



Reinigbarkeit von Oberflächen

In diesem Artikel wird der Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit auf die Abreinigbarkeit partikulärer Kontaminationen beschrieben.

Autoren
Markus Keller
Alina Waldner
Gabriela Baum

Fraunhofer Institut Produktionstechnik
und Automatisierung (IPA), Abteilung
Reinst- und Mikroproduktion

Die Abreinigbarkeit von Partikeln von verschiedenen Oberflächen spielt sowohl in der Life-Science-Branche (Lebensmittel-, Pharma-, Biotechnik-, Medizintechnik-, Kosmetikindustrie) als auch in allen anderen Branchen, in denen Partikel kritisch sind (Halbleiterindustrie, Mikroelektronik, Mikrosystemtechnik, Photovoltaik) eine wichtige Rolle. Maschineneinhausungen, Fussböden, Wände, Transportbehälter, Beschichtungen,...die Liste der relevanten abzureinigenden Oberflächen liesse sich beliebig fortsetzen. Die Anforderungen an eine reine Produktionsumgebung in den genannten Industriebereichen steigen stetig. Hierfür sind zum Einen die kontinuierliche Tendenz zur Miniaturisierung der Produkte und der hohe Anspruch an die Präzision und Reinheit von elektronischen und mikromechanischen Erzeugnissen, zum Anderen auch der vermehrte Verzicht auf Konservierungsstoffe in der Lebensmittelindustrie verantwortlich. Besondere Relevanz haben Oberflächen mit einem grossen Flächenanteil an der gesamten Reinraumumgebung, wie Böden, Wände und deren Fugen (1).

Eine ausreichende Reinigbarkeit ist aus hygienischer Sicht generell notwendig, um einen hygienisch sicheren Prozess und möglichst lang haltbare Produkte zu schaffen (2). Lassen sich abiotische Partikel von Oberflächen gut abreinigen, eignen sich diese Flächen ebenfalls gut für eine effektive Abreinigung von Mikroorganismen (3).

Des Weiteren fordert der EU-GMP-Leitfaden Annex 1 explizit eine ausreichende Reinigbarkeit von Oberflächen bei der Herstellung steriler Arzneimittel (4). Durch eine reine Produktionsumgebung werden die Störinflüsse, welche auf die kritischen Produkte

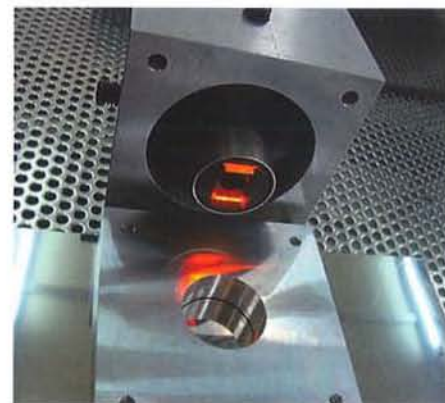
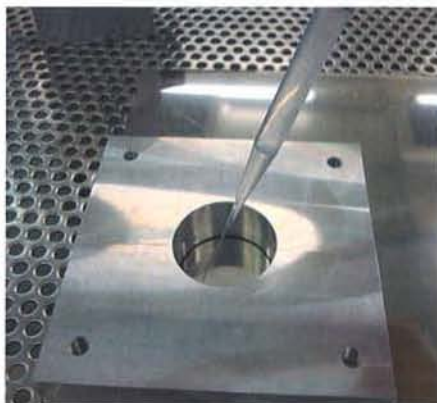


Bild 1: Links: Sedimentationskammern zur Aufbringung einer homogen verteilten Partikelkontamination auf Oberflächen; rechts: Messkopf des PartSens Messgeräts fixiert in einem Adapter für die exakte Positionierung über den Sedimentationskammern

negativ einwirken, weitestgehend minimiert (5).

Diese reine Fertigungsumgebung wird ebenfalls durch das Streben nach einer immer besser werdenden Qualität vorangetrieben (6). Die minimale Kontamination der Produkte steigert die Qualität und Zuverlässigkeit und senkt den kontaminationsbedingten Ausschuss. Durch die geringere

partikuläre Restverschmutzung sinken daher auch die Produktionskosten (7).

Für eine wissenschaftlich abgesicherte Materialauswahl wurde eine Messmethode mit einem Klassifizierungssystem über die partikuläre Reinigbarkeit von Oberflächen erarbeitet (8).

Wie gut sich Partikel von einer Oberfläche durch eine standardisierte Wischreinigung entfernen lassen, wird hierbei messtechnisch überprüft. Ein linearer Wischsimulator wird für die dafür notwendige reproduzierbare Abreinigung eingesetzt. Die zu untersuchenden Oberflächen müssen vor der Abreinigung gleichmässig mit einer definierten Anzahl von Partikeln kontaminiert werden. Die Partikelbelegung wird vor und nach der

Nettoyage des surfaces

Le nettoyage des particules de différentes surfaces joue un rôle important dans le secteur des sciences de la vie et dans d'autres domaines dans lesquels les particules sont critiques. Les exigences relatives à un milieu de production propre dans les domaines industriels cités sont en constante augmentation. De ceci sont responsables, pour une part la tendance marquée vers la miniaturisation des produits et la grande exigence quant à la précision et la pureté des éléments électroniques et micromécaniques, et d'autre part l'abandon toujours plus marqué des agents conservateurs dans l'industrie alimentaire. Ont une importance particulière les enceintes avec une grande proportion de surface dans l'environnement global des salles propres (1).

Cleanability of surfaces

The suitability of different surfaces for the cleaning away of particles plays an important role not only in the field of life sciences, but also in all other industries where particles are a critical aspect. The requirements in respect of a clean production environment in the said areas of industry are steadily increasing. Of particular relevance are surfaces having a major share of the total area of the entire clean-room environment, e.g. floors, walls and their joints (1).

Abreinigung durch ein Streiflichtmessgerät direkt auf der Oberfläche erfasst. Daraus errechnet sich der relative Reinigungserfolg als Vergleichsmass zwischen den verschiedenen Oberflächen. Diese Untersuchung ist eine der möglichen Reinheitstauglichkeitsuntersuchungen am Fraunhofer IPA. Für diesen Beitrag wurde die Reinigbarkeit zweier Edelstahl-Oberflächen klassifiziert.

1 Material und Methoden

1.1 Kontamination der Oberflächen

Die untersuchten Oberflächen wurden zunächst mit 70 %-igem Isopropanol und einem Reinraumtuch mehrmals abgereinigt und mit Reinstdruckluft abgeblasen.

Für die Herstellung der Partikelsuspension wurde ein nach ISO 12103-1 standardisierter Teststaub (Powder Technology Inc., Burnsville, Minnesota, USA) verwendet (9). Die Auswahl des ATD Teststaubs wurde aufgrund der klar definierten Partikelgrößenverteilung getroffen, welche einer natürlichen Verunreinigung recht nahe kommt und einen grossen Anteil an kleinen Partikeln enthält. Für die Partikelsuspension wurden 0,05 g ATD Teststaub in 200 ml Isopropanol gegeben und anschliessend in einem Ultraschallbad über eine Dauer von 10 Minuten suspendiert. Die Partikelsuspension muss sofort nach der Ultraschallbehandlung verwendet werden.

Die Kontamination selbst erfolgte durch das Einpipettieren von 0,5 ml Partikelsuspension in je zehn identische Sedimentationskammern, welche auch zur Messpunktmarkierung dienen. Ziel ist es, die SPC-Klasse 8 nach ISO 14644-9 (10) knapp zu überschreiten. Die Sedimentationskammern sind so konstruiert, dass der Messkopf des verwendeten Streiflichtmessgerätes hineingestellt werden kann und somit Lichteinflüsse, welche das Messergebnis verfälschen können, minimiert werden. Die eigens dafür angefertigte Messkopfhalterung ermöglicht zusätzlich eine präzise Positionierung und Fixierung des Messkopfes während der Messung.

1.2 Linearer Wischsimulator LiWiS

Der Lineare Wischsimulator besteht aus einem linearen Pneumatikantrieb, welcher auf einem Lochrastertisch installiert wurde. Die

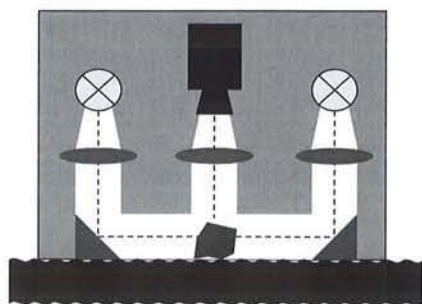


Bild 4: Schematische Darstellung der Streiflichtmessung



Bild 2: LiWiS-Versuchsstand



Bild 3: gleitende Fixierung des Reinraumtuches mittels Auflagegewicht

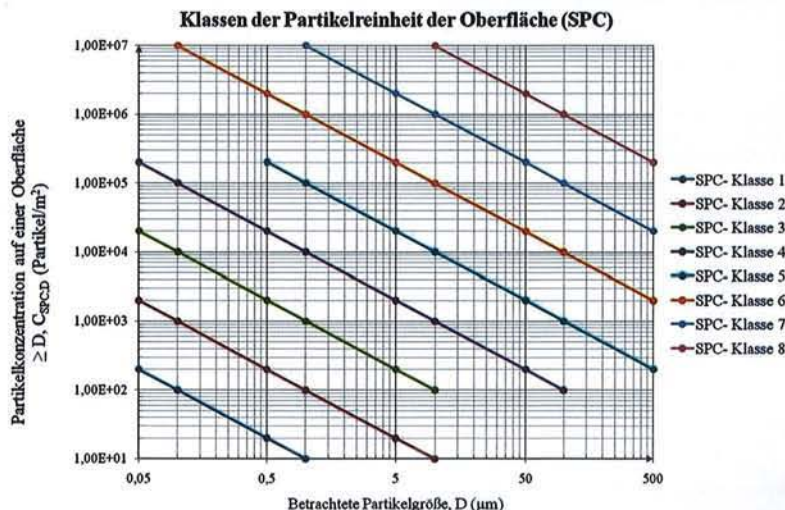


Bild 5: Grafische Darstellung der SPC-Klassen nach ISO/FDIS 14644-9

Linearachse wird über das pneumatische Steuergerät Easy-Lube (efm-systems GmbH, Stuttgart) angesteuert. Das lose geführte Gewicht (1 kg), welches das Reinigungstuch für die simulierte Wischreinigung auf die zu vermessende Oberfläche presst, wird einmalig mit 0,1 m/s verfahren (Bild 2).

Ein mit Reinstwasser getränktes Zellulose-Polyester-Reinraumwisch Tuch wird um das 1 kg-Gewicht gelegt, welches anschliessend in die Führung der linearen Wischeinheit gestellt wird (Bild 3).

1.3 Verwendete Messtechnik

Die Messung erfolgte durch das portable Streiflichtmessgerät PartSens (acp - advanced clean production GmbH, Esslingen). Der PartSens ist ein kompaktes optisches Messsystem zur reproduzierbaren Messung von Partikeln und Staub auf technischen Ober-

flächen. Die Messtechnik basiert auf der Streiflichtmessung, sodass die Partikel zur Vermessung auf der Oberfläche verbleiben können. Das folgende Schema veranschaulicht das verwendete Messverfahren (Bild 4).

Zur Reduzierung der statistischen Messunsicherheit werden die einzelnen Messpunkte je zehn Mal vor und nach der erfolgten Abreinigung abgerastert. Folgende sechs Partikel-Grössenkanäle werden betrachtet: > 5 µm, > 15 µm, > 25 µm, > 50 µm, > 100 µm und > 150 µm.

2 Ergebnisse

Aus den gemittelten Werten der jeweiligen Messpunkte wurde die Partikelbelegung vor und nach der Reinigung bestimmt. Die Werte werden mit den partikulären Oberflächenreinheitsklassen (=SPC-Klasse) nach ISO/FDIS

14644-9 (10) und VDI 2083 Blatt 17 (11) korreliert und durch Differenzbildung vor und nach Abreinigung der relative Reinigungserfolg durch die Differenz der SPC-Klassen ausgedrückt (Bild 5).

Die verwendete Kontaminationsmethode zeigt eine maximale Standardabweichung von 15 % bei der Partikelbelegung. Aufgrund der logarithmischen Natur der SPC-Klassen ist die ermittelte Standardabweichung akzeptabel, da dieser Fehler keinen wesentlichen Einfluss auf die Klassifizierung nimmt. Die Verteilung der Partikel war gleichmässig, wie auf dem folgenden Binärbild zu sehen ist (Bild 6). Die untersuchten Oberflächen wurden in jeweils zehn Messfelder eingeteilt. Jedes Messfeld wurde zehnmal vermessen. Aus



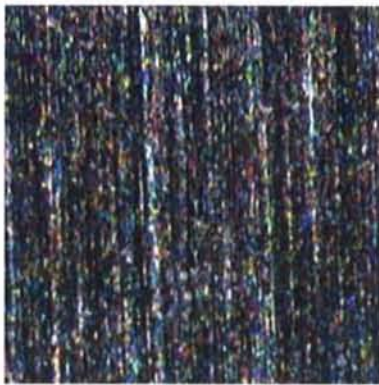
Bild 6: Verteilung der Partikel auf Substratoberfläche bei Betrachtung mit dem Messgerät PartSens

diesen Messwerten wurden jeweils der Mittelwert und die Standardabweichung in das Diagramm gezeichnet. Die Gesamt-Klassifizierungszahl der Reinigbarkeit von Oberflächen berechnet sich aus dem durchschnitt-

lichen relativen Reinigungserfolg der einzelnen akkumulierten Partikelgrößenklassen. Folgend werden zwei Edelstahloberflächen näher erörtert.

2.1 Edelstahl-Oberflächen

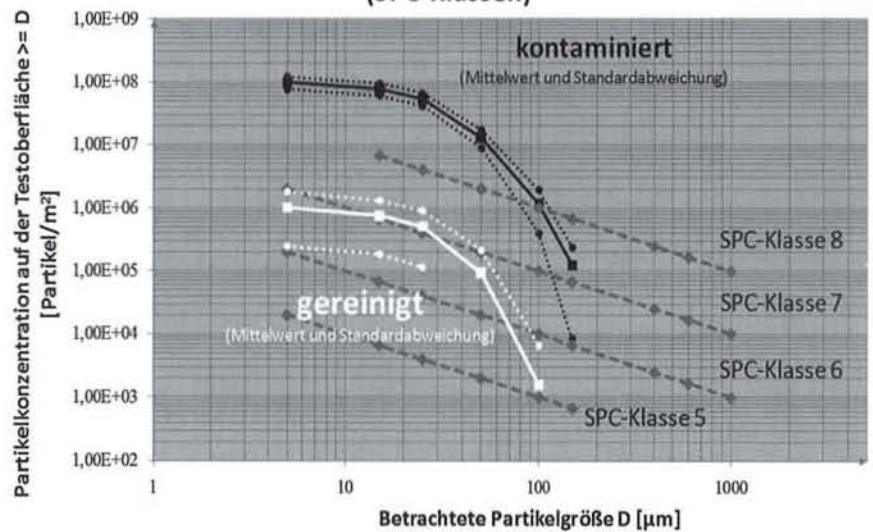
Die untersuchten gebürsteten Edelstahloberflächen zeigen eine vergleichbare Oberflächenrauheit von $R_a = 0,2 \mu\text{m}$ quer und längs zur Bürstungsrichtung auf. Eine der beiden Oberflächen wurde anschließend elektropoliert, die Vergleichsfläche erfuhr keine weitere Modifikation. Durch die Elektropolitur wird im Allgemeinen die Mikrorauheit verringert (Bild 7). Zur Bestimmung des Rauheitswerts R_a nach ISO 4287 wird bei einem vermessenen



Edelstahl 1.4301

gebürstet;
 $R_a = 0,2 \mu\text{m}$

Reinigungserfolg in Oberflächenreinheitsklassen (SPC-Klassen)



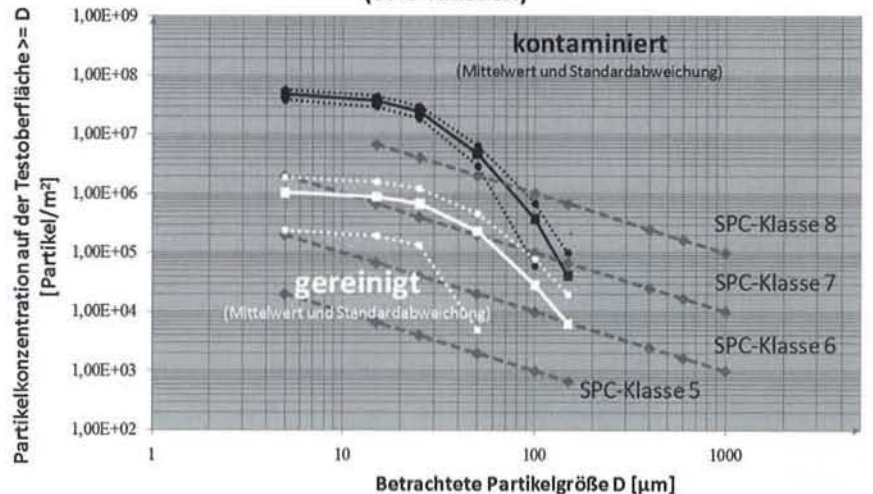
Gemittelte SPC-Klassen-Verbesserung = 2,4



Edelstahl 1.4301

gebürstet + elektropoliert;
 $R_a = 0,2 \mu\text{m}$

Reinigungserfolg in Oberflächenreinheitsklassen (SPC-Klassen)



Gemittelte SPC-Klassen-Verbesserung = 1,7

Bild 7: Vergleich zweier Edelstahloberflächen

Profil eine Gerade am maximalen Punkt und am minimalen Punkt gezogen (12). Anschliessend wird eine Mittellinie gezogen. Die Fläche oberhalb und unterhalb dieser Linie wird errechnet und in ein flächengleiches Rechteck über die Messlänge umgewandelt. Der Abstand zwischen den Kanten ist dann der Rauheitswert Ra. Eine Elektropolitur trägt sehr kleine Mikrospitzen ab und füllt Mikrotäler auf (Glättung). Die Oberfläche wird geglättet, wobei sich der Ra-Wert nicht wesentlich ändert.

3 Diskussion

Der Unterschied in der Abreinigbarkeit der Oberflächen zeigt sich bei sphärischen Partikeln mit einem Durchmesser von $D \geq 100 \mu\text{m}$. Eine mögliche Erklärung basiert auf der Oberflächenmodifikation mittels Elektropolitur. Wie auf den mikroskopischen Bildern ersichtlich, sind nach der Elektropolitur auf der untersuchten Oberfläche kleine sphärische Vertiefungen zu finden. In diesen Mikrovertiefungen können sich möglicherweise Partikel aufgrund des starken Van der Waals Adhäsionspotentials (eine Kugel in einer Vertiefung erfährt eine stärkere Wandhaftung als eine Kugel auf einer idealen Ebene) einer mechanischen Reinigung entziehen. Verbleiben nach einer Wischreinigung auf einer Oberfläche von einem Quadratmeter beispielsweise 1500 Partikel mit einem Durchmesser von $100 \mu\text{m}$, konnte die Oberflächenreinheitsklasse SPC = 5 nicht erreicht werden. Dieser exemplarische Versuch zeigt auf, dass

die alleinige Kenntnis der Oberflächenrauheit eines Materials keine direkte Aussage über dessen partikuläre Reinigbarkeit ermöglicht. Bei der Reinigbarkeit handelt es sich immer um eine Materialpaarung. Verschiedene Materialien besitzen verschiedene Anziehungskräfte. Unter normaler Atmosphäre bildet sich an Oberflächen in Abhängigkeit der Luftfeuchte ein unterschiedlich dicker Wasserfilm, welcher wiederum einen direkten Einfluss auf die Abreinigbarkeit der Partikel hat. Partikel mit einer Hydrathülle auf hydrophoben Oberflächen lassen sich höchstwahrscheinlich besser abreinigen als hydratisierte Partikel auf hydrophilen Oberflächen. Zur Klärung einiger dieser Fragen erforscht beispielsweise Herr Kreck vom Fraunhofer IPA die Haftkraft von sphärischen Partikeln auf näherungsweise ideal-glatten Oberflächen von Silizium-Wafern mit Hilfe eines angepassten Rasterelektronenmikroskops und einer Mikro-Ablenkeinheit. Die hier vorgestellten vergleichenden Abreinigungsversuche werden für Industriekunden am Fraunhofer IPA durchgeführt und laufend weiterentwickelt. Ebenfalls wird die Methode in ähnlicher Form durch den Arbeitskreis der Richtlinie VDI 2083 Blatt 9.2 «reinraumtaugliche Gebrauchsgegenstände» als standardisierter Abreinigungsversuch mit aufgenommen.


4 Literaturverzeichnis

1. Keller, Markus. Reinraumtechnik in der Lebensmittelindustrie – Materialauswahl für hygienische Fertigungsumgebungen am Beispiel Wände, Böden und Fugen. Der Lebensmittelbrief. Lampertheim: Lebensmittelinformationsdienst GmbH, 2010. Bd. 21, 11/12, S. 12–17.

2. Bobe, U. Die Reinigbarkeit technischer Oberflächen im immmergierten System. Technische Universität München: Lehrstuhl für Maschinen- und Apperatekunde; Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt, 2008.
3. Keller, Markus. Hygiene und Schulung. [Buchverf.] Lothar Gail, Udo Gommel und Hans-Peter Hortig. Reinraumtechnik. 3. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag, 2012
4. EU-GMP Guide to Good Manufacturing Practice, Annex 1. Manufacture of sterile medicinal products. Brussels: European Commission, 2008.
5. Gommel, U. Verfahren zur Bestimmung der Reinraumtauglichkeit von Werkstoffpaarungen. Universität Stuttgart: Fakultät Maschinenbau, Fraunhofer IPA, 2006.
6. Grimme R., Ernst C., Vohrer U. & Leupolt B. Sauberkeitsprüfung und Oberflächenanalytik in der Reinigungstechnik. MO - Beschichten von Kunststoff und Metall. 2005, 59/12.
7. Schmauz G., Grimme R. Online-Qualitätsüberwachung mit Streiflicht. Journal für Oberflächentechnik. 2005, 50/3.
8. Keller, Markus und Waldner, Alina. Wie gut lässt sich eine Oberfläche reinigen? Der Lebensmittelbrief. 2011, Bd. 22, 9/10, S. 53-58.
9. ISO 12103-1. Road vehicles – Test dust for filter evaluation - Part 1: Arizona test dust. Berlin: Beuth Verlag, 1997.
10. ISO/FDIS 14644-9. Cleanrooms and associated controlled environments – Part 9. Classification of surface cleanliness by particle concentration. Berlin: Beuth Verlag, 2010.
11. VDI 2083 Blatt 17 Entwurf. Reinraumtechnik, Reinheitstauglichkeit von Werkstoffen. Berlin: Beuth Verlag, 2011.
12. ISO 4287. Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters. Berlin: Beuth Verlag, 2010.
13. VDI 2083 Blatt 9.1 Reinraumtechnik, Reinheitstauglichkeit und Oberflächenreinheit. Berlin: Beuth Verlag, 2006.

Weitere Informationen

Fraunhofer Institut Produktionstechnik und Automatisierung (IPA)
Abteilung Reinst- und Mikroproduktion
Markus Keller
Nobelstrasse 12
D-70569 Stuttgart
Telefon +49 711 970 1560
markus.keller@ipa.fraunhofer.de



MAS-100 NT

Professional Microbiological Air Monitoring Systems



The MAS-100 NT series are the new air samplers for the measurement of micro-organisms in the air in clean rooms, isolators, compressed gases and other sensible areas.

New features:
Automatic calibration cycle
Multilingual software
Sample and alarm log
Standard air sampler for pharmaceutical industries

Find more information at: www.mbv.ch

MBV AG, Microbiology and Biotechnology
Influenza 3, CH 8712 Sissle, Switzerland
Tel. +41 41 520 30 00, Fax. +41 41 520 30 01, info@mbv.ch

mbv

OVER 25 YEARS
Innovation and Development

Temperatur- und Feuchteüberwachung. Zuverlässig, skalierbar, konform.



- Zentrales Monitoring System für Lager, Reinraum und Labor
- SCS-Kalibrierlabor für Temperatur und Feuchte
- Lagerqualifizierungen und Temperature Mappings
- Mehr Informationen unter www.gmp-monitoring.com

ELPRO

ELPRO-BUCHS AG | +41 81 750 03 11 | www.elpro.com