Закачивая в этом номере публикацию проекта стандарта ИСО 14644-12, редакция еще раз обращает внимание читателей на то, что данный документ не является окончательным текстом стандарта. Нет сомнения в том, что в него будут внесены изменения, дополнения и уточнения - в особенности в его приложения, где материал изложен весьма конспективно. Тем не менее, технический комитет ИСО ТК 209 и рабочая группа, разрабатывающая стандарт, сочли необходимым его публикацию, прежде всего, для того, чтобы познакомить специалистов, работающих в области технологической чистоты, с основной (классификационной) частью стандарта, которая вряд ли претерпит существенные изменения. Эту же цель преследовала и редакция нашего журнала.

Возможно, у некоторых специалистов возникнет желание уточнить или дополнить какие-либо положения стандарта. В этом случае следует письменно сформулировать и направить в адрес журнала свое предложение, приведя существующую редакцию текста, предлагаемую формулировку и аргументацию, ее обосновывающую (желательно с переводом на английский язык). Редакция суммирует поступившие поправки и направит их в адрес рабочей группы, разрабатывающей стандарт.

Редакция благодарит специалистов ОАО «НИИМЭ и Микрон», принявших участие в работе над переводом текста проекта стандарта, и выражает особую признательность Генеральному директору ООО НПЦ «Клинрум Инструментс» Калечицу В.И. за его редактирование.

Проект стандарта ISO 14644-12 ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ И СВЯЗАННЫЕ С НИМИ КОНТРОЛИРУЕМЫЕ СРЕДЫ. Часть 12: Классификация чистоты воздуха по концентрации наноразмерных частиц

Приложение А (обязательное)

Рекомендуемый метод для определения классификации ISO-ACP при помощи конденсационных счётчиков частиц

А.1 Принципы

В выбранных точках отбора проб для определения концентрации наноразмерных аэрозольных частиц с размерами равными или больше заданного используются конденсационные счётчики частиц (СРС).

А.2 Требования к приборам

А.2.1 СРС приборы

Для определения общей концентрации наноразмерных частиц в диапазоне размеров, соответствующих рассматриваемому классу чистоты, приборы должны иметь средства индикации или записи количества подсчитанных наноразмерных аэрозольных частиц в воздухе и обладать возможностью дискриминации частиц определённых размеров.

A.2.2 Конденсационный счётчик частиц (СРС)

Прибор подсчитывает все капли, образующиеся путём конденсации перенасыщенного пара на отобранных частицах — ядрах конденсации. Интегральная концентрация частиц определяется для частиц размером равным или более чем нижний предел измерения СРС. Требования к конденсационному счётчику частиц приведены ниже в таблице А.1.

Таблица А.1 Требования к конденсационному счётчику частиц

Характеристика	Значение	
Верхний предел концентрации	>3,5 ×10 ⁹ /м ³	
Отсекаемый размер частиц (D ₅₀)	В зависимости от применения, например, $D_{50} = 0.01$ нм (см. таблицу 1)	
Погрешность измерения количества частиц	±10% для значений ниже верхней предельной концентрации	
Внешние условия для стабильной работы	Диапазон температур 10–35°С; относительная влажность 0–90% при отсутствии конденсации; внешнее давление 75–105 кПа (0,75–1,1 атм)	
Стабильность скорости отбора пробы	±10% от заданного значения при данных внешних условиях проведения измерений	
Интервал калибровки	Максимум 12 месяцев	
Ошибочные отсчёты	Число ошибочных отсчётов должно быть менее 1/3 значения максимально допустимой концентрации по таблице 1 (см. пример ниже)	
Эффективность счёта	50 ± 10% для нижнего предельного размера частиц, > 85% для частиц в 5 раз крупнее нижнего предела и < 25% для частиц в 2 раза мельче нижнего предела (см. рис В.1) при использовании наночастиц сахарозы или серебра	

ПРИМЕР: Ошибочные отсчёты

Для ISO-ACP класса 1 для размера частиц 5 нм максимально допустимая концентрация составляет 5080 частиц/м³ (0,00508 частиц/см³). Число ошибочных отсчётов для СРС, применяемого для измерений в помещении такого класса, не должно превышать значение 1690 частиц/м³ (=0,00169 частиц/см³).

А.2.3 Калибровка прибора

Прибор должен иметь действующий сертификат калибровки. Частота и метод калибровки должны быть основаны на действующих одобренных документах.

[Документ ISO 27891 находится в стадии подготовки техническим комитетом ИСО TC 24/SC 4].

А.З Эффективность счёта частиц и отсекаемый размер частиц

Обсуждение эффективности счёта частиц и отсекаемого размера частиц дано в приложении В.

А.4 Условия перед измерениями

А.4.1 Подготовка к проведению измерений

Перед проведением измерений проверьте, что все составляющие чистой зоны или контролируемой технологической среды, влияющие на её целостность, завершены и функционируют в соответствии с характеристиками, заложенными в спецификации. Такая проверка описывается в ИСО 14644-3 и включает, например, следующие данные:

- а) проверку воздушных потоков (объём воздуха, скорость потока воздуха, однородность ламинарного потока);
- б) проверку перепадов давления;

- в) проверку на протечку загрязнений извне;
- г) проверку целостности установленных фильтров.

А.4.2 Настройка оборудования перед измерениями

Настройте оборудование в соответствии с инструкциями производителя. Перед проведением любого измерения в целях классификации убедитесь, что скорость пробоотбора и собственный фон прибора удовлетворяют требованиям, приведенным в таблице А 1.

А.5 Отбор проб

А.5.1 Определение точек пробоотбора

Точки пробоотбора определяются по соглашению между заказчиком и исполнителем.

Примечание: количество и расположение точек отбора проб базируется на требованиях процесса и продукции, при этом количество точек, их расположение и частота измерений, определяемые в стандарте ИСО 14644-1, могут не соблюдаться.

А.5.2 Определение объёма и времени отбора отдельной пробы для точки пробоотбора

В каждой точке пробоотбора следует отбирать объём воздуха, достаточный, чтобы было зарегистрировано не менее 20 частиц, если бы концентрация частиц заданного размера соответствовала предельной для заданного класса чистоты ИСО.

Примечание 1: При измерениях для класса ISO-ACP 1 и частиц размером более 0,05 мкм (50 нм) потребуется весьма длительное измерение.

Объём отдельной пробы V_s для каждой точки отбора проб определяется уравнением A.1:

$$V_s = (20 / C_{n,m}) \times 1000$$
 (A.1)

где

 V_s — минимальный объём пробы, выраженный в литрах; $C_{\text{n,m}}$ — предельная концентрация (кол-во частиц в кубическом метре) для наибольшего из рассматриваемых размеров частиц заданного класса чистоты; 20 — количество частиц, которое должно быть подсчитано в случае, если концентрация частиц равна предельной для данного класса.

А.5.3 Процедура отбора проб при помощи **СРС**

А.5.3.1 Настройте счётчик частиц (А.2) согласно инструкции производителя и в соответствии с рекомендуемыми условиями эксплуатации.

Примечание: Персонал, проводящий измерения, должен иметь необходимую подготовку для работы с прибором.

А.5.3.2 Пробоотборник прибора должен быть расположен навстречу потоку воздуха. Если направление потока измеряемого воздуха не контролируется или его невозможно предсказать (например, поток турбулентный), пробоотборник следует располагать строго вертикально.

А.5.3.3 Если необходимо, дождитесь установления стабильных условий перед началом измерений. Отберите объём воздуха, определённый в А.4.2, как минимум, для каждой точки отбора проб.

Примечание: рекомендуется длина пробоотборных трубок не более 1м.

А.5.3.4 Если в процессе проведения измерений в одном из трёх состояний был обнаружен нетипично высокий результат в определённой точке для единичной пробы, дальнейшие измерения могут быть проведены в этой точке для установления причины и определения, соответствует ли данная точка классификации. Повторные измерения следует проводить в соответствии с ИСО 14644-1 приложение В или ИСО 14644-2. Если требуется информация о стабильности концентрации наноразмерных частиц, можно провести три или более измерения в выбранных точках через определённые временные интервалы, в соответствии с соглашением между заказчиком и исполнителем.

А.6 Запись результатов

А.6.1.1 Запишите результат каждого измерения в виде количества частиц в каждой отдельной пробе для каждого из рассматриваемых размеров частиц, подходящих надлежащим образом для классификации АСР.

А.6.1.2 Если для точки пробоотбора было сделано два или более измерений, подсчитайте и запишите среднее количество частиц для каждого рассматриваемого размера частиц для каждой такой точки на основании данных единичных измерений (А.6.1.1), согласно уравнению (А.2).



где x_i – среднее количество частиц для точки i, представляющей любую точку;

(A.2)

 $x_{i,1} - x_{i,n}$ – количество частиц в отдельных пробах; n – количество измерений в точке i.

А.6.1.3 Вычислите концентрацию C_i в кубическом метре:

$$C_i = x_i \times 1000 / V_t$$
 (A.3)

где

 x_{i} – среднее количество частиц в точке i, представляющей любую точку;

V. – установленный объём пробы в литрах.

А.7 Интерпретация результатов – требования классификации

Чистая зона полагается удовлетворяющей заданным требованиям классификации АСР, если средняя концентрация частиц, выраженная в частицах на кубический метр, измеренная в каждой точке отбора проб, не превышает предельные концентрации, указанные в таблице 1 или вычисленные по уравнению (1).

А.8 Отчёт о проведении измерений

В соответствии с соглашением между заказчиком и исполнителем, для чистой зоны необходимо указать следующую информацию:

- а) информацию о СРС и устройстве для отсекания частиц определённого размера, если оно использовалось, и данные о калибровке:
- б) нижний предел размеров частиц для измеренной концентрации наноразмерных частиц;
- в) собственный фон СРС, если он измерялся;
- г) данные устройства, отсекающего частицы определённого размера, в соответствии с требованиями;
- д) тип измерения: измерения концентрации наноразмерных частиц или мониторинг;
- е) класс чистоты для зоны;
- ж) расходы воздуха на входе и в измерительном объёме для системы измерения наноразмерных частиц;
- з) расположение точек отбора проб;
- и) план проведения измерений для определения концентрации наноразмерных частиц или план проведения измерений для мониторинга, в соответствии с назначением;
- к) статус (состояние) чистой зоны;
- л) другие данные, относящиеся к измерениям.

Приложение В (справочное) Эффективность счёта частиц и отсекаемый размер частиц

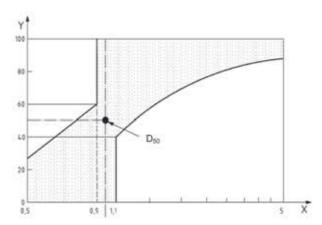
В. 1 Эффективность счёта частиц

Эффективность счёта конденсационного счётчика главным образом зависит от размера частицы и в некоторой степени от состава частицы. В редких случаях, состав может вызывать снижение эффективно-

сти счёта для сильно гидрофобных материалов, если в качестве рабочей жидкости используется вода.

Эффективность счёта системы, используемой для измерения концентрации наноразмерных частиц, должна попадать в закрашенную зону, показанную на рис. В.1. Зона приемлемых рабочих характеристик сосредоточена вокруг эффективности счёта 50% для определённого размера частиц (D_{50}) , X — отношение D к D_{50} (D/ D_{50}). Она включает полосу допустимого отклонения ±10% для нормированного размера частиц X, что показано на рис B.1 как X=1,1 и X=0,9. Также показаны допустимые значения минимальной и максимальной эффективности счёта для частиц выше и ниже полосы допустимого отклонения ±10%, показывающие, что для X=5 эффективность счёта должна быть не менее 85%, а для X=0,5 эффективность счёта должна быть <25%. Определение эффективности счёта следует проводить с использованием в качестве стандарта частиц сахарозы или серебра.

Если кривая эффективности счёта СРС попадает вправо от закрашенной зоны на рис В.1, такой прибор не следует использовать для измерения и проверки концентрации наноразмерных частиц. Если кривая эффективности счёта попадает влево



Пояснения:

X – нормированный диаметр частиц, D/D_{50}

У – эффективность счёта, %

Пример $D_{50} = 5$ нм

X	0,5	0,9	1	1,1	5
D, нм	2,5	4,5	5	5,5	25

Пример $D_{50} = 10$ нм

Х	0,5	0,9	1	1,1	5
D, нм	5	9	10	11	50

Пример $D_{50} = 50$ нм

Χ	0,5	0,9	1	1,1	5
D, нм	25	45	50	55	250

Рис. В.1. Зона приемлемых значений эффективности счёта для данного прибора

Отсекаемый размер частиц (D_{50}) является характерной величиной прибора

от закрашенной зоны, эффективность счёта можно снизить, используя устройство для отсечения частиц определённых размеров, как описано в В.2. В этом случае эффективность счёта модифицированного СРС будет являться результатом эффективности счёта немодифицированного прибора и фракционной проницаемости используемого отсекающего устройства.

В.2 Устройство для отсечения частиц определённых размеров

Устройство для отсечения частиц удаляет частицы с размерами менее заданного, снижая их проскок строго определённым и воспроизводимым образом. Доступно и приемлемо использование большого количества подобных устройств различных размеров и конфигураций при условии, что они обеспечивают соблюдение требуемых характеристик по проскоку частиц. В качестве подходящих устройств можно использовать диффузионные батареи или виртуальные импакторы.

Проскок зависит от физических свойств частиц, конфигурации устройства и объёмной скорости потока воздуха. Следует уделять внимание тому, чтобы используемые устройства применялись только для расходов, на которые они рассчитаны, и были установлены так, чтобы избежать накопления статического электрического заряда. Накопление заряда можно минимизировать, обеспечив заземление устройства. Устройства для отсечения частиц обычно используются на входе в счётчик наночастиц.

Примерами отсекающего частицы устройства являются элемент диффузионной батареи и виртуальный импактор.

Требования к устройствам, отсекающим частицы определённого размера, приведены в таблице D.1

В.З Распределение наночастиц по размерам

Устройства DEMC и CPC могут использоваться совместно в качестве DMAS для измерения распределения концентрации наночастиц по размерам. DEMC разделяет заряженные аэрозольные частицы по размерам, пропуская в каждый момент времени только частицы узкого диапазона размеров. Частицы, выделенные по размеру DEMC, затем подсчитываются СРС. Для применения в чистых помещениях, ввиду сканирующего типа измерений и ограниченной

эффективности зарядки частиц, требуется постоянный поток аэрозоля и достаточное время измерения, чтобы получить при помощи DMAS представительное и значимое распределение концентрации наночастиц по размерам. DMAS не предназначается для классификации или мониторинга чистоты помещения; однако может обеспечить информацию о распределении частиц для диагностических целей, при условии, что концентрация частиц и время измерения достаточно велики.

Приложение С (справочное)

С.1 Введение

Целью данного приложения является представление характеристик наноразмерных частиц. Поведение взвешенных в воздухе частиц определяется их размером. Данное приложение описывает, как размер частиц влияет на их свойства. Понимание различий в свойствах позволит понять процедуры отбора проб, детектирования и контроля. Характеристики частиц можно рассматривать для двух размерных диапазонов: частицы размером более 100 нм и наноразмерные частицы с диаметром менее 100 нм. Граничное значение в 100 нм условное, однако, обычно соответствует определению наноразмерного материала. Зависимость физических явлений, связанных с поведением частиц, от их размера обычно является непрерывной. Другими словами, не существует кардинальных изменений характеристик при размере 100 нм. Поведение частиц зависит от их размера. Для частиц размером более 100 нм физические механизмы определяются, в основном, их массой. Гравитационные силы приводят к седиментации. Инерционное осаждение происходит, если поток воздуха, содержащий такие частицы, огибает некий объект, меняя направление, и силы инерции приводят к столкновению частиц с поверхностью. Поведение частиц размером менее 100 нм зависит от броуновского движения, вызванного окружающими молекулами воздуха. Броуновская диффузия вызывает движение к поверхностям, например, стенкам пробооотборных трубок. Кроме того, частицы размером менее 100 нм рассеивают свет не так эффективно как крупные частицы, что ограничивает возможность измерения мелких частиц оптическими

Таблица D.1
Требования к устройствам, отсекающим частицы определённого размера

Характеристика	Значение	
Погрешность	Удаление (50 ± 10) % частиц определённого размера	
Интервал калибровки	В зависимости от типа устройства. Обычно 12 месяцев	
Скорость отбора пробы	Скорость прокачки через устройство должна быть постоянной в пределах ± 10% будучи равной или выше, чем требуемая для измерительного прибора	

UHTEPHET-MAT@3UHBARIER-ONLINE

мы открылись!

ALIXKELLO RANDEL NILOLOHIXELL UNHELLEMOUXIGIDAN PARAHODAEU RUD AMD out G-Buttors Centeron and Buttorian

БЫСТРЫЙ ЗАКАЗ! МИНИМАЛЬНЫЕ ЦЕНЫ!

- ГОСТ Р 52249-2004 Правила производства и контроля качества лекарственных средств
- ГОСТ ИСО 14644-1-2002 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды.
 Часть 1. Классификация чистоты воздуха.
- ГОСТ Р 52538-2006 Чистые помещения.
 Одежда технологическая. Общие требования





КОМБИНЕЗОНЫ 3-8 ИСО (A-D no GMP)

БАХИЛЫ 3-8 ИСО (A-D no GMP)

590 рублей

робровольная

G

Национальный Реестр

142205, Московская область, г. Серпухов, ул. Войкова, д. 34а тел./факс: (499) 707-77-29, 707-79-10, (4967) 35-01-97, 35-01-98 www.barier-uf.net www.white-style.net www.esd-uf.net

CEPTHOUKALING

www.barier-online.net

e-mail: uniformcentr@yandex.ru



счётчиками. Для эффективного измерения частиц размером до примерно 2 нм в настоящее время используется подход, заключающийся в конденсации жидкости на частицы из перенасыщенного пара и подсчёт образовавшихся капель. Такой подход реализован в конденсационном счётчике частиц. В таблице С.1 приведены основные характеристики для частиц крупных и мелких размеров.

Примечание: материал, лежащий в основе таблицы С.1, может быть найден в литературе [1 – 6].

C.2 Различия между крупными и мелкими частицами

С.2.1 Крупные частицы

Поведение частиц размером более 100 нм определяется их массой и аэродинамическим сопротивлением. Для них важны следующие характеристики:

- гравитационное осаждение зависит от соотношения между массой частицы и её аэродинамическим сопротивлением и может быть существенным для более крупных частиц;
- инерция частиц (тенденция частицы сохранять направление движения при смене направления воздушного потока);
- отрыв частиц от поверхности (зависит от адгезии и сил отрыва, приложенных к частице);
- детектирование крупных частиц можно производить с использованием оптических методов, подобных описанным в стандарте ИСО 14644 – 1 и 3.

С.2.2 Наноразмерные частицы

Поведение частиц размером менее 100 нм определяется броуновской диффузией. Движения молекул воздуха вызывают броуновское движение частиц, так как вследствие маленького размера их

Таблица C.1 Сравнение наночастиц и микрочастиц по характеристикам, имеющим значение для чистоты

Свойства	Зависимость от диаметра частицы d	Наноразмерные частицы 1 < d < 100 нм	Крупные частицы d > 100 нм
Диффузия	d-1	Очень важна	Не важна
Гравитационное осаждение	d^2	Не важна	Очень важно
Импакция	d^2	Не важна	Очень важна
Осаждение на внутреннюю поверхность пробоотборных трубок	Механизм зависит от размера частиц	Диффузионный механизм. Частицы могут осаждаться на всех сторонах объекта	Гравитационный и импакционный механизмы
Осаждение на фильтр	Механизм зависит от размера частиц	Диффузионный механизм	Гравитационный, фильтрационный и импакционный и импакционный механизмы
Измерения видимым светом	Явления рассеяния света зависят от размера частиц	Для рэлеевского рассеяния с уменьшением размера частиц рассеяние уменьшается пропорционально d ⁶ . Рассеянного света может быть недостаточно для детектирования отдельных частиц	Согласно геометрической оптике свет рассеивается прямо пропорционально площади частиц, т.е. ~d². Эффективность рассеяния колеблется при переходе между рэлеевским и рассеянием
Получение изображения на поверхности	Длина волны выбирается в зависимости от размера частиц	Электронная микроскопия	Оптическая микроскопия
Электростатика	Подвижность в электрическом поле ~d-1	Основные эффекты ограничиваются более крупными частицами диапазона из-за особенностей механизма зарядки частиц	Основные эффекты ограничиваются более мелкими частицами диапазона из-за особенностей механизма зарядки частиц
Повторное попадание в воздух или удаление	Адгезия ~d ¹ Удаление частиц тем сложнее, чем меньше размер частицы	Удаление частиц зависит от аэродинамического сопротивления, d^2 , или от массы частицы, d^3	

малые масса и инерция подвергаются воздействию момента, передаваемого от молекул воздуха. Следующие характеристики имеют значение:

- диффузия частиц, вызывающая столкновение частиц и коагуляцию, если их количество достаточно велико;
- диффундирующие частицы мигрируют к границам, например, к стенкам пробоотборных трубок;
- детектирование частиц осуществляется путём конденсации пара на мелкие частицы и подсчёта количества образовавшихся капель методами рассеяния света, как описано в приложении В.

С.3 Чистые помещения

Распределение по размерам частиц для чистых помещений в состоянии «оснащённое» было описано, исходя из типичных распределений для атмосферных аэрозолей и эффективности улавливания частиц в зависимости от их размера, приводимых для высокоэффективных HEPA и ULPA фильтров. Как указано в таблице С.1, диффузия является эффективным механизмом улавливания наноразмерных частиц, тогда как фильтрационный, импакционный и гравитационный механизмы эффективны для крупных частиц. Как результат, для фильтров существует размер частиц, часто называемый размером наиболее проникающих частиц (MPPS - most penetrating particle size, при котором эффективность минимальна, т.е. максимальна проникающая способность (проскок)). Обычно размер наиболее проникающих частиц для высокоэффективных фильтров составляет 0,1 мкм. Было установлено, что для чистых помещений в состоянии «оснащённое» функция распределения частиц по размерам определяется формой кривой эффективности фильтра, и была предсказана очень низкая концентрация частиц размером менее 0,1 мкм. Вычисления интегральной концентрации частиц как функции их размера показали горизонтальный участок в районе размера 0,1 мкм до достижения MPPS, а затем кривая наклоняется и идет на снижение. Эти предсказания были подтверждены экспериментальными данными.

Распределение частиц в функционирующем чистом помещении, как оказалось, значительно отличается от оснащённого состояния. В экспериментах, проведённых в помещении лаборатории электроники с классом чистоты ISO-ACP 5, было обнаружено, что распределение по размерам для частиц размером менее 0,1 имеет горизонтальный вид в оснащённом состоянии, как было показано в более ранних исследованиях [7], но в функционирующем состоянии распределение имеет вид, сходный с классификационной кривой ИСО 14644-12. Наноразмерные частицы образуются в результате операций, проводимых в чистом помещении.

Таким образом, концентрация и размеры наночастиц весьма динамичны и применение стандарта ИСО 14644-12 требует протоколирования операций, проводимых в чистом помещении.

Литература

- [1] Ensor, D.S., and A.M. Dixon, 2011. Aerosol Measurements in Cleanrooms. Chapter 36 in Aerosol Measurements. Edited by P. Kulkarni. Van Nostrand Reinhold: New York.
- [2] IEST-G-CC1002. Determination of the Concentration of Airborne Ultrafine Particles. Arlington Heights: IEST, 1996.
- [3] Ensor, D.S., and K.K. Foarde, 2006. The Behavior of Particles in Cleanrooms. Chapter 1. Pp. 1–22 in Environmental Monitoring. Edited by A.M. Dixon, Informa Healthcare USA: New York.
- [4] Hinds, W.C., 1982, Aerosol Technology, John Wiley and Sons, New York.
- [5] Sem, G. J., 1990. Ultrafine (<0.1 µm Diameter) Particles. Chapter 6. Pp. 79-103 in Particle control for Semiconductor Manufacturing, Edited by R.P. Donovan, Marcel Dekker, Inc., New York.
- [6] Wen, H. Y. and G. Kasper, 1989, On the Kinetics of Particle Reentrainment for Surfaces. J. Aerosol. Sci., 20:483-498.
- [7] Ensor, D.S., R.P. Donovan and B.R. Locke, 1987, Particle Size Distributions in Clean Rooms. JIEST, 30,No.6:44-49.
- [8] Ensor, D.S., A.S. Viner, E.W. Johnson, R.P. Donovan, P.B. Keady and K.J. Weyrauch, 1989, Measurement of Ultrafine Aerosol Particle Size Distributions at Low Concentrations by Parallel Arrays of a Diffusion Battery and a Condensation Nucleus Counter in Series. J. Aerosol Sci. 20: 471-475.

