

СТАНДАРТ ИСО 14644-9

ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ И СВЯЗАННЫЕ С НИМИ КОНТРОЛИРУЕМЫЕ СРЕДЫ

Часть 9: Классификация чистоты поверхности по концентрации частиц*

Уважаемые читатели!

Редакция приносит свои извинения за опечатки, допущенные в первой части перевода ИСО 14644-9, опубликованного в предыдущем номере журнала на с. 17:

- таблица 1, столбец 8 в «Размер частиц» – вместо « ≥ 10 мкм» необходимо читать « ≥ 100 мкм»
- п. 5.1, «Пример»: вместо «...105 частиц с рассматриваемым размером ≥ 1 мкм ($D=1$)» необходимо читать « 10^5 частиц с рассматриваемым размером ≥ 1 мкм ($D=1$)» и вместо «...104 частиц с исследуемым размером ≥ 10 мкм ($D=10$)» читать «... 10^4 частиц с исследуемым размером ≥ 10 мкм ($D=10$)» соответственно

Приложение В (информационное)

Дескриптор для специфических диапазонов размеров частиц

В.1. Применение

Для размеров частиц, лежащих за пределами классификации, используется дифференциальный дескриптор. Этот дескриптор также можно использовать для определения специфических диапазонов размеров частиц. В этих случаях дескриптор может служить как дополнение к стандартной классификации.

В.2. Дескриптор поверхности для специфических диапазонов размеров частиц

Дескриптор N_{ss} (счётная концентрация частиц для специфического диапазона размеров) для заданного диапазона размеров частиц можно определять независимо или в дополнение к стандартной классификации. Дескриптор можно применять к любому диапазону размеров частиц.

Концентрация частиц на поверхности C_s для диапазона размеров $D_L - D_U$ является дифференциальной величиной.

Дескриптор N_{ss} для данного диапазона размеров частиц выражается в следующем формате:

$$N_{ss}(C_s; D_L; D_U) a; b \quad (B.1)$$

где

C_s – максимально допустимая общая концентрация частиц на поверхности, выраженная в количестве частиц на квадратный метр, для заданного диапазона размеров;

D_L – нижняя граница диапазона размеров, в микрометрах;

D_U – верхняя граница диапазона размеров, в микрометрах;

a – метод измерения частиц по размерам в заданном диапазоне;

b – рассматриваемая поверхность.

Пример 1. Предельная концентрация частиц в диапазоне от 1 до 5 мкм для металлической поверхности составляет 10 000 частиц/м² (1,0 частиц/см²). Концентрация частиц определяется визуально через оптический микроскоп. В этом случае дескриптор записывается следующим образом:

$$N_{ss}(10\,000; 1; 5) \text{ оптический микроскоп, } \text{металлическая поверхность.}$$

Если рассматривается несколько размерных диапазонов, дескриптор записывается в приведённом ниже формате (B.2):

$$N_{ss} \begin{pmatrix} C_{s1}; & D_{L1}; & D_{U1} \\ C_{s2}; & D_{L2}; & D_{U2} \\ \dots & & \\ C_{si}; & D_{Li}; & D_{Ui} \\ \dots & & \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 & b \\ a_2 & b \\ \dots & \\ a_i & b \\ \dots & \end{pmatrix} \quad (B.2)$$

где

C_{si} – максимально допустимая общая концентрация частиц на поверхности, выраженная в количестве частиц на квадратный метр, для i -го диапазона размеров;

D_{Li} – нижняя граница i -го диапазона размеров, в микрометрах;

* Окончание. Начало читайте в журнале «Чистые помещения и технологические среды» № 4/2010 октябрь-ноябрь 2010 года, с. 14-21

Приложение D (информационное)

Методы измерения для проверки чистоты поверхности по частицам

D_{ui} – верхняя граница i -го диапазона размеров, в микрометрах;
 a_i – метод измерения частиц по размерам для i -го диапазона размеров;
 b – рассматриваемая поверхность.

Пример 2. Для поверхности стеклянной пластины были проведены измерения концентрации частиц в размерных диапазонах 0,1 – 0,5 мкм – при помощи сканера рассеянного света; 5 – 20 мкм – оптического микроскопа. Полученные значения концентрации 9 000 частиц/м² (0,9 частиц/см²) и 500 частиц/м² (0,05 частиц/см²) укладываются в рамки предельно допустимых значений – 10 000 частиц/м² и 500 частиц/м², соответственно. В данном случае дескриптор записывается следующим образом:

$$N_{ss} \left(\begin{array}{c} 10000; 0,1; 0,5 \\ 500; 5; 20 \end{array} \right) \begin{array}{l} \text{сканер рассеянного света;} \\ \text{стеклянная пластина} \\ \text{оптический микроскоп;} \\ \text{стеклянная пластина} \end{array}$$

Если методы измерения и/или вид поверхности не заданы или не имеют значения, обозначения a и b можно опустить. В этом случае дескриптор выглядит следующим образом:

$$N_{ss}(C_s; D_L; D_U) \quad (B.3),$$

где остальные параметры те же, что и для (B.1)

Если интерес представляют только частицы конкретного размера, нижняя и верхняя границы в формуле B.3 берутся по обе стороны от этого размера по согласованию между заказчиком и поставщиком услуг.

Пример 3. Для частиц размером 5 мкм допустимая концентрация 200 частиц/м². Можно взять границы 4,5 и 5,5 мкм.

$$N_{ss}(200; 4,5; 5,5)$$

Аналогично (B.3) в случае нескольких размерных диапазонов дескриптор выглядит следующим образом:

$$N_{ss} \left(\begin{array}{ccc} C_{s1}; & D_{L1}; & D_{U1} \\ C_{s2}; & D_{L2}; & D_{U2} \\ \dots & & \\ C_{si}; & D_{Li}; & D_{Ui} \\ \dots & & \end{array} \right) \left(\begin{array}{c} a_1 \quad b \\ a_2 \quad b \\ \dots \\ a_i \quad b \\ \dots \end{array} \right) \quad (B.4),$$

Пример 4. Для частиц в интервале размеров 0,1 – 0,5 мкм и 5 – 20 мкм полученные значения концентрации 9 000 частиц/м² (0,9 частиц/см²) и 500 частиц/м² (0,05 частиц/см²) укладываются в рамки предельно допустимых значений – 10 000 частиц/м² и 500 частиц/м², соответственно. Дескриптор выглядит следующим образом:

$$N_{ss} \left(\begin{array}{c} 10000; 0,1; 0,5 \\ 500; 5; 20 \end{array} \right) \quad (B.5),$$

D.1 Чистота на поверхности по частицам

Для того чтобы получить информацию о чистоте поверхности по частицам в количественном выражении, следует выбрать подходящие методы. В некоторых случаях, когда количественную информацию нельзя получить путем прямых измерений на поверхности, возможно, как минимум, получить качественный результат. Качественные результаты, однако, нельзя использовать для классификации чистоты поверхности по частицам, определяемой согласно пункту 5.

D.2 Критерии измерения чистоты поверхности по частицам

D.2.1. Общие положения

Чистоту поверхности можно классифицировать, если загрязнение частицами поддаётся измерению.

В качестве измеряемого критерия для количественной оценки и классификации чистоты поверхности определяется количество загрязняющих частиц, связанных с поверхностью. При этом должно быть возможным измерение размеров и числа частиц на рассматриваемом участке поверхности (поверхностное загрязнение частицами).

Замечание: В случае классификации чистоты поверхности текстильных и пористых материалов во внимание принимаются также частицы, которые может генерировать сам материал.

D.2.2. Требования к методам измерения

Методы измерения подбираются в основном по критериям, определяемым видом проверяемой поверхности и её характеристиками. Наиболее важные критерии приведены ниже:

- информация, касающаяся характеристик частиц (например, размер частиц, концентрация, распределение по размерам, материал, форма, месторасположение);
- возможные позиции для измерений (мобильность измеряющего прибора, т.е. применимость к измерениям даже для больших стационарных поверхностей);
- независимость измерений от характеристик поверхности (например, шероховатости, волнистости, геометрической формы образца);
- скорость измерения и затрачиваемые усилия (например, использование случайных измерений или серии);
- гибкость метода (т.е. возможность быстрого применения метода при смене природы поверхности или её компонентов);
- минимальное влияние метода на исследуемую поверхность (т.е. отсутствие изменений поверхности из-за смачивания жидкостями и т.п.).

Учитывая приведённые критерии, можно классифицировать рассматриваемые в пункте D.2.3 методы по их применимости и ограничениям в различных случаях.

D.2.3. Методы измерения

D.2.3.1. Общие положения

В идеальном случае чистота поверхности оценивается для образцов с низкой шероховатостью, когда ничто не затрудняет доступ для выбранного измеряющего прибора. В принципе, приведённые ниже методы можно разделить на две категории:

- прямые методы;
- косвенные методы.

В большинстве случаев прямые методы, не требующие отбора проб, должны иметь приоритет. В общем, эти методы требуют меньшего количества измерений и дают меньше ошибок, таким образом, предоставляя более воспроизводимые результаты, чем косвенные методы. Однако, в зависимости от производственных требований (сложные формы компонентов, грубая поверхность), косвенные методы часто являются единственной возможной альтернативой для проведения испытаний на чистоту поверхности по частицам.

D.2.3.2. Прямые методы

Частицы определяются и измеряются непосредственно на поверхности. Ни поверхность изделия, ни частица, присутствующая на поверхности, не должны подвергаться никаким изменениям или воздействиям во время измерения. Если проведение измерения требует перемещения образца к измерительному прибору, транспортировку (перемещение, упаковку) следует проводить таким образом, чтобы избежать загрязнения образца.

В таблице D1 ниже приведены характеристики прямых методов измерения и их ограничения.

Эффективность оптических методов обнаружения частиц на поверхности можно повысить, если дополни-

тельно использовать подходящие источники света, под действием которых исследуемый материал проявляет присущие ему специфические свойства (например, УФ- и ИК-эффекты). К примеру, если материал частиц активно реагирует на ультрафиолетовое излучение, использование ультрафиолетовой лампы позволит повысить контрастность получаемого изображения.

В области видимого света можно использовать цветные/отражающие свойства частиц для их лучшего обнаружения.

D.2.3.3. Косвенные методы

D.2.3.3.1. Общие положения

Так как по причинам, связанным как с объектом исследования, так и ограничениями метода, прямые измерения зачастую невозможны, возникает необходимость подготавливать образцы. При этом частицы отделяются от проверяемой поверхности (отбор пробы) и перемещаются на замещающую подложку и/или в какую-либо среду. Затем частицы измеряются методами, подходящими для используемой подложки или среды.

Эффективность косвенных измерений снижается, если частицы невозможно в полном объеме извлечь с исследуемой поверхности.

Из-за физико-химических эффектов, таких как адгезия/когезия, электростатические силы и т.п., сила, стремящаяся отделить частицы от поверхности, может быть недостаточной, что снижает эффективность измерений. Таким образом, применение прямых методов измерений является предпочтительным.

Однако следует осторожно использовать более агрессивные методы отделения частиц от исследуемой поверхности, так как это может привести к её эрозии

Таблица D.1

Метод	Пределы обнаружения, мкм	Определение концентрации	Распределение по размерам	Анализ материала	Анализ формы	Определение позиции	Транспортируемость	Независимость от поверхности	Доступность	Скорость измерения	Гибкость	Влияние на поверхность
Визуальный осмотр	> 25	+	+	+	+	+	++	+	+	++	++	++
Оптическая микроскопия (с обработкой изображения)	> 1,0	++	++	+	++	++	+	+	+	++	++	++
Системы с наклонной, скользящей, боковой подсветкой (с обработкой изображения)	>0,5	++	++	+	+	++	++	+	+	++	++	++
Сканер рассеянного света	>0,07	++	++	–	++	++	–	–	–	++	–	++
Сканирующий электронный микроскоп	>0,01	+	+	++	++	++	–	–	–	–	+	+
Атомный силовой микроскоп	>0,01	+	+	++	+	++	+	+	+	–	+	+
++ метод подходит, + метод частично подходит, – не подходит или неудобен. Частицы, не являющиеся сферическими, следует измерять по наибольшей оси.												

и образованию новых загрязняющих частиц. Поэтому применяемый метод извлечения частиц предварительно следует проверить и с точки зрения возможного влияния на поверхность.

При использовании косвенных методов также следует установить фоновый уровень загрязнения промежуточной среды (например, жидкости, которой смывают частицы).

D.2.3.3.2. Методы отделения частиц

Для поверхностей, к которым трудно получить доступ из-за сложной геометрической формы образца, отбор проб зачастую является единственным способом проверки чистоты по частицам. Чем мельче частицы, тем сложнее отделить их от поверхности из-за возрастания роли поверхностных сил (электростатических, капиллярных, когезионных, адгезионных). Для извлечения частиц с поверхности применяются следующие методы:

- **Удаление липкой лентой.** Частицы извлекаются с поверхности на замещающий субстрат, обычно липкую ленту или штамп, и направляются непосредственно на измерение.
- **Удаление потоком жидкости или газа.** Частицы извлекаются с поверхности омывающей средой, жидкостью или газом. Затем используемая для смывания частиц среда исследуется на содержание частиц подходящими приборами (например, оптическими счётчиками частиц для газов), либо частицы осаждают на подложку (фильтрация, использование импакторов) и затем измеряют.

Независимо от способа отбора пробы следует принять меры, предотвращающие загрязнение образца посторонними частицами, используемой средой, приборами, персоналом, так как это может серьёзно повлиять на результаты измерений. Загрязнение, вносимое из окружающей среды, процессов и материалов, используемых при измерении, не должно превышать 10% от предполагаемого или заданного количества частиц учитываемых размеров, при этом каждое рассчитанное значение округляется в меньшую сторону (см. стандарты ISO 16232-2, ISO 16232-3, ISO 16232-4, ISO 16232-5). Более того, применяемый метод должен обеспечивать воспроизводимость и полностью извлекать частицы с поверхности. Промывка пробоотборных устройств должна обеспечивать полный переход частиц в промежуточную замещающую среду или на подложку. Для оптимизации методов отбора проб можно использовать холостые пробы с чистой поверхности или поверхности, загрязнённой заданным образом.

D.2.3.3.3. Измерения в средах, использованных для извлечения частиц с поверхности

Частицы, собранные с поверхности омывающей жидкой или газообразной средой, можно измерять непосредственно, используя подходящий оптический счётчик частиц (см. D.2.7.4). Однако низкая скорость отбора пробы не позволяет промерять большие объёмы жидкости или газа такими счётчиками. Поэтому следует проводить измерения для образца замещающей среды. Следует принять меры во избежание седиментации или дробления частиц, особенно для крупных, размером

более 3 мкм, в противном случае полученные результаты будут искажены. При проведении измерений следует поддерживать чистоту оборудования и коммуникационных трубок.

D.2.3.3.4. Методы сбора частиц

Извлечённые потоком с поверхности частицы находятся во взвешенном состоянии в использованной омывающей жидкой или газообразной среде. Для проведения измерений их предварительно осаждают на какую-либо поверхность. Затем подложка с осаждёнными частицами направляется в измеряющий прибор. Для сбора/осаждения частиц применяются следующие методы:

- **Фильтрующие системы** (Жидкость фильтруется через мембрану под действием вакуума или выливается на фильтр). Жидкость фильтруется через мембраны с размером пор, подходящим для удерживания частиц интересующего размера. Фильтры, содержащие частицы, затем высушиваются и исследуются гравиметрически (D.2.7.7) или под микроскопом (D.2.6.2 или D.2.7.2).
- **Импакторы.** Частицы осаждаются из газообразной среды на специальную пластину импактора. Полученные таким образом пластины-образцы исследуются затем под микроскопом.

Ко всем приборам и процедурам, используемым при сборе частиц, предъявляются высокие требования по чистоте. Уровень чистоты прибора/процедуры следует проверять взятием холостых проб.

D.2.3.3.5. Наиболее распространённые косвенные методы (см. таблицу D2)

Для достижения эффективного отделения частиц с поверхности при использовании косвенных методов, мелкие частицы (менее чем 1 мкм) требуют приложения больших усилий. Эффективность каждого метода извлечения частиц зависит, однако, не только от размеров частиц, но и других параметров:

- формы и материала частиц;
- наличия поверхностных сил (электростатических, капиллярных, адгезионных, когезионных);
- природы метода (ультразвуковой, смывка, сдувание, засасывание).

Из-за различных подходов к преодолению сил между частицами и поверхностью, а также влияния указанных факторов друг на друга, эффективность извлечения частиц может варьироваться весьма значительно. Поэтому дать конкретные значения эффективности косвенных методов невозможно.

Для получения дополнительных результатов можно использовать такие аналитические методы как электронная спектроскопия для химического анализа, рентгеновская спектроскопия рассеивания энергии, рамановская спектроскопия, ультрафиолетовая и инфракрасная спектроскопия.

D.2.4. Определение количества измерений

Количество точек пробоотбора и общая площадь исследуемой поверхности определяют статистическую

Таблица D.2
Сравнение косвенных методов определения
частиц на поверхности

Метод*	Предел по извлечению частиц, мкм	Пределы метода измерения, мкм	Определение концентрации	Анализ распределения по размерам	Анализ материала	Анализ формы	Определение позиции	Транспортируемость	Независимость от поверхности	Доступность	Скорость измерения	Гибкость	Влияние на поверхность
Исследование омывающей среды (газ/жидкость) счётчиками частиц по поглощению света (>1 мкм)	0,2	>1	++ ^b	++	—	—	—	++	++	++	+ ^c	++	— ^d
Фильтрация или пропускание омывающей среды через импактор и микроскопический анализ (>0,5 мкм)	0,2	>1	++	++	+	++	—	+	+	++	—	++	—
Исследование омывающей жидкости при помощи оптических счётчиков частиц. (смывание частиц с поверхности и пропускание затем жидкости носителя через счётчик) (>0,05 мкм)	0,2	>0,2	++	++	—	—	—	++	++	++	+	++	—
Исследование омывающего газа при помощи оптических счётчиков частиц. (сдувание частиц с поверхности и пропускание затем газа носителя через счётчик) (>0,05 мкм)	0,3	>0,3	++	++	—	—	—	++	++	++	+	++	—
Фильтрация омывающей среды и гравиметрический анализ (> 0,1 мг)			++	—	—	—	—	++	++	++	—	++	—
Замечание: использование гравиметрического или микроскопического методов зависит от количества частиц, которое может содержаться на фильтре. Размер частиц не является решающим фактором. Эмпирически установлено, что микроскопический анализ не целесообразен, если общая масса частиц на образце более 3 мг (стандартный 47 мм фильтр) (см. ISO 16232-2, ISO 16232-3, ISO 16232-4, ISO 16232-5). Гравиметрический анализ не подходит для установления класса чистоты, т.к. не позволяет определять отдельные частицы. Гравиметрическим анализом определяют только общую массу частиц на поверхности образца.													
^a в скобках даны пределы измерения приборов; ^b ++ метод подходит; ^c + метод подходит частично; ^d — метод не подходит или неудобен.													

достоверность полученных результатов. Так как измерения зависят от множества различных, оказывающих влияние факторов (например, специфические характеристики поверхности, выбранный метод измерения, чистота окружающей среды), количество точек пробоотбора и измерений должно оговариваться между заказчиком и поставщиком услуг (проводящим измерения).

Для определения количества измерений, необходимого для достижения статистически достоверных резуль-

татов, полезными могут оказаться подходящие стандарты, такие как ISO 5725-2, ISO/TS 21748, ISO 10576-1.

D.2.5. Упаковка образцов

D.2.5.1. Упаковка образцов для проверки на наличие частиц

Образцы, проверка которых проводится за пределами зоны, где они были отобраны, следует упаковывать, как указано ниже:

- a) Подготовку следует проводить в зоне, где были получены образцы, персоналом в одежде, надлежащей для данного чистого помещения.
- b) Персонал, работающий с пробами, должен надеть новую пару перчаток из очищенного нитрила или латекса, подходящих для работы в чистом помещении.
- c) Если производилась чистка, важно дать образцам остыть и высохнуть перед упаковкой.
- d) Для упаковки следует использовать специальные полимерные металлизированные пакеты для чистых помещений, класс чистоты которых как минимум на единицу превосходит предполагаемый уровень загрязнения поверхности образца. Чтобы избежать разрывов, используются пакеты с минимальной толщиной стенок 80 мкм.
- e) Каждый образец следует запаковывать отдельно, используя внутренний и внешний пакеты указанного в пункте d) типа.
- f) Можно также использовать специальные закрывающиеся контейнеры, такие как контейнеры для переноски кремниевых пластин, или вакуум-формованные контейнеры из ПЭТФ, учитывая требования к чистоте, указанные в пункте d).
- g) При упаковке в специальный контейнер каждый образец следует индивидуально запаковать в пакет, указанный в пункте d), предотвращающий трение или контакт образца со стенками и потерю частиц.
- h) Внутренний пакет следует сложить и запечатать липкой лентой, чтобы избежать потери частиц при последующем открывании. разрезании. Пакет должен иметь идентификационную бирку.
- i) Внешний пакет следует сложить и запаять, чтобы предотвратить фальсификацию, а также пломбировать в целях предотвращения открытия пакета вне контролируемой среды.
- j) Если используется специальный контейнер, указанный в пункте f), потребуется также два полиэтиленовых пакета с уровнем чистоты по пункту d). Внутренний пакет может быть заклеен или запаян, тогда как внешний исключительно запаян.

D.2.5.2. Извлечение образца из упаковки

Внешний пакет снимается непосредственно перед входом в зону с контролируемой средой, где проводятся измерения. Внутренний пакет нельзя вскрывать до достижения зоны с контролируемой средой. При работе с внутренней упаковкой следует использовать полный комплект одежды для чистого помещения, включая маску и капюшон. При исследовании образцов следует надеть новую пару чистых нитрильных или латексных перчаток.

D.2.6. Методы измерения

D.2.6.1 Визуальный осмотр

В некоторых случаях, особенно когда уровень чистоты поверхности невелик, для проверки может быть достаточно визуального осмотра. Используя несложные вспомогательные средства, такие как лупы с координатной сеткой или контрастную подсветку, можно определять частицы размером более 25 мкм. При этом можно качественно и быстро осмотреть сложные компоненты.

Однако, получить таким образом информацию о распределении частиц по размерам невозможно.

D.2.6.2. Оптическая микроскопия

Оптическая микроскопия экономична и имеет широкий ряд применений. Частицы загрязнений характеризуют по их морфологии; оптическим характеристикам, таким как абсорбция, рефракция света или двойная рефракция; по термическим свойствам (например, по размягчению или плавлению) при использовании микроскопа с подогревом образца. Метод позволяет определять частицы размером более 1 мкм как на поверхности твердых, так и в жидких образцах. Если контрастность частиц на поверхности недостаточна, можно использовать темнопольное освещение. Данный метод даёт качественные результаты. Использование систем с автоматическим перемещением образца и автоматической обработкой изображения позволяет исследовать образцы по площади.

D.2.7. Дополнительные методы измерения

D.2.7.1. Системы измерения с наклонной, скользящей или боковой подсветкой

Как и в случае оптической микроскопии, изображение поверхности передаётся цифровой камерой с подходящим увеличением. При использовании наклонной подсветки с источником, светящим параллельно поверхности, её элементы оказываются минимально освещены. Лишь незначительное количество света рассеивается поверхностью и попадает в камеру. Чистая поверхность будет казаться темной. Однако, если на поверхности находятся частицы, свет рассеивается ими в значительной степени. В итоге, на камеру поступает изображение ярких точек на тёмной поверхности, морфологию которых можно установить, используя несложные алгоритмы анализа изображений.

D.2.7.2. Сканирующая электронная микроскопия

В случаях, когда разрешающей способности оптического микроскопа недостаточно или поверхность образца слишком грубая, можно использовать электронную микроскопию. Для грубых поверхностей оптическая микроскопия не подходит из-за малой резкости при больших увеличениях. В то же время, используя электронную микроскопию, сложно исследовать непроводящие поверхности, так как из-за бомбардировки электронным пучком такая поверхность быстро приобретает заряд, что приводит к размытию изображения. Чтобы предотвратить наведение заряда, на непроводящие поверхности предварительно наносится тонкий проводящий слой (обычно металла). При этом, однако, существует риск изменения состояния поверхности. Кроме того, под действием электронного пучка частицы могут приобрести заряд и быть выбиты с поверхности. Для проведения исследования под электронным микроскопом образец помещается в высокий вакуум, поэтому следует убедиться, что компоненты образца не будут повреждены под действием вакуума. Комбинируя электронную микроскопию с устройствами обработки изображения, процесс исследования поверхностей можно автоматизировать.

D.2.7.3. Методы измерения рентгеновского спектра рассеивания энергии

Элементарный состав частиц можно определить, используя волнодисперсионный рентгеноспектральный анализ или анализ рентгеновских спектров рассеяния. Если использовать анализ спектров рассеяния совместно с калибровочными соединениями, можно получить не только количественную, но и качественную информацию.

D.2.7.4. Оптические методы счёта частиц

Среда (воздух, газ, жидкость), содержащая частицы, проходит через лазерный луч. При прохождении частиц, если таковые содержатся в изучаемой среде, через лазерный луч происходит рассеяние света, который улавливается фотодиодом и анализируется. Интенсивность рассеянного света позволяет сделать заключение о размере частицы, вызвавшей световой импульс. Определение размера частицы таким образом становится возможным благодаря использованию калибровочных кривых, получаемых на сферических латексных частицах. Однако, получаемый таким методом размер изучаемых частиц является не истинным, а эффективным, соответствующим полученному световому импульсу. Результатом измерения является распределение частиц по размерам в объёме отобранной пробы. Для измерений в воздухе и газах существует большое количество разнообразных сенсоров, позволяющих измерять частицы с размерами от 0,05 мкм до 2 500 мкм (2,5 мм). Диапазон измеряемых размеров для конкретного сенсора определяется его конструкцией. Частицы меньшего размера можно измерять, используя счётчики ядер конденсации. В таких счётчиках перед измерением частицы укрупняются в парах рабочей жидкости. Счётчики ядер конденсации позволяют измерять частицы размером от 0,005 мкм. Однако, из-за природы укрупнения частиц за счёт сконденсировавшейся на них жидкости, установить распределение по размерам конденсационным счётчиком невозможно. Обычно для измерений счётчиками ядер конденсации предел измерений полагают 0,05 мкм. В общем случае, использование оптических счётчиков частиц позволяет измерять отдельные частицы.

D.2.7.5. Методы измерения частиц по поглощению света

В обоих методах измерения частиц – поглощения и рассеяния света – изменение интенсивности света, измеренное детектором, превращается в электрический сигнал. Метод поглощения света удобен для частиц размером более 1 мкм. Здесь детектор, направленный непосредственно на источник света, измеряет «тень» частицы, пересекающей луч.

D.2.7.6. Сканер рассеянного света

Сканеры рассеянного света особенно удобны для поверхностей с низкой шероховатостью (силиконовые пластины, стекло). Лазерный луч сканирует поверхность под определённым углом. Свет, отражённый непосредственно от поверхности, попадает в световую ловушку и исключается из рассмотрения. Частицы на поверхности вызывают рассеяние лазерного луча, которое

улавливается фотоумножителем и преобразуется в усиленный электрический сигнал. Используя электронику, анализирующую сигнал, можно получить информацию о размере и форме частиц, исходя из интенсивности рассеянного света и размера пятна. Синхронизируя положение лазера с детектированием частиц, можно определить расположение частиц на поверхности. Пределы обнаружения данного метода – 0,05 мкм.

D.2.7.7. Гравиметрия

Частицы на поверхности или объекте определяются по изменению массы тестового фильтра. Для этого тестовый фильтр взвешивается до и после пропускания через него омывающей жидкости, содержащей частицы с интересующего объекта. Гравиметрия определяет общую массу выделенных частиц, но не даёт информации о распределении по размерам. Для проведения столь точных измерений массы тестовый фильтр следует подготавливать и высушивать очень аккуратно. Чтобы предотвратить искажение результатов внешними факторами, изменением температуры, влажности, чистоты воздуха и процедурами подготовки, все шаги должны проводиться в одинаковых условиях установленным образом. Так как этот метод не позволяет определять индивидуальные частицы, его используют в основном для определения общей загрязнённости частицами сложных или больших по протяжённости поверхностей. Пределы метода составляют около 0,1 мг частиц на тестовом фильтре.

D.2.7.8. Атомная силовая микроскопия

Атомный силовой микроскоп является разновидностью сканирующего микроскопа с очень высоким разрешением, порядка долей нанометра, что более чем в 1000 раз превосходит пределы, накладываемые дифракцией на оптические методы. Атомный силовой микроскоп состоит из миниатюрной консоли с острым наконечником (иглой), сканирующей поверхность образца. При приближении кончика иглы к поверхности образца возникающие силы вызывают отклонение консоли. Это отклонение обычно измеряется при помощи лазерного луча, отражающегося от вершины консоли на массив фотодиодов. Получаемая карта области отражает топографию образца.

D.2.7.9. Анализ результатов измерения

После согласования сторонами задач (цели измерений) или ожидаемых результатов, применяемые методы измерения планируются, принимаются, анализируются и документируются заказчиком и поставщиком услуг. Для классификации следует использовать классы чистоты поверхности по частицам, особенно при рассмотрении дополнительных аспектов, при сравнении отдельных зон или систем, или при сравнении результатов измерений сходными методами (аэрозольные, гидрозольные).

D.3. Документация чистоты поверхности по частицам

Документация должна содержать всю требуемую информацию, как указано в пункте 6.3, например, класс чистоты и данные, чтобы иметь возможность воспроизвести измерения.