

ПРОБЛЕМЫ ПРИ ИЗМЕРЕНИИ КОЛИЧЕСТВА ЧАСТИЦ В ЖИДКОСТИ

Roger Carlone, Particle Measuring Systems (США)

Статья печатается с разрешения редакции журнала CleanRooms March, 2008 (www.cleanrooms.com)

Перевод выполнен Ю. Н. Кузнецовым, ООО ПСК «Клинрум Инструментс»

Как убедиться, что при использовании оптических счетчиков частиц в жидкой среде были получены верные показания?

Для получения наиболее точных показаний важно удостовериться в том, что ваш оптический счетчик частиц в жидкости функционирует в рамках его технических характеристик. Поскольку показания, снятые со счетчиков, начинают играть все более важную роль в контроле технологического процесса, для пользователей важно, как никогда, быть уверенными в полученных результатах измерений. Полученные с помощью счетчиков данные часто используются для оценки и улучшения процесса, при контроле во время химической обработки и при контроле качества производства деталей разной сложности. Однако нередко пользователи подвергают сомнению результаты измерений с помощью счетчиков. В этой статье рассматриваются наиболее распространенные непонимания и прочие эксплуатационные трудности, которые могут привести к сомнениям относительно правильности работы счетчика.

Введение

Пользователи могут произвести несколько простых действий, чтобы убедиться, что показания сняты правильно. Все счетчики обладают определенными легко контролируруемыми параметрами. К ним относятся скорость пробоотбора, фоновое рассеяние и предельная концентрация частиц. Также важным является распределение частиц по размеру (РЧР). Пока все эти параметры настроены правильно, полученные данные не будут вызывать сомнения. Если хотя бы один из параметров неточен, достоверность полученных данных уже под вопросом. В статье разбираются все указанные величины и их влияние друг на друга, а так же приводится условие того, что данные, полученные при анализе распределения частиц в среде химических реактивов или дистиллированной воде, достоверны.

Нормальные распределения частиц

Тридцатилетний опыт подсчета частиц показывает, что большинство распределений частиц по размерам в постоянно фильтруемых жидкостных системах соответствует распределению D^{-3} (D – диаметр частицы) при суммарных интегральных подсчетах. На рис. 1 показано нормальное распределение частиц по размерам. В системах с очень чистой деионизованной водой распределение будет несколько круче (D^{-4}), а в «грязных» средах – более пологим (D^{-2}). Очень важно, что вид распределения сохраняется от образца к образцу.

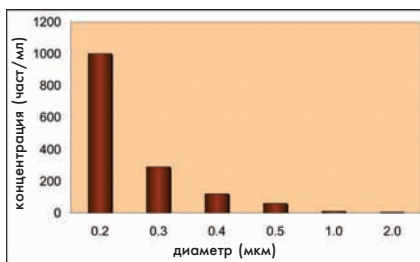


Рис. 1. Нормальное распределение ($1/D^3$)

Анализируя полученные при измерениях данные, необходимо убедиться, что имеет место нормальное распределение частиц. Если это не так, пользователь должен немедленно насторожиться из-за возможных осложнений. К неправильным распределениям или ошибочным данным могут привести: неверная скорость пробоотбора, чрезмерное фоновое рассеяние и сильное превышение верхнего предела концентрации счетчика. Кроме того, причиной неправильного распределения частиц могут стать мелкие происшествия, такие как отказ насоса или клапана, проблемы с уплотнительными кольцами, поврежденные трубки или другие неполадки. Вот почему очень важно убедиться, что показания сняты правильно. Иначе пользователю трудно будет обнаружить реальную причину отклонения в работе счетчика.

Скорость пробоотбора

У всех счетчиков в технических характеристиках чаще всего приводится значение скорости пробоотбора плюс-

минус определенный процент; например 50 мл/мин \pm 10%. Скорость пробоотбора варьируется в зависимости от модели счетчика.

Счетчики частиц калибруются при определенной скорости пробоотбора. Это значит, что частицы из внешней среды должны проходить через счетчик именно с этой скоростью. Если надлежащее значение скорости пробоотбора не поддерживается, измеренный размер частиц и точность подсчета вызывают сомнения.

В тот момент, когда частица проходит через счетчик, она рассеивает свет. Рассеянный свет преобразуется в электрические импульсы, количество и амплитуда которых измеряется для определения счетной концентрации частиц и их размеров. Если скорость пробоотбора при установке слишком завышена, частицы проходят через счетчик слишком быстро. Так как время прохождения уменьшено, электроника не имеет достаточно времени, чтобы полностью обработать сигнал, тем самым, ставя под сомнение точность определения размера частиц. Точность подсчета также вызывает сомнения, поскольку получающийся сигнал может быть слишком мал, чтобы превысить пороговый размер частицы. Дальнейшим усугублением проблемы является то, что поступающее в комплекте программное обеспечение подгоняет данные под указанную скорость пробоотбора. И наоборот, если скорость пробоотбора слишком занижена, время прохода увеличивается, и частица начинает казаться больше,

Таблица 1

Влияние скорости пробоотбора на точность подсчета частиц

Скорость пробоотбора, мл/мин	Отклонение от номинального значения, %	Число частиц в мл
40	- 20	3 346,5
45	- 10	3 217,5
50	0	2 957,0
55	10	2 841,2
60	20	

чем она есть на самом деле. Очень важно, чтобы счетчик был настроен на надлежащую скорость пробоотбора.

В таблице 1 представлены результаты измерений при изменении скорости пробоотбора счетчика. Паспортная скорость пробоотбора равна 50 мл/мин.

В зависимости от условий применения и используемого оборудования существует три способа контролировать скорость пробоотбора через счетчик:

1. Наличие поршневых (syringe) пробоотборников требует от пользователя устанавливать для них соответствующий объем прокачки и скорость пробоотбора. Это подразумевает очень тщательный контроль потока.
2. Применение счетчиков для измерений непосредственно в трубопроводе (online) требует наличия измерителя скорости потока после счетчика, причем требуемая величина скорости потока в этой точке должна быть регламентирована. Используемые измерители должны быть градуированы с помощью водяных часов и мерных емкостей. Программное обеспечение счетчиков частиц не имеет возможности устанавливать скорость пробоотбора и не может определить, имеет ли счетчик надлежащую скорость пробоотбора.
3. Компрессионные пробоотборники имеют регулятор скорости пробоотбора, позволяющий изменять ее величину. В этом случае программа выдаст истинную величину скорости пробоотбора после окончания пробоотбора.

Фоновое рассеяние

При измерении всегда присутствует небольшой фоновый шум – рассеянный свет, который образуется при прохождении лазерного луча через оптику. Рассеяние от стенок капилляра или оптических окон может быть измерено. Обычно рассеяние от стенок минимально и не оказывает никакого влияния на полученные данные. По мере того как капилляры загрязняются или, в тяжелых случаях, повреждаются, количество рассеянного света увеличивается. В некоторых моделях счетчиков оптические окна, через которые проходит свет при измерениях, могут испачкаться. В конце

концов, количество рассеянного света, идущего от загрязненной оптики, сравнивается с объемом рассеяния от мельчайших частиц. В большинстве случаев обычная чистка капилляров может решить эту проблему.

Существует два способа узнать, происходит ли это. Во-первых, прилагаемое к счетчику программное обеспечение определяет значение фонового рассеяния. В технических характеристиках каждого счетчика эта величина указывается. Если это указанное значение превышено, полученным данным не следует доверять.

Кроме того, если количество рассеянного света из-за загрязнения равно количеству света, рассеянного от мельчайших частиц, значит, в первом канале будет завышено число сосчитанных частиц. Счетчик будет фиксировать от нескольких сотен до нескольких тысяч частиц только в первом канале при использовании чистой деионизованной воды, при этом в каналах с другими диаметрами он будет регистрировать ноль частиц, либо чуть больше, как показано на рис. 2.

Пользователи часто спрашивают, могут ли они игнорировать первый канал. Ответ «нет» по двум причинам. Первая причина – электроника счетчика сильно загружается, обрабатывая шумовой сигнал, который мешает выделять настоящие сигналы. Вторая причина – постоянное присутствие небольшого количества рассеянного света, попадающего в зону детектора. Счетчики разработаны для измерения суммарных интегральных потоков света от мельчайших по размеру частиц до более крупных. Электроника и обработка сигнала не предназначены для урегулирования таких ситуаций, в итоге приводящих к получению сомнительных данных во всех каналах.

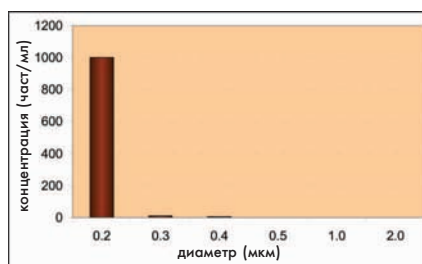


Рис. 2. Увеличенное фоновое рассеяние

Предельная концентрация

У всех счетчиков существует понятие предельной концентрации. Это максимально допустимая концентрация частиц, которая может подаваться на вход счетчика. Обычно эта величина определяется как менее 10% из-за совпадений на 10 000 частиц/мл итогового подсчета в интегральном режиме. Это значит, что из 10 000 частиц в 1 мл не будет посчитано не более 10% частиц.

Оптическим совпадением называется процесс одновременного прохождения сквозь зону счета более чем одной частицы. Как только концентрация частиц приближается к предельному уровню, возрастает вероятность оптических совпадений. Частицы могут проходить плотно прижатыми друг к другу и из-за этого казаться больше, или частицы меньшего размера могут «прятаться» за частицами большего размера. Если пропускать через счетчик все больше и больше частиц, он просто потеряет способность отличать одну частицу от другой. Когда это происходит, распределение частиц меняется и обычно выражается в одинаковом количестве посчитанных частиц в нескольких идущих подряд каналах счетчика, как это показано на рис. 3.

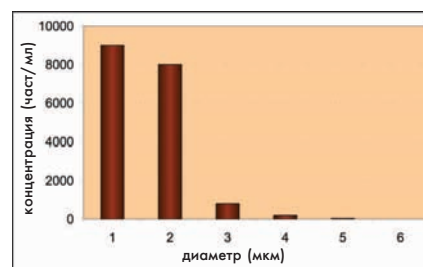


Рис. 3. Оптическое совпадение

Как только предел концентрации превышен, уже нельзя гарантировать точность количества посчитанных частиц, или то, что два прибора дадут один и тот же результат. Потери из-за совпадений непредсказуемы и не обязательно являются прямой реакцией на увеличение концентрации.

В суровых условиях, если концентрация частиц чрезвычайно велика, счетчик перенасытится. При перенасыщении электроника полностью перегружена, так что она уже не может распознавать отдельные частицы. Распределение

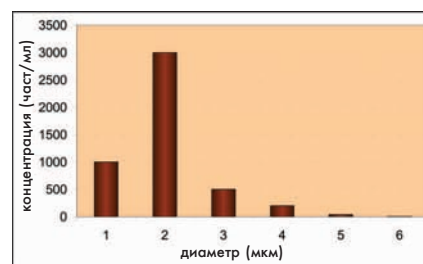


Рис. 4. Насыщенность счетчика

частиц полностью меняется и показывает меньше частиц в первом канале, как это видно на рис. 4. Это значит, что счетчик реально не может сосчитать ни одной частицы.

Космические лучи

В счетчиках с высокой чувствительностью (менее 1 мкм) может произойти ошибочный подсчет частиц, вызванный космическими лучами. Космические лучи присутствуют постоянно и являются природным явлением. Космические лучи, попадающие в фотоприемник, регистрируются как пролет частицы через лазерный луч. Число таких событий (попаданий космических лучей в фотоприемник) варьируется в зависимости от места расположения и окружающих факторов, но в основном они происходят примерно раз в минуту, приводя к ошибке менее чем в 1 частицу/мл. Обычно эти события регистрируются во втором канале счетчика, который чаще всего соответствует размеру частиц в 0,1 мкм.

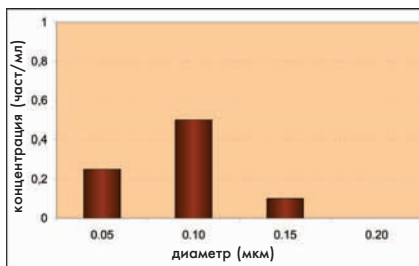


Рис. 5. Космические лучи

В обычных приложениях это не столь важно. Однако для большинства систем с дионизованной водой – и даже для некоторых химических процессов, применяющихся в полупроводниковом производстве – концентрация частиц не превышает 1-2 частиц/мл. Если счетчик применяется в условиях, когда нормальная концентрация частиц меньше чем 1 частица/мл, то итоговое распределение частиц может выглядеть так, как показано на рис. 5. Важно отметить, что большинство счетчиков принимает

за ноль количество от 1 до 4 частиц/мл. Это значит, что все, что ниже этого порога, должно расцениваться как помехи.

Заключение

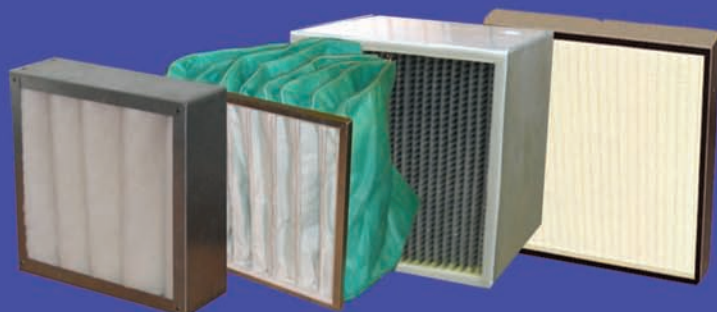
Правильное применение и строгое соблюдение правил, описанных в технической документации оптических счетчиков частиц, важно для получения точных данных. Без точных показаний вы не сможете принять объективно правильного решения касательно управления техническим процессом.

Существует несколько простых способов убедиться в том, что снимаемые показания верны. Во-первых, надо взглянуть на нормальное распределение частиц. Это верный признак правильности показаний. Даже при нормальном распределении стоит проверить, работает ли счетчик с надлежащей скоростью пробоотбора и в пределах фонового рассеяния и концентрации частиц, указанных в технической документации.



ФИЛЬТРЫ ВОЗДУШНЫЕ

ДЛЯ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ ЛЮБЫХ ТРЕБОВАНИЙ ЧИСТОТЫ



**ФИЛЬТРЫ КЛАССОВ G3 - H17
ГОСТ Р 51251-99 (EN 779 и EN 1822)**

**Фильтрующие камеры
(СКФ и ССФ)
для размещения карманных
и складчатых фильтров**



**Модули (МВ) для
установки HEPA фильтров**

