

Reinheitsvalidierung von technischen Oberflächen

Frühjahrstagung der Schweizerischen Gesellschaft für Reinraumtechnik (SRRT)

19. April 2012, Winterthur.



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

Inhalt

- Vorstellung der Abteilung Reinst- und Mikroproduktion
- Reinheitsvalidierung: Motivation
- Beispiel direkte Reinheitsvalidierung: Bewertung von Reinigungsverfahren
 - ➔ Reinheit in der Weltraumforschung
 - ➔ Einflussfaktoren auf das Reinigungsergebnis
 - ➔ Fokus partikuläre Kontaminationen:
Verfahren und Messtechnik für automatisierte Partikeldetektion (REM-EDX)
 - ➔ Validierung der CO₂-Schneestrahlsreinigung
 - ➔ Reinigungswirkung Partikel und Sporen
- Haftkraft: Ansatz zur Übertragung der Reinigungsergebnisse
- Beispiel indirekte Reinheitsvalidierung: Medizintechnische Produkte
 - ➔ Partikelverunreinigung medizintechnischer Produkte
 - ➔ filmische Verunreinigungen medizintechnischer Produkte
- Zusammenfassung und Ausblick

Vorstellung

Abteilung Reinst- und Mikroproduktion



Arbeitsgebiete:

- Prüfung der Reinraumtauglichkeit von Gerätschaften und Werkstoffen
- Fertigungsoptimierung in der Sauber- und Reinstproduktion
- Schulung
- CO₂-Reinigung
- Reinheitsvalidierung
- Prüfung der Technischen Sauberkeit
- Entwicklung von Reinheitsprüftechnik
- ...

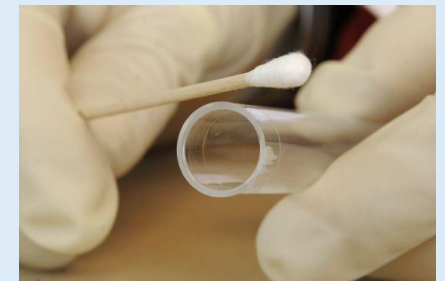
Reinheitsvalidierung: Motivation

- Für kontaminationssensitive Produkte existieren hohe Anforderungen an die Reinheit:
 - Produkt- und produktberührende Oberflächen
 - Qualität, Ausbeute und Funktionalität
 - regulatorische Bestimmungen (z. B. Pharmazie)
 - Kundenvorgaben (z. B. Automobilindustrie)
- Fazit:
 - geeignetes Verfahren zur quantitativen Validierung der Reinheit notwendig
 - Möglichkeit zur Bestimmung des Materials, um Rückschlüsse auf die Kontaminationsursache ziehen zu können
 - Problematik: Querkontamination

Erinnern Sie sich noch an das Phantom von Heilbronn?

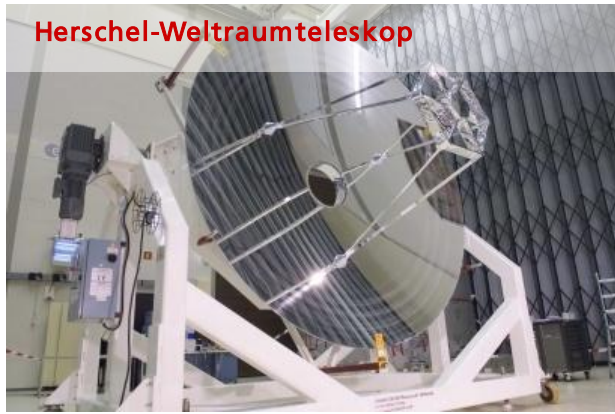
- Polizisten-Mord
- 40 weitere Verbrechen mit derselben DNA-Spur
- kein Täter konnte verhaftet werden

Ursache: verunreinigte Wattestäbchen bei der Spurensicherung



Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Reinheit in der Weltraumforschung



Herschel-Weltraumteleskop



Fußabdruck der ersten Mondlandung

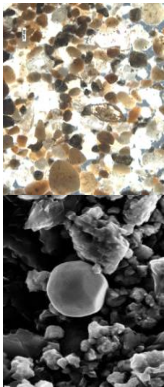
Quelle: ESA/NASA

- Leistungssteigerung von Raumflugkörpern:
 - ➔ Bsp. Weltraumteleskope:
Reinheit von Spiegeln und Linsen gewährleistet hohe Auflösungen
- „Planetary Protection Program“:
 - ➔ Zielplanet muss vor Biokontamination des Landefahrzeugs geschützt sein
 - ➔ Erde muss vor Einschleppung von Biokontamination geschützt sein
 - ➔ Bodenproben dürfen nicht durch terrestrische Kontaminationen verunreinigt werden

Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

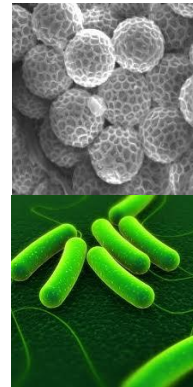
Reinheit in der Weltraumforschung

Relevante Kontaminationen:



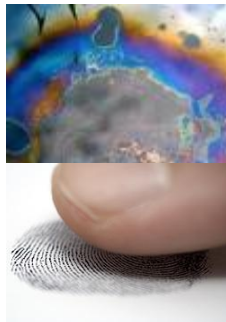
Partikel:

- Rückstände aus dem Fertigungsprozess (Abrieb, Schleifmittel, ...)
- Staub aus der Umgebung
- extraterrestrische Proben
- ...



Biotische Partikel:

- Bakterien
- Sporen
- Hautschuppen
- Zellbruchstücke
- ...



Filmische Kontaminationen:

- Rückstände von Fertigungshilfsstoffen (Kühlschmiermittel, Konservierungstoffe, ...)
- Fingerabdrücke
- ...

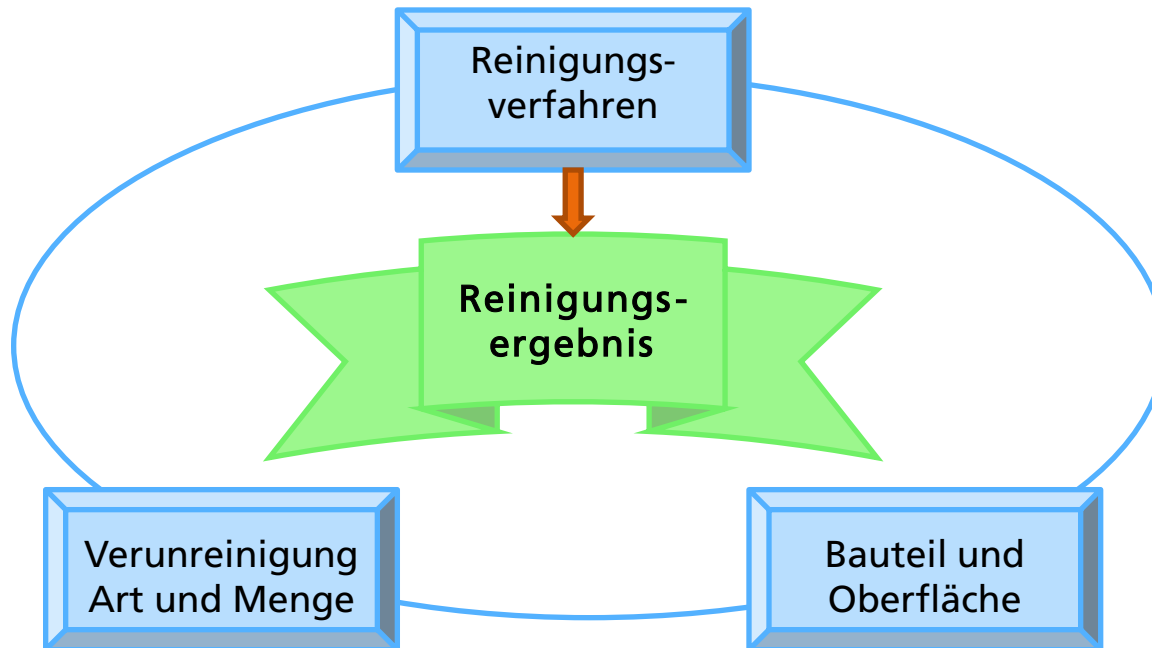
Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Einflussfaktoren auf das Reinigungsergebnis

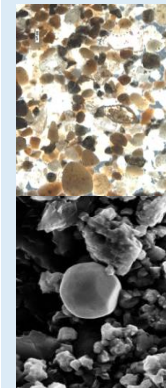
Wie sauber kann ich reinigen?

Keine allgemeingültige Antwort möglich.

Das Reinigungsergebnis ist abhängig vom Zusammenspiel der drei Größen:



Partikel



organisch/an-organisch/abiotisch:

- Rückstände aus dem Fertigungsprozess (Abrieb, Schleifmittel, ...)
- Staub aus der Umgebung
- extraterrestrische Proben



biotisch:

- Bakterien
- Sporen
- Hautschuppen
- Zellbruchstücke
- ...

Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Verfahren

Reinheitsvalidierung partikulärer Kontaminationen

direkte Verfahren:

- Untersuchung direkt auf der Oberfläche ohne Extraktion/Übertragung der Partikel

Vorteile:

- keine Probenahmeverluste
- kein Extraktionsaufwand

Nachteile:

- Voraussetzung zur Detektion muss gegeben sein (bspw. Materialkontrast)
- nicht für alle Bauteilgeometrien anwendbar

indirekte Verfahren:

- Extraktion/Übertragung der Partikel von der Oberfläche notwendig

Vorteile:

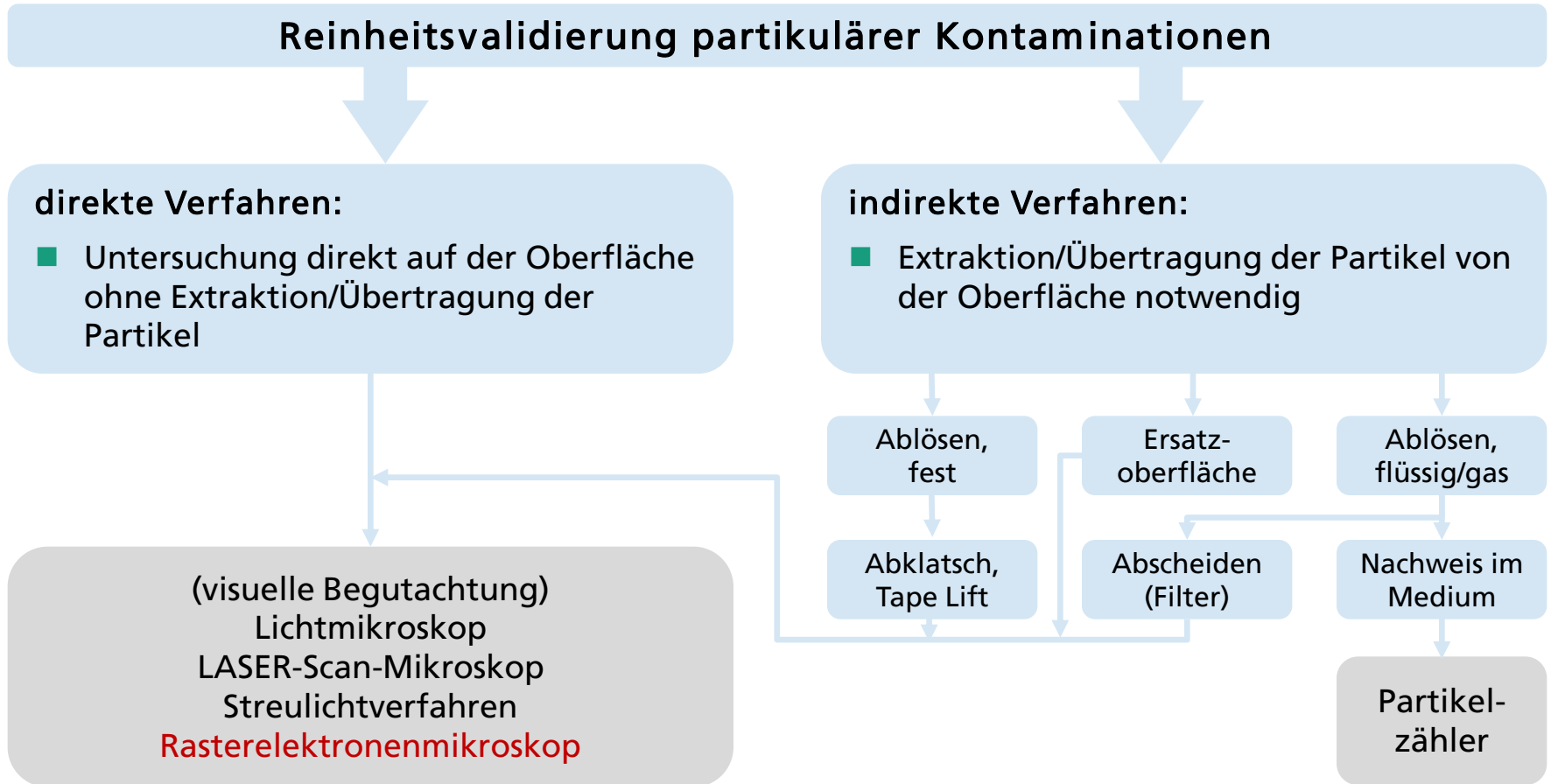
- auch bei komplexen Bauteilen
- Untersuchung des gesamten Bauteils

Nachteile:

- Verluste durch Extraktionsschritt
- erhöhter Aufwand durch Extraktionsschritt
- sehr sauberes Arbeiten ist nötig (Blindwerte!)

Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Messtechnik



Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Partikelmesstechnik – Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX)

Funktionsprinzip / Aufbau:

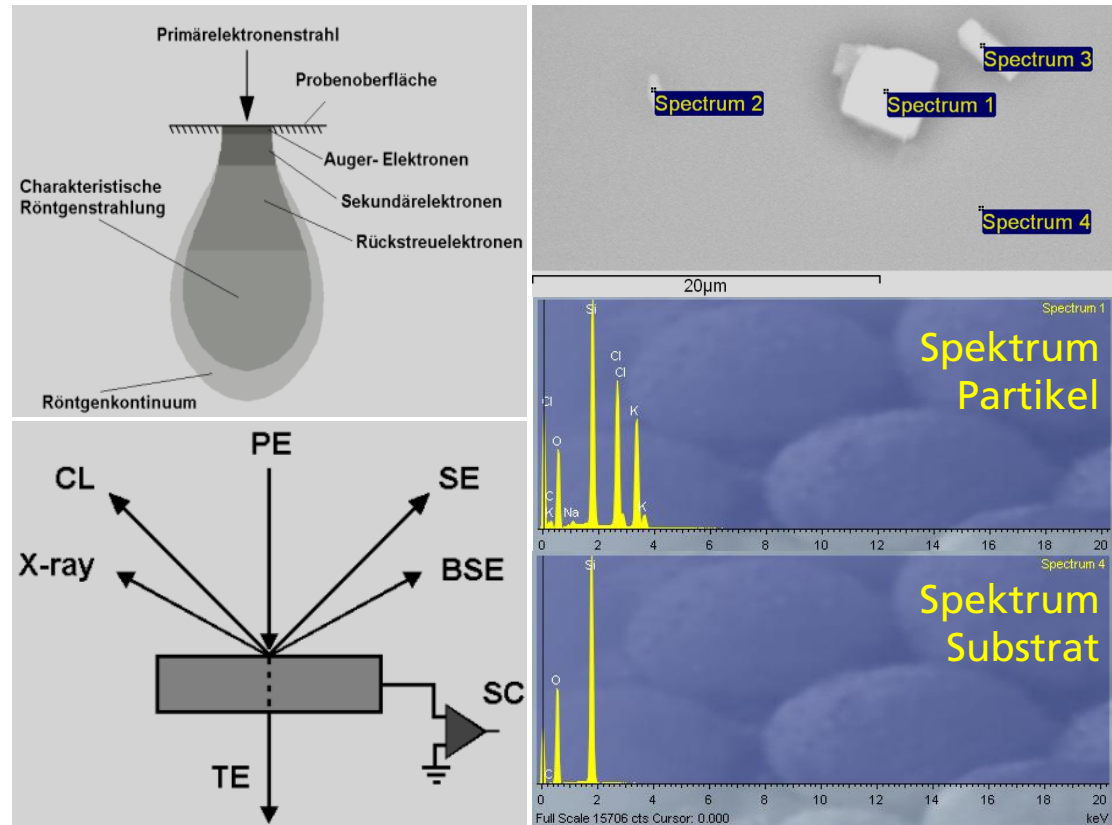
- Rasterelektronenmikroskop
- EDX-Detektor
- Datenverarbeitung
- Messergebnis: elementare Zusammensetzung der Probe

Vorteile:

- Elementanalyse (Materialrückschlüsse!)
- Aussage über Partikelquellen

Grenzen:

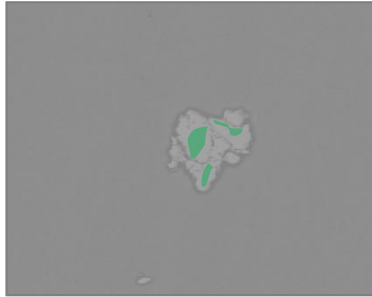
- keine Analyse organischer Substanzen
- Auflösung von Materialbestandteilen ~1%



Quelle: Carl Zeiss AG, Oberkochen; Fraunhofer IPA, Stuttgart

Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

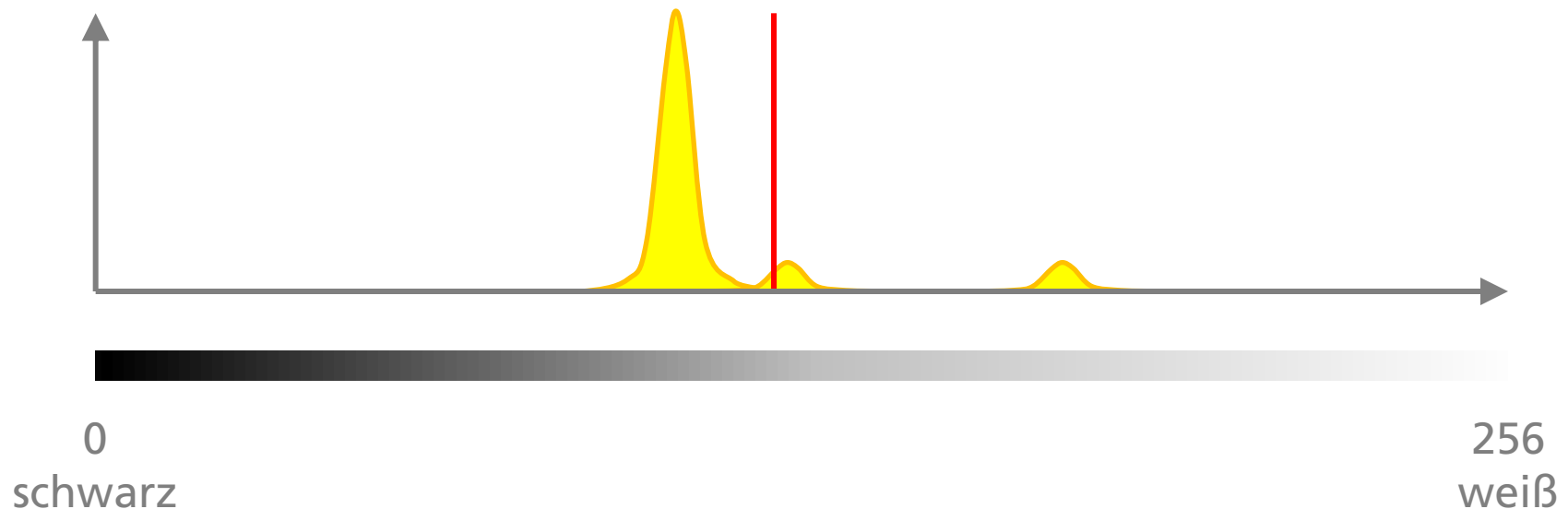
Partikelmesstechnik – automatisierte Partikeldetektion



Voraussetzung: ausreichender Materialkontrast

→ Schwellwertdefinition

→ automatisierte Auszählung und Elementanalyse



Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Validierung der CO₂-Schneestrahlnreinigung

Vorteile:

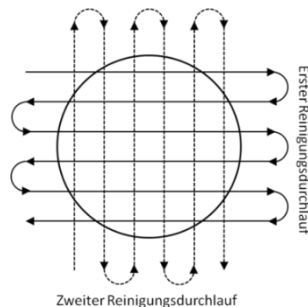
- gute Reinigungswirkung
- universell einsetzbar
- hochreines Medium darstellbar
- rückstandsfrei
- trocken



Prüfkörper:

standardisierte Prüfgeometrie für robotergestützte Reinigung

- Durchmesser Testsubstrat: 100 mm
- Materialien, Rauigkeit, etc.: beliebig variierbar
- analysierte Prüfoberfläche : 75 mm (~ 4500 mm²)



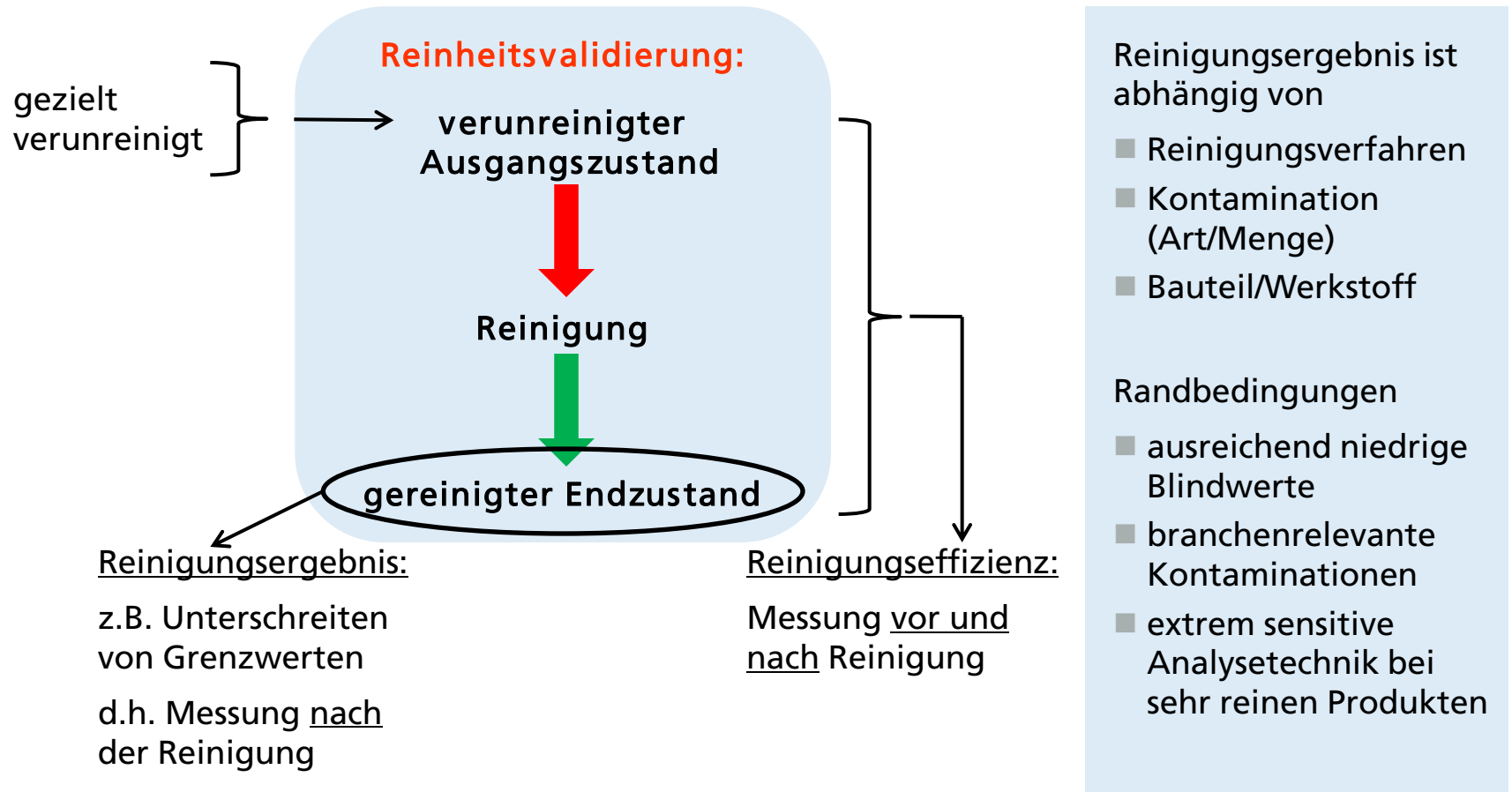
Prüfumgebung:

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



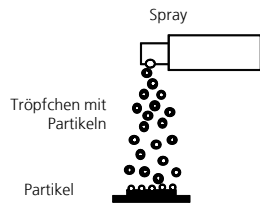
Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Bewertung: Allgemeine Vorgehensweise



Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Reinigungswirkung Partikel



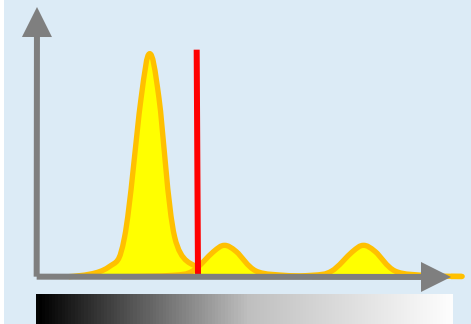
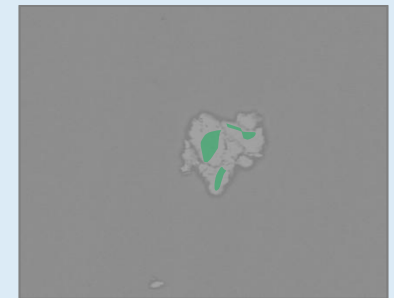
Vorgehensweise:

- definierte Kontaminierung der Prüflinge mit Partikeln ab $0,5\mu\text{m}$
- automatisierte vollflächige REM-Auszählung der Partikel
- automatisierte CO_2 -Reinigung
- erneute Auszählung und Bestimmung der Reinigungseffizienz

	Partikelgröße		
	1-5 μm	5-10 μm	10-50 μm
vorher	47023	9427	3063
nachher	66	0	0
Effizienz	46957	9427	3062
Effizienz %	99,9%	100%	100%

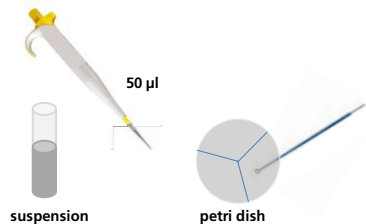
Voraussetzung:

Materialkontrast zwischen Partikel und Oberfläche



Beispiel: Bewertung von Reinigungsverfahren

Reinigungswirkung Sporen



Vorgehensweise:

- definierte Kontaminierung mit Sporen
- Bestimmung der Sporenkonzentration vorher durch Verdünnungsreihe
- automatisierte CO₂-Reinigung
- Bestimmung der Sporenkonzentration nach der Reinigung durch Übergießen mit Agar, Bebrüten (3 Tage) und Auszählung der kompletten Probe

	Material		
	1	2	3
KBE vorher	6×10^5	6×10^5	6×10^5
KBE nachher	14	3	1
R-Wert	4,6	5,3	5,8

Kann man die Sporenkonzentration nicht auch direkt bestimmen?

Sporen haben einen zu schwachen Materialkontrast für die direkte Auszählung im REM



Haftkraft: Ansatz zur Übertragung der Ergebnisse

»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.

Funktionsprinzip / Aufbau:

- REM mit Serienbildaufnahme
- Mikromanipulator
- Kraftfedertisch
- Datenverarbeitung

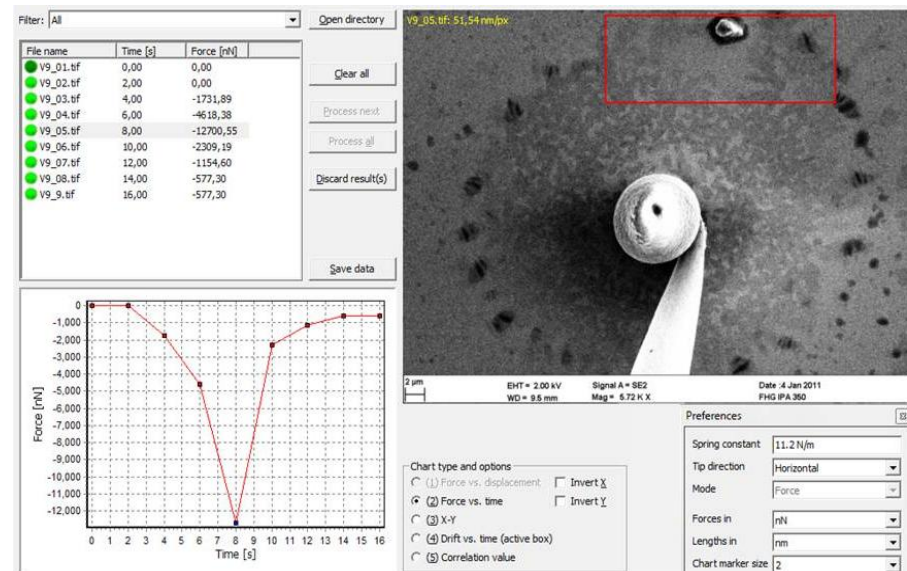
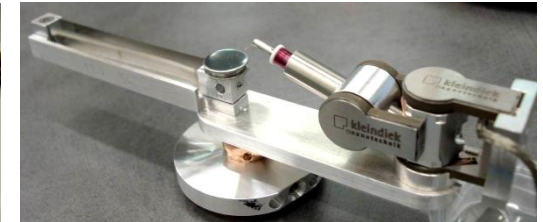
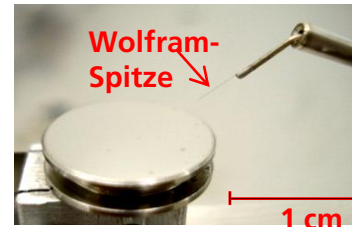
Messergebnis: Haftkraft des Partikels über das Hookesche Gesetz ($F = D \cdot s$)

Vorteile:

- direktes Messverfahren (keine aufwendige Probenpräparation)
- Haftkräfte ab 50 nN messbar
- reine van-der-Waals-Haftkräfte (Vakuum)

Grenzen:

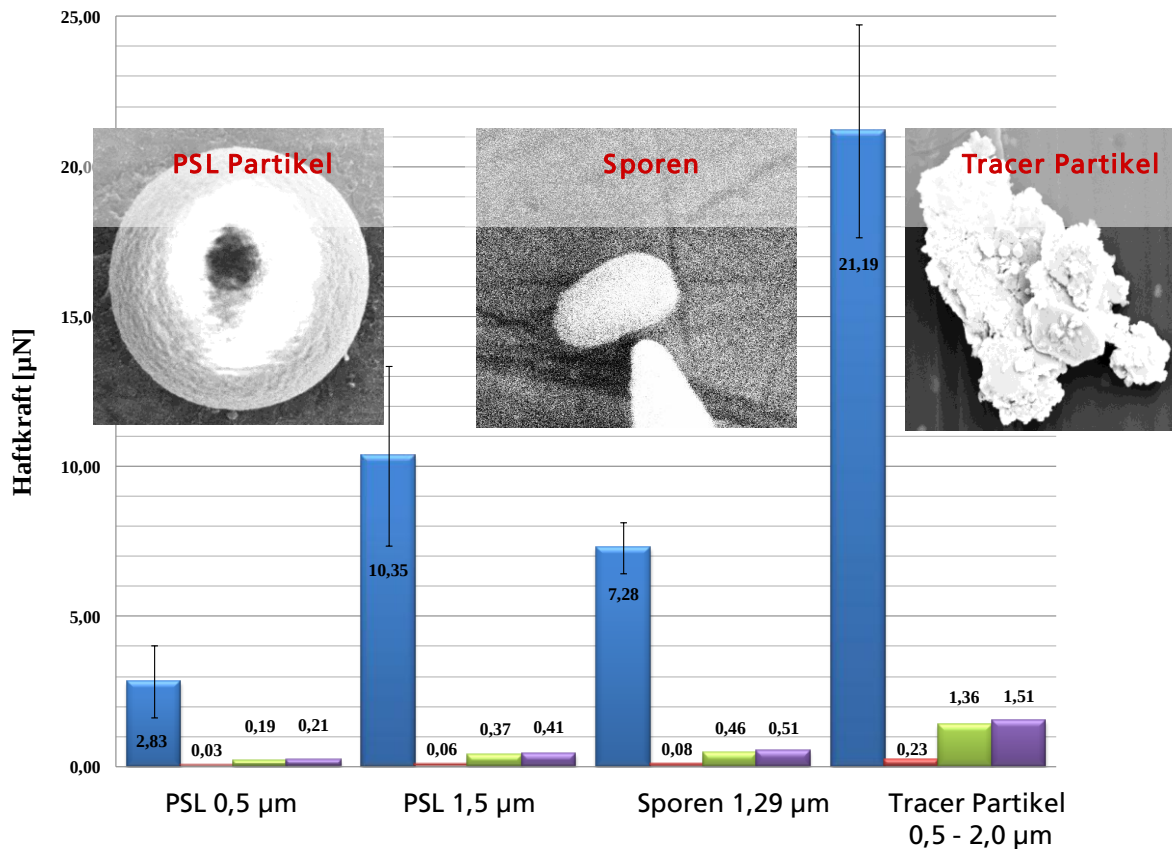
- keine atmosphärischen Einflüsse simulierbar (bspw. Feuchtigkeit)



Quelle: Kleindiek Nanotechnik GmbH, Reutlingen; Fraunhofer IPA, Stuttgart

Haftkraft: Ansatz zur Übertragung der Ergebnisse

Vergleich der Haftkräfte unterschiedlicher Partikelarten



Sind die Ergebnisse mit Tracer-Partikeln überhaupt übertragbar auf andere Partikel



Beispiel: Medizintechnische Produkte

Partikelverunreinigung medizintechnischer Produkte

Wie prüft man die Innensauberkeit von Bauteilen?



Ist diese Methodik
auch für
medizintechnische
Produkte anwendbar



Etabliert in der
Automobilindustrie:

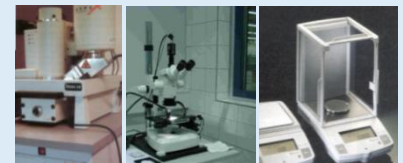
- Extraktion durch
Nachreinigung im Labor



- Filtration



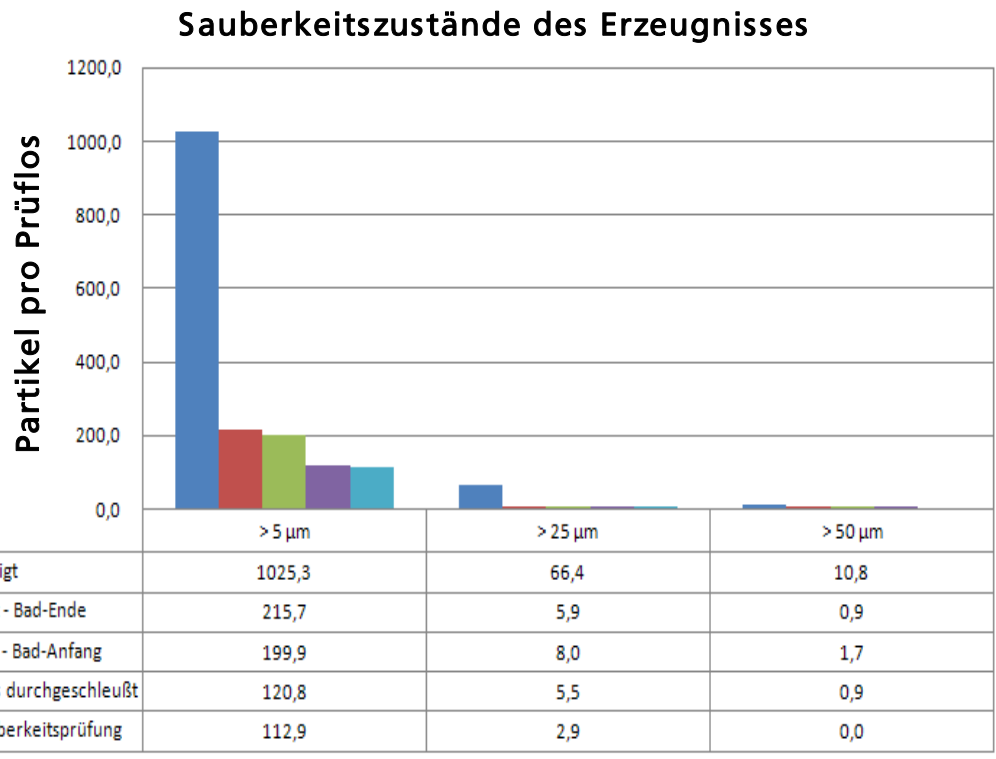
- Analyse



Beispiel: Medizintechnische Produkte

Partikelverunreinigung medizintechnischer Produkte

Bsp. Innensauberkeitsprüfung von Kanülen



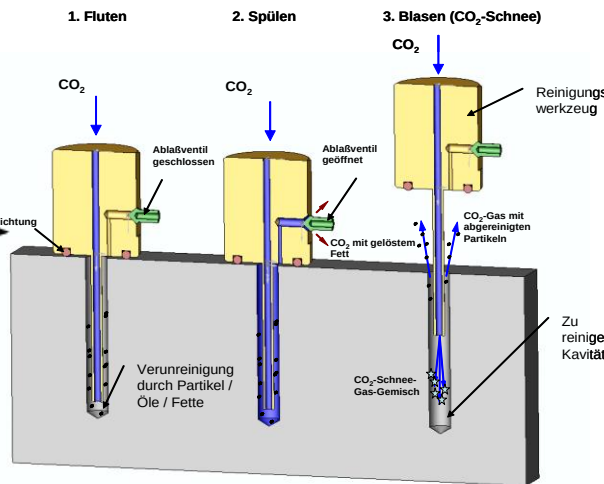
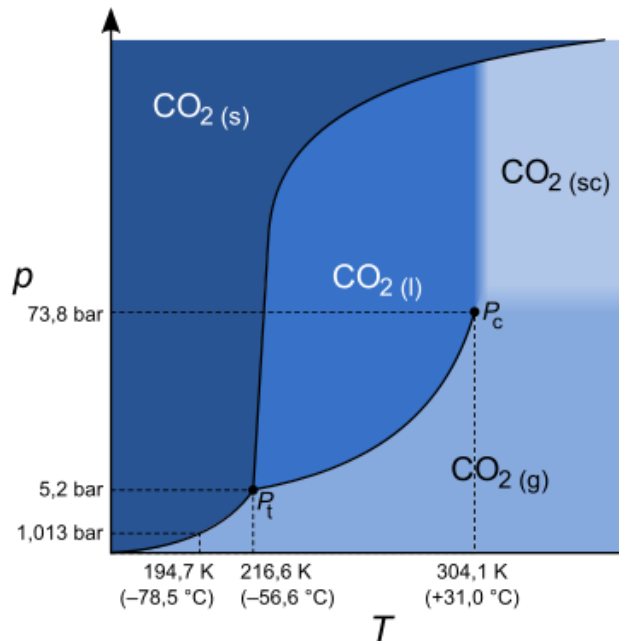
Fazit:

- Prüfung der Technischen Sauberkeit nach VDA 19 greift auch bei geringer Partikelfracht und kleinen Partikeln 
- Herausforderung Blindwert: sehr hohe Sorgfalt und Sauberkeit notwendig
- Grenze zur Reinraumtechnik

Beispiel: Medizintechnische Produkte

Filmische Verunreinigungen medizintechnischer Produkten

Entfettung mit Überkritischem CO₂:



Überkritischer Zustand:

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

Sehr gute Löslichkeit von unpolaren Substanzen:

- Maschinenöle
- Schmierstoffe
- Fette

Beispiel: Medizintechnische Produkte

Filmische Verunreinigungen medizintechnischer Produkten

Reinigungsbeispiel Zahnimplantat:



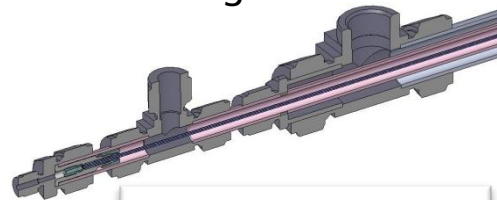
Reinigungsaufgabe

Abreinigung von
Bearbeitungsrückständen
aus dem Inneren Ø 2mm



Weitere Entwicklungen

Spülreaktor für
Führungskanülen



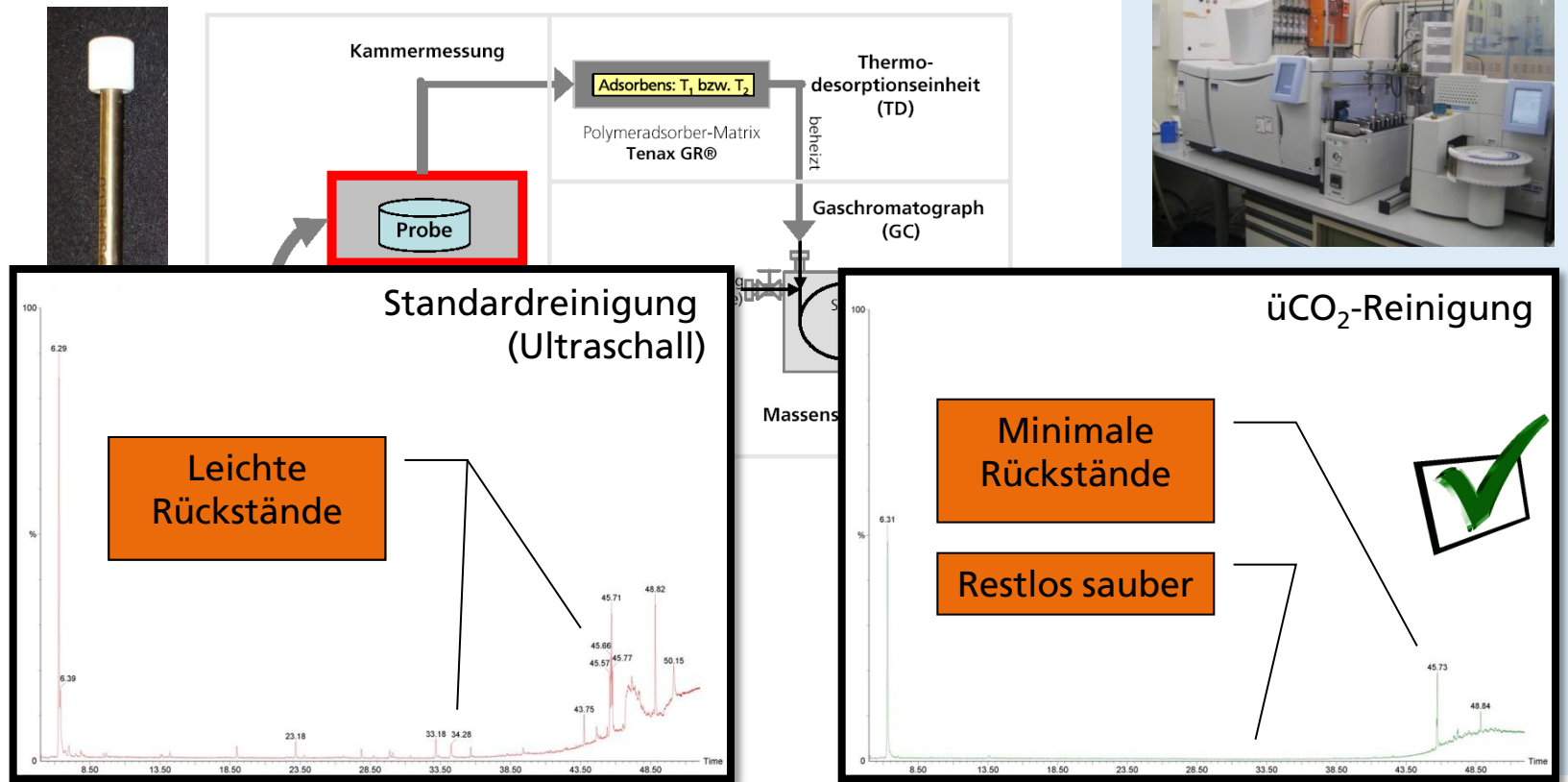
Reinigungsaufbau für Innengeometrien:



Beispiel: Medizintechnische Produkte

Filmische Verunreinigungen medizintechnischer Produkten

Validierung mit TD GC/MS:



Zusammenfassung und Ausblick

- **Reinheitsvalidierung** zur Steigerung der **Produktqualität**
- Indirekte Verfahren zur Reinheitsvalidierung:
 - etabliertes Partikelextraktionsverfahren: Automobilindustrie
 - etablierte Messtechnik, bspw. automatisierte REM-EDX-Auszählung, GC/MS-Analyse („großflächige“ Erfassung von Verunreinigungen)
 - anwendbar auf Halbleiterindustrie, Raumfahrt, Medizintechnik etc.
- Direkte Verfahren zur Reinheitsvalidierung:
 - automatisierte REM-EDX-Auszählung
 - quantitative **Bewertung** von **Reinigungsverfahren**
- **Reinigbarkeit** von Werkstoffen als neues **Bewertungskriterium** für die **Reinheitstauglichkeit** von **Materialien**:
 - „Werkstoffeigenschaft“: standardisiertes Verfahren
 - Kontaminantenvariation
 - Reinigungsverfahren (Wischen, CO₂, Ultraschall etc.)
 - Haftkraftbestimmung zur Übertragung der Ergebnisse

Weitere Infos / Kontakt

Fraunhofer IPA, Nobelstraße 12
70569 Stuttgart

Reinigungsvalidierung:

Dr.-Ing. Markus Rochowicz, 0711-970-1175,
rochowicz@ipa.fraunhofer.de

Dipl.-Ing. Christian Ernst, 0711-970-1248,
ernst@ipa.fraunhofer.de

Dipl.-Biol. (t.o.) Markus Keller, 0711-970-1560,
keller@ipa.fraunhofer.de

Dipl.-Ing. Guido Kreck, 0711-970-1541,
kreck@ipa.fraunhofer.de

CO₂-Reinigungsverfahren:

Dipl.-Ing (FH). Ralf Grimme, 0711-970-1180
grimme@ipa.fraunhofer.de



Leitung Labor für Technische Sauberkeit:

Yvonne Holzapfel, 0711/ 970-1104
Yvonne.Holzapfel@ipa.fraunhofer.de

www.technische-sauberkeit.de

www.ipa-qualification.com

www.ipa.fraunhofer.de