüfungen von der gleichen Person vorgenommen wurden. Zu unterschiedlich waren die eingebrachten Klopf- und Bewegungsenergien, um gleichbleibende Ergebnisse herbeizuführen.

In den Anfangsjahren der Reintechnik war es zunächst einmal notwendig, Prüfmethode für einige markante Parameter von HiTech-Reinigungstüchern zu erarbeiten, die wenigstens eine beschränkte Aussagefähigkeit über deren



**Abb. 4** Effizienz des wischenden Reinigens mit lösungsmittel-getränkten Reinigungstüchern

Qualität zuließen. Das galt insbesondere für die Größen *Partikelfreisetzung*, *ionische Kontamination* und *nichtflüchtige Rückstände*.

### Das amerikanische Mißverständnis und die verlorene Führungsrolle

Die Prüfmethode, mit denen ein Produkt vergleichend geprüft und beurteilt werden kann, haben unter Umständen eine zentrale Bedeutung für die grundsätzlichen Erkenntnisse darüber. Diese sind oftmals richtungsweisend für die optimale Nutzung eines Produktes, die Möglichkeiten seines Einsatzes, für die technologische Lebensdauer desselben, aber auch für die möglichen technischen Weiterentwicklungen und seinen Arbeitswert. Dies trifft insbesondere für das Produkt *Reinraumtücher* zu. Die US-amerikanischen Hersteller von Reinraum-Reinigungstüchern, welche Anfang der 70er Jahre weltweit die ersten auf dem

Markt waren, haben historisch gesehen andere Prüfmethode für den Schlüsselparameter *Partikel- und Faserfreisetzung* von Reinraumtüchern entwickelt als z. B. der bekannte europäische Hersteller Clear & Clean in Lübeck/Germany.

Die amerikanischen Hersteller sind offenbar der Meinung, um die anwendungsgemäße Partikel- und Faserfreisetzung eines Reinraumtuchs zu prüfen, sei es die sinnvollste Methode, nach Tauchen des Prüflings in ein DI-Wasserbad (oder nach Begießen desselben in einer Schale) die Partikel zu zählen, welche bei dem Vorgang in das DI-Wasser gelangt sind. Weil diese Methode so einfach durchführbar ist, wurde sie weltweit von vielen Prüfengeuren kritiklos übernommen.

Der Autor hat jedoch die folgende Erfahrung gemacht:

- Alle Methoden, mit welchen die Qualität eines Reinraumtuchs durch die Bestimmung von dessen Inhaltsstoffen wie Partikeln, Fasern, Ionen oder Organika erfaßt werden soll, sind falsch.
- Es gibt keine Korrelation zwischen den Inhaltsstoffen eines Tuchs und dem Rückstand, welcher nach einem Wischvorgang auf der gereinigten Oberfläche verbleibt.

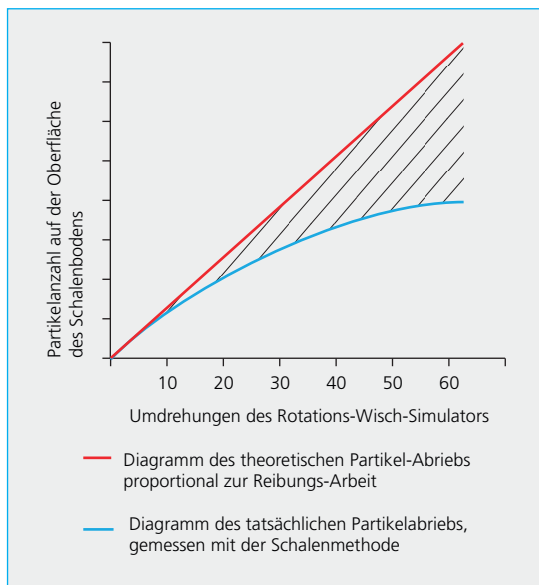


Abb. 5 Wiedereinbindungs-Effizienz

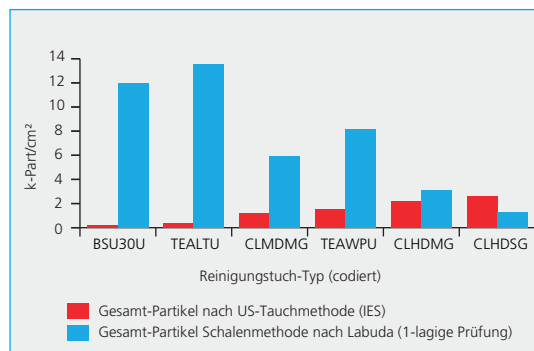


Abb. 6 Messung der Partikelfreisetzung von Reinraumtüchern (Gestricke) nach zwei verschiedenen Meßmethoden

Dies trifft insbesondere zu für die *minimal-stress-method* sowie auch die biaxial-shake-method und für die Methoden *IES-RP-CC-004-87T* als auch *RP-CC-004.2*. Alle diese Methoden wurden in den USA erdacht und publiziert - insbesondere von einem privaten Institut (Institute of Environmental Sciences, USA), welches wiederum von den Tücher-Herstellern gesponsort wird. Die dort erarbeiteten Prüfmethode werden von den bekannten US-Herstellern von Reinraumtüchern in ihren Katalogen als Basis für den Parameter *Partikelfreisetzung* ihrer Reinigungstücher angeführt. Auf diese Weise wird dem Anwender suggeriert, das „bessere“ Tuch sei dasjenige, welches beim Tauchen in oder Begießen desselben mit DI-Wasser weniger Partikel oder Fasern freisetzt.

Der Anwender von HiTech-Reinigungstüchern jedoch will in Wahrheit nicht wissen, wie rein das von ihm benutzte Tuch ist. Er möchte wissen, wie rein die Oberfläche nach einem durchgeführten Wischvorgang ist (Reinigungseffizienz).

Wäre der Parameter *Reinigungseffizienz* z. B. nicht direkt meßbar, so würde der Anwender sich vielleicht ersatzweise im Rahmen einer simulierten Reinigungsprozedur mit der Erfassung des *Partikeltransfer* vom Reinigungstuch zu einer reinen Prüboberfläche zufriedengeben. Dies wäre beispielsweise durch die *Schalenmethode* des Autors möglich (siehe Seite 13). Dabei gehen sowohl die Oberflächen-Rauhigkeit, der Feuchtegrad des Tuchs, der resultierende Materialabrieb als auch die *Wiedereinbindungs-Effizienz* des Reinigungs-

tuchs erheblich in den erhaltenen Meßwert ein. Heute jedoch, im Jahre 1998, ist auch die Messung der *Reinigungseffizienz* eines Tuchs durch die ellipsometrische Prüfmethode des Autors auf direktem Wege möglich (siehe Seite 16).

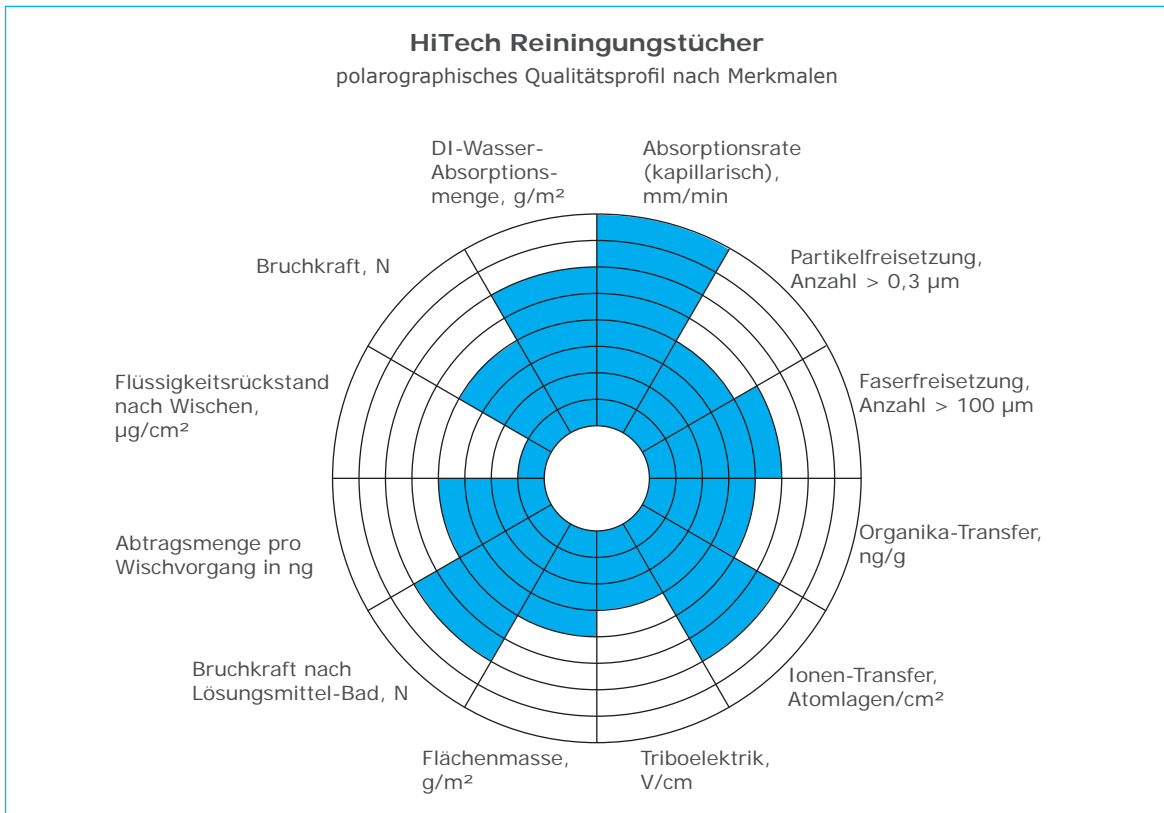
Die Basis aller Kritik betreffend die amerikanische Immersions- und Begießmethoden ist die folgende Erkenntnis: Ein Textil für die Reinigung von Oberflächen durch Wischen ist in seiner Analogie ein dreidimensionales Speichersystem, welches während seiner Anwendung ein Interface zu der zu reinigenden Oberfläche bildet (Abb. 3).

Der erwünschte Zustand nach dem Reinigungsvorgang ist die Abwesenheit von Verunreinigung auf der gereinigten Oberfläche. Umgekehrt betrachtet ist es also die Menge der verbleibenden Verunreinigungsmasse, welche den Erfolg der Reinigungs-Prozedur kennzeichnet.

Bei jedem wischenden Reinigen, insbesondere unter Zuhilfenahme eines flüssigen Lösungsmittels, wird ein Rückstand auf der zu reinigenden Oberfläche gebildet. Dieser Rückstand besteht aus:

- einem chemischen Teil (Schmier aus einem Gemisch von Öl, Tensiden, nicht flüchtigen Rückständen des Lösungsmittels und gelösten Teilen der polymeren Strukturen der Fasern und Garne)
- einem Partikel- und Faserfragmententeil (Faserabrieb von den Reinigungstuch-Oberflächen, lose Partikel und fragmentierte Fasern, welche lose an der Tuch-Oberfläche anliegen)

Die Freisetzung von Partikeln und Faserfragmenten während des Wischvorgangs ist abhängig von einer Anzahl von Oberflächen- und Materialbedingungen, insbesondere jedoch von:



**Abb. 7** Das Kreisprofil erlaubt eine schnelle, vergleichende Übersicht über die Qualitätsmerkmale verschiedener HiTech-Reinigungstücher

- dem Grad der Lösungsmittel-Tränkung des Tuchs während des Reinigungsvorgangs
- der Wiedereinbindungseffizienz des Reinigungstuchs für Partikel und fragmentierte Fasern (ein Effekt bei wischenden Reinigungsvorgängen, welcher durch den Autor im Jahre 1989 beschrieben wurde)
- Garndichte, Texturierung und Fibrillendurchmesser des Garns, welches für die Herstellung des Reinigungstuchs eingesetzt wurde

In dem oben beschriebenen System gibt es nur eine einzige Bedingung, in welcher die Anzahl der Partikel, welche sich im Volumen des Reinigungstuchs befinden, eine Auswirkung auf die Oberflächenreinheit nach dem Reinigungsvorgang hat:

Das ist die Bedingung der *Übertränkung* des Tuchs mit einem Lösungsmittel (DI-Wasser, Isopropyl-Alkohol, etc.). Bei einem Tränkungsgrad von 65 % des gesamten Porenvolumens des Reinigungstuchs beginnt bei glatten Oberflächen die Umkehr des Reinigungseffektes in einen Verunreinigungseffekt (siehe Abb. 4). Die Oberfläche wird also normalerweise von diesem Punkt an mit zunehmendem Tränkungsvolumen unreiner.

Der *Wiedereinbindungs-Effekt* eines Reinigungstuchs, welchen der Autor nach Erschaffung der Schalenmethode beschreiben konnte, ist die Fähigkeit des Tuchs, Partikel und andere Verunreiniger, welche beim Wischvorgang ihre Verankerung in dem Faser-/Filamentensystem des Reinigungstuchs verloren hatten, im Zuge des gleichen Wischvorgangs wieder in sich aufzunehmen (siehe Abb. 5).

Die Menge der Partikel, welche aus einem gestrickten Reinigungstuch durch Tauchen in eine umgebende Prüfflüssigkeit hinein abgegeben wird, ist stark abhängig von der *Garndichte (Porosität)* des für die Reinigungstuchherstellung verwendeten Garnes. Diese wiederum befindet sich in direktem Verhältnis zu dem *Texturierungsgrad (Kräuselung)* und dem mittleren *Fibrillendurchmesser*. Das bedeutet: Gestrickte Reinigungstücher aus Garnen mit hoher Verdrehung und geringem Texturierungsgrad zeigen eine geringere Partikelfreisetzung in die Prüfflüssigkeit hinein

als Reinigungstücher, welche aus Garnen mit geringem Verdrehungsgrad und hoher Texturierung gefertigt sind. Wesentlich ist, daß der Materialabrieb, welcher z.B. durch das Wischen auf einer Oberfläche mittlerer Rauigkeit von z. B. 17 µm (Rz) entsteht, für beide Garn Typen etwa der Gleiche ist.

Das Prüfergebnis der US-Tauch- und Begießmethoden täuscht bei Gestricke-Tüchern zum einen vor, daß die Reinigungseffizienz eines bestimmten Gestricketuchs mit hoher Garndichte und geringerem Texturierungsgrad höher ist als umgekehrt: *Zudem wird der Abrieb, welcher einer der Hauptursachen für die Freisetzung von Partikeln und Faserfragmenten während eines Wischvorgangs ist, durch die US-Methoden überhaupt nicht simuliert. So ist es keine Überraschung, wenn die US-Tauchmethode im Vergleich mit der Schalenmethode nach Labuda (DIN-VDI-2083-4 Abs. 7.6.5.) gegenläufige Ergebnisse zeigt (Abb. 6).*

Die *Schalenmethode*, wie weiter unten im Text beschrieben, verspricht den Wischvorgang erheblich besser zu simulieren (siehe Seite 13). Aber selbst diese Methode ist noch nicht ideal in ihrem Simulationsgrad des Wischvorgangs, weil bei dieser Methode eine reine Oberfläche vorausgesetzt wird und lediglich die zunehmende Verunreinigung derselben durch den Wischvorgang gemessen wird. Idealerweise muß bei einem Prüfvorgang von hohem Simulationsgrad die Oberfläche bereits *definiert* verunreinigt sein. Das Prüfergebnis muß die Differenz zwischen Ausgangs- und Endzustand der Reinigungsprozedur beschreiben. Dies ist nunmehr der Fall bei der *ellipsometrischen Reinigungseffizienz-Prüfung*, welche der Autor im Jahre 1998 (siehe Seite 16) beschrieben hat.

Wie beeinflußt der Unterschied in der gewählten Prüfmethode die Langzeitentwicklung des Produktes Reinraumtücher?

Wenn z. B. ein HiTech-Reinigungstuch-Hersteller annimmt, daß die Steigerung des Reinheits- (Auswasch-)grades eines Tuchs „bessere“ Reinigungstücher ergibt, so wird er sich auf die Herstellung und Entwicklung von Prozessen konzentrieren, welche diese Tücher reiner und immer reiner machen. Das Ziel ist dann das Reinigungstuch, welches null

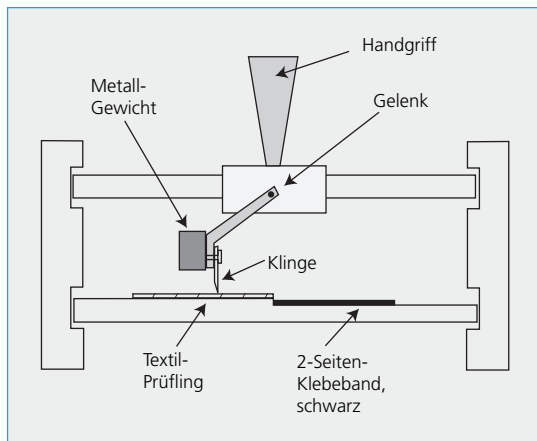


Abb. 8 Schabepfingger-Gerät von 1980

Partikel in ein DI-Wasserbad abgibt, wenn es darin getaucht wird. Dieses Produkt jedoch, für sich selbst betrachtet (statisch), ist zwar im Rahmen der amerikanischen Prüfmethode ultrarein, in Wahrheit jedoch nimmt dieser Reinheitsgrad (dynamisch) mit jeder Wischbewegung ab, weil naturgemäß der vorher beschriebenen Mikroabrieb, sowie die Rückstände aus dem Lösungsmittel die Reinheit der Oberfläche reduzieren.

Fast zwanzig Jahre sind vergangen seit der Formulierung der ersten Prüfmethode für die Freisetzung von Partikeln aus Reinraumtüchern im Jahre 1980 bis zur ellipsometrischen Prüfmethode der *Reinigungseffizienz* im Bereich von einigen Atomlagen. Mit jeder verbesserten Prüfmethode, welche das Clear & Clean-Forschungslabor vorgestellt hat, ist unser Wissen um die Physik des wischenden Reinigens gewachsen und jedes Mal war es ein weiteres kleines Stückchen, das wir der amerikanischen Führungsposition in diesem Bereich abgenommen haben.

Irgendwann, etwa zur Zeit der Vorstellung der Schalenmethode, haben wir gedacht, jetzt haben wir die Nase vorn. Die amerikanische Führungsrolle war für uns zu einem *quantitativen* Aspekt geworden, während sie vormals technologisch begründet war. Natürlich sind wir sehr glücklich darüber, daß die besten Reinraumtücher heute aus Europa kommen, und die jahrelange Unterstützung, welche wir von einigen großen europäischen Unternehmen erhielten, in diesem Sinne von Erfolg getragen war.

Die Entwicklung verschiedener Prüfmethode durch den Autor und das Clear & Clean-Forschungslabor soll nachstehend im historischen Kontext beschrieben werden.

### 1978 - Die ersten Versuche

Ich hatte bei Beginn meiner reinraumtechnischen Forschung im Jahre 1978 nur recht verschwommene Vorstellungen davon, was ich damit tun wollte, aber ich kaufte bei der Firma Zeiss ein riesiges Mikroskop, so schwer, daß es nur zwei Mann tragen konnten und für meine damaligen Verhältnisse geradezu sündhaft teuer. Das Mikroskop heißt *Ultraphot 2* und man kann damit nahezu alles machen, sogar Interferenz-Kontrast-Abbildungen nach Nomarski mit Partikeldurchmessern von 0,2  $\mu\text{m}$ . Ich hatte - und das gilt irgendwie bis heute - den intensiven und unabänderlichen Wunsch, über Reinigungstücher mehr zu wissen als jeder andere Mensch auf dieser Erde. Zunächst untersuchte ich also das makroskopische Erscheinungsbild aller damals auf dem Industrie-Sektor angebotenen Reinigungstuch-Produkte. Bald hatte ich herausgefunden, wer die Rohmaterial-Hersteller waren und welche Vervliesungs- bzw. Strick-Techniken sie einsetzten. Alsdann begann ich Tücherproben mit einem Metallgewicht zu beschweren und diese Versuchsanordnung über ein plan aufgespanntes Schmirgelpapier der Korngröße 400 zu ziehen. Die so abgeriebenen Faserfragmente und Partikel zählte ich mikroskopisch aus und fand auf diese Weise heraus, wieviele Teilchen verschiedene Reinigungstuch-Arten beim Wischen über raue Oberflächen zurücklassen. Dann versuchte ich das ganze noch einmal mit feuchten Reinigungstüchern und mit solchen, die eine zeitlang mit Alkohol getränkt gewesen waren. Die Teilchengrößen nach denen ich damals suchte, lagen im Bereich von 20 - 100  $\mu\text{m}$ . Diese Versuche waren für mich bis heute die aufschlußreichsten Experimente, welche ich mit textilen Flächengebilden gemacht habe. Damals wurde mir klar, daß der Rückstand von einem Reinigungstuch, welcher auf einer gereinigten Oberfläche zurückbleibt, von keinem Parameter so stark abhängig ist, wie von der *Oberflächen-Rauhigkeit*. Diese Versuche waren jedoch zeitraubend, zumal man für textile Materialien eine große Anzahl von Auswertungen machen mußte, um zu einem brauchbaren Mittelwert zu gelangen.



### 1980 - Die Schabefestigkeit

Zu dieser Zeit waren Textil-Manschetten für die Reinigung von Schreib-Leseköpfen von Speicherplatten-Geräten der Computertechnik einer der Haupt-Umsatzträger der HiTech-Reinigungstuch-Branche. Die Manschetten waren aus Baumwolle und wurden über einen gabelförmig ausgebildeten Manschettenhalter gezogen. Zur Reinigung der Oberfläche der Speicherplatten wurde die Manschette mit Alkohol getränkt und leicht an die rotierende Platte von damals etwa 35 cm Durchmesser ange-drückt. Die Schreib-Leseköpfe wurden ebenfalls durch Wischen mit der alkoholgetränkten Manschette über deren Oberfläche gereinigt. Diese Köpfe hatten sehr scharfe Kanten und so kam es beim Wischvorgang mit manchen Fabrikaten aus unzulänglichen Geweben zu einem deutlich vermehrten Abrieb von Fasern und Partikeln. Der Abrieb beeinträchtigte die einwandfreie Funktion der Plattenspeicher.

Aus einem alten Kachelschneider wurde bald ein (allerdings nicht perfektes) Schabepfprüf-Gerät (Abb. 8), welches in der Horizontalen frei bewegt werden konnte. Unterhalb des für die Betätigung vorgesehenen Griffs war eine frei aufgehängte Stahlklinge angebracht, welche, mit einem dem Zweck angepaßten Gewicht beschwert, über den Baumwollprüfling schabte. Einige der so abgeschabten Faserfragmente und Partikel fielen auf eine hinter dem Prüfling angebrachte, schwarz eingefärbte Klebefolie. Die Anzahl und Länge der abgeschabten Fasern wurde lichtmikroskopisch ausgewertet und waren ein gewisses Maß für die Abriebfestigkeit des textilen Materials.

### 1986 - Die Labuda-Hermans-Sonde

Zum Zeitpunkt der Erbauung des ersten großen deutschen Reinraums bei der Siemens AG in Regensburg bestand das Clear & Clean-Labor lediglich aus einer reinen Arbeitsbank, unserem Zeiss-Mikroskop und einem elektronischen Luftpartikel-Zähler. Es stellte sich damals die Aufgabe, im Reinraum in großer Menge eingesetzte Einweghandschuhe aus Polyethylen auf Oberflächenreinheit zu prüfen. Lodevicus Hermans und ich entwickelten für diesen Zweck das Konzept einer Flächensonde. Wir nahmen an, daß sich Partikel von einer Oberfläche mit Hilfe eines schnell darüber hinwegströmenden Luftstroms entfernen ließen.

Die erste Ausführung einer solchen Sonde bestand aus einem Rohr, welches an der Unterseite mit einer Anlegeplatte versehen war. In der Mitte dieser Anlegeplatte befand sich eine Bohrung (Abb. 12). In die Plattenoberfläche wurden vier tunnelartige Kanäle eingefräst, welche von deren äußerem Rand bis zu der inneren Bohrung hin verliefen. Das Rohr war am anderen Ende mit einem Schlauchanschluß versehen. Der Schlauch führte zu einem elektronischen Partikelzählgerät, welches in der Minute 0,028 m<sup>3</sup> Luft ansaugte und die Partikel, welche sich innerhalb dieses Luftvolumens befanden wurden automatisch gezählt und nach Feret-Durchmesser klassiert. Wenn wir diese Sonde z. B. auf die Handschuh-Oberfläche oder auf die Oberfläche eines Reinraum-Papiers setzten, konnten wir tatsächlich das Vorhandensein von Partikeln feststellen. Bei der von uns zuerst gebauten Sonde waren die vier eingefrästen Kanäle nur einige Millimeter lang. Dann kam Lodevicus Hermans die Idee, den Weg des Luftstroms oberhalb der zu prüfenden Fläche erheblich zu verlängern, um die Anzahl der von der Oberfläche entfernten Partikel entsprechend zu steigern. Die zweite „Labuda-Hermans Sonde“ bauten wir so, daß in den Sondenkopf ein spiralförmig ausgebildeter Kanal eingefräst wurde, so daß der Weg des Luftstroms über der Prüffläche erheblich länger wurde und die vom Luftstrom überstrichene Fläche entsprechend größer.

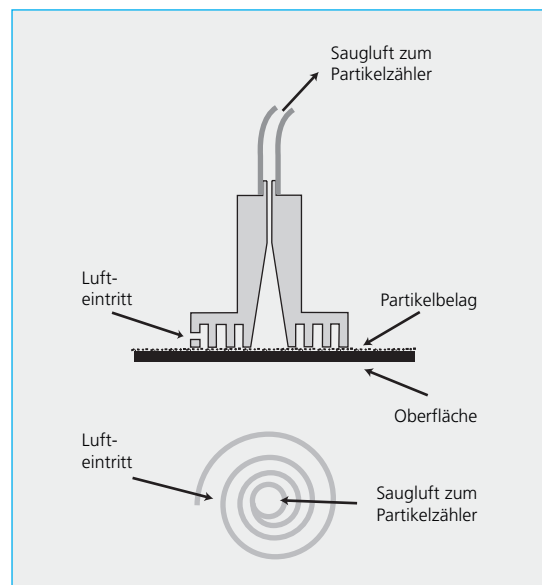


Abb. 9 Labuda-Hermans-Sonde



**Abb. 10** um 1985: Bewegen über der Sonde



**Abb. 11** um 1985: Klopfen über der Sonde



**Abb. 12** Labuda-Hermans-Sonde, erste Version

Wir waren zunächst von den Ergebnissen unserer Messungen begeistert. Egal auf welche ebene Fläche wir die Sonde aufsetzten, der Zähler zeigte stets das Vorhandensein von Partikeln an. Bald jedoch bemerkten wir, daß die Analyse gleicher Flächen bei der Messung mit Partikelzählern für flüssige Medien stets viel mehr und insbesondere viel mehr kleine Partikel ergab als mit unserer Sonde. Außer-

dem bemerkten wir, daß die Meßergebnisse, welche wir mit unserer Sonde erzielten, abhängig waren von der Art des Materials, auf dessen Oberfläche wir die Messungen durchführten, von der Mikrorauigkeit derselben und auch von der rel. Feuchte der Meßumgebung. Offenbar hatten wir die Gesetze der Partikelhaftung an Oberflächen in strömenden Gasen nicht genügend beachtet. Wir gaben dann dieses Projekt nicht ohne Enttäuschung auf, weil wir ein *Meßgerät* im physikalischen Sinne und nicht einen *Detektor* bauen wollten.



**Abb. 13** Labuda-Hermans-Sonde, zweite Version

Einige Jahre später, die Sonde war bei uns längst vergessen, erschien auf dem amerikanischen Markt ein Gerät, welches das Prinzip unserer Sonde aufnahm, aber während der Messung zusätzlich aus mehreren gerichteten Düsen im Sonden-Innern Reinstluft auf die zu analysierende Oberfläche bläst - mit dem Ziel, noch mehr Partikel von derselben zu entfernen und dem Zählvorgang zugänglich zu machen. Dieses Gerät ist, wenngleich für den Einsatzzweck ziemlich groß geraten, im Prinzip ein sehr brauchbarer Oberflächen-Partikel-Detektor. Das Problem dabei ist, daß der Entwickler es mit einem Digitalausgang versehen hat, welcher mittels Ausgangsdrucker und Druckprogramm bester Qualität, säuberlich Größen-klassierte Partikel Daten ausgibt. Diese entsprechen natürlich nicht nahezu dem Partikelbestand auf der analysierten Oberfläche. Es handelt sich hierbei also um einen interessanten Fall von "cheerfull engineering". Jedenfalls begannen nach Erscheinen

dieses Gerätes junge Ingenieure, aber auch gestandene Analytiker, mit der Interpretation der so erhaltenen Daten. Ein junger Techniker in München hat sogar (gegen meinen Rat und ungehindert durch seine Vorgesetzten) umfangreiche Prüfreiheiten an der Oberfläche von Reinraumtüchern verschiedenster Fabrikate durchgeführt, deren Ziel es war, vergleichende Daten der Partikelfreisetzung beim Wischvorgang zu erhalten, um so das "beste" Reinigungstuch zu finden.

Zwei Mitarbeiter von Applied Materials, Dr. K. J. Hansen und Dr. H. D. Pham, hielten 1996 auf dem ICCCS- Kongress in Den Haag in Anwesenheit des amerikanischen Vertreibers einen im Tenor positiven Vortrag über die Einsatzmöglichkeiten dieses Gerätes. Auf die grundsätzlichen, physikalischen Aspekte der Partikel-Freisetzung von der zu analysierenden Oberfläche durch einen Blasstrahl und der Partikel-Sammlung aus Gasen im Zustand turbulenter Strömung wurde dabei jedoch leider nicht eingegangen, so daß die analytischen Begrenzungen dieses Gerätes nicht erwähnt wurden.

Als es bekannt wurde, daß der Zähler in einigen Betrieben eingesetzt wird, fand sich alsbald ein deutscher Vertrieb, der das Gerät nun im Nachbau anbietet, wieder mit Digitaldrucker und klassierten Ausgangsdaten.

### 1987 - Die Fallkugel-Prüfmethode

Im Jahre 1985 lud der Verein Deutscher Ingenieure mich ein, an der Gestaltung der nationalen Richtlinie für die Reinraumtechnik mitzuarbeiten, und bat mich in einem Schreiben, eine Meßmethode zu entwickeln, mit deren Hilfe man die Partikelfreisetzung von Reinraumtüchern vergleichend prüfen konnte, was bis dahin, wie gesagt, nicht möglich war.

Zu dieser Zeit waren in den USA für die Erfassung der Partikelfreisetzung zwei Prüfmethode bekannt, welche, wie oftmals, von uns Europäern kritiklos übernommen worden waren. Es handelte sich um die sog. „Gelboflex“-Methode und um eine im amerikanischen IBM-Labor-Umfeld gewachsene *Tauch-Methode*. Bei der Gelboflex-Methode wurde ein Reinigungstuch in einer verschlossenen Acrylglas-Box einer zyklischen Zug/Dreh-Belastung ausgesetzt, während reine Luft an dem Prüfling vorbeigeleitet wurde, welche

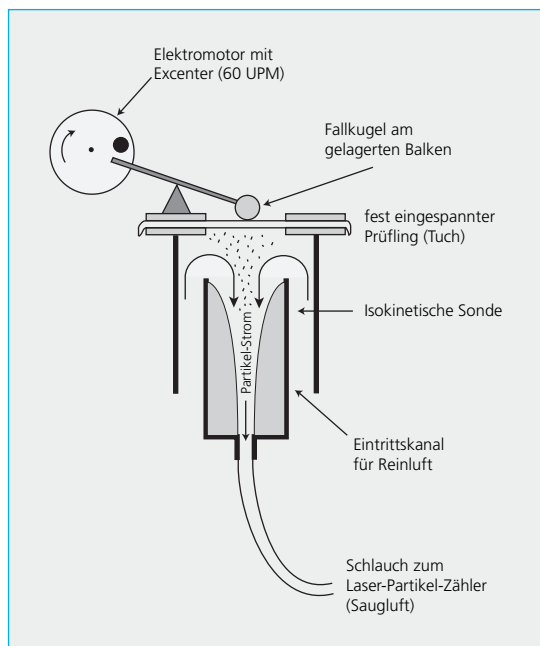
einem Partikelzähler zugeführt und analysiert wird. Die Tauch-Methode wurde bereits auf den Seiten 5 und 6 ausführlich erwähnt.

Mit Hilfe des damals vorgestellten Fallkugel-Prüfgerätes (Abb. 15) wurde es möglich, Partikelablagerungen auf Flächengebilden, wie Geweben, Vliesstoffen, Handschuhen, Folien und Papieren zu erfassen. Damit werden höhere Partikelwerte erzielt, als mit anderen Trocken-Meßmethoden z. B., der in USA bekannten „Gelboflex-Methode“. Es wurde bei der Konstruktion des Gerätes von mehreren grundsätzlichen Überlegungen ausgegangen:

Bei den bisher bekannten Methoden wurde stets die vorhandene Agitationsenergie des Gerätes zur simulierten Partikelfreisetzung auf die *gesamte Fläche* des Prüflings (z. B. Reinigungstuch) von ca. 200 x 200 mm appliziert, während nur ein Bruchteil des aus dem Prüfling gelösten Partikelstroms in die Sondenöffnung eines Partikelzählers gelangen konnte (Gelboflex-Methode). Die effektive kreisförmige Fläche, innerhalb derer ein Partikelstrom mittels einer isokinetischen Sonde von 30 mm Durchmesser meßbar ist, hat einen Durchmesser von etwa 40 bis 45 mm.



Abb. 14 Fallkugel-Prüfgerät nach Labuda



**Abb. 15** Fallkugel-Prüfgerät nach Labuda zur Erfassung von Partikelablagerungen auf Flächengebilden

Will man zu optimalen Meßwerten gelangen, so dachte ich, mußte die mechanische Agitation des Prüflings also auf einen Kreis von etwa 45 mm Durchmesser beschränkt werden. Zur Vermeidung von Meßfehlern durch eine laterale Faser-Abscherung mußte der Prüfling in einer eigens dafür geschaffenen Haltevorrichtung gegen seitliches Verlagern vor und während der Messung gesichert werden und zudem ohne große Mühe eingelegt und entfernt werden können. Während der Messung sollte keine Durchströmung des Reinigungstuches mit Luft stattfinden, um die bei dieser Meßmethode bekannterweise aufgetretenen Fehler auszuschalten und die Messung auch bei solchen Flächengebilden sinnvoll einzusetzen, bei denen keine Durchströmung möglich ist (Folien-Handschuhe, Papier, Kunststoff-Folien). Die Prüfung sollte insbesondere ohne Hinzuziehung besonders dafür ausgebildeten Personals durchführbar sein.

Das Prüfgerät besteht im Wesentlichen aus zwei horizontal angeordneten Bühnen von denen die eine vertikal beweglich ist. Zwischen diese Bühnen läßt sich der Prüfling fest einspannen. In der Mitte beider Bühnen befinden sich kreisförmige Ausnehmungen, so daß der Prüfling wie eine Membrane gespannt aber

frei aufgehängt ist. Um eine annähernd gleichbleibende Material-Spannung zu gewährleisten, ist eine der Bühnen mit einem konisch ausgearbeiteten Ring versehen, welcher beim Spann-Vorgang den Prüfling gegen einen elastischen Ring in der gegenüberliegenden Bühne drückt und somit eine periphere Flächenzugkraft ausübt. Oberhalb der Bühnen ist ein Hammerwerk angeordnet, welches einen Fallhammer mit Kugelkopf 30 oder 60 x in der Minute im gelagerten freien Fall auf den Prüfling niederfallen läßt. Durch den Aufprall des Kugelkopfes auf den Prüfling werden aus dem Prüfling Partikel freigesetzt, welche in den Saugluftstrom der Sonde gelangen und somit dem Partikel-Zähl-Vorgang zugeführt werden. Zur Vermeidung des mehrfachen Aufprallens auf den Prüfling wird das Hammerwerk sofort nach dem ersten Aufprall mechanisch abgefangen.

In geringem Abstand unterhalb der Bühnen ist zentriert eine isokinetische Sonde angeordnet, welche durch einen Schlauch mit einem Zähler für luftgetragene Partikel bis zu  $0,19 \mu\text{m}$  Größe und einer Ausgangsmenge von 1 cubic-ft/min (z. B. Climet 6300) verbunden ist. Um die isokinetische Sonde herum ist ein Belüftungs-Zylinder angeordnet, so daß die Prüflinge nicht von der Saugluft durchströmt werden. Der nach unten hin geöffnete Belüftungs-Zylinder hat außerdem die Funktion der Abschirmung gegen von oben einfallende Flugpartikel, welche das Meßresultat beeinträchtigen könnten.

Dieses Gerät wurde von einigen Unternehmen, u. a. Siemens in Villach, lange zur Erfassung des Waschzustands von Reinraum-Textilien eingesetzt. Außerdem wurde es vom Textil-Institut Denkendorf in einem umfangreichen Projekt zur Messung der Partikelbelastung von Mehrweg-Reinigungstüchern eingesetzt [Lit. 18].

### 1990 - Die Colander-Methode

Ein großer Teil der bei Wischvorgängen freigesetzten Partikel, Fasern und Faser-Bruchstücke entsteht wie bereits ausgeführt durch die *scheuernde Reibung* zwischen Reinigungsmittel und zu reinigender Oberfläche. In diesem Bereich liegt

auch die Grundlage für die Erarbeitung einer weiteren Prüfmethode, welche auf den hier wesentlich einwirkenden und reproduzierbaren physikalischen Kräften beruht. Sowohl bei den Flüssigkeits-Prüfmethoden DIN-50452, ASTM-F312 und allen anderen beschriebenen Flüssigkeits-Prüfmethoden, welche die Partikelfreisetzung durch Tauchen des Reinigungsmittels im flüssigen Medium mit nachfolgender Partikelzählung im Flüssigkeits-Partikel-Zähler beschreiben, aber auch bei der Fallkugel-Prüfmethode nach Labuda bleibt dieser Effekt unberücksichtigt. Es war also eine Prüfmethode zu entwickeln, mit deren Hilfe die Auswirkungen der scheuernden Reibung darstellbar und numerisch erfassbar wurden. Die 1990 während der ICCCS-Tagung in Zürich vorgestellte Labuda-Colander-Methode versprach, diese Forderungen zu erfüllen.

Im Oktober 1997 wurde dann überraschenderweise von Mr. Steve Paley et. al. (Texwipe USA) in der amerikanischen Zeitschrift MIKRO die Labuda-Colander-Methode aus 1990 als neuartige Prüfmethode (wie gewöhnlich ohne Literaturangabe) als neue Erfindung vorgestellt. Einziger technischer Unterschied: Linear- anstelle von Rotationsbewegung des Prüflings.

Die Labuda-Colander-Methode funktioniert wie folgt (Abb. 16):

Ein kreisförmiger Ausschnitt eines Reinigungsmittels wird an der Unterseite eines zylindrischen Metallkörpers von vorbestimmten Gewicht befestigt. Diese Kombination wird auf ein nach seinen technischen Merkmalen ausgewähltes, gespanntes und vorher gereinigtes Metall-Sieb gelegt und dort eine Minute lang mit 50 Umdr/min rotieren lassen. Unterhalb des Siebes ist die Isokinetische Sonde eines Partikelzählers für luftgetragene Partikel befestigt. Auf diese Weise werden folgende Partikel erfaßt:

1 - Die durch scheuernde Reibung aus dem Flächengebilde herausgelösten Partikel, welche durch die Öffnungen des Siebes hindurchgetreten sind und auf diese Weise in die Sonde gelangen.

2 - Solche Partikel, welche im Größen-Erfassungsbereich des Partikel-Zählers liegen.

Bei einem Laser-Partikel-Zähler z. B., welcher

Partikel der Größen von 0,19 bis ca 10 µm zu zählen imstande ist, werden alle Partikel, die kleiner als 0,19 µm sind, nicht mehr gezählt und alle Partikel von einer gewissen Größe oberhalb von 10 µm werden nicht mehr selektiv erfaßt. Das ist eines der größten Probleme der Prüfung von textilen Werkstoffen mit Partikelzählern. Kommt es dabei doch zur Freisetzung von Partikeln bis in den Submikron-Bereich hinein und gleichzeitig zu Faserfragmenten im Millimeter-Bereich. Der wesentliche Nachteil dieser Methode liegt darin, daß eine große Anzahl der abgeriebenen Partikel am Colander haften bleibt und somit der Messung nicht zugänglich ist. Das gilt insbesondere für kleine Partikel.

### 1992 - Die Schalenmethode I und II

Diese moderne Prüfmethode dient der Erfassung der Partikel- und Faser-Freisetzung textiler Werkstoffe im trockenen als auch im feuchten Zustand durch kontrolliertes Reiben derselben über Oberflächen von definierter Rauigkeit. Anwendungsbeispiel ist die Erfassung der Partikelfreisetzung beim Gebrauch von Reinraumtüchern. Die Methode ist als „Schalen-Methode nach Labuda“ in der DIN/VDI 2083 Blatt 4 - Abs 7.6.5 erwähnt.

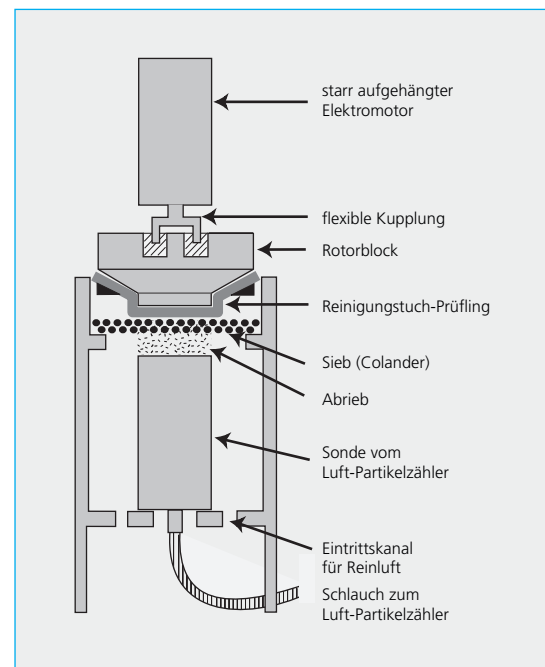


Abb. 16 Colander

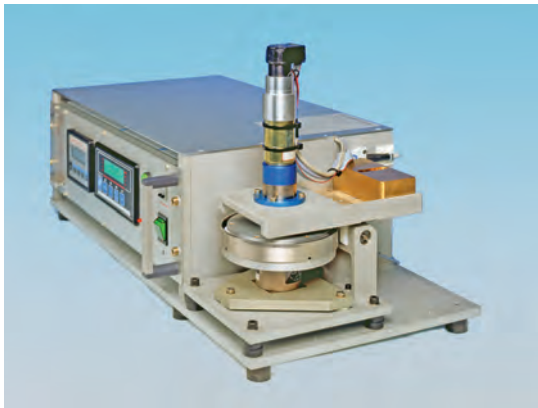


Abb. 17 Rotations-Wischsimulator, geschlossen

Sie wurde im Rahmen meiner Mitarbeit im VDI-Richtlinienausschuß für Reinraumtechnik entwickelt und erstmals öffentlich beim Kongress des Verein Deutscher Ingenieure 1993 in Stuttgart im Rahmen meines Vortrags "Belastungsdiagramm für Reinraumbücher" der Öffentlichkeit vorgestellt. Dieser Vortrag wurde im VDI-Report Nr.1095 aus 1994 veröffentlicht.

Die Methode funktioniert wie folgt (Abb. 19): Es wird ein Prüfling im Durchmesser von 60 mm aus einem Tuch kreisförmig ausgeschnitten. Der Prüfling wird kurz vor Beginn der Prüfung zu 75 % seines vollen Wasser-Aufnahme-Vermögens mit DI-Wasser getränkt und in einem *Rotations-Wisch-Simulator* mit elektrischem Antrieb und elektronischer

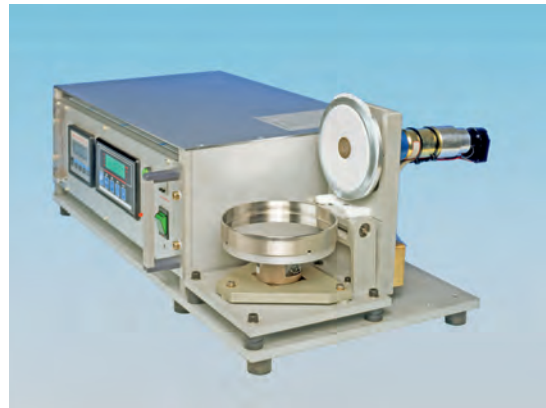


Abb. 18 Rotations-Simulator, geöffnet

Steuerung mechanisch befestigt. Die Befestigung erfolgt mittels magnetischem Klemmring unter einem zylindrischen Rotor von bekannter Masse (600p). Diese Anordnung wird in einer Schale aus V2A-Stahl mit Hilfe eines flexibel gekoppelten elektromotorischen Antriebs 250 mal rotieren lassen. Der Schalenboden hat eine festgelegte Oberflächen-Rauhigkeit. So kommt es zum Partikel- und Faserabrieb, wie er gleichermaßen in der Arbeitspraxis mit Reinigungstüchern entsteht. Anschließend wird die Schale in einer Reinen Arbeitsbank mit DI-Wasser aufgefüllt, welches dann die abgeriebenen Partikel und Faserbruchstücke enthält. Das solchermaßen mit Partikeln und Fasern angereicherte DI-Wasser läßt sich nun mittels folgender Methoden analysieren:

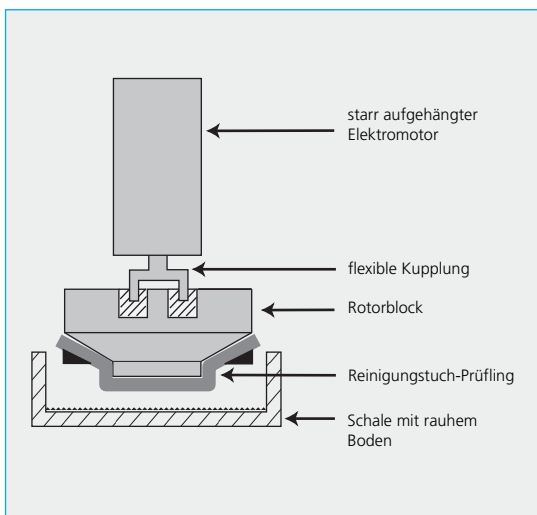


Abb. 19 Schalen-Methode I

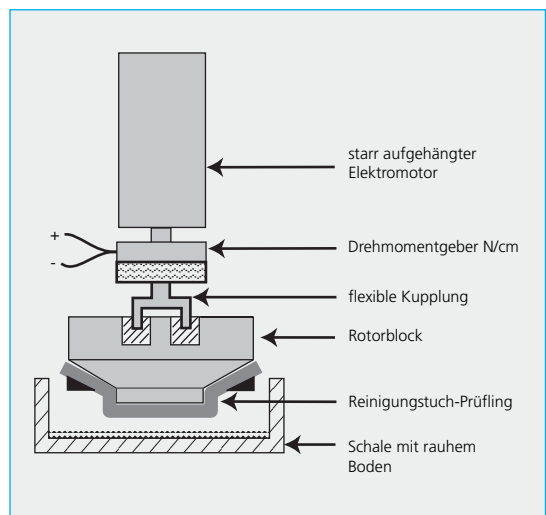


Abb. 20 Schalen-Methode II

A - mit Hilfe eines automatischen Partikelzählers für Flüssigkeiten nach Anzahl und Größe derselben. Diese Methode simuliert recht praxisnah den wischenden Reinigungsvorgang: Auch ein Reinigungstuch wird ja beim Gebrauch mit einem bestimmten Anpreßdruck über eine Fläche bewegt, welche eine Oberflächenrauigkeit von  $Rz > 0$  hat.

B - durch Filtrierung des mit Partikeln belasteten DI-Wassers und nachfolgender mikroskopischer Auswertung des Filters.

Messungen des durchschnittlichen Anpreßdrucks bei der Reinigung von Oberflächen durch Personen ergaben Werte um 600 Pond. Die Prüfung kann mit einem trockenen oder auch mit einem feuchten Prüfling durchgeführt werden. Zwischen beiden ergaben sich bei Versuchen mit Reinigungstüchern aus Viskose erhebliche Unterschiede in der Partikelfreisetzung. Setzt man bei der Prüfung nacheinander mehrere, in ihrer Rauigkeit abgestufte Prüfschalen ein, so läßt sich ein materialspezifisches Belastungs-Diagramm der Partikelfreisetzung von Reinigungstüchern in Abhängigkeit von der Rauigkeit der gewischten Oberfläche erhalten. Zusätzlich lassen sich interessante Aufschlüsse über das Abriebverhalten der Tücher beim Wischen über unterbrochene Oberflächen gewinnen - nämlich dann, wenn die Prüfschalen mit scharfkantigen Nuten oder Vertiefungen oder mit Reliefs versehen werden. Die Prüfschalen wurden daher am Boden mit Oberflächen-Rauigkeiten (DIN-Rz) = 5, 17, 33 und 39 versehen.

Im Jahre 1998 haben wir diese Methode um ein wesentliches Parameter bereichert. Wir haben die Schale auf einen hochempfindlichen Drehmomentgeber gesetzt und können nun wertvolle Einsicht darüber gewinnen, bei welchen Faser- oder Garnegebilden, Feuchtegraden, Ausrüstungen und Oberflächenrauigkeiten das höchste oder geringste Friktionsdrehmoment entsteht und wie dies mit der Menge freigesetzter Partikel korrespondiert. Zudem kann die Schale mit Hilfe eines Partikelgenerators mit einer definierten Partikelschicht versehen werden. So kann die Reinigungseffizienz verschiedener Reinigungstücher für partikuläre Verunreinigungen bestimmt werden.

### 1996 - Die Part-Lift Methode

Während die Erfassung der Anzahl von Partikeln, die sich in Flüssigkeiten oder Gasen befinden, zufriedenstellend gelöst ist, gibt es ein beträchtliches Defizit an Methoden, die zum Identifizieren und Zählen von Partikel- und Faserfragmenten auf glatten Oberflächen dienen. Mit der Hilfe des Partikelkollektors, der 1996 auf dem ICCCS-Kongress in Den Haag vom Autor vorgestellt wurde, ist es unter einem optischen Mikroskop, bei starkem Seitenlicht möglich, einen schnellen Überblick über die Anzahl an Partikeln und Faserfragmenten zu erhalten, welche durch Kontaktübertragung von beliebigen glatten Oberflächen auf eine adhäsive Kollektor-Platte gebracht wurden (Lift-Methode). Bei Einsatz der elektronischen Bildanalyse ist es außerdem möglich, eine automatische Zählung und Klassifizierung der Partikel durchzuführen, von relativ kleiner Größe bis hin zu einigen Millimetern, jeweils abhängig davon, welcher Vergrößerungsmaßstab am Mikroskop ausgewählt wurde. Innerhalb weniger Minuten ist es möglich, nahezu vollständige Informationen über das Spektrum der Partikelablagerung auf einer glatten Oberfläche zu erhalten.

Der zweiteilige Kollektor besteht aus einer verschließbaren Metallkapsel mit einem Schraubgewinde. Mittig, auf der Grundfläche der Kapsel, ist ein zylindrisches Federelement befestigt. Eine dunkelblau eingefärbte Kollektorplatte mit einer leicht klebenden Oberfläche

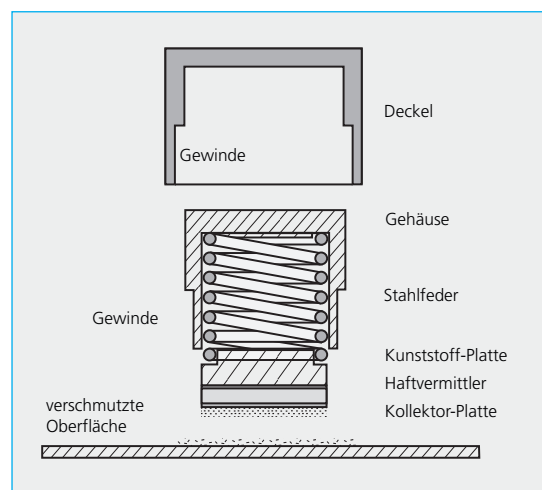


Abb. 21 Part-Lift Methode nach Labuda zur Messung der partikulären Oberflächenreinheit

che wird am oberen Ende des Federelements angebracht. Wenn das Unterteil der Kapsel mit der Kollektorplatte für mindestens 5 Sekunden auf eine trockene, einigermaßen ebene Test-Oberfläche gepresst wird, bleiben die Partikel, Fasern, Faserfragmente und Mikroben, welche lose auf der Oberfläche liegen, an der Kollektorplatte haften. Der obere Teil der Kollektorplatte erhebt sich einige Millimeter über das Gewinde bzw. die Kontaktebene hinaus, gerade genug, um sicherzustellen, daß die effektive Druckkraft auf die Test-Oberfläche 5 bis 6 Newton beträgt. Nach Abschluß des Kollektor-Vorgangs kann der obere Teil der Kapsel auf das Unterteil aufgeschraubt werden, und die so sichergestellte Partikelprobe ist dann bereit für die Analyse in einem Labor. Nachdem der Kollektor von der Testfläche abgehoben wurde, sollte sich ein Großteil der vorhandenen Partikel der Oberfläche auf der Kollektorplatte befinden. Wie groß der Prozentsatz sein mag, hängt von der Qualität der analysierten Oberflächen ab. Das Institut für Prozess- und Aerosolmessmethoden der Universität Duisburg hat die Effizienz der Entfernung eines Kollektors von einer polierten Siliciumscheibe (Wafer) geprüft und mit > 90 % angegeben.

Bei den ersten praktischen Feldversuchen mit dem Partikelkollektor stellte sich heraus, daß die Oberflächenrauigkeit der Kollektorplatte noch ein wenig hoch bemessen ist, so daß aus Gründen der optischen Schärfentiefe Partikel < 5 µm nicht mit hundertprozentiger Sicherheit erfaßt werden.



Abb. 22 Riss Ellipsometer

Außerdem stellt sich bei der mikroskopischen Erfassung kleinster Partikel das Problem der geringen optischen Bildfläche. Nimmt man an, daß die optische Erfassung von Objekten bis zu einer Größe von 5 % der Bilddiagonale möglich ist, so ergibt sich bei einem angenommenen Partikeldurchmesser von 1 µm ein (quadratisches) Bildfeld von lediglich 14,2 x 14,2 µm (= 201 µm<sup>2</sup>). Bezogen auf die gesamte Kollektorfläche von 1 cm<sup>2</sup> ergeben sich also etwa 5000 Betrachtungsfelder für eine 100 %ige Auswertung der Kollektorplatte. Bei Partikelgrößen von 10 µm reduziert sich die Anzahl der Betrachtungsfelder auf vertretbare 50, wovon z. B. 20 ausgewertet werden müßten, um eine vertretbare Sicherheit der Aussage zu gewährleisten. Dies ist mit Hilfe moderner Bildanalyse problemlos möglich. Durch die Lichtstreuung, welche sich bei seitlich gerichtetem Halogenlicht ergibt, werden die Partikel wesentlich größer abgebildet als sie sind (Halo), so daß man annehmen kann, die Methode ist gut geeignet für eine Auswertung von Partikeln > 5 µm. Die bisher gefertigten Kollektoren haben ein Metallgehäuse und sind auf Wiederverwendbarkeit ausgelegt. Es hat sich jedoch herausgestellt, daß die Reinigungsmöglichkeit der Kollektorplatte nicht sicher gegeben ist. Daher wird der Kollektor in Zukunft nur noch als Einweg-Teil gefertigt werden.

#### 1998 - Die Ellipsometer-Methode

Dieser Methode liegt die Tatsache zugrunde, daß der Anwender wissen möchte, wie die Oberflächenreinheit durch den Wischvorgang im Vergleich zum Ausgangszustand der Oberfläche zugenommen hat.

Es war also eine Prüfmethode zu entwickeln, welche die Reinigungseffizienz eines Reinigungstuchs für verschiedene Arten von Standard-Verunreinigern extrem geringer Masse mißt. Dies können z. B. pastöse Verunreinigungen wie Fette, Öle oder Pasten sein. Es kann sich dabei auch um Mikroben, Harzrückstände oder Pulver handeln. Um die Effizienz eines Reinigungsvorgangs zu messen, muß der Reinigungsvorgang äußerst genau simuliert werden. Zu diesem Zweck wurde ein Linear-Wischsimulator (Abb. 25) entwickelt.

Die Prüfmethode funktioniert wie folgt:  
Auf einem waagrecht angeordneten Schlitten





Abb. 23 Mikrowaage

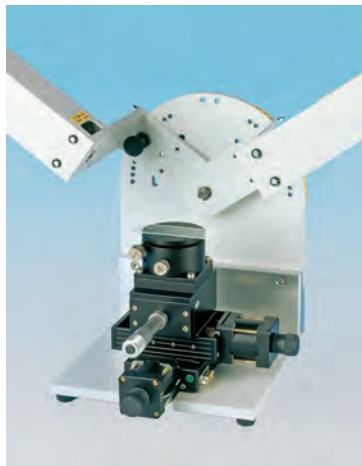


Abb. 24 Ellipsometer, Präzisions-Stellmotore im nm-Bereich

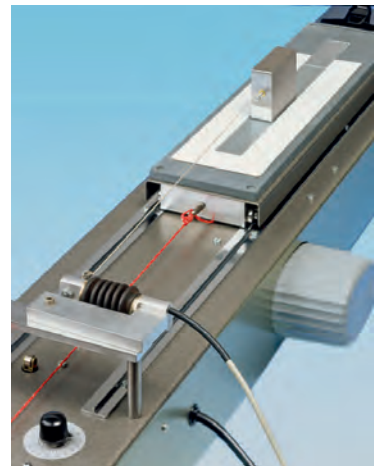


Abb. 25 Linear-Wischsimulator

(Linear-Wischsimulator) sind vier aufeinanderfolgende Platten der Abmessungen 25 x 75 mm montiert (siehe Abb. 29). Die 2. Platte ist mit einer dünnen Schicht eines Standard-Verunreinigers belegt, z. B. eines mittelviskosen Öls. Die Masse der aufgetragenen Schicht wird durch eine  $\mu\text{g}$ -Waage gewogen. Die Homogenität der Schichtdicke wird mit Hilfe eines Ellipsometers profilometrisch erfasst. Das Ellipsometer kann Schichtdicken bis hinunter zu einer Atomlage erfassen.

Auf der ersten Platte des Linear-Wischsimulators befindet sich ein Metallgewicht der Masse 500 g, unter dessen Auflagefläche ein Reinigungstuchabschnitt von 20 x 70 mm angebracht ist. Mit definierter Geschwindigkeit wird der Schlitten in Richtung der 4. Platte bewegt. Beim Hinübergleiten über die 2. Platte wird durch den Tuchabschnitt ein Teil der Verunreinigungsmasse (Ölschicht) aufgenommen. Beim Hinübergleiten über die 3. Platte wird evtl. von der im Reinigungstuchabschnitt befindlichen Verunreinigungsmasse etwas an

die Oberfläche abgegeben. Beide Massedifferenzen lassen sich gravitometrisch auswerten. Auf der 4. Platte kommt das Metallgewicht mit dem Reinigungstuchabschnitt zum Stehen. Die Prüfmethode bietet auf diese Weise Einsicht in die Fähigkeit eines Reinigungstuchs, Schichten von verunreinigten Oberflächen zu entfernen und zwar bis zu bisher unerreichter Präzision, ja bis zu einigen Nanometern Schichtdicke.

- Abbildung 26 zeigt die ursprüngliche Verunreinigung einer Glas-Oberfläche mit einer niederviskosen Ölschicht von 83,3 nm mittlerer Dicke. Ellipsometrisch wurden auf einer Fläche von  $X = 10$  und  $Y = 6$  mm insgesamt 256 periodische Einzelpunkte gemessen (min. 42,8 nm - max. 119,9 nm). Für die nachstehend gezeigten Diagramme wurde ein Riss-Ellipsometer eingesetzt. Durch diese Technik ist es nun erstmals möglich geworden, Reinigungs-Effizienzen von Reinigungstüchern im Nanometerbereich zuverlässig zu messen.

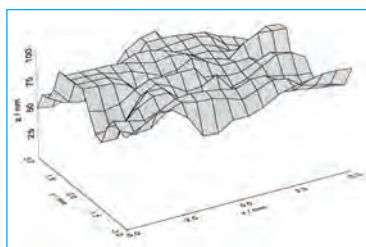


Abb. 26 Verunreinigung bei Prüfbeginn

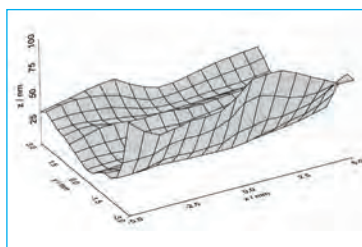


Abb. 27 Verunreinigung nach einmal wischen

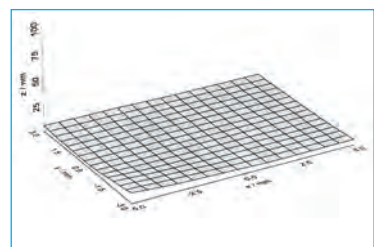


Abb. 28 Verunreinigung nach fünfmal wischen

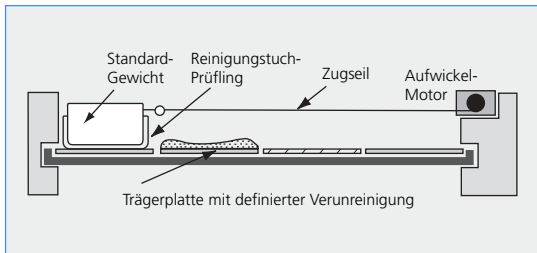


Abb. 29 Linear-Wischsimulator

2. Nach einem einzigen Wischvorgang mit dem Mikrofaser - Gestrücke MICROWEB™ hat sich die mittlere Dicke der ursprünglichen Verunreinigung von 83,3 auf 31,8 nm reduziert (min. 10,3 nm - max 102,8 nm) (Abb. 27). Das entspricht einer Reinigungs-Effizienz von 61,8 % beim ersten Wischen.
3. Nach weiteren 5 Wischbewegungen mit dem MICROWEB™ hat sich die verbleibende Oberflächen-Verunreinigung auf 3,7 nm reduziert (min. 2,51 - max. 8,7 nm). Das entspricht nur noch etwa 74 Atomlagen und gilt bereits als „ultra-clean“ im Sinne von Reinheits-Zuständen bei technischen Arbeitsprozessen (Abb. 28).

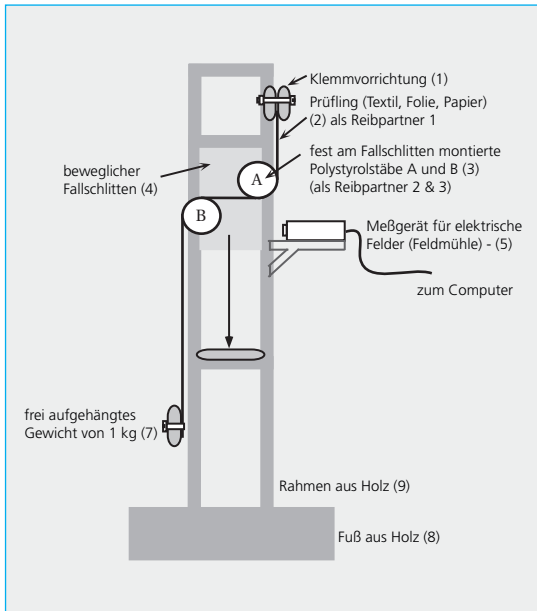


Abb. 30 Fallschlitten nach Ehrler zur Messung der Triboelektrizität von porösen Flächengebilden (Schemazeichnung)

Außer den Parametern Partikelfreisetzung und Reinigungs-Effizienz wurden von uns im Laufe der Jahre auch andere Parameter des wischenden Reinigens erforscht. Das sind insbesondere:

- die Triboelektrizität beim Wischvorgang
- die Flüssigkeitsaufnahme von Reinraumtüchern
- Flüssigkeitsreste nach feuchtem Wischen
- der Transfer ionischer Verunreiniger

### Die Triboelektrizitäts-Messung

Um dieses Parameter für Reinraumtücher in geeigneter Weise zu erforschen, wandten wir ein Prüfsystem an, welches uns seinerzeit von *Dr. Peter Ehrler* nahegebracht wurde. Es handelte sich um den *Fallschlitten nach Ehrler* (Abb. 30). Dieses Gerät funktioniert wie folgt:

#### Der Fallschlitten nach Ehrler

##### Beschreibung

Der Fallschlitten nach Ehrler besteht wegen der geringen elektrischen Aufladbarkeit des Materials Holz aus einem vertikal aufgebauten Holzrahmen, in welchem sich - ebenfalls aus Holz - ein vertikal geführter Fallschlitten (4) befindet. Fest mit dem Fallschlitten verbunden sind 2 Polystyrolstäbe (3) A und B mit einem Durchmesser von 12 mm. Der Fallschlitten ist in seiner Ausgangsstellung im oberen Teil des Holzrahmens gesichert. Zum Betrieb desselben kann er elektrisch entsichert werden und fällt dann hinunter auf das Prallkissen (6). Das zu analysierende Reinigungstuch oder Papier (2) wird in einer geerdeten Klemmvorrichtung (1) befestigt, welche sich am Kopfteil des Holzrahmens befindet. Anschließend wird das Reinigungstuch vorsichtig um die Polystyrolstäbe herumgelegt, ohne dabei eine Reibung zu bewirken, welche unerwünschte elektrische Ladungen erzeugen könnte. An das freie Ende des Reinigungstuchs wird ein Gewicht (7) geklemmt, welches allein mit Hilfe der Gravitationskräfte den innigen Kontakt zwischen Reinigungstuch und den beiden Polystyrolstäben sicherstellt. Nachdem das Einlegen des Prüflings in den Fallschlitten abgeschlossen ist und die Feldmühle (5) sowie das nachgeschaltete Instrumentarium eingeschaltet wurden, beginnt die eigentliche Prüfung.

### Durchführung der Prüfungen

Von jedem Reinigungstuch und Papier wurden zumeist fünf Prüflinge der Abmessungen 50 x 300 mm geschnitten und für die Dauer von 12 Stunden bei einem Prüfklima von 40 % relH bei + 22° C gelagert. Anschließend wurden die Prüflinge nacheinander im Prüfklima in den Fallschlitten eingelegt, aufgeladen und gemessen. Der Fallschlitten befand sich dabei in der Klimakammer. Die beim Betrieb des Fallschlittens am Reinigungstuch oder Papier entstehenden spontanen Aufladungen und nachfolgenden Abklingphasen wurden oszilloskopisch registriert. Die Oszillogramme wurden ausgewertet, und die so erhaltenen Daten tabellarisch erfaßt. Auf diese Weise entstand eine Übersicht über die mögliche elektrostatische Aufladbarkeit sowohl der *Reinraumbücher* als auch der *Reinraum-Papiere* verschiedener Hersteller genau unter in Reinräumen üblichen Feuchtebedingungen.

Die so erhaltenen Ladungsdiagramme (Abb. 31 und 32) lassen sowohl die Ladungshöhe in kV als auch die Abklingzeit erkennen. Der Autor hat zu diesem Thema im Rahmen einer VDI-Tagung im Jahre 1997 in Fulda einen Aufsatz veröffentlicht, welcher das Thema Triboelektrik ausgiebig behandelt [Lit. 12].

### Die Flüssigkeitsaufnahme von Reinraumbüchern

Tücher werden vor ihrem Reinigungs-Einsatz zumeist mit einer Reinigungs-Flüssigkeit getränkt. Der Vorgang des Tränkens geschieht in der Praxis zumeist so, daß das Tuch in der linken Hand des Operators gehalten wird und dieser mit der rechten Hand die Handhebel-

pumpe einer Spritzflasche mit Reinigungsflüssigkeit bedient, so daß das Reinigungstuch an ein oder zwei Stellen getränkt wird. Weil das Tuch sich vorschriftsgemäß in zweimal gefaltetem Zustand (also vier Lagen übereinanderliegend) normalerweise in der linken Hand befindet, kommt es beim Tränken sowohl zu einer Verteilung der Flüssigkeit in die übereinanderliegenden Lagen hinein als auch zu den Rändern des Tuchs hin. Um eine ausreichende und vor allen Dingen *ausreichend schnelle* Durchfeuchtung des Tuchs zu erreichen, muß konstruktiv sichergestellt sein, daß

- das Tuch eine ausreichende Flüssigkeitsmenge aufnehmen kann.
- sich diese Flüssigkeitsmenge so schnell im Tuch verteilt, daß eine geringe Handhabungszeit gewährleistet ist.

Das Gleiche gilt für die Aufnahme von Spritzern und verschütteten Flüssigkeitsresten (Spill-Control). Die Flüssigkeit wird von der Tuchoberfläche her (lateral) aufgenommen und verteilt sich anschließend in der Tuchlängsrichtung. Dafür gibt es eine Prüfmethode, welche auf der Basis des *fallenden Wassertropfens* funktioniert und die Verteilung des Tropfenvolumens in die Tuchkapillare hinein opto-elektronisch erfaßt. Ein Problem bei dieser Meßmethode ist jedoch generell die Volumen-Ungenauigkeit bei der Erzeugung von Tropfen. Bei Clear & Clean haben wir daher die Flüssigkeitsaufnahme von der Tuchoberfläche her verzichtet und messen bisher ersatzweise die longitudinale *Kapillarität* des textilen Werkstoffs.

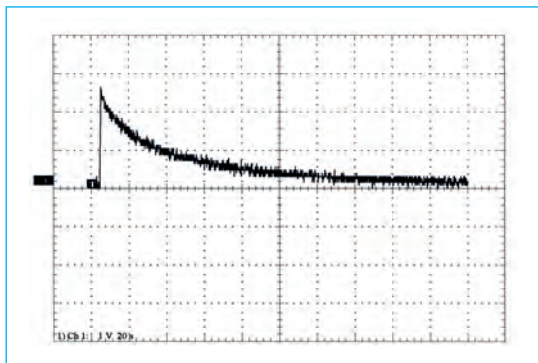


Abb. 31 Ladungsdiagramm eines Reinraumbüchers im Trockenzustand (Methode Fallschlitten nach Ehrler)

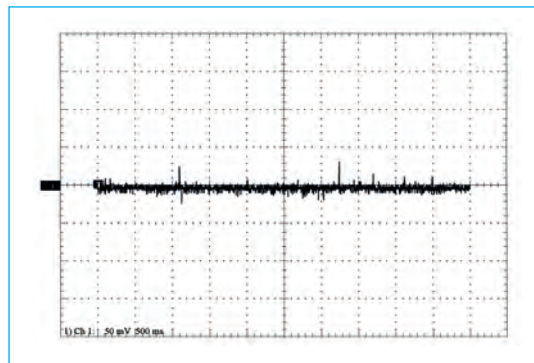


Abb. 32 Ladungsdiagramm des gleichen Reinraumbüchers im Feuchtzustand (Methode Fallschlitten nach Ehrler)

Die Messung erfolgt dadurch, daß ein mit einer definierten Wassermenge gefülltes Gefäß auf dem Wägeteller einer Mikrowaage plaziert ist und ein Prüfstreifen des Reinigungstuchs mit einem Ende in die Flüssigkeit eingetaucht wird (Abb. 33). Gemessen wird die Masse der aus dem Behälter entnommenen Flüssigkeit über die Zeit. So entsteht ein Diagramm von hoher Materialspezifität und Aussagekraft.

Sven Siegmann vom Clear & Clean-Labor hat kürzlich eine neue Prüfmethode vorgestellt, mit deren Hilfe es möglich ist, nicht nur die *longitudinale* sondern auch die *laterale* Kapillarität selbst an einem mehrlagig angeordneten Reinigungstuch zu messen. Die untenstehende Skizze (Abb. 34) erläutert das Verfahren. Durch die Einführung dieser Prüfmethode ist sichergestellt, daß die Messung praxisnah simuliert wird.

**Flüssigkeitsreste nach feuchtem Wischen**

Hierbei handelt es sich um den unvermeidlichen Feuchtigkeitsrest, der zurückbleibt, wenn eine Oberfläche mit einem feuchten Tuch gewischt wird. Je nach Flüssigkeitsgehalt des Reinigungstuchs, aber auch abhängig von der Beschaffenheit und Struktur seiner Grundmaterialien und deren Grenzflächen-Energien schwankt die Menge des Flüssigkeitsrestes, welcher auf der Oberfläche verbleibt, in beträchtlichem Maße. Dabei sind zwei Aspekte für das Reinraumtuch von besonderer Bedeutung:

- In den Flüssigkeitsresten befinden sich vergleichsweise große Mengen an Partikeln, welche nach Verdampfen der Flüssigkeit auf der trockenen Oberfläche zurückbleiben und in die Umgebung gelangen können.

- Die Flüssigkeitsreste haben einen *großen Einfluß* auf die für einen Wischvorgang benötigte Zeit. Beobachtungen von Wischvorgängen zeigen, daß ein großer Teil der Testpersonen einen Wischvorgang erst dann beendet, wenn die Oberfläche wirklich trocken ist. Die Trockenwischfähigkeit eines Reinigungstuchs ist also bei der großen Anzahl von Wischvorgängen, welche in Reinräumen stattfinden, von zentraler kommerzieller Bedeutung (Zeit-Kosten).

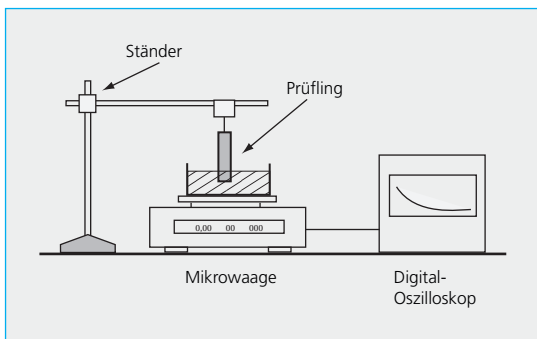
Dem Autor ist keine Methode bekannt, mit welcher dieses Parameter schnell und mit hoher Simulationstreue gemessen werden könnte. Im Clear & Clean-Forschungslabor haben wir verschiedene Meßmethoden versucht ohne bisher den erwünschten Erfolg zu verzeichnen:

*Method 1:* Aufbringen einer definierten Flüssigkeitsmenge auf eine Oberfläche / Darüberlegen des Reinigungstuchs / Beschweren desselben mit Metallgewicht / Abheben von Metallgewicht und Reinigungstuch / Messen der zurückbleibenden Flüssigkeitsmenge

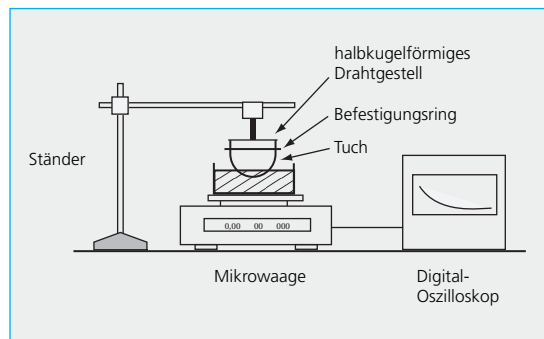
*Nachteil* dieser Methode 1 ist, daß die wischende Bewegung, welche die Flüssigkeit auf der Oberfläche verteilt, nicht in die Messung eingeht.

*Method 2:* Bewegen des Wischsimulators mit feuchtem Prüfling über die Oberfläche eines Trägermaterials und anschließende Differenzwägung des Trägergewichtes.

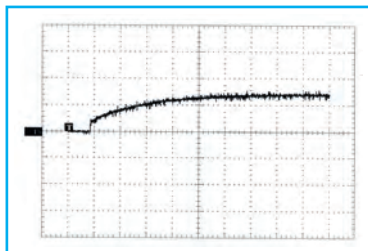
*Nachteil* dieser Methode 2 ist, daß bei den geringen zurückbleibenden Flüssigkeitsmengen die Verdampfung der Flüssigkeit eine große



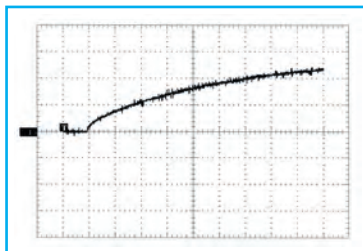
**Abb. 33** Prüfmethode zu Flüssigkeitsaufnahme von Reinraumtüchern



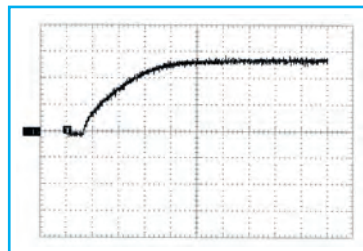
**Abb. 34** Prüfmethode zu lateralen Flüssigkeitsaufnahme von mehrlagigen Reinraumtüchern



**Abb. 35** Flüssigkeitsaufnahme-diagramm Zellstoff-Vlies 30 g/m<sup>2</sup>, 4-lagig, lateral (1 Feld horizontal = 10 s; 1 Feld vertikal = 10 g Wasseraufnahme)



**Abb. 36** Flüssigkeitsaufnahme-diagramm Polyester-Gestricke 185 g/m<sup>2</sup>, 4-lagig, lateral (1 Feld horizontal = 10 s; 1 Feld vertikal = 10 g Wasseraufnahme)



**Abb. 37** Flüssigkeitsaufnahme-diagramm Zellstoff-Vlies 70 g/m<sup>2</sup>, 4-lagig, lateral (1 Feld horizontal = 10 s; 1 Feld vertikal = 10 g Wasseraufnahme)

Ungenauigkeit im Meßergebnis verursacht. Hinzu kommt, daß die Größe des Trägers abhängig ist von der Aufnahmefläche innerhalb des Gehäuses einer Mikrowaage.

#### Der Transfer ionischer Bestandteile des Reinigungstuchs

Weil der Abrieb von Reinigungstüchern auf Testoberflächen von definierter Rauigkeit oft nur im oberen Mikrogramm-Bereich liegt, ist es nicht leicht, von solchen geringen Massen die darin oder darauf befindlichen Ionen zu extrahieren. Eine Methode, welche prinzipiell dafür geeignet erscheint, ist die VPD (Vapor Phase Deposition) mit nachfolgender TXRF (Total-X-ray-Reflection-Fluorescence) oder AAS (Atomic-Absorption-Spectrometry). Bei der Vapor-Phase-Deposition wird eine Silizium-Oberfläche mit Flußsäure bedampft, wodurch alle Oxydschichten gelöst werden. Diese ultrareine Oberfläche wird dann mit einem Reinigungstuch (Prüfling) 5 mal gewischt. Dabei kann das Wischen mit einem trockenen und alternativ mit einem lösungsmittelgetränkten Tuch erfolgen. Die Si-Oberfläche wird mit einem DI-Wasser-Tropfen abgescannt. Der auf der Oberfläche befindliche ionische Rückstand konzentriert sich auf diese Weise in dem DI-Wasser-Tropfen. Der Tropfen wird anschließend mit Hilfe der TXRF-Methode analysiert. Mit dieser Methode lassen sich Meßempfindlichkeiten bis zu 1010 Atome/cm<sup>2</sup> erreichen. Nachteil der TXRF ist, daß sehr leichte Elemente wie z.B. Natrium nicht gemessen werden können. Das geschieht dann - bei Teilung des Tropfens - mit Hilfe der AAS-Methode. Bei ersten Versuchen mit der VPD-TXRF-Methode wurden sechs Abschnitte 4 x 4 cm verschiedenartiger Reinraumtücher zwischen zwei ultrareine Wafer

gelegt und mit einem Gewicht von 1000 g 24 Stunden lang beschwert. Die Messung danach ergab die folgenden Transferdaten.

|    |   |  |
|----|---|--|
| K  | - | 48,8 x 10 <sup>10</sup> At pro cm <sup>2</sup> |
| Ca | - | 7,5  |
| Ti | - | 2,3  |
| Fe | - | 6,7  |
| Ni | - | 0,5  |
| Zn | - | 14,6   |

Die somit erhaltenen Werte sind also extrem gering. Ob man den Parameter „ionische Kontamination“ bei Reinraumtüchern jedoch in Zukunft vollkommen vergessen kann, müssen weitere VPD-TXRF-Messungen an Prüf-Oberflächen von höherer Rauigkeit zeigen.

Die Methode hat den Nachteil, daß sie ein sehr teures Equipment erfordert und nur von speziell geschultem Personal durchgeführt werden kann. Eine weitere Methode mit Hilfe der polarographischen Voltammetrie wird z. Zt. im Clear & Clean-Labor ausgearbeitet. Dabei werden durch Wischvorgänge kontaminierte Wafer in DI-Wasser gelegt und die ins Wasser gelangten Ionen werden polarographisch oder als Summenparameter mit Hilfe der Konduktometrie bestimmt. Diese oben beschriebenen Methoden hätten den unersetzlichen Vorteil, nicht die ionischen Inhaltsstoffe der Tücher sondern den Transfer derselben zu messen, welcher durch den Wischvorgang entsteht.

#### Schlußbetrachtung

Forschung endet nie. Wir mögen heute in unserem eng begrenzten Forschungsbereich eine Führungsposition erreicht haben, aber wir müssen täglich große Anstrengungen machen,

diese zu halten. Das ist uns Verpflichtung und Herausforderung zugleich.

Die Fachliteratur ist heute auf allen Gebieten so umfangreich geworden, daß sie in der bestehenden Breite selbst vom interessierten Fachmann gar nicht mehr aufgenommen werden kann. Wenn Sie, lieber Leser, also bis an diese Stelle vorgedrungen sind und die vorstehenden Kapitel tatsächlich gelesen haben, dann sind Sie entweder vom Wettbewerb oder ein ganz außergewöhnlich interessierter, aktiver Zeitgenosse. Zu letzterem beglückwünsche ich als Autor Sie dann von ganzem Herzen.

**seit 1985 vom Autor herausgegebene Aufsätze zum Thema Reinraum-Verbrauchsmaterial**

1. Labuda Win - Hardware-Reinigung für kritische Komponenten, Markt & Technik Verlag, 1985
2. Labuda, Win - Ionische und Partikel-Kontamination durch das Reinraum-Verbrauchsmaterial, VDI - Verein Deutscher Ingenieure, Report 693, 1988 - München
3. Labuda, Win - Die Qualitäts-Sicherung der Fertigungs-Hilfsmittel in der Reinraum-Fertigung - VDI - Verein Deutscher Ingenieure, Report 783, 1989 - Stuttgart
4. Labuda, Win - Messung der Partikelfreisetzung von verschiedenen Reinraum-Wischmitteln, ICCCS-World-Congress, Zürich 1990, Proceedings
5. Labuda, Win - Ein Produkt-spezifischer Yield-Index - neue Dimension für die Bewertung von Produkten, ICCCS-World-Congress, Zürich 1990, Proceedings
6. Labuda, Win - Die Labuda-Colander- Methode für die Messung des Gebrauchs-Abriebs bei Reinraum-Wischmitteln und Papier, VDI - Verein Deutscher Ingenieure, Report 919, 1991 - Bielefeld
7. Labuda, Win - C&C Prüfmethode für HiTech-Wischmittel, C&C-Publikation 1992
8. Labuda, Win, Labuda, Yuko - Reinraum-tücher, deren Partikel- und Faserfreiset-

zung beim Gebrauch in Abhängigkeit von der Rauhtiefe der gereinigten Oberfläche, VDI - Verein Deutscher Ingenieure. Report 1095, 1993 - Stuttgart

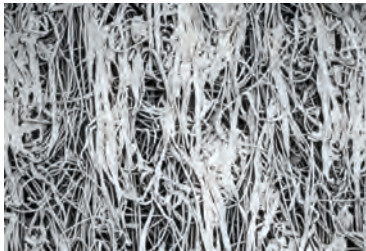
9. Labuda, Yuko - Reinraum-Papiere, Morphologie der Oberflächen und Schnittkanten, VDI - Verein Deutscher Ingenieure, Report 1095, 1993, Stuttgart
10. Labuda, Win - Laser-carving, eine Modifizierung textiler Oberflächen zur Erhöhung der Reinigungseffizienz von Reinraum-Tüchern für submikrone Partikel, Techtexil, Frankfurt, 1995 (Gemeinschaftsvortrag mit Herrn Prof. Dr. Eckhard Schollmeyer), Proceedings
11. Labuda, Win - A new kind of Particle-Collector, ICCCS-World-Congress, 1996, Den Haag, Proceedings
12. Labuda, Win - Triboelektrische Effekte beim Einsatz von Reinraum-Tüchern und Papier VDI - Verein Deutscher Ingenieure, Publikation 1342, 1997, Fulda
13. Labuda, Win - Reinraum-Verbrauchsmaterial, Auswahl, Prüfung, Kosten und Nutzen beim Anwender, Teil 1 - Reinraum-Tücher und Papier, C&C-Publikation 1997, Lübeck
14. Labuda, Win - Die Erforschung des wischenden Reinigens, am 60. Geburtstag ein persönlicher Rückblick auf 20 Jahre Forschung, 1978-1998, C&C-Publikation, 1998, Lübeck

**Aufsätze anderer Autoren zum Thema Reinraum-Verbrauchsmaterial**

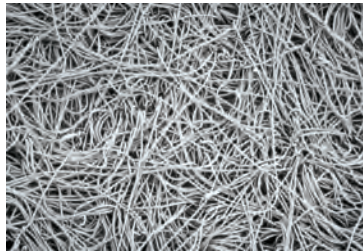
15. Evaluating Wiping Materials Used in Cleanrooms and Other Controlled Environments, IES-RP-CC004.2, Institute of Environmental Sciences, 1992
16. Bhattacharjee, Himansu R. & Paley, Steven J. (Texwipe) - Evaluating sample preparation techniques for cleanroom wiper testing, Micro, February 1997
17. Bonnot, Gilles (IBM - Essonne) - Nouvelle approche decontamination des surfaces peripheriques, Contaminexpo-Proceedings, 1995

18. Ehrler, Dr. Peter & Egbers, Prof. Dr.-Ing. G. - Untersuchungen zum Austausch von Reinraum-Einweg-Reinigungstüchern durch Mehrweg-Produkte, Forschungsbericht des ITV Institut für Textil- und Verfahrenstechnik, Denkendorf, 1994
19. Fisher, Wayne & Given, Richard - Comparison testing of clean room wiping materials, Institute of Environmental Sciences, 1981, Proceedings
20. Harvey, Gale A, & Raper, James L. & Zellers, Duane C. - Measuring low-level non-volatile residue contamination on wipes, swabs, and gloves, Microcontamination, November 1990
21. Havel, William J. & Sheridan, Chris - Texwipe modified flex test for particulate analysis of dry wipers, Institute of Environmental Sciences, 1985, Proceedings
22. Hovatter, Wendy R. & Hendrickson, E. Arne - A comparative study of commercially available cleaning wipers, Institute of Environmental Sciences, Proceedings
23. Kwok, Wo Kong & Summers, James T. (Dupont) - Characterization of cleanroom wipers: particle generation, Journal of the Institute of Environmental Sciences, 1990
24. Laban, Frédéric et al. (Motorola) - Clean room wiper efficiency comparison tests, Swiss Contamination Control 3(1990) Nr. 4a, ICCCS 90, Zürich, 1990
25. Mattina, Charles F. & Oathout J. Marshall - Assessing wiping materials for their propensity to generate particles: biaxial shaking versus the construction of characteristic curves
26. Mattina, Charles F. & Oathout J. Marshall - Assessing wiping materials for their potential to contribute particles to clean environments: a novel approach, Swiss Contamination Control 3 (1990) Nr. 4b, ICCCS 90, Zürich, 1990
27. Mattina, Charles F. & Paley, Steven J. - Assessing wiping materials for their potential to contribute particles to clean environments: constructing the stress-strain curves, 37th Annual Technical Meeting of the Institute of Environmental Sciences, San Diego, California, 1991
28. Mattina, Charles F. & Oathout J. Marshall - A Comparison of commercial cleanroom wiping materials for properties related to functionality and cleanliness, Journal of the Institute of Environmental Sciences, 1995
29. Mattina, Charles F. & Oathout J. Marshall - Quantifying Fibrous Debris Released by and Generated from Wiping Materials, 1998
30. Mattina, Charles F. et. al. - The cleanliness of wiped surfaces: particles left behind as a function of wiper and volume of solvent used, CleanRooms ,96 East, 1996, Proceedings
31. Paley, Steven J. (Texwipe)- Cleanroom wipers: State-of-the-Art Evaluating techniques, Cleanrooms, October 1996
32. Paley, Steven J. et al. (Texwipe)- Comparing cleanroom wipers with a dry abrasion resistance test, Micro, October 1997
33. Sheridan, Christopher H. & Fahy, Scott - Wet and dry testing methods for evaluation of clean room wipers, Institute of Environmental Sciences, 1986, Proceedings
34. Siegmann, Sven (Clear & Clean) - Die Flüssigkeitsaufnahme textiler Reinigungstücher und ihre Meßmethoden, Die Einführung einer Meßmethode mit hoher Simulationstreue, Lübeck, 1998

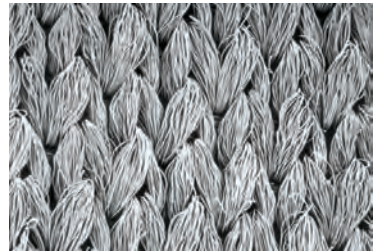
**Anhang 1: Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Oberflächen diverser HiTech-Tücher**  
(alle 30-fach vergrößert)



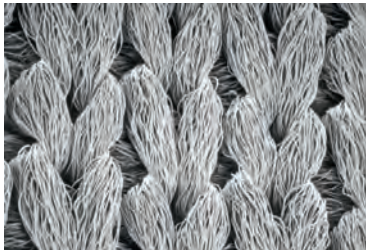
Zellstoff-Polyester-Vlies, Hersteller codiert CLABSG



Viskose-Vlies, Hersteller codiert CLVICG



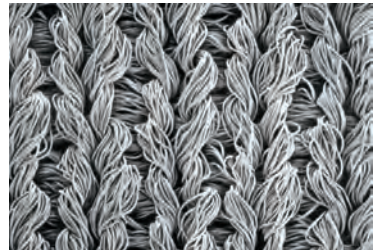
Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert CLHDMG



robustes Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert CLHDSG



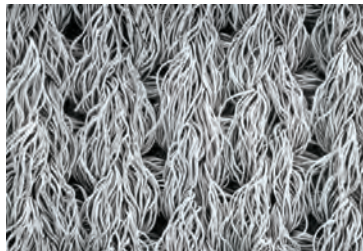
Mischgarn-Mikrogestricke-Tuch, Hersteller codiert CLMWBG



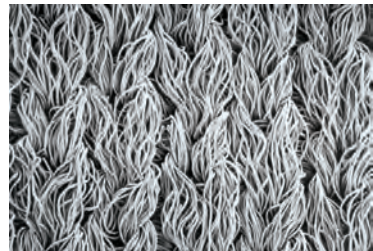
Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert TEA10U



mehrlagiges thermobondiertes Polyester-Gestricke-Tuch (mit sichtbarem bonding-point), Hersteller codiert TEAS1U



Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert TEALTU



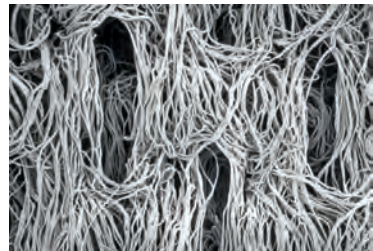
Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert TEAWPU



Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert MLANGU



Polyester-Gestricke-Tuch, Hersteller codiert BSU30U



Zellstoff-Vlies, Hersteller codiert AHBECJ