

Bewertung und Auswahl von Reinigungsverfahren

Lounges 2014: REINIGUNG (Session 56)
04. Juni 2014, Messe Stuttgart.

Dipl.-Ing. Guido Kreck und Yvonne Holzapfel
Abteilung Reinst- und Mikroproduktion



Seite 1

© Fraunhofer

Fraunhofer
IPA

Inhalt

- **0: Vorstellung Fraunhofer IPA**
- **1: Reinheitsanforderungen in unterschiedlichen Branchen**
 - Übersicht, Trends und Treiber
 - Einflüsse auf die Produktreinheit: Reinigung als Beseitigungsstrategie
- **2: Übersicht Reinigungsverfahren**
 - Welche Verfahren gibt es?
 - Wie sauber reinigt mein Reinigungsverfahren?
- **3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren**
 - Definitionen und Anforderungen
 - Neue Ansätze und Messtechniken:
 - CO₂-Schnee-Reinigung zur Reinigung von Raumfahrtkomponenten
 - Reinigungsautomaten zur Entfernung von Partikeln
 - Wischreinigung von Bodenbelägen
 - Überkritisches CO₂ zur Entfettung von Zahnimplantaten
- **4: Zusammenfassung und Ausblick**

Seite 2

© Fraunhofer

0: Vorstellung Fraunhofer IPA

Abteilung Reinst- und Mikroproduktion

- angewandte Forschung und Entwicklung
- 30 Jahre Erfahrung und Know-how
- 56 Mitarbeiter und ca. 40 studentische Hilfskräfte
- Finanzierung 2013:
 - BHH: ~ 8 Mio €
 - Grundfinanzierung: 11%
 - Öffentl. geförderte Projekte: 31%
 - Industrieprojekte: 58%
- über 70 Patentanmeldungen



Seite 3

© Fraunhofer

0: Vorstellung Fraunhofer IPA

Abteilung Reinst- und Mikroproduktion

- **Arbeitsgebiete**
 - Reinraumtauglichkeit von Equipment
 - Optimierung und Planung von reinen Fertigungsumgebungen und Reinräumen
 - Workshops und Schulungen
 - Präzisionsreinigung, z. B. CO₂ Schneestrahlen
 - Reinheitsvalidierung & Technische Sauberkeit
 - Entwicklung von Reinheitsprüftechnik

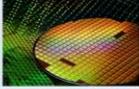
- **Kunden:**
 - Hersteller von **kontaminationskritischen Produkten**
 - Hersteller von **Equipment** für den Reinraum
 - Reinraum**planer**



Seite 4

© Fraunhofer

1: Reinheitsanforderungen in unterschiedlichen Branchen

Mikroelektronik	Halbleiter		<ul style="list-style-type: none"> Integrierte Schaltkreise, z. B. für CPUs und GPUs 	Life-Science	Food		<ul style="list-style-type: none"> Fleisch-Produkte Fisch-Produkte Milch-Produkte, z. B. Milch, Joghurt, Käse, etc.
	Bildschirme & Beleuchtung		<ul style="list-style-type: none"> Thin-Film Transistors (TFT) Liquid Crystal Displays (LCDs) (Organic) Light Emitting Diodes (OLEDs) 		Raumfahrt		<ul style="list-style-type: none"> Satelliten, z. B. für Navigation, Erd- und Weltallbeobachtung Life Detection Missionen
	Festplatte		<ul style="list-style-type: none"> neue Festplatten mit hoher Speicherdichte 		Auto		<ul style="list-style-type: none"> elektrische und fluidische Systeme, bspw. ABS oder Diesel-Einspritzsysteme E-Mobility
	Photovoltaik		<ul style="list-style-type: none"> siliziumbasierte Solarzellen Dünnschicht-Solarzellen 		Mikrosystem-technik		<ul style="list-style-type: none"> Dioden Transistoren Motoren, Getriebe Ventile
Life-Science	Pharma		<ul style="list-style-type: none"> Tabletten Kapseln Injektionslösungen 	Optik		<ul style="list-style-type: none"> Linzen Filter Wafer Stepper Optiken Dioden Glasfaser 	
	Medizin-technik		<ul style="list-style-type: none"> chirurgisches Besteck Implantate, z. B. Zahn- und Augenimplantate künstliche Hüftgelenke 	<p>→ Produktreinheit wesentliches Qualitätsmerkmal</p> <p>→ Einsatz von Reinigungsverfahren</p>			

Seite 5

© Fraunhofer

1: Reinheitsanforderungen in unterschiedlichen Branchen

Trends und Prognosen – Mikroelektronik

Einsatzgebiet	Produkte/Beispiele	Treiber	Reinheit	Potenzial
Halbleiter-industrie	CPU GPU	Miniaturisierung, Strukturbreiten, Integrationsdichte	↑	→
Displays & Beleuchtung	LED (auch für Beleuchtung) TFT LCD und OLED, z. B. für Handys	Verringerung der CO ₂ Emission, zusätzliche Funktionalitäten	↗	↑
Festplatten	HDD SSD	Miniaturisierung, höhere Speicherdichte	↑	↑
Photovoltaik	siliziumbasierte PV-Module Dünnschicht-PV-Module	Effektivitätssteigerung und Haltbarkeit	↗	↘

↑ = stark zunehmend
 ↗ = gleichbleibend
 → = gleichbleibend
 ↘ = stark zurückgehend

Seite 6

© Fraunhofer

1: Reinheitsanforderungen in unterschiedlichen Branchen

Trends und Prognosen – Life-Science

Einsatzgebiet	Produkte/Beispiele	Treiber	Reinheit	Potenzial
Pharmatechnik	Tabletten, Salben, Infusionen etc.	»Null-Fehler-Toleranz«, Patientenschutz	↑	→
Medizintechnik	Implantate OP-Besteck Prothesen etc.	demographischer Wandel, Zivilisationskrankheiten, steigende Infektionszahlen, ökonomischer Schaden durch Nachbehandlungen, Rückrufaktionen, zukünftig: striktere Vorgaben durch den Gesetzgeber	↑	↑
Lebensmittel	Wurstwaren Backwaren Molkereiprodukte, etc.	Verbesserung Produktqualität, Verbesserung Haltbarkeit, Produktsicherheit	↗	↗
Kosmetik	Cremes, Make-ups, etc.	Konsumentenschutz, Personalschutz, bspw. wenn Nanopartikel gehandhabt werden	→	→

↑ = stark zunehmend
 ↗ = gleichbleibend
 ↓ = stark zurückgehend

Seite 7

© Fraunhofer

1: Reinheitsanforderungen in unterschiedlichen Branchen

Trends und Prognosen – Weitere Einsatzgebiete

Einsatzgebiet	Produkte/Beispiele	Treiber	Reinheit	Potenzial
Automobil-industrie	Fluidführende Systeme, Batterieproduktion, Brennstoffzellen, Automotive-Halbleiter	Energiewende, Qualität (»Null-Kilometer«-Ausfälle), Effizienzsteigerung	↑	↑
Raumfahrt	»Search-for-Life«-Missionen, kommerzielle & militärische Satelliten (Telekommunikation, Überwachung), Forschungssatelliten (Erd- und Weltraumerkundung)	»False Positive«-Ergebnisse, »Planetary Protection«, Langlebigkeit, Zuverlässigkeit, Leistung	↗	→
Optik	z. B. Linsen, Glasfaser	Langlebigkeit, Zuverlässigkeit	→	→
Mikro-systemtechnik	Mikromechanische, mikrooptische und elektronische Bauelemente	Miniaturisierung, Langlebigkeit, Zuverlässigkeit	→	→
Verbrauchs-materialien	Reinraumkleidung, Handschuhe, Schuhe, Wischtücher, Stifte, Papier	Anforderungen und Kontrolle der Abnehmer steigen	↑	↑
Verpackung	Folien, Beutel, Behälter, Kleinladungsträger	Anforderungen und Kontrolle der Abnehmer steigen	↑	↑

↑ = stark zunehmend
 ↗ = gleichbleibend
 ↓ = stark zurückgehend

Seite 8

© Fraunhofer

1: Reinheitsanforderungen in unterschiedlichen Branchen

Einflüsse auf die Produktreinheit



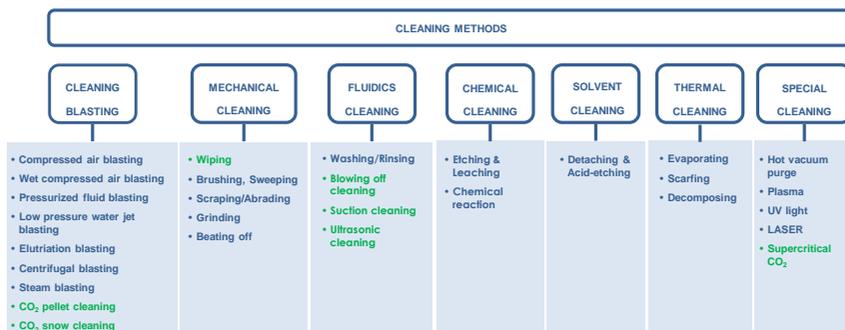
Seite 9

© Fraunhofer

2: Übersicht Reinigungsverfahren

Präzisionsreinigungsverfahren

→ Welche Verfahren gibt es?



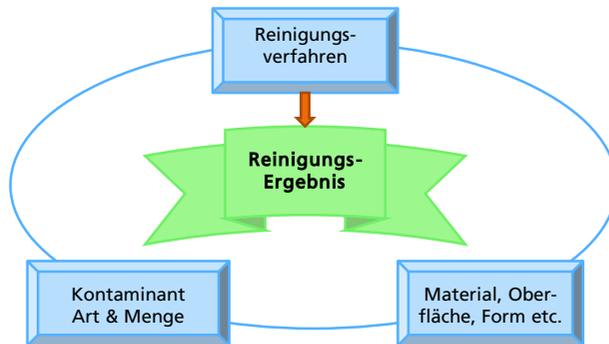
Seite 10

© Fraunhofer

2: Übersicht Reinigungsverfahren

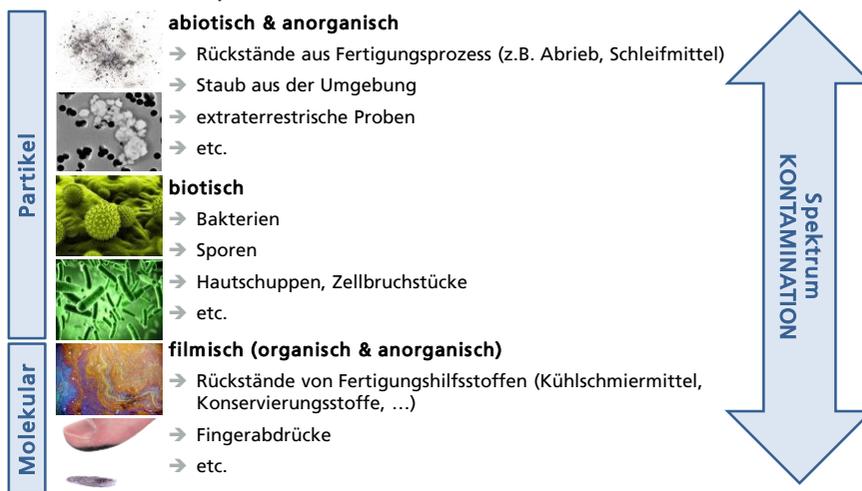
Präzisionsreinigungsverfahren

- Welche Verfahren gibt es?
- Wie sauber reinigt mein Reinigungsverfahren?



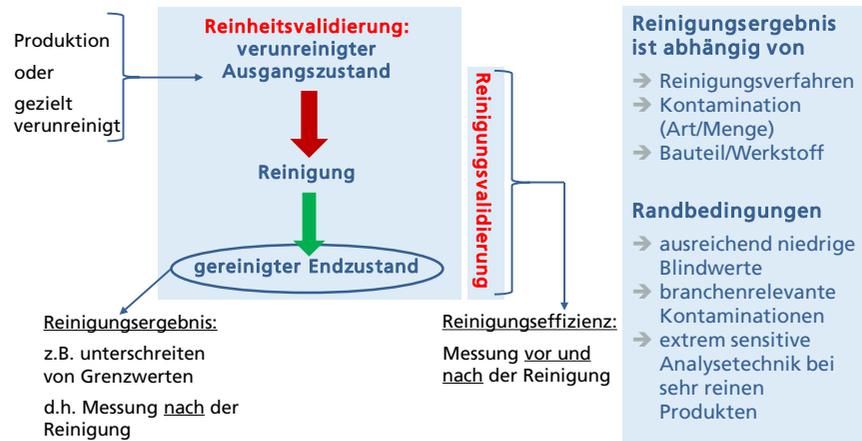
2: Übersicht Reinigungsverfahren

Kontaminationspektrum



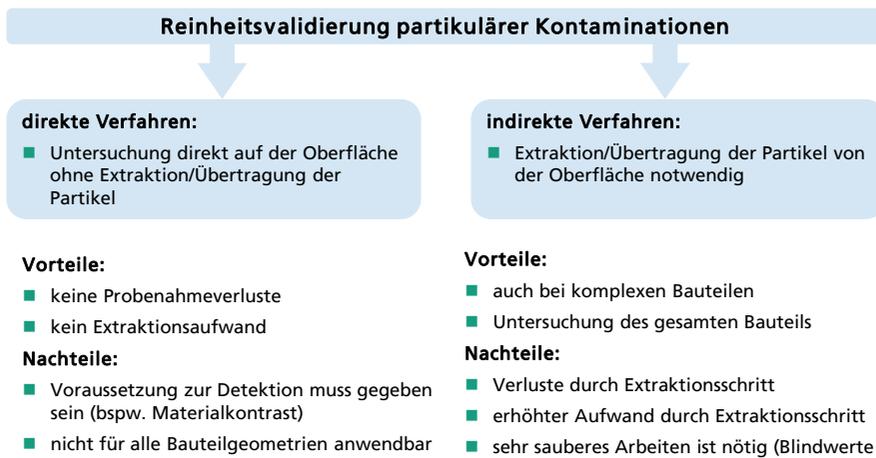
3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Definition und Anforderungen



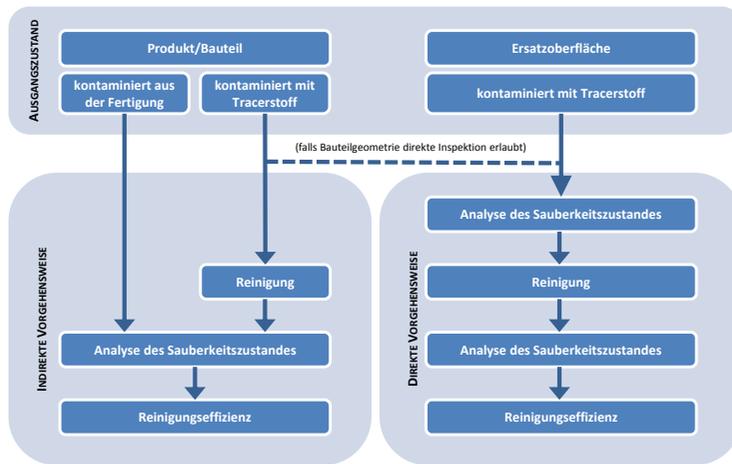
3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Definition und Anforderungen



3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Definition und Anforderungen



3: Validierung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: Raumfahrt-Reinheitsanforderungen

- Raumfahrt-Leitsatz: „Failure is not an Option“
- hohe Zuverlässigkeit & lange Lebensdauer (nach zwei Jahren für mind. zwei Jahre):
 - Landesysteme müssen einmal funktionieren
 - Bordsysteme, wie bspw. Präzisions-Analytik
- Planetary Protection:
 - Schutz des Exo-Planeten (Evolutionsapakte)
 - Schutz der Erde („Sample-Return-Mission“)
- Life-Detection-Mission:
 - keine „False Positive“-Ergebnisse durch terrestrische Querkontaminationen



Sky Crane »Curiosity«
Quelle: NASA



Erinnern Sie sich noch an das Phantom von Heilbronn?

- Polizisten-Mord
- 40 weitere Verbrechen mit derselben DNA-Spur
- kein Täter konnte verhaftet werden

Ursache: verunreinigte Wattestäbchen bei der Spurensicherung



3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung zur Reinigung von Raumfahrtkomponenten

Vorteile:

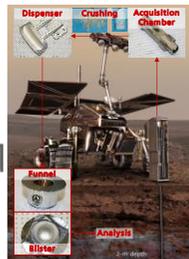
- gute Reinigungswirkung (Partikel und Organik)
- universell einsetzbar
- rückstandsfrei
- trocken

Prüfkörper:

- standardisierte Prüfgeometrie für robotergestützte Reinigung
- Durchmesser Testsubstrat: 100 mm
- Materialien, Rauigkeit, etc.: beliebig variierbar

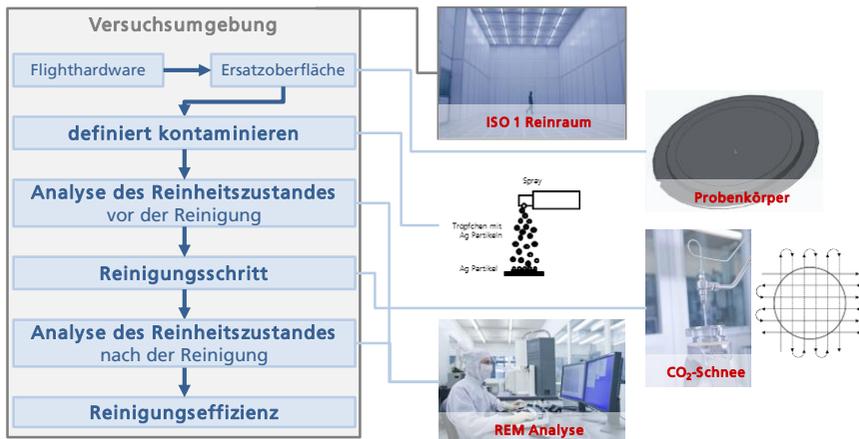
Prüfumgebung:

- Reinraum Klasse 1 nach ISO 14644-1
- Benchmark für reine Umgebung
- laminare Strömung
- Kontrollierte Feuchte und Temperatur



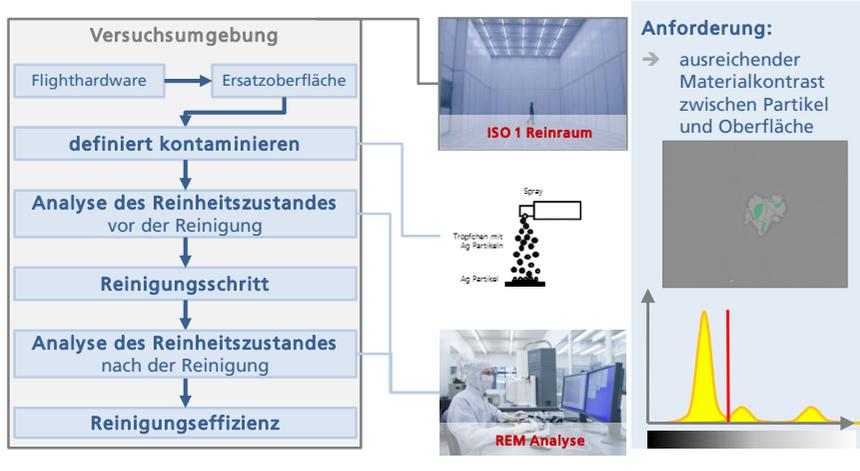
3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: partikuläre Reinigungseffizienz



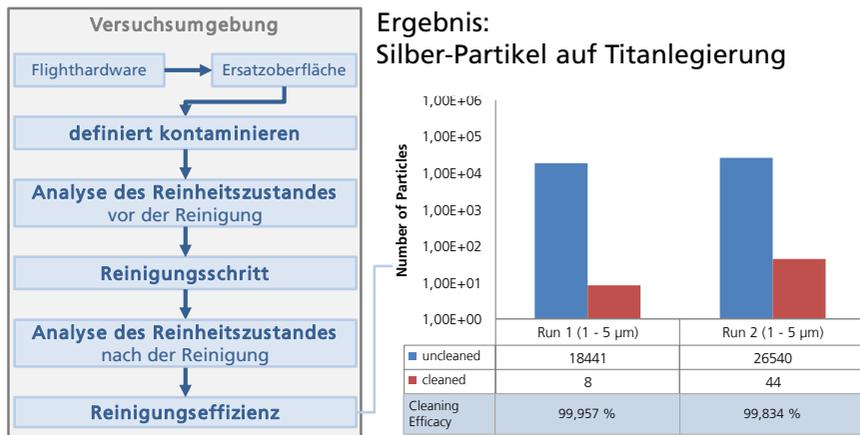
3: Validierung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: partikuläre Reinigungseffizienz



3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: partikuläre Reinigungseffizienz

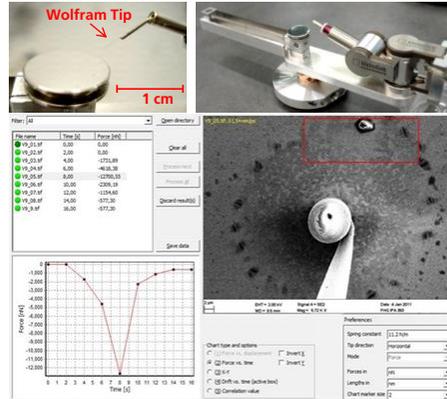


3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: Partikelhaftkraft

»Haftkräfte sind die Ursache aller Oberflächeneffekte, die zum Verschmutzen führen und die Reinigung beeinflussen«

Hauser G. (2008). Hygienische Produktionstechnologie. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA



Fazit:
Durch den Vergleich der Haftkräfte verschiedener Partikel, lassen sich die Ergebnisse von Reinigungsversuchen an Modellpartikeln auf Realpartikel übertragen.

Aufbau:

- REM mit Serienbildaufnahme
- Mikromanipulator
- Kraftfedertisch
- Datenverarbeitung

Vorteile:

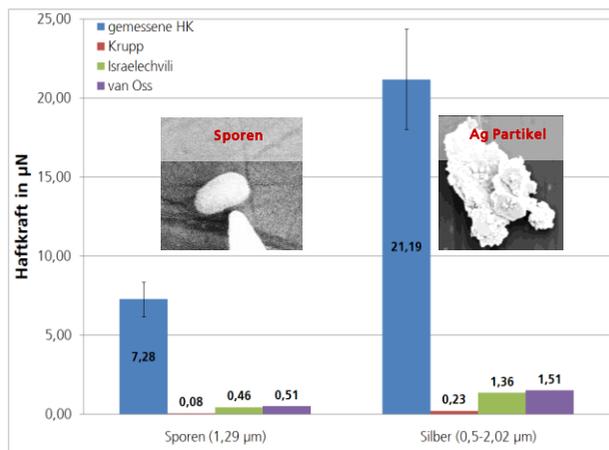
- direktes Messverfahren (keine aufwändige Probenpräparation)
- Haftkräfte ab 50nN messbar

Seite 21

© Fraunhofer

3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: Übertragung der Ergebnisse



Sind die Ergebnisse mit Silber überhaupt übertragbar auf andere Partikel?



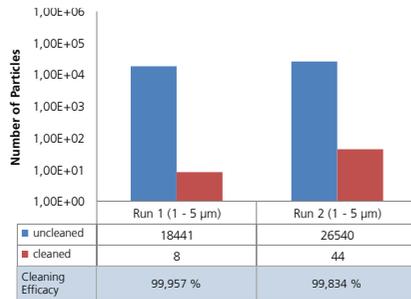
Seite 22

© Fraunhofer

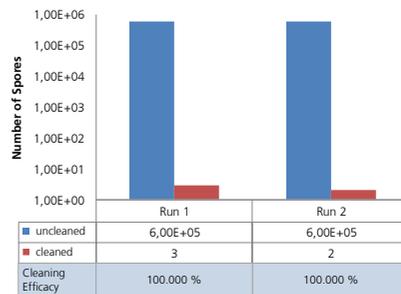
3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

CO₂-Schnee-Reinigung: Übertragung der Ergebnisse

Silber-Partikel ($\varnothing \approx 1-5 \mu\text{m}$) (auf Titanoberfläche mit $R_a \approx 0,8 \mu\text{m}$)



Sporen ($\varnothing \approx 1,29 \mu\text{m}$) (auf Titanoberfläche mit $R_a \approx 0,8 \mu\text{m}$)



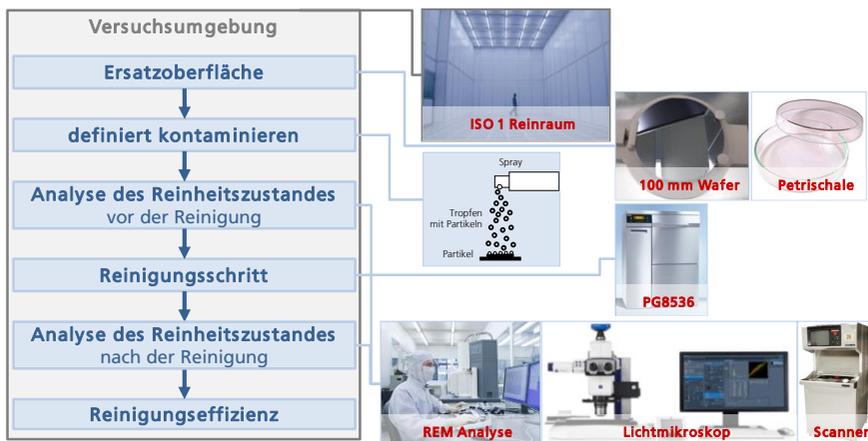
- Partikelkraft Silber ($\approx 20 \mu\text{N}$) > Partikelkraft Sporen ($\approx 7 \mu\text{N}$)
- Abreinigungseffizienz für Sporen besser als für Silber-Partikel

Seite 23

© Fraunhofer

3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Reinigungsautomaten zur Entfernung von Partikeln



Seite 24

© Fraunhofer

3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Reinigungsautomaten:
Analytik: Laser-Streulichtscanner

Funktionsprinzip / Aufbau:

- Laserscanner
- Photomultiplier zur Erfassung des Streulichts der Oberflächenpartikel

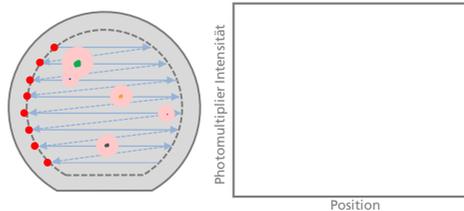
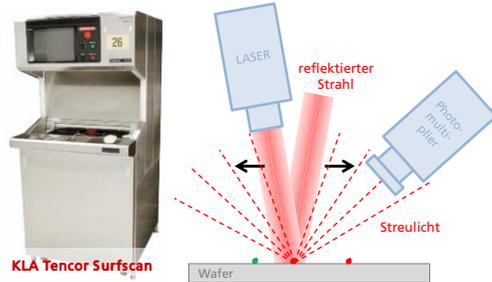
Messergebnis:
Partikelgrößenverteilung und Lage der Partikel auf dem Substrat

Vorteile:

- hohe Nachweisempfindlichkeit (65 nm)
- 100%-Prüfung
- automatisiert

Grenzen:

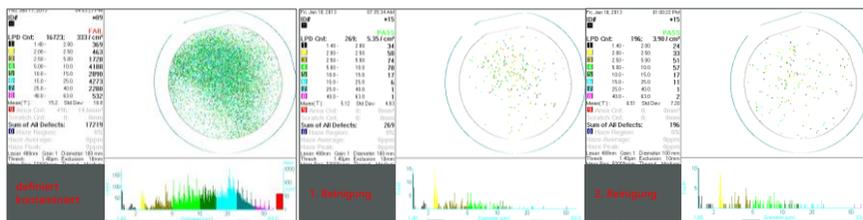
- nur für Wafer
- PSL-Partikel kalibriert
- hohe Anschaffungskosten



3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Reinigungsautomaten zur Entfernung von Partikeln:
Ergebnisse

- Position: 0°
- Kontaminant: Graphit (ca. 1 g auf 100 ml)
- Programm: SP3 OP, 3 x Spülen (SPI: 55 °C, SPII: 10 °C, SPIII: 55 °C, keine Zudosierung von Reinigern)



Reinigungseffizienz:

$$\frac{16723 - 269}{16723} = 98,39 \%$$



Reinigungseffizienz:

$$\frac{269 - 196}{269} = 27,14 \%$$

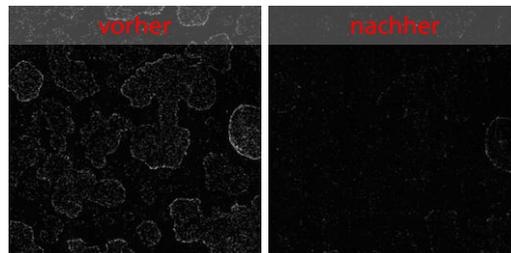
3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Wischreinigung von Bodenbelägen: Ablaufplan und Analytik



Fluoreszenzmikroskopie:

- Anregung mit unterschiedlichen Wellenlängen
- Auswahl geeigneter, mit Fluoreszenzmarkern versehener Partikel (Tracer)
- Untergrund darf nicht fluoreszieren
- Helligkeitskontrast
- automatisierte Detektion

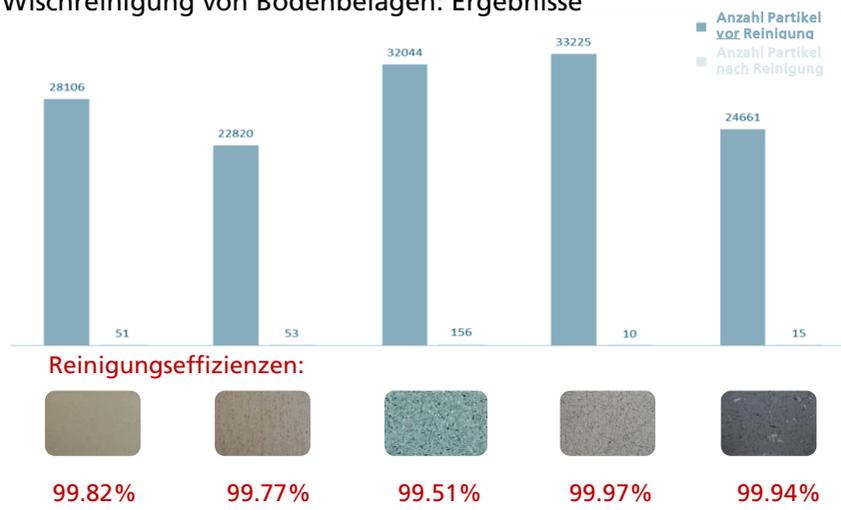


Seite 27

© Fraunhofer

3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Wischreinigung von Bodenbelägen: Ergebnisse

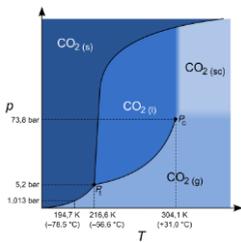


Seite 28

© Fraunhofer

3: Quantitative Bewertung von Reinigungsverfahren

Überkritisches CO₂ zur Entfettung von Zahnimplantaten



Überkritischer Zustand:

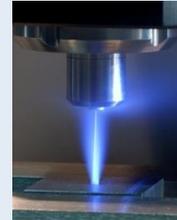
- Temperatur >31°C
- Druck >74 bar
- Dichte von Flüssigkeit
- Viskosität von Gas
- spaltgängig

Reinigungs-aufgabe

Abreinigung von Bearbeitungsrückständen aus dem Inneren (Ø 2 mm)

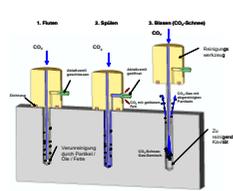


Reinigung von Kavitäten:



sehr gute Löslichkeit von unpolaren Substanzen:

- Maschinenöle
- Schmierstoffe
- Fette

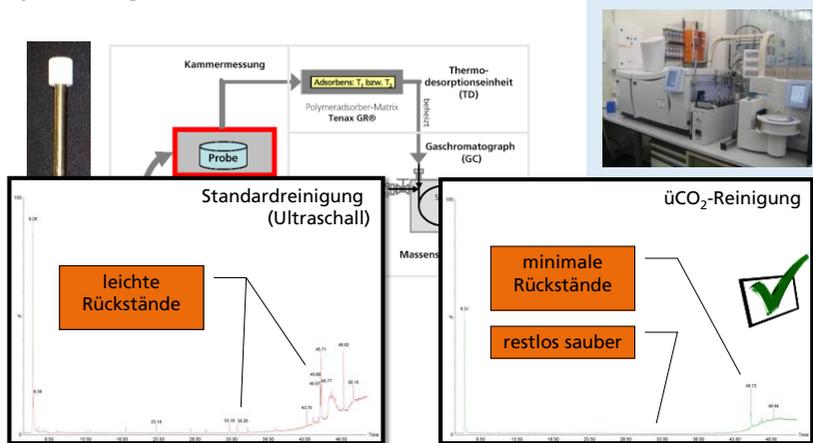


Seite 29

© Fraunhofer

3: Validierung von Reinigungsverfahren

Überkritisches CO₂ zur Entfettung von Zahnimplantaten: Analytik & Ergebnisse



Seite 30

© Fraunhofer

4: Zusammenfassung und Ausblick

- **Reinheit** als wesentliches Merkmal der **Produktqualität**:
 - Reinheitsvalidierung der Produkte
 - Vermeidungsstrategien: Kontaminationsquellen identifizieren
 - Beseitigungsstrategien: Reinigungsverfahren
 - Frage: Welche Verfahren sind geeignet?
- **Bewertung** von **Reinigungsverfahren** durch quantitative Analyse des Reinheitszustands vor und nach der Reinigung
 - Auswahl geeigneter Analytik, ggf. Verwendung von Tracer-Kontaminationen
 - Übertragung der Ergebnisse, z. B. bei Partikeln mit Haftkraftmessung
 - indirekte Bewertung
 - + für alle Bauteilgeometrien geeignet
 - Blindwerte
 - Extraktion = Reinigungsschritt
 - direkte Bewertung
 - + weniger Gefahr der Querkontamination (keine Extraktion)
 - aber nicht für alle Bauteilgeometrien geeignet

Seite 31

© Fraunhofer

Kontakt

Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA Reinst- und Mikroproduktion

Dipl.-Ing. Guido Kreck | Telefon +49 711 970-1541 | guido.kreck@ipa.fraunhofer.de



ADRESSE
Nobelstr. 12, 70569 Stuttgart, Germany

INTERNET
www.ipa.fraunhofer.de/cleanroom
www.ipa-qualification.com
www.tested-device.de



Umfrage: Braucht die Medizintechnik neue Ansätze für die Reinheitsvalidierung?

BRAUCHT DIE MEDIZINTECHNIK NEUE ANSÄTZE FÜR DIE REINHEITSVALIDIERUNG?

VERANSTALTUNG
am 03. Juli 2014 am Fraunhofer IPA in Stuttgart

INTERNET-UMFRAGE UND ANMELDUNG
<http://www.ipa.fraunhofer.de/medizintechnik>

Seite 32

© Fraunhofer