

Стандарт ISO 14644-13

ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ И СВЯЗАННЫЕ С НИМИ КОНТРОЛИРУЕМЫЕ СРЕДЫ

Часть 13: Очистка поверхностей для достижения определённых уровней чистоты в рамках классификации по частицам и химическим загрязнениям

Перевод Михаила Шахова,
НПЦ «Клирум Инструментс»

Окончание. Начало в номерах 2 и 3 2016 года

ПРИЛОЖЕНИЕ В (ИНФОРМАТИВНОЕ)

Методы очистки

В.1 Общие положения

Количество существующих методик очень велико. Данный обзор содержит краткое описание основных методов очистки. Методически она делится на:

- механическую,
- жидкостную,
- химическую,
- струйную.

В некоторых случаях возможно комбинирование методов.

Для всех методик сухой очистки трибоэлектрические эффекты могут вызывать накопление заряда на поверхности. Электростатическое притяжение вносит существенный вклад в адгезию частиц пыли на поверхности продукта. Чтобы устранить электростатические силы адгезии можно нейтрализовать поверхность с помощью искусственной ионизации воздуха положительными или отрицательными ионами в необходимых объёмах. Нейтрализация поверхности предотвращает повторное осаждение частиц.

В.2 Механическая очистка

В.2.1 Протирка

Для удаления слабо удерживающихся на поверхности загрязнений (пыль, грязная вода и т.п.) могут применяться мягкие неабразивные материалы. Если протирка производится при помощи очищающей жид-

кости, эффект очистки обусловлен, в основном, химическим действием очищающего агента. Чтобы удалить загрязнения салфеткой, шваброй или тампоном, силы адгезии загрязнений к поверхности объекта должны быть преодолены фрикционными движениями. Протирка особенно эффективна для удаления жидкостей и частиц. Обычно проводится вручную.

В.2.2 Очистка щеткой/Сметание

Методика сметания заключается в механическом удалении, чаще всего твердых загрязнений с поверхности объекта при помощи щетины. Щётки с мягкой щетиной, изготовленной из пластика или природных волокон, используются для удаления слабо удерживающихся загрязнений, например, пыли. Для удаления прочно удерживающихся загрязнений, таких как оксиды, окалина или краска, используется жесткая, неосыпающаяся щетина. Этот способ очистки может применяться для всех материалов, не повреждаемых выбранной щеткой, или если допустим минимальный износ поверхности. Способ обычно применим для плоских поверхностей.

В.2.3 Соскабливание/обработка абразивным инструментом

Соскабливание или обработка абразивным инструментом – это механическое удаление твердых загряз-

нений путем их отделения от поверхности инструментом (например, лезвием или скребком), помещённым под них. Применяется преимущественно для удаления прочно удерживающихся остатков материала с гладких поверхностей.

В.2.4 Шлифовка/Полировка

Шлифовка – это удаление поверхностных загрязнений путем истирания, обычно при помощи вращающихся наждачных кругов или высокоскоростных циркулярных шлифовальных лент. Шлифовка позволяет быстро и эффективно удалять прочно удерживающиеся загрязнения, такие как окалина, оксиды, ржавчина, краски или покрытия. Следует принимать во внимание, что при такой обработке стирается некоторое количество материала основы. Так как шлифовальные диски изготавливают из зерен твердого материала (карбид кремния, алмаз), скрепленного связующим, решающим фактором для данного процесса является выбор абразивного и связующего материалов.

В.3 Жидкостная очистка

В.3.1 Промывание/Ополаскивание/Сушка

Очистка при помощи жидких средств часто включает промывание для удаления с поверхности объекта отслоившихся/эмульгированных загрязнений, а также активных компонентов чистящего средства, например, поверхностно-активных веществ и эмульгаторов. Это позволяет предотвратить как перенос загрязнений на следующий этап очистки, так и перекрестное загрязнение на последующих этапах полоскания и сушки. Ополаскивание применяется для удаления нежелательных остатков после промывания. Сушка обычно является завершающим шагом. В процессе сушки удаляются остатки очищающей среды, использованной в предыдущем процессе. Сушка не удаляет загрязнения, оставшиеся после предыдущего процесса.

В.3.2 Очистка сжатыми газами

Данная методика подразумевает очистку поверхности сильной струей газа, направляемой на объект при помощи сопла. Струя газа воздействует на частицу посредством аэродинамической силы. Если аэродинамическое сопротивление превышает силу адгезии частицы к поверхности, частица срывается с поверхности и уносится потоком газа. Наиболее эффективно таким образом удаляются слабо удерживающиеся на поверхности загрязнения, например, пыль. Частицы микрометровых размеров уже невозможно удалить только при помощи сильной струи газа. Частицы удерживаются в газе во взвешенном состоянии и могут повторно оседать в других местах. Ионизированный газ может нейтрализовать электростатический заряд поверхности. Метод демонстрирует хорошие результаты для частиц размером более 5 мкм при условии, что присутствуют только сухие загрязнения. При повышенном давлении струи (например, применяя сопло Вентури) возможно частичное удаление жидких и пастообразных загрязнений.

В.3.3 Вакуумная очистка

Подключенное к насосу всасывающее сопло располагается над поверхностью объекта и, создавая отрицательное давление, приводит к возникновению воздушного потока, направленного от поверхности. Этот поток сообщает частицам аэродинамическое усилие. Если аэродинамическое сопротивление превышает силу адгезии частицы к поверхности, частица срывается с поверхности и уносится потоком воздуха. Вакуумная очистка лучше всего подходит для удаления сухих загрязнений, таких как частицы пыли. Способ не пригоден для удаления частиц микрометровых размеров и часто используется в зонах с высоким уровнем запыленности и в труднодоступных местах.

В.3.4 Очистка звуком

В.3.4.1 Очистка ультразвуком

При очистке ультразвуком объект погружается в ёмкость (ванну) с подходящим очищающим средством. Ультразвуковые волны генерируются внутри ёмкости при помощи осциллирующих стенок, проходящих в продольном направлении через очищающую жидкость. Схлопывающиеся кавитационные пузырьки создают высокое давление (порядка 1000 бар) и срывают с поверхности загрязнения, которые затем растворяются или распределяются в очищающей жидкости. После такой очистки поверхность необходимо прополоскать и просушить.

Ультразвук также позволяет очищать труднодоступные внутренние поверхности и быстро добиться высоких результатов даже для объектов сложной формы, щелей и отверстий. Ультразвуковая очистка не наносит повреждений, что позволяет проводить очистку поверхностей, требующих осторожного обращения.

В.3.4.2 Мегазвуковая очистка

Для мегазвуковой очистки используются более высокие частоты (чаще всего в диапазоне 800–2000 кГц), чем при ультразвуковой (20–200 кГц), что приводит к меньшим кавитационным эффектам и, соответственно, наносит меньше повреждений очищаемой поверхности. Звуковые волны, проходя через очищающую жидкость, создают колебания давления, в результате чего загрязнения удаляются с поверхности. Очистке подвергается только поверхность объекта, обращенная к преобразователю. Метод применяется для медицинских имплантов, кремниевых пластин, промышленной очистки деталей.

В.3.5 Струйная/Пульверизационная очистка

Очищающая жидкость под повышенным давлением подается в камеру. В смеси с водой может использоваться широкий диапазон очищающих растворов. Очищающее действие характеризуется высокой скоростью удара струи и постоянным обновлением очищающего раствора. При такой очистке либо объект, либо сопло может перемещаться для покрытия всей поверхности. Метод может использоваться для широкого спектра объектов.

В.4 Методики струйной очистки

В.4.1 Общие положения

Методики струйной очистки делятся по виду используемой для создания струи среды: газа или жидкости. Струйная очистка должна использоваться только для прочных твердых поверхностей.

В.4.2 Очистка струей газа

В.4.2.1 Струйная очистка абразивами с помощью сжатого воздуха

Очистка поверхности происходит под действием различных абразивов, подаваемых на очищаемый объект с помощью струи сжатого воздуха с постоянной или меняющейся скоростью. Этот многоцелевой метод позволяет удалять загрязнения, налеты, ржавчину, накипь и краску. Высокая кинетическая энергия, передающаяся от частиц абразива, может приводить к повреждению поверхности. Этот метод годится для очистки деталей и устройств любого размера и типа. Очистке подвергается только область прямого контакта со струей.

В.4.2.2 Струйная очистка абразивами с помощью сжатого влажного воздуха

Этот метод аналогичен методу струйной очистки сжатым воздухом, однако помимо абразива в струе также используется вода. Данный метод подходит для очистки поверхностей объектов любого размера и формы. После очистки поверхность остается покрытой суспензией (пульпой), которую необходимо удалить струей воздуха или воды.

В.4.2.3 Центробежная струйная очистка

Очистка осуществляется абразивами с широким диапазоном характеристик, которые подаются на вращающиеся лопасти, выбрасывающие абразив на доступную очищаемую поверхность в закрытой системе. Соударение абразива с поверхностью приводит к отрыву загрязнений, осадков, ржавчины, накипи и краски.

В.4.2.4 Очистка гранулами сухого льда

Гранулы сухого льда с температурой порядка -80°C (диаметр/длина в пределах миллиметра) ускоряются до скорости близкой к сверхзвуковой (300 м/с). Быстрое охлаждение поверхности приводит к охрупчиванию поверхностных слоев. В процессе сублимации CO_2 загрязнения легко удаляются с поверхности. Такая обработка обладает менее абразивным действием, чем струя жидкости под давлением. Метод может применяться практически для любых материалов. Так как подобная очистка носит абразивный характер, некоторые «мягкие» поверхности могут приобрести заметную шероховатость.

В.4.2.5 Очистка ускоренным снегом из CO_2 (сухим снегом)

Это сухой метод очистки без применения растворителей. При быстром расширении жидкий CO_2 превра-

щается в смесь твердого (сухой лед) и газообразного CO_2 . Полученный сухой лед затем разгоняется струей чистого азота и подается на очищаемую поверхность. Использование сухого снега является дальнейшей разработкой метода очистки гранулами сухого льда. Такой метод оказывает меньший абразивный эффект. Очистка сухим снегом имеет широкий спектр применения, от прецизионных работ до очистки больших поверхностей. Этот метод может применяться для самых чувствительных к обработке поверхностей. Возможно удаление частиц, масляных пленок, жира, отпечатков пальцев и остатков флюса.

В.4.3 Жидкоструйная очистка

В.4.3.1 Струйная очистка жидкостью под давлением

На очищаемую поверхность под высоким давлением через сопло направляется струя жидкости. Для увеличения абразивного воздействия в жидкость может добавляться твердый абразив. В идеальных условиях, возможна очистка даже отдельных слоев сложных покрытий. После очистки поверхность остается покрытой суспензией (пульпой), которую необходимо удалить струей воздуха или воды. Метод подходит для очистки поверхностей и структур любого размера и формы, при этом очистке подвергаются только области, находящиеся в непосредственном контакте с чистящей средой.

В.4.3.2 Низконапорная водоструйная очистка

Метод аналогичен очистке струей сжатого воздуха. Но в данном случае в струю очистителя воздух/абразив непосредственно перед соплом добавляется очень малое количество воды. В отличие от очистки струей сжатого воздуха при этом поверхность после применения метода становится влажной. Метод подходит для очистки поверхностей и структур любого размера и формы, при этом очистке подвергаются только области, находящиеся в непосредственном контакте с чистящей средой. Применяется в случаях, когда требуются низкие уровни воды и пыли.

В.4.3.3 Струйно-абразивная очистка

Мелкозернистый материал, диспергированный в воде или другой жидкости, в виде суспензии струей с высокой скоростью направляется на очищаемую поверхность. Такой метод пригоден для одновременной очистки и финишной обработки поверхностей. После завершения обработки необходимо ополаскивание, чтобы избавиться от остатков абразивного материала. Метод позволяет получать однородно гладкий профиль поверхности. Метод пригоден для прецизионного литья, удаления микро-заусенцев, полировки поверхностей, очистки хирургического инструмента.

В.4.3.4 Очистка струей пара

Нагретая вода, находящаяся под давлением, расширяется в сопле, выходя из него в виде горячей струи пара и попадая на очищаемую поверхность. Это высо-

Таблица В.1

Рабочие диапазоны методик очистки при удалении частиц

Методика очистки								
Удаление частиц	Высокая степень загрязнения					Низкая степень загрязнения		
Методика	SCP 8SCP 1							
2. Механическая очистка								
2.1 Протирка								
2.2 Сметание/очистка щеткой								
2.3 Соскабливание/обработка абразивом								
2.4 Шлифовка								
2.5 Импульсная очистка								
3. Жидкостная очистка								
3.1 Промывка/ополаскивание								
3.2 Очистка сжатым газом								
3.3 Вакуумная очистка								
3.4 Очистка звуком								
3.4.1 Очистка ультразвуком								
3.4.2 Мегазвукочувствительная очистка								
3.5 Пульверизационная очистка								
5. Струйная очистка								
5.2 Очистка сжатым газом								
5.2.1 Очистка струей влажного воздуха								
5.2.2 Центробежная струйная очистка								
5.2.3 Очистка гранулами сухого льда								
5.2.4 Очистка сухим снегом								
5.3 Жидкостная струйная очистка								
5.3.1 Струйная очистка жидкостью под давлением								
5.3.2 Низконапорная водоструйная очистка								
5.3.3 Струйно-абразивная очистка								
5.3.4 Очистка струей пара								
4. Химическая очистка								
4.1 Травление и выщелачивание								
4.2 Химическая реакция								
4.3 Очистка в парах растворителя								
4.4 Обезжиривание в парах растворителя								

коэффициентный метод очистки замасляных поверхностей, эффективность которого можно повысить добавлением моющих средств. Очистка паром применяется в тех случаях, когда требуется автоматизированное мытье и ополаскивание.

В.5 Химическая очистка

В.5.1 Общие положения

При химической очистке удаление загрязнений происходит путем химической реакции загрязнения с чистящим агентом. После очистки такой агент испаряется или легко удаляется.

В.5.2 Травление

Травление – это удаление поверхностного слоя вместе с загрязнениями посредством химической реакции. Применяется для удаления покрытий и финишной очистки деталей и узлов.

В.5.3 Химическая реакция

Специально подобранные реактивы направлены для конверсии загрязнений путем химической реакции в летучие или легко удаляемые соединения. Таким методом возможна, например, очистка поверхностей от накали растворителями кислот.

В.5.4 Очистка в парах растворителя

Очистка парами быстро высыхающего экологически безопасного растворителя часто применяется в сочетании с ультразвуковой очисткой. После погружения объекта в пар, его поверхность покрывает тонкая пленка растворителя. В этой пленке растворяются или распределяются остаточные загрязнения. При прохождении объекта через зону охлаждения пленка удаляется с поверхности. Объект выходит из этой зоны с сухой поверхностью. Метод применяется для очистки металлических изделий, электронных компонентов и обезжиривания.

В.5.5 Плазменная очистка

При плазменной очистке смесь реакционно-способных ионов распыляется на поверхность объекта. Такой очищающий эффект удаляет загрязнения с поверхности и дополнительно вызывает реакции, переводящие загрязнения в газовую фазу, откуда они, как правило, могут быть удалены вакуумной системой. Однако возможны решения для очистки и в обычной атмосфере. Энергия возбуждения обычно находится

в диапазоне радиочастот (13,6 МГц) или в микроволновом диапазоне (2,4 ГГц). В качестве газа для очистки может применяться ряд чистых газов: аргон, азот, кислород, галогены и т.д., или их комбинации. Метод применяется для очистки электронных компонентов, предметов из пластика, металлических объектов и оптики.

В.5.6 Озонирование

Реакционно-способные молекулы озона окисляют органические загрязнения. Озон генерируется и активируется УФ-излучением. Такой очистке подлежат плоские объекты, например, стеклянные пластины, оптика.

В.6 Рабочие диапазоны рассмотренных методик очистки

В таблицах В.1 и В.2 представлен обзор характерных рабочих диапазонов, позволяющих судить о применимости методик очистки. Серая область в таблице соответствует области, в которой методики могут быть применены. Из рассмотрения исключены специфические задачи, позволяющие достичь лучших или худших уровней чистоты.

Таблица В.2

Рабочие диапазоны методик очистки при удалении химических загрязнений

Удаление химических загрязнений	Высокая степень загрязнения									Низкая степень загрязнения
Методика	SCC-1									SCC-12
3. Жидкостная очистка										
3.1 Промывка/полоскание	←→									
3.2 Очистка сжатым газом	←→									
3.4. Очистка звуком										
3.4.1. Очистка ультразвуком	←→									
3.4.2. Мегазвуковая очистка	←→									
3.5. Пульверизационная очистка	←→									
4. Химическая очистка										
4.1. Травление и выщелачивание	←→									
4.2. Химическая реакция		←→								
4.3. Очистка в парах растворителя		←→								
4.4. Обезжиривание в парах растворителя			←→							
4.5 Очистка плазмой			←→							
4.6. Озонирование			←→							
5. Струйная очистка										
5.2.3. Очистка гранулами сухого льда	←→									
5.2.4. Очистка сухим снегом		←→								
5.3. Жидкоструйная очистка										
5.3.1. Струйная очистка жидкостью под давлением	←→									
5.3.2. Низконапорная водоструйная очистка	←→									
5.3.3. Струйно-абразивная очистка	←→									
5.3.4. Очистка струей пара	←→									



Фильтровентиляционные модули
Ограждающие конструкции чистых помещений
Воздухораспределители с финишными фильтрами
Высокоэффективные воздушные фильтры HEPA & ULPA

АО „Фильтр“

249855, Калужская обл., Дзержинский район,
п. Товарково, Промышленный мкр., д. 1

www.ftov.ru

Тел./факс: (48434) 4-10-10, 4-10-00
e-mail: filtr@ftov.ru

Приложение С

(Информативное)

Совместимость материалов с чистящими агентами

Химическая совместимость материалов и чистящих жидкостей проверялась весьма тщательно. В таблице С.1 представлены примеры совместимости ряда материалов с наиболее распространенными органическими очищающими жидкостями. Данная таблица позволяет составить представление, какие жидкости можно использовать для очистки с минимальным ущербом для объекта. Таблица применима только для комнатной температуры. Смеси реактивов, повышенная тем-

пература и интенсивное механическое воздействие могут приводить к повреждению материала. Обратите внимание, что такие таблицы носят ориентировочный характер. Рекомендуется проводить экспериментальную проверку совместимости. Одни и те же материалы (особенно полимерные), полученные от разных поставщиков, скорее всего, будут реагировать различно. Возможны даже колебания свойств от партии к партии.

Таблица С.1

Примеры совместимости различных растворителей и материалов (ориентировочные данные)

Материал	Аббревиатура	Метанол	Этанол	Изопропанол	Ацетон	Метилэтилкетон	Дихлорметан	Хлороформ
Полимеры								
Ацеталь (полиоксиметилен)	ACL	A	A	A	A	C		A
Эпоксидная смола		B	A	A	B	C		C
Сополимер этилена и хлортрифторэтилена (HALAR)	E-CTFE	A	A	A	B	A	C	A
Этилен-тетрафторэтилен (TEFZEL)	ETFE	A	A	A	B	A	B	A
TEFLON (Тефлон) (полифторэтиленпропилен)	FEP	A	A	A	A	A	A	A
TEFLON Политетрафторэтилен	TFE	A	A	A	A	A	A	A
TEFLON Перфторалкоксо-сополимер	PFA	A	A	A	A	A	A	A
Полиамид (нейлон NYLON)		D	D	D	A	A	B	C
Поликарбонаты	PC	B	A	A	D	D	D	D
Полиэтилен низкой плотности	LDPE	A	B	A	D	D	D	C
Полиэтилен высокой плотности	HDPE	A	A	A	D	D	C	C
Полиимид (Kapton)		B	B	B	B	B	B	B
Полиметил-метакрилат	PMMA	D	D	D	D	D	D	D
Поликетон	PK (PEEK)	A	A	A	A			C
Полистирол	PS	B	A	A	D	D	D	D
Полисульфон	PSF	A	A	B	D	D	D	D
Полиэтилентерифталат (MYLAR)	PET	A	A	A	C	A	D	D
Полипропилен	PP	A	A	A	B	B	C	D
Полиуретан	PUR	C	C	C	D	D	D	D
Поливинилиден фторид (KYNAR)	PVDF	A	A	A	D	D	A	A
Силикон		A	C	A	D	D	D	D
Винилиден фторид-гексафторпропилен (VITON A)		C	A	A	D	D		A
Металлы								
Алюминий		A	B	B	A	B		B
Медь		B	A	V	A	A		A
Нержавеющая сталь (316)		A	A	B	A	A		A
Титан		B	A	B	A	A		A

Материал	Аббревиатура	Метанол	Этанол	Изопропанол	Ацетон	Метилэтилкетон	Дихлорметан	Хлороформ
Прочие материалы								
Карбон, Графит (например, CFPR*)		A	A	A	A	A		A
Al ₂ O ₃ (оксид алюминия)		A	A	A	A	A		A
SiC (карбид кремния)		A	A	A	A	A		A

*CFPR – Carbon-fiber-reinforced polymer – полимер, упрочненный углеродными волокнами, композиционный материал

Оценки взаимодействия при 20°C

A – отличная стойкость – отсутствие повреждений (реакции) после 30-ти дней выдержки.

B – устойчивая стойкость – после 30-ти дней выдержки повреждения отсутствуют или малы.

C – стойкость от приемлемой до плохой – некоторое взаимодействие после 7-ми дней выдержки.

D – не рекомендуется – может произойти мгновенное повреждение.

Пустая ячейка – отсутствие данных.

ПРИЛОЖЕНИЕ D (ИНФОРМАТИВНОЕ)

ИЗМЕРЕНИЯ ЧИСТОТЫ

D.1 Общие положения

Чистота поверхности может быть определена качественно, путем визуального контроля, или количественно, методами прямого или косвенного измерения. Для косвенных измерений загрязнения экстрагируются с поверхности.

D.2 Визуальный контроль

Путем визуального контроля можно определить изначальный уровень чистоты. Если на этой стадии будут обнаружены загрязнения, то более тщательные и дорогие процессы измерения чистоты можно отложить, пока поверхность не будет подвергнута предварительной очистке.

С помощью визуального контроля можно обнаружить флуоресцентные загрязнения благодаря использованию источника обычного света или ультрафиолета. Наблюдение загрязнений можно облегчить, применяя увеличительное стекло (лупу) или цифровой микроскоп.

Для определения молекулярных загрязнений могут применяться другие визуальные методы, например, метод разрыва водной пленки, или измерения угла смачивания. Формирование капель и большие углы смачивания могут свидетельствовать о наличии органических загрязнений. Хотя большой угол смачивания обычно является указанием на наличие остаточных загрязнений, обратное не обязательно справедливо. Соли и следы чистящих агентов могут приводить к получению малых углов смачивания, вводя тем самым в заблуждение.

D.3 Прямые измерения чистоты поверхности

Прямое обследование поверхности возможно в ситуациях, когда имеется доступ к поверхности. Изучаемая поверхность подносится к измерительному оборудованию, или же портативные приборы доставляют к поверхности. Возможные методы измерения более детально представлены в пункте D.5 и стандарте ИСО 14644-10:2013.

D.4 Косвенные измерения чистоты поверхности путем экстракции

В случае, если измерения невозможно провести на поверхности исследуемого объекта, могут применяться методы экстракции. Прямой анализ может быть затруднен для объектов со сложной структурой, имеющих слепые отверстия; если исследуемые загрязнения присутствуют в виде смесей и должны быть предварительно разделены; для объектов, размеры которых не позволяют произвести измерения имеющимся оборудованием.

D.4.1 Методики экстракции

В процессе экстракции могут использоваться химические реактивы, нагревание и усилие. Экстракция может производиться непосредственно с поверхности субстрата или включать отделение загрязнения или анализ протирачного материала (салфетки или тампона). Обоснование выбора способа сбора пробы и экстракции должно быть задокументировано.

Следует описать методику отбора пробы. Области поверхности, выбранные для экстракции, должны

включать трудные для очистки участки (например, глухие отверстия или швы). Количество загрязнителя, собранное с поверхности объекта, должно быть достаточным для анализа. Область, с которой проводится отбор пробы, должна быть представительной для всей поверхности объекта в целом и разнообразия составляющих её материалов.

В случае, если необходима экстракция определенного загрязнителя, возможно применение одного экстрагирующего агента. Как правило, необходимо использовать как минимум два экстрагирующих агента, что связано с разной полярностью загрязнений. Даже в случае экстракции частиц, из-за того, что они удерживаются как физическими, так и химическими силами, может потребоваться использование нескольких различных экстрагирующих агентов.

При выборе растворителя для экстракции следует учесть целый ряд факторов, которые требуется задокументировать. Примерами таких факторов являются чистота растворителя, параметры растворимости,

смачиваемость (поверхностное натяжение, вязкость) и совместимость с материалом субстрата, тампона или салфетки.

D.4.2 Экстракция с поверхности объекта

Необходимо определить методики отбора пробы и экстракции.

Экстракция с поверхности объекта должна сочетать процесс отделения потенциальных загрязнений со всех участков объекта и химические реактивы без возникновения проблем с совместимостью материалов, т.е. без нанесения значительных повреждений объекту. Группа, проводящая валидацию, должна определить и задокументировать любые случаи значительного повреждения объекта.

D.4.3 Экстракция с протирачного материала

Отбор проб и экстракция могут показывать варьирующиеся результаты. Салфетки и тампоны могут содержать материалы, потенциально влияющие на

Новости GMP

Читайте
отраслевой журнал «Новости GMP»
Интересуйтесь
новостями фармацевтической отрасли
Подписывайтесь
– на бесплатную email рассылку новостей
– на журнал «Новости GMP» бесплатно, включая доставку
Присылайте материалы
для публикации на наших информационных ресурсах



www.gmpnews.ru

процесс. Поэтому следует задокументировать контрольные испытания (тампоны и салфетки подвергаются данной методике экстракции).

D.5 Методы измерения

D.5.1 Введение

Данный раздел представляет собой обзор наиболее важных методов определения концентрации частиц и химических загрязнений. Более полный список приводится в стандартах ИСО 14644-9:2012 и ИСО 14644-10:2013.

D.5.2 Методы измерения для частиц

D.5.2.1 Визуальный контроль

Для объектов, которые не требуют высокого уровня чистоты, возможен визуальный контроль. Качество осмотра можно повысить, используя импульсное освещение или ультрафиолетовую лампу. В идеальных условиях возможно наблюдение частиц размером более 25 мкм. Минимальный размер определяемых частиц существенно увеличивается при наличии шероховатости поверхности. Так как обнаружение частиц зависит от наблюдательных способностей оператора, эта методика может считаться только полуколичественной.

D.5.2.2 Оптическая микроскопия

Оптические микроскопы используются для измерения частиц размером более 1 мкм. Для прямого измерения частиц на поверхности часто применяются микроскопы с автоматическим предметным столиком, системой автофокусировки и/или с применением задней подсветки. Такая система позволяет делать серию снимков последовательных участков поверхности. Таким образом можно провести измерения для большей области поверхности и провести оценку чистоты при низких концентрациях частиц на поверхности.

При косвенных измерениях микроскоп применяется для определения концентрации частиц на материале фильтра.

D.5.2.3 Системы с боковым, угловым и скользящим источниками света

В оптической микроскопии изображение поверхности с нужным увеличением снимается цифровой камерой. При использовании наклонного освещения лучи света идут параллельно поверхности и структурные особенности поверхности освещены незначительно, при этом свет, рассеиваемый частицами, фиксируется камерой. Такой подход известен под названием метода темного поля. Этот метод позволяет определять частицы на грани разрешения на относительно больших областях поверхности. При этом информация о размере частиц получается ненадежной, так как количество рассеянного света зависит как от размера частиц, так и от показателя преломления. Наименьший размер детектируемых частиц определяется шероховатостью поверхности.

D.5.2.4 Сканирующая электронная микроскопия (SEM)

Сканирующий электронный микроскоп позволяет определять очень маленькие частицы (от 10 нм). На образец, находящийся в вакууме, воздействует пучок электронов. Детектируются вторичные электроны. Частицы наименьшего размера могут быть определены только при большом увеличении. В таких условиях глубина фокуса позволяет получать изображение поверхности с небольшой шероховатостью в очень узком поле зрения. Поэтому измерения чистоты поверхности при помощи электронной микроскопии ограничено высокими классами SCP.

D.5.2.5 Оптическое измерение частиц

Косвенные методы измерения подразумевают перенос частиц в воздух, газы или жидкости с последующим их подсчетом при помощи оптических методов. Частицы, присутствующие в среде-носителе, проходя через лазерный луч, вызывают рассеяние света, которое регистрируется фотодетекторами и анализируется.

Эквивалентный размер частицы определяется по интенсивности рассеянного света. В воздухе и газах возможно измерение частиц размером более 100 нм при помощи счетчиков частиц. Для измерения высоких концентраций может применяться сканирующий анализатор частиц по их подвижности (SMPS – *Scanning Mobility Particle Sizer*). Если требуется измерение только концентрации частиц, может применяться счетчик ядер конденсации (CPC – *Condensation Particle Counter*). Анализируемый воздух проходит через насыщенный парами (воды, спирта) газ. Пары конденсируются на частицах, облегчая их детектирование. Возможно измерение частиц размером 5 нм и более. Информация о размере частиц теряется.

Также возможно оптическое измерение частиц в жидкости. Существует измерительное оборудование для измерения частиц размером более 50 нм.

D.5.2.6 Измерение частиц по затуханию света

В обоих методах измерения частиц (затухание и рассеивание) изменение интенсивности света улавливается детектором и преобразуется в электрический сигнал. Измерение по затуханию света применимо для частиц размером более 1 мкм. В этом методе детектор направлен непосредственно на источник света, измеряя размер «тени» частиц при ее прохождении через луч.

D.5.2.7 Сканирование поверхности с измерением рассеянного света

Сканеры рассеянного света в особенности актуальны для анализа поверхностей, имеющих предельно малую шероховатость (кремниевые пластины, стекло). Фокусированный лазер сканирует поверхность объекта под определенным углом. Свет, отражаемый непосредственно поверхностью, направляется в ловушку и, таким образом, устраняется из рассмотрения. Частицы на поверхности приводят к диффузному рассея-

нию лазерного луча. Рассеянный свет регистрируется фотоумножителем и усиливается. По интенсивности рассеянного света можно делать выводы о размере и расположении частиц. Размер частиц при этом часто выражается как диаметр эквивалентной сферы. Предел обнаружения метода пряжка 0,05 мкм. Так как анализу может быть подвергнута достаточно большая площадь, метод применим для низких SCP классов.

D.5.2.8 Анализ при помощи атомно-силовой микроскопии (AFM)

Атомно-силовой микроскоп – это вид сканирующего микроскопа с очень высоким разрешением. Его разрешение в доли нанометра более чем в 1000 раз превышает предел, налагаемый оптической дифракцией. Атомно-силовой микроскоп состоит из микроконсоли с остроконечным зондом на конце, который используется для сканирования образца поверхности.

Этот метод применим только для небольших участков поверхности (100 x 100 мкм), при этом частицы размером более 1 мкм не могут быть измерены корректно. Так как анализируемая область мала, сложно выбрать представительный участок для анализа.

D.5.3 Методы измерения для химических загрязнений

D.5.3.1 Основные положения

В данном разделе описаны методы измерения химических загрязнений. Более подробная информация содержится в стандарте ИСО 14644-10:2013.

Большинство методов измерения химических загрязнений применимы для углеводородов. В данном разделе рассматривается группа методов, которые либо могут применяться непосредственно на исследуемой поверхности (прямое измерение), либо после экстракции загрязнений (косвенные методы). Большинство прямых методов можно применять и для косвенных измерений.

D.5.3.2 Прямые измерения

D.5.3.2.1 Масс-спектрометрия вторичных ионов (SIMS)

Масс-спектрометрия применяется для измерения отношения массы к заряду и относительного содержания вторичных ионов, испускаемых образцом после бомбардировки ионами. Это количественный метод с использованием стандартных материалов, характеризующий следовые загрязнения на поверхностях, тонких пленках, многослойных структурах и границах раздела.

SIMS часто комбинируют с времяпролетным методом (TOF-SIMS) для анализа массы.

D.5.3.2.2 Рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением (TXRF)

Рентгеновский спектрометр измеряет распределение по энергии флуоресцентных рентгеновских лучей, излучаемых поверхностью после воздействия на нее первичным рентгеновским излучением в условиях

полного отражения. TXRF позволяет получить качественный элементный состав неизвестных образцов, определять металлические загрязнения на полупроводниковых пластинах и соотношения компонентов для бинарных тонких пленок.

D.5.3.2.3 Инфракрасная спектроскопия с фурье-преобразованием (FTIR)

Измерение инфракрасного спектра поглощения при помощи спектрометра. Применяется для определения химической структуры органических соединений, пленок, частиц, порошков, жидкостей. Возможны количественные измерения с использованием стандартов.

D.5.3.3 Гравиметрия

Гравиметрия – метод, применяемый для косвенных измерений очень малых количеств вещества. Крупницы вещества с поверхности испытуемого объекта переносятся в газ или жидкость, которые затем фильтруются. Увеличение массы фильтра (изменение массы) является стандартом для чистоты поверхности по концентрации частиц. Предел измерения лежит на уровне порядка 0,1 мг на один фильтр. Поэтому такой метод может применяться только для высоких классов SCP.

Для улучшения пределов измерения могут применяться кварцевые микровесы.

D.5.3.4 Косвенные измерения

D.5.3.4.1 Основные положения

Косвенный метод – это сочетание экстракции и анализа.

D.5.3.4.2 Растворение в растворителе-газовая хроматография/масс-спектрометрия (SD-GC/MS)

Загрязнения, находящиеся на поверхности, растворяются с использованием подходящего растворителя. Порция растворителя анализируется при помощи газовой хроматографии/масс-спектрометрии. Этот метод позволяет идентифицировать состав и количества органических загрязнений на поверхности.

D.5.3.4.3 Термическая десорбция-газовая хроматография/масс-спектрометрия (TD-GC/MS)

В данном методе загрязнения термически десорбируются с поверхности и концентрируются в абсорбционной колонне. Концентраты затем направляются в газовый хроматограф, снабженный масс-спектрометром. Метод может применяться для анализа следов органических соединений, анализа загрязнений, например, на кремниевых пластинах.

D.5.3.4.4 Растворение в растворителе-высокоэффективная жидкостная хроматография (SG-HPLC)

Загрязнения растворяются в подходящем растворителе и анализируются при помощи хроматографа методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. При этом происходит разделение и анализ компонентов. ■