

# Messung der Partikel-Freisetzung von Reinraum-Wischnitteln

## Ein Vergleich der Prüfmethoden

von Win Labuda in Lübeck

- Eine Einführung
- Das Reinraum-Wischnittel die Anwendung
- Eine Klassifizierung von Reinraum-Wischnitteln
- Partikelfreisetzung von verschiedenen Wischnitteln
- Verschiedene Methoden der Partikel-Sammlung und Partikel-Messung
- Zusammenfassung
- Liste der Parameter für den Gebrauch von Reinraum-Wischnitteln

### Eine Einführung

Es gibt eine ausreichende Anzahl von Publikationen, welche sich mit der Partikel-Freisetzung und dem partikulären Waschzustand von Reinraum-Bekleidung befassen.

Dank der 1988 erschienen Publikationen von Ehrler und Schmeer\* haben wir eine breitgefächerte Übersicht über den Stand der Technik im Bereich dieser Technologie.

Das andere wichtige textile Produkt, welches in Reinräumen Anwendung findet, ist das Reinraum-Wischnittel. Dieses Textil, an welches in der Summe höhere Anforderungen gestellt werden, als an irgendein anderes Reinraum-Hilfsprodukt, ver-

dient unsere technologische Beachtung. In diesem Zusammenhang soll hervorgehoben werden, daß in einem großen ULSI-Reinraum jährlich zwischen 50.000 und 100.000 Quadratmeter verschiedener Wischnittel-Materialien Einsatz finden. Bedenkt man, daß dies eine Fläche von 100.000 bis 200.000 Quadratmetern kontaminierenden Materials bedeutet, so wird die hohe Wertigkeit, welche diesem Produkt von vielen Anwendern beigegeben wird, verständlich.

In den vergangenen Jahren wurde eine reiche Anzahl von Prüfmethoden und Empfehlungen für die Partikel Freisetzung von Reinraum-Wischnitteln publiziert. Aber nahezu alle dieser Prüfmethoden sind mehr von wissenschaftlichem Wert als von praktischer Aussagefähigkeit. Diese Tatsache steht damit im Zusammenhang, daß die praktische Handhabung eines Wischnittels im Reinraum, welche die Ausgangsbasis für die Entwicklung einer Prüfmethode sein sollte, oft nicht ausreichend beachtet wurde.

Es ist der Sinn dieser Arbeit, die gegenwärtige Situation hinsichtlich des Gebrauchs von Reinraum-Wischnitteln mit dem Zweck der Entwicklung realitäts- und praxisbezogener Prüfmethoden zu beleuchten.

### Das Reinraum-Wischnittel - die Anwendung

Im Hinblick auf das oben Gesagte, lassen sich die Passagen der möglichen Kontamination eines Reinraum-Wischnittels wie folgt beschreiben:

- 1. Vom Ort der Packungs-Entnahme bis zum Ort der Lagerung (z. B. in Wischnittel Behältern);
- 2. Vom Ort der Lagerung zum Ort der Befeuchtung;
- 3. Vom Ort der Befeuchtung zum Gebrauchsort;
- 4. Vom Gebrauchsort zum Entsorgungsort.

Daraus geht hervor, daß bei zwei Passagen von vier während des einsatzbedingten Weges sich ein Reinraum-Wischnittel im Feuchtzustand befindet. Außerdem ist es während seines anwendungsgemäßen Gebrauchs ebenfalls nahezu immer im Feuchtzustand. Es ist fast niemals im Naßzustand.

- Die Benetzung eines Wischnittels, kann im Sinne der Entfernung von Kontamination in Form eines Lösungsmittels erfolgen,

Es wird angenommen, daß mehr als 80 % aller Reinraum-Wischnitteln

1. trocken, hergestellt, geliefert und in ihren Verpackungen gelagert werden;	2. und dann mit der Hand trocken zu ihrem Einsatzort gebracht werden;	3. wo sie befeuchtet werden und im feuchten Zustand zum Einsatz kommen;	4. und nach dem Gebrauch im Feuchtzustand entsorgt werden.
---	---	---	--

- oder sie kann im Zuge des Einsatzes als ein Nebeneffekt bei der Entfernung feuchter Kontaminationen erfolgen.

Im folgenden soll der Versuch einer praxisorientierten Klassifizierung von Reinraum-Wischtüchern unternommen werden, damit zukünftig zwischen Anwendern, Herstellern und mit der Normung befaßten Gremien eine gemeinsame Sprache möglich wird.

Für die Erstellung einer solchen Klassifikation muß von drei grundsätzlichen Einflußgrößen ausgegangen werden:

### 1. Oberflächen-Qualität

### 2. Oberflächen-Reinheit

### 3. Wischmittel-Konstruktion

Gestützt auf die Information in Abb.1 wird es nun möglich, die verschiedenen zu reinigenden Oberflächen, nach wenigen gemeinsamen Merkmalen im Hinblick auf ihre Reinigung durch Wischtücher zu ordnen.

Das erlaubt wiederum eine Koordination zwischen der Konstruktion eines Wischmittels und den so erhaltenen Oberflächen-Charakteristika.

Wenn man den Gedanken, der sich hinter diesem Modell verbirgt, eine Stufe weiter entwickelt, so wird die Einführung von drei Klassen der Anforderung an die Oberflächen-Reinheit (Kritikalität) sinnvoll.

Dies ergibt sich bereits aus den verschiedenen Anforderungen im Zusammenhang mit z. B. der Reinigung der glatten Oberfläche einer Winkelgeber-Scheibe verglichen mit dem Wischmittel-Einsatz bei der Reinigung einer glatten Reinraum-Wand.

Die Partikel- und / oder Faser-Freisetzung von Reinraum-Wischmitteln im Einsatz korreliert nicht mit den in / auf einem Wischmittel befindlichen

<b>Auflistung der Objekte, welche in einem Reinraum ständig mit Hilfe von Wischmitteln dekontaminiert werden:</b>
<b>Das Produkt</b> in der Herstellungs- und Reparatur-Phase (z. B. Winchester-Drives, Präzisions-Potentiometer, Winkelgeber, optische Gläser, Flüssigkristallanzeigen, Leiterplatten, Solarzellen etc.)
<b>Die Reinraum-Möbel</b> Oberflächen von Kunststoff-Materialien, Metalloberflächen, Tragekörbe, Transportwagen mit runden Ausnehmungen, Ausgüsse
<b>Die Reinraum-Ausstattung</b> Türen, Türgriffe, Fensterscheiben, Böden, Lampenabdeckungen, elektrische Komponenten wie Lichtschalter, Metallrohre etc.
<b>Die Reinraum-Apparaturen</b> Apparate-Inneres, Apparate-Außenflächen, Tastenfelder, Glasoberflächen, Masken, optische Instrumente

Abb. 1

<b>Liste der verschiedenen Oberflächen in Reinräumen</b>
S 1 - glatte Oberflächen ohne Unterbrechungen
S 2 - glatte Oberflächen mit Unterbrechungen und oder scharfen Kanten
S 3 - Oberflächen mit erhöhter Rauigkeit, aber ohne Unterbrechungen oder scharfen Kanten
S 4 - Oberflächen mit erhöhter Rauigkeit mit Unterbrechungen oder scharfen Kanten
S 5 - Fensterglasflächen
S 6 - optische Glasflächen

Abb. 2

<b>Liste der verschiedenen Reinraum-Wischmittel nach Konstruktions-Merkmalen</b>
W 1 - Polyester + Cellulose / Viskose-Vliesstoff in verschiedenen Mischverhältnissen
W 2 - Polyester-Vliesstoff, Faser-Durchmesser über 10 Micron
W 3 - Polyester-Poliamide Microfaser-Vliesstoff, Faser-Durchmesser kleiner 5 Micron
W 4 - Polyester-Vliesstoff mit mikroporöser Elastomer-Beschichtung
W 5 - Polyester-Gewirke, partikelgewaschen und kantenversiegelt
W 6 - Polyester-Mikrofilamenten-Gewirke, Durchmesser kleiner 5 Micron,
W 7 - Polyester-Mikrofilamenten-Gewirke, partikel gewaschen und kantenversiegelt
W 8 - Polyurethan-Schaum-Wischmittel größer 100 Poren per Inch

Abb. 3

Partikeln oder Fasern. Sie wird vielmehr von den folgenden Größen bestimmt.

**A: Bei trockener Wisch-Anwendung**

1. Anzahl der vorhandenen Fremdpartikel auf dem Wischtuch (Flugpartikel);
2. textile Konstruktion des Wischmittels;
3. Waschzustand;
4. Bewegungs-Intensität bei Packungs-Entnahme, während der Passage und beim Wischvorgang;
5. Reibungs-Druck beim Wisch-Vorgang;
6. Relative Feuchte der unmittelbaren Produkt-Umgebung (z.B.

innerhalb der Produkt-Verpackung);

7. elektrostatische Aufladung;
8. Oberflächen-Beschaffenheit der zu reinigenden Oberfläche (Rauigkeit, scharfe Kanten, kreisförmige Ausnehmungen etc.)

**B: Bei Trocken-Feuchter Gemischt-Anwendung**

(Eine reine Feucht-Anwendung kommt in der Praxis nicht vor, da es sich bei Entnahme und Passage von der Trockenverpackung zum Ort der Befeuchtung stets um eine partielle Trocken-Anwendung handelt.)

1. Anzahl der vorhandenen Fremd-

partikel auf dem Wischtuch (Flugpartikel);

2. textile Konstruktion des Wischmittels;
3. Waschzustand;
4. Bewegungs-Intensität bei Packungs-Entnahme, während der Passage und beim Wischvorgang;
5. Reibungs-Druck beim Wisch-Vorgang;
6. elektrostatische Aufladung;
7. Oberflächen-Beschaffenheit der zu reinigenden Oberfläche (Rauigkeit, scharfe Kanten, kreisförmige Ausnehmungen etc.);
8. Flüssigkeits-Rückstand auf der Oberfläche nach durchgeführtem Wischen.

**Klassifikation der Reinraum-Wischmittel** auf Grundlage der Größen: geforderte Oberflächen-Reinheit, Oberflächen-Qualität und Wischmittel-Konstruktion

Oberfläche	Qualität der zu reinigenden Oberfläche	Anforderungen an die Oberflächen-Reinheit nach Reinigungs-Vorgang, Ordnung nach der textilen Konstruktion (W 1 - W 8)		
		gering (G)	mittel (M)	hoch (H)
S 1	glatte Oberflächen ohne Unterbrechungen	W 1	W 2	W 5 / W 6
S 2	glatte Oberflächen mit Unterbrechungen und / oder scharfen Kanten	W 5	W 4	W 4
S 3	Oberflächen mit erhöhter Rauigkeit aber ohne Unterbrechungen oder scharfe Kanten	W 2 / W 7	W 7	W 4 / W 5
S 4	Oberflächen mit erhöhter Rauigkeit mit Unterbrechungen oder scharfen Kanten	W 4	W 4	W 4
S 5	Fensterglasflächen	W 1	W 1	W 5
S 6	optische Glasflächen	W 6	W 6	W 3

Abb. 4

**Partikelfreisetzung von verschiedenen Wischmitteln bei Anwendung verschiedener Belastung** (alle Daten beziehen sich auf Wischmittel der Abmessungen 200 x 200 mm).

Kennbuchstabe	Konstruktion	Belastung durch diverse Prüfmethoden					Simulierte, reale Belastung		
		Trocken-Meßmethoden		Naß-Meßmethoden			Trocken-Meßmethoden		Naß-Meßmethoden
		Fallkugel-Prüfmethode nach Labuda	Labuda-Colander-Methode	Modifizierte F51-68 Methode	Naß-Partikel-Zähler (A3)	Hoechst-Methode	Entnahme aus Packung (aerodynam. Zähler)	Beiseitelegen (aerodynam. Zähler)	Entfernung von 20 ml Flüssigkeits-Rest (Hoechst-Methode)
A	Polyester-Viskose-Nonwoven <i>Anzahl der Prüflinge</i> <i>Standard-Abweichung</i>	5524 25 2280	98826 25 39910	na	92400 10 21200	ng	4955 25	ng	ng
B	Polyamid-Vlies <i>Anzahl der Prüflinge</i> <i>Standard-Abweichung</i>	2542 25 606	23767 25 11089	231000 8 x 20 1006000	70740 010 34200	10300 5 x 20 17200	ng	504 25 799	3450 2 x 20
C	Mikroporö, Elast. auf Poly.-Vlies <i>Anzahl der Prüflinge</i> <i>Standard-Abweichung</i>	2988 25 837	2425 25	144000 10 x 20 53900	364300 10 66300	3600 5 x 20 4600	ng	ng	ng
D	Gestricke, gewaschen <i>Anzahl der Prüflinge</i> <i>Standard-Abweichung</i>	7676 40 8105	35522 25 13065	25750 4 x 20 15399	20445 10 4854	ng	ng	ng	ng
E	Mikrofaser-Gewirke <i>Anzahl der Prüflinge</i> <i>Standard-Abweichung</i>	5631 25 2286	24908 25 14385	ng	113900 10 24900	ng	ng	ng	ng

Abb. 5 na = nicht anwendbar

ng = noch nicht gemessen

## Verschiedene Methoden der Partikel-Sammlung und der Partikel-Messung

### Die Fallkugel-Prüfmethode nach Labuda

Das Wischmittel wird in einem Gerät wie eine gestraffte freischwebende Membran aufgehängt. Ein kugelförmiger Hammer fällt im freien Fall sechzig mal während einer Minute auf das Wischmittel. Unter dem Wischmittel befindet sich die Isokinetische-Sonde eines aerodynamischen Laser-Partikel-Zählers, so daß die Partikel, welche durch den Aufprall des Hammers aus dem textilen Prüfling freigesetzt werden, in die Sonde fallen und dem Zählvorgang zugeführt werden.

### Die Labuda-Colander-Methode

Der Prüfling wird bei dieser Methode auf dem Boden eines zylindrischen Körpers von definiertem Gewicht befestigt. Der zylindrische Körper mit dem Prüfling wird dabei auf der Oberfläche eines Metallsiebes von ausgewählter Konstruktion rotiert. Durch die dabei entstehende scheuernde Reibung fallen Partikel und Faserbruchstücke durch die Öffnungen des Siebes. Unterhalb des Siebes kann entweder die Isokinetische-Sonde eines aerodynamischen Zählgerätes oder ein Gerät zur Durchführung der modifizierten ASTM F 51 - 68 Methode befestigt sein.

### Modifizierte Methode ASTM F 51 - 68

Bei dieser Methode wird das Wischmittel in minimal 250 ml Flüssigkeit (z. B. DI-Wasser) getaucht, welche zuvor von Partikeln befreit wurde. Hierbei setzt sich dreimaliges Tauchen international durch. Die so mit Fasern und Partikeln angereicherte Flüssigkeit wird anschließend durch ein mikroporöses Filter der Porengröße z. B. 0,47 oder 0,8 Micron gesaugt. Die Rückstände auf dem Filter lassen sich nun mikroskopisch auszählen und falls gewünscht auch in Größen-Klassen unterteilen. Der Vorteil dieser Methode liegt in der Sichtbarmachung von Partikeln und Fasern größer als 0,5 Micron bis hin zu einigen tausend Micron.

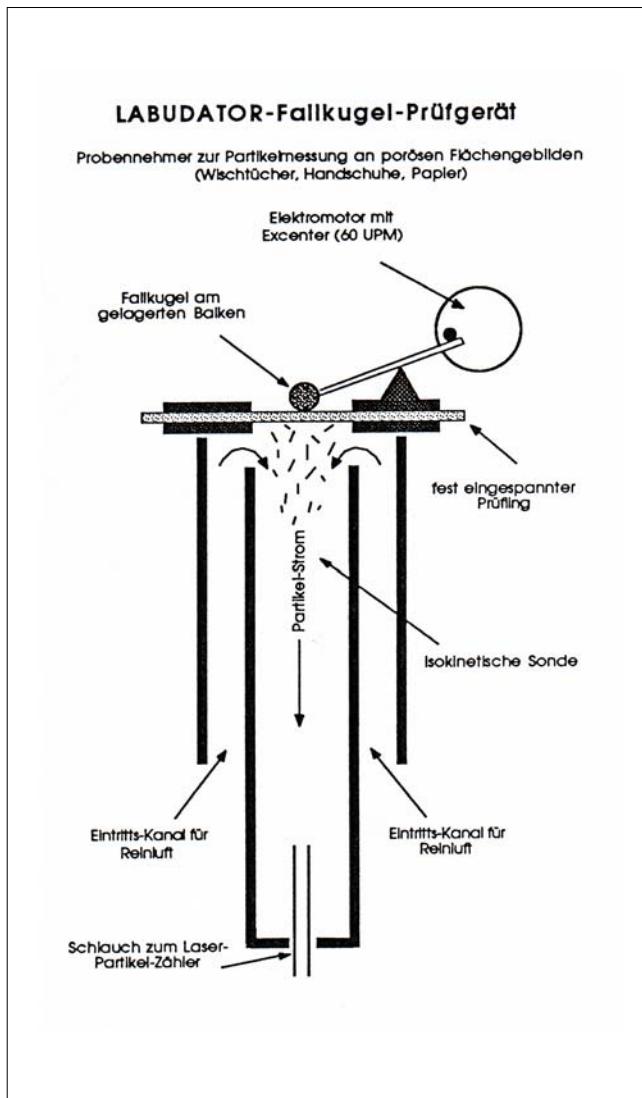


Abb. 6

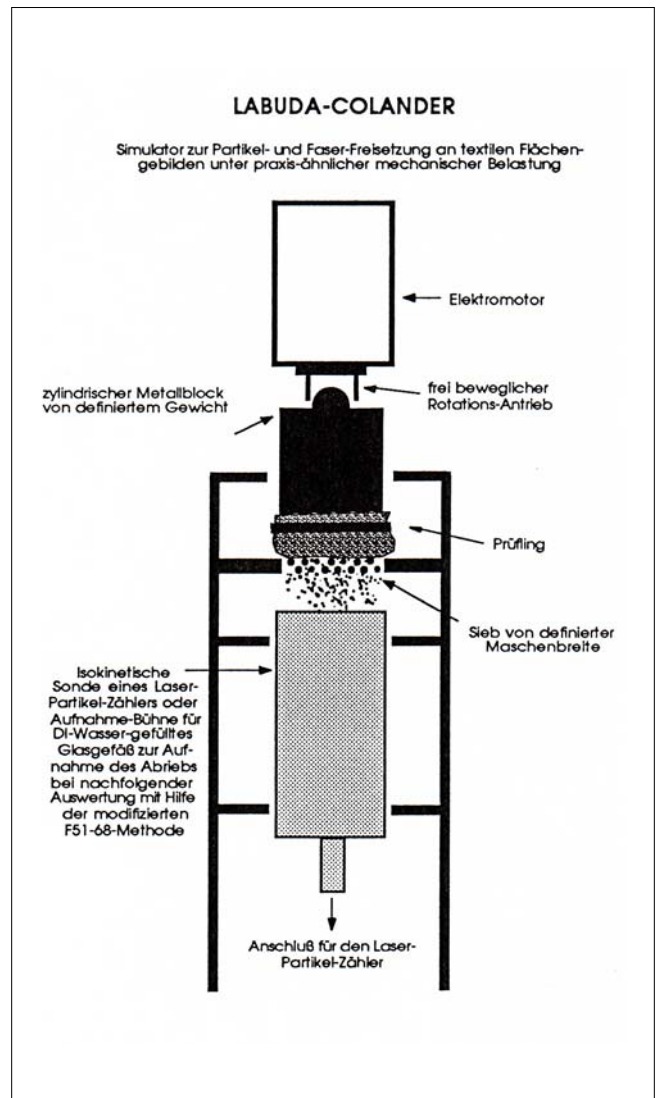


Abb. 7

### **Flüssigkeits-Partikel-Zähler mit Laser-Licht**

Diese Methode entspricht der modifizierten Methode ASTM F 51 - 68 mit dem Unterschied jedoch, daß nach der Bewegung des Prüflings in der Flüssigkeit eine Probe entnommen wird, welche von einem Flüssigkeits-Partikel-Zähler analysiert werden kann. Der Partikel-Zähler zeigt Anzahl und Größe der in der Flüssigkeits-Probe vorhandenen Partikel an. Der Vorteil dieser Methode liegt in ihrer einfachen Handhabung und schnellen Durchführung. Nachteilig daran ist, daß sich Partikel größer als 5 Micron und Fasern nicht anzeigen lassen und die Methode keine qualitative Aussage über die Kontaminanten erlaubt.

### **Die Hoechst-Methode**

Diese noch nicht so bekannte Prüfmethode verdient deswegen eine erhöhte Beachtung, weil sich im Zuge ihres Einsatzes die realitätsangepassten Belastungen, welche auf ein feuchtes Wischmittel während des Reinigungs-Vorganges einwirken, besser simulieren lassen, als mit anderen Methoden.

Bei der Methode wird ein etwa 20 x 30 x 3 cm großer Behälter mit innenseitig, leicht angerauhter Oberfläche, mit Hilfe von DI-Wasser so ausgewaschen, daß der verbleibende Grauwert möglichst gering ist. Anschließend wird der Prüfling mit 50 Prozent von dessen maximal absorbierbarer Flüssigkeits-Menge getränkt. Es folgen 5 kreisförmige Bewegungen bei praxisnahe Druck auf das Wischmittel. Dabei soll das Wischmittel so angeordnet sein, daß dessen angefeuchtete Fläche die leicht aufgerauhte Oberfläche des Behälters berührt. Anschließend wird der Behälter mit 250 ml DI-Wasser gründlich gespült. Das DI-Wasser wird aufgefangen und nach der modifizierten Methode ASTM F 51- 68 analysiert. Ein Nachteil dieser Methode ergibt sich aus der geringen Anzahl von Partikeln, welche bei deren Einsatz freigesetzt werden, so daß sich ein hoher statistischer Wahrheitsge-

halt dieser Aussage erst bei einer größeren Menge von mikroskopisch ausgezählten Filtern ergibt.

### **Simulation realitätsangepasster Belastung**

Um ein Maß dafür zu bekommen, wieviel Partikel bei der Handhabung von Wischtüchern in Wirklichkeit freigesetzt werden, wurden einige Prüfungen durchgeführt.

#### **● A. Entnahme eine Wischtuchs aus der Packung**

Eine volle Packung mit 50 Wischtüchern wurde auf einen 30 cm hohen Ständer befestigt, der Ständer befand sich in einer Clean-Bench, welche zuvor auf eine Reinraum-Klasse 10 und besser eingestellt wurde. Die obere Fläche des Stapels befand sich 6 cm oberhalb und in 8 cm Seitenabstand von der Öffnung der Isokinetischen Sonde eines aero-dynamischen Laser-Partikel-Zählers. Es wurde ein Wischtuch nach dem anderen der Packung entnommen und jedesmal wurde die so freigesetzte Partikel-Menge gezählt. Die Fläche der Sonden-Öffnung entspricht einem fünfundsechzigstel der Wischtuch-Oberfläche. Aus diesem Grunde wurden die erhaltenen Zähler-Ergebnisse mit dem Faktor 65 multipliziert.

#### **● B. Beiseitelegen eines Wischtuches**

Ein dreibeiniger Ringständer wurde in einer Clean-Bench so befestigt, daß 6 cm unterhalb des Ringes von 15 cm Durchmesser die Öffnung einer Isokinetischen Sonde für einen aerodynamischen Laser-Partikel-Zähler angeordnet wurde. Eine Reihe von Wischtüchern wurde einzeln nach Packungs-Entnahme auf den Ring gelegt und die dabei freiwerdenden Partikel wurden gezählt.

#### **● C. Entfernung von 20 ml Flüssigkeit**

20 ml DI-Wasser wurden in eine Schale gegeben und die Wassermenge wurde anschließend mit einem gefal-

teten Wischtuch aufgenommen, wobei nur soviel Reibung erzeugt wurde, wie zur Aufnahme der Flüssigkeit notwendig. Die Schale wurde anschließend mit DI-Wasser ausgespült und das DI-Wasser wurde nach der modifizierten ASTM F 51 - 68 Methode analysiert. Diese Prüfung kommt der tatsächlichen Belastung eines Wischtuches im Reinraum sehr nahe.

### **Zusammenfassung**

Die vielen Fabrikate der Reinraum-Wischtücher waren bisher wegen einer Vielzahl hauseigener Prüfmethoden und einer fehlenden Klassifizierung nach wesentlichen Gebrauchsmerkmalen miteinander nicht objektiv vergleichbar.

In der vorliegenden Arbeit wird - ausgehend vom praktischen Einsatz der Wischmittel - die Möglichkeit einer allgemein verbindlichen Klassifikation vorgestellt. Diese Klassifikation ist in alle Richtungen beliebig erweiterbar.

Es werden außerdem verschiedene bekannte und neu entwickelte Prüfverfahren sowie deren Meßwerte miteinander verglichen.

Abschließend wird eine Liste aller infragekommenden Parameter für den Gebrauch von Reinraum-Wischmitteln erstellt (folgende Seite).

\* Prüfverfahren zur Beurteilung funktioneller Eigenschaften von Reinraumbekleidung. Nov.1988 - ITV-Denkendorf

Liste der Parameter für den Gebrauch von Reinraum-Wischnitteln		
Flüssigkeits-Aufnahme-Vermögen Flüssigkeits-Aufnahme-Geschwindigkeit Flüssigkeits-Rückstands-Menge Fettschichten- Entfernung	ml / qm ml / sec. ml / qm mg / qm	Präzisionswaage Kurz-Zeit-Tauchwaage nach Labuda Präzisionswaage Präzisionswaage
Partikelfreisetzung im Trockenzustand Partikelfreisetzung im Naßzustand Faserfreisetzung im Trockenzustand Faserfreisetzung im Naßzustand Lösbare organische Stoffe Lösbare ANorganische Stoffe Anionen Kationen Elektrostatisches Verhalten Scheuerwirkung	Partikel pro qm Partikel pro qm Anzahl pro qm Anzahl pro qm mg / qm mg / qm $\mu$ / l $\mu$ / l eV / cm $\mu$	Fallkugel-Prüfgerät nach Labuda Hoechst-Methode ASTM F 51 - 68 ASTM F 51 - 68 Präzisionswaage Präzisionswaage Atom-Absorbtiions-Spektrometrie Ionen-Chromatographie
Säurefestigkeit Lösungsmittelfestigkeit Reißfestigkeit Abriebfestigkeit Deponierbarkeit	Stufen Stufen N Stufen	Thwing-Albert

Abb. 8

Dieser Aufsatz ist das überarbeitete Vortrags-Manuskript des Vortrags: „Measurement of Particle Shedding from different Wiper-materials“, welchen der Autor anlässlich des Weltkongress für Reinraumtechnik am 13. September 1990 in der Eidgenössischen

Technischen Hochschule in Zürich gehalten hat.

Der Vortrag wird veröffentlicht in den Proceedings of Congress Teil B, herausgegeben vom Verlag Dr. Felix Wüst AG in Küsnacht.

Dieser Aufsatz kann ohne weitere Genehmigung des Autors von Jedermann ganz oder teilweise abgedruckt kopiert oder zitiert werden. Die einzige Bedingung die daran geknüpft ist, der Autor bittet um eine Information: