

ВЫСОКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ЧИСТОТЕ ПОВЕРХНОСТЕЙ

Александр Панн, менеджер по сбыту, PMT
Статья опубликована в журнале Pharma+Food, November 2007

Оценка чистоты поверхности занимает в контролируемой производственной среде важное место. В целях соблюдения надлежащих гигиенических требований к процессу необходимо постоянно контролировать чистоту критических поверхностей, с которыми возможен контакт загрязнителей, и технических поверхностей вблизи продукта. Для этого существуют различные методы и принципы измерения. К оценке чистоты поверхности предъявляются высокие требования.

Для того чтобы освоить процесс, связанный с соблюдением санитарно-гигиенических требований, необходимо определить и затем контролировать целый ряд параметров. Многие процессы фармацевтического производства требуют измерения концентрации механических аэрозольных частиц и переносимых по воздуху микроорганизмов, способных к размножению (колониеобразующих единиц). Предельные значения для этих контролируемых параметров указаны в соответствующих нормативных и законодательных предписаниях.

Чистота технологических поверхностей – один из важнейших параметров контроля чистоты технологической среды в производственной зоне. Загрязненные поверхности создают высокий риск перекрестного загрязнения, причем фактором риска для чистоты конечного продукта являются не только бактериальные, но и любые другие загрязнения. При этом действует старая истина: **необходимо дезинфицировать только очищенные поверхности.**

Не так просто доказать наличие поверхностных загрязнений

К контролю загрязнений на поверхности предъявляется целый ряд высоких технических требований, удовлетворить которым до сих пор не может ни один отдельно взятый метод измерения.

В отличие от аэрозольных загрязнений, которые переносятся по воздуху и которые легко поддаются контролю с помощью всего лишь одного оптического метода измерения, для контроля чистоты поверхности в настоящее время используется целый ряд методов. Принцип измерения и подсчета загрязнений в газообразной среде или жидкостях основывается на различиях в коэффициентах преломления измеряемой среды и обнаруживаемых загрязнителей. При таком принципе измерения анализируемая среда в виде пробы известного объема пропускается через измерительную ячейку перпендикулярно проходящему через нее лазерному лучу. Интенсивность и количество импульсов

рассеянного света соответствуют количеству и размеру загрязняющих частиц.

В случае анализа чистоты поверхностей такой вид отбора проб невозможен. Кроме того, коэффициенты преломления в этом случае могут быть одинаковыми или очень схожими. Поэтому такой метод не может использоваться для определения загрязнения поверхностей.

Существует два типа методов обнаружения загрязнения поверхностей – прямые и косвенные. В первом случае загрязнения можно отслеживать непосредственно на технических поверхностях, а во втором – загрязнение переносится на субстрат или в измерительную систему для дальнейшего анализа.

Отбор пробы затруднен

При косвенных методах обнаружения загрязнений вся сложность состоит не в способе измерения, а в методике отбора пробы загрязнителя, т.е. в процедуре отбора частиц с поверхности и их переносе в систему измерения. Сложность отделения загрязнения с измеряемой поверхности зависит в первую очередь от отношения поверхности к объему загрязнения. При увеличении объема загрязнения это отношение у всех тел уменьшается, т.к. поверхность увеличивается в квадратной, а объем в кубической степени. Так как в процессах, осуществляемых в чистой технологической среде, необходимо контролировать очень малые количества поверхностных загрязнений (в микронном диапазоне размеров), это свойство играет особо важную роль. Известно, что адгезия, или сила притяжения загрязнений к поверхности, в значительной степени обусловлена силами межмолекулярного взаимодействия, известными как силы Ван-дер-Ваальса, а также силами электростатического притяжения. Эти силы могут быть настолько велики, что для отделения и удаления частиц



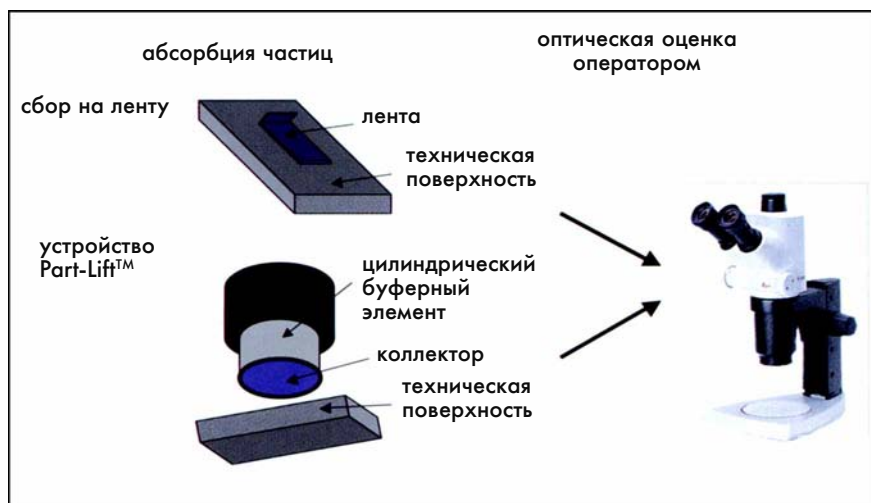


Рис. 1. Способ сбора отбора пробы на ленту для косвенного метода обнаружения загрязнений на поверхности

Один из часто применяемых косвенных способов – это отделение поверхностных загрязнений путем сбора их на ленту (Tape-Lift). Субстрат, который затем будет подаваться в измерительную систему, прижимается к анализируемой поверхности (существуют специальные методы отбора с определенным давлением прижатия). После отбора пробы на ленту субстрат анализируется под микроскопом, при этом определяется количество загрязняющих частиц и разброс их размеров.

Недостаток – ограниченная воспроизводимость

Метод сбора загрязнений на ленту отличается тем, что система отбора пробы очень проста и экономична. Микроскоп имеется во многих лабора-

загрязнителей с поверхности может потребоваться сочетание механического и физического воздействия.

В качестве практической иллюстрации этого явления можно привести следующий пример: в литературе приводятся данные по диаметру частиц цветочной пыльцы, который колеблется, в основном, в диапазоне от 20 до 50 мкм. Если такая пыльца находится на поверхности корпуса автомобиля, то ее не сдует воздушный поток, обтекающий автомобиль даже при высокой скорости его движения. С другой стороны, крышка бензобака, забытая на крыше автомобиля, уже через несколько метров движения автомобиля будет снесена потоком воздуха. Следует иметь в виду, что нижний предел обнаружения загрязнения при контроле чистоты технологических поверхностей в чистых зонах примерно в 10 раз меньше типичного диаметра пыльцы.

Обнаружение затрудняется из-за шероховатости поверхности

Другое обстоятельство, затрудняющее отделение загрязнений с исследуемых поверхностей и затрудняющее их прямое обнаружение – шероховатость поверхности, на которой проводятся замеры. Необходимость определения загрязнений в чистой зоне, а также микронные размеры этих загрязнений ставят перед нами сложную задачу. Величина шероховатости, измеряемая в микронах, может как раз находиться в пределах измерения определяемого загрязнения. Т.е. анализируемая поверхность может иметь такую величину углублений, в которые загрязнения могут полностью или частично погрузиться.

Таким образом, косвенные методы обнаружения, при которых загрязнения отделяются с поверхности контрактным путем, а затем переносятся на анализируемый субстрат, имеют ограничения в применении не только из-за размера

- При проведении процессов, к которым предъявляются гигиенические требования, поверхности должны иметь надлежащую чистоту
- До сих пор ни один метод не может обеспечить надежное обнаружение загрязнения поверхностей
- Основная причина отсутствия надежности – силы адгезии к поверхности, действующие на загрязнение, и различная степень ее шероховатости
- Методы обнаружения можно разделить на прямые и косвенные
- Ни один метод обнаружения не может в полном объеме соответствовать предъявляемым высоким требованиям
- Пользователи должны оценить предлагаемые методы измерений и сравнить результаты испытаний

частиц, но и из-за шероховатости поверхности. Прямые же методы обнаружения загрязнителей, основывающиеся на оптических эффектах или на нанесении жидкости, также имеют ограничения, связанные с шероховатостью поверхности: в оптических методах – при визуализации загрязнения поверхности шероховатости могут быть спутаны с загрязнением, а при нанесении жидкости – из-за влияния шероховатости на геометрию капель.

Для того чтобы продемонстрировать сравнительные свойства отдельных методов, опишем два косвенных и два прямых метода, которые хорошо известны и применяются в приборах, коммерчески доступных на рынке. Кроме них имеется целый ряд и других методов, для которых, однако, указанные свойства загрязненных поверхностей имеют такие же ограничения.

ториях отделов контроля качества, поэтому инвестиционные затраты на этот метод достаточно невелики. Еще одно преимущество данного метода состоит в высокой мобильности. Прибор с лентой можно просто принести с собой и использовать в труднодоступных местах. Обнаружить поверхностные загрязнения микронного размера можно без проблем с помощью современных оптических микроскопов. Кроме этого, с помощью оптического микроскопа можно производить и микробиологические исследования поверхностных загрязнений. В то же самое время метод сбора на ленту имеет ограниченную достоверность, т.к. невозможно воспроизводимо доказать, какова величина процента собранных загрязнений в пробе. При этом можно ожидать значительного разброса в соотношении степени осаждения и свойств поверхности.

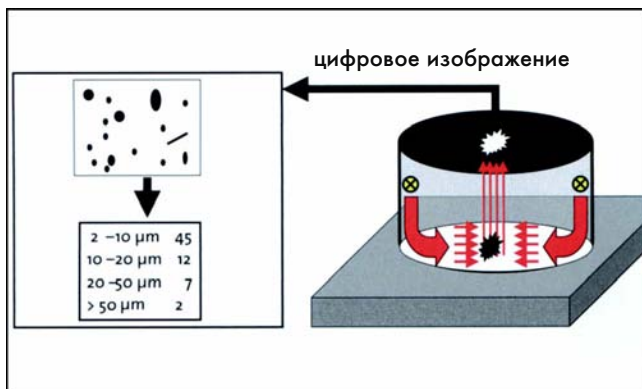


Рис. 2. Принцип измерения счетчика частиц при прямом обнаружении наличия загрязнений на поверхности

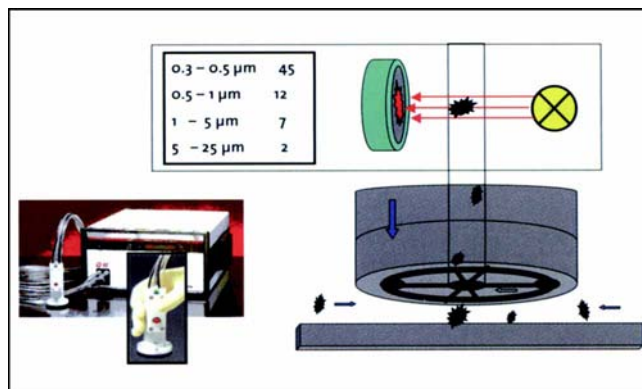


Рис. 3. Принцип измерения счетчика частиц при косвенном обнаружении наличия загрязнений на поверхности

Еще один косвенный способ объединяет устройство для отбора пробы с оптическим счетчиком частиц. Устройство для отбора пробы сконструировано таким образом, что во время первого шага загрязнение отделяется от поверхности, а во время второго – всасывается и затем подается на оптический счетчик частиц. Преимущество оптических счетчиков частиц состоит в том, что они могут напрямую обнаружить и сосчитать частицы размером до 0,1 мкм. Этот метод тоже мобильный, он выдает ре-

зультаты измерения непосредственно в месте замера и занимает меньше времени по сравнению с микроскопированием. Однако и этот метод имеет ограниченную воспроизводимость, т.к. невозможно проверить, какой процент частиц, находившихся на поверхности, действительно был отделен с поверхности и вошел в пробу. Здесь также есть опасность возникновения электростатического заряда из-за воздушной волны, что может привести к большей адгезии частиц к поверхности или их агломерации.

Обнаружение с помощью водяных капель

Метод прямого обнаружения загрязнения поверхности с использованием капли жидкости не требует использования каких-либо приборов. На поверхность наносится капля технической жидкости. Вывод о наличии загрязнений на поверхности можно сделать на основе определенных геометрических проявлений в капле воды. Загрязнения, имеющиеся на поверхности, влияют на поверхностное натяжение капли и, со-

МЕДИАНА-ФИЛЬТР
НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ КОМПАНИЯ

Системы водоподготовки для аптек и фармацевтических производств

- Комплексные системы подготовки воды очищенной, воды для инъекций, ультрачистой деионизированной воды в соответствии со стандартами GMP
- Установки обратного осмоса, электродеионизации
- Дистилляционные установки получения воды для инъекций
- Накопительные емкости из полимерных материалов и нержавеющей стали
- Трубопроводы и запорная арматура для транспортировки воды очищенной и воды для инъекций, технология бесшовной сварки

- ИНДИВИДУАЛЬНЫЙ ПОДХОД К ПРОЕКТУ
- МОДЕРНИЗАЦИЯ И АВТОМАТИЗАЦИЯ ДЕЙСТВУЮЩИХ СИСТЕМ
- ПОСТАВКА КОМПЛЕКТУЮЩИХ И РАСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ
- КОНКУРЕНТНОСПОСОБНЫЕ ЦЕНЫ И ГИБКАЯ СИСТЕМА ОПЛАТЫ
- СЕРВИСНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ И ТЕХНИЧЕСКОЕ СОПРОВОЖДЕНИЕ

ЗАО «НПК МЕДИАНА-ФИЛЬТР» 111250 Москва, Красноказарменная ул., 17в, стр.3
Тел.: (495) 234-16-60, (495) 660-07-71, факс: (495) 234-19-77
info@mediana-filter.ru www.mediana-filter.ru



ответственно, на ее геометрию. Но этот метод является только качественным и не дает информации о количестве и размере имеющихся загрязняющих частиц.

Еще один прямой метод обнаружения загрязнений использует счетчики частиц, основанные на принципе рассеяния света. При этом измеряемая поверхность параллельно ее плоскости облучается светом лазера. Частицы, находящиеся на поверхности, рассеивают лазерное излучение. С помощью ПЗС матрицы (матрицы с использованием прибора с зарядовой связью) картина фиксируется и определяется количество и размер частиц. Подключенный блок обработки результатов вычисляет концентрацию частиц, находящихся на поверхности, и показывает их морфологические свойства в виде файла изображений. Угол, под которым можно облучать поверхность светом лазера, может регулироваться в зависимости от имеющейся шероховатости. Таким образом, в этом методе шероховатость поверхности напрямую влияет на нижний предел обнаружения. Нижний предел обнаружения составляет 2 мкм на поверхностях с очень маленькой глубиной шероховатостей, как, например, у полированной стали. С увеличением глубины шероховатости нижний предел обнаружения на измеряемой поверхности может возрасти до 5 мкм.

Заключение

Контроль чистоты поверхности является важной составной частью контроля процессов чистого производства. Надлежащую чистоту должны иметь особенно те поверхности, которые после очистки должны подвергаться дезинфекции. В отличие от других измерений, проводящихся на чистых производствах, например, подсчета аэрозольных частиц, на сегодняшний день ни один метод измерения не может дать такие же результаты при измерении загрязнения поверхности. Основная причина – в сложности обнаружения поверхностных загрязнений из-за больших сил сцепления, действующих на частицы, а также из-за различной шероховатости измеряемых технических поверхностей.

Измерительные системы для оценки чистоты поверхности, имеющиеся в настоящее время на рынке, можно разделить на две группы: прямые и косвенные методы обнаружения. Но все методы и системы измерения имеют одно общее свойство: они не способны полностью соответствовать предъявляемым им высоким требованиям. Пользователям или лицам, заинтересованным в этих методах, остается одно: проверить возможность использования имеющихся на рынке систем на их производстве и сравнить полученные результаты испытаний.

Комментарий специалиста

В предлагаемой вниманию читателей статье немецкого специалиста затронута очень важная проблема, которой в публикациях на русском языке пока не уделялось должного внимания – проблема количественного измерения частиц, загрязняющих технологические поверхности (и поверхность продукта) в чистых помещениях. О важности этой задачи свидетельствует, например, тот факт, что в техническом комитете ТС 209, занимающемся разработкой комплекса международных стандартов ИСО 14644 по чистым помещениям, недавно создана и должна приступить в 2009 году к работе специальная рабочая группа WG 9 по проблеме загрязнения поверхностей.

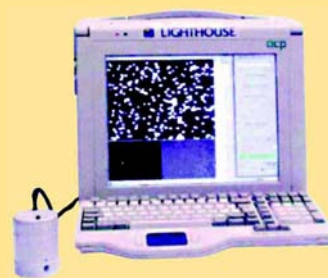
Тем не менее мы рады проинформировать читателей журнала о том, что уже сейчас коммерчески доступны несколько приборов, позволяющих измерить загрязнение поверхности описанными в статье способами.

Так, фирма Lighthouse Worldwide Solutions (США) предлагает счетчик частиц Particle Guard для прямого обнаружения частиц на поверхности (подробное описание прибора можно найти в статье М. Поленя «Последняя разработка в области проверки чистоты поверхностей», журнал «Чистые помещения и технологические среды», 2003, № 3, стр. 20-23 и на сайте <http://clri.ru/ftpgetfile.php?id=43>). Правда, этот прибор (как и другие счетчики частиц на поверхности, работающие по методу прямого обнаружения) весьма недешев.

Значительно более популярны счетчики частиц для косвенного обнаружения загрязняющих поверхность частиц. Фактически они представляют собой обычные лазерные счетчики частиц типа Solair производства Lighthouse со специальными насадками различных конструкций, разработанными немецкой компанией CAT GmbH (<http://clri.ru/katalog-priborov/pribory-kontrolja-chastica-na-poverhnosti/>). При измерении насадка помещается на контролируемый участок поверхности, который обдувается потоком чистого воздуха из самой насадки. Отделившиеся от поверхности частицы подхватываются воздушным потоком и попадают в измерительный объем счетчика частиц.

Преимущества такого технического решения хорошо описаны автором статьи – высокая (до 0,1 мкм) чувствительность, мобильность (приборы типа Solair переносные), оперативность (результаты измерения известны немедленно), быстрота и отсутствие субъективного фактора, присущего микроскопированию. Нельзя не отметить и экономическую доступность приборов такого типа – все виды насадок производства CAT GmbH имеют относительно невысокую цену и их можно приобрести отдельно, т.е. любой обладатель счетчика частиц типа Solair легко может превратить его в прибор для измерения концентрации и размеров частиц на поверхности (разумеется, сохранится и основная функция прибора – измерение частиц в воздушной среде).

Более подобную информацию можно получить в компании «ПСК «Клинрум Инструментс» по тел. (499) 196-7594 или на сайте <http://www.clri.ru>



Прибор Particle Guard для прямого обнаружения частиц на поверхности



Различные виды насадок к счетчикам частиц для измерения концентрации и размеров частиц на поверхности производства CAT GmbH